

**UNIVERSIDAD DE BURGOS**  
**ESCUELA DE DOCTORADO**

**TESIS DOCTORALES**

**TÍTULO:** DISEÑO, CARACTERIZACIÓN Y UTILIZACIÓN CON FINES ANALÍTICOS DE ELECTRODOS MODIFICADOS CON NANOPARTÍCULAS DE BISMUTO SOBRE SOPORTE DE NANOESTRUCTURAS DE CARBONO

**AUTOR:** PÁRAMO MARTÍN, ANA ERICA

**PROGRAMA DE DOCTORADO:** QUÍMICA AVANZADA

**FECHA LECTURA:** 21/09/2017

**HORA:** 11:30

**CENTRO LECTURA:** FACULTAD DE CIENCIAS. SALÓN DE ACTOS

**DIRECTORA:** SUSANA PALMERO DÍAZ

**TRIBUNAL:** YOLANDA CASTRILLEJO HERNÁNDEZ  
SILVIA SANLLORENTE MÉNDEZ  
ELADIO JAVIER MARTÍN MATEOS  
ÁLVARO COLINA SANTAMARÍA  
ANA CRISTINA FERNÁNDEZ BLANCO

**RESUMEN:**

En la electroquímica tradicional se han empleado con gran éxito los electrodos de mercurio ya que presentan unas características que los hacen muy deseables. Poseen una superficie homogénea, gran conductividad eléctrica y una amplia ventana de potencial entre otras características. Sin embargo, este material presenta una gran inconveniente: una elevada toxicidad. Esto propició la búsqueda de un material capaz de sustituir al mercurio por otro material que presente características similares desde un punto de vista electroquímico. Este material es el bismuto, que por sus propiedades lo hacen el metal más idóneo para este fin. Por otra parte, el progreso nanotecnológico ha revolucionado las técnicas electroanalíticas provocando la sustitución de los materiales tradicionales por nanomateriales, como son los nanotubos (CNTs) y las nanofibras (CNFs) de carbono. Así mismo, el desarrollo de técnicas de síntesis de nanopartículas (NPs) ha permitido la preparación de electrodos modificados con dichas nanopartículas.

El objetivo de esta tesis es la búsqueda de nuevos dispositivos electródicos con fines analíticos. Para ello se han optimizado los parámetros influyentes en el proceso de diseño de los electrodos con distintos tipos de nanomateriales de carbono, como nanofibras y nanotubos de carbono sobre soportes inertes. Además, se ha aplicado la síntesis de nanopartículas de bismuto o la formación de películas de bismuto para ser utilizadas sobre los soportes de carbono, con el fin de obtener electrodos estables y reproducibles para nuevas aplicaciones analíticas.

Esta tesis consta de una introducción, una parte central formada por 4 capítulos en los que se desarrolla el trabajo experimental realizado, seguido de unas breves conclusiones y finalizando con la bibliografía empleada.

En la introducción se realiza una exhaustiva revisión bibliográfica acerca de la historia de la electroquímica como técnica analítica, desde el desarrollo de la polarografía por Heyrovský y los electrodos de mercurio, la búsqueda de nuevos materiales sustitutos del mercurio hasta la revolución de los nanomateriales.

En el *Capítulo I* de la parte experimental se detalla la optimización en el proceso de fabricación de electrodos con nuevos materiales de carbono, como son las nanofibras

y los nanotubos de carbono. Para optimizar los parámetros de fabricación de los electrodos se han empleado técnicas de diseño de experimentos para minimizar el volumen de experiencias a realizar. Así mismo, se han llevado a cabo diversas experiencias con el fin de demostrar la reproducibilidad de los electrodos de tipo CNF o CNTs/PTFE/PET con sistemas de referencia conocidos.

En el *Capítulo II* se detallan diferentes procedimientos para la modificación de los electrodos descritos en el Capítulo I con bismuto. Esta modificación se ha realizado bien mediante la formación de películas (BiF) o por formación o filtración de nanopartículas de bismuto (BiNPs). Además, se ha buscado la aplicabilidad de estos electrodos BiNPs/CNFs/PTFE/PET en la determinación de metales pesados obteniendo electrodos sensibles y reproducibles.

El *Capítulo III* se detalla la aplicabilidad de los electrodos de nanofibras de carbono desarrollados en esta tesis en la determinación de vitamina B<sub>12</sub>. Así mismo, estos electrodos de CNFs/PTFE/PET se han empleado para la resolución de una mezcla compleja con componentes presentes en tabletas multivitamínicas comerciales obteniendo buenos resultados en la separación de la señal de la vitamina B<sub>12</sub> de la señal de las especies interferentes gracias al tratamiento de datos.

En el *Capítulo IV* se emplean los electrodos CNFs/PTFE/PET para la determinación de colorantes comparándoles con electrodos de carbono comerciales. El empleo de la combinación de dos técnicas analíticas como son la electroquímica y la espectroscopía, conocida como espectroelectroquímica, permite una mejor visualización de los procesos electroquímicos implicados.

En conclusión, en esta tesis se lleva a cabo el desarrollo de nuevos dispositivos electródicos con materiales de carbono. La modificación de estos electrodos con películas de bismuto o nanopartículas de bismuto han permitido obtener electrodos que proporcionan buenos resultados en la determinación de cadmio y que poseen una buena reproducibilidad. Además se han diseñado, desarrollado y fabricado celdas específicas para los electrodos implementados para ser utilizadas con técnicas electroquímicas y espectroelectroquímicas. La bibliografía consultada proviene de una amplia variedad de revistas internacionales.

Esta tesis ha dado lugar a 6 comunicaciones en congresos nacionales/internacionales, a una publicación en una revista de primer orden, a una segunda publicación en proceso de envío y a la tramitación de una patente nacional.