

Plan de Investigación (PI)¹

Título: Estudio sistemático de parámetros en la síntesis electroquímica de nanopartículas de magnetita y su implementación en un reactor electroquímico en flujo continuo.

Doctorando (Nombre/e-mail): Gerardo Iván Lozano Gutiérrez
ivlogu@hotmail.com

Tutor: Nieves Menéndez González

Director (Nombre/Institución): Pilar Herrasti González
Universidad Autónoma de Madrid

Co-Director (Nombre/Institución): Norberto Casillas Santana
Universidad de Guadalajara (México)

Matrícula: 03/2015

Fecha: 11/03/2015

1 . Antecedentes y estado actual del tema

Introducción

La magnetita es un óxido mixto con estructura de espinela en la que los átomos de Fe^{3+} ocupan las posiciones octaédricas de la red y los iones Fe^{2+} las posiciones octaédricas y tetraédricas [1, 2]. Al igual que la gran mayoría de los materiales, las nanopartículas de magnetita presentan propiedades físicas y químicas diferentes a las que se tienen a una escala estándar [3, 4]. Su elevado umbral de magnetización, su estructura, y sobre todo, su biocompatibilidad; han estimulado el interés científico por este tipo de materiales. De forma paralela ha generado un número creciente de aplicaciones en diversos campos de la tecnológica [5], como: la producción de tintas para impresión [6], procesos de precipitación para remoción de iones metálicos [7-9], sensores [10, 11] y aplicaciones biomédicas como: diagnóstico y monitoreo en tiempo real [12], liberación local de fármacos [13-15], tratamientos de hipertermia localizada [16, 17] y agentes de contraste en estudios de resonancia magnética [18-21].

Existen una gama de propiedades deseables en las nanopartículas magnéticas, en función de la aplicación a la que se destinen [22]. En algunos casos, el tamaño de partícula requerido debe ser lo suficientemente pequeño para permitir la dispersión de las partículas en suspensiones coloidales estables en agua, pero suficientemente grandes para permitir que las partículas se muevan rápidamente en un gradiente de campo magnético, generando así separaciones efectivas o para producir un calentamiento local más eficiente en aplicaciones médicas como los tratamientos de hipertermia [16, 23, 24].

La estructura, tamaño, distribución y composición de las nanopartículas son dependientes del método de síntesis empleado. El método de síntesis convencional para la producción de magnetita, Fe_3O_4 , es el de coprecipitación [5], el cual de manera simplificada consiste en mezclar iones férricos y ferrosos con una relación molar 1:2 en soluciones altamente básicas [16, 25]. Esta metodología de síntesis proporciona nanopartículas suspendidas en un medio acuoso, lo que es una gran ventaja, cuando estas van a ser utilizadas en aplicaciones biomédicas. Pero, tiene un inconveniente y es la polidispersidad de tamaños que genera, lo que obliga a tratamientos posteriores de separación [26]. Otros métodos como el de polioles, requieren el uso de disolventes orgánicos, lo que provoca un uso limitado de los materiales [27]. Por último, métodos más sofisticados como la obtención por pirólisis laser, además de ser costosa, genera nanopartículas de tamaños muy pequeños, en su mayoría no utilizables en aplicaciones biomédicas [28].

En la búsqueda de métodos alternativos, la síntesis electroquímica ha comenzado a surgir como un método competitivo a los métodos convencionales para la generación de nanopartículas magnéticas [5, 29-33].

La síntesis electroquímica permite obtener tamaños de nanopartículas monodispersas entre 10 y 40 nm, rango en el que se encuentran la mayoría de las aplicaciones biomédicas [24, 34, 35]. Al controlar los parámetros de síntesis como: potencial y/o densidad de corriente, agitación, temperatura y medio electrolítico, es posible establecer condiciones de síntesis que favorecen tamaños de partícula específicos. Pero además de los parámetros mencionados previamente, hay un parámetro especialmente crítico en esta síntesis, que es la distancia entre el cátodo y el ánodo. La cual, de no ser controlada adecuadamente, puede generar la presencia de especies no deseadas (hidróxidos y oxihidróxidos) haciendo la síntesis inviable [5, 29, 30]. La metodología de síntesis es sencilla y consiste en la oxidación controlada de ánodos de hierro y la reducción del medio electrolítico sobre los cátodos (en general de hierro) para producir especies OH^- . La formación de hidróxidos de estos metales conduce posteriormente a la reducción de los mismos para la formación de los materiales magnéticos deseados [5, 17].

Algunas de las ventajas que conlleva la síntesis electroquímica, incluyen: trabajo en medio acuoso, baja dispersión de tamaños, metodología de síntesis simple y tecnología económica. Sin embargo su principal inconveniente, sin duda, es su bajo rendimiento. A nivel laboratorio los electrodos de hierro, tanto ánodos como cátodos utilizados, son de área pequeña, por lo que el consumo de los mismos es relativamente rápido. Por otro lado, la eficiencia del proceso no es muy alta, del orden del 20%, lo que significa que del total de la corriente empleada sólo se aprovecha un porcentaje bajo en la obtención del producto [5, 28].

El objetivo principal de este proyecto es el uso de la metodología electroquímica para obtener nanopartículas de magnetita en un sistema en continuo, tratando de escalar el sistema de laboratorio a un tamaño semipiloto para la obtención de cantidad y calidad de magnetita. Es factible emplear reactores electroquímicos para llevar a cabo esta tarea. Pero es necesario llevar a cabo inicialmente un estudio fundamental de los mecanismos de reacción, establecer claramente el rol que juega la densidad de corriente y la distribución de corriente y potencial en la celda para lograr la selectividad y monodispersidad. La variación de la geometría de la celda puede ser una variable crítica, el pH y el movimiento de las especies iónicas en el medio. El proyecto

ofrece la oportunidad de expandir el conocimiento acerca de los mecanismos de formación electroquímica de las nanopartículas y su relación con las variables de proceso. Una vez optimizadas las condiciones de producción se planea construir y operar un reactor a escala piloto para producir nanopartículas de magnetita a una escala mayor.

Antecedentes

La síntesis electroquímica de nanopartículas de magnetita, ha sido de gran interés en la comunidad científica durante los últimos años y existen numerosos reportes en la literatura abordan el tema desde diferentes ángulos [5, 17, 28-32, 36, 37]. Tal es el caso de Pascal et al., quienes desarrollaron un método electroquímico para la síntesis de nanopartículas magnéticas de maghemita ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) en un medio orgánico (N, N-di-metil-formamida: agua 95:5), usando un ánodo de sacrificio de hierro como una fuente de cationes de hierro y variaciones de la densidad de corriente aplicada. La oxidación anódica del agua presente en la solución, generaba especies reactivas de oxígeno que en conjunto con las especies catiónicas de hierro (Fe^{3+}) producen los óxidos deseados. Aunque la generación de especies Fe^{2+} es posible, estas son oxidadas *in situ* por las especies de oxígeno producidas. El tamaño y polidispersidad de las nanopartículas fue ajustado mediante la densidad de corriente impuesta, mientras que la adsorción del electrolito y del estabilizador (bromuro de tetraoctilamonio) en las partículas redujo su agregación. El producto obtenido fue de menos de 10 nm y por lo tanto exhibió un comportamiento superparamagnético [31]. En un trabajo similar Wang et al., emplearon el método de deposición electroquímica con corriente alterna para preparar polvos ultra finos de magnetita. Los autores utilizaron 2 filamentos de hierro como electrodos, sumergidos en una solución de NaCl separados a 3 cm. Se aplicó un voltaje constante de 100 V, provocando que los electrodos se fundieran debido a las condiciones fuertemente exotérmicas, produciendo un coloide de hierro, el cual se oxida rápidamente a Fe^{2+} para formar $\text{Fe}(\text{OH})_2$ y continua oxidándose hasta $\text{Fe}(\text{OH})_3$. La electrólisis también genera $\text{H}_{2(g)}$ que reduce parcialmente al Fe^{3+} y la hidrólisis de $\text{Fe}(\text{OH})_3$ para dar el producto final Fe_3O_4 [37]. El grupo dirigido por Franger et al., sintetizó nanopartículas de magnetita puras y homogéneas usando pellets de acero inoxidable como electrodo de sacrificio. Llevaron a cabo su síntesis en una solución a un pH 10, además de probar diferentes tipos de electrolito (NaCl , Na_2SO_4 , NaSCN , and $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$). Se aplicó una corriente constante y como respuesta, el potencial del electrodo de trabajo incrementó debido a la formación de lepidocrocita en la superficie metálica. La generación de H_2 se da de forma paralela en el contraelectrodo (Platino). La difusión del hidrógeno permite la reducción parcial del hidróxido de hierro formado en el electrodo de trabajo y de esta forma se produce magnetita como resultado final. Se concluyó que la posición del contra electrodo influye de gran manera en la formación de las nanopartículas de magnetita [30].

Mecanismo de síntesis

El mecanismo de síntesis de magnetita ha sido estudiado por diferentes autores, presentando diversas propuestas sobre la ruta de síntesis seguida. Sin embargo uno de los mecanismos más reportados consiste en lo siguiente [5, 17, 29]:

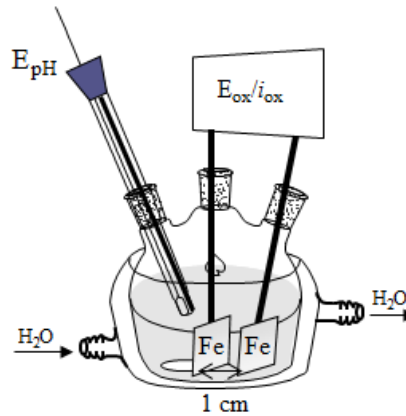


Figura 1. Esquema de síntesis electroquímica de nanopartículas de magnetita.

Considérese inicialmente dos electrodos de hierro en una solución acuosa de electrolito a temperatura constante (Figura 1). La reacción comienza al aplicar una densidad de corriente o potencial entre los electrodos para favorecer, en el ánodo, la disolución y posterior oxidación de hierro expresadas en las ecuaciones 1 y 2.



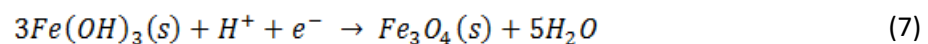
De igual manera en el ánodo se genera la producción de iones H^{+} debido a la electrolisis del agua (ecuación 3) los cuales pueden ser reducidos posteriormente en el cátodo formando Hidrogeno gaseoso (ecuación 4).



En el cátodo ocurre la reducción de agua expresada en la ecuación 5, la cual provee los iones OH^{-} necesarios para llevar el pH de la solución a valores entre alcalinos.



Los iones OH^{-} proporcionan el medio básico necesario para promover la formación de hidróxido de hierro (III), su posterior reducción se logra siempre y cuando el pH permanezca por encima de 9. Las reacciones anteriores se representan en las ecuaciones 6 y 7.



La reacción se puede seguir también mediante los cambios de pH y color de la solución. Inicialmente la solución se presenta incolora, al aplicar un potencial o corriente, la solución se torna café, signo de que se ha precipitado $Fe(OH)_3$. Posteriormente la solución se torna color

negro y es cuando se tiene el precipitado deseado (Fe_3O_4). Lo anterior se puede observar en la Figura 2.

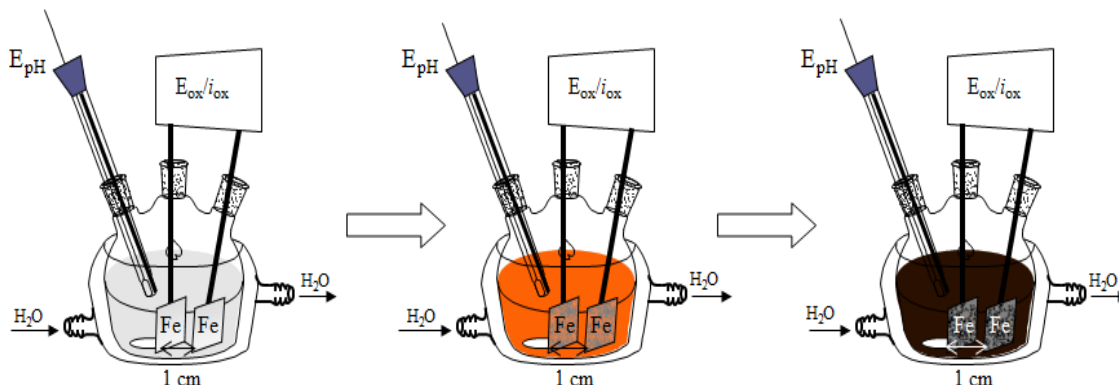
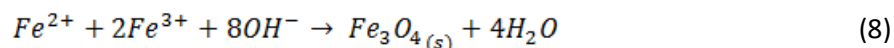


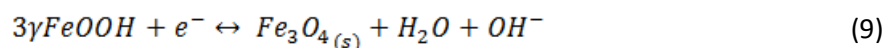
Figura 2. Cambios de coloración en la síntesis electroquímica.

Sin embargo el mecanismo anterior es discutible cuando se considera el hecho de que tanto el hidróxido férrico como la magnetita son insolubles en agua y deberían precipitar en cuanto son formados. El mecanismo mediante el cual un coloide puede reducirse en el cátodo o como la reacción 7 puede generar estructuras cristalinas en escala nanométrica puede ser discutido [38].

Existen otras propuestas de mecanismo de formación como el de Weng et al. [38] que considera las mismas reacciones de oxidación expresadas en las ecuaciones 1, 2 y 3 además de las reducciones en las ecuaciones 4 y 5, sin embargo menciona que la formación de magnetita se puede dar por la ruta directa expresada en la ecuación 8, la cual se reporta para procesos de precipitación en medios alcalinos [25, 39-42].



Procesos de síntesis electroquímica en los que se emplea corriente alterna en la que los papeles de ánodo y cátodo cambian entre electrodos a una frecuencia determinada, podrían tener mecanismos diferentes a los presentados, tal es el caso de la investigación realizada por Rodríguez et al. [43], en la cual sintetizaron nanopartículas de magnetita en medio acuoso empleando pulsos disimétricos de potencial. Ellos proponen que las reacciones 1 a 5 son válidas, sin embargo; el último paso para la formación de magnetita se lleva a cabo mediante la reducción de especies solubles descrito en la ecuación 9.



Independientemente del mecanismo por el cual ocurra la formación de las nanopartículas, uno de los problemas fundamentales de este tipo de síntesis son las pequeñas cantidades que se obtienen en la mayoría de los esquemas de reacción reportados (alrededor de 100 mg por síntesis) [29].

Debido a lo discutido anteriormente, se puede concluir que aún se necesita mayor información acerca del mecanismo de formación de nanopartículas de magnetita. Esclarecer las dudas acerca de la ruta de síntesis nos permitirá hacer predicciones acertadas acerca de las mejores condiciones para la producción de este tipo de materiales.

Reactores electroquímicos.

Tradicionalmente, la síntesis electroquímica de nanopartículas de magnetita se ha realizado en reactores tipo batch de tanque agitado. Uno de los objetivos más importantes de este proyecto, consiste en llevar este tipo de síntesis a una en flujo continuo.

De manera general existen 2 tipos de reactores electroquímicos de flujo continuo [44-46]:

1. **Reactor electroquímico continuo de tanque agitado (CSTER).** Caracterizado por presentar una concentración C_{A_S} uniforme en todo su volumen. Se considera que la concentración C_{A_S} a la salida del reactor (Figura 3), es la misma que la concentración uniforme en el volumen del reactor (salvo en las proximidades del electrodo). El tiempo durante el que los elementos de fluido residen en el interior de este tipo de reactor (tiempo de residencia), puede tomar cualquier valor, es decir, una partícula puede salir inmediatamente después que entró, o, como caso extremo, "dar vueltas" en el interior del reactor sin poder salir. Existe por tanto una distribución del tiempo de residencia en torno a un tiempo de residencia medio [44].

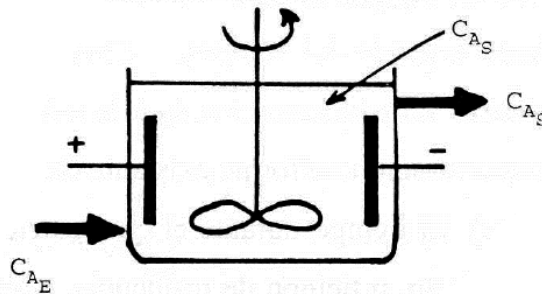


Figura 3. Diagrama de un reactor electroquímico continuo de tanque agitado

Considerando un caudal Q_v a la entrada del reactor en la Figura 3 con una concentración C_{A_E} de iones A, se puede definir:

$$\text{Caudal de iones A que entran} \quad Q_v c_{A_E} \text{ [iones} \cdot \text{s}^{-1}] \quad (10)$$

$$\text{Caudal de iones A que salen} \quad Q_v c_{A_S} \text{ [iones} \cdot \text{s}^{-1}] \quad (11)$$

$$\text{Caudal de A transformado} \quad \frac{|I_L|}{(v_e F)} \text{ [iones} \cdot \text{s}^{-1}] \quad (12)$$

Considerando que el principio de funcionamiento de un reactor CSTER es la mezcla homogénea, se puede considerar que el caudal de iones transformados es también igual a:

$$\bar{k}_d A_e c_{A_S} \quad (13)$$

El balance global es:

$$Q_v c_{A_E} = Q_v c_{A_S} + \frac{|I_L|}{v_e F} \quad (14)$$

$$Q_v (c_{A_E} - c_{A_S}) = \bar{k}_d A_e c_{A_S} \quad (15)$$

La expresión para la conversión es:

$$X_A = \frac{\bar{k}_d A_e / Q_v}{1 + \bar{k}_d A_e / Q_v} \quad (16)$$

- 2. Reactor electroquímico de flujo pistón (PFER).** En el cual los elementos fluidos se desplazan todos a la misma velocidad uniforme, como lo hace un pistón en el interior de un cilindro. Todos los elementos fluidos permanecen durante el mismo tiempo (tiempo de residencia uniforme) en el interior del reactor. En cuanto a la concentración del elemento transformado (o producido) varía de forma continua entre la entrada y la salida del reactor [44].

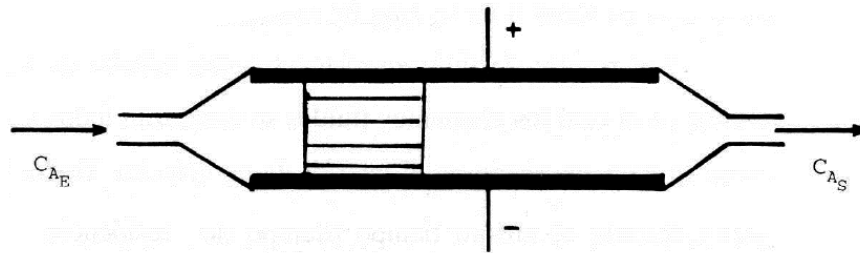


Figura 4. Diagrama de un reactor electroquímico continuo de flujo pistón

Para el balance de materia del componente A, considerando un elemento diferencial de espesor dx , situado entre la distancia x (donde la concentración es $c_A(x)$) y la distancia $x + dx$ (donde la concentración se puede expresar como: $c_A(x) + \frac{dc_A(x)}{dx} dx$, siendo $dc_A(x)$ negativo), podemos escribirlo en términos del caudal del ión A:

$$Q_v c_A(x) = Q_v \left[c_A(x) + \frac{dc_A(x)}{dx} dx \right] + \bar{k}_d l dx c_A(x) \quad (17)$$

Suponiendo un coeficiente local k_d uniforme sobre el electrodo, El balance anterior se puede reducir a la ecuación diferencial de primer orden:

$$\frac{dc_A(x)}{c_A(x)} = - \frac{\bar{k}_d l}{Q_v} dx \quad (18)$$

Integrando la ecuación anterior conduce a la concentración local $c_A(x)$:

$$c_A(x) = c_{A_E} \cdot \exp \left[- \frac{\bar{k}_d l}{Q_v} x \right] \quad (19)$$

El balance diferencial será:

$$Q_v \frac{dc_A(x)}{dx} + \bar{k}_d \cdot l \cdot c_A(x) = 0 \quad (20)$$

Donde l es el ancho del cátodo, el balance global será:

$$Q_v \cdot (c_{A_E} - c_{A_S}) = \frac{|I_L|}{v_e F} \quad (21)$$

Y la expresión para la conversión es:

$$X_A = 1 - \exp \left[-\frac{\bar{k}_d \cdot A_e}{Q_v} \right] \quad (22)$$

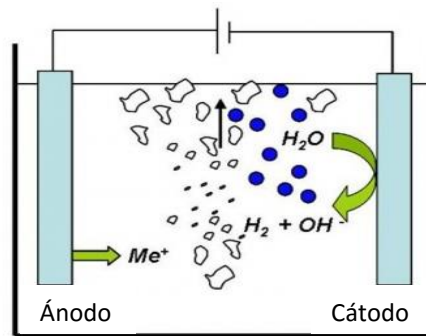


Figura 5. Mecanismo general de electrocoagulación para el tratamiento de efluentes

El proceso de síntesis electroquímica de nanopartículas de magnetita, es en esencia un proceso de electrocoagulación en medio acuoso (Figura 5). Estos procesos han sido usados como alternativas en el tratamiento de agua para la remoción de contaminantes [47-51]. Los mismos mecanismos de formación de óxidos de hierro en la síntesis electroquímica de magnetita se pueden encontrar presentes en procesos de electrocoagulación [52] y nos pueden brindar información sobre las ecuaciones que rigen el comportamiento de procesos electroquímicos basados en la disolución de metal.

Se han hecho diversos estudios sobre los mecanismos presentes en los procesos de electrocoagulación para remoción de contaminantes, y se considera de gran importancia el entendimiento de los mecanismos de disolución del metal empleado y de la formación de las especies hidroxidadas del mismo metal de interés [53].

En un trabajo realizado en 2005 por Cañizares et al. se estudió el mecanismo de electrocoagulación de aluminio en un reactor por lotes de tanque agitado. Las ecuaciones de balance para el reactor resultaron complicadas y en un esfuerzo por simplificar el modelo, decidieron considerar que las reacciones presentes en el reactor se pueden dividir en 3 zonas de reacción: catódica, anódica y química, tal y como se muestra en la Figura 6.

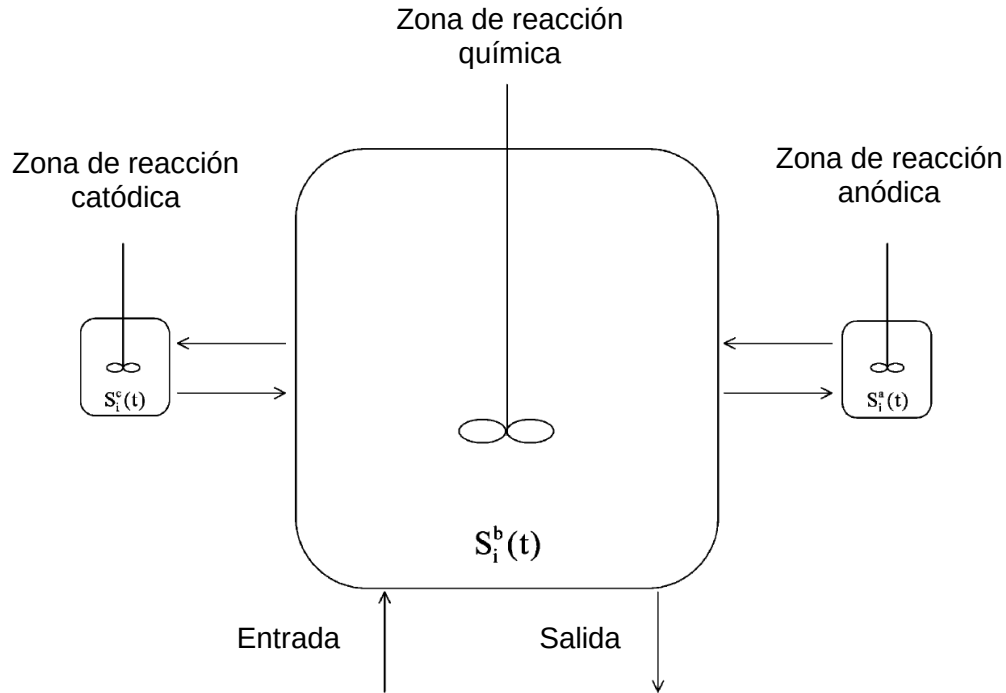


Figura 6. Esquema del modelo simplificado para un reactor de electrocoagulación

Los volúmenes de las diferentes zonas de reacción se estiman a partir del área de contacto conocida y el espesor de la capa de difusión de Nernst, en la cual se llevan a cabo los procesos de oxidación directa y la mayoría de los procesos electroquímicos intermedios. El espesor de esta zona se puede evaluar mediante la relación entre el coeficiente de transferencia de masa y la difusividad (ecuación 23).

$$\delta = \frac{D}{k} \quad (23)$$

Además se puede obtener las velocidades de transporte de masa entre zonas de reacción química y electroquímica suponiendo que la velocidad de intercambio local es directamente proporcional a la diferencia de concentraciones entre las 2 zonas (ecuación 24).

$$r_i = kA([S_i]_* - [S_i]) \quad (24)$$

De esta manera se puede simplificar las ecuaciones diferenciales parciales del balance de masa a una serie de ecuaciones diferenciales ordinarias, las cuales son más sencillas de resolver (ecuaciones 25 a 27).

$$V_a \frac{d[S_i]_a}{dt} = kA([S_i]_b - [S_i]_a) + r_{electroquim_{i,a}} + r_{quim_{i,a}} V_a \quad (25)$$

$$V_a \frac{d[S_i]_c}{dt} = kA([S_i]_b - [S_i]_c) + r_{electroquim_{i,c}} + r_{quim_{i,c}} V_c \quad (26)$$

$$V_a \frac{d[S_i]_b}{dt} = q([S_i]_0 - [S_i]_b) + kA([S_i]_a - [S_i]_b) + kA([S_i]_c - [S_i]_b) + r_{quim_{i,b}} V_b \quad (27)$$

Las velocidades de reacción electroquímica limitadas por la corriente aplicada pueden ser representadas por las ecuaciones 28 y 29 para procesos electroquímicos únicos o múltiples respectivamente.

$$r = \frac{I}{F} \quad (28)$$

$$r_{\text{electroquímico}} = \frac{I}{F} \frac{\eta_i}{\sum_j \eta_j} \quad (29)$$

Debido a lo anterior, muchos de los principios empleados para diseñar reactores de electrocoagulación [54-57], pueden ser implementados para la construcción de un reactor en flujo continuo de nanopartículas de magnetita. Además, el material sintetizado presenta propiedades magnéticas que pueden ser aprovechadas para su posterior separación del medio de reacción.

Hipótesis

La síntesis electroquímica de nanopartículas de magnetita en flujo continuo, permite obtener materiales químicamente puros y con una morfología homogénea ajustable según los parámetros de síntesis, además de ser una alternativa viable para la producción de magnetita nanoestructurada a escala semi piloto.

Objetivo general

Investigar las mejores condiciones de electrosíntesis de magnetita en una celda de tamaño convencional empleando electrodos de hierro de diferente composición. Una vez analizados todos los parámetros y esclarecido el mecanismo de formación de la magnetita se busca llevar a cabo un escalado de la celda a escala semipiloto empleando un reactor electroquímico en flujo, a la par con el análisis y caracterización las propiedades de las nanopartículas producidas empleando técnicas de análisis superficial XPS, Difracción de rayos- X, SEM y TEM, entre otras.

1.1. Experiencia previa del Grupo de Investigación

El grupo de investigación de “Síntesis y caracterización electroquímica y espectroscópica de materiales”, MATELEC, desarrolla como línea principal de investigación la síntesis de nanomateriales mediante métodos electroquímicos y posterior modificación superficial para ser utilizados en diversas aplicaciones tecnológicas.

Además se lleva a cabo su caracterización estructural, morfológica y de sus propiedades químico-físicas, mediante diferentes técnicas experimentales destacando la espectroscopia Mossbauer y la difracción de rayos X y neutrones, haciendo uso habitualmente de grandes instalaciones de radiación sincrotrón y fuentes de neutrones.

2 . Objetivos y planteamiento

- Electrosintetizar nanopartículas de magnetita variando los parámetros de síntesis, corriente/potencial, temperatura y agitación en un reactor batch de tanque agitado.
- Caracterizar los nanomateriales producidos mediante síntesis electroquímica que se llevará a cabo por distintas técnicas, como: difracción de rayos X, espectroscopia de fotoelectrones de rayos X (XPS), Mossbauer, termogravimetría, microscopia TEM, y propiedades magnéticas mediante SQUID (dispositivo superconductor de interferencia cuántica). El análisis de los resultados que se extraen de estas técnicas nos permitirá conocer la morfología, composición y propiedades magnéticas de los materiales sintetizados.
- Estudiar el mecanismo de electrosíntesis que ocurre en la celda tomando en cuenta las variaciones en la concentración de las especies presentes en el medio de reacción (por ejemplo: cambios en el pH) y las condiciones de proceso.
- Escalar el proceso mediante el uso de un reactor electroquímico en flujo continuo o cualquier otro esquema que aumente la producción de nanopartículas.
- Caracterizar los materiales obtenidos a partir del esquema de síntesis en flujo continuo y comparar sus características morfológicas, químicas y magnéticas con las del material sintetizado en el reactor batch.

3 . Metodología y plan de trabajo

Electrosíntesis de magnetita variando los parámetros de síntesis

Para la síntesis electroquímica de magnetita se usará primeramente una celda de 250 mL y se utilizarán dos electrodos de hierro de 10 cm². Se modificará la corriente de síntesis tanto del cátodo como el ánodo, midiéndose el potencial entre los electrodos o la corriente si se aplica potencial. Se estudiará el efecto que tiene la corriente, temperatura y agitación en las características de las nanopartículas y en la selectividad de los materiales sintetizados. Para la aplicación de la corriente y el potencial se usará un potencióstato o una fuente de poder controlada, en un esquema de reacción como el que se mostró en la Figura 1. El rango de potencial o corriente a emplear se basará en estudios reportados anteriormente.

Caracterización de los materiales obtenidos

Una vez sintetizadas las nanopartículas se estudiará su estructura y composición superficial mediante difracción de rayos X (XRD) y espectroscopia de fotoelectrones de rayos X (XPS) respectivamente. Estas técnicas también nos permitirán conocer si se ha producido durante el proceso de síntesis algún tipo de impureza. Para conocer su morfología, se realizará microscopia de transmisión de electrones (TEM), y se evaluará la monodispersidad de las nanopartículas. Se analizará también el efecto de cada uno de los parámetros de síntesis en el tamaño, ya que se ha comprobado que un aumento de la temperatura de síntesis provoca un aumento en el tamaño de las mismas. Las propiedades magnéticas serán estudiadas mediante el dispositivo superconductor de interferencia cuántica (SQUID), se registrarán las curvas de magnetización frente al campo magnético aplicado y se evaluará la temperatura de Curie realizando curvas de enfriamiento de campo cero (ZFC-FC). Se medirá el radio hidrodinámico y

potencial zeta de las nanopartículas, mediante un equipo Zetasizer, ambos parámetros son muy importantes para conocer el comportamiento de estas nanopartículas en un medio coloidal.

Estudio del mecanismo de electrosíntesis

Una vez comprobado cuales de los parámetros de síntesis afectan más determinantemente a la síntesis y una vez prefijados estos, se parará la reacción a diversos tiempos y se analizarán los productos intermedios con el fin de esclarecer el mecanismo de formación de las nanopartículas. Uno de los estudios electroquímicos a emplear se le conoce como voltamperometría de micropartículas, la cual se considera como una de las técnicas electroquímicas más apropiadas para la caracterización de sólidos de baja conductividad eléctrica, débilmente magnéticos y fases amorfas micro y nano-cristalinas [58].

La voltamperometría de micropartículas permite realizar la transformación $\text{Fe}_2\text{O}_{3(s)} / \text{Fe}^{+2}_{(\text{aq})}$ por vía electroquímica y consiste en aplicar un barrido lineal de potencial en la dirección que favorezca la reducción de la muestra y detectar la respuesta en corriente, indicativa de la ocurrencia de la reacción electroquímica. La corriente primero aumenta, llega a un máximo y luego decrece cuando se ha consumido una cantidad significativa de material. El potencial del pico de corriente es característico del compuesto que reacciona y su intensidad es proporcional a la cantidad de especie presente en la muestra analizada [59].

Escalado del proceso de electrosíntesis

Una vez evaluados los parámetros de síntesis y escogidos aquellos que producen magnetita estequiométrica y con tamaños entre 30 y 40 nm se procederá al escalado del proceso. Para ellos se estudiará de forma teórica que sistema se acopla mejor a la electrosíntesis y se analizarán también aquellos parámetros que afecten al proceso como flujo del electrolito o separación continua de los materiales obtenidos. La propuesta inicial es empleo de un reactor de placas paralelas que presente una distribución de corriente uniforme siguiendo un esquema similar al que se muestra en la Figura 7.

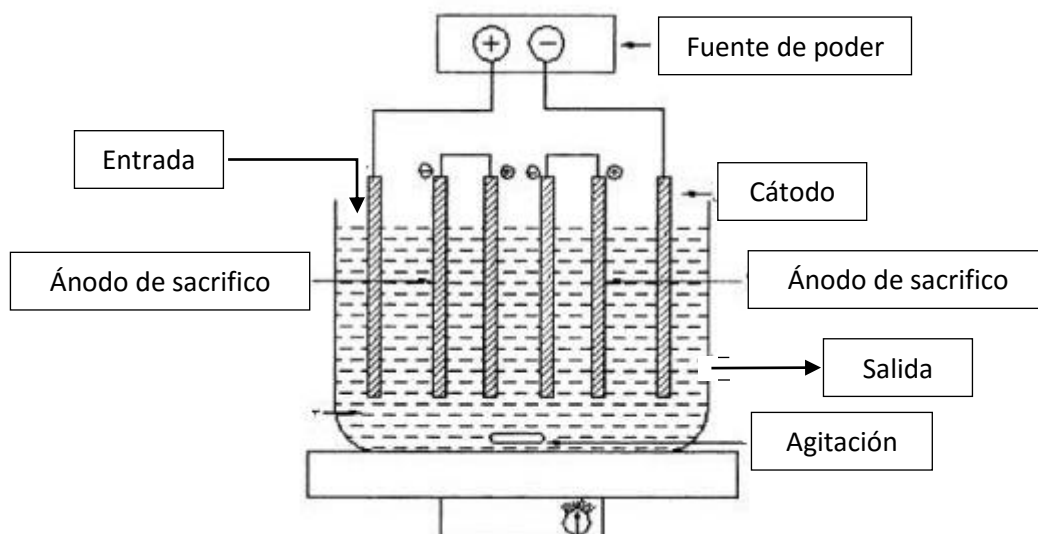


Figura 7. Esquema de electrosíntesis de Fe_3O_4 en flujo continuo.

El tiempo de residencia en reactor y las condiciones de flujo serán ajustados para lograr nanopartículas monodispersas, estequiometría adecuada y en cantidades suficientes. Como se anticipan cambios apreciables de densidad del electrolito cerca de la superficie de los electrodos en disolución, será indispensable llevar a cabo un estudio de la mecánica de fluidos dentro del reactor. Sin dejar a un lado la evaluación de la distribución de corriente y potencial dentro del mismo. El proceso en principio puede ser controlado con el proceso de disolución del hierro de los ánodos. La estrategia de solución propuesta incluye el modelado con elemento finito empleando el software comercial COMSOL del sistema, acompañado de pruebas experimentales para evaluar las condiciones de flujo y los coeficientes de transferencia de masa del sistema utilizando correlaciones semiempíricas que incluyan números adimensionales que tomen en cuenta los cambios de densidad locales. La posibilidad de utilizar campo magnético dentro del reactor no está descartada, puede ser una alternativa para reordenar el flujo o inclusive establecer estrategias de separación del producto dentro del reactor. Una de las partes esenciales del trabajo incluye la caracterización del producto en términos de tamaño, estequiometría y dispersidad y su correlación con las condiciones de proceso además de su comparación con los esquemas de síntesis tradicionales.

Cronograma de actividades.

Actividad	Sep. 2015	Oct. 2015	Nov. 2015	Dic. 2015	Ene. 2016	Feb. 2016	Mar. 2016	Abr. 2016	May. 2016	Jun. 2016	Jul. 2016	Ago. 2016	Fechas	
													Inicio	Fin
Revisión bibliográfica	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	01/09/15	30/09/16
Estudio de parámetros de síntesis Batch	x	x	x	x	x								01/09/15	01/11/15
Construcción de reactor en flujo				x	x								01/12/15	30/01/16
Evaluación de síntesis en flujo continuo			x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	30/11/15	30/09/16
TEM		x	x				x	x	x	x	x	x	01/10/15	30/09/16
XRD			x	x				x	x	x	x	x	30/11/15	30/09/16
SQUID				x	x				x	x	x	x	01/12/15	30/09/16
Mossbauer					x	x			x	x	x	x	01/01/16	30/09/16
Termogravimetría					x	x			x	x	x	x	01/01/16	30/09/16
Caracterización coloidal (Zetasizer)						x	x			x	x	x	01/02/16	30/09/16

3.1. Impacto previsto

La capacidad de producir nanopartículas de magnetita de forma continua, con una morfología uniforme y reproducible, es un objeto actual de estudio y de gran interés en la comunidad científica, ya que en algunos casos, la reproducibilidad y eficacia de aplicaciones como tratamientos de hipertemia local, remoción de contaminantes, etc. Dependen en gran medida de la calidad del material base sobre el cual se llevan a cabo una variedad de funcionalizaciones o composites.

Los medios previstos para la difusión de los resultados, son: publicaciones en revistas científicas arbitradas, en el campo de la electroquímica y los nanomateriales, además de presentaciones en congresos con temática similar. La relevancia del tema propuesto en estos medios de difusión es innegable dada la cantidad de trabajos reportados en el área de nanopartículas magnéticas y sus diversas rutas de síntesis, tal y como se menciona en la introducción de este documento.

3.2. Plan de financiación y movilidad

Dado que la tesis doctoral se realiza en un convenio de cotutela con la Universidad de Guadalajara en México, ya se cuenta con un apoyo para realizar la parte del proyecto correspondiente a la investigación en la Universidad Autónoma de Madrid, este apoyo corresponde a una Beca mixta por parte del Consejo Nacional de Ciencia y tecnología (CONACYT).

Además se plantea la posibilidad de realizar una estancia adicional para optar por la modalidad de mención a doctorado internacional a través de programas de apoyo a la movilidad para personal investigador en formación (PIF). El destino considerado para dicha estancia, es la universidad de Southampton por 3 meses.

4 . Bibliografía inicial

- [1] M. Fleet, "The structure of magnetite: two annealed natural magnetites, $\text{Fe}_{3.005}\text{O}_4$ and $\text{Fe}_{2.96}\text{Mg}_{0.04}\text{O}_4$," *Acta Crystallographica Section C: Crystal Structure Communications*, vol. 40, no. 9, pp. 1491–1493, 1984.
- [2] M. Wilke, F. Farges, P.-E. Petit, G. E. Brown, and F. Martin, "Oxidation state and coordination of Fe in minerals: An Fe K-XANES spectroscopic study," *American Mineralogist*, vol. 86, no. 5-6, pp. 714–730, 2001.
- [3] R. J. Harrison, R. E. Dunin-Borkowski, and A. Putnis, "Direct imaging of nanoscale magnetic interactions in minerals," *Proceedings of the National Academy of Sciences*, vol. 99, no. 26, pp. 16556–16561, 2002.
- [4] A. Hernando, J. de la Venta, B. Sampedro, E. Pinel, J. Merino, P. Crespo, M. Ruiz-González, M. Garca, and J. González-Calbet, "Magnetic properties of metallic nanoparticles," *2nd NanoSpain Workshop, Barcelona, Spain*, 2005.
- [5] D. Ramimoghdam, S. Bagheri, and S. B. A. Hamid, "Progress in electrochemical synthesis of magnetic iron oxide nanoparticles," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 368, pp. 207–229, 2014.
- [6] P. Tiberto, G. Barrera, F. Celegato, M. Cosson, A. Chiolerio, P. Martino, P. Pandolfi, and P. Allia, "Magnetic properties of jet-printer inks containing dispersed magnetite nanoparticles," *The European Physical Journal B*, vol. 86, no. 4, pp. 1–6, 2013.
- [7] D. Feng, C. Aldrich, and H. Tan, "Removal of heavy metal ions by carrier magnetic separation of adsorptive particulates," *Hydrometallurgy*, vol. 56, no. 3, pp. 359–368, 2000.
- [8] V. K. LaMer and R. H. Dinegar, "Theory, production and mechanism of formation of monodispersed hydrosols," *Journal of the American Chemical Society*, vol. 72, no. 11, pp. 4847–4854, 1950.
- [9] S. Lefebure, C. Ménager, V. Cabuil, M. Assenheimer, F. Gallet, and C. Flament, "Langmuir monolayers of monodispersed magnetic nanoparticles coated with a surfactant," *The Journal of Physical Chemistry B*, vol. 102, no. 15, pp. 2733–2738, 1998.
- [10] Z. Jing, Y. Wang, and S. Wu, "Preparation and gas sensing properties of pure and doped $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ by an anhydrous solvent method," *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 113, no. 1, pp. 177–181, 2006.
- [11] I.-S. Lim, G.-E. Jang, C. K. Kim, and D.-H. Yoon, "Fabrication and gas sensing characteristics of pure and Pt-doped $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ thin film," *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 77, no. 1, pp. 215–220, 2001.
- [12] J. M. Perez, L. Josephson, T. O'Loughlin, D. Högemann, and R. Weissleder, "Magnetic relaxation switches capable of sensing molecular interactions," *Nature biotechnology*, vol. 20, no. 8, pp. 816–820, 2002.
- [13] S. Guo, D. Li, L. Zhang, J. Li, and E. Wang, "Monodisperse mesoporous superparamagnetic single-crystal magnetite nanoparticles for drug delivery," *Biomaterials*, vol. 30, no. 10, pp. 1881–1889, 2009.
- [14] J. Kim, H. S. Kim, N. Lee, T. Kim, H. Kim, T. Yu, I. C. Song, W. K. Moon, and T. Hyeon, "Multifunctional uniform nanoparticles composed of a magnetite nanocrystal core and a mesoporous silica shell for magnetic resonance and fluorescence imaging and for drug delivery," *Angewandte Chemie International Edition*, vol. 47, no. 44, pp. 8438–8441, 2008.
- [15] J. Zhang, S. Rana, R. Srivastava, and R. Misra, "On the chemical synthesis and drug delivery response of folate receptor-activated, polyethylene glycol-functionalized magnetite nanoparticles," *Acta Biomaterialia*, vol. 4, no. 1, pp. 40–48, 2008.
- [16] A. Jordan, R. Scholz, P. Wust, H. Fähling, and R. Felix, "Magnetic fluid hyperthermia (mfh): Cancer treatment with an alternating magnetic field induced excitation of biocompatible superparamagnetic nanoparticles," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 201, no. 1, pp. 413–419, 1999.
- [17] T.-Y. Ying, S. Yioumi, and C. Tsouris, "An electrochemical method for the formation of magnetite particles," *Journal of Dispersion Science and Technology*, vol. 23, no. 4, pp. 569–576, 2002.

- [18] B. Bonnemain, "Superparamagnetic agents in magnetic resonance imaging: physicochemical characteristics and clinical applications a review," *Journal of drug targeting*, vol. 6, no. 3, pp. 167–174, 1998.
- [19] C. Chouly, D. Pouliquen, I. Lucet, J. Jeune, and P. Jallet, "Development of superparamagnetic nanoparticles for mri: effect of particle size, charge and surface nature on biodistribution," *Journal of microencapsulation*, vol. 13, no. 3, pp. 245–255, 1996.
- [20] J. M. Rogers, C. W. Jung, J. Lewis, and E. V. Groman, "Use of uspio-induced magnetic susceptibility artifacts to identity sentinel lymph nodes and lymphatic drainage patterns. i. dependence of artifact size with subcutaneous combidex dose in rats," *Magnetic Resonance Imaging*, vol. 16, no. 8, pp. 917–923, 1998.
- [21] L. Tiefenauer, A. Tschirky, G. Kühne, and R. Andres, "In vivo evaluation of magnetite nanoparticles for use as a tumor contrast agent in mri," *Magnetic Resonance Imaging*, vol. 14, no. 4, pp. 391–402, 1996.
- [22] C. Lang, D. Schüler, and D. Faivre, "Synthesis of magnetite nanoparticles for bio-and nanotechnology: Genetic engineering and biomimetics of bacterial magnetosomes," *Macromolecular bioscience*, vol. 7, no. 2, pp. 144–151, 2007.
- [23] A. Jordan, R. Scholz, P. Wust, H. Schirra, T. Schiestel, H. Schmidt, and R. Felix, "Endocytosis of dextran and silan-coated magnetite nanoparticles and the effect of intracellular hyperthermia on human mammary carcinoma cells in vitro," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 194, no. 1, pp. 185–196, 1999.
- [24] P. Majewski and B. Thierry, "Functionalized magnetite nanoparticles—synthesis, properties, and bio-applications," *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, vol. 32, no. 3-4, pp. 203–215, 2007.
- [25] A. Novakova, V. Y. Lanchinskaya, A. Volkov, T. Gendler, T. Y. Kiseleva, M. Moskvina, and S. Zezin, "Magnetic properties of polymer nanocomposites containing iron oxide nanoparticles," *Journal of magnetism and magnetic materials*, vol. 258, pp. 354–357, 2003.
- [26] A. G. Roca, S. Veintemillas-Verdaguer, M. Port, C. Robic, C. J. Serna, and M. P. Morales, "Effect of nanoparticle and aggregate size on the relaxometric properties of mr contrast agents based on high quality magnetite nanoparticles," *The Journal of Physical Chemistry B*, vol. 113, no. 19, pp. 7033–7039, 2009.
- [27] J. Wan, W. Cai, X. Meng, and E. Liu, "Monodisperse water-soluble magnetite nanoparticles prepared by polyol process for high-performance magnetic resonance imaging," *Chemical Communications*, no. 47, pp. 5004–5006, 2007.
- [28] T. Indira and P. Lakshmi, "Magnetic nanoparticles—a review," *International Journal of Pharmaceutical Sciences and Nanotechnology*, vol. 3, no. 3, pp. 1035–1042, 2010.
- [29] L. Cabrera, S. Gutierrez, N. Menendez, M. Morales, and P. Herrasti, "Magnetite nanoparticles: electrochemical synthesis and characterization," *Electrochimica Acta*, vol. 53, no. 8, pp. 3436–3441, 2008.
- [30] S. Franger, P. Berthet, and J. Berthon, "Electrochemical synthesis of fe₃o₄ nanoparticles in alkaline aqueous solutions containing complexing agents," *Journal of Solid State Electrochemistry*, vol. 8, no. 4, pp. 218–223, 2004.
- [31] C. Pascal, J. Pascal, F. Favier, M. Elidrissi Moubtassim, and C. Payen, "Electrochemical synthesis for the control of γ -Fe₂O₃ nanoparticle size, morphology, microstructure, and magnetic behavior," *Chemistry of materials*, vol. 11, no. 1, pp. 141–147, 1999.
- [32] M. Starowicz, P. Starowicz, J. Zukrowski, J. Przewoznik, A. Lemanski, C. Kapusta, and J. Banas, "Electrochemical synthesis of magnetic iron oxide nanoparticles with controlled size," *Journal of Nanoparticle Research*, vol. 13, no. 12, pp. 7167–7176, 2011.
- [33] S. Sun and H. Zeng, "Size-controlled synthesis of magnetite nanoparticles," *Journal of the American Chemical Society*, vol. 124, no. 28, pp. 8204–8205, 2002.
- [34] M. Calero, L. Gutiérrez, G. Salas, Y. Luengo, A. Lázaro, P. Acedo, M. P. Morales, R. Miranda, and A. Villanueva, "Efficient and safe internalization of magnetic iron oxide nanoparticles: two fundamental requirements for biomedical applications," *Nanomedicine: Nanotechnology, Biology and Medicine*, vol. 10, no. 4, pp. 733–743, 2014.

- [35] O. V. Salata, "Applications of nanoparticles in biology and medicine," *Journal of nanobiotechnology*, vol. 2, no. 1, p. 3, 2004.
- [36] C. Tsouris, D. DePaoli, J. Shor, M.-C. Hu, and T.-Y. Ying, "Electrocoagulation for magnetic seeding of colloidal particles," *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, vol. 177, no. 2, pp. 223–233, 2001.
- [37] C. Wang, G. Zhu, Z. Chen, and Z. Lin, "The preparation of magnetite Fe_3O_4 and its morphology control by a novel arc-electrodeposition method," *Materials research bulletin*, vol. 37, no. 15, pp. 2525–2529, 2002.
- [38] Y.-C. Weng, I. Rusakova, A. Baikalov, J. Chen, and N.-L. Wu, "Microstructural evolution of nanocrystalline magnetite synthesized by electrocoagulation," *Journal of Materials Research*, vol. 20, no. 01, pp. 75–80, 2005.
- [39] H.-C. Schwarzer and W. Peukert, "Combined experimental/numerical study on the precipitation of nanoparticles," *AIChE journal*, vol. 50, no. 12, pp. 3234–3247, 2004.
- [40] P. Sipos, "Manufacturing of size controlled magnetite nanoparticles potentially suitable for the preparation of aqueous magnetic fluids," *Romanian reports in physics*, vol. 58, no. 3, p. 269, 2006.
- [41] R. M. Cornell and U. Schwertmann, *The Iron Oxides: Structure, Properties, Reactions, Occurrences and Uses*. Wiley Online Library, 2nd ed., 2004.
- [42] Y. S. Kang, S. Risbud, J. F. Rabolt, and P. Stroeve, "Synthesis and characterization of nanometer-size Fe_3O_4 and $\gamma-Fe_2O_3$ particles," *Chemistry of Materials*, vol. 8, no. 9, pp. 2209–2211, 1996.
- [43] A. Rodríguez-López, A. Paredes-Arroyo, J. Mojica-Gomez, C. Estrada-Arteaga, J. Cruz-Rivera, C. E. Alfaro, and R. Antaño-López, "Electrochemical synthesis of magnetite and maghemite nanoparticles using dissymmetric potential pulses," *Journal of Nanoparticle Research*, vol. 14, no. 8, pp. 1–9, 2012.
- [44] F. Coeuret, *Introducción a la ingeniería electroquímica*. Reverté, 1992.
- [45] F. Walsh, *Un primer curso de ingeniería electroquímica*. Editorial Club Universitario, 2000.
- [46] D. Pletcher and F. C. Walsh, *Industrial electrochemistry*. Springer Science & Business Media, 1990.
- [47] E. A. Vik, D. A. Carlson, A. S. Eikum, and E. T. Gjessing, "Electrocoagulation of potable water," *Water Research*, vol. 18, no. 11, pp. 1355–1360, 1984.
- [48] P. K. Holt, G. W. Barton, and C. A. Mitchell, "The future for electrocoagulation as a localised water treatment technology," *Chemosphere*, vol. 59, no. 3, pp. 355–367, 2005.
- [49] J.-Q. Jiang, N. Graham, C. André, G. H. Kelsall, and N. Brandon, "Laboratory study of electro-coagulation–flotation for water treatment," *Water research*, vol. 36, no. 16, pp. 4064–4078, 2002.
- [50] M.-F. Pouet and A. Grasmick, "Urban wastewater treatment by electrocoagulation and flotation," *Water science and technology*, vol. 31, no. 3, pp. 275–283, 1995.
- [51] A. S. Koparal and Ü. B. Ögütveren, "Removal of nitrate from water by electroreduction and electrocoagulation," *Journal of Hazardous Materials*, vol. 89, no. 1, pp. 83–94, 2002.
- [52] C. Gerónimo-López, J. Vazquez-Arenas, M. Picquart, and I. González, "The energetic conditions determining the active dissolution of carbon steel during electrocoagulation in sulfate media," *Electrochimica Acta*, vol. 136, pp. 146–156, 2014.
- [53] P. Canizares, M. Carmona, J. Lobato, F. Martinez, and M. Rodrigo, "Electrodissolution of aluminum electrodes in electrocoagulation processes," *Industrial & engineering chemistry research*, vol. 44, no. 12, pp. 4178–4185, 2005.
- [54] M. Mechelhoff, "Aluminium electrochemistry in electrocoagulation reactors," in *Meeting Abstracts*, no. 24, pp. 876–876, The Electrochemical Society, 2008.
- [55] K. L. Dubrawski and M. Mohseni, "Standardizing electrocoagulation reactor design: iron electrodes for iron removal," *Chemosphere*, vol. 91, no. 1, pp. 55–60, 2013.
- [56] M. M. Emamjomeh and M. Sivakumar, "Fluoride removal by a continuous flow electrocoagulation reactor," *Journal of Environmental Management*, vol. 90, no. 2, pp. 1204–1212, 2009.

- [57] S. Zodi, B. Merzouk, O. Potier, F. Lapique, and J.-P. Leclerc, "Direct red 81 dye removal by a continuous flow electrocoagulation/flotation reactor," *Separation and Purification Technology*, vol. 108, pp. 215–222, 2013.
- [58] I. H. M. van Oorschot, "Chemical distinction between lithogenic and pedogenic iron oxides in environmental magnetism: a search for the perfect solution," *Geologica Ultraiectina*, vol. 208, p. 199, 2002.
- [59] T. Grygar, "Kinetics of electrochemical reductive dissolution of iron (iii) hydroxy-oxides," *Collection of Czechoslovak chemical communications*, vol. 60, no. 8, pp. 1261–1273, 1995.
- [60] P. Li, E. Jiang, and H. Bai, "Fabrication of ultrathin epitaxial $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ films by reactive sputtering," *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 44, no. 7, p. 075003, 2011.
- [61] V. Zabarskas, S. Tamulevicius, I. Prosycevas, and J. Puiso, "Analysis of Fe_3O_4 protective coatings thermally grown on color picture tv tube structural steel components," *Mater Sci-Medzg*, vol. 10, no. 2, pp. 147–151, 2004.
- [62] M. Kuznetsov, O. Linnikov, and I. Rodina, "X-ray photoelectron spectra of magnetite nanopowders after chromium (vi) sorption from aqueous solutions," *Inorganic Materials*, vol. 48, no. 2, pp. 169–175, 2012.



Firma Doctorando
Gerardo Ivan Lozano Gutiérrez



Vº Bº Director España
Pilar Herrasti González



Vº Bº Director México
Norberto Casillas Santana



Vº Bº Tutor
Nieves Menéndez González

ANEXO I : *Curriculum vitae* del director o directores de la tesis

1. RESUMEN DEL CURRICULUM VITAE: Pilar Herrasti González (UAM)

- **Nombre:** Pilar Herrasti González
- **Puesto:** Catedrática de Universidad
- **Número de sexenios:** 4 el último, en el año 2009
- **Número de quinquenios:** 6
- **Número de publicaciones:** 98 de ellas más del 90% en el primer cuartil
- **Número de congresos:** 73

Líneas de investigación:

Las principales líneas de investigación que he desarrollado en mi carrera científica se han basado en la obtención electroquímica de diferentes materiales y sus posibles aplicaciones. Así por ejemplo en el caso de la síntesis de polímeros conductores, se ha desarrollado la obtención de los mismos en diferentes sustratos con el fin de estudiar el comportamiento de estos sistemas frente a la corrosión. La síntesis de materiales protectores no solo se ha limitado a los polímeros conductores si no a otros recubrimientos mediante capas autoensambladas o líquidos iónicos como inhibidores del proceso de corrosión. En los últimos años mi trabajo de investigación se ha centrado más específicamente en la síntesis electroquímica de nanopartículas magnéticas de óxidos de hierro, estudiando tanto sus características estructurales y magnéticas con el cambio de los parámetros de la síntesis, como también, sus posibles aplicaciones en el campo de la biomedicina, con aplicación específica en hipertermia y resonancia de imagen. Otras aplicaciones de estos y otros materiales se han centrado de forma más concreta en la remediación de contaminantes orgánicos.

- **Tesis dirigidas:** 8, en la actualidad estoy dirigiendo 4 tesis doctorales
- **Proyectos como participante:** 14
- **Proyectos como investigador principal:** 5

Docencia

He impartido asignaturas tanto en la licenciatura, el grado como en Master: Termodinámica, Química sostenible, Conversión de energía, Química Física Técnica, Química Física I, Química General.

Gestión:

Miembro del claustro de Universidad, Coordinadora de primero del grado en Química, Coordinadora de la asignatura de Termodinámica. Secretaria de la Sociedad Iberoamericana de electroquímica.

2. RESUMEN DEL CURRICULUM VITAE: Norberto Casillas Santana (UdG México)



NORBERTO CASILLAS SANTANA

FORMACIÓN ACADÉMICA

Licenciatura en Ingeniería Química (1982).

Maestría en ciencias en Ingeniería Química (1987).

Doctorado en Ingeniería Química en el Departamento de ingeniería química y Ciencia de los materiales en la Universidad de Minneapolis, MN (1993)

Posdoctorado en Centro de investigación de la Corrosión de la Universidad de Minnesota bajo la supervisión del Prof. William H. Smyrl (1994).

Miembro del Sistema Nacional de Investigadores Nivel II.

TELÉFONO/CORREO ELECTRÓNICO

+52 (33) 1378 5900 EXT. 27536

norberto.casillas@cucei.udg.mx

ncasa@hotmail.com

ACTIVIDADES DOCENTES ACTUALES

Posgrado en Química e Ingeniería Química en la Universidad de Guadalajara, Jalisco, México.

Profesor de la materia de Electroquímica II, a nivel Licenciatura en el área de Química e Ingeniería Química.

LINEAS DE INVESTIGACIÓN

En los últimos años se ha orientado al estudio de las rutas de incorporación de metales en bebidas espirituosas nacionales y el desarrollo de estrategias para removerlos, sin modificar sus propiedades sensoriales empleando reactores electroquímicos y resinas de intercambio iónico.

Investigación en procesos que incluyen el estudio de la adsorción de xantatos en minerales para su separación en procesos de flotación.

El desarrollo y aplicación de técnicas electroquímicas de barrido, por ejemplo, microscopía electroquímica de barrido (SECM), microscopía fotoelectroquímica de barrido (SPECM) y microscopía electroquímica de corriente alterna (AC-SECM), al estudio de procesos de transferencia de masa en sistemas trifásicos, propiedades semiconductoras de minerales, transporte iónico y procesos de corrosión localizada.

ARTÍCULOS PUBLICADOS RECIENTES:

Alberto Gutiérrez-Becerra, Fernando Martínez-Martínez, Maximiliano Bárcena-Soto, Norberto Casillas, Israel Ceja, Sylvain Prévost, Michael Gradzielski, José I. Escalante, 2014 "Direct synthesis of different metal hexacyanoferrate nanoparticles in reverse microemulsions by using a derrocyanide functionalized surfactant", *Colloids and Surfaces A, Physicochemical and Engineering Aspects*. Vol 444, pp. 63-68.

L.M. Bravo-Anaya, E.R. Macías, F. Carvajal Ramos, J.G. Álvarez-Ramírez, N. Casillas, J.F.A. Soltero, E.R. Larios-Durán, "DNA Transitions by Adsorption Impedance Study", *Journal of the Electrochemical Society*. Vol. 4, pp. G69-G74.

Marina E. Rincón, Cecilia Cuevas-Arteaga, Mauricio Solís de la Fuente, Arturo Estrada-Vargas, Norberto Casillas, Maximiliano Bárcena-Soto, "Low-voltage anodized TiO₂ nanostructures studied by alternate current electrochemical microscopy and photoelectrochemical measurements", *Journal of Solid State Electrochemistry*. Vol 16, No.

3, pp. 977-983

Alberto Gutiérrez-Becerra, Maximiliano Bárcena-Soto, Víctor Soto, Jesús Arellano-Ceja, Norberto Casillas, Sylvain Prévost, Laurence Noirez, Michael Gradzielski, José I. Escalente, "Structure of reverse microemulsion-templated metal hexacyanoferrate nanoparticles" *Nanoscale Research Letters*, Vol. 7, No. 83

L.M. Bravo-Anaya, E.R. Macias, F. Carvajal Ramos, V. V. A. Fernández, N. Casillas, J.F.A. Soltero, E. R. Larios-Durán, "DNA Conformational Transitions at Different Concentrations and Temperatures Monitored by EIS", *ECS Electrochemistry Letters*, Vo. 1, No. 2, pp. G1-G3.

Alejandra Carreon-Alvarez, Rocío Castañeda Valderrama, Jorge Avalos Martínez, Arturo Estrada-Vargas, Sergio Gómez-Salazar, Maximiliano Bárcena-Soto, Norberto Casillas, "Corrosion of Aluminium, Copper, Brass and Stainless Steel 304 in Tequila", *International Journal of electrochemical Science*, Vol. 7, pp. 7877-7887.

A.S. Ordeñana-Martínez, M.E. Rincón, M.Vargas, A. Estrada-Vargas, N. Casillas, M. Bárcena-Soto, E. Ramos, "Carbon Electrochemistry", Vol. 16, No. 12, pp. 3777-3782.

VINCULACIÓN EN EMPRESAS O INSTITUCIONES (2006 en adelante)

Universidad Autónoma de San Luis Potosí

Dr. Roel Cruz Gaona

<http://www.uaslp.mx/Spanish/Paginas/default.aspx>

Centro de Investigación en Energía

Dra. Marina Elizabeth Rincón González

<http://xml.cie.unam.mx/xml>

Universidad Autónoma Metropolitana, Unidad Iztapalapa

Dr. Ignacio González Martínez

<http://www.izt.uam.mx/>

Universidad Iberoamericana

Dr. Jorge G. Ibáñez Cornejo

<http://www.ui.mx>

ANEXO II: Cuestionario sobre implicaciones éticas

Indicar si la propuesta del plan de investigación contempla alguno/s de los siguientes aspectos:

- | | |
|--|--|
| A: Investigación con seres humanos o uso de datos personales..... | SI ☐ NO ☒ |
| B: Utilización de muestras biológicas humanas o información genética..... | SI ☐ NO ☒ |
| C: Experimentación animal..... | SI ☐ NO ☒ |
| D: Utilización de agentes biológicos de riesgo para la salud humana, animal o para las plantas | SI ☐ NO ☒ |
| E: Uso de organismos modificados genéticamente (OMGs)..... | SI ☐ NO ☒ |