



**UNIVERSIDAD DE CONCEPCIÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA**



Análisis del rendimiento de un sistema de electrodiálisis con membrana catiónica para la recuperación de hidróxido de litio a partir de cloruro de litio.

POR

José Francisco Alberto Campos Castro

Memoria de título presentada a la Facultad de Ingeniería de la Universidad de Concepción para optar al título profesional de Ingeniero Civil Químico.

Profesores Guía

Luis Felipe Montoya Rendon

Luis Humberto Pino Soto

Enero 2025

Concepción (Chile)



UNIVERSIDAD DE CONCEPCIÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA



Pagina Dedicatoria

A mi familia, Gabriela del Carmen Castro Alfaro, Manuel Armando Rojas Tobar y Gabriela Constanza Campos Castro.



Página de agradecimiento

Agradecimientos a mi familia, que siempre me apoyaron y acompañaron.

Agradecimientos a mi amigo que estuvieron ahí por este proceso de mi vida.

Agradecimientos a todos los profesores por como ellos tuvieron lugar en mi formación como ingeniero.

Agradecimiento a todos los relacionados al laboratorio ELMA y el laboratorio 420 por su ayuda en este trabajo.



Resumen

La extracción eficiente de minerales de interés en salmueras es una prioridad tecnológica, destacando el litio por su papel clave en el almacenamiento de energía y el desarrollo de tecnologías limpias. Si bien la evaporación solar es el método predominante para su recuperación, enfrenta importantes limitaciones debido a su larga duración y elevados costos económicos y ambientales. Esto ha incentivado la investigación de alternativas más sostenibles y eficientes, como la electrodiálisis.

El objetivo de este estudio es analizar un sistema de electrodiálisis diseñado específicamente para la recuperación de hidróxido de litio (LiOH) a partir de una solución alimentadora de cloruro de litio (LiCl). Este sistema consta de una celda tipo H y una membrana de intercambio catiónico, y su evaluación se centra en sus propiedades físicas, electroquímicas y eficiencia.

Desde el punto de vista físico, se observó que el proceso de electrodiálisis genera incrustaciones de material inerte en la superficie de la membrana, constituidas por partículas de litio que no logran atravesarla hacia el compartimiento catódico. Este fenómeno perjudica la funcionalidad de la membrana y reduce la eficiencia global del sistema. Los análisis electroquímicos, realizados mediante voltametría cíclica, espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS) y cronopotenciometría, mostraron un incremento significativo en la resistencia eléctrica de la membrana durante el proceso. En particular, se registró que dicha resistencia aumenta más de tres veces su valor inicial tras periodos prolongados de operación, afectando negativamente el rendimiento del sistema. En términos de eficiencia, se identificó que las condiciones óptimas corresponden a configuraciones con menor concentración inicial de LiCl, máxima densidad de corriente y tiempos de operación adecuados, logrando una eficiencia de recuperación del 23%. Por el contrario, a concentraciones iniciales más altas, la saturación temprana de la membrana disminuye considerablemente la eficiencia del proceso.

En conclusión, el estudio destaca el potencial del sistema de electrodiálisis como alternativa sostenible para la extracción de litio, aunque también resalta sus limitaciones. Para maximizar su viabilidad en aplicaciones a gran escala, será esencial desarrollar estrategias que reduzcan la formación de incrustaciones y el incremento de la resistencia eléctrica de la membrana, mejorando así su desempeño y eficiencia.



Tabla de contenido

Página Dedicatoria	i
Página de agradecimiento	ii
Resumen	iii
Lista de Figuras y Tablas	vi
1. Introducción	1
2. Objetivos.....	4
2.1. Objetivo general	4
2.2. Objetivos específico.....	4
3. Materiales y Métodos.....	5
3.1. Propuesta del sistema de electrodiálisis	5
3.2. Caracterización de la membrana	9
3.2.1. Morfología y funcionalidad de la membrana.....	9
3.2.2. Ángulo de contacto sobre la membrana.....	10
3.2.3. Absorción de agua.....	10
3.2.4. Capacidad de intercambio iónico (IEC).....	11
3.3. Caracterizaciones Electroquímicas.....	11
3.3.1. Cronopotenciometría	12
3.3.2. Conductividad iónica y espectroscopia de impedancia electroquímica	13
3.3.3. Voltametría cíclica.....	13
3.4. Montaje y puesta en marcha del sistema.....	14
3.4.1. Eficiencia de recuperación	15
3.4.2. Eficiencia de corriente	15
3.4.3. Tasa de migración de iones	15
3.4.4. Tasa de supervivencia de iones	15
3.4.5. Consumo específico de energía.....	16
4. Resultados y discusión	17
4.1. Morfología y funcionalidad de la membrana	17
4.1.1. Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR).....	17
4.1.2. Análisis termogravimétrico (TGA)	18
4.1.3. Microscopía Electrónica de Barrido con Espectroscopía de Dispersión de Energía (SEM-EDS)	19



4.1.4.	Absorción de agua.....	21
4.1.5.	Capacidad de intercambio iónico (IEC).....	22
4.1.6.	Ángulo de contacto sobre la membrana.....	23
4.2.	Caracterizaciones Electroquímicas.....	24
4.2.1.	Cronopotenciometría	24
4.2.2.	Conductividad iónica y espectroscopia de impedancia electroquímica	25
4.2.3.	Voltametría cíclica.....	28
4.3.	Montaje y puesta en marcha del sistema.....	30
4.3.1.	Eficiencia de recuperación de litio.....	30
4.3.2.	Eficiencia de corriente	31
4.3.3.	Tasa de migración de iones	32
4.3.4.	Tasa de supervivencia de iones	34
4.3.5.	Consumo específico de energía.....	35
5.	Conclusiones	37
6.	Referencias	40
7.	Anexos	43
7.1.	Anexo 1: Estado del arte	43
7.2.	Anexo 2: Fotos del sistema de electrodiálisis	47
7.3.	Anexo 3: Evaluación del diseño experimental por StatGraphic.....	49
7.4.	Anexo 4: Hoja de especificación de la membrana FKB-PK-130	50
7.5.	Anexo 5: FTIR completo de la membrana	51
7.6.	Anexo 6: TGA completo de la membrana	52
7.7.	Anexo 7: Circuito Equivalente del sistema.....	53
7.8.	Anexo 8: Continuación de las referencias.....	54
7.9.	Anexo 9: Desviaciones estándar calculadas.....	57



Lista de Figuras y Tablas

Figura 1. Esquema del proceso de ED de LiCl propuesto, que presentan los electrodos, la membrana y las soluciones utilizadas (LiCl ánodo, LiOH Cátodo)	6
Figura 2. Configuración de 3 electrodos con membrana en el medio.....	12
Figura 3. Espectro FTIR de membrana FKB-PK-130 pre y post ED.....	17
Figura 4. Termograma de descomposición (Izquierda) y de velocidad de pérdida (Derecha) para las muestras de membrana pre y post ED	18
Figura 5. Imagen SEM de la membrana activada (Izquierda) y usada (Derecha).....	20
Figura 6. Porcentaje de hinchamiento de las muestras de membrana pre y post ED.....	21
Figura 7. Capacidad de intercambio iónico de las muestras de membrana pre y post ED	23
Figura 8. Comparación ángulo de contacto entre membrana activada y membrana usada.	24
Figura 9. Cronopotenciogramas del sistema antes y después de la electrodiálisis a la máxima (Izquierda) y mínima (Derecha) concentración de LiCl.	25
Figura 10. Gráficos de Nyquist del sistema antes y después de la electrodiálisis a la máxima (Izquierda) y mínima (Derecha) concentración de LiCl	26
Figura 11. Gráficos de Nyquist del sistema antes y después de la electrodiálisis a la máxima (Izquierda) y mínima (Derecha) concentración de LiCl con el circuito equivalente	27
Figura 12. Voltagramas del sistema antes y después de la electrodiálisis a la máxima (Izquierda) y mínima (Derecha) concentración de LiCl.....	29
Figura 13. Eficiencia de recuperación de litio del sistema a la máxima (Izquierda) y mínima (Derecha) concentración de LiCl.....	30
Figura 14. Eficiencia de corriente del sistema a la máxima (Izquierda) y mínima (Derecha) concentración de LiCl	32
Figura 15. Tasa de migración de iones del sistema a la máxima (Izquierda) y mínima (Derecha) concentración de LiCl.....	33
Figura 16. Tasa de supervivencia de iones del sistema a la máxima (Izquierda) y mínima (Derecha) concentración de LiCl.....	34
Figura 17. Consumo específico de energía del sistema a la máxima (Izquierda) y mínima (Derecha) concentración de LiCl.....	35
Figura 18. Sistema de electrodiálisis visto de frente	47
Figura 19. Sistema de electrodiálisis visto de lado.....	47
Figura 20. Sistema de electrodiálisis conectado al potencióstato GAMRY (1).....	48
Figura 21. Sistema de electrodiálisis conectado al potencióstato GAMRY (2).....	48
Figura 22. Gráfica de Efectos Principales para recuperación de litio	50
Figura 23. FTIR de la membrana FKB-PK-130 (Completo).....	51
Figura 24. Molécula que corresponde a la membrana utilizada (Othman et al., 2007)	51
Figura 25. Termograma de la membrana Pre-ED (Completo)	52
Figura 26. Termograma de la membrana Post-ED (Completo).....	52
Figura 27. Circuito equivalente para el sistema de Electrodiálisis	53



Tabla 1. Composiciones típicas seleccionadas de salmueras que contienen litio (Porcentaje masico).....	1
Tabla 2. Condiciones de operación para cada experimento.	8
Tabla 3. Resultados de los análisis EDS sobre las muestras de membrana	20
Tabla 4. Resistencias del sistema pre y post-ED en ohms	27
Tabla 5. Tabla de análisis de varianza para la recuperación de litio	49
Tabla 6. Valores del circuito equivalente	53
Tabla 7. Valores de desviación estándar de los parámetros de estudio pt.1.....	57
Tabla 8. Valores de desviación estándar de los parámetros de estudio pt.2.....	57



1. Introducción

Desde 2022, el litio se ha destacado como uno de los metales con mayor potencial energético en el mundo (Maritza Tapia, 2022). Este metal, ampliamente conocido por su uso en la fabricación de baterías de ion litio, representa el 35% del uso total de litio a nivel mundial (Swain, 2017). En los últimos años, el incremento en la producción de vehículos eléctricos e híbridos ha impulsado nuevas investigaciones sobre la integración del litio en la fabricación de baterías para estos vehículos (Hoshino, 2013; Gmar & Chagnes, 2019; Ying et al., 2023). La razón detrás de este creciente interés es la capacidad del litio para almacenar más energía y requerir menos recargas en comparación con otros materiales (Alex et al., 2024).

En la última década, las principales fuentes de extracción de litio han sido las salmueras ubicadas en Argentina, Bolivia y Chile, así como en menor medida en China y Estados Unidos (Swain, 2017). Argentina, Bolivia y Chile forman lo que se conoce como el "Triángulo del Litio", una región que alberga aproximadamente el 85% de las reservas mundiales de este metal (Weinberg, 2023). La pureza del litio extraído varía según la ubicación; por ejemplo, Chile se destaca por tener depósitos con la mayor pureza de litio, como se muestra en la Tabla 1 (Rögner & Tetampel, 2022). En estas regiones, la extracción de litio se realiza principalmente mediante la evaporación de salmueras, un proceso que consiste en la concentración de litio a través de la evaporación del agua en grandes estanques al aire libre (Rehner et al., 2023).

Tabla 1. Composiciones típicas seleccionadas de salmueras que contienen litio (Porcentaje masico).

Elemento	Clayton Valley, USA	Salar de Atacama, Chile	Salar de Hombre Muerto, Argentina	Salar de Rincón, Argentina	Zhabuye Salt Lake, China	Qaidam Basin Salt Lakes, China
Li	0.02–0.04	0.11–0.31	0.05–0.06	0.03	0.05–0.10	0.01–0.03
K	0.53–1.00	1.80–2.97	0.52–0.62	0.62–0.66	2.64–3.83	0.60–0.66
Mg	0.03–0.06	0.82–1.53	0.05–0.09	0.28–0.30	0–0.001	0.47–3.51



Ca	0.02–0.05	0.02–0.04	0.05–0.09	0.04–0.06	0–0.01	0.02–0.42
B	0–0.01	0.06–0.07	0.02–0.04	0.04	0.29–1.46	0.03–0.05
Na	6.20–7.50	1.03–9.10	9.79–10.30	9.46–9.79	10.66–10.81	6.20–6.84
Cl	10.10–11.70	2.03–18.95	15.80–16.80	15.80	12.16–12.31	9.20–20.42

La extracción de litio de las salmueras es un proceso largo y de alto consumo energético. Para acceder a los depósitos subterráneos de salmuera en los salares, se perfora el suelo y se bombea la salmuera a la superficie. Esta se distribuye en estanques donde se lleva a cabo la evaporación solar durante un periodo de 10 a 12 meses. Durante esta etapa, las sales de cloruro de magnesio y potasio precipitan antes que el litio. En algunos casos, se utiliza la ósmosis inversa, que emplea membranas de acetato de celulosa o poliamida, para concentrar la salmuera de litio y acelerar la evaporación (Martin, 2019). La sal de litio resultante se recupera y se lava con agua para eliminar impurezas. Posteriormente, se implementa un proceso de refinamiento para producir sales de alta pureza, como el hidróxido de litio (LiOH) y el carbonato de litio (Li_2CO_3), utilizados en la fabricación de baterías de iones de litio o para la producción de metal de litio mediante electrólisis (LiCl) (Chagnes & Swiatowska, 2015). Debido al alto consumo energético, el tiempo prolongado y el impacto ambiental de este proceso, se han estado buscando métodos alternativos para la obtención de litio (Mousavinezhad *et al.*, 2024).

Una de estas alternativas es el uso de membranas de intercambio iónico en el contexto de la electrodiálisis, un proceso que ha cobrado protagonismo en los últimos años (Gmar & Chagnes, 2019). Originalmente desarrollado para la desalinización de agua (Tsiakis & Papageorgiou, 2005), la electrodiálisis se ha adaptado al campo de la hidrometalurgia para extraer litio de soluciones con alta concentración de este elemento, como las salmueras. Este proceso se basa en la capacidad de las membranas de intercambio iónico para segregar diferentes iones, lo que permite la separación selectiva de iones específicos, incluyendo el litio (i, 2019).

Durante la electrodiálisis, una solución que contiene iones se introduce en una celda compuesta por membranas de intercambio catiónico y aniónico dispuestas de forma alterna. Al aplicar un campo eléctrico, los cationes migran hacia el cátodo, atravesando las membranas catiónicas, mientras que los aniones se desplazan hacia el ánodo, atravesando las membranas aniónicas. Este movimiento iónico resulta en la concentración de iones en



ciertas cámaras de la celda, permitiendo su separación efectiva (Asadi *et al.*, 2022). La eficiencia de la electrodiálisis depende de varios factores, incluyendo la naturaleza de las membranas, la concentración de la solución, la intensidad del campo eléctrico y la presencia de contaminantes (Kang *et al.*, 2021). Como un proceso relativamente limpio y eficiente desde el punto de vista energético, la electrodiálisis ofrece una alternativa prometedora a los métodos convencionales de separación y purificación, especialmente en aplicaciones donde la recuperación selectiva de iones es crucial (Gmar & Chagnes, 2019).

La recuperación de litio a partir de cloruro de litio ha sido objeto de extensas investigaciones, debido a las altas concentraciones de cloro y litio presentes en los salares (Rögener & Tetampel, 2022). Esto ha generado un creciente interés en el uso de sistemas de membranas bipolares, que no solo permiten la recuperación de hidróxido de litio, sino también de ácido clorhídrico, otro compuesto de valor (Tian *et al.*, 2022). González *et al.*, (2023) realizaron un estudio comparativo de diversas configuraciones de membranas. Una de ellas consistía en un sistema de tres compartimentos diseñado para recuperar LiOH y HCl a partir de LiCl. La otra configuración evaluada incluía dos sistemas de dos compartimentos: uno para la recuperación de LiOH y otro para la recuperación de HCl, ambos a partir de LiCl. Los autores concluyeron que el sistema de tres compartimentos ofrece una mayor eficiencia tanto en el transporte iónico como en la eficiencia de corriente.

El objetivo de este estudio es evaluar la eficiencia del proceso de electrodiálisis selectiva utilizando una celda tipo H y una membrana de intercambio catiónico comercial para la recuperación de hidróxido de litio a partir de una salmuera simulada formada a base de cloruro de litio. Además, se busca comprender en profundidad el fenómeno de la electrodiálisis en este tipo de salmuera, caracterizar la membrana utilizada mediante análisis morfológicos y químicos, y analizar el efecto de diversos parámetros operativos físicos, químicos y electroquímicos en la formación de hidróxido de litio.



2. Objetivos

2.1. Objetivo general

Determinar la eficiencia del proceso de electrodiálisis selectiva utilizando una celda tipo H utilizando una membrana de intercambio catiónico comercial para la recuperación de hidróxido de litio a partir una salmuera modelada con alta concentraciones de cloruro de litio.

2.2. Objetivos específico

- Caracterizar morfológica y química la membrana comercial catiónica FKB-PK-130, identificando los cambios estructurales y funcionales asociados a su uso operacional en la electrodiálisis.
- Analizar y comprender el fenómeno de electrodiálisis en la salmuera modelo mediante estudios electroquímicos para entender los mecanismos que favorecen la recuperación selectiva de litio.
- Evaluar el efecto de los parámetros de operación físicos, químicos y electroquímicos en la eficiencia y selectividad del proceso de recuperación de hidróxido de litio a partir de la solución modelo de salmuera.



3. Materiales y Métodos

En este capítulo se abordará los procedimientos en los cuales se desarrolló esta investigación, y de esta manera alcanzar los objetivos presentados en el primer capítulo, el desarrollo de esta investigación se divide en tres etapas fundamentales:

La primera etapa es la propuesta del sistema de electrodiálisis, el planteamiento del proceso de electrodiálisis de cloruro de litio, dar a conocer los materiales utilizados en el montaje y posteriores pruebas electroquímicas. Esto porque ya teniendo definido el sistema a utilizar se pueden definir las variables operacionales del proceso.

La segunda etapa es la caracterización de la membrana de intercambio catiónico, esto por medio de distintas pruebas, tanto de caracterización morfológica (FTIR, SEM-EDS, TGA) así como también electroquímicas (Cronopotenciometría, EIS y Voltametría Cíclica). Estas pruebas se hicieron con membranas vírgenes y usadas para electrodiálisis. Con el objetivo de, además de caracterizar las membranas, estudiar como el proceso afecta sus propiedades y su eficiencia en la separación.

La tercera y última etapa consiste en el montaje y la puesta en marcha del sistema, momento en el que se llevaron a cabo los ensayos de electrodiálisis (ED) utilizando soluciones de cloruro de litio e hidróxido de litio. En esta etapa se buscan evaluar los efectos de la concentración, el tiempo de funcionamiento y la densidad de corriente impuesta por sobre el sistema. Para luego, obtener valores que se podrán traducir en eficiencia de recuperación, eficiencia de corriente del proceso y tasa migratoria de iones. Para poder determinar estos factores se hizo uso del sistema de medición de litio Imacimus 2 (NTsensors). Tanto las mediciones como el montaje del sistema se realizaron en el laboratorio de electromagnetismo y nuevos materiales (ELMA) del departamento de Ingeniería Química de la Universidad de Concepción.

3.1. Propuesta del sistema de electrodiálisis

La celda seleccionada fue una celda electrolítica de membrana reemplazable tipo H (Minihua Store, China) con una capacidad de 100 mL cada compartimiento. Se emplearon dos mangueras de 40 cm, con un diámetro de 1 cm y una capacidad de 70 mL cada una. Se requirieron aproximadamente 220 mL de líquido para llenar uno de los compartimientos de la celda y cubrir toda el área efectiva de la membrana. En todos los experimentos se



utilizó la misma membrana Fumasep FKB-PK-130, la cual se colocó entre ambos compartimientos de la celda. Además, se emplearon anillos de goma para evitar el contacto directo entre las superficies de vidrio, minimizando el riesgo de filtraciones o daños a la membrana. Una vez ensamblado todo el sistema, se cerró el conjunto con un sujetador metálico. En la Figura 1 se puede visualizar un esquema que representa la propuesta de celda de membrana y el planteamiento del proceso ED de LiCl.

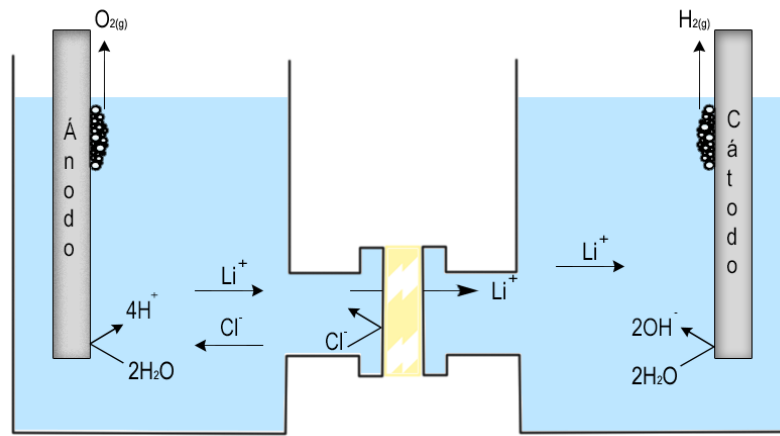


Figura 1. Esquema del proceso de ED de LiCl propuesto, que presentan los electrodos, la membrana y las soluciones utilizadas (LiCl ánodo, LiOH Cátodo)

El proceso de ED se operó en modo batch con un reflujo constante de 280 mL/min y a una temperatura 20°C. El montaje experimental completo se muestra en anexo 2. La fuente de alimentación DPS3010U (WANPTEK), ubicada debajo de la campana de extracción, está conectada al ánodo y al cátodo; el ánodo se conecta a la salida positiva y el cátodo a la salida negativa. Las bombas peristálticas *MasterFlex*[®] están conectadas a ambos compartimientos de la celda para garantizar la homogeneidad del sistema y permitir la toma de muestras.

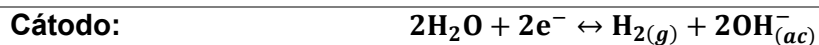
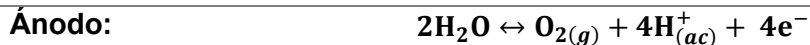
El proceso de electrodiálisis se puede dividir en los siguientes pasos:

- Se preparan las soluciones de interés en concentraciones definidas
- El compartimiento anódico se alimenta con la solución de cloruro de litio, y el compartimiento catódico con la solución de hidróxido de litio.
- Se colocan los electrodos de grafito en cada compartimento. Luego estos se conectan a la fuente de poder con su correspondiente polaridad y se fina un voltaje



y corriente ya definidos de antemano. En ambos compartimientos están conectadas bombas peristálticas para poder tener homogeneidad de la solución, ambas funcionando a 280 ml/min.

- d) Al cerrar el circuito, comienza a circular corriente en el sistema, lo que provoca la polarización de los electrodos e inicia inmediatamente la electrólisis del agua:



Debido a la polarización de los electrodos (ánodo positivo y cátodo negativo) y al gradiente de potencial, los cationes de Li^+ migran hacia el compartimiento catódico, atravesando la membrana catiónica, mientras que los aniones de Cl^- son repelidos por la membrana y atraídos hacia el ánodo. Para evitar la precipitación de otros compuestos en la membrana y asegurar el paso exclusivo de iones monovalentes de litio hacia el compartimiento catódico, se debe trabajar con una sal purificada de LiCl .

- e) Debido a la electrólisis del agua, la cámara catódica se alcaliniza y se satura con iones de litio por migración, obteniendo una solución rica en iones litio e hidroxilos. En el compartimiento anódico ocurre un proceso similar: se acidifica, aumenta la concentración de iones cloruro y se pierden iones de litio.

Los experimentos se hicieron en condiciones controladas de presión y temperatura (1 atm y 20°C). Se utilizaron dos tipos de electrodos, ambos compuestos de grafito y al utilizar el potencióstato 1010E (Gamry) se utilizó un electrodo de plata cloruro de plata (Ag/AgCl). La temperatura de laboratorio se midió utilizando un Termómetro Higrómetro Digital Htc-2.

Se realizó un diseño experimental de 9 condiciones operacionales con una réplica, con el objetivo de identificar las condiciones experimentales que permitan maximizar la recuperación de LiOH en el compartimiento catódico (Anexo 3). Las variables consideradas se observan en la Tabla 2. El experimento 1 fue un experimento preliminar realizado bajo condiciones estándar, mientras que en los experimentos subsiguientes se variaron los parámetros mencionados para analizar cómo influyen en la recuperación de LiOH y cuáles tienen mayor efecto para maximizar la eficiencia del proceso.



Tabla 2. Condiciones de operación para cada experimento.

Experimento	Concentración de LiCl (Mol/L)	Densidad de corriente (A/m ²)	Tiempo (min)
1	0.018	8	180
2	0.018	8	60
3	0.018	30	180
4	0.018	30	60
5	0.023	19	120
6	0.028	8	180
7	0.028	30	60
8	0.028	30	180
9	0.028	8	60

La medición del ion Litio (Li⁺) se realizó mediante un analizador portátil Multilon Imacimus[®] (NTsensors S.L., España). Se tomaron muestras de 25 ml al inicio y al final del proceso, utilizando el sensor de ion litio incluido en el analizador para mantener registro de la concentración del litio.

Las concentraciones iniciales de LiCl se definieron considerando tres factores principales: las limitaciones del equipo, referencias bibliográficas y la intención de realizar un estudio comparativo. El equipo Imacimus es capaz de medir concentraciones de litio en un rango de 10 a 1000 mg/L (0.0014 – 0.14 mol/L).

Con el objetivo de hacer este estudio comparable con un estudio realizado en paralelo sobre una membrana de intercambio aniónico en la Universidad de Concepción, las concentraciones molares se ajustaron a las utilizadas en ese contexto, estableciéndose 0.028 mol/L como el límite superior. Este valor no solo coincide con el estudio previo, sino que también se encuentra dentro del rango operativo del equipo. Además, Rögner y Tetampel (2022) analizaron distintas concentraciones de litio en salares a nivel mundial, destacando el salar de Clayton Valley, en Estados Unidos, cuya concentración se aproxima a este límite superior.

Por otro lado, la selección de la concentración mínima respondió principalmente a criterios prácticos. Aunque las referencias bibliográficas ayudaron a contextualizar los valores



empleados, el valor de 0.018 mol/L se definió por conveniencia, asegurando que las mediciones pudieran realizarse dentro del rango de detección del sensor. Este criterio permitió garantizar la precisión de los datos obtenidos sin comprometer la comparabilidad del estudio.

Tanto la densidad de corriente aplicada al sistema como la corriente presente en el proceso fueron medidos y registrados en intervalos regulares, utilizando un multímetro conectado al ánodo y cátodo en la parte superior de la celda. Para determinar la corriente del sistema, se empleó la capacidad de la fuente de poder para estimar la resistencia estimada de este.

El tiempo de trabajo se definió con base en referencias bibliográficas. Para este proceso, se estima un rango de 2 a 6 horas de alimentación de corriente al sistema (Asadi et al., 2022; Gmar & Chagnes, 2019). Sin embargo, dado que estos estudios se llevaron a cabo con corrientes y concentraciones más altas, el tiempo fue reducido para adaptar el experimento al contexto del sistema estudiado. Por lo tanto, tomando como referencia el estudio de Gmar & Chagnes (2022), se establecieron nuevos tiempos de trabajo de 1 y 3 horas.

3.2. Caracterización de la membrana

3.2.1. Morfología y funcionalidad de la membrana

La composición química de la membrana antes y después de realizar la electrodiálisis, se analizó por medio de espectroscopia de infrarrojo con reflectancia total atenuada (FTIR-HATR) utilizando el Espectrómetro FT-IR Nicolet™ iS™ 10 (Thermo Fisher Scientific, US). La membrana se corta en trozos de 1 cm², estos trozos fueron subsecuentemente secados en un horno a 25°C por 24 horas. Subsecuentemente, el escaneo FTIR-ATR fue llevado a cabo en la membrana seca. El proceso se realizó por medio del formato de absorbancia, con un número de barridos de 50 y con supresión atmosférica automática para todas las pruebas. Repitiendo el proceso ahora para una muestra de membrana que se utilizó para ED (Di Carlo & Habert, 2018). Para determinar la estabilidad térmica de la membrana se realizó un análisis termogravimétrico por medio del analizador termogravimétrico TGA Q500, examinándose la pérdida de masa en distintos rangos de temperatura que están entre 35-900°C el tiempo que se estimó conveniente (Lee et al., 2012). Para tener detalles sobre la morfología de la membrana antes y después de su uso en la ED se utilizó el método



de microscopía electrónica de barrido (SEM). Para realizarlo, la membrana a utilizar se cortó en trozos de 1 cm², estos trozos fueron limpiados e introducidos al microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-6380 LV para poder obtener las micrográficas de la membrana previo y posterior a su uso en la celda, así como también los elementos presentes en la membrana (Lei et al., 2014).

3.2.2. Ángulo de contacto sobre la membrana

El ángulo de contacto se utiliza para evaluar el grado de hidrofiliicidad de la membrana. Para medir el ángulo de contacto (θ), se prepararon muestras de 1,5 x 1,5 cm por triplicado, tanto de membranas nuevas como usadas. Las mediciones se realizaron con el equipo KRÜSS (Drop Shape Analyser, DSA25B, Alemania), empleando el método de la gota sésil.

Antes de las mediciones, el equipo fue calibrado considerando el tamaño de la aguja utilizada (0,516 mm) para establecer la escala. Posteriormente, se depositó una gota de agua de 10 ± 1 μ L sobre cada muestra fijada en una placa de vidrio. El comportamiento de la gota fue registrado durante 60 segundos, utilizando una cámara de alta resolución que capturó imágenes con luz contrastante a una velocidad de 1 FPS. Este procedimiento permitió obtener datos precisos sobre el ángulo de contacto de cada muestra, analizando la interacción de la gota con la superficie de la membrana (Ghalloussi *et al.*, 2013).

3.2.3. Absorción de agua

La absorción de agua de la membrana se define como la cantidad de agua que esta puede retener después de haber permanecido sumergida durante un periodo de tiempo considerable. En las membranas de intercambio iónico se busca que tenga la menor absorción de agua posible, ya que esto significa que la membrana tiene más sitios activos para poder trabajar, siendo 30% de absorción de agua el máximo que se puede encontrar en membranas comerciales (Roschger *et al.*, 2023).

La medición se llevó a cabo pensando muestras de membrana (1 x 1,5 cm) antes y después de la electrodiálisis. Antes de iniciar, la membrana se secó en un horno por 24 horas a 25°C, para posteriormente ser pesada la membrana seca (m_s). Ya pesada, la membrana seca se sumergió en agua desionizada por 24 horas. Pasadas estas 24 horas la muestra fue retirada del agua y secada con un papel para retirar el exceso de agua, pudiendo así pesarla y



registrar el peso de la membrana húmeda (m_h). la absorción de agua se determinó por medio de la siguiente ecuación:

$$\varphi = \frac{m_h - m_s}{m_s} \cdot 100 \quad (1)$$

Donde m_h y m_d representan la masa de la membrana hidratada y la masa de membrana seca respectivamente (Li *et al.*, 2017).

3.2.4. Capacidad de intercambio iónico (IEC)

La capacidad de intercambio iónico en una membrana indica la cantidad de sitios y grupos funcionales presentes en la misma. La IEC se determina como el número de iones equivalentes intercambiador por unidad de masa de membrana (Li *et al.*, 2017). Este parámetro se determinó por medio de una titulación ácido-base. Una muestra seca de membrana (1 x 1,5 cm) fue saturada en 0.1 M de NaCl por 24 horas, para forzar intercambio de iones de Na^+ por los de H^+ . El HCl generado es titulado utilizando 0.01 M de NaOH, usando fenolftaleína como indicador. Las titulaciones se llevaron a cabo en 3 puntos de tiempos: 3 horas, 24 horas y 48 horas. Cada una siendo una muestra distintas, para poder estudiar el cambio de la IEC con respecto al tiempo de exposición con el NaCl. Para poder calcularlo, se utilizó la siguiente ecuación:

$$\text{IEC} = \frac{V_{\text{NaOH}} \cdot C_{\text{NaOH}}}{W} \times 100\% \quad (2)$$

Donde IEC es la capacidad de intercambio iónico en meq g^{-1} , C_{NaOH} y V_{NaOH} son la concentración de hidróxido de sodio y volumen utilizado para su titulación respectivamente. (Vinothkannan *et al.*, 2016).

3.3. Caracterizaciones Electroquímicas

Para las caracterizaciones electroquímicas se llevaron a cabo usando la estación de trabajo electroquímico Gamry 1010E (Gamry Instruments Inc. US). Cada una de estas pruebas se llevaron a cabo tomando la configuración de 3 electrodos para una celda electroquímica (electrodo de trabajo, contraelectrodo y electrodo de referencia) (MTX Labs, 2023). Pero la diferencia de este con el sistema convencional, donde se tienen los 3 electrodos en el mismo compartimiento con una sola solución electrolítica, se tomó el enfoque de usar 2 compartimientos separados por la membrana a utilizar, como se puede ver en la siguiente figura:

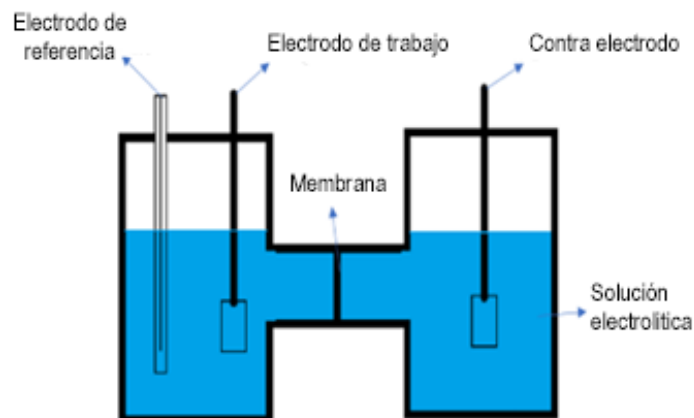


Figura 2. Configuración de 3 electrodos con membrana en el medio

En el compartimiento catódico se encuentra el electrodo de trabajo, a las mismas condiciones de área que cuando se pone en marcha el sistema de ED, siendo 4.7 cm^2 . El contra electrodo por su parte está en el compartimiento anódico y tiene un área de 14.1 cm^2 , siendo 3 veces más que el área del electrodo de trabajo. El electrodo de referencia empleado fue de plata con cloruro de plata (Ag/AgCl).

Todas las pruebas electroquímicas se hará un análisis de antes y después de la electrodiálisis. Las condiciones de esta electrodiálisis serán al máximo tiempo y densidad de corriente definido, haciendo variar las concentraciones. Esto con el propósito de estudiar el cómo evoluciona el sistema en base a este parámetros.

3.3.1. Cronopotenciometría

La cronopotenciometría es una técnica electroquímica utilizada para medir la caída de potencial de una membrana bajo la aplicación de corriente continua (Barros et al., 2023). En este estudio, las mediciones se realizaron en un rango de densidades de corriente similar al utilizado en los procesos de electrodiálisis, específicamente entre 8 y 30 A/m^2 . Las pruebas tuvieron una duración de 1 minuto, tiempo suficiente para alcanzar el estado estacionario de la caída de potencial bajo las condiciones del sistema.

Estas mediciones se llevaron a cabo tanto antes como después de los procesos de electrodiálisis. Los cronopotenciogramas obtenidos fueron analizados para evaluar los



efectos del proceso en el sistema estudiado, incluyendo cambios en la resistencia y la respuesta del sistema frente a la difusión (Barros et al., 2023).

3.3.2. Conductividad iónica y espectroscopia de impedancia electroquímica

En este trabajo, la espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS) se realizó utilizando la misma configuración empleada en las demás pruebas electroquímicas. Las mediciones abarcaron un rango de frecuencias desde 100,000 Hz hasta 0.01 Hz, con un total de 68 puntos de frecuencia, 10 décadas, corriente de 0.01 A rms y un inicio con delay que permite al sistema estabilizarse al dejar de tener perturbaciones de menos de 10 mV/s. Estas pruebas se llevaron a cabo tanto antes como después de los procesos de electrodiálisis, con el objetivo de analizar cómo el proceso afecta las respuestas del sistema, incluyendo la resistencia en serie, la resistencia en paralelo y la capacitancia en la interfaz electrodo/electrolito (Zhang et al., 2019).

A partir de las mediciones de EIS, se generaron diagramas de Nyquist, que proporcionan información clave sobre la resistencia del sistema, particularmente la resistencia intrínseca de la membrana (R). Con estos datos, se calculó la conductividad iónica de la membrana (σ) empleando la siguiente ecuación:

$$\sigma = \frac{L}{W \cdot dR} \quad (3)$$

Donde L es la distancia entre los electrodos de referencia, W es el ancho de la muestra, d es su grosor y R corresponde a la resistencia intrínseca obtenida mediante EIS (X. Li et al., 2017).

El cálculo de la resistencia intrínseca requiere la construcción de un circuito equivalente que modele el sistema. Este circuito permite analizar los mecanismos que contribuyen al incremento de la impedancia, considerando el comportamiento de cada resistencia presente y cómo estas varían en función de los procesos de electrodiálisis realizados (Liao et al., 2023).

3.3.3. Voltametría cíclica

Voltametría cíclica hace referencia a la técnica utilizada para caracterizar nuevos sistemas electroquímicos haciendo cambios sobre su potencias, con ciertas limitaciones y así poder observar la respuesta de corriente (Robert Dominko et al., 2023)



Para la voltametría se tomaron los límites de -3 a 3 voltios de potencia al ser lo máximo que permitía el equipo debido a las concentraciones de las soluciones. La velocidad de exploración utilizada fueron 50 mV/s, realizando 10 ciclos para capturar la mayor estabilidad posible.

Para propósitos de este trabajo se hará un análisis de los Voltagrama antes y después de la electrodiálisis, para así encontrar si existen cambios en la resistencia interna del sistema, reacciones secundarias, impacto de proceso en el cátodo y formas de optimizar el proceso (Laura Mais, 2015).

3.4. Montaje y puesta en marcha del sistema

Antes de comenzar los experimentos, se debe realizar el montaje del sistema de electrodiálisis (ED). En el compartimiento anódico se alimentó cloruro de litio, mientras que en el compartimiento catódico se utilizó hidróxido de litio. Para mejorar la eficiencia del transporte iónico, se estableció un gradiente de concentración, donde la concentración molar de hidróxido de litio fue cinco veces menor que la de cloruro de litio en cada experimento.

La alimentación de energía se realizó mediante electrodos de grafito que actuaron como electrodos de trabajo. El área activa de estos electrodos fue de 4,71 cm² y se delimitó antes de los experimentos para evitar variaciones en su tamaño. Los electrodos se conectaron a una fuente de poder, configurando una corriente constante para cada ensayo.

Antes de iniciar cada experimento, se midieron las concentraciones iniciales de litio y el pH de las soluciones utilizando el equipo Imacimus 2, registrando los datos en una hoja de cálculo en Excel. Al finalizar cada prueba, se anotaron las concentraciones finales de cada compartimiento y sus respectivos valores de pH. Esta información permite calcular los parámetros de eficiencia del sistema de electrodiálisis propuesto.

Los parámetros de eficiencia evaluados incluyen la recuperación de iones, la eficiencia de corriente, el consumo específico de energía, la tasa de migración, la tasa de concentración y la tasa de supervivencia de iones (Gmar & Chagnes, 2019). Finalmente, se analizará el impacto de las condiciones operativas descritas en la Tabla 2 sobre estos indicadores de eficiencia.



3.4.1. Eficiencia de recuperación

La eficiencia de la recuperación de litio se define en base a la siguiente ecuación:

$$\text{Recuperacion Li (\%)} = \frac{(C_f - C_i)}{C_{ia}} \cdot 100 \quad (4)$$

Siendo C_i y C_f las concentraciones de litio iniciales y finales en el compartimiento catódico en mg/L y C_a la concentración inicial de litio en el compartimiento anódico, en esencia el numerador presenta la concentración de litio después de la electrodiálisis en el compartimiento catódico y el denominador presenta la concentración de litio previo a la electrodiálisis (Hoshino, 2013).

3.4.2. Eficiencia de corriente

La eficiencia de corriente se representa mediante la siguiente ecuación:

$$\text{Eficiencia de corriente (\%)} = \frac{z \cdot F \cdot V_c \cdot (C_f - C_i)}{NI} \cdot 100 \quad (5)$$

Donde, F es la constante de Faraday (96,486 C/mol), z es la carga del ion (+ para el litio), q es el flujo de líquido que pasa al compartimiento catódico (L/s), C_i y C_f siguen representando las concentraciones de litio, pero ahora en mol/L, N e I son el número de membranas utilizadas y la corriente aplicada en Amp respectivamente (Gmar & Chagnes, 2019).

3.4.3. Tasa de migración de iones

La tasa de migración de iones (M_r) se representa mediante la siguiente ecuación:

$$M_r \text{ (mg/m} \cdot \text{min)} = \frac{(C_f - C_i) \cdot V_c}{A \cdot t} \quad (6)$$

C_i y C_f siguen representando las concentraciones de litio en el compartimiento catódico en mol/L, V_c es el volumen del catolito en L, A es el área efectiva de la membrana en m^2 y t es el tiempo que toma la migración en minutos (Gmar & Chagnes, 2019).

3.4.4. Tasa de supervivencia de iones

La tasa de supervivencia de iones ($S_{r_i+\%}$) son aquellos iones que no lograron permear al compartimiento catódico, esto se representa mediante la siguiente ecuación:



$$SR_{i+\%} = \frac{C_{fa}}{C_{ia}} \cdot 100 \quad (7)$$

Siendo C_{fa} y C_{ia} las concentraciones finales e iniciales del compartimiento anódico de la celda en mg L^{-1} (Hoshino, 2013).

3.4.5. Consumo específico de energía

El consumo energético (SEC), se define como la energía requerida para recuperar un mol o gramo del ion estudiado (para este caso un ion de litio) el cual se expresa en kWh/mol o J/mol regularmente. Es un parámetro relevante para poder hacer una optimización económica del sistema. Esto se representa mediante la siguiente ecuación:

$$SEC = \frac{\Delta E \cdot I \cdot t}{N_R} \quad (8)$$

donde E (V) es el potencial aplicado, I (A) la corriente, t (h) es el tiempo de operación de la celda y N_R la cantidad del ion transferido hacia el compartimiento catódico en moles (Wang et al., 2021).

Para cada uno de estos parámetros, también se calculó su desviación estándar por medio de dos muestras de estudio, la cual se representa mediante las barras de error en las gráficas de los resultados que se presentan más adelante. Además, estos resultados se encuentran en el anexo 9.



4. Resultados y discusión

4.1. Morfología y funcionalidad de la membrana

4.1.1. Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)

El FTIR se usó para caracterizar la composición química de la membrana pre y post electrodiálisis. Así pudiendo saber que tan estable químicamente es esta después de un uso constante. En la Figura 3, se pueden apreciar los espectros infrarrojos de la membrana pre y post ED.

El FTIR revela la presencia de grupos sulfónicos por sus picos característicos a 1223, 1082 y 1026 cm^{-1} , siendo el primero simétrico y de mayor frecuencia. Los picos a 1600 cm^{-1} corresponden a grupos carbonilos del SPEEK, y a 3500 cm^{-1} se identifica el grupo hidroxilo (O-H), completando así la estructura de la membrana (Anexo 5).

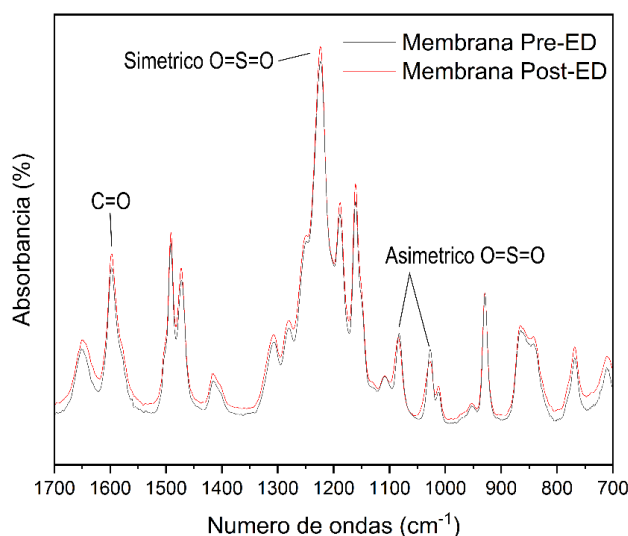


Figura 3. Espectro FTIR de membrana FKB-PK-130 pre y post ED.

En la comparativa pre y post electrodiálisis, se observa un cambio mínimo en las frecuencias, lo que sugiere que la estructura química de la membrana no ha sufrido alteraciones significativas. Sin embargo, ligeros desplazamientos o variaciones en la intensidad de algunas bandas podrían indicar interacciones menores, como la absorción de iones o agua (Othman *et al.*, 2007). Pudiendo concluirse que, en general la membrana mantiene su integridad química, lo cual es esperado en una Fumasep FKB-PK-130, y los



cambios podrían estar relacionados con el grado de hidratación o adsorción de compuestos y no a un cambio en su composición química.

4.1.2. Análisis termogravimétrico (TGA)

El análisis termogravimétrico (TGA) se utilizó para caracterizar las propiedades de estabilidad térmica y la composición química de la membrana, permitiendo identificar las etapas de pérdida de masa asociadas con la descomposición de componentes específicos. Las Figuras 4 (Izquierda) y (Derecha) muestran los termogramas y los perfiles de derivada termogravimétrica (DTG) de las membranas activadas y usadas, respectivamente.

Dado que se trata de una membrana de intercambio protónico basada en SPEEK, esta presenta una sólida estabilidad térmica, sin cambios significativos en su masa hasta los 500 °C. Las variaciones observadas antes de este rango se atribuyen a la degradación de los grupos sulfónicos presentes en la membrana, así como a su capacidad inherente de absorber agua. A temperaturas superiores a 500 °C, comienza la degradación del polímero base que constituye la estructura de la membrana (PEEK).

El hecho de que el porcentaje de masa remanente no alcance cero se debe a la presencia de material inorgánico en la membrana. Este material fue identificado mediante SEM-EDS, detectándose sulfato, potasio, sales de sodio, flúor y, en el caso de la membrana usada, litio. Este comportamiento y la presencia de material inorgánico coinciden con lo reportado en la literatura (Khan *et al.*, 2022).

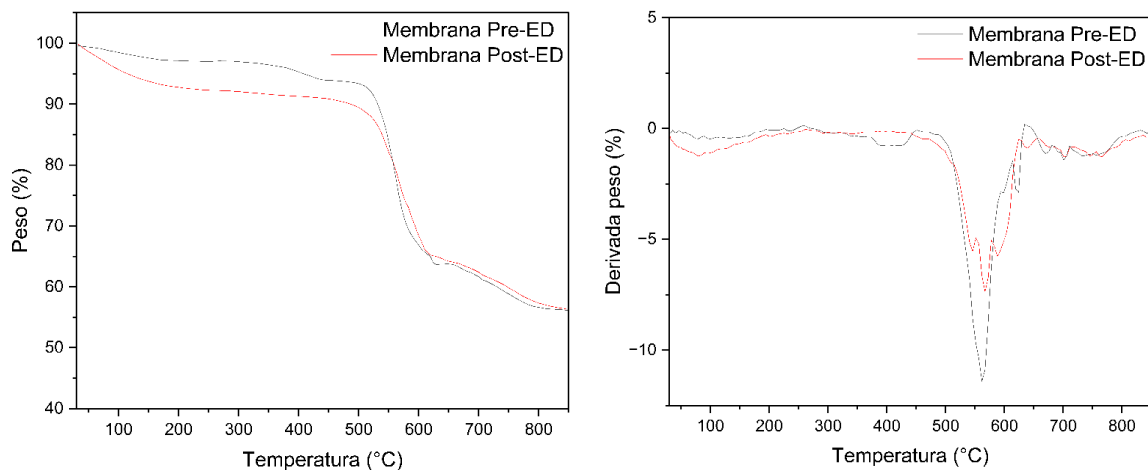


Figura 4. Termograma de descomposición (Izquierda) y de velocidad de pérdida (Derecha) para las muestras de membrana pre y post ED



Al comparar el comportamiento de la membrana antes y después de la ED, se observa que su estabilidad térmica no presenta cambios significativos. Sin embargo, sí se evidencia una acumulación de agua y un aumento en la presencia de compuestos inorgánicos. Este último aspecto es notable en el análisis DTG, donde el pico asociado a la degradación del PEEK muestra una menor intensidad en la membrana post-ED en comparación con la pre-ED. Esto se debe, como se mencionó, a la mayor cantidad de compuestos inorgánicos presentes en la membrana, especialmente litio.

En conclusión, el análisis TGA demuestra que la membrana de intercambio protónico basada en SPEEK posee una alta estabilidad térmica, manteniéndose estable hasta 500 °C. Tras el proceso de ED, aunque no se observan cambios significativos en su estabilidad, se evidencia un aumento en la acumulación de agua y compuestos inorgánicos, particularmente litio.

4.1.3. Microscopía Electrónica de Barrido con Espectroscopía de Dispersión de Energía (SEM-EDS)

El SEM-EDS también fue empleado para poder caracterizar tanto morfológica como composicionalmente la membrana. Pudiendo tener una visualización de la estructura superficial de esta, así como también la composición química con la que va terminando la membrana después de su uso prologando en electrodiálisis. En las Figuras 5 (Izquierda) y (Derecha) se pueden apreciar las imágenes producidas SEM de la superficie de la membrana activada y la membrana usada. La morfología superficial de la membrana se contrasta con otros ejemplos de membranas SPEEK encontradas en bibliografía como Dzyazko *et al.*, (2019). De las imágenes se puede apreciar en la membrana usada partículas en su superficie, estas partículas se le pueden atribuir a partículas de compuestos inorgánicos que se acumulan en la membrana (Dzyazko *et al.*, 2019).

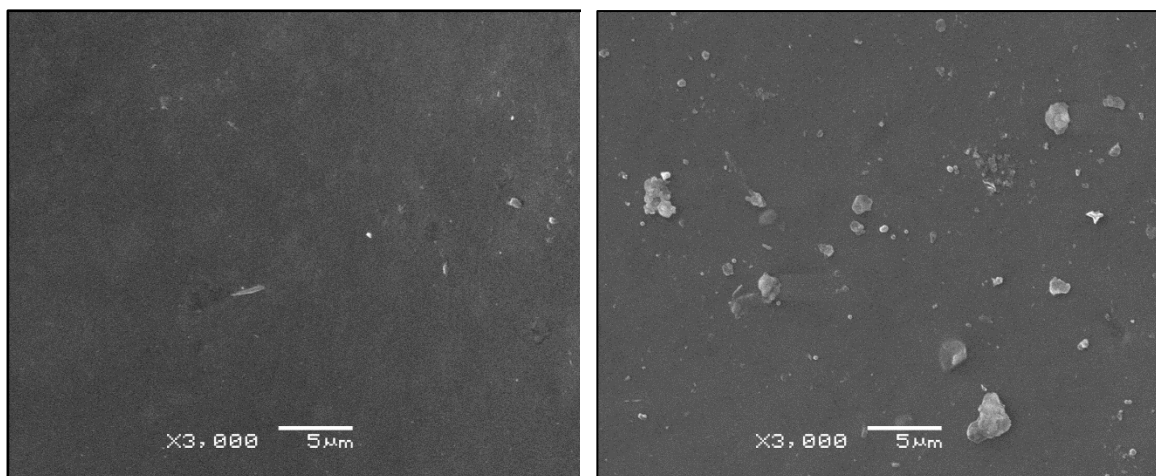


Figura 5. Imagen SEM de la membrana activada (Izquierda) y usada (Derecha)

De los posibles compuestos inorgánicos se tiene sulfato, sodio, cloro y litio. Por medio de los resultados de los análisis EDS que se pueden ver en la Tabla 3 se puede apreciar la presencia de sodio y sulfato en la membrana activada. Este sodio se encuentra presente por el proceso de activación que se realiza a la membrana previo a su uso en el sistema de electrodiálisis. Después de la electrodiálisis ya no se encuentra sodio en la membrana, esto debido a la relación que presenta con el litio de competir por los sitios activos de la membrana.

Tabla 3. Resultados de los análisis EDS sobre las muestras de membrana

Elemento	% Peso Pre-ED	% Peso Post-ED
C	67,57	71,15
O	24,04	22,93
Na	3,78	0,16
S	4,61	5,77
Total	100	100

Pudiendo entonces poder afirmar que el material inorgánico que está saturando la membrana es el litio que no logra traspasar la membrana hacia el compartimiento catódico. Dammak *et al.*, 2021 sugieren que estas saturación después de llevar a cabo electrodiálisis son meramente saturaciones parciales, las cuales se pueden reacondicionar por medio de



sumergirlas en NaCl en las condiciones dictadas por su fabricante, en este caso 1%. Este proceso se basa en la reversibilidad del intercambio iónico y en la capacidad de los cationes de reemplazar a otros previamente adsorbidos en los sitios activos de la membrana.

4.1.4. Absorción de agua

La absorción de agua es una propiedad relevante para la membranas utilizadas en electrodiálisis, esto porque el agua juega un rol importante en varios factores de la membrana. La absorción de agua tiene efecto sobre la conductividad iónica, capacidad de intercambio iónico, resistencia química y estabilidad estructural de la membrana. Así que es importante que haya un equilibrio en el porcentaje de absorción de agua de la membrana. Además, al tratarse de una membrana comercial la información de su absorción de agua promedio está en su hoja de especificación, siendo 10 – 30% de absorción de agua a 24 horas.

En la Figura 6 se pueden apreciar los resultados obtenidos de realizar pruebas de absorción de agua sobre muestras de membrana activadas, pero sin usar y sobre membranas usadas para electrodiálisis. Después de 24 horas los resultados son 10% de absorción para la membrana activada y 6% para la membrana usada. Resultados que se encuentran en el rango de la hoja de especificación. Esta diferencia aumenta con el tiempo sumergido, con 48 horas los porcentajes pasan a 25% y 18% respectivamente.

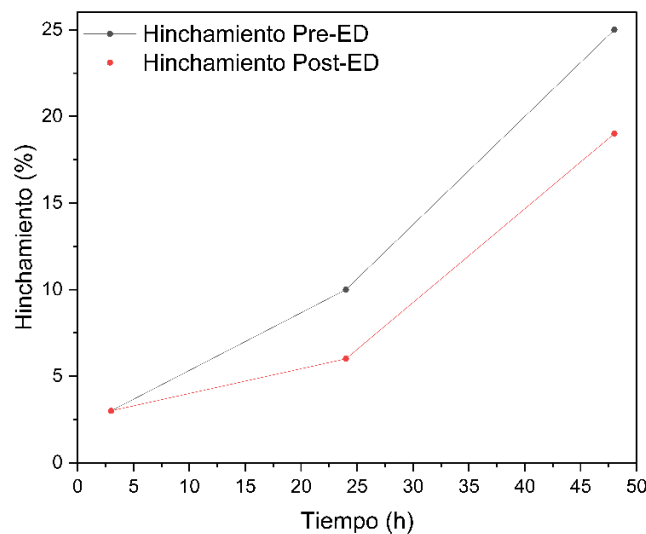


Figura 6. Porcentaje de hinchamiento de las muestras de membrana pre y post ED



Se observa que, después de su uso, la membrana presenta una menor capacidad de absorción de agua, ya que su hinchamiento es reducido. Como se explica más adelante, esto se debe a que la membrana se vuelve menos hidrofílica tras su uso. Según Ghalloussi et al. (2013), este fenómeno se atribuye al incrustamiento de compuestos inorgánicos en la superficie de la membrana, lo que reduce el número de sitios activos, como los grupos sulfónicos.

Pudiendo concluirse que este comportamiento del hinchamiento de la membrana ocurre en base a que esta se tapa por su uso constante en el proceso de electrodiálisis, necesitando regenerarse para poder evitar reducción en la eficiencia del proceso.

4.1.5. Capacidad de intercambio iónico (IEC)

El IEC y el cambio que esté presente pre y post electrodiálisis es fundamental conocerlo para poder evaluar la eficiencia, rendimiento y funcionalidad de la membrana en un periodo largo de tiempo y en condiciones de trabajo agresivas. En la Figura 7 se pueden apreciar los resultados obtenidos al realizar las pruebas de IEC en las muestras de membrana previo y posterior a su utilización. Se puede apreciar que los valores del intercambio iónico de las muestras usadas para ED muestran una disminución en su valor de IEC, tomando los puntos a 24 horas, los cuales son 0.79 y 0.59 para membrana activada y usada respectivamente, se puede notar una diferencia del 25% menos entre muestra, presentando un comportamiento equivalente a lo visto con el hinchamiento de la membrana. Este comportamiento se debe a que, después de la electrodiálisis ocurre incrustamiento de no orgánicos como litio sobre los grupos funcionales, bloqueando la capacidad de intercambiar iones que tienen estos, haciendo que el proceso de intercambio iónico se vuelva menos eficiente.

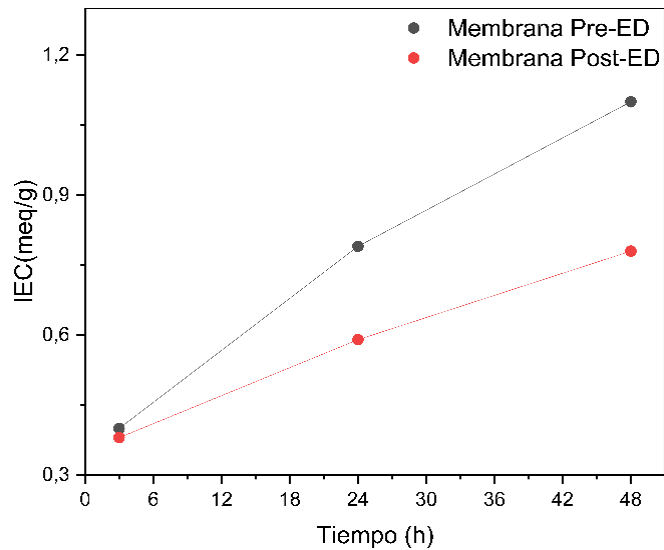


Figura 7. Capacidad de intercambio iónico de las muestras de membrana pre y post ED

4.1.6. Ángulo de contacto sobre la membrana

Mediante esta caracterización, se busca comprender el efecto que tiene el uso constante de estas membranas por sobre los sitios activos de la membrana, afectando su comportamiento en términos de interacción con el agua. A continuación, en la Figura 8 se presentan los resultados obtenidos a través de la medición del ángulo de contacto sobre las muestras de membrana.

Se observa un aumento del 12% en el ángulo de contacto de la membrana usada en comparación con la activada, lo que indica que, tras un uso constante, esta se volvió menos hidrofílica. Este fenómeno puede atribuirse a la reducción en la concentración de sitios activos, causada por la saturación de grupos hidrofílicos, como los sulfónicos, o su desprendimiento, según lo descrito por los autores Ghalloussi *et al* (2013). Además, los mismos autores destacan la importancia de las soluciones de acondicionamiento para regenerar y desaturar los grupos activos de la membrana.

Finalmente, el aumento del ángulo de contacto en las membranas usadas indica una menor hidrofiliidad en la membrana, atribuida a la saturación o pérdida de grupos hidrofílicos activos, como los sulfónicos. Este comportamiento es útil para resaltar lo importante de tratar las membranas con regularidad, para poder mantener la eficiencia de estas.

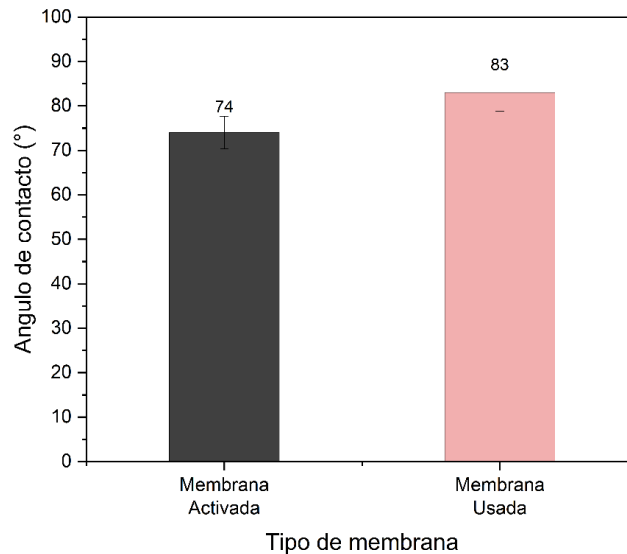


Figura 8. Comparación ángulo de contacto entre membrana activada y membrana usada.

4.2. Caracterizaciones Electroquímicas

4.2.1. Cronopotenciometría

En la aplicación de la técnica electroquímica, la cronopotenciometría se utiliza para poder caracterizar el sistema electroquímico previo y posterior a la electrodiálisis. En la Figura 9 (Izquierda) y (Derecha) se pueden apreciar los Cronopotenciogramas del sistema a alta concentración y baja concentración respectivamente.

Para todos los casos, el sistema llegó a su estado estacionario a los 60 segundos. Se puede apreciar que para el sistema previo a la electrodiálisis los potenciales rápidamente llegan a sus valores máximos (6 V a mínima concentración y 4 V a máxima concentración). Esta diferencia de potenciales se explica porque como se alimenta una corriente constante al sistema para esta prueba, al sistema de máxima concentración presentar mayor concentración de iones, presenta menor resistencia eléctrica, por ley de ohm, teniéndose un menor potencial.

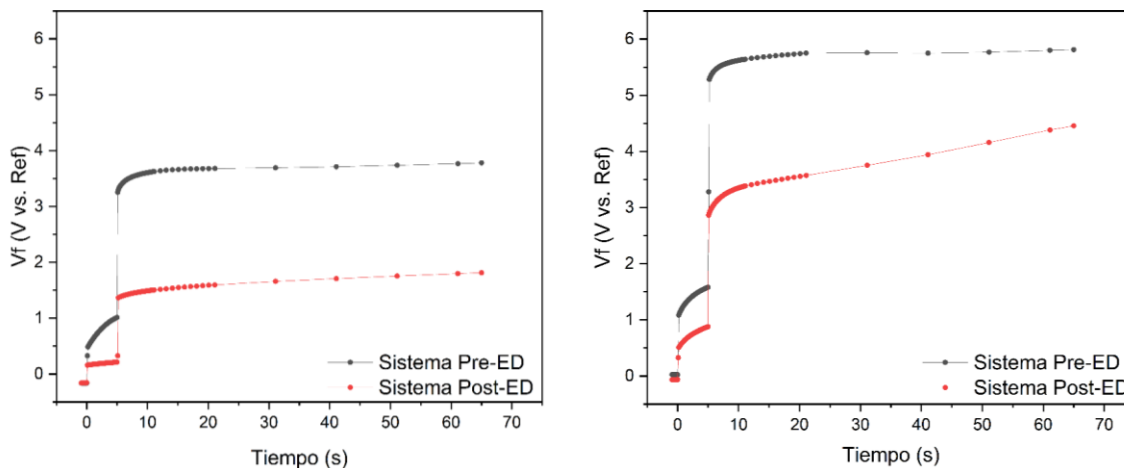


Figura 9. Cronopotenciogramas del sistema antes y después de la electrodiálisis a la máxima (Izquierda) y mínima (Derecha) concentración de LiCl.

Se puede apreciar también, con respecto a la comparativa previo y posterior a electrodiálisis, que después de la electrodiálisis los potenciales disminuyen. Esto por el mismo motivo de que la resistencia del sistema disminuye. En este caso, esto ocurre porque al llevarse a cabo la electrodiálisis y los iones de litio migran hacia el compartimiento catódico, compartimiento en el cual se encuentra el electrodo de trabajo, la concentración de este aumenta y el gradiente de concentración del sistema disminuye, disminuyendo la resistencia general del sistema. Finalmente, en el sistema a mínima concentración post-ED se ve que el potencial no termina de estabilizarse, esto es debido a que, por la saturación de la membrana, al alimentar corriente al sistema se presenta un comportamiento difusivo (Barros *et al.*, 2023).

Finalmente, la cronopotenciometría muestra que la resistencia del sistema estudiado disminuye tras realizar electrodiálisis debido a la migración de los iones de litio hacia el compartimiento catódico. También, se observa un comportamiento difusivo en el sistema de mínima concentración post-ED, lo que impide la estabilización completa del potencial debido a la saturación de la membrana.

4.2.2. Conductividad iónica y espectroscopia de impedancia electroquímica

Para realizar un análisis más detallado de las distribuciones de las resistencias en el sistema planteado, así como de su evolución durante el proceso, se llevaron a cabo análisis de impedancia galvano estáticos (EIS) en muestras con concentraciones bajas y altas.



Para estudiar las resistencias, se realizaron ajustes basados en el circuito equivalente mostrado en el Anexo 7. La resistencia total del sistema (R_{total}) se calculó como la suma de la resistencia de la solución receptora (R_{14}), la solución alimentadora (R_{15}), la membrana (R_8), el electrodo de trabajo (R_{13}) y el contraelectrodo (R_p). Este enfoque permitió desglosar las contribuciones individuales al comportamiento general del sistema. En las Figuras 10 (Izquierda) y (Derecha) se muestran los gráficos de Nyquist correspondientes a las concentraciones máxima y mínima, respectivamente, evidenciando las diferencias en las respuestas electroquímicas bajo estas condiciones.

El ajuste de los circuitos puede observarse en las Figuras 11 (Izquierda) y (Derecha). A partir de estos valores, se identifican comportamientos consistentes con las observaciones obtenidas en otras pruebas electroquímicas realizadas sobre el sistema. La comparación de estos valores permitió confirmar tendencias en la variación de las resistencias, proporcionando una validación adicional del modelo empleado para el análisis del sistema y su evolución durante el proceso.

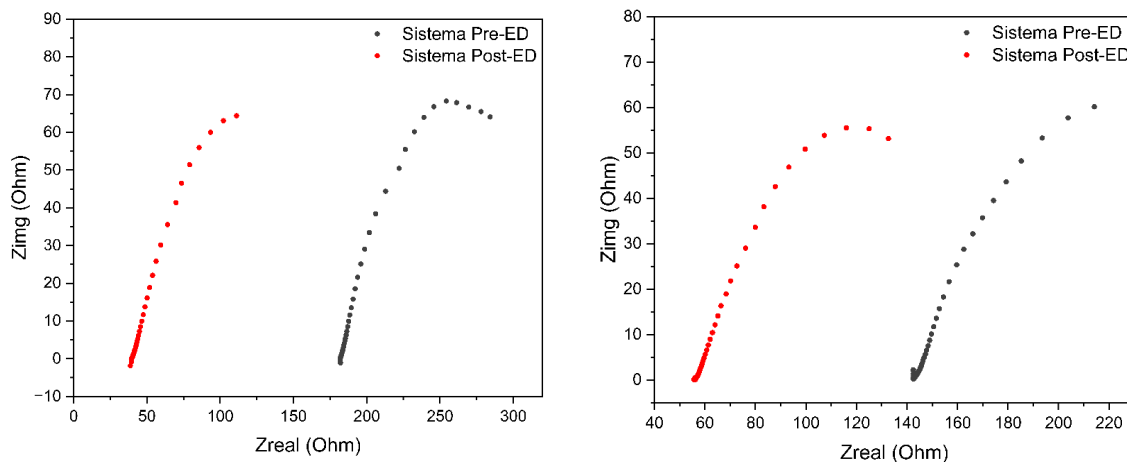


Figura 10. Gráficos de Nyquist del sistema antes y después de la electrodiálisis a la máxima (Izquierda) y mínima (Derecha) concentración de LiCl

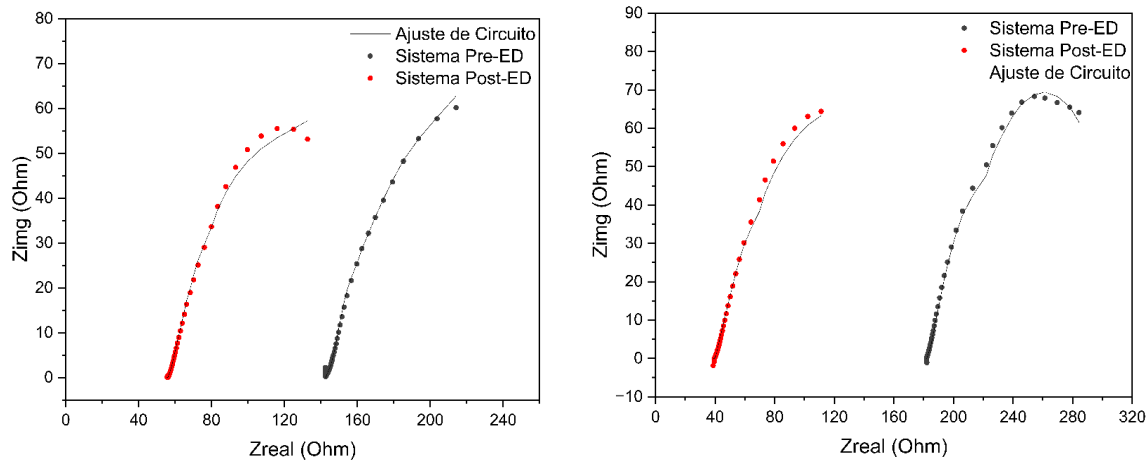


Figura 11. Gráficos de Nyquist del sistema antes y después de la electrodiálisis a la máxima (Izquierda) y mínima (Derecha) concentración de LiCl con el circuito equivalente

En la Tabla 4 se presentan los valores de las resistencias del sistema. Las resistencias de los electrodos no muestran diferencias significativas, lo que podría atribuirse tanto a una ligera degradación de estos como a pequeñas variaciones en el área sumergida. Por otro lado, las resistencias de las soluciones catódicas disminuyen en ambos casos, reflejando el incremento de concentración que ocurre en este compartimiento.

Finalmente, se observa que la resistencia de la membrana aumenta en un 230% y un 290% para las concentraciones mínimas y máximas, respectivamente. Este incremento se debe a los depósitos que se forman en la membrana durante el proceso de electrodiálisis. La diferencia en el aumento de resistencia está asociada a que, en soluciones más concentradas, la saturación de la membrana es mayor.

Tabla 4. Resistencias del sistema pre y post-ED en ohms

Experimento	Rp	R8	R13	R14	R15
Concentración mínima (Inicial)	34.43	1.264	134.2	150.7	30.98
Concentración mínima (Final)	35.06	4.291	131.6	10.98	30.96
Concentración máxima (Inicial)	35.83	1.573	161.0	120.9	21.77



Concentración máxima	34.77	5.606	168.7	30.20	25.29
----------------------	-------	-------	-------	-------	-------

(Final)

En conclusión, el análisis de impedancia electroquímica reveló un aumento significativo en la resistencia de la membrana, de un 230% y un 290% para las concentraciones mínima y máxima, respectivamente. Este incremento se atribuye a la deposición de material inerte sobre la membrana durante el proceso de electrodiálisis, siendo más pronunciado en soluciones más concentradas debido a una mayor saturación de la membrana.

4.2.3. Voltametría cíclica

Se aplicó voltametría a diferentes concentraciones de cloruro de litio e hidróxido de litio para estudiar el efecto de la variación de concentraciones en el sistema, tanto antes como después de la electrodiálisis. El objetivo era analizar cómo cambia su comportamiento electroquímico. Los resultados de esta técnica se muestran en las Figuras 12 (Izquierda) y (Derecha).

De las figuras se observa que las magnitudes máximas alcanzadas por los voltagramas post-ED son mayores que las pre-ED. Esto se debe a que, tras la electrodiálisis y el intercambio de iones Li^+ entre compartimentos, la resistencia eléctrica del sistema disminuye, reduciéndose el gradiente de concentración inicial entre los compartimentos, lo que facilita el traspaso iónico. El Voltagrama de concentración mínima muestra el mayor cambio entre pre y post-ED, ya que en esta configuración se produce el mayor traspaso iónico. Este razonamiento también es mencionado por los autores Zavala *et al.*, 2019.

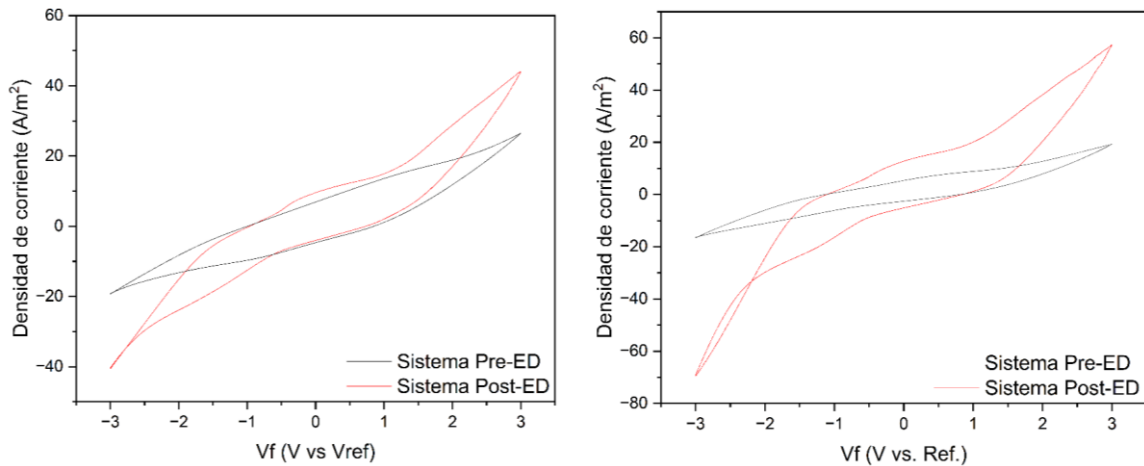


Figura 12. Voltagramas del sistema antes y después de la electrodiálisis a la máxima (Izquierda) y mínima (Derecha) concentración de LiCl

No solo eso, también se estudió el cambio en el área de los voltagramas previo y posterior a la electrodiálisis. Donde por medio del software *Gamry Analyst*, se llevó a cabo la integración de los voltagramas para obtener sus áreas internas en la unidad de millicoulombs (mC). Obteniendo que para la máxima concentración el área del Voltagrama paso de 218 mC a 192.2 mC después de la electrodiálisis, mientras que para la mínima concentración paso de 123 a 91.3 mC. Pudiéndose apreciar la disminución de ambas áreas posterior a la electrodiálisis, la explicación hacia esto la presenta el autor (Elgrishi *et al.*, 2017), debiéndose a la degradación física que sufren los electrodos de grafitos utilizados para la electrodiálisis y posteriormente pruebas electroquímicas, disminuyendo su capacidad de transferencia de carga.

Pudiendo concluirse que, los resultados de la voltametría muestran un aumento en las magnitudes máximas de los voltagramas post-ED, lo que indica una mejora en el traspaso iónico tras la electrodiálisis. Además, la integración de los voltagramas revela una disminución en las áreas, especialmente en concentraciones bajas, lo que se atribuye a la degradación de los electrodos de grafito durante el proceso. Esto confirma que la electrodiálisis afecta tanto al comportamiento electroquímico como a la eficiencia de los electrodos.



4.3. Montaje y puesta en marcha del sistema

4.3.1. Eficiencia de recuperación de litio

En base a los distintos parámetros estudiados, se utilizó la eficiencia de recuperación del ion a estudiar (Li^+) como uno de los parámetros para poder evaluar que la eficiencia general del proceso de ED.

En las Figuras 13 (Izquierda) y (Derecha) se puede apreciar la eficiencia de recuperación del ion litio para dos densidades de corriente distintas; 8 y 30 A/m^2 . Separándose los casos de estudio en las horas que se llevó a cabo la electrodiálisis, siendo estas de 1 a 3 horas, y también las concentraciones de LiCl involucradas, siendo 0.028 y 0.018 respectivamente, manteniendo una diferencia de concentración 1:5 respecto a la concentración de LiOH inicial. La mayor recuperación se puede apreciar en la menor concentración, densidad de corriente de 30 A/m^2 y 3 horas, está siendo 24%. Mientras que, para las mismas condiciones, pero a la mayor concentración se tiene que es 19%.

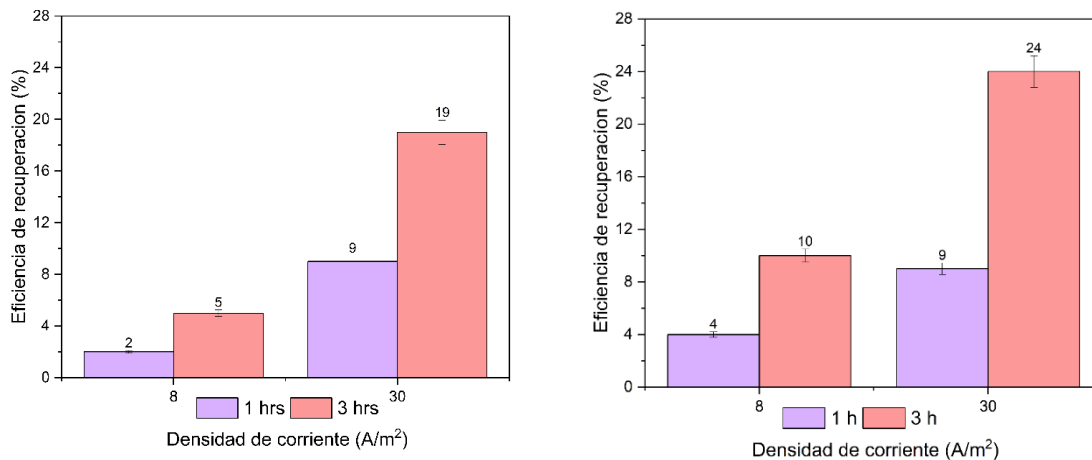


Figura 13. Eficiencia de recuperación de litio del sistema a la máxima (Izquierda) y mínima (Derecha) concentración de LiCl

Esto puede deberse a varios factores. Uno de los principales es que, a mayor concentración, la membrana puede alcanzar su capacidad de saturación, limitando el paso de iones Li^+ en comparación con concentraciones más bajas (An *et al.*, 2023). Además, aunque la solución de mayor concentración presenta menor resistencia eléctrica, mantener la misma densidad de corriente no necesariamente implica un mayor transporte de iones a través de la membrana, ya que la solución solo tiene mayor conductividad. Esto requiere



una mayor densidad de corriente para lograr una recuperación más alta (Gmar & Chagnes, 2019).

En conclusión, la densidad de corriente y el tiempo de operación se identifican como parámetros críticos para maximizar la recuperación de iones de litio en sistemas de separación electroquímica. Esto se debe a que, a mayores concentraciones de litio en el compartimento de acumulación, el sistema tiende a experimentar incrustaciones más rápidas, lo que incrementa la resistencia de la membrana catiónica y disminuye la eficiencia del proceso. Para mitigar este efecto, sería necesario aumentar la corriente aplicada al sistema, de manera que se pueda compensar el incremento de la resistencia eléctrica, manteniendo así un flujo constante de iones de litio y preservando la eficiencia operativa. Esta estrategia debe implementarse con precaución, ya que una mayor corriente podría acelerar otros fenómenos no deseados, como la evolución de gas o el desgaste prematuro de los electrodos.

4.3.2. Eficiencia de corriente

Con la eficiencia de corriente, se busca estudiar qué porcentaje de la corriente eléctrica alimentada al sistema, está siendo utilizada eficientemente para transportar los iones de litio a través de la membrana.

En las Figuras 14 (Izquierda) y (Derecha) se puede apreciar la eficiencia de corriente sobre el sistema para dos densidades de corriente distintas; 8 y 30 A/m². Separándose los casos de estudio en las horas que se llevó a cabo la electrodiálisis, siendo estas de 1 a 3 horas, y también las concentraciones de LiCl involucradas, siendo 0.028 y 0.018 mol/L respectivamente.

El valor de eficiencia más alto del sistema es 97%, a mayor concentración, pero menor tiempo y menor densidad de corriente. Mientras que, el segundo valor más alto de 94% se obtuvo a la menor concentración, menor tiempo, pero mayor densidad de corriente posible.

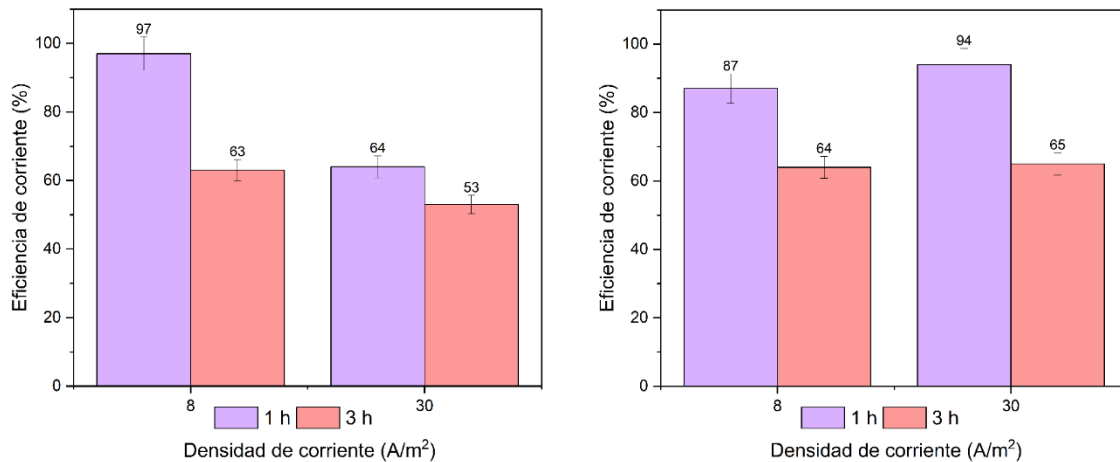


Figura 14. Eficiencia de corriente del sistema a la máxima (Izquierda) y mínima (Derecha) concentración de LiCl

Estas combinaciones son las más favorables porque logran un equilibrio eficiente entre los factores que afectan el transporte de iones y la optimización del uso de energía. Este comportamiento se explica por el fenómeno de saturación. A alta concentración inicial de LiCl, se alcanza el óptimo de eficiencia en etapas tempranas del proceso. Sin embargo, después de este punto, la eficiencia comienza a disminuir debido a que el sistema entra en saturación, lo que limita su capacidad para mover más iones entre cámaras.

Por otro lado, a menor concentración inicial, el óptimo de eficiencia se alcanza a mayores densidades de corriente. No obstante, los primeros momentos del proceso resultan ser los más eficientes en términos de transporte iónico, ya que la menor saturación inicial favorece la movilidad de los iones. En el caso de alta concentración, el óptimo se logra a una menor densidad de corriente, ya que la mayor cantidad de iones Li^+ disponibles facilita su transporte inicial, alcanzando el estado de saturación más rápidamente.

Los resultados destacan la importancia de optimizar la combinación de concentración inicial, tiempo y densidad de corriente para equilibrar el transporte iónico y el consumo energético, evitando la saturación que limita la eficiencia del sistema.

4.3.3. Tasa de migración de iones

Por medio de la tasa de migración de iones, se cuantifica el flujo de iones de litio que atraviesan la membrana de intercambio en el proceso de electrodiálisis. En la Figura 15 (Izquierda) y (Derecha) se pueden apreciar estas tasas de migración. La tasa migratoria



óptima se puede encontrar a la mayor concentración inicial de LiCl, mayor densidad de corriente y menor tiempo de trabajo.

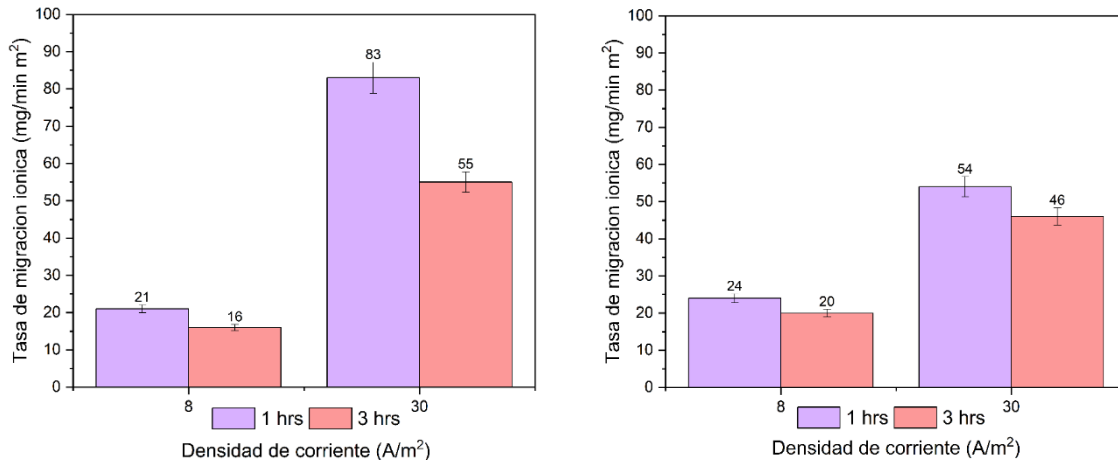


Figura 15. Tasa de migración de iones del sistema a la máxima (Izquierda) y mínima (Derecha) concentración de LiCl

Este fenómeno se explica porque, a mayor concentración inicial, hay una mayor disponibilidad de iones Li^+ para ser transportados y una mayor conductividad eléctrica en el medio. Esto permite un incremento en el flujo de iones de litio a través de la membrana al aplicar una mayor densidad de corriente. El hecho de que este proceso ocurra en un tiempo reducido se puede atribuir a la disminución progresiva de la concentración de iones en el anólito a medida que migran hacia el católito, así como a una eventual saturación de la membrana después de un uso prolongado.

Un comportamiento similar ha sido reportado por Y. Li et al. (2022), quienes observaron que la tasa de migración iónica aumenta hasta un tiempo específico (100 minutos) antes de comenzar a disminuir. Los autores explican este comportamiento por la reducción del gradiente de concentración y la saturación de la membrana de intercambio iónico. Para mitigar estos efectos y mantener la eficiencia del proceso, sería necesario aumentar la corriente suministrada al sistema, compensando así el incremento en la resistencia eléctrica asociado a la saturación de la membrana y la disminución del gradiente químico.

Por lo tanto, la tasa migratoria a mayor densidad de corriente y concentración se puede obtener el óptimo. A este óptimo se puede llegar temprano en el proceso y ya habiendo



llegado a este el sistema tendera a saturarse, disminuyendo la tasa migratoria en función del tiempo transcurrido.

4.3.4. Tasa de supervivencia de iones

Por medio de la tasa de supervivencia se puede cuantificar el porcentaje de iones que no traspasaron hacia el compartimiento catódico. Información relevante para poder evaluar la eficiencia, no solo de la membrana, sino que también del sistema de ED. En las Figuras 16 (Izquierda) y (Derecha) se puede apreciar la tasa de supervivencia del sistema en función de los parámetros de estudio. La tasa de supervivencia optima de este sistema, que es su menor valor de 72%, se encuentra a 30 A/m², 3 horas de trabajo y la concentración inicial de LiCl mínima (0.018 M), las cuales son las mismas condiciones donde se tiene la mayor eficiencia de recuperación de litio.

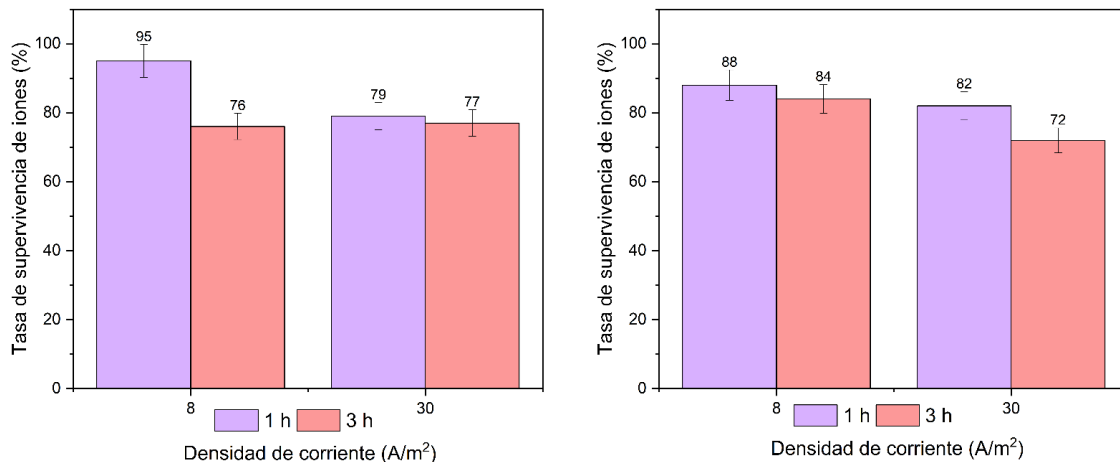


Figura 16. Tasa de supervivencia de iones del sistema a la máxima (Izquierda) y mínima (Derecha) concentración de LiCl

Esto ocurre por los mismos motivos que la eficiencia de recuperación encuentra su óptimo en ese punto. También es un fenómeno ligado a la saturación de la membrana a altas concentraciones, como por su necesidad de aumentar la densidad de corriente al aumentar su concentración inicial. Ya que, si se aumenta la concentración, disminuye la resistencia del sistema, lo cual, si bien implica mayor conductividad, no mayor eficiencia. Esto porque la densidad de corriente a la mayor concentración resulta ser insuficiente para poder movilizar la mayor cantidad de iones presentes en el sistema con la misma eficiencia.



Se concluye que, bajo las condiciones de máxima densidad de corriente y tiempo de operación, la concentración más baja garantiza la tasa óptima de supervivencia del sistema. Esto se debe a que permite alcanzar un equilibrio entre la densidad de corriente y la concentración inicial. En cambio, concentraciones más altas provocan la saturación del sistema, disminuyendo su eficiencia operativa. Por lo tanto, el desempeño óptimo se logra ajustando cuidadosamente la relación entre concentración, densidad de corriente y tiempo, factores clave para maximizar la eficiencia del sistema.

4.3.5. Consumo específico de energía

El consumo específico de energía se utiliza como un indicador de la eficiencia del sistema, permitiendo evaluar la extracción máxima de iones de litio con el menor gasto energético posible, optimizando así los costos. En las Figuras 17 (Izquierda) y (Derecha) se pueden apreciar los consumos energéticos del sistema en función de los parámetros de estudio. Los mayores valores de consumo energético se encuentran a densidad de corriente 30 A/m² y 3 horas, esto es lo mismo tanto para concentración máxima como mínima, pero siendo la mínima en la cual se apreciar el valor más alto de consumo energético. Está siendo la condición con mayor recuperación de litio en el sistema.

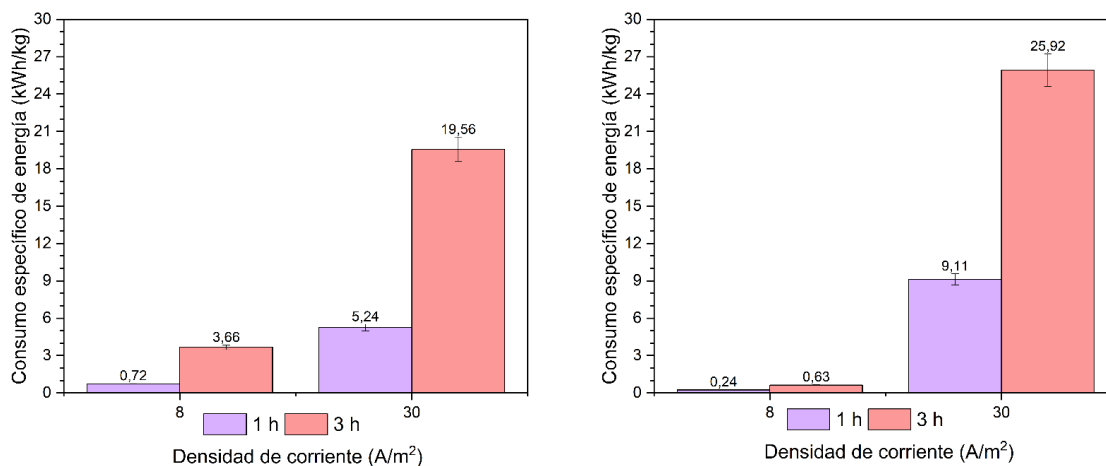


Figura 17. Consumo específico de energía del sistema a la máxima (Izquierda) y mínima (Derecha) concentración de LiCl

El motivo de este comportamiento se le atribuye a que, al ser las configuraciones con mayor traspaso iónico, el gradiente de concentración inicial presente que permite inicial el traspaso va disminuyendo, presentando las mayores caídas de potenciales. Otro motivo de esta



caída de potencial está ligado al aumento de la resistencia eléctrica en la membrana por su uso, esto debido a la saturación o *fouling (scaling)* que esta sufre al ocurrir el traspaso de iones (W. Wang et al., 2023). Por su parte, a baja densidad de corriente se presenta el menor consumo. Esto es porque como esta configuración presenta las menores recuperación, las caídas de potencial no son significativas, siendo que el sistema se mantiene constante. Para disminuir el consumo energético sin dañar la eficiencia de recuperación los autores Dammak *et al* (2021) proponen trabajar en condiciones controladas de pH y temperatura, pudiendo mantener la conductividad de las soluciones constantes, reducir la distancia entre los electrodos y aumentar su área de trabajo, reduciendo así la resistencia del sistema y utilizar electrodos de bajo sobrepotencial, como platino en lugar del grafito utilizado.

En conclusión, el mayor consumo energético ocurre a 30 A/m² y 3 horas, debido al alto traspaso iónico que reduce el gradiente de concentración inicial y aumenta la resistencia de la membrana por fouling, lo que genera mayores caídas de potencial. Para optimizar el sistema, Dammak *et al* (2021) propone controlar pH y temperatura, reducir la distancia entre electrodos, aumentar su área de trabajo y emplear materiales de bajo sobrepotencial, como el platino, en lugar de grafito.



5. Conclusiones

Esta investigación identificó los parámetros que ayudan a determinar la eficiencia del sistema de electrodiálisis para la recuperación de LiOH, estableciendo las bases para poder optimizar su rendimiento y evaluar su viabilidad técnica y económica a escala industrial en forma cualitativa.

La caracterización inicial y posterior de la membrana logró demostrar que el proceso de electrodiálisis no provocó una degradación química ni física significativa, preservando los grupos funcionales del soporte polimérico.

Sin embargo, las pruebas de absorción de agua, capacidad de intercambio iónico y ángulo de contacto revelaron que, tras varios ciclos de uso, la membrana comienza a acumular incrustaciones de material inorgánico. Los análisis mediante SEM-EDS confirmaron que este material corresponde a depósitos de litio, los cuales se acumulan en la superficie de la membrana, bloqueando los grupos funcionales activos (SO_3H). Esta obstrucción afecta la interacción de los grupos funcionales con el agua, lo que reduce la hidrofobicidad de la membrana y, como resultado, disminuye su eficiencia en el transporte de iones.

Estos resultados destacan la necesidad de realizar un acondicionamiento periódico de las membranas para evitar problemas asociados a las incrustaciones. Además, confirman que las condiciones del proceso no representan un riesgo de degradación física o química para la membrana.

El enfoque electroquímico reveló que, tras realizar la electrodiálisis, la eficiencia del sistema disminuye debido a la migración de iones de litio hacia el compartimiento catódico. Sin embargo, en sistemas posteriores a la electrodiálisis, se observó un aumento en el comportamiento difusivo del sistema, lo cual impide la estabilidad completa del potencial. Esto siendo atribuido a las incrustaciones presentes.

Por otro lado, la voltametría cíclica mostró un incremento en las magnitudes máximas de los voltagramas después de la electrodiálisis, indicando una mejora en el transporte iónico. No obstante, la integración de los voltagramas evidenció una reducción en las áreas, particularmente en bajas concentraciones, lo cual sugiere la degradación de los electrodos de grafito durante el proceso. Estos hallazgos confirman que la electrodiálisis influye tanto



en el comportamiento electroquímico del sistema como en la eficiencia de los componentes involucrados.

Mientras que, gracias a las pruebas de impedancia, se pudo visualizar el cómo las resistencias del sistema cambian con respecto al proceso. Viéndose que el proceso no es dañino para los electrodos, las incrustaciones en la membrana provocan aumento en sus resistencia eléctrica y que esta última aumenta más mientras más alta sea la concentración inicial de solución alimentadora.

La evaluación de la eficiencia de recuperación y la tasa de supervivencia indicó que la configuración más eficiente para transferir una mayor cantidad de iones de litio al compartimiento catódico corresponde a una combinación de densidad de corriente máxima, concentración inicial mínima y tiempo de operación prolongado.

El comportamiento observado, donde una mayor densidad de corriente y un tiempo de operación prolongado incrementan la eficiencia, concuerda con lo reportado en la literatura. Sin embargo, el efecto negativo de una concentración inicial más alta sobre la eficiencia se atribuye al fenómeno de incrustación. Este proceso acelera la saturación de la membrana, disminuyendo tanto la eficiencia de recuperación como la tasa de supervivencia del sistema.

Por otra parte, al analizar la eficiencia de corriente, la tasa migratoria y el consumo específico de energía, se observa que la mayor transferencia iónica ocurre durante las primeras horas de operación, seguido de un descenso progresivo. Este comportamiento se debe no solo a la incrustación, sino también a la disminución del gradiente de concentración a medida que avanza el proceso, lo que obliga a aumentar el potencial aplicado para mantener niveles constantes de eficiencia.

Para superar estas limitaciones y mejorar el desempeño del sistema de manera relativamente sencilla, se recomienda implementar estrategias como el control del pH y la temperatura, reducir la distancia entre los electrodos, aumentar el área activa de los mismos y utilizar materiales con bajo sobrepotencial, como el platino en lugar de grafito. Estas medidas pueden optimizar tanto la eficiencia de recuperación como la tasa de supervivencia en sistemas de electrodiálisis.

El sistema de trabajo presentó diversas limitaciones que restringieron su capacidad para alcanzar niveles óptimos de eficiencia. Una de las principales limitaciones fue el límite



superior de densidad de corriente, establecido en 30 A/m^2 . Este umbral se debió a la degradación observada en los electrodos de grafito cuando se superaban los 35 A/m^2 . Para abordar esta restricción, sería recomendable el uso de materiales más nobles, como el platino, tal como sugieren diversas fuentes bibliográficas, dado su menor sobrepotencial y mayor resistencia a la corrosión.

Otra restricción significativa fue el rango de concentraciones de trabajo impuesto por el sensor de litio, que opera en un intervalo limitado de 10 a 1.000 mg/L . Esto impidió explorar concentraciones más representativas de salmueras de alta concentración.

Además, la capacidad de las fuentes de alimentación, limitadas a 30 V y 10 A, restringió los rangos de operación en comparación con sistemas más avanzados descritos en la literatura. Estos sistemas pueden operar con densidades de corriente de hasta 882 A/m^2 , logrando recuperaciones de litio del 90%, al alcanzar intensidades de corriente de 28 A.

Finalmente, el diseño del sistema también representó una limitación. En un contexto más moderno, donde predominan los *stacks* de celdas en lugar de las celdas tipo H utilizadas en este trabajo, se deben tener en cuenta desafíos adicionales. Por ejemplo, en aplicaciones más complejas, como la separación de múltiples iones en salmueras del salar de Atacama, cada membrana añadida introduce una resistencia adicional al sistema. Los sistemas más eficientes incorporan hasta 10 membranas y, para superar la resistencia acumulada, operan con corrientes más altas y tiempos prolongados, de hasta 24 horas. A diferencia de los sistemas de celdas tipo H, que funcionan en modo semibatch, los *stacks* permiten un funcionamiento continuo, optimizando la eficiencia global del proceso.



6. Referencias

- [1] Maritza Tapia, (2022). Claves del litio: el metal más liviano y con mayor potencial electroquímico. Uchile. <http://uchile.cl/u183640>
- [2] Basudev Swain (2017), Recovery and recycling of lithium: A review, Separation and Purification Technology, Volume 172, Pages 388-403, ISSN 1383-5866, <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2016.08.031>.
- [3] Hoshino, T. (2013). Development of technology for recovering lithium from seawater by electrodialysis using ionic liquid membrane. Fusion Engineering and Design, 88(11), 2956-2959. <https://doi.org/10.1016/j.fusengdes.2013.06.009>
- [4] Gmar, S., & Chagnes, A. (2019). Recent advances on electrodialysis for the recovery of lithium from primary and secondary resources. Hydrometallurgy, 189, 105124. <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2019.105124>
- [5] Ying, J., Lin, Y., Zhang, Y., & Yu, J. (2023). Developmental Progress of Electrodialysis Technologies and Membrane Materials for Extraction of Lithium from Salt Lake Brines. ACS ES & T Water, 3(7), 1720-1739. <https://doi.org/10.1021/acsestwater.3c00013>
- [6] Alex K. Koech, Gershom Mwandila, Francis Mulolani, Phenny Mwaanga, (2024). Lithium-ion battery fundamentals and exploration of cathode materials: A review, South African Journal of Chemical Engineering, Volume 50, Pages 321-339, ISSN 1026-9185, <https://doi.org/10.1016/j.sajce.2024.09.008>.
- [7] Weinberg, M. (2023). The off sites of lithium production in the Atacama Desert. The Extractive Industries and Society, 15, 101309. <https://doi.org/10.1016/j.exis.2023.101309>
- [8] Rögener, F., & Tetampel, L. (2022). Electrodialysis for the Concentration of Lithium-Containing Brines—An Investigation on the Applicability. Membranes, 12(11), 1142. <https://doi.org/10.3390/membranes12111142>



- [9] Rehner, Johannes & Lorie, Antonia & Muñoz Obon, Florencia. (2023). EXTRACCIÓN Y PROCESAMIENTO DE LITIO EN CHILE Y LA PARTICIPACIÓN DE CHINA. 10.5281/zenodo.10091031.
- [10] Martin, G., 2019. Extraction du lithium des saumures de salar: le procédé innovant d'Eramet. Journées techniques de la SIM (4 Avril) Paris, France.
- [11] Chagnes, A., & ŚWiatowska, J. (2015). Lithium process chemistry: resources, extraction, batteries, and recycling. En Elsevier eBooks. <https://lib.ugent.be/en/catalog/ebk01:3710000000431003>
- [12] Mousavinezhad, S., Nili, S., Fahimi, A., & Vahidi, E. (2024). Environmental impact assessment of direct lithium extraction from brine resources: Global warming potential, land use, water consumption, and charting sustainable scenarios. *Resources Conservation And Recycling*, 205, 107583. <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2024.107583>
- [13] Tsiakis, P., & Papageorgiou, L. G. (2005). Optimal design of an electrodialysis brackish water desalination plant. *Desalination*, 173(2), 173-186. <https://doi.org/10.1016/j.desal.2004.08.031>
- [14] Asadi, A., Kang, B., Harandi, H. B., Jung, J. C., Shen, Z., & Sui, P. (2022). Electrodialysis of Lithium Sulphate Solution: Model Development and Validation. *Journal Of the Electrochemical Society*, 169(5), 053508. <https://doi.org/10.1149/1945-7111/ac707d>
- [15] Kang, S., Li, J., Wang, Z., Zhang, C., & Kong, X. (2021). Salinity gradient energy capture for power production by reverse electrodialysis experiment in thermal desalination plants. *Journal Of Power Sources*, 519, 230806. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2021.230806>
- [16] Tian, L., Liu, Y., Tang, P., Yang, Y., Wang, X., Chen, T., Bai, Y., Tiraferri, A., Liu, B., 2022. Lithium extraction from shale gas flowback and produced water using H1.33Mn1.67O4 adsorbent. *Resour. Conserv. Recycl.* 185 <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2022.106476>.



- [17] González, A., Grágeda, M., & Ushak, S. (2023). Modeling and Validation of a LiOH Production Process by Bipolar Membrane Electrodialysis from Concentrated LiCl. *Membranes*, 13(2), 187. <https://doi.org/10.3390/membranes13020187>
- [18] Di Carlo, B. V., & Habert, A. C. (2018). Membranas Compuestas: propiedades superficiales y estabilidad térmica. *Matéria*, 23(2). <https://doi.org/10.1590/s1517-707620180002.0400>
- [19] Lee, H., Cho, M. K., Jo, Y. Y., Lee, K., Kim, H., Cho, E., Kim, S., Henkensmeier, D., Lim, T., & Jang, J. H. (2012). Application of TGA techniques to analyze the compositional and structural degradation of PEMFC MEAs. *Polymer Degradation and Stability*, 97(6), 1010-1016. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2012.03.016>
- [20] Lei, Y., Luo, Y., Chen, F., & Mei, L. (2014). Sulfonation Process and Desalination Effect of Polystyrene/PVDF Semi-Interpenetrating Polymer Network Cation Exchange Membrane. *Polymers*, 6(7), 1914-1928. <https://doi.org/10.3390/polym6071914>
- [21] Ghalloussi, R., Garcia-Vasquez, W., Chaabane, L., Dammak, L., Larchet, C., Deabate, S., Nevakshenova, E., Nikonenko, V., & Grande, D. (2013). Ageing of ion-exchange membranes in electrodialysis: A structural and physicochemical investigation. *Journal Of Membrane Science*, 436, 68-78. <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2013.02.011>
- [22] Roschger, M., Wolf, S., Billiani, A., Mayer, K., Hren, M., Gorgieva, S., Genorio, B., & Hacker, V. (2023). Study on Commercially Available Membranes for Alkaline Direct Ethanol Fuel Cells. *ACS Omega*, 8(23), 20845-20857. <https://doi.org/10.1021/acsomega.3c01564>
- [23] Li, X., Cheng, J., Liu, Y., Gong, S., He, G., Li, L., Li, S., & Zhang, F. (2017). Improved conductivity and stability of anion exchange membrane modified with bi-phenylguanidinium bridged silsesquioxane. *International Journal Of Hydrogen Energy*, 42(33), 21016-21026. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2017.07.081>



7. Anexos

7.1. Anexo 1: Estado del arte

Se realizó una revisión de antecedentes bibliográficos relacionados con el montaje de la celda electrolítica, el proceso de electrodiálisis (ED) y la caracterización de los materiales utilizados, aplicados a sales de litio. Además, se recopiló información sobre métodos de modificación superficial de membranas de intercambio iónico (MII) y las formas de caracterizar los resultados de dicha modificación. Después de esta revisión, se recopilaron las fuentes necesarias para reproducir el proceso de modificación de membranas, la electrodiálisis y la caracterización del proceso para determinar su eficiencia.

Hoshino (2013) desarrolló un sistema de recuperación de litio en agua de mar mediante ED. Utilizó un sistema de ED con múltiples membranas del proveedor SELEMION™, empleando HCl como solución receptora del ion Li^+ . Para aumentar la eficiencia del proceso, se añadió un líquido iónico (TMPA-TFSI) entre las membranas, el cual presenta baja conductividad para el litio, aislando así el Li^+ y permitiendo que otros iones (Na^+ , K^+) pasen del catolito al anolito. La recuperación de litio utilizando este método mejoró del 38% al 50%. Para mejorar aún más el proceso, el autor agregó una solución de magnesio ionizado al anolito, lo que permite controlar la permeación de iones Li^+ a través de la membrana de líquido iónico. Esto se logra eliminando los iones Li^+ de la solución de recuperación mediante precipitación química con Mg^{2+} , aumentando así la proporción de supervivencia del Li^+ . Con este método, la recuperación de litio aumentó al 63%, concluyendo el experimento con éxito.

Gmar y Chagnes (2019) discute el potencial que tiene la ED como método para la extracción de litio en los salares, destacándose la alta demanda que presenta el litio en la actualidad, tomando como principal ejemplo los autos eléctricos, que necesitan litio para su fabricación. Realiza también una recopilación de estudios donde se realiza ED sobre sales de litio, para así identificar los avances que ha habido en la materia. Dentro de los avances realizados se encuentran: La utilización de celdas que permitan tener la mayor cantidad de las membranas posibles, ordenando estas membranas de forma intermitentes entre membranas de intercambio catiónico (MIC) y membranas de intercambio aniónico (MIA) para así aumentar la recuperación del ion deseado, en este caso litio. También recomienda la utilización de membranas bipolares, las cuales presentan una superficie iónica y otra



catiónica, mostrando ser mucho más efectiva para la recuperación de litio en salmueras que presentan varios iones como Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , SO_4^{2-} y HCO_3^- por mencionar los más comunes. El estudio habla también de los avances en diseño de celdas electrolíticas y formación de nuevas MII para ser utilizadas en el proceso. Dando como ejemplos celdas de flujo continuo alemanas PCCell GmbH y MII Selemion y Nafion como el estandarte de calidad para el proceso. Toma ejemplo de estudios que para mejorar la eficiencia de la ED antes de realizarla, hace un proceso de nanofiltración en las salmueras para poder tener mejor recuperación de litio. El estudio concluye reafirmando que la ED puede producir sales de litio con una pureza del 95% y una recuperación del 80%, teniendo un bajo consumo energético. Pero todavía se deben realizar esfuerzos para aumentar la pureza del producto. Para esto a la ED se le implementan procesos de refinamiento, avances tecnológicos y métodos químicos como modificación de membrana. Estos esfuerzos se mostrarán fructíferos al ser el litio esencial para la energía del mañana.

Khoiruddin et al. (2017) estudió varias técnicas referentes a la modificación superficial de MII, con el propósito de poder atacar las limitaciones de estas. Las modificaciones adicionan una capa superficial la cual interactúa con la membrana física y químicamente, mejorando la densidad superficial, reduciendo la hidrofilia/fobia, mejorar la homogeneidad de la membrana y reducir el transporte de iones multivalente. Dentro de los métodos de modificación se encuentran: Tratamiento de plasma, modificación química sobre la superficie, *Casting* de solución y deposición asistida eléctricamente. El tratamiento de plasma consiste en una modificación superficial de la membrana. En este método, la membrana y el compuesto utilizado para modificar la membrana son alojados en un reactor mezclador a vacío donde se introduce plasma, el cual interactúa sobre la superficie de la membrana y el compuesto modificador para realizar las modificaciones físicas y químicas. Este método es fácilmente controlable, ajustando la condiciones de operación tales como el tiempo y tasa de la capa de deposición. Las ventajas de esta modificación que presenta un aumento en la permeabilidad iónica, la hidrofilia y la resistencia de la membrana. Pero también presenta baja selectividad permeable sobre iones monovalentes, no es una modificación permanente sobre la membrana y requiere altos costos para llevarse a cabo. La modificación química permite la creación de enlaces químicos entre el compuesto modificador (capa adicional) y la superficie de la membrana. Se relata un caso donde se modifica una membrana comercial con un compuesto modificador de polietilenimina (PEI)



con grupos SO_2Cl , para formar una capa catiónica por sobre la membrana. Esta unión se logró sumergiendo la membrana en una solución de PEI que contiene aminas ternarias. Se reporta que la unión conlleva a un aumento en la durabilidad de la membrana, aumenta también la permeabilidad selectiva, la hidrofilia y la densidad superficial. La deposición asistida eléctricamente emplea un campo eléctrico para ayuda a deponer una nueva capa sobre la superficie de la membrana. En este proceso, la membrana es alojada dentro de una celda que solo tiene una solución conductora, el compuesto modificador y electrodos. Cuando se aplica el potencial eléctrico a los electrodos, el compuesto modificador será atraído hacia el electrodo con carga opuesta, así impregnando la membrana. Se presenta un estudio donde por medio de esta técnica para modificar varias MIC con quitosano cuaternizado. La capa cargada catiónica se depositó durante 2 h y 20 mA/cm^2 de densidad de corriente. Los resultados indicaron que la superficie de la membrana estaba cubierta uniformemente por la capa. El *Casting* por solución es un método relativamente simple para depositar una capa adicional en la superficie de una membrana, en el cual el grosor, las propiedades y la estructura de la capa se pueden controlar fácilmente. En este método, una solución de polímero se aplica sobre la superficie de la membrana. Por ejemplo, se modificó una membrana de poli(éter-éter-cetona) sulfonada recubriéndola con una capa de quitosano para formar una membrana compuesta de dos capas. El quitosano se disolvió en una solución de ácido acético. La solución de quitosano se vertió sobre la superficie de la membrana, que luego se secó para eliminar el solvente. La membrana se sumergió en una solución de acetona que contenía $\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_2$ y H_2SO_4 para obtener la capa reticulada y protonada. El grosor de la capa modificada se podía ajustar fácilmente variando la concentración de quitosano. El trabajo concluye diciendo que, gracias a estas técnicas de modificación, las desventajas que presenta el uso de MII para distintos procesos van disminuyendo, propone la idea de realizar múltiples modificaciones sobre una misma membrana para poder lograr que cumpla las características deseadas por el usuario.

Yin et al. (2024) llevo a cabo una modificación superficial sobre una MIC con el propósito de mejorar la extracción de litio sobre soluciones con altas concentraciones de Mg^{2+} y Na^+ . Esto se hace por medio del método de casting, formando una doble capa sobre la membrana, la primera consistiendo de polidopamina (PDA) la cual subsecuentemente seria revestido con polietilenimina (PEI), la segunda capa consiste en el PEI y Éter 2-OH-15-Crown-5, creando canales para la selectividad del ion Li^+ por medio de reticulación con



tricloruro de 1,3,5-bencenotricarbonilo (BT). Para poder caracterizar la modificación superficial, se llevan distintas pruebas. Pruebas de funcionalidad de la membrana, las cuales, por medio de espectroscopia de infrarrojo con reflectancia total atenuada (FTIR-HART) se analiza la composición química de la membrana antes y después de la modificación. Para conocer la estabilidad térmica, se llevó a cabo un análisis termogravimétrico. Para conocer la conductividad de la membrana se utilizó un analizador electrocinético para determinar el potencial zeta de la membrana, así conociendo su carga superficial y relacionándola a la conductividad del medio, este caso siendo la membrana. La capacidad de intercambio iónico (CII) se midió por medio de cromatografía de intercambio iónico, mezclando pedazos de membrana en soluciones de NaCl por 24 horas, para después pasarlas a una solución de KCl y por medio del traspaso del ion Na^+ se puede conocer la CII de la membrana. La absorción de agua de la membrana fue medida experimentalmente, pesando la membrana antes y después de ser sumergida en agua por 24 horas, subsecuentemente llevándola a un horno a vacío para secarla y pesar la diferencia entre la membrana seca y mojada. Esto se hace tanto para la membrana sin modificar como modificada. Se utilizó espectroscopia de impedancia electroquímica (EIE) para poder medir la resistencia de la membrana sin modificar y modificada. Esto se hizo utilizando una estación de trabajo electroquímico Gamry y localizando la membrana entre dos soluciones de igual volumen de MgCl_2 , NaCl y LiCl, con estas soluciones electrolíticas se fue midiendo el traspaso iónico para poder conocer la resistencia de la membrana. La ED se llevó a cabo en una celda de flujo continuo, con electrodos de platino reforzados con titanio y 11 pares de MII, en las cuales se incluyen 10 MIC, ya sean modificadas o no. Se tienen dos soluciones a utilizar, la primera siendo una solución de Mg^{2+} con Li^+ , la segunda siendo de Na^+ con Li^+ . Esto para evaluar la eficiencia de la membrana modificada para poder separar el ion Li^+ de sus dos principales acompañantes en las salmueras encontradas por el mundo. Esta eficiencia se mide analizando la eficiencia de corriente, el flux de litio en el sistema, la recuperación de litio y la permeabilidad selectiva de la membrana. Como resultado se obtuvo que la membrana modificada es una mejora considerable para poder separar Mg^{2+} de las soluciones, pero todavía quedando corto para poder separar Na^+ , esto debido al tamaño del ion y su monovalencia. A pesar de eso, el estudio muestra resultados prometedores en utilizar modificación superficial para aumentar la eficiencia de la extracción de Li^+ en salmueras.



7.2. Anexo 2: Fotos del sistema de electrodiálisis



Figura 18. Sistema de electrodiálisis visto de frente

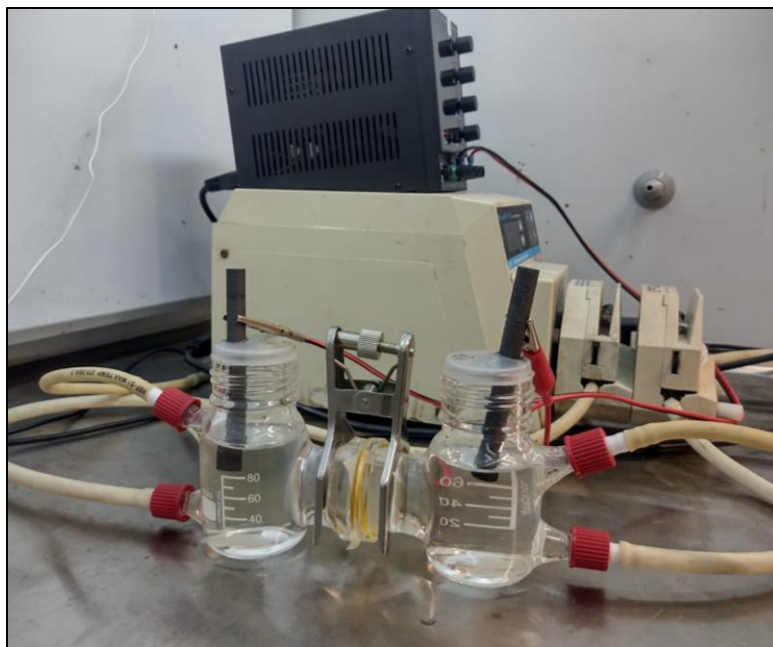


Figura 19. Sistema de electrodiálisis visto de lado



Figura 20. Sistema de electrodiálisis conectado al potenciostato GAMRY (1)

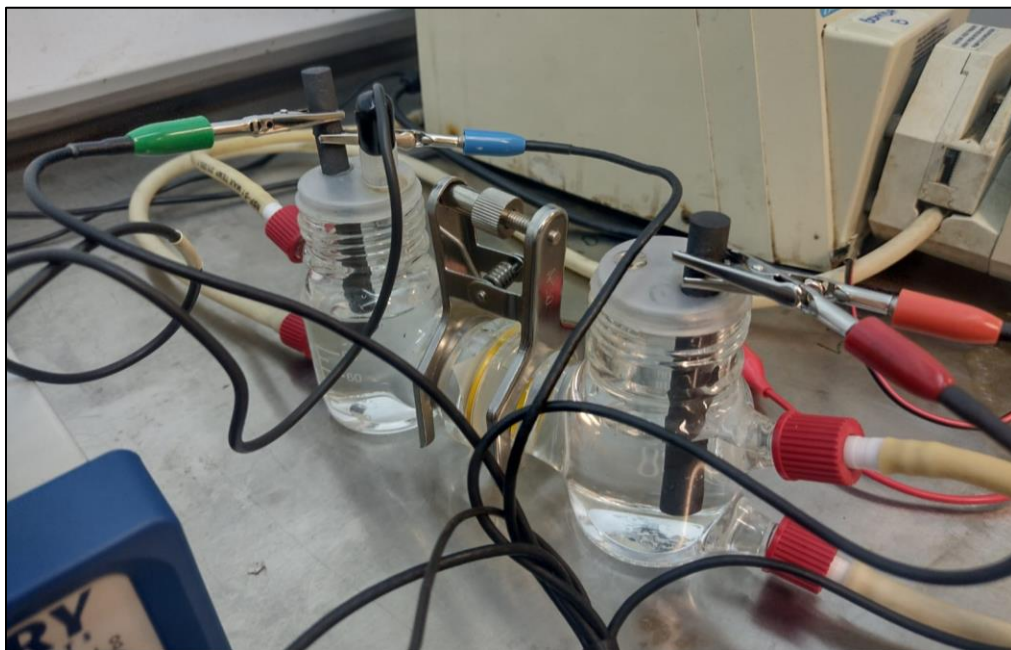


Figura 21. Sistema de electrodiálisis conectado al potenciostato GAMRY (2)



7.3. Anexo 3: Evaluación del diseño experimental por StatGraphic

Mediante el software StatGraphic, se realiza un tratamiento estadístico de datos, empleando un análisis de varianza (ANOVA) factorial para investigar las relaciones entre las variables dependientes: concentración inicial de LiCl, corriente alimentada al sistema y tiempo de trabajo del sistema. La respuesta del sistema a estudiar es la recuperación de litio en el compartimiento catódico. Este enfoque estadístico permite estudiar la influencia de estos factores por sobre la respuesta del sistema. La Tabla 5 es la tabla anova de los resultados.

Tabla 5. Tabla de análisis de varianza para la recuperación de litio

Fuente	Valor-P
A: Concentración de LiCl	0,0013
B: Corriente	0,0000
C: Tiempo	0,0000
AB	0,9409
AC	0,0161
BC	0,0001

De la tabla se puede apreciar que las tres variables principales presentan valores-P inferiores a la sensibilidad establecida en el StatGraphic ($\alpha=0,05$); significando que el efecto de estas tres variables es significativo por sobre la respuesta a estudiar. Por su parte las interacciones entre AB y BC también son significativas, sugiriendo que estos también afectan a la recuperación de litio.

De la Figura 22 se puede ver la tendencia que tienen estas variables y el cómo afectan la respuesta del sistema. Pudiendo apreciarse que la recuperación de litio presenta un aumento con el aumento de la corriente alimentada y tiempo de trabajo. Mientras que, al aumentar la concentración, la recuperación de litio disminuye.

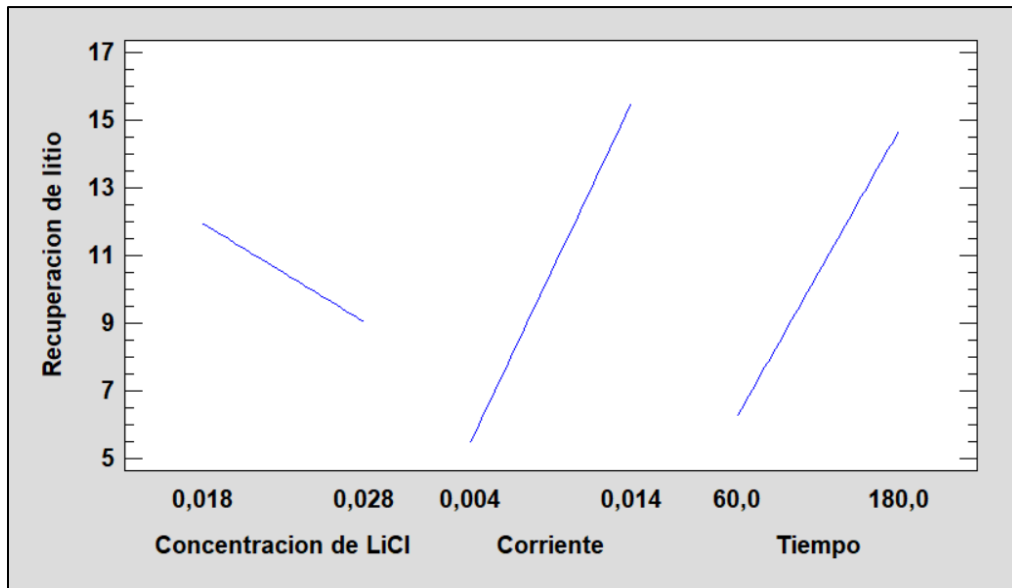


Figura 22. Gráfica de Efectos Principales para recuperación de lito

Se puede concluir por la tabla Anova y el gráfico de efectos principales se puede concluir que la recuperación de litio se ve afectada fuertemente por sus variables principales, teniendo la mejor recuperación a la mayor corriente, mayor tiempo de trabajo y menor concentración.

7.4. Anexo 4: Hoja de especificación de la membrana FKB-PK-130

Fumasep®		FKB-PK-130
Tipo de membrana		Membrana de intercambio catiónico
Apariencia		Café
Reforzamiento		PK
Contra ion		Forma Protónica (H ⁺)
Grosor (Seco)	µm	110 - 140
Peso por unidad de área	mg cm ⁻²	10 - 13
Capacidad de intercambio iónico (Forma de Na ⁺)	meq g ⁻¹	0.8 - 1.0
Resistencia en unidad de área (Forma de Na ⁺)	Ωcm ²	2.5 - 5.0



Conductividad específica (Forma de Na ⁺)	mS cm ⁻¹	2 – 8
absorción de agua a T = 25°C	%	10 – 30
Hinchamiento de la membrana en agua a T = 25°C	%	0 - 2

7.5. Anexo 5: FTIR completo de la membrana

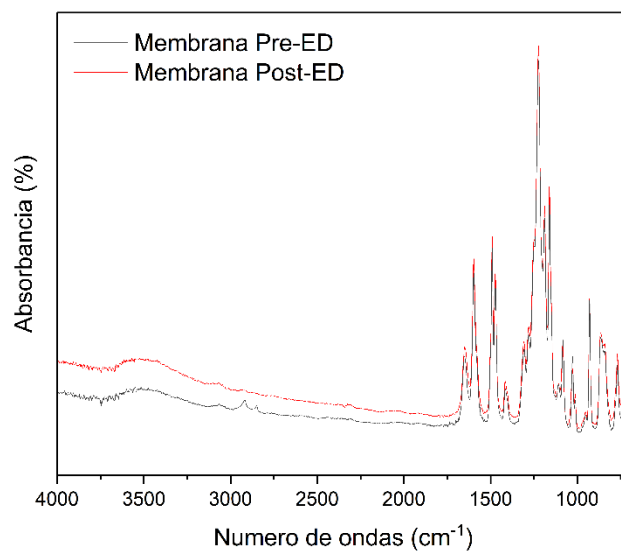


Figura 23. FTIR de la membrana FKB-PK-130 (Completo)

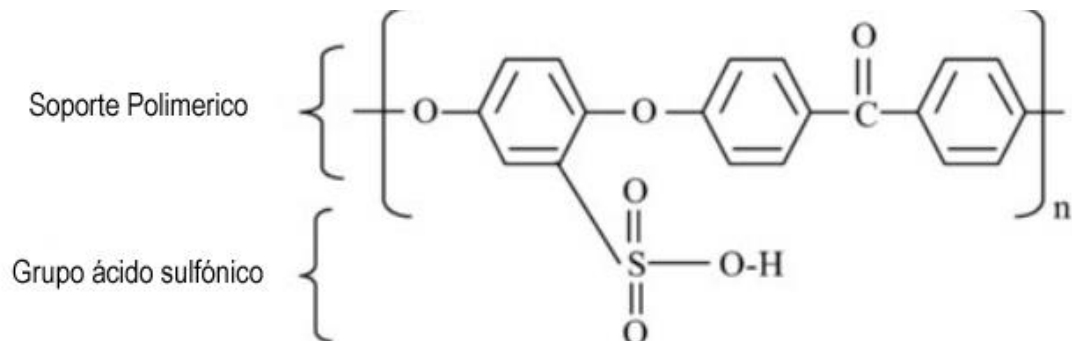


Figura 24. Molécula que corresponde a la membrana utilizada (Othman *et al.*, 2007)



7.6. Anexo 6: TGA completo de la membrana

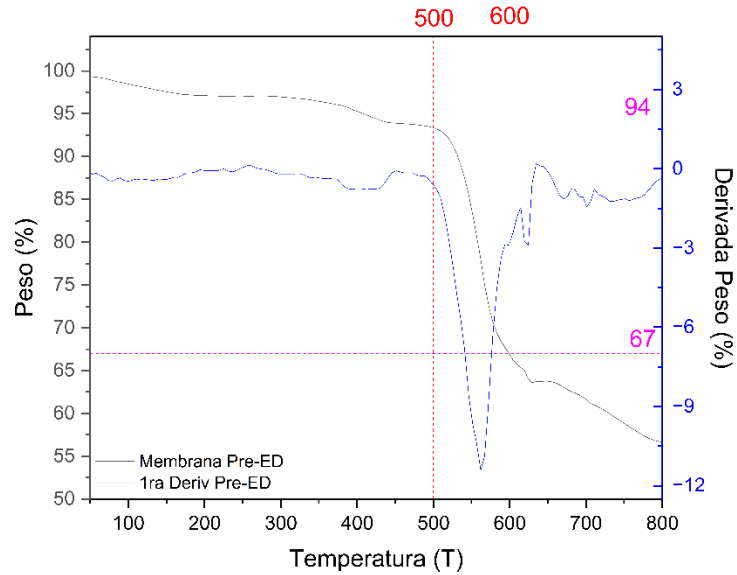


Figura 25. Termograma de la membrana Pre-ED (Completo)

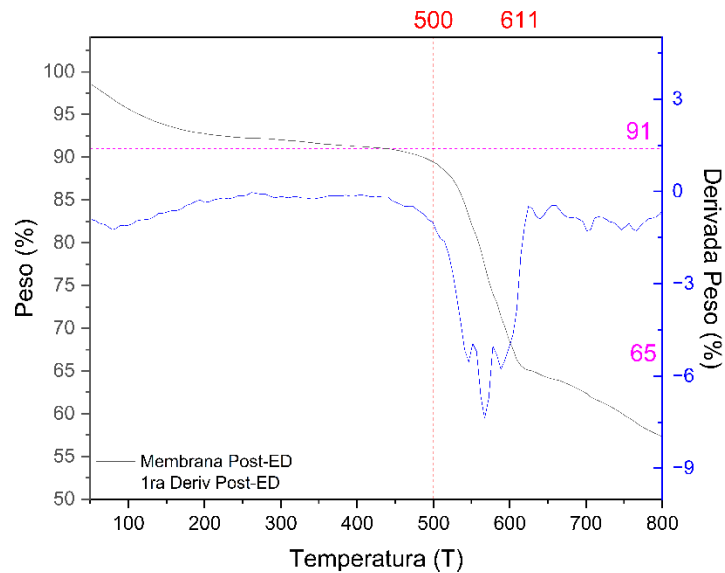


Figura 26. Termograma de la membrana Post-ED (Completo)



7.7. Anexo 7: Circuito Equivalente del sistema

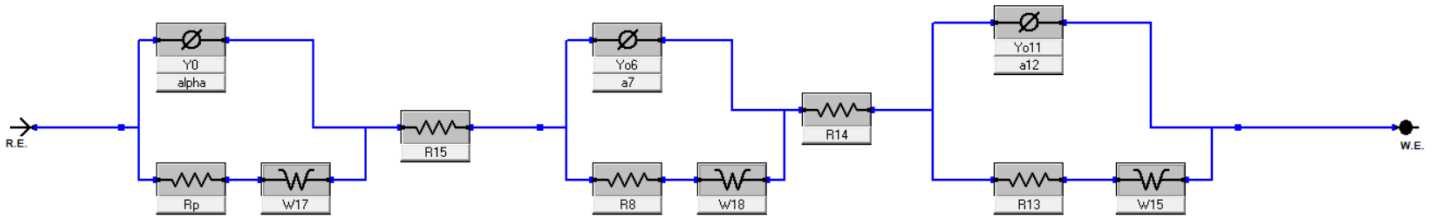


Figura 27. Circuito equivalente para el sistema de Electrodiálisis

El circuito equivalente está compuesto de los dos electrodos, que se simulan con una resistencia, un elemento de Wartburg por su efecto difusivo y un elemento de fase constante por la poca idealidad que presentan los electrodos por su no homogeneidad en su superficie. Mismos elementos fueron designados para simular la membrana. Mientras que, para las soluciones únicamente se consideraron sus resistencias, esto por recomendación del autor (X. Li *et al.*, 2017). En la Tabla 6 se puede encontrar todos los valores de los elementos pertenecientes al circuito equivalente.

Tabla 6. Valores del circuito equivalente

Elemento	Sistema mínima	Sistema mínima	Sistema	Sistema
	concentración	concentración	máxima	máxima
	inicial	final	concentración	concentración
			inicial	final
Y0	61,16e-3	81,98e-3	91,75e-3	141,8e-3
Alpha	797,3e-3	790,2e-3	784,3e-3	895,0e-3
Rp	34,43	35,06	35,83	34,77
Yo6	9,181e-3	27,36e-3	17,89e-3	86,03e-3
a7	954,7e-3	817,6e-3	724,8e-3	368,1e-3



R8	1,264	4,291	1,573	5,606
Yo11	51,65e-3	64,62e-3	135,7e-3	64,47e-3
a12	873,1e-3	871,7e-3	858,2e-3	666,2e-3
R13	134,2	131,6	161,0	168,7
W15	66,34	42,62	22,47	839,0e-3
W17	18,75	47,33	57,16	59,33
R15	30,98	19,98	21,77	25,29
W18	607,2e-3	3,745	4,309	881,4e-3
R14	150,7	19,96	120,9	30,20

7.8. Anexo 8: Continuación de las referencias

- [24] Vinothkannan, M., Kim, A. R., Nahm, K. S., & Yoo, D. J. (2016). Ternary hybrid (SPEEK/SPVdF-HFP/GO) based membrane electrolyte for the applications of fuel cells: profile of improved mechanical strength, thermal stability and proton conductivity. *RSC Advances*, 6(110), 108851-108863. <https://doi.org/10.1039/c6ra22295a>
- [25] MTX Labs-Electrochemical Devices & Accessories. (2023). All about H type Electrochemical cell (H-cell) - MTX Labs-Electrochemical devices & Accessories. MTX Labs-Electrochemical Devices & Accessories - MTX Labs. <https://mtxlabsglobal.com/all-about-h-type-electrochemical-cell-h-cell-2/>
- [26] Robert Dominko, Sara Drvarič Talian, Alen Vizintin, 7.14 - Lithium sulfur batteries: Electrochemistry and mechanistic research, Editor(s): Jan Reedijk, Kenneth R. Poepelmeier, *Comprehensive Inorganic Chemistry III (Third Edition)*, Elsevier, 2023, Pages 430-455, ISBN 9780128231531, <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-823144-9.00056-X>.
- [27] Mais, Laura. (2015). Electrodeposition of Nb, Ta, Zr and Cu from Ionic Liquid for Nanocomposites Preparation.
- [28] Wang, L., Patel, S. K., & Elimelech, M. (2021). Correlation equation for evaluating energy consumption and process performance of brackish water desalination by



- electrodialysis. Desalination, 510, 115089.
<https://doi.org/10.1016/j.desal.2021.115089>
- [29] Othman, Mohd Hafiz & Ismail, Ahmad & Mustafa, A B. (2007). Physico-chemical study of sulfonated poly(ether ether ketone) membranes for direct methanol fuel cell application. *Malaysian Polym. J.*
- [30] Khan, M. I., Shanableh, A., Shahida, S., Lashari, M. H., Manzoor, S., & Fernandez, J. (2022). SPEEK and SPPO Blended Membranes for Proton Exchange Membrane Fuel Cells. *Membranes*, 12(3), 263. <https://doi.org/10.3390/membranes12030263>
- [31] Dzyazko, Y., Volfkovich, Y., Perlova, O., Ponomaryova, L., Perlova, N., & Kolomiets, E. (2019). Effect of Porosity on Ion Transport Through Polymers and Polymer-Based Composites Containing Inorganic Nanoparticles (Review). En *Springer proceedings in physics* (pp. 235-253). https://doi.org/10.1007/978-3-030-17755-3_16
- [32] Dammak, L., Fouilloux, J., Bdiri, M., Larchet, C., Renard, E., Baklouti, L., Sarapulova, V., Kozmai, A., & Pismenskaya, N. (2021). A Review on Ion-Exchange Membrane Fouling during the Electrodialysis Process in the Food Industry, Part 1: Types, Effects, Characterization Methods, Fouling Mechanisms and Interactions. *Membranes*, 11(10), 789. <https://doi.org/10.3390/membranes11100789>
- [33] Barros, K. S., Giacobbo, A., Agnol, G. D., Velizarov, S., Pérez–Herranz, V., & Bernardes, A. M. (2023). Evaluation of mass transfer behaviour of sulfamethoxazole species at ion–exchange membranes by chronopotentiometry for electro-dialytic processes. *Journal Of Electroanalytical Chemistry*, 931, 117214. <https://doi.org/10.1016/j.jelechem.2023.117214>
- [34] Zavala, M. Á. L., Peña, O. I. G., Ruelas, H. C., Mena, C. D., & Guizani, M. (2019). Use of Cyclic Voltammetry to Describe the Electrochemical Behavior of a Dual-Chamber Microbial Fuel Cell. *Energies*, 12(18), 3532. <https://doi.org/10.3390/en12183532>
- [35] Elgrishi, N., Rountree, K. J., McCarthy, B. D., Rountree, E. S., Eisenhart, T. T., & Dempsey, J. L. (2017). A Practical Beginner’s Guide to Cyclic Voltammetry. *Journal Of Chemical Education*, 95(2), 197-206. <https://doi.org/10.1021/acs.jchemed.7b00361>



- [36] An, B. M., Aung, S. L., Choi, J., Cha, H., Cho, J., Byambaa, B., & Song, K. G. (2023). Behavior of solutes and membrane fouling in an electrodialysis to treat a side-stream: Migration of ions, dissolved organics and micropollutants. *Desalination*, 549, 116361. <https://doi.org/10.1016/j.desal.2022.116361>
- [37] Li, Y., Ye, Z., Yang, R., & Chen, S. (2022). Synchronously recovering different nutrient ions from wastewater by using selective electrodialysis. *Water Science & Technology*, 86(10), 2627-2641. <https://doi.org/10.2166/wst.2022.352>
- [38] Wang, W., Hong, G., Zhang, Y., Yang, X., Hu, N., Zhang, J., Sorokin, P., & Shao, L. (2023). Designing an energy-efficient multi-stage selective electrodialysis process based on high-performance materials for lithium extraction. *Journal Of Membrane Science*, 675, 121534. <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2023.121534>
- [39] Liao, B., Zhou, Z., Luo, Z., & Wu, D. (2023). Insight into influence of temperature on electrochemical corrosion behavior of SAC305 tin-based solder alloy in NaCl solution. *Journal Of Materials Science Materials In Electronics*, 34(33). <https://doi.org/10.1007/s10854-023-11634-w>
- [40] Zhang, L., Jia, H., Wang, J., Wen, H., & Li, J. (2019). Characterization of fouling and concentration polarization in ion exchange membrane by in-situ electrochemical impedance spectroscopy. *Journal Of Membrane Science*, 594, 117443. <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2019.117443>
- [41] Gmar, S., Chagnes, A., Lutin, F., & Muhr, L. (2022). Application of Electrodialysis for the Selective Lithium Extraction Towards Cobalt, Nickel and Manganese from Leach Solutions Containing High Divalent Cations/Li Ratio. *Recycling*, 7(2), 14. <https://doi.org/10.3390/recycling7020014>



7.9. Anexo 9: Desviaciones estándar calculadas

Tabla 7. Valores de desviación estándar de los parámetros de estudio pt.1

Corriente (A)	Densidad de corriente (A/m ²)	Tiempo	Recuperación (1)	Recuperación (2)	%	Consumo energético (1)	Consumo energético (2)	%
0,004	8,5	60	2,63%	2,11%	16%	0,64	0,80	16%
0,014	29,7	60	8,42%	9,45%	8%	5,69	4,79	12%
0,004	8,5	180	5,75%	5,05%	9%	3,66	3,66	0%
0,014	29,7	180	20,44%	17,37%	11%	18,45	20,68	8%
0,009	19,1	120	10,46%	12,82%	14%	9,59	7,67	16%
0,004	8,5	60	3,85%	3,88%	1%	0,24	0,24	0%
0,014	29,7	60	8,26%	10,57%	17%	10,29	7,92	18%
0,004	8,5	180	8,66%	10,85%	16%	0,71	0,56	17%
0,014	8,5	180	24,58%	23,58%	3%	25,92	25,92	0%

Tabla 8. Valores de desviación estándar de los parámetros de estudio pt.2

Tasa migratoria de ion (1)	Tasa migratoria de ion (2)	%	Tasa Supervivencia (1)	Tasa Supervivencia (2)	%
23,58	18,86	16%	94%	95%	1%
75,45	89,60	12%	79%	77%	2%
15,72	15,72	0%	71%	81%	10%
58,16	51,87	8%	77%	79%	2%
37,73	47,16	16%	87%	86%	1%
23,58	23,58	0%	88%	88%	1%
47,16	61,30	18%	81%	83%	2%
17,29	22,01	17%	84%	83%	1%
45,59	45,59	0%	71%	72%	1%