

Prototipo de potencioestado con aplicaciones en procesos electroquímicos¹

Potentiostat prototype with applications in electrochemical processes

Protótipo de potencioestado com aplicações em processos electroquímicos

B. Segura, F. N. Jiménez y L. R. Giraldo

Recibido Octubre 05 de 2015 – Aceptado Febrero 19 de 2016

Resumen — En este trabajo se presenta un prototipo de potencioestado de bajo costo, que permite el control de las variables eléctricas en la obtención de recubrimientos por electrodeposición. Se empleó la metodología QFD (Quality Function Deployment) como herramienta de planificación con el fin de determinar las características que debe tener el prototipo de potencioestado. El desarrollo de la investigación se basó en el diseño e implementación de un prototipo de potencioestado que permita trabajar 3 funciones básicas de electrodeposición a saber: cronopotenciometría, que consiste en mantener un voltaje constante en un rango de 0 V a 20 V y mide la corriente entregada al sistema; cronopotenciometría, que mantiene constante una corriente en un rango de 0 A a 2 A y mide el voltaje (potencial) y voltamperometría cíclica, la cual trabaja en los mismos rangos de la cronopotenciometría (0 V a 20 V) y excita el sistema mediante señales de onda triangular, diente de sierra, senoidal, cuadrada, entre otras. Estas características implementadas son comparadas con las de un potencioestado comercial, demostrando su eficiencia en el control de procesos electroquímicos.

Palabra clave — potencioestado, electrodo, cronopotenciometría, cronopotenciometría, voltamperometría cíclica.

Abstract — This article presents a low cost prototype potentiostat, which allows to control electrical variables in obtaining coatings by electrodeposition. The QFD (Quality Function Deployment) methodology was used as a planning tool in order to determine the characteristics that should have the potentiostat along the entire process of obtaining the prototype. The development of the research was based on the design and implementation of a prototype potentiostat that can handle three basic functions of electrodeposition. One first function, chronopotentiometry lets to keep a constant voltage in the range of 0 V to 20 V and measures the current delivered to the system. A second function, chronopotentiometry maintains constant a current in a range of 0 A to 2 A and measures the voltage (potential). A third function, cyclic voltammetry, works in the same ranges of chronopotentiometry (0 V to 20 V) and excites the system by signals as triangular wave, saw tooth, sine, and square, among others. These implemented features were compared to one conventional potentiostat, demonstrating its efficiency in controlling electrochemical processes.

Key words— potentiostat, electrode, chronopotentiometry, chronopotentiometry, cyclic voltammetry.

¹Producto derivado del proyecto de investigación “Obtención y caracterización de recubrimientos biocompatibles de hidroxiapatita por procesos electroquímicos con potenciales aplicaciones en implantes”. Presentado por los grupos de Investigación: Física y Matemática con énfasis en la formación de ingenieros y el grupo de Automática de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Autónoma de Manizales.

B. Segura-Giraldo, docente Departamento de Electrónica Universidad Autónoma de Manizales, (Colombia), Docente Universidad Nacional Sede Manizales, (Colombia); email: bsegura@autonoma.edu.co

F.N. Jiménez-García, docente del Departamento de Física y Matemática de la Universidad Autónoma de Manizales, (Colombia), Docente Universidad Nacional Sede Manizales, (Colombia); email: francy@hotmail.com.

L.R. Giraldo-Torres, docente del Departamento de Física y Matemática de la Universidad Autónoma de Manizales, (Colombia), email: laura.giraldot@autonoma.edu.co

Resumo – Nesse trabalho se apresenta um protótipo de baixo custo potencioestado, que permite o controle das variáveis elétricas na obtenção de recobrimentos por eletrodeposição. Empregou-se a metodologia QFD (Quality Function Deployment) como ferramenta de planificação com o fim de determinar as características que devem ter o protótipo de um potencioestado. A pesquisa baseou-se na concepção e implementação de um protótipo de um potencioestado, permitindo trabalho 3 noções básicas de galvanoplastia, nomeadamente: cronopotenciometria, que consiste em manter uma voltagem constante em um intervalo de 0V a 20V e mede a corrente

entregada ao sistema; cronopotenciometria que mantém constante uma corrente de um rango de 0A a 2^a e mede a voltagem (potencial) e voltamperometria clínica, a qual trabalha nos mesmos intervalos que a conoamperometria (0V a 20V) e excita o sistema mediante sinais de onda triangular, dente de serra, senoidal, quadrada, entre os outros. Estas características implementadas são comparadas com as de um potenciostato comercial, demonstrando sua eficiência no controle de processos eletroquímicos.

Palavras chave: potenciostato, eletrodo, cronoamperometria, cronopotenciometria, voltametria cíclica.

I. INTRODUCCIÓN

Los procesos electroquímicos se basan en reacciones de óxido-reducción, donde se transfieren electrones de una sustancia a otra, teniendo en cuenta variables como las eléctricas, el tipo de electrodo, la transferencia de masa, la solución y otras variables externas como la temperatura. Uno de los equipos más utilizados para los procesos electroquímicos es el Potenciostato, el cual permite realizar control de algunas variables determinadas en una celda electroquímica; el potenciostato permite realizar control por cronoamperometría y por cronopotenciometría.

En la mayoría de las aplicaciones los potenciostatos miden el flujo de corriente entre el electrodo de trabajo y el electrodo de referencia, siendo la variable controlada el potencial de la celda y la variable medida la corriente generada tras el paso de dicho potencial, como consecuencia de los procesos de óxido reducción que sean o no producidos. Para mantener el electrodo de trabajo a un potencial constante debe evitarse que circule corriente por el electrodo de referencia debido a que cambiaría su potencial y para contrarrestar este efecto se sugiere que se incluya un electrodo auxiliar como tercer electrodo, el cual haría las veces de generador o sumidero de electrones en función del potencial oxidante o reductor que se esté aplicando al electrodo de trabajo.

La energía entregada al sistema de electrodos es programada por el potenciostato en función del tiempo y puede ser implementado de diversas formas como barrido lineal, cíclico, pulsado, en onda cuadrada, entre otras.

Uno de los tipos de barrido contribuye a la voltamperometría [1], que se enmarca en un grupo de métodos electroanalíticos en los que la información sobre el analito se obtiene a partir de medidas de la intensidad de corriente, como resultado del potencial aplicado y la medida de impedancia en el sistema con condiciones que favorecen la polarización de un electrodo indicador o de trabajo.

La voltamperometría se desarrolla a partir de la polarografía, un tipo particular de variación de voltaje que fue descubierta por el químico checoslovaco Jaroslav Heyrovsky a principios de 1920 [2]. La voltamperometría cíclica consiste en variar el potencial en un rango determinado,

de un electrodo estacionario inmerso en una solución en reposo y medir la corriente resultante. La señal de excitación provoca una respuesta de corriente característica. Las cuatro señales de excitación más comunes utilizadas se muestran en la figura 1.

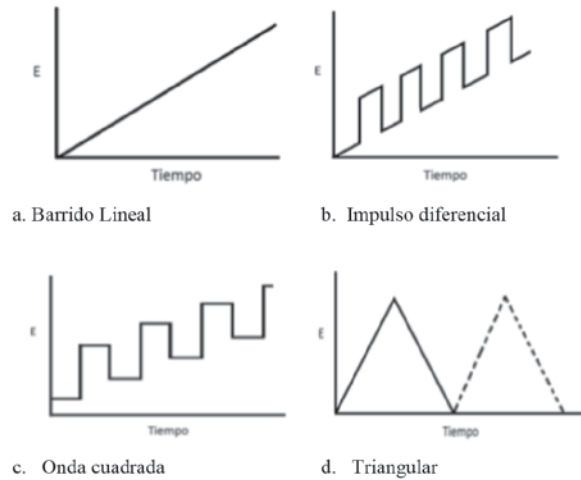


Fig. 1 Señales de excitación en voltamperometría cíclica.

La Figura 1a, es la señal voltamperométrica clásica, el barrido lineal, en la que la corriente continua aplicada a la celda, aumenta linealmente en función del tiempo, en las Fig. 1b y Fig. 1c se muestran dos señales de excitación de impulsos. Las intensidades de corriente se miden a diferentes tiempos durante la vida de estos impulsos. La Fig. 1d es una onda de forma triangular, donde el potencial varía entre dos valores, primero aumenta linealmente hasta un potencial determinado, y después disminuye linealmente con una pendiente del mismo valor numérico hasta su valor original. Este proceso se puede repetir numerosas veces, registrándose la intensidad de corriente en función del tiempo. La voltamperometría cíclica se utiliza normalmente para proporcionar información cualitativa sobre procesos electroquímicos en diversas condiciones y constituye una herramienta importante para el estudio de los mecanismos y de las velocidades de los procesos de oxidación/reducción.

Con el fin de diseñar un dispositivo de control y adquisición de datos, es necesario conocer acerca de los instrumentos que se encuentran en el mercado para dicho fin y de los adelantos tecnológicos que se están utilizando para el desarrollo de procesos electroquímicos. Desde la mitad del siglo XX se han estudiado, planteado y depurado los métodos para ejecutar las pruebas electroquímicas lo que ha conllevado al desarrollo de potenciostatos cada vez más robustos y precisos [3].

Se observa una tendencia mundial en diseñar sistemas completos que permiten realizar no solamente la prueba electroquímica, sino también la adquisición y procesamiento de los datos obtenidos. La mayoría de estos equipos permiten la comunicación con dispositivos de cómputo para la visualización y análisis de los resultados por parte del usuario [4].

En general, los fabricantes de potenciostatos modernos buscan crear equipos que se destaquen por tener alta precisión, bajo consumo de energía, peso reducido, sencillez en la interfaz de usuario y la capacidad de manejar tasas de escaneo.

Algunos de los dispositivos utilizados actualmente han sido diseñados por las empresas Princeton Applied Research, Bio-Logic Science Instruments y Gamry Instruments y presentan las características adecuadas para este tipo de aplicaciones y pueden superar fácilmente los miles de dólares; es por esto que se hace necesario desarrollar prototipos que permitan realizar algunas de las funciones de estos, a un bajo costo.

El objetivo de este trabajo es el desarrollo de un prototipo de potenciostato tanto en hardware y software que permita obtener características similares a las de potenciostatos comerciales cuando son usados para obtener recubrimientos mediante electrodeposición.

I. METODOLOGÍA

A continuación, se despliega la propuesta del potenciostato mediante la metodología QFD (Quality Function Deployment), que es una herramienta de planificación que desarrolla “una sistemática para transmitir las características que deben tener los productos a lo largo de todo el proceso de desarrollo”, metodología propuesta por Yoji Akao [5]. La metodología QFD también se conoce popularmente “como la voz del cliente” (debido a su filosofía de transmisión de requisitos) y también como “la casa de la calidad” (debido al aspecto de una de sus construcciones gráficas). La QFD sirve esencialmente para: identificar las necesidades y expectativas de los clientes, tanto externos como internos, priorizar la satisfacción de estas expectativas en función de su importancia, focalizar todos los recursos, humanos y materiales, en la satisfacción de dichas expectativas, si se alcanzan los objetivos anteriores, debe redundar en: reducción de los tiempos de desarrollo de nuevos productos y servicios, optimización del producto o servicio para las expectativas del cliente objetivo, más eficacia: se concentran los esfuerzos en “hacer lo que hay que hacer” y más eficiencia: se reducen los costos por fallos.

Para el desarrollo de la QFD en el diseño del prototipo de potenciostato, el proceso se divide en 4 etapas: clarificar y definir la idea, determinar las funciones y sus estructuras, buscar los principios de solución y sus variables y por último dividir en módulos realizables.

A. Etapa I: clarificar y definir la idea

1) Especificaciones del producto:

- ✓ Se requiere diseñar un dispositivo que permita mantener constante una variable eléctrica dada (potencial o corriente)
- ✓ El controlador del dispositivo debe tener una interfaz gráfica de fácil manejo.

- ✓ Debe permitir el manejo de corrientes de hasta 2 A y voltajes de hasta 20 V.
- ✓ Debe tener una alarma que indique el desfase de estos rangos y que automáticamente apague el dispositivo para su protección.
- ✓ Debe estar construido en componentes electrónicos robustos que aseguren la uniformidad en el potencial entregado.
- ✓ Debe permitir censar los potenciales dentro del sistema en tiempo real.

Las preguntas comunes acerca de funcionamiento del dispositivo fueron:

- ✓ ¿Con qué frecuencia se usará el dispositivo?
 - Se usaría constantemente mientras se realizan las pruebas de procesos electroquímicos.
- ✓ ¿Sería un dispositivo móvil o sólo para uso en el laboratorio?
 - Aunque puede usarse en cualquier parte, la idea es que sea usado en un laboratorio de materiales por personal capacitado.
- ✓ ¿Qué tipo de fuente de alimentación tiene?
 - Fuente con alimentación de 110 V con capacidad de entregar los potenciales requeridos.
- ✓ ¿Requiere refrigeración?
 - Aunque no es necesaria, se sugiere para evitar posibles recalentamientos en el dispositivo.
- ✓ ¿En qué formato transmite los datos obtenidos?
 - Formato de datos ASCII
- ✓ ¿Requiere algún dispositivo adicional para transmitir datos al computador?
 - Tarjeta de adquisición de datos con conexión USB.
- ✓ ¿Tiene la capacidad de medir diferentes variables en el sistema?
 - Corriente, voltaje, resistencia y se pueden adaptar diferentes tipos de sensores para tener un control total sobre el sistema
- ✓ ¿Qué variables se pueden controlar desde la interfaz?
 - Modo en el cual se desea trabajar (cronoamperometría, cronopotenciometría o voltamperometría cíclica), cantidad de potencial (potencial o corriente), duración del proceso electroquímico, lazo abierto o lazo cerrado.

De las preguntas anteriores se concluyó que los potenciostatos comerciales y de marcas reconocidas en el mercado son muy costosos tanto en hardware como software, es por esto que surge la importancia de implementar este tipo de dispositivos a precios más asequibles y que permitan realizar las actividades básicas de electrodeposición para la investigación en materiales. Además, del desarrollo de una interfaz hombre – máquina que permita interactuar con

las variables controladas por el potenciómetro y guardar los datos obtenidos en el proceso para un posterior análisis. Al ser un dispositivo de uso frecuente, debe presentar un sistema robusto para minimizar las posibles fallas tanto del dispositivo como humanas.

2) Los “QUÉ”

- ✓ El dispositivo permite trabajar a diferentes rangos en las variables eléctricas
- ✓ El dispositivo admite realizar experimentos sin electrodo de referencia
- ✓ El dispositivo es liviano
- ✓ El dispositivo permite una comunicación en tiempo real y confiable con el computador
- ✓ El dispositivo protege al usuario además de orientarlo para su manejo contribuyendo a su propia protección

B. Etapa II: determinar las funciones y sus estructuras

En esta etapa se analizan las posibles soluciones o mecanismos que sirvan para cumplir con los requerimientos:

- ✓ El sistema debe permitir una conexión fácil de los electrodos.
- ✓ Debe ser fabricado en forma óptima para reducir componentes, costos, tamaño y peso.
- ✓ Comunicación cableada hacia el computador, agregando la componente de tiempo en el computador.
- ✓ Transmisión de datos en tiempo real hacia el computador, generando las gráficas en tiempo real de la medida del dispositivo.
- ✓ Diseño agradable a la vista.
- ✓ Marcas en los lugares de conexión que orienten el uso correcto del dispositivo.
- ✓ Se requiere una interfaz gráfica en el computador para capturar, graficar y registrar los datos recolectados.
- ✓ Debe tener aislamiento entre electrodos para evitar la contaminación de la información.

Tomando la anterior información se procede a obtener los “CÓMOS” o características que debe tener finalmente este dispositivo

1. El dispositivo es liviano.
2. El dispositivo transmite los datos en tiempo real en forma serial por cable USB.
3. El software de adquisición y control se hace a través de una interfaz simple en la plataforma de LabView®. la cual permite tener acceso a las variables del sistema.
4. Medición constante de las variables y actualización inmediata de ajuste de potencial con datos adquiridos.
5. Marcas visibles informativas.

C. Etapa III: buscar principios de solución y sus variantes

En esta etapa se muestra la solución a las características del dispositivo (Tabla I

TABLA I.

No.	Característica	Cómo hacerlo	Métrica
1	Liviano y resistente	Base en lámina de acero inoxidable	Ancho: 27 cm Alto: 10 cm Profundo: 39 cm
2	Transmisión de datos en tiempo real	Cableado serial USB	Cable USB estándar de 350 cm
3	Interfaz simple	Interfaz gráfica en el programa LabView®	
4	Medición constante de variables	Tarjeta de adquisición de datos NI-USB 6009 de la empresa National Instruments©	Ancho: 8 cm Alto: 8 cm Profundo: 2 cm
5	Marcas visibles informativas	Calcomanías en pines para conexión de los electrodos	Ancho: 1 cm Alto: 0,5 cm

D. Etapa IV: dividir en módulos realizables

Se especifica la solución dependiendo del área correspondiente, desde el punto de vista del usuario y teniendo en cuenta las siguientes características:

- ✓ Funcionamiento (A)
- ✓ Robustez (B)
- ✓ Costo (C)
- ✓ Reciclaje (D)
- ✓ Manufactura (E)
- ✓ Mantenimiento (F)
- ✓ Puesta en marcha (G)
- ✓ Ensamble (H)

De esta forma se tiene en cuenta el ciclo de vida del producto.

En el siguiente cuadro sólo se dará la importancia a cada característica del producto, con base en cada uno de los parámetros anteriores, para de esta forma saber en qué se debe hacer énfasis en el momento de desarrollar el dispositivo. La importancia se dará con una calificación en la escala 1 a 10, donde 1 es menos importante y 10 lo máximo de importancia del parámetro.

TABLA II.

RELEVANCIA DE LAS CARACTERÍSTICAS

Como se puede apreciar, las características más importantes

No.	Característica	A	B	C	D	E	F	G	H
1	Liviano y resistente	10	8	4	5	8	6	6	7
2	Transmisión de datos en tiempo real	10	10	10	1	4	4	10	4
3	Interfaz simple	8	9	4	1	8	3	6	1
4	Medición constante de variables	10	10	8	1	7	3	10	8
5	Marcas visibles informativas	9	3	1	5	2	3	1	1
		9,4	8	6,6	2,6	5,8	3,8	6,6	4,2

son funcionamiento, robustez, costo y puesta en marcha, estos son los factores que se deben contemplar con mayor interés a la hora de desarrollar el plan de ejecución del dispositivo.

I. RESULTADOS

La implementación del potencióstato se conforma de dos fases principales: hardware y software. La fase del hardware está compuesta por el sistema de control, el sistema de potencia y el sistema de adquisición de datos. A su vez, el sistema de control y el sistema de adquisición de datos hacen parte de la fase del software.

El sistema de control y adquisición de datos para el potencióstato, permite generar un potencial variable con corriente constante, o permite generar un potencial constante con corriente variable, para generar estímulos en procesos electroquímicos.

Teniendo en cuenta las necesidades encontradas en la metodología QFD para el desarrollo del potencióstato, se tomaron como características principales del diseño del hardware:

- ✓ Salida de potencial máximo: 20 V DC
- ✓ Salida de corriente máxima: 2 A
- ✓ Impedancia de salida: igual o menor a 1Ω
- ✓ Impedancia de entrada: igual o mayor a $10 M\Omega$
- ✓ Resolución del sistema de adquisición: 14 bits
- ✓ Velocidad de muestreo en el sistema de adquisición. 48 kS/s para 8 canales.
- ✓ Canales análogos de entrada al sistema de adquisición: 8
- ✓ Resolución del sistema de control: 12 bits
- ✓ Canales análogos de entrada al sistema de control: 4
- ✓ Todo el sistema es controlado por un microcontrolador de 32 bits de última generación Cortex-M.
- ✓ Se realiza comunicación con PC mediante puerto USB No aislado.

E. Módulo de Potencia

Los materiales principales utilizados en la construcción del módulo de potencia fueron:

- ✓ Acero inoxidable
- ✓ Fuente industrial de 24 V DC y 3 A
- ✓ Tarjeta desarrollada en fibra de vidrio simple capa, que contiene el sistema de control, el sistema de acondicionamiento de señales y la unidad de potencia
- ✓ Cable USB tipo B.

En la Figura 2 se puede observar el diagrama de desarrollo de hardware del potencióstato.

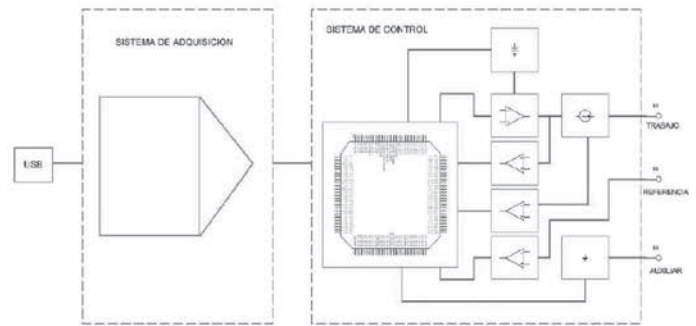


Fig. 2. Diagrama de bloques potencióstato.

F. Módulo de control

El sistema de control (Figura 4.) efectúa todo el mando del proceso de forma autónoma, recibiendo las señales de ajuste desde el módulo de adquisición (Figura 3.). La tarjeta de control STM32F4-Discovery es instalada sobre una tarjeta que realiza todo el acondicionamiento de las señales análogas a procesar.

Las funciones realizadas son:

- ✓ Configura el oscilador del sistema para operar a 168 MHz, según cristal de 8 MHz.
- ✓ Configura los puertos de entrada - salida.
- ✓ Configura el temporizador, para generar retardos programados.
- ✓ Configura el puerto, para realizar lectura de los canales análogos.
- ✓ Ajusta la resolución del convertidor ADC a 12 bits.
- ✓ Genera una salida análoga.
- ✓ La resolución del generador es de 12 bits, realizando actualizaciones por software.

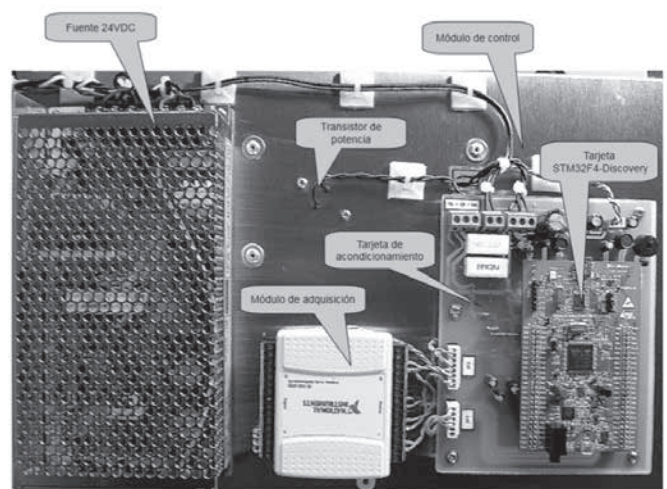


Fig. 3. Distribución de módulos en potencióstato.

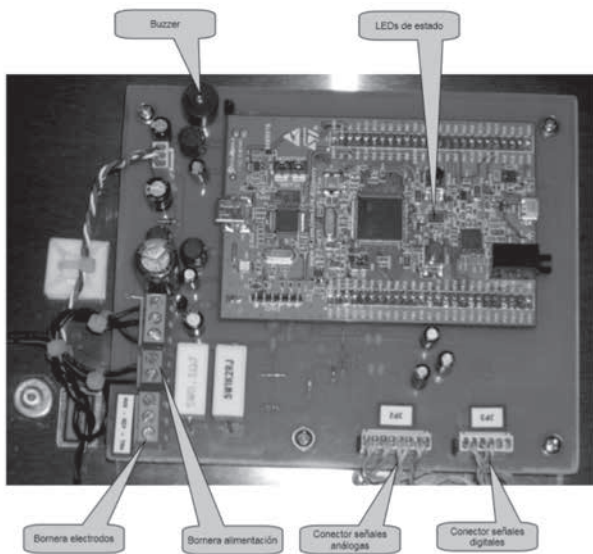


Fig. 4. Módulo de control potenciostato.

G. Módulo de adquisición de datos

El módulo de adquisición de datos (Figura 4.) se compone de un sistema de adquisición NI USB-6009, el cual realiza una toma de datos en tiempo real durante el transcurso del proceso electroquímico y guarda los datos en formato *.tdms a una velocidad de hasta 48 kS/s.

El desarrollo de una interfaz en el programa LabView® (Figura 5) permite al usuario determinar si desea trabajar con cronoamperometría o cronopotenciometría, controlando el tiempo de deposición y el porcentaje de operación del modo elegido (cantidad de potencial o corriente), permite trabajar en lazo abierto o lazo cerrado y finalmente, elegir la ubicación del archivo *.tdms en el cual se guardarán los datos obtenidos durante el proceso.

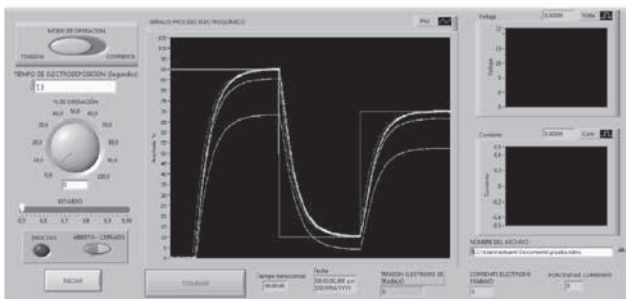


Fig. 5. Interfaz Gráfica en LabView®

En la tabla 3 se observa el color de cada una de las ondas que se visualizan en la interfaz gráfica, además de los valores equivalentes en porcentaje a corriente y voltaje:

TABLA III.

DIAGRAMA DE DATOS PARA VISUALIZACIÓN EN INTERFAZ.

Ajuste actual del proceso (Set Point)	
Ajuste de proceso (Set Point) señal con retardo	
Tensión de entrada electrodo de referencia (0 a 20 V DC)	
Tensión de salida electrodo de trabajo (0 a 20 V DC)	
Corriente de salida electrodo de trabajo (0 a 2 A)	

Se desarrolla adicionalmente una interfaz para realizar el control del potenciostato mediante voltamperometría cíclica, permitiendo entregar al proceso señales de onda triangular (Figura 6), senoidal (Figura 7) y cuadrada (Figura 8); en esta interfaz, además del control del tiempo de electrodeposición y la cantidad de potencial, se ingresan los ciclos por segundo y frecuencia de las señales de excitación.

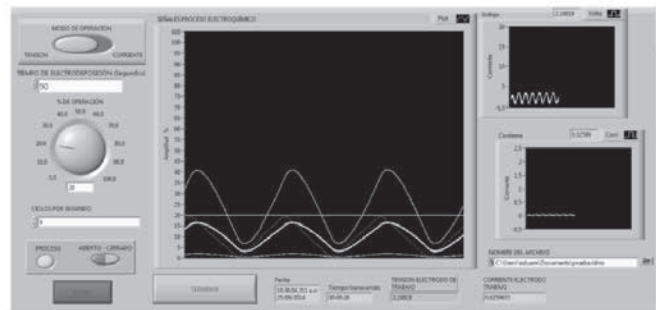


Fig. 6. Señal Onda Triangular

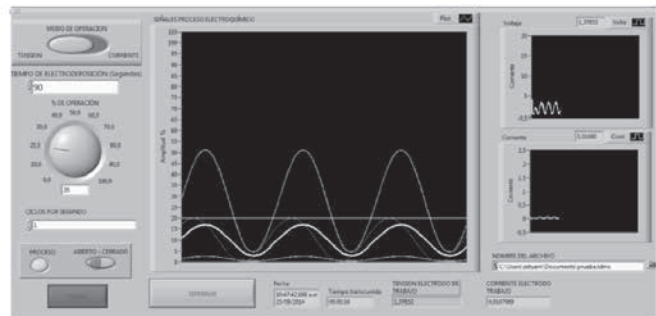


Fig. 7. Señal onda senoidal.

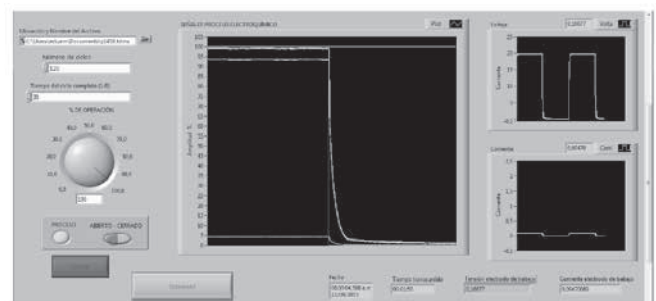


Fig. 8. Señal onda cuadrada.

Finalmente, con los datos obtenidos en los procesos de voltamperometría cíclica, se pueden obtener las curvas de histéresis características de los procedimientos desarrollados, graficando los voltajes en el electrodo de trabajo con respecto a las corrientes que se presentaron durante el proceso.

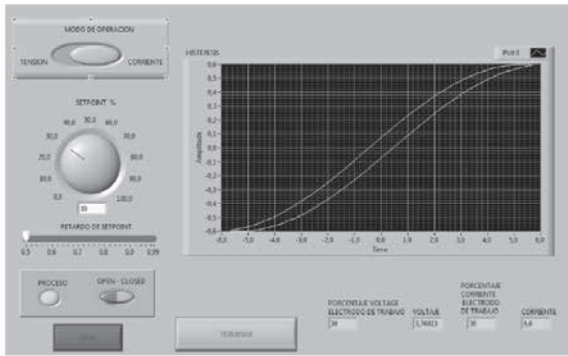


Fig. 9. Voltamperometría cíclica.

H. Aplicación del prototipo de potenciostato en un proceso de electrodeposición

Una de las aplicaciones del potenciostato desarrollado es la obtención de recubrimientos biocompatibles de fosfatos de calcio sobre acero 316L. La obtención de biomateriales con las características adecuadas para la restauración o sustitución del tejido óseo en los seres humanos, en el recubrimiento de metales como el titanio puro y sus aleaciones es uno de los grandes temas de investigación en el campo de los biomateriales, los fosfatos de calcio hacen parte de este gran grupo y durante los últimos años se ha estudiado la forma de obtener una respuesta apropiada con respecto al medio fisiológico.

El estudio de la biocompatibilidad de los fosfatos de calcio sobre el cuerpo humano ya ha sido tema de investigación [6], comprobándose su biocompatibilidad debido a que son unos de los principales componentes de los huesos; las características de biocompatibilidad [7] se basan en que no debe inducir la separación, reacción inflamatoria o de cuerpo extraño, como también provocar una respuesta del sistema inmunológico, no debe ser tóxico originalmente ni los productos de su descomposición, no debe ser bioabsorbible al extremo de su destrucción en el medio biológico, ni debe alterar genéticamente las células adyacentes.

Los métodos utilizados en la actualidad, para obtener los recubrimientos de estos materiales cerámicos, incluyen equipos sofisticados, protocolos de elevados costos y grandes cantidades de energía tales como pulverización por plasma y ablación laser entre otras. Otras técnicas como sol-gel [8] y electrodeposición [9] se están empleando debido no sólo a su bajo costo y simplicidad, sino porque además, permiten obtener materiales a bajas temperaturas con buena cristalinidad y baja solubilidad en fluidos corporales.

Como una aplicación del desempeño del potenciostato desarrollado en la Universidad Autónoma de Manizales, con el apoyo de la empresa Gamatec S.A., se realizaron procesos de electrodeposición, los cuales presentan resultados comparables con un potenciostato comercial. Las funciones principales en las que se basó el ejemplo de aplicación fueron las curvas de voltamperometría cíclica y la cronoamperometría.

Los análisis de voltamperometría cíclica permiten observar los cambios en la transferencia de iones y sugieren valores de voltajes ideales de trabajo; para el ejemplo de aplicación, en la obtención de recubrimientos de fosfatos de calcio sobre acero 316L se encontró un rango de voltajes ideales de trabajo entre $-0,5$ V a $-3,0$ V, estos resultados se pueden evidenciar en la figura 10, potenciostato UAM y la figura 11, potenciostato comercial.

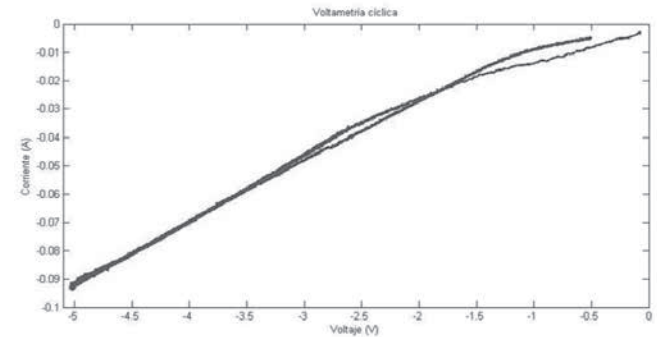


Fig. 10. Voltamperometría cíclica potenciostato UAM.

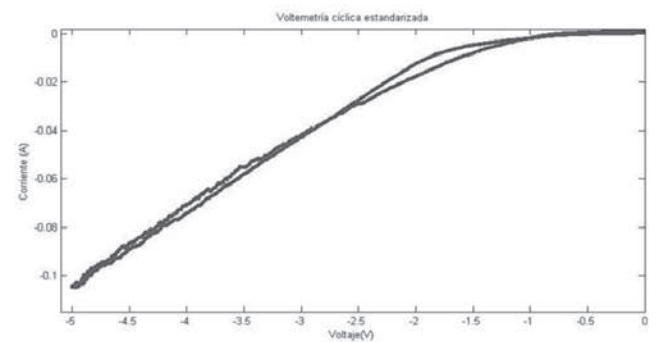


Fig. 11. Voltamperometría cíclica potenciostato comercial.

Teniendo en cuenta el análisis realizado mediante voltamperometría cíclica se decide trabajar con un potencial de crecimiento de la película de -1.2 V tanto en el potenciostato comercial como en el implementado, obteniendo películas de características similares tanto en adherencia como en uniformidad.

Las películas obtenidas son sometidas a caracterización estructural mediante Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR) (Figura 12), en la cual se pueden observar bandas entre 500 y 600 cm^{-1} asignadas a modos de flexión asimétrica ($\text{O-P-O } \nu_4$) y entre 1000 y 1100 cm^{-1} que de acuerdo a la literatura son características de apatita, y están asociadas a modos vibracionales de estiramiento asimétrico ($\text{P-O } \nu_3$). Una banda alrededor de 980 cm^{-1} asociada a modos vibracionales de estiramiento simétrico ($\text{P-O } \nu_1$) y otra alrededor de 863 cm^{-1} asignada a modos vibracionales de grupos ($\text{HPO}_4 \nu_5$), se evidencia además una banda alrededor de 3500 cm^{-1} , asignada a modos vibracionales de estiramiento de agua absorbida (O-H , H_2O) y un pico en 1635 cm^{-1} asociada a flexión de grupos H-O-H [8,9]. Adicionalmente, se presenta un desdoblamiento en dos picos de las bandas asociadas a los iones PO_4^{3-} en 525 cm^{-1} , 575 cm^{-1} y un desdoblamiento en tres picos para 978 cm^{-1} ,

1058 cm^{-1} , 1127 cm^{-1} , este desdoblamiento es característico de la presencia de la forma de apatita DCPD (Dicalcio Fosfato Dihidratado o DCPD) identificado en ambos espectros.

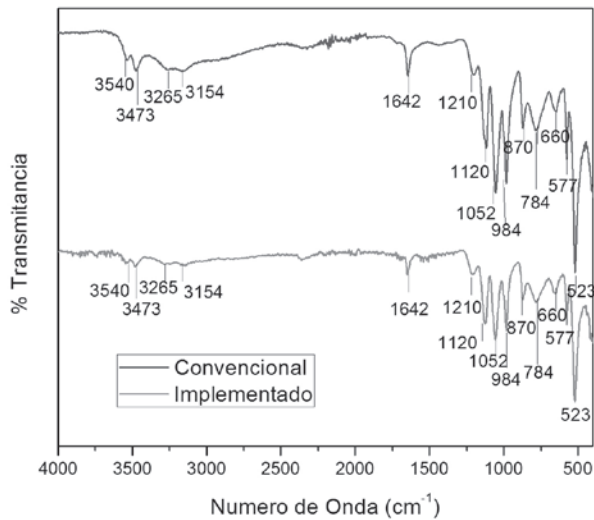


Fig. 12. Análisis FTIR de películas crecidas a -1,2V.

Como complemento a la caracterización FTIR se realiza caracterización estructural mediante Difracción de Rayos X (XRD) (Figura 13), en la cual se pueden observar picos asociados a la fase DCPD (ICDD: 72-1240), y algunos picos para los sustratos de acero 316L.

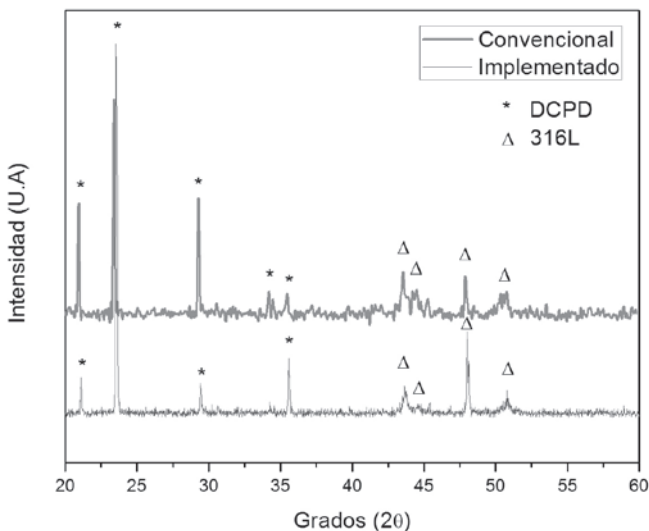


Fig. 13. Análisis XRD de películas crecidas a -1,2V.

Lo anterior demuestra un adecuado funcionamiento del prototipo de potenciostato desarrollado en la Universidad Autónoma de Manizales, a la hora de obtener recubrimientos de fosfatos de calcio, en comparación con potenciostatos comerciales. Estas características serán objeto de análisis en un trabajo posterior.

I. CONCLUSIONES

Se desarrolló un prototipo de potenciostato usando la metodología QFD, la cual permitió identificar las necesidades y expectativas del equipo, además, de dar solución a éstas

teniendo en cuenta las herramientas y materiales con los que se cuenta, y llevar de manera planeada un proyecto a la realidad.

El uso del potenciostato permite tener el control sobre los procesos electroquímicos desarrollados, interviniendo en variables del proceso tales como el tiempo, el potencial, la corriente, el número de repeticiones de la voltamperometría cíclica, entre otras.

La obtención de las curvas de voltamperometría y de las características de los procesos electroquímicos realizados con el prototipo de potenciostato desarrollado en la Universidad Autónoma de Manizales y con el potenciostato comercial, permitieron evidenciar la calidad del equipo construido, al obtener resultados comparables.

La función cronoamperométrica de ambos potenciostatos demostró ser apta para la obtención de fosfatos de calcio sobre sustratos de acero 316L, los cuales tienen potenciales aplicaciones en implantes.

AGRADECIMIENTOS

Los autores de este trabajo agradecen a la Universidad Autónoma de Manizales, a los grupos de investigación en automática y física y matemáticas con énfasis en la formación de ingenieros, a la empresa Gamatec S.A. por el apoyo constante en el desarrollo del prototipo del potenciostato y a la Universidad Nacional de Colombia sede Manizales por su disponibilidad para la caracterización de las películas.

REFERENCIAS

- [1] Skoog, Leary. Análisis Instrumental. Vol I. Ed. Mc Graw Hill. Sexta Edición. 2008
- [2] J. Heyrovsky, "Practical Applications of the Polarographic Method in Chemistry" Enlarged Russian Edition. 1937.
- [3] D. Monroy, S. Zabala, "Repotenciación y actualización de un potenciostato galvanostato princetnon modelo 363 para el laboratorio de corrosión de la escuela de ingeniería metalúrgica y ciencia de materiales", Tesis de maestría dirigida por A. Acevedo, D. Peña, Facultad de Ingenierías Físico-Mecánicas, Universidad Industrial de Santander, 16, sep, 2005.
- [4] J. Amaya, "Instrumentación electroquímica: Fundamentación teórica para la construcción de prototipos para el laboratorio de corrosión de la escuela de ingeniería metalúrgica", Tesis de maestría dirigida por J. Barrero, C. Vásquez, Facultad de Ingenierías Físico-Mecánicas, Universidad Industrial de Santander, 29, ene, 2009.
- [5] L.-K. Chan and M.-L. Wu, "Quality function deployment: A literature review," Eur. J. Oper. Res., vol. 143, no. 3, pp. 463–497, Dec. 2002.
- [6] D. Gopi, J. Indira, and L. Kavitha, "A comparative study on the direct and pulsed current electrodeposition of hydroxyapatite coatings on surgical grade stainless steel," Surf. Coatings Technol., vol. 206, no. 11–12, pp. 2859–2869, Feb. 2012.
- [7] D. Gopi, S. Ramya, D. Rajeswari, and L. Kavitha, "Corrosion protection performance of porous strontium hydroxyapatite coating on polypyrrole coated 316L stainless steel," Colloids Surfaces B Biointerfaces, 2013.
- [8] D. Gopi, S. Ramya, D. Rajeswari, and L. Kavitha, "Corrosion protection performance of porous strontium hydroxyapatite coating on polypyrrole coated 316L stainless steel," Colloids Surfaces B Biointerfaces, 2013.
- [9] M. Asadi-Eydivand, M. Solati-Hashjin, A. Farzadi, and N. A. A. Osman, "Artificial neural network approach to estimate the composition of chemically synthesized biphasic calcium phosphate powders," Ceram. Int., vol. 40, no. 8, pp. 12439–12448, Sep. 2014.
- [10] X. Zhang, F. Geng, X. Huang, and M. Ma, "Acceleration of the

initial phase transformation of mineralization by phosvitin,” J. Cryst. Growth, vol. 409, pp. 44–50, Jan. 2015.



Belarmino Segura Giraldo nació en Manizales, Caldas, Colombia, el 24 de Enero de 1968. Se graduó en la Universidad Nacional de Colombia sede Manizales como Ingeniero Electricista, Especialista en Docencia Universitaria, realizó su Magister en Ciencias Físicas y Doctor en ingeniería-Línea Automática de la Universidad Nacional de Colombia,

actualmente se desempeña como docente en el departamento de Electrónica y Automatización de la Universidad Autónoma de Manizales y en la Universidad Nacional de Colombia sede Manizales como docente catedrático titular en el Departamento de Física y Química. Sus principales intereses de investigación son el procesamiento digital de registros, las técnicas espectroscópicas de impedancia eléctrica y óptica de fluorescencia, la biofísica, los procesos electroquímicos, entre otros.



Francy Nelly Jiménez García nació en Manizales, Caldas, Colombia, el 1 de Marzo de 1970. Se graduó en la Universidad Nacional de Colombia en el pregrado de ingeniería química, posteriormente realizó la especialización en computación para la docencia en la Universidad Antonio Nariño. Alcanzó los títulos de Magister en Ciencias Física y Doctora en Ingeniería también en la Universidad Nacional, Sede Manizales.

Ejerció profesionalmente en varias Universidades de su ciudad Natal tales como: la Universidad de Caldas y la Universidad Antonio Nariño. Actualmente es docente titular en dedicación de catedra de la Universidad Nacional Sede Manizales y docente titular de tiempo completo en la Universidad Autónoma de Manizales (UAM). Cuenta con 22 años de experiencia docente 20 de ellos a nivel universitario. Entre sus campos de interés están los procesos de enseñanza y aprendizaje tanto de física como de la matemática así como el estudio de materiales de ingeniería.

La ingeniera Jiménez ha sido beneficiaria de becas en algunas de las Universidad donde ha estudiado así como de Colciencias para adelantar sus estudios de posgrado. Recibió el título de mejor docente en la facultad de ingenierías de la Universidad Autónoma de Manizales en el 2008 y Mención por sus logros académicos e investigativos en el 2015. Se ha desempeñado como coordinadora del departamento de física y Matemáticas, como docente e investigadora del mismo y pertenece al grupo de investigación en física y matemática con énfasis en la formación de ingenieros, el cual se encuentra en categoría B en COLCIENCIAS, al que actualmente lidera.



Laura Rocío Giraldo Torres nació en Cali, Colombia el 21 de junio de 1992. Se graduó como Ingeniera Biomédica en la Universidad Autónoma de Manizales. Es estudiante actualmente de la Maestría en Bioinformática y Biología Computacional con una beca otorgada por la institución.

Ejerció profesionalmente como joven investigadora durante los dos años siguientes a su promoción de pregrado y labora actualmente en la Universidad Autónoma de Manizales como docente adscrita al Departamento de Física y Matemática, perteneciendo activamente a los grupos de Investigación en Automática y en Física y Matemática con énfasis en la formación de Ingenieros.