



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE HIDALGO

INSTITUTO DE CIENCIAS BÁSICAS E INGENIERÍA
Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales

Licenciatura en Ingeniería de Materiales

TESIS

**Síntesis de Jarosita de Potasio con la Incorporación de
Fósforo y Carbono para sus Posibles usos como
Generador de Energía**

**Para obtener el título de Ingeniero de Materiales
Presenta**

Felipe Carlos Pérez Olvera

Directores de tesis

Dr. Eduardo Cerecedo Sáenz

Dr. Luis Humberto Mendoza Huizar

Mineral de la Reforma, Hgo. Marzo 2025



Mineral de la Reforma, Hgo., a 24 de marzo de 2025

Número de control: ICBI-D/440/2025

Asunto: Autorización de impresión.

MTRA. OJUKY DEL ROCÍO ISLAS MALDONADO
DIRECTORA DE ADMINISTRACIÓN ESCOLAR DE LA UAEH

Con fundamento en lo dispuesto en el Título Tercero, Capítulo I, Artículo 18 Fracción IV; Título Quinto, Capítulo II, Capítulo V, Artículo 51 Fracción IX del Estatuto General de nuestra Institución, por este medio le comunico que el Jurado asignado al Egresado de la Licenciatura en Ingeniería en de Materiales **Felipe Carlos Pérez Olvera**, quien presenta el trabajo de titulación "**Síntesis de Jarosita de Potasio con la Incorporación de Fósforo y Carbono para sus Posibles usos como Generador de Energía**", después de revisar el trabajo en reunión de Sinodales ha decidido autorizar la impresión del mismo, hechas las correcciones que fueron acordadas.

A continuación, firman de conformidad los integrantes del Jurado:

Presidente: Dr. Luis Humberto Mendoza Huizar

Secretario: Dr. Juan Hernández Ávila

Vocal: Dr. Eduardo Cerecedo Sáenz

Suplente: Dr. Eleazar Salinas Rodríguez

Sin otro particular por el momento, reciba un cordial saludo.

Atentamente
"Amor, Orden y Progreso"

Mtro. Gabriel Vergara Rodríguez
Director del ICBI



GVR/YCC



Ciudad del Conocimiento. Carretera Pachuca-Tlaxiaco Km. 4.5 Colonia Carboneras, Mineral de la Reforma, Hidalgo, México. C.P. 42184
Teléfono: 771 71 720 00 Ext. 40001
direccion_icbi@uaeh.edu.mx.
vergarar@uaeh.edu.mx

AGRADECIMIENTOS

En primer lugar, agradezco a la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo y al Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales por brindarme la oportunidad y los recursos necesarios para llevar a cabo mi formación académica.

Con respeto y profundo agradecimiento, expreso mi reconocimiento a mis directores de tesis, el Dr. Eduardo Cerecedo Sáenz y el Dr. Luis Humberto Mendoza Huizar. Su apoyo constante, sus valiosas asesorías y su disposición para explicarme siempre que fue necesario fueron fundamentales en la dirección y enriquecimiento de esta investigación.

También agradezco al Dr. Juan Hernández Ávila, al Dr. Eleazar Salinas Rodríguez y al Dr. Javier Flores Badillo, quienes me brindaron observaciones y comentarios constructivos que fueron de gran ayuda para la realización de este proyecto.

A todos los que hicieron posible este proyecto, mi más sincero agradecimiento.

INDICE GENERAL

Índice de Figuras.....	iii
Índice de Tablas	vi
Índice de Ecuaciones	vi
RESUMEN	viii
ABSTRACT	ix
CAPÍTULO I JUSTIFICACIÓN Y OBJETIVOS	1
1.1 Justificación.....	1
1.2 Objetivo general	2
1.3 Objetivos particulares	2
CAPITULO II ANTECEDENTES	3
2.1 Jarosita.....	3
2.1.1 Generalidades	3
2.1.2 Jarosita sintética.....	8
2.1.3 Aplicaciones de la jarosita	11
2.2 Celdas electroquímicas como generadores de energía eléctrica	13
2.2.1 La celda electroquímica a través del tiempo	13
2.2.2 Principios de su funcionamiento	16
2.2.3. Electrolitos.....	18
CAPITULO III MATERIALES Y MÉTODOS	20
3.1 Introducción.....	20
3.2 Síntesis de jarosita de potasio incorporando carbono y fósforo.	22
3.3 Caracterización	24
3.4 Evaluación preliminar del desempeño electroquímico.....	28

3.4.1 Prueba de conducción eléctrica	28
3.4.2 Determinación de la concentración que genera el potencial máximo.....	30
3.4.3 Ensamblaje de baterías experimentales y prueba de descarga.	32
CAPITULO IV RESULTADOS EXPERIMENTALES	34
4.1 Síntesis.....	34
4.2 Caracterización	35
4.2.1 Difracción de Rayos - X (DRX)	35
4.2.2 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) y Espectroscopía por Dispersión de Energía de Rayos - X (EDS).....	43
4.2.3 Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier FT-IR	53
4.2.4 Voltamperometría Cíclica	56
4.3 Evaluación preliminar del desempeño electroquímico.....	67
4.3.1 Determinación de la concentración que genera el potencial máximo.....	67
4.3.2 Ensamblaje de baterías experimentales y prueba de descarga	70
4.3.3 Análisis Post-descarga	77
CAPITULO V CONCLUSIONES	78
CAPITULO VI PERSPECTIVAS.....	80
6.1 Introducción.....	80
6.2 Posibles aplicaciones de los resultados	80
6.3 Impacto potencial de la investigación	80
6.4 Recomendaciones para futuras investigaciones	81
6.5 Conclusiones.....	81
REFERENCIAS.....	82

Índice de Figuras

Figura 1. Cristales de jarosita del barranco de El Jaroso, sierra Almagrera, Cuevas del Almanzora, Almería, Andalucía, España. Fotografía de Christian R. (Rewitzer, s.f.).	3
Figura 2. Estructura cristalina de la jarosita. Recuperado de Cogram, P. F. (2016). Capacity and mechanisms of uptake of silver by jarosite family minerals. Birkbeck, University of London.	7
Figura 3. Esquema de celda electroquímica Zn – Cu. Elaboración propia.	17
Figura 4. Diagrama de flujo de la metodología experimental en este trabajo.	21
Figura 5. Esquema del arreglo de equipo utilizado para la síntesis de las jarositas potásicas. Recuperado de Hernández-Lazcano, y otros (2021). Synthesis of Hydronium-Potassium Jarosites: The Effect of pH and Aging Time on Their Structural, Morphological, and Electrical Properties.	23
Figura 6. Imagen difractómetro INEL modelo equinox 2000 UAEH.	24
Figura 7. Imagen del microscopio JEOL JSM – IT 300 y el EDS acoplado UAEH.	25
Figura 8. Espectrofotómetro de Infrarrojo Perkin Elmer System 2000 UAEH.	26
Figura 9. Potenciostato Epsilon EC UAEH.	27
Figura 10. Montaje experimental para la medición de conductividad eléctrica en las muestras de jarosita.	29
Figura 11. Arreglo experimental para la determinación de la concentración que genera el potencial máximo.	31
Figura 12. Imagen de celda electroquímica experimental.	33
Figura 13. Imagen comparativa entre precipitados.	34
Figura 14. Difractograma de rayos X de la jarosita de potasio sintetizada (JK).	36
Figura 15. Modelo poliédrico de la estructura cristalina de la jarosita correspondiente al PDF [96-900-9286].	38
Figura 16. Difractograma de rayos X de la jarosita de potasio sintetizada con fósforo y carbono (JKPC).	40

Figura 17. Modelo poliédrico de la estructura cristalina correspondiente al PDF [96-433-3012].	41
Figura 18. Micrografía de las partículas del precipitado JK (MEB).	44
Figura 19. Micrografía semi-detalle de las partículas del precipitado JK (MEB)... ..	44
Figura 20. Espectro EDS del precipitado de jarosita sintética JK para la identificación elemental.	45
Figura 21. Mapeo de distribución elemental del precipitado de jarosita sintética JK.	46
Figura 22. Micrografía general de tamaños de partícula de la jarosita de potasio con fósforo y carbono JKPC (MEB).	49
Figura 23. Micrografía semi-detalle de las partículas del precipitado JKPC (MEB).	49
Figura 24. Espectro EDS del precipitado de jarosita sintética con fósforo y carbono JKPC para la identificación elemental.	50
Figura 25. Mapeo de distribución elemental del precipitado de jarosita sintética con fósforo y carbono JKPC.	51
Figura 26. Espectros IR de ambos precipitados.	53
Figura 27. Voltamperograma cíclico JK.	57
Figura 28. Comparativa de diferentes velocidades de barrido del voltamperograma cíclico para JK.	58
Figura 29. Trazado de j_p vs $v^{1/2}$ primer pico anódico (A) JK.	60
Figura 30. Trazado de j_p vs $v^{1/2}$ segundo pico anódico (B) JK.	60
Figura 31. Trazado de j_p vs $v^{1/2}$ primer pico catódico (C) JK.	61
Figura 32. Voltamperograma cíclico JKPC.	62
Figura 33. Comparativa de diferentes velocidades de barrido del voltamperograma cíclico para JKPC.	64
Figura 34. Trazado de j_p vs $v^{1/2}$ para el pico anódico (B) JKPC.	65
Figura 35. Trazado de j_p vs $v^{1/2}$ para el pico catódico (C) JKPC.	65
Figura 36. Trazado de j_p vs $v^{1/2}$ para el pico catódico (D) JKPC.	66
Figura 37. Gráfica de concentración que genera el potencial máximo Al- Cu.	68
Figura 38. Gráfica de concentración que genera el potencial máximo Fe – Cu. ..	68

Figura 39. Imagen del arreglo de batería.	71
Figura 40. Detalle de la imagen del arreglo de batería.	71
Figura 41. Imagen de la batería A conectada a un Led rojo.	72
Figura 42. Imagen de la batería B conectada a 4 led's de color rojo conectados en paralelo.	73
Figura 43. Imagen de la batería C conectada a una calculadora sencilla.	74
Figura 44. Tablas de descarga. graficas relación Tiempo vs. Potencial eléctrico bajo descarga constante.	75
Figura 45. Detalle de batería en distintos lapsos de tiempo.	77

Índice de Tablas

Tabla 1. Composición y clasificación de los subgrupos de jarosita y alunita.	6
Tabla 2. Comparativa de los métodos de síntesis en compuestos tipo jarosita. ...	10
Tabla 3. Aplicaciones de la jarosita.....	12
Tabla 4. Comparativa histórica de las celdas electroquímicas (Inzelt, 2020); (Shukla & Kumar, 2008).	15
Tabla 5. Datos del espectro de difracción de rayos X de la jarosita.....	36
Tabla 6. Datos del espectro de difracción de rayos X de la jarosita sintética con fósforo y carbono.....	39

Índice de Ecuaciones

Ecuación 1. Ecuación de la reacción de precipitación de jarosita en procesos de síntesis.	10
Ecuación 2. Ecuación de oxidación del zinc en la reacción redox.	17
Ecuación 3. Ecuación de reducción del cobre en la reacción redox.	17
Ecuación 4. Ecuación para la resistividad en función de la resistencia, área y longitud.....	28
Ecuación 5. Ecuación para la conductividad en función de la resistencia, longitud y área.	28
Ecuación 6. Ecuación de Nernst para el potencial electroquímico.....	30
Ecuación 7. Ecuación de oxidación del hidrógeno en el voltamperograma cíclico.	57
Ecuación 8. Ecuación de oxidación del ion FeHSO_4 en el voltamperograma cíclico.	57
Ecuación 9. Ecuación de reducción del ion Fe^{2+} a hierro metálico en el voltamperograma cíclico.....	58

Ecuación 10. Ecuación de reducción de la especie FeHSO_4^+ a disulfuro de hierro en el voltamperograma cíclico.....	63
Ecuación 11. Ecuación de oxidación del hierro durante la deposición electroquímica de cobre en la batería.	70
Ecuación 12. Ecuación de reducción del ion cobre en la deposición electroquímica de cobre en la batería.	70

RESUMEN

Actualmente, nuestra sociedad requiere de soluciones definitivas, ecológicas y sustentables capaces de hacerle frente al uso indiscriminado de los combustibles fósiles.

Este estudio realiza un análisis de carácter académico que aborda el uso de la jarosita de potasio, un mineral que es accesible y de bajo costo, como electrolito en celdas electroquímicas, haciendo de este trabajo una utilidad novedosa para la ciencia de materiales y tomando un enfoque en relación con las necesidades actuales de la sociedad, donde el objetivo principal es reducir costos y promover el uso de materiales sostenibles.

A lo largo de este proyecto de tesis, se aborda una metodología de síntesis para incorporar fósforo y carbono en la estructura de la jarosita de potasio, es una propuesta novedosa en el sentido de que usan estos elementos, y con técnicas analíticas específicas como; difracción de rayos X (DRX), microscopía electrónica de barrido con espectroscopía de dispersión de energía de Rayos - X (MEB-EDS), espectroscopia de infrarrojo por la transformada de Fourier (FT-IR) y voltamperometría cíclica (VC), se obtiene una visión integral de las propiedades físicas, químicas y electroquímicas de este nuevo material.

En relación con el desempeño energético de la jarosita, fueron realizadas configuraciones de celdas electroquímicas utilizado cantidades mínimas de material y posteriormente estos arreglos fueron sometidos a descargas constantes para determinar el tiempo de vida útil, los resultados de las pruebas preliminares son bastante prometedores.

Además del enfoque innovador, el siguiente trabajo contribuye en el conocimiento y desarrollo de nuevos electrolitos, por lo que los resultados de este estudio pretenden influenciar en el futuro diseño de pilas y baterías, que busquen la sostenibilidad y la eficiencia energética.

Palabras clave: Síntesis, jarosita, electrolito, sostenibilidad, celda electroquímica.

ABSTRACT

Currently, our society requires definitive, ecological, and sustainable solutions capable of addressing the indiscriminate use of fossil fuels.

This study performs an academic analysis that addresses the use of potassium jarosite, a mineral that is accessible and low-cost, as an electrolyte in electrochemical cells, making this work a novel contribution to material science and taking an approach related to the current needs of society, where the main goal is to reduce costs and promote the use of sustainable materials.

Throughout this thesis project, a synthesis methodology is addressed to incorporate phosphorus and carbon into the structure of potassium jarosite, which is a novel proposal in the sense that it uses these elements, and with specific analytical techniques such as X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy with energy-dispersive X-ray spectroscopy (SEM-EDS), Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR), and cyclic voltammetry (CV), a comprehensive view of the physical, chemical, and electrochemical properties of this new material is obtained. Regarding the energy performance of jarosite, electrochemical cell configurations were made using minimal amounts of material, and these arrangements were later subjected to constant discharges to determine the lifetime, with preliminary test results being quite promising.

In addition to the innovative approach, the following work contributes to the knowledge and development of new ecological and affordable electrolytes, so the results of this study aim to influence the future design of cells and batteries that seek sustainability and energy efficiency.

Keywords: Synthesis, jarosite, electrolyte, sustainability, electrochemical cell.

CAPÍTULO I

JUSTIFICACIÓN Y OBJETIVOS

1.1 Justificación

En la actualidad, existe una fuerte dependencia global hacia los combustibles fósiles, lo cual es una problemática que lleva décadas en busca de soluciones alternas de menor costo e impacto ecológico. Es por este motivo que el desarrollo de nuevas tecnologías energéticas eficientes y renovables que puedan sustituir a los hidrocarburos se ha convertido en una prioridad social en busca de reducir el impacto ambiental.

En esta línea, la ciencia de los materiales fomenta investigaciones, que sean capaces de generar nuevos materiales con propiedades mejoradas, que puedan hacer frente al uso de los combustibles fósiles, convirtiéndolos en una alternativa para el aprovechamiento energético.

El objetivo se resume en lograr competir con las pilas y baterías tradicionales, en relación con su costo, el tiempo de vida útil, su capacidad energética y la seguridad al momento de usarlas.

Este proyecto de tesis se centra en estudiar las propiedades de la jarosita y sus elementos dopantes, en celdas electroquímicas generadoras de energía.

De esta manera, se presenta una perspectiva original en el campo energético, contribuyendo a llenar las lagunas de conocimiento sobre el uso de la jarosita como generador energético. La justificación de este trabajo es aportar conocimiento científico en el área de la ciencia de los materiales para satisfacer las demandas energéticas actuales. De esta forma, el trabajo se presenta como una propuesta y un estudio preliminar para el desarrollo de baterías de nueva generación.

1.2 Objetivo general

Estudiar la incorporación del fósforo y carbono a partir del fosfato dipotásico y el carbón activado en la estructura de la jarosita de potasio, mediante técnicas de caracterización analíticas específicas. Se plantea estudiar sus propiedades eléctricas y electroquímicas para su uso preliminar como electrolito en celdas electroquímicas y su evolución como materia prima para sus posibles usos como generador de energía.

1.3 Objetivos particulares

- Sintetizar la jarosita de potasio y la jarosita modificada con fósforo y carbono, mediante un proceso controlado que permita la incorporación de estos elementos a la estructura de la jarosita.
- Caracterizar la jarosita, mediante técnicas químicas analíticas, Difracción de Rayos X (DRX), Microscopia Electrónica de Barrido (MEB) en conjunción con Microanálisis por Dispersión de Energía (EDS), Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FT-IR), Voltamperometría cíclica (VC).
- Evaluar las propiedades eléctricas de la jarosita, determinando su capacidad para conducir electricidad al funcionar como electrolito en una celda electrolítica.
- Estudiar su rendimiento como electrolito en celdas electroquímicas, realizando pruebas de descarga, y compatibilidad con ánodos y cátodos. Este análisis espera determinar la eficiencia de la jarosita modificada en términos de capacidad de almacenamiento y transferencia de energía, así como su estabilidad y rendimiento en condiciones operativas.

CAPITULO II

ANTECEDENTES

2.1 Jarosita

2.1.1 Generalidades

La jarosita fue mencionada por primera vez en el año de 1852, cuando fue descubierta en España, específicamente en el barranco andaluz de El Jaroso, un sitio situado en la Sierra Almagrera, (Breithaupt, 1852). La jarosita fue caracterizada como un mineral de tonalidad marrón anaranjada, en forma de pequeños cristales o masas terrosas compactadas. La figura 1, es una fotografía por Christian Rewitzer capturada en las cuevas de Almanzora, España donde se aprecian cristales de jarosita.



Figura 1. Cristales de jarosita. Fotografía de Christian R. (Rewitzer).

2.1.1.1 Formación y ambiente de la jarosita

La formación de este mineral en la naturaleza está relacionada con la transformación de sulfuros y rocas que envuelven el mineral, siendo resultado de procesos complejos como la mineralogía original y composición química del entorno rica en hierro y sulfato promoviendo mineralizaciones profundas de sulfuros complejos, condiciones redox del entorno, la actividad tectónica y el pH del suelo, el cual oscila entre 1 y 3 (Johnston, y otros, 2012). Su aparición se relaciona a ambientes altamente ácidos, apareciendo cerca de lugares volcánicos y lagos salinos ácidos. Debido a la influencia humana, también es posible encontrar el mineral en drenajes contaminados ácidos y residuos mineros (Elwood Madden, y otros, 2012).

2.1.1.2 Jarosita en Marte

En 1987 el investigador Roger Burns proponía que Marte podría tener las condiciones perfectas para formar ciertos minerales derivados de los sulfatos férricos, incluyendo a la jarosita, debido a la presencia de agua ácida subterránea en el pasado y su interrelación con minerales marcianos (Burns , 1987). En 2003, la NASA lanzó dos *rovers* de exploración que aterrizaron en Marte con tres semanas de diferencia, en enero de 2004, en lados opuestos del planeta: Spirit y Opportunity. Ambos *rovers*, diseñados como gemelos, llevaban los mismos instrumentos científicos y tenían aproximadamente el tamaño de un carrito de golf. El *rover* Opportunity identificó jarosita y restos de yeso en el sitio de aterrizaje "Meridiani Planum". Se concluyó que la formación de jarosita en Marte se debió a condiciones climáticas áridas, lo que permitió su preservación (Elwood Madden, Bodnar, & Rimstidt, 2004). La detección de jarosita en Marte sugiere que el planeta pudo haber tenido agua líquida en pequeños períodos en la historia del planeta.

2.1.1.3 Supergrupo alunita-jarosita

Aunque es correcto referirse a la jarosita como un mineral individual, es preciso hablar de los minerales que conforman al supergrupo de la alunita-jarosita, siendo minerales representados por la formula general $\alpha\beta_3(\gamma\text{O}_4)_2(\text{OH})_6$, donde α es un catión que puede ser K^+ (potasio), Na^+ (sodio), Ag^+ (plata), $1/2\text{Pb}^{2+}$ (plomo), Tl^+ (talio) $1/2\text{Hg}^{2+}$ (mercurio), y H_3O^+ (hidronio). β puede ser ocupado por Fe^{3+} (hierro), Al^{3+} (aluminio), Cr^{3+}

(cromo), Cu^{3+} (cobre) y Zn^{2+} (zinc). Mientras que para y los elementos para su posición son; S^{6+} (azufre), P^{5+} (fósforo), o As^{5+} (arsénico) cuya combinación forman más de 40 compuestos distintos (Smith, RobertS, Bayliss, & Liebau, 1998).

Los compuestos más encontrados en la naturaleza son la jarosita de potasio también llamada únicamente jarosita, la jarosita de sodio y la jarosita de hidronio. En la Tabla 1 se reporta la composición química y la clasificación de los principales minerales pertenecientes a los subgrupos de jarosita y alunita (Dutrizac & Kaiman, 1975) (Dutrizac & Kaiman, Synthesis and properties of jarosite-type compounds, 1976), destacando tanto sus composiciones químicas como su clasificación. Ambos subgrupos incluyen minerales que comparten estructuras similares, pero con variaciones en los cationes presentes, como hierro, sodio, amonio, y otros elementos como plata, plomo y bario.

Los minerales de jarosita se caracterizan principalmente por la presencia de iones de hierro en su estructura, mientras que los de alunita, aunque también incluyen sulfatos y grupos hidroxilo, varían principalmente en su contenido de aluminio y sodio. Además, se observan minerales con componentes adicionales como cobre y calcio. Esta diversidad de composiciones refleja las distintas condiciones geoquímicas y ambientales en las que se pueden formar estos minerales. En conclusión, la tabla proporciona un claro panorama de la complejidad y variedad dentro de los subgrupos de jarosita y alunita, lo que resalta su relevancia en el estudio de la geología y los procesos de formación mineral en diferentes ambientes.

Tabla 1. Composición y Clasificación de los Subgrupos de Jarosita y Alunita.

Mineral	Fórmula química	Subgrupo
Jarosita	$\text{KFe}_3(\text{SO}_4)_2(\text{OH})_6$	Jarosita
Natrojarosita	$\text{NaFe}_3(\text{SO}_4)_2(\text{OH})_6$	Jarosita
Ammoniojarosita	$(\text{NH}_4)\text{Fe}_3(\text{SO}_4)_2(\text{OH})_6$	Jarosita
Hidroniojarosita	$(\text{H}_3\text{O})\text{Fe}_3(\text{SO}_4)_2(\text{OH})_6$	Jarosita
Argentojarosita	$\text{AgFe}_3(\text{SO}_4)_2(\text{OH})_6$	Jarosita
Dorallcharita	$\text{TlFe}_3(\text{SO}_4)_2(\text{OH})_6$	Jarosita
Beaverita	$\text{Pb}(\text{Cu,Fe})_3(\text{SO}_4)_2(\text{OH})_6$	Jarosita
Plumbojarosita	$\text{PbFe}_3(\text{SO}_4)_2(\text{OH})_{12}$	Jarosita
Alunita	$\text{KAl}_3(\text{SO}_4)_2(\text{OH})_6$	Alunita
Natroalunita	$\text{NaAl}_3(\text{SO}_4)_2(\text{OH})_6$	Alunita
Ammonioalunita	$(\text{NH}_4)\text{Al}_3(\text{SO}_4)_2(\text{OH})_6$	Alunita
Schlossmacherita	$(\text{H}_3\text{O})\text{Al}_3(\text{SO}_4)_2(\text{OH})_6$	Alunita
Osarizawaita	$\text{Pb}(\text{Al,Cu})_3(\text{SO}_4)_2(\text{OH})_6 \cdot n\text{H}_2\text{O}$	Alunita
Minamiita	$(\text{Na,Ca})_2\text{Al}_6(\text{SO}_4)_4(\text{OH})_{12}$	Alunita
Huangita	$\text{CaAl}_6(\text{SO}_4)_4(\text{OH})_{12}$	Alunita
Walthierita	$\text{BaAl}_6(\text{SO}_4)_4(\text{OH})_{12}$	Alunita

2.1.1.4 Estructura cristalina de la jarosita $\text{KFe}_3(\text{SO}_4)_2(\text{OH})_6$

Respecto a la estructura cristalina de la jarosita, $\text{KFe}_3(\text{SO}_4)_2(\text{OH})_6$, es de tipo trigonal, con disposición romboédrica que pertenece al grupo especial $R\bar{3}m$, la cual está formada por capas de octaedros de óxido de hierro conectados mediante grupos sulfatos, siendo los grupos hidroxilo y los cationes de potasio los que ocupan los espacios interlaminares, esto le proporciona estabilidad a la estructura cristalina, los parámetros de red a y c tiene valores típicos de 7.3 Å y 17.2 Å respectivamente (Kato & Miúra, 1977). La Figura 2, presenta la estructura cristalina de la jarosita compuesta por octaedros FeO_6 unidos a tetraedros SO_4 , con iones en el sitio A (Ag, K, Na, Pb y H_3O) ubicados entre las láminas tetraédricas-octaédricas-tetraédricas (Cogram, 2016).

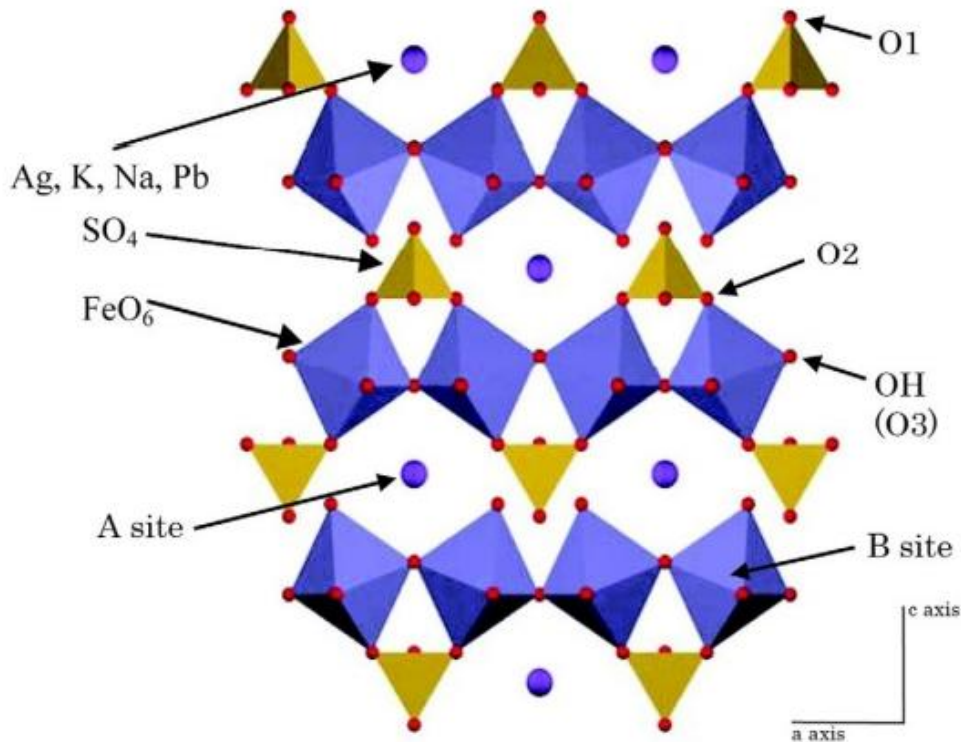


Figura 2. Estructura cristalina de la Jarosita. Recuperado de Cogram, P. F. (2016). *Capacity and mechanisms of uptake of silver by jarosite family minerals*. Birkbeck, University of London.

2.1.2 Jarosita sintética

El origen de la jarosita suele ser natural o por actividades de origen humano como las jarositas formadas por el drenaje ácido de minas y el ácido de las rocas, pero también es posible formar a la jarosita mediante un proceso de síntesis de laboratorio, la metodología de síntesis consiste en preparar los compuestos a partir de un proceso hidrotermal, disolviendo un sulfato alcalino y sulfato férrico y controlando el pH de 0.8 a 2.1 (Dutrizac & Kaiman, Synthesis and properties of jarosite-type compounds, 1976). Este método de síntesis ofrece varias ventajas, como el control preciso de las condiciones de reacción (pH, temperatura, concentración de reactivos), lo que permite obtener un material con características específicas, como el tamaño de los cristales o su pureza.

2.1.2.1 Métodos de síntesis

En la literatura han sido documentados una variedad de métodos distintos para la síntesis de jarosita. Dutrizac y Kaiman (1976) señalan que es posible obtener jarosita sintética simplemente calentando el sulfato alcalino adecuado con sulfato férrico a temperaturas cercanas al punto de ebullición del agua. Este proceso consistía en una solución con 10 g L^{-1} de sulfato férrico, un sulfato alcalino como el sulfato de sodio (Na_2SO_4), sulfato de potasio (K_2SO_4), o el sulfato de amonio ($(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$) cuya concentración dependerá directamente del catión seleccionado (Na^+ , K^+ o NH_4^+), también se hace uso de 0.01 mol L^{-1} de H_2SO_4 para prevenir la hidrólisis del hierro y la precipitación. Los reactivos son disueltos en un litro de agua desionizada y se someten a un proceso hidrotérmico a temperatura de 95°C (368.15 K) en autoclave con agitación constante durante 1.5 a 3 horas. El precipitado resultante se asienta y la solución residual caliente es decantada. El precipitado se raspa del fondo, es filtrado, se lava con agua y por último es secado con acetona. El precipitado se calentó a 110°C durante varias horas para eliminar cualquier agua débilmente unida y se almacenó en un desecador (Dutrizac & Kaiman, Synthesis and properties of jarosite-type compounds, 1976).

En otra investigación, utilizaron 0.3 mol L^{-1} de sulfato férrico junto con 0.3 mol L^{-1} de sulfato alcalino, para preparar una solución en un volumen de un litro. La solución fue calentada a 94.5°C (367.5 K) con agitación constante y un pH de 1.2 ajustado con H_2SO_4

durante un periodo de 24 horas, de esta manera es posible garantizar una reacción homogénea (Reyes, y otros, 2011). La obtención del precipitado fue similar a la reportada por Dutrizac y Kaiman en los años 70 pues de igual forma la solución fue filtrada y lavada para eliminar el hierro residual.

En busca de mejores condiciones experimentales, la metodología fue modificada en 2021. En esta ocasión utilizaron 0.15 mol L^{-1} de sulfato férrico y 0.15 mol L^{-1} de sulfato alcalino, disueltos por separado en 0.3 L cada uno. Los reactivos fueron disueltos a 70°C (343.15 K) con agitación constante a 200 min^{-1} durante 3 horas, se implementaron distintos tiempos de reposo después de la síntesis (0, 3 y 7 días) para evitar la coalescencia de las partículas. Finalmente, el precipitado fue lavado con agua desionizada y posteriormente fue secado. Este proceso dio como resultado partículas de tamaño más pequeño (Hernández-lazcano , y otros, 2021).

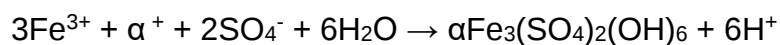
La tabla 2 es una comparación de los métodos de síntesis utilizados para la obtención de compuestos tipo jarosita sintéticos. Es observable una tendencia a optimizar el uso de reactivos en las versiones más recientes, así como los resultados al modificar las variables de proceso como el pH, temperatura y el tiempo de reacción. Además, se incluyen las etapas del proceso adicionales al proceso de síntesis

Tabla 2. Comparativa de los métodos de síntesis en compuestos tipo jarosita.

Método	Dutrizac & Kaiman, 1976	Salinas-Rodríguez, et al., 2012	Hernández- Lazcano, et al., 2021
Concentración	-10g L ⁻¹ Fe ₂ (SO ₄) ₃ -Dependiente del sulfato alcalino α ⁺	-0.3 mol L ⁻¹ Fe ₂ (SO ₄) ₃ -0.3 mol L ⁻¹ de sulfato alcalino α ⁺	-0.15 mol L ⁻¹ Fe ₂ (SO ₄) ₃ -0.15 mol L ⁻¹ sulfato alcalino α ⁺
Temperatura	95° C	94.5° C	70° C
Tiempo de Reacción	De 1.5 a 3 horas (en autoclave)	24 horas	3 horas
pH	No especificado	1.2	0.8, 1.1 y 2.1
Reactivos adicionales	0.01 mol L ⁻¹ de H ₂ SO ₄ para prevenir la hidrólisis	Ajuste con H ₂ SO ₄ para mantener pH ácido	Ajuste con H ₂ SO ₄ y NaOH para mantener pH ácido
Procedimiento adicional.	Decantación y filtrado del precipitado, secado	Filtración, lavado para eliminar impurezas, secado	Tiempo de reposo (0, 3 y 7 días) filtración, lavado, secado

A partir de las metodologías descritas anteriormente, se puede concluir que la formación de jarosita durante los procesos de síntesis puede expresarse mediante la siguiente ecuación química:

Ecuación 1. Ecuación de la reacción de precipitación de jarosita en procesos de síntesis.



2.1.2.2 Factores que afectan la precipitación de jarosita

La precipitación de la jarosita sintética depende de diferentes factores (Dutrizac J. , The effect of seeding on the rate of precipitation of ammonium jarosite and sodium jarosite, 1996) (Dutrizac J. , Factors Affecting the Precipitation of Potassium Jarosite in Sulfate and Chloride Media, 2008). Es ampliamente influenciada por el pH, pues si el pH está por encima de 2 puede provocar la formación de productos secundarios no deseados o afectar la estructura cristalina de la jarosita. La temperatura también desempeña un papel fundamental en la síntesis. Al ser un proceso hidrotérmico no existe la formación de la jarosita por debajo de 60° C. Además, la concentración de hierro tiene una relación proporcional con la cantidad de jarosita precipitada, aunque la composición química de jarosita precipitada es independiente de esta variable.

Otro factor de suma importancia es la velocidad de precipitación, pues esta dependerá directamente de la temperatura de síntesis. Por ejemplo, a 97 °C, la cantidad de jarosita formada aumenta con tiempos prolongados, cercanos a las 15 horas. Además, el precipitado se incrementa notablemente en las primeras 10 horas, mientras que, a temperaturas más altas, como 150 °C, la precipitación puede completarse casi en su totalidad en una hora.

2.1.3 Aplicaciones de la jarosita

Con el objetivo de describir los diversos usos de la jarosita a lo largo de la historia de la humanidad, desde su contexto histórico hasta sus aplicaciones en las investigaciones científicas, se abarca su utilización en la antigüedad como pigmento, así como en campos la metalurgia, la hidrometalurgia, la ingeniería tisular y las energías renovables. A continuación, se presenta la tabla 3, donde se detallan los usos y las fuentes que documentan cada uno de ellos.

Tabla 3. Aplicaciones de la jarosita.

Sección	Descripción	Referencia
Primeros usos de la jarosita	Las culturas nativas del norte de América (hoy Estados Unidos) utilizaron la jarosita como pigmento en pinturas, decoraciones en cerámica y murales, dándole una tonalidad amarilla brillante.	(Kay, Wendlandt, Williamson, & McGrew, 1996)
Usos en la metalurgia	En metalurgia, los compuestos tipo jarosita, como la plumbojarosita y la argentojarosita, son clave para la formación de menas de plomo y plata. Grandes cantidades de mena rica en plata se extrajeron en el Río Tinto (España) durante la época prerromana y romana, y también fue utilizada en el Imperio Inca.	(Schempp, 1923); (Frank & Mapes, 1956); (Dutrizac J. , Factors affecting alkali jarosite precipitation, 1983); (Allan , 1973)
Usos en la hidrometalurgia	En la hidrometalurgia, los precipitados de jarosita se usan para regular hierro, sulfatos y otras impurezas en la industria del zinc. Esta técnica, desarrollada en la década de 1960, facilita la filtración del precipitado de hierro y reduce la pérdida de metales divalentes como zinc, cobre y níquel.	(USA Patente n° US3434947A, 1965)
Usos en el tratamiento de aguas contaminadas	La jarosita de potasio descompuesta puede ser utilizada para la eliminación de arsénico (As(V)) y cromo (Cr(III)) en aguas contaminadas mediante adsorción por intercambio iónico en su estructura amorfa.	(Cerecedo-Sáenz, y otros, 2022) (Cruz-Hernández, y otros, 2025)
Usos en ingeniería tisular	En ingeniería de tejidos óseos, los precipitados de jarosita, especialmente los de potasio dopados con calcio, estroncio y magnesio, son adecuados como andamios osteogénicos. Favorecen la adhesión celular y la regeneración de tejidos, siendo no tóxicos para las células troncales de pulpa dental porcina.	(Serralde-Lealba J. , 2023)

Sección	Descripción	Referencia
Usos en aplicaciones de energía eléctrica	En aplicaciones eléctricas avanzadas, la jarosita se utiliza en baterías de ion litio. Los nanosheets de jarosita como ánodo mejoran la capacidad y estabilidad cíclica, mientras que la jarosita de potasio como electrodo muestra alta eficiencia. Al doparla con óxido de grafeno, se mejora la integridad estructural del cátodo.	(Ding, y otros, 2015); (Zhao, Li, & Chan, 2016); (Xu, y otros, 2016); (Hernández-lazcano, y otros, 2021)

2.2 Celdas electroquímicas como generadores de energía eléctrica

2.2.1 La celda electroquímica a través del tiempo

En 1938, el arqueólogo austríaco Wilhelm Konig, analizó las que se creen son las primeras celdas galvánicas, encontradas en una tumba que data del 250 a.C, cerca de Bagdad en Irak. La celda constaba de un recipiente cerámico con cilindros de cobre y una espiga de hierro, lamentablemente no existe evidencia concreta que determine el propósito exacto de la “Batería de Bagdad” (Von-Handorf, 2002).

Para 1780, el científico Luigi Galvani descubría el fenómeno de la “electricidad animal”, cuando tocaba distintas partes del nervio del anca de una rana con metales que tienen diferencia de potencial electroquímico, provocando que el musculo se contrajera, dicho experimento fue la base del diseño para la primera pila desarrollada por el químico italiano Alessandro Volta en 1800 que funcionaba con el mismo principio electroquímico. En 1836 el físico inglés John Frederic Daniell, desarrolló la “Pila de Daniell” que presentaba una mejora significativa al diseño de la pila de Volta, convirtiéndose en una de las primeras fuentes de corriente eléctrica continua (Keithley, 1999).

Para 1839 William Grove desarrollaba su propia celda electroquímica, la cual consiste en un ánodo de zinc en ácido sulfúrico diluido que funciona como electrolito y un cátodo de platino en ácido nítrico concentrado, ambos separados por una olla de cerámica porosa, de esta forma se permite el paso de iones entre las soluciones, pero se evita que se mezclen completamente (Liu, y otros, 2022). Robert Bunsen en 1841 creó su propio diseño a partir de la pila de Grove, donde sustituía el platino por carbón, de esta forma lograba reducir los costos (Bunsen, 1841).

En 1860 Gaston Planté crea el primer diseño de una batería recargable, dicho diseño se basa en las reacciones electroquímicas reversibles entre el plomo y dióxido de plomo en ácido sulfúrico (Kurzweil, 2010). El científico alemán Carl Gassner en 1887 desarrolla la primera pila seca, marcando de esta manera un hito en la tecnología, funcionaba utilizando una pasta como electrolito a base de cloruro de amonio, convirtiendo a las pilas en herramientas portátiles (Potter, 1949). La pila alcalina fue una mejora significativa en el diseño de la pila de Gassner, desarrollada en la década de 1950 por el ingeniero químico Lewis Urry, haciendo uso de un electrolito alcalino (hidróxido de potasio) para mejorar el rendimiento de la pila, pues al no ser un electrolito corrosivo, aumentaba la vida útil de los electrodos y conseguía una mayor densidad de energía (Raghav, Raghav, Yadav, & Kumar, 2020). A finales de 1960 la contribución del químico Michel Armand en el desarrollo de baterías de ion litio, fue crucial para el desarrollo de baterías más prácticas y comerciales hasta el día de hoy, dando origen a las baterías recargables (secundarias) que encontramos en muchos dispositivos que van desde teléfonos portátiles hasta vehículos eléctricos (Reddy, Mauger, Julien, Paolella, & Zaghib, 2020).

A continuación, la tabla 4 muestra el desarrollo histórico de las diferentes celdas electroquímicas, así como las características claves de las mismas, abarcando desde sus primeras manifestaciones hasta los modelos más recientes. Desde la "Batería de Bagdad" hasta los desarrollos más recientes, que son esenciales en dispositivos tecnológicos actuales.

Tabla 4. Comparativa histórica de las celdas electroquímicas (*Inzelt, 2020*); (*Shukla & Kumar, 2008*).

Tipo de Celda	Contribuyente	Época	Componentes
Electroquímica	Principal		
Pila de Bagdad	Desconocido	~250 a.C	Placas de cobre y hierro en un recipiente cerámico.
Pila Galvánica	Luigi Galvani	1780	Cobre y zinc, sumergidos en un electrolito.
Pila Voltaica	Alessandro Volta	1800	Discos de cobre y zinc alternados con un electrolito.
Celda de Daniell	John F. Daniell	1836	Ánodo de zinc, cátodo de cobre con una solución de sulfato de zinc y sulfato de cobre.
Célula Grove	William Grove	1839	Ánodo de zinc y cátodo de platino con ácido nítrico concentrado.
Pila de Bunsen	Robert Bunsen	1841	Ánodo de zinc y cátodo de carbono en una solución ácida.
Pila de plomo-ácido	Gaston Planté	1860	Ánodo de plomo y cátodo de dióxido de plomo en una solución de ácido sulfúrico.
Pila seca	Carl Gassner	1887	Zinc y carbón, con un electrolito de cloruro amónico.
Pila Alcalina	Lewis Urry	1959	Zinc como ánodo, dióxido de manganeso como cátodo, con electrolito alcalino.
Batería de ion de Litio	Michel Armand	1960-1980	2 > celdas conectadas, con ánodo de grafito, cátodo de óxido metálico de litio, y electrolito anhidro.

2.2.2 Principios de su funcionamiento

2.2.2.1 Reacciones de oxidación reducción

Las reacciones tipo redox son un proceso químico que ocurre simultáneamente en una reacción electroquímica, aquí un reactante se oxida mientras que otro se reduce (Taube, 1959). Dicho proceso está detrás del funcionamiento de una celda electroquímica, en términos simples, el movimiento o flujo de electrones que ocurre en esta reacción entre el reactante oxidante hasta el que se reduce, produce corriente eléctrica a través del potencial eléctrico que es generado.

En una celda electroquímica, los componentes principales son el ánodo, el cátodo, y el electrolito, este último permite el movimiento de iones cargados en la solución, de esta forma es posible mantener un equilibrio de carga al interior de la celda electroquímica. Además, las celdas electroquímicas requieren de un circuito externo a través del cual fluyen los electrones de manera simultánea, y éste será el responsable de conducir la corriente eléctrica generada. La figura 3 muestra un esquema de la celda electroquímica donde se muestran de manera esquemática las reacciones redox. Está cuenta con electrodos, en el lado izquierdo del esquema está el ánodo de zinc, donde sus átomos pierden electrones y forman iones de Zn^{2+} , del lado derecho se presenta una lámina de cobre que actúa como cátodo, el cual se reduce cuando los iones de Cu^{2+} reciben los electrones; este movimiento de electrones es el responsable de generar la corriente eléctrica en el circuito externo, la función del electrolito con iones SO_4^{2-} es equilibrar la neutralidad eléctrica dentro de la celda electroquímica a través del puente salino.

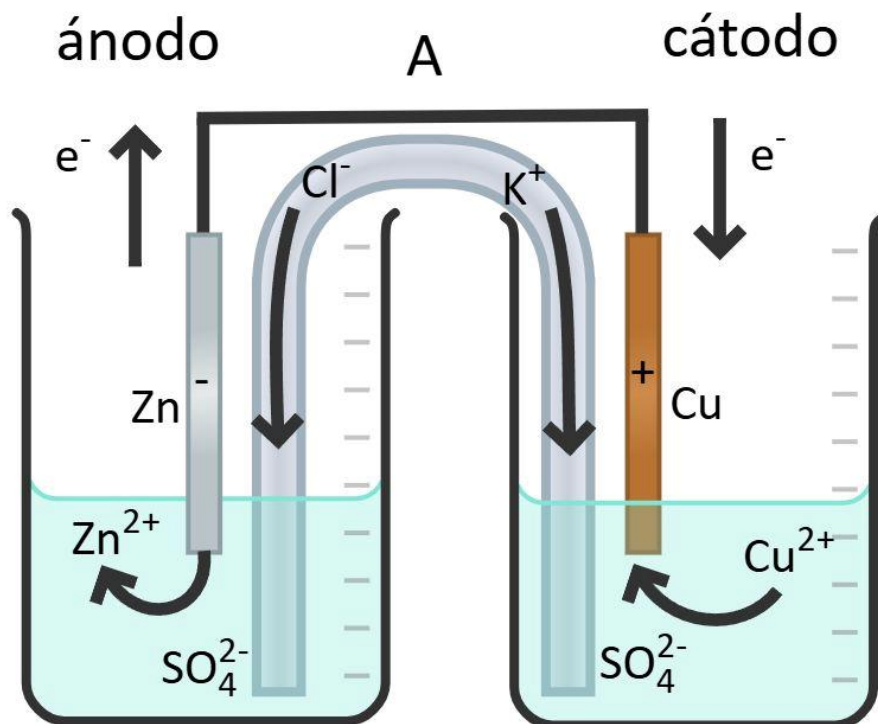
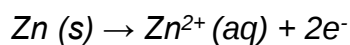


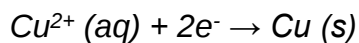
Figura 3. Esquema de celda electroquímica Zn – Cu (Elaboración propia).

La reacción redox de este esquema en particular puede ser descrito mediante las siguientes ecuaciones de oxidación y reducción:

Ecuación 2. Ecuación de oxidación del zinc en la reacción redox.



Ecuación 3. Ecuación de reducción del cobre en la reacción redox.



2.2.3. Electrolitos

Un electrolito es un componente de la celda electroquímica, el cual, ayuda a conducir electricidad mediante el transporte de iones, y este debe cumplir los siguientes objetivos; 1) Debe presentar una alta conductividad iónica, 2) Alta estabilidad química, 3) inercia química con los componentes de la celda electroquímica. En un caso ideal un electrolito también sería asequible, no contaminante, seguro y no tóxico (Aurbach , y otros, 2004).

2.2.3.1 Electrolitos acuosos

Los electrolitos acuosos son los más usados en las celdas electroquímicas, tanto en las primeras pilas electroquímicas como en tecnología más recientes pues presentan una alta conductividad y suelen ser accesibles económicamente, sin embargo, representan ciertas limitantes como su concentración y solubilidad limitada, deshidratación y una significativa dificultad técnica en sistemas complejos (Xia , Yu, Hu, & Chen, 2017).

2.2.3.2 Electrolitos orgánicos

Compuestos por sales orgánicas disueltas en un solvente de naturaleza orgánica, estos poseen una alta estabilidad térmica y un mayor voltaje de operación respecto a los electrolitos acuosos. Sin embargo, muchos de los solventes orgánicos utilizados presentan un alto índice de toxicidad además que tienen un costo elevado (Ue, Ida, & Mori, 1994).

2.2.3.3 Electrolitos líquidos iónicos

Este electrolito está compuesto por iones de naturaleza orgánica e inorgánica, según sea requerido, con una alta conductividad iónica, un bajo punto de fusión y una buena estabilidad térmica, entre sus principales limitantes resalta el hecho de su alto costo (Yu & Chen, 2016).

El papel de los electrolitos en las celdas electroquímicas propicia el movimiento de iones entre los electrodos, sin embargo, debido a la naturaleza de los electrolitos, las celdas electroquímicas tendrán variabilidad en su rendimiento y características distintas entre sí.

2.2.3.4 Electrolitos solidos inorgánicos

Este tipo de electrolito relativamente nuevo, permanece en un estado sólido impidiendo volatilización y fugas peligrosas, y conduce la electricidad a partir del movimiento de iones dentro de su estructura, este electrolito presenta una alta conductividad iónica y estabilidad térmica, lo que se traduce en un alto rendimiento energético, su uso se limita a las baterías de estado sólido (SSBs) con aplicaciones en dispositivos electrónicos que son flexibles, dejando abierta una puerta para nuevas oportunidades de diseño (Wang, y otros, 2020). Los electrolitos de estado sólido se dividen en tres principales ramas, inorgánicos, poliméricos y compuestos.

Con respecto a los electrolitos inorgánicos de estado sólido, están hechos a partir de óxidos y sulfuros, por su alta estabilidad térmica y química, para el caso de los electrolitos a partir de sulfuros generalmente es usado el sulfuro de litio, sodio, magnesio o silicio. Su principal ventaja radica en la estabilidad a largo plazo de los sulfuros (Ye, Li, & Zhang, 2020). Hablando del azufre como elemento, es un material relativamente abundante y económico que tiene la capacidad para mantener su estructura química durante varios ciclos de carga y descarga, lo que hace al azufre en conjunto con otros elementos químicos, una herramienta clave para las tecnologías de generación de energía.

CAPITULO III

MATERIALES Y MÉTODOS

3.1 Introducción

El objetivo de este trabajo es estudiar la síntesis y caracterización de la jarosita de potasio $\text{KFe}_3(\text{SO}_4)_2(\text{OH})_6$ y la incorporación de carbono y fósforo en su estructura, para evaluar sus propiedades eléctricas junto con su potencial uso como generador de energía.

El método propuesto para el presente trabajo abarca las siguientes etapas: Síntesis de la jarosita de potasio a partir de un proceso hidrotérmico.

1. Síntesis de la jarosita de potasio a partir de un proceso hidrotérmico.
2. Incorporación del carbono y fósforo en la estructura de la jarosita de potasio a partir de condiciones específicas en la síntesis.
3. Caracterización del producto resultante de la síntesis a partir de técnicas analíticas específicas.
4. Evaluaciones electroquímicas preliminares.
5. Análisis de las principales diferencias entre la jarosita de potasio común y la jarosita de potasio modificada con carbono y fósforo.

La Figura 4 ilustra un diagrama de flujo de la metodología experimental empleada para realizar este trabajo de tesis.

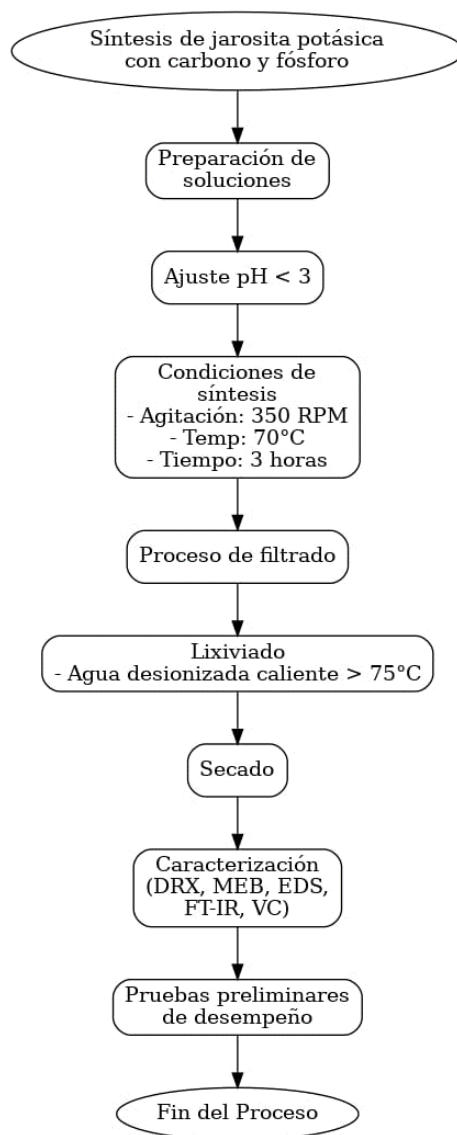


Figura 4. Diagrama de flujo de la metodología experimental en este trabajo.

3.2 Síntesis de jarosita de potasio incorporando carbono y fósforo.

Para este trabajo de tesis, se sintetizaron dos compuestos tipo jarosita, en primer lugar, se sintetizó la jarosita potásica (JK) que fue utilizada como un referente comparativo en las técnicas de caracterización y las pruebas preliminares. Así mismo se sintetizó la jarosita de potasio con fósforo y carbono (JKPC), la cual es el objeto de estudio de este trabajo.

Las jarositas de potasio fueron sintetizadas usando un enfoque de síntesis similar al anteriormente descrito por investigadores (Hernández-lazcano , y otros, 2021), siendo este a su vez una derivación de la metodología de síntesis reportado en otras investigaciones (Dutrizac & Kaiman, Synthesis and properties of jarosite-type compounds, 1976) (Salinas-Rodríguez, Cerecedo-Sáenz , Ramírez, Patiño-Cardona , & Pérez-Labra, 2012).

La metodología de síntesis de este trabajo comprende dos procesos de síntesis distintos, para ambos procesos la metodología consistió en preparar un litro de solución base con agua desionizada, añadiendo 0.15 mol L^{-1} de $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (sulfato de hierro) junto con 0.15 mol L^{-1} de K_2SO_4 (sulfato de potasio) ambos reactivos de una alta pureza (>99 % J.T. Baker, Phillipsburg, NJ, EE.UU.). Estos reactivos forman la estructura primaria de la jarosita cuya fórmula química es $\text{KFe}_3(\text{SO}_4)_2(\text{OH})_6$. Mientras que para la jarosita de análisis (JKPC), comparte la misma solución base, agregándole a esta el complemento dopante según investigaciones previas (Serralde-Lealba J. , 2023). Se agregó 0.03 mol L^{-1} K_2HPO_4 (fosfato dipotásico) (>99 % Reasol) junto con 0.015 mol L^{-1} de carbón activado (Marca libre Carbón Azul de Filtración), el cual fue previamente molido y tamizado en una malla #300 para obtener un tamaño de partícula más fino.

Las soluciones fueron preparadas en un matraz en forma de barril de vidrio de 4 cuellos sobre una parrilla de calentamiento con control automático de temperatura y agitación mecánica con una propela de tres aspas, también se hizo uso de un dispositivo de medición de pH (OAKTON modelo pH 700), junto con NaOH y H_2SO_4 (hidróxido de sodio y ácido sulfúrico) utilizados para ajustar el pH menor a 3, específicamente entre 1.8 y 2.1, (Sigma-Aldrich St. Louis, MO, EE. UU.)

Para el proceso hidrotérmico, las soluciones fueron mantenidas a temperatura constante de 70 °C (343 K) y velocidad de agitación de 350 min⁻¹ por 3 horas. Los precipitados, en cada caso, se recolectaron por separado, se filtraron y lavaron con agua desionizada caliente ($\approx 75^{\circ}\text{C}$) para eliminar sulfatos residuales, finalmente los productos fueron secados a temperatura ambiente. La figura 5 muestra un esquema del arreglo del equipo utilizado, donde el indicador con la letra A corresponde al reactor, la letra B identifica la propela y motor de agitación, y la letra C es la parrilla de calentamiento.

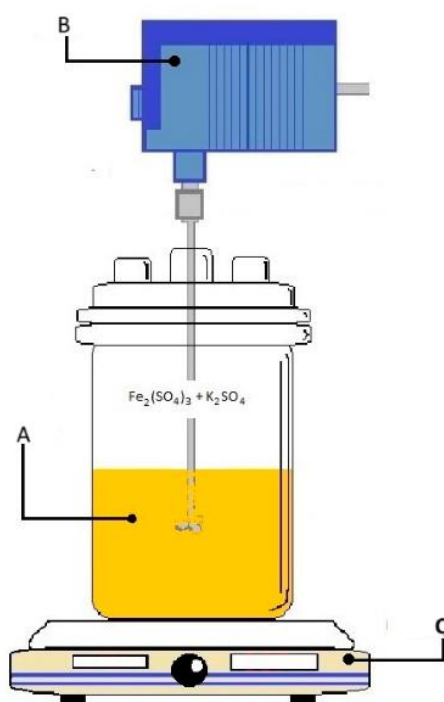


Figura 5. Esquema del arreglo de equipo utilizado para la síntesis de las jarositas potásicas. Recuperado de Hernández-Lazcano, y otros (2021). Synthesis of Hydronium-Potassium Jarosites: The Effect of pH and Aging Time on Their Structural, Morphological, and Electrical Properties.

3.3 Caracterización

El producto obtenido fue caracterizado por Difracción de Rayos X (DRX) para poder estudiar las fases cristalinas y evaluar su grado de cristalinidad, la cual se realizó en el difractor INEL modelo Equinox 2000, ubicado en la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo UAEH (Figura 6). Con un tiempo de barrido de 30 minutos para obtener picos de difracción de mejor calidad. El indexado de los difractogramas obtenidos se llevó a cabo con el software MATCH versión 1.1 (desarrollado por Crystal Impact, Bonn, Alemania).



Figura 6. Imagen difractor INEL modelo equinox 2000 UAEH.

Por otro lado, la Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) se empleó llevó a cabo utilizando el equipo JEOL JSM – IT 300, lo que permitió analizar la morfología, distribución y tamaño de las partículas de las muestras. La Figura 7 muestra una imagen del equipo utilizado para este análisis.

Un espectrómetro de dispersión de energía de rayos - X marca Oxford (EDS) acoplado al MEB y ubicado ubicado en la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo (UAEH), fue utilizado para determinar la composición química elemental puntual y semicuantitativa de las muestras. Los análisis del equipo JEOL JSM – IT 300 se realizaron empleando una magnificación de x1000 y un potencial de operación de 20 y 30 kV.



Figura 7. Imagen del microscopio JEOL JSM – IT 300 y el EDS acoplado UAEH.

La Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FT-IR), se dispuso para poder identificar los grupos funcionales presentes en las muestras y la prueba se realizó en el Espectrofotómetro de Infrarrojo Perkin Elmer System 2000, con transformada de Fourier ubicado en la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo (UAEH), en donde se abarcó un rango de longitud de onda entre 4000 cm^{-1} y 400 cm^{-1} .



Figura 8. Espectrofotómetro de Infrarrojo Perkin Elmer System 2000 UAEH.

La voltamperometría cíclica, se llevó a cabo para evaluar el comportamiento electroquímico de las muestras, encauzando el análisis principalmente en la identificación de las reacciones redox de las muestras, y manteniendo condiciones duplicables durante las pruebas. La figura 9 es una imagen del potenciostato utilizado, modelo Epsilon EC (Bioanalytical Systems, Inc., 2001-2008), con software de control Serial Versión 2.00.71, ubicado en la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo (UAEH).



Figura 9. Potenciostato Epsilon EC UAEH.

3.4 Evaluación preliminar del desempeño electroquímico

3.4.1 Prueba de conducción eléctrica

Para este experimento se propuso hacer uso de la ecuación de la resistividad (4) (Sears & Zemansky, 2009) como fundamento teórico, dicha ecuación relaciona cuatro magnitudes fundamentales.

Ecuación 4. Ecuación para la resistividad en función de la resistencia, área y longitud.

$$\rho = R \frac{S}{L}$$

Resistividad (ρ), resistencia (R), longitud (L) y el área (S) de la sección transversal, y sabiendo que la resistividad es el recíproco de la conductividad eléctrica (σ) se obtiene que;

Ecuación 5. Ecuación para la conductividad en función de la resistencia, longitud y área.

$$\sigma = \frac{1}{R} \frac{L}{S}$$

Esta ecuación nos permite llevar la medición directa de la resistencia eléctrica, para determinar si las muestras tienen algún grado de conductividad, para lo cual se hizo uso de un multímetro digital profesional (FLUKE modelo 189), el procedimiento consistió en usar 0.5 gramos de muestra de las jarositas potásicas sobre un vidrio de reloj, posteriormente se añadió agua desionizada hasta tener una consistencia pastosa y homogénea, acto seguido se conectaron las terminales del multímetro al material de tal forma que se evitará el contacto entre las puntas, después se obtuvieron valores preliminares respecto a la conductividad eléctrica de las muestras. El montaje experimental utilizado se muestra en la figura 10.

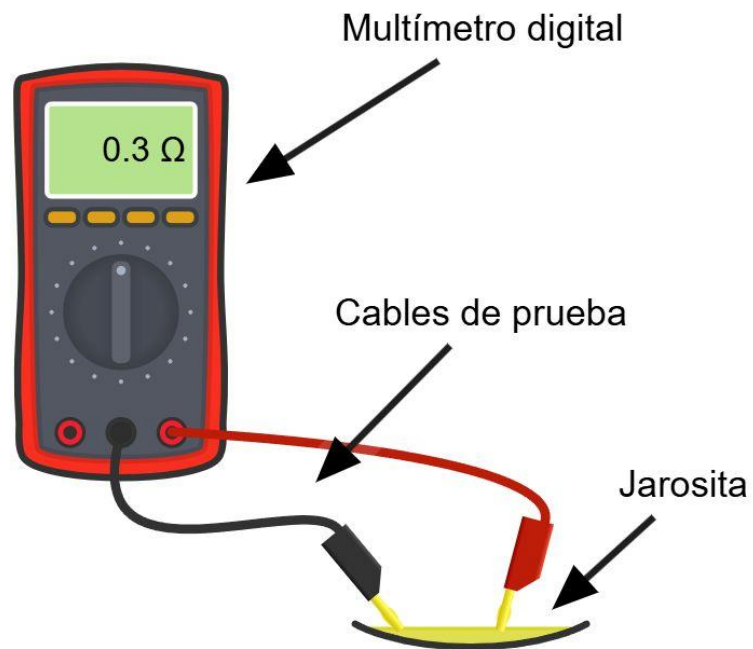


Figura 10. Montaje experimental para la medición de conductividad eléctrica en las muestras de jarosita.

3.4.2 Determinación de la concentración que genera el potencial máximo

El objetivo principal de esta prueba fue determinar la relación existente entre la cantidad de jarosita y el agua desionizada respecto al potencial máximo generado en una celda electroquímica. Este comportamiento se puede entender mejor con la ecuación de Nernst:

Ecuación 6. Ecuación de Nernst para el potencial electroquímico.

$$E = E^{\circ} - \frac{RT}{nF} \ln \frac{[C \text{ productos}]}{[C \text{ reactivos}]}$$

La ecuación relaciona al potencial eléctrico con respecto de las concentraciones de las especies químicas involucradas. Esta prueba nos ayuda a interpretar el incremento del volumen de agua desionizada en las muestras de las jarositas potásicas, que de esta forma modifica la concentración de las especies químicas y a su vez modifica el potencial del sistema electroquímico, hasta que alcanza un punto de saturación y un pico de potencial máximo.

Para este ensayo, el procedimiento se basó en emplear 0.4 gramos de las muestras por separado en viales de vidrio transparentes de 30 mililitros y después añadir agua desionizada de manera controlada y gradual, de esta forma registrando el cambio del potencial eléctrico con un multímetro profesional digital (FLUKE, modelo 189). Para la celda electroquímica se usaron electrodos de Cu y Al, por la diferencia de potencial entre los metales. Siendo el electrodo de aluminio el ánodo y el cátodo el electrodo de cobre. El arreglo experimental se muestra en el esquema de la figura 11.

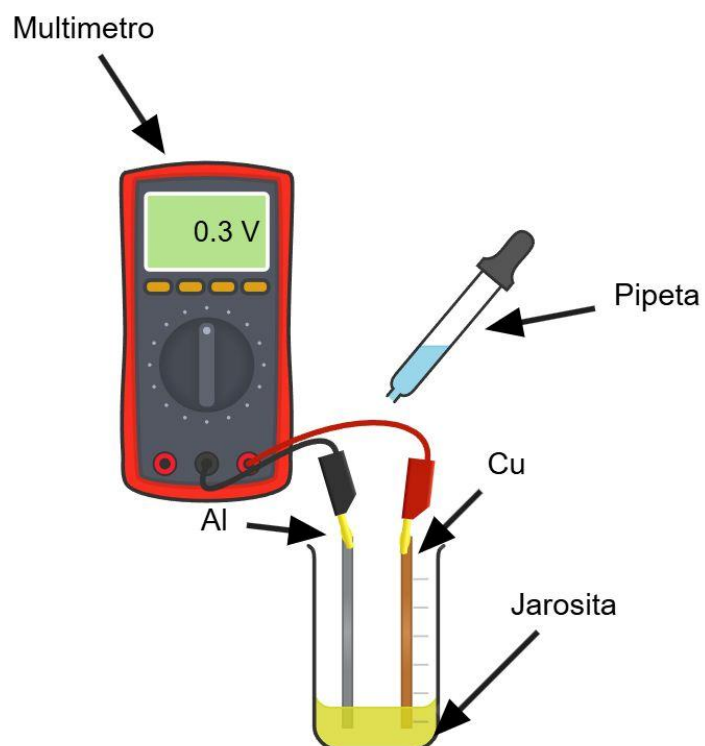


Figura 11. Arreglo experimental para la determinación de la concentración que genera el potencial máximo.

3.4.3 Ensamblaje de baterías experimentales y prueba de descarga.

Esta prueba tuvo como fundamentación teórica el principio del funcionamiento de las celdas galvánicas (Petrovic, 2021), este funcionamiento consiste en la generación de energía eléctrica a partir de reacciones espontáneas de óxido-reducción. Estas celdas galvánicas o electroquímicas funcionan a partir de dos electrodos (un ánodo y un cátodo) sumergidos en un electrolito el cual es el medio que permite el movimiento de iones, en este particular caso se hizo uso de un diseño sencillo para las pilas galvánicas y estas fueron conectadas en serie para sumar el potencial generado y de esta forma una batería de estudio.

Para los electrodos se hizo uso de clavos de hierro como ánodos que fueron previamente lijados para quitar cualquier posible recubrimiento, así mismo la punta de los clavos fue cortada y de esta forma conseguimos aumentar el área de contacto con el electrolito. Para el cátodo se hizo uso de láminas de cobre debido a su alta conductividad eléctrica las cuales fueron cortadas y lijadas para eliminar capas de óxido superficial. La elección de estos electrodos está influenciada por su fácil adquisición y su diferencial del potencial estándar que supera ligeramente al de cobre – aluminio.

Para el electrolito, se utilizó una pasta homogénea entre jarosita y agua desionizada, la proporción de estos fue determinada en el experimento de la concentración óptima.

El diseño de la celda electrolítica consistió en sumergir una pequeña parte de los electrodos en la solución pastosa de jarosita en el interior de un vial de vidrio de 30 mililitros, siempre verificando y evitando que no hubiera contacto directo entre los electrodos. Una vez terminado el ensamble de las pilas galvánicas se conectaron en serie para formar las baterías experimentales y después conectar las terminales en dispositivos para evaluar su desempeño con curvas de descarga respecto a tiempo. La Figura 12 muestra el arreglo de la celda electroquímica experimental utilizada en el estudio.



Figura 12. Imagen de celda electroquímica experimental.

CAPITULO IV

RESULTADOS EXPERIMENTALES

4.1 Síntesis

Se obtuvieron dos productos sólidos a partir del proceso de síntesis, la jarosita potásica (JK) la cual es un precipitado de color amarillo característico, mientras que la jarosita de potasio con la incorporación de fósforo y carbono (JKPC) presenta un color más tenue o suave siendo un amarillo verdoso, esto está directamente relacionado con la variabilidad en las condiciones de la síntesis y los elementos dopantes como el fosfato dipotásico y el carbón activado.

La figura 13 compara la diferencia de colores de los precipitados. (A) JKPC, (B) JK.



Figura 13. Imagen comparativa entre precipitados.

4.2 Caracterización

4.2.1 Difracción de Rayos X (DRX)

4.2.1.1 Análisis de la jarosita de potasio (JK)

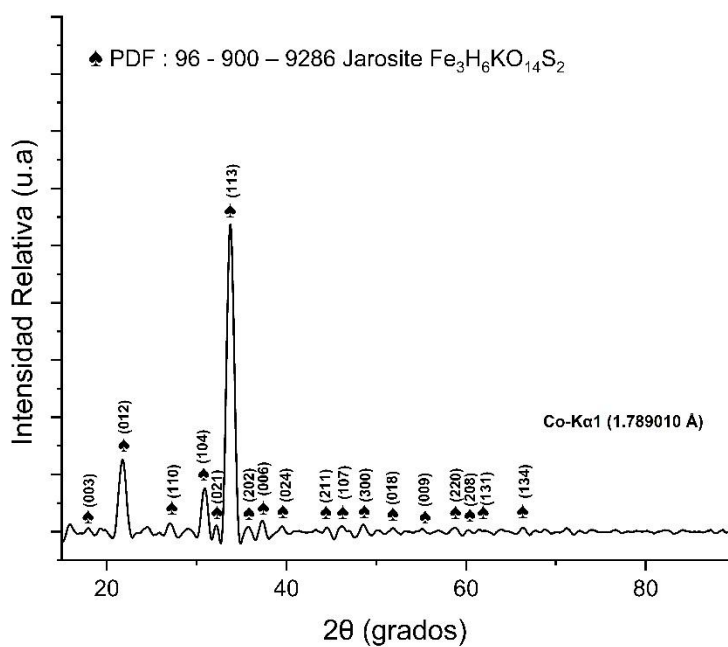
La caracterización del sólido mediante difracción de rayos X, confirmó que el compuesto obtenido coincide con los planos cristalográficos del patrón de difracción PDF 96 - 900 – 9286 de la base de datos Powder Diffraction Files, correspondiente a la estructura de $\text{Fe}_3\text{H}_6\text{KO}_{14}\text{S}_2$ (jarosita).

La Tabla 5 presenta los valores de los espaciamentos interplanares (d), las posiciones 2θ , la intensidad relativa ($I\%$), y los índices de Miller (hkl) de los 10 picos más relevantes observados en el difractograma, seleccionados por su intensidad.

La comparación del patrón de DRX obtenido del producto sintetizado sugiere que los picos más intensos mostrados corresponden a la estructura de la jarosita de potasio también llamada jarosita (Figura 14). Los picos más pequeños no marcados se atribuyen a componentes cuya concentración está por debajo del límite de detección.

Tabla 5. Espectro de difracción de rayos X de la jarosita. Las letras en negrita indican las intensidades más altas.

Jarosita $\text{Fe}_3\text{H}_6\text{KO}_{14}\text{S}_2$ (PDF 96 - 900 – 9286)					
2-theta	d (Å)	I (%)	h	k	l
17.90	5.74	1.58	0	0	3
21.78	4.74	22.85	0	1	2
29.15	3.65	1.58	1	1	0
30.85	3.46	14.40	1	0	4
32.25	3.11	2.15	0	2	1
33.74	3.08	100	1	1	3
35.72	2.97	1.58	2	0	2
37.22	2.87	3.65	0	0	6
39.50	2.55	1.9	0	2	4
44.48	2.37	1.58	2	1	1

**Figura 14.** Difractograma de rayos X de la jarosita de potasio sintetizada (JK).

El difractograma muestra una gran similitud al patrón de referencia de la base de datos de la jarosita de potasio, aunque la falta de picos de alta intensidad es notable, esto podría respaldar la idea de que la muestra sintetizada es de alta pureza, es decir que no tiene fases secundarias detectables y que la estructura cristalina se mantuvo durante el proceso de síntesis. Lo que demuestra la seguridad y estabilidad de la metodología de síntesis usada.

De igual modo, este análisis nos permite generar un modelo de la estructura cristalina, haciendo uso del software VESTA 3 que es un programa de visualización 3D para modelos estructurales.

Se puede apreciar que la jarosita (PDF: 96-900-9286), presenta una estructura cristalina romboédrica o trigonal, en la cual se observan ejes hexagonales, con un grupo espacial $R\bar{3}m$ y clase cristalina $\bar{3}/2m$ ($\bar{3}/m$), denominada clase escalenoédrica hexagonal o escalenoédrica ditrigonal; por lo que presenta una simetría centrosimétrica que a su vez presenta un eje de rotoinversión ternario como eje vertical y tres ejes horizontales con simetría binaria. Los datos cristalográficos en la carta de la base de datos Powder Diffraction Files, muestran los parámetros de celda o parámetros de red de los cristales de jarosita como $a=7.315 \text{ \AA}$ y $c=17.224 \text{ \AA}$ respectivamente, por lo que la relación entre la altura y el largo de la estructura cristalina (c/a) es de 2.3546. Siendo la figura 15 una ilustración del modelo estructural de la jarosita $\text{Fe}_3\text{H}_6\text{KO}_{14}\text{S}_2$.

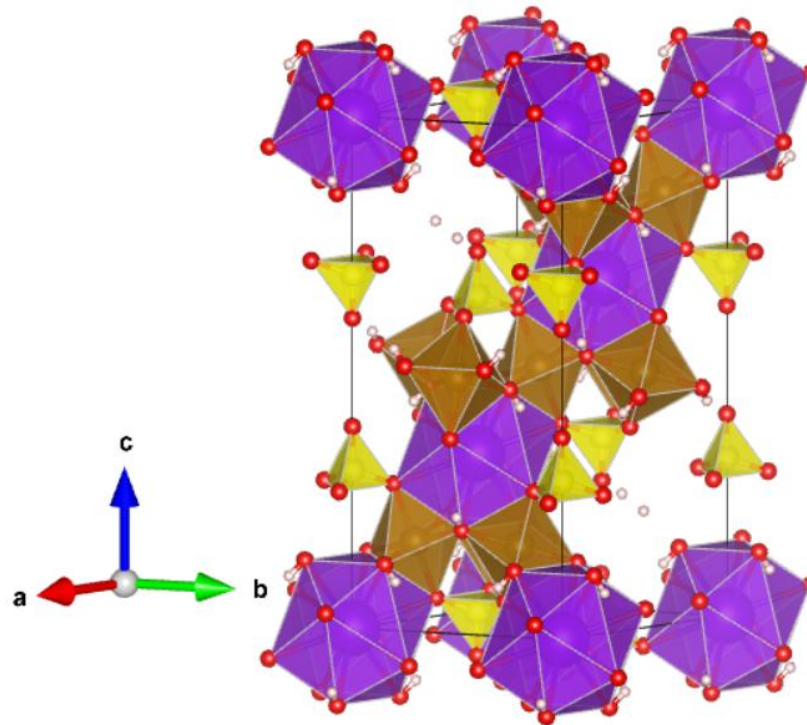


Figura 15. Modelo poliédrico de la estructura cristalina de la Jarosita correspondiente al PDF [96-900-9286].

La estructura presenta coordinación tetraédrica, octaédrica e icosaédrica; dónde la estructura tetraédrica presenta en su centro iones S^{6+} , mientras que en sus vértices se observan principalmente iones O^{2-} . Mientras que en la coordinación octaédrica se puede observar la presencia en el centro de la coordinación de iones Fe^{3+} , teniendo en los vértices a los iones O^{2-} . Finalmente, en la coordinación icosaédrica se puede observar la presencia en el centro de la coordinación de iones K^{+} , teniendo en los vértices a los iones O^{2-} .

4.2.1.2 Análisis de la jarosita de potasio con carbono y fósforo (JKPC)

Esta muestra fue caracterizada bajo las mismas condiciones que la muestra anterior, obteniendo como resultado dos patrones de difracción distintos que coinciden con diferentes picos del difractograma (Figura 16), teniendo nuevamente al PDF: 96-900-9286 ($\text{Fe}_3\text{H}_6\text{KO}_{14}\text{S}_2$) y al PDF: 96-433-3012 ($\text{C}_{60}\text{H}_{52}\text{Fe}_8\text{N}_4\text{O}_{24}\text{P}_2\text{S}_8$) siendo este nuevo patrón de difracción un compuesto de hierro, fósforo y carbono que apunta a una probable conexión estructural entre los componentes, señalando así que esto podría ser un resultado de la incorporación de los nuevos elementos a partir del método de síntesis en la estructura de la jarosita. La tabla 6 presenta a los picos de mayor intensidad del difractograma.

Tabla 6. Espectro de difracción de rayos X de la jarosita sintética con fósforo y carbono.

Jarosita $\text{Fe}_3\text{H}_6\text{KO}_{14}\text{S}_2$ (PDF 96 - 900 – 9286)					
2-theta	d (Å)	I (%)	h	k	l
21.78	4.73	0.89	0	1	2
28.80	3.61	15.1	1	1	0
30.85	3.46	12.8	1	0	4
31.95	3.20	2.58	0	2	1
33.84	3.07	100	1	1	3
37.52	2.89	28.0	0	0	6
58.12	1.84	2.58	2	2	0
$\text{C}_{60}\text{H}_{52}\text{Fe}_8\text{N}_4\text{O}_{24}\text{P}_2\text{S}_8$ (PDF 96-433-3012)					
2-theta	d (Å)	I (%)	h	k	l
23.89	4.32	37.9	2	-2	0
26.67	3.87	3.25	1	-2	4
29.55	3.50	24.1	-1	3	0
40.41	2.59	30.32	1	-1	7
49.06	2.15	3.17	-1	5	0

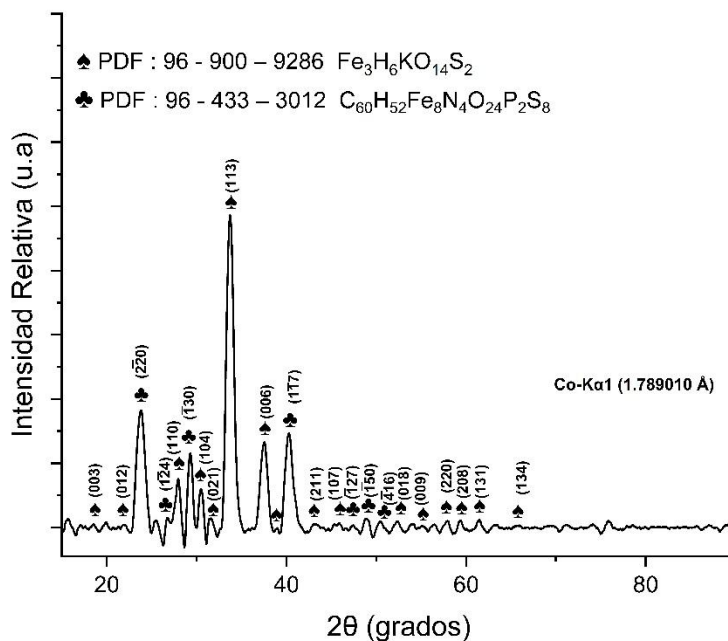


Figura 16. Difractograma de rayos X de la jarosita de potasio sintetizada con fósforo y carbono (JKPC).

Este segundo difractograma de la muestra sólida de la jarosita de estudio (JKPC) muestra una similitud notable con el primer difractograma (JK), pues los picos con mayor intensidad coinciden con el PDF 96-900-9286, confirmando así la presencia de la estructura cristalina de la jarosita y además demuestra que la incorporación de los elementos dopantes como lo son el fósforo y el carbono no destruyen la estructura base de la jarosita sino más bien que pueden incorporarse a la estructura cristalina ya sea de manera sustitucional o intersticial.

La coincidencia de algunos picos con el compuesto complejo PDF: 96-433-3012 ($\text{C}_{60}\text{H}_{52}\text{Fe}_8\text{N}_4\text{O}_{24}\text{P}_2\text{S}_8$) se puede interpretar como que los elementos dopantes formaron un compuesto en coexistencia con la estructura cristalina de la jarosita, nuevamente podemos decir que la metodología de síntesis es capaz de formar la jarosita y que puede integrar nuevos elementos dopantes, además de que promueven la formación de nuevas fases cristalinas.

Respecto a la estructura cristalina de este compuesto de hierro, fósforo, carbono, y azufre se puede apreciar a partir de estos análisis, que presenta una estructura cristalina triclínica, en la cual se observa un grupo espacial $P\bar{1}$ y clase cristalina $\bar{1}$, denominada simetría Pinacoidal ($h0l$) paralela al eje b , además de Pinacoidal ($0kl$) negativo, la cual es paralela con a . por lo que adolece de simetría centrosimétrica, presentando un eje de rotoinversión monario con el eje vertical. Los datos cristalográficos de estos cristales muestran como parámetros de red $a=10.462 \text{ \AA}$, $b=10.834 \text{ \AA}$ y $c=19.288 \text{ \AA}$; por lo que la relación entre la altura y el largo de la estructura cristalina (c/a) es de 1.8436, mientras que la relación entre la altura y el largo de la estructura cristalina (c/b) es de 1.780. La figura 17 es una imagen del modelo estructural para el compuesto $C_{60}H_{52}Fe_8N_4O_{24}P_2S_8$.

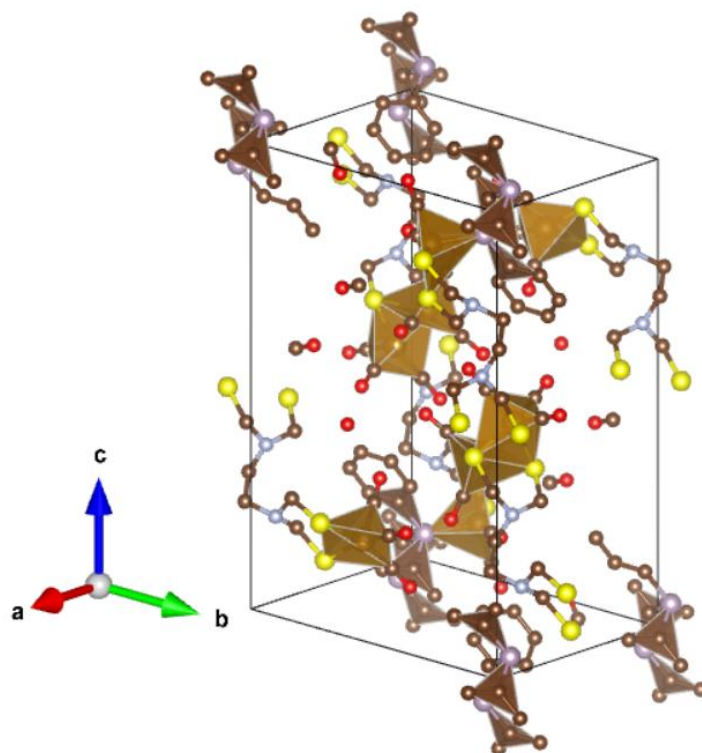


Figura 17. Modelo poliédrico de la estructura cristalina correspondiente al PDF [96-433-3012].

La estructura, presenta coordinación trigonal y tetraédrica; dónde la estructura trigonal presenta en su centro iones C^{4+} , mientras que en sus vértices se observa principalmente iones P^{3-} . Mientras que en la coordinación tetraédrica se puede observar la presencia en el centro de la coordinación de iones Fe^{3+} , con posibilidad de sustitución es este sitio por iones K^{+} , teniendo en los vértices los iones de S^{2-} y C^{4-} .

4.2.2 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) y Espectroscopía por Dispersión de Energía de Rayos - X (EDS)

Con el principal propósito de estudiar la distribución de los tamaños de partícula, la morfología y la composición elemental, los precipitados fueron analizados con un microscopio electrónico de barrido el cual está equipado con un detector de energía retro dispersiva de rayos X (EDS), y a partir de las muestras se prepararon probetas en los que los precipitados se pegaron en cinta adhesiva de grafito.

4.2.2.1 Análisis de la jarosita de potasio sintética (JK)

La figura 18 corresponde a una micrografía general a 1000 magnificaciones de las partículas de precipitados de potasio. Se observan agregados pequeños de aspectos romboédrico semiesférico, de partículas granulares, sin desarrollo de bordes afilados. Según la clasificación de Folk de acuerdo a su madurez textural se observa una bioesparita redondeada, con un grupo espacial R3m (Folk, 1991).

En la porción izquierda se observan partículas pequeñas de tamaños de aproximadamente 2.2 μm .

En la porción derecha se observan agregados criptocristalinos en forma de racimos de granos alotriomorfos, con un tamaño aproximado de agregado entre 4.4 μm y 8.8 μm .

En la figura 19 se observa a mayor resolución una porción de agregados de partículas granulares de jarosita con tamaño aproximado de 9.1 μm , además se observan laminas adheridas al agregado adjudicadas al potasio con un tamaño de lámina de 2.2 μm .

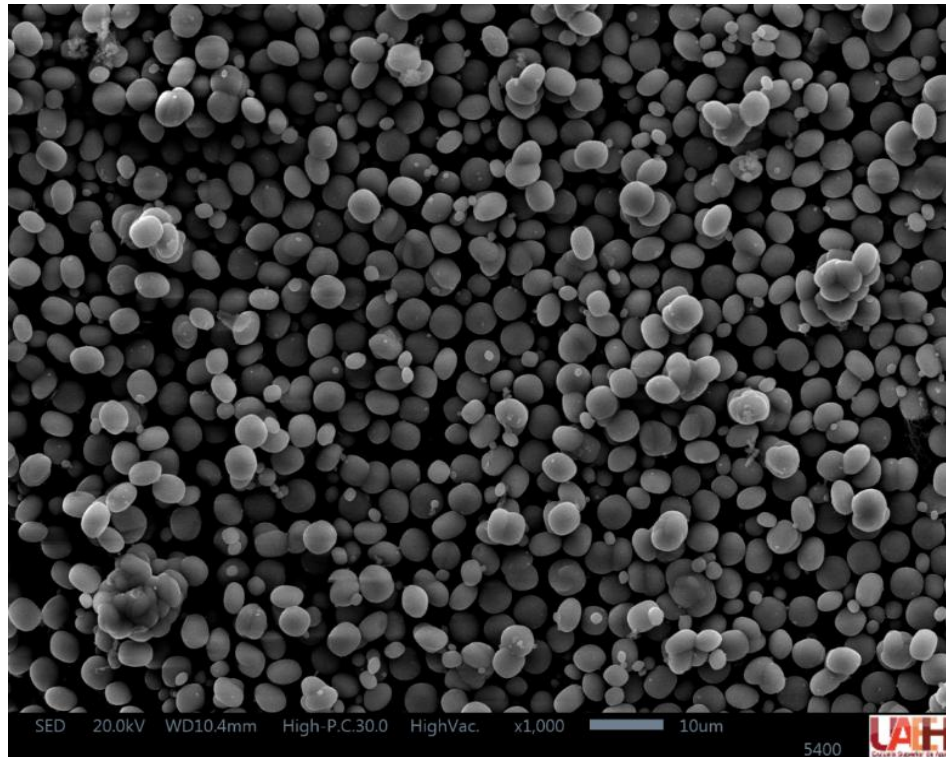


Figura 18. Micrografía de las partículas del precipitado JK (MEB).

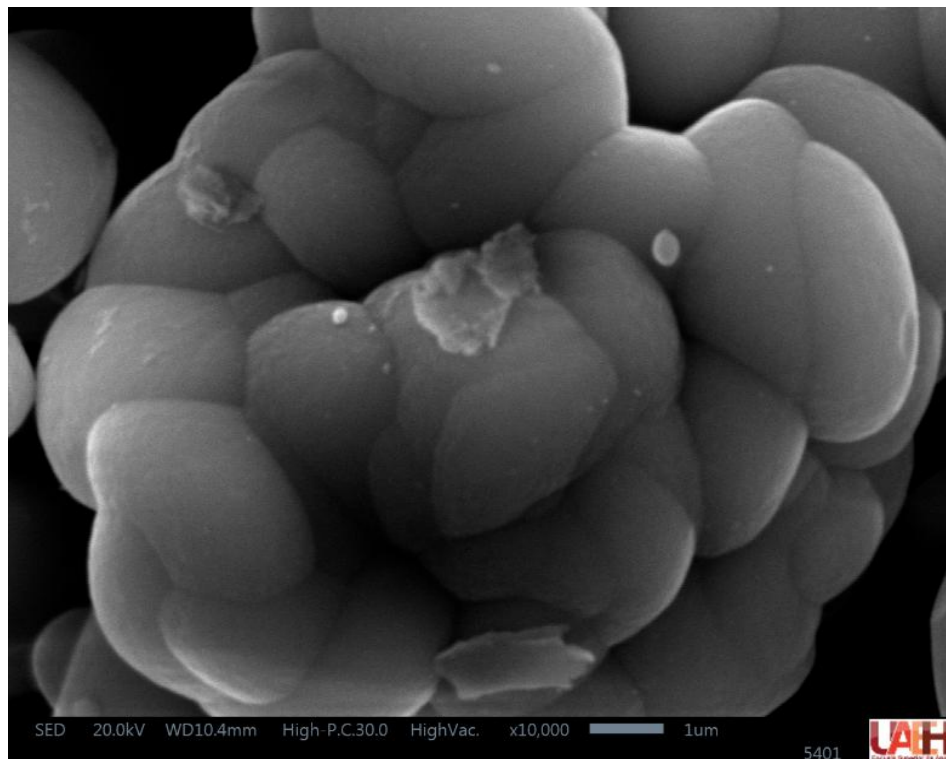


Figura 19. Micrografía semi-detalle de las partículas del precipitado JK (MEB).

Respecto a la composición química del precipitado, se obtuvo la figura 20, que corresponde a un espectro EDS y su respectiva cuantificación del microanálisis químico.

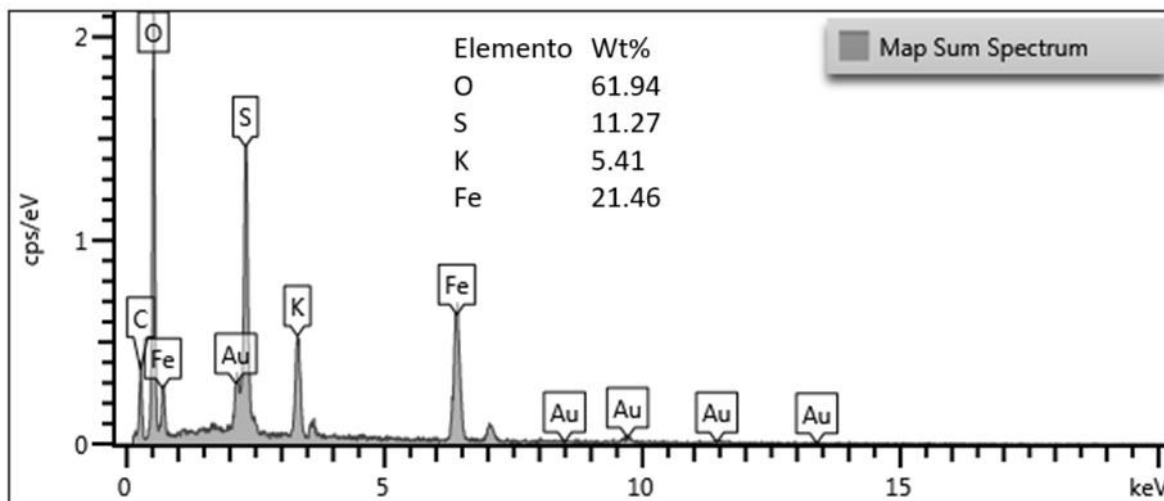


Figura 20. Espectro EDS del precipitado de jarosita sintética JK para la identificación elemental.

A pesar de que el espectroscopio de dispersión de energía (EDS) detecto a elementos como el oro (Au) y el carbono (C) estos fueron descartados del análisis semi-cuantitativo debido a que el carbono detectado proviene de la cinta de grafito que fue utilizada en la preparación de la muestras, y que el oro corresponde al recubrimiento aplicado sobre las muestras para volverlas conductoras, este análisis comprueba la presencia de los elementos previamente identificados por la técnica de difracción de rayos X, respecto a la ubicación de los elementos en la muestra a continuación se presenta la figura 21 que es un mapeo, proporcionando una representación visual de su distribución espacial. En los resultados de este mapeo es observable que la distribución de los elementos es homogénea y están distribuidos uniformemente en las partículas esféricas.

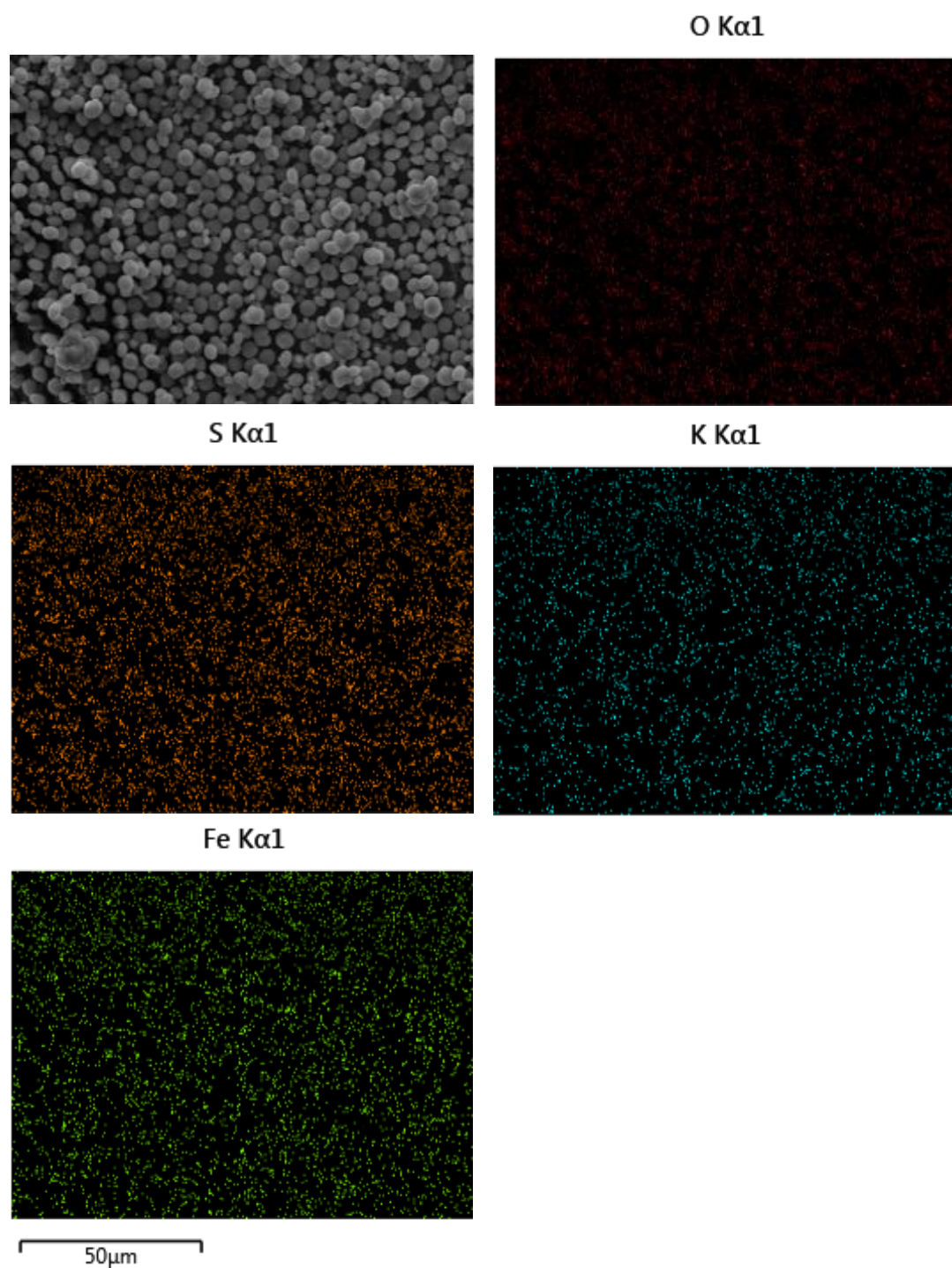


Figura 21. Mapeo de distribución elemental del precipitado de jarosita sintética JK.

Respecto a la distribución elemental los 4 elementos detectados en el análisis, estos presentan una alta dispersión y una buena distribución homogénea, comenzando por el Oxígeno (color rojo) el cual está propagado uniformemente en toda la muestra, lo que sugiere que el compuesto analizado puede estar asociado a un hidróxido o un sulfato hidratado, pues este mineral tiende a presentar oxígeno como parte fundamental de su estructura (Nesse, 2000).

La presencia de Azufre (identificado con color naranja) confirma que el precipitado contiene grupos sulfato, en el sentido de esta investigación la convivencia de oxígeno y azufre refuerzan la hipótesis de la formación de un compuesto tipo jarosita a partir del proceso de síntesis.

La existencia de potasio (color azul) y hierro (color verde) en el mapeo elemental y la amplia distribución en la muestra de ambos elementos, confirman que son elementos intrínsecos del precipitado y forman parte de la estructura del material, y no se encuentran simplemente absorbidos en la superficie. Gracias al mapeo elemental y la respectiva distribución de los elementos del precipitado, es muy probable que la muestra de estudio corresponda a un compuesto de tipo jarosita de potasio u otro compuesto relacionado.

4.2.2.1 Análisis de la jarosita de potasio con fósforo y carbono (JKPC)

La figura 22 es una micrografía a 1000 magnificaciones de las partículas del precipitado de la jarosita de potasio con fósforo y carbono (JKPC), se observan agregados euhedrales, con hábitos de cristales aciculares y prismáticos, según la clasificación de Dunham de acuerdo a su madurez textural se observa una wackestone con más del 10% de granos soportados por la matriz (Dunham , 1962). En la porción izquierda se observa un agregado de jarosita de un tamaño aproximado de 86 μm , con cristales de fosforo añadidos a la matriz con un hábito acicular, con tamaños aproximados de 7.2 μm y 9.4 μm . con porosidad en el grano. En la porción derecha se observan agregados de jarosita de un tamaño aproximado de 37.6 μm , con cristales de carbono añadido a la matriz con un hábito prismático, pequeños cristales hexagonales en forma de agregados compactados, escamosos, con tamaños aproximados de 4.3 μm y jarositas creciendo sobre los cristales de fosforo y carbonos muy pequeños de tamaño aproximado de 1.44 μm .

La figura 23 es una micrografía a 10,000 magnificaciones donde se muestra a mejor detalle los cristales de fosforo y pequeños de jarosita.

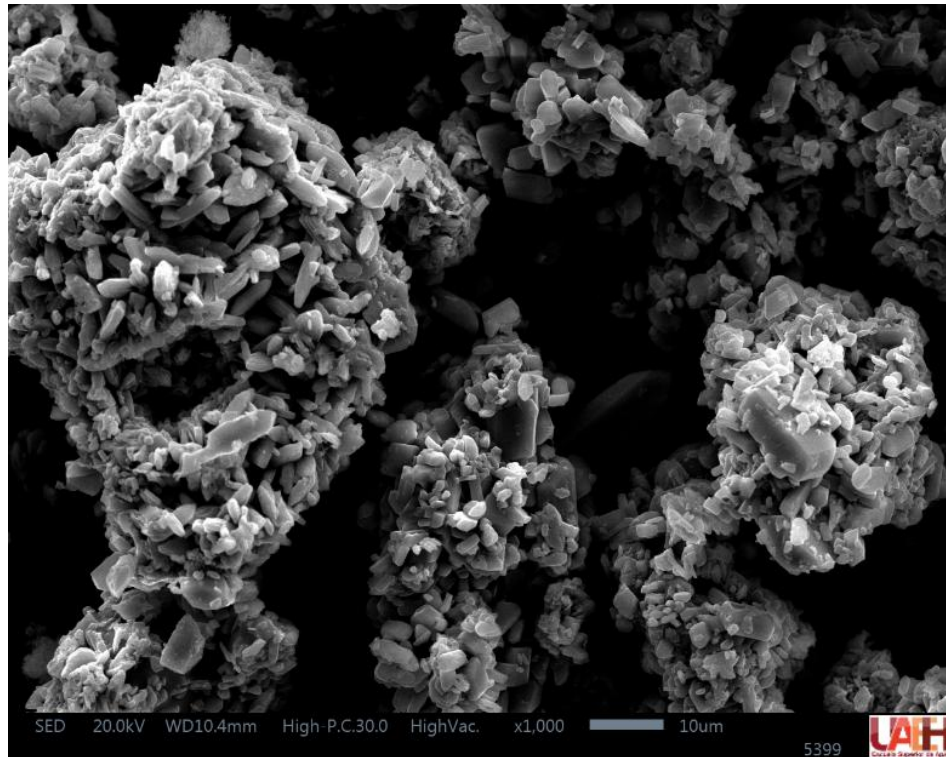


Figura 22. Micrografía general de tamaños de partícula de la jarosita de potasio con fósforo y carbono JKPC (MEB).

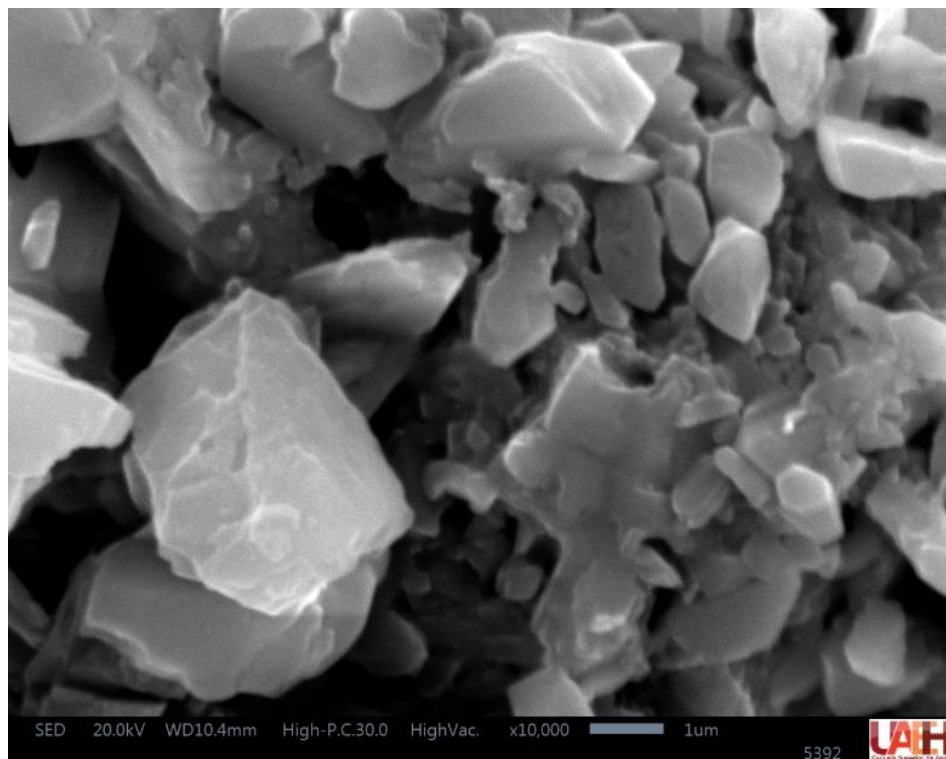


Figura 23. Micrografía semi-detalle de las partículas del precipitado JKPC (MEB).

La figura 24 corresponde al espectro EDS de la jarosita de estudio JKPCA en donde el análisis nos permite confirmar la presencia de los elementos Oxígeno, Azufre, Potasio y Hierro, en una relación entre ellos muy similar a la de la jarosita JK, además existe la presencia del elemento dopante fósforo, que es el esperado en este análisis semicuantitativo debido a los resultado por DRX, aunque la muestra también fue dopada con carbono, este no fue contemplado por su baja concentración y el riesgo de una probable contaminación con el grafito del porta muestras, también se detectó sodio con un muy bajo porcentaje en peso considerándose un posible error o confusión en la medición.

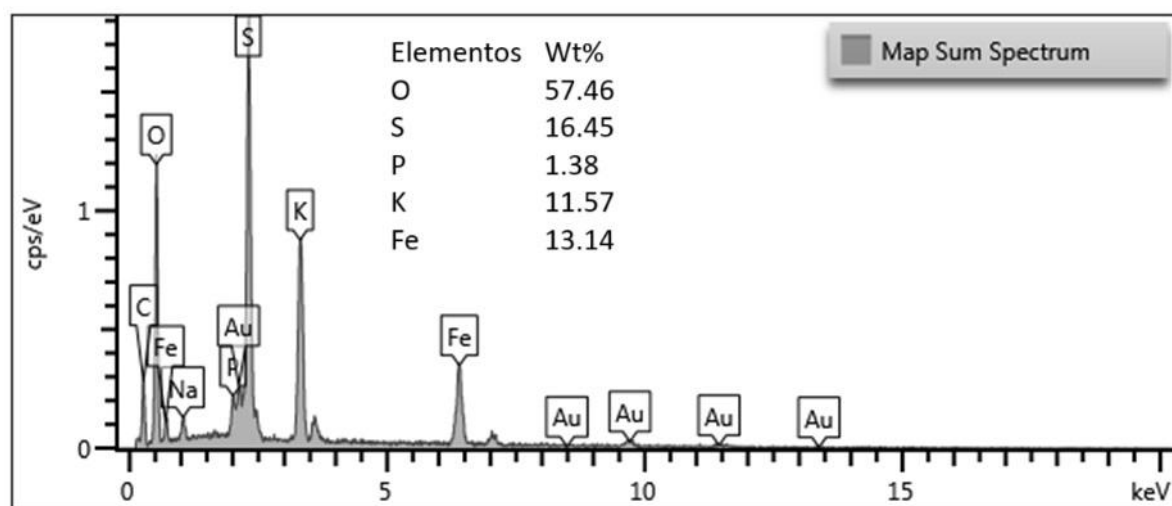


Figura 24. Espectro EDS del precipitado de jarosita sintética con fósforo y carbono JKPC para la identificación elemental.

Respecto a la distribución de los elementos en la muestra, la figura 25 muestra un mapeo de la micrografía general con el principal objetivo de ver los elementos que conforman los aglomerados de la partícula.

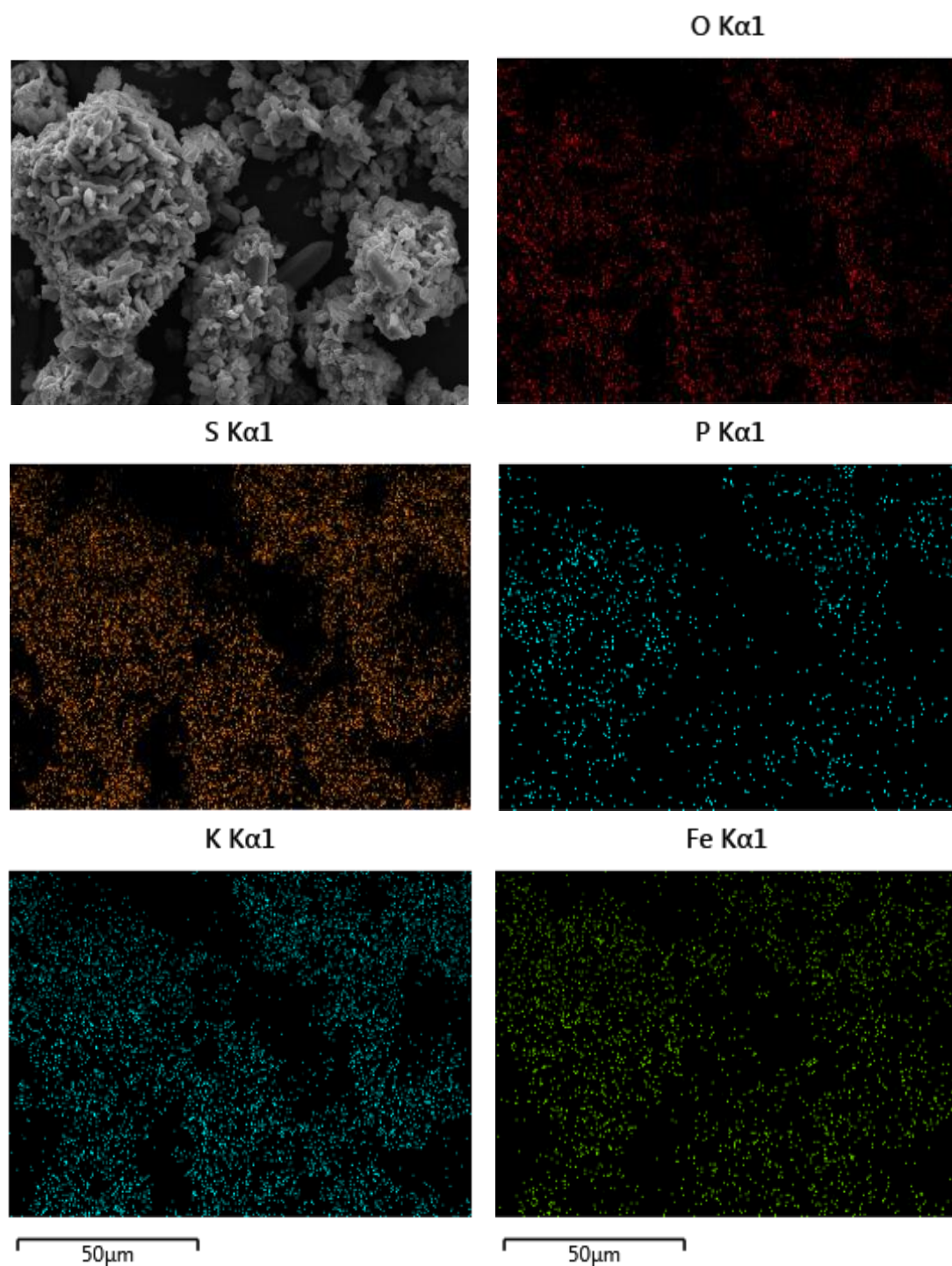


Figura 25. Mapeo de distribución elemental del precipitado de jarosita sintética con fósforo y carbono JKPC.

La distribución elemental permite realizar un análisis del precipitado de la jarosita dopada con carbono y fósforo.

La presencia de elementos como el oxígeno (O) y el azufre (S) al igual que en el mapeo del precipitado JK, confirman la presencia de compuestos hidróxidos y sulfatos, los cuales están estrechamente relacionados a la jarosita.

Para el potasio (K) y el hierro (Fe), también tienen una distribución uniforme en toda la muestra, esto permite confirmar que los elementos también forman parte de la estructura primaria del precipitado.

El fósforo (P) presenta una menor distribución homogénea, lo que implica que su presencia solo se limita a fases específicas y esto se relaciona con una modificación estructural del compuesto base de la jarosita.

Este análisis elemental sugiere que el precipitado resultante a partir de la metodología de síntesis, está principalmente formado de compuestos tipo jarosita, siendo más específico formado de jarosita de potasio, con la posible presencia de óxidos e hidróxidos de hierro. Donde la presencia de fósforo, un elemento clave podría sugerir la formación de una posible fase secundaria y que realmente actúa como un elemento dopante en la estructura de la jarosita de potasio.

4.2.3 Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier FT-IR

El análisis mediante FT-IR fue clave para identificar los grupos funcionales presentes en las muestras de jarositas sintetizadas en este trabajo, y esto a su vez proporciona información relevante sobre su composición e interacción química. La figura 26 muestra los espectros FT-IR de la jarosita potásica (JK) y la jarosita de potasio con fósforo y carbono (JKPC), marcando en cada una las bandas características vinculadas a los grupos funcionales de los sustratos resultantes.

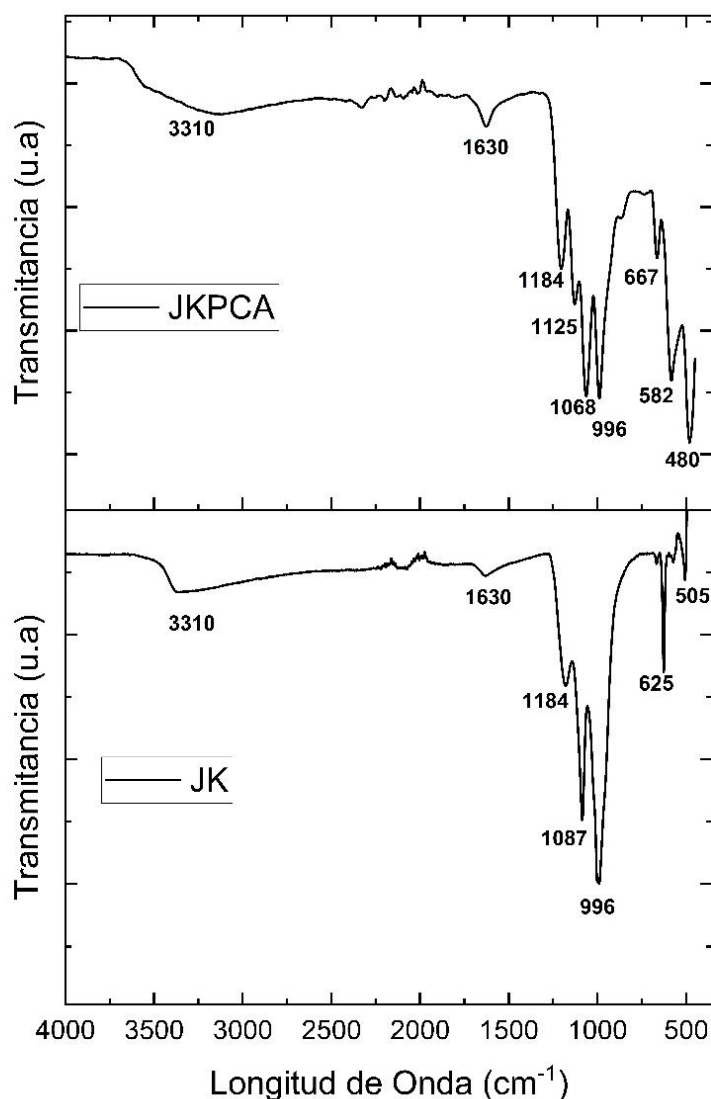


Figura 26. Espectros IR de ambos precipitados.

El espectro superior pertenece a la jarosita de potasio con la incorporación de fósforo y carbón activado (JKPC), mientras que el segundo espectro pertenece a la jarosita potásica sintética (JK). Es visible que el patrón de los dos espectros muestra bandas de adsorción similares entre las dos muestras, tanto en la posición y en su forma.

Según la literatura, los picos anchos centrados en 3310 cm^{-1} se asocian a la presencia de OH^- y H_2O en la molécula, mientras que las bandas en 1630 cm^{-1} les vincula al hidronio formado durante la síntesis de la jarosita de potasio en un medio acuoso donde el ion H_3O^+ reemplaza algunos de los sitios monovalentes (Serralde-Lealba, y otros, 2022) (Flores, y otros, 2019). Las bandas en 1184 cm^{-1} y 1087 cm^{-1} del espectro JK están relacionadas con el modo de estiramiento asimétrico ν_3 anión sulfato (SO_4^{2-}) en la estructura de la jarosita. Así mismo las bandas en 1125 cm^{-1} y 1068 cm^{-1} del espectro JKPC también son asignadas a un estiramiento asimétrico ν_3 del sulfato, aunque con un ligero desplazamiento que es adjudicado a la incorporación de los elementos dopantes en la estructura, este desplazamiento puede ser atribuido a las interacciones adicionales del fósforo con el anión sulfato, alterando así las vibraciones asimétricas del grupo SO_4^{2-} . La banda aguda en 996 cm^{-1} corresponde a la flexión simétrica ν_1 de OH^- , la banda 625 cm^{-1} del espectro JK junto con la banda en 667 cm^{-1} del espectro JKPC se asocia al modo de vibración de flexión ν_4 (SO_4^{2-}) y el patrón en 505 cm^{-1} junto con el de 480 cm^{-1} es asignado al modo de vibración de la coordinación octaédrica de FeO_6 del enlace Fe-O. (Sasaki, Tanaike, & Konno, 1998) (Bishop & Murad, 2015) (Rothstein, 2011) (Flores, y otros, 2022). Finalmente, para el espectro JKPCA la banda en 582 cm^{-1} ausente en el espectro de la jarosita potásica (JK), es indicativa de la incorporación de fósforo en la estructura y es atribuida a la deformación del enlace O-P-O (Olarte-Cárdena, Moreno-Aldana, & Delgado-Mejía, 2017).

Este análisis proporcionó información relevante, demostrando que las bandas presentan similitudes y diferencias significativas en las bandas de absorbancia. Habiendo bandas que son invariantes consideradas características de la jarosita de potasio sintética y otras con ligeros desplazamientos en longitud de onda que siguen siendo atribuidas a la estructura de la jarosita, pero desplazadas por los nuevos elementos incorporados químicamente. Finalmente, también se identifican bandas exclusivas de nuevos grupos funcionales que no son encontrados en la estructura de la jarosita potásica sintética, lo que confirma el correcto resultado a través de la metodología de síntesis.

4.2.4 Voltamperometría Cíclica

La técnica analítica de voltamperometría cíclica es una técnica electroquímica compleja, la cual es utilizada con mucha frecuencia debido a la gran cantidad de información experimental sobre los procesos redox y conocimientos sobre los detalles cinéticos, de los sistemas electroquímicos (Marken, Neudeck , & Bond , 2009).

Para este apartado de caracterización, se hizo uso de la voltamperometría cíclica para analizar las propiedades electroquímicas de los sustratos resultantes a partir de la síntesis, este análisis nos permitió identificar procesos redox presentes en las especies químicas de las jarositas al igual que los mecanismos de transporte de carga entre ambos sustratos.

Las condiciones de trabajo fueron las siguientes; el electrodo de trabajo consistió en un capilar con alguna de las muestras de jarosita (30% en peso) y grafito (70% en peso), un electrodo de referencia de plata – cloruro de plata (Ag/AgCl), un contra electrodo de platino, una solución electrolítica KCl al 1 molar.

4.2.4.1 Caracterización electroquímica de la jarosita de potasio sintética (JK)

La figura 27 muestra un voltamperograma cíclico registrado tras hacer los experimentos a diferentes velocidades e barrido, abarcando desde 60 mV s^{-1} hasta 180 mV s^{-1} , la gráfica seleccionada corresponde a un barrido de 100 mV s^{-1} el cual fue seleccionado por su posición intermedia dentro del rango de velocidades y su parecido con las curvas registradas a las demás velocidades.

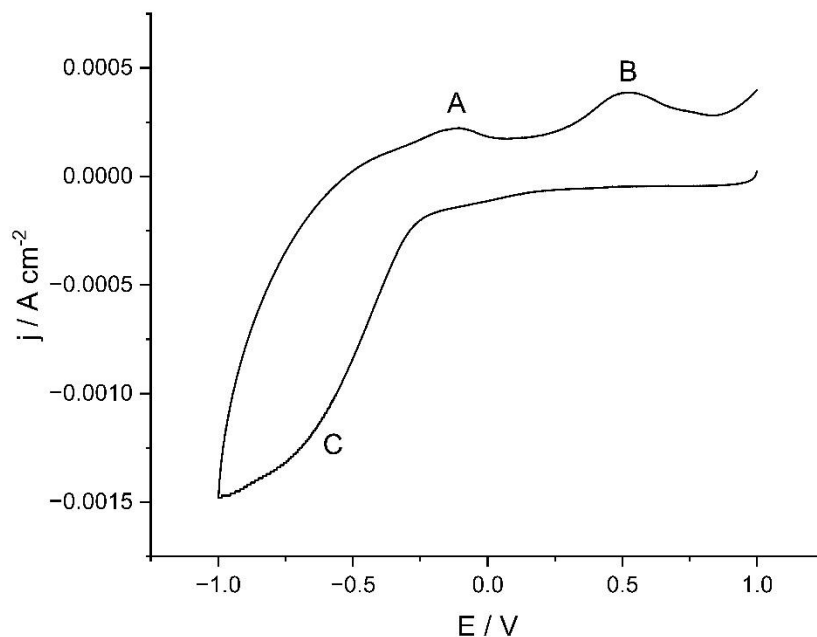
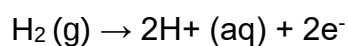


Figura 27. Voltamperograma cíclico JK. El barrido de potencial comenzó a 1.000 V en dirección negativa, con una velocidad de barrido de 100 mV s^{-1} . Los potenciales se presentan con respecto al electrodo de referencia Ag/AgCl.

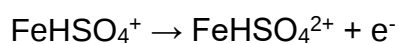
El pico A en -0.17 V en el barrido anódico se atribuye a la oxidación de H_2 a H^+ como se describe en la ecuación 7.

Ecuación 7. Ecuación de oxidación del hidrógeno en el voltamperograma cíclico.



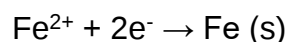
El pico B, localizado a 0.52 V corresponde a la oxidación de una especie de hierro asociada al ion sulfato como se muestra en la ecuación 8.

Ecuación 8. Ecuación de oxidación del ion FeHSO_4 en el voltamperograma cíclico.



Mientras que el pico C ubicado en -0.657V en el barrido catódico, se asigna a la reducción de Fe^{2+} a Fe metálico como se observa en la ecuación (9).

Ecuación 9. Ecuación de reducción del ion Fe^{2+} a hierro metálico en el voltamperograma cíclico.



Estos picos identificados evidencian la naturaleza de los procesos redox asociados a las especies químicas de la jarosita de potasio sintética, haciendo una comparativa de las demás velocidades de barrido, como se presenta en la figura 27, donde se puede apreciar una coherencia en la posición de los principales picos. Esto nos dice que los procesos redox siguen siendo reproducibles a diferentes velocidades de barrido.

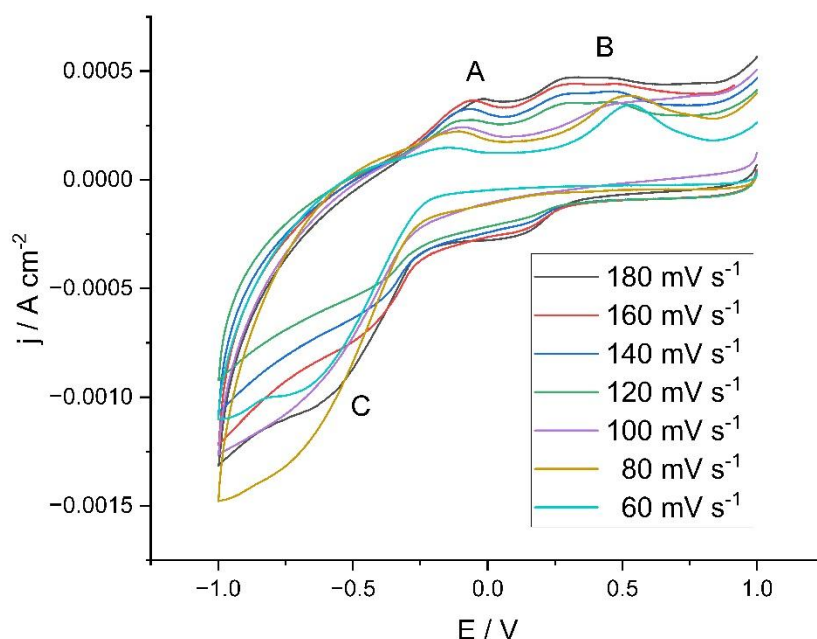


Figura 28. Comparativa de diferentes velocidades de barrido del voltamperograma cíclico para JK.

El análisis de las diferentes velocidades de barrido es útil al interpretar la proporcionalidad entre la corriente pico y la raíz cuadrada de la velocidad de barrido (Mendoza-Huizar, 2024). El valor de la densidad de corriente máxima (j_p) asociado con el pico se trazó en función de $v^{1/2}$. A continuación, se presentan los gráficos para los picos anódicos A y B, y el pico catódico C (Figuras 29, 30 y 31).

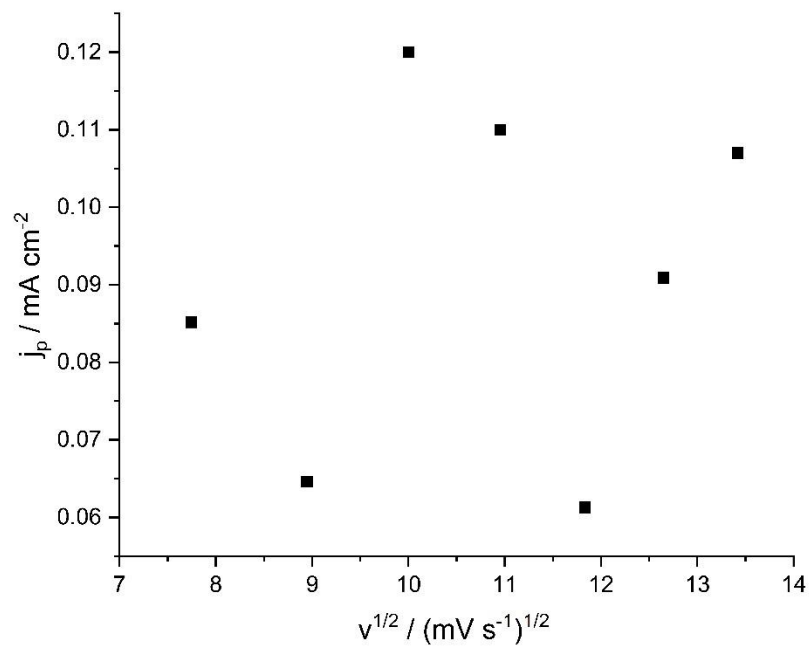


Figura 29. Trazado de j_p vs $v^{1/2}$ primer pico anódico (A) JK.

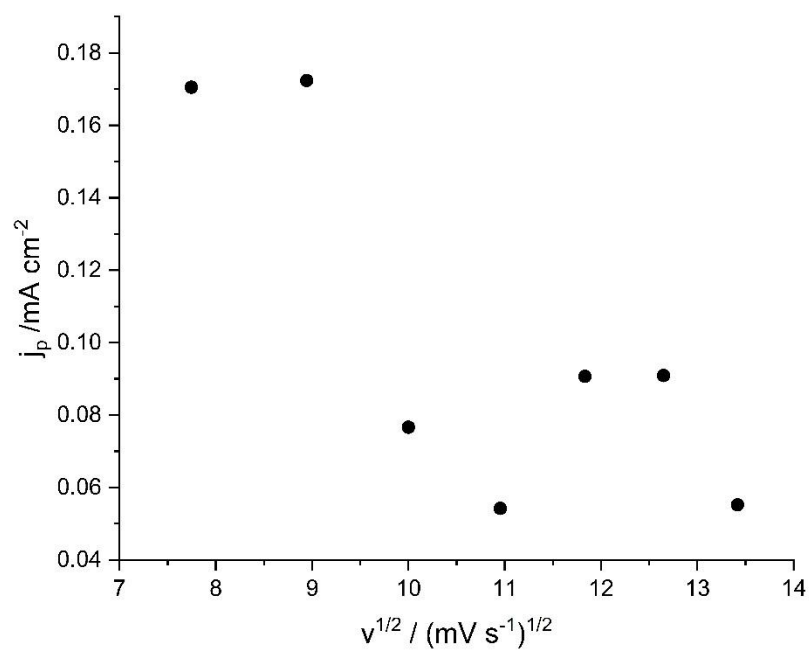


Figura 30. Trazado de j_p vs $v^{1/2}$ segundo pico anódico (B) JK.

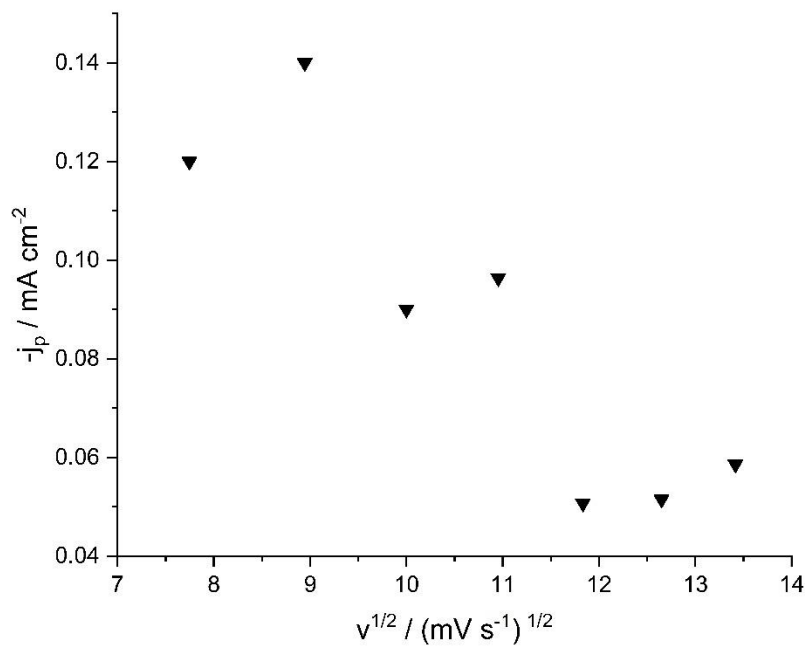


Figura 31. Trazado de j_p vs $v^{1/2}$ primer pico catódico (C) JK.

En las figuras mostradas, es notoria la falta de relación lineal entre todas las velocidades de barrido de cada uno de los picos, lo cual sugiere que la cinética electroquímica es un proceso irreversible y es controlado por transferencia de carga (Bard & Faulkner, 2001).

4.2.4.2 Caracterización electroquímica de la jarosita de potasio con fósforo y carbono (JKPC)

La técnica analítica de voltamperometría cíclica para esta muestra se realizó bajo las mismas condiciones que con la muestra anterior (JK). La figura 32 muestra el voltamperograma obtenido a una velocidad de barrido de 100 mV s^{-1} .

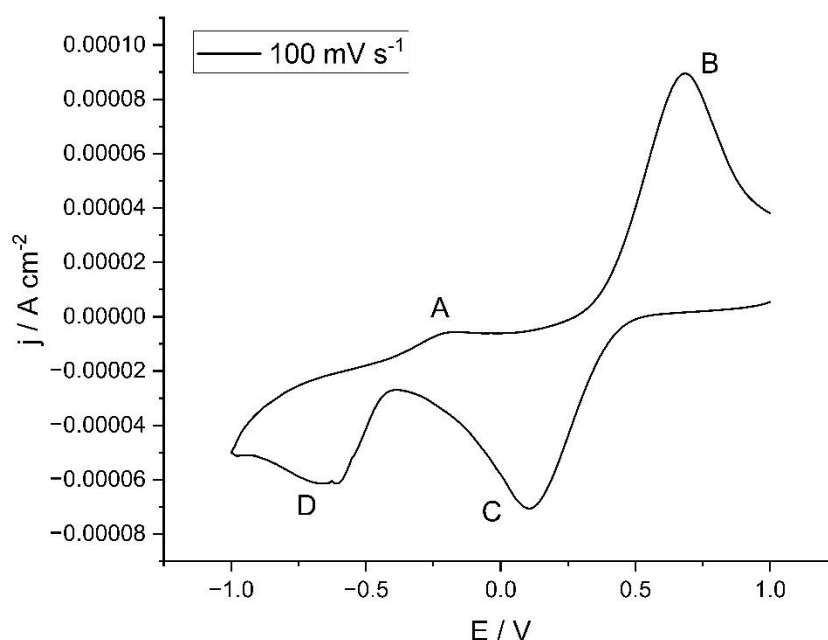
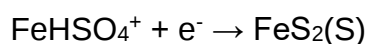


Figura 32. Voltamperograma cíclico JKPC. El barrido de potencial comenzó a 1.000 V en dirección negativa, con una velocidad de barrido de 100 mV s^{-1} . Los potenciales se presentan con respecto al electrodo de referencia Ag/AgCl.

El voltamperograma muestra picos similares en los valores de potencial en los que ocurren las reacciones electroquímicas de la jarosita de potasio sintética. Sin embargo, la intensidad de corriente asociada a los picos es notablemente distinta, y esto podría ser un resultado gráfico que demuestra que ocurren las mismas reacciones redox en las dos muestras, pero que la jarosita modificada posee una capacidad electroquímica diferente debido a los elementos dopantes. El pico pequeño A en el sentido anódico nuevamente corresponde a la oxidación de H_2 a H^+ como fue descrito en la ecuación 7, mientras que el pico B en la oxidación igual pertenece a la oxidación de una especie de hierro asociada

al ion sulfato previamente descrito en la ecuación 8, y para el pico catódico D, este se relaciona directamente con el pico C del voltamperograma de la jarosita (JK) siendo identificado como la reducción de Fe^{2+} a Fe metálico, descrito en la ecuación 9. Por último, se presenta un nuevo pico denominado con la letra C en el sentido catódico, el cual aparenta ser una transición entre una especie soluble a pirita, como se muestra en la ecuación 10.

Ecuación 10. Ecuación de reducción de la especie FeHSO_4^+ a disulfuro de hierro en el voltamperograma cíclico.



La figura 33 muestra los voltamperogramas cíclicos a distintas velocidades de barrido, es apreciable un claro desplazamiento de los picos anódicos y catódicos a medida que cambian las velocidades de barrido, lo cual es un comportamiento esperado en el sistema electroquímico. Sin embargo, al igual que la figura 28 de la muestra JK, la relación entre la corriente de pico y las velocidades de barrido no siguen una relación aparentemente lineal.

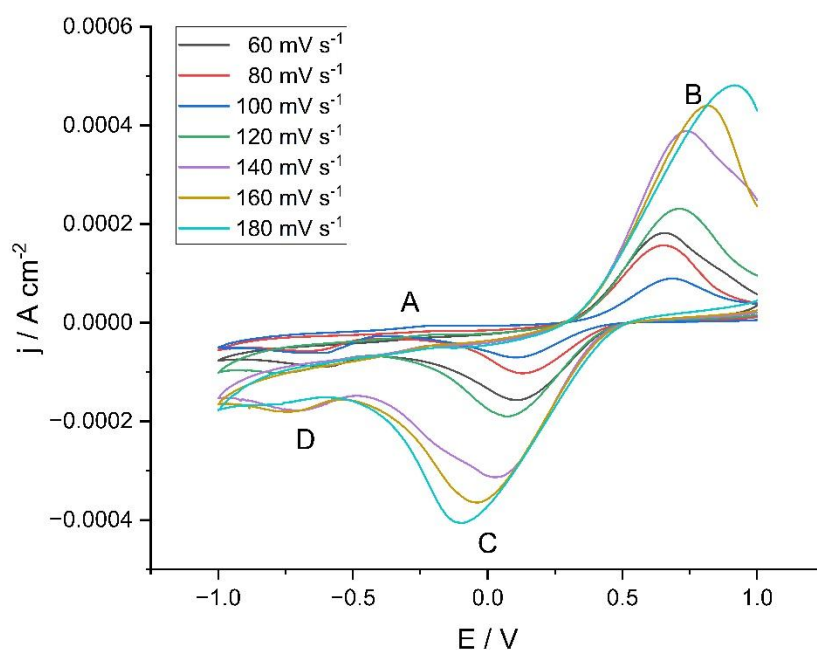


Figura 33. Comparativa de diferentes velocidades de barrido del voltamperograma cíclico para JKPC.

El análisis de diferentes velocidades de barrido de la jarosita con fósforo y carbono permite determinar el tipo de control que limita la cinética electroquímica. El valor de la densidad de corriente máxima (j_p) asociado con el pico anódico (B) y los picos catódicos (C, D) se trazó en función de $v^{1/2}$ (figuras 33, 34 y 35), a excepción del pico anódico A, que no es visible en todas las velocidades de barrido, debido a la poca intensidad de corriente del pico de descomposición de H_2 en H^+ y e^- .

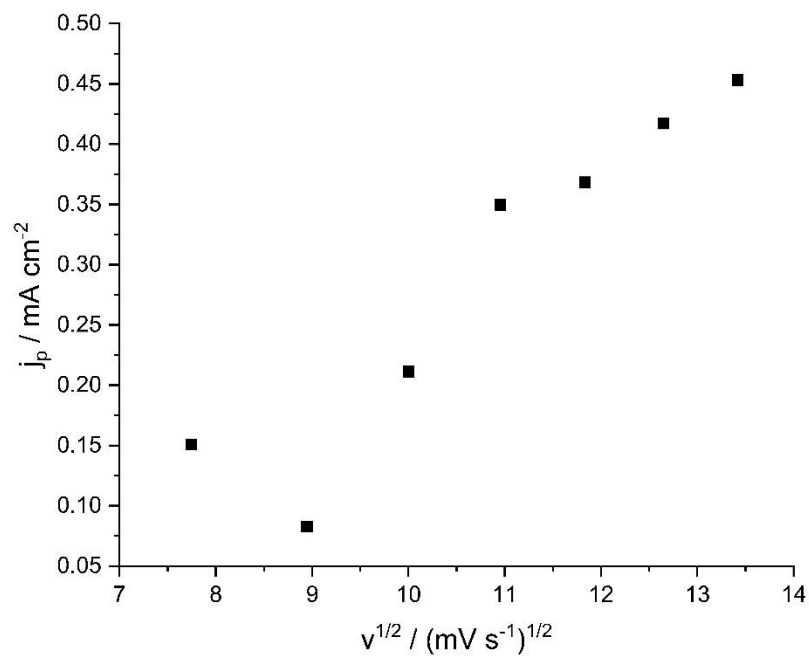


Figura 34. Trazado de j_p vs $v^{1/2}$ para el pico anódico (B) JKPC.

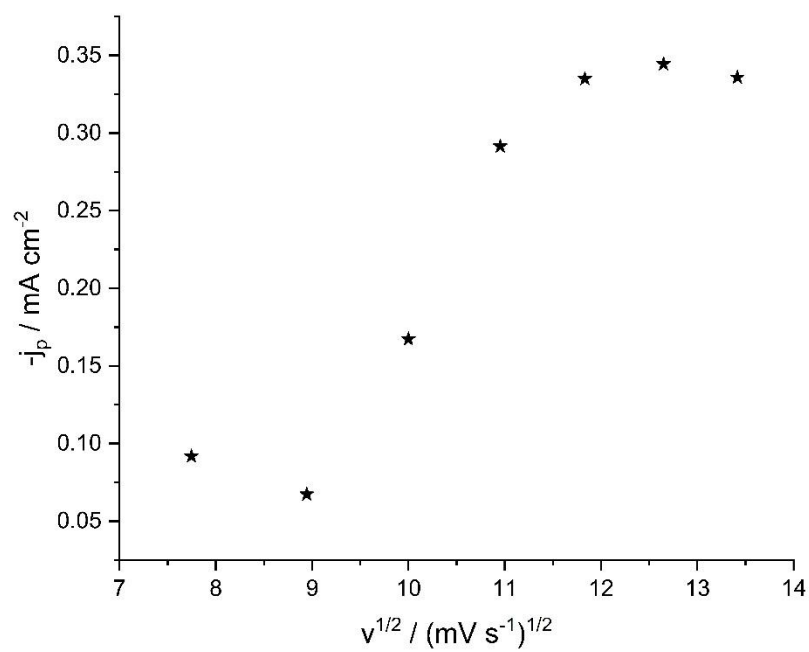


Figura 35. Trazado de j_p vs $v^{1/2}$ para el pico catódico (C) JKPC.

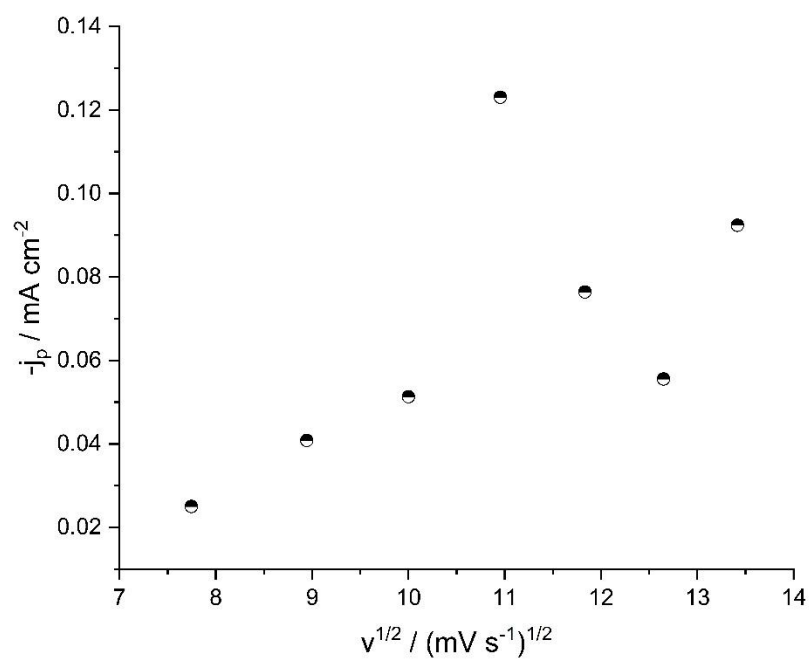


Figura 36. Trazado de j_p vs $v^{1/2}$ para el pico catódico (D) JKPC.

Hay una gran similitud entre las gráficas de trazado de la intensidad de corriente de pico (j_p) vs la raíz cuadrada de la velocidad de barrido ($v^{1/2}$), de los picos B y C, pero no son completamente iguales, y aunque ambos gráficos tienen cierta tendencia a la linealidad, no se cumple de manera estricta. Lo mismo ocurre con el pico D, que también muestra una tendencia lineal, pero tiene puntos significativamente dispersos, por lo que estos resultados nos permiten decir que los procesos electroquímicos, al igual que en la jarosita de potasio sintética JK están controlados por transferencia de carga, y no son determinados por el transporte de masa (*Bard & Faulkner*, 2001).

4.3 Evaluación preliminar del desempeño electroquímico

4.3.1 Determinación de la concentración que genera el potencial máximo

Para el reporte de los resultados de este experimento se realizó un arreglo preliminar de las celdas electroquímica, este arreglo consistió de un vial de vidrio de 30 ml, como característica es que era más ancho que alto, respecto a viales tradicionales. Las celdas fueron diseñadas de dos tipos de arreglo, el primero tenía electrodos de cobre y aluminio mientras que el segundo hierro y cobre, la elección de estos electrodos se debe principalmente a su disponibilidad y a la significativa diferencia de potencial entre los metales seleccionados. La celda también contuvo 0.4 gramos de muestra del precipitado JKPCA, y se adicionaba agua desionizada con una micropipeta. El conjunto del precipitado junto con el agua desionizada servía como electrolito en la celda electroquímica.

Este procedimiento tenía intervalos de 10 minutos de reposo entre cada adición de agua desionizada, de esta forma se aseguraba una estabilización del sistema electroquímico y resultaba en una medida del potencial eléctrico más fiable.

La figura 37 muestra una gráfica del comportamiento del arreglo aluminio – cobre, mientras que la figura 38 es una gráfica del comportamiento del arreglo hierro – cobre. En las dos gráficas es apreciable un incremento en el potencial eléctrico a medida que se adicionaba el agua desionizada, entre 0.5 ml y 0.8 ml, se observa el pico más alto de potencial. Esto sugiere que a esta concentración se obtiene el mayor movimiento iónico dentro de la celda.

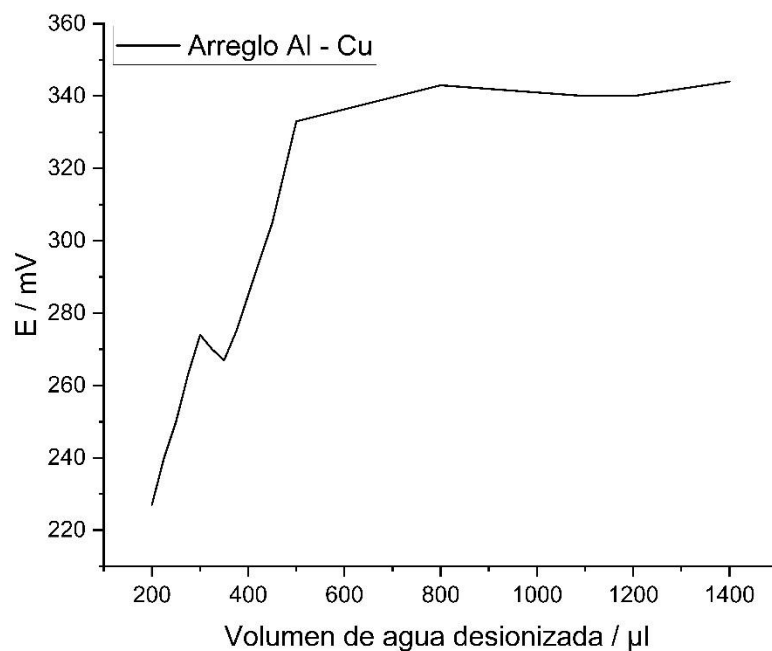


Figura 37. Gráfica de concentración que genera el potencial máximo Al- Cu.

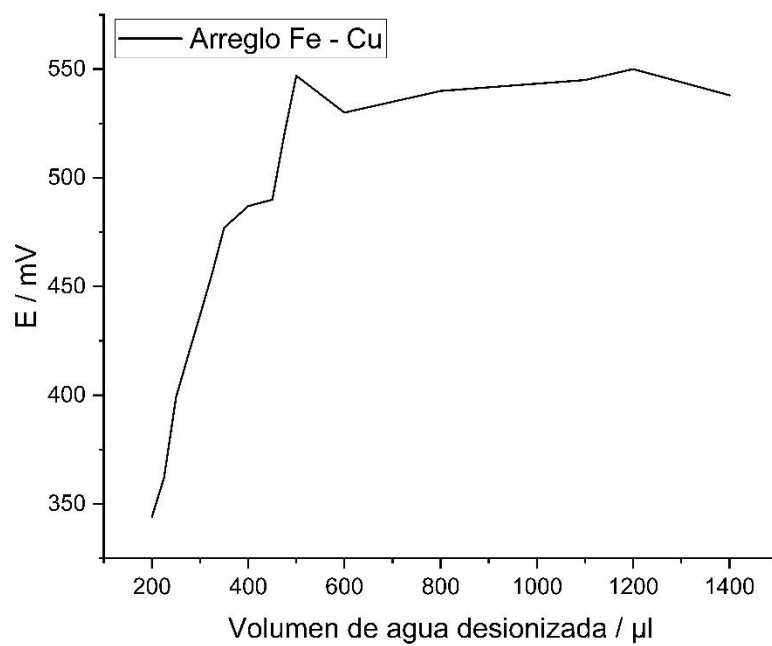


Figura 38. Gráfica de concentración que genera el potencial máximo Fe – Cu.

Las figuras 37 y 38 muestra un pico de potencial eléctrico alrededor de 0.5 ml, seguido de una estabilización en las fluctuaciones de potencial, esto es atribuido a que el agua desionizada agregada posterior a este volumen no afecta significativamente al sistema electroquímico.

Para la celda que contenía como electrodos hierro y cobre se presentó un comportamiento similar al del arreglo aluminio cobre, pero con valores de potenciales significativamente más altos, esto se debe a que el hierro tiene un potencial estándar de reducción más cercano al cobre que el aluminio, lo cual se traduce en una mayor diferencia de potencial global entre el hierro y el cobre (*Kelly, Shoesmith, Buchheit , & Scully, 2003*).

4.3.2 Ensamblaje de baterías experimentales y prueba de descarga

4.3.2.1 Ensamblaje de las baterías

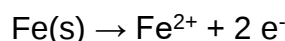
El arreglo de las pilas o celdas se realizó con electrodos de cobre y clavos de hierro, previamente lijados y limpiados con agua desionizada para eliminar cualquier capa de óxido que pudiera interferir con las reacciones electroquímicas. El cátodo de cobre consistió en una lámina delgada con un ancho de ~ 4.0 mm, donde ambos lados de la lámina hicieron contacto con el electrolito con una profundidad de ~ 5.0 mm, lo que representa un área de contacto promedio de 40 mm^2 . Para el ánodo a partir del clavo de hierro, fue previamente cortado de la punta dándole una sección circular aproximada de ~ 3.0 mm de diámetro, el cual también hacía contacto con el electrolito a una profundidad de ~ 5.0 mm, lo que representa un área de contacto de 47.12 mm^2 .

De acuerdo a los resultados de la prueba anterior, la relación de electrolito entre el sustrato y el agua desionizada fue 0.4 g y 0.5 ml, respectivamente.

Para el arreglo de las baterías, fueron conectadas tres pilas en serie, de esta forma se consigue sumar los potenciales individuales, alcanzando valores incluso de ~ 1500 mV. La figura 39, es una imagen que muestra el arreglo de las baterías previamente descrito.

En el periodo de funcionamiento de la batería, fue visible una deposición electroquímica, aquí los iones de cobre se reducían y depositaban sobre la superficie del clavo de hierro, esto es apreciable en la figura 40. Dicha deposición puede ser explicada a partir de las siguientes ecuaciones.

Ecuación 11. Ecuación de oxidación del hierro durante la deposición electroquímica de cobre en la batería.



Ecuación 12. Ecuación de reducción del ion cobre en la deposición electroquímica de cobre en la batería.



En la celda electroquímica, el hierro se oxida y de esta forma libera iones de hierro (Fe^{2+}) al medio. Mientras que, los iones de cobre (Cu^{2+}) se reducen, y se depositan sobre la superficie del hierro.

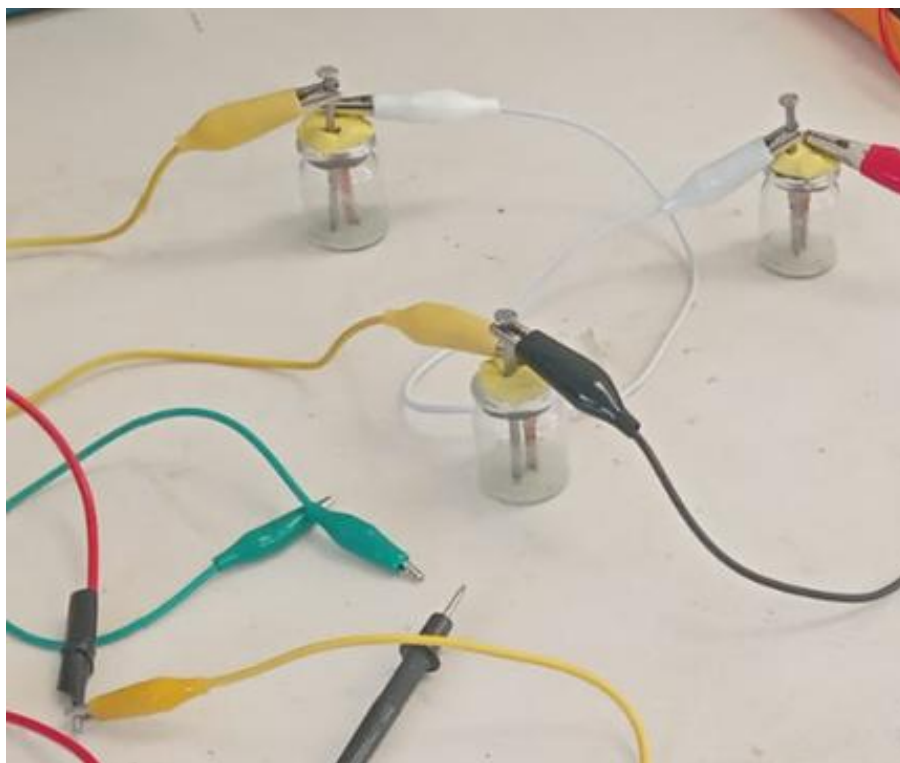


Figura 39. Imagen del arreglo de batería.



Figura 40. Detalle de la imagen del arreglo de batería.

4.3.3.2 Pruebas de descarga

Para las pruebas de descarga se construyeron tres baterías experimentales con las mismas condiciones, las cuales fueron nombradas como A, B y C. Fueron conectadas a diferentes dispositivos con el fin de encontrar curvas de descarga a distintas velocidades.

La batería (A) fue conectada a un Led color rojo, con un consumo de energía bajo (figura 41).

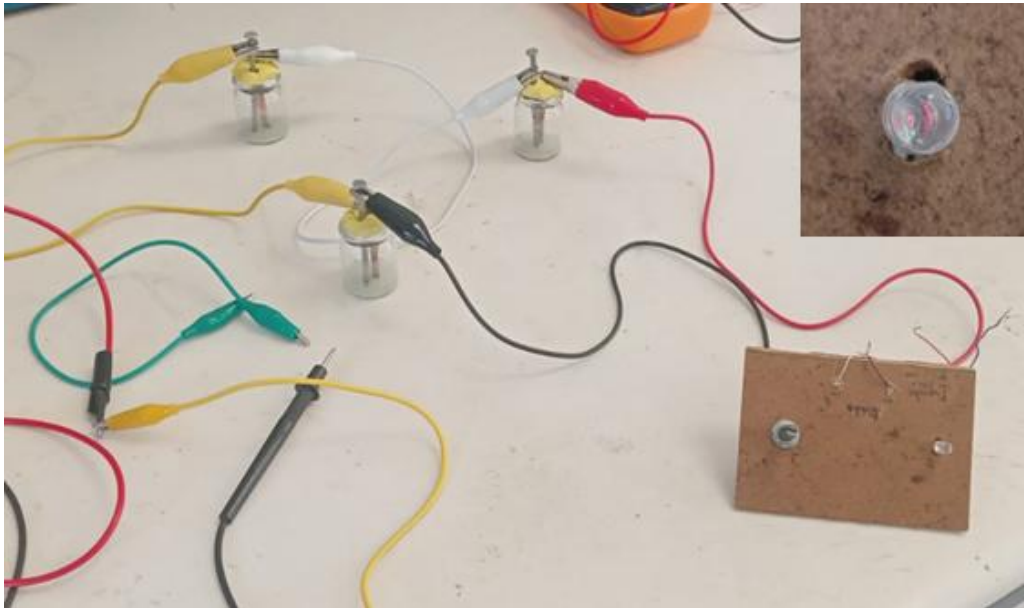


Figura 41. Imagen de la batería A conectada a un Led rojo.

La batería (B) se conectó a 4 led's de color rojo conectados en paralelo, de esta forma se incrementa el consumo energético, al distribuir la corriente en múltiples cargas (figura 42).

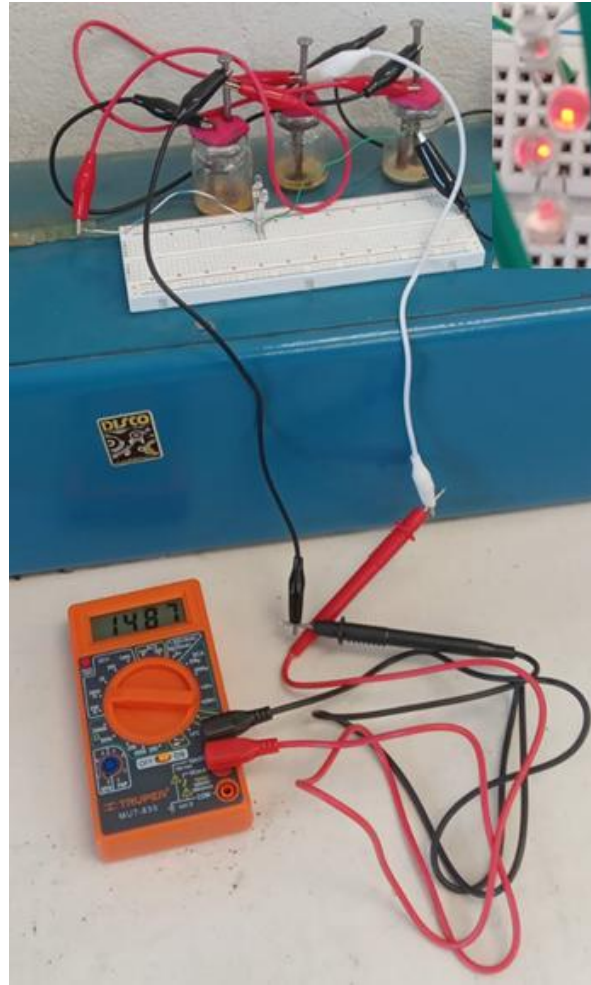


Figura 42. Imagen de la batería B conectada a 4 led's de color rojo conectados en paralelo.

La batería (C) fue conectada a una calculadora sencilla, marca Calica, modelo CA-200II y fue programada en “Función Error” para evitar el pagado automático y permaneciera prendida. Esta calculadora es alimentada normalmente con una pila estándar de botón de 1.5 V (figura 43).



Figura 43. Imagen de la batería C conectada a una calculadora sencilla.

El potencial inicial de cada batería oscilaba en ~ 1570 mV al iniciar las pruebas de descarga.

4.3.2.2 Curvas de descarga

Para evaluar las curvas de descarga, se midieron los valores de potencial eléctrico a lo largo del tiempo, los resultados se presentan en la figura 44.

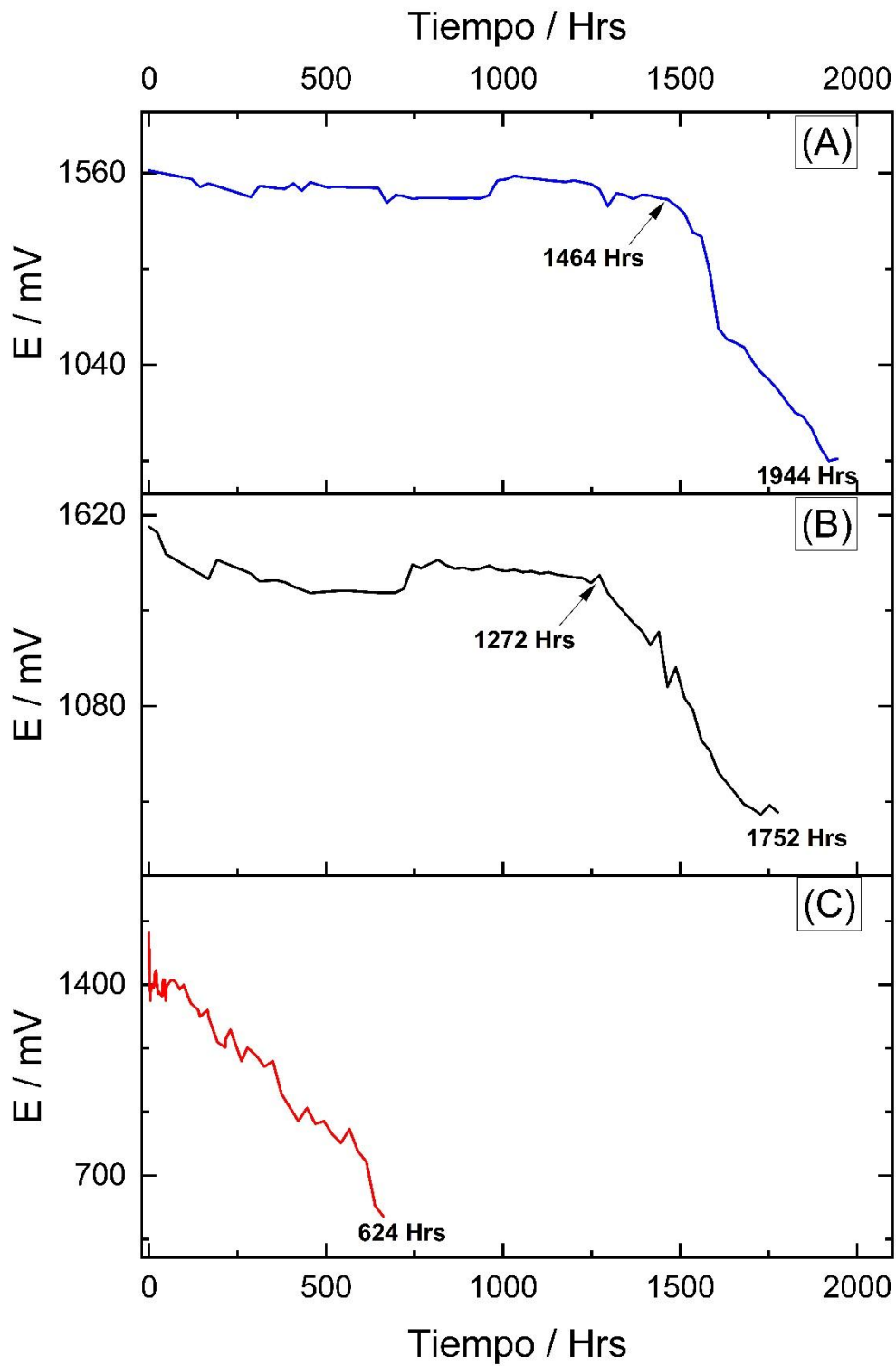


Figura 44. Tablas de descarga. graficas relación Tiempo vs. Potencial eléctrico bajo descarga constante.

Batería A.

La curva de descarga para esta batería fue la más lenta, manteniendo una línea con una pendiente muy baja hasta las 1464 horas. Pero a partir de este punto el potencial cayo repentinamente. A las 1608 horas a un potencial eléctrico de 1139 mV el Led se apagó, y para las 1994 horas se concluyó la prueba cuando el potencial bajo a 779 mV.

Batería B.

La grafica de esta batería muestra un comportamiento similar al de la batería B, manteniendo una línea de estabilización hasta 1272 horas, cuando el potencial empezó a bajar de forma continua, los 4 Leds dejaron de prender a las 1440 horas de uso con un potencial de 1140 mV, concluyendo esta descarga a las 1752 horas cuando el potencial eléctrico llego a 1800 mV.

Batería C.

La curva de descarga de la batería C, fue distinta a la de las baterías de referencia, pues está no presento una línea de estabilización, presentando siempre una línea de descarga continua hasta llegar a los 670 mV a las 624 horas, cabe mencionar que la calculadora se apagó hasta los 790 mV a las 590 horas, aunque disminuyo su intensidad a partir de 970 mV a las 398 horas. Esto sugiere que, aunque la pila de uso común de esta calculadora es de 1.5 V, el voltaje operativo mínimo es cercano a 1 V.

Las curvas de descarga fueron comparadas a grandes intervalos de tiempo, debido a que fueron conectados a dispositivos de muy poco consumo de energía, teniendo un periodo máximo de estudio de 81 días consecutivos, el propósito de esta metodología fue obtener gráficos donde fuera posible identificar de manera clara los patrones de estabilidad. Donde las fluctuaciones de potencial están directamente relacionadas con variables externas como la temperatura ambiente.

4.3.3 Análisis post-descarga

El precipitado de la jarosita con fósforo y carbono (JKPC) utilizada como electrolito, inicialmente presentaba un color amarillo verdoso, como fue descrito en el apartado 4.1, pero al final de la vida útil de las baterías el precipitado con agua desionizada tomo una tonalidad amarillo pardo que es característico de la jarosita de potasio como se muestra en la figura 45. Donde la imagen del recuadro (A) fue tomada en las primeras semanas de uso de la batería, mientras la imagen (B) fue tomada en los últimos días de su vida útil. Este curioso fenómeno es atribuido a las alteraciones en su composición debido a la interacción entre iones presentes en el electrolito.

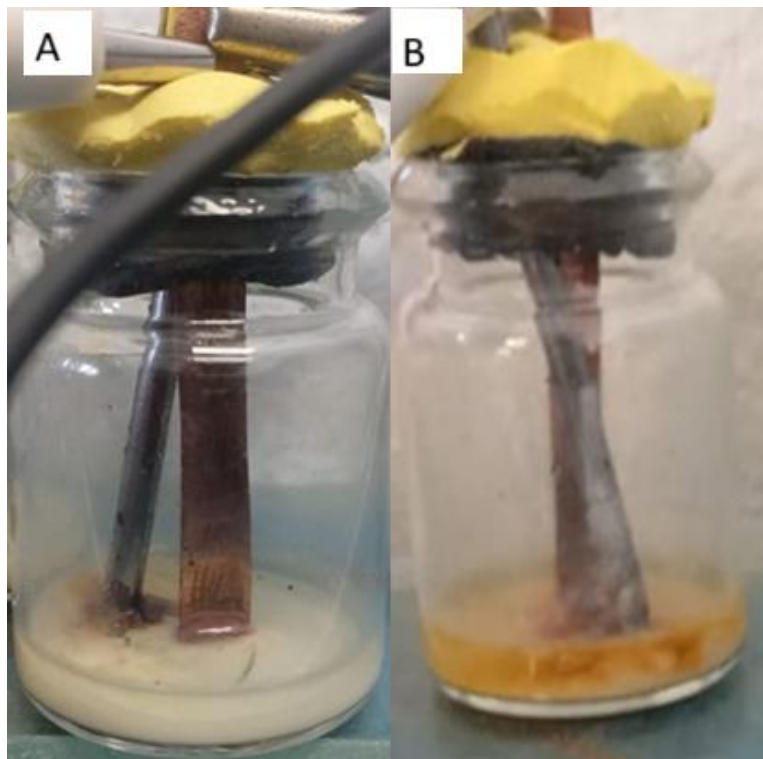


Figura 45. Detalle de batería en distintos lapsos de tiempo.

CAPITULO V

CONCLUSIONES

- De acuerdo a los análisis mediante distintas técnicas de caracterización, se concluye que la metodología utilizada de síntesis para los precipitados de jarosita de potasio (JK) y la jarosita potásica con fósforo y carbono (JKPC) fueron efectivas al formar sus respectivos compuestos.
- La jarosita de potasio sintética (JK) resultó en un precipitado amarillo pardo característico de los compuestos tipo jarosita, y a partir de la indexación mediante análisis de difracción de rayos X, es notable la coincidencia con los picos cristalográficos de la estructura cristalina de la jarosita de potasio. Mediante microscopía electrónica de barrido es apreciable su reducido tamaño de partícula, con aspecto semiesférico, de partículas granulares, debido a la metodología de síntesis seleccionada. Mediante análisis de composición química como FT – IR y EDS, es comprobable la presencia de elementos y grupos funcionales característicos de la jarosita de potasio, el estudio electroquímico demostró la evidencia de picos redox característicos asociados a las especies químicas de la jarosita de potasio y que la cinética electroquímica es un proceso irreversible que está controlado principalmente por transferencia de carga.
- La jarosita de potasio (JK) no tiene propiedades de conducción eléctrica.
- El precipitado de la jarosita con fósforo y carbono mostró un color amarillo verdoso debido a los elementos dopantes en el proceso de síntesis, el análisis estructural mediante DRX muestra picos cristalográficos correspondientes a la jarosita de potasio aunque con un ligero desplazamiento, junto con picos de menor intensidad, pero visiblemente presentes de un compuesto rico en hierro, fósforo y carbono, esto confirma que el compuesto matriz base sigue siendo la jarosita y que los elementos dopantes fueron incorporados parcialmente en la estructura de la jarosita debido al cambio en los parámetros de la celda unitaria lo que resulta en un ligero desplazamiento en los picos de la jarosita en el difractograma hacia ángulos más pequeños de 2θ , esto último podría deberse a que los átomos de fósforo y carbono son más grandes que los átomos que están remplazando.

Además, los picos de menor intensidad sugieren una participación parcial de los elementos dopantes en la estructura base, pues estos elementos también formaron una fase secundaria, y por lo tanto el dopaje no fue del todo homogéneo. La morfología presenta una gran diferencia a la de la jarosita potásica y la clara presencia de partículas irregulares con hábitos de cristales aciculares y prismáticos sugiere que los elementos dopantes en el proceso de síntesis pudieron modificar el crecimiento cristalino de la estructura característica de la jarosita, mediante el análisis por EDS, son detectados los elementos característicos de la jarosita incluso en proporciones muy similares, pero la notoria diferencia de la detección de fósforo, incluso en el mapeo elemental es posible ver una distribución casi homogénea de este elemento en la micrografía. Para el análisis de FT-IR hay bandas esperadas distintivas de la jarosita de potasio, además de un desplazamiento de banda atribuido a interacciones adicionales con el fósforo y una banda particular de un enlace de oxígeno – fósforo – oxígeno. Estos análisis concluyen que la inclusión de los elementos en la metodología de síntesis, solo fueron incorporados de manera parcial en la estructura cristalina de la jarosita, y la formación de una fase secundaria con los elementos excedentes, la cual cristaliza de manera separada.

- Los resultados a través de voltamperometría cíclica demuestran que el precipitado JKPC, que, aunque es similar a la del precipitado JK, esta tiene una capacidad electroquímica diferente gracias a los elementos incorporados.
- El precipitado JKPC muestra propiedades de conducción eléctrica.
- El arreglo de baterías formado a partir del precipitado muestra un buen desempeño al usarlas en dispositivos de bajo consumo, demostrando que la inclusión de los elementos dopantes en la síntesis promueve un impacto positivo en las propiedades eléctricas y electroquímicas de la jarosita.

CAPITULO VI PERSPECTIVAS

6.1 Introducción

El propósito del presente apartado es realizar un análisis de los resultados obtenidos a partir de este proyecto de tesis para sus futuras aplicaciones, proponiendo líneas de investigación futuras.

Este capítulo también abarca las futuras recomendaciones para nuevas investigaciones y la importancia que la línea de este trabajo podría tener en ciencia de los materiales. El objetivo es ampliar la visión sobre los resultados y su futura contribución en el campo energético.

6.2 Posibles aplicaciones de los resultados

Fue comprobado que la jarosita de potasio con la incorporación de fósforo y carbono optimiza sus propiedades de conducción eléctrica respecto a la jarosita de potasio sin dopar. Su uso como electrolito en pilas y baterías podría tener relevancia ecológica al usar compuestos tipo jarosita provenientes de desechos mineros, la optimización de las baterías y la celda electroquímica en particular radica en la estandarización del tamaño de la pila, al igual que el tamaño y selección de los electrodos, aumentado el área de contacto de estos mismos con el electrolito de jarosita JKPC.

6.3 Impacto potencial de la investigación

El impacto de los resultados obtenidos podría ser significativo, a niveles teóricos y prácticos. De esta manera se amplía el entendimiento de la metodología de síntesis usada para incorporar elementos dopantes en la estructura de la jarosita, lo cual podría servir como base para futuras investigaciones que exploren el uso de la jarosita en el área energética y el estudio de la jarosita dopada con nuevos elementos para diversas aplicaciones.

6.4 Recomendaciones para futuras investigaciones

En base a los resultados obtenidos, en futuras investigaciones es recomendable optimizar la metodología de síntesis para incorporar nuevos elementos, si bien en este trabajo de tesis, la incorporación de elementos dopantes se llevo acabo de manera exitosa, no fue del todo eficiente al ser incorporados solo parcialmente en la estructura de la jarosita.

6.5 Conclusiones

Este capitulo señala las perspectivas emergentes del trabajo de investigación. Este trabajo produce una base sólida para el desarrollo de nuevas teorías en el campo de los materiales para su uso energético. Las recomendaciones propuestas tienen el objetivo de convertirse en oportunidades para seguir avanzando en este campo y abordar las preguntas que permanecen abiertas.

REFERENCIAS

- Allan , J. (1973). The accumulations of ancient slag in the south-west of the Iberian Peninsula. *Hist Metall Group Bull London*, 7, 47-50. Obtenido de https://historicalmetallurgy.org/wpcontent/uploads/2020/02/Contents_of_Historical_Metallurgy.pdf
- Aurbach , D., Talyosef , Y., Markovsky , B., Markevich, E., Zinigrad, E., Asraf , L., . . . Kim , H. (2004). Design of electrolyte solutions for Li and Li-ion batteries: a review. *Electrochimica Acta*, 50(2-3), 247-254.
doi:<https://doi.org/10.1016/j.electacta.2004.01.090>
- Bard, A. J., & Faulkner , L. R. (2001). *Electrochemical Methods: Fundamentals and Applications, 2nd Edition* (segunda ed.). Wiley, Ltd. Obtenido de ISBN: 978-0-471-04372-0
- Bishop, J., & Murad, E. (2015). The visible and infrared spectral properties of jarosite and alunite. *American Mineralogist*, 90(7), 1100-1107.
doi:<https://doi.org/10.2138/am.2005.1700>
- Breithaupt, A. (1852). Beschreibung der zum Theil neuen Gang-Mineralien des Baranco Jaroso in der Sierra Almagrera. *Berg-und hüttenmännische Zeitung*, 11, 65-69.
- Bunsen, R. (1841). Ueber eine neue Construction der galvanischen Säule. *Justus Liebigs Annalen der Chemie*, 38(3), 307-311.
doi:<https://doi.org/10.1002/jlac.18410380306>
- Burns , R. (1987). Ferric Sulfates on Mars. *JOURNAL OF GEOPHYSICAL RESEARCH*, 92(B4), 570-574. doi: <https://doi.org/10.1029/JB092iB04p0E570>
- Cerecedo-Sáenz, E., Hernández-Lazcano, E., González-Bedolla, M., Hernández-Ávila, J., Rosales-Ibáñez, R., Gutiérrez-Amador, M., . . . Salinas-Rodríguez, E. (2022). Synthesis, Characterization and Decomposition of Potassium Jarosite for Adsorptive As(V) Removal in Contaminated Water: Preliminary Study. *J. Environ. Res. Public Health*, 19(23). doi: 10.3390/ijerph192315912
- Cogram, P. F. (2016). Crystal structure of the jarosite family of minerals. En *Capacity and mechanisms of uptake of silver by jarosite family minerals* (pág. 30). London: Birkbeck University of London. Obtenido de

<https://www.semanticscholar.org/paper/Capacity-and-mechanisms-of-uptake-of-silver-by-Cogram>

- Cruz-Hernández, M., García-Cerón, A., Salinas-Maldonado, R., Corro-Escorcia, I., Hernández-Ávila, J., Cerecedo-Sáenz, E., . . . Salinas-Rodríguez, E. (2025). Leveraging Industrial Jarosite Waste for Arsenic(V) and Chromium(III) Adsorption from Water: A Preliminary Study. *Applied Sciences.*, 15(3). doi:<https://doi.org/10.3390/app15031469>
- Ding, Y. L., Wen, Y., Chen, C. C., van Aken, P. A., Maier, J., & Yu, Y. (2015). Nanosheets of Earth-Abundant Jarosite as Novel Anodes for High-Rate and Long-Life Lithium Ion Batteries. *ACS Appl. Mater. Interfaces*, 7(19). doi: DOI: 10.1021/acsami.5b01992
- Dunham , R. (1962). *Classification of Carbonate Rocks According to Depositional Textures* (Primera ed.). AAPG Special Volumes.
- Dutrizac, J. (1983). Factors affecting alkali jarosite precipitation. *Metallurgical Transactions*, 14, 531-539. doi:<https://doi.org/10.1007/BF02653939>
- Dutrizac, J. (1996). The effect of seeding on the rate of precipitation of ammonium jarosite and sodium jarosite. *Hydrometallurgy*, 42(3), 293-312. doi:[https://doi.org/10.1016/0304-386X\(95\)00111-S](https://doi.org/10.1016/0304-386X(95)00111-S)
- Dutrizac, J. (2008). Factors Affecting the Precipitation of Potassium Jarosite in Sulfate and Chloride Media. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 39, 771-783. doi: 10.1007/s11663-008-9198-7
- Dutrizac, J., & Kaiman, S. (1975). Rubidium jarosite and thallium jarosite — new synthetic jarosite-type compounds and their structures. *Hydrometallurgy*, 1(1), 51-59. doi:[https://doi.org/10.1016/0304-386X\(75\)90014-6](https://doi.org/10.1016/0304-386X(75)90014-6)
- Dutrizac, J., & Kaiman, S. (1976). Synthesis and properties of jarosite-type compounds. *The Canadian Mineralogist*, 14(2), 151-158.
- Elwood Madden, M. E., Bodnar, R. J., & Rimstidt, J. D. (2004). Jarosite as an indicator of waterlimited chemical weathering on Mars. *NaturePublishingGroup*, 431, 821-823. doi:<https://doi.org/10.1038/nature02971>

- Elwood Madden, M., Madden, A., Rimstidt, J., Zahrai, S., Kendall, M., & Miller, M. (2012). arosite dissolution rates and nanoscale mineralogy. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 91, 306-321. doi:<https://doi.org/10.1016/j.gca.2012.05.001>
- Flores, M. U., Reyes, I., Palacios , E. G., Patiño , F., Juárez , J., Reyes , M., . . . Gutiérrez, E. (2019). Kinetic Analysis of the Thermal Decomposition of a Synthetic Mercury Jarosite. *Minerals*, 9((4)200). doi:<https://doi.org/10.3390/min9040200>
- Flores, V., Patiño, F., Roca, A., Flores, M., Reyes, I., Reyes, M., & Islas, H. (2022). Alkaline Decomposition of Solid Solution of Ammonium-Sodium Jarosite with Arsenic. *Metals*, 12(584). doi:<https://doi.org/10.3390/met12040584>
- Folk, R. (1991). *Petrology of Sedimentary Rocks* (segunda ed.). Austin, Texas: Hemphill Publishing Company.
- Frank, S., & Mapes, E. (1956). *Geology and Ore Deposits of the Zimapan Mining District, State of Hidalgo Mexico*. paper 284: GEOLOGICAL SURVEY P-RO FE S S I ON|AL. Obtenido de <https://pubs.usgs.gov/pp/0284/report.pdf>
- Hernández-lazcano , E., Hernández-Ávila, J., Cerecedo-Sáenz , E., Norman Toro, Karthik, T., Mendoza-Anaya , D., Salinas-Rodríguez , E. (2021). Synthesis of Hydronium-Potassium Jarosites: The Effect of pH and Aging Time on Their Structural, Morphological, and Electrical Properties. *Minerals*, 11(80). doi:<https://doi.org/10.3390/min11010080>
- Inzelt, G. (2020). Future of electrochemistry in light of history and the present conditions. *Journal of Solid State Electrochemistry*, 24, 2089-2092. doi:<https://doi.org/10.1007/s10008-020-04585-3>
- Johnston, S., Burton, E., Keene , A., Planer-Friedrich, B., Voegelin, A., Blackford, M., & Lumpkin , G. (2012). Arsenic mobilization and iron transformations during sulfidization of As(V)-bearing jarosite. *Chemical Geology*, 334, 9-24. doi:<https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2012.09.045>
- Kato, T., & Miúra, Y. (1977). The crystal structures of jarosite and svanbergite. *Mineralogical Journal*, 8(8), 419-430. doi:<https://doi.org/10.2465/minerj.8.419>
- Kay, P., Wendlandt, R., Williamson, D., & McGrew, R. (1996). Widespread use of natrojarosite as pigment by prehistoric Native American cultures of the Four

- Corners region, southwestern U.S.A. *Geological Society of America Ann. Meeting*, 28, 28-88.
- Keithley, J. (1999). Daniell Cell. Recuperado el 8 de Enero de 2025, de ISBN 978-0-7803-1193-0.
- Kelly, R. G., Shoesmith, D. W., Buchheit, R. G., & Scully, J. (2003). *Electrochemical Techniques in Corrosion Science and Engineering* (Primera ed.). New York: Marcel Dekker, Inc. Obtenido de ISBN: 0-8247-9917-8
- Kurzweil, P. (2010). Gaston Planté and his invention of the lead–acid battery—The genesis of the first practical rechargeable battery. *Journal of Power Sources*, 195(14), 4424-4434. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2009.12.126>
- Liu, J.-N., Zhao, C.-X., Wang, J., Ren, D., Li, B.-Q., & Zhang, Q. (2022). A brief history of zinc–air batteries: 140 years of epic adventures. *Energy & Environmental Science*, 11(15). doi:DOI:10.1039/D2EE02440C
- Marken, F., Neudeck, A., & Bond, A. (2009). Cyclic Voltammetry. En *Electroanalytical Methods* (págs. 57-62). Springer. doi:https://doi.org/10.1007/978-3-642-02915-8_4
- Mendoza-Huizar, L. H. (2024). Electrodeposition of palladium nanoparticles onto indium tin oxide glass electrode. A kinetical and morphological study and effect of the potential in the particle size. doi:DOI: 10.1007/s10008-024-06134-8
- Nesse, W. (2000). *Introduction to Mineralogy*. Oxford University Press .
- Olarte-Cárdena, D., Moreno-Aldana, L., & Delgado-Mejía, E. (2017). Synthesis of pure monetite by heterogeneous acid-base reaction. *Revista Colombiana de Química*, 46(1), 60-68.
doi:<https://doi.org/https://dx.doi.org/10.15446/rev.colomb.quim.v46n1.59760>
- Petrovic, S. (2021). Galvanic Cells. En *Electrochemistry Crash Course for Engineers* (págs. 77-83). SPRINGER.
- Potter, M. (1949). Dry battery characteristics and applications. *Journal of the British Institution of Radio Engineers*, 9(2), 61-72.
doi:<https://doi.org/10.1049/jbire.1949.0006>
- Raghav, S., Raghav, J., Yadav, P., & Kumar, D. (2020). Alkaline Batteries. *Scrivener Publishing LLC*, 15, 357-378. doi: <https://doi.org/10.1002/9781119714774.ch15>

- Reddy, M., Mauger, A., Julien, C., Paoletta, A., & Zaghib, K. (2020). Brief History of Early Lithium-Battery Development. *materials*, 13(8).
doi:<https://doi.org/10.3390/ma13081884>
- Rewitzer, C. (s.f.). *Jarosite crystals, Jaroso Ravine, Sierra Almagrera, Cuevas de Almanzora, Almería, Andalusia, Spain*. Recuperado el 15 de Enero de 2025, de <https://www.google.com/search?q=Jarosites+crystals&source=lnms&tbn=isch&>
- Reyes, I., Patiño, F., Rivera, I., Flores, M., Reyes, M., & Hernández, J. (2011). J. Braz. Chem. Soc. 22(12), 2260-2267.
- Rothstein, Y. (2011). *Spectroscopy of jarosite minerals, and implication for the mineralogy of Mars*.
- Salinas-Rodríguez, E., Cerecedo-Sáenz, E., Ramírez, M., Patiño-Cardona, F., & Pérez-Labra, M. (2012). Kinetics of Alkaline Decomposition and Cyaniding of Argentinian Rubidium Jarosite in NaOH Medium. *Metall Mater Trans*, 43, 1027-1033. doi:<https://doi.org/10.1007/s11663-012-9697-4>
- Sasaki, K., Tanaike, O., & Konno, H. (1998). DISTINCTION OF JAROSITE.GROUP COMPOUNDS BY RAMAN SPECTROSCOPY. *The Canadian Mineralogist*, 36, 1225-1235. Obtenido de <https://citeseerx.ist.psu.edu/document?repid=rep1&type=pdf&doi=e5cf5f9315382b7c8fee221701ef93f5a000263a>
- Schempp, C. (1923). Argento-jarosite, a New Silver Mineral. *American Journal of Science*, s5-6(31), 73-75. doi:<https://doi.org/10.2475/ajs.s5-6.31.73>
- Sears, & Zemansky. (2009). En *Física Universitaria con Física Moderna* (12 ed., Vol. 2, pág. 851).
- Serralde-Lealba, J. R., Cerecedo-Sáenz, E., Hernández-Ávila, J., Arenas-Flores, A., Veloz-Rodríguez, M. A., Gutiérrez-Amador, M., . . . Salinas-Rodríguez, E. (2022). Doped Potassium Jarosite: Synthesis, Characterization and Evaluation as Biomaterial for Its Application in Bone Tissue Engineering. *metals*, 12(1052). doi:<https://doi.org/10.3390/>
- Serralde-Lealba, J. (2023). *Tesis Doctoral; Síntesis de compuestos tipo jarosita para posibles aplicaciones en ingeniería tisular ósea*. Universidad Autónoma del

- Estado de Hidalgo. Obtenido de
<http://dgsa.uaeh.edu.mx:8080/jspui/bitstream/231104/3158/1/AT26741.pdf>
- Shukla, A. K., & Kumar, T. (2008). ECS Classics: Pillars of Modern Electrochemistry. *The Electrochemical Society Interface*, 17(3). doi:DOI 10.1149/2.F01083IF
- Smith, D., RobertS, A., Bayliss, P., & Liebau, F. (1998). A systematic approach to general and structure-type formulas for minerals and other inorganic phases. *American Mineralogist*, 83, 126-132. doi:<https://doi.org/10.2138/am-1998-1-212>
- Steintveit, G. (1965). *USA Patente nº US3434947A*.
- Taube, H. (1959). MECHANISMS OF REDOX REACTIONS OF SIMPLE CHEMISTRY. *Advances in Inorganic Chemistry and Radiochemistry*, 1, 1-53.
doi:[https://doi.org/10.1016/S0065-2792\(08\)60251-4](https://doi.org/10.1016/S0065-2792(08)60251-4)
- Ue, M., Ida, K., & Mori, S. (1994). Electrochemical Properties of Organic Liquid Electrolytes Based on Quaternary Onium Salts for Electrical Double-Layer Capacitors. *Journal of The Electrochemical Society*, 141(11), 2989-2996.
doi:10.1149/1.2059270
- Von-Handorf, D. (2002). The Baghdad Battery—Myth or Reality? *Plating and Surface Finishing*, 89(5), 84-87. doi:<https://www.nmfr.org/pdf/psf2002/050284.pdf>
- Wang, L., Li, J., Lu, G., Li, W., Tao, Q., Shi, C., . . . Wang, S. (2020). Fundamentals of electrolytes for solid-state batteries: challenges and perspectives. *Front. Mater*, 7:111. doi:doi:10.3389/fmats.2020.00111
- Xia , L., Yu, L., Hu, D., & Chen, G. (2017). Electrolytes for electrochemical energy storage. *Mater. Chem. Front.*, 1, 584-618. doi: 10.1039/C6QM00169F
- Xu, W., Xie, Z., Cui, X., Zhao, K., Zhang, L., Liqiang , M., & Wang, Y. (2016). Direct growth of an economic green energy storage material: a monocrystalline jarosite-KFe₃(SO₄)₂(OH)₆-nanoplates rGO hybrid as a superior lithium-ion battery cathode. *J. Mater. Chem.*, 4(10), 3735-3742. doi:DOI: 10.1039/c5ta10622b
- Ye, T., Li, L., & Zhang, Y. (2020). Recent Progress in Solid Electrolytes for Energy Storage Devices. *Advanced Functional Materials*, 30(29). doi:DOI: 10.1002/adfm.202000077

Yu, L., & Chen, G. (2016). High energy supercapattery with an ionic liquid solution of LiClO₄. *Faraday Discussions*, 190, 15-17.

doi:<https://doi.org/10.1039/C5FD00232J>

Zhao, R., Li, Y., & Chan, C. K. (2016). Synthesis of Jarosite and Vanadium Jarosite Analogues Using Microwave Hydrothermal Reaction and Evaluation of Composition-Dependent Electrochemical Properties. *J. Phys. Chem.*(120), 9702–9712. doi:DOI: 10.1021/acs.jpcc.6b03195