



TECNOLÓGICO
NACIONAL DE MÉXICO®



TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO
INSTITUTO TECNOLÓGICO DE TIJUANA

DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA ELÉCTRICA Y ELECTRÓNICA

POSGRADO EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA

TESIS:

**“Remoción de iones de metales pesados en agua, mediante el proceso de
electroless deposition asistido con fuerza centrífuga”**

TRABAJO DE TESIS PRESENTADO POR:

ING. YAHRELI AUDEVES AUDEVES

PARA OBTENER EL GRADO DE:

MAESTRA EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA

DIRECTOR DE TESIS:

DR. SERGIO PÉREZ SICAIROS

CO-DIRECTOR:

DR. SHU WAI LIN

TIJUANA, BAJA CALIFORNIA, MÉXICO

JUNIO DEL 2022



Tijuana Baja California, 24/Mayo/2022

Asunto: Autorización de impresión de trabajo de tesis

DR. GUADALUPE HERNÁNDEZ ESCOBEDO
DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN
PRESENTE

En lo referente al trabajo de tesis, "Remoción de iones de metales pesados en agua, mediante el proceso de *electroless deposition* asistido con fuerza centrífuga" presentado por el Ing. Yahreli Audeves Audeves, alumna del programa de Maestría en Ciencias de la Ingeniería, con número de control **M1921053** informamos a usted que después de una minuciosa revisión e intercambio de opiniones, los miembros del comité manifiestan **APROBAR LA TESIS**, en virtud de que satisface los requisitos señalados por las disposiciones reglamentarias, por lo que se autoriza al interesado para que proceda de inmediato a la impresión del mismo.

ATENTAMENTE

Excelencia en Educación Tecnológica®
Por una juventud integrada al desarrollo de México®

DR. SERGIO PÉREZ SICAIROS
DIRECTOR DE TESIS

DR. SHUI WAI LIN
CO-DIRECTOR DE TESIS

DR. MOISÉS ISRAEL SALAZAR GASTÉLUM
MIEMBRO DEL COMITÉ

DRA. MARA BELTRÁN GASTÉLUM
MIEMBRO DEL COMITÉ

DR. JOSÉ RICARDO CÁRDENAS VALDEZ
MIEMBRO DEL COMITÉ

ccp. Archivo

Dr. José Ricardo Cárdenas Valdez – Coordinador Académico de la Maestría en Ciencias de la Ingeniería.





Instituto Tecnológico de Tijuana

Tijuana, Baja California,

30/mayo/2022

OFICIO No. 059/DEPI/2022

Asunto: Autorización de Impresión de Tesis

MARIA MAGDALENA SERRANO ORTEGA
JEFA DEL DEPARTAMENTO DE SERVICIOS ESCOLARES
PRESENTE

En lo referente al trabajo de tesis, "Remoción de iones de metales pesados en agua, mediante el proceso de electroless deposition asistido con fuerza centrífuga". Presentado por C. **Yahreli Audeves Audeves**, alumna de la Maestría en Ciencias de la Ingeniería con numero de control **M1921053.**; informo a usted que a solicitud del comité de tutorial, tengo a bien **Autorizar la impresión de Tesis**, atendiendo las disposiciones de los Lineamientos para la Operación de Estudios de Posgrado del Tecnológico Nacional de México.

Sin más por el momento le envié un cordial saludo.

A T E N T A M E N T E

Excelencia en Educación Tecnológica



GUADALUPE HERNÁNDEZ ESCOBEDO
JEFE DE DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

ccp. Archivo

GHE/lap



Calzada del Tecnológico S/N Esq. Castillo de Chapultepec y calle Cuauhtemotzin,
Fracc. Tomás Aquino C.P.22414 Tijuana, Baja California. Tel. 01 (664) 6078400
Est. 101

e-mail: dir.tijuana@tecnm.mx | tecnm.mx | Tijuana.tecnm.mx



2022 *Ricardo Flores*
Año de Magón
PRECURSOR DE LA REVOLUCIÓN MEXICANA



CARTA DE CESIÓN DE DERECHOS

En la ciudad de Tijuana, Baja California, el día **30** del mes de **Mayo** del año **2022**, el que suscribe **Audeves Audeves Yahreli**, con número de control **M1921053**, alumna de **Maestría** del programa de Posgrado en Ciencias de la Ingeniería, manifiesta que es autor intelectual del presente trabajo de Tesis bajo la dirección del **Dr. Pérez Sicairos Sergio**, cede los derechos para su difusión, en su totalidad o en partes, con fines académicos o de investigación del documento de tesis titulado **“Remoción de iones de metales pesados en agua, mediante el proceso de electroless deposition asistido con fuerza centrífuga”** al Tecnológico Nacional de México.

Los usuarios de la información no deben reproducir el contenido textual, gráficas, código, fórmulas o datos del trabajo sin permiso expreso del autor o directores del trabajo. Este debe ser obtenido escribiendo a cualquiera de las siguientes direcciones de correo electrónico yahreli.audeves193@tectijuana.edu.mx, sergio.perez@tectijuana.edu.mx o bien, dirigirse a las instalaciones del Instituto Tecnológico de Tijuana en Calzada del Tecnológico S/N Esq. Av. Castillo de Chapultepec y calle Cuauhtemotzin, Fracc. Tomás Aquino C.P. 22414, Tijuana, Baja California, conmutador 664-6078400.

Si se otorga el permiso, el usuario deberá dar el agradecimiento correspondiente y citar la fuente del mismo como lo indique el autor intelectual o el director del trabajo de Tesis.

ATENTAMENTE
Audeves Audeves Yahreli

ALUMNO DEL POSGRADO EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA



Calzada del Tecnológico S/N Esq. Castillo de Chapultepec y calle Cuauhtemotzin,
Fracc. Tomás Aquino C.P.22414 Tijuana, Baja California. Tel. 01 (664) 6078400 Est. 101
e-mail: dir_tijuana@tecnm.mx | tecnm.mx | Tijuana.tecnm.mx



Contenido

Índice de figuras	vi
Índice de tablas	xv
<i>Dedicatoria</i>	xvi
Agradecimientos	xvii
Resumen	1
Abstract.....	2
I. Introducción	4
II. Antecedentes	7
2.1 Electroquímica.....	7
2.2 Ecuación de Nernst.....	8
2.3 Electrones en metales	9
2.4 Teoría de la doble capa.....	10
2.4.1 Modelo Helmholtz-Perrin.....	10
2.4.2 Modelo de Gouy-Chapman	11
2.4.3 Modelo de Stern	12
2.5 Descripción de la atmosfera iónica.....	13
2.5.1 Teoría de la interacción ion-ion.....	13
2.5.2 Efectos inter-iónicos en las soluciones electrolíticas	14
2.5.3 Teoría de Debye-Hückel.....	14
2.6 La energía libre de Gibbs	15
2.7 Potencial estándar de reducción	16
2.8 Espontaneidad de las reacciones redox	19
2.9 Reacciones redox.....	20

2.10 Influencia del pH	22
2.11 <i>Electroless deposition</i>	22
2.12 Fuerza centrífuga.....	26
2.13 Metales y su contaminación	28
2.13.1 Metal pesado: Cobre (Cu)	29
2.13.2 Metal pesado: Estaño (Sn).....	29
2.13.3 Metal pesado: Plomo (Pb)	30
2.13.4 Tabla de los límites máximos permisibles de contaminantes tóxicos en aguas residuales industriales a los sistemas de alcantarillado urbano en México.	30
2.14 Métodos de remoción de metales pesados.....	31
2.14.1 Técnicas convenciones	33
2.14.2 Técnicas no convencionales	34
2.15 Técnicas de caracterización.....	35
2.15.1 Espectroscopía de emisión atómica con plasma de acoplamiento inductivo (ICP-OES).....	35
2.15.2 Microscopía electrónica de barrido (SEM):	37
III. Justificación.....	39
IV. Hipótesis.....	40
V. Objetivos.....	41
5.1 Objetivo General	41
5.2 Objetivos específicos.....	41
VI. Experimental	42
6.1 Materiales y métodos.....	42
6.1.1 Reactivos	42
6.2 Remoción de metales pesados mediante <i>electroless deposition</i>	43

6.2.1 Preparación de la solución de cloruro de estaño II.....	44
6.2.2 Espesor de alambre de Fe	45
6.2.3 Cantidad de iones remantes en la solución.....	45
6.3 Diseño de experimentos	46
VII. Resultados	49
7.1 Remoción de Cu^{2+} mediante <i>electroless deposition</i>	49
7.1.1 Análisis de SEM para Cu^{2+}	53
7.1.2 Análisis de EDS para Cu^{2+}	55
7.2 Remoción de Sn^{2+} mediante <i>electroless deposition</i>	58
7.2.1 Análisis de SEM para Sn^{2+}	61
7.2.2 Análisis de EDS para Sn^{2+}	63
7.3 Remoción de Pb^{2+} mediante <i>electroless deposition</i>	65
7.3.1 Análisis SEM para Pb^{2+}	69
7.3.2 Análisis de EDS para Pb^{2+}	70
7.4 Durabilidad del alambre de Fe	73
VIII. Conclusiones.....	75
IX. Referencias	78
X. Apéndice.....	85
Apéndice A.....	85
A.1 Gráficas de remoción de iones de Cu.	85
A.2 Gráficas de remoción de iones de Sn.....	87
A.3 Gráficas de remoción de iones de Pb.....	89
Apéndice B.	91
B.1 Micrografías de superficie de alambre de Fe recubierto con iones de Cu.....	91

B.2 Micrografías de superficie de alambre de Fe recubierto con iones de Sn	96
B.3 Micrografías de superficie de alambre de Fe recubierto con iones de Pb	101
Apéndice C.	106
C.1 Análisis elemental de espectroscopía de energía dispersiva (EDS) para Cu.	106
C.2 Análisis elemental de espectroscopía de energía dispersiva (EDS), para Sn.	110
C.3 Análisis elemental de espectroscopía de energía dispersiva (EDS), para Pb.	112

Índice de figuras

Figura 1: Esquema de las partes que conforman una celda electrolítica.....	7
Figura 2: Representación esquemática del modelo de doble capa en una interfase electrodo solución de Helmholtz-Perrier.....	11
Figura 3: Esquema de la doble capa difusa del modelo de Stern.....	12
Figura 4: Tendencia de los aniones a colocarse alrededor de los cationes y los cationes alrededor de los aniones, los aniones se mueven sin par, por lo que el dibujo representa el promedio temporal del movimiento.....	15
Figura 5: Relación entre E°_{celda} , K y ΔG°	20
Figura 6: Reacción del proceso <i>electroless deposition</i> de CuSO_4 sobre Fe como metal.....	21
Figura 7: Diagrama de Pourbaix para especies de Fe.....	22
Figura 8: Componentes para el funcionamiento de la celda en el proceso de <i>electroless deposition</i>	23
Figura 9: Esquema representativo de la adición de iones de Cu^{2+} a un alambre de $\text{Fe}_{(s)}$ después de un intervalo de tiempo.....	24
Figura 10: Representación esquemática de la adición de iones de Cu^{2+} a la superficie de $\text{Fe}_{(s)}$ en solución acuosa dentro de un tubo de centrifuga.....	25
Figura 11: Esquema de la fuerza centrípeta.....	26
Figura 12: Efecto de la fuerza centrífuga en la distribución de concentración de un soluto densidad 1g cm^{-3} en una solución acuosa en el tubo de centrifuga.....	26
Figura 13: Representación esquemática de la centrifuga y el metal.....	27
Figura 14: Diagrama representativo de plasma acoplado por inducción. En la posición A se muestra una vista radial de la antorcha, y en la posición B se ilustra una vista axial.....	36
Figura 15: Nebulizador marca Meinhard®	36
Figura 16: Componentes de un microscopio electrónico de barrido (SEM).....	38
Figura 17: Esquema de preparación de cloruro de estaño II.....	44
Figura 18: Curvas de calibración de los analitos para ICP-OES.....	46

Figura 19: Alambre de hierro a) 0.10 g y b) 0.05 g.....	47
Figura 20: Remoción de iones de Cu^{2+} empleando Fe como metal de sacrificio. Velocidades de rotación (0, 1,000, 2,000 rpm), $[\text{Cu}^{2+}] = 10$ ppm, 0.10 g de Fe y $t = 30$ min.....	50
Figura 21: Remoción de iones de Cu^{2+} empleando Fe como metal de sacrificio. Velocidad de rotación (0, 1,000, 2,000 rpm), $[\text{Cu}^{2+}] = 50$ ppm, 0.10 g de Fe y $t = 30$ min.....	51
Figura 22: Remoción de iones de Cu^{2+} empleando Fe como metal de sacrificio. Velocidad de rotación (0, 1,000, 2,000 rpm), $[\text{Cu}^{2+}] = 100$ ppm, 0.10 g de Fe y $t = 30$ min.....	52
Figura 23: Micrografías de SEM del alambre de Fe para la remoción de Cu^{2+} , a) Alambre de Fe 0.10 g sin deposición, b) Alambre de Fe 0.10 g con remoción de Cu^{2+} a 1,000 rpm (94.64%) y c) Alambre de Fe 0.10 g con remoción de Cu^{2+} a 2,000 rpm (96.42%). Escala 50 μm , voltaje de aceleración 50 kV.....	54
Figura 24: EDS de material de Fe y Cu, de la muestra con concentración de 10 ppm, a 2,000 rpm, con un porcentaje de remoción de 96.29%.....	55
Figura 25: Mapeo elemental para Cu y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.10 g en el proceso de <i>electroless deposition</i> , a las condiciones de 10 ppm, 2,000 rpm con un porcentaje de remoción del 96.29%.....	56
Figura 26: Mapeo elemental de la superficie del alambre de 0.10 g Fe en el proceso Cu y Fe de electroless deposition, a las condiciones de 50 ppm, 2,000 rpm con un porcentaje de remoción del 95.40%.....	56
Figura 27: Mapeo elemental para Cu y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.10 g en el proceso de <i>electroless deposition</i> , a las condiciones de 100 ppm, 2,000 rpm con un porcentaje de remoción del 96.42%.....	57
Figura 28: Remoción de iones de Sn^{2+} empleando Fe como metal de sacrificio. Velocidad de rotación (0,1,000, 2,000 rpm), $[\text{Sn}^{2+}] = 10$ ppm, 0.10 g de Fe y $t = 30$ min.....	58
Figura 29: Remoción de iones de Sn^{2+} empleando Fe como metal de sacrificio. Velocidad de rotación (0, 1,000, 2,000 rpm), $[\text{Sn}^{2+}] = 50$ ppm, 0.10 g de Fe y $t = 30$ min.....	59

Figura 30: Remoción de iones de Sn^{2+} empleando Fe como metal de sacrificio. Velocidad de rotación (0, 1,000, 2,000) [Sn^{2+}]=100 ppm, 0.10 g de Fe y t=30 min.....	60
Figura 31: Micrografías de SEM del alambre de Fe para la remoción de Sn^{2+} , a) Alambre de Fe 0.10 g con remoción de Sn^{2+} a 1,000 rpm (89.44%) y b) Alambre de Fe 0.10 g con remoción de Sn^{2+} a 2,000 rpm (66.28%). Escala 50 μm , voltaje de aceleración 50 KV.....	61
Figura 32: EDS del material Fe y Sn, de la muestra con concentración de 10 ppm, a 1,000 rpm, con un porcentaje de remoción de (89.44%)	62
Figura 33: Mapeo elemental para Sn y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.10 g en el proceso de <i>electroless deposition</i> , a las condiciones de 10 ppm, 1,000 rpm con un porcentaje de remoción del 89.44%.....	63
Figura 34: Mapeo elemental para Sn y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.10 g en el proceso de <i>electroless deposition</i> , a las condiciones de 50 ppm, 2,000 rpm con un porcentaje de remoción del 59.81%.....	63
Figura 35: Remoción de iones de Pb^{2+} empleando Fe como metal de sacrificio. Velocidad de rotación (0, 1,000, 2,000 rpm), [Pb^{2+}]=10 ppm, 0.10 g de Fe y t=30 min.....	65
Figura 36: Remoción de iones de Pb^{2+} empleando Fe como metal de sacrificio. Velocidad de rotación (0, 1,000, 2,000), [Pb^{2+}]=50 ppm, 0.10 g de Fe y t=30 min.....	66
Figura 37: Remoción de iones de Pb^{2+} empleando Fe como metal de sacrificio. Velocidad de rotación (0, 1,000, 2,000), [Pb^{2+}]=100 ppm, 0.10 g de Fe y t=30 min.....	67
Figura 38: Micrografías de SEM del alambre de Fe para la remoción de Pb^{2+} , a) Alambre de Fe 0.10 g con remoción de Pb^{2+} a 1,000 rpm (55.40%) y b) Alambre de Fe 0.10 g con remoción de Pb^{2+} a 2,000 rpm (64.61%). Escala 50 μm , voltaje de aceleración 50 KV.....	68
Figura 39: Espectro EDS del material de Fe y Pb, de la muestra con concentración de 10 ppm, a 2,000 rpm, con un porcentaje de remoción de 45.28%.....	69

Figura 40: Mapeo elemental para Pb y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.10 g con el proceso de electroless deposition, a las condiciones de 10 ppm, 2,000 rpm con un porcentaje de remoción del 55.28%.....	70
Figura 41: Mapeo elemental para Pb y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.10 g con el proceso de <i>electroless deposition</i> , a las condiciones de 50 ppm, 1,000 rpm con un porcentaje de remoción del 45.43%.....	71
Figura 42: Mapeo elemental para Pb y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.10 g con el proceso de <i>electroless deposition</i> , a las condiciones de 100 ppm, 2,000 rpm con un porcentaje de remoción del 64.61%.....	71
Figura 43: Remoción de iones de Cu^{2+} empleando Fe como metal de sacrificio. Velocidad de rotación (0, 1,000, 2,000 rpm), $[\text{Cu}^{2+}] = 10$ ppm, 0.05 g de Fe y $t = 30$ min.....	83
Figura 44: Remoción de iones de Cu^{2+} empleando Fe como metal de sacrificio. Velocidad de rotación (0, 1,000, 2,000 rpm), $[\text{Cu}^{2+}] = 50$ ppm, 0.05 g de Fe y $t = 30$ min.....	84
Figura 45: Remoción de iones de Cu^{2+} empleando Fe como metal de sacrificio. Velocidad de rotación (0, 1,000, 2,000 rpm), $[\text{Cu}^{2+}] = 100$ ppm, 0.05 g de Fe y $t = 30$ min.....	84
Figura 46: Remoción de iones de Sn^{2+} empleando Fe como metal de sacrificio. Velocidad de rotación (0, 1,000, 2,000 rpm), $[\text{Sn}^{2+}] = 10$ ppm, 0.05 g de Fe y $t = 30$ min.....	85
Figura 47: Remoción de iones de Sn^{2+} empleando Fe como metal de sacrificio. Velocidad de rotación (0, 1,000, 2,000 rpm), $[\text{Sn}^{2+}] = 50$ ppm, 0.05 g de Fe y $t = 30$ min.....	86
Figura 48: Remoción de iones de Sn^{2+} empleando Fe como metal de sacrificio. Velocidad de rotación (0, 1,000, 2,000 rpm), $[\text{Sn}^{2+}] = 100$ ppm, 0.05 g de Fe y $t = 30$ min.....	86

Figura 49: Remoción de iones de Pb^{2+} empleando Fe como metal de sacrificio. Velocidad de rotación (0, 1,000, 2,000 rpm), $[Pb^{2+}] = 10$ ppm, 0.05 g de Fe y $t = 30$ min.....87

Figura 50: Remoción de iones de Pb^{2+} empleando Fe como metal de sacrificio. Velocidad de rotación (0, 1,000, 2,000 rpm), $[Pb^{2+}] = 50$ ppm, 0.05 g de Fe y $t = 30$ min.....88

Figura 51: Remoción de iones de Pb^{2+} empleando Fe como metal de sacrificio. Velocidad de rotación (0, 1,000, 2,000 rpm), $[Pb^{2+}] = 100$ ppm, 0.05 g de Fe y $t = 30$ min.....88

Figura 52: Escaneo de micrográficas electrónicas (SEM) del alambre de Fe de 0.05 g y una concentración de 10 ppm a Cu^{2+} : a) deposición a 1,000 rpm a 50 μm , b) deposición a 2,000 rpm a 50 μm , c) deposición a 1,000 rpm a 20 μm , d) deposición a 2,000 rpm a 20 μm89

Figura 53: Escaneo de micrográficas electrónicas (SEM) del alambre de Fe 0.05 g y una concentración de 50 ppm de Cu^{2+} : a) deposición a 1,000 rpm a 50 μm , b) deposición a 2,000 rpm a 50 μm , c) deposición de 1,000 rpm a 20 μm , d) deposición a 2,000 rpm a 20 μm90

Figura 54: Escaneo de micrográficas electrónicas (SEM) del alambre de Fe 0.05 g y una concentración de 100 ppm de Cu^{2+} : a) deposición a 1,000 rpm a 50 μm , b) deposición a 2,000 rpm a 50 μm , c) deposición de 1,000 rpm a 20 μm , d) deposición a 2,000 rpm a 20 μm91

Figura 55: Escaneo de micrográficas electrónicas (SEM) del alambre de Fe 0.10 g y una concentración de 10 ppm de Cu^{2+} : a) deposición a 1,000 rpm a 50 μm , b) deposición a 2,000 rpm a 50 μm , c) deposición de 1,000 rpm a 20 μm , d) deposición a 2,000 rpm a 20 μm92

Figura 56: Escaneo de micrográficas electrónicas (SEM) del alambre de Fe 0.10 g y una concentración de 50 ppm de Cu^{2+} : a) deposición a 1,000 rpm a 50 μm , b) deposición a 2,000 rpm a 50 μm , c) deposición de 1,000 rpm a 20 μm , d) deposición a 2,000 rpm a 20 μm93

Figura 57: Escaneo de micrográficas electrónicas (SEM) del alambre de Fe 0.05 g y una concentración de 10 ppm de Sn^{2+} : a) deposición a 1,000 rpm a 50 μm , b) deposición a 2,000 rpm a 50 μm , c) deposición de 1,000 rpm a 20 μm , d) deposición a 2,000 rpm a 20 μm94

Figura 58: Escaneo de micrográficas electrónicas (SEM) del alambre de Fe 0.05 g y una concentración de 50 ppm de Sn^{2+} : a) deposición a 1,000 rpm a 50 μm , b) deposición a 2,000 rpm a 50 μm , c) deposición de 1,000 rpm a 20 μm , d) deposición a 2,000 rpm a 20 μm95

Figura 59: Escaneo de micrográficas electrónicas (SEM) del alambre de Fe 0.05 g y una concentración de 100 ppm de Sn^{2+} : a) deposición a 1,000 rpm a 50 μm , b) deposición a 2,000 rpm a 50 μm , c) deposición de 1,000 rpm a 20 μm , d) deposición a 2,000 rpm a 20 μm96

Figura 60: Escaneo de micrográficas electrónicas (SEM) del alambre de Fe 0.10 g y una concentración de 50 ppm de Sn^{2+} : a) deposición a 1,000 rpm a 50 μm , b) deposición a 2,000 rpm a 50 μm , c) deposición de 1,000 rpm a 20 μm , d) deposición a 2,000 rpm a 20 μm97

Figura 61: Escaneo de micrográficas electrónicas (SEM) del alambre de Fe 0.10 g y una concentración de 100 ppm de Sn^{2+} : a) deposición a 1,000 rpm a 50 μm , b) deposición a 2,000 rpm a 50 μm , c) deposición de 1,000 rpm a 20 μm , d) deposición a 2,000 rpm a 20 μm98

Figura 62: Escaneo de micrográficas electrónicas (SEM) del alambre de Fe 0.05 g y una concentración de 10 ppm de Pb^{2+} : a) deposición a 1,000 rpm a 50 μm , b) deposición a 2,000 rpm a 50 μm , c) deposición de 1,000 rpm a 20 μm , d) deposición a 2,000 rpm a 20 μm99

Figura 63: Escaneo de micrográficas electrónicas (SEM) del alambre de Fe 0.05 g y una concentración de 50 ppm de Pb^{2+} : a) deposición a 1,000 rpm a 50 μm , b) deposición a 2,000 rpm a 50 μm , c) deposición de 1,000 rpm a 20 μm , d) deposición a 2,000 rpm a 20 μm100

Figura 64: Escaneo de micrográficas electrónicas (SEM) del alambre de Fe 0.05 g y una concentración de 100 ppm de Pb^{2+} : a) deposición a 1,000 rpm a 50 μm , b) deposición a 2,000 rpm a 50 μm , c) deposición de 1,000 rpm a 20 μm , d) deposición a 2,000 rpm a 20 μm	101
Figura 65: Escaneo de micrográficas electrónicas (SEM) del alambre de Fe 0.10 g y una concentración de 10 ppm de Pb^{2+} : a) deposición a 1,000 rpm a 50 μm , b) deposición a 2,000 rpm a 50 μm , c) deposición de 1,000 rpm a 20 μm , d) deposición a 2,000 rpm a 20 μm	102
Figura 66: Escaneo de micrográficas electrónicas (SEM) del alambre de Fe 0.10 g y una concentración de 50 ppm de Pb^{2+} : a) deposición a 1,000 rpm a 50 μm , b) deposición a 2,000 rpm a 50 μm , c) deposición de 1,000 rpm a 20 μm , d) deposición a 2,000 rpm a 20 μm	103
Figura 67: Mapeo elemental para Cu y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.05 g con el proceso de <i>electroless deposition</i> , a las condiciones de 10 ppm, 1,000 rpm con un porcentaje de remoción del 70.80%.....	104
Figura 68: Mapeo elemental para Cu y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.10 g con el proceso de <i>electroless deposition</i> , a las condiciones de 10 ppm, 1,000 rpm con un porcentaje de remoción del 86.57%.....	105
Figura 69: Mapeo elemental para Cu y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.05 g con el proceso de <i>electroless deposition</i> , a las condiciones de 50 ppm, 1,000 rpm con un porcentaje de remoción del 65.32%.....	105
Figura 70: Mapeo elemental para Cu y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.05 g con el proceso de <i>electroless deposition</i> , a las condiciones de 50 ppm, 2,000 rpm con un porcentaje de remoción del 79.36%.....	106
Figura 71: Mapeo elemental para Cu y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.05 g con el proceso de <i>electroless deposition</i> , a las condiciones de 100 ppm, 1,000 rpm con un porcentaje de remoción del 65.32%.....	106

Figura 72: Mapeo elemental para Cu y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.05 g con el proceso de <i>electroless deposition</i> , a las condiciones de 100 ppm, 2,000 rpm con un porcentaje de remoción del 79.36%.....	107
Figura 73: Mapeo elemental para Sn y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.05 g con el proceso de <i>electroless deposition</i> , a las condiciones de 10 ppm, 1,000 rpm con un porcentaje de remoción del 62.82%.....	108
Figura 74: Mapeo elemental para Sn y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.05 g con el proceso de <i>electroless deposition</i> , a las condiciones de 10 ppm, 2,000 rpm con un porcentaje de remoción del 56.84%.....	108
Figura 75: Mapeo elemental para Sn y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.05 g con el proceso de <i>electroless deposition</i> , a las condiciones de 50 ppm, 1,000 rpm con un porcentaje de remoción del 52.46%.....	109
Figura 76: Mapeo elemental para Sn y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.05 g con el proceso de <i>electroless deposition</i> , a las condiciones de 50 ppm, 2,000 rpm con un porcentaje de remoción del 54.13%.....	109
Figura 77: Mapeo elemental para Pb y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.05 g con el proceso de <i>electroless deposition</i> , a las condiciones de 10 ppm, 1,000 rpm con un porcentaje de remoción del 32.61%.....	110
Figura 78: Mapeo elemental para Pb y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.05 g con el proceso de <i>electroless deposition</i> , a las condiciones de 10 ppm, 2,000 rpm con un porcentaje de remoción del 30.02%.....	110
Figura 79: Mapeo elemental para Pb y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.05 g con el proceso de <i>electroless deposition</i> , a las condiciones de 50 ppm, 1,000 rpm con un porcentaje de remoción del 19.76%.....	111
Figura 80: Mapeo elemental para Pb y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.05 g con el proceso de <i>electroless deposition</i> , a las condiciones de 50 ppm, 2,000 rpm con un porcentaje de remoción del 65.59%.....	111

Figura 81: Mapeo elemental para Pb y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.05 g con el proceso de *electroless deposition*, a las condiciones de 100 ppm, 1,000 rpm con un porcentaje de remoción del 24.50%.....112

Figura 82: Mapeo elemental para Pb y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.05 g con el proceso de *electroless deposition*, a las condiciones de 100 ppm, 2,000 rpm con un porcentaje de remoción del 28.44%.....112

Índice de tablas

Tabla 1: Tablas de potenciales redox, la concentración de las especies disueltas es 1 M y la presión es de 1 atm para los gases, estos valores son a estado estándar [1].....	18
Tabla 2: Límites máximos permisibles de contaminantes tóxicos [2].....	31
Tabla 3: Tecnologías de remoción de metales pesados en el agua [3].....	32
Tabla 4: Diseño de experimentos para el proceso de <i>electroless deposition</i>	48
Tabla 4: Porcentajes de remoción de iones de Cu^{2+} , cada uno a 30 min, para cada uno de los diferentes parámetros de condición estudiados en la aplicación de <i>electroless deposition</i>	73

Dedicatoria

A mis padres

Lorena Audeves Luna y Joselito Audeves Sarmiento

Agradecimientos

Mi agradecimiento al Instituto Tecnológico de Tijuana que ha sido mi casa de estudios estos dos años y en especial al Posgrado en Ciencias de la Ingeniería, que me abrió sus puertas para realizar mis estudios de posgrado.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACyT), por su apoyo a través de la beca de manutención la cual facilito en gran medida la realización de este trabajo.

Un agradecimiento al Dr. Sergio Pérez Sicarios, por su orientación, conocimiento y experiencia para la elaboración de este trabajo, por su confianza de una vez más para seguir colaborando.

Al Dr. Shu Wai Lin, por sus comentarios y aportaciones hacia este trabajo de investigación y por su amable trato conmigo.

También quiero reconocer al Dr. Moisés Salazar Gastélum, como agradecimiento a su dedicación, orientación y comprensión para que todo saliera bien, por sus deseos de siempre verme mejor.

Un agradecimiento especial a la Dra. Mara Beltrán Gastélum por formar parte del comité revisor de este proyecto.

A mis compañeros de posgrado, por generar una experiencia integral, en especial a mis amigos Leonardo, Luis y Karlo.

yahreli andeves

Resumen

En este trabajo se propone la aplicación del proceso *electroless deposition* (deposición de iones metálicos sin electricidad), combinado con la técnica de centrifugación, con el objetivo de estudiar la remoción de iones de metales pesados como el Cu, Sn y Pb en soluciones acuosas. Se evaluaron tres diferentes de concentraciones (10, 50 y 100 ppm) en muestras sintéticas de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, SnCl_2 y $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, sometiéndolas a un tiempo de centrifugación de 30 min a cada una, a las velocidades de rotación de 0, 1,000 y 2,000 rpm, utilizándose como cátodo al Fe, en forma de alambre, con masas de 0.10 g y 0.05 g. Para las condiciones de 0.10 g de Fe y 100 ppm de Cu^{2+} se alcanzó un promedio del 96% de remoción de iones de Cu^{2+} a 2,000 rpm, para Sn^{2+} el 89% de remoción en 2,000 rpm para a la concentración de 10 ppm y 65% de remoción de iones de Pb^{2+} en 2,000 rpm a 100 ppm, con un área superficial de 57.94 cm^2 . Mientras que para la masa de 0.05 g de Fe se alcanzó el mejor promedio de 87% de remoción de iones de Cu^{2+} en 2,000 rpm y 10 ppm, para Sn^{2+} el mejor porcentaje de remoción obtenido fue de 88% a 2,000 rpm en 100 ppm y para Pb^{2+} el mejor porcentaje de remoción que se alcanzó fue de 66% a 2,000 rpm, de las tres condiciones de concentración estudiadas con un área superficial de 28.97 cm^2 en las tres condiciones estudiadas. En las micrografías de SEM se analizaron los alambres con y sin depósitos donde se visualizaron estructuras amorfas incrementando su diámetro de $39.10 \mu\text{m}$ inicial a el mejor diámetro alcanzado para Cu fue de $69.11 \mu\text{m}$, de $93.56 \mu\text{m}$ para Sn como su máximo y un $106.39 \mu\text{m}$ en Pb como su máximo diámetro, estos resultados dan a conocer a este método como una aplicación factible para la remoción de metales pesados en aguas residuales industriales.

Palabras clave: *electroless deposition, remoción de metales, deposición, remediación.*

Abstract

This work proposes the application of the electroless deposition process (deposition of metal ions without electricity), combined with the centrifugation technique, with the aim of studying the removal of heavy metal ions such as Cu, Sn and Pb in aqueous solutions. Three different concentrations (10, 50 and 100 ppm) were evaluated in synthetic samples of $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, SnCl_2 and $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, subjecting them to a centrifugation time of 30 min each, at rotation speeds of 0, 1,000 and 2,000 rpm, using Fe as cathode, in wire form, with masses of 0.10 g and 0.05 g. For the conditions of 0.10 g of Fe and 100 ppm of Cu^{2+} , an average of 96% removal of Cu^{2+} ions was reached at 2,000 rpm, for Sn^{2+} 89% removal at 2,000 rpm for the concentration of 10 ppm and 65% removal of Pb^{2+} ions at 2,000 rpm at 100 ppm, with a surface area of 57.94 cm^2 . While for the mass of 0.05 g of Fe the best average of 87% removal of Cu^{2+} ions was reached at 2,000 rpm and 10 ppm, for Sn^{2+} the best removal percentage obtained was 88% at 2,000 rpm at 100 ppm and for Pb^{2+} the best removal percentage that was reached was 66% at 2,000 rpm, of the three concentration conditions studied with a surface area of 28.97 cm^2 in the three conditions studied. In the SEM micrographs, the wires with and without deposits were analyzed where amorphous structures were visualized increasing their initial diameter from $39.10 \text{ }\mu\text{m}$ to the best diameter reached for Cu was $69.11 \text{ }\mu\text{m}$, $93.56 \text{ }\mu\text{m}$ for Sn as its maximum and $106.39 \text{ }\mu\text{m}$ in Pb as its maximum diameter, these results make this method known as a feasible application for the removal of heavy metals in industrial wastewater.

Keywords: *electroless deposition, metal removal, deposition, remediation.*

¡Maestros! Criarás a la nueva generación, devotos maestros y educadores de la república. Y la nueva generación será tu obra maestra, el valor del trabajo se calculará en proporción al grado de habilidad y sacrificio de usted. República: ¡Requiere protectores que sean mental, científica, físicamente fuertes y de alto carácter! Está en tus manos criar a la nueva generación con esta característica y habilidad... Tu éxito será el éxito de la República.

Mustafa Kemal Atatürk

I. Introducción

El acceso a agua limpia es un problema serio que afecta el bienestar físico y la economía de las comunidades, esta escasez es un fenómeno provocado directamente por los seres humanos.

Según las estimaciones de la Organización Mundial de la Salud, más de 2,100 millones de personas en el mundo están sin el acceso a fuentes adecuadas de agua potable [4]. En México, el 50% del agua utilizada se vierte en los ríos sin tratarse, poniendo en riesgo la flora y fauna de los ecosistemas e inclusive atentando contra la salud de las poblaciones aledañas, representando un problema crítico en la sociedad.

La Ley General de Equilibrio Ecológico y Protección al Ambiente (LGEEPA) establece que la prevención y control de la contaminación del agua, es fundamental para evitar que se reduzca su disponibilidad y para proteger los ecosistemas del país [5]. El agua concesionada está destinada el 76% al uso agrícola, 9% uso industrial y 14% al uso doméstico [6].

Para abordar estos problemas, *Pérez et al.* argumentaron que una gran cantidad de investigaciones deben llevarse a cabo para identificar nuevos métodos de tratamiento de aguas residuales a menor costo y con menos energía, al mismo tiempo, minimizando el uso de productos químicos y el impacto sobre el medio ambiente [7]. Algunos como, *Deviller et al. (2020)* predicen que los puntos críticos de estrés hídrico permanecerán, e incluso, se incrementará dadas las presiones continuas, como la expansión de la urbanización, el aumento de la población y el cambio climático [8]. Existen en la actualidad un amplio diseño de sistemas de tratamientos de aguas residuales con diversos componentes y modificaciones han sido evaluados para mejorar la eficiencia de la remoción de los metales pesados, esto evidencia la preocupación de las autoridades y de la comunidad científica por presentar soluciones a esta problemática.

Por otra parte, los metales pesados son sustancias tóxicas que tienden a persistir indefinidamente en el medio ambiente, comprometiendo la salud de las personas mediante su acumulación e ingreso a la cadena alimenticia, donde se destaca que las principales fuentes de contaminación por metales pesados provienen de la industria y de la minería.

Dentro de los principales sectores industriales que son fuente de contaminación de metales pesados se encuentran la minería, la industria del cemento, producción de acero, material fotográfico, fabricación de textiles, conservación de la madera entre otros.

La calidad de las aguas residuales tratadas que se descargan en otros cuerpos de agua lleva a un problema de dispersión de contaminantes, la implementación del uso de metales en los procesos industriales ha permitido que grandes concentraciones de residuos de metales pesados potencialmente tóxicos sean emitidas a la atmósfera y vertidos en ambientes acuáticos y terrestres.

Los efectos de la contaminación por metales pesados son dañinos en la salud humana, teniendo por origen a la contaminación del agua, tiene como riesgos significativos enfermedades como diarrea, infecciones, malnutrición, cáncer entre otras enfermedades, las cuales en la actualidad según la ONU aquejan alrededor de 1.7 millones de muertos al año en zonas donde se encuentra una gran actividad industrial pero que carecen de sistemas eficaces de gestión de aguas residuales, debido a su poca importancia y que atentan con el bienestar de la salud pública.

La clasificación de las técnicas, de acuerdo a lo reportado por *Caviedes*, para el tratamiento de metales pesados en las aguas residuales depende de diferentes factores, clasificándolas como convencionales a las técnicas que habitualmente se emplean para la remoción de estos contaminantes, y las no convencionales, a aquellas que corresponden a procesos innovadores para la eliminación de metales en aguas residuales, generalmente de uso industrial [3].

Entre los diversos métodos existentes podemos encontrar a la precipitación, la coagulación, filtración, tecnologías de membranas, tratamientos electroquímicos, adsorción y bioadsorción, todos sin duda tecnologías que han tenido una gran valoración en la actualidad para ser alternativas sofisticadas y con grandes índices de remoción en los metales pesados pero que han resultado bastantes costosos e ineficientes especialmente cuando la concentración de los metales es muy baja, además de la formación, disposición y almacenamiento de lodos y desechos originados durante los procesos lo cual se convierte en un problema mayor a resolver.

Una tecnología ampliamente usada en aplicaciones modernas para la recuperación de metales o en el tratamiento de aguas residuales, son los procesos electrolíticos que se fundamentan en la electrólisis, en donde se genera una solución conductora de electricidad cuando un electrolito se disuelve en agua o en otro solvente polar.

Otra tecnología emergente es la *electroless deposition* o deposición no electrolítica que postula *Lin y Félix*, siendo un método de deposición sin uso de energía eléctrica por una fuente externa, que implica iones de metales reducibles en la solución y metales "menos nobles" soportados en un sustrato, que son los responsables de la reducción de iones metálicos. Como

resultado, se forma una capa de metal noble en una partícula de metal menos noble, es así como la *electroless deposition* emplea un proceso innovador para la remoción de iones de metales pesados en las aguas residuales industriales [9].

La eliminación de iones de metales pesados diluidos en el agua residual mediante la combinación de dos fundamentos importantes, como la *electroless deposition*, utilizando el efecto de la fuerza centrífuga dentro del sistema, constituye una aplicación novedosa, es decir, cuando una solución se somete a una acción giratoria, las partículas de mayor densidad que el agua pura se ven obligadas a moverse hacia afuera debido a la acción de la fuerza centrífuga, finalmente, estas partículas se depositan en la región inferior del recipiente (tubo de centrífuga) [9]. Esta técnica de separación es un proceso dependiente de la densidad, usualmente la densidad de los iones de metales pesados es mucho mayor que la del agua, por lo que se colocan en el extremo del tubo de centrífuga los iones de metales pesados y sus contra iones, alcanzando una concentración mucho más alta en el fondo del tubo de centrífuga, donde se encuentra el metal de sacrificio, esto favorece en gran medida la tasa de remoción de iones de metales pesados en el agua residual industrial.

El proceso de *electroless deposition* emplea los fundamentos de la termodinámica, específicamente con la energía libre de Gibbs, ya que la fuerza motriz del proceso está determinada por los potenciales estándar de reducción y el efecto de la fuerza centrífuga, para eliminar los metales pesados del agua como una innovadora alternativa para la separación de los metales pesados del agua de uso industrial.

En las últimas décadas se han emprendido acciones encaminadas a promover la concientización, construir un compromiso político y activar la acción sobre cuestiones críticas del agua en todos los niveles para facilitar la conservación, protección y desarrollo de procesos de tratamiento de agua para que sea un beneficio sostenible para todos en el planeta para el 2030, se plantearon objetivos de desarrollo sostenibles a nivel mundial donde juntos estamos trabajando para cumplir en reducir sustancialmente el número de muertos y enfermedades producida por productos químicos peligrosos, además de tener agua limpia y un buen saneamiento para todos en el planeta.

II. Antecedentes

2.1 Electroquímica

Como expresa *Kempler et. al*, la electroquímica subyace en aspectos críticos de la civilización moderna y es esencial para mitigar el cambio climático [10]. La electroquímica es una rama de la química que estudia la transformación entre la energía eléctrica y la energía química, así como la producción de corriente eléctrica, mediante reacciones químicas [11].

Una celda electroquímica es un dispositivo experimental que permite generar electricidad mediante una reacción redox espontánea. Existen dos tipos de celdas electroquímicas, las galvánicas y las electrolíticas como se muestra en (Figura 1), las celdas electrolíticas están compuestas por un ánodo y un cátodo que se sumergen en una solución acuosa, y sus electrodos pueden estar constituidos por un mismo metal o diferentes metales.

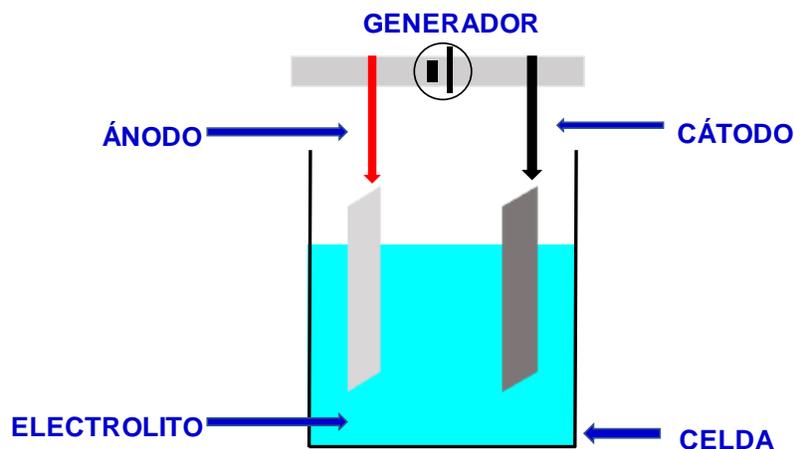


Figura 1: Esquema de las partes que conforman una celda electrolítica.

La celda electroquímica se representa mediante un diagrama que muestra la forma oxidada y reducida de la sustancia electroactiva [1], las celdas se dividen en celdas primarias, secundarias y de combustible [1]. Existen dos tipos de reacciones dentro de las celdas electroquímicas, el fenómeno de electrólisis produce un cambio químico a través de la energía eléctrica y las reacciones redox espontáneas, estas últimas son generadas gracias a la conversión de energía química que tiene cada especie.

El proceso de *electroless deposition* (deposición sin electrodos, deposición no electrolítica, deposición sin electricidad, etc.) implica un fenómeno de transferencia de carga y, como tal, debe considerarse como un proceso electroquímico [12]; el mecanismo electroquímico asume que la reacción de deposición de metal depositado se puede separar en dos medias reacciones, una semirreacción de oxidación y una semirreacción de reducción [13], este proceso también se desarrolla bajo los términos de fuerza electromotriz o *fem* y el potencial de celda, los cuales constituyen la fuerza impulsora del proceso de deposición.

2.2 Ecuación de Nernst

Nernst fue el primero en obtener una ecuación tipo análoga, que relaciona el potencial de celda con la actividad de iones de metal en una solución, de este modo, bajo condiciones de equilibrio termodinámico en la interfase electrodo-solución, el trabajo de transporte del ion, desde el metal hasta la solución o viceversa es igual a cero, en realidad en la interfase electrodo-solución existe no sólo equilibrio iónico, sino también equilibrio electrónico.

Realmente, al estudiar el equilibrio electródico en un sistema (Reducida [Red] + oxidada [Ox]) de la sustancia, puede obtenerse fácilmente la ecuación para la diferencia de potencial de los extremos del circuito, suponiendo que el paso Ox \leftrightarrow Red en la solución se realiza con participación de electrones solvatados y que se establece equilibrio entre electrones solvatados y electrones de la fase metálica [14].

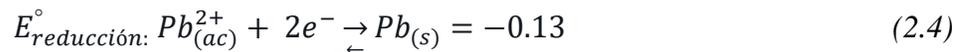
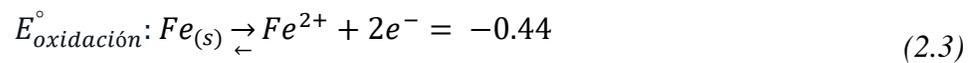
La ecuación de Nernst se utiliza para calcular el potencial de reducción de una especie fuera de las condiciones del estado estándar, la energía de reacción se expresa de acuerdo con la ecuación (2.1):

$$E = E^{\circ} + \frac{RT}{nF} \ln Q \quad (2.1)$$

Donde Q es el cociente propio de las actividades de las especies involucradas en el proceso redox (oxidante y reductora), y el potencial estándar de la celda está relacionado con la energía libre de Gibbs por la ecuación (2.2):

$$\Delta G^{\circ} = -nFE^{\circ} \quad (2.2)$$

La ecuación de Nernst relaciona el potencial de la celda ecuación (2.5) con un valor de potencial en estado estándar, “ E° ” y las actividades de las especies que toman parte en la reacción de celda. Conociendo los valores de E° y las actividades, podemos calcular el potencial de la celda [1]. Para determinar si la reacción es espontánea se puede utilizar el valor de E , donde es necesario conocer los valores de E° y $\ln Q$ en la ecuación (2.6) y sustituir el valor de E° en la ecuación (2.2). A continuación, se establece la termodinámica de la celda para el proceso *electroless deposition* de Pb sobre Fe, como metal de sacrificio en las ecuaciones (2.3) y (2.4):



$$E_{Celda}^\circ = (-0.44) - (-0.13) = -0.31 \text{ V} \quad (2.5)$$

2.3 Electrones en metales

Las partes metálicas de un sistema se pueden eliminar por su potencial eléctrico, dado que con frecuencia comparamos potenciales eléctricos de dos alambres diferentes de la misma composición; sin embargo, es evidente que la división del potencial químico en una parte “química” y una parte “eléctrica” dentro de una pieza única de metal, como la parte química de la tendencia de escape proviene de las interacciones de las partículas cargadas eléctricamente que componen cualquier porción de materia, no hay forma de determinar en una porción única de materia dónde cesa la parte “química” y dónde comienza la parte “eléctrica” [1].

La definición arbitraria implícita en la ecuación (2.6) simplifica la forma de potencial químico del ion metálico en un metal, en cualquier metal existe un equilibrio entre los átomos del metal (M) y los iones metálicos M^{Z+} y los electrones:



2.4 Teoría de la doble capa

Cuando un metal se sumerge en un electrolito, se produce una distribución de cargas que puede ser atribuida a diferentes fenómenos:

- Orientación de dipolos en la interfase metal-solución.
- Transferencia de carga a través de la interfase.
- Adsorción de iones en la interfase.

En la interfase metal-electrolito se forman dos capas cargadas con signo opuesto que se mantienen a una cierta distancia una de la otra y juntas forman lo que se denomina doble capa. Esta es la causa por la que se crea una diferencia de potencial en la interfase.

Posteriormente se demostró que se ajusta más a la realidad la existencia de una capa difusa, ya que se existe un cierto movimiento de iones producido por la diferencia de presión osmótica entre la zona próxima al metal y la zona del interior de la solución [15].

2.4.1 Modelo Helmholtz-Perrin

Helmholtz (1879) propuso el primer modelo de la doble capa eléctrica en el cual concibió la separación de carga en la interfase metal-electrolito y propuso que la carga en la solución se encuentra adyacente a la superficie del electrodo, de manera que existen dos planos de carga con polaridad distinta separados por una distancia de orden molecular [16].

El modelo de Helmholtz consiste en los iones solvatados de la doble capa se sitúan ordenadamente sobre la superficie del electrodo manteniéndose separados de él mediante sus esferas de hidratación, para establecer la distancia relativa de los iones a la superficie del electrodo se utiliza como referencia el plano externo de Helmholtz “d”, el cuál pasa a través de los iones solvatados, cuando los iones quedan unidos a la superficie del electrodo forman parte del plano interno de Helmholtz [17].

La doble capa en una interfase metal-disolución consiste, en la existencia de exceso de electrones sobre el metal y otros iones del lado de la solución con iones de carga opuesta, que se comporta como un condensador de placas paralelas, al lugar geométrico ocupado por los centros de los iones se le conoce como plano interno de Helmholtz (1) como se muestra en la (Figura 2), el punto 2 se refiere el plano externo de Helmholtz, el punto 3 a la capa difusa, el punto 4 a los

iones solvatados (cationes), el punto 5 los iones adsorbidos específicamente y el punto 6 las moléculas del solvente electrolítico, siendo los puntos característicos estudiados por Helmholtz en su modelo.

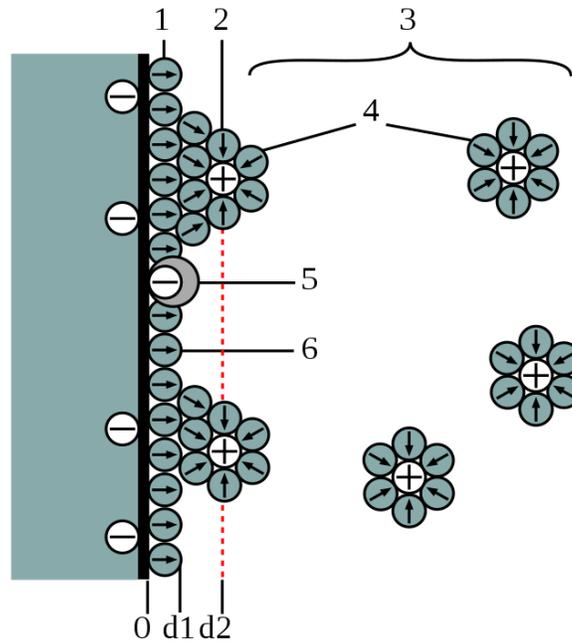


Figura 2: Representación esquemática del modelo de doble capa en una interfase electrodo solución de Helmholtz-Perrier.

2.4.2 Modelo de Gouy-Chapman

Gouy y Chapman establecieron un modelo en el cual no se consideraba una distribución de cargas compactas, sino una zona difusa semejante a una nube formada por un gradiente de partículas puntuales de carga contraria a la del electrodo, cuya densidad disminuye con la distancia del electrodo [18].

En el modelo de Gouy-Chapman se consideran también las fuerzas entre los iones de la disolución y la agitación térmica, que tienden a romper el orden creado por la interacción con el electrodo. La disposición rígida de los iones en la disolución a una cierta distancia d del electrodo, se convierte ahora en una estructura difusa, de tal forma que el exceso de carga iónica de la disolución no se encuentra localizada en la inmediata vecindad de la superficie del electrodo, sino que se distribuye gradualmente desde dicha superficie hasta el seno de la disolución.

El modelo de Gouy-Chapman sólo considera la acción de fuerzas electrostáticas y trata a los contraiones como partículas puntuales [19]. Estos modelos proponen que las superficies sólidas con carga positiva o negativa tenderán a atraer iones de signo contrario (contraiones), que neutralicen la carga [19], considera a los iones situados en una capa difusa como cargas puntuales que obedecen la ley de distribución y que el trabajo necesario para transportar un mol de iones desde el seno de la disolución hasta el punto situado en la capa difusa representa un potencial interno en el seno de la disolución, dependiendo de la distancia del electrodo y la concentración del ion de la disolución.

Sin embargo, este modelo no sirve para explicar los fenómenos de electrocapilaridad, en realidad solo se aplica para concentraciones muy bajas de iones [18].

2.4.3 Modelo de Stern

El modelo de Gouy-Chapman no tuvieron consideración de las fuerzas de adsorción y el radio de los contraiones, los iones tienen tamaño finito y no pueden acercarse a la superficie más allá de su radio iónico, si los iones están solvatados el espesor de la primera capa de solvente debe adicionarse al radio iónico y también debe considerarse un espesor extra cuando existe solvente adsorbido en la superficie del electrodo [16], este modelo es apropiado para concentraciones de electrolito altas y potenciales altos.

Entonces la distribución continua de carga está cortada en el plano de máxima aproximación y en consecuencia la doble capa queda dividida en dos regiones como se muestra en la (Figura 3): Capa compacta (Capa de Helmholtz o capa interna) y capa difusa (se extiende desde el plano de máxima aproximación hasta el seno de la disolución) [19], esto gracias a la presencia de iones adsorbidos específicamente junto al metal modificado.

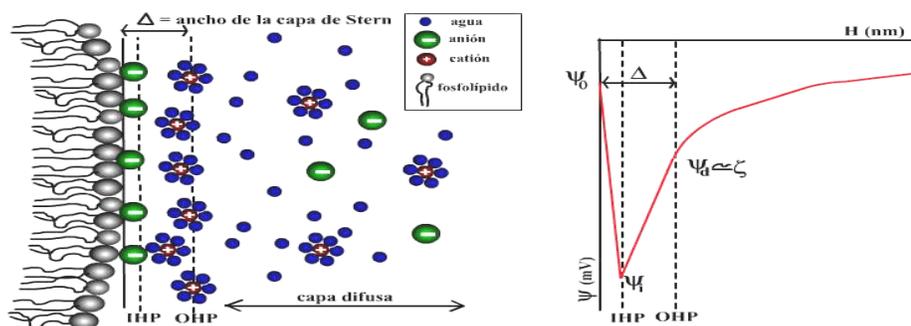


Figura 3: Esquema de la doble capa difusa del modelo de Stern.

2.5 Descripción de la atmosfera iónica

2.5.1 Teoría de la interacción ion-ion

Anteriormente se estableció que las interacciones electrostáticas entre iones son las principales responsables de las desviaciones de la idealidad de las disoluciones iónicas, esta característica dominante es la base de la teoría de Debye-Hückel de las disoluciones iónicas, desarrollada por P. Debye y E. Hückel en 1923 [20].

Los iones de carga opuesta se atraen, por lo tanto, resulta más probable encontrar aniones cerca de los cationes en la disolución y viceversa. Globalmente la disolución es neutra, de acuerdo al principio de electro neutralidad, pero cerca de un ion dado existe un exceso de contraiones (iones de carga opuesta), por lo que, es más probable que alrededor de un ion dado se encuentren un mayor número de relativo de contraiones, con respecto al ion central [20].

Esta atmosfera iónica, en la que los contraiones superan en número a los iones de carga igual a la del ion central, tiene una carga neta igual en magnitud pero de signo opuesto a la de ion central y recibe nombre de atmósfera iónica [21].

La interacción electrostática de un ion central con la atmósfera iónica provoca la disminución de la energía y, por tanto, del potencial químico [20]. Las desviaciones que se dan en el comportamiento de las soluciones electrolíticas, son el resultado de las interacciones entre las especies iónicas y, por otro lado, de los efectos de las moléculas del solvente polar que solvatan a dichas especies, permitiendo el libre movimiento en la solución [21].

Las desviaciones del comportamiento ideal se vuelven más notables a medida que la concentración de los iones aumenta, dado que todos estos efectos se vuelven más intensos. Los electrolitos fuertes se encuentran totalmente disociados, por ello, el efecto de la molécula polar del solvente en una solución electrolítica, es en realidad debilitar las fuerzas inter iónicas [21].

Se sabe que las soluciones reales difieren de las ideales, es un hecho que, en estas últimas, no se toman en cuenta las interacciones antes mencionadas, dando como resultado la presencia de una energía de interacción entre sus especies constituyentes. Los coeficientes de actividad iónicos pueden relacionarse con la energía parcial de interacción, ΔU_j , a través de los potenciales químicos de los iones [21].

2.5.2 Efectos inter-iónicos en las soluciones electrolíticas

P. Debye y E. Hückel (1923), trabajaron en el fenómeno de las interacciones iónicas, sobre la base de que los iones en solución se encuentran rodeados de un exceso de iones de carga opuesta (atmósfera iónica) que limita su movimiento, este movimiento se ve limitado en dos aspectos: la atmósfera iónica es deformada cuando el ion central se mueve, de manera que su centro se encuentra detrás del ion, y el movimiento de éste es retardado por la atmósfera (efecto de relajación) al tener carga opuesta a la del ion central, tenderá a moverse en sentido contrario a la del ion, debido al campo eléctrico durante la migración (efecto electroforético). Las atracciones interiónicas y el efecto del solvente son, en esencia, la causa de la desviación que sufren los electrolitos del comportamiento ideal [21].

La fuerza iónica (I), es una medida adecuada del efecto de las interacciones ion-ion y ion-solvente, en una solución electrolítica. La fuerza iónica se define como el promedio de la sumatoria de la concentración molar de cada tipo de ión (C_i), multiplicada por el cuadrado de la carga de cada tipo de ión (Z_i^2), matemáticamente se expresa de acuerdo con la ecuación (2.7):

$$I = \frac{1}{2} \sum_i C_i Z_i^2 \quad (2.7)$$

2.5.3 Teoría de Debye-Hückel

Para describir la interacción ion-ion es indispensable conocer la distribución de los iones en la solución y la naturaleza de las fuerzas que actúan entre ellos, por lo tanto, las interacciones entre iones son tan intensas que la aproximación de reemplazar las actividades por concentración es válida sólo bajo condiciones de disoluciones muy diluidas. El largo de alcance e intensidad de las interacciones electrostáticas entre iones son los principales responsables de las desviaciones de la idealidad de las disoluciones iónicas, muy por encima del resto de contribuciones, esta característica importante es la base de la teoría de Debye-Hückel [11], en la (Figura 4) se muestra la distribución iónica de los cationes y aniones mostrando su movimiento alrededor del núcleo.

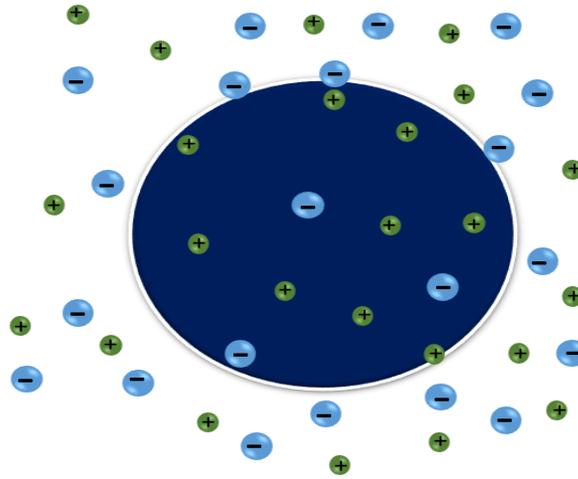


Figura 4: Tendencia de los aniones a colocarse alrededor de los cationes y los cationes alrededor de los aniones, los aniones se mueven sin par, por lo que el dibujo representa el promedio temporal del movimiento.

Se elige entre todos los iones que componen la atmósfera iónica al llamado ion central, considerándolo inmóvil. El carácter de esa distribución lo condiciona, en primer término, el campo del ion central, por eso cuanto más cerca se encuentre el ion central, será mayor la probabilidad de encontrar un ion del signo contrario, el ion central se diría está rodeado de una atmósfera iónica. Al movimiento térmico de los iones en la atmósfera iónica se debe el hecho de que las cargas discontinuas de los mismos iones parecen difusas, por lo que es posible modelar, durante un lapso de tiempo, una atmósfera iónica compuesta de iones aislados como atmósfera de carga difusa extendida, cuya densidad disminuye al alejarse del ion central [14].

2.6 La energía libre de Gibbs

La segunda ley de la termodinámica indica que una reacción espontánea permite que la entropía del universo se incremente [22], es decir, a temperatura y presión constantes, el cambio espontáneo se produce en la dirección que conlleva una disminución de la energía libre de Gibbs [20].

El cambio de la energía libre de Gibbs (ΔG) de un sistema para un proceso a temperatura constantes se establece de acuerdo con la ecuación (2.8):

$$\Delta G = \Delta H - T\Delta S \quad (2.8)$$

Donde la energía libre de Gibbs se define como la energía disponible para realizar un trabajo. Si en una reacción particular se libera energía útil, es decir su ΔG es negativo, este hecho, por sí solo, garantiza que la reacción es espontánea.

Es posible asumir que las condiciones de la espontaneidad y el equilibrio a temperatura y presión constantes en términos de ΔG como sigue:

$\Delta G < 0$ La reacción es espontánea en la dirección directa.

$\Delta G > 0$ La reacción no es espontánea.

$\Delta G = 0$ El sistema está en equilibrio. No hay un cambio neto.

La energía de Gibbs corresponde principalmente a la energía de interacción de las cargas eléctricas en los iones [1], las reacciones en las que $\Delta G < 0$ se denominan exergónicas (producción de trabajo) [20].

2.7 Potencial estándar de reducción

Los potenciales estándar de electrodo, determinados experimentalmente con respecto al electrodo estándar de hidrógeno, se agrupan conforme a su valor y su signo, como se puede ver en la Tabla 1, para cada reacción redox (semirreacción o reacción de media celda).

De acuerdo con la convención de la Unión Internacional de Química Pura y Aplicada (IUPAC, por sus siglas en inglés), todas las semirreacciones corresponden a la reacción de reducción para cada sistema electroquímico, y los valores van en orden creciente del valor de potencial para la semirreacción de reducción de hidrógeno ($E^\circ = 0.000 \text{ V}$) y el resto de reacciones con valores de potencial positivos [22]. Por otro lado, los valores negativos por debajo del valor de la semirreacción de reducción de hidrógeno corresponden a procesos en donde la reacción se comportaría como una semi celda de oxidación con respecto al hidrógeno [23].

La adición de ligandos en la solución de deposición puede reducir la diferencia entre los potenciales redox del agente reductor y el metal, debido a la disminución del potencial redox del metal por la formación del complejo [13]. Se puede calcular la constante de equilibrio para

cualquier reacción a partir del potencial de celda en condiciones estándar, el cual puede obtenerse utilizando los valores tabulados de los potenciales estándar de media celda, el método es el siguiente [1]:

- a) División de la reacción de celda en dos reacciones de media celda.
- b) Como primera reacción de media celda (el electrodo de la derecha) se elige la especie oxidada situada en el lado de los reactivos de la reacción de celda y se describe el equilibrio con la especie reducida apropiada.
- c) Como segunda reacción de media celda (el electrodo de la izquierda) se elige la especie oxidada situada en el lado de los productos en la reacción de celda y se escribe el equilibrio con la especie reducida apropiada.

Se escriben ambas reacciones de media celda con los electrones en el lado de los reactivos y se despeja con la ecuación (2.5), la diferencia entre los potenciales redox del agente reductor y el metal no debe de ser muy grande para obtener películas delgadas de metal [13]. En la (Tabla 1) se muestran semirreacciones y sus los potenciales redox en estado estándar.

Tabla 5: Tablas de potenciales redox, la concentración de las especies disueltas es 1 M y la presión es de 1 atm para los gases, estos valores son a estado estándar [1].

Semirreacción Producida en el Electrodo	Potencial Estándar Reducción, E (V)	Comportamiento de la Especie del Electrodo	
$F_2 + 2e \leftrightarrow 2F^-$	2.87	<p style="text-align: center;">ESPECIES OXIDANTES FRENTE AL ELECTRODO DE HIDROGENO PRODUCEN LA REACCION $H_2 \leftrightarrow 2H^+ + 2e$ Y EN EL PROCESO SE PEDUCEN (SEMIRREACCION DE REDUCCION: CATODO)</p>	
$Co^{3+} + 1e \leftrightarrow Co^{2+}$	1.82		
$H_2O_2 + 2H^+ + 2e \leftrightarrow 2H_2O$	1.8		
$MnO_4^- + 4H^+ + 3e \leftrightarrow MnO_2 + 2H_2O$	1.68		
$Ce^{4+} + 1e \leftrightarrow Ce^{3+}$	1.61		
$MnO_4^- + 8H^+ + 5e \leftrightarrow Mn^{2+} + 4H_2O$	1.49		
$ClO_4^- + 8H^+ + 8e \leftrightarrow Cl^- + 4H_2O$	1.37		
$Cl_2 + 2e \leftrightarrow 2Cl^-$	1.36		
$Cr_2O_7^{2-} + 14H^+ + 6e \leftrightarrow 2Cr^{3+} + 7H_2O$	1.33		
$Au^{3+} + 3e \leftrightarrow Au$	1.31		
$O_2 + 4H^+ + 4e \leftrightarrow 2H_2O$	1.23		
$MnO_2 + 4H^+ + 2e \leftrightarrow Mn^{2+} + 2H_2O$	1.21		
$2IO_3^- + 12H^+ + 10e \leftrightarrow I_2 + 6H_2O$	1.19		
$IO_3^- + 6H^+ + 6e \leftrightarrow I^- + 3H_2O$	1.08		
$Br_2(l) + 2e \leftrightarrow Br^-$	1.06		
$NO_3^- + 4H^+ + 3e \leftrightarrow NO + 2H_2O$	0.96		
$Hg^{2+} + 2e \leftrightarrow Hg$	0.9		
$ClO^- + H_2O + 2e \leftrightarrow Cl^- + 2OH^-$	0.9		
$Hg^{2+} + 2e \leftrightarrow Hg$	0.85		
$Ag^+ + e \leftrightarrow Ag$	0.8		
$Hg_2^{2+} + 2e \leftrightarrow 2Hg$	0.8		
$NO_3^- + 2H^+ + 1e \leftrightarrow NO_2 + 2H_2O$	0.78		
$F^{3+} + 1e \leftrightarrow Fe^{2+}$	0.77		
$O_2 + 2H^+ + 2e \leftrightarrow H_2O_2$	0.68		
$MnO_4^- + 1e \leftrightarrow MnO_4^{2-}$	0.56		
$I_2 + 2e \leftrightarrow 2I^-$	0.53		
$Cu^+ + 1e \leftrightarrow Cu$	0.52		
$Cu^{2+} + 2e \leftrightarrow Cu$	0.34		
$Cu^{2+} + 1e \leftrightarrow Cu^+$	0.16		
$Sn^{4+} + 2e \leftrightarrow Sn^{2+}$	0.15		
$2H^+ + 2e \leftrightarrow H_2$	0		Electrodo referencia hidrogeno Potencial 0.00V tomado arbitrariamente
$Fe^{3+} + 3e \leftrightarrow Fe$	-0.04		<p style="text-align: center;">ESPECIES REDUCTORAS FRENTE AL ELECTRODO DE HIDROGENO PRODUCEN LA REACCION DE $2H^+ + 2e \leftrightarrow H_2$ Y EN EL PROCESO SE OXIDAN (SEMIRREACCION DE OXIDACION, ANODO)</p>
$Pb^{2+} + 2e \leftrightarrow Pb$	-0.13		
$Sn^{2+} + 2e \leftrightarrow Sn$	-0.14		
$Ni^{2+} + 2e \leftrightarrow Ni$	-0.23		
$Co^{2+} + 2e \leftrightarrow Co$	-0.28		
$Cd^{2+} + 2e \leftrightarrow Cd$	-0.4		
$Cr^{3+} + 1e \leftrightarrow Cr^{2+}$	-0.41		
$Fe^{2+} + 2e \leftrightarrow Fe$	-0.44		
$Cr^{3+} + 3e \leftrightarrow Cr$	-0.74		
$Zn^{2+} + 2e \leftrightarrow Zn$	-0.76		
$Mn^{2+} + 2e \leftrightarrow Mn$	-1.03		
$Al^{3+} + 3e \leftrightarrow Al$	-1.67		
$Ce^{3+} + 3e \leftrightarrow Ce$	-2.33		
$Mg^{2+} + 2e \leftrightarrow Mg$	-2.37		
$Na^+ + 1e \leftrightarrow Na$	-2.71		
$Ca^{2+} + 2e \leftrightarrow Ca$	-2.76		
$Ba^{2+} + 2e \leftrightarrow Ba$	-2.9		
$K^+ + 1e \leftrightarrow K$	-2.92		
$Li^+ + 1e \leftrightarrow Li$	-3.04		



2.8 Espontaneidad de las reacciones redox

Las transformaciones irreversibles son cambios reales, naturales o espontáneos. Cuando las reacciones llegan a un equilibrio químico se clasifican en dos grupos, (i) homogéneos y (ii) heterogéneos [1]. En una celda electroquímica, la energía química se transforma en energía que es el producto de la *fem* de la celda por la carga eléctrica total (culombios) que pasa a través de la celda, como se muestra en la ecuación (2.9):

$$\text{Energía eléctrica} = \text{Diferencia de potencial} \times \text{carga eléctrica} = \text{Joules (J)} \quad (2.9)$$

La carga total está determinada por el número de moles de los electrones (n) que pasan a través del circuito y los equivalentes-gramo de un proceso redox, por definición en la ecuación (2.10):

$$\text{Carga total} = Nf \quad (2.10)$$

Donde F , es la constante de Faraday, que es la carga eléctrica contenida en 1 mol de electrones. La *fem* medida es el voltaje máximo que se puede alcanzar en la celda, este valor permite calcular la cantidad máxima de energía que es posible obtener de la reacción química.

El signo negativo indica que el sistema hace el trabajo eléctrico sobre los alrededores como muestra la (Figura 5) por convención, la *fem* se tabula siempre con potenciales de reducción, sin embargo, en todo proceso redox, la *fem* viene determinada por los potenciales de celda de las dos semirreacciones que constituyen la reacción electroquímica (tanto oxidación, como reducción) [24].

El potencial estándar de una semirreacción se puede estimar a través de la ecuación (2.5) y es una propiedad intensiva, debido a que ΔG° y n son cantidades extensivas [24], por lo tanto, E° no cambia si todos los coeficientes estequiométricos se multiplican por un entero, por lo tanto, la expresión para determinar el potencial de una celda para las reacciones espontaneas se calcula de acuerdo a la ecuación (2.11):

$$E_{\text{celda}}^\circ = E_{\text{reducción}}^\circ - E_{\text{oxidación}}^\circ \quad (2.11)$$

Refiriéndose a las transformaciones en dirección natural como cambios espontáneos y a la desigualdad como condición de espontaneidad [1].

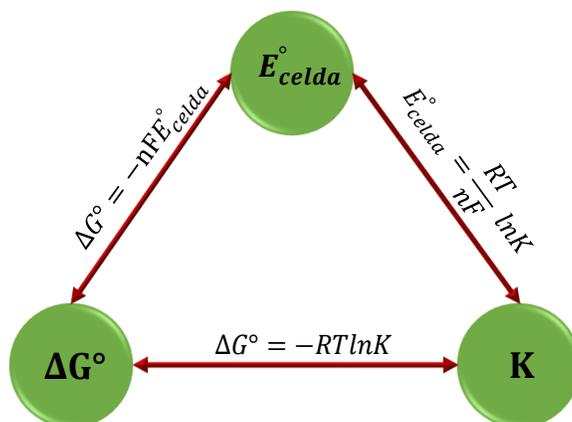


Figura 5: Relación entre E°_{celda} , K y ΔG° .

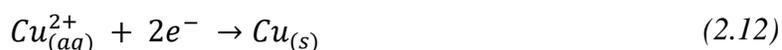
2.9 Reacciones redox

Las reacciones redox son las reacciones que involucran cambios en el número de oxidación de las especies involucradas [25], este proceso dependerá del compuesto iónico, además, establece que los procesos redox en ambas zonas ocurren a la misma velocidad sobre la superficie metálica.

Las reacciones redox se consideran como reacciones de transferencia de electrones, el término reacción de oxidación se refiere a la semirreacción que implica la pérdida de electrones, una reacción de reducción es una semirreacción que implica una ganancia de electrones.

Para tener un seguimiento de los electrones en las reacciones redox, es conveniente asignar números de oxidación a los reactivos y productos, el número de oxidación de una especie, también llamado estado de oxidación, significa el número de cargas que tendría dicha especie en una molécula (o en un compuesto iónico) si los electrones fueran transferidos completamente [1]; los números de oxidación permiten identificar, los elementos que se han oxidado y reducido, como se muestra el ejemplo para el Cu en la ecuación (2.12).

Cualquier reacción redox se puede expresar como una diferencia de dos semirreacciones de reducción, que son reacciones hipotéticas que muestran la ganancia de electrones [20].



El potencial del electrodo en una reacción redox está relacionado con la energía libre de Gibbs [13], junto con la velocidad pueden ser útiles para predecir la tendencia de la reacción electroquímica. Por convención, la *fem* estándar de la celda (E°_{celda}) de la ecuación **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.** resulta de las contribuciones del ánodo (proceso de oxidación) y del cátodo (proceso de reducción), establecido en la ecuación (2.3) y (2.4).

Donde $E^{\circ}_{reducción}$ y $E^{\circ}_{oxidación}$ son los potenciales en estado estándar de reducción de las especies redox, el signo de la *fem* de una celda se utiliza para predecir si una reacción redox es espontánea (Figura 6).

Cuando E° es positivo en una semirreacción, significa que el reactivo se comportará como un agente oxidante, porque tiene tendencia a reducirse. Por el contrario, si E° es negativo en una semirreacción, el reactivo se comportará como un agente oxidante más débil, porque es la especie más difícil de reducir. En un proceso en el cual, la suma algebraica de los potenciales de celda del proceso redox global es positivo, entonces el proceso será espontaneo. Por otro lado, cuando la suma algebraica de los potenciales de celda del proceso redox global es negativo, entonces el proceso es no espontaneo.

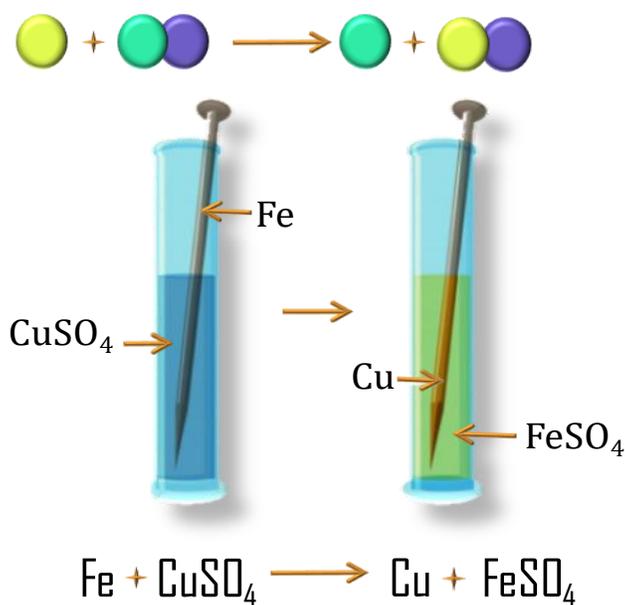


Figura 6: Reacción del proceso *electroless deposition* de $CuSO_4$ sobre Fe como metal.

2.10 Influencia del pH

Cuando un ion H^+ está presente en una reacción redox, el pH influye cualquiera que sea su valor, de manera general, el sistema es más oxidante en medio ácido y más reductor en medio alcalino. Este también puede influir si se produce la precipitación de alguno de los iones, alterando la relación de concentraciones de las especies involucradas, por eso los sistemas son más oxidantes en medio ácido que en medio alcalino. Un diagrama de Pourbaix es un gráfico que muestra, no solamente cómo varía el potencial de un par con el pH, sino también las especies reales que existen a cada pH y los posibles pares redox que participan, las regiones en el diagrama (Figura 7), indican las condiciones de pH y potencial bajo las cuales una especie en particular es estable.

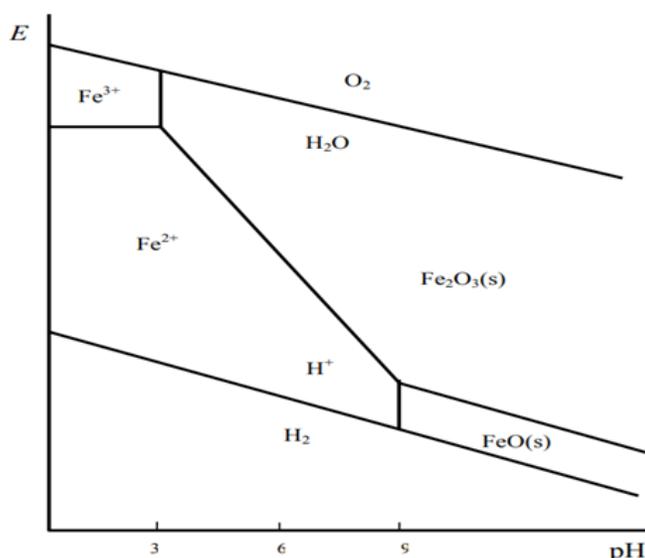


Figura 7: Diagrama de Pourbaix para especies de Fe.

2.11 Electroless deposition

La reacción de deposición no electrolítica o “*electroless deposition*”, normalmente se refiere a una reacción entre el metal y una sal de un metal más noble [26], que se lleva a cabo en ausencia de un agente reductor externo o corriente eléctrica [27]. El proceso *electroless deposition* implica un fenómeno de transferencia de carga y, como tal, debe considerarse como un proceso electroquímico [12]. El proceso de *electroless deposition* es útil para recuperar iones metálicos de soluciones moderadas, al reducir los iones metálicos empleando un agente reductor [25], este es un proceso económico y sencillo de implementar [28].

El término *electroless deposition* se usa generalmente para referirse a la producción de recubrimientos o polvos deseados a partir de soluciones acuosas, sin la aplicación de corriente eléctrica externa y/o potencial [12], una propiedad importante de los sistemas *electroless deposition* es su capacidad para depositar metales selectivamente [29].

Los depósitos de metales por el método *electroless deposition* se obtienen mediante la reducción de los iones metálicos presentes en la solución por medio de un reductor químico [30], agente que también está presente en la solución soportado en un sustrato, que son responsables de la reducción de iones metálicos al estado del metal, como resultado, se forma una capa de metal noble en una partícula de metal menos noble [9], permitiendo así la deposición por simple inmersión de la muestra en una solución que contenga iones metálicos apropiados [30].

La oxidación de una sustancia se caracteriza por la pérdida de electrones, mientras que la reducción se distingue por una ganancia de electrones. Además, la oxidación describe un proceso anódico, mientras que la reducción indica una acción catódica, en la (Figura 8) se muestra un esquema de los componentes para el funcionamiento del proceso de *electroless deposition* [31].

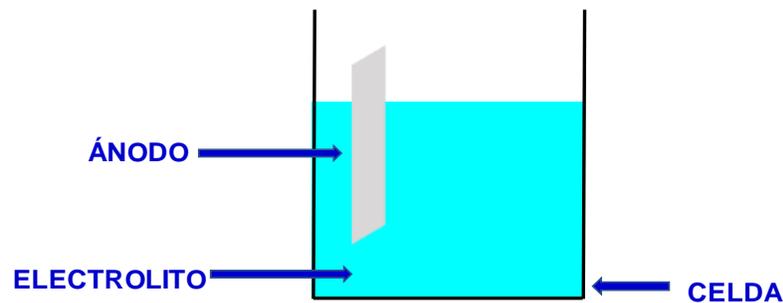


Figura 8: Componentes para el funcionamiento de la celda en el proceso de *electroless deposition*.

La tasa de deposición del metal más noble sobre un metal menos noble disminuirá gradualmente a medida que pase el tiempo en el proceso de *electroless deposition*, la concentración del ion metálico del elemento noble en la solución disminuirá conforme transcurre el tiempo, así, el sobre potencial de la concentración de la reducción del ion de metal noble menos diluido se vuelve tan grande que su velocidad de eliminación disminuye a un ritmo muy bajo. Agitar la solución en contacto con el metal menos noble ayuda a acortar el tiempo requerido para la eliminación completa de los iones de metal noble de la solución [9].

La uniformidad en el espesor de la capa es obtenida gracias al control de los parámetros del proceso, como pH, temperatura y la velocidad de agitación [25], que permite controlar la deposición sobre la capa más externa del metal. Recientemente este método ha atraído más atención por sus ventajas como baja temperatura de operación, proceso escalable, manipulación simple y fácil control [27]. En la (Figura 9) se muestra una representación del alambre de Fe y los iones de Cu^{2+} y como se posicionan sobre la superficie del Fe después de un tiempo de aplicar centrifugación.

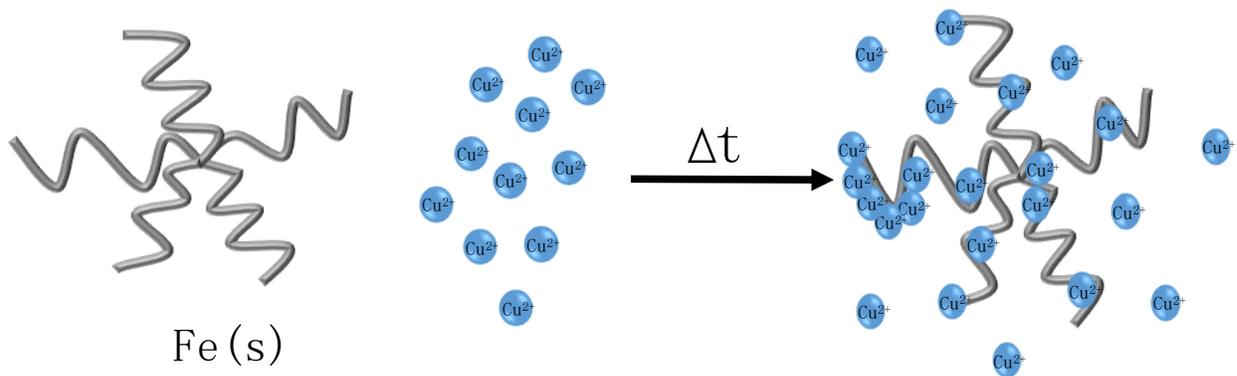


Figura 9: Esquema representativo de la adición de iones de Cu^{2+} a un alambre de $\text{Fe}(s)$ después de un intervalo de tiempo.

Díaz et al. plantea que el proceso de *electroless deposition* se refiere a dos procesos diferentes: 1) Deposición directa no electrolítica, en la que el metal se reduce directamente mediante un agente reductor y 2) una reacción de desplazamiento, en la que un metal más activo lleva la reducción, lo que convierte al proceso *electroless deposition* en una técnica extremadamente sensible a los detalles de la carga y composición de la superficie [32].

El potencial redox para la semirreacción de oxidación se vuelve más negativo cuando el pH de la solución aumenta [13], se ha descubierto que la *electroless deposition* en todos los casos depende en gran medida de la química de la superficie [32].

Un claro ejemplo se muestra en la (Figura 10: Representación esquemática de la adición de iones de Cu^{2+} a la superficie de $\text{Fe}(s)$ en solución acuosa dentro de un tubo de centrífuga.

10), donde los iones de cobre (Cu^{2+}) están en contacto con $\text{Fe}_{(s)}$, un metal menos noble. El $\text{Fe}_{(s)}$ se oxida mientras que los iones de Cu^{2+} se reducen en la superficie del hierro [28]. El potencial redox global (E°) es positivo, lo que hace que sea una reacción espontánea de izquierda a derecha [9]. Esta deposición de metal no catalítica finalmente dejará de producirse cuando la superficie del metal menos noble esté totalmente cubierta por una película delgada del metal más noble. El E_{celda}° está determinado por la ecuación (2.15). Sustituyendo los valores de potencial estándar de oxidación de para Fe^{2+} :

$$E_{\text{oxidación}, \text{Fe}^{2+}}^\circ = -0.44 \text{ V} \quad (2.13)$$

Y el potencial estándar del Cu^{2+} :

El potencial redox global de la celda es:

$$E_{\text{reducción}, \text{Cu}^{2+}}^\circ: 0.34 \text{ V} \quad (2.14)$$

$$E_{\text{celda}}^\circ = (0.34) - (-0.44) = 0.78 \text{ V} \quad (2.15)$$

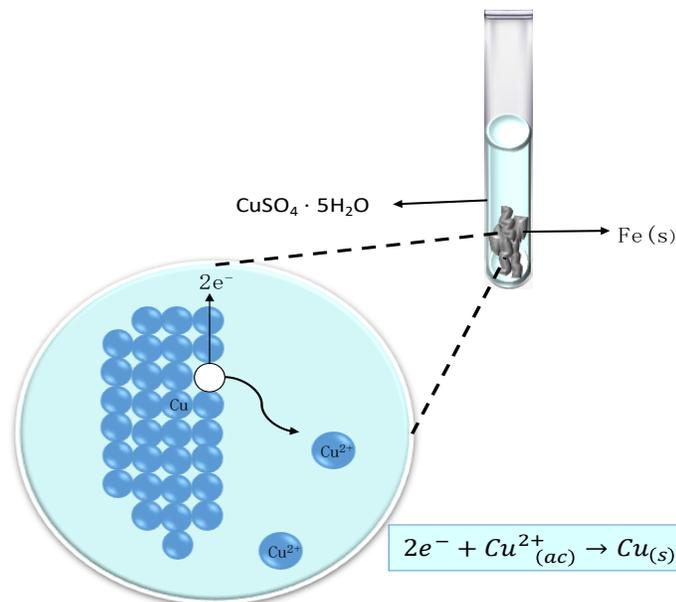


Figura 10: Representación esquemática de la adición de iones de Cu^{2+} a la superficie de $\text{Fe}_{(s)}$ en solución acuosa dentro de un tubo de centrifuga.

2.12 Fuerza centrífuga

La centrifugación es una técnica que implica la aplicación de fuerza centrífuga para separar diferentes partículas de acuerdo con su tamaño, forma y densidad [33]. Cuando una solución se somete a la acción giratoria (Figura 11), las partículas de mayor densidad que el agua pura se mueven hacia afuera debido a la acción de la fuerza centrífuga [28], esta técnica de separación es un proceso dependiente de la densidad.

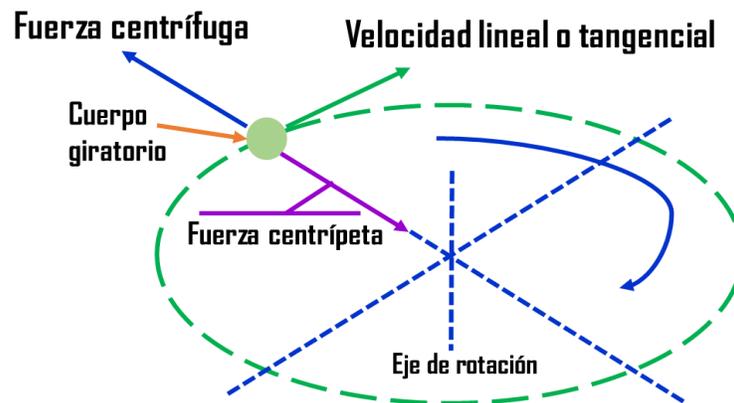


Figura 11: Esquema de la fuerza centrípeta.

Si se coloca un metal menos noble con una gran área superficial al final del tubo de centrífuga y se le añade la aplicación de una fuerza centrífuga, los iones alcanzarían una concentración mayor en el fondo del tubo de centrífuga, donde se encuentra el metal menos noble.

En el campo de fuerza centrífuga, la aceleración de partículas puede alcanzar decenas a varios cientos de veces la aceleración gravitacional, lo que produce un diferencial de velocidad de sedimentación significativamente mayor entre partículas con diferente densidad y tamaño. Las partículas más densas de la mezcla migran lejos del eje de la centrífuga (Figura 12), mientras que las partículas menos densas de la mezcla migran hacia el eje de rotación [33]. Por lo tanto, al usar esta técnica el porcentaje de eliminación de iones de metales pesados de una solución acuosa muy diluida alcanzará un nivel mucho más alto en un tiempo de procesamiento más razonable [28].

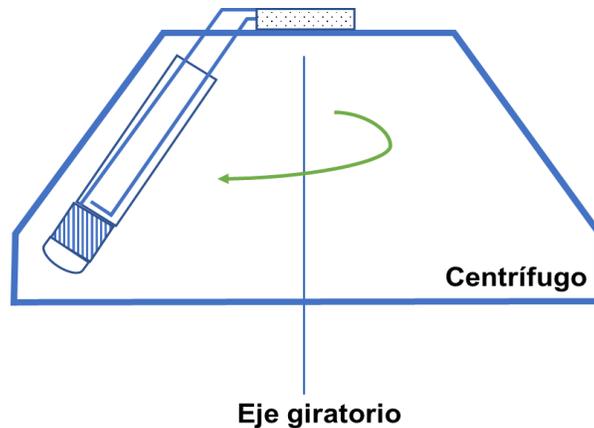


Figura 12: Efecto de la fuerza centrífuga en la distribución de concentración de un soluto densidad 1g cm^{-3} en una solución acuosa en el tubo de centrífuga.

Si una especie metálica con un potencial redox mayor que el potencial de los iones metálicos, se coloca en el extremo del tubo de centrífuga, los iones de metales pesados y sus contra iones alcanzarían una concentración mucho más alta en el fondo del tubo de centrífuga, donde se encuentra el metal en la representación de la (Figura 3), el porcentaje de eliminación de iones de metales pesados de una solución acuosa muy diluida alcanzará un nivel mucho más alto en un tiempo de procesamiento más razonable [9].

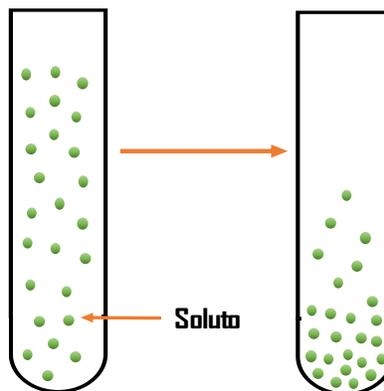


Figura 13: Representación esquemática de la centrifugación y el metal.

2.13 Metales y su contaminación

Doggaz et al. Argumentó que los metales pesados son micro contaminantes que pueden causar graves daños a diferentes sistemas ecológicos, como plantas, sistemas acuáticos y microorganismos [34]. El aumento sin precedente de los contaminantes y la urgente búsqueda de alternativas para su remoción representa un tema clave en el manejo de contaminantes ambientales [35], la presencia de pequeñas fluctuaciones del agua de rutina pueden indicaron deterioro y, por lo tanto, representar un riesgo potencial [36].

Los metales pesados, refiriéndose a aquellos metales que causan un impacto ambiental debido a su toxicidad y capacidad de ser acumulables en el agua, caracterizados por tener una densidad aproximadamente superior a 6 g cm^{-3} [3], se pueden clasificar según su interés y su impacto ambiental en cuatro categorías:

- 1) Metales *pesados tóxicos*: son los metales que constituyen un grupo de 40 elementos, de elevado peso atómico, cuya densidad específica es superior a 5 g/cm^{-3} .
- 2) Metales *estratégicos*: son minerales que entran en la producción de acero.
- 3) Metales *preciosos*: son aquellos elementos metálicos naturales que poseen un alto valor monetario y que se encuentran en muy baja proporción en la corteza terrestre.
- 4) Metales *radionúclidos*: se presentan en el laboratorio, altamente tóxicos para el medio ambiente y la salud humana [27].

Los metales pueden incorporarse a un sistema de abastecimiento de agua por medio de residuos industriales que son vertidos sin tratamientos previos [37], la mayor dificultad con la contaminación por metales pesados es su efecto silencioso y acumulativo, no llega a apreciarse sus efectos hasta que el impacto es irreversible [35].

La Organización Mundial de la Salud (OMS), estableció que la máxima concentración de iones de metales pesados en el agua debe de estar en el intervalo de 0.01-1 ppm [27]; sin embargo, la tasa de contaminación del agua puede ser estimada en 2,000 millones de metros cúbicos diarios [37], lo que podría comprometer uno de los objetivos sostenibles planteados en la Agenda 2030 por la Organización de las Naciones Unidas (ONU) en 2016.

Una alternativa que se puede abordar son las pruebas de toxicidad basadas en bioensayos, cada vez son más utilizadas estas pruebas para evaluar la calidad de las aguas residuales [36].

Entre los principales sectores industriales que son fuentes de contaminación de metales pesados se encuentran la minería, industria del cemento, colorantes, curtiduría, galvanoplastia, producción de acero, material fotográfico, producción de energía, fabricación de textiles, conservación de la madera, anodizado de aluminio, refrigeración por agua, entre otras [27]. A continuación, se discute la naturaleza de los metales pesados que se abordan en este trabajo.

2.13.1 Metal pesado: Cobre (Cu)

El cobre (Cu) es uno de los contaminantes más extendidos en el medio ambiente [34], los iones de Cu se encuentran entre los metales pesados más comunes presentes en las aguas residuales [38]. Este metal se emplea principalmente en la industria eléctrica, además de la fabricación de tuberías para el agua, techumbres para casas, baterías de cocina, productos químicos o farmacéuticos, distintas aleaciones, entre otros.

El Cu también es un metal traza indispensable que participa en una variedad de procesos biológicos [34], es estable en soluciones acuosas como cationes divalentes [28], y sus concentraciones pueden alcanzar hasta 120-500 mg/L⁻¹ [39], mientras que un exceso de ingesta de concentración mayor a 1 mg/L⁻¹ se convierte en uno de los metales pesados más peligrosos para el ser humano, salud y medio ambiente [34].

2.13.2 Metal pesado: Estaño (Sn)

Las normas oficiales mexicanas contra la contaminación ambiental (publicadas en el Diario Oficial del 10 de octubre del 1993) consideran metales contaminantes del agua al Sn que se encuentra en la posición número 19 [35], el Sn²⁺ es un ion reductor y es el más estable [40].

La presencia de iones de Sn²⁺ manifiesta efectos en el medio ambiente, ya que permanece por largos periodos dentro de la naturaleza, tiene poca capacidad de biodegradarse, dispersión en la naturaleza que altera el crecimiento, acumulación en el agua y envenenamiento de los organismos acuáticos [41].

Sn es un metal blando que se usa para revestir latas de alimentos, bebidas y aerosoles, está presente en latón, peltre y en algunos materiales para soldar [42]. El Sn es liberado en el medio ambiente por procesos naturales y por actividades humanas, tales como la minería, la combustión de petróleo y carbón, además de las actividades industriales asociadas a la producción del Sn.

Dentro de sus principales usos se encuentran el revestimiento de protector de cobre y hierro para la fabricación de latas, disminución de la fragilidad de vidrio, estañado de hilos conductores, fungicidas, tintes, colorantes alimenticios, etiquetas, tapones, fabricación de esmaltes cerámicos, aleación de titanio para la industria aeroespacial, además de ser usado para la soldadura blanda de aparatos eléctricos y electrónicos [41].

2.13.3 Metal pesado: Plomo (Pb)

El plomo (Pb) es un metal pesado con efecto neurotóxico potente que se produce de forma natural y que a menudo se libera durante la fundición de metales [43].

La amenaza de la contaminación por Pb se debe a su alta toxicidad [44], es un metal pesado de gran importancia en México, se ha utilizado durante muchos años debido a su resistencia a la corrosión, ductilidad, maleabilidad y facilidad para formar aleaciones [45], pero es un elemento tóxico no esencial con capacidad de bioacumulación, que afecta prácticamente a todos los órganos [46], provoca alteraciones en el sistema metabólico, disminuye la función cerebral, náuseas y problemas de aprendizaje [47].

La principal aplicación del Pb es en la industria automotriz, en la fabricación de baterías de plomo, soldaduras, revestimientos y protección de superficie, otra área donde presenta importantes aplicaciones el Pb es en la industria de armamento, industria cosmética, entre otros [35].

El uso de Pb para estas aplicaciones y actividades antropogénicas (minería y explotación de combustibles fósiles), contribuyen a la liberación de una alta concentración de Pb en los cuerpos de agua [44], provocando diversos problemas de salud.

2.13.4 Tabla de los límites máximos permisibles de contaminantes tóxicos en aguas residuales industriales a los sistemas de alcantarillado urbano en México.

La Norma Oficial Mexicana NOM-CCA-031-ECOL/1993 publicada en el Diario Oficial de la Federación establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales provenientes de la industria, actividades agroindustriales, de servicios y el tratamiento de aguas residuales a los sistemas de drenaje y alcantarillado urbano o municipal, la (Tabla 2) muestra los datos para los metales estudiados en este trabajo.

Tabla 6: Límites máximos permisibles de contaminantes tóxicos [2].

LÍMITES MÁXIMOS PERMISIBLES PARA CONTAMINANTES TÓXICOS			
Metal	Promedio mensual	Promedio Diario	
Cu	10	5	mg/L ⁻¹
Pb	1	1.5	mg/L ⁻¹
Sn	60	30	mg/L ⁻¹

Parámetro= mg/L⁻¹ a 40°C

2.14 Métodos de remoción de metales pesados

El tratamiento de aguas provenientes de procesos industriales o extraídas de reservorios naturales en el suelo se ha convertido en un enorme dominio de interés público, debido al aumento de la población del planeta y a la progresiva escasez de agua de lluvia en numerosas áreas [48].

Aproximadamente 4,000 millones de personas experimentan una grave escasez de agua durante al menos un mes al año [8], con un acceso cada vez menor a los recursos de agua dulce en todo el mundo, muchos países dependen cada vez más del tratamiento y la recuperación de efluentes industriales [49], sin embargo, la presencia de metales en las aguas residuales limita las opciones de reutilización del recurso hídrico [50].

El método que se usa actualmente para la detección y cuantificación de metales pesados en el agua es un método basado en la Norma Mexicana NMX-AA-951-SCF1-2001 [51], la cual establece el método para la determinación de metales por espectrofotometría de absorción atómica en aguas naturales, potables y residuales. Este método se basa en la generación de átomos en estado basal y en la medición de la cantidad de energía absorbida por estos, la cual es directamente proporcional a la concentración de ese elemento en la muestra analizada.

La clasificación de las técnicas de tratamiento de metales pesados en las aguas residuales se clasifica como convencionales, refiriéndose a técnicas ya estudiadas desde hace tiempo e implementadas en la actualidad (filtración por membrana, osmosis inversa, intercambio iónico, adsorción en carbón activado, etc.) [3] y no convencionales, como procesos innovadores estudiados en la actualidad para la eliminación de metales pesados en el agua (adsorción de metales

pesados por materiales naturales, biopolímeros, hidrogeles, etc.) [3]. En la (Tabla 3) se clasifican los tipos de tratamientos de aguas residuales para la eliminación de metales pesados.

Tabla 7: Tecnologías de remoción de metales pesados en el agua [3].

Métodos de remoción de metales pesados	
<i>Técnicas convencionales</i>	<i>Técnicas no convencionales</i>
Filtración por membrana	Nuevos adsorbentes
Osmosis inversa	Fito remediación
Adsorción en carbón activado	Biopolímeros
Precipitación química	Hidrogeles
Electrocoagulación	Cenizas Volantes
Fotocatálisis	
Electrodialisis	
Nanofiltración	
Intercambio iónico	

No obstante, se ha investigado la presencia y persistencia de metales pesados como (Pb, Cd, Cu, Fe, Ni, Zn, Mn) y se encontró que entre el 47 y 63% de las concentraciones iniciales en los afluentes permanecen en el efluente tratado [8], la recopilación de datos fiables sobre la calidad del agua es uno de los aspectos más importantes de la protección y desarrollo de planes de gestión para los sistemas de ríos y lagos [52].

Las regulaciones implementadas por los organismos dependientes para el uso y cuidado del agua han mostrado un claro interés en la vigilancia de las regulaciones de los compuestos tóxicos, debido al grado de peligrosidad que presentan para la salud de las personas y por un aumento y persistencia en las fuentes hídricas existentes, llevando a un cuidadoso control de los metales pesados bajo diversos tipos de tratamientos de aguas diseñados para la eliminación de los metales, siguiendo en constante desarrollo por la comunidad científica, conduciendo a una prometedora implementación.

Además de tener éxito de estos procesos, muchas industrias pequeñas no emplean estas tecnologías en sus centros de operación debido al costo alto de los equipos de procesamiento y mantenimiento [28]. Dando como resultado un daño permanente e irreparable en la calidad de las aguas y los ecosistemas.

2.14.1 Técnicas convenciones

Filtración por membranas:

Una alternativa a la filtración convencional la ofrecen los filtros de membrana que consisten en materiales finos capaces de separar sustancias cuando una presión es aplicada a través de ellos. La filtración por cartuchos es un proceso físico cuando una presión es aplicada a través de ellos. La filtración por cartuchos es un proceso físico en el cual el agua se hace pasar a través de una membrana con poros de tamaño variable, que puede estar entre 0.2 y 1.0 micrómetros. La exigencia mundial de disponer agua de mayor calidad ha favorecido el desarrollo de la tecnología de membranas, dado que estos procesos tienen una capacidad excelente de separación de sustancias disueltas y se han desarrollado productos que corresponden a ultra-, nano- y micro- filtración [53].

Osmosis inversa:

La osmosis inversa es una tecnología de membrana que se basa en un proceso de difusión a través de una membrana semipermeable que facilita el paso de gases disueltos y moléculas sin carga electrostática de bajo peso molecular. Es un sistema indicado para la producción de agua pura con un bajo contenido de sales, libre de virus y contaminantes químicos. Se emplean membranas de ósmosis, cuya configuración varía en función de la naturaleza del agua a tratar. La mayor parte de la energía en un sistema de osmosis inversa es usada para la bomba de agua que hace fluir el agua por las membranas y vence la presión osmótica necesaria para hacer fluir a través de la membrana semipermeable [54].

Precipitación química:

La precipitación química es un proceso en el cual una sustancia soluble se convierte en insoluble ya sea por reacción química o por cambios en la composición del solvente para disminuir la solubilidad de las sustancias en él. Los sólidos precipitados pueden separarse por sedimentación y/o filtración. Se usa comúnmente la precipitación para reducir la dureza del agua por remoción de calcio y magnesio. En el tratamiento de residuos peligrosos el proceso tiene una amplia aplicación para la remoción de metales tóxicos de residuos acuosos [3].

Electrocoagulación:

La electrocoagulación es un método no convencional utilizado para el tratamiento de aguas donde se eliminan los contaminantes que se encuentran suspendidos, emulsificados o disueltos;

este método emplea el principio de la coagulación y floculación, consiste en la desestabilización de las partículas suspendidas para formar aglomeraciones por medio de un coagulante agregado y de esta manera facilitar la suspensión o sedimentación de estas partículas coloidales, en la electrocoagulación no se utiliza el coagulante este se forma gracias a la disolución de los iones del electrodo que generalmente son de hierro o aluminio, la liberación de los iones metálicos se da en el ánodo y en el cátodo se generan las burbujas que contienen hidrogeno, este hidrógeno permite que las partículas floten y sean removidas con mayor facilidad [55].

Intercambio iónico:

Este proceso consiste en aprovechar la capacidad que tiene las resinas de intercambiar iones entre una fase sólida y una fase líquida en forma reversible, es decir que regresa a su estado original y sin cambio permanente en la estructura del sólido, los intercambiadores iónicos son matrices que contienen sitios activos (también llamados grupos ionogénicos) con carga electroestática, positiva o negativa, neutralizada por un ión de carga opuesta (contraión). En estos sitios activos tiene lugar la reacción de intercambio iónico [56].

2.14.2 Técnicas no convencionales

Fito remediación:

La fitorremediación aprovecha la capacidad de ciertas plantas para absorber, acumular, metabolizar, volatilizar o estabilizar contaminantes presentes en el suelo, aire, agua o sedimentos como: metales pesados, metales radioactivos, compuestos orgánicos y compuestos derivados del petróleo [57].

Biopolímeros:

Son industrialmente atractivos porque son capaces de reducir las concentraciones de iones metálicos de transición a concentraciones de partes por billón, son ampliamente disponibles y ambientalmente seguros, poseen un número amplio de diferentes grupos funcionales, tales como hidroxilos y aminas, que aumentan la eficiencia de la absorción de iones metálicos [3].

Hidrogeles:

Los hidrogeles son redes poliméricas tridimensionales obtenidas a partir de polímeros hidrófilos, naturales o sintéticos, que pueden absorber y retener una cantidad significativa de agua. Esta capacidad de hinchamiento les permite hidratarse hasta el equilibrio en presencia de un exceso

de agua o fluidos biológicos, siendo este equilibrio el resultado de un balance entre hidratación y fuerzas elásticas [58].

Cenizas Volantes:

Las cenizas volantes, generadas durante la combustión de carbón para la producción de energía, es un subproducto industrial que es reconocido como un contaminante ambiental, debido a su enriquecimiento en elementos traza potencialmente tóxica que se condensan del gas de combustión. Este material se ha reutilizado como un adsorbente de bajo costo para la eliminación de compuestos orgánicos, gases de combustión y los metales pesados, luego de aumentar su capacidad de adsorción mediante de la activación química y física [3].

Las dificultades con estas técnicas es que requieren alto consumo de energía, dificultad en la disposición final de lodos tóxicos y altos costos de inversión [35]. El segundo desafío radica en el diseño de un tren de tratamiento, a pesar de los esfuerzos por simular condiciones reales, la falta generalizada de procesamiento estandarizado hace que la evaluación cuantitativa de los avances sea bastante difícil [49]. Por lo tanto, una mejor comprensión de la calidad del agua, como su estado y variaciones a lo largo de la cadena de producción/distribución de agua, es fundamental para garantizar un suministro de agua seguro [36].

2.15 Técnicas de caracterización

2.15.1 Espectroscopía de emisión atómica con plasma de acoplamiento inductivo (ICP-OES)

Un plasma es una mezcla gaseosa eléctricamente conductora que contiene una concentración importante de cationes y electrones. En el plasma de argón, que se usa con frecuencia para el análisis de emisión, los iones y los electrones provenientes del argón son las especies conductoras principales, aunque los cationes presentes en la muestra también están presentes en cantidades pequeñas. Los iones de argón, una vez formados en el plasma, son capaces de absorber suficiente potencia de una fuente externa para conservar la temperatura en un nivel en el que la ionización posterior mantiene indefinidamente al plasma, el cual alcanza hasta temperaturas de 10,000 K.

El esquema de una fuente característica para plasma acoplado por inducción llamada antorcha se muestra en la (Figura 14) tres tubos concéntricos de cuarzo a través de los cuales fluyen corrientes de argón. La parte superior está rodeada por una bobina de inducción, refrigerada por

agua, que está alimentada por un generador de radiofrecuencia capaz de producir una potencia de 0.5 a 2 kW a 27.12 MHz o 40.68 MHz. La radiación emitida desde el centro del plasma es la que se utiliza en los análisis, el acomodo axial es muy ventajoso para la espectrometría [59].

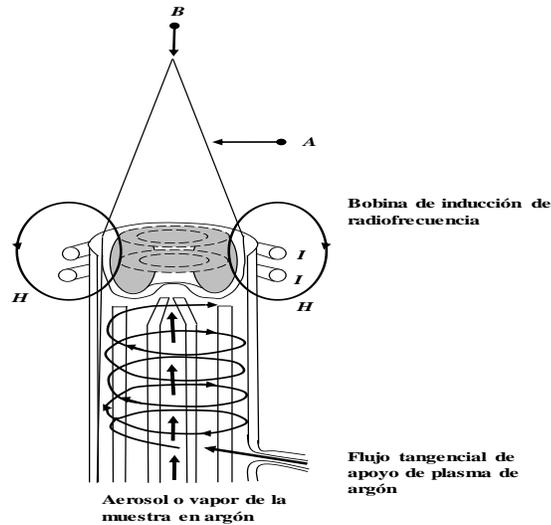


Figura 14: Diagrama representativo de plasma acoplado por inducción. En la posición A se muestra una vista radial de la antorcha, y en la posición B se ilustra una vista axial.

Las muestras se introducen en el plasma acoplado por inducción mediante un flujo de argón de casi $1 \text{ L}/\text{min}^{-1}$ por el tubo central de cuarzo. El nebulizador concéntrico de vidrio que se muestra en la (Figura 15) transporta hasta la punta por medio del efecto de Bernoulli (aspiración o succión). La alta velocidad de gas a alta velocidad atraviesa la punta de un capilar mediante una bomba peristáltica.

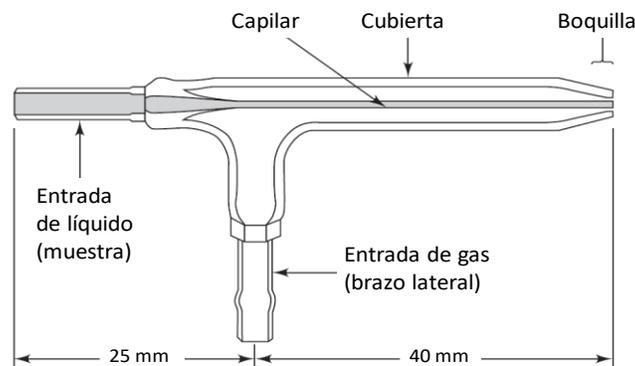


Figura 15: Nebulizador marca Meinhard®.

El flujo de gas nebulizado fluye por una abertura que rodea en forma concéntrica al capilar. El gas a alta velocidad en la punta dispersa la solución en una neblina [59]. Las fuentes de plasma generan espectros ricos en líneas de emisión características, lo que las hace útiles para el análisis elemental tanto cualitativo como cuantitativo, logrando una gran estabilidad, bajo ruido, poca radiación y ausencia de interferencias al trabajar.

Esta técnica permite cuantificar de manera más exacta la cantidad de iones metálicos que se encuentra disueltos en soluciones acuosas y, así mismo, poder llevar un conteo cuantitativo de la remoción de los iones aplicados con la técnica de *electroless deposition*.

2.15.2 Microscopía electrónica de barrido (SEM):

Esta técnica microscópica proporciona imágenes de la morfología de los materiales. Para obtener una micrografía por SEM se enfoca un haz de electrones muy fino sobre la superficie de la muestra sólida, el haz de electrones se pasa por la muestra en un barrido de trama mediante bobinas de barrido.

El patrón de barrido de los electrones retro dispersados y secundarios se detectan y se utilizan para construir una imagen, este tipo de microscopio electrónico emplea un cañón de electrones, lentes electromagnéticos y bobinas de escaneo como se muestra en la (Figura 16) las bobinas permiten enfocar un haz de electrones sobre la superficie de la muestra colocada en una cámara de alto vacío. Debido a los impactos de haces de electrones sobre la muestra, ésta emite distintos tipos de señales, estos son leídos por detectores específicos y se utilizan para reconstruir la superficie topográfica de la muestra o para dar información sobre la composición elemental de la muestra, en la mayoría de los casos, para producir la señal de emisión es necesario recubrir la muestra con una película de un material conductor, por lo general de oro, lo cual ayuda también a evitar la carga por el haz incidente, además la muestra debe mantenerse en alto vacío. El alto vacío conserva la integridad y coherencia del haz de electrones, mientras que la película metálica elimina el exceso de carga generada por el haz incidente [60].

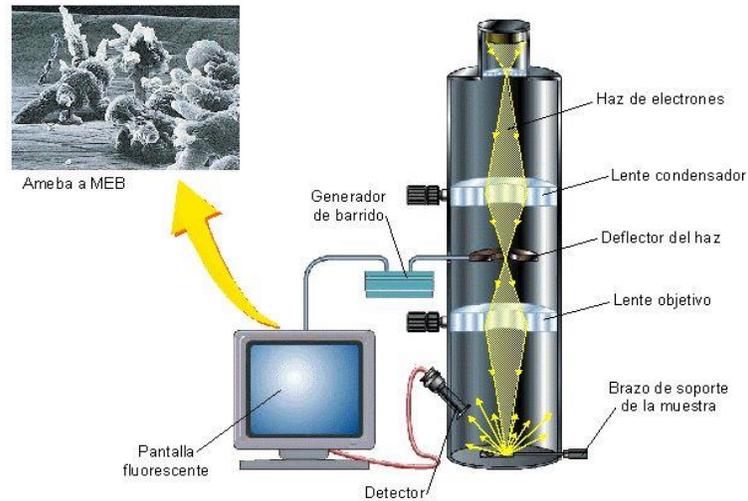


Figura 16: Componentes de un microscopio electrónico de barrido (SEM).

Esta técnica permite la obtención de imágenes de la superficie y/o una serie de cortes transversales o longitudinales del alambre de hierro utilizado para la *electroless deposition*, donde se pueden visualizar en las imágenes el incremento de la capa alrededor del alambre de hierro y poder cuantificar de cuanto es el incremento del diámetro del alambre, si se deposita de forma uniforme o amorfa en todo el alambre de hierro o sólo por secciones específicas del metal utilizado.

III. Justificación

En la actualidad, el uso inadecuado del agua y la contaminación de reservorios de agua, han provocado el desabasto de los mantos acuíferos, de los cuales se obtiene el agua para satisfacer las necesidades de la población, debido a la intensa actividad industrial en nuestro planeta, la concentración de metales en el aire, suelo y agua han sufrido un gran incremento, provocando un riesgo medioambiental, el cual se manifiesta en el desabasto de los recursos hídricos en un gran sector de la población.

Los metales pesados son tóxicos y están presentes en sistemas ambientales a concentraciones superiores, debido a desequilibrios naturales que ocurren en los ecosistemas o por introducción antropogénica, logrando ser tóxicos para los seres vivos; la toxicidad de los metales pesados depende de su movilidad en el medio que, a su vez, depende de su especiación química, persistencia y tendencia de acumulación o bioacumulación.

Para abordar estos problemas, se debe realizar una amplia investigación para identificar nuevos métodos robustos para realizar la depuración del agua a menor costo y con menos energía, al mismo tiempo que se minimiza el uso de productos químicos y el impacto en el medio ambiente.

El proceso de *electroless deposition* es un proceso no selectivo, a mayor área de contacto mayor remoción y los iones se depositan sobre la superficie del metal de sacrificio, creando la remoción de metales pesados disueltos en el agua sobre la superficie del alambre de forma más acelerada. Esto representa una ventaja para utilizarse como alternativa para la remoción de metales pesados siendo una técnica que no requiere uso de reactivos tóxicos, es mucho más rápido y el uso de energía representa ser menor en comparación con otras técnicas convencionales, reduciendo enormemente la inversión económica que se hace usualmente, esto le da importantes ventajas para su futura aplicación a una problemática que urge atender para un elemento como lo es el agua que no tiene sustituto alguno en el planeta y así mismo cumpliendo con las necesidades que se requieren para las problemáticas existentes de las comunidades.

IV. Hipótesis

La combinación del proceso de *electroless deposition* y la centrifugación podría incrementar el porcentaje de remoción de iones de metales pesados en muestras de agua residual, aun en condiciones de agotamiento de las especies iónicas.

V. **Objetivos**

5.1 **Objetivo General**

Evaluar la remoción de iones metálicos pesados empleando un proceso donde se combine el proceso de *electroless deposition* asistido por la fuerza centrífuga.

5.2 **Objetivos específicos**

1. Determinar el área superficial del metal de sacrificio y establecer la relación área/masa.
2. Establecer las condiciones para determinar la concentración remanente de iones metálicos.
4. Evaluar el efecto del área del metal de sacrificio sobre la tasa de remoción de metales pesados (Cu, Pb, Sn).
5. Evaluar el efecto de la velocidad de rotación sobre la tasa de remoción de metales pesados (Cu, Pb, Sn).
6. Caracterizar el metal de sacrificio antes y después del proceso de *electroless deposition* mediante las técnicas de (SEM-EDS).

VI. Experimental

6.1 Materiales y métodos

6.1.1 Reactivos

En este capítulo se propone y evalúa el efecto que tiene el proceso de *electroless deposition* para la remoción de metales pesados en aguas industriales de origen sintético. Para el desarrollo de los experimentos de remoción de contaminantes se utilizó un alambre de hierro de grado “0” marca STEEL WOOL como metal de sacrificio. Para las soluciones acuosas se prepararon aguas sintéticas enriquecidas con iones metálicos de Cu, Pb y Sn, utilizando los reactivos de:

- Cobre: Sulfato de cobre (II) pentahidratado

Fórmula: $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

Marca: Fermont

Masa molar: $249.68 \text{ g mol}^{-1}$

Grado de pureza: 98%

Peligrosidad: Nocivo en caso de ingestión, provoca lesiones oculares graves y muy tóxico para los organismos acuáticos, con efectos nocivos duraderos.

- Plomo: Nitrato de Plomo

Fórmula: $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$

Marca: Jalmek

Masa molar: $331.21 \text{ g mol}^{-1}$

Grado de pureza: 99.0%

Peligrosidad: Agente cancerígeno y teratógeno, al inflamarse se producen humos tóxicos.

- Estaño: Sn 20 mallas

Fórmula: $\text{Sn}_{(s)}$

Marca: Fermont

Masa molar: $118.69 \text{ g mol}^{-1}$

Grado de pureza: 99.7%

Peligrosidad: La sustancia es nociva para los organismos acuáticos.

6.2 Remoción de metales pesados mediante *electroless deposition*

En este trabajo de investigación se analizó la remoción de iones de metales pesados disueltos en el agua para tres diferentes metales, Cu, Pb y Sn. Para llevar a cabo estos experimentos se prepararon muestras sintéticas de los iones en agua desionizada.

Primeramente, se determinaron dos diferentes tipos de masas de alambre de hierro, el cual se empleó como metal de sacrificio, se emplearon dos diferentes masas de alambre de Fe 0.05 g y 0.1 g de Fe, los cuales se pesaron en una balanza analítica y se les asignó forma circular para lograr una mejor cobertura de área dentro del tubo de centrífuga. Para cada una de las soluciones se estudiaron tres diferentes concentraciones de cada metal pesado (10, 50, 100 ppm) de iones metálicos.

Posteriormente se determinó de manera analítica las cantidades necesarias para obtener la concentración de acuerdo al metal estudiado de cada solución, para las soluciones de iones de cobre se utilizó el reactivo de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, ya que el peso molecular del reactivo utilizado no concuerda con la cantidad de iones metálicos pura, se determinó con el peso molecular del cobre que es $63.546 \text{ g mol}^{-1}$ calcular el peso de reactivo necesario para preparar las soluciones a las diferentes concentraciones propuestas, de lo cual se utilizó la siguiente ecuación para el análisis cuantitativo:

$$\frac{PM \text{ ión metálico}}{PM \text{ reactivo}} \frac{PM \text{ ion metálico}}{PM \text{ reactivo}} = \text{Cantidad de iones metálicos por cada gr de reactivo} \quad (2.16)$$

Para las soluciones de Pb se utilizó $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ y para las soluciones de estaño se utilizó Sn en mallas, el cual requirió de un procedimiento adicional para solubilizar en agua. Las soluciones se aforaron en matraces volumétricos de 1 L, para cada concentración (10, 50, 100 ppm).

Para cada uno de los experimentos, el alambre de hierro se limpió con agua desionizada, para llevar inmediatamente a un horno de secado y así evitar la formación de óxidos que se

producen cuando está en contacto con el aire. Las soluciones se analizaron por ICP-OES para la cuantificación iones de metales remanentes en las soluciones a los diferentes tiempos de análisis.

6.2.1 Preparación de la solución de cloruro de estaño II

El cloruro de estaño II es ampliamente utilizado para análisis en la química analítica. Se preparó una solución de SnCl_2 en medio ácido, como se muestra en la (Figura 17), partiendo de mallas de estaño y ácido clorhídrico, fue necesario determinar las porciones de ácido para digerir el estaño metálico.

Se preparó una solución 1:9 de $\text{HCl}:\text{H}_2\text{O}$, en un matraz volumétrico de 500 mL, que contenía 450 mL de H_2O y 50 mL de HCl . Añadiendo, primeramente, 200 mL de agua al matraz en un baño de agua fría para posteriormente, añadir los 50 mL de HCl (99.99% grado de pureza). Se dejó reposar por 3 min sin dejar que se caliente la solución para posteriormente aforar a los 500 mL con agua.

Posteriormente en un matraz bola de tres bocas, se añadieron 100 mg de estaño en mallas, y 50 mL de HCl , se tapó con tapones de plástico y se le insertó una aguja en el centro para permitir salida de vapores. El matraz se montó en una plancha a agitación constante y a una temperatura constante de $65\text{ }^\circ\text{C}$ durante un tiempo de 24 h. Al finalizar la reacción, la sustancia resultante es una solución cristalina completamente soluble, esta solución es añadida a la solución 1:9 $\text{HCl}:\text{H}_2\text{O}$ previamente preparada y lista para aforar, resultando una solución a 1,000 ppm de iones de Sn, de los cuales se hicieron los análisis cuantitativos para preparar las tres diferentes concentraciones necesarias para llevar a cabo el estudio.

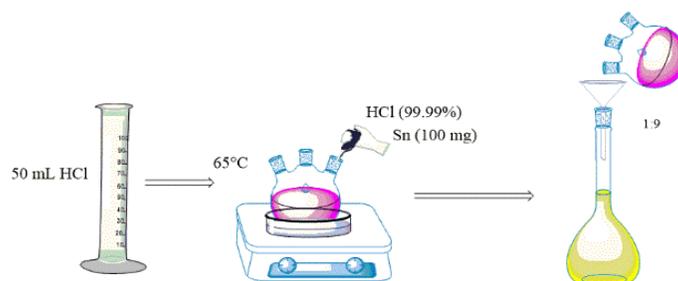


Figura 17: Esquema de preparación de cloruro de estaño II.

6.2.2 Espesor de alambre de Fe

Uno de los aspectos más importantes a estudiar dentro del proceso de *electroless deposition* es determinar el espesor del alambre una vez finalizado el proceso, para determinar el comportamiento del recubrimiento de los iones y la redisolución del metal de sacrificio, poder visualizar su estructura alrededor de alambre y si logra ser consistente en todo el alambre o es por sectores específicos, debido a la forma de colocación dentro del tubo de centrífuga. Para realizar esa caracterización se empleó la microscopia electrónica de barrido (SEM), empleando un microscopio marca (Microscopio TESCAN, modelo VEGA3, para observar la morfología del material compuesto del alambre. Cada muestra fue montada en un soporte con cinta de carbono para asegurar la muestra, el alambre fue recubierto con oro mediante sputtering (SPI Sputtering Module) a 18 mA durante 180 s. Una vez recubierto, las muestras de alambre se introdujeron en la cámara del microscopio y se analizaron, las imágenes se obtuvieron utilizando un voltaje de aceleración de 15 kV. Se analizaron los espesores para cada condición descrita al minuto 30 de cada experimento.

6.2.3 Cantidad de iones remanentes en la solución

Con la técnica analítica de ICP-OES se introduce, se hace continuamente la muestra líquida en un sistema de nebulización en forma de aerosol de argón y se acopla inductivamente un plasma de argón por radio frecuencia. En el plasma, debido a las altas temperaturas generadas, los analitos son ionizados y atomizados logrando generar espectros de emisión atómicos de líneas características, y el detector sensible a la luz se encarga de medir las densidades de las líneas. La información es procesada por el sistema informático, que muestra de forma cuantitativa la cantidad de iones remanentes en la solución.

Las mediciones de iones de metales remanentes se realizaron por triplicado; por medio de esta caracterización, en donde el plasma de argón tenía un flujo de 10 L min^{-1} , el modo de análisis fue axial y se realizaron las hizo una curva de calibración para los analitos a medir, como se muestra en la (Figura 18), para la determinación de las curvas de calibración se prepararon soluciones patrón con estándares Multi-Element Calibration Standard 3 y 4 de 10 mg L^{-1} (marca Perkin Elmer), las soluciones patrón se prepararon en concentraciones de 0.25 ppm, 0.50 ppm, 1 ppm, 1.5 ppm, 2.5 ppm y 5 ppm. Los, los coeficiente de correlación (R^2) de las curvas de

calibración fueron de 0.9992 para Cu, 0.9999 para Pb y el coeficiente de correlación de 0.9935 para el Sn, y las longitudes de onda a las cuales se midieron los analitos fue de 327.393 para el Cu, 220.353 para el Pb y 189.927 en el Sn, la radiofrecuencia estuvo a 1300 watts, las condiciones del gas de plasma son 15 L/min⁻¹, el flujo del gas auxiliar 0.2 L/min⁻¹ y el flujo del nebulizador 0.55 L/min⁻¹, las curvas de calibración se pueden ver representadas en las (Figura 18) que se muestra a continuación:

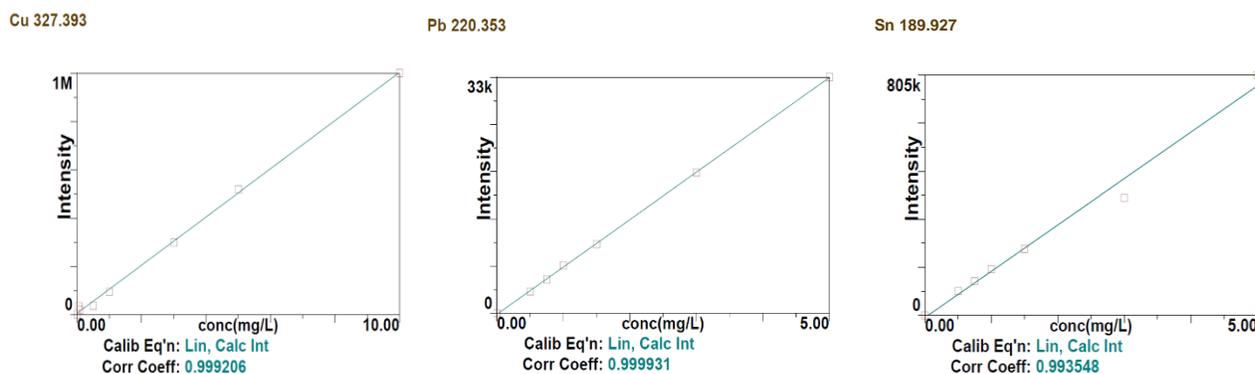


Figura 18: Curvas de calibración de los analitos para ICP-OES.

6.3 Diseño de experimentos

En la ejecución y diseño de experimentos para esta investigación se plantearon realizar variaciones en tres variables específicas, con el fin de obtener datos más significativos sobre la eficacia de remoción de iones metálicos con el proceso de *electroless deposition*; la primera variable a experimentar era la concentración del contaminante, debido a que la matriz del agua residual a tratar siempre tiene variaciones desde muy pequeñas a muy altas (llegando hasta 500 ppm de contaminantes), se eligieron las concentraciones de 10, 50 y 100 ppm para tratar de experimentar con concentraciones cotidianas que se pueden llegar a presentar.

. Otra de las variables de interés para este estudio fue la velocidad de rotación a la que estarían sometidos los experimentos, de acuerdo a estudios previos Félix [9], se deseaba llegar a una optimización del proceso, eligiendo valores similares a los que se utilizaron en ese estudio tal, además se desea verificar la hipótesis, se quería sobre la aplicación de una fuerza centrífuga dentro del proceso es un elemento fundamental para lograr la mayor cantidad de iones de metales

remantes en la soluciones, para hacer un estudio comparativo una comparativa entre las velocidades de rotación de 0, 1,000, y 2,000 rpm en un tiempo de 30 min de reacción.

La tercera variable para estudiar fue la masa de hierro a 0.05 g y 0.10 g, tratando de implementar pequeñas cantidades de masa con una mayor área efectiva utilizando alambre de hierro de grado cero de uso industrial de la marca GMT, los alambres utilizados para el proceso se pesaron individualmente en una balanza analítica para cada experimento, confiriendo la geometría circular, como se muestra en la (Figura 19), para lograr que el alambre de hierro tuviera la mejor relación área/volumen.

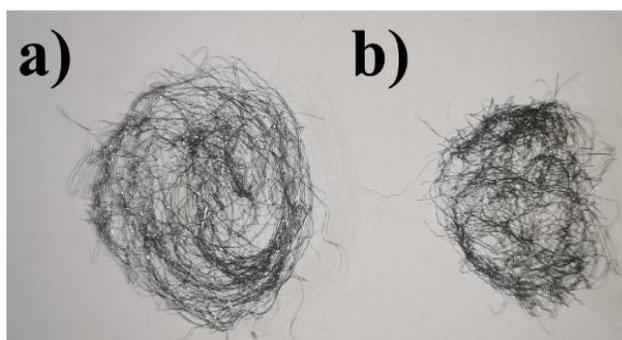


Figura 19: Alambre de hierro a) 0.10 g y b) 0.05 g.

Por último, se determinó que el diseño experimental (Tabla 4) fuera donde se ejecutaron 18 experimentos diferentes para evaluar cada una de las variables planteadas, la primera variables fue de velocidad de rotación a 0, 1,000 y 2,000 rpm, la segunda a tres diferentes concentraciones de 10, 50 y 100 mg/L⁻¹ y la tercera con dos diferentes masas de Fe 0.10 g y 0.05 g dando como resultado un diseño de experimentos de 2³ para el estudio de remoción de los iones metálicos elegidos (Cu, Sn y Pb) para este estudio.

Tabla 4: Diseño de experimentos para el proceso de *electroless deposition*.

# Muestra	Vel. de rotación (RPM)	Concentración (PPM)	Alambre Fe masa (g)
1	0	10	0.10
2			0.05
3		50	0.10
4			0.05
5		100	0.10
6			0.05
7	1000	10	0.10
8			0.05
9		50	0.10
10			0.05
11		100	0.10
12			0.05
13	2000	10	0.10
14			0.05
15		50	0.10
16			0.05
17		100	0.10
18			0.05

VII. Resultados

7.1 Remoción de Cu^{2+} mediante *electroless deposition*

Los experimentos para evaluar la remoción de iones de Cu^{2+} se realizaron por duplicado, empleando soluciones de $\text{CuSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ a concentraciones de 10, 50 y 100 mg/L^{-1} , en volúmenes de 20 mL para cada concentración y 2 masas diferentes de alambre de Fe (0.05 g y 0.10 g), estos parámetros (concentración del analito, velocidad de rotación y masa de Fe) se compararon por sus efectos sobre la variable de respuesta (% de remoción) con el objetivo principal de determinar las mejores condiciones para la remoción. En el fondo de un tubo de centrífuga de 50 mL se introdujo el alambre de Fe y después se añadió cada una de las diferentes concentraciones. Se decidió realizar los experimentos a diferentes tiempos de reacción (0, 5, 10, 15, 20, 25 y 30 min), bajo las diferentes condiciones de velocidad de rotación (0, 1,000 y 2,000 rpm). Aunque se pensó en realizar los experimentos con tiempo de reacción de 30 min y con muestreos cada 5 min, se declinó por esta opción, considerando que entre cada muestreo se tenía que detener el proceso de rotación para obtener las muestras, situación que podría modificar las tasas de remoción, ya que el proceso de *electroless deposition* es espontáneo y cabría la posibilidad de que el proceso continuara durante el muestreo, se muestra de manera ilustrativa el proceso empleado para la *electroless deposition* en la remoción de iones de Cu^{2+} .

En la (Figura 20) se muestra el comportamiento del porcentaje de remoción de iones de Cu^{2+} que estuvieron en contacto con una masa de alambre de Fe a 0.10 g (área efectiva de 57.94 cm^2), para cada una de las concentraciones estudiadas (10, 50 y 100 mg/L^{-1}) a diferentes velocidades de rotación (0, 1000 y 2,000 rpm) y diferentes tiempos de reacción (0, 5, 10, 15, 20, 25 y 30 min). Los mejores resultados de remoción fueron de 96.29% de iones de Cu^{2+} , cuando se sometió a 2,000 rpm; este porcentaje disminuye a 87.19% de remoción a una velocidad de rotación de 1,000 rpm y 40.16% para un régimen estático en tiempos de operación de 30 min.

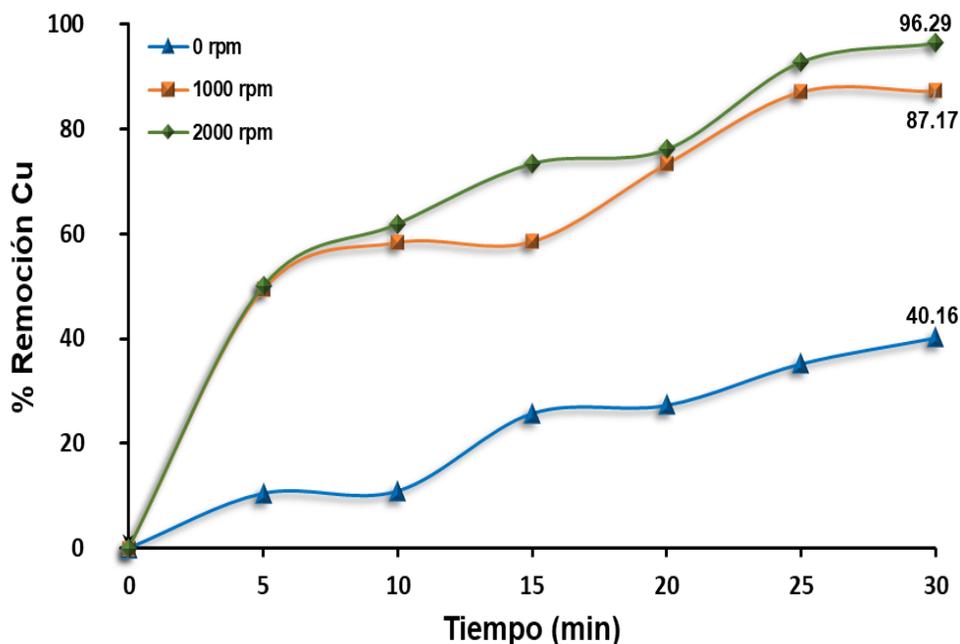


Figura 20: Remoción de iones de Cu^{2+} empleando Fe como metal de sacrificio. Velocidades de rotación (0, 1,000, 2,000 rpm), $[\text{Cu}^{2+}] = 10$ ppm, 0.10 g de Fe y $t = 30$ min.

Lo primero que queda en evidencia es que, al aplicar una acción de fuerza centrífuga, incrementa significativamente la remoción de iones metálicos en soluciones diluidas cuando se encuentra en contacto con el metal de sacrificio. El proceso de *electroless deposition* procede porque la *fem* de la celda es igual a la suma de los potenciales redox de las especies involucradas, siendo de -0.78 V, determinado en la ecuación (2.5), por lo que el ΔG° es negativo, lo que significa que el proceso es espontáneo. Bajo condiciones estáticas, la transferencia de masa limita el proceso de *electroless deposition*, por lo que, el tiempo no es suficiente para que se lleve a cabo la difusión por completo de los iones en la solución. Estos porcentajes de remoción resultan atractivos para la aplicación de interés, que es para las descargas de aguas residuales al drenaje y alcantarillado de agua municipal, cumpliendo con los requerimientos básicos que necesita cualquier industria; si bien, la concentración de 10 ppm es baja, se debe destacar que la remoción de metales pesados a bajas concentraciones demuestra cierta efectividad del método, ya que a condiciones muy diluidas el proceso se vuelve muy exhaustivo, lo que complica la remoción. Por otro lado, los iones

disueltos en el sistema como SO_4^{2-} y iones H^+ podrían evitar que se diera esta transferencia de masa por completo hacia el fondo del tubo.

Para la concentración de 50 ppm, en la (Figura 21), el mejor porcentaje de remoción fue de 95.40% a 2,000 rpm; para la velocidad de 1,000 rpm se logró un 92.39% de remoción de iones de Cu^{2+} y para 0 rpm un 33.98% de remoción todas después de un tiempo de 30 min. De acuerdo con la termodinámica del proceso de *electroless deposition*, se obtiene una tasa de deposición del metal más noble sobre un metal menos noble apreciable, debido a que los resultados muestran una remoción gradual con el tiempo, además, al agitar la solución en contacto con el metal menos noble promueve la deposición del metal noble, se puede observar un comportamiento similar a las condiciones de rotación de 1,000 rpm y 2,000 rpm, por otro lado, bajo régimen estático el porcentaje de remoción es el más bajo, inclusive que a la condición de $[Cu^{2+}]=10$ ppm, atribuido a que hay saturación del alambre.

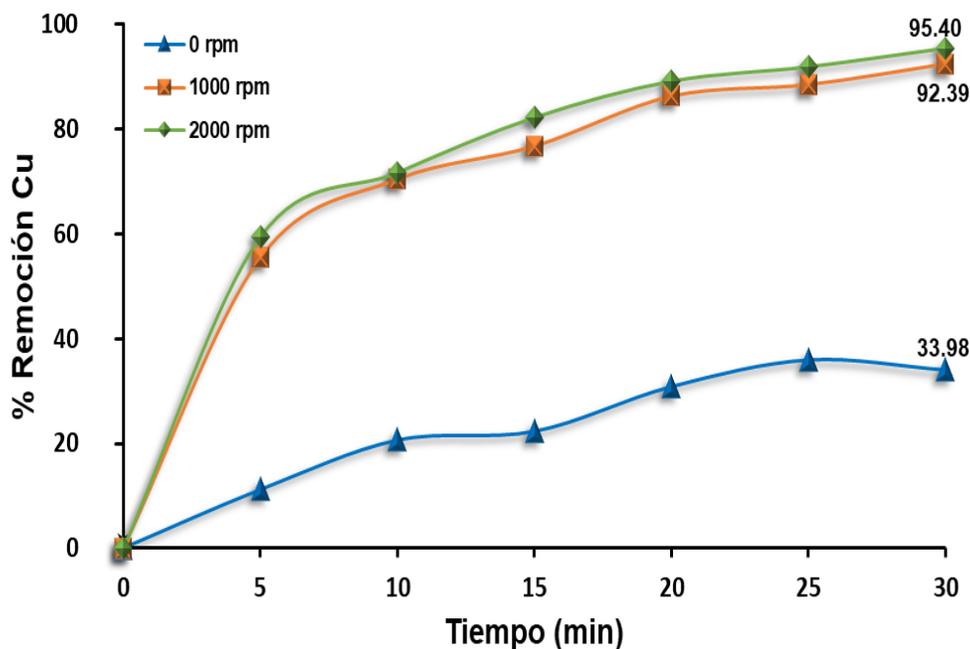


Figura 21: Remoción de iones de Cu^{2+} empleando Fe como metal de sacrificio. Velocidad de rotación (0, 1,000, 2,000 rpm), $[Cu^{2+}]=50$ ppm, 0.10 g de Fe y $t=30$ min.

En la (Figura 22) se muestra los resultados para la concentración de 100 ppm, se puede observar que el mejor porcentaje de remoción fue 96.42%, se obtuvo a una velocidad de 2,000

rpm, seguido de la velocidad de 1,000 rpm, donde se logró un 94.64% de remoción de iones de Cu^{2+} , finalmente, para el régimen estático se alcanzó un 30.78% de remoción en un tiempo de 30 min, siendo estos los mejores resultados para el proceso de *electroless deposition* con acción centrífuga en la eliminación de iones de Cu.

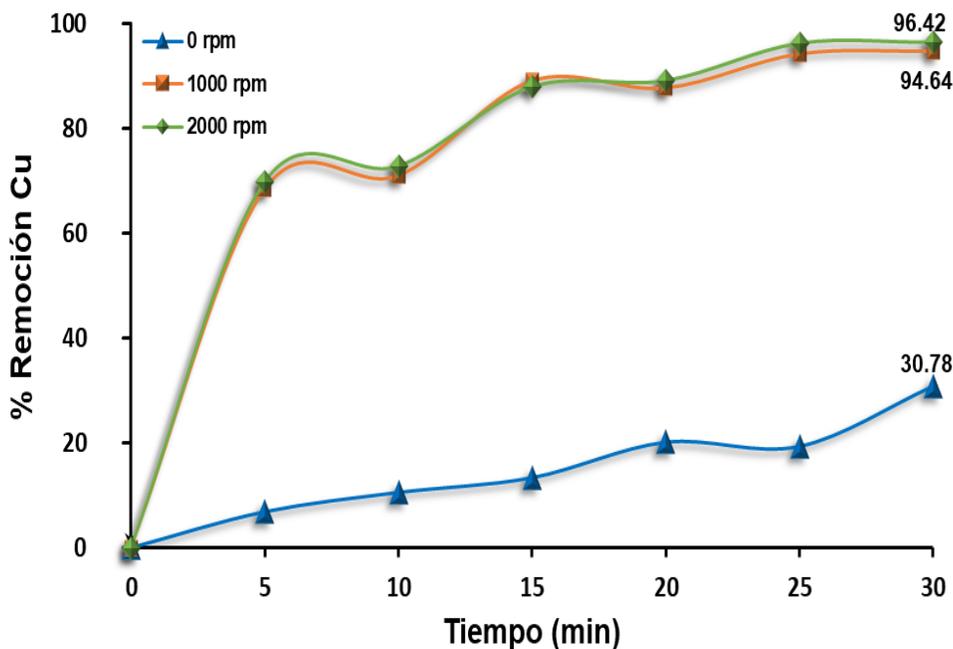


Figura 22: Remoción de iones de Cu^{2+} empleando Fe como metal de sacrificio. Velocidad de rotación (0, 1,000, 2,000 rpm), $[\text{Cu}^{2+}] = 100$ ppm, 0.10 g de Fe y $t = 30$ min.

Los experimentos realizados con una masa de 0.05 g de alambre de hierro (área efectiva de 28.97 cm^2) con una concentración de 10 ppm se muestran en la (Figura 43), donde se alcanzó el 86.57% de remoción para la velocidad de 2,000 rpm; el 70.80% para la velocidad de 1,000 rpm; y se obtuvo el 31.37% en régimen estático; estos porcentajes de remoción son menores que los valores alcanzados empleando 0.10 g de Fe, el estudio fue realizado con doble del área efectiva. En la (Figura 44) se muestran los resultados de remoción de Cu^{2+} para (57.94 cm^2) de área efectiva. Para la concentración de 50 ppm, donde se obtuvieron valores de remoción de 86.08%, 70.53% y 23.02% a las condiciones de 2,000 rpm, 1,000 rpm y en régimen estático, respectivamente. Finalmente, en la (Figura 45) se muestran los resultados de remoción de Cu^{2+} para la concentración de 100 ppm, donde se logró el 79.36%, 65.32% y 23.40% de remoción de iones de Cu^{2+} para las

velocidades de rotación de 2,000 rpm, 1,000 rpm y régimen estático, respectivamente, esto se atribuye a una menor área efectiva del metal de sacrificio, donde los iones podrían estar en contacto dentro del proceso, las figuras se anexan en (Figura 43), (Figura 44) y (Figura 45) se muestran en el (Apéndice A.1).

El pH al que se llevó a cabo este conjunto de experimental fue de 5, debido a que los iones SO_4^{2-} se comportan como base dura y los iones de Fe^{2+} son ácidos, por lo que se podría favorecer la formación de oxiácidos y como el Fe es metal de transición tiene energía de ionización relativamente baja, esto representa la presencia de orbitales moleculares no ocupados en zonas bajas de orbitales 3d, que explica la polarización de los átomos blandos como el Cu^{2+} , permitiendo una distorsión en sus nubes electrónicas para reducir la repulsión de los iones y aumentando la donación de iones entre los metales.

7.1.1 Análisis de SEM para Cu^{2+}

Al aplicar el proceso de *electroless deposition* para la remoción de iones de Cu^{2+} , se obtuvieron remociones significativas sin importar la concentración dentro del intervalo estudiado (10 ppm, 50 ppm y 100 ppm). La acción de la fuerza centrífuga incrementa la remoción de manera notable del metal, permitiendo una mayor difusión de los iones cerca de la superficie del metal de sacrificio y así disminuir la concentración de iones metálicos dentro de las soluciones diluidas, logrando reducir los iones sobre la superficie del alambre de hierro. Bajo el argumento de que los iones son partículas de dimensiones esféricas que al acercarse a la superficie del metal forma una capa de espesor constante de acuerdo con la velocidad de movimiento que llevan los iones dentro de la solución.

La (Figura 23) muestra las imágenes obtenidas mediante microscopia SEM para el análisis morfológico del alambre de hierro sometido a diferentes experimentos del proceso de *electroless deposition*, donde se puede distinguir en la (Figura 23.a) la estructura del alambre de hierro de grado cero con una geometría semejante a la de una varilla, con algunas irregularidades, con diámetro promedio para el alambre antes de la deposición de $39.10 \mu\text{m}$. En la (Figura 23.b) se muestra una imagen del alambre después de llevar a cabo la deposición de iones de Cu^{2+} a 1,000 rpm, donde el diámetro promedio fue de $66.30 \mu\text{m}$ posterior al proceso de *electroless deposition*,

del estudio y en la (Figura 23.c) se muestra la imagen del alambre después de llevar a cabo la deposición de iones de Cu^{2+} a 2,000 rpm, donde se observa un diámetro promedio de $77.90 \mu\text{m}$, obtenido después del proceso de *electroless deposition* realizar la deposición a 2000 rpm. En ambas (Figura 23.b) y (Figura 23.c) se puede apreciar que ocurrió un proceso redox en la superficie del metal de sacrificio, teniéndose un depósito con estructura amorfa debido a la presencia de óxidos metálicos, proveniente de los iones de metales pesados reducidos. Es importante mencionar que, aunque se siguió un protocolo de post tratamiento de muestra para evitar la oxidación y almacenarla para su análisis, es probable que se haya formado algo de óxido debido a la interacción de la muestra con el aire del medio ambiente. Los cambios observados en los diámetros sugieren que hay una dependencia de la deposición de los iones metálicos con la velocidad de rotación, las imágenes mostradas corresponden para los casos con mejores porcentajes de remoción obtenidos, para una visualización detallada de cada parámetro estudiado se anexan las (Figura 52), (Figura 53) y (Figura 54) en el (Apéndice B.1).

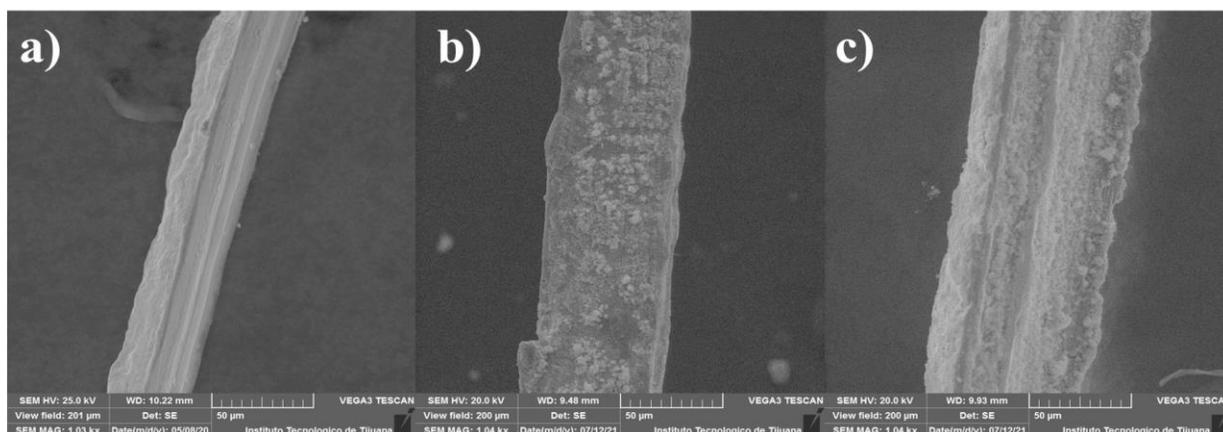


Figura 23: Micrografías de SEM del alambre de Fe para la remoción de Cu^{2+} , a) Alambre de Fe 0.10 g sin deposición, b) Alambre de Fe 0.10 g con remoción de Cu^{2+} a 1,000 rpm (94.64%) y c) Alambre de Fe 0.10 g con remoción de Cu^{2+} a 2,000 rpm (96.42%). Escala $50 \mu\text{m}$, voltaje de aceleración 50 kV.

7.1.2 Análisis de EDS para Cu²⁺

La presencia del metal depositado (Cu) para los experimentos de remoción mediante *electroless deposition*, se corroboró mediante el análisis elemental de espectroscopía de energía dispersiva de rayos X (EDS, por sus siglas en inglés). Es importante mencionar que el análisis fue cualitativo y que la modalidad del análisis fue por mapeo de superficie, lo que muestra la distribución de los elementos que están presentes en las diferentes áreas analizadas. También se analizó por puntos, este análisis arroja porcentajes relativos de los elementos analizados, estos espectros se llevaron a cabo a 120 s. Los análisis mostrados a continuación se muestran los resultados de los mejores porcentajes de remoción obtenidos para cada uno de los parámetros.

La (Figura 24) muestra el espectro de rayos X producidos por el barrido de electrones que cuantifica el número de electrones de rayos X para Cu, Fe, y O detectados en función de la energía de cada átomo, los picos encontrados para los elementos de Cu, Fe y O representan la presencia de los elementos en la superficie de las muestras, mostrando proporciones de Fe y O integrados a la superficie una vez finalizado el proceso de *electroless deposition*.

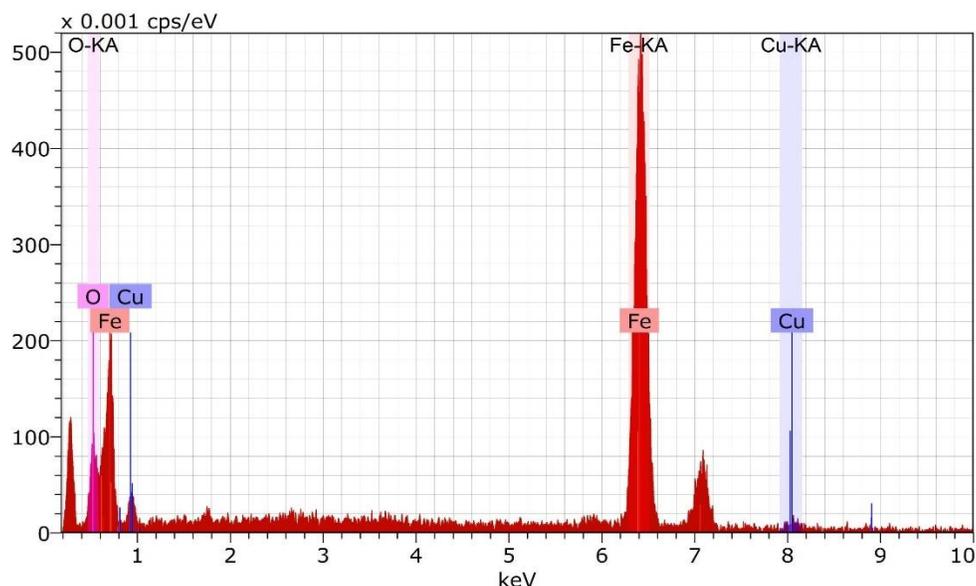


Figura 24: EDS de material de Fe y Cu, de la muestra con concentración de 10 ppm, a 2,000 rpm, con un porcentaje de remoción de 96.29%.

A continuación, en la (Figura 25) se presentan los resultados del análisis de mapeo elemental, el cual es de importancia para validar la presencia de los elementos de Fe y Cu, en las imágenes se muestra que el Cu se deposita sobre regiones aleatorias de la superficie del metal de sacrificio, donde se encuentren espacios sobre la varilla del alambre de Fe. En la (Figura 25.a) se puede apreciar el mapeo de los elementos de Fe, Cu y O, en la (Figura 25.b) se muestra una aproximación de la imagen anterior y en la (Figura 25.c) se observa la distribución que tomó el Cu depositado sobre la superficie de Fe.

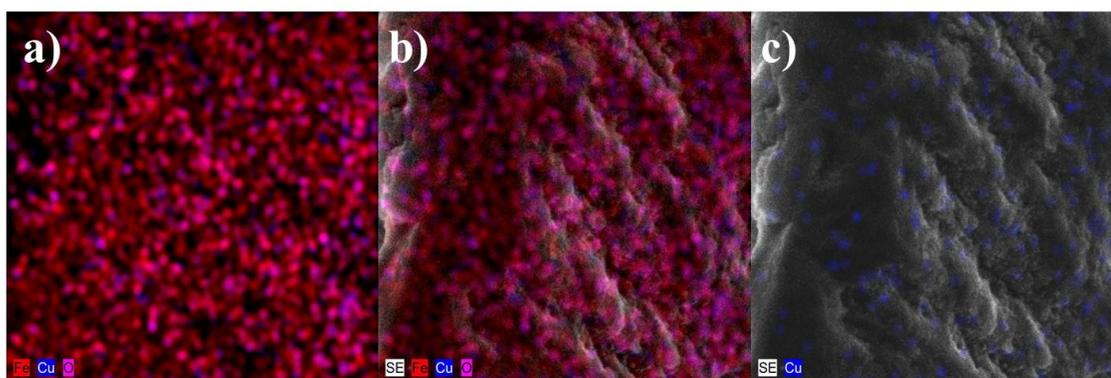


Figura 25: Mapeo elemental para Cu y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.10 g en el proceso de *electroless deposition*, a las condiciones de 10 ppm, 2,000 rpm con un porcentaje de remoción del 96.29%.

En la (Figura 26) se muestra el mapeo elemental para las pruebas realizadas a una concentración de 50 ppm y 2,000 rpm, con un porcentaje de remoción de 95.40% de iones de Cu, con el análisis de mapeo elemental se verificó que los iones de Cu^{2+} son depositados sobre la superficie del alambre de Fe, y que se obtuvieron porcentajes de remoción independientemente de la concentración, esto debido a la acción del efecto de rotación. En la (Figura 26.a) muestra el mapeo de Fe, Cu y O del alambre, verificando la presencia de los iones sobre la superficie, mientras que en la (Figura 26.b) se muestra el mapeo elemental para Fe y Cu, observándose más aglomeraciones de iones de Cu^{2+} a 50 ppm en comparación de las presentadas en la (Figura 25), la cual se realizó a 10 ppm, y en la (Figura 26.c) se muestra el mapeo elemental de cobre, verificando que el proceso de remoción de iones de Cu^{2+} es viable.

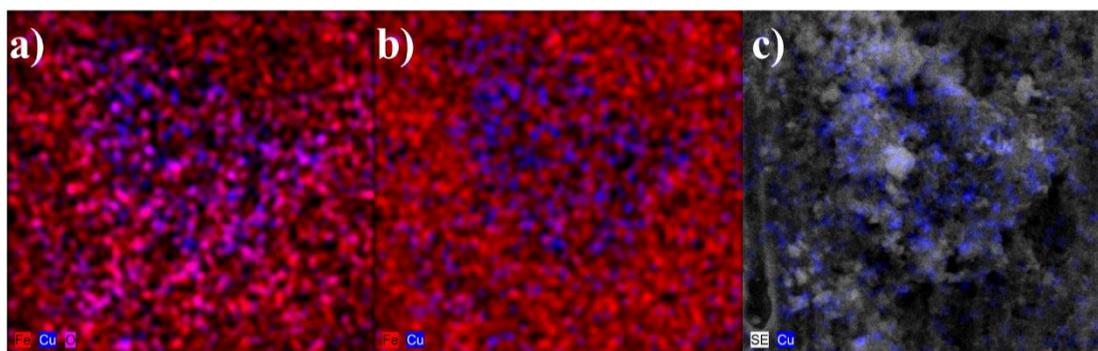


Figura 26: Mapeo elemental de la superficie del alambre de 0.10 g Fe en el proceso Cu y Fe de electroless deposition, a las condiciones de 50 ppm, 2,000 rpm con un porcentaje de remoción del 95.40%.

En la (Figura 27) se muestra el análisis de mapeo elemental para las pruebas realizadas a una concentración de 100 ppm y 2,000 rpm, el porcentaje de remoción más alto obtenido para estas pruebas fueron de 96.42% de remoción de iones de Cu; en la (Figura 27.a) se puede apreciar la presencia de los elementos de Fe, Cu y O, en la (Figura 27.b) se muestra el mapeo solamente de Fe y Cu, donde la proporción de Cu se focaliza en su mayoría a los extremos y no en el centro como ocurrió con la concentración de 50 ppm, por último, en la (Figura 27.c) se puede observar una gran proporción de iones de Cu, comparado con las dos concentraciones anteriores, mostrando que a pesar de que la concentración de Cu en la solución en un tiempo de 30 min se remueve casi por completo, aún queda área superficial disponible para seguir utilizando el mismo alambre para la aplicación de *electroless deposition*.

Las imágenes mostradas corresponden para los casos con mejores porcentajes de remoción obtenidos, para una visualización detallada para cada parámetro estudiado se anexan las imágenes en las (Figura 67), (Figura 68) y (Figura 69) en el (Apéndice C.1).

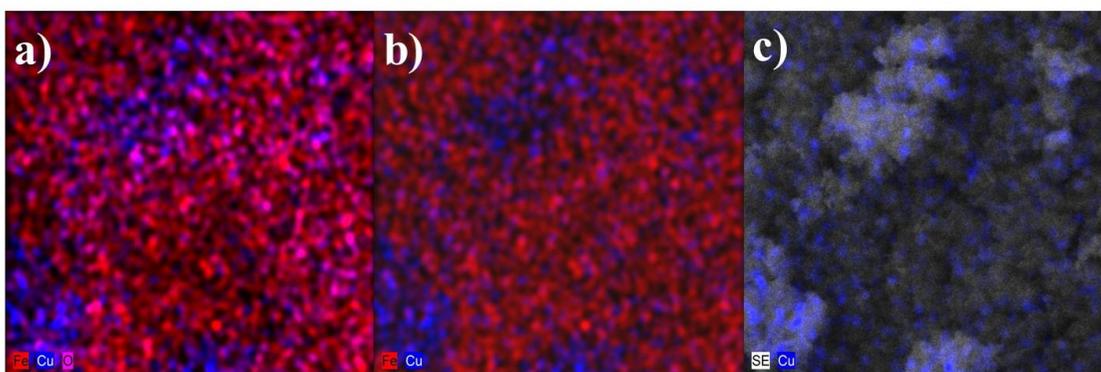


Figura 27: Mapeo elemental para Cu y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.10 g en el proceso de *electroless deposition*, a las condiciones de 100 ppm, 2,000 rpm con un porcentaje de remoción del 96.42%

7.2 Remoción de Sn^{2+} mediante *electroless deposition*

Se realizaron pruebas para la remoción de iones de Sn^{2+} con el proceso de *electroless deposition*, como se mencionó anteriormente, en el caso de la solución de iones del Sn^{2+} se procedió a disolverlo una malla de estaño, como se describe en el numeral 6.2.1. Como se ha mencionado antes, la variable objetivo para establecer la eficiencia de la remoción de los metales pesados es la concentración remanente del metal en la solución.

En la (Figura 28) se muestran los resultados obtenidos en la remoción de Sn^{2+} para las velocidades de rotación de 0, 1,000 y 2,000 rpm, utilizando una concentración inicial de Sn^{2+} de 10 mg L^{-1} y una masa de Fe de 0.10 g (área calculada 57.90 cm^2). De acuerdo con la (Figura 28), para una velocidad de 2,000 rpm se logró una remoción de 66.3%, en tanto que para la velocidad de 1,000 rpm se logró alcanzar una remoción máxima de 89.4% y en el caso de 0 rpm se obtuvo una remoción del 40.55%.

Aunque se esperaba que a mayor velocidad de rotación fuera mayor el porcentaje de remoción, en este caso no se observó dicha tendencia, esto puede atribuirse a aspectos fisicoquímicos de equilibrio, ya que es importante mencionar que la estabilidad de los iones está dada por algunos factores como el pH; en este caso, el valor de pH de las soluciones metálicas era aproximadamente de 1, siendo una condición ácida y la estabilidad de los iones Cl^- , que son bases duras y suelen ser iones grandes y más polarizables, aunado a esto, el orden de estabilización de

los iones metálicos es de $\text{Fe}^{2+} < \text{Cu}^{2+} < \text{Sn}^{2+} < \text{Pb}^{2+}$, siendo el Fe^{2+} más estable que el Sn^{2+} , estas interacciones intermoleculares son débiles, surgiendo además atracciones electrostáticas, es decir, son fenómenos electrostáticos cuyos efectos pueden aparecer en forma de atracciones o repulsiones entre ambos iones para completar sus capas.

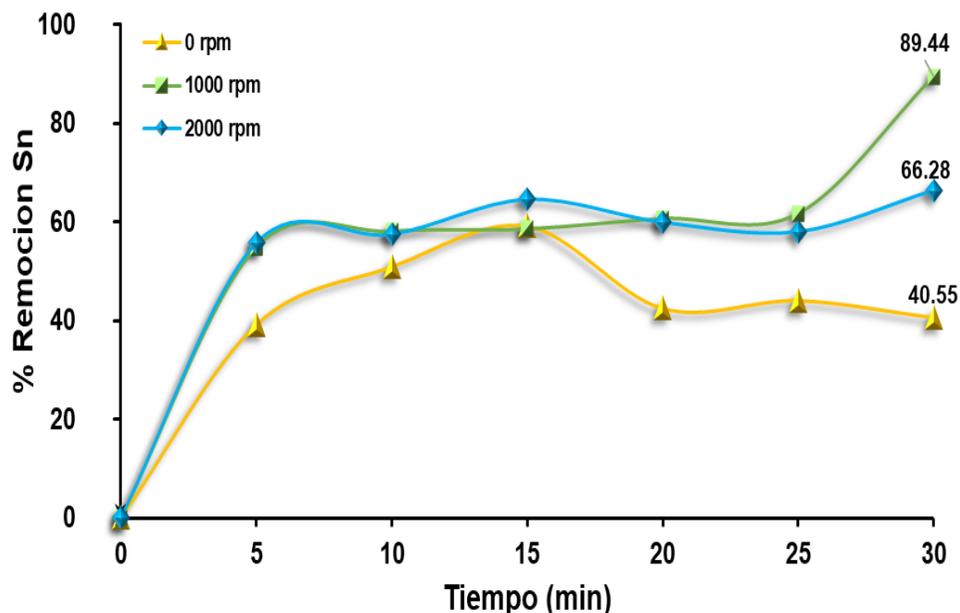


Figura 28: Remoción de iones de Sn^{2+} empleando Fe como metal de sacrificio. Velocidad de rotación (0, 1,000, 2,000 rpm), $[\text{Sn}^{2+}] = 10 \text{ ppm}$, 0.10 g de Fe y $t = 30 \text{ min}$.

En la (Figura 29) se muestran los resultados obtenidos en la remoción de Sn^{2+} para velocidades de rotación de 0, 1,000 y 2,000 rpm, utilizando una concentración inicial de Sn^{2+} de 50 mg/L^{-1} y una masa de Fe de 0.10 g (área calculada 57.90 cm^2). De acuerdo con la (Figura 29), para una velocidad de 2,000 rpm se logró una remoción de 59.81%, mientras que para la velocidad de 1,000 rpm se logró alcanzar una remoción máxima de 44.34% y en el caso de 0 rpm se obtuvo una remoción del 10.21%. La tendencia que lleva la gráfica son altos porcentajes de remoción en los primeros 10 min para tener una estabilización a partir del minuto 15, manteniéndose prácticamente invariable el porcentaje de remoción durante el resto del experimento.

Este comportamiento se puede atribuir a un efecto de los iones de Cl^- , ya que el estaño ha perdido dos electrones en su capa de valencia para formar enlaces con los átomos de cloro, por lo tanto, presenta una hibridación sp^2 con un par de electrones libres. Adicionalmente, es importante señalar que una de las fuerzas motrices que dirigen el proceso de *electroless deposition* es la diferencia de los potenciales redox, siendo este valor para el sistema Fe-Sn de: (Sn^{2+} : $E_{celda}^{\circ} = (-0.14) - (-0.44) = 0.30 V$), el valor considerado como relativamente bajo, lo que es consistente con la baja eficiencia de remoción observada para este metal en solución acuosa, en comparación a la remoción de Cu^{2+} . Por otra parte, es posible la intervención de otros factores, como las velocidades de difusión de los iones en los medios evaluados, no obstante, estos cálculos escapan a este estudio.

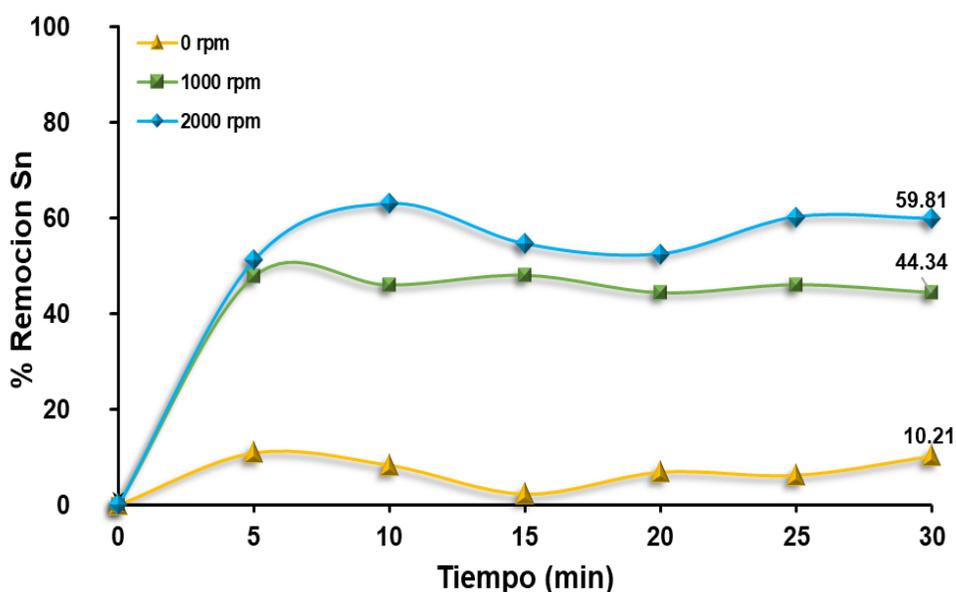


Figura 29: Remoción de iones de Sn^{2+} empleando Fe como metal de sacrificio. Velocidad de rotación (0, 1,000, 2,000 rpm), $[Sn^{2+}] = 50$ ppm, 0.10 g de Fe y $t = 30$ min.

En la (Figura 30) se muestran los resultados obtenidos en la remoción de Sn^{2+} para velocidades de rotación de 0, 1,000 y 2,000 rpm, utilizando una concentración inicial de Sn^{2+} de 100 mg/L^{-1} y una masa de Fe de 0.10 g (área calculada 57.90 cm^2). De acuerdo con la (Figura 30), para una velocidad de 2,000 rpm se logró una remoción de 87.94%, en tanto que para la velocidad de 1,000 rpm se logró alcanzar una remoción máxima de 46.22% y en el caso de 0 rpm se obtuvo una remoción del 21.32%.

El porcentaje de remoción resulta ser uno de los parámetros ideales para establecer la factibilidad de la aplicación del proceso, en este caso, en el problema de interés que es el tratamiento de las descargas de aguas residuales al drenaje y alcantarillado de agua municipal, donde se cumplen con los requerimientos básicos que necesita cualquier industria. Las gráficas mostradas aquí fueron las que representaron mejores resultados, la evaluación de los otros parámetros se muestran en el (Apéndice A.2).

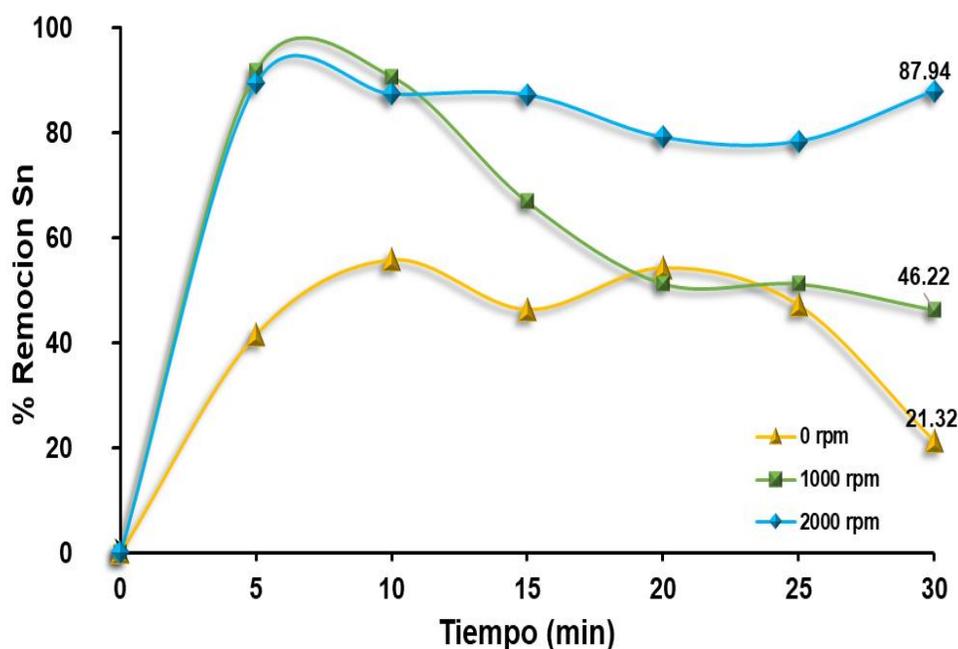


Figura 30: Remoción de iones de Sn^{2+} empleando Fe como metal de sacrificio. Velocidad de rotación (0, 1,000, 2,000), $[\text{Sn}^{2+}] = 100$ ppm, 0.10 g de Fe y $t = 30$ min.

7.2.1 Análisis de SEM para Sn^{2+}

Las micrografías de la superficie del metal de sacrificio para la remoción de Sn^{2+} , empleando una masa de 0.10 g (área efectiva de 57.90 cm^2), se muestran en la (Figura 31). Las micrografías corresponden a los resultados donde se logró el mayor porcentaje de remoción de Sn^{2+} obtenidos a una concentración de iones de Sn^{2+} a 10 ppm y velocidades de rotación de 1,000 rpm (Figura 31.a) y 2000 rpm (Figura 31.b), donde se pueden apreciar depósitos irregulares con aparente estructura amorfa alrededor del alambre, que podrían deberse a la formación de óxidos metálicos en la superficie del metal de sacrificio. Las mediciones de los diámetros, como un parámetro

asociado a la modificación superficial, obtenidos para 1,000 rpm y 2,000 rpm fueron de $54.20\ \mu\text{m}$ y $56.10\ \mu\text{m}$, respectivamente, esto sugiere una mayor cantidad de iones removidos de la solución.

Las micrografías correspondientes a los experimentos empleando una masa de hierro de 0.05g (área efectiva de $28.9\ \text{cm}^2$) se detallan en el (Apéndice B.2) en las (Figura 57), (Figura 58) y (Figura 59) así como los correspondientes para las concentraciones de 10 y 50 ppm con una masa de hierro de $0.10\ \text{g}$ (área de $57.90\ \text{cm}^2$) se muestran en las (Figura 60) y (Figura 61) del (Apéndice B.2).

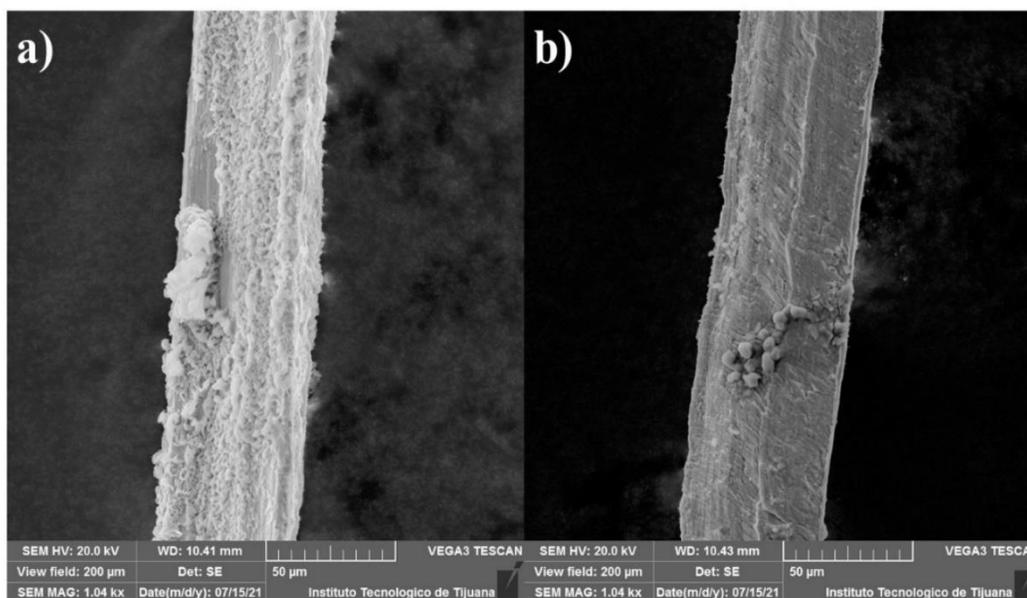


Figura 31: Micrografías de SEM del alambre de Fe para la remoción de Sn^{2+} , a) Alambre de Fe $0.10\ \text{g}$ con remoción de Sn^{2+} a 1,000 rpm (89.44%) y b) Alambre de Fe $0.10\ \text{g}$ con remoción de Sn^{2+} a 2,000 rpm (66.28%). Escala $50\ \mu\text{m}$, voltaje de aceleración 50 KV.

7.2.2 Análisis de EDS para Sn²⁺

Es importante mencionar que el análisis EDS es semicuantitativo y la modalidad del análisis fue por mapeo de superficie, lo que muestra la distribución de los elementos que están presentes en las diferentes áreas analizadas. También se analizó por puntos, este análisis arroja porcentajes relativos de los elementos analizados. La (Figura 32) muestra el espectro EDS producido por el barrido de electrones que cuantifica el número de electrones de rayos X para Sn, Fe, y O detectados en función de la energía de cada átomo, los picos encontrados para los elementos de Fe, Sn y O, representan la presencia de los elementos en la superficie de las muestras, mostrando proporciones de Fe y O integrados a la superficie una vez el proceso finalizado de *electroless deposition*.

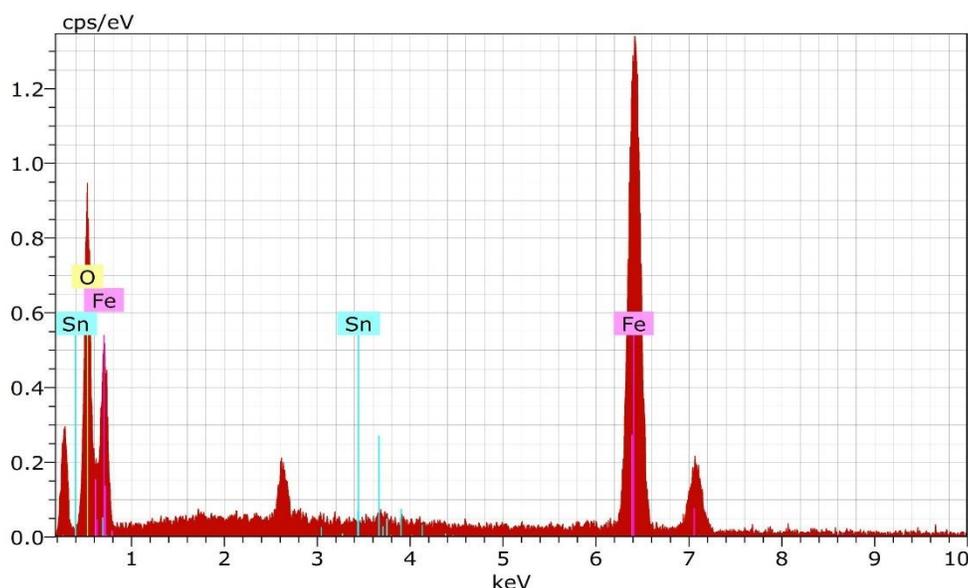


Figura 32: EDS del material Fe y Sn, de la muestra con concentración de 10 ppm, a 1,000 rpm, con un porcentaje de remoción de (89.44%).

A continuación, en la (Figura 33) se muestra los resultados del análisis de mapeo elemental, el cual es de importancia para validar la presencia de los elementos de Sn y Fe, donde se puede observar que el Sn se deposita sobre cualquier parte de la superficie del alambre de Fe. En la (Figura 33.a) se puede apreciar el mapeo de los elementos de Fe, Sn y O, mientras que para Fe y Sn con una aproximación de la imagen en la (Figura 33.b), por último, en la (Figura 33.c) se observa la distribución de posición que tomó el Sn sobre la superficie de Fe.

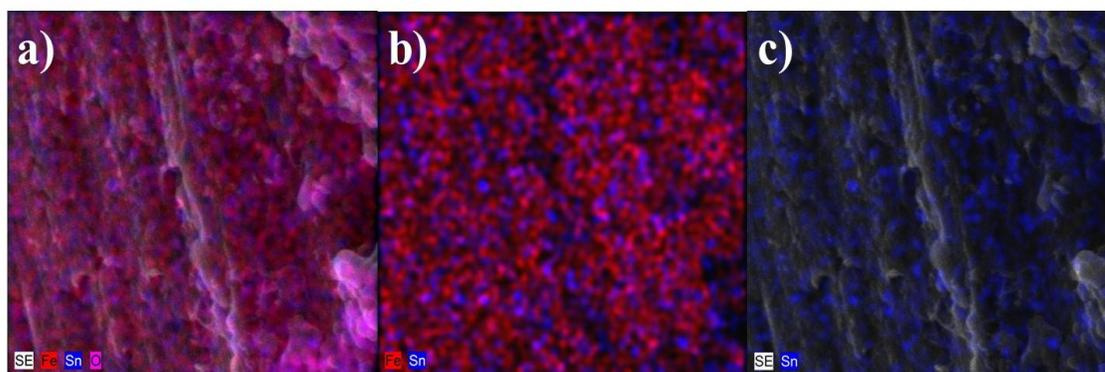


Figura 33: Mapeo elemental para Sn y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.10 g en el proceso de *electroless deposition*, a las condiciones de 10 ppm, 1,000 rpm con un porcentaje de remoción del 89.44%.

A continuación, en la (Figura 34) se muestra el análisis de mapeo elemental para las pruebas realizadas a una concentración de 50 ppm y 2,000 rpm, con un porcentaje de remoción de iones de Sn^{2+} del 59.81% ; en la (Figura 34.a) muestra el mapeo de Fe, Sn y O del alambre depositado, verificando la presencia de Sn sobre la superficie, mientras que en la (Figura 34.b) se muestra sólo el mapeo elemental para Sn y Fe, observándose más aglomeraciones de Sn, en la (Figura 34.c) se muestra el mapeo elemental sólo de estaño, verificando que el proceso de *electroless deposition* es viable para la remoción de iones de Sn.

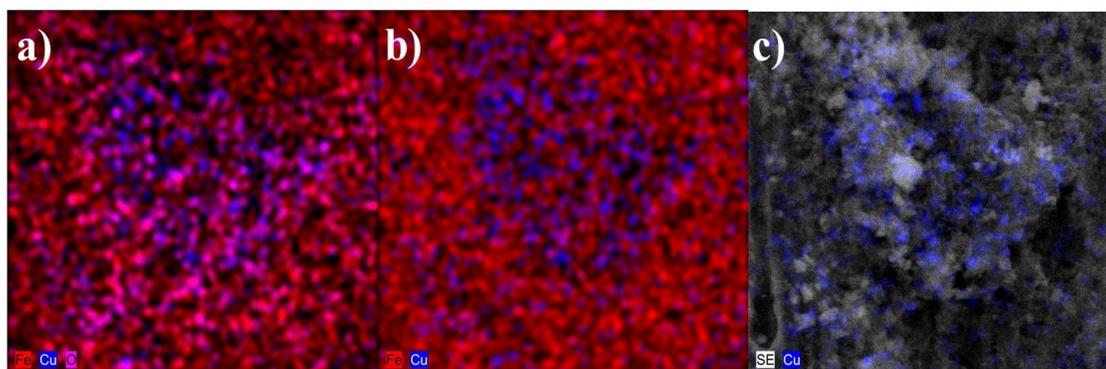


Figura 34: Mapeo elemental para Sn y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.10 g en el proceso de *electroless deposition*, a las condiciones de 50 ppm, 2,000 rpm con un porcentaje de remoción del 59.81%.

Las imágenes mostradas corresponden para los casos con mejores porcentajes de remoción obtenidos, para el caso de 100 ppm de Sn en las diferentes condiciones no se obtuvieron estos estudios debido a un error técnico, para una visualización más detallada para los demás parámetros estudiados se anexan las imágenes en las (Figura 73), (Figura 74), (Figura 75) y (Figura 76) del (Apéndice C.2).

7.3 Remoción de Pb^{2+} mediante *electroless deposition*

Se evaluó el proceso de *electroless deposition* para la remoción de iones de Pb^{2+} en soluciones diluidas de $Pb(NO_3)_2$, la cual es una sal inorgánica de color cristalino y un oxidante muy estable y fuerte y de alta toxicidad en ingesta de humanos.

Se realizaron pruebas por duplicado a concentraciones de 10, 50 y 100 mg/L^{-1} en una centrífuga, siguiendo exactamente la misma metodología realizada por los iones de Cu^{2+} y Sn^{2+} .

En la (Figura 35) se muestran los resultados obtenidos en la remoción de Pb^{2+} para velocidades de rotación de 0, 1,000 y 2,000 rpm, utilizando una concentración inicial de Pb^{2+} de 10 mg/L^{-1} y una masa de Fe de 0.10 g (área calculada 57.90 cm^2). De acuerdo con la (Figura 35), para una velocidad de 2,000 rpm se logró una remoción de 45.28%, en tanto que para la velocidad de 1,000 rpm se logró alcanzar una remoción máxima de 37.84% y en el caso de 0 rpm se obtuvo una remoción del 35.11%.

De los 3 metales evaluados, el Pb fue el que se removió en menor porcentaje, analizando el concepto de la estabilidad de los iones, el Pb^{2+} es uno de los menos estables a diferencia de los otros dos iones estudiados, es un ácido blando con tendencia a generar más oxiácidos sobre la superficie del metal de hierro. Los resultados para la remoción de iones de Pb^{2+} con una masa de 0.05 g de Fe se pueden visualizar las (Figura 49) en el (Apéndice A.3).

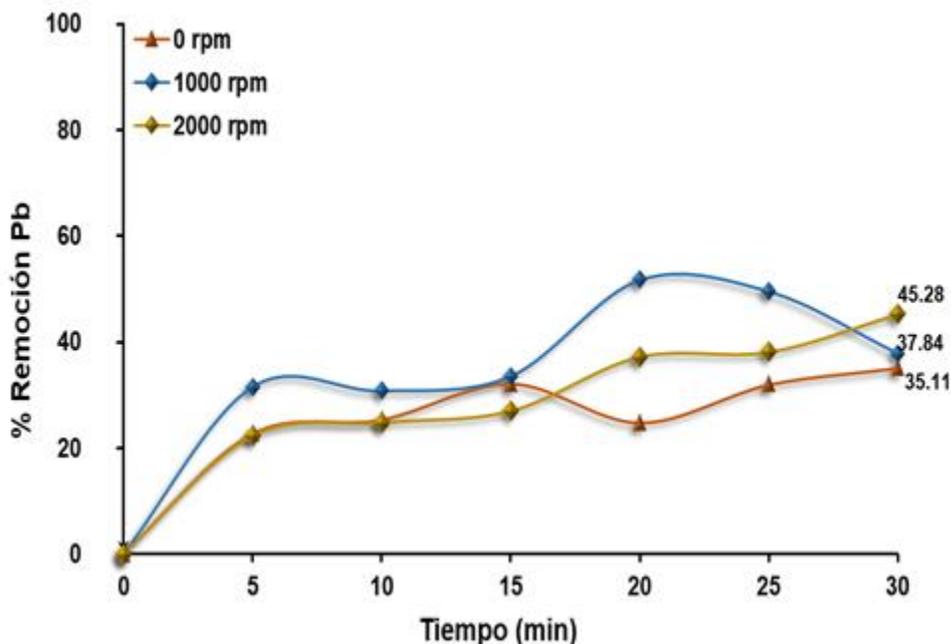


Figura 35: Remoción de iones de Pb^{2+} empleando Fe como metal de sacrificio. Velocidad de rotación (0, 1,000, 2,000 rpm), $[Pb^{2+}] = 10$ ppm, 0.10 g de Fe y $t = 30$ min.

Para las condiciones de 50 ppm y 0.10 g de Fe, y las distintas velocidades de rotación (Figura 36), los porcentajes de remoción obtenidos fueron de 41.76% a 2,000 rpm, el 45.43% para 1,000 rpm y el 21.42% a 0 rpm. Los datos obtenidos para estos parámetros suelen ser algo atípicos, dado que se esperaba que hubiera más porcentaje de remoción a 2,000 rpm, el cual no fue el caso para estos parámetros estudiados. Para la masa de 0.05 g de Fe los resultados de remoción se muestran en la (Figura 50), obteniendo resultados de 65.59%, 19.76% y 13.53% de remoción para las velocidades de 2,000, 1,000, y 0 rpm respectivamente, estos resultados se pueden analizar con mayor detalle en el (Apéndice A.3).

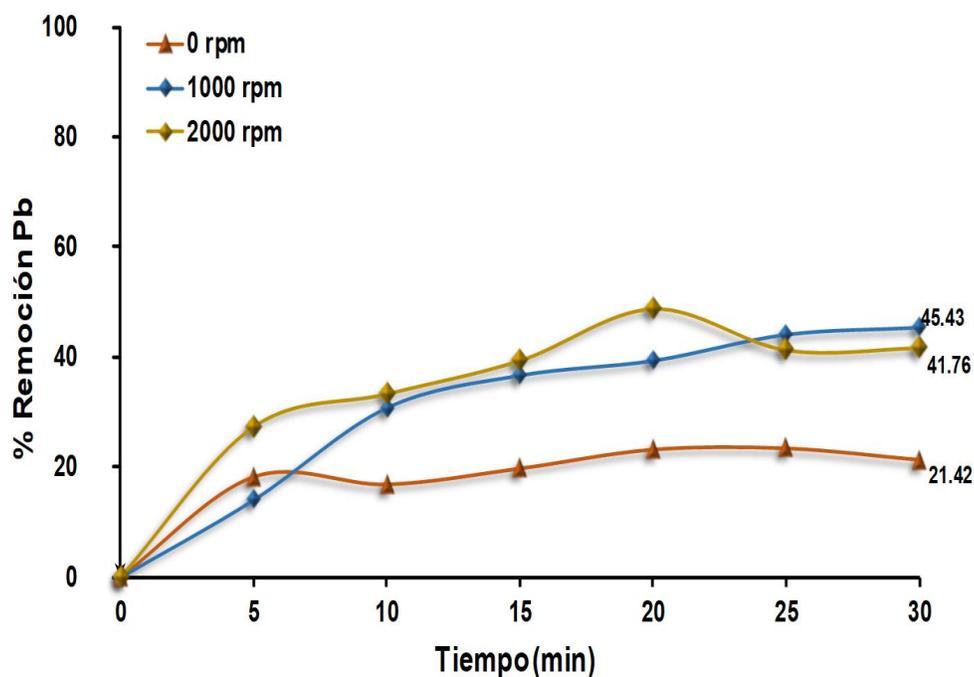


Figura 36: Remoción de iones de Pb^{2+} empleando Fe como metal de sacrificio. Velocidad de rotación (0, 1,000, 2,000), $[Pb^{2+}] = 50$ ppm, 0.10 g de Fe y $t = 30$ min.

En la (Figura 37) se muestran los experimentos empleando una concentración inicial de Pb^{2+} de 100 ppm, donde se logró un porcentaje de remoción del 64.6% empleando una velocidad de rotación de 2,000 rpm, el 55.5% para el caso de 1,000 rpm y el 17.6% para 0 rpm. Los resultados obtenidos para una masa de 0.05 g de Fe se muestran en el (Apéndice A.3) en la (Figura 51); estos porcentajes de remoción relativamente bajos pueden estar relacionados con fenómenos de difusión de la especie iónica en el seno de la solución, considerando que se trata de la especie más densa de las evaluadas (4.53 g/cm^3), característica que pudiera afectar su difusión desde el seno de la solución hacia la superficie del metal de sacrificio.

El movimiento de los iones en la solución se ve limitado en dos aspectos; la atmósfera iónica es deformada cuando el ion central se mueve, de manera que su centro se encuentra detrás del ion, y el movimiento de éste es retardado por la atmósfera (efecto de relajación) al tener carga opuesta a la del ion central, tiende a moverse en sentido contrario a la del ion, debido al campo eléctrico durante la migración, estas atracciones Inter iónicas son en esencia, la causa de la desviación que

sufren los electrolitos del comportamiento ideal, poniendo en desventaja a la *electroless deposition* en estos parámetros frente a lo reportado por *Shu et Félix (1999)* [28].

Otra característica importante por resaltar es que, aunque existe un porcentaje de remoción considerable, no se logra cumplir con los límites máximos permisibles para estos contaminantes en el agua. Se deben considerar otros parámetros para poder lograr mejores resultados para la remoción de iones de Pb^{2+} y alcanzar los límites máximos permisibles de acuerdo con la NOM-CCA-031-ECOL/1993.

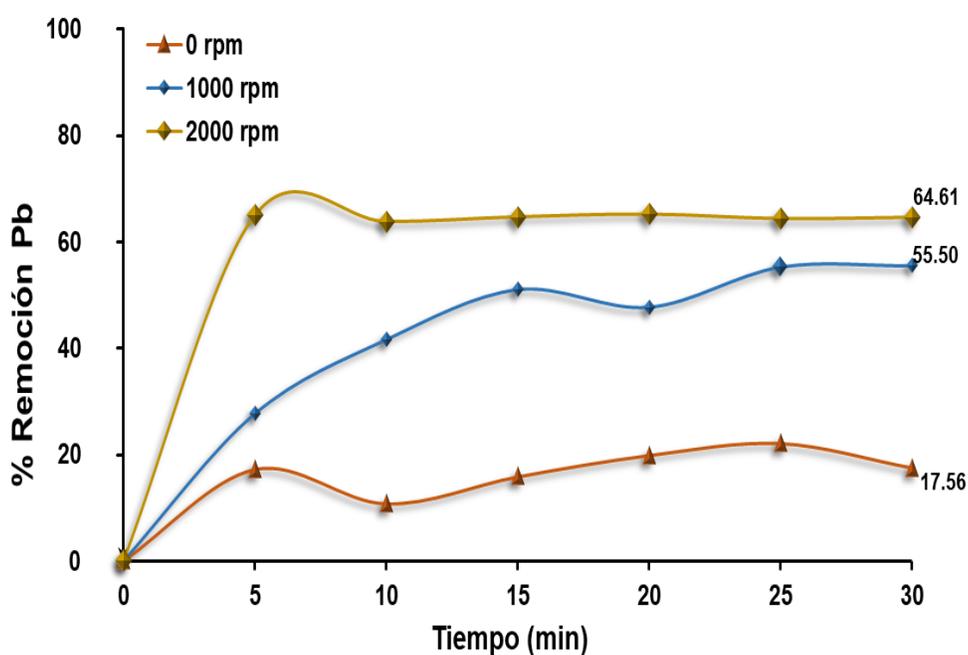


Figura 37: Remoción de iones de Pb^{2+} empleando Fe como metal de sacrificio. Velocidad de rotación (0, 1,000, 2,000), $[Pb^{2+}] = 100$ ppm, 0.10 g de Fe y $t = 30$ min.

7.3.1 Análisis SEM para Pb^{2+}

Con la intención de aplicar el proceso de *electroless deposition* para la remoción de iones de Pb^{2+} , la (Figura 38) muestra las imágenes obtenidas mediante SEM para el análisis morfológico del alambre de Fe sometido a diferentes condiciones, en la (Figura 38.a), una imagen del alambre después de llevar a cabo la deposición a 1,000 rpm, donde su diámetro promedio fue de $39.89 \mu m$ posterior al proceso de remoción de Pb^{2+} , mientras que en la (Figura 38.b), obteniendo un diámetro promedio de $58.83 \mu m$ después de la remoción de Pb^{2+} .

En ambas imágenes se puede apreciar que efectivamente ocurrió un proceso redox en la superficie del metal de sacrificio, teniéndose un depósito con estructura amorfa, debido a la presencia de óxidos metálicos. Las imágenes mostradas corresponden para los casos con mejores porcentajes de remoción obtenidos, para una visualización detallada para cada parámetro estudiado se anexan las imágenes (Figuras 62), (Figura 63), (Figura 64), (Figura 65) y (Figura 66) en el (Apéndice B.3).

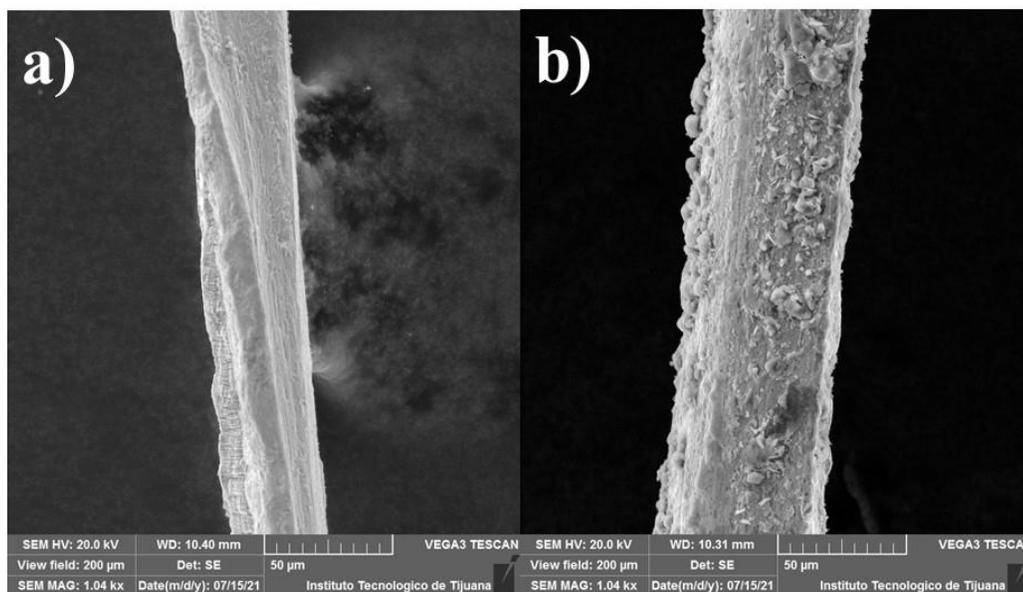


Figura 38: Micrografías de SEM del alambre de Fe para la remoción de Pb^{2+} , a) Alambre de Fe 0.10 g con remoción de Pb^{2+} a 1,000 rpm (55.40%) y b) Alambre de Fe 0.10 g con remoción de Pb^{2+} a 2,000 rpm (64.61%). Escala $50 \mu m$, voltaje de aceleración 50 KV.

7.3.2 Análisis de EDS para Pb²⁺

La presencia de iones metálicos Pb²⁺ para los experimentos de remoción mediante *electroless deposition* se corroboró mediante un análisis elemental de espectroscopía de energía dispersiva de rayos X, es importante mencionar que el análisis es semicuantitativo y la modalidad del análisis fue por mapeo de superficie, lo que muestra la distribución de los elementos que están presentes en las diferentes áreas analizadas. También se analizó por puntos, este análisis arroja porcentajes relativos de los elementos analizados.

En la (Figura 39) se muestra el espectro de EDS producidos por el barrido de electrones que cuantifica el número de electrones de rayos X para Pb, Fe, y O, detectados en función de la energía de cada átomo, los picos encontrados para los elementos de Pb, Fe y O, representan la presencia de los elementos en la superficie de las muestras, mostrando proporciones de Fe y O integrados a la superficie una vez finalizado el proceso de *electroless deposition*, además de la presencia de Pb sobre la muestra, corroborando la presencia de Pb en la superficie del alambre de Fe.

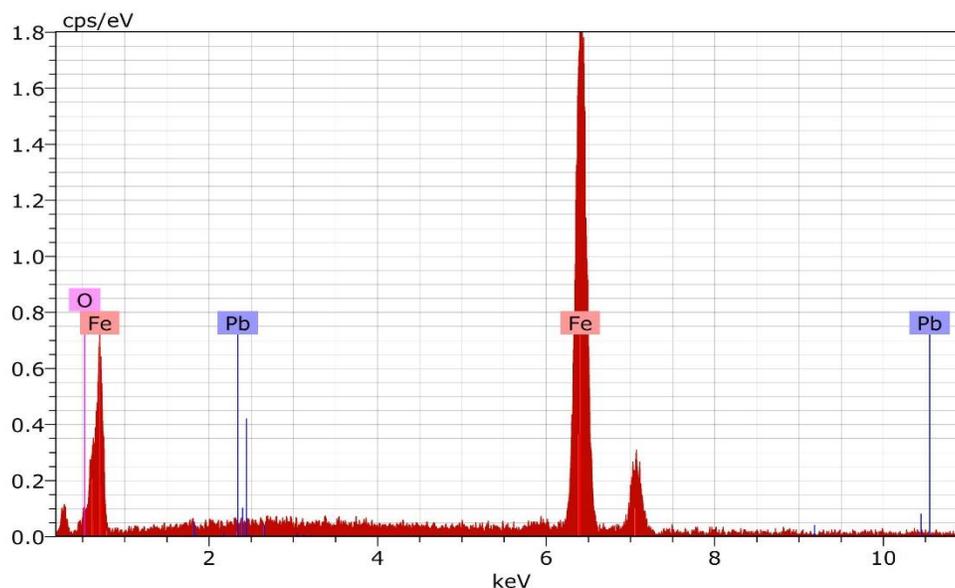


Figura 39: Espectro EDS del material de Fe y Pb, de la muestra con concentración de 10 ppm, a 2,000 rpm, con un porcentaje de remoción de 45.28%.

A continuación, En la (Figura 40) se presentan los resultados del análisis de mapeo elemental, donde se puede observar la presencia de Pb al añadirse sobre la superficie donde se encuentren espacios en el alambre de Fe. En la (Figura 40.a) se puede apreciar el mapeo de los elementos de Fe, Pb y O, mientras que en la (Figura 40.b) para Fe y Pb, diferenciando al Pb como todos los puntos que se ven distribuidos en el mapeo y en la (Figura 40.c) se observa la distribución de posición que tomó el ion de Pb sobre la superficie de Fe. Se puede observar en esta figura, que el proceso de *electroless deposition* para remoción de iones metálicos es viable.

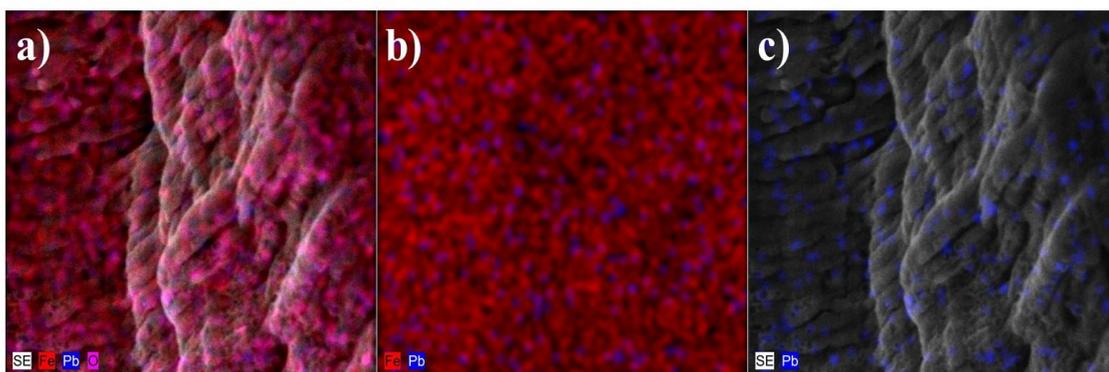


Figura 40: Mapeo elemental para Pb y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.10 g con el proceso de *electroless deposition*, a las condiciones de 10 ppm, 2,000 rpm con un porcentaje de remoción del 55.28%.

A continuación, en la (Figura 41) se muestra el mapeo elemental para las pruebas realizadas a una concentración de 50 ppm de Pb^{2+} y 2,000 rpm, con un porcentaje de remoción del 45.43% de iones de Pb^{2+} , en la (Figura 41.a) se aprecia el mapeo de Fe, Pb y O del alambre depositado, verificando la presencia de los elementos sobre la superficie, en la (Figura 41.b) se muestra sólo el mapeo elemental para Fe y Pb, observándose iones más dispersos a lo largo de la superficie, en la (Figura 41.c) se muestra el mapeo elemental sólo del Pb, verificando que la técnica aplicada al proceso de remoción de iones de Pb^{2+} remueve, pero el potencial estándar del proceso que existe entre Fe y Pb afecta en la remoción de iones de soluciones acuosas.

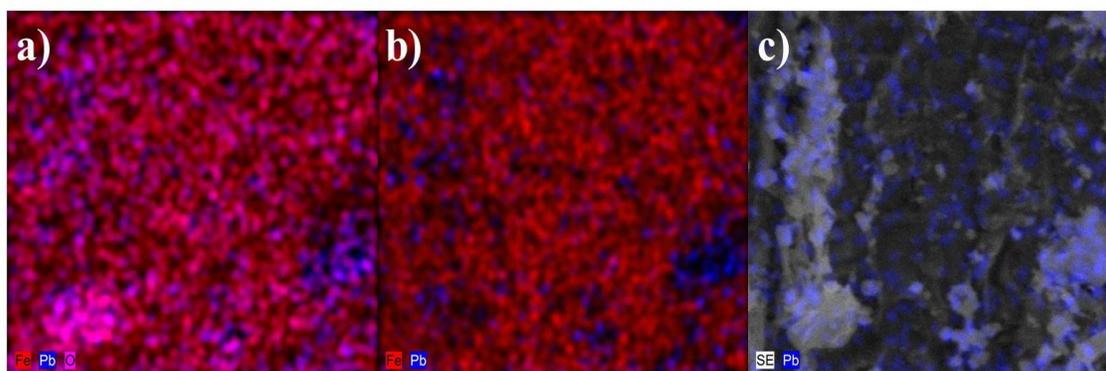


Figura 41: Mapeo elemental para Pb y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.10 g con el proceso de *electroless deposition*, a las condiciones de 50 ppm, 1,000 rpm con un porcentaje de remoción del 45.43%.

En la (Figura 42) se muestra el mapeo elemental para las pruebas realizadas a una concentración de 100 ppm y 2,000 rpm, con un porcentaje de remoción del 64.61% de iones de Pb^{2+} , en la (Figura 42.a) se aprecia el mapeo de Fe, Pb y O en el alambre de Fe, verificando la presencia de los iones sobre la superficie, en la (Figura 42.b) se muestra el mapeo elemental para Fe y Pb, observándose más aglomeraciones de iones de Pb^{2+} , en la (Figura 42.c) se muestra el mapeo elemental de Pb, verificando que la técnica aplicada al proceso de remoción de iones de Pb es viable.

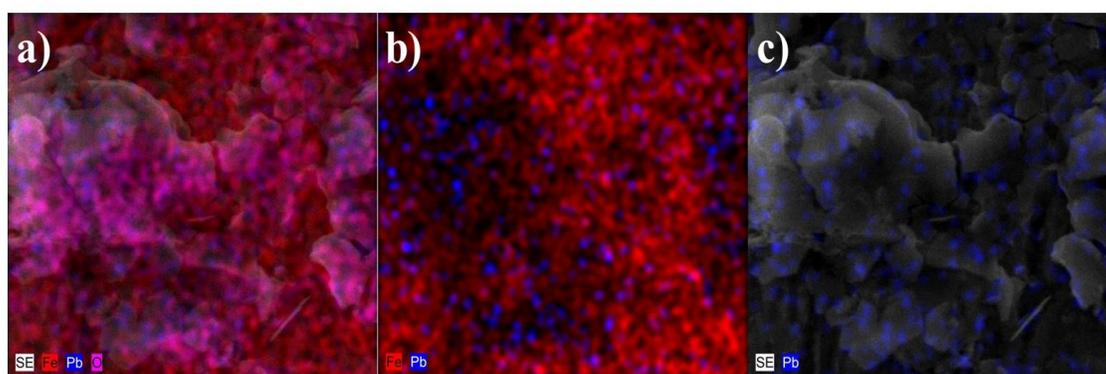


Figura 42: Mapeo elemental para Pb y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.10 g con el proceso de *electroless deposition*, a las condiciones de 100 ppm, 2,000 rpm con un porcentaje de remoción del 64.61%.

Las imágenes mostradas corresponden para los casos con mejores porcentajes de remoción de Pb^{2+} obtenidos para cada una de las concentraciones estudiadas, para una visualización detallada de cada parámetro estudiado se anexan las imágenes en las (Figura 77), (Figura 78), (Figura 79), (Figura 80), (Figura 81) y (Figura 82) en el (Apéndice C.3).

7.4 Durabilidad del alambre de Fe

La importancia de esta prueba radica en establecer si es posible seguir utilizando el material de sacrificio en distintos experimentos en continuo. Los resultados corresponden solo para un tiempo de contacto de 30 min. A continuación, en la (Tabla 5) se muestran los porcentajes de remoción obtenidos para las diferentes condiciones de operación de *electroless deposition* y se utilizó al Cu como modelo de estudio. La remoción de iones de Cu^{2+} se realizó con el mismo alambre de Fe, para cada parámetro se realizaron 10 pruebas consecutivas, cada una de 30 min de operación, removiendo la solución y volviendo a añadir en el mismo tubo de centrífuga. De acuerdo con los resultados, para el caso de una concentración inicial de Cu^{2+} de 10 ppm y 0.10 g de material de sacrificio, se logró el 78.47% de remoción y el 44.07% de remoción de iones de cobre utilizando 0.05 g de Fe. Para la concentración de 50 ppm de Cu^{2+} se logró remover el 89.2% (promedio) de iones de Cu, con una masa de Fe de 0.10 g, y el 86.48% de remoción de iones de Cu, mientras que para la masa de 0.05 g de Fe se obtuvo el 54.51% de remoción. Para los experimentos utilizando una concentración de 100 ppm se alcanzó una remoción del 88.88% de iones de Cu^{2+} para la masa de 0.10 g de Fe, y para la masa de 0.05 g de Fe se logró el 63.95% de remoción al final del tratamiento.

Aunque es importante que la acción de la fuerza centrífuga juega un papel importante para la remoción de iones metálicos, también es importante destacar que el potencial redox para cada una de las reacciones es importante, debido a estas diferencias de potencial en soluciones acuosas el tiempo de difusión de los iones suele ser más lento entre las especies, así, a mayor potencial redox, más rápido se llevará a cabo la remoción de los iones metálicos, al ser un proceso espontáneo, estos términos tienen una relación al momento de analizar los resultados experimentales. Por otro lado, los iones disueltos en el sistema como SO_4^{2-} y iones de H^+ podrían evitar que se diera esta transferencia de masa por completo hacia el fondo del tubo, esta estabilidad

podría verse afectada también por el medio en que se llevan a cabo los experimentos, dado que tienen un pH muy ácido, se podría favorecer la formación de oxiácidos y como el Fe es metal de transición tiene energía de ionización relativamente baja permitiendo el desprendimiento del electrón y a su vez una polarización, permitiendo una distorsión en sus nubes electrónicas para reducir la repulsión de los iones, aumentando la donación de iones entre los metales.

La finalidad de este análisis era evaluar la durabilidad y vida útil del alambre de Fe para la aplicación continua del proceso de *electroless deposition*, logrando mantener una tendencia satisfactoria para considerar en un futuro la aplicación de esta técnica para la remoción de iones metálicos en aguas residuales.

Tabla 8: Porcentajes de remoción de iones de Cu^{2+} , cada uno a 30 min, para cada uno de los diferentes parámetros de condición estudiados en la aplicación de electroless deposition.

	10 ppm, 0.1 g	10 ppm, 0.05 g	50 ppm, 0.1 g	50 ppm, 0.05 g	100 ppm, 0.1 g	100 ppm, 0.05 g
1	84.71	35.16	74.15	44.77	93.79	50.45
2	84.71	19.39	86.61	46.26	91.26	63.21
3	73.19	47.47	87.33	81.37	93.85	70.68
4	84.33	38.07	88.31	58.60	89.45	76.00
5	83.13	38.65	77.20	28.52	84.26	40.66
6	73.04	47.91	87.24	36.38	86.26	82.37
7	77.89	49.52	93.93	46.22	87.99	64.04
8	83.98	35.90	91.76	77.07	98.28	96.25
9	56.73	70.69	89.09	60.12	83.78	52.58
10	83.03	57.93	89.21	65.81	79.92	43.30

VIII. Conclusiones

Se evaluó el proceso de *electroless deposition* asistido con fuerza centrífuga, como una alternativa para la remoción de iones metálicos disueltos en soluciones acuosas, se evaluaron tres iones metálicos de metales pesados diferentes Cu, Sn y Pb, utilizando como metal de sacrificio alambre de Fe. El proceso de *electroless deposition* se estudió bajo diferentes condiciones, para un mismo metal, las cuales fueron reproducidas para los 3 metales evaluados y sometidos a las mismas condiciones de operación, buscando promover nuevas técnicas para la aplicación en tratamientos de aguas residuales en un futuro, que a diferencia de otros trabajos reportados para la aplicación de este tipo de matriz suelen hacer uso de reactivos químicos, alto manejo de corriente eléctrica o materiales sintetizados.

Uno de los objetivos era estudiar la capacidad que tiene el alambre de Fe como metal de sacrificio y establecer la relación de área/masa, se optó por el metal de Fe por ser de fácil acceso y costo bajo para su aplicación, y por sus características químicas de tener la capacidad de donar electrones cuando se encuentre en contacto con especies que tengan mayor potencial de reducción. Los metales seleccionados (Cu, Sn, Pb) tienen la capacidad de llevar a cabo una reacción espontánea redox al estar en contacto con el Fe (Cu, Sn, Pb), mismos que resultan ser tóxicos cuando se incorporan a los cuerpos de agua. El alambre de Fe con diámetro promedio de 39.1 μm , presenta un área específica considerable, lo que resulta muy útil en este tipo de procesos, ya que se trata de fenómenos de superficie.

Otros de los objetivos fue establecer la eficiencia del proceso en la remoción de los distintos iones, para lo cual se analizó la concentración remanente de iones metálicos después del proceso de *electroless deposition* asistido con fuerza centrífuga. En el caso de Cu, con una concentración inicial de 100 mg/L^{-1} , se alcanzó un 96.4% a 2,000 rpm, siendo el porcentaje más alto de remoción, lo que le da una perspectiva para futuras investigaciones e implementaciones, de acuerdo con la NOM-CCA-031-ECOL/1993, que establece como límite máximo permisible de Cu^{2+} de 5 mg/L^{-1} diario para las aguas residuales industriales antes de su disposición a aguas de alcantarillado municipal.

En el caso del Sn, el mejor porcentaje de remoción se obtuvo para la concentración de 10 mg/L^{-1} , con el 89.44% de remoción con 1,000 rpm y un tiempo de reacción de 30 min, la cantidad

de área efectiva disponible para llevar a cabo la deposición tardará más tiempo debido al potencial que las especies, viéndose afectada la capacidad de remover el metal de la solución, también teniendo mejores resultados de remoción cuando se aumenta la masa a 0.10 g de Fe, es decir, la cantidad de masa tiene una influencia muy importante para la aplicación de la *electroless deposition*, y es un factor transcendental que nos ayudó a cumplir este objetivo planteado.

Por otro lado, los resultados con Pb no se alcanzaron los valores límite permisibles para futuras implementaciones, aunque se comprueba que la centrifugación juega un papel muy importante para acelerar el tiempo del proceso, factores importantes como la densidad de la partícula, puede afectar la difusión de sus iones del seno de la solución hacia la superficie metálica, requiere más tiempo en depositarse por medio de las condiciones implementadas para este proceso.

La velocidad de rotación fue una variable importante a evaluar; para darle soporte a la hipótesis de que la fuerza centrífuga tendría un efecto positivo para remover iones en menor cantidad de tiempo, obteniendo porcentajes de remoción mucho más elevados que los obtenidos cuando no se aplica.

Para la remoción de Cu^{2+} a 2,000 rpm en el tiempo de 30 min el mejor porcentaje de remoción fue de 96.42%, se logró a la concentración de 100 mg/L^{-1} , y para 1,000 rpm se alcanzó el 96.64% de remoción a la concentración de 100 mg/L^{-1} , mientras que para 0 rpm el mayor porcentaje de remoción fue de 30.78% a 100 mg/L^{-1} , llegando a obtener porcentajes de remoción de los iones disueltos en soluciones acuosas bastante favorables, siempre y cuando se utilice la fuerza centrífuga.

Para la remoción de Sn^{2+} a 10 mg/L^{-1} y un tiempo de 30 min se alcanzó un porcentaje de remoción del 89.44% aplicando 2,000 rpm; mientras que para el caso de 1,000 rpm se logró un 66.29% de remoción y para 0 rpm el máximo porcentaje de remoción fue de 40.55%, alcanzando aproximadamente el doble de remoción cuando se aplica una fuerza centrífuga.

Para la remoción de Pb^{2+} a 100 mg/L^{-1} y un tiempo de 30 min, el mayor porcentaje de remoción fue 64.61% aplicando 2,000 rpm y cuando se aplicó 1,000 rpm se obtuvo el 55.50%, mientras que a 0 rpm se logró el 17.56%, no siendo viable solo para este último ion las condiciones implementadas de este trabajo de investigación, debido a los estrictos regímenes implementados para la presencia de este metal pesado en el agua.

Los alambres de Fe se caracterizaron por medio de SEM para visualizar la morfología y estructura del depósito al alambre del proceso de *electroless deposition* de cada uno de los iones metálicos sobre el metal de sacrificio. Para el alambre limpio, el diámetro promedio fue de 39.10 μm ; en el caso de la remoción de Cu^{2+} se logró determinar un diámetro promedio de 69.11 μm , para el Sn^{2+} se tuvo un diámetro promedio de 93.56 μm y para el caso del Pb un diámetro promedio de 106.39 μm después del proceso de *electroless deposition*; teniendo en cuenta los valores de las densidades de los metales ($\text{Cu}=2.30 \text{ g cm}^{-3}$, $\text{Sn}=3.95 \text{ g cm}^{-3}$ y $\text{Pb}=4.53 \text{ g cm}^{-3}$), se muestra la misma tendencia en el mayor diámetro alcanzado respecto a la densidad de cada especie utilizada para estos experimentos. Las micrografías muestran cambios morfológicos en la estructura del alambre, mostrando efectos del proceso redox en la estructura final del depósito con estructuras amorfas, donde muy probablemente existan interacciones de óxidos metálicos.

Los parámetros establecidos para la remoción de iones de Cu, Sn y Pb muestran resultados favorables para la aplicación de la *electroless deposition* asistido con fuerza centrífuga, comprobando que el área superficial del metal de sacrificio tiene un impacto muy importante para la remoción de iones, ya que dependerá del área disponible en que los iones se puedan depositar mediante el desplazamiento galvánico que se da de manera espontánea, y también muestra ser una técnica adecuada para implementar en la remoción de iones metálicos como Cu, Sn y Pb en aguas residuales industriales.

Por último, se puede concluir que la hipótesis planteada al inicio de este trabajo, la fuerza centrífuga contribuirá a una remoción más eficiente de iones metálicos solubles en el agua, ha sido cumplida para cada uno de los iones metálicos estudiados, obteniendo mayores porcentajes de remoción cuando se le aplica una fuerza centrífuga respecto a los resultados obtenidos cuando no se aplica la fuerza centrífuga.

IX. Referencias

- [1] G. W. Castellán, *Fisicoquímica*, 2a ed. Pearson, 222-226, 1987.
- [2] SEMARNAT, “NOM-002-SEMARNAT-1996, que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales a los sistemas de alcantarillado urbano o municipal.” *D. Of. la Fed.*, vol. 6, pp. 1–10, 1996, [Online]. Available: <https://www.profepa.gob.mx/innovaportal/file/3295/1/nom-002-semarnat-1996>
- [3] D. I. Caviedes Rubio, R. A. Muñoz Calderón, A. Perdomo Gualtero, D. Rodríguez Acosta, and I. J. Sandoval Rojas, “Tratamientos para la Remoción de Metales Pesados Comúnmente Presentes en Aguas Residuales Industriales. Una Revisión,” *Ing. y Región*, vol. 13, no. 1, pp. 73–90, 2015, doi: 10.25054/22161325.710.
- [4] “2100 millones de personas carecen de agua potable en el hogar y más del doble no disponen de saneamiento seguro.” <https://www.who.int/es/news/item/12-07-2017-2-1-billion-people-lack-safe-drinking-water-at-home-more-than-twice-as-many-lack-safe-sanitation> (accessed Jun. 18, 2021).
- [5] *Ley general del equilibrio ecológico y la protección al ambiente*. 2015.
- [6] Comisión Nacional del Agua (CONAGUA), “Sistema Nacional de Información del Agua (SINA)”, *Ciclones tropicales*, 2021, <http://sina.conagua.gob.mx/sina/index.php?publicaciones=1> (accessed Jun. 23, 2021).
- [7] S. Pérez-Sicairos, J. B. Morales-Cuevas, R. M. Félix-Navarro, and O. M. Hernández-Calderón, “Evaluation of the electro-coagulation process for the removal of turbidity of river water, wastewater and pond water,” *Rev. Mex. Ing. Quim.*, vol. 10, no. 1, pp. 79–91, 2011.
- [8] G. Deviller, L. Lundy, and D. Fatta-Kassinos, “Recommendations to derive quality standards for chemical pollutants in reclaimed water intended for reuse in agricultural irrigation,” *Chemosphere*, vol. 240, no. 1, pp. 240–248, 2020, doi: 10.1016/j.chemosphere.2019.124911.

- [9] S. Wai Lin and R. M. F. Navarro, "Effect of Centrifugal Force on Electrodeposition of Hg^{2+} and Pb^{2+} at a Spinning Graphite Cathode," *J. Electrochem. Soc.*, vol. 148, no. 4, pp. 284–288, 2001, doi: 10.1149/1.1354617.
- [10] P. A. Kempler, S. W. Boettcher, and S. Ardo, "Reinvigorating electrochemistry education," *iScience*, vol. 24, no. 5, pp. 1–8, 2021, doi: 10.1016/j.isci.2021.102481.
- [11] Maron Samuel and C. Prutton, *Fundamentos de Fisicoquímica*, 2da Edició. Limusa, 237-243, 2001.
- [12] R. Sard, "The Nucleation, Growth, and Structure of Electroless Copper Deposits," *J. Electrochem. Soc.*, vol. 117, no. 7, pp. 864–870, 1970, doi: 10.1149/1.2407658.
- [13] Y. Shacham-Diamand, V. Dubin, and M. Angyal, "Electroless copper deposition for ULSI," *Thin Solid Films*, vol. 262, no. 1–2, pp. 93–103, 1995, doi: 10.1016/0040-6090(95)05836-2.
- [14] B. B. Damaskín and O. A. Petri, *Fundamentos de la electroquímica teórica I*. Moscú, 1980.
- [15] José Fullea García, *Acumuladores electroquímicos, Fundamentos, nuevos desarrollos y aplicaciones*. Madrid, España, 1994.
- [16] E. R. Larios Durán, "Estudio Electrocinético De La Adsorción De Iones En Electroodos Líquidos Y Sólidos Mediante Técnicas De Impedancia Y Modulación De La Capacitancia," Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica, 2007.
- [17] A. C. Perdomo Marín, "Monitoreo electroanalítico del proceso de adsorción de Pb(II) por biomasa de desecho," Universidad Nacional Autónoma de México, 2013.
- [18] K. Otsuka Salinas, "Evaluación de la deionización capacitiva de NaCl acuoso empleando un electrodo de carbón activado modificado con hexafluorofosfato de 1-butil-3-metilimidazolio," Pontificia Universidad Católica del Perú, 2018.
- [19] S. Arellano, T. Gallardo, M. del S. López, and G. Osorio, "Aplicación de los modelos de Gouy-Chapman y Stern al intercambio iónico dependiente del pH de arcillas pilareadas de aluminio," *Rev. la Soc. Química México*, vol. 46, no. 2, pp. 120–124, 2002.
- [20] P. Atkins, "Química Física," Omega S.A., 6ta Edición, pp. 225-228, 1999.

- [21] UNAM, “Teoría de Debye-Hückel.” http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/TEORIADEDEBYEHUCKEL_22646, (accessed Jun. 26, 2021).
- [22] UNAM, “Fuerza electromotriz y potencial estándar.” http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/FUERZAELECTROMOTRIZYPOTENCIALESTANDAR_22644 (accessed Jun. 26, 2021).
- [23] O. Bockris, K. N. Amulya Reddy, and M. Gamboa Aldeco, “*Fuerza electromotriz y potencial estándar*”. 2da Edición, Academic Publishers, 22-44, 2002.
- [24] T. Engel and P. Reid, “*Química Física*”, 1ra Edición, Pearson Addison Wesley, pp. 239-250, 2006.
- [25] N. Gomes, O. A. González-Estrada, and A. Pertuz, “Electroless Nickel Phosphorous: una visión global,” *Rev. UIS Ing.*, vol. 18, no. 4, pp. 173–192, 2019, doi: 10.18273/revuin.v18n4-2019016.
- [26] C. Yan and D. Xue, “Electroless deposition of aligned ZnO taper-tubes in a strong acidic medium,” *Electrochem. commun.*, vol. 9, no. 6, pp. 1247–1251, 2007, doi: 10.1016/j.elecom.2007.01.029.
- [27] Z. Fu et al., “Electroless deposition of aligned ZnO taper-tubes in a strong acidic medium,” *Mater. Lett.*, vol. 184, pp. 185–188, 2016, doi: 10.1016/j.matlet.2016.08.046.
- [28] Shu Wai L. and F. N. R.M., “An innovative method for removing Hg^{2+} and Pb^{2+} in ppm concentrations from aqueous media,” *Chemosphere*, vol. 39, no. 99, pp. 1809–1817, 1999.
- [29] Y. Okinaka and T. Osaka, “Electroless deposition processes: Fundamentals and applications,” *Adv. Electrochem. Sci. Eng.*, vol. 3, pp. 55–116, 2008, doi: 10.1002/9783527616770.ch2.
- [30] X. Zhang, F. Ren, M. S. Goorsky, and K. N. Tu, “Study of the initial stage of electroless Ni deposition on Si (100) substrates in aqueous alkaline solution,” *Surf. Coatings Technol.*, vol. 201, no. 6, pp. 2724–2732, 2006, doi: 10.1016/j.surfcoat.2006.05.025.

- [31] R. Chang, “Raymond Chang Quimica General 7Th Edicion.pdf,” McGrawHill. pp. 1–1004, 2002, [Online]. Available: <http://en.scientificcommons.org/48774967>.
- [32] D. J. Díaz, T. L. Williamson, X. Guo, A. Sood, and P. W. Bohn, “Electroless deposition of gold and platinum for metallization of the intrapore space in porous gallium nitride,” *Thin Solid Films*, vol. 514, no. 1–2, pp. 120–126, 2006, doi: 10.1016/j.tsf.2006.02.098.
- [33] L. Ma, L. Wei, X. Pei, X. Zhu, and D. Xu, “CFD-DEM simulations of particle separation characteristic in centrifugal compounding force field,” *Powder Technol.*, vol. 343, pp. 11–18, 2019, doi: 10.1016/j.powtec.2018.11.016.
- [34] M. T. Doggaz Amira, Attoura Anis, Marie Le Page Mostefa, Kevin côme, “Removal of heavy metals by electrocoagulation from hydrogenocarbonatecontaining waters: Compared cases of divalent iron and zinc cations,” *J. Water Process Eng.*, vol. 29, p. 100796, 2019, doi: 10.1016/j.jclepro.2020.121106.
- [35] M. Fernandez et al., “Remoción de metales pesados desde efluentes mineros, mediante cáscaras de frutas,” *Aibi Rev. Investig. Adm. e Ing.*, vol. 8, no. 1, pp. 21–28, 2020, doi: 10.15649/2346030x.627.
- [36] X. Han et al., “An investigation of changes in water quality throughout the drinking water production/distribution chain using toxicological and fluorescence analyses,” *J. Environ. Sci. (China)*, vol. 87, pp. 310–318, 2020, doi: 10.1016/j.jes.2019.07.015.
- [37] Mancilla-Villa and et al., “Concentración iónica y metales pesados en el agua de riego de la cuenca del río Ayuquila-Tuxcacuesco-Armería,” *Idesia (Arica)*, vol. 35, N°3, no. ahead, pp. 115–123, 2017, doi: 10.4067/s0718-34292017005000303.
- [38] F. Girardi and et al., “Marine macroalgae *Pelvetia canaliculata* (Linnaeus) as natural cation exchanger for metal ions separation: A case study on copper and zinc ions removal,” *Chem. Eng. J.*, vol. 247, pp. 320–329, 2014, doi: 10.1016/j.cej.2014.03.007.
- [39] V. P. Pablo, “Ensayo toxicológico de efluentes líquidos de refinación de oro y la posible remoción de metales pesados Cobre (Cu) y Plomo (Pb) mediante el empleo de Zeolita natual,” Universidad de Cuenca, 2018.
- [40] E. R. Espinoza and A. L. Alvarado, “(Recibido febrero 2010, aceptado septiembre 2011),” vol. 28, no. 1, pp. 61–72, 2012.

- [41] “Impacto del estaño en la industria y el medio ambiente | British Federal Mexico.” <https://www.bfmx.com/procesos-de-manufactura/impacto-del-estano-en-la-industria-y-el-medio-ambiente/> (accessed Jul. 19, 2021).
- [42] A. para Sustancias Tóxicas el Registro de Enfermedades, “ATSDR - Resumen de Salud Pública: Estaño y compuestos de estaño.” [Online]. Available: www.atsdr.cdc.gov/es.
- [43] V. L.-N. Duong Huu Huya, Emily Seelenb, “Lead and cadmium removal from single and binary metal ion solution by novel hydroxyapatite/alginate/gelatin nanocomposites,” *J. Environ. Chem. Eng.*, vol. 36, no. 1, pp. 1118–1126, 2020, doi: 10.1016/j.jece.2018.01.018.
- [44] P. Goyal, C. S. Tiwary, and S. K. Misra, “Ion exchange based approach for rapid and selective Pb(II) removal using iron oxide decorated metal organic framework hybrid,” *Environ. Manage.*, vol. 277, no. 0301–4797, p. 111469, 2021, doi: 10.1016/j.jenvman.2020.111469.
- [45] I. V. Yulieth C. Reyes and E. E. G., Omar E. Torres Mercedes Díaz, “Heavy metals contamination: implications for health and food safety Yulieth,” *Ing. Investig. y Desarro.*, vol. 16, no. 2, pp. 66–77, 2016, doi: 10.19053/1900771x.v16.n2.2016.5447.
- [46] H. Ernesto, “Detección de metales pesados en agua,” Instituto Nacional de astrofísica óptica y electrónica, 2011.
- [47] T. Alp Arici, A. S. Özcan, and A. Özcan, “Biosorption performance of thiosalicylic acid modified isatis tinctoria for Pb(II) and Cd(II) ions: batch and column studies,” *Sep. Sci. Technol.*, vol. 56, no. 8, pp. 1312–1327, 2020, doi: 10.1080/01496395.2020.1780445.
- [48] A. Doggaz, A. Attoura, M. Le Page Mostefa, K. Côme, M. Tlili, and F. Lapique, “Removal of heavy metals by electrocoagulation from hydrogenocarbonate-containing waters: Compared cases of divalent iron and zinc cations,” *J. Water Process Eng.*, vol. 29, no. November 2018, p. 100796, 2019, doi: 10.1016/j.jwpe.2019.100796.
- [49] J. Ma, C. Liu, and K. Chen, “Removal of Cr(VI) species from water with a newly-designed adsorptive treatment train,” *Sep. Purif. Technol.*, vol. 234, pp. 1383–1389, 2020, doi: 10.1016/j.seppur.2019.116041.

- [50] D. Hemalatha, R. M. Narayanan, and S. Sanchitha, “Removal of Zinc and Chromium from industrial wastewater using water hyacinth (*E. crassipes*) petiole, leaves and root powder: Equilibrium study,” *Mater. Today Proc.*, vol. 43, no. xxxx, pp. 1834–1838, 2020, doi: 10.1016/j.matpr.2020.10.725.
- [51] Secretaría de Economía, “Water analysis-determination of metals by atomic absorption in natural, drinking, wastewaters and wastewaters treated-test method. NMX-AA-051-SCFI-2001,” 2001, [Online]. Available: <https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/166785/NMX-AA-051-SCFI-2001>
- [52] E. Fijani, R. Barzegar, R. Deo, E. Tziritis, and S. Konstantinos, “Design and implementation of a hybrid model based on two-layer decomposition method coupled with extreme learning machines to support real-time environmental monitoring of water quality parameters,” *Sci. Total Environ*, vol. 648, pp. 839–853, 2019, doi: 10.1016/j.scitotenv.2018.08.221.
- [53] M. T. Leal, “Tecnologías convencionales de tratamiento de agua y sus limitaciones.,” *Inst. Mex. Tecnol. del agua*, pp. 63–72, 2005, [Online]. Available: https://www.psa.es/es/projects/solarsafewater/documents/libro/04_Capitulo_04.pdf.
- [54] M. S. Vázquez Mellado, “Sistema de tratamiento de aguas mediante osmosis inversa,” Universidad Nacional Autónoma de México, 2017.
- [55] J. S. Hernández Flores and S. Mejía Roa, “Evaluación del sistema de electrocoagulación para disminuir la carga contaminante a escala de laboratorio,” Fundación Universidad de América, 2019.
- [56] F. Domínguez Hidalgo and M. V. Guaman Pérez, “Diseño y construcción de un desmineralizador de lecho múltiple,” Universidad de Guayaquil, 2006.
- [57] A. E. Delgadillo-López, C. A. González-Ramírez, F. Prieto-García, J. R. Villagómez-Ibarra, and O. Acevedo-Sandoval, “Phytoremediation: An alternative to eliminate pollution,” *Trop. Subtrop. Agroecosystems*, vol. 14, no. 2, pp. 597–612, 2011.
- [58] M. T. Martínez Martínez, “Desarrollo y aplicaciones de hidrogeles para la administración y liberación modificada de fármacos,” Universidad de Valencia, 2016.
- [59] D. Skoog, F. Holler, and S. Crouch, *Principios de análisis fundamental*. 2008.

- [60] B. García Limón, “Desarrollo de Membranas de Nafion para Baterías de Flujo.,” Instituto Tecnológico de Tijuana, 2017.

X. Apéndice

Apéndice A.

A.1 Gráficas de remoción de iones de Cu.

A continuación, se presentan las gráficas de los resultados obtenidos para la remoción de iones de Cu^{2+} con el proceso de *electroless deposition*, complemento de los resultados obtenidos mostrados en el apartado de resultados (¿Sección?).

- 10 ppm, área efectiva de 28.97 cm^3 .

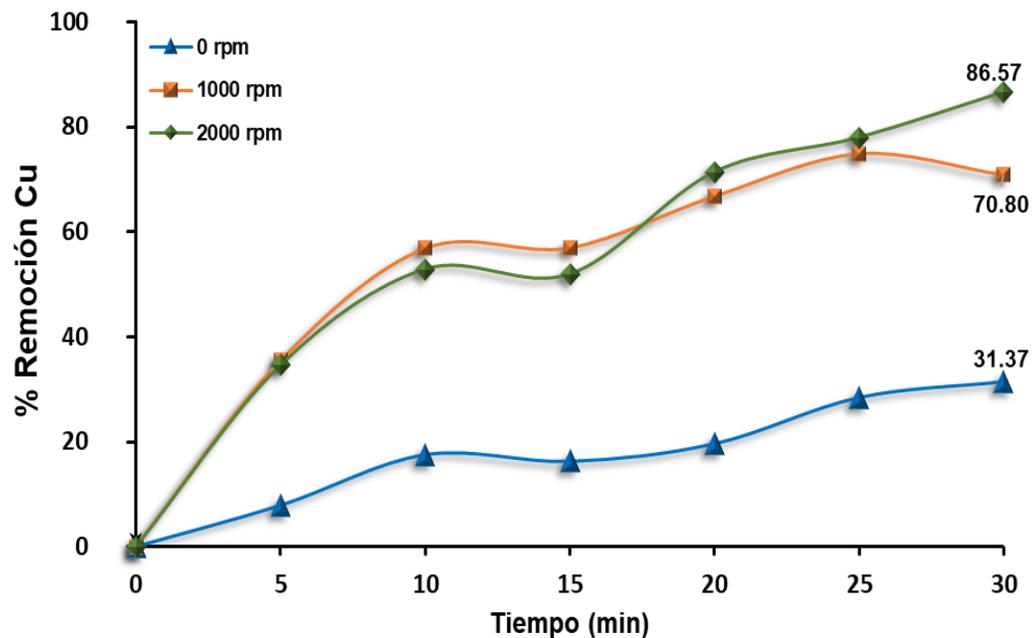


Figura 43: Remoción de iones de Cu^{2+} empleando Fe como metal de sacrificio. Velocidad de rotación (0,1,000, 2,000 rpm), $[\text{Cu}^{2+}] = 10 \text{ ppm}$, 0.05 g de Fe y $t = 30 \text{ min}$.

- 50 ppm, área efectiva de 28.97 cm³.

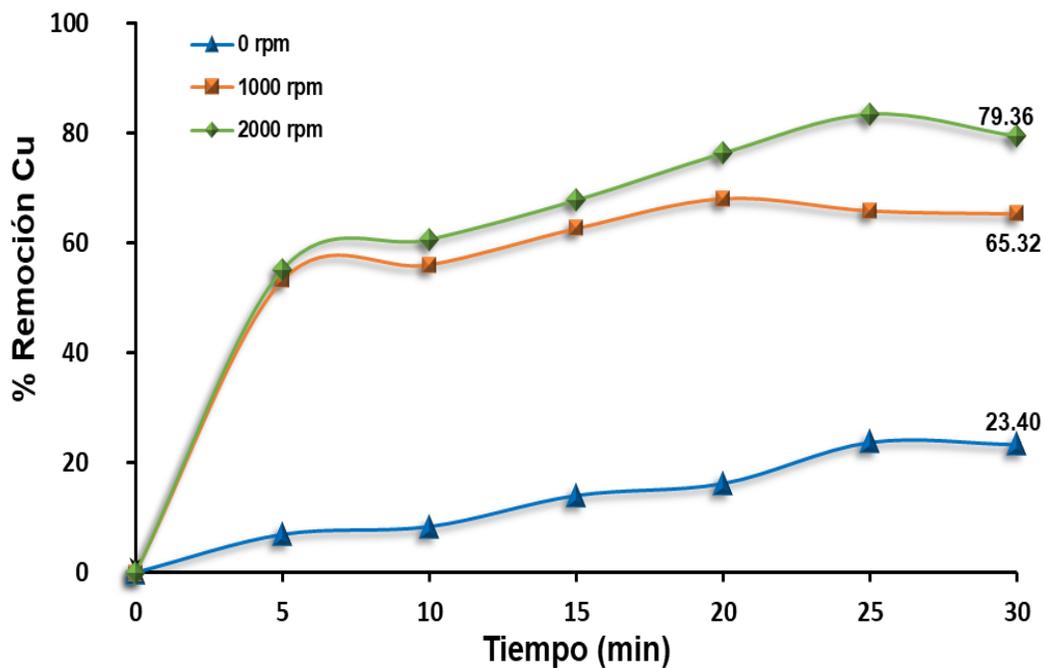


Figura 44: Remoción de iones de Cu²⁺ empleando Fe como metal de sacrificio. Velocidad de rotación (0, 1,000, 2,000 rpm), [Cu²⁺]=50 ppm, 0.05 g de Fe y t=30 min.

- 100 ppm, área efectiva de 28.97 cm³.

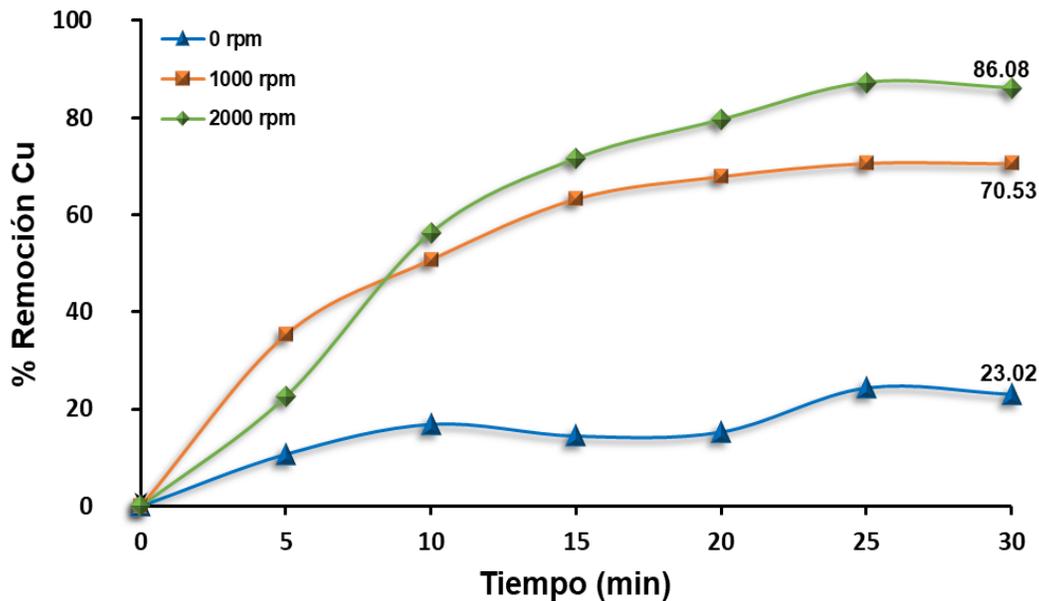


Figura 45: Remoción de iones de Cu²⁺ empleando Fe como metal de sacrificio. Velocidad de rotación (0, 1,000, 2,000 rpm), [Cu²⁺]=100 ppm, 0.05 g de Fe y t=30 min.

A.2 Gráficas de remoción de iones de Sn.

A continuación, se presentan las gráficas de los resultados obtenidos para la remoción de iones de Sn con el proceso de *electroless deposition*, complemento de los resultados obtenidos mostrados en el apartado de resultados.

•10 ppm, área efectiva de 28.97 cm³.

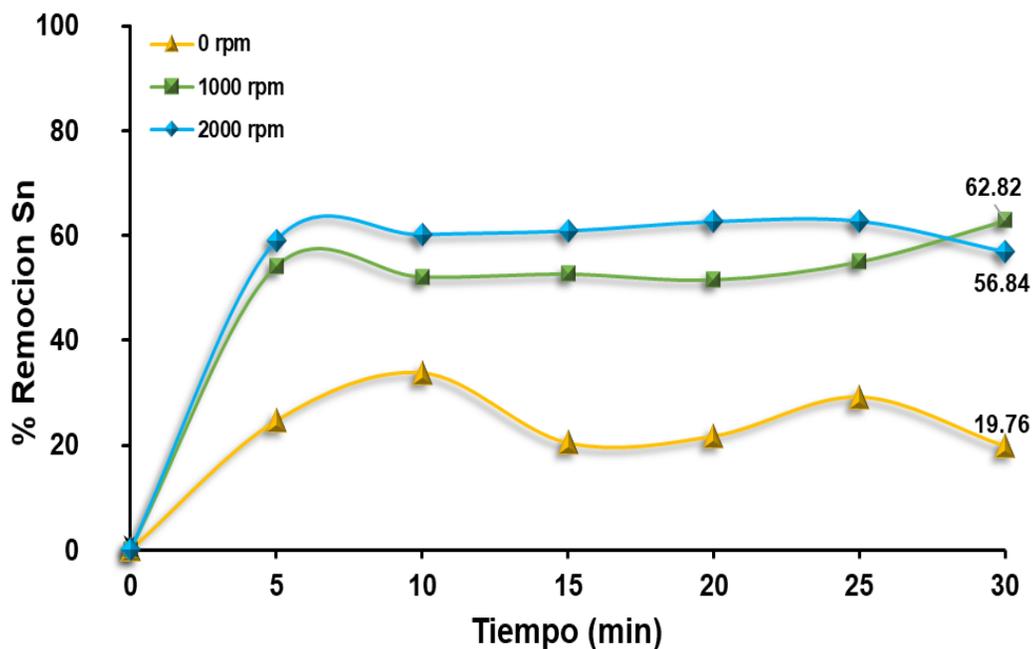


Figura 46: Remoción de iones de Sn²⁺ empleando Fe como metal de sacrificio. Velocidad de rotación (0, 1,000, 2,000 rpm), [Sn²⁺]=10 ppm, 0.05 g de Fe y t=30 min.

- 50 ppm, área efectiva de 28.97 cm³.

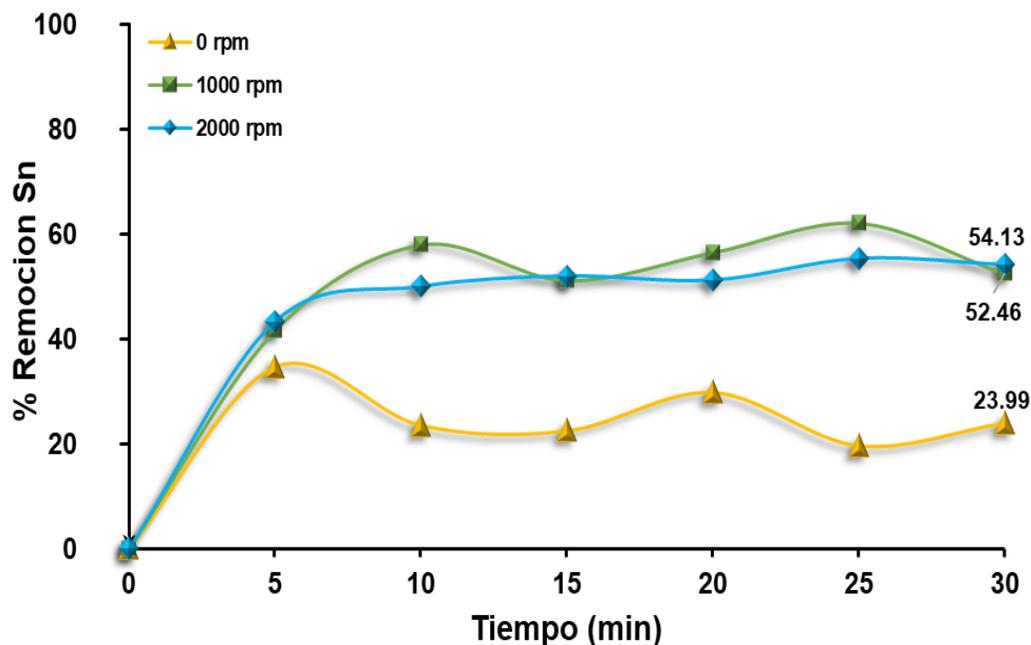


Figura 47: Remoción de iones de Sn²⁺ empleando Fe como metal de sacrificio. Velocidad de rotación (0, 1,000, 2,000 rpm), [Sn²⁺]=50 ppm, 0.05 g de Fe y t=30 min.

- 100 ppm, área efectiva de 57.94 cm³.

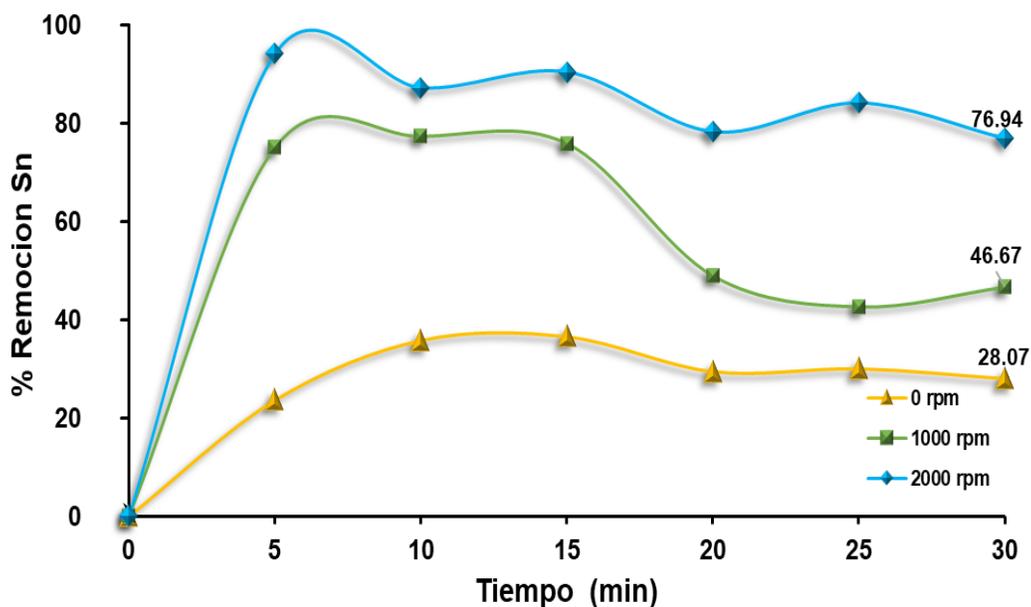


Figura 48: Remoción de iones de Sn²⁺ empleando Fe como metal de sacrificio. Velocidad de rotación (0, 1,000, 2,000 rpm), [Sn²⁺]=100 ppm, 0.05 g de Fe y t=30 min.

A.3 Gráficas de remoción de iones de Pb.

A continuación, se presentan las gráficas de los resultados obtenidos para la remoción de iones de Pb con el proceso de *electroless deposition*, complemento de los resultados obtenidos mostrados en el apartado de resultados.

- 10 ppm, área efectiva de 28.97 cm³.

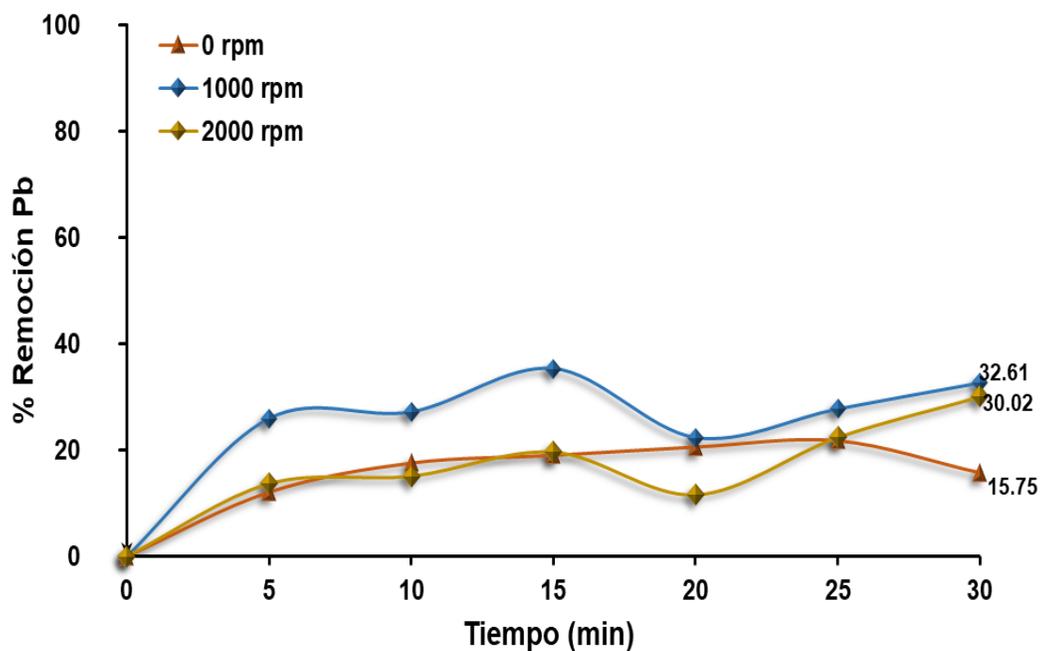


Figura 49: Remoción de iones de Pb²⁺ empleando Fe como metal de sacrificio. Velocidad de rotación (0, 1,000, 2,000 rpm), [Pb²⁺]=10 ppm, 0.05 g de Fe y t=30 min.

- 50 ppm, área efectiva de 28.97 cm³.

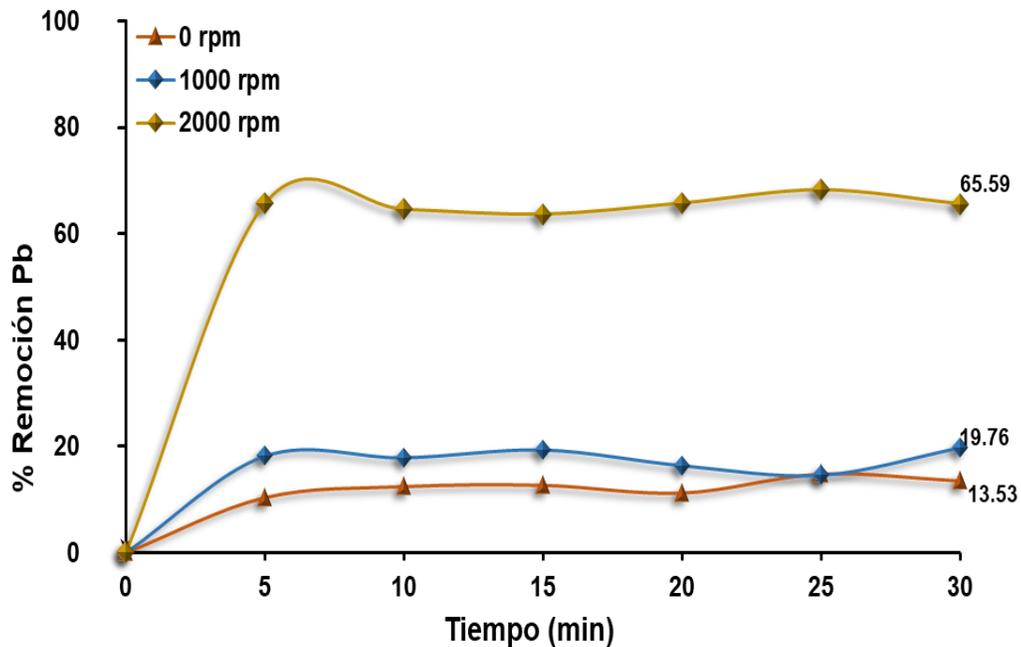


Figura 50: Remoción de iones de Pb²⁺ empleando Fe como metal de sacrificio. Velocidad de rotación (0, 1,000, 2,000 rpm), [Pb²⁺]=50 ppm, 0.05 g de Fe y t=30 min.

- 100 ppm, área efectiva de 28.97 cm³.

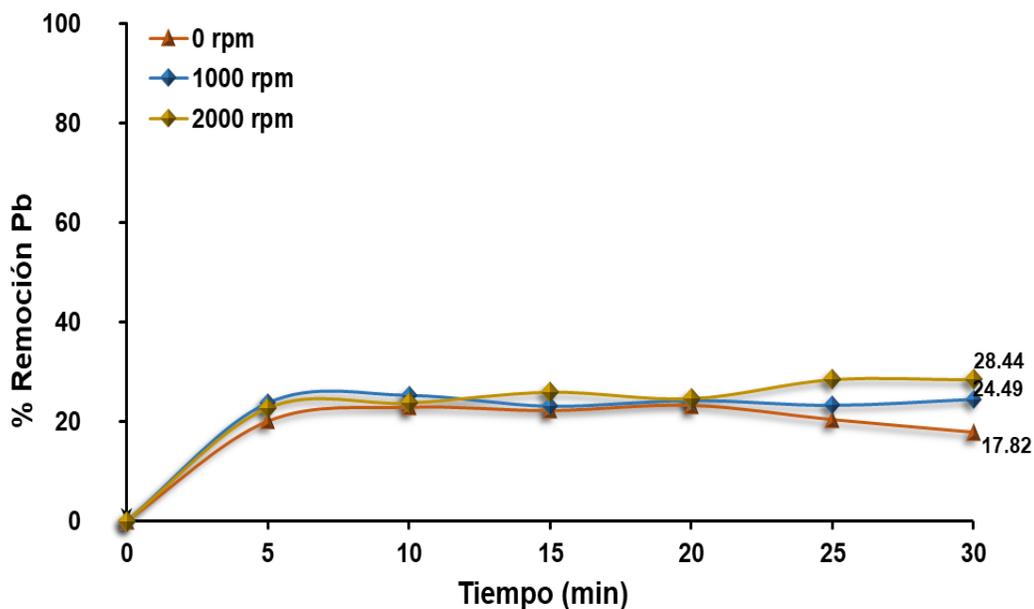


Figura 51: Remoción de iones de Pb²⁺ empleando Fe como metal de sacrificio. Velocidad de rotación (0, 1,000, 2,000 rpm), [Pb²⁺]=100 ppm, 0.05 g de Fe y t=30 min.

Apéndice B.**B.1 Micrografías de superficie de alambre de Fe recubierto con iones de Cu**

- Micrografías de alambre de Fe con deposición de Cu^{2+} , a la concentración de 10 ppm obteniendo una remoción del 70.80% a 1,000 rpm y un diámetro de $67.74 \mu\text{m}$ (Figura 54.a) y deposición de Cu^{2+} con un porcentaje de remoción del 86.57% a 2,000 rpm y $60.92 \mu\text{m}$ de diámetro se muestra en la (Figura 54.b), con un área efectiva de 28.97 cm^3 .

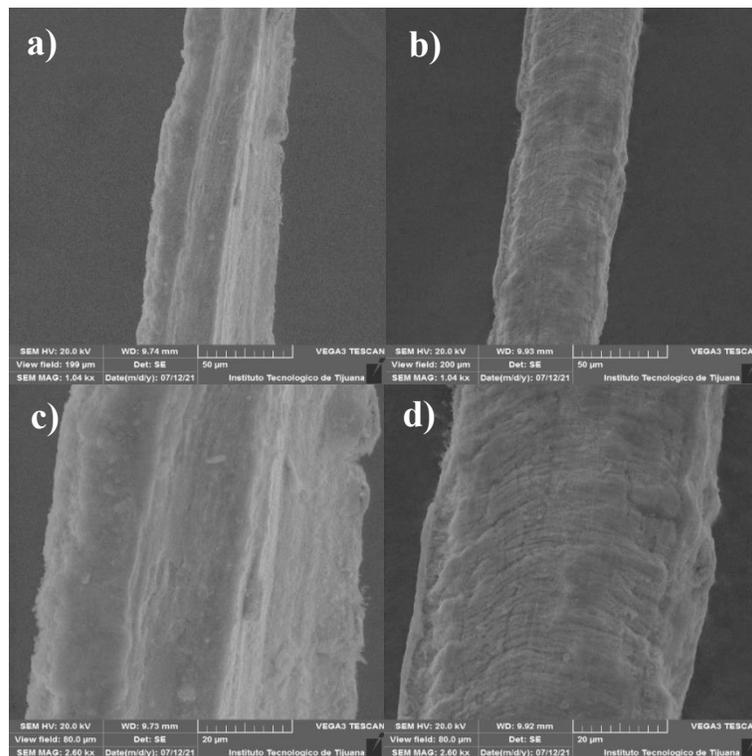


Figura 52: Escaneo de micrográficas electrónicas (SEM) del alambre de Fe de 0.05 g y una concentración de 10 ppm a Cu^{2+} : a) deposición a 1,000 rpm a $50 \mu\text{m}$, b) deposición a 2,000 rpm a $50 \mu\text{m}$, c) deposición a 1,000 rpm a $20 \mu\text{m}$, d) deposición a 2,000 rpm a $20 \mu\text{m}$.

- Micrográficas de alambre de Fe con deposición de Cu^{2+} , a la concentración de 50 ppm obteniendo una remoción del 70.53% a 1,000 rpm y un diámetro de $65.62\mu\text{m}$ en (Figura 53.a) y deposición de Cu^{2+} con un porcentaje de remoción del 86.08% a 2,000 rpm y $69.11\mu\text{m}$ de diámetro en (Figura 53.b) con un área efectiva de 28.97 cm^3 .

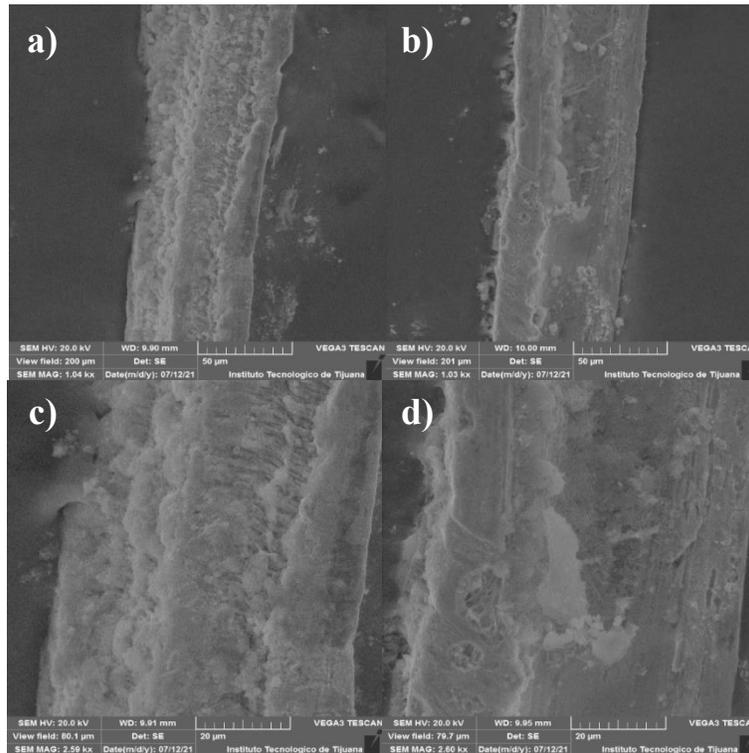


Figura 53: Escaneo de micrográficas electrónicas (SEM) del alambre de Fe 0.05 g y una concentración de 50 ppm de Cu^{2+} : a) deposición a 1,000 rpm a $50\mu\text{m}$, b) deposición a 2,000 rpm a $50\mu\text{m}$, c) deposición de 1,000 rpm a $20\mu\text{m}$, d) deposición a 2,000 rpm a $20\mu\text{m}$.

- Micrográficas de alambre de Fe con deposición de Cu^{2+} , a la concentración de 100 ppm obteniendo una remoción del 65.32% a 1,000 rpm y un diámetro de 66.40 μm en (Figura 54.a) y deposición de Cu^{2+} con un porcentaje de remoción del 79.36% a 2,000 rpm y 67.94 μm de diámetro en (Figura 54.b) con un área efectiva de 28.97 cm^3 .

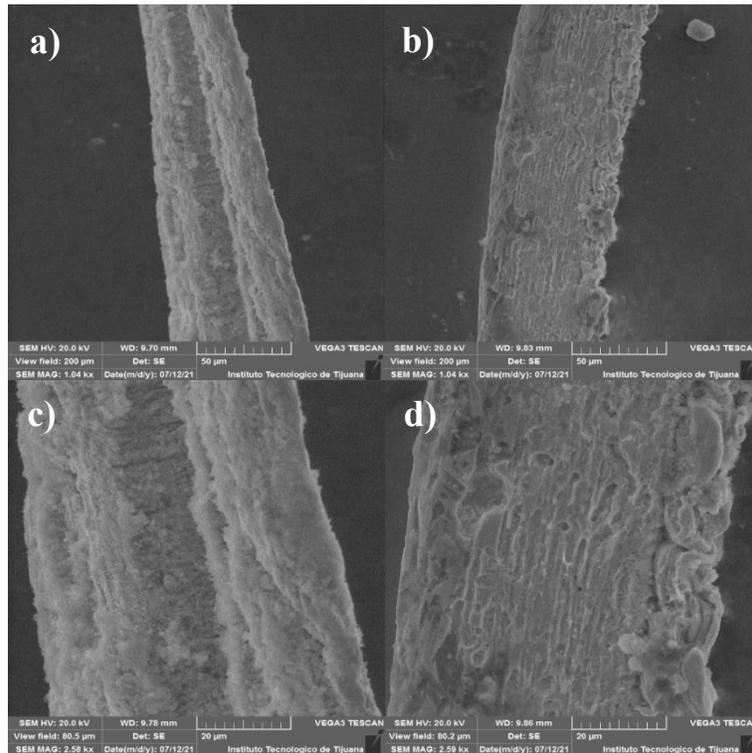


Figura 54: Escaneo de micrográficas electrónicas (SEM) del alambre de Fe 0.05 g y una concentración de 100 ppm de Cu^{2+} : a) deposición a 1,000 rpm a 50 μm , b) deposición a 2,000 rpm a 50 μm , c) deposición de 1,000 rpm a 20 μm , d) deposición a 2,000 rpm a 20 μm .

- Micrografías de alambre de Fe con deposición de Cu^{2+} , a la concentración de 10 ppm obteniendo una remoción de 87.17% a 1,000 rpm y un diámetro de 66.13 μm en (Figura 55.a) y deposición de Cu^{2+} con un porcentaje de remoción del 96.29% a 2,000 rpm y un diámetro de 67.25 μm en (Figura 55.b) con un área efectiva de 57.94 cm^3 .

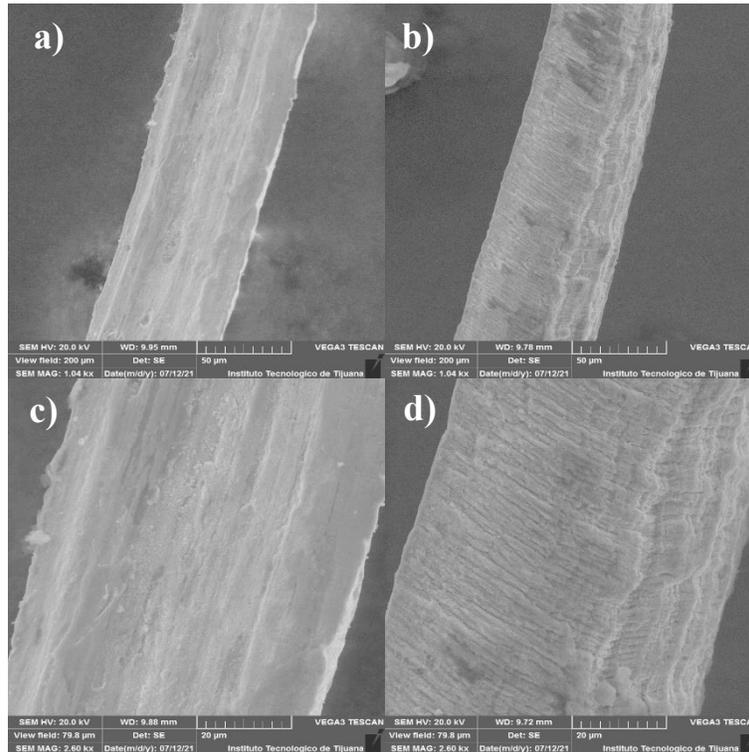


Figura 55: Escaneo de micrográficas electrónicas (SEM) del alambre de Fe 0.10 g y una concentración de 10 ppm de Cu^{2+} : a) deposición a 1,000 rpm a 50 μm , b) deposición a 2,000 rpm a 50 μm , c) deposición de 1,000 rpm a 20 μm , d) deposición a 2,000 rpm a 20 μm .

- Micrográficas de alambre de Fe con deposición de Cu^{2+} , a la concentración de 50 ppm obteniendo una remoción de 92.39% a 1,000 rpm y un diámetro de 62.59 μm en (Figura 56.a) y deposición de Cu^{2+} con un porcentaje de remoción del 95.40% a 2,000 rpm y un diámetro de 68.16 μm en (Figura 56.b) con un área efectiva de 57.94 cm^3 .

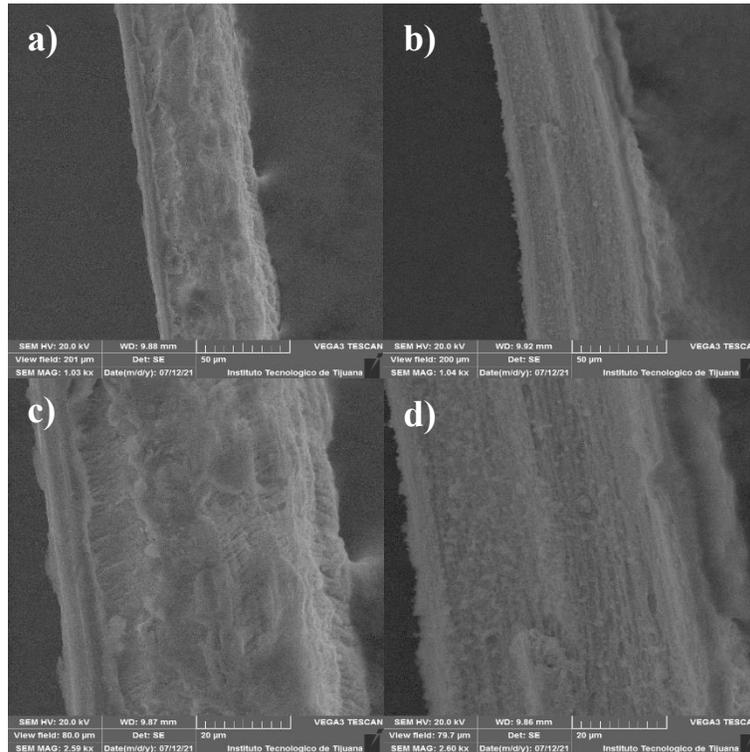


Figura 56: Escaneo de micrográficas electrónicas (SEM) del alambre de Fe 0.10 g y una concentración de 50 ppm de Cu^{2+} : a) deposición a 1,000 rpm a 50 μm , b) deposición a 2,000 rpm a 50 μm , c) deposición de 1,000 rpm a 20 μm , d) deposición a 2,000 rpm a 20 μm .

B.2 Micrografías de superficie de alambre de Fe recubierto con iones de Sn

- Micrografías de alambre de Fe con deposición de Sn^{2+} a la concentración de 10 ppm, obteniendo una remoción del 62.82% a 1,000 rpm y un diámetro de 69.31 μm en (Figura 57.a) y deposición de Sn^{2+} con un porcentaje de remoción del 56.82% a 2,000 rpm y 39.81 μm de diámetro en (Figura 57.b) con un área efectiva de 28.97 cm^3 .

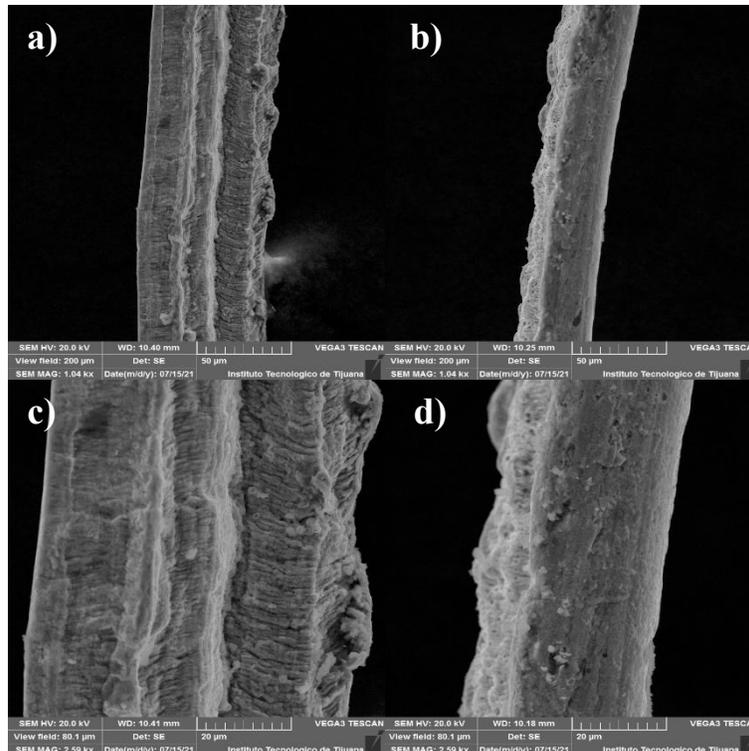


Figura 57: Escaneo de micrográficas electrónicas (SEM) del alambre de Fe 0.05 g y una concentración de 10 ppm de Sn^{2+} : a) deposición a 1,000 rpm a 50 μm , b) deposición a 2,000 rpm a 50 μm , c) deposición de 1,000 rpm a 20 μm , d) deposición a 2,000 rpm a 20 μm .

- Micrográficas de alambre de Fe con deposición de Sn^{2+} a la concentración de 50 ppm, obteniendo una remoción del 52.46% a 1,000 rpm y un diámetro de 79.82 μm en (Figura 58.a) y deposición de Sn^{2+} con un porcentaje de remoción del 54.13% a 2,000 rpm y 91.93 μm de diámetro en (Figura 58.b) con un área efectiva de 28.97 cm^3 .

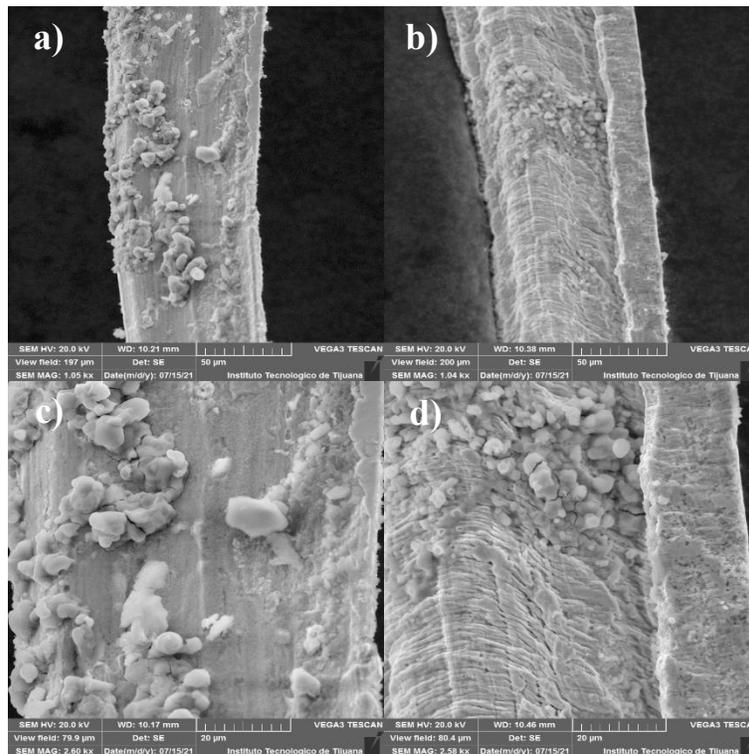


Figura 58: Escaneo de micrográficas electrónicas (SEM) del alambre de Fe 0.05 g y una concentración de 50 ppm de Sn^{2+} : a) deposición a 1,000 rpm a 50 μm , b) deposición a 2,000 rpm a 50 μm , c) deposición de 1,000 rpm a 20 μm , d) deposición a 2,000 rpm a 20 μm .

- Micrográficas de alambre de Fe con deposición de Sn^{2+} a la concentración de 100 ppm, obteniendo una remoción del 46.22% a 1,000 rpm y un diámetro de 70.38 μm en (Figura 59.a) y deposición de Sn^{2+} con un porcentaje de remoción del 87.94% a 2,000 rpm y 64.54 μm de diámetro en (Figura 59.b) con un área efectiva de 28.97 cm^3 .

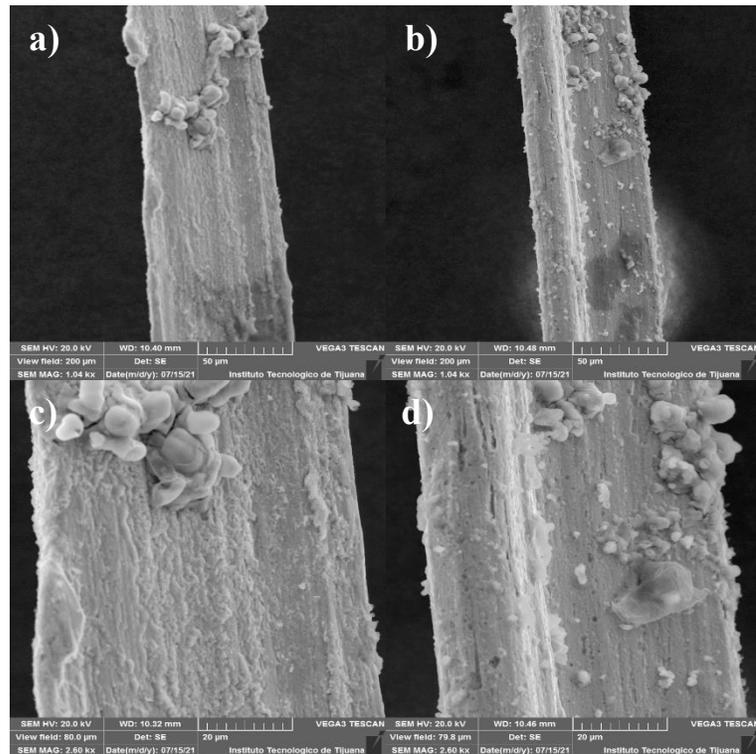


Figura 59: Escaneo de micrográficas electrónicas (SEM) del alambre de Fe 0.05 g y una concentración de 100 ppm de Sn^{2+} : a) deposición a 1,000 rpm a 50 μm , b) deposición a 2,000 rpm a 50 μm , c) deposición de 1,000 rpm a 20 μm , d) deposición a 2,000 rpm a 20 μm .

- Micrografías de alambre de Fe con deposición de Sn^{2+} a la concentración de 50 ppm, obteniendo una remoción de 59.81% a 1,000 rpm y un diámetro de 83.02 μm en (Figura 60.a) y deposición de Sn^{2+} con un porcentaje de remoción del 44.34% a 2,000 rpm y un diámetro de 93.56 μm en (Figura 60.b) con un área efectiva de 57.94 cm^3 .

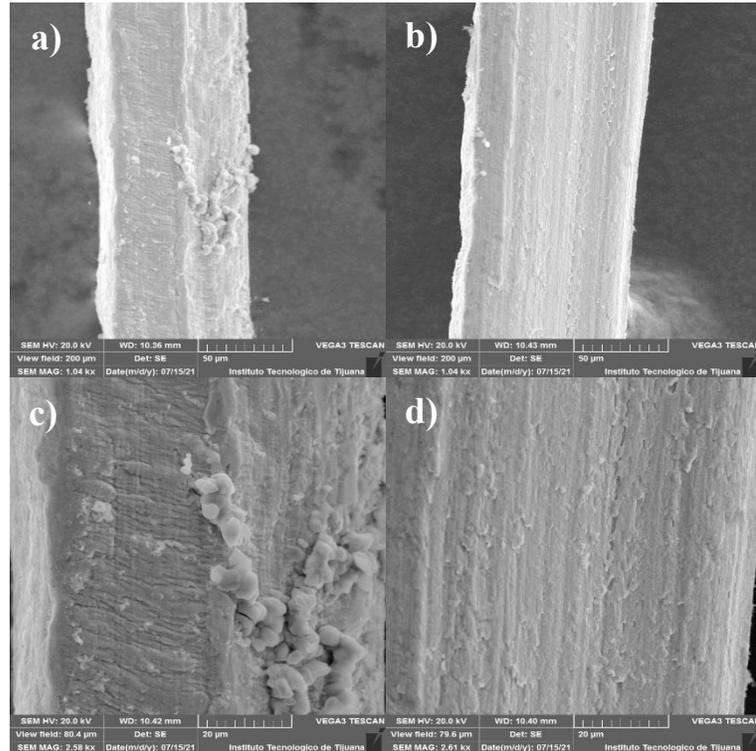


Figura 60: Escaneo de micrográficas electrónicas (SEM) del alambre de Fe 0.10 g y una concentración de 50 ppm de Sn^{2+} : a) deposición a 1,000 rpm a 50 μm , b) deposición a 2,000 rpm a 50 μm , c) deposición de 1,000 rpm a 20 μm , d) deposición a 2,000 rpm a 20 μm .

- Micrografías de alambre de Fe con deposición de Sn^{2+} a la concentración de 100 ppm, obteniendo una remoción de 76.94% a 1,000 rpm y un diámetro de 92.72 μm en (Figura 61.a) y deposición de Sn^{2+} con un porcentaje de remoción del 46.67% a 2,000 rpm y un diámetro de 87.07 μm en (Figura 61.b) con un área efectiva de 57.94 cm^3 .

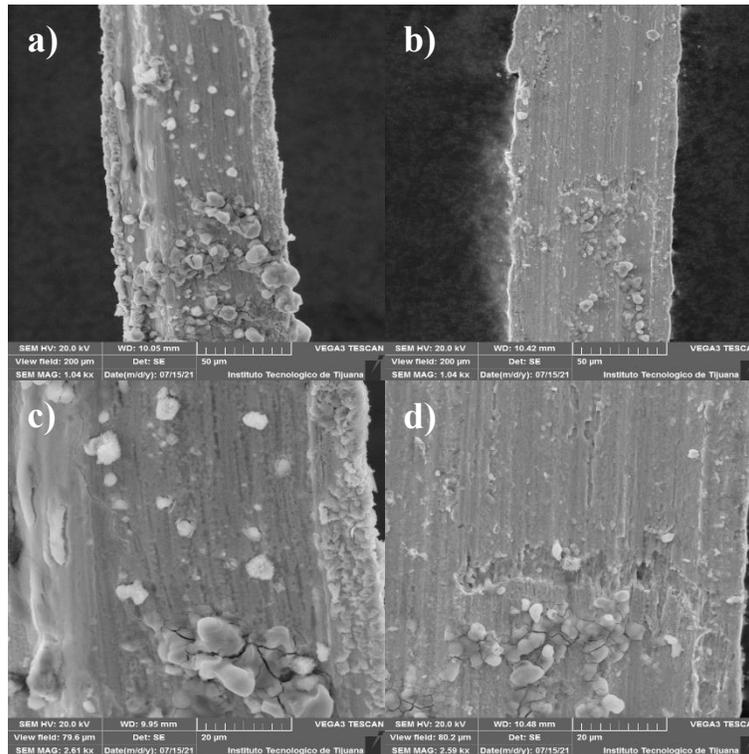


Figura 61: Escaneo de micrográficas electrónicas (SEM) del alambre de Fe 0.10 g y una concentración de 100 ppm de Sn^{2+} : a) deposición a 1,000 rpm a 50 μm , b) deposición a 2,000 rpm a 50 μm , c) deposición de 1,000 rpm a 20 μm , d) deposición a 2,000 rpm a 20 μm .

B.3 Micrografías de superficie de alambre de Fe recubierto con iones de Pb

- Micrografías de alambre de Fe con deposición de Pb^{2+} a la concentración de 10 ppm, obteniendo una remoción del 32.61% a 1,000 rpm y un diámetro de 65.23 μm en (Figura 62.a) y deposición de Pb^{2+} con un porcentaje de remoción del 30.02% a 2,000 rpm y 71.24 μm de diámetro en (Figura 62.b) con un área efectiva de 28.97 cm^3 .

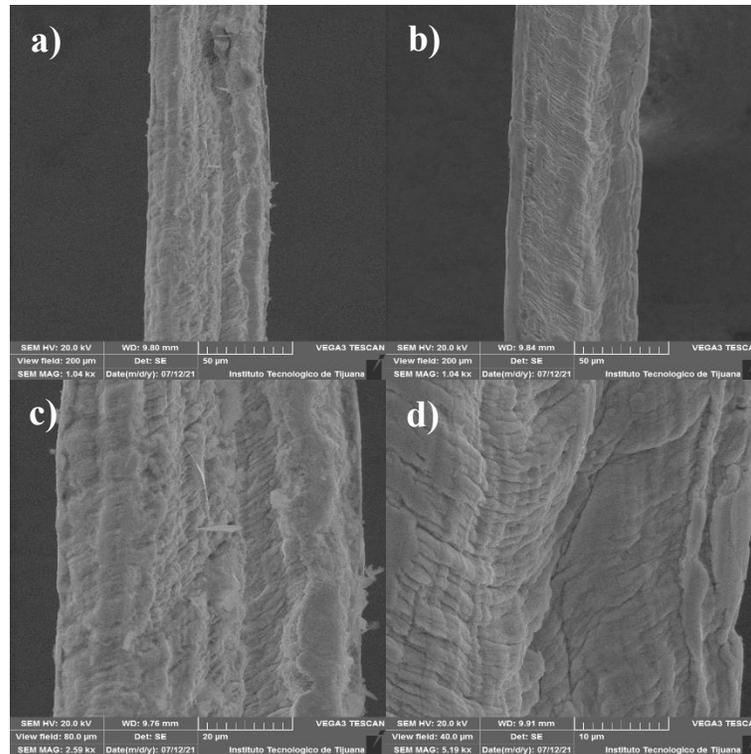


Figura 62: Escaneo de micrográficas electrónicas (SEM) del alambre de Fe 0.05 g y una concentración de 10 ppm de Pb^{2+} : a) deposición a 1,000 rpm a 50 μm , b) deposición a 2,000 rpm a 50 μm , c) deposición de 1,000 rpm a 20 μm , d) deposición a 2,000 rpm a 20 μm .

- Micrográficas de alambre de Fe con deposición de Pb^{2+} a la concentración de 50 ppm, obteniendo una remoción del 24.49% a 1,000 rpm y un diámetro de 106.39 μm en (Figura 63.a) y deposición de Pb^{2+} con un porcentaje de remoción del 28.44% a 2,000 rpm y 85.30 μm de diámetro en (Figura 63.b) con un área efectiva de 28.97 cm^3 .

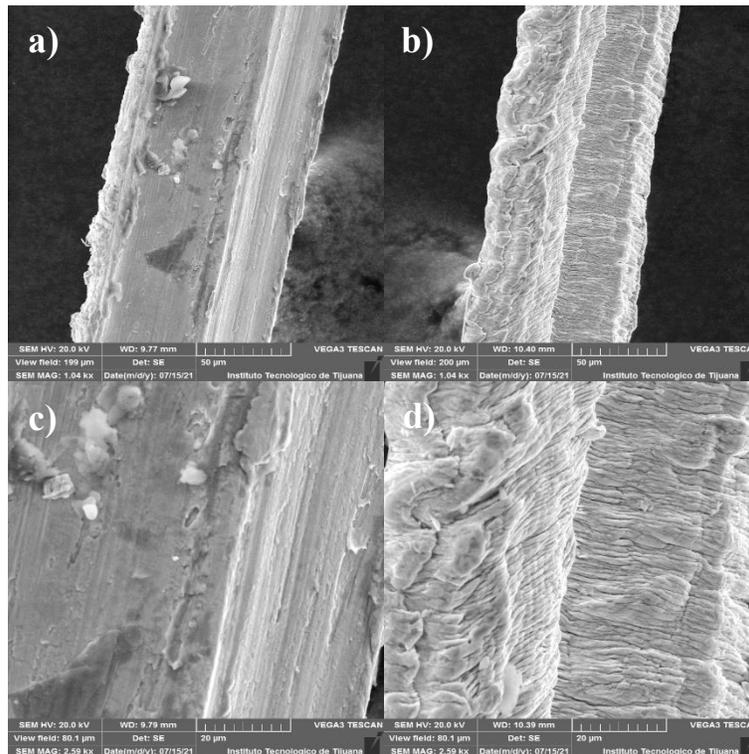


Figura 63: Escaneo de micrográficas electrónicas (SEM) del alambre de Fe 0.05 g y una concentración de 50 ppm de Pb^{2+} : a) deposición a 1,000 rpm a 50 μm , b) deposición a 2,000 rpm a 50 μm , c) deposición de 1,000 rpm a 20 μm , d) deposición a 2,000 rpm a 20 μm .

- Micrográficas de alambre de Fe con deposición de Pb^{2+} a la concentración de 100 ppm, obteniendo una remoción del 19.76% a 1,000 rpm y un diámetro de $69.57 \mu m$ en (Figura 64.a) y deposición de Pb^{2+} con un porcentaje de remoción del 65.59% a 2,000 rpm y $83.90 \mu m$ de diámetro en (Figura 64.b) con un área efectiva de $28.97 cm^3$.

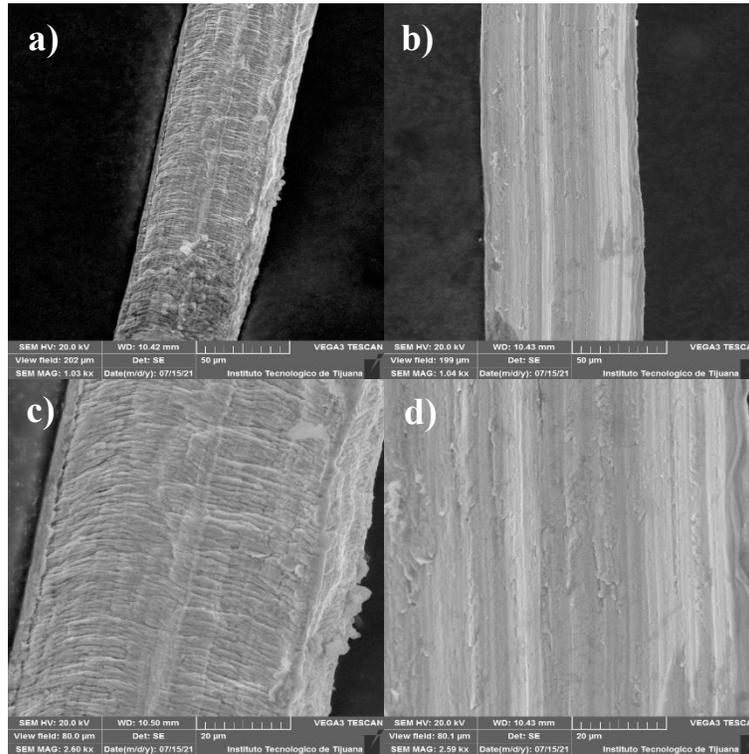


Figura 64: Escaneo de micrográficas electrónicas (SEM) del alambre de Fe 0.05 g y una concentración de 100 ppm de Pb^{2+} : a) deposición a 1,000 rpm a $50 \mu m$, b) deposición a 2,000 rpm a $50 \mu m$, c) deposición de 1,000 rpm a $20 \mu m$, d) deposición a 2,000 rpm a $20 \mu m$.

- Micrográficas de alambre de Fe con deposición de Pb^{2+} a la concentración de 10 ppm, obteniendo una remoción del 37.84% a 1,000 rpm y un diámetro de 89.13 μm en (Figura 65.a) y deposición de Pb^{2+} con un porcentaje de remoción del 45.28% a 2,000 rpm y 70.40 μm de diámetro en (Figura 65.b) con un área efectiva de 57.94 cm^3 .

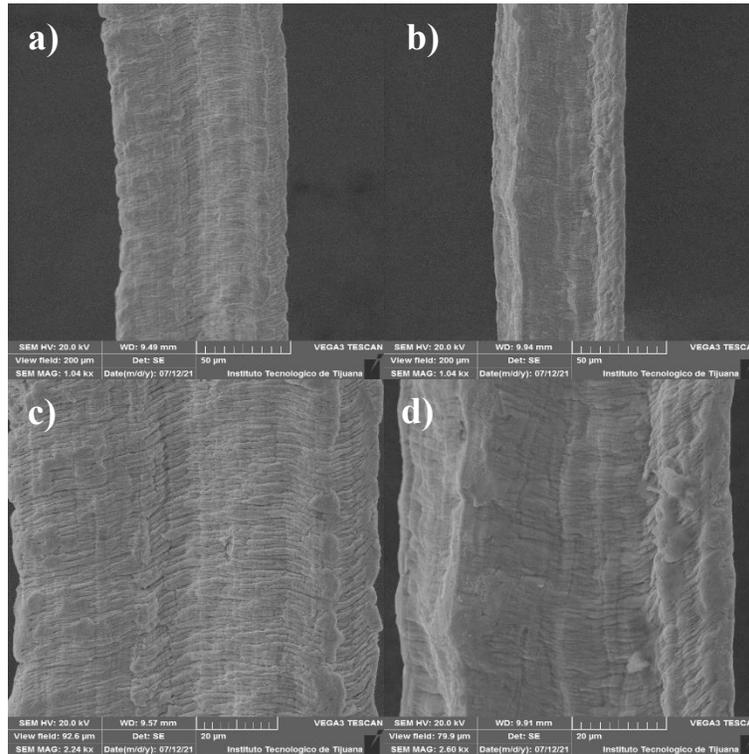


Figura 65: Escaneo de micrográficas electrónicas (SEM) del alambre de Fe 0.10 g y una concentración de 10 ppm de Pb^{2+} : a) deposición a 1,000 rpm a 50 μm , b) deposición a 2,000 rpm a 50 μm , c) deposición de 1,000 rpm a 20 μm , d) deposición a 2,000 rpm a 20 μm .

- Micrográficas de alambre de Fe con deposición de Pb^{2+} a la concentración de 50 ppm, obteniendo una remoción del 45.43% a 1,000 rpm y un diámetro de 74.63 μm en (Figura 66.a) y deposición de Pb^{2+} con un porcentaje de remoción del 41.76% a 2,000 rpm y 76.11 μm de diámetro en (Figura 66.b) con un área efectiva de 57.94 cm^3

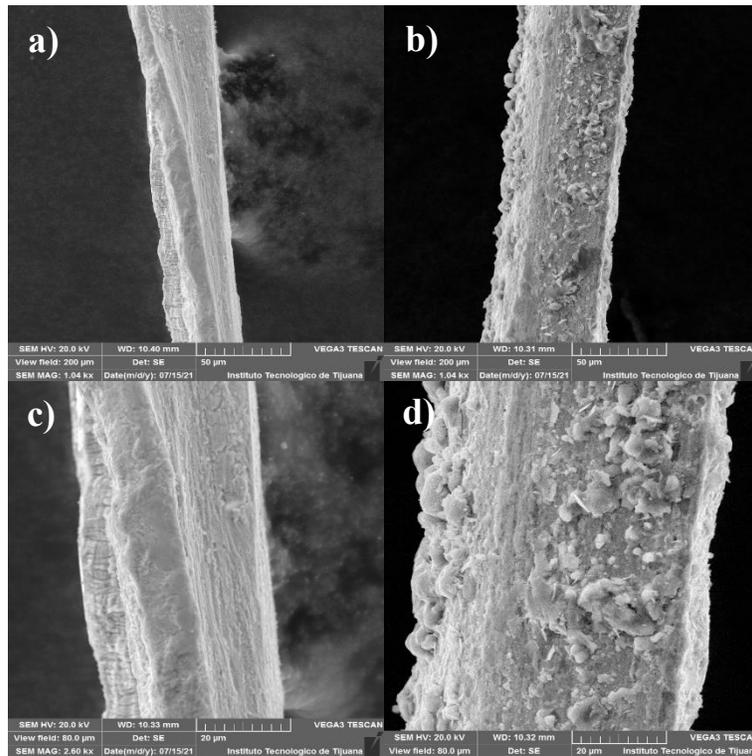


Figura 66: Escaneo de micrográficas electrónicas (SEM) del alambre de Fe 0.10 g y una concentración de 50 ppm de Pb^{2+} : a) deposición a 1,000 rpm a 50 μm , b) deposición a 2,000 rpm a 50 μm , c) deposición de 1,000 rpm a 20 μm , d) deposición a 2,000 rpm a 20 μm .

Apéndice C.

C.1 Análisis elemental de espectroscopía de energía dispersiva (EDS) para Cu.

- Mapeo elemental del alambre de Fe con deposición de Cu^{2+} (Figura 67), a la concentración de 10 ppm, 0.05 g de alambre de Fe a 1,000 rpm obteniendo una remoción del 70.80% y un diámetro de 67.74 μm . (Figura 67.a) en la imagen se muestra el mapeo elemental de los metales Fe, Cu^{2+} y O (Figura 67.b), mapeo elemental de Fe y Cu^{2+} (Figura 67.c), y mapeo elemental de Cu^{2+} (Figura 69.c).

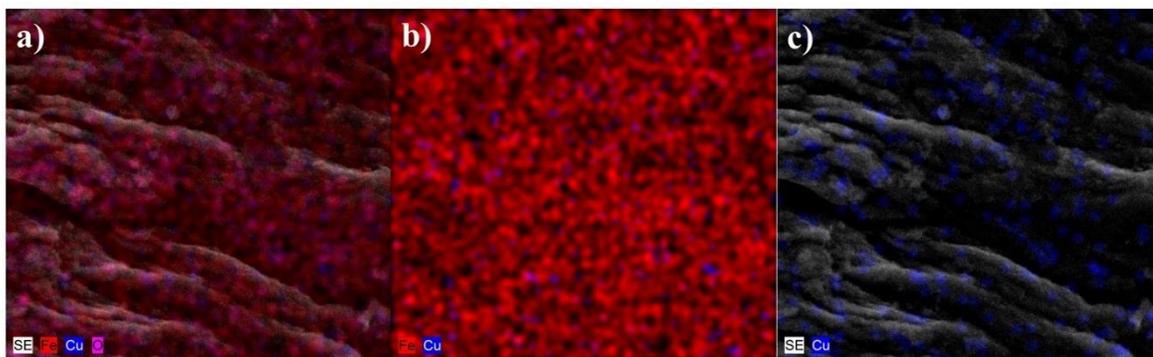


Figura 67: Mapeo elemental para Cu y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.05 g con el proceso de *electroless deposition*, a las condiciones de 10 ppm, 1,000 rpm con un porcentaje de remoción del 70.80%.

- Mapeo elemental del alambre de Fe con deposición de Cu^{2+} , a la concentración de 10 ppm, 0.05 g de alambre de Fe a 2,000 rpm (Figura 68), obteniendo una remoción del 86.57% y un diámetro de 60.92 μm . (Figura 68.a) mapeo elemental de los metales Fe, Cu^{2+} y O, (Figura 68.b) mapeo elemental de Fe y Cu^{2+} , (Figura 68.c) mapeo elemental de Cu^{2+} .

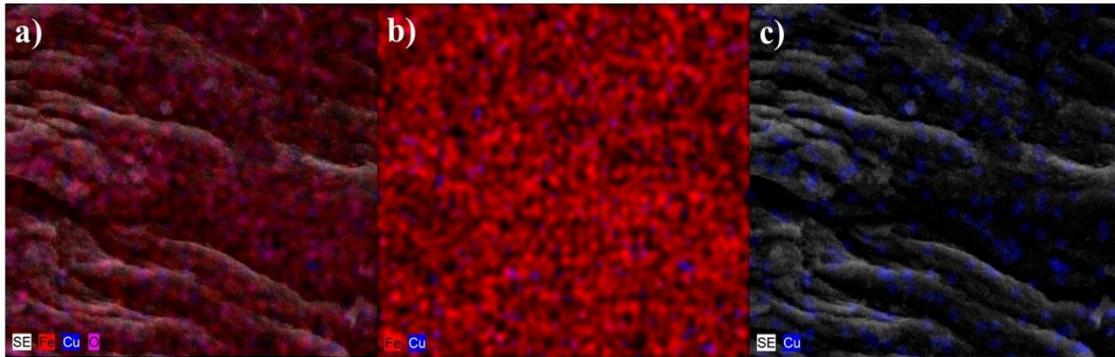


Figura 68: Mapeo elemental para Cu y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.10 g con el proceso de *electroless deposition*, a las condiciones de 10 ppm, 1,000 rpm con un porcentaje de remoción del 86.57%.

- Mapeo elemental del alambre de Fe con deposición de Cu^{2+} , a la concentración de 50 ppm, 0.05 g de alambre de Fe a 1,000 rpm obteniendo una remoción del 65.32% y un diámetro de 65.62 μm . (Figura 69.a) mapeo elemental de los metales Fe, Cu^{2+} y O, (Figura 69.b) mapeo elemental de Fe y Cu^{2+} , (Figura 69.c) mapeo elemental de Cu^{2+} .

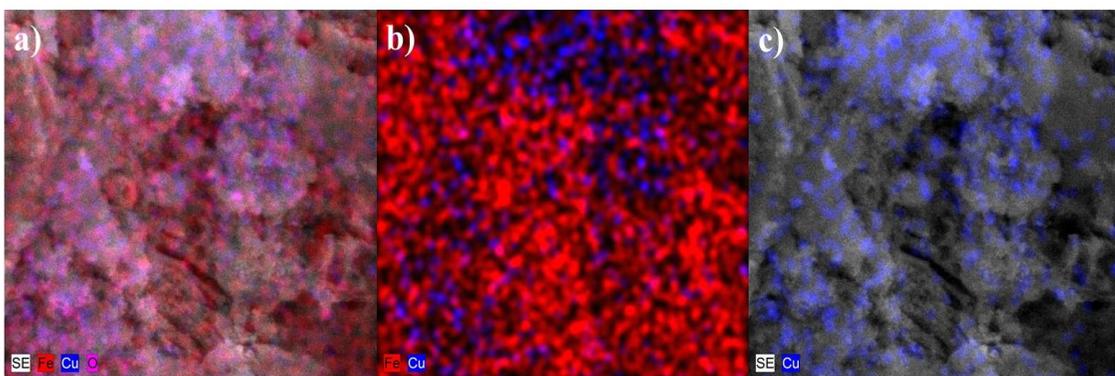


Figura 69: Mapeo elemental para Cu y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.05 g con el proceso de *electroless deposition*, a las condiciones de 50 ppm, 1,000 rpm con un porcentaje de remoción del 65.32%.

- Mapeo elemental del alambre de Fe con deposición de Cu^{2+} , a la concentración de 50 ppm, 0.05 g de alambre de Fe a 2,000 rpm obteniendo una remoción del 79.32% y un diámetro de 69.11 μm . (Figura 70.a) mapeo elemental de los metales Fe, Cu^{2+} y O, (Figura 70.b) mapeo elemental de Fe y Cu^{2+} , (Figura 70.c) mapeo elemental de Cu^{2+} .

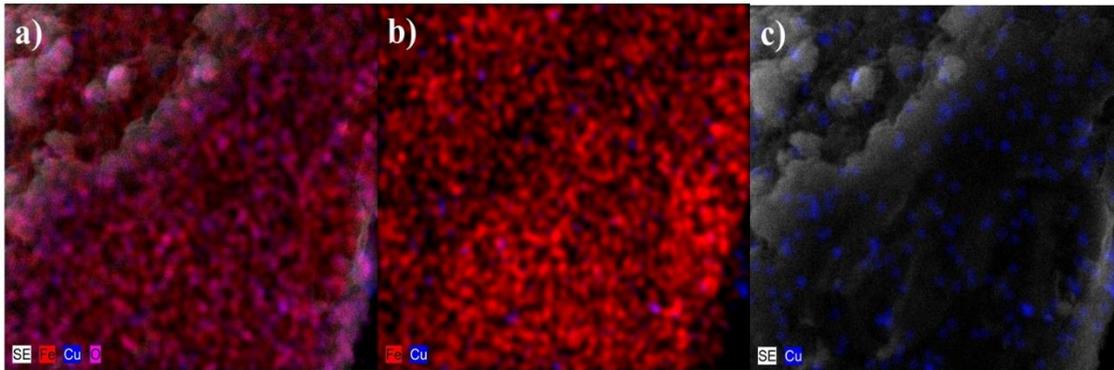


Figura 70: Mapeo elemental para Cu y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.05 g con el proceso de *electroless deposition*, a las condiciones de 50 ppm, 2,000 rpm con un porcentaje de remoción del 79.36%.

- Mapeo elemental del alambre de Fe con deposición de Cu^{2+} , a la concentración de 100 ppm, 0.05 g de alambre de Fe a 1,000 rpm obteniendo una remoción del 65.32% y un diámetro de 66.40 μm . (Figura 71.a) mapeo elemental de los metales Fe, Cu^{2+} y O, (Figura 71.b) mapeo elemental de Fe y Cu^{2+} , (Figura 71.c) mapeo elemental de Cu^{2+} .

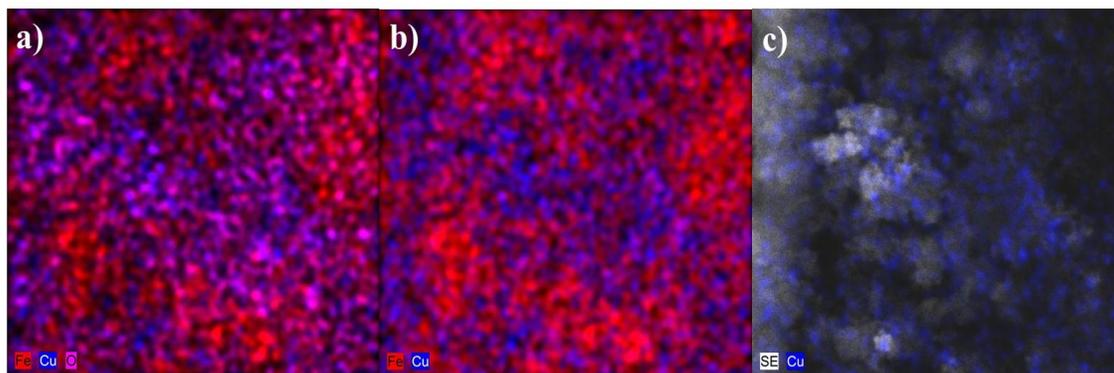


Figura 71: Mapeo elemental para Cu y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.05 g con el proceso de *electroless deposition*, a las condiciones de 100 ppm, 1,000 rpm con un porcentaje de remoción del 65.32%.

- Mapeo elemental del alambre de Fe con deposición de Cu^{2+} , a la concentración de 100 ppm, 0.05 g de alambre de Fe a 2,000 rpm obteniendo una remoción del 79.36% y un diámetro de 67.94 μm . (Figura 72.a) mapeo elemental de los metales Fe, Cu^{2+} y O, (Figura 72.b) mapeo elemental de Fe y Cu^{2+} , (Figura 72.c) mapeo elemental de Cu^{2+} .

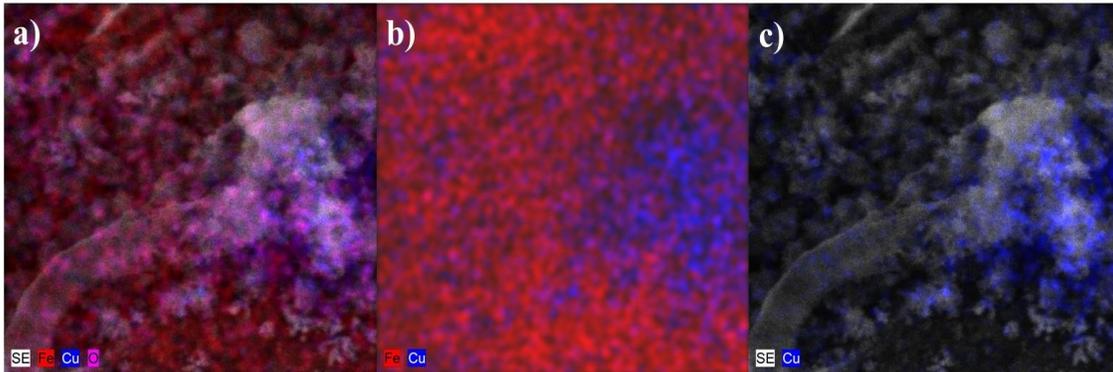


Figura 72: Mapeo elemental para Cu y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.05 g con el proceso de *electroless deposition*, a las condiciones de 100 ppm, 2,000 rpm con un porcentaje de remoción del 79.36%.

C.2 Análisis elemental de espectroscopía de energía dispersiva (EDS), para Sn.

- Mapeo elemental del alambre de Fe con deposición de Sn^{2+} , a la concentración de 10 ppm, 0.05 g de alambre de Fe a 1,000 rpm obteniendo una remoción del 62.82% y un diámetro de 69.31 μm . (Figura 73.a) mapeo elemental de los metales Fe, Sn^{2+} y O, (Figura 73.b) mapeo elemental de Fe y Sn^{2+} , (Figura 73.c) mapeo elemental de Sn^{2+} .

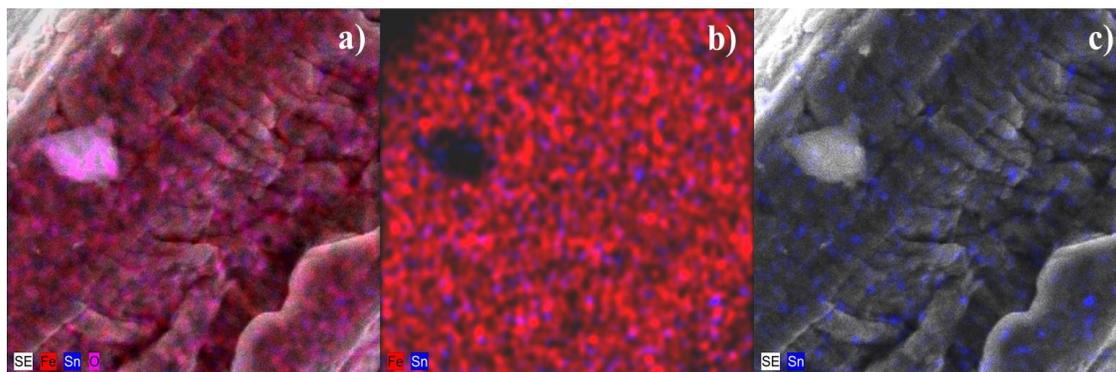


Figura 73: Mapeo elemental para Sn y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.05 g con el proceso de *electroless deposition*, a las condiciones de 10 ppm, 1,000 rpm con un porcentaje de remoción del 62.82%.

- Mapeo elemental del alambre de Fe con deposición de Sn^{2+} , a la concentración de 10 ppm, 0.05 g de alambre de Fe a 2,000 rpm obteniendo una remoción del 56.84% y un diámetro de 39.81 μm . (Figura 74.a) mapeo elemental de los metales Fe, Sn^{2+} y O, (Figura 74.b) mapeo elemental de Fe y Sn^{2+} , (Figura 74.c) mapeo elemental de Sn^{2+} .

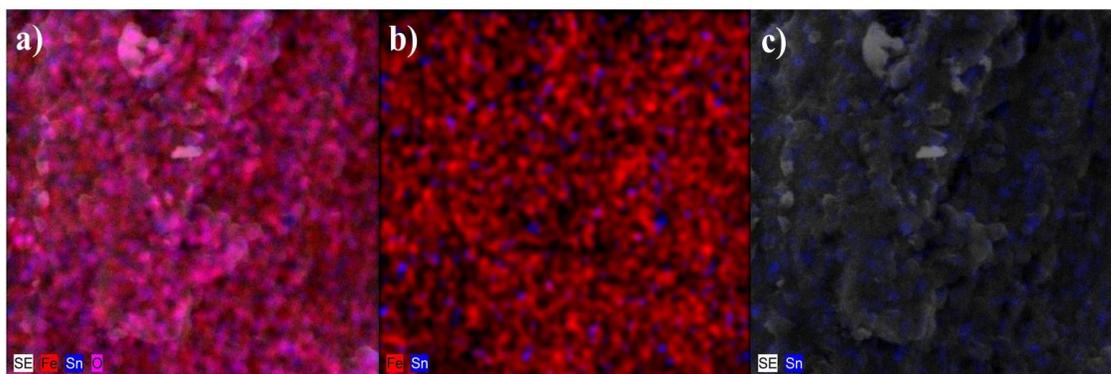


Figura 74: Mapeo elemental para Sn y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.05 g con el proceso de *electroless deposition*, a las condiciones de 10 ppm, 2,000 rpm con un porcentaje de remoción del 56.84%.

- Mapeo elemental del alambre de Fe con deposición de Sn^{2+} , a la concentración de 50 ppm, 0.05 g de alambre de Fe a 1.000 rpm obteniendo una remoción del 52.46% y un diámetro de 79.82 μm . (Figura 75.a) mapeo elemental de los metales Fe, Sn^{2+} y O, (Figura 75.b) mapeo elemental de Fe y Sn^{2+} , (Figura 75.c) mapeo elemental de Sn^{2+} .

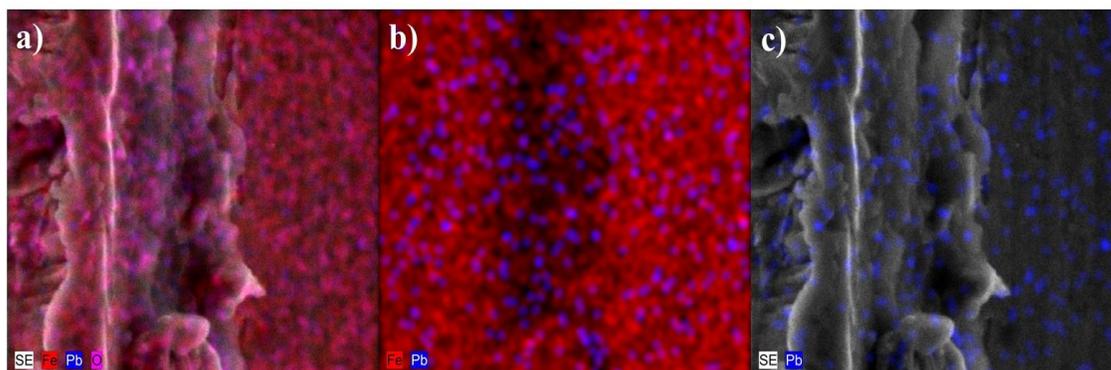


Figura 75: Mapeo elemental para Sn y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.05 g con el proceso de *electroless deposition*, a las condiciones de 50 ppm, 1,000 rpm con un porcentaje de remoción del 52.46%.

- Mapeo elemental del alambre de Fe con deposición de Sn^{2+} , a la concentración de 50 ppm, 0.05 g de alambre de Fe a 2,000 rpm obteniendo una remoción del 54.13% y un diámetro de 91.93 μm . (Figura 76.a) mapeo elemental de los metales Fe, Sn^{2+} y O, (Figura 76.b) mapeo elemental de Fe y Sn^{2+} , (Figura 76.c) mapeo elemental de Sn^{2+} .

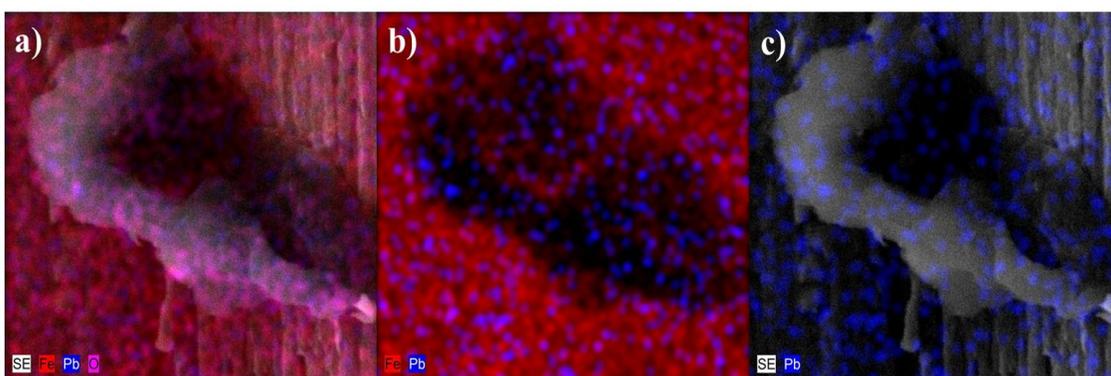


Figura 76: Mapeo elemental para Sn y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.05 g con el proceso de *electroless deposition*, a las condiciones de 50 ppm, 2,000 rpm con un porcentaje de remoción del 54.13%.

C.3 Análisis elemental de espectroscopía de energía dispersiva (EDS), para Pb.

- Mapeo elemental del alambre de Fe con deposición de Pb^{2+} , a la concentración de 10 ppm, 0.05 g de alambre de Fe a 1,000 rpm obteniendo una remoción del 32.61% y un diámetro de 65.23 μm . (Figura 77.a) mapeo elemental de los metales Fe, Pb^{2+} y O, (Figura 77.b) mapeo elemental de Fe y Pb^{2+} , (Figura 77.c) mapeo elemental de Pb^{2+} .

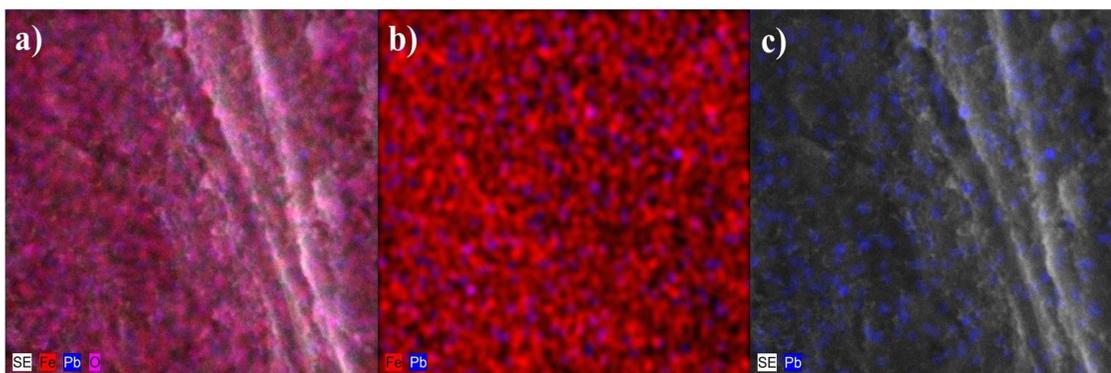


Figura 77: Mapeo elemental para Pb y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.05 g con el proceso de *electroless deposition*, a las condiciones de 10 ppm, 1,000 rpm con un porcentaje de remoción del 32.61%.

- Mapeo elemental del alambre de Fe con deposición de Pb^{2+} , a la concentración de 10 ppm, 0.05 g de alambre de Fe a 2,000 rpm obteniendo una remoción del 30.02% y un diámetro de 71.24 μm . (Figura 78.a) mapeo elemental de los metales Fe, Pb^{2+} y O, (Figura 78.b) mapeo elemental de Fe y Pb^{2+} , (Figura 78.c) mapeo elemental de Pb^{2+} .

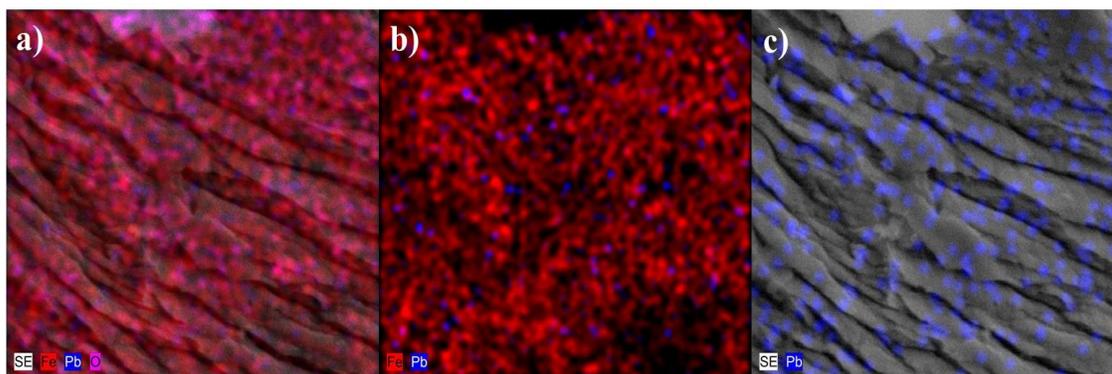


Figura 78: Mapeo elemental para Pb y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.05 g con el proceso de *electroless deposition*, a las condiciones de 10 ppm, 2,000 rpm con un porcentaje de remoción del 30.02%.

- Mapeo elemental del alambre de Fe con deposición de Pb^{2+} , a la concentración de 50 ppm, 0.05 g de alambre de Fe a 1,000 rpm obteniendo una remoción del 19.76% y un diámetro de 106.40 μm . (Figura 79.a) mapeo elemental de los metales Fe, Pb^{2+} y O, (Figura 79.b) mapeo elemental de Fe y Pb^{2+} , (Figura 79.c) mapeo elemental de Pb^{2+} .

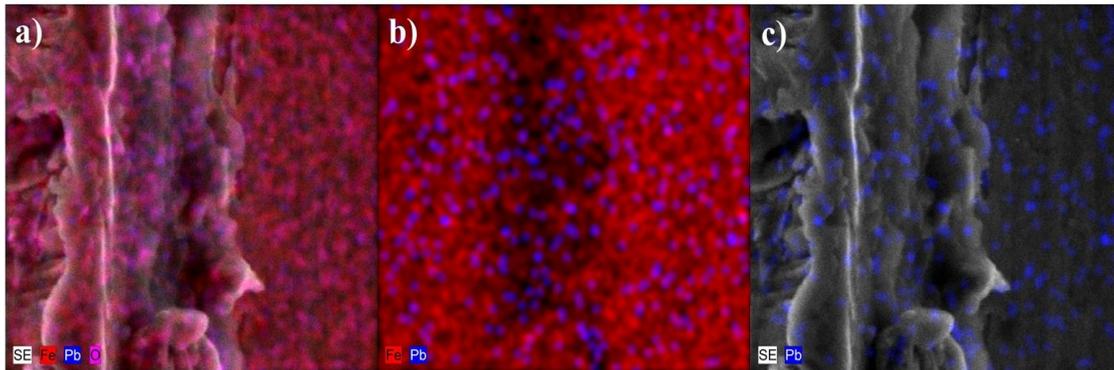


Figura 79: Mapeo elemental para Pb y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.05 g con el proceso de *electroless deposition*, a las condiciones de 50 ppm, 1,000 rpm con un porcentaje de remoción del 19.76%.

- Mapeo elemental del alambre de Fe con deposición de Pb^{2+} , a la concentración de 50 ppm, 0.05 g de alambre de Fe a 2,000 rpm obteniendo una remoción del 65.59% y un diámetro de 85.30 μm . (Figura 80.a) mapeo elemental de los metales Fe, Pb^{2+} y O, (Figura 80.b) mapeo elemental de Fe y Pb^{2+} , (Figura 80.c) mapeo elemental de Pb^{2+} .

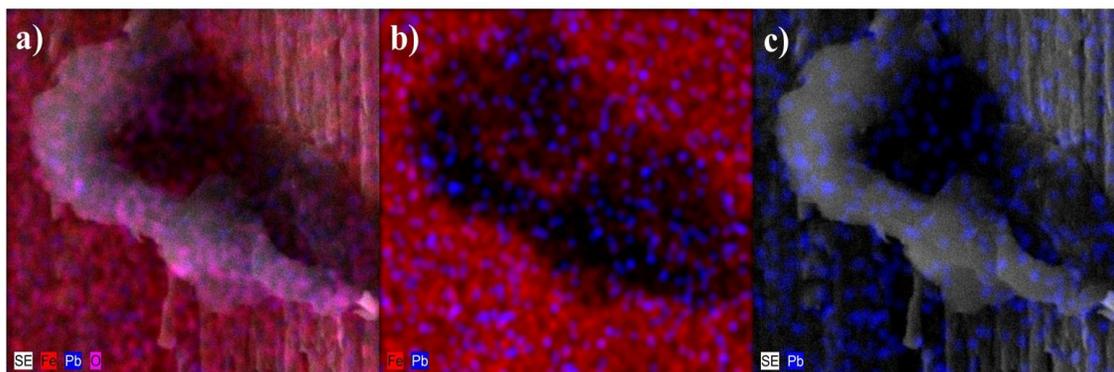


Figura 80: Mapeo elemental para Pb y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.05 g con el proceso de *electroless deposition*, a las condiciones de 50 ppm, 2,000 rpm con un porcentaje de remoción del 65.59%.

- Mapeo elemental del alambre de Fe con deposición de Pb^{2+} , a la concentración de 100 ppm, 0.05 g de alambre de Fe a 1,000 rpm obteniendo una remoción del 24.50% y un diámetro de 69.57 μm . (Figura 81.a) mapeo elemental de los metales Fe, Pb^{2+} y O, (Figura 81.b) mapeo elemental de Fe y Pb^{2+} , (Figura 81.c) mapeo elemental de Pb^{2+} .

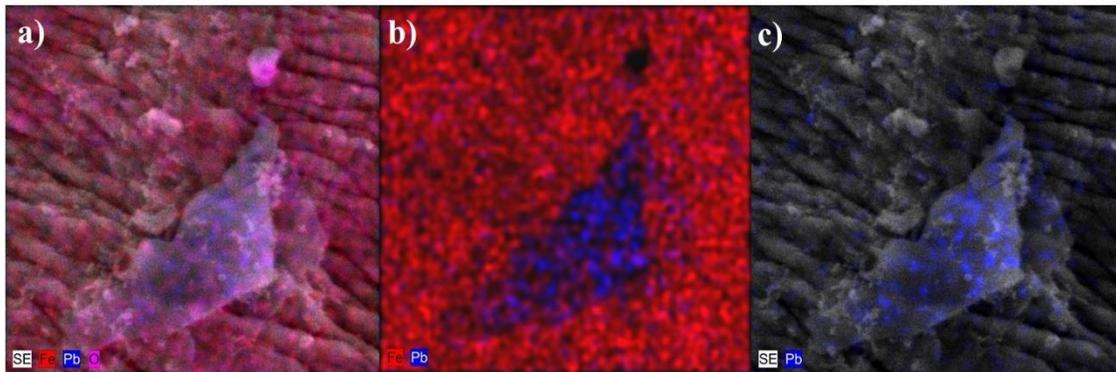


Figura 81: Mapeo elemental para Pb y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.05 g con el proceso de *electroless deposition*, a las condiciones de 100 ppm, 1,000 rpm con un porcentaje de remoción del 24.50%.

- Mapeo elemental del alambre de Fe con deposición de Pb^{2+} , a la concentración de 100 ppm, 0.05 g de alambre de Fe a 2,000 rpm obteniendo una remoción del 28.44% y un diámetro de 83.90 μm . (Figura 82.a) mapeo elemental de los metales Fe, Pb^{2+} y O, (Figura 82.b) mapeo elemental de Fe y Pb^{2+} , (Figura 82.c) mapeo elemental de Pb^{2+} .

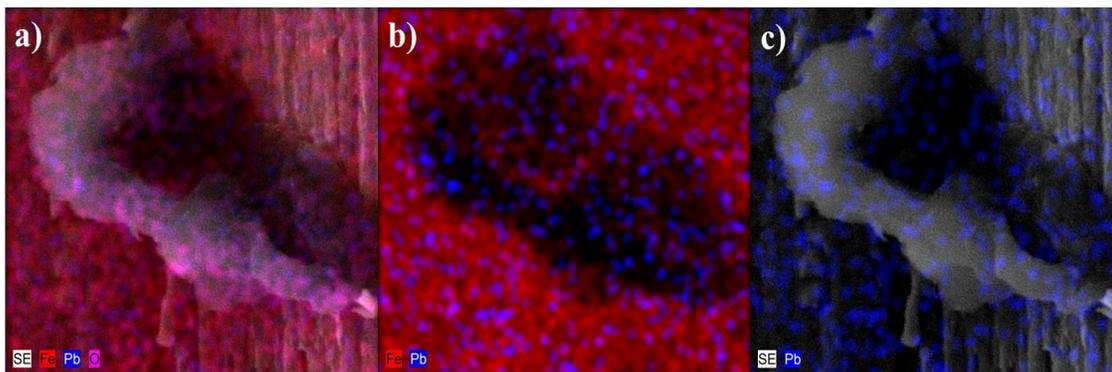


Figura 82: Mapeo elemental para Pb y Fe sobre la superficie del alambre de Fe 0.05 g con el proceso de *electroless deposition*, a las condiciones de 100 ppm, 2,000 rpm con un porcentaje de remoción del 28.44%.