



BENEMÉRITA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE PUEBLA



Facultad de Ciencias de la Electrónica

**“DESARROLLO DE ELECTRODOS DE BAJO COSTO
MEDIANTE LA TÉCNICA DE ELECTROSPINNING PARA
UNA CELDA DE COMBUSTIBLE DE ETANOL DIRECTO.”**

Tesis para obtener el título en:

Licenciatura en Ingeniería en Energías Renovables

PRESENTA:

Luis Alberto Flores Carrillo

Matricula: 201658419

ASESORES DE TESIS:

Dra. Laura Alicia Paniagua Solar

Dr. Benito Zenteno Mateo

Octubre de 2023

Agradecimientos

A Dios.

A mi madre Irene por todo su sacrificio, a mi hermano Felipe por su apoyo incondicional, a mi hermano Jorge por su cariño. A Anita por su paciencia y apoyo incontables veces. En definitiva, no lo hubiera logrado sin ustedes.

Agradezco a las personas que me acompañaron académicamente durante mi estancia en la universidad. A mi asesora por la oportunidad, a las doctoras y doctores pertenecientes a la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla y a la Facultad de Ciencias Electrónicas que me brindaron apoyo y me facilitaron conocimiento, materiales de trabajo, herramientas y sobre todo por la amistad y comprensión en momentos clave.

A mis compañeros y amigos, que compartieron sus vivencias conmigo durante mi formación. A todas aquellas personas que me abrieron las puertas de su casa y el calor de un hogar.

Dedicado a mi padre, que vivirá en mí y en mi familia para siempre.

CONTENIDO

ÍNDICE DE FIGURAS	7
ÍNDICE DE TABLAS.....	14
RESUMEN	16
CAPÍTULO 1: ESCENARIO DEL TEMA DE INVESTIGACIÓN	17
1.1 Introducción.....	17
1.2 Planteamiento del Problema	18
1.3 Justificación	18
1.4 Objetivos.....	19
1.4.1 General	19
1.4.2 Específicos.....	19
1.5 Hipótesis	19
1.6 Antecedentes.....	20
CAPÍTULO 2: MARCO TEÓRICO	23
2.1 Celdas de combustible	23
2.1.1 Tipos de celdas de combustible	24
2.1.2 Celdas de combustible de alcoholes	26
2.1.3 Celdas de combustible de etanol directo	27
2.1.4 Principio de funcionamiento de la celda de etanol directo.....	28
2.1.5 Componentes	29
2.1.5.1 Membrana de intercambio protónico.....	31
2.1.5.2 Electrodo.....	32
2.1.5.3 Superficie Catalítica y electrocatalizador	32
2.1.5.4 Canales de flujo	33
2.1.6 Problemas y pérdidas de la CCED	34
2.1.6.1 Lenta cinética de electro-oxidación.....	35

2.1.6.2 Difusión de etanol.....	35
2.1.6.3 Manejo del CO_2 generado en el ánodo	35
2.1.7 Combustible.....	36
2.2 Selección de materiales	36
2.2.1 Bioetanol como combustible para una CCED.....	37
2.2.1.1 Destilación.....	37
2.2.2 Membrana.....	38
2.2.2.1 Nafion®-Carbón	38
2.2.2.2 Nafion®117	39
2.2.2.3 Aloe-Carbón lignito.....	40
2.2.3 Electrodo.....	40
2.2.3.1 Lignito	41
2.2.3.2 Bentonita.....	42
2.2.3.3 Clinoptilolita.....	42
2.3 Electrospinning.....	44
2.3.1 Parámetros	44
2.3.2 Elementos integrantes del proceso de electrospinning.....	44
2.3.3 Polímeros para electrospinning	48
2.3.3.1 PLA.....	48
2.3.3.2 PVA	49
2.4 Caracterización de materiales.....	50
2.4.1 Caracterización del bioetanol	50
2.4.1.1 UV-Vis	50
2.4.1.2 Refractómetro grados Brix	52
2.4.2 Caracterización de los electrodos	53
2.4.2.1 SEM.....	53
2.5 Pruebas de desempeño de una CCED	54

CAPÍTULO 3: METODOLOGIA	55
3.1 Destilación de bioetanol colectado	55
3.1.1 Caracterización del bioetanol	59
3.2 Fabricación de electrodos mediante electrospinning.....	66
3.2.1 Electrodo PLA	72
3.2.2 Electrodo PVA	79
3.3 Membranas para la CCED.....	84
3.3.1 Memb. N-C.....	85
3.3.2 Memb. N-117	85
3.3.3 Memb. A-C.....	89
3.4 Ensamble de los electrodos a la CCED	90
3.4.1 EME con Memb. N-C.....	91
3.4.2 EME con Memb. N117.....	91
3.4.3 EME con Memb. A-C.....	93
3.5 Pruebas de desempeño de la CCED	98
3.5.1 Electrodo de PVA	98
3.5.2 Electrodo PLA	99
3.6 Caracterización de los electrodos	100
CAPÍTULO 4: RESULTADOS	103
4.1 Caracterización del bioetanol	103
4.1.1 UV-Vis	103
4.1.2 Refractómetro grados Brix	106
4.2 Gráficas de desempeño de la CCED.....	108
4.2.1 Electrodo de electrospinning con membrana de N-C	108
4.2.2 Electrodo de electrospinning con membrana N-117.....	111
4.2.3 Electrodo de electrospinning con membrana A-C	113
4.3 Caracterización de los electrodos	115

4.3.1 E.L. y PLA.....	115
4.3.2 E.B. y PLA	116
4.3.3 E.C. y PLA	117
4.4 Análisis de desempeño	118
4.4.1 Eficiencia	118
4.4.2 Potencia	119
4.4.3 Costos	120
CAPÍTULO 5: CONCLUSIONES.....	123
5.1 Conclusiones Generales.....	123
5.2 Recomendaciones	123
LISTA DE ABREVIACIONES.....	125
BIBLIOGRAFÍA	126

Índice de Figuras

Figura 1. Principio de operación de una celda de combustible.	21
Figura 2. Diagrama de los componentes de la técnica de electrospinning de polímeros, fuente de alto voltaje y colector rotatorio conectado a tierra física.....	22
Figura 3. Ejemplo de celda de combustible de hidrógeno vista lateral.	23
Figura 4. Ejemplo de celda de combustible de hidrógeno vista isométrica.....	24
Figura 5. Funcionamiento de celda de combustible de etanol directo (CCED).....	28
Figura 6. Platos de interconexión de una CCED, la flecha amarilla señala la película de silicón aislante.	30
Figura 7. Estructura de materiales que conforman a la membrana.....	31
Figura 8. Diseños de los canales de flujo usados en celdas de combustible.....	33
Figura 9. Esquema de la curva de polarización en una CCED.	34
Figura 10. Esquema y partes de destilación sencilla.	38
Figura 11. MIP de Nafion® con catalizador de carbón.....	39
Figura 12. MIP solo Nafion®.....	40
Figura 13. Hoja de aloe vera que se usó como MIP en la CCED.....	40
Figura 14. Lignito en forma de rocas naturales.	41
Figura 15. Bentonita en forma de rocas naturales.	42
Figura 16. Rocas naturales de Clinoptilolita.	43
Figura 17. Equipo de electrospinning con jaula aislante.	45
Figura 18. Representación esquemática de la formación del cono de Taylor.	45
Figura 19. Filamento PLA utilizado. A) Etiqueta de especificaciones de marca (RoHS®), grosor (1.75mm) y color (transparente). B) Filamento enredado en el carrete plástico.	49
Figura 20. PVA utilizado. A) Etiqueta de especificaciones de marca (RoHS®), grosor (1.75mm) y color (natural). B) Filamento enredado en el carrete plástico.	50
Figura 21. Espectrofotómetro UV-Vis marca HACH® del laboratorio de del laboratorio de Química y Biocombustibles 304 multilaboratorios EMA7 de la Benemérita	

Universidad Autónoma de Puebla.....	51
Figura 22. Camino óptico para el espectrofotómetro UV-Vis.....	51
Figura 23. Refractómetro para grados Brix del del laboratorio de del laboratorio de Química y Biocombustibles 304 multilaboratorios EMA7 de la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla.....	52
Figura 24. Esquema de un equipo SEM.	53
Figura 25. Dispositivos de detección de corriente y voltaje útiles para visualizar el comportamiento de una CCED.....	54
Figura 26. Sistema de destilación de dos matraces.	58
Figura 27. Monitoreo del sistema simple de destilación.	58
Figura 28. Diagrama de flujo de destilación simple.....	59
Figura 29. A) Espectrofotómetro UV-Vis marca HACH® con tapa corrediza cerrada y B) Interfaz del equipo para selección de parámetros.....	60
Figura 30. Materiales utilizados para el espectrofotómetro UV-Vis. 1) Agua destilada (cero), 2) Alcohol etílico 99%, 3) Alcohol etílico 70%, 4) Bioetanol colectado tercera destilación.....	60
Figura 31. Vasos de precipitado de 50ml con 30ml de cada etanol.	61
Figura 32. Proceso de llenado de cubetas de espectrofotometría. A) Utilización de pipeta en vasos de precipitado. B) Transporte de las sustancias de la pipeta a las cubetas de espectrofotometría. C) Llenado de cubetas. D) Pipetas utilizadas en el proceso y pera de succión.	62
Figura 33. Colocación de la cubeta con las sustancias. A) Posicionamiento de la cubeta al espacio número 10 del espectrofotómetro HACH, señalado con la flecha roja. B) Cubeta posicionada correctamente.	62
Figura 34. A) Refractómetro de grados Brix. B) Escala visible a través del dispositivo.	63
Figura 35. Medición de temperatura de las tres muestras. A) Etanol 99%, B) Etanol 70%, C) Bioetanol tercera destilación.	64
Figura 36. A) Extracción de bioetanol mediante pipeta pasteur. B) Cabina de refracción del equipo refractómetro y paño de papel.	64

Figura 37. Refractómetro, matraces de aforo con diferentes concentraciones de etanol y termómetro de mercurio de 260°C.	65
Figura 38. A) Cable gris proveniente de la fuente CD de 40kV conectado a la protección de sobretensión y cable rojo calibre 12 conectado posterior a la protección. B) Cable rojo conectado a un caimán metálico.	68
Figura 39. Componentes de la torre de soporte impresa en 3D. A) Base carril fija. B) Torre vertical con carril. C) Base para punta metálica capilar.	69
Figura 40. Utensilios para obtención de materiales pulverizados. A) Mortero y Pistilo cerámico. B) Coladera de tamización.	72
Figura 41. A) Filamento PLA cortado. B) Pesaje del filamento PLA para las 3 soluciones distintas.	74
Figura 42. Cloroformo y tubo de ensayo utilizados para la adición de un agente diluyente a las soluciones previamente preparadas.	74
Figura 43. Pérdida de calor. Parrilla a 90°C, solución a 41.5°C.	75
Figura 44. Soluciones de materiales pulverizados, PLA y cloroformo. A) Solución para E.L. B) Solución para E.B. C) Solución para E.C.	75
Figura 45. A) Colocación del papel encerado alrededor del tubo rotor. B) Papel encerado colocado.	76
Figura 46. A) Colocación de la manguera gruesa al dispositivo de electrospinning. B) Colocación de la punta metálica a la base cuadrada de la torre ajustable. C) Jeringa con la solución de Lignito colocada correctamente en el sistema.	77
Figura 47. A) Regulación de la fuente CD SPELLMAN® a 35kV. B) Zoom a punta capilar metálica conectada a caimán conductor proveniente de la fuente CD, apreciación de los hilos formados a partir de la solución y proyectados hacia el rotor (cono de Tylor).	78
Figura 48. Membranas resultantes del proceso electrospinning. A) Membrana de la solución E.L. B) Membrana de la solución E.B. C) Membrana de la solución E.C.	79
Figura 49. Filamento PVA (lado izquierdo), filamento PVA cortado (lado derecho).	80
Figura 50. Alcohol utilizado para disolver el PVA y tubo de ensayo de 15ml utilizado	

para la adición a las soluciones.	81
Figura 51. Soluciones de PVA, alcohol 99% y agua destilada. A) Solución para E.L. B) Solución para E.B. C) Solución para E.C.....	81
Figura 52. Inyección de la solución de PVA con material pulverizado desde la jeringa hasta la punta capilar metálica.....	82
Figura 53. Membranas porosas obtenidas mediante síntesis de electrospinning. A) Membrana de solución del E.L. B) Membrana de solución del E.B. C) Membrana de solución del E.C.	83
Figura 54. Diferencia visible entre rangos de tiempo de funcionamiento del sistema electrospinning en transparencia y grosor. A) Membrana porosa del E.C. a los 40min. B) Membrana porosa del E.C. a los 80min. C). Membrana porosa del E.C. a los 120min.	84
Figura 55. MIP de N-C para la CEED.....	85
Figura 56. A) deposición de la membrana de Nafion® 117 en el vaso de precipitado. B) Vaso de precipitado con la membrana y recipiente de H_2O_2 al 3%. C) Monitoreo de temperatura del H_2O_2 con termómetro de mercurio.....	86
Figura 57. A) Colocación de la membrana de Nafion® 117 al interior del vaso de precipitado de 50ml. B) Vaso de precipitado con tapa de vidrio de reloj, en su interior se encuentra la membrana de Nafion® 117 y el agua desionizada a 100°C.....	87
Figura 58. A) Deposición de la membrana dentro del vaso de precipitado. B) Adición de H_2SO_4	87
Figura 59. A) Adición de H_2SO_4 concentración 1M al vaso de precipitado con la membrana de Nafion® 117 en su interior. B) Vaso cubierto debidamente con Parafilm y etiquetado para su reposo de 48hrs.....	88
Figura 60. Almacenamiento de la membrana de Nafion® 117 en la caja de Petri y H_2O desionizada para su posterior utilización.....	89
Figura 61. A) Corte de la pulpa de aloe vera. B) Corte de excedentes de Memb. A-C de 3cm de lado y 2mm de grosor.	89
Figura 62. A) Deposición del carbón lignito pulverizado sobre la membrana de aloe con	

isopo de algodón estéril. B) Membrana de aloe cubierta de carbón lignito pulverizado por una cara completa. C) Membrana cubierta de carbón lignito por ambas caras.	90
Figura 63. Electrodo sintetizado mediante electrospinning para la CCED A) E.L. B) E.B. C) E.C.....	91
Figura 64. Secuencia de posicionamiento para el EME de N117 mediante prensa caliente. ...	92
Figura 65. EME de E.L. con Memb. N117 mediante prensado caliente.	92
Figura 66. A) Componentes del ensamble de la CCED con la Memb. N-C y los E.L. B) Componentes del ensamble de la CCED con la Memb. N-C y los E.B. C) Componentes del ensamble de la CCED con la Memb. N-C y los E.C.	94
Figura 67. Placa plástica con orificios paralelos para flujo de oxígeno y pernos roscados metálicos.	94
Figura 68. Placa colectora de corriente catódica con terminal positiva.	95
Figura 69. EME de E.B. con Memb. N-C colocado sobre el colector de corriente catódico. ..	95
Figura 70. Ensamble con placa plástica, colector catódico, EME y colector anódico.	96
Figura 71. A) Vista superior del ensamble de la CCED con placa con orificios transversales. B) Vista lateral del ensamble de la CCED (las flechas rojas indican los orificios de llenado de bioetanol).	96
Figura 72. A) Vista superior del ensamble de la CCED con placa final. B) Vista lateral del ensamble de la CCED.	97
Figura 73. A) Ensamble final, llave Allen y llave hexagonal utilizadas para la sujeción de la CCED. B) Vista lateral del ensamble final de la CCED.	98
Figura 74. A) E.C y E.L de PVA. B) E.C. Disuelto en la CCED con Memb.117. C) E.L. Disuelto en la CCED con Memb.117.....	99
Figura 75. A) Multímetros posicionados en las terminales de la CCED. B) Agregación del bioetanol de tercera destilación como combustible de la CCED.	99
Figura 76. Sistema de detección de voltaje y corriente con ventilador suministrando aire a la CCED.	100
Figura 77. Deposición de oro sobre los electrodos de electrospinning. A) Equipo de	

Deposición de metales Sputtering utilizado. B) Muestras E.L, E.B. y E.C. con oro depositado.	101
Figura 78. A) Pinzas de manipulación del plato de muestras. B) Equipo SEM utilizado. La flecha roja señala la cámara de vacío dónde se colocaron las muestras de cada electrodo de electrosspining. La flecha verde señala la pantalla dónde son visibles las imágenes formadas por los electrones proyectados sobre las muestras.....	101
Figura 79. Longitud de onda-Absorbancia. Muestra de etanol 99%. De 190nm a 450nm, saltos de 1nm.....	103
Figura 80. Longitud de onda-Absorbancia. Muestra de etanol 70%. De 190nm a 450nm, saltos de 1nm.....	104
Figura 81. Longitud de onda-Absorbancia. Muestra de bioetanol. De 190nm a 450nm, Saltos de 1nm.	104
Figura 82. Curva de calibración de concentraciones de etanol (10%-99%) por el método de refracción de grados Brix.	106
Figura 83. Curvas características de la CCED utilizando EME con electrodos de Lignito y membrana de Nafion® con carbón. A) Densidad de corriente contra voltaje. B) Densidad de corriente contra densidad de Potencia.	108
Figura 84. Curvas características de la CCED utilizando EME con electrodos de Bentonita y membrana de Nafion® con carbón. A) Densidad de corriente contra voltaje. B) Densidad de corriente contra densidad de Potencia.	108
Figura 85. Curvas características de la CCED utilizando EME con electrodos de Clinoptilolita y membrana de Nafion® con carbón. A) Densidad de corriente contra voltaje. B) Densidad de corriente contra densidad de Potencia.	108
Figura 86. Curvas características de la CCED utilizando EME con electrodos de Lignito y membrana de Nafion®117. A) Densidad de corriente contra voltaje. B) Densidad de corriente contra densidad de Potencia.	110
Figura 87. Curvas características de la CCED utilizando EME con electrodos de Bentonita y membrana de Nafion®117. A) Densidad de corriente contra voltaje.	

B) Densidad de corriente contra densidad de Potencia.	110
Figura 88. Curvas características de la CCED utilizando EME con electrodos de Clinoptilolita y membrana de Nafion®117. A) Densidad de corriente contra voltaje. B) Densidad de corriente contra densidad de Potencia.	111
Figura 89. Curvas características de la CCED utilizando EME con electrodos de Lignito y membrana de Aloe con carbón lignito. A) Densidad de corriente contra voltaje. B) Densidad de corriente contra densidad de Potencia.	112
Figura 90. Curvas características de la CCED utilizando EME con electrodos de Bentonita y membrana de Aloe con carbón lignito. A) Densidad de corriente contra voltaje. B) Densidad de corriente contra densidad de Potencia.	113
Figura 91. Curvas características de la CCED utilizando EME con electrodos de Clinoptilolita y membrana de Aloe con carbón lignito. A) Densidad de corriente contra voltaje. B) Densidad de corriente contra densidad de Potencia.	113
Figura 92. E.L. Visto bajo SEM. A) Acercamiento x100. B) Acercamiento x500. C) Acercamiento x1,000.	115
Figura 93. E.B. Visto bajo SEM. A) Acercamiento x50. B) Acercamiento x100. C) Acercamiento x500.	116
Figura 94. E.C. Visto bajo SEM. A) Acercamiento x100. B) Acercamiento x500. C)Acercamiento x1,000.	117

Índice de Tablas

Tabla 1. Resumen de datos característicos para las diferentes celdas de combustible.	25
Tabla 2. Datos característicos de las celdas de combustible de alcohol directo.	26
Tabla 3. Comparativa de la densidad energética y calor de vaporización del metanol y el etanol.	27
Tabla 4. Principales componentes de una CCED.	29
Tabla 5. Comparativa de materiales para electrodos. Lignito, bentonita y clinoptilolita.	43
Tabla 6. Componentes del proceso de destilación sencilla.	55
Tabla 7. Correcciones de corrección de mediciones a grados Brix.	66
Tabla 8. Componentes fijos del sistema de síntesis electrospinning del laboratorio de Cabinas Industriales.	66
Tabla 9. Componentes desechables del sistema de síntesis electrospinning del laboratorio de Cabinas Industriales.	69
Tabla 10. Materiales Pulverizados.	72
Tabla 11. Gramaje de los materiales elegidos para electrospinning, electrodos PLA.	73
Tabla 12. Gramaje del PLA añadido a los materiales pulverizados.	73
Tabla 13. Parámetros para la síntesis electrospinning de E.L., E.B. y E.C con PLA.	78
Tabla 14. Gramaje de los materiales elegidos para electrospinning, electrodos PVA.	80
Tabla 15. Gramaje del PVA añadido a los materiales pulverizados.	80
Tabla 16. Parámetros para la síntesis electrospinning de E.L., E.B. y E.C con PVA.	83
Tabla 17. Tipo de EME realizados.	91
Tabla 18. Valores de longitud de onda y unidades de absorbancia de las tres muestras sometidas a UV-Vis de 190nm a 450nm.	104
Tabla 19. Pruebas de grados Brix de etanol 99%, etanol 70% y bioetanol de tercera destilación.	105
Tabla 20. Pruebas de grados Brix de etanol de 10% a 99%.	106
Tabla 21. Especificaciones y parámetros de la CCED sometida a pruebas de desempeño. ...	107
Tabla 22 Datos característicos de la CCED probada con membrana de N-C y los tres tipos	

de electrodos electrohilados.	109
Tabla 23 Datos característicos de la CCED probada con membrana de N117 y los tres tipos de electrodos electrohilados.	111
Tabla 24 Datos característicos de la CCED probada con membrana de A-C y los tres tipos de electrodos electrohilados.	113
Tabla 25 Eficiencia de la CCED con electrodos de electrospinning y Memb. N-C calculada a partir del potencial estándar de una celda de combustible de etanol.	117
Tabla 26 Eficiencia de la CCED con electrodos de electrospinning y Memb. N117 calculada a partir del potencial estándar de una celda de combustible de etanol.	118
Tabla 27 Eficiencia de la CCED con electrodos de electrospinning y Memb. A-C calculada a partir del potencial estándar de una celda de combustible de etanol.	118
Tabla 28 Valores de Potencia en μW de los tres diferentes pares de electrodos analizados con los tres tipos de MIP en la CCED.	119
Tabla 29 Precio estimado por gramo de los materiales actualmente usados en los electrodos de una CCED.	119
Tabla 30 Precio de electrodos de Pt y Pt-Ru usados actualmente en la CCED.	119
Tabla 31 Precio por gramo de los materiales utilizados para la fabricación de los electrodos para la CCED.	120
Tabla 32 Precio estimado para la fabricación de cada electrodo mediante la técnica de electrohilado.	120

Resumen

Las limitantes de la generación de energía eléctrica actual y el agotamiento de los recursos fósiles han impulsado el interés por otras fuentes de energía, las denominadas “fuentes de energías no convencionales”. Entre ellas se encuentran la energía solar, eólica, mareomotriz, geotérmica, las celdas de combustible y otras. Estas tecnologías prometen ser fuentes de energía eficientes y limpias.

Las celdas de combustible son dispositivos que convierten la energía química de un combustible directamente en electricidad por medio de reacciones electroquímicas.

La celda de combustible que utilizan etanol para su funcionamiento se le denomina CCED (celda de combustible de etanol directo). Se fabricaron electrodos con los materiales carbón Lignito, Bentonita y Clinoptilolita mediante la técnica de síntesis de electrospinning, para su funcionamiento y análisis dentro de una CCED. Dichos materiales fueron soportados sobre microhilos de dos tipos de polímero de impresión 3D (PVA y PLA).

Posteriormente, los electrodos fabricados fueron ensamblados a tres tipos de membranas de intercambio protónico (Nafion®-Carbón, Nafion®117 y Alore-Carbón Lignito) para su análisis de desempeño dentro de la CCED. Se realizaron curvas de polarización de densidad de corriente contra voltaje y densidad de corriente contra densidad de potencia de cada una de las pruebas realizadas.

El propósito de la investigación es estudiar y probar la posible utilización de materiales de bajo costo no convencionales para la fabricación de electrodos para una CCED.

Capítulo 1. Escenario del tema de investigación

1.1 Introducción

La sociedad actual es sinónimo de uso de energía eléctrica. El consumo de recursos fósiles para la obtención de esta energía ha incrementado de manera alarmante ocasionado que los niveles de contaminación ambiental principalmente por la emisión de gases de combustión hayan aumentado en los últimos 50 años trayendo consigo el calentamiento global, la generación de lluvia ácida y el aumento en el número de personas con enfermedades respiratorias [1]. Debido a este hecho, el uso e implementación de los recursos renovables como la energía solar, eólica y biomasa han ido desarrollándose para satisfacer las necesidades energéticas. Sin embargo, este tipo de fuentes de energía poseen problemas como la disponibilidad y la intermitencia.

Una de las alternativas para hacer frente a la situación ambiental global es el uso de celdas de combustible.

En principio, una celda de combustible opera como una batería, por ejemplo, genera electricidad electroquímicamente combinando hidrógeno y oxígeno sin ninguna combustión. Estas celdas no se agotan como lo haría una batería, ni precisan recarga, ya que producirán energía en forma de electricidad y calor siempre y cuando se les provea de combustible, el único subproducto que se genera es agua pura. En la práctica, la corrosión y la degradación de materiales y componentes de la celda pueden limitar su vida útil [2].

El núcleo de las celdas de combustible es la celda unitaria, el componente en que el dispositivo convierte la energía química en eléctrica, el cual consiste en un electrolito en contacto con un ánodo y un cátodo. Existe gran variedad de tipos de celdas de combustible, estas se clasifican y se diferencian de acuerdo con el tipo de electrolito que utilizan y el combustible que emplean para llevar a cabo las reacciones químicas para la obtención de energía. [3]. La celda de combustible de etanol directo o CCED, se diferencia de las otras debido a que al utilizar etanol como combustible, este puede generarse o producirse mediante procesos biológicos reutilizando desechos biodegradables y otros materiales de bajo costo, aunado a que el etanol es un material no tóxico y de fácil manejo. Es por este hecho por lo que se escoge a la CCED como objeto de estudio en el presente trabajo, para la fabricación de los electrodos utilizando carbón lignito, clinoptilolita y bentonita. Cabe mencionar que este tipo de celda no es perfecta, pues posee problemas en su funcionamiento como la baja densidad de potencia, el efecto crossover de etanol en la eficiencia de utilización de combustible, la estabilidad eléctrica, mecánica, térmica y la absorción de agua de la membrana de electrolito por nombrar algunas variables, sin embargo, el etanol posee una buena densidad energética, aproximadamente 19.6 MJ/L estando por encima del metanol que posee 16 MJ/L [4].

Los materiales con los que se fabrican los electrodos de la celda de combustible del presente trabajo son Clinoptilolita, Bentonita y carbón Lignito. Dichos materiales ya han sido evaluados por métodos de prueba de circuito abierto y voltamperometría cíclica, sin embargo, se busca implementar la fabricación de estos materiales por medio del método de síntesis Electrospinning para estudiar el cambio positivo o negativo en las propiedades necesarias para una CCED de cada material.

1.2 Planteamiento del problema

Los adelantos tecnológicos de los últimos años han permitido que las celdas de combustible sean usadas como fuentes de apoyo para los sistemas de potencia eléctrica, en energía para sistemas de transporte, aplicaciones industriales, portátiles, residenciales entre otros. Sin embargo, debido al costo actual de los materiales que utilizan las celdas de combustible no siempre resulta asequible y viable la utilización de esta fuente de energía. Por lo tanto, es menester investigar y realizar propuestas de utilización de materiales de fácil obtención, bajo costo y electroquímicamente útiles para los sistemas de celdas de combustible [5]. Cabe mencionar que una parte importante de la presente investigación es estudiar y verificar si los materiales escogidos para la investigación (lignito, bentonita y clinoptilolita) son buenos candidatos para ser electrohilados, puesto que regularmente se utilizan polímeros degradables o biodegradables distintos a los antes mencionados. Los materiales candidatos para la utilización del electrospinning pretenden ser usados en una solución junto con materiales añadidos (polímeros o biopolímeros) para hacer posible un buen electrohilado.

Por otra parte, si bien el método de síntesis de electrospinning ha sido utilizado para la fabricación de membranas que resultan útiles en diferentes campos como la medicina o el tratamiento de agua, no existe mucha información de investigaciones que hayan utilizado este método para la fabricación de componentes para celdas de combustible [6].

1.3 Justificación

En la actualidad, las celdas de combustible son sistemas comprobados y útiles para la generación de energía renovable, si bien por si solas no son el remplazo de los combustibles fósiles, si son una alternativa para hacer frente a los problemas que se originan en la quema de combustibles convencionales para la obtención de energía. El presente trabajo se centra en la investigación de un método poco estudiado para la fabricación de componentes de bajo costo para las celdas de combustible [7].

Existen estudios donde los materiales carbón lignito, clinoptilolita y bentonita fueron utilizados para la fabricación de electrodos en una celda de combustible de tipo etanol directo, los resultados arrojados de estos estudios y las pruebas realizadas a dichos electrodos determinan que la implementación de materiales alternativos a los metales preciosos y otros

componentes en las celdas de combustible es posible, sin embargo, aún se requiere más investigación al respecto [4,8].

Se propone la utilización del carbón lignito, bentonita y clinoptilolita para la fabricación de electrodos de una celda de combustible de etanol directo. El método de síntesis de electrospinning podría hacer posible que se tenga más control sobre la morfología de los materiales en los electrodos ya que posee parámetros ajustables que abren una ventana de posibilidades de investigación en la fabricación de membranas de diferentes materiales. Es por eso por lo que se escoge este método de síntesis. Cabe recalcar que al utilizar una fuente de alto voltaje y al ser las piezas de este sistema de electrospinning en su mayoría impresas en 3D, resulta ser un método con potencial de investigación y mejoramiento u optimización. Se hizo uso del equipo de electrospinning del laboratorio de cabinas industriales 306 del edificio multilaboratorios EMA 7 de la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla.

1.4 Objetivos

1.4.1 General

Fabricación de electrodos para una celda de combustible de etanol directo utilizando lignito, bentonita y clinoptilolita mediante síntesis de electrospinning.

1.4.2 Específicos

- Llevar a tercera destilación el bioetanol colectado en el laboratorio de química para su uso en una celda de combustible de etanol directo.
- Preparar soluciones de lignito, bentonita y clinoptilolita cada una mezclada con polímeros adecuados para la realización de electrospinning.
- Fabricar membranas con dichas soluciones utilizando el equipo de electrospinning.
- Fabricar electrodos para una CCED a partir de las membranas hechas mediante electrospinning,
- Evaluar el desempeño de los electrodos fabricados a base de lignito, bentonita y clinoptilolita dentro de una CCED.

1.5 Hipótesis

Al sintetizar los electrodos de lignito, bentonita y clinoptilolita mediante el método de electrospinning, su desempeño mejorará comparado con los resultados conocidos e investigados previamente debido al incremento de la superficie de contacto disponible dentro de una celda de combustible de etanol directo.

1.6 Antecedentes

Celdas de combustible

El principio de la celda de combustible fue descubierto por el científico Christian Friedrich Schönbein en Suiza en 1838 y publicado en la edición de enero de 1839 del "Philosophical Magazine". De acuerdo con este trabajo, la primera celda de combustible fue desarrollada por Sir William Grove un científico galés quién realizó un primer boceto que fue publicado en 1843 utilizando materiales similares a los usados hoy en día para la celda de combustible de ácido fosfórico, pero no fue hasta 1959 cuando el ingeniero británico Francis Thomas Bacon desarrolló con éxito una celda inmóvil de combustible de 5 kilovatios. En este mismo año, un equipo encabezado por Harry Ihrig construyó un tractor basado en una celda de combustible de 15 kilovatios en los Estados Unidos. Este sistema utilizó hidróxido del potasio como electrolito e hidrógeno y oxígeno comprimidos como reactivos y más adelante una unidad de 5 kW capaz de accionar una máquina de soldadura, que condujo a que las patentes de Bacon fuesen utilizadas en el programa espacial de los Estados Unidos en los años 60 para proveer de electricidad y de agua potable a los astronautas [9].

Paralelamente, General Electric desarrolló la primera celda de combustible utilizando una membrana intercambiadora de protones para las misiones espaciales Gemini. Sin embargo, las misiones espaciales Apolo y las misiones subsecuentes Apolo-Soyuz, de Skylab, y de transbordadores espaciales utilizaron celdas de combustible basadas en el diseño de Bacon debido a que mostraban mayor desempeño y eficiencia que los modelos de General Electric [10].

UTX, subsidiaria de UTC Power fue la primera compañía en fabricar y comercializar un sistema de gran escala, inmóvil de celdas de combustible para su uso como central eléctrica de cogeneración en hospitales, universidades, y grandes edificios de oficinas. La empresa UTC Power continúa comercializando esta celda de combustible como el PureCell 200, un sistema de 200 kilovatios. y sigue siendo el único proveedor de celdas de combustible a la NASA para su uso en vehículos espaciales, proveyendo las misiones Apolo y actualmente el transbordador espacial, y está desarrollando celdas de combustible para automóviles, autobuses, y las antenas de telefonía móvil. En el mercado de los automóviles basados en celdas de combustible, UTC Power expuso la primera celda de combustible capaz de comenzar a funcionar a bajas temperaturas con su celda automotora de combustible de membrana de intercambiadora de protones [11].

La manera en que operan las celdas de combustible consiste en dos electrodos, un ánodo y un cátodo, separados por un electrolito. Por ejemplo, el oxígeno proveniente del aire pasa sobre un electrodo y el hidrógeno pasa sobre el otro.

Cuando el hidrógeno es ionizado en el ánodo se oxida y pierde un electrón; cuando ocurre esto, el hidrógeno oxidado (ahora en forma de protón) y el electrón toman diferentes caminos migrando hacia el segundo electrodo llamado cátodo. El hidrógeno lo hará a través del electrolito mientras que el electrón lo hace a través de un material conductor externo (carga).

Al final de su camino ambos se vuelven a reunir en el cátodo donde ocurre la reacción de reducción o ganancia de electrones del oxígeno para formar agua junto con el hidrógeno oxidado. Así, este proceso produce agua pura, corriente eléctrica y calor útil para energía térmica [12].

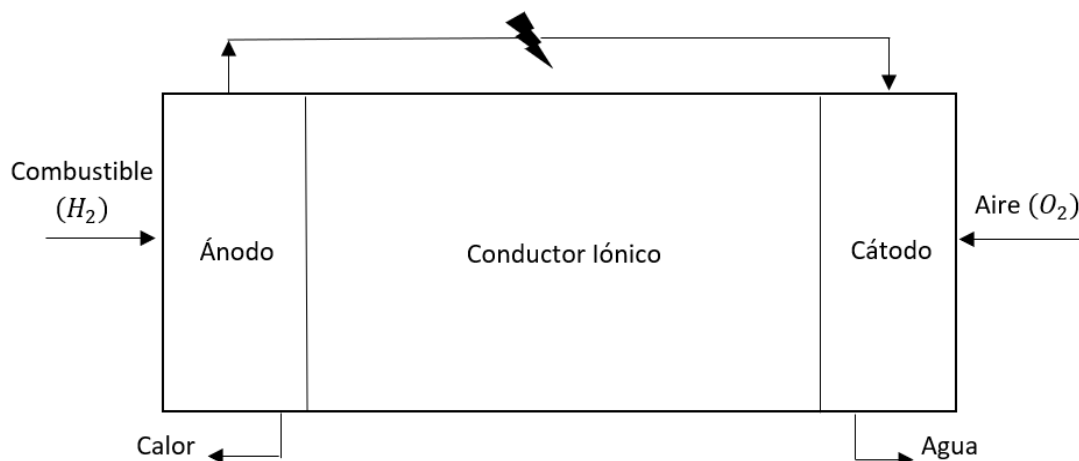


Figura 1. Principio de operación de una celda de combustible. Fuente: Autoría propia.

Las primeras celdas de combustible solían requerir temperaturas muy elevadas que eran un problema en muchos usos. Sin embargo, siguieron siendo investigadas debido a las grandes cantidades de combustible disponibles. No obstante, los materiales utilizados en las celdas de combustible han resultado ser extremadamente caros y las celdas de combustible de este tipo requieren hidrógeno y oxígeno muy puros [13].

A pesar de su éxito en programas espaciales, los sistemas con celdas de combustible eran limitados a estos emprendimientos en donde el alto costo se podía tolerar. No fue hasta el final de los 80 y principios de los 90 en que las celdas de combustible se convirtieron en una opción verdadera de uso más amplio.

Varias innovaciones, catalizador con menos platino y electrodos de película fina, bajaron el costo de esta tecnología, haciendo que el desarrollo de este tipo sistemas de generación de energía fuese más viable [14].

Electrospinning

La técnica de electrospinning proviene de los primeros experimentos en electrospray de Rayleigh en 1897 y del estudio detallado de Zeleny en 1914. Sin embargo, fue Formhals quien la patentó en 1934. Formahls inventó el aparato electrostático de electrospinning, donde a una solución polimérica se le aplicó un campo eléctrico proveniente del electrodo de polaridad negativa para formar fibras delgadas que eran atraídas a un electrodo móvil de

polaridad positiva. Un dispositivo con una cinta segmentada recolectaba las fibras astilladas, que luego eran removidas con un cilindro. Formahls electrohiló acetato de celulosa disuelto en etilenglicol, a un voltaje de 57kV. Posteriormente, en 1994 se le dio el nombre a la técnica como electrospinning, término que se deriva de “hilado electrostático”. Esto fue en base al trabajo de Taylor en 1969 sobre chorros dirigidos a un colector mediante la influencia de un campo eléctrico. Como es posible notar, a pesar de que el término de “electrospinning” es reciente, sus orígenes son relativamente antiguos [15].

La técnica de electrospinning es una técnica que se ha usado para elaborar fibras ultrafinas. Estas nano fibras son de gran interés debido a las propiedades únicas que poseen, como la gran superficie de contacto y alta porosidad y se pueden elaborar a partir de soluciones poliméricas de diversos materiales biodegradables y no biodegradables incluyendo polímeros, composites y cerámicos. Esta técnica se aplicó con éxito a más de 100 tipos de polímeros naturales y sintéticos y permitió obtener microfibras y nano fibras con diámetros que van desde tamaños submicrométricos a escalas nanométricas [5,16]. La técnica consiste en inyectar soluciones de polímeros a través de campos eléctricos de gran intensidad que supere las fuerzas de la tensión superficial en la solución de polímero cargado. De esta forma, a un voltaje determinado, finos chorros de solución son expulsados desde un capilar hasta el colector. Posteriormente el chorro se mueve en la dirección del campo eléctrico, con elongación de acuerdo con las fuerzas externas e internas, experimentando inestabilidad en algunas ocasiones. El disolvente se evapora y los segmentos de fibras son depositados al azar en un sustrato [7].

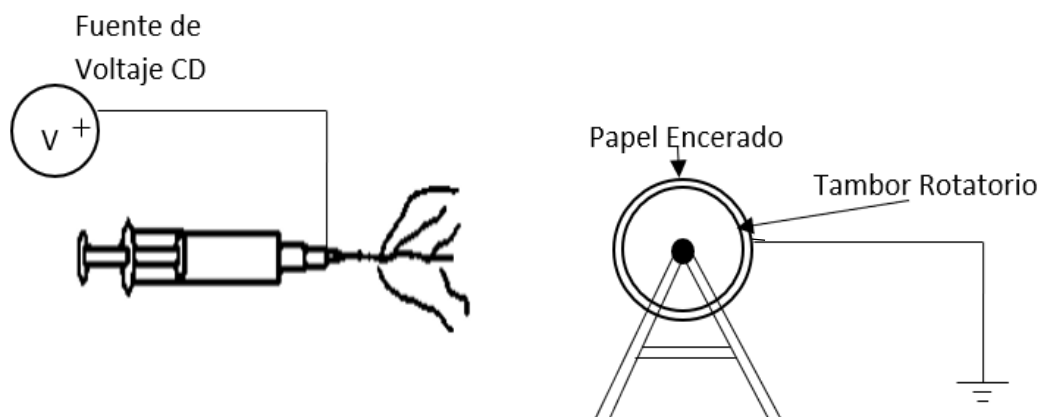


Figura 2. Diagrama de los componentes de la técnica de electrospinning de polímeros, fuente de alto voltaje y colector rotatorio conectado a tierra física. Fuente: Autoría propia.

Capítulo 2: Marco Teórico

2.1 Celdas de Combustible

Una celda de combustible es un dispositivo electroquímico capaz de convertir la energía química contenida en un combustible directamente en energía eléctrica por medio de reacciones electroquímicas. Cuando se utiliza hidrógeno como combustible, solamente se tienen como subproductos calor y agua [17]. En el caso de las celdas de combustible de alcohol directo, los combustibles empleados son alcoholes de bajo peso molecular como: metanol, etanol, propanol, etilenglicol o butanol [18]. Estos alcoholes poseen una densidad energética similar a la gasolina y su almacenamiento, distribución y comercialización se puede realizar con infraestructura actual. Dentro de estos alcoholes, el etanol ha llamado mucho la atención porque puede ser producido fácilmente a partir de la fermentación de cualquier materia prima rica en azúcares. Las celdas que utilizan el etanol como combustible se conocen como celdas de combustible de etanol directo (CCED). La transformación de energía se logra por medio de un proceso de electro-oxidación, no se producen óxidos de nitrógeno y se realiza con una alta eficiencia termodinámica.

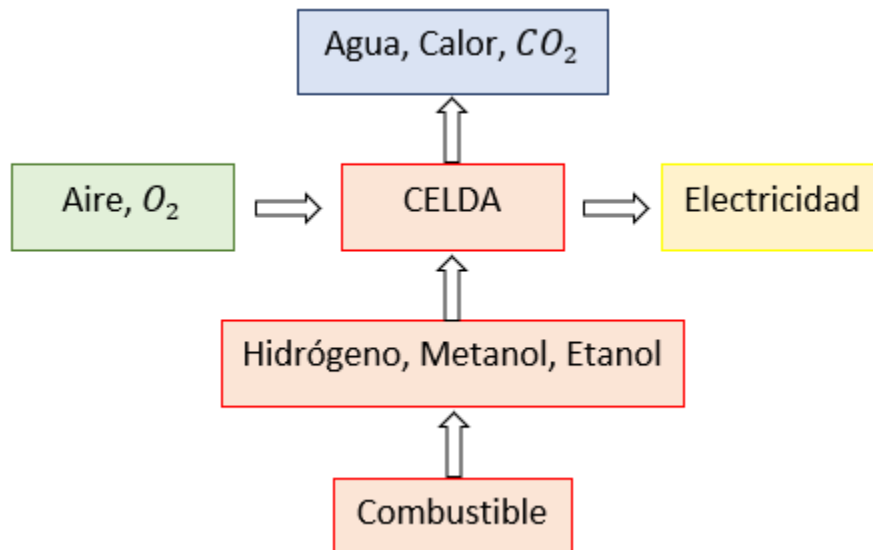


Figura 3. Diagrama general de generación de electricidad en una celda de combustible. Fuente: Autoría propia.

Una celda de combustible está integrada por dos placas en las cuales se maquinan los canales de flujo y que a su vez sirve como colector de corriente. El ensamble membrana-electrodo (EME) va entre estas dos placas y para evitar fugas de combustible se utiliza películas de silicón entre las placas y el EME. La celda se une por medio de tornillos, a las cuales se les aplica un determinado torque y la carga se conecta a la celda a través de los bornes de

potencial. La unión de dos o más celdas de combustible da como resultado lo que se conoce como una batería de celdas de combustible. La conexión de este conjunto de celdas usualmente es serie, aunque podrían conectarse en paralelo, esto dependerá del voltaje o la corriente nominal que se desea obtener.

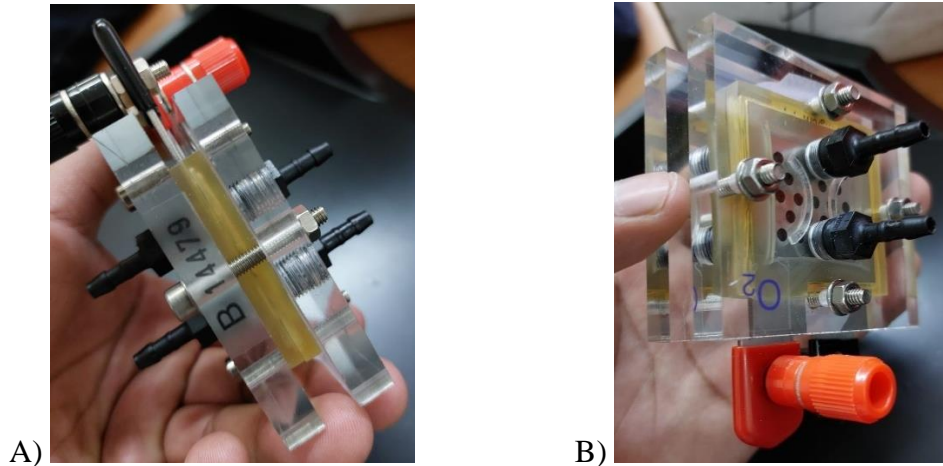


Figura 4. A) Ejemplo de celda de combustible de hidrógeno vista lateral, B) Ejemplo de celda de combustible de hidrógeno vista isométrica. Fuente: Autoría propia.

Las celdas de combustibles pueden ser utilizadas en aplicaciones portátiles, aplicaciones estacionarias o en el campo del transporte automotriz, y con esto se puede reducir la energía proveniente de combustibles fósiles.

2.1.1 Tipos de Celdas de Combustible

Las celdas de combustible se clasifican de acuerdo con el electrolito que utilizan o la temperatura con la que operan. Los siguientes tipos son los más comunes:

CCA: celda de combustible alcalina

CCMIP: celda de combustible de membrana de intercambio protónico o membrana electrolítica polimérica

CCAF: celda de combustible de ácido fosfórico

CCCF: celda de combustible de carbonato fundido

CCOS: celda de combustible de óxido sólido

A continuación, la *Tabla 1* muestra una comparativa de las cualidades y características de los diferentes tipos de celdas de combustible.

Tabla 1. Resumen de datos característicos para las diferentes celdas de combustible. Fuente: Adaptado de W. J. Pech, "Desarrollo De Una Celda De Etanol Directo (DEFC)" Tesis, Unidad de Energía Renovable-CICY, Mérida Y. 2011.

Tipo de Celda de Combustible	Electrolito	Temperatura de Operación	Ion Libre	Principal Contaminante	Potencia de Trabajo	Aplicaciones
Alcalina (CCA)	<i>Solución de hidróxido de potasio en agua movilizada o inmovilizada en una matriz porosa.</i>	50-250°C	OH^-	CO_2	Hasta 5kW	Aplicaciones espaciales.
Membrana de Intercambio Protónico (CCMIP)	<i>Polímeros ácidos Perfluorosulfonados.</i>	25-100°C	H^+	CO_2	Hasta 10 kW	Usos residenciales, automoviles, equipos electrónicos de baja potencia.
Ácido Fosfórico (CCAF)	<i>Ácido fosfórico retenida en una matriz cerámica porosa de carburo de silicio (SiC).</i>	150-220°C	H^+	Sulfuros y altos niveles de CO	200 kW	Usos industriales, hospitales, comercios y hoteles.
Carbonatos Fundidos (CCCF)	<i>Mezcla de carbonatos alcalis (carbonatos de litio, sodio o potasio) retenidos en una matriz cerámica de $LiAlO_2$.</i>	600-800°C	CO_3^{2-}	Sulfuros	Hasta capacidades de MW	Uso industrial, desarrollos hoteleros y sistemas de generación de energía de una red eléctrica.
Óxido Sólido (CCOS)	<i>Óxidos metálicos no porosos como Itria (Y_2O_3) estabilizada con Zirconia (ZrO_2).</i>	500-1000°C	O_2^-	Sulfuros	Hasta capacidades de MW	Uso industrial y sistemas de generación de energía de una red eléctrica.

La clasificación que se les da a las celdas de acuerdo con su temperatura de operación es: baja, media y alta temperatura. Además, una sub-clasificación que se da es por el combustible que utiliza, por ejemplo, para las celdas tipo CCMIP que utilizan el etanol de manera líquida su nomenclatura queda como CCED (celda de combustible de etanol directo).

2.1.2 Celdas de Combustible de Alcoholes

Los alcoholes de bajo peso molecular como es el metanol, etanol, etilenglicol y n-propanol se han propuestos como combustibles para las celdas tipo MIP y se alimentan de manera directa, sin pasar por alguna reformación, dando así a las celdas denominadas “celdas de combustible de alcohol directo” o mejor conocidas como CCED [18]. Los alcoholes utilizados como combustibles en las celdas presentan grandes ventajas sobre el hidrógeno, son fáciles de almacenar, manejar, rellenar, transportar y se puede utilizar la infraestructura de la gasolina actualmente disponible, con pequeñas modificaciones [18].

Tabla 2. Datos característicos de las celdas de combustible de alcohol directo. Fuente: Autoría propia.

Tipo de Celda	Electrolito	Temperatura de Operación	Ion Libre	Principal Contaminante	Potencial de Trabajo	Aplicaciones
De Alcohol Directo	<i>Polímeros ácidos perfluorosulfonados</i>	<i>25-100°C</i>	<i>H⁺</i>	<i>CO y subproductos de reacción</i>	<i>hasta 5 kW</i>	<i>Usos residenciales, automoviles, equipos electrónicos de baja potencia.</i>

El metanol ha sido ampliamente estudiado en las celdas tipo MIP y se han obtenido buenas eficiencias y densidades de potencia, sin embargo, el metanol como combustible presenta algunas desventajas: es tóxico, puede producir desde un simple dolor de cabeza hasta la muerte, posee un bajo punto de ebullición, aumenta el riesgo de incendio y también existe mayores emisiones por su evaporización y el más importante, su obtención por medio de recursos naturales es costoso [18].

Debido a las desventajas que presenta el uso del metanol se ha prestado mayor interés a otros alcoholes de bajo peso molecular como son el etanol, etilenglicol, n-propanol. El etanol promete ser uno de los combustibles que, al ser utilizado en las celdas de alcohol directo, dará mejores eficiencias energéticas a un menor precio de inversión. El etanol es fácil de producir a partir de la fermentación de material orgánico que contenga azúcares [18].

Tabla 3. Comparativa de la densidad energética y calor de vaporización del metanol y el etanol. Fuente: Autoría propia.

COMBUSTIBLE	FÓRMULA	Densidad Energética (MJ/L)	Calor de Vaporización (MJ/kg)
Metanol	CH_3OH	16	1.2
Etanol	C_2H_5OH	19.6	0.92

Las CCAD al usar combustibles líquidos, sin pasar por ningún proceso de reformación, presenta ventajas sobre las demás celdas de intercambio protónico; sin embargo, aún no se puede pensar en darles aplicaciones prácticas debido a las bajas eficiencias que se han logrado. Los principales problemas que presentan las CCAD son [19]:

- 1) La lenta cinética de reacción de oxidación de los combustibles.
- 2) Envenenamiento del ánodo por intermediarios producto de la reacción.
- 3) La difusión del combustible hacia el lado del cátodo.

2.1.3 Celdas de Combustible de Etanol Directo.

La celda de etanol directo genera electricidad a partir de reacciones electroquímicas que se dan en el ánodo y en el cátodo, y ésta será de manera continua siempre y cuando se suministren los reactantes a dicha celda, esto es una ventaja comparada con las baterías, las cuales se requieren recargar. Para su funcionamiento, la CCED utiliza una disolución de agua-etanol la cual es suministrada en el lado del ánodo, mientras en el cátodo se suministra oxígeno o aire tomado del medio ambiente.

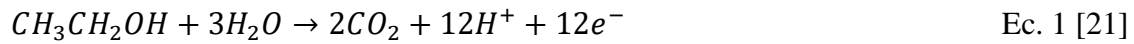
La mayor parte de la energía eléctrica que se produce en el mundo es por procesos de combustión interna, ya sea plantas termoeléctricas o por plantas de ciclo combinado. Las celdas de combustible prometen ser más eficientes que los procesos de combustión ya que no siguen el teorema de Carnot, así que altas eficiencias son esperadas (40 al 50% en energía eléctrica y 80 a 85% en procesos de cogeneración), se generará más energía eléctrica con menor cantidad de combustible y por ende menor cantidad de CO₂ [20].

Actualmente, las celdas de combustibles no se pueden aplicar de manera práctica, ya que no son viables técnicamente y tampoco económicamente. Los problemas de eficiencia de las celdas han frenado su implementación en la vida cotidiana, sólo cuando se logren vencer los problemas de eficiencia podremos hacer uso de esta tecnología.

2.1.4 Principio de Funcionamiento de la Celda de Etanol Directo

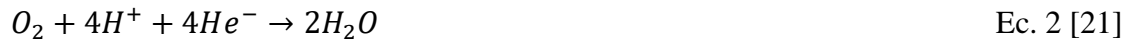
La *Figura 5* ilustra el principio de funcionamiento de la celda de combustible de etanol directo. La celda electroquímica está formada por dos electrodos los cuales son conductores eléctricos y se denominan:

Ánodo: es el polo negativo de la celda y aquí se dan los procesos de electro-oxidación del etanol representado por:



$$E_1^0 = 0.085 \text{ V}$$

Cátodo: Es el polo positivo de la celda, aquí se da la electro-reducción del oxígeno y es como sigue:



$$E_1^0 = 1.299 \text{ V}$$

Donde E_1^0 son los potenciales referidos al electrodo de hidrógeno. Estos electrodos están separados por un electrolito sólido a la cual se conoce como “membrana de intercambio protónico” el cual es un conductor iónico y un aislante eléctrico.

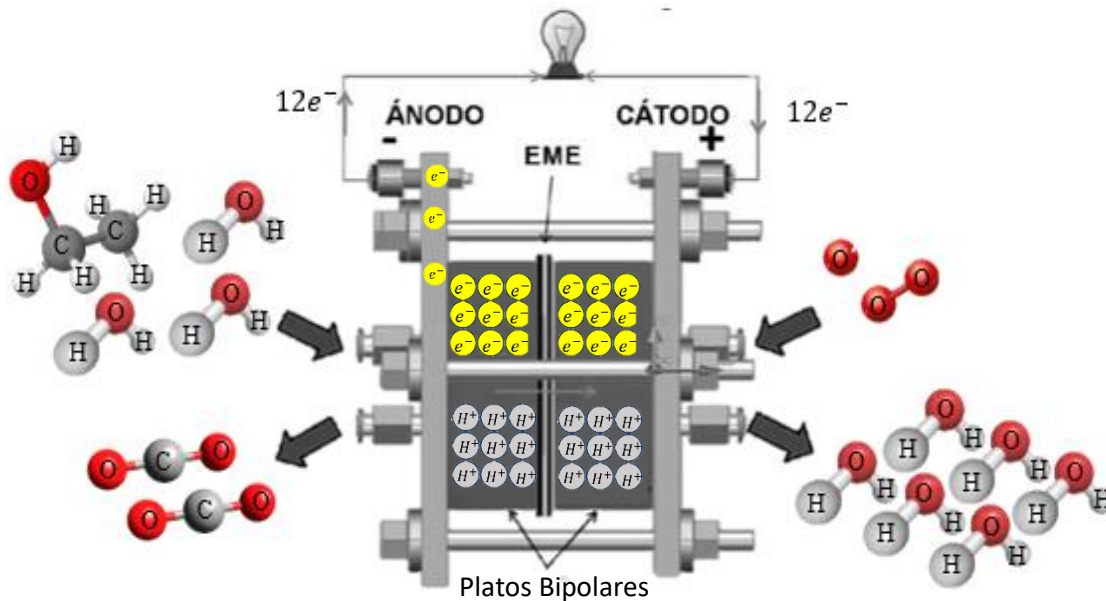
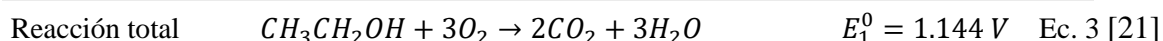
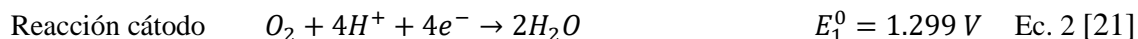
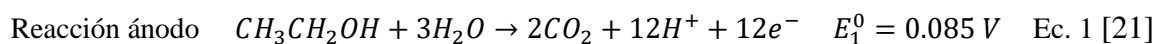


Figura 5. Funcionamiento de celda de combustible de etanol directo (CCED). Fuente: W. J. Pech, "Desarrollo De Una Celda De Etanol Directo (DEFC)" Tesis, Unidad de Energía Renovable-CICY, Mérida Y. 2011.

El funcionamiento de la celda de etanol directo se puede resumir como sigue: Una solución de agua-etanol es alimentada en el compartimento del ánodo, éste llega hasta el electrodo donde con ayuda del electro-catalizador el etanol es oxidado produciéndose de esta manera

el dióxido de carbono y al mismo tiempo se desprenden 12 electrones y doce protones, los protones pasan hacia el cátodo a través de la membrana de intercambio protónico mientras los electrones llegan al cátodo a través del circuito eléctrico externo (aquí se conecta la carga eléctrica para aprovechar la energía eléctrica generada en la reacción electroquímica). En el cátodo el oxidante, ya sea oxígeno puro o aire tomado del medio ambiente, reacciona con los protones y electrones que vienen del ánodo produciendo agua.

La reacción total en la celda es:



De las reacciones anteriores se puede ver que la celda consume tres moles de oxígeno por cada mol de etanol y produce dos moles de bióxido de carbono y tres moles de agua. También se puede observar que 12 electrones son liberados en el lado del ánodo y que migran hacia el cátodo a través del circuito externo.

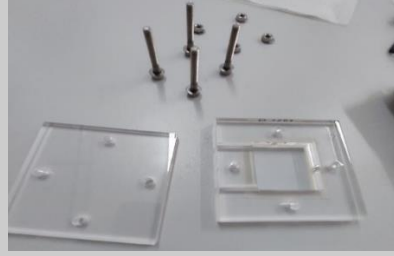
2.1.5 Componentes

La celda de combustible de etanol directo está formada por tres elementos principales, que son: ensamble membrana-electrodo (EME), los colectores de corriente, y los platos de interconexión. El desempeño de la celda depende de la eficiencia en que cada elemento lleve a cabo su función individual.

Tabla 4. Principales componentes de una CCED. Fuente: Autoría propia.

COMPONENTE	IMAGEN
<i>EME</i>	
<i>Colectores de Corriente</i>	

Platos de Interconexión



El EME está formado por la membrana de intercambio protónico, los electrodos y el catalizador. En el EME es donde se llevan a cabo las reacciones electroquímicas del etanol y del oxígeno, para la generación de energía eléctrica y para poder hacer uso de estas corrientes que se producen se requieren colectores, los cuales deben ser de un material resistente a la corrosión, presentar baja resistencia eléctrica y buena conducción térmica [21].

La celda de etanol directo utiliza una disolución agua-etanol y esta debe llegar hasta el EME, para lograr esto se utilizan canales de flujo las cuales se maquinan en placas de materiales que posean baja resistencia eléctrica y soportar ambientes corrosivos. Para evitar fugas de combustible se utilizan películas de silicón (*Figura 6*), el silicón es un material inerte resistente a la corrosión y a altas temperaturas de operación.



*Figura 6. Platos de interconexión de una CCED, la flecha amarilla señala la película de silicón aislante.
Fuente: Autoría propia.*

Actualmente, el estudio a detalle de cada componente de la celda de etanol directo ha llevado a un mejoramiento en el desempeño global de la celda; pero está aún lejos de obtener eficiencias que lleven a la celda a ser un medio rentable de generación de energía eléctrica. No olvidemos que el etanol tiene una densidad de energía de 19.6MJ/L y por eso es uno de los combustibles prometedores al ser usado en las CCAD.

Para mejorar la eficiencia de la celda es necesario comprender a detalle la función individual de cada componente, un estudio y análisis puntual de cada uno de estos llevara a la obtención de mejor desempeño.

2.1.5.1 Membrana De Intercambio Protónico

Al igual que en las celdas de hidrógeno las celdas de etanol directo usan un electrolito sólido conocido como “membrana de intercambio protónico” el cual es un ionómero. Un ionómero es un polímero conductor iónico que se encuentra formado por cadenas de tetrafluoroetileno y se obtiene modificando la cadena del polietileno como se puede observar en la *Figura 7*. Al sustituir fluor en lugar de hidrógeno en la cadena del polietileno, proceso llamado

perfluoronación, se obtiene el polímero llamado politetrafluoretileno o mejor conocido como teflón. El poli-tetrafluoretileno juega un papel muy importante en el desempeño de la membrana. Los enlaces carbono-fluor son fuertes por lo que le da propiedades de durabilidad y resistencia en ataques químicos.

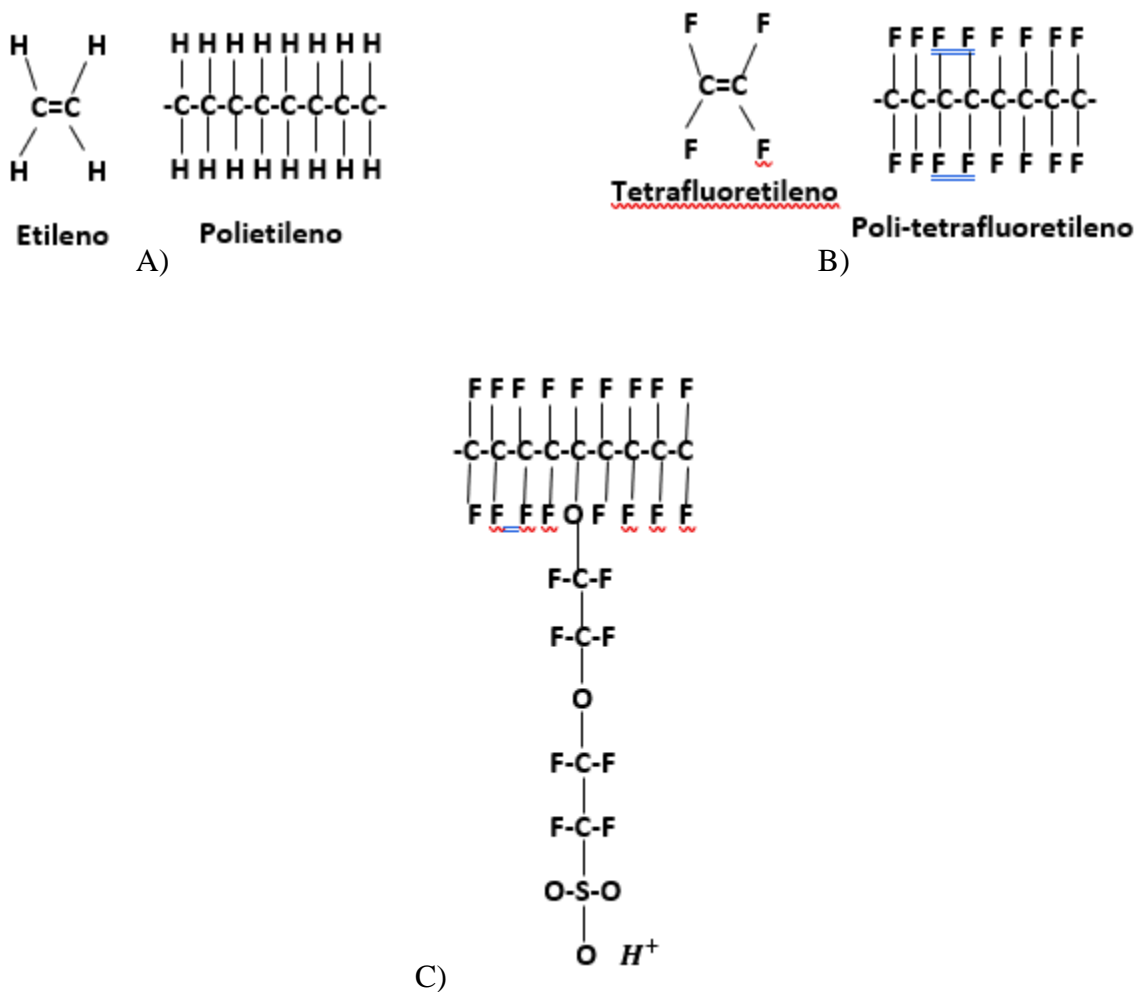


Figura 7. Estructura de materiales que conforman a la membrana. A) Estructura del polietileno. B) estructura del poli-tetrafluoretileno. C) estructura del fluoretileno sulfonado. Fuente: Adaptado de S. Rousseau, C. Coutanceau, C. Lamy, J. M. Léger. “Direct Ethanol Fuel Cell (DEFC): Electrical Performances and Reactions Products Distribution Under Operating Conditions with Different Platinum-based Anodes.” J. of Power Sources, Vol. 158, pp 18-24, 2006.

El poli-tetrafluoretileno no es un conductor iónico, así que es necesario sulfonar este polímero, agregando ácido sulfónico HSO_3 , el resultado es que al estar presentes los iones H^+ y SO_3^- existe una fuerte atracción entre los iones positivo y negativo de cada molécula. Otra característica de suma importancia es que el HSO_3 es altamente hidrofílico, por lo que crea regiones hidratadas donde los iones H^+ son débilmente atraídos por los grupos SO_3^- y se pueden mover con gran facilidad. En una membrana bien hidratada se puede conseguir una conductividad de hasta $0.1 S cm^{-1}$ y si la cantidad de agua disminuye la conductividad también [21].

2.1.5.2 Electrodo

Para poder recolectar los electrones y protones, productos de la reacción electroquímica que se lleva dentro de la celda se usan electrodos de materiales como fibras de carbón o tela de algodón con carbón disperso. Además de servir como conductor eléctrico, los electrodos realizan otras tareas de suma importancia y que se enumeran como sigue [19]:

- 1) Sirve como difusor del combustible, es decir, se encarga de distribuir y hacer llegar, de la manera más apropiada, el combustible en el área catalítica.
- 2) Evita el contacto directo entre catalizador y la placa que contiene los canales de flujo.
- 3) Proveer un camino para la expulsión de los productos y subproductos de la reacción.
- 4) Colecta los electrones que se producen

Para poder cumplir estas funciones los electrodos deben estar fabricados de materiales capaces de realizar todas las funciones. Actualmente, se utiliza fibras de papel carbón y tela de algodón con carbón disperso, y se les agrega un material hidrofóbico (Teflón®), la función del teflón es evitar que el agua se quede cerca de los sitios catalíticos y evite el contacto de los gases, además ayuda a remover el agua en el lado del cátodo, producto de la reacción.

2.1.5.3 Superficie Catalítica y electrocatalizador

Para aumentar la cinética de reacción en la celda de etanol directo, se utilizan catalizadores. Los catalizadores que se han probado en la celda de etanol directo son Pt, Pt-Ru, Pt-Mo y Pt-Sn soportados sobre carbón. A pesar de los avances que se tienen en el estudio de catalizadores para la oxidación del etanol en el lado del ánodo de la celda, la cinética de reacción es aún lenta y la oxidación de etanol a CO_2 (sin la presencia de subproductos en cantidades considerables) todavía no se ha podido alcanzar.

La mayoría de los catalizadores se encuentran soportados sobre carbón (carbón vulcan XC72), aunque en el caso de utilizar platino platinado se puede prescindir del soporte del carbón.

La cantidad de catalizador presente en lado de ánodo o cátodo comúnmente se expresa por centímetro cuadrado y sólo representa el metal y no la combinación de carbón-metal. En el caso de celdas de etanol directo, la cantidad de catalizador por centímetro cuadrado es aún muy grande comparado con la de las celdas de hidrógeno, cantidades como 0.5, 1, 2, hasta $4\text{mg}/\text{cm}^2$ de catalizador se depositan actualmente en las CCED. [19].

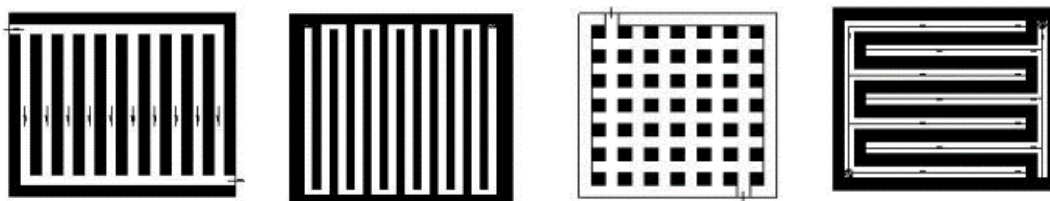
2.1.5.4 Canales de Flujo

Los platos en las celdas de combustibles juegan un papel muy importante y las funciones que tiene son [19]:

- La distribución uniforme de los reactantes
- Funge como conductor y colector de corriente eléctrica
- Remueve el calor y agua excedente, producto de las reacciones
- Ofrece rigidez y la resistencia mecánica adecuada a la celda

La eficiencia de la celda está estrechamente relacionada con el diseño de los canales de flujo. Un estudio y simulación del comportamiento de las presiones y velocidades del flujo dentro de dichos canales da una información valiosa, que se puede usar para elegir el diseño de los campos de flujo. El uso de software para la simulación del comportamiento de los reactantes y productos dentro de los canales de flujo disminuye considerablemente el tiempo de investigación, y por lo tanto el costo económico que se tendría que realizar para obtener de manera práctica estos resultados; es decir, para saber el comportamiento de los canales de flujo en la celda de combustible se tendrían que maquinar los platos y hacer pruebas físicamente.

Existen diferentes diseños de canales de flujo para las celdas tipo CCMIP como son: mallado (que pueden ser círculos, rectángulos, cuadrados, etc.), paralelo, serpentin, entrelazados, etc. [22], en la *Figura 8* se presentan alguno de estos diseños.



A)

B)

C)

D)

Figura 8. Diseños de los canales de flujo usados en celdas de combustible. A) Canales de flujo en paralelo; B) canales de flujo simple serpentin; C) Canales de flujo mallado; D) canales de flujo entrelazados. Fuente: Adaptado de W. J. Pech, "Desarrollo De Una Celda De Etanol Directo (DEFC)" Tesis, Unidad de Energía Renovable-CICY, Mérida Y. 2011.

Se ha visto que en canales de flujo tipo serpentín la existencia de la difusión del etanol en la celda de etanol directo hacia el cátodo es menor que en los canales tipo entrelazado [23], existe una mejor utilización del combustible y una mejor eficiencia en el voltaje de la celda a bajas densidades de corriente; sin embargo, a altas densidades de corrientes en los canales de flujo entrelazados se presenta una mejor transferencia de masa de los electrodos hacia la superficie catalíticamente activa y con ello, se asegura una mejor hidratación de la membrana. Este hecho es debido a que, al mantener la membrana en un nivel de hidratación, el transporte de protones hacia el lado de cátodo se da a una mejor tasa. También se sabe que los canales con diseño en serpentín tienen un mejor desempeño que en paralelo, ya que no se ha encontrado bloqueo de los canales por burbujas de CO_2 .

2.1.6 Problemas y Pérdidas en las CCED

Ahora bien, hablando de pérdidas y termodinámica, el término irreversibilidad se asocia a algún tipo de pérdida debido a que los procesos físicos normalmente no son reversibles, es decir, que no es posible regresar a un estado inicial sin presentar cambios en los parámetros que afectan a un sistema, ya sea temperatura, presión, volumen, potencial eléctrico, etc. En la CCED se distinguen tres tipos de pérdidas o irreversibilidades:

- Pérdidas por activación
- Pérdidas por resistencia óhmica
- Pérdidas por concentración

En la *Figura 9* se muestra las zonas afectadas por cada tipo de pérdida en una curva típica de voltaje o potencial contra densidad de corriente de una CCED.

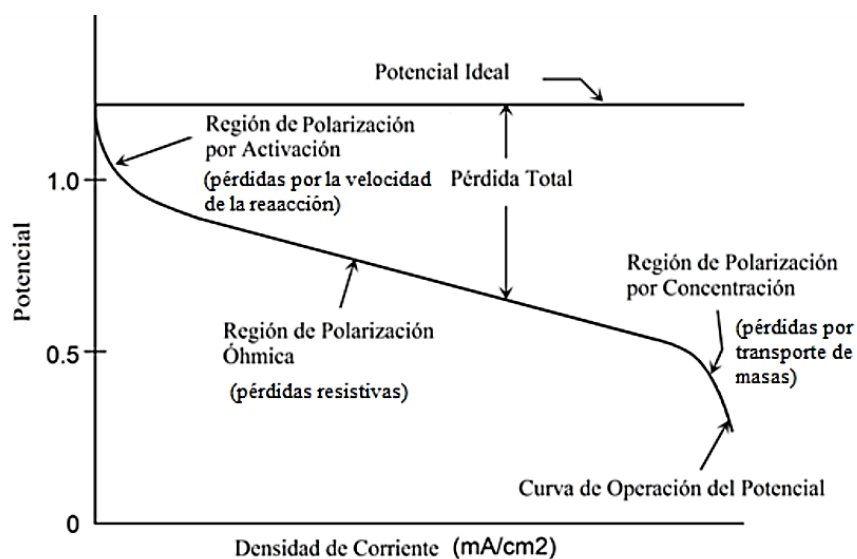


Figura 9. Esquema de la curva de polarización en una CCED. Fuente: S. Moreno Rodriguez, "Estudio teórico-práctico de la célula de combustible. Caracterización eléctrica y mejoras en la gestión del agua a partir de nuevos materiales", Trabajo de fin de grado, ETSII, Universidad Politécnica de Madrid, Milán I. 2016.

2.1.6.1 Lenta cinética de electro-oxidación

Durante la electro-oxidación del etanol en catalizadores a base de platino se forman varios intermediarios; el etanol es descompuesto en CO el cual es oxidado a CO_2 , pero otros subproductos pueden formarse como es el ácido acético y el acetaldehído. Al formarse estos subproductos la eficiencia de la celda disminuye. Un ejemplo es que al formarse el ácido acético sólo cuatro electrones se producen, disminuyendo con esto a 33% la eficiencia de funcionamiento de la celda de etanol. El ácido acético tiene una energía interna que no se está aprovechando, para poder aprovecharla se requiere su electro-oxidación. Los subproductos de acetaldehído son los menos deseados en las celdas de etanol ya que en la reacción únicamente se producen 2 electrones disminuyendo a 16% la eficiencia de la celda.

Actualmente, el mejor desempeño de los electrodos de las celdas de combustible se ha logrado utilizando platino como catalizador, incluyendo el ánodo en las CCAD; sin embargo, se ha visto que utilizar Pt/C como catalizador en la celda de etanol directo la eficiencia disminuye drásticamente debido a que el platino se contamina rápidamente por especies absorbidas provenientes de la adsorción disociativa del etanol.

Para aminorar el problema de la lenta cinética de electro-oxidación y contaminación por especies absorbidas se utilizan los denominados pluri-catalizadores como es el PtSn/C y PtRu/C.

2.1.6.2 Difusión de etanol

La membrana de intercambio protónico tiene la función de conducir los protones, productos de la reacción; sin embargo, debido a su propiedad hidrofílica el etanol puede pasar a través de la estructura de la membrana y llegar al lado del cátodo donde reacciona directamente con el oxígeno disminuyendo de esta manera el potencial de la celda. Otro problema que se presenta es que los electrones, que se producen en el ánodo, pueden viajar con el etanol que se difunde a través de la membrana produciendo de esta manera un corto circuito interno y con esto una disminución de la corriente. Para prevenir la difusión, bajas concentraciones de etanol son suministradas en el lado de ánodo de la celda y se incrementa la presión de trabajo en el cátodo. Pero debe existir una relación ya que al disminuir la concentración del etanol se disminuye la densidad de energía disponible. Así que debemos obtener una relación en la que la eficiencia de la celda sea la óptima, con concentración de etanol y presión en el lado del cátodo.

2.1.6.3 Manejo del CO_2 generado en el ánodo

Al darse la reacción electrocatalítica del etanol en la cual se desprende 12 electrones y doce protones también se produce CO_2 en fase gaseosa. El CO_2 se produce en la superficie del electrodo y el tamaño depende del tamaño de los poros de dicho electrodo.

Después de alcanzar cierto tamaño estas burbujas de gas se desprenden de la superficie del electrodo para llegar así a la solución de agua-etanol que se está inyectando a la celda. Este gas debe ser removido de los canales de flujo ya que afecta el desempeño de la celda.

Cuando la celda de etanol opera a altas corrientes, el CO_2 que se produce afecta considerablemente el desempeño de la celda llegando de hecho a disminuir drásticamente la corriente que se produce (disminución súbita) debido a que afecta la transferencia de masa. Los canales de flujo a utilizar deben permitir remover rápidamente el CO_2 que se está generando [21].

2.1.7 Combustible

Para las CCAD, se emplean comúnmente dos tipos de alcoholes (metanol y etanol), sin embargo, la presente investigación se centra en la utilización de etanol, por eso la celda de combustible toma el nombre de CCED.

El etanol es un compuesto químico, conocido también como alcohol etílico (C_2H_5OH). Es un alcohol que se presenta en condiciones normales de presión y temperatura como un líquido incoloro e inflamable con un punto de ebullición de $78.4\text{ }^\circ\text{C}$. Se puede obtener etanol mediante hidratación catalítica del etileno con ácido sulfúrico ($C_2H_4 + H_2SO_4$) como catalizador, donde el etileno suele provenir del etano (un componente del gas natural) o de nafta (un derivado del petróleo); aunque en la actualidad se ha comenzado a obtener etanol mediante la fermentación alcohólica a nivel industrial a gran escala para ser empleado como combustible [25].

Como el etanol es un combustible que se puede obtener a partir de biomasa, se le considera un biocombustible [26]. El etanol se ha propuesto como combustible para las celdas debido a su alta densidad de energía de 8 kWhkg^{-1} y mejor oxidación en el ánodo de la celda, promete satisfacer necesidades energéticas en aplicaciones portátiles, estacionarias y en el transporte automotriz. Estas celdas trabajan a bajas temperaturas y el combustible que se le suministra es una mezcla de agua-etanol. La CCED es considerada como no dañina al medio ambiente ya que no producen subproductos tóxicos como son los óxidos de sulfuro y óxidos de nitrógeno [26]; pero estas celdas no están libres de emisión, en la reacción total de la celda se forman CO_2 y otros subproductos como ácido acético y acetaldehído. Mencionado lo anterior, el uso de etanol como combustible se presenta como una opción atractiva porque se puede obtener mediante fermentación alcohólica a partir de biomasa.

2.2 Selección de Materiales

En la presente sección se exponen los diferentes componentes seleccionados para su utilización en una CCED, basados en la investigación y la accesibilidad de cada uno de ellos. Una de las principales cualidades que se buscó de cada material es que sean de fácil

obtención, incluyendo materiales reciclados como bioetanol producido en el laboratorio por los equipos de trabajo de nivel licenciatura y diferentes rocas y arcillas naturales tales como lignito, bentonita y clinoptilolita.

2.2.1 Bioetanol como Combustible para una CCED

Si el etanol que se utiliza como combustible es producido de la biomasa, el bióxido de carbono producido durante la operación de la celda estará balanceado ya que este será consumido en la fotosíntesis de las plantas; por lo que se considera una tecnología limpia [26]. Además, al hacer las celdas más eficientes menos cantidad de CO₂ será producido por cada kWh, comparado con los procesos actuales de generación de energía eléctrica.

El bioetanol es un biocombustible que se puede obtener a partir de fermentación alcohólica. Las materias primas están compuestas principalmente de celulosa, hemicelulosa y lignina. A este tipo de biomasa se le debe dar un pretratamiento principalmente a base de hidróxidos para facilitar a las bacterias fermentativas la degradación de la materia orgánica. El pretratamiento de hidróxido de calcio principalmente ataca los polímeros de lignina y hemicelulosa y hace que la celulosa sea más accesible en la etapa siguiente (hidrolítica). El tratamiento hidrolítico utiliza enzimas para convertir el polímero de celulosa en azúcares simples, fermentables, principalmente glucosa. Los azúcares simples obtenidos a partir de hemicelulosa y celulosa son fermentados por las levaduras al bioetanol [26].

El bioetanol es el biocombustible alcohólico más popular disponible en el actual mercado mundial. Henry Ford usó el término “combustible del futuro” para el etanol. Estas son las razones para comenzar a usarlo como combustible alternativo: es producido de productos renovable agrícolas, es menos tóxico que otros combustibles a base de alcohol y los subproductos de su oxidación incompleta son menos tóxicos que los subproductos formados por otros alcoholes. El bioetanol es comúnmente producido por materias primas que contienen azúcar [27].

Debido a la enorme cantidad de residuos orgánicos generados día con día, fue vital identificar empíricamente los residuos comunes que son de fácil acceso y que con son producidos en la en la República Mexicana, por lo que se seleccionaron residuos de bioetanoles fabricados en el laboratorio de Química y Biocombustibles 304 edificio multilaboratorios EMA7 durante el periodo de verano del 2022, diferentes materias primas fueron utilizados en la fabricación de este bioetanol tales como residuos de naranja, piña, betabel etcétera, debido a que en la cotidianidad son frutas caracterizadas por su alto contenido de azúcares y su uso en alimentación como bebidas refrescantes.

2.2.1.1 Destilación

La destilación es un proceso que consiste en calentar un líquido hasta que sus componentes más volátiles pasan a la fase de vapor y, a continuación, enfriar el vapor para recuperar dichos

componentes en forma líquida por medio de la condensación. El tipo de destilación que se utiliza en este proceso es la destilación simple en la cual se separan una mezcla líquida en sus componentes, mediante un proceso de evaporación, seguido de condensación. Se basa en el hecho de que el vapor obtenido al calentar la mezcla es más rico en el componente más volátil. La columna de destilación permite separar, por evaporación, el etanol del cultivo de fermentación [8].

La destilación simple es aquella que se realiza sin columna de fraccionamiento. Se usa para separar de líquidos (con puntos de ebullición $<150^{\circ}\text{C}$) de impurezas no volátiles; para que la ebullición sea homogénea y no se produzcan proyecciones se introduce en el matraz agitación magnética. El montaje de un sistema de destilación simple se muestra en la *Figura 10*. La fracción que destila antes de que la temperatura de ebullición se estabilice, se denomina "cabeza de destilación" y el líquido que destila cuando la temperatura vuelve a superar el punto de ebullición del líquido deseado, se denomina "cola de destilación". La destilación se dará por terminada cuando quede en el matraz una pequeña cantidad de residuo líquido [8].

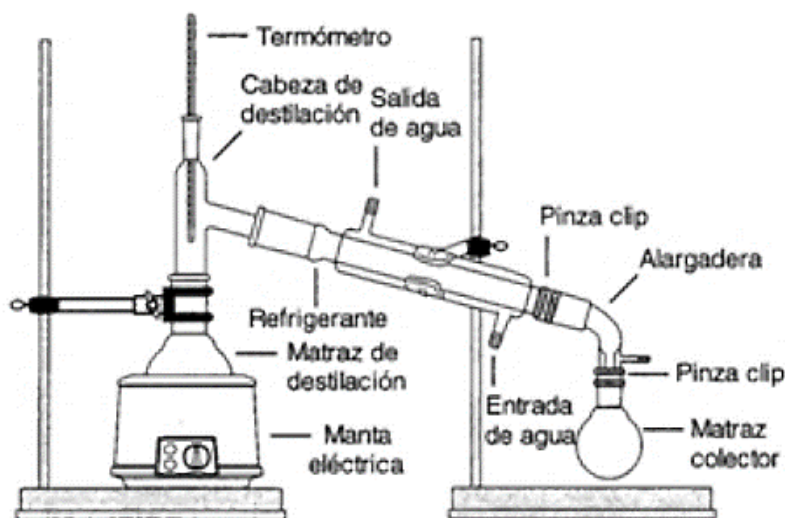


Figura 10. Esquema y partes de destilación sencilla. Fuente: Br. A. García Gamboa, "Desarrollo de una celda de bioalcohol utilizando materiales de bajo costo" Tesis, Universidad Autónoma De Yucatán. Mérida, Yucatán, México 2018.

2.2.2 Membrana

En la celda se utilizó como electrolito una membrana de intercambio iónico (polímeros perfluorosulfonados) que son buenos conductores de protones y un buen aislante eléctrico. Estas membranas están en fase sólida por lo que el único líquido en esta celda es el agua y el etanol, así, los problemas de corrosión y derrame son mínimos. Para realizar el EME, se hizo uso de tres diferentes membranas.

2.2.2.1 Nafion®-Carbón

Este electrolito es un polímero parecido a un plástico, su apariencia y grosor varía dependiendo del fabricante. El Nafion® es la membrana estándar para las CCMIP. Este material es transparente. La naturaleza orgánica de una MIP la convierte en un aislante eléctrico, por lo que los electrones son rechazados cuando intentan atravesarla. En este caso, la membrana de Nafion® posee un catalizador basado en carbón depositado por ambas caras de la membrana. Dicho material fue otorgado por el responsable del laboratorio de óptica de la facultad de física de la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, de tal modo que posee dos caras en forma de cuadros, una por cada lado [28].

La cadena principal del Nafion® está basada en el teflon, los fuertes enlaces flúor-carbono lo hacen resistente al ataque químico y le otorga resistencia mecánica; y algo muy importante, es fuertemente hidrófobo así es como el agua producida es removida, no permitiendo un exceso que inunde al EME.

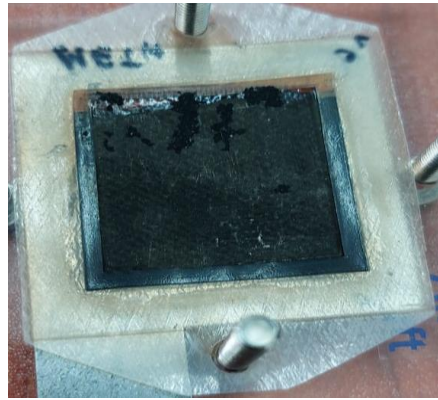


Figura 11. MIP de Nafion® con catalizador de carbón. Fuente: Autoría propia.

2.2.2.2 Nafion® 117

Al igual que el electrolito anterior, el Nafion® es un material transparente. Una membrana de Nafion® sin depósitos de catalizador.

Se hizo uso de este material para la fabricación del EME en la CCED debido a que la primera membrana descrita posee depósitos de carbón como catalizador y se pretende observar la posible diferencia en el desempeño de la celda de combustible usando una MIP con catalizadores y una MIP sin catalizadores. El Nafion® limita a la celda combustible al rango de temperatura en la cual el agua es líquida. La operación de una CCMIP por arriba de los 100°C es posible presurizándola, con el fin de mantener a el agua en estado líquido, pero esto disminuye la vida útil de la membrana. Existen diferentes compañías fabricantes de membranas tales como Asahi Chemicals (Aciplex®) o Asahi Glass (Flemion®), también Gore y Aventis; pero ninguna consigue superar aún al Nafion®. Por este motivo existen investigaciones en busca de nuevas opciones de electrolito con mejor resistencia a temperaturas por arriba de los 100°C [29], menos costosas y de sencilla elaboración.

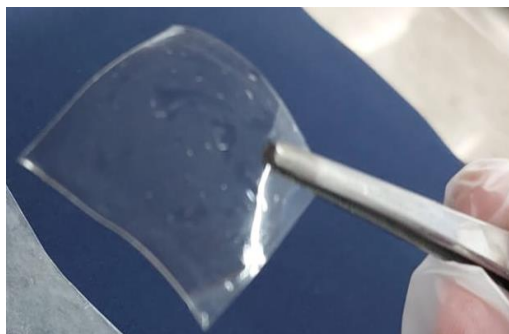


Figura 12. MIP solo Nafion®. Fuente: Autoría propia.

2.2.2.3 Aloe-Carbón lignito

La planta de aloe vera se compone de raíz, tallo, hojas y flores en época de floración. La pulpa o gel se localiza en la parte central de la hoja como se ve en la *Figura 12* y representa del 65 al 80 % del peso total de la planta. Contiene diversas sustancias como son polisacáridos (glucosa, manosa, galactosa, xilosa, por mencionar algunas), enzimas (tales como: oxidasa, catalasa, amilasa, entre otros), algunos azúcares, alantoína y urea [30].

Las enzimas oxidasa y catalasa son catalizadores redox que exhiben conductividad eléctrica, es decir, presentan una gran movilidad de los electrones, muestran actividad en reacciones de óxido- reducción. Sin embargo, esta membrana se recubre de una capa de carbón lignito molido con el fin de tratar de acelerar la reacción. Se pretende que el aloe funcione como membrana de intercambio de protones, pero al ser este tejido vegetal conductor eléctrico se prevé un funcionamiento y desempeño distinto a las dos membranas anteriores de Nafion® [31].



Figura 13. Hoja de aloe vera que se usó como MIP en la CCED. Fuente: Autoría propia.

2.2.3 Electroodos

En la actualidad, los materiales carbonosos son empleados debido a su alta conductividad eléctrica, área superficial, biocompatibilidad y bajo costo; además existen tres estructuras básicas del carbono: diamante, grafito y carbonos, donde al diamante y el grafito son las más comunes debido a su estructura tetraédrica y trigonal plana respectivamente [32].

Por otro lado, la estructura de las zeolitas está integrada por una red tridimensional surcada por una trama interna de poros y cavidades (con oxígeno, silicio y aluminio), además que tienen alta capacidad de intercambio catiónico [33].

Por las razones anteriormente mencionadas, se decidieron usar como materias primas: carbón lignito y dos zeolitas (clinoptilolita y bentonita) debido a su bajo costo y disponibilidad. A continuación, se detallan los aspectos generales de cada material; posteriormente en la *Tabla 5* se detallan aspectos específicos como la fórmula de cada uno y su estructura química.

2.2.3.1 Lignito

Entre las distintas variedades de carbones minerales que se encuentran en la naturaleza, el lignito, es un tipo de carbón mineral que se forma por compresión de la turba. Se forma a partir de restos fosilizados y de acuerdo con cómo se desarrolle el proceso de conformación y dependiendo de su concentración de carbono, será el producto final. El uso del lignito como combustible fósil está cuestionado ya que se lo considera altamente contaminante debido a las grandes emisiones de CO_2 , sin embargo, la utilización de este material para la CCED no será llevado a combustión. Analizando la composición química del lignito vemos que está formado por un 69% de carbono, 5,2% de hidrógeno, 25% de oxígeno y 0,8% de nitrógeno. El lignito posee una estructura fibrosa, es fácilmente desmenuzable y en su composición más habitual es de color café y negro.



Figura 14. Lignito en forma de rocas naturales. Fuente: Autoría propia.

Al ser rico en alquitrán, esta variedad de carbón es utilizada en la industria química, y aunque no tiene la capacidad del carbón bituminoso, en la producción de gas, se lo ha usado como sustituto de éste.

2.2.3.2 Bentonita

La bentonita es una arcilla de grano muy fino (coloidal) del tipo de montmorillonita que contiene bases y hierro. Tiene aplicaciones en cerámica, entre otros usos. El nombre deriva de un yacimiento que se encuentra en Fort Benton, Estados Unidos.

Por ser una arcilla muy pegajosa, con un alto grado de encogimiento y tener tendencia a fracturarse durante la cocción y el enfriado, suele emplearse en la industria petrolera para fabricar lodos de perforación; también se usa en la elaboración de moldes para fundición, como agente aglutinante en la producción de pellets de hierro, en la clarificación de vinos y jugos y como material de sellado de residuos tóxicos, peligrosos y radiactivos. En ingeniería civil, para cementar fisuras y grietas de rocas. En la preparación de alimentos para animales, como catalizador en procesos químicos, y como excipiente en la industria farmacéutica.



Figura 15. Bentonita en forma de rocas naturales. Fuente: Autoría propia.

2.2.3.3 Clinoptilolita

La clinoptilolita es una serie de tres minerales con el mismo nombre, de la clase de los tectosilicatos y dentro de estos, del "grupo de las zeolitas". Su nombre viene del griego kline que significa oblicuo, por la forma monoclinica de sus cristales.

Se usa industrialmente por sus propiedades de intercambiador iónico, lo que le hace tener una gran afinidad por unirse a los iones amonio, por lo que se emplea en la fabricación de sensores de urea, elaboración de desodorantes, fertilizantes agrícolas, también permite liberar al organismo de metales pesados, toxinas y contaminantes de distintos orígenes.

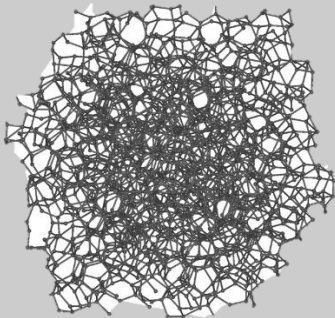
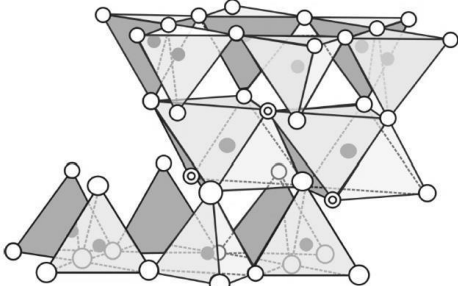
La zeolita equilibra el pH orgánico, al evitar la dispersión de iones ácidos y tiene un demostrado efecto antioxidante e inmunoestimulante. Se trata por tanto de un suplemento totalmente natural y no tóxico, ideal para uso seguro a largo plazo.

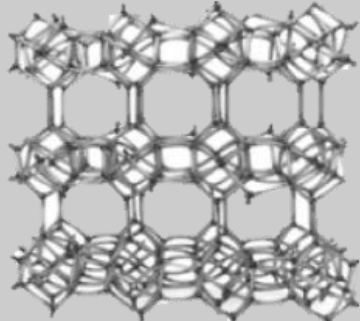


Figura 16. Rocas naturales de Clinoptilolita. Fuente: Autoría propia.

Como se puede apreciar en la *Tabla 5*, la clinoptilolita es la que tiene una mejor estructura química que permitirá una mayor absorción de los electrones debido a la cantidad de huecos que posee, así como su fórmula química que tiene un mayor contenido de aluminio y silicio, los cuales por sus características de intercambio de electrones favorecen la catálisis de las reacciones químicas que se generan entre los electrodos y la membrana.

Tabla 5. Comparativa de materiales para electrodos. Lignito, bentonita y clinoptilolita. Fuente: Adaptado de Br. A. García Gamboa, “Desarrollo de una celda de bioalcohol utilizando materiales de bajo costo” Tesis, Universidad Autónoma De Yucatán. Mérida, Yucatán, México 2018.

MATERIAL	FÓRMULA QUÍMICA	ESTRUCTURA QUÍMICA
<i>LIGNITO</i>	<i>C + Impurezas</i>	
<i>BENTONITA</i>	$(Al_2O_3 4SiO_2 H_2O)$	

<i>CLINOPTILOLITA</i>	$[Ca_4(H_2O)_{24}Al_{28}Si_{28}O_{72}]$	
-----------------------	---	--

2.3 Electrospinning

El electrospinning es una técnica que usa fuerzas electrostáticas para producir fibras de orden nanométrico o micrométrico mediante soluciones poliméricas. La técnica consiste en inyectar soluciones de polímeros a través de campos eléctricos de gran intensidad. Se basa en aplicar suficiente carga eléctrica que supere las fuerzas de la tensión superficial en la solución de polímero cargado. En esta forma a un voltaje determinado, finos chorros de solución son expulsados desde un capilar hasta el colector. Posteriormente el chorro se mueve en la dirección del campo eléctrico, con elongación de acuerdo con las fuerzas externas e internas, experimentando inestabilidad en algunas ocasiones. El disolvente se evapora y los segmentos de fibras son depositados al azar en un sustrato [35].

2.3.1 Parámetros

Los parámetros de control de la técnica de electrospinning son principalmente: concentración, flujo de salida, viscosidad, tensión superficial, voltaje, distancia entre colector e inyector. Esto genera tipos de morfologías del material polimérico procesado mediante esta técnica, las cuales pueden ser en forma plana o cintas, helicoidales (espiral), ramificadas, huecas, fibras con defectos tipo gota, fibras con poros, etc. [36]. Estos parámetros de control en la técnica de electrospinning determinan la morfología de las fibras, las cuales constituyen membranas.

2.3.2 Elementos Integrantes del Proceso de Electrospinning

Un equipo de electrospinning se divide principalmente en tres partes: una fuente de alto voltaje, una bomba de inyección con su aguja capilar y un colector conectado a tierra física. El principio de electrospinning es la extensión o estiramiento de un fluido viscoso ocasionado por una diferencia de potencial de carga eléctrica, entre el fluido cargado con energía eléctrica (carga negativa) y el colector (carga positiva). El proceso inicia cuando se genera la ruptura

de la tensión superficial del fluido y genera el llamado, cono de Taylor, lo que induce a la formación de la fibra y su recolección constante al colector [37].

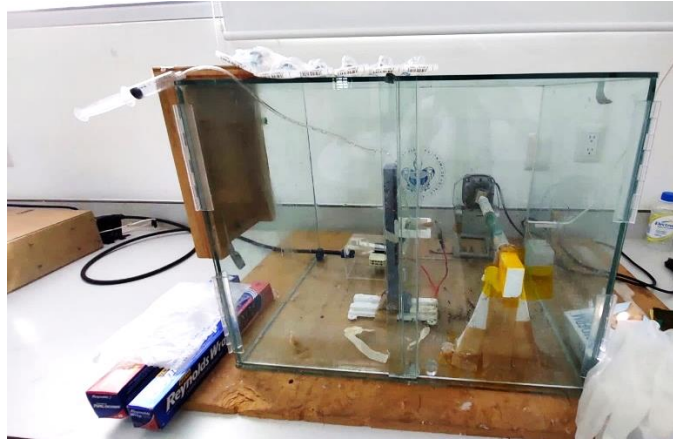


Figura 17. Equipo de electrospinning con jaula aislante. Fuente: Autoría propia.

I. Formación del Cono de Taylor

El fenómeno ocurre al momento de que las fuerzas eléctricas (positivas o negativas) superan a la tensión superficial de la solución polimérica.

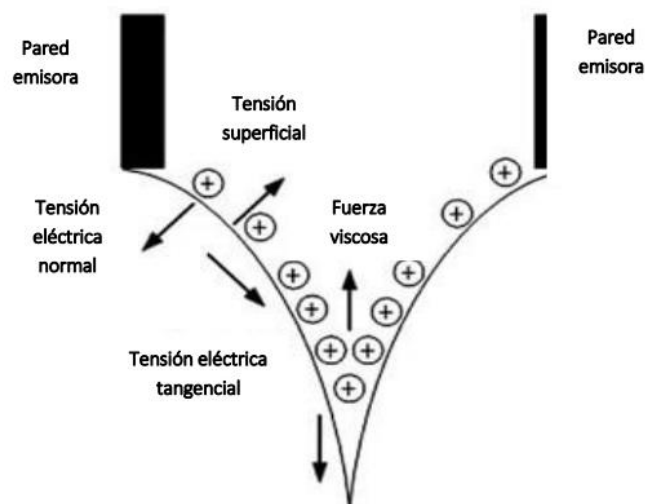


Figura 18. Representación esquemática de la formación del cono de Taylor. Fuente: C. Hassan, A. Nikolaos Peppas, "Structure and Applications of Polyvinyl alcohol Hydrogels Produced by Conventional Crosslinking or by Freezing/Thawing Methods," Polymer Science and Engineering Laboratories, School of Chemical Engineering, Purdue University, West Lafayette, 1999.

La carga de la solución es inducida por una fuente de alto voltaje que supere la carga de 6kV en adelante. La tensión superficial ocasiona el estiramiento (elongación) de la solución viscosa mediante fuerzas de repulsión o atracción. El proceso inicia con la carga eléctrica constante sobre la superficie de la gota, hasta llegar al punto que se genera una atracción con tierra física. Esta atracción genera una ruptura en la tensión superficial de la gota, seguida de la evaporación del disolvente que da lugar a la formación de fibras.

II. Fases de Formación de Fibras

Una vez iniciado el proceso de electrospinning el flujo presenta comportamientos de estabilidad e inestabilidad al momento de deposición de las fibras. La fase estable debería tener longitudes aproximadas de 10 mm y su longitud es influenciada por varios parámetros de control tales como: voltaje, velocidad de inyección y velocidad de recolección. La fase de inestabilidad provoca una deposición aleatoria impredecible de fibras, lo que ocasiona la obtención de una morfología desordenada. Estas fibras son influenciadas por la distancia entre la aguja-colector y a la presencia de campos magnéticos sobre la superficie del colector. Estudios demuestran que la transformación estructural de la fibra se ve influenciada por la volatilidad del disolvente y la intensidad del campo eléctrico, ya que es cuando la solución polimérica es de alto contenido de disolvente antes del proceso de hilado.

III. Dirección de Flujo

La trayectoria del flujo inicia desde la punta de la aguja capilar hacia la tierra física pasando por el colector para obtener un buen rendimiento en la obtención de fibras. Sin embargo, esta trayectoria puede verse afectada fácilmente por la presencia de campos eléctricos. La obtención de estructuras bidimensionales y tridimensionales necesita una recolección constante de fibras para obtener un espesor de membrana adecuada. Los electrodos permiten el manejo de campos eléctricos externos para controlar la trayectoria del flujo y así construir estructuras fibrosas ordenadas fácilmente.

IV. Colector

El colector tiene un papel significativo para la productividad, deposición y morfología de las fibras. Esto se debe a la capacidad de retención de cargas residuales depositadas sobre la superficie del colector para su posterior camino a tierra. Un colector con poca área conductora no cuenta con la posibilidad de transferir toda la carga recibida a tierra, provocando que las fibras depositadas contengan exceso de cargas parásitas. Esto ocasiona la repulsión de fibra entrante, una baja deposición de fibras y baja productividad.

La adaptación de materiales de soporte (papel aluminio, teflón, vidrio, etc.) genera una recolección constante de fibras en el material y no directamente en el colector.

Los colectores planos proveen una recolección de fibras en forma de malla tejida aleatoriamente y con regiones de diferentes densidades en las fibras. Para obtener calidad de alineación de fibras se ha utilizado el uso de crestas con múltiples aristas en la superficie del colector. Estos espacios dan lugar a estructuras más ordenadas y un desfogue más eficaz de

cargas parásitas. La desventaja de este tipo de estructuras recae en la limitación de zona y en el espesor deseado en la membrana.

Así mismo existen diversos arreglos de colectores que permiten controlar la orientación y morfología de las fibras. El arreglo más simple es el uso de un colector rotatorio a alta velocidad.

V. Voltaje para Inyección

El voltaje es un parámetro de control muy importante en el proceso de electrospinning, debido a su influencia en la morfología de las fibras hacia el colector. El aumento de voltaje provoca un aumento de velocidad de flujo. Si el voltaje es menor provocará la formación parcial del cono de Taylor. El incremento de la tensión eléctrica provoca la formación de fibras más delgadas.

La viscosidad de la solución y el voltaje están estrechamente relacionados, ya que una viscosidad elevada provocará que la diferencia de potencial no pueda romper la tensión superficial del polímero y se produzcan arcos eléctricos. Pero si la viscosidad es baja evitará la formación de fibras dando lugar al arrastre de gotas en lugar de fibras. El incremento exponencial de voltaje provoca la formación de chorros secundarios, esparcidos en direcciones aleatorias al colector y desperdiciando el material. El aumento de voltaje provoca la formación de defectos tipo gota en la membrana si no se regula adecuadamente la viscosidad de la solución.

La mayoría de los procesos de electro-hilado utilizan corriente continua de alto voltaje. El uso de alta tensión de corriente alterna es capaz de inducir la formación de fibras. Este proceso utiliza las frecuencias de la corriente alterna que van desde los 500 Hz hasta 1 kHz. Cuando la frecuencia es demasiado alta, provoca que las transferencias de cargas sean demasiado lentas para cargar suficientemente la superficie de la solución y formar el cono de Taylor [38,39].

VI. Conductividad

Una conductividad adecuada mejora la calidad de las fibras ya que tiene la capacidad de reducir la formación de defectos. Para soluciones poco conductoras existe la posibilidad de implementar el uso de aditivos tales como la sal orgánica o disolventes altamente conductores, debido a que aumenta el estiramiento del fluido como resultado de un traslado mayor de carga en la solución, por el contrario, introduce impurezas en el producto final y disminuye el diámetro de la fibra.

VII. Viscosidad

Esta propiedad es importante en el proceso de electrospinning, ya que una concentración en peso (P/V) elevada dificulta la formación del cono de Taylor. Además de volatilizar rápidamente el disolvente en la punta de la aguja, genera un taponamiento y la obstrucción constante del flujo de la solución polimérica. Sin embargo, cuando la solución es poco viscosa, ocasiona la formación de gotas debido a la baja tensión superficial.

VIII. Tensión Superficial

Para que el proceso de electrospinning se lleve a cabo es necesario que la carga eléctrica supere a la tensión superficial. Esta tensión reduce el área de la superficie por unidad de masa mediante la formación de gotas, mientras que la carga eléctrica trata de aumentar el área de superficie a través de la elongación. El uso de disolventes con una alta tensión superficial tales como el agua hacen que el electrospinning sea difícil de aplicar debido a la formación de gotas en vez de fibras.

IX. Volatilidad del Disolvente

Esta propiedad del disolvente tiene gran impacto en la morfología y es responsable de la formación de fibras con poros, de cintas o huecas, la baja volatilidad provoca la formación de fibras húmedas o la nula formación de estas. Sin embargo, una volatilidad elevada provoca la formación de una hilatura intermitente debido a la rápida solidificación del polímero en la punta del inyector.

2.3.3 Polímeros para Electrospinning

Existen propiedades en el polímero que afectan al proceso y morfología de las fibras, la propiedad más importante es el peso molecular debido a que un alto peso molecular, ocasiona mayor entrelazamiento de cadenas poliméricas, facilitando la formación de fibras durante el proceso de hilado. Sin embargo, un peso molecular bajo ocasiona rupturas del cono de Taylor y formación de gotas, en vez de fibras. Cuando no se cuenta con un polímero de alto peso molecular deseado, es posible utilizar una mayor concentración o hacer una mezcla con un polímero de mayor peso molecular para optimizar el proceso.

Para soluciones poliméricas que son difíciles de hilar con alto voltaje positivo, es posible implementar el uso de voltaje negativo. Las cadenas de estos polímeros contienen carga positiva, los cuales someterlos a este tipo de voltaje provoca la neutralización temporal de cargas y hace posible la formación de la fibra. No obstante, se ha demostrado que un mayor peso molecular influye en la estabilidad de cargas positivas, lo que provoca que lo dicho anteriormente se vea limitado para polímeros de bajo peso molecular [40].

2.3.3.1 PLA

El ácido poli-láctico es un polímero biodegradable derivado del ácido láctico. Es un material altamente versátil, que se hace a partir de recursos renovables al 100%, como son: el maíz, la remolacha, el trigo y otros productos ricos en almidón. Este ácido tiene muchas características equivalentes e incluso mejores que muchos plásticos derivados del petróleo, lo que hace que sea eficaz para una gran variedad de usos.

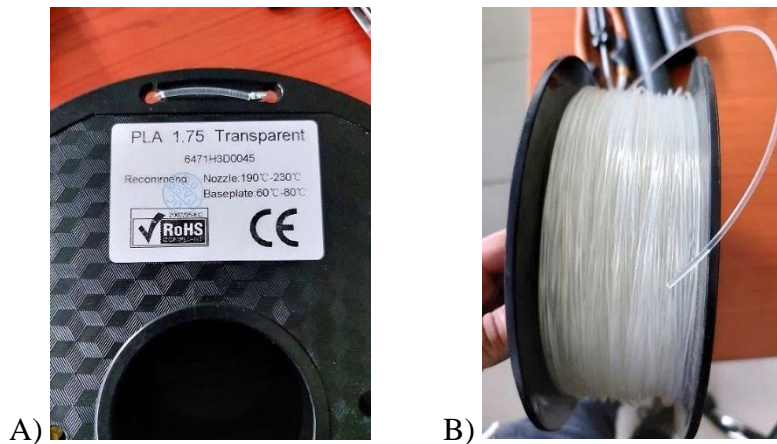


Figura 19. Filamento PLA utilizado. A) Etiqueta de especificaciones de marca (RoHS®), grosor (1.75mm) y color (transparente). B) Filamento enredado en el carrete plástico. Fuente: Autoría propia.

El PLA es un polímero que tiene muchas aplicaciones, incluyéndose en la industria textil, en la industria médica y sobre todo en la del empaquetado. Dentro de la industria textil, son conocidas las aplicaciones para la creación de cubiertas resistentes a la luz UV. Por sus características, el PLA se ha convertido en un candidato ideal para implantes en los huesos o en los tejidos [42]. Este polímero puede ser diluido en cloroformo, por lo que podría resultar no tan fácil de diluir como el PVA, puesto que el cloroformo es una sustancia irritante a la piel, ojos y su punto de evaporación bajo puede provocar gases tóxicos. Al ser diluido en cloroformo y no en alcohol, podría presentar mejores cualidades a la hora de emplearse dentro de una CCED.

2.3.3.2 PVA

La materia prima utilizada en la fabricación de alcohol polivinílico es un monómero de acetato de vinilo. Se fabrica mediante la polimerización de acetato de vinilo seguida de hidrólisis parcial. El proceso de hidrólisis se basa en la sustitución parcial del grupo éster en acetato de vinilo con el grupo hidroxilo y se completa en presencia de hidróxido sódico acuoso.

Después de la adición gradual del agente acuoso de saponificación. El alcohol polivinílico se precipita, se lava y se seca. El grado de hidrólisis se determina por el momento en el que se detiene la reacción de saponificación [41]. Este material es soluble en alcohol por lo que no resulta complicado realizar soluciones líquidas, sin embargo, al ser la CCED una celda que emplea etanol, podría afectar a las membranas fabricadas con este tipo de monómero.

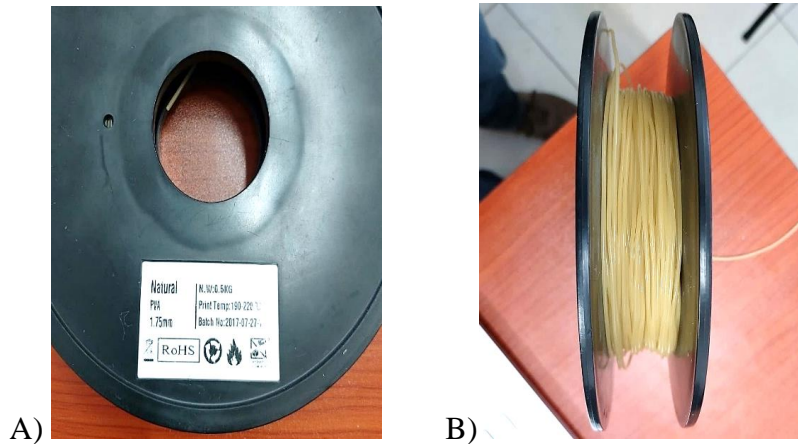


Figura 20. PVA utilizado. A) Etiqueta de especificaciones de marca (RoHS®), grosor (1.75mm) y color (natural). B) Filamento enredado en el carrete plástico. Fuente: Autoría propia.

2.4 Caracterización de materiales

2.4.1 Caracterización del bioetanol.

Para la caracterización del bioetanol destilado, se planteó usar dos equipos que se encuentran disponibles dentro del laboratorio. El UV-Vis o ultravioleta visible que usa un haz de luz proyectado hacia una muestra líquida donde dicha luz es absorbida por las moléculas dentro de la solución de estudio. El refractómetro de grados brix para poder medir la cantidad de azúcares presentes en nuestro bioetanol. Con estos métodos es posible identificar la cantidad de etanol presente en el líquido de tercera destilación para su posterior utilización en la CCED.

2.4.1.1 UV-Vis

La espectroscopia es el estudio de la interacción entre la radiación electromagnética y materia, con absorción o emisión de energía radiante. En la espectroscopia UV-Visible, el análisis se genera por absorbancia o transmitancia, como función de la longitud de onda. Los espectrofotómetros están diseñados principalmente para medir absorción de luz

La región de espectroscopia UV-Visible se divide convencionalmente en 3 subdominios llamados UV cercano (185-400 nm), visible (400-700 nm) e infrarrojo muy cercano (700-1100nm). La mayoría de los espectrofotómetros cubren el rango de 185 nm a 900. Los límites superior e inferior para los instrumentos dependen de la naturaleza de sus componentes ópticos, el diseño, la presencia o no de caminos ópticos de aire, ya sea que operan en el vacío, y también dependen de la respuesta del detector a diferentes longitudes de onda. onda, llegando a medir un fotodetector de 185 nm a 330.



Figura 21. Espectrofotómetro UV-Vis marca HACH® del laboratorio de del laboratorio de Química y Biocombustibles 304 multilaboratorios EMA7 de la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla. Fuente: Autoría propia.

La absorción viene dada por la interacción de los fotones de una fuente con los iones y moléculas de la muestra. Cuando una molécula absorbe un fotón de los rayos UV/ región visible, la energía correspondiente es capturada por uno o más de sus electrones. Como consecuencia, se produce un cambio en su energía eléctrica y con ello produce una alteración en su energía mecánica de rotación y en su energía de vibración que daría lugar a un cambio en su espectro, dichos espectros son llamados espectros de transferencia de carga [43].

Un espectrofotómetro se compone básicamente de 3 componentes fundamentales: la fuente, el sistema de dispersión combinado con un monocromador, y la detección sistema. Estos componentes están integrados en una matriz que obtiene la absorción espectros El espectrofotómetro utilizado tiene dos fuentes de luz, una lámpara de deuterio y una lámpara halógena de tungsteno, un monocromador holográfico cóncavo y un detector de fotodiodos Las dos fuentes utilizadas por el espectrofotómetro permiten una referencia o muestra en blanco a medir, generalmente agua, y poder hacer correcciones. La Figura 22 muestra esquemáticamente el camino óptico en el espectrofotómetro con sus respectivos componentes [44].

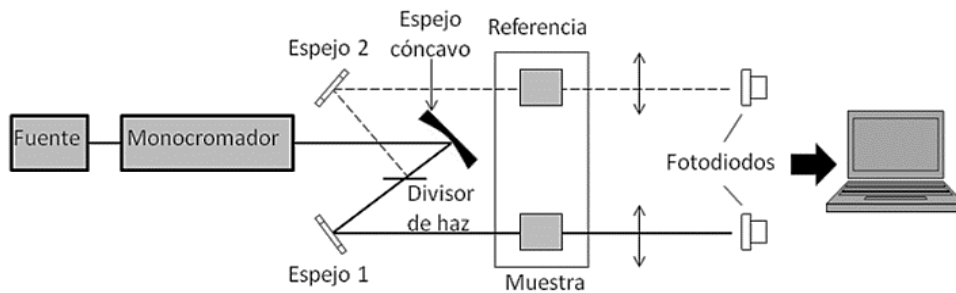


Figura 22. Camino óptico para el espectrofotómetro UV-Vis. Fuente: R. Gallegos Cortés, “Análisis del Efecto Bactericida de las Nanopartículas de Plata por Medio de Métodos Ópticos” Tesis, Universidad Michoacana del Estado de Hidalgo, Michoacán, 2010.

2.4.1.2 Refractómetro Grados Brix

Los refractómetros o brixómetros son instrumentos ópticos de alta precisión y de un sencillo manejo. Se basan en la refracción de la luz al pasar por un prisma, para determinar la magnitud a medir solamente hace falta una pequeña muestra, siendo así un instrumento muy útil y de fácil manejo. En otras palabras, la refracción de luz es una propiedad física de cualquier sustancia y se relaciona con algunas propiedades físicas como la densidad. A partir de ello, y de acuerdo con su aplicación se construyen diferentes escalas. La escala más usada es Grados Brix o sólidos solubles.

Esta escala mide la cantidad de elementos solubles presentes en una muestra, mediante refractometría, la cual está dada por la desviación de un ángulo luminoso. Los azúcares, ácidos orgánicos y alcoholes hacen parte de estos elementos solubles. La concentración en sólidos solubles de una solución se expresa en dichos grados Brix.

Originariamente, los grados Brix son una medida de densidad. Un grado Brix es la densidad que tiene, a 20° C, una solución de sacarosa al 1 %, y a esta concentración corresponde también un determinado índice de refracción.

Como los sólidos no son solamente sacarosa, sino que hay otros azúcares, ácidos y sales, un grado Brix no equivale a una concentración de sólidos disueltos de 1g/10ml [45].

Los grados Brix son, por tanto, un índice comercial, aproximado, de esta concentración que se acepta convencionalmente como si todos los sólidos disueltos fueran sacarosa. El equipo de medición de grados Brix suele ser un aparato cilíndrico en los casos en el que este sea análogo como en el de la *Figura 23*, también los hay digitales y más compactos, pero en cualquiera de los casos el equipo cuenta con una cámara de deposición en donde se coloca un par de gotas de la muestra a evaluar.



Figura 23. Refractómetro para grados Brix del del laboratorio de del laboratorio de Química y Biocombustibles 304 multilaboratorios EMA7 de la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla. Fuente: Autoría propia.

2.4.2 Caracterización de los electrodos

Para la caracterización de los electrodos se planteó la posibilidad de conocer la estructura física de cada uno de ellos, es por eso que la prueba a la que fueron sometidos fue a microscopio electrónico de barrido o SEM.

2.4.2.1 SEM

Se hizo uso de la técnica de caracterización de microscopio electrónico de barrido “SEM” por sus siglas en inglés de Scanning Electron Microscope. Este tipo de técnica funciona emitiendo un haz de electrones sobre la muestra a estudiar, la señal de electrones que es proyectada posteriormente es recopilada por el equipo para formar una imagen en tiempo real del objeto en estudio, que en el presente caso se trata de las membranas fabricadas de lignito, clinoptilolita y bentonita que se utilizan posteriormente para electrodos en la CCED.

Esta técnica permite observar a detalle la formación y morfología de las micro o nanofibras proyectadas desde el equipo de electrospinning. Con el mismo equipo de caracterización, se puede realizar un análisis químico para saber qué porcentaje de elementos que conforman a los materiales de estudio fueron depositados en las membranas de electrospinning. Saber la morfología de las membranas con las que se fabrican los electrodos es importante puesto que es necesario saber si la muestra posee cualidades que se buscan en los electrodos de una CCED.

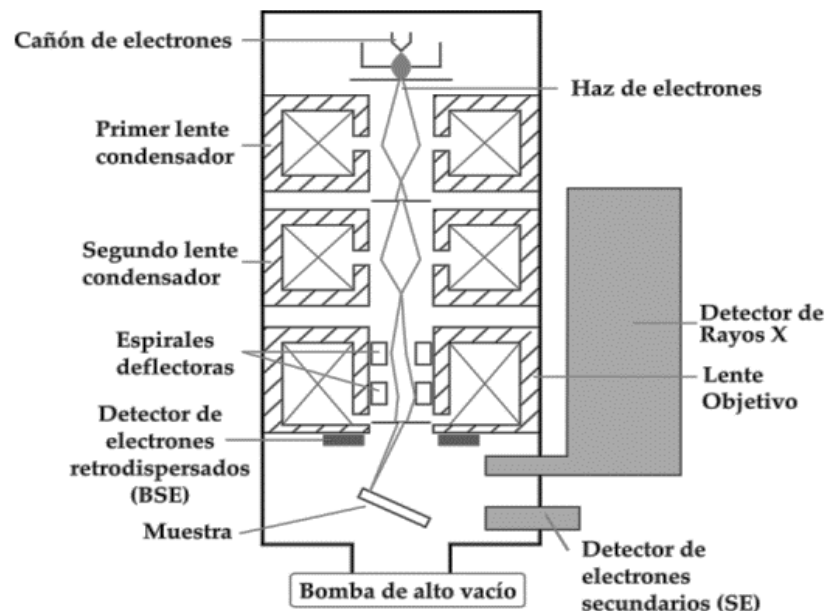


Figura 24. Esquema de un equipo SEM. Fuente: J. Clavijo, “Caracterización de materiales a través de medidas de microscopía electrónica de barrido (SEM)”, Universidad de América. Bogotá, Colombia, 2013.

Siguiendo con lo antes mencionado, la idea básica del funcionamiento de un equipo de SEM es la siguiente: se genera un haz de electrones de alta energía y se usa un sistema de lentes para focalizar el haz y hacerlo incidir sobre una muestra, la cual generará, a su vez, electrones llamados secundarios y retrodispersados, como respuesta al impacto electrónico. Dichos electrones que salen de la muestra son detectados mediante dispositivos que registran cada uno la cantidad de electrones detectados y lo convierten en una señal digital que se interpreta como intensidad de color, para construir una “imagen” aunque no se usen fotones [46].

2.5 Pruebas de desempeño de una CCED

La CCED con electrodos de lignito, bentonita y clinoptilolita fue evaluada con dispositivos detectores de corriente y voltaje para recopilar datos de su desempeño. Utilizando el banco de datos se procedió a realizar gráficas de Voltaje-Densidad de corriente, gráficas de potencia, y cálculos para su posible utilización para alimentar algún dispositivo.



Figura 25. Dispositivos de detección de corriente y voltaje útiles para visualizar el comportamiento de una CCED. Fuente: Autoría propia.





Capítulo 3: Metodología

3.1 Destilación de Bioetanol Colectado

El método utilizado para la producción de bioetanol fue mediante destilación. El principio de la destilación se basa en las diferencias que existen entre los puntos de fusión del agua (100°C) y el alcohol (78.3°C). Si un recipiente que contiene alcohol es calentado a temperatura que supera los 78.3°C, pero sin alcanzar los 100°C, el alcohol se vaporiza y se separa del líquido original, para luego unirse y recondensarse en un líquido de mayor fuerza alcohólica. Se utilizaron 2 L de bioetanol recolectado del laboratorio de Química y Biocombustibles 304 multilaboratorios EMA7 de la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, previamente empleado en diversas prácticas de nivel licenciatura. Esto con el fin de obtener un mejor aprovechamiento de los recursos del laboratorio disponible. Posteriormente el bioetanol colectado se somete a una destilación simple 3 veces, es decir, se llevó a tercera destilación para proporcionar una concentración bioetanol alta para su uso dentro de la CCED.

Por ello, se utilizó un equipo de destilación simple compuesto por los siguientes elementos:

Tabla 6. Componentes del proceso de destilación sencilla. Fuente: Autoría propia.

COMPONENTE	IMAGEN
<i>Parrilla de Control de Temperatura y Agitación Thermo Scientific®.</i>	
<i>Termobañó de Circulación Lauda® Alpha A6</i>	
<i>Termostato con Funda Calefactora de 250ml</i>	
<i>Agitador Magnético</i>	

Soportes Metálicos Universales



Matraz de Globo de 3 Boquillas de 250ml



Tubo Condensador



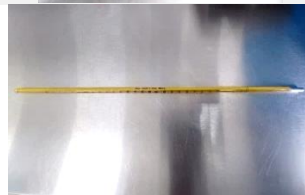
Adaptador de Conexión para Destilación de 3 Vías



Tapones de Conexión



Termómetro de 260°C



Cinta Parafilm



Tapón de Goma

Mangueras de Circulación de Agua Fría

Embudo Plástico



El proceso comenzó posicionando los matraces esmerilados de tres cabezas sobre la fuente de calor y agitación (parrilla), cada matraz posee una capacidad volumétrica de 250ml. Posteriormente se vertió 250ml del bioetanol colectado dentro del matraz utilizando un embudo plástico; una vez lleno el matraz del líquido a destilar se colocó un adaptador de destilación de 3 vías en la boca central del matraz junto con un tapón plástico en la punta del adaptador para colocar en él un termómetro de mercurio con capacidad – 10 °C a 260 °C y un agitador magnético dentro del matraz para asegurar la misma temperatura en todo el líquido a destilar. Haciendo uso de una pinza metálica de soporte de dos brazos, el matraz quedó sujeto a la parrilla. Posteriormente, en la boca del adaptador de destilación se conectó el tubo condensador, el cual a su vez se conecta al termobañó refrigerante por medio de las mangueras plásticas y con el sistema de bombeo de recirculación del agua fría del termobañó. Todo el equipo fue asegurado y cubierto con Parafilm, con el fin de evitar fugas por evaporación del bioetanol en el sistema de destilación. En la boca de expulsión del tubo condensador se colocó un vaso de cristal para la recolección del bioetanol destilado.

La destilación se llevó a cabo a una temperatura de 80°C, teniendo en cuenta la temperatura de ebullición del etanol respecto a la altitud y presión a las que se encuentra presente la Ciudad de Puebla; controlándolo para que se mantuviera estable en todo momento y no existiría posibilidad de un sobrecalentamiento del bioetanol a reutilizar. El instrumento de agitación se colocó a 410 rpm durante todo el proceso.

Con el fin de optimizar el tiempo de destilación, se decidió utilizar un segundo equipo de destilación de manera simultánea, conectada al mismo recipiente recolector que el primer equipo cómo se puede apreciar en la *Figura 26*. Este otro sistema de destilación constaba de los siguientes aditamentos: cómo fuente de calor un termostato con funda calefactora (parrilla), un matraz esmerilado de tres cabezas con una capacidad volumétrica de 250 ml, un termómetro de mercurio con capacidad de – 10 °C a 260 °C, un tapón adaptador del

termómetro para el matraz esmerilado, un agitador magnético y una pinza de soporte de dos brazos, utilizando el mismo sistema refrigerante y sistema de bombeo del primer equipo de destilación. Sumando este sistema, se tuvieron 500 ml de bioetanol destilándose simultáneamente.

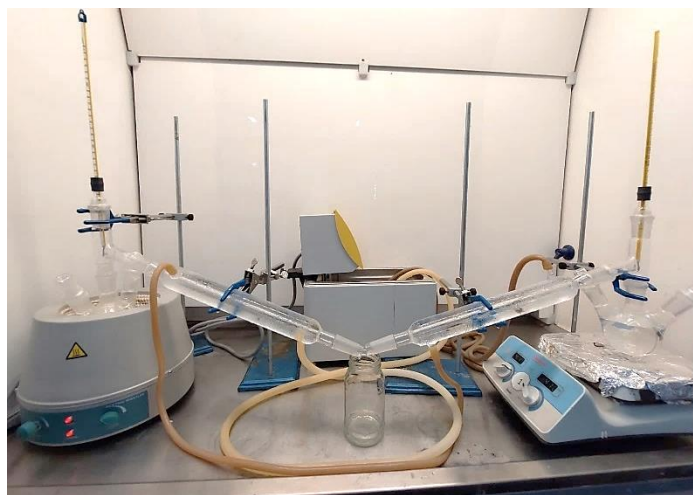


Figura 26. Sistema de destilación de dos matraces. Fuente: Autoría propia.

Las condiciones del segundo equipo de destilación fueron las mismas que el primero, con el fin de obtener un destilado homogéneo. Cada 20 minutos se administró aproximadamente 200g de hielo para mantener el agua fría recirculando desde baño térmico hacia los tubos condensadores.



Figura 27. Monitoreo del sistema simple de destilación. Fuente: Autoría propia.

Debido a la capacidad volumétrica de los matraces esmerilados, fue necesario utilizar 4 veces el sistema para destilar la cantidad total del bioetanol. El monitoreo constante (aproximadamente cada 7 min) de los parámetros de temperatura fue esencial para lograr una correcta destilación.

Ya que las celdas de combustible funcionan con una mezcla de etanol-agua, se buscaba destilar el bioetanol hasta un 70% de concentración volumen-volumen aproximadamente. Por lo cual, el bioetanol recuperado de la primera destilación fue sometido dos veces más a una destilación simple, con los mismos equipos mencionados anteriormente, es decir, se llevó hasta tercera destilación. El proceso de destilación puede apreciarse en la *Figura 28*.

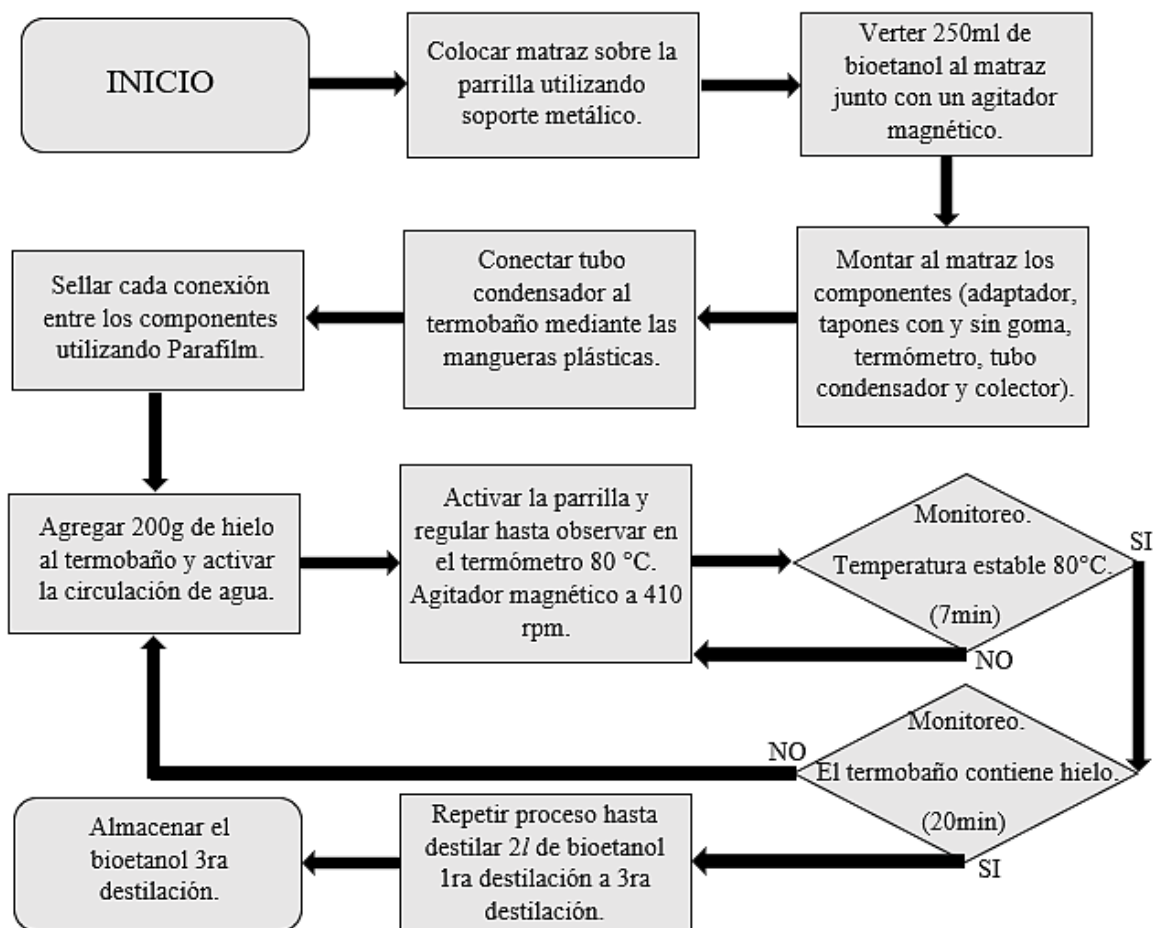


Figura 28. Diagrama de flujo de destilación simple. Fuente: Autoría propia.

3.1.1 Caracterización del bioetanol

La concentración final del bioetanol destilado fue medida a través de un espectrofotómetro UV-Vis, comparándolo con los valores de absorbancia de concentraciones conocidas de alcohol etílico al 70%, y 99%. El proceso comenzó seleccionando en el equipo marca HACH®

el escaneo de longitud de onda, seguido de seleccionar el rango (190nm – 1100nm) en nanómetros por el cual el escáner realiza la evaluación. Dicho rango se seleccionó con el propósito de visualizar el comportamiento completo del etanol para posteriormente acotarlo a las zonas donde el escáner arroje áreas de interés. Los datos obtenidos por el equipo se compararon para conocer la concentración del bioetanol colectado y llevado a tercera destilación.

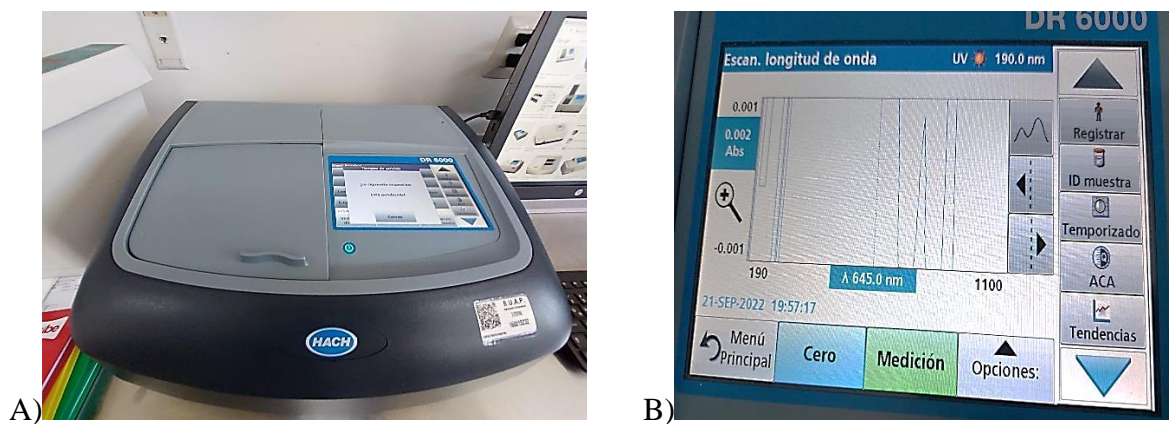


Figura 29. A) Espectrofotómetro UV-Vis marca HACH® con tapa corrediza cerrada y B) Interfaz del equipo para selección de parámetros. Fuente: Autoría propia.

El proceso comenzó seleccionando los 3 tipos de etanol antes mencionados, los cuales se muestran en la Figura 30, junto con un recipiente de agua destilada que se utilizó como cero en el dispositivo espectrofotómetro UV-Vis.



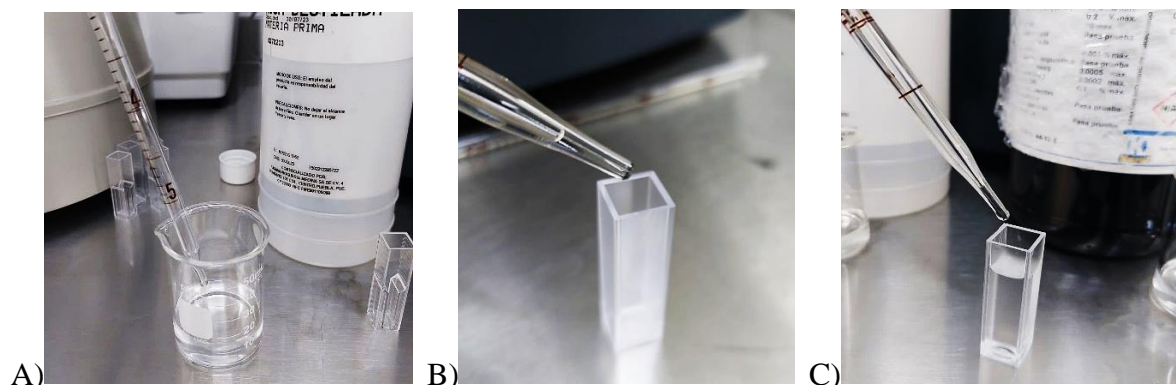
Figura 30. Materiales utilizados para el espectrofotómetro UV-Vis. 1) Agua destilada (cero), 2) Alcohol etílico 99%, 3) Alcohol etílico 70%, 4) Bioetanol colectado tercera destilación. Fuente: Autoría propia.

Posteriormente se procedió a colocar 30ml de cada etanol en vasos de precipitado de 50ml diferentes para evitar la contaminación entre cada sustancia y su contenedor así cómo eliminar errores de medición cómo se muestra en la *Figura 31*.



Figura 31. Vasos de precipitado de 50ml con 30ml de cada etanol. Fuente: Autoría propia.

Una vez teniendo las 3 sustancias, se hizo uso de 3 pipetas de 10ml diferentes y con ayuda de una pera de succión, se extrajeron las 3 sustancias para colocarlas dentro de cubetas plásticas de espectrofotometría para continuar con el proceso de medición y comparación. En adición, se realizó este método con el agua destilada para utilizar como cero dentro del dispositivo espectrofotómetro HACH; se hizo uso de un vaso de precipitado más con 30 ml de agua destilada, una pipeta de 10ml y una cubeta más de espectrofotometría.





D)

Figura 32. Proceso de llenado de cubetas de espectrofotometría. A) Utilización de pipeta en vasos de precipitado. B) Transporte de las sustancias de la pipeta a las cubetas de espectrofotometría. C) Llenado de cubetas. D) Pipetas utilizadas en el proceso y pera de succión. Fuente: Autoría propia.

Una vez llenas las cubetas de espectrofotometría, se procedió a colocarlas dentro del espacio disponible número 10 dentro del espectrofotómetro puesto que en los otros espacios disponibles del equipo señalados con los números 1” cuadrado, 1” circular, 20, 30 y 50 las cubetas no se encontraban bien posicionadas, ya sea por un espacio muy pequeño o grande. Las cubetas de espectrofotometría poseen cuatro caras, dos de ellas con líneas marcadas señalando el lugar correcto para manipularlas y dos caras paralelas transparentes por las cuales pasa la señal emitida por el equipo. Se tuvo particular cuidado al posicionar las cubetas cómo se muestra en la *Figura 33*, puesto que una mínima mancha o imperfecto en las caras transparentes podría significar una mala medición debido a la interferencia de haz de luz monocromático emitido desde el espectrofotómetro HACH.



A)



B)

Figura 33. Colocación de la cubeta con las sustancias. A) Posicionamiento de la cubeta al espacio número 10 del espectrofotómetro HACH, señalado con la flecha roja. B) Cubeta posicionada correctamente. Fuente: Autoría propia.

En primer lugar, se colocó la muestra de agua destilada para marcar un cero en el equipo, es decir, nuestro cero funciona como punto de referencia para las demás muestras, ya que al ser el agua destilada el punto cero el equipo arrojará resultados de la absorción de las sustancias presentes en las muestras a excepción del agua presente en ellas.

Una vez marcado el cero en el equipo, se procedió a colocar las muestras etanol de 99%, 70% y por último la muestra de bioetanol de tercera destilación con los mismos parámetros de medición en el equipo. Una vez acabada las pruebas, el equipo HACH arroja datos que pueden exportarse junto con gráficas de absorción.

Al mismo tiempo, se midieron los grados Brix con ayuda de un refractómetro (*Figura 34*), para conocer las cantidades de azúcar presentes dentro del destilado final de bioetanol. Se procedió a medir los grados Brix de las concentraciones antes mencionadas de etanol de 99%, 70% y del bioetanol propuesto y destilado anteriormente. Para comenzar este proceso fue necesario calibrar el equipo de refracción utilizando agua destilada; se colocaron gotas en la cabina de refracción del equipo para poder manipularlo y ubicarlo dentro de la escala en cero. Esto es necesario ya que, si el equipo no se encuentra debidamente calibrado, la medición que se haga de acuerdo con la escala del dispositivo podría ser errónea.

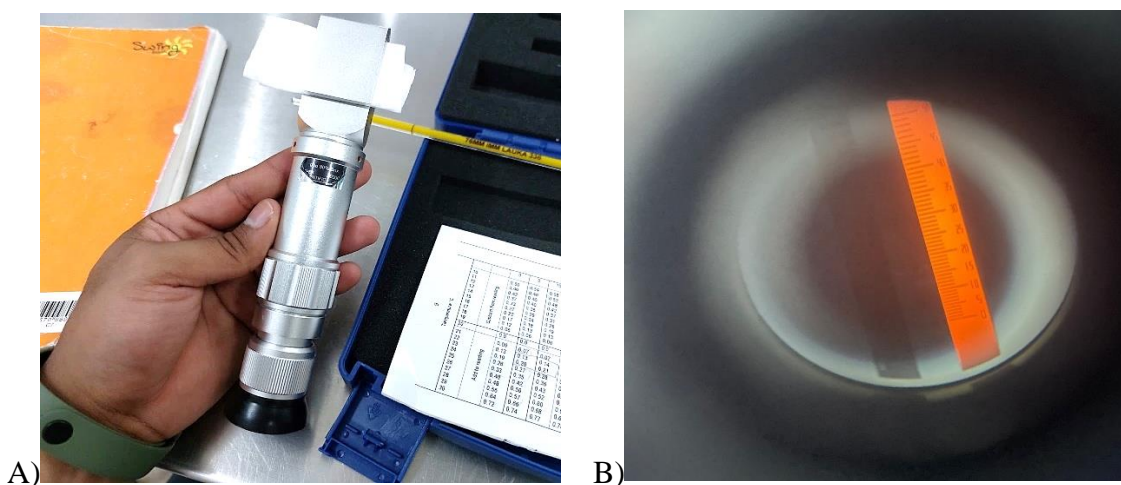


Figura 34. A) Refractómetro de grados Brix. B) Escala visible a través del dispositivo. Fuente: Autoría propia.

Después de haber calibrado el equipo de refracción, se introdujeron gotas del etanol 99%, seguido del etanol 70% y por último el bioetanol de trabajo con ayuda de pipetas pasteur como se muestra en la *Figura 36*, no sin antes haber medido la temperatura en °C con ayuda de tres termómetros de mercurio diferentes de capacidad de medición de 260°C para evitar la contaminación en las muestras como se aprecia en la *Figura 35*.

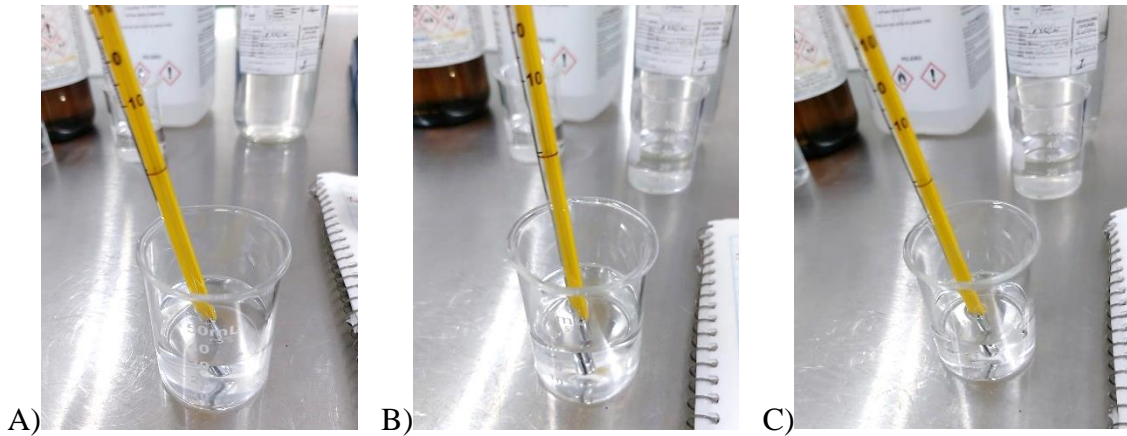


Figura 35. Medición de temperatura de las tres muestras. A) Etanol 99%, B) Etanol 70%, C) Bioetanol tercera destilación. Fuente: Autoría propia.

Entre cada medición de muestra fue necesario limpiar la cabina de refracción con un paño de papel y calibrar el dispositivo a cero nuevamente usando agua destilada con el fin de eliminar registros erróneos en cada medición.

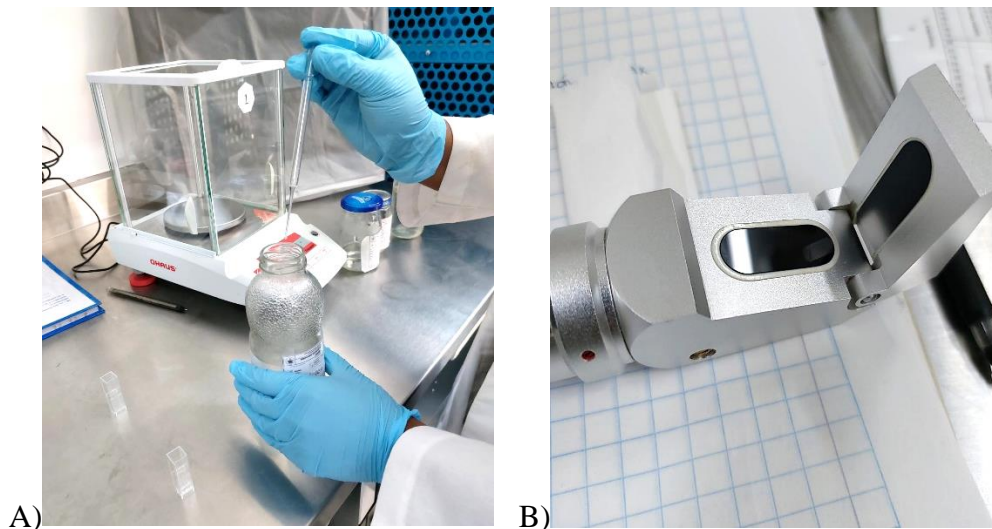


Figura 36. A) Extracción de bioetanol mediante pipeta pasteur. B) Cabina de refracción del equipo refractómetro y paño de papel. Fuente: Autoría propia.

Para poder realizar una caracterización general útil y más detallada, se prepararon 10 muestras más con diferentes concentraciones, haciendo uso de matraces de aforo. La sustancia que se usó fue alcohol absoluto (etanol 99%). Con dicha sustancia se realizaron concentraciones de 10 a 100 % de etanol con intervalos de 10 en 10. Esto se hizo con el fin de obtener los valores de grados Brix presentes en todas las concentraciones preparadas y así

poder comparar de manera más precisa los grados Brix del etanol industrial y el bioetanol destilado para su utilización en la CCED.



Figura 37. Refractómetro, matraces de aforo con diferentes concentraciones de etanol y termómetro de mercurio de 260°C. Fuente: Autoría propia

El dispositivo refractómetro de grados Brix contiene una serie de datos de corrección cómo la de la *Tabla 7*. Dependiendo de la temperatura a la que se encontraba el alcohol a la hora de la medición, es la corrección que se le aplica; si la temperatura varía entre 19°C y 10°C se procede a restar ciertos decimales a la medición de grados brix dependiendo de la concentración que haya registrado el equipo en la escala. Por otro lado, si el alcohol a la hora de la medición se encuentra entre 21°C y 30°C se procede a sumarle decimales dependiendo, de igual manera, a la concentración arrojada en la escala del dispositivo. Para poder revisar la escala es necesario colocar el dispositivo refractómetro en el ojo a manera de monocular.

Cómo puede apreciarse en la *Tabla 7* la temperatura óptima para la medición de grados Brix mediante este tipo de refractómetro es a 20°C puesto que a esta temperatura la medición de concentración no necesita correcciones de adición o sustracción de decimales.


Tabla 7. Correcciones de corrección de mediciones a grados Brix. Fuente: Autoría propia.

TABLA DE CORRECIÓN DE TEMPERATURA																	
		Concentración (%)															
		0	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50	55	60	65	70	
Temperatura °C	Restar a la Lectura	10	0.50	0.54	0.58	0.61	0.64	0.66	0.68	0.70	0.72	0.73	0.74	0.75	0.76	0.78	0.79
		11	0.46	0.46	0.53	0.55	0.58	0.60	0.62	0.64	0.65	0.66	0.67	0.68	0.69	0.70	0.71
		12	0.42	0.45	0.48	0.50	0.52	0.54	0.56	0.57	0.58	0.59	0.60	0.61	0.61	0.63	0.63
		13	0.37	0.40	0.42	0.44	0.46	0.48	0.49	0.50	0.51	0.52	0.53	0.54	0.54	0.55	0.55
		14	0.33	0.35	0.37	0.39	0.40	0.41	0.42	0.43	0.44	0.45	0.45	0.46	0.46	0.47	0.48
		15	0.27	0.29	0.31	0.33	0.34	0.34	0.35	0.36	0.37	0.37	0.38	0.39	0.39	0.40	0.40
		16	0.22	0.24	0.25	0.26	0.27	0.28	0.28	0.29	0.30	0.30	0.30	0.31	0.31	0.32	0.32
		17	0.17	0.18	0.19	0.20	0.21	0.21	0.21	0.22	0.22	0.23	0.23	0.23	0.23	0.24	0.24
		18	0.12	0.13	0.13	0.14	0.14	0.14	0.14	0.15	0.15	0.15	0.15	0.16	0.16	0.16	0.16
		19	0.06	0.06	0.06	0.07	0.07	0.07	0.07	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08
Temperatura °C	Añadir a la Lectura	20	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
		21	0.06	0.07	0.07	0.07	0.07	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08
		22	0.13	0.13	0.14	0.14	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.16	0.16	0.16	0.16	0.16	0.16
		23	0.19	0.20	0.21	0.22	0.22	0.23	0.23	0.23	0.23	0.24	0.24	0.24	0.24	0.24	0.24
		24	0.26	0.27	0.28	0.29	0.30	0.30	0.31	0.31	0.31	0.31	0.31	0.32	0.32	0.32	0.32
		25	0.33	0.35	0.36	0.37	0.38	0.38	0.39	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40
		26	0.40	0.42	0.43	0.44	0.45	0.46	0.47	0.48	0.48	0.48	0.48	0.48	0.48	0.48	0.48
		27	0.48	0.50	0.52	0.53	0.54	0.55	0.55	0.56	0.56	0.56	0.56	0.56	0.56	0.56	0.56
		28	0.56	0.57	0.60	0.61	0.62	0.63	0.63	0.64	0.64	0.64	0.64	0.64	0.64	0.64	0.64
		29	0.64	0.66	0.68	0.69	0.71	0.72	0.72	0.73	0.73	0.73	0.73	0.73	0.73	0.73	0.73
		30	0.72	0.74	0.77	0.78	0.79	0.80	0.80	0.81	0.81	0.81	0.81	0.81	0.81	0.81	0.81

3.2 Fabricación de Electrodo Mediante Electrospinning

El equipo de electrospinning del cual se hizo uso, se encuentra disponible en el laboratorio de Cabinas Industriales 306 del edificio multilaboratorios EMA 7 de la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla y cuenta con los componentes fijos y desechables funcionales enlistados en las *Tabla 8* y *Tabla 9*.

Tabla 8. Componentes fijos del sistema de síntesis electrospinning del laboratorio de Cabinas Industriales. Fuente: Autoría propia.

COMPONENTE FIJO	IMAGEN
Fuente CD 40 kV SPELLMAN®	

Caja Aislante de Cristal



Torre de Soporte Ajustable



Tubo Rotor



Soportes de Rotor



Motor CA



La fuente de 40kV de la marca SPELLMAN® es un dispositivo capaz de suministrar una señal regulable de 1kV a 40kV con saltos de 1,000V en 1,000 V, en corriente directa. Con ayuda de este dispositivo fue posible alcanzar un voltaje óptimo y suministrarlo al sistema mediante un cable de cobre del número 12 conectado a un caimán metálico el cual, a su vez, se encuentra conectado a una punta metálica por el que pasa la solución a electrohilar y así conseguir el efecto Taylor deseado para la generación de microfibras. La conexión desde la fuente CD al caimán, posee una protección de sobretensión para evitar que un fallo en el dispositivo provoque un accidente puesto que al ser una señal de voltaje alto puede provocar

arcos eléctricos pequeños que en caso de entrar en contacto con un material inflamable podría generar una llama y por consiguiente un incendio.

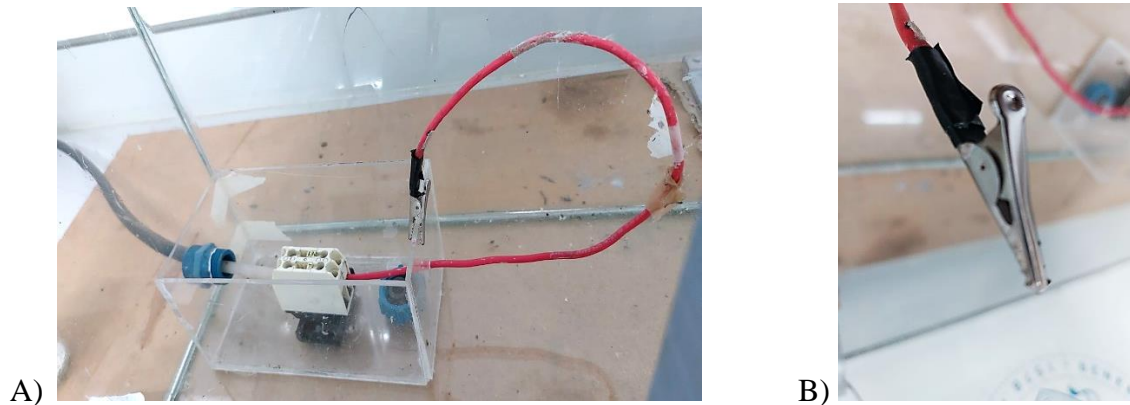


Figura 38. A) Cable gris proveniente de la fuente CD de 40kV conectado a la protección de sobretensión y cable rojo calibre 12 conectado posterior a la protección. B) Cable rojo conectado a un caimán metálico. Fuente: Autoría propia.

Por otro lado, la caja aislante cumple la función de, cómo su nombre lo indica, mantener el sistema aislado para evitar la inducción de objetos cercanos al sistema, puesto que está hecha de cristal comercial, un material aislante. Al utilizar una fuente de voltaje CD alto, es posible que el campo eléctrico induzca carga a objetos que no son de interés cómo mesas metálicas, objetos electrónicos e incluso al usuario que manipula el sistema. Dicha caja aislante se encuentra ensamblada mediante silicón adherible y bisagras plásticas.

La torre ajustable es un componente fabricado mediante impresión 3D, posee un carril corredera horizontal y vertical de manera que pueden regularse la altura y la distancia entre la torre y el rotor colector. Consta de 3 elementos: la base fija en forma de carril que está sujeta al centro de la parte posterior de la caja aislante, la torre vertical la cual puede desplazarse de manera horizontal hacia el frente o hacia atrás puesto que dicha torre se encuentra ensamblada a la base fija, y una base cuadrada con un orificio que sirve de soporte para la punta metálica capilar, esta base a su vez está ensamblada a la torre vertical de manera que la base puede moverse hacia arriba o hacia abajo. Estos 3 componentes de la torre ajustable poseen las siguientes medidas:

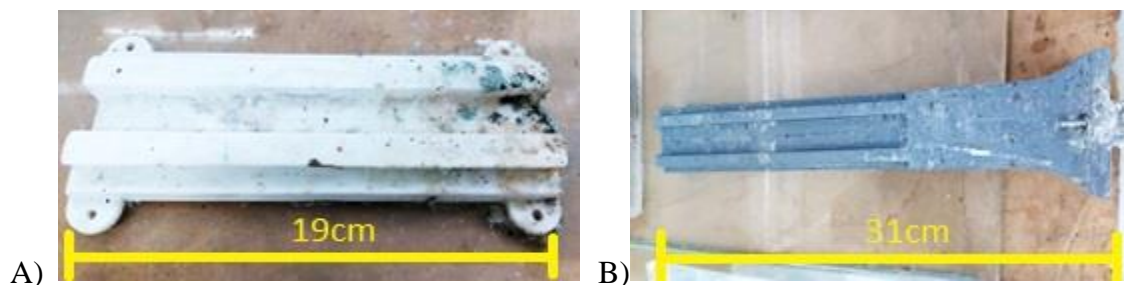






Figura 39. Componentes de la torre de soporte impresa en 3D. A) Base carril fija. B) Torre vertical con carril. C) Base para punta metálica capilar. Fuente: Autoría propia.






Para la recolección de las microfibras, el dispositivo posee un tubo rotor de 27cm de largo. El tubo rotor se encuentra conectado a un motor CA que se conecta a un contacto convencional a 120V CA. El motor CA al estar conectado al tubo rotor posibilita al tubo revolucionar a una velocidad de 1,000 rpm, de esta manera, las microfibras son depositadas en el material que cubre al tubo rotor.

Para mantener el tubo rotor en posición horizontal y hacer posible su rotación sobre su propio eje se utiliza por un lado la pluma de motor CA y por otro lado una base impresa en 3D a manera de soporte del rotor con un orificio a la misma altura de la pluma del motor. Así el rotor queda sujeto por ambos ejes y puede revolucionar sin cambiar de posición.

Por otro lado, los componentes no fijos o desechables del equipo electrospinning son los enlistados a continuación en la *Tabla 9*.

Tabla 9. Componentes desechables del sistema de síntesis electrospinning del laboratorio de Cabinas Industriales. Fuente: Autoría propia.

COMPONENTE DESECHABLE	IMAGEN
<i>Jeringa Plástica 10ml</i>	
<i>Manguera de Silicona Gruesa</i>	

<i>Manguera Quirúrgica</i>	
<i>Punta Metálica Capilar</i>	
<i>Papel Encerado</i>	
<i>Cintas Adhesivas</i>	
<i>Espátula de Limpieza</i>	

La jeringa plástica es el componente con el que succionan y se contienen las soluciones a electrohilar. En todos los casos es necesario utilizar jeringas diferentes entre cada solución y entre cada intervalo de tiempo de electrospinning puesto que no resulta factible limpiar y reusarla debido a que partículas de la anterior solución quedan adheridas a las paredes, al embolo de goma y a la boca de la jeringa. El medio por el que pasa la solución a electrohilar una vez se encuentra en la jeringa es, para el caso del PLA, una manguera gruesa fabricada de silicona. Dicha manguera se utilizó con el fin de que la manguera resistiera la corrosión del cloroformo presente en las soluciones con PLA ya que, si se usara la manguera quirúrgica, al cabo de cierto tiempo, el cloroformo disolvería el plástico del que está hecha y habría fugaz de solución. Una desventaja de la utilización de este tipo de manguera es que al ser gruesa presenta resistencia al movimiento y manipulación, de tal modo que resultó difícil colocarla en el dispositivo de electrospinning.

Para el caso del PVA se hizo uso de una manguera quirúrgica puesto que las soluciones de PVA son diluidas en alcohol, la manguera no corre peligro ante agentes corrosivos como el

cloroformo. Este material posee la ventaja de manipularse más fácilmente comparada con la manguera de silicona usada en el PLA. En ambos casos es necesario cambiar de manguera después de un electrohilado de 40 min para evitar la formación de grumos dentro de ellas. Si hay presencia de grumos, la manguera se obstruye y corta el paso adecuado de la solución desde la jeringa plástica hasta la punta metálica. De igual forma que las jeringas plásticas, no es recomendable reutilizar las mangueras debido a que los residuos depositados en las paredes podrían contaminar la siguiente solución.

Por un lado, las mangueras se conectan a la boca de una jeringa y en el extremo opuesto se coloca una punta metálica conductora capilar. Es en este componente en el que se da lugar al efecto de electrospinning (cono de Taylor). Esta punta se encuentra conectada a la fuente de voltaje CD mediante el caimán conductor y es con el voltaje proveniente de la fuente con lo que se rompe la tensión superficial de la solución y se forman los microhilos disparados hacia el rotor conectado a tierra. En el rotor se colocó un trozo rectangular de papel encerado a manera de que el tubo rotor quedara completamente cubierto por el papel. Es en el papel encerado que cubre al tubo rotor donde se depositan las microfibras y se forman las membranas de microhilos.

Para colocar cada componente antes mencionado, se utilizó dos tipos de cinta adhesiva: cinta canela y cinta masking tape. La cinta adhesiva canela se usó para sellar las conexiones entre la jeringa plástica, las mangueras y la punta metálica. La cinta masking tape se usó para pegar y sujetar de manera adecuada las mangueras a la torre de soporte ajustable, así como para sujetar el papel encerado al tubo rotor.

Después de un rango de tiempo de 40 min de electrospinning algunas microfibras son depositadas sobre las paredes interiores de la caja aislante y en otros sitios indeseados, es por este hecho por lo que se utilizó una espátula metálica pequeña para limpiar las superficies donde se depositaron microfibras sin interés.

Para iniciar la fabricación de electrodos, se utilizaron tres tipos de materiales proporcionados por el Departamento de Investigación en Zeolitas ICUAP de la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla: lignito, bentonita y clinoptilolita, cada una en forma de roca.

Los electrodos llevarán un nombre abreviado por las iniciales de su material.

Electrodo de Lignito: “E.L.”

Electrodo de Bentonita: “E.B”

Electrodo de Clinoptilolita: “E.C.”

Posteriormente las muestras fueron trituradas haciendo uso de un mortero y un pistilo cerámico como el que se puede apreciar en la *Figura 40*, durante 40 minutos. Se utilizaron tres morteros diferentes por separado para evitar la contaminación del material utilizado entre ellas.

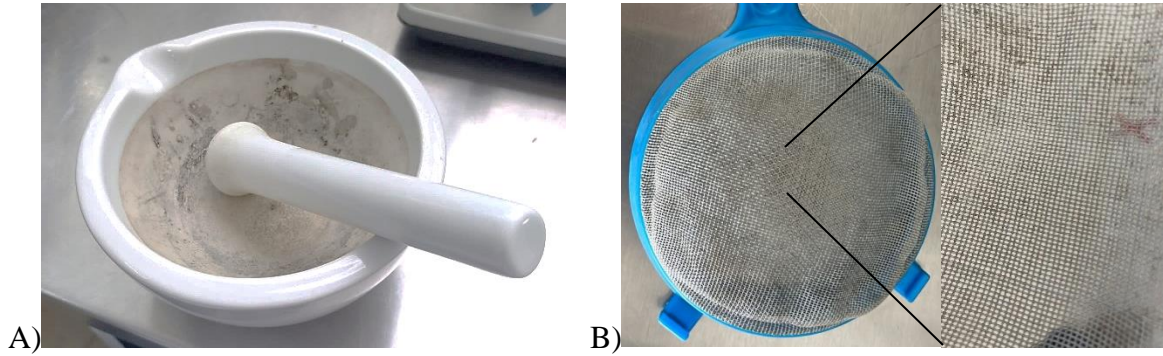


Figura 40. Utensilios para obtención de materiales pulverizados. A) Mortero y Pistilo cerámico. B) Coladera de tamización. Fuente: Autoría propia.

Después de 60 minutos de triturar los materiales usando el pistilo y el mortero en movimientos circulares, se formaron polvos. Cada polvo obtenido se tamizó haciendo uso de una coladera plástica con una reja con orificios de 1mm x 1mm. Una vez obtenido esta separación de los materiales pulverizados, se procedió a volver a triturar las partículas que no pasaron a través de la coladera plástica (partículas mayores a 1mm x 1mm) hasta que todo el material pulverizado pasara a través de la coladera. Posteriormente se repitió dicho proceso de tamización con una coladera plástica con orificios de 0.5mm x 0.5mm. Fue así cómo se obtuvieron los polvos (partículas menores a 0.5mm x 0.5 mm) de cada material.

Tabla 10. Materiales Pulverizados. Fuente: Autoría propia.

NOMBRE	MATERIAL PULVERIZADO
<i>LIGNITO</i>	
<i>BENTONITA</i>	
<i>CLINOPTILOLITA</i>	

3.2.1 Electrodo PLA

Una vez obtenido, se pesó el polvo con ayuda de balanzas analíticas, por cada uno de los materiales para continuar con la fabricación de los electrodos. Los pesos obtenidos fueron los siguientes.

Tabla 11. Gramaje de los materiales elegidos para electrospinning, electrodos PLA. Fuente: Autoría propia.

MATERIAL	PESO
<i>Lignito</i>	3.2 g
<i>Bentonita</i>	3.2 g
<i>Clinoptilolita</i>	3.2 g

Para lograr soluciones con las características óptimas para realizar electrospinning se tomó una proporción 2 a 1 a favor de los materiales pulverizados. Dicha proporción se escogió en base a pruebas realizadas previamente en donde pudo observarse que, si el PLA sobrepasaba la mitad del gramaje del polvo de los materiales, la solución formaba grumos dentro de las mangueras del equipo de electrospinning. Por otro lado, si se agregaba menos PLA, la solución no poseía la viscosidad necesaria para mantener gotas en la punta metálica del equipo de electrospinning, de tal modo que los gramajes para el PLA marca RoHS® quedan de la siguiente manera:

Tabla 12. Gramaje del PLA añadido a los materiales pulverizados. Fuente: Autoría propia.

MATERIAL	PLA AÑADIDO
<i>Lignito</i>	1.6 g
<i>Bentonita</i>	1.6 g
<i>Clinoptilolita</i>	1.6 g

Al ser gramajes pequeños, fue necesario cortar el filamento PLA transparente con ayuda de un cúter previamente esterilizado. Los trozos cortados y pesados pueden apreciarse en la *Figura 41*.

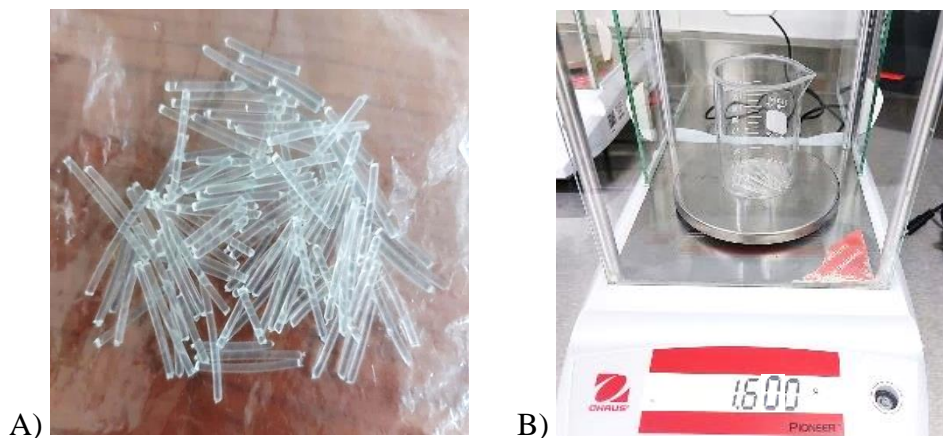


Figura 41. A) Filamento PLA cortado. B) Pesaje del filamento PLA para las 3 soluciones distintas. Fuente: Autoría propia.

Antes de cada pesaje, la balanza analítica de la marca OHAUS® disponible en el laboratorio, fue limpiada y calibrada debidamente para evitar errores de medición. Posteriormente, los gramajes obtenidos de PLA se añadieron a los vasos de precipitado de los materiales pulverizados, obteniendo así tres vasos de precipitado, cada uno con los tres diferentes materiales y con el PLA añadido.

A cada vaso de precipitado se le añadieron 20 ml de cloroformo con la finalidad de diluir el PLA y formar una solución líquida homogénea. Para realizar este proceso se hizo uso de un tubo de ensayo de 25ml de capacidad volumétrica y un recipiente de 1L de cloroformo de la marca J.T. Baker como los de la Figura 42.

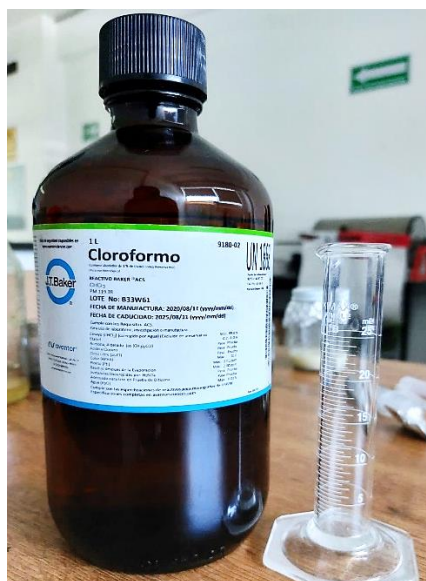


Figura 42. Cloroformo y tubo de ensayo utilizados para la adición de un agente diluyente a las soluciones previamente preparadas. Fuente: Autoría propia.

Una vez añadido el cloroformo, las soluciones fueron colocadas en parrillas calefactoras Thermo Scientific® a 90°C junto con un agitador magnético para cada una de ellas a 600rpm para asegurar una mezcla homogénea y una temperatura uniforme en cada solución. Para evitar la evaporación del cloroformo presente en cada solución se colocaron tapas de papel aluminio sobre los vasos de precipitado. Tomando en cuenta que las parrillas de calefacción y agitación se encontraban a 90°C, la pérdida de calor por radiación hacía que las soluciones se encontraran a 40°C - 43°C como se muestra en la *Figura 43*, una temperatura adecuada puesto que el punto de ebullición del cloroformo es de 61.2°C.



Figura 43. Pérdida de calor. Parrilla a 90°C, solución a 41.5°C. Fuente: Autoría propia.

Después de 40 minutos de exposición al calor y a agitación, se obtuvieron soluciones homogéneas que pueden apreciarse en la *Figura 44*, listas para el siguiente paso de fabricación.

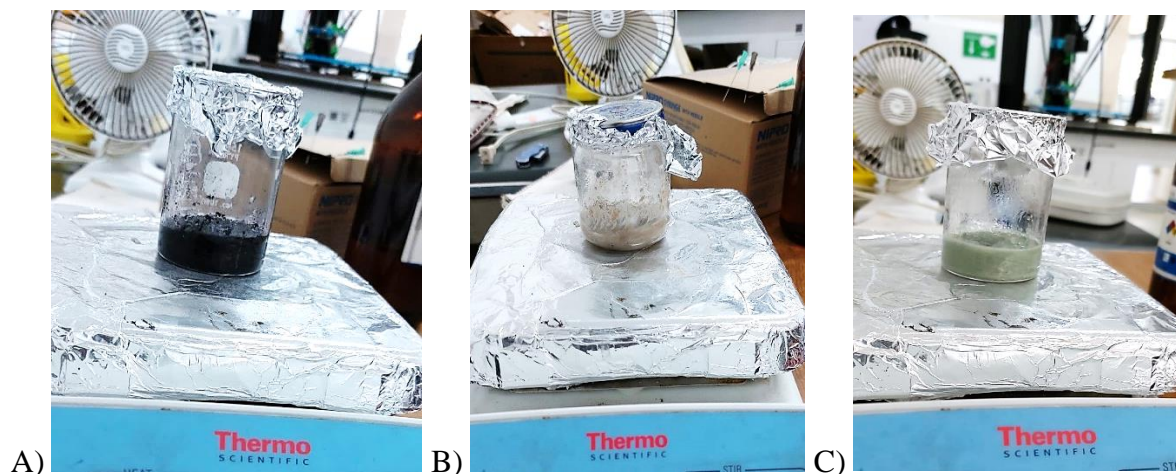


Figura 44. Soluciones de materiales pulverizados, PLA y cloroformo. A) Solución para E.L. B) Solución para E.B. C) Solución para E.C. Fuente: Autoría propia.

Una vez obtenidas las soluciones, se tomó cada una de ellas por separado (a diferentes tiempos) y se procedió a realizar el método de electrospinning, empezando con la solución de Lignito para el E.L. La solución de Lignito en estado líquido se extrajo del vaso de precipitado haciendo uso de una jeringa de 10 ml de volumen con una aguja hipodérmica. Posteriormente se colocó un trozo de papel encerado antes de la colocación de la manguera, con medidas 24x15 cm de forma horizontal alrededor del rotor haciendo uso de cinta adhesiva de manera que el rotor quedó cubierto por el papel como se muestra en la *Figura 45* y así los microhilos provenientes de la punta metálica capilar puedan ser depositados sobre el papel encerado.

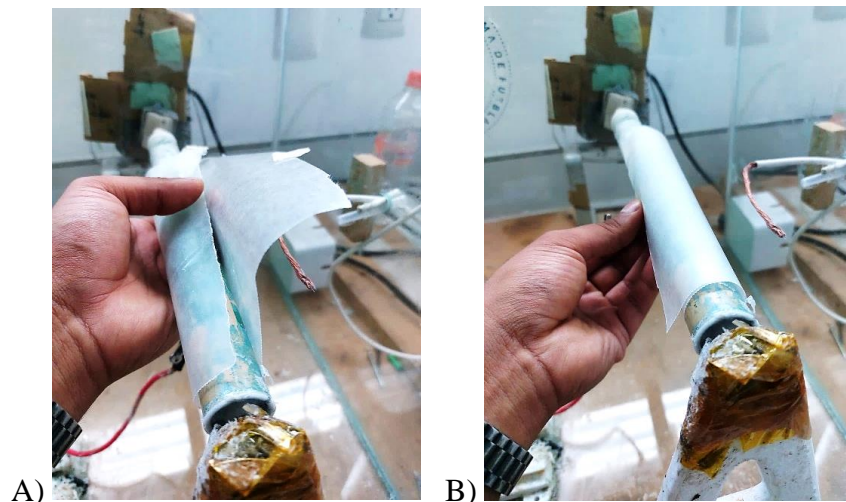
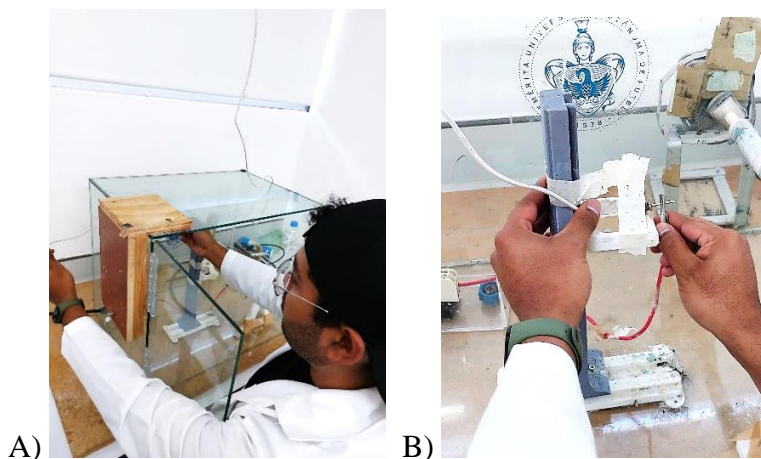
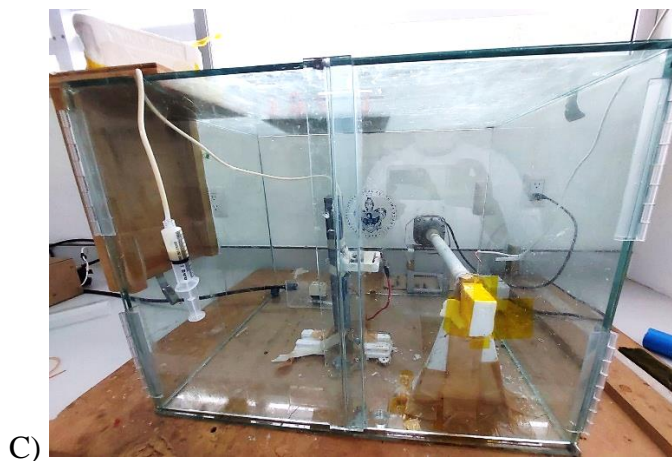


Figura 45. A) Colocación del papel encerado alrededor del tubo rotor. B) Papel encerado colocado. Fuente: Autoría propia.

Por separado, la jeringa con la solución se conectó a una manguera gruesa de 50 cm de longitud con ayuda de cinta adhesiva canela, en el otro extremo de la manguera se ensambla a una punta capilar metálica; dicha punta se encuentra conectada al caimán conductor, el cual se encarga de transportar la señal positiva de la fuente de corriente directa SPELLMAN® con capacidad de 40 kV mediante un cable de cobre de calibre 12.

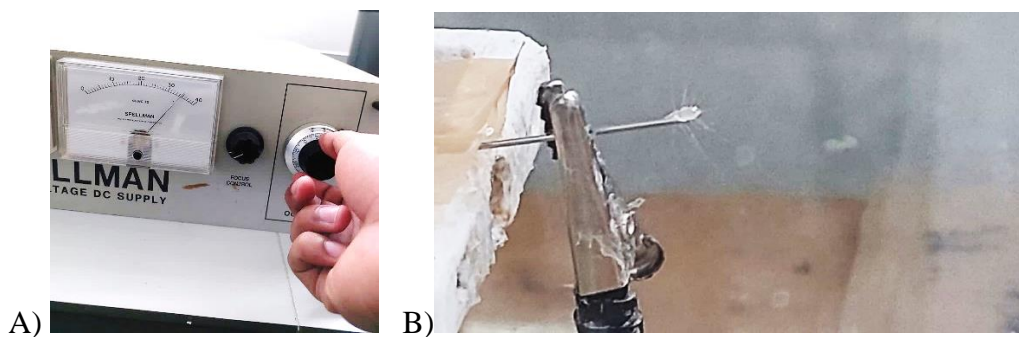




C) *Figura 46. A) Colocación de la manguera gruesa al dispositivo de electrospinning. B) Colocación de la punta metálica a la base cuadrada de la torre ajustable. C) Jeringa con la solución de Lignito colocada correctamente en el sistema. Fuente: Autoría propia.*

La manguera se colocó en el dispositivo de electrospinning de tal modo que la jeringa queda por la parte exterior del sistema y el extremo de la manguera conectada a la punta metálica, en la parte interior y sujeta a su base impresa en 3D de la torre ajustable como se muestra en la *Figura 46*.

Posteriormente se activó la fuente CD y el voltaje fue regulado de manera meticulosa hasta obtener un valor máximo de 35 kV. Una vez alcanzado el voltaje, se procedió a inyectar el contenido de la jeringa suavemente hasta observar que se formaba un filamento proveniente de la punta metálica capilar (Cono de Taylor) apreciable en la *Figura 47*; dicho filamento se dispara hasta el rotor que se encuentra a 3cm de la tierra física y cubierto por el papel encerado, dicho rotor gira a una velocidad de 1000 rpm gracias al motor CA ensamblado a un extremo del rotor. Una vez encendido, el sistema fue manipulado con el equipo de seguridad correspondiente (guantes algodón, guantes de carnaza y botas aislantes) para evitar cualquier tipo de descarga que pudiera interferir con el experimento.



A) *Figura 47. A) Regulación de la fuente CD SPELLMAN® a 35kV. B) Zoom a punta capilar metálica conectada a caimán conductor proveniente de la fuente CD, apreciación de los hilos formados a partir de la solución y proyectados hacia el rotor (cono de Taylor). Fuente: Autoría propia.*

Con la fuente CA funcionando y conectada a la punta capilar que contiene la solución antes realizada y el rotor girando, se programan intervalos de 40 min de funcionamiento del sistema electrospinning para la obtención de membranas formadas por los microhilos disparados desde la punta capilar metálica hacia el papel encerado. Dichos intervalos fueron escogidos tomando en cuenta que el motor CA del sistema tiende a subir de temperatura y la fuente CD tiende a acumular carga estática alrededor del sistema, por lo que para evitar un mal funcionamiento se plantearon 40 min On, 15 min Off. Los intervalos de 40 min se repiten 3 veces, de manera que las membranas obtenidas poseen 120 min de electrospinning.

Este proceso fue replicado para las otras dos soluciones de bentonita y clinoptilolita para los E.B. y E.C. restantes respectivamente. Con los mismos parámetros de electrospinning. Los parámetros tomados en cuenta para el proceso fueron los siguientes:

Tabla 13. Parámetros para la síntesis electrospinning de E.L., E.B. y E.C con PLA. Fuente: Autoría propia.

<i>Solución</i>	<i>Concentración de Solución (%m/v)</i>	<i>Flujo De Salida (ml/s)</i>	<i>Voltaje (kV)</i>	<i>Dist. Punta Metálica-Tubo Colector (cm)</i>	<i>Tiempo On del Sistema (min)</i>	<i>Tubo Rotor (rpm)</i>
<i>E.L.</i>	24	Manual	35	13	120	1000
<i>E.B.</i>	24	Manual	35	13	120	1000
<i>E.C.</i>	24	Manual	35	13	120	1000

Para la obtención de los valores de concentración se usó la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Masa/Volumen} = \frac{\text{Masa de soluto (g)}}{\text{Volumen de disolución (mL)}} \cdot 100 \quad \text{Ec.4 [15]}$$

Para la Ec. 4, se toman en cuenta los gramajes obtenidos de los materiales pulverizados, el PLA añadido y los ml de cloroformo de cada solución.

Como el equipo de electrospinning disponible es fabricado en el laboratorio no se tiene un control absoluto sobre el flujo de salida de la solución a través de la punta capilar metálica, es por este hecho por lo que se optó por inyectarla de manera manual haciendo pruebas visuales, es decir, se ejerció presión sobre el embolo de la jeringa de tal modo que se expulsara una gota del filamento en el otro extremo conectado a la fuente CD SPELLMAN. Cuando visualmente la gota quedaba seca por la temperatura y humedad del sistema se procedía a limpiar usando guantes de protección y un poco de papel para posteriormente hacer salir una gota de solución nuevamente.

Después del tiempo total del sistema en modo On para cada solución, se forman membranas porosas con medidas 10x7 cm con un grosor aproximado de 0.4 mm cómo se muestra en la *Figura 48* alrededor del papel encerado pegado al tubo rotor. Una vez desprendido el papel encerado del tubo rotor se obtuvieron las siguientes membranas:

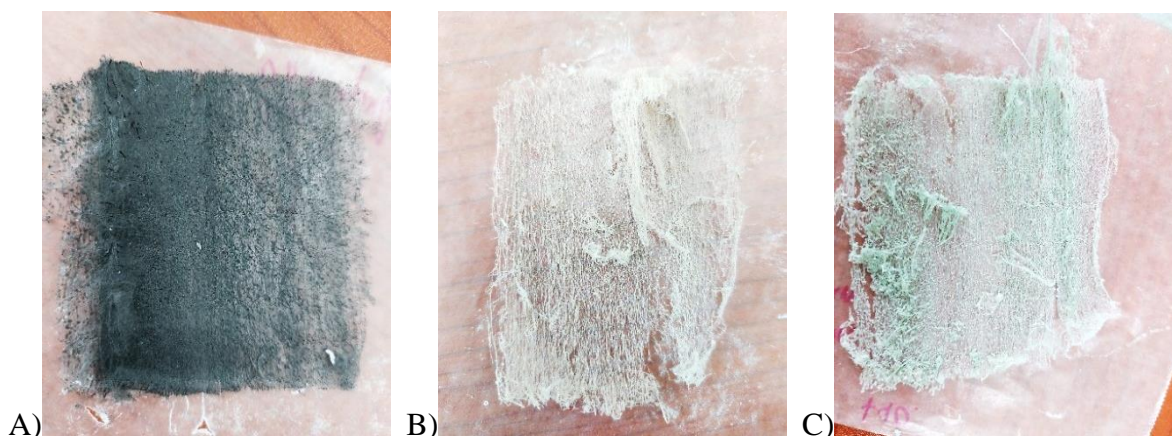


Figura 48. Membranas resultantes del proceso electrospinning. A) Membrana de la solución E.L. B) Membrana de la solución E.B. C) Membrana de la solución E.C. Fuente: Autoría propia.

Las tres membranas porosas obtenidas a través del sistema de electrospinning son las que posteriormente se usaron cómo electrodos en una CCED.

3.2.2 Electrodo PVA

Por otro lado, se usó también el polímero PVA para la síntesis de otros 3 electrodos E.L., E.B. y E.C. Se llevó a cabo un proceso parecido al realizado anteriormente con el polímero PLA, con la diferencia que el material añadido a los materiales pulverizados fue, en este caso, PVA. Las concentraciones para la síntesis de estos electrodos con PVA también se vieron alteradas puesto que el PVA fue diluido en etanol al 99%.

Los gramajes obtenidos de los materiales pulverizados para iniciar con el proceso fueron los mostrados en la *Tabla 14*. Al ser el PVA un material con propiedades diferentes al PLA, se planteó una relación de 50-50 entre el polímero y los materiales pulverizados. Esta proporción fue utilizada en base a pruebas realizadas previamente en donde pudo observarse que, si el PVA sobrepasaba al gramaje del polvo de los materiales, la solución formaba grumos dentro de las mangueras del equipo de electrospinning. Por otro lado, si se agregaba menos PVA, la solución no poseía la viscosidad necesaria para mantener gotas en la punta metálica del equipo de electrospinning. Dichas mediciones fueron realizadas de igual forma mediante las balanzas analíticas disponibles y colocados en vasos de precipitado de 50ml.

Tabla 14. Gramaje de los materiales elegidos para electrospinning, electrodos PVA. Fuente: Autoría propia.

MATERIAL	PESO
<i>Lignito</i>	8 g
<i>Bentonita</i>	8 g
<i>Clinoptilolita</i>	8 g

Con el fin de generar un electrohilado de calidad, para la presente prueba se les añadió PVA marca RoHS®, a los gramos obtenidos de los materiales pulverizados. El polímero PVA se añadió a cada uno de los 3 vasos de precipitado con el siguiente gramaje.

Tabla 15. Gramaje del PVA añadido a los materiales pulverizados. Fuente: Autoría propia.

MATERIAL	PVA AÑADIDO
<i>Lignito</i>	8 g
<i>Bentonita</i>	8 g
<i>Clinoptilolita</i>	8 g

El PVA utilizado se encontraba en fase sólida al igual que el PLA utilizado anteriormente, dicho polímero se encuentra regularmente en forma de filamento puesto que se utiliza de igual forma para impresión 3D. Por lo cual, se cortaron diferentes secciones al filamento haciendo uso de un exacto esterilizado para obtener trozos pequeños y poder medir los pesos mencionados en la *Tabla 15*.



Figura 49. Filamento PVA (lado izquierdo), filamento PVA cortado (lado derecho). Fuente: Autoría propia.

Para poder obtener una solución con la mezcla obtenida de cada material y PVA en sus respectivos gramajes, se añadieron 30 ml de alcohol al 99% en cada vaso de precipitado con su respectivo material con ayuda de un tubo de ensayo de 15ml como el de la *Figura 50*.



Figura 50. Alcohol utilizado para disolver el PVA y tubo de ensayo de 15ml utilizado para la adición a las soluciones. Fuente: Autoría propia.

Para obtener mezclas homogéneas fueron sometidos a agitación constante de 510 rpm y calentamiento a 90°C durante 2 hrs mediante parrillas calefactoras. Cada vaso de precipitado fue tapado con papel aluminio para evitar fugas por evaporación. Después de este lapso se formaron las 3 soluciones de manera exitosa, cómo puede apreciarse en la Figura 51.

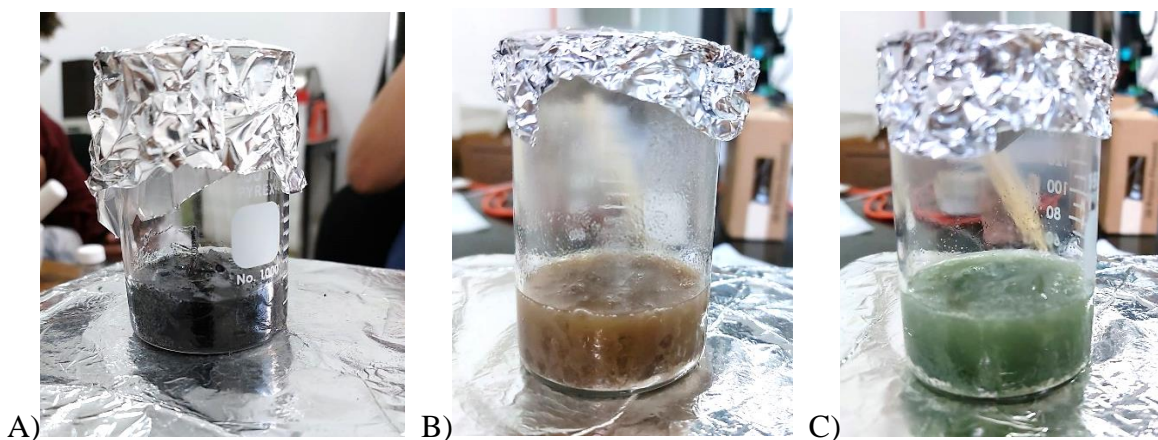


Figura 51. Soluciones de PVA, alcohol 99% y agua destilada. A) Solución para E.L. B) Solución para E.B. C) Solución para E.C. Fuente: Autoría propia.

A pesar de que la temperatura marcada por las parrillas era de 90°C, por pérdida de calor, las soluciones se calentaron en un rango de 41°C-43°C cómo se muestra en la Figura 43. Este valor de temperatura es óptimo si se toma en cuenta que la temperatura de ebullición del etanol es de 78.37°C y la del agua destilada de 100°C, al estar por debajo de estos valores y con las tapas de papel aluminio fue posible disminuir las pérdidas por evaporación.

Una vez transcurrido el tiempo de agitación y obtenido las soluciones, al igual que el proceso anterior de PLA, las mezclas en estado líquido se extrajeron en diferentes momentos haciendo uso de tres jeringas diferentes de 10 ml de volumen con agujas hipodérmicas para cada una de las tres soluciones.

Para dar seguimiento con la síntesis electrospinning, se colocó un trozo de papel encerado con medidas 24x15 cm de forma horizontal alrededor del rotor haciendo uso de cinta adhesiva de manera que los microhilos provenientes de la punta metálica capilar sean depositados sobre el papel encerado.

De manera similar al proceso anterior con el PLA, cada jeringa se conectó a una manguera quirúrgica de 50cm de longitud, ensamblada a la punta capilar metálica que a su vez se encuentra conectada mediante el caimán conductor a la fuente de voltaje CD SPELLMAN. El ensamble de la jeringa con la solución de PVA, la manguera quirúrgica, la punta capilar metálica y el caimán conductor se sujetaron con ayuda de cinta adhesiva a la torre ajustable. El sistema luce igual que al de la *Figura 46*.

Posteriormente se activó la fuente CD y el voltaje se reguló hasta obtener un valor máximo de 35 kV. Una vez alcanzado el voltaje, se procedió a inyectar el contenido de la jeringa manualmente como se muestra en la *Figura 52* hasta observar que se formaba un filamento proveniente de la punta metálica capilar (Cono de Taylor); dicho filamento se dispara hasta el rotor que se encuentra a 3cm de la tierra física y cubierto por el papel encerado. Al ser el mismo sistema, el rotor gira a una velocidad de 1000 rpm gracias al motor CA ensamblado rotor.



Figura 52. Inyección de la solución de PVA con material pulverizado desde la jeringa hasta la punta capilar metálica. Fuente: Autoría propia.

Al igual que el proceso con PLA, se programaron intervalos de 40 min de funcionamiento del sistema electrospinning para la obtención de membranas formadas por los microhilos proyectados desde la punta capilar metálica hacia el papel encerado. Para evitar problemas de sobrecalentamiento del motor y cargas hacia objetos indeseados durante el

funcionamiento, se plantearon 40 min On, 15 min Off 3 veces para un total de 120 min. Para este proceso se utilizó el mismo equipo de seguridad para evitar las posibles descargas o interferencias.

Los parámetros de electrospinning para estas soluciones fueron las siguientes:

Tabla 16. Parámetros para la síntesis electrospinning de E.L., E.B. y E.C con PVA. Fuente: Autoría propia.

<i>Solución</i>	<i>Concentración de Solución % (m/v)</i>	<i>Flujo De Salida (ml/s)</i>	<i>Voltaje (kV)</i>	<i>Dist. Punta Metálica-Tubo Colector (cm)</i>	<i>Tiempo On del Sistema (min)</i>	<i>Tubo Rotor (rpm)</i>
<i>E.L.</i>	53	Manual	35	13	120	1000
<i>E.B.</i>	53	Manual	35	13	120	1000
<i>E.C.</i>	53	Manual	35	13	120	1000

Las concentraciones de la *Tabla 16* se obtuvieron haciendo uso de la Ec. 4, tomando en cuenta los gramajes de PVA, los materiales pulverizados (lignito, bentonita y clinoptilolita) y la adición del alcohol 99% y el agua destilada. De igual forma, se utilizó la técnica manual-visual del proceso anterior con las soluciones de PLA para el suministro de las soluciones de tal forma que el parámetro de flujo de salida es solo controlado mínimamente.

Después del tiempo total, se forman membranas porosas con medidas 10x7 cm y de un grosor de 0.182 mm como las de la *Figura 53*. Estas membranas se encuentran adheridas en el papel encerado y una vez desprendido del tubo rotor pudieron apreciarse de la siguiente manera:

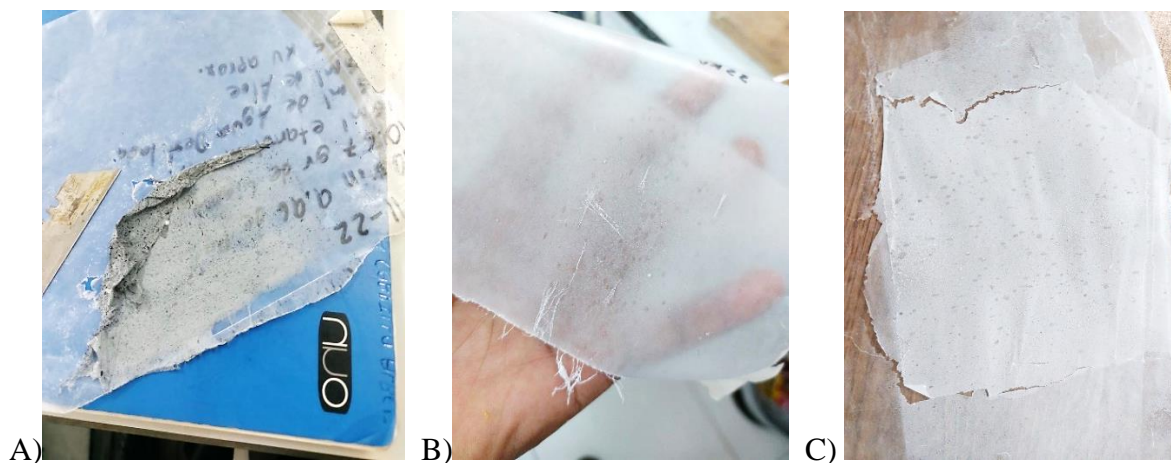


Figura 53. Membranas porosas obtenidas mediante síntesis de electrospinning. A) Membrana de solución del E.L. B) Membrana de solución del E.B. C) Membrana de solución del E.C. Fuente: Autoría propia.

A diferencia de las membranas obtenidas con las soluciones de PLA, estas membranas eran significativamente más delgadas y frágiles.

Al haber utilizado rangos de 40 minutos de funcionamiento On del sistema electrospinning (con tiempos de descanso de 15 min), la diferencia del grosor pudo notarse visualmente de tal forma que pudo apreciarse diferencias en color y transparencia, esto es debido a que conforme se aumentaban los minutos de electrospinning las membranas porosas se fueron haciendo más gruesas por mayor cantidad de microhilos depositados sobre el papel encerado en el tubo rotor. Este proceso es apreciable en la *Figura 54*.

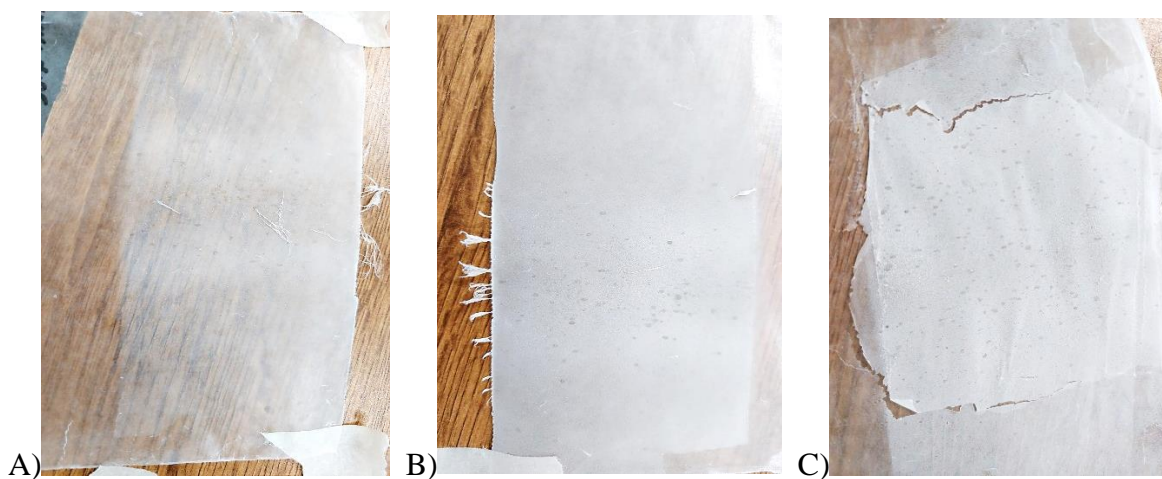


Figura 54. Diferencia visible entre rangos de tiempo de funcionamiento del sistema electrospinning en transparencia y grosor. A) Membrana porosa del E.C. a los 40min. B) Membrana porosa del E.C. a los 80min. C). Membrana porosa del E.C. a los 120min. Fuente: Autoría propia.

3.3 Membranas para la CCED

Para la fabricación de membranas de intercambio protónico, como se mencionó anteriormente, se utilizaron 3 diferentes materiales: Aloe con carbón lignito, Nafion® con carbón, y Nafion® 117.

Para nombrar a estas membranas se utilizaron las siguientes abreviaciones:

Membrana Nafion® con carbón: Memb. N-C

Membrana de Nafion® 117: Memb. N117

Membrana de Aloe con Carbón lignito: Memb. A-C

3.3.1 Memb. N-C

La membrana de Nafion® 117 con catalizador de carbón fue proporcionada y activada previamente por el responsable del laboratorio de óptica de la facultad de ciencias fisicomatemáticas para su utilización en la CCED por lo que no fue necesario someterla a algún proceso de activación o protonación. Al solo contar una membrana de este tipo fue necesario limpiarla entre cada utilización en los 3 EME (E.L., E.B. y E.C.) de la CEED, este proceso consistió en depositar la membrana en vaso de precipitado junto con agua desionizada a 100°C durante 90min para eliminar residuos y partículas ajenas entre cada electrodo. Fue manipulada con extremo cuidado para evitar que las dos capas catalizadoras de carbón adheridas al Nafion® se desprendieran y causaran diferencias en las reacciones dentro de la celda.



Figura 55. MIP de N-C para la CEED. Fuente: Autoría propia.

3.3.2 Memb. N117

Esta membrana es de fabricación privada. El Nafion® 117 disponible es una membrana de un grosor de 0.183 mm, y de medidas 20x40cm facilitada por el laboratorio de Química y Biocombustibles 304 edificio multilaboratorios EMA7 de la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla. Al contar con tres electrodos diferentes (E.L., E.B. y E.C) fue necesario obtener 3 MIP de Nafion® 117. Para poder utilizar este material dentro de la CCED se cortaron 3 trozos cuadrados de 3cm cada uno, de la hoja de Nafion® de 20x40cm. Al cortar estos segmentos se hizo uso de guantes de látex al manipular la membrana de Nafion® para evitar la adición de impurezas y contaminaciones a esta.

Para quitar iones metálicos e impurezas a las 3 membranas cuadradas, fue necesario darles un tratamiento comúnmente llamado “activación de la membrana” antes de ser debidamente usadas como electrolito en la CCED. Los materiales que se usaron para este proceso fueron: Una parrilla calefactora, 3 agitadores magnéticos, peróxido de hidrógeno (H_2O_2) al 3%, ácido sulfúrico (H_2SO_4) con concentraciones de 1M y 0.5M, Agua desionizada, pinzas

metálicas quirúrgicas, 3 vasos de precipitado de 50ml, 3 termómetros de mercurio de 250°C, un vidrio de reloj, guantes de látex y película Parafilm. Dicho tratamiento se realizó de la siguiente manera:

I. Purificación de la membrana en (H_2O_2) al 3% a 85° C

Una vez teniendo los materiales se introdujo uno de los 3 trozos cuadrados de Nafion® 117 a un vaso de precipitado utilizando las pinzas quirúrgicas, una vez dentro, se añade cuidadosamente H_2O_2 al 3% hasta que la membrana quede totalmente cubierta por el peróxido de hidrógeno. Luego de esto se introduce el agitador magnético y utilizando la perilla de regulación de temperatura de la parrilla calefactora se regula la temperatura hasta alcanzar un valor constante de 85°C en la solución de H_2O_2 durante 30 min. Dicha temperatura fue corroborada con ayuda de uno de los termómetros de mercurio.

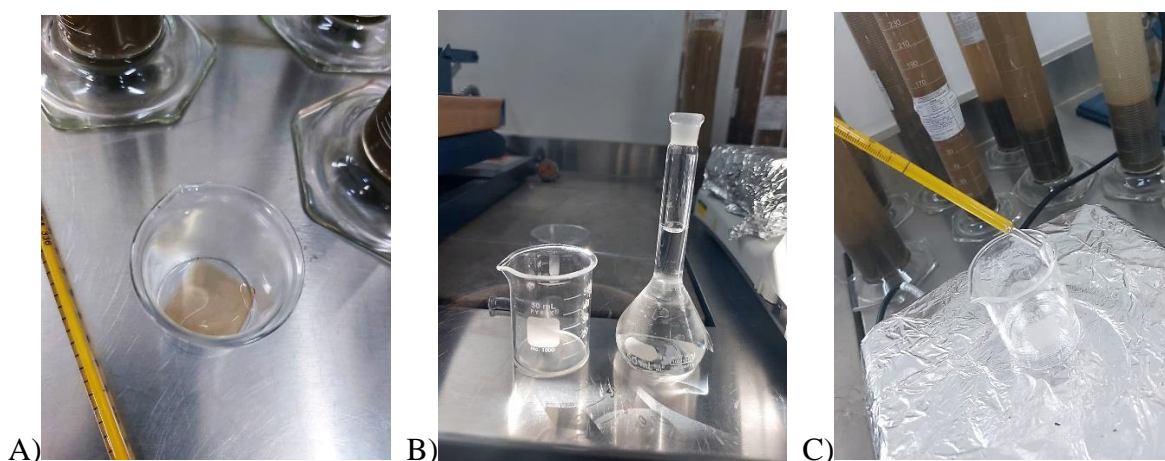


Figura 56. A) deposición de la membrana de Nafion® 117 en el vaso de precipitado. B) Vaso de precipitado con la membrana y recipiente de H_2O_2 al 3%. C) Monitoreo de temperatura del H_2O_2 con termómetro de mercurio. Fuente: Autoría propia.

II. Lavado de la membrana en H_2O desionizada a 100° C

Una vez transcurrido el tiempo del paso 1, se procedió a colocar la membrana de Nafion® 117 en otro vaso de precipitado con ayuda de las pinzas quirúrgicas, seguido de la adición de agua desionizada hasta observar que la membrana estuviera totalmente cubierta por el líquido y otro agitador magnético. Se colocó nuevamente el vaso en la parrilla que ahora estaba regulada de tal forma que el agua desionizada alcanzara los 100°C y el agitador magnético a 60 rpm durante 30min. La temperatura fue monitoreada mediante otro termómetro de mercurio y una vez alcanzada la temperatura constante en el líquido se colocó un vidrio de reloj en la boca del vaso de precipitado a manera de tapa como se observa en la Figura 57, con el fin de evitar en medida de lo posible la evaporación excesiva del agua, tomando en

cuenta su punto de ebullición de 100°C. Este proceso se repitió una segunda vez para un total de 60 min.

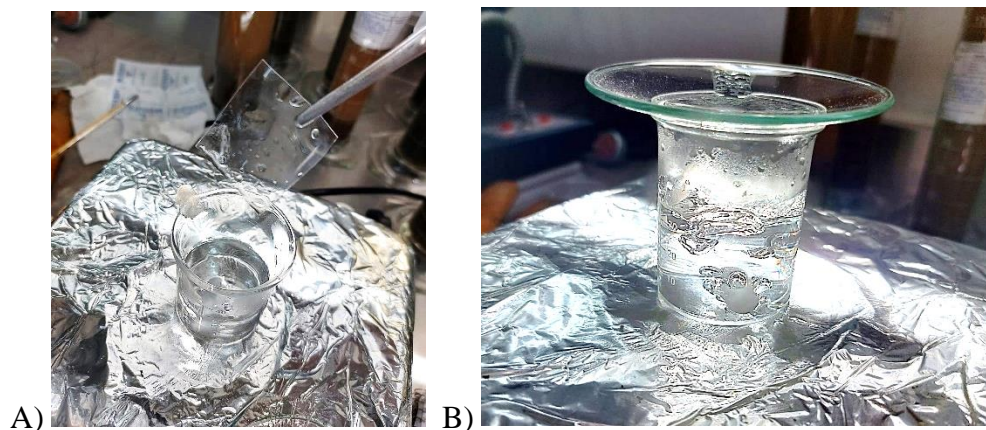


Figura 57. A) Colocación de la membrana de Nafion® 117 al interior del vaso de precipitado de 50ml. B) Vaso de precipitado con tapa de vidrio de reloj, en su interior se encuentra la membrana de Nafion® 117 y el agua desionizada a 100°C. Fuente: Autoría propia.

III. Protonación durante 1 hora en H_2SO_4 0.5M a 85° C

Posteriormente, la membrana fue colocada en otro vaso de precipitado de 50ml y se añadió la solución de H_2SO_4 a 0.5M previamente preparada como se muestra en la *Figura 58* hasta que la membrana quedó totalmente sumergida. El vaso con la membrana y la solución de ácido sulfúrico se colocó en la parrilla calefactora a 85°C durante 60 min con el agitador magnético a 60 rpm con el vidrio de reloj tapando al vaso de precipitado.

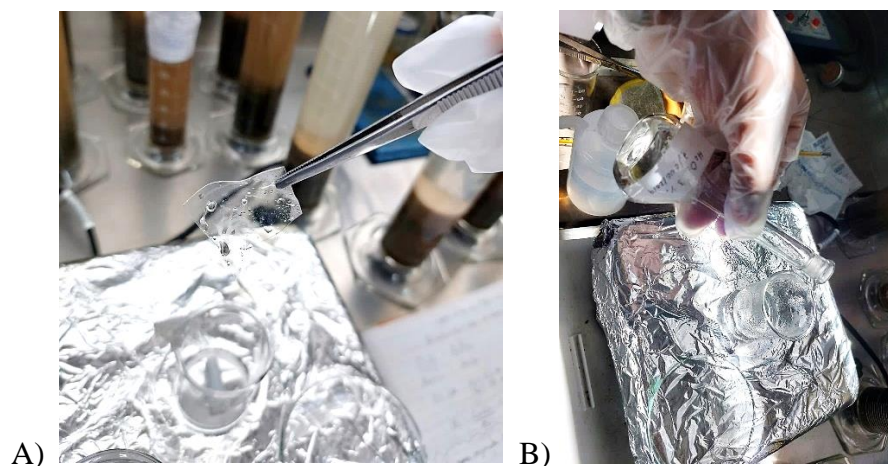


Figura 58. A) Deposición de la membrana dentro del vaso de precipitado. B) Adición de H_2SO_4 . Fuente: Autoría propia.

IV. Reposo de la membrana en H_2SO_4 1M.

Para este paso, se extrajo la membrana cuidadosamente y se depositó el H_2SO_4 a concentración 0.5 M en el recipiente de desechos adecuado, una vez hecho esto, la membrana se introdujo en el vaso de precipitado ya vacío y se agregó el H_2SO_4 a concentración 1M para su reposo de 48hrs. Esto se realizó con el fin de alcanzar una correcta protonación de la membrana de Nafion® 117. Posteriormente el vaso se cubrió con ayuda de película Parafilm para evitar la contaminación de la solución y, por ende, la contaminación de la membrana como se muestra en la *Figura 59*. El vaso cerrado con Parafilm se dejó etiquetado y dentro de una campana de extracción de gases apagada.

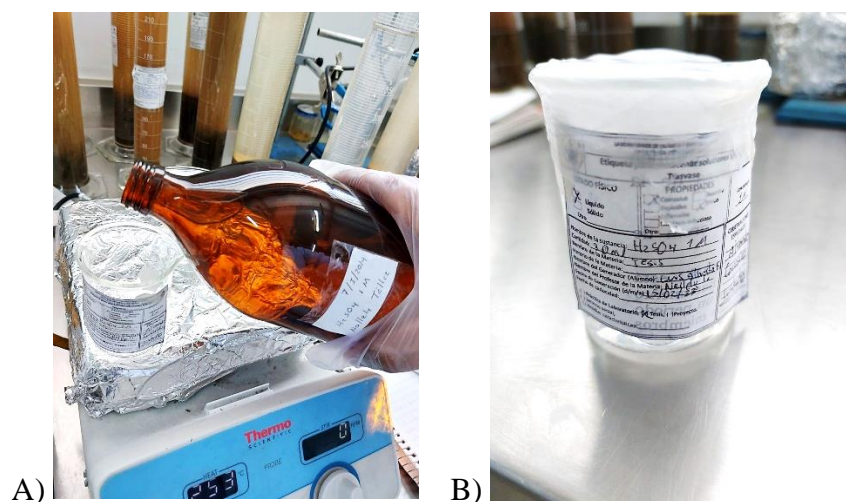


Figura 59. A) Adición de H_2SO_4 concentración 1M al vaso de precipitado con la membrana de Nafion® 117 en su interior. B) Vaso cubierto debidamente con Parafilm y etiquetado para su reposo de 48hrs. Fuente: Autoría propia.

V. Lavado de la membrana en H_2O desionizada a 100° C

Una vez transcurrido las 48hrs del paso anterior. La membrana se extrajo con ayuda de las pinzas quirúrgicas y se depositó en otro vaso de precipitado de 50ml limpio. El H_2SO_4 concentración 1M se depositó en el contenedor de residuos adecuado. Al vaso con la membrana se añadió agua desionizada, se colocó en la parrilla calefactora junto con un agitador magnético a 60rpm y se reguló la temperatura de la solución hasta alcanzar los 100°C durante 30min. Este paso se realizó una segunda vez para un total de 60min, dicho proceso se llevó a cabo para eliminar cualquier agente contaminante por completo.

VI. Almacenamiento la membrana en H_2O desionizada

Una vez terminado el proceso del paso V, la membrana de Nafion® estuvo lista para su utilización en la CCED, hasta llegado ese momento la membrana se almacenó en una caja de Petri junto con H_2O suficiente para mantenerla hidratada como se muestra en la *Figura 60*.



Figura 60. Almacenamiento de la membrana de Nafion® 117 en la caja de Petri y H₂O desionizada para su posterior utilización. Fuente: Autoría propia.

Este proceso de activación de 6 pasos se replicó para los otros dos trozos de Nafion® 117 previamente cortados y así tener 3 membranas activadas y listas para su utilización en la CCED.

3.3.3 Memb. A-C

Esta membrana está formada por una capa de aloe vera extraído directamente de la planta de aloe y una capa de carbón lignito como catalizador. El proceso se llevó a cabo cortando un trozo de hoja de aloe vera utilizando un cúter. Posteriormente se cortó la piel de la planta con ayuda del cúter para obtener la pulpa de aloe. La pulpa se cortó en forma cuadrada con 3cm por lado como se muestra en la *Figura 61*, luego se cortó el excedente de manera que el cuadrado tuviera un espesor de 2mm.

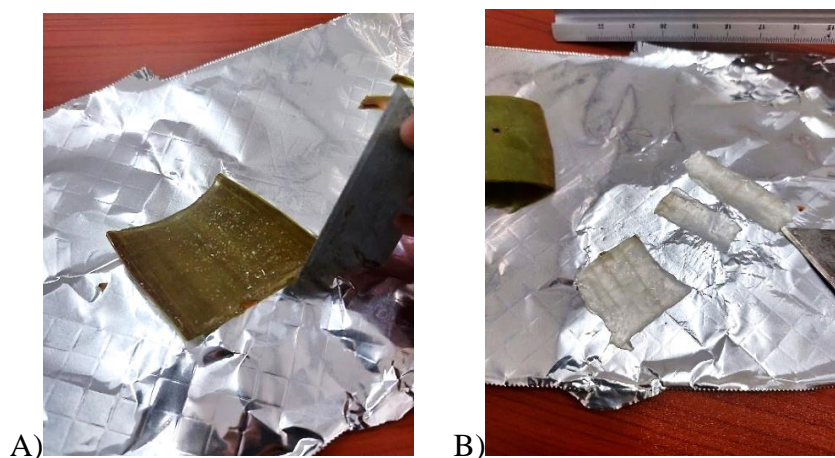


Figura 61. A) Corte de la pulpa de aloe vera. B) Corte de excedentes de Memb. A-C de 3cm de lado y 2mm de grosor. Fuente: Autoría propia.

Una vez cortada la membrana el siguiente paso consistió en depositar carbón lignito en ambas caras del aloe, con el propósito de catalizar las reacciones en la CCED. Con ayuda de un isopo de algodón estéril se tomó y depositó manualmente el polvo de carbón cuidadosamente por ambas caras, la viscosidad natural del aloe vera funcionó como medio adherible para el carbón pulverizado como se muestra en la *Figura 62*.

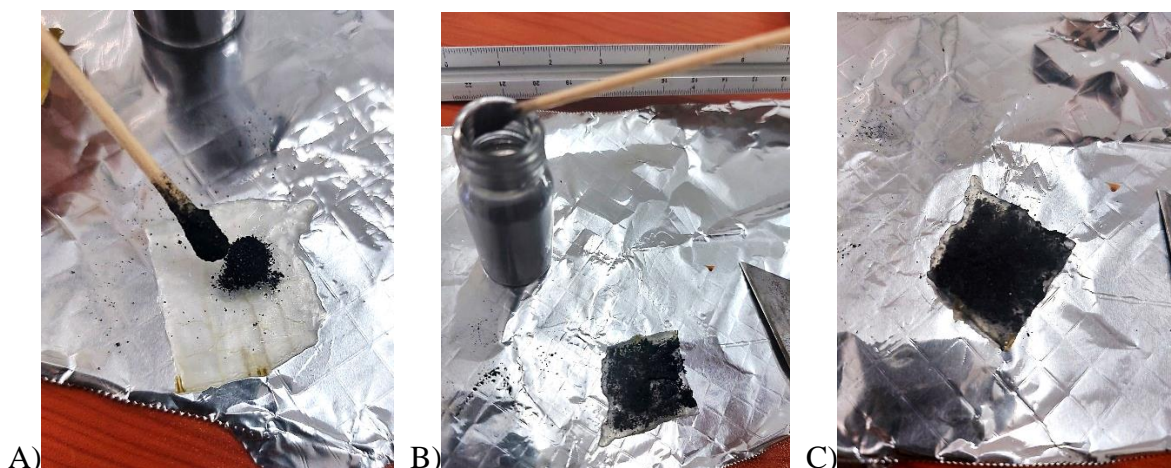


Figura 62. A) Deposición del carbón lignito pulverizado sobre la membrana de aloe con isopo de algodón estéril. B) Membrana de aloe cubierta de carbón lignito pulverizado por una cara completa. C) Membrana cubierta de carbón lignito por ambas caras. Fuente: Autoría propia.

En la *Figura 62-C*) se muestra a la Memb. A-C lista para su utilización en la CCED. Al ser probados 3 electrodos (E.L., E.B. y E.C.) fue necesario elaborar el proceso anterior dos veces más para poder utilizar una Memb. A-C diferente en cada prueba de electrodos, es decir, contar con tres Memb. A-C.

3.4 Ensamble de los Electrodo a la CCED

Una vez teniendo las membranas de electrospinning de los tres materiales propuestos como electrodos dentro de la CCED y tomando en cuenta el área activa de la celda de 6.25cm^2 se procedió a despegar las membranas pegadas al papel encerado con ayuda de una hoja metálica afilada para después cortar cuadrados de la misma área activa de la celda. Al utilizar un par de electrodos (ánodo y cátodo) en el ensamble de una celda y al contar con tres tipos de MIPs se consiguieron 6 cuadrados de 2.5cm por cada membrana de electrospinning como se puede visualizar en la *Figura 63*.

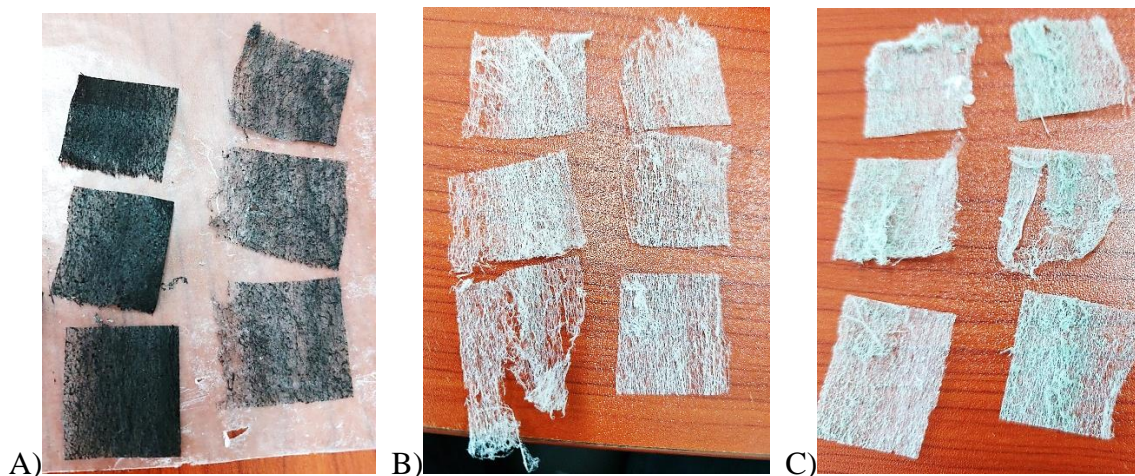


Figura 63. Electrodo sintetizados mediante electrospinning para la CCED A) E.L. B) E.B. C) E.C. Fuente: Autoría propia.

Posteriormente, cada par de electrodos de electrospinning (ánodo y cátodo) fueron ensamblados a las 3 diferentes membranas y los otros componentes de la CCED, de manera que se hicieron los siguientes ensambles:

Tabla 17 Tipo de EME realizados. Fuente: Autoría propia.

E.L. Memb. N-C	E.L. Memb. N117	E.L. Memb. A-C
E.B. Memb. N-C	E.B. Memb. N117	E.B. Memb. A-C
E.C. Memb N-C	E.C. Memb N117	E.C. Memb A-C

Los tres EME (N-C, N117, A-C) fueron elaborados de la siguiente manera:

3.4.1 EME con Memb. N-C

Para el caso del EME con la Memb. N-C, ánodo y cátodo de cada material electrohilado se depositaron de manera manual sobre las caras de la membrana. Debido a que esta poseía las capas de carbón como catalizador por ambas caras y al solo contar con una membrana de este tipo, solo fue posible colocar los electrodos en la membrana sin ningún tipo de tratamiento. Al haber una superficie de contacto carente se pretendió ver resultados poco prometedores con este tipo de EME.

3.4.2 EME con Memb. N117

Para el EME con la Memb. N117 se llevó a cabo un ensamble con alta temperatura, al no contar con capas de carbón lignito catalizador adheridas al Nafion® fue posible utilizar calor entre el electrodo y la membrana de intercambio iónico para alcanzar un mayor contacto. Se

hizo uso de una prensa caliente, dos trozos de papel encerado para proteger al EME de las paredes calientes de la prensa, Nafion® 117 líquido y pinzas quirúrgicas. El proceso consistió en colocar en la prensa un trozo de papel encerado, seguido de un cátodo de material de electrospinning, 4 gotas de Nafion® líquido a manera de adherible para mejorar el contacto entre el la membrana y los electrodos, la membrana de Nafion®, el ánodo de electrospinning y otro trozo de papel encerado de protección. Este proceso puede apreciarse en la *Figura 64*.



Figura 64. Secuencia de posicionamiento para el EME de N117 mediante prensa caliente. Fuente: Autoría propia.

Después de colocar el último trozo protector de papel encerado sobre el EME, la prensa se reguló lentamente hasta alcanzar una temperatura de 130°C para posteriormente cerrarla durante 3 min. Después de transcurrido el tiempo, la prensa se abre y se retira cuidadosamente el EME, esto puede apreciarse en la *Figura 65*. El EME se dejó enfriar durante 5 min sobre una superficie limpia y posteriormente se quitaron ambos trozos del papel encerado para obtener el EME listo para su ensamble dentro de la CCED.



Figura 65. EME de E.L. con Memb. N117 mediante prensado caliente. Fuente: Autoría propia.

Este proceso se repitió 2 veces más bajo las mismas condiciones para los otros dos pares de electrodos (E.B. y E.C.) y así obtener tres EME con los tres tipos de electrodos de electrospinning y la Memb. N117.

3.4.3 EME con Memb. A-C

Con la Memb. A-C el proceso de EME no requirió la utilización de calor. El método consistió en colocar los tres pares de electrodos sobre ambas caras de las membranas de 2mm de aloe vera para posteriormente someterlas a presión con la prensa apagada, es decir, sin calor. Dicho método careció de una fuente de calor puesto que la membrana de aloe, al estar hidratada naturalmente y ser un material orgánico, la exposición al calor podría cambiar sus propiedades y hacer que se deshidratara por completo, haciendo difícil el contacto en los electrodos y la membrana. Acorde a los EME anteriores, se realizaron 3 EME totales con aloe vera y los 3 diferentes electrodos de electrospinning.

La *Figura 66* muestra los componentes del ensamble de la CCED incluyendo los EME separados previo a los procesos mencionados antes. Sabiendo que los EME fueron las tres membranas diferentes mencionadas anteriormente, se muestran solo la Memb. N-C.

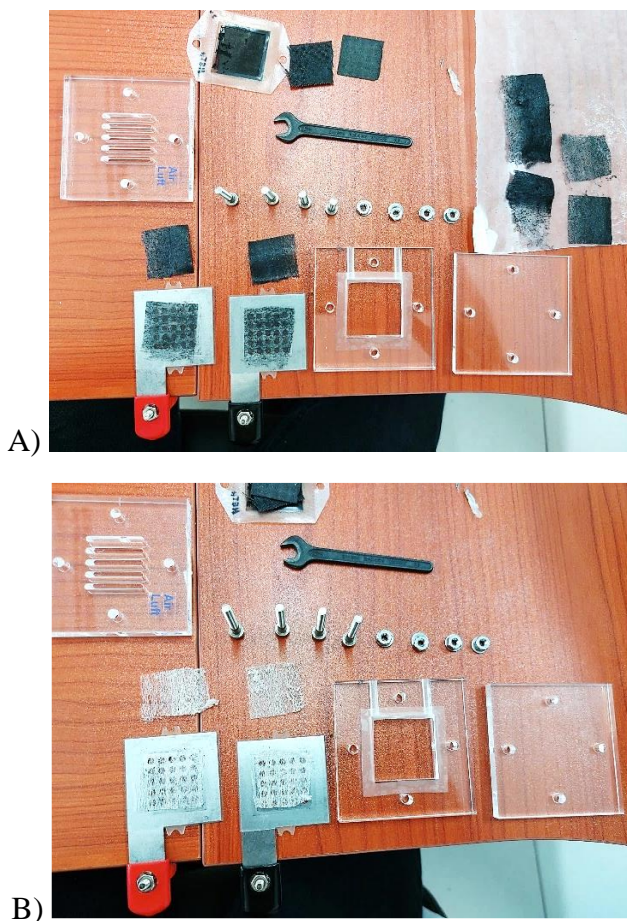




Figura 66. A) Componentes del ensamble de la CCED con la Memb. N-C y los E.L. B) Componentes del ensamble de la CCED con la Memb. N-C y los E.B. C) Componentes del ensamble de la CCED con la Memb. N-C y los E.C. Fuente: Autoría propia.

Para todos los casos anteriores, se utilizaron los componentes de la misma celda y orden.

1. En primer lugar, se colocó la superficie correspondiente a la zona catódica la cual consiste en una placa plástica de 0.5cm de grosor con orificios ordenados paralelamente que sirven de canales de flujo para el oxígeno. Dicha placa posee 4 orificios por los que pasan pernos roscados de 4cm como se aprecia en la *Figura 67* que sirven como soporte y sujeción de toda la celda.



Figura 67. Placa plástica con orificios paralelos para flujo de oxígeno y pernos roscados metálicos. Fuente: Autoría propia.

2. En segundo lugar se coloca el colector de corriente catódico el cual está hecho de metal conductor, orificios en forma de mallado circular, una terminal positiva con rosca (placa color rojo) y un empaque de silicona transparente con forma cuadrada

que sirve como sellador y asilante. El ensamble de la CCED en el segundo paso se aprecia de la siguiente manera.



Figura 68. Placa colectora de corriente catódica con terminal positiva. Fuente: Autoría propia.

3. En el tercer caso, se colocó el EME correspondiente, en cada ensamble de CCED se colocaron los diferentes EME mencionados en la *Tabla 17*. La *Figura 69* es un ejemplo dónde se aprecia visualmente como quedó posicionado el EME de E.B. con Memb. N-C. Los pernos de sujeción no se encuentran en contacto con el EME en ningún momento.

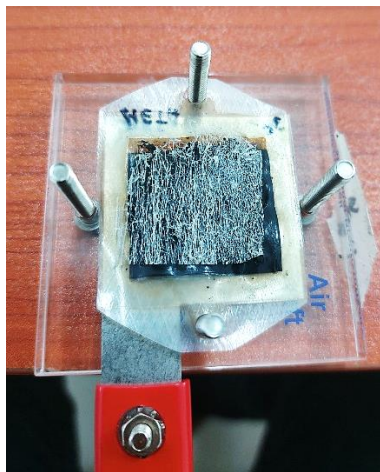


Figura 69. EME de E.B. con Memb. N-C colocado sobre el colector de corriente catódica. Fuente: Autoría propia.

4. El cuarto caso correspondió a la colocación del colector de corriente anódico, es decir el colector negativo. Este colector está hecho del mismo material metálico que el

colector catódico y posee también orificios de flujo para el combustible en forma de mallado circular, un empaque cuadrado de silicona transparente y una terminal negativa con rosca (placa negra), El ensamble se aprecia en la *Figura 70*.



Figura 70. Ensamble con placa plástica, colector catódico, EME y colector anódico. Fuente: Autoría propia.

5. Seguido del colector de corriente anódico, se colocó en quinto lugar una placa plástica con un orificio cuadrado de 3cm que posteriormente servirá como cámara de almacenamiento del combustible, la placa posee orificios posicionados exactamente igual a los de la placa plástica colocada en el primer lugar, de manera que los pernos roscados encajan en ella perfectamente. También posee dos orificios transversalmente por los que se introdujo el bioetanol durante las pruebas de desempeño de la CCED. El ensamble en este paso se aprecia en la *Figura 71*.

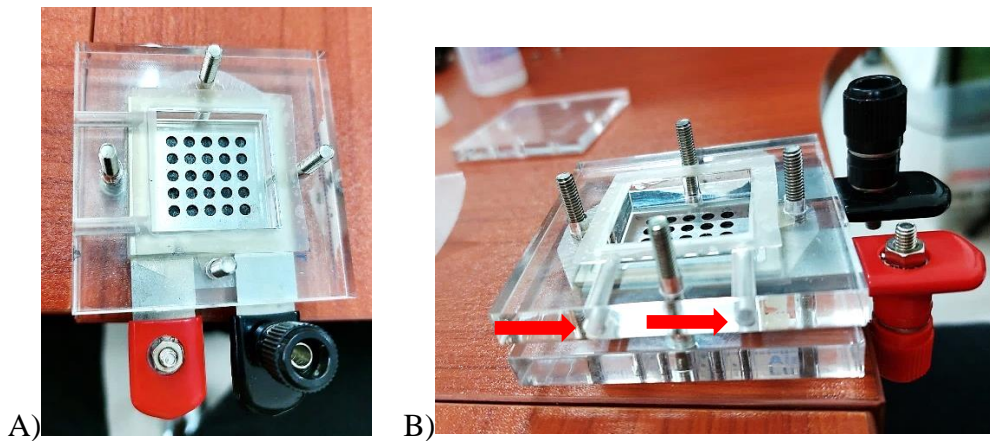


Figura 71. A) Vista superior del ensamble de la CCED con placa con orificios transversales. B) Vista lateral del ensamble de la CCED (las flechas rojas indican los orificios de llenado de bioetanol). Fuente: Autoría propia.

La placa plástica puesta en el quinto paso tiene un empaque de silicona transparente en forma de marco cuadrado que sirve para evitar fugas entre esta y la última placa al momento de la adición del combustible líquido al ensamble.

6. Como sexto y penúltimo paso, se colocó una placa plástica con el mismo grosor y los mismos orificios para pernos que las dos anteriores. Esta placa sirve como tapa para la cámara de combustible, así como para terminar el ensamble de la CCED aportando más firmeza. El ensamble puede visualizarse en la *Figura 72*.

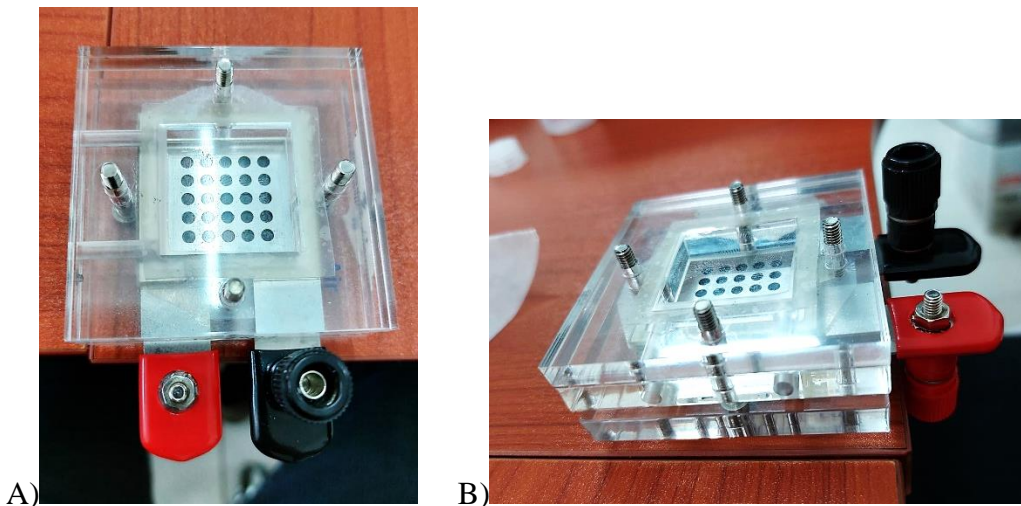


Figura 72. A) Vista superior del ensamble de la CCED con placa final. B) Vista lateral del ensamble de la CCED. Fuente: Autoría propia.

7. Como séptimo y último paso, el ensamble de la CCED fue completamente sellado mediante los pernos roscados y 4 tuercas hexagonales cada una con rondanas metálicas. Cada tuerca fue introducida en los pernos roscados y apretadas rigurosamente con ayuda de una llave hexagonal y una llave Allen para evitar el movimiento de los pernos y la fuga del combustible. Otra razón por la que se apretó cada perno con la llave hexagonal fue que, al estar las placas unidas fuertemente, mejora el EME y evita que se separe. El ensamble final de la CCED listo para las pruebas de desempeño se puede apreciar en la *Figura 73*.

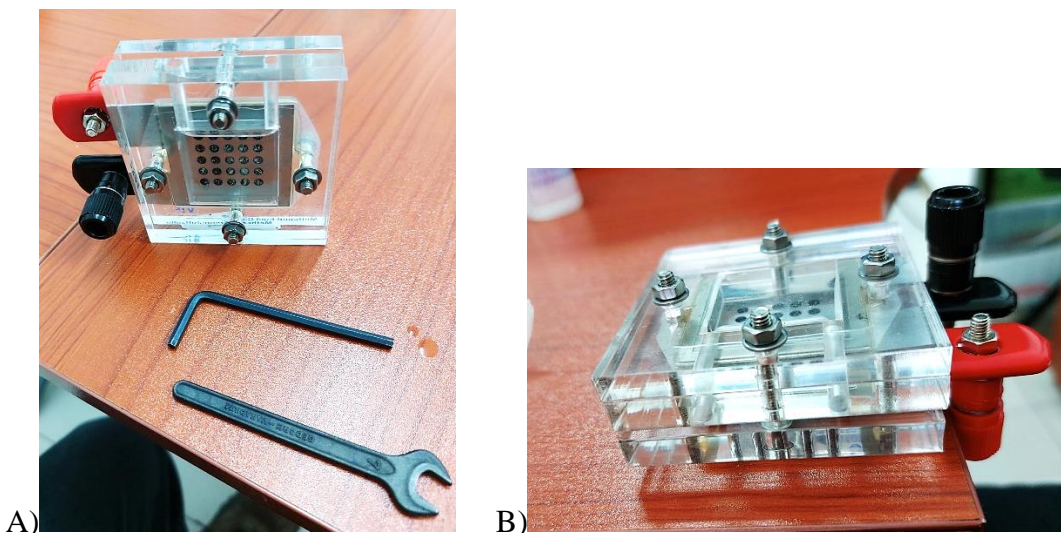


Figura 73 A) *Ensamble final, llave Allen y llave hexagonal utilizadas para la sujeción de la CCED.* B) *Vista lateral del ensamble final de la CCED.* Fuente: Autoría propia.

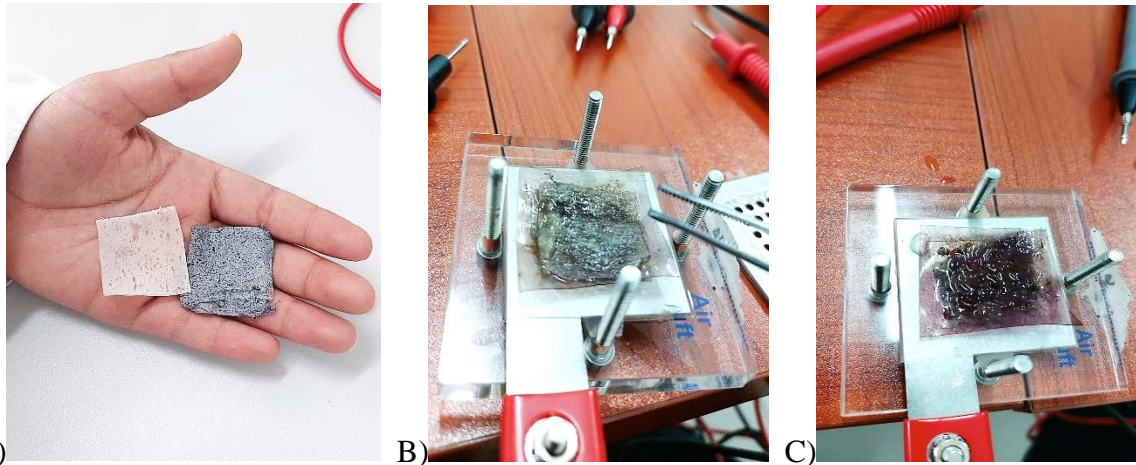
3.5 Pruebas de desempeño de la CCED

3.5.1 Electrodo de PVA

A pesar de haber realizado correctamente la síntesis de electrospinning de los tres materiales con PVA, al ser ensamblados en la CCED no pudo obtenerse ningún resultado de voltaje o corriente puesto que, al estar fabricados con PVA, la solución de bioetanol y agua utilizado como combustible en la celda diluyó cada electrodo al cabo de 5min, por lo tanto, no fue posible darle tiempo necesario a las pruebas para que pudieran arrojar datos cuantificables. Tomando en cuenta la transición vítrea del PVA (85°C) y la prueba de la CCED a 40°C aproximadamente, se puede mencionar que no se alcanzó la Tg, sin embargo, unas de las propiedades del PVA es ser naturalmente diluido en agua a temperatura ambiente por lo que la solución de bioetanol y agua introducida como combustible a la cámara anódica de la celda, haya provocado que se diluyera cada electrodo.

El bioetanol deshizo cada electrodo puesto en la zona anódica lo que provocó que las membranas de intercambio protónico estuvieran expuestas directamente al combustible y en algunos casos el combustible líquido pasaba a la zona anódica de la celda, por este hecho las pruebas de desempeño de la CCED no pudieron llevarse a cabo correctamente.

La *Figura 74* muestra un par de los electrodos utilizados (E.L y E.C.) de PVA antes de su ensamble a la Memb.117 y posteriormente el EME utilizado en la celda con pocos rastros de los electrodos.

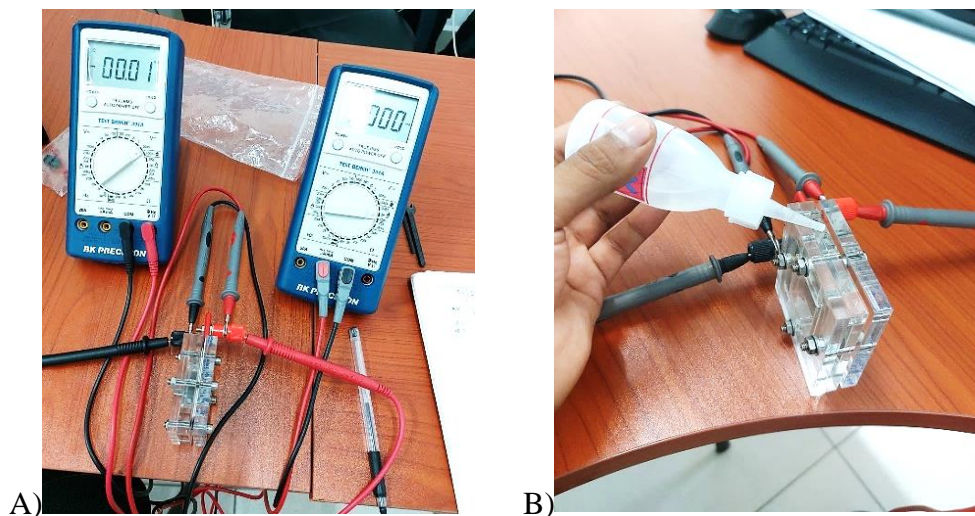


A) E.C y E.L de PVA. B) E.C. Disuelto en la CCED con Memb.117. C) E.L. Disuelto en la CCED con Memb.117. Fuente: Autoría propia.

Este problema se repitió en cada una de las pruebas por lo que los electrodos de PVA no se tomaron en cuenta para su futuro análisis.

3.5.2 Electrodo de PLA

Los electrodos de PLA con los materiales pulverizados fueron ensamblados por separado sin ningún problema aparente a diferencia de los electrodos de PVA, debido a que el polímero PLA no es soluble en bioetanol. Al tener el ensamblaje completo de la CCED se hizo uso de dos multímetros precisos de la marca Bk Precision, uno para el análisis del voltaje y uno para el análisis de corriente.



A) Multímetros posicionados en las terminales de la CCED. B) Agregación del bioetanol de tercera destilación como combustible de la CCED. Fuente: Autoría propia.

Los pines de ambos multímetros fueron posicionados en las terminales positiva y negativa de la CCED para la detección de voltaje y corriente cómo se muestra en la *Figura 75*. Con los multímetros de detección de voltaje y corriente posicionados correctamente en la celda, se introdujeron 8.5 ml de bioetanol de tercera destilación en la cámara anódica de la CCED para comenzar las reacciones de oxidación y reducción. Se registraron los valores arrojados durante 30 min aproximadamente para posteriormente realizar las curvas I-V del desempeño de la celda.

Para el suministro de oxígeno se utilizó un ventilador direccionado hacia los orificios de la parte catódica de la celda cómo se muestra en la *Figura 76*, con una velocidad constante de 5m/s y una temperatura de 22.16°C. La temperatura de la prueba en la CCED fue medida y arrojó un valor de 25°C.



Figura 76. Sistema de detección de voltaje y corriente con ventilador suministrando aire a la CCED. Fuente: Autoría propia.

3.6 Caracterización de los electrodos

El proceso de caracterización se llevó a cabo mediante la técnica SEM. Los electrodos de electrospinning fueron pretratados mediante un recubrimiento de oro Sputtering empezando por cortar trozos aproximadamente de un centímetro cuadrado y colocados en las bases cilíndricas del plato de muestras del microscopio, posteriormente cada muestra (E.L., E.B. y E.C.) de PLA electrohilado se introdujeron en el dispositivo de deposición de metales Sputtering con la finalidad de proteger a las muestras al momento de someterlas bajo el SEM puesto que la técnica de microscopía podría degradar los materiales de los electrodos.

La deposición de oro también se realizó con el fin de mejorar la conducción de los electrones proyectados en el dispositivo de SEM hacia los materiales a analizar.

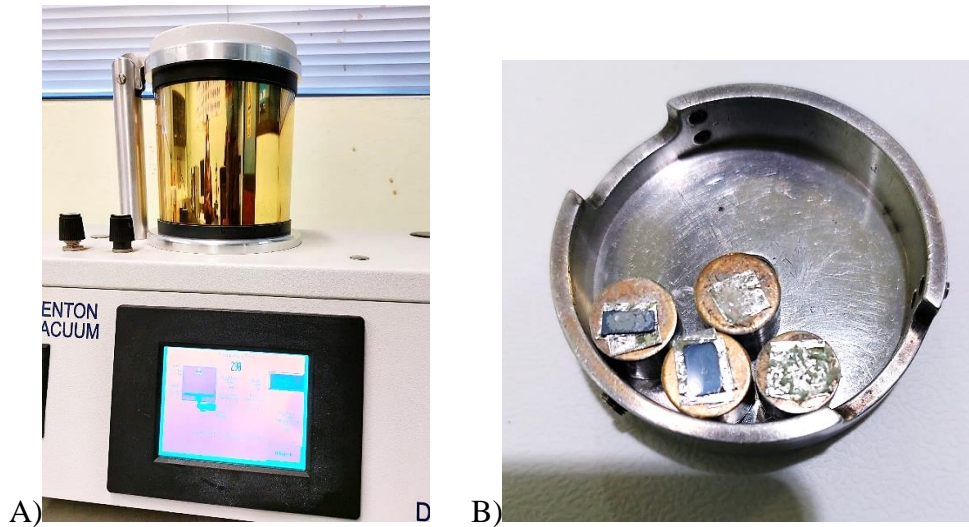


Figura 77. Deposición de oro sobre los electrodos de electrospinning. A) Equipo de deposición de metales Sputtering utilizado. B) Muestras E.L, E.B. y E.C. con oro depositado. Fuente: Autoría propia.

Una vez terminada la deposición de oro sobre las muestras de los electrodos, se colocaron en el plato porta muestras y se introdujeron en la cámara de vacío del equipo SEM utilizando pinzas especiales que sujetan al plato cómo se muestra en la Figura 78, ya que de ser manipuladas sin protección las muestras podrían contaminarse. Cuando la cámara se encontraba sellada completamente al vacío para evitar interferencias, el plato con las muestras se centró bajo el haz de electrones y al cabo de un tiempo aproximado de 4 min los datos formados por los electrones proyectados a las muestras y recolectados por los sensores del equipo, formaron imágenes claras en la pantalla de la interfaz del equipo SEM.

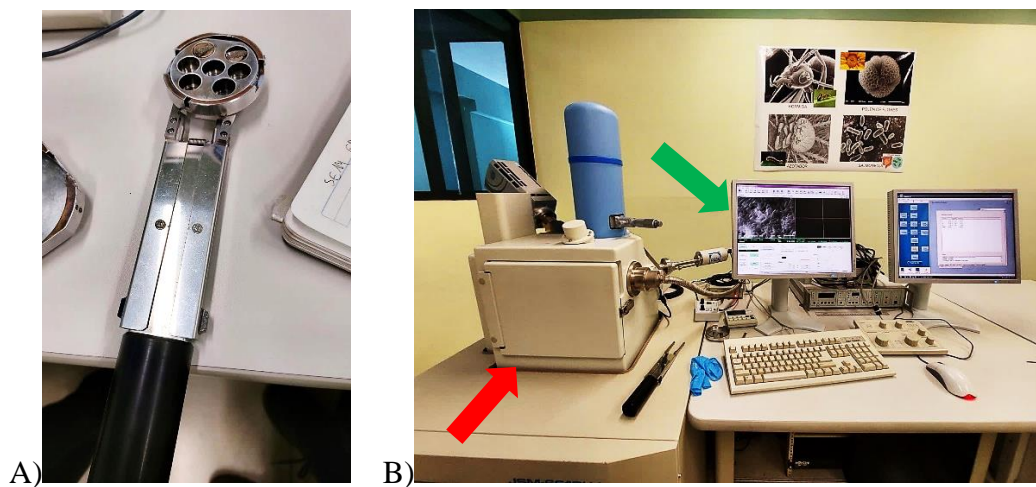


Figura 78. A) Pinzas de manipulación del plato de muestras. B) Equipo SEM utilizado. La flecha roja señala la cámara de vacío dónde se colocaron las muestras de cada electrodo de electrospinning. La flecha verde señala la pantalla dónde son visibles las imágenes formadas por los electrones proyectados sobre las muestras. Fuente: Autoría propia.

El equipo SEM es capaz de enfocar una sola muestra mediante los controles de la interfaz, cambiar el acercamiento de la imagen y la frecuencia con la que se emiten los electrones hacia la muestra, así como realizar análisis químicos para saber el porcentaje de los elementos presentes en las muestras analizadas. Dichos procedimientos fueron llevados a cabo sobre las muestras de electrodos.

Capítulo 4: Resultados

4.1 Caracterización del Bioetanol

4.1.1 UV-Vis

Analizando los datos obtenidos del equipo de UV-Vis, fue visible un espectro de absorción con picos máximos en 285nm y 1.05 unidades de absorbancia para etanol del 99%, 285nm y 1.05 unidades de absorbancia para etanol del 70% y 293nm con 2.2 unidades de absorbancia para el bioetanol de tercera destilación. Sabiendo que la región de la espectroscopia UV-Vis es convencionalmente dividida en 3 subdominios: cerca del ultravioleta (185-400nm), visible (400-700nm) y muy cerca del infrarrojo (700-1100nm) se determinó que las tres muestras de etanol poseen la característica de no absorber luz en la región visible si no en la ultravioleta.

Las gráficas y valores obtenidos a partir de la utilización del equipo UV-Vis del apartado 3.1.1, del análisis de bioetanol de tercera destilación fueron los siguientes:

Al observar la ubicación del rango de la zona de interés en los datos obtenidos, se optó por acotar el rango de análisis de 190nm-1100nm a 190nm-450nm para visualizar más de cerca la curva de absorción. El resultado de dicho análisis se muestra a continuación.

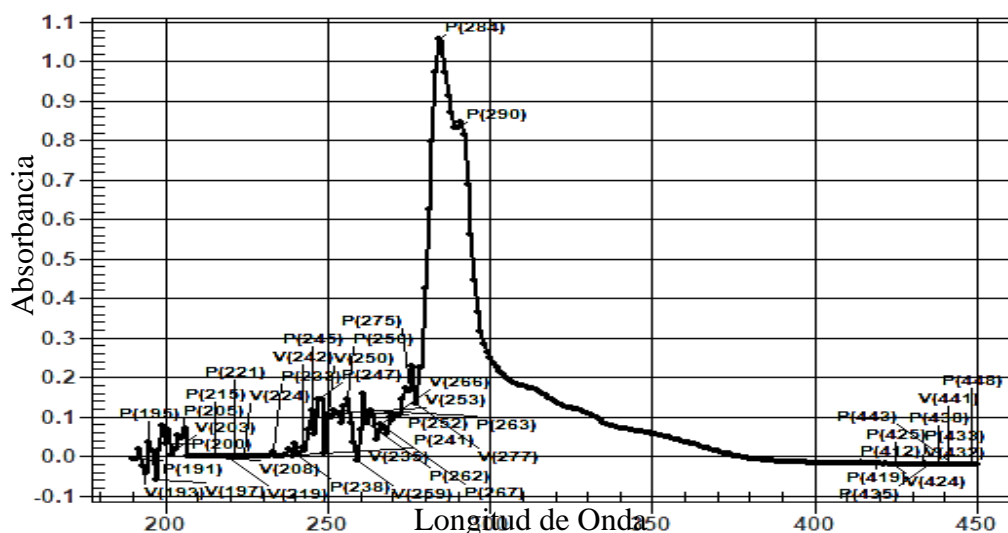


Figura 79. Longitud de onda-Absorbancia. Muestra de etanol 99%. De 190nm a 450nm, saltos de 1nm.
Fuente: Autoría propia.

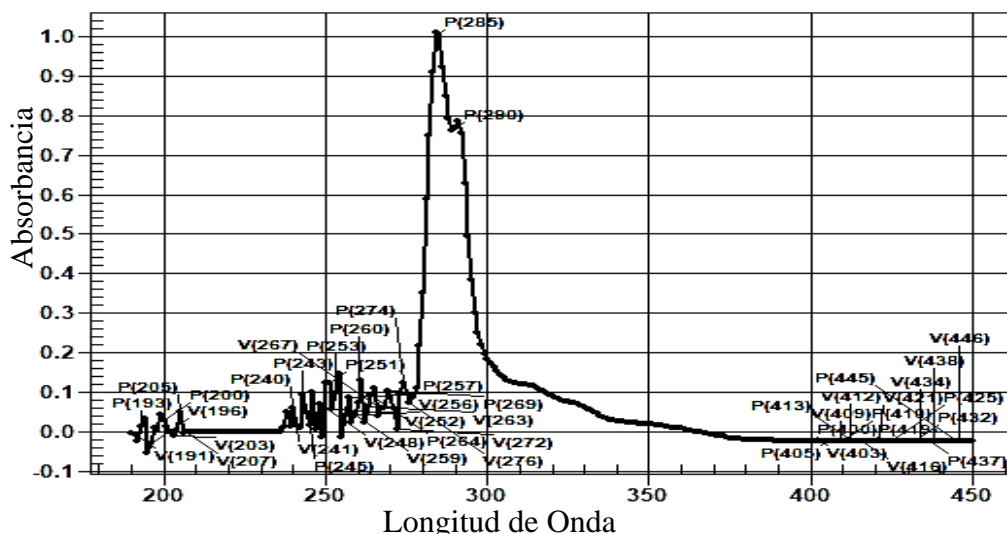


Figura 80. Longitud de onda-Absorbancia. Muestra de etanol 70%. De 190nm a 450nm, saltos de 1nm. Fuente: Autoría propia.

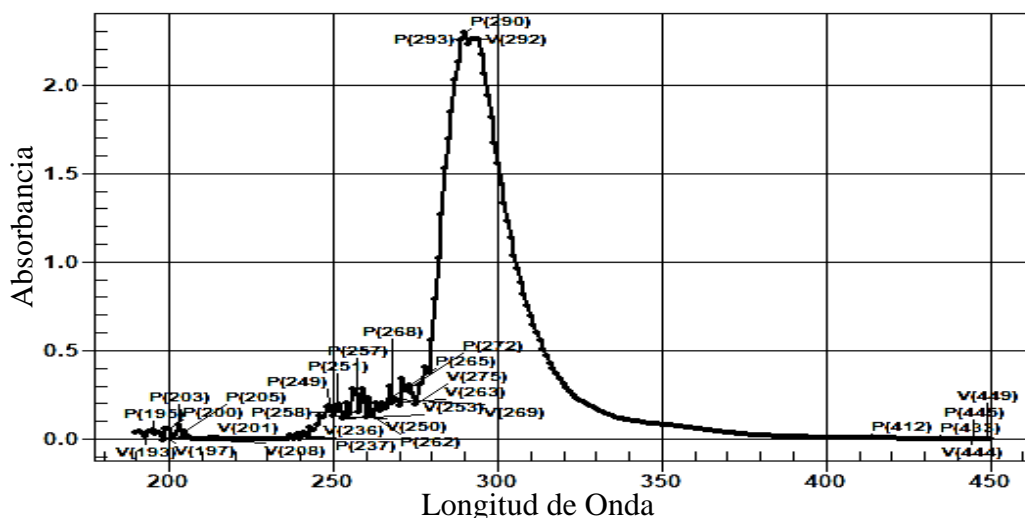


Figura 81. Longitud de onda-Absorbancia. Muestra de bioetanol. De 190nm a 450nm, saltos de 1nm. Fuente: Autoría propia.

En las Figuras 79, 80 y 81 es apreciable más claramente el espectro de absorción en cada una de las tres muestras. La Tabla 18 muestra los picos más significativos de longitud de onda con sus valores de unidades de absorbancia.

Tabla 18. Valores de longitud de onda y unidades de absorbancia de las tres muestras sometidas a UV-Vis de 190nm a 450nm. Fuente: Autoría propia.

Muestra	Pico 1		Pico2		Pico3	
	λ	U. A.	λ	U. A.	λ	U. A.
Etanol 99%	284nm	1.06	290nm	0.84	S/P	
Etanol 70%	285nm	1.02	290nm	0.80	S/P	
Bioetanol Dest.	290nm	2.30	292nm	2.20	293nm	2.25

Es así cómo pudo observarse que las 3 muestras poseen picos de absorbancia en un rango de 284nm a 293nm por lo que puede deducirse que se trata de sustancias muy similares puesto que la diferencia entre valores del comportamiento de las muestras en función de la longitud de onda es muy pequeña, en otras palabras, el bioetanol de 3ra destilación podría poseer una concentración cercana a la del 70%. Con la *Tabla 18* es apreciable también que las unidades de absorbancia son ligeramente mayores (solo por 1.4 unidades máximo) a las unidades observadas en las muestras de etanol 99% y etanol 70%. Esto es posiblemente debido a que al ser el bioetanol de 3ra destilación fabricado bajo circunstancias no industriales y utilizando materiales orgánicos reciclados, la solución de bioetanol final posee más impurezas comparado con los alcoholes industriales de 99% y 70% como residuos de materia orgánica o partículas de polvo del ambiente.

Dichos materiales podrían estar absorbiendo luz y significar la diferencia entre la absorbancia de la muestra de bioetanol y las otras dos. Con el método de absorbancia UV-Vis no fue posible determinar con exactitud la concentración del bioetanol que se utilizó en la CCED, por lo que se procedió a analizar los resultados obtenidos con el refractómetro de grados Brix. El análisis es el siguiente:

4.1.2 Grados Brix

Los valores obtenidos mediante la caracterización de refracción fueron:

Tabla 19. Pruebas de grados Brix de etanol 99%, etanol 70% y bioetanol tercera destilación. Fuente: Autoría propia.

<i>Muestra</i>	<i>Temperatura (°C)</i>	Gados Brix Corrección	<i>Escala Visible</i>	<i>Medición Final</i>
<i>Etanol 99%</i>	22	+0.16	19	19.16
<i>Etanol 70%</i>	22	+0.16	19	19.16
<i>Bioetanol Dest.</i>	22	+0.16	18	18.16

Con la *Tabla 19* puede apreciarse que la medición de grados Brix de las tres muestras es solo diferente por una unidad para el caso del bioetanol de 3ra destilación. El factor de corrección que se le aplicó a este último fue tomando en cuenta el análisis de UV-Vis previamente realizado que arrojó que el bioetanol poseía un valor de concentración cercano al 70%. Al haber obtenido la medición final de grados Brix de 19.16 para el etanol 70% y 18.16 para el bioetanol 3ra destilación, se deduce que la concentración desconocida del bioetanol es de 66.34%.

Para disipar dudas y obtener un resultado más claro, se tomó en cuenta la *Tabla 20* obtenida a partir del análisis de grados Brix de las concentraciones de 10% hasta 99% de etanol industrial.

Tabla 20. Pruebas de grados Brix de etanol de 10% a 99%. Fuente: Autoría propia.

Concentración (%)	Temperatura (°C)	Grados Brix		
		Corrección	Escala Visible	Medición Final
10	23	+0.14	4	4.14
20	23	+0.15	7	7.15
30	23	+0.23	11	11.23
40	23	+0.23	14	14.23
50	23	+0.24	16	16.24
60	23	+0.24	17	17.24
70	23	+0.24	19	19.24
80	23	+0.24	19	19.24
90	23	+0.24	19	19.24
99	23	+0.24	19	19.24

Tomando en cuenta la *Tabla 20*, se concluye que se obtuvo un bioetanol con una concentración del 66%. Como la concentración que se usa en la CCED es una mezcla de etanol y agua, se utilizó el bioetanol de 3ra destilación tal cual, puesto que ahora se sabe que no es un etanol mayor al 70% debido a que contiene un porcentaje de agua en la solución destilada final.

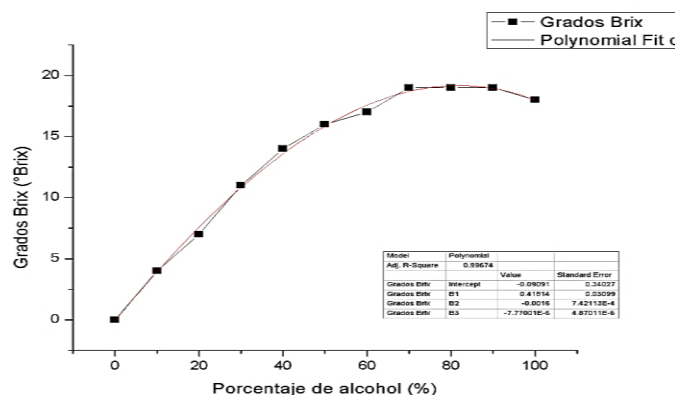


Figura 82. Curva de calibración de concentraciones de etanol (10%-99%) por el método de refracción de grados Brix. Fuente: Autoría propia.

Se realizó también una curva de calibración con los porcentajes de alcohol de 10% a 99% respecto a sus grados Brix. Al haber obtenido una $R^2 = 0.99674$ se pudo deducir que se trata de resultados confiables.

4.2 Gráficas de desempeño de la CCED

Las gráficas obtenidas a partir de los dispositivos de detección de voltaje y corriente se muestran a continuación. Los parámetros tomados en cuenta en cada prueba realizada fueron los siguientes.

Tabla 21. Especificaciones y parámetros de la CCED sometida a pruebas de desempeño. Fuente: Autoría propia.

CCED Investigada	
Número de Celdas	1
Área del Electrodo	6.25cm^2
Dimensiones de la Celda	7cm x 7cm x 3cm
Temperatura de la Prueba	40°C
Flujo de Oxígeno	$0.0883\text{m}^3/\text{s}$
Volumen de Combustible (bioetanol)	8.5ml
Tiempo de prueba	30min

4.2.1 Electrodo con Membrana de N-C

El análisis del desempeño de los tres tipos de electrodos y la membrana N-C se realizó tomando en cuenta el comportamiento conocido de una celda de combustible expuesta en la *Figura 10*. En la *Figura 83 A*) que muestra el comportamiento de la CCED con electrodos de Lignito electrohilado puede apreciarse que el comportamiento tiene una caída abrupta por activación, es decir, las reacciones que se llevan a cabo en la superficie de los electrodos son de cinética y evolución lenta, para aminorar este tipo de pérdidas es necesario utilizar un electro catalizador que acelere las reacciones químicas o bien aumentar la presión dentro de la celda con ayuda de un incremento en la temperatura. Después de esta caída por activación se muestra un potencial constante en la zona de pérdidas óhmicas a 0.013V, dicha zona suele reflejar la existencia de resistencia eléctrica por parte de los componentes de la CCED, como en la membrana de intercambio protónico, en los colectores de corriente y por supuesto, el material empleado para la fabricación de los electrodos. La última zona correspondiente a las pérdidas por transporte de masa o concentración son causadas por la difusión de gases dentro de la celda, así como un incremento en los productos como el agua, lo que provoca que ciertas zonas donde ocurren las reacciones de oxidación-reducción sean interrumpidas por la presencia de estos productos o bien, por un cambio en la concentración de los reactivos (oxígeno y bioetanol).

En la *Figura 84 A*) se muestra el comportamiento de la CCED con electrodos de Bentonita. El comportamiento de dichos electrodos arroja menos pérdidas por activación que los electrodos de lignito, sin embargo, posee pérdidas más significantes en la zona de pérdidas óhmicas y en las pérdidas por concentración siendo estas últimas las más pronunciadas.

En el caso de los electrodos de Clinoptilolita en la *Figura 85 A*), muestra un comportamiento parecido al de los electrodos de Bentonita, con pocas pérdidas de activación, pérdidas por resistencia óhmica notables y pérdidas por transporte de masa pronunciadas.

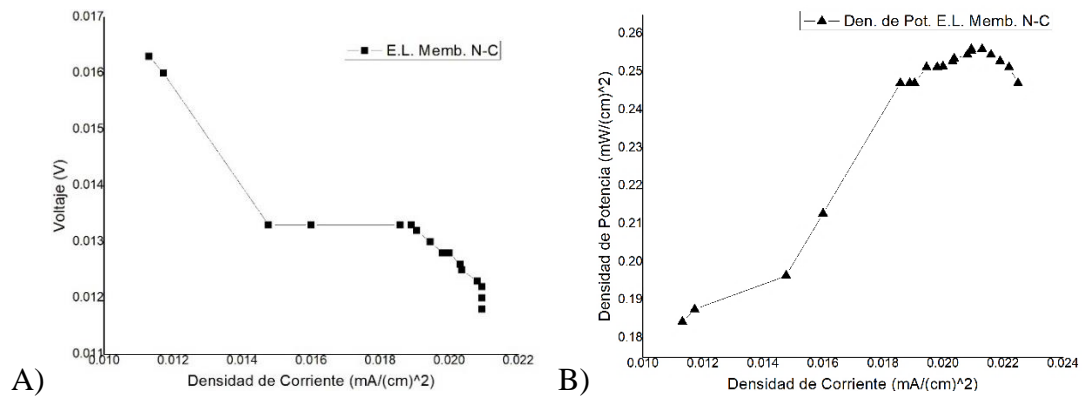


Figura 83. Curvas características de la CCED utilizando EME con electrodos de Lignito y membrana de Nafion® con carbón. A) Densidad de corriente contra voltaje. B) Densidad de corriente contra densidad de Potencia. Fuente: Autoría propia.

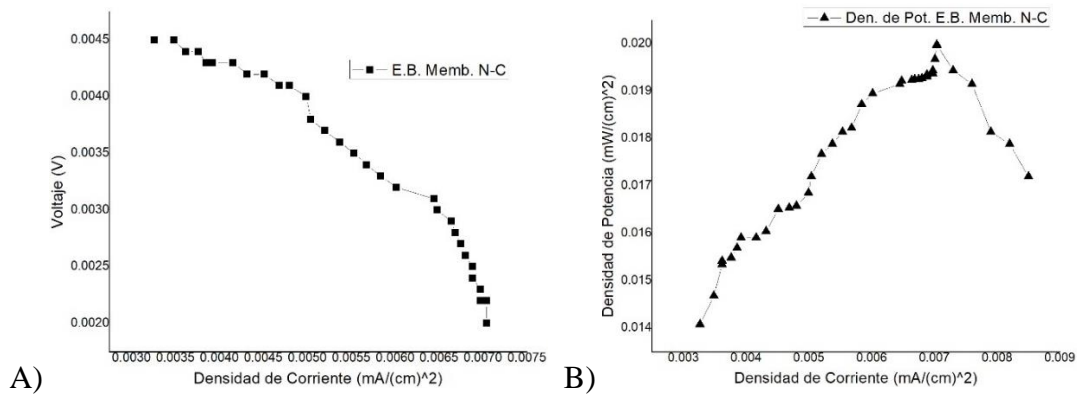


Figura 84. Curvas características de la CCED utilizando EME con electrodos de Bentonita y membrana de Nafion® con carbón. A) Densidad de corriente contra voltaje. B) Densidad de corriente contra densidad de Potencia. Fuente: Autoría propia.

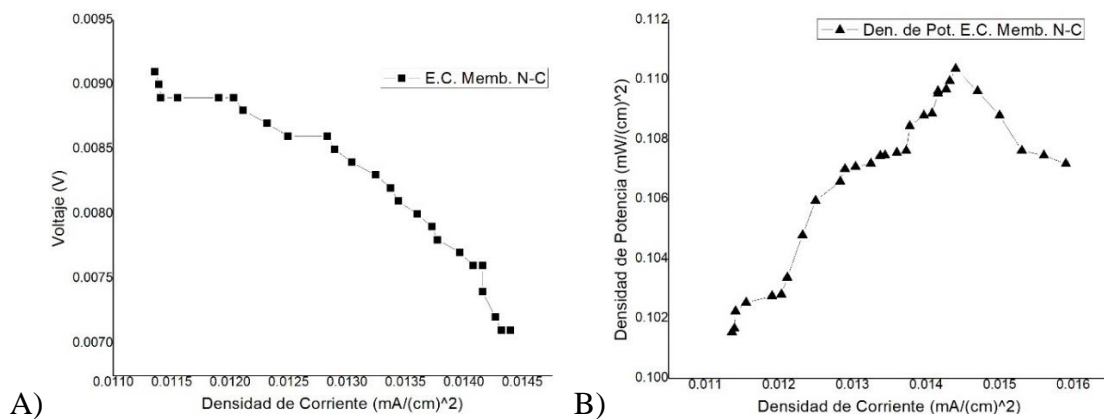


Figura 85. Curvas características de la CCED utilizando EME con electrodos de Clinoptilolita y membrana de Nafion® con carbón. A) Densidad de corriente contra voltaje. B) Densidad de corriente contra densidad de Potencia. Fuente: Autoría propia.

La *Tabla 22* muestra los valores de la CCED obtenidos en esta prueba.

Tabla 22. Datos característicos de la CCED probada con membrana de N-C y los tres tipos de electrodos electrohilados. Fuente: Autoría propia.

Electrodo Electrospinning	Membrana	Voltaje (mV)	Den. De Corriente Max ($\frac{\mu A}{cm^2}$)	Den. De Potencia Max ($\frac{\mu W}{cm^2}$)
<i>Lignito</i>	N-C	16.3	20.944	256.0368
<i>Bentonita</i>	N-C	4.5	7.04	19.9888
<i>Clinoptilolita</i>	N-C	9.1	14.4	110.3552
<i>Prueba blanco</i>	N-C	4.3	7.01	19.8754

El comportamiento de los electrodos de lignito durante la prueba con membrana de Nafion® con carbón, sobresale sobre los otros electrodos de Bentonita y Clinoptilolita, siendo mayor en voltaje, en densidad de corriente y por ende en densidad de potencia con un valor máximo de $256.03 \mu W/cm^2$. En desempeño, le siguen los electrodos de Clinoptilolita teniendo un valor de densidad de potencia máxima cercano al de los electrodos de Lignito y por último los electrodos de Bentonita con $19.98 \mu W/cm^2$, un valor más lejano a los dos pares de electrodos anteriores.

Para una mejor visualización de las propiedades de cada electrodo, se hizo una prueba blanco con el fin de comparar el desempeño del EME de cada material en los electrodos y la MIP N-C contra el desempeño de la membrana de intercambio protónico de Nafion® con carbón Vulcan XC72 (MIP de N-C) sin electrodos. Dichos resultados de la prueba blanco de la membrana N-C sin electrodos se muestran en la *Tabla 22*.

4.2.2 Electrodos con Membrana de N-117

Durante la prueba de los electrodos de Lignito con la membrana de Nafion®117, de acuerdo con la *Figura 86 A*), se observó una disminución de las pérdidas por activación comparado con la prueba de estos electrodos con la membrana de Nafion® con carbón, debido posiblemente al mejor contacto entre los electrodos y la membrana de Nafion®117 durante la fabricación del EME, tomando en cuenta que este ensamble se realizó usando una prensa caliente. Dichos electrodos mostraron pérdidas significativas por transporte de masa durante los últimos minutos de prueba.

En la *Figura 87 A*), se aprecia que los electrodos de Bentonita reflejaron los tres tipos de pérdidas de manera típica, tomando en cuenta que ninguna de ellas sobresalió sobre las otras dos, comportamiento similar al de la prueba de este mismo material de electrodos con la membrana de Nafion® con carbón.

El comportamiento de los electrodos de Clinoptilolita con membrana de Nafion®117 apreciable en la *Figura 88 A*), sugiere que el menor tipo de pérdidas de dicha prueba fueron las de tipo transporte de masa, debido quizá a las cualidades porosas de los electrodos de Clinoptilolita visibles en la *Figura 94 A*).

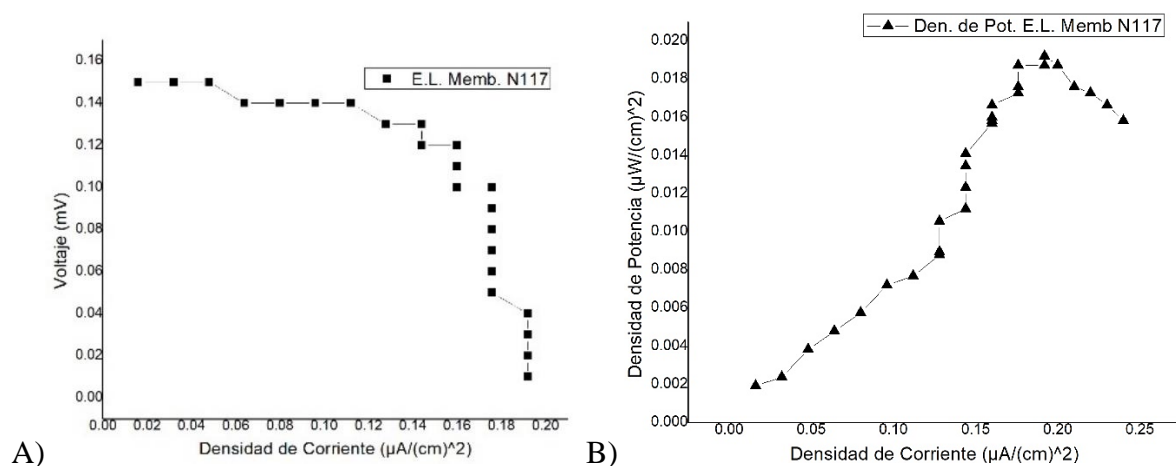


Figura 86. Curvas características de la CCED utilizando EME con electrodos de Lignito y membrana de Nafion®117. A) Densidad de corriente contra voltaje. B) Densidad de corriente contra densidad de Potencia. Fuente: Autoría propia.

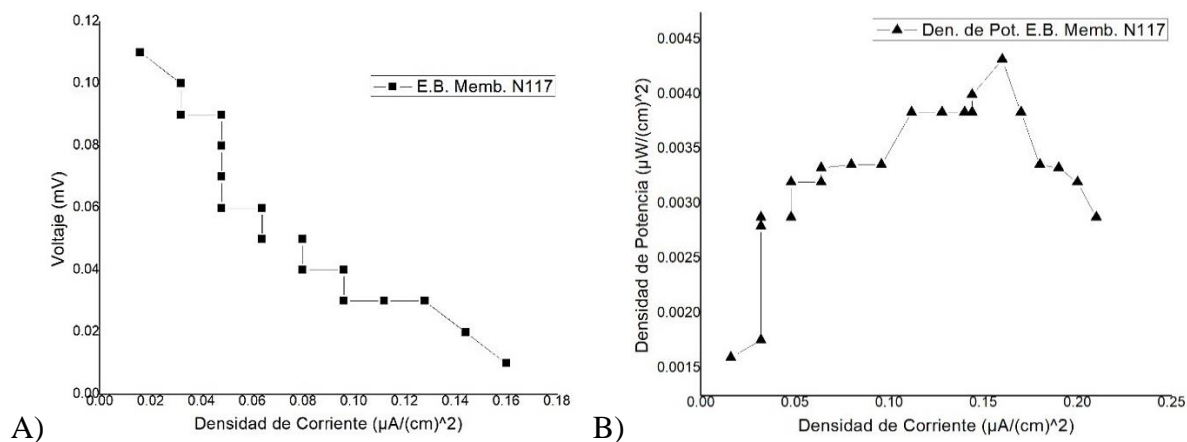


Figura 87. Curvas características de la CCED utilizando EME con electrodos de Bentonita y membrana de Nafion®117. A) Densidad de corriente contra voltaje. B) Densidad de corriente contra densidad de Potencia. Fuente: Autoría propia.

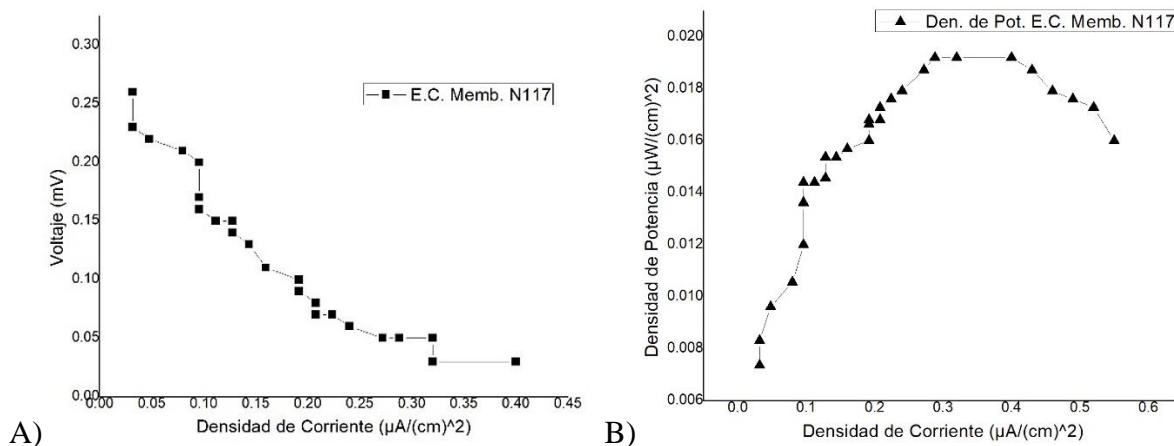


Figura 88. Curvas características de la CCED utilizando EME con electrodos de Clinoptilolita y membrana de Nafion®117. A) Densidad de corriente contra voltaje. B) Densidad de corriente contra densidad de Potencia. Fuente: Autoría propia.

La Tabla 23 muestra los valores de la CCED obtenidos en esta prueba.

Tabla 23. Datos característicos de la CCED probada con membrana de N117 y los tres tipos de electrodos electrohilados. Fuente: Autoría propia.

Electrodo Electrospinning	Membrana	Voltaje (mV)	Den. de Corriente Max ($\frac{\mu A}{cm^2}$)	Den. de Potencia Max ($\frac{\mu W}{cm^2}$)
<i>Lignito</i>	N117	0.15	0.192	0.0192
<i>Bentonita</i>	N117	0.11	0.16	0.00432
<i>Clinoptilolita</i>	N117	0.26	0.4	0.0192
<i>Prueba blanco</i>	N117	0.10	0.14	0.00416

De acuerdo con la Tabla 23, los electrodos de Lignito y de Clinoptilolita mostraron una densidad de potencia igual, sin embargo, sus valores de potencial y de densidad de corriente no son los mismos, siendo en este particular caso los electrodos de Clinoptilolita de mejor desempeño que los del Lignito solo en estos dos parámetros.

Los electrodos de Bentonita mostraron valores cercanos a los de los otros dos pares de electrodos en voltaje y densidad de corriente, pero siendo significativamente menos sobresaliente en su valor máximo de densidad de potencia. De igual forma, la prueba blanco de la MIP de Nafion 117 sin electrodos sirve de ayuda para visualizar de manera más objetiva el aporte de los electrodos al desempeño de la CCED.

4.2.3 Electrodo de electrospinning con membrana de A-C

El análisis sobre los electrodos de Lignito con membrana de Aloe con carbón lignito mostrados en la *Figura 89 A*), arrojó que su comportamiento comenzó con pérdidas por activación pronunciadas hasta un valor de $2.608\mu\text{A}$, con un comportamiento estable hasta su próxima caída de voltaje a los $4.624\mu\text{A}$ ya en la zona de pérdidas óhmicas seguido de una caída abrupta en la zona de pérdidas por transporte de masa a los $5.904\mu\text{A}$.

Los electrodos de Bentonita mostraron su mayor caída en la zona de pérdidas por activación seguido de un comportamiento típico en la zona de pérdidas óhmicas y después valores semi estables en la zona de pérdidas por concentración de masa. Este comportamiento es visible en la *Figura 90 A*).

En la última prueba de la CCED, con la membrana de Aloe con carbón y los electrodos de Clinoptilolita visible en la *Figura 91 A*), es apreciable que al igual que los dos pares de electrodos anteriores, su mayor comportamiento en pérdidas fue en la zona de activación, seguido de un comportamiento similar al de los electrodos de Bentonita en las dos zonas restantes, es decir, un comportamiento típico en la zona óhmica y un comportamiento semi estable en la zona de concentración de masas.

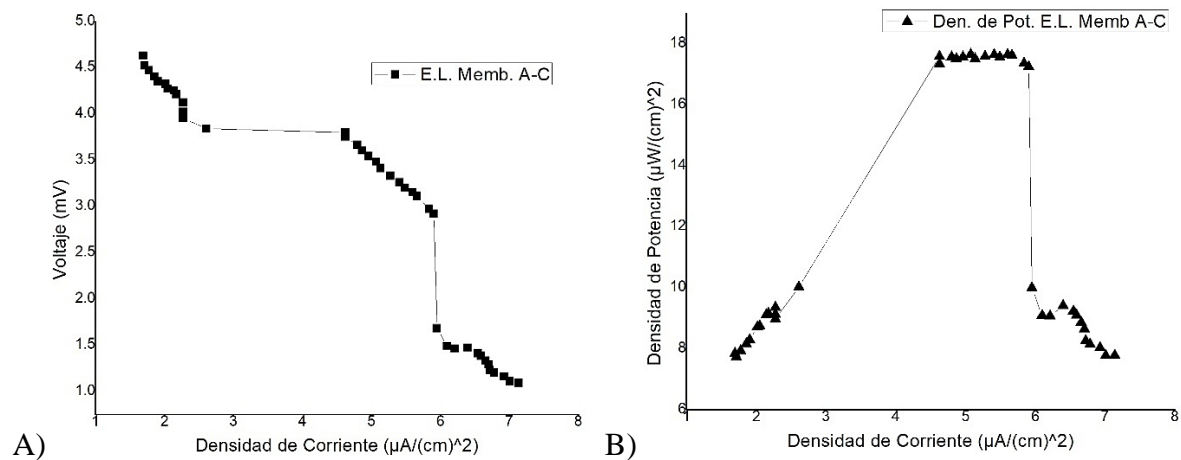


Figura 89. Curvas características de la CCED utilizando EME con electrodos de Lignito y membrana de Aloe con carbón lignito. A) Densidad de corriente contra voltaje. B) Densidad de corriente contra densidad de Potencia. Fuente: Autoría propia.

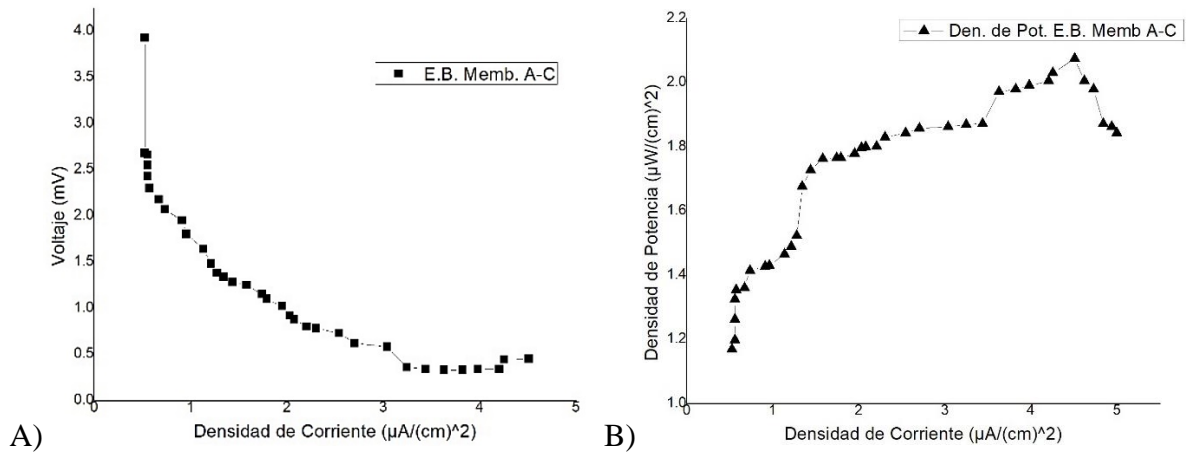


Figura 90. Curvas características de la CCED utilizando EME con electrodos de Bentonita y membrana de Aloe con carbón lignito. A) Densidad de corriente contra voltaje. B) Densidad de corriente contra densidad de Potencia. Fuente: Autoría propia.

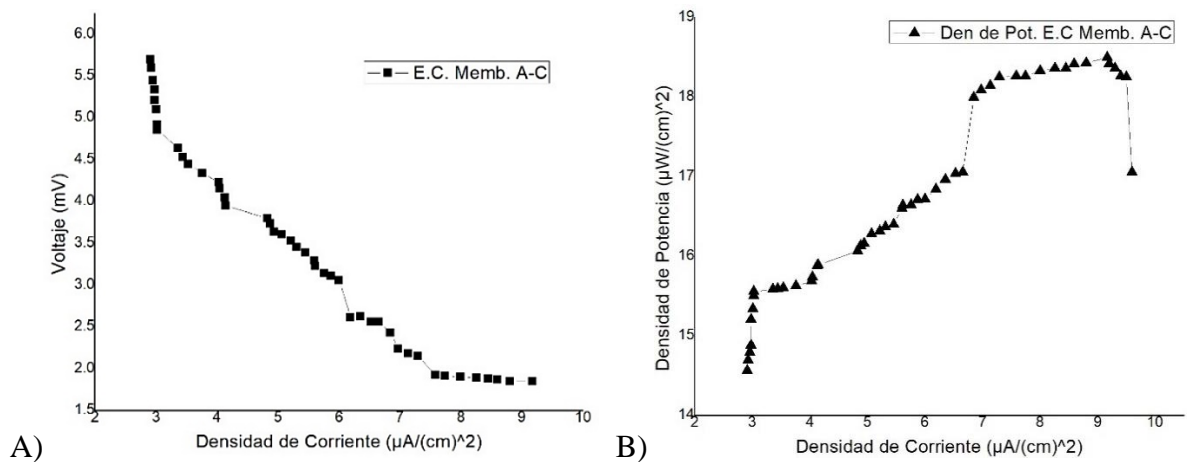


Figura 91. Curvas características de la CCED utilizando EME con electrodos de Clinoptilolita y membrana de Aloe con carbón lignito. A) Densidad de corriente contra voltaje. B) Densidad de corriente contra densidad de Potencia. Fuente: Autoría propia.

La Tabla 24 muestra los valores de la CCED obtenidos en esta prueba.

Tabla 24. Datos característicos de la CCED probada con membrana de A-C y los tres tipos de electrodos electrohilados. Fuente: Autoría propia.

Electrodo Electrospinning	Membrana	Voltaje (mV)	Den. De Corriente Max ($\frac{\mu A}{cm^2}$)	Den. De Potencia Max ($\frac{\mu W}{cm^2}$)
<i>Lignito</i>	A-C	4.63	7.136	17.65056
<i>Bentonita</i>	A-C	3.93	4.512	2.07504
<i>Clinoptilolita</i>	A-C	5.7	9.168	18.49584
<i>Prueba blanco</i>	A-C	4.1	4.179	2.76462

En la *Tabla 24* se aprecia que, similar a las pruebas con membrana de Nafion®117, los valores característicos son cercanos entre las pruebas con electrodos de Lignito y Clinoptilolita, siendo estos últimos lo de mayor densidad de potencia con $18.50\mu W/cm^2$ seguido de los de Lignito con $17.65\mu W/cm^2$ y por último los electrodos de Bentonita con una densidad de potencia significativamente menor de $2.07\mu W/cm^2$. Sin diferencia a las pruebas anteriores, en este experimento se tomó en cuenta una prueba blanco que fungió como referencia a la hora de evaluar el desempeño de los electros dentro de la CCED.

4.3 Caracterización de los Electrodos

El análisis realizado mediante la técnica SEM sobre los electrodos E.L., E.B. y E.C. arrojó los siguientes resultados:

4.3.1 E.L. y PLA

La *Figura 92* muestra la forma en la que se entrelazaron los micro hilos de PLA con lignito unos sobre otros, también es apreciable que se originaron grumos pequeños en forma de gota debido a la manera de inyección de la solución a través de la punta metálica o bien a la acumulación de granos del lignito molido. Es de este modo que se justifica visualmente que el electrodo es poroso, una cualidad requerida para su utilización en la CCED. De acuerdo con las escalas los hilos que forman al electrodo de lignito poseen un grosor promedio de $9\mu m$. El PLA cumple la función de soportar a las partículas de carbón convirtiendo al electrodo en un buen conductor y al mismo tiempo impide que las zonas catalíticas entren en contacto con el agua producto de la reacción directamente.



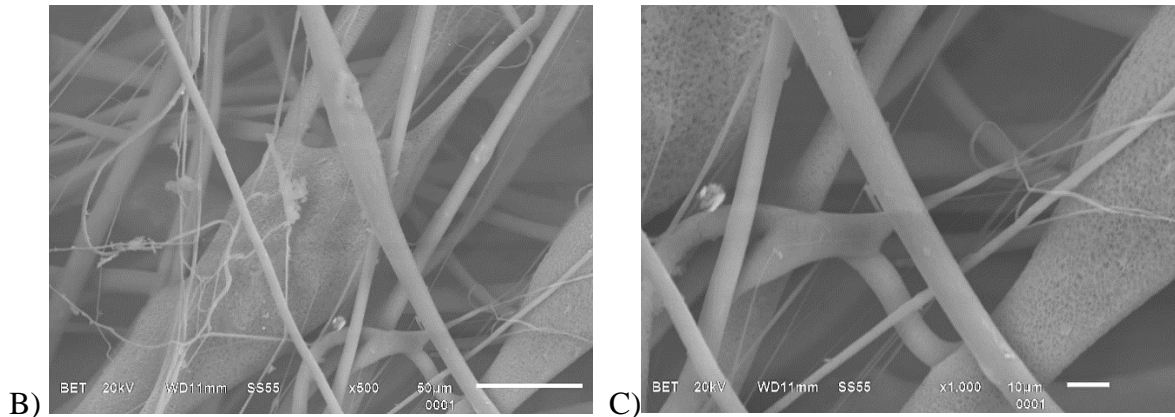
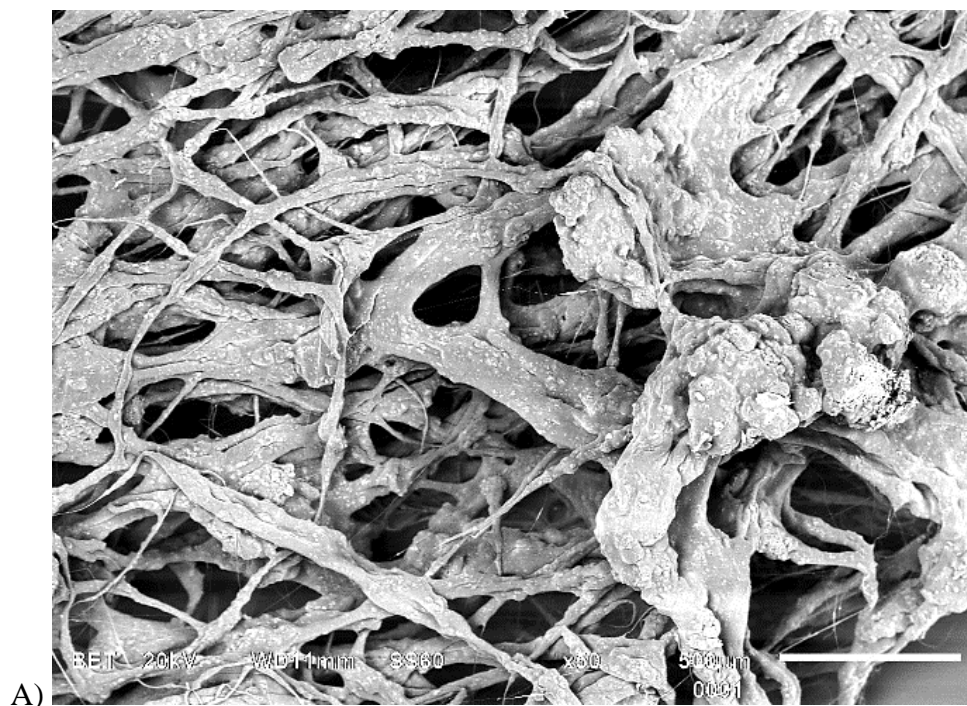


Figura 92. E.L. Visto bajo SEM. A) Acercamiento x100. B) Acercamiento x500. C) Acercamiento x1,000.
Fuente: Autoría propia.

4.3.2 E.B. y PLA

En la *Figura 93* se muestra al electrodo de PLA con Bentonita con diferentes acercamientos. Los micro hilos que la conforman tienen un grosor promedio de 30µm. Los puntos blancos apreciables sobre los hilos son las partículas de bentonita depositadas sobre el PLA al electrodo conductividad. Al igual que en el electrodo de lignito, se pudo apreciar la formación de grumos debido a la acumulación de granos de bentonita. Dichos grumos no son apreciables a simple vista. Visualmente se comprobó la porosidad del electrodo, cualidad requerida para su buen funcionamiento como electrodo en una CCED.



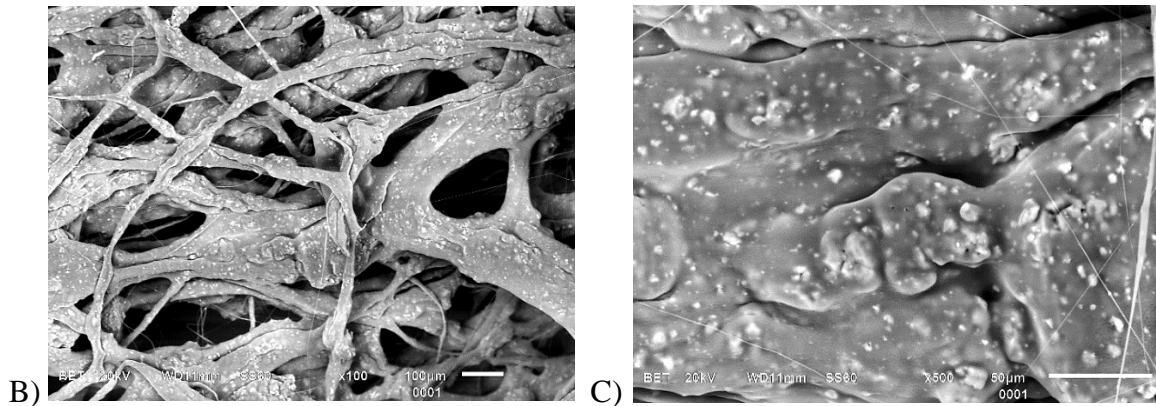
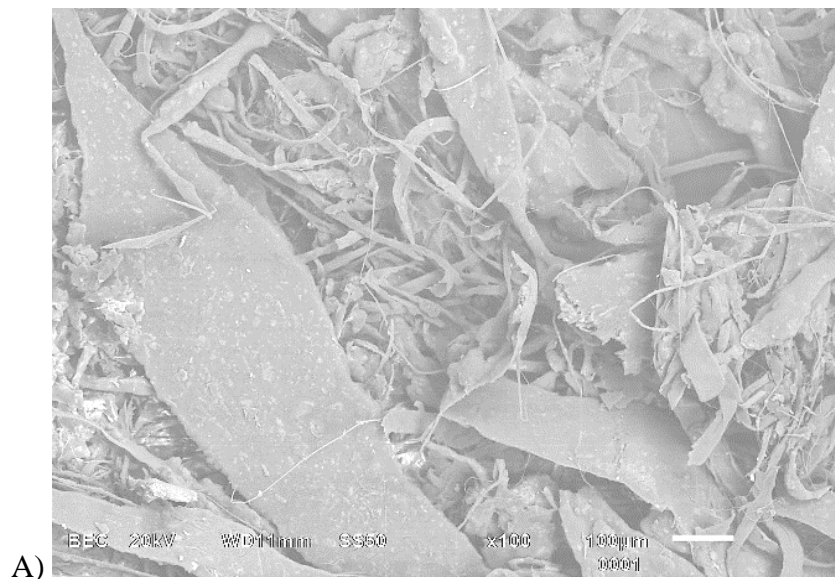


Figura 93. E.B. Visto bajo SEM. A) Acercamiento x50. B) Acercamiento x100. C) Acercamiento x500.

Fuente: Autoría propia.

4.3.3 E.C. y PLA

La Figura 94 muestra el agrupamiento de los micro hilos que conforman al electrodo, en este caso, de PLA con clinoptilolita. A diferencia de los dos casos anteriores, los micro hilos de este electrodo se encuentran menos uniformemente agrupados. Se puede apreciar que algunos hilos de la solución fueron proyectados sobre el papel encerado con un grosor mayor a los depositados al principio, puesto que por debajo de estos hilos más gruesos pueden verse hilos más uniformes y delgados. Esto fue ocasionado por una variación en la inyección manual de la solución desde la jeringa hasta la punta metálica del equipo de electrospinning, sin embargo, esto no significó un mayor problema puesto que es apreciable que los micro hilos fungen de soporte para contener a los pequeños granos de clinoptilolita en forma de láminas aglomeradas de diferentes dimensiones. Dicha diferencia entre el grosor de los micro hilos no es apreciable a simple vista. A pesar de estas variaciones el electrodo sigue conservando las cualidades que se buscan para su utilización en la CCED.



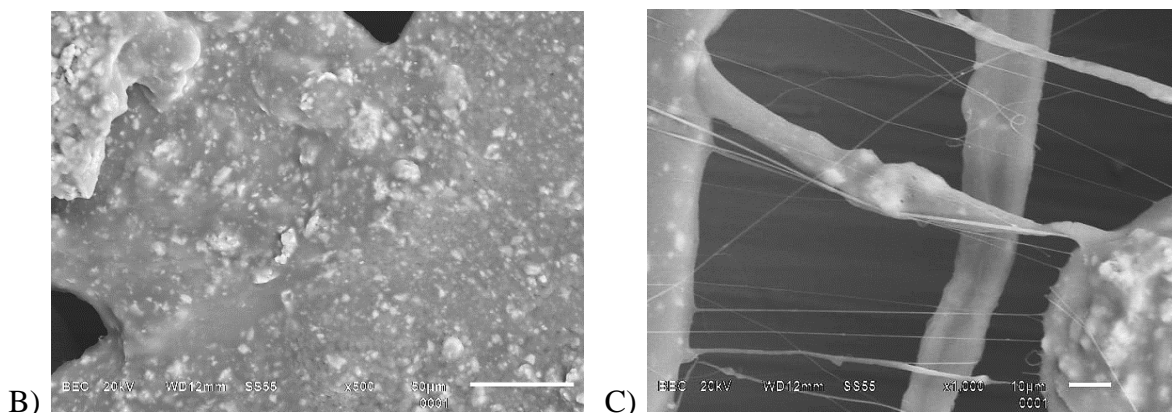


Figura 94. E.C. Visto bajo SEM. A) Acercamiento x100. B) Acercamiento x500. C) Acercamiento x1,000.
Fuente: Autoría propia.

4.4 Análisis de desempeño

4.4.1 Eficiencia

La eficiencia de la celda de combustible de etanol mostrada en la literatura es calculada tomando en cuenta el potencial estándar de una la CCED con materiales comúnmente utilizados como Platino y Rutenio y la misma área activa que la celda evaluada en el presente trabajo (6.25cm^2). En dicha celda base, se utilizó 1mgcm^{-2} de Pt/c o PtRu/C en ánodo y en lado del cátodo se depositó 1mgcm^{-2} de Pt Black HSA como catalizador. El valor del potencial que se toma como punto de comparación es de 577mV [8]. La obtención de la eficiencia para electrodos de electrospinning y la CCED con las diferentes MIP se muestran en la Tabla 25, 26 y 27. Si bien el potencial estándar registrado durante las pruebas es mínimo comparado con el valor de la CCED con materiales convencionales y por ende la eficiencia, no significa que no hayan tenido un buen desempeño. De acuerdo con la Tabla 25, utilizando la membrana N-C, los electrodos de mejor eficiencia son los de Lignito. Después en la Tabla 26, se muestra que los electrodos de mejor comportamiento en eficiencia son los fabricados de Clinoptilolita con la membrana N117, al igual que en la Tabla 27 con la membrana A-C, seguidos por los electrodos de Lignito y por último los electrodos de Bentonita, recordando que el presente análisis de eficiencia se realizó solo tomando en cuenta el potencial estándar de las celdas de combustible con electrodos de

Tabla 25. Eficiencia de la CCED con electrodos de electrospinning y Memb. N-C calculada a partir del potencial estándar de una celda de combustible de etanol. Fuente. Autoría propia.

Potencial de la Celda	Memb. N-C		
	Electrodos de Lignito	Electrodos de Bentonita	Electrodos de Clinoptilolita
Valor Teórico (mV)	577	577	577
Valor Real (mV)	16.3	4.5	9.1
Eficiencia (%)	2.82	0.77	1.57

Tabla 26. Eficiencia de la CCED con electrodos de electrospinning y Memb. N117 calculada a partir del potencial estándar de una celda de combustible de etanol. Fuente. Autoría propia.

Memb. N117			
Potencial de la Celda	Electrodos de Lignito	Electrodos de Bentonita	Electrodos de Clinoptilolita
Valor Teórico (mV)	577	577	577
Valor Real (mV)	0.15	0.11	0.26
Eficiencia (%)	0.025	0.019	0.045

Tabla 27. Eficiencia de la CCED con electrodos de electrospinning y Memb. A-C calculada a partir del potencial estándar de una celda de combustible de etanol. Fuente. Autoría propia.

Memb. A-C			
Potencial de la Celda	Electrodos de Lignito	Electrodos de Bentonita	Electrodos de Clinoptilolita
Valor Teórico (mV)	577	577	577
Valor Real (mV)	4.63	3.93	5.7
Eficiencia (%)	0.8	0.68	0.98

4.4.2 Potencia

Ahora bien, hablando de potencia máxima se tomó en cuenta la *Tabla 28*, que sugiere que el mejor desempeño en potencia son los electrodos probados con la membrana de Nafion® con carbón, más específicamente los electrodos de Lignito, esto es debido a la naturaleza catalítica de dicha membrana con los depósitos de carbón, recordando que esta membrana fue prefabricada y proporcionada por la Facultad de Ciencias Físico Matemáticas de la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla.

Los valores obtenidos con la membrana de Aloe con carbón lignito se posicionan en segundo lugar, teniendo como valores representativos más altos a los electrodos de Clinoptilolita. Al estar los electrodos de Clinoptilolita por encima de los electrodos de Lignito durante la prueba con esta membrana sugiere que la suma de estos dos materiales (Clinoptilolita, y carbón lignito) mejora las cualidades eléctricas, por lo que posiblemente se podría contemplar una futura investigación haciendo mezclas los materiales utilizados.

Por último, tenemos los valores obtenidos durante las pruebas de la CCED con la membrana de Nafion® 117, que tiene como valores representativos los obtenidos con los electrodos de Lignito.

Tabla 28. Valores de Potencia en μW de los tres diferentes pares de electrodos analizados con los tres tipos de MIP en la CCED. Fuente: Autoría propia.

ELECTRODOS POTENCIA	N-C		N117		A-C	
	Pot. Max.	Pot. Prom.	Pot. Max.	Pot. Prom.	Pot. Max.	Pot. Prom.
<i>Lignito (μW)</i>	1600.23	1493.17	0.156	0.101	110.31	73.33
<i>Bentonita (μW)</i>	124.93	110.68	0.063	0.028	12.96	10.41
<i>Clinoptilolita (μW)</i>	689.72	665.21	0.12	0.095	115.59	103.75

4.4.3 Costos

A pesar de que la CCED funciona, es importante mencionar que se encuentran aún en investigación. Para el análisis de precio se tomó en cuenta el precio estimado de los materiales específicos con los que actualmente se fabrican los electrodos para una CCED comercial contra el precio aproximado de los electrodos fabricados mediante la técnica de electrohilado. Los precios de los materiales que se han probado actualmente se mencionan en la *Tabla 29*.

Tabla 29. Precio estimado por gramo de los materiales actualmente usados en los electrodos de una CCED. Fuente: Autoría propia.

MATERIAL	PRECIO POR GRAMO (pesos mexicanos)
<i>Platino</i>	\$499.40
<i>Rutenio</i>	\$272.63
<i>Molibdeno</i>	\$171
<i>Carbón vulcan XC72</i>	\$17.11

Los electrodos que se han probado en la CCED son Pt, Pt-Ru y Pt-Mo soportados sobre carbón vulcan XC72.

Ahora bien, comercialmente se encontraron los siguientes electrodos de Pt y Pt-Ru, ambos soportados en carbón, disponibles en el portal electrónico de FUEL CELL STORE.

Tabla 30. Precio de electrodos de Pt y Pt-Ru usados actualmente en la CCED. Fuente: Autoría propia.

ELECTRODO	PRECIO por 6.25cm^2 (pesos mexicanos)
<i>0.3 mg/cm² 40% Platino sobre Vulcan</i>	\$418.9
<i>4 mg/cm² Rutenio - Platino</i>	\$187.14

Por otro lado, los precios estimados por gramo del Lignito, Clinoptilolita, Bentonita y PLA material con el cual se fabricaron los electrodos en la presente investigación, se mencionan en la *Tabla 31*. Recordando que dichos materiales fueron proporcionados por el Departamento de Investigación en Zeolitas ICUAP de la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, a excepción del PLA. Los precios mencionados fueron investigados en portales electrónicos de comercio nacional.

Es importante mencionar también que los materiales Lignito, Bentonita y Clinoptilolita pueden ser encontradas en la naturaleza en forma de rocas como se menciona en el apartado 2.2.3 de la presente investigación, sin embargo, los precios mencionados en la *Tabla 31* corresponden a dichos materiales previamente pulverizados y empacados.

*Tabla 31. Precio por gramo de los materiales utilizados para la fabricación de los electrodos para la CCED.
Fuente: Autoría propia.*

MATERIAL	PRECIO POR GRAMO (pesos mexicanos)
<i>Lignito</i>	\$0.09
<i>Bentonita</i>	\$0.032
<i>Clinoptilolita</i>	\$0.36
<i>PLA</i>	\$0.6

Comparando los precios entre la *Tabla 29* y la *Tabla 31* se puede visualizar la diferencia entre los dos grupos de materiales. El Lignito, la Bentonita y la Clinoptilolita son más de 100 veces más barato que el Platino o el Rutenio.

La *Tabla 32* muestra el precio estimado de la fabricación de los electrodos mediante electrohilado tomando en cuenta el uso de jeringas plásticas, tubos plásticos y cintas adhesivas, todos componentes desechables del equipo de electrohilado mencionados en la *Tabla 9* así como el precio añadido del cloroformo usado para diluir el PLA y el gramaje utilizado de cada material (Lignito, Clinoptilolita, Bentonita y PLA) para la fabricación de los electrodos E.L., E.B. y E.C, tomando en cuenta los precios por gramo de cada material mencionados en la *Tabla 31*.

*Tabla 32. Precio estimado para la fabricación de cada electrodo mediante la técnica de electrohilado.
Fuente: Autoría propia.*

ELECTRODO ELECTROHILADO	PRECIO por 6.25cm² (pesos mexicanos)
<i>Electrodo de Lignito</i>	\$5.37
<i>Electrodo de Bentonita</i>	\$5.34
<i>Electrodo de Clinoptilolita</i>	\$5.52

Con los precios calculados en la *Tabla 30 y 32*, es cómo puede apreciarse la diferencia de costos entre los dos grupos de electrodos, por un lado, los comerciales actualmente usados y por otro los electrodos fabricados mediante electrohilado.

Comparando primero los electrodos de electrohilado contra el electrodo comercial de Pt-Ru (4 mg/cm² Rutenio – Platino) se obtiene que:

- El electrodo de Lignito es 34 veces más barato que el electrodo de Pt-Ru.
- El electrodo de Bentonita es 35 veces más barato que electrodo de Pt-Ru.
- El electrodo de Clinoptilolita es 33 veces más barato que el electrodo de Pt-Ru.

Ahora bien, comparando los electrodos electrohilados con el electrodo de Pt (0.3 mg/cm² 40% Platino sobre Vulcan) se obtiene que:

- El electrodo de Lignito es 78 veces más barato que el electrodo de Pt.
- El electrodo de Bentonita es 78 veces más barato que el electrodo de Pt.
- El electrodo de Clinoptilolita es 75 veces más barato que el electrodo de Pt.
- Pt-Ru (4 mg/cm² Rutenio – Platino) se obtiene que:

Sin embargo, a pesar de ser electrodos más baratos, no poseen las mismas cualidades eléctricas que los electrodos convencionales. Las comparaciones con los electrodos de mejor comportamiento (con membrana de Nafion® con carbón vulcan XC72) contra los electrodos de materiales comúnmente utilizados en la CCED quedan de la siguiente manera:

- Los electrodos de Lignito son 35 veces menos eficientes que los electrodos con Platino y Rutenio.
- Los electrodos de Bentonita son 128 veces menos eficientes que los electrodos con Platino y Rutenio.
- Los electrodos de Clinoptilolita son 63 veces menos eficientes que los electrodos con Platino y Rutenio.

Para las pruebas con electrodos y las membranas de Nafion® 117 y de Aloe con carbón los resultados mostraron que para cualquiera de los casos el valor de eficiencia comparado se aleja más de 150 veces.

Capítulo 5: Conclusiones

5.1 Conclusiones generales

La utilización de Lignito, Bentonita y Clinoptilolita como material principal para la fabricación de electrodos de una CCED es posible, sin embargo, no todos se comportan de la misma manera. Los electrodos fabricados a partir de carbón lignito junto con la membrana de Nafion® con carbón, fueron los de mejor comportamiento teniendo los valores de potencia y voltaje más altos. Esto nos indica que la utilización de catalizadores es imprescindible ya que las pruebas que carecían de catalizadores en el EME fueron las de menor desempeño, teniendo cómo valor mínimo los obtenidos con los electrodos de Bentonita con la membrana de Nafion®117.

De los tres materiales utilizados para la fabricación de electrodos, se encuentra en primer lugar el Lignito, seguido de la Clinoptilolita con valores interesantes en las pruebas realizadas con la membrana de Aloe con carbón y por último la Bentonita que arrojó resultados poco prometedores.

Todos estos resultados se vieron reflejados en las curvas de polarización de densidad de corriente contra voltaje y densidad de corriente contra densidad de potencia.

Los costos totales en la fabricación de los tres tipos de electrodos fueron hasta 78 y 35 veces más barato que los costos de electrodos con metales típicamente usados en las celdas de combustible cómo el Platino, por lo que la investigación de estos materiales de bajo costo puede continuar desarrollándose.

La utilización de bioetanol cómo combustible en una CCED es posible.

5.2 Recomendaciones

Estudiar el desempeño del bioetanol dentro de una CCED a diferentes concentraciones para evaluar su relación con la eficiencia de la celda.

Si bien se obtuvieron resultados con los tres tipos de electrodos, se recomienda investigar su utilización en áreas activas mayores a los 6.25cm^2 o bien, utilizando bancos de celdas de combustible con estos electrodos para aumentar los valores de voltaje y potencia.

La utilización de los materiales (Lignito y Clinoptilolita) puede también enfocarse al soporte de otros materiales catalíticos.

Se sugiere continuar con la investigación del Lignito y Clinoptilolita electrohilados, utilizando soluciones de diferente concentración o bien, utilizando un polímero diferente al PLA.

Lista de Abreviaciones

CCAD: *Celda de combustible de alcohol directo*

CCED: *Celda de combustible de etanol directo*

EME: *Ensamble membrana electrodo*

CCA: *Celda de combustible alcalina*

CCMIP: *Celda de combustible de membrana de intercambio protónico o membrana electrolítica polimérica*

CCAF: *Celda de combustible de ácido fosfórico*

CCCF: *Celda de combustible de carbonato fundido*

CCOS: *Celda de combustible de óxido sólido*

E.L: *Electrodo de lignito*

E.B: *Electrodo de bentonita*

E.C: *Electrodo de clinoptilolita*

Memb. A-C: *Membrana de aloe con carbón lignito*

Memb. N-C: *Membrana de Nafion®-Carbón*

Memb. N117: *Membrana de Nafion® 117*

PVA: *Alcohol polivinílico*

PLA: *Ácido Poliláctico*

CD: *Corriente directa*

CA: *Corriente alterna*

SEM: *Scanning electron microscope (microscopio electronica de barrido)*

S/P: *Sin pico*

U. A.: *Unidades de absorbancia*

Bibliografía

- [1] N. S. Castellanos & M.O. Molina “Modelado y simulación de una celda de combustible reversible de membrana polimérica para la producción de hidrógeno” thesis, Universidad de Cartagena, Cartagena, E.S.B., 2013.
- [2] S. K. Tiwari, A. K. Thakur, A. D. Adhikari, Y. Zhu, N. Wang, “Current research of graphene-based nanocomposites and their application for supercapacitors” University of Guangxi, N. Characterization, Synthesis and Applications of 2D Nanomaterials, 2020.
- [3] A. Grande Ruiz, & J.F. Lucena Pino “Análisis experimental del funcionamiento de una celda de combustible de metanol directo en diferentes condiciones operativas,” Dep. Termotecnia Escuela Técnica Superior de Ingeniería Universidad de Sevilla, Sevilla,A. 2014.
- [4] Salazar, P. O. “BIOETANOL y BIOBUTANOL” Prof. Oriana Salazar. Tascón, J. M. Materiales de carbono: Estructuras y formas. Óptica Pura y Aplicada, pp 149–159, 2013.
- [5] H. Chen, S. Zhen, Z. Xin, Z. Tong, L. Chen “A review of durability test protocols of the proton exchange membrane fuel cells for vehicle”. Applied Energy Volume 224, pp 289-299, 2018.
- [6] Jia Y, Gong J, Gu X, Kim H, Dong J, Shen X. “Fabrication and characterization of poly (vinyl alcohol)/chitosan blend nanofibers produced by electrospinning method”. Carbohydrate Polymers Volume 67, pp 403-409, 2007.
- [7] R. F. Estrada, R. Rodríguez, V. M. Castaños, “Smart polymeric membranes with adjustable por size”, International Journal of Polimeric Materials volume 52, pp 833-843, 2001.
- [8] Br. A. García Gamboa, “Desarrollo de una celda de bioalcohol utilizando materiales de bajo costo” Tesis, Universidad Autónoma De Yucatán. Mérida, Yucatán, México 2018.
- [9] EG&G Technical Services I. “Fuel Cell Handbook” 7th edition, U.S. Department of Energy, Morgantown, W.V. 2004.
- [10] S. Ahmadi, A. H. Hosseinpour, “Improving fuel economy and performance of a fuel-cell hybrid electric vehicle (fuel-cell, battery, and ultra-capacitor) using optimized energy management strategy.” Energy Conversion and Management volume 160, pp 74-84, 2018.
- [11] U. Cano Castillo, “Las celdas de combustible: verdades sobre la generación de electricidad limpia y eficiente vía electroquímica”. El grupo de Electroquímica y Corrosión del Instituto de Investigaciones Eléctricas, boletín iie, 1999.
- [12] M. E. Hernández Mendoza, “Evaluación de ensambles membrana electrodo de una celda de combustible tipo PEM” Tesis, Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica, CONACYT, 2004.
- [13] S. C. Singhal, K. Kendall, “High-temperature Solid Oxide Fuel Cells: Fundamentals, Design and Applications. Kidlington” 1st edition, Elsevier Science, U. K. 1985.

- [14] N. Bizon, P. Thounthong, "Fuel economy using the global optimization of the Fuel Cell Hybrid Power Systems" Volume 173, Energy Conversion and Management, pp 665-678, 2018.
- [15] J. Vonch, A. Yarin, C. M. Megaridis, "Electrospinning: A study in the formation of nanofibers" Mechanical and Industrial Engineering, University of Illinois, Chicago Il. 2007.
- [16] H. Wang, X. Lu, Y. Zhao, C. Wang, "Preparation and characterization of ZnS: Cu/PVA composite nanofibers via electrospinning" Volume 60, Materials Letter, pp 2480-2484, 2006.
- [17] W. Zhou, Z. Zhou, S. Song, W. Li, G. Sun, P. Tsiakaras, Q. Xin., "Based anode catalysts for direct ethanol fuel cells." Applied Catalysis B, environmental, Vol. 46, pp 273- 285, 2003.
- [18] C. Lamy, E. M. Belgsie, J. M. Léger. J. "Electrocatalytic Oxidation of Aliphatic Alcohols: Application to the Direct Alcohol Fuel Cell (DAFC)." of Applied Electrochemistry, Vol. 31, pp 799-809, 2001.
- [19] F. Vigier, C. Coutanceau, A. Perrard, E.M. Belgsir, C. Lamy, "Development of Anode Catalysts for a Direct Ethanol Fuel Cell." Netherlands: Journal of Applied Electrochemistry, Vol. 34, pp 439-446, 2004.
- [20] S. S. Gupta, J. Datta "An Investigation into the Electro-oxidation of Ethanol and 2-propanol for Application in Direct Alcohol Fuel Cells (DAFC's)." Howrah, India: J. Chem, Vol. 117, pp 337-344, 2005.
- [21] W. J. Pech, "Desarrollo De Una Celda De Etanol Directo (DEFC)" Tesis, Unidad de Energía Renovable-CICY, Mérida Y. 2011.
- [22] S. Rousseau, C. Coutanceau, C. Lamy, J. M. Léger. "Direct Ethanol Fuel Cell (DEFC): Electrical Performances and Reactions Products Distribution Under Operating Conditions with Different Platinum-based Anodes." J. of Power Sources, Vol. 158, pp 18-24, 2006.
- [23] A. Hacquard, "Improving and Understanding Direct Methanol Fuel Cell (DMFC) Performance," M. Master of Science, Worcester Polytechnic Institute, 2005.
- [24] N. Bustos Rojas, G. H. M. "Metanol como alternativa para la generación de combustibles limpios." Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas, Instituto Politécnico Nacional, 2014.
- [25] R. Arosemena, A. Castillo, M. Castillo, V. Castillo, R. Chen, F. A. y B. J. "Obtención de etanol a base de la savia de la palma de corozo." Revista de Iniciación Científica. Journal of Undergraduate Research, 2015.
- [26] D. Kennes, H. N. Abubakar, M. Diaz, M. C. Veiga, & C. Kennes, "Bioethanol production from biomass: Carbohydrate vs syngas fermentation." Journal of Chemical Technology and Biotechnology, Vol 91, pp 304-3017, 2016.
- [27] M. Vohra, J. Manwar, R. Manmode, S. Padgilwar, & S. Patil, "Bioethanol production: Feedstock and current technologies." Journal of Environmental Chemical Engineering, Vol 2, pp 573-584, 2014.

- [28] O. Vallejo Puerta, "Ensamble y evaluación de una celda combustible tipo PEM." Tesis, Centro De Investigación Y Desarrollo Tecnológico En Electroquímica, CONACYT, 2003.
- [29] S. Rozo, J. Tibaquirá, "Celdas De Combustible Tipo Membrana De Intercambio Protónico" *Scientia et Technica* Año XIII, Universidad Tecnológica de Pereira, Pereira Col. 2007.
- [30] R. Domínguez Fernández, I. Arzate Vázquez, J. Chanona Pérez, J. Welti Chanes, J. Alvarado González., V. Garibay Febles, & G. Gutiérrez López "El gel de aloe vera: Estructura, composición química, procesamiento, actividad biológica e importancia en la industria farmacéutica y alimentaria." *Revista Mexicana de Ingeniería Química*, Vol 11, pp 23–43, 2013.
- [31] R. C. García "Clasificación catalizadores" pp 1–24, 2013.
- [32] Mustakeem. "Electrode materials for microbial fuel cells: Nanomaterial approach." *Materials for Renewable and Sustainable Energy*, Vol 4, pp 1–11. 2015.
- [33] R. Paredes Melesio, A. María Ramírez, E. Osuna Ceja, P. Alamilla Gómez, & A. "Zeolita Natural," Mandujano Bueno, 2013.
- [34] Ch. Baerlocher, L.B. McCusker "Database of Zeolite Structures" Structure Commission of the International Zeolite Association (IZA-SC), 2016.
- [35] M. Canales Herrera, A. Perla Ramírez, "Evaluación in vitro de la multirresistencia antimicrobiana de bacterias causantes de mastitis subclínica y mastitis clínica identificadas en vacas en ordeño manual" Departamento de microbiología y parasitología, UNAM, pp 2-5, 2015.
- [36] N. Casis "Elaboración de Membranas Poliméricas Porosas," *Información tecnológica* Vol. 21, pp 4-5, 2010.
- [37] C. Hassan, A. Nikolaos Peppas, "Structure and Applications of Polyvinyl alcohol Hydrogels Produced by Conventional Crosslinking or by Freezing/Thawing Methods," *Polymer Science and Engineering Laboratories, School of Chemical Engineering, Purdue University, West Lafayette*, 1999.
- [38] F. Wallace Billmeyer, J.A. Brydson, "Plastics Materials", *Ciencia de los polímeros*, Butterworth Scientific, 1985.
- [39] Lin Xiao, Bo Wang, Guang Yang, and Mario Gauthier³, "Poly (Lactic Acid)-Based Biomaterials: Synthesis, Modification and Applications", *College of Life Science and Technology, Huazhong University of Science and Technology, National. Engineering Research Center for Nano-Medicine, Huazhong University of Science and Technology, Department of Chemistry, University of Waterloo, China, Canada*, 2011.
- [40] E. Manals Cutiño, M. Penedo Medina, G. Giralt Ortega, "Análisis termogravimétrico y térmico diferencial de diferentes biomásas vegetales," *Tecnología Química*, vol.31, pp. 36- 43, 2011.
- [41] Shandong "IRO DE TRATAMIENTO DE AGUA CO., LTD," Mushi, Tengzhou, Zaozhuang, China, 2002.
- [42] S.D. Solomon, M. Bahadory, A.V Jeyarajasingam, S.A. Rutkowsky, C. Borito, L. Mulfinger. "Nanopartículas of Silver." *J. Chem. Ed.* 2: pp, 322-324, 2007.

- [43]F. González Fernández, “Determinación de Etanol en Productos Alimenticios por Métodos Ópticos” Tesis, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Michoacán, México, 2013.
- [44]R. Gallegos Cortés, “Análisis del Efecto Bactericida de las Nanopartículas de Plata por Medio de Métodos Ópticos” Tesis, Universidad Michoacana del Estado de Hidalgo, Michoacán, 2010.
- [45]A. C. Dehecho Egúsqiza, “APROVECHAMIENTO DE RESIDUOS DE Ananas comosus (PIÑA) PARA LA PRODUCCIÓN DE ETANOL POR VÍA FERMENTATIVA DE Saccharomyces cerevisiae”, Informe final de investigación, Universidad Le Cordon Blue, 2016.
- [46]J. Clavijo, “Caracterización de materiales a través de medidas de microscopía electrónica de barrido (SEM)”, Universidad de América. Bogotá, Colombia, 2013.



Luis Alberto Flores Carrillo

(Tesisista)



Dra. Laura Alicia Paniagua Solar

Facultad de Ciencias de la
Electrónica

(Asesor)



Dr. Benito Zenteno Mateo

Facultad de Ingeniería

(Asesor)