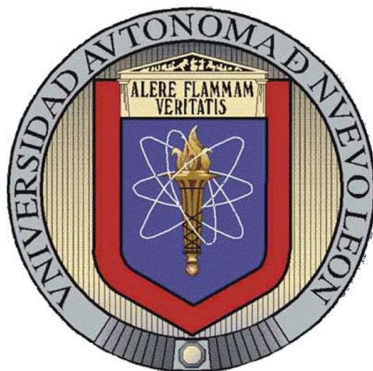


UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

FACULTAD DE CIENCIAS QUIMICAS



**ESTUDIO DE LAS REACCIONES REDOX ASISTIDAS POR
LUZ VISIBLE EN UN ELECTRODO BASADO EN 2D-ZnO
SINTETIZADO POR QUÍMICA VERDE**

PRESENTADA POR

ARMANDO LÓPEZ ARIZPE

**COMO REQUISITO PARCIAL PARA OBTENER EL GRADO DE MAESTRÍA EN
CIENCIAS CON ORIENTACIÓN EN QUÍMICA DE LOS MATERIALES**

Diciembre, 2023

**Estudio de las reacciones redox asistidas por luz visible en un
electrodo basado en 2D-ZnO sintetizado por química verde**

Comité de tesis

Dr. Yolanda Peña Méndez

Director de Tesis

Dr. Sergio A. Gamboa Sánchez

Co-Director de Tesis

Dr. Pablo Fco. Martínez Ortiz

Revisor

Dra. María Idalia del Consuelo Gómez de la Fuente

Revisora

Dr. Boris Ildusovich Kharissov

Revisor

DEDICATORIA

A Dios nuestro Señor

por haberme acompañado y guiado a lo largo de mi maestría, por ser mi fortaleza en los momentos de debilidad y por brindarme una vida llena de aprendizajes, experiencias y sobre todo felicidad.

A mis padres

José N. López E. (QEPD) y Ma. De La Luz Arizpe U. (QEPD) Por su infinito amor

A mi esposa

Lucy I. Tovar Cortez y a mí hijo, Ian E.

Por su paciencia, amor, apoyo y comprensión porque ustedes son parte indispensable de mí vida las personas que más quiero y admiro.

AGRADECIMIENTOS

FINANCIAMIENTO

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por la beca brindada para la realización de este trabajo de investigación.

El presente trabajo de investigación fue financiado:

Por el Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) con una beca de investigación para el proyecto titulado: **“Estudio de las reacciones redox asistidas por luz visible en un electrodo basado en 2D-ZnO sintetizado por química verde. (No. De Folio: 03-9781-QMT-17-008)”**

Por el apoyo brindado a la investigación científica de este trabajo por parte del Laboratorio de Materiales I en Centro de Laboratorios Especializados UANL bajo la dirección de mi coordinadora de tesis la Dra. Yolanda Peña Méndez.

Agradecimientos

A la Dra. Yolanda Peña Méndez

Doctora investigadora de energías renovables de la Facultad de Ciencias Químicas, UANL. Agradezco la oportunidad que me ofreció y por haber tenido la confianza de apoyarme en la realización de esta tesis de maestría.

A la Dra. Lorena L. Garza Tovar, al Dr. Pablo Fco. Martínez Ortiz, al Dr. Boris Ildusovich Kharissov, al Dr. Sergio A. Gamboa Sánchez por su paciencia y apoyo en el desarrollo del presente trabajo.

A todo el personal del:

Laboratorio de Materiales I en el Centro de Laboratorios Especializados de la Facultad de Ciencias Químicas de la UANL.

A mis compañeros de maestría.

Que de alguna manera contribuyeron para que esta tesis llegara a su término.

GRACIAS

Leyenda:

El documento de Tesis fue verificado con *el software Turnitin*, en fecha 31 de febrero 2022, donde se verificó que el nivel de coincidencia de este documento, con los documentos publicados en internet, son del 15%. Con lo que se asegura que este documento NO es plagio de ningún otro.

ÍNDICE

Agradecimientos	v
1. Introducción	3
1.1. Crisis energética	3
1.2. El trastorno ecológico y factores que dañan la salud humana por el uso de energías fósiles	4
1.3. Fuente y demanda global de energía	6
1.4. Energías renovables	10
1.4.1. Energía eólica	10
1.4.2. Biomasa	12
1.4.3. Mareomotriz	13
1.4.4. Hidrógeno	13
1.4.5. Celdas solares	15
1.5. Baterías	17
1.6. Tipos de baterías	19
2. Marco teórico	20
2.1. Antecedentes	20
2.2. Análisis crítico	32
2.3. Hipótesis	33
2.4. Objetivo general	33
2.5. Objetivo específico	33
3. Materiales, métodos y técnicas de caracterización	34
3.1. Materiales	34
3.2. Métodos	34
3.2.1. Método de preparación de electrodo	36
3.2.2. Caracterización electroquímica 2D-ZnO ..	38
3.3. Técnicas de caracterización	39
3.3.1. Difracción de rayos X	39
3.3.2. Espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier (FTIR)	40
3.3.3. Espectroscopía de reflectancia difusa UV-Vis (DRS UV-Vis)	41
3.3.4. Disposición de residuos generados	42

4. Resultados y discusión	42
4.1. Caracterización estructural y morfológica de 2D-ZnO	42
5. Conclusión	56
6. Bibliografía	57

1. Introducción

1.1. Crisis energética

El petróleo crudo es el recurso natural más importante en los países industrializados. También es conocido como “oro negro”, de este se derivan muchos productos. Por esto el petróleo es un elemento que se usa principalmente en el consumo de energía primaria. Pero en los últimos años, se ha visto que el consumo de este a ido a la baja en su consumo por lo que se piensa que con el paso del tiempo esto va a ir disminuyendo su uso, pero esto tiene que ser algo escalonado y combinado con el uso compartido con otros combustibles fósiles no convencionales (Estos se pueden clasificar según su método de extracción, i) extracción tipo minera: bituminosos y arenas bituminosas, ii) extracción por medio de pozos: gas en arenas compactas (*tight gas*), iii) otros tipos de extracción: hidratos de metano y gas de pantanos), esto a medida que se explore estos. Pero el petróleo en el periodo del 1995-2015 tuvo un consumo 51% y se planea que para el siguiente periodo de 2015-35 se va a incrementar en promedio un 18%. Sin embargo, hay puntos en contra por uso de esta energía no renovable; por ejemplo, las enfermedades y los problemas psicosomáticos ocasionados a corto y largo plazo, así como los impactos intergeneracionales (daños genéticos). También, se observa la pérdida de calidad de vida a causa de los humos y la suciedad, entre una gran variedad de otros factores, esto principalmente pasa en las ciudades; asimismo, están presentes los daños a las generaciones futuras, como la pérdida de la biodiversidad, por mencionar un ejemplo¹.

1.2. El trastorno ecológico y factores que dañan la salud humana por el uso de energías fósiles.

Estas actividades naturales y antropogénicas generan muchas veces sustancias químicas que se concentran en la atmósfera, a lo que generan condiciones que dañan la salud humana y biodiversidad. Por lo que el uso de combustibles fósiles a dañado la atmósfera durante los últimos años. Los contaminantes tales como, monóxido de carbono (CO), los NO_x óxidos de nitrógeno, el dióxido de azufre (SO₂), el ozono (O₃), los compuestos orgánicos volátiles (COV) y las partículas respirables (PM_{2.5}). Son diferentes en sus propiedades con las que puede reaccionar, emisión, composición química, tiempo en que se descompone y propagación en extensión de tierra amplia o reducida. La contaminación atmosférica tiene muchos efectos nocivos a la salud, afectando los órganos del cuerpo humano en términos de efectos crónicos o agudos. Estos padecimientos pueden ser las infecciones respiratorias agudas en los niños hasta la bronquitis crónica en adultos, el cáncer de pulmón, las enfermedades respiratorias y cardíacas crónicas, la complicación de las enfermedades cardíacas, así como también las pulmonares existentes, así como los trastornos neurológicos (Fig. 1). También, el tener contacto con la contaminación atmosférica a corto y largo plazo produce una disminución del tiempo de vida y aumenta el porcentaje de mortalidad. La robustez de los contaminantes atmosféricos fluctúa en función de la rapidez de difusión, las distancias que en las que se mueven o llegan a alcanzar, las propiedades de reacción, la composición química y sus daños nocivos a la biodiversidad. Por esto, los

contaminantes atmosféricos tienen semejanza y se pueden agrupar como se describe más adelante:

Contaminantes orgánicos persistentes (por ejemplo, dioxinas).

Metales pesados (por ejemplo, plomo, mercurio).

Determinantes de la exposición a la contaminación atmosférica.

Efecto de los contaminantes atmosféricos en los órganos y sistemas.

Contaminantes gaseosos (por ejemplo, CO, SO₂, NO_x, COV, O₃, etc.).

Por dar solo un ejemplo, se puede mencionar a estos últimos, los cuales al usarse para hacer la combustión, generan gases tóxicos, lo que hace una alteración en los elementos de la atmósfera. El óxido de nitrógeno (NO) reacciona activamente con el ozono (O₃) o los radicales de la atmósfera formando dióxido de nitrógeno (NO₂). También las capas atmosféricas más pequeñas (Tropósfera, Estratósfera), la luz solar hace como catalizador en las reacciones entre el NO₂ y los compuestos orgánicos volátiles (COV) para producir ozono. Monóxido de carbono (CO) generado por una combustión deficiente de combustibles fósiles. Los óxidos de nitrógeno y el monóxido de carbono son generados por la combustión de combustibles fósiles que están formados por el azufre (carbón y aceites pesados).

Y como se mencionó anterior, las principales fuentes que generan este contaminante son el transporte y otro es las centrales eléctricas que emiten los compuestos orgánicos volátiles que dañan el sistema respiratorio y causan dificultades hematológicas y cáncer².

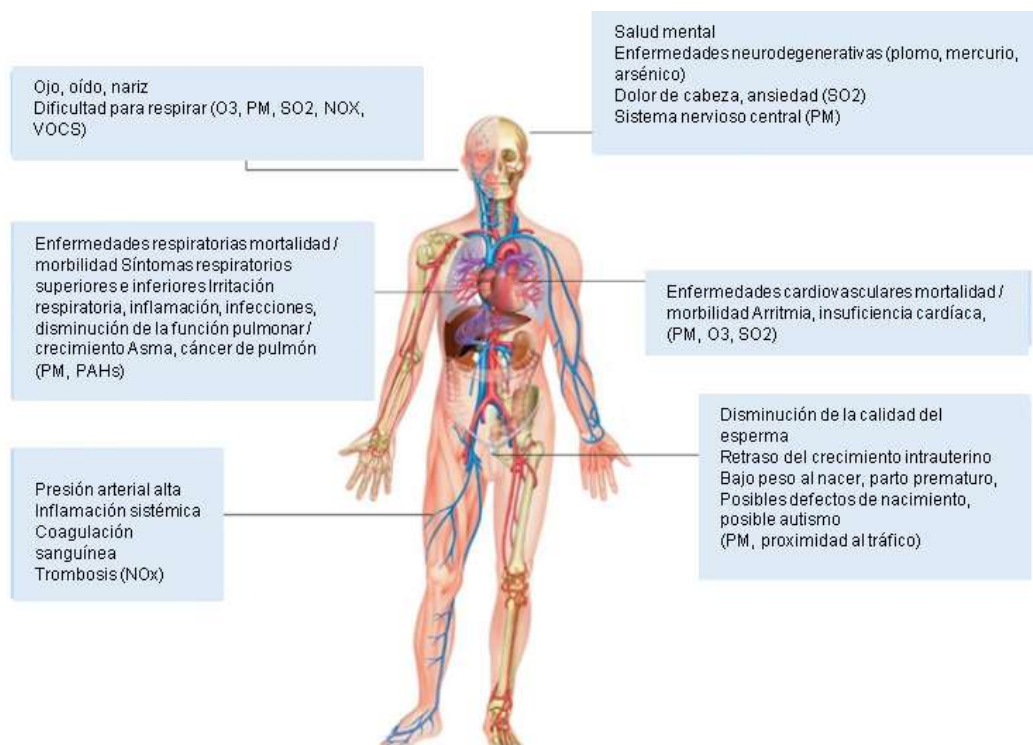


Figura 1. Efectos de la contaminación atmosférica sobre la salud².

1.3. Fuente y demanda global de energía

Es importante considerar que se tiene una fuente de energía inagotable, que es el sol. Este último, se puede utilizar como fuente de energía, como la utilizan las plantas en la fotosíntesis, nosotros la usamos para transformar la energía solar en energía eléctrica y almacenarla para su uso en particular. También, tenemos el caso de la naturaleza la cual absorbe, transforma y libera por medio de los tejidos vivos y por la cadena alimentaria. Por otro lado, tenemos las formas más básicas de energía, que es el petróleo, el gas natural y el carbón, los cuales llevan un proceso natural y se encuentran a profundidades en el subsuelo y estos se desarrollan en millones de años. Las cuales estas tienen un uso muy importante para el ser humano y se consideran

esencialmente importantes, pero esto no quiere decir que son ilimitados ya que, por diferentes factores como el aumento de la población mundial y el crecimiento exponencial de la industria, se ve una reducción de estos recursos fósiles no renovables. Esto significa que se van a agotar, de acuerdo con lo antes mencionado. Como se explicó el desarrollo de las empresas manufactureras y del campo, se han desarrollado gran cantidad de productos para cumplir la demanda de estas empresas, como ejemplo plásticos, textiles, fertilizantes y productos de acero y también la industria petroquímica, para cumplir con los requerimientos diarios de la población. Cada vez que plantas industriales se edifiquen en proporciones de gran tamaño, esto va a necesitar fuentes de alta capacidad para que se mantengan trabajando y transporte para las necesidades de la empresa. Así como también la explotación demográfica está incrementándose a pasos agigantados, esto pasa en las ciudades de los países con gran desarrollo por lo que tienen un incremento de 80 millones de seres humanos en un lapso de cada 4 años. Y qué decir del estilo de vida de la gente, a lo que se ha ido modificando con el paso del tiempo, principalmente en las ciudades en desarrollo, adoptando estos nuevos estilos de vida. Así como la energía ayuda a hacer más simple la vida y eficientizar el trabajo. Lo descrito anteriormente del crecimiento de la población y el incremento de la comodidad en el estilo de vida, así como la necesidad de más bienes y, esto conlleva, al incremento de demanda de energéticos. Y si ponemos la oferta y la demanda en una balanza veríamos que va a estar desequilibrada ya que la demanda está en crecimiento exponencial con respecto a la oferta, esto por la escasez de los recursos energéticos no renovables lo que va a producir una crisis energética, por lo que se han presentado conflictos abiertos y encubiertos a escala internacional.

Por consiguiente, el aprovechamiento de las energías renovables y la eficiencia en la utilización de energética son temas de gran importancia para el suministro de energías sostenibles, y por lo que se necesitan para ser más amigable con la naturaleza y humanos. Por lo anterior se tiene campañas para el uso de energías más amigables al planeta, pero este cambio va a pasos muy lentos. En Estados Unidos, se dispone de una mezcla de recursos para ayudar a combinar el energético, como petróleo y el gas los cuales tienen alrededor de un 67% de cuota de energía consumida en el 2018. Esto es algo que se ve en otros países del mundo (Fig. 2). Algo que llama la atención que el 38% de este recurso se utiliza directamente a la producción de energía eléctrica, mientras que el resto es consumido por la industria o residencial y para la transportación. Por lo que la frase que el mundo este enchufado tiene mucha relación con la realidad y que los humanos tenemos como prioridad la energía eléctrica o cualquier tipo de energía. Por lo que, Perspectivas internacionales de la energía 2016, estima un gran incremento del uso de energía alrededor del mundo en los años 2012-40, como se muestra en la Tabla 1 ^{1,3}.

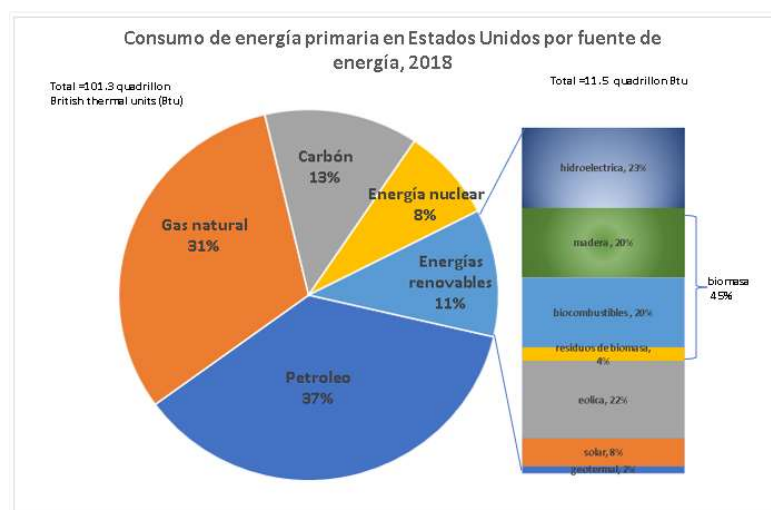


Figura 2. Consumo de energía primaria en Estados Unidos por fuentes de energía, 2018³.

Tabla 1. Representación del consumo de regional de energía en el mundo 2021-40 (EJ)

Región	2015	2025	2040
OECDa	251	274	298
América	124	135	146
Europa	85	92	101
Asía	41	47	51
Non-OECD	322	413	533
Europa	54	58	61
Asía	186	260	340
Medio Este	34	47	65
África	34	32	46
América	33	39	50
Total del Mundo	591	710	860

aOrganization for Economic Cooperation and Development member countries. Europe: Austria, Belgium, Czech Republic, Denmark, Estonia, Finland, France, Germany, Greece, Hungary, Iceland, Ireland, Italy, Luxembourg, the Netherlands, Norway, Poland, Portugal, Slovakia, Slovenia, Spain, Sweden, Switzerland, Turkey, United Kingdom. Other member countries: Australia, Canada, Chile, Israel, Japan, Mexico, New Zealand, South Korea, United States. Source: Modified after World Energy Council. 2016 Survey of world energy resources, London; 2016. ¹

1.4. Energías renovables

La definición más simple es que provienen de recursos naturales y también se conoce como energía verde o como se menciona al inicio, energías renovables. Como se mencionó anteriormente se tiene diferentes tipos de energía la principal clasificación corresponde a energías no renovables y renovables. Esta última, la energía renovable usa recursos sostenibles en términos económicos, sociales y medioambientales. Las energías renovables también se pueden reconocer por la fuente de combustible, por ejemplo, solar, eólica, biomasa, mareomotriz, etc., así también tiene otras características que la hacen importantes. La energía renovable tiene una capacidad que puede generar energía según las características que se tengan en la localidad que se necesita dicha energía y que sea rentable para la comunidad. Por otro lado, la energía no renovable requiere una gran inversión y la tiene la limitante de que deben estar cerca de la red eléctrica para poder hacer uso de esta energía.

Entre las energías renovables se pueden mencionar las siguientes: eólica, biomasa mareomotriz, hidrógeno y solar.

1.4.1. Energía eólica

El viento se genera del gradiente de temperatura entre dos o más territorios. El uso de esta energía eólica se conoce desde hace muchos años, y su empleo para la generación electricidad se hizo prevalecer en el siglo pasada. Sus usos fueron para evitar la fatiga animal o incrementar la fuerza muscular humana que eran usado en los molinos de viento de vela y de las ruedas hidráulicas de los cuales se usaban eficientemente para la pulverizar los granos que se usaban para alimentar al ser

humano. Por otro lado, también se ha empleado para el bombeo de agua para los sistemas de riego en la agricultura. Esto se conocía desde Egipto, en Oriente Medio, pasando por Mesopotamia e Irán, hasta China, en el extremo oriental. Todavía en regiones no tan desarrolladas se sigue usando la energía eólica para el suministro de agua, para los cultivos o para moler los granos que se usan para el consumo del ser humano, como también para la generación de electricidad. Por lo que estos aerogeneradores no ocupan combustibles fósiles y, por esto, no liberan contaminantes al medio ambiente. Los aerogeneradores necesitan solo el 1% del de la superficie de un terreno (donde se van a instalar) por lo que el restante 99% se puede ocupar para la actividad que se requiere o necesite, que puede ser de pastoreo de ganado o de cultivo según sea la necesidad. Algo también a considerar es que los aerogeneradores producen electricidad solo cuando hay ráfagas de viento suficientes. Y la producción de electricidad generada va a tener variaciones por las velocidades de las ráfagas de viento. Por lo que también las empresas que fabrican los aerogeneradores pueden variar el diseño según las condiciones a las que va a estar expuesto este aerogenerador; por ejemplo, para una región donde el flujo del viento es menor, se fabricará un aerogenerador con los rotores van a ser de tamaño más grande que el generador. Al cumplir con estas características la opción de instalar la energía eólica es buena y se pueda cubrir las opciones anteriores. Por lo que, se ha considerado que la energía eólica es un elemento importante en la generación de electricidad y la cual se pueden instalar alrededor de 100 y 300 aerogeneradores en cada parque eólico. Por lo anterior, este funcionará como una central eléctrica. Y al tener varios parques eólicos

funcionando en diferentes localidades se va a descentralizar la generación de electricidad y tener energías amigables al planeta⁴.

1.4.2. Biomasa

La biomasa constituye un recurso renovable abundante y neutro en carbón para la generación de bioenergía y biomateriales, y se usa principalmente para cumplir necesidades sociales. Actualmente, los residuos forestales, así como agrícolas y municipales son las principales materias primas para obtener la electricidad y calor a partir de la biomasa. También, un porcentaje muy pequeño de los cultivos de azúcar, cereales y aceites vegetales se utiliza para la generación de biocombustibles líquidos. Por lo tanto, la biomasa genera un promedio de 50 % de energía en todo el mundo, lo que es un 10 % del consumo mundial por año de energía primaria. Se utilizan mayormente la biomasa tradicional para cocinar y calentar. Un total de esta energía producida hoy en la actualidad proviene de la biomasa de la madera la cual representa un 87%, y también de los cultivos agrícolas lo que representa un 9% y los desechos municipales e industriales con un 4%. Algunos de los países que en los años 1979 a 2009 contribuyeron con la elaboración de investigación científica son: Estados Unidos (23.1%), Reino Unido (6.2%), Canadá (5.4%), Alemania (5.3%) estos 4 son los que han tenido más porcentaje de publicaciones de una lista de 14 países, un total de 233, lo que tiene una contribución del 72.1% de la generación científica sobre energía geotermal, lo que nos dice que esta investigación está muy concentrada, así como las energías renovables anteriormente mencionadas. En Europa, América del Norte y algunas economías emergentes, por ejemplo: Brasil, China, Rusia, Indonesia e India,

son los que han atribuido una gran parte de la investigación sobre la eficiencia y la sustentabilidad de la biomas, esto principalmente a sus grandes y/o crecientes demandas energéticas, de los recursos energéticos no renovables⁵.

1.4.3. Mareomotriz

En el mundo, los recursos energéticos utilizan de la costa se evalúan por el número de fuentes de energía mareomotriz en 1 teravatio (TW). En el 2012 la gama mareomotriz fue de al menos 514 MW, y de 6 MW para corriente mareomotriz (de estos 5 MW los consumió el Reino Unido). También cuenta con diferentes diseños para usarse en la corriente mareomotriz en los países como India, Corea, Filipinas y Rusia, lo cual daría unos 115 gigavatios (GW). Se tiene un estimado que para el 2020 la corriente mareomotriz llegue a 200 MW. Este es un recurso el cual la energía de las mareas, así como las corrientes marinas son razonablemente poco notables, con ciclos diarios, quincenales, semestrales e incluso ciclos anuales por lapso de ciclo más extensos de algunos años. Y esta se genera tanto de día como en las noches. También las condiciones climáticas no cambian la amplitud de las mareas. También se conoce como energía hidroeléctrica la cual convierte la energía de las mareas en energía u otras clases de energías. Y considerando que no se usan al 100%, esta energía tiene un futuro prometedor como una fuente de energía⁶.

1.4.4. Hidrógeno

En los últimos años, el hidrógeno se ha estudiado ampliamente para el uso como combustible alternativo, renovable y sostenible para el uso de movilidad para el ser

humano. El hidrógeno tiene aplicaciones para trenes de potencia convencionales o híbridos, con el uso de un sistema de H₂ICE (vehículo de hidrógeno, motor de combustión interna alimentado por hidrógeno) y PEMFC (pila de combustible de membrana de intercambio de protones). Pero, el tipo de almacenamiento de hidrógeno en los transportes de alta capacidad y rentables, sigue siendo un desafío significativo, de la mano esta también la elaboración de la infraestructura de producción, distribución y abastecimiento de hidrógeno. En la actualidad el almacenar el hidrógeno en forma de gas comprimido, líquido criogénico o en forma química para su conversión bajo demanda, es la forma que más se usa para estos vehículos. También en los últimos años la ciencia ha encontrado formas para reducir los costos y esto deriva en mejorar aceptación por parte del público⁷. Se prevé que en un futuro el hidrógeno formará parte importante de la energía que consumen los coches y las industrias, por lo que la investigación está enfocada en el hidrógeno, el cual se visualiza como un modelo económico y energético que consiste en producir hidrógeno a precios bajos, sustituyendo los combustibles fósiles como fuente de energía. Lo anterior, se puede con el proceso fotocatalítico que se genera a través de la luz. Eso ayuda a que el fotocatalizador al estar en el agua se lleve a cabo la reacción Redox, provocando la reducción de Hidrógeno y generando H₂.

Asimismo, otros autores han investigado actualmente la síntesis verde de ZnO para otras aplicaciones como la degradación de colorantes ^{8,9,10}.

1.4.5. Celdas solares

Las celdas solares son instrumentos que se usan el efecto fotovoltaico para la conversión de la energía de la luz directamente en electricidad, produciendo cargas eléctricas que pueden moverse libremente en los semiconductores. Este proceso data del año 1839, pero el diseño de la primera celda solar no fue hasta el año 1954 por los ejecutivos de Bell. La primera generación de celdas solares se construyó usando obleas de silicio, utilizando cristales de silicio monocristalino o policristalino.

La transformación consiste en la absorción de la energía de luz (fotón) el cual produce pares de electrones-huecos en un semiconductor y la desunión de portadores de carga. En la totalidad de los casos se usa la unión p-n para la unión de los portadores de carga. Y es elemental el poder conocer las propiedades básicas del semiconductor y el principio de la celda solar de unión p-n convencional para entender el funcionamiento de la celda solar convencional sino también el nuevo tipo de celda solar. Las familias más usadas actualmente y competentes de celdas solares usan celdas solares concentradas, celdas solares basadas en polímeros, celdas solares sensibilizadas por colorantes, celdas solares basadas en monocristales y celdas solares basadas en perovskita^{11,12}.

Se considera que gran parte de la energía debería de ser producida por fuentes de energía renovables y amigables al planeta. Por lo consiguiente, se tiene una gran necesidad de investigar opciones de energía para las futuras tecnologías renovables y sostenible. Por lo que las celdas solares se han considerado como una fuente la cual ayudaría para poder cubrir esta necesidad de energía a nivel mundial, tomando en cuenta que esta es la fuente de energía es considerada la más amigable al medio

ambiente además de abundante para futuras tecnologías energéticas renovables y sostenibles. Tenemos el tipo de celda solares de banda intermedia (IBSC) se diseñaron para cubrir una necesidad para aumentar la eficiencia de la conversión de las celdas solares de un solo hueco. Actualmente, se usan la técnica de nanoestructuras de puntos cuánticos (QD) y las aleaciones de semiconductores con alteraciones, los cuales son usadas para hacer más eficiente el cambio de energía de las IBSC. También las celdas solares de contacto posterior (BJBC) están tomando interés por su eficiencia en la conversión de energía, que se produce por la ausencia de sombreado óptico y la reducción de las pérdidas por recombinación al usar unas combinaciones de uniones de portadores¹³.

Además de lo anterior, sabemos que los recursos no renovables, sostienen parte de la demanda del consumo energético mundial. Sin embargo, en la actualidad al usar estas energías renovables ocupan contenedores para almacenar la energía generada, dichos contenedores son muy costosos y con alto índice de contaminación. Por consecuencia, esto se torna en algo crítico, e indispensable para el cambio de energía, para así poder contrarrestar los daños que implica el uso de estas fuentes naturales.

Por lo anterior es muy importante el desarrollo de las baterías, por ejemplo, los electrodos los cuales son usados para el almacenamiento de dicha energía transformada, para poderse tener el beneficio de poder almacenar esta energía con un tiempo menor al que se usa actualmente en las baterías y no se pierda esta fuente de energía.

1.5. Baterías

Las baterías se componen de una celda electroquímica y cuando se coloca un electrodo en una solución salina (electrolito), el cual se puede observar en la Fig. 3 A, por lo que hay una división de cargas en la interfaz metal-solución. Y esto se conoce como una celda. En la semicelda no se puede hacer la medición directamente, pero se puede considerar las tendencias relativas entre dos materiales diferentes introduciendo una combinación electrodo-electrolito (Fig. 3B). Y estas dos semiceldas se conoce como una celda electroquímica. Y a cada una de esta media celda es el nombre que se les da y a su vez están conectadas eléctricamente entre sí por lo que se conoce como puente de sal conductor. El cual el puente conductor se necesita para que ambas media celdas estén conectadas eléctricamente y que su neutralidad de la carga se pueda mantener, y que no se mezclen los electrolitos. Una celda galvánica o celda voltaica es un tipo de celda electroquímica en la que genera reacciones redox espontaneas cada cuando se genera energía eléctrica¹⁴.

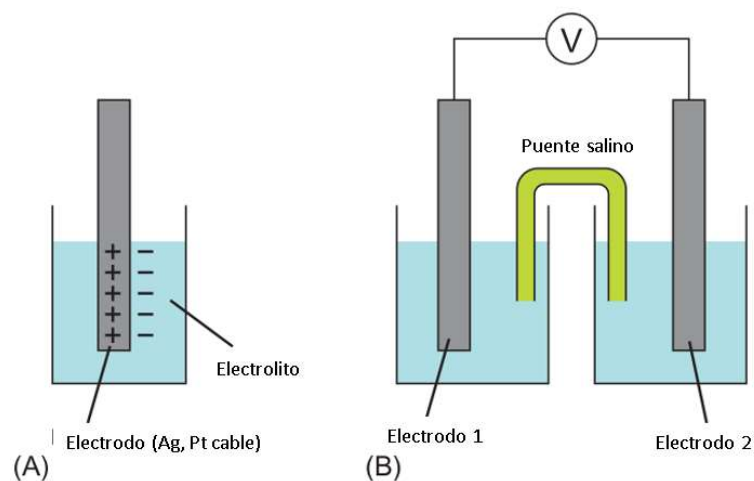


Figura 3. Celda electroquímica: (A) media celda y (B) celda electroquímica compuesta por dos medias celdas ¹⁴.

Las baterías, son contenedores de almacenamiento las cuales tienen las fuentes de energía electroquímicas, las cuales convierten la energía química en energía eléctrica. Consta de una celda electroquímica llamada galvánico el cual suministra una tensión de celda relativamente baja de 0.5 -4V. Esto para alcanzar una tensión más alta por lo que estas (celdas) se pueden conectar en serie con otras o para mayor capacidad se conectan en paralelo. A esto se conoce como batería¹⁵.

Para esta energía renovable se necesita el poder almacenarla para su uso en ese momento o cuando no se esté usando y no se pierda este recurso por eso el uso de baterías para esto.

Por lo que las baterías, son el almacenamiento que se usa, pero tienen las siguientes ventajas y desventajas^{16,17}.

Ventajas:

- Elevada densidad de energía: Acumulan mucha mayor carga por unidad de peso y volumen.
- Poco peso: A igual carga almacenada, son menos pesadas y ocupan menos volumen que las de tipo Ni-MH, así como mucho menos que las de Ni-Cd y plomo.
- Descarga lineal: Durante toda la descarga, el voltaje de la batería varía muy poco, lo cual resulta una ventaja, ya que es muy fácil conocer la carga almacenada.
- Muy baja tasa de auto descarga: Cuando se guarda, se descarga progresivamente, aunque no se use.

Desventajas:

- Fabricación costosa: La fabricación de las baterías de litio es mucho más cara que la de las de níquel-cadmio.
- Disponibilidad: Las baterías de ion litio no están disponibles en tamaños estándar, como AA, C y D.
- Requerimiento de cargadores sofisticados: Debido a sus diferentes formas y tamaños, cada tipo de batería requiere un cargador especial.
- Baja velocidad de carga y descarga permitida: Una batería tiene restricciones de tiempos y corriente de carga y descarga. Por su naturaleza, no es un dispositivo capaz de absorber grandes puntas de potencia en las cargas ni proporcionarlas en las descargas, sin que ello no repercuta de manera negativa en su vida útil.

Con estas descripciones se puede considerar sus ventajas o desventajas que se tienen actualmente en el uso de baterías y las necesidades de investigar otros tipos de electrodos para el uso en estos dispositivos.

1.6. Tipos de baterías

Existen varios tipos de baterías, entre las cuales se encuentran las siguientes:

- Las baterías alcalinas, comúnmente desechables, emplean hidróxido de potasio (KOH) como electrolito. La reacción química que produce energía ocurre entre el zinc (Zn, ánodo) y el dióxido de manganeso (MnO₂, cátodo). Son pilas sumamente estables, pero de corta vida.

- Las baterías de ácido-plomo, comunes en vehículos y motocicletas, son pilas recargables que al estar cargadas poseen dos electrodos de plomo: un cátodo de dióxido de plomo (PbO_2) y un ánodo de plomo esponjoso (Pb). El electrolito empleado es ácido sulfúrico (H_2SO_4) en solución acuosa.
- Las baterías de níquel, de muy bajo costo, pero pésimo rendimiento, son algunas de las primeras en ser manufacturadas a lo largo de la historia. A su vez, estas dieron origen a nuevas baterías, como las níquel-hierro, níquel-cadmio y níquel-hidruro.
- Las baterías de iones de litio (Li-ION), emplean como electrolito una sal de litio; son las más empleadas en la electrónica de pequeño tamaño, como teléfonos móviles y otros dispositivos portátiles, y su cargan en 60 ó 70% en 15 ó 20 min. y de ahí tardan 7 h. para completar el 100%.

2. Marco teórico

2.1. Antecedentes

En los últimos años el uso de materiales para la aplicación en baterías secundarias ha ido creciendo, esto por el consumo que se tiene en la actualidad para poder almacenar. Por lo anterior, hay una necesidad que sería el cargar una batería en menor tiempo por esto la investigación de nuevos prototipos de electrodos híbridos los cuales puedan satisfacer esta demanda. Por lo que hay investigaciones, para la obtención de materiales como ZnO 2D y CaB_6 , en las cuales se revisan sus características, y su viabilidad para ser usados como materiales para la elaboración de electrodo para batería secundaria.

En 2015, Bin Zhu, *et al.*¹⁸, prepararon electrodos de Si, mezclando polvos de Si (~100nm) con CMC (carboximetilcelulosa de sodio) (MW: 250.000) y carbono Super-P (8:1:1). Utilizaron la técnica Depósito de Capa Atómica (ALD, siglas en inglés de *Atomic Layer Deposition*). Se usó un cable de Si para ser recubierto con ZnO, para permitir la investigación de los cambios estructurales durante los ciclos. Con la técnica de SEM se utilizó para examinar la morfología del electrón de ZnO/Si, después de 100 ciclos, se observó que la muestra no presenta cambio con una capa SEI (*solid-electrolyte interphases*) fina y uniforme que recubre la superficie. Para la investigación del rendimiento electroquímico de estos ZnO recubiertos con nanopartículas de sílice, se usaron pilas tipo botón 2032, sobre el sustrato de Cu, con Li metálico como contraelectrodo. Por lo que observaron que la capacidad de descarga se mantuvieron estable sobre los 1700 mAh/g, sobre 160 ciclos, lo que indica que las redes de SiNP permanecieron en contacto con el colector de corriente y no se pulverizan. Se realizó una comparativa, con la capacidad de descarga de las SiNP sin recubrimiento de ZnO, por lo que estas disminuyeron significativamente en 1000 mA/g, al pasar los 140 ciclos. Y no presentaría un cambio evidente en el perfil de carga/descarga después de 160 ciclos dando con un resultado de rendimientos superior y ciclos estables. Adicionalmente, se examinó la morfología del ZnO/Si después de 100 ciclos SEM, lo cual mostró que el electrodo de ZnO/Si está en contacto con una capa de SEI que recubre la superficie.

En 2016, Raghunath Kanakala, *et al.*¹⁹, usaron un lodo que contenía partículas de hexaboruro de calcio (99.5% de pureza, malla 325), 2-5% de negro de humo de

acetileno, 2% de fluoruro de polivinilideno (PVDF) disuelto en N,N dimetilformamida; lo recubrieron sobre un sustrato de grafito utilizando la técnica de la cuchilla (doctor Blade) para conseguir diferentes espesores de recubrimiento, aplicando múltiples capas. Los experimentos de voltamperometría cíclica (CV) se realizaron con diferentes velocidades de barrido en las muestras de CaB₆. En una sola capa que contenía 12 mg/cm² de material activo y 2 wt% de humo negro, observaron que tenía la capacidad más alta. También, realizaron experimentos de descarga galvánica, con diferentes densidades de corriente de 1-30 mA/cm² y espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS) en las muestras de CaB₆ recubiertas con una sola capa. Obtuvieron un fuerte aumento de la corriente catódica por debajo de -2.5 V (la cual podría atribuirse a la absorción de litio en el CaB₆) y un pico anódico durante la reversión, lo cual sugiere la pseudocapacidad debido a las reacciones de oxidación del litio en el electrolito. Asimismo, encontraron que la densidad de la corriente máxima disminuyó significativamente después de 100 ciclos, la cual fue calculada a partir del CV; a una velocidad de barrido de 100 mV/s para el primer y el centésimo ciclos, fue de 34 y 25 F/g, respectivamente, lo que les dio una pérdida de aproximadamente 25%. El coeficiente de difusión del litio en el CaB₆ era mucho mayor que el del titanato y los óxidos mixtos. Los valores de capacidad fueron de 35.7 y 18.2 F/g, para las condiciones de carga y descarga en 5 y 30 mA/cm², respectivamente. Las eficiencias medias de descarga fueron de aproximadamente el 88% y el 62%, para las densidades de corriente de 5 y 30 mA/cm². El material mostró una semiconductividad tipo p, con una concentración de defectos de $1.85 \times 10^{21} \text{ cm}^{-3}$.

En 2018, Jean-Baptiste Labégorre, *et al.*²⁰, realizaron unas muestras cerámicas de $Zn_{1-x}In_xO$ ($x = 0, 0.00125, 0.0025, 0.005, 0.01$ y 0.02) con ZnO (NanoTek, Alfa-Aesar) e In_2O_3 (99.99%, Cerc). El patrón de XRD se ajustó a la estructura wurtzita del ZnO. El refinamiento del patrón de XRD confirmó el grupo espacial (P63mc) y los parámetros de celda de la muestra $x = 0$ ($a = 3.250(1)$ Å y $c = 5.207(1)$ Å), de acuerdo con la base de datos cristalográfica. Utilizando diferentes métodos de TEM, los b-IBs (tipos de defectos: límites de inversión (IB) basales (b)) contienen In, en una coordinación séxtuple con O, y modelando la estructura local, explican cómo la capa octaédrica de InO_6 está interconectada con dos dominios orientados cabeza a cabeza de ZnO de polaridad invertida. La temperatura dependerá de la resistencia eléctrica (ρ). Alcanza un mínimo de $6 \text{ m}\Omega \text{ cm}$, a 300° K , ya para $x = 0.0025$, mientras que, para adiciones de In más altas, su magnitud sigue siendo prácticamente la misma. En consecuencia, el valor absoluto del coeficiente Seebeck (el coeficiente Seebeck de un material mide la magnitud de una tensión termoeléctrica inducida en respuesta a una diferencia de temperatura a través del material, unidades de $\mu\text{V/K}$) disminuyó drásticamente de $430 \mu\text{VK}^{-1}$, para $x = 0$, a $125 \mu\text{VK}^{-1}$, para $x = 0.0025$. Al aumentar x , $|S|$ disminuye moderadamente hasta $100 \mu\text{V K}^{-1}$, para $x = 0.01-0.02$. Las dependencias y magnitudes de la resistividad eléctrica y el coeficiente Seebeck con el contenido de indio, coinciden con los datos registrados en los compuestos de ZnO/Al. De hecho, la resistividad eléctrica y el coeficiente Seebeck saturan, respectivamente, alrededor de $7.5 \text{ m}\Omega \text{ cm}$ y $-110 \mu\text{V K}^{-1}$, a 300 K , para $x = 0.01$, en la serie $Zn_{1-x}Al_xO$ ²⁰.

En 2018, C. K. Zagal-Padilla, *et al.*²¹., efectuaron la elaboración de ZnO, por reducción de la sal de Zn en extracto de perejil a 80° C , con método de síntesis verde

de ZnO:Mg, el cual se obtuvo con la reducción de sal Zn en extracto de perejil (ZnO(p)). El perejil fue usado como reductor y reactivo estabilizador. Considerando las morfologías y optoelectrónicas del ZnO:Mg, de las cuales se hizo comparación con ZnO obtenido comercialmente (ZnO(c)) y algunos también sintetizados en agua (ZnO(a)). La síntesis verde de ZnO(p) se realizó usando un sistema de reflujo. Adicionalmente, se adquirió el ZnO(c), el cual se usó como referencia, igual que el ZnO(a). Con la caracterización de XRD, para los tres sistemas (ZnO(c), ZnO(a), y ZnO(p), se identificaron 11 señales de difracción correspondientes a los planos cristalográficos (100), (002), (101), (102), (110). Esto indicó que ZnO(a), ZnO(p), y ZnO(c), son materiales del tipo de la wurzita. El resultado XRD para el ZnO(p), mostró que los picos de magnitud fueron (101), (002), (100), igual que en el ZnO(c). Por lo que se calcularon los valores de red del ZnO(p), los cuales son $a=3.249 \text{ \AA}$ y $c=5.204 \text{ \AA}$, el cual corresponde al ZnO, reportado en otros documentos. En el análisis de EDS (composición química) se observó presencia de oxígeno y zinc, en una relación de composición de oxígeno/zinc (en porcentaje) de 51.86/48.14 o una relación estequiométrica de aproximadamente 0.48:0.52(Zn:O), la cual es casi 1:1, como se expresa en la etiqueta química del reactivo comercial. La fotoemisión en azul y el verde pueden relacionarse probablemente con la morfología de la ZnO(p) y la presencia de Mg en los sitios de sustitución.

En 2019, Zhen Wang, *et al.*²², utilizaron las NPs de CeB₆, las cuales prepararon por la síntesis de combustión en solución simple (SC). Para la síntesis de nanocables de CeB₆, emplearon una reacción de estado sólido a alta presión (HPSS). Las imágenes de microscopía electrónica de transmisión revelaron que las nanopartículas de

CeB₆ son altamente cristalinas y los nanocables CeB₆ son cristales únicos. El análisis de la espectroscopia de fotoelectrones de rayos X indicó que el cerio está presente en estado de valencia mixta +3 y +4, en el CeB₆. Para las mediciones electroquímicas, prepararon una película anódica mezclando las muestras producidas con el agente de conductividad (negro de acetileno) y aglutinante (fluoruro de polivinilideno (PVDF)) (proporción en peso: 8:1:1), en N-metil-2-pirrolidona (NMP). Los electrodos fabricados se prensaron a 5-6 Mpa, durante 2 minutos y se cortaron en discos con un diámetro de 11 mm, utilizando un punzón. Montaron en las pilas tipo monedas (2032). También, descargaron/cargaron las pilas galvanostáticamente, en una ventana de potencial de 0.01-3.0 V, frente a Li⁺/Li, a varias densidades de corriente. Comprobaron que, como ánodos de iones de litio, los nanocables del CeB₆ (nanopartículas) alcanzan una capacidad de ~531 (338) mA h g⁻¹ en el ciclo inicial y mantienen una capacidad de ~225 (185) mA h g⁻¹ después de 60 ciclos. Probaron los nanocables CeB₆ durante 6000 ciclos, en 1000 mA g⁻¹, lo cual mostró una capacidad específica que se aproxima a la capacidad de 100 mA g⁻¹, a pesar de la fluctuación dentro de un rango estrecho, y mantener ~168 mA h g⁻¹, después de 6000 ciclos, lo cual indicó un rendimiento estable de los ciclos debido a la excelente conductividad, similar a la de los metales de (~5.67 10³ S m⁻¹). Se encontró que, al evaluar los materiales anódicos para baterías de iones de litio, los NWs de CeB₆ ofrecen una mejor capacitancia de descarga en una baja densidad de corriente; esto, en comparación con los electrodos CeB₆ NPs, con mayor estabilidad de ciclo y propiedad de velocidad. Al revisar en el ciclo voltaico (CV) las curvas del electrodo a diferentes velocidades de barrido, fue posible comprobar que la contribución del pseudocapacitador de CeB₆ al

almacenamiento total de litio, es de un aproximado de 80%, mientras la contribución de intercalación de litio en el CeB_6 , es solo del 20% en una alta densidad de corriente. Por lo que se visualizó que los nuevos hexaboruros de tierras raras y otros hexaboruros con estado de valencia como CeB_6 y SmB_6 , especialmente con alta conductividad eléctrica, podrían ser utilizados como materiales de ánodo de alta duración en el almacenamiento rápido de energía.

En 2020, Zequan Zhao, *et al.*²³, realizaron una pila de zinc-aire, por lo que presentaron su método de producción, así como la configuración propuesta. El método de preparación empleado consistió en un catalizador del electrodo de aire de MnO_2 comercial.

Prepararon los cátodos de aire mediante los siguientes pasos preparación de la capa catalítica: El catalizador MnO_2 , el negro de humo XC-72R, y el PTFE, se disuelven en cantidades moderadas de etanol, en una proporción de peso de 2:5:3. La preparación de la capa de difusión impermeable: una mezcla de negro de humo XC-72R, etanol y emulsión de PTFE, con una proporción de peso de 4:4:2, respectivamente y el colector de corriente (malla de Ni o malla de Cu) se intercalaron entre la capa catalítica prensada y la capa de difusión impermeable, y el material resultante se presionó, posteriormente mediante una prensa de rodillos que formaría los cátodos de aire con un espesor de 0.74 mm ~1 mm.

Con un montaje de la pila de zinc-aire, se realizó mediante los siguientes pasos, el espárrago M4 y el perno de cabeza cuadrada se atornillaron y taparon, respectivamente, en los orificios correspondientes de la parte superior del cuerpo de la pila y se le introdujo la placa metálica en el orificio de la tapa de la pila, y se colocó el

ánodo de zinc (lámina de zinc, con un tamaño de 60 × 123 × 1 mm) por debajo de la tapa de la pila. Se insertó el conjunto anterior en el cuerpo de la pila y se cubrió la pila desde arriba.

Para verificar el rendimiento de la descarga de la pila de zinc-aire producida por el método de montaje anterior, se llevó a cabo una prueba de descarga galvanostática, utilizando un sistema de prueba de pilas a 10 mA cm⁻². A la muestra de ensayo se le aplicó 9 mol L⁻¹ de KOH, como electrolito, más la lámina de zinc con un tamaño de 123 × 60 × 1 mm, como ánodo. La capacidad de descarga de la batería fue de 10.4 Ah. La pila mantuvo una meseta de tensión de descarga estable durante mucho tiempo, sin que se produjeran fugas de electrolito. Por lo tanto, se concluyó que es viable el método propuesto para producir pilas de zinc-aire de fácil montaje y con buen efecto de sellado. La densidad energética volumétrica de la muestra de prueba resultó de 72 Wh L⁻¹, normalizada por el volumen de toda la pila.

En el 2021, Shangguan, *et al.*²⁴, realizaron análisis estructurales y electroquímicos comparativos de ZnO esférico con diferentes densidades y morfologías como materiales anódicos para baterías secundarias de Ni/Zn. Por lo que usaron un método de preparación de coprecipitación. Con las siguientes concentraciones: a (1.62 g cm⁻³), b (2.00 g cm⁻³), c (2.38 g cm⁻³), d (2.83 g cm⁻³), e (3.12 g cm⁻³). Con estas concentraciones se elaboró los electrodos de zinc y se utilizó una batería de trabajos anteriores. Para las mediciones electroquímicas, se usó un electrodo de Hg/Hg y un electrodo de níquel servirán como electrodo de referencia y contraelectrodo. La voltamperometría cíclica (CV) se llevará a cabo de -0.85 V a -1.65 V a una velocidad de barrido de 10 mv s⁻¹. La espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS) se realizó

en el rango de frecuencias (0.1 Hz-100 kHz), con una amplitud de 10 mV. En la caracterización con FE-SEM de las cinco ZnO esféricos. Claramente, todos los materiales de ZnO son homogéneos, por lo que se obtuvo una forma esférica con una excelente dispersión, obteniendo en las muestras a y b muchas microestructuras en forma de flor, las cuales son muy estables y podrán soportar el ultrasonido durante mucho tiempo. Y la muestra b estaba formada por varios nanorods y agujas de ZnO. Y las muestras c, d y e mostraron una morfología esférica con una estructura sólida más compacta. Se observó, la superficie de estas partículas esférica es diferente. La muestra c presentó que está compuesta por muchos nanochips hexagonales. En comparación, con la muestra d estuvo formada por muchas partículas cuneiformes o claviformes, que se entrelazó para construir una estructura sólida y compacta. La muestra e, sus partículas esféricas contenían una gran calidad de escamas microcristalinas entrecruzadas y superpuestas, dando lugar a una microestructura sólida y más densa. En la caracterización con EDS se confirmaron que las cinco muestras de ZnO que fueron preparadas estaban compuestas principalmente por dos elementos de Zn y O. El tamaño medio de las muestras a, b, c, d, e es de $\sim 4.5 \mu\text{m}$, $\sim 9.9 \mu\text{m}$, $\sim 10.5 \mu\text{m}$, $\sim 11.7 \mu\text{m}$, y $\sim 12.6 \mu\text{m}$, respectivamente. En los resultados de la prueba de carga-descarga del ZnO de las 5 muestras.

Las capacidades de descarga iniciales de las muestras a, b, c, d y e fueron aproximadamente 537.4, 530.4, 525.0, 515.9 y 491.3 mAh g⁻¹, respectivamente. Por lo anterior, se puede decir que, la gran capacidad de ciclado y de volumen específico podría atribuirse a la mayor densidad, que ayudaría a construir un electrodo compacto con excelentes actividades de reacción electroquímica y mejor resistencia a la

corrosión. En las muestras las curvas CV de cinco ánodos de ZnO a una velocidad de 10 mV s⁻¹. En todas las curvas CV se pudieron ver claramente un par de picos catódicos y anódicos. En general, una mejor reversibilidad y una polarización electroquímica más débil de los electrodos están implícitas a través de la menor diferencia de potencial ($\Delta (E_{c,a})$) entre los picos catódicos y anódicos. Como los datos obtenidos, los valores de $\Delta (E_{c,a})$ disminuyen en el orden de a(0.251 V) > b(0.229 V) > c(0.214 V) > d(0.209 V) > e(0.195 V), lo que demostró que las muestras con mayor densidad serán más reversibles que las de menor densidad.

En el 2021, C. K. Zagal-Padilla, *et al.*²⁵, realizaron la síntesis de ZnO bidimensional para el uso en baterías de ion litio por el método de electrodeposición. Para la preparación, del electrodo 2D-ZnO/Ag se depositó una fina capa de pasta de plata sobre una lámina de plata. Se depositó 1 mg de 2D-ZnO sobre la pasta de plata. El E_g del 2D-ZnO fue de 2.82 eV. En este caso, el bajo valor del E_g , corresponde con la morfología bidimensional del semiconductor, lo que resultó útil para las aplicaciones fotoelectroquímicas. La composición química del 2D-ZnO se midió por EDS, obteniendo un 36.12 % de zinc, un 51.21 % de oxígeno, un 9.58 % de carbono y un 3.09 % de potasio. En la caracterización con TEM del ZnO sintetizado se encontró con un espesor de la muestra el cual estuvo formado por cuasinanoesferas de unos 20 nm. Obtuvieron en la muestra la sección no reactiva del voltamperograma en el rango $-0.35 < E (V/V_{ref}) < 0$, donde utilizaron la relación de corriente $I_{light}/I_{darkness}$ (ΔI) para determinar la contribución del efecto plasmónico a la respuesta electroquímica del electrodo 2D-ZnO/Ag. La corriente eléctrica aumentó cuando se iluminó el electrodo porque el efecto plasmónico promovió la débil adsorción de OH⁻ en la superficie del electrodo. El pico de

reoxidación del CO a +1.04 V/Vref en los experimentos iluminados confirmó la EOR (la reacción de electro-oxidación del etanol) en los experimentos confirmaron la EOR en la superficie del electrodo. Es notable que el pico de reoxidación estuvo ausente en los experimentos en la oscuridad y en la línea de base. Estos resultados demostraron que la EOR del etanol fue activada por la luz visible en el 2D-ZnO/Ag.

El efecto plasmónico activó la transferencia parcial de cargas electrónicas desde o hacia la superficie del semiconductor, promoviendo la formación de sitios de acidificación debido a la absorción de CO, H⁺, y OH⁻ haciendo factible la producción de islas de reacción, coordinadas a los planos polares (001). La ruta electroquímica factible para la obtención de CO₂ es a través de la adsorción de CO en la superficie del electrodo de acuerdo con la Ecuación 1.



Se observó que el efecto plasmónico fue crucial para el funcionamiento del sensor electroquímico. Considerando los límites legales de etanol establecidos en la Norma Oficial Mexicana (NOM-006-SCFI-2005), se encontró que es un rango adecuado para detectar etanol en alcoholes bebibles. La investigación de este tipo de sensor abrirá la posibilidad de cuantificar in-situ la concentración de etanol disuelto en electrolitos acuosos.

En 2022 Shizhe Liu, *et al.*²⁶, preparación de materiales flexibles de ZnO/CC (carbon cloth) para baterías de iones de litio por electrodeposición utilizaron el método de cronoamperometría (i-t) para mantener a un potencial constante (3 V) durante 50 min.

La mezcla se recubrió uniformemente en una placa de cobre utilizando un aplicador. De los resultados obtenidos tenemos que el rendimiento de los ánodos de ZnO/CC durante el proceso de litificación/deslitificación se investigó mediante curvas CV y pruebas de estabilidad de los ciclos. Los cuales se hicieron tres barridos de CV, con los siguientes datos una velocidad de barrido de 0.1 mV s^{-1} desde 0.01 hasta 3.00 V (frente a Li/ Li⁺). En el primer ciclo, los picos catódicos a 0.26 y 0.85 V podrían atribuirse a la formación de la aleación Li-Zn y a la descomposición del electrolito, respectivamente, produciendo la capa intermedia del electrolito sólido (SEI). Por lo que el valor de 0.22 V que se obtuvo durante el proceso de carga puede adjudicar al. Las capacidades de carga-descarga de los tres primeros ciclos con ZnO/CC como material anódico son 122.2/143.5, 213.7/217.9 y 230.7/232.6 mAh g⁻¹, respectivamente. La eficiencia coulombica de los tres ciclos son del 85.16%, 98.08% y 99.19% respectivamente. Después de 300 ciclos, la capacidad del ZnO/CC es de 358 mAh g⁻¹. El valor de la eficiencia coulombica este alrededor de 100% nos dice que su rendimiento electroquímico de los materiales de ánodo de ZnO/CC mejoran significativamente debido a la fuerte conductividad y a la gran superficie específica del material de ánodo de ZnO/CC. A 0.5 mA g⁻¹, se probaron el rendimiento electroquímico del CC puro y del ZnO puro. Con la capacidad específica de CC puro es sólo de 0.2 mAhg⁻¹, lo que ayuda poco a la capacidad ZnO/CC. La capacidad específica del polvo ZnO puro es de 40 mAh g⁻¹, que es mucho menor que la del ZnO/CC. Por esto, el material del ánodo de ZnO/CC sintetizado tiene un buen rendimiento electroquímico y logra el propósito esperado. Tenemos también, la velocidad del ánodo de ZnO/CC. A diferentes densidades de corriente de 0.1, 0.2, 0.5, 1, 2, 4, y 6 A g⁻¹, el electrodo de ZnO/CC dio capacidades

específicas de 471, 395, 360, 313, 280, 250 y 177 mAh g⁻¹. Hay que mencionar que cuando la densidad de corriente baja a 0.1 A g⁻¹, se recuperan capacidades específicas de descarga de 468 mAh g⁻¹, lo que nos dice que el ánodo de ZnO/CC tiene un excelente rendimiento de velocidad.

Por lo que en este trabajo se investigó el 2D-ZnO, obtenido por química verde para el uso como electrodo para baterías secundarias y su comportamiento al ser expuesto a diferentes áreas de exposiciones de luz visible y sin esta.

2.2. Análisis crítico

Realizando un análisis crítico de los antecedentes, tenemos que la síntesis por química verde se usa para evitar la producción de subproductos no deseados, los cuales dañan al medio ambiente, por esto se investiga, nuevos procedimientos de síntesis de química verde, los cuales son más fiables, sustentados y amigables al planeta. Y estos métodos verdes de síntesis, disponibles para las nano partículas de metal/óxido, utilizan extractos de plantas y su procedimiento es fácil y simple para la elaboración de nanopartículas a gran escala.

En el caso del 2D-ZnO es un material inorgánico y sobre su fase cristalina, morfología y microestructura ha suscitado un gran interés desde el punto de vista de los estudios fundamentales y las aplicaciones prácticas, ya que estos caracteres están estrechamente correlacionados con las propiedades ópticas, eléctricas, químicas y catalíticas del ZnO. Y como se observó en la literatura al sintetizar el 2D-ZnO por química verde es un método sencillo y fácil de reproducir usando extractos de planta, donde se puede obtener un ZnO con una banda prohibida alrededor de 2.84 eV como lo

realizo el equipo de Zagal. Y con unos valores de potencial de corrosión de -1.348 V y velocidad de corrosión de 2.293 mAcm² como el equipo Shangguan.

La búsqueda bibliográfica indica que es factible sintetizar y caracterizar el compuesto que se proponen, para las investigaciones futuras para otras aplicaciones para estos u otros compuestos.

2.3. Hipótesis

Las características foto-electroquímicas del 2D-ZnO evaluadas en medio alcalino son apropiadas para aplicaciones en sistemas de conversión y almacenamiento de energía.

2.4. Objetivo general

Sintetizar electrodos híbridos de óxidos cerámicos con 2D-ZnO sintetizado por química verde usando el método de reacción de reducción/oxidación.

2.5. Objetivo específico

- Sintetizar electrodos de ZnO-cerámico, mediante la síntesis de química verde por el método de reacción de reducción/oxidación.
- Caracterizar estructuralmente el electrodo de 2D-ZnO, mediante un equipo de rayos X (XRD).
- Caracterizar la morfología de la superficie del electrodo, mediante microscopía electrónica de barrido (SEM).

- Caracterizar los compuestos que se tiene presentes en el electrodo de 2D-ZnO, mediante Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR).
- Determinar mediante un potenciostato la capacidad del electrodo 2D-ZnO, a través de la variación de un rango de voltaje.

3. Materiales, Métodos y Técnicas de Caracterización

3.1. Materiales

Para llevar a cabo la síntesis del semiconductor de ZnO se usaron fuentes de $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (100.1%, marca FERMONT ACS) y Café (Nescafé comercial). Para el electrodo se utilizó un bisel de alambre de Ag (plata ley 925) de calibre 22 de 0.3 X 7.62 cm y pintura de plata (marca Alfa Aesar).

3.2. Métodos

Para llevar a cabo la síntesis del ZnO se estuvo variando el sulfato de zinc desde 5 hasta 7 g, así como el tiempo y tratamiento térmico, para obtener la fase del ZnO (Tabla 2). La secuencia para hacer la síntesis, primero se agregó 10 g de café en 10 mL de agua destilada en un vaso de precipitado, y se colocó en una plancha a 80 °C con agitación constante durante 2 h. A esta solución se le agregó el $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, iniciando con 1 g cada 5 min hasta completar 5 g a temperatura de 350 °C y con agitación constante durante 1 h. De la misma forma se realizaron los experimentos para 6 y 7 g de $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ para obtener un polvo negro (Fig. 4). La reacción propuesta para obtener el ZnO está descrita en la ecuación 2.

Posteriormente, las muestras obtenidas se calcinaron en una mufla (Barnstead Thermolyne, Furnace 1400) durante 2 y 3 h, a las temperaturas de 600, 650, 700, y 750°C. Finalmente, se dejaron enfriar las muestras para su posterior caracterización.

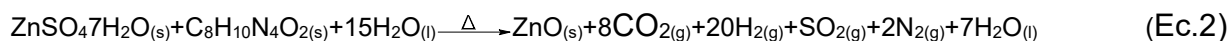


Tabla 2. Condiciones de calcinación del ZnO con diferentes concentraciones, temperaturas y tiempos de calcinación.

	ZnSO ₄ ·7H ₂ O	600°C		650°C		700°C		750°C	
	(Reactivo)	2 h	3h	2 h	3h	2 h	3h	2 h	3h
T5	5 g	√	√	√	√	√	√	√	√
T6	6 g	√	√	√	√	√	√	√	√
T7	7 g	√	√	√	√	√	√	√	√

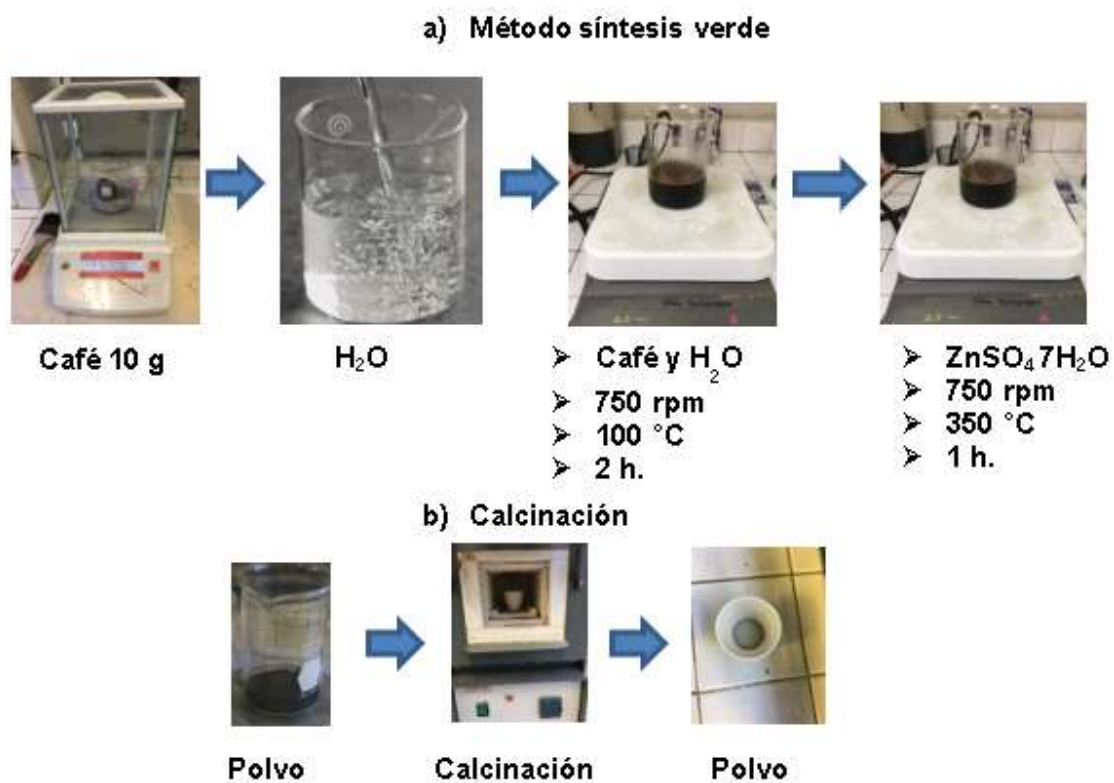


Figura 4. Síntesis del ZnO, a) método de síntesis verde, b) calcinación

3.2.1. Método de preparación de electrodo

El bisel de alambre de Ag se recubrió de 0.3 x 5.62 cm por ambas caras de pasta de plata hasta un espesor total de electrodo de 1 mm y sobre esta pasta recién aplicada se apoyaron los materiales correspondientes a cada electrodo por impregnación.

Los polvos obtenidos de la calcinación de 2D-ZnO se prepararon mezclando en porción de 1:1 cerámica y Ag/C (carbón activado con un contenido de 10% en peso de Ag), para tener una proporción final del 5% de 2D-ZnO/C. Cada mezcla se homogeneizó con un mL de etanol y posteriormente se secó a 70°C, el polvo obtenido ya homogéneo, se incorporó a la tinta de plata inmediatamente después de aplicarlo al electrodo de Ag en

un área de 1 cm² la parte del del electrodo se usó cinta PTFE y se calculó el peso depositado de 10 mg de material cerámico, como se observa en la Figura 5.



Figura 5. Electrodos número del 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 y 8, antes de su preparación de ZnO-2D incrustados en un bisel de alambre de Ag.

Después, los electrodos se colocaron a 200°C durante 4 h en una mufla para secar la tinta de plata. Al final del proceso se dejaron enfriar a temperatura ambiente y posteriormente se almacenaron en una solución de KOH 6M por 48 h para estabilizar y activar la difusión de agua y grupos OH dentro de la estructura y estabilizar su potencial redox. Los electrodos permanecieron sumergidos en la solución hasta el momento de su utilización como se muestra en la Figura 6.

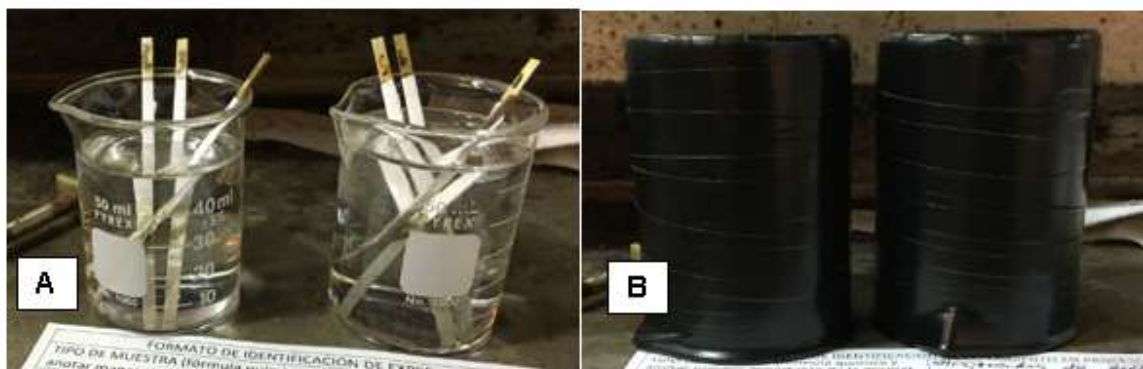


Figura 6. A) Electrodo ya preparados (ZnO-2D) son sumergidos en KOH 6M, para su almacenamiento. B) también se colocan en un área oscura.

3.2.2. Caracterización electroquímica 2D-ZnO

El sistema propuesto fue el siguiente, se utilizó tres electrodos, electrodo de trabajo (ZnO-2D), electrodo de referencia (Ag/AgCl) y un contra electrodo (Pt). En una solución de KOH 0.5 M, la cual fue una sin baño de N_2 y KOH 0.5M con baño de N_2 de 2 h. Para controlar la exposición de la luz visible se usó una luz visible una lampara led de 127 V, 6 Watts consumo, marca LUMMI, a una distancia de 3 cm de separación al sistema. Para el control de la exposición de la luz visible, a un PVC se le realizó tres ventanas de 1, 2, 3 y 4 cm^2 respectivamente y para la prueba sin luz visible se cubrió la ventana para evitar que entrara luz visible y la lampara apagada.

En la Figura 7, se muestra el sistema que se usó para esta caracterización electroquímica.

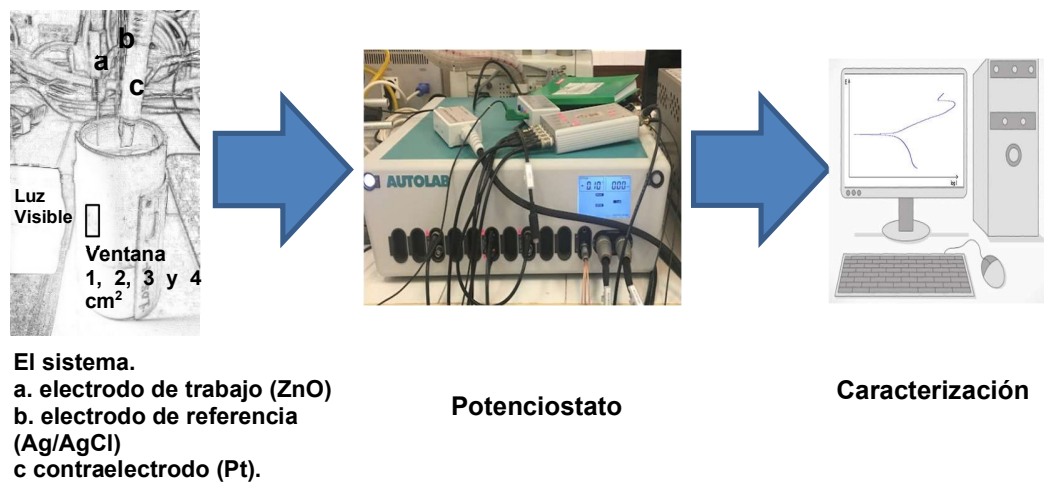


Figura 7. Esquema de la Caracterización electroquímica 2D-ZnO.

3.3. Técnica de caracterización

3.3.1. Difracción de rayos X

La difracción de rayos-X es una de las técnicas no destructivas y con gran potencial para el análisis de la estructura de una amplia gama de materiales. Su aplicación es muy extensa en la ciencia y tecnología para el conocimiento de las fases presentes en el material, la determinación de su estructura cristalina y así como de su celda unitaria cristalográfica. Este fenómeno de difracción se presenta cuando se hace incidir un haz de rayos-X monocromático sobre un material cristalino, por lo que esto produce la dispersión coherente de dicho haz y esto hace una interferencia constructiva entre planos paralelos, por lo que la forma que la diferencia de trayectoria recorrida por dos haces es n veces la longitud de onda del haz; esta condición de la difracción de rayos-X en un cristal está determinada por la Ley de Bragg (Ec. 3).

$$2d \sin \theta = n \lambda \quad (\text{Ec. 3})$$

Donde θ es el ángulo de incidencia, n es el múltiplo entero de la longitud de onda λ y d es la distancia interplanar entre los planos de átomos²⁷.

El análisis de las fases cristalinas presentes en los materiales sintetizados fue elaborado por difracción de rayos-X en polvo. Se utilizó un difractómetro de rayos-X *Brucker D2 Phaser*, a temperatura ambiente con una radiación monocromática de *CuK α* (1.506 Å), la intensidad fue medida en el intervalo 2θ de 10° a 80° con un tamaño de paso de 0.05 cada 0.5 s. (Laboratorio de Materiales II, FCQ).

3.3.2. Espectroscopía infrarroja con transformadas de Fourier (FTIR)

El FTIR utiliza el procedimiento matemático (transformada de Fourier) para convertir los datos brutos (interferogramas) en el espectro real. Este método FTIR se usa para la obtención del espectro infrarrojo de transmisión o absorción de una muestra (materiales orgánicos, inorgánicos y polímeros). Principalmente identifica los patrones característicos de las bandas de absorción y nos hace referencia a las bandas de absorción presencia de compuestos orgánicos en la muestra. El rango de frecuencia de absorción de infrarrojos 10,000 – 100 cm^{-1} es enviada a través de la muestra con una parte de la radiación absorbida y la otra que pasa. La radiación absorbida es convertida por la muestra en energía vibracional o rotacional. La señal resultante que se obtiene en el detector es un espectro generalmente de 4,000 a 400 cm^{-1} , que representa la huella molecular de las muestras. Los grupos funcionales específicos de la muestra se

determina por el espectro de los datos con el software automatizado de espectroscopia²⁸.

Se utilizó para proporcionar información sobre las propiedades vibracionales del ZnO, identificó los grupos funcionales mediante las vibraciones de sus enlaces. Las mediciones fueron realizadas en un espectrofotómetro marca *Perkin Elmer* modelo *Spectrum Two* (Laboratorio de Materiales I, FCQ).

3.3.3. Espectroscopía de reflectancia difusa UV-Vis (DRS UV-Vis)

DRS UV-Vis es una técnica de espectrofotométrica básica muy utilizada en la espectrofotométrica para el análisis de polvos y superficies. Utiliza la dispersión superficial de una fracción de radiación UV-Vis sobre la muestra. El cual es colimando y se manda con un ángulo específico a la muestra, por lo que da como resultado un grupo de procesos ópticos los que conduce a la reflexión de la radiación en la superficie de la muestra en el hemisferio subyacente. Por la característica de la muestra se pueden tener dos tipos de reflectancia que son: la reflectancia regular y la reflectancia difusa. Por lo que la reflectancia regular se caracteriza por no presenta rugosidad, por lo que la radiación incidente incide sobre la superficie plana, y esta se refleja con un ángulo igual al de incidencia (ley de Fresnel). Por lo contrario, la reflectancia difusa es una mezcla de varios fenómenos ópticos, por ejemplo, las reflexiones múltiples, la dispersión y la refracción, las cuales dispersan la radiación en todas direcciones de los ángulos de la semiesfera de origen de la radiación incidente (Blitz, 1998)²⁹.

La técnica se usó con el propósito de determinar la capacidad de reflectancia del ZnO, esto se realiza mediante la medición de reflectancia en la longitud de onda máxima de

adsorción de la muestra, los datos obtenidos se usó el método *Tauc* para el band gap. El equipo es un Espectrofotómetro UV-Vis marca JASCO modelo JASCO V-770 (Laboratorio del Posgrado en Materiales, CIDET, FIME).

3.3.4 Disposición de residuos generados

Se pueden generar lodos (en su mayoría sólidos) de metales y sales inorgánicas. La síntesis por química verde no genera residuos, más que gases como CO₂, o un poco de NO_x, según el combustible (usando el contenedor A para las soluciones salinas de pH 6-8, sales, ácido y base orgánicos; así como el contenedor B, para sólidos y sales inorgánicas). Se dispusieron de estos, de acuerdo con lo establecido en el sistema de gestión de residuos peligrosos de la Facultad de Ciencias Químicas de la UANL.

4. Resultados y discusión

4.1. Caracterización estructural y morfológica de 2D-ZnO

A las muestras que se sintetizaron de la Tabla 2, se les realizó su caracterización con FTIR, por lo que a continuación se presentan las dos muestras que presentaron los grupos funcionales de ZnO lineales y no presentan otras señales de vibración de grupos funcionales.

En la Figura 8, tenemos las gráficas FTIR de las muestras H (T6 650 °C 2 h) y I (T7 650 °C 2 h). La muestra H, su grafica FTIR muestra señales en 1108.57 cm⁻¹, 1042.24 cm⁻¹, 615.80 cm⁻¹ y 546.20 cm⁻¹. Las señales en 615.80 cm⁻¹ y 546.20 cm⁻¹ se asignan a la vibración de estiramiento del Zn-O, las vibraciones en 1108.57 cm⁻¹ y 1042.24 cm⁻¹ se atribuye al estiramiento asimétrico de la vibración Zn-O-Zn en las redes ortorrómbicas.

El FTIR de la gráfica I de la Fig. 8, las señales observadas en 1106.79 cm^{-1} , 1041 cm^{-1} , 616.02 cm^{-1} y 558 cm^{-1} . Las señales en 616.02 cm^{-1} y 558 cm^{-1} corresponden a la vibración de los enlaces Zn-O, las vibraciones en 1106.79 cm^{-1} y 1041 cm^{-1} se atribuye al estiramiento asimétrico de la vibración Zn-O-Zn en las redes ortorrómbicas³⁰.

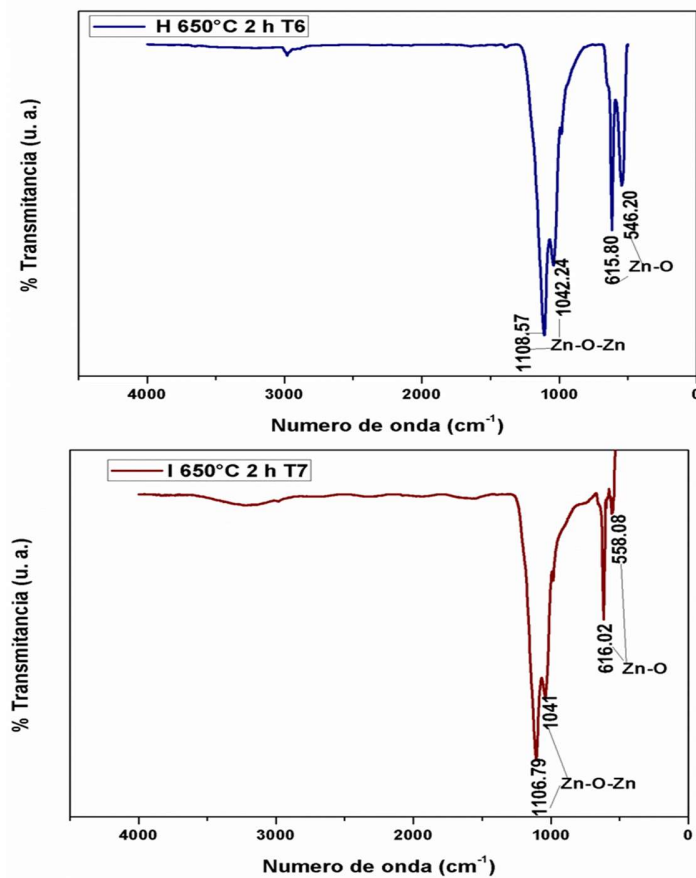


Figura 8. FTIR de las muestras: (H) 650°C, 2 h de 6 g de precursor, (I) 650°C, 2 h de 6 g de precursor.

Se realizó la caracterización con XRD (Figura 9) de la síntesis obtenida. Los picos del difractograma concuerdan con el patrón estándar del PDF#36-1451, con las 9 señales en los planos (100), (002), (101), (102), (110), (103), (200), (112), (201), también podemos concluir que las señales de DRX presenta una evidente cristalinidad. Ya que los átomos se ordenan en una disposición que se repite en tres dimensiones, formando un sólido que tiene una estructura cristalina. La cual corresponde a la estructura tipo hexagonal wurzita, que es característica del ZnO. Y las señales de dirección fuertes y

lineales en los planos (100), (002) y (101) muestran la calidad cristalina con alta intensidad de señales. También el patrón concuerda con el grupo espacial P63mc como lo describe el PDF#36-1451 de difracción. También tenemos presente algo de impurezas que corresponden al ZnSO_4 PDF#01-073-2567.

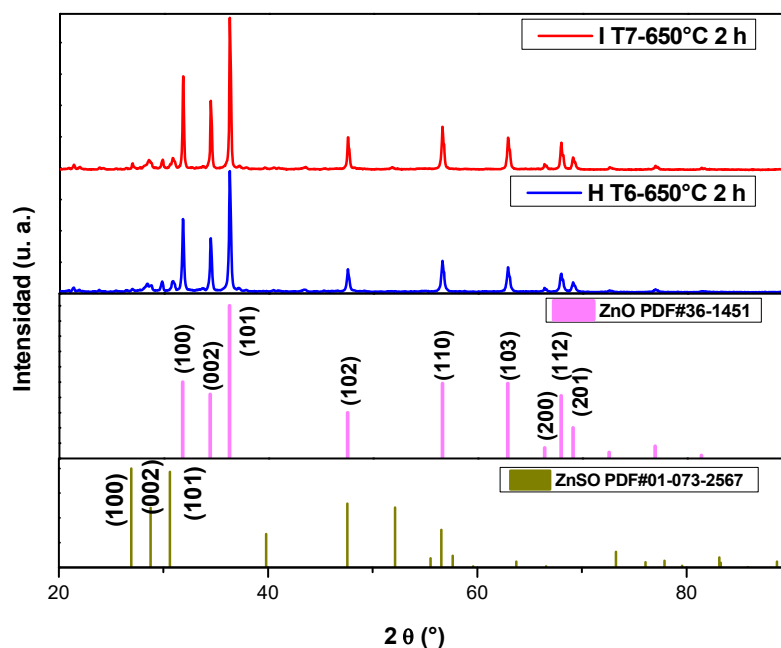


Figura 9 XRD de las muestras de ZnO H T6, 650°C 2h, I T7, 650°C 2h, ZnO PDF#36-1451 y ZnSO PDF#01-073-2567.

La información sobre las propiedades *redox* y la estructura electrónica de los materiales sólidos puede obtenerse de las transformaciones electrónicas en las moléculas adsorbidas, las transformaciones electrónicas dentro de los orbitales d de los iones de metales de transición, transformaciones electrónicas entre ligandos e iones de metales de transición, transformaciones electrónicas en las que están involucrados en los defectos de la estructura cristalina o a partir de su energía de E_g .

4.2 Caracterización óptica

La técnica UV-VIS-DRS pueden aplicarse para medir las propiedades ópticas de los materiales sólidos en su forma pura, pero para el cálculo de la energía de E_g no puede utilizarse directamente los espectros de transmisión o la reflectancia difusa debido a la forma menos transparente de la transición E_g . Por esta razón, los espectros de transmisión o la reflectancia difusa se convierten en la función de Kubelka-Munk - $F(R)$ frente a la longitud de onda y la relación de Tauc, ecuación 4.

$$(h\nu\alpha)^2 = A(h\nu - E_g) \quad [\text{Ec. 4}]$$

La relación se adaptó adecuadamente mediante la sustitución de α por $F(R)$ y la asignación a n de 2 para la indirecta. La curva dibujada que traza el valor de $(h\nu F(R))^2$ frente a $h\nu$ se utiliza para el cálculo de los valores de E_g .

En la relación [Ec. 5], si α se sustituye por $F(R)$ y n adquiere el valor, 2 (transición indirecta), de ello resultan las siguientes relaciones (Ec. 5).

$$[h\nu F(R)]^2 = A(h\nu - E_g) \quad (\text{Ec. 5})$$

Para encontrar el valor de E_g , se realizó el procesamiento de la rama, de baja energía de la banda con las relaciones $y=[F(R)h\nu]^2$ y $x=h\nu$, respectivamente. El trazado de x - y donde $x=h\nu$ se anota como energía- E (unidad eV) como se ve en las muestras de las curvas de la Figura 10. Se traza una línea recta tangente al punto de inflexión de las curvas. Los valores de x para los puntos de intersección entre la línea tangente y el eje

horizontal son las energías de brecha de banda-Eg que se muestran en la Figura 10. Obteniendo los siguientes valores de Eg de 3.06 y 3.011 eV, de las muestras H-T6-650°C 2h y I-T7-650°C 2h respectivamente. Al compararlo con el Eg 3.13 eV de ZnO puro ³¹ se logra obtener valores menores al ZnO puro, por lo que puede tener aplicaciones en dispositivos electrónicos y optoelectrónicos debido a la variación de las brechas de banda de energía de las NP's del ZnO.

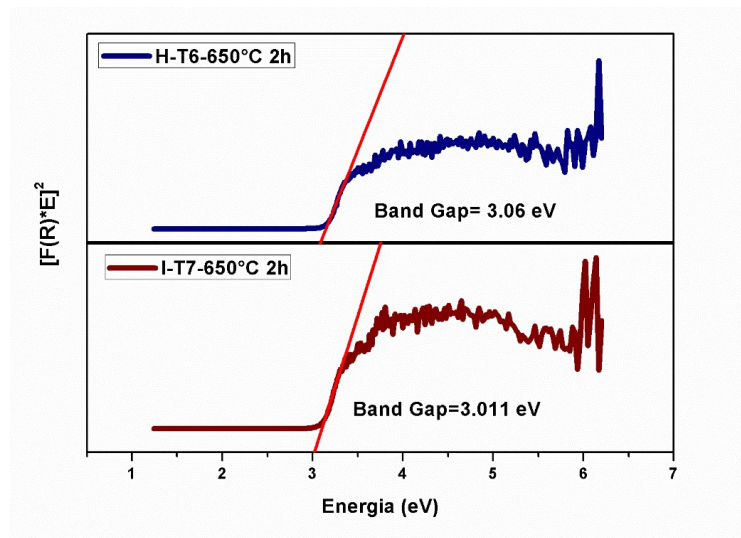


Figura 10. Eg de las muestras H T6- 650 °C 2 h, I T7-650 °C 2 h.

La morfología de las muestras de ZnO fueron analizadas por SEM (Figura 11). En la Figura 11 (a) se observa la micrografía del ZnO sintetizado H-T6-650°C-2h. Se observa aglomerado de las partes sin una forma muy bien definida y con un tamaño medio de superior de 74 nm. El análisis de su composición química (por EDS) mostró la presencia de oxígeno y zinc en una relación de composición de oxígeno/zinc (en %) de 55.57/37.21 (93% de ZnO y 7% de otros compuestos).

En la Figura 11 (b) se observa el SEM de la muestra de ZnO sintetizada I-T7-650°C-2h. Es posible observar en la parte media de la micrografía, la presencia cuasiesfera principalmente. En la parte superior derecha hay partículas irregulares y de tamaño pequeño. La relación de composición (oxígeno/ zinc al %) era de 50.70/40.41 (91% de ZnO y 8% de otros compuestos).

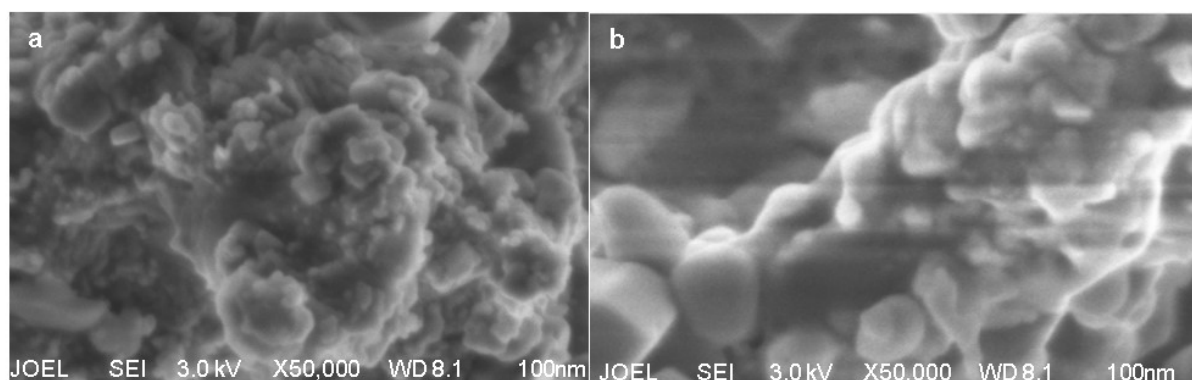


Figura 11. SEM morfología de las muestras (a) H-T6-650 °C-2 h, (b) I-T7-650°C-2 h.

En la Fig. 12 se presentan los voltamperogramas de las muestras H e I con las condiciones sin luz y con luz con una apertura de 1, 2, 3 y 4 cm² respectivamente con KOH al 0.1 M y con baño de N₂ durante 2 h. La ventana electroquímica se estableció en el rango $-1.5 < \text{Potencial (V/Vref)} < -1.1$ para evitar la degradación del ZnO (que se produce a potenciales inferiores a -1.5 V/Vref). La corriente eléctrica aumentó cuando se iluminó el electrodo por el efecto plasmónico promovió la débil adsorción de OH⁻ en la superficie del electrodo. En este caso, la foto-corriente fue un ΔI 3,937 y 3,818% de las muestras HT6 650°C 2h sin N₂ 4 cm² luz (línea celeste), H T6 650°C 2h con N₂ 3 cm² luz (línea naranja) respetivamente Fig. 12, Fig. 13, la foto-corriente fue un ΔI 45,637 y 8,860% de las muestras IT7 650°C 2h sin N₂ 4 cm² luz (línea celeste), I T6 650°C 2h con N₂ 4 cm² luz (línea celeste) respetivamente, superior a la registrada en la oscuridad, como se muestra en la Figura 13.

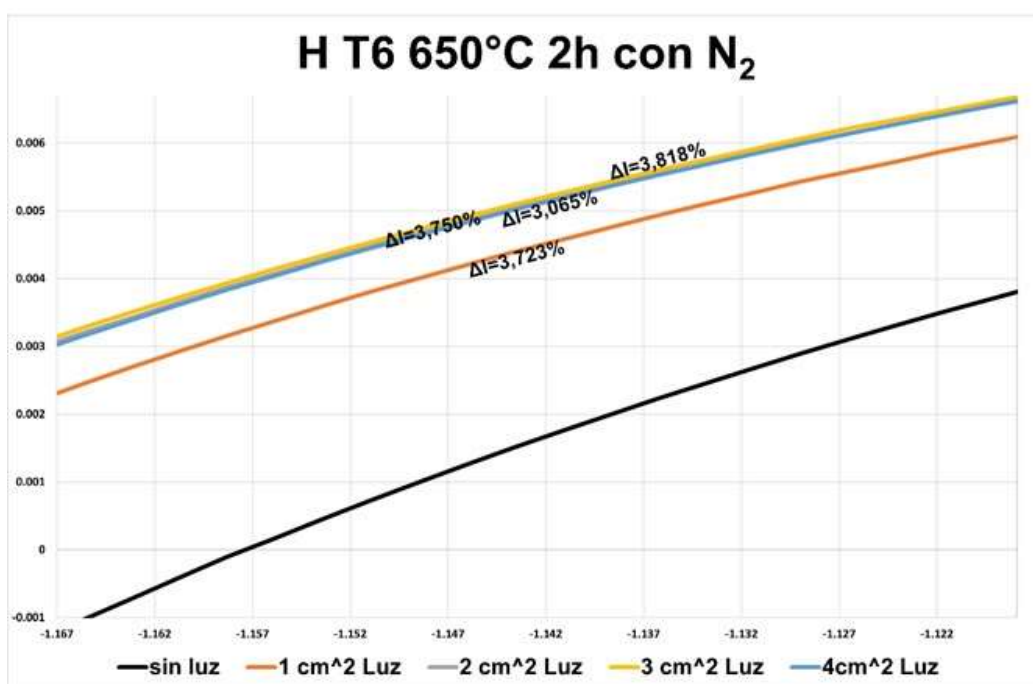
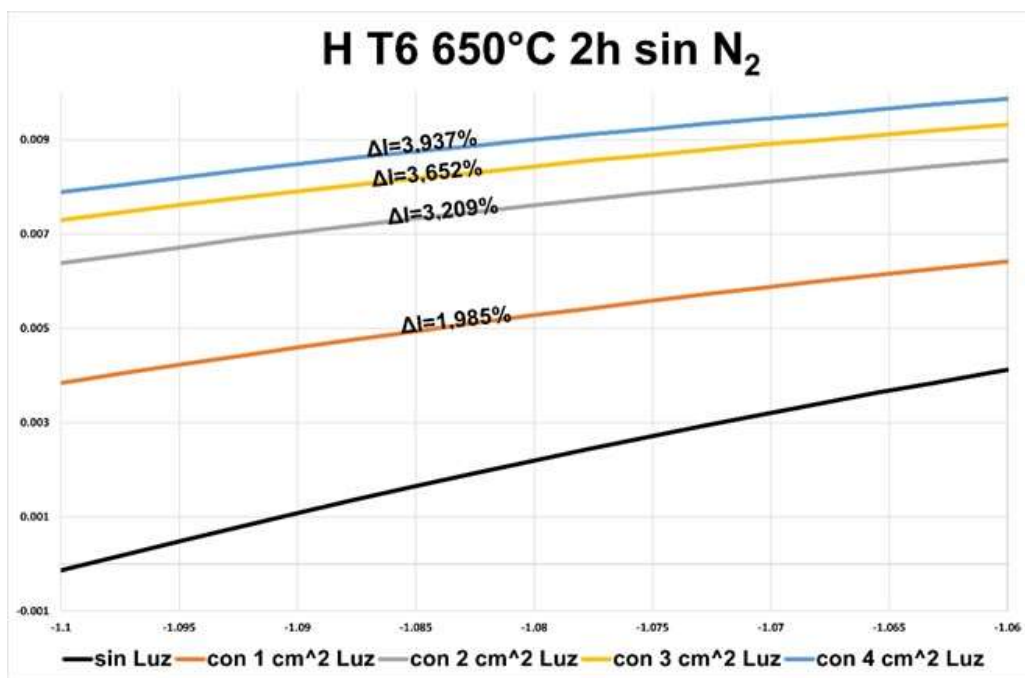


Figura 12. El efecto plasmónico en la respuesta electroquímica del electrodo basado en 2D-ZnO/Ag. HT6 650 °C 2 h sin N₂, con una (ΔI) de 3,937 % (línea celeste) y HT6 650 °C 2 h con N₂ (ΔI) 3,818 % (línea amarilla).

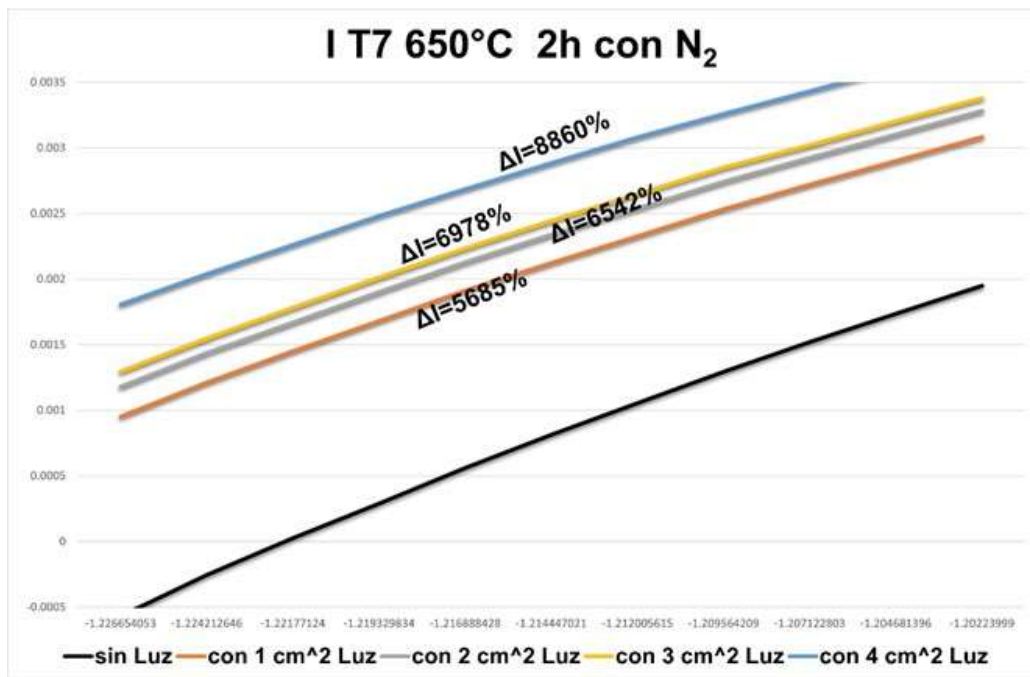
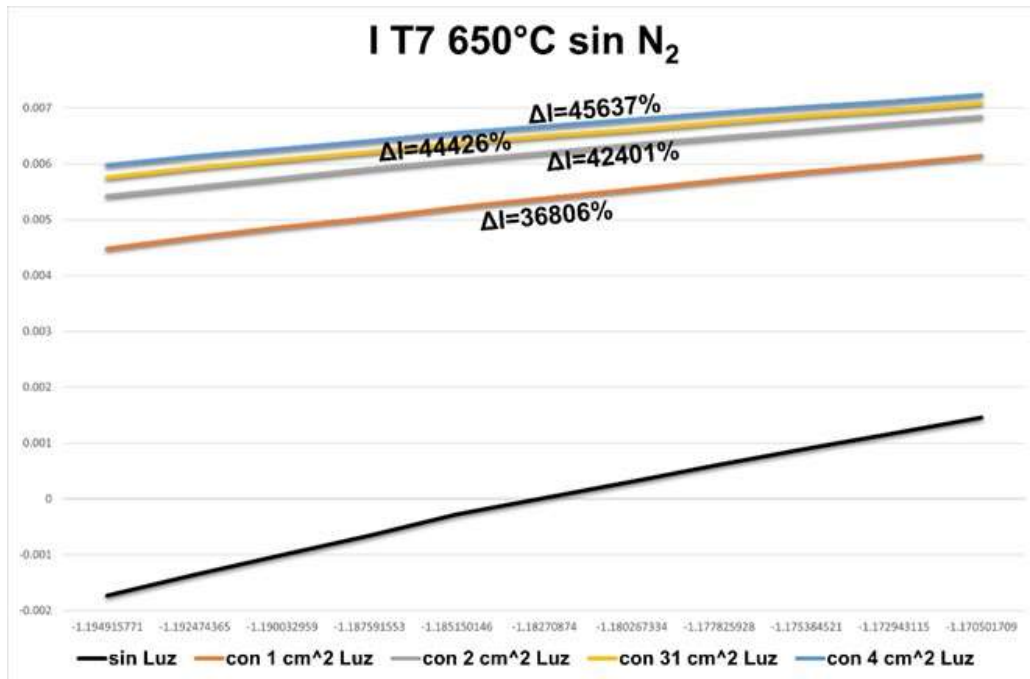


Fig. 13. El efecto plasmónico en la respuesta electroquímica del electrodo basado en 2D-ZnO/Ag. I T7 650 °C 2 h sin N₂, con una (ΔI) de 45,637 % y I T6 650 °C 2 h con N₂ (ΔI) 8,860% (ambas líneas celestes).

A continuación, se presentan las gráficas de Tafel de las muestras H e I con las condiciones sin luz y con luz con una apertura de 1, 2, 3 y 4 cm² respectivamente con KOH al 0.1 M y con baño de N₂ durante 2 h.

En las Figuras 14 y 15 se presentan las gráficas de Tafel para los electrodos de ZnO-2D. Generalmente, el potencial de corrosión (E_{corr}) y la densidad de corriente de corrosión (i_{corr}), son obtenidas a partir de los diagramas de Tafel, los cuales son parámetros claves para evaluar las propiedades anticorrosivas de los ánodos de ZnO-2D. Una breve explicación sería que una mejor capacidad de anticorrosiva favorece y mejora la estabilidad de ciclo de electrodo de ZnO-2D.

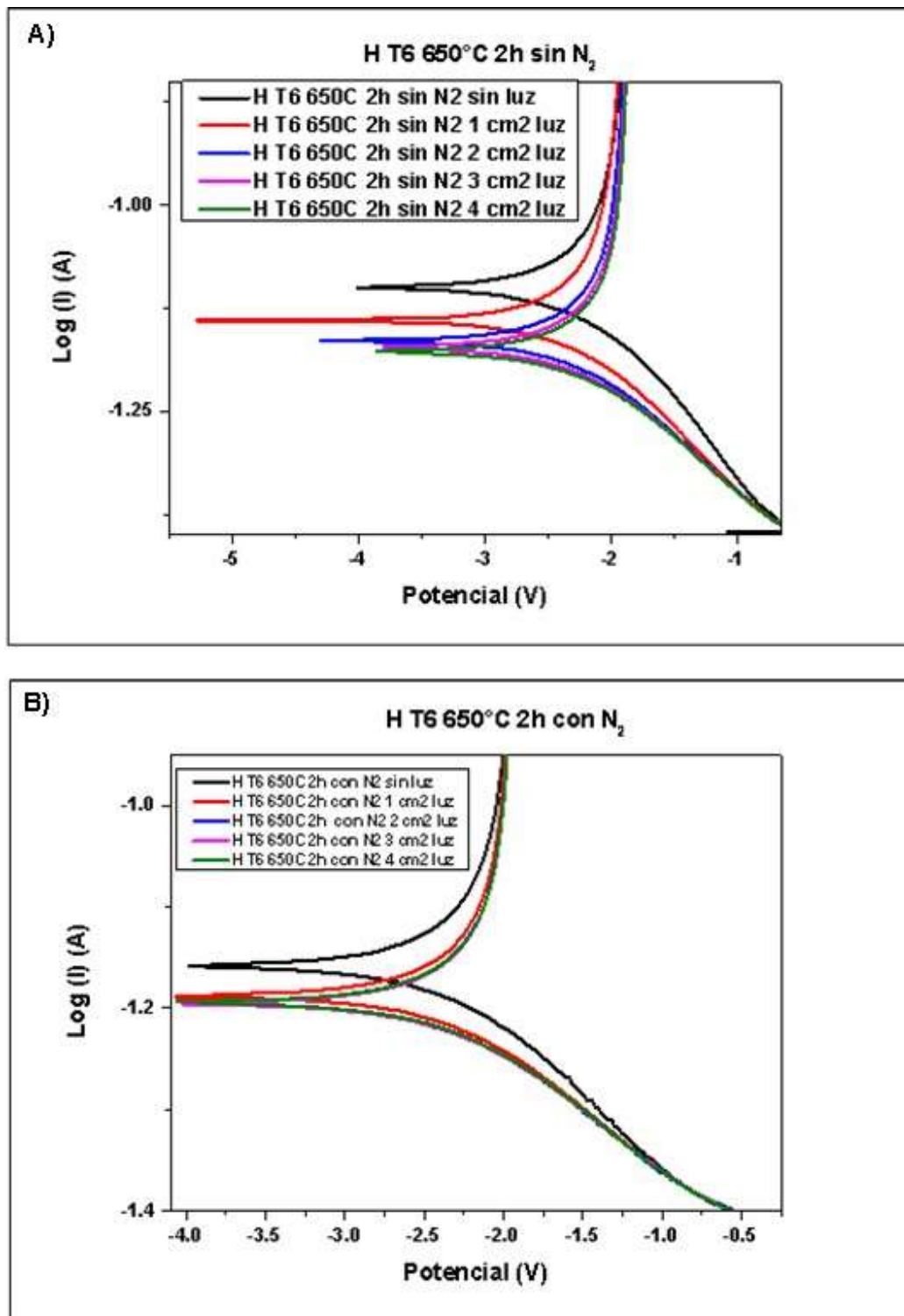


Fig. No 14. Graficas Tafel de muestras A) H T6 650°C 2h sin N₂ y B)H T6 650°C 2h con N₂.

En el trabajo de Zhao *et. al*, obtienen los valores del ZnO convencional de -1.308 V y $4.439 \times 10^{-3} \text{ mAcm}^{-2}$ del potencial de corrosión (E_{corr}) y la densidad de corriente de corrosión respectivamente (I_{corr})³², en este trabajo se obtienen los valores de potencial de corrosión alrededor de -1.209 V, da un valor más positivo del ZnO convencional del trabajo de Zhao *et al.*, y los valores de las muestras de este trabajo referente al I_{corr} dieron valores alrededor de 0.235, 0.243, 0.242 y 0.255 $\mu\text{A/cm}^2$ de las muestras, H T6 650 °C 2 h sin N₂ -1 cm² luz, H T6 650 °C - 2 h con N₂ -2 cm² luz, I T7 650 °C 2 h sin N₂ -3 cm² luz y I T7 650 °C 2h °C con N₂ -2 cm² luz, respectivamente. Los electrodos de ZnO-2D muestran no sólo un potencial de corrosión más positivo (E_{corr}), sino también una menor densidad de corriente de corrosión (I_{corr}) en comparación con el electrodo convencional de ZnO, lo que implica una mayor capacidad anticorrosiva. La mejora de esta última propiedad de los electrodos ZnO-2D se atribuye principalmente a que son materiales 2D.

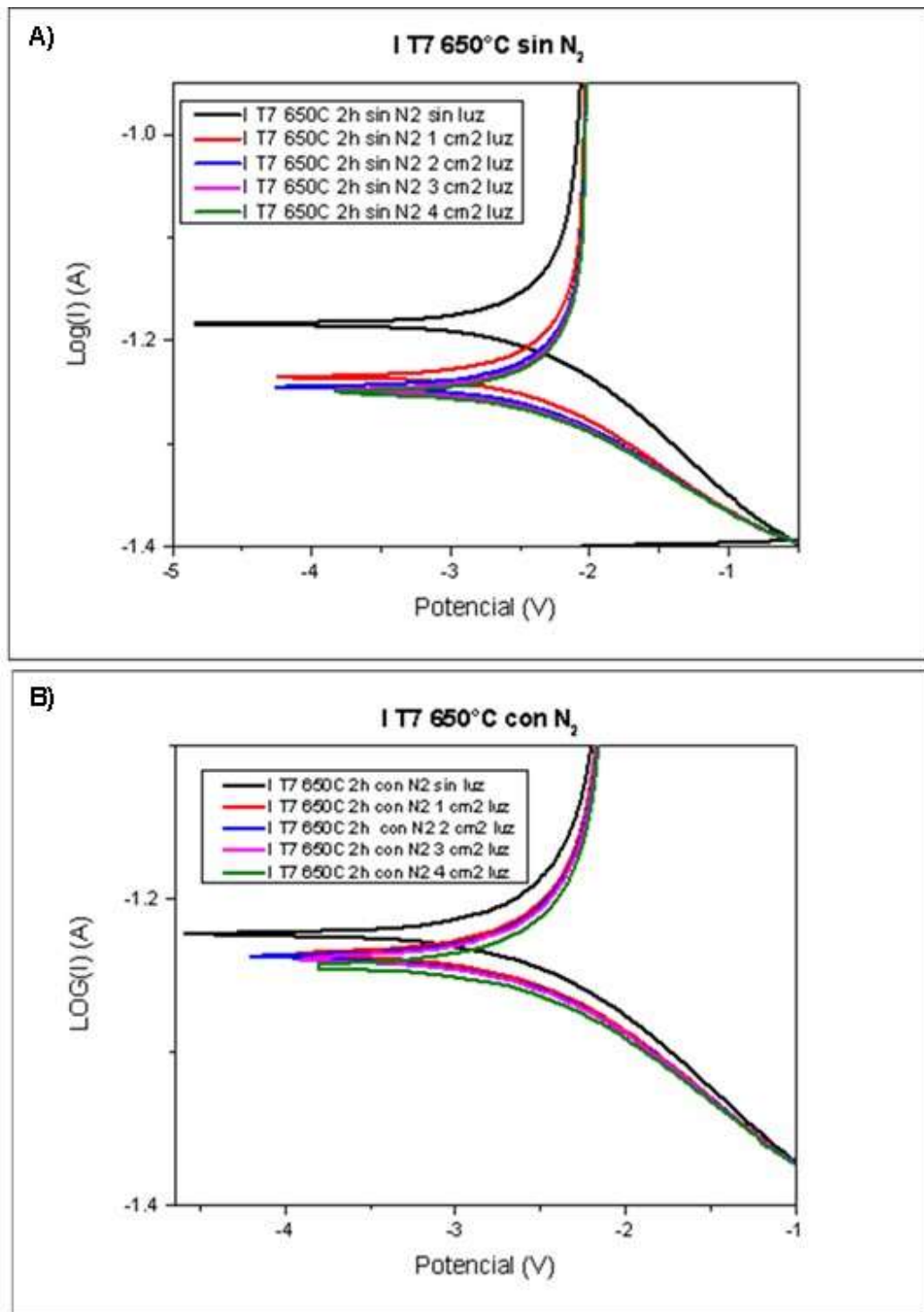


Fig. No 15. Graficas Tafel de muestras A) I T7 650°C 2h sin N₂ y B) I T7 650°C 2h con N₂.

5. Conclusiones

Se obtuvo el óxido de zinc mediante una técnica de síntesis verde (usando extracto de café). Este ZnO-2D fue confirmado mediante el análisis de difracción de DRX coincidiendo los picos más intensos con el patrón de difracción de la carta cristalográfica PDF#36-1451. Por otro lado, se analizaron las muestras por FTIR observándose vibraciones de estiramiento del Zn-O en las señales de 616 y 558 cm^{-1} . En el análisis de SEM se observan micrografías del ZnO. Se observaron los nanosticks con un tamaño medio superior de 74 nm. Y una composición química del EDS con la presencia de oxígeno y zinc con una relación de composición de 55.57/37.21 respectivamente. Dando la presencia del 2D-ZnO en la muestra.

Con las gráficas obtenidas por medio de la caracterización del potenciostato se obtiene las gráficas de Tafel en donde las muestras H-T6-650°C2H con N_2 2 cm^2 luz, I-T7-650 °C 2h con N_2 2 cm^2 luz y su potencial de corrosión (E_{corr}) con valores de -1.193 y -1.237 V respectivamente. Los cuales se va incrementando ir subiendo la apertura de la luz visible y por otro lado el potencial de corrosión (I_{corr}) se ve en las muestras de H-T6-650 °C 2 h con N_2 2 cm^2 luz, I-T7-650 °C 2h con N_2 2 cm^2 luz tiene los valores de -0.243 y -0.255 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ respectivamente, las cuales son las más bajas de las muestras. Y este desplazamiento notablemente en una dirección negativa para las muestras preparadas, por lo que estas muestras pueden retener el producto de la oxidación en el electrodo en lugar de disolverse en el electrolito y evitar así una mayor corrosión del electrodo. Por lo que esta información se puede determinar que el mejor electrodo es el H T6 650 °C 2 h con N_2 2 cm^2 luz y el segundo sería el I T7 650 °C 2 h con N_2 2 cm^2 luz.

6. Bibliografía

1. Yildiz, L. *Fossil Fuels. Comprehensive Energy Systems* 5–1. مج (Comprehensive Energy Systems, Volumen 1, 2018).
2. Morabet, R. El & li, H. *Effects of Outdoor Air Pollution on Human Health. Encyclopedia of Environmental Health, 2nd Edition* (Elsevier Inc., 2018). doi:10.1016/B978-0-12-409548-9.11012-7.
3. Alami, A. H. *Mechanical Energy Storage for Renewable and Sustainable Energy Resources*. (Springer, 2020). doi:10.1007/978-3-030-33788-9.
4. Ghobadian, B., Najafi, G., Rahimi, H. & Yusaf, T. F. Future of renewable energies in Iran. *ScineceFirect* **13**, 689–695 (2009).
5. Manzano-agugliaro, F., Alcayde, A., Montoya, F. G., Zapata-sierra, A. & Gil, C. Scientific production of renewable energies worldwide: An overview. *Renew. Sustain. Energy Rev.* **18**, 134–143 (2013).
6. Khare, V., Khare, C., Nema, S. & Baredar, P. *Introduction of Tidal Energy. Tidal Energy Systems* (2019). doi:10.1016/b978-0-12-814881-5.00002-8.
7. Anstrom, J. R. *Hydrogen as a fuel in transportation. Advances in Hydrogen Production, Storage and Distribution* (Woodhead Publishing Limited, 2014). doi:10.1533/9780857097736.3.499.
8. Haspulat Taymaz, B. *et al.* Facile and green synthesis of ZnO nanoparticles for effective photocatalytic degradation of organic dyes and real textile wastewater. *Int. J. Phytoremediation* **25**, 1306–1317 (2023).

9. Sedefoglu, N. Characterization and photocatalytic activity of ZnO nanoparticles by green synthesis method. *Optik (Stuttg)*. **288**, 171217 (2023).
10. Alzahrani, E. A. *et al.* Ag-Supported ZnO Nanocomposite for Photocatalytic. (2023).
11. Ciambelli, P., La, G. & Vitale, L. Nanotechnology for green materials and processes. 97–116 (2019) doi:10.1016/B978-0-444-64337-7.00007-0.
12. Soga, T. Fundamentals of Solar Cell. *Nanostructured Mater. Sol. Energy Convers.* (2006).
13. Ajayan, J. *et al.* A review of photovoltaic performance of organic/inorganic solar cells for future renewable and sustainable energy technologies. *Superlattices Microstruct.* **143**, 106549 (2020).
14. Outline, C. *Electrical transducers: Electrochemical sensors and semiconductor molecular sensors.* (2019). doi:10.1016/B978-0-12-814862-4.00004-1.
15. Besenhard, J. O. *Handbook of Battery Materials.*
16. Lux, B. & Pfluger, B. A supply curve of electricity-based hydrogen in a decarbonized European energy system in 2050. *Appl. Energy* **269**, 115011 (2020).
17. Cui, X. *et al.* Optimization of the lumped parameter thermal model for hard-cased li-ion batteries. *J. Energy Storage* **32**, 101758 (2020).
18. Zhu, B. *et al.* Interfacial stabilizing effect of ZnO on Si anodes for lithium ion battery. *Nano Energy* **13**, 620–625 (2015).

19. Kanakala, R., Chitrada, K. & Raja, K. S. Electrochemical energy storage characteristics of CaB₆. *Mater. Lett.* **170**, 118–121 (2016).
20. Labégorre, J. B. *et al.* Phonon Scattering and Electron Doping by 2D Structural Defects in In/ZnO. *ACS Appl. Mater. Interfaces* **10**, 6415–6423 (2018).
21. Zagal-Padilla, C. K. & Gamboa, S. A. Optoelectronic characterization of ZnO obtained by green synthesis of Zn-salt precursor in parsley extract. *J. Alloys Compd.* **767**, 932–937 (2018).
22. Wang, Z., Han, W., Kuang, Q., Fan, Q. & Zhao, Y. Low-temperature synthesis of CeB₆ nanowires and nanoparticles as feasible lithium-ion anode materials. *Adv. Powder Technol.* **31**, 595–603 (2020).
23. Zhao, Z. *et al.* Methods for producing an easily assembled zinc-air battery. *MethodsX* **7**, 100973 (2020).
24. Shangguan, E. *et al.* Comparative structural and electrochemical study of spherical ZnO with different tap density and morphology as anode materials for Ni/Zn secondary batteries. *J. Alloys Compd.* **868**, 159141 (2021).
25. Zagal-Padilla, C. K., Diaz-Gómez, C. & Gamboa, S. A. Electrochemical characterization of a plasmonic effect ethanol sensor based on two-dimensional ZnO synthesized by green chemistry. *Mater. Sci. Semicond. Process.* **137**, (2022).
26. Liu, S. & Zhu, F. Preparation of ZnO / CC flexible materials for lithium-ion batteries by electrodeposition. *J. Mater. Sci. Mater. Electron.* **33**, 4559–4567 (2022).
27. Kolassa, N., Punzengruber, C., Suko, J. & Makinose, M. *Mechanism of calcium-*

independent phosphorylation of sarcoplasmic reticulum ATPase by orthophosphate. Evidence of magnesium-phosphoprotein formation. FEBS Letters 1979(108. مج.

28. Titus, D., James Jebaseelan Samuel, E. & Roopan, S. M. *Nanoparticle characterization techniques. Green Synthesis, Characterization and Applications of Nanoparticles* (Elsevier Inc., 2019). doi:10.1016/b978-0-08-102579-6.00012-5.
29. Morozzi, P. *et al.* Ultraviolet–Visible Diffuse Reflectance Spectroscopy (UV–Vis DRS), a rapid and non-destructive analytical tool for the identification of Saharan dust events in particulate matter filters. *Atmos. Environ.* **252**, (2021).
30. Pholnak, C., Suwanboon, S. & Sirisathitkul, C. Evolution and temperature dependence of ZnO formation by high power sonication. *J. Mater. Sci. Mater. Electron.* **24**, 5014–5022 (2013).
31. Kumar, S., Singh, V. & Tanwar, A. Structural, morphological, optical and photocatalytic properties of Ag-doped ZnO nanoparticles. *J. Mater. Sci. Mater. Electron.* **27**, 2166–2173 (2016).
32. Zhao, T. *et al.* Facile synthesis of high tap density ZnO microspheres as advanced anode material for alkaline nickel-zinc rechargeable batteries. *Electrochim. Acta* **182**, 173–182 (2015).