

Universidad Autónoma de Baja California  
Facultad de Ingeniería, Arquitectura y Diseño



“Síntesis de nanopartículas de Si/NTC recubiertas con carbono derivado  
del reciclaje de polipropileno”

Tesis para cubrir los requisitos necesarios para obtener el título de  
Ingeniero en Nanotecnología

Presenta:

José Norberto Jacobo Eaton

Directores:

Dr. Jassiel Rolando Rodríguez Barreras

Dra. Eunice Vargas Viveros

Ensenada, Baja California, mayo 2023.

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA**  
FACULTAD DE INGENIERÍA, ARQUITECTURA Y DISEÑO

"SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS DE Si/NTC RECUBIERTAS CON CARBONO DERIVADO DEL  
RECICLAJE DE POLIPROPILENO"

TESIS

PARA CUBRIR LOS REQUISITOS NECESARIOS PARA OBTENER EL TÍTULO DE

**INGENIERO EN NANOTECNOLOGÍA**

PRESENTA:

**JOSÉ NORBERTO JACOBO EATON**

APROBADA POR:



Dr. Jassiel Rolando Rodríguez Barreras

Director de tesis



Dra. Eunice Vargas Viveros

Codirectora de Tesis



Dra. Sandra Beatriz Aguirre Vega

Miembro del comité



Dra. Dayanira Sheira Paniagua Meza

Miembro del comité



Dr. David Cervantes Vásquez

Miembro del comité

# Resumen.

Diversos factores, tales como la producción masiva de plásticos a finales de la segunda guerra mundial, han generado un problema de contaminación debido a los grandes volúmenes de desechos plásticos presentes en el medio ambiente que son resultado de la producción masiva de plásticos dada desde a finales de la segunda guerra mundial, lo cual está afectando en gran medida a la salud de la fauna marina y sus ecosistemas por la dificultad de darles una segunda vida útil a estos. Por eso la importancia de generar alternativas sustentables para su apropiado aprovechamiento, reciclaje o disposición.

En el presente trabajo se investigó la utilización de polipropileno reciclado como material de apoyo para mejorar el desempeño de ánodos con aplicación en las baterías de iones de litio, lo cual puede permitir abrir una ruta alterna de bajo costo para la fabricación de electrodos con polipropileno y así promover la reutilización de éste para mitigar la contaminación ambiental. Además, se dará valor agregado a un desecho de bajo costo y permitirá fabricar ánodos de bajo costo con una capacidad específica superior a la entregada por los electrodos comerciales de grafito, > 300 mAh/g a una densidad de corriente de 100 mA/g.

Para la síntesis de la muestra de silicio soportado en nanotubos de carbono (NTC) y recubiertos con carbón reciclado Si/NTC@C, se planteó el uso de la técnica de pirólisis para recubrir las nanopartículas de Si/NTC con carbono derivado de polipropileno reciclado, utilizando una concentración en peso del 10 % de plástico.

La caracterización fisicoquímica de las muestras, Si/NTC y Si/NTC@C, se llevó a cabo por microscopía electrónica de barrido (MEB), microscopía electrónica de transmisión (MET), espectroscopía de energía dispersiva (EED), difracción de rayos X (DRX) y espectroscopía Raman, para obtener información topográfica, elemental y estructural.

Los materiales activos, Si/NTC y Si/NTC@C, se utilizaron para fabricar electrodos negativos integrados con el material a estudiar, un agente aglutinante y un aditivo

conductor. Estos ánodos se utilizaron para fabricar baterías recargables de iones de litio tipo moneda CR2032, integradas por un ánodo, un contra electrodo, un separador y una solución electrolítica.

La evaluación electroquímica de los ánodos se llevó a cabo en baterías tipo moneda, las cuales se analizaron en modo potencioestático y galvanostático, es decir, se utilizó voltamperometría cíclica para observar en qué potencial tienen lugar las reacciones redox; ciclos de carga y descarga galvanostática para medir su eficiencia coulombica, estabilidad y capacidad específica; e impedancia electroquímica para conocer el cambio de la resistencia de los ánodos a diferente número de ciclos, para evaluar si el recubrimiento de carbono derivado de polipropileno reciclado permite mejorar el desempeño electroquímico del material activo de Si/NTC.

Palabras clave: Baterías de iones de litio; Reciclaje; Polipropileno; Pirólisis; Silicio; Nanotubos de carbono.

# Abstract

Currently, thanks to various factors, such as the mass production of plastics after of World War II, a pollution problem has arisen due to the large volume of plastic waste that at this time exist, which is greatly affecting marine fauna due to the difficulty of giving them a second useful life. Therefore, it is important to generate sustainable alternatives for their proper use, recycling, or disposal.

In the present work, the use of recycled polypropylene as a supporting material to improve the performance of anodes for lithium-ion batteries was investigated, which will allow for an alternative low-cost route for manufacturing electrodes with polypropylene and promote its reuse to mitigate environmental pollution. In addition, value will be added to a low-cost waste and will enable the production of low-cost anodes with a specific capacity greater than that delivered by commercial graphite electrodes, > 300 mAh/g at a current density of 100 mA/g.

For the synthesis of the Si/NTC@C sample, the use of pyrolysis technique was proposed to coat Si/NTC nanoparticles with carbon derived from recycled polypropylene, using a plastic weight concentration of 10%.

The physicochemical characterization of the Si/NTC and Si/NTC@C samples was carried out by scanning electron microscopy (SEM), transmission electron microscopy (TEM), energy-dispersive spectroscopy (EDS), X-ray diffraction (XRD), and Raman spectroscopy to obtain topographic, elemental, and structural information.

The active materials, Si/NTC and Si/NTC@C, were used to fabricate negative electrodes integrated with the material under study, a binding agent, and a conducting additive. These anodes were used to fabricate rechargeable CR2032 coin-type lithium-ion batteries, consisting of an anode, a counter electrode, a separator, and an electrolytic solution.

The electrochemical evaluation of the anodes was carried out in coin-type batteries, which were analyzed in potentiostatic and galvanostatic mode, i.e., cyclic

voltammetry was used to observe the potential at which redox reactions take place; galvanostatic charge and discharge cycles were used to measure their coulombic efficiency, stability, and specific capacity; and electrochemical impedance was used to determine the change in the resistance of the anodes at different cycle numbers to test whether the carbon coating derived from recycled polypropylene allows for the improvement of the electrochemical performance of the Si/NTC active material.

Keywords: Lithium-ion batteries; Recycling; Polypropylene; Pyrolysis; Silicon; Carbon nanotubes.

## Dedicatoria

Dedico este trabajo a mi familia, quienes siempre me han apoyado incondicionalmente en cada paso que he dado en mi formación académica. En especial, a mi madre, quien han sido mi principal guía y motivadora para alcanzar mis metas. Agradezco su amor, paciencia y comprensión en cada momento de mi vida.

## Agradecimientos

En primer lugar, quiero expresar mi agradecimiento a la Universidad Autónoma de Baja California (UABC), especialmente a la Facultad de Ingeniería, Arquitectura y Diseño (FIAD), por haberme brindado la oportunidad de formarme como ingeniero en nanotecnología. Durante mis estudios de licenciatura, tuve la fortuna de contar con el apoyo de un gran equipo de docentes y administrativos que me ayudaron a crecer como persona y como estudiante.

Al Centro de Investigación Científica y de Educación Superior de Ensenada (CICESE), donde realicé mi estancia de prácticas profesionales y llevé a cabo las actividades de mi tesis. Agradezco profundamente la oportunidad que me brindaron de utilizar sus espacios y recursos durante mi estadía en el laboratorio de energías renovables del Departamento de Electrónica y Telecomunicaciones. Fue gracias a su apoyo y colaboración que las actividades del proyecto de investigación se realizaron de manera efectiva, permitiendo obtener resultados de interés en el área de la nanotecnología y el almacenamiento de energía. Estoy agradecido por su dedicación dirigida al desarrollo científico y tecnológico del país.

También, al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) y a la Secretaría de Energía (SENER) por el apoyo financiero brindado a través del proyecto CONACYT-SENER 274314 para mi estancia de prácticas profesionales y proyecto de tesis. Este apoyo me permitió realizar mi investigación y obtener los resultados que se presentan en este trabajo.

Además, me permito manifestar mi gratitud a mi directora de tesis, la Dra. Eunice Vargas Viveros, por su constante apoyo y orientación en todo el proceso de realización de esta tesis. La paciencia y dedicación que tuvo conmigo fueron fundamentales para lograr la culminación de este proyecto, además, quiero destacar su gran ayuda durante los estudios de caracterización y la discusión de los resultados, brindando sus conocimientos, habilidades y experiencia para el mejoramiento continuo del proyecto de tesis.

Así mismo, expreso mi profundo agradecimiento al Dr. Jassiel Rolando Rodríguez Barreras, mi director externo en la realización de mi tesis. Agradezco el ambiente agradable que me brindó en el laboratorio de energías renovables, así como el seguimiento extensivo a lo largo de mi investigación. Fue un privilegio contar con su orientación y su experiencia en la metodología y uso adecuado de los equipos para la elaboración de las baterías recargables de iones de litio.

Igualmente, manifiesto mi más sincero agradecimiento al comité sinodal por dedicar su tiempo y esfuerzo a la revisión de mi tesis.

Por último y de manera muy especial, expreso mi agradecimiento a mi familia, en especial a mi madre y hermanos, por su apoyo incondicional a lo largo de mi carrera universitaria. Su presencia y respaldo en todo momento fueron una fuente de motivación y fortaleza. Me siento agradecido por su constante ánimo y por estar siempre dispuestos a ayudarme en todo lo que necesitaba. Gracias por creer en mí y por ser mi apoyo incondicional en este camino. Sin ustedes no habría logrado alcanzar mis metas académicas. Les agradezco desde el fondo de mi corazón por todo lo que han hecho por mí.

# Índice

1. Introducción.....	1
2. Antecedentes. ....	3
2.1 Polímeros.....	3
2.2 Tipos de polímeros.....	3
2.3 Plásticos residuales. ....	4
2.4 Polipropileno (PP). ....	5
2.4.1 Estructura química del polipropileno. ....	6
2.4.2 Reciclaje del polipropileno. ....	6
2.5 Pirólisis.....	7
2.6 Aplicaciones de materiales a base de carbono.....	8
2.7 Nanotubos de carbono. ....	9
2.7.1 Propiedades de los nanotubos de carbono.....	10
2.8 Baterías.....	11
2.8.1 Baterías recargables.....	12
2.8.2 Baterías de plomo-ácido. ....	12
2.8.3 Baterías de níquel-cadmio .....	12
2.8.4 Baterías de níquel-hidruro metálico .....	13
2.8.5 Baterías de Iones de Litio. ....	13
2.8.6 Ánodos de baterías de iones de litio.....	14
3. Hipótesis.....	16
4. Objetivos. ....	17
4.1. Objetivo general. ....	17
4.2. Objetivos específicos.....	17
5. Metodología.....	18

6. Resultados y discusiones. ....	20
6.1 Síntesis de las muestras. ....	20
6.2 Caracterización fisicoquímica ....	21
6.3 Evaluación electroquímica. ....	26
7. Conclusiones.....	29
8. Anexo. ....	31
8.1 Difracción de rayos X.....	31
8.2 Microscopía Electrónica de Barrido.....	32
8.3 Espectroscopía de energía dispersiva.....	33
8.4 Microscopia electrónica de transmisión.....	33
8.5 Voltamperometría cíclica.....	34
8.5 Ciclos de carga y descarga galvanostática.....	35
9. Referencias. ....	36

## Índice de figuras

<b>Figura 1.</b> Ejemplos de polímeros naturales y sintéticos.....	4
<b>Figura 2.</b> Fotografía de “la gran mancha del pacífico” junto con las estadísticas de cantidad de plástico de 1 solo uso desechado en el mundo .....	5
<b>Figura 3.</b> Estructura del polipropileno .....	5
<b>Figura 4.</b> Símbolo de reciclado del polipropileno .....	7
<b>Figura 5.</b> Representación del proceso de pirólisis .....	8
<b>Figura 6.</b> Imágenes de diferentes materiales a base de carbono como el grafito, diamante, fibra de carbono, esferas de carbono, carbón activado, filtros de carbón activado, esponjas de grafeno, filtros de agua de carbón activado .....	9
<b>Figura 7.</b> Comparación entre una hoja de grafeno con un nanotubo de carbono. ....	10
<b>Figura 8.</b> Estructura básica de la batería .....	11
<b>Figura 9.</b> Densidad de energía de diferentes tipos de baterías .....	12
<b>Figura 10.</b> Diagrama de una batería de Li-iones .....	14
<b>Figura 11.</b> Diagrama de la metodología a realizar .....	19
<b>Figura 12.</b> Diagrama del proceso de síntesis de las muestras Si/NTC@C .....	20
<b>Figura 13.</b> Micrografías MEB y espectros de Espectroscopía de energía dispersiva de los nanotubos de carbono .....	22
<b>Figura 14.</b> Micrografías MEB y espectros de Espectroscopía de energía dispersiva de las nanopartículas de silicio.....	23
<b>Figura 15.</b> Análisis MEB y Espectroscopía de energía dispersiva de Si/NTC@C. ....	24
<b>Figura 16.</b> Imágenes de MET de Si/NTC@C .....	25
<b>Figura 17.</b> Patrón de difracción de rayos X de Si/NTC@C.....	26
<b>Figura 18.</b> Información electroquímica del electrodo basado en Si/NTC@C como ánodo de iones de litio .....	27
<b>Figura 19.</b> Información cinética del electrodo .....	28

# 1. Introducción.

Los debates de la Organización de las Naciones Unidas sobre las acciones internacionales para reducir los residuos plásticos, en el primer informe de la Organización para la Cooperación y el Desarrollo Económicos (OCDE), “Perspectivas Globales del Plástico” se muestra que, a medida que el aumento de la población y de los ingresos se impulsa un incremento implacable de la cantidad de plástico que se utilizan y se desechan, las políticas para frenar su filtración en el ambiente se quedan cortas. En el informe se plantea también que casi la mitad de los residuos plásticos provienen de los países de la OCDE. Los residuos plásticos generados anualmente por persona oscilan, de media, entre 221 kg en Estados Unidos, 114 kg en los países europeos de la OCDE y 69 kg en Japón y Corea. La mayor parte de la contaminación por plástico se deriva de la recolección y eliminación inadecuadas de residuos plásticos de mayor tamaño, conocidos como macroplásticos, aunque también preocupan en gran medida las filtraciones de microplásticos (OECD, 2022).

Por otra parte, grandes cantidades de plástico se liberan al océano trayendo consigo consecuencias negativas para la vida. Aunque existe ambigüedad sobre la importancia de los diversos procesos de transporte a través de los cuales la basura plástica ingresa al océano, se reconoce comúnmente que una gran fracción de los plásticos con flotabilidad positiva que se han liberado en el mar desde que comenzó la producción masiva de plástico en la década de 1950 no se puede contabilizar (Materić, 2022). Alrededor de 13 millones de toneladas de basura al año llegan a los mares y océanos. Cada segundo, más de 200 kilos de basura van a parar a los océanos. No se desconoce la cantidad exacta de plásticos en los mares, pero se estiman unos 5-50 billones de fragmentos de plástico, sin incluir los trozos que hay en el fondo marino o en las playas. Debido a estos alarmantes números, es importante buscar nuevas rutas eficientes, económicamente viables y amigables con el ambiente para el reúso de estos plásticos. Por tanto, en la presente tesis, se busca reutilizar desperdicios plásticos específicamente de polipropileno y

transformarlos en carbono, que permitan mejorar la capacidad específica y estabilidad de nanopartículas de Si/NTC.

Este documento de tesis consta de un resumen, el cual describe brevemente las causas que dieron origen a la investigación aquí desarrollada y cómo esta se llevó a cabo. En el índice se indican los temas que integran el proyecto desarrollado. La introducción brinda un panorama general de las secciones que integran este documento. Los antecedentes contienen información general y el estado del arte en el área de polímeros, residuos plásticos, el polipropileno, nanotubos de carbono y baterías recargables, con el propósito de fundamentar y justificar la importancia de generar alternativas sustentables para el reciclaje de residuos plásticos, como el polipropileno, y su potencial aplicación en ánodos de baterías recargables de iones de litio. La información de los antecedentes permitió establecer una hipótesis de investigación, por medio de la cual se plantea probar que el recubrimiento de las nanopartículas de Si/NTC con carbono derivado de polipropileno reciclado, mejora sus propiedades de almacenamiento de litio y disminuye su costo de producción. Se plantearon cuatro objetivos específicos para probar la hipótesis. La metodología describe las actividades a realizar para alcanzar los objetivos y probar la veracidad de la hipótesis establecida. La sección de resultados presenta las evidencias obtenidas a partir de la caracterización del material activo de interés, Si/NTC@C, como son fotografías, diagramas, imágenes, espectros, perfiles y gráficos, por mencionar algunos. Las conclusiones a las que se llegaron a partir de la discusión de los resultados indican de manera fehaciente que el recubrir las nanopartículas de Si/NTC con carbono derivado de la pirólisis del polipropileno reciclado, permite alcanzar valores altos de capacidad específica (806 mAh/g) valor superior a la capacidad específica teórica del grafito comercial, 372 (mAh/g). Por último, se presentan las referencias, donde se lista la información bibliográfica consultada en revistas de renombre.

## 2. Antecedentes.

### 2.1 Polímeros.

Los polímeros son macromoléculas compuestas por una o varias unidades químicas (conocidas como monómeros) que se repiten a lo largo de toda la cadena. De manera esquemática, en un collar de perlas: cada una de las perlas sería un monómero mientras que el collar entero es lo que se conoce como polímero (Dietrich, 2002).

### 2.2 Tipos de polímeros.

Los polímeros pueden ser clasificados fundamentalmente en 2 tipos, los polímeros naturales, los cuales tienen un origen biológico y los polímeros sintéticos (Figura 1), los cuales, son creados por completo por el ser humano. En el caso de los polímeros sintéticos, estos tuvieron origen con la creación de la baquelita en 1907 el cual fue reconocido por ser un material duradero y de bajo costo. Su gran éxito industrial se debió en gran medida a su fabricación simple y económica, empleando fenol y formaldehído. Por parte de los polímeros naturales, estos existen como tales en la naturaleza, como biomoléculas y compuestos que integran el cuerpo de los seres vivos. Entre ellos se incluyen la gran mayoría de las proteínas, ácidos nucleicos, polisacáridos (azúcares complejas, como la celulosa vegetal y la quitina de los hongos), el hule o caucho vegetal (Barbara, 2018; Corby, 2022).



**Figura 1.** Ejemplos de polímeros naturales y sintéticos (Anne, 2023).

### 2.3 Plásticos residuales.

Los plásticos son parte esencial de la vida moderna, aunque resulten dañinos para nuestro planeta. Desde su masiva introducción a mediados del siglo pasado, su producción y utilización no cesa de aumentar. Los procesos de disposición y eliminación, sin embargo, no están a la par para contrarrestar su severo impacto ambiental. Se estima que en los últimos 20 años se produjeron más de la mitad de los plásticos existentes en el mundo. Más aún, sus desechos en el mar podrían triplicarse en el 2040. Una de las principales dificultades es que menos del 10 % son reciclables y más del 40 % se utiliza sólo una vez (Charles, 2014). Esto ha dado lugar a una serie de consecuencias, entre las cuales se encuentra “la gran mancha de basura del pacífico” dominada por cuatro tipos principales de plásticos: polietileno (PE), polyester (PET), polipropileno (PP) y cloruro de polivinilo (PVC) (Figura 2).



El polipropileno, como su nombre lo indica, se obtiene a partir de la polimerización del propileno, un material que entra en la categoría de los termoplásticos.

Este material fue sintetizado por primera vez en 1951 por J. Paul Hogan y Robert Banks, y en 1957 comenzó a utilizarse comercialmente. Hoy en día es el segundo plástico más utilizado (Mónica, 2021).

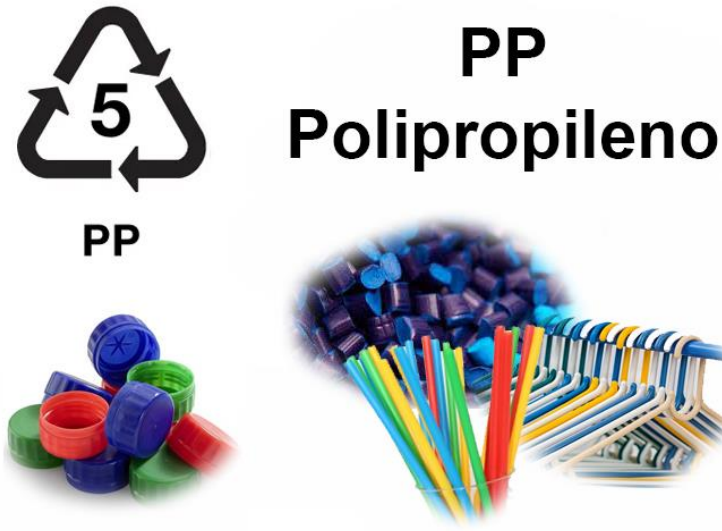
#### 2.4.1 Estructura química del polipropileno.

Estructuralmente es un polímero vinílico el cual tiene uno de los carbonos de la unidad monomérica unida a un grupo metilo (Clive, 1998).

El polipropileno fabricado de manera industrial es un polímero lineal, cuya espina dorsal es una cadena de hidrocarburos saturados. Cada dos átomos de carbono de esta cadena principal, se encuentra ramificado un grupo metilo ( $\text{CH}_3$ ) (Clive, 1998).

#### 2.4.2 Reciclaje del polipropileno.

El polipropileno es el polímero más versátil y fácil de reciclar. Además, es uno de los materiales más utilizados en el embalaje para bienes de consumo. Sin embargo, este embalaje no se recicla ampliamente. Eso ocurre debido a la incapacidad de separar el polipropileno de calidad alimentaria del polipropileno no alimentario. El reciclaje de polipropileno está emergiendo como una opción importante y económicamente viable a gran escala. El principal beneficio del reciclaje del polipropileno es la reducción en el consumo de recursos crudos y finitos como el petróleo y el gas propano (John, 2006). Dada su flexibilidad inherente, el polipropileno se pueden reciclar y utilizar de nuevo en muchos productos diferentes (Figura 4), tales como fibras de ropa, fibras industriales, envases de comida, vajilla, contenedores de composta y/o accesorios de patio (John, 2006).



**Figura 4.** Símbolo de reciclado del polipropileno (Harussani, 2022).

## 2.5 Pirólisis.

La técnica de pirólisis es un procedimiento térmico utilizado para degradar una sustancia en ausencia de oxígeno, por lo que se descomponen mediante calor, sin que se produzcan las reacciones de combustión (Figura 5). La pirólisis extrema, que sólo deja carbono como residuo, se llama carbonización (Serban, 2021; Peter, 2021).

Las características básicas de dicho proceso son las siguientes: el único oxígeno presente es el contenido en el material a tratar; y las temperaturas de trabajo son inferiores a las de la gasificación, estas son entre 300°C y 800°C.

Como resultado del proceso de pirólisis se obtiene: (i) gas, cuyos componentes básicos son CO, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub> y compuestos más volátiles procedentes del cracking de las moléculas orgánicas, conjuntamente con los ya existentes en los residuos; (ii) residuo líquido, compuesto básicamente por hidrocarburos de cadenas largas como alquitranes, aceites, fenoles, ceras formadas al condensar a temperatura ambiente; y (iii) residuo sólido, compuesto por todos aquellos materiales no combustibles, los cuales o bien no han sido transformados o proceden de una condensación molecular con un alto contenido en carbón, metales pesados y otros componentes inertes de los residuos. Además, los residuos líquidos y gaseosos pueden aprovecharse para la producción de energía eléctrica (Peter, 2021).



	Pirólisis Flash	Pirólisis rápida	Pirólisis lenta	Carbonización
Tiempo de residencia	<1s	<2s	30-60 min	Días
Velocidad de calentamiento	Muy alto	Alto	Bajo	Muy bajo
Temperatura	> 650 °C	650 °C	500 °C	400 °C
Catalizador	✓	✓	✗	✗
Productos	Biocombustible Gas	Biocombustible	Carbón Biocombustible	Carbón

**Figura 5.** Representación del proceso de pirólisis (Victor, 2002).

## 2.6 Aplicaciones de materiales a base de carbono.

El carbono es uno de los elementos más abundantes en la naturaleza, tiene la capacidad de combinarse químicamente consigo mismo y con otros elementos mediante fuertes enlaces covalentes, dando lugar a una gran variedad de estructuras que permiten el desarrollo de materiales con diversas propiedades. Los materiales de carbono pueden ser extremadamente duros como el diamante, o fácilmente deslaminables como el grafito; muy densos, con una alta resistencia mecánica (materiales compuestos carbono/carbono), y por consiguiente, adecuados para aplicaciones estructurales (aviones y automóviles de competición), o muy porosos (carbones activados), siendo útiles estos últimos como adsorbentes para almacenamiento de energía o como soporte de catalizadores. Pueden ser altamente conductores (grafito) o aislantes (carbono vítreo) (Figura 6). Este amplio

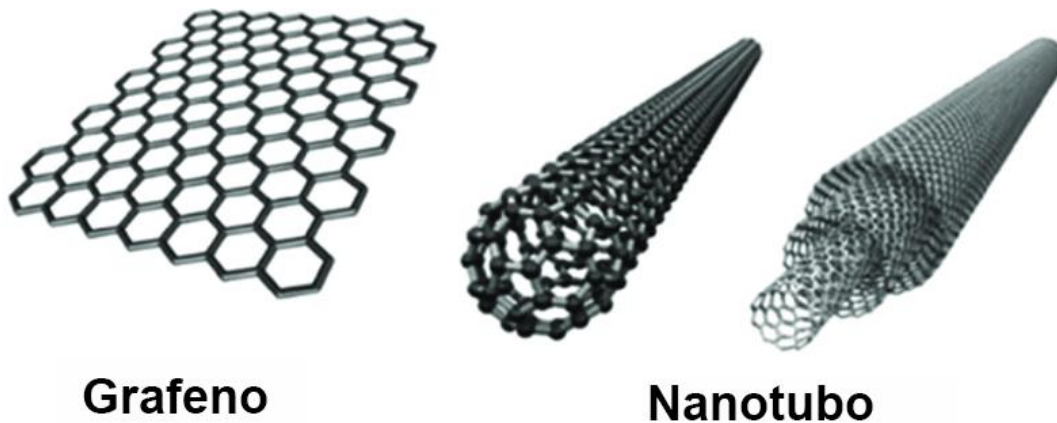
espectro de propiedades se ve reforzado por el hecho de que solamente los materiales de carbono son capaces de operar a altas temperaturas en las condiciones más extremas, y por la circunstancia de que no sólo mantienen sus propiedades con la temperatura, sino que incluso las mejoran. Los materiales de carbono han recabado mucha atención con el descubrimiento de los fulerenos y los nanotubos (Yingyi, 2022).



**Figura 6.** Imágenes de diferentes materiales a base de carbono como el grafito, diamante, fibra de carbono, esferas de carbono, carbón activado, filtros de carbón activado, esponjas de grafeno, filtros de agua de carbón activado (Parra, 2004).

## 2.7 Nanotubos de carbono.

En los últimos años los nanotubos de carbono (NTC) (Figura 7) han adquirido gran importancia debido a las diferentes propiedades químicas y físicas que presentan, como alta dureza y resistencia, todo esto gracias a su naturaleza química, además de presentar alta conductividad eléctrica y térmica. Presentan hibridación  $sp^2$ , este tipo de arreglo estructural hace posible que sus átomos de carbono puedan formar hexágonos y pentágonos en estructuras tubulares tridimensionales cerradas. Debido a su naturaleza química, este tipo de nanoestructuras carbonadas pueden presentar variadas aplicaciones en distintas áreas, las cuales pueden ir desde la tecnología hasta la medicina (Jingming, 2023).



**Figura 7.** Comparación entre una hoja de grafeno con un nanotubo de carbono (Yu, 2018).

### 2.7.1 Propiedades de los nanotubos de carbono.

Los nanotubos de carbono son un material fascinante debido a sus propiedades las cuales pueden clasificarse en cuatro principales:

*Mecánicas:* los nanotubos de carbono poseen excelentes propiedades mecánicas: alta dureza, tenacidad, resistencia mecánica, flexibilidad y elasticidad, además, son muy ligeros. Por tanto, son de interés en aplicaciones muy específicas como las aeroespaciales.

*Eléctricas:* los nanotubos conducen la corriente eléctrica cientos de veces más eficazmente que los cables de cobre tradicionales.

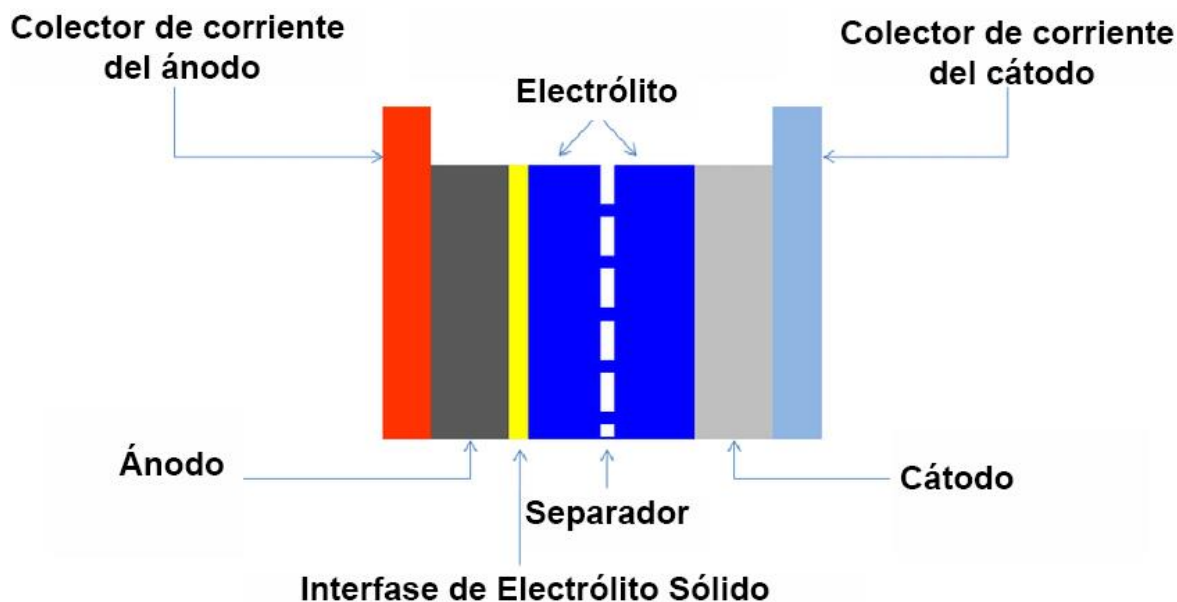
*Hidrófobas:* los nanotubos de carbono son hidrófobos, es decir, repelen el agua. Esta característica puede dar lugar al desarrollo de compuestos con la misma característica.

*Térmicas:* los nanotubos de carbono son muy estables a altas temperaturas, presentan una altísima conductividad térmica (superior a la del diamante) en la dirección del eje. Sin embargo, si se les aplica calor en dirección perpendicular al eje, lo reflejan (Sourabh, 2020).

## 2.8 Baterías.

Las baterías son dispositivos que han revolucionado nuestra capacidad para almacenar y utilizar la energía eléctrica en una amplia variedad de aplicaciones, desde dispositivos portátiles hasta vehículos eléctricos y sistemas de almacenamiento de energía renovable. La energía de una batería procede de la tendencia de las cargas eléctricas a pasar de una sustancia a otra a través de reacciones redox (oxidación-reducción). Esa era la energía que Alessandro Volta descubrió a finales de 1799, cuando construyó la primera batería.

Una batería cuenta con dos electrodos. Uno de ellos (ánodo) tiende a ceder electrones al otro (cátodo). Por ello, al conectarlos a través de un circuito, los electrones fluyen. Pero el simple movimiento de los electrones de un lugar a otro no da mucho de sí. Para lograr una corriente estable, la batería ha de redistribuir las cargas en su interior. Esto se consigue transportando desde el ánodo hacia el cátodo iones de carga positiva, tarea que realiza un electrolito (Figura 8) (Winter, 2018).

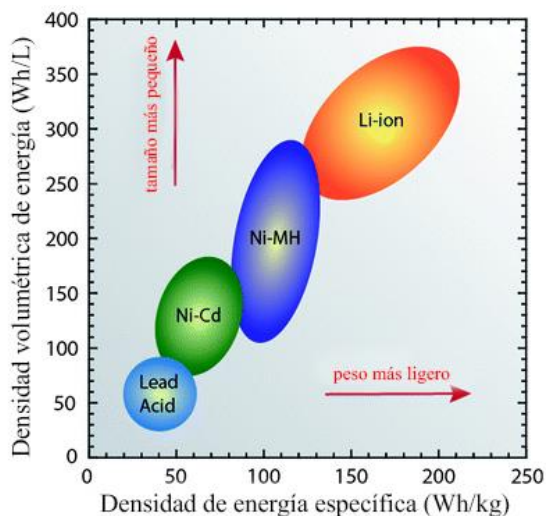


**Figura 8.** Estructura básica de la batería (Hazima, 2014).

### 2.8.1 Baterías recargables.

Al hablar de una batería recargable, este proceso se invierte en el ciclo de carga donde el voltaje aplicado entre los 2 electrodos provoca que los electrones regresen al ánodo para poder reiniciar el proceso de descarga (Rongyu, 2021).

En la Figura 9 se puede notar gráficamente la diferencia de densidad de energía de las baterías de iones de litio con las anteriormente mencionadas.



**Figura 9.** Densidad de energía de diferentes tipos de baterías (Armand, 2022).

### 2.8.2 Baterías de plomo-ácido.

Las baterías de plomo-ácido ya sean baterías de ácido-plomo de ciclo profundo o baterías de plomo-ácido fotovoltaicas, constan de dos electrodos, uno positivo y otro negativo. Cuando estos se conectan forman un circuito cerrado por el cual circula la corriente. La diferencia principal en cuanto a composición y materiales es que éstas utilizan un electrolito compuesto por una disolución de ácido sulfúrico con agua destilada. El funcionamiento de las baterías de plomo se basa en una reacción química que tiene lugar entre el plomo y el ácido sulfúrico (Kaushik, 2023).

### 2.8.3 Baterías de níquel-cadmio.

Están compuestas por un ánodo de cadmio (Cd) y un cátodo de hidróxido de níquel (III) (Ni(OH)<sub>3</sub>), e hidróxido de potasio (KOH) como electrolito. Estos acumuladores

son perfectamente recargables, pero presentan baja densidad energética (Kumar, 2012).

#### 2.8.4 Baterías de níquel-hidruro metálico.

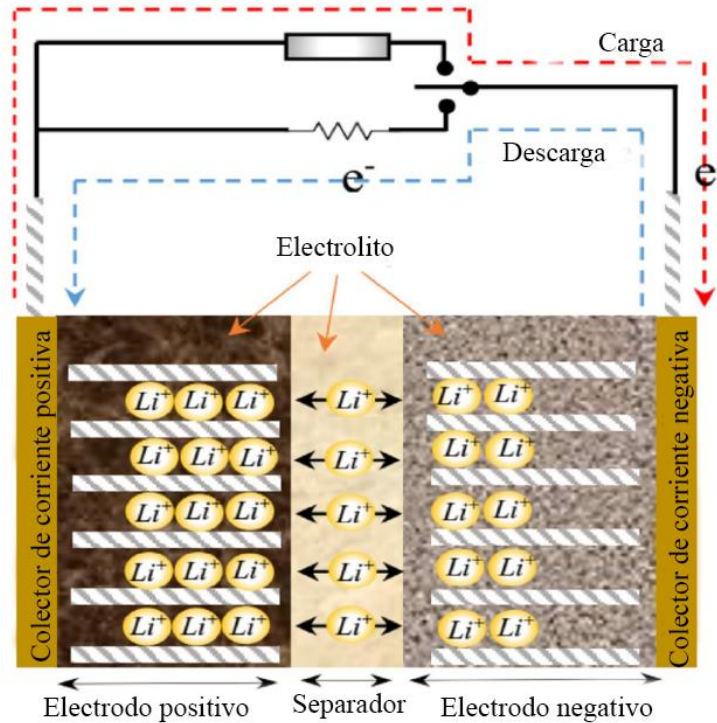
Una batería de Ni-MH (níquel-hidruro metálico) es un tipo de batería recargable que utiliza un ánodo de oxidróxido de níquel (NiOOH), y su cátodo es de una aleación de hidruro metálico. Esta batería permite eliminar el costoso cadmio (peligroso para el ambiente), a la vez que se beneficia de una mayor capacidad de carga (Jie, 2022).

#### 2.8.5 Baterías de Iones de Litio (BIL).

Las baterías de iones de litio son los dispositivos de almacenamiento de energía más utilizados debido a su baja tasa de autodescarga, su larga vida útil y sus altas densidades de energía (Bruce, 2012). Las baterías de iones de litio comerciales actuales contienen líquidos orgánicos empapados en membranas porosas que actúan como un medio conductor de iones debido a su transporte iónico rápido. Sin embargo, los solventes orgánicos son inflamables, pueden sufrir descomposición cuando se usan con un electrodo de alto voltaje y también son una fuente de fugas que se convierten en una causa de problemas de seguridad. Se han dedicado importantes esfuerzos a la sustitución de electrolitos líquidos por electrolitos sólidos basados en polímeros, ya que estos pueden ser sistemas más seguros, ultradelgados y flexibles (Maouacine, 2022). En los electrolitos poliméricos, la conductividad iónica se debe principalmente a los movimientos segmentarios de las cadenas poliméricas en la región amorfa (Nagaraju, 2022). Las baterías de iones de litio (BIL) pueden ser utilizadas en vehículos eléctricos, dispositivos electrónicos portátiles, marcapasos y tecnologías de comunicación móvil. Aunque estos dispositivos tienen propiedades de almacenamiento de energía deseables, aún se busca maximizar la densidad de energía de las BIL para aplicaciones electrónicas prácticas de larga duración (Nagaraju, 2022).

Una batería de litio cuenta con un ánodo de grafito lleno de átomos de dicho elemento. Estos ceden electrones al circuito externo, por donde llegan al cátodo. Al haber perdido electrones, los átomos de litio se convierten en iones de carga positiva que ahora se sienten atraídos por la carga negativa acumulada en el cátodo,

hacia donde fluyen a través del electrolito (Figura 10). Esa redistribución de iones compensa el desequilibrio de cargas y gracias a ella se mantiene la corriente eléctrica hasta que se consume el litio del ánodo (Winter, 2018).



**Figura 10.** Diagrama de una batería de Li-iones (Maryam, 2022).

### 2.8.6 Ánodos de baterías de iones de litio.

El ánodo es un electrodo en el que se produce una reacción de oxidación, mediante la cual un material, al perder electrones, incrementa su estado de oxidación, este es positivo si gana energía y negativo cuando la cede (Tingzhou, 2023; Bakht, 2023). Los electrodos anódicos que se usan en baterías de litio se clasifican de la siguiente manera:

1) Reacciones de Intercalación: Estos materiales de electrodo poseen estructura laminar que les permite almacenar cantidades moderadas de iones de litio en el espacio que existe entre las láminas. El grafito comercial es el material laminar utilizado como ánodos en baterías de iones de litio, sin embargo, existen algunos

sulfuros como el  $\text{TaS}_2$  y  $\text{MoS}_2$  que también almacenan iones de litios vía reacciones de intercalación (Penn State University, 2022).

2) Reacciones de conversión ( $x\text{Li} + \text{M}_y\text{O}_z \rightarrow \text{Li}_x\text{O}_z + y\text{M}$ ): El litio puede reaccionar fácilmente con óxidos, calcogenuros y nitruros de metales de transición y metaloides a través de reacciones de conversión donde el litio desplaza al metal y reacciona con el elemento Ox, almacenando grandes cantidades de iones de litio, lo cual permite entregar valores altos de capacidad específica (Ning, 2023).

3) Reacciones de aleación ( $x\text{Li} + y\text{M} \rightarrow \text{Li}_x\text{M}_y$ ): Las aleaciones de litio han sido estudiadas ampliamente para su aplicación como ánodos de baterías recargables por almacenar una gran cantidad de iones de litio y entregar valores altos de capacidad específica. El litio puede formar aleaciones con Sn, Pb, Bi, Si, Ge, As, Sb, P, entre otros (Universidad Politécnica de Valencia, 2022).

### 3. Hipótesis.

El recubrimiento con carbono derivado de la pirólisis de polipropileno reciclado permite mejorar el almacenamiento de litio en nanopartículas de silicio (Si) soportadas sobre nanotubos de carbono (NTC).

## 4. Objetivos.

### 4.1. Objetivo general.

Recubrir nanopartículas de silicio soportadas sobre nanotubos de carbono, Si/NTC, con carbono proveniente de residuos de polipropileno y evaluar sus propiedades electroquímicas.

### 4.2. Objetivos específicos.

1. Preparar nanopartículas de Si/NTC recubiertas con carbono derivado de la pirólisis de polipropileno (PP) reciclado.
2. Caracterizar fisicoquímicamente el material activo para confirmar la presencia de Si, NTC y PP en el material por medio de diversas microscopías y el uso de espectroscopías para conocer la presencia de estos en el material.
3. Evaluar las propiedades electroquímicas del Si/NTC@C por medio de estudios de voltamperometría cíclica y ciclado.

## 5. Metodología.

**Materiales y reactivos químicos:** Nanopartículas de silicio (pureza 99%, tamaño de partícula <100 nm), nanotubo de carbono (pureza 99 %), alcohol isopropílico (pureza 99 %); estos fueron adquiridos en Sigma-Aldrich. El polipropileno fue obtenido de residuos reciclados de diversos plásticos.

**Síntesis de la muestra:** Para obtener las muestras, primero se prepararon dos mezclas, una de nanopartículas de silicio (66 mg) y otra de NTC (600 mg) ambas dispersadas en alcohol isopropílico. Después, la dispersión de nanopartículas de silicio se agregó a la mezcla con nanotubos de carbono vía goteo. La muestra resultante se dividió en dos partes, una se utilizó como blanco (Si/NTC) y la otra se mezcló con polipropileno (40 mg) agitando vigorosamente. Entonces, el solvente de la muestra resultante se removió por evaporación. Por último, la muestra fue calcinada para obtener los Si/NTC@C.

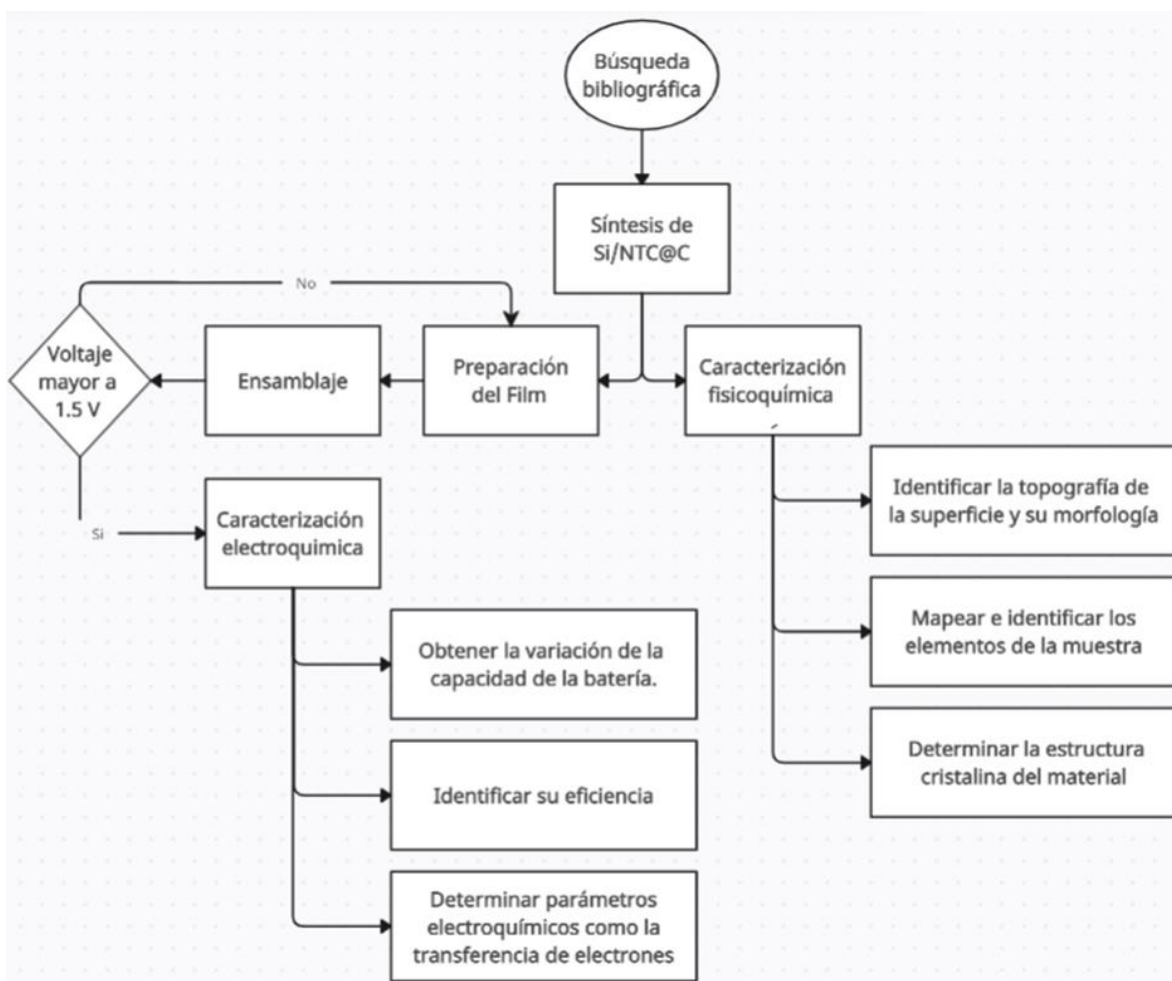
**Caracterización fisicoquímica:** Para conocer las propiedades físicas y químicas de las muestras se realizaron estudios mediante diferentes técnicas, utilizando los siguientes equipos bajo las condiciones que se especifican:

Un microscopio electrónico de barrido de emisión de campo marca JEOL modelo JIB-4500 a un voltaje de 15 V para producir una imagen de alta resolución tridimensional a x100, x200, x2000 y x10000 en conjunto con espectroscopía de energía dispersiva midiendo la energía y la intensidad de los rayos X emitidos por una muestra al ser bombardeada con electrones de alta energía para poder relacionar los elementos presentes en la muestra.

Un microscopio electrónico de transmisión de la marca Nanotech modelo Hitachi 7700 para producir una imagen de alta resolución de la estructura interna de la muestra en campo oscuro, con un voltaje de 40 a 120 kV.

Un difractómetro de rayos X de la marca Bruker modelo D2 PHASER, midiendo de 10° a 80° con un incremento de 0.02 cada 0.2 segundos para identificar la estructura cristalina del material.

**Evaluación electroquímica:** Consistió en la medición del rendimiento del material como ánodo en una batería recargable de iones de litio. Se prepararon ánodos con las muestras de interés, y se utilizaron para ensamblar baterías recargables de iones de litio tipo moneda CR2032, posteriormente, se evaluó el desempeño electroquímico de los electrodos en un ciclador de baterías de la marca BioLogic, mediante voltamperometría cíclica, para observar el potencial de carga donde tienen lugar las reacciones redox, ciclos de carga y descarga galvanostática para analizar la eficiencia coulombica, la estabilidad y la capacidad específica de los electrodos, e impedancia electroquímica para conocer el cambio de la resistencia de los ánodos a diferentes números de ciclos. Finalmente se procesaron los datos obtenidos para verificar la hipótesis propuesta.



**Figura 11.** Diagrama de la metodología a realizar.

## 6. Resultados y discusiones.

En la presente sección se muestran y discuten los resultados obtenidos durante la síntesis y caracterizaciones fisicoquímicas y electroquímicas del "Si/NTC@C".

### 6.1 Síntesis de las muestras.

Como se puede observar en la Figura 12, el proceso de síntesis de la muestra de "Si/NTC@C" constó de tres dispersiones en alcohol isopropílico: una de nanotubos de carbono, otra de nanopartículas de silicio y una tercera de polipropileno, que al mezclarse en el orden mencionado permitió obtener una dispersión homogénea de los materiales, los cuales formaron un precipitado de color grisáceo después de la remoción del alcohol. La pirólisis del precipitado permitió obtener un polvo de color negro, asociado al material "Si/NTC@C".

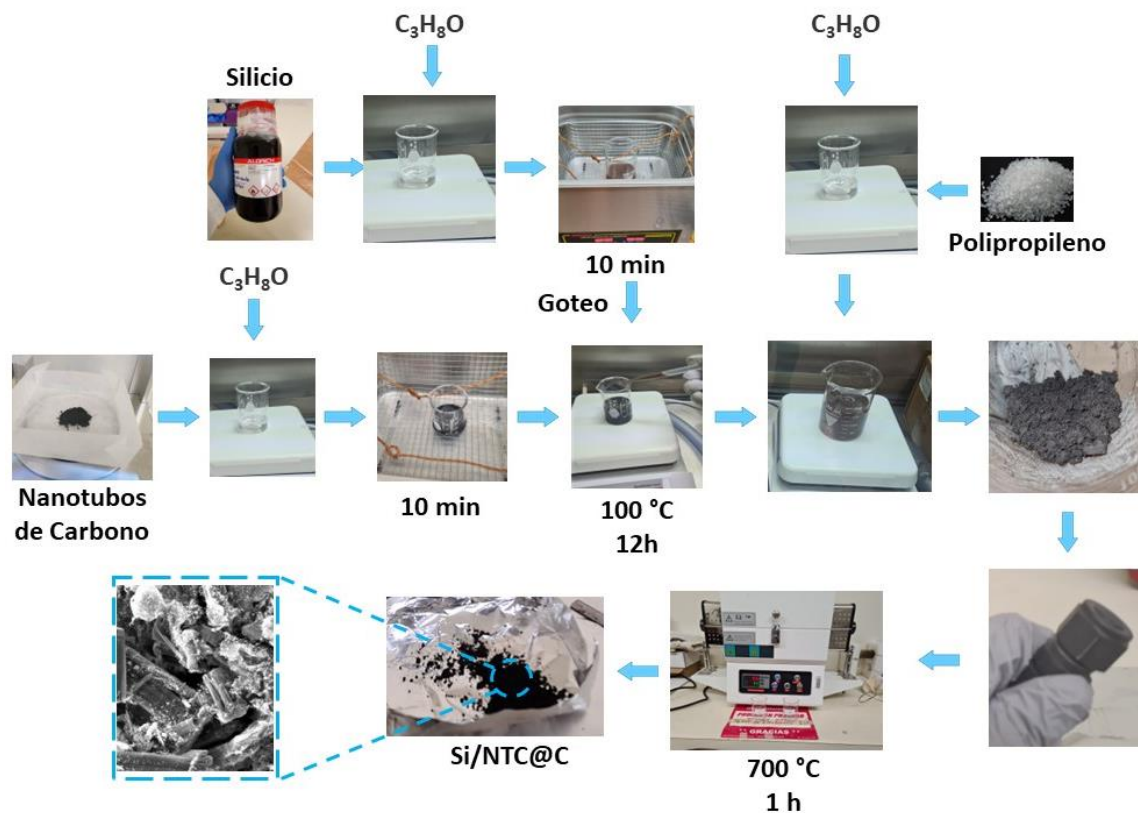


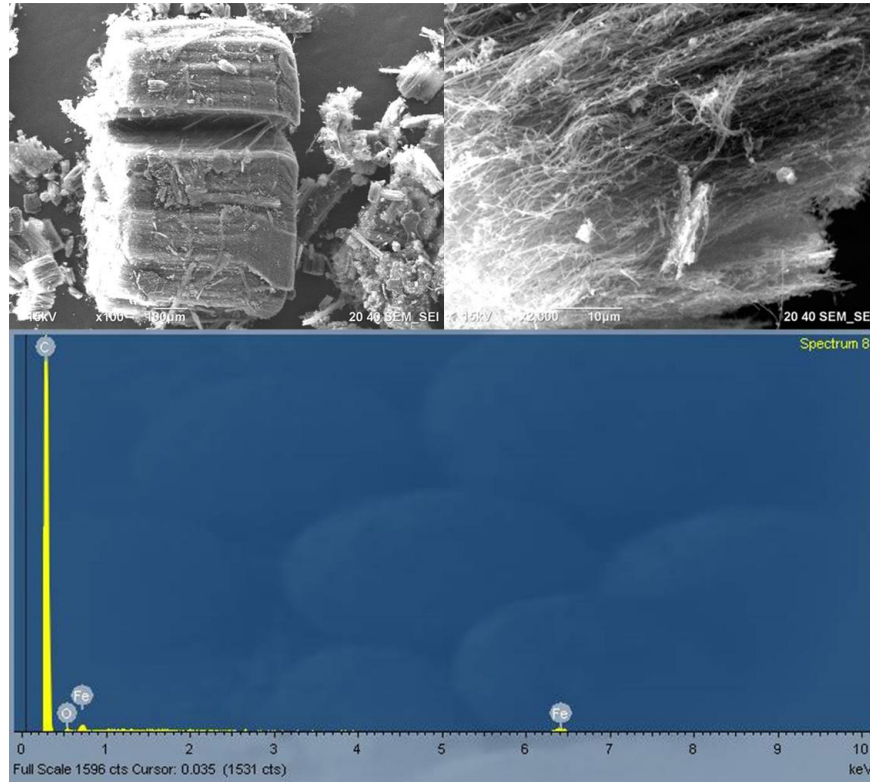
Figura 12. Diagrama del proceso de síntesis de las muestras Si/NTC@C.

## 6.2 Caracterización fisicoquímica

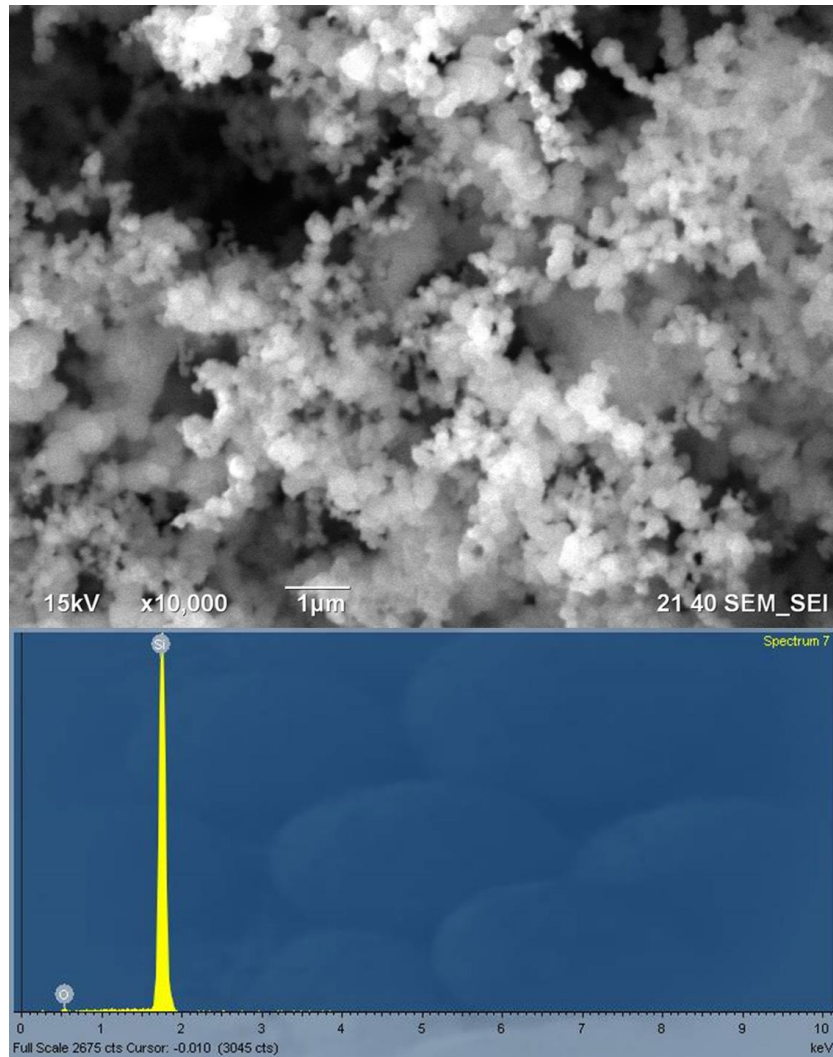
La superficie de la muestra Si/NTC@C y sus precursores se estudiaron por microscopía electrónica de barrido (MEB).

En este estudio se logró apreciar la topografía de los materiales nanoestructurados que conforman a la muestra, como se aprecia en las Figuras 13 y 14. Conjuntamente, con la caracterización por MEB, la muestra se analizó por espectroscopía de energía dispersiva (EED) que verifica la presencia de los elementos de interés, carbono y silicio y en su caso algún otro elemento presente.

Primero, se presentan las micrografías MEB y sus análisis por EED de los nanotubos y las partículas de silicio que se utilizaron en la preparación de la muestra. En la Figura 13 se logra observar los nanotubos de carbono donde se aprecian como partículas de gran tamaño formadas por fibras largas, orientadas en una dirección específica y apiladas entre sí. En la Figura 14, las nanopartículas de silicio, pequeñas en comparación con los nanotubos de carbono, presentan forma esférica con diámetro menor a 1  $\mu\text{m}$ . Tanto para los nanotubos de carbono como para las nanopartículas de Si, se encontró que en su análisis elemental se presentan los elementos esperados: carbono en una gran proporción en los nanotubos y una gran presencia de silicio en las nanopartículas de silicio. Es posible decir que, con base en esto, se cuentan con materiales con alta pureza.

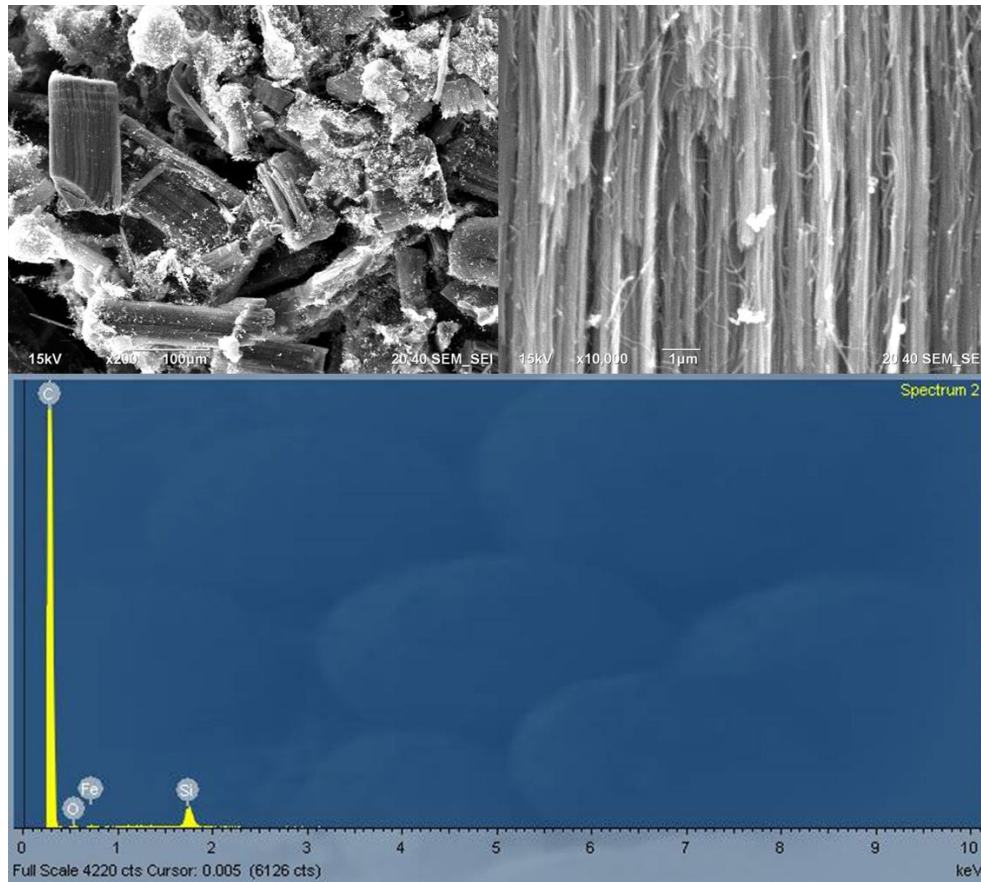


**Figura 13.** Micrografías MEB y espectros de Espectroscopía de energía dispersiva de los nanotubos de carbono.



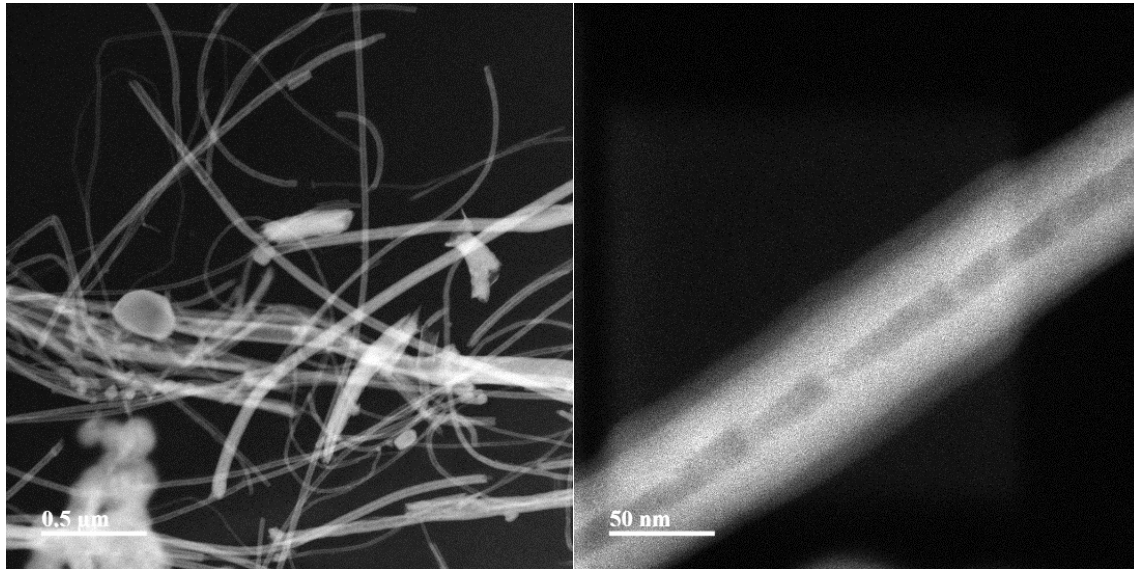
**Figura 14.** Micrografías MEB y espectros de Espectroscopía de energía dispersiva de las nanopartículas de silicio.

En la figura 15 se presentan las micrografías MEB de la muestra Si/NTC@C. En donde se puede identificar la presencia del mismo tipo de partículas formadas por los nanotubos de carbono que se observaron previamente (figura 13), con la variante de que se aprecian partículas esféricas dispersas sobre toda su superficie, lo cual confirma el depósito de las nanopartículas de Si sobre los NTC. De igual manera, se confirma la presencia de los componentes de la muestra (carbono y silicio) mediante sus espectros EED, así como, una pequeña presencia de hierro (Fe) proveniente del nanotubo utilizado.



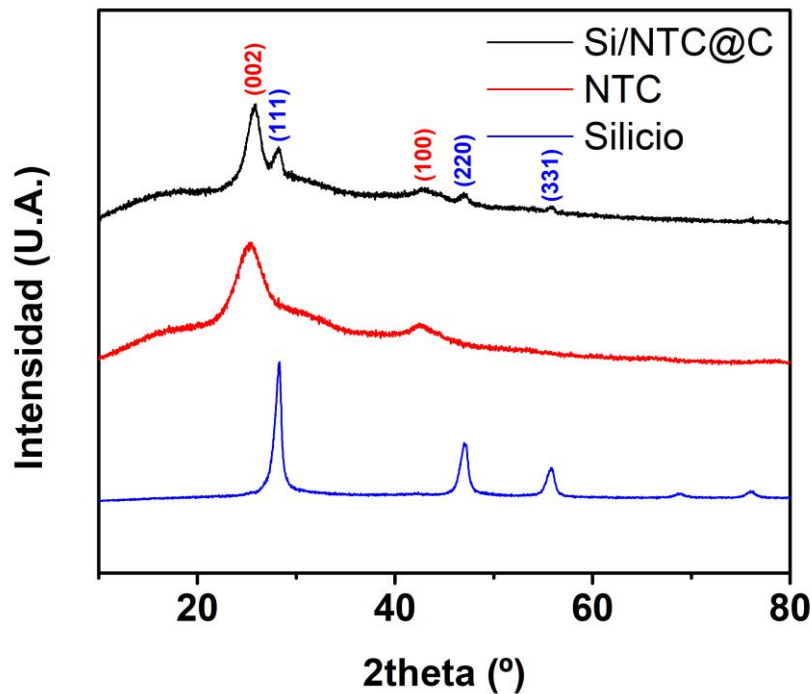
**Figura 15.** Análisis MEB y Espectroscopía de energía dispersiva de Si/NTC@C.

Los estudios realizados mediante microscopía electrónica de transmisión (MET) se presentan en la Figura 16. A la izquierda, a una escala de 0.5 μm, se observan claramente los nanotubos de carbono que conforman la muestra en el cual se aprecia un diámetro estimado de 12.4 nm. También, se identifica la presencia de partículas esféricas, las cuales se atribuyen a las nanopartículas de Si. A la derecha con una escala de 50 nm, en la imagen se observa un nanotubo de carbono, donde se puede ver fácilmente su estructura de pared múltiple. También se distingue un contraste más claro, lo cual podría ser silicio sobre el nanotubo de carbono. De la misma forma, se reconoce otro contorno más tenue que podría indicar la presencia de carbono alrededor del mismo nanotubo.



**Figura 16.** Imágenes de MET de Si/NTC@C.

En las mediciones de difracción de rayos X realizadas, se obtuvieron los patrones de difracción de las muestras de NTC y NPs de Si, las cuales se presentan en la figura 17. En el caso de los NTC, se observan los picos característicos de los NTC de los planos cristalinos (002) y (100) a 25.9 y 42.7 grados, respectivamente (Veyis, 2015); mientras que, en el caso del silicio, se observan los picos de los planos cristalinos (111) en 28.4, (220) en 47.3 y (331) en 56.12 grados (Priyesh, 2012). De acuerdo con la referencia de la base de datos “Powder Diffraction Files”, en el registro PDF 00-027-1402, el silicio metálico cuenta con estructura cúbica con su pico más intenso localizado en 28.44 grados de 2Theta. La existencia de estos picos característicos confirma la presencia tanto de carbono tipo grafito como de silicio metálico en la muestra, lo cual concuerda con lo esperado del proceso de síntesis descrito en la Figura 13.

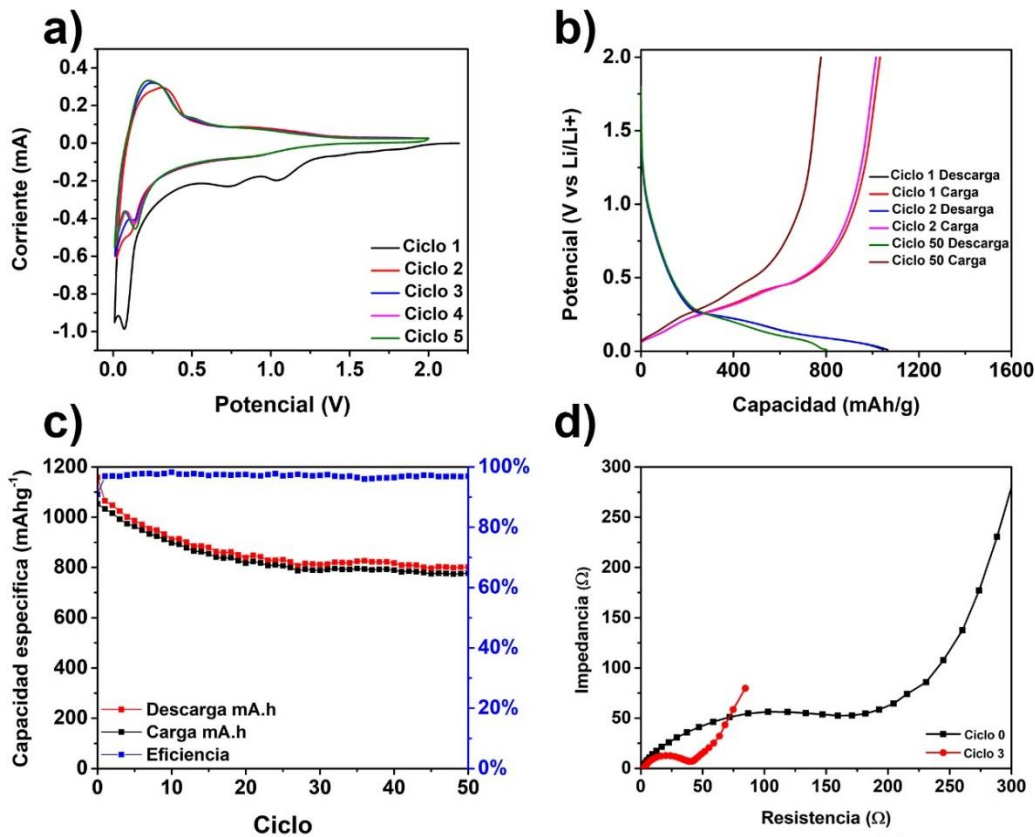


**Figura 17.** Patrón de difracción de rayos X de Si/NTC@C.

### 6.3 Evaluación electroquímica.

La estabilidad de los perfiles de voltamperometría cíclica de la muestra Si/NTC@C se presenta en la Figura 18a, la cual se evaluó a una velocidad de barrido de 0.1 mV/s. Es posible notar solo un pico catódico a 0.22 V en cada ciclo. Adicionalmente, en el ciclo 1 se observa que la curva presenta variaciones de corriente en dos regiones 0-0.1 V y 0.7 a 1.3 V, lo cual corresponde a la formación de la capa del electrolito sólido durante el primer proceso de descarga para así formar una interfaz estable y uniforme entre los electrodos y el electrolito. La Figura 18b muestra los perfiles de carga y descarga de los ciclos 1, 2 y 50. Se puede apreciar que en el ciclo 1 se alcanzó un valor de capacitancia de 1032 mAh/g pero, en el ciclo 50 este valor disminuye hasta 777 mAh/g. El desempeño electroquímico del electrodo preparado se encuentra en la Figura 18c; siendo que el material presentó una capacidad específica de 806 mAh/g a una densidad de corriente de 245 mA/g con

una eficiencia coulombica mayor al 96% después de 50 ciclos de carga/descarga con una retención de capacidad especifica del 70%. Mediante los estudios de impedancia presentados en la Figura 18d, se obtuvo la impedancia el ciclo 0 y en el ciclo 3. Se observó una gran disminución de la impedancia que fue del 75.9%, pasando de 158  $\Omega$  en el ciclo 0, hasta 39  $\Omega$  en el ciclo 3.



**Figura 18.** Gráficas de las pruebas electroquímicas del electrodo basado en Si/NTC@C como ánodo de iones de litio: a) Voltamperometría cíclica; b) Perfiles de carga y descarga; c) Rendimiento del ciclo; d) Perfiles Nyquist.

En la Figura 19a se observan los perfiles de voltametría cíclica de la muestra Si/NTC@C respecto a la velocidad de barrido de potencial, donde se aprecia claramente que la corriente del electrodo se incrementa conforme se incrementa la velocidad de barrido, ya que las corrientes faradaicas son directamente proporcionales a la concentración de los iones de litio en la superficie del material.

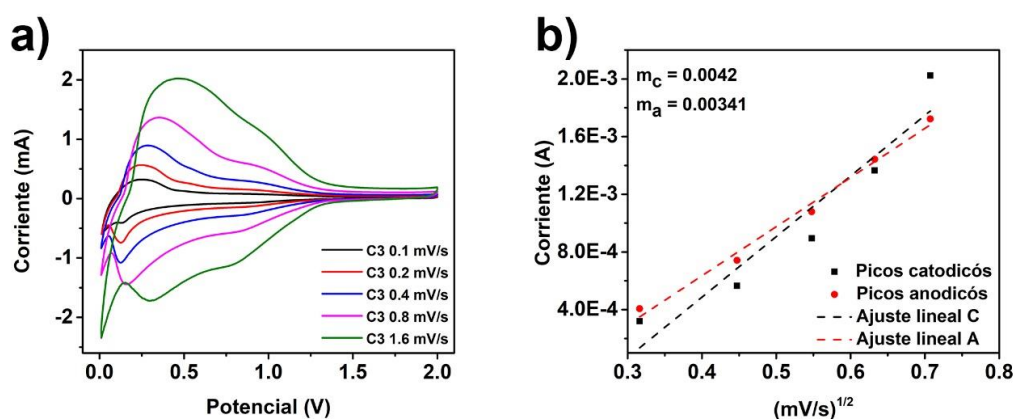
Además, se observa la presencia de un corrimiento en el potencial donde se presenta la mayor intensidad de corriente del electrodo, así como el ensanchamiento de este pico, lo cual indica una presencia significativa de fenómenos pseudo-capacitivos.

Con el objetivo de calcular los valores de difusión aparente, se graficaron los valores máximos de corriente anódica y catódica respecto a la raíz cuadrada de las diferentes velocidades de barrido (Figura 19b). Enseguida se obtuvieron las pendientes, y en consecuencia, los valores de difusión aparente de las reacciones anódicas y catódicas del material activo, Si/NTC@C. Para el cálculo de la difusión se utilizó la ecuación de Randles-Sevcik:

$$i_p = 2.69 \times 10^5 n^{3/2} AC \sqrt{Dv} \quad (1)$$

donde  $i_p$  es la corriente máxima,  $n$  es el número de electrones que se transfiere en la reacción de reducción,  $A$  es el área del electrodo,  $F$  es la constante de Faraday,  $D$  es el coeficiente de difusión,  $C$  es la concentración, y  $v$  es la velocidad de escaneo.

Los valores de difusión aparente calculados son  $1.8206 \times 10^{-9} \text{ m}^2/\text{s}$  para la carga (extracción de iones de Li) y  $6.2443 \times 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$  para la descarga (inserción de iones de Li). Esto indica que es más favorable el proceso de extracción de iones de Li que el de inserción.



**Figura 19.** Información cinética del electrodo a) Voltamperometría cíclica a diferentes velocidades de barrido; b) Corrientes máximas catódicas y anódicas frente a la raíz cuadrada de las diferentes velocidades de barrido.

## 7. Conclusiones

Es posible recubrir nanopartículas de Si soportadas en NTC con carbono derivado de polipropileno reciclado mediante la pirólisis.

Se sintetizó de manera exitosa un nuevo material compuesto y nanoestructurado a base de Si y C, Si/NTC@C mediante la técnica de pirólisis.

De acuerdo con la caracterización fisicoquímica, la muestra Si/NTC@C se conforma por nanotubos de carbono similares a fibras, así como por nanopartículas esféricas de silicio, con alta pureza.

Los electrodos elaborados con la muestra Si/NTC@C entregaron valores altos de capacidad específica de 806 mAh/g, con una densidad de corriente aplicada de 245 mA/g, con una eficiencia coulombica >96% y con una retención de capacidad específica del 70% después de 50 ciclos.

Además, los electrodos presentaron una disminución del 75.9% en los valores de transferencia de carga, con un valor inicial de 158  $\Omega$  hasta 39  $\Omega$  después de la activación del electrodo, lo cual permitió entregar un buen desempeño electroquímico después de los 50 ciclos.

Los cálculos de difusión aparente revelan valores de  $1.8206 \times 10^{-9}$  m<sup>2</sup>/s para la carga y  $6.2443 \times 10^{-10}$  m<sup>2</sup>/s para la descarga, lo que indica una mayor favorabilidad en el proceso de extracción de iones de litio.

Se generó una nueva metodología de síntesis que permite desarrollar nuevos materiales activos para el almacenamiento de iones de litio a partir del aprovechamiento de residuos plásticos, en el caso particular de este trabajo, con el uso de polipropileno a partir de residuos.

Para el futuro, se podría investigar la optimización del proceso de síntesis para obtener materiales de Si/NTC@C con características electroquímicas mejoradas, como una mayor capacidad específica, mayor eficiencia coulombica y mayor

retención después de un mayor número de ciclos. También se podría explorar la utilización de otros tipos de residuos plásticos como fuente de carbono para la síntesis de materiales compuestos y nanoestructurados, y su efecto en las propiedades electroquímicas del material resultante.

Además, se podría evaluar el potencial del material sintetizado Si/NTC@C en otras aplicaciones electroquímicas, como:

**Baterías recargables de iones de litio:** La alta capacidad específica y la buena retención después de varios ciclos hacen que este material sea prometedor para su uso en baterías recargables de iones de litio. Podría ser una alternativa atractiva a los materiales de electrodo de batería convencionales, ya que se basa en el reciclaje de residuos plásticos.

**Supercondensadores:** Dado que los nanotubos de carbono presentes en la muestra Si/NTC@C actúan como conductores eléctricos de alta eficiencia, el material podría ser utilizado en la fabricación de supercondensadores.

**Celdas solares:** los materiales de Si/NTC@C también podría ser utilizada en celdas solares.

También sería importante investigar su impacto ambiental y su viabilidad económica a escala industrial, para determinar su potencial como alternativa sostenible y rentable para el almacenamiento de energía en baterías recargables de iones de litio.

## 8. Anexo.

### 8.1 Difracción de rayos X (DRX).

La difracción de rayos X es uno de los fenómenos físicos que se produce al interaccionar un haz de rayos X de una determinada longitud de onda con una muestra cristalina. Los rayos X se generan al hacer chocar un haz de electrones contra un metal (comúnmente cobre), los electrones pierden velocidad y emiten una radiación denominada rayos X (Cullity, 2001), los cuales interactúan con los electrones de los átomos de la muestra que se analiza, generando picos agudos de alta densidad a ciertos ángulos. Esto permite obtener un difractograma característico para cada material (Jenkins, 1996).

Esta técnica es muy utilizada por los investigadores, ya que al analizar los ángulos de rotación de los picos, se puede obtener información acerca de la composición química, las características estructurales y las distancias entre los planos de la red de la muestra (Jenkins, 1996). De igual manera, este estudio puede realizarse a temperaturas y presiones variables, gracias al uso de una cámara que permite el estudio de reacciones químicas, transiciones de fases, estudio de disoluciones sólidas, determinación de coeficientes de expansión térmica y estudios de crecimiento de grano (Cullity, 2001).

El fenómeno de la difracción puede describirse con la Ley de Bragg, que predice la dirección en la que se da interferencia constructiva entre haces de rayos X dispersados coherentemente por un cristal:

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (2)$$

donde  $n$  es el índice de refracción de la muestra,  $\lambda$  es la longitud de onda característica para un elemento atómico,  $d$  es la distancia entre los planos

interatómicos que producen la difracción y  $\theta$  es el ángulo entre los rayos incidentes y los planos de dispersión (Jenkins, 1996).

## 8.2 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB).

La microscopía electrónica de barrido (SEM, por sus siglas en inglés) es una técnica de análisis de muestras sólidas que utiliza un haz de electrones para generar imágenes de alta resolución de la superficie de la muestra. El haz de electrones interactúa con la muestra, produciendo una variedad de señales que se detectan y se utilizan para formar una imagen en la pantalla del microscopio.

Esta técnica es muy versátil y puede utilizarse para una amplia gama de aplicaciones en la ciencia de materiales, la biología, la geología y muchos otros campos. Las imágenes de alta resolución producidas por el SEM permiten la observación de detalles a nivel micro y nanoescala, lo que proporciona información valiosa sobre la estructura, la morfología y la composición química de la muestra.

El SEM es especialmente útil para la observación de muestras no conductoras o semiconductores, ya que el haz de electrones puede cargar la muestra, lo que puede provocar distorsiones en la imagen. Para evitar esto, se utiliza un proceso de recubrimiento con un material conductor para preparar la muestra antes de su observación.

Una de las principales ventajas del SEM es que también se puede utilizar para el análisis de muestras en modo de microanálisis, lo que permite la identificación y cuantificación de los elementos presentes en la muestra. Esto se logra mediante la generación de rayos X por la interacción de los electrones del haz con la muestra, lo que permite la identificación de los elementos presentes en la muestra a partir de su espectro de energía característico (Goldstein, 2003).

### 8.3 Espectroscopía de energía dispersiva (EED).

La espectroscopía de energía dispersiva (EED) es una técnica de microanálisis que se utiliza en microscopía electrónica de barrido para determinar la composición química de un material. La EED funciona mediante la detección de los rayos X emitidos por la muestra cuando se bombardea con un haz de electrones de alta energía.

Cuando los electrones chocan con la muestra, excitan los electrones de los átomos de la muestra, haciendo que se liberen fotones de rayos X. La energía de estos rayos X es característica de los átomos específicos que están presentes en la muestra, lo que permite la identificación de los elementos químicos que la componen.

La espectroscopía EED tiene una amplia gama de aplicaciones, desde la ciencia de materiales hasta la geología y la biología. Se utiliza para la caracterización de materiales, el análisis de fallas, la identificación de contaminantes, la investigación de materiales biológicos y la caracterización de nanopartículas.

La precisión de la espectroscopía EDS (por sus siglas en inglés, Energy Dispersive Spectroscopy) depende de varios factores, como la calidad del detector y la energía del haz de electrones. El análisis también puede verse afectado por la presencia de elementos ligeros y la complejidad de la estructura de la muestra (Goldstein, 2017).

### 8.4 Microscopía electrónica de transmisión (MET).

La microscopía electrónica de transmisión es una técnica analítica que permite observar estructuras y defectos en muestras muy pequeñas, incluso de átomos individuales. Esta técnica se basa en el paso de un haz de electrones a través de una muestra delgada, permitiendo la observación de la estructura interna de la misma.

Para la obtención de imágenes en la microscopía electrónica de transmisión, se utiliza un haz de electrones que es enfocado mediante lentes magnéticas y que atraviesa una muestra delgada preparada mediante técnicas de corte y pulido. Los

electrones transmitidos son recolectados en un detector, generando una imagen de alta resolución.

La microscopía electrónica de transmisión ha tenido un gran impacto en diversas áreas de la ciencia y la tecnología, incluyendo la nanotecnología, la biología celular, la ciencia de materiales, la física y la química (Williams, 2009).

### 8.5 Voltamperometría cíclica (VC).

La voltamperometría cíclica (VC) es una técnica electroquímica que se utiliza para estudiar la cinética y termodinámica de reacciones redox y para determinar la concentración de especies electroactivas en una solución (Bard, 2001). En esta técnica, se aplica un potencial a una muestra electroquímica mientras se mide la corriente que fluye a través de ella. El potencial se varía linealmente con el tiempo y luego se invierte para volver a su valor inicial. La corriente resultante se grafica en función del potencial, lo que resulta en un voltamograma (Kissinger, 1983).

La VC se utiliza en diversas aplicaciones, como la determinación de constantes de estabilidad, la cinética de reacciones químicas, la caracterización de materiales y la determinación de la concentración de especies electroactivas en solución (Bard, 2001). También se utiliza en la síntesis de polímeros y en la evaluación de la eficacia de materiales catalíticos (Kissinger, 1983).

En la VC, la forma del voltamograma proporciona información sobre el tipo de reacción electroquímica que está ocurriendo. Por ejemplo, si el voltamograma presenta un pico único, esto indica que se está produciendo una reacción de transferencia de electrones (Bard, 2001). Si hay varios picos en el voltamograma, esto sugiere que están ocurriendo múltiples reacciones.

La voltamperometría cíclica es una técnica valiosa en el campo de la electroquímica, ya que proporciona información sobre la cinética y termodinámica de las reacciones redox, y se utiliza en una variedad de aplicaciones.

## 8.5 Ciclos de carga y descarga galvanostática.

La técnica de ciclos de carga y descarga galvanostática es una de las técnicas más utilizadas en la caracterización de materiales electroquímicos. Esta técnica consiste en aplicar una corriente constante a la muestra durante un período de tiempo determinado para cargarla, y luego descargarla mediante la aplicación de una corriente inversa constante. El comportamiento de la corriente y el potencial durante estos ciclos permite obtener información acerca de las propiedades electroquímicas de la muestra.

El análisis de los ciclos de carga y descarga galvanostática se realiza mediante la construcción de un gráfico que representa la corriente en función del potencial de la muestra. Los picos observados en este gráfico corresponden a reacciones electroquímicas reversibles que ocurren durante los ciclos de carga y descarga. A partir de estos picos, se pueden obtener información acerca de la capacidad de almacenamiento de energía de la muestra, su estabilidad electroquímica, la cinética de las reacciones electroquímicas y la eficiencia de los procesos de carga y descarga.

Además, la técnica de ciclos de carga y descarga galvanostática se utiliza en la evaluación del rendimiento y la estabilidad de los materiales electroquímicos en baterías, supercondensadores y otros dispositivos de almacenamiento de energía. Esta técnica permite evaluar la capacidad específica de la muestra para almacenar energía, así como su capacidad para resistir la degradación a lo largo del tiempo (Aurbach, 2002).

## 9. Referencias.

1. OECD. (2022). Global Plastics Outlook - Policy Scenarios to 2060, doi:10.1787/aa1edf33-en
2. Materić et all. (2022). Nanoplastics and ultrafine microplastic in the Dutch Wadden Sea – The hidden plastics debris?. *Science of the Total Environment*. *Science of The Total Environment*. 846. doi:10.1016/j.scitotenv.2022.157371
3. Dietrich, B et all. (2002). *Polymer Synthesis: Theory and Practice*, Springer
4. Barbara, K et all. (2022). The first plastic produced. but the latest studied in microplastics research: The assessment of leaching, ecotoxicity and bioadhesion of Bakelite microplastics. *Environmental Pollution*. 307. doi:10.1016/j.envpol.2022.119454
5. Corby, G. (2022). *Polymers*, doi:10.13140/RG.2.2.19631.61603
6. Helmenstine, A. (2023). Examples of Natural Polymers and Their Monomers. <https://sciencenotes.org/examples-of-natural-polymers-and-their-monomers/>.
7. Charles, J. (2014). How much plastic is in the ocean? You tell me!. *Marine Pollution Bulletin*. 92. doi:10.1016/j.marpolbul.2014.11.042
8. Felipe, S et all. (2019). BISPHENOL A HAZARDS IN HUMAN HEALTH AND ENVIRONMENT. *Journal Contribution*. doi:10.6084/m9.figshare.14399273.v2
9. Minderoo. (2023). PLASTIC WASTE MAKERS INDEX, <https://www.minderoo.org/plastic-waste-makers-index/data/flows/#/sankey/global/10>
10. Mónica, M. (2021). ¿Qué países generan más residuos de plástico de un solo uso?. <https://es.statista.com/grafico/25010/paises-con-la-mayor-cantidad-de-residuos-plasticos-de-un-solo-uso-generados/>

11. Hisham A. (2016). Polypropylene as a Promising Plastic: A Review. *American Journal of Polymer Science*. 6. doi:10.5923/j.ajps.20160601.01
12. Clive, M y Teresa, C. (1998). *Polypropylene The Definitive User's Guide and Databook*, William Andrew.
13. John, K. (2006). Recycling, Plastics. *Scientific Reports*. 8. doi:10.1002/0471238961.1805032502151803.a01.pub2
14. Harussani et al. (2021). Pyrolysis of polypropylene plastic waste into carbonaceous char: Priority of plastic waste management amidst COVID-19 pandemic. *Science of The Total Environment*. 803. doi:10.1016/j.scitotenv.2021.149911
15. Serban, C. (2021). General information about pyrolysis. *European Polymer Journal*. 171. doi:10.1016/B978-0-12-818571-1.00001-7
16. Serban, C. (2021). Analytical pyrolysis of polymeric carbohydrates. *Analytical Pyrolysis of Natural Organic Polymers (Second Edition)*. 20. doi:10.1016/B978-0-12-818571-1.00004-2
17. Peter, N et al. (2021). Plastics: are they part of the zero-waste agenda or the toxic-waste agenda?. *Sustainable Earth*. 4. doi:10.1186/s42055-021-00043-8
18. David, V et al. (2002). Chemical Degradation of Polymers and Pyrolysis. Sample Preparation in Chromatography, 847–917. doi:10.1016/s0301-4770(02)80021-5
19. Yingyi, Z et al. (2022). Carbon capture and storage technology by steel-making slags: Recent progress and future challenges. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*. 8. doi:10.1016/j.cej.2022.140552
20. Parra, J et al. (2004). Textural development and hydrogen adsorption of carbon materials from PET waste. *Journal of Alloys and Compounds*. 379. doi:/10.1016/J.JALLCOM.2004.02.044

21. Jingming, L et all. (2022). Progress on fabrication and application of activated carbon sphere in recent decade. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*. doi:10.1016/j.jiec.2022.12.045
22. Yu, C et all. (2018). Promise of commercialization: Carbon materials for low-cost perovskite solar cells. *Chinese Physics B*. 27 doi:10.1088/1674-1056/27/1/018805
23. Sourabh, K. (2020). A Comprehensive Review on CNTs and CNT-Reinforced Composites: Syntheses, Characteristics and Applications. *Materials Today Communications*. 25. doi:10.1016/j.mtcomm.2020.101546
24. Hazima, N et all. (2014). Simplified Heat Generation Model for Lithium ion battery used in Electric Vehicle. IOP Conference Series Materials Science and Engineering. 55. DOI:10.1088/1757-899X/53/1/012014
25. Winter et all. (2018). Before Li Ion Batteries. *Chemical Reviews*. 118. doi:10.1021/acs.chemrev.8b00422
26. Rongyu, D. (2021). Recent Advances and Applications Toward Emerging Lithium–Sulfur Batteries: Working Principles and Opportunities. *Energy Environ*. 5. doi:10.1002/eem2.12257
27. Armand et all. (2022). Issues and challenges facing rechargeable lithium batteries. *Nature*. 414. doi:10.1038/35104644
28. Kaushik, Y. (2022). Impact of carbon additives on lead-acid battery electrodes: A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 173. doi:10.1016/j.rser.2022.113078
29. Jie, W. (2022). Effective separation and recovery of valuable metals from waste Ni-based batteries: A comprehensive review. *Chemical Engineering Journal*. 439. doi:10.1016/j.cej.2022.135767
30. Kumar et all. (2012). A Review of Materials and Chemistry for Secondary Batteries. doi:10.1002/9783527836703.ch3

31. Bruce et al. (2012). Li-O<sub>2</sub> and Li-S batteries with high energy storage. *Nature Materials*. 11. doi:10.1038/nmat3191
32. Maouacine, K et al. (2022). Porous polymer-in-silica hybrid electrolyte for all-solid-state Li-ion battery applications. *Microporous and Mesoporous Materials*. 345. doi:10.1016/j.micromeso.2022.112236
33. Nagaraju, G et al. (2022). Metal organic framework-derived MnO@carbon composites for highly durable Li-ion batteries and hybrid electrochemical cells. *Journal of Power Sources*. 549. doi:10.1016/j.jpowsour.2022.232113
34. Maryam, G. (2022). Review of the Li-Ion Battery, Thermal Management, and AI-Based Battery Management System for EV Application. *Energies*. 16. doi:10.3390/en16010185
35. Tingzhou, Y. (2023). Anode-free sodium metal batteries as rising stars for lithium-ion alternatives. *iScience*. doi:10.1016/j.isci.2023.105982
36. Bakht, M et al. (2022). Role of graphene-based nanocomposites as anode material for Lithium-ion batteries. *Materials Science and Engineering: B*. 287 doi:10.1016/j.mseb.2022.116141
37. Penn State University. (2022). Estructuras en capas y reacciones de intercalación,  
[https://espanol.libretexts.org/Quimica/Química\\_Inorgánica/Libro%3A\\_Introducción\\_a\\_la\\_Química\\_Inorgánica\\_\(Wikibook\)](https://espanol.libretexts.org/Quimica/Química_Inorgánica/Libro%3A_Introducción_a_la_Química_Inorgánica_(Wikibook))
38. Ning, W. (2022). Structural design of electrospun nanofibers for electrochemical energy storage and conversion. *Journal of Alloys and Compounds*. 935. doi:10.1016/j.jallcom.2022.167920
39. Universidad Politécnica de Valencia. (2022). Curso de Fundamentos de Ciencia de Materiales, [https://www.upv.es/materiales/Fcm/Indice\\_FCM.html](https://www.upv.es/materiales/Fcm/Indice_FCM.html).
40. Veyis, S et al. (2015). Synthesized multi-walled carbon nanotubes as a potential adsorbent for the removal of methylene blue dye: kinetics, isotherms,

and thermodynamics. *Desalination and Water Treatment*. 57. doi: 10.1080/19443994.2015.1025851

41. Priyesh, M. (2012). Printable electronics-compatible silicon nanoparticles prepared by the facile decomposition of  $\text{SiS}_2$  and their application in a back-to-back Schottky diode. *Journal of Materials Chemistry*. 22. doi:10.1039/C2JM35349K
42. Cullity, B et al. (2001). *Elements of X-ray diffraction*. Prentice Hall
43. Jenkins, R et al. (1996). *Introduction to X-ray powder diffractometry*. John Wiley & Sons.
44. Goldstein, J et al. (2018). *Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis*. Springer Science & Business
45. Williams, D et al. (2009). *Transmission electron microscopy: a textbook for materials science*. Springer Science & Business. doi:10.1007/978-0-387-76501-3
46. Bard, A et al. (2000). *Electrochemical methods: fundamentals and applications*. John Wiley & Sons.
47. Kissinger, P et al. (1996). *Laboratory techniques in electroanalytical chemistry*. CRC press.
48. Aurbach, D. (2000). Review of selected electrode-solution interactions which determine the performance of Li and Li ion batteries. *Journal of Power Sources*, 89. doi:10.1016/S0378-7753(00)00431-6