



Dyna

ISSN: 0012-7353

dyna@unalmed.edu.co

Universidad Nacional de Colombia

Colombia

Constanzo-R., Robinson; Pagliero-N., Antonio; Vergara-G., Froilán

Study of copper deposit on a porous electrode of carbon and stainless steel by SEM-XRD and image analysis

Dyna, vol. 81, núm. 187, octubre, 2014, pp. 41-48

Universidad Nacional de Colombia

Medellín, Colombia

Available in: <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=49632363004>

- How to cite
- Complete issue
- More information about this article
- Journal's homepage in redalyc.org

redalyc.org

Scientific Information System

Network of Scientific Journals from Latin America, the Caribbean, Spain and Portugal

Non-profit academic project, developed under the open access initiative

Study of copper deposit on a porous electrode of carbon and stainless steel by SEM-XRD and image analysis

Robinson Constanzo-R.^a, Antonio Pagliero-N.^b & Froilán Vergara-G.^c

^a Escuela de Ingeniería Química, Pontificia Universidad Católica de Valparaíso, Chile. robinson.constanzo@ucv.cl

^b Departamento de Ingeniería Metalúrgica, Universidad de Concepción, Chile. apaglier@udec.cl

^c Departamento de Ingeniería Metalúrgica, Universidad de Concepción, Chile. fvergar@udec.cl

Received: September 16th, de 2013. Received in revised form: February 18th, 2014. Accepted: July 14th, 2014

Abstract

The purpose of this work was to make a qualitative analysis of the distribution of copper deposit inside of stainless steel and graphite porous electrodes. For that, representative sections of steel and graphite samples were analyzed by stereoscopic microscopy, SEM-XRD analysis and image analysis by software Scentis Struers Software®. The analysis showed that the copper is not deposited uniformly over the electrode thickness. For steel electrode, the deposit depth in the thickness was around 50%, while graphite electrode about 90% of the thickness. In general, an increase of the deposit towards the end facing the anode was observed and with different sites of copper deposit growth. This behavior shows a current and voltage distribution which is a function of the physical parameters of electrode, and physicochemical and hydrodynamic characteristics of the electrolyte.

Keywords: Porous electrode, potential distribution, current distribution.

Estudio de electrodeposición de cobre sobre electrodos porosos de grafito y acero inoxidable vía SEM-DRX y análisis de imagen

Resumen

El objetivo de este trabajo fue realizar un análisis cualitativo de la distribución de un electrodeósito de cobre en el interior de electrodos porosos (EP) de acero inoxidable y carbono grafito. Para ello, se realizaron pruebas de electrodeposición de cobre a nivel de laboratorio, con un posterior análisis de cortes de muestras de acero y grafito vía Microscopía Estereoscópica, Microscopía SEM-DRX y Análisis de Imagen, los cuales mostraron que el cobre no se deposita en forma uniforme al interior del electrodo. En el electrodo de acero, la penetración del depósito en el espesor fue alrededor de 50%, mientras que para el grafito alrededor de 90%. En forma general, se observó un aumento de la cantidad de depósito hacia el extremo frente al ánodo y con sitios de diferente crecimiento en depósito de cobre. Esto demuestra una distribución de corriente y potencial, función de parámetros físicos de electrodo y de las características fisicoquímicas e hidrodinámicas del electrolito.

Palabras clave: Electrodo poroso, distribución de potencial, distribución de corriente.

1. Introducción

La necesidad de utilizar electrodos porosos (EP) o volumétricos nace con el surgimiento de la ingeniería electroquímica en los años 70, intentando resolver dos preocupaciones principales: a) la crisis del petróleo y de algunas materias primas metálicas a fin de fortalecer la disponibilidad de energía eléctrica y b) la aparición de nuevas restricciones y convenciones ambientales, en particular la contaminación de aguas por materiales orgánicos y metales pesados [1-4]. Sin embargo, intentar recuperar metales pesados o preciosos desde soluciones diluidas implicaba una inversión importante debido al tamaño y configuración de las celdas. Por lo tanto, para lograr

mayor eficiencia en la recuperación y/o producción, se concibieron nuevos tipos de electrodos y de celdas, introduciendo el concepto de “electrodo de alta área específica”, el cual permite aprovechar mejor volumen de la celda y tratar vía electrolisis soluciones diluidas sin elevar excesivamente los costos de operación [5]. Sin embargo, dada la configuración física de los electrodos, se hace importante el problema de la distribución de potencial y corriente en el interior del electrodo [6-11]. Por otra parte, la evolución de los materiales ha tenido un impacto directo en el desarrollo de los EPs, con electrodos de fibras de grafito, acero inoxidable, carbón vítreo, níquel, mallas de titanio activado por películas de óxidos de Ti-Ir, polímeros y cerámicos recubiertos en metal [5].

2. Consideraciones teóricas

2.1. Características de un electrodo poroso

En un EP la superficie se encuentra distribuida en el volumen y el valor depende del tipo de electrodo y la configuración física que este tenga, es decir, si es un lecho de partículas (fijo o móvil), metal desplegado, fibras o espumas metálicas [12]. Algunos ejemplos son, electrodos de pilas de combustible, compuestos por partículas nanoporosas catalizadoras de diámetro de poros (d_p), $1 \text{ nm} < d_p < 10 \text{ nm}$, bajo la forma de revestimientos catalíticos en electrodos de desprendimiento gaseoso [12]. El espesor y la profundidad del lecho varían según el tipo de electrodo, aplicación y celda. La operación del EP puede ser en paralelo (Fig. 1), si el flujo de electrolito tiene la dirección de I , o perpendicular si el flujo de electrolito es perpendicular a la dirección de I . Se puede separar un flujo anódico (anolito) y un flujo catódico (catolito) utilizando membranas, operando con o sin recirculación.

La superficie específica o superficie de electrodo por unidad de volumen total de electrodo se puede estimar por:

$$a_e = a_s (1 - \bar{\epsilon}) \quad (1)$$

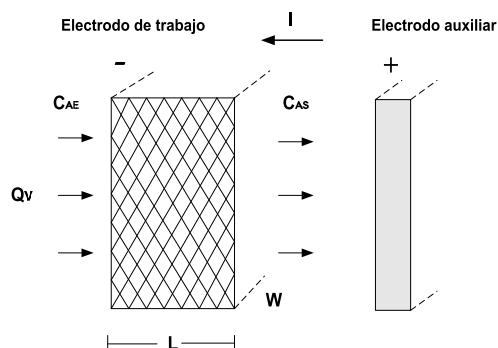


Figura 1. Esquema de un electrodo volumétrico y su funcionamiento.
Fuente: Los autores

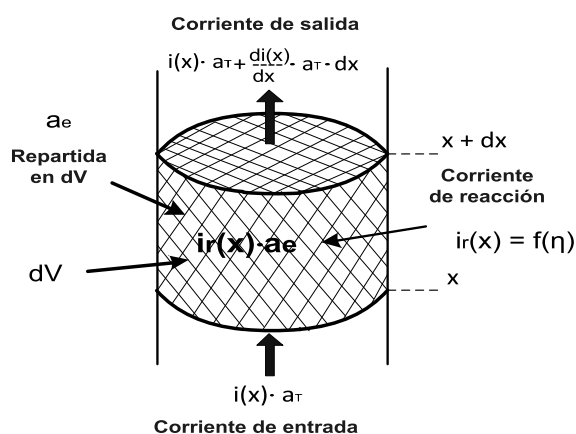


Figura 2. Distribución de corriente en un elemento de electrodo poroso.
Fuente: Los autores

Donde a_s , es el área de sólido por unidad de volumen de sólido y $\bar{\epsilon}$ la porosidad del electrodo. Otra característica relevante de un EP, es la capacidad de ser promotor de turbulencia, ya que gracias a la configuración física se puede alcanzar un nivel de agitación mayor respecto a un electrodo plano, elevando así el coeficiente de transferencia de masa (k_d) [5,13-15]. Así, para un determinado proceso electroquímico, la densidad corriente límite (i_L), es una magnitud proporcional a la concentración de la especie electroactiva tal como:

$$|i_L| = v_e F k_d C_{AS} \quad (2)$$

Donde C_{AS} es la concentración de la especie A en el seno del fluido, F la constante de Faraday y v_e el número de electrones involucrados en la reacción electroquímica. Por lo tanto, un aumento de a_e o k_d puede elevar la corriente ($I = i \cdot a_e$) y generar una mayor producción.

La ecuación de Laplace y la ley de Ohm, permiten desarrollar expresiones para la distribución de corriente y potencial en un EP. Para ello, se considera un balance de cargas en un elemento diferencial de volumen de EP (Fig. 2).

El balance de cargas en el elemento de volumen de EP de la Fig.2, lleva a la siguiente:

$$\int_V \nabla \cdot i \, dV = \int_V a_e \cdot i \, dV \quad (3)$$

Luego

$$\nabla \cdot i = a_e \cdot i \quad (4)$$

Donde a_e , es la superficie específica e i densidad de corriente local de reacción. El producto $a_e \cdot i$ ($\text{Coulomb m}^{-3} \text{s}^{-1}$), corresponde a la velocidad de producción de cargas por unidad de volumen de EP y su signo depende, de si la reacción es catódica o anódica.

La mayoría de los modelos de EPs tratan su comportamiento en términos de parámetros macroscópicos utilizados en diseño y optimización de procesos. Estos parámetros son valores promedio en el volumen o área del electrodo y en la práctica son fácilmente medibles, lo que evita describir detalles microscópicos de los poros,

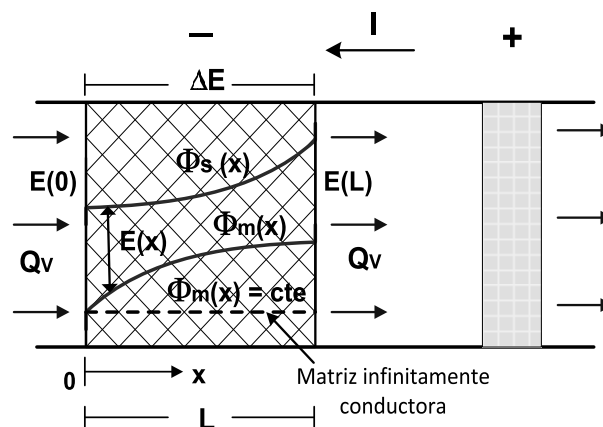


Figura 3. Esquema de la distribución de potencial a través del espesor L, de un electrodo poroso.
Fuente: Los autores

en particular porque las características físicas de estos pueden variar significativamente de un lugar a otro. Algunas simplificaciones consideran un diámetro de poro efectivo y la matriz metálica como un medio cuasi homogéneo, con una distribución uniforme del sólido en el interior del electrodo y con una fase líquida caracterizada por parámetros efectivos. De esta manera un modelo de EP en 3D se puede simplificar a uno 1D. Para efectos de análisis, se considera un EP como una superposición de 2 medios continuos, una fase sólida y una fase solución [7,16], como se muestra en la Fig. 3. Donde L es el espesor del EP, Q_v el flujo de solución, I la corriente eléctrica (en dirección del flujo de solución), Φ_m potencial de la fase sólida, Φ_s potencial de la fase solución, i_m e i_s , las densidades de corriente en cada fase. En presencia suficiente de electrolito soporte, la migración iónica en las cercanías del electrodo se hace despreciable frente al movimiento de cargas por efecto del gradiente difusivo.

Para simplificar el análisis se considera flujo pistón con dispersión axial despreciable y porosidad uniforme. Si el flujo de electrolito está en la dirección negativa de x , el potencial y la densidad de corriente local para ambas fases se relacionan por la ley de Ohm:

$$i_m = -\sigma \nabla \Phi_m \quad (5)$$

$$i_s = -\gamma \nabla \Phi_s \quad (6)$$

Donde σ y γ son las conductividades aparentes de la fase sólida y la fase líquida respectivamente en $\text{ohm}^{-1}\text{cm}^{-1}$ y $\nabla \Phi$ es el gradiente de potencial. La ecuación de conservación de la carga eléctrica en un elemento diferencial de electrodo es:

$$\nabla \cdot i_s + \nabla \cdot i_m = 0 \quad (7)$$

Integrando (7) se obtiene:

$$i = i_s + i_m \quad (8)$$

Si el potencial depende sólo de la coordenada x :

$$E(x) = \Phi_m(x) - \Phi_s(x) \quad (9)$$

Luego, el sobrepotencial local η se puede expresar a partir de los potenciales de cada fase y del equilibrio (Φ_0) según:

$$\eta = \Phi_m - \Phi_s - \Phi_0 \quad (10)$$

Cuando las concentraciones de las especies reducida (C_R) y oxidada (C_O) son las concentraciones iniciales (C_R^0 , C_O^0) se puede considerar Φ_0 igual a cero. Por otro lado, según la Ley de Kirchhoff [7], el cambio de la densidad de corriente, corresponde al paso de corriente desde una fase a otra. Matemáticamente el flujo de corriente por unidad de área proyectada (a) en la dirección de x :

$$\frac{di_s}{dx} = -ai \quad (\text{fase solución}) \quad (11)$$

$$\frac{di_m}{dx} = -ai \quad (\text{fase sólida}) \quad (12)$$

Luego, si se encuentra la primera derivada de las expresiones (5) y (6) y la segunda derivada de la relación (10) y se combinan convenientemente con las expresiones (11) y (12), se obtiene la expresión (13), que relaciona la corriente en la fase metal con la corriente en la fase solución:

$$\frac{d^2\eta}{dx^2} = \left(\frac{1}{\sigma} - \frac{1}{\gamma} \right) ai \quad (13)$$

Esta expresión, relaciona el sobrepotencial con la densidad de corriente y su forma matemática final depende del electrolito, de la fase metálica y del control que tenga la reacción electroquímica [5]. En tal sentido, Coeuret desarrolló soluciones analíticas en una dimensión para el potencial dentro del electrodo [5]. Otros autores han desarrollado soluciones para la distribución de potencial bajo control difusivo para un electrodo bidimensional [17, 18, 19].

3. Parte experimental

En una primera etapa se realizaron pruebas exploratorias de electrodeposición de Cu sobre EPs, con ayuda de curvas cinéticas para obtener condiciones de operación. Luego se realizaron los ensayos formales para obtener depósitos compactos y bien adheridos a la superficie, adecuados para tratamiento mecánico y análisis de imagen por microscopia estereoscópica, acompañados de SEM y difracción de rayos X (DRX). Previo a la formación de los depósitos, se midió la superficie específica electroactiva del acero inoxidable poroso con la ayuda de la técnica de voltametría, mientras que para el electrodo de carbón se estimó su área específica en base a propiedades físicas conocidas de fabricación (densidad) y otras calculadas (porosidad).

3.1. Preparación y acondicionamiento de electrodos porosos

El acondicionamiento de los EPs de trabajo (Fig. 4) se debe realizar en forma rigurosa, puesto que se debe procurar que los poros estén libres de suciedad, para que el electrolito sea accesible a todas las fibras y estas a su vez estén libres de grasa u otro elemento que puedan disminuir los posibles sitios electroactivos. El protocolo incluye: i) dimensionamiento de electrodos, ii) limpieza ultrasónica (en solución desengrasante o alcohol, 15 min.), iii) enjuague y secado en estufa a 65 °C durante una hora.

Algunas características físicas de los EPs de trabajo, utilizados para electrodeposición, se resumen en la Tabla 1.

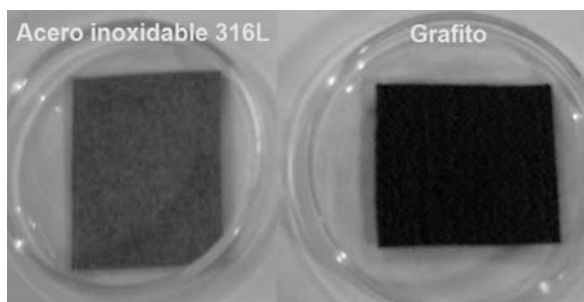


Figura 4. Materiales electrodicos porosos utilizados en laboratorio.
Fuente: Los autores

Tabla 1

Características físicas de electrodos porosos de estructuras de fibras.

Electrodo	Material	L (mm)	ε	a_c (m ² /m ³)
E1	Acero inoxidable 316L	0,37	79,53	9654
E2	Carbón grafito	2	94,60	23520

Fuente: Los autores

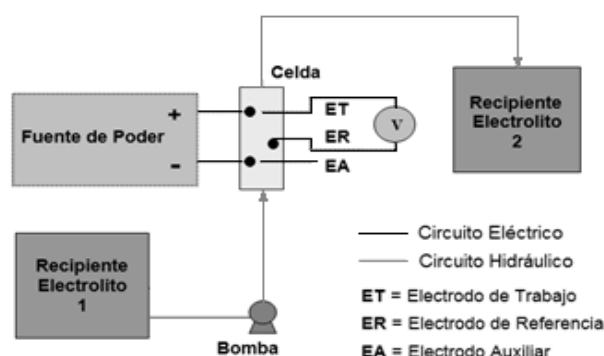


Figura 5. Montaje experimental para electroobtención.
Fuente: Los autores

3.2. Electrodeposición de Cu en EPs

Las experiencias de electrodeposición de Cu se realizaron en condiciones controladas de corriente y flujo de electrolito. Se trabajó a 15 g/L de Cu²⁺ (CuSO₄·5H₂O, PM = 249.69 g/mol), 30 g/L de H₂SO₄ (95-97%, PM = 98.08 g/mol), flujo de electrolito (Q_v) 25 mL/s, corriente de trabajo 0.1 A y tiempo de depósito 1-3 h. En cada experiencia se utiliza un solo electrodo de trabajo (cátodo) y según la experiencia 1 o 2 contraelectrodos (ánodos) de Pb. El montaje experimental se esquematiza y detalla en la Fig. 5.

Una vez realizada la electrodeposición, se realizaron cortes de secciones de electrodos de trabajo para: a) Análisis microscópico en microscopio estereoscópico Zeiss® Wess®, b) Análisis en microscopio electrónico de barrido JEOL JSM 6380lb® con sistema de análisis DRX Oxford® y programa de análisis Inca®.

4. Resultados y discusión

Las características de los depósitos dependen de la densidad de corriente y material electrodico. La diferencia

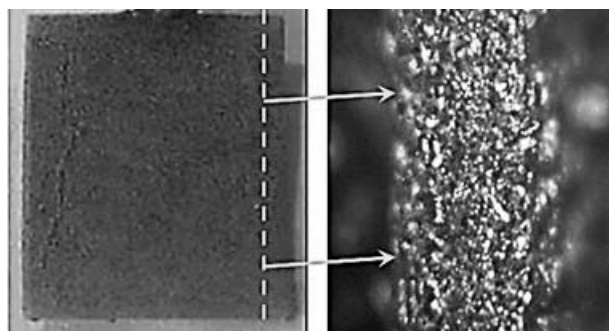


Figura 6. Corte de electrodo poroso para análisis micrográfico. t = 3 h.
Fuente: Los autores

de color entre el material base (acero, grafito) y el depósito de cobre, manifiesta una primera señal de la distribución del depósito. Luego se realizaron cortes de electrodo como se muestra en la Fig. 6.

4.1. Análisis microscópico

En la Fig. 7, se muestra el espesor de electrodo de acero inoxidable (E1) y de grafito (E2) luego de la electrodeposición. Se aprecian depósitos de Cu a través del espesor por diferencia de color en contraste con el de la malla base, además, se puede observar heterogeneidad en el depósito a través del espesor.

Luego, para lograr una mejor comprensión del proceso, se realiza análisis SEM, para las muestras de 1 y 3 h, y se elige la muestra de 1 h, dado que para 3 h, los electrodos están con un nivel de colmatación mayor (ver Figs. 8 y 9).

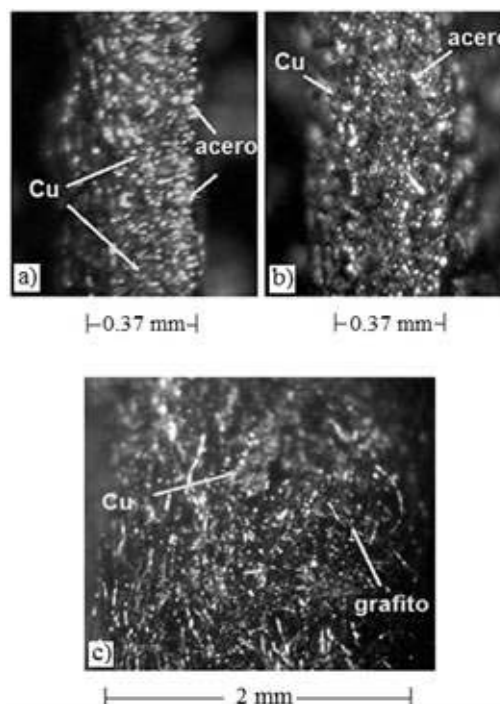


Figura 7. Depósito de cobre sobre electrodos porosos, vista Microscopio Estereoscópico. a) Acero inoxidable 316L, t = 1h. b) Acero inoxidable 316L, t = 3 h, c) Grafito t = 1 h.
Fuente: Los autores

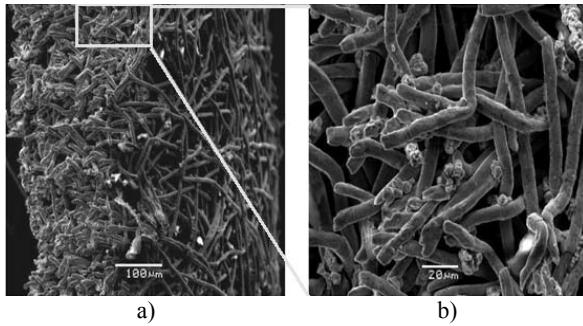


Figura 8. a) Depósito de Cu en el espesor de electrodo de acero inoxidable (E1). L = 0.37 mm. b) Zoom en zona central.

Fuente: Los autores

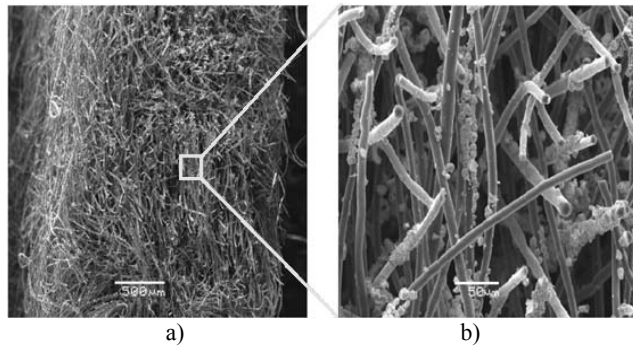


Figura 9. a) Depósito de Cu en el espesor de electrodo de grafito. L = 2 mm. b) Zoom en zona central.

Fuente: Los autores

El análisis microscópico muestra que la cantidad de depósito no es homogénea a través del espesor y se observa que en una misma zona, alternan sitios contiguos con y sin depósito, indicando que en los sitios sin depósito, no se alcanzó el potencial electroquímico requerido para la electrodeposición. Este comportamiento se observa en el acero y en el carbón a pesar de la diferencia en espesor, porosidad y material.

El análisis cuantitativo requiere de una metodología de trabajo más precisa para estimar la cantidad de cobre depositado por zonas. Con este fin, se realizó análisis DRX en 2 sitios específicos (Figs 10 y 11). El análisis DRX permite definir que elementos existen en una determinada area, teniendo en consideración que aquellos elementos diferentes al cobre son aquellos componentes del sustrato base sobre el cual se realiza el deposito, en este caso acero inoxidable 316L.

El resumen de los análisis DRX, para las Figs. 10 y 11 se muestra en las Tabla 2.

Tabla 2.
Análisis DRX para Figuras 10 y 11.

Sitio 1			Sitio 2		
Elem	% W	%At	Elem	%W	%At
Cr K	12.14	19.07	O K	7.13	29.14
Fe K	48.41	70.81	Si K	0.33	0.76
Ni K	6.27	8.73	Cr K	1.09	1.37
Mo L	1.63	1.39	Fe K	3.12	3.65
Total	68.45		Cu K	63.25	65.08
			Total	74.91	

Fuente: Los autores

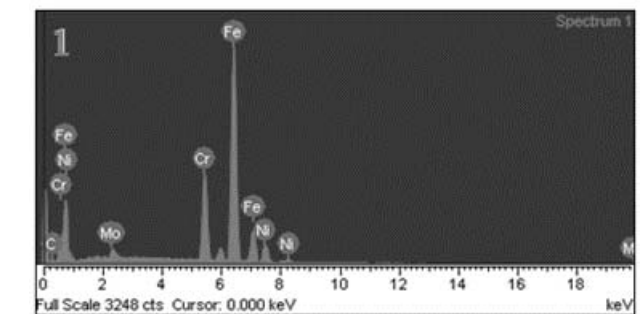


Figura 10. Análisis local SEM-DRX de fibra en zona central sin depósito de Cu.

Fuente: Los autores

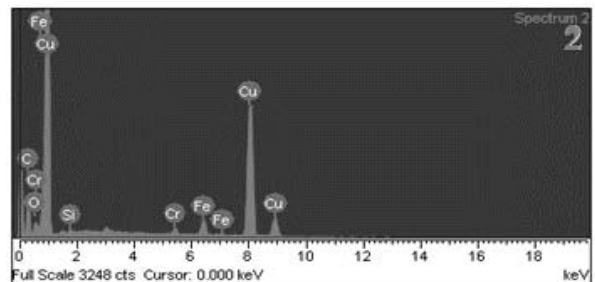
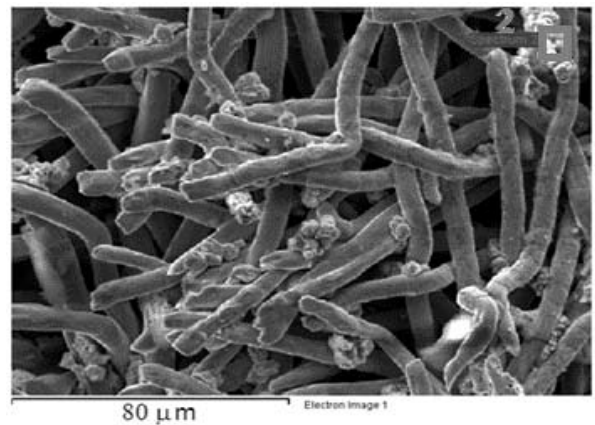
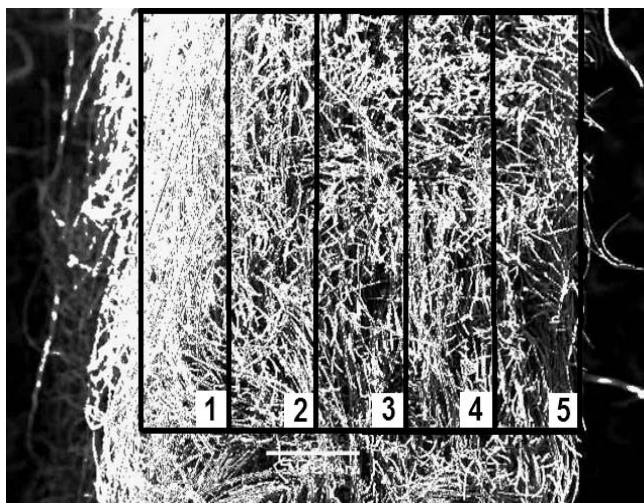
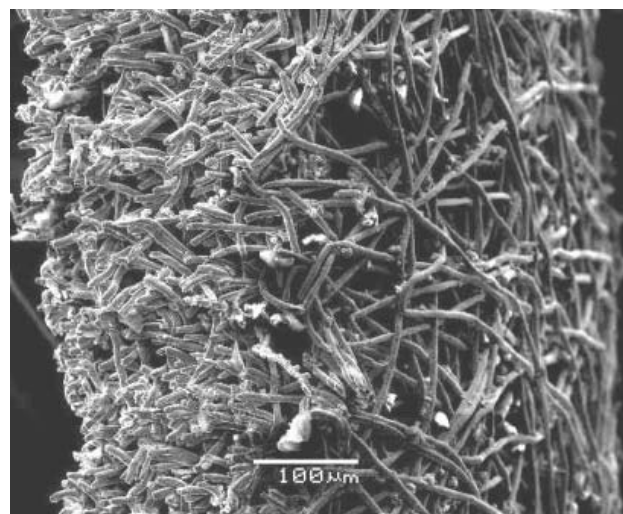
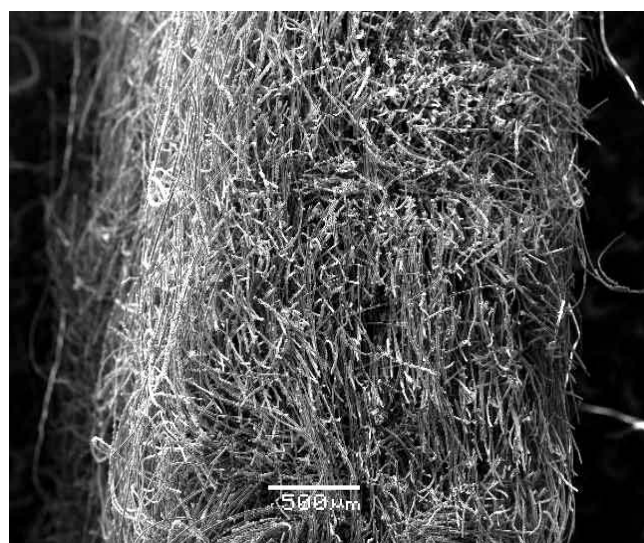


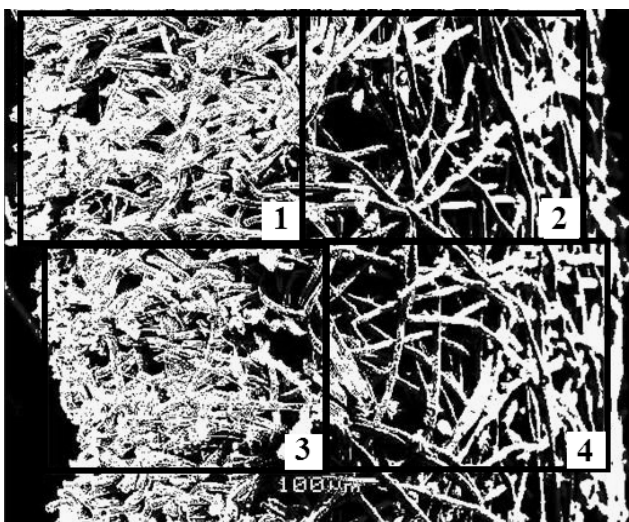
Figura 11. Análisis local SEM-DRX de fibra en zona central con depósito de Cu.

Fuente: Los autores



1 = 77.2197 % 2 = 51.6151 % 3 = 39.9901 %
4 = 42.1272 % 5 = 29.5685 %

Figura 12. Estimación del porcentaje de depósito de cobre para grafito, via software Scentis Struers.
Fuente: Los autores



1 = 60.0662 % 2 = 38.4753 %
3 = 56.5197 % 4 = 43.6144 %

Figura 13. Estimación del porcentaje de depósito para electrodo inoxidable, via software Scentis Struers.
Fuente: Los autores

4.2. Análisis de imagen

Para establecer la distribución de la cantidad de depósito de cobre en el espesor EP, se trabajó con el software de análisis de imagen Scentis Struers® e Image J®. De esta forma, se estimó una penetración promedio del depósito y se realizó una estimación del área cubierta por el depósito, realizando un barrido a través del espesor. Este proceso se lleva a cabo por diferencia en la escala de grises que se capta por Software Scentis (Figs. 12 y 13).

Según las Figs. 12 y 13, el depósito de cobre cubre algunas fibras y une otras y se observa que la cantidad de depósito es mayor hacia el extremo izquierdo, que corresponde a la cara que se ubica frente al ánodo durante el ensayo de electroobtención. Este fenómeno se explica por la mayor intensidad de campo eléctrico y aumento de la densidad de corriente hacia ese extremo.

4.3. Análisis de la distribución del depósito

La distribución de potencial es el principal problema que enfrentan los EPs, debido a que afecta la selectividad de la reacción de interés y podría dar paso a la ocurrencia de reacciones secundarias (si existieran varias especies susceptibles de reducirse), con una disminución de la eficiencia del proceso. El potencial eléctrico y la corriente están relacionados y por lo tanto una mayor corriente responde a un mayor gradiente de potencial, sin embargo, hay que considerar el efecto que tiene el campo eléctrico en los extremos del electrodo por estar frente al ánodo y las continuas caídas de potencial en el interior de la matriz. Por otra parte, la presencia de depósito de cobre a través del espesor, implica que en dichos sitios se alcanza el requerimiento energético a través del sobrepotencial necesario. Se observaron, pequeños cristales en zonas centrales que no crecieron en relación a otros cristales ubicados hacia el

extremo frente al ánodo. Esto implicaría que la competencia entre nucleación y crecimiento no es igual en el volumen poroso debido a las diferentes densidades de corriente a que están expuestas las diferentes zonas del electrodo. Como resultado, el depósito es heterogéneo en la estructura y la variación en la distribución de potencial se puede atribuir a cambios en la conductividad de la solución a medida que avanza dentro del electrodo, cambios en la conductividad y porosidad de la matriz metálica producto del depósito de Cu y a constantes caídas óhmicas metal-solución. Otro punto importante son las diferencias locales de concentración que implican diferentes gradientes de concentración y por lo tanto, el transporte de las especies electroactivas a la interfase de reacción difiere en diferentes zonas, generando sobrepotenciales que finalmente inducen diferentes densidades de corriente locales.

Comparando los cortes de acero inoxidable y grafito, se observa que la penetración del depósito para el caso del electrodo de grafito, fue de alrededor de un 90% del espesor frente a un valor de de 40% de penetración en el acero. Respecto a este punto, algunos autores [6,20,21] han desarrollado una expresión que relaciona parámetros físicos de electrodo y de cinética de reacción, para condiciones de corriente límite, definiendo la penetración “p” de la corriente en un EP de matriz completamente conductora:

$$p = \sqrt{\frac{2 \varepsilon \gamma \Delta \eta}{a_s k_d n F C^0}} \quad (14)$$

Donde $\Delta \eta$ es el intervalo de sobrepotencial donde la deposición ocurre bajo condiciones de corriente límite, ε la porosidad, n el número de electrones, F la constante de Faraday C^0 la concentración en el seno de la solución, γ la conductividad de la solución y k_d el coeficiente de transferencia de masa.

De acuerdo a la expresión (14), la penetración de un depósito cambia de un material electródico poroso a otro y más aún, pueden existir comportamientos locales diferentes en un mismo material de un sitio a otro, debido a las variaciones de concentración de la especie electroactiva, que para efectos de simplificación, se considera un flujo pistón con variación de concentración sólo en el eje x , tal como sigue:

$$C_A(x) = C_{Ae} \exp \left[-\frac{\bar{k}_d \cdot L}{Q_v} x \right] \quad (15)$$

En la práctica, la porosidad puede variar a medida que se desarrolla el depósito al igual que la conductividad del material, no obstante, este último parámetro no es tan influyente en los casos en que el material del electrodo y el material depositado son altamente conductores. Además, en general la conductividad de la matriz porosa es muy superior que la conductividad de la solución.

Por otra parte, dado que el valor de k_d es dependiente de las condiciones hidrodinámicas al interior del EP ($k_d = D/\delta$ y $k_d = f(Re)$, $Re = N^\circ$ de Reynolds), existirán velocidades locales del electrolito que definirán condiciones cinéticas de depósito particulares en diferentes sitios. Para flujos lentos,

el perfil podría ser más complejo, mientras que para flujos turbulentos, el perfil de velocidad se puede hacer constante [22,23].

Cabe mencionar, que las técnicas de análisis de imagen han sido utilizadas por investigadores en el análisis de depósitos sobre superficies de electrodos planos [24], en EPs [25] y análisis de corrosión y de manera integrada pueden suministrar información cualitativa y cuantitativa relevante para el estudio de mapeos de depósitos electroquímicos.

5. Conclusiones

Un EP es un sistema complejo en su concepción y su tratamiento teórico requiere de varias suposiciones tales como porosidad constante en el tiempo, régimen pistón, entre otras. Desde el punto de vista experimental su tratamiento también es complejo, debido a que los parámetros físicos del electrodo cambian en el tiempo.

La distribución de potencial y corriente se manifiesta en electrodos planos y constituye un problema aún mayor en EPs dado que por su estructura física es imposible tener control sobre las variables de electrodo y operación en el cuerpo del electrodo durante un proceso. En consecuencia, resultan zonas de depósito preferencial bien marcadas hacia donde el campo eléctrico es más intenso y densidad de corriente más alta, que corresponden según las micrografías a los sitios cercanos a la cara frente al ánodo. Además, por efecto de la tortuosidad de las líneas de flujo de corriente, los cambios de concentración local y caídas óhmicas locales, resulta un depósito heterogéneo. Se pudo observar que el desarrollo del depósito asociado a la distribución de potencial y corriente, aparece indistintamente del material constitutivo, como producto de la variación en la concentración, en la conductividad, caídas de potencial, etc. Por lo tanto, en la penetración del depósito pareciera que tienen mayor influencia los parámetros físicos del electrodo (porosidad, espesor, diámetro de fibras, etc.), que la composición del material electródico (acero o carbón), no obstante, el sustrato influye directamente en la cinética de reacción electroquímica.

La metodología de trabajo y análisis SEM-DRX-Análisis de Imagen, resultó adecuada para el análisis del depósito. Sin embargo, abre una ventana interesante para la cuantificación de las especies y una aproximación gráfica de la distribución de corriente como consecuencia de la cantidad y distribución del depósito.

Agradecimientos

Se agradece al Departamento de Ingeniería Metalúrgica y la Dirección de Postgrado de la Universidad de Concepción, por el apoyo brindado para esta investigación.

Referencias

- [1] Coeuret, F. y Storck, A., *Éléments de génie électrochimique*, Paris, Lavoisier, 2^o ed., 1993.
- [2] Maslii, A., Porous flow electrodes for solving ecological problems, *Chemical for Sustainable Development*, 12, pp. 275-285, 2004.
- [3] Conway, B.E., Ayranci, E. and Al-Maznai H., Use of quasi-3-dimensional porous electrodes for adsorption and electrocatalytic

removal of impurities from waste-waters, *Electrochim. Acta*, 47, pp. 705-718, 2001.

- [4] Gasparotto, L., et al., Removal of Pb (II) from simulated wastewaters using a stainless-steel wool cathode in a flow-through cell, *Journal of Applied Electrochemistry*, 36, pp. 677-683, 2006.
- [5] Coeuret, F., *Introducción a la ingeniería electroquímica*, Barcelona, Reverté, 1992.
- [6] Doherty, T., Sunderland, J., Roberts, P. and Pickett, D., An improved model of potential and current distribution within a flow-through porous electrode, *Electrochem. Acta*, 41 (4), pp. 519-526, 1996.
- [7] Scott, K. and Argyropoulos, P., A current distribution model of a porous fuel cell electrode, *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 567, pp. 103-109, 2004.
- [8] Reddy, R. and Reddy, R. G., Analytical solution for the voltage distribution in one-dimensional porous electrode subjected to cyclic voltammetric conditions, *Electrochem. Acta*, 53, pp. 575-583, 2007.
- [9] Langlois, S. and Coeuret, F., Flow-through and flow-by porous electrodes of nickel foam, Part I material characterization, *J. App. Electrochem. Acta*, 19, pp. 43-50, 1989.
- [10] Diwakar, V. and Subramanian, V., Effect of varying electrolyte conductivity on the electrochemical behavior of porous electrodes, *J. Electrochem. Society*, 152 (5), pp. A984-A988, 2005.
- [11] Koshev, A., Chirkina, M. and Varentsov, V., Nonstationary mathematical models of the electrochemical processes in volumetric porous flow electrodes, *Russian Journal of Electrochemistry*, 43 (11), pp. 1299-1304, 2007.
- [12] Wendt, H. et Kreyza, G., *Génie électrochimique, principes et procédés*, Paris, Dunod, 2001.
- [13] Yan-Ping, S. and Scott, K., An analysis of the influence of mass transfer on porous electrode performance, *Chemical Engineering Journal*, 102, pp. 83-101, 2004.
- [14] Maslil, A.I., Poddubnyi N.P. and Medvedev, A.Zh, Dynamics of variations in the metal deposit distribution in porous flow-through electrodes: effect of solution flow velocity and direction, *Russian Journal of Electrochemistry*, 42 (3), pp. 245-250, 2006.
- [15] De Vidst, P. and White, R.E., Governing equations for transport in porous electrodes, *Journal of Electrochemical Society*, 144 (4), pp. 1343-1353, 1997.
- [16] Vilard, E. and Coeuret, F., Mass transfer to flow-through thin porous electrodes under laminar flow, *Electrochimica Acta*, 40 (5), pp. 585-590, 1995.
- [17] Storck, A. et al., Electrochemical study of liquid-solid mass transfer in packed bed electrodes with upward and downward co-current gas-liquid flow, *Journal of Applied Electrochemistry* 16, pp. 947-963, 1996.
- [18] Langlois, S. and Coeuret, F., Flow-through and flow-by porous electrodes of nickel foam Part III: theoretical electrode potential distribution in the flow-by configuration, *Journal of Applied Electrochemistry*, 20, pp. 740-748, 1990.
- [19] Card, J., Valentin, G. and Storck, A., The activated carbon electrode: A New, experimentally-verified mathematical model for the potential distribution, *Journal of Electrochem. Soc.*, 137 (9), pp. 2736-2745, 1990.
- [20] Maslil A. and Poddubny, N., Influence of solid phase conductivity on spatial localization of electrochemical processes in flow-through porous electrodes Part I: Electrodes with uniform conducting matrix, *Journal of Applied Electrochemistry* 27, pp. 1036-1044, 1997.
- [21] Bagotsky, V., *Fundamentals of electrochemistry*, A John Wiley & Sons, New York, 2° ed., 2006.
- [22] Gadri A., Ratel A. y Lacoste G., Influence des parametres hydrodynamiques sur le transfert de matiere dans un liquide en ecoulement pulse dans une cathode cylindrique, *Journal Applied Electrochemistry*, No 28, pp. 921-928, 1998.
- [23] Pletcher, D. & Walsh, F., *Industrial Electrochemistry*, New York, Chapman and Hall, 2° ed., 2° ed., 1990.
- [24] Piratoba, U., Vera, E. y Ortiz, C., Caracterización superficial, electroquímica y de composición de aleaciones zinc níquel electrodepositadas, *Revista DYNA*, 75 (156), pp. 217-221, 2008.
- [25] Vande Vyver, O., Caractérisation d'une électrode tridimensionnelle en vue de son utilisation pour la récupération d'ions métalliques en

solution diluée, Université Libre de Bruxelles, Faculté des Sciences Appliquées, 2004.

R. Constanzo-R., obtuvo el título de Ing. Civil Metalúrgico en 2009 y el Dr. en Ingeniería Metalúrgica en 2014, en la Universidad de Concepción, Chile. Trabajo durante los años 2005-2013 como Investigador e Ingeniero de Proyectos, en la Universidad de Concepción. Se especializó en las áreas de electrometalurgia y corrosión electroquímica, dictando cursos de pre y postgrado en el área de la Metalurgia Química. En la actualidad se desempeña como Profesor Asociado de la Escuela de Ingeniería Química de la Pontificia Universidad Católica de Valparaíso y dicta cursos en las áreas de procesamiento de minerales y electrometalurgia.

A. Pagliero-N., obtuvo el título de Ing. Civil Químico en 1972 en la Universidad de Concepción, Chile y el Grado de Dr. Ing. Electroquímico en 1978 en la Universidad Politécnica de Grenoble, Francia. Ha trabajado desde entonces, como Profesor del Departamento de Ingeniería Metalúrgica de la Universidad de Concepción, dictando cursos de Electrometalurgia, Corrosión y Cinética Electroquímica y ha dirigido numerosas tesis de pre y postgrado. Además, ha participado activamente de proyectos de investigación y asesoría técnica para la Industria Minera.

F. Vergara-G., obtuvo el título de Ing. Civil Metalúrgico en 1974 en la Universidad de Concepción, Chile y de Dr. Ing. Electroquímico en 1978, en la Universidad Politécnica de Grenoble, Francia. Desde entonces ha sido Profesor del Departamento de Ingeniería Civil Metalúrgica de la Universidad de Concepción. Ha desarrollado docencia de pre y postgrado en el área de la Metalurgia Química y Electrometalurgia. Además, ha realizado proyectos con la industria minera en el área de la electroobtención y electrefinación de cobre. En la actualidad, se desempeña como director del Departamento de Ingeniería Metalúrgica de la Universidad de Concepción.