

## Estudio experimental de la producción de hidrógeno en una celda electrolítica alcalina

Francisco A. Jiménez Becerra <sup>1, \*</sup> Francisco Oviedo Tolentino <sup>2</sup>, Marcos Loredó Tovias <sup>3</sup>, Miguel A. Gallegos Guerrero <sup>4</sup>, Raúl I. Hernández Molinar <sup>5</sup>

<sup>1</sup> Laboratorio de Termodinámica, Área Mecánica Eléctrica, Facultad de ingeniería, Universidad Autónoma de San Luis Potosí, S. L. P., México.

<sup>2</sup> Laboratorio de Termodinámica, Área Mecánica Eléctrica, Facultad de ingeniería, Universidad Autónoma de San Luis Potosí, S. L. P., México.

<sup>3</sup> Laboratorio de Análisis de Agua y Suelo, Área Ciencias de La Tierra, Facultad de Ingeniería, Universidad Autónoma de San Luis Potosí, SLP., México.

<sup>4</sup> Laboratorio de Electrotecnia, Área Mecánica y Eléctrica, Facultad de Ingeniería, Universidad Autónoma de San Luis Potosí, S.L.P., México.

<sup>5</sup> Laboratorio de Innovación y Generación de Conocimiento, Facultad de Ingeniería, Universidad Autónoma de San Luis Potosí, S.L.P., México.

\* Autor de correspondencia: 140353upslp@gmail.com; Tel.: +52 444 158 1199

**Desarrollo Sustentable** (Optimización de procesos energéticos).

**Resumen:** En este trabajo se analizó experimentalmente la producción de hidrógeno utilizando la electrólisis del agua alcalina, mediante el uso de electrodos de grafito. El proceso electrolítico fue llevado a cabo mediante una solución de NaOH energizada con electrodos de grafito con niveles de 6, 9, 12 y 15 volts. La celda experimental se diseñó para alimentar la energía eléctrica bajo una condición operativa constante ó frecuenciada. La producción de hidrógeno y oxígeno fueron evaluados utilizando embudos de separación graduados. Por lo tanto, la producción de hidrógeno es reportada en este documento como función de los parámetros eléctricos (voltaje y frecuencia) y la concentración del electrolito. La adquisición de los datos se logró mediante la programación de una tarjeta DAQ marca National Instruments programada en el entorno LabVIEW. Los resultados indicaron que la producción de hidrógeno es dependiente del voltaje, frecuencia y concentración del electrolito. El voltaje registró una respuesta prácticamente lineal con respecto a la producción de hidrógeno. Por su parte, la frecuencia mostró dos tipos de comportamiento, en el rango de 0 a 1 Hz la frecuencia registró influencia sobre la producción de hidrógeno, y al rebasar 1 Hz, la frecuencia no registró efecto sobre la producción de hidrógeno. En el caso de la molaridad (mol/L) se observó que la producción de hidrógeno va disminuyendo a medida que ésta se incrementa. Los resultados revelaron un máximo local, en la producción de hidrógeno, en 0.25 M de NaOH para voltaje no frecuenciado, en los niveles de 6 y 12 volts. De acuerdo a la respuesta energética obtenida, se puede concluir la existencia de una concentración crítica 0.25 M de NaOH, en donde el comportamiento eléctrico fue más efectivo y por lo mismo es necesario profundizar el estudio en la vecindad de dicho valor.

**Palabras clave:** Electrólisis, Producción de hidrógeno, Celda electrolítica.

## Experimental study of hydrogen production in an alkaline electrolytic cell

**Abstract:** In this work, hydrogen production was experimentally analyzed by electrolysis of alkaline water, using graphite electrodes. The electrolytic process was carried out using a NaOH solution energized with graphite electrodes with levels of 6, 9, 12 and 15 volts. The experimental cell was designed to supply electrical energy under a constant operating condition or frequenciaded. Hydrogen and oxygen production were evaluated through the use of graduated separation vessels. Therefore, hydrogen production is reported in this document as a function of the electrical parameters (voltage and frequency) and electrolyte concentration. Data acquisition was achieved by programming a National Instruments DAQ card under a LabVIEW environment. The results indicated that hydrogen production is dependent on the voltage, frequency and concentration of the electrolyte. The voltage registered a practically linear response with respect to hydrogen production. It is important to mention, the frequency showed two types of behavior, in the range from 0 to 1 Hz the frequency had an effect on hydrogen production and above 1 Hz, the frequency had no effect on hydrogen production. In the case of molarity (mol/L), hydrogen production is decreasing as the molarity is increased. to is lost as it increases. The results revealed a local maximum on the hydrogen production, in 0.25 M NaOH for non-frequenciaded voltage at the 6 and 12 voltage levels. According to the obtained energy response, it is possible to conclude the existence of a critical concentration 0.25 M of NaOH where the electrical behavior was more effective and therefore it is necessary further research around the frontiers for this value.

**Keywords:** Electrolysis, Hydrogen production, Electrolytic cell.

### Introducción

El sistema energético mundial debe sufrir una profunda transformación sin precedentes para alcanzar los objetivos del Acuerdo de París. La energía es una necesidad para el desarrollo económico y social del mundo, en la actualidad aproximadamente el 65% de la demanda mundial de energía se satisface con combustibles fósiles no renovables que provocan con sus emisiones el calentamiento global y daños a la salud y al ambiente (Khan et al., 2018). Para satisfacer

la creciente demanda mundial de energía y, al mismo tiempo, reducir las emisiones de gases de efecto invernadero y la dependencia de los combustibles fósiles, el desarrollo de fuentes de energía sostenibles es esencial. En este contexto, la electricidad con bajas emisiones de carbono procedente de energías renovables puede convertirse en el portador de energía preferido. La proporción de electricidad renovable en toda la energía consumida por los usuarios finales en todo el mundo debería aumentar al 40% en 2050 (desde aproximadamente el 4% en 2015) para lograr el mundo energético descarbonizado previsto por el acuerdo (Pursiheimo et al., 2019). El hidrógeno ( $H_2$ ) ha sido considerado como una fuente de energía ideal, es un combustible limpio que podría proporcionar incentivos energéticos y reducir los impactos ambientales, se muestra prometedor como portador de energía debido a su alta densidad energética para contribuir a la reducción de emisiones de sectores que han sido difíciles de descarbonizar, como la industria y el transporte. Al mismo tiempo, la producción flexible de  $H_2$  a través de la electrólisis también puede respaldar la integración rentable de altos porcentajes de energía renovable en el sistema eléctrico (Bødal et al., 2020). La electricidad renovable se puede utilizar para producir hidrógeno a través de la electrólisis del agua, un proceso bien conocido que divide el agua acidificada o alcalinizada en  $H_2$  y  $O_2$  ultrapuros (hasta un 99.998%) (Bertuccioli et al., 2014). Dicho  $H_2$  electrolítico se puede utilizar posteriormente como materia prima química y limpia, en sectores que de otro modo serían difíciles de descarbonizar mediante la electrificación. Estos últimos incluyen tanto la propia industria química como las nuevas aplicaciones en el sector del transporte (Gahleitner, 2013). La electrólisis del agua representa una tecnología alternativa, que actualmente proporciona el 4% del suministro mundial de hidrógeno (Grimm et al., 2020).

Aunque la electrólisis del agua ya es una tecnología de producción de  $H_2$  bien establecida desde hace casi un siglo (Zeng & Zhang, 2010), su implementación a gran escala para la producción de  $H_2$  verde se ha visto obstaculizada principalmente por cuestiones de costos. En una revisión reciente, el costo de producción del hidrógeno a partir de la electrólisis se extrajo de una gran cantidad de datos de bibliografía, lo que resultó en un rango muy amplio de valores de costos, que van desde aproximadamente 2 €/kg al utilizar el método industrial de reformado de metano con vapor SMR por sus siglas en inglés a 20 €/kg cuando se produce de manera experimental mediante electrólisis tradicional (Maggio et al., 2019). El Departamento de Energía de USA (U.S. DOE por sus siglas en inglés) ha establecido una meta de costo para el hidrógeno de \$2,00 a \$3.00  $kg^{-1}$ ; incluida la producción, la entrega y la distribución (Milliken, 2007). Este es el nivel en el que el departamento de energía de USA estima que el hidrógeno será competitivo en costos con los combustibles derivados del petróleo (Turner et al., 2008). Proporcionar una energía asequible, confiable y ambientalmente sostenible a la población mundial representa un desafío importante para la primera mitad de este siglo y más allá. Se prevé que la población mundial aumente a 8,9 mil millones de personas para 2050, y se prevé que el consumo mundial de energía primaria aumente en un 77% a 837 quads durante el mismo período de tiempo. Solo en Estados Unidos, se espera que el consumo de energía aumente de 102 a casi 200 quads entre ahora y 2050 (Turner et al., 2008).

La concientización de la sociedad para utilizar productos con baja huella ecológica demanda cada vez más el empleo de fuentes de energía sustentables. Por esta razón se utilizan con mayor frecuencia en viviendas y pequeños negocios sistemas de suministro energético ecológicos como son los paneles solares. En México el proveedor gubernamental de energía eléctrica la CFE, permite realizar la interconexión del sistema de paneles solares con la red que ellos proporcionan. Lo que le proporciona al usuario la capacidad de usar la energía proveniente de CFE solamente cuando los paneles solares no cubren la totalidad del consumo del usuario, lo cual representa una disminución importante en su recibo de energía. Por otra parte, si la producción de energía de los paneles sobrepasa el consumo, se tienen dos opciones: una es reinyectar la energía a la red, generando una disminución en el recibo de pago, la otra consiste en almacenar esta energía para reutilizarla cuando sea necesaria.

El uso de electricidad renovable para electrolizar el agua para la producción de hidrógeno ( $H_2$ ) es el método de generación de energía más convincente, entre las diferentes tecnologías de energía electroquímicas disponibles. Consecuentemente, el desarrollo de tecnologías de electrólisis de agua para la producción de  $H_2$  es de gran urgencia e importancia (Khan et al., 2018). La reacción electroquímica de separación del agua consta de dos reacciones principales, la reacción de desprendimiento de hidrógeno (HER, por sus siglas en inglés) en el cátodo y la reacción de desprendimiento de oxígeno (OER, por sus siglas en inglés) en el ánodo (Zhou et al., 2020). Para maximizar la eficiencia energética de la producción de hidrógeno, los electrodos, deben trabajar a un sobrepotencial bajo y condiciones de estabilidad por tiempos prolongados (de Simón Martín et al., 2021). Por lo tanto, se desean electrodos eficientes con características estructurales óptimas para generar una cantidad adecuada de  $H_2$ . Los sistemas de electrólisis se

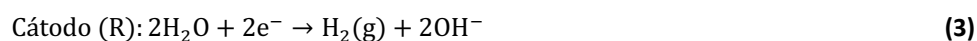
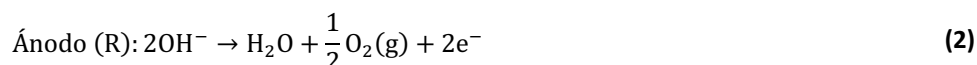
clasifican en función de su electrolito. En el presente trabajo se utilizará la electrólisis de agua alcalina (AWE, por sus siglas en inglés) debido a que constituye la tecnología más robusta, económica y extendida en la actualidad a bajas temperaturas (4-90°C) (de Simón Martín et al., 2021).

El hidrógeno se considera a menudo el mejor medio para almacenar energía procedente de fuentes de energía renovable. Por lo tanto, el procedimiento que proponemos en esta investigación es la transformación de la energía eléctrica en energía química mediante la electrólisis del agua. En la investigación se busca también una reducción del potencial de celda para reducir el consumo energético y operar con mayor eficiencia (Coughlin y Farooque, 1979), lo que se denomina electrólisis asistida por carbono, produciendo moléculas diatómicas de los gases hidrógeno (H<sub>2</sub>) y oxígeno (O<sub>2</sub>). Los parámetros eléctricos registrados para evaluar el desempeño energético de la celda son el voltaje, frecuencia y concentración del electrolito y electrodos de grafito de bajo costo. De acuerdo a los resultados obtenidos el fenómeno de disociación de la molécula de agua presenta ventajas energéticas en concentraciones del orden de 0.2 a 0.3 molar. Interesantemente se observó que la configuración aquí propuesta incrementa en un orden de magnitud la producción de hidrógeno comparada con los resultados reportados. El incremento se obtiene debido que se presenta una menor interferencia al campo eléctrico durante el fenómeno, mediante el uso de los conos de captación de los gases.

### Electrólisis

La electrólisis es la generación de reacciones químicas de reducción-oxidación, es decir, la transferencia de electrones que ocurren entre un agente reductor y un oxidante, por medio del paso de electricidad a través de los electrolitos para separar agua en sus componentes primordiales: hidrógeno y oxígeno (Kotz et al., 2006).

El estudio de electrólisis se remonta al año 1800 mediante los estudios de William Nicholson y Anthony Carlisle quienes la definieron como el proceso químico por medio del cual una sustancia o un cuerpo inmersos en una disolución se descomponen por la acción de una corriente eléctrica continua. Desde el punto de vista energético (producción de energía eléctrica) la separación de los elementos que conforman el agua se lleva a cabo mediante el suministro de trabajo eléctrico en corriente continua. Una ventaja de la corriente continua sobre la alterna, en la producción de hidrógeno, radica en el confinamiento independiente de los elementos que conforman el agua. El almacenamiento independiente entre hidrógeno y oxígeno es equivalente a la disponibilidad de energía eléctrica mediante el uso de pilas de hidrógeno. La evaluación energética en la disociación de los elementos en el agua es de vital importancia bajo el concepto de almacenamiento de energía. La energía, en forma de trabajo eléctrico, necesaria para romper los enlaces de la molécula del agua, se puede representar en las reacciones químicas (Ecuaciones 2 y 3) que se llevan a cabo en el ánodo y cátodo. La reacción general se muestra en la Ecuación 1.



En la Figura 1 se muestra el esquema de la celda de electrólisis que se utilizó en este estudio; se observa la generación de oxígeno e hidrógeno correspondientes a las sub-reacciones que se describen en la Ecuación 2 y Ecuación 3.

La configuración de la celda mostrada en la Figura 1 se le llama gap cell. Se eligió este tipo de celda debido a que es adecuada para la producción de hidrógeno y oxígeno a nivel experimental y por ser de fácil construcción (Godula-Jopek, 2015).

La gap cell consta de dos electrodos; el ánodo conectado a la terminal positiva y el cátodo conectado a la terminal negativa de una fuente de alimentación de corriente directa (cd). Estos electrodos se sumergen en un electrolito líquido, colocados uno al lado del otro, separados a una distancia fija. La activación de la fuente de alimentación de cd causa que se genere una diferencia de potencial entre los electrodos y éste a su vez en una corriente eléctrica, que fluye a través del electrolito descomponiendo la molécula del agua como lo muestra la Ecuación 1.

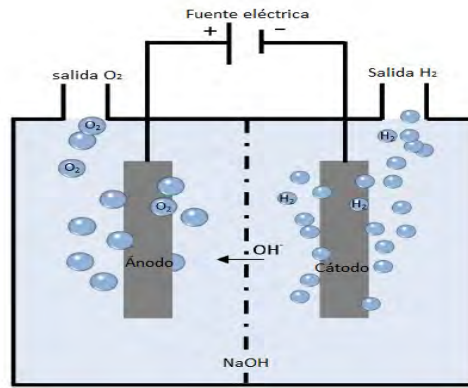


Figura 1. Esquema celda de electrólisis

### Termodinámica de la electrólisis

La relación entre masa disociada y energía eléctrica suministrada se establece mediante las leyes de Faraday de la electrólisis, Ecuación 4. El trabajo eléctrico mínimo para la disociación de la molécula del agua se obtiene bajo la consideración de un proceso reversible. Por otro lado, el trabajo eléctrico es el producto entre la carga eléctrica y el potencial eléctrico. En la Ecuación 5 se relaciona la función de Gibbs con el trabajo eléctrico. Por lo tanto, el potencial eléctrico mínimo para la disociación de la molécula del agua puede ser determinado por la Ecuación 5.

$$m = \frac{Q \cdot M}{F \cdot Z} \quad (4)$$

$$\Delta G = Z \cdot F \cdot E_{\text{rev}} \quad (5)$$

En condiciones de referencia (298 K y 1 atm) se obtiene el potencial eléctrico mínimo 1.23 V. Donde  $z = 2$ ,  $F$  es la constante de Faraday e igual a 96485 C/mol y la función de Gibbs en estado líquido es 237.22 kJ/mol. El potencial eléctrico mínimo es usado como referencia para determinar una eficiencia de producción de hidrógeno mediante la Ecuación 6. El potencial eléctrico suministrado a la celda electrolítica ( $E_{\text{Cell}}$ ) es registrado mediante el sistema de adquisición de datos. La definición de eficiencia termodinámica indica que ésta disminuye a medida que se incrementa el potencial eléctrico.

$$\eta = \frac{E_{\text{rev}}}{E_{\text{cell}}} \quad (6)$$

Debido a que la eficiencia termodinámica nos indica producir el hidrógeno con potenciales eléctricos lo más próximos al potencial eléctrico reversible, no es considerada como parámetro de estudio para evaluar el comportamiento de los parámetros eléctricos sobre la producción de hidrógeno. Un parámetro de desempeño que se puede definir es la energía producida (producto entre el poder calorífico inferior y la masa de hidrógeno) entre la energía eléctrica suministrada, Ecuación 7.

$$\eta_{\text{Electrica}} = \frac{\text{LHV del H}_2 \text{ Producido}}{\text{Electricidad usada}} \quad (7)$$

Otra definición para evaluar la producción de hidrógeno es la eficiencia de Faraday, la cual relaciona hidrógeno producido en el experimento con el máximo teórico que es posible generar como lo muestra la Ecuación 8.

$$\eta_{\text{Faraday}} = \frac{V_{\text{H}_2} (\text{Producido})}{V_{\text{H}_2} (\text{Teórico})} \quad (8)$$

La eficiencia de Faraday relaciona el volumen de hidrógeno producido en la celda experimental y el volumen de hidrógeno teórico producido que corresponde al flujo eléctrico durante el tiempo de la prueba. El volumen de la celda

electrolítica se mide mediante unos embudos de separación graduados, mientras que el volumen teórico se obtiene mediante la Ecuación 9.

$$V_{H_2} (\text{Teórico}) = \frac{I \cdot t \cdot f \cdot R \cdot T}{2 \cdot F \cdot P} \quad (9)$$

Donde  $I$  representa la corriente promedio,  $t$  es el tiempo experimental,  $R$  es la constante particular del hidrógeno,  $T$  es la temperatura del medio,  $P$  es la presión a la que se encuentra el hidrógeno en los tubos de separación,  $f$  representa el porcentaje de intermitencia y  $F$  la constante de Faraday. El volumen de hidrogeno es dependiente de la temperatura. En el diseño de experimentos la temperatura es una variable no controlable. Por lo tanto, existen oscilaciones en la eficiencia de Faraday que dificultan llegar a conclusiones para la definición de las condiciones eléctricas y de concentración optimas.

## Materiales y Métodos

### Modelo experimental

El modelo experimental (Figura 2) utilizado considera una cuba contenedora del electrolito, la cual tiene una configuración geométrica de 350 mm de largo x 200 mm de ancho x 330 mm de profundidad. Las paredes se fabricaron con vidrio de 5 mm de espesor y se aplicó un refuerzo angular en los contornos de la celda con fines de seguridad en la contención del electrolito. Dentro del recipiente se colocó un sistema de sujeción en acrílico de 9 mm de espesor para fijar y separar los electrodos sin que existan reacciones químicas adicionales a la provocada. La separación de los gases se llevó a cabo mediante embudos de separación cilíndricos fabricados en vidrio bajo la norma ASTM E-1096. La capacidad de los embudos de separación es de 250 mL para el hidrógeno y 125 mL para el oxígeno, la separación de graduación es 5 mL y de 1 mL respectivamente. Los embudos guía son utilizados para confinar y dirigir los gases producidos evitando en la medida de lo posible interferir con el campo eléctrico formado. Es importante mencionar que la velocidad de producción de hidrógeno es función de la configuración adoptada para el confinamiento de los gases.

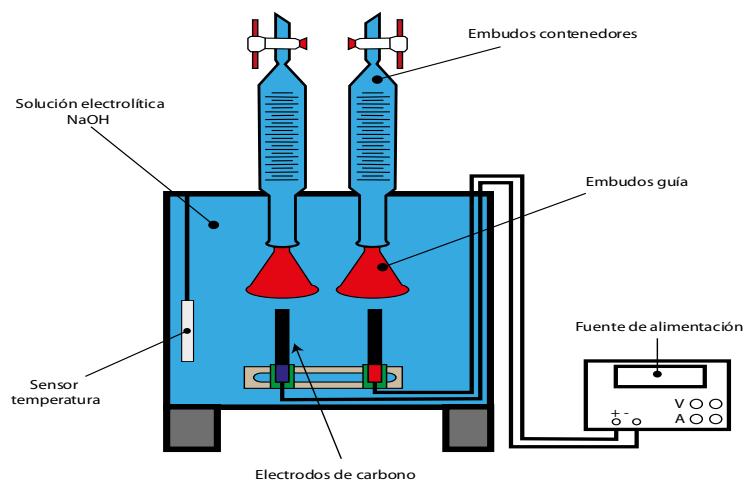


Figura 2. Configuración de la celda electrolítica

El sistema de sujeción consideró el empleo de pinzas plásticas montadas sobre una corredera de acrílico, esto permitió ajustar la distancia de separación de los electrodos. En la parte exterior del recipiente de vidrio se colocaron los embudos de separación cilíndricos, los cuales fueron acoplados por medio de una manguera a embudos de plástico. De esta manera se recolectaron los gases y se obtiene la medición de manera directa utilizando la graduación de los embudos de separación de vidrio.

### Electrodos

En la selección de los *electrodos* se consideraron ventajas económicas y químicas, las cuales están documentadas en la investigación de Yuvaraj et al. (2014); se utilizaron barras de grafito en ambos electrodos, cuyas dimensiones son de 10

mm de diámetro x 100 mm de longitud. Los electrodos pueden ser fácilmente adquiridos en el mercado con purezas del 99.9% y son muy adecuadas para la experimentación, Figura 3.



Figura 3. Electrodos de grafito

### Electrólito

El electrolito es del tipo alcalino, hidróxido de sodio NaOH con norma USP de grado farmacéutico con una pureza del 95-100%. La solución electrolítica para nuestros experimentos es una mezcla de 22.0 L. de agua destilada y la sal NaOH a distintas concentraciones. La concentración del electrolito es la variable que se regula y está relacionada con la conductividad eléctrica.

La relación de la conductividad eléctrica de la solución con respecto a concentración es necesaria para la experimentación. Por lo tanto, se realizaron 8 diferentes muestras de 100 mL de agua destilada con diferente cantidad de NaOH como se muestra en la Tabla 1. La conductividad eléctrica como función de la concentración fue evaluada mediante un conductímetro Thermo Scientific Orion Star y se llevaron a cabo 7 mediciones por cada muestra para garantizar la repetibilidad.

Tabla 1: Concentraciones de NaOH

Concentración Mol/L	Gramos de NaOH g
0.0	0.0
0.125	0.50
0.250	1.00
0.375	1.50
0.500	2.00
0.625	2.50
0.750	3.00
0.875	3.50

### Sistema de adquisición de datos

El experimento se dividió en dos fases, la experimentación con voltaje no frecuenciado y experimentación con voltaje frecuenciado. El control de la celda se realizó mediante un arreglo de PLC, interruptores y contactores. Como medida de seguridad eléctrica se colocó una pastilla termomagnética y un botón de paro de emergencia. La señal de corriente directa en modo no frecuenciado se obtuvo alimentando los electrodos directamente de la salida de la fuente de alimentación. Por otra parte, la señal de voltaje frecuenciado se generó mediante la modulación por ancho de pulsos (PWM) con un ciclo de trabajo al 50% acoplado a un transistor Mosfet resultando una señal como se muestra en la Figura 4.



Figura 4: Señal de voltaje rectangular con 50% de ciclo de trabajo

Para la medición de las señales eléctricas se utilizó un divisor de voltaje con una relación de salida de 1/5 de la señal de entrada y una resistencia shunt capaz de medir hasta 20 A con salida a 50 mV, ambas señales describieron una distribución lineal. En el caso de la resistencia se acoplo a un amplificador instrumental AD620, las señales se calibraron con un multímetro de precisión y de esta manera se aseguró la confiabilidad y representatividad de las señales de los detectadas por los sensores.

La energía consumida para disociar la molécula del agua se encuentra relacionada con la temperatura del electrolito. Por lo tanto, se utilizó un sensor DTH11 y un sensor sumergible Ds18B20 para el registro de la temperatura en la disolución alcalina.

En ambos modos de operación los datos recopilados por los sensores de voltaje, corriente y temperatura se envían a una tarjeta de adquisición de datos (DAQ). Es importante destacar que, la utilización de este sistema de adquisición representa una innovación reciente. El sistema DAQ está estrechamente conectado y sincronizado con un sistema de control en tiempo real, con el entorno físico de los diversos elementos que conforman el experimento.

Mediante la invención y el desarrollo de sistemas de adquisición de datos, así como la plataforma y el software empleados en el presente trabajo, se recopilaron los datos suministrados por los diversos sensores con niveles de muestreo importantes; esta condición del sistema de medición permite asegurar que las mediciones y registro de datos, en tiempo real, tengan alta confiabilidad en procesos de innovación y desarrollo tecnológico.

Los resultados que se obtienen a partir del sistema de medición diseñado ofrecen la posibilidad de construir vectores de información que son de utilidad para analizar y evaluar desde modelos simples hasta modelos complejos. En este trabajo se han empleado modelos experimentales basados en diseños que permiten analizar el efecto de un grupo de factores controlados.

El arreglo de conexiones eléctricas se muestra en la Figura 5, en la Figura 6 se muestra el montaje físico.

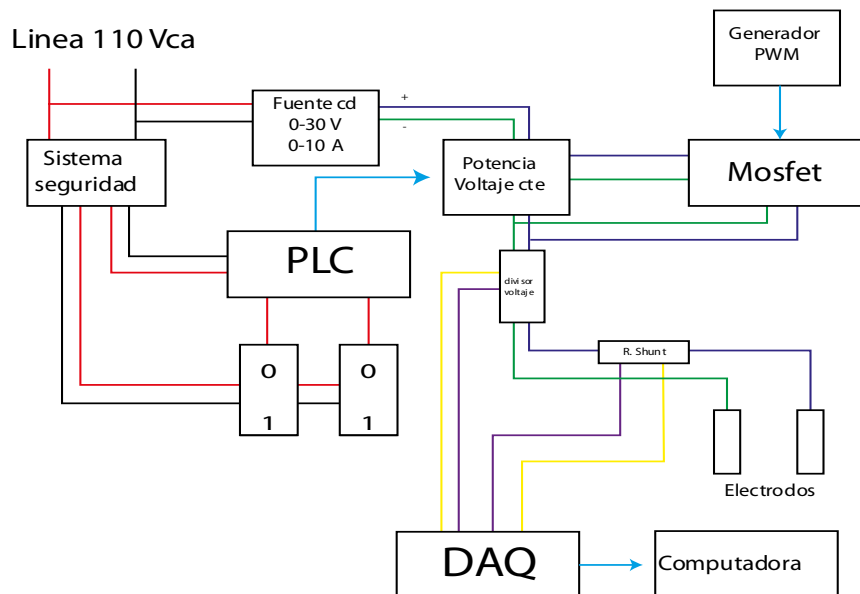


Figura 5: Esquema eléctrico del control de la celda

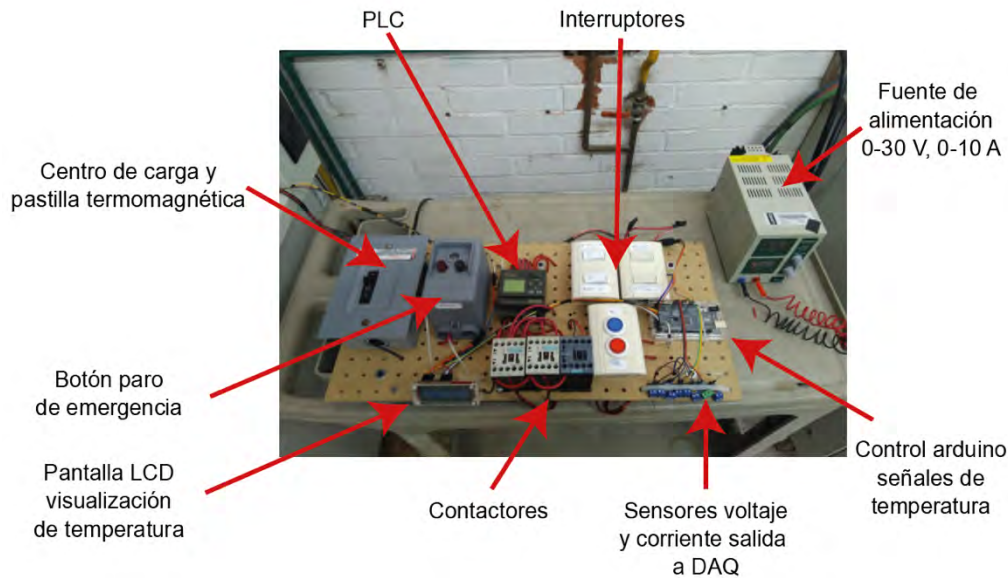


Figura 6: Montaje físico del control eléctrico

### Metodología Experimental

Se identificaron 6 parámetros independientes de los cuales 3 son controlables: concentración de electrolito, voltaje y frecuencia de onda, mientras que las variables medibles de nuestro experimento fueron la corriente eléctrica y los flujos volumétricos del hidrógeno y el oxígeno como es mostrado en la Tabla 2.

Tabla 2. Listado parámetros experimentales

Factores del Modelo de Experimentación		Valores (Niveles)			
Resistencia de electrodos (Ohm)		1.2			
Separación de electrodos (mm)		125			
Concentración de electrolito (Mol/L)	0.125	0.25	0.375	0.5	
Voltaje (V)	6	9	12	15	
Frecuencia de onda (Hz)	0	1	100	1000	
Temperatura (°C)	Ambiente (22-25)				
Parámetros dependientes		Valores			
Corriente (A)		Medible			
Flujo volumétrico hidrógeno (mL/s)		Medible			
Flujo volumétrico Oxígeno (mL/s)		Medible			

El efecto de la presencia de estos Factores de interés se analizó utilizando 4 niveles por Factor, con 3 repeticiones por nivel. Se utilizó un proceso estricto de aleatorización para generar la matriz experimental mostrada en la Tabla 3, se generó un total de 192 valores en la variable de respuesta.

Tabla 3. Matriz experimental

Factor	Leyenda	Nivel			
		1	2	3	4
Concentración (Mol/L)	A	0.125	0.250	0.375	0.500
Voltaje (V)	B	6.0	9.0	12.0	15.0
Frecuencia de onda (Hz)	C	0	1	100	1000

### Preparación de la celda

Al iniciar cada prueba, se realizó un lavado de los embudos de adición cilíndricos, este lavado consistió en sumergir los embudos en una solución al 5% de ácido nítrico  $\text{HNO}_3$  durante 5 minutos, posteriormente se enjuaga con agua destilada en 3 ocasiones, este proceso se realizó para prevenir incrustaciones de la sal  $\text{NaOH}$  en los tubos de medición evitando afectar las mediciones.

Para preparar la solución se colocó la celda dentro de una cámara de flujo laminar mostrada en la Figura 7, la cantidad de la sal de  $\text{NaOH}$  se calcula mediante la Ecuación 10.

$$g(\text{NaOH}) = \text{Concentración} * \text{Peso molecular} * \text{Volumen} \quad (10)$$

Donde la concentración es la concentración deseada, el peso molecular es igual a  $40 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$  y el volumen de 22 L

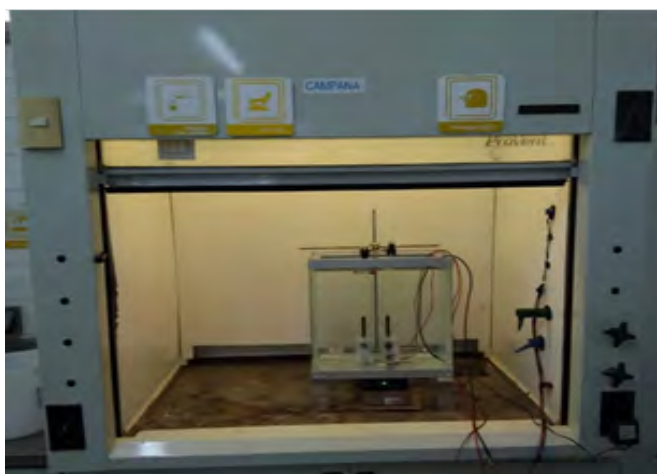


Figura 7: Celda dentro de cámara de flujo laminar

El uso de la campana se utilizó como medida de seguridad debido a que evita la posibilidad que se acumule el hidrógeno en la zona de trabajo, además de desechar los gases generados al momento de realizar la solución electrolítica.

### Resultados y Discusión

#### Conductividad eléctrica como función de la concentración

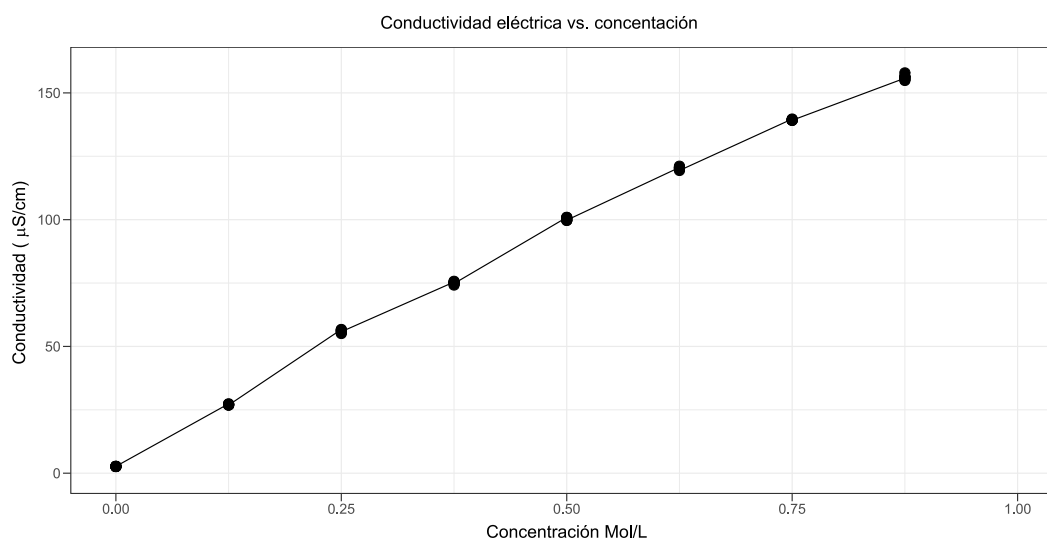


Figura 8: Conductividad eléctrica vs concentración

La Figura 8 muestra los resultados de conductividad eléctrica promedio de las 7 mediciones de cada una de las 8 muestras, se observa que la conductividad sigue una distribución prácticamente lineal, en función de la concentración. La conductividad eléctrica es necesaria para evaluar la corriente eléctrica que fluye por el circuito, permitiendo calcular la energía eléctrica suministrada en la producción de hidrógeno.

### Flujo volumétrico de Hidrógeno como función de la concentración

En la Figura 9, se muestran los resultados de la variable de flujo volumétrico como función de la concentración. En los experimentos se fijó una base de 30 mL de hidrógeno como criterio experimental. En la interpretación de los datos se observa que el flujo volumétrico se incrementa como función de la concentración y del potencial eléctrico. El voltaje frecuenciado (1 Hz) tiende a reducir la tasa de generación de hidrógeno. Sin embargo, la velocidad de producción de hidrógeno no muestra efecto para frecuencia superiores a 1 Hz. Por otro lado, la dependencia de la concentración sobre la producción de hidrógeno se va disminuyendo conforme se incrementa la molaridad. Los resultados conducen a la existencia de una masa crítica en una concentración de 0.250; y, por lo tanto, es recomendable concentrar el análisis en la vecindad de este valor.

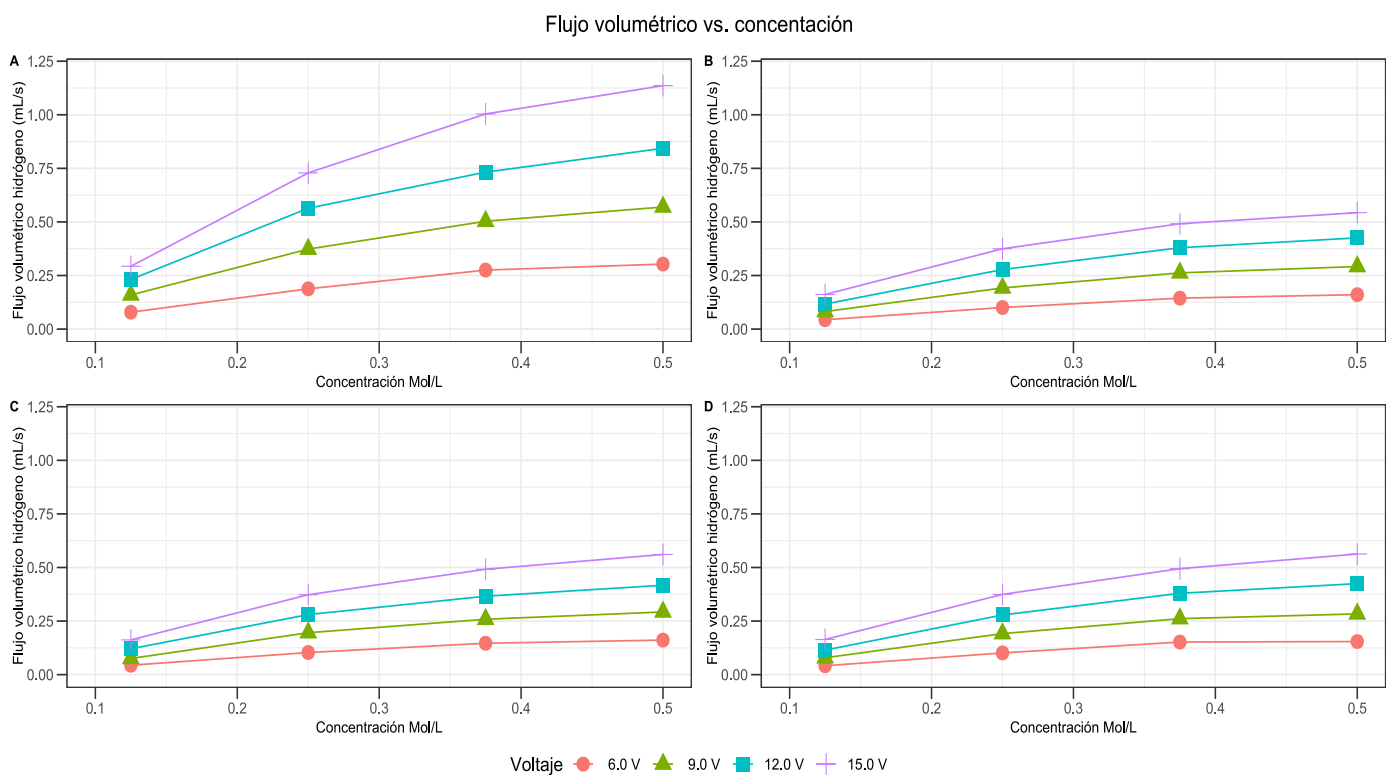


Figura 9: Flujo volumétrico vs concentración: A) voltaje constante 0 Hz, B) Voltaje frecuenciado 1.0 Hz, C) Voltaje frecuenciado 100 Hz, D) Voltaje frecuenciado 1000 Hz

### Eficiencias de Faraday en la producción de hidrógeno

En la Figura 10 se muestran las eficiencias de Faraday como función de la concentración. Se observa que existe una falta de regularidad estadística en el comportamiento de esta variable, debido a que existen fluctuaciones que oscilan dentro del rango de 90-96 %. Las oscilaciones se deben a la dependencia del volumen de hidrógeno con la temperatura. En el modelo experimental la temperatura del electrolito es una variable no controlable. Por este motivo es recomendable trabajar con un parámetro de desempeño más estable para llegar a conclusiones más claras sobre el comportamiento energético en la producción de hidrógeno.

## Eficiencia de Faraday vs. concentración

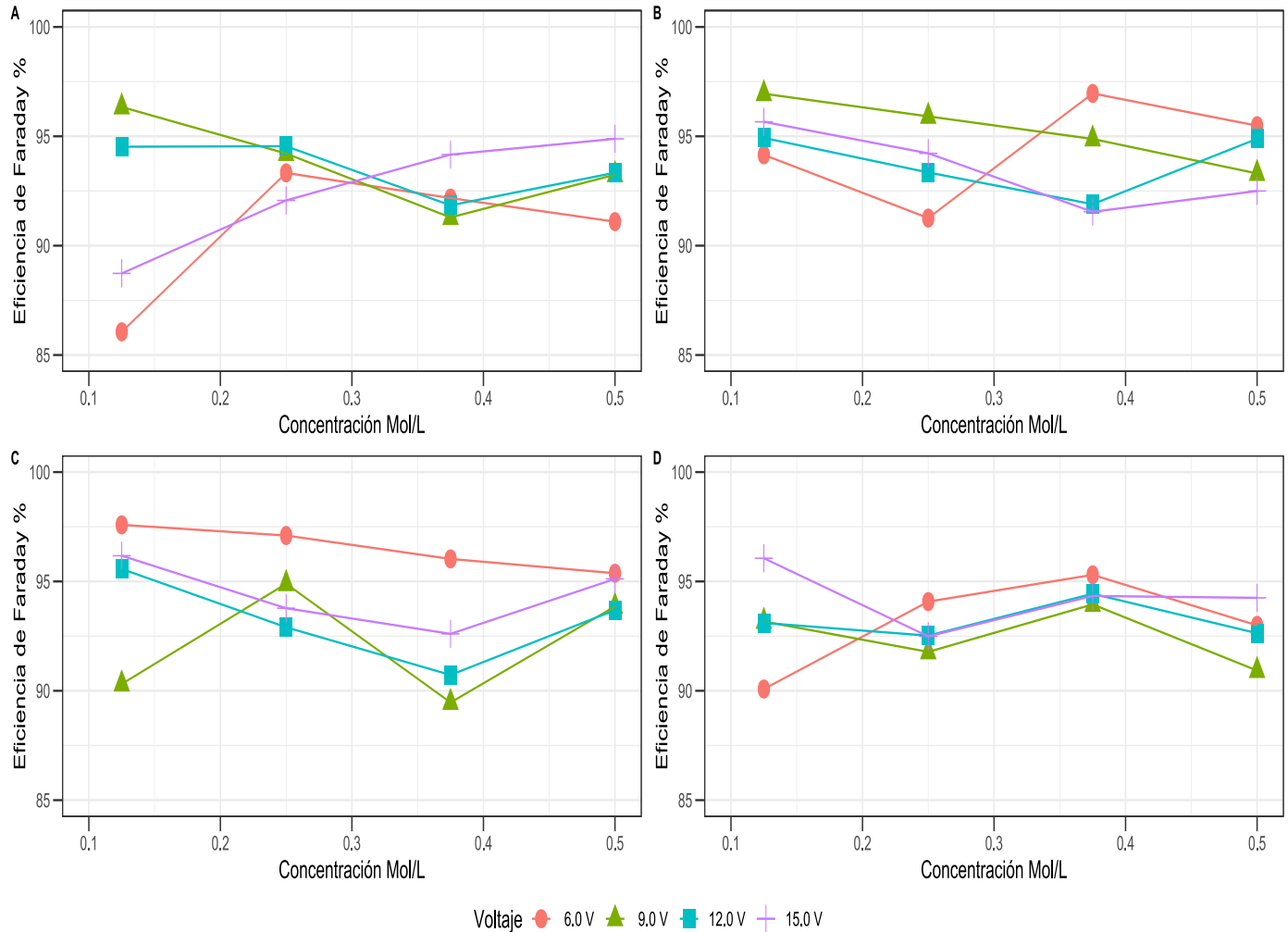


Figura 10: Eficiencia de Faraday vs concentración: A) voltaje constante 0 Hz, B) Voltaje frecuenciado 1.0 Hz, C) Voltaje frecuenciado 100 Hz, D) Voltaje frecuenciado 1000 Hz

### Parámetro de desempeño en función de la concentración

En la Figura 11 se muestran el costo energético por unidad de volumen como función de la concentración. Se observa en que el parámetro de desempeño presenta una baja dependencia de la concentración manteniéndose en una respuesta prácticamente horizontal. Sin embargo, se logra identificar un menor costo energético por unidad de volumen para el nivel energético de 6 V. De la misma manera que en los resultados previos, la energía se reduce para concentraciones molares entre 0.25 y 0.375.

## Parámetro de desempeño vs. concentración

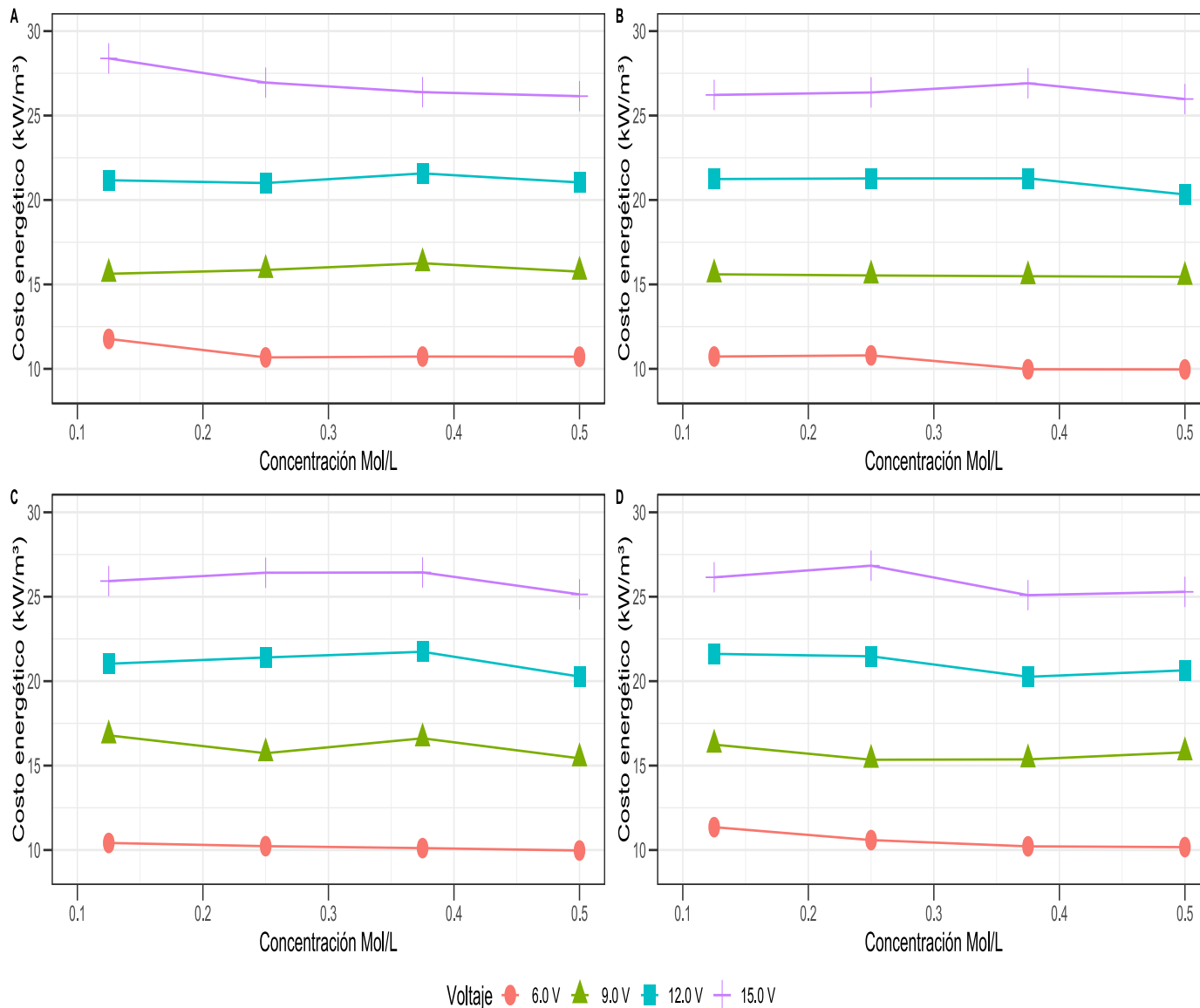


Figura 11: Parámetro de desempeño vs concentración: A) voltaje constante 0 Hz, B) Voltaje frecuenciado 1.0 Hz, C) Voltaje frecuenciado 100 Hz, D) Voltaje frecuenciado 1000 Hz

## Gráfico de efectos principales

El diseño de experimentos considera un análisis estadístico basado en el análisis de la variabilidad que se produce al emplear tres Factores importantes. Se empleó un diseño factorial completamente aleatorio para visualizar el efecto de los factores en la variable respuesta (Flujo Volumétrico). Se generó una Tabla ANOVA y se encontró significancia estadística en el efecto de los Factores sobre la variable respuesta. La Figura 12 muestra el efecto principal ocasionado por la presencia de cada uno de los 3 factores que afectan el funcionamiento de la celda; voltaje, concentración y frecuencia de onda. Consistentemente, el resultado obtenido del análisis estadístico revela que la producción de hidrógeno tiene una alta influencia del voltaje y molaridad y una dependencia de la frecuencia únicamente en el rango de 0 a 1 Hz.

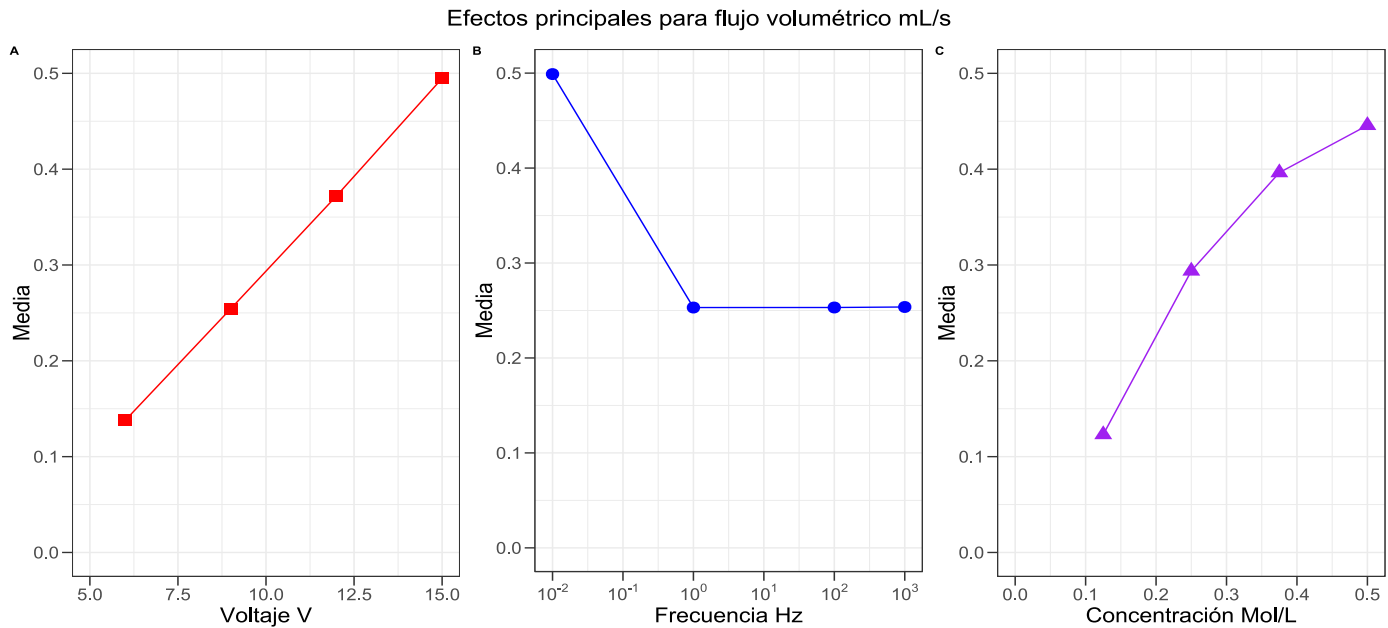


Figura 12: Efectos principales: A) Voltaje, B) Frecuencia de onda, C) Concentración

Finalmente, los resultados obtenidos en este estudio son sobresalientes al producir 0.27 mL/s de H<sub>2</sub>, con 6 V y 0.5 M de electrolito de NaOH, ya que Kowthaman et. al., (2021) reporta solo 0.03 mL/s de H<sub>2</sub> con 2 V y una concentración molar del electrolito de 0.3, también con electrodo de grafito. Chakik et. al., (2017) expresaron que la producción de hidrógeno era de 0.02 ml/s con condición de operación de 4 V y 0.5 M de NaOH, utilizando electrodos combinados de Zn-Fe, ZnCu. Yuvaraj y Santharaj, (2014) obtuvieron resultados similares utilizando electrodos de grafito y con base en sus resultados, indican que el grafito es una buena opción para la máxima producción de hidrógeno en comparación con otros electrodos, sin embargo encontraron que la concentración electrolítica actúa sobre el carbono de la superficie del material de grafito y hace que la solución electrolítica (por encima de 0,025 M) se convierta en una suspensión negra; concluyeron que la alta concentración no es beneficiosa para la producción de hidrógeno a largo plazo sin destrucción del electrodo de grafito.

Al-Shara et.al., (2021) encontraron que al utilizar un ánodo de grafito durante la electrólisis, la respuesta de la corriente aumentó con un aumento en la temperatura de funcionamiento, además la tasa de producción posterior también aumentó, pero la eficiencia actual disminuyó con un aumento en la temperatura de funcionamiento para los materiales del cátodo probados, también mencionan que tal comportamiento se puede atribuir a las partículas de carbono que obstruyen el proceso de reducción al bloquear el poro de óxido y evitar que el óxido entre en contacto con el electrolito. En este trabajo, los resultados demuestran una producción de hidrógeno de un orden de magnitud mayor a otro estudio. La diferencia radica en el nivel de interferencia al campo eléctrico que con frecuencia ocurre en los prototipos experimentales. Esta investigación se llevó a cabo bajo condiciones de interferencia mínima en el campo eléctrico, generando de esta manera una mejora notable en el proceso de la producción de hidrógeno.

## Conclusiones

Mediante este trabajo de experimentación se ha evaluado la producción de hidrógeno como función del voltaje, frecuencia y concentración del electrolito. Los resultados indican los niveles de energía y concentración en donde la generación de hidrógeno es más favorable. El efecto de la frecuencia ocurre solo en el rango de 0 a 1 Hz. Asimismo, se encontró que la respuesta de la concentración conduce a la existencia de una concentración crítica para la producción de hidrógeno mediante la electrólisis. Las tasas de producción de hidrógeno reportadas en este trabajo, son superiores a las tasas de producción que se han generado en estudios previos. Es posible señalar que la diferencia radica en el nivel de interferencia entre los recipientes de separación con el campo eléctrico. Se encontró que los electrodos a base de carbono resultan adecuados debido a su bajo costo, buena conductividad eléctrica y térmica, la propiedad relativamente inerte en solución alcalina en comparación con los metales y también por su estructura porosa con alta pureza.

## Bibliografía

- Al-Shara, N. K., Sher, F., Iqbal, S. Z., Curnick, O., & Chen, G. Z. (2020). Design and optimization of electrochemical cell potential for hydrogen gas production. *Journal of Energy Chemistry*, 52, 421–427.
- Bertuccioli, L., Chan, A., Hart, D., Lehner, F., & Madden, B. (2014). *Study on development of water electrolysis in the EU Final Report*. www.e4tech.com
- Bødal, E. F., Mallapragada, D., Botterud, A., & Korpås, M. (2020). Decarbonization synergies from joint planning of electricity and hydrogen production: A Texas case study. *International Journal of Hydrogen Energy*, 45(58), 32899–32915.
- Chakik, F. E., Kaddami, M., & Mikou, M. (2018). Optimization of physico-chemical parameters of hydrogen production by electrolysis of water. *Renewable Energies, Power Systems & Green Inclusive Economy (REPS-GIE)*, 1–6.
- Coughlin, R. W., & Farooque, M. (1979). Hydrogen production from coal, water and electrons. *Nature*, 279(5711), 301–303.
- de Simón Martín, M., Cortes Nava, B. R., Rodríguez Parra, R., & Carro de Lorenzo, F. (2021). The role of green hydrogen in the energy transition of the industry. *DYNA*, 96(2), 200–206.
- Gahleitner, G. (2013). Hydrogen from renewable electricity: An international review of power-to-gas pilot plants for stationary applications. *International Journal of Hydrogen Energy*, 38(5), 2039–2061.
- Godula-Jopek, A. (2015). Hydrogen Production: By Electrolysis. In *Hydrogen Production: By Electrolysis*. Wiley-VCH.
- Grimm, A., de Jong, W. A., & Kramer, G. J. (2020). Renewable hydrogen production: A techno-economic comparison of photoelectrochemical cells and photovoltaic-electrolysis. *International Journal of Hydrogen Energy*, 45(43), 22545–22555.
- Khan, M. A., Zhao, H., Zou, W., Chen, Z., Cao, W., Fang, J., Xu, J., Zhang, L., & Zhang, J. (2018). Recent Progresses in Electrocatalysts for Water Electrolysis. *Electrochemical Energy Reviews*, 1(4), 483–530.
- Kotz, J. C., Treichel, P. M., & Weaver, G. C. (2006). *Chemistry And Chemical Reactivity, Enhanced Review Edition: School Version With General Chemistrynow* (6th ed., Vol. 1). Cengage Learning.
- Kowthaman, C. N., Senthil Kumar, P., & Arul Mozhi Selvan, V. (2021). Micro-patterned graphite electrodes: An analysis and optimization of process parameters on hydrogen evolution in water electrolysis. *Fuel*, 305.
- Maggio, G., Nicita, A., & Squadrito, G. (2019). How the hydrogen production from RES could change energy and fuel markets: A review of recent literature. *International Journal of Hydrogen Energy*, 44(23), 11371–11384.
- Milliken, J. (2007). *Hydrogen, Fuel Cells and Infrastructure Technologies Program: Multiyear Research, Development and Demonstration Plan*. Office of ENERGY EFFICIENCY & RENEWABLE ENERGY
- Pursiheimo, E., Holttinen, H., & Koljonen, T. (2019). Inter-sectoral effects of high renewable energy share in global energy system. *Renewable Energy*, 136, 1119–1129.
- Turner, J., Sverdrup, G., Mann, M. K., Maness, P.-C., Kroposki, B., Ghirardi, M., Evans, R. J., & Blake, D. (2008). Renewable hydrogen production. *International Journal of Energy Research*, 32(5), 379–407.
- Yuvaraj, A. L., & Daniel, S. (2014). A Systematic Study on Electrolytic Production of Hydrogen Gas by Using Graphite as Electrode. *Materials Research*, 17, 83–87.
- Zeng, K., & Zhang, D. (2010). Recent progress in alkaline water electrolysis for hydrogen production and applications. *Progress in Energy and Combustion Science*, 36(3), 307–326.
- Zhou, D., Li, P., Xu, W., Jawaid, S., Mohammed-Ibrahim, J., Liu, W., Kuang, Y., & Sun, X. (2020). Recent Advances in Non-Precious Metal-Based Electrodes for Alkaline Water Electrolysis. *ChemNanoMat*, 6(3), 336–355.