

**EVALUACIÓN DE LAS VARIABLES DE ELECTRODEPOSICIÓN DE NÍQUEL  
SOBRE MALLAS DE ACERO INOXIDABLE EMPLEADAS COMO CÁTODO EN  
LA PRODUCCIÓN ELECTROLÍTICA DE HIDRÓGENO**

**CARLOS ANDRÉS RAMÍREZ GONZÁLEZ**

**SONIA MAYERLY SIERRA GONZÁLEZ**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BUCARAMANGA**

**2018**

**EVALUACIÓN DE LAS VARIABLES DE ELECTRODEPOSICIÓN DE NÍQUEL  
SOBRE MALLAS DE ACERO INOXIDABLE EMPLEADAS COMO CÁTODO EN  
LA PRODUCCIÓN ELECTROLÍTICA DE HIDRÓGENO**

**CARLOS ANDRÉS RAMÍREZ GONZÁLEZ**

**SONIA MAYERLY SIERRA GONZÁLEZ**

**Trabajo de grado para optar al título de  
Ingeniero Químico**

**Director**

**JULIO ELÍAS PEDRAZA ROSAS  
Mg. Ingeniería Civil de minas**

**Co – Director**

**JULIO ANDRÉS PEDRAZA AVELLA  
Doctor en Química  
MARÍA INÉS JARAMILLO GUTIÉRREZ  
Mg. Ingeniería Química**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISICOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BUCARAMANGA**

**2018**

Este logro está dedicado a mi madre María Nieves González por ser mi apoyo incondicional y ejemplo de vida, de igual manera para mis hermanos por sus buenos consejos, colaboración constante y por enseñarme a ser persistente en la vida, a mi padre por su colaboración, a mi compañera de proyecto y a todas las personas que de una u otra manera contribuyeron en mi formación como persona y profesional.

***Carlos Andrés Ramírez González***

*A Dios por darme la sabiduría y fortaleza necesaria para poder lograr uno de mis tan anhelados sueños.*

*A mis padres Ana González y Rafael Sierra por su amor, apoyo incondicional y por todo el sacrificio que han realizado por darnos lo mejor a mis hermanos y a mí.*

*A mis hermanos, abuelos, tíos, compañero de proyecto y a todas las personas que me han ayudaron y motivaron durante este camino de formación profesional y personal.*

***Sonia Mayerly Sierra González***

## AGRADECIMIENTOS

A Dios por permitirnos cumplir con nuestro sueño de ser profesionales, de igual manera agradecemos a las siguientes personas e instituciones por el aporte brindado durante el desarrollo de este trabajo y nuestra formación profesional.

- A la Universidad Industrial de Santander, por brindarnos la oportunidad de formarnos como personas y profesionales.
- A los profesores y directivos de la escuela de Ingeniería Química por los conocimientos impartidos durante nuestra formación como profesionales.
- A nuestro director, Mg. Julio Elías Pedraza Rosas, por su orientación, compromiso y sus conocimientos compartidos en la elaboración de este trabajo.
- A nuestro codirector, Dr. Julio Andrés Pedraza, por su colaboración y aporte en conocimiento para el desarrollo de este proyecto.
- A nuestra codirectora, Mg. María Inés Jaramillo, por su apoyo, paciencia y acompañamiento durante esta investigación.
- Al Grupo de Investigación en Minerales, Biohidrometalurgia y Medio ambiente (GIMBA).
- Al personal de laboratorio de la escuela Ingeniería Química, Ingeniería Metalúrgica y al laboratorio de Microscopía, por su colaboración y buena disponibilidad.

## CONTENIDO

	pág.
INTRODUCCIÓN .....	15
1. MARCO TEÓRICO .....	17
1.1 ELECTRÓLISIS .....	17
1.1.1 Electrólisis del agua .....	18
1.1.2 Electrocatalizadores catódicos empleados en la electrólisis alcalina del Agua .....	19
1.2 ELECTRODEPOSICIÓN DE NÍQUEL .....	19
1.2.1 Electrolitos usados en la electrodeposición de níquel .....	21
1.3 MÉTODOS ELECTROQUÍMICOS .....	21
1.3.1 Voltamperometría cíclica .....	22
1.3.2 Voltamperometría de barrido lineal .....	22
2. METODOLOGÍA .....	23
2.1 PRETRATAMIENTO DE LAS MALLAS DE EXPERIMENTACIÓN .....	24
2.1.1 Material sustrato .....	24
2.1.2 Preparación y limpieza de los electrodos de trabajo .....	24
2.2 CARACTERIZACIÓN ELECTROQUÍMICA DEL SISTEMA BAÑO WATTS – MALLA DE ACERO INOXIDABLE .....	24
2.2.1 Solución Watts .....	24
2.2.2 Voltamperometría Cíclica .....	25
2.3 ELECTRODEPOSICIÓN DE NÍQUEL .....	25

2.3.1	Sistema experimental.....	25
2.3.2	Solución electrolítica empleada.....	26
2.3.3	Diseño de experimentos.....	27
2.4	PRODUCCIÓN DE HIDRÓGENO .....	28
2.4.1	Evaluación microelectrolítica de los electrodos niquelados.....	28
2.4.2	Producción de hidrógeno por electrólisis convencional.....	28
2.5	CARACTERIZACIÓN DEL RECUBRIMIENTO DE NÍQUEL .....	30
3.	RESULTADOS EXPERIMENTALES.....	31
3.1	CARACTERIZACIÓN ELECTROQUÍMICA DEL SISTEMA SOLUCIÓN WATTS – MALLA DE ACERO INOXIDABLE .....	31
3.2	DEPOSICIÓN ELECTROLÍTICA DE NÍQUEL.....	33
3.3	PRODUCCIÓN DE HIDRÓGENO .....	35
3.3.1	Evaluación microelectrolítica de los electrodos niquelados.....	35
3.3.2	Producción electrolítica de hidrógeno .....	36
3.3.3	Efecto de las variables de electrodeposición de níquel en la producción de hidrógeno.....	38
3.4	CARACTERIZACIÓN DEL RECUBRIMIENTO DE NÍQUEL .....	39
4.	CONCLUSIONES.....	42
5.	RECOMENDACIONES.....	43
	REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	44
	BIBLIOGRAFÍA.....	47
	ANEXOS.....	50

## LISTA DE TABLAS

	<b>pág.</b>
Tabla 1 Concentración del electrolito trabajo .....	26
Tabla 2 Condiciones de trabajo establecidas para la electrodeposición.....	27
Tabla 3 Incremento en la producción de hidrógeno a los 30min al utilizar mallas niqueladas .....	38
Tabla 4 Composición química elemental de los recubrimientos de níquel.....	41

## LISTA DE FIGURAS

	<b>pág.</b>
Figura 1 Diagrama de la metodología empleada para el desarrollo experimental del proyecto .....	23
Figura 2 Esquema experimental para la electrodeposición de níquel: (a) cátodo, (b) ánodo, (c) electrolito, (d) Shaker y (e) Fuente de alimentación .....	26
Figura 3 Esquema experimental para la producción de hidrógeno: (a) celda, (b) detector de hidrógeno y (c) fuente de alimentación .....	29
Figura 4 Voltamperograma cíclico para soluciones (a) 0.5 M de Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> y (b) Solución Watts, utilizando un electrodo de acero inoxidable y con velocidad de barrido de 10mV/s.....	31
Figura 5 Níquel depositado en los experimentos realizados.....	33
Figura 6 Efectos principales del tiempo, potencial y concentración de níquel en la electrodeposición .....	34
Figura 7 Efecto de las interacciones del tiempo, potencial y concentración en la masa de níquel depositada.....	34
Figura 8 Voltamperograma lineal con polarización negativa para un electrodo experimental, sin recubrimiento y comercial .....	36
Figura 9 Hidrógeno detectado a partir de una solución de NaOH 0.3 M.....	37
Figura 10 Efectos principales de las variables de electrodeposición en la producción de hidrógeno .....	38

Figura 11 Micrografía SEM de electrodos con recubrimiento: (a) comercial y (b) experimental ..... 40

Figura 12 Micrografía SEM para un corte transversal..... 41

## LISTA DE ANEXOS

	<b>pág.</b>
Anexo A Diagrama de pourbaix resultante del empleo del software Medusa™ <i>versión 32 bits</i> , teniendo en cuenta los componentes del baño Watts.....	50
Anexo B Composición química del acero inoxidable AISI 304.....	50
Anexo C Rango de los parámetros empleados en los baños tipo Watts .....	51
Anexo D Diseño de experimentos para la electrodeposición.....	51
Anexo E Celda electrolítica para la producción de hidrógeno.....	51
Anexo F Voltamperometria lineal (LSV) para los experimentos realizados .....	52
Anexo G Concentración de hidrógeno reportado al minuto 30 .....	53
Anexo H Equipos y reactivos empleados en la experimentación.....	54

## RESUMEN

**TITULO:** EVALUACIÓN DE LAS VARIABLES DE ELECTRODEPOSICIÓN DE NÍQUEL SOBRE MALLAS DE ACERO INOXIDABLE EMPLEADAS COMO CÁTODO EN LA PRODUCCIÓN ELECTROLÍTICA DE HIDRÓGENO.\*

**AUTORES:** CARLOS ANDRÉS RAMIREZ GONZÁLEZ

SONIA MAYERLY SIERRA GONZÁLEZ. \*\*

**PALABRAS CLAVE:** ELECTRÓLISIS, ELECTROQUÍMICA, NIQUELADO.

### DESCRIPCIÓN:

En este trabajo se evaluó el efecto de las variables tiempo, potencial y concentración de  $\text{Ni}^{+2}$  en la electrodeposición del níquel sobre mallas de acero inoxidable, las cuales se emplean como cátodo en la producción electrolítica de hidrógeno. Inicialmente se realizó la caracterización electroquímica del sistema baño Watts - malla acero inoxidable, en la que se identificó el potencial al cual se lleva a cabo la reducción del par  $\text{Ni}^{+2}/\text{Ni}^0$  (0,70V vs Ag/AgCl). Posteriormente, se evaluó el proceso de electrodeposición de níquel bajo diversas condiciones experimentales, manteniendo constantes las condiciones de temperatura, agitación y distancia entre electrodos. Finalmente, se hizo una evaluación tanto microelectrolítica como macroelectrolítica para la producción de hidrógeno por electrólisis del agua, en la cual se identificó un incremento en la producción de hidrógeno bajo el empleo de cátodos niquelados en comparación con cátodos sin recubrimiento. La mayor producción de hidrógeno fue de 507ppm y se obtuvo al utilizar una probeta electrodepositada a 2,3 V durante 20 min y con una concentración intermedia de  $\text{Ni}^{+2}$  en el electrolito Watts. Posteriormente esta probeta se caracterizó por microscopía electrónica de barrido y espectroscopía de energía dispersa, con lo cual se identificó un espesor promedio del recubrimiento de 46,92  $\mu\text{m}$  y una composición de níquel del 99,29%.

---

\*Trabajo de grado

\*\* Facultad de Ingeniería Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Director: Julio Elías Pedraza Rosas, Ingeniero metalúrgico, Mg.

## ABSTRACT

**TITLE:** EVALUATION OF NICKEL ELECTRODEPOSITION VARIABLES ON STAINLESS STEEL MESHES USED AS CATHODE IN HYDROGEN ELECTROLYTE PRODUCTION.\*

**AUTHORES:** CARLOS ANDRÉS RAMIREZ GONZÁLEZ

SONIA MAYERLY SIERRA GONZÁLEZ. \*\*

**KEYWORDS:** ELECTROLYSIS, ELECTROCHEMISTRY, NICKEL.

### DESCRIPTION:

In this work was evaluated the variables effect of the time, potential and concentration of  $\text{Ni}^{+2}$  in electroplating nickel on stainless steel meshes; which are used as a cathode in the electrolytic production of hydrogen. First of all, it was made an electrochemical characterization of the Watts bath system - stainless steel mesh, in which was identified the potential who had a pair reduction in the  $\text{Ni}^{+2} / \text{Ni}^0$  (0.70V vs Ag / AgCl). Afterwards, the electrodeposition process of nickel was evaluated under different experimental conditions, keeping constant the temperature, agitation and distance between electrodes conditions. After that it was made the microelectrolyte and macroelectrolyte evaluation for the production of hydrogen by electrolysis of water, in which an increase in the production of hydrogen was detected under the use of nickel-plated cathodes in comparison with uncoated cathodes. The highest hydrogen production was 507ppm and it was obtained using an electrodeposited specimen at 2.3 V for 20 min, with an intermediate concentration of  $\text{Ni}^{+2}$  in Watts electrolyte. Finally this test tube was characterized by electro-microscopy scanning and scattered energy spectroscopy hence was identified a thickness lining average of 46.92  $\mu\text{m}$  and a nickel composition of 99.29%.

---

\*Bachelor Thesis

\*\* Faculty of Physicochemical Engineering. School of Chemical Engineering. Director: Julio Elías Pedraza Rosas, Metallurgical Engineer, Mg.

## INTRODUCCIÓN

Hoy en día la demanda energética mundial es suplida principalmente por combustibles fósiles los cuales abarcan cerca del 86,3% de la producción de energía primaria mundial [1], sin embargo, los impactos generados debido a la dependencia de este tipo de combustibles están generando el agotamiento de las reservas actuales y la toma de conciencia ambiental. En este sentido, encontrar fuentes energéticas amigables al medio ambiente y capaces de suplir los requerimientos actuales de energía, es quizá uno de los principales motivos por los cuales hoy día los estudios relacionados con la energía del hidrógeno aumentan y se hacen más populares [2].

El hidrógeno se considera una alternativa promisor para dar solución al problema energético actual, ya que se puede obtener por procesos limpios tomando agua del medio y separándola en sus componentes, hidrógeno y oxígeno, mediante procesos electroquímicos. La electrólisis del agua además de ser un proceso sencillo y que no genera subproductos, es una tecnología muy prometedora para la generación sostenible de hidrógeno mediante energía eléctrica renovable como eólica, hídrica y solar [3]. Sin embargo, una de sus principales desventajas son los costos asociados al proceso electroquímico, derivado de los altos sobrepotenciales que imponen los materiales empleados para llevar a cabo la reacción de separación del agua. Por tal razón se hace indispensable la búsqueda de materiales con propiedades catalíticas capaces de disminuir el sobrepotencial de las reacciones de producción de hidrógeno y así lograr una mejora en el desempeño de los procesos electrolíticos [4].

De esta manera en el presente trabajo, se realizó el electrorecubrimiento con níquel a mallas de acero inoxidable, debido a su relativo bajo costo, estabilidad química y propiedades catalíticas que contribuyen a la reducción del

sobrepotencial de producción de hidrógeno en comparación con otros metales de transición [5]. Este se llevó a cabo bajo diversas condiciones experimentales como voltaje, tiempo y concentración de níquel en el electrolito, mientras se mantuvieron condiciones constantes de temperatura, agitación y distancia entre electrodos.

Así de esta manera fue posible cumplir el objetivo general de este trabajo, el cual consistió en determinar el efecto de las variables de electrodeposición de níquel en mallas de acero inoxidable empleadas como cátodo en la producción de hidrógeno por electrólisis del agua. Como objetivos específicos se plantearon los siguientes:

- Establecer mediante técnicas electroquímicas los parámetros apropiados para la electrodeposición de níquel sobre acero inoxidable.
- Identificar la influencia del potencial, la concentración del electrolito y el tiempo sobre la electrodeposición de níquel en mallas de acero inoxidable.
- Evaluar la producción de hidrógeno empleando como cátodo los recubrimientos preparados bajo diferentes condiciones.

## 1. MARCO TEÓRICO

El hidrógeno es una fuente de energía limpia y de alto poder energético el cual representa una alternativa a los combustibles fósiles; este puede ser producido mediante el empleo de métodos químicos, térmicos, electroquímicos y biológicos. Un método atractivo para la producción de hidrógeno es la electrólisis debido a que es un proceso sencillo y que no genera subproductos [3].

### 1.1 ELECTRÓLISIS

La electrólisis es un proceso en el cual se lleva a cabo una reacción química no espontánea usando corriente continua (DC) a través de dos electrodos conocidos como ánodo y cátodo sumergidos en una solución electrolítica que es iónicamente conductora. Por migración los iones cargados positivamente se mueven hacia el cátodo y los cargados negativamente se mueven hacia el ánodo [3].

La electrólisis está regida por las leyes enunciadas por Michael Faraday en 1834, las cuales son [6]:

- La cantidad de una sustancia desprendida o depositada en uno de los electrodos es proporcional a la intensidad y a la duración de la corriente aplicada.
- La masa de una especie química liberada por una determinada cantidad de electricidad es proporcional a su equivalente químico.

Estas leyes establecen las relaciones cuantitativas entre la cantidad de electricidad utilizada en la reacción y la masa de los equivalentes electroquímicos generados.

**1.1.1 Electrólisis del agua.** Este proceso consiste en la ruptura de la molécula de agua mediante el aporte de una corriente eléctrica continua a través de una celda que contiene dos electrodos inertes en un medio conductor llamado electrolito, en el cual los electrones fluyen desde el terminal negativo de la fuente hacia el cátodo donde reaccionan con los iones hidronio ( $H^+$ ) para producir el hidrógeno; por otro lado, los iones hidroxilos ( $OH^-$ ) pasan a través del electrolito hacia el ánodo, donde se produce el oxígeno y se ceden electrones que fluyen hacia el terminal positivo de la fuente de corriente continua [1].

Las reacciones de electrólisis que tienen lugar en un medio alcalino tanto en el cátodo como en el ánodo son [7]:

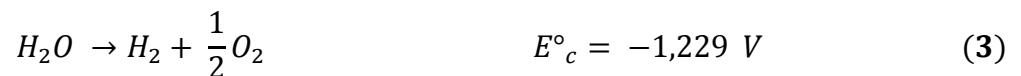
**Reacción catódica:**



**Reacción anódica:**



Con esto se tiene que la reacción de producción de hidrógeno está dada por:



Al ser negativo el potencial de esta reacción, entonces la disociación de la molécula de agua en oxígeno e hidrógeno solo se logra mediante la aplicación de un voltaje de al menos 1,229 V a través de dos electrodos sumergidos en una solución alcalina. Sin embargo, es importante tener en cuenta que el voltaje que se debe suministrar a la celda está dado por la siguiente ecuación [8]:

$$E_{\text{Celda}} = E_{\text{Eq}} + \eta_a + \eta_c + i * R \quad (4)$$

Dónde:

$E_{Eq}$  Voltaje termodinámico de la celda

$\eta$  Sobrepotencial anódico (a) y catódico (c)

R Resistencia específica por unidad de área; incluye el electrolito, el diafragma, el circuito eléctrico y las burbujas formadas en la electrólisis.

*i* Densidad de corriente

**1.1.2 Electrocatalizadores catódicos empleados en la electrólisis alcalina del agua.** El material de los electrodos es de gran importancia debido a que estos pueden presentar una gran resistencia eléctrica al paso de la corriente y por ende una menor eficiencia del proceso. La elección de éstos es importante ya que se busca aquellos que posean alta resistividad a la corrosión, actividad catalítica y mínima sobretensión. Los mejores resultados se han reportado con el empleo de platino y oro como cátodos [7]; sin embargo, debido a su elevado costo se ha optado por reemplazar estos metales con otros más económicos y que posean propiedades similares a las de dichos materiales. El níquel es uno de los materiales más ampliamente empleado como electrocatalizador en la electrólisis del agua debido a que este presenta las ventajas de ser estable, buen conductor eléctrico y relativamente barato [4]. Una de las formas de obtener cátodos metálicos de bajo costo con elevada actividad catalítica y propiedades similares a las del níquel es mediante el proceso de electrodeposición [6].

## **1.2 ELECTRODEPOSICIÓN DE NÍQUEL**

El proceso de electrodeposición involucra la formación de una nueva fase sobre el metal base a recubrir, fenómeno que está relacionado con el transporte de materia y transferencia de carga. Los cátodos de níquel se pueden producir por electrodeposición como producto de la circulación de una corriente eléctrica continua entre dos electrodos llamados ánodo y cátodo, sumergidos en un electrolito el cual contiene iones del metal a depositar [9]. En una celda de electrodeposición intervienen variables experimentales que influyen en la eficiencia del proceso y en la composición del depósito metálico, entre estas se destacan:

- La densidad de corriente
- Composición del electrolito
- Agitación del electrolito
- Temperatura del electrolito
- pH del electrolito

El control directo que se tiene sobre cada una de estas variables es un factor determinante tanto del espesor como de la uniformidad del recubrimiento. La reacción catódica principal que ocurre durante el proceso de electrodeposición de níquel es:



Debido a la reducción de los iones níquel que ocurre en el cátodo, se hace necesaria la implementación de un ánodo con alto contenido de níquel para mantener una concentración de este metal en el electrolito aproximadamente constante.

Mediante la utilización de diagramas Eh-pH es posible determinar las condiciones termodinámicas, como potencial y pH, a las cuales es estable la especie  $Ni^{2+}$  en una solución electrolítica. Por esta razón se construyó el diagrama de Pourbaix presentado en el Anexo A utilizando concentraciones iónicas equivalentes a las de un baño Watts. En este diagrama se puede evidenciar que la especie  $Ni^{2+}$  está presente en un intervalo de  $0 < pH < 6$  y que cuando se trabaja con pH mayores de 6 se favorece la formación de óxidos de níquel. Según Almazán [23], a  $pH < 2$  las reacciones de electrodeposito de  $Ni^{2+}$  y reducción de protones hidronio suceden de manera simultánea. Debido a la alta concentración de  $H^{+}$  a este valor de pH se puede provocar que el  $Ni^0$  recién formado se redisuelva, por ende, la deposición de níquel se favorece al utilizar  $pH$  entre  $3,5 \leq pH \leq 4,5$ . De acuerdo con lo anterior, por ejemplo, para un pH cercano a 4,2 el potencial teórico límite de reducción de los  $Ni^{2+}$  es de aproximadamente -0,36 V vs. NHE (-0,58 V vs. Ag/AgCl (3 M KCl)).

**1.2.1 Electrolitos usados en la electrodeposición de níquel.** Según reportes bibliográficos [10] existen diferentes electrolitos que pueden ser usados en la obtención de electrorecubrimientos de níquel, los cuales difieren entre sí en el tipo de sustancia empleada según el recubrimiento deseado.

La mayoría de los baños de niquelado que se usan están basados en la formulación propuesta en 1916 por Watts [20], el cual contiene principalmente sulfato de níquel hexahidratado, cloruro de níquel y ácido bórico; cada uno de estos componentes tiene una función especial en la obtención del recubrimiento.

El sulfato de níquel ( $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) es la principal fuente de iones níquel y su concentración en el electrolito determina la densidad de corriente límite que se requiere para la obtención del recubrimiento [12]. En cuanto al cloruro de níquel ( $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ), éste contribuye a la mejora de la disolución del ánodo de níquel, el cual se disuelve a medida que la corriente circula por el medio formando así los iones níquel, los cuales remplazarán a los que se han reducido en el cátodo; por otra parte, éste mejora la conductividad del electrolito favoreciendo la reducción del voltaje requerido para conseguir una densidad de corriente indicada [20]. El ácido bórico ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ), es utilizado con el fin de evitar variaciones drásticas en el valor de pH dado que éste es una variable importante en estos procedimientos y debe mantenerse en un rango de 3,5 a 4,5.

### **1.3 MÉTODOS ELECTROQUÍMICOS**

Los métodos electroquímicos son los más utilizados para el estudio de los procesos de electrólisis. En este tipo de estudios se emplean celdas de tres electrodos, uno trabajo, otro de referencia y un contraelectrodo, sumergidos en una solución que contiene el analito y un exceso de electrolito no reactivo también conocido como electrolito soporte. Estos métodos utilizan un electrodo de trabajo sobre el cual se aplica una diferencia de potencial variable, de modo que cada especie química de interés en la disolución a analizar se oxida a un determinado

valor de potencial en el caso de que el electrodo funcione como ánodo o bien, será reducida en el caso de que el electrodo funcione como cátodo [18].

**1.3.1 Voltamperometria cíclica.** Esta técnica se basa en aplicar al electrodo de trabajo un barrido de potencial tanto en el sentido como en el inverso. El potencial es variado linealmente desde el potencial a circuito abierto hasta un límite predeterminado.

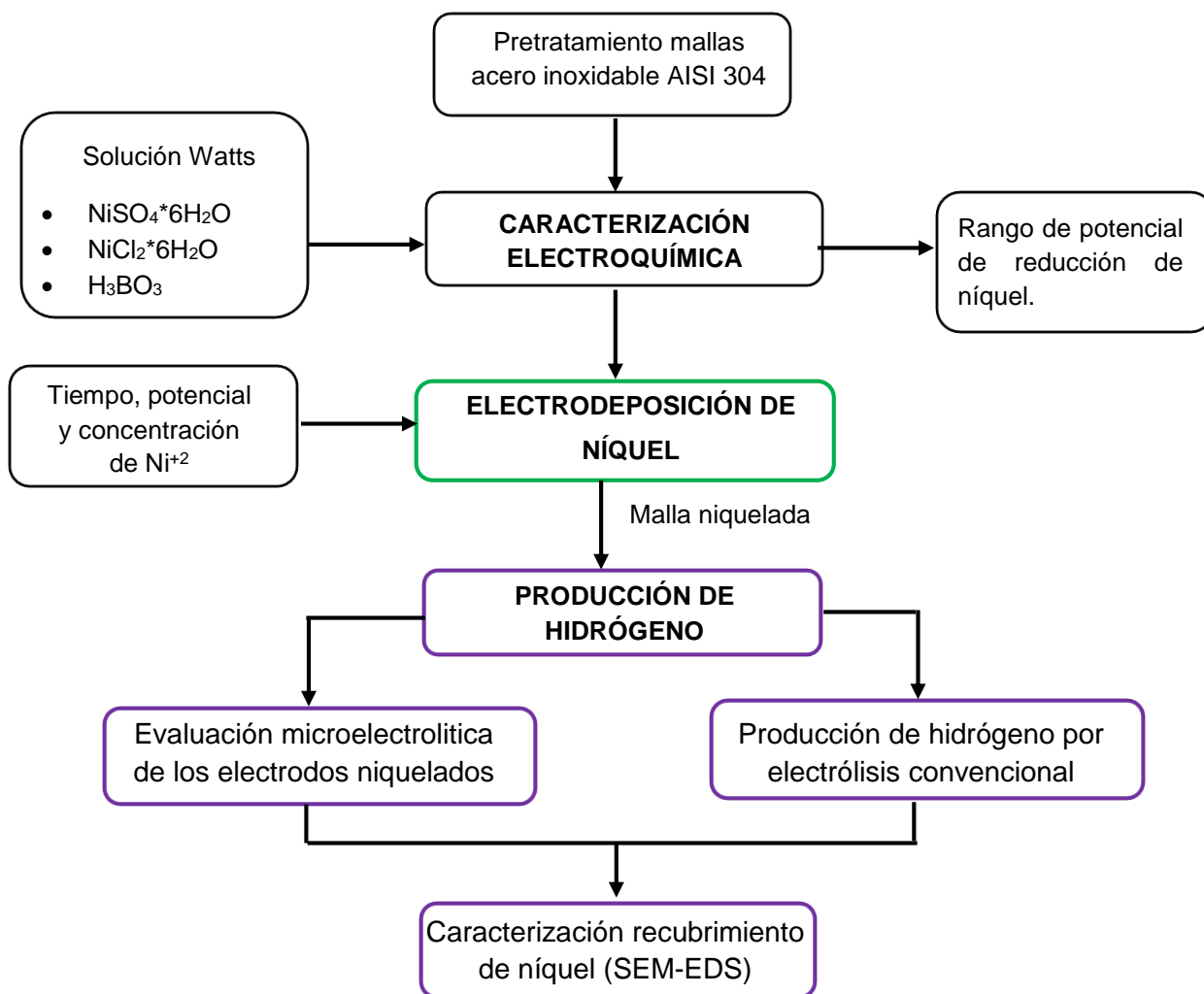
**1.3.2 Voltamperometria de barrido lineal.** Este método de voltamperometria de barrido lineal (LSV) mide la corriente en el electrodo de trabajo mientras se hace un barrido lineal del potencial en una sola dirección entre el electrodo de trabajo y el electrodo de referencia hasta un valor predeterminado, donde la dirección del barrido puede ser positiva o negativa. La oxidación o la reducción del analito son registradas como señal en forma de un pico, a un potencial en el cual la especie comienza a oxidarse o a reducirse [18].

La corriente registrada en la voltamperometria tiene dos contribuciones, la primera está asociada a la corriente capacitiva que se debe a la carga de la doble capa y la segunda a la corriente farádica que está relacionada con la transformación electroquímica de especies electroactivas en solución [19].

## 2. METODOLOGÍA

Este capítulo presenta una descripción detallada de cada una de las etapas realizadas para el desarrollo experimental de este proyecto, la Figura 1 muestra la secuencia llevada a cabo.

Figura 1. Diagrama de la metodología empleada para el desarrollo experimental del proyecto.



## **2.1 PRETRATAMIENTO DE LAS MALLAS DE EXPERIMENTACIÓN**

**2.1.1 Material sustrato.** El material soporte sobre el cual se realizó la electrodeposición fue malla expandida con forma rómbica de acero inoxidable AISI 304 (IMT -10) de 0,9 mm de espesor y tamaño de apertura 6,6 mm X 3,76 mm cuya composición química [13] se presenta en la Anexo B la malla fue cortada en rectángulos de 70 mm X 18 mm, con área geométrica superficial total de 1405 mm<sup>2</sup>, empleados como electrodos de trabajo o probetas de experimentación.

**2.1.2 Preparación y limpieza de los electrodos de trabajo.** Inicialmente se realizó un previo tratamiento superficial a las probetas de experimentación. Estudios previos han puesto en manifiesto un incremento de la rugosidad superficial cuando la superficie es sometida a un tratamiento inicial de Sand Blasting [14], permitiendo así un aumento en la adherencia del recubrimiento; por ende las probetas fueron sometidas a este tratamiento inicial en la empresa Procesadora del Cristal (Bucaramanga), y que lo realizaron a una distancia de 10 cm durante 10s a una presión de 80 psi empleando óxido de aluminio 60 grit. Posteriormente las probetas fueron sometidas a un baño con ultrasonido de manera alterna en acetona y etanol durante 20 min en cada disolvente.

## **2.2 CARACTERIZACIÓN ELECTROQUÍMICA DEL SISTEMA BAÑO WATTS – MALLA DE ACERO INOXIDABLE**

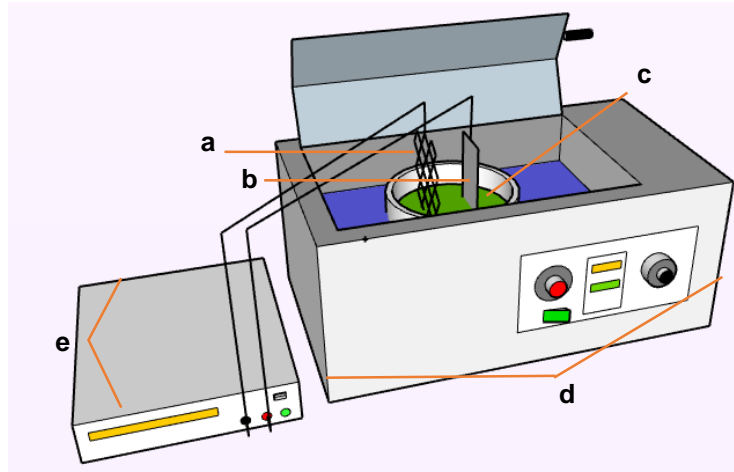
**2.2.1 Solución Watts.** Se preparó el electrolito, compuesto por NiSO<sub>4</sub>\*6H<sub>2</sub>O 0,87 M, NiCl<sub>2</sub>\*6H<sub>2</sub>O 0,21 M y H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> 0,49 M, con agua desionizada y utilizando reactivos de grado analítico.

**2.2.2 Voltamperometria Cíclica.** El rango de potencial al cual se presenta la reducción de níquel se estableció mediante la técnica de voltamperometria cíclica (CV), utilizando un potenciostato - galvanostato controlado por el software NOVA 1.11. Se empleó una celda electroquímica convencional de tres electrodos con capacidad de 75 ml, usando las probetas de acero inoxidable como electrodo de trabajo, como electrodo de referencia el de Ag/AgCl (3 M KCl) y una barra de grafito de alta pureza (99,9995%) como contraelectrodo. Se empleó como electrolito la solución descrita anteriormente. Al iniciar las mediciones, el oxígeno presente en la solución electrolítica fue removido burbujeando una corriente de nitrógeno durante 10 minutos con agitación constante. La prueba se realizó haciendo un barrido de potencial entre el potencial a circuito abierto (OCP), en dirección negativa, hasta un potencial de -1,25 V vs. Ag/AgCl, donde se invierte el potencial hasta 1,5 V vs Ag/AgCl.

## **2.3 ELECTRODEPOSICIÓN DE NÍQUEL**

**2.3.1 Sistema experimental.** Este proceso se llevó a cabo en un vaso de precipitados de 100ml, dentro de un Shaker con baño termostatado con el fin de garantizar una agitación y temperatura constante y homogénea en el electrolito. Se utilizó una fuente de alimentación con una corriente ajustable entre 0 a 1A. Como cátodo se utilizaron las mallas de acero previamente pretratadas, expuestas al electrolito en un área de 803 mm<sup>2</sup>; y como ánodo una barra de níquel de alta pureza. En la Figura 2 se presenta el sistema utilizado.

Figura 2. Esquema experimental para la electrodeposición de níquel: (a) cátodo, (b) ánodo, (c) electrolito, (d) Shaker y (e) Fuente de alimentación.



**2.3.2 Solución electrolítica empleada.** Se prepararon tres electrolitos de trabajo, de alta, media y baja concentración de níquel, manteniendo constante la relación sulfato de níquel/cloruro de níquel en un valor de 3.91 según se especifica en la Tabla 1. A estas condiciones se evaluó la influencia de la concentración de níquel en el proceso de electrodeposición.

Tabla 1. Concentración del electrolito de trabajo.

Concentración del reactivo [g/L]	Alta	Intermedia	Baja
$\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	300,48	241,15	181,82
$\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	76,85	61,67	46,50

La variación en la concentración de níquel se realizó de acuerdo con los parámetros establecidos en el Anexo C; mientras que la concentración de ácido bórico en cada uno de los baños preparados se mantuvo constante, en un valor de

30,8 g/L según [21]. Adicionalmente a lo reportado en literatura, en este trabajo se adicionó sulfato de sodio a la solución Watts, con el fin de mejorar los efectos de migración de los iones de la solución.

**2.3.3 Diseño de experimentos.** Según lo reportado en literatura [9, 12, 21] las variables más influyentes en el proceso de niquelado son: tiempo, potencial y composición del electrolito. Los valores de trabajo de estas variables para realizar la experimentación se presentan en la Tabla 2.

Tabla 2. Condiciones trabajo establecidas para la electrodeposición

Variable	Valor establecido		
Potencial (V)	1,7	2,0	2,3
Tiempo (min)	10	15	20
Concentración total de Ni <sup>+2</sup> (g/L)	52,097	69,097	86,097

Una vez definidas estas variables y sus valores de experimentación se planteó un diseño factorial 3<sup>3</sup> utilizando el software estadístico Minitab 17(versión de prueba). Con este diseño se desarrollaron las 27 pruebas de experimentación (Anexo D).

Otras variables que influyen en el proceso se mantuvieron constantes durante la experimentación: temperatura baño 45°C, pH 4,0 – 4,3, agitación moderada tipo vaivén y distancia entre electrodos 2 cm. La variable respuesta evaluada fue la variación del peso ganado por cada probeta, una vez realizado cada ensayo de electrodeposición.

Por otra parte, se decidió realizar un recubrimiento de níquel a dos mallas de acero inoxidable en la empresa Niquelados Moreno (Bucaramanga) [17], con el fin

de realizar una comparación entre los recubrimientos experimentales realizados en este trabajo y los comerciales.

## **2.4 PRODUCCIÓN DE HIDRÓGENO**

**2.4.1 Evaluación microelectrolítica de los electrodos niquelados.** El sobrepotencial requerido para llevar a cabo la producción de hidrógeno sobre el cátodo se evaluó mediante pruebas electroquímicas de voltamperometría lineal (LSV) en dirección negativa; entre el potencial de estabilización de circuito abierto (OCP) hasta  $-2,0\text{V}$  vs Ag/AgCl, a una velocidad de barrido de  $10\text{ mV s}^{-1}$ , en una solución de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  0.5 M desairada con nitrógeno y agitación constante, durante 10 min a temperatura y presión ambiente. Estas mediciones se realizaron en la misma celda utilizada en la caracterización electroquímica (Numeral 2.2.2).

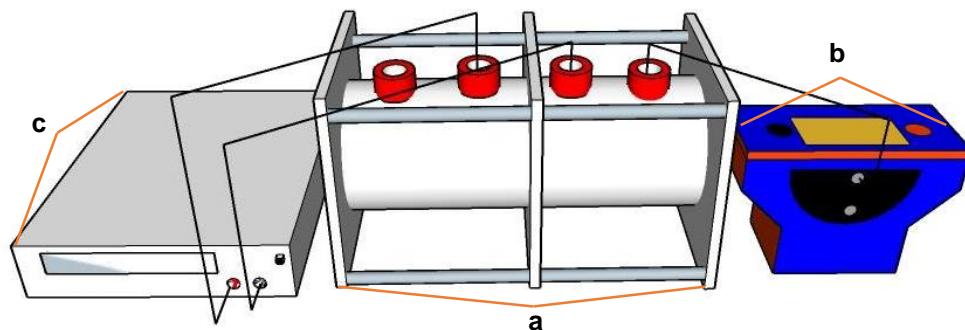
**2.4.2 Producción de hidrógeno por electrólisis convencional.** La electrólisis del agua se llevó a cabo utilizando una celda cilíndrica diseñada en un estudio anterior [16], esta fue fabricada en vidrio Pyrex la cual cuenta con dos compartimientos, cada uno con dimensiones exteriores de 7cm de diámetro x 7cm de altura, separados por una membrana de intercambio iónico (Amerida Neosepta AMX), la cual evita la recombinación de los gases producidos en cada compartimiento (Anexo E).

El compartimiento catódico cuenta con dos orificios, uno por el cual es introducido el conector del electrodo y otro para realizar la cuantificación del hidrógeno generado; el compartimiento anódico cuenta con igual número de orificios, uno de estos se dejó abierto al ambiente durante el proceso de electrólisis para la salida del oxígeno, mientras que el otro se utilizó para conectar el ánodo.

Para las pruebas electrolíticas se utilizó como electrolito soporte una solución de NaOH 0,3 M, seleccionada de acuerdo a estudios anteriores [15], como ánodo una malla de acero inoxidable AISI 304 y como cátodo la probeta ya niquelada. El área sumergida de los dos electrodos se mantuvo constante e igual para ambos en un valor de 401,51 mm<sup>2</sup>. De acuerdo con el diseño de la celda electrolítica se fijó la distancia entre electrodos en 2 cm, debido a que según reportes [17], ésta es la distancia a la cual se logra una mayor producción de hidrógeno y un bajo requerimiento energético. El voltaje suministrado al proceso fue de 2,0 V, utilizando una fuente de alimentación con una corriente ajustable entre 0 a 1A.

Definidas las condiciones para llevar a cabo la electrólisis del agua, se cuantificó el H<sub>2</sub> producido en el compartimiento catódico empleando un medidor de flujo de hidrógeno. La medición se realizó durante 30 minutos para cada una de las 27 pruebas resultantes utilizando, en cada una de éstas como cátodo las probetas ya niqueladas bajo las condiciones del diseño experimental. Este valor de 30 minutos de reacción corresponde al tiempo mínimo de estabilización del detector. El sistema experimental se presenta en la Figura 3.

Figura 3. Esquema experimental para la producción de hidrógeno: (a) celda, (b) detector de hidrógeno y (c) fuente de alimentación.



## **2.5 CARACTERIZACIÓN DEL RECUBRIMIENTO DE NÍQUEL**

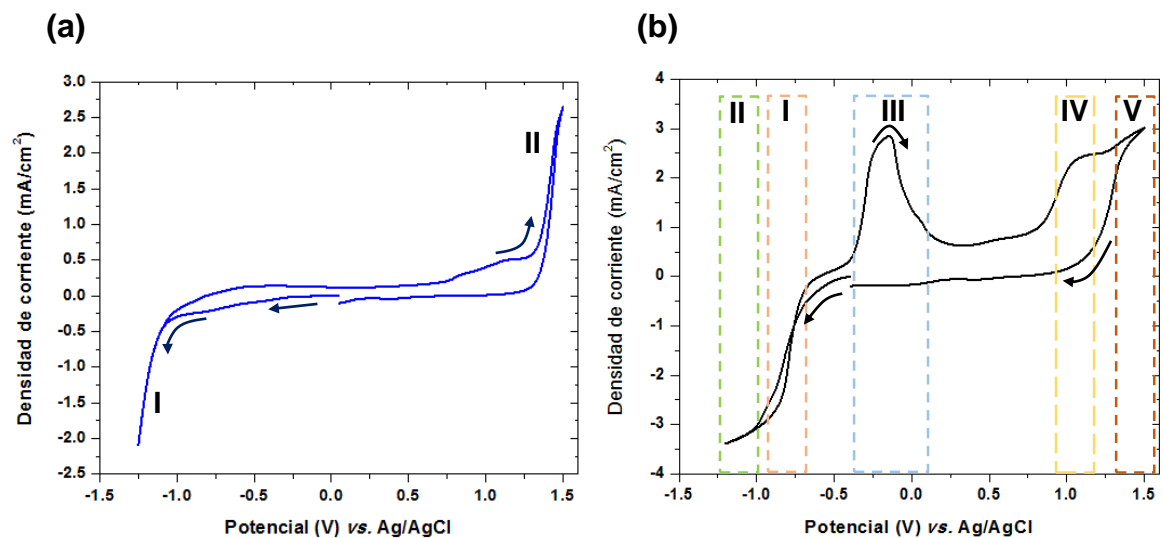
Las características morfológicas de los electrodos niquelados y su composición elemental fueron analizadas, en el Laboratorio de Microscopia de la Universidad Industrial de Santander sede Guatiguará, por las técnicas de microscopía electrónica de barrido (SEM) y de espectroscopia de energía dispersada (EDS) usando un microscopio FEI Quanta 650 FEG.

### 3. RESULTADOS EXPERIMENTALES

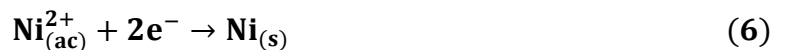
#### 3.1 CARACTERIZACIÓN ELECTROQUÍMICA DEL SISTEMA SOLUCIÓN WATTS - MALLA DE ACERO INOXIDABLE

En la Figura 4 se presenta el voltamperograma cíclico obtenido.

Figura 4. Voltamperograma cíclico para soluciones (a) 0,5 M de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y (b) Solución Watts, utilizando un electrodo de acero inoxidable y con velocidad de barrido de 10mV/s.



En la Figura 4 (b) se puede observar que luego de iniciar el barrido de potencial desde el OCP (-0,39V vs Ag/AgCl) en dirección negativa se evidencia un incremento negativo de la corriente al alcanzar potenciales cercanos a -0,70V vs Ag/AgCl (zona I). Este potencial está asociado al proceso de reducción de níquel mediante la reacción:



Posteriormente, al moverse a potenciales más negativos de -1,1 V vs Ag/AgCl la corriente continúa incrementándose (Zona II). Este proceso está asociado a la reducción de los iones H<sup>+</sup> en solución que es favorecido por el depósito de níquel, como se muestra en la siguiente reacción:



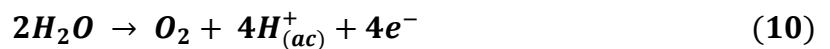
Cuando se invierte el barrido de potencial en -1,25V vs Ag/AgCl y al moverse a potenciales más positivos se observa un incremento en la corriente hasta alcanzar un pico de oxidación a un valor de densidad corriente de 2,84 mA/cm<sup>2</sup> y a un potencial de -0,14 V vs Ag/AgCl (zona III), relacionado con la oxidación del níquel previamente depositado durante el proceso de reducción:



También es posible observar otro proceso de oxidación a un potencial de 0,99 V vs Ag/AgCl y a una densidad de corriente de 2,15 mA/cm<sup>2</sup> (zona IV), el cual está asociado a la oxidación del cloro, según:



La zona V presenta un incremento en la densidad de corriente asociada a la evolución de O<sub>2</sub> del medio, como se describe en la siguiente reacción:

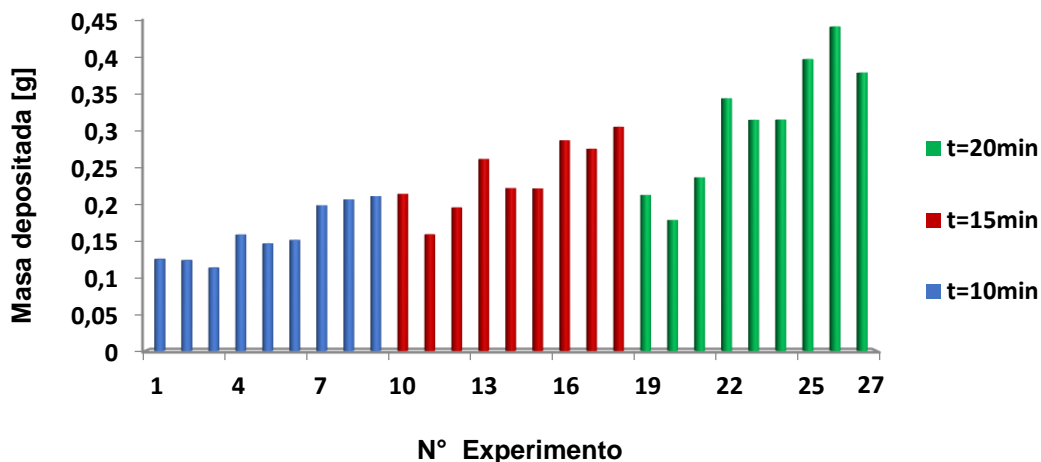


Para corroborar que la zona I, III y IV presentes en el diagrama de la Figura 4b son características de los procesos de reducción y oxidación de los componentes presentes en la solución electrolítica empleada, se realizó un patrón de comparación (Figura 4 (a)) donde se evidencia únicamente las zonas atribuidas a la reacción de evolución de hidrógeno (zona I) y la evolución de oxígeno del medio (zona II), lo que permite concluir que los potenciales encontrados en la zona I y III son asociados a la reducción y oxidación del níquel.

### 3.2 DEPOSICIÓN ELECTROLÍTICA DE NÍQUEL

En la Figura 5 se presenta la ganancia en masa de las probetas ya niqueladas.

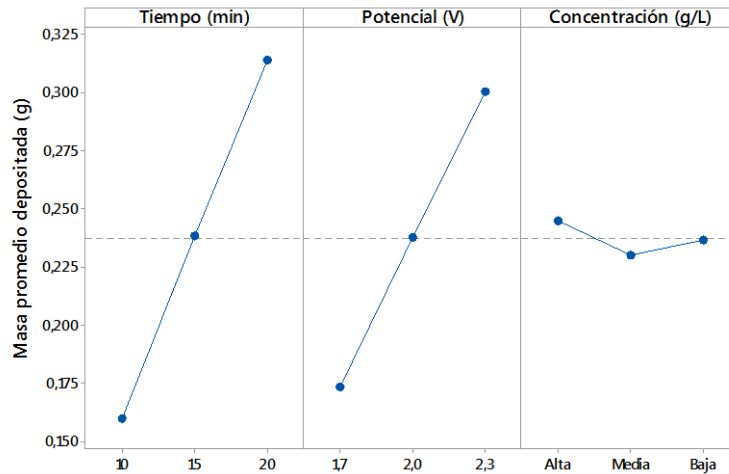
Figura 5. Níquel depositado en los experimentos realizados.



En esta figura se observa la diferencia de níquel depositado a un mismo tiempo, atribuible a la variación de las condiciones de potencial y concentración de níquel a las cuales se realizaron las diferentes pruebas; por ende no es posible identificar una tendencia clara de la influencia que tiene el tiempo de electrodeposición sobre la cantidad de masa depositada. Por tal razón, empleando el software Minitab 17, se trazaron las gráficas de la Figura 6, donde se puede observar la influencia de cada una de las 3 variables sobre la variación del peso ganado en cada probeta. En esta figura, se aprecia que el tiempo es la variable que más influye en la electrodeposición de níquel debido a que al hacer variaciones entre cada uno de sus rangos el delta en la variación del peso de las probetas es mayor que las demás variables estudiadas. En cuanto al potencial, se puede establecer, que al igual que el tiempo, éste genera cambios considerables en la cantidad de masa depositada al realizar variaciones en sus valores de trabajo lográndose un mayor depósito a potenciales de 2,3V. Se evidencia que al variar la concentración de  $Ni^{+2}$  dentro de los rangos establecidos no hay un cambio significativo en el níquel

depositado en los sustratos, sin embargo, se muestra que los mayores depósitos de níquel se lograron cuando se trabaja con las mayores concentraciones.

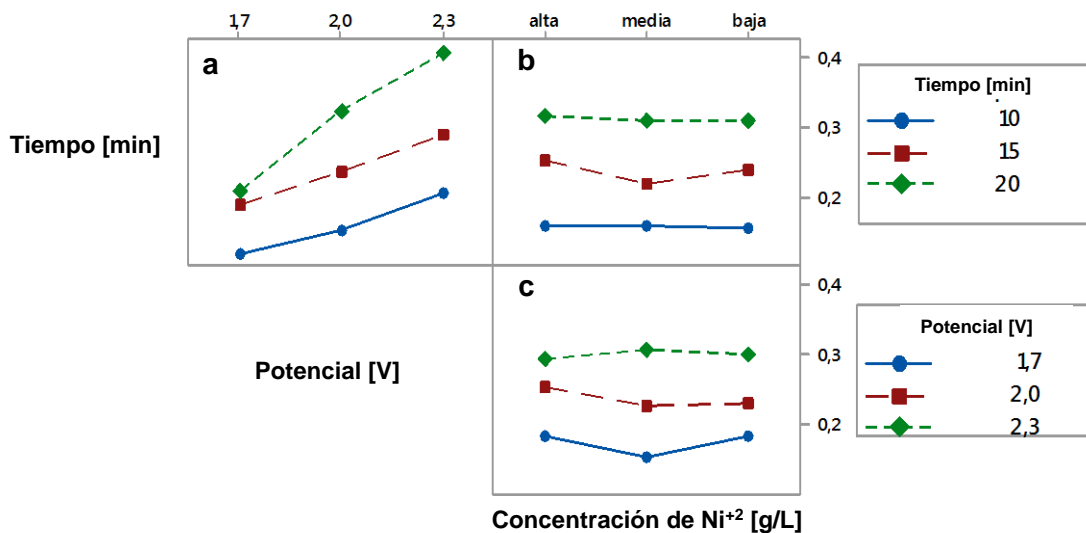
Figura 6. Efectos principales del tiempo, potencial y concentración de níquel en la electrodeposición.



De acuerdo con lo anterior, se pudo identificar que el tiempo y el voltaje son las variables que mayor efecto presentan en la cantidad de níquel depositado.

Al igual que los efectos principales, con el software también se trazaron las interacciones entre las variables estudiadas. Éstas se presentan en la Figura 7.

Figura 7. Efecto de las interacciones del tiempo, potencial y concentración en la masa de níquel depositada.



En la Figura 7 (a) se observa que la interacción del tiempo y el potencial poseen un efecto considerable en la cantidad de masa depositada, puesto que un incremento tanto en el tiempo como en el potencial, genera un aumento en la cantidad de níquel depositado. Un máximo de níquel depositado de 0,41g se obtuvo a los más altos valores de potencial y tiempo, 2,3V y 20 min.

Por otra parte, según se observa en la Figura 7 (b) y (c), las líneas presentan una tendencia aproximadamente horizontal, con lo que se puede inferir que el efecto en el peso de níquel depositado al variar la concentración de níquel no es significativa cuando interactúa con las variables tiempo y potencial.

### **3.3 PRODUCCIÓN DE HIDRÓGENO**

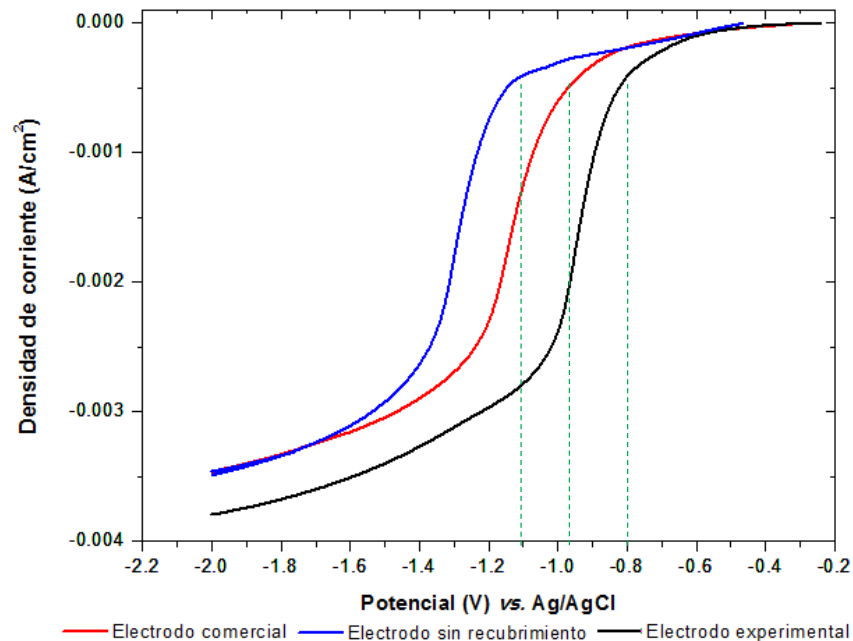
**3.3.1 Evaluación microelectrolítica de los electrodos niquelados.** En la Figura 8 se presenta los voltamperogramas obtenidos al emplear una malla de acero inoxidable sin recubrimiento de níquel (Blanco), una malla niquelada en la empresa Niquelados Moreno (electrodo comercial) y la malla niquelada experimental que menor sobrepotencial requirió para iniciar la evolución del medio, de los 27 experimentos realizados (Anexo F); la cual fue obtenida por niquelado, a una concentración de  $Ni^{+2}$  intermedia, un tiempo de 20 min y potencial de 2,3 V.

En la Figura 8 se observa que para el electrodo experimental el medio evoluciona a un menor sobrepotencial (-0,8 V vs Ag/AgCl) comparado con el electrodo sin recubrimiento y el comercial, los cuales lo hacen a un potencial de -1,15 V y -0,95 V vs Ag/AgCl, respectivamente. La disminución del sobrepotencial de producción de hidrógeno en los electrodos comercial y experimental se logró por la acción electrocatalítica del recubrimiento de níquel depositado en el sustrato, debido a que este es un metal que posee propiedades catalíticas y conductoras [5].

Al comparar el electrodo comercial con el experimental, aun cuando los dos, tienen recubrimiento de níquel, se evidencia que la evolución del medio se da a

menor sobrepotencial en el electrodo experimental; lo cual podría ser atribuido al acabado del recubrimiento, ya que el electrodo comercial presenta una superficie brillante mientras que la del experimental fue mate. Con base en esto, se puede concluir que el brillo en los recubrimientos de níquel es un factor que contribuye en menor proporción a la disminución del sobrepotencial de reducción del hidrógeno.

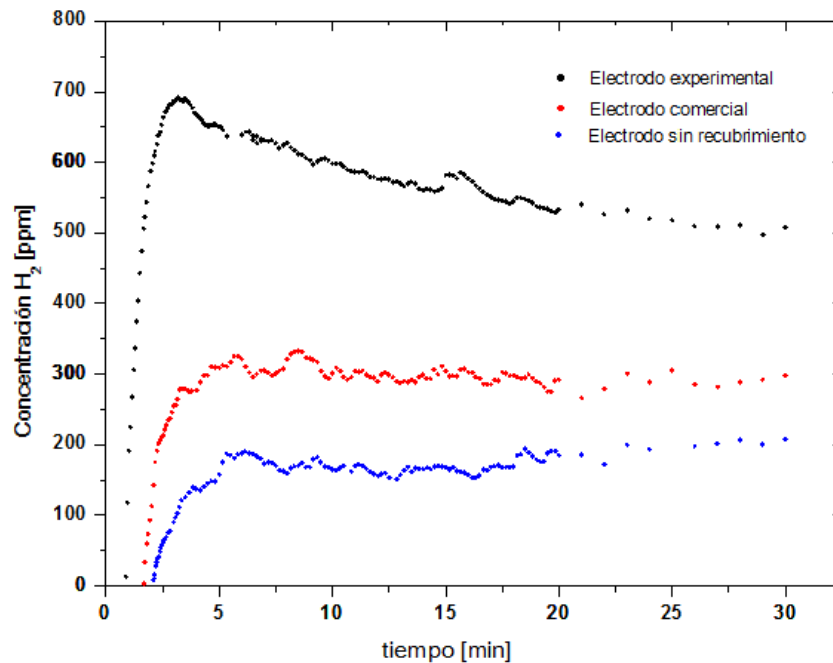
Figura 8. Voltamperograma lineal con polarización negativa para un electrodo experimental, sin recubrimiento y comercial.



**3.3.2 Producción electrolítica de hidrógeno.** La concentración de hidrógeno resultante para cada uno de los experimentos planteados se presenta en el Anexo G. Al realizar un registro continuo de la variación en la concentración de hidrógeno, con el fin de identificar el comportamiento que se presenta una vez iniciado el proceso de electrólisis y hasta los 30 minutos, se obtuvieron las curvas presentadas en la Figura 9, las cuales corresponden a la concentración de hidrógeno detectada cuando se utiliza como cátodo una malla sin previo recubrimiento, una con recubrimiento comercial, y la experimental obtenida a condiciones de electrodeposición de 2,3 V, 20 min y electrolito con concentración

intermedia de  $\text{Ni}^{+2}$ , siendo ésta la que mayor concentración de hidrógeno reportó (507 ppm) al minuto 30 (experimento 26).

Figura 9. Hidrógeno detectado a partir de una solución de NaOH 0,3 M.



En la Figura 9 se evidencia la influencia del recubrimiento de níquel al actuar como catalizador [5], ya que los electrodos experimental y comercial presentan valores de concentración más elevados (507 y 298 ppm) que el electrodo sin recubrimiento (207 ppm). Al comparar los valores de la concentración de hidrógeno para el recubrimiento experimental y el del comercial se evidencia un incremento del 70% en la producción con el experimental, pudiendo atribuirse a la disminución en el valor del sobrepotencial (Figura 8). En la Tabla 3 se presenta el porcentaje de incremento en la producción de hidrógeno para los dos electrodos recubiertos en comparación con el que no cuenta con recubrimiento.

Por otra parte, se observa que el hecho de que los cátodos cuenten con un recubrimiento de níquel hace que el tiempo de respuesta del detector sea menor. Esto estará asociado directamente a la reducción del sobrepotencial de la celda y

por ende a una mayor concentración de  $H^+$  sobre la superficie del electrodo, el cual por fenómenos difusivos se transporta más rápidamente desde el seno del electrolito, favoreciendo la generación de  $H_2$  y por lo cual el detector registra a menores tiempos dicha evolución.

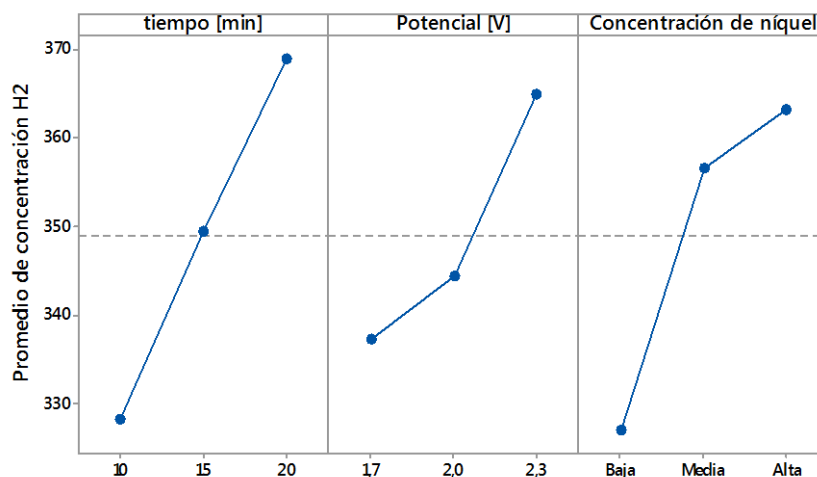
Tabla 3. Incremento en la producción de hidrógeno a los 30 min al utilizar mallas niqueladas.

Malla	Concentración de $H_2$ [ppm]	%
Sin recubrimiento	207	-
Con recubrimiento comercial	298	44
Con recubrimiento experimental	507	145

### 3.3.3 Efecto de las variables de electrodeposición de níquel en la producción de hidrógeno

Empleando el software Minitab 17, se trazaron las gráficas de la Figura 10, donde se puede observar la influencia de cada una de las 3 variables de estudio sobre la producción de  $H_2$ .

Figura 10. Efectos principales de las variables de electrodeposición en la producción de hidrógeno.



En la Figura 10 se evidencia como la variación del tiempo de niquelado genera cambios significativos en la evolución de hidrógeno y a su vez presenta una proporcionalidad directa entre estas dos. En cuanto al efecto del potencial aplicado, se evidencia que al pasar de un potencial de 1,7V a 2,0V no hay un aumento considerable en la concentración de hidrógeno, ya que este incremento es solo del 2,11%; mientras que al trabajarse a potenciales de 2,3V el incremento en la producción de hidrógeno fue del 8,2%, con respecto al potencial de menor valor. En cuanto a la concentración de  $\text{Ni}^{+2}$  en el electrolito, se observa que al trabajar a concentraciones mayores se logra una mayor producción de hidrógeno; sin embargo, el aumento registrado al pasar de concentración media a alta no es tan considerable (2,05%), comparado con el que se logra al pasar de una baja concentración a una intermedia (9,07%).

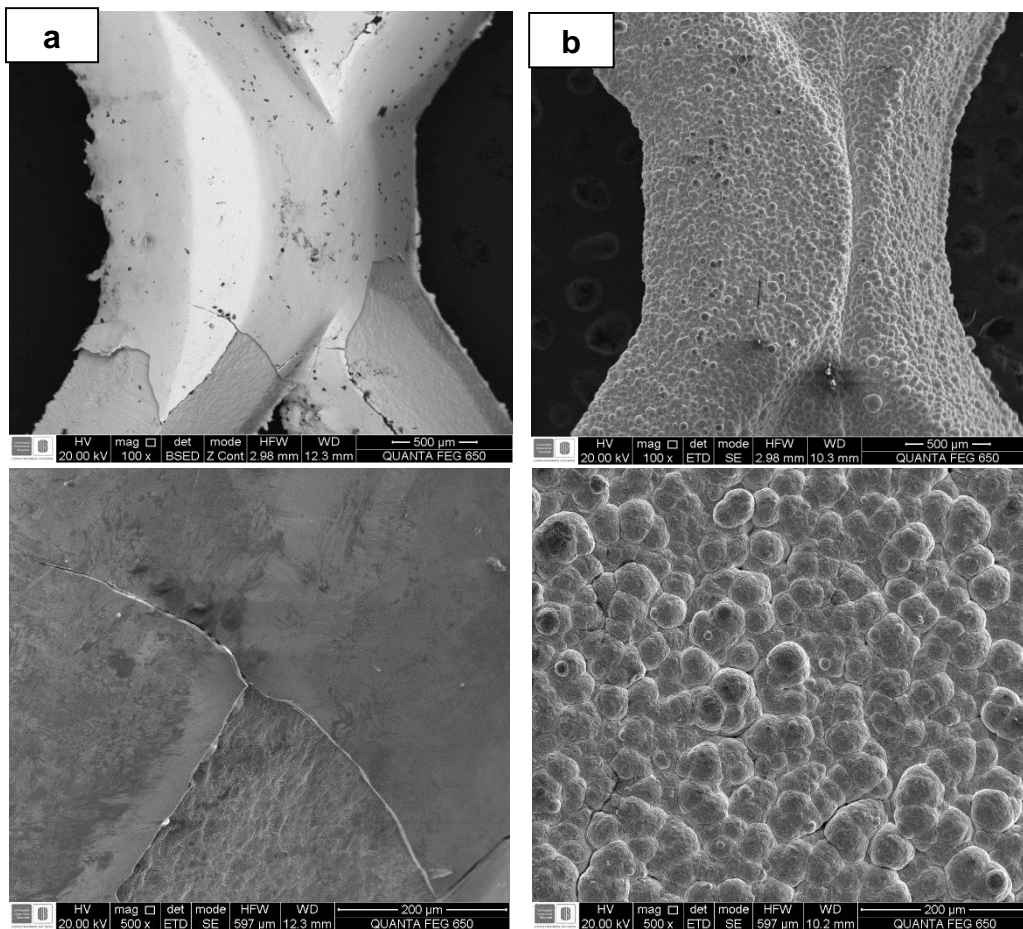
### **3.4 CARACTERIZACIÓN DEL RECUBRIMIENTO DE NÍQUEL**

Usando la técnica de microscopia electrónica de barrido (SEM) se analizó la superficie del sustrato niquelado comercialmente y la del experimental con el que se registró la mayor producción de hidrógeno (2,3 V, 20 min y concentración intermedia de  $\text{Ni}^{+2}$ ). Las imágenes captadas se muestran en la Figura 11, tomadas a 100X y 500X aumentos.

En la Figura 11 (a), que muestra la superficie del sustrato niquelado comercialmente, se evidencia la obtención de una superficie uniforme y de apariencia lisa, característica de un recubrimiento brillante; y que cuando la micrografía fue tomada a un mayor aumento, se aprecia que gran parte del sustrato está descubierto, que puede ser atribuido a la poca adherencia del recubrimiento en la malla de acero generando así su desprendimiento cuando fue sometida a un esfuerzo de corte. El electrodo que mayor producción de hidrógeno registró, también fue sometido a un esfuerzo de corte, sin embargo en las micrografías de la Figura 11 (b) se observa una superficie granular, homogénea y

rugosa, lo que permite inferir que el recubrimiento obtenido con el electrolito Watts de concentración intermedia de  $\text{Ni}^{2+}$  presentó una buena adherencia al sustrato. Con la obtención de superficies rugosas en la deposición de  $\text{Ni}^0$  es posible aumentar el poder electrocatalítico del material debido que se tiene una mayor área electroactiva que favorece la reacción de producción de hidrógeno, concordando con lo afirmado por Besoky y Won Kang [14].

Figura 11. Micrografía SEM de electrodos con recubrimiento: (a) Comercial y (b) Experimental.



Mediante la técnica EDS fue posible identificar la composición elemental de los mismos recubrimientos analizados por SEM. En la Tabla 5 (a) se presenta los elementos identificados para el recubrimiento comercial, evidenciándose que el componente mayoritario corresponde al níquel en un 94,46%; los demás

componentes son atribuidos a los aditivos orgánicos que la empresa utiliza en su proceso. En la Tabla 5 (b) se presenta los elementos presentes en el recubrimiento experimental, en donde se evidencia que el 99,29% corresponde a Ni, debido a que el electrolito empleado en la electrodeposición está compuesto de elementos en su mayoría aportadores de Ni.

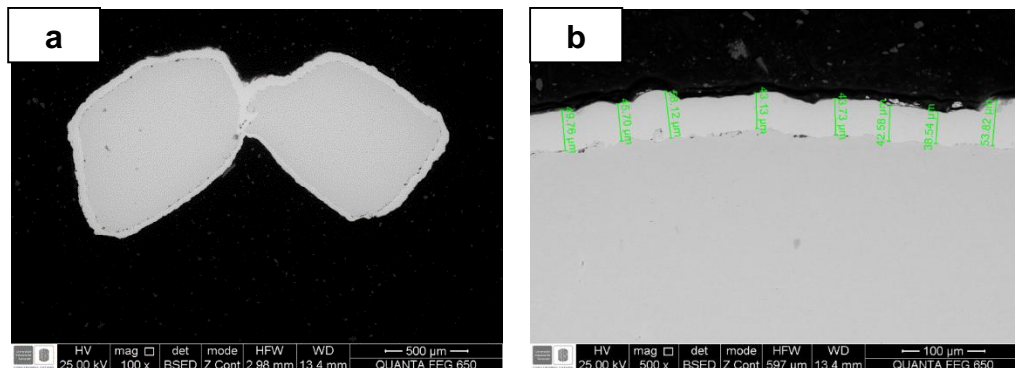
Tabla 4. Composición química elemental de los recubrimientos de níquel.

(a)	Componente	C	S	O	Ni	Fe
Comercial	% peso	3,43	0,38	0,98	94,46	0,75

(b)	Componente	C	O	Ni
Experimental	% peso	0,24	0,47	99,29

Por último, se realizó un corte transversal a la malla que mayor producción de hidrógeno reportó, y mediante análisis SEM fue posible observar el límite existente entre la capa de níquel y el acero inoxidable. La Figura 12 (a) representa la micrografía obtenida a 100X aumentos y en la Figura 12 (b) tomada a 500X aumentos se observa un segmento de la película mostrada en la Figura 12 (a), en la cual claramente se evidencia la capa de níquel, con un espesor no uniforme, que al medirlo en diferentes puntos se obtuvo un espesor promedio de 46,92  $\mu\text{m}$ .

Figura 12. Micrografía SEM para un corte transversal.



#### 4. CONCLUSIONES

- De la caracterización electroquímica, se encontró que la reducción del níquel presente en el baño electrolítico compuesto por sulfato de sodio 0,87 M, cloruro de níquel 0,21 M y ácido bórico 0,49 M, se lleva a cabo en un rango de potencial de -0,70V a -0,90V vs Ag/AgCl.
- Se determinó que la cantidad de níquel depositada en los sustratos metálicos es influenciada en una relación directa con las variables de electrodeposición tiempo y potencial, mientras que la concentración de níquel en el baño electrolítico no influyó significativamente en la masa depositada. La cantidad máxima de níquel depositado sobre un sustrato de 70 mm X 18mm, con área geométrica superficial total de 1405 mm<sup>2</sup>; fue de 0,41g con pureza de 99,29% y de espesor promedio de 46,92 μm, obtenida a condiciones de 2,3V y 20 min utilizando como electrolito el baño Watts.
- Se logró una disminución del sobrepotencial requerido para llevar a cabo la reacción de electrólisis del agua mediante el empleo de probetas niqueladas, además, con el empleo de las probetas niqueladas experimentalmente como cátodo en la electrólisis, se logró un aumento en la producción de hidrógeno del 145% con respecto a un cátodo de acero inoxidable y del 44% con respecto a un electrodo niquelado comercialmente.

## 5. RECOMENDACIONES

- Realizar un estudio de las propiedades de los recubrimientos obtenidos, tales como adherencia, rugosidad y corrosión; dado que éstas son importantes en la calidad del recubrimiento, lo que favorece el proceso de electrólisis.
- Evaluar diferentes electrolitos y ánodos en el proceso de electrólisis del agua.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] GONZÁLEZ BUCH, Cristina. Desarrollo y caracterización de nuevos materiales de cátodo basados en aleaciones de níquel para la reacción de evolución de hidrógeno en medio alcalino. Tesis Doctoral en Ingeniería y Producción Industrial. Valencia: Universidad Politécnica de Valencia. 2016, 44p.
- [2] SALVADOR M, Aceves; GENE D, Berry. La economía del hidrógeno como solución al problema de la estabilización del clima mundial. *Acta Universitaria*, Vol 16, Iss 1, Pp 5-14 (2012).
- [3] KAYA, Mehmet Fatih, et al. Investigation of alkaline water electrolysis performance for different cost effective electrodes under magnetic field. *International Journal of Hydrogen Energy*, 2017.
- [4] ROJAS, Néstor; MORENO, Juan Carlos; y GUTIÉRREZ, Miguel A. Evaluación de electrocatalizadores para la producción de hidrógeno a partir de electrólisis de agua. *International Congress of the Mexican Hydrogen Society Toluca*. 2010
- [5] KIM, Sung-Min, et al. Design of Nickel Electrodes by Electrodeposition: Effect of Internal Stress on Hydrogen Evolution Reaction in Alkaline Solutions. *Electrochimica Acta*, 2017, vol. 252, p. 67-75. ISSN: 00134686
- [6] CANDELL R. GALVANOSTEGIA: GUÍA PRÁCTICA DEL GALVANOTÉCNICO. Barcelona: Editorial Sintesis, 1953. p.11
- [7] EZZAHRA CHAKIK, Fatima; KADDAMI, Mohammed; MIKOU, Mohammed. Effect of operating parameters on hydrogen production by electrolysis of water. *International Journal of Hydrogen Energy*, 2017, vol. 42, no 40, p. 25550-25557.
- [8] PELÁEZ AVELLÁN, Ernesto; NUÑEZ VALDÉS, Carlos; FERNÁNDEZ CONDE, Dennys. Materiales catódicos con base de níquel para la reacción de desprendimiento de hidrógeno. *CENIC Ciencias Químicas*, vol. 40, no. 3.,2009, p.149-164.

[9] HERNÁNDEZ, J. M.; GALLEGO, J. D. Deposición electrolítica de níquel. España (2015)

[10] DONALD SNYDER. Nickel Electroplating Article: Products finishing. [En línea]. (Recuperado en 7 octubre 2017). Disponible en: <https://www.pfonline.com/articles/nickel-electroplating>.

[11] RIVERA CALDERÓN, Antonio José; GONZÁLEZ RUBIO, Marcos de Jesús; DARDÓN ORELLANA, Néstor Eduardo. Propuesta de manejo de residuos químicos generados en procesos electrolíticos de niquelado y cromado. Tesis de pregrado en Ingeniería Mecánica. San Salvador: Universidad de el Salvador. Facultad de Ingeniería y Arquitectura, 2016, 60p

[12] RAMÍREZ BÁEZ, Sandra Milena; JOYA CALDERÓN, Yamile. Caracterización y mejoramiento del proceso de electrodeposición de metales usados actualmente en la empresa Fantaxías LTDA. Tesis de pregrado en Ingeniería Química. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de ingenierías fisicoquímicas, 2005, 10p

[13] INDURA S.A. Manual aceros inoxidable. [En línea]. Recuperado en 14 diciembre 2017. Disponible en: <http://www.indura.cl/Descargar/Manual%20de%20Aceros%20Inoxidables?path=%2Fcontent%2Fstorage%2Fcl%2Fbiblioteca%2Fd7a1a8fe99fe4b6a9fbed6412df7e93c.pdf>

[14] WON KANG, Kyung; BESOKY, Jorge Ignacio. Caracterización de la rugosidad de superficies de biomateriales de acero inoxidable 316 LVM blastinizados.

[15] CORTÉS PEÑA, Jennyfer; BALLÉN GAITAN, Beatriz Paola. Evaluación de películas semiconductoras de  $\text{Bi}_2\text{MNbO}_7$  (M=Al, Ga) en la producción de hidrógeno mediante electrólisis fotoasistida de agua. Tesis de pregrado en Ingeniería Química. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingeniería Fisicoquímicas, 2009, 8p.

[16] HERNANDEZ PARRA, José Luis; GÓMEZ COBOS, Nathalia Mercedes. Diseño, construcción y evaluación de una celda fotoelectroquímica para la producción de

hidrógeno. Tesis de pregrado en Ingeniería Química. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingeniería Físicoquímicas, 2008, 36p

[17] LIZARAZO HURTADO, Libardo Andrés; JIMÉNEZ CERRO, Shardaine Johana. Estudio de microelectrólisis sobre agua de producción de petróleo utilizando fotoánodos de TiO<sub>2</sub>/Acero inoxidable para la generación de hidrógeno. Tesis de pregrado en ingeniería metalúrgica. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Físicoquímicas, 2013, 55p

[18] L.R.Faulkner y BARD A.J. Electrochemical methods: Fundamentals and Applications, University of Texas at Austin, Ed: John Wiley & Sons. 2ª edición, 2001. ISBN 0471043729

[19] OLIVEIRA BRETT, Ana Maria; A. BRETT, Christopher M.. Electrochemistry: Principles, Methods, and Applications. Portugal : Oxford University Press, 1993. 174p

[20] Mejora de la resistencia a la corrosión de materiales a partir de niquelado electrolítico. [En línea]. Recuperado en octubre 2017. Disponible en: <https://upcommons.upc.edu/bitstream/handle/2099.1/6288/Proyecto%20Final%20de%20Carrera.pdf?sequence=1>

[21] OLUWOLE, Oluleke; OLORUNTOBA, Daniel; EGHWUBARE, Oghenedoro. Effect of some process variables on nickel electroplating of low carbon steel. *Leonardo Electronic Journal of Practices and Technologies*, 2011.

[22] WHITTINGTON, Clive; ROSE, Ian. Nickel Plating Handbook. [Base de datos en línea]. Mayo 1 de 2016. Revista Virtual Pro, (Recuperado en 20 Noviembre 2017). Disponible en <https://www.revistavirtualpro.com/biblioteca/manual-de-niquelado>

[23] ALMAZÁN RUIZ, Francisco Javier. Remoción de metales de los enjuagues generados por la industria de la galvanoplastia empleando un reactor con electrodo de cilindro rotatorio. Tesis de posgrado en Ciencias en Ingeniería Química. Mexico: Tecnológico de Estudios Superiores de Ecatepec, 2011, 29p.

## BIBLIOGRAFÍA

ALMAZÁN RUIZ, Francisco Javier. Remoción de metales de los enjuagues generados por la industria de la galvanoplastia empleando un reactor con electrodo de cilindro rotatorio. Tesis de posgrado en Ciencias en Ingeniería Química. Mexico: Tecnológico de Estudios Superiores de Ecatepec, 2011, 29p.

CANDELL R. GALVANOSTEGIA: GUÍA PRÁCTICA DEL GALVANOTÉCNICO. Barcelona: Editorial Sintesis, 1953. p.11.

CORTÉS PEÑA, Jennyfer; BALLÉN GAITAN, Beatriz Paola. Evaluación de películas semiconductoras de  $\text{Bi}_2\text{MNbO}_7$  (M=Al, Ga) en la producción de hidrógeno mediante electrólisis fotoasistida de agua. Tesis de pregrado en Ingeniería Química. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingeniería Físicoquímicas, 2009, 8p.

DONALD SNYDER. Nickel Electroplating Article: Products finishing. [En línea]. (Recuperado en 7 octubre 2017). Disponible en: <https://www.pfonline.com/articles/nickel-electroplating>.

EZZAHRA CHAKIK, Fatima; KADDAMI, Mohammed; MIKOU, Mohammed. Effect of operating parameters on hydrogen production by electrolysis of water. *International Journal of Hydrogen Energy*, 2017, vol. 42, no 40, p. 25550-25557.

GONZÁLEZ BUCH, Cristina. Desarrollo y caracterización de nuevos materiales de cátodo basados en aleaciones de níquel para la reacción de evolución de hidrógeno en medio alcalino. Tesis Doctoral en Ingeniería y Producción Industrial. Valencia: Universidad Politécnica de Valencia. 2016, 44p.

HERNÁNDEZ, J. M.; GALLEGO, J. D. Deposición electrolítica de níquel. España (2015)

HERNANDEZ PARRA, José Luis; GÓMEZ COBOS, Nathalia Mercedes. Diseño, construcción y evaluación de una celda fotoelectroquímica para la producción de

hidrógeno. Tesis de pregrado en Ingeniería Química. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingeniería Físicoquímicas, 2008, 36p

INDURA S.A. Manual aceros inoxidables. [En línea]. Recuperado en 14 diciembre 2017. Disponible en: <http://www.indura.cl/Descargar/Manual%20de%20Aceros%20Inoxidables?path=%2Fcontent%2Fstorage%2Fcl%2Fbiblioteca%2Fd7a1a8fe99fe4b6a9fbed6412df7e93c.pdf>

KAYA, Mehmet Fatih, et al. Investigation of alkaline water electrolysis performance for different cost effective electrodes under magnetic field. *International Journal of Hydrogen Energy*, 2017.

KIM, Sung-Min, et al. Design of Nickel Electrodes by Electrodeposition: Effect of Internal Stress on Hydrogen Evolution Reaction in Alkaline Solutions. *Electrochimica Acta*, 2017, vol. 252, p. 67-75. ISSN: 00134686

LIZARAZO HURTADO, Libardo Andrés; JIMÉNEZ CERRO, Shardaine Johana. Estudio de microelectrólisis sobre agua de producción de petróleo utilizando fotoánodos de TiO<sub>2</sub>/Acero inoxidable para la generación de hidrógeno. Tesis de pregrado en Ingeniería Metalúrgica. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingeniería Físicoquímicas, 2013, 55p

L.R.Faulkner y BARD A.J. *Electrochemical methods: Fundamentals and Applications*, University of Texas at Austin, Ed: John Wiley & Sons. 2ª edición, 2001. ISBN 0471043729  
Mejora de la resistencia a la corrosión de materiales a partir de niquelado electrolítico. [En línea]. Recuperado en octubre 2017. Disponible en: <https://upcommons.upc.edu/bitstream/handle/2099.1/6288/Proyecto%20Final%20de%20Carrera.pdf?sequence=1>

OLIVEIRA BRETT, Ana Maria; A. BRETT, Christopher M.. *Electrochemistry: Principles, Methods, and Applications*. Portugal : Oxford University Press, 1993. 174p

OLUWOLE, Oluleke; OLORUNTOBA, Daniel; EGHWUBARE, Oghenedoro. Effect of some process variables on nickel electroplating of low carbon steel. *Leonardo Electronic Journal of Practices and Technologies*, 2011.

PELÁEZ AVELLÁN, Ernesto; NUÑEZ VALDÉS, Carlos; FERNÁNDEZ CONDE, Dennys. Materiales catódicos con base de níquel para la reacción de desprendimiento de hidrógeno. *CENIC Ciencias Químicas*, vol. 40, no. 3.,2009, p.149-164.

RAMÍREZ BÁEZ, Sandra Milena; JOYA CALDERÓN, Yamile. Caracterización y mejoramiento del proceso de electrodeposición de metales usados actualmente en la empresa Fantaxías LTDA. Tesis de pregrado en Ingeniería Química. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas, 2005, 10p

RIVERA CALDERÓN, Antonio José; GONZÁLEZ RUBIO, Marcos de Jesús; DARDÓN ORELLANA, Néstor Eduardo. Propuesta de manejo de residuos químicos generados en procesos electrolíticos de niquelado y cromado. Tesis de pregrado en Ingeniería Mecánica. San Salvador: Universidad de el Salvador. Facultad de Ingeniería y Arquitectura, 2016, 60p

ROJAS, Néstor; MORENO, Juan Carlos; y GUTIÉRREZ, Miguel A. Evaluación de electrocatalizadores para la producción de hidrógeno a partir de electrólisis de agua. *International Congress of the Mexican Hydrogen Society Toluca*. 2010

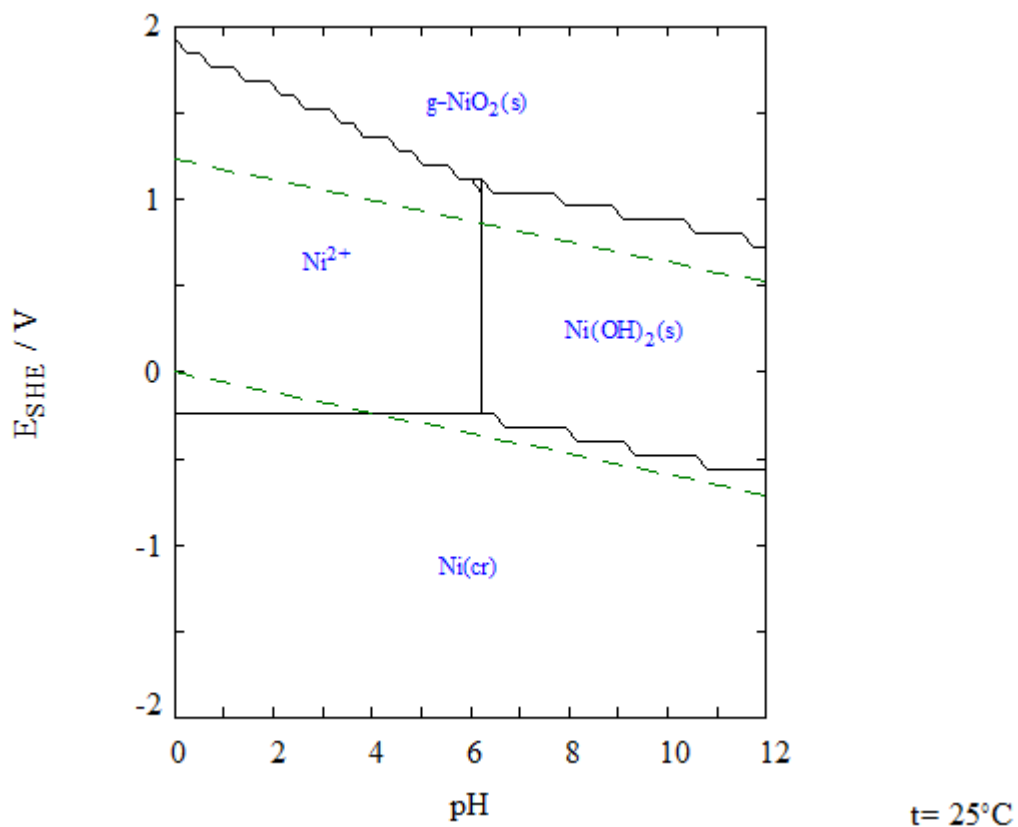
SALVADOR M, Aceves; GENE D, Berry. La economía del hidrógeno como solución al problema de la estabilización del clima mundial. *Acta Universitaria*, Vol 16, Iss 1, Pp 5-14 (2012).

WHITTINGTON, Clive; ROSE, Ian. Nickel Plating Handbook. [Base de datos en línea]. Mayo 1 de 2016. *Revista Virtual Pro*, (Recuperado en 20 Noviembre 2017). Disponible en <https://www.revistavirtualpro.com/biblioteca/manual-de-niquelado>

WON KANG, Kyung; BESOKY, Jorge Ignacio. Caracterización de la rugosidad de superficies de biomateriales de acero inoxidable 316 LVM blastinizados.

## ANEXOS

Anexo A. Diagrama de Pourbaix resultante del empleo del software Medusa™ versión 32 bits, teniendo en cuenta los componentes del baño Watts.



Anexo B. Composición química del acero inoxidable AISI 304.

Componente	<b>C</b>	<b>Mn</b>	<b>Si</b>	<b>Cr</b>	<b>Ni</b>	<b>P</b>	<b>S</b>
% peso	0,08	2,00	1	18,0-20,0	8,0-10,5	0,045	0,03

Fuente: INDURA S.A. Manual aceros inoxidables

Anexo C. Rango de los parámetros empleados en los baños tipo watts.

<b>Sulfato de Níquel (NiSO<sub>4</sub>*6H<sub>2</sub>O)</b>	<b>240 – 300 g L<sup>-1</sup></b>
Cloruro de Níquel (NiCl <sub>2</sub> *6H <sub>2</sub> O)	30 – 90 g L <sup>-1</sup>
Ácido Bórico (H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub> )	30 – 45 g L <sup>-1</sup>
Temperatura	40 – 60 °C
pH	3.5 – 4.5

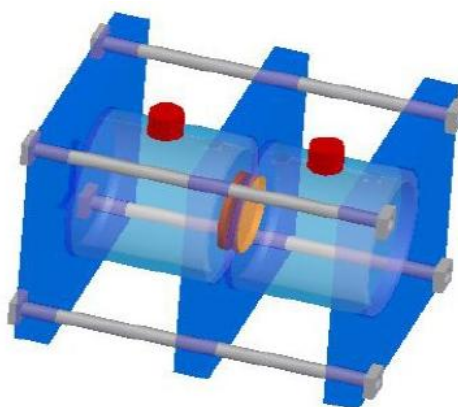
Fuente: ROSE, Ian; WHITTINGTON, Clive. Nickel Plating Handbook [22]

Anexo D. Diseño de experimentos para la electrodeposición.

N° Experimento	Tiempo (min)	Voltaje (V)	Concentración (g/L)
1	10	1.7	Alta
2	10	1.7	Media
3	10	1.7	Baja
4	10	2.0	Alta
5	10	2.0	Media
6	10	2.0	Baja
7	10	2.3	Alta
8	10	2.3	Media
9	10	2.3	Baja
10	15	1.7	Alta
11	15	1.7	Media
12	15	1.7	Baja
13	15	2.0	Alta
14	15	2.0	Media
15	15	2.0	Baja
16	15	2.3	Alta
17	15	2.3	Media
18	15	2.3	Baja

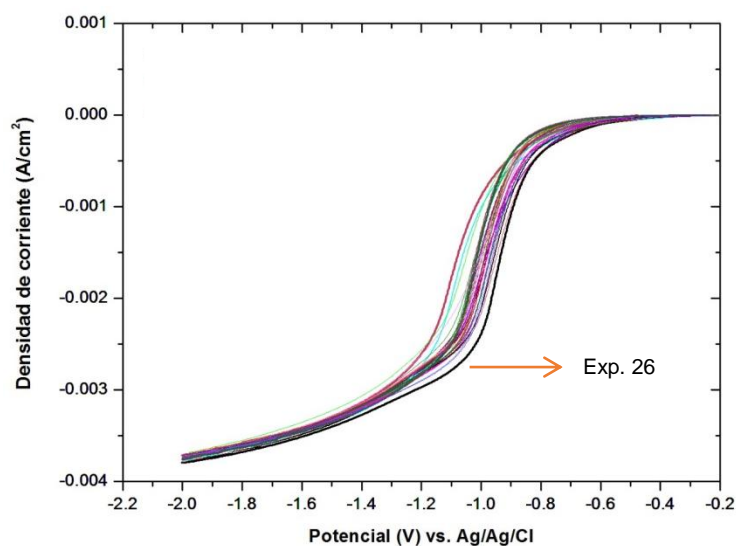
19	20	1.7	Alta
20	20	1.7	Media
21	20	1.7	Baja
22	20	2.0	Alta
23	20	2.0	Media
24	20	2.0	Baja
25	20	2.3	Alta
26	20	2.3	Media
27	20	2.3	Baja

Anexo E. Celda electrolítica empleada para la producción de hidrógeno.



Fuente: BALLÉN, Beatriz Paola; CORTÉS, Jennyfer. <sup>15</sup>

Anexo F. voltamperometria lineal LSV para los experimentos realizados.



Anexo G. Concentración de hidrógeno reportado al minuto 30.

<b>N° Experimento</b>	<b>Masa depositada [g]</b>	<b>Concentración de H<sub>2</sub> [ppm]</b>
1	0,1255	363
2	0,1238	250
3	0,1135	312
4	0,1588	286
5	0,1466	306
6	0,1514	366
7	0,1989	240
8	0,207	267
9	0,2115	391
10	0,2146	329
11	0,1591	355
12	0,196	382
13	0,2622	353
14	0,2225	312
15	0,222	380
16	0,2876	320
17	0,2761	430
18	0,306	362
19	0,2131	368
20	0,1787	361
21	0,2372	334
22	0,3448	263
23	0,3155	361
24	0,3158	461
25	0,3982	350
26	0,4425	507
27	0,3798	339

Anexo H. Equipos y reactivos empleados en la experimentación.

### **EQUIPOS**

- Baño ultrasonido (Branson 1510)
- Potenciostato – Galvanostato Autolab PGSTAT302N
- Shaker con baño termostatado GFL
- Fuente de alimentación DC AGILENT E3620A, 0-25V/0-1 A
- Medidor de flujo de hidrógeno Crowcon Tetra Gas Analyzer (0-100 ppm)
- Microscopio FEI Quanta 650 FEG

### **REACTIVOS**

- $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (Merck, 99%)
- $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (Merck, 98%)
- $\text{H}_3\text{BO}_3$  (Merck, 99.5%).
- $\text{Na}_2\text{SO}_4$  (Merck, 99%)