

INSTITUTO TECNOLÓGICO Y DE ESTUDIOS SUPERIORES DE OCCIDENTE

Departamento de Procesos Tecnológicos e Industriales

Desarrollo tecnológico y generación de riqueza sustentable

PROYECTO DE APLICACIÓN PROFESIONAL (PAP)

Programa de apoyo al desarrollo tecnológico de la industria



ITESO

Universidad Jesuita
de Guadalajara

4E06 – Apoyo al desarrollo tecnológico de la industria

**Instrumentación electroquímica en los laboratorios del Iteso: estado actual y
perspectiva a futuro**

PRESENTAN

Ingeniería Química: Karla Alejandra Olguín Curiel

Ingeniería Química: Fabiola Silva Tapia

Profesor PAP: Dr. Fernando Hernández Ramírez

Tlaquepaque, Jalisco, noviembre de 2017

ÍNDICE

Contenido

REPORTE PAP	2
Presentación Institucional de los Proyectos de Aplicación Profesional	2
Resumen	2
1. Introducción.....	3
1.1. Objetivos.....	3
1.2. Justificación.....	3
1.3 Antecedentes.....	5
1.4. Contexto	6
2. Desarrollo	6
2.1. Sustento teórico y metodológico	6
2.2. Planeación y seguimiento del proyecto	12
3. Resultados del trabajo profesional.....	15
4. Reflexiones del alumno o alumnos sobre sus aprendizajes, las implicaciones éticas y los aportes sociales del proyecto	38
5. Conclusiones.....	41
6. Bibliografía.....	42
Anexos (en caso de ser necesarios)	47

REPORTE PAP

Presentación Institucional de los Proyectos de Aplicación Profesional

Los Proyectos de Aplicación Profesional (PAP) son una modalidad educativa del ITESO en la que el estudiante aplica sus saberes y competencias socio-profesionales para el desarrollo de un proyecto que plantea soluciones a problemas de entornos reales. Su espíritu está dirigido para que el estudiante ejerza su profesión mediante una perspectiva ética y socialmente responsable.

A través de las actividades realizadas en el PAP, se acreditan el servicio social y la opción terminal. Así, en este reporte se documentan las actividades que tuvieron lugar durante el desarrollo del proyecto, sus incidencias en el entorno, y las reflexiones y aprendizajes profesionales que el estudiante desarrolló en el transcurso de su labor.

Resumen

En este trabajo se evaluó el estado actual de la instrumentación electroquímica en los laboratorios del ITESO. En particular, se intentó poner en marcha el potenciostato Vimar y un potenciostato de fuente abierta llamado Rodeostat. La validación experimental fue por medio de voltamperometría cíclica. Se comprobó la funcionalidad del potencionstato Rodeostat a través de la replicación del voltamperograma de la reacción redox del par ferrocianuro/ferrocianuro y la elaboración de una curva de calibración por el método de adición. Con el potenciostato Vimar no se obtuvieron buenos resultados. Finalmente, se fabricaron electrodos de trabajo de grafito y electrodos de referencia de Ag/AgCl, y se construyó una celda electroquímica de tres electrodos.

1. Introducción

1.1. Objetivos

1. Evaluar estado actual de la instrumentación electroquímica en los laboratorios del ITESO. En particular, comprobar la operación del potenciostato Vimar PG-2EV, con el fin de reactivar esta línea de investigación.
2. Diseñar, construir y caracterizar una celda electroquímica de tres electrodos con desgasificación de electrolito, apta para emplearse en prácticas de laboratorio e investigación.
3. Crear un manual de operación del potenciostato, con el fin de que pueda ser empleado en experimentos electroquímicos representativos.
4. Evaluar el uso del nuevo potenciostato portátil Rodeostat y crear un manual básico de operación del mismo.

1.2. Justificación

Como parte del programa interno de Apoyo a la Investigación del ITESO, en agosto de 2017 fue aprobado el proyecto “Caracterización de variables ambientales en los polígonos del ITESO en el Bosque la Primavera”. Uno de los objetivos específicos comprometidos en este proyecto consiste en desarrollar metodologías de análisis químico para cuantificar elementos potencialmente tóxicos (EPT) en aguas geotérmicas y en vapores emanados por fuentes geotérmicas. Se pensó en primera instancia utilizar técnicas electroquímicas de análisis, ya que su implementación es relativamente barata comparadas con técnicas de sensibilidad similar (por ejemplo, espectroscopía de absorción atómica) (Skoog, West, Holler, & Crouch, 2013).

La elaboración de este proyecto constituye la etapa inicial para la validación de la instrumentación electroquímica con que se cuenta en el ITESO, con el fin de identificar necesidades, fortalezas y deficiencias en la instrumentación disponible, y poder decidir si es apropiada para la cuantificación de especies químicas en nivel de trazas en las muestras de agua y suelo que se generarán en etapas más avanzadas del proyecto.

La creciente necesidad de identificar y cuantificar dichos contaminantes para proponer soluciones extiende una amplia gama de posibilidades de investigación, donde el principal enfoque de este proyecto reside en la capacidad de identificar los metales pesados presentes en una solución a través de técnicas electroquímicas. La versatilidad de estas técnicas, en comparación con técnicas de espectroscopia, es que son capaces de medir en corto tiempo la concentración de una muestra en un ambiente poco homogéneo (Kissinger & Heineman, 1996), además mide concentraciones de compuestos o materiales en muy bajas cantidades (en el orden de partes por millón o mil veces menos), y dado que el proceso de análisis es de relativamente bajo costo con rápida capacidad de respuesta, lo hace el camino ideal para trabajar este problema. Ya anteriormente se han hecho investigaciones sobre la materia como las de Pine Research Instrumentation, que demuestran la sensibilidad del método a través de la técnica de Voltamperometría de Redisolución Anódica, capaz de cuantificar plomo en agua potable (Pine Research Instrumentation, 2016). Además, esto abriría el camino a nuevos proyectos que impliquen el desarrollo de métodos electroquímicos para el análisis cualitativo y cuantitativo de muestras muy diversas (Bard & Faulkner, 2000a; Harris, 2010; Oliveira et al., 2001; West & Crouch, 2005).

Finalmente, el conocimiento generado por este PAP permitirá la creación de nuevas prácticas de laboratorio para los alumnos del ITESO, para que puedan comprender mejor la electroquímica y los diferentes conceptos que esta rama de la química conllevan, ya que los temas pueden ser complicados para el alumno (Elgrishi et al., 2017).

En cuanto a los interlocutores sociales que resultarían beneficiados con los resultados generados por este proyecto, podemos mencionar (Hernández et al., 2017)(Cervantes-Basurto et al., 2016): estudiantes del ITESO; la sociedad civil en general, y de manera particular los habitantes de la zona metropolitana de Guadalajara; ejidatarios y dueños de predios en el Bosque la Primavera; organismos como el Organismo Público Descentralizado Bosque la Primavera, la organización Anillo Primavera A.C. y el Comité Científico y Ciudadano del Bosque la Primavera; y universidades que comparten la

administración de predios similares al del ITESO dentro del bosque, tales como la UNIVA, la Universidad de la Salle, la Universidad Panamericana y el Colegio Cervantes Bosque.

1.3 Antecedentes

Es de conocimiento general la preocupación global para conocer el impacto ambiental que producen los desechos residuales de la industria y el descuido humano. El abuso de los recursos genera un excedente de contaminantes que suelen no tener un tratamiento adecuado para su exitosa degradación. Entre los recursos más afectados se encuentran los cuerpos de agua, que suelen ser empleados como medios de disposición de contaminantes por parte de plantas de tratamiento e industriales, afectando considerablemente al ecosistema al que pertenecen, dado que muchas de estas descargas de efluentes no se encuentran reguladas, generando que en la última cifra de la CNA estableció en el 2000 que sólo el 27% de los cuerpos de agua tenían una calidad aceptable («EL AGUA EN MÉXICO», 2008). Por otra parte, también se ha registrado la presencia de elementos potencialmente tóxicos (EPT) de manera natural en cuerpos de agua termal tales como los que ocurren en el Bosque la Primavera (Birkle, Bundschuh, & Sracek, 2010; «Chapter 4 - Chemistry of Thermal Fluids», s. f.; Gendenjamts, 2003; Reid, Goff, & Counce, 2003; Welch, 1999, 1999). Las aguas geotérmicas pueden contener arsénico, boro, fluoruros y otros EPT que pueden llegar a los seres humanos por diversas vías y terminar afectando su salud (Partida, s. f.-a, s. f.-b; «Poncitlán y sus enfermos renales», s. f.).

En trabajos anteriores hemos abordado ya la línea de investigación referente a la presencia de EPT en el entorno, que pueden llegar a afectar la salud de la población vulnerable. En una serie de tres informes PAP se pudo comprobar la presencia de cantidades importantes de plomo en la cerámica tradicional mexicana tipo barro vidriado (León-Sánchez & Hernández, 2016a, 2016b; León-Sánchez, Olguín-Curiel, & Hernández, 2016). La intoxicación por plomo en niños es un motivo de alerta, pues puede causar anorexia, vómitos, convulsiones y daño cerebral permanente; este contaminante puede ser ingerido cuando se lixivia a partir del esmalte usado en cerámica tradicional mexicana (León-Sánchez et al., 2016).

En los PAP ya mencionados se utilizó una técnica turbidimétrica para evaluar la presencia de plomo. Sin embargo, esta técnica no pudo ser validada o comparada contra otra técnica más sensible debido a las limitaciones de equipo analítico presentes en el ITESO. La evolución del proyecto, siempre enfocado a la determinación de contaminantes y EPT en el ambiente, ha llevado a la necesidad de considerar los métodos electroquímicos de análisis como una opción viable para poder continuar con esta línea de investigación. Este trabajo representa la primera exploración de esta familia de técnicas.

1.4. Contexto

El proyecto se desarrolla en un entorno ambiental, nace de la necesidad de comprender el impacto negativo de los contaminantes humanos en los cuerpos de agua de la región de la ZMG, pretende crear conciencia sobre los riesgos ecológicos con base en datos precisos y confiables, y presentar esta problemática con la intención de encontrar soluciones que puedan abarcar la dimensión del problema a tratar. De manera particular y específica, implica aprovechar la infraestructura disponible en el ITESO para desarrollar técnicas analíticas que permitan determinar contaminantes ambientales y elementos potencialmente tóxicos en suelo y agua provenientes del Bosque la Primavera. Con el fin de evitar repetición, el lector interesado en profundizar en el contexto sociodemográfico, ambiental y político relacionado con este proyecto debería remitirse al documento “Evaluación de variables ambientales en los polígonos del ITESO en el Bosque la Primavera”, que contiene el proyecto original en extenso (Hernández et al., 2017).

2. Desarrollo

2.1. Sustento teórico y metodológico

En electroquímica, las partes principales que componen un sistema de reacción (celda electroquímica) son los electrodos, una solución electrolítica y un sistema que permita controlar el potencial o la corriente aplicada al sistema para que se genere un intercambio de electrones entre los elementos presentes. Según lo descrito por Scholz (Scholz, 2009), a

cualquier electrodo introducido en una solución electrolítica, se le generará una región interfacial conocida como la doble capa, cuya importancia recae en sus propiedades eléctricas ya que afectarán de forma significativa la medida electroquímica.

En esta región es donde se producen las reacciones de reducción y oxidación entre un conductor conocido como electrodo y la solución electrolítica, donde a la sustancia que tiene una fuerte afinidad por los electrones se le conoce como el agente oxidante (ánodo), mientras que a la especie que dona los electrones se le conoce como el agente reductor (cátodo). (Skoog, 2013) La respuesta del electrodo puede cambiar según el voltaje que se aplique a la celda, esto ocurre principalmente en sistemas donde se tienen reacciones reversibles.

Cuando no se tiene un voltaje aplicado, es decir, la celda se encuentra en circuito abierto, es posible medir el potencial neto de la celda con un voltámetro; en este tipo de condición no suele haber una reacción procedente en la celda, sin embargo, se conoce el potencial que la celda tiene para llevar a cabo la reacción, dado que el voltímetro es capaz de medir la diferencia de potencial o voltaje entre dos electrodos en cualquier instante, definiendo el voltaje como la medida de la tendencia de una reacción de celda a proceder hacia el equilibrio. (Skoog, 2013)

La ecuación de Nernst es capaz de describir el potencial de reducción de un electrodo fuera de las condiciones estándar, esto se logra monitoreando el proceso de transferencia de electrones de una reacción redox general como en el ejemplo siguiente:



Al tener en cuenta las constante de velocidad de las reacciones heterogéneas, $k_{f,h}$ y $k_{b,h}$, conocidas como las constantes formales, y para un sistema controlado por las leyes de la termodinámica, el potencial del electrodo puede ser usado para establecer la concentración de las especies electroactivas en la superficie [$C_O(0,t)$ y $C_R(0,t)$], donde la ecuación de Nernst se presenta de la siguiente manera (Wang, 2004a):

$$E = E^\circ + \frac{2.3RT}{nF} \log \left[\frac{C_O(0, t)}{C_R(0, t)} \right]$$

Ecuación II

Donde E° es el potencial estándar de la reacción redox, R es la constante universal de los gases ($8.314 \text{ J K}^{-1}\text{mol}^{-1}$), T es la temperatura en Kelvin, n es el número de electrones transferidos en la reacción y F es la constante de Faraday ($96,487$ coulombs).

Las celdas electroquímicas se clasifican en galvánicas (o voltaicas) y electrolíticas, mientras que las primeras convierten energía química en eléctrica (**¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.**), las electrolíticas requiere una fuente de energía externa para operar (**¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.**).

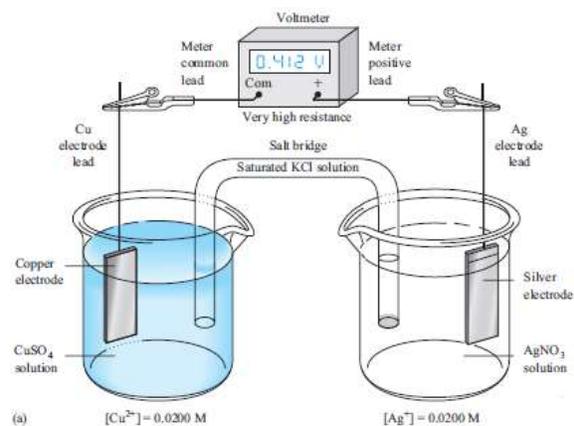


Ilustración I Celda galvánica (Skoog et al., 2013).

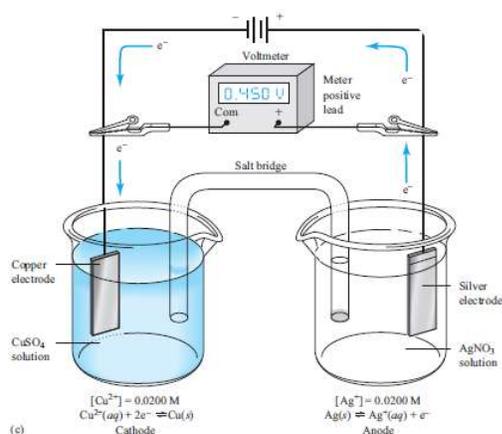


Ilustración II Celda electrolítica (Skoog et al., 2013).

Otro tipo de celda electrolítica especial es la celda de tres electrodos, que son comúnmente empleadas para experimentos de potencial controlado; estas se componen de tres electrodos (trabajo, auxiliar y referencia) sumergidos en una solución, como se muestra en la Ilustración III, siendo el electrodo de trabajo sobre el cual ocurre la reacción de interés y se compara contra el electrodo de referencia que mantiene un potencial estable y reproducible (Bard & Faulkner, 2000b; Scholz, 2009; Wang, 2004b). Una forma de poder medir la corriente resultante de una celda de tres electrodos a un potencial dado es emplear un potencióstato, un dispositivo electrónico capaz de mantener el potencial del electrodo de trabajo a un nivel constante con respecto al potencial del electrodo de

referencia mediante el ajuste de la corriente en un electrodo auxiliar (Skoog et al., 2013). La representación gráfica de la corriente versus el potencial es conocida como curva de corriente-potencial.

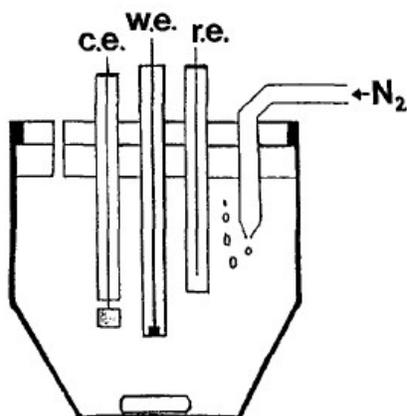


Ilustración III Ej. Celda de tres electrodos; c.e: electrodo auxiliar, w.e: electrodo de trabajo, r.e: electrodo de referencia (Kissinger & Heineman, 1996)

En voltamperometría, se aplica a una celda electroquímica, que contiene un microelectrodo, una señal de excitación que es un potencial variable. Esta señal de excitación provoca una respuesta de intensidad de corriente, esta es la característica en la que se basa el método. La señal de excitación clásica en voltamperometría es la de barrido lineal, en la que el potencial de corriente continua aplicado a la celda aumenta linealmente en función del tiempo. (Ilustración IV)

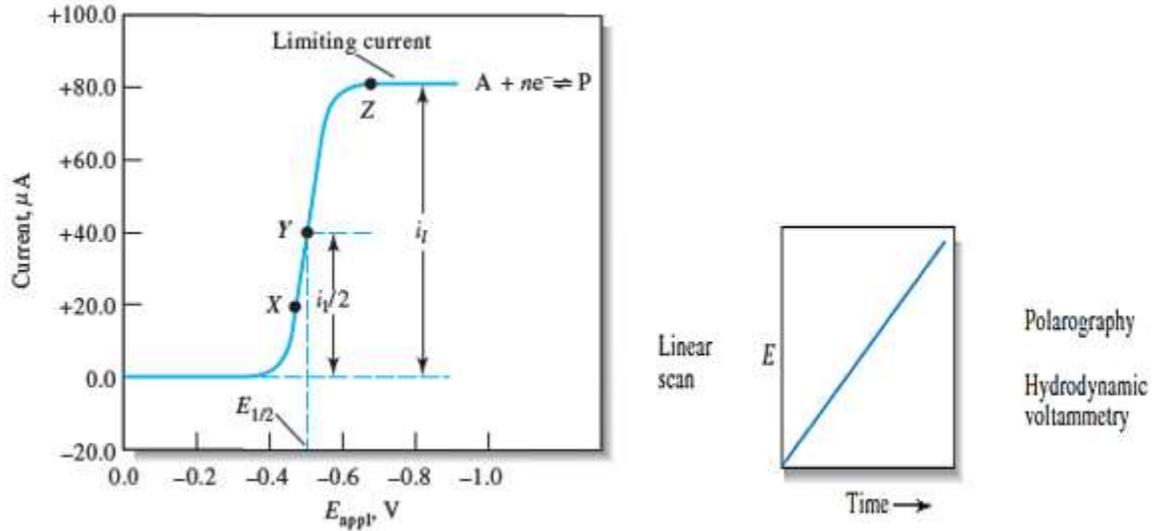


Ilustración IV Representación gráfica de voltamperograma barrido lineal en solución agitada para la reducción de especies hipotéticas A a un producto, la corriente limitante i_l es proporcional a la concentración del analito y es empleado para el análisis cuantitativo (Skoog et al., 2013)

La voltamperometría cíclica (CV) consiste en escanear linealmente el potencial de un electrodo de trabajo estacionario (en una solución no agitada) usando un potencial de onda triangular (Wang, 2004b) donde se tiene lugar la inversión llamada potenciales de inversión.

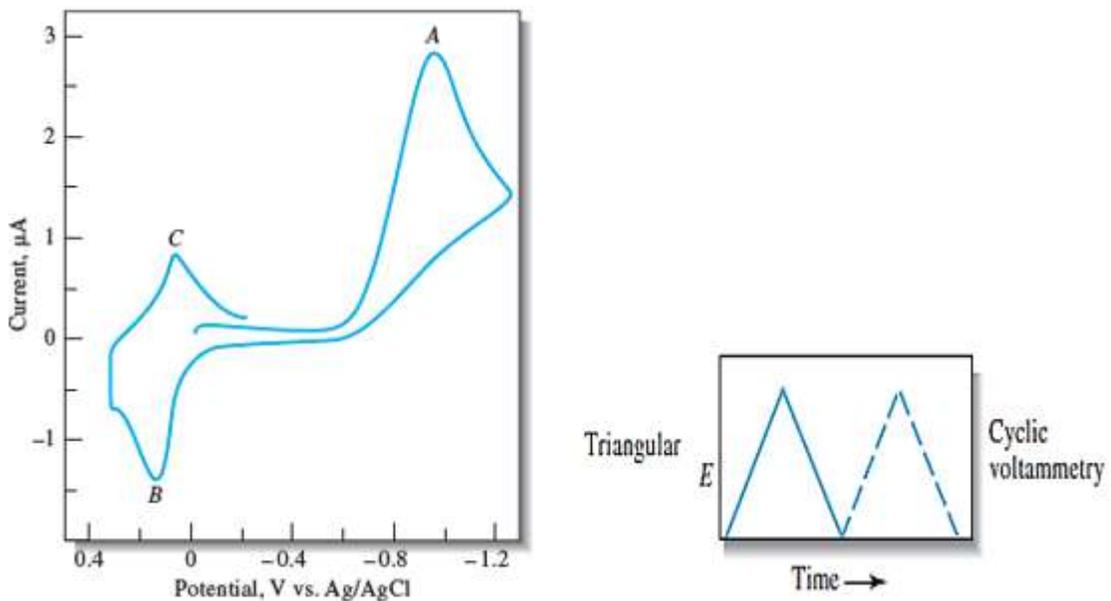


Ilustración V Representación gráfica de voltamperometría cíclica del insecticida paratión 0.5M pH 5 (Skoog et al., 2013)

Las dimensiones de los datos resultantes dependen del experimento. El intervalo de potenciales de inversión elegidos para un experimento dado es aquel en el que tiene lugar la oxidación o la reducción controladas por difusión de uno o más analitos.

Dependiendo de la composición de la muestra, la dirección del barrido lineal puede ser negativa positiva; un barrido en la dirección de potenciales más negativos se denomina un barrido directo, mientras que uno en la dirección hacia los más positivos se le llama barrido inverso (Skoog et al., 2013).

Los parámetros importantes en un voltamperograma cíclico son el potencial de pico catódico (E_{pc}), el potencial de pico anódico (E_{pa}), la corriente de pico catódico (i_{pc}) y la corriente de pico anódica (i_{pa}).

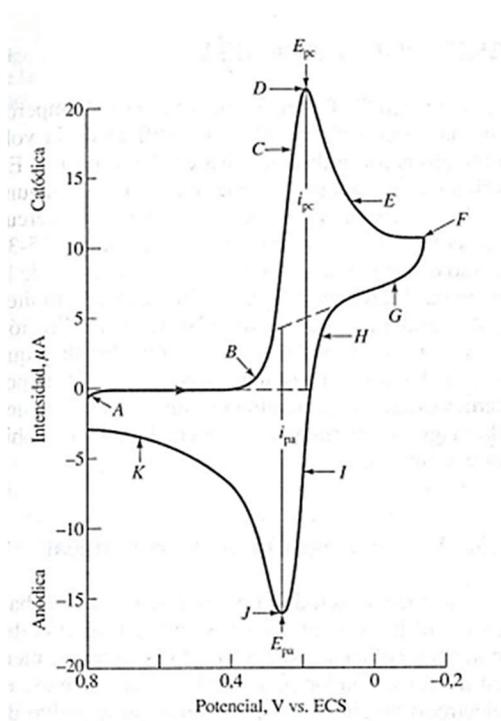


Ilustración VI Voltamperograma cíclico de una disolución 6.0mM en $K_3Fe(CN)_6$ y 1.0M en KNO_3 (Skoog, Holler, & Nieman, 2000)

Para una reacción de electrodo reversible, las corrientes de pico anódica y catódica son aproximadamente iguales, pero de signo opuesto, y la diferencia entre los potenciales de pico es de $0.0592/n$, donde n es el número de electrones implicados en la semirreacción.

La voltametría cíclica, aunque no es utilizada para análisis cuantitativos de rutina, es una herramienta importante para el estudio de los mecanismos y de las velocidades de los procesos de oxidación/reducción, en particular para sistemas orgánicos y organometálicos. A menudo, los voltamperogramas cíclicos revelan la presencia de intermedios en las reacciones de oxidación/reducción (Skoog et al., 2013).

Una de las reacciones que se seguirán para la comprobación del funcionamiento del potencióstato y de la celda fabricada en este proyecto es la reacción redox del par ferrocianuro/ferricianuro, cuyo voltamperograma característico (Ilustración VI) se tratará de replicar según lo establecido en la literatura.

2.2. Planeación y seguimiento del proyecto

- Descripción del proyecto

Este proyecto propone la evaluación del estado actual de la instrumentación electroquímica disponible en el ITESO, con el objetivo futuro de utilizarla para realizar análisis cualitativos y cuantitativos de elementos potencialmente tóxicos que pudieran encontrarse en las aguas geotérmicas y el suelo dentro de los polígonos del ITESO en el Bosque la Primavera.

- Plan de trabajo

Etapas	Actividades	Tiempo requerido	Tipo de recursos
A) Abordaje inicial del problema	1. Búsqueda del manual del potencióstato Vimar.	1 día	Materiales
	2. Recolección de los electrodos.	2 días	Materiales
	3. Experimentación y recolección de pruebas.	3 semanas	Tecnológicos
B) Identificación y resolución de problemas	1. Limpieza y fabricación de electrodos.	2 semanas	Económicos y materiales
	2. Fabricación de una celda electroquímica para tres electrodos con desgasificación de electrolito.	1 semana	Materiales
	3. Estudio del comportamiento del generador de funciones.	1 semana	Tecnológicos

	4. Limpieza del potencióstato.	1 día	Materiales
	5. Experimentación y recolección de pruebas.	3 semanas	Tecnológicos
	6. Lectura de señal generada por el potencióstato.	2 días	Tecnológicos
C) Puesta en marcha del potencióstato Rodeostat	1. Conexión del potencióstato Rodeostat a la computadora y configuración de parámetros de comunicación.	1 día	Tecnológicos
	2. Instalación del programa Python.	1 día	Tecnológicos
	3. Instalación de la biblioteca iorodeo-potentiostat para Python.	1 día	Tecnológicos
	4. Experimentación y recolección de pruebas.	2 semanas	Tecnológicos

Etapa A: Abordaje inicial del problema

La prioridad para poder llevar a cabo las pruebas electroquímicas era determinar si el potencióstato disponible en el departamento de Ingeniería Química se encontraba funcionando adecuadamente, así que se consideró llevar a cabo una prueba de voltamperometría cíclica del par iónico ferrocianuro-ferricianuro, un experimento ampliamente estudiado y sencillo que permitiría validar la operación del instrumento (Skoog et al., 2013).

Primero se empezaría buscando el manual del potencióstato Electrónica Vimar® para encenderlo y comprender el sentido de las perillas y conexiones, encontrar los cables necesarios de conexión con la celda y la que comunica la señal de salida. Adicionalmente, será necesario encontrar un generador de señales para modular la corriente de entrada con funciones de tipo rampa o escalón, y un adquisidor de datos que traduzca las respuestas obtenidas por la celda electroquímica.

1. En paralelo, se buscaría recolectar los electrodos apropiados para la prueba, tanto los disponibles en el almacén de química como aquellos que tengan que fabricarse, especialmente ideando una forma de mantener un área de exposición fija y conocida, y realizar el diseño de una celda apropiada para las necesidades de la experimentación con asesoría del profesor.
2. Después será necesario correr una serie de pruebas y compararlas contra la literatura para verificar la sensibilidad del método, cuidando los aspectos técnicos del mismo.

Una vez obteniendo los resultados con el equipo disponible en el Departamento de Procesos Tecnológicos e Industriales, se tuvo que cambiar la estrategia de trabajo ya que los resultados obtenidos no fueron los esperados comparado con lo que reportaba la literatura. Se pasó entonces a la siguiente etapa.

Etapas B: Identificación y resolución de problemas

Teniendo en cuenta que los resultados en la primera etapa no fueron los esperados, se tuvo que hacer un estudio riguroso de los aparatos y material con el cual estábamos trabajando – el generador de funciones, el potenciostato y los electrodos – para saber de dónde provenía el problema.

1. Como primera estrategia se realizó la limpieza de los electrodos y la fabricación de electrodos de Ag/AgCl como remplazo del electrodo de referencia de calomel, y también se fabricaron nuevos electrodos de trabajo con diferentes tipos de grafito.

A pesar del cambio y limpieza de los electrodos seguíamos teniendo resultados que no concordaban con la literatura, y llegamos a la conclusión de que el problema no estaba en los electrodos utilizados.

2. Luego pasamos al estudio del comportamiento del generador de funciones. Para esto alimentábamos voltaje directamente a nuestro adquisidor de datos. Y con este estudio validamos que el problema no estaba en el generador de funciones, ya que sí se obtenían los resultados esperados: la forma y magnitud de la señal era la correcta.

* Ver Ilustración XVIII en los Anexos.

3. Después se realizó una limpieza al potenciostato (con un soplador y el producto comercial WD-40 conocido como afloja-todo) y se realizaron nuevos experimentos. Pero a pesar de esto seguíamos obteniendo resultados que no concordaban con la literatura.

4. Por último, se tomaron lecturas de la señal generada por el potencióstato Vimar sin alimentación externa y probando los diferentes valores del convertidor de corriente. Con este experimento nos dimos cuenta que el aparato tiene un ruido no constante, que no se puede corregir con un ajuste de offset, y que presenta una importante deriva en los valores del potencial conforme pasa el tiempo.

*Ver en los Anexos.

- Desarrollo de propuesta de mejora

Etapas C: Puesta en marcha del potencióstato Rodeostat

Debido a la evidente falla del equipo de trabajo se mandó cotizar un nuevo potencióstato con ciertas características que nos permitiera trabajar con los requerimientos necesarios para la realización de los experimentos.

Una vez adquirido el nuevo potencióstato (Ilustración XIII) se tuvieron que realizar varias tareas antes de realizar los nuevos experimentos con dicho aparato.

3. Resultados del trabajo profesional

La parte más destacada del proyecto se obtuvo en las últimas tres semanas del mismo, después de que el nuevo potencióstato fuera recibido y todos sus complementos de programación fueran exitosamente descargados. Con fines de caracterizar adecuadamente los resultados obtenidos, se dividirá la sección de resultados en dos partes.

Parte 1: Operación y funcionamiento de potencióstato (Electrónica Vimar V2)

Durante la primera etapa del proyecto, se realizaron numerosas corridas con diferentes electrodos empleando el potencióstato (Ilustración VII), del cual se aprendió a operar gracias al manual de operación disponible en el almacén de Química, este consistía en una punta electrométrica donde iba asociado el electrodo de referencia, mientras en otro conector de celda se referenciaba el electrodo auxiliar y el de trabajo. Se contaba también

con un generador de funciones (Ilustración VIII izquierda) que alimentara una función de voltaje de onda triangular requerida para el experimento, y un adquisidor de datos (Ilustración VIII derecha), que tradujera las señales de salida de corriente de la celda.



Ilustración VII Potenciostato-Galvanostato marca Electrónica Vimar

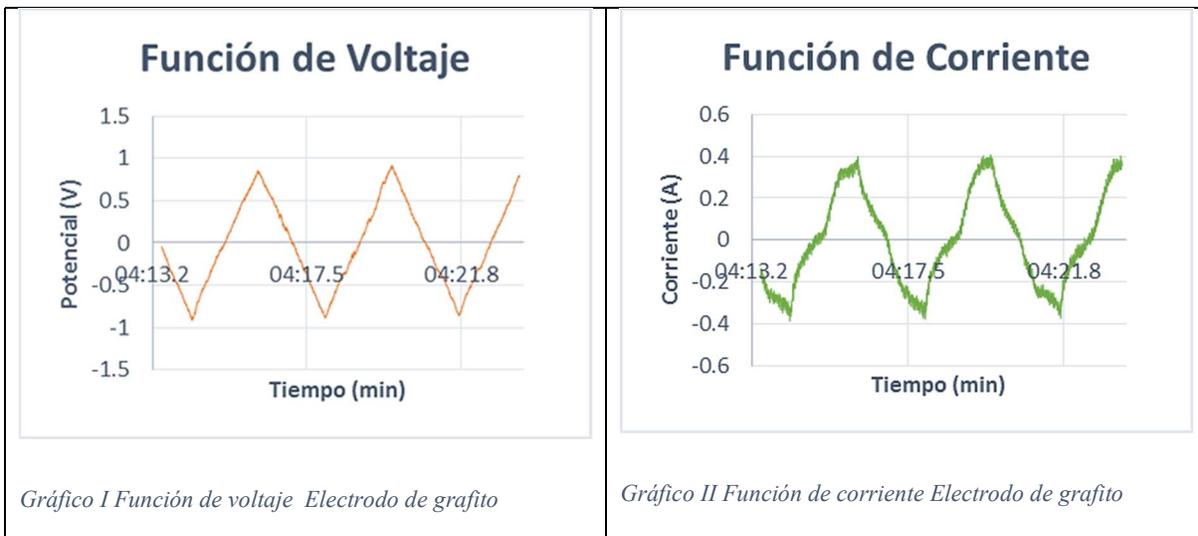
Inicialmente se detectó una irregularidad con la señal alimentada del generador, esta venía con un offset constante que se corroboró por medio de un osciloscopio y un multímetro, este no fue posible corregir usando las perillas de ajuste del generador, por lo cual se intentó corregir directamente en el potenciostato.

Una vez que fue posible entender el modo de operación del instrumento, y que se recuperaron electrodos necesarios para trabajar (inicialmente consistían en un electrodo de calomel saturado en KCl (SCE por sus siglas en inglés) (Ilustración IX Inciso B) como referencia, y electrodos de grafito como trabajo y auxiliar) se preparó la solución electrolítica de ferrocianuro/ferricianuro 10mM y 0.1M KNO_3 . También se instalaron los programas de TracerDAQ y DAQAmi, softwares necesarios para la lectura de las señales del Adquisidor de Datos y su adecuado monitoreo en tiempo real.



Ilustración VIII Adquisidor de datos Measurement Computing® (izquierda) y generador de funciones (derecha)

Como primera prueba se obtuvieron los siguientes resultados:



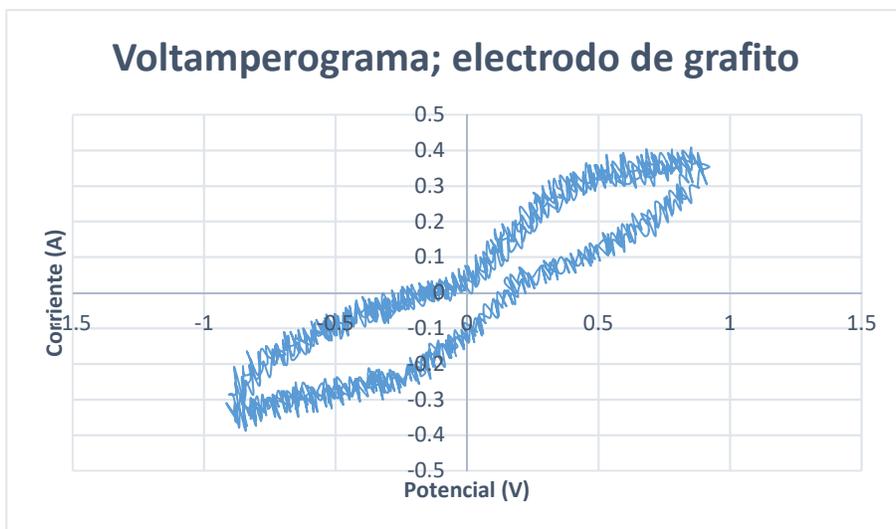


Gráfico III Voltamperograma; electrodo grafito

Como se observa en el ¡Error! No se encuentra el origen de la referencia., fue posible ajustar el offset por medio del potenciostato, sin embargo, no se presenta el voltamperograma deseado (Gráfico III) para la prueba de ferro/ferricianuro como el presentado en la Ilustración VI aunque se acerca ilusoriamente a la figura característica, presenta un breve pico de oxidación y uno de reducción según la IUPAC, antes de orientarse hacia la región de descomposición del agua. De cualquier manera, el experimento no podía ser reproducible debido a que no se controlaba el área del electrodo de trabajo, y sabiendo que la relación de área y corriente se relaciona por medio de la densidad de corriente de la siguiente forma:

$$\text{Densidad de corriente} = j = \frac{i}{A} [=] \frac{A}{cm^2} \quad \text{Ecuación III}$$

Elaboración de electrodos de grafito

Se determinó que era necesario la elaboración de electrodos de grafito que tuviesen un área expuesta fija independientemente del volumen de la solución así que se optó por la elaboración de electrodos de área fija, además, se sospecha que el electrodo de grafito pudiera no haber sido completamente puro y por lo cual se presentaban interferencias o no se podía llevar a cabo plenamente la reacción redox.

Se decidió usar resina epóxica para encapsular las barras de grafito, con un sencillo mecanismo de que la base del grafito estaría expuesta y el resto incluyendo un alambre de cobre que se conectaría a una punta caimán, estarían sumergidos en la solución de resina. Desafortunadamente, se descubrió que la resina hacía reacción con el alambre de cobre y formaba sales de cobre precipitadas en el electrodo, y se corría el riesgo de que estas interfirieran en la reacción de la celda. Muchos intentos más adelante, variando el material y el método de producción, resultó un tanto impráctico continuar con la producción de estos electrodos, ya que incluso comprando electrodos de carbón empleados en los automóviles y empleando otras barras de carbón, resultaron no ser compuestos puros. Pruebas cualitativas demostraron que los electrodos de carbón usados como escobillas de motor presentaban impurezas de hierro o cobre, como se describe enseguida.

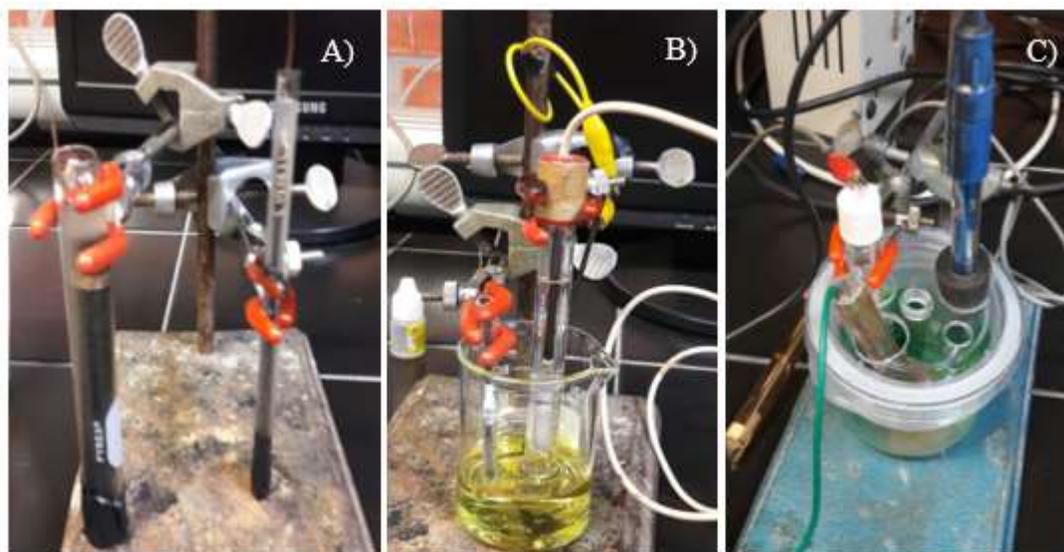


Ilustración IX A) Electrodos de grafito en resina, B) Celda de tres electrodos con calomel y grafito, C) Presencia de impurezas en electrodos fabricados

A continuación, se muestra una representación gráfica de una prueba realizada con uno de los electrodos contaminados:

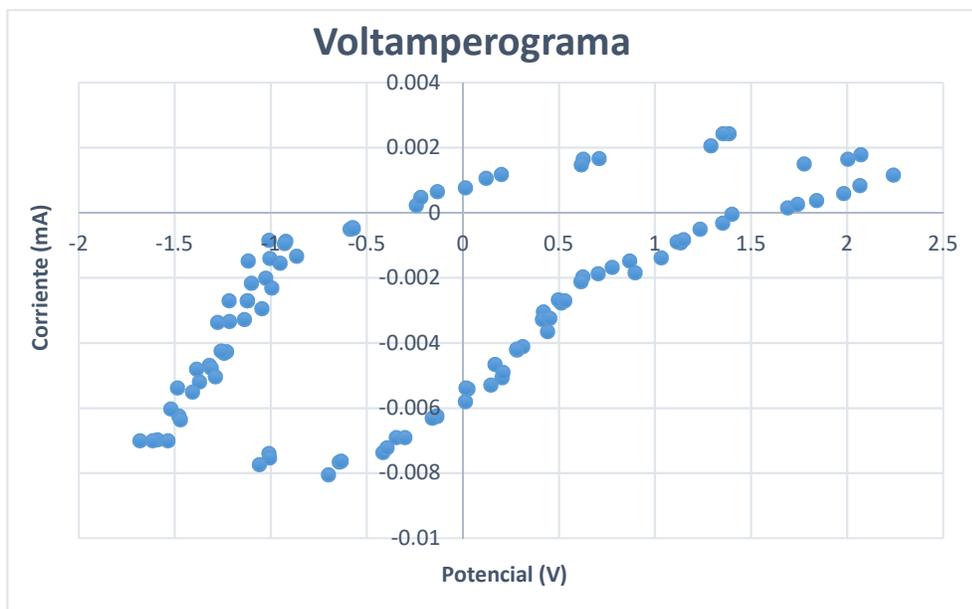


Gráfico IV Voltamperograma con electrodo de grafito (escobilla) Electrodo de trabajo: grafito, Electrodo auxiliar: platino, Electrodo de referencia: calomel, Solución: ferro-ferricianuro a 10 mili-M y nitrato de potasio 0.1 M

Para esta corrida se utilizó un electrodo de grafito – escobilla de grafito para motor – y al terminar esta, el electrodo presentó coloración marrón en toda su superficie. *Prueba de ello se muestra en la en los Anexos. Debido a esto se le realizó un pre-tratamiento, que consistió en sumergirlo por todo un día en ácido nítrico (HNO_3) con la intención de lixiviar los metales presentes en el electrodo pero a pesar de dicho tratamiento, el electrodo volvió a presentar la misma coloración marrón cuando se le realizó otra prueba. Por lo cual se optó por realizar una prueba cualitativa que consistió en agregar algunas gotas de HNO_3 concentrado, donde el electrodo desprendió una coloración verdosa, luego se tomó una pequeña muestra de este líquido y se agregaron un par de gotas de amoníaco (NH_3) en el cual se identificó una coloración azul por la formación del complejo $\text{Cu}(\text{NH}_3)_6$. Esta fue una prueba concluyente de que el electrodo de grafito contenía cobre. *Dicho tratamiento se observa en la en los Anexos.

Diseño y construcción de la celda electroquímica de tres electrodos

Adicional a la elaboración de los electrodos fabricados, se llevó a cabo la tarea de diseñar una celda adecuada para llevar a cabo experimentaciones de voltamperometría cíclica y otras pruebas electroquímicas, ya que al realizarlas en un vaso de precipitado no sería posible aislar la reacción de la presencia de aire u oxígeno si se requiriera. Así que eventualmente se logró construir una celda pequeña de plástico con una tapa de acrílico que fue perforada con un taladro industrial en las instalaciones del taller de Mecánica (Edificio H) para que se pudiera sostener los electrodos en tapones de caucho y se sellara la celda. El resultado de la construcción se aprecia en la Ilustración X.



Ilustración X Celda de tres electrodos terminada

Entre los electrodos empleados, se recurrió a usar material de platino como referencia y eventualmente como electrodo de trabajo, sin embargo, también presentó inconsistencias significativas en el momento de la comparación gráfica, que si bien presentaba una leve tendencia a formar un pico de reducción, no presentaba el de oxidación de forma importante. Se sospechó entonces de contaminación en el electrodo de platino y se consultó la literatura para definir el procedimiento de limpieza del mismo.

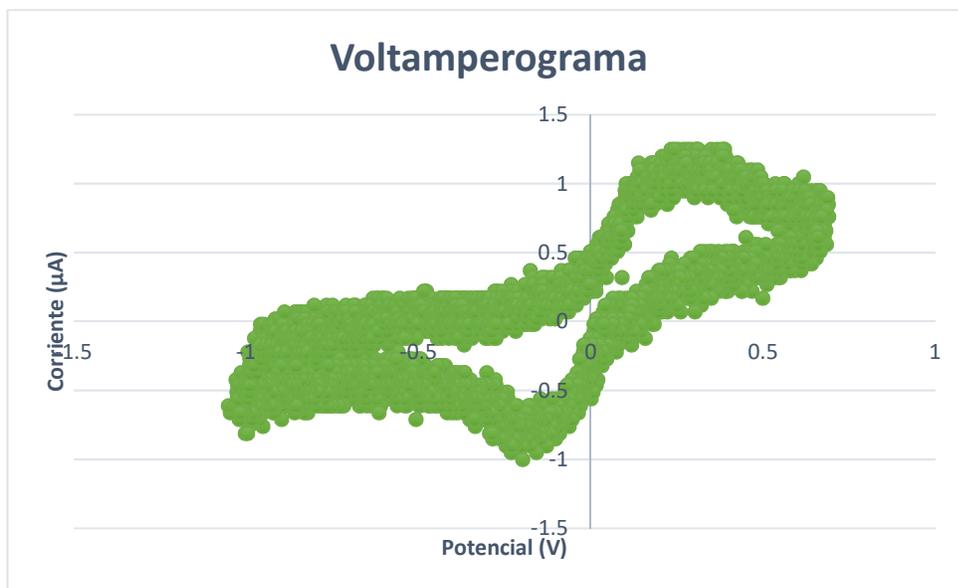


Gráfico V Voltamperograma; electrodo de platino. Electrodo de trabajo: platino, Electrodo auxiliar: platino, Electrodo de referencia: calomel, Solución: ferro-ferricianuro a 10 mili-M y nitrato de potasio 0.1 M

Una de las opciones disponibles era realizar una limpieza electroquímica por medio de ciclado, esta permitiría eliminar las impurezas presentes en la superficie del metal y tener una superficie más limpia, ya que la prueba del ferricianuro es extremadamente sensible a la presencia de impurezas en el electrodo. Esta se llevó a cabo con una solución de ácido sulfúrico 0.1M, y eventualmente con 0.5M con la intención de replicar el voltamperograma característico para el platino en ácido sulfúrico (Ilustración XI) haciendo el ciclado en varias ocasiones, pero resultó muy complicado mantener el potencial estable sin que se generaran burbujas de hidrógeno por el alto voltaje negativo al que llegaba, además la principal preocupación residía en que llegó a tenerse más de un valor de corriente por voltaje. Al observar experimentalmente que el potenciostato Vimar tenía dificultades importantes para controlar adecuadamente el potencial de los electrodos, se consideraron dos opciones: o bien el potenciostato mismo tenía un problema electrónico, o bien se trataba de un problema en el electrodo de referencia SCE. Se intentó entonces atacar el problema por ambos flancos.

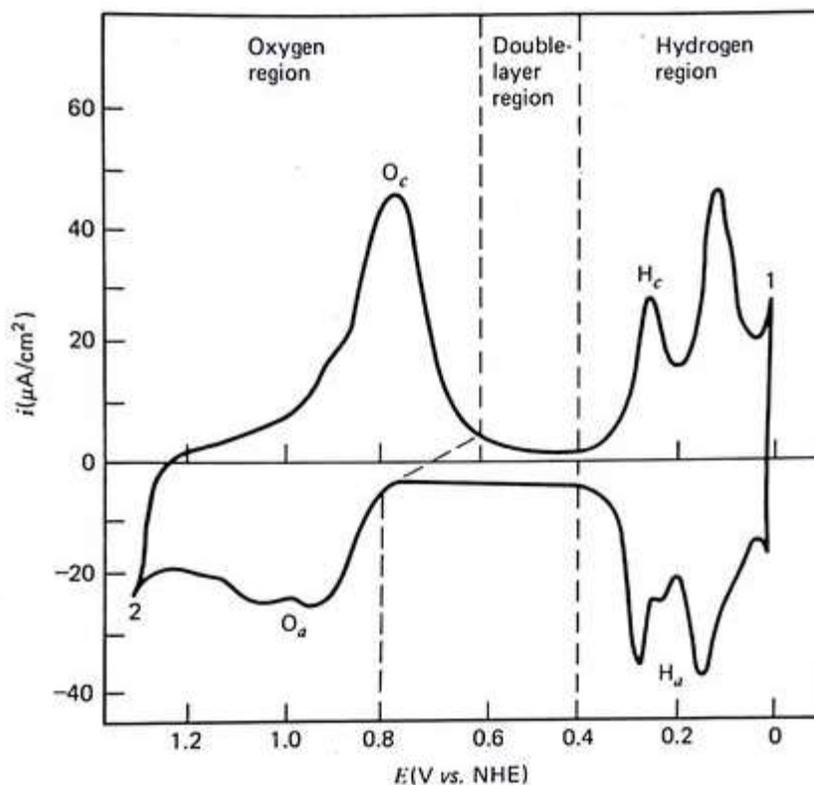


Ilustración XI Voltamperograma para verificar la limpieza del electrodo de Pt (Bard & Faulkner, 2000b)

Fabricación de electrodos de referencia de Ag/AgCl

Por ello, se llevó a cabo una limpieza profunda del potenciostato empleando W40 y cuidando la limpieza de los electrodos, mientras tanto se decidió fabricar electrodos de Ag/AgCl debido a que también se sospechaba el electrodo de calomel podría estar tapado ya que el voltaje no se mantenía controlado con respecto al electrodo de referencia. Para estos se obtuvieron alambres de plata del departamento de química que, tras varios intentos de generar la capa de cloruro de plata, se encontró que estas tiras de plata no eran puras y tenían una aleación de hierro.

Se cotizó y ordenó un nuevo alambre de plata con 99% de pureza, de los cuales se obtuvieron dos piezas de tamaño similar con la finalidad de lograr crear un recubrimiento de cloruro de plata sobre la superficie del metal que sería la que

reaccionaría en el proceso electroquímico. Para lograr este propósito, se utilizó un método electroquímico consistente en emplear un circuito cerrado entre la plata y un electrodo de grafito sumergidos en una solución de cloruro de potasio saturada, y alimentados a través de una pila de 9V marca Duracell® por medio de puntas tipo caimán (Ilustración XII izquierda). Se le aplicó el voltaje por un aproximado de 5 minutos donde el valor positivo de la pila era vinculado al electrodo de plata, mientras que el negativo se aplicaba al electrodo de grafito. Se había propuesto como alternativa la inmersión de la plata en una solución de Hipoclorito de sodio (NaClO_4) al 5%, pero el proceso de recubrimiento químico era muy lento en comparación del electroquímico.



Ilustración XII Fabricación de electrodos por método electroquímico (izquierda), Electrodos de Ag/AgCl terminados (derecha)

Cuando por fin se fabricaron los electrodos de plata después de ordenar un alambre de calidad (Ilustración XII derecha), y arreglarse las fugas en el sistema de la membrana empleada para el electrodo, fue evidente un problema mucho más serio, una oscilación inconsistente del voltaje ante la más mínima perturbación. La función del voltaje no era capaz de mantenerse en un rango especificado, este se desviaba indefinidamente hacia los rangos negativos, lo que causaba estragos en la

reacción en la celda, generando hidrógeno en gran medida. Esto fortaleció la sospecha de que estábamos ante un problema en la electrónica del potencióstato Vimar.

Para localizar el origen del problema, se emplearon distintos electrodos como referencia, trabajo y auxiliar, después se probó con distintos valores de convertidor de corriente que controlaba la escala de salida de corriente por cada voltio obtenido para ver si este afectaba ($1\mu\text{A}$, 1mA , 10mA , 100mA y 1A por voltio), después midiendo directamente con el adquisidor de datos las señales de salida del generador de funciones, donde se demostró que este no era el problema. Finalmente, con una serie de pruebas realizadas al potencióstato, se encontró que este presentaba un ruido o interferencia no constante, este llegaba a oscilar indiscriminadamente entre los rangos de voltaje negativo y positivo; con lo cual se tuvo que concluir la incapacidad del equipo de ser de utilidad para controlar el potencial de la celda. A continuación, se muestran un par de gráficos resultantes de las últimas pruebas de experimentación con el potencióstato:

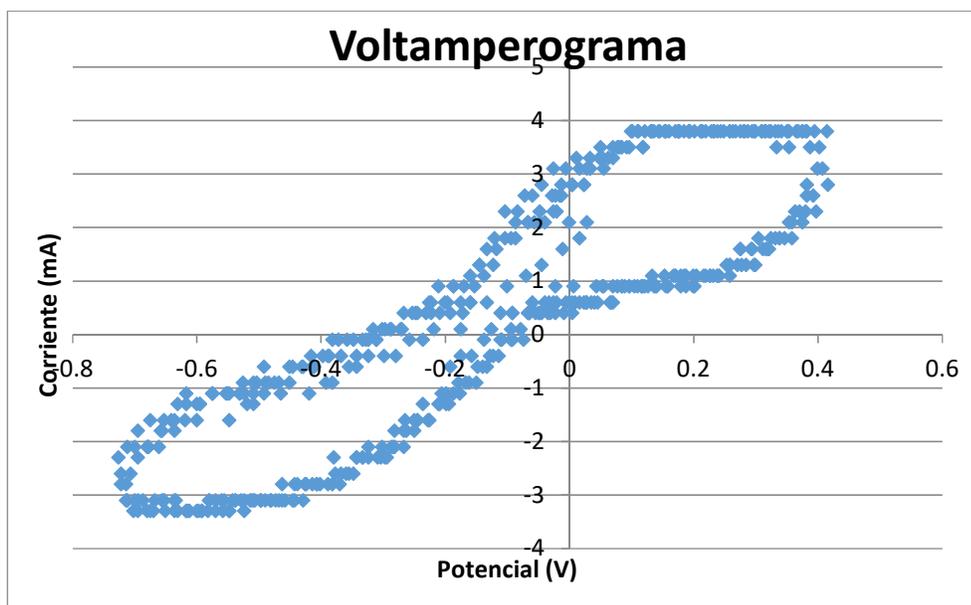


Gráfico VI Voltamperograma a $1\mu\text{A/V}$ Electrodo de trabajo: platino, Electrodo auxiliar: platino, Electrodo de referencia: Ag/AgCl , Solución: ferro-ferricianuro a 10 mili-M y nitrato de potasio 0.1 M

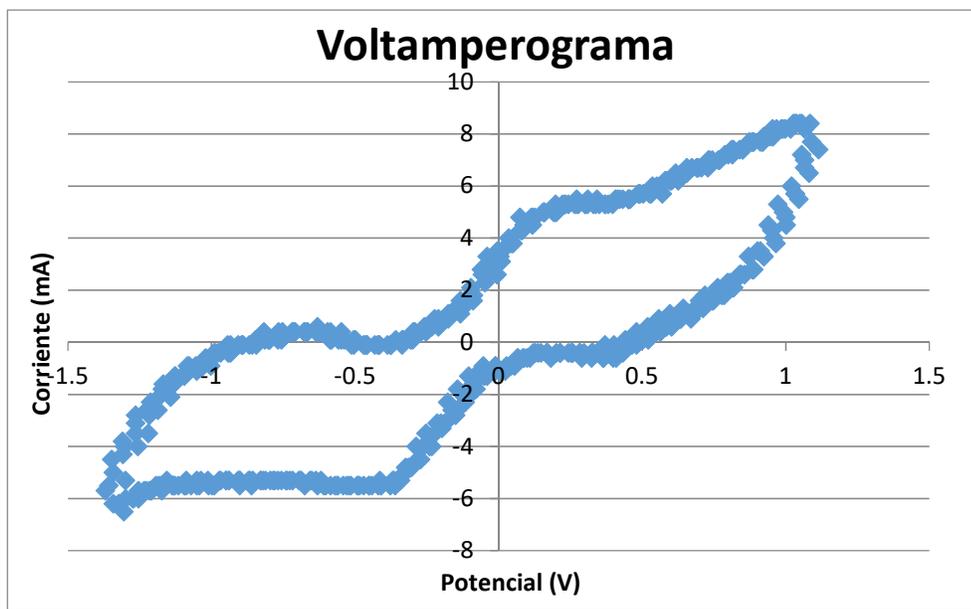


Gráfico VII Voltamperograma a $100 \mu A/V$ Electrodo de trabajo: platino, Electrodo auxiliar: platino, Electrodo de referencia: Ag/AgCl, Solución: ferro-ferricianuro a 10 mili-M y nitrato de potasio 0.1 M

Los malos resultados obtenidos confirmaron nuestra sospecha de que existe un problema electrónico en el potenciostato Vimar, y hubo que esperar la llegada de un nuevo potenciostato para poder continuar con el proyecto.

Parte 2: Operación y funcionamiento del potenciostato Rodeostat

Una vez que el nuevo potenciostato marca Rodeostat® arribó (Ilustración XIII), se requirió descargar el software apropiado para poder enviar los comandos de las pruebas que pretendían llevarse a cabo, este programa era Python con su correspondiente interfaz de multiplataforma Spyder. Con este software era posible descargar una biblioteca de comandos específicos para el potenciostato que sería posible emplear para las pruebas que pretendieran llevarse a cabo, y siguiendo las indicaciones de instalación e iniciación referidas en la página de <http://stuff.iorodeo.com/docs/potentiostat/>.

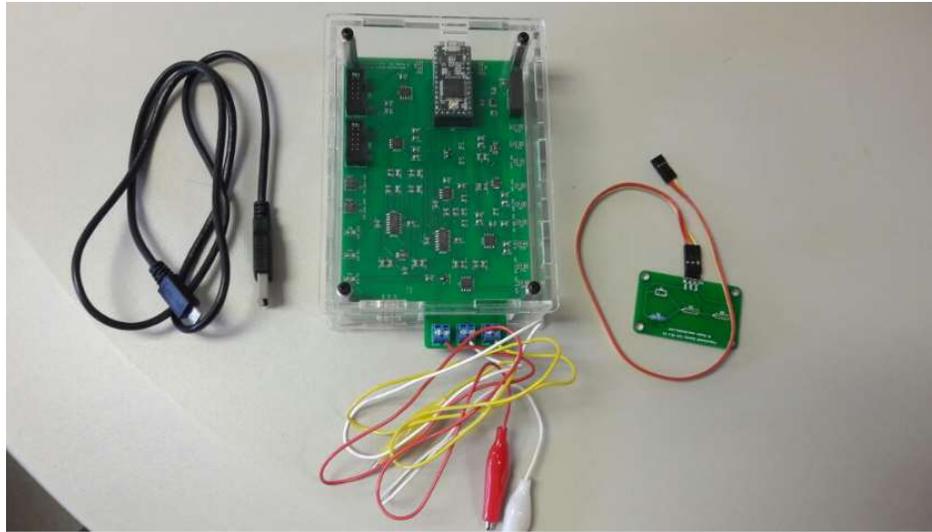


Ilustración XIII Potenciostato Rodeostat

Primero fue necesario la instalación del potenciostato en el ordenador, ya que era necesario que este hardware fuera reconocido como dispositivo para poder fijar los parámetros de comunicación. Los pasos de la configuración fueron los siguientes:

1. Conectar el cable USB al potenciostato Rodeostat y luego a un puerto USB de la PC.
2. Abrir el administrador de dispositivos de Windows. El potenciostato aparece como un dispositivo serie USB en el apartado Puertos (COM Y LPT). (Ilustración XIV izquierda)
3. Dar click derecho sobre el dispositivo y elegir Propiedades. Se abre la ventana de diálogo como en la Ilustración XIV derecha.

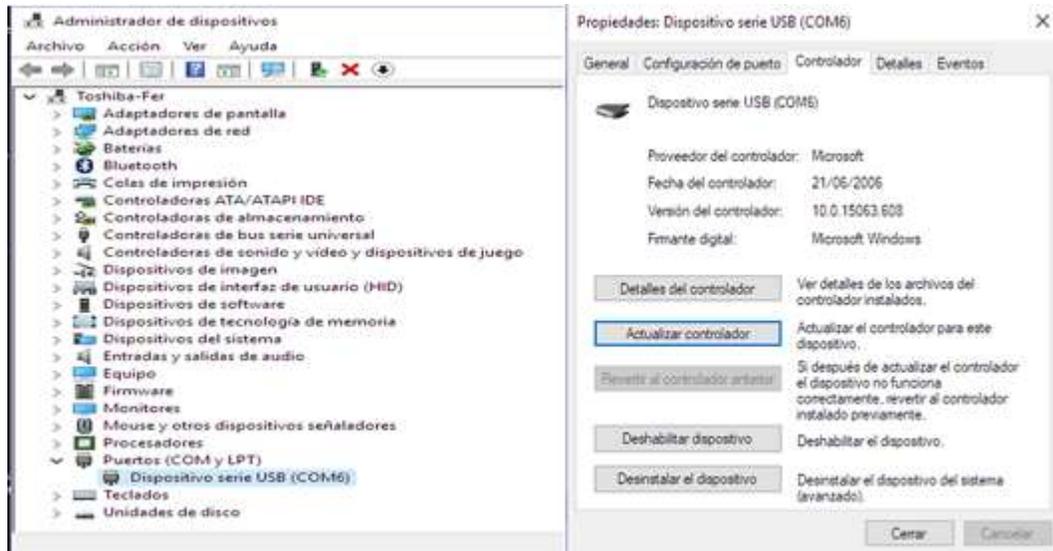


Ilustración XIV Administrador de dispositivos y señalización del puerto USB

4. Dar click en Actualizar controlador y luego Buscar Software de Controlador Actualizado Automáticamente. Windows buscará los controladores en la red y los actualizará de ser necesario. (Ilustración XV izquierda)

5. Los parámetros de comunicación del puerto pueden configurarse desde la misma ventana de diálogo. (Ilustración XV derecha)

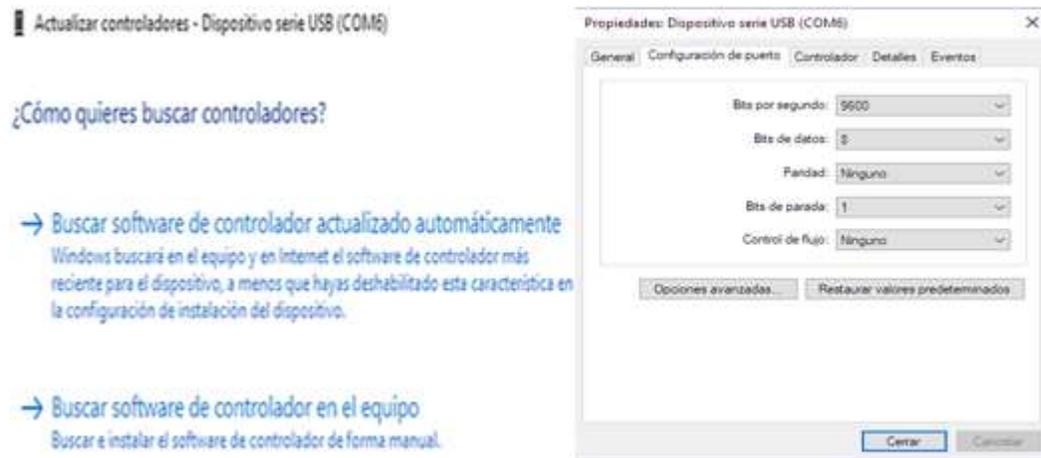


Ilustración XV Actualización de controladores y propiedades del dispositivo

La descarga del software Python® con todas sus interfaces directamente del servidor fue el segundo paso del proceso, entonces fue posible la instalación de la biblioteca del potenciostato Rodeostat por medio del comando *pip install iorodeo-potentiostat* en la ventana de ejecución, y por lo tanto se tuvieron a disposición todas las pruebas potenciostáticas (de rampa, escalón, cíclica, etc) necesarias para llevar a cabo el experimento como se especifica en la parte *Getting Started* de la documentación del potenciostato, y se emplearon los ejemplos trabajados de voltamperometría cíclica.

Una vez teniendo los programas instalados y la biblioteca pasamos a la generación de nuevos voltamperogramas, utilizando los parámetros descritos en la literatura. En la ventana de comando se escribió el código correspondiente a una prueba cíclica (Ilustración XVI) para realizar las primeras pruebas de voltamperometría, determinando los factores de velocidad de barrido, la escala de voltajes (-0.2 a 0.8V) y la corriente (1000µA).

```
from potentiostat import Potentiostat
import matplotlib.pyplot as plt

port = 'COM3' # Serial port for potentiostat device
datafile = 'Cyclic Volt Test with Electrocell at 20mV per s Shift 0,17 Ferri Only SIn Carbon

test_name = 'cyclic' # The name of the test to run
curr_range = '1000uA' # The name of the current range [-100uA, +100uA]
sample_rate = 10.0 # The number of samples/second to collect

volt_min = -0.20 # The minimum voltage in the waveform (V)
volt_max = 0.8 # The maximum voltage in the waveform (V)
volt_per_sec = 0.100 # The rate at which to transition from volt_min to volt_max (V/s)
num_cycles = 5 # The number of cycle in the waveform

# Convert parameters to amplitude, offset, period, phase shift for triangle waveform
amplitude = (volt_max - volt_min)/2.0 # Waveform peak amplitude (V)
offset = (volt_max + volt_min)/2.0 # Waveform offset (V)
period_ms = int(1000*4*amplitude/volt_per_sec) # Waveform period in (ms)
shift = 0.17 # Waveform phase shift - expressed as [0,1]
# 0 = no phase shift, 0.5 = 180 deg phase sh

# Create dictionary of waveform parameters for cyclic voltammetry test
test_param = {
    'quietValue' : 0.0,
    'quietTime' : 0,
    'amplitude' : amplitude,
    'offset' : offset,
    'period' : period_ms,
    'numCycles' : num_cycles,
    'shift' : shift,
}
```

Ilustración XVI Código empleado para pruebas cíclicas

Por último, se planearon dos experimentos primordiales que validaran y sustentaran lo previamente investigado y reportado en la literatura.

Primeramente, se llevó a cabo la prueba de voltamperometría cíclica para estudiar el comportamiento de la especie reducida, que en nuestro caso es el $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$, a diferentes velocidades de barrido. Para dicho experimento se preparó una solución de $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ a 10Mm en KNO_3 a 0.1M según reporta (Skoog et al., 2000) para la misma prueba, donde la especie que en este caso se maneja es la reducida (ferrocianuro) haciendo pruebas a velocidades de barrido del potencial de 2, 5, 10, 20, 25 y 50mV/s.

En la celda electroquímica se colocaron los siguientes electrodos:

Tabla I Electrodos usados en experimentos con velocidades de barrido

Electrodo de trabajo:	Platino
Electrodo Auxiliar:	Platino
Electrodo de referencia:	Calomel

Cabe mencionar que se descubrió que uno de los electrodos de platino empleados se encontraba sumamente contaminado, por lo cual, se realizó un procedimiento de limpieza a los electrodos de platino consistente en su inmersión en una solución de ácido de Caro, conocido también como ácido piraña ($\text{H}_2\text{SO}_4:\text{H}_2\text{O}_2$ en relación 3:1) (Ilustración XVII inciso A) y posterior exposición a la flama hasta llegar al rojo vivo, este procedimiento se llevó a cabo con los tres electrodos de platino disponibles para la práctica.

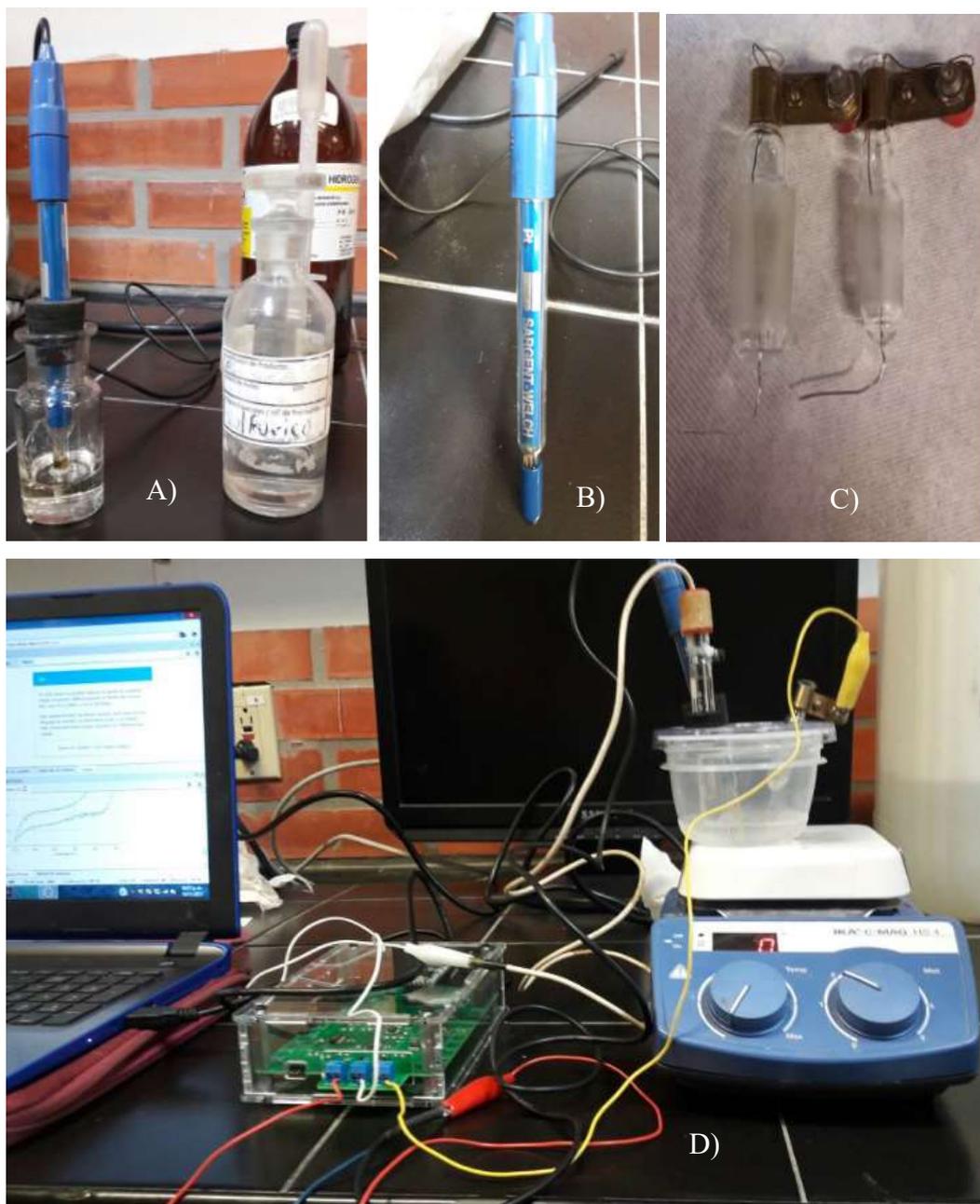


Ilustración XVII A) Solución piraña, B) Electrodo contaminado, C) Electrodo limpio, D) Prueba de velocidades de barrido

Al finalizar las pruebas, se obtuvo el siguiente voltamperograma con todas las pruebas juntas:

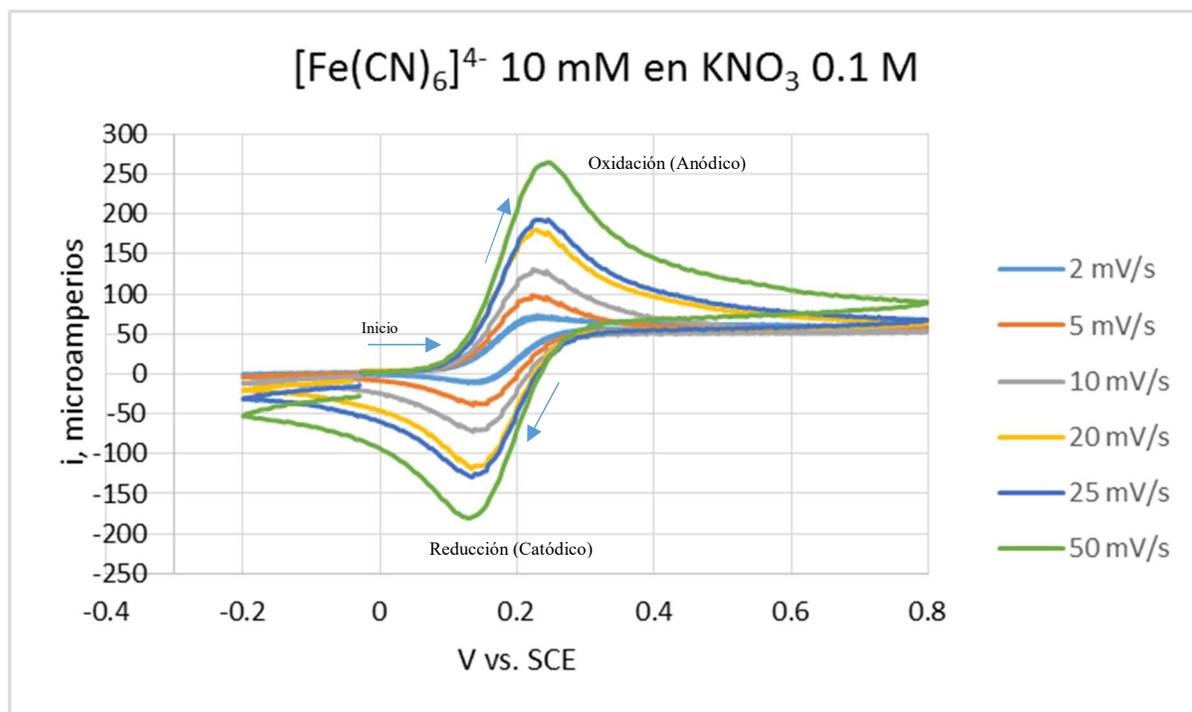


Gráfico VIII Voltamperogramas cíclicos de la especie ferro-cianuro a diferentes velocidades de barrido.

En el Gráfico VIII se identifica el crecimiento del voltamperograma, o propiamente dicho, de los picos catódicos y anódicos a medida que la velocidad de barrido incrementa, esto se debe a que según la ecuación de Randles-Sevcik (Bard & Faulkner, 2000b; Kissinger & Heineman, 1996; Wang, 2004b) que describe este comportamiento, la corriente de pico presentada contra la raíz cuadrada de la velocidad de barrido debería presentar una línea recta y el crecimiento debería ser proporcional.

$$i_p = 0.4463nFAC \left(\frac{nFvD}{RT} \right)^{1/2} \quad \text{Ecuación IV}$$

Para comprobar que se cumple este criterio, se llevan a cabo las mediciones de la corriente de pico, respetando la línea base que se emplea para el pico anódico tanto como catódico.

Tabla II Parámetros obtenidos a diferentes velocidades de barrido.

Vel. de barrido, mV/s	Epc, V	Epa, V	E 1/2, V	Delta Ep, V	ipc, microA	ipa, microA	ipc/ipa
2.0	0.128	0.230	0.179	0.102	71.4	73.1	0.98
5.0	0.136	0.222	0.179	0.086	94.3	98.4	0.96
10.0	0.136	0.223	0.180	0.087	126.5	130.9	0.97
20.0	0.134	0.228	0.181	0.094	171.5	180.1	0.95
25.0	0.135	0.233	0.184	0.098	184.2	192.9	0.95
50.0	0.130	0.245	0.188	0.115	251.3	264.6	0.95

En la Tabla II se muestran los valores resultantes de la medición de picos, cabe mencionar que esta medición se llevó a cabo de forma gráfica, ya que se basó en las gráficas obtenidas para cada velocidad de barrido y pudieran presentar un error humano, dado que se empleó una simple herramienta de Word como lo es una línea del menú de Shapes para medir la altura del pico, primero se usaba una de referencia estableciéndola desde el valor cero al valor máximo de corriente en la escala de la gráfica, entonces se prolongaba la línea base de los picos con una línea y con otra se medía la altura del pico; teniendo la referencia con un valor asignado de corriente para su longitud y usando una regla de tres, se encontraba el valor correspondiente a la línea que representaba la altura del pico.

Es necesario mencionar que, según lo establecido por la literatura, para un sistema nernstiano o reversible la relación entre las corrientes de pico ipc/ipa debe ser la unidad. Para nuestros datos se comprueba que la relación entre ambos picos es mayor al 95% para cada caso, respetando los criterios de la prueba.

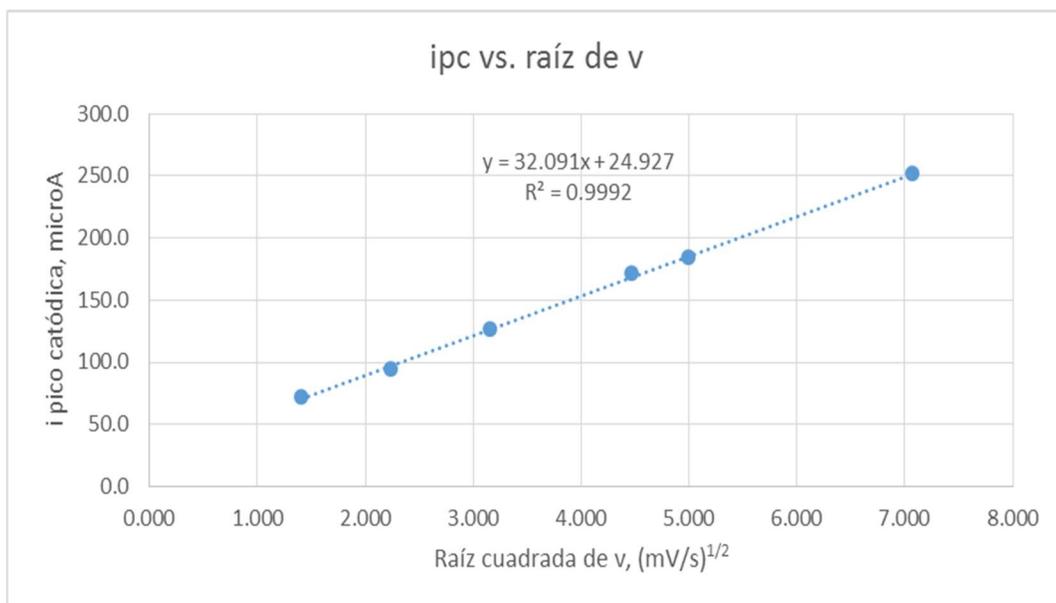


Gráfico IX Corriente de pico catódico contra la raíz de la velocidad de barrido.

En el gráfico anterior, se presentó la relación entre la corriente de pico y la raíz cuadrada de la velocidad de barrido para el pico catódico, con el fin de comprobar el cumplimiento de la ecuación de Randles-Sevcik para un sistema no agitado conservaba una relación lineal en su comportamiento. Como se puede apreciar, el ajuste lineal es considerablemente bueno con una $R^2=0.9992$, por lo tanto se cumplen los criterios de la ecuación para el poco catódico.

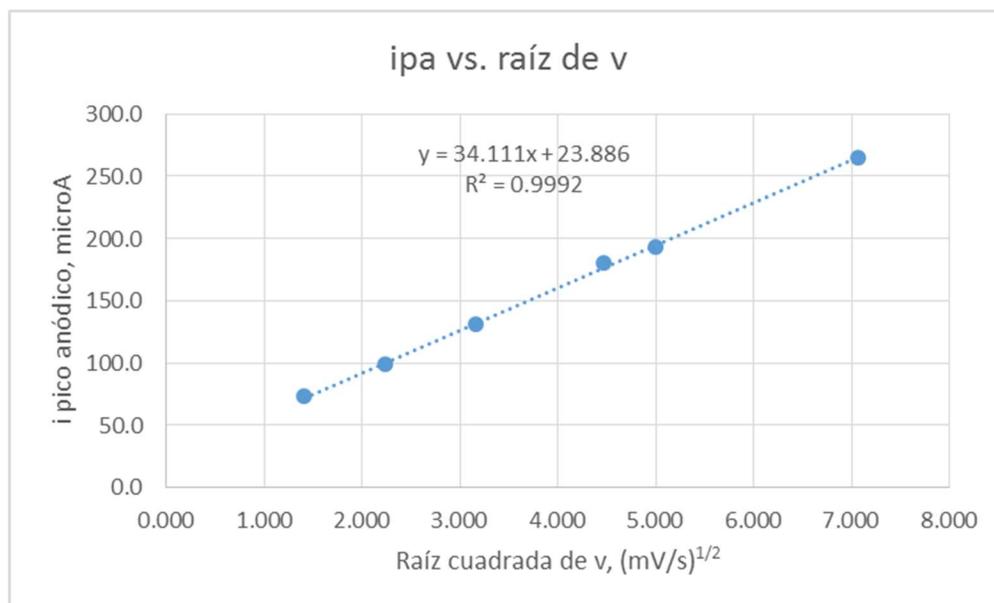
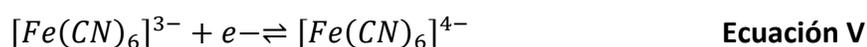


Gráfico X Corriente de pico anódico contra la raíz de la velocidad de barrido.

De igual forma en el Gráfico X Corriente de pico anódico contra la raíz de la velocidad de barrido., se logra presentar una relación lineal de 0.9992 para el pico anódico, con lo cual queda comprobado que la experimentación realizada para las diferentes velocidades de barrido fue elaborada adecuadamente y se tiene un control potencioestático bueno y los electrodos funcionan de forma correcta.

El segundo experimento consistió en hacer adiciones de la especie oxidada, en este caso el $Fe[(CN)_6]^{3-}$, para observar su reducción y obtener la corriente de pico catódico a diferentes concentraciones de dicho compuesto con el fin de obtener la curva de calibración del mismo.



Este experimento se llevó a cabo teniendo como solución electrolítica inicial KNO_3 0.1M como blanco en la celda, montada sobre un termoagitador con un magneto dentro de la solución para facilitar la homogeneidad de la reacción cuando cada adición era hecha (Ilustración XVII inciso D). Se emplearon nuevamente los electrodos descritos en la Tabla I y realizaron las adiciones con una pipeta de una

solución de ferricianuro 50mM hasta completar 10ml del compuesto oxidado, generando un volumen total de solución de 50ml.

Tabla III Parámetros del segundo experimento

Volumen Inicial de electrolito de soporte (mL)	40
Concentración solución madre de ferricianuro (mol/L)	0.05
Concentración del electrolito de soporte, KNO ₃ (mol/L)	0.1
Volumen por cada adición de ferricianuro (ml)	2

A continuación se muestra la colección de voltamperogramas de cada adición:

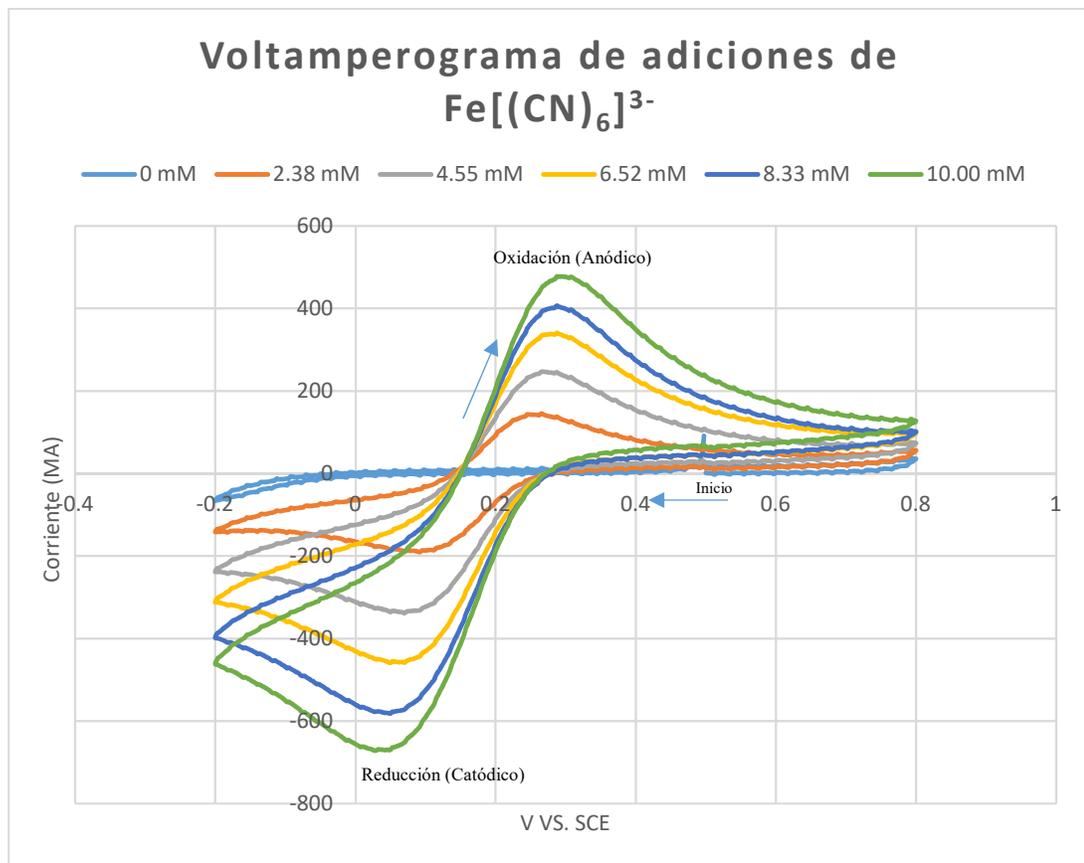


Gráfico XI Voltamperograma con adiciones de ferricianuro

En el Gráfico XI se muestra la recopilación de voltamperogramas de cada adición de ferricianuro, para este caso en particular, fue necesario añadir un valor de shift que permitiera que cada gráfico empezara de un valor de voltaje positivo (0.5V) dado que el programa empezaba del valor mínimo de voltaje (-0.2V), ya que si se originara de un punto con valor negativo, tendría que llevarse a cabo el pico de oxidación primero y no se apreciaría dado que la especie disuelta en la solución ya se encuentra oxidada. Aunque aquí el pico de interés es el catódico para determinar que las adiciones fueran representativas de la ecuación de Randles (**Ecuación IV**) era deseado que la forma del voltamperograma se conservara.

Tabla IV Cálculos para las diferentes adiciones de ferricianuro; Epc y ipc obtenidas.

Vol. de sln. ferricianuro añadido (ml)	Moles de ferricianuro añadido	Vol. final de la sln (ml)	Conc. final de ferricianuro en sln, M	Conc. final de ferricianuro en sln, mM	Epc, V	ipc, μ A
0	0	40	0	0.00	-0.2	0.00
2	0.0001	42	0.0024	2.38	0.09	181.09
4	0.0002	44	0.0045	4.55	0.07	341.18
6	0.0003	46	0.0065	6.52	0.05	474.40
8	0.0004	48	0.0083	8.33	0.05	595.68
10	0.0005	50	0.0100	10.00	0.0275	682.38

En la Tabla IV se presentan los valores de voltaje y corriente para el pico catódico, cuya medición se llevó a cabo bajo las mismas consideraciones que la Tabla II, tomando una línea de referencia para un valor de corriente, prolongando la línea base del pico catódico y obteniendo una línea que representaba la altura del pico para obtener la corriente por medio de una regla de tres. A simple vista, es difícil determinar si este proceso de adiciones respeta las consideraciones de la ecuación de Randles, donde la corriente de pico presentada contra la concentración de la solución electrolítica debe presentar de igual forma una tendencia lineal proporcional; más es necesario considerar que existe una región donde se

presenta de forma clara la linealidad y después de cierto valor de concentración la corriente ya no puede ser más grande y tiende a un establecerse en un valor máximo.

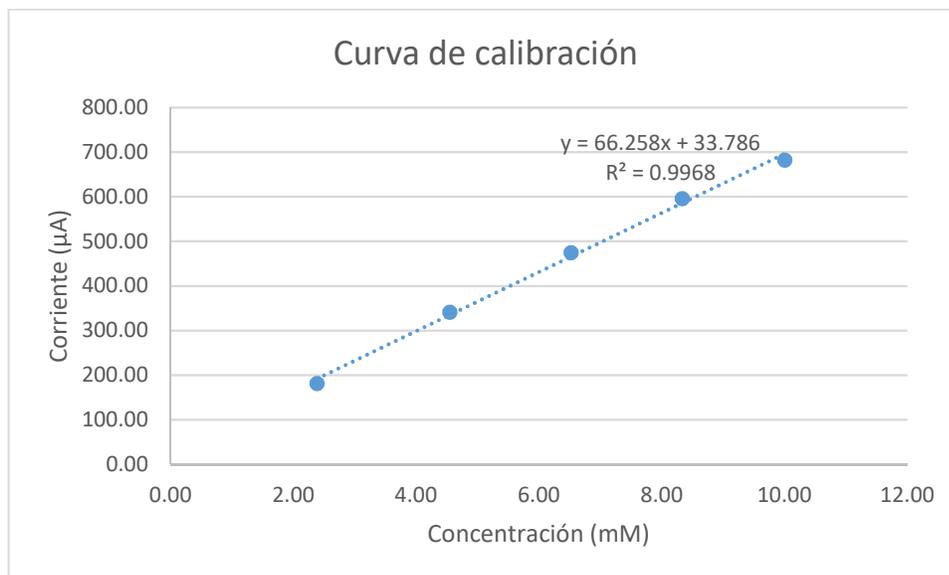


Gráfico XII Curva de calibración para la especie $Fe[(CN)_6]^{3-}$.

En el Gráfico XII se observa la tendencia explicada anteriormente de orientarse hacia un valor de corriente después de cierto valor de concentración del compuesto de ferricianuro, aun así, presenta un buen grado de linealidad con una $R^2=0.9968$, lo que confirma que las pruebas realizadas se apegan a las consideraciones para una prueba ciclovoltamétrica exitosa, donde el valor de la corriente de pico crece proporcionalmente a la concentración de la especie de interés.

4. Reflexiones del alumno o alumnos sobre sus aprendizajes, las implicaciones éticas y los aportes sociales del proyecto

- Aprendizajes profesionales

Karla Olguin:

La investigación científica pretende la mejora de la calidad de vida del ser humano, y el desarrollo de técnicas que contribuyan a un mejor proceso de experimentación y análisis deben ser promovidas en son de la formación de los futuros investigadores. En este proyecto se pusieron a prueba las habilidades de análisis y resolución de problemas, dado que la cantidad de obstáculos encontrados en el trayecto impedían un progreso lineal hacia el propósito establecido, así como se fortaleció el carácter y la resiliencia para anteponerse al fracaso. Se afinaron los conocimientos en electroquímica al trabajar con una técnica no empleada en la carrera como lo es la voltamperometría cíclica, se estudió más en detalle el funcionamiento de las celdas electroquímicas y se aprendió en menos medida ciertos aspectos de la electrónica.

He logrado aprender sobre los criterios a tomar en cuenta al manejar electrodos, como identificar errores experimentales a través de los resultados, fabricar los elementos necesarios con recursos disponibles para economizar el proceso de investigación, comunicar necesidades e inquietudes en un equipo de trabajo, emplear un potencióstato, generador de funciones, osciloscopio y adquirente de datos, manejo de Softwares como DAQami y Python, entre muchas otras competencias y conocimientos desarrollados en el transcurso de este proyecto que pretendo emplear en un futuro.

Fabiola Silva:

Con este proyecto desarrollé habilidades de toma de decisiones, ya que tuvimos que afrontar varios casos en los que los resultados no eran los esperados y teníamos que hallar una explicación del ¿por qué se dieron estos eventos?, lo cual nos hacía cambiar nuestra estrategia de trabajo y generar nuevas ideas. Durante el trayecto del proyecto, debido a los constantes problemas que surgieron, ayudaron

a mi desarrollo de análisis y estudio en cada experimento, así como la formulación y comprobación de hipótesis que ayudaran a resolverlos.

Al trabajar con aparatos que nunca había utilizado fue un reto ya que tuvimos que aprender a manejarlos y comprender su funcionamiento, lo que puso a prueba mi capacidad de comprensión y retención de información. Así como la utilización de softwares como el DaqAmi para la utilización del adquisidor de datos y la programación por Python para el potenciostato Rodeostat.

De igual manera fortalecí y amplíé mis conocimientos en electroquímica y electrónica básica, así como el funcionamiento de una celda electroquímica, y manejo y fabricación de electrodos.

- Aprendizajes sociales

Este proyecto de aplicación profesional nace de la preocupación regional por la cantidad de contaminantes que se encuentran en los principales pulmones de la ciudad, donde los recursos naturales se ven afectados por los desechos humanos. Se han encontrado situaciones de ríos y lagos contaminados, que generan enfermedades y daños a la biosfera ante la falta de regulación de descargas en los mismos, pero poco se ha hecho al respecto. Con la finalidad de presentar pruebas concretas de una problemática real, es necesario acudir a técnicas analíticas que evidencien de forma cuantitativa lo que está sucediendo.

- Aprendizajes éticos

Debido a que el objetivo final de este proyecto es el estudio de las aguas geotérmicas y del suelo del Bosque de la Primavera, que es uno de los puntos importantes de recursos naturales para la zona metropolitana, esto tendrá un gran impacto para generar conciencia en cómo las personas afectan el ecosistema. Abriré las puertas para generar

más proyectos para el estudio de los recursos naturales y generará soluciones para los problemas que se encuentren en dichas zonas.

Los ingenieros ambientales e ingenieros químicos debemos hacer conciencia de la problemática ambiental que estamos viviendo y que día a día va en aumento para generar proyectos que tengan como objetivo la optimización de procesos y un menor impacto ambiental.

- Aprendizajes en lo personal

Durante el proyecto se tuvieron varias problemáticas que retrasaban la obtención del objetivo de trabajo lo cual generaba cierta frustración y desaliento, pero a pesar de esto teníamos que seguir adelante hasta obtener resultados satisfactorios. Para esto tuvimos que aprender a lidiar con esos sentimientos y ocuparnos en trabajar para el cumplimiento de dichos objetivos, generando nuevas ideas y estrategias de trabajo que dieran solución a cada problema que afrontábamos.

Por otro lado está la convivencia con un compañero de equipo ya que dentro del trabajo laboral es muy importante este aspecto para tener buena comunicación y empatía, para así generar un ambiente de trabajo óptimo donde los integrantes se sientan cómodos y dispuestos para aportar ideas y la realización de las diferentes tareas.

5. Conclusiones

Antes de realizar algún experimento es importante comprobar que el material de trabajo, así como la instrumentación y los reactivos, estén en buen estado y tengan buen funcionamiento ya que si no cumplen con estas características estos pueden afectar en los resultados.

A la hora de hacer experimentación utilizando la voltamperometría cíclica se debe tener mucho cuidado con los parámetros en los que se está trabajando, ya que si

no se tiene un buen manejo del potencial que se suministra a los electrodos se puede dañar el equipo, se pierde el control de la corriente generada en la celda y por consiguiente los resultados puede que no sean los esperados.

Con el análisis de los últimos resultados obtenidos con el potencióstato Rodeostat podemos aseverar que este aparato si es viable para la experimentación y hacer análisis cuyo fin sea cuantificar y cualificar especies químicas en soluciones.

Como propuesta de mejora sería bueno tener buenos equipos de laboratorio para poder tener acceso a posibles nuevas prácticas de laboratorio para que los alumnos puedan comprender mejor lo que en las clases de teoría se aprende, porque muchas veces los temas son muy abstractos y el alumno no logra entender por completo hasta que lo ve en la práctica.

Para la siguiente etapa del proyecto será conveniente hacer una investigación previa de las aguas geotérmicas del Bosque de la Primavera, ¿hay normas que la regulen o no?, ¿deben tener algún tratamiento?, y si es el caso ¿qué tipo de tratamiento? Para la parte experimental de las mismas se deberá tener mucho cuidado con los parámetros en los que se trabaje, ya que ahora se trata de una solución en la que se desconoce la concentración de sus componentes.

6. Bibliografía

Bard, A. J., & Faulkner, L. R. (2000a). *Electrochemical Methods: Fundamentals and Applications* (2.^a ed.). Wiley.

Bard, A. J., & Faulkner, L. R. (2000b). *Electrochemical Methods: Fundamentals and Applications* (2.^a ed.). Wiley.

- Birkle, P., Bundschuh, J., & Sracek, O. (2010). Mechanisms of arsenic enrichment in geothermal and petroleum reservoirs fluids in Mexico. *Water Research*, 44(19), 5605-5617. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2010.05.046>
- Chapter 4 - Chemistry of Thermal Fluids. (s. f.). Recuperado 28 de mayo de 2017, a partir de <http://www.geothermalcommunities.eu/elearning/chapters>
- EL AGUA EN MÉXICO. (2008, enero). *Nueva Visión Socialdemócrata*, (11), 43 a 55.
- Elgrishi, N., Rountree, K. J., McCarthy, B. D., Rountree, E. S., Eisenhart, T. T., & Dempsey, J. L. (2017). A Practical Beginner's Guide to Cyclic Voltammetry. *Journal of Chemical Education*. <https://doi.org/10.1021/acs.jchemed.7b00361>
- Gendenjamts, O.-E. (2003). *INTERPRETATION OF CHEMICAL COMPOSITION OF GEOTHERMAL FLUIDS FROM ÁRSKÓGSSTRÖND, DALVÍK, AND HRÍSEY, N-ICELAND AND IN THE KHANGAI AREA, MONGOLIA* (Geothermal Training Programme No. 10). United Nations University.
- Harris, D. C. (2010). *Quantitative Chemical Analysis*. W. H. Freeman.
- Hernández, F., Hernández Rivera, L., De Alba Martínez, H., Pardiñas Mir, J. A., Pérez Bernal, L. E., Valdés Valdés, S., ... Tessier-Newton, D. (2017). *Evaluación de variables ambientales en los polígonos del ITESO en el Bosque la Primavera* (Proyecto No. 1) (p. 61). ITESO.
- Kissinger, P., & Heineman, W. R. (1996). *Laboratory Techniques in Electroanalytical Chemistry, Second Edition, Revised and Expanded*. CRC Press.

- León-Sánchez, G., & Hernández, F. (2016a). PAP I: Desarrollo de técnicas analíticas para la medición de plomo en la cerámica. *Repositorio ITESO*. Recuperado a partir de <https://rei.iteso.mx/handle/11117/3638>
- León-Sánchez, G., & Hernández, F. (2016b). PAP II: Desarrollo de técnicas analíticas para la medición de plomo en la cerámica. *Repositorio ITESO*. Recuperado a partir de <https://rei.iteso.mx/handle/11117/3963>
- León-Sánchez, G., Olgún-Curiel, K. A., & Hernández, F. (2016). PAP III: Desarrollo de técnicas analíticas para la medición de plomo en la cerámica. Tercera Parte. *Repositorio ITESO*. Recuperado a partir de <https://rei.iteso.mx/handle/11117/4191>
- Oliveira, A. P. de, Freschi, G. P. G., Dakuzaku, C. S., Moraes, M. de, Crespi, M. S., & Gomes Neto, J. A. (2001). Cathodic and anodic simultaneous electrolytic deposition to minimize copper and lead interferences on spectrophotometric determination of cadmium by the Malachite Green-iodide reaction. *Química Nova*, 24(6), 743–747.
- Partida, J. C. G. (s. f.-a). La Jornada: Atenderán a enfermos renales en Poncitlán. Recuperado 30 de mayo de 2017, a partir de <http://www.jornada.unam.mx/2017/02/12/estados/025n1est>
- Partida, J. C. G. (s. f.-b). La Jornada: Exigen atender en Poncitlán casos de fallo renal por agua envenenada. Recuperado 30 de mayo de 2017, a partir de <http://www.jornada.unam.mx/2017/01/28/estados/023n1est>
- Pine Research Instrumentation. (2016). *Highly Sensitive Electrochemical Determination of Lead in Tap Water*. Recuperado a partir de <https://www.pineresearch.com/dev/shop/wp->

content/uploads/sites/2/2016/08/DRL10008-Anodic-Stripping-Analysis-of-Lead-in-Water-Laboratory-REV003.pdf

Poncitlán y sus enfermos renales. (s. f.). Recuperado 30 de mayo de 2017, a partir de <http://www.informador.com.mx/jalisco/2016/659527/6/poncitlan-y-sus-enfermos-renales.htm>

Reid, K. D., Goff, F., & Counce, D. A. (2003). Arsenic concentration and mass flow rate in natural waters of the Valles caldera and Jemez Mountains region, New Mexico. *New Mexico Geology*, 25(3), 75-82.

Scholz, F. (2009). *Electroanalytical Methods: Guide to Experiments and Applications*. Springer Science & Business Media.

Skoog, D. A., Holler, F. J., & Nieman, T. A. (2000). *Principios de análisis instrumental*. McGraw-Hill.

Skoog, D. A., West, D. M., Holler, F. J., & Crouch, S. R. (2013). *Fundamentals of Analytical Chemistry* (9 edition). Belmont, CA: Brooks Cole.

Wang, J. (2004a). *Analytical Electrochemistry*. John Wiley & Sons.

Wang, J. (2004b). *Analytical Electrochemistry*. John Wiley & Sons.

Welch, D. (1999). *Arsenic Geochemistry of Stream Sediments Associated with Geothermal Waters At La Primavera Geothermal Field, Mexico*. New Mexico Institute of Mining and Technology, Socorro, New Mexico.

West, D. M., & Crouch, S. (2005). *Fundamentos de química analítica* (8.ª ed.). Thomson.

Anexos (en caso de ser necesarios)

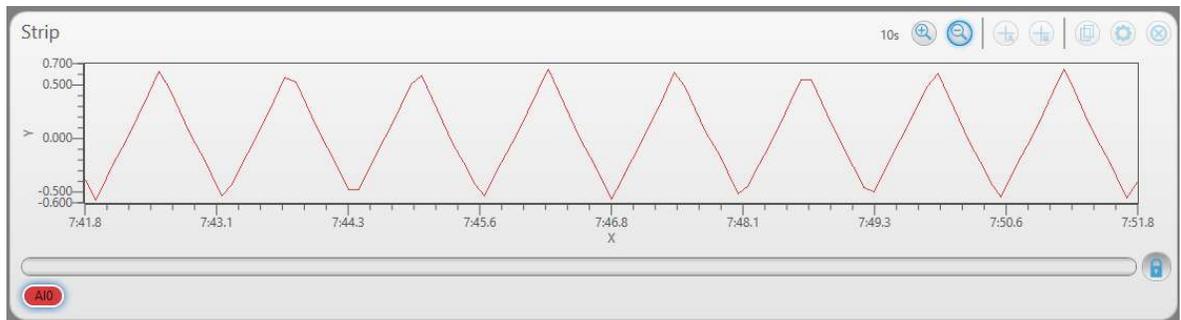
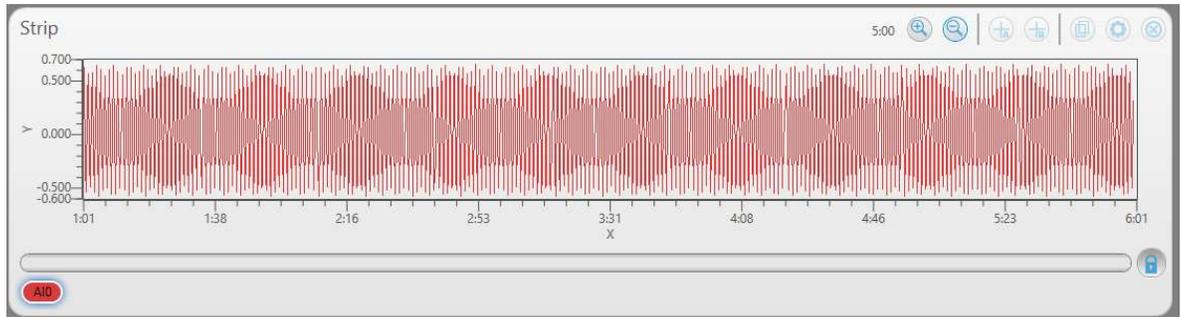


Ilustración XVIII Alimentación directa del generador de funciones.

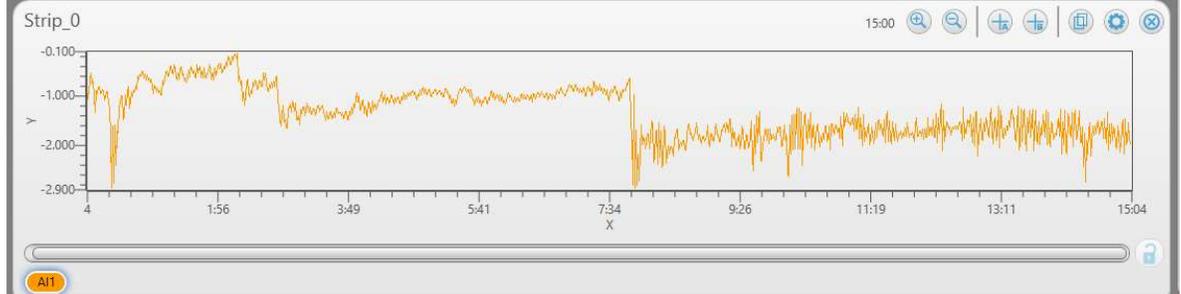
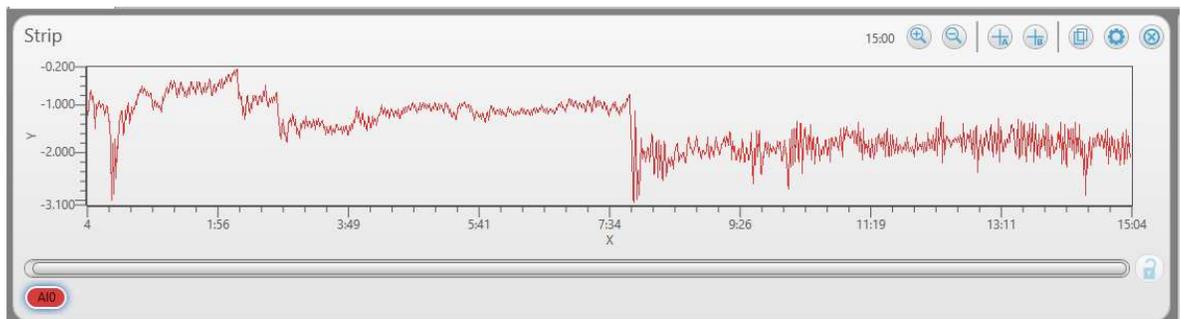


Ilustración XIX Ruido generado por el potenciómetro.

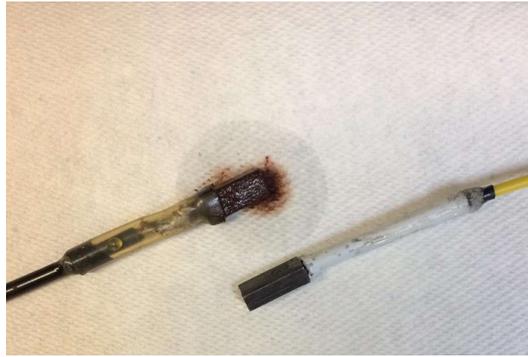


Ilustración XX Comparación de dos electrodos de grafito; coloración marrón del electrodo utilizado en la experimentación

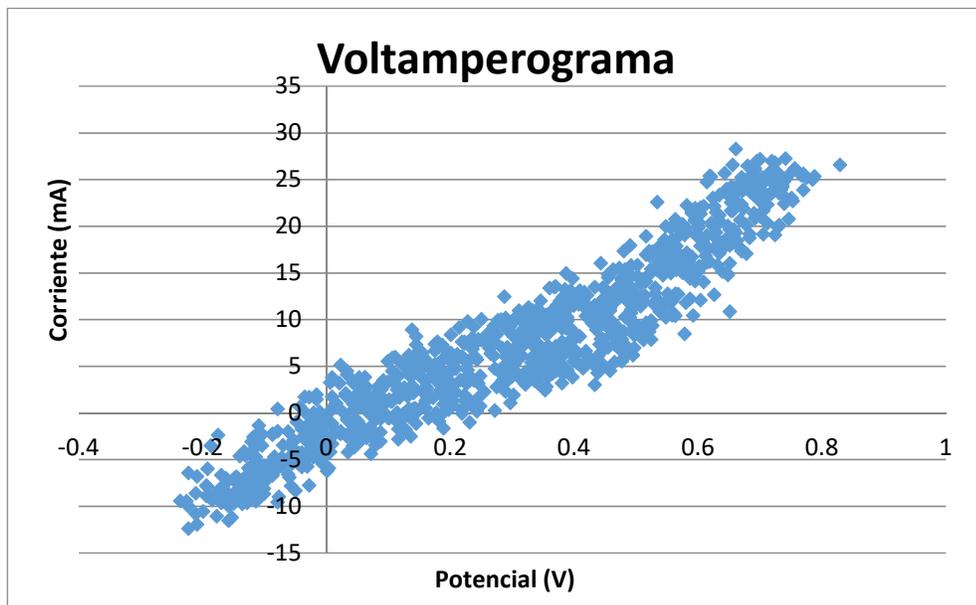


Gráfico XIII Electrodo de trabajo: grafito, Electrodo auxiliar: platino, Electrodo de referencia: calomel, Solución: ferro-ferricianuro a 10 mili-M y nitrato de potasio 0.1 M



Ilustración XXI Prueba cualitativa al electrodo de grafito

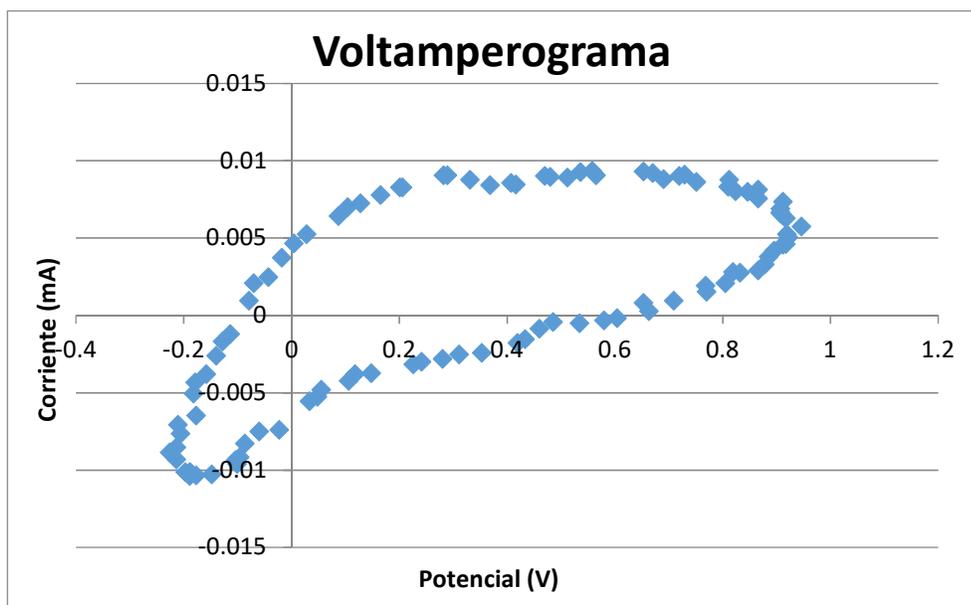


Gráfico XIV Electrodo de trabajo: grafito, Electrodo auxiliar: platino, Electrodo de referencia: calomel, Solución: ferro-ferricianuro a 10 mili-M y nitrato de potasio 0.1 M

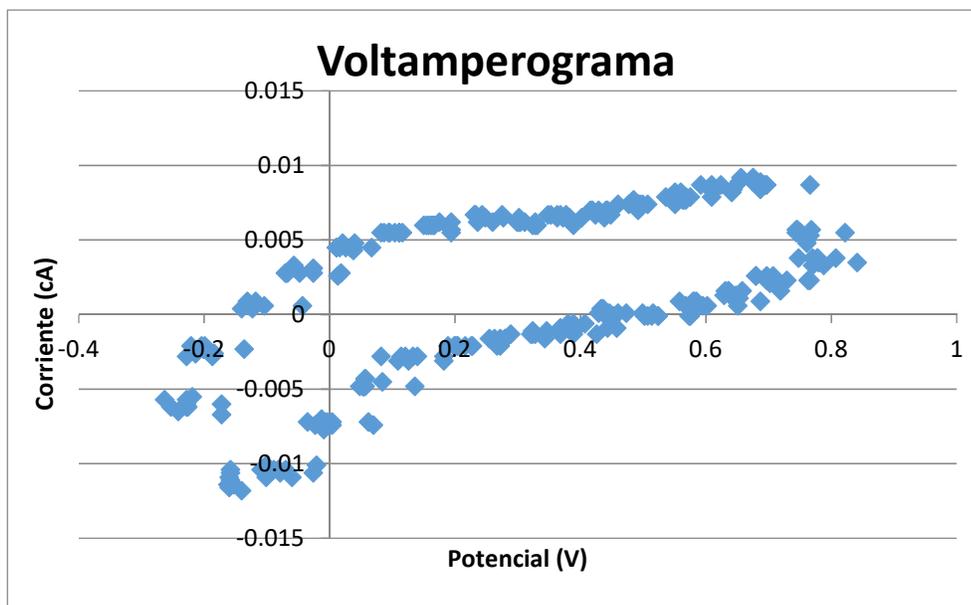


Gráfico XV Electrodo de trabajo: grafito, Electrodo auxiliar: platino, Electrodo de referencia: calomel, Solución: ferrocianuro a 10 mili-M y nitrato de potasio 0.1 M

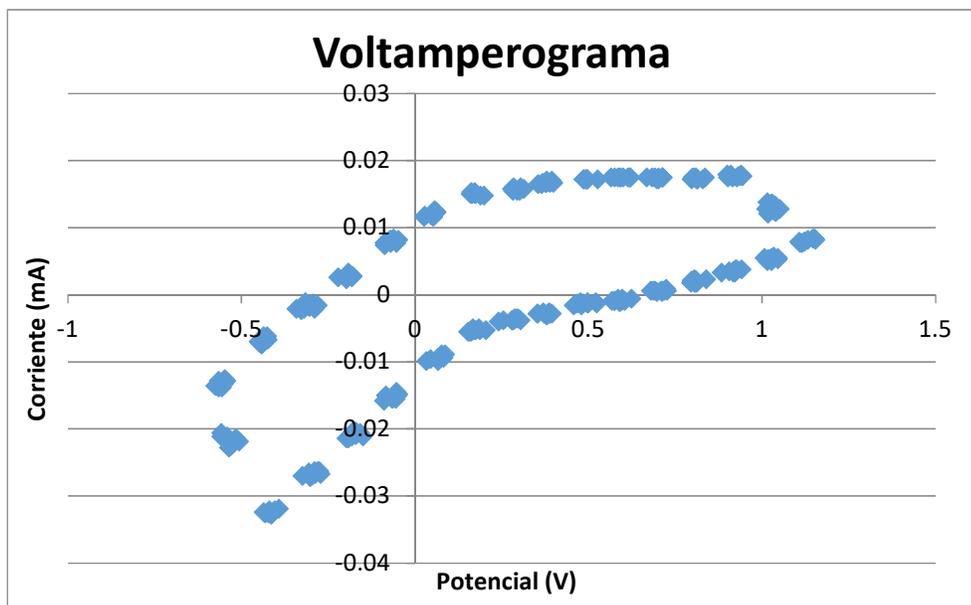


Gráfico XVI Electrodo de trabajo: grafito, Electrodo auxiliar: platino, Electrodo de referencia: calomel, Solución: ferrocianuro a 10 mili-M y nitrato de potasio 0.1 M