

Producción de hidrógeno por medio de Fotoelectrocatalisis utilizando nanocompositos de óxido de zinc y nitruro de carbono grafitico

Camilo Ernesto González Arias

Trabajo de Grado para optar al Título de Magíster en Ingeniería de Materiales

Director

Enrique Mejía Ospino

Doctor en Química

Codirector

Ely Dannier Valbuena Niño

Doctor en Ingeniería Mecánica

Universidad Industrial de Santander

Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas

Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales

Maestría en Ingeniería de Materiales

Bucaramanga

2026

Dedicatoria

A Dios por cumplir su propósito en mí día tras día.

A mi amada Esposa, quien es mi compañera, mejor amiga y el
amor de mi vida, por su constante apoyo, paciencia,
amor y motivación.

A mi Padre que me ha enseñado, amado y brindado su apoyo
incondicional para seguir siempre hacía delante.

A mi Madre por apoyarme, amarme, confiar siempre en mí y
enseñarme que todo es posible.

A mi segunda madre Iveth Viloría por su cariño, apoyo y por
hacerme sentir como uno más de sus hijos.

A la familia Rubio Becerra por su amistad incondicional y amor.

Agradecimientos

Al Profesor Enrique Mejía Ospino, por su apoyo, orientación, paciencia y por estar siempre atento y dispuesto para resolver cualquier duda e inconveniente.

Al Doctor Ely Dannier Valbuena Niño por su apoyo, orientación y disposición.

Al Laboratorio de Espectroscopía Atómica y Molecular (LEAM), en especial a su director el Profesor Rafael Cabanzo, por abrirme las puertas para desarrollar mi investigación y estar siempre dispuestos a ayudar.

A todos los profesores de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica por su cordialidad y disposición constante para orientar y formar al estudiante.

A la Universidad Industrial de Santander (UIS) por permitirme hacer parte de esta honorable comunidad universitaria.

Al profesional encargado del SEM Carlos Alberto Villareal y al Laboratorio de Microscopía de la Universidad Industrial de Santander por su apoyo.

Tabla de Contenido

	Pág.
Introducción	17
1. Fundamentos teóricos y estado del arte	18
1.1. El Hidrógeno	18
1.2. Foelectrocatalisis Para la Producción de Hidrógeno Molecular	19
1.3. Uso de Semiconductores como Fotocatalizadores.....	22
1.3.1 Óxido de Zinc.....	23
1.4. Uso de Semiconductores Orgánicos como Fotocatalizadores	25
1.4.1 Nitruro de Carbono Grafítico.....	25
1.5. Fotocatalizadores basados en la unión de ZnO y nitruro de carbono grafítico.....	27
2. Hipótesis.....	28
3. Objetivos	28
3.1. Objetivo General.....	28
3.2. Objetivos Específicos.....	28
4. Materiales y métodos	29
4.1. Reactivos.....	29
4.2. Metodología	29
4.2.1 Síntesis de los precursores (ZnO y g-C ₃ N ₄)	30
4.2.2 Fabricación de los nanocompositos (ZnO/g-C ₃ N ₄)	31
4.2.3 Caracterización fisicoquímica de los materiales.....	31

4.2.3.1 Espectroscopía FTIR.....	31
4.2.3.2 Espectroscopía Raman.....	31
4.2.3.3 Espectroscopía UV-Vis por reflectancia difusa (DRS).....	32
4.2.4 <i>Montaje Fotoelectrocatalítico</i>	32
4.2.4.1 Módulo de blindaje óptico y electromagnético.....	32
4.2.4.2 Sistema de iluminación.....	33
4.2.4.3 Celda fotoelectrocatalítica de doble contendor.....	33
4.2.4.4 Sistema de medición electroquímica.....	33
4.2.5 <i>Fabricación de los fotoelectrodos</i>	34
4.2.6 <i>Caracterización fotoelectroquímica de los fotoelectrodos</i>	36
4.2.7 <i>Caracterización morfológica de los materiales</i>	36
5. Resultados y análisis	37
5.1. Resultados de la caracterización fisicoquímica de los materiales	37
5.1.1 <i>Resultados de la Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier</i>	37
5.1.2 <i>Resultados de la Espectroscopía Raman</i>	39
5.1.3 <i>Resultados de la Espectroscopía UV-Vis por Reflectancia Difusa</i>	41
5.2. Resultados de la caracterización fotoelectroquímica de los materiales	43
5.2.1 <i>Resultados de las Voltametrías de barrido lineal</i>	43
5.2.2 <i>Resultados de las Voltametrías Cíclicas</i>	49
5.2.2.1 Resultados de las CV para el óxido de zinc.....	50
5.2.2.2 Resultados de las CV para el nanocomposito ZnO/g-C ₃ N ₄ – 10%.....	53
5.2.2.3 Resultados de las CV para el nanocomposito ZnO/g-C ₃ N ₄ – 15%.....	57

5.2.2.4 Análisis comparativo de las curvas CV para ZnO y nanocompositos de ZnO/g-C ₃ N ₄ (10% y 15%) bajo condiciones de oscuridad, luz visible y luz UV.....	62
5.2.3 <i>Resultados de la Espectroscopía de Impedancia Electroquímica</i>	64
5.2.4 <i>Cuantificación del hidrógeno producido</i>	69
5.2.5 <i>Resultados de la Microscopía Electrónica de Barrido</i>	72
6. Conclusiones	80
7. Recomendaciones	82
Referencias Bibliográficas	84
Apéndices	99

Lista de Tablas

	Pág.
Tabla 1. <i>Valores de band gap determinados a partir de los espectros DRS para ZnO, g C₃N₄ y los nanocompositos ZnO/g C₃N₄.</i>	42
Tabla 2. <i>Valores de densidad de corriente catódica en ausencia y presencia de luz para los fotoelectrodos de ZnO puro y los nanocompositos ZnO/g C₃N₄.</i>	49
Tabla 3. <i>Parámetros de ajuste obtenidos del análisis EIS para los fotoelectrodos de ZnO puro y los nanocompositos ZnO/g C₃N₄ - 10% y ZnO/g C₃N₄ - 15%.</i>	69
Tabla 4. <i>Valores de producción de hidrógeno para el ZnO puro y los nanocompositos ZnO/g C₃N₄ - 10% y ZnO/g C₃N₄ - 15%.</i>	71
Tabla 5. <i>Porcentaje en peso de zinc, oxígeno, carbono y nitrógeno para el ZnO, g-C₃N₄ y los nanocompositos ZnO/g C₃N₄ - 10% y ZnO/g C₃N₄ - 15%.</i>	79

Lista de Figuras

	Pág.
Figura 1. <i>Mecanismo de Fotoelectrocatalisis y sus principales reacciones: a) electrodo de trabajo como fotoánodo y b) electrodo de trabajo como fotocátodo.</i>	21
Figura 2. <i>Celda de contenedores separados.</i>	22
Figura 3. <i>Esquema de las bandas (BV y BC) presentes en un semiconductor.</i>	23
Figura 4. <i>Potencial de valencia de semiconductores (SCs) vs el potencial del electrodo normal de hidrógeno (NHE).</i>	24
Figura 5. <i>Proceso de síntesis de ZnO por el método Sol-gel.</i>	30
Figura 6. <i>Montaje experimental del sistema PEC: a) módulo de blindaje óptico y electromagnético, b) sistema de iluminación con LEDs UV y visible, (c) celda de doble compartimento con ventana óptica.</i>	34
Figura 7. <i>Fotoelectrodo ZnO/g-C₃N₄– 15% fabricado mediante Doctor Blade.</i>	35
Figura 8. <i>Espectros FTIR de los materiales precursores (ZnO y g C₃N₄) y los nanocompuestos ZnO/g-C₃N₄.</i>	38
Figura 9. <i>Espectros Raman de los materiales precursores (ZnO y g-C₃N₄) y los nanocompuestos ZnO/g-C₃N₄.</i>	40
Figura 10. <i>Determinación del band gap mediante gráficas de Tauc para ZnO, g-C₃N₄ y los nanocompositos ZnO/g-C₃N₄.</i>	41
Figura 11. <i>Curvas LSV en condiciones de oscuridad para los fotoelectrodos de ZnO y nanocompositos ZnO/g-C₃N₄.</i>	44
Figura 12. <i>Curvas LSV en bajo iluminación visible para los fotoelectrodos de ZnO y nanocompositos ZnO/g-C₃N₄.</i>	47

Figura 13. <i>Curvas LSV en bajo luz ultravioleta para los fotoelectrodos de ZnO y nanocompositos ZnO/g-C₃N₄.</i>	48
Figura 14. <i>Curvas CV a velocidad de barrido de 25 mV/s para los fotoelectrodos de ZnO en diferentes condiciones de iluminación (oscuridad, Vis, UV).</i>	51
Figura 15. <i>Curvas CV a diferentes velocidades de barrido para los fotoelectrodos de ZnO en diferentes condiciones de iluminación: a) oscuridad, b) Luz visible y c) Luz UV.</i>	53
Figura 16. <i>Curvas CV a velocidad de barrido de 25 mV/s para los fotoelectrodos de ZnO/g-C₃N₄ – 10% en diferentes condiciones de iluminación (oscuridad, Vis, UV).</i>	55
Figura 17. <i>Curvas CV a diferentes velocidades de barrido para los fotoelectrodos de ZnO/g-C₃N₄ -10% en diferentes condiciones de iluminación: a) oscuridad, b) Luz visible y c) Luz UV.</i>	56
Figura 18. <i>Curvas CV a velocidad de barrido de 25 mV/s para los fotoelectrodos de ZnO/g-C₃N₄ – 15% en diferentes condiciones de iluminación (oscuridad, Vis, UV).</i>	58
Figura 19. <i>Curvas CV a diferentes velocidades de barrido para los fotoelectrodos de ZnO/g-C₃N₄ -15% en diferentes condiciones de iluminación: a) oscuridad, b) Luz visible y c) Luz UV.</i>	61
Figura 20. <i>Curvas CV a velocidad de barrido de 25 mV/s para los fotoelectrodos de ZnO, ZnO/g-C₃N₄ (10% y 15%) en diferentes condiciones de iluminación: a) oscuridad, b) luz visible y c) luz UV.</i>	63
Figura 21. <i>Diagramas de Nyquist de a) ZnO Puro, b) ZnO/g-C₃N₄ - 10% y c) ZnO/g-C₃N₄ - 15% bajo diferentes condiciones de iluminación.</i>	67
Figura 22. <i>Resultados de producción de hidrógeno para el ZnO Puro y los nanocompositos ZnO/g-C₃N₄ - 10% y 15% bajo oscuridad y luz visible.</i>	71
Figura 23. <i>a) Imágenes SEM y b) resultados EDS para la muestra de ZnO puro.</i>	73
Figura 24. <i>a) Imágenes SEM y b) resultados EDS para la muestra de g-C₃N₄ puro.</i>	75

Figura 25. *a) Imágenes SEM y b) resultados EDS para la muestra de ZnO/g-C₃N₄ -10%. 76*

Figura 26. *a) Imágenes SEM y b) resultados EDS para la muestra de ZnO/g-C₃N₄ -15%. 78*

Lista de Apéndices

	Pág.
Apéndice A. Validación del criterio de Kramers–Kronig para los datos de EIS del nanocomposito ZnO.	99
Apéndice B. Validación del criterio de Kramers–Kronig para los datos de EIS del nanocomposito ZnO/g-C ₃ N ₄ – 10%.	100
Apéndice C. Validación del criterio de Kramers–Kronig para los datos de EIS del nanocomposito ZnO/g-C ₃ N ₄ – 15%.	101

Glosario

Brecha de energía (Band Gap): La cantidad mínima de energía requerida para excitar un electrón de la banda de valencia a la banda de conducción en un material semiconductor, lo que determina las longitudes de onda de luz que puede absorber.

Cronoamperometría: Una técnica electroquímica que mide la corriente como función del tiempo bajo un potencial aplicado constante, utilizada para evaluar la estabilidad y el rendimiento sostenido de los fotoelectrodos.

Espectroscopia de fotoelectrones de rayos X (XPS): Una técnica de caracterización de superficie que proporciona información sobre la composición elemental, el estado de oxidación y el entorno químico de los átomos en la superficie de un material.

Espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS): Una técnica que analiza la respuesta de un sistema electroquímico a una pequeña señal de corriente alterna en un rango de frecuencias, fundamental para entender la transferencia de carga y la resistencia en la interfaz del electrodo.

Espectroscopia de reflectancia difusa (DRS): Un método óptico empleado para determinar las propiedades de absorción de luz y la brecha de energía de materiales en polvo o de superficies rugosas.

Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR): Una técnica de caracterización que identifica los grupos funcionales y tipos de enlaces químicos presentes en un material mediante el análisis de su interacción con la luz infrarroja.

Espectroscopia Raman: Una técnica que proporciona información detallada sobre la estructura molecular, la fase, la cristalinidad y las vibraciones moleculares de un material, basándose en la dispersión inelástica de la luz.

Estabilidad: La capacidad inherente de un material o sistema para mantener sus propiedades físicas, químicas y su rendimiento óptimo durante un período prolongado bajo condiciones operativas específicas.

Fotoelectrocatalisis (PEC): Un proceso avanzado que utiliza simultáneamente la luz, un electrodo y la acción de un catalizador para impulsar reacciones químicas.

Fotocorriente: La corriente eléctrica producida en un material semiconductor cuando es iluminado, una medida directa de la eficacia con que el material convierte la energía lumínica en energía eléctrica útil para la reacción.

Heterounión/Heteroestructura: Una interfaz formada cuando dos materiales semiconductores diferentes se unen, esencial para optimizar la separación de los portadores de carga y la eficiencia fotoelectrocatalítica.

Luz visible: La porción del espectro electromagnético que el ojo humano puede detectar, abarcando longitudes de onda entre aproximadamente 380 y 780 nanómetros.

Microscopía electrónica de barrido (SEM): Una técnica de microscopía que utiliza un haz de electrones para crear imágenes de alta resolución de la superficie de una muestra, revelando su morfología y características topográficas.

Nanocompuesto: Un material donde al menos una de sus fases posee dimensiones a nanoescala (generalmente entre 1 y 100 nanómetros).

Nitruro de carbono grafitico (g-C₃N₄): Un polímero semiconductor no metálico con una estructura bidimensional similar a la del grafito, valorado por su estabilidad, bajo costo y capacidad de absorber luz visible.

Óxido de zinc (ZnO): Un semiconductor inorgánico ampliamente investigado por sus propiedades electrónicas y ópticas, útil en fotocatalisis y fotoelectrocatalisis.

Portadores de carga (pares electrón-hueco): Partículas fundamentales que transportan carga eléctrica en materiales semiconductores. Los electrones tienen carga negativa y los huecos (ausencias de electrones) tienen carga positiva.

Precursor: Sustancia de partida que se transforma químicamente para formar un nuevo compuesto.

Recombinación: Fenómeno indeseado donde un electrón y un hueco (portadores de carga) se unen y pierden su energía, sin contribuir al proceso fotoelectrocatalítico.

Voltamperometría cíclica (CV): Una técnica electroquímica versátil que mide la corriente mientras el potencial se barre cíclicamente, revelando información sobre los procesos redox y la estabilidad de los materiales.

Voltamperometría de barrido lineal (LSV): Una técnica electroquímica que mide la corriente que fluye a través de un electrodo mientras su potencial eléctrico se varía de forma controlada.

Resumen

Título: Producción de hidrógeno por medio de Fotoelectrocatalisis utilizando nanocompositos de óxido de zinc y nitruro de carbono grafitico *

Autor: Camilo Ernesto González Arias **

Palabras Clave: Fotoelectrocatalisis, Fotocatalizadores, Óxidos Metálicos, Materiales 2D, Hidrógeno.

Esta investigación tuvo como objetivo principal la producción de hidrógeno mediante procesos fotoelectrocatalíticos bajo la irradiación de luz visible, utilizando nanocompuestos de óxido de zinc (ZnO) y nitruro de carbono grafitico (g-C₃N₄). Como precursores se sintetizaron ZnO y g-C₃N₄, así como cuatro nanocompuestos de ZnO/g-C₃N₄ con 10, 15, 20 y 30% de g-C₃N₄. Los materiales fueron meticulosamente caracterizados para comprender sus propiedades fisicoquímicas y fotoelectroquímicas; se emplearon técnicas como la Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier, Espectroscopia Raman y Espectroscopia de Reflectancia Difusa para analizar la composición, estructura molecular y propiedades ópticas. En la evaluación fotoelectroquímica, se realizaron Voltamperometrías de Barrido Lineal bajo oscuridad, luz visible y luz ultravioleta. Los resultados iniciales mostraron que los nanocompuestos con 10% y 15% de g-C₃N₄ exhibieron el desempeño más prometedor en la generación de fotocorriente bajo luz visible. Para profundizar en el comportamiento de los materiales, se aplicaron Voltamperometrías Cíclicas y Espectroscopia de Impedancia Electroquímica al ZnO y los nanocompuestos de 10% y 15%. Consistentemente, el nanocompuesto con 15% de g-C₃N₄ demostró un rendimiento superior en todas las pruebas fotoelectroquímicas. Finalmente, se realizó Microscopía Electrónica de Barrido para visualizar la morfología de los precursores y las muestras con 10%, 15% de nitruro de carbono grafitico.

* Trabajo de Grado

** Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales. Maestría en Ingeniería de Materiales. Director: Enrique Mejía Ospino. Doctor en Química. Codirector: Ely Dannier Valbuena Niño. Doctor en Ingeniería Mecánica.

Abstract

Title: Hydrogen production by photoelectrocatalysis using zinc oxide and graphitic carbon nitride nanocomposites*

Author: Camilo Ernesto González Arias**

Key Words: Photoelectrocatalysis, Photocatalysts, Metal Oxides, 2D Materials, Hydrogen.

This research's main objective was to produce hydrogen through photoelectrocatalytic processes under visible light irradiation, using nanocomposites of zinc oxide (ZnO) and graphitic carbon nitride (g-C₃N₄). ZnO and g-C₃N₄ precursors were synthesized, along with four ZnO/g-C₃N₄ nanocomposites containing 10, 15, 20, and 30% g-C₃N₄. The materials were meticulously characterized to understand their physicochemical and photoelectrochemical properties. Techniques such as Fourier Transform Infrared Spectroscopy, Raman Spectroscopy, and Diffuse Reflectance Spectroscopy were employed to analyze their composition, molecular structure, and optical properties. For the photoelectrochemical evaluation, Linear Sweep Voltammetry was performed under dark, visible light, and ultraviolet light conditions. Initial results showed that the nanocomposites with 10% and 15% g-C₃N₄ exhibited the most promising performance in photocurrent generation under visible light. To further delve into the materials' behavior, Cyclic Voltammetry and Electrochemical Impedance Spectroscopy were applied to ZnO and the 10% and 15% nanocomposites. Consistently, the 15% g-C₃N₄ nanocomposite demonstrated superior performance in all photoelectrochemical tests. Finally, Scanning Electron Microscopy was conducted to visualize the morphology of the precursors and the samples with 10% and 15% graphitic carbon nitride.

* Degree Work

** Faculty of Physicochemical Engineering, School of Metallurgical Engineering and Materials Science. Master's Degree in Materials Engineering. Director: Enrique Mejía Ospino. PhD in Chemistry. Co-director: Ely Dannier Valbuena Niño. PhD in Mechanical Engineering.

Introducción

La creciente demanda y consumo de combustibles fósiles ha generado de forma global una grave contaminación al medio ambiente, provocando así, la necesidad de encontrar suministros alternativos de energía limpia y renovable que se alineen con los Objetivos de Desarrollo Sostenible (ODS), particularmente el ODS 7: Energía asequible y no contaminante. Entre las principales fuentes de energía renovable se encuentran la eólica, hidroeléctrica, geotérmica, solar, entre otras, siendo la energía solar la más abundante, amigable con el medio ambiente, económica y sostenible (Faraji et al., 2019; J. Liu et al., 2023).

En este aspecto, aunque la energía solar es una excelente fuente de energía renovable es difícil recolectarla y almacenarla; entre las diversas alternativas energéticas que se evalúan actualmente, se ha encontrado que el hidrógeno molecular (H_2) es uno de los portadores de energía más eficientes y abundantes, considerando que está presente en la molécula de agua (H_2O) (Faraji et al., 2019; Ishaq et al., 2022).

La producción de H_2 a partir del agua es conocido como “hidrógeno verde” (Dincer, 2012); entre los métodos más prácticos y prometedores para la obtención de “hidrógeno verde” usando la energía solar se encuentra la Fotoelectrocatalisis (PEC por las siglas en inglés) (Arellano & Bautista, 2018; Diaz-Real et al., 2020; Dincer & Acar, 2015; Dincer & Zamfirescu, 2016). En la PEC se usan semiconductores (SC) como fotocatalizadores (fotoelectrodos), que por lo general suelen ser óxidos metálicos (como el óxido de zinc); no obstante, la utilización de óxidos metálicos presenta una desventaja por la alta tasa de recombinación de electrones y baja absorción de fotones en el rango ultravioleta visible (UV-VIS) (Arjona et al., 2024; Ma & Wang, 2020).

En consecuencia, diversos estudios han demostrado que la heterounión con materiales bidimensionales (2D) a base de carbono induce una disminución en la banda prohibida (band gap)

y mitiga la recombinación de pares electrón-hueco en los óxidos metálicos (Girish et al., 2023; Kuang et al., 2015; Pourali et al., 2025; Si et al., 2023a; L. Wang et al., 2017; Y. Wang et al., 2011). Este efecto sinérgico potencia significativamente la eficiencia y el comportamiento fotoelectrocatalítico de los materiales compuestos. Gracias a la naturaleza de semiconductor orgánico y su alta capacidad de absorción de radiación UV-VIS, el nitruro de carbono grafitico (g-C₃N₄) resulta especialmente interesante dentro del campo de los materiales 2D (Panneri et al., 2017; Reddy et al., 2019; Thomas et al., 2022; Zhao et al., 2021).

En este contexto, se plantea la formación de una heterounión entre nitruro de carbono grafitico y del óxido de zinc con el objetivo de potenciar sus propiedades individuales y sinérgicas, de modo que puedan ser empleados de manera más eficiente como fotoelectrodos en sistemas PEC para la producción de hidrógeno molecular. Esta estrategia busca optimizar la separación y transferencia de cargas fotoinducidas, así como ampliar la absorción espectral, contribuyendo así al desarrollo de tecnologías sostenibles para la generación de energía limpia.

1. Fundamentos teóricos y estado del arte

A continuación, se realiza una revisión detallada de algunos estudios asociados a la presente investigación.

1.1. El Hidrógeno

El hidrógeno como vector energético es cada vez más importante para la sociedad, ya que se considera como una de las soluciones claves para la producción de energía sostenible. Con la escasez de los recursos petroleros se estima que para el 2050 el 60% de la demanda de energía será suplida por energías renovable (Dincer & Zamfirescu, 2016).

Uno de los principales desafíos para usar el hidrógeno molecular como vector energético es su almacenamiento, dado que al ser el elemento químico más liviano que se conoce; requiere

grandes volúmenes, alta presión y bajas temperaturas para ser confinado eficientemente. Actualmente se usan tres métodos para el almacenamiento de hidrógeno: como gas comprimido, líquido criogénico o en hidruros metálicos (Dincer & Zamfirescu, 2016).

Entre las grandes ventajas del hidrógeno molecular proyectado como combustible se encuentran que no genera emisiones contaminantes, no es tóxico, es versátil y es un 39% más eficiente que los combustibles fósiles. Adicionalmente, se puede encontrar fácilmente y en abundancia formando agua (Dincer & Zamfirescu, 2016; Francesco Calise, Massimo Dentice D'Accadia, Massimo Santarelli, Andrea Lanzini, 2019). No obstante, la abundancia de agua en el planeta, la producción de hidrógeno a partir de ella no es un proceso sencillo, dado que, no es eficiente energéticamente, basta con tener en cuenta que para generar esta disociación en un proceso de electrolisis se necesita una energía libre de 237 KJ/mol (Penconi et al., 2015).

Considerando la afirmación anterior, en la actualidad la fuente de obtención primaria de hidrógeno proviene de un proceso conocido como reformado de vapor del gas natural, el cual genera una enorme cantidad de gases de efecto invernadero. Aproximadamente el 50% de la producción global de hidrógeno es a través de este proceso, un 30% es obtenido por el reformado de los gases residuales de gasolina/nafta de industrias como las refinerías, un 18% proviene de la gasificación del carbón y el 0.1% de otros tipos de fuentes (Dincer & Acar, 2015).

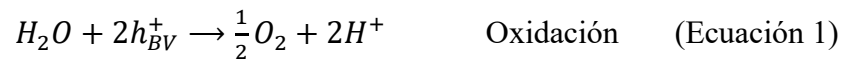
Es por esto que, la Fotoelectrocatalisis se postula como un método eficiente y atractivo para la generación de hidrógeno molecular a partir del agua (Abe, 2010; Bessegato et al., 2015; Francesco Calise, Massimo Dentice D'Accadia, Massimo Santarelli, Andrea Lanzini, 2019).

1.2. Fotoelectrocatalisis Para la Producción de Hidrógeno Molecular

La Fotoelectrocatalisis es un excelente método para la producción de hidrógeno molecular a partir de la disociación del agua, se basa en mezclar las cualidades de la fotocatalisis con técnicas

electroquímicas. Los primeros en desarrollar este fenómeno fueron Fujishima y Honda en 1972, quienes descubrieron que la escisión fotoelectrocatalítica del agua se podía llevar a cabo usando una celda PEC, en donde se usaba un ánodo semiconductor hecho de dióxido de titanio (TiO₂) irradiado con luz ultravioleta (UV), conectado a un cátodo de platino (Pt) en presencia de una fuente de energía externa (Fujishima & Honda, 1972).

El método PEC hace uso de un material semiconductor (usualmente óxidos metálicos) como fotoelectrodo, este material es irradiado por la luz solar que suministra una energía igual o superior a la de su banda prohibida (band gap), provocando así, la creación de pares electrón – hueco (e_{BC}^- / h_{BV}^+). Estos portadores de carga impulsan reacciones redox en el interfaz semiconductor–electrolito. En una celda PEC de fotoelectrodo único como se muestra en la Figura 1, puede utilizarse un fotoánodo acoplado a un cátodo metálico, donde los huecos oxidan el agua para producir oxígeno y los electrones, tras atravesar un circuito externo, reducen los iones H^+ en el cátodo para generar hidrógeno (ver Figura 1 (a)). Alternativamente, un fotocátodo puede combinarse con un ánodo metálico, permitiendo que los electrones fotogenerados reduzcan directamente el agua en la interfaz fotocátodo–electrolito, siempre que su banda de conducción sea más negativa que el potencial de reducción del hidrógeno (ver Figura 1 (b)). Este mecanismo convierte la energía solar en energía química de forma sostenible y eficiente. (Bessegato et al., 2015; Lianos, 2011; Zhou et al., 2025). Las ecuaciones (1) y (2) representan las reacciones que ocurren (pH neutro) en una celda PEC de fotoelectrodo único cuando se usa un fotoánodo.

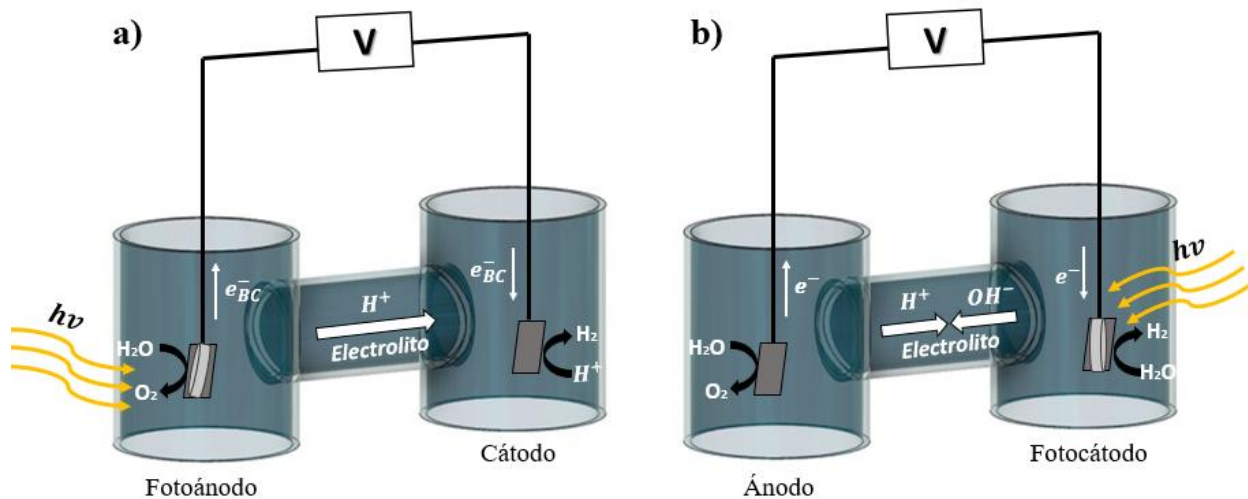


Las ecuaciones (3) y (4) evidencian las reacciones que se llevan a cabo en una celda PEC cuando el fotoelectrodo se usa como fotocátodo (X. Li et al., 2025).



Figura 1.

Mecanismo de Fotoelectrocatalisis y sus principales reacciones: a) electrodo de trabajo como fotoánodo y b) electrodo de trabajo como fotocátodo.



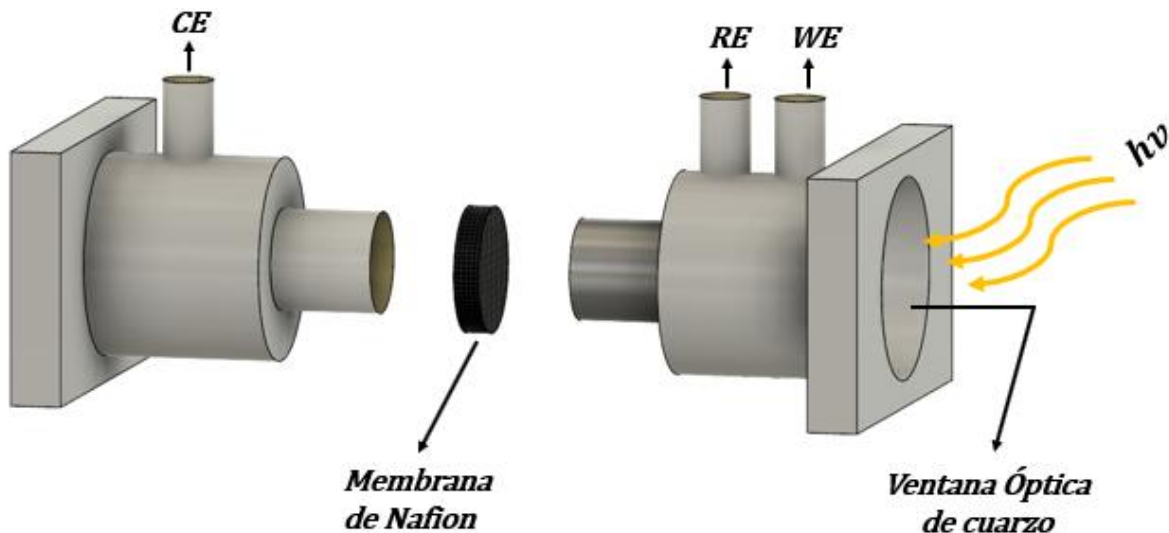
Nota. Adaptado de “Generación de hidrógeno mediante Fotoelectrocatalisis con fotoánodos de circonato de bario dopado con tierras raras”, José Alfonso Bautista, 2018 (Arellano & Bautista, 2018).

Uno de los elementos principales del método PEC es la celda en la que se lleva a cabo las reacciones, en ella se debe considerar la separación del hidrógeno (H_2) y oxígeno (O_2), dado que, la mezcla de ambos gases es potencialmente explosiva. Una de las celdas más usadas para llevar a cabo el método PEC es la celda de contenedores separados, la cual posee un contenedor compartido para el fotoelectrodo o electrodo de trabajo (WE) y el electrodo de referencia (RE), y otro contenedor para el contraelectrodo (CE). Como se muestra en la Figura 2, esta celda también posee

una ventana óptica de cuarzo que permite la irradiación del fotorreactor y una membrana de nafión que impide la mezcla de gases generados en el proceso (Arellano & Bautista, 2018).

Figura 2.

Celda de contenedores separados.



Nota: Adaptado de “Generación de hidrógeno mediante Fotoelectrocatalisis con fotoánodos de circonato de bario dopado con tierras raras”, José Alfonso Bautista, 2018 (Arellano & Bautista, 2018).

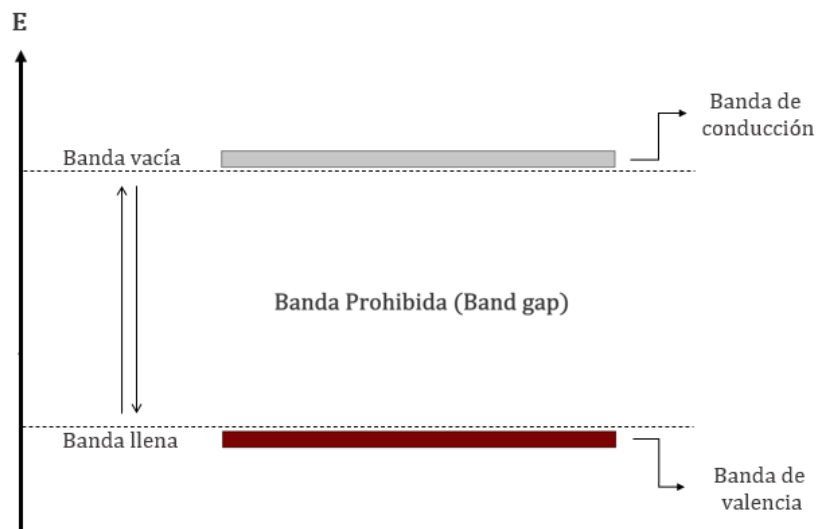
1.3. Uso de Semiconductores como Fotocatalizadores

Un semiconductor se puede definir como un material que puede actuar como conductor bajo ciertas condiciones (como temperatura, presión, radiación, etc), para este caso en específico la condición de la que depende el semiconductor es la capacidad de absorber fotones incidentes de la luz solar. El comportamiento de un semiconductor se puede explicar por medio de la teoría de las bandas, que señala que existen dos bandas en un semiconductor: la banda de valencia (BV) y la banda de conducción (BC). Existe una región entre esas dos bandas llamada “banda prohibida” o “Band gap” que básicamente representa la cantidad de energía necesaria (o potencial) para que

un electrón (e^-) de la BV se excite y pase a la BC (Arellano & Bautista, 2018; Mayra Matamoros Ambrocio, 2017); La representación esquemática de las bandas de un semiconductor se puede observar en la Figura 3.

Figura 3.

Esquema de las bandas (BV y BC) presentes en un semiconductor.



Nota: Adaptado de “*Estudio de la Actividad Fotocatalítica de Au/ZnO Nanoestructurado Bajo Irradiación Visible*”, Mayra Matamoros Ambrocio, 2017 (Mayra Matamoros Ambrocio, 2017).

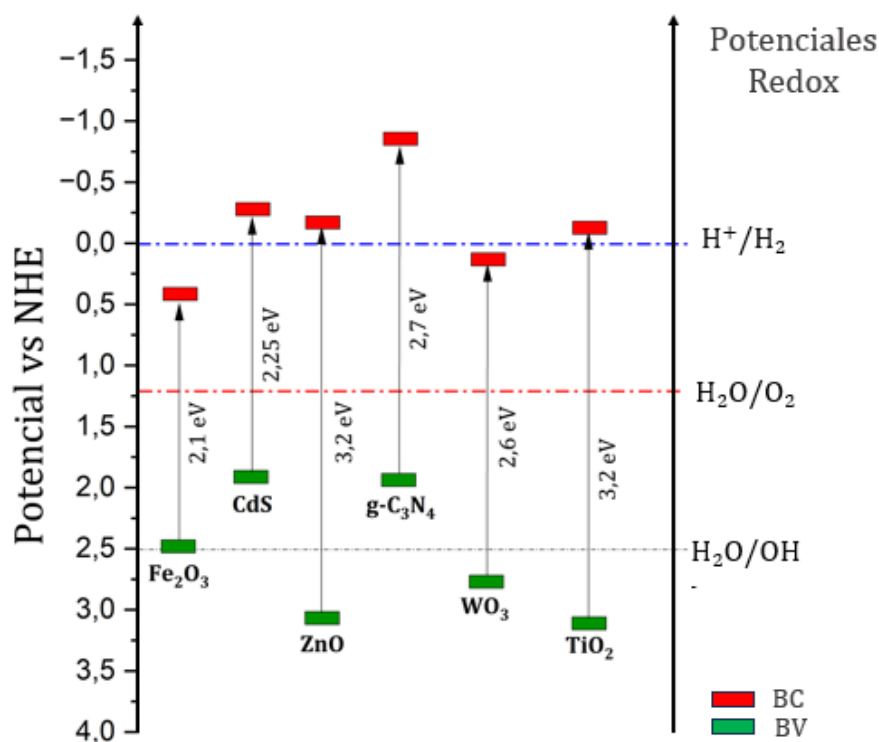
1.3.1 Óxido de Zinc

Como se mencionó anteriormente, los semiconductores más usados en la PEC son los óxidos metálicos, entre ellos el óxido de zinc (ZnO). El ZnO posee muy buenas cualidades tales como bajo costo, alta movilidad de portadores de carga, buenas propiedades optoelectrónicas y fotocatalíticas (Aithal et al., 1993; Mayra Matamoros Ambrocio, 2017; Rajput et al., 2022). Adicionalmente, cumple con dos requisitos importantes para la generación de hidrógeno molecular a través de la fotoelectrocatalisis que son: a) un “Band gap” superior a los 1.23 eV (que es la energía requerida termodinámicamente para lograr la disociación del agua) y, b) el nivel inferior

de la banda de conducción debe ser menor que el potencial de reducción de H^+/H_2 y el nivel superior de la banda de valencia debe ser mayor que el potencial de oxidación de O_2/H_2O (Arellano & Bautista, 2018; Grätzel, 2001) tal como se puede observar en la Figura 4.

Figura 4.

Potencial de valencia de semiconductores (SCs) vs el potencial del electrodo normal de hidrógeno (NHE).



Nota: Adaptado de “Achievements and Trends in Photoelectrocatalysis: from Environmental to Energy Applications”, Electrocatalysis, G. Bessegato et al, 2015 (Bessegato et al., 2015).

Si bien el óxido de zinc (ZnO) presenta propiedades destacadas, es un semiconductor con una amplia brecha de banda ($\sim 3,37$ eV), lo que limita su actividad fotocatalítica principalmente a la región ultravioleta (UV) del espectro solar. Para superar esta limitación y ampliar su aplicabilidad en áreas como la remediación ambiental y la conversión sostenible de energía, se han

explorado diversas estrategias como el dopaje con metales y la formación de heterouniones, orientadas a mejorar su respuesta bajo luz visible y su eficiencia fotoelectrocatalítica. En esta línea, Baqi et al. estudiaron heteroestructuras ZnO/ZnSe dopadas con Cu, logrando una mejora significativa en la densidad de fotocorriente y en la separación de cargas, optimizando su desempeño fotoelectrocatalítico (Baqi et al., 2025). De forma complementaria, Ortiz Rabell et al. sintetizaron películas bimetálicas ZnO/Al/Ag mediante sol-gel, alcanzando una producción de hidrógeno de 53 μmol y una densidad de fotocorriente de 0.85 mA/cm^2 , resaltando la influencia sinérgica de los metales en las propiedades ópticas y electrónicas del sistema (Ortiz Rabell et al., 2023). Asimismo, Basaleh et al. desarrollaron nanocompuestos NiS/ZnO que, con un 9 % de NiS, alcanzaron una tasa de evolución de H_2 de 3078.3 $\mu\text{mol g}^{-1} \text{h}^{-1}$, gracias a la formación de heterouniones tipo Schottky, la reducción del bandgap y la mejora en la separación de cargas bajo luz visible (Basaleh et al., 2025). Estos avances evidencian la utilidad del ZnO funcionalizado para aplicaciones energéticas sostenibles, especialmente en la generación de hidrógeno verde.

1.4. Uso de Semiconductores Orgánicos como Fotocatalizadores

Los materiales bidimensionales (2D) poseen una gran relación superficie/volumen, lo cual les confiere excelentes propiedades optoelectrónicas y electrocatalíticas debido a la capacidad única de confinar los electrones en su capa ultrafina (Makaremi et al., 2018, 2019). Algunos de estos materiales 2D también presentan carácter semiconductor que les permite actuar como fotocatalizadores en aplicaciones de conversión de energía solar, como es el caso del nitruro de carbono grafítico (Ramos et al., 2012; Reddy et al., 2019)

1.4.1 Nitruro de Carbono Grafítico

El g- C_3N_4 ha sido estudiado últimamente dada su similitud estructural con el grafeno, pero a diferencia del grafeno, el nitruro de carbono grafítico es un semiconductor orgánico muy estable,

lo que le confiere la capacidad de funcionar como fotocatalizador en reacciones tan relevantes como la disociación del agua (Yan et al., 2009a). Este semiconductor orgánico posee un band gap de 2.7 eV, que permite la absorción de fotones asociados a la región de la luz visible (que representa aproximadamente un 43% del espectro solar) (Chen et al., 2017).

Otra propiedad interesante de este compuesto es su alta estabilidad térmica, el análisis termogravimétrico del g-C₃N₄ muestra que este material es altamente resistente y no volátil hasta 600 °C y se degrada completamente a 750 °C. Adicionalmente, posee una gran estabilidad química conferida por las interacciones de van der Waals entre sus capas, lo cual hace que resulte insoluble en la mayoría de disolventes (agua, alcoholes, tolueno, etc.) (Dong et al., 2014; Gillan, 2000; Ramos et al., 2012).

Una de las principales características del nitruro de carbono grafitico es que acepta con facilidad el dopado y la funcionalización con otros compuestos, lo que permite una efectiva modificación de sus propiedades (Sert et al., 2023; Thomas et al., 2022). Aprovechando esta versatilidad, Wannakan et al. desarrollaron un fotocatalizador ternario Fe₂O₃/g-C₃N₄/ZnO mediante un método ultrasónico, logrando una degradación completa de tetraciclina bajo luz solar natural, atribuida a una mejora sustancial en la separación de cargas y una eficiente heterounión visible-activa (Wannakan et al., 2025). De manera similar, se sintetizó una heteroestructura tipo Z-scheme basada en AgIn(WO₄)₂ y g-C₃N₄ por impregnación húmeda, Lan et al. alcanzaron una degradación del 90 % de tetraciclina con alta estabilidad y bajo nivel de toxicidad residual, gracias a la eficaz transferencia interfacial de carga (Lan et al., 2025). Por su parte, Hemmati-Eslamlu et al. propusieron una arquitectura S-scheme mediante la decoración de nanopartículas de BiMnO₃ sobre g-C₃N₄ modificado, mostrando una actividad notable en la eliminación de antibióticos y colorantes, así como una excelente reutilización del fotocatalizador (Hemmati-Eslamlu et al.,

2025). Estos estudios confirman el gran potencial del g-C₃N₄ como plataforma adaptable para el diseño de heteroestructuras activadas por luz visible, orientadas a la degradación de contaminantes y la conversión de energía solar.

1.5. Fotocatalizadores basados en la unión de ZnO y nitruro de carbono grafítico

La combinación del óxido de zinc con el nitruro de carbono grafítico ha emergido como una estrategia prometedora en el diseño de fotocatalizadores con respuesta visible mejorada, dada la sinergia entre sus propiedades estructurales y electrónicas. La heterounión ZnO/g-C₃N₄ ha sido ampliamente estudiada por su capacidad para mejorar la separación de cargas fotoinducidas y ampliar la absorción espectral hacia la región visible, lo que se traduce en un alto rendimiento en aplicaciones tanto fotocatalíticas como fotoelectrocatalíticas bajo luz visible. Un claro ejemplo es la investigación de Girish et al., quienes desarrollaron una heterounión ZnO/g-C₃N₄ mediante un método simple, logrando una notable eficiencia en la degradación de contaminantes y la producción de hidrógeno, atribuida a la formación de una estructura tipo Z-scheme que favorece la separación de cargas y la absorción en el espectro visible (Girish et al., 2023). En otro estudio, Suhag et al. sintetizaron un compuesto ZnO/g-C₃N₄ por calcinación en un solo paso, el cual mostró una actividad fotocatalítica ocho veces mayor que la del g-C₃N₄ puro en la degradación de bisfenol E (BPE) bajo irradiación visible (Suhag et al., 2023). Por otro lado, Kumaresan et al. emplearon un método hidrotermal asistido por sonicación para obtener nanocompuestos g-C₃N₄/ZnO con arquitectura 2D/1D, alcanzando una eficiencia del 99 % en la degradación de Rodamina B en solo 20 minutos bajo luz solar, gracias a la sinergia entre las láminas de g-C₃N₄ y las nanovarillas de ZnO, que permitió reducir significativamente la recombinación de cargas (Kumaresan et al., 2020).

Considerando el potencial demostrado por las heteroestructuras basadas en ZnO y g-C₃N₄, esta investigación se enfoca en el diseño y síntesis de un nanocompuesto que combine ambos materiales en una configuración optimizada para su aplicación en celdas fotoelectrocatalíticas.

2. Hipótesis

La formación de una heterounión entre el óxido de zinc y el nitruro de carbono grafitico podría disminuir el band gap y el fenómeno de la recombinación de electrones del óxido de zinc, por lo que, al ser usado como fotoelectrodo permitiría la producción de hidrógeno por Fotoelectrocatalisis en presencia de luz visible.

3. Objetivos

A continuación, se muestran el objetivo general y los objetivos específicos de la presente investigación.

3.1. Objetivo General

Fabricar un fotoelectrodo a partir de nanocompositos de óxido de zinc y nitruro de carbono grafitico para producir hidrógeno verde.

3.2. Objetivos Especificos

Producir nanocompositos de óxido de zinc y nitruro de carbono grafitico a través de síntesis química para ser usados como fotoelectrodo en la producción de hidrógeno verde.

Obtener un fotoelectrodo compuesto de nanopartículas de óxido de zinc y nitruro de carbono grafitico mediante un método de deposición de películas delgadas con el propósito de producir hidrógeno por Fotoelectrocatalisis.

Evaluar la capacidad del fotoelectrodo fabricado para producir hidrógeno en procesos fotoelectrocatalíticos mediante el uso de técnicas electroquímicas.

4. Materiales y métodos

En este apartado se detallan los reactivos, materiales y las diferentes etapas en las que se llevó a cabo en el desarrollo experimental de este trabajo de investigación

4.1. Reactivos

En el desarrollo experimental de este trabajo se emplearon los siguientes reactivos: Acetato de zinc dihidratado ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), Melamina ($\text{C}_3\text{H}_6\text{N}_6$), Etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), Isopropanol ($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$), hidróxido de sodio (NaOH), Acetilacetona ($\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_2$), Tritón™ X-100 y sulfato de sodio (Na_2SO_4). Todos los compuestos fueron utilizados sin purificación adicional y se adquirieron con grado analítico, garantizando así su idoneidad para los procedimientos de síntesis y caracterización realizados.

4.2. Metodología

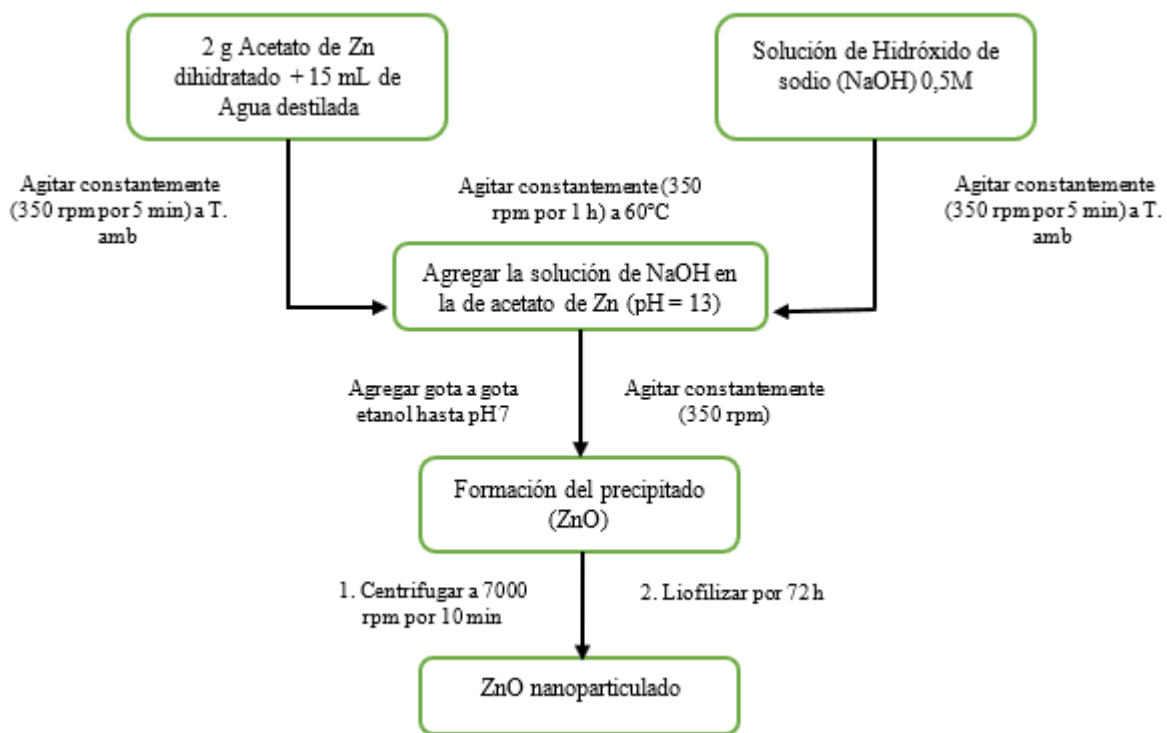
La metodología empleada en este trabajo se estructuró en varias etapas secuenciales, iniciando con la síntesis de los precursores: óxido de zinc y nitruro de carbono grafitico, los cuales fueron posteriormente unidos para obtener los nanocompuestos heteroestructurados $\text{ZnO/g-C}_3\text{N}_4$. Una vez sintetizados, se llevó a cabo la caracterización fisicoquímica de los precursores y de los nanocompuestos obtenidos. Posteriormente, se procedió a la adecuación del montaje fotoelectrocatalítico y la formación de los fotoelectrodos, empleando los materiales previamente sintetizados como componentes activos. La siguiente fase incluyó la caracterización fotoelectroquímica, mediante la cual se evaluó la capacidad de los nanocompuestos para la producción de hidrógeno en el proceso PEC. Finalmente, se realizó la caracterización morfológica de los materiales, esta última usando microscopía electrónica de barrido (SEM).

4.2.1 Síntesis de los precursores (ZnO y g-C₃N₄)

Las nanopartículas de ZnO se obtuvieron a partir del método sol-gel; se usó como precursor el acetato de zinc (Zn(CH₃COO)₂), el cual al ser mezclado con una solución acuosa y alcalina forma el complejo tetrahidroxocincato ([Zn(OH)₄]²⁻). Posteriormente, el tetrahidroxocincato se llevó a un pH cercano a neutro agregando etanol, dando lugar a la formación de un precipitado blanco que corresponde a la red de nanopartículas de ZnO (Hasnidawani et al., 2016); un esquema más detallado de este proceso se muestra en la Figura 5.

Figura 5.

Proceso de síntesis de ZnO por el método Sol-gel.



Por otra parte, el nitruro de carbono grafítico a granel se obtuvo mediante polimerización térmica de melamina. Para ello, se colocaron 5 g de melamina en una mufla y se sometieron a un tratamiento térmico con una rampa de calentamiento de 5 °C/min hasta alcanzar los 550 °C,

temperatura que se mantuvo durante 4 horas en atmósfera ambiente. Una vez finalizado el proceso, el material se dejó enfriar dentro del horno hasta temperatura ambiente. El producto obtenido se trituró en un mortero hasta obtener un polvo fino (Si et al., 2023b; J. Wang et al., 2017; X. Wang et al., 2017).

4.2.2 Fabricación de los nanocompositos (ZnO/g-C₃N₄)

Los nanocompuestos ZnO/g-C₃N₄ se obtuvieron mezclando y moliendo las nanopartículas de ZnO previamente sintetizadas y el g-C₃N₄ en diferentes proporciones (1:0.1, 1:0.15, 1:0.2 y 1:0.3, ZnO:g-C₃N₄ respectivamente) en un mortero de ágata. Posteriormente, se calcinó la mezcla en una mufla a 350 °C durante 3 horas y 30 minutos en atmósfera ambiente. Finalmente, se obtuvo un polvo amarillo que se enfrió dentro de la mufla hasta temperatura ambiente y se almacenó para su caracterización (S. Zhang et al., 2019).

4.2.3 Caracterización fisicoquímica de los materiales

La evaluación de las propiedades estructurales, ópticas y vibracionales de los precursores y los nanocompuestos sintetizados, se realizaron mediante análisis fisicoquímicos usando Espectroscopía Raman, Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR) y Espectroscopía UV-Vis con reflectancia difusa (DRS), empleando los equipos y parámetros descritos a continuación.

4.2.3.1 Espectroscopía FTIR. La identificación de grupos funcionales y enlaces químicos se realizó mediante un espectrómetro infrarrojo Nicolet iS50 (Thermo Scientific), operando en modo de transmitancia. El análisis abarcó el rango espectral de 4000 a 400 cm⁻¹, con una resolución de 4 cm⁻¹, velocidad óptica de 0.4747 cm/s, y un total de 64 escaneos.

4.2.3.2 Espectroscopía Raman. El análisis Raman del material se llevó a cabo utilizando un microscopio Raman LabRam Evolution (Horiba), equipado con un láser de excitación de 785

nm. Las mediciones se realizaron con un objetivo de 100X, un tiempo de integración de 5 segundos por espectro y un total de 20 escaneos acumulados. Esta técnica permitió identificar los modos vibracionales característicos de las fases presentes en los materiales, así como posibles acoplamientos entre ellas o distorsiones inducidas por la heterounión.

4.2.3.3 Espectroscopía UV-Vis por reflectancia difusa (DRS). Las propiedades ópticas del material fueron evaluadas con un espectrofotómetro UV-2600 (Shimadzu), equipado con una esfera integradora ISR-2600. Las mediciones se realizaron en el rango de 200–850 nm con una resolución de 0.5 nm. Este análisis permitió estimar la brecha de banda de los materiales y su capacidad de absorción en el espectro UV-Visible, información clave para el desempeño fotoactivo.

4.2.4 Montaje Fotoelectrocatalítico

Con la finalidad de evaluar la actividad fotoelectrocatalítica de los materiales sintetizados, se diseñó e implementó un sistema experimental configurado para garantizar condiciones estables, reproducibles y seguras durante las pruebas. A continuación, se describe cada una de las partes que conformaron el montaje:

4.2.4.1 Módulo de blindaje óptico y electromagnético. Se construyó un módulo de blindaje óptico y electromagnético con el objetivo de bloquear la emisión de radiación ultravioleta (UV) hacia el exterior y, al mismo tiempo, minimizar las interferencias electromagnéticas externas durante las mediciones. Como se evidencia en la Figura 6a, esta estructura tenía una cubierta de aluminio que permitió su doble función: actuar como barrera frente a la luz emitida por las lámparas LED y como una caja de Faraday. Dentro de este módulo se ubicó el sistema de iluminación y el sistema de refrigeración, la celda fotoelectrocatalítica, y el cableado en general.

4.2.4.2 Sistema de iluminación. La irradiación del fotoelectrodo se llevó a cabo mediante dos lámparas LED de alta potencia (100 W cada una), una en el rango ultravioleta (UV) con un máximo de emisión centrado en 375 nm y una irradiancia de 95,49 mW/cm² y otra en el espectro visible con un rango de emisión aproximado entre 450 nm - 600 nm y una irradiancia de 285 mW/cm², permitiendo evaluar la respuesta del material bajo distintas condiciones de excitación. Ambas lámparas fueron montadas sobre una placa de refrigeración líquida y dispuestas a una distancia de 10 cm del fotoelectrodo, orientadas directamente hacia la ventana óptica de la celda, garantizando una iluminación frontal uniforme. La disposición del sistema de iluminación puede observarse en la Figura 6b. Los módulos LED fueron alimentados por una fuente de corriente regulada, que permitía controlar de forma precisa el voltaje y la intensidad de cada lámpara. Esto aseguró una potencia lumínica constante durante los experimentos, evitando fluctuaciones que pudieran afectar la estabilidad del sistema o los resultados obtenidos.

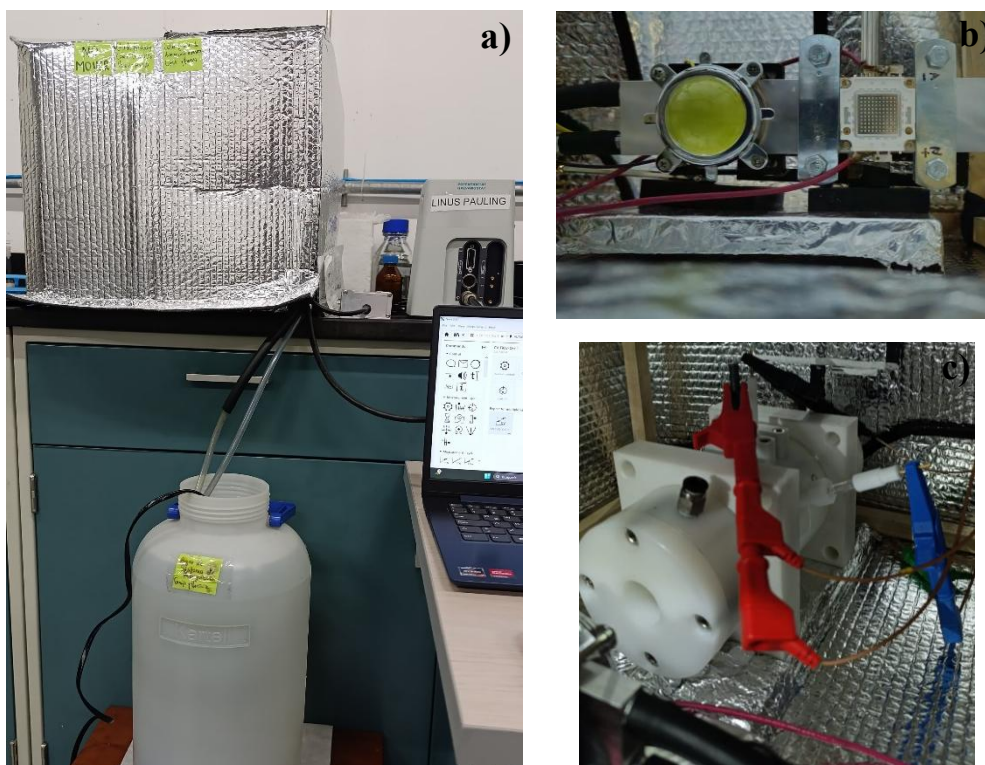
4.2.4.3 Celda fotoelectrocatalítica de doble contenedor. La celda empleada para los ensayos fotoelectrocatalíticos consistió en un sistema de doble contenedor, separados por una membrana de Nafion, que permitía el intercambio de protones sin que se mezclaran los productos gaseosos. Un compartimento contenía el electrodo de trabajo, el electrodo de referencia, una ventana óptica para la irradiación del fotoelectrodo, una entrada de gas de arrastre y una salida para el gas generado. El segundo compartimento alojaba el contraelectrodo y una salida independiente para el gas producido. Esta configuración, ilustrada en la Figura 6c, permitió operar el sistema bajo condiciones controladas y evaluar eficientemente el desempeño fotoelectrocatalítico.

4.2.4.4 Sistema de medición electroquímica. Las mediciones eléctricas del sistema fotoelectrocatalítico se realizaron utilizando un potencióstato/galvanostato Autolab PGSTAT204,

operado mediante el software NOVA 2.1. El equipo permitió aplicar y controlar el potencial eléctrico, así como registrar la respuesta del sistema con alta precisión.

Figura 6.

Montaje experimental del sistema PEC: a) módulo de blindaje óptico y electromagnético, b) sistema de iluminación con LEDs UV y visible, (c) celda de doble compartimento con ventana óptica.



4.2.5 Fabricación de los fotoelectrodos

La fabricación de los fotoelectrodos se llevó a cabo mediante la técnica Doctor Blade, la cual permite obtener recubrimientos uniformes sobre superficies conductoras. Como sustrato se utilizó vidrio recubierto con óxido de indio y estaño (ITO, por las siglas en inglés *Indium Tin Oxide*), material transparente y conductor ampliamente empleado en aplicaciones fotoelectroquímicas debido a su baja resistividad y alta transmitancia en el espectro visible. Para

preparar la tinta, se mezclaron 0.5 g del material (ZnO o el nanocompuesto) con 2 ml de agua destilada, 0.1 ml de Acetilacetona y una gota de Triton X-100, se agitó la mezcla a 500 rpm durante 5 horas para garantizar su homogeneidad. Posteriormente, se depositó la suspensión sobre el vidrio de ITO y se extendió mediante la cuchilla del Doctor Blade, cerrando el espacio entre los bordes para controlar el espesor del recubrimiento. El recubrimiento fue secado a 80 °C durante 20 minutos, seguido de una etapa de calcinación a 300 °C durante 1 hora, con el fin de eliminar los solventes residuales y mejorar la adherencia del material al sustrato. Un ejemplo representativo de los fotoelectrodos obtenidos puede observarse en la Figura 7.

Figura 7.

Fotoelectrodo ZnO/g-C₃N₄– 15% fabricado mediante Doctor Blade.



4.2.6 Caracterización fotoelectroquímica de los fotoelectrodos

La evaluación fotoelectroquímica de los materiales se llevó a cabo mediante un sistema convencional de tres electrodos, acoplado a un potenciostato/galvanostato Autolab PGSTAT204, operado con el software NOVA 2.1 (como se mencionó anteriormente). Se utilizó un electrodo de referencia Ag/AgCl (KCl 3 M), una lámina de platino como contraelectrodo y, los fotoelectrodos fabricados como electrodos de trabajo. La celda se llenó con una solución acuosa de sulfato de sodio (Na_2SO_4) 0.1 M, empleada como electrolito soporte por su carácter neutro y buena conductividad iónica, el electrolito se utilizó en condiciones aireadas y en reposo. Para evaluar el comportamiento de los materiales bajo diferentes condiciones de iluminación, se realizaron pruebas de Voltametría de barrido lineal (LSV, por las siglas en inglés), Voltametría cíclica (CV) y Espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS), en tres condiciones distintas: oscuridad, luz visible y luz ultravioleta (UV). Estas pruebas permitieron estudiar la respuesta fotoelectroquímica de los materiales, la eficiencia en la separación de cargas y transferencia electrónica, así como la capacidad para producir hidrógeno a partir de agua mediante procesos de fotoelectrocatalíticos.

4.2.7 Caracterización morfológica de los materiales

La morfología superficial de los precursores y los nanocompuestos fue evaluada mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) utilizando un equipo QUANTA FEG 650 con fuente de emisión de campo (Field Emission Gun – FEG). Las imágenes se obtuvieron bajo condiciones de alto vacío y con un voltaje de aceleración de 30 kV. Se emplearon dos tipos de detectores para la adquisición de imágenes: electrones secundarios (SE), mediante un detector Everhart–Thornley (ETD), y electrones retrodispersados (BSE), a través de un detector tipo SSD (Solid-State Detector).

Para el análisis elemental, se utilizó un sistema de espectroscopía de dispersión de energía (EDS) acoplado al SEM, con un detector EDAX APOLO X y resolución de 126.1 eV (en Mn $K\alpha$), operando también a 30 kV. El análisis EDS permitió obtener información semicuantitativa sobre los elementos presentes en la muestra, utilizando el software EDX Génesis para el procesamiento. Este estudio permitió correlacionar la composición química con la morfología observada, aportando datos clave sobre la distribución y homogeneidad de los componentes de los nanocompuestos.

5. Resultados y análisis

En esta sección se exponen y describen los resultados obtenidos en el presente trabajo de investigación.

5.1. Resultados de la caracterización fisicoquímica de los materiales

Con el objetivo de comprender las propiedades estructurales, químicas y ópticas tanto de los materiales precursores como de los nanocompuestos sintetizados, se realizaron los análisis fisicoquímicos mencionados en la metodología (Ver sección 4.2.3). A continuación, se presentan y discuten los resultados obtenidos mediante Espectroscopía Raman, Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR) y Espectroscopía UV-Vis por Reflectancia Difusa (DRS).

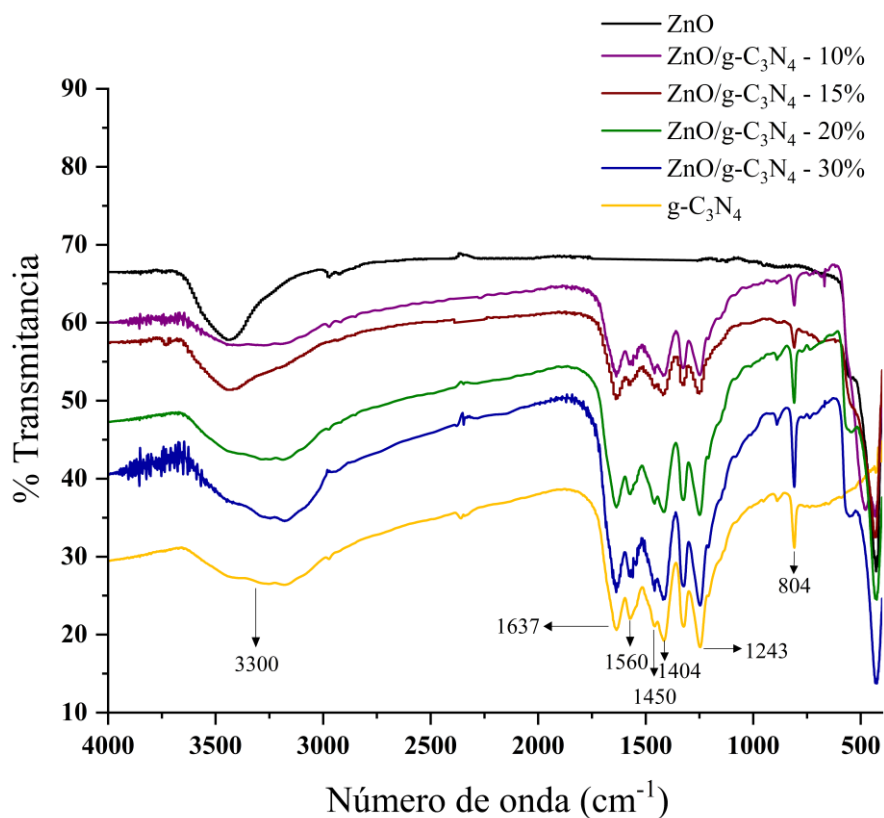
5.1.1 Resultados de la Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier

La Figura 8 muestra los espectros FTIR correspondientes al ZnO, g-C₃N₄ y a los nanocompuestos ZnO/g-C₃N₄ con proporciones de 10, 15, 20 y 30 % de g-C₃N₄. En el espectro del óxido de zinc se observa una banda ancha centrada en torno a 450 cm⁻¹, atribuida a la vibración de estiramiento del enlace Zn–O (Mirzaeifard et al., 2020). Por su parte, el g-C₃N₄ muestra señales características en 3300 cm⁻¹, 1637 cm⁻¹ y 1243 cm⁻¹, asociadas a la vibración de estiramiento del grupo del grupo amino terminal (N–H) y a los enlaces entre carbono y nitrógeno (C=N y C–N),

respectivamente. También se identifican bandas en 1404 cm^{-1} , 1450 cm^{-1} y 1560 cm^{-1} , correspondientes a modos vibracionales típicos de unidades repetitivas de heptazina. La señal en 804 cm^{-1} se relaciona con la vibración fuera del plano del anillo s-triazina, característica de esta estructura (J. Wang et al., 2017; X. Wang et al., 2017; Yan et al., 2009b; S. Zhang et al., 2019).

Figura 8.

Espectros FTIR de los materiales precursores (ZnO y g-C₃N₄) y los nanocompuestos ZnO/g-C₃N₄.



En los nanocompuestos ZnO/g-C₃N₄ se conservan las bandas más representativas de los componentes precursores, lo que indica la presencia simultánea de sus estructuras características. Sin embargo, se evidencian ligeros desplazamientos y variaciones en la intensidad de las bandas asociadas al g-C₃N₄, en particular en las regiones de los enlaces C=N y C-N, lo que sugiere la

existencia de interacciones interfaciales entre el óxido de zinc y el nitruro de carbono grafítico. Este efecto es más evidente en las muestras con 10 % y 15 % de g-C₃N₄, donde las modificaciones espectrales son más notorias, lo cual podría indicar una mayor integración estructural en estas proporciones.

5.1.2 Resultados de la Espectroscopía Raman

Los espectros Raman correspondientes al óxido de zinc, nitruro de carbono grafítico y a los nanocompuestos ZnO/g-C₃N₄ (10, 15, 20 y 30 % de g-C₃N₄) se presentan en la Figura 9. En el espectro del ZnO, se identifican picos bien definidos en 99 cm⁻¹, 230 cm⁻¹, 331 cm⁻¹ y 434 cm⁻¹, los cuales se asignan a los modos vibracionales E₂(low), 2E₂(low), E₂(high)–E₂(low) y E₂(high), respectivamente. Estos modos son característicos de la estructura hexagonal tipo wurtzita del ZnO y confirman la correcta síntesis del óxido de zinc (Song et al., 2019).

En el caso del g-C₃N₄, la adquisición del espectro se vio afectada por la emisión de fluorescencia, lo que atenúa la definición de los picos Raman. Aun así, se observan bandas en 478 cm⁻¹, 753 cm⁻¹, 1159 cm⁻¹, 1235 cm⁻¹ y 1310 cm⁻¹, asociadas a vibraciones de estiramiento del anillo heterocíclico C–N. También se identifican señales en 708 cm⁻¹ y 1000 cm⁻¹, correspondientes a modos de vibración fuera del plano “ring breathing” del sistema s-triazina, estructuralmente característico del g-C₃N₄ (Mañana et al., 2020).

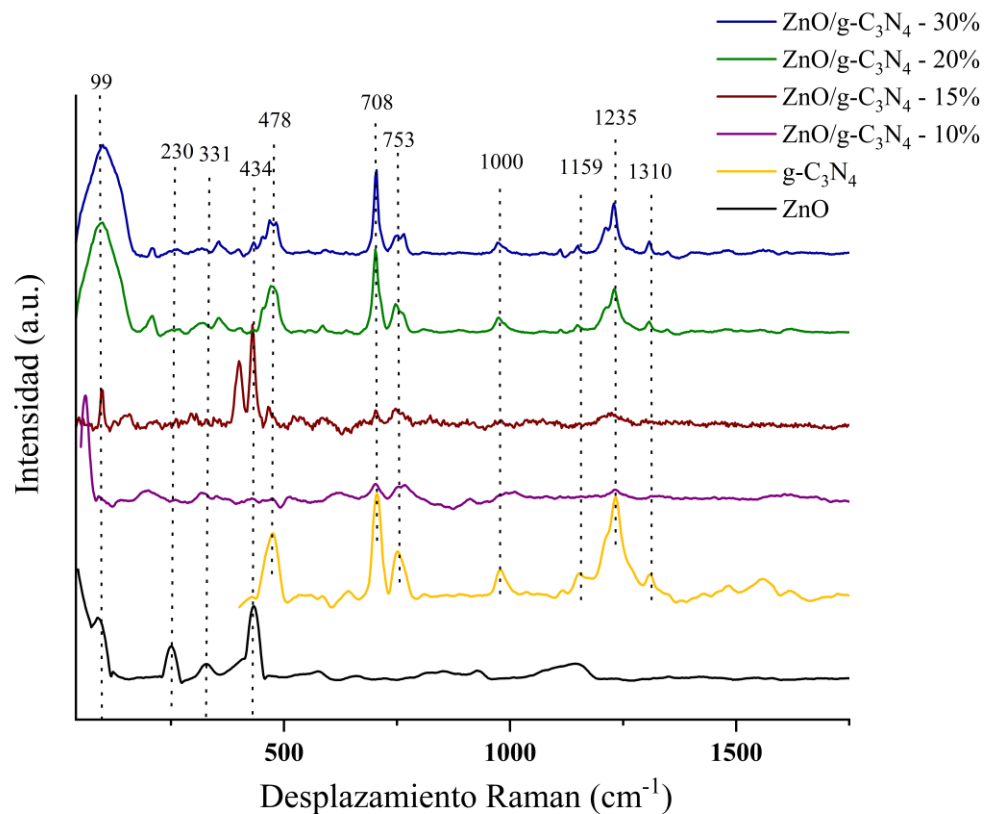
En los espectros de los nanocompuestos ZnO/g-C₃N₄, se evidencian las principales bandas de ambos materiales, lo cual indica la coexistencia estructural de ZnO y g-C₃N₄ en el material híbrido. Sin embargo, las bandas aparecen con menor intensidad en comparación con los precursores puros, especialmente aquellas asociadas al g-C₃N₄, lo cual podría estar relacionado con un efecto de dilución o con interacciones interfaciales que atenúan la señal Raman. Además,

no se observan nuevos picos, lo cual sugiere que no se formaron nuevas fases cristalinas, sino que los materiales conservan sus estructuras individuales dentro del nanocompuesto.

Con el aumento del contenido de g-C₃N₄, se aprecia una intensificación progresiva de las bandas correspondientes a este componente, lo que confirma la incorporación efectiva en el sistema. A su vez, algunos desplazamientos leves y variaciones en la intensidad relativa de los picos indican una interacción física o química entre ambos componentes, posiblemente a nivel de la interfase heteroestructurada.

Figura 9.

Espectros Raman de los materiales precursores (ZnO y g-C₃N₄) y los nanocompuestos ZnO/g-C₃N₄.

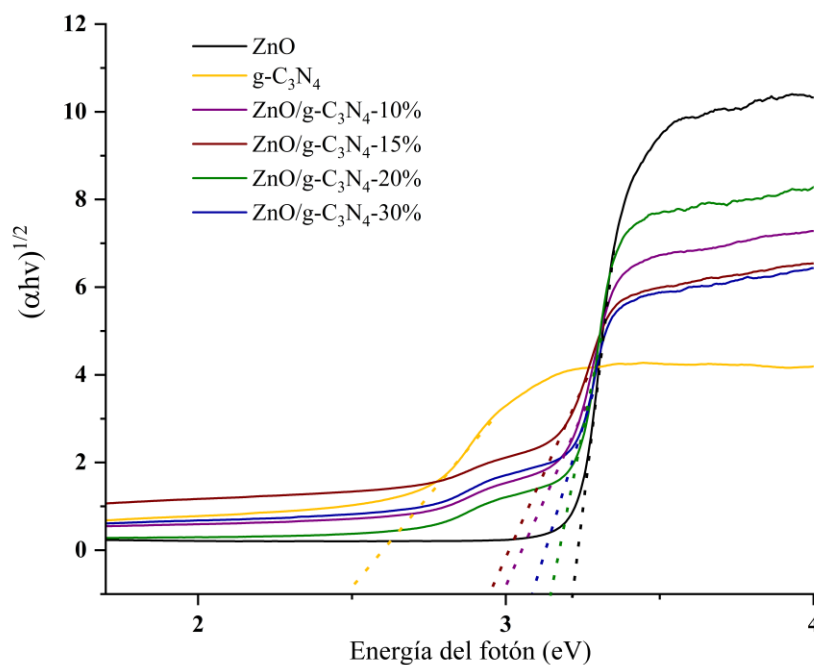


5.1.3 Resultados de la Espectroscopía UV-Vis por Reflectancia Difusa

La determinación de la brecha de banda o band gap de los materiales se realizó a partir de los espectros obtenidos mediante Espectroscopía UV-Vis por Reflectancia Difusa. Se aplicó la función transformada de Kubelka-Munk, que permite estimar el coeficiente de absorción óptica a partir de los datos de reflectancia. Posteriormente, se construyeron las gráficas de Tauc para el ZnO, el g-C₃N₄, y los nanocompositos ZnO/g-C₃N₄ (ver Figura 10), representando $(\alpha h\nu)^{1/2}$ en función de la energía del fotón, asumiendo una transición electrónica directa permitida, característica de semiconductores como el ZnO. La extrapolación del tramo lineal de cada curva hacia el eje de energía permitió determinar el valor del band gap correspondiente a cada muestra (Makuła et al., 2018).

Figura 10.

Determinación del band gap mediante gráficas de Tauc para ZnO, g-C₃N₄ y los nanocompositos ZnO/g-C₃N₄.



Los valores de brecha de banda obtenidos se resumen en la Tabla 1, siendo de **3.22 eV** para el ZnO y **2.48 eV** para el g-C₃N₄, lo cual concuerda con los rangos típicos reportados para estos semiconductores (Girish et al., 2023). En los nanocompuestos, se observa una disminución de la brecha de banda respecto al ZnO en las muestras con **10 % (2.98 eV)** y **15 % (2.91 eV)** de g-C₃N₄, lo que indica una mejor absorción en la región visible, atribuible a la interacción entre ambos componentes y a la formación de una heterounión. Por otro lado, los nanocompuestos con **20 % (3.14 eV)** y **30 % (3.08 eV)** de g-C₃N₄ presentan valores de band gap más cercanos al del óxido de zinc puro, lo cual podría deberse a una menor eficiencia en la integración entre los precursores o a un efecto de sobresaturación de g-C₃N₄ en la matriz.

Tabla 1.

Valores de band gap determinados a partir de los espectros DRS para ZnO, g C₃N₄ y los nanocompositos ZnO/g C₃N₄.

Material	Band gap
ZnO	3.22
g-C ₃ N ₄	2.48
ZnO/g-C ₃ N ₄ - 10%	2.98
ZnO/g-C ₃ N ₄ - 15%	2.91
ZnO/g-C ₃ N ₄ - 20%	3.14
ZnO/g-C ₃ N ₄ - 30%	3.08

Estos resultados indican que las proporciones intermedias, particularmente los nanocompositos con **10% y 15 % de g-C₃N₄**, ofrecen una mejor modulación del band gap, favoreciendo potencialmente el desempeño fotoelectrocatalítico bajo irradiación en el espectro visible.

5.2. Resultados de la caracterización fotoelectroquímica de los materiales

Esta sección presenta los resultados obtenidos en la caracterización fotoelectroquímica de los materiales bajo distintas condiciones de iluminación. Todas las mediciones fueron realizadas por triplicado con el fin de garantizar la reproducibilidad de los datos y minimizar el impacto de posibles variaciones experimentales.

5.2.1 Resultados de las Voltametrías de barrido lineal

Con el objetivo de evaluar la actividad fotoelectroquímica de los fotoelectrodos fabricados, se realizó un estudio mediante Voltametría de barrido lineal (LSV), una técnica fundamental para analizar el comportamiento de materiales semiconductores en aplicaciones como la disociación fotoelectrocatalítica del agua. Esta medición permite correlacionar la densidad de corriente generada con el potencial aplicado, tanto en condiciones de oscuridad como bajo iluminación, proporcionando información directa sobre la capacidad del material para absorber luz, generar portadores de carga, separarlos eficientemente y transferirlos hacia el electrolito para impulsar reacciones redox (Bard & Faulkner, 2001).

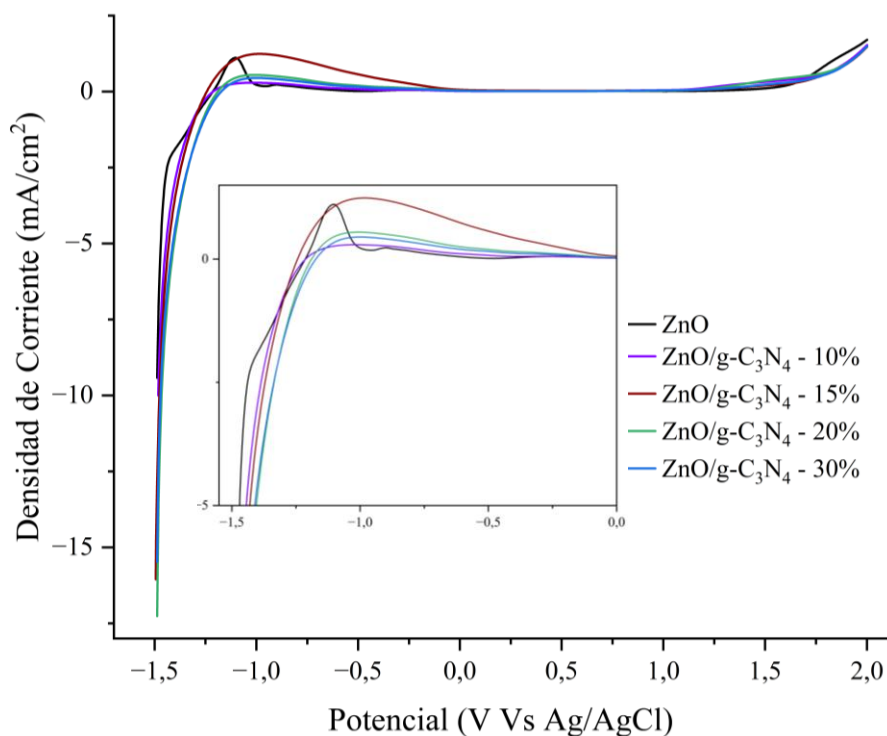
En este estudio se evaluaron los fotoelectrodos de ZnO puro y nanocompuestos ZnO/g-C₃N₄ con distintas proporciones de g-C₃N₄ (10%, 15%, 20% y 30 %). Los barridos de las LSV se realizaron en un intervalo de potencial de **-1.5 V a 2.0 V (vs. Ag/AgCl)**, con una velocidad de escaneo de 25 mV/s, permitiendo observar primero el proceso de reducción, y posteriormente, el proceso de oxidación del electrolito. La comparación de las curvas LSV obtenidas en oscuridad, bajo luz visible y bajo luz ultravioleta (UV) permitió identificar el impacto de la incorporación de g-C₃N₄ sobre la respuesta fotoelectroquímica, evaluando aspectos clave como el incremento en la densidad de corriente fotogenerada y el desplazamiento del potencial de inicio de las reacciones

redox. Este análisis resulta esencial para establecer la viabilidad de los materiales como fotoánodos o fotocátodos activos en procesos de evolución de hidrógeno asistidos por luz visible.

En la Figura 11 se muestran las curvas LSV en condiciones de oscuridad, evaluando de esta manera la actividad puramente electroquímica de los fotoelectrodos. En la región catódica (-0.8 V a -1.5 V vs Ag/AgCl), correspondiente a la reacción de evolución de hidrógeno (HER), se observa que el electrodo de ZnO puro (línea negra) requiere un potencial más negativo para iniciar la reacción, mostrando un retardo en su actividad catalítica respecto a los nanocompositos. El material con 10% de g-C₃N₄ presenta un comportamiento similar al ZnO, aunque con un leve desplazamiento a potenciales más positivos. Sin embargo, al aumentar el contenido de g-C₃N₄ al 15%, 20% y 30%, se evidencia un desplazamiento ligeramente mayor hacia potenciales menos negativos, indicando una activación más temprana del proceso HER.

Figura 11.

Curvas LSV en condiciones de oscuridad para los fotoelectrodos de ZnO y nanocompositos ZnO/g-C₃N₄.



Además del desplazamiento en el potencial de inicio, los nanocompositos con 20% y 30% de g-C₃N₄ exhiben las mayores densidades de corriente catódica, lo que sugiere una mayor eficiencia en la transferencia de electrones incluso sin aporte fotoinducido. Este comportamiento puede estar relacionado con una distribución más homogénea de sitios activos o una estructura porosa más favorable para el transporte de iones (Girish et al., 2023). Por otro lado, en la región anódica (potenciales positivos), correspondiente a la reacción de evolución de oxígeno (OER), el ZnO puro muestra una mayor densidad de corriente y un inicio más temprano de la oxidación comparado con los nanocompositos. Evidenciando que, en ausencia de iluminación el ZnO retiene una ventaja cinética para la OER, posiblemente debido a la presencia de defectos superficiales favorables para la adsorción de especies oxidantes (Zhu et al., 2020).

Las voltametrías de barrido lineal realizadas bajo irradiación con luz visible para los fotoelectrodos de ZnO puro y los nanocompositos ZnO/g-C₃N₄ se muestran en la Figura 12. Las mediciones se realizaron bajo las mismas condiciones experimentales previamente descritas para las pruebas en oscuridad.

En la región catódica (potenciales negativos), se observa un incremento significativo en la densidad de corriente para todos los nanocompositos respecto al óxido de zinc puro, indicando una mejora sustancial en la actividad fotoelectroquímica bajo luz visible. Esta mejora se atribuye a la incorporación de g-C₃N₄, la cual extiende la absorción espectral hacia el visible (como se evidenció en los gráficos de Tauc y la Tabla 1) al formar una heterounión con el ZnO.

Los nanocompositos con **10 % y 15 % de g-C₃N₄** presentan mejor comportamiento, aunque con características distintas: el de 10 % alcanza la mayor densidad de corriente catódica (~ -26 mA/cm²), mientras que el de 15 % muestra un inicio más temprano de la HER. Esto sugiere que ambos contenidos promueven una sinergia entre la absorción de luz, separación de cargas y

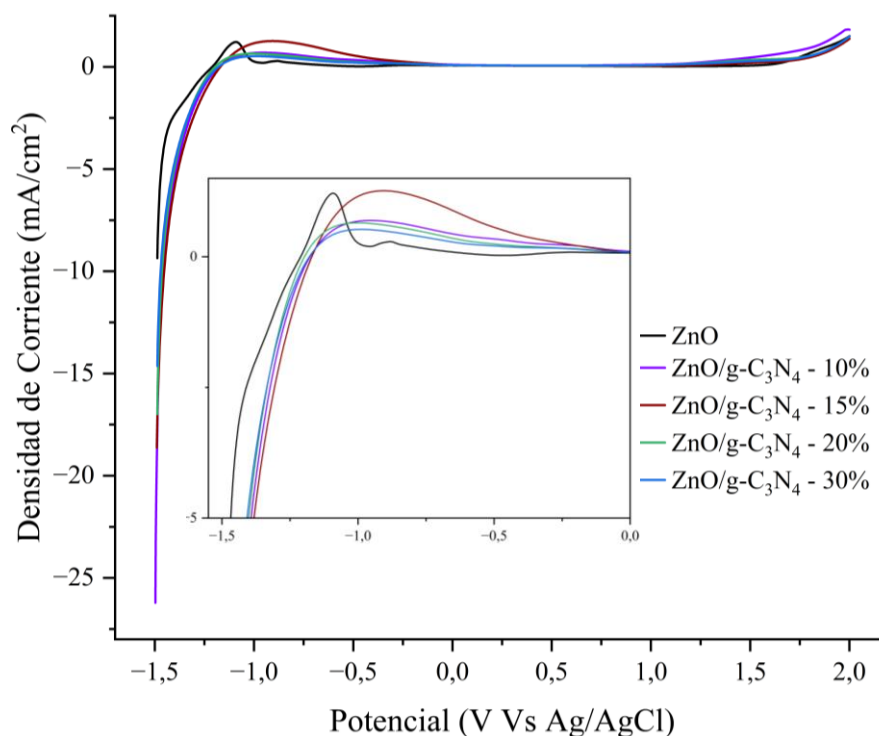
transferencia electrónica. Este comportamiento concuerda con los resultados obtenidos a partir de los análisis DRS, donde se observó la más amplia reducción del band gap en estos nanocompositos. En la región anódica, en donde se observa la reacción de evolución de oxígeno, es posible notar que el nanocompuesto con 10 % de g-C₃N₄ inicia la oxidación antes que los demás. No obstante, en términos generales, los nanocompositos no presentan una densidad de corriente significativa en esta región, lo cual indica que no son eficaces como fotoánodos para la oxidación del agua. Por el contrario, demuestran ser adecuados como fotocátodos al considerar el aumento en la densidad de corriente catódica bajo irradiación visible.

Sin embargo, es importante resaltar que las curvas bajo iluminación visible no evidencian un perfil corriente–fotopotencial característico de materiales fotoactivos (Berger et al., 2012; Sun et al., 2020; Wen et al., 2020), y las respuestas registradas resultan en gran medida comparables a las obtenidas en oscuridad, lo que sugiere la que la película formada a partir del material particulado promueve la interacción partícula–partícula y genera pérdidas por contacto óhmico al limitar la separación efectiva de cargas fotogeneradas (T. G. Kim et al., 2022).

Por otro lado, se puede observar que por encima de la carga óptima de g-C₃N₄ (15 %), hay una disminución progresiva en la actividad fotoelectroquímica de los nanocompositos. Esta pérdida de rendimiento se atribuye principalmente a un recubrimiento excesivo (“shielding effect”) de g-C₃N₄ sobre la superficie activa del ZnO, lo cual limita su exposición a la luz y reduce la generación eficiente de pares electrón-hueco. Además, el aumento de nitruro de carbono grafitico en la interfase ZnO/g-C₃N₄ puede favorecer procesos de recombinación superficial de las cargas fotoinducidas antes de que participen en las reacciones redox (Ahmed et al., 2024; Ishak et al., 2023).

Figura 12.

Curvas LSV bajo iluminación visible para los fotoelectrodos de ZnO y nanocompositos ZnO/g-C₃N₄.

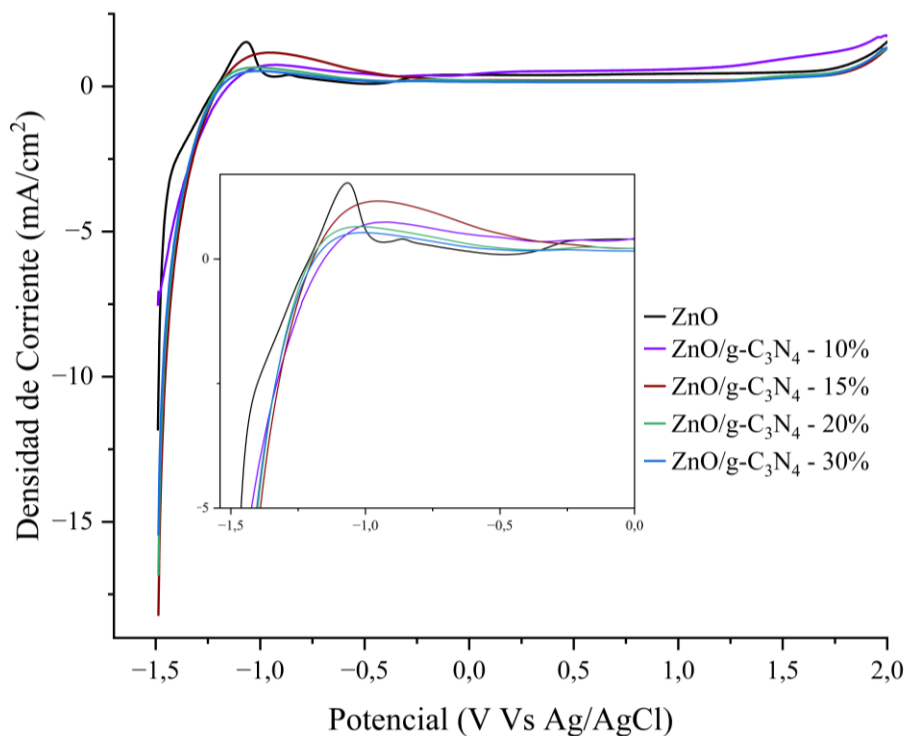


Bajo irradiación UV, todos los materiales presentan curvas con una similitud general a las obtenidas en oscuridad, lo que sugiere que el proceso electrolítico es predominante (ver Figura 13).

En particular, el nanocomposito con 15 % de g-C₃N₄ exhibe la mayor densidad de corriente catódica (~ -18 mA/cm²), lo que indica una respuesta fotoinducida favorable bajo este tipo de iluminación (similar a las pruebas bajo irradiación con luz visible). Por otra parte, el nanocomposito con 10 % de g-C₃N₄ muestra el inicio más temprano tanto para la HER como para la OER. No obstante, su densidad de corriente catódica es menor en comparación a los demás materiales, lo que sugiere que su eficiencia en la reacción de reducción está limitada, a pesar de su respuesta rápida.

Figura 13.

Curvas LSV bajo luz ultravioleta para los fotoelectrodos de ZnO y nanocompositos ZnO/g-C₃N₄.



Los materiales con 20 % y 30 % de g-C₃N₄ muestran un comportamiento similar al observado en oscuridad, con nulos incrementos en los valores de densidad de corriente, este efecto se atribuye al “shielding effect” y/o recombinación superficial, como se discutió previamente, debido a un exceso de g-C₃N₄ que limita la eficiencia del ZnO en la absorción de luz UV. Por otro lado, el ZnO puro presenta una actividad superior bajo luz UV en comparación con su desempeño en otras condiciones de iluminación, lo que se atribuye a su mayor capacidad de absorción en esta región espectral. Sin embargo, todos los nanocompositos (a excepción del 10%) superan al ZnO en términos de densidad de corriente catódica, lo que confirma que la incorporación de g-C₃N₄ mejora significativamente el comportamiento de los electrodos. En la Tabla 2 se resumen las

densidades de corriente catódica registradas para cada material en las tres condiciones de evaluadas.

Tabla 2.

Valores de densidad de corriente catódica en ausencia y presencia de luz para los fotoelectrodos de ZnO puro y los nanocompositos ZnO/g C₃N₄.

Densidad de Corriente (mA/cm²)			
Material	Oscuridad	VIS	UV
ZnO	9.40	9.30	11.8
ZnO/g-C ₃ N ₄ - 10%	10.0	26.2	7.50
ZnO/g-C ₃ N ₄ - 15%	16.0	18.6	18.2
ZnO/g-C ₃ N ₄ - 20%	17.2	16.9	16.8
ZnO/g-C ₃ N ₄ - 30%	15.4	14.6	15.4

5.2.2 Resultados de las Voltametrías Cíclicas

La Voltametría Cíclica (CV) se empleó como herramienta complementaria para estudiar en mayor profundidad el comportamiento redox, la reversibilidad de los procesos y la estabilidad operativa de los materiales seleccionados. Esta técnica permite analizar cómo varía la densidad de corriente en función del potencial aplicado durante múltiples ciclos, ofreciendo una visión dinámica de la transferencia de carga en los fotoelectrodos (Giménez Sixto et al., 2016).

A partir de los resultados obtenidos en los análisis DRS y las LSV, se seleccionaron el ZnO puro (como blanco) y los nanocompositos con 10 % y 15 % de g-C₃N₄ para esta etapa, puesto que mostraron consistentemente el mejor desempeño fotoelectroquímico. Los experimentos se realizaron en un rango de potencial de -1.5 V a 2.0 V vs Ag/AgCl, iniciando desde el potencial de circuito abierto (OCP) correspondiente a cada material. Se aplicaron cuatro velocidades de barrido (25 mV/s, 50 mV/s, 75 mV/s y 100 mV/s), registrando tres ciclos consecutivos por cada velocidad,

evaluando así, tanto la influencia del régimen de barrido como la estabilidad de la respuesta electroquímica bajo cada condición.

Las mediciones se llevaron a cabo bajo oscuridad, luz visible y luz ultravioleta (UV), logrando identificar cómo varía el comportamiento electroquímico en función del tipo de iluminación y de la velocidad de barrido, con la finalidad de comprender no solo la actividad intrínseca de los materiales, sino también su estabilidad operativa y el potencial de los nanocompositos como fotoelectrodos en procesos de evolución de hidrógeno.

5.2.2.1 Resultados de las CV para el óxido de zinc. La Figura 14 muestra las curvas de voltametría cíclica (CV) del electrodo de ZnO registradas bajo tres condiciones de iluminación: oscuridad, luz visible y luz ultravioleta, a una velocidad de escaneo de 25 mV/s.

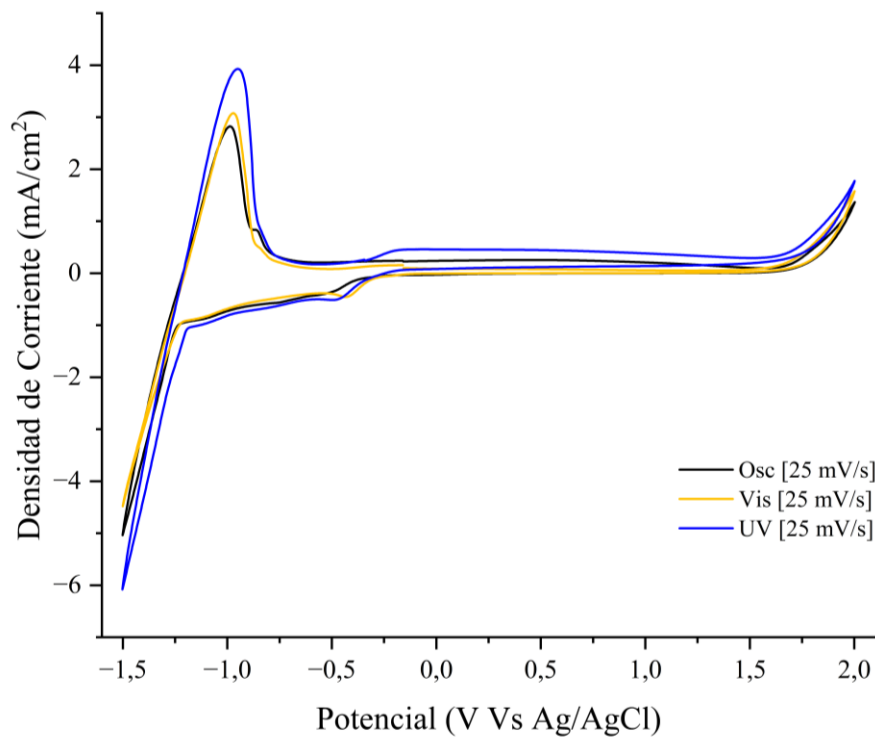
En oscuridad, la respuesta es predominantemente capacitiva, con una densidad de corriente relativamente baja en el intervalo de potencial entre -0.5 V y 1.0 V vs Ag/AgCl. La forma casi rectangular y simétrica del voltamograma, sin picos definidos, indica procesos típicos de almacenamiento de carga mediante la doble capa eléctrica (EDLC), sin contribuciones faradaicas significativas (Díaz et al., 2018; Kumar et al., 2022). Bajo iluminación visible se observa un ligero incremento en la densidad de corriente, lo que sugiere una excitación parcial del ZnO debida a la absorción de fotones con energía cercana a la banda prohibida (3.22 eV). Sin embargo, la mejora más significativa se registra bajo irradiación UV, donde se evidencia un aumento notable en la corriente anódica, atribuible a la generación eficiente de pares electrón-hueco (e^-/h^+) y su separación en el campo interno del ZnO. Este efecto fotocatalítico es más marcado en la región positiva del voltamograma (0 a 2.0 V vs Ag/AgCl), donde los electrones fotogenerados son transferidos al colector (ITO) y los huecos migran hacia la superficie para participar en reacciones de oxidación (OER).

En la región catódica (-1.2 V a -1.5 V vs Ag/AgCl), se presenta un aumento en la densidad de corriente, asociado a la superposición de dos procesos principales: (i) la reducción superficial del ZnO a Zn metálico, y (ii) la reacción de evolución de hidrógeno (HER). Fácilmente se observa que la reacción catódica inicia a potenciales ligeramente menores y la densidad de corriente es mayor bajo iluminación UV en comparación con las otras condiciones. Indicando una aceleración de la reacción inducida por la fotogeneración de portadores de carga bajo esta condición de iluminación. Adicionalmente, se identifica un pico de oxidación entre -1.0 V y -0.8 V, atribuido a la reoxidación del Zn metálico transitoriamente formado (ver Ecuación 5) (J. Y. Kim et al., 2020).



Figura 14.

Curvas CV a velocidad de barrido de 25 mV/s para los fotoelectrodos de ZnO en diferentes condiciones de iluminación (oscuridad, Vis, UV).

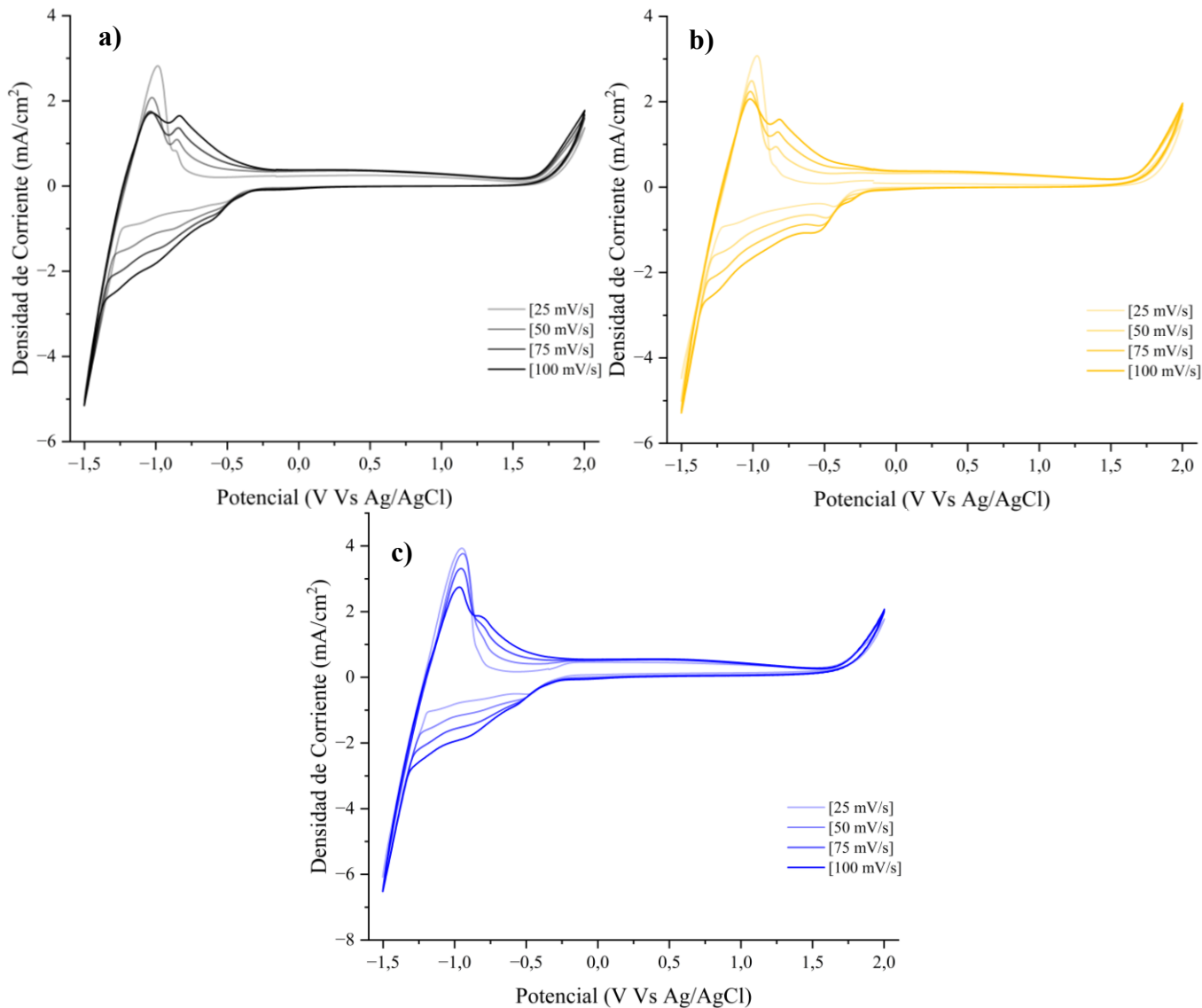


Las curvas de voltametría cíclica para el óxido de zinc a distintas velocidades de barrido (25 mV/s, 50 mV/s, 75 mV/s y 100 mV/s) en las tres condiciones de iluminación se muestran en la Figura 15. Los análisis evidencian una influencia significativa tanto de la velocidad de barrido como de la condición de iluminación sobre la respuesta electroquímica del electrodo de ZnO. A bajas velocidades de barrido, las curvas muestran una forma más definida y simétrica para todas las condiciones de iluminación. Sin embargo, al incrementar la velocidad de barrido, el voltamograma para las condiciones de oscuridad y luz visible (Figura 15 a) y b)) muestra un desdoblamiento del pico de anódico ubicado entre -1.2 V y -0.7 V vs Ag/AgCl, dando lugar a dos señales diferenciadas. Este fenómeno puede atribuirse a la naturaleza multietapa de la oxidación del Zn previamente reducido en la región catódica, donde especies intermedias como Zn(OH)_x transitorios pueden oxidarse a diferentes potenciales. Este comportamiento evidencia que el material no mantiene su estabilidad bajo las condiciones aplicadas, ya que el barrido de potencial provoca transformaciones en el material y, por ende, la degradación progresiva de la película (Dergacheva et al., 2016; Vazquez-Arenas et al., 2007).

La Figura 15(c) muestra que bajo irradiación UV, la separación de estos picos tiende a desaparecer incluso a altas velocidades de barrido (menores a 100 mV/s), lo que indica una mejora en los procesos de transferencia de carga. La fuerte absorción del ZnO en esta región espectral promueve una mayor generación de pares electrón-hueco, cuya separación favorecida minimiza los efectos de acumulación de carga y facilita la superposición de los procesos de oxidación consecutivos. Como resultado, las etapas de oxidación que anteriormente se resolvían como señales individuales se unen en un solo pico anódico más intenso y amplio, reflejando una dinámica fotoelectroquímica más rápida.

Figura 15.

Curvas CV a diferentes velocidades de barrido para los fotoelectrodos de ZnO en diferentes condiciones de iluminación: a) oscuridad, b) Luz visible y c) Luz UV.



5.2.2.2 Resultados de las CV para el nanocomposito ZnO/g-C₃N₄- 10%. La Figura 16

muestra las curvas de voltametría cíclica obtenidas para el nanocomposito ZnO/g-C₃N₄ - 10%, registradas a una velocidad de barrido de 25 mV/s bajo diferentes condiciones de iluminación. En condiciones de oscuridad, se observa una corriente catódica creciente a potenciales negativos,

atribuida al llenado progresivo de la banda de conducción (CB) del nanocomposito mediante la inyección de electrones desde el colector ITO (Guerrero-Araque, Acevedo-Peña, et al., 2017; Shalom et al., 2014). El voltamograma presenta una región amplia entre 0 y -1.0 V vs Ag/AgCl con forma cuasi-rectangular y sin picos definidos, lo que sugiere un comportamiento pseudocapacitivo asociado a procesos faradaicos superficiales rápidos y reversibles, facilitados por sitios activos en el nanocomposito (Augustyn et al., 2014). A potenciales menores a -1.25 V se observa un aumento significativo de la densidad de corriente catódica asociado a la HER.

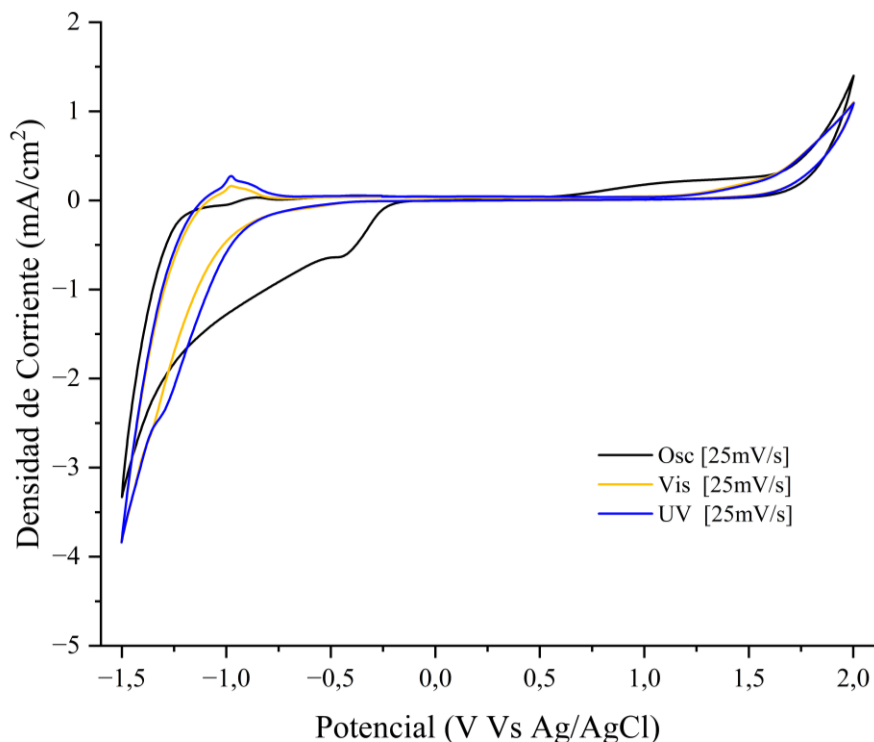
Al irradiar el fotoelectrodo con luz visible y UV, se observa un incremento en la densidad de corriente catódica, particularmente en la zona comprendida entre -1.0 V y -1.5 , correspondiente a la región típica de la HER. Este incremento es más pronunciado bajo iluminación UV, lo que sugiere una mayor eficiencia en la generación de pares electrón-hueco al usar este tipo de luz. Bajo irradiación visible y, de forma más pronunciada, bajo luz UV, el pico catódico ($-0,48$ V vs Ag/AgCl) asociado al llenado transitorio de trampas electrónicas superficiales desaparece y el voltamograma se estrecha considerablemente. Este comportamiento se atribuye a que la iluminación promueve la excitación de electrones desde la banda de valencia del nanocomposito hacia su respectiva banda de conducción, llenando previamente los sitios trampa y favoreciendo la transferencia de electrones (Bertoluzzi et al., 2013; Lee et al., 2022).

Otra característica notable es la presencia de un pico anódico entre -1.25 y -1.0 V durante el barrido inverso (catódico \rightarrow anódico), más evidente bajo iluminación. Este pico se interpreta como resultado de la desorción de especies iónicas adsorbidas durante el barrido directo, probablemente protones provenientes del electrolito. La aparición de este fenómeno sugiere un proceso de interacción transitoria entre la superficie del material y especies cargadas, lo que

refuerza el carácter pseudocapacitivo del sistema, al implicar almacenamiento temporal de carga en la interfaz electrodo/electrolito (Z. X. Liu et al., 2024).

Figura 16.

Curvas CV a velocidad de barrido de 25 mV/s para los fotoelectrodos de ZnO/g-C₃N₄ – 10% en diferentes condiciones de iluminación (oscuridad, Vis, UV).



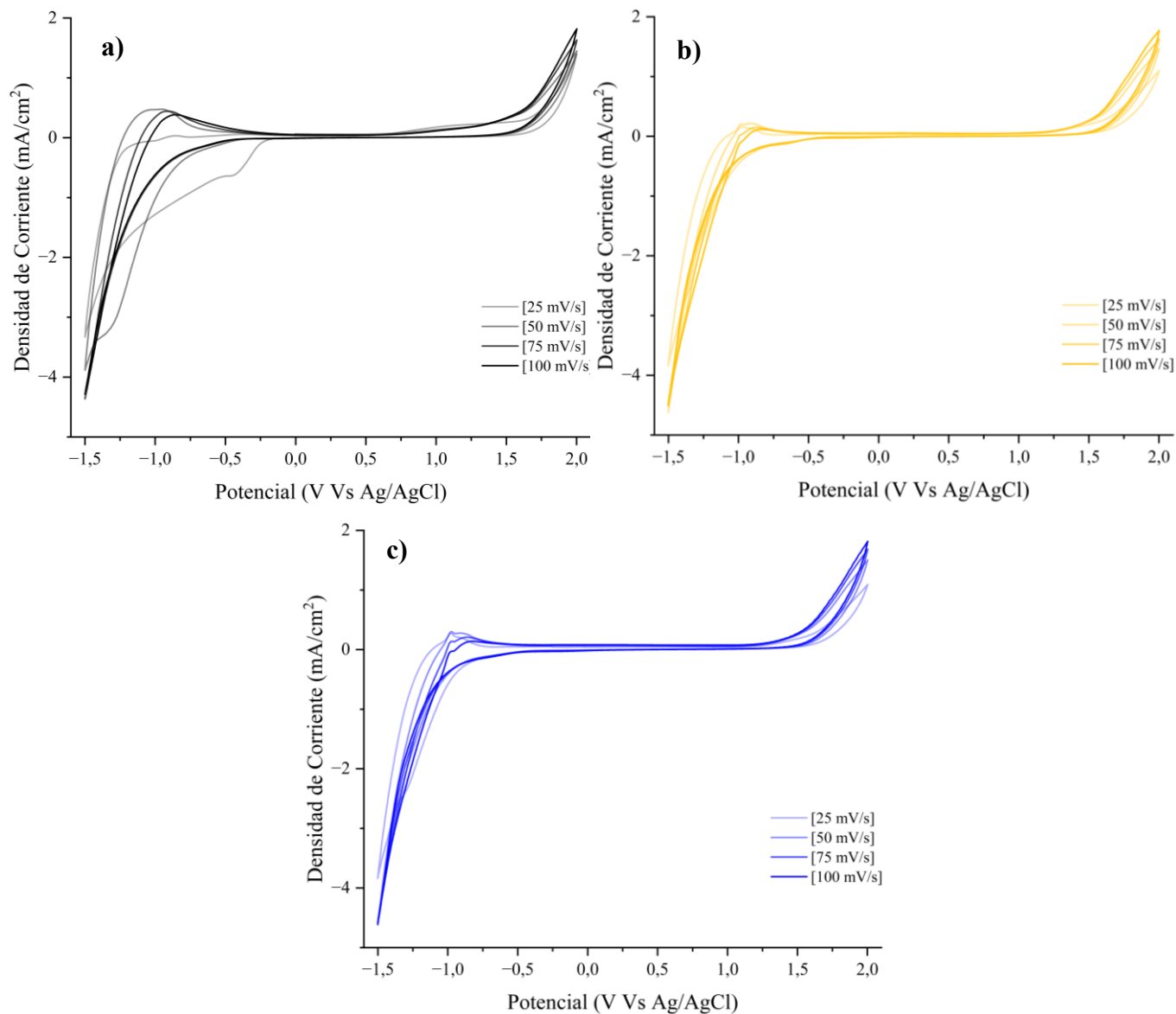
Es importante señalar que, en la región anódica correspondiente a los potenciales de la reacción de evolución de oxígeno (OER), no se observaron variaciones significativas en la densidad de corriente ni en la forma de las curvas de voltametría cíclica bajo las distintas condiciones de iluminación. Esto sugiere que la fotoactividad del nanocomposito ZnO/g-C₃N₄ - 10% está predominantemente asociada a procesos catódicos (HER).

Las CV obtenidas para el nanocomposito ZnO/g-C₃N₄ - 10%, registradas bajo velocidades de barrido de 25, 50, 75 y 100 mV/s, en las diferentes condiciones de iluminación se consignan en

la Figura 17. Las voltametrías cíclicas muestran un comportamiento claramente dependiente de la iluminación en la región catódica como se mencionó anteriormente.

Figura 17.

Curvas CV a diferentes velocidades de barrido para los fotoelectrodos de ZnO/g-C₃N₄ -10% en diferentes condiciones de iluminación: a) oscuridad, b) Luz visible y c) Luz UV.



En condiciones de oscuridad, las curvas muestran una disminución del área encerrada en la región catódica al incrementar la velocidad de barrido. Este comportamiento se asocia a transformaciones de estado sólido del semiconductor. Durante el barrido hacia potenciales negativos, el ZnO presente en el nanocomposito sufre una reducción parcial acompañada de la reacción de evolución de hidrógeno (como se discutió previamente). Bajo iluminación visible y, con mayor intensidad, bajo luz UV, se observa la aparición de un cruce entre las ramas directa e inversa de la CV en la región catódica. Dicho fenómeno refleja que los procesos involucrados no son reversibles, sino que implican una pérdida parcial de la estabilidad del material bajo irradiación (Dworschak et al., 2020; Q. Wang et al., 2022).

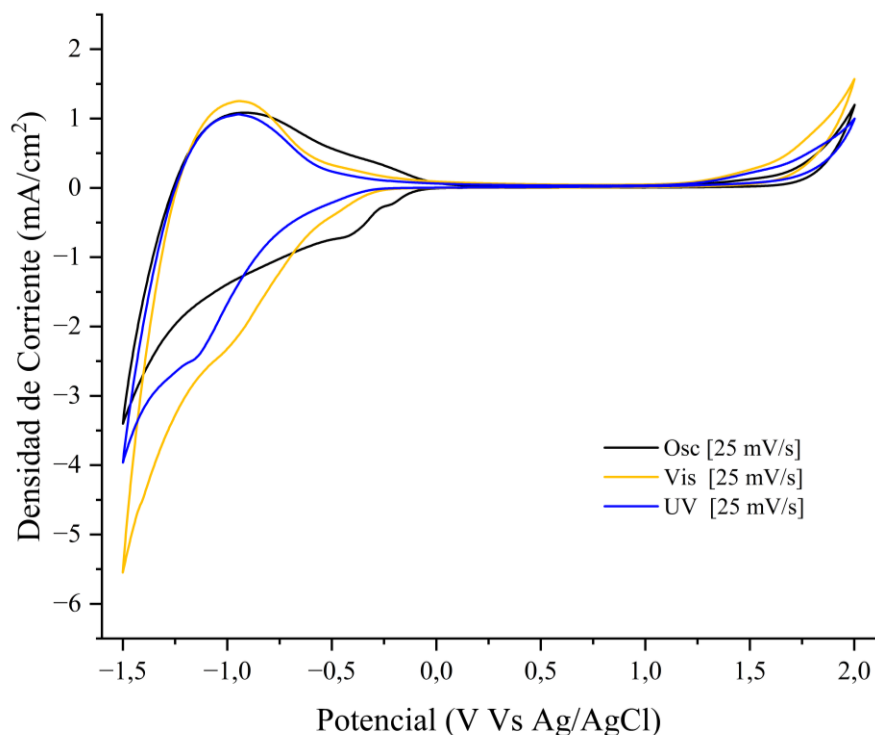
5.2.2.3 Resultados de las CV para el nanocomposito ZnO/g-C₃N₄ – 15%. Las curvas de voltametría cíclica obtenidas a una velocidad de barrido constante de 25 mV/s (en las tres condiciones de iluminación) para el nanocomposito de ZnO/g-C₃N₄ - 15% se registran en la Figura 18. En oscuridad, el nanocomposito exhibe el inicio de la reacción de reducción alrededor de -1.25 V vs Ag/AgCl, alcanzando una densidad de corriente catódica de aproximadamente -3.3 mA/cm² a -1.5 V. Este valor representa la actividad intrínseca del material en la reacción de evolución de hidrógeno en ausencia de fotogeneración de portadores de carga. Adicionalmente, se observa el mismo comportamiento señalado para el nanocomposito con 10% de g-C₃N₄, en donde se observa un aumento progresivo de la corriente catódica entre -0.25 y -1.0 V, asociada al llenado progresivo de la banda de conducción (CB) del semiconductor (Guerrero-Araque, Ramírez-Ortega, et al., 2017).

De manera complementaria, se puede observar que la irradiación del sistema con luz visible induce un aumento significativo en la densidad de corriente catódica, y promueve el inicio temprano de la reacción de reducción desplazándolo a potenciales menos negativos

(aproximadamente -0.8 V) y alcanzando una densidad de corriente catódica de alrededor de -5.7 mA/cm² casi el doble de la obtenida en oscuridad. Esta notable mejora bajo es una clara evidencia de la fotoactividad del nanocomposito en la región visible del espectro, lo cual se atribuye principalmente a la capacidad de absorción de luz y la fotogeneración de electrones por parte del g-C₃N₄. De manera similar, bajo irradiación UV, el nanocomposito también muestra un ligero incremento en la densidad de corriente catódica, con un valor de aproximadamente -4 mA/cm², no obstante, el potencial de inicio de la HER es muy similar al de la condición de oscuridad. La comparación entre las condiciones de iluminación destaca la efectividad del nanocomposito para aprovechar la energía luminosa y potenciar la HER, con una respuesta particularmente robusta bajo luz visible para esta composición del 15%.

Figura 18.

Curvas CV a velocidad de barrido de 25 mV/s para los fotoelectrodos de ZnO/g-C₃N₄ – 15% en diferentes condiciones de iluminación (oscuridad, Vis, UV).



Es importante mencionar que el área encerrada bajo las curvas de las CV puede correlacionarse con la cantidad de carga almacenada y liberada por el material durante el ciclo de potencial, lo cual se relaciona directamente con la pseudocapacitancia del electrodo como se mencionó anteriormente (Z. X. Liu et al., 2024). En el contexto de este nanocomposito y la reacción de evolución de hidrógeno, la pseudocapacitancia se atribuye principalmente a procesos redox superficiales reversibles. Específicamente, el proceso más relevante es la adsorción y desorción de hidrógeno atómico (Hads) en la superficie del material. Durante el barrido catódico se presenta la reacción de Volmer, en donde los electrones fotogenerados se utilizan para reducir el agua y formar Hads, los cuales se almacenan temporalmente en la superficie (Giménez Sixto & Bisquert Juan, 2016). Al invertir el barrido, estos Hads pueden desorberse u oxidarse, liberando la carga almacenada. La mayor generación de portadores de carga por la luz (especialmente la luz visible) aumenta la disponibilidad de electrones en la superficie, facilitando una mayor formación reversible de Hads y, por ende, una mayor cantidad de carga transferida en el ciclo. Esta mayor transferencia de carga se manifiesta directamente como una expansión significativa del área encerrada por las curvas, lo que subraya la capacidad mejorada del nanocomposito para almacenar y transferir electrones de manera eficiente, potenciando la eficiencia de la producción de hidrógeno.

En la Figura 19 se consignan las curvas de voltametría cíclica obtenidas para el nanocomposito de ZnO/g-C₃N₄ - 15% a distintas velocidades de barrido (25, 50, 75 y 100 mV/s) y bajo diversas condiciones de iluminación (oscuridad, luz visible y luz UV). En general, se observa que la densidad de corriente aumenta con la velocidad de barrido, tanto en la dirección catódica como anódica, este incremento es más pronunciado bajo iluminación (visible y UV), destacando una mayor generación y separación de pares electrón-hueco inducida por la luz.

En oscuridad las CV revelan que el pico de desorción/oxidación, localizado aproximadamente entre -1.2 V y -0.5 V, tiende a volverse más ensanchado a medida que se incrementa la velocidad de barrido. Este comportamiento sugiere que la velocidad de los procesos superficiales involucrados, tales como la desorción de especies de hidrógeno adsorbidas (Hads), no es intrínsecamente rápida en ausencia de luz. A velocidades de barrido lentas, las reacciones tienen tiempo suficiente para completarse en un rango de potencial más limitado, resultando en picos más definidos. Sin embargo, a medida que la velocidad de barrido aumenta, el sistema pasa más rápidamente por el rango de potencial, y los procesos de desorción/oxidación no pueden seguir el ritmo de manera óptima, forzando la reacción a extenderse sobre un rango de potenciales más amplio, manifestándose como un pico más ensanchado y difuso (Bard & Faulkner, 2001).

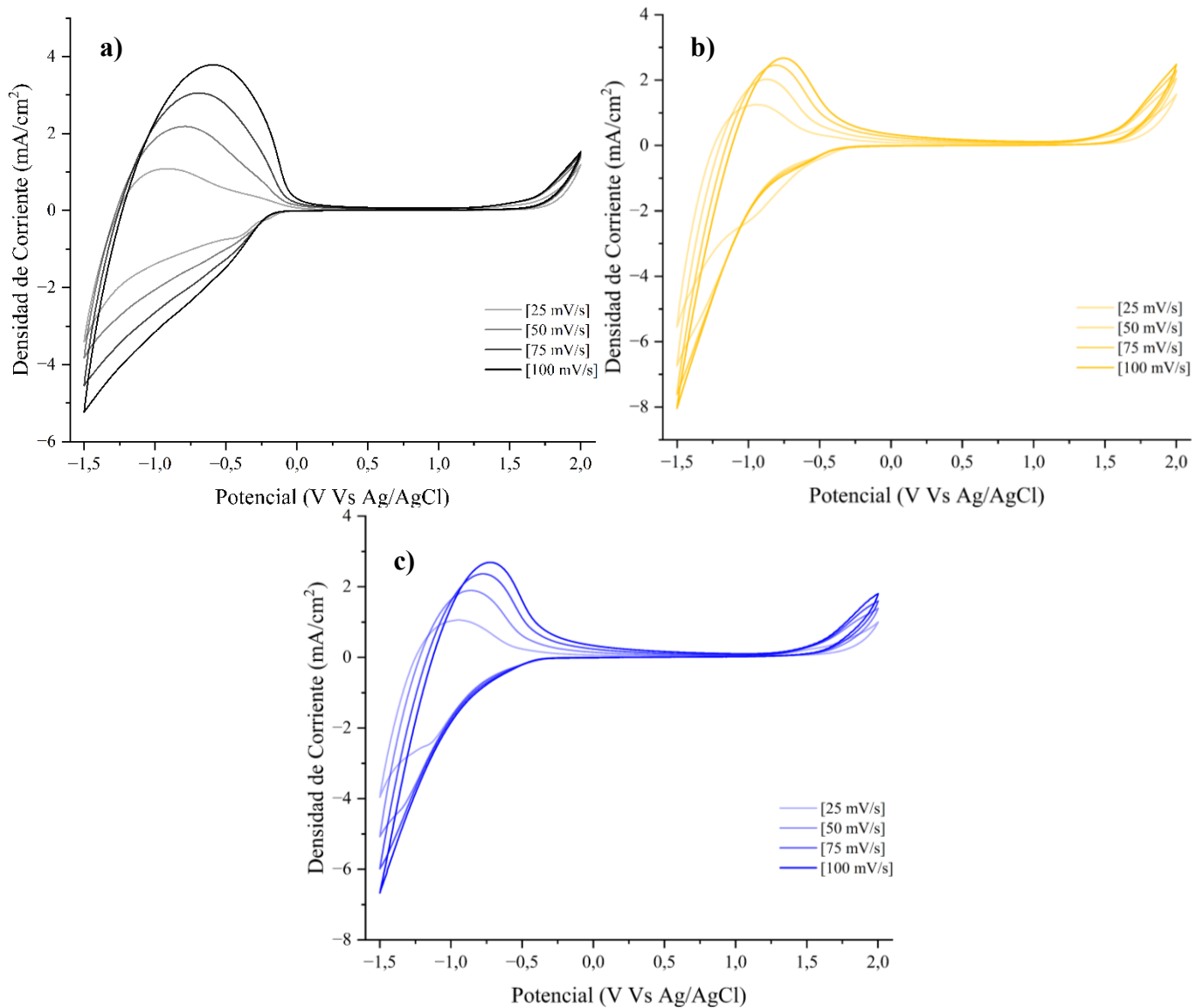
Contrariamente a lo observado en oscuridad, bajo iluminación (especialmente visible), este pico anódico tiende a mantener su definición o incluso a verse menos ancho a medida que aumenta la velocidad de barrido, a pesar del incremento en la magnitud de la corriente. Esta diferencia fundamental se explica por la generación fotoinducida de portadores de carga (electrones). La mayor disponibilidad de electrones acelera significativamente la velocidad de las reacciones superficiales, incluyendo la formación de hidrógeno molecular (H_2) y la desorción de Hads. Una velocidad de reacción más rápida permite que estas reacciones ocurran en un rango de potencial más estrecho y definido, incluso a altas velocidades de barrido, ya que la energía luminosa contribuye a superar las barreras de activación.

Un contraste notable en el comportamiento fotoelectroquímico se observa al comparar las curvas del nanocomposito de ZnO/g-C₃N₄ - 10% con las del 15%. Mientras que en la composición del 10% se aprecia el cruce de la rama directa (anódica a catódica) y la rama inversa (catódica a

anódica) en la región de la HER (particularmente bajo iluminación y a velocidades de barrido elevadas), este cruce está ausente en las CV correspondientes del nanocomposito al 15%.

Figura 19.

Curvas CV a diferentes velocidades de barrido para los fotoelectrodos de ZnO/g-C₃N₄ -15% en diferentes condiciones de iluminación: a) oscuridad, b) Luz visible y c) Luz UV.



La ausencia del cruce en las curvas del ZnO/g-C₃N₄ - 15%, incluso a mayores velocidades de barrido y bajo iluminación, sugiere una mejora significativa en la velocidad de los procesos

superficiales de la HER. Esta proporción de 15% de g-C₃N₄ optimiza la transferencia de carga en la interfaz electrodo/electrolito y, crucialmente, promueve una velocidad de reacción en la que los intermediarios de hidrógeno se desorben o se recombinan a H₂ eficientemente (Giménez Sixto & Bisquert Juan, 2016).

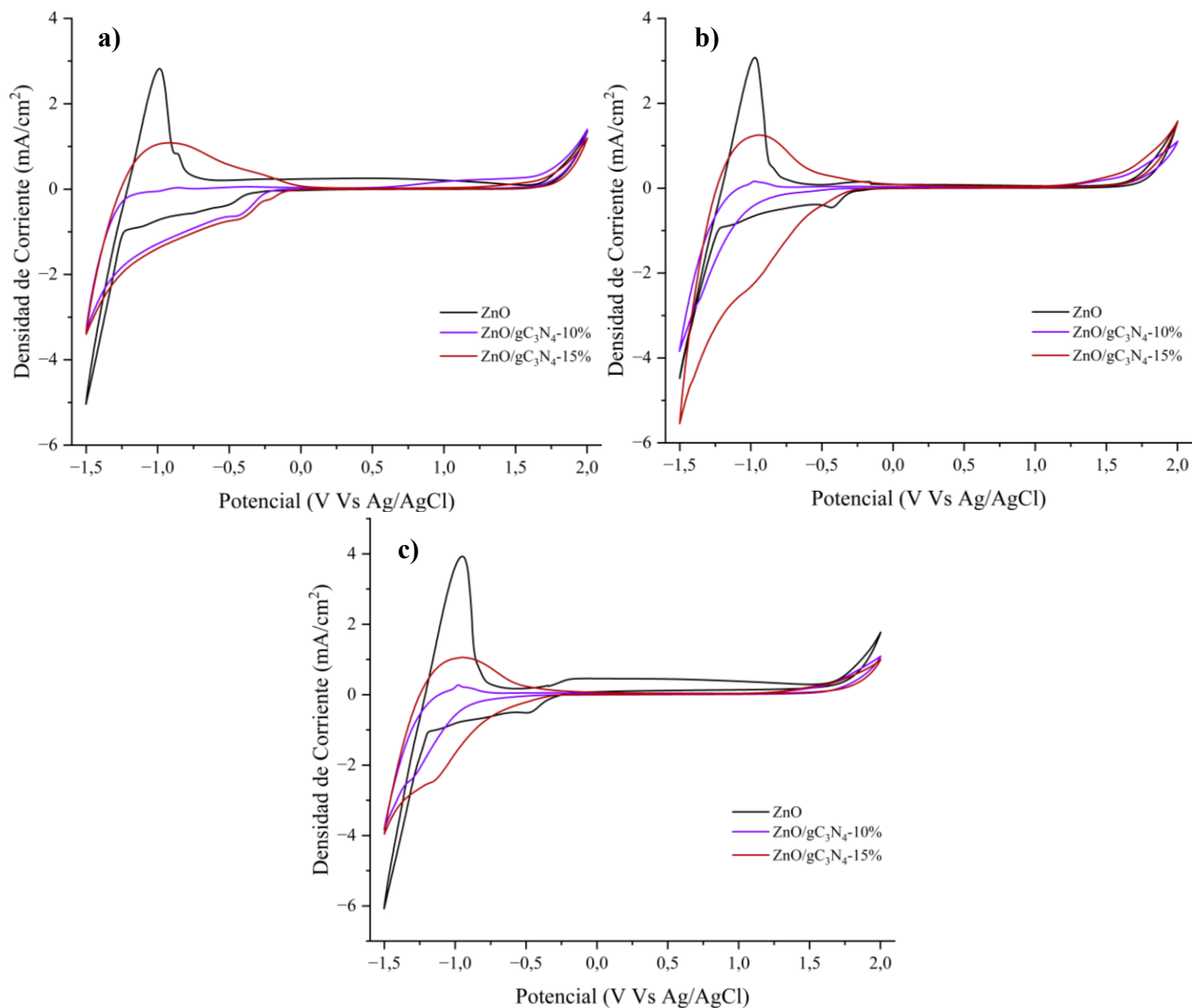
5.2.2.4 Análisis comparativo de las curvas CV para ZnO y nanocompositos de ZnO/g-C₃N₄ (10% y 15%) bajo condiciones de oscuridad, luz visible y luz UV. Las curvas de voltametría cíclica obtenidas para el óxido de zinc puro y los nanocompositos de ZnO/g-C₃N₄ al 10% y 15 a una velocidad de barrido de 25 mV/s, bajo condiciones de oscuridad, luz visible y luz UV se muestran en la Figura 20.

En ausencia de luz, el electrodo de ZnO exhibe un aumento abrupto en la densidad de corriente catódica (con un máximo de aproximadamente -4.5 mA/cm²) entre de -1.3 y -1.5 V vs Ag/AgCl. Esta señal en el ZnO está relacionada con la reacción de evolución de hidrógeno, pero también incluye contribuciones de la reducción del óxido de zinc a Zn metálico o especies intermedias como se mencionó anteriormente. La incorporación de g-C₃N₄, tanto al 10% como al 15%, modera esta actividad en oscuridad, los nanocompositos ZnO/gC₃N₄-10% y ZnO/gC₃N₄-15% muestran densidades de corriente pico (en la zona catódica) de aproximadamente -3.2 mA/cm² y -3.3 mA/cm² respectivamente. Esta disminución inicial de la corriente catódica en oscuridad en los nanocompositos es crucial si consideramos que la formación de la heterounión ZnO/g-C₃N₄ estabiliza el óxido de zinc, de manera que las reacciones correspondientes a la reducción del ZnO y la reoxidación del Zn elemental se ven suprimidas o disminuidas.

La irradiación con luz visible induce un incremento en la densidad de corriente catódica para ambos nanocompositos, en contraste con el ZnO puro. El óxido de zinc no muestra un cambio significativo en su actividad bajo luz visible en comparación con la oscuridad.

Figura 20.

Curvas CV a velocidad de barrido de 25 mV/s para los fotoelectrodos de ZnO, ZnO/g-C₃N₄ (10% y 15%) en diferentes condiciones de iluminación: a) oscuridad, b) luz visible y c) luz UV.



Sin embargo, los nanocompositos ZnO/gC₃N₄-10% y ZnO/gC₃N₄-15% exhiben un aumento en la corriente de reducción, con el nanocomposito al 15% iniciando la HER a menores potenciales que los demás materiales y alcanzando una densidad de corriente catódica de

aproximadamente -5.7 mA/cm^2 . Bajo irradiación UV, todos los materiales muestran una mejora en su rendimiento con respecto a la condición de oscuridad. El ZnO puro experimenta un aumento considerable en la densidad de corriente catódica, alcanzando un pico de aproximadamente -6.0 mA/cm^2 , lo que confirma su fotoactividad intrínseca en la región UV.

La comparación global de estas curvas de CV a 25 mV/s demuestra convincentemente que la formación e implementación como fotocátodos de nanocompuestos de ZnO/g-C₃N₄ es una estrategia efectiva para mejorar la eficiencia de la HER bajo condiciones de iluminación. En esta investigación la composición de **ZnO/gC₃N₄-15%** emerge como el material más prometedor para la producción fotoelectrocatalítica de hidrógeno, exhibiendo las mayores densidades de corriente bajo luz visible.

5.2.3 Resultados de la Espectroscopía de Impedancia Electroquímica

En la búsqueda de una comprensión más profunda de los procesos que ocurren en la interfaz electrodo/electrolito, se llevó a cabo un estudio de Espectroscopía de Impedancia Electroquímica (EIS) bajo las tres condiciones de iluminación para los electrodos de ZnO puro, ZnO/gC₃N₄-10% y ZnO/gC₃N₄-15%. Los experimentos se realizaron utilizando la misma configuración de tres electrodos de las pruebas anteriores.

El potencial de trabajo seleccionado fue de **$-0.8 \text{ V vs Ag/AgCl}$** , ya que este valor se encuentra en la región catódica donde, según los estudios voltamétricos previos, se observó una significativa actividad fotoinducida. Este potencial representa un punto operativo relevante para estudiar la eficiencia en la separación y transporte de carga, antes de que los procesos de transporte de masa o la formación excesiva de burbujas de hidrógeno dominen completamente la respuesta.

Las mediciones de impedancia se realizaron en un rango de frecuencias desde **0.1 Hz hasta 200 kHz**, aplicando una señal de perturbación sinusoidal de **10 mV de amplitud**. Este amplio

rango de barrido permite explorar tanto los procesos rápidos de transferencia electrónica (en altas frecuencia) como los fenómenos más lentos relacionados con la difusión iónica y la acumulación de carga (en bajas frecuencia), proporcionando una visión integral del comportamiento interfacial de los fotoelectrodos bajo diferentes condiciones de iluminación.

A partir de los datos obtenidos por EIS, se construyeron los diagramas de Nyquist para los materiales bajo las tres condiciones de iluminación (como se aprecia en la Figura 21). En los diagramas de Nyquist se grafican los valores del componente imaginario de la impedancia (Z'') en función del componente real (Z') para el rango de frecuencias estudiado, cada punto de la curva corresponde a una frecuencia específica. Típicamente, la forma del diagrama permite distinguir distintos procesos dentro de la celda electroquímica: el intercepto con el eje real (Z') a altas frecuencias representa la resistencia óhmica de la solución (**R_s**) y los componentes electrónicos del sistema, un semicírculo en la región de alta frecuencia indica la resistencia de transferencia de carga (**R_{ct}**) en la interfaz electrodo/electrolito, mientras que una cola inclinada en baja frecuencia puede estar relacionada con fenómenos de difusión de masa (componente de Warburg). En sistemas con comportamiento pseudocapacitivo, la transición entre el semicírculo y la cola puede presentar características intermedias. Así, los diagramas de Nyquist permiten evaluar de forma no destructiva parámetros fundamentales como la resistencia interna del sistema, la eficiencia de separación de carga en el electrodo, y el tipo de almacenamiento electroquímico predominante (Lazanas & Prodromidis, 2023).

En el gráfico de Nyquist para el fotoelectrodo de ZnO, se observa un semicírculo bien definido cuyo radio es considerablemente mayor en oscuridad, lo cual indica una alta resistencia de transferencia de carga. Al aplicar luz visible, el radio del semicírculo disminuye, reflejando una mejora en la movilidad y separación de los portadores fotogenerados. Esta tendencia se acentúa

bajo luz UV, en donde el ZnO presenta una mayor capacidad de absorción, traduciéndose en una transferencia de carga más eficiente. Este comportamiento es consistente con los análisis de CV que se realizaron previamente. El comportamiento de los datos experimentales del ZnO se ajustó al circuito equivalente mostrado en la Figura 21 (d), El modelo representa un proceso de transferencia de carga simple en la interfaz electrodo–electrolito, donde el elemento de fase constante (CPE_{dl-SCZ}) describe la respuesta capacitiva combinada de la doble capa eléctrica y de la región de carga espacial, con desviaciones de un comportamiento puramente ideal ($n \approx 0.86$).

Para los nanocompuestos ZnO/g-C₃N₄-10% y ZnO/g-C₃N₄-15%, el ajuste se realizó con el circuito equivalente mostrado en la Figura 21 (e). Este modelo refleja con mayor precisión los procesos concurrentes de transferencia de carga y almacenamiento superficial, así como la existencia de estados interfaciales asociados a la heterounión ZnO/g-C₃N₄. En este caso, el elemento CPE_{dl-SCZ} nuevamente se asocia a la capacitancia de la doble capa y a la región de carga espacial del material, mientras que el CPE_{seu} describe fenómenos pseudocapacitivos vinculados a la acumulación superficial de carga (Elsayed et al., 2023).

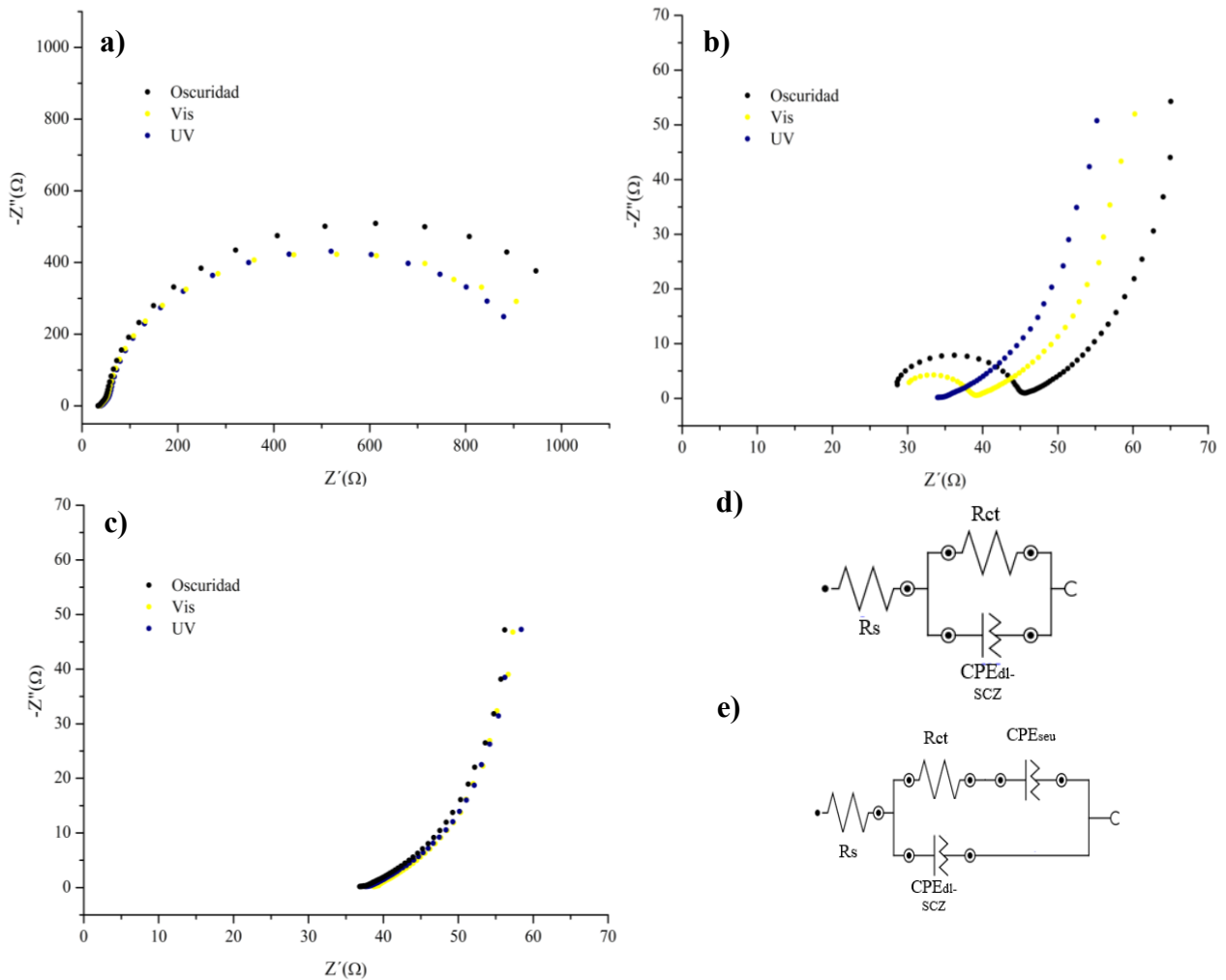
En los diagramas de Nyquist es evidente que al incorporar un 10% de g-C₃N₄ al ZnO se produce una marcada reducción en el tamaño del semicírculo bajo todas las condiciones de iluminación, lo que revela una disminución significativa en la Rct.

Este resultado reafirma la formación efectiva de una heterounión ZnO y g-C₃N₄, que facilita la separación de cargas y mejora la conducción electrónica en la interfase. Bajo iluminación visible y UV, el radio del semicírculo disminuye aún más, destacando la sinergia fotoactiva entre ambos materiales (Gao et al., 2020; Nasit et al., 2025; J. Zhang et al., 2021). Además, en la región de baja frecuencia se observa una curva inclinada con pendiente entre 45° y 60°, típica de materiales con comportamiento pseudocapacitivo. Esta inclinación indica una mezcla de fenómenos capacitivos

y faradaicos superficiales, frecuentemente reportados en sistemas con heteroestructuras semiconductor-semiconductor (Elsayed et al., 2023).

Figura 21.

Diagramas de Nyquist de a) ZnO Puro, b) ZnO/g-C₃N₄ - 10% y c) ZnO/g-C₃N₄ - 15% bajo diferentes condiciones de iluminación, circuitos equivalentes d) CE ZnO y e) CE ZnO/g-C₃N₄ - 10% y ZnO/g-C₃N₄ - 15%,



En el caso del nanocomposito con 15% de g-C₃N₄, se evidencia un comportamiento electroquímico aún más favorable. Se reporta un semicírculo (casi imperceptible) claramente

menor que el de los otros materiales, que disminuye aún más bajo irradiación (Vis y UV), indicando que la resistencia de transferencia de carga es muy baja dentro del rango de frecuencias analizado. La respuesta en la gráfica de Nyquist está dominada por una línea inclinada desde las frecuencias medias hacia las bajas, con una pendiente asociada a una pseudocapacitancia pronunciada (Esfandian et al., 2024).

En los materiales con 10% y 15% de g-C₃N₄, los valores de n para CPE_{dl-SCZ} (0.830–0.930) indican una desviación leve del comportamiento capacitivo ideal, atribuible a la rugosidad superficial y a la distribución heterogénea de sitios activos en la interfase. Por su parte, los valores de Y_0CPE_{seu} ($17,4 \times 10^{-3}$ - $28,5 \times 10^{-3} S \cdot s^n$) y los exponentes $n < 0.750$ confirman una contribución pseudocapacitiva significativa, coherente con la inclinación de 45–60° observada en la región de baja frecuencia de los diagramas de Nyquist. Este tipo de respuesta mixta (capacitiva–faradaica) podría asociarse con mecanismos de almacenamiento superficial de carga y con la participación de estados intermedios en los procesos de recombinación.

Lo anterior, sugiere que el transporte de carga es sumamente eficiente con ambos materiales compuestos, y que la contribución de procesos de almacenamiento de carga pseudocapacitivo juega un rol clave en la HER. No obstante, los análisis confirman que el nanocomposito con 15% de g-C₃N₄ presenta el mejor comportamiento fotoelectroquímico con respecto a los demás materiales.

En la Tabla 3 se presenta un resumen de los parámetros obtenidos mediante espectroscopia de impedancia electroquímica, incluyendo la resistencia de la solución (R_s) y, crucialmente, la resistencia de transferencia de carga (R_{ct}), para cada uno de los materiales (ZnO puro, ZnO/g-C₃N₄ - 10% y 15%) bajo las diferentes condiciones de iluminación (oscuridad, luz visible y UV).

Tabla 3.

Parámetros de ajuste obtenidos del análisis EIS para los fotoelectrodos de ZnO puro y los nanocompositos ZnO/g C₃N₄ - 10% y ZnO/g C₃N₄ - 15%.

Material	Rs (Ω)	Rct (Ω)	YoCPE _{dl-scZ} (S·s ⁿ)	n	YoCPE _{scu} (S·s ⁿ)	n
Oscuridad						
ZnO	33,4	1,10×10 ³	3,90×10 ⁻³	0,860		
ZnO/g-C ₃ N ₄ - 10%	26,8	19,8	2,70×10 ⁻⁶	0,830	24,1×10 ⁻³	0,670
ZnO/g-C ₃ N ₄ - 15%	37,4	1,20	15,4×10 ⁻⁶	0,840	26,2×10 ⁻³	0,690
Luz visible						
ZnO	35,4	971	3,80×10 ⁻³	0,860		
ZnO/g-C ₃ N ₄ - 10%	28,8	9,40	9,20×10 ⁻⁶	0,930	25,6×10 ⁻³	0,720
ZnO/g-C ₃ N ₄ - 15%	38,5	0,600	33,1×10 ⁻⁶	0,860	27,1×10 ⁻³	0,760
Luz UV						
ZnO	37,8	938	3,80×10 ⁻³	0,860		
ZnO/g-C ₃ N ₄ - 10%	33,7	1,30	9,10×10 ⁻⁶	0,850	17,4×10 ⁻³	0,640
ZnO/g-C ₃ N ₄ - 15%	37,7	0,600	14,2×10 ⁻⁶	0,860	28,5×10 ⁻³	0,630

Finalmente, es importante resaltar que todos los análisis de espectroscopía de impedancia electroquímica fueron verificados mediante la aplicación del criterio de Kramers–Kronig utilizando el software NOVA (Metrohm-Autolab), con el fin de confirmar la linealidad, estabilidad y causalidad de los sistemas analizados. En todos los casos, los espectros ajustados cumplieron satisfactoriamente dicho criterio, presentando errores relativos inferiores al 5%. Los resultados detallados de esta verificación se presentan en los Apéndices A, B y C.

5.2.4 Cuantificación del hidrógeno producido

La cuantificación del hidrógeno generado por los electrodos de ZnO y los nanocompositos ZnO/g-C₃N₄ (10% y 15%) se realizó bajo las mismas condiciones experimentales empleadas en los ensayos electroquímicos, utilizando una celda de tres electrodos y Na₂SO₄ 0.1 M como

electrolito. Las pruebas se efectuaron bajo dos condiciones: oscuridad e irradiación con luz visible, aplicando un potencial constante de -0.8 V vs Ag/AgCl, el mismo utilizado en las mediciones de espectroscopía de impedancia electroquímica. Adicionalmente, se empleó argón para garantizar una atmósfera inerte y a la vez como gas de arrastre.

Cada ensayo se llevó a cabo por duplicado, manteniendo un tiempo de medición de 10 minutos, el cual se determinó experimentalmente como el intervalo óptimo para asegurar la hermeticidad del sistema y minimizar la pérdida del gas producido. La detección y cuantificación del H_2 se realizó empleando un detector de gases Dräger X-am 8000.

En la Figura 22 se presentan los valores de producción de H_2 ($\mu\text{mol}/\text{cm}^2$) obtenidos para cada material. El ZnO puro exhibe producción de hidrógeno nula bajo ambas condiciones. En contraste, los nanocompositos ZnO/g- C_3N_4 producen hidrógeno en las dos condiciones (oscuridad y luz visible), no obstante, la producción de hidrógeno bajo luz visible es significativamente mayor, evidenciando la contribución del g- C_3N_4 en la extensión de la absorción hacia el rango visible y en la mejora de la separación de cargas fotogeneradas. En oscuridad, ambos materiales compuestos presentan una producción moderada de H_2 ($231 \mu\text{mol}/\text{cm}^2$), atribuible a procesos puramente electroquímicos. Bajo irradiación visible, las tasas de producción aumentan drásticamente, alcanzando aproximadamente $1040 \mu\text{mol}/\text{cm}^2$ para el nanocomposito con 10% de g- C_3N_4 y $1386 \mu\text{mol}/\text{cm}^2$ para el de 15%, aproximadamente 6 veces más que la producción de hidrógeno en oscuridad. Este incremento confirma la naturaleza fotoasistida del proceso y su dependencia directa de la proporción de g- C_3N_4 incorporada.

Adicionalmente, en la Tabla 4 se resumen los valores de producción de hidrógeno para los materiales en las dos condiciones de iluminación señaladas

Figura 22.

Resultados de producción de hidrógeno para el ZnO Puro y los nanocompositos ZnO/g-C₃N₄ - 10% y 15% bajo oscuridad y luz visible.

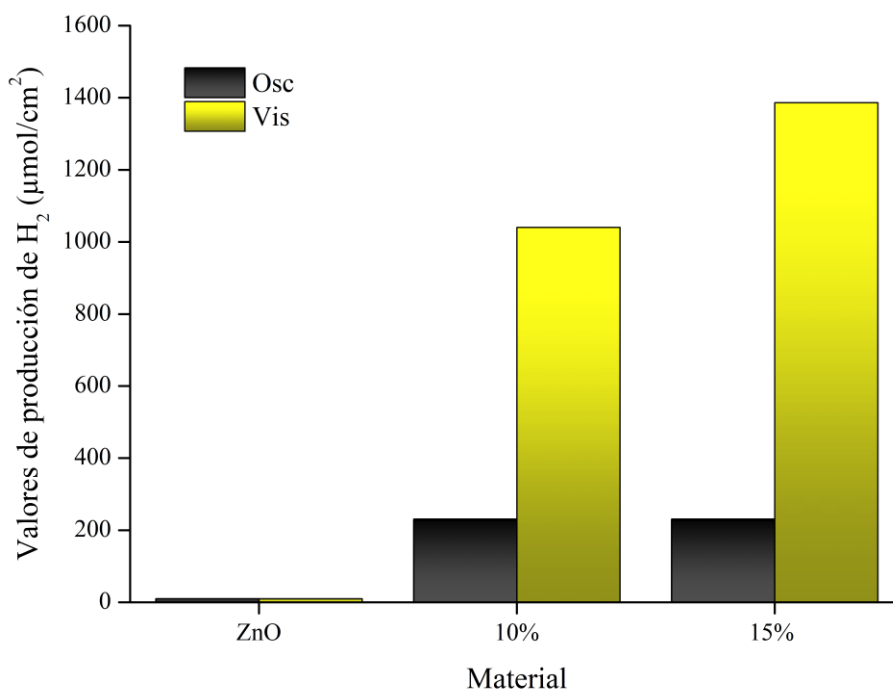


Tabla 4.

Valores de producción de hidrógeno para el ZnO puro y los nanocompositos ZnO/g C₃N₄ - 10% y ZnO/g C₃N₄ - 15%.

Material	Valores de producción de H ₂ ($\mu\text{mol}/\text{cm}^2$)	
	Oscuridad	Luz visible
ZnO	0	0
ZnO/g-C ₃ N ₄ -10%	231,0	1040
ZnO/g-C ₃ N ₄ -15%	231,0	1386

Los resultados experimentales de producción de H₂ se encuentran dentro de rangos consistentes, al compararlos con los valores reportados en la literatura para distintos

nanocompuestos basados en ZnO o g-C₃N₄. Li et al. (2024) sintetizaron una heterounión tipo S entre pg C₃N₄ y β FeOOH, empleando un fotoánodo en una celda de tres electrodos con KOH 1 mol L⁻¹ (pH 13.6) y un sesgo de -0.40 V vs RHE. La tasa de producción de hidrógeno del compuesto óptimo (0.2 pg C₃N₄/β FeOOH) alcanzó 1452.88 μmol.cm⁻².h⁻¹ bajo iluminación (X. B. Li et al., 2024). Así mismo, Kiran Babu et al. (2023) prepararon un heterocompuesto NiCo₂O₄@g C₃N₄ mediante descomposición térmica para la generación de hidrógeno bajo luz solar simulada (UV visible). Los nanocompositos lograron tasas máximas de producción de 3533 y 2560 μmol.h⁻¹.g⁻¹, superando las de los materiales puros NiCo₂O₄ (2334 μmol.h⁻¹.g⁻¹) y g C₃N₄ (2056 μmol.h⁻¹.g⁻¹) (Babu et al., 2023). De manera análoga, Masoumi et al. (2023) fabricaron un fotoánodo de ZnO/α-Fe₂O₃/g-C₃N₄ con estructura de doble heterounión para mejorar la separación de cargas y la absorción de luz en la división fotoelectroquímica del agua. Las pruebas se realizaron en una celda de tres electrodos, con electrolito de NaOH 1 M (pH ≈14) bajo irradiación de 100 mW cm⁻² y a un potencial de 1.23 V vs RHE. El fotoelectrodo generó 29.28 μmol.cm⁻² de H₂ 2 horas de iluminación continua (Masoumi et al., 2023).

5.2.5 Resultados de la Microscopía Electrónica de Barrido

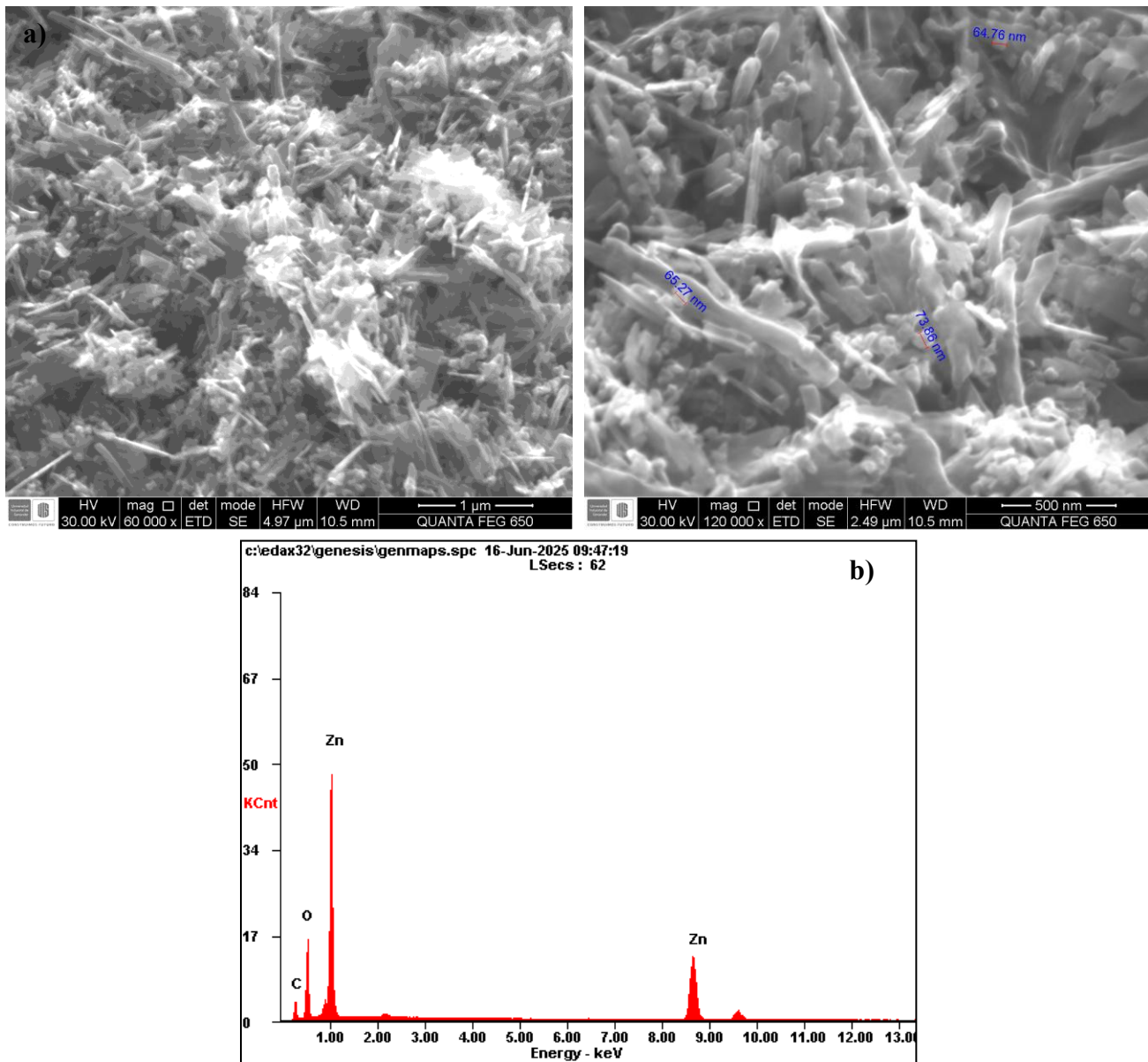
La morfología superficial y la distribución elemental de los precursores individuales, ZnO, g-C₃N₄ y los nanocompositos con 10% y 15% de g-C₃N₄, analizó mediante el uso de microscopía electrónica de barrido (SEM) y espectroscopía de dispersión de energía de rayos X (EDS).

Las micrografías y los análisis EDS obtenidos para el óxido de zinc puro se observan en la Figura 23. Las imágenes muestran que el ZnO puro está compuesto principalmente por partículas de morfología irregular, con tendencia a la aglomeración. Se evidencia una distribución de tamaños heterogénea (entre el rango nanométrico y micrométrico). Las partículas no presentan una forma

cristalina bien definida, como nanorods, nanoflores o nanopartículas en general, sino que aparecen como estructuras compactas con superficies rugosas y contornos irregulares.

Figura 23.

a) Imágenes SEM y b) resultados EDS para la muestra de ZnO puro.



Por otro lado, los espectros EDS revelaron claramente la presencia de los picos característicos correspondientes a los elementos zinc (Zn) y oxígeno (O), en proporciones que son

consistentes con la formación de óxido de zinc. Adicionalmente, se detectó una pequeña señal asociada al carbono (C). La presencia de carbono es un hallazgo común en los análisis EDS y se atribuye principalmente a contaminación superficial por la adsorción de compuestos orgánicos volátiles del ambiente (Goldstein et al., 2018).

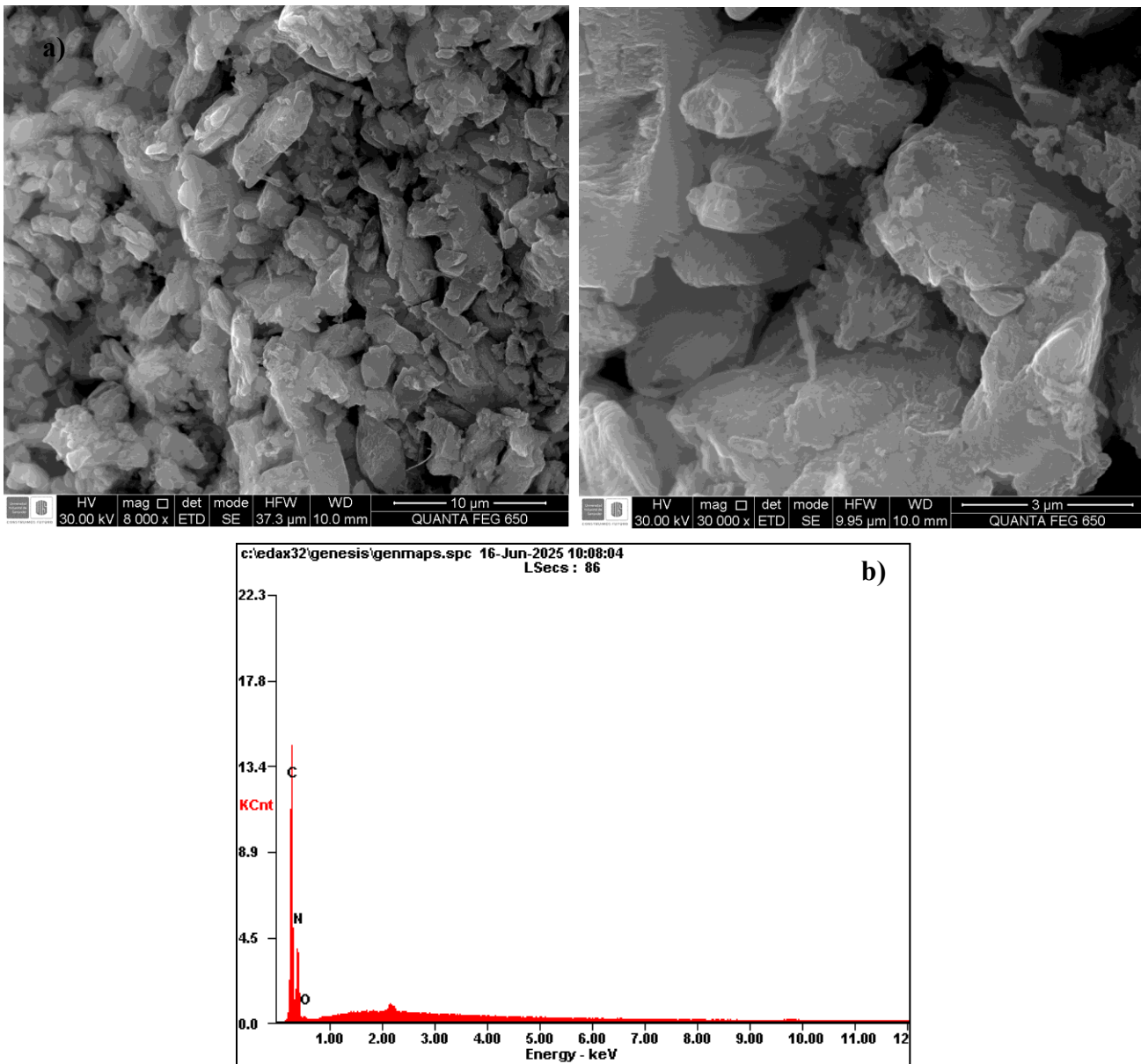
Las imágenes SEM y el espectro EDS para el $g\text{-C}_3\text{N}_4$ se consignan en la Figura 24. El “bulk” de nitruro de carbono grafitico está compuesto por estructuras de tipo laminar o en capas, lo que es consistente con su naturaleza polimérica y grafitica bidimensional. Se observan hojas delgadas y plegadas que tienden a formar aglomerados irregulares y estructuras apiladas.

La superficie de estas láminas puede presentarse con cierta rugosidad o irregularidades, y en algunos puntos se aprecian bordes definidos que resaltan su naturaleza laminar. La aglomeración de estas láminas es evidente, formando "clusters" de tamaño variable. Esta tendencia a la aglomeración es común en materiales 2D debido a las fuerzas de van der Waals entre las capas, que pueden limitar la exfoliación completa, sin embargo, la estructura en capas es la base para su alta área superficial (Pourali et al., 2025).

En el análisis EDS se evidencia que los picos más prominentes en el espectro son los asociados al carbono (aproximadamente 0.27 keV) y al nitrógeno (aproximadamente 0.39 keV). La presencia de estos dos elementos en proporciones significativas es totalmente consistente con la naturaleza química del nitruro de carbono grafitico ($g\text{-C}_3\text{N}_4$), reafirmando la correcta formación del material. Además de los picos principales de C y N, el espectro también muestra la presencia de una señal de oxígeno (aproximadamente 0.52 keV). La detección de oxígeno es un hallazgo común y puede atribuirse a la adsorción de humedad o especies que contienen oxígeno del ambiente en la superficie de la muestra.

Figura 24.

a) Imágenes SEM y b) resultados EDS para la muestra de $g\text{-C}_3\text{N}_4$ puro.

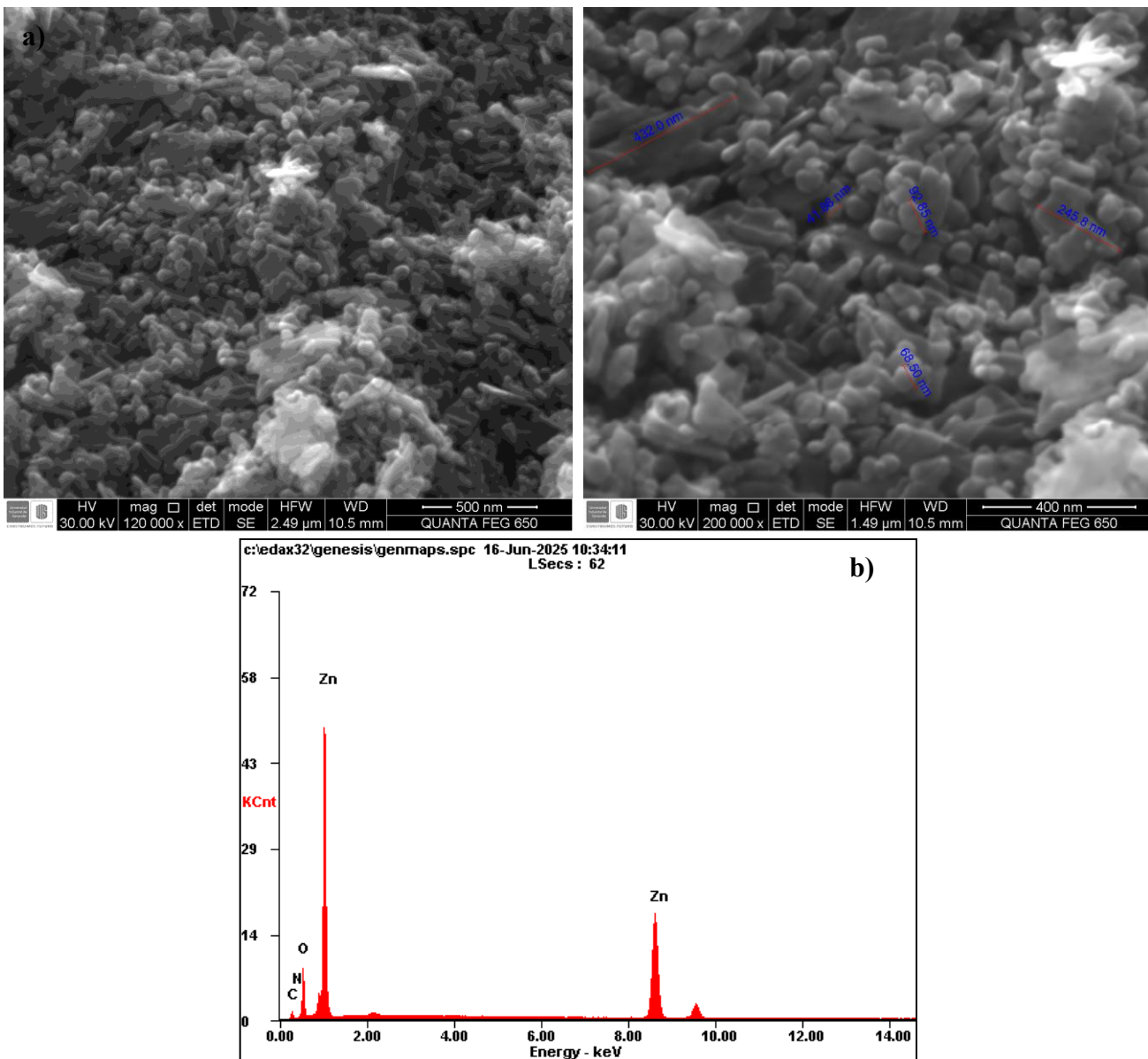


En la Figura 25 se muestran las micrografías SEM y los espectros EDS del nanocomposito $\text{ZnO}/g\text{C}_3\text{N}_4\text{-10\%}$. En las imágenes se revela una morfología compuesta que evidencia la interacción entre las nanopartículas de ZnO y el $g\text{-C}_3\text{N}_4$. A diferencia del ZnO puro, que mostraba partículas irregulares y aglomeradas, en estas imágenes se pueden observar nanopartículas

esféricas (con tamaños entre 50 y 100 nm) dispersas sobre las láminas del nitruro de carbono grafitico. El cambio en la morfología de las nanopartículas de óxido de zinc es principalmente atribuido al proceso de calcinación para la formación del nanocomposito. Las estructuras laminares de la g-C₃N₄ actúan como un andamiaje para las partículas de ZnO, aunque la distribución no es totalmente uniforme (H. Chen & Shu, 2023; Hassan et al., 2024).

Figura 25.

a) Imágenes SEM y b) resultados EDS para la muestra de ZnO/g-C₃N₄ -10%.



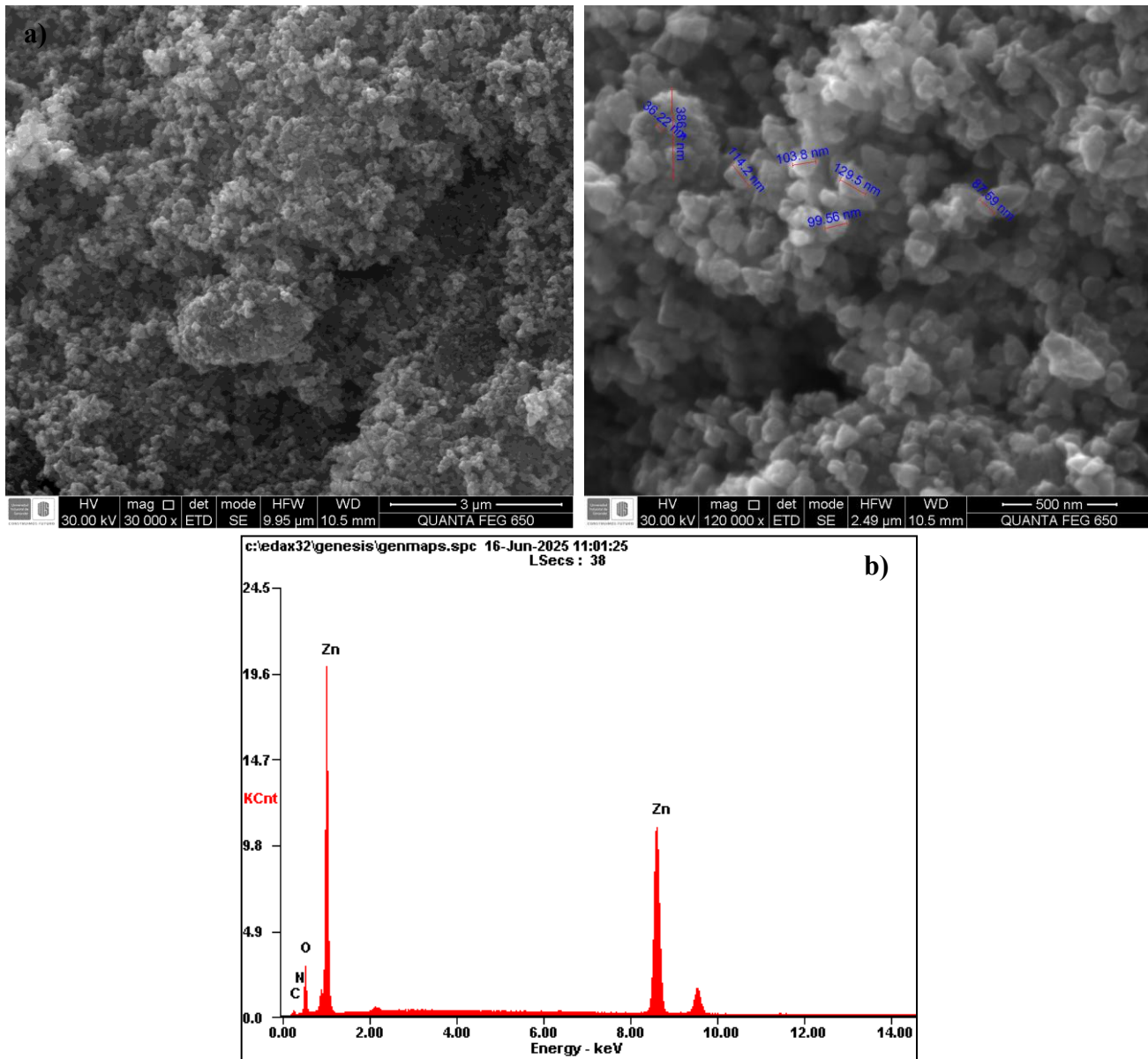
La morfología obtenida en el nanocomposito al 10% sugiere una integración efectiva de las dos fases, creando una interfaz de contacto que es coherente con la mejora observada en las propiedades fotoelectroquímicas del material. Así mismo, los análisis EDS para el nanocomposito ZnO/g-C₃N₄ al 10%, confirmaron la coexistencia de todos los elementos esperados: Zn, O, C y N, lo que valida la exitosa formación del material compuesto.

Las imágenes SEM y el espectro EDS para el nanocomposito ZnO/gC₃N₄-15% se muestran en la Figura 26. Las micrografías revelan una integración más eficiente del g-C₃N₄ con las nanopartículas de ZnO, las nanopartículas esféricas están mejor distribuidas sobre la superficie laminar del nitruro de carbono grafítico lo que contribuye a una mayor cohesión estructural del material. Además, el aumento en la proporción de g-C₃N₄ resulta en una superficie más homogénea que promueve una mayor cantidad de interfaces de heterounión entre el óxido de zinc y el g-C₃N₄ (Pourali et al., 2025), lo cual es fundamental para la eficiente separación de fotoportadores y la mejora en el transporte de carga evidenciado en la caracterización fotoelectroquímica realizada previamente.

Adicionalmente, el espectro EDS obtenido para el nanocomposito ZnO/g-C₃N₄ - 15% es consistente con la composición del material y confirma la presencia de todos los elementos constituyentes. Se identificaron claramente los picos característicos de zinc y oxígeno, que corresponden a la matriz de óxido de zinc. De igual manera, los picos de carbono y nitrógeno también están presentes y son más intensos en comparación con el nanocomposito al 10%, lo que corrobora la mayor incorporación de g-C₃N₄.

Figura 26.

a) Imágenes SEM y b) resultados EDS para la muestra de ZnO/g-C₃N₄ -15%.



Finalmente, en la Tabla 5 se consignan los porcentajes en peso (Wt%) de cada elemento (Zn, O, C y N) obtenidos del análisis EDS para cada material estudiado.

Tabla 5.

Porcentaje en peso de zinc, oxígeno, carbono y nitrógeno para el ZnO, g-C₃N₄ y los nanocompositos ZnO/g C₃N₄ - 10% y ZnO/g C₃N₄ - 15%.

Material	Wt%			
	Zn	O	C	N
ZnO	42,52	36,46	21,02	-
g-C ₃ N ₄	-	1,800	40,80	57,40
ZnO/g-C ₃ N ₄ - 10%	83,02	13,10	3,540	0,3400
ZnO/g-C ₃ N ₄ - 15%	69,70	21,47	8,230	0,6000

6. Conclusiones

Se logró la síntesis de nanocompuestos de ZnO/g-C₃N₄, así como de los materiales precursores (g-C₃N₄ y ZnO), mediante métodos accesibles y escalables. La caracterización estructural, óptica y morfológica mediante espectroscopía FTIR, RAMAN, DRS y microscopía electrónica de barrido confirmó la formación de heterouniones entre ambos semiconductores.

Los fotoelectrodos elaborados a partir de ZnO y de los nanocompuestos ZnO/g-C₃N₄ mediante la técnica Doctor Blade sobre sustratos de ITO presentaron recubrimientos uniformes, adherentes y estables. Sin embargo, la respuesta electroquímica obtenida bajo condiciones de iluminación no es la esperada para este tipo de materiales y sugiere que el método de fabricación empleado para la deposición de las películas conduce a pérdidas por contacto óhmico derivadas de la interacción partícula-partícula y de limitaciones inherentes a la técnica.

El análisis conjunto de los resultados de la espectroscopía de reflectancia difusa y las voltametrías de barrido lineal permitió establecer que los nanocompuestos con 10 % y 15 % de g-C₃N₄ exhiben una mayor respuesta fotoelectrocatalítica en comparación con el ZnO puro. En estas proporciones, la heterounión ZnO/g-C₃N₄ favorece la absorción en el rango visible y la separación de cargas fotogeneradas. No obstante, a contenidos superiores de g-C₃N₄ se observa una disminución de la fotoactividad, atribuida al efecto de apantallamiento óptico (“shielding effect”), en el cual el recubrimiento excesivo de g-C₃N₄ reduce el área activa del ZnO expuesta a la radiación.

Los resultados fotoelectroquímicos obtenidos mediante voltametría cíclica, espectroscopía de impedancia electroquímica y ensayos de producción de hidrógeno bajo condiciones de oscuridad y luz visible indican que los nanocompuestos ZnO/g-C₃N₄ - 10 % y 15 % presentan un comportamiento más favorable para la reacción de evolución de hidrógeno que el ZnO. Sin

embargo, en el nanocompuesto con 10 % de g-C₃N₄ se evidencia una limitada estabilidad bajo potenciales catódicos muy negativos (cerca de -1.5 V vs Ag/AgCl), donde ocurre la reducción parcial del ZnO presente en la matriz (fenómeno que se intensifica bajo condiciones de irradiación).

Los resultados demuestran que es posible la producción de hidrógeno mediante nanocompuestos ZnO/g-C₃N₄ a potenciales considerablemente menores que los requeridos por el ZnO puro, incluso en ausencia de iluminación. Bajo condiciones de irradiación visible, el material con 15 % de g-C₃N₄ exhibió las mayores densidades de corriente y una tasa de generación de hidrógeno aproximadamente seis veces superior a la registrada en oscuridad. En contraste, el ZnO no mostró evidencia de producción de hidrógeno bajo ninguna de las condiciones evaluadas.

7. Recomendaciones

Con el fin de garantizar una comparación más rigurosa entre materiales y condiciones experimentales, se recomienda que en estudios futuros las respuestas electroquímicas sean normalizadas respecto al área electroquímicamente activa. Este enfoque permitirá distinguir entre mejoras reales en la actividad intrínseca del material y variaciones asociadas al área efectiva del electrodo, proporcionando una base más sólida para el análisis comparativo del desempeño fotoelectrocatalítico.

Considerando que la respuesta electroquímica obtenida sugiere la presencia de pérdidas óhmicas y limitaciones de contacto asociadas a la técnica Doctor Blade, se recomienda evaluar técnicas de deposición de películas delgadas alternativas que permitan un control más preciso sobre el espesor, uniformidad y adherencia de las películas. Entre ellas se destaca deposición electroforética.

Con el fin de comprender con mayor profundidad los mecanismos de transferencia de carga, se recomienda complementar futuros estudios con análisis como el de Mott-Schottky, que permitan determinar la posición exacta de los niveles energéticos.

En trabajos futuros se recomienda el uso de un agente de sacrificio en el medio electrolítico, con el fin de evaluar más eficientemente la respuesta fotoelectroquímica de los fotoelectrodos ZnO/g-C₃N₄. La incorporación de un donador de electrones, como metanol o ácido láctico, permitiría favorecer la separación de cargas al captar los huecos fotogenerados, reduciendo la recombinación y mejorando la eficiencia de la reacción de evolución de hidrógeno (HER).

Con el objetivo de mejorar la fotoactividad y la estabilidad de los materiales ZnO/g-C₃N₄, se sugiere explorar estrategias de dopaje y modificación superficial que optimicen la separación

de cargas y amplíen la absorción hacia el visible. Estas aproximaciones pueden conducir a una mayor eficiencia fotoelectrocatalítica para la producción de hidrógeno bajo iluminación visible y a una mayor estabilidad operativa del sistema.

Referencias Bibliográficas

- Abe, R. (2010). Recent progress on photocatalytic and photoelectrochemical water splitting under visible light irradiation. In *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews* (Vol. 11, Issue 4, pp. 179–209). <https://doi.org/10.1016/j.jphotochemrev.2011.02.003>
- Ahmed, M. A., Mahmoud, S. A., & Mohamed, A. A. (2024). Unveiling the photocatalytic potential of graphitic carbon nitride (g-C₃N₄): a state-of-the-art review. In *RSC Advances* (Vol. 14, Issue 35, pp. 25629–25662). Royal Society of Chemistry. <https://doi.org/10.1039/d4ra04234d>
- Aithal, U. S., Aminabhavi, T. M., & Shukla, S. S. (1993). Photomicroelectrochemical detoxification of hazardous materials. *Journal of Hazardous Materials*, 33(3), 369–400. [https://doi.org/10.1016/0304-3894\(93\)85086-T](https://doi.org/10.1016/0304-3894(93)85086-T)
- Arellano, A. P., & Bautista, J. A. (2018). *Generación De Hidrógeno Mediante Fotoelectrocatalisis Con Fotoánodos De Circonato De Bario Dopado Con Tierras Raras*.
- Arjona, N., Díaz-Real, J. A., González-Nava, C., Alvarez-Contreras, L., & Guerra-Balcázar, M. (2024). Metal oxides for hybrid photoassisted electrochemical energy systems. *Metal Oxides for Next-Generation Optoelectronic, Photonic, and Photovoltaic Applications*, 607–634. <https://doi.org/10.1016/B978-0-323-99143-8.00016-X>
- Augustyn, V., Simon, P., & Dunn, B. (2014). Pseudocapacitive oxide materials for high-rate electrochemical energy storage. In *Energy and Environmental Science* (Vol. 7, Issue 5, pp. 1597–1614). Royal Society of Chemistry. <https://doi.org/10.1039/c3ee44164d>
- Babu, L. K., Rao, H. S., Kishore, P. N. R., Reddy, N. L., Shankar, M. V., & Reddy, Y. V. R. (2023). UV–visible light sensitized NiCo₂O₄@g–C₃N₄ heterojunction: Based nanocomposites as novel photocatalysts for enhanced hydrogen generation and

- electrochemical activity. *Journal of Materials Research*, 38(13), 3301–3315.
<https://doi.org/10.1557/s43578-023-01054-1>
- Baqi, S., Oo, M. T., & Chung Ling, F. C. (2025). Unveiling the impact of Cu doping on charge carrier density and transfer in ZnO/ZnSe heterojunctions for PEC applications. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 198. <https://doi.org/10.1016/j.mssp.2025.109780>
- Bard, A. J. ., & Faulkner, L. R. . (2001). *Electrochemical methods : fundamentals and applications*. John Wiley & Sons, Inc.
- Basaleh, A. S., Abdel-Haleem, F. M., Mohamed, R. M., & Ismail, A. A. (2025). Constructing visible-light-driven heterojunctions NiS/ZnO photocatalyst for H₂ evolution by glycerol photoreforming. *Inorganic Chemistry Communications*, 178. <https://doi.org/10.1016/j.inoche.2025.114587>
- Berger, T., Monllor-Satoca, D., Jankulovska, M., Lana-Villarreal, T., & Gómez, R. (2012). The electrochemistry of nanostructured titanium dioxide electrodes. *ChemPhysChem*, 13(12), 2824–2875. <https://doi.org/10.1002/cphc.201200073>
- Bertoluzzi, L., Badía-Bou, L., Fabregat-Santiago, F., Gimenez, S., & Bisquert, J. (2013). Interpretation of cyclic voltammetry measurements of thin semiconductor films for solar fuel applications. *Journal of Physical Chemistry Letters*, 4(8), 1334–1339. <https://doi.org/10.1021/jz400573t>
- Bessegato, G. G., Guaraldo, T. T., de Brito, J. F., Brugnera, M. F., & Zanoni, M. V. B. (2015). Achievements and Trends in Photoelectrocatalysis: from Environmental to Energy Applications. *Electrocatalysis*, 6(5), 415–441. <https://doi.org/10.1007/s12678-015-0259-9>

- Chen, F., Yang, H., Wang, X., & Yu, H. (2017). Facile synthesis and enhanced photocatalytic H₂-evolution performance of NiS₂-modified g-C₃N₄ photocatalysts. *Cuihua Xuebao/Chinese Journal of Catalysis*, 38(2), 296–304. [https://doi.org/10.1016/S1872-2067\(16\)62554-8](https://doi.org/10.1016/S1872-2067(16)62554-8)
- Chen, H., & Shu, Q. (2023). Construction of a ternary staggered heterojunction of ZnO/g-C₃N₄/AgCl with reduced charge recombination for enhanced photocatalysis. *Environmental Science and Pollution Research*, 30(7), 19450–19465. <https://doi.org/10.1007/s11356-022-23485-9>
- Dergacheva, M. B., Urazov, K. A., Khussurova, G. M., & Leontyeva, K. A. (2016). New method of pulsed electrodeposition of nanostructure of ZnS films. *Coatings*, 6(2). <https://doi.org/10.3390/coatings6020014>
- Díaz, D. J., Kramer, G. R., Traid, H. D., Méndez, C. M., & Ares, A. E. (2018). Electrochemical characterization of zinc oxide films obtained by anodizing in alkaline medium. *Revista Materia*, 23(2). <https://doi.org/10.1590/s1517-707620180002.0397>
- Díaz-Real, J. A., Holm, T., & Alonso-Vante, N. (2020). Photoelectrochemical hydrogen production (PEC H₂). *Current Trends and Future Developments on (Bio-) Membranes: Membrane Systems for Hydrogen Production*, 255–289. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-817110-3.00009-6>
- Dincer, I. (2012). Green methods for hydrogen production. *International Journal of Hydrogen Energy*, 37(2), 1954–1971. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2011.03.173>
- Dincer, I., & Acar, C. (2015). Review and evaluation of hydrogen production methods for better sustainability. *International Journal of Hydrogen Energy*, 40(34), 11094–11111. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2014.12.035>
- Dincer, I., & Zamfirescu, C. (2016). *Production Sustainable Hydrogen*. Elsevier.

- Dong, G., Zhang, Y., Pan, Q., & Qiu, J. (2014). A fantastic graphitic carbon nitride (g-C₃N₄) material: Electronic structure, photocatalytic and photoelectronic properties. In *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews* (Vol. 20, Issue 1, pp. 33–50). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/j.jphotochemrev.2014.04.002>
- Dworschak, D., Brunnhofer, C., & Valtiner, M. (2020). Photocorrosion of ZnO Single Crystals during Electrochemical Water Splitting. *ACS Applied Materials and Interfaces*, 12(46), 51530–51536. <https://doi.org/10.1021/acsami.0c15508>
- Elsayed, A. M., Alnuwaiser, M. A., & Rabia, M. (2023). Effect of Polypyrrole on the Capacitance Enhancement of the Spherical ZnS–ZnO/g-C₃N₄ Nanocomposite for Supercapacitor Applications. *Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials*, 33(10), 3118–3127. <https://doi.org/10.1007/s10904-023-02721-w>
- Esfandian, H., Pakzad, M., & Afaridoun, F. (2024). Investigating the supercapacitor performance of synthesized CuO/ZnO/GC₃N₄ nanocomposite derived from Cu-Zn-H₂BDC. *Journal of Energy Storage*, 96. <https://doi.org/10.1016/j.est.2024.112692>
- Faraji, M., Yousefi, M., Yousefzadeh, S., Zirak, M., Naseri, N., Jeon, T. H., Choi, W., & Moshfegh, A. Z. (2019). Two-dimensional materials in semiconductor photoelectrocatalytic systems for water splitting. *Energy & Environmental Science*, 12(1), 59–95. <https://doi.org/10.1039/C8EE00886H>
- Francesco Calise, Massimo Dentice D'Accadia, Massimo Santarelli, Andrea Lanzini, D. F. (2019). *Solar Hydrogen Production*. Elsevier. <https://doi.org/10.1016/C2017-0-02289-9>
- Fujishima, A., & Honda, K. (1972). Electrochemical Photolysis of Water at a Semiconductor Electrode. *Nature*, 238(5358), 37–38. <https://doi.org/10.1038/238037a0>

- Gao, X., Yang, B., Yao, W., Wang, Y., Zong, R., Wang, J., Li, X., Jin, W., & Tao, D. (2020). Enhanced photocatalytic activity of ZnO/g-C₃N₄ composites by regulating stacked thickness of g-C₃N₄ nanosheets. *Environmental Pollution*, 257. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2019.113577>
- Gillan, E. G. (2000). Synthesis of nitrogen-rich carbon nitride networks from an energetic molecular azide precursor. *Chemistry of Materials*, 12(12), 3906–3912. <https://doi.org/10.1021/cm000570y>
- Giménez Sixto, & Bisquert Juan. (2016). *Photoelectrochemical Solar Fuel Production From Basic Principles to Advanced Devices*. Springer. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-29641-8>
- Girish, Y. R., Udayabhanu, Byrappa, N. M., Alnaggar, G., Hezam, A., Nagaraju, G., Pramoda, K., & Byrappa, K. (2023). Rapid and facile synthesis of Z-scheme ZnO/g-C₃N₄ heterostructure as efficient visible light-driven photocatalysts for dye degradation and hydrogen evolution reaction. *Journal of Hazardous Materials Advances*, 9. <https://doi.org/10.1016/j.hazadv.2023.100230>
- Goldstein, J. I., Newbury, D. E., Michael, J. R., Ritchie, N. W. M., Henry, J., Scott, J., & Joy, D. C. (2018). *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. <https://doi.org/10.1007/978-1-4939-6676-9>
- Grätzel, M. (2001). Photoelectrochemical cells. *Nature*, 414(6861), 338–344. <https://doi.org/10.1038/35104607>
- Guerrero-Araque, D., Acevedo-Peña, P., Ramírez-Ortega, D., Calderon, H. A., & Gómez, R. (2017). Charge transfer processes involved in photocatalytic hydrogen production over CuO/ZrO₂-TiO₂ materials. *International Journal of Hydrogen Energy*, 42(15), 9744–9753. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2017.03.050>

- Guerrero-Araque, D., Ramírez-Ortega, D., Acevedo-Peña, P., Tzompantzi, F., Calderón, H. A., & Gómez, R. (2017). Interfacial charge-transfer process across ZrO₂-TiO₂ heterojunction and its impact on photocatalytic activity. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, *335*, 276–286. <https://doi.org/10.1016/j.jphotochem.2016.11.030>
- Hasnidawani, J. N., Azlina, H. N., Norita, H., Bonnia, N. N., Ratim, S., & Ali, E. S. (2016). Synthesis of ZnO Nanostructures Using Sol-Gel Method. *Procedia Chemistry*, *19*, 211–216. <https://doi.org/10.1016/j.proche.2016.03.095>
- Hassan, F., Backer, S. N., Almanassra, I. W., Ali Atieh, M., Elbahri, M., & Shanableh, A. (2024). Solar-matched S-scheme ZnO/g-C₃N₄ for visible light-driven paracetamol degradation. *Scientific Reports*, *14*(1). <https://doi.org/10.1038/s41598-024-60306-0>
- Hemmati-Eslamlu, P., Habibi-Yangjeh, A., & Khataee, A. (2025). Facile decoration of BiMnO₃ nanoparticles over modified g-C₃N₄: S-scheme photocatalysts for impressive degradation of water contaminant upon visible light. *Surfaces and Interfaces*, *72*. <https://doi.org/10.1016/j.surfin.2025.106922>
- Ishak, N., Jeyalakshmi, V., Setka, M., Grandcolas, M., Devadas, B., & Šoóš, M. (2023). Upgrading of g-C₃N₄ semiconductor by a Nitrogen-doped carbon material: A photocatalytic degradation application. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, *11*(2). <https://doi.org/10.1016/j.jece.2023.109381>
- Ishaq, H., Dincer, I., & Crawford, C. (2022). A review on hydrogen production and utilization: Challenges and opportunities. *International Journal of Hydrogen Energy*, *47*(62), 26238–26264. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2021.11.149>

- Kim, J. Y., Liu, G., Shim, G. Y., Kim, H., & Lee, J. K. (2020). Functionalized Zn@ZnO Hexagonal Pyramid Array for Dendrite-Free and Ultrastable Zinc Metal Anodes. *Advanced Functional Materials*, 30(36). <https://doi.org/10.1002/adfm.202004210>
- Kim, T. G., Lee, J. H., Hyun, G., Kim, S., Chun, D. H., Lee, S. J., Bae, G., Oh, H. S., Jeon, S., & Park, J. H. (2022). Monolithic Lead Halide Perovskite Photoelectrochemical Cell with 9.16% Applied Bias Photon-to-Current Efficiency. *ACS Energy Letters*, 7(1), 320–327. <https://doi.org/10.1021/acsenergylett.1c02326>
- Kuang, P. Y., Su, Y. Z., Chen, G. F., Luo, Z., Xing, S. Y., Li, N., & Liu, Z. Q. (2015). G-C 3 N 4 decorated ZnO nanorod arrays for enhanced photoelectrocatalytic performance. *Applied Surface Science*, 358, 296–303. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2015.08.066>
- Kumar, R. D., Nagarani, S., Balachandran, S., Brundha, C., Kumar, S. H., Manigandan, R., Kumar, M., Sethuraman, V., & Kim, S. H. (2022). High performing hexagonal-shaped ZnO nanopowder for Pseudo-supercapacitors applications. *Surfaces and Interfaces*, 33. <https://doi.org/10.1016/j.surfin.2022.102203>
- Kumaresan, N., Sinthiya, M. M. A., Sarathbavan, M., Ramamurthi, K., Sethuraman, K., & Babu, R. R. (2020). Synergetic effect of g-C3N4/ZnO binary nanocomposites heterojunction on improving charge carrier separation through 2D/1D nanostructures for effective photocatalytic activity under the sunlight irradiation. *Separation and Purification Technology*, 244. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2019.116356>
- Lan, B., Li, Y., He, S., Liang, M., Xia, Y., Ma, Z., Guo, X., & Li, Y. (2025). Visible light driven degradation of tetracycline in wastewater by Z-scheme photocatalyst of nanotubular-AgIn(WO4)2 decorated g-C3N4: Performance, mechanism and toxic. *Colloids and Surfaces*

A: *Physicochemical and Engineering Aspects*, 722.

<https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2025.137274>

Lazanas, A. C., & Prodromidis, M. I. (2023). Electrochemical Impedance Spectroscopy—A Tutorial. In *ACS Measurement Science Au* (Vol. 3, Issue 3, pp. 162–193). American Chemical Society. <https://doi.org/10.1021/acsmeasuresciau.2c00070>

Lee, S. F., Jimenez-Relinque, E., Martinez, I., & Castellote, M. (2022). Photoelectrochemical global approach to the behaviour of nanostructured anatase under different irradiation conditions. *Catalysis Today*, 397–399, 286–295. <https://doi.org/10.1016/j.cattod.2021.09.006>

Li, X. B., Han, T., Zhou, Y. T., Xie, Y., Luo, Y. D., Huang, J. T., Chen, Z., & Deng, F. (2024). Photoelectrocatalytic hydrogen evolution and synchronous degradation of organic pollutants by pg-C₃N₄/β-FeOOH S-scheme heterojunction. *Science China Technological Sciences*, 67(4), 1238–1252. <https://doi.org/10.1007/s11431-023-2604-x>

Li, X., Zhang, C., Geng, J., Zong, S., & Wang, P. (2025). Photo(electro)catalytic Water Splitting for Hydrogen Production: Mechanism, Design, Optimization, and Economy. In *Molecules* (Vol. 30, Issue 3). Multidisciplinary Digital Publishing Institute (MDPI). <https://doi.org/10.3390/molecules30030630>

Lianos, P. (2011). Production of electricity and hydrogen by photocatalytic degradation of organic wastes in a photoelectrochemical cell. The concept of the Photofuelcell: A review of a re-emerging research field. In *Journal of Hazardous Materials* (Vol. 185, Issues 2–3, pp. 575–590). <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2010.10.083>

Liu, J., Gao, Y., Zhang, Z., Dang, R., El Houda Tiri, R. N., MuhammedBekmezci, Bayat, R., Darabi, R., & Sen, F. (2023). Photocatalytic activity of TiO₂-ZnO/g-C₃N₄ nanocomposites for methylene orange and Rhodamine B dyes removal from water and photocatalytic

- hydrogen generation. *Chemosphere*, 339, 139426.
<https://doi.org/10.1016/J.CHEMOSPHERE.2023.139426>
- Liu, Z. X., Tian, J. J., Liu, P., Liu, J. C., & Liu, J. K. (2024). Design and Synthesis of Mosaic ZnO/g-C₃N₄ Heterojunction Materials with Excellent Anticorrosion Performance. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 63(30), 13218–13229.
<https://doi.org/10.1021/acs.iecr.4c01370>
- Ma, S., & Wang, W. (2020). Preparation and photocatalytic hydrogen evolution of g-C₃N₄/ZnO composite. *E3S Web of Conferences*, 165. <https://doi.org/10.1051/e3sconf/202016505007>
- Makaremi, M., Grixti, S., Butler, K. T., Ozin, G. A., & Singh, C. V. (2018). Band Engineering of Carbon Nitride Monolayers by N-Type, P-Type, and Isoelectronic Doping for Photocatalytic Applications. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 10(13), 11143–11151.
<https://doi.org/10.1021/acsami.8b01729>
- Makaremi, M., Mortazavi, B., Rabczuk, T., Ozin, G. A., & Singh, C. V. (2019). Theoretical Investigation: 2D N-Graphdiyne Nanosheets as Promising Anode Materials for Li/Na Rechargeable Storage Devices. *ACS Applied Nano Materials*, 2(1), 127–135.
<https://doi.org/10.1021/acsanm.8b01751>
- Makula, P., Pacia, M., & Macyk, W. (2018). How To Correctly Determine the Band Gap Energy of Modified Semiconductor Photocatalysts Based on UV-Vis Spectra. In *Journal of Physical Chemistry Letters* (Vol. 9, Issue 23, pp. 6814–6817). American Chemical Society.
<https://doi.org/10.1021/acs.jpcllett.8b02892>
- Maślana, K., Kaleńczuk, R. J., Zielińska, B., & Mijowska, E. (2020). Synthesis and characterization of nitrogen-doped carbon nanotubes derived from g-C₃N₄. *Materials*, 13(6).
<https://doi.org/10.3390/ma13061349>

- Masoumi, Z., Tayebi, M., Kolaei, M., & Lee, B. K. (2023). Improvement of surface light absorption of ZnO photoanode using a double heterojunction with α -Fe₂O₃/g-C₃N₄ composite to enhance photoelectrochemical water splitting. *Applied Surface Science*, 608. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2022.154915>
- Mayra Matamoros Ambrocio. (2017). *Estudio de la Actividad Fotocatalítica de Au/ZnO Nanoestructurado Bajo Irradiación Visible*. BENEMÉRITA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE PUEBLA.
- Mirzaeifard, Z., Shariatinia, Z., Jourshabani, M., & Rezaei Darvishi, S. M. (2020). ZnO Photocatalyst Revisited: Effective Photocatalytic Degradation of Emerging Contaminants Using S-Doped ZnO Nanoparticles under Visible Light Radiation. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 59(36), 15894–15911. <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.0c03192>
- Nasit, M., Vij, A., Kumari, K., Koo, B. H., Dalela, S., Alvi, P. A., Brajpuriya, R. K., & Kumar, S. (2025). Fabrication and improvement in the electrochemical performance of a 2D g-C₃N₄-based symmetric supercapacitor device. *Journal of Alloys and Compounds*, 1013. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2024.178428>
- Ortiz Rabell, G., Juárez-Ramírez, I., & Alfaro Cruz, M. R. (2023). Bimetallic systems of ZnO/Al/Ag applied on cell PEC and photocatalytic system. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 181. <https://doi.org/10.1016/j.jpics.2023.111487>
- Panneri, S., Ganguly, P., Mohan, M., Nair, B. N., Mohamed, A. A. P., Warriar, K. G., & Hareesh, U. S. (2017). Photoregenerable, Bifunctional Granules of Carbon-Doped g-C₃N₄ as Adsorptive Photocatalyst for the Efficient Removal of Tetracycline Antibiotic. *ACS*

Sustainable Chemistry & Engineering, 5(2), 1610–1618.

<https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.6b02383>

Penconi, M., Rossi, F., Ortica, F., Elisei, F., & Gentili, P. (2015). Hydrogen Production from Water by Photolysis, Sonolysis and Sonophotolysis with Solid Solutions of Rare Earth, Gallium and Indium Oxides as Heterogeneous Catalysts. *Sustainability*, 7(7), 9310–9325.

<https://doi.org/10.3390/su7079310>

Pourali, S., Amrollahi, R., Alamolhoda, S., & Masoudpanah, S. M. (2025). In situ synthesis of ZnO/g-C₃N₄ based composites for photodegradation of methylene blue under visible light. *Scientific Reports*, 15(1). <https://doi.org/10.1038/s41598-024-84645-0>

Rajput, R. B., Shaikh, R., Sawant, J., & Kale, R. B. (2022). Recent developments in ZnO-based heterostructures as photoelectrocatalysts for wastewater treatment: A review. In *Environmental Advances* (Vol. 9). Elsevier Ltd.

<https://doi.org/10.1016/j.envadv.2022.100264>

Ramos, P. M., Navarro, S. H., & Gil, J. M. (2012). *Nitruros de Carbono Grafénicos como catalizadores para la descomposición de agua y tóxicos ambientales* Pablo Martín Ramos Dr . Salvador Hernández Navarro Dr . Jesús Martín Gil Julio 2012. January.

<https://doi.org/10.13140/2.1.4818.0169>

Reddy, K. R., Reddy, C. V., Nadagouda, M. N., Shetti, N. P., Jaesool, S., & Aminabhavi, T. M. (2019). Polymeric graphitic carbon nitride (g-C₃N₄)-based semiconducting nanostructured materials: Synthesis methods, properties and photocatalytic applications. In *Journal of Environmental Management* (Vol. 238, pp. 25–40). Academic Press.

<https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2019.02.075>

- Sert, B., Bilici, Z., Ocakoglu, K., Dizge, N., Rad, T. S., & Khataee, A. (2023). Preparation of S-Scheme g-C₃N₄/ZnO Heterojunction Composite for Highly Efficient Photocatalytic Destruction of Refractory Organic Pollutant. *Catalysts*, 13(3). <https://doi.org/10.3390/catal13030485>
- Shalom, M., Gimenez, S., Schipper, F., Herraiz-Cardona, I., Bisquert, J., & Antonietti, M. (2014). Controlled carbon nitride growth on surfaces for hydrogen evolution electrodes. *Angewandte Chemie - International Edition*, 53(14), 3654–3658. <https://doi.org/10.1002/anie.201309415>
- Si, S., Fan, Y., Liang, D., Chen, P., Cui, G., & Tang, B. (2023a). Visible Photocatalytic Hydrogen Evolution by g-C₃N₄/SrZrO₃ Heterostructure Material. *Nanomaterials*, 13(6). <https://doi.org/10.3390/nano13060977>
- Si, S., Fan, Y., Liang, D., Chen, P., Cui, G., & Tang, B. (2023b). Visible Photocatalytic Hydrogen Evolution by g-C₃N₄/SrZrO₃ Heterostructure Material. *Nanomaterials*, 13(6), 977. <https://doi.org/10.3390/nano13060977>
- Song, Y., Zhang, S., Zhang, C., Yang, Y., & Lv, K. (2019). Raman spectra and microstructure of zinc oxide irradiated with swift heavy ion. *Crystals*, 9(8). <https://doi.org/10.3390/cryst9080395>
- Suhag, M. H., Khatun, A., Tateishi, I., Furukawa, M., Katsumata, H., & Kaneco, S. (2023). One-Step Fabrication of the ZnO/g-C₃N₄ Composite for Visible Light-Responsive Photocatalytic Degradation of Bisphenol E in Aqueous Solution. *ACS Omega*, 8(13), 11824–11836. <https://doi.org/10.1021/acsomega.2c06678>
- Sun, X., Tiwari, D., & Fermin, D. J. (2020). Promoting Active Electronic States in LaFeO₃Thin-Films Photocathodes via Alkaline-Earth Metal Substitution. *ACS Applied Materials and Interfaces*, 12(28), 31486–31495. <https://doi.org/10.1021/acsami.0c08174>

- Thomas, S., Anas, S., & Joy, J. (2022). Synthesis, Characterization, and Applications of Graphitic Carbon Nitride: An Emerging Carbonaceous Material. In *Synthesis, Characterization, and Applications of Graphitic Carbon Nitride: An Emerging Carbonaceous Material*.
- Vazquez-Arenas, J., Vázquez, G., Meléndez, A. M., & González, I. (2007). The Effect of the Cu²⁺/Cu⁺ Step on Copper Electrocrystallization in Acid Noncomplexing Electrolytes. *Journal of The Electrochemical Society*, 154(9), D473. <https://doi.org/10.1149/1.2755873>
- Wang, J., Yang, Z., Gao, X., Yao, W., Wei, W., Chen, X., Zong, R., & Zhu, Y. (2017). Core-shell g-C₃N₄@ZnO composites as photoanodes with double synergistic effects for enhanced visible-light photoelectrocatalytic activities. *Applied Catalysis B: Environmental*, 217, 169–180. <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2017.05.034>
- Wang, L., Li, Y., & Liu, Y. (2017). Reduced graphene oxide@TiO₂ nanorod@reduced graphene oxide hybrid nanostructures for photoelectrochemical hydrogen production. *Micro & Nano Letters*, 12(7), 494–496. <https://doi.org/10.1049/mnl.2016.0747>
- Wang, Q., Zhang, Y., Liu, Y., Wang, K., Qiu, W., Chen, L., Li, W., & Li, J. (2022). Photocorrosion behavior of Cu₂O nanowires during photoelectrochemical CO₂ reduction. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 912. <https://doi.org/10.1016/j.jelechem.2022.116252>
- Wang, X., Cheng, J., Yu, H., & Yu, J. (2017). A facile hydrothermal synthesis of carbon dots modified g-C₃N₄ for enhanced photocatalytic H₂-evolution performance. *Dalton Transactions*, 46(19), 6417–6424. <https://doi.org/10.1039/C7DT00773F>
- Wang, Y., Shi, R., Lin, J., & Zhu, Y. (2011). Enhancement of photocurrent and photocatalytic activity of ZnO hybridized with graphite-like C₃N₄. *Energy and Environmental Science*, 4(8), 2922–2929. <https://doi.org/10.1039/c0ee00825g>

- Wannakan, K., Nonthing, S., Panchakeaw, A., & Nanan, S. (2025). Ternary Fe₂O₃/g-C₃N₄/ZnO photocatalyst for complete sunlight-driven degradation of tetracycline antibiotic. *Diamond and Related Materials*, 155. <https://doi.org/10.1016/j.diamond.2025.112316>
- Wen, P., Sun, Y., Li, H., Liang, Z., Wu, H., Zhang, J., Zeng, H., Geyer, S. M., & Jiang, L. (2020). A highly active three-dimensional Z-scheme ZnO/Au/g-C₃N₄ photocathode for efficient photoelectrochemical water splitting. *Applied Catalysis B: Environmental*, 263. <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2019.118180>
- Yan, S. C., Li, Z. S., & Zou, Z. G. (2009a). Photodegradation performance of g-C₃N₄ fabricated by directly heating melamine. *Langmuir*, 25(17), 10397–10401. <https://doi.org/10.1021/la900923z>
- Yan, S. C., Li, Z. S., & Zou, Z. G. (2009b). Photodegradation performance of g-C₃N₄ fabricated by directly heating melamine. *Langmuir*, 25(17), 10397–10401. <https://doi.org/10.1021/la900923z>
- Zhang, J., Li, J., & Liu, X. (2021). Ternary nanocomposite ZnO-g-C₃N₄-Go for enhanced photocatalytic degradation of RhB. *Optical Materials*, 119. <https://doi.org/10.1016/j.optmat.2021.111351>
- Zhang, S., Su, C., Ren, H., Li, M., Zhu, L., Ge, S., Wang, M., Zhang, Z., Li, L., & Cao, X. (2019). In-situ fabrication of g-c₃n₄/zno nanocomposites for photocatalytic degradation of methylene blue: Synthesis procedure does matter. *Nanomaterials*, 9(2). <https://doi.org/10.3390/nano9020215>
- Zhao, G. Q., Zou, J., Hu, J., Long, X., & Jiao, F. P. (2021). A critical review on graphitic carbon nitride (g-C₃N₄)-based composites for environmental remediation. In *Separation and*

Purification Technology (Vol. 279). Elsevier B.V.

<https://doi.org/10.1016/j.seppur.2021.119769>

Zhou, W., Li, S., Yang, Y., Yao, J., Chen, P., Liu, J., Wu, Y., Li, Z., & Jin, F. (2025). Hydrogen production technologies from water decomposition: A review. In *Next Energy* (Vol. 8).

Elsevier B.V. <https://doi.org/10.1016/j.nxener.2025.100270>

Zhu, K., Shi, F., Zhu, X., & Yang, W. (2020). The roles of oxygen vacancies in electrocatalytic oxygen evolution reaction. *Nano Energy*, 73. <https://doi.org/10.1016/j.nanoen.2020.104761>

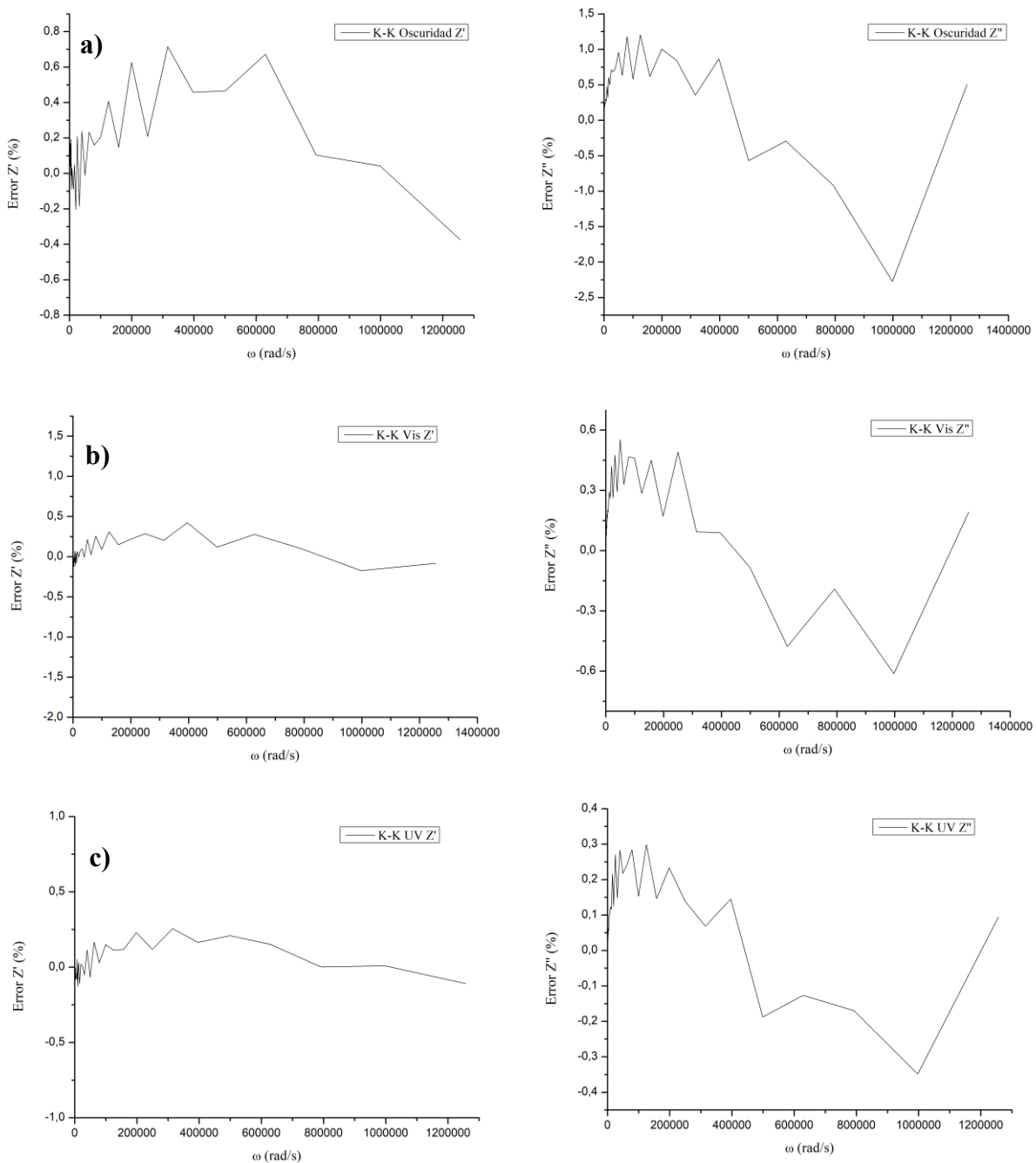
Apéndices

Apéndice A. Validación del criterio de Kramers–Kronig para los datos de EIS del nanocomposito

ZnO.

Figura A.1

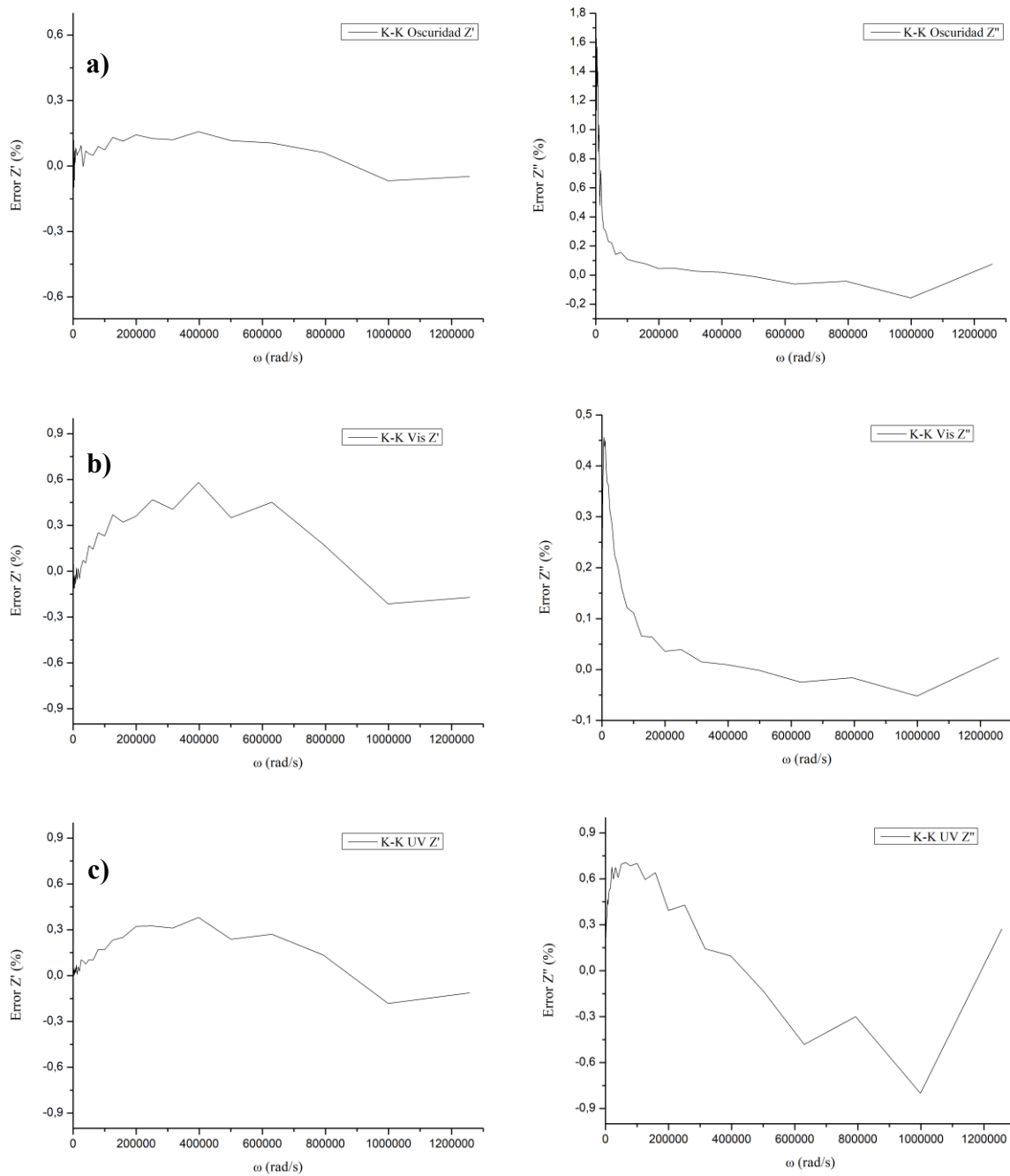
Validación del criterio de Kramers–Kronig para los datos de EIS del fotoelectrodo de ZnO bajo diferentes condiciones de iluminación: (a) oscuridad, (b) luz visible y (c) luz UV.



Apéndice B. Validación del criterio de Kramers–Kronig para los datos de EIS del nanocomposito ZnO/g-C₃N₄ – 10%.

Figura B.1

Validación del criterio de Kramers–Kronig para los datos de EIS del fotoelectrodo de ZnO/g-C₃N₄ – 10% bajo diferentes condiciones de iluminación: (a) oscuridad, (b) luz visible y (c) luz UV.



Apéndice C. Validación del criterio de Kramers–Kronig para los datos de EIS del nanocomposito ZnO/g-C₃N₄ – 15%.

Figura C.1

Validación del criterio de Kramers–Kronig para los datos de EIS del fotoelectrodo de ZnO/g-C₃N₄ – 15% bajo diferentes condiciones de iluminación: (a) oscuridad, (b) luz visible y (c) luz UV.

