

Diego Vega Castellano¹, Andrea Illana Sánchez² y Elisenda Pulido Melián¹

¹ Universidad de las Palmas de Gran Canaria, 35017 Las Palmas de Gran Canaria, España

² Universidad Complutense de Madrid, 28040 Madrid, España

INTRODUCCIÓN

En los últimos años, la creciente preocupación por el agotamiento de los combustibles fósiles, así como su impacto negativo sobre la contaminación ambiental, ha llevado a la búsqueda de **tecnologías sostenibles y respetuosas con el medioambiente**. En este contexto, la **fotocatálisis** ha surgido como una **estrategia prometedora** para enfrentar estos desafíos, dado que puede utilizar la **energía solar para producir hidrógeno verde**.

OBJETIVOS

El objetivo principal de este Trabajo de Fin de Grado fue la **síntesis y caracterización de diferentes fotocatalizadores**, basados en óxidos simples (óxido de titanio, TiO_2) y mixtos (perovskitas $KNbO_3$), **solos y/o combinados con nitruro de carbono grafitizado ($g-C_3N_4$)**. Los cuales han sido **modificados con depósitos de cobre (Cu) y/o platino (Pt)** para evaluar su capacidad fotocatalítica en la **producción de hidrógeno (H_2)**.

METODOLOGÍA

SÍNTESIS DE FOTOCATALIZADORES – DEPOSICIÓN DE METALES

$g-C_3N_4$: pirólisis de urea a 550 °C (5 °C/min) tras 4 h. Exfoliación con solución ácida de $K_2Cr_2O_7$.

TiO_2 HT y combinado con $g-C_3N_4$: síntesis sol-gel e hidrotermal a 150 °C durante 24 h.

$KNbO_3$: vía hidrotermal (180°C; 48 h), variando el ratio molar KOH/Nb_2O_5 y el volumen de KOH .

Deposición de Cu por reducción química con $NaBH_4$ y fotodeposición de Pt con lámpara UVA de Hg (400 W) y adición de isopropanol

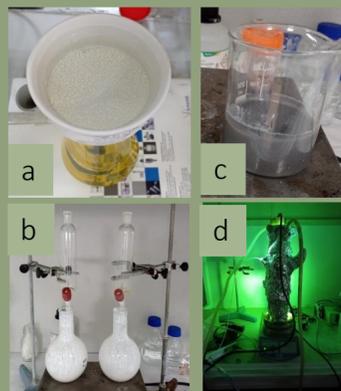


Fig. 1. a) $g-C_3N_4$, b) TiO_2 sol-gel y deposición de c) Cu y d) Pt.

ENSAYO DE PRODUCCIÓN DE H_2

En el fotorreactor de 200 ml se dispuso una **disolución al 25% de metanol** y 1 g/l de fotocatalizador. Se ajustó el **pH a 5**. Tras purgar, se monitoreó la producción de H_2 durante **8 h** con un cromatógrafo de gases (GC-2010 Plus). Se mantuvo un **flujo de N_2 a 10 ml/min**, agitación a 700 rpm e **iluminación UVA**, por 2 lámparas (Solarium Philips™ HB 175) con 4 tubos fluorescentes (15 W Philips™ CLEO).



Fig. 2. Fotorreactor durante el ensayo de producción de H_2 .

TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN Y ANÁLISIS: difracción de rayos X (XRD), microscopía electrónica de barrido de emisión de campo con detector de energía dispersiva (FESEM-EDX), espectroscopia UV-Vis por reflectancia difusa (UV-Vis DRS) y cromatografía de gases (GC).

RESULTADOS

$g-C_3N_4$, TiO_2 y COMBINACIONES

Por XRD se determina que TiO_2 HT posee 100% fase anatasa, y que la adición de un 13,19% de $g-C_3N_4$ (TiO_2 HT_C) no varía su estructura cristalina.

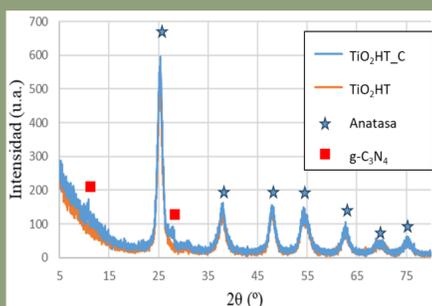


Fig. 3. Difractogramas de XRD de TiO_2 HT y TiO_2 HT_C

La combinación es bastante homogénea y la deposición de metales produce una disminución del tamaño de partícula (FESEM-EDX no mostrado). Respecto al valor de energía de ancho de banda (E_g), TiO_2 HT lo presenta en el UV y $g-C_3N_4$ en el Vis. La incorporación de $g-C_3N_4$ y metales reduce muy poco el E_g .

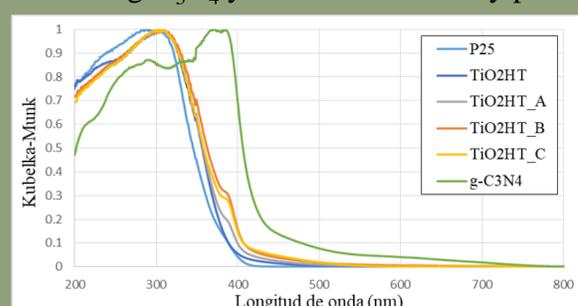


Fig. 4. Función de Kubelka-Munk de los materiales sin depósitos de metales

Sobre el ensayo de producción de H_2 , la incorporación de $g-C_3N_4$ no produjo un efecto beneficioso en la producción neta, pero sí se observó una mayor estabilidad en la producción en el tiempo.

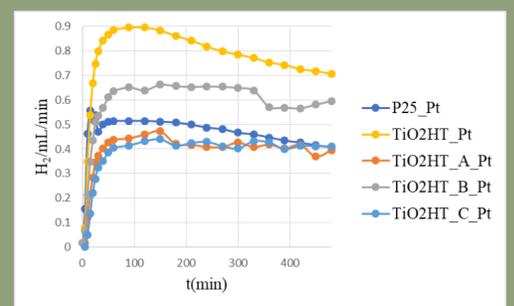


Fig. 5. Producción de H_2 TiO_2 y combinaciones, con deposición de Pt

PEROVSKITAS $KNbO_3$

Se sintetizaron 3 niobatos de potasio con estructuras cristalinas (XRD no mostrado): cúbica (c- $KNbO_3$; $E_g=3.11$ eV), ortorrómbica (o- $KNbO_3$; $E_g=3.15$ eV) y tetragonal (t- $KNbO_3$; $E_g=3.08$ eV).

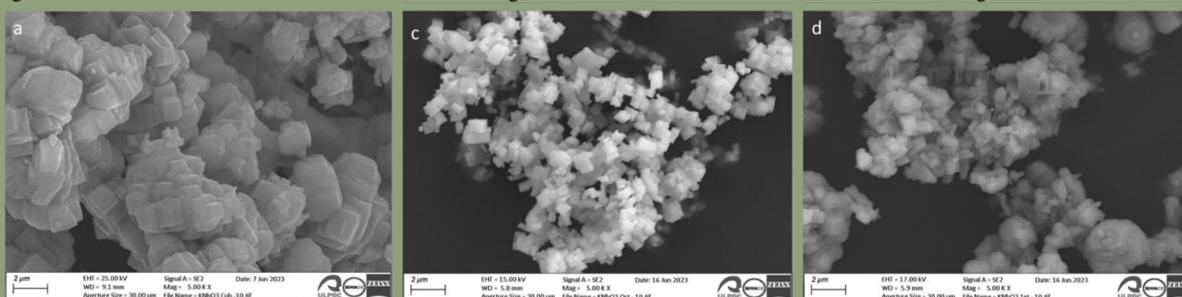


Fig. 6. Micrografías FESEM (x5000) de a) c- $KNbO_3$, b) o- $KNbO_3$ y d) t- $KNbO_3$

Sobre la cúbica se depositó 0,35% Pt en peso (c- $KNbO_3$ -Pt) y fue sometida al ensayo de producción de H_2 . En comparación con los TiO_2 estudiados con depósito de Pt, se evidencia que el flujo de H_2 producido es 45 veces menor.

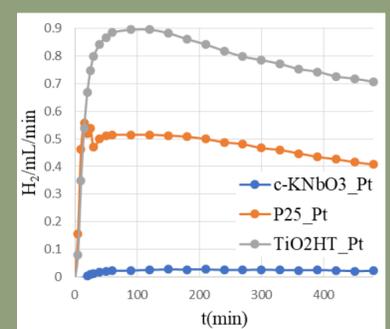


Fig. 7. Producción de H_2 de c- $KNbO_3$ -Pt.

CONCLUSIONES

- La adición de $g-C_3N_4$ al TiO_2 HT no mejoró su producción neta de H_2 , pero aportó estabilidad en el tiempo.
- La deposición de metales reduce el tamaño de partícula y puede introducir defectos en la estructura de los materiales.
- La presencia del Pt produce una mejor producción de H_2 que el Cu solo o su combinación con este.
- La incorporación de $g-C_3N_4$ y de metales reduce muy poco el valor de energía de ancho de banda del TiO_2 HT.

- Las perovskitas $KNbO_3$ no mostraron resultados prometedores para la producción de H_2 .