

Estudio espectro-electro-gravimétrico del intercambio modulado de cationes en films de Azul de Prusia



Sara Lozano Zarzo

Programa Doctorado. Electroquímica. Ciencia y Tecnología

Madrid 3/Julio/2018

Introducción

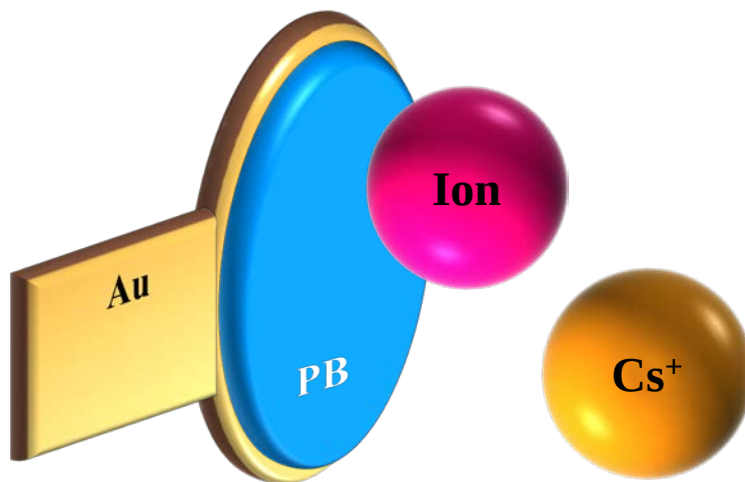


Figura 1. Torres de refrigeración de la central nuclear de Garoña (Burgos).

Desechos
→
 Cs^+



Figura 2. Río contaminado con cesio en Burgos debido a una fuga en una central nuclear.



Intercambio Iónico

Azul de Prusia

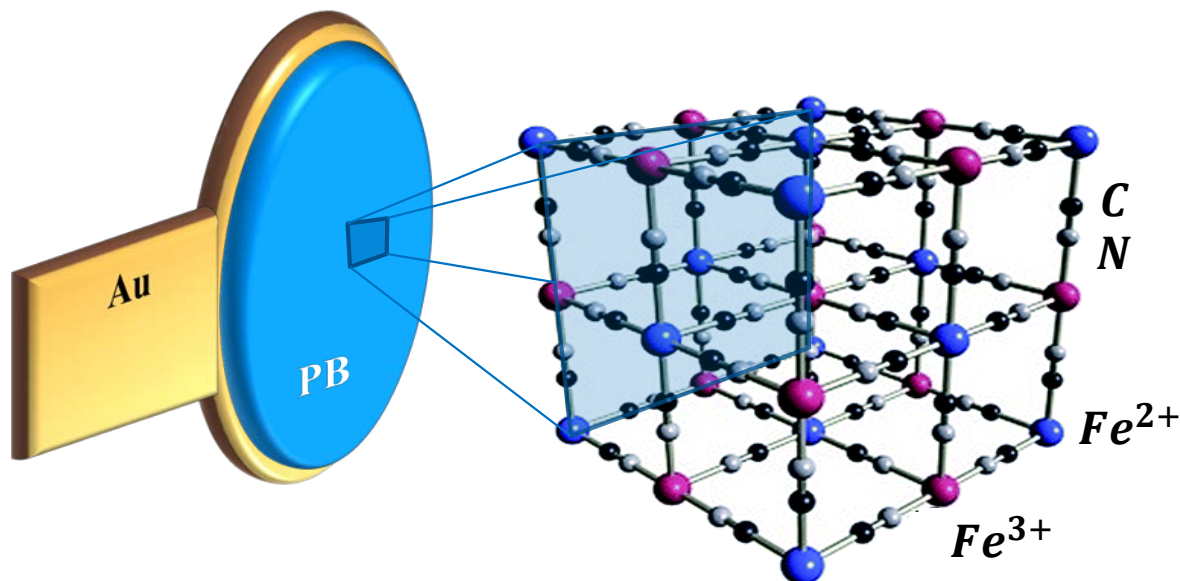


Figura 3. Celda unidad del Azul de Prusia

Azul de Prusia (Azul) $\rightleftharpoons$ Sal de Everitt (Incoloro)

Objetivos

- Control de las condiciones experimentales para la generación de films de Azul de Prusia de distinta selectividad frente al intercambio catiónico con el medio.
- Analizar la ubicación del catión Cs^+ en el interior del PB en base a su capacidad de intercambio con otros cationes.
- Profundizar en la aplicabilidad simultánea de técnicas de impedancia eléctrica, de masa y de color.
- Diseñar procedimientos basados en la inserción modulada de iones en films rígidos de Azul de Prusia.
- Correlacionar los resultados electroquímicos con observaciones ópticas del Azul de Prusia.

Metodología

Depósito de Azul de Prusia:

$K_3[Fe(CN)_6]$ 0.004M + $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ 0.004M +
 HNO_3 0.0002M

j ($\mu A \cdot cm^{-2}$): 40 y 8

Tiempo (s): 150 y 750

Estabilización del film de Azul de Prusia:

Disolución: $CsNO_3$ 0.5M pH = 4.02

Intervalo de potencial (V): [0.65, -0.02]

Velocidad de barrido: 20 mV/s

Número de ciclos: 10

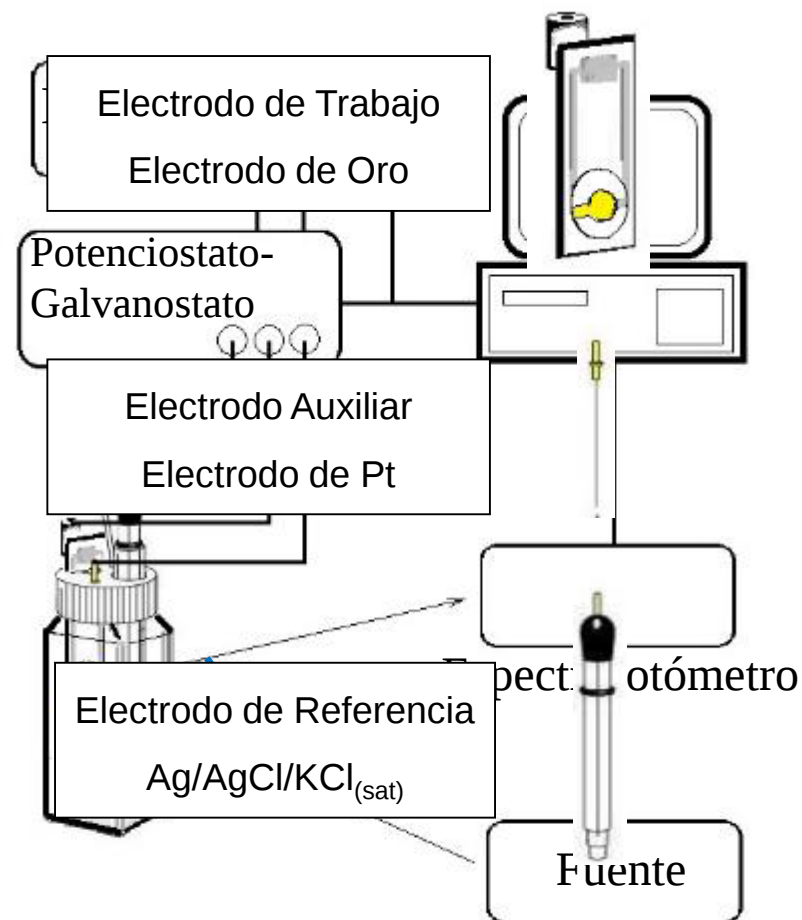


Figura 4. Montaje experimental

Metodología

Espectroscopía de Impedancia Electroquímica:

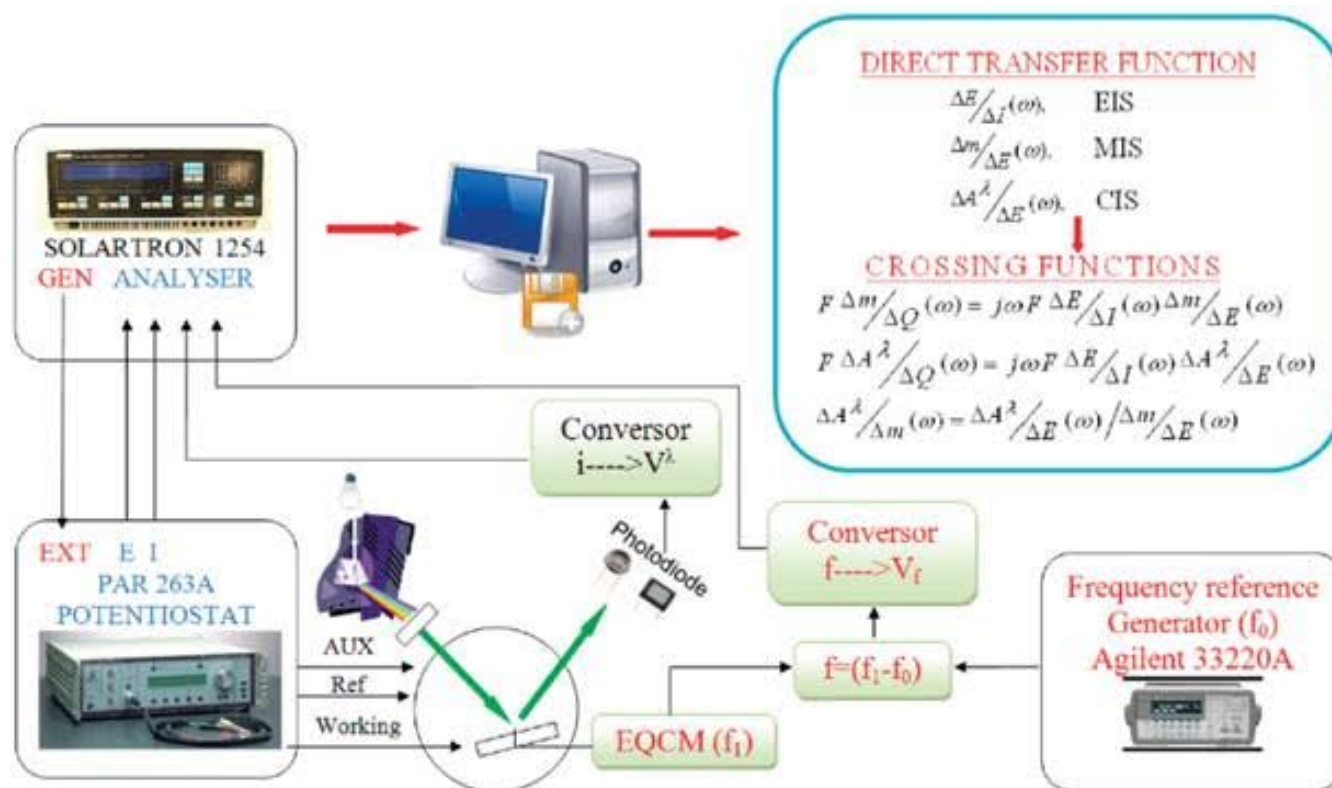
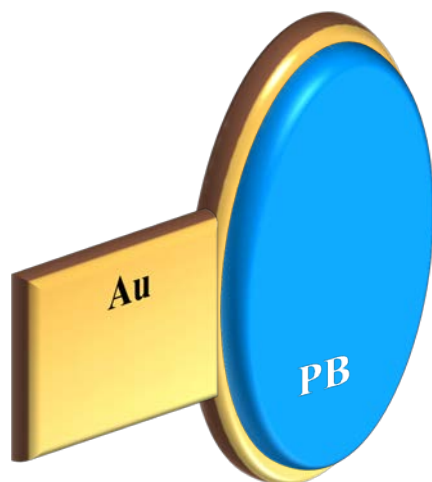


Figura 4. Esquema del sistema de Espectroscopía de Impedancia Electroquímica.

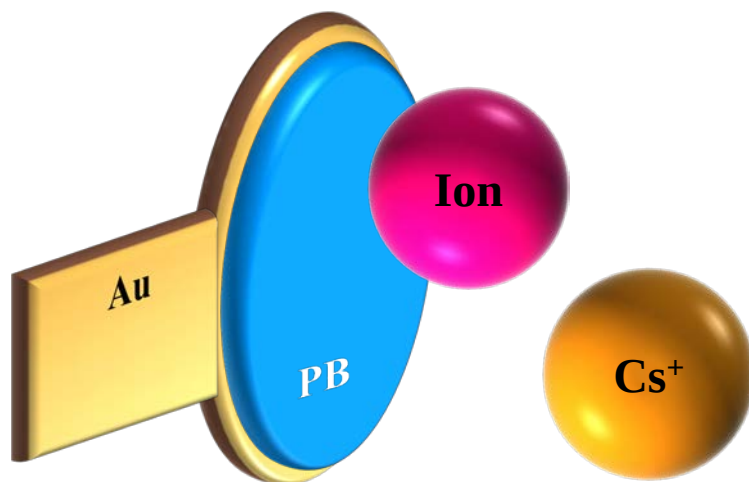


Plan A

Generación film de Azul de Prusia mediante, $FeCl_3$ y $K_3[Fe(CN)_6]$

Plan B

Generación film de Azul de Prusia mediante, $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ y $K_3[Fe(CN)_6]$



Voltamperometría cíclica

Espectroscopía

R-QCM

Impedancia Eléctrica

Impedancia de Masa

Impedancia de Color

Resultados iniciales

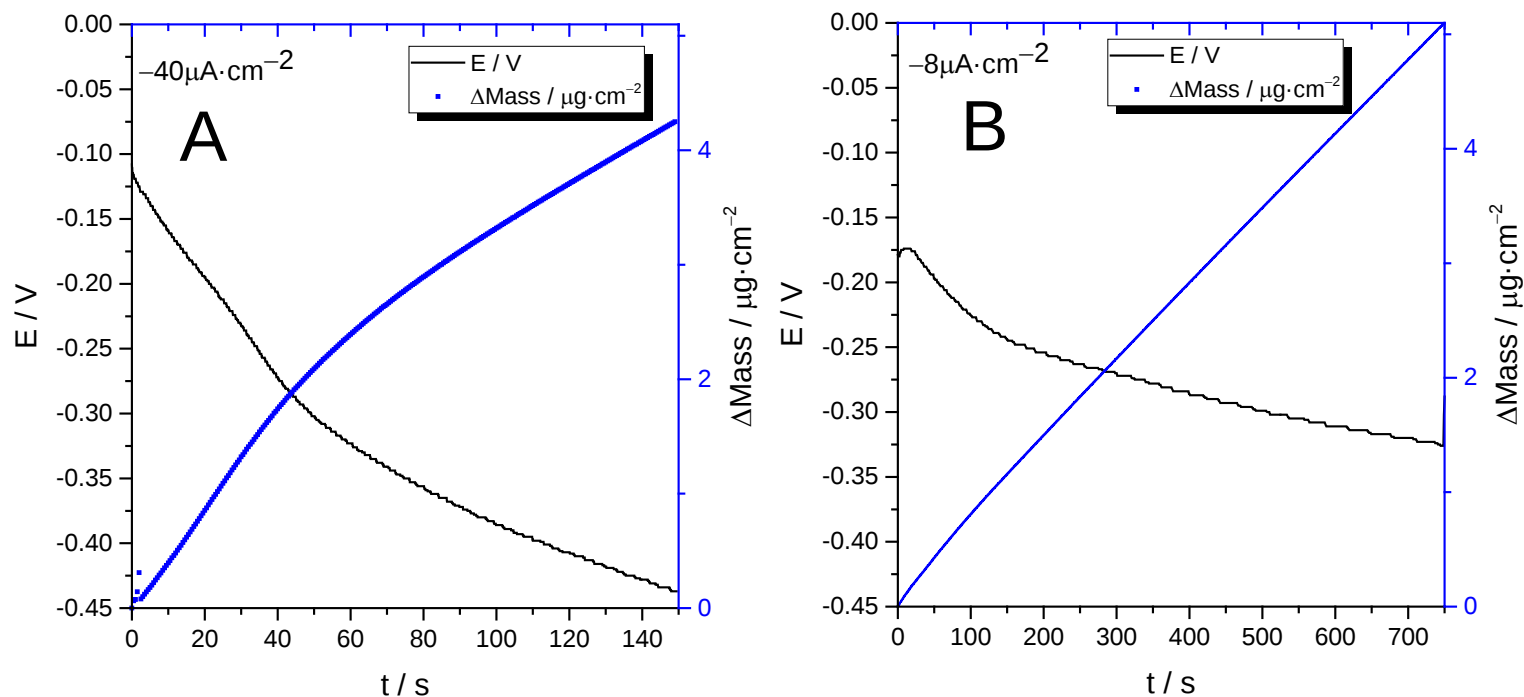


Fig. 5 (A) Respuesta cronopotenciométrica y de masa de un electrodo de Au en una disolución de $K_3[Fe(CN)_6]$ 0.004 M, $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ 0.004 M y HNO_3 0.0002 M, bajo una densidad de corriente de $-40 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$ durante 150 s. **(B)** Respuesta cronopotenciométrica y de masa de un electrodo de Au en una disolución de $K_3[Fe(CN)_6]$ 0.001 M, $FeN_3O_9 \cdot 9H_2O$ 0.001 M y HNO_3 0.00005 M, bajo una densidad de corriente de $-8 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$ durante 750 s.

Resultados iniciales

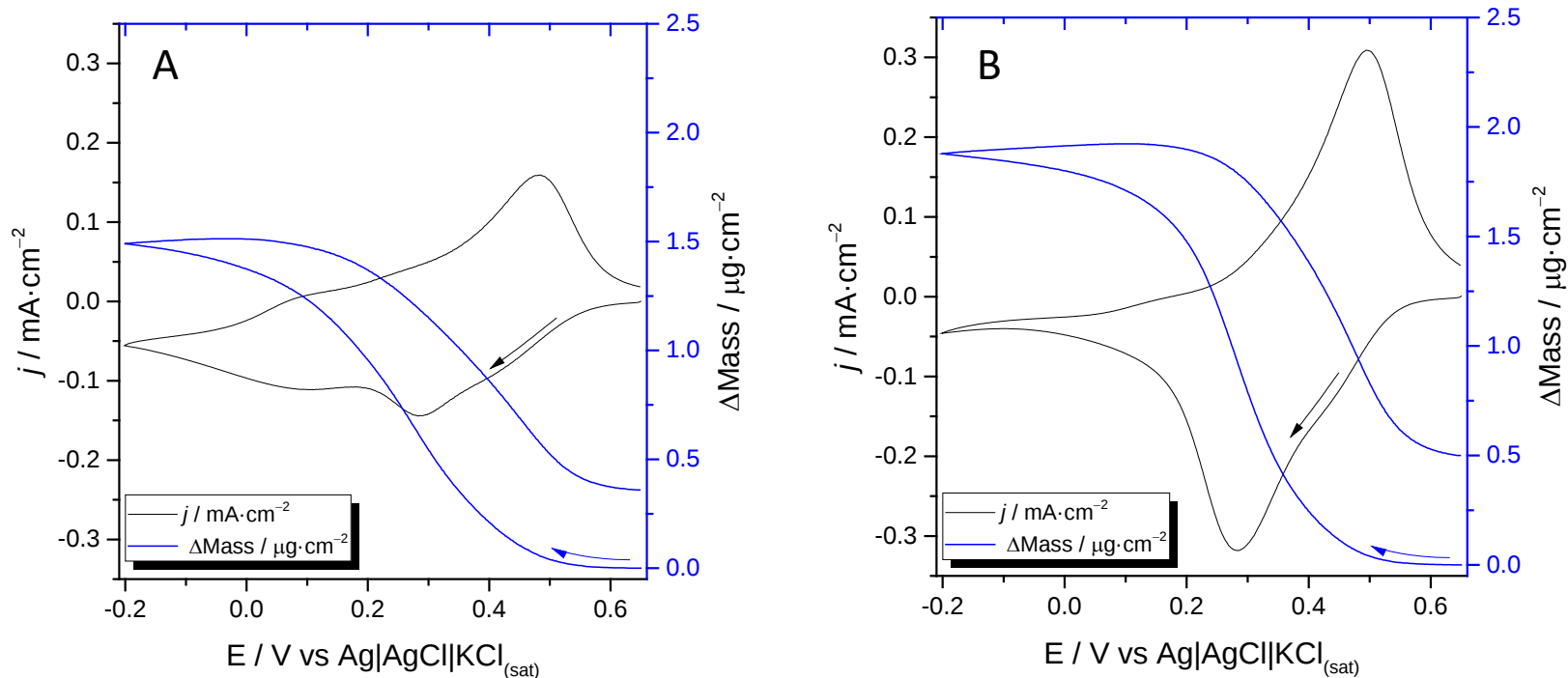


Fig. 6 (A) Voltamperograma (negro) y variación de la masa (azul) de un film de PB de 150 s de tiempo de generación y **(B)** Voltamperograma (negro) y variación de la masa (azul) de un film de PB de 750 s de tiempo de generación, en una disolución de CsNO_3 0.5 M pH=4.01. Electrodo de referencia Ag|AgCl|KCl, temperatura 298 K, velocidad de barrido: $v=0.02$ V/s.

Resultados iniciales

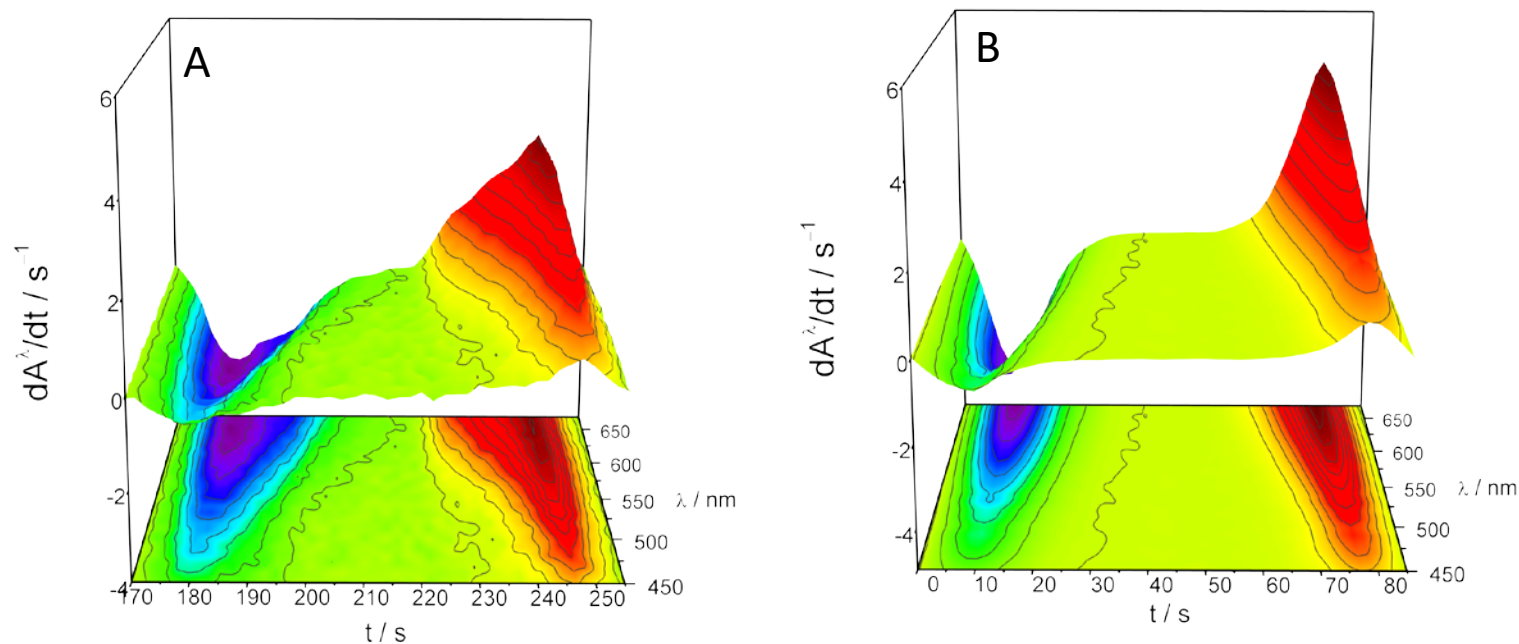


Fig. 7 (A) dA/dt vs tiempo vs λ de un film de PB de 150 s de tiempo de generación y **(B)** dA/dt vs tiempo vs λ de un film de PB de 750 s de tiempo de generación, en una disolución de CsNO_3 0.5 M pH=4.01. Electrodo de referencia $\text{Ag}|\text{AgCl}|\text{KCl}$, temperatura 298 K, velocidad de barrido: $v=0.02$ V/s.

Resultados iniciales

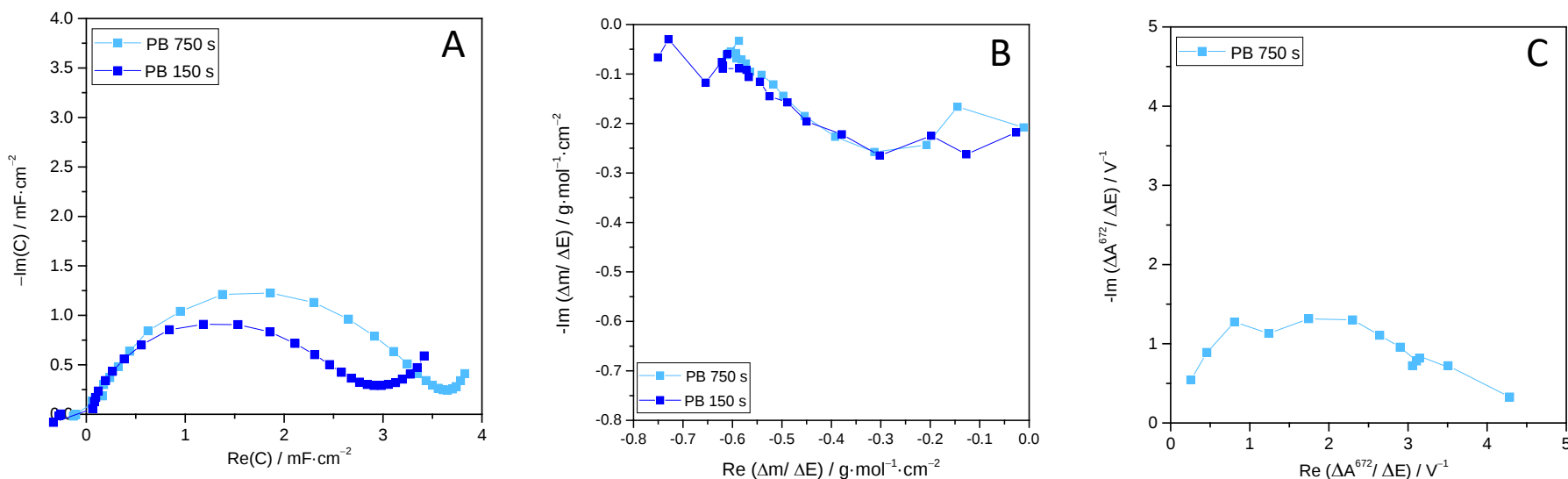


Fig. 8 Espectroscopía de Impedancia electroquímica **(A)** Impedancia eléctrica **(B)** Impedancia de masa a 0.25 V de dos films de 150 y 750 s de tiempo de generación respectivamente, en una disolución de CsNO_3 0.5 M pH=4.01. **(C)** Impedancia de color a 672 nm para un film de PB de tiempo de generación de 750 s.

Directores:

Jose Juan García Jareño. Departamento de Química-Física, Universitat de València

Antoni Francesc Roig Navarro. Departamento de Química-Física y Analítica, Universitat Jaume I

Tutor:

Francisco Vicente Pedrós. Departamento de Química-Física, Universitat de València

Agradecimientos:

Laboratorio de Electroquímica de la Universitat de València.

*Parte de este trabajo ha sido financiado por el Proyecto
FEDER-MINECO CTQ2015-71794-R*

Gracias por su atención