



Benemérita Universidad Autónoma de Puebla
Vicerrectoría de Investigación y Estudios de Posgrado
Facultad de Ingeniería Química



MAESTRÍA EN INGENIERÍA QUÍMICA

“EVALUACIÓN DE LA ACTIVIDAD FOTOCATALÍTICA DE ZnO OBTENIDO A PARTIR DE PILAS ALCALINAS USADAS MEDIANTE LA SÍNTESIS ASISTIDA CON MICROONDAS”

T E S I S

Que para obtener el grado de:
MAESTRÍA EN INGENIERÍA QUÍMICA

Presenta
KAREN ANTONIA MELÉNDEZ VELÁZQUEZ

Director de tesis
DR. ADAN LUNA FLORES

Codirector de tesis
DR. MARCO ANTONIO MORALES SÁNCHEZ

H. Puebla de Zaragoza, enero de 2026

Resumen

El presente trabajo de investigación evalúa la actividad fotocatalítica del óxido de zinc (ZnO) obtenido a partir de pilas alcalinas usadas mediante un proceso de síntesis asistida con microondas, con la finalidad de explorar su aplicación en el tratamiento de aguas contaminadas con colorantes. La metodología consistió en la recuperación del zinc metálico presente en las pilas alcalinas, su conversión a cloruro de zinc y la posterior síntesis de ZnO, seguida de caracterizaciones estructurales, morfológicas y ópticas mediante técnicas de DRX, SEM-EDS, DRS y UV-vis. Asimismo, se llevaron a cabo pruebas de degradación de azul de metileno, naranja de metilo y rodamina bajo radiación solar como contaminantes modelo. Los resultados mostraron la formación de ZnO con fase cristalina tipo wurzita y tamaño de partícula en el rango nanométrico, con variaciones en la eficiencia de síntesis y propiedades fotocatalíticas dependiendo del pH de la solución del precursor. En las pruebas fotocatalíticas, el material alcanzó degradaciones superiores al 75 % en 60 minutos, destacando la muestra E-55/2 con una eficiencia del 96 %. Estos hallazgos validan la hipótesis planteada, confirmando que el ZnO obtenido a partir de pilas alcalinas usadas presenta un desempeño fotocatalítico competitivo y que la síntesis asistida con microondas constituye una alternativa rápida, eficiente y sustentable para su obtención. Finalmente, este estudio contribuye al aprovechamiento de residuos peligrosos con valor agregado y sienta las bases para el escalamiento del proceso hacia aplicaciones a nivel industrial en el tratamiento de aguas residuales.

Dedicatoria

A mis padres, con todo mi amor y gratitud, por su apoyo incondicional e inquebrantable, por enseñarme que el valor del esfuerzo y la honestidad abren caminos, y por ser mi mayor ejemplo de constancia y entrega. Gracias por creer en mí incluso cuando yo dudé.

A mi hermana, por ser mi compañera de vida, por su alegría, sus palabras de aliento y por estar siempre presente, incluso en los malos momentos.

A mi persona favorita, por su amor, paciencia y por sostenerme en cada paso de este camino. Gracias por ser mi refugio, mi impulso y mi calma. Tu compañía ha sido de mis mayores regalos en este proceso.

A mis amigos de la maestría, por cada conversación, cada risa que alivió el peor de los cansancios, por los desvelos compartidos, el apoyo mutuo y por hacer de esta etapa una experiencia valiosa e inolvidable.

A mi director de tesis, por su guía, su enorme paciencia, por compartir generosamente su conocimiento y, sobre todo, por su confianza en mi trabajo. Gracias por impulsarme a ser mejor cada día y por ser un ejemplo de compromiso y dedicación académica.

Y a Dios, por darme la fortaleza que necesitaba en los momentos de incertidumbre, por brindarme luz en los días oscuros e iluminar mi camino cuando sentí que no podía más.

A todos ustedes, con profundo cariño, les dedico este trabajo que representa no solo una meta académica, sino un pedacito del corazón que me ayudaron a formar. Gracias por ser parte de este logro. Esta tesis también es suya.

Porque los sueños no se construyen solos, y este, con ustedes, se volvió realidad.

Agradecimientos

Agradezco profundamente a mi familia y a mis personas más cercanas por creer en mí y celebrar conmigo cada pequeño avance en este trayecto, así como no dejarme caer en los momentos más difíciles.

A Dios, por brindarme paz y sabiduría para concluir exitosamente mis propósitos.

Agradezco especialmente a mi asesor, el Dr. Adan Luna, por su orientación académica, sus consejos, su apoyo incondicional al no dejarme sola en cada paso del proyecto. Su soporte fue esencial para el desarrollo de este trabajo.

A mi coasesor, el Dr. Marco Morales, quien siempre estuvo detrás en cada etapa, por su disponibilidad, paciencia y apoyo para sacar adelante este proyecto.

A mis niñas del servicio social, por cada risa y por hacer más amenas las horas de trabajo en el laboratorio.

Expreso mi sincero agradecimiento a la Facultad de Ingeniería Química de la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, por brindarme la oportunidad de formarme en un entorno académico de alto nivel, con excelencia y compromiso.

Al Instituto de Física, IFUAP, por las caracterizaciones de SEM y EDS; al Dr. Richard de la Facultad de Ciencias Físico-Matemáticas, por su apoyo en el manejo de resultados de la caracterización de DRX; al Dr. Marco por su aportación en las caracterizaciones de los DRS y Fotoluminiscencia.

Asimismo, reconozco y agradezco el respaldo financiero otorgado por el Consejo Nacional de Humanidades, Ciencias y Tecnologías, CONAHCYT, ahora Secretaría de Ciencia, Humanidades, Tecnología e Innovación, SECIHTI, mediante la beca de maestría que hizo posible la realización de estos estudios desde su inicio.

Finalmente, gracias a todas las personas que, de una u otra forma, formaron parte de este recorrido. Cada palabra de aliento, cada gesto, cada pequeña ayuda, tuvo un impacto significativo.

Este logro es una suma de afectos y esfuerzos compartidos. Gracias por caminar conmigo.

CONTENIDO

Introducción.....	3
Hipótesis	4
Objetivos.....	4
Objetivo general.....	4
Objetivos específicos	4
Capítulo 1: Marco teórico.....	6
1.1 La pila alcalina.....	6
1.2 Fotocatálisis	9
1.3 El ZnO como fotocatalizador.....	10
1.4 Síntesis asistida con microondas.....	12
1.5 Pruebas de degradación	13
1.6 Secuestradores de especies (scavengers)	16
1.7 Técnicas de caracterización	17
1.7.1 Difracción de Rayos X (DRX)	17
1.7.2 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)	18
1.7.3 Espectroscopía de Rayos X por Dispersión de Energía (EDS)	18
1.7.4 Espectroscopía de Reflectancia Difusa (DRS)	19
1.7.5 Espectrofotometría UV-Vis.....	20
1.8 Estado del arte.....	22
Capítulo 2: Marco metodológico.....	24
Capítulo 3: Resultados y discusión.....	31
3.1 Difracción de Rayos X (DRX).....	33

3.2 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y Espectroscopía de Dispersión de Energía (EDS).....	38
3.3 Espectroscopía de Reflectancia Difusa (DRS)	42
3.4 Actividad fotocatalítica mediante UV-vis	44
3.4.1 Diferencia entre marcas	44
3.4.2 Diferencia entre colorantes	48
3.5 Diseño conceptual para escalamiento a planta industrial del proceso de obtención de ZnO a partir de pilas alcalinas usadas.....	54
Conclusiones.....	59
Perspectivas	60
Referencias	61

Índice de tablas

Tabla 1. Reacciones implicadas en el funcionamiento de una pila alcalina.	6
Tabla 2. Composición típica de las pilas alcalinas.	7
Tabla 3. Duración de las pilas alcalinas comerciales más usadas en México.	7
Tabla 4. Caracterización de los residuos de pilas.	8
Tabla 5. Propiedades del ZnO.	10
Tabla 6. Datos cuantitativos de las primeras síntesis de ZnO realizadas a partir de pilas alcalinas.	30
Tabla 7. Redes cristalinas presentes en las muestras caracterizadas.	37
Tabla 8. Composición elemental de las distintas muestras obtenidas.	40
Tabla 9. Primera evaluación de la actividad fotocatalítica.	46
Tabla 10. Evaluación de la actividad fotocatalítica en azul de metileno.	49
Tabla 11. Evaluación de la actividad fotocatalítica en naranja de metilo.	50
Tabla 12. Evaluación de la actividad fotocatalítica en Rodamina B.	51
Tabla 13. Fotocatalizadores con mayor actividad fotocatalítica en cada colorante.	52
Tabla 14. Insumos estimados.	55
Tabla 15. Parámetros preliminares.	55
Tabla 16. Corrientes de la propuesta del proceso de obtención de ZnO en planta industrial.	58

Índice de figuras

Figura 1. Partes de una pila alcalina.	6
Figura 2. Proceso general de fotocátalisis.	13
Figura 3. Estructura molecular del azul de metileno.	14
Figura 4. Estructura molecular del naranja de metilo.	14
Figura 5. Estructura molecular de la Rodamina B.	15
Figura 6. Difractómetro de rayos X Bruker D8 Advance.	17
Figura 7. Microscopio Electrónico de Barrido JEOL modelo JSM 6610LV.	18
Figura 8. Espectrómetro de Reflectancia Difusa Holmarc modelo HO-SP-DRSP100.	19
Figura 9. Radiación electromagnética.	20
Figura 10. Espectrofotómetro UV-Vis Thermo Fisher Genesys 10-S.	21
Figura 11. Diagrama de flujo para la obtención y aplicación de ZnO a partir de pilas usadas en la degradación de azul de metileno.	26
Figura 12. Recuperación del zinc de pilas usadas: (a) Corte de pilas, (b) Separación de componentes, (c) Recuperación de la pasta de zinc.	27
Figura 13. Obtención de $\text{Zn}(\text{OH})_2$	28
Figura 14. Obtención de óxido de zinc: a) Horno de microondas adaptado, b) ZnO en suspensión acuosa, c) ZnO seco.	29
Figura 15. Difractogramas correspondientes a las muestras de ZnO de la marca Energizer.	34
Figura 16. Patrón de difracción correspondiente a las partículas de ZnO recuperadas de las pilas alcalinas Energizer 2018 ST.	36
Figura 17. Patrón de difracción correspondiente a las partículas de ZnO con pH=5.5.	36
Figura 18. Patrón de difracción correspondiente a las partículas de ZnO con pH=3.	37
Figura 19. Morfologías de las muestras de ZnO: (a) E-ST 2018 sin tratamiento, (b) E-MW 2018 solo tratamiento con microondas, (c) E-55/2 2018 con $\text{pH}_{\text{ZnCl}_2}=5.5$, (d) E-3/2 2018 con $\text{pH}_{\text{ZnCl}_2}=3$, (e) E-7 2018 con $\text{pH}_{\text{ZnOH}}=7$, (f) E-11 2018 con $\text{pH}_{\text{ZnOH}}=11$, (g) E-ST/23 2023 sin tratamiento, (h) E-ST/24N 2024 nueva sin tratamiento.	39

Figura 20. Espectros de reflectancia difusa correspondientes a las muestras de ZnO: E-ST, E-55/2, E-3/2.	42
Figura 21. Gráfico de Tauc para la obtención del band gap de la muestra de ZnO sintetizado E-55/2.	43
Figura 22. Espectros correspondientes a la degradación de azul de metileno con muestras de ZnO derivadas de pilas Energizer, 2018: (a) Muestra E-ST, (b) Muestra E-55, (c) Muestra E-3.	44
Figura 23. Espectros correspondientes a la degradación de azul de metileno con muestras de ZnO derivadas de pilas Duracell, 2018: (a) Muestra D-ST, (b) Muestra D-55, (c) Muestra D-3).....	45
Figura 24. Velocidad de degradación del azul de metileno con muestras de ZnO obtenidas a partir de: (a) Pilas Energizer 2018 y (b) Pilas Duracell 2018.....	47
Figura 25. Toma de alícuotas en pruebas de degradación de: (a) azul de metileno, (b) naranja de metilo y (c) rodamina B.	48
Figura 26. Velocidad de degradación de azul de metileno a partir de muestras de ZnO derivadas de pilas Energizer.	49
Figura 27. Velocidad de degradación de naranja de metilo a partir de muestras de ZnO derivadas de pilas Energizer.	50
Figura 28. Velocidad de degradación de rodamina B a partir de muestras de ZnO derivadas de pilas Energizer.	51
Figura 29. Comportamiento de las muestras de ZnO como fotocatalizadores más relevantes en los distintos colorantes.....	53
Figura 30. DFP de la obtención de ZnO en planta industrial.	57

Introducción

Uno de los temas de mayor relevancia e importancia para el mundo es la actual contaminación que existe en el ambiente, la cual desafortunadamente, no se ha logrado controlar, por el contrario, está en constante crecimiento; la contaminación ambiental abarca desde los desechos industriales, que son la mayor fuente de contaminación ambiental, hasta los hogares, donde, por si fuera poco, en la mayoría de las viviendas no se ejerce la separación de desperdicios como muestra de educación ambiental. Existen pocos métodos para el aprovechamiento de desechos, causando que la contaminación provoque daños irremediables al ambiente, ya que la generación de estos se debe principalmente a que los seres humanos somos extremadamente consumistas.

Uno de los problemas a los que hemos estado expuestos a lo largo de los años es la gran cantidad de pilas o baterías que han terminado su vida útil. Las pilas, al desecharse, se convierten en residuos de manejo especial o residuos peligrosos dependiendo del tipo de pila que, dada su toxicidad, pueden provocar daños al ambiente y a la salud humana si estos no se manejan de manera adecuada (SEMARNAT, 2016).

Las pilas alcalinas generan electricidad a través de reacciones óxido-reducción (véase Tabla 1). Están conformadas típicamente por Zn (ánodo), MnO_2 (cátodo), y una solución alcalina (electrolito), principalmente KOH, que actúa como medio conductor (Guenther Carlos, y otros, 2023).

La obtención del ZnO es de total interés debido a las siguientes razones: tiene múltiples aplicaciones tecnológicas, como semiconductor y fotocatalizador, así como dentro de la industria médica y cosmética; la recuperación de este material ayuda a prevenir la contaminación ambiental, ya que un mal reciclado o almacenamiento de las pilas puede provocar la filtración de tóxicos en el suelo y agua, pasando de un residuo peligroso a un producto de alta pureza y valor agregado.

Por lo que la búsqueda de alternativas factibles para el aprovechamiento de estos residuos es de alto interés, además de encontrar procesos viables que contribuyan a un futuro más sostenible.

El aprovechamiento del ZnO obtenido de las pilas alcalinas usadas sugiere un estudio de gran importancia debido a que no solo se reduce la cantidad de desecho de material tóxico, sino que también contribuye con una estrategia innovadora sobre el tratamiento de aguas, en donde se pretende utilizar nanopartículas de ZnO. Para esto, es importante determinar su ruta de síntesis, así como la evaluación de su actividad fotocatalítica, lo cual puede depender de la variedad de marcas comerciales en las que se encuentran.

La síntesis asistida con microondas es una técnica que ha demostrado tener mayores ventajas sobre los métodos convencionales, destacando la rapidez en la velocidad de síntesis (minutos), así como también un mejor rendimiento, lo que la hace factible en la obtención de fotocatalizadores.

El presente proyecto de investigación se centra en la obtención, recuperación y evaluación fotocatalítica del ZnO de las pilas alcalinas y disminuir el impacto ambiental que estas generan.

Hipótesis

El ZnO obtenido a partir de pilas alcalinas usadas muestra una alta actividad fotocatalítica.

Objetivos

Objetivo general

Evaluar la actividad fotocatalítica de ZnO obtenido a partir de pilas alcalinas usadas para su posible uso en el tratamiento de aguas.

Objetivos específicos

- Identificar los compuestos presentes en las pilas alcalinas usadas.
- Sintetizar el ZnO de pilas alcalinas usadas de diferentes marcas comerciales empleando microondas.
- Realizar pruebas de degradación fotocatalítica.
- Caracterizar el ZnO obtenido mediante análisis DRX, SEM-EDS y DRS.

- Evaluar la actividad fotocatalítica mediante Espectroscopía UV-vis.
- Desarrollar una propuesta conceptual para el proceso en una planta industrial.

Capítulo 1: Marco teórico

1.1 La pila alcalina

Las pilas alcalinas son un tipo de batería de uso común en diversos dispositivos electrónicos. Su funcionamiento para producir corriente eléctrica implica un conjunto de reacciones químicas (Tabla 1) entre las partes que la conforman: cátodo, ánodo y electrolito (Figura 1).

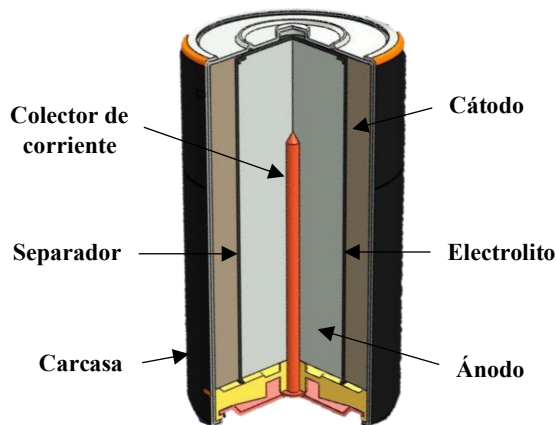


Figura 1. Partes de una pila alcalina.

Tabla 1. Reacciones implicadas en el funcionamiento de una pila alcalina.

Tipo de reacción	Reacción involucrada
Oxidación (en el ánodo)	$\text{Zn}_{(s)} + 4\text{OH}_{(ac)}^- \rightarrow \text{Zn}(\text{OH})_{4(s)}^{2-} + 2e^-$ $\text{Zn}(\text{OH})_{4(s)}^{2-} \rightarrow \text{ZnO}_{(s)} + \text{H}_2\text{O}_{(l)} + 2\text{OH}_{(ac)}^-$
Ánodo Global:	$\text{Zn}_{(s)} + 2\text{OH}_{(ac)}^- \rightarrow \text{ZnO}_{(s)} + \text{H}_2\text{O}_{(l)} + 2e^-$
Reducción (en el cátodo)	$\text{MnO}_{2(s)} + \text{H}_2\text{O}_{(l)} + e^- \rightarrow \text{MnOOH}_{(s)} + \text{OH}_{(ac)}^-$ $\text{MnOOH}_{(s)} + \text{H}_2\text{O}_{(l)} + e^- \rightarrow \text{Mn}(\text{OH})_{2(s)} + \text{OH}_{(ac)}^-$
Cátodo Global:	$\text{MnO}_{2(s)} + 2\text{H}_2\text{O}_{(l)} + 2e^- \rightarrow \text{Mn}(\text{OH})_{2(s)} + 2\text{OH}_{(ac)}^-$
Global	$\text{Zn}_{(s)} + \text{MnO}_{2(s)} + \text{H}_2\text{O}_{(l)} \rightarrow \text{ZnO}_{(s)} + \text{Mn}(\text{OH})_{2(s)}$

Adaptado de (Faegh, y otros, 2018) y (Durena & Zukuls, 2023).

La Tabla 2 muestra los elementos típicos y sus porcentajes en peso que componen este tipo de pilas:

Tabla 2. Composición típica de las pilas alcalinas.

Componente	% peso
Grafito	2 - 6
Dióxido de manganeso	30 - 45
Hidróxido de potasio	4 - 8
Zinc	12 – 25
Acero	18 - 22
Agua, papel, plástico y otros	Balance

Extraído de (Energizer, 2023).

Cabe mencionar que los porcentajes en peso de cada elemento, así como el tiempo de vida útil, pueden variar dependiendo de la marca comercial de la pila en relación con el tipo de uso que se les dé. La Tabla 3 hace referencia a la duración promedio en horas de uso en juguete motorizado de diferentes marcas de pilas alcalinas tipo AA.

Tabla 3. Duración de las pilas alcalinas comerciales más usadas en México.

Marca	Duración promedio
DURACELL	6 h 8 min
ENERGIZER	6 h 4 min
RADIOSHACK	5 h 52 min
STEREN	5 h 35 min

Extraído de (PROFECO, 2025)

Residuos que se generan

En México, según ALPIBA, en el 2016, cada habitante llega a consumir en promedio seis pilas no recargables al año, en donde la mayoría de las pilas que se manejaban contenían mercurio y cadmio. Sin embargo, en la actualidad existen restricciones en todo el mundo respecto al contenido de estos elementos en las pilas. Cabe mencionar que el 100% de las

pilas son importadas, ya que nuestro país dejó de producirlas desde el 2001 (SEMARNAT, 2016).

La NOM-052 establece dos tipos de residuos con base en el tipo de pila usada y la función de su tecnología, tal como lo describe la Tabla 4:

Tabla 4. Caracterización de los residuos de pilas.

Tipo de Residuo	Tipo de Pila	
	Primaria o desechable	Secundaria o recargable
Residuo de manejo especial	Pilas alcalinas	Pilas de níquel - metal hidruro
	Pilas de carbón - zinc	Pilas de ion - litio
	Pilas zinc - aire	
	Pilas de litio	Pilas de litio con polímero
Residuo peligroso	Pilas óxido de mercurio	Pilas de níquel - cadmio
	Pilas zinc – óxido de plata	

Legalmente, en México solo existen dos empresas que pueden realizar la correcta disposición de pilas: RIMSA y SITRASA. Esta última es la primera empresa en Latinoamérica que cuenta con la autorización para el tratamiento y reciclaje de todo tipo de pilas (COSMOS Online, 2024).

En primera instancia, la solución sería reducir el consumo de pilas siempre que sea posible, o, en su defecto, utilizar pilas recargables, disminuyendo la cantidad de pilas desechadas en un porcentaje sumamente considerable, pero esto no resuelve el problema, ya que se aumentaría el consumo de pilas reusables y ahora la contaminación sería por pilas recargables. Sin embargo, ya que las pilas alcalinas son una fuente abundante de zinc metálico, una segunda instancia es recuperarlo para producir ZnO.

Este enfoque no solo promueve la reutilización de desechos electrónicos, sino que también mitiga los impactos ambientales asociados con la disposición de las pilas.

1.2 Fotocatálisis

Para llevar a cabo nuestro proyecto, es indispensable entender el fundamento de la fotocatalisis. Este proceso ha ganado mayor reconocimiento en los últimos años dentro de la ingeniería ambiental para sistemas de descontaminación y purificación de agua, entre otros.

Cassaignon y col. (Cassaignon, Colbeau-Justin, & Durupthy, 2013) afirman que:

La fotocatalisis es un fenómeno natural en el que una sustancia denominada *fotocatalizador* acelera una reacción química mediante la acción de la luz sin ser alterada. Utilizando la energía luminosa, los fotocatalizadores inducen la formación de especies reactivas, capaces de descomponer sustancias orgánicas e inorgánicas mediante reacciones de óxido-reducción.

El mecanismo de la fotocatalisis consta de cuatro etapas:

1. Los fotocatalizadores se excitan con luz de igual o mayor energía que la banda prohibida.
2. Se forman pares electrón-hueco (portadores de carga) que se disocian en fotoelectrones libres en la banda de conducción y fotohuecos en la banda de valencia.
3. Los portadores de carga migran hacia la superficie del material donde la adsorción de moléculas aceptoras y donadoras ocurre espontáneamente en presencia de una fase de fluido (gas o líquido).
4. Según el potencial redox (o nivel de energía) de cada adsorbato, se produce una transferencia de electrones a las moléculas aceptoras, mientras que los fotohuecos se transfieren a las moléculas donadoras.

Ventajas del proceso de fotocatalisis

Dentro de las ventajas de un proceso fotocatalítico podemos mencionar:

- Facilidad de inicio y detención de la reacción.
- Bajo consumo de energía
- Variedad de contaminantes degradables
- Bajo costo

1.3 El ZnO como fotocatalizador

La actividad fotocatalítica es controlada por diversos factores propios del material, tales como: el rango de absorción óptica, la velocidad de oxidación y reducción en la superficie por parte del par electrón-hueco (e^-/h^+), así como también la rapidez de recombinación entre estos (Cassaignon, Colbeau-Justin, & Durupthy, 2013).

Se han realizado diversas investigaciones acerca de la efectividad del ZnO como fotocatalizador a partir de pilas. Una de estas es la realizada por Gallegos y col. (Gallegos, Aparicio, Peluso, Damonte, & Sambeth, 2018), quienes purificaron óxido de zinc lixiviando el ánodo de baterías alcalinas, logrando una eliminación del 70% del azul de metileno en agua desionizada empleando lámparas UV (350 nm).

El ZnO posee diversas propiedades que lo hacen un fotocatalizador efectivo. En la Tabla 5 se resumen algunas de estas.

Tabla 5. Propiedades del ZnO.

Propiedad		Característica
Física	Mineral	Zincita
	Fase cristalina	Wurzita hexagonal
	Densidad [kg/m^3]	5.6 g/cm^3
Óptica	Índice de refracción	2.008, 2.029
	Transmisión óptica	80 – 95%
	Energía de banda prohibida óptica	3.37 eV
	Constante óptica estática (ϵ_∞)	3.7
Eléctrica	Constante dieléctrica estática (ϵ_s)	7.9
	Movilidad del electrón tipo-n	200 – 300 $\text{cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$

Extraído de (López, Estudio de las propiedades fotocatalíticas de nanopartículas de ZnO-ZrO₂ en la degradación de contaminantes orgánicos, 2018)

Con base en lo reportado por Guo y col. (2011), la eficiencia fotocatalítica del ZnO está directamente relacionada con el método de síntesis y sus propiedades estructurales, de entre las que se destacan:

- Tamaño de partícula
- Morfología
- Defectos estructurales

1.4 Síntesis asistida con microondas

Los métodos convencionales (sol-gel, hidrotermal, entre otros) permiten recuperar ZnO con alta eficiencia, pero presentan dificultades o limitaciones, como un alto consumo energético y la generación de residuos tóxicos (Ruiz Peralta, 2012).

La síntesis química que utiliza microondas es una técnica basada en la absorción de energía de microondas por los reactivos (o el disolvente) convirtiéndose en calor y acelerando las reacciones químicas. La radiación por microondas puede ser dividida en dos componentes: relacionados al campo eléctrico y al campo magnético (Villarreal, 2012). Esta metodología de síntesis, a comparación del calentamiento convencional, destaca las siguientes ventajas (Peralta, 2012):

- Rápido calentamiento de los reactivos y disolventes
- Calentamiento volumétrico
- Cortos tiempos de reacción
- Ahorro de energía

En este contexto, la síntesis asistida con microondas ha emergido como una alternativa sostenible. Este método combina una rápida transferencia de energía con una distribución uniforme del calor, permitiendo la formación de ZnO con una menor huella ambiental. Diversos parámetros, como el tiempo de irradiación, la potencia de microondas y el pH del medio juegan un papel crucial en la morfología y densidad de defectos del material.

1.5 Pruebas de degradación

Actualmente, los Procesos de Oxidación Avanzada (POAs) son métodos alternativos para el tratamiento de aguas residuales debido a su efectiva degradación de contaminantes orgánicos. Dentro de estos procesos se encuentra la fotocatalisis que, como ya se mencionó, mediante reacciones redox puede descomponer compuestos orgánicos y degradar inorgánicos (proceso de fotodegradación).

Durante la reacción de fotodegradación están implícitas ciertas especies reactivas del agua y aire ($\cdot\text{OH}$ y O_2^- , respectivamente). La Figura 2 muestra el proceso general para la degradación de contaminantes en agua por fotocatalisis.

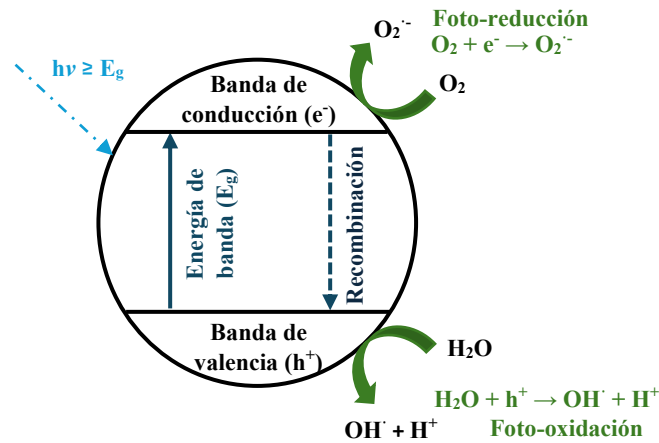
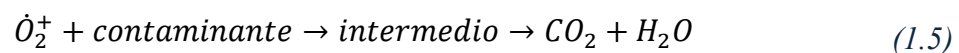
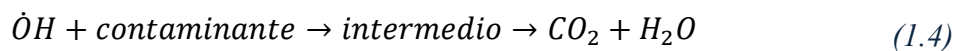


Figura 2. Proceso general de fotocatalisis.

En general, el proceso fotocatalítico (mineralización total) para el tratamiento de aguas residuales se puede describir mediante las siguientes reacciones:



El proceso fotocatalítico para el tratamiento de colorantes es un proceso de fotocátalisis heterogénea que siempre se lleva a cabo mediante la aplicación de una suspensión de fotocatalizadores dentro de una solución de colorante.

Azul de metileno

De acuerdo con Espinoza-Montero y col., el cloruro de tetrametiltionina ($C_{16}H_{18}N_3SCl$, Número CAS: 7220-79-3) más conocido como azul de metileno (AM), se utiliza en la industria textil para la tinción de lana de oveja, fibras de algodón y seda. La estructura molecular del AM se representa de la siguiente manera (Figura 3):

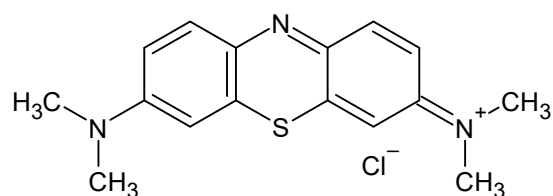


Figura 3. Estructura molecular del azul de metileno.

Por lo tanto, este compuesto no solo representa un contaminante relevante en aguas residuales industriales, sino que también se utiliza para brindarnos un punto de partida al considerarlo como un compuesto modelo para el desarrollo y evaluación de la actividad fotocatalítica, debido a su estructura química y sus propiedades ópticas.

Naranja de metilo

Un ejemplo de colorante riesgoso en sistemas acuosos es el naranja de metilo (NM), un compuesto perteneciente a los azoderivados que presenta un comportamiento de ácido débil (ver Figura 4). Su denominación química corresponde a la sal sódica de ácido sulfónico de 4 Dimetilaminoazobenceno ($C_{14}H_{14}N_3NaO_3S$). Actualmente, tiene diversas aplicaciones que abarcan desde formulaciones farmacéuticas hasta su uso como colorante en procesos de teñido a concentraciones cercanas al 5%. (Ramírez Llamas, Jacobo Azuara, & Martínez Rosales, 2015).

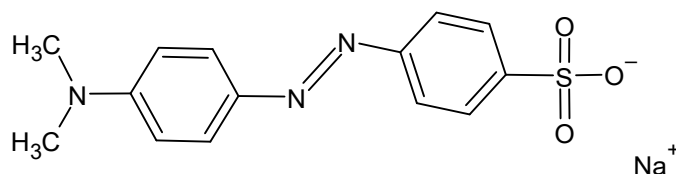


Figura 4. Estructura molecular del naranja de metilo.

Rodamina B

La rodamina B ($C_{28}H_{31}ClN_2O_3$) (Figura 5) es un colorante sintético de la familia de los xantínicos empleada principalmente en la industria textil, del cuero y de la pintura, además de tener aplicaciones como colorante biológico en laboratorios. La exposición a este compuesto puede provocar irritación en la piel, ojos y vías respiratorias; se han documentado reacciones fototóxicas y fotoalérgicas. Este colorante también está relacionado con posibles efectos carcinogénicos, genotóxicos y alteraciones crónicas en la salud. (Matias, Guisolphi Gomez de Oliveira, Geremias, & Stolberg, 2020).

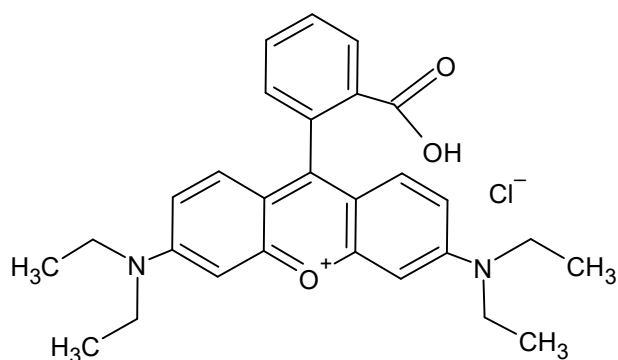


Figura 5. Estructura molecular de la Rodamina B.

1.6 Secuestradores de especies (scavengers)

La fotocatálisis es un proceso de oxidación que utiliza un fotocatalizador activado por luz para generar especies reactivas de oxígeno, como radicales hidroxilos ($OH\cdot$) y superóxidos (O_2^-), capaces de degradar contaminantes orgánicos (Hoffman, Martin, Choi, & Bahnemann, 1995). El óxido de zinc (ZnO) es un fotocatalizador ampliamente estudiado debido a su alta eficiencia, bajo costo, estabilidad química y baja toxicidad (Zeid & Leprince-Wang, 2024).

Sin embargo, en sistemas fotocatalíticos, la eficiencia en la actividad fotocatalítica se ve limitada por la recombinación de los pares electrón-hueco generados tras la absorción de fotones. Cuando un fotocatalizador –como el ZnO– absorbe luz con energía igual o superior a su banda prohibida, un electrón de la banda de valencia pasa a la banda de conducción dejando un hueco en la banda de valencia. Estas especies, si no se separan eficientemente, pueden recombinarse rápidamente, liberando energía en forma de calor o luz, lo que reduce la disponibilidad de portadores de carga para las reacciones redox en la superficie del fotocatalizador (Herrmann, 1999).

Aquí es donde los *scavengers* (secuestradores de especies) juegan un papel crucial. Un *scavenger* es una sustancia que se añade al sistema fotocatalítico para capturar selectivamente los electrones o huecos generados, inhibiendo su recombinación y prolongando su vida útil. Al hacerlo, se promueve una mayor separación de cargas y, por ende, se incrementa la eficiencia de la generación de las especies reactivas de oxígeno. (Predoana, Petcu, Preda, & Jeanina, 2023).

En el estudio de la degradación de colorantes con ZnO, la presencia de oxígeno disuelto en el agua es vital. Además, en algunos casos, se pueden añadir deliberadamente pequeñas cantidades de otros aceptores (como H_2O_2) para potenciar la eficiencia, aunque su uso debe ser cuidadoso para evitar que, en altas concentraciones, puedan convertirse en inhibidores al competir con el contaminante por los sitios activos o las especies reactivas de oxígeno.

1.7 Técnicas de caracterización

1.7.1 Difracción de Rayos X (DRX)

La difracción de rayos X (DRX) es una técnica analítica no destructiva utilizada para estudiar la estructura cristalina de los materiales. Se basa en la interacción de un haz de rayos X con los planos cristalinos. Cuando se cumplen las condiciones de la ley de Bragg, los rayos X se difractan y generan un patrón característico que depende de la disposición de los átomos en la red cristalina (Cinvestav, 2024).

La composición química y el tipo estructural de los cristales se denominan como “fase”. Los materiales pueden ser mezclas monofásicas o multifásicas y, además, pueden contener componentes cristalinos y no cristalinos. En un difractómetro de rayos X (Figura 6), las diferentes fases cristalinas muestran patrones de difracción. La identificación de fases se puede realizar mediante la comparación de patrones obtenidos de muestras desconocidas con los patrones de las bases de datos de referencia (Malvern Panalytical, 2024).

Esta técnica se ha utilizado para analizar la composición de suelos e identificar minerales, aleaciones, metales, materiales catalíticos, ferroeléctricos y luminiscentes entre otros. Este tipo de análisis se ha incorporado al estudio de materiales en el área de nanociencias, debido a que la información que arroja un difractograma ayuda a determinar la estructura cristalina, fases y pureza (Aparicio Ceja & Carbajal Arizaga, 2010).



Figura 6. Difractómetro de rayos X Bruker D8 Advance.

1.7.2 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

El Microscopio electrónico de barrido o SEM es aquel que utiliza un haz de electrones en lugar de un haz de luz para formar una imagen (Figura 7). Tiene una gran profundidad de campo, la cual permite que se enfoque una gran parte de la muestra. También produce imágenes de alta resolución, que significa que características espacialmente cercanas en la muestra pueden ser examinadas a una alta magnificación. La preparación de las muestras es relativamente fácil pues la mayoría de SEMs sólo requieren que éstas sean conductoras (Universidad de Burgos, 2025).

La microscopía electrónica es una técnica muy útil en la caracterización de materiales ya que se necesita muy poca cantidad de muestra y se trata de una técnica no destructiva (mientras no haya que cortar la muestra para que quepa en el portaobjetos o recubrir), es decir, la muestra no se ve perjudicada y se puede recuperar (ATRIA, 2020).

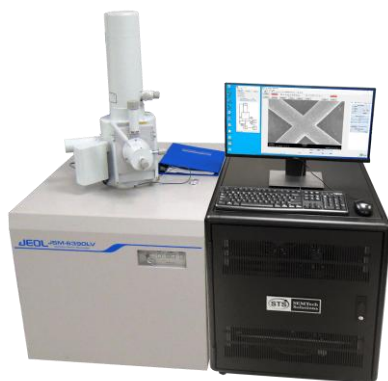


Figura 7. Microscopio Electrónico de Barrido JEOL modelo JSM 6610LV.

1.7.3 Espectroscopía de Rayos X por Dispersión de Energía (EDS)

En la superficie de la muestra tienen lugar una serie de fenómenos físicos, además de las interacciones electrónicas utilizadas para la obtención de imágenes. Es posible aprovechar estas interacciones para obtener información química. Cuando se generan electrones secundarios para la formación de imágenes, el átomo interaccionado se ioniza y debe capturar un electrón de la capa externa para volver al estado fundamental. De acuerdo con la ley de conservación de la energía, se emite un fotón característico de la transición que se ha

producido y que está “cuantizado” según las reglas de la mecánica cuántica. Se mide la energía de ese fotón emitido y se identifican las transiciones energéticas que se producen para cada elemento. El detector EDS es la herramienta que se utiliza para medir la energía de los fotones emitidos en el espectro electromagnético de rayos X. La microscopía electrónica de barrido (SEM) y la espectroscopia de dispersión de energía de rayos X (EDS) permiten realizar análisis específicos de las superficies de las muestras. Estas técnicas se utilizan ampliamente para el análisis de superficies de materiales, la investigación de fallos de productos, la identificación de contaminantes, el análisis de juntas de soldadura, etc. (RTI Laboratories, 2016).

1.7.4 Espectroscopía de Reflectancia Difusa (DRS)

La espectroscopia de reflectancia difusa es un tipo de absorción donde se registra la luz reflejada por la muestra, en lugar del haz de luz transmitido a través de ella (ver Figura 8). Al igual que las mediciones de transmisión más estándar, la espectroscopia de reflectancia difusa puede utilizarse para el análisis cuantitativo y cualitativo de muestras y, según las longitudes de onda de la luz empleadas, para observar la estructura electrónica o vibracional de la muestra. Una ventaja de la espectroscopia de reflectancia difusa sobre otros métodos de reflectancia es que está diseñada para funcionar con superficies que no son perfectamente lisas ni reflectantes. Para otros métodos de reflectancia, la superficie no debe ser demasiado rugosa ni irregular, ya que esto genera un fondo de dispersión excesivo que oscurecerá la señal de la muestra (Ingle, 2023).



Figura 8. Espectrómetro de Reflectancia Difusa Holmarc modelo HO-SP-DRSP100.

1.7.5 Espectrofotetría UV-Vis

La espectroscopía por absorción molecular en las regiones ultravioleta y visible (UV-Vis) del espectro se usa ampliamente en la determinación cuantitativa de una gran cantidad de especies inorgánicas, orgánicas y biológicas; por ello, las medidas de absorción en estas regiones se utilizan ampliamente para identificarlas y determinarlas (Skoog, Holler, & Crouch, 2008).

La espectrofotetría UV-Vis utiliza el espectro electromagnético (Figura 9) y su efecto sobre la materia, produciendo transiciones electrónicas entre los orbitales atómicos o moleculares de la muestra.

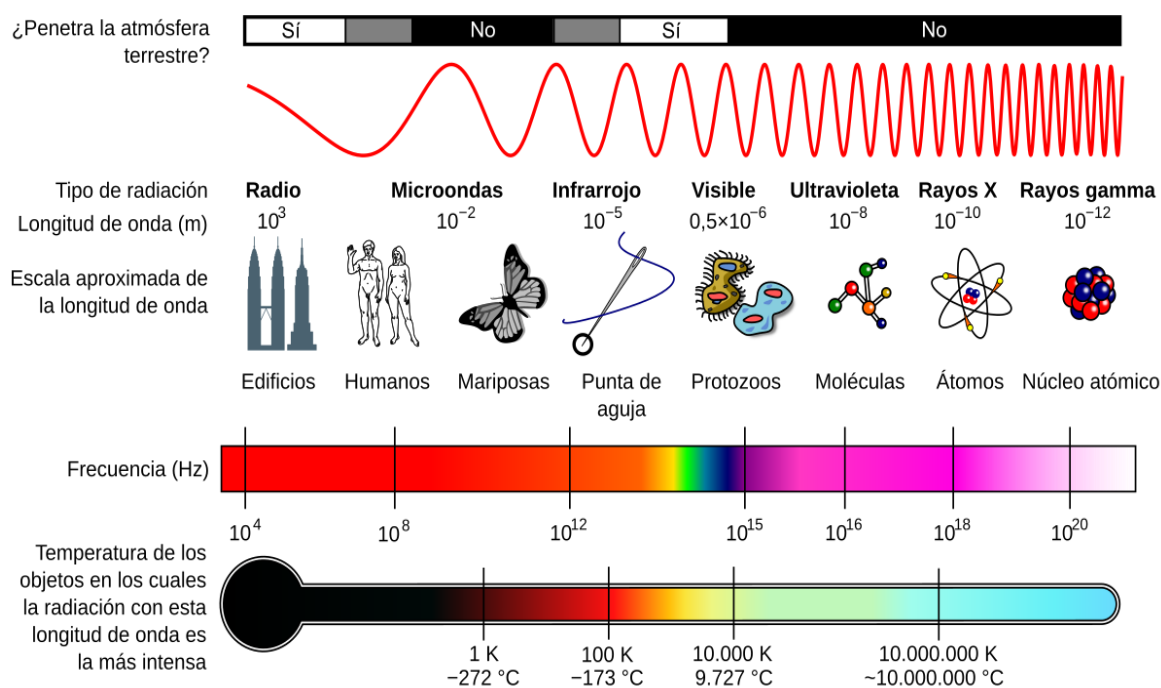


Figura 9. Radiación electromagnética.

El espectrofotómetro UV-Vis (Figura 10) se utiliza para la valoración cuantitativa de soluciones de iones metálicos de transición y compuestos orgánicos. Con base en la Ley de Beer-Lambert, la absorbancia de una solución es directamente proporcional a la concentración de ésta, por lo que este equipo puede usarse para determinar la concentración

de la solución. Este equipo tiene la capacidad de medir radiaciones de diferentes longitudes de onda dentro del rango ultravioleta y visible (por lo general de 200 a 1000 nm).



Figura 10. Espectrofotómetro UV-Vis Thermo Fisher Genesys 10-S.

1.8 Estado del arte

La fotocatálisis heterogénea ha cobrado relevancia como una solución eficaz para la remediación de contaminantes orgánicos en agua, gracias a su alta sostenibilidad. Entre los materiales fotocatalíticos más investigados, el óxido de zinc (ZnO) destaca por su amplio ancho de banda prohibida (3.37 eV), su estabilidad térmica y su capacidad para generar especies reactivas de oxígeno bajo irradiación UV (López Uribe, 2018). Sin embargo, la obtención convencional de ZnO puede implicar altos costos y el uso de precursores poco sostenibles, lo que ha impulsado la exploración de métodos de síntesis alternativos.

Kumar y colaboradores (2016) desarrollaron un método de síntesis asistida con microondas para la producción de nanoestructuras de óxido de grafeno soportado sobre ZnO (G-ZnO) como una propuesta económica y amigable con el medio ambiente. Con ello, se demostró que el tiempo de calentamiento por microondas influye en la morfología de estas partículas. Por ejemplo, con un tiempo de 3 minutos, se obtienen micropartículas cúbicas; con 4.5 minutos, nano-hojuelas; y 7.5 minutos, nano-agujas o nanotubos.

Posteriormente, Santos Anholeti y colaboradores (2022) llevaron a cabo un estudio sobre la síntesis, caracterización y aplicaciones de heteroestructuras de Zn/ZnO, en donde se destaca la calcinación de estas estructuras en un intervalo de temperaturas de 600°C a 800°C y la influencia del pH en el proceso de fotodegradación del tinte rojo directo 80 (DR80) en el agua. Con ello, se demostró que el proceso de calcinación a 600°C potencia la fotodegradación, pero a temperaturas mayores se reduce; además de mostrar mayor eficiencia en medios con pH alejados del neutro.

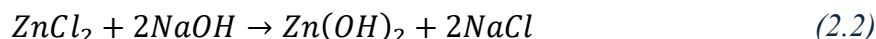
Estudios recientes han demostrado que el solvente empleado en la síntesis de las partículas de ZnO también juega un papel importante. Por ejemplo, Pushpa y Kokila (2024) presentaron el efecto de los solventes agua y la mezcla etanol/agua sobre la morfología y la fotoluminiscencia de las nanopartículas de ZnO.

Las estructuras basadas en ZnO poseen propiedades interesantes que han mostrado un panorama favorable para varias aplicaciones en distintas áreas de la ciencia. Una de ellas es el uso de partículas de ZnO obtenidas a partir de baterías alcalinas gastadas, dopadas con manganeso, con potenciales aplicaciones fotocatalíticas. Para ello, Stefan y colaboradores

(2024) obtuvieron ZnO a partir del Zinc recuperado de baterías gastadas, empleando una mezcla isopropanol/agua con relación volumétrica 1:1 y calcinadas en un intervalo de 500°C a 800°C, en donde se observó que con una calcinación de 600°C, las partículas presentan mayor intensidad de emisión fotoluminiscente; por otro lado, las partículas obtenidas con una calcinación de 700°C presentaron mayor actividad fotocatalítica para la degradación de Rodamina B y Oxitetraciclina.

Capítulo 2: Marco metodológico

La metodología empleada tiene como base la siguiente ruta de reacciones elementales para la obtención de ZnO:



donde *MW* hace referencia a la aplicación de calor empleando microondas.

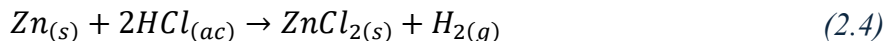
El desarrollo de la síntesis consta de tres principales etapas:

1. Recuperación del zinc
2. Obtención del precursor
3. Tratamiento térmico

Una vez terminado este procedimiento, las muestras obtenidas se someten, en primera instancia, a pruebas de degradación, para después ser caracterizadas por diferentes técnicas.

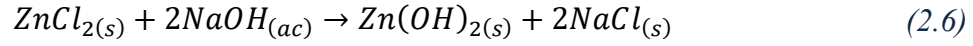
El mecanismo de reacción propuesto para la obtención del óxido de zinc es el siguiente:

1. Hidrocloración del zinc. El zinc de las pilas es dispersado en una solución acuosa de ácido clorhídrico 1M, donde se lleva a cabo el proceso de hidrocloración, a diferentes pH obteniendo cloruro de zinc e hidrógeno molecular gaseoso.



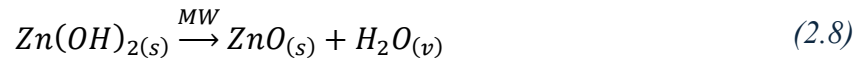
$$-r_{Zn} = k_1[Zn][HCl]^2 \quad (2.5)$$

2. Hidratación del cloruro de zinc. El cloruro de zinc es sometido a un ataque básico, empleando hidróxido de sodio 1M, en donde se lleva a cabo la reacción de hidratación, obteniendo hidróxido de zinc y cloruro de sodio.



$$-r_{ZnCl_2} = k_2[ZnCl_2][NaOH]^2 \quad (2.7)$$

3. Deshidratación del hidróxido de zinc (asistida con microondas). Finalmente, el hidróxido de zinc es deshidratado, empleando radiación de microondas, lo que permite la formación de óxido de zinc y agua.



$$-r_{Zn(OH)_2} = k[Zn(OH)_2] \quad (2.9)$$

La Figura 11 muestra el diagrama de flujo donde se representa el proceso con la serie de etapas mencionadas anteriormente.

METODOLOGÍA

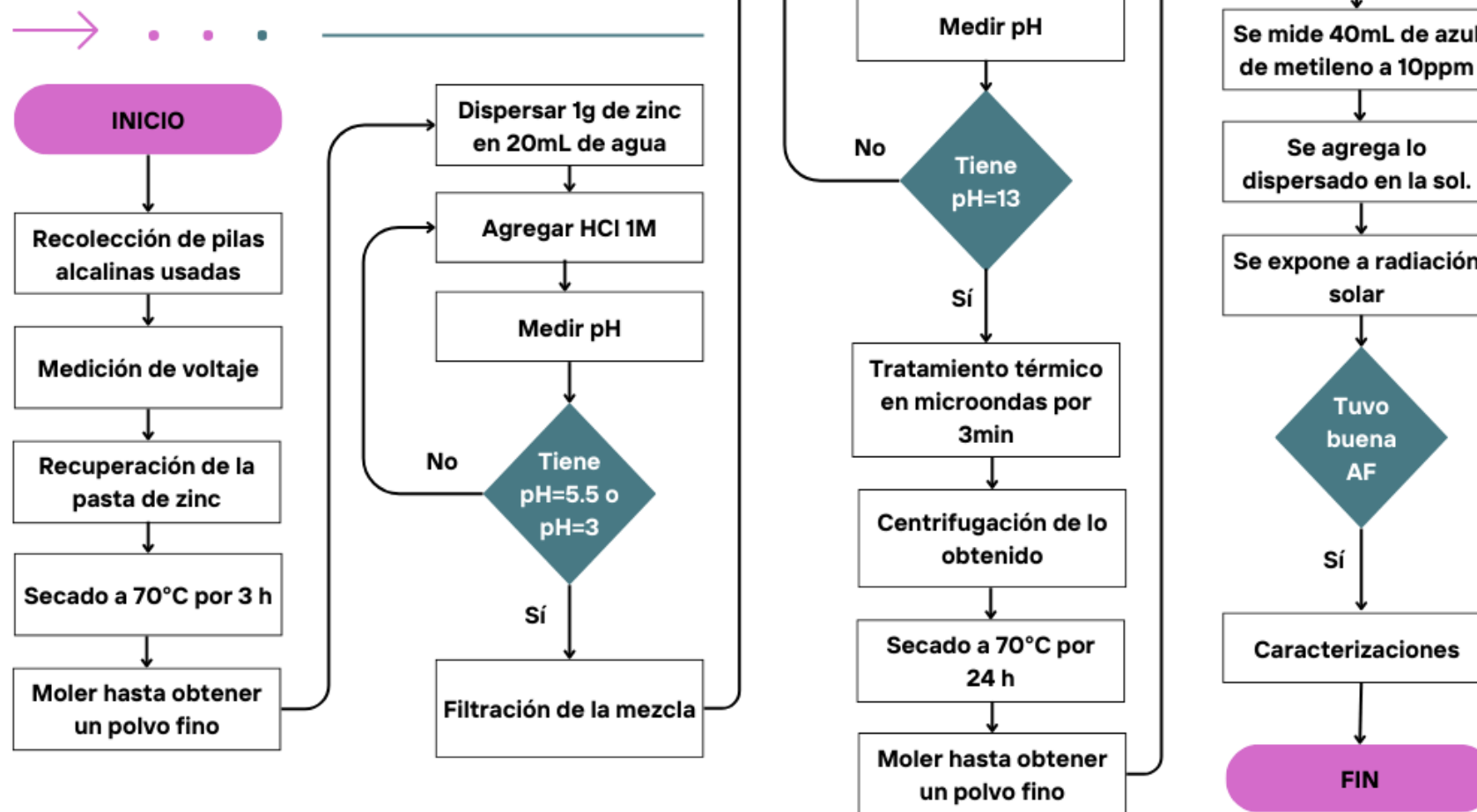


Figura 11. Diagrama de flujo para la obtención y aplicación de ZnO a partir de pilas usadas en la degradación de azul de metileno.

Dichas etapas se describen a continuación:

- **Recuperación del zinc de las pilas alcalinas usadas (ver Figura 12)**

1. Recolección: se recolectan las pilas alcalinas usadas.
2. Medición de voltaje: se verifica que las pilas tengan un voltaje cercano a 0V.
3. Separación: se separan los componentes de las pilas alcalinas, en donde se destaca la recuperación del zinc.
4. Primer secado: se seca la pasta de zinc a 70 °C durante 3 horas.
5. Primera molienda: se muele hasta que quede un polvo fino.

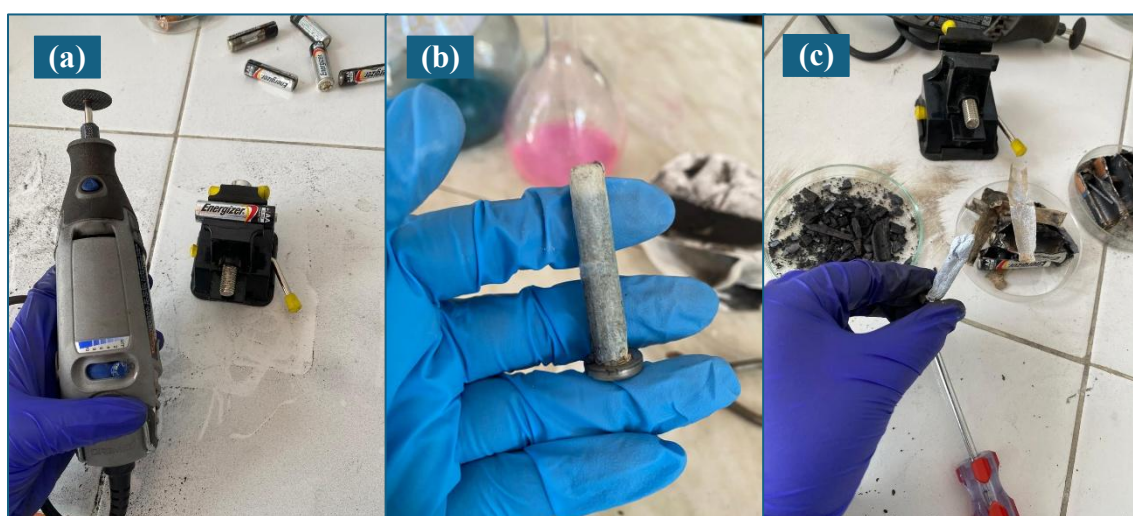


Figura 12. Recuperación del zinc de pilas usadas: (a) Corte de pilas, (b) Separación de componentes, (c) Recuperación de la pasta de zinc.

- **Obtención del precursor (ZnCl_2)**

6. Dispersión: se pesa 1 g del polvo de zinc obtenido de pilas y se dispersa en 20 mL de agua destilada. Se somete a sonicación durante 5 min.
7. Primera reacción: mientras está en agitación, se agrega poco a poco una solución de HCl 1M hasta llegar al pH deseado (5.5 o 3); se deja agitando por intervalos de 10 min.
8. Filtración: se procede a filtrar la mezcla obtenida para conseguir el ZnCl_2 .



Figura 13. Obtención de $\text{Zn}(\text{OH})_2$

- **Tratamiento térmico asistido con microondas**

9. Segunda reacción: mientras está en agitación, se agrega una solución de NaOH 1M hasta tener un pH de 13; agitar por intervalos de 10 min. (Ver Figura 13).
10. Microondas: se realiza el tratamiento térmico en microondas por 3 min. (Ver Figura 14).
11. Centrifugación: se centrifuga lo obtenido.
12. Segundo secado: se deja secar el polvo resultante durante 24 h.
13. Segunda molienda: se muele hasta que quede un polvo sumamente fino.

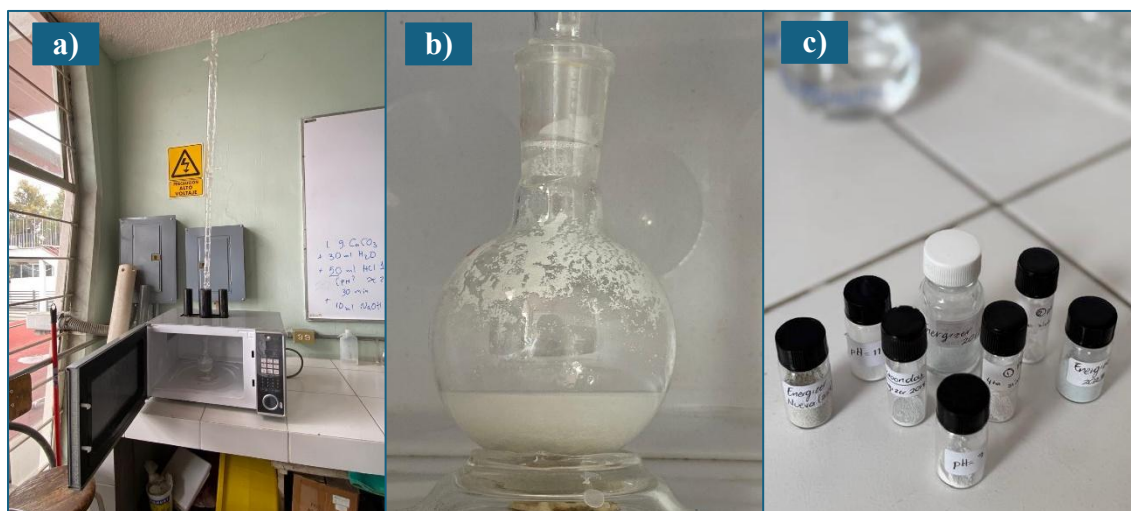


Figura 14. Obtención de óxido de zinc: a) Horno de microondas adaptado, b) ZnO en suspensión acuosa, c) ZnO seco.

- **Prueba de degradación**

14. Dispersión: se pesa 10 mg del fotocatalizador y se dispersa en 10 mL de agua destilada. Se somete a sonicación durante 5 min.
15. Azul de metileno: se mide 40 mL de la solución de azul de metileno a 10 ppm.
16. Exposición solar: se agrega lo dispersado en la solución del colorante a evaluar y se expone a radiación solar.

- **Caracterización**

17. Se caracteriza el material a través de las siguientes técnicas: DRX, SEM-EDS y DRS.
18. Se evalúa su actividad fotocatalítica mediante UV-vis.

Observaciones durante el desarrollo:

- i. Los tiempos de secado se deben a que los polvos obtenidos en ambas etapas se encuentran hidratadas al transcurrir menos tiempo que el indicado.
- ii. El uso del ZnO como fotocatalizador (obtenido contemplando solo la reacción de Zn con NaOH) no generó buenos resultados en los tiempos de degradación, ya que, nuestra condición para que un fotocatalizador sea considerado como “bueno” es que tenga una alta actividad fotocatalítica (más del 50%) en máximo una hora. Es por esto por lo que se decidió inclinarse hacia la búsqueda de un precursor, el cloruro de zinc (ZnCl_2), debido a su practicidad y a que los resultados observados son competentes.

- iii. Agregar sonicación y contemplar agitación se debe a la homogeneidad deseada en cada etapa.
- iv. Para las pruebas de degradación se considera que tengan los mismos factores, es decir, misma hora de inicio, misma irradiación, toma de alícuotas cada 15 min y que el bombeo de oxígeno se mantenga igual para todas las muestras expuestas.

La Tabla 6 muestra los primeros valores obtenidos tras realizar las síntesis de ZnO a partir de pilas alcalinas, tipo AA, de dos marcas (Energizer y Duracell) del mismo año (2018), considerando un voltaje de cero y siguiendo el procedimiento descrito previamente.

Tabla 6. Datos cuantitativos de las primeras síntesis de ZnO realizadas a partir de pilas alcalinas.

Marca de pila	Masa _{Zn} [g]	HCl _{agreg} [mL]	Tiempo _{rxn} [min]	pH _{ZnCl₂}	NaOH _{agreg} [mL]	pH _{Zn(OH)₂}	Masa _{ZnO} [mg]
Energizer	1	10	60	5.5	10	13	222.3
	1	22	60	3	18	13	617.8
Duracell	1	10	60	5.5	10	13	266
	1	23	60	3	16	13	716.1

Una vez obtenidos los polvos de las síntesis, se procede a llevarlos a caracterizar. Los resultados se muestran en el siguiente capítulo. Estos están distribuidos en dos segmentos, debido a que la información proporcionada por Espectroscopía UV-vis en la primera sesión nos permitió determinar que los fotocatalizadores obtenidos a partir de pilas Duracell 2018 poseen un menor porcentaje de actividad fotocatalítica frente a los de la marca Energizer del mismo año. Es por esto por lo que se decidió darle total enfoque a estas últimas, generando la segunda sesión de resultados.

Capítulo 3: Resultados y discusión

A continuación, se presentan los resultados clasificados en técnicas de caracterización para una mejor interpretación y denominando a cada muestra con la letra inicial de la marca comercial (“E” para Energizer y “D” Duracell) seguido de su característica principal.

- Primera sesión de resultados:
 1. Pila Energizer 2018 sin tratamiento (muestra E-ST)
 2. Pila Energizer 2018 con $\text{pH}_{\text{ZnCl}_2}=5.5$ (muestra E-55)
 3. Pila Energizer 2018 con $\text{pH}_{\text{ZnCl}_2}=3$ (muestra E-3)
 4. Pila Duracell 2018 sin tratamiento (muestra D-ST)
 5. Pila Duracell 2018 con $\text{pH}_{\text{ZnCl}_2}=5.5$ (muestra D-55)
 6. Pila Duracell 2018 con $\text{pH}_{\text{ZnCl}_2}=3$ (muestra D-3)
- Segunda sesión de resultados:
 1. Pila Energizer 2018 sin tratamiento (muestra E-ST)
 2. Pila Energizer 2018 MW (muestra E-MW)
 3. Pila Energizer 2018 con $\text{pH}_{\text{ZnCl}_2}=5.5$ (muestra E-55/2)
 4. Pila Energizer 2018 con $\text{pH}_{\text{ZnCl}_2}=3$ (muestra E-3/2)
 5. Pila Energizer 2018 con $\text{pH}_{\text{ZnOH}}=7$ (muestra E-7)
 6. Pila Energizer 2018 con $\text{pH}_{\text{ZnOH}}=11$ (muestra E-11)
 7. Pila Energizer 2023 sin tratamiento (muestra E-ST/23)
 8. Pila Energizer 2024 nueva sin tratamiento (muestra E-ST/24N)

Cabe mencionar que para las pilas Duracell (primera sesión de resultados) solo se obtuvo la evaluación fotocatalítica mediante espectroscopía de UV-vis (ver apartado 3.4) mientras que para las Energizer se cuenta con los análisis completos, correspondientes a la segunda sesión de resultados, a excepción de la muestra E-ST/24N, ya que su contenido principal es el Zinc y no debería mostrar grandes resultados, sin embargo, se oxida al estar en contacto con el aire, por lo que la información obtenida podría estar alterada. Por esta

razón, se determinó corroborar su composición química elemental y únicamente evaluar su actividad fotocatalítica mediante UV-vis en azul de metileno, con el fin de tener una referencia de partida.

3.1 Difracción de Rayos X (DRX)

La Figura 15 corresponde a los difractogramas de Rayos X obtenidos de las muestras derivadas de la marca Energizer, pertenecientes a la segunda sesión de resultados, en donde se aprecia que todas las muestras presentan similitudes en la posición de los principales picos de difracción, las cuales pertenecen al ZnO en la fase cristalina hexagonal, de acuerdo con el PDF 89-0510 (ver Figura 16), siendo el comportamiento característico reportado en la base de datos.

Esto indica que, en todos los casos, se forma la misma fase cristalina. Es decir, la coincidencia en los valores de 2θ propone que la estructura cristalina base del material no se ve modificada por el ajuste de pH. Sin embargo, a pesar de no existir un cambio en la fase, sí ocurren afectaciones en aspectos estructurales del material.

Por otra parte, el ensanchamiento de los picos de difracción, considerando que se trata del mismo material, está directamente relacionado con el tamaño de cristalito. De acuerdo con la ecuación de Scherrer, picos más anchos se vinculan a tamaños de cristalitos más pequeños, mientras que picos más estrechos indican un mayor tamaño de estos. (Patterson, 1939). Dicho esto, las muestras ST y MW presentan una menor anchura en los picos, señalando cristalitos de mayor tamaño en comparación con las muestras sintetizadas a distintos valores de pH, siendo las E-7 y E-11 las más pequeñas.

Dentro de estas dos síntesis mencionadas, podemos observar señales con mayor “ruido”, lo cual suele asociarse a un mayor contenido amorfo y/o heterogeneidad en tamaños de partícula, orientando a coexistencia de dominios cristalinos muy pequeños y regiones amorfas, aspectos que concuerdan con la interpretación del ensanchamiento de picos.

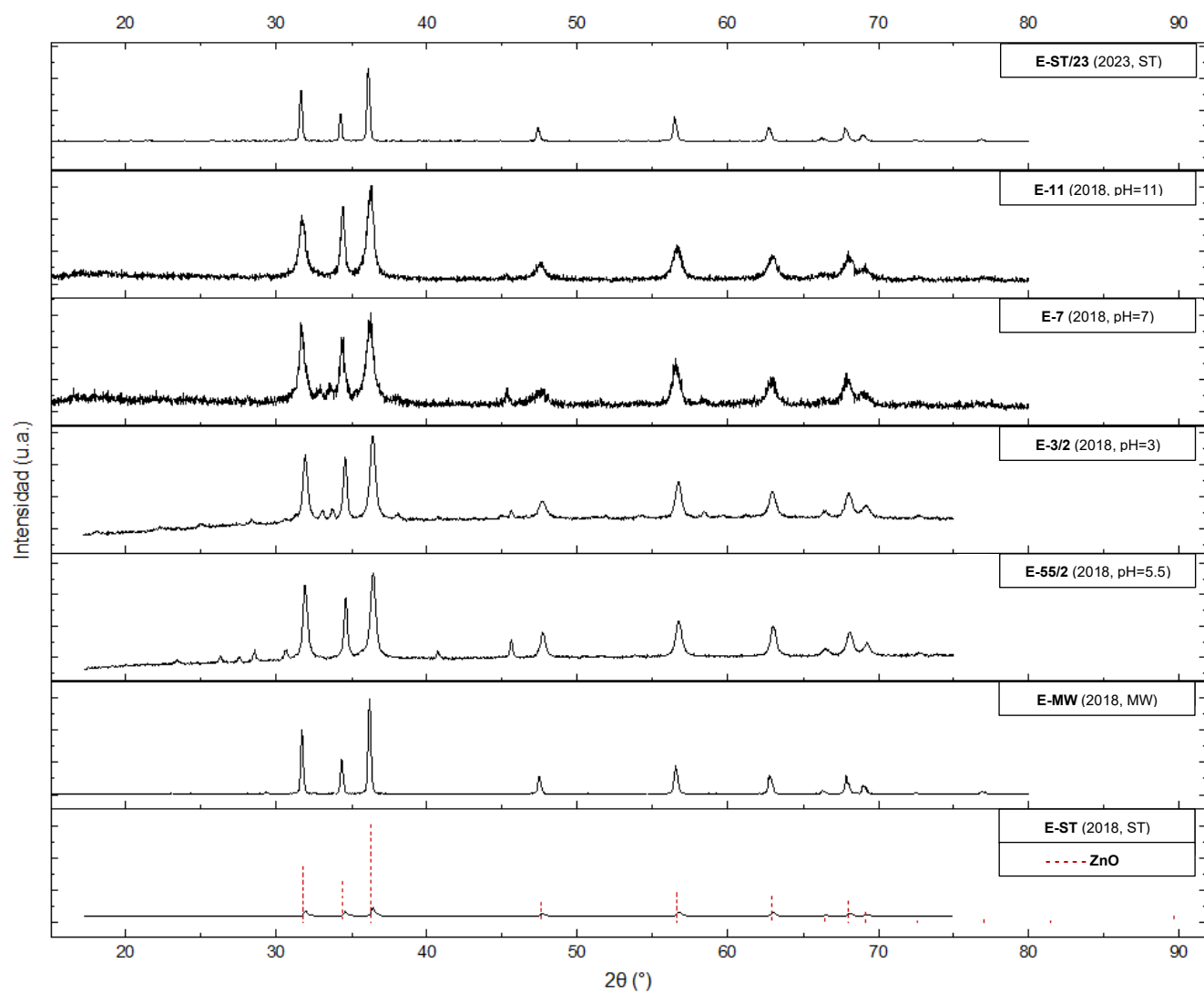


Figura 15. Difractogramas correspondientes a las muestras de ZnO de la marca Energizer.

Considerando únicamente esta caracterización, podríamos determinar que el mejor material para fotocátalisis es el E-55/2, ya que contempla una mayor área superficial y una línea base lisa, sin sugerir grandes defectos estructurales, como vacancias o átomos intersticiales.

Modelado de patrones de difracción

Para la identificación de las fases cristalinas y los compuestos presentes, se hizo uso del software DIFFRAC.EVA para comparar el patrón experimental con la base de datos registrada y tener una mejor interpretación. A continuación, se exponen 3 difractogramas referentes a las primeras muestras obtenidas, confirmando el comportamiento de ZnO e impurezas presentes.

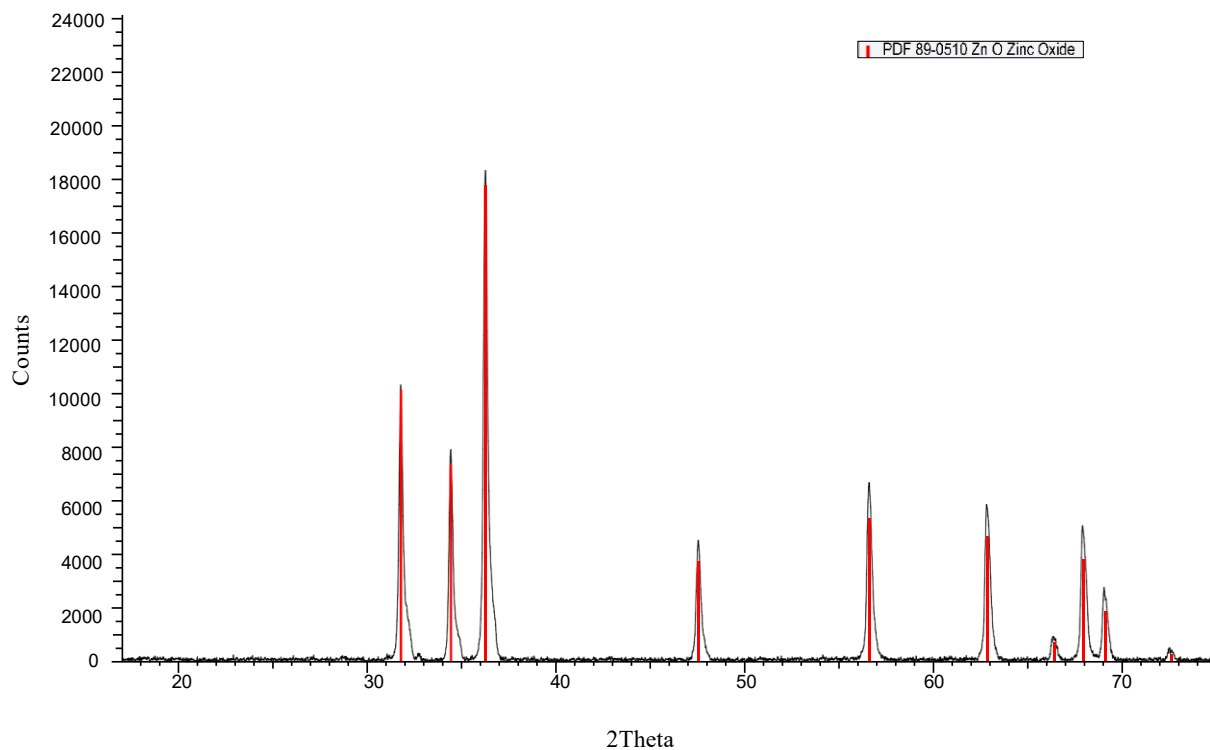


Figura 16. Patrón de difracción correspondiente a las partículas de ZnO recuperadas de las pilas alcalinas Energizer 2018 ST.

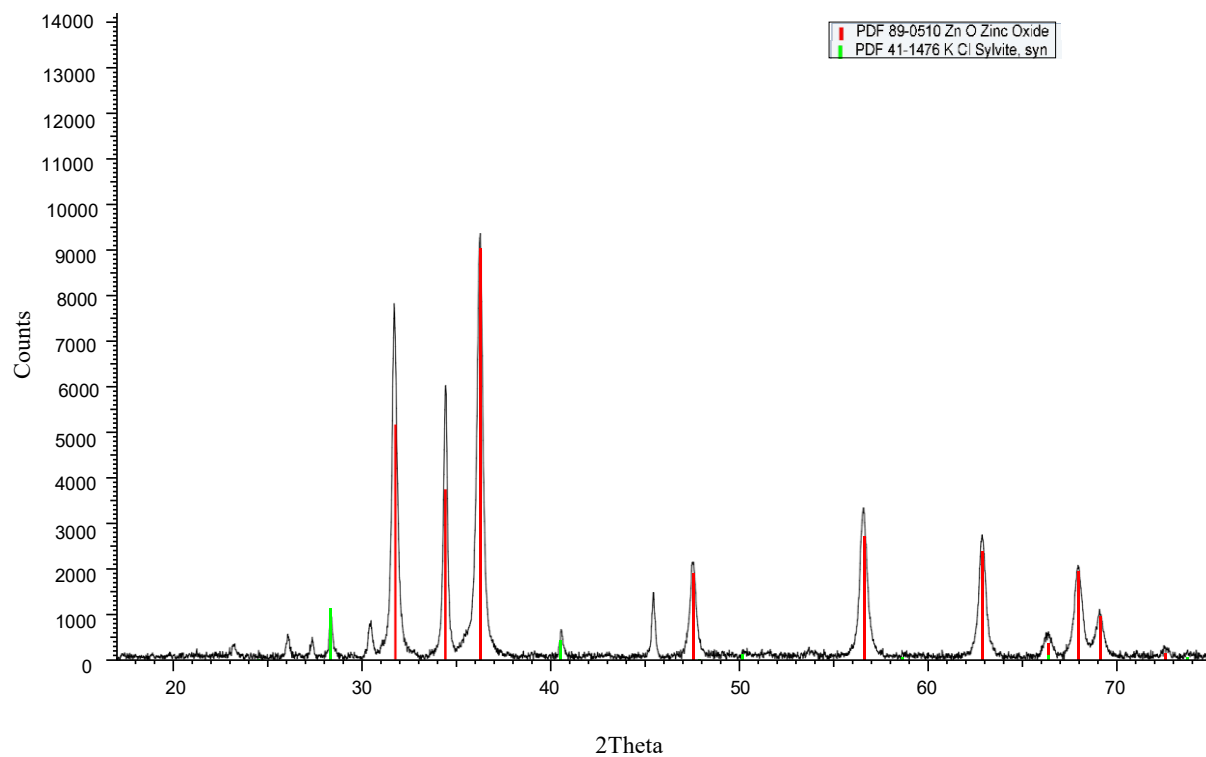


Figura 17. Patrón de difracción correspondiente a las partículas de ZnO con pH=5.5.

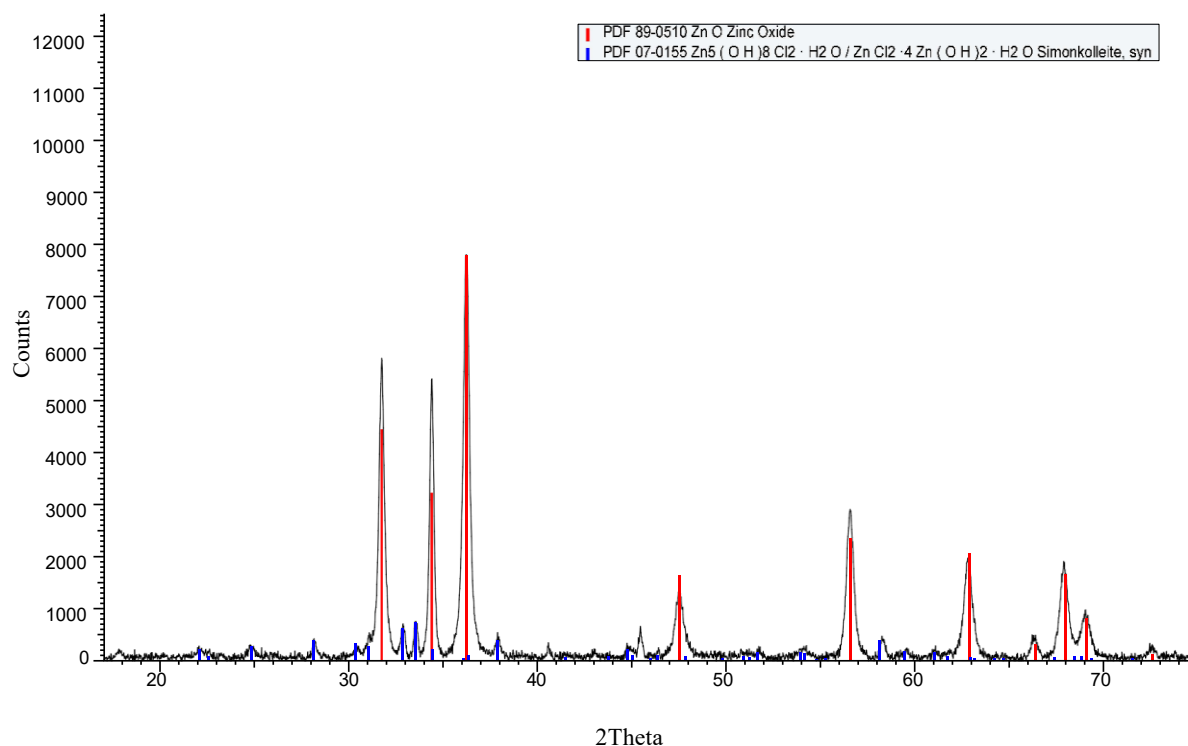


Figura 18. Patrón de difracción correspondiente a las partículas de ZnO con pH=3.

En la Figura 16 se destaca la presencia de ZnO, por lo que determinamos que lo que extraemos de las pilas alcalinas desde un inicio es ZnO cristalino tipo wurtzita hexagonal. En las Figuras 17 y 18, además de la presencia del ZnO, se observan picos de menor intensidad debido a impurezas relacionadas con las reacciones de obtención del ZnO (KCl, Zn(OH)₂).

La siguiente tabla presenta las redes cristalinas determinadas en los análisis DRX:

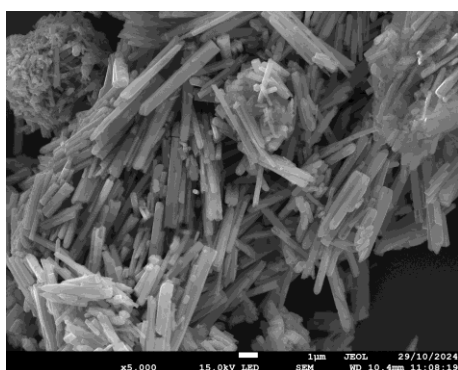
Tabla 7. Redes cristalinas presentes en las muestras caracterizadas.

Nombre	Fórmula	Red cristalina
Óxido de zinc	ZnO	Hexagonal
Hidrato de hidróxido de cloruro de zinc	ZnCl ₂ ·4Zn(OH) ₂ ·H ₂ O	Romboédrico
Cloruro de potasio	KCl	Cúbica

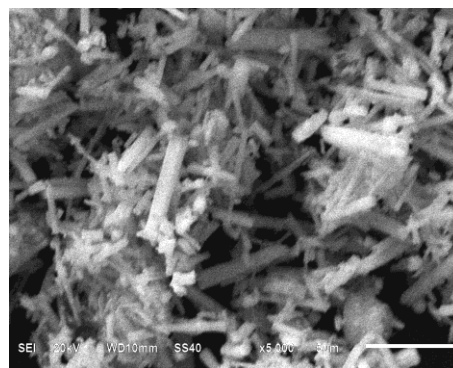
3.2 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y Espectroscopía de Dispersión de Energía (EDS)

Esta caracterización proyecta la tendencia notable en el apartado anterior, donde se infiere que las muestras sintetizadas con variación de pH cuentan un menor tamaño de partícula en comparación con las muestras sin tratamiento y de calentamiento en microondas, así como impurezas en algunas de ellas.

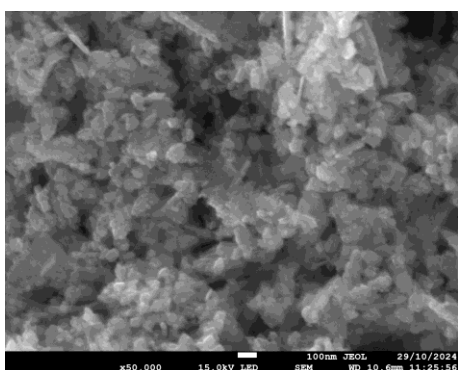
A continuación, se da lugar a los análisis SEM-EDS para observar la morfología y la composición elemental de cada una de las muestras de la segunda sesión de resultados.



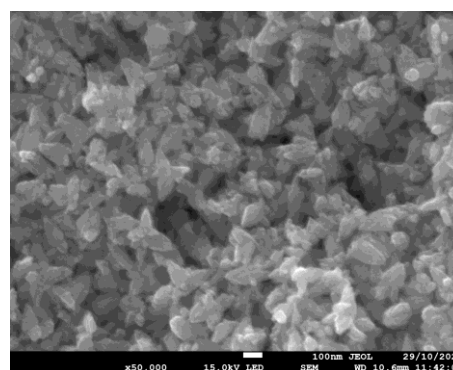
(a)



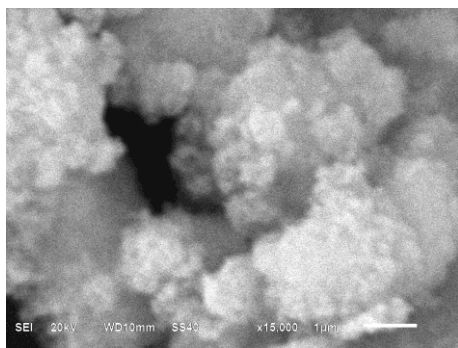
(b)



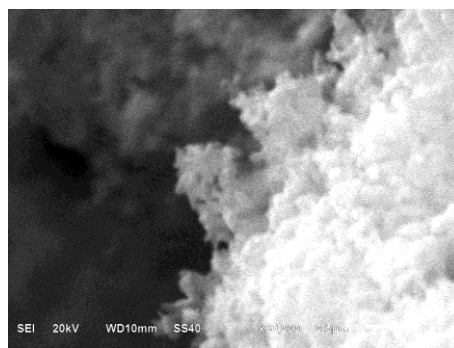
(c)



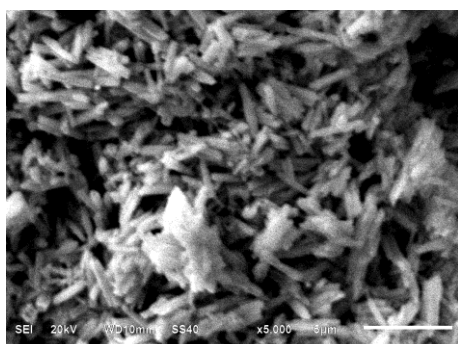
(d)



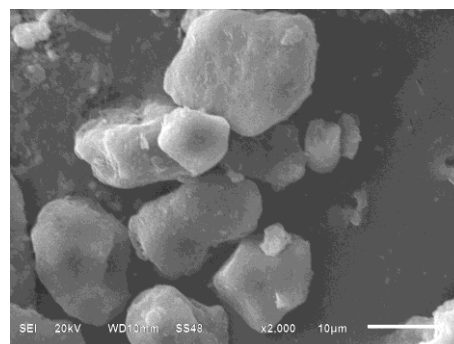
(e)



(f)



(g)



(h)

Figura 19. Morfologías de las muestras de ZnO: (a) *E-ST* 2018 sin tratamiento, (b) *E-MW* 2018 solo tratamiento con microondas, (c) *E-55/2* 2018 con $pH_{ZnCl_2}=5.5$, (d) *E-3/2* 2018 con $pH_{ZnCl_2}=3$, (e) *E-7* 2018 con $pH_{ZnOH}=7$, (f) *E-11* 2018 con $pH_{ZnOH}=11$, (g) *E-ST/23* 2023 sin tratamiento, (h) *E-ST/24N* 2024 nueva sin tratamiento.

El análisis morfológico mediante SEM revela una dependencia entre las condiciones de síntesis y la microestructura final del material, teniendo impacto directo en su desempeño fotocatalítico. Aunque esta técnica no brinda la definición cuantitativa de parámetros, el análisis realizado permite inferir de manera cualitativa diferencias en las formas y superficies, por lo que es posible determinar que:

- En las muestras (a), (b) y (g) se observan estructuras tipo bloque/varilla, sugiriendo una baja área superficial específica, aún con buena cristalinidad, así como el favorecimiento en la recombinación del par electrón-hueco.
- Las muestras (c) y (d) están formadas por nanopartículas de estructuras porosas, lo cual implica mayor área superficial y más sitios de adsorción. No obstante, el grado de compactación en esta última puede reducir la accesibilidad de los sitios activos.

- Para las muestras (e) y (f) las estructuras están aglomeradas y menos definidas, con apariencia tipo algodón/coliflor, lo cual limita la difusión de reactivos hacia la superficie activa.
- En la muestra (h) se aprecian partículas de tamaño micrométrico, con morfología redondeada e irregulares, involucrando una menor área superficial y mínima porosidad visible, lo cual reduce la eficiencia de adsorción. Esto corrobora que el polvo recuperado de una pila nueva no podría fungir como fotocatalizador.

Comparando cada morfología, la muestra (c), correspondiente al fotocatalizador resultante de la síntesis de ZnO a partir de la pila Energizer 2018 con pH=5.5, es la mejor candidata, siendo la más favorable para fotocatálisis.

Por otra parte, el EDS es una técnica utilizada para el análisis elemental, identificando y cuantificando los elementos químicos presentes. La Tabla 8 establece la composición elemental en porcentaje peso de cada elemento para las muestras caracterizadas.

Tabla 8. Composición elemental de las distintas muestras obtenidas.

Muestras	Composición elemental [%Peso]					Total
	C	O	Cl	K	Zn	
E-ST	9.64	21.33	-	1.69	67.35	100
E-MW	0.29	16.55	-	0.15	83	100
E-55/2	5.1	22.04	6.84	0.89	65.12	100
E-3/2	-	23.23	-	-	76.77	100
E-7	-	19.97	4.51	-	74.8	100
E-11	-	13.77	0.83	-	84.73	100
E-ST/23	-	18.06	-	4.65	77.12	100
E-ST/24N	25.34	15.25	-	5.64	53.54	100

A partir de los valores presentados en la tabla anterior, el candidato a mejor fotocatalizador entre las ocho muestras resulta ser el E-3/2, contemplando los siguientes criterios:

- Pureza del ZnO: alto contenido de Zn y relación Zn/O cercana a la estequiometría.

- Ausencia de impurezas: en las muestras restantes, el C suele asociarse a residuos orgánicos, mientras que el Cl es posiblemente debido al precursor no eliminado por completo, así como también el K por el proceso inicial de recuperación.

De igual manera, la pila nueva (E-ST/24N) consta de ZnO por causa de la oxidación que existe durante el periodo de tiempo que se expone al ambiente, sin embargo, el porcentaje es pequeño en comparación con las otras muestras.

3.3 Espectroscopía de Reflectancia Difusa (DRS)

A continuación, se presentan los espectros de reflectancia difusa de las muestras de ZnO obtenidas a partir de pilas alcalinas Energizer 2018 en diferentes condiciones de síntesis (pH=3, pH=5.5 y muestra sin tratamiento). En todos los casos se observa un borde de absorción pronunciado en el intervalo de 380 - 390 nm, característico de materiales con estructura wurzita.

El análisis del borde de absorción permite calcular indirectamente la energía de banda prohibida (E_g) del material mediante la extrapolación de la gráfica de Tauc (Harynski, Olejnik, Grochowska, & Siuzdak, 2022) considerando una transición directa, $n=2$, transformando la Figura 20 en la Figura 21 para la muestra E-55/2, estimando un valor cercano a 3.3 eV, en concordancia con lo reportado en la literatura. Existe una ligera variación en los valores de E_g entre muestras, la cual puede atribuirse a defectos estructurales y a diferencias en el tamaño de partícula, factores que influyen en la eficiencia fotocatalítica.

Estos resultados corroboran que la síntesis de ZnO realizada produce materiales con características adecuadas para aplicaciones fotocatalíticas, siendo las condiciones de pH y el uso de microondas parámetros importantes para la optimización de su desempeño.

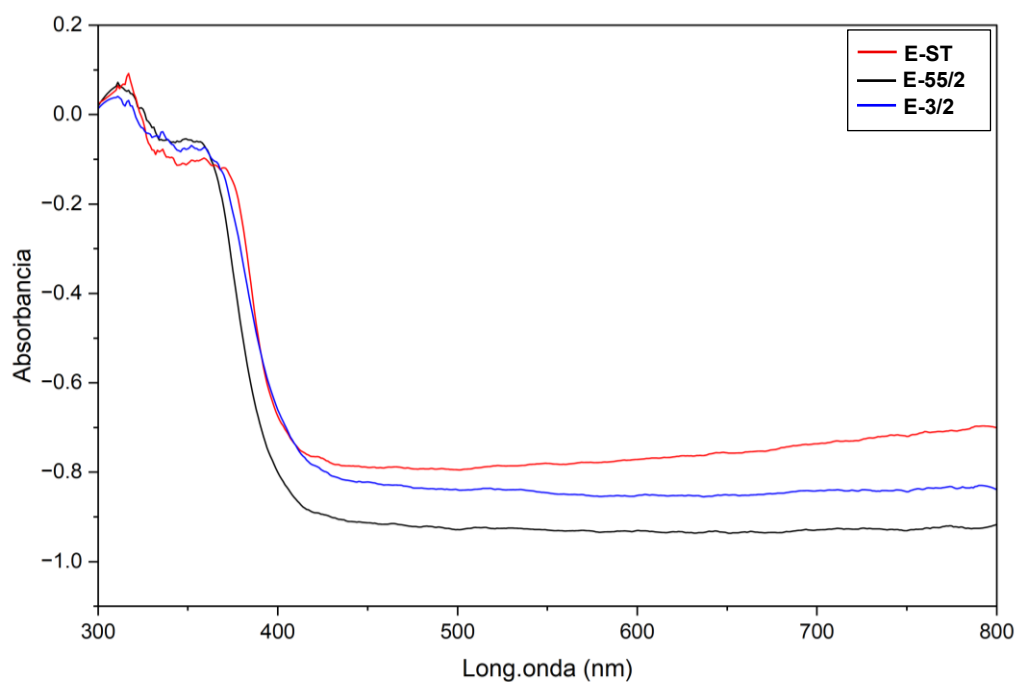


Figura 20. Espectros de reflectancia difusa correspondientes a las muestras de ZnO: E-ST, E-55/2, E-3/2.

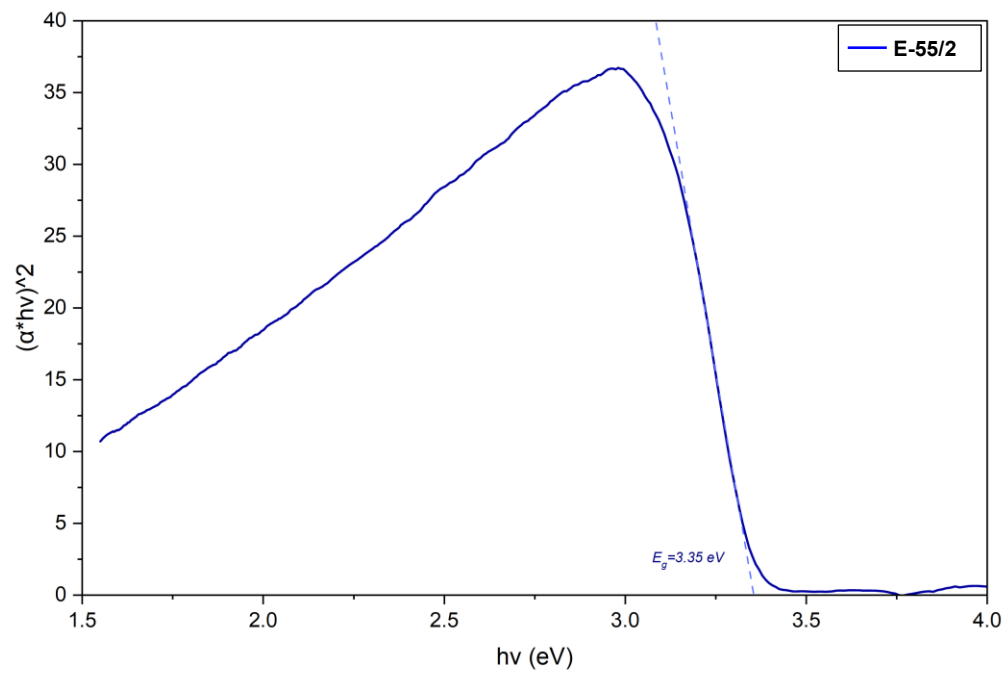


Figura 21. Gráfico de Tauc para la obtención del band gap de la muestra de ZnO sintetizado E-55/2.

3.4 Actividad fotocatalítica mediante UV-vis

3.4.1 Diferencia entre marcas

Finalmente, se llevan a cabo las pruebas de degradación y se toman alícuotas de cada muestra en intervalos de 15 min para dar seguimiento al proceso. Así como ya se demostró el impacto en las variaciones de pH, se puede esperar que cada marca tenga diferente actividad fotocatalítica.

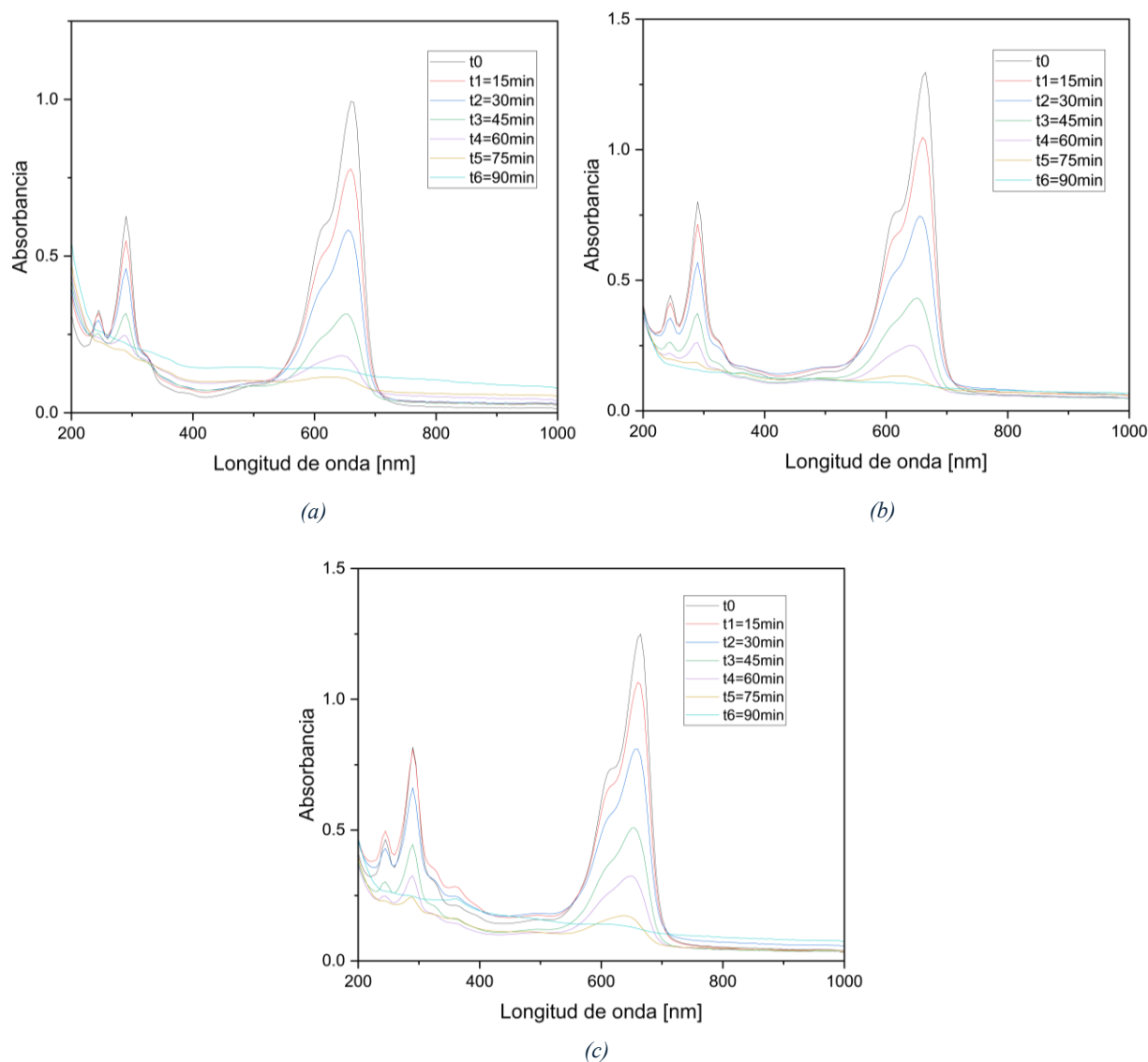


Figura 22. Espectros correspondientes a la degradación de azul de metileno con muestras de ZnO derivadas de pilas Energizer, 2018: (a) Muestra E-ST, (b) Muestra E-55, (c) Muestra E-3.

En las Figuras 22 y 23 se observa cómo el pico característico del azul de metileno (664 nm) disminuye su intensidad conforme pasa el tiempo, demostrando que, para ambas marcas de pilas existe cierto porcentaje de degradación.

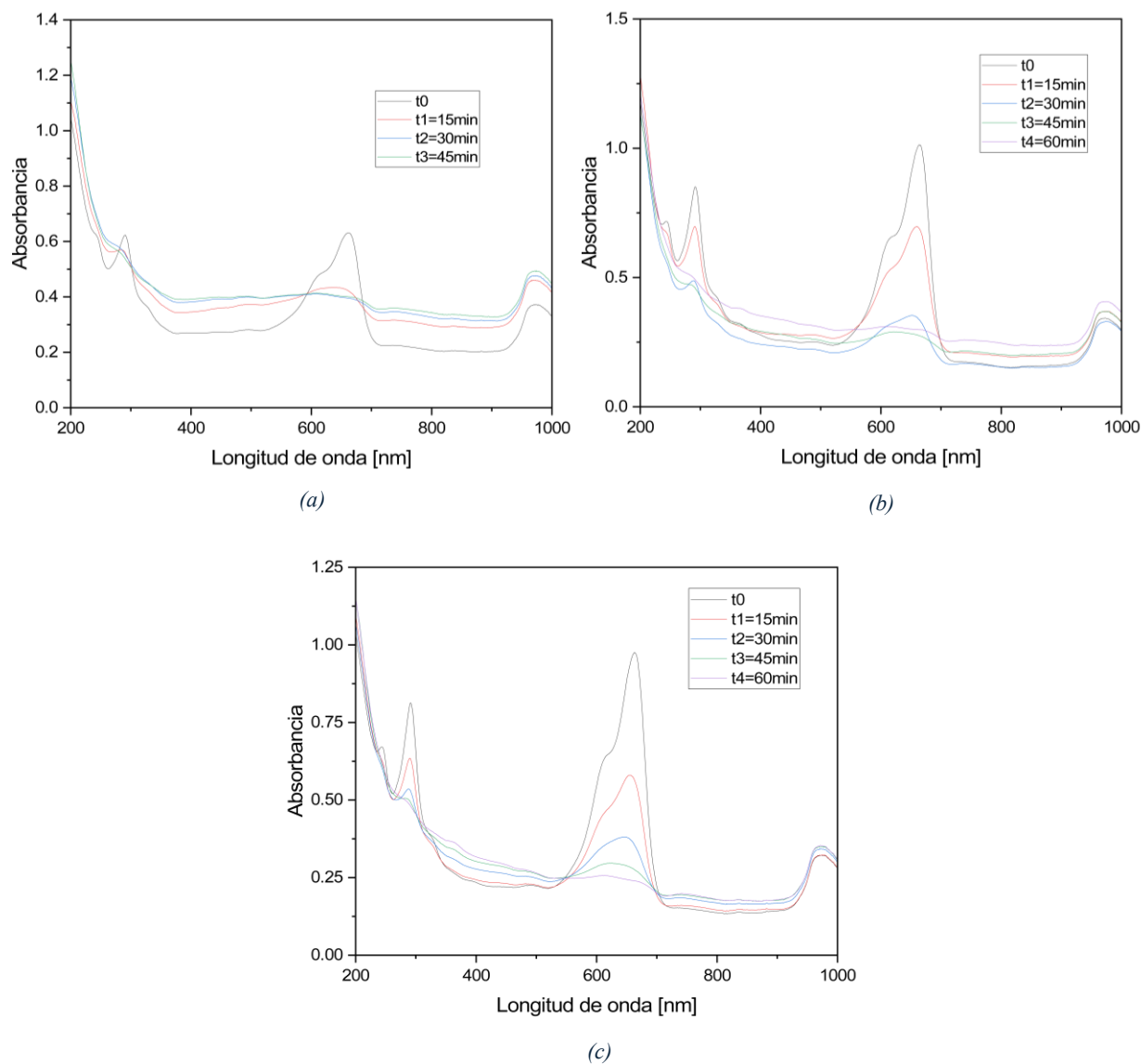


Figura 23. Espectros correspondientes a la degradación de azul de metileno con muestras de ZnO derivadas de pilas Duracell, 2018: (a) Muestra D-ST, (b) Muestra D-55, (c) Muestra D-3).

La actividad fotocatalítica es calculada empleando la ecuación (3.1). La Tabla 9 expone los diferentes valores de este parámetro para los fotocatalizadores analizados en las primeras pruebas de degradación realizadas para ambos tipos de marcas comerciales.

$$Act_{fot} = \frac{A_0 - A_t}{A_0} \times 100\% \quad (3.1)$$

donde:

A_0 y A_t representan la absorbancia inicial y en el tiempo t , respectivamente.

Tabla 9. Primera evaluación de la actividad fotocatalítica.

Marca de pila	Muestra	Irradiación promedio [W/m ²]	Tiempo de exposición [min]	Actividad fotocatalítica [%]
Energizer	E-ST. Pila 2018 sin tratamiento	789.64	60	86.15
	E-55. Pila 2018 pH _{ZnCl2} =5.5	789.64	60	84.61
	E-3. Pila 2018 pH _{ZnCl2} =3	789.64	60	78.15
Duracell	D-ST. Pila 2018 sin tratamiento	771.5	60	81.26
	D-55. Pila 2018 pH _{ZnCl2} =5.5	771.5	60	70.59
	D-3. Pila 2018 pH _{ZnCl2} =3	771.5	60	75.48

La Figura 24 nos brinda una comparación más clara entre muestras, cotejándolas respecto al tiempo y a la concentración de azul de metileno.

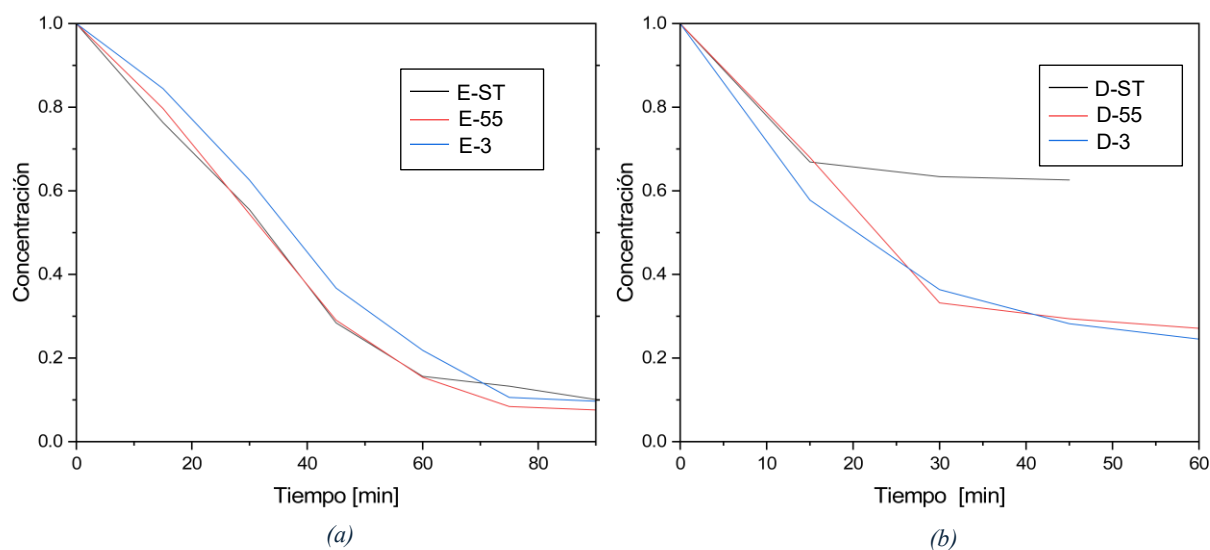


Figura 24. Velocidad de degradación del azul de metileno con muestras de ZnO obtenidas a partir de: (a) Pilas Energizer 2018 y (b) Pilas Duracell 2018.

A simple vista, las pilas alcalinas de la marca Energizer exponen tener una mayor actividad fotocatalítica, considerando el mismo tiempo de exposición y, a su vez, una menor radiación solar (ya que las pruebas fueron realizadas en distintos días). Es por esto por lo que el enfoque principal es el de las muestras derivadas de las pilas de dicha marca, obteniendo la siguiente información como parte de la segunda sesión de resultados.

3.4.2 Diferencia entre colorantes

La segunda evaluación de la actividad fotocatalítica está conformada por pruebas de degradación (Figura 25) realizadas a los distintos tipos de colorantes: azul de metileno (Tabla 10, Figura 26), naranja de metilo (Tabla 11, Figura 27) y rodamina B (Tabla 12, Figura 28) bajo las mismas condiciones, utilizando muestras derivadas de las pilas Energizer para determinar el fotocatalizador más adecuado en cada uno de ellos.



(a)



(b)



(c)

Figura 25. Toma de alícuotas en pruebas de degradación de: (a) azul de metileno, (b) naranja de metilo y (c) rodamina B.

Tabla 10. Evaluación de la actividad fotocatalítica en azul de metileno.

Muestra	Irradiación promedio [W/m ²]	Tiempo de exposición [min]	Actividad fotocatalítica [%]
E-ST. Pila 2018 sin tratamiento	846.4	60	90.31
E-MW. Pila 2018 MW	846.4	60	89.71
E-55/2. Pila 2018 pH _{ZnCl2} =5.5	846.4	60	96.01
E-3/2. Pila 2018 pH _{ZnCl2} =3	846.4	60	92.55
E-7. Pila 2018 pH _{Zn(OH)2} =7	846.4	60	92.67
E-11. Pila 2018 pH _{Zn(OH)2} =11	846.4	60	91.67
E-ST/23. Pila 2023 sin tratamiento	846.4	60	95.65
E-ST/24N. Pila 2024 nueva	846.4	60	43.74
Blanco AM	846.4	60	41.01

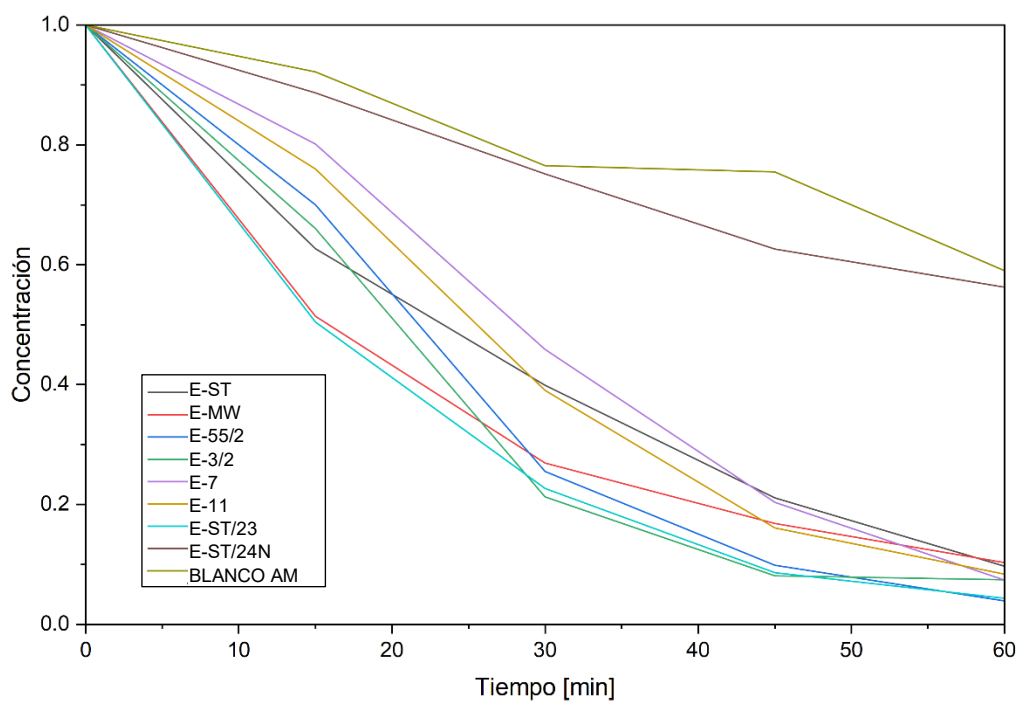


Figura 26. Velocidad de degradación de azul de metileno a partir de muestras de ZnO derivadas de pilas Energizer.

Tabla 11. Evaluación de la actividad fotocatalítica en naranja de metilo.

Muestra	Irradiación promedio [W/m ²]	Tiempo de exposición [min]	Actividad fotocatalítica [%]
E-ST. Pila 2018 sin tratamiento	660.28	60	37
E-MW. Pila 2018 MW	660.28	60	54.45
E-55/2. Pila 2018 pH _{ZnCl2} =5.5	660.28	60	32.46
E-3/2. Pila 2018 pH _{ZnCl2} =3	660.28	60	35.67
E-7. Pila 2018 pH _{Zn(OH)2} =7	660.28	60	35.7
E-11. Pila 2018 pH _{Zn(OH)2} =11	660.28	60	21.45
E-ST/23. Pila 2023 sin tratamiento	660.28	60	69.66
Blanco NM	660.28	60	10.16

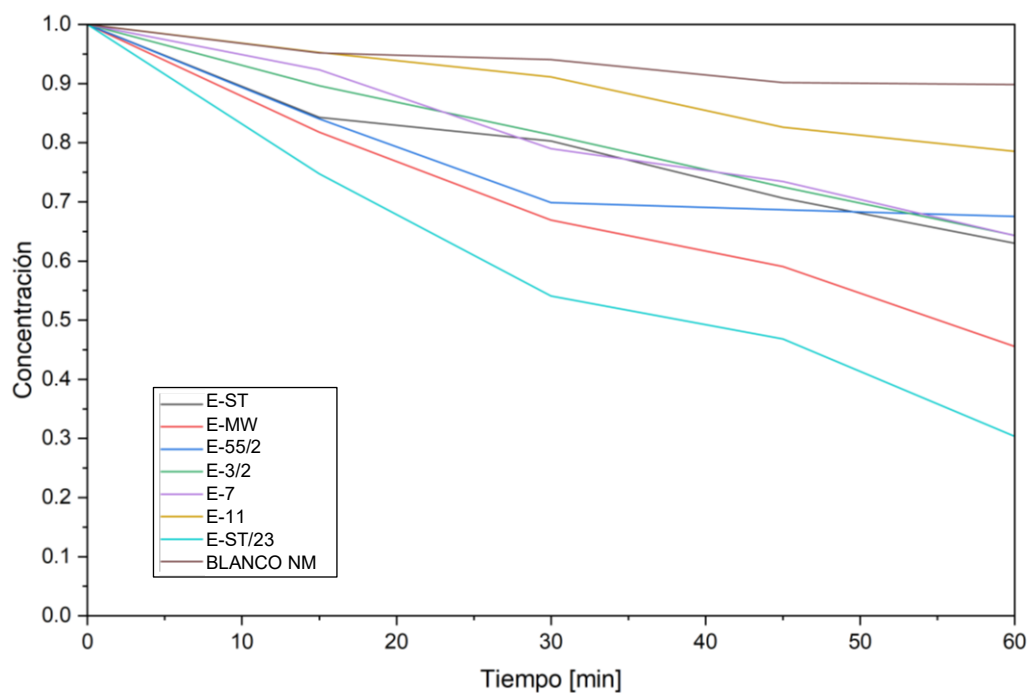


Figura 27. Velocidad de degradación de naranja de metilo a partir de muestras de ZnO derivadas de pilas Energizer.

Tabla 12. Evaluación de la actividad fotocatalítica en Rodamina B.

Muestra	Irradiación promedio [W/m ²]	Tiempo de exposición [min]	Actividad fotocatalítica [%]
E-ST. Pila 2018 sin tratamiento	629.86	60	43.63
E-MW. Pila 2018 MW	629.86	60	61.66
E-55/2. Pila 2018 pH _{ZnCl2} =5.5	629.86	60	36.22
E-3/2. Pila 2018 pH _{ZnCl2} =3	629.86	60	87.08
E-7. Pila 2018 pH _{Zn(OH)2} =7	629.86	60	34.74
E-11. Pila 2018 pH _{Zn(OH)2} =11	629.86	60	34.89
E-ST/23. Pila 2023 sin tratamiento	629.86	60	92.45
Blanco NM	629.86	60	7.95

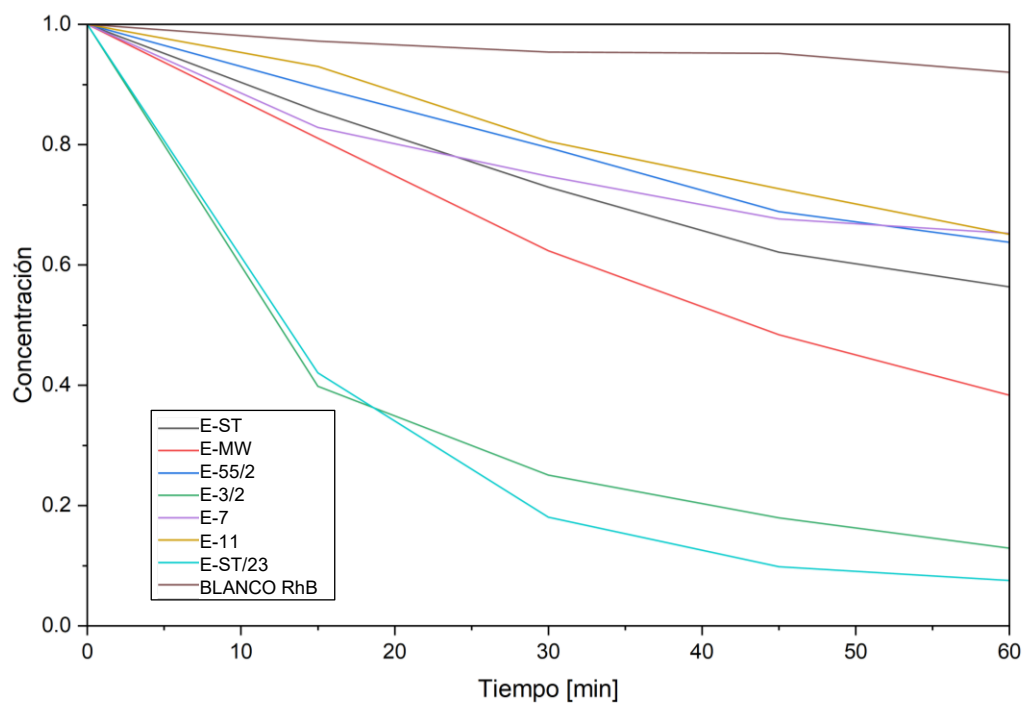


Figura 28. Velocidad de degradación de rodamina B a partir de muestras de ZnO derivadas de pilas Energizer.

Todas las muestras en la degradación de AM obtuvieron una alta actividad fotocatalítica, a excepción de la pila nueva, ya que, como se mencionó anteriormente, no presenta ZnO suficiente como para alcanzar una AF deseable.

Por otra parte, observando cada tabla con su respectiva gráfica, se determina que para cada colorante existe un fotocatalizador que mejor degrada, lo cual se describe en la siguiente tabla:

Tabla 13. Fotocatalizadores con mayor actividad fotocatalítica en cada colorante.

Colorante para degradar	Fotocatalizadores con mayor AF	Actividad fotocatalítica resultante [%]
Azul de metileno	E-55/2. Pila 2018 $\text{pH}_{\text{ZnCl}_2}=5.5$	96.01
	E-ST/23. Pila 2023 sin tratamiento	95.65
Naranja de metilo	E-ST/23. Pila 2023 sin tratamiento	69.66
	E-MW. Pila 2018 MW	54.45
Rodamina B	E-ST/23. Pila 2023 sin tratamiento	92.45
	E-3/2. Pila 2018 $\text{pH}_{\text{ZnCl}_2}=3$	87.08

Es importante mencionar que la muestra E-ST/23 destaca en los tres colorantes, siendo el primer lugar para el NM y RhB, y el segundo en el AM. Esto favorece el objetivo principal, el cual se traduce en eliminar los contaminantes de este tipo en el mayor porcentaje posible con ayuda de las pilas alcalinas gastadas. Sin embargo, es imprescindible realizar otros tipos de análisis para comprobar y establecer su uso con o sin tratamiento. Asimismo, los fotocatalizadores restantes demuestran que su eficiencia ante el AM es bastante alta, lo que nos permite tener una visión a gran escala para este tipo de colorante.

A continuación, se exponen las velocidades de las 4 muestras que se enfatizan en la tabla anterior para cada colorante, con la finalidad de observar mejor su comportamiento en los distintos medios.

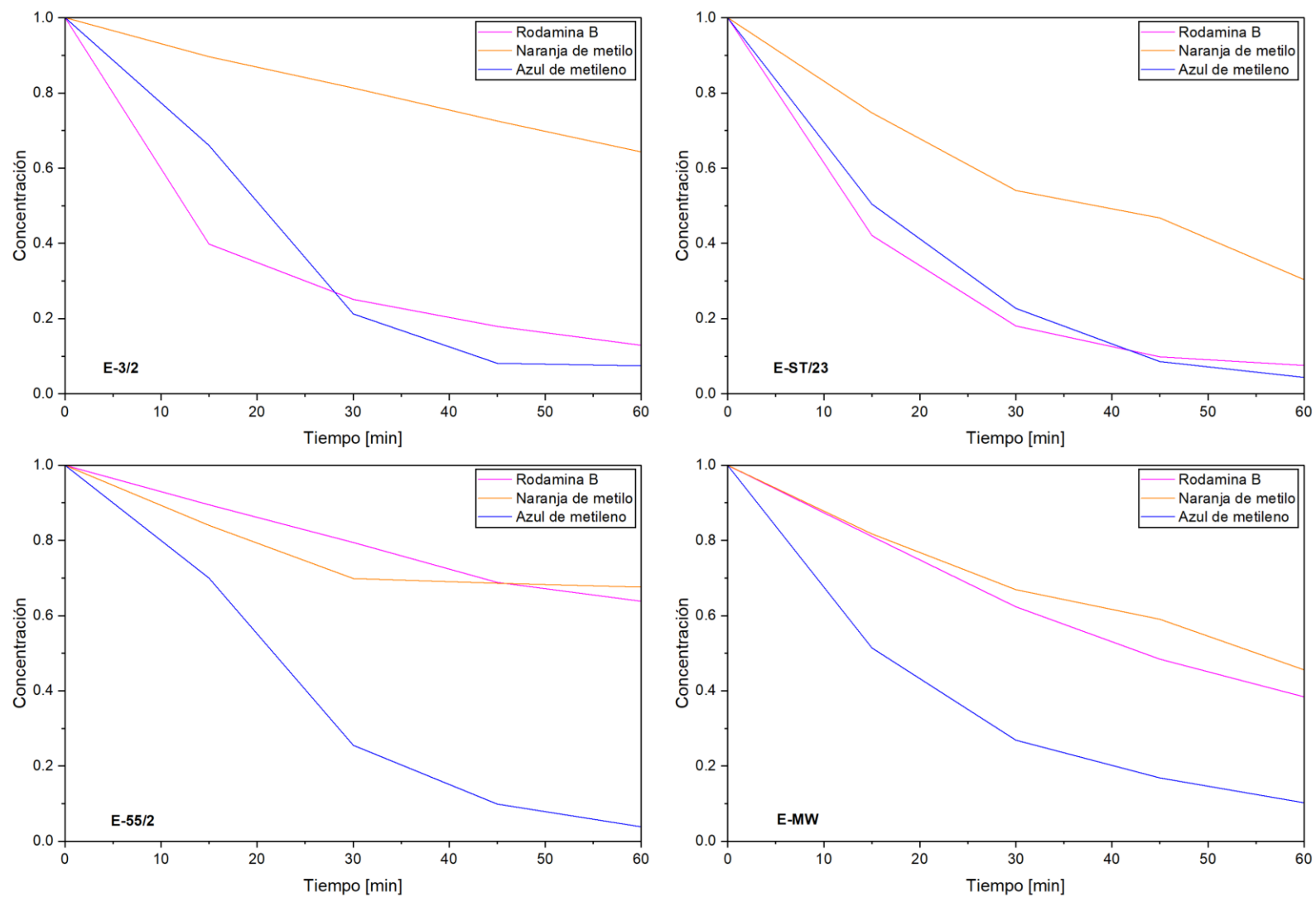
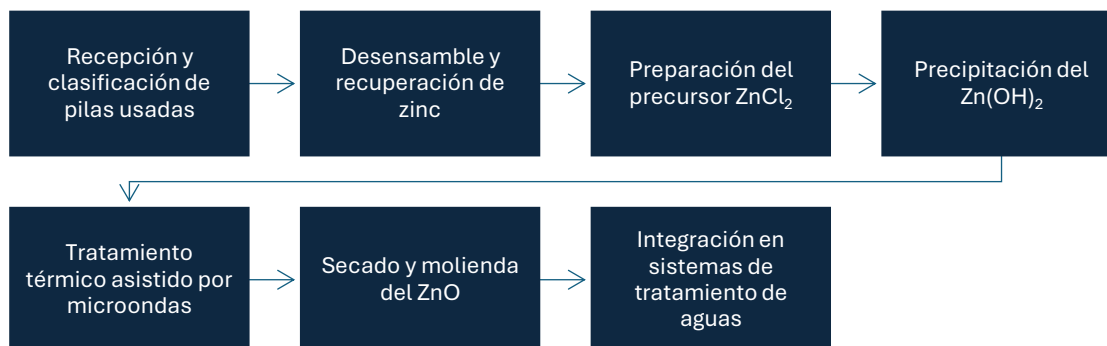


Figura 29. Comportamiento de las muestras de ZnO como fotocatalizadores más relevantes en los distintos colorantes.

3.5 Diseño conceptual para escalamiento a planta industrial del proceso de obtención de ZnO a partir de pilas alcalinas usadas

El diseño de una planta piloto conlleva diversas consideraciones, sin embargo, un primer análisis sobre el desarrollo del escalamiento a este nivel se plantea a continuación.

1. Diagrama de bloques



Descripción de las etapas del proceso industrial y su posible equipo:

- I. Recepción y clasificación (Tanque de almacenamiento)**
Clasificación por tipo, marca y voltaje
Almacenamiento temporal
- II. Desensamble y recuperación (Trituradora y separador/Secador/Molino de bolas/criba vibratoria)**
Separación mecánica de componentes para aislar el zinc del MnO₂ y secar la pasta
- III. Preparación del precursor ZnCl₂ (Reactor de tanque agitado/Filtro)**
Disolución del polvo de zinc en HCl 1M
Control del pH
Tiempo de reacción: 1 h
- IV. Formación de Zn(OH)₂ - Precipitación alcalina (Reactor de tanque agitado)**
Adición controlada de NaOH hasta alcanzar un pH de 13
Tiempo de reacción: 15 min
- V. Tratamiento térmico (Reactor de microondas de flujo continuo)**
Tiempo de irradiación: 3 min
Potencia ajustable
Control de temperatura
- VI. Secado y molienda (Secador)**
Tiempo de secado: 24 h
Temperatura ajustable
Molienda fina

2. Diagrama de flujo de proceso

A continuación, se presenta el diagrama de flujo de proceso (Figura 30) considerando una base de 25,000 pilas alcalinas tipo AA (ver Tabla 14). La propuesta realizada considera un estudio simple para la determinación de los equipos a emplear dentro del proceso; los parámetros que estimar durante el proceso se muestran en la Tabla 15.

Tabla 14. Insumos estimados.

Recurso	Cantidad (por día)
Pilas alcalinas gastadas	25,000 pilas $\approx$ 72 kg Zn
H₂O	$\approx$ 1500 L
HCl [1M]	$\approx$ 750 L
NaOH [1M]	$\approx$ 750 L

Tabla 15. Parámetros preliminares.

Fase de síntesis	Variable	Rango estimado
Disolución en HCl	pH	3 – 5.5
Adición de NaOH	pH	13
Síntesis con microondas	Tiempo	3 – 5 min
	Ciclos de radiación	
Secados	Temperatura	70 °C
Obtención de ZnO	Conversión [%]	50 – 75 % (según pH)

Recomendaciones para el desarrollo del escalamiento a nivel planta piloto e industrial

Es importante considerar los estudios enlistados a continuación para el correcto funcionamiento de la planta, los cuales permiten, entre otras cosas, identificar riesgos potenciales durante el proceso.

A. Estudios para identificación de riesgos:

- Análisis HAZID
- Análisis HAZOP
- Método What If

B. Estudio tecnológico y económico de viabilidad (TEV) considerando:

- Costo de pilas como residuo (potencialmente nulo)
- Ingresos por venta de ZnO
- Incentivos fiscales o ambientales

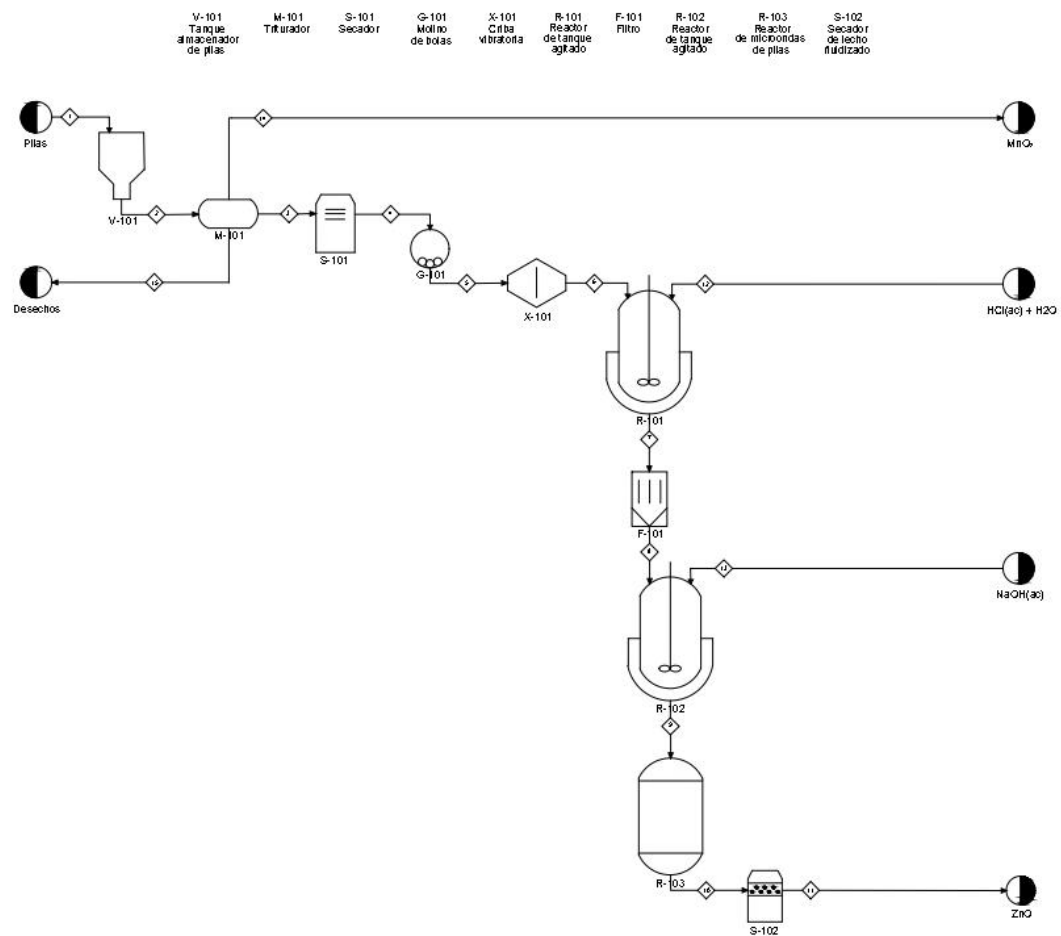


Figura 30. DFP de la obtención de ZnO en planta industrial.

Tabla 16. Corrientes de la propuesta del proceso de obtención de ZnO en planta industrial.

Corriente	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Fulo másico [kg/h]	69	69	9	9	9	9	277.86	274.74	366.66	366.65	9.135	265.76	91.9	15	45
Componente	PM														
Agua	18.01	0	0	0	0	0	262.48	262.48	350.79	351.39	0	262.48	88.3	0	0
HCl	36.46	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	3.28	0	0	0
H₂	2.01	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
MnO₂	86.93	45	45	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	45
NaCl	58.44	0	0	0	0	0	0	0	5.25	5.25	5.25	0	0	0	0
NaOH	39.99	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	3.59	0	0
ZnCl₂	136.2	0	0	0	0	0	12.26	12.26	6.13	6.13	0	0	0	0	0
Zn(OH)₂	99.42	0	0	0	0	0	0	0	4.47	1.17	1.17	0	0	0	0
ZnO	81.38	0	0	0	0	0	0	0	0	2.7	2.7	0	0	0	0
Zn	65.38	9	9	9	9	9	3.11	0	0	0	0	0	0	0	0
Desechos de pilas	-	15	15	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	15	0

Conclusiones

El presente trabajo de investigación demostró que es posible recuperar ZnO a partir de pilas alcalinas usadas mediante un proceso de síntesis asistida con microondas, obteniendo un material con propiedades fotocatalíticas prometedoras para la degradación de contaminantes orgánicos en agua. Este método aseguró una alternativa eficiente, sostenible y de bajo consumo energético frente a las técnicas convencionales.

Se evidenció que el pH del precursor influye notablemente en la eficiencia tanto de la misma síntesis como en la actividad fotocatalítica.

Los análisis estructurales y morfológicos confirmaron la presencia de ZnO con fase cristalina tipo wurzita en las primeras muestras tratadas, así como una distribución de tamaño en el rango nanométrico. Además, los resultados de la espectroscopía UV-vis mostraron una alta actividad fotocatalítica en la degradación de AM (mayor a 89 %) para todas las muestras de la marca Energizer, tras 60 minutos de exposición solar. Es importante recalcar que para el NM y RhB la mayor actividad fotocatalítica que se obtuvo fue de 69.66 y 92.45 % respectivamente, siendo la pila del año 2023 sin tratamiento el acreedor de estas.

Estos hallazgos respaldan la hipótesis planteada al inicio del estudio, lo que posiciona al ZnO sintetizado a partir de pilas alcalinas usadas como un candidato viable para aplicaciones en el tratamiento de aguas residuales. Además, se valida el uso de la síntesis asistida por microondas como una alternativa efectiva, rápida y sustentable, así como el aprovechamiento de residuos peligrosos.

Finalmente, este estudio sienta las bases para el desarrollo de tecnologías más amplias y sostenibles en el tratamiento de efluentes industriales, y plantea una alternativa para la valorización del uso de residuos electrónicos.

Perspectivas

Este trabajo abre diversas líneas de investigación y aplicación tecnológica que pueden ser desarrolladas en estudios futuros:

1. Optimización del proceso de síntesis

Aunque la síntesis asistida por microondas demostró ser eficaz, sería pertinente profundizar en la optimización de parámetros como el tiempo de irradiación, la temperatura y potencia utilizada, con el fin de maximizar la pureza, la cristalinidad y la eficiencia fotocatalítica del ZnO obtenido.

2. Aplicación en contaminantes reales

Si bien, el azul de metileno es un modelo útil por su estructura representativa, resulta relevante evaluar la eficiencia del ZnO sintetizado frente a contaminantes reales presentes en efluentes industriales, tales como fenoles, pesticidas, fármacos o colorantes complejos.

3. Escalamiento del proceso

Una de las principales proyecciones del presente estudio es la adaptación del método propuesto a una escala piloto o industrial. Para ello, sería necesario realizar análisis de viabilidad técnica, económica y ambiental que permitan valorar su implementación en plantas de tratamiento de aguas residuales.

Referencias

- Aparicio Ceja, M. E., & Carbajal Arizaga, G. G. (Diciembre de 2010). Utilidad de la difracción de rayos x en la nanociencia. *Mundo Nano*, 3(2), 62-72. Obtenido de <https://www.scielo.org.mx/pdf/mn/v3n2/2448-5691-mn-3-02-62.pdf>
- ATRIA. (24 de Agosto de 2020). *Microscopía electrónica de barrido (SEM), ¿para qué me sirve?* Obtenido de ATRIA INNOVATIONS: <https://atriainnovation.com/blog/microscopia-electronica-de-barrido-sem-utilidades/>
- Cassaignon, S., Colbeau-Justin, C., & Durupthy, O. (2013). Titanium Dioxide in Photocatalysis. En R. Brayner, F. Fiévet, & T. Coradin, *Nanomaterials: A Danger or a Promise? A Chemical and Biological Perspective*. London.
- Cinvestav. (06 de Diciembre de 2024). *Difracción de Rayos X, Laboratorio Nacional LIDTRA*. Obtenido de Cinvestav: [https://cinvestav.mx/investigacion/servicios/artmid/3967/articleid/14973#:~:text=La%20difracci%C3%B3n%20de%20rayos%20X%20\(XRD\)%20es,X%20se%20difrac tan%20y%20generan%20un%20patr%C3%B3n](https://cinvestav.mx/investigacion/servicios/artmid/3967/articleid/14973#:~:text=La%20difracci%C3%B3n%20de%20rayos%20X%20(XRD)%20es,X%20se%20difrac tan%20y%20generan%20un%20patr%C3%B3n)
- COSMOS Online. (2024). *Sistemas de Tratamiento Ambiental, S.A. de C.V. SITRASA*. Obtenido de COSMOS Online, Plataforma Digital B2B.
- Durena, R., & Zukuls, A. (2023). A Short Review: Comparison of Zinc-Manganese Dioxide Batteries with Different pH Aqueous Electrolytes. *Batteries*.
- Energizer. (2023). *Ficha de información del artículo/Hoja de datos de seguridad (AIS/SDS). Pila alcalina de dióxido de manganeso y zinc*.
- Espinoza Montero, P., Paspuel Pupiales, L., Fernández, L., & Guamán, W. (2022). Photocatalytic degradation of methylene blue with TiO₂ covered on glass and polythylene-bottles. *infoANALÍTICA*, 171 - 191. doi:10.26807/ia.v10i1.219
- Faegh, E., Omasta, T., Hull, M., Ferrin, S., Shrestha, S., Lechman, J., . . . Mustain, W. (2018). Understanding the Dynamics of Primary Zn-MnO₂ Alkaline Battery Gassing with Operando Visualization and Pressure Cells. *The Electrochemical Society*, A2528-A2535. doi:10.1149/2.0321811jes
- Gallegos, M., Aparicio, F., Peluso, M., Damonte, L., & Sambeth, J. (2018). Structural, optical and photocatalytic properties of zinc oxides obtained from spent alkaline batteries. *Materials Research Bulletin*.
- Guenther Carlos, C., R. Rocha, E. M., Scapin, E., Cahino, A., D. Leite, I. R., Bertuol, D., . . . Amorim, C. (2023). Solar photocatalysis using post-consumer alkaline batteries for degrading contaminants of emerging concern in surface water. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 11(6).
- Guo, M. Y., Ching Ng, A. M., Liu, F., Djurišić, A. B., Chan, W. K., Su, H., & Wong, K. S. (13 de Mayo de 2011). The Journal of Physical Chemistry C. *Effect of Native Defects*

- on *Photocatalytic Properties of ZnO*, 115(22), 11095-11101. ACS Publications. doi:dx.doi.org/10.1021/jp200926u
- Harynski, L., Olejnik, A., Grochowska, K., & Siuzdak, K. (2022). A facile method for Tauc exponent and corresponding electronic transitions. *Optical Materials*. doi:https://doi.org/10.1016/j.optmat.2022.112205
- Herrmann, J. M. (15 de Octubre de 1999). Heterogeneous photocatalysis: fundamentals and applications to the removal of various types of aqueous pollutants. *Catalysis Today*, 53(1), 115-129. doi:10.1016/S0920-5861(99)00107-8
- Hoffman, M. R., Martin, S. T., Choi, W., & Bahnemann, D. W. (01 de Enero de 1995). Environmental Applications of Semiconductor Photocatalysis. *Chemical Reviews*, 95(1), 69-96. Obtenido de https://pubs.acs.org/doi/10.1021/cr00033a004
- Ingle, R. (08 de Agosto de 2023). *Espectroscopia de reflectancia difusa*. Obtenido de AZO NANO: https://www.azonano.com/article.aspx?ArticleID=6533
- Kumar, R., Kumar Singh, R., Pratap Singh, D., Savu, R., & Moshkalev, S. A. (6 de Septiembre de 2016). Materials and Design. *Microwave heating time dependent synthesis of various dimensional graphene oxide supported hierarchical ZnO nanostructures and its photoluminescence studies*, 111, 291-300. Elsevier. doi:http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2016.09.018
- López Uribe, M. d. (2018). Estudio de las propiedades fotocatalíticas de nanopartículas de ZnO, ZrO₂ en la degradación de contaminantes orgánicos.
- Malvern Panalytical. (11 de Marzo de 2024). *¿Qué es la difracción de rayos X?* Obtenido de Difracción de rayos X (XRD): https://www.malvernpanalytical.com/es/products/technology/xray-analysis/x-ray-diffraction
- Matias, C. A., Guisolphi Gomez de Oliveira, L. J., Geremias, R., & Stolberg, J. (2020). Biosorption of Rhodamine B from aqueous solution using Araucaria angustifolia sterile bracts. *Revista Internacional de Contaminación Ambiental*, 97-104. doi:10.20937/RICA.2020.36.53282
- Patterson, A. (1939). The Scherrer Formula for X-Ray Particle Size Determination. *Physical Review*, 56, 978 - 982.
- Peralta, M. d. (2012). Síntesis de nanocomposites de M/ZNO (M = Ag o Au) por irradiación de microondas. Puebla, Puebla, México.
- Predoana, L., Petcu, G., Preda, S., & Jeanina, P. (Marzo de 2023). Copper-/Zinc-Doped TiO₂ Nanopowders Synthesized by Microwave-Assisted Sol-Gel Method. *Gels*, 9(4). doi:10.3390/gels9040267
- PROFECO. (2025). *Pilas alcalinas y pilas recargables*. Laboratorio Profeco. México: Revista el Consumidor.

- Pushpa, N., & Kokila, M. (2024). Role of solvent on morphology and photoluminescence property of ZnO. *Materials Today: Proceedings*.
- Ramírez Llamas, L. A., Jacobo Azuara, A., & Martínez Rosales, J. M. (2015). Adsorción del naranja de metilo en solución acuosa sobre hidróxidos dobles laminares. *Acta Universitaria*, 25-34. doi:10.15174/au.2015.778
- RTI Laboratories. (2016). *SEM/EDS Analysis*. Obtenido de RTI Laboratories: <https://rtilab.com/techniques/sem-eds-analysis/>
- Ruiz Peralta, M. d. (2012). Síntesis de nanocomposites de M/ZNO (M = AG O AU) por irradiación de microondas. Puebla, Puebla, México.
- Santos Anholeti, M., Honorio de Oliveira, A. R., Castro da Cruz, J., Andrade Luciano, V., Aparecida Nascimento, M., Alves Puiatti, G., . . . Pereira Lopes, R. (29 de Marzo de 2022). *Materials Chemistry and Physics. Zn/ZnO heterostructures photocatalyst obtained by sustainable processes from alkaline batteries waste: Synthesis, characterization and application*, 284. Science Direct. doi:<https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2022.126058>
- SEMARNAT. (2016). *GUÍA PARA EL CONSUMO Y MANEJO SUSTENTABLE DE PILAS*. Obtenido de https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/300512/Gu_a_para_el_consumo_sustentable_de_pilas.pdf
- Skoog, D. A., Holler, F. J., & Crouch, S. R. (2008). *Introducción a la espectrometría por absorción molecular ultravioleta y visible* (6a ed.). (S. Cervantes González, Ed.) CDMX, México: Cengage Learning.
- Stefan, M., Kocabas, B., Güngör, A., Toloman, D., Mihai Rostas, A., Crina Suciu, R., . . . Popa, A. (22 de Agosto de 2024). *Journal of Energy Storage. Manganese-doped Zinc Oxide recycled from spent alkaline batteries for photocatalysis and supercapacitor applications*, 99. Elsevier. doi:<https://doi.org/10.1016/j.est.2024.113419>
- Universidad de Burgos. (14 de Mayo de 2025). *Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)*. Obtenido de Universidad de Burgos: <https://www.ubu.es/parque-cientifico-tecnologico/servicios-cientifico-tecnicos/microscopia/microscopia-electronica-de-barrido-meb#:~:text=El%20Microscopio%20electr%C3%B3nico%20de%20barrido,gran%20parte%20de%20la%20muestra.>
- Villarreal, J. A. (2012). Precursores azoicos para materiales moleculares vía reacción de Susuki. Estado de México, México.
- Zeid, S. A., & Leprince-Wang, Y. (Junio de 2024). Advancements in ZnO-Based Photocatalysts for Water Treatment: A Comprehensive Review. *Crystals*, 14(7). doi:10.3390/cryst14070611

