

SISTEMA ELECTRÓNICO BASADO EN TECNOLOGÍA PSoC® PARA LA CARACTERIZACIÓN ELECTROQUÍMICA DE MATERIALES MEDIANTE LA TÉCNICA DE VOLTAMETRÍA CÍCLICA

ELECTRONIC SYSTEM BASED ON PSoC® TECHNOLOGY FOR THE ELECTROCHEMICAL CHARACTERIZATION OF MATERIALS THROUGH THE TECHNIQUE OF CYCLIC VOLTAMMETRY

Ing. Katerine Yaneth Ballesteros López*, Ing. Kevin Fernando Navas Oyola*,
PhD. Álvaro Ángel Arrieta Álmario**, Ing Oscar Camilo Fuentes Amin*.

*Universidad Pontificia Bolivariana.

Grupo de investigación Desarrollo y Aplicación de Nuevos Materiales-DANM.

**Universidad de Sucre.

Departamento de Biología y Química; Facultad de Educación y Ciencias.

E-mail: inger.keit@hotmail.com, knavas@naver.com,

{alvaroangel.arrieta, oscar.fuentes.amin}@gmail.com

Resumen: En este artículo se muestra el desarrollo de un sistema electrónico basado en tecnología PSoC® para la caracterización electroquímica de materiales mediante la técnica de voltametría cíclica, dicho sistema lleva como nombre potencióstato. Este brinda la opción de escoger uno o más ciclos de trabajo, además variar su velocidad y la ventana de potencial. Esto gracias al entorno de diseño integrado (IDE) de la tecnología implementada, permitiendo el mayor rendimiento en el consumo de energía, teniendo como resultado un diseño electrónico de tamaño reducido, de bajo costo y alta portabilidad.

Palabras clave: Voltametría cíclica, potencióstato, PSoC®, procesamiento de señal.

Abstract: This paper shown the development of an Electronic system based on PSoC® technology for electrochemical characterization of materials through cyclic voltammetry technique, this system is well-known as the potentiostat. This device provides the option to choose one or more work cycles, besides vary its speed and the potential range. This is due to an integrated design environment (IDE) technology implemented, allowing the best performance in energy consumption, getting as a result an electronic space -saving design, of low cost and high portability.

Keywords: Cyclic voltammetry, potentiostat, PSoC®, signal processing.

1. INTRODUCCIÓN

Las técnicas para la caracterización electroquímica de materiales son utilizadas como herramienta de análisis en diferentes áreas del sector industrial, estas son capaces de clasificar y cuantificar parámetros fisicoquímicos de algunos materiales. Actualmente se reportan numerosos trabajos donde se utilizan estas técnicas para obtener información

de un determinado material y valorar su utilidad en diversas aplicaciones (Elouarzaki *et al.*, 2015) (Zu *et al.*, 2015) (Molenda *et al.*, 2015) (Abbaz *et al.*, 2014) (Taghdisi *et al.*, 2015) (He *et al.*, 2014) (Bueno-Vera *et al.*, 2015) (Deng *et al.*, 2015) (Xiang *et al.*, 2014) (Zhang *et al.*, 2014). Entre las diversas técnicas de caracterización electroquímica de materiales existe una llamada voltametría cíclica, donde se aplica a una sustancia un

potencial en forma de rampa y se registra la corriente a través de unos electrodos, teniendo como resultado una gráfica de corriente en función de voltaje llamada voltamograma (Atkins y de Paula, 2008) (Flores *et al.*, 1995). El instrumento encargado de aplicar esta técnica se llama potencioestado, este se emplea rutinariamente en el estudio de los sistemas electroquímicos y en particular forma el componente instrumental de los sensores químicos y biológicos (Steinberg *et al.*, 2004) (Kellner *et al.*, 2015). Gracias a la tecnología PSoC[®] y a el entorno de diseño integrado PSoC[®] Creator[™] fue posible desarrollar un potencioestado dentro de un chip, debido a que este contiene bloques análogos (condensadores de conmutación, amplificadores, comparadores, etc.) y digitales (temporizadores, contadores, PWMs, etc.) programables en su interior, permitiendo la máxima integración posible para obtener mayor rendimiento con menor consumo de energía. (Huang *et al.*, 2007) (Rodgers *et al.*, 1982).

Dada la necesidad presente en algunos sectores de hacer una valoración in situ, muchas veces es preciso particularizar muestras químicas y biológicas desde el lugar de origen, para no alterar valores vitales o volátiles al momento de hacer mediciones y desplazarse a un laboratorio, es necesaria la implementación de la tecnología PSoC, ya que es un sistema de alta portabilidad y es utilizada para el desarrollo de aplicaciones y el procesamiento de señales en el área de las ingenierías, principalmente en la electrónica digital y analoga, para la cual se utilizó la tarjeta FreeSoC2 SparkFun PSoC5LP. Esta tarjeta puede conseguir aplicaciones de gran procesamiento de datos, debido a que ya que es un sistema incorporado en un chip.

El propósito de este trabajo es brindar la facilidad de obtener información de forma inmediata sobre las reacciones químicas asociadas a los procesos de transferencia electrónica mediante un diseño electrónico de tamaño reducido, de bajo costo y alta portabilidad, en el que sea posible la variación de los ciclos de trabajo y ventana de potencial de una sustancia en estudio.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

Para definir correctamente las etapas de diseño del sistema electrónico basado en tecnología PSoC[®], es necesario tener en cuenta que dicho dispositivo cuenta con una parte analógica y otra digital, que consta de varias etapas donde la primera es el

hardware que compone todo el sistema y la segunda es el procesamiento de datos que se realiza tanto en la tarjeta de desarrollo PSoC como en el ordenador, obteniendo así una gráfica en representación de la corriente con respecto al voltaje. Ver Fig. 1.

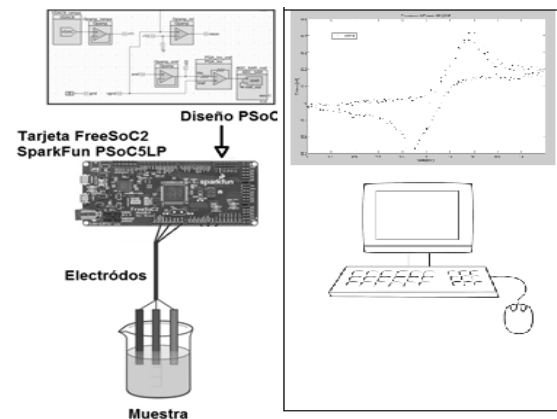


Fig. 1. Diagrama general del sistema.

En el desarrollo del sistema electrónico es preciso utilizar una fuente de alimentación y circuito de tensión del sistema. Teniendo en cuenta que este sistema de adquisición de señales está basado en amplificadores operacionales, es necesario que la fuente de alimentación sea simétrica, es decir, un potencial negativo y uno positivo de igual magnitud que se encuentren referenciados a un punto común. Sin embargo el PSoC[®], al igual que el resto de microcontroladores trabaja en un rango de voltaje positivo, en este caso de 0V a 4.08V, por lo que se debe establecer un punto de potencial intermedio (Tierra Virtual) que sirva de referencia al sistema de medidas, ver figura 2.

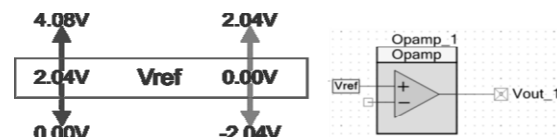


Fig. 2. Fuente simétrica para adquisición de señales.

Para la generación de la rampa de potencial, se utilizó como componente principal un DAC de 12 bits, el cual es capaz de generar potenciales correspondientes a los valores enteros entre 0 a 4080, ver figura 2.

El componente DVDAC como se puede observar en la figura 3.a, provee un puerto de salida. Este puede conectarse a un pin físico localizado sobre la tarjeta FreeSoC2 SparkFun PSoC5LP donde se podrán observar los voltajes generados.

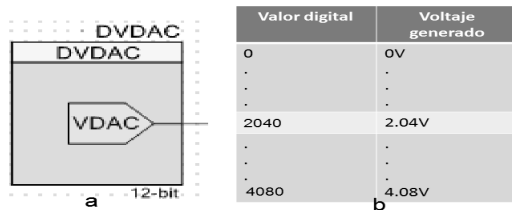


Fig. 3. a) Conversor Digital-Análogo de 12 bits del PSoC®, b) tabla de valores hexadecimales a voltaje [Fuente personal].

3. RESULTADOS

Para la extracción de información se utilizó una herramienta de software matemático que permite el procesamiento de datos, donde fue posible graficar mediante su comando básico.

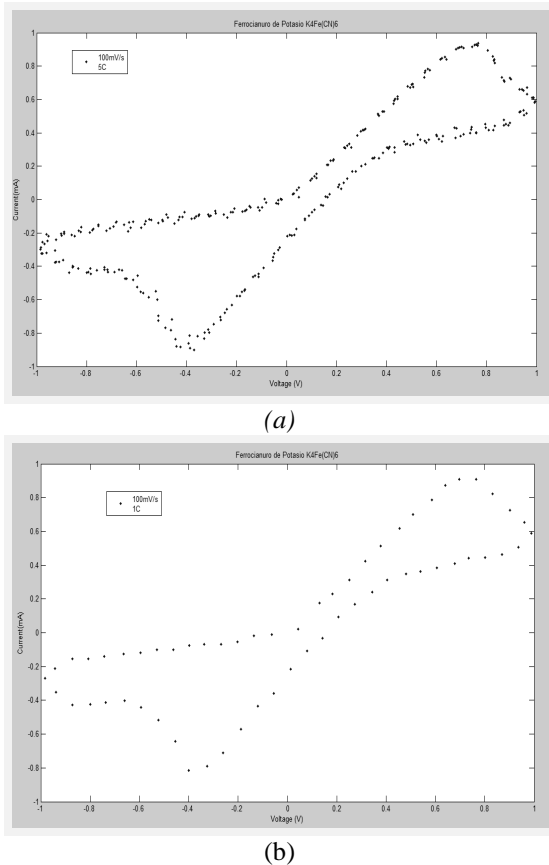


Fig. 5. a) Voltamograma de Ferrocianuro de potasio ($K_4Fe(CN)_6$), utilizando un electrodo de carbono con una velocidad de 100mV/s y 5 ciclos de trabajo con una ventana de potencial de (-1.1)V. b) Voltamograma de Ferrocianuro de potasio ($K_4Fe(CN)_6$), utilizando un electrodo de carbono con una velocidad de 100mV/s y 5 ciclos de trabajo con una ventana de potencial de (-1.1)V.

Los valores obtenidos del sistema electrónico desarrollado según el estudio realizado con el Ferrocianuro de Potasio ($K_4Fe(CN)_6$) fueron exportados a este software, donde se obtuvieron una serie de valores de corriente y voltaje que se traduce al momento de graficar como: gráfica en el eje X el índice del componente del vector (Voltaje), y en el eje Y (Corriente) como se muestra en las fig. 5, 6 y 7.

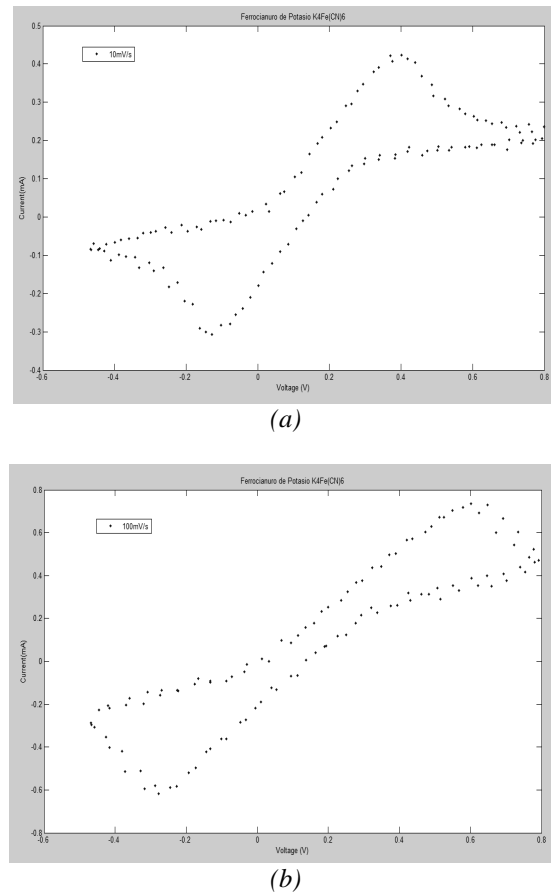
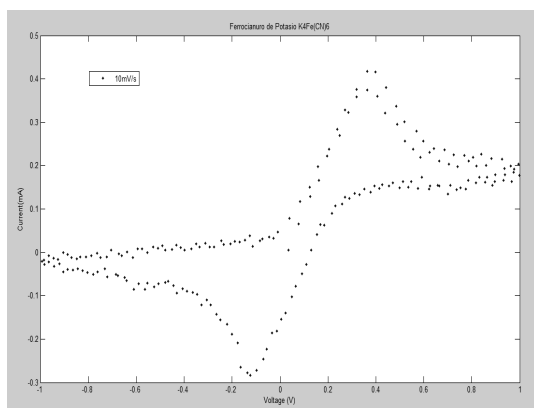
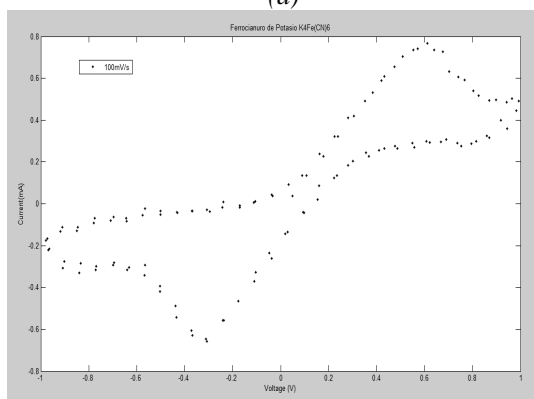


Fig. 6. a) Voltamograma de Ferrocianuro de potasio ($K_4Fe(CN)_6$), utilizando un electrodo de carbono con una velocidad de 10mV/s y una ventana de potencial de (-0.6,0.8)V. b) Voltamograma de Ferrocianuro de potasio ($K_4Fe(CN)_6$), utilizando un electrodo de carbono con una velocidad de 100mV/s y una ventana de potencial de (-0.6,0.8)V.



(a)



(b)

Fig. 7. a) Voltamograma de Ferrocianuro de potasio ($K_4Fe(CN)_6$), utilizando un electrodo de carbono con una velocidad de 10mV/s, 3 ciclos de trabajo y ventana de potencial de (-1,1)V.

b) Voltamograma de Ferrocianuro de potasio ($K_4Fe(CN)_6$), utilizando un electrodo de carbono con una velocidad de 100mV/s, 2 ciclos de trabajo y ventana de potencial de (-1,1)V.

5. CONCLUSIONES

Como resultado del trabajo presentado, es posible concluir que el sistema desarrollado es capaz de caracterizar electroquímicamente materiales mediante la técnica de voltametría cíclica. Se muestra el ejemplo en las figuras 5, 6 y 7, donde el comportamiento de la gráfica varía según la ventana de potencial aplicada, el número de ciclos de trabajo seleccionados y una determinada velocidad. Esto gracias a la tecnología PSoC®, ya que comprende una matriz configurable de funciones analógicas sutiles con otra de funciones digitales, proveyendo al sistema de la capacidad de asignar cualquier función a cualquier terminal del circuito integrado, lo que confiere una gran versatilidad al dispositivo.

RECONOCIMIENTO

Los autores agradecen el soporte económico brindado por el Departamento Administrativo de Ciencia, Tecnología e Innovación-Colciencias y la Universidad Pontificia Bolivariana-Montería.

REFERENCIAS

- Elouarzaki, K., Mandoc, L. P., Gorgy, K., Holzinger, M., Amarandei, C., Ungureanu, E. y Cosnier, S. (2015). "Synthesis and electrochemical characterization of original "TEMPO" functionalized multiwall carbon nanotube materials: Application to iron (II) detection". *Electrochemistry Communications*, Vol. 60.
- Zu, L., Cui, X., Jiang, Y., Hu, Z., Lian, H., Liu, Y., Jin, Y., Li, Y. y Wang X. (2015). "Preparation and Electrochemical Characterization of Mesoporous Polyaniline-Silica Nanocomposites as an Electrode Material for Pseudocapacitors". *Materials*, Vol. 8.
- Molenda, M., Bakierska, M., Majda, D., Hu, Z., Lian, H., Liu, Y., Jin, Y., Li, Y. y Wang X. (2015). "Structural and electrochemical characterization of sulphur-doped lithium manganese spinel cathode materials for lithium ion batteries". *Solid State Ionics*, Vol. 272.
- Abbaz, T., Bendjeddou, A., Gouasmia, A., Villemin, D. y Shirahata T. (2014). "New Unsymmetrically Benzene-Fused Bis (Tetrathiafulvalene): Synthesis, Characterization, Electrochemical Properties and Electrical Conductivity of Theirs Materials". *International Journal of Molecular Sciences*, Vol. 15.
- Taghdisi, S.M., Danesh, N.M., Emrani, A.S., Ramezani, M. y Abnous, K., (2015). "A novel electrochemical aptasensor based on single-walled carbon nanotubes, gold electrode and complimentary strand of aptamer for ultrasensitive detection of cocaine". *Biosensor and Bioelectronics*, Vol. 73.
- He, J., Wang, H., Gu, C., Liu, S. (2014). "Characterization and electrochemical performances of MoO_2 modified $LiFePO_4/C$ cathode materials synthesized by in situ synthesis method". *Journal of alloys and Compounds*, Vol. 604.
- Bueno-Vera, J. A., Torres-Zapata, I., Sundaram, P. A., Difffoot-Carlo, N. y Vega-Olivencia, C. A. (2015). "Electrochemical characterization of MC3T3-E1 cells cultured on $TiAl$ and $Ti-6Al-4V$ alloys". *Bioelectrochemistry*, Vol. 106.

- Deng, Q., Wang, L. y Li, J. (2015). "Electrochemical characterization of $\text{Co}_3\text{O}_4/\text{MCNTs}$ composite anode materials for sodium-ion batteries". *Journal of Materials Science*, Vol. 50.
- Xiang, Y., Yin, Z. y Li, X. (2014). "Structural and electrochemical characterization of $\text{Li}_{1.2}\text{Ni}_x\text{Co}_x\text{Mn}_{0.8-2x}\text{O}_2$ ($x=0.128, 0.16, \text{ and } 0.2$) as cathode materials for lithium-ion batteries". *Ionics*, Vol. 20.
- Zhang, H., Suresh, A., Carter, C. B. y Wilhite, B. A. (2014). "Materials synthesis, electrochemical characterization and oxygen permeation properties of Fe-doped BaZrO_3 ". *Ionics*, Vol. 266.
- Atkins, P. y de Paula, J. (2008). *Química Física*, Médica Panamericana, Octava edición, Buenos aires.
- Flores, B. E. (1995). "Voltametría Cíclica: la Espectroscopia Electroquímica, Parte I". *Revista de Química*, Vol. 9, No. 2.
- Steinberg, M. D. y Lowe, C. R. (2004). "A micropower amperometric potentiostat". *Sensors and Actuators B: Chemical*, Vol. 97.
- Kellner, K., Posniecek, T., Jörg, E., Zuser, K. y Brandl, M. (2015). "A New, Low-cost Potentiostat for Environmental Measurements with an Easy-to-use PC Interface". *Procedia Engineering*, Vol. 120.
- Huang, C. Y., Syu, M. J., Chang, Y. S., Chang, C. H., Chou, T. C. y Liu, B. D. (2007). "A portable potentiostat for the bilirubin-specific sensor prepared from molecular imprinting". *Biosensors and Bioelectronics*, Vol. 22.
- Rodgers, T. J. (1982) PSoC[®] Creator[™]. Silicon Valley, California, Estados Unidos. <http://www.cypress.com/products/psoc-creator>