

Índice

Capítulo 1: Introducción	1
1.1 Fuentes de energía actuales	2
1.2 Cambio climático	6
1.3 El sol como fuente de energía primaria	11
1.4. Fotocatálisis	17
1.5. Hidróxidos dobles laminares como fotocatalizadores	22
1.6. LDH de tres o más metales	30
1.7. Referencias	32
Capítulo 2: Objetivos	41
Capítulo 3: Actividad fotocatalítica y selectividad hacia CH₄ del LDH trimetálico NiTiAl	47
3.1 Introducción	48
3.2 Resultados y discusión	52
3.2.1. Preparación y caracterización de los fotocatalizadores	52
3.2.2 Actividad fotocatalítica para la reducción de CO ₂	59
3.3. Conclusiones	75
3.4. Referencias	76
Capítulo 4: Óxidos mixtos trimetálicos CoTiAl derivados de LDH como fotocatalizadores en la reacción de hidrogenación de CO₂	81
4.1. Introducción	82
4.2 Resultados y discusión	84
4.2.1. Preparación y caracterización de los fotocatalizadores	85
4.2.2. Actividad fotocatalítica para la hidrogenación de CO ₂	97
4.3. Conclusiones	109
4.4 Referencias	111

Capítulo 5: Estudio de la influencia de la composición y la morfología de LDH esféricos y sus óxidos mixtos derivados en la reducción fotocatalítica de CO₂ 117

5.1. Introducción	118
5. 2. Denominación de los materiales del presente Capítulo	121
5.3. Resultados y discusión	122
5.3.1 Preparación y caracterización de los materiales	122
5.3.2. Actividad fotocatalítica para la reducción de CO ₂	141
5.3.3. Diagrama de energía de bandas	161
5.3.4. Medidas de espectroscopía in-situ	167
5.4. Conclusiones	170
5.5. Referencias	172

Capítulo 6: Síntesis de óxidos mixtos multimetálicos de alta entropía a partir de precursores multimetálicos LDH y evaluación de su actividad fotocatalítica para la hidrogenación de N₂ 179

6.1 Introducción	180
6.2 Resultados y discusión	182
6.2.1. Preparación y caracterización de los materiales	183
6.2.2 Actividad fotocatalítica para la hidrogenación de nitrógeno	197
6.3 Conclusiones	208
6.4 Referencias	209

Capítulo 7: Sección experimental 215

7.1. Síntesis de catalizadores	216
7.1.1. Preparación de LDH de Ni, Ti y Al mediante el método hidrotermal	216
7.1.2. Preparación de LDH de distintas composiciones químicas mediante síntesis solvotermal en metanol	216
7.1.3 Preparación de LDH de alta entropía	218
7.1.4. Preparación de óxidos mixtos derivados de LDH	219
7.2. Test fotocatalíticos	219

7.2.1. Reducción fotocatalítica de CO ₂	219
7.2.1.1. Experimentos de reusabilidad de los materiales	220
7.2.1.2 Experimentos de marcado isotópico con ¹³ C	221
7.2.2 Hidrogenación fotocatalítica de CO ₂ en flujo continuo	221
7.2.2.1. Determinación del orden de reacción	223
7.2.3 Hidrogenación fotocatalítica de N ₂ en flujo continuo	223
7.2.3.1. Determinación de NH ₃ mediante el método colorimétrico del indofenol	226
7.2.3.2. Elaboración de la recta de calibrado	226
7.2.4. Determinación del rendimiento cuántico aparente (AQY)	227
7.3. Medidas electroquímicas	227
7.3.1. Preparación de fotoelectrodos	227
7.3.2. Espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS)	227
7.3.3. Medidas de fotocorriente	228
7.4. Caracterización de materiales	229
7.4.1 Difracción de rayos X de polvo (PXRD)	229
7.4.2. Isotermas de adsorción de N ₂	230
7.4.3. Isotermas de adsorción de CO ₂	230
7.4.4. Microscopía electrónica de barrido de emisión de campo (FESEM) y microanálisis por fluorescencia de rayos X por dispersión de energías (EDX)	230
7.4.5. Microscopía electrónica de transmisión (TEM)	231
7.4.6. Espectroscopía fotoelectrónica de rayos X (XPS)	231
7.4.7. Espectroscopía de reflectancia difusa de UV-Visible (UV-Vis DRS)	231
7.4.8. Espectroscopía de absorción UV-Visible	232
7.4.9. Espectroscopía fotoelectrónica UV (UPS)	232
7.4.10. Espectroscopía de absorción transitoria (TAS)	232
7.4.11. Espectroscopía de emisión de fluorescencia del estado estacionario	233
7.4.12. Reducción térmica programada con H ₂ (H ₂ -TPR)	234

7.4.13. Adsorción de CO	234
7.4.14. Espectroscopía de infrarrojos por transformada de Fourier in situ (In situ FTIR)	234
7.4.15. Dispersión dinámica de láser (DLS)	235
7.5. Otros procedimientos experimentales	236
7.5.1. Corte de secciones transversales de los materiales utilizando un sistema de rayos de iones Galio focalizados (FIB)	236
7.5.2. Cálculo del ancho de banda de los materiales	236
7.5.3. Cálculo de la posición del máximo de la banda de valencia por XPS	237
7.5.4. Cálculo de la posición del máximo de la banda de valencia por UPS	237
7.6. Referencias	239
Capítulo 8: Conclusiones	241
RESUMEN	246