

# Captura de Informe Técnico

Fondo: I0003

Fondo SEP - CONACYT

Solicitud: 00000000057026

Informe Técnico Final:

001

Título **Estudio *in-situ* de procesos electroquímicos en condiciones supercríticas**

ID Usuario: X\_jperez21946

perez bueno jose de jesus

Formato: INF\_FINAL\_CB

INFORMES FINAL CIENCIA BÁSICA

## INFORME FINAL DE ESTANCIA POSDOCTORAL

1. Fecha del Informe: **21 de Enero de 2010.**
2. Fecha de inicio y término de la beca otorgada: **1° de Enero de 2009 al 31 de Diciembre de 2009.**
3. Nombre y número del CVU del becario: **Guadalupe Barreiro Rodríguez, 104444.**
4. Programa de Posgrado receptor: **Doctorado en Electroquímica, CIDETEQ, S.C.**
5. Institución receptora: **Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica S. C.**
6. Título del proyecto de Investigación: **Acondicionamiento y experimentación en un sistema de reacción a condiciones de CO<sub>2</sub> supercrítico que permita la estabilización de fases en emulsión, obtención de depósitos metálicos y el seguimiento *in situ* del proceso.**
7. Objetivo, metas y periodo propuestos para la estancia:

### Objetivos:

- 7.1 Acondicionamiento y experimentación en un sistema de reacción a condiciones de CO<sub>2</sub> supercrítico.
- 7.2 Montaje de espectrofotómetro con extensión de fibra óptica para el monitoreo *in situ* de la emulsión agua/CO<sub>2</sub>, a través de ventanas de cuarzo, en las modalidades de transmitancia y de reflectancia.
- 7.3 Realizar el estudio de transferencia de un depósito de Níquel electroless sobre una superficie no conductora (ABS) en condiciones de CO<sub>2</sub> supercrítico: Identificación de dependencia con los principales parámetros y comparación al proceso convencional.
- 7.4 Estudio de emulsiones de CO<sub>2</sub> supercrítico y cuatro diferentes líquidos iónicos comerciales.
- 7.5 Pruebas preliminares de remoción de contaminantes alojados en estructuras meso-porosas empleadas en la purificación de agua.
- 7.6 Estudio de emulsiones multi-componentes (binarias, ternarias y cuaternarias) en condiciones de CO<sub>2</sub> supercrítico.

### Metas:

- 7.a Completar en el periodo de estancia el acondicionamiento y la experimentación en un sistema de reacción a condiciones de CO<sub>2</sub> supercrítico que permitan estudiar y obtener depósitos metálicos con control del proceso y de parámetros de emulsión supercrítica.
- 7.b Configurar y emplear un montaje de espectrofotómetro con extensión de fibra óptica para el monitoreo *in situ* de la emulsión agua/CO<sub>2</sub>, a través de ventanas de cuarzo, en las modalidades de transmitancia o reflectancia.

- superficie no conductora (ABS) en condiciones de CO<sub>2</sub> supercrítico: Identificaciones de dependencia con los principales parámetros y comparación al proceso convencional.
- 7.d Llegar a determinar los parámetros principales y su grado de influencia en emulsiones de CO<sub>2</sub> supercrítico y cuatro diferentes líquidos iónicos comerciales.
  - 7.e Evaluar si el sistema de condiciones supercríticas de CO<sub>2</sub> configurado es potencialmente viable de ser un proceso efectivo para la remoción de contaminantes alojados en estructuras mesoporosas saturadas por su uso en la purificación de agua.
  - 7.f Sentar las bases de estudio de emulsiones multicomponentes (binarias, ternarias y cuaternarias) en condiciones de CO<sub>2</sub> supercrítico.
  - 7.g Sentar las bases en el uso de surfactantes en la estabilización de fases de emulsiones a condiciones supercríticas de CO<sub>2</sub>

**Periodo propuesto para la estancia:** 1 año

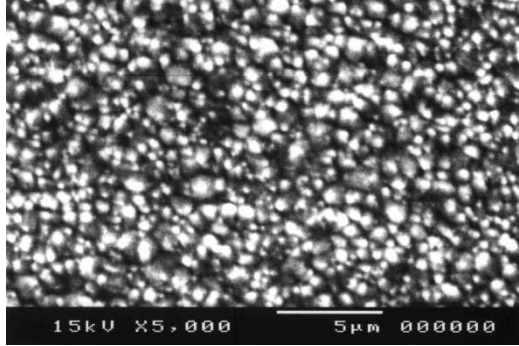
### **8. Avances y descripción de los productos y /o metas comprometidos.**

Se realizó el montaje, acondicionamiento y prueba del reactor de fluidos supercrítico. Una vista del mismo se aprecia en la siguiente imagen:

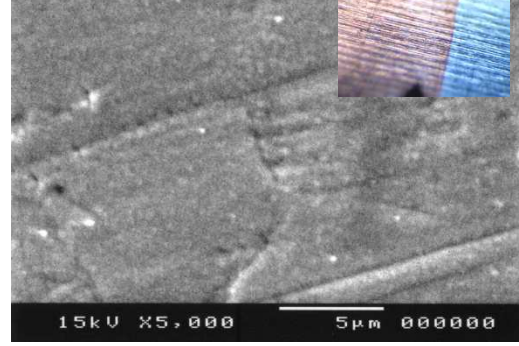


**Figura 8.1** Esquema del montaje del reactor de fluido supercrítico.

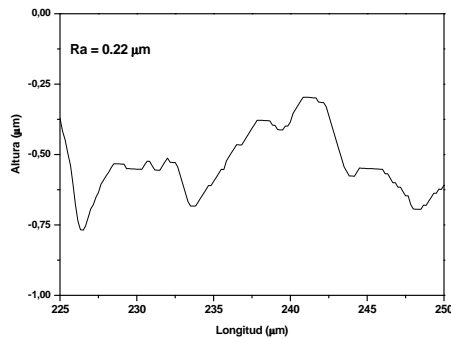
Se realizó el acondicionamiento del reactor de fluidos supercríticos para poder llevar a cabo depósitos metálicos (Fig. 8.1). En él se efectuaron depósitos de Ni sobre láminas de cobre así como de una aleación de Ni-Zn sobre sustrato de acero inoxidable (Figs. 8.2b y 8.3b). Para comparar los resultados obtenidos en condiciones de CO<sub>2</sub> supercrítico se llevaron a cabo pruebas a condiciones ambientales (Figs. 8.2a y 8.3a). En el caso del Ni se logró la obtención de recubrimientos bajo las condiciones de CO<sub>2</sub> como fluido supercrítico usando un baño ácido de sulfamato de Níquel. Como parte de los resultados, se aprecia en las Figuras 8.2a,b, el destacado refinamiento de grano en la nucleación del depósito derivado de las condiciones de presión impuestas durante el crecimiento. Esto tuvo como resultado un acabado de superficie de menor rugosidad (Ra): 0.22 a 0.06  $\mu\text{m}$  y 0.27 a 0.16  $\mu\text{m}$ .



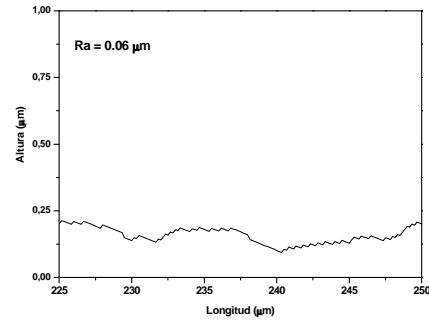
**Figura 8.2a** Micrografía de SEM a 5000X de la superficie de un electrodepósito de Ni a condiciones ambientales.



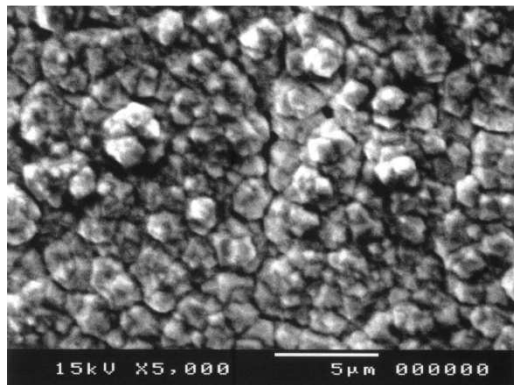
**Figura 8.2b** Micrografía de SEM a 5000X de la superficie de un electrodepósito de Ni a condiciones supercríticas. El recuadro presenta la imagen de la línea divisoria entre el sustrato sin y con Ni.



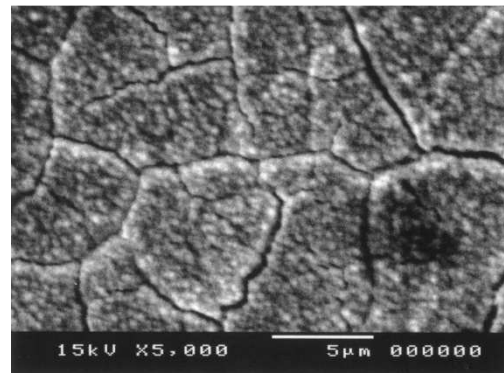
**Figura 8.3a** Perfilometría de la superficie de un electrodepósito de Ni a condiciones ambientales



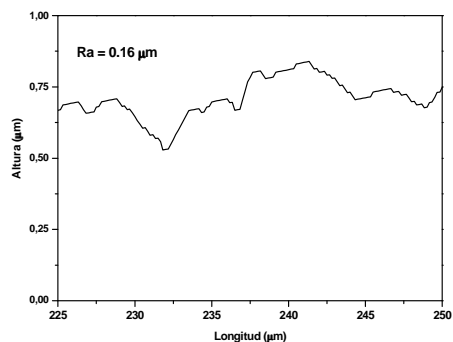
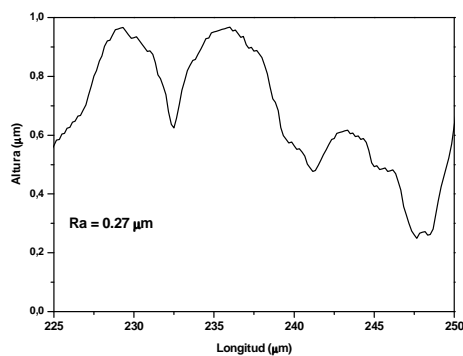
**Figura 8.3b** Perfilometría de la superficie de un electrodepósito de Ni a condiciones supercríticas



**Figura 8.4a** Micrografía de SEM a 5000X de la superficie de un electrodepósito de Níquel-Zinc a condiciones ambientales.



**Figura 8.4b** Micrografía de SEM a 5000X de la superficie de un electrodepósito de Níquel-Zinc a condiciones supercríticas de CO<sub>2</sub>.



**Figura 8.5a** Perfilometría de la superficie de un electrodeposición de Níquel-Zinc a condiciones ambientales.

**Figura 8.5b** Perfilometría de la superficie de un electrodeposición de Níquel-Zinc a condiciones supercríticas de CO<sub>2</sub>.

Con respecto a la aleación se realizaron varias pruebas a fin de encontrar los parámetros (t, T, composición de la solución y agitación) adecuados para obtener un buen depósito sobre el sustrato. Sin embargo, esta experimentación no se logró completar debido a una falla en la bomba del sistema, misma que se regresó al proveedor para su reparación. Al carecer de un elemento esencial del sistema de fluidos supercríticos, se interrumpió la realización de algunas de las actividades programadas y se realizaron *otras actividades* complementarias al trabajo propuesto:

- Acondicionamiento de una liofilizadora para efectuar depósitos a temperatura y presión reducida.
- Instalación y operación de un generador ultrasónico.
- Establecimiento del intervalo de operación de un líquido iónico por medio de la técnica de voltametría cíclica.

Cabe mencionar que se tenía grandes expectativas en la realización del trabajo propuesto pero a medida que se desarrollaba cada actividad se presentaban dificultades como la adquisición de materiales, componentes y herramientas que solo se adquirían en el extranjero así como del apoyo oportuno de talleres especializados (mecánico y eléctrico). Esto trajo consigo retrasos en las actividades que se tenían contemplados en ciertos periodos de tiempo establecidos en el cronograma propuesto.

**9.** Actividades desarrolladas en apoyo al fortalecimiento de la calidad del programa de Posgrado receptor (Precisar la participación en el programa. Ejemplo: relación de materias, cursos o seminarios a impartir, tutoría de tesis, interacción con estudiantes, etc.):

Se impartió un seminario a los estudiantes adscritos al programa de posgrado del CIDETEQ, también se capacitaron a dos estudiantes (uno de Maestría y otro de doctorado) en el manejo del sistema de CO<sub>2</sub> supercrítico.

**10.** Cronograma de las actividades generales desarrolladas (se deben incluir las actividades descritas en el punto 9):

Período: de Enero de 2009 a Diciembre de 2009.

Actividad	Fecha de inicio	Fecha de término	Meta, producto y/o impacto en el Posgrado receptor
Montaje del reactor,	Enero -2009	Abril -2009	Establecimiento de una Nueva técnica para la obtención

prueba			remoción de contaminantes.
Acondicionamiento del reactor para llevar a cabo depósitos metálicos	Mayo- 2009	Julio-2009	Coadyuvar en acrecentar los alcances de trabajos de alumnos de Licenciatura, Maestría y Doctorado a través de vincular temáticas y realizar experimentación y análisis en condiciones supercríticas de CO <sub>2</sub> .
Experimentos de depósitos de Ni sobre Cu y aleación de Ni-Zn sobre acero	Agosto 2009	Octubre 2009	Coadyuvar en acrecentar los alcances de trabajos de alumnos de Licenciatura, Maestría y Doctorado a través de vincular temáticas y realizar experimentación y análisis en condiciones supercríticas de CO <sub>2</sub> .
Seminario	6-Marzo 2009	6- Marzo 2009	Información sobre el trabajo experimental realizado previamente.
Capacitación de alumnos de posgrado	Febrero-2009	Octubre-2009	Formación de recursos humanos en la técnica.
Otras actividades (descritas en el punto 8).	Septiembre-2009	Diciembre-2009	Establecimiento de una Nueva técnica para la obtención de depósitos metálicos, estudio de emulsiones y remoción de contaminantes