



UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE CATALUNYA
BARCELONATECH

Escola d'Enginyeria de Barcelona Est

TREBALL FI DE GRAU

Grau en Enginyeria Química

**DESENVOLUPAMENT I ASSAIG DE NOUS MATERIALS
POLIMÈRICS CONDUCTORS EN FORMAT MULTICAPA:
APLICACIÓ A LA FABRICACIÓ D'UN SENSOR PER A LA DETECCIÓ
SIMULTÀNIA DE DOPAMINA I SEROTONINA**



Memòria i Annexos

Autor: Marc VENDRELL I AHEDO
Directora: Núria BORRÀS CRISTÒFOL
Convocatòria: Gener 2019

Resum

La finalitat d'aquest projecte ha estat verificar la validesa d'un sensor multicapa de polímers per a la detecció de dopamina (DA) i serotonina (5-HT). La tricapa emprada s'ha generat per electrodeposició de poli-3,4-etilendioxitiofè (PEDOT), poli-N-metilpirrol (PNMPy) i PEDOT, en aquest ordre.

En primer lloc, s'han recollit dades experimentals del sensor a l'hora de detectar dopamina en dissolució. A partir dels valors obtinguts, se n'ha confirmat la capacitat per detectar concentracions de DA compreses entre els 0-100 μ M.

A continuació, s'han realitzat proves de detecció de serotonina en dissolució. En base al comportament observat a les dades recollides, ha estat necessari modificar el mètode experimental fins a obtenir resultats satisfactoris. Finalment, s'ha pogut confirmar la capacitat del nou sensor proposat per detectar concentracions de 5-HT compreses entre els 0-100 μ M.

La darrera casuística assajada ha estat la detecció simultània de DA i 5-HT. S'ha utilitzat la versió revisada del sensor, fruit de les modificacions comentades a l'apartat anterior. Amb les dades recollides de les diferents bateries de proves s'ha confirmat la validesa del sensor per detectar concentracions de DA i 5-HT compreses entre els 0-100 μ M.

Prenent els resultats obtinguts als apartats anteriors s'ha conclòs que és possible generar un sensor PEDOT/PNMPy/PEDOT que permeti la detecció quantitativa i qualitativa de dopamina i serotonina.

Resumen

La finalidad de este proyecto ha sido verificar la validez de un sensor multicapa de polímeros para la detección de dopamina (DA) y serotonina (5-HT). La tricapa utilizada se ha generado por electrodeposición de poli-3,4-etilendioxitiofeno (PEDOT), poli-N-metilpirrol (PNMPy) y PEDOT, en este orden.

En primer lugar, se han recabado datos experimentales sobre la detección de dopamina en disolución. Con los valores obtenidos se ha confirmado la capacidad para detectar concentraciones de DA entre los 0-100 μ M.

A continuación, se han realizado pruebas de detección de serotonina en disolución. Analizados los valores recogidos, ha sido necesario modificar el método experimental hasta obtener resultados satisfactorios. Finalmente, se ha podido confirmar la capacidad del nuevo sensor propuesto para detectar concentraciones de 5-HT entre los 0-100 μ M.

La última casuística trabajada ha sido la detección simultánea de DA y 5-HT. Se ha utilizado la versión revisada del sensor, fruto de las modificaciones comentadas en el punto anterior. Con los datos recogidos de las diferentes baterías de pruebas se ha confirmado la validez del sensor para detectar concentraciones de DA y 5-HT entre los 0-100 μ M.

Tomando los resultados obtenidos se ha concluido que es posible generar un sensor PEDOT/PNMPy/PEDOT que permita la detección cuantitativa y cualitativa de dopamina y serotonina.

Abstract

The purpose of this project has been to verify validity of a multilayer polymer sensor to detect dopamine (DA) and serotonin (5-HT). Tri-layer was generated by electrodeposition of poly-3,4-ethylenedioxythiophene (PEDOT), poly-N-methylpyrrole (PNMPy) and PEDOT, in this order.

First, experimental data about dopamine in solution have been collected. Obtained values have confirmed the ability to detect DA concentrations between 0-100 μ M.

Next, serotonin in solution tests has been performed. Analyzing collected values, it was necessary to modify the experimental method until obtaining satisfactory results. Finally, it has been possible to confirm the capacity of the proposed new sensor to detect 5-HT concentrations between 0-100 μ M.

The last casuistry has been the simultaneous detection of DA and 5-HT. Revised version of the sensor has been used, as a result of discussed modifications in the previous point. Data collected from different test has confirmed the validity of the sensor to detect concentrations of DA and 5-HT between 0-100 μ M.

Taking the results obtained it has been concluded that it is possible to generate a PEDOT/PNMPy/PEDOT sensor that allows quantitative and qualitative detection of dopamine and serotonin.



Agraïments

En primer lloc, el meu agraïment a l'Escola d'Enginyeria de Barcelona Est (EEBE) per proporcionar-me els recursos necessaris (equips, reactius, instrumental, instal·lacions, etc.) per realitzar aquest projecte.

En segon lloc, agraeixo especialment a la meva tutora del TFG, Núria Borràs, els consells i el suport proporcionats durant els mesos de realització del present treball; a la professora Margarita Sánchez per l'ajuda tècnica rebuda; i als companys de laboratori Brenda Molina i Miquel Oliveras pels consells i l'ajut a l'hora de realitzar les proves experimentals.

En darrer lloc, dono les gràcies a amics i familiars, especialment als meus pares Àngels Ahedo i Pere Vendrell, a la meva parella Ariadna Flaqué i a la seva mare Adelaida Espauella pel suport ofert durant aquests mesos i l'ajut proporcionat en la realització d'aquest document.



Glossari

5-HT: Serotonina

5-HTP: 5-hidroxitriptòfan

A: Ampers

CA: Cronoamperometria (Chronoamperometry)

CE: Contra-elèctrode (Control electrode)

CV: Ciclovoltamperometria (Cyclicvoltammetry)

DA: Dopamina

EDOT: 3,4-etilendioxitiofè

EEBE: Escola d'Enginyeria Besòs Est

LEA: Pèrdua d'electroactivitat (Less of electroactivity)

NMPy: N-metilpirrol

PBS: Tampó fosfat salí (phosphate buffered saline)

PDMS: Polidimetilsiloxà

PE: Polietilè

PEDOT: Poli-3,4-etilendioxitiofè

PET: Polietilentereftalat

PM: Pes molecular

PNMPy: Poli-N-metilpirrol

PP: Polipropilè

PVC: Policlorur de vinil

RE: Elèctrode de referència (Reference electrode)

UPC: Universitat Politècnica de Catalunya

V: Volts

WE: Elèctrode de treball (Working electrode)



Índex

RESUM	I
RESUMEN	II
ABSTRACT	III
AGRAÏMENTS	V
GLOSSARI	VII
1. PREFACI	1
1.2. Origen del treball	1
1.3. Motivació	1
1.4. Requeriments previs.....	2
2. INTRODUCCIÓ	3
2.1. Objectius del treball.....	3
2.2. Abast del treball	4
3. FONAMENT TEÒRIC	5
3.1. Els polímers	5
3.1.1. Classificació.....	6
3.1.2. Estructura	8
3.1.3. Polimerització i electropolimerització.....	9
3.1.4. Propietats	10
3.2. Substàncies estudiades.....	11
3.2.1. Polietilèndioxitiòfè (PEDOT)	11
3.2.2. Poli-N-metilpirrol (PNMPy)	12
3.2.3. Dopamina (DA)	13
3.2.4. Serotonina (5-HT)	14
4. TÈCNiques DE CARACTERITZACIÓ	15
4.1. Ciclovoltamperometria (CV)	15
4.1.1. Ciclovoltamperometria de control.....	16
4.2. Cronoamperometria (CA)	17
5. MATERIALS I REACTIUS	18
5.1. Reactius	18
5.1.1. 3,4-etilèndioxitiòfè (EDOT).....	18



5.1.2.	N-metilpirrol (NMPy)	18
5.1.3.	Acetonitril.....	19
5.1.4.	Perclorat de liti.....	19
5.1.5.	Clorur de sodi	19
5.1.6.	Clorur de potassi	20
5.1.7.	Fosfat disòdic	20
5.1.8.	Dihidrogen fosfat de potassi.....	20
5.1.9.	Aigua desionitzada	21
5.1.10.	Etanol	21
5.1.11.	Acetona	21
5.1.12.	Nitrogen	22
5.2.	Dispositius i instrumental	22
5.2.1.	Potenciostat (Autolab).....	22
5.2.2.	Cel·la electrolítica.....	23
5.2.3.	Elèctrode de treball (WE).....	25
5.2.4.	Contra-elèctrode (CE)	25
5.2.5.	Elèctrode de referència (RE)	26
5.2.6.	Instrumental de laboratori.....	27
6.	MÈTODE EXPERIMENTAL	28
6.1.	Preparació de l'electròlit: EDOT 10mM	28
6.1.1.	Material.....	28
6.1.2.	Procediment.....	28
6.1.3.	Configuració programa NOVA 2.1	29
6.2.	Preparació de l'electròlit: NMPy 10 mM.....	30
6.2.1.	Material.....	30
6.2.2.	Procediment.....	30
6.2.3.	Configuració programa NOVA 2.1	31
6.3.	Preparació de la solució de perclorat de liti.....	32
6.3.1.	Material.....	32
6.3.2.	Procediment.....	32
6.4.	Preparació de la solució PBS 0,1M	33
6.4.1.	Material.....	33
6.4.2.	Procediment.....	33
6.5.	Condicionament del WE	34
6.5.1.	Material.....	34
6.5.2.	Procediment.....	34

6.6.	Generació de la tricapa polimèrica.....	35
6.6.1.	Material	35
6.6.2.	Procediment	35
6.6.3.	Configuració programa NOVA 2.1.....	37
6.7.	Preparació de solució stock DA 1mM.....	39
6.7.1.	Material	39
6.7.2.	Procediment	39
6.8.	Preparació de solució stock 5-HT 1mM.....	40
6.8.1.	Material	40
6.8.2.	Procediment	40
6.9.	Detecció de dopamina (DA).....	41
6.9.1.	Material	41
6.9.2.	Procediment	41
6.9.3.	Configuració programa NOVA 2.1.....	42
6.10.	Detecció de serotonina (5-HT).....	44
6.10.1.	Material	44
6.10.2.	Procediment	44
6.10.3.	Configuració programa NOVA 2.1.....	45
6.11.	Determinació límit de detecció DA.....	47
6.11.1.	Material	47
6.11.2.	Procediment	47
6.11.3.	Configuració programa NOVA 2.1.....	48
6.12.	Determinació límit de detecció 5-HT.....	50
6.12.1.	Material	50
6.12.2.	Procediment	50
6.12.3.	Configuració programa NOVA 2.1.....	51
6.13.	Detecció de dopamina i serotonina simultàniament.....	53
6.13.1.	Material	53
6.13.2.	Procediment 1 ([DA]=[5-HT])	53
6.13.3.	Procediment 2 ([DA]=cnt; [5-HT]≠cnt)	54
6.13.4.	Procediment 3 ([DA]≠cnt; [5-HT]=cnt)	55
6.13.5.	Configuració programa NOVA 2.1.....	56
6.14.	Neteja del material	57
7.	ANÀLISI DE RESULTATS	58
7.1.	Verificació solucions generadores	58
7.2.	Envelliment de l'elèctrode	59

7.3. Detecció de dopamina (DA).....	62
7.4. Detecció de serotonina (5-HT)	67
7.5. Detecció de DA i 5-HT simultàniament	78
7.5.1. Concentracions iguals de DA i 5-HT	78
7.5.2. Concentració de DA constant	84
7.5.3. Concentració de 5-HT constant	88
8. ANÀLISI DE L'IMPACTE AMBIENTAL	92
CONCLUSIONS	93
ANÀLISI ECONÒMICA	99
BIBLIOGRAFIA	106
ANNEX A. INDICACIONS DE SEGURETAT DELS REACTIUS	111
A1. 3,4-etilendioxitiòfè (EDOT)	111
A2. N-metilpirrol (NMPy)	112
A3. Acetonitril	113
A4. Perclorat de liti.....	114
A5. Clorur de sodi.....	115
A6. Clorur de potassi.....	116
A7. Fosfat disòdic	117
A8. Dihidrogen fosfat de potassi.....	118
A9. Etanol	119
A10. Acetona	120
A11. Nitrogen	121

1. Prefaci

L'estudi del projecte i la investigació duta a terme en aquest Treball Final de Grau (TFG) han sorgit del personal docent i investigador de l'Escola d'Enginyeria de Barcelona Est (EEBE) de la Universitat Politècnica de Catalunya (UPC).

1.2. Origen del treball

Aquest projecte parteix dels treballs d'investigació realitzats pel Departament d'Enginyeria Química de la UPC, més concretament de les línies de recerca del grup IMEM (Innovació en Materials). Aquest grup centra la seva activitat investigadora i de transferència de tecnologia en el desenvolupament de nous materials polimèrics, tant a nivell experimental com mitjançant tècniques de simulació computacional.

L'estudi de nous materials que realitza aquest equip comprèn diverses fases que van des de la síntesi (mitjançant processos de polimerització químics i electroquímics), passant per la caracterització de les seves propietats (físiques, estructurals, químiques i electroquímiques), l'optimització dels polímers i les seves propietats i el desenvolupament de models per a simular el comportament de sistemes moleculars i macromoleculars [1].

Finalment, a causa que les aplicacions dels nous polímers se centren fonamentalment en dispositius biomèdics, entre d'altres, es realitzen estudis d'interacció entre els materials polimèrics desenvolupats i els sistemes biològics. És en aquest punt on es troba l'origen de la investigació realitzada en aquest Treball Final de Grau [1].

1.3. Motivació

Amb l'objectiu d'oferir una formació més completa als estudiants de la UPC en el camp de la investigació, aquesta universitat ofereix, periòdicament, la possibilitat de realitzar diferents tipus de projectes finals de carrera enfocats a l'experimentació i a la recerca. Aquest fet esdevé una gran oportunitat per a l'estudiant per a manipular en primera persona instrumental avançat de laboratori, adquirir coneixements i analitzar i discutir resultats experimentals rellevants. A més, també aporta una visió realista del que significa desenvolupar un projecte d'investigació.

1.4. Requeriments previs

Aquest treball pren com a punt de partida la investigació realitzada per Georgina Fabregat, Elain Armelin i Carlos Alemán “Detecció selectiva de dopamina amb combinació multicapa de polímers conductors amb nanopartícules d’or” [2].

Les diferents proves i actuacions portades a terme durant el projecte s’han basat en els mateixos criteris que s’apliquen en la investigació comentada anteriorment. De la mateixa manera, ha estat necessari un aprofundiment en els coneixements sobre els materials polimèrics, la seva síntesi i la combinació multicapa de polímers.

2. Introducció

En aquest projecte es treballa en la síntesi electroquímica d'un sensor multicapa de polímers conductors per a la detecció, tant quantitativa com qualitativa, de dopamina (DA) i serotonina (5-HT). En base a la investigació mencionada al prefaci, els polímers emprats seran el polietiledioxitiofè (PEDOT) i el poli-N-metilpirrol (PNMPy).

Posteriorment, es realitzen proves experimentals per a determinar la sensibilitat i la precisió dels sensors sintetitzats per a cadascuna de les substàncies. D'aquesta manera es pretén ampliar l'estudi realitzat amb la dopamina [2] amb una altra substància: la serotonina.

2.1. Objectius del treball

Amb la finalitat de realitzar un treball d'investigació rigorós i assegurar que els resultats obtinguts, a partir de les dades experimentals recollides, siguin fiables s'estableixen els següents objectius:

- Preparar i verificar les solucions electrolítiques que s'utilitzaran per a generar les diferents capes de polímers sobre l'elèctrode de treball.
- Generar la tricapa del sensor i comprovar que el seu estat sigui correcte.
- Preparar adequadament la solució tampó fosfat salí (PBS, de l'anglès *phosphate buffered saline*) i les solucions stock 10 mM de DA i 5-HT per a les proves experimentals amb el sensor.
- Obtenir dades experimentals relatives a la detecció de dopamina i serotonina en dissolució a diferents concentracions, per separat.
- Processar els valors obtinguts per a determinar la pèrdua d'electroactivitat (LEA) dels sensors, així com per a ajustar un model de regressió lineal i obtenir el límit de detecció, per a cada compost.
- Obtenir dades experimentals relatives a la detecció de dopamina i serotonina en dissolució a diferents concentracions, simultàniament.
- Processar els nous valors obtinguts i comparar el comportament observat amb el de la detecció de les dues substàncies per separat fet anteriorment.
- Comprovar si els valors obtinguts, per a la detecció de dopamina, coincideixen amb els de l'estudi de referència.
- Determinar si el sensor proposat per l'estudi existent també és viable per a la detecció i quantificació de serotonina.

2.2. Abast del treball

Aquest treball segueix la línia existent de les investigacions de l'IMEM sobre l'aplicació i l'optimització de polímers conductors.

A més, la forta relació entre les propietats d'aquests polímers i la seva utilitat amb dispositius biomèdics pot suposar un punt de partida per a futures línies de recerca com ara:

- L'ampliació a d'altres compostos detectables d'interès
- La millora dels límits de detecció actuals
- Un augment de la precisió dels resultats
- Un increment del rang de mesura de concentracions
- Entre d'altres...

3. Fonament teòric

Per a la realització d'aquest projecte ha estat necessari adquirir una base de coneixements sobre els polímers. Per aquest motiu, en aquest apartat, es pretén proporcionar els coneixements suficients per a obtenir una visió, de caire general, que permeti comprendre tant la naturalesa dels polímers, els diferents tipus i les seves possibles classificacions, així com la seva síntesi, les seves propietats i les possibles aplicacions.

3.1. Els polímers

Els polímers són substàncies amb un alt pes molecular formades per unitats estructurals més petites anomenades monòmers, els quals es van repetint i entrellaçant entre sí formant llargues cadenes que, per mitjà de les forces de Van der Waals, ponts d'hidrogen o interaccions hidrofòbiques, es poden unir entre elles per a formar macromolècules. [3]

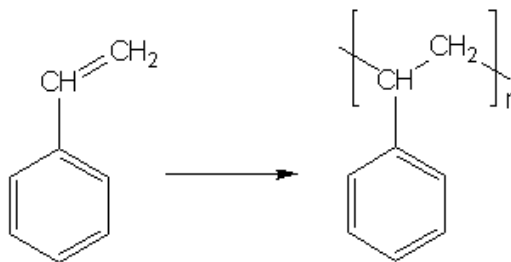


Figura 1. L'estirè (monòmer), en unir-se en cadena, genera el poliestirè (polímer)

Una de les característiques principals dels polímers és que la cadena central està formada per àtoms de carboni enllaçats per enllaços covalents. Tot i així, és possible trobar polímers on l'àtom central no sigui el carboni, com ara la dimeticona. De la mateixa manera, existeixen polímers units per enllaços diferents al covalent, com ara l'enllaç iònic o el metàl·lic.

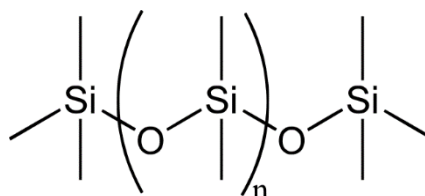


Figura 2. La dimeticona o polidimetilsiloxà (PDMS) no està formada per àtoms de carboni

3.1.1. Classificació

Existeixen gran varietat de polímers, ja siguin artificials/sintètics (com per exemple el polietilè (PE), el policlorur de vinil (PVC), ...) o naturals (com ara les proteïnes i els àcids nucleics, els glúcids, la seda, el cautxú,...).

Tot i aquesta primera divisió en funció del seu origen, els polímers es classifiquen en funció dels monòmers que formen la seva estructura. Això permet establir la següent classificació. [3]

- **Homopolímer:** és un polímer derivat d'una sola unitat monomèrica, és a dir, on tots els monòmers que componen la cadena són del mateix tipus. No existeixen restriccions en la síntesi del polímer que impedeixin la formació d'altres tipus de compostos.



On A simbolitza un mateix conjunt d'àtoms enllaçats.

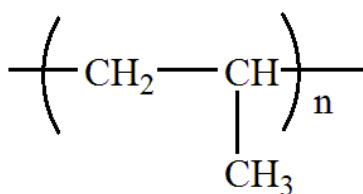


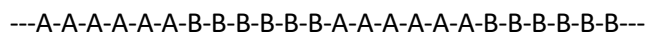
Figura 3. El polipropilè (PP) és un exemple d'homopolímer

- **Copolímer:** és un polímer que deriva de més d'una unitat monomèrica, és a dir, està compost per dos o més tipus de monòmers. L'organització dels diferents monòmers dins de la cadena dona lloc a diversos tipus de copolímers:
 - Copolímers estadístics o aleatoris: són copolímers on la seva seqüència de distribució segueix un ordre aleatori.



On A i B simbolitzen conjunts de diferents àtoms enllaçats.

- Copolímers en bloc: són copolímers lineals on la repetició de les unitats monomèriques només es produeix en seqüències llargues.



On A i B simbolitzen conjunts de diferents àtoms enllaçats.

- Copolímers alternats: són copolímers compostos únicament per dos tipus d'unitats monomèriques que es van alternant.



On A i B simbolitzen conjunts de diferents àtoms enllaçats.

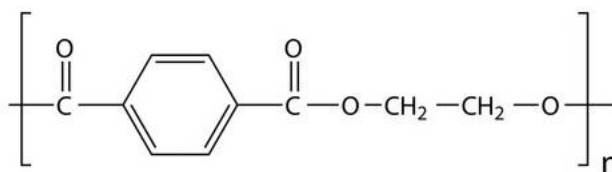


Figura 4. El polietilentereftalat (PET) és un exemple de copolímer alternat. Alterna monòmers d'àcid tereftàlic i etilenglicol.

- Copolímers d'empelt: són polímers ramificats en què les ramificacions corresponen a estructures amb monòmers diferents (B) a la cadena principal (A).

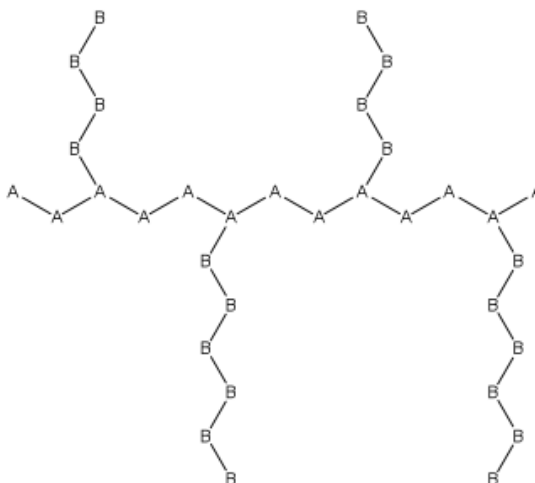


Figura 5. Exemple de com se situarien els diferents monòmers en un copolímer d'empelt

- **Cadenes bifuncionals**: es tracta d'unitats amb dos enllaços actius que permeten unir-se covalentment amb altres estructures monomèriques.
- **Cadenes trifuncionals**: són unitats amb tres enllaços actius capaços de formar estructures tridimensionals. [3], [4]

3.1.2. Estructura

D'altra banda, la diversitat en la morfologia de la cadena dels polímers permet establir també un nou criteri de classificació. [3]

- **Polímers lineals:** formen cadenes senzilles, sense ramificacions, que poden unir-se entre elles per forces de Van der Waals. Solen presentar una major resistència a la deformació mecànica.
- **Polímers cíclics:** la cadena no presenta extrems ja que aquests estan units entre sí. Aquest tipus de polímer presenta propietats diferents a les dels lineals.
- **Polímers ramificats:** la cadena principal està connectada lateralment amb altres cadenes secundàries. Les ramificacions formen part de la cadena principal i no s'han de confondre amb grups laterals.
- **Polímers entrecreuat:** són cadenes lineals que, durant la síntesi o per reaccions químiques irreversibles, s'uneixen transversalment en diferents posicions a través d'enllaços covalents.
- **Polímers en xarxa:** són polímers formats per cadenes lineals trifuncionals (tridimensionals). Són similars als polímers entrecreuat però, tot i així, presenten propietats mecàniques i tèrmiques diferents.
- **Dendrimer:** es tracta d'un polímer amb una alta quantitat de ramificacions.

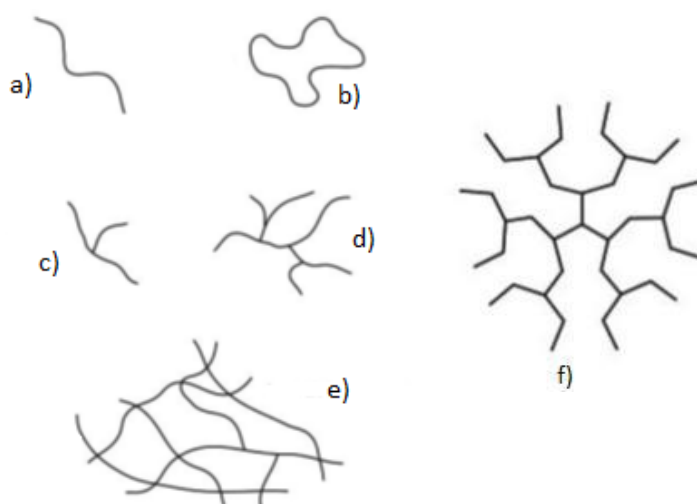


Figura 6. Representació dels principals polímers: a) Lineal. b) Cíclic. c) i d) Ramificat. e) Entrecreuat. f) Dendrimer. [Font [3]]

3.1.3. Polimerització i electropolimerització

La polimerització és el procés de síntesi, a través d'una reacció química, pel qual s'obté un polímer a partir dels seus monòmers. Existeixen diferents tipus de reaccions de polimerització. [4]

- **Polimerització per condensació:** és la formació del polímer a través de reaccions químiques intermoleculars en les quals s'elimina una molècula petita, normalment aigua. El polímer format té un nombre d'àtoms menor al dels monòmers corresponents i, en conseqüència, un pes molecular inferior.
- **Polimerització per addició:** és un procés en el qual els monòmers que reaccionen s'uneixen per donar lloc a una macromolècula de la mateixa forma molecular que el monòmer. En no haver-hi una disminució dels àtoms, com en la polimerització per condensació, el pes molecular resultant és superior al primer cas.

També es pot agrupar la síntesi dels polímers en funció de la naturalesa de les unitats monomèriques:

- **Polimerització per etapes de creixement:** esdevé quan les cadenes de polímer es desenvolupen a causa de la reacció de dues espècies moleculars que no són monòmers. És a dir, quan reacciona un dímer amb un trímer, per exemple.
- **Polimerització per creixement en cadena:** té lloc quan la cadena de polímer creix únicament per interacció dels monòmers amb l'extrem reactiu de la cadena. Aquest tipus de reacció acostuma a necessitar un iniciador. [3]

Un cop explicat de forma general en què consisteix la polimerització, cal introduir el concepte d'electropolimerització, la qual consisteix en dipositar electroquímicament, per oxidació o reducció, una espècie sobre la superfície d'un elèctrode per tal de formar una pel·lícula de polímer.

És un procés ràpid en el qual es fa passar un corrent elèctric a través d'una solució que conté un dissolvent, un electròlit i un monòmer. En aquesta dissolució es posen dos elèctrodes conductors, l'ànode i el càtode, i un elèctrode de referència que serveix per fixar el potencial de treball respecte el seu potencial d'equilibri.

3.1.4. Propietats

La majoria dels polímers són pobres conductors de l'electricitat a causa de l'absència d'electrons lliures capaços de participar en la conducció. Tot i així, existeixen dins de la família dels polímers els anomenats polímers conductors, els quals tenen propietats de conducció del corrent semblants als metalls. La seva conductivitat es regeix per un mecanisme diferent al dels metalls. Aquesta conductivitat es basa en el dopatge i en l'existència de llargues cadenes d'enllaços dobles conjugats que faciliten el moviment dels electrons a través de la cadena polimèrica. [6]

D'altra banda, aquests materials destaquen per presentar altres propietats que els fan molt valuosos per a gran quantitat d'àmbits i aplicacions. A tall d'exemple, algunes de les propietats són:

- Baixa densitat, elevada flexibilitat i de fàcil producció
- Capacitat d'emmagatzemar energia
- Propietats electromecàniques, com ara el canvi de volum i de forma
- Possibilitat de modificar el seu color de forma reversible en aplicar-hi una càrrega elèctrica

Això els converteix en la millor alternativa en aplicacions de camps tan diversos com ara:

- Músculs i nervis artificials
- Bateries recarregables de pes reduït
- Supercondensadors
- Sensors, transductors i actuadors intel·ligents.
- Sistemes d'alliberament de fàrmacs
- Biosensors

Precisament, aquesta darrera aplicació és en la que es basa aquest projecte: la creació d'un biosensor per a la detecció de compostos biològics, concretament dopamina i serotonina.

3.2. Substàncies estudiades

Un cop introduïts els conceptes generals sobre els polímers, és el torn de centrar-se en els components que suposen la base d'aquest projecte. Tal i com s'ha mencionat a la introducció, es pretén generar un sensor constituït per una multicapa polimèrica de PEDOT i PNMPy, la qual tindrà com a objectiu detectar la concentració de dopamina i serotonina de diferents dissolucions.

Així doncs, en aquest capítol s'inclou una breu descripció de cadascuna de les quatre substàncies mencionades anteriorment.

3.2.1. Polietiledioxitiófé (PEDOT)

El poli-3,4-etiledioxitiófé (o PEDOT) és un polímer de color blau fosc produït a partir del seu monòmer 3,4-etiledioxitiófé (o EDOT) de pes molecular (PM) 142,18 g/mol. S'utilitza principalment en dispositius electrònics gràcies a la seva bona resistència a l'oxidació i a la seva elevada conductivitat.

Els seus principals avantatges, així com en d'altres politiofens alcoxisubstituïts, són la capacitat de dopar-se amb major facilitat i tenir una major estabilitat de l'estat conductor. Això es deu a la propietat alliberadora d'electrons del grup alcoxi. [7]

Per altra banda, el PEDOT presenta l'inconvenient de ser molt sensible a la radiació ultraviolada, així com a les temperatures elevades i a la humitat. Per aquest motiu s'acostuma a mesclar amb estabilitzadors i així s'evita la seva ràpida degradació. [8]

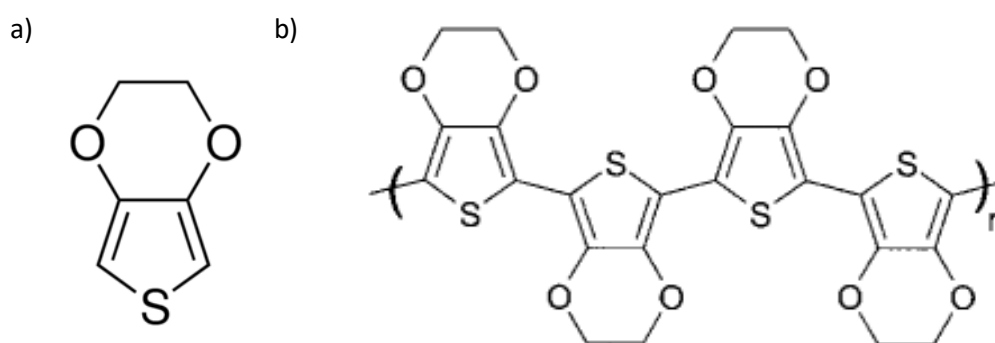


Figura 7. Estructures moleculars: a) EDOT (monòmer). b) PEDOT (polímer). [Font [8]]

3.2.2. Poli-N-metilpirrol (PNMPy)

El poli-N-metilpirrol (o PNMPy) és el polímer obtingut a partir del seu monòmer 1-metilpirrol (o NMPy), de PM 81,12 g/mol. Aquest monòmer és un derivat del pirrol, un anell aromàtic de cinc membres amb un àtom de nitrogen de fórmula molecular C_4H_4NH .

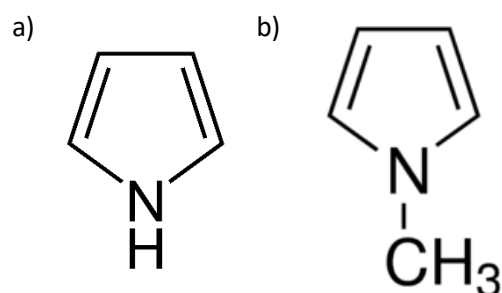


Figura 8. Estructures moleculars: a) Pirrol. b) 1-metilpirrol (NMPy). [Font: [9],[10]]

L'1-metilpirrol o N-metilpirrol s'obté per desprotonació del pirrol mitjançant bases fortes, com ara el butil-liti o l'hidrur de sodi. A continuació, el nucleòfil resultant es tracta amb un electròfil, com el iodur de metil. D'aquesta manera s'enllaça el metil amb la molècula de nitrogen i s'obté la forma molecular $C_4H_4NCH_3$ de l'NMPy.

El PNMPy té una conductivitat inferior que la del PEDOT i les làmines generades de polímer acostumen a tenir una estructura trencadissa. [9]

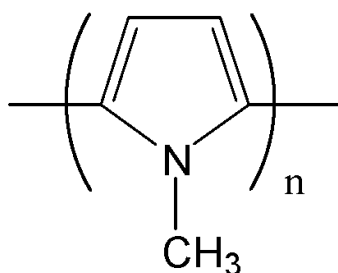


Figura 9. Estructura molecular PNMPy (polímer). [Font: [11]]

3.2.3. Dopamina (DA)

La dopamina o 3,4-dihidroxifenilamina (PM de 153,18g/mol) és un dels neurotransmissors més importants que existeixen al sistema nerviós central dels mamífers. Intervé en la regulació de diverses funcions com la conducta motora, l'emotivitat i l'afectivitat, així com en la comunicació neuroendocrina.

És una catecolamina, com l'adrenalina i la noradrenalina, de manera que no només es troba a les terminacions nervioses, sinó que també circula pel torrent sanguini. Per aquest motiu, a més de considerar-se com a neurotransmissor, també duu a terme funcions de tipus hormonal. [12]

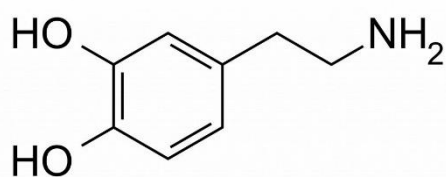


Figura 10. Estructura molecular de la dopamina.

Als éssers vius se sintetitza a partir de l'aminoàcid L-tirosina que, en presència d'oxigen i dels enzims corresponents, es converteix en L-DOPA (L-3,4-dihidroxifenilalanina), la qual s'uneix a un segon enzim i es descarboxila, convertint-se en dopamina. [12]

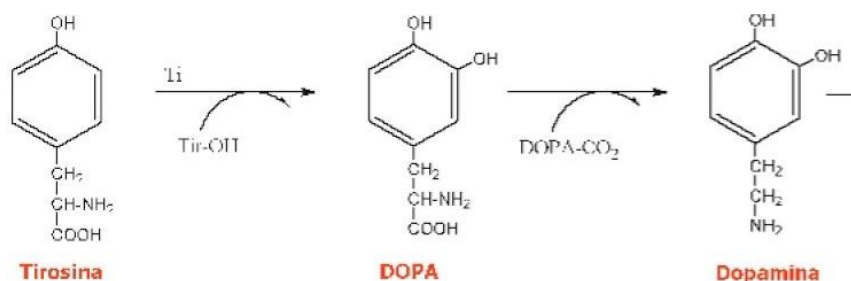


Figura 11. Síntesi de la dopamina a partir de L-tirosina. [Font: [12]]

3.2.4. Serotonina (5-HT)

La serotonina o 5-hidroxitriptamina (PM de 176,215 g/mol) és una amina biògena formada per un anell indòlic i una cadena lateral etilamina. És una substància present tant al regne animal com al vegetal. La seva forma més habitual és com a sal doble de sulfat de creatina i serotonina. Als animals, intervé com a neurotransmissor entre les cèl·lules nervioses i té un paper molt important en la regulació de la son, el dolor, la temperatura corporal, l'estrès, la conducta sexual, l'ovulació, l'aprenentatge i el funcionament del sistema digestiu entèric, és a dir, dels intestins. [13]

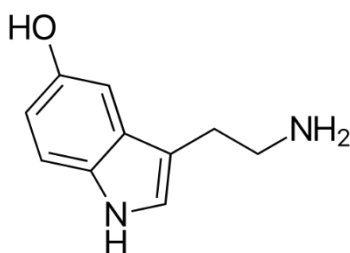


Figura 12. Estructura molecular de la serotonina.

Algunes fruites, com ara els plàtans, contenen gran quantitat de serotonina, malgrat que aquesta no és la font natural d'aquest compost entre els animals. Als mamífers, aproximadament el 90% de la 5-HT es localitza a les cèl·lules dels intestins (on s'encarrega de la mobilitat peristàltica), al voltant d'un 8% es troba a l'interior de les plaquetes de la sang i el 2% restant al sistema nerviós central. És en aquestes localitzacions (excepte a les plaquetes) on se sintetitza.

La serotonina se sintetitza a partir de l'aminoàcid triptòfan. Tal i com s'indica a la figura 13 és necessària la presència de dos enzims per a obtenir 5-HT. El primer afegeix un grup hidroxil al triptòfan i el segon descarboxila el 5-hidroxitriptòfan (5-HTP) per donar la serotonina. [13]

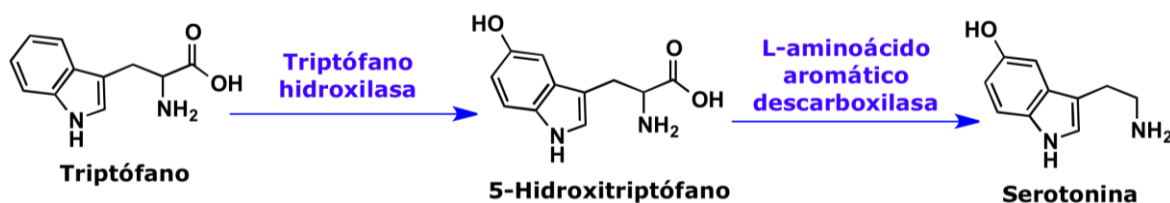


Figura 13. Síntesi de la serotonina a partir de triptòfan. [Font: [13]]

4. Tècniques de caracterització

A l'hora de recollir informació sobre el comportament i les propietats de la tricapa polimèrica proposada en aquest projecte, s'han utilitzat diferents mètodes electroquímics per a la seva determinació.

Els mètodes electroquímics es divideixen en dos grups, estacionaris i transitoris, en funció de si la intensitat de corrent és independent o és funció del temps, respectivament. Dins dels transitoris es distingeixen dos tipus: [16]

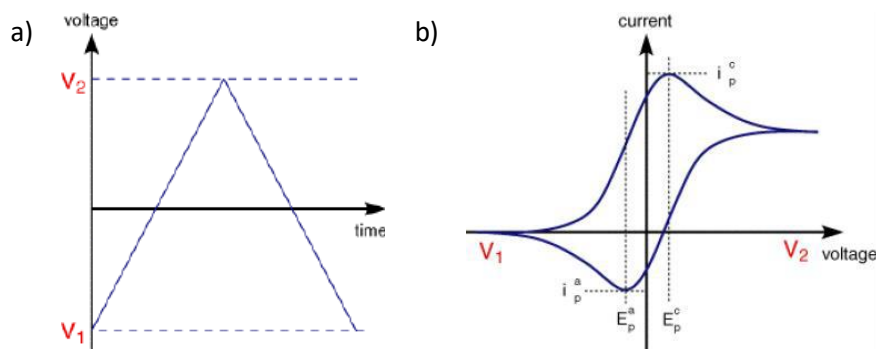
- **Potenciostàtics:** s'aplica un potencial i es pren mesura de la intensitat, que és funció del temps. En aquest grup es troben la voltamperometria cíclica i la cronoamperimetria.
- **Galvanostàtics:** s'aplica una intensitat i es pren mesura del potencial, que és funció del temps. En aquest grup es troba la cronopotenciometria.

Aquestes tècniques de caracterització han proporcionat les dades que, després de ser processades, han permès desenvolupar i ampliar les hipòtesis de treball. A continuació, es descriuen les dues tècniques potenciostàtiques utilitzades al llarg del projecte.

4.1. Ciclovoltamperometria (CV)

La ciclovoltamperometria, o voltamperometria cíclica, (CV) és una de les tècniques més utilitzades ja que permet determinar la concentració de les espècies oxidatives i reductives presents en una mostra, així com el coeficient de difusió i el tipus de mecanisme emprat en la reacció. [17].

Una CV consisteix en aplicar una variació de potencial a l'elèctrode de treball seguint un escombrat lineal triangular. Això implica que, partint d'un potencial inicial V_1 , aquest es vagi augmentant lleugerament fins arribar al seu valor màxim V_2 . Després, un cop assolit V_2 , es disminueix progressivament fins al punt de partida V_1 . [18]



En aquest projecte, la ciclovoltaamperometria s'utilitza, sobretot, per a detectar i quantificar les diferents concentracions de dopamina i serotonina amb les quals es treballarà. A part, també resulta útil a l'hora de sotmetre la tricapa al procés d'envelliment i per a estudiar el comportament del polímer i el seu desgast.

4.1.1. Ciclovoltaamperometria de control

La ciclovoltaamperometria de control és una variant de les CV, on només es realitza un cicle, que s'utilitza per avaluar la qualitat i la puresa d'una solució amb l'electròlit inicial. D'aquesta manera, es pot verificar que no hi ha cap component que s'estigui oxidant i que provoqui errors durant l'electrodeposició del polímer.

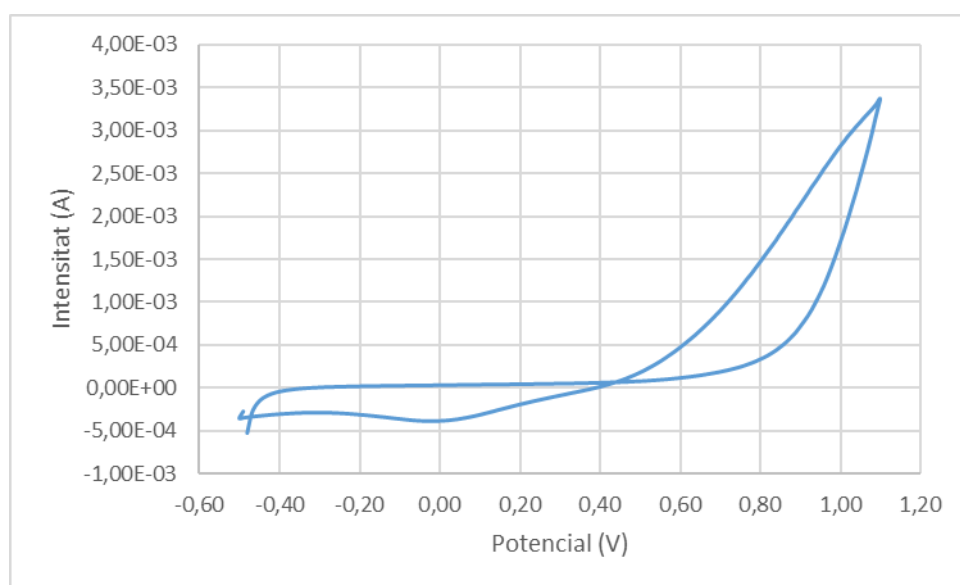


Figura 15. Ciclovoltaamperometria de control. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

Tal i com es pot observar a la Figura 15, no existeixen pics al gràfic. Això significa que no hi ha cap element que s'estigui oxidant en l'electròlit i que la dissolució és apta per a generar el polímer.

4.2. Cronoamperometria (CA)

La cronoamperometria (CA) és una tècnica que permet obtenir, entre d'altres coses, els coeficients de difusió i paràmetres cinètics. També s'utilitza per a generar capes de polímer sobre l'elèctrode. És per aquest darrer motiu que s'utilitza en aquest projecte, ja que s'emprarà per a sintetitzar la tricapa del sensor.

Una CA consisteix en aplicar, a l'elèctrode de treball, un increment del potencial inicial des d'un valor on no es dona cap reacció (normalment 0V) a un valor on les espècies actives reaccionen. [20]

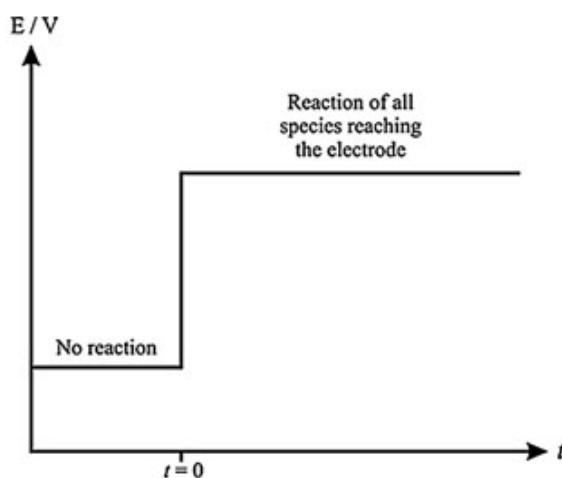


Figura 16. Evolució del potencial en una cronoamperometria. [Font:[20]]

La força impulsora d'aquest procés es basa, principalment, en la difusió. És per aquest motiu que, a mida que avança el temps, i la concentració del monòmer en dissolució va disminuint, la força impulsora també va disminuint fins a ser pràcticament zero.

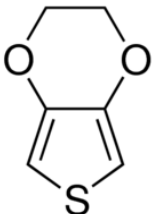
5. Materials i reactius

En aquest apartat es detallen les principals propietats dels reactius utilitzats en el transcurs d'aquest projecte. Als annexos s'inclouen les fitxes de seguretat, amb la informació corresponent a les mesures de seguretat que cal prendre per a la seva correcta manipulació. [21] També es descriu el material de laboratori emprat per a realitzar les diferents proves.

5.1. Reactius

5.1.1. 3,4-etilendioxitiofè (EDOT)

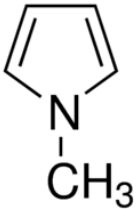
L'EDOT utilitzat és de la marca Sigma-Aldrich, amb una puresa del 97 %. És un líquid de color groguenc utilitzat per generar el polímer (PEDOT) de la tricapa del sensor. És una substància tòxica i nociva. S'ha de conservar al frigorífic a una temperatura propera als 5 °C. D'aquesta manera s'evita que es degradi per excés de temperatura o perquè hi incideixi la llum. [22]

	Nom	Fórmula	Massa Molecular [g/mol]	Densitat (a 20°C) [g/cm ³]
	EDOT	C ₆ H ₆ O ₂ S	142,17	1,331

Taula 1. Propietats fisicoquímiques del 3,4-etilendioxifè a 25°C i 1 atm.

5.1.2. N-metilpirrol (NMPy)

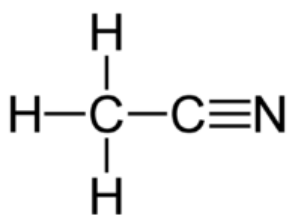
L'1-metilpirrol usat és de la marca Sigma-Aldrich, amb una puresa del 99 %. És un líquid similar a l'EDOT, però de color més marronós. En aquest treball s'utilitza per a generar el polímer (PNMPy) de la tricapa del sensor. És tòxic i també s'ha d'emmagatzemar a la nevera, per a mantenir-lo en un lloc fresc i sense llum. [23]

	Nom	Fórmula	Massa Molecular [g/mol]	Densitat [g/cm ³]
	NMPy	C ₅ H ₇ N	81,12	0,91

Taula 2. Propietats fisicoquímiques de l'1-metilpirrol a 20°C i 1 atm.

5.1.3. Acetonitril

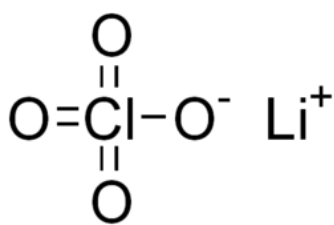
L'acetonitril utilitzat és de la marca Panreac, amb una puresa del 99%. És un dissolvent de polaritat mitjana miscible amb l'aigua. En aquest projecte s'usa per a preparar la solució electrolítica conductora. És una substància altament inflamable i tòxica. [24]

	Nom	Fórmula	Massa Molecular [g/mol]	Densitat [g/cm ³]
	Acetonitril	CH ₃ CN	41,05	0,786

Taula 3. Propietats fisicoquímiques de l'acetonitril a 20°C i 1 atm.

5.1.4. Perclorat de liti

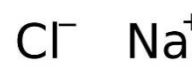
El perclorat de liti emprat és de la marca Sigma-Aldrich, amb una puresa del 99,99%. És una sal inorgànica que s'ha usat per crear el medi conductor, juntament amb l'acetonitril, i formar l'electròlit. Aquesta sal és molt soluble en una gran quantitat de dissolvents i s'utilitza com agent dopant a l'hora de sintetitzar polímers conductors. És de color blanc i és molt oxidant i irritant. Pot ocasionar una explosió. [25]

	Nom	Fórmula	Massa Molecular [g/mol]	Densitat [g/cm ³]
	Perclorat de liti	LiClO ₄	106,39	2,42

Taula 4. Propietats fisicoquímiques del perclorat de liti a 25°C i 1 atm.

5.1.5. Clorur de sodi

El clorur de sodi utilitzat és de la marca Panreac, amb una puresa del 99%. És una sal i s'ha fet servir per a sintetitzar la solució PBS (tampó fosfat salí) on es dissolen la dopamina i la serotonina que ha de detectar el sensor. És de color blanc a temperatura ambient i és inodora. No presenta riscos d'utilització. [26]

	Nom	Fórmula	Massa Molecular [g/mol]	Densitat [g/cm ³]
	Clorur de sodi	NaCl	58,44	2,16

Taula 5. Propietats fisicoquímiques del clorur de sodi a 25°C i 1 atm.

5.1.6. Clorur de potassi

El clorur de potassi usat és de la marca Panreac, amb una puresa del 99-100%. És una sal que, a l'igual que el NaCl, s'ha emprat per a fabricar la solució PBS. És un reactiu de color blanc a temperatura ambient i inodor. La legislació de la Unió Europea classifica la substància com a no perillosa. [27]

	Nom	Fórmula	Massa Molecular [g/mol]	Densitat [g/cm ³]
$K^+ Cl^-$	Clorur de potassi	KCl	74,55	1,98

Taula 6. Propietats fisicoquímiques del clorur de potassi a 25°C i 1 atm.

5.1.7. Fosfat disòdic

El fosfat disòdic utilitzat és de la marca Panreac, amb una puresa del 99%. Es una sal blanca i inodora que s'ha utilitzat en el projecte per a sintetitzar la solució tampó fosfat salí. No es considera una substància perillosa ni s'especifiquen riscos d'ús. [28]

	Nom	Fórmula	Massa Molecular [g/mol]	Densitat [g/cm ³]
$HO-P(=O)(O^-)Na^+$	Fosfat disòdic	Na ₂ HPO ₄	141,96	0,88

Taula 7. Propietats fisicoquímiques del fosfat disòdic a 25°C i 1 atm.

5.1.8. Dihidrogen fosfat de potassi

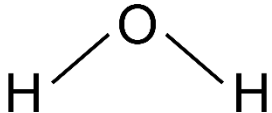
El dihidrogen fosfat de potassi emprat és de la marca Panreac, amb una puresa del 99%. Es tracta d'una sal blanca i inodora amb la que s'ha realitzat la solució PBS durant el projecte. És un producte estable en condicions normals i no presenta riscos ni es considera perillós. [29]

	Nom	Fórmula	Massa Molecular [g/mol]	Densitat [g/cm ³]
$K^+ O^- - P(=O)(OH)_2$	Dihidrogen fosfat de potassi	KH ₂ PO ₄	136,08	2,33

Taula 8. Propietats fisicoquímiques del dihidrogen fosfat de potassi a 20°C i 1 atm.

5.1.9. Aigua desionitzada

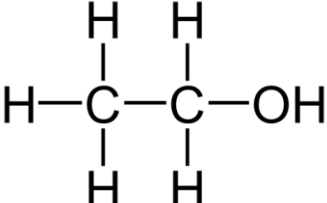
L'aigua desionitzada és un líquid incolor, inodor i transparent. Està tractada de forma que no contingui cap catió ni anió. No suposa cap perill per al medi ambient. En aquest projecte s'ha fet servir per a realitzar la neteja de l'instrumental de laboratori.

	Nom	Fórmula	Massa Molecular [g/mol]	Densitat [g/cm ³]
	Aigua	H ₂ O	18,01	0,997

Taula 9. Propietats fisicoquímiques de l'aigua a 25°C i 1 atm.

5.1.10. Etanol

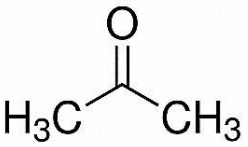
L'etanol utilitzat és de la marca Panreac, amb una puresa del 99 %. És un líquid incolor, miscible en aigua i que s'evapora fàcilment a temperatura ambient. En aquest treball s'ha fet servir per a la neteja del WE, per eliminar possibles restes de polímer. És una substància perillosa, ja que és irritant, inflamable i els seus gasos poden provocar explosions. [30]

	Nom	Fórmula	Massa Molecular [g/mol]	Densitat [g/cm ³]
	Etanol	C ₂ H ₅ OH	46,07	0,789

Taula 10. Propietats fisicoquímiques de l'etanol a 20°C i 1 atm.

5.1.11. Acetona

L'acetona usada és de la marca Scharlab, amb una puresa del 99 %. És un líquid incolor que es dissol en aigua i que s'evapora fàcilment a temperatura ambient. En aquest estudi s'ha fet servir per a realitzar la neteja de l'instrumental de laboratori. És una substància perillosa, ja que és inflamable i irritant. [31]

	Nom	Fórmula	Massa Molecular [g/mol]	Densitat [g/cm ³]
	Acetona	C ₃ H ₆ O	58,08	0,79

Taula 11. Propietats fisicoquímiques de l'acetona a 20°C i 1 atm.

5.1.12. Nitrogen

El nitrogen és un gas que s'ha utilitzat per eliminar l'oxigen a les dissolucions d'electròlit amb les que s'ha de realitzar la generació dels polímers conductors. D'aquesta manera s'eviten interferències per l'oxidació de l'EDOT i de l'NMPy. No es considera una substància perillosa. [32]

$\text{N} \equiv \text{N}$	Nom	Fórmula	Massa Molecular [g/mol]	Densitat [g/cm ³]
	Nitrogen	N ₂	14,01	1,231

Taula 12. Propietats fisicoquímiques del nitrogen a 25°C i 1 atm.

5.2. Dispositius i instrumental

5.2.1. Potenciostat (Autolab)

El potenciostat és l'aparell electrònic amb el que es realitzaran les diferents tècniques de caracterització explicades amb anterioritat (apartat 4). Funciona conjuntament amb un ordinador amb el software NOVA 2.1 instal·lat, en el qual es programa la prova a realitzar i a on es recullen les mesures de totes les variables.

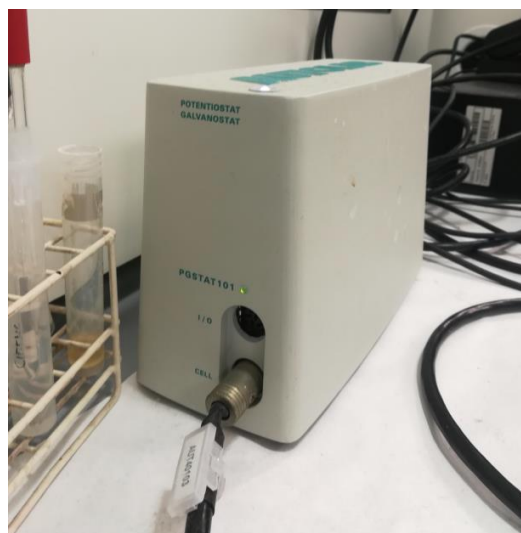


Figura 17. Potenciostat/galvanostat Autolab [Font:[Miquel Oliveras Rodríguez]]

5.2.2. Cel·la electrofítica

La cel·la electrofítica és el recipient on es duu a terme la síntesi del polímer i la seva posterior caracterització. En aquest projecte s'han utilitzat dos tipus de cel·les: la de 5 boques i l'oberta.

5.2.2.1. Cel·la de 5 boques

Es caracteritza per les cinc obertures que presenta a la part superior per on es realitza el muntatge dels diferents elèctrodes i de l'instrumental necessari. Incorpora un encamisat per a la refrigeració de l'espai interior, en cas que sigui necessària. Té una capacitat d'uns 75 ml i el vidre pot ser transparent o de color topazi, per a limitar l'entrada de llum a l'interior.

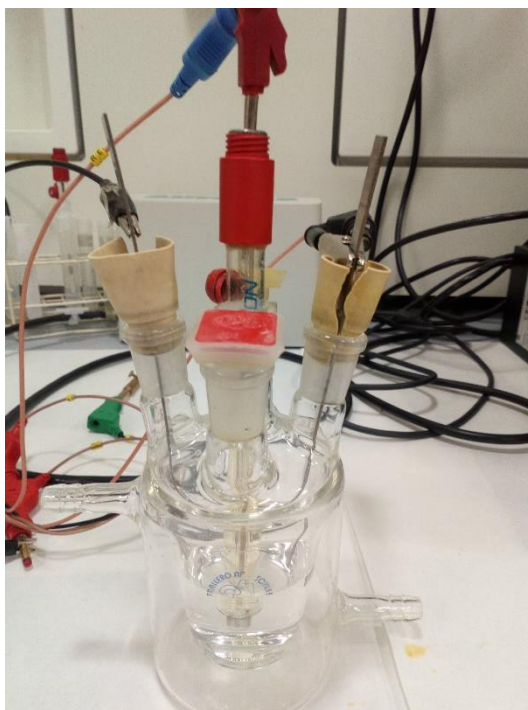


Figura 18. Cel·la de 5 boques de vidre transparent. [Font: Pròpia]

5.2.2.2. Cel·la oberta

A diferència de l'anterior, aquesta no presenta encamisat i és completament oberta per la part superior. Tal i com es pot veure a la Figura 19, s'encaixa amb el suport de plàstic negre, el qual permet col·locar els diferents elèctrodes i fa de tancament per a mantenir una atmosfera interior més controlada. Té una capacitat d'uns 25 ml i és de vidre transparent.

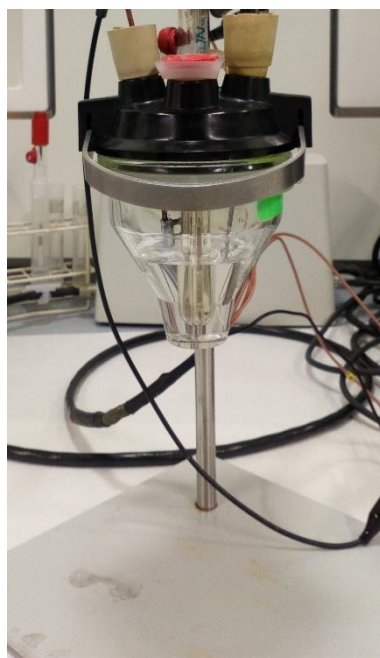


Figura 19. Cel·la oberta muntada al seu suport. [Font: Pròpia]

5.2.3. Elèctrode de treball (WE)

Dins de la cel·la, l'elèctrode de treball (WE) té la funció d'ànode i, per tant, és aquell on té lloc l'electrodeposició del polímer. El WE amb el que s'ha treballat en aquest projecte és un fragment de 2mm de diàmetre de tipus *glassy carbon* o carboni vitri. Aquest material és impermeable als gasos i extremadament inert, la qual cosa el converteix en una opció molt adequada per evitar interferències a l'hora d'obtenir resultats.



Figura 20. Elèctrode de carboni vitri. [Font: [33]]

L'elèctrode s'ha muntat sobre un suport de coure per tal de facilitar la seva fixació i la connexió amb el connector del potenciostat. Tal i com s'explicarà més endavant, s'ha de preparar i netejar la seva superfície abans de realitzar l'electrodeposició dels polímers.

5.2.4. Contra-elèctrode (CE)

El contra-elèctrode (CE) fa la funció de càtode dins de la dissolució de la cel·la electrolítica. En aquest treball s'utilitza com a CE una placa d'acer inoxidable AISI de 15x1cm. A diferència del WE no cal preparar la seva superfície, però sí que és convenient assegurar-se que la superfície en contacte amb les dissolucions estigui ben neta.



Figura 21. Elèctrode d'acer. [Font: Pròpia]

5.2.5. Elèctrode de referència (RE)

L'elèctrode de referència (RE) és un elèctrode de plata-clorur de plata. No afecta a la reacció de la cel·la, però ha d'estar en contacte amb la dissolució ja que es fa servir per a la mesura del potencial en la dissolució electrolítica.

Aquest elèctrode conté una dissolució de clorur de potassi saturada al seu interior amb un potencial constant i conegut ($E^{\circ}=0,222\text{V}$ a 25°C). Això permet que, al mesurar la diferència de potencial entre l'elèctrode i la dissolució, es pugui calcular el potencial de la dissolució. [5]

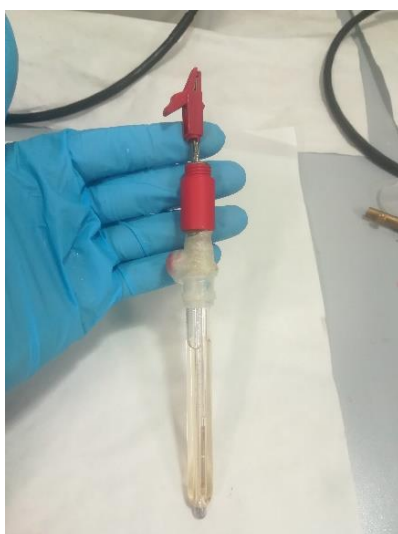


Figura 22. Elèctrode de plata-clorur de plata [Font:[Miquel Oliveras Rodríguez]]

5.2.6. Instrumental de laboratori

A continuació es llista el material bàsic de laboratori utilitzat en aquest projecte, apart de l'especificat en els punts anteriors:

- Matràs aforat de 10mL
- Matràs aforat de 50mL
- Matràs aforat de 100mL
- Matràs aforat de 1000mL
- Taps
- Pipeta aforada de 10mL
- Micropipeta 0,5-10 μ L
- Micropipeta 20-200 μ L
- Pipeta Pasteur
- Pera de succió
- Embut alemany
- Espàtula
- Pinces
- Parafilm
- Pesa substàncies
- Vasos de precipitats
- Sonicador
- Cinta Kapton
- Tisores
- Tub Eppendorf
- Estoreta de neteja
- Balança analítica

6. Mètode experimental

En aquest apartat es descriuen, pas a pas, els diferents procediments que s'han dut a terme al llarg del projecte, així com el material emprat a cadascun.

6.1. Preparació de l'electròlit: EDOT 10mM

6.1.1. Material

- EDOT
- Perclorat de liti
- Acetonitril
- Matràs aforat de 50mL
- Vas de precipitats de 100mL
- Pipeta Pasteur
- Pera de succió
- Pesa substàncies
- Balança analítica
- Espàtula
- Embut alemany



Figura 23. Dissolució d'electròlit d'EDOT preparada. [Font: Pròpia]

6.1.2. Procediment

- 1) Es treu el material necessari de l'estufa per a què es refredi fins a la temperatura ambient.
- 2) Es col·loca el pesa substàncies a la balança analítica i es tara. A continuació, es pesa 0,534g de perclorat de liti amb l'ajuda de l'espàtula.
- 3) S'aboca el perclorat de liti pesat al matràs aforat de 50mL.
- 4) Es posa el matràs amb el perclorat a la balança analítica i es tara. Tot seguit, es pesen 0,071g d'EDOT amb l'ajuda d'una pipeta Pasteur i una pera de succió.
- 5) S'afegeix acetonitril en un vas de precipitats de 100mL.
- 6) Amb ajuda d'un embut alemany, s'aboca l'acetonitril al matràs aforat. S'acaba d'enrasar amb la pipeta Pasteur i la pera de succió.
- 7) S'homogeneïtza la mescla, s'etiqueta i es conserva en fred a la nevera.
- 8) Tal i com s'ha explicat a l'apartat 4.1.1 d'aquest projecte, cal realitzar una CV de control per comprovar que l'electròlit generat té la puresa i la qualitat adequada. A l'apartat 6.1.3 es detalla la programació del software NOVA 2.1 per realitzar aquest pas.
- 9) La dissolució així preparada té una durada de 2000 segons d'electrogenèric.

6.1.3. Configuració programa NOVA 2.1

En aquest apartat es detalla la programació del software NOVA 2.1 per al procediment utilitzat per a la preparació de l'electròlit d'EDOT.

6.1.3.1. Ciclovoltamperometria de control – Verificació solució EDOT

- **Procediment:** Cyclic voltammetry potentiostatic
- **Autolab Control:**
 - **Current range:** 1 mA
- **Apply:** -0,49 V
- **CV staircase:**
 - **Start Potential:** -0,49 V
 - **Upper Vertex:** 1,1 V
 - **Lower Vertex:** -0,4 V
 - **Stop Potential:** -0,41 V
 - **Number of scans:** 1
 - **Step:** 0,01
- **Record signals:**
 - **Sampler:** Seleccionar WE(1).Current, WE(1).Potential, WE(1).Charge i Time.
 - **Plots:** Seleccionar i vs E, i vs t i Q vs

6.2. Preparació de l'electròlit: NMPy 10 mM

6.2.1. Material

- NMPy
- Perclorat de liti
- Acetonitril
- Matràs aforat de 50mL
- Vas de precipitats de 100mL
- Pipeta Pasteur
- Pera de succió
- Pesa substàncies
- Balança analítica
- Espàtula
- Embut alemany



Figura 24. Dissolució d'electròlit d'NMPy preparada. [Font: Pròpia]

6.2.2. Procediment

- 1) Es treu el material necessari de l'estufa per a què es refredi fins a la temperatura ambient.
- 2) Es col·loca el pesa substàncies a la balança analítica i es tara. A continuació, es pesa 0,534g de perclorat de liti amb l'ajuda de l'espàtula.
- 3) S'aboca el perclorat de liti pesat al matràs aforat de 50mL.
- 4) Es posa el matràs amb el perclorat a la balança analítica i es tara. Tot seguit, es pesen 0,0405g d'NMPy amb l'ajuda d'una pipeta Pasteur i una pera de succió.
- 5) S'afegeix acetonitril en un vas de precipitats de 100mL.
- 6) Amb ajuda d'un embut alemany, s'aboca l'acetonitril al matràs aforat. S'acaba d'enrasar amb la pipeta Pasteur i la pera de succió.
- 7) S'homogeneïtza la mescla, s'etiqueta i es conserva en fred a la nevera.
- 8) Tal i com s'ha explicat a l'apartat 4.1.1 d'aquest projecte, cal realitzar una CV de control per comprovar que l'electròlit generat té la puresa i la qualitat adequada. A l'apartat 6.2.3 es detalla la programació del software NOVA 2.1 per a realitzar aquest pas.
- 9) La dissolució així preparada té una durada de 2000 segons d'electrogeneració.

6.2.3. Configuració programa NOVA 2.1

En aquest apartat es detalla la programació del software NOVA 2.1 per al procediment utilitzat per a la preparació de l'electròlit d'NMPy.

6.2.3.1. Ciclovoltamperometria de control – Verificació solució NMPy

- **Procediment:** Cyclic voltammetry potentiostatic
- **Autolab Control:**
 - **Current range:** 1 mA
- **Apply:** -0,49 V
- **CV staircase:**
 - **Start Potential:** -0,49 V
 - **Upper Vertex:** 1,1 V
 - **Lower Vertex:** -0,4 V
 - **Stop Potential:** -0,41 V
 - **Number of scans:** 1
 - **Step:** 0,01
- **Record signals:**
 - **Sampler:** Seleccionar WE(1).Current, WE(1).Potential, WE(1).Charge i Time.
 - **Plots:** Seleccionar i vs E, i vs t i Q vs

6.3. Preparació de la solució de perclorat de liti

6.3.1. Material

- Perclorat de liti
- Acetonitril
- Matràs aforat de 50mL
- Vas de precipitats de 100mL
- Pipeta Pasteur
- Pera de succió
- Pesa substàncies
- Balança analítica
- Espàtula
- Embut alemany

6.3.2. Procediment

- 1) Es treu el material necessari de l'estufa per tal que es refredi fins a la temperatura ambient.
- 2) Es col·loca el pesa substàncies a la balança analítica i es tara. A continuació, es pesen 0,534g de perclorat de liti amb l'ajuda de l'espàtula.
- 3) S'aboca el perclorat de liti pesat al matràs aforat de 50mL.
- 4) S'afegeix acetonitril en un vas de precipitats de 100mL.
- 5) Amb ajuda d'un embut alemany, s'aboca l'acetonitril al matràs aforat. S'acaba d'enrasar amb la pipeta Pasteur i la pera de succió.
- 6) S'homogeneïtza la mescla, s'etiqueta i es conserva en fred a la nevera.

6.4. Preparació de la solució PBS 0,1M

6.4.1. Material

- Clorur de sodi
- Clorur de potassi
- Fosfat disòdic
- Dihidrogen fosfat de potassi
- Aigua MiliQ
- Matràs aforat de 1000mL
- Vas de precipitats de 500mL
- Pesa substàncies
- Balança analítica
- Espàtula
- Embut alemany

6.4.2. Procediment

- 1) Es treu el material necessari de l'estufa per tal que es refredi fins a la temperatura ambient.
- 2) Es col·loca el pesa substàncies a la balança analítica i es tara. A continuació, es pesen 8g de clorur de sodi amb l'espàtula.
- 3) S'aboca el clorur de sodi al matràs aforat de 1000mL.
- 4) Es tarar la balança amb el pesa substàncies i es pesen 0,200g de clorur de potassi amb l'ajuda de l'espàtula.
- 5) S'afegeix el clorur de potassi al matràs aforat de 1000mL.
- 6) Es col·loca el pesa substàncies a la balança analítica i es tara. Tot seguit, es pesen 1,44g de fosfat disòdic amb l'espàtula.
- 7) S'aboca el fosfat disòdic al matràs aforat de 1000mL.
- 8) Es tara la balança amb el pesa substàncies i es pesen 0,240g de dihidrogen fosfat de potassi amb l'ajuda de l'espàtula.
- 9) S'afegeix el dihidrogen fosfat de potassi al matràs de 1000mL.
- 10) S'aboca aigua MiliQ en un vas de precipitats de 500mL.
- 11) Amb ajuda d'un embut alemany, s'aboca l'aigua MiliQ al matràs aforat. S'acaba d'enrasar amb la pipeta Pasteur i la pera de succió.
- 12) S'homogeneïtza la mescla, s'etiqueta i es conserva en fred a la nevera.

6.5. Condicionament del WE

6.5.1. Material

- Elèctrode *glassy carbon*
- Tub Eppendorf
- Etanol
- Aigua desionitzada
- Pipeta Pasteur
- Pera de succió
- Espàtula
- Alúmina
- Estoreta de neteja
- Sonicador
- Tisores
- Cinta Kapton



Figura 25. Col·locació de la cinta Kapton sobre l'elèctrode. [Font: Pròpia]

6.5.2. Procediment

- 1) S'eliminen de l'elèctrode les restes de cinta Kapton que puguin quedar d'usos anteriors.
- 2) Amb l'ajuda de l'espàtula, es disposa una quantitat molt petita d'alúmina sobre l'estoreta de neteja de l'elèctrode.
- 3) S'afegeix una gota d'aigua desionitzada a sobre de l'alúmina amb la pipeta Pasteur i la pera de succió.
- 4) Es poleix, amb l'estoreta preparada, l'extrem pla de l'elèctrode fins a deixar la superfície llisa i lluent com un mirall.
- 5) A continuació, s'introdueix l'elèctrode dins d'un tub Eppendorf i s'afegeix etanol fins a cobrir-lo completament.
- 6) Es sonica l'Eppendorf, amb el WE a dins, durant 5 minuts.
- 7) Tot seguit, s'extreu l'elèctrode del tub i es deixa assecar sobre un paper absorbent.
- 8) Amb les tisores es talla un fragment de cinta Kapton d'uns 5mm de longitud.
- 9) Es col·loca la cinta tallada al voltant de l'extrem polit del WE. S'ha de procurar no sobrepassar l'elèctrode amb la cinta, ja que això pot afectar negativament a les mesures obtingudes. A la Figura 25 s'il·lustra gràficament com s'ha de embolcallar el WE.

6.6. Generació de la tricapa polimèrica

6.6.1. Material

- Elèctrode *glassy carbon* condicionat
- Solució electròlit: EDOT 10mM
- Solució electròlit: NMPy 10mM
- Solució de perclorat de liti
- Cel·la de 5 boques (x3)
- Taps
- Elèctrode de referència (RE)
- Elèctrode de treball (WE)
- Contra-elèctrode (CE)
- Potenciostat (Autolab)
- Ordinador
- Embut alemany
- Pipeta Pasteur
- Parafilm
- Nitrogen



Figura 26. Muntatge per a la generació de la tricapa. [Font: Pròpia]

6.6.2. Procediment

- 1) Es treu el material necessari de l'estufa per tal que es refredi fins a la temperatura ambient.
- 2) S'aboca la solució d'EDOT 10mM a una cel·la de 5 boques amb l'ajuda d'un l'embut alemany. Es col·loquen taps a 4 de les boques de la cel·la electrolítica.
- 3) Es connecta una pipeta Pasteur al subministrament de nitrogen i s'introdueix a la cel·la. S'ha de vigilar que quedi dins de la dissolució.
- 4) S'obre la clau de pas de N_2 i s'ajusta el cabal per a aconseguir un bombolleig suau. Es manté el cabal de nitrogen durant 5-10 minuts. Passat el temps indicat, s'ha de tancar ràpidament.
- 5) En una cel·la de 5 boques diferent, s'aboca la solució d'NMPy 10mM amb l'ajuda d'un embut alemany. Es col·loquen taps a 4 de les boques de la cel·la electrolítica.
- 6) Es connecta una pipeta Pasteur al subministrament de nitrogen i s'introdueix a la cel·la, vigilant que quedi dins de la dissolució.
- 7) S'obre la clau de pas de N_2 i s'ajusta el cabal per a aconseguir un bombolleig suau. Es manté el cabal de nitrogen durant 5-10 minuts. Passat el temps indicat, cal tancar ràpidament.

- 8) Es munta l'elèctrode de treball (WE) al seu suport de coure i es col·loca, juntament amb un CE i el RE, a la cel·la amb la dissolució d'EDOT. El WE s'ha d'enfonsar el mínim possible en la dissolució.
- 9) Es col·loquen els connectors del potenciostat als elèctrodes corresponents i a terra (element metàl·lic).
- 10) S'executa, a l'ordinador, el procediment per a la generació de la primera capa de polímer (1 segon). A l'apartat 6.6.3 es detalla la programació del software NOVA 2.1 per a realitzar aquest pas.
- 11) Un cop generada la primera capa, s'ha d'extreure l'elèctrode de treball i el de referència i es tapen les boques de la cel·la amb EDOT.
- 12) El WE i el RE s'eixuguen i es col·loquen a la cel·la amb la dissolució d'NMPY, juntament amb un altre CE diferent. Altre cop, el WE s'ha d'enfonsar el mínim possible en la dissolució.
- 13) Tan bon punt s'hagi realitzat el muntatge, es col·loquen els connectors del potenciostat als elèctrodes corresponents i a terra.
- 14) S'executa, a l'ordinador, el procediment per a la generació de la segona capa de polímer (3 segons). A l'apartat 6.6.3 es detalla la programació del software NOVA 2.1 per a realitzar aquest pas.
- 15) Un cop generada la segona capa, s'ha d'extreure l'elèctrode de treball i el de referència i cal tapar les boques de la cel·la amb NMPy.
- 16) El WE i el RE s'eixuguen i es col·loquen de nou a la cel·la amb la dissolució d'EDOT, que encara té el seu CE. El WE s'ha d'enfonsar el mínim possible en la dissolució.
- 17) Un cop s'hagi realitzat el muntatge, es col·loquen els connectors del potenciostat als elèctrodes corresponents i a terra.
- 18) S'executa, a l'ordinador, el procediment per a la generació de la tercera capa de polímer (1 segon). Es pot tornar a executar el procediment corresponent a la primera generació.

En aquest moment s'haurà generat una capa homogènia i uniforme de color blau fosc mat sobre la superfície inferior, lliure de cinta Kapton, de l'elèctrode de carboni vitri. Ara l'elèctrode s'ha convertit en el sensor per a la detecció de DA i 5-HT. El proper pas és verificar que l'estat de la tricapa és correcte:

- 19) Un cop generada la tercera capa, s'ha d'extreure l'elèctrode de treball i el de referència i cal tapar les boques de la cel·la amb EDOT.
- 20) En una cel·la de 5 boques diferent, s'aboca la solució de clorur de liti amb l'ajuda d'un embut alemany. Es col·loquen taps a 4 de les boques de la cel·la electrolítica.
- 21) S'eixuga el WE i el RE i es posen a la cel·la amb la dissolució de clorur de liti, juntament amb un altre CE diferent. En aquest cas, el WE també s'ha d'enfonsar el mínim possible en la dissolució.

- 22) Amb el muntatge preparat, es col·loquen els connectors del potenciostat als elèctrodes corresponents i a terra.
- 23) S'executa, a l'ordinador, el procediment per a comprovar la tricapa de polímer. A l'apartat 6.6.3 es detalla la programació del software NOVA 2.1 per a realitzar aquest pas.
- 24) Si la tricapa generada està en bones condicions s'ha de conservar en un lloc tancat i sec per tal d'evitar que es deteriori per contacte amb d'altres superfícies.
- 25) També s'hauran de buidar, al seu matràs corresponent, les 3 solucions d'electròlit que s'han abocat a les diferents cel·les.

6.6.3. Configuració programa NOVA 2.1

En aquest apartat es detalla la programació del software NOVA 2.1 per als diferents procediments utilitzats per a la generació de la tricapa polimèrica.

6.6.3.1. Cronoamperometria 1s – Generació PEDOT

- **Procediment:** Chrono amperometry ($\Delta t > 1$ ms)
- **Autolab control:**
 - **Current Range:** 10 mA
- **Apply:** 1,4 V
- **Record signals:**
 - **Sampler:** Seleccionar WE(1).Current, WE(1).Potential, WE(1).Charge i Time.
 - **Options:**
 - **Cutoff:** En treballar amb una durada fixa (1 segon) no es programa cap valor.
 - **Plots:** Seleccionar i vs E, i vs t i Q vs t.

6.6.3.2. Cronoamperometria 3s – Generació PNMPy

- **Procediment:** Chrono amperometry ($\Delta t > 1$ ms)
- **Autolab control:**
 - **Current Range:** 10 mA
- **Apply:** 1,4 V
- **Record signals:**
 - **Sampler:** Seleccionar WE(1).Current, WE(1).Potential, WE(1).Charge i Time.
 - **Options:**
 - **Cutoff:** En treballar amb una durada fixa (3 segons) no es programa cap valor.
 - **Plots:** Seleccionar i vs E, i vs t i Q vs t.

6.6.3.3. Ciclovoltamperometria – Verificació tricapa

- **Procediment:** Cyclic voltammetry potentiostatic
- **Autolab Control:**
 - **Current range:** 1 mA
- **Apply:** -0,49 V
- **CV staircase:**
 - **Start Potential:** -0,49 V
 - **Upper Vertex:** 0,8 V
 - **Lower Vertex:** -0,4 V
 - **Stop Potential:** -0,41 V
 - **Number of scans:** 5
 - **Step:** 0,01
- **Record signals:**
 - **Sampler:** Seleccionar WE(1).Current, WE(1).Potential, WE(1).Charge i Time.
 - **Plots:** Seleccionar i vs E, i vs t i Q vs

6.7. Preparació de solució stock DA 1mM

6.7.1. Material

- Dopamina
- Matràs aforat de 100mL
- Vas de precipitats de 200mL
- Pipeta Pasteur
- Pera de succió
- Pesa substàncies
- Balança analítica
- Espàtula
- Embut alemany
- Gel

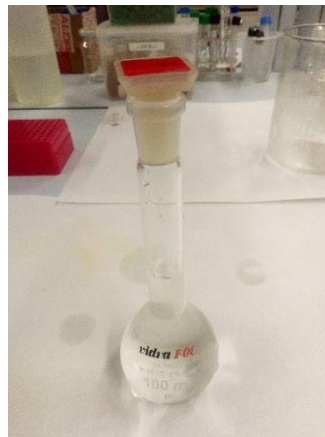


Figura 27. Dissolució stock de DA preparada. [Font: Pròpia]

6.7.2. Procediment

- 1) Es treu el material necessari de l'estufa per a què es refredi fins a la temperatura ambient.
- 2) Es col·loca el pesa substàncies a la balança analítica i es tara. A continuació, es pesen 0,01531g de dopamina amb l'ajuda de l'espàtula.
- 3) S'aboca la dopamina pesada al matràs aforat de 100mL.
- 4) S'afegeix aigua MiliQ en un vas de precipitats de 200mL.
- 5) Amb ajuda d'un embut alemany, s'aboca l'aigua MiliQ al matràs aforat. S'acaba d'enrasar amb la pipeta Pasteur i la pera de succió.
- 6) S'homogeneïtza la mescla i es conserva en gel.
- 7) La dissolució s'ha de preparar diàriament. Quan adquireixi una coloració rosada s'ha de descartar, ja que implica que s'ha oxidat la dopamina.

6.8. Preparació de solució stock 5-HT 1mM

6.8.1. Material

- Serotonina
- Matrès aforat de 10mL
- Vas de precipitats de 100mL
- Pipeta Pasteur
- Pera de succió
- Pesa substàncies
- Balança analítica
- Espàtula
- Embut alemany
- Gel

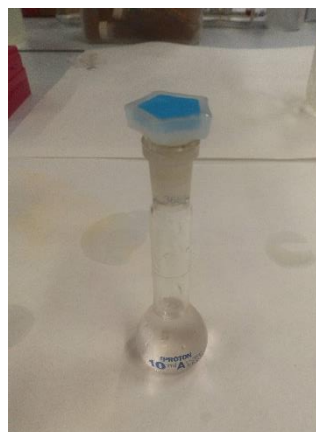


Figura 28. Dissolució stock de 5-HT preparada. [Font: Pròpia]

6.8.2. Procediment

- 1) Es treu el material necessari de l'estufa per tal que es refredi fins a la temperatura ambient.
- 2) Es col·loca el pesa substàncies a la balança analítica i es tara. A continuació, es pesen 0,00176g de serotonina amb l'ajuda de l'espàtula.
- 3) S'aboca la serotonina pesada al matrès aforat de 10mL.
- 4) S'afegeix aigua MiliQ en un vas de precipitats de 100mL.
- 5) Amb ajuda d'un embut alemany, s'aboca l'aigua MiliQ al matrès aforat. S'acaba d'enrasar amb la pipeta Pasteur i la pera de succió.
- 6) S'homogeneïtza la mescla i es conserva en gel.
- 7) La dissolució s'ha de preparar diàriament. Quan adquireixi una coloració rosada s'ha de descartar, ja que implica que s'ha oxidat la serotonina.

6.9. Detecció de dopamina (DA)

6.9.1. Material

- Sensor prèviament condicionat
- Solució stock DA 1mM
- Solució PBS
- Cel·la oberta i suport
- Taps
- Elèctrode de referència (RE)
- Elèctrode de treball (WE)
- Contra-elèctrode (CE)
- Potenciostat (Autolab)
- Ordinador
- Pera de succió
- Pipeta aforada de 10mL
- Micropipeta 20-200 μ L
- Parafilm

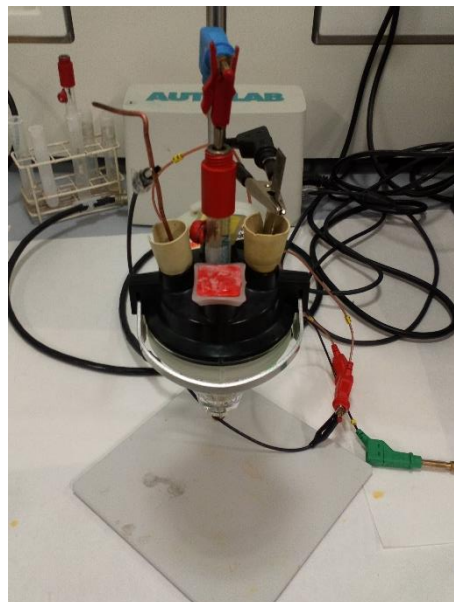


Figura 29. Muntatge per a la detecció de DA. [Font: Pròpia]

6.9.2. Procediment

- 1) Es treu el material necessari de l'estufa per tal que es refredi fins a la temperatura ambient.
- 2) Es munta la cel·la oberta al suport.
- 3) Amb una pipeta aforada i una pera de succió s'extreuen 10mL de solució PBS i s'aboca a la cel·la electrolítica.
- 4) Es col·loca el sensor (WE) al seu suport de coure i es munta, juntament amb un CE i el RE, a la cel·la amb la solució PBS. El WE s'ha d'enfonsar el mínim possible en la dissolució.
- 5) Es tapen tots els forats lliures del suport de la cel·la.
- 6) Un cop realitzat el muntatge, es posen els connectors del potenciostat als elèctrodes corresponents i a terra (element metàl·lic).

Prèviament a la detecció de la dopamina, cal sotmetre la tricapa del sensor a un envelliment. D'aquesta manera, s'assoleix un estat estacionari que millora la selectivitat sense variar apreciablement la sensibilitat.

- 7) S'executa, a l'ordinador, el procediment per a l'envelliment de la tricapa de polímer. A l'apartat 6.9.3 es detalla la programació del software NOVA 2.1 per a realitzar aquest pas.

Un cop finalitzat l'envelliment, i seguint el criteri d'addició de solució stock de DA de la Taula 13, ja es pot començar a realitzar-ne la detecció:

- 8) Es treu un dels taps del suport de la cel·la i, amb la micropipeta de 20-200 μ L, es fa l'addició de solució stock corresponent. Un cop afegida, es torna a col·locar el tap.
- 9) Abans de registrar els valors de la nova concentració cal esperar 5 minuts amb la tricapa submergida a la solució (wait time).
- 10) S'executa, a l'ordinador, el procediment per a mesurar la concentració de DA en la dissolució. A l'apartat 6.9.3 es detalla la programació del software NOVA 2.1 per a realitzar aquest pas.

[DA] (μ M)	0	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50	60	70	80	90	100
V (μ L)	0	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50	100	100	100	100	100

Taula 13. Addicions de solució stock de dopamina de 0 a 100 μ M

6.9.3. Configuració programa NOVA 2.1

6.9.3.1. Ciclovoltamperometria –Envelliment tricapa

- **Procediment:** Cyclic voltammetry potentiostatic
- **Autolab Control:**
 - **Current range:** 1 mA
- **Apply:** -0,49 V
- **CV staircase:**
 - **Start Potential:** -0,49 V
 - **Upper Vertex:** 0,8 V
 - **Lower Vertex:** -0,4 V
 - **Stop Potential:** -0,41 V
 - **Number of scans:** 50
 - **Step:** 0,01
- **Record signals:**
 - **Sampler:** Seleccionar WE(1).Current, WE(1).Potential, WE(1).Charge i Time.
 - **Plots:** Seleccionar i vs E, i vs t i Q vs

6.9.3.2. Ciclovoltamperometria – Detecció DA

- **Procediment:** Cyclic voltammetry potentiostatic
- **Autolab Control:**
 - **Current range:** 1 mA
- **Apply:** -0,49 V
- **CV staircase:**
 - **Start Potential:** -0,49 V
 - **Upper Vertex:** 0,8 V
 - **Lower Vertex:** -0,4 V
 - **Stop Potential:** -0,41 V
 - **Number of scans:** 5
 - **Step:** 0,01
- **Record signals:**
 - **Sampler:** Seleccionar WE(1).Current, WE(1).Potential, WE(1).Charge i Time.
 - **Plots:** Seleccionar i vs E, i vs t i Q vs

6.10. Detecció de serotonina (5-HT)

6.10.1. Material

- Sensor prèviament condicionat
- Solució stock 5-HT 1mM
- Solució PBS
- Cel·la oberta i suport
- Taps
- Elèctrode de referència (RE)
- Elèctrode de treball (WE)
- Contra-elèctrode (CE)
- Potenciostat (Autolab)
- Ordinador
- Pera de succió
- Pipeta aforada de 10mL
- Micropipeta 20-200 μ L
- Parafilm

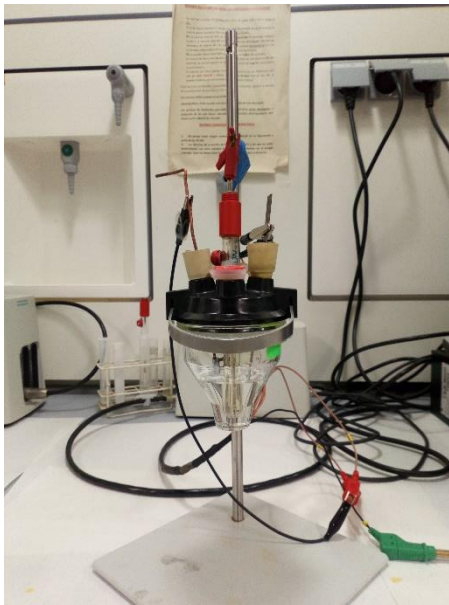


Figura 30. Muntatge per a la detecció de 5-HT. [Font: Pròpia]

6.10.2. Procediment

- 1) Es treu el material necessari de l'estufa amb la finalitat que es refredi fins a la temperatura ambient.
- 2) Es munta la cel·la oberta al suport.
- 3) Amb una pipeta aforada i una pera de succió s'extreuen 10mL de solució PBS i s'aboquen a la cel·la electrolítica.
- 4) Es col·loca el sensor (WE) al seu suport de coure i es munta, juntament amb un CE i el RE, a la cel·la amb la solució PBS. El WE s'ha d'enfonsar el mínim possible en la dissolució.
- 5) Es tapen tots els forats lliures del suport de la cel·la.
- 6) Un cop realitzat el muntatge, es posen els connectors del potenciostat als elèctrodes corresponents i a terra (element metàl·lic).

Prèviament a la detecció de la serotonina, cal sotmetre la tricapa del sensor a un envelliment. D'aquesta manera, s'assoleix un estat estacionari que millora la selectivitat sense variar apreciablement la sensibilitat.

- 7) S'executa, a l'ordinador, el procediment per a l'envelliment de la tricapa de polímer. A l'apartat 6.10.3 es detalla la programació del software NOVA 2.1 per a realitzar aquest pas.

Un cop finalitzat l'envelliment, i seguint el criteri d'addició de solució stock de 5-HT de la Taula 14, ja se'n pot començar a realitzar la detecció:

- 8) Es treu un dels taps del suport de la cel·la i, amb la micropipeta de 20-200 μ L, es fa l'addició de solució stock corresponent. Un cop afegida, es torna a col·locar el tap.
- 9) Abans de registrar els valors de la nova concentració cal esperar 5 minuts amb la tricapa submergida a la solució (wait time).
- 10) S'executa, a l'ordinador, el procediment per a mesurar la concentració de 5-HT en la dissolució. A l'apartat 6.10.3 es detalla la programació del software NOVA 2.1 per a realitzar aquest pas.

[5-HT] (μ M)	0	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50	60	70	80	90	100
V (μ L)	0	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50	100	100	100	100	100

Taula 14. Addicions de solució stock de serotonina de 0 a 100 μ M

6.10.3. Configuració programa NOVA 2.1

6.10.3.1. Ciclovoltamperometria –Envelliment tricapa

- **Procediment:** Cyclic voltammetry potentiostatic
- **Autolab Control:**
 - **Current range:** 1 mA
- **Apply:** -0,49 V
- **CV staircase:**
 - **Start Potential:** -0,49 V
 - **Upper Vertex:** 0,8 V
 - **Lower Vertex:** -0,4 V
 - **Stop Potential:** -0,41 V
 - **Number of scans:** 50
 - **Step:** 0,01
- **Record signals:**
 - **Sampler:** Seleccionar WE(1).Current, WE(1).Potential, WE(1).Charge i Time.
 - **Plots:** Seleccionar i vs E, i vs t i Q vs

6.10.3.2. Ciclovoltamperometria – Detecció 5-HT

- **Procediment:** Cyclic voltammetry potentiostatic
- **Autolab Control:**
 - **Current range:** 1 mA
- **Apply:** -0,49 V
- **CV staircase:**
 - **Start Potential:** -0,49 V
 - **Upper Vertex:** 0,8 V
 - **Lower Vertex:** -0,4 V
 - **Stop Potential:** -0,41 V
 - **Number of scans:** 5
 - **Step:** 0,01
- **Record signals:**
 - **Sampler:** Seleccionar WE(1).Current, WE(1).Potential, WE(1).Charge i Time.
 - **Plots:** Seleccionar i vs E, i vs t i Q vs

6.11. Determinació límit de detecció DA

6.11.1. Material

- Sensor prèviament condicionat
- Solució stock DA 1mM
- Solució PBS
- Cel·la oberta i suport
- Taps
- Elèctrode de referència (RE)
- Elèctrode de treball (WE)
- Contra-elèctrode (CE)
- Potenciostat (Autolab)
- Ordinador
- Pera de succió
- Pipeta aforada de 10mL
- Micropipeta 0,5-10 μ L
- Parafilm

6.11.2. Procediment

- 1) Es treu el material necessari de l'estufa per tal que es refredi fins a la temperatura ambient.
- 2) Es munta la cel·la oberta al suport.
- 3) Amb una pipeta aforada i una pera de succió s'extreuen 10mL de solució PBS i s'aboquen a la cel·la electrolítica.
- 4) Es col·loca el sensor (WE) al seu suport de coure i es munta, juntament amb un CE i el RE, a la cel·la amb la solució PBS. El WE s'ha d'enfonsar el mínim possible en la dissolució.
- 5) Es tapen tots els forats lliures del suport de la cel·la.
- 6) Un cop realitzat el muntatge, es posen els connectors del potenciostat als elèctrodes corresponents i a terra (element metàl·lic).

Prèviament a la detecció, cal sotmetre la tricapa del sensor a un envelliment. D'aquesta manera, s'assoleix un estat estacionari que millora la selectivitat sense variar apreciablement la sensibilitat.

- 7) S'executa, a l'ordinador, el procediment per a l'envelliment de la tricapa de polímer. A l'apartat 6.11.3 es detalla la programació del software NOVA 2.1 per a realitzar aquest pas.

Un cop finalitzat l'envelliment, i seguint el criteri d'addició de solució stock de DA de la Taula 15, ja se'n pot començar a realitzar la detecció:

- 8) Es treu un dels taps del suport de la cel·la i, amb la micropipeta de 0,5-10 μ L, fes fa l'addició de solució stock corresponent. Un cop afegida, es torna a col·locar el tap.
- 9) Abans de registrar els valors de la nova concentració cal esperar 5 minuts amb la tricapa submergida a la solució (wait time).
- 10) S'executa, a l'ordinador, el procediment per a mesurar la concentració de DA en la dissolució. A l'apartat 6.11.3 es detalla la programació del software NOVA 2.1 per a realitzar aquest pas.

[DA] (μ M)	0,0	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5	3,0	3,5	4,0	4,5	5,0
V (μ L)	0	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5

Taula 15. Addicions de solució stock de dopamina de 0 a 5 μ M

6.11.3. Configuració programa NOVA 2.1

6.11.3.1. Ciclovoltamperometria –Envelliment tricapa

- **Procediment:** Cyclic voltammetry potentiostatic
- **Autolab Control:**
 - **Current range:** 1 mA
- **Apply:** -0,49 V
- **CV staircase:**
 - **Start Potential:** -0,49 V
 - **Upper Vertex:** 0,8 V
 - **Lower Vertex:** -0,4 V
 - **Stop Potential:** -0,41 V
 - **Number of scans:** 50
 - **Step:** 0,01
- **Record signals:**
 - **Sampler:** Seleccionar WE(1).Current, WE(1).Potential, WE(1).Charge i Time.
 - **Plots:** Seleccionar i vs E, i vs t i Q vs

6.11.3.2. Ciclovoltamperometria – Detecció DA

- **Procediment:** Cyclic voltammetry potentiostatic
- **Autolab Control:**
 - **Current range:** 1 mA
- **Apply:** -0,49 V
- **CV staircase:**
 - **Start Potential:** -0,49 V
 - **Upper Vertex:** 0,8 V
 - **Lower Vertex:** -0,4 V
 - **Stop Potential:** -0,41 V
 - **Number of scans:** 5
 - **Step:** 0,01
- **Record signals:**
 - **Sampler:** Seleccionar WE(1).Current, WE(1).Potential, WE(1).Charge i Time.
 - **Plots:** Seleccionar i vs E, i vs t i Q vs

6.12. Determinació límit de detecció 5-HT

6.12.1. Material

- Sensor prèviament condicionat
- Solució stock 5-HT 1mM
- Solució PBS
- Cel·la oberta i suport
- Taps
- Elèctrode de referència (RE)
- Elèctrode de treball (WE)
- Contra-elèctrode (CE)
- Potenciostat (Autolab)
- Ordinador
- Pera de succió
- Pipeta aforada de 10mL
- Micropipeta 0,5-10 μ L
- Parafilm

6.12.2. Procediment

- 1) Es treu el material necessari de l'estufa per a què es refredi fins a la temperatura ambient.
- 2) Es munta la cel·la oberta al suport.
- 3) Amb una pipeta aforada i una pera de succió s'extreuen 10mL de solució PBS i s'aboquen a la cel·la electrolítica.
- 4) Es col·loca el sensor (WE) al seu suport de coure i es munta, juntament amb un CE i el RE, a la cel·la amb la solució PBS. El WE s'ha d'enfonsar el mínim possible en la dissolució.
- 5) Es tapen tots els forats lliures del suport de la cel·la.
- 6) Un cop realitzat el muntatge, es posen els connectors del potenciostat als elèctrodes corresponents i a terra (element metàl·lic).

Prèviament a la detecció, cal sotmetre la tricapa del sensor a un envelliment. D'aquesta manera, s'assoleix un estat estacionari que millora la selectivitat sense variar apreciablement la sensibilitat.

- 7) S'executa, a l'ordinador, el procediment per a l'envelliment de la tricapa de polímer. A l'apartat 6.12.3 es detalla la programació del software NOVA 2.1 per a realitzar aquest pas.

Un cop finalitzat l'envelliment, i seguint el criteri d'addició de solució stock de 5-HT de la Taula 16, ja se'n pot començar a realitzar la detecció:

- 8) Es treu un dels taps del suport de la cel·la i, amb la micropipeta de 0,5-10 μ L, es fa l'addició de solució stock corresponent. Un cop afegida, cal tornar a col·locar el tap.
- 9) Abans de registrar els valors de la nova concentració cal esperar 5 minuts amb la tricapa submergida a la solució (wait time).
- 10) S'executa, a l'ordinador, el procediment per a mesurar la concentració de 5-HT en la dissolució. A l'apartat 6.12.3 es detalla la programació del software NOVA 2.1 per a realitzar aquest pas.

[5-HT] (μ M)	0,0	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5	3,0	3,5	4,0	4,5	5,0
V (μ L)	0	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5

Taula 16. Addicions de solució stock de serotonina de 0 a 5 μ M

6.12.3. Configuració programa NOVA 2.1

6.12.3.1. Ciclovoltamperometria –Envelliment tricapa

- **Procediment:** Cyclic voltammetry potentiostatic
- **Autolab Control:**
 - **Current range:** 1 mA
- **Apply:** -0,49 V
- **CV staircase:**
 - **Start Potential:** -0,49 V
 - **Upper Vertex:** 0,8 V
 - **Lower Vertex:** -0,4 V
 - **Stop Potential:** -0,41 V
 - **Number of scans:** 50
 - **Step:** 0,01
- **Record signals:**
 - **Sampler:** Seleccionar WE(1).Current, WE(1).Potential, WE(1).Charge i Time.
 - **Plots:** Seleccionar i vs E, i vs t i Q vs

6.12.3.2. Ciclovoltamperometria – Detecció 5-HT

- **Procediment:** Cyclic voltammetry potentiostatic
- **Autolab Control:**
 - **Current range:** 1 mA
- **Apply:** -0,49 V
- **CV staircase:**
 - **Start Potential:** -0,49 V
 - **Upper Vertex:** 0,8 V
 - **Lower Vertex:** -0,4 V
 - **Stop Potential:** -0,41 V
 - **Number of scans:** 5
 - **Step:** 0,01
- **Record signals:**
 - **Sampler:** Seleccionar WE(1).Current, WE(1).Potential, WE(1).Charge i Time.
 - **Plots:** Seleccionar i vs E, i vs t i Q vs

6.13. Detecció de dopamina i serotonina simultàniament

6.13.1. Material

- Sensor prèviament condicionat
- Solució stock DA 1mM
- Solució stock 5-HT 1mM
- Solució PBS
- Cel·la oberta i suport
- Taps
- Elèctrode de referència (RE)
- Elèctrode de treball (WE)
- Contra-elèctrode (CE)
- Potenciostat (Autolab)
- Ordinador
- Pera de succió
- Pipeta aforada de 10mL
- Micropipeta 20-200 μ L
- Parafilm

6.13.2. Procediment 1 ([DA]=[5-HT])

- 1) Es treu el material necessari de l'estufa per tal que es refredi fins a la temperatura ambient.
- 2) Es munta la cel·la oberta al suport.
- 3) Amb una pipeta aforada i una pera de succió s'extreuen 10mL de solució PBS i s'aboquen a la cel·la electrolítica.
- 4) Es col·loca el sensor (WE) al seu suport de coure i es munta, juntament amb un CE i el RE, a la cel·la amb la solució PBS. El WE s'ha d'enfonsar el mínim possible en la dissolució.
- 5) Es tapen tots els forats lliures del suport de la cel·la.
- 6) Un cop realitzat el muntatge, es poden els connectors del potenciostat als elèctrodes corresponents i a terra (element metàl·lic).

Prèviament a la detecció, cal sotmetre la tricapa del sensor a un envelliment. D'aquesta manera, s'assoleix un estat estacionari que millora la selectivitat sense variar apreciablement la sensibilitat.

- 7) S'executa, a l'ordinador, el procediment per a l'envelliment de la tricapa de polímer. A l'apartat 6.13.5 es detalla la programació del software NOVA 2.1 per a realitzar aquest pas.

Un cop finalitzat l'envelliment, i seguint el criteri d'addició de solució stock de DA (Taula 17) i de 5-HT (Taula 18), ja se'n pot començar a realitzar la detecció:

- 8) Es treu un dels taps del suport de la cel·la i, amb la micropipeta de 20-200 μ L, es fa l'addició de solució stock corresponent. Un cop afegida, tes torna a col·locar el tap.
- 9) Abans de registrar els valors de la nova concentració cal esperar 5 minuts amb la tricapa submergida a la solució (wait time).
- 10) S'executa, a l'ordinador, el procediment per a mesurar les concentracions a la dissolució. A l'apartat 6.13.5 es detalla la programació del software NOVA 2.1 per a realitzar aquest pas.

[DA] (μ M)	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100
V (μ L)	0	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100

Taula 17. Addicions de solució stock de dopamina de 0 a 100 μ M

[5-HT] (μ M)	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100
V (μ L)	0	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100

Taula 18. Addicions de solució stock de serotonina de 0 a 100 μ M

6.13.3. Procediment 2 ([DA]=cnt; [5-HT] \neq cnt)

- 1) Es treu el material necessari de l'estufa per a què es refredi fins a la temperatura ambient.
- 2) Es munta la cel·la oberta al suport.
- 3) Amb una pipeta aforada i una pera de succió s'extreuen 10mL de solució PBS i s'aboquen a la cel·la electrolítica.
- 4) Es col·loca el sensor (WE) al seu suport de coure i es munta, juntament amb un CE i el RE, a la cel·la amb la solució PBS. El WE s'ha d'enfonsar el mínim possible en la dissolució.
- 5) Es tapen tots els forats lliures del suport de la cel·la.
- 6) Un cop realitzat el muntatge, es posen els connectors del potenciostat als elèctrodes corresponents i a terra (element metàl·lic).

Prèviament a la detecció, cal sotmetre la tricapa del sensor a un envelliment. D'aquesta manera, s'assoleix un estat estacionari que millora la selectivitat sense variar apreciablement la sensibilitat.

- 7) S'executa, a l'ordinador, el procediment per a l'envelliment de la tricapa de polímer. A l'apartat 6.13.5 es detalla la programació del software NOVA 2.1 per a realitzar aquest pas.

Un cop finalitzat l'envelliment, i seguint el criteri d'addició de solució stock de DA (Taula 19) i de 5-HT (Taula 20), ja es pot començar a realitzar-ne la detecció:

- 8) Es treu un dels taps del suport de la cel·la i, amb la micropipeta de 20-200 μ L, es fa l'addició de solució stock corresponent. Un cop afegida, es torna a col·locar el tap.
- 9) Abans de registrar els valors de la nova concentració cal esperar 5 minuts amb la tricapa submergida a la solució (wait time).
- 10) S'executa, a l'ordinador, el procediment per a mesurar les concentracions a la dissolució. A l'apartat 6.13.5 es detalla la programació del software NOVA 2.1 per a realitzar aquest pas.

[DA] (μ M)	0	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50
V (μ L)	0	500	0	0	0	0	0	0	0	0	0

Taula 19. Addicions de solució stock de dopamina de 0 a 50 μ M

[5-HT] (μ M)	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100
V (μ L)	0	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100

Taula 20. Addicions de solució stock de serotonina de 0 a 100 μ M

6.13.4. Procediment 3 ([DA] \neq cnt; [5-HT]=cnt)

- 1) Es treu el material necessari de l'estufa per a què es refredi fins a la temperatura ambient.
- 2) Es munta la cel·la oberta al suport.
- 3) Amb una pipeta aforada i una pera de succió s'extreuen 10mL de solució PBS i s'aboquen a la cel·la electrolítica.
- 4) Es col·loca el sensor (WE) al seu suport de coure i es munta, juntament amb un CE i el RE, a la cel·la amb la solució PBS. El WE s'ha d'enfonsar el mínim possible en la dissolució.
- 5) Es tapen tots els forats lliures del suport de la cel·la.
- 6) Un cop realitzat el muntatge, es posen els connectors del potenciostat als elèctrodes corresponents i a terra (element metàl·lic).

Prèviament a la detecció, cal sotmetre la tricapa del sensor a un envelliment. D'aquesta manera, s'assoleix un estat estacionari que millora la selectivitat sense variar apreciablement la sensibilitat.

- 7) S'executa, a l'ordinador, el procediment per a l'envelliment de la tricapa de polímer. A l'apartat 6.13.5 es detalla la programació del software NOVA 2.1 per a realitzar aquest pas.

Un cop finalitzat l'envelliment, i seguint el criteri d'addició de solució stock de DA (Taula 21) i de 5-HT (Taula 22), ja se'n pot començar a realitzar la detecció:

- 8) Es treu un dels taps del suport de la cel·la i, amb la micropipeta de 20-200 μ L, es fa l'addició de solució stock corresponent. Un cop afegida, es torna a col·locar el tap.
- 9) Abans de registrar els valors de la nova concentració cal esperar 5 minuts amb la tricapa submergida a la solució (wait time).
- 10) S'executa, a l'ordinador, el procediment per a mesurar les concentracions a la dissolució. A l'apartat 6.13.5 es detalla la programació del software NOVA 2.1 per a realitzar aquest pas.

[DA] (μ M)	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100
V (μ L)	0	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100

Taula 21. Addicions de solució stock de dopamina de 0 a 100 μ M

[5-HT] (μ M)	0	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30
V (μ L)	0	300	0	0	0	0	0	0	0	0	0

Taula 22. Addicions de solució stock de serotonina de 0 a 30 μ M

6.13.5. Configuració programa NOVA 2.1

6.13.5.1. Ciclovoltamperometria –Envelliment tricapa

- **Procediment:** Cyclic voltammetry potentiostatic
- **Autolab Control:**
 - **Current range:** 1 mA
- **Apply:** -0,49 V
- **CV staircase:**
 - **Start Potential:** -0,49 V
 - **Upper Vertex:** 0,8 V
 - **Lower Vertex:** -0,4 V
 - **Stop Potential:** -0,41 V
 - **Number of scans:** 50
 - **Step:** 0,01
- **Record signals:**
 - **Sampler:** Seleccionar WE(1).Current, WE(1).Potential, WE(1).Charge i Time.
 - **Plots:** Seleccionar i vs E, i vs t i Q vs

6.13.5.2. Ciclovoltamperometria – Detecció DA

- **Procediment:** Cyclic voltammetry potentiostatic
- **Autolab Control:**
 - **Current range:** 1 mA
- **Apply:** -0,49 V
- **CV staircase:**
 - **Start Potential:** -0,49 V
 - **Upper Vertex:** 0,8 V
 - **Lower Vertex:** -0,4 V
 - **Stop Potential:** -0,41 V
 - **Number of scans:** 5
 - **Step:** 0,01
- **Record signals:**
 - **Sampler:** Seleccionar WE(1).Current, WE(1).Potential, WE(1).Charge i Time.
 - **Plots:** Seleccionar i vs E, i vs t i Q vs

6.14. Neteja del material

Un cop finalitzades les proves experimentals cal deixar net tot l'instrumental utilitzat:

- L'elèctrode de referència (RE) s'ha de netejar bé amb aigua destil·lada, assecar i col·locar al seu recipient, assegurant-se sempre que el nivell de líquid cobreixi la part inferior de l'elèctrode.
- Els contra-elèctrodes (CE) s'han de netejar amb aigua destil·lada, acetona i aigua destil·lada de nou. És important seguir l'ordre indicat. Finalment, s'han d'assecar sense deixar cap residu.
- Els cables i connectors emprats per a la connexió amb el potenciostat s'han de retornar a la seva caixa corresponent. No es poden deixar a sobre de la superfície de treball, ja que es podrien embrutar o deteriorar.
- El material de vidre s'ha de netejar amb aigua destil·lada i, a continuació, amb acetona. Un cop secs, aquell material que s'hagi agafat de l'estufa s'ha de retornar al mateix lloc.

7. Anàlisi de resultats

En aquest apartat es presenten els resultats obtinguts, a partir del tractament de les dades experimentals recollides amb el programa NOVA 2.1, durant el projecte. S'inclouen els gràfics de les diferents etapes i proves realitzades, per tal de facilitar-ne l'estudi i l'obtenció de conclusions al respecte.

7.1. Verificació solucions generadores

Tal i com s'ha explicat en punts anteriors del treball, per assegurar que la qualitat i la puresa de les dues solucions generadores és la adequada s'han realitzat, per a cadascuna, les CV de control pertinents. Aquelles dissolucions amb contaminants o altres compostos que comportessin una electrodeposició incorrecta del polímer han estat descartades i generades de nou.

A continuació es mostren els gràfics de les CV de control per a les solucions d'electròlit d'EDOT i d'NMPy emprades en el transcurs del projecte:

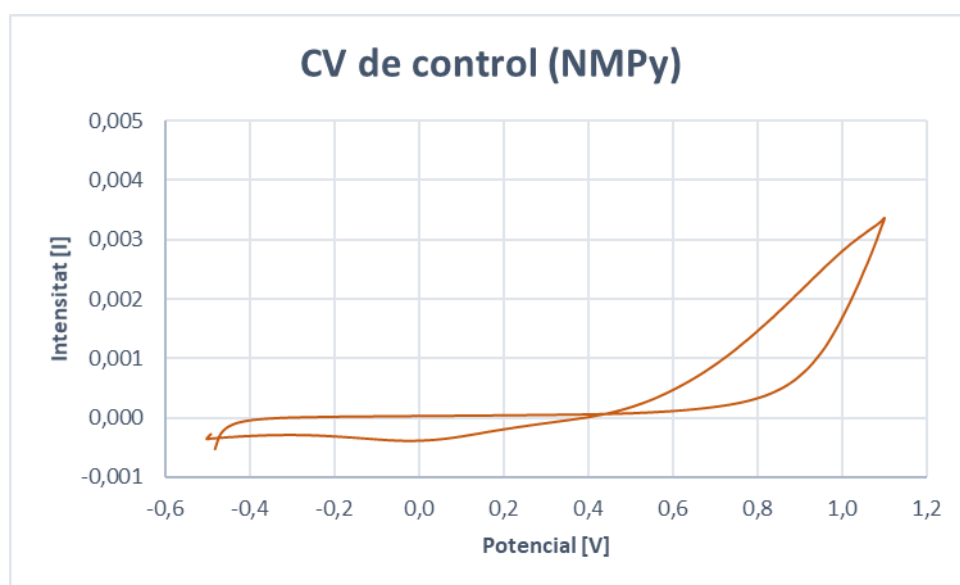


Figura 31. CV de control per a la solució d'NMPy. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

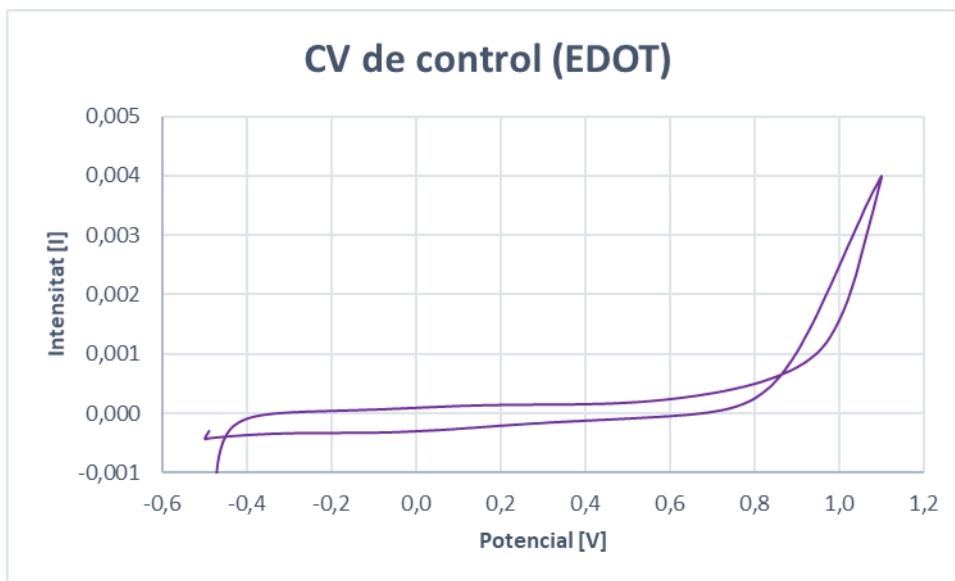


Figura 32. CV de control per a la solució d'EDOT. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

Tal i com es pot observar a la figures 31 i 32, no existeixen pics als gràfics. Això implica que no hi ha elements que s'estiguin oxidant en l'electròlit i que la dissolució és apta per a generar el polímer.

7.2. Envel·liment de l'elèctrode

Durant el procés de preparació dels WE, per a realitzar la detecció de DA i 5-HT, aquests s'han de sotmetre a un tractament d'envel·liment per a optimitzar-ne les seves propietats. El gràfic següent (Figura 33) mostra aquesta evolució de l'elèctrode.

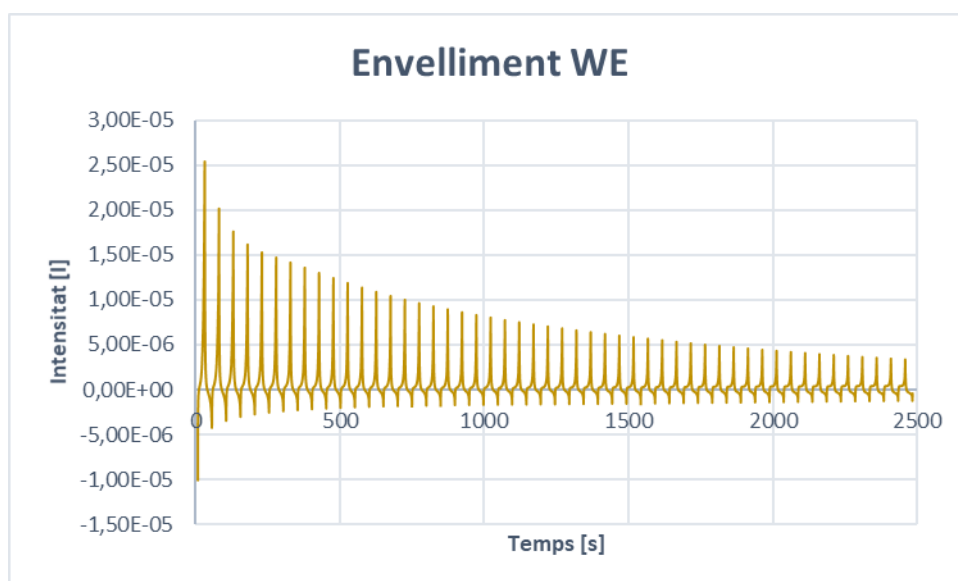


Figura 33. Evolució del WE durant l'envel·liment. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

Tal i com es pot veure a la figura anterior la tricapa de polímers es va deteriorant, ja que la càrrega va disminuint. Aquest desgast s'estudia amb la LEA o pèrdua d'electroactivitat (*loss of electroactivity*).

Idealment el valor de la LEA seria igual a zero, el que implicaria que la mostra no perd càrrega amb cada cicle aplicat. En un cas real, però, la LEA és major que zero i indica la fracció de càrrega perduda respecte a la inicial. Es calcula amb la següent fórmula:

$$LEA [\%] = \frac{\Delta Q}{Q} \cdot 100 = \frac{Q_2 - Q_n}{Q_2} \cdot 100 \quad (\text{Eq. 7.1})$$

On:

- Q_2 és la càrrega al segon cicle, que es pren com a cicle inicial.
- Q_n és la càrrega del cicle per al qual es calcula la LEA.

Al següent gràfic (Figura 34) es representa l'evolució de la LEA, calculada per a cadascun dels cinquanta cicles del procés d'envelliment.

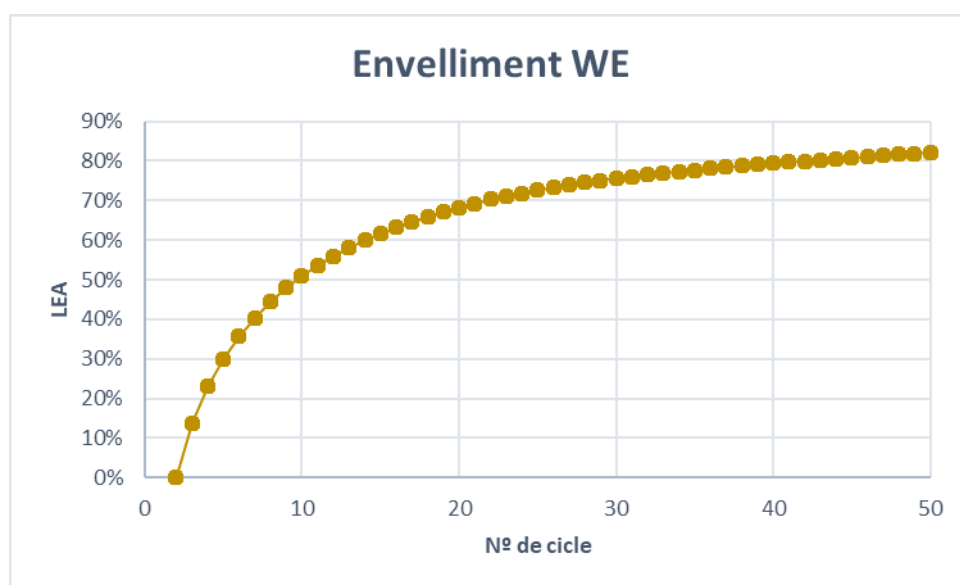


Figura 34. Evolució de la LEA durant l'envelliment. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

Amb les dades obtingudes s'ha determinat que al final del procés d'envelliment la tricapa ha perdut un 82,14% d'electroactivitat, amb la qual cosa s'ha vist reduïda considerablement la seva càrrega inicial.

Si amb els valors anteriors es calcula l'increment de la LEA, amb cada cicle s'obté el gràfic següent (Figura 35):

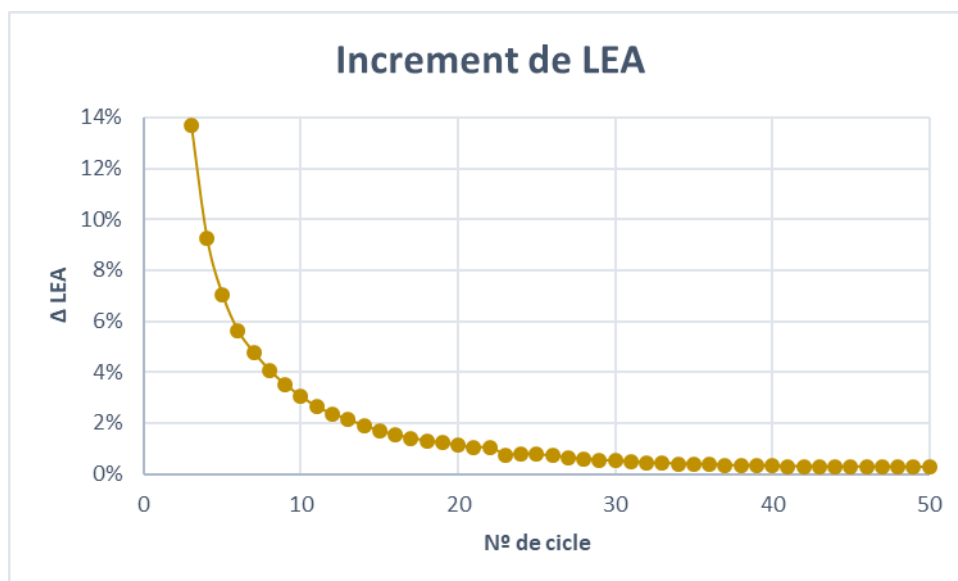


Figura 35. Increment de la LEA amb cada cicle d'envelliment. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

Es pot observar que la pèrdua de càrrega que es produeix a cada cicle tendeix asimptòticament a zero. Això implica que el polímer assoleix un estat estacionari d'equilibri en el qual la seva càrrega es manté pràcticament constant, independentment del número de cicles.

Aquest comportament és molt positiu perquè comporta que un mateix sensor pot ser utilitzat per a realitzar una gran quantitat de mesures. S'inclou una taula resum amb el valor de la càrrega del sensor a diferents cicles (Taula 23).

Cicle	2	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50
Càrrega [$\times 10^{-5}$ C]	10,54	7,38	5,17	4,05	3,35	2,89	2,57	2,35	2,18	2,03	1,88

Taula 23. Càrrega del sensor a diferents cicles. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

7.3. Detecció de dopamina (DA)

En aquest punt es treballa amb les dades recollides pels sensors a l'hora de determinar les concentracions de dopamina en absència d'altres compostos. Es tracten els valors per a realitzar-ne un estudi, tant quantitatiu com qualitatiu, i per a determinar el límit de detecció del sensor.

Les dades recopilades abracen un rang de concentracions que va de 0-100 μ M. Tal i com s'ha explicat al mètode experimental s'han realitzat CV de 5 cicles per a cada concentració.

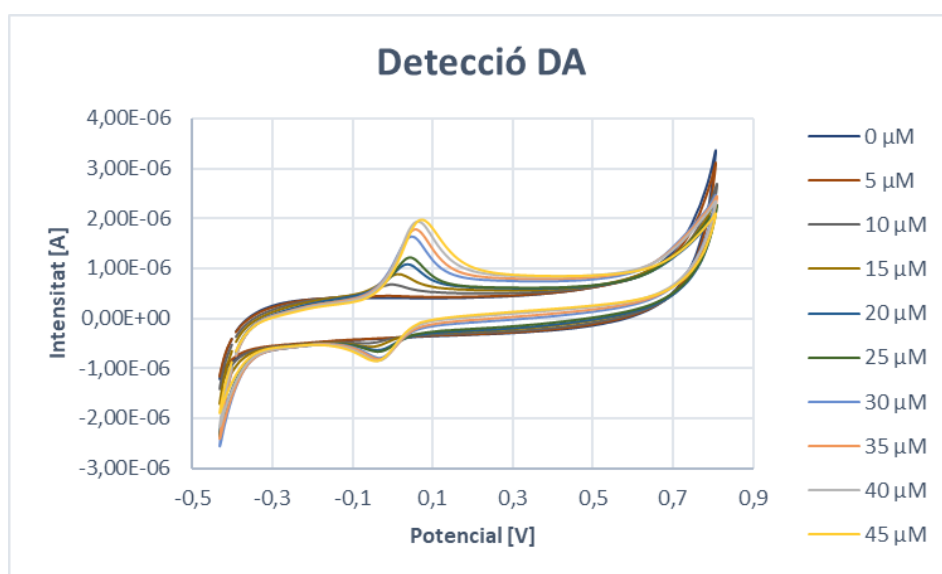


Figura 36. Detecció de dopamina de 0-45 μ M. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

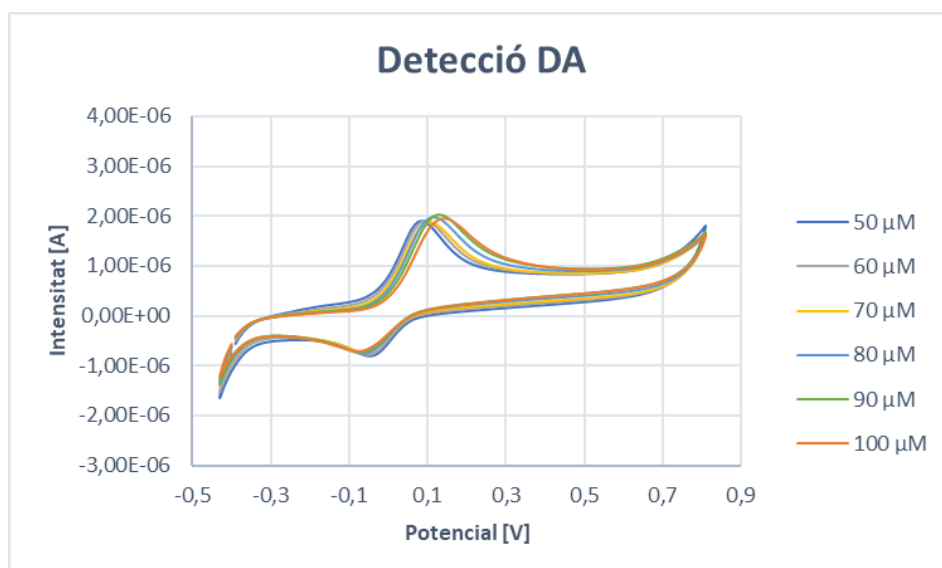


Figura 37. Detecció de dopamina de 50-100 μ M. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

A partir de les dades representades a la Figura 36 i a la Figura 37, on s'ha pres com a referència el segon cicle de les CV realitzades, s'ha constatat que l'augment de la concentració de dopamina es tradueix en un augment de la intensitat al potencial de pic.

Aquest fet s'ha volgut confirmar ajustant les dades experimentals a una regressió lineal. Per aquest motiu, ha estat necessari identificar el potencial i la intensitat del pic. Al següent gràfic es recull la regressió dels punts.

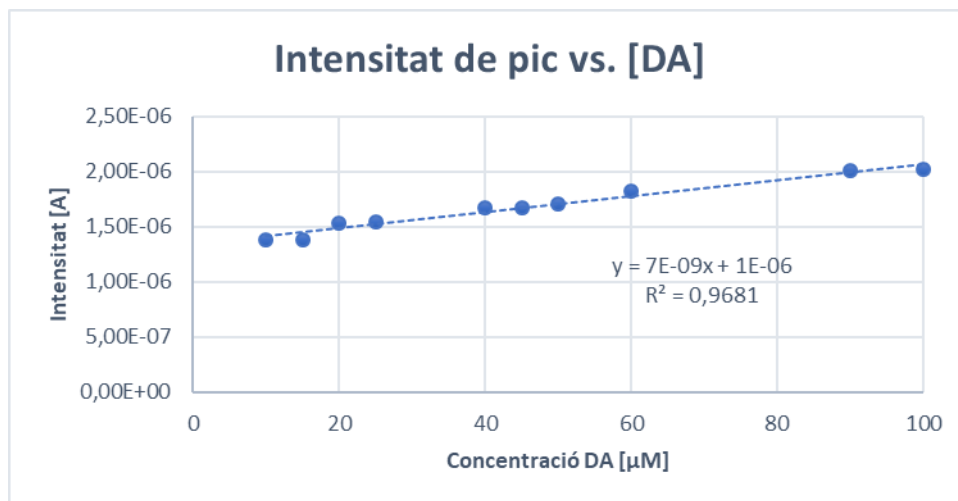


Figura 38. Variació de la intensitat de pic amb l'increment de [DA]. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

Per a realitzar l'ajust correctament s'han obviat alguns dels punts experimentals, ja que empitjoraven el model de regressió. Així doncs, l'equació de la recta amb la relació entre la concentració de dopamina i la intensitat de pic pren la forma següent:

$$I = 7 \cdot 10^{-9} \cdot [DA] + 1 \cdot 10^{-6} \quad (\text{Eq. 7.2})$$

Per a la determinació gràfica del límit de detecció del sensor s'han utilitzat les dades experimentals recollides per a concentracions de dopamina d'entre els 0 i els 5 μ M.

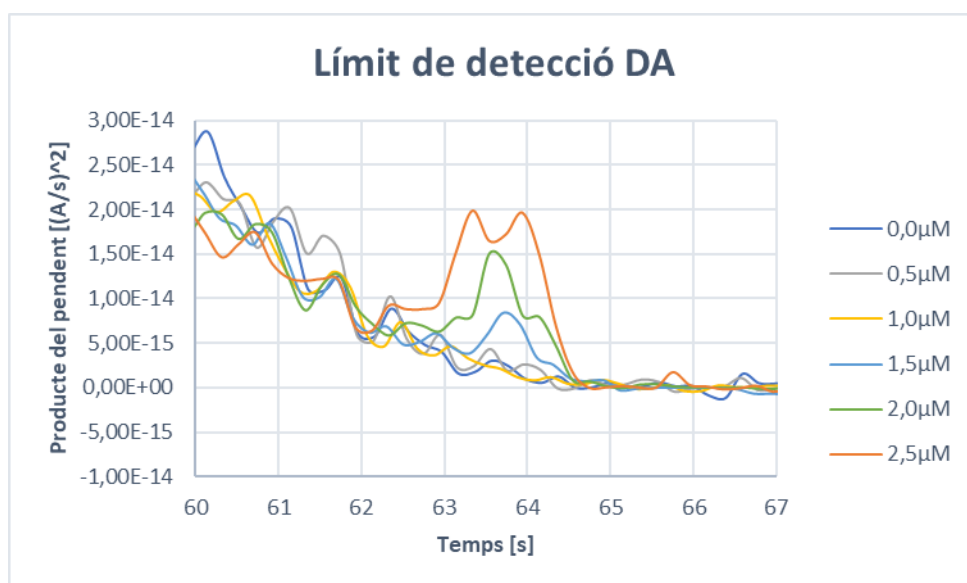


Figura 39. Ampliació del pic de la DA per a estimar el límit de detecció. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

En aquest cas s'ha optat per representar el producte del pendent en funció del temps. S'ha calculat el producte del pendent de la funció $I(t)$ per accentuar el pic fet per la dopamina, ja que representant només la derivada respecte el temps no s'obtenien resultats visibles fins a concentracions més elevades. A la Figura 39 s'ha centrat el gràfic en l'interval on apareix el pic de la dopamina. Es pot comprovar que, visualment, s'identifica el primer pic clar als 1,5 μ M.

Els valors obtinguts s'han comparat amb l'estudi que serveix de referència a aquest projecte, per tal de verificar la solidesa dels resultats obtinguts. Així doncs, s'ha comprovat que el rang d'intensitats amb les quals ha treballat el sensor coincideix amb l'indicat al material de referència. De la mateixa manera, el límit calculat amb la regressió i la representació gràfica està en sintonia amb els resultats del treball de base. [2]

D'altra banda, analitzant les dades, també s'ha observat que el potencial de pic augmenta amb la concentració de dopamina de la solució. Al següent gràfic es representa l'ajust que s'ha fet, amb les dades experimentals recollides, per tal d'ajustar aquest desplaçament a una regressió de tipus lineal.

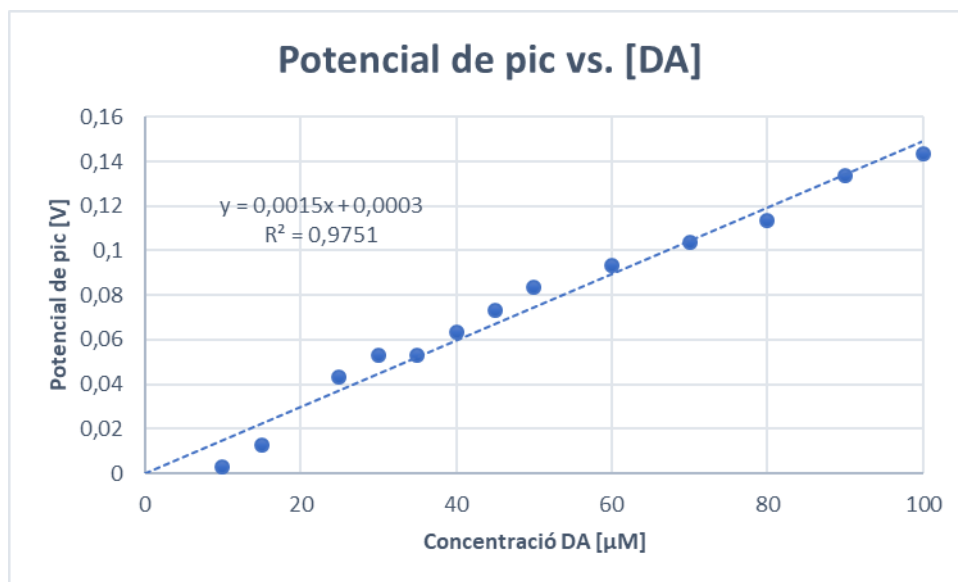


Figura 40. Variació del potencial de pic amb l'increment de [DA]. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

Això confirma el desplaçament observat, que també s'aprecia visualment tant a la Figura 36 com a la Figura 37. En base als resultats obtinguts en obres de consulta [2] sembla que el pic de la dopamina s'espera a 0,15V. Aquesta informació no entra en contradicció amb els resultats obtinguts, ja que aquest augment lineal calculat pot trobar un valor límit a concentracions més elevades, el 0,15V per exemple.

L'última tasca que s'ha realitzat, en relació a la detecció de dopamina, ha estat l'estudi de l'evolució de la LEA en funció del número de cicle per a totes les concentracions assajades. En aquest cas, s'ha optat per representar les diferents evolucions en un sol gràfic (Figura 41):

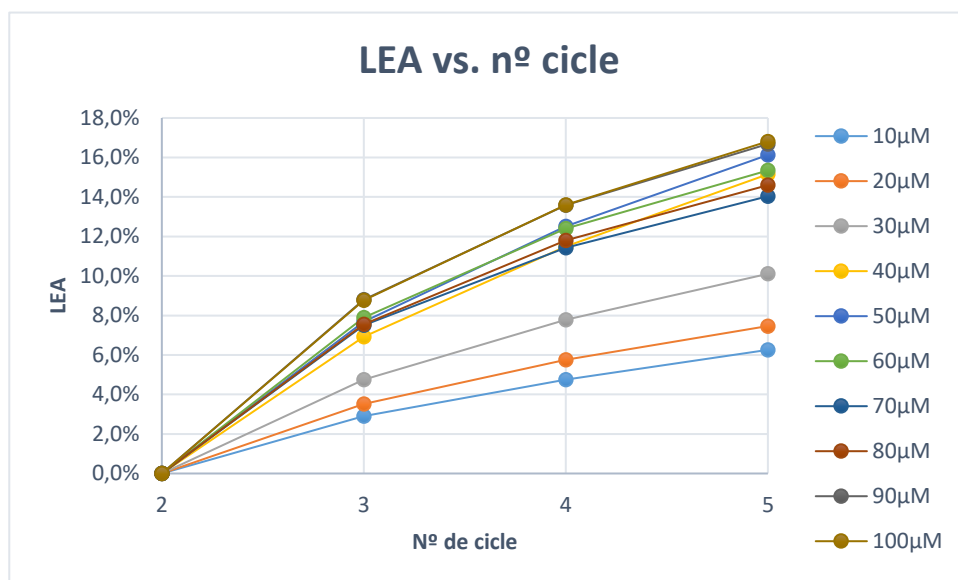


Figura 41. Evolució de la LEA per concentració de dopamina [Font: Pròpia. Nova 2.1]

A la vista dels resultats es pot afirmar que la LEA no només s'incrementa amb cada cicle, sinó que va augmentant a mesura que s'incrementa la concentració de dopamina. Més concretament, es pot observar que a partir de la concentració de DA 30µM, la LEA del darrer cicle de la detecció fa un salt significatiu, podent arribar a superar el 16%.

7.4. Detecció de serotonina (5-HT)

En aquest apartat es treballa amb les dades recollides pels sensors a l'hora de determinar les concentracions de serotonina en absència d'altres compostos. Es tracten els valors per a realitzar-ne un estudi, tant quantitatiu com qualitatiu, i per a determinar el límit de detecció del sensor.

Les dades recopilades abracen un rang de concentracions que va de 0-100 μ M. Tal i com s'ha explicat al mètode experimental s'han realitzat CV de 5 cicles per a cada concentració.

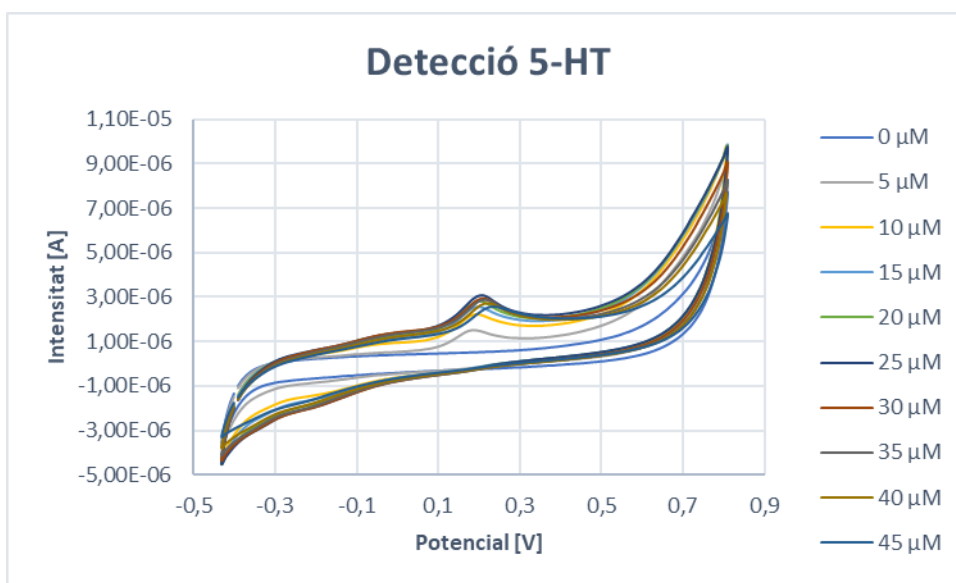


Figura 42. Detecció de dopamina de 0-45 μ M. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

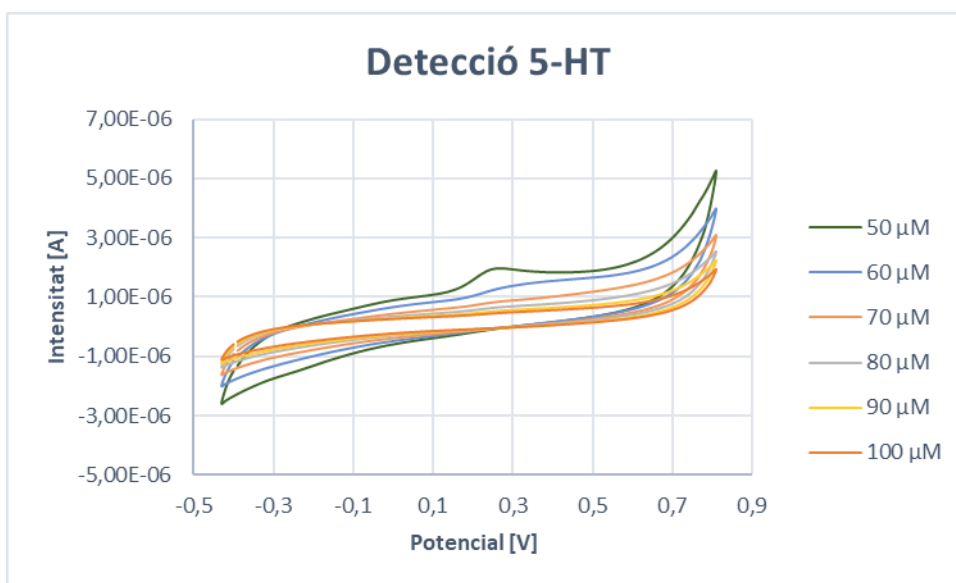


Figura 43. Detecció de dopamina de 50-100 μ M. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

El primer punt a tractar en aquest apartat sorgeix del comportament observat a la Figura 42 i a la Figura 43. A baixes concentracions, el pic de la detecció va augmentant en consonància amb la concentració de serotonina. Aleshores, en concentracions de 5-HT superiors a 25 μ M, el pic comença a disminuir el seu valor. Manté aquest comportament fins a arribar a una concentració de 70 μ M a on desapareix i ja no es pot distingir cap pic a la gràfica. Al gràfic de la Figura 44 es representa aquesta evolució.

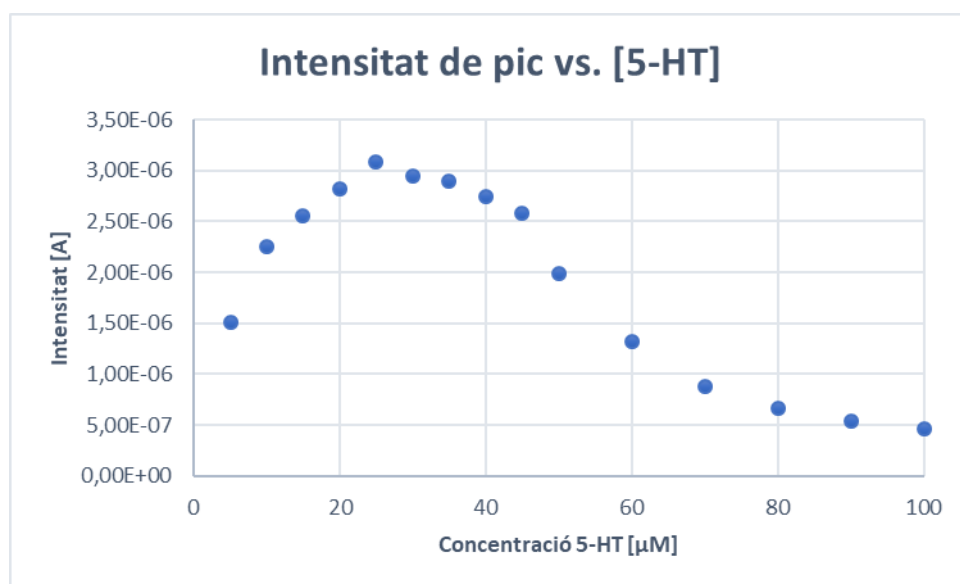


Figura 44. Variació de la intensitat de pic amb l'increment de [5-HT]. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

Davant d'aquest fet es va repetir fins a tres vegades l'experiment per tal de comprovar que els resultats no estiguessin causats per un error humà a l'hora de realitzar les proves. Malgrat tot, sempre s'obtenien els mateixos resultats.

És en aquest moment quan es prenen mesures per a intentar millorar la detecció de la 5-HT. D'aquesta manera es va decidir mantenir la solució de la cel·la en agitació. Es va tornar a generar el sensor i, un cop va estar preparat seguint les mateixes condicions que anteriorment, es va repetir el procés experimental per a detectar la serotonina. El gràfic següent (Figura 45) recull les noves dades experimentals i les compara amb les preses anteriorment (Figura 44).

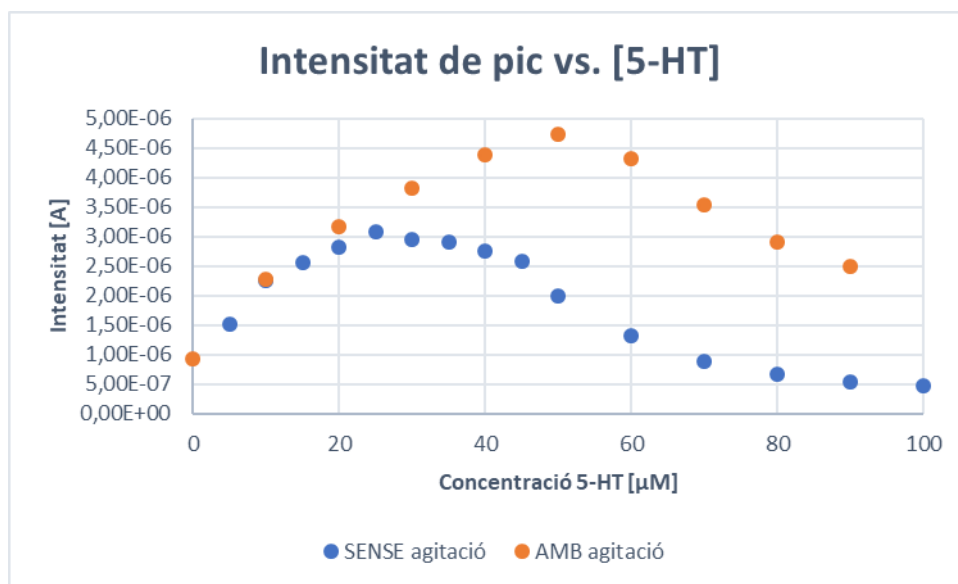


Figura 45. Variació de la intensitat de pic amb l'increment de [5-HT] amb i sense agitació. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

Gràcies a la comparació anterior es pot observar com, a baixes concentracions, els sensors es comporten pràcticament de la mateixa manera. A mida que les mesures s'aproximen al llindar de detecció sense agitació ($30\mu\text{M}$), es fa evident que les mesures obtingudes amb agitació superen aquest valor i mantenen el seu comportament lineal fins a concentracions més elevades ($50\mu\text{M}$).

Malgrat tot, per a concentracions de serotonina més elevades, es repeteix el comportament observat en les proves realitzades sense agitació. Aquesta casuística de les proves experimentals s'ha repetit tres vegades i s'han obtingut els mateixos resultats.

Això demostra que mantenir la mostra en agitació millora la detecció del compost estudiat, però fins a un cert límit. Per aquest motiu, ha estat necessari buscar una segona alternativa per a obtenir un sensor capaç de mesurar, com a mínim, un rang de concentracions de 5-HT igual que en el cas de la dopamina.

A l'hora de proposar una nova variació del mètode experimental, per a millorar el comportament del sensor, es va fer el següent raonament: l'agitació és una solució parcial del problema i no és vàlida com a millora viable. Cal, doncs, actuar en el propi sensor.

En base a aquesta idea, es va decidir "reforçar" la tricapa polimèrica del sensor. Es va modificar el darrer temps de generació, corresponent a l'última capa d'EDOT. D'aquesta manera, es va sintetitzar una variant del sensor amb els següents temps de generació:

- **Original:** 1s EDOT/3s NMPy/1s EDOT
- **Variante:** 1s EDOT/3s NMPy/3s EDOT

Així doncs, un cop generat el sensor amb la nova configuració de tricapa, es va repetir el procés experimental per a detectar la serotonina. El gràfic següent (Figura 46) recull les noves dades experimentals i les compara amb les preses anteriorment.

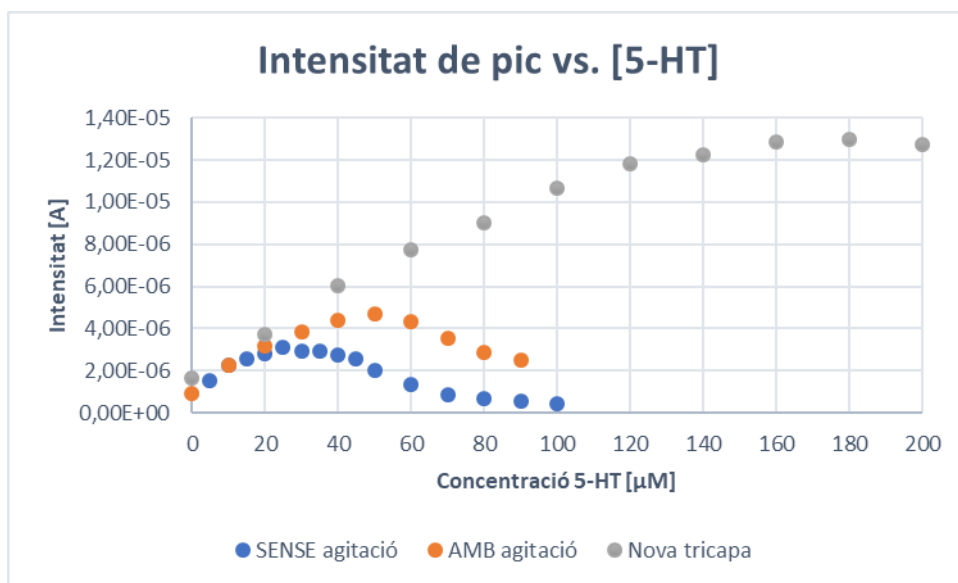


Figura 46. Intensitat de pic en funció de la [5-HT] amb la nova tricapa respecte als mètodes anteriors. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

Tal i com es pot observar, la nova configuració de tricapa aconsegueix obtenir un rang de mesures lineals de la concentració superior a l'aconseguit fins al moment. Per a verificar que no es tractés d'un comportament fortuït es va repetir dues vegades la detecció de serotonina amb aquesta configuració de sensor. Els resultats recollits varen coincidir en totes les proves.

Amb els valors recollits, s'han ajustat les dades experimentals a una recta de regressió dins del rang de treball. Igual que amb la dopamina, ha estat necessari identificar el potencial i la intensitat del pic. Al següent gràfic (Figura 47) es recull la regressió dels punts.

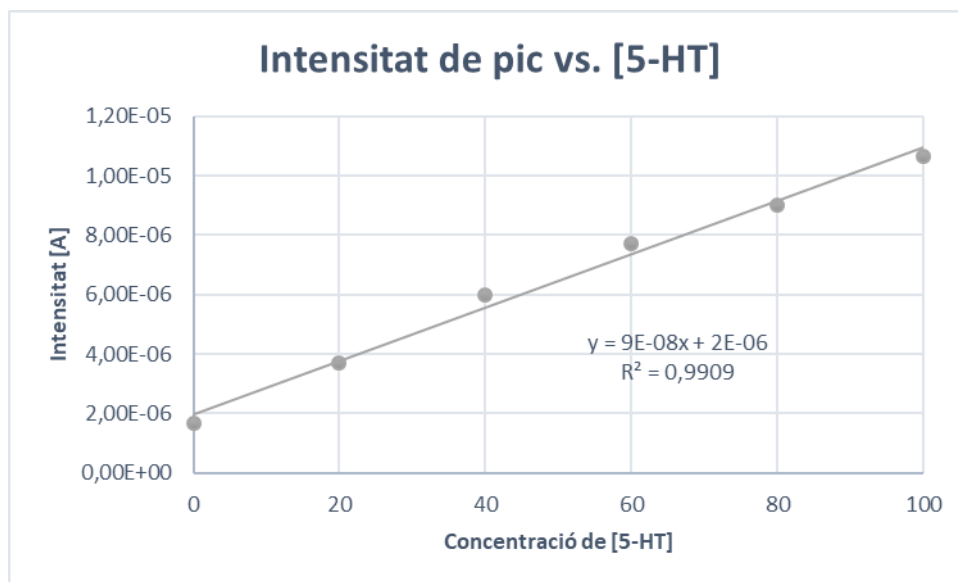


Figura 47. Variació de la intensitat de pic amb l'increment de [DA]. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

Per a realitzar l'ajust de manera correcta no ha calgut ignorar cap dels punts experimentals. Així doncs, l'equació de la recta amb la relació entre la concentració de serotonina i la intensitat de pic pren la forma següent:

$$I = 9 \cdot 10^{-8} \cdot [5HT] + 2 \cdot 10^{-6} \quad (\text{Eq. 7.3})$$

Per a la determinació gràfica del límit de detecció del sensor s'han utilitzat les dades experimentals recollides per a concentracions de dopamina d'entre els 0 i els 5 μ M.

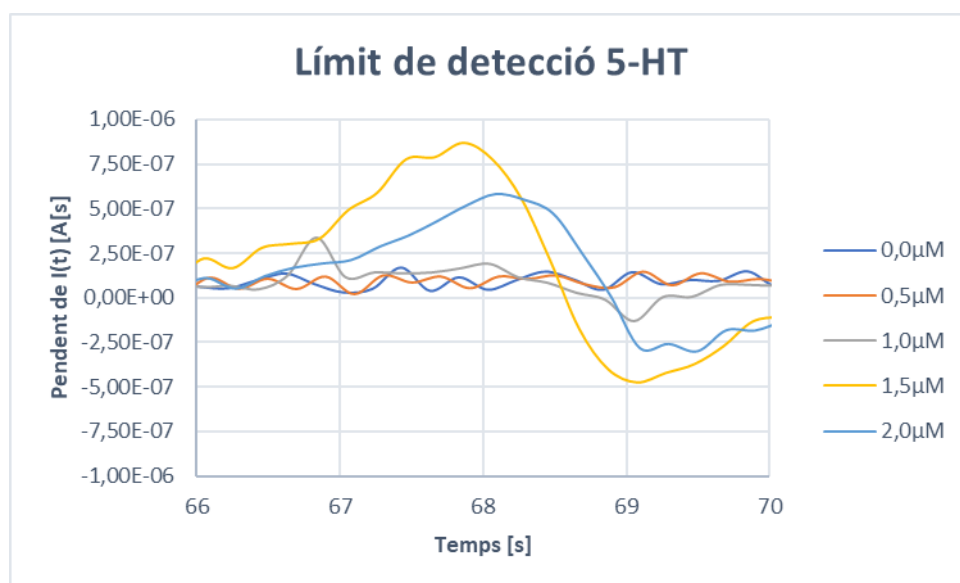


Figura 48. Ampliació del pic de la 5-HT per a estimar el límit de detecció. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

En aquest cas, a diferència de la representació feta amb la dopamina, s'ha optat per a representar el pendent de la funció $I(t)$ en funció del temps, ja que ha estat suficient observar la derivada de la funció, en l'interval esperat del pic, per a identificar la concentració mínima detectable. A la Figura 48 s'ha centrat el gràfic en l'interval on apareix el pic de la dopamina. Es pot comprovar que, visualment, s'identifica un pic clar als $1,5\mu\text{M}$.

D'altra banda, utilitzant les dades de tots les mesures experimentals realitzades, també s'ha observat que el potencial de pic augmenta amb la concentració de serotonina de la solució. A diferència del que s'observava amb la dopamina, aquí el potencial de pic augmenta fins a un mateix valor límit per a totes les proves realitzades.

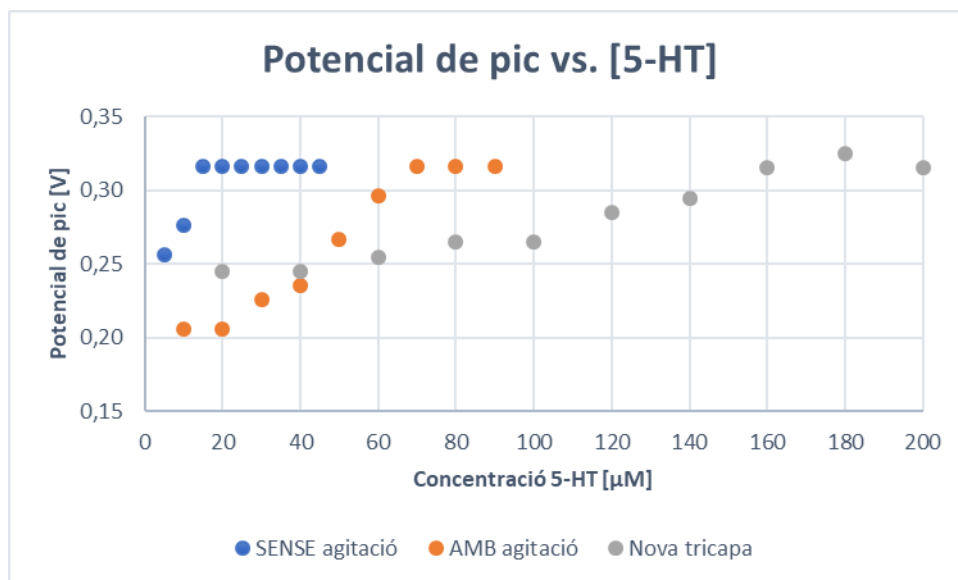


Figura 49. Variació del potencial de pic amb l'increment de [5-HT] per a totes les proves. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

A la Figura 49 s'observa el comportament explicat anteriorment. Es pot comprovar que les diferents proves realitzades presenten un augment lineal, més o menys pronunciat, fins a arribar al valor límit de 0,316V. Aquest potencial límit sembla ser característic de la serotonina.

A més, aquest valor límit del potencial amb la 5-HT també guarda relació amb els resultats obtinguts amb DA a l'apartat anterior. La dopamina té un valor de potencial de pic esperat de 0,15V. Si prenem el comportament detectat amb la 5-HT i l'apliquem a la DA, té lògica teoritzar que 0,15V sigui el potencial límit característic de la dopamina i que els valors de concentracions amb els quals s'ha treballat es trobin dins del rang d'augment lineal.

A continuació es calcula la recta d'ajust dels valors del potencial de pic en funció de la concentració de serotonina, per al sensor amb la nova configuració de tricapa.

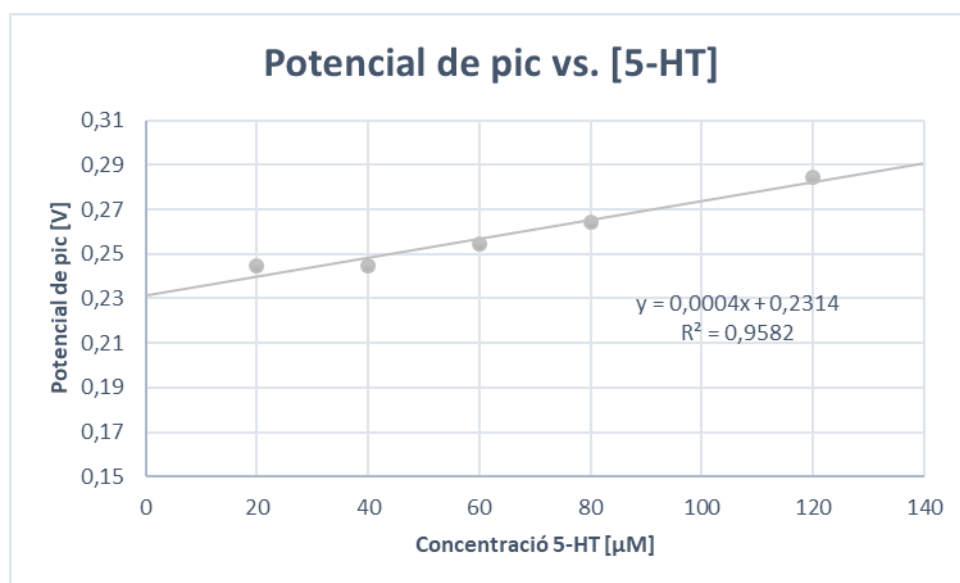


Figura 50. Variació del potencial de pic amb l'increment de [5-HT]. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

S'ha representat la variació només al tram de concentracions previ a arribar al valor llindar de 0,316V.

Donat que s'està posant a prova una modificació del sensor original, s'ha repetit l'estudi de l'envelliment de la tricapa. Als gràfics següents es recull l'evolució del nou elèctrode (blau clar) respecte a l'elèctrode original (blau fosc).

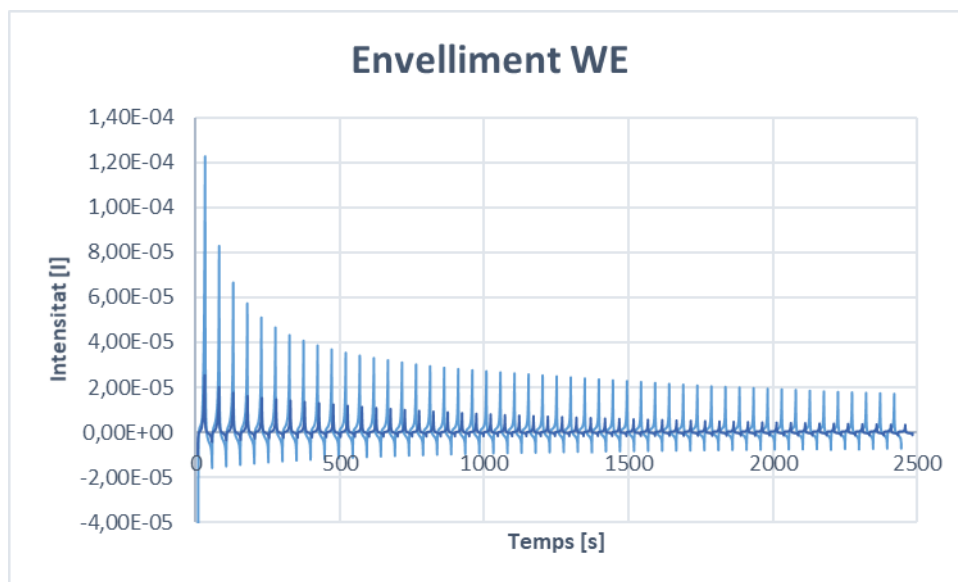


Figura 51. Evolució del nou WE durant l'envelliment. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

Al gràfic de la Figura 51 s'observa com la càrrega del sensor modificat és superior a la de l'original. Això és coherent amb el canvi proposat, ja que s'està augmentant el temps de generació del darrer polímer.

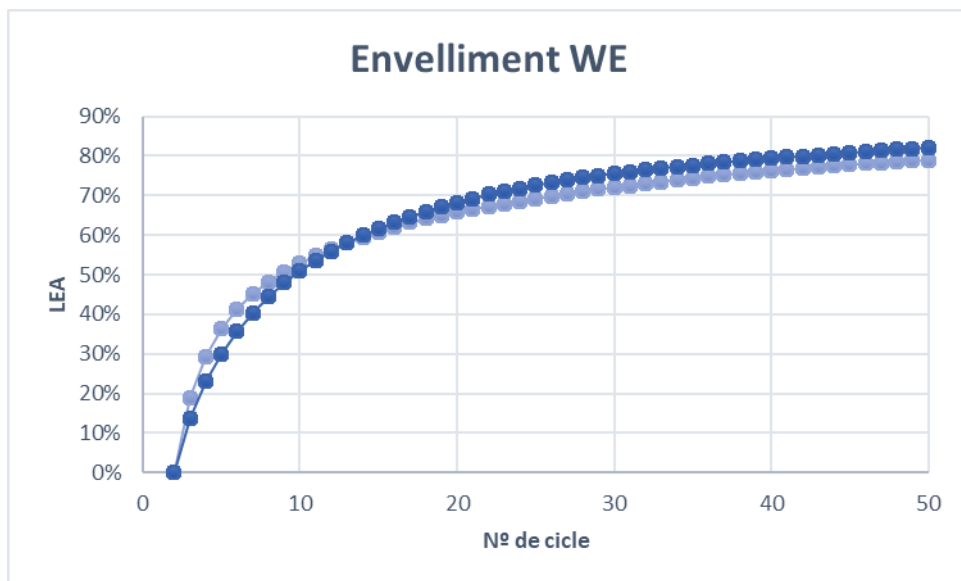


Figura 52. Evolució de la LEA del nou WE durant l'envel·liment. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

Amb les dades obtingudes s'ha determinat que al final del procés d'envel·liment la nova tricapa ha perdut un 78,92% d'electroactivitat, un valor lleugerament inferior al de la versió original.

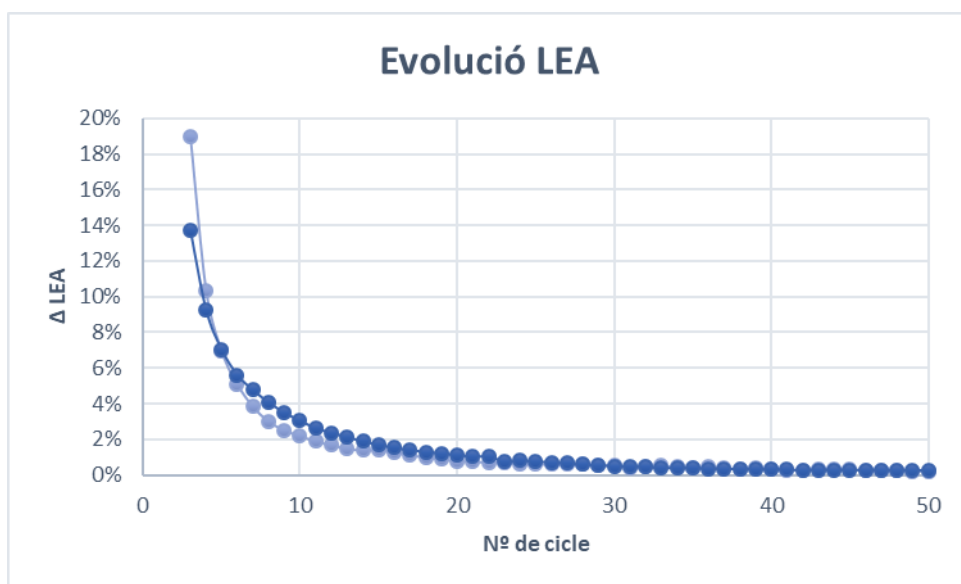


Figura 53. Increment de la LEA amb cada cicle d'envel·liment. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

Per últim, amb la informació de la Figura 53, es pot observar com la pèrdua de càrrega del nou sensor és més elevada als primers cicles. Tot i així, la tendència d'ambdues configuracions de tricapa tendeix cap al mateix estat estacionari.

L'última tasca que s'ha realitzat, en relació a la detecció de serotonina, ha estat l'estudi de l'evolució de la LEA en funció del número de cicle per a les diferents concentracions assajades. En aquest cas, s'ha optat per representar les evolucions en un sol gràfic (Figura 54):

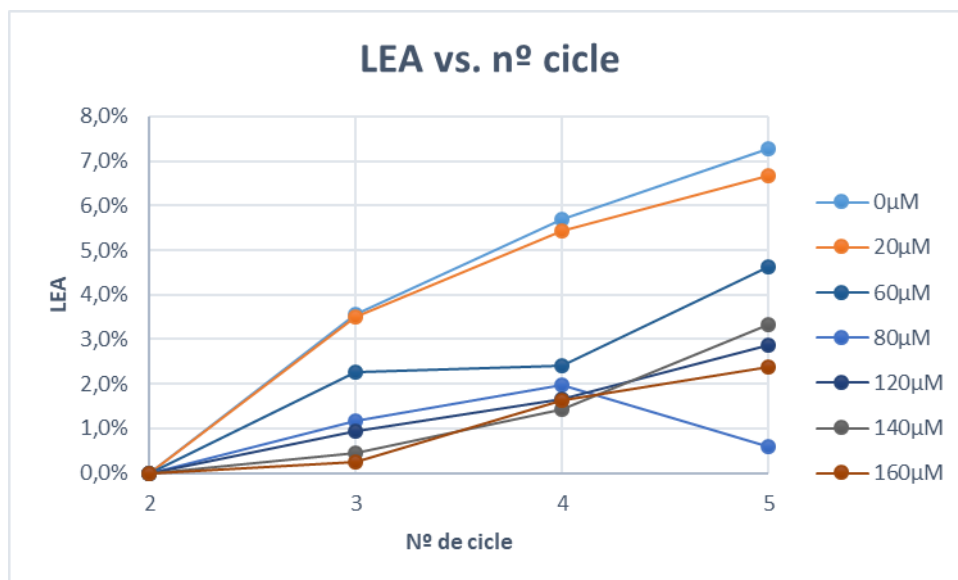


Figura 54. Evolució de la LEA per concentració de serotonina [Font: Pròpia. Nova 2.1]

Amb els resultats obtinguts es pot afirmar que la LEA oscil·la entre l'1% i el 8% per al darrer cicle de cada mesura. També es pot observar com la pèrdua d'electroactivitat, en general, va disminuint a mesura que augmentem la concentració del compost. Això té sentit ja que el nombre de cicles realitzat pel sensor augmenta amb la concentració, de manera que el desgast de la tricapa també augmenta.

7.5. Detecció de DA i 5-HT simultàniament

En el següent apartat es treballa amb les dades recollides pels sensors a l'hora de determinar les concentracions de dopamina i serotonina al mateix temps.

Per a recopilar les dades, que abracen un rang de concentracions de 0-100 μ M, s'ha utilitzat la configuració modificada de la tricapa del sensor, ja que és la única que treballa correctament dins del rang indicat. A més, s'aprofita la informació obtinguda per a caracteritzar, en la mesura del possible, el funcionament d'aquesta nova proposta de sensor.

7.5.1. Concentracions iguals de DA i 5-HT

La primera bateria de proves s'ha realitzat per a concentracions iguals de DA i 5-HT, cada cop més elevades. Els gràfics següents recullen els valors obtinguts de les CV de 5 cicles per a cada concentració.

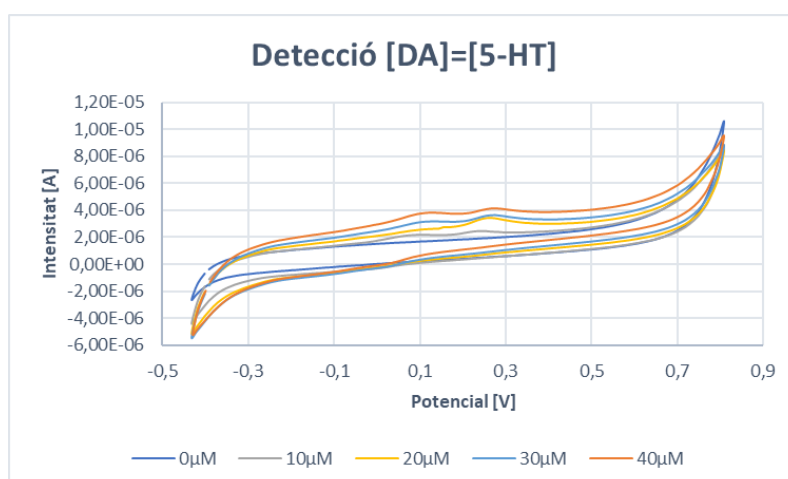


Figura 55. Detecció de DA i 5-HT de 0-40 μ M. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

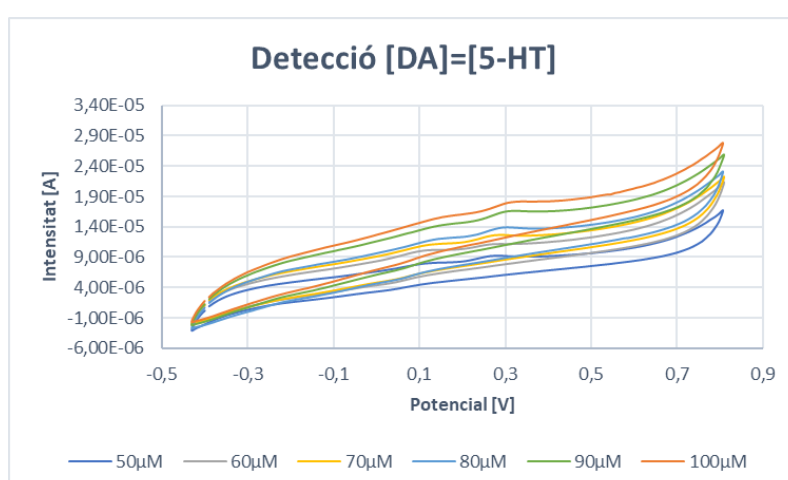


Figura 56. Detecció de DA i 5-HT de 50-100 μ M. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

A partir de les dades recollides (Figura 55 i Figura 56), el primer que es pot determinar és que els pics dels dos compostos tenen un potencial de pic prou diferent (estan prou separats) com per a permetre la seva detecció simultània.

Així doncs, el següent pas ha estat ajustar els valors obtinguts de les intensitats de pic en funció de la concentració del compost, tal i com s'ha anat fent en apartats anteriors. En aquest cas, però, s'obtidran per a la DA i la 5-HT a la vegada.

Per a la dopamina es pot observar com la qualitat de la regressió és molt bona, superant la R^2 obtinguda en apartats anteriors.

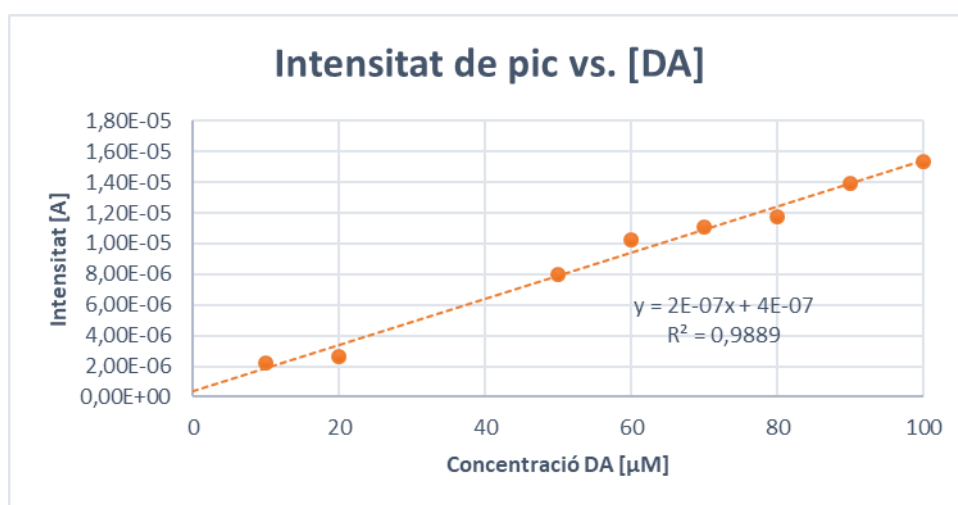


Figura 57. Variació de la intensitat de pic amb l'increment de [DA]. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

Per a realitzar l'ajust de forma correcta s'han obviat alguns dels punts experimentals per a millorar la qualitat de la regressió. Així doncs, l'equació de la recta amb la relació entre la concentració de DA i la intensitat de pic pren la forma següent:

$$I = 2 \cdot 10^{-7} \cdot [DA] + 4 \cdot 10^{-7} \quad (\text{Eq. 7.4})$$

Amb aquestes dades es pot afirmar que les proves, amb la nova configuració proposada per a la tricapa, s'han executat adequadament. També indica la viabilitat del sensor a l'hora de detectar la concentració de dopamina en una dissolució amb serotonina.

Si es compara amb la regressió obtinguda en apartats anteriors on es detectava DA sola, Figura 38, s'obté la següent gràfica:

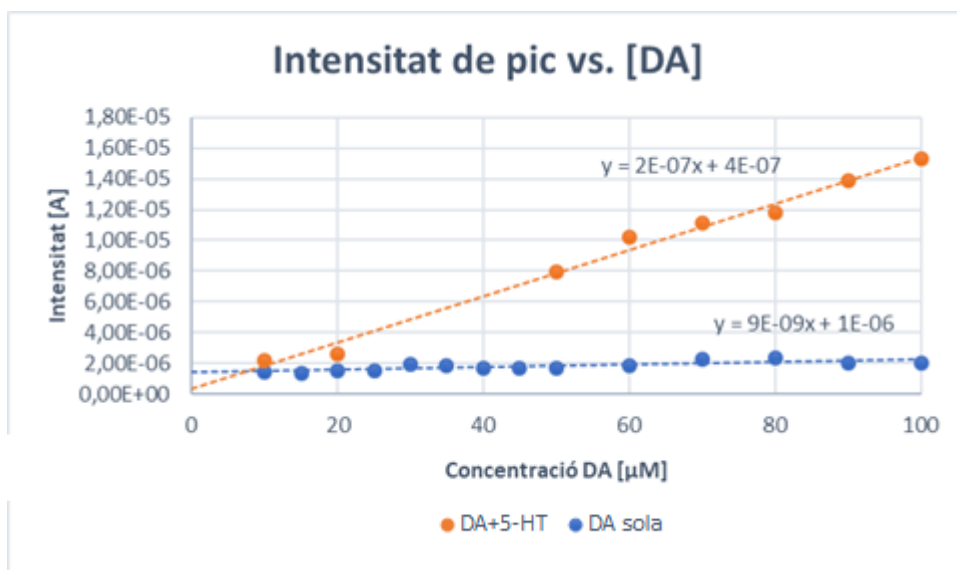


Figura 58. Comparació de les regressions realitzades per a la DA. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

A la gràfica anterior (Figura 58) s'observa com la recta d'ajust de les proves actuals (taronja), presenta un pendent més elevat que per al cas de la dopamina sola (blau). Aquest augment de la sensibilitat del sensor es tindrà present de cara les pròximes proves experimentals, per tal d'extreure'n la màxima informació possible.

En el cas de la serotonina es pot veure com la R^2 calculada també és millor respecte a la de l'apartat anterior, tot i que no de manera significativa.

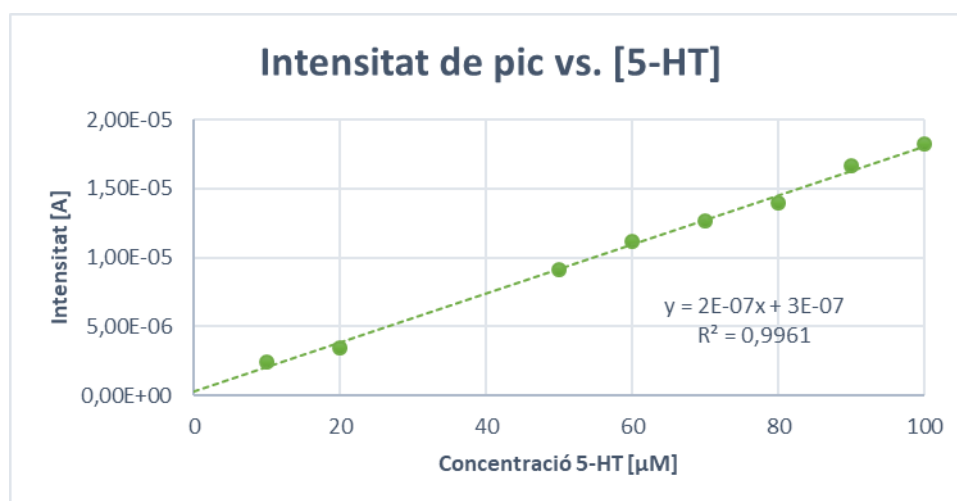


Figura 59. Variació de la intensitat de pic amb l'increment de [5-HT]. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

Per a realitzar l'ajust de forma correcta s'han obviat alguns dels punts experimentals per a millorar la qualitat de la regressió. Així doncs, l'equació de la recta amb la relació entre la concentració de serotonina i la intensitat de pic pren la forma següent:

$$I = 2 \cdot 10^{-7} \cdot [5HT] + 3 \cdot 10^{-7} \quad (\text{Eq. 7.5})$$

Si es compara la darrera regressió amb l'obtinguda en l'apartat anterior (Figura 47), s'obté la següent gràfica:

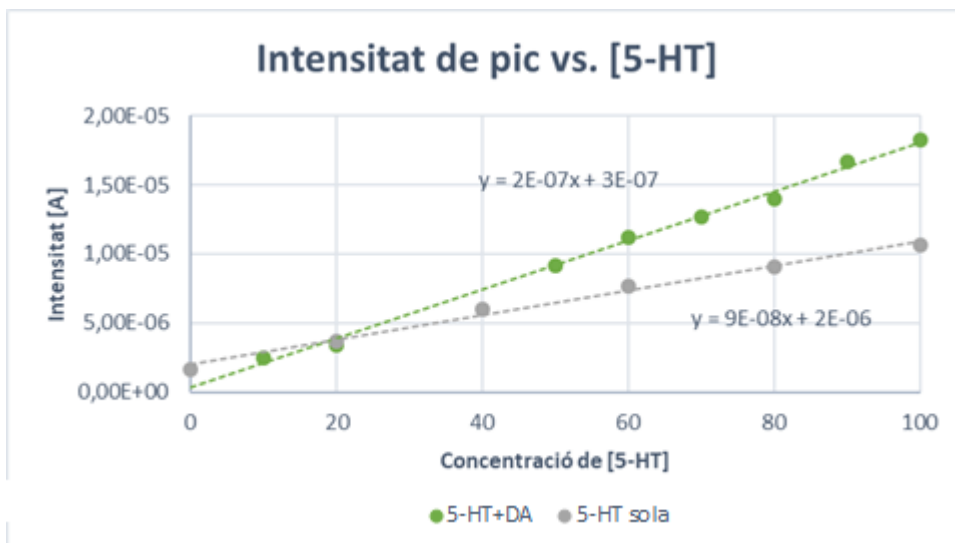


Figura 60. Comparació de les regressions realitzades per a la 5-HT. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

A la Figura 60 es fa visible que les rectes obtingudes tenen formes semblants, de manera que s'evidencia la repetibilitat del nou sensor. Això és un indicador de fiabilitat per als canvis proposats en el procés de síntesi de la tricapa. També sembla que la recta obtinguda juntament amb dopamina (verda) presenta un major pendent que la de 5-HT sola (gris) i, per tant, una major sensibilitat. Es tindrà present de cara a futurs resultats.

Si es comparen les dues rectes d'ajust obtingudes, per a la DA i 5-HT en les condicions esmentades anteriorment, el resultat és el següent:

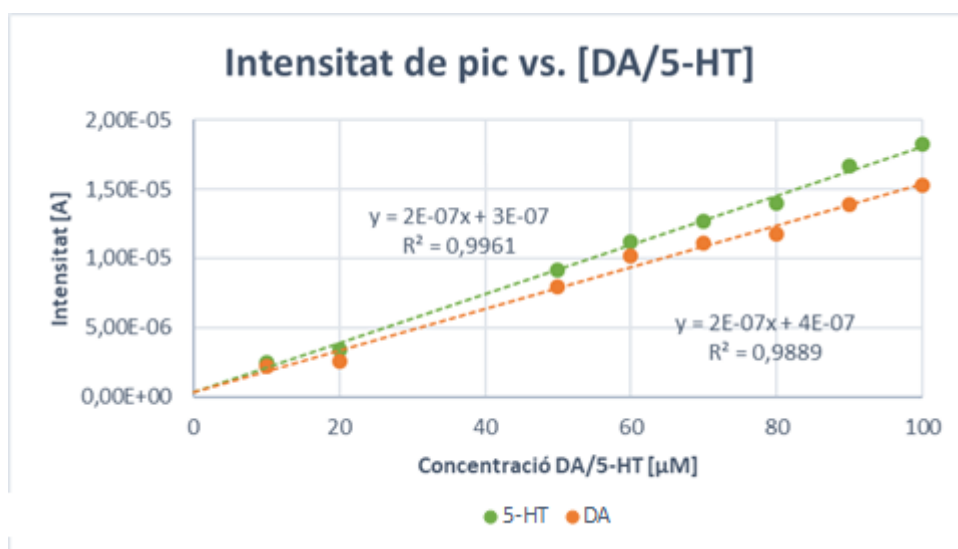


Figura 61. Comparació de les regressions per a la DA i la 5-HT. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

Observant el gràfic de la Figura 61 s'aprecia com les dues regressions coincideixen a baixes concentracions. A mida que s'augmenta la quantitat d'ambdues substàncies, el sensor detecta que el valor de pic de la serotonina es dona a una intensitat més elevada que el del de la dopamina. Amb aquests resultats, es confirma que el sensor té validesa per a la detecció simultània de les dues substàncies estudiades.

L'última tasca que s'ha realitzat, en relació a la detecció dels dos compostos, ha estat l'estudi de l'evolució de la LEA en funció del número de cicle per a diferents concentracions assajades. En aquest cas, s'ha optat per representar les evolucions en un sol gràfic (Figura 62):

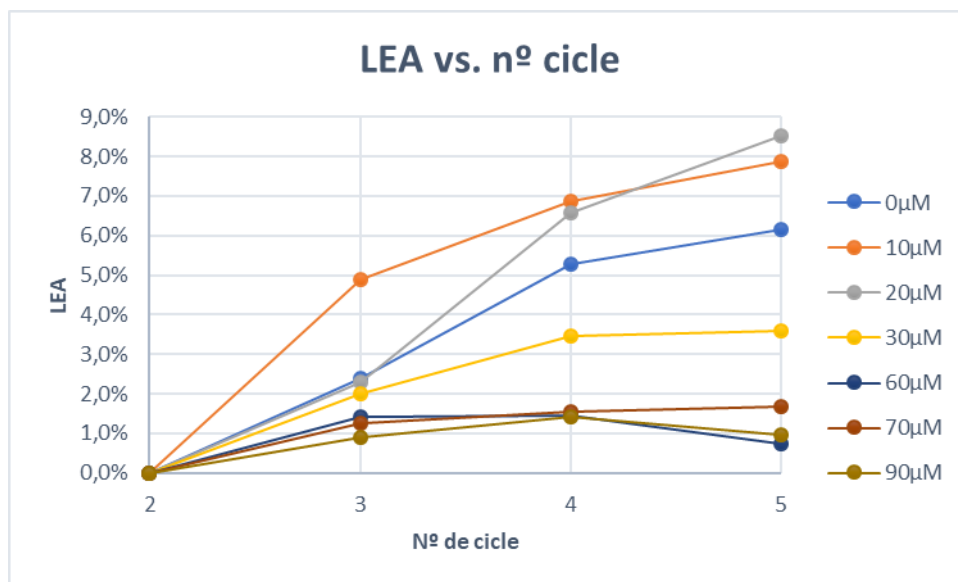


Figura 62. Evolució de la LEA per concentració dels compostos. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

Amb els resultats obtinguts es pot afirmar que la LEA oscil·la entre l'1% i el 9% per al darrer cicle de cada mesura. També es pot observar com la pèrdua d'electroactivitat, en general, va disminuint a mesura que augmentem la concentració del compost. Això té sentit ja que el nombre de cicles realitzat pel sensor augmenta amb la concentració, de manera que el desgast de la tricapa també augmenta.

7.5.2. Concentració de DA constant

La segona fase de proves s'ha realitzat amb una concentració constant de DA ($50\mu\text{M}$) i diverses concentracions de 5-HT, cada cop més elevades. Els gràfics següents recullen els valors obtinguts de les CV de 5 cicles per a cada concentració.

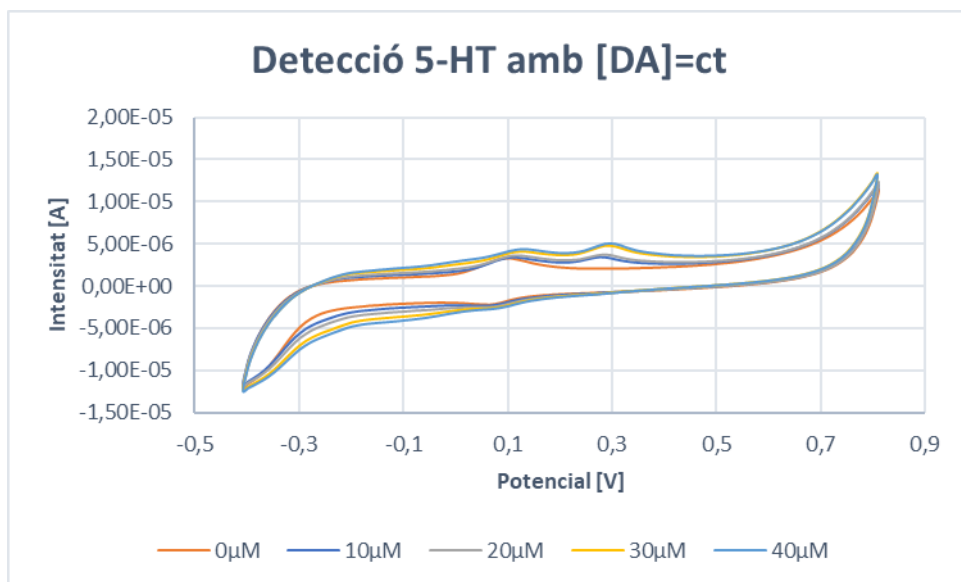


Figura 63. Detecció de 5-HT de 0-40 μM amb DA=ct. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

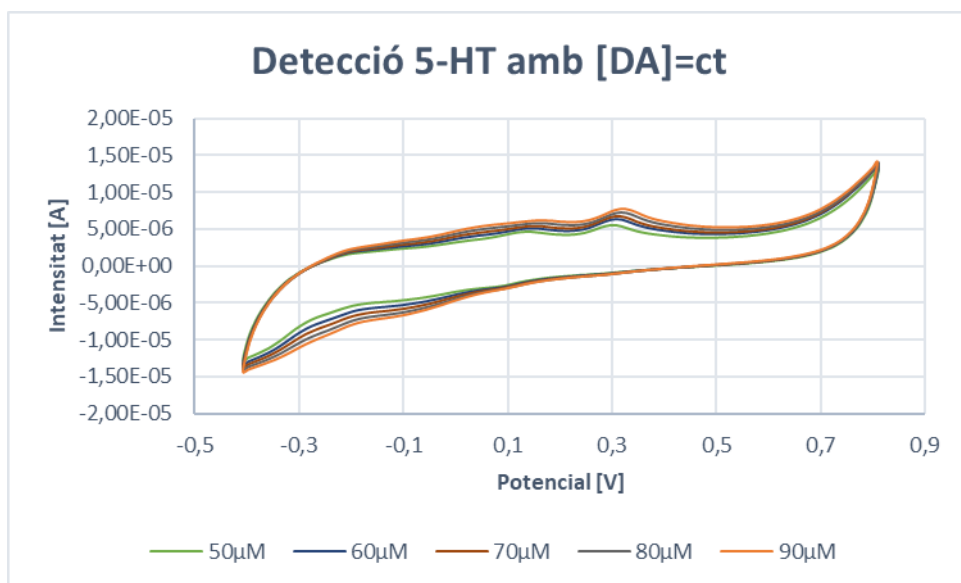


Figura 64. Detecció de 5-HT de 50-90 μM amb DA=ct. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

A partir de les dades recollides (Figura 63 i Figura 64) es pot apreciar, a simple vista, com augmenta el pic de serotonina a mesura que s'incrementa la seva concentració. També s'observa com el pic per a la concentració de dopamina és manté pràcticament constant.

Un cop més, el següent pas ha estat ajustar els valors obtinguts de les intensitats de pic en funció de la concentració del compost, tal i com s'ha anat fent en apartats anteriors. En aquest cas, per a la 5-HT.

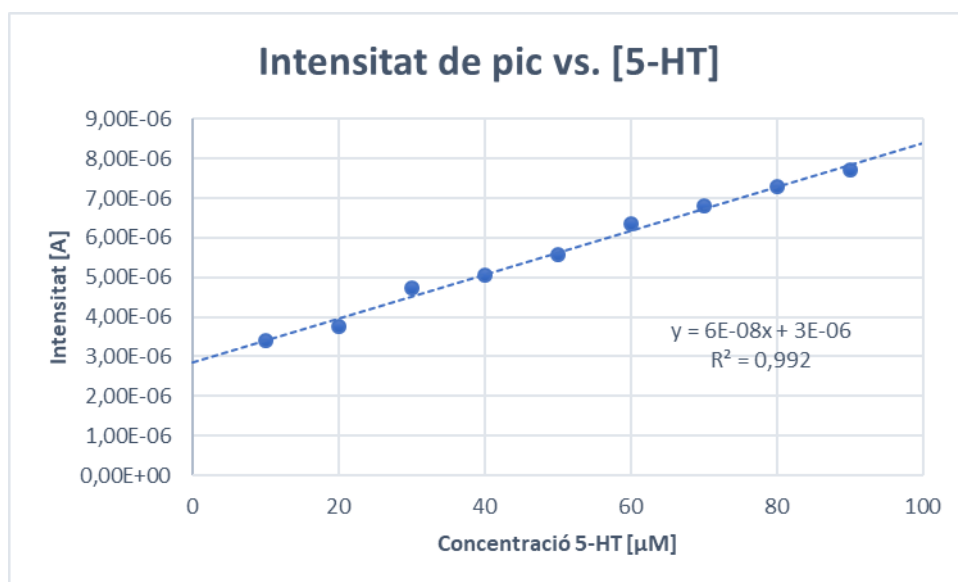


Figura 65. Variació de la intensitat de pic amb l'increment de [5-HT]. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

Per a realitzar l'ajust de forma correcta s'han obviat alguns dels punts experimentals per a millorar la qualitat de la regressió. Així doncs, l'equació de la recta amb la relació entre la concentració de serotonina i la intensitat de pic pren la forma següent:

$$I = 6 \cdot 10^{-8} \cdot [5HT] + 3 \cdot 10^{-6} \quad (\text{Eq. 7.6})$$

Es pot comprovar que l'ajust dels punts experimentals és molt bo. Aquest fet indica que el desenvolupament de les proves experimentals ha estat portat a terme de forma adequada i que el funcionament del sensor és novament satisfactori per a la detecció de 5-HT en presència de DA.

Si es compara la darrera regressió amb les obtingudes en apartats anteriors, Figura 60, s'obté la següent gràfica:

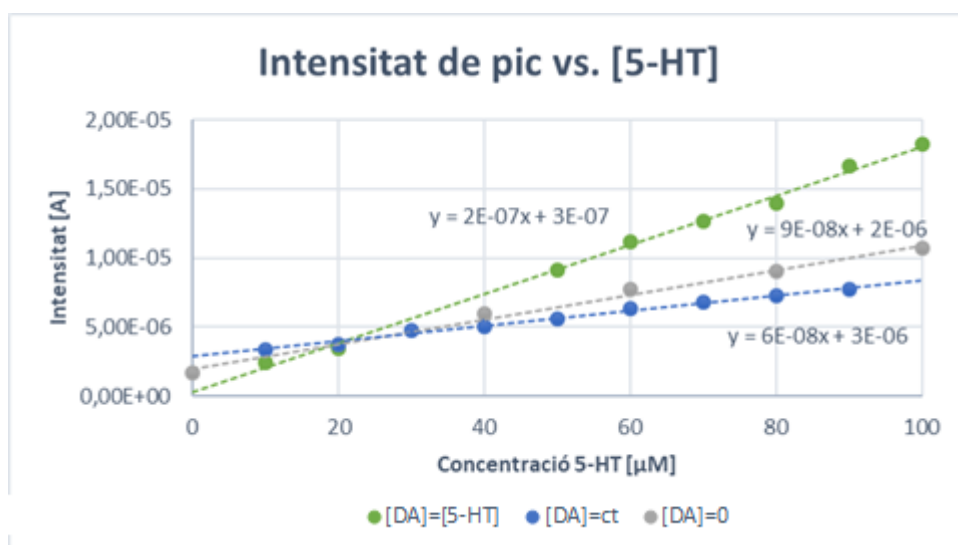


Figura 66. Comparació de les regressions realitzades per a la 5-HT. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

Amb la informació de la gràfica de la Figura 66 es pot extreure molta informació, i molt interessant, del funcionament del sensor a l'hora de mesurar la concentració de serotonina. En primer lloc, es pot observar com el comportament de l'última regressió (blau) segueix la mateixa forma que les seves predecessores. Això indica la repetibilitat i fiabilitat del sensor per a obtenir les concentracions en diferents circumstàncies.

Per altra banda, també es fa evident que els resultats en aquesta prova (blau) presenten una semblança important amb els obtinguts per a la detecció de 5-HT sola (gris), mentre que els obtinguts per a iguals concentracions de DA i 5-HT (verd) presenten un pendent superior. Això pot ser una evidència que la concentració de dopamina sigui un factor rellevant per al funcionament del sensor a l'hora d'obtenir les mesures de la serotonina.

La darrera tasca que s'ha realitzat, en relació a la detecció de serotonina, ha estat l'estudi de l'evolució de la LEA en funció del número de cicle per a totes les concentracions assajades. En aquest cas, s'ha optat per representar les diferents evolucions en un sol gràfic (Figura 67):

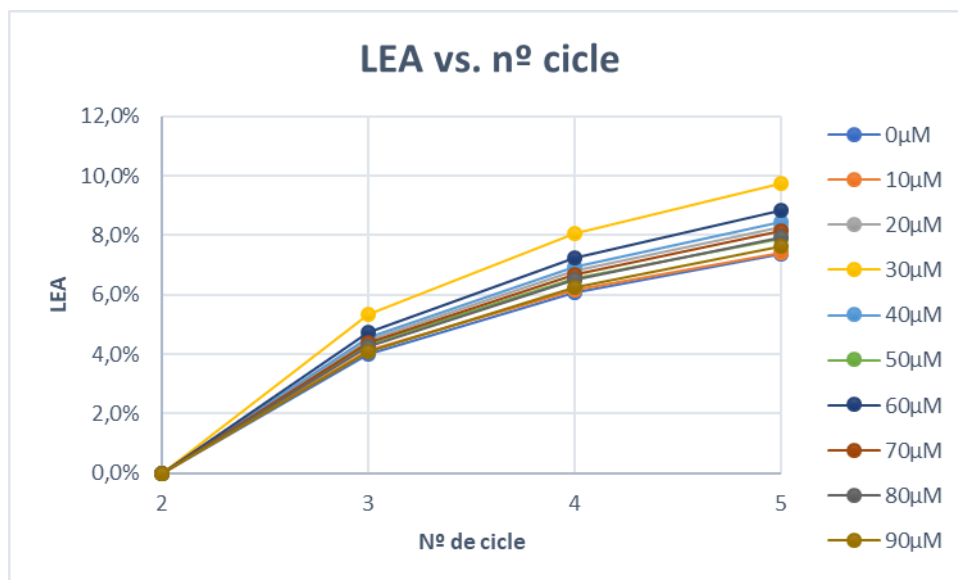


Figura 67. Evolució de la LEA per concentració de serotonina. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

Amb els resultats obtinguts es pot afirmar que la LEA oscil·la entre el 7% i el 10% per al darrer cicle de cada mesura. També es pot observar com la pèrdua d'electroactivitat, en general, va disminuint a mesura que augmentem la concentració del compost. Això té sentit ja que el nombre de cicles realitzat pel sensor augmenta amb la concentració, de manera que el desgast de la tricapa també augmenta.

7.5.3. Concentració de 5-HT constant

La tercera fase de proves s'ha realitzat amb una concentració constant de 5-HT ($30\mu\text{M}$) i diverses concentracions de DA, cada cop més elevades. Al gràfic següent es recullen els valors obtinguts de les CV de 5 cicles per a cada concentració.

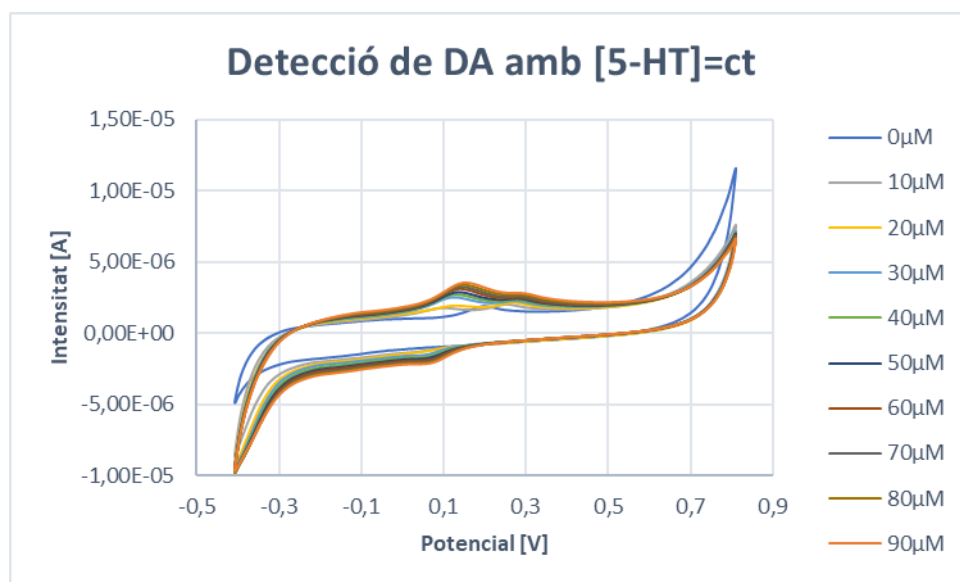


Figura 68. Detecció de DA de 0-90 μM amb 5-HT=ct. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

A partir de les dades recollides (Figura 68) es pot apreciar, a simple vista, com augmenta el pic de dopamina a mesura que s'incrementa la seva concentració. També s'observa com el pic per a la concentració de serotonina és manté pràcticament constant.

El següent pas ha estat ajustar els valors obtinguts de les intensitats de pic en funció de la concentració del compost, tal i com s'ha anat fent en apartats anteriors. En aquest cas, per a la DA.

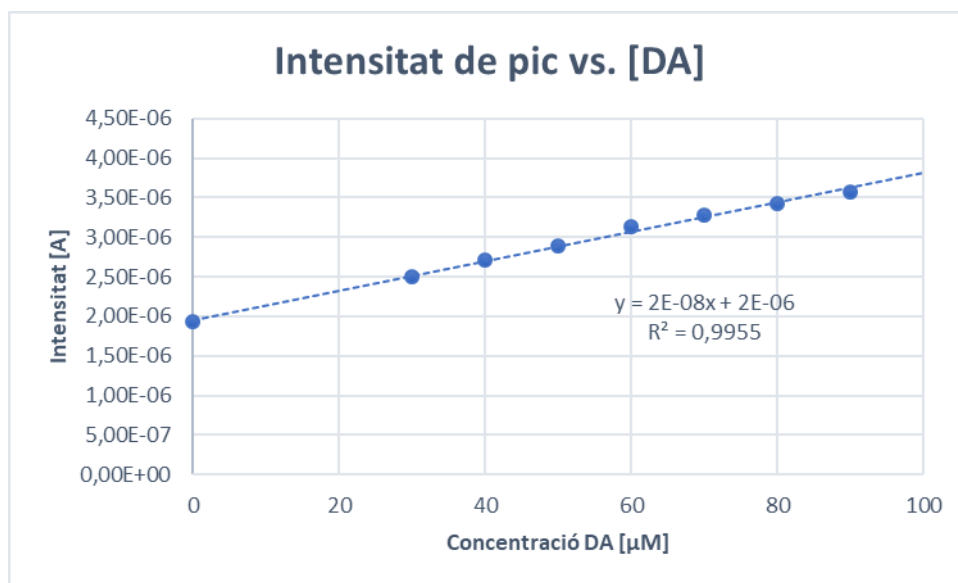


Figura 69. Variació de la intensitat de pic amb l'increment de [DA]. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

Per a realitzar l'ajust de manera correcta s'han obviat alguns dels punts experimentals per a millorar la qualitat de la regressió. Així doncs, l'equació de la recta amb la relació entre la concentració de serotonina i la intensitat de pic pren la forma següent:

$$I = 2 \cdot 10^{-8} \cdot [DA] + 2 \cdot 10^{-6} \quad (\text{Eq. 7.7})$$

Es pot comprovar que l'ajust dels punts experimentals és molt bo. Aquest fet indica que el desenvolupament de les proves experimentals ha estat realitzat de forma correcta i que el funcionament del sensor és, de nou, satisfactori per a la detecció de DA en presència de 5-HT.

Si es comparen les dades de la darrera regressió amb les obtingudes en apartats anteriors, Figura 58, s'obté la següent gràfica:

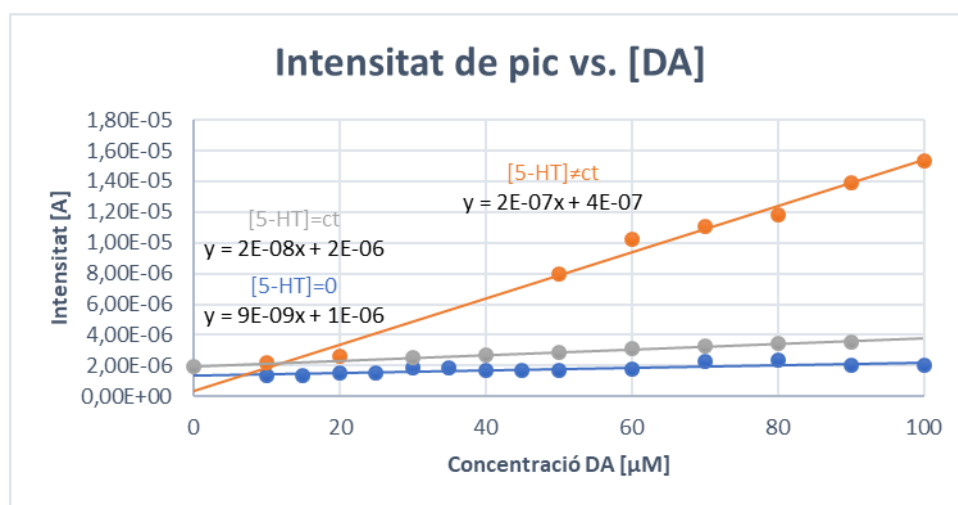


Figura 70. Comparació de les regressions realitzades per a la DA. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

Amb la informació recollida a la gràfica anterior (Figura 70) es pot extreure informació sobre la detecció de la dopamina amb el sensor proposat. En primer lloc, es pot observar com el comportament de l'última regressió (gris) segueix la mateixa forma que la de la recta corresponent a la detecció de DA sola (blau). Això és un indicador de la fiabilitat del sensor, per a obtenir les concentracions del compost en diferents circumstàncies.

D'altra banda, també es fa evident que els resultats d'aquesta prova (gris) presenten valors de pic lleugerament superiors al cas comentat amb anterioritat (blau). Això sembla encaixar amb la hipòtesi que la concentració de 5-HT influeix en la detecció de DA, de la mateixa manera que en la Figura 66 la concentració de DA semblava influir en la detecció de 5-HT.

En relació amb el que s'ha comentat anteriorment, si es compara la recta taronja (detecció de concentracions iguals de DA i 5-HT) amb les altres dues regressions, aquesta primera presenta un pendent superior i, per tant, una major sensibilitat. Això pot ser una evidència que la concentració de serotonina sigui un factor rellevant per al funcionament del sensor a l'hora d'obtenir les mesures de la dopamina.

L'última tasca que s'ha realitzat, en relació a la detecció de dopamina, ha estat l'estudi de l'evolució de la LEA en funció del número de cicle per a totes les concentracions assajades. En aquest cas, s'ha optat per representar les diferents evolucions en un sol gràfic (Figura 71):

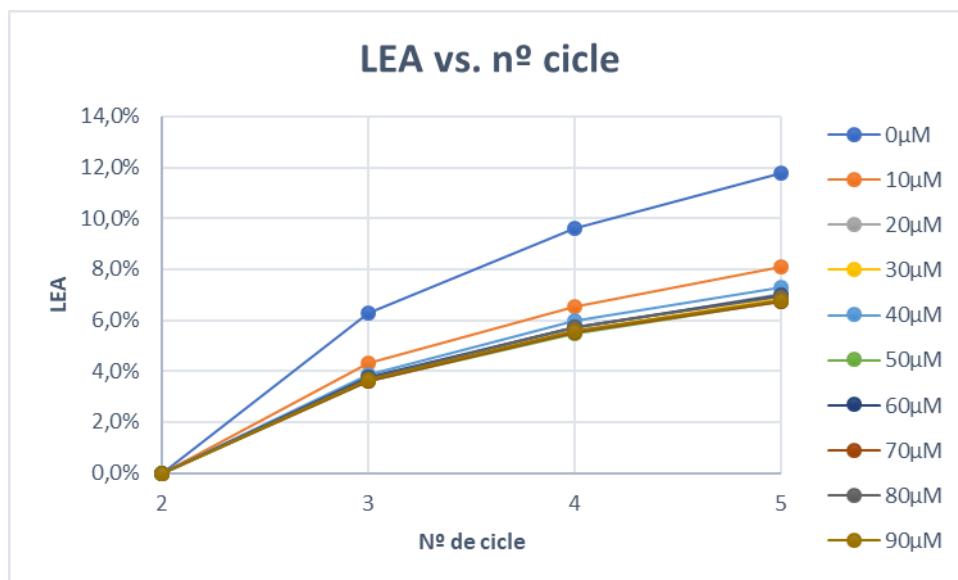


Figura 71. Evolució de la LEA per concentració de dopamina. [Font: Pròpia. Nova 2.1]

Amb els resultats obtinguts es pot afirmar que la LEA oscil·la entre el 7% i el 12% per al darrer cicle de cada mesura. També es pot observar com la pèrdua d'electroactivitat, en general, va disminuint a mesura que augmentem la concentració del compost. Com en casos anteriors, això té sentit ja que el nombre de cicles realitzat pel sensor augmenta amb la concentració, de manera que el desgast de la tricapa també augmenta.

8. Anàlisi de l'impacte ambiental

En aquest apartat s'ha detallat l'impacte derivat de l'execució dels diferents procediments de l'actual projecte. En el transcurs del treball s'han emprat diferents substàncies que, un cop utilitzades, s'han de gestionar de manera adequada per tal de reduir-ne l'impacte ambiental.

A continuació es llista on s'han abocat cadascuna de les substàncies:

RESIDU	ELIMINACIÓ
Electròlit de 3,4-etilendioxiotofè	Bidó "Dissolvents halogenats"
Electròlit de N-metilpirrol	Bidó "Dissolvents halogenats"
Solució de perclorat de liti	Bidó "Dissolvents halogenats"
Solució de dopamina	Bidó "Dissolvents halogenats"
Solució de serotonina	Bidó "Dissolvents halogenats"
Solució PBS	Aigüera
Acetonitril	Bidó "Dissolvents halogenats"
Etanol	Aigüera
Acetona	Aigüera

L'acetona i l'etanol s'han abocat a l'aigüera ja que s'utilitzaven volums petits. Es produïen com a residus de la neteja del material.

Conclusions

Un cop finalitzat el procés experimental, s'han processat i analitzat totes les dades obtingudes. Fruit d'aquesta anàlisi s'ha arribat a les conclusions que tot seguit s'exposen.

Pel que fa referència a la **preparació del sensor original i dels electròlits necessaris**:

- S'han sintetitzat correctament les diferents solucions generadores. S'han elaborat lliures de contaminants que poguessin interferir en l'electrogeneració del sensor i, per tant, en les mesures que se'n deriven.
- S'han generat amb èxit les tres capes de polímer (PEDOT/PNMPy/PEDOT) del sensor segons la seva configuració inicial. El procediment s'ha repetit diverses vegades i, en totes, el funcionament de la tricapa ha estat dins dels valors indicats a la bibliografia de referència. [2]

Respecte a la **detecció de dopamina individualment**:

- S'ha confirmat la validesa del sensor per a la detecció, tant quantitativa com qualitativa, de dopamina en dissolució per a concentracions inferiors a 100µM.
- S'ha calculat amb èxit la dependència lineal entre el potencial de pic detectat i la concentració de DA a la solució. La regressió obtinguda presenta un ajust amb $R^2=0,9681$.
- S'ha establert amb èxit el límit de detecció del sensor i, en conseqüència, la concentració mínima de dopamina detectable a la dissolució (1,5µM).
- S'ha confirmat el desplaçament en el potencial del pic de la detecció, dins del rang estudiat. Aquest desplaçament augmenta linealment amb la concentració de dopamina. La regressió calculada ha obtingut un ajust de $R^2=0,9751$.
- Amb les dades experimentals recollides s'ha establert que la pèrdua d'electroactivitat de la tricapa a diferents concentracions oscil·la entre el 6% i el 18%.
- Donada la coherència en els resultats obtinguts en els diferents experiments, s'han complert les expectatives de reproductibilitat i repetibilitat. Això dona una major solidesa als resultats obtinguts i a les conclusions que se'n deriven.

Pel que fa a la **detecció de la serotonina individualment**:

- S'ha descobert que la tricapa original, usada amb anterioritat per a la detecció de DA, presenta un rang efectiu reduït a l'hora de detectar la concentració de serotonina d'una solució. S'ha determinat que el seu funcionament és correcte per a concentracions inferiors als 25µM.
- La solució presa per a resoldre aquest imprevist, l'agitació, no ha resultat suficient per a obtenir resultats satisfactoris. Malgrat s'ha augmentat el rang de detecció fins als 50µM, encara es troba lluny del rang de la detecció de la dopamina.

- Les modificacions introduïdes a la tricapa del sensor han proporcionat resultats molt satisfactoris per a la detecció de concentracions de 5-HT. S'ha aconseguit detectar satisfactòriament concentracions de fins a $160\mu\text{M}$.
- La comparació del condicionament dels dos models de sensor ha aportat resultats molt semblants. La principal diferència s'ha observat amb la càrrega d'ambdós polímers, sent la del nou model superior a la de l'original, com era d'esperar. No s'han obtingut resultats incoherents amb la generació de la nova tricapa.
- En base a aquesta nova configuració, s'ha calculat amb èxit la dependència lineal entre el potencial de pic detectat i la concentració de serotonina a la solució. La regressió obtinguda presenta un ajust amb $R^2=0,9909$.
- S'ha establert amb èxit el límit de detecció del sensor i, en conseqüència, la concentració mínima de serotonina detectable a la dissolució ($1,5\mu\text{M}$).
- Així doncs, s'ha confirmat la validesa del sensor per a la detecció, tant quantitativa com qualitativa, de serotonina en dissolució per a concentracions inferiors a $100\mu\text{M}$.
- S'ha confirmat, igual que amb la DA, el desplaçament en el potencial del pic de la detecció, dins del rang estudiat. Aquest desplaçament augmenta linealment amb la concentració de serotonina. La regressió calculada ha obtingut un ajust de $R^2=0,9582$.
- A més, s'ha obtingut un valor llindar d'aquest potencial de pic als $0,316\text{V}$.
- Amb les dades experimentals recollides s'ha establert que la pèrdua d'electroactivitat de la tricapa a diferents concentracions oscil·la entre l'1% i el 8%.
- Donada la coherència en els resultats obtinguts en els diferents experiments, s'han complert les expectatives de reproductibilitat i repetibilitat. Això dona una major solidesa als resultats obtinguts i a les conclusions que se'n deriven.

En referència a la **detecció de la dopamina i la serotonina simultàniament:**

- A les diferents proves realitzades s'ha calculat amb èxit la dependència lineal entre el potencial de pic detectat i la concentració de DA a la solució, amb un ajust superior a $R^2=0,99$.
- A les diferents proves realitzades s'ha calculat amb èxit la dependència lineal entre el potencial de pic detectat i la concentració de 5-HT a la solució, amb un ajust superior a $R^2=0,99$.
- S'ha confirmat la validesa de la modificació en la tricapa a l'hora de detectar, tant quantitativament com qualitativa, la concentració de dopamina i serotonina simultàniament en dissolució per a concentracions inferiors a $100\mu\text{M}$.
- S'ha detectat un augment en la sensibilitat del sensor (major pendent de l'ajust lineal) vinculada a la concentració del compost que no s'està determinant. Així doncs, una concentració elevada de DA augmentarà la sensibilitat de la detecció de 5-HT i viceversa.
- Amb les dades experimentals recollides s'ha establert que la pèrdua d'electroactivitat de la tricapa a diferents concentracions oscil·la entre l'1% i el 12%.

- Donada la coherència en els diferents resultats obtinguts en el transcurs dels diversos experiments, s'han complert les expectatives de reproductibilitat i repetibilitat. Això dona una major solidesa als resultats obtinguts i a les conclusions que se'n deriven.

Referint-nos a la **nova configuració de tricapa del sensor**:

- En base als resultats obtinguts, es pot afirmar que la nova tricapa proposada aporta millors resultats per a la detecció de DA i 5-HT (tant simultàniament com per separat) per a concentracions compreses entre els $0\mu\text{M}$ i els $100\mu\text{M}$.

En base a les conclusions enunciades anteriorment es pot afirmar que un sensor per a la detecció i quantificació de dopamina i serotonina en dissolució, tant per separat com simultàniament, és viable. A més, obre les portes a futures investigacions amb noves condicions de treball per a la millora i optimització del sensor.

Finalment, ha quedat patent que s'han acomplert tots i cadascun dels objectius inicials enumerats al començament d'aquest projecte.



Anàlisi Econòmica

En aquest apartat s'ha realitzat l'estudi econòmic del cost derivat del desenvolupament d'aquest projecte. S'han comptabilitzat i desglossat els costos associats a l'instrumental emprat, als reactius consumits, a l'ús dels equips d'anàlisi i a la mà d'obra necessària.

En primer lloc, a la Taula 24, es detalla el cost de l'instrumental de laboratori.

Descripció	Unitats	Preu [€/unitat]	Cost Total [€]
Cel·la electrolítica oberta	1	180,00	180,00 €
Cel·la electrolítica 5 boques	3	200,00	600,00 €
Contra-elèctrode	4	2,00	8,00 €
Elèctrode de referència	1	172,00	172,00 €
Elèctrode de treball	2	154,00	308,00 €
Embut Alemany	2	4,42	8,84 €
Espàtula	1	1,38	1,38 €
Parafilm	1	2,37	2,37 €
Pesa-Substàncies	2	3,87	7,74 €
Pinça	1	3,47	3,47 €
Pipeta Pasteur	10	0,05	0,54 €
Vas de precipitats 100mL	2	3,24	6,48 €
Vas de precipitats 250mL	2	3,63	7,26 €
Pera de succió	1	7,93	7,93 €
Matràs aforat de 10mL	1	3,41	3,41 €

Descripció	Unitats	Preu [€/unitat]	Cost Total [€]
Matràs aforat de 50mL	2	4,20	8,40 €
Matràs aforat de 100mL	1	4,84	4,84 €
Matràs aforat de 1000mL	1	20,58	20,58 €
Taps	20	0,20	4,00 €
Pipeta aforada de 10mL	1	4,68	4,68 €
Micropipeta 0,5-10µL	1	260,00	260,00 €
Micropipeta 20-200µL	1	230,00	230,00 €
Cinta Kapton	1	4,00	4,00 €
Tisora	1	3,25	3,25 €
Tub Eppendorf	2	0,02	0,04 €
TOTAL			1.857,20 €
TOTAL + IVA (21%)			2.247,22 €

Taula 24. Cost de l'instrumental de laboratori.

A continuació, a la Taula 25, es llisten els costos dels reactius consumits.

Descripció	Quantitat aprox.	Preu [€/unitat]	Cost Total (€)
EDOT	0,2g	6,97	1,39 €
NMPy	0,1g	0,32	0,03 €
Dopamina	0,4g	6,16	2,46 €
Serotonina	0,1g	1,55	0,16 €
Acetonitril	0,3L	107,00	32,10 €
Perclorat de liti	2g	4,24	8,48 €
Clorur de sodi	8g	0,03	0,28 €
Clorur de potassi	0,2g	0,15	0,03 €
Fosfat dissòdic	2g	0,62	1,23 €
Dihidrogen fosfat de potassi	0,3g	0,25	0,08 €
Etanol	0,1L	141,20	14,12 €
Acetona	1L	47,70	47,70 €
TOTAL			108,06 €
TOTAL + IVA (21%)			130,75 €

Taula 25. Cost dels reactius emprats.

A la següent taula (Taula 26) es recullen les despeses fruit de l'ús dels equips (potenciostat, balança, etc...) del laboratori. Per determinar aquest cost, s'ha calculat l'amortització dels aparells durant el projecte. Es calcula amb la següent fórmula:

$$\text{Amortització} = \frac{\text{Preu equip [€]}}{\text{Temps amortització [mesos]}} \cdot \text{Durada projecte [mesos]} \quad (\text{Eq.1})$$

Si la durada del projecte ha estat de 3 mesos s'obté:

Descripció	Unitat	€/unitat	Anys amortització	Amortització [€]
Potenciostat	1	4500,00	10	112,50 €
Balança analítica	1	375,00	10	9,38 €
Ordinador	1	800,00	5	40,00 €
Sonicador	1	140,00	10	3,50 €
Software Nova 2.1	1	2000,00	10	50,00 €
TOTAL				215,38 €

Taula 26. Cost dels equips de laboratori

Finalment, al càlcul s'ha afegit la mà d'obra utilitzada.

Descripció	Preu (€/hora)	Hores totals	Cost total (€)
Tècnic de laboratori	9	300	2.700,00 €
TOTAL			2.700,00 €

Taula 27. Cost de mà d'obra.

Per acabar, s'han sumat els diferents costos. També s'ha inclòs un 5% adicional per a imprevistos. Així doncs, el cost total aproximat del projecte és:

Concepte	Valor [€]
Cost instrumental	2.247,22 €
Cost reactius	130,75 €
Cost equips	215,38 €
Cost mà d'obra	2.700,00 €
TOTAL + IVA	5.293,35 €
+ 5% Imprevistos	264,67 €
COST TOTAL DEL PROJECTE	5.558,02 €

Taula 28. Cost aproximat del projecte



Bibliografia

- [1] Alemán Llanso, Carlos, *Innovación de Materiales*. <https://eq.upc.edu/es/investigacion/imem> [en línia] [Consulta: 1 desembre 2018]
- [2] Fabregat, Georgina, et al. *Selective Detection of Dopamine Combining Multilayers of Conducting Polymers with Gold Nanoparticles*. 2014.
- [3] Young, R. J. *Introduction to Polymers*, Boca Ratón: 2011, p. 3-18
- [4] Callister, William D. *Introducción a la Ciencia e Ingeniería de los Materiales 2*, Editorial Reverté: 1996, p. 462-523
- [5] Sánchez Batanero, P., *Química electroanalítica Fundamentos y aplicaciones*. Madrid: Alhambra, 1981
- [6] Y. Li, D. Lu y C. Wong, «*Intrinsically Conducting Polymers (ICPs)*», de *Electrical Conductive Adhesives with Nanotechnologies*, New York, Springer New York.
- [7] Posudievsky, O.Y. et al., *Structure and electronic properties of poly(3,4-ethylenedioxythiophene) poly(styrene sulfonate) prepared under ultrasonic irradiation*. *Synthetic Metals*. Vol. 195, 2014 p. 335-339.
- [8] F. Jonas, L. ". Groenendaal, D. Freitag, H. Pielartzik y J. R. Reynolds, «*Poly(3,4-ethylenedioxythiophene) and Its Derivatives: Past, Present, and Future*», *Advanced Materials*, vol. 12, núm. 7, pp. 481-494, 2000.
- [9] Armarego, Wilfred, L.F.; Chai, Christina, L.L. (2003). *Purification of Laboratory Chemicals* (5th edición). Elsevier. p. 346.
- [10] Sigma-Aldrich *N-Methylpyrrole*. <https://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldrich/m78801?lang=es®ion=ES> [en línia] [Consulta: 6 desembre 2018]
- [11] G. Farbregat, J. Casanovas, E. Redondo, E. Armelin, C. Alemany, *A rational design for the selective detection of dopamine using conducting polymers*, *Physical Chemistry Chemical Physics*, Febrer 2014 p. 5
- [12] Ricardo Bahena-Trujillo, Gonzalo Flores, José A. Arias-Montaño. *Dopamina: síntesis, liberación y receptores en el Sistema Nervioso Central*. Mèxic, pp. 1-12, 2005

- [13] Olga Borrego Hernando. *Función serotoninérgica y dimensiones de la personalidad*. Facultat de Medicina. Universitat Complutense de Madrid, pp.21-24, 1993
- [14] N. Elgrishi, R. K. J., B. D. McCarthy, E. S. Rountree, T. Eisenhart y J. L. Dempsey, *A Practical Beginner's Guide to Cyclic Voltammetry*, North Carolina: ACS Publications, DOI:10.1021/acs.jchemed.7b00361, 2018, pp. 197-206.
- [15] Sánchez Batanero, P., *Química electroanalítica Fundamentos y aplicaciones*. Madrid: Alhambra, 1981
- [16] Facultad de Ingeniería, *Electroquímica experimental*. Universitat d'Urou.
- [17] J. M. Pingarrón Carrazón, P. Sánchez Batanero, *Química electroanalítica: Fundamentos y aplicaciones*, Editorial Síntesis: 1999
- [18] Amemiya, S., 2007. *Potentiometric Ion-Selective Electrodes*. Elsevier B.V. Handbook of electrochemistry
- [19] Vedharathinam, V., *Electroanalytical Techniques (chronoamperometry/ chronocoulometry)*. Universitat d'Ohio, 2011.
- [20] D. Browson y C. Banks, *The Handbook of Graphene Electrochemistry*, Manchester: Springer, 2014.
- [21] Fichas FISQ | Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo (INSHT). <http://www.insht.es/portal/site/Insht/menuitem.a82abc159115c8090128ca10060961ca/?vgnnextoid=4458908b51593110VgnVCM100000dc0ca8c0RCRD&do=Terminos&letraSel=E&subtipoFichaTecnica=>. [en línia] [Consulta: 8 desembre 2018]
- [22] Sigma-Aldrich, *Ficha de datos de Seguridad, 3,4-Ethylenedioxythiphen*, Sigma-Aldrich, 2017, núm. 1907, p. 1-7.
- [23] Sigma-Aldrich *N-Methylpyrrole*. <https://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldrich/m78801?lang=es®ion=ES> [en línia] [Consulta: 8 desembre 2018]
- [24] PanReac AppliChem, *Acetonitrilo (Reag, Ph, Eur) para anàlisis, ACS*, PanReac AppliChem, 2013, Ed.5.
- [25] Sigma-Aldrich, *Ficha de datos de seguridad, Lithium perchlorate*, Sigma-Aldrich, 2017, núm. 3050.
- [26] Eur, P. i Kga, M., *Ficha de Datos de Seguridad*. Toxicology. Vol. 2006, 2007 núm. 1907, p. 1-5.

- [27] Chemicals, M. i Kгаа, M. *Ficha de datos de Seguridad, Cloruro de potasio*, 2016. núm. 1907, p. 1-12.
- [28] PanReac AppliChem, *di-Sodium Hydrogen Phosphate anhydrous*. PanReac AppliChem, 2017, Ed.5.
- [29] PanReac AppliChem, *Potasio di-Hidrógeno Fosfato para análisis, ACS*. PanReac AppliChem, 2017, Ed.5.
- [30] No, R. i Kгаа, M., *Ficha de datos de Seguridad, etanol*, 2016. núm. 1907, p. 1-27.
- [31] Merck, *Ficha de datos de Seguridad, acetona*, Merck, 2016. núm. 1907, p. 1-24.
- [32] Linde, *Ficha de datos de Seguridad, nitrogeno*, Linde, 2015. p. 1-15
- [33] Cédric Garion, *Mechanical Properties for Reliability Analysis of Structures in Glassy Carbon*, World Journal of Mechanics, 2014, Ed.4, pp. 79-89
- [34] Sigma-Aldrich, *3,4-etilendioxitiòfè*, [<https://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldrich/483028?lang=es®ion=ES>] [en línia] [Consulta: 29 desembre 2018]
- [35] Merck, *N-metilpirrol*, [http://www.merckmillipore.com/INTERSHOP/web/WFS/Merck-ES-Site/es_ES/-/EUR/ProcessMSDS-Start?PlainSKU=MDA_CHEM-820832&Origin=PDP] [en línia] [Consulta: 29 desembre 2018]
- [36] Merck, *Acetonitril*, [http://www.merckmillipore.com/INTERSHOP/web/WFS/Merck-ES-Site/es_ES/-/EUR/ProcessMSDS-Start?PlainSKU=MDA_CHEM-100003&Origin=PDP] [en línia] [Consulta: 29 desembre 2018]
- [37] Sigma-Aldrich, *Perclorat de liti*, [<https://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sigald/205281?lang=es®ion=ES>] [en línia] [Consulta: 29 desembre 2018]
- [38] Sigma-Aldrich, *Clorur de sodi*, [<https://www.sigmaaldrich.com/programs/research-essentials-products.html?TablePage=102880799>] [en línia] [Consulta: 29 desembre 2018]
- [39] Panreac, *Clorur de potassi*, [http://ieb-srv1.upc.es/gieb/Riscos_laborals/FDS/Cloruro%20de%20potasio/Cloruro%20de%20potasio.htm] [en línia] [Consulta: 29 desembre 2018]
- [40] Panreac, *Fosfat dissòdic*, [<http://pub.panreac.com/msds/ESP/1679.HTM>] [en línia] [Consulta: 29 desembre 2018]

[41] Fisher, *Dihidrogen fosfat de potassi*, [<https://www.fishersci.es/store/msds?partNumber=10458153&productDescription=1KG+Potassium+Phosphate+Monobasic+%28White+Crystals%29&countryCode=ES&language=es>] [en línia] [Consulta: 29 desembre 2018]

[42] Merck, *Etanol*, [http://www.merckmillipore.com/INTERSHOP/web/WFS/Merck-ES-Site/es_ES-/EUR/ProcessMSDS-Start?PlainSKU=MDA_CHEM-100983&Origin=PDP] [en línia] [Consulta: 29 desembre 2018]

[43] Merck, *Acetona*, [http://www.merckmillipore.com/INTERSHOP/web/WFS/Merck-ES-Site/es_ES-/EUR/ProcessMSDS-Start?PlainSKU=MDA_CHEM-100014&Origin=PDP] [en línia] [Consulta: 29 desembre 2018]

[44] Sigma-Aldrich, *Nitrogen*, [<https://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldrich/295574?lang=es®ion=ES>] [en línia] [Consulta: 29 desembre 2018]

Annex A. Indicacions de seguretat dels reactius

En aquest annex s'inclouen les indicacions presents a les fitxes de dades de seguretat de les espècies químiques emprades en aquest projecte.

A1. 3,4-etilendioxitiofè (EDOT)

L'etiquetatge de perillositat de reactiu segons el reglament (CE) 1272/2008 és el següent. [34]

- **Pictograma:** tòxic.



- **Paraula d'advertència:** perill.

- **Identificació de perill:**

- H302 – Nociu en cas d'ingestió.
- H311 – Tòxic en contacte amb la pell.
- H319 – Provoca irritació ocular greu.

- **Consells de prudència. Prevenció:**

- P280 – S'ha de portar guants, roba, ulleres i mascareta de protecció especificat pel fabricant.

- **Intervenció:**

- P305 + P351 + P338 – En cas de contacte amb els ulls: cal esbandir curosament amb aigua durant diversos minuts. Cal treure's les lents de contacte, si se'n porten i resulta fàcil treure-les. S'ha de continuar esbandint.
- P312 – Telefonar un centre d'informació toxicològica o un metge en cas de malestar.

- **Emmagatzematge:**

- P403 + P233 – Emmagatzemar en un lloc ben ventilat. Mantenir el recipient tancat hermèticament.

A2. N-metilpirrol (NMPy)

L'etiquetatge de perillositat de reactiu segons el reglament (CE) 1272/2008 és el següent. [35]

- **Pictograma:** inflamable i irritant.



- **Paraula d'advertència:** perill.

- **Identificació de perill:**

- H225 – Líquid i vapors molt inflamables.
- H302 – Nociu en cas d'ingestió.
- H315 – Provoca irritació cutània.

- **Consells de prudència. Prevenció:**

- P210 – Mantenir allunyat de la calor, superfícies calentes, espurnes, flames obertes i de qualsevol altra font d'ignició. No fumar.
- P240 – Connectar a terra/enllaç equipotencial del recipient i de l'equip de recepció.

- **Intervenció:**

- P302 + P352 – En cas de contacte amb la pell: netejar amb aigua i sabó abundants.

- **Emmagatzematge:**

- P403 + P233 – Emmagatzemar en un lloc ben ventilat. Mantenir el recipient tancat hermèticament.

A3. Acetonitril

L'etiquetatge de perillositat de reactiu segons el reglament (CE) 1272/2008 és el següent. [36]

- **Pictograma:** inflamable i irritant.



- **Paraula d'advertència:** perill.

- **Identificació de perill:**

- H225 – Líquids i vapors molt inflamables.
- H302 – Nociu en cas d'ingestió.
- H312 – Tòxic en contacte amb la pell.
- H319 – Provoca irritació ocular greu.
- H332 – Nociu en cas d'inhalació.

- **Consells de prudència. Prevenció:**

- P210 – Cal mantenir allunyat de fonts de calor, espurnes, flama oberta o superfícies calentes. No fumar.
- P240 – Cal connectar a terra/enllaç equipotencial del recipient i de l'equip de recepció.

- **Intervenció:**

- P302 + P352 – En cas de contacte amb la pell: netejar amb aigua i sabó abundants.
- P305 + P351 + P338 – En cas de contacte amb els ulls: esbandir curosament amb aigua durant diversos minuts. Cal treure's les lents de contacte, si se'n porten i resulta fàcil retirar-les. Prosseguir amb una bona esbandida.

- **Emmagatzematge:**

- P403 + P233 – Emmagatzemar en un lloc ben ventilat. Mantenir el recipient tancat hermèticament.

A4. Perclorat de liti

L'etiquetatge de perillositat de reactiu segons el reglament (CE) 1272/2008 és el següent. [37]

- **Pictograma:** comburent i irritant.



- **Paraula d'advertència:** perill.

- **Identificació de perill:**

- H272 – Pot agreujar un incendi; comburent.
- H315 – Provoca irritació cutània.
- H319 – Provoca irritació ocular greu.
- H335 – Pot irritar les vies respiratòries.

- **Consells de prudència. Prevenció:**

- P220 – Cal mantenir o emmagatzemar allunyat de la roba/materials combustibles.
- P261 – Cal evitar respirar-ne la pols/el fum/el gas/la boira/els vapors/ l'aerosol.

- **Intervenció:**

- P305 + P351 + P338 – En cas de contacte amb els ulls: cal esbandir curosament amb aigua durant diversos minuts. Cal treure's les lents de contacte, si se'n porten i resulta fàcil. Heu de continuar esbandint.

- **Emmagatzematge:**

- Emmagatzemar en envàs tancat hermèticament en un lloc fresc i sec.
- No emmagatzemar juntament amb: materials inflamables, agents reductors, aigua (ja que el perclorat de liti és higroscòpic) ni materials orgànics.

A5. Clorur de sodi

L'etiquetatge de perillositat de reactiu segons el reglament (CE) 1272/2008 és el següent. [38]

- **Pictograma:** cap.

- **Paraula d'advertència:** substància no perillosa.

- **Identificació de perill:**
 - Cap.

- **Consells de prudència. Prevenció:**
 - Evitar el contacte amb els ulls, pell i roba.
 - S'aconsella l'ús de guants.

- **Intervenció:**
 - En cas de contacte amb els ulls: netejar immediatament amb abundant aigua durant 20 minuts com a mínim.

- **Emmagatzematge:**
 - Emmagatzemar en una zona neta, seca i ben ventilada.
 - Protegir del sol i mantenir els recipients tancats.

A6. Clorur de potassi

L'etiquetatge de perillositat de reactiu segons el reglament (CE) 1272/2008 és el següent. [39]

- **Pictograma:** cap

- **Paraula d'advertència:** substància no perillosa.

- **Identificació de perill:**
 - Cap

- **Consells de prudència. Prevenció:**
 - En general, se'n pot fer una manipulació sense indicacions particulars.
 - S'aconsella l'ús de guants i ulleres. En cas de formar-se pols, cal utilitzar l'equip respiratori adequat.

- **Intervenció:**
 - En cas d'inhalació: traslladar la persona a l'aire lliure.
 - En cas de contacte amb la pell: netejar abundantment amb aigua i retirar la roba contaminada.
 - En cas de contacte amb els ulls: netejar amb aigua abundantment mantenint els ulls oberts.

- **Emmagatzematge:**
 - Emmagatzemar en recipient ben tancat en zones ventilades i a temperatura ambient.

A7. Fosfat disòdic

L'etiquetatge de perillositat de reactiu segons el reglament (CE) 1272/2008 és el següent. [40]

- **Pictograma:** cap

- **Paraula d'advertència:** substància no perillosa.

- **Identificació de perill:**
 - Cap

- **Consells de prudència. Prevenció:**
 - En general, se'n pot fer una manipulació sense indicacions particulars.
 - S'aconsella l'ús de guants i ulleres. En cas de formar-se pols, cal utilitzar l'equip respiratori adequat.

- **Intervenció:**
 - En cas d'inhalació: traslladar la persona a l'aire lliure. En cas que persisteixi el malestar, demanar atenció mèdica.
 - En cas de contacte amb la pell: netejar abundantment amb aigua i retirar la roba contaminada.
 - En cas de contacte amb els ulls: netejar amb aigua abundantment mantenint els ulls oberts.

- **Emmagatzematge:**
 - Emmagatzemar en recipient ben tancat en un lloc fresc i sec.

A8. Dihidrogen fosfat de potassi

L'etiquetatge de perillositat de reactiu segons el reglament (CE) 1272/2008 és el següent. [41]

- **Pictograma:** cap

- **Paraula d'advertència:** substància no perillosa.

- **Identificació de perill:**
 - Cap
 - Substància no considerada ésser persistent, bioacumulable ni tòxica.

- **Consells de prudència. Prevenció:**
 - En general, se'n pot fer una manipulació sense indicacions particulars.
 - Assegurar una ventilació adequada.
 - S'aconsella l'ús de guants i ulleres. En cas de formar-se pols, cal utilitzar l'equip respiratori adequat.
 - P260 – No respirar la pols que se'n pot formar.

- **Intervenció:**
 - En cas d'inhalació: traslladar la persona a l'aire lliure. En cas que persisteixi el malestar, demanar atenció mèdica.
 - En cas de contacte amb la pell: netejar abundantment amb aigua durant 15 minuts com a mínim.
 - En cas de contacte amb els ulls: netejar immediatament amb aigua abundant durant 15 minuts com a mínim, mantenint els ulls oberts.

- **Emmagatzematge:**
 - Emmagatzemar en contenidors perfectament tancats en un lloc fresc, sec i ben ventilat.
 - Guardar sota una atmosfera inerta i protegir de la humitat.
 - No emmagatzemar juntament amb agents oxidants forts, bases fortes ni àcids forts.

A9. Etanol

L'etiquetatge de perillositat de reactiu segons el reglament (CE) 1907/2006 és el següent. [42]

- **Pictograma:** inflamable i irritant.



- **Paraula d'advertència:** substància perillosa.
- **Identificació de perill:**
 - o H225 – Líquid i vapors molt inflamables
 - o H319 – Provoca irritació ocular greu.
- **Consells de prudència. Prevenció:**
 - o P210 – Mantenir allunyat de la calor, superfícies calentes, d'espurnes, de flames obertes i de qualsevol altre font d'ignició. No fumar.
 - o P240 – Connectar a terra/enllaç equipotencial del recipient i de l'equip de recepció.
- **Intervenció:**
 - o P305 + P351 + P338 – En cas de contacte amb els ulls: Esbandir curosament amb aigua durant uns minuts. Retirar les lents de contacte si resulta fàcil fer-ho. Seguir esbandint.
 - o En cas d'inhalació: fer que la persona respiri aire fresc.
 - o En cas de contacte amb la pell: treure ràpidament totes les peces de roba contaminades. Esbandir la pell amb aigua o dutxar-se.
- **Emmagatzematge:**
 - o P403 + P233 – Emmagatzemar en un lloc ben ventilat. Mantenir el recipient tancat hermèticament.
 - o Mantenir allunyat de fonts de calor i d'ignició.

A10. Acetona

L'etiquetatge de perillositat de reactiu segons el reglament (CE) 1907/2006 és el següent. [43]

- **Pictograma:** inflamable i irritant.



- **Paraula d'advertència:** substància perillosa.
- **Identificació de perill:**
 - H225 – Líquid i vapors molt inflamables
 - H319 – Provoca irritació ocular greu.
 - H336 – Pot provocar somnolència o vertigen.
 - EUH066 – L'exposició repetida pot provocar sequedat o formació de clivelles a la pell.
- **Consells de prudència. Prevenció:**
 - P210 – Mantenir allunyat de la calor, superfícies calentes, d'espurnes, de flames obertes i de qualsevol altre font d'ignició. No fumar.
 - P240 – Connectar a terra/enllaç equipotencial del recipient i de l'equip de recepció.
- **Intervenció:**
 - P305 + P351 + P338 – En cas de contacte amb els ulls: Esbandir curosament amb aigua durant uns minuts. Retirar les lents de contacte si resulta fàcil fer-ho. Seguir esbandint.
 - En cas d'inhalació: fer que la persona respiri aire fresc.
 - En cas de contacte amb la pell: treure ràpidament totes les peces de roba contaminades. Esbandir la pell amb aigua o dutxar-se.
- **Emmagatzematge:**
 - P403 + P233 – Emmagatzemar en un lloc ben ventilat. Mantenir el recipient tancat hermèticament.
 - Protegir de la llum. Mantenir allunyat de fonts de calor i d'ignició.

A11. Nitrogen

L'etiquetatge de perillositat de reactiu segons el reglament (CE) 1907/2006 és el següent. [44]

- **Pictograma:** cilindre que conté gas.



- **Paraula d'advertència:** substància perillosa.
- **Identificació de perill:**
 - H280 – Conté gas sota pressió; pot explotar si s'escalfa.
- **Consells de prudència. Prevenció:**
 - P410 – Protegir de la llum del sol.
 - S'aconsella utilitzar guants, ulleres de protecció i mascareta.
 - És necessari assegurar que hi hagi una ventilació natural o mecànica a la zona, per tal d'evitar atmosferes deficientes d'oxigen.
- **Intervenció:**
 - En cas de contaminació, retirar la persona a una zona no contaminada portant col·locat l'equip de respiració autònom. Mantenir la víctima en calent i repòs. Contactar amb el servei mèdic en cas necessari.
- **Emmagatzematge:**
 - P403 – Emmagatzemar en un lloc ben ventilat.
 - Protegir de la llum. Mantenir allunyat de fonts de calor i d'ignició.