

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS

INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN CIENCIAS BÁSICAS Y APLICADAS

CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS

**Desarrollo de compósitos de P3HT y óxido de silicio
extraído de fuentes naturales para su aplicación en
dispositivos electrocrómicos**

TESIS PROFESIONAL PARA OBTENER EL GRADO
DE: DOCTORADO EN INGENIERÍA Y CIENCIAS
APLICADAS

PRESENTA:

MCI. LILIANA CAJERO SOTELO

DIRECTOR: DRA. MARÍA ELENA NICHÓ DÍAZ

CO-DIRECTOR: DR. ULISES LEÓN SILVA



Instituto de
Investigación en
Ciencias
Básicas y
Aplicadas

CUERNAVACA, MORELOS

JUNIO DE 2026

RESUMEN

En los últimos años, los polímeros semiconductores han despertado un notable interés en la comunidad científica debido a sus propiedades electrocrómicas, las cuales los posicionan como materiales clave para el desarrollo de dispositivos optoelectrónicos avanzados. No obstante, sus características intrínsecas aún pueden ser optimizadas con el fin de alcanzar un mejor desempeño en aplicaciones prácticas, especialmente en dispositivos electrocrómicos de nueva generación. En este contexto, el uso de materiales sostenibles cobra una relevancia creciente, motivado por la necesidad de reducir el impacto ambiental y de aprovechar subproductos agroindustriales como fuente de materias primas de alto valor agregado.

En el presente estudio, se sintetizaron compósitos poliméricos mediante la técnica de polimerización in-situ. El monómero 3-hexiltiofeno (3HT) se polimerizó en presencia de partículas de dióxido de silicio (SiO_2). Dicho óxido fue previamente extraído de cascarilla de alpiste (CA) y bagazo de caña (BC), lo que constituye una estrategia innovadora para valorizar residuos agrícolas en el campo de los materiales funcionales. La proporción de SiO_2 incorporada se varió sistemáticamente con el propósito de evaluar su efecto sobre las propiedades fisicoquímicas del poli(3-hexiltiofeno) (P3HT).

Los compósitos obtenidos fueron exhaustivamente caracterizados mediante diversas técnicas analíticas: espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), espectroscopia UV-Vis, difracción de rayos X (XRD), microscopía de fuerza atómica (AFM), voltamperometría cíclica (CV), microscopía electrónica de barrido (SEM) acoplada a espectroscopia de dispersión de energía (EDS), análisis termogravimétrico (TGA) y microscopía electrónica de transmisión (TEM). Posteriormente, los materiales se emplearon en la fabricación de dispositivos electrocrómicos duales (DED), utilizando polianilina (PANI) como electrodo complementario. Estos dispositivos fueron evaluados mediante estudios de cinética óptica y mediciones de transmitancia.

Los resultados revelaron una clara mejora de las propiedades del P3HT tras la incorporación de SiO_2 , destacándose un aumento en la cristalinidad, una mayor capacidad de almacenamiento de carga y una disminución del ancho de banda prohibida (*band gap*). En consecuencia, los dispositivos desarrollados exhibieron un contraste óptico superior y tiempos de respuesta significativamente más cortos en comparación con los dispositivos basados

únicamente en P3HT. Estos hallazgos no solo confirman el potencial de los compósitos sintetizados como materiales electrocrómicos de alto rendimiento, sino que además demuestran la viabilidad de integrar residuos agroindustriales en el diseño de tecnologías sostenibles y funcionales para el futuro de la electrónica flexible y energéticamente eficiente.

ABSTRACT

In recent years, semiconductor polymers have attracted considerable interest in the scientific community due to their electrochromic properties, which position them as key materials for the development of advanced optoelectronic devices. However, their intrinsic characteristics can still be optimized to achieve better performance in practical applications, especially in new-generation electrochromic devices. In this context, the use of sustainable materials is gaining increasing importance, driven by the need to reduce environmental impact and to exploit agro-industrial by-products as a source of high value-added raw materials.

In this study, polymer composites were synthesized using in-situ polymerization. The monomer 3-hexylthiophene (3HT) was polymerized in the presence of silicon dioxide (SiO_2) particles. This oxide was previously extracted from birdseed husks and sugarcane bagasse, representing an innovative strategy for valorizing agricultural waste in the field of functional materials. The proportion of incorporated SiO_2 was systematically varied to evaluate its effect on the physicochemical properties of poly(3-hexylthiophene) (P3HT).

The resulting composites were thoroughly characterized using various analytical techniques: Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), UV-Vis spectroscopy, X-ray diffraction (XRD), atomic force microscopy (AFM), cyclic voltammetry (CV), scanning electron microscopy (SEM) coupled with energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS), thermogravimetric analysis (TGA), and transmission electron microscopy (TEM). Subsequently, the materials were used to manufacture dual electrochromic devices, employing polyaniline (PANI) as a complementary electrode. These devices were evaluated through optical kinetics studies and transmittance measurements.

The results revealed a clear improvement in the properties of P3HT after the incorporation of SiO_2 , highlighting an increase in crystallinity, greater charge storage capacity, and a decrease in band gap. Consequently, the developed devices exhibited superior optical contrast and significantly shorter response times compared to devices based solely on P3HT. These findings not only confirm the potential of the synthesized composites as high-performance electrochromic

materials but also demonstrate the feasibility of integrating agro-industrial waste into the design of sustainable and functional technologies for the future of flexible and energy-efficient electronics.

DEDICATORIA

A DIOS

Me has amado desde siempre y nunca me has soltado, en cada prueba y alegría siento tu presencia en mi vida.

A MIS PADRES

Por sus esfuerzos constantes y el amor brindado, no habría logrado nada sin su apoyo incondicional.

A MIS HERMANAS

Diana, mi gemela, por ser mi mayor cómplice y compañera de aventuras. Delia, por tu fuerza, valor y hacerme la tía más feliz. Martha Elena, mi mejor amiga, por siempre estar y confiar en mí.

A MI SOBRINA

Zoé Paulina, el mejor regalo de Dios, te amo.

A MIS TÍAS

Por su motivación, apoyo y siempre alentarme a seguir.

A MIS ALUMNOS

Siempre serán una buena razón para continuar aprendiendo y compartiendo.

AGRADECIMIENTOS

A la Dra. María Elena Nicho Díaz, por haberme aceptado para trabajar y confiar en mí, por su paciencia y sus enseñanzas; coincidir con usted ha sido una de las experiencias más gratas y significativas de mi vida.

Al comité revisor: Dr. Ulises León Silva, mi co-director, por apoyarme y orientarme siempre que lo necesité. Dr. Jesús Castrellón Uribe, por su valiosa colaboración para la evaluación de los dispositivos finales de este proyecto. Dr. Arturo Molina Ocampo y Dra. Abigail Parra Parra, por el acompañamiento durante este tiempo. Al Dr. Mario R. Díaz Guillén, por apoyarme durante las estancias en el Instituto Nacional de Electricidad y Energías Limpias (INEEL). A la Dra. Atalia Gómez Cortéz por su apoyo continuo en el desarrollo de este proyecto, por su paciencia y amistad.

A los doctores René Salgado Delgado y Edgar García Hernández por sus gestiones para poder llevar a cabo análisis de caracterización en el Tecnológico Nacional de México (TecNM) campus Zacatepec.

A todos mis amigos que me han acompañado en este proyecto.

A los doctores Alejandro Baray, Marcos Fuentes y Manuel Eduardo Serrano por compartir sus experiencias y conocimientos para el buen término de este proyecto.

Al ingeniero Jorge A. Manzo Espín y al Dr. Miguel Ángel Román Olivares del CETis Núm. 43, por el apoyo brindado durante este tiempo.

A la Secretaría de Ciencia, Humanidades, Tecnología e Innovación (Secihti), a la UAEM, al CIICAp, al INEEL y al TecNM Zacatepec.

"La ciencia y la religión, que aportan diferentes aproximaciones a la realidad, pueden entrar en un diálogo intenso y productivo para el cuidado de la naturaleza, porque la Tierra nos precede y nos ha sido dada por Dios como una casa común que debemos proteger de manera sostenible." — Papa Francisco

ÍNDICE FIGURAS

Figura 1. Estructura del P3HT	10
Figura 2. Estructura de la Polianilina (PANI), completamente reducido, lecuemeraldina base, b) completamente oxidado, pernigranilina base, c) mitad oxidado y mitad reducido, emeraldina base y d) forma conductora de emeraldina base, emeraldina sal.....	11
Figura 3. Mecanismo de reacción de síntesis de P3HT por Policondensación Oxidativa (con FeCl_3)	14
Figura 4. Polimerización química de la anilina	15
Figura 5. Diagrama de teoría de bandas	17
Figura 6. Representación de la estructura de bandas en una cadena polimérica en el caso de a) un proceso de ionización vertical (PI-V), b) la formación de un polarón, en ambas se colocar el potencial químico (nivel de Fermi) como nivel de referencia, c) un bipolarón.....	19
Figura 7. Arriba: ilustración esquemática de la estructura geométrica de un solitón neutro en una cadena de <i>trans</i> -poliacetileno. Abajo: estructura de banda para una cadena de <i>trans</i> -poliacetileno que contiene (a) un solitón neutro, (b) un solitón cargado positivamente y (c) un solitón cargado negativamente	20
Figura 8. Síntesis de nanopartículas de SiO_2 por diferentes métodos.....	24
Figura 9. Materiales compuestos	25
Figura 10. Configuración de dispositivos electrocrómicos: a) simples y b) duales	30
Figura 11. Acondicionamiento del material.....	37
Figura 12. Material después del lavado y secado: a) CA, b) BC	37
Figura 13. Tratamiento ácido a la CA: a) agitación, b) medición de temperatura	39
Figura 14. Filtrado de la CA.....	39
Figura 15. a) Filtrado y lavado de la CA, b) medición de pH	40
Figura 16. CA después del filtrado	40
Figura 17. Aspecto del material: CA a) sin tratamiento, b) con tratamiento de HCl 1.0 M, c) con tratamiento de CH_3COOH 1.0 M; BC d) sin tratamiento, e) con tratamiento de HCl 1.0 M, f) con tratamiento de CH_3COOH 1.0 M.....	41

Figura 18. Aspecto de la ceniza después de calcinar: CA a) sin tratamiento, b) con tratamiento de HCl 1.0 M, c) CH ₃ COOH 1.0 M; BC d) sin tratamiento, e) con tratamiento de HCl 1.0 M, f) con tratamiento de CH ₃ COOH 1.0 M.....	42
Figura 19. Proceso de purificación de la sílice	42
Figura 20. Sistema para la purificación del monómero 3HT	44
Figura 21. Monómero: a) antes de la purificación y b) después de la purificación	45
Figura 22. Proceso de secado del cloroformo	46
Figura 23. Síntesis de P3HT	47
Figura 24. Síntesis de PANI: a) al inicio de síntesis y b) al término	49
Figura 25. Película de PANI sobre sustrato de ITO.....	49
Figura 26. Fabricación de películas: a) solución polimérica, b) equipo <i>Spin-Coating</i> y c) película depositada por <i>Spin-Coating</i>	51
Figura 27. Arquitectura de los DED	52
Figura 28. Dispositivo electrocrómico dual	53
Figura 29. Espectros de FTIR de BC y diferentes SiO ₂ obtenidos con tratamiento variado.....	58
Figura 30. Espectros de FTIR de CA y diferentes SiO ₂ obtenidos con tratamiento variado.....	59
Figura 31. Espectros de UV-Vis de las diferentes muestras de SiO ₂	61
Figura 32. Micrografía de SiO ₂ extraído de: BC a) sin tratar, b) tratado con HCl 1.0 M, c) tratado con CH ₃ COOH 1.0 M; CA d) sin tratar, e) tratado con HCl 1.0 M, f) tratado con CH ₃ COOH 1.0 M	62
Figura 33. Difractogramas de las 6 muestras de SiO ₂	64
Figura 34. Micrografía de TEM del SiO ₂ obtenido a partir de: a) CA sin tratar, b) BC sin tratar. Histograma de los tamaños de partícula por TEM del SiO ₂ obtenido a partir de c) CA sin tratar y d) BC sin tratar	65
Figura 35. Espectros FTIR de SiO ₂ , P3HT y compósitos de P3HT/SiO ₂ con diferentes concentraciones de SiO ₂ : extraído de BC a) 3200-2600 cm ⁻¹ , b) 1800-500 cm ⁻¹ ; extraído de CA c) 3200-2600 cm ⁻¹ , d) 1800-500 cm ⁻¹	70

Figura 36. Espectro UV–Vis de películas de P3HT y de los compósitos P3HT/SiO₂, espectros del SiO₂ en agua como solvente (inserción): a) BC con y sin tratamiento ácido y b) CA con y sin tratamiento ácido 73

Figura 37. Difractogramas de difracción de rayos X de SiO₂, P3HT y compósitos de P3HT/SiO₂: a) BC y b) CA, con diferentes concentraciones de SiO₂ 77

Figura 38. SEM de a) P3HT, b) P3HT/SiO₂ (99/1) BC HCl 1.0 M, c) P3HT/SiO₂ (97/3) BC HCl 1.0M, d) P3HT/SiO₂ (95/5) BC HCl 1.0 M, e) P3HT/SiO₂ (99/1) BC sin tratar, f) P3HT/SiO₂ (97/3) BC sin tratar, g) P3HT/SiO₂ (95/5) BC sin tratar, h) P3HT/SiO₂ (99/1) CA HCl 1.0 M, i) P3HT/SiO₂ (97/3) CA HCl 1.0 M, j) P3HT/SiO₂ (95/5) CA HCl 1.0 M, k) P3HT/SiO₂ (99/1) CA sin tratar, l) P3HT/SiO₂ (97/3) CA sin tratar, m) P3HT/SiO₂ (95/5) CA sin tratar 82

Figura 39. Espectros EDS de los compósitos P3HT/SiO₂ BC: 1 % en peso de SiO₂ HCl 1.0 M a), 3 % en peso de SiO₂ HCl 1.0 M b), 5 % en peso de SiO₂ HCl 1.0 M c), 1 % en peso de SiO₂ B.C. sin tratar d), 3 % en peso de SiO₂ B.C. sin tratar e), 5 % en peso de SiO₂ B.C. sin tratar f), compósitos P3HT/SiO₂ CA: 1 % en peso de SiO₂ HCl 1.0 M g), 3 % en peso de SiO₂ HCl 1.0 M h), 5 % en peso de SiO₂ HCl 1.0 M i), 1 % en peso de SiO₂ B.C. sin tratar j), 3 % en peso de SiO₂ B.C. sin tratar k) y 5 % en peso de SiO₂ B.C. sin tratar l)..... 84

Figura 40. Primer ciclo de voltamperometría cíclica de P3HT y compósitos; las flechas indican la dirección de los ciclos de potencial. El electrolito fue hexafluorofosfato de tetrabutilamonio 0,1 M en acetonitrilo: a) BC con y sin tratamiento y b) CA con y sin tratamiento..... 87

Figura 41. Película de P3HT exhibiendo: a) coloración roja, b) coloración negra y c) coloración azul..... 88

Figura 42. AFM de películas de P3HT y compósitos de P3HT/SiO₂ BC y CA con diferentes concentraciones..... 93

Figura 43. Micrografías TEM de a) P3HT, de compósitos b) P3HT:SiO₂ (99/1) BC ST, c) P3HT:SiO₂ (95/5) BC ST, d) P3HT:SiO₂ (99/1) CA ST y e) P3HT:SiO₂ (95/5) CA ST 95

Figura 44. Termogramas a) y primera derivada b) de P3HT y compósitos P3HT/SiO₂ extraído de BC a diferentes concentraciones y tratamientos 97

Figura 45. Resultados de adhesión y ángulo de contacto de P3HT y compósitos con SiO₂ de BC..... 101

Figura 46. Espectros de transmitancia de los estados coloreados y blanqueados de los ECD en un rango de longitud de onda de 370 a 1000 nm: P3HT a),

compósitos P3HT/SiO₂ BC: 1 % en peso de SiO₂ HCl 1.0 M b), 3 % en peso de SiO₂ HCl 1.0 M c), 5 % en peso de SiO₂ HCl 1.0 M d), 1 % en peso de SiO₂ B.C. sin tratar e), 3 % en peso de SiO₂ B.C. sin tratar f), 5 % en peso de SiO₂ B.C. sin tratar g), compósitos P3HT/SiO₂ CA: 1 % en peso de SiO₂ HCl 1.0 M h), 3 % en peso de SiO₂ HCl 1.0 M i), 5 % en peso de SiO₂ HCl 1.0 M j), 1 % en peso de SiO₂ B.C. sin tratar k), 3 % en peso de SiO₂ B.C. sin tratar l) y 5 % en peso de SiO₂ B.C. sin tratar m) 106

Figura 47. Curvas cinéticas ópticas a 532 nm de DED con configuración ITO/(P3HT o P3HT/SiO₂)/PE/PANI/ITO bajo aplicaciones potenciales de $\pm 1,2$ V, polarización positiva en P3HT o compósito: a) P3HT/SiO₂ BC con tratamiento ácido, b) P3HT/SiO₂ BC sin tratamiento, c) P3HT/SiO₂ CA con tratamiento ácido, d) P3HT/SiO₂ CA sin tratamiento 107

Figura 48. Diagrama Nyquist de DED basados en PANI y compósitos de P3HT y SiO₂ extraído de BC a diferentes concentraciones y tratamientos 114

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Rangos de conductividad y <i>band gap</i>	16
Tabla 2. Reactivos utilizados.....	35
Tabla 3. Matriz experimental para el tratamiento ácido de la CA y BC	38
Tabla 4. Cantidades usadas para la preparación de compósitos	48
Tabla 5. Composición del polielectrolito	52
Tabla 6. Rendimientos obtenidos del porcentaje en peso después de los lavados ácidos.....	56
Tabla 7. Rendimientos obtenidos después de la calcinación	56
Tabla 8. Rendimientos obtenidos después de purificación con NaOH 2.5 N	57
Tabla 9. Señales FTIR en muestra de SiO ₂	59
Tabla 10. Resultados de EDS	63
Tabla 11. Rendimientos de síntesis de P3HT y compósitos.....	66
Tabla 12. Espesores de las películas delgadas de P3HT y P3HT/SiO ₂	67
Tabla 13. Indicativo de la longitud de conjugación	71
Tabla 14. Picos de absorbancia máxima y <i>band gap</i>	74
Tabla 15. Relación atómica S/Si en compósitos P3HT/SiO ₂	83
Tabla 16. Resultados de voltamperometría cíclica.....	90
Tabla 17. Rugosidad de P3HT y compósitos de P3HT/SiO ₂ BC y CA con diferentes concentraciones.....	93
Tabla 18. Análisis Termogravimétrico	98
Tabla 19. Cambio máximo de transmitancia con su longitud de onda respectiva; y cambio de transmitancia a 532 nm para ECD duales.....	106

ÍNDICE DE ECUACIONES

Ecuación 1. Eficiencia de color.....	32
Ecuación 2. Contraste de color	33
Ecuación 3. Porcentaje de rendimiento del SiO_2	43
Ecuación 4. Ley de Tauc	74

RESUMEN	i
ABSTRACT	iii
DEDICATORIA	v
AGRADECIMIENTOS	vi
ÍNDICE FIGURAS	viii
ÍNDICE DE TABLAS	xii
ÍNDICE DE ECUACIONES	xiii
CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN	1
1.1 INTRODUCCIÓN	2
1.2 JUSTIFICACIÓN	4
1.3 HIPÓTESIS	5
1.4 OBJETIVO GENERAL	5
1.4.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	5
CAPÍTULO 2. MARCO TEÓRICO.....	6
2.1 POLÍMEROS SEMICONDUCTORES	7
2.1.1 POLITIOFENOS	7
2.1.2 POLI(3-HEXILTIOFENO)	9
2.1.3 POLIANILINA	10
2.2 SÍNTESIS DE POLÍMEROS SEMICONDUCTORES.....	11
2.2.1 SÍNTESIS OXIDATIVA DE P3AT CON FeCl ₃	13
2.2.2 SÍNTESIS QUÍMICA DE LA POLIANILINA.....	14
2.3 CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA DE LOS MATERIALES.....	15
2.3.1 TEORÍA DE BANDAS.....	16
2.3.2 TIPOS DE SEMICONDUCTORES.....	17
2.3.3 TEORÍA DE BANDAS EN POLÍMEROS SEMICONDUCTORES	18
2.4 DIÓXIDO DE SILICIO (SiO ₂)	21
2.4.1 FUENTES DE OBTENCIÓN DE SiO ₂	21
2.4.2 OBTENCIÓN DEL SiO ₂	23
2.4.3 NANOPARTÍCULAS DE SiO ₂	23
2.5 MATERIALES COMPUESTOS.....	24
2.5.1 ESTRUCTURA DE NANOCOMPUESTOS.....	25
2.5.2 SÍNTESIS DE NANOCOMPUESTOS	26
2.5.3 MÉTODO DE SÍNTESIS <i>IN-SITU</i> Y <i>EX-SITU</i>	27

2.6 ELECTROCROMISMO.....	27
2.6.1 PRINCIPIOS BÁSICOS DEL ELECTROCROMISMO	28
2.6.2 APLICACIÓN DE POLÍMEROS CONDUCTORES EN DISPOSITIVOS ELECTROCRÓMICOS	28
2.7 COMPONENTES Y DISEÑO DE DISPOSITIVOS ELECTROCRÓMICOS.....	28
2.7.1 ELECTROLITO	29
2.7.2 SUSTRATOS ITO	29
2.7.3 PELÍCULAS ELECTROCRÓMICAS.....	30
2.7.4 CONFIGURACIONES DE DISPOSITIVOS ELECTROCRÓMICOS.....	30
2.8 PARÁMETROS DE LOS DISPOSITIVOS ELECTROCRÓMICOS	31
2.8.1 CONTRASTE ELECTROCRÓMICO.....	31
2.8.2 TIEMPO DE RESPUESTA DE LOS DISPOSITIVOS.....	31
2.8.3 ESTABILIDAD DE LOS DISPOSITIVOS ELECTROCRÓMICOS	32
2.8.4 EFICIENCIA DE COLORACIÓN (CE)	32
2.8.5 MEMORIA ÓPTICA Y CONSUMO ENERGÉTICO	33
2.8.6 CONTRASTE DE COLOR	33
2.8.7 IMPEDANCIA ELECTROQUÍMICA.....	33
CAPÍTULO 3. DESARROLLO EXPERIMENTAL.....	34
3.1 MATERIALES Y REACTIVOS.....	35
3.2 OBTENCIÓN DE SiO ₂ POR MÉTODO TERMOQUÍMICO	36
3.2.1 ACONDICIONAMIENTO DEL MATERIAL	36
3.2.2 TRATAMIENTO ÁCIDO DE LOS MATERIALES (CA Y BC)	38
3.2.3 CALCINACIÓN	41
3.2.4 PURIFICACIÓN DE LA SÍLICE	42
3.3 PROCESO DE SÍNTESIS PARA EL P3HT	43
3.3.1 DESTILACIÓN DEL MONÓMERO	44
3.3.2 SECADO DE CLOROFORMO	45
3.3.3 SÍNTESIS OXIDATIVA DEL P3HT	46
3.4 SÍNTESIS OXIDATIVA DE LOS COMPUESTOS P3HT: SiO ₂	47
3.5 SÍNTESIS DE LA POLIANILINA POR DEPÓSITO DE BAÑO QUÍMICO	48
3.6 OBTENCIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE P3HT Y P3HT: SiO ₂	50
3.6.1 LIMPIEZA DE LOS SUSTRATOS DE VIDRIO CORNING Y VIDRIOS ITO's	50
3.6.2 FABRICACIÓN DE PELÍCULAS POR SPIN-COATING.....	50
3.7 FABRICACIÓN DE DISPOSITIVOS ELECTROCRÓMICOS.....	51

3.7.1 FABRICACIÓN DEL POLIELECTROLITO.....	51
3.7.2 ENSAMBLE DE LOS DISPOSITIVOS ELECTROCRÓMICOS DUALES	52
3.8 CARACTERIZACIÓN DE P3HT Y COMPÓSITOS P3HT:SiO ₂	53
3.9 CARACTERIZACIÓN DE LOS DISPOSITIVOS ELECTROCRÓMICOS DUALES (DEDs) ..	54
CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	55
4.1 OBTENCIÓN DE SiO ₂	56
4.2 CARACTERIZACIÓN DE SiO ₂	57
4.2.1 ESPECTROSCOPÍA INFRARROJA POR TRANSFORMADA DE FOURIER.....	57
4.2.2 ESPECTROSCOPÍA UV-Vis	60
4.2.3 MICROSCOPÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO	61
4.2.3.1 ESPECTROSCOPÍA DE DISPERSIÓN DE ENERGÍA (EDS)	62
4.2.4 DIFRACCIÓN DE RAYOS X.....	63
4.2.5 MICROSCOPÍA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN (TEM)	64
4.3 CARACTERIZACIÓN DE P3HT Y COMPÓSITOS P3HT: SiO ₂	65
4.3.1 RENDIMIENTO DE SÍNTESIS	65
4.3.2 ESPESOR DE LAS PELÍCULAS DELGADAS	66
4.3.3 ESPECTROSCOPÍA INFRARROJA POR TRANSFORMADA DE FOURIER	67
4.3.4 ESPECTROSCOPÍA UV-Vis.....	71
4.3.4.1 ABSORBANCIA	71
4.3.4.2 CÁLCULO DEL <i>BAND GAP</i>	74
4.3.5 CARACTERIZACIÓN POR DIFRACCIÓN DE RAYOS X.....	75
4.3.6 MICROSCOPÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO	78
4.3.6.1 ESPECTROSCOPÍA ENERGÍA DISPERSA (EDS)	82
4.3.7 CARACTERIZACIÓN ELECTROQUÍMICA	85
4.3.8 MICROSCOPÍA DE FUERZA ATÓMICA	90
4.3.9 MICROSCOPÍA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN (TEM)	93
4.3.10 ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO (TGA)	95
4.3.11 PRUEBAS DE ADHERENCIA Y ÁNGULO DE CONTACTO	98
4.4 CARACTERIZACIÓN PARA LOS DED	101
4.4.1 TRANSMITANCIA	101
4.4.2 CINÉTICA ÓPTICA.....	107
4.4.3 ESPECTROSCOPÍA DE IMPEDANCIA ELECTROQUÍMICA.....	111
5.0 CONCLUSIONES Y TRABAJOS FUTUROS	115
5.1 CONCLUSIONES	116

5.2 TRABAJOS FUTUROS	116
REFERENCIAS	118
ANEXO 1. DOCUMENTOS PROBATORIOS	137
VOTOS APROBATORIOS.....	157

CAPÍTULO 1.

INTRODUCCIÓN

CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN

1.1 INTRODUCCIÓN

En relación a la eficiencia energética, las *ventanas inteligentes* han emergido como una de las tecnologías más prometedoras debido a su capacidad para modificar sus propiedades ópticas en función de estímulos externos, particularmente mediante la aplicación de un voltaje. Este tipo de dispositivos permite regular la transmitancia de la radiación solar, ofreciendo una alternativa para el control dinámico del paso de luz y calor, lo que se traduce en una reducción significativa del consumo energético en edificaciones. Dentro de este campo, la investigación actual se orienta hacia el desarrollo de materiales que combinen desempeño, estabilidad, sostenibilidad y bajo costo de producción, siendo los compósitos de polímeros y materiales inorgánicos una de las rutas más prometedoras [1].

En esta línea, la incorporación de óxidos inorgánicos de origen natural se ha convertido en un área de creciente interés. El dióxido de silicio (SiO_2) es un ejemplo representativo: un óxido abundante en la naturaleza, presente incluso en tejidos vegetales [2]. Este material, caracterizado por su porosidad y estabilidad química, puede actuar como refuerzo en matrices poliméricas, mejorando el área de contacto entre el compuesto activo y el medio circundante, lo que potencialmente incrementa el rendimiento de dispositivos electrocrómicos y optoelectrónicos [3]. Además, cuando se obtiene a partir de residuos agroindustriales, como el BC o la CA, el SiO_2 no solo ofrece ventajas funcionales, sino que también se convierte en una opción económicamente viable y ambientalmente sostenible frente a sus equivalentes sintéticos.

Por otro lado, dentro de los polímeros más estudiados en aplicaciones optoelectrónicas y electrocrómicas destaca el P3HT. Este polímero conjugado presenta una estructura con grupos hexilo en la posición 3 del anillo de tiofeno, lo que le confiere propiedades semiconductoras derivadas de la deslocalización electrónica en su sistema de dobles enlaces conjugados [4]. Una de sus características más notables es su capacidad electrocromática: al aplicar un potencial eléctrico, el P3HT experimenta un cambio de color reversible que va desde un tono rojo intenso hasta un azul claro. Dicho comportamiento lo convierte en un candidato ideal para ser utilizado en ventanas inteligentes y dispositivos electrocrómicos.

El atractivo del P3HT no se limita a su respuesta cromática. Presenta una solubilidad adecuada en disolventes orgánicos comunes como el cloroformo o el clorobenceno, lo que facilita su procesamiento en forma de películas delgadas [5]. Asimismo, posee alta estabilidad térmica, carácter hidrofóbico, bajo impacto ambiental y costos de producción relativamente accesibles, factores que fortalecen su papel como material de interés científico e industrial [6-8].

Estas cualidades han permitido su aplicación en campos tan diversos como la energía fotovoltaica, la optoelectrónica, los dispositivos emisores de luz orgánicos (OLED), los transistores de película delgada, la fotocatálisis, los supercondensadores y la conversión termoeléctrica de energía [9-13].

Un aspecto relevante en la investigación con polímeros conjugados, como los politiofenos, es su capacidad de interactuar con óxidos inorgánicos durante los procesos de dopaje y desdopaje. Este fenómeno abre la puerta a la formulación de compuestos híbridos en los que se combinan las ventajas electrónicas y ópticas de los polímeros con la estabilidad y funcionalidad de los óxidos. En el caso de los dispositivos electrocrómicos, estas combinaciones permiten mejorar el contraste óptico, reducir los tiempos de respuesta y aumentar la durabilidad en ciclos repetidos de operación [14, 15].

La literatura recoge múltiples experiencias que demuestran los beneficios de tales sinergias. Por ejemplo, en 2009 Chen y colaboradores [16] desarrollaron películas de polianilina combinadas con partículas SiO_2 marca AEROSIL®, observando que la incorporación del óxido incrementaba notablemente las propiedades electrocrómicas del polímero base. Una década más tarde, en 2019, Zhang et al. [17] sintetizaron un compuesto tipo núcleo-coraza de SiO_2 (comprado en So-Fe Biomedicine Co. Ltd.) y poli(3,4-etilendioxitiofeno) (PEDOT), el cual mostró mejoras significativas en la estabilidad cíclica y en la velocidad de respuesta frente al PEDOT puro. En 2018, el mismo grupo de investigación evaluó películas de trióxido de tungsteno (WO_3) dopado con SiO_2 modificado con óxido de polietileno, encontrando un aumento considerable en el rango de transmitancia comparado con películas de WO_3 sin modificación [18].

Cabe destacar que los trabajos previos se han centrado en el uso de SiO_2 de origen comercial. Sin embargo, la extracción de este óxido a partir de subproductos agrícolas ofrece ventajas adicionales. En investigaciones previas de nuestro grupo en 2021 [3] se obtuvo dióxido de silicio

a partir de cáscaras de arroz y de alpiste, con el cual se formularon compuestos híbridos P3HT:SiO₂. Los compósitos con SiO₂ extraída de la cascarilla de arroz fueron evaluados en dispositivos electrocrómicos simples con la configuración VIDRIO/ITO/P3HT/PE/ITO/VIDRIO, mostrando un incremento en el contraste óptico al añadir SiO₂ al polímero.

En el presente trabajo, con el propósito de dar continuidad a esa línea de estudio y aportar nuevo conocimiento científico, se plantea utilizar como fuente de dióxido de silicio el BC y la CA, residuos agroindustrial abundantes en países productores. El SiO₂ fue extraído mediante un proceso termoquímico, con y sin pretratamiento ácido (HCl 1M), generando así dos rutas de obtención. Con el material resultante se prepararon compuestos híbridos P3HT/SiO₂ en diferentes proporciones (99/1, 97/3 y 95/5 en peso), dando lugar a doce variantes distintas además del P3HT prístino empleado como referencia. Los compuestos obtenidos fueron caracterizados desde el punto de vista fisicoquímico para evaluar el impacto del pretratamiento y la cantidad de SiO₂ añadida en las propiedades finales del material. Posteriormente, estos materiales híbridos fueron implementados en DED, con una arquitectura basada en la configuración VIDRIO/ITO/COMPÓSITO/PE/PANI/ITO/VIDRIO, donde la película de P3HT:SiO₂ actuó como electrodo activo y la polianilina como contraelectrodo.

A nuestro conocimiento, este es el primer reporte que documenta la síntesis de compuestos P3HT/SiO₂ a partir de dióxido de silicio extraído específicamente del BC y la CA, mediante dos procedimientos distintos de obtención (con y sin pretratamiento ácido), así como la aplicación de estos materiales en DED. Los resultados de esta investigación permiten sentar las bases para el desarrollo de materiales más sostenibles, de menor costo y con un desempeño optimizado para aplicaciones en tecnologías de eficiencia energética, particularmente en la fabricación de ventanas inteligentes.

1.2 JUSTIFICACIÓN

Actualmente la formación de compósitos híbridos a base de polímeros semiconductores es de gran interés, ya que se pueden obtener propiedades mejoradas para un desempeño sobresaliente en sus aplicaciones. Los polímeros semiconductores se han empleado en varias aplicaciones tales como celdas solares, ventanas inteligentes, recubrimientos para prevenir la corrosión de metales, sensores, entre otras. El P3HT es un polímero semiconductor muy

prometedor por sus excelentes propiedades fisicoquímicas, sin embargo, la incorporación de compuestos inorgánicos al P3HT puede potenciar dichas propiedades y como consecuencia mejorar el desempeño en sus aplicaciones. Por otro lado, la gran preocupación por los problemas medioambientales conduce en la actualidad a un creciente interés por el desarrollo de compósitos a partir de residuos agroindustriales. Además, la utilización de dichos residuos permite darle un valor agregado al producto principal en pro de una economía circular. En este trabajo de investigación se plantea obtener óxido de silicio de fuentes naturales como el BC y la CA, para posteriormente sintetizar y caracterizar compósitos P3HT/SiO₂, y finalmente aplicarlos en DED; determinando la concentración óptima del SiO₂ para conseguir mejores propiedades y mayor rendimiento de dispositivo.

1.3 HIPÓTESIS

La adición del SiO₂ al polímero conductor P3HT mejorará sus propiedades fisicoquímicas para un mejor funcionamiento en dispositivos electrocrómicos.

1.4 OBJETIVO GENERAL

Sintetizar y caracterizar compósitos de P3HT y dióxido de silicio extraído de fuentes naturales para lograr un mejor desempeño en DED.

1.4.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Obtener SiO₂ a partir de fuentes naturales (BC y la CA), con y sin tratamiento ácido de los materiales.
- Sintetizar y caracterizar fisicoquímicamente compósitos de P3HT/SiO₂ a diferentes concentraciones por método in-situ.
- Preparar y caracterizar DED a base de los materiales sintetizados.

CAPÍTULO 2.

MARCO TEÓRICO

CAPÍTULO 2. MARCO TEÓRICO

2.1 POLÍMEROS SEMICONDUCTORES

Los polímeros semiconductores son materiales basados en carbono con una estructura π -conjugada a lo largo de sus cadenas, lo que les permite transportar carga eléctrica y responder a estímulos, generando cargas eléctricas, situándose entre los aislantes y los metales en cuanto a la conductividad. A diferencia de los plásticos comunes, estos polímeros combinan procesabilidad, flexibilidad mecánica y funciones electrónicas, lo cual los hace idóneos para dispositivos como diodos emisores de luz, celdas solares, transistores y ventanas inteligentes. Su comportamiento depende de propiedades como la longitud de conjugación, la estructura de las cadenas y su empaquetamiento, factores que determinan la eficiencia del transporte de carga [19, 20].

Por lo que, debido a sus propiedades electroquímicas, características eléctricas, procesos reversibles de dopaje-desdopaje y procesabilidad simple, varios polímeros semiconductores como el poliacetileno (PA), polianilina (PANI), polipirrol (PPY), polifenilenos (PPs) y derivados del politiofeno (PTh) entre otros, han ganado interés especial específico en los campos de la nanociencia y la nanotecnología [21].

2.1.1 POLITIOFENOS

El politiofeno (PT) pertenece a la categoría mencionada anteriormente y fue desarrollado por Alan J. Heeger, con la fórmula molecular $(C_4H_2S)_n$. Neena et al. en octubre de 2025 [22] publicaron un análisis sobre los avances del politiofeno, en el cual se destaca que este ganó una gran atención para impulsar la industria y las áreas de investigación debido a su flexibilidad mecánica, mejor estabilidad térmica, alta estabilidad ambiental, bajo coste, banda prohibida baja y menor consumo energético [23, 24]

Los politiofenos así como sus derivados, son polímeros que presentan enlaces π conjugados y como se mencionó en el párrafo anterior, han sido ampliamente estudiados por sus propiedades tales como conductividad eléctrica y su estabilidad, lo que hace factible su uso en dispositivos órgano electrónicos [25]

Al introducir grupos alquilo en las cadenas del tiofeno (poli(3-alquiltiofenos), el empaquetamiento molecular, la cristalinidad y la movilidad de carga del polímero son modificados de manera significativa. Las cadenas ramificadas o lineales pueden mejorar la agregación y el empaquetamiento, pero una densidad alta puede reducir la procesabilidad y la movilidad de las cadenas. Elegir un buen radical alquilo equilibra la cristalinidad y la planaridad, mejorando así el rendimiento en los dispositivos en donde el polímero sea aplicado [26]. Otra propiedad importante de los politiofenos es la solubilidad, la cual es fundamental para el procesamiento de los polímeros y tiene influencia en el rendimiento de los dispositivos electrocrómicos. Dicha propiedad depende de varios factores, los cuales son el peso molecular, la regioregularidad, el solvente, principalmente. Cuando el peso molecular del polímero aumenta, las interacciones polares y por puente de hidrógeno disminuyen, lo cual afecta la solubilidad del polímero [27], en cambio se ha reportado que al aumentar la regioregularidad del polímero, las interacciones con el solvente se hacen fuertes, lo que contribuye a la solubilidad del polímero [28]. Por otro lado, se ha documentado que el uso de solventes con parámetros de solubilidad similares al polímero facilita su disolución y el control de la morfología del mismo [29, 30].

Kumar et al. [21] hicieron un análisis sobre los polímeros conductores en 2015, del cual resalta lo siguiente:

El politiofeno es un polímero conductor (CP) de gran relevancia que permite la fabricación de materiales con estabilidad ambiental y térmica, empleados en una amplia gama de aplicaciones tecnológicas como supercapacitores eléctricos, dispositivos ópticos no lineales, diodos emisores de luz poliméricos (PLEDs), dispositivos electrocrómicos, fotoresistencias, recubrimientos antiestáticos, sensores, baterías, materiales para blindaje electromagnético, celdas solares, transistores, entre otros. En 1980, dos científicos de los laboratorios de investigación de Bayer AG en Alemania desarrollaron un nuevo derivado de PTh (poly(2,5-thienylene)) [31]. Las propiedades químicas y físicas del polímero resultante no dependen únicamente del heteroátomo presente, sino también del proceso de síntesis del monómero requerido, el cual debe considerarse cuidadosamente. Al igual que muchos otros compuestos poliaromáticos lineales, el PTh presenta insolubilidad en disolventes orgánicos [32]. Schopf publicó una revisión exhaustiva de la literatura sobre el tema [33]. En 1992, Roncali informó la síntesis electroquímica del PTh [34] y, posteriormente, en 1997, describió las propiedades

electrónicas de los derivados sustituidos de este polímero [35] McCullough, por su parte, centró su revisión en los métodos convencionales de síntesis para el desarrollo de PTh conductores [36]. En 1999, Reddinger y Reynolds elaboraron una revisión general sobre los polímeros conductores [37] Un año después, McQuade examinó el uso de polímeros conjugados en sensores químicos [38] En conjunto, estas revisiones constituyen valiosas referencias que resumen y destacan la literatura fundamental sobre PTh publicada a partir de 1990.

2.1.2 POLI(3-HEXILTIOFENO)

El P3HT es un polímero que cuenta con una estructura π conjugada, la cual le brinda propiedades conductoras. El P3HT es perteneciente al grupo de los politiofenos, tiene fórmula molecular $(C_{10}H_{14}S)_n$, [39] la cual es una estructura repetitiva conformada por un anillo de tiofeno con una cadena lateral de hexilo (radical alquilo de 6 carbonos), que facilita su solubilidad y autoensamblaje y se encuentra unida en la posición tres, como se observa en la figura 1, el monómero se polimeriza mediante uniones en las posiciones 2 y 5 del anillo tiofénico [40]. Este polímero semiconductor presenta un pico de absorción máximo de 450 a 460 nm en solución [41, 42] y el valor de su banda prohibida se encuentra alrededor de 2.0 eV [3]. El P3HT es ampliamente utilizado debido a sus propiedades, las cuales pueden variar dependiendo de su regioregularidad y el peso molecular, algunas de estas son: su buena procesabilidad en solución, movilidad de portadores de carga [43], biocompatibilidad [44], estabilidad térmica y sensibilidad óptica. Su estructura conjugada tipo p y la posibilidad de modificar su morfología lo convierten en materia prima clave para aplicaciones como fotocatalítica, fotovoltaica y optoelectrónica [9] en dispositivos como diodos, transistores, celdas solares, ventanas inteligentes y capacitores [3, 10-13]

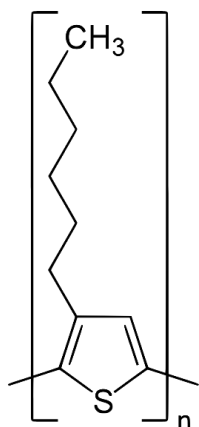


Figura 1. Estructura del P3HT

2.1.3 POLIANILINA

La polianilina es un polímero conductor de la familia de los materiales orgánicos con estructura π -conjugada, ver Figura 2, que le permite transportar carga eléctrica. Su estructura se basa en la repetición de unidades de anilina, que, mediante su oxidación y protonación (dopaje ácido), adopta diferentes estados de oxidación —por ejemplo, leucoemeraldina (estado reducido), emeraldina (estado intermedio) y pernigranilina (estado oxidado)—, siendo la forma emeraldina protonada la que presenta conductividad elevada. Este polímero destaca por varias razones: es relativamente fácil de sintetizar por oxidación química o vía electroquímica, sus costes de producción son moderados y ofrece buena estabilidad ambiental. En lo funcional, facilita la fabricación de recubrimientos antielectrostáticos, sensores, dispositivos de almacenamiento de energía o materiales electrocrómicos, gracias a su variabilidad en propiedades electrónicas y ópticas. Sin embargo, como todo material avanzado, la PANI también enfrenta desafíos: sus propiedades pueden depender fuertemente del grado de dopaje, de la morfología del polímero, de su procesabilidad y de su compatibilidad con otros materiales en compuestos. Comprender estos aspectos es esencial cuando se aplica en sistemas complejos como ventanas inteligentes o dispositivos electrocrómicos, donde la interacción entre la polianilina y otros componentes (como óxidos inorgánicos o materiales de soporte) puede mejorar su desempeño térmico, óptico y eléctrico [45, 46].

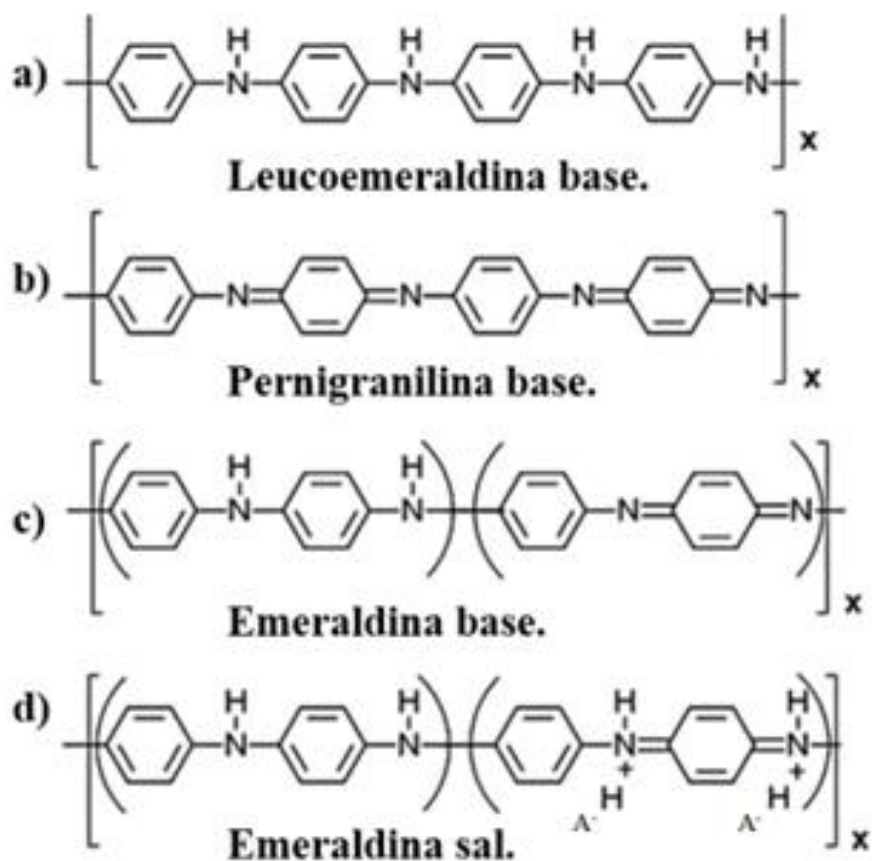


Figura 2. Estructura de la Polianilina (PANI), completamente reducido, leuco emeraldina base, b) completamente oxidado, pernigranilina base, c) mitad oxidado y mitad reducido, emeraldina base y d) forma conductora de emeraldina base, emeraldina sal. Referencia [47].

2.2 SÍNTESIS DE POLÍMEROS SEMICONDUCTORES

La síntesis de polímeros es el proceso que consiste en unir los monómeros (unidad repetitiva) mediante enlaces covalentes para formar estructuras largas, las cuales son los polímeros. La síntesis de polímeros semiconductores es crucial para el desarrollo de dispositivos electrónicos orgánicos como ventanas inteligentes, celdas solares y LEDs. Los avances recientes buscan mejorar el control estructural, la eficiencia y la sostenibilidad de estos materiales.

Los polímeros semiconductores pueden sintetizarse a partir de varios métodos, dentro de los cuales están la síntesis química, la emulsión, síntesis electroquímica, fotoquímica e interfacial [48-53]

A continuación, se describen cada una de ellas:

- **Síntesis química:** La síntesis química de polímeros es un proceso en el cual moléculas pequeñas, conocidas como monómeros, se enlazan químicamente mediante enlaces covalentes para formar macromoléculas de gran tamaño llamadas polímeros. Este proceso se lleva a cabo mediante reacciones de polimerización, las cuales pueden desarrollarse principalmente a través de mecanismos de adición, también llamados de crecimiento en cadena, o de condensación, conocidos como crecimiento por etapas, dependiendo de la naturaleza química de los monómeros y del mecanismo de reacción involucrado [54].
- **Emulsión:** La polimerización en emulsión comprende la dispersión de un monómero de baja solubilidad acuosa en una fase continua de agua mediante fuerzas de cizallamiento, generando gotas de aproximadamente 10 μm estabilizadas por adsorción de un surfactante en la interfase monómero-agua. El surfactante en exceso respecto a la concentración micelar crítica se organiza en micelas esféricas de 50–100 moléculas, orientadas con sus regiones hidrofóbicas hacia el interior. Estas micelas incorporan monómero hasta alcanzar diámetros de ~ 10 nm. La polimerización es desencadenada por la adición de un iniciador de radicales libres soluble en agua, dando lugar a partículas poliméricas de 50–500 nm estabilizadas superficialmente por el surfactante. Los sitios de reacción relevantes son la fase acuosa, las gotas de monómero, las micelas hinchadas y las partículas poliméricas; siendo estas últimas el sitio predominante donde se genera la mayor parte del polímero en el látex final [55].
- **Síntesis electroquímica:** esta síntesis permite formar y depositar polímeros (sobre todo conductores) directamente sobre electrodos, controlando espesor, dopaje y morfología con el potencial o corriente aplicada. Se basa típicamente en la oxidación o reducción del monómero en una celda electroquímica. En la electropolimerización oxidativa, el monómero aromático (anilina, pirrol, tiofeno, etc.) se oxida en el ánodo generando radicales catiónicos que se acoplan y crecen en una película sobre el electrodo, incorporando aniones dopantes para compensar la carga [56].

- Fotoquímica: Las polimerizaciones fotoinducidas son reacciones de crecimiento en cadena —con etapas de iniciación, propagación y terminación— en las que la generación de especies reactivas durante la etapa de iniciación se promueve por radiación lumínica, generalmente mediante un fotoiniciador, aunque el propio monómero puede cumplir esta función. Las especies generadas, de naturaleza radicalaria o iónica, reaccionan con monómeros u oligómeros, generando un polímero. Actualmente, el mecanismo predominante opera vía radicales libres, apropiado para monómeros con dobles enlaces carbono-carbono. En estos sistemas, la iniciación implica la generación de radicales a partir de fotoiniciadores tipo Norrish I, por ruptura homolítica, o tipo Norrish II, por abstracción de hidrógeno, al ser irradiados con luz de longitud de onda adecuada [57]
- Interfacial: La polimerización interfacial ocurre en la interfase entre dos fases inmiscibles. Por ello, el diseño y la fabricación de materiales poliméricos mediante este método involucran principalmente dos aspectos: la formación de una interface entre fases inmiscibles y la distribución de los monómeros en dichas fases. Las interfaces pueden clasificarse en líquido-sólido, líquido-gas, líquido-líquido y emulsiones líquido en líquido. Cuando
- Conforme continúa la difusión de los monómeros y avanza la reacción, el polímero crece progresivamente en la interface [58].

2.2.1 SÍNTESIS OXIDATIVA DE P3AT CON FeCl_3

Dentro de los métodos de síntesis que permiten controlar variables como la cristalinidad y el peso molecular, se encuentran la polimerización de metátesis de Grignard (GRIM), la arilación directa y la polimerización oxidativa.

El método químico más usado de síntesis es la polimerización oxidativa, que utiliza oxidantes como el cloruro de férrico (FeCl_3) para polimerizar el monómero de tiofeno mediante enlaces en las posiciones 2 y 5 del anillo tiofénico, generando una cadena conjugada [7, 44].

En este método, el monómero se disuelve en un solvente orgánico (generalmente cloroformo o diclorometano) y se agrega FeCl_3 en atmósfera inerte a temperatura de 0 a 40 °C con un tiempo de reacción de 1 a 24 h, posteriormente el material polimérico se precipita en metanol, se filtra y se lava con metanol, ácidos y bases para eliminar el Fe, impurezas u oligómeros.

El mecanismo de reacción, que se observa en la Figura 3, implica la oxidación, por parte del FeCl_3 , del 3HT a catión radical, acoplamiento C–C (en las posiciones 2,5) para formar dímeros/oligómeros y crecimiento de cadena para la formación del polímero [59].

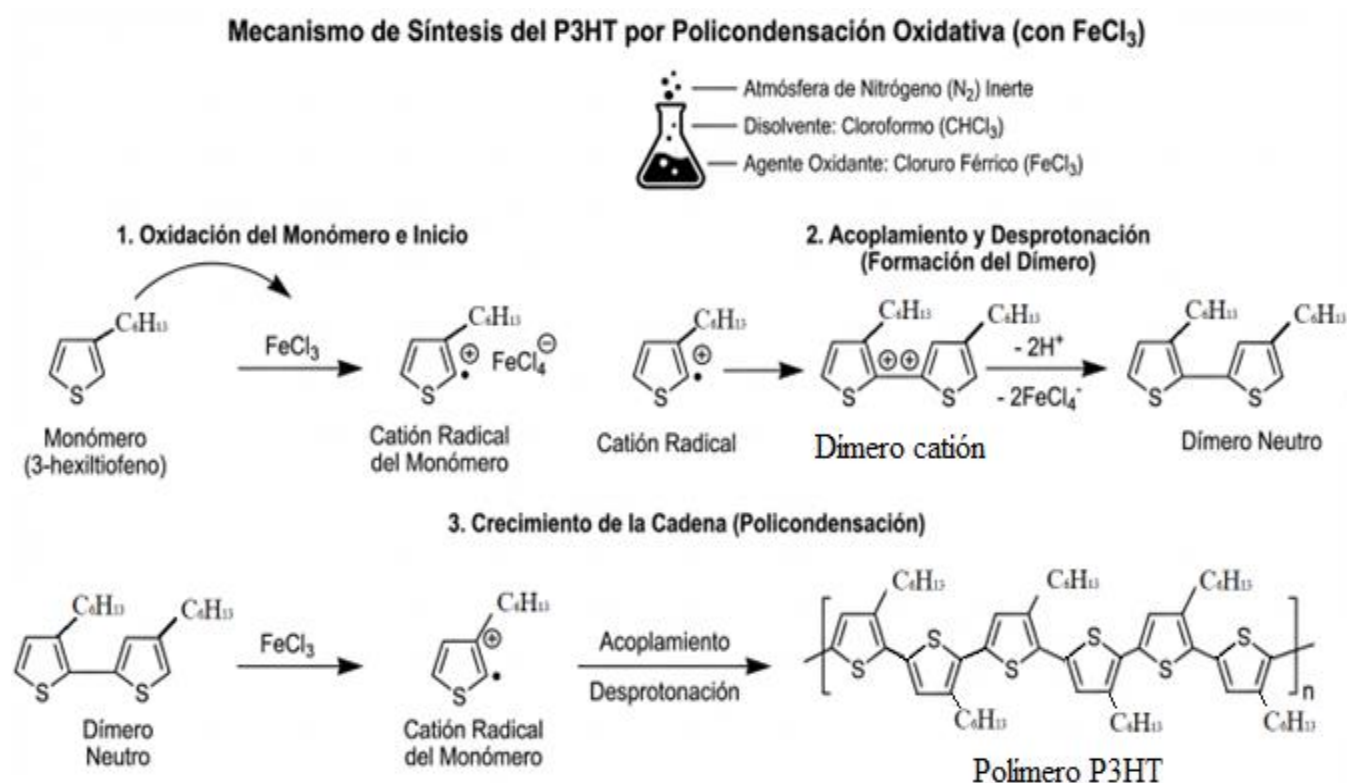


Figura 3. Mecanismo de reacción de síntesis de P3HT por Policondensación Oxidativa (con FeCl_3). Generado con ayuda de [Gemini](#).

2.2.2 SÍNTESIS QUÍMICA DE LA POLIANILINA

La polianilina (PANI) es uno de los polímeros conductores más estudiados debido a su fácil síntesis, bajo costo y propiedades eléctricas ajustables. Su síntesis química, principalmente por polimerización oxidativa, permite obtener materiales con diferentes morfologías y conductividades, adaptables a múltiples aplicaciones.

La síntesis más común de PANI se realiza mediante polimerización oxidativa de anilina en medio ácido, ver Figura 4, usando oxidantes como persulfato de amonio, dicromato de potasio o cloruro férrico. El proceso básico consiste en disolver anilina en un ácido (como HCl), añadir

el oxidante lentamente y mantener la mezcla a baja temperatura (0–4 °C) para controlar la morfología y la conductividad del polímero resultante. El producto se filtra, lava y seca. Por lo cual, resulta más práctica la síntesis química en medio ácido [60, 61].

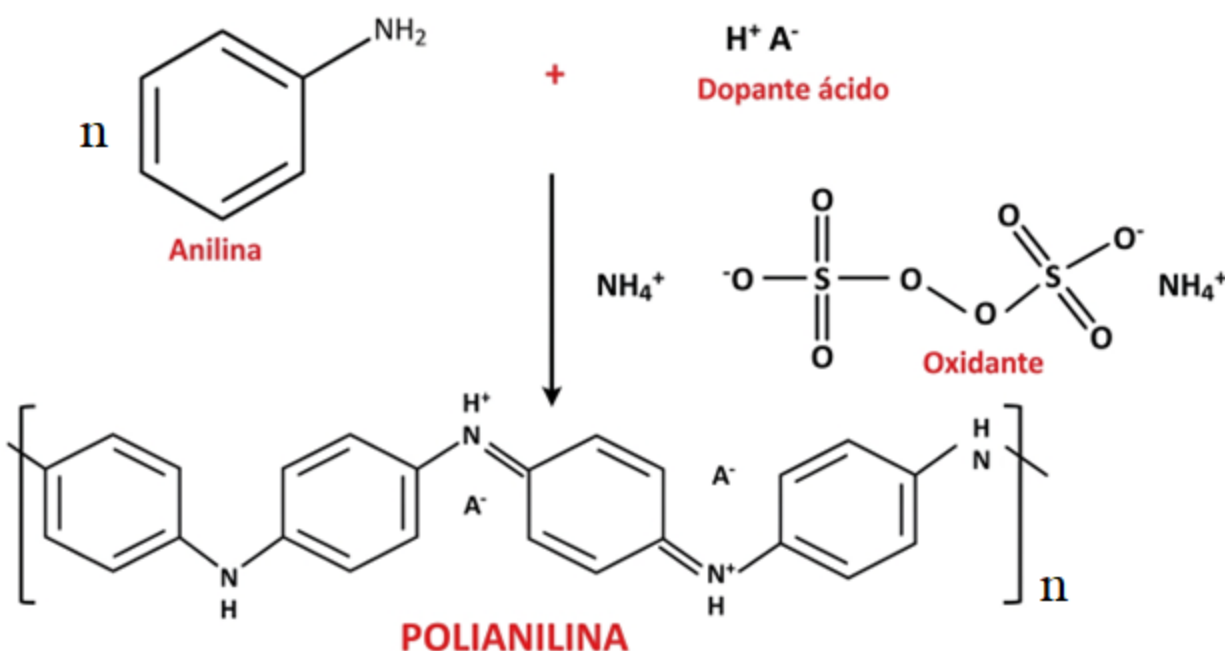


Figura 4. Polimerización química de la anilina. Modificada de [62]

2.3 CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA DE LOS MATERIALES

La conductividad eléctrica es la capacidad de un material para transportar corriente eléctrica, determinada por la facilidad con la que los portadores de carga (electrones, huecos o iones) se mueven a través de su estructura. Esta propiedad varía ampliamente entre metales, semiconductores, aislantes y materiales compuestos, y es clave en el diseño de dispositivos electrónicos y eléctricos.

Tipos de materiales y su conductividad

- Metales: Presentan alta conductividad debido a la abundancia de electrones libres y la superposición de bandas de energía. Ejemplos: cobre, plata, aluminio.

- Semiconductores: Su conductividad es intermedia y depende fuertemente de la temperatura y el dopaje. Materiales como silicio y germanio pueden modificar su conductividad mediante la adición de impurezas (dopaje).
- Aislantes: Tienen muy baja conductividad, ya que los electrones están fuertemente ligados a los átomos y existe un gran “gap” de energía entre bandas [63, 64].

Para clasificar los materiales en alguna de las categorías anteriores, se usan dos criterios, la conductividad eléctrica y la anchura de la banda prohibida (*band gap*). Los límites no son exactos, pero existen rangos aproximados, los cuales se detallan en la Tabla 1. [65]

Tabla 1. Rangos de conductividad y *band gap*

Tipo de material	Conductividad σ (S/cm)	<i>Band Gap</i> , E_g (eV)
Conductor	$\sigma \gtrsim 10^2$	$E_g \approx 0$ o bandas solapadas (sin gap)
Semiconductor	$\sim 10^{-7} - 10^2$	$E_g \approx 0-4$ eV
Aislante	$\sigma \lesssim 10^{-7}$	$E_g \gtrsim 4-5$ eV

2.3.1 TEORÍA DE BANDAS

La teoría de bandas es el modelo central para explicar cómo los electrones se distribuyen y se mueven en los sólidos, determinando si un material es conductor, semiconductor o aislante. Esta teoría describe cómo los niveles de energía atómicos se combinan en bandas de energía debido a la interacción periódica de los átomos en un cristal.

Los electrones ocupan bandas de energía permitidas. La banda de valencia está llena o parcialmente llena, mientras que la banda de conducción puede estar vacía o parcialmente ocupada. La diferencia de energía entre ambas, llamada “*band gap*” o brecha de banda, es clave para distinguir metales (sin brecha), semiconductores (brecha pequeña) y aislantes (brecha grande). El valor del *band gap* determina la respuesta electrónica y óptica del material, siendo fundamental en aplicaciones como semiconductores, dispositivos electrónicos y fotovoltaicos [66, 67].

En la figura 5 se observa el diagrama de la teoría de bandas en el cual se observa la energía necesaria para pasar de la banda de valencia a la banda de conducción, clasificando así los materiales en conductor, semiconductor o aislante.

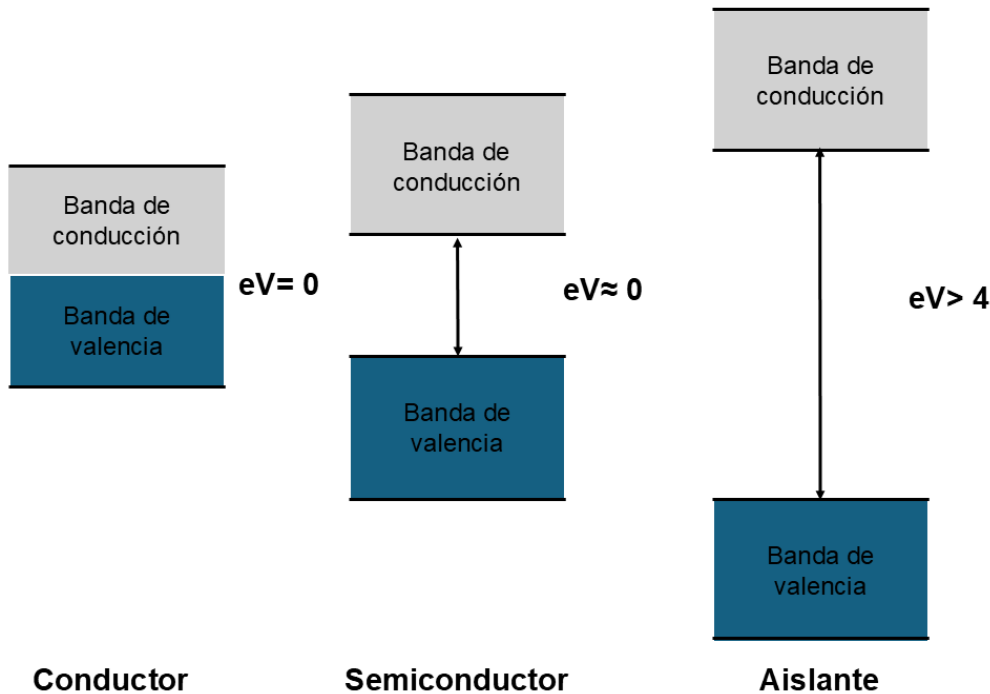


Figura 5. Diagrama de teoría de bandas. Generado con ayuda de [Gemini](#).

2.3.2 TIPOS DE SEMICONDUCTORES

Los semiconductores se dividen principalmente en dos grandes categorías: intrínsecos y extrínsecos. Esta clasificación es fundamental para entender su funcionamiento y aplicaciones en la electrónica moderna.

Intrínsecos: Son materiales puros, como el silicio o el germanio, donde la conductividad depende únicamente de los electrones y huecos generados térmicamente. Presentan igual número de electrones y huecos.

Extrínsecos: Se obtienen al añadir impurezas (dopaje) a un semiconductor intrínseco, lo que incrementa su conductividad y permite controlar el tipo de portador de carga predominante, se clasifican en semiconductores tipo n y tipo p [68, 69].

2.3.3 TEORÍA DE BANDAS EN POLÍMEROS SEMICONDUCTORES

En los semiconductores poliméricos, la teoría de bandas describe cómo la deslocalización de electrones π a lo largo de cadenas conjugadas —con alternancia de enlaces simples y dobles— genera una banda de valencia y una banda de conducción, análogas a las de los semiconductores inorgánicos. La diferencia de energía entre estas bandas (banda prohibida u óptica, *band gap*, E_g) está determinada principalmente por la extensión de la conjugación π y el carácter electrodonador o electroaceptor de las unidades monoméricas. Los niveles HOMO (highest occupied orbital molecular) y LUMO (lowest unoccupied orbital molecular) definen las energías de frontera del sistema y gobiernan tanto la absorción óptica como la capacidad de transporte de portadores de carga. En copolímeros tipo donador–aceptor (D–A), la interacción entre ambas unidades genera transferencia de carga intramolecular, estrechando el E_g y permitiendo ajustar con precisión los niveles de energía para aplicaciones optoelectrónicas. A diferencia de los cristales inorgánicos, el transporte en polímeros conjugados es gobernado simultáneamente por la deslocalización intracadena y el salto intercadena, modulado por el orden molecular y el desorden energético del sistema [70]. Para comprender mejor esta teoría, se presentan a continuación las excitaciones mediante las cuales se transporta la carga en los polímeros semiconductores.

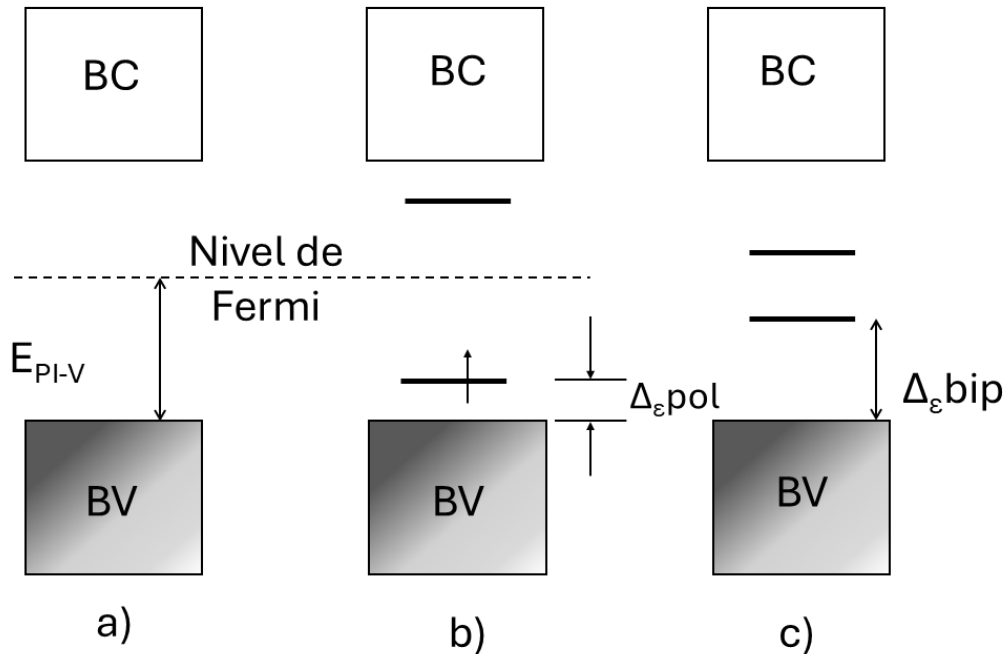


Figura 6. Representación de la estructura de bandas en una cadena polimérica en el caso de a) un proceso de ionización vertical (PI-V), b) la formación de un polarón, en ambas se colocó el potencial químico (nivel de Fermi) como nivel de referencia, c) un bipolarón. Modificado de [71].

Cuando un electrón es removido de la cadena polimérica (oxidación), puede resultar energéticamente favorable que la carga se localice y que, alrededor de ella, ocurra una distorsión geométrica local de la red. Este proceso genera estados electrónicos localizados dentro del *band gap*, y esto es a lo que llaman un polarón. En términos químicos, el polarón equivale a un ion radical (con espín $\frac{1}{2}$) asociado a una distorsión de la red, ver. fig. 6 b). La energía ganada por la relajación geométrica debe superar la energía elástica de distorsión para que la formación del polarón sea favorable [71].

La estabilidad del polarón proviene de la polarización inducida en el medio circundante, y presenta comportamiento paramagnético. La concentración de polarones depende directamente de la cantidad de agente oxidante o dopante presente en el sistema. Cuando existe una elevada concentración de dopante, los polarones pueden transformarse en bipolarones, especies diiónicas π de carácter diamagnético. Estas estructuras también pueden originarse mediante la interacción de dopantes con solitones neutros presentes en el polímero [72].

Por otro lado, el solitón corresponde a un radical π característico del *trans*-poliacetileno. Este puede desplazarse a lo largo de la cadena polimérica de manera semejante a una onda solitaria, razón por la cual recibe dicho nombre. Los solitones poseen espín 1/2, pero carecen de carga neta, lo que les confiere propiedades paramagnéticas, ver fig. 7. Sin embargo, su concentración en la matriz polimérica suele ser relativamente baja.

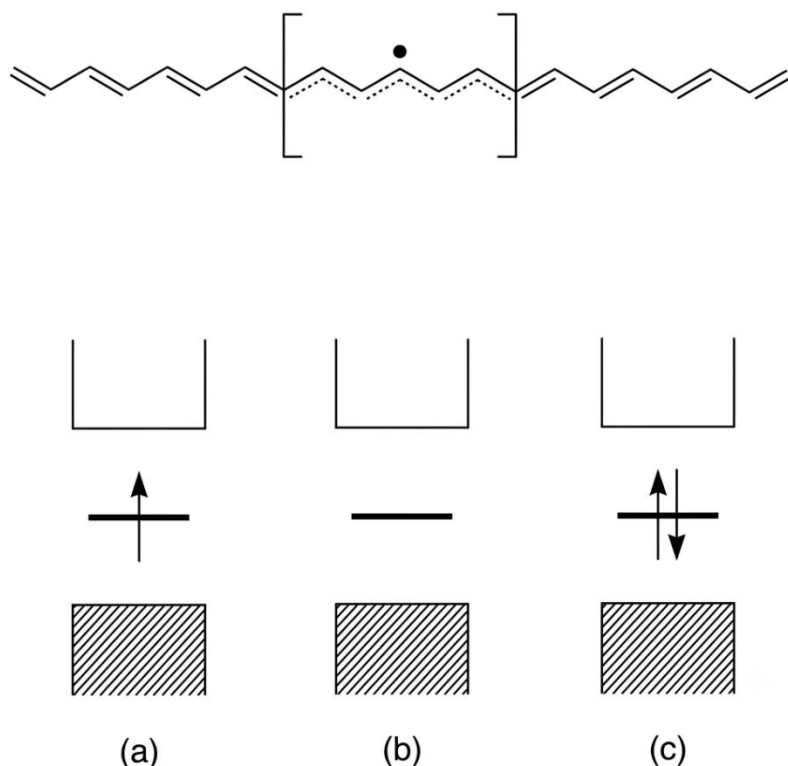


Figura 7. Arriba: ilustración esquemática de la estructura geométrica de un solitón neutro en una cadena de *trans*-poliacetileno. Abajo: estructura de banda para una cadena de *trans*-poliacetileno que contiene (a) un solitón neutro, (b) un solitón cargado positivamente y (c) un solitón cargado negativamente. Modificado con [Gemini](#).de: [71]

Finalmente, un bipolarón se forma cuando la combinación de dos polarones conduce a un estado de energía total más baja que la de dos polarones separados. En términos electrónicos, los dos estados de polarón dentro del *gap* interactúan y se reorganizan: los niveles se desplazan simétricamente, uno hacia la BV y otro hacia la BC, y quedan ambos desocupados (bipolarón positivo) o ambos doblemente ocupados (bipolarón negativo). El bipolarón lleva carga $2e$ pero tiene espín cero. Excepto en el poliacetileno, los polarones y bipolarones son las entidades a

través de las cuales se produce el transporte de carga en los polímeros conductores, ver fig. 6 c) [72].

La posición y el tamaño del *band gap* determinan las propiedades ópticas y electrónicas del semiconductor, cruciales para dispositivos como LEDs, celdas solares y transistores. La ingeniería de materiales permite diseñar materiales con propiedades específicas, ajustando el gap mediante aleaciones, tensiones o estructuras nanométricas [73].

2.4 DIÓXIDO DE SILICIO (SiO₂)

El dióxido de silicio (SiO₂), comúnmente denominado sílice, destaca como el biomineral de mayor relevancia en la naturaleza por tres factores principales:

1. Constituye la estructura bioesquelética de origen natural con mayor antigüedad cronológica [74];
2. Posee características mecánicas singulares;
3. Presenta una superficie específica notablemente elevada, lo que le confiere excelentes capacidades adsorbtivas [75].

A raíz de esta versatilidad funcional, este compuesto se consolida como un insumo altamente demandado en los sectores óptico, eléctrico y biomédico. Dichos atributos facilitan su integración en el desarrollo de diversos productos tecnológicos, despuntando de manera significativa su rol en la producción de componentes semiconductores [76].

2.4.1 FUENTES DE OBTENCIÓN DE SiO₂

El SiO₂ puede localizarse en la naturaleza en tres distintas formas [77]:

- En forma de cuarzo, el cual es el mineral más abundante del planeta; esto se debe a que constituye el 28% de la superficie terrestre.
- En estado hidratado, en forma de ópalo, también conocido como sílice opalina, el cual es un mineral.

- En estado amorfo, el dióxido de silicio presente en las plantas se encuentra en este estado.

El SiO_2 se puede obtener a partir de residuos de diversas plantas como por ejemplo, la cáscara de arroz, con contenidos de hasta 93% de sílice en su ceniza. Otras fuentes relevantes incluyen el BC de azúcar (*Saccharum officinarum*, ~73%), la paja de trigo (~90%), el olote de maíz (~64%), hojas de bambú (~57%), cáscara de cacahuate y de alpiste (CA) [78-80].

- Cascarilla de alpiste

La CA se refiere a la capa externa o recubrimiento que rodea la semilla del sistema *cerealero Phalaris canariensis*, conocida comúnmente como alpiste. Al tratarse de un subproducto derivado del descascarillado del grano, se compone principalmente de material fibroso y partes del pericarpio que quedan tras la extracción del endospermo. Esa cubierta tiene una estructura compuesta por polisacáridos de pared celular (como celulosa, hemicelulosa y lignina) junto con pequeñas cantidades de cenizas y minerales. Además, la cascarilla puede presentar residuos de proteína, grasa u otros compuestos dependiendo del grado de adherencia del grano y del proceso de descascarillado. Su valor funcional radica en que, aunque tradicionalmente se ha desechado o usado para alimentación animal, posee potenciales usos en materiales de soporte fibroso, adsorbentes, biomasa o incluso en formulaciones de alimentos funcionales, debido a su naturaleza rica en fibra y bajo costo de producción. Asimismo, comprender su composición y características fisicoquímicas es clave para valorizar este residuo agroindustrial de alpiste, optimizando su aprovechamiento y reduciendo el desperdicio. En un contexto de economía circular, la cascarilla del alpiste abre posibilidades para su integración en tecnologías verdes o en desarrollos de nuevos productos con valor agregado [81, 82].

La CA contiene como uno de sus componentes inorgánicos al SiO_2 , previamente mencionado, por lo que se puede utilizar como materia prima para la elaboración u obtención de silicio (Si), dióxido de silicio (SiO_2), carburo de silicio (SiC) y nitruro de silicio (Si_3N_4).

- Bagazo de caña

El BC es el residuo fibroso, producto del proceso de trituración de las cañas, [83]. De acuerdo a Pandey et al. (2000), los principales constituyentes del BC de azúcar incluyen: celulosa (50%), hemicelulosa (25%) y lignina (25%), cenizas y ceras [84]. Sin embargo, también se ha encontrado que en las cenizas del BC, el contenido de SiO_2 es bastante alto (64.88% aproximadamente), Embong et al. (2016) [85].

2.4.2 OBTENCIÓN DEL SiO_2

Existen varios métodos para la síntesis de nanopartículas de SiO_2 , algunos de ellos reportados en la literatura son:

Sol-gel: Es el método más común, permitiendo controlar tamaño (desde 5 hasta 200 nm), morfología y porosidad. Se pueden obtener nanopartículas amorfas, esféricas y monodispersas, o bien polidispersas según las condiciones de síntesis [86]. Este método consiste en producir partículas de SiO_2 amorfo a partir de la mezcla de solución de metasilicato de sodio con ácido, generalmente H_2SO_4 , generando un gel que posteriormente se seca [87].

Síntesis verde: Utiliza extractos vegetales o residuos agrícolas, reduciendo toxicidad y costos, y mejorando la estabilidad y funcionalidad superficial [88]. Este método es una variante del sol-gel que utiliza el silicato de sodio procedente de residuos naturales para la obtención de SiO_2 [89].

Funcionalización: La superficie de las nanopartículas puede modificarse con grupos orgánicos, polímeros o metales, ampliando sus aplicaciones [90].

2.4.3 NANOPARTÍCULAS DE SiO_2

Las nanopartículas de dióxido de silicio (SiO_2) son materiales versátiles ampliamente utilizados en biomedicina, catálisis, medio ambiente, sensores y construcción, gracias a su alta biocompatibilidad, estabilidad, gran área superficial y facilidad de funcionalización.

Las nanopartículas de SiO_2 se pueden obtener por rutas químicas (sobre todo sol-gel) y por rutas verdes a partir de residuos ricos en sílice. El tamaño y la forma se controlan ajustando precursor, pH, disolvente, temperatura y tratamientos térmicos. Los diferentes enfoques de obtención nanopartículas de SiO_2 mediante síntesis verde se presentan en la fig. 8, en la misma se observan tanto métodos químicos como físicos.

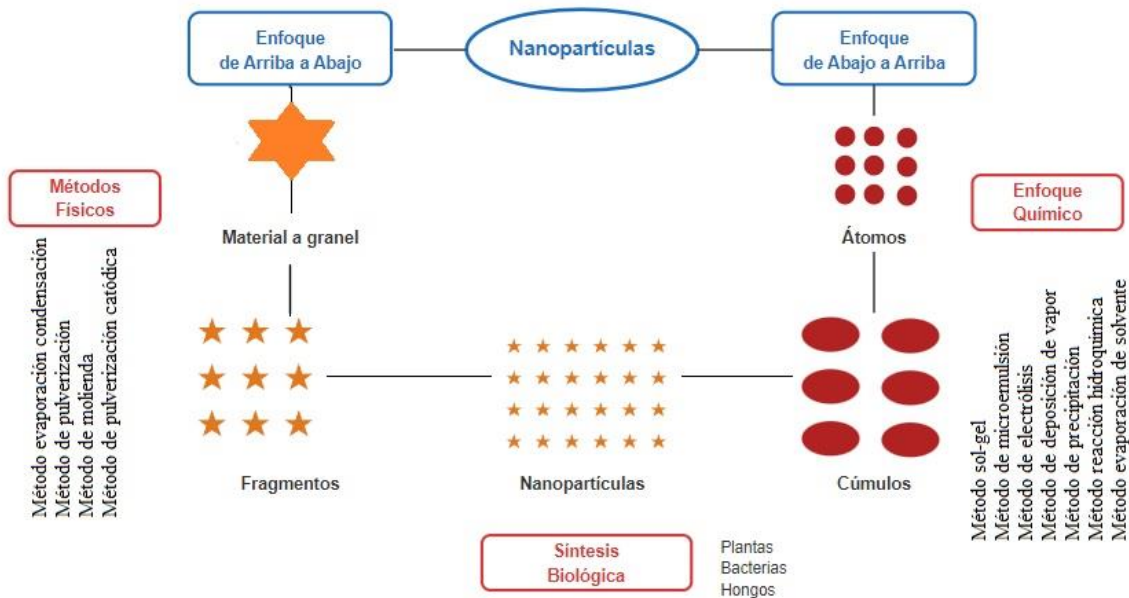


Figura 8. Síntesis de nanopartículas de SiO_2 por diferentes métodos. Modificado de [91]

2.5 MATERIALES COMPUESTOS

Los materiales compuestos son combinaciones de dos o más fases dispersas en escala microscópica para obtener propiedades óptimas. Según Hull (1987), existen tres características que se pueden incluir en la definición de un material compuesto:

- Se compone de un mínimo de dos sustancias que conservan su identidad física individual y que pueden fragmentarse o aislarse mediante procedimientos mecánicos.
- Su manufactura se basa en la combinación de estos elementos, permitiendo que la distribución e inclusión de una fase dentro de la otra se gestione de forma precisa con el fin de maximizar el rendimiento global del material.

- c) El conjunto resultante exhibe un desempeño técnico superior —e incluso inédito en ciertas variables particulares— en comparación con el rendimiento que ofrece cada constituyente de manera aislada [92].

Los compuestos se clasifican principalmente por tipo de matriz (polimérica, metálica y cerámica), tipo de refuerzo (partículas, fibras: sintéticas, naturales o minerales) [93], ver fig. 9 y por su arquitectura (continuo/discontinuo, tejido, particulado, híbrido) [94]. Estas categorías se conectan directamente con las propiedades finales y el campo de aplicación del material.

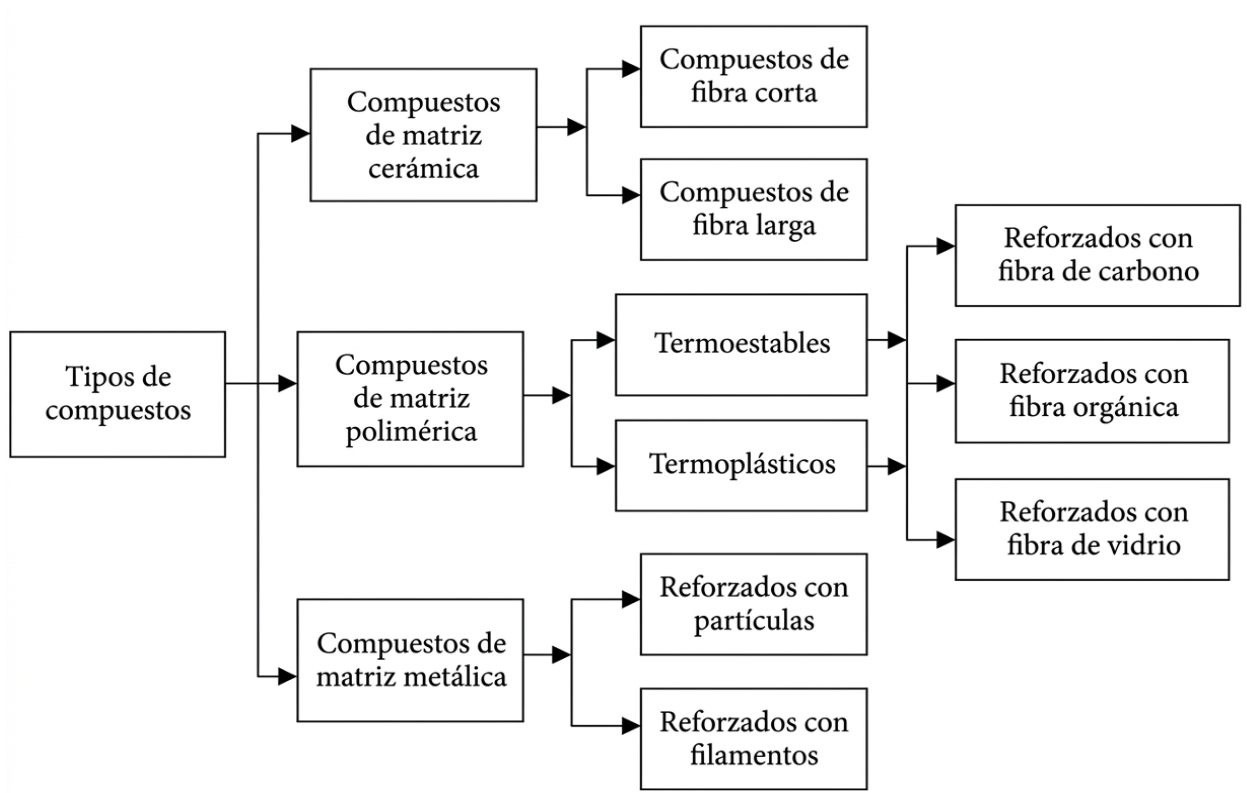


Figura 9. Materiales compuestos. Modificado de: [95]

2.5.1 ESTRUCTURA DE NANOCOMPUESTOS

Los nanocompuestos consisten básicamente en nanopartículas, nanobarras, nanofibras y nanotubos con dimensiones de 1 a 100 nm, las cuales se encuentran unidas a una matriz o sustrato determinado. Dichos nanomateriales difieren en sus propiedades respecto a las de los materiales macroscópicos debido a su existencia e interacción a nivel atómico. En este sentido, el pequeño tamaño de los nanomateriales, al ser insertados en una o más fases en un material

cerámico, metálico o polimérico, da como resultado grandes áreas superficiales con alta reactividad superficial, alta conductividad eléctrica, propiedades magnéticas mejoradas y efectos de confinamiento cuántico mejorados, tales como luminiscencia y propiedades catalíticas, lo que los hace muy sensibles (Kaittanis et al., 2010) y con alta eficiencia en la captura de analitos (Duncan, 2011). Cabe destacar que la más mínima modificación de las nanoestructuras en cuanto a su tamaño, autoensamblaje, composición superficial y forma es suficiente para alterar y ajustar sus propiedades electrónicas, conductoras, de fluorescencia, de dispersión de la luz, de unión y sus espectros de absorción-emisión [96-98]. Por otro lado, se ha comprobado que, al incorporar nanopartículas de metales puros, semiconductores y óxidos en polímeros conductores, se puede mejorar tanto el rendimiento como la vida útil de dispositivos optoelectrónicos [99].

2.5.2 SÍNTESIS DE NANOCOMPUESTOS

La síntesis de nanocompuestos implica la incorporación de nanopartículas en una matriz (polimérica, cerámica o metálica) para obtener materiales con propiedades mejoradas y multifuncionales. Existen diversos métodos de síntesis, cada uno con ventajas y limitaciones según el tipo de matriz, nanopartícula y aplicación deseada. Los métodos principalmente reportados en la literatura son: síntesis *in-situ*, la cual consiste en integrar las nanopartículas dentro de la propia matriz en el proceso de polimerización, permitiendo una dispersión más homogénea, por lo tanto una mejoría en las propiedades mecánicas, térmicas u ópticas del compuesto [100, 101]; síntesis *ex-situ*, en esta se dispersan las nanopartículas ya formadas en una matriz polimérica usando un mezclado física o químico [102, 103]; síntesis sol-gel, que consiste en la formación de partículas a partir de una solución coloidal que pasa por las etapas de hidrólisis, condensación, maduración, secado y cristalización [103]; síntesis por mezcla en fusión, mediante la cual la matriz es fundida y mezclada con una cantidad deseada de nanopartículas para su homogenización [104] y electrospinning, el cual utiliza un alto voltaje para impulsar una solución polimérica a través de una aguja mediante fuerzas de repulsión eléctrica, el chorro resultante se deposita sobre un recolector, donde el solvente se evapora para dejar el producto final en forma de fibras [102].

2.5.3 MÉTODO DE SÍNTESIS IN-SITU Y EX-SITU

El P3HT es un polímero conductor clave en electrónica orgánica. Su síntesis puede realizarse mediante métodos in-situ o ex-situ, lo que afecta la morfología, interacción y propiedades finales del material o de sus nanocompuestos.

En la síntesis in-situ el polímero se forma directamente en presencia de otros materiales (nanopartículas, nanotubos, óxidos, etc.), permitiendo una mejor integración y control de la interfaz. Un ejemplo es la polimerización oxidativa de 3HT en presencia de nanopartículas (CdS, TiO₂, FeO(OH), grafeno, nanotubos de carbono) usando oxidantes como FeCl₃ o mediante metatesis de Grignard. Dentro de las ventajas de este tipo de síntesis existe una mejor dispersión y contacto entre P3HT y el material huésped, mayor interacción interfacial, y en muchos casos, mayor regioregularidad y propiedades ópticas/eléctricas mejoradas. Algunas de las aplicaciones de los polímeros sintetizados mediante esta síntesis son en nanocompuestos para celdas solares, supercapacitores, sensores y dispositivos optoelectrónicos [105, 106].

En la síntesis ex-situ el P3HT se sintetiza primero de manera convencional (por ejemplo, polimerización oxidativa o metátesis de Grignard (GRIM)) y luego se mezcla físicamente con otros materiales. Un ejemplo es cuando el P3HT preparado y purificado, es posteriormente dispersado o mezclado con nanopartículas, nanotubos o grafeno para formar el compuesto. Dentro de las ventajas es que permite un mayor control sobre la pureza y características del polímero antes de la mezcla, pero puede resultar en menor interacción interfacial y dispersión. Este tipo de compuestos se usan para dispositivos electrónicos, aunque suelen mostrar menor eficiencia comparados con los preparados in-situ [107].

2.6 ELECTROCROMISMO

El electrocromismo se presenta en aquellos materiales que presentan cambios de color reversibles debido a reacciones electroquímicas de reducción/oxidación (redox). Los cambios de color observados en los materiales electrocromicos abarcan toda la región del ultravioleta-visible y el infrarrojo cercano. Estas propiedades electrocromicas pueden aprovecharse para la fabricación de dispositivos electrocromicos [108].

2.6.1 PRINCIPIOS BÁSICOS DEL ELECTROCROMISMO

El electrocromismo es la propiedad de ciertos materiales de cambiar reversiblemente su color o transparencia al aplicar un voltaje eléctrico, fenómeno que ha impulsado el desarrollo de dispositivos inteligentes como ventanas, espejos, pantallas y sistemas de camuflaje [109]. Los materiales electrocrómicos incluyen óxidos metálicos de transición (como WO_3 , NiO , MoO_3), polímeros conjugados (polianilina, polipirrol, politiofeno), viologenos y materiales híbridos orgánico-inorgánicos [110, 111]. El electrocromismo se basa en reacciones redox reversibles o en cambios estructurales que modifican la absorción óptica del material [112]. Las aplicaciones abarcan desde ventanas inteligentes para eficiencia energética hasta pantallas flexibles, sensores y dispositivos portátiles [113].

2.6.2 APLICACIÓN DE POLÍMEROS CONDUCTORES EN DISPOSITIVOS ELECTROCRÓMICOS

Los polímeros conductores, especialmente los polímeros conjugados como polianilina, polipirrol y PEDOT, han revolucionado el campo de los dispositivos electrocrómicos por su versatilidad de color, respuesta rápida, flexibilidad y bajo consumo energético [114].

Las aplicaciones más destacadas incluyen ventanas inteligentes para control de luz y calor, pantallas de bajo consumo, espejos antirreflejo, sensores y sistemas de camuflaje. Los dispositivos electrocrómicos permiten la modulación dinámica de la transmitancia y reflectancia, contribuyendo a la eficiencia energética y el confort visual en edificios y vehículos [113].

2.7 COMPONENTES Y DISEÑO DE DISPOSITIVOS ELECTROCRÓMICOS

Los distintos arreglos de los dispositivos varían dependiendo de la funcionalidad deseada, pero independientemente de su configuración, todos estos dispositivos no son más que celdas electroquímicas. Un flujo externo de electrones provoca procesos de oxidación (o reducción) en uno o ambos de los electrodos, junto con el transporte simultáneo de carga iónica a través del electrolito [115].

Los DEC están constituidos de, por lo menos, cuatro componentes: a) el electrodo auxiliar; b) el electrolito (que puede ser sólido o líquido); c) dos materiales electrocrómicamente activos

depositados en los sustratos (funcionan como electrodos de trabajo y auxiliar), y d) el sustrato (material conductor ópticamente transparente que funciona como electrodo y que da estabilidad dimensional al dispositivo) [115-117].

2.7.1 ELECTROLITO

La capa electrolítica es uno de los componentes cruciales en los dispositivos electrocrómicos, debido a que es una capa de interfaz entre dos electrodos y sirve para el transporte de iones. Los electrolitos líquidos convencionales tienen desventajas tales como que se fugan fácilmente, tienen baja seguridad y una encapsulación compleja, por otro lado, los electrolitos sólidos inorgánicos tienen muy baja conductividad a temperatura ambiente. Los electrolitos poliméricos son compuestos que consisten en matrices poliméricas, solventes, sales conductoras y agentes de curado, incluyendo electrolitos poliméricos sólidos, electrolitos poliméricos en gel y electrolitos poliméricos compuestos. Son ampliamente utilizados en ECD debido a su excelente conductividad iónica, estabilidad electroquímica superior, alta transparencia y simplicidad de procesamiento [118].

2.7.2 SUSTRATOS ITO

El óxido de indio y estaño (ITO) es un óxido conductor transparente ampliamente utilizado, valorado por su alta transmitancia óptica y baja resistividad eléctrica. Los sustratos de ITO (normalmente vidrio recubierto con ITO) son fundamentales en dispositivos optoelectrónicos, celdas solares, sensores y electrónica flexible. Su rendimiento depende de factores como el espesor del recubrimiento, el material del sustrato (vidrio o polímero) y los tratamientos superficiales, que influyen en la conductividad, la transmitancia óptica y la durabilidad mecánica [119].

El ITO también se utiliza en recubrimientos avanzados para blindaje electromagnético y antirreflejo, y como sustrato para películas y sensores nanoestructurados [120].

2.7.3 PELÍCULAS ELECTROCRÓMICAS

Las películas electrocrómicas son capas delgadas capaces de cambiar su color o transparencia al aplicar un voltaje, lo que las hace esenciales en dispositivos como ventanas inteligentes, pantallas, espejos antirreflejo y sistemas de almacenamiento de energía. Su desarrollo ha avanzado gracias a la innovación en materiales y técnicas de fabricación [121].

2.7.4 CONFIGURACIONES DE DISPOSITIVOS ELECTROCRÓMICOS

Para la elaboración de dispositivos electrocrómicos se utiliza típicamente una arquitectura multicapa con electrodos, capa(s) electrocrómica(s), capa de almacenamiento iónico y electrolito, para modular de forma independiente la luz visible e infrarroja cercana. De acuerdo con cómo se establece el arreglo de estas capas, los dispositivos electrocrómicos se clasifican en:

- Simples: En esta configuración estructural, el dispositivo cuenta con un solo electrodo que cambia de color de manera perceptible (capa electrocrómica primaria). El contraelectrodo (o electrodo de almacenamiento iónico) es ópticamente pasivo o transparente en todo el rango de voltaje aplicado. Ver fig. 10 a).
- Duales: Esta estructura integra dos capas electrocrómicas complementarias que trabajan en perfecta sintonía óptica: una capa de material electrocrómico catódico (se colorea al reducirse) y otra de material anódico (se colorea al oxidarse), Ver fig. 10 b). [122]

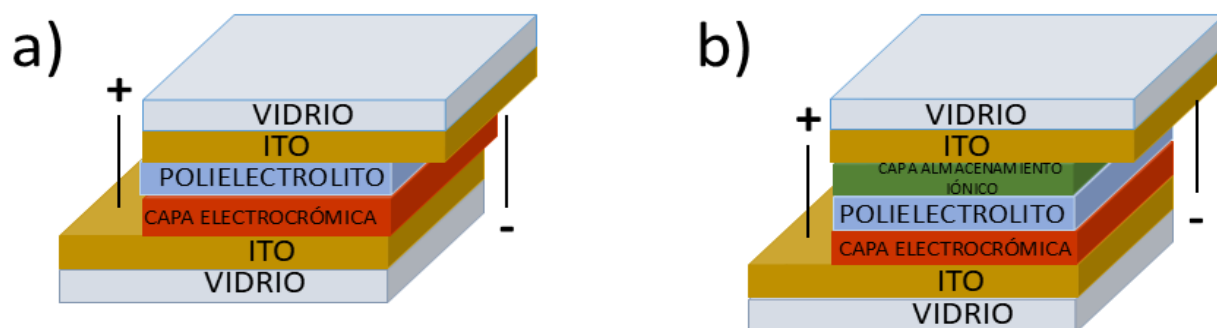


Figura 10. Configuración de dispositivos electrocrómicos: a) simples y b) duales.

2.8 PARÁMETROS DE LOS DISPOSITIVOS ELECTROCRÓMICOS

Los parámetros electrocrómicos son métricas clave que determinan el rendimiento de materiales y dispositivos electrocrómicos, y son esenciales para aplicaciones como ventanas inteligentes, displays y dispositivos de almacenamiento de energía. Estos parámetros permiten comparar materiales, optimizar dispositivos y guiar el desarrollo de nuevas tecnologías. Algunos parámetros que se evalúan son el contraste electrocrómico, el tiempo de respuesta de los dispositivos y la estabilidad de los dispositivos, entre otros [123].

2.8.1 CONTRASTE ELECTROCRÓMICO

Es la diferencia de transmitancia entre los estados coloreado y blanqueado, normalmente medida en un rango de longitud de onda específico. Valores altos (por ejemplo, 60–94%) indican una modulación visual efectiva.

El contraste electrocrómico es uno de los parámetros más críticos para evaluar el rendimiento de materiales y dispositivos electrocrómicos, ya que determina la diferencia visual entre los estados coloreado y blanqueado bajo un voltaje aplicado. Un alto contraste es esencial para aplicaciones como ventanas inteligentes, pantallas y dispositivos de camuflaje. El contraste electrocrómico (también llamado contraste óptico o ΔT) se define como la diferencia de transmitancia o absorbancia entre los estados coloreado y blanqueado de un material, generalmente expresado en porcentaje y medido a una longitud de onda específica [124].

Un contraste ideal se acerca al 100%, pero en la práctica, valores entre 60% y 90% ya se consideran altos y funcionales [125].

2.8.2 TIEMPO DE RESPUESTA DE LOS DISPOSITIVOS

También conocido como tiempo de conmutación (switching time), es el tiempo necesario para cambiar entre estados (coloración y blanqueo), típicamente de sub-segundos a decenas de segundos según el material y la arquitectura [126].

Algunos de los factores que influyen en el tiempo de respuesta son los siguientes:

- Estructura y porosidad: Materiales nanoporosos y estructuras con alta superficie facilitan la migración iónica, acelerando la respuesta [127].
- Tipo de electrolito: Electrolitos con alta conductividad y movilidad iónica mejoran la velocidad de conmutación [128].
- Espesor de la capa activa: Capas más delgadas permiten trayectorias iónicas más cortas, reduciendo el tiempo de respuesta [126].
- Diseño del electrodo: Electrodo con alta conductividad electrónica y buena interfaz con el material activo favorecen la rapidez.

2.8.3 ESTABILIDAD DE LOS DISPOSITIVOS ELECTROCRÓMICOS

También conocida como estabilidad cíclica, es la capacidad de mantener el rendimiento tras miles de ciclos de operación, evaluada por la retención del contraste óptico o la eficiencia de coloración [129].

2.8.4 EFICIENCIA DE COLORACIÓN (CE)

Es la relación entre el cambio de densidad óptica y la carga eléctrica inyectada (cm²/C). CE altas (por ejemplo, 100–900 cm²/C) implican menor consumo energético para lograr el cambio de color [126]. La ecuación 1 describe el cálculo con el que se obtiene la eficiencia de coloración:

$$Ec. 1, CE = \frac{\Delta OD}{\Delta Q} = \frac{\log\left(\frac{T_b}{T_c}\right)}{\Delta Q}$$

Donde CE es la eficiencia óptica, ΔOD está definido como el logaritmo de la relación de la transmitancia en el estado blanqueado (T_b) y el estado coloreado (T_c), y la variable ΔQ es la carga inyectada [130].

2.8.5 MEMORIA ÓPTICA Y CONSUMO ENERGÉTICO

Retención del color sin voltaje aplicado y energía requerida para el cambio, relevantes para aplicaciones de bajo consumo [126].

2.8.6 CONTRASTE DE COLOR

El contraste de color (CCR, %) se define como el cambio de transmitancia entre el estado blanqueado y el estado coloreado en un dispositivo electrocrómico a una longitud de onda específica y se calcula de acuerdo con la ecuación 2.

$$Ec. 2, \quad CCR (\%) = \frac{T_b - T_c}{T_b} \times 100$$

Donde T_b es la transmitancia en el estado blanqueado o inicial y T_c es la transmitancia en el estado coloreado o final.

2.8.7 IMPEDANCIA ELECTROQUÍMICA

La espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS) es una herramienta clave para entender los procesos de transporte iónico y electrónico, la cinética de reacción y la estabilidad en dispositivos electrocrómicos. Permite descomponer la respuesta eléctrica en componentes asociadas a la interfaz electrodo/electrolito, la difusión de iones y la transferencia de carga, aspectos fundamentales para optimizar el rendimiento y la durabilidad de estos dispositivos. Los elementos principales de la EIS son las resistencias (óhmica, transferencia de carga), capacitancias (doble capa, química) y elementos de difusión (Warburg o modelos de difusión anómala) [131].

CAPÍTULO 3.

DESARROLLO

EXPERIMENTAL

CAPÍTULO 3. DESARROLLO EXPERIMENTAL

3.1 MATERIALES Y REACTIVOS

Los reactivos utilizados en el presente trabajo se encuentran descritos en la tabla 2:

Tabla 2. Reactivos utilizados

Reactivo	Fórmula química	Pureza (%)	Marca
Monómero de 3HT	C ₁₀ H ₁₆ S	99	Aldrich
Cloruro férrico	FeCl ₃	97	Aldrich
Metanol	CH ₃ OH	99,9	Fermont
Cloroformo	CHCl ₃	99.9	Fermont
Ácido clorhídrico	HCl	37.4	Fermont
Sulfato de sodio	Na ₂ SO ₄	99,9	Aldrich
Hidróxido de amonio	NH ₄ OH	28-30	Aldrich
Ácido etilendiaminotetraacético	C ₁₀ H ₁₆ N ₂ O ₈	99.4	Aldrich
Acetona	CH ₃ (CO)CH ₃	99,7	Fermont
Hidróxido de sodio	NaOH	99,9	Meyer
Agua desionizada	H ₂ O	-----	Barnstead
Clorobenceno	C ₆ H ₅ Cl	99,5	Fermont
Ácido sulfúrico	H ₂ SO ₄	93-98	Fermont
Carbonato de propileno	C ₄ H ₆ O ₃	99	Aldrich
Carbonato de etileno	C ₃ H ₄ O ₃	98	Aldrich
Polimetilmetacrilato	(C ₅ O ₂ H ₈) _n	M _w =120 000	Aldrich
Perclorato de litio	LiClO ₄	≥95	Aldrich
Tetrahidrofurano	C ₄ H ₈ O	99	Tecsiquim

Cabe mencionar que el cloroformo se secó con Na₂SO₄ a reflujo constante en presencia de nitrógeno (N₂) y el 3HT se destiló al vacío y se reservó en una botella ámbar en refrigeración antes de usarse. El BC del que se extrajo el SiO₂ se obtuvo del ingenio azucarero Emiliano Zapata en Zacatepec, Morelos, México, mientras que la CA empleada como fuente de SiO₂ fue

proporcionada por una familia de Cuernavaca, Morelos, México, esta cascarilla fue previamente separada de la semilla con ayuda de periquitos australianos (*Melopsittacus undulatus*). Los vidrios recubiertos con óxido de indio y estaño (ITO) usadas para la elaboración de los DED fueron de Delta Technologies, USA, con una resistencia $R_s = 8\text{--}12\ \Omega$.

3.2 OBTENCIÓN DE SiO_2 POR MÉTODO TERMOQUÍMICO

La extracción del SiO_2 se realizó a partir de dos materias primas: el BC y la CA, el procedimiento que se realizó fue el mismo para ambas materias primas, el cual fue un método termoquímico basado en procedimientos previamente reportados [3, 80, 132-134].

A continuación, se detallan las fases de este proceso.

3.2.1 ACONDICIONAMIENTO DEL MATERIAL

El material (BC y la CA) se tamizó utilizando una malla número 8 para quitar toda la parte orgánica fina. Posteriormente, el material se lavó con abundante agua de grifo para eliminar componentes orgánicos, trazas de polvo y otros contaminantes. El material lavado, se filtró a través de una malla 200 y se dejó escurrir.

Posteriormente, el material se colocó en recipientes de vidrio y se secó en una estufa a $60\ ^\circ\text{C}$, durante 24 h. En la fig. 11 se muestra un esquema del proceso de acondicionamiento del material.

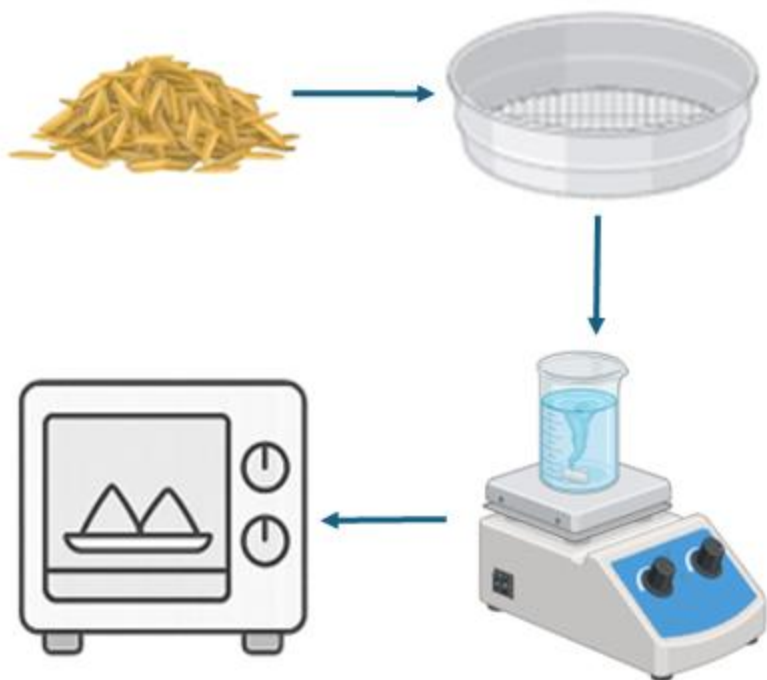


Figura 11. Acondicionamiento del material. Generado con ayuda de [Gemini](#).

Terminado el tiempo de secado, el material se almacenó en frascos herméticos de vidrio para su posterior tratamiento ácido. La fig. 12 a) y b) muestran el aspecto de los materiales lavados y secos.



Figura 12. Material después del lavado y secado: a) CA, b) BC.

3.2.2 TRATAMIENTO ÁCIDO DE LOS MATERIALES (CA Y BC)

En la tabla 3 se muestra la matriz experimental diseñada para aplicar un tratamiento ácido a la CA y al BC, previo a la calcinación. Dicho proceso se llevó a cabo a una temperatura de 95 °C y con un tiempo de reacción de 2 horas.

Tabla 3. Matriz experimental para el tratamiento ácido de la CA y BC

No. experimento	Material	Tratamiento ácido
1	CA	Sin tratamiento
2		Ácido clorhídrico (HCl 1.0 M)
3		Ácido acético (CH ₃ COOH 1.0 M)
4	BC	Sin tratamiento
5		Ácido clorhídrico (HCl 1.0 M)
6		Ácido acético (CH ₃ COOH 1.0 M)

Cada proceso se llevó a cabo por triplicado. Para el tratamiento, se utilizaron dos diferentes ácidos: un ácido fuerte, el ácido clorhídrico (HCl 1.0 M) y un ácido débil, el ácido acético (CH₃COOH 1.0 M). Para cada experimento se utilizó un peso de 50 g de CA y 300 mL de las diferentes soluciones ácidas con una concentración de 1.0 M y para el BC, 25 g de fibra y 300 mL de las diferentes soluciones ácidas con una concentración de 1.0 M. Nótese que el peso del BC es menor porque el material es menos denso.

Se pesó el material (BC o CA) y se colocó en un matraz Erlenmeyer de 500 mL, posteriormente se agregaron al matraz 300 mL de la solución ácida (HCl 1.0 M o CH₃COOH 1.0 M) y se agitó de forma magnética por 2 h a una temperatura de 95 °C, ver fig. 13 a) y b).



Figura 13. Tratamiento ácido a la CA: a) agitación, b) medición de temperatura

Terminado el tiempo de reacción, el material se filtró utilizando un tamiz de malla 200 para eliminar toda la materia orgánica extraída por la solución ácida (ver fig. 14).



Figura 14. Filtrado de la CA.

Posteriormente, el material se colocó en un embudo de porcelana con matraz kitasato, se filtró y lavó con agua hasta pH neutro (fig. 15).

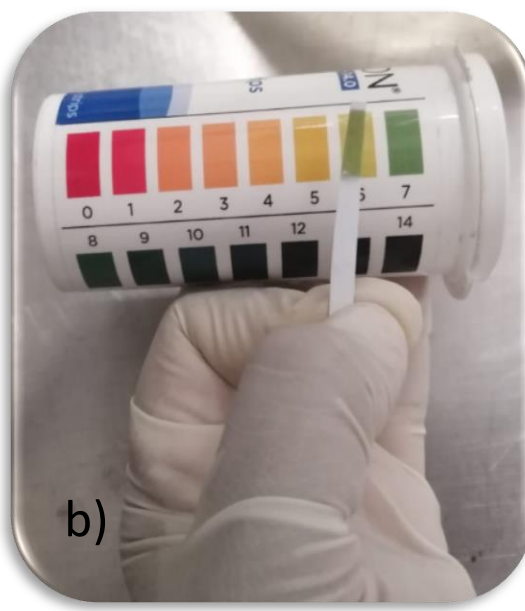
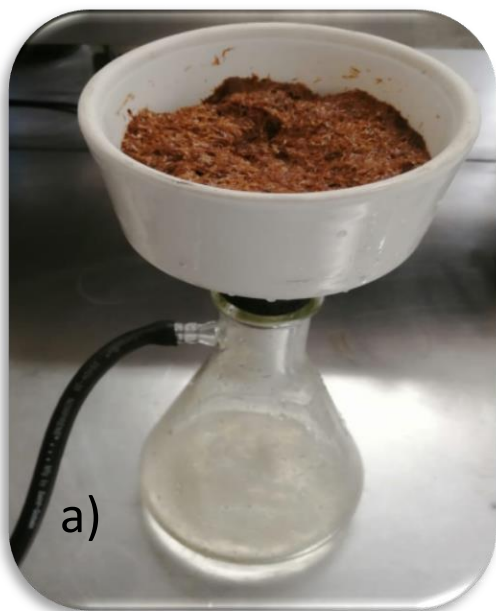


Figura 15. a) Filtrado y lavado de la CA, b) medición de pH.

Finalmente, el material se colocó en recipientes de vidrio (fig. 16) y se secó en un horno a 60 °C durante 24 h para eliminar toda la humedad residual.



Figura 16. CA después del filtrado.

En la fig. 17 se muestran los aspectos de los materiales sin tratar, así como tratados con los dos ácidos.



Figura 17. Aspecto del material: CA a) sin tratamiento, b) con tratamiento de HCl 1.0 M, c) con tratamiento de CH_3COOH 1.0 M; BC d) sin tratamiento, e) con tratamiento de HCl 1.0 M, f) con tratamiento de CH_3COOH 1.0 M

3.2.3 CALCINACIÓN

Se utilizaron 10 g de cascarilla acondicionada y 5 g de BC para calcinarse en una cápsula de porcelana, dentro de una mufla a 800 °C por 3 h. Para esto, se utilizó una mufla marca Thermo Scientific de la línea Thermolyne, la cual se calentó de forma gradual hasta los 800 °C.

Posteriormente, el material calcinado se dejó enfriar a temperatura ambiente y el producto obtenido se pesó para determinar el rendimiento del proceso. En la fig. 18 se observa el aspecto de los productos obtenidos.

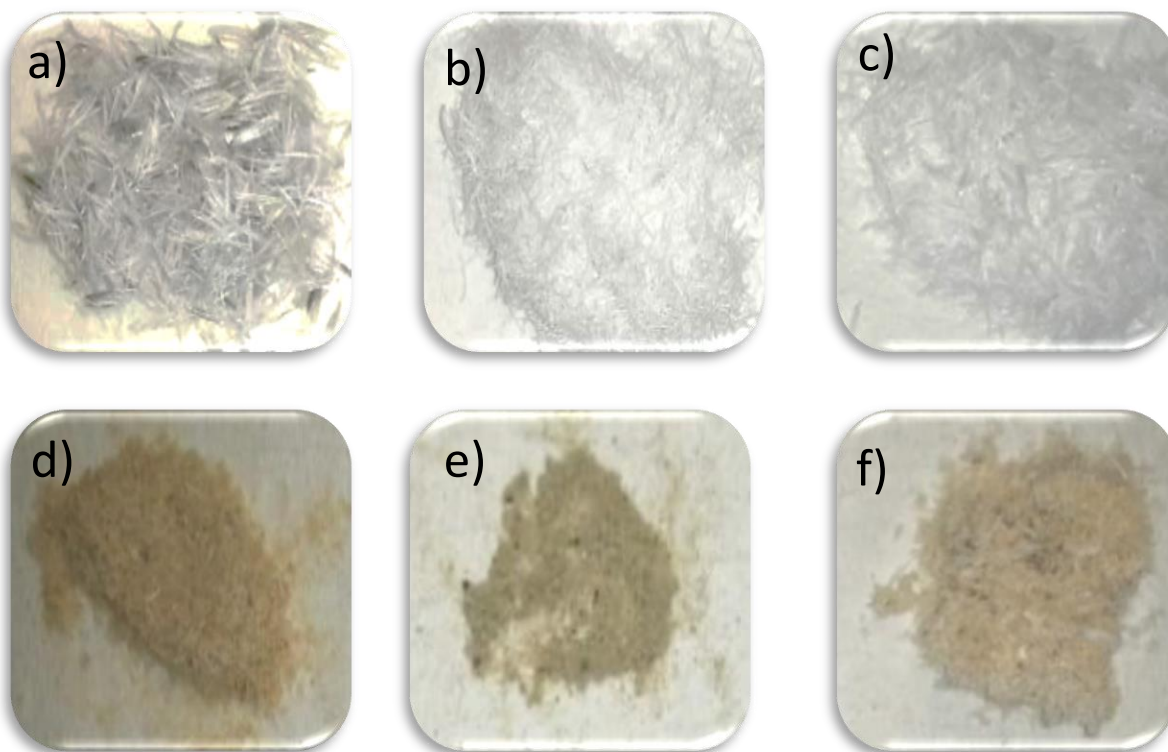


Figura 18. Aspecto de la ceniza después de calcinar: CA a) sin tratamiento, b) con tratamiento de HCl 1.0 M, c) CH_3COOH 1.0 M; BC d) sin tratamiento, e) con tratamiento de HCl 1.0 M, f) con tratamiento de CH_3COOH 1.0 M.

3.2.4 PURIFICACIÓN DE LA SÍLICE

A continuación, se presentan los pasos seguidos para purificar el SiO_2 extraído de la CA y del BC, los cuales se representan en la fig. 19.

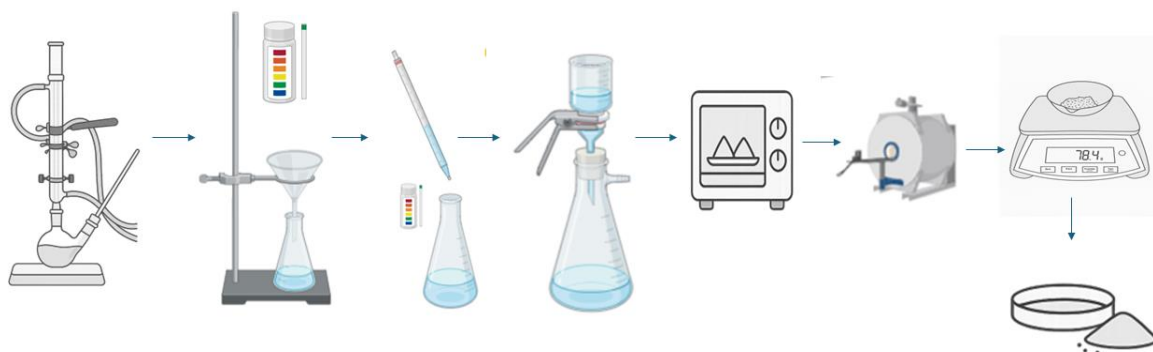


Figura 19. Proceso de purificación de la sílice. Generado con ayuda de [Gemini](#).

Para comenzar, se pesaron 5 g de la sílice obtenida por calcinación y se trató con 75 mL de una solución de hidróxido de sodio (NaOH) 2.5 N a reflujo constante durante 3 h. Pasado ese tiempo, la solución se filtró en caliente y se lavó con 50 mL de agua destilada caliente. La solución filtrada se dejó enfriar a temperatura ambiente y se le adicionó una solución de ácido sulfúrico 2.5 N gota a gota hasta un pH de 2.0 para precipitar todo el producto. Posteriormente, se le adicionó gota a gota una solución de hidróxido de amonio para llevar la solución a un pH de 8.5. El producto obtenido se dejó reposar por 3 h a temperatura ambiente. Por último, el producto se filtró, se lavó con agua destilada a pH neutro y se secó en un horno por 24 h a 60 °C. Posteriormente, la sílice purificada con solución básica, se trató con una solución de ácido clorhídrico 6 N a reflujo constante durante 4 h. Al término de este tiempo, la solución se dejó enfriar y el producto se filtró. Entonces, el producto se lavó con abundante agua hasta un pH neutro y se dejó secar en un horno durante 24 h a 60 °C. Posteriormente, la sílice se trató con una solución de hidróxido de sodio 2.5 N a reflujo constante durante 5 h. Después, la solución se filtró en caliente y se lavó con 50 mL de agua destilada caliente. A continuación, a la solución filtrada y fría se le adicionó una solución de ácido sulfúrico 2.5 N gota a gota hasta un pH de 7.5-8.0 con la finalidad de precipitar el producto. El producto obtenido (hidrogel) se dejó reposar por 3 h a temperatura ambiente. Al terminar el tiempo, se filtró y se lavó con agua destilada hasta un pH neutro. Después, el hidrogel se secó en un horno por 24 h a 60 °C. Terminado el tiempo de secado, el SiO₂ obtenido se molió en un molino mecánico de cuchillas.

Finalmente se pesó el SiO₂ para obtener el rendimiento final de acuerdo con la ecuación 3, mientras que los resultados se presentan en el apartado del capítulo 4:

$$Ec. 3, \quad \% \text{ rendimiento} = \frac{\text{Peso final del SiO}_2 \text{ purificado y molido}}{\text{Peso inicial de la materia prima tamizada, limpia y seca}} \times 100$$

3.3 PROCESO DE SÍNTESIS PARA EL P3HT

La síntesis de polimerización que se llevó a cabo para obtener el P3HT y doce compósitos de P3HT: SiO₂ a diferentes concentraciones, fue por el método oxidativo, utilizando FeCl₃ como agente oxidante y cloroformo como disolvente. En seguida se describen las fases de dicho proceso.

3.3.1 DESTILACIÓN DEL MONÓMERO

Una síntesis exitosa del P3HT requiere de un monómero puro, debido a esto, el monómero 3HT utilizado fue destilado previo a la reacción de polimerización. Para la purificación del monómero se montó un equipo de destilación fraccionada, logrando condiciones de 65 °C de temperatura y 6.2 Torr de vacío llegando así al punto de ebullición del monómero. El monómero después de la destilación presentó un cambio en su apariencia, de café claro a transparente. Ver figuras 20 y 21, donde se aprecia el equipo de destilación y la apariencia del monómero antes y después de la destilación.



Figura 20. Sistema para la purificación del monómero 3HT.

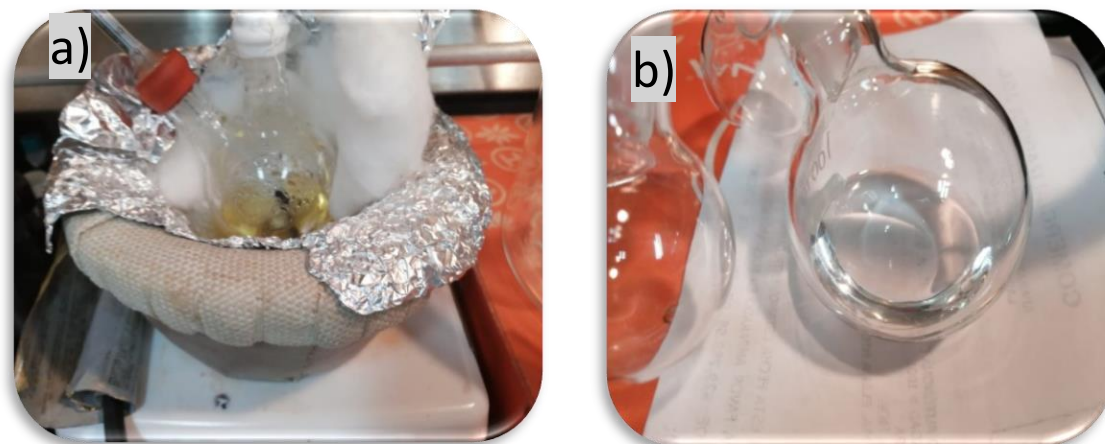


Figura 21. Monómero: a) antes de la purificación y b) después de la purificación

3.3.2 SECADO DE CLOROFORMO

Así mismo, en la síntesis química del polímero P3HT es relevante utilizar un disolvente orgánico con la finalidad de evitar que las moléculas de agua interaccionen con los reactivos e interfieran con el rendimiento de la polimerización. El cloroformo es el solvente que se empleó para disolver el monómero (3HT), por lo que a este se le realizó un proceso de secado, previo a su uso en la polimerización. Para esto, se colocaron 5.0 g de sulfato de sodio (Na_2SO_4) anhidro y 300 mL de cloroformo en un matraz bola con un agitador, el cual se montó en un sistema de reflujo y agitación constante en atmósfera inerte con nitrógeno (N_2) por 24 h, ver fig. 22.



Figura 22. Proceso de secado del cloroformo.

Después de que fueron cumplidas las 24 h se procedió a recolectar el cloroformo ya seco en un recipiente limpio y con N_2 . La síntesis se realizó el mismo día del recolectado.

3.3.3 SÍNTESIS OXIDATIVA DEL P3HT

El P3HT se sintetizó mediante la polimerización in situ del monómero 3HT por el método oxidativo, se utilizó cloruro férrico ($FeCl_3$) como agente oxidante y la reacción se llevó a cabo a $0\text{ }^{\circ}C$ durante 24 horas bajo una atmósfera inerte de N_2 . El proceso para polimerizar fue el siguiente: en un matraz bola de una boca de 100 mL se agregaron 2.8 mmol de 3HT y 5 mL de cloroformo ($CHCl_3$), mientras que en un reactor de 3 bocas se colocó 5.5 mmol de $FeCl_3$ con 30 mL de cloroformo, ambas soluciones se prepararon en atmósfera inerte de N_2 y se agitaron por 20 minutos. Posteriormente la mezcla del monómero se añadió gota a gota a la solución oxidante, bajo una atmósfera inerte de N_2 y a $0\text{ }^{\circ}C$. La mezcla final se dejó en agitación durante

24 h a 0 °C bajo una atmósfera inerte de N₂. El producto polimérico se precipitó en metanol, y se lavó con este mismo solvente para eliminar cualquier residuo de FeCl₃. Posteriormente para continuar con la eliminación de impurezas de materia prima, iones u oligómeros formados se llevaron a cabo lavados con HCl al 10%, acetona, hidróxido de amonio (NH₄OH) al 10%, ácido etilendiaminotetracético (EDTA) al 1% y agua desionizada, con cada solvente se realizaron al menos 3 lavados o hasta que el solvente se observaba transparente. Después, el polímero se secó a 50 °C durante 24 h. Finalmente se pesó para obtener el porcentaje de rendimiento. Ver fig. 23, donde se presenta el proceso de síntesis del P3HT.

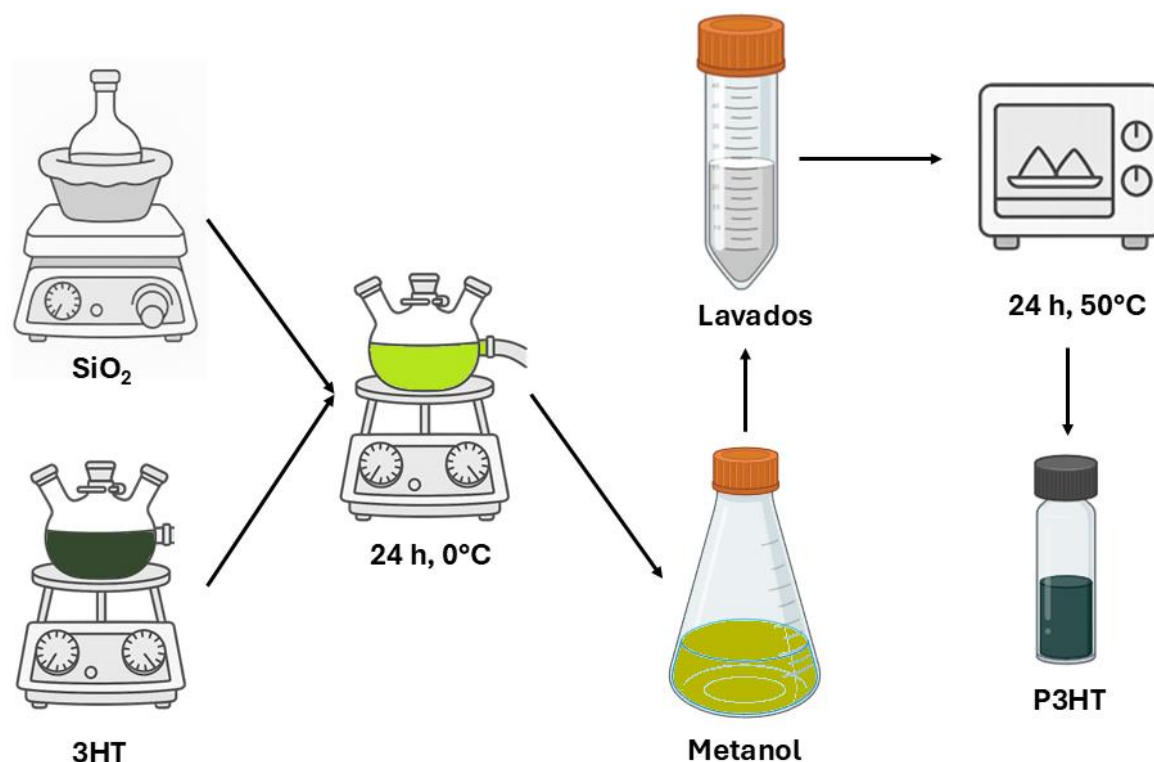


Figura 23. Síntesis de P3HT. Generado con ayuda de [Gemini](#).

3.4 SÍNTESIS OXIDATIVA DE LOS COMPUESTOS P3HT: SiO_2

Los compósitos de P3HT/ SiO_2 se sintetizaron mediante la polimerización in situ del monómero 3HT en presencia de nanopartículas de SiO_2 . Para esto se formularon diferentes concentraciones de SiO_2 (3HT/ SiO_2 en relación de peso 99/1, 97/3 y 95/5, ver Tabla 4). El proceso comenzó con la dispersión de las partículas de en 5 mL de cloroforno anhidro y se sometió a proceso de ultrasonido por 10 min. Posteriormente esta solución fue agregada a la

solución de monómero, la cual se preparó de forma similar que en la síntesis de P3HT, la dispersión se continuó por sonicación durante 20 minutos. Posteriormente esta mezcla se añadió gota a gota a la solución oxidante de FeCl_3 , bajo una atmósfera inerte y a $0\text{ }^\circ\text{C}$. La mezcla final se dejó en agitación durante 24 h a $0\text{ }^\circ\text{C}$ bajo una atmósfera inerte. El producto polimérico se precipitó en metanol y se llevaron a cabo los mismos lavados que en la polimerización del P3HT con metanol, HCl al 10%, acetona, NH_4OH al 10%, EDTA al 1% y agua desionizada, para después secarse a $50\text{ }^\circ\text{C}$ durante 24 h y finalmente, pesarse para obtener el porcentaje de rendimiento.

Tabla 4. Cantidades usadas para la preparación de compósitos

Concentración en peso de P3HT:SiO ₂	Cantidad de 3HT, mL (en 10 mL de CHCl_3)	Cantidad de SiO ₂ , g (en 10 mL de CHCl_3)	Cantidad de FeCl_3 , g (en 50 mL de CHCl_3)
100:0	0.5	0.00000	0.958
99:1	0.5	0.00468	0.950
97:3	0.49	0.01404	0.925
95:5	0.48	0.02340	0.900

3.5 SÍNTESIS DE LA POLIANILINA POR DEPÓSITO DE BAÑO QUÍMICO

La polimerización de la polianilina (PANI) se llevó a cabo mediante síntesis química oxidativa; el polímero fue depositado sobre sustratos de vidrio con ITO mediante baño químico. Esta fue realizada a temperatura ambiente de la siguiente manera: se agregaron 30 mL de HCl 2.0 M en un vaso de precipitados con agitador magnético, en una parrilla de calentamiento y agitación, se dejó en agitación, posteriormente se agregan 0.4 mL del monómero (anilina) por goteo, y finalmente se vertieron 60 mL de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ al 0.1 M lentamente, se dejó en agitación durante una hora, ver figura 24 a) donde se muestra el inicio de la síntesis. Al finalizar la hora, ver figura 24 b), se obtuvo la polianilina en su forma oxidada, también conocida como sal emeraldina, la película quedó depositada sobre los sustratos de vidrio con ITO.



Figura 24. Síntesis de PANI: a) al inicio de síntesis y b) al término

Las películas obtenidas se sacaron y se lavaron con agua destilada a una ligera presión para quitar los restos del polímero que hubiesen quedado adheridos a la superficie. Se limpió la parte de atrás del vidrio ITO para asegurar que no quedaran residuos de la película en el lado no conductor. De esta manera se obtuvo solo una capa de PANI depositada en la parte conductora del ITO, la cual se delimitó a un área de 1 cm^2 , ver fig. 25



Figura 25. Película de PANI sobre sustrato de ITO

3.6 OBTENCIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE P3HT Y P3HT: SiO₂

3.6.1 LIMPIEZA DE LOS SUSTRATOS DE VIDRIO CORNING Y VIDRIOS ITO's

Los vidrios que fueron utilizados para el depósito de películas fueron vidrio marca Corning y vidrio con recubrimiento de ITO tuvieron el mismo procedimiento de limpieza: primero se cortaron en piezas de 1 x 2.5 cm, posteriormente se lavaron con agua y detergente Hyclin Plus Neutro marca Hycel, se frotaron con esponja suave procurando no rayarlos, se enjuagaron con abundante agua para remover todos los residuos del jabón. A continuación, se sometieron a baño ultrasónico con diferentes solventes con la finalidad de eliminar cualquier impureza que pudiera estar adherida a ellos, se utilizó isopropanol, acetona y agua destilada, en tiempos de 10 min cada uno en el equipo de ultrasonido, finalmente se secaron a 60 °C por 10 min y se resguardaron para su futuro uso.

3.6.2 FABRICACIÓN DE PELÍCULAS POR *SPIN-COATING*

Se obtuvieron películas poliméricas sobre sustratos de vidrio Corning mediante la técnica de *spin-coating* utilizando una solución con concentración de 20 mg/mL en clorobenceno, esta fue agitada previamente por 24 h, ya que se disolvió, se tomaron 50 µL con micropipeta, se colocó en la mirilla del equipo de *spin-coating* y se dejó caer la solución, la cual se depositó sobre el sustrato. Las películas también se generaron a una velocidad de rotación de 2000 rpm durante 1 min. Ver en fig. 26, la solución preparada, el instrumento para la realización del depósito y la película obtenida.



Figura 26. Fabricación de películas: a) solución polimérica, b) equipo *Spin-Coating* y c) película depositada por *Spin-Coating*

3.7 FABRICACIÓN DE DISPOSITIVOS ELECTROCRÓMICOS

La fabricación de los dispositivos electrocrómicos se basó en una arquitectura tipo sándwich, el procedimiento se describe en las siguientes etapas.

3.7.1 FABRICACIÓN DEL POLIELECTROLITO

Se preparó un polielectrolito viscoso que consistió en la mezcla de los polímeros: polimetilmetacrilato (PMMA), carbonato de propileno (PC) y carbonato de etileno (EC), para darle una consistencia viscosa al medio donde se llevó a cabo el intercambio de iones, perclorato de litio (LiClO_4) como sal y tetrahidrofurano (THF) como solvente. Los porcentajes de la mezcla se indican en la Tabla 5. Primero se pesaron los compuestos sólidos, se agregaron de uno a uno en un frasco de vidrio ámbar de capacidad de 10 ml, luego se agregó el THF y se mezclaron vigorosamente con agitador magnético durante 24h a temperatura ambiente.

Tabla 5. Composición del polielectrolito

Compuesto	Cantidad
<i>PMMA (polimetilmetacrilato)</i>	1.25 g
<i>PC (carbonato de propileno)</i>	1.75 g
<i>EC (carbonato de etileno)</i>	1.75 g
<i>LiClO₄ (Perclorato de litio)</i>	0.25 g
<i>THF (Tetrahidrofurano)</i>	2 mL

3.7.2 ENSAMBLE DE LOS DISPOSITIVOS ELECTROCRÓMICOS DUALES

Se tomó un vidrio ITO con película polimérica (P3HT o compuesto de P3HT:SiO₂) y se le agregó una gota del polielectrolito, después se colocó encima el segundo vidrio ITO con película polimérica de PANI encontrada a la película polimérica de P3HT/P3HT:SiO₂, se esperó a que se dispersara el polielectrolito entre los dos vidrios y se selló con silicón caliente la orilla superior del vidrio sin película, una vez que secó se giró y se sellaron todas las orillas del dispositivo donde se tiene la película, se hizo una revisión para asegurarse que el silicón estuviera homogéneo y cubriera perfectamente las orillas del dispositivo para que no hubieran burbujas de aire en el dispositivo y no se volatilizara el polielectrolito. En la fig. 27 se presenta la arquitectura de los DEDs y en la fig. 28 se puede ver un DED ya terminado.

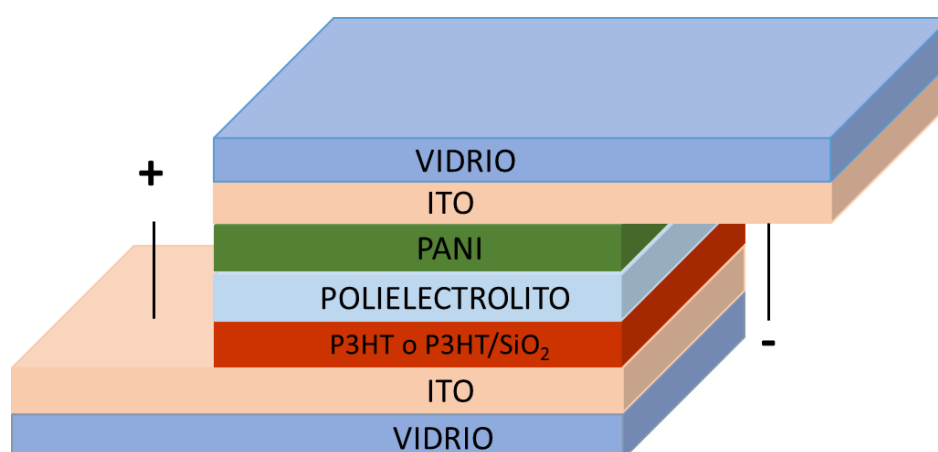


Figura 27. Arquitectura de los DED



Figura 28. Dispositivo electrocrómico dual

3.8 CARACTERIZACIÓN DE P3HT Y COMPÓSITOS P3HT:SiO₂

Las partículas de SiO₂, los compuestos P3HT y P3HT/SiO₂ se caracterizaron mediante espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) con reflectancia total atenuada (ATR) en un espectrofotómetro Perkin Elmer Spectrum Two, se realizaron 16 escaneos en un rango de longitud de onda de 4000 a 500 cm⁻¹. Los análisis de espectroscopia ultravioleta-visible (UV-Vis) se realizaron en un equipo de escaneo UV Thermo Genesys 10, con un escaneo de 190 a 1100 nm. La medición se llevó a cabo en solución para las partículas de SiO₂ utilizando agua como disolvente y, en el caso de los compuestos P3HT y P3HT/SiO₂, la medición se realizó en películas de polímero depositadas sobre sustratos de vidrio Corning. Para la difracción de rayos X (XRD) se utilizó un equipo de la marca Malvern Panalytical, modelo Empyrean, el ángulo 2-theta analizado fue de 5 a 70°, con un tamaño de paso de 0,02°, y el valor de la longitud de onda fue de 1,54184 Angstroms. Las propiedades electroquímicas de los materiales obtenidos se obtuvieron mediante voltamperometría cíclica utilizando un potencióstato BAS 100 B/W, el rango de potencial utilizado fue de -100 a 1200 mV a una velocidad de barrido de 20 mV/s, con 5 ciclos, el electrolito utilizado fue una solución anhidra de tetra-butil amino-hexa-fluorofosfato (TBAPF6) 0,1 M en acetonitrilo, el electrodo de referencia fue Ag/AgNO₃, se utilizó una malla de platino como contraelectrodo y como electrodo de trabajo se utilizaron películas de compuestos de P3HT o P3HT-SiO₂ depositadas sobre vidrio ITO. Se analizaron la morfología y el tamaño de las partículas de SiO₂ en un microscopio electrónico de transmisión (TEM) de la marca TITAN, con una tensión de entre 80 y 300 kV. Se utilizó un SEM/EDS JEOL para obtener la morfología y la composición elemental de las partículas de SiO₂; las muestras se recubrieron con oro para su observación a 500 X (sílice) y 1000X (P3HT y compuestos), a 10 μm de cota y 15 kV. La morfología y rugosidad de los materiales obtenidos se analizaron mediante microscopía de fuerza atómica (AFM), el equipo utilizado fue un AFM Nanosurf Naio, y el área analizada fue de 44,86 x 44,86 μm², 256 líneas capturadas con una velocidad de lectura de 1 línea/s y un ángulo de rotación de 0°. Finalmente, Las muestras de

SiO₂ obtenidas a partir de BC y de CA sin tratar fueron caracterizadas mediante la técnica análisis termogravimétrico (TGA), esto con la finalidad de evaluar la estabilidad térmica y la temperatura de descomposición de los materiales, el equipo que se utilizó fue un analizador Mettler Toledo TGA 2 Star System, la lectura se realizó con una velocidad de 10 °C/min, las muestras (menos de 10 mg, cada una), se calentaron de 30 a 800 °C en una atmósfera inerte de nitrógeno, el flujo durante las lecturas fue de 30 mL/min.

3.9 CARACTERIZACIÓN DE LOS DISPOSITIVOS ELECTROCRÓMICOS DUALES

El contraste óptico se midió aplicando un voltaje de $\pm 1,2$ V en un rango de longitud de onda de 300 a 1000 nm, colocando el electrodo con P3HT o compuesto P3HT:SiO₂ en polarización positiva y el electrodo PANI en polarización negativa, esto con la finalidad de obtener los espectros de transmitancia de los DED, en sus estados aclarado y oscurecido. Las mediciones se realizaron con un equipo externo elaborado en el laboratorio, el cual consta de una fuente de poder que cambia el voltaje en diferentes intervalos de tiempo y es capaz de leer y almacenar los valores de transmitancia en tiempo real.

Así mismo, se realizaron pruebas de conmutación electrocrómica para monitorear la capacidad del polímero para oxidarse o reducirse rápidamente y exhibir un cambio de color. Las curvas cinéticas de transmitancia óptica se evaluaron a 532.2 nm en los DEDs de P3HT o compósitos de P3HT:SiO₂ y PANI.

El potencial aplicado se cambió de -1.2 a 1.2 V, se corrieron seis ciclos en los que los dispositivos cambiaban de aclarado a oscurecido, con un total de 320 lecturas y un intervalo de 2s.

CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 OBTENCIÓN DE SiO₂

En la tabla 6 se presentan los rendimientos promedio obtenidos del porcentaje en peso de las tres repeticiones para cada caso, después del lavado de los materiales con los dos diferentes ácidos. Comparando los resultados se puede apreciar que se obtuvo una mayor remoción de materia orgánica cuando se realizaron los lavados con HCl 1.0 M, lo cual es de esperarse debido a que este es un ácido fuerte.

Tabla 6. Rendimientos obtenidos del porcentaje en peso después de los lavados ácidos

Material	Tratamiento	
	HCl 1.0 M	CH ₃ COOH 1.0 M
CA	51.4%	77.0%
BC	57.7%	89.3 %

En la tabla 7 se presentan los rendimientos del proceso de calcinación. Se observa que el menor rendimiento después de la calcinación se obtiene cuando se realizaron los lavados con HCl 1M, tanto para la CA como el BC. Por otro lado, se observa que los rendimientos del BC son mayores que los de la CA.

Tabla 7. Rendimientos obtenidos después de la calcinación

Material	Pretratamiento ácido		
	Sin tratamiento	HCl 1.0 M	CH ₃ COOH 1.0 M
CA	88.3%	74.2%	81.0%
BC	92.7%	91.3%	96.0 %

En la tabla 8 se muestran los rendimientos de la purificación del SiO₂. En este caso se observa que los rendimientos del BC son menores a los de la CA. Para el caso de la CA la ausencia de tratamiento ocasionó un menor rendimiento, posteriormente con tratamiento HCl y el mayor rendimiento se obtuvo con tratamiento de CH₃COOH. Sin embargo, para el caso del BC, el

menor rendimiento se obtuvo con tratamiento de CH_3COOH , seguido del que no tuvo tratamiento y el mayor rendimiento fue con HCl .

Tabla 8. Rendimientos obtenidos después de purificación con NaOH 2.5 N

Purificación			
Material	Sin tratar	HCl 1M	CH_3COOH 1M
CA	85.3 %	86.0 %	90.0 %
BC	66.7 %	71.4 %	62.5 %

4.2 CARACTERIZACIÓN DE SiO_2

4.2.1 ESPECTROSCOPIA INFRARROJA POR TRANSFORMADA DE FOURIER

Se realizó la caracterización de las seis diferentes muestras de SiO_2 mediante espectroscopía de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR). Esta prueba se llevó a cabo en un equipo FTIR con módulo de reflectancia total atenuada (ATR), marca Perkin Elmer, modelo Spectrum Two. La lectura se realizó con 16 barridos, en el intervalo de número de onda de 4000 a 500 cm^{-1} . Los espectros se reportaron en unidades de cm^{-1} para número de onda y % transmitancia. En las figuras 29 y 30 se presentan los espectros obtenidos.

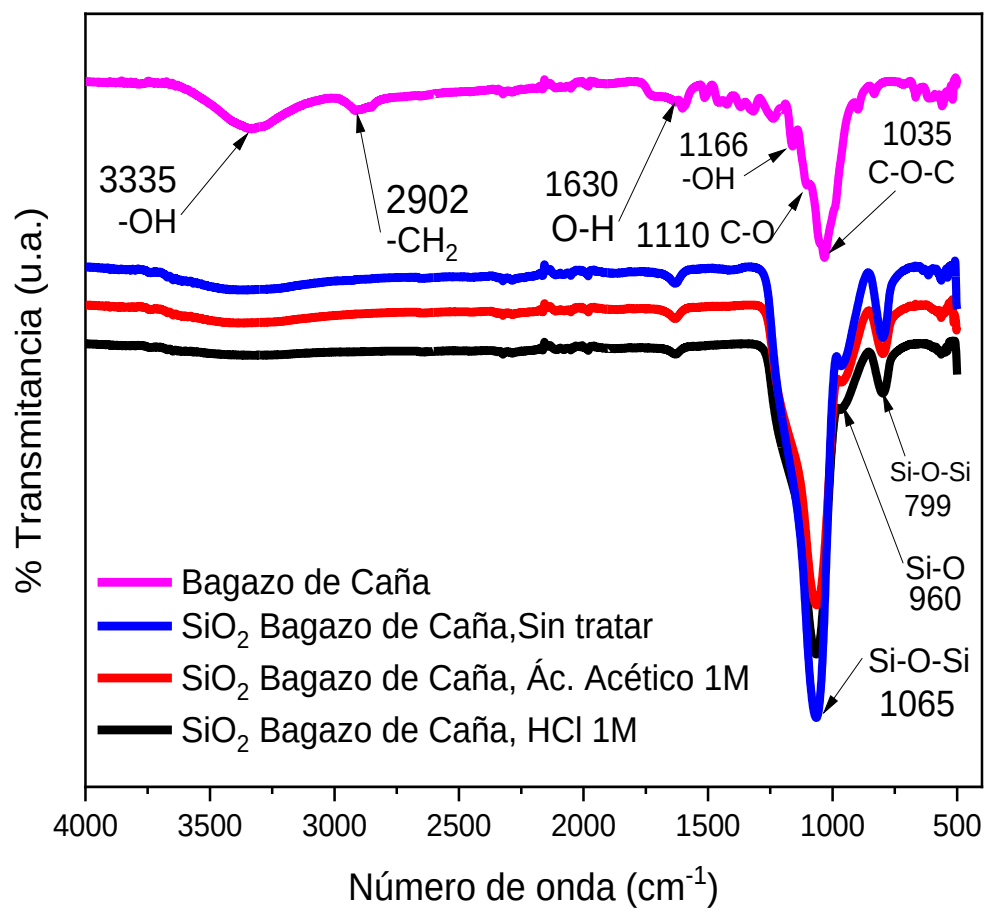


Figura 29. Espectros de FTIR de BC y diferentes SiO₂ obtenidos con tratamiento variado.

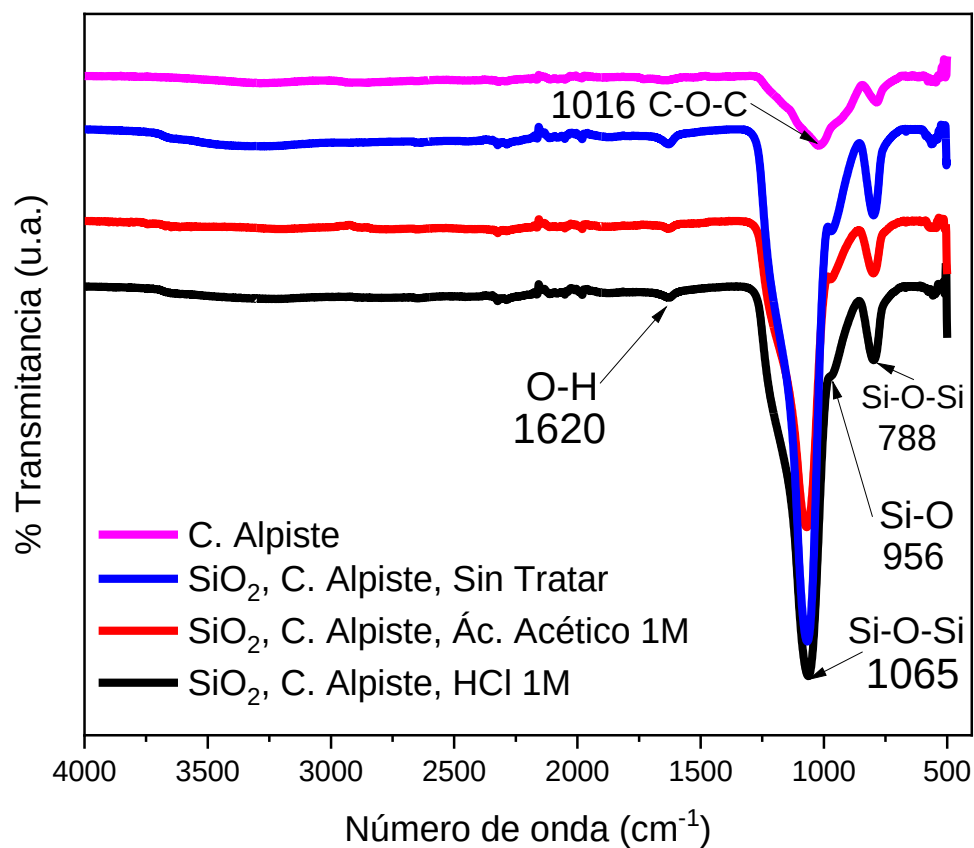


Figura 30. Espectros de FTIR de CA y diferentes SiO₂ obtenidos con tratamiento variado

Las señales encontradas en los espectros se presentan en la Tabla 9:

Tabla 9. Señales FTIR en muestra de SiO₂

Número de onda	Estiramiento	Referencia
802 cm ⁻¹	Si-O simétrico	[135]
962 cm ⁻¹	Si-OH	[136]
1063 cm ⁻¹	Estiramiento asimétrico de Si-O-Si	[137]
1630 cm ⁻¹	agua adsorbida, presencia de H-O-H	[135]
3335 cm ⁻¹	-OH	[135]

Las señales comprueban la obtención del SiO₂, demostrando que este compuesto fue extraído exitosamente de los materiales de BC y CA mediante los procesos previamente descritos. El SiO₂ obtenido de la CA y del BC con pretratamiento de HCl no presenta tan marcada la señal cercana a 3200 cm⁻¹ que está asociada a los estiramientos –OH, la cual se encuentra en los espectros de la materia prima, sugiriendo que este radical se perdió en el proceso de obtención de SiO₂. Para el caso del pretratamiento con CH₃COOH y las muestras sin pretratamiento ácido, esta banda se observa con mayor intensidad comparada con las muestras con pretratamiento con HCl, sin embargo, esto podría deberse a que las muestras no se secaron previo al análisis de FTIR y contenían agua adsorbida, lo cual se corrobora con la señal presente a 1630 cm⁻¹, misma que está relacionada a estiramientos por puentes de hidrógeno.

4.2.2 ESPECTROSCOPIA UV-Vis

Se preparó una solución de SiO₂ en agua desionizada (4 mg/mL), y esta se caracterizó mediante la técnica de UV-Vis.

Los espectros obtenidos se presentan en la fig. 31, los cuales presentan similitud en el patrón y en la absorbancia previamente reportada en la literatura, con mayor absorbancia en la región UV (menos de 400 nm) [138, 139], siendo el SiO₂ proveniente de CA tratada con HCl 1.0 M el que destaca por su mayor absorbancia.

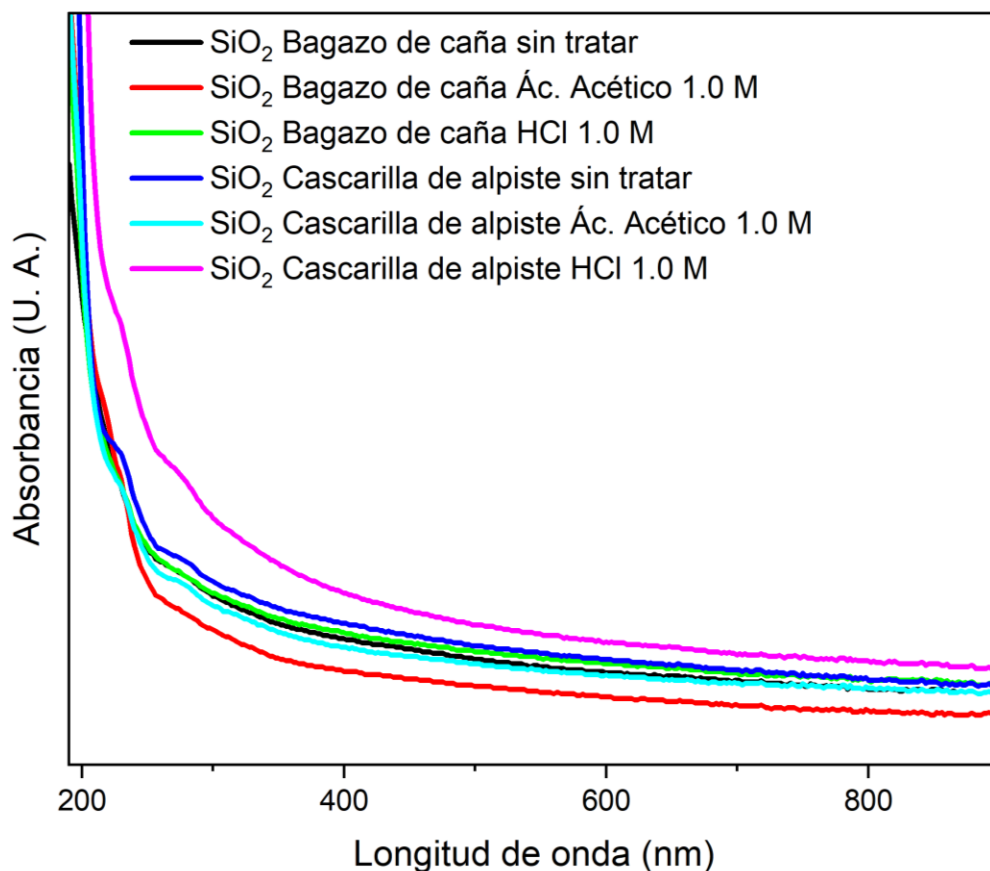


Figura 31. Espectros de UV-Vis de las diferentes muestras de SiO_2

4.2.3 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

En la fig. 32 se presentan las micrografías obtenidas por SEM, a un aumento de 1000X y 15 kV. En las micrografías se puede observar que hay zonas lisas y rugosas, así como aglomerados y partículas de diferentes tamaños con formas irregulares, una morfología descrita anteriormente para el SiO_2 amorfo por Munasir et al. en 2018 [140]. Se observa que el SiO_2 obtenido del alpiste y del BC tratados con CH_3COOH mostró una morfología menos compacta (más porosa) que los tratados con HCl 1.0 M.

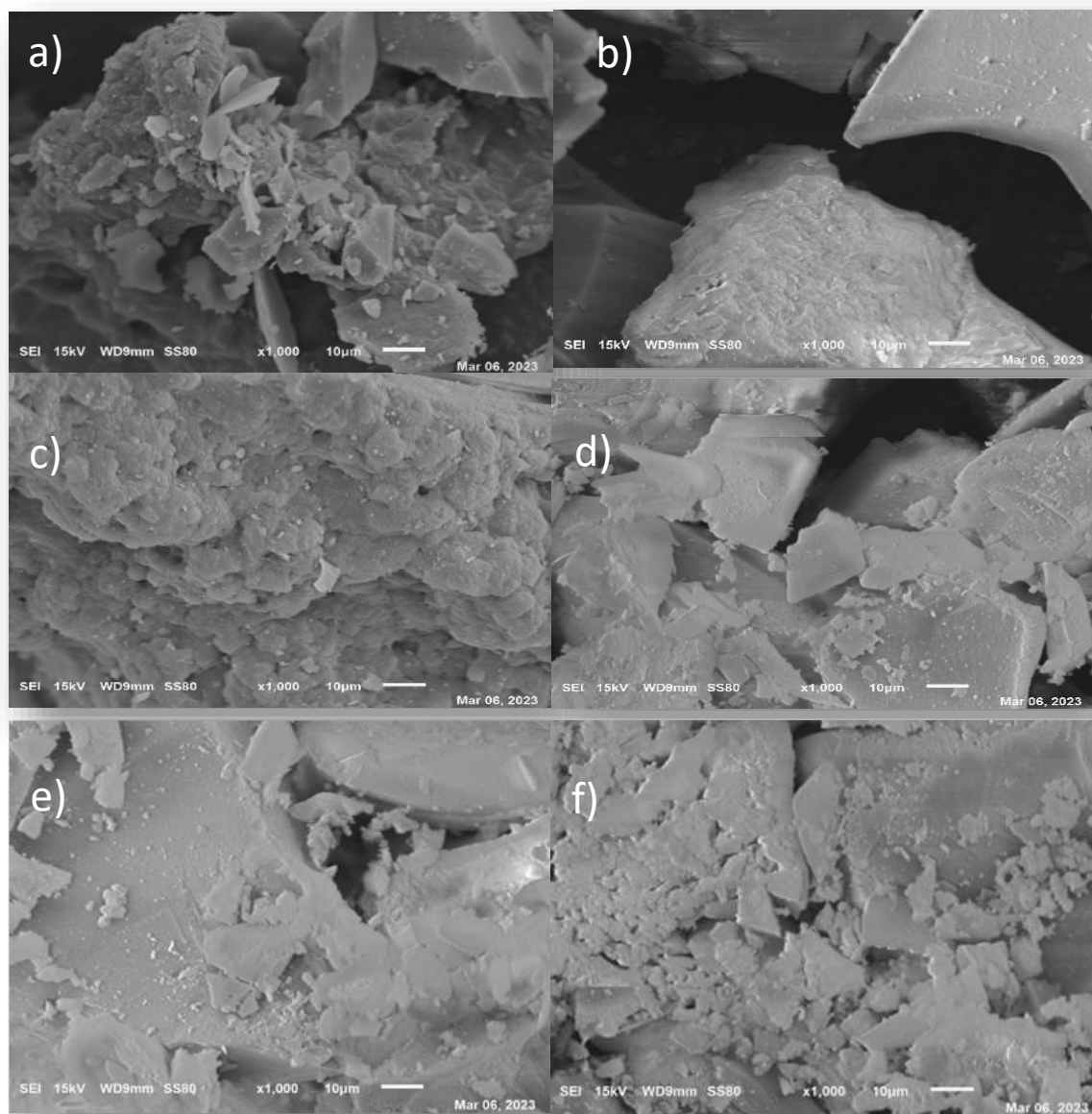


Figura 32. Micrografía de SiO_2 extraído de: BC a) sin tratar, b) tratado con HCl 1.0 M, c) tratado con CH_3COOH 1.0 M; CA d) sin tratar, e) tratado con HCl 1.0 M, f) tratado con CH_3COOH 1.0 M

4.2.3.1 ESPECTROSCOPIA DE DISPERSIÓN DE ENERGÍA (EDS)

Los resultados de la técnica de EDS se presentan en la tabla 10, estos reportan la presencia de los elementos Si y O en las muestras obtenidas, indicando una vez más que el material obtenido es SiO_2 . Los porcentajes atómicos del Si en el material, principalmente para el BC y CA sin pretratar y el BC pretratado con HCl , son cercanos al de este elemento en el compuesto SiO_2 (33.33%). En todos los casos el porcentaje real del Si es mayor al teórico, lo cual puede ocurrir

debido a que el oxígeno tiene una masa atómica de 18 g/mol y la cuantificación mediante EDS resulta eficaz solo para elementos con masa atómica mayor a 20, ya que los elementos con bajas masas generan señales de rayos X débiles, generando datos inexactos [141].

Tabla 10. Resultados de EDS

Muestra	% mol, Si	% mol, O	Total
SiO ₂ , BC, sin tratar.	41.19	58.81	100.0
SiO ₂ , BC, tratado con HCl 1M.	43.33	56.67	100.0
SiO ₂ , BC, tratado con Ác. acético 1M.	52.98	47.02	100.0
SiO ₂ , CA, sin tratar.	41.58	58.42	100.0
SiO ₂ , CA, tratado con HCl 1M.	41.73	58.27	100.0
SiO ₂ , CA, tratado con Ác. acético 1M.	44.04	55.96	100.0

4.2.4 DIFRACCIÓN DE RAYOS X

Se llevó a cabo el análisis de difracción de rayos X, realizando un barrido en el ángulo 2θ de 10 a 60°. En la fig. 33 se presentan los difractogramas de las 6 muestras distintas de SiO₂, dichos difractogramas muestran un pico de difracción ancho alrededor de los 23°, lo cual es característico en SiO₂ amorfo [142, 143].

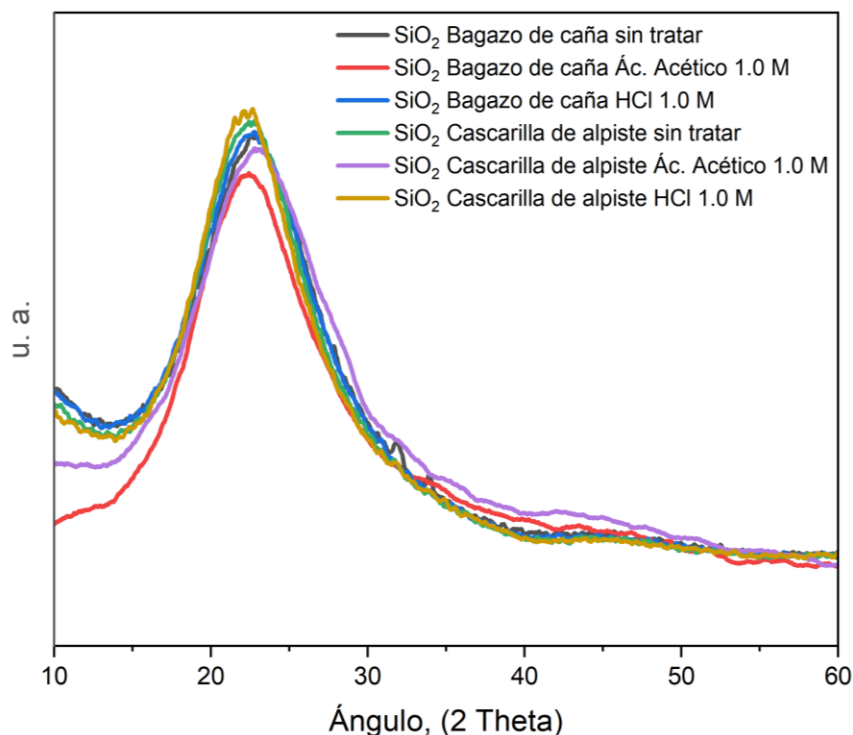


Figura 33. Difractogramas de las 6 muestras de SiO_2

4.2.5 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN (TEM)

Las micrografías obtenidas mediante TEM correspondientes al SiO_2 sintetizado a partir de CA y BC sin someterse a pretratamiento se presentan en la fig. 34 a) y b). En ambas imágenes se evidencia que las partículas de SiO_2 tienden a formar agregados, fenómeno que puede atribuirse a interacciones intermoleculares asociadas a las diferencias de electronegatividad entre los átomos de oxígeno (3.4 en la escala de Pauling) y silicio (1.9 en la misma escala) presentes en la red del SiO_2 . Para la determinación del tamaño de partícula de las muestras analizadas se empleó el software ImageJ como herramienta de procesamiento digital. En la fig. 34 c) y d) se presentan los histogramas de distribución porcentual del tamaño de partícula correspondientes al SiO_2 obtenido a partir de CA y BC sin tratamiento ácido, respectivamente. A partir de dicho análisis, se determinó un tamaño promedio de partícula de 9.97 nm para el SiO_2 derivado de CA sin tratar, mientras que para el material obtenido a partir de BC sin tratar se registró un valor promedio de 8.75 nm. En consecuencia, las nanopartículas de SiO_2 provenientes del BC presentan un tamaño inferior en 1.22 nm en comparación con aquellas

obtenidas de la CA. Estos resultados indican que el método implementado para la síntesis de SiO_2 permitió la obtención efectiva de nanopartículas en ambos sistemas estudiados.

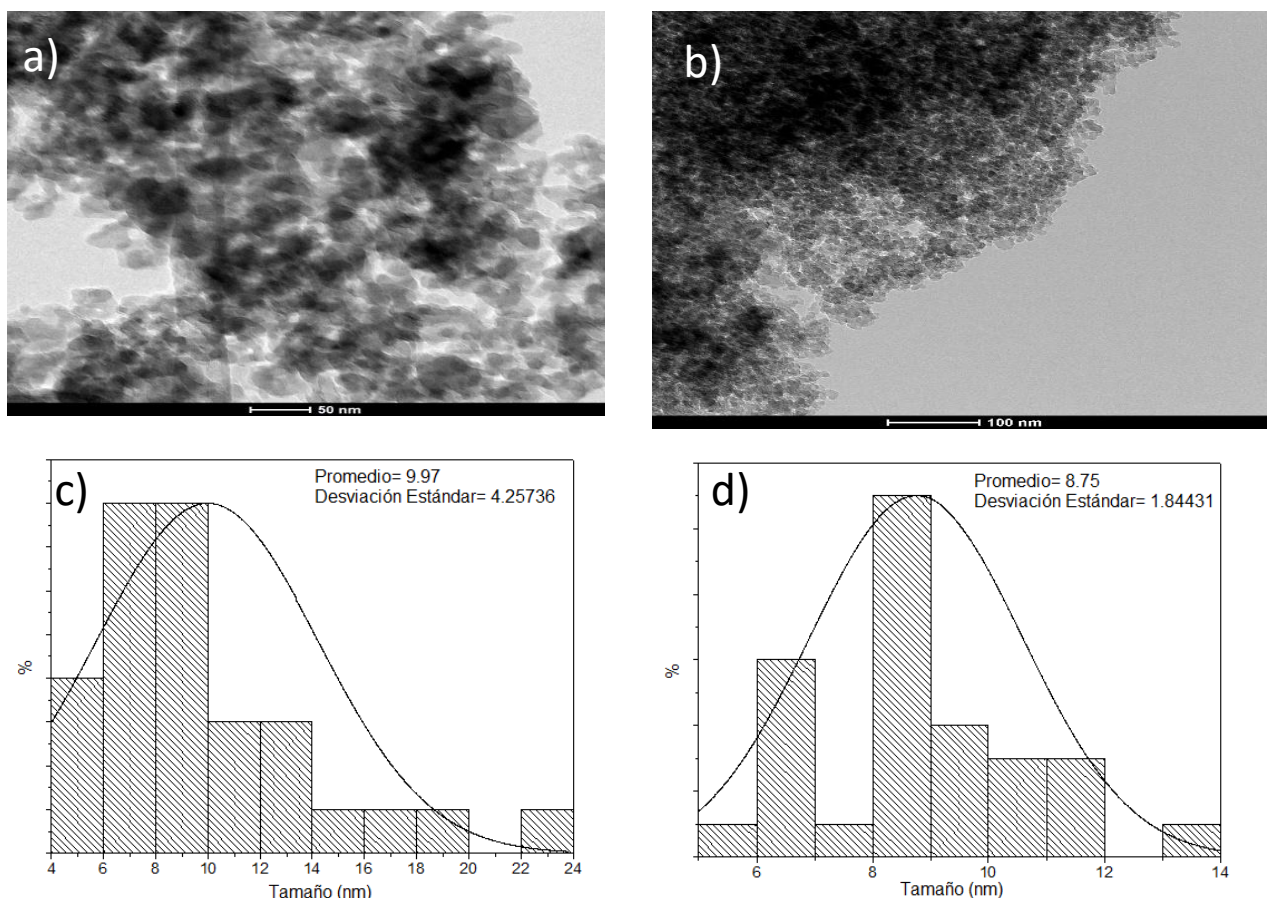


Figura 34. Micrografía de TEM del SiO_2 obtenido a partir de: a) CA sin tratar, b) BC sin tratar. Histograma de los tamaños de partícula por TEM del SiO_2 obtenido a partir de c) CA sin tratar y d) BC sin tratar.

4.3 CARACTERIZACIÓN DE P3HT Y COMPÓSITOS P3HT: SiO_2

4.3.1 RENDIMIENTO DE SÍNTESIS

En la tabla 11 se presenta la composición de los compósitos y los rendimientos en porcentaje de las reacciones de polimerización, se presenta el porcentaje de peso obtenido a partir del peso de monómero con SiO_2 utilizado:

Tabla 11. Rendimientos de síntesis de P3HT y compósitos

Número de síntesis	Muestra Compositos (relación peso 3HT/SiO ₂)	Porcentaje de rendimiento en peso
1	P3HT	60.92%
2	P3HT/SiO ₂ (99/1) BC HCl 1.0 M	63.81%
3	P3HT/SiO ₂ (97/3) BC HCl 1.0 M	57.267%
4	P3HT/SiO ₂ (95/5) BC HCl 1.0 M	61.35%
5	P3HT/SiO ₂ (99/1) BC sin tratar	62.40%
6	P3HT/SiO ₂ (97/3) BC sin tratar	58.588%
7	P3HT/SiO ₂ (95/5) BC sin tratar	60.00%
8	P3HT/SiO ₂ (99/1) CA HCl 1.0 M	66.658%
9	P3HT/SiO ₂ (97/3) CA HCl 1.0 M	56.674%
10	P3HT/SiO ₂ (95/5) CA HCl 1.0 M	61.9%
11	P3HT/SiO ₂ (99/1) CA sin tratar	62.618%
12	P3HT/SiO ₂ (97/3) CA sin tratar	52.606%
13	P3HT/SiO ₂ (95/5) CA sin tratar	59.262%

Se obtuvo un rendimiento de síntesis en el rango de 52.6-66.6 %. Se puede observar que cuando se utiliza la mayor cantidad de 3HT el rendimiento de la reacción es mayor, lo cual ya se ha observado previamente [3].

4.3.2 ESPESOR DE LAS PELÍCULAS DELGADAS

Se realizó la medición del espesor de las películas delgadas correspondientes al P3HT y a los compósitos depositados sobre sustratos de vidrio, con el objetivo de evaluar posibles variaciones en función de la composición del material. Para ello, se utilizó un perfilómetro Ambios XP-200, el cual permite obtener mediciones precisas del espesor mediante el análisis de la topografía superficial. Cada medición fue realizada por triplicado con el fin de asegurar la reproducibilidad de los resultados y minimizar posibles errores experimentales, calculándose posteriormente un valor promedio representativo para cada una de las muestras analizadas. Los valores obtenidos se resumen en la tabla 12.

A partir de los resultados experimentales, no se observa una tendencia clara o definida en relación con la concentración de SiO₂ presente en los compósitos y el espesor de las películas obtenidas. Este comportamiento puede atribuirse a factores asociados al método de deposición empleado. En particular, es probable que durante la aplicación de la solución polimérica sobre

el sustrato de vidrio hayan existido variaciones en parámetros como la altura de caída de la gota, la posición de impacto sobre la superficie o la dinámica de dispersión del líquido.

Aunque la concentración de la solución se mantuvo constante en todos los casos, pequeñas variaciones en la forma de deposición pueden generar diferencias en la extensión, uniformidad y distribución del material sobre el sustrato. En consecuencia, estas irregularidades influyen directamente en el espesor final de las películas formadas. Asimismo, la ausencia de control estricto en la localización del depósito —particularmente si la gota no incide en el centro del sustrato— puede provocar una distribución no homogénea del recubrimiento, dando lugar a variaciones locales en el espesor.

En conjunto, estos resultados sugieren que el proceso de deposición utilizado introduce una variabilidad en las mediciones de espesor, lo cual dificulta establecer una correlación directa entre la concentración de SiO_2 y el espesor de las películas obtenidas.

Tabla 12. Espesores de las películas delgadas de P3HT y P3HT/ SiO_2

Muestra	Promedio total del espesor (nm)
P3HT	244
P3HT/ SiO_2 (99/1) BC HCl 1.0 M	250
P3HT/ SiO_2 (97/3) BC HCl 1.0 M	197
P3HT/ SiO_2 (95/5) BC HCl 1.0 M	205
P3HT/ SiO_2 (99/1) BC sin tratar	185
P3HT/ SiO_2 (97/3) BC sin tratar	159
P3HT/ SiO_2 (95/5) BC sin tratar	133
P3HT/ SiO_2 (99/1) CA HCl 1.0 M	222
P3HT/ SiO_2 (97/3) CA HCl 1.0 M	241
P3HT/ SiO_2 (95/5) CA HCl 1.0 M	213
P3HT/ SiO_2 (99/1) CA sin tratar	80
P3HT/ SiO_2 (97/3) CA sin tratar	137
P3HT/ SiO_2 (95/5) CA sin tratar	216

4.3.3 ESPECTROSCOPÍA INFRARROJA POR TRANSFORMADA DE FOURIER

Los espectros FTIR correspondientes a SiO_2 , P3HT y a los compósitos P3HT/ SiO_2 se presentan en la fig 35. Los espectros del SiO_2 evidencian tres bandas de absorción principales: una a 798

cm^{-1} asignada al estiramiento simétrico Si–O, característica distintiva de la sílice; una a 957 cm^{-1} asociada a la vibración de estiramiento del grupo Si–OH, lo que sugiere afinidad por la adsorción de agua; y una a 1066 cm^{-1} debida al estiramiento asimétrico del enlace Si–O–Si, también representativo del SiO_2 , confirmando que este es el componente predominante en la muestra [137, 144]. El espectro FTIR del SiO_2 obtenido es consistente con resultados reportados previamente en trabajos donde la sílice fue extraída de cascarilla de arroz [3].

El espectro del P3HT mostró las bandas características previamente reportadas [3, 145, 146]: 724 cm^{-1} atribuida a la vibración de balanceo de los grupos metileno del sustituyente hexilo – $(\text{CH}_2)_5$ –; 758 cm^{-1} correspondiente al enlace C–H del anillo de tiofeno; 821 cm^{-1} asociada a la vibración H–C fuera del plano del anillo de tiofeno 2,3,5-trisustituido; 1050 cm^{-1} asignada a la flexión en el plano del enlace C–H; 1113 cm^{-1} relacionada con el estiramiento C–S; 1167 cm^{-1} atribuida al estiramiento C–S–C; 1253 cm^{-1} correspondiente a vibraciones de estiramiento C–C; 1377 cm^{-1} asociada a la flexión simétrica de CH_2 ; 1455 y 1510 cm^{-1} asignadas a los estiramientos simétrico y asimétrico del enlace C=C del anillo de tiofeno, respectivamente; 2853 y 2923 cm^{-1} correspondientes a los estiramientos simétrico y asimétrico de $-\text{CH}_2$; 2954 cm^{-1} atribuida al estiramiento asimétrico C–H; y 3053 cm^{-1} relacionada con la vibración de estiramiento aromático $=\text{CH}$ –. Los espectros de los compósitos P3HT y SiO_2 obtenido de BC y de CA presentaron predominantemente las señales características del P3HT, mientras que las señales correspondientes al SiO_2 no fueron claramente detectables. De acuerdo con reportes previos, es necesaria una concentración cercana al 10 % en peso de SiO_2 para observar dichas señales, mientras que en este trabajo se emplearon concentraciones entre 1 % y 5 % en peso [3]. La señal en 821 cm^{-1} confirma la polimerización del monómero 3HT sobre la superficie de las partículas de sílice.

Se determinó que la banda en 1455 cm^{-1} , asociada al estiramiento simétrico del enlace C=C, incrementa su intensidad tras la incorporación de SiO_2 en la matriz polimérica, lo cual se evidencia mediante el aumento en la relación de intensidades entre las bandas de 1455 y 1377 cm^{-1} , sugiriendo una interacción significativa entre la sílice y los anillos de P3HT a través de enlaces dobles (tabla 13) [3]. De manera notable, en los compósitos con 1 % de SiO_2 (con y sin tratamiento ácido de las fibras de BC), la banda a 1455 cm^{-1} presenta la mayor intensidad dentro de cada conjunto, lo que podría indicar una interacción más fuerte entre el anillo de tiofeno y el

SiO₂. Asimismo, se observó que los compósitos preparados con SiO₂ obtenido de BC tratado con HCl mostraron cambios de intensidad más pronunciados en comparación con aquellos derivados de fibras sin tratamiento. En el caso de los compósitos con SiO₂ extraído de CA, el aumento de la intensidad de la banda a 1455 cm⁻¹ solo se observa en los materiales con 1% sin tratamiento ácido y con 5% con tratamiento ácido, observándose una menor interacción entre polímero y el SiO₂ en los demás compósitos.

Se ha reportado que la relación entre las intensidades del estiramiento simétrico del anillo C=C (1455 cm⁻¹) y el estiramiento asimétrico (1510 cm⁻¹), definida como I_{sim}/I_{asim} , es un indicador de la longitud de conjugación en la cadena polimérica; valores menores de esta relación se asocian con mayores longitudes de conjugación [147]. En la tabla 13 se presentan los valores de I_{sim}/I_{asim} para el P3HT puro y los compósitos, observándose que la mayoría de los compósitos exhiben una mayor longitud de conjugación en comparación con el polímero sin modificar, excepto los compósitos con 3% de SiO₂ de CA tratada con HCl y con 5% de SiO₂ de CA sin tratar, el cual también presentó una baja interacción en la relación 1455/1377 cm⁻¹. Este incremento en la longitud de conjugación sugiere una mejor organización estructural de las cadenas poliméricas dentro de los compósitos. Las mayores longitudes de conjugación se obtuvieron para el caso de los compósitos P3HT/(SiO₂-BC) con 1 % y 3 % en peso de SiO₂ con tratamiento ácido de las fibras y con 5 % en peso de SiO₂ sin tratamiento ácido de fibras; para el caso de los compósitos P3HT/(SiO₂-CA) con 3 % en peso de SiO₂ sin tratamiento ácido y 1 % en peso con tratamiento ácido.

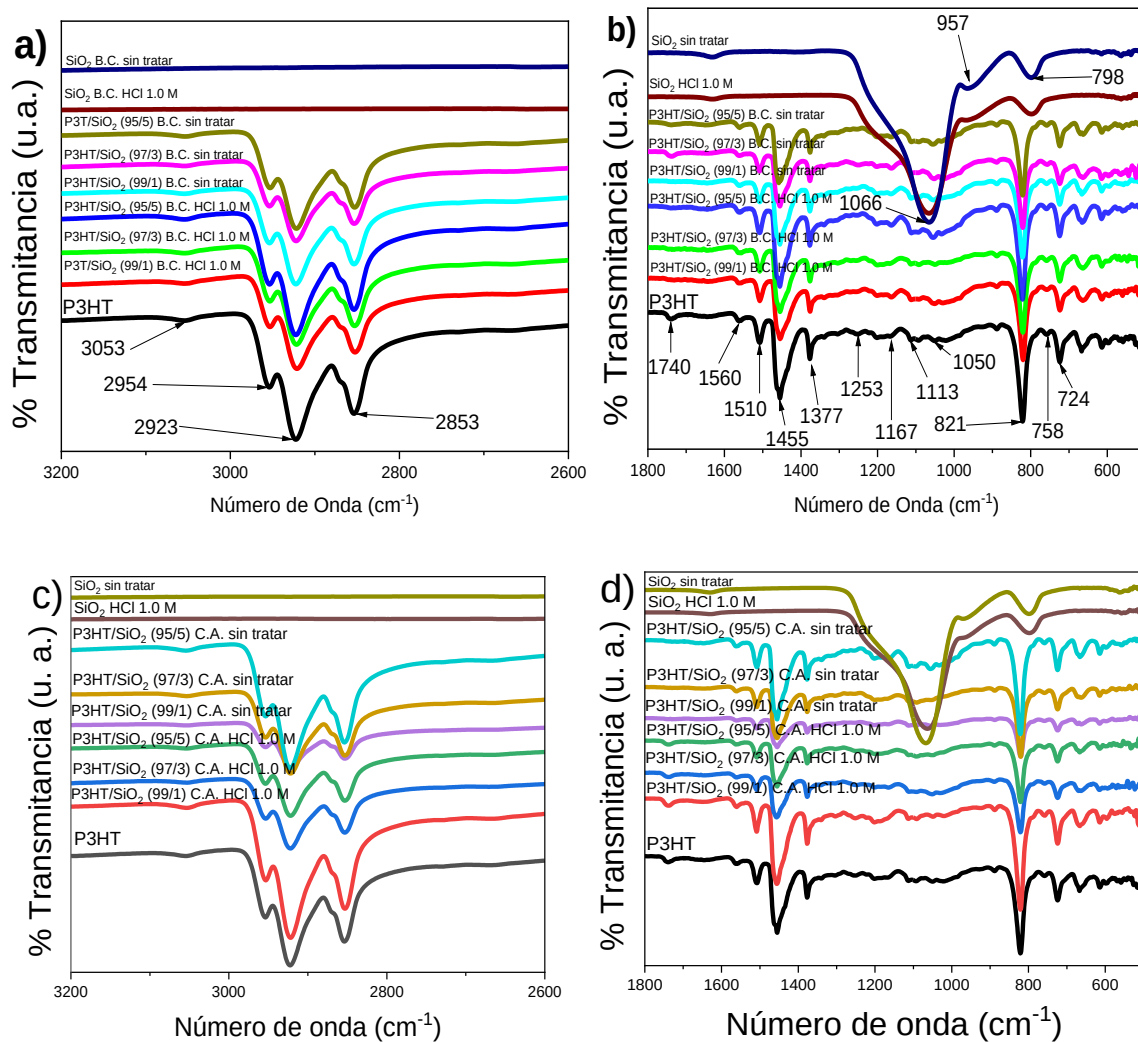


Figura 35. Espectros FTIR de SiO_2 , P3HT y compósitos de P3HT/ SiO_2 con diferentes concentraciones de SiO_2 : extraído de BC a) 3200-2600 cm^{-1} , b) 1800-500 cm^{-1} ; extraído de CA c) 3200-2600 cm^{-1} , d) 1800-500 cm^{-1} .

Tabla 13. Indicativo de la longitud de conjugación

Número de síntesis/Material	Material	Indicativo de longitud de conjugación (I_{sim}/I_{asim})	Mayor o menor indicativo	Relación I_{1455}/I_{1377}
1	P3HT	3.29	Referencia	2.55
2	P3HT/SiO ₂ (99/1) BC sin tratar	3.26	Menor	2.86
3	P3HT/SiO ₂ (97/3) BC sin tratar	3.05	Menor	2.83
4	P3HT/SiO ₂ (95/5) BC sin tratar	2.81	Menor	2.64
5	P3HT/SiO ₂ (99/1) BC HCl 1.0 M	2.76	Menor	3.25
6	P3HT/SiO ₂ (97/3) BC HCl 1.0 M	2.82	Menor	2.93
7	P3HT/SiO ₂ (95/5) BC HCl 1.0 M	3.25	Menor	3.06
8	P3HT/SiO ₂ (99/1) CA sin tratar	3.10	Menor	2.89
9	P3HT/SiO ₂ (97/3) CA sin tratar	2.74	Menor	2.55
10	P3HT/SiO ₂ (95/5) CA sin tratar	3.53	Mayor	2.39
11	P3HT/SiO ₂ (99/1) CA HCl 1.0 M	2.86	Menor	2.35
12	P3HT/SiO ₂ (97/3) CA HCl 1.0 M	3.29	Igual	2.27
13	P3HT/SiO ₂ (95/5) CA HCl 1.0 M	3.17	Menor	2.63

4.3.4 ESPECTROSCOPIA UV-Vis

4.3.4.1 ABSORBANCIA

Para la presente evaluación se emplearon muestras de SiO₂, P3HT y compósitos P3HT/SiO₂ depositados sobre sustratos adecuados para su análisis espectroscópico. En la fig. 36 (a y b) se presentan los espectros de absorbancia normalizada con el espesor correspondientes a las partículas de SiO₂, al P3HT y a los compósitos P3HT/SiO₂ obtenido a partir de BC (a) y de CA (b). De acuerdo con lo reportado previamente en la literatura, las partículas de SiO₂ exhiben absorción en la región ultravioleta, particularmente a longitudes de onda menores a 400 nm [33,34], lo cual se asocia a transiciones electrónicas propias de este material inorgánico. Por su

parte, el espectro del P3HT mostró un máximo de absorción ubicado en 493 nm, el cual se atribuye a la transición electrónica $\pi-\pi^*$. Los valores de longitud de onda correspondientes al pico de absorción máxima tanto del P3HT como de los compósitos P3HT:SiO₂ se presentan en la tabla 14.

La incorporación de SiO₂ en la matriz polimérica generó un incremento en la intensidad de la banda $\pi-\pi^*$, lo cual sugiere modificaciones en la organización estructural del polímero. Este aumento en la intensidad puede relacionarse con un mayor grado de empaquetamiento de las cadenas poliméricas, favorecido por las interacciones entre las nanopartículas de SiO₂ y las cadenas de P3HT. En el caso de los materiales sintetizados a partir de SiO₂ obtenido de BC, se observó un desplazamiento del máximo de absorción correspondiente a la transición $\pi-\pi^*$ hacia longitudes de onda mayores en los compósitos con contenidos de SiO₂ del 1 % y 3 % en peso con pretratamiento ácido, así como en el material con 5 % en peso sin tratamiento ácido. De manera similar, para los compósitos elaborados con SiO₂ proveniente de CA, el corrimiento hacia longitudes de onda más largas se presentó en las muestras con 1 % y 3 % en peso sin pretratamiento ácido y en la muestra con 1 % en peso tratada con HCl 1.0 M. Este desplazamiento batocrómico se asocia a un incremento en la conjugación π del sistema, a un mejor apilamiento de las cadenas poliméricas y a una disminución en la brecha de energía (*band gap*) del material [148-151]. Cabe destacar que estas mismas muestras corresponden a aquellas que presentaron una mayor longitud de conjugación de acuerdo con los resultados obtenidos mediante espectroscopía FTIR, lo que confirma la coherencia entre ambas técnicas de caracterización.

Adicionalmente, la banda de absorción $\pi-\pi^*$ de los compósitos mostró una mejor definición del hombro vibrónico alrededor de 612 nm, particularmente en sistemas con mayores concentraciones de SiO₂, destacando los compósitos con 5 % en peso sin tratamiento ácido para ambas materias primas. Este comportamiento indica un mayor grado de ordenamiento estructural en las cadenas del polímero dentro de los compósitos. Dicho resultado es consistente con lo observado en FTIR, donde se evidenció un incremento en la longitud de conjugación respecto al P3HT puro. En conjunto, estos hallazgos ponen de manifiesto la interacción efectiva entre el SiO₂ y las cadenas de P3HT, así como la formación de estructuras más compactas y organizadas en la fase condensada del material [152-154].

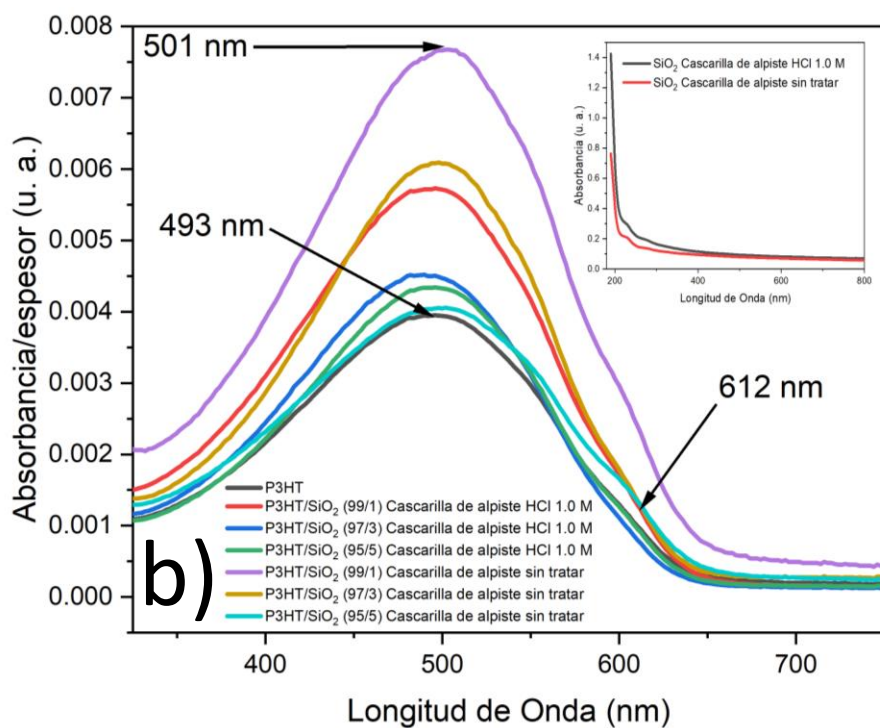
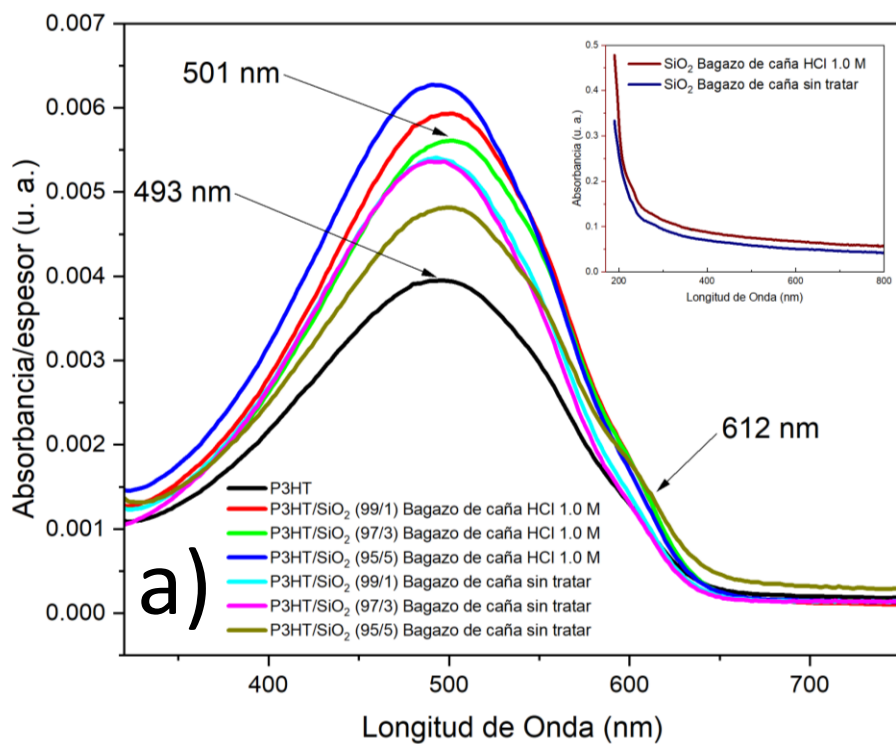


Figura 36. Espectro UV-Vis de películas de P3HT y de los compósitos P3HT/SiO₂, espectros del SiO₂ en agua como solvente (inserción): a) BC con y sin tratamiento ácido y b) CA con y sin tratamiento ácido.

Tabla 14. Picos de absorbancia máxima y *band gap*

Número de síntesis/ Material	Muestra	Pico de absorbancia máxima, (nm)	<i>Band gap</i> calculado por el método de Tauc, (eV)
1	P3HT	493	2.00
2	P3HT/SiO ₂ (99/1) BC sin tratar	492	1.99
3	P3HT/SiO ₂ (97/3) BC sin tratar	491	1.99
4	P3HT/SiO ₂ (95/5) BC sin tratar	499	1.96
5	P3HT/SiO ₂ (99/1) BC HCl 1.0 M	500	1.98
6	P3HT/SiO ₂ (97/3) BC HCl 1.0 M	501	1.98
7	P3HT/SiO ₂ (95/5) BC HCl 1.0 MM	492	1.99
8	P3HT/SiO ₂ (99/1) CA sin tratar	502	1.90
9	P3HT/SiO ₂ (97/3) CA sin tratar	494	1.91
10	P3HT/SiO ₂ (95/5) CA sin tratar	500	1.92
11	P3HT/SiO ₂ (99/1) CA HCl 1.0 M	494	1.91
12	P3HT/SiO ₂ (97/3) CA HCl 1.0 M	488	1.91
13	P3HT/SiO ₂ (95/5) CA HCl 1.0 M	492	1.91

4.3.4.2 CÁLCULO DEL *BAND GAP*

La brecha de energía se calculó utilizando el método de Tauc. La ley de Tauc, generada originalmente para semiconductores amorfos, establece una relación entre la energía del fotón incidente y el coeficiente de absorción óptica (α), expresada en la ecuación 4 “Ley de Tauc”.

$$Ec. 4, (\alpha h\nu)^{1/n} = A(h\nu - E_g)$$

Donde h corresponde a la constante de Planck

ν representa la frecuencia del fotón

E_g es la energía de la banda prohibida (*band gap*) y

n es un parámetro que caracteriza el tipo de transición electrónica ($n = 1/2$ en transiciones directas permitidas y $n = 2$ en transiciones indirectas).

La determinación experimental de E_g se realiza mediante espectroscopía UV-Vis: a partir de los datos de absorbancia se construye la gráfica de Tauc, donde se representa $(\alpha h\nu)^{1/n}$ en función de $h\nu$, y el valor de la brecha energética se obtiene extrapolando la región lineal de la curva hasta interceptar el eje de energía. Para aplicar correctamente este método, es fundamental diferenciar la absorción interbanda de otras contribuciones secundarias que pueden generar errores sistemáticos en su estimación, [155].

Los resultados se presentan en la tabla 14, los cuales mostraron que la brecha energética disminuyó al incorporar SiO_2 en el P3HT. El gap de energía de los compósitos elaborados con CA mostraron un menor gap de energía que los elaborados con BC. La brecha energética más pequeña la presentó el compósito con un 5 % en peso de SiO_2 sin tratamiento para el caso del BC y el compósito con el 1 % en peso de SiO_2 sin tratamiento para la CA. Según la bibliografía, una brecha energética más baja indica que hay una longitud de conjugación más larga [156], lo que concuerda con los resultados de la caracterización FTIR, ya que la adición de SiO_2 a los compósitos contribuyó a alargar la longitud de conjugación.

4.3.5 CARACTERIZACIÓN POR DIFRACCIÓN DE RAYOS X (DRX)

Con la finalidad de analizar la estructura cristalina de los compósitos P3HT: SiO_2 , se realizó la caracterización de difracción de rayos X. Los patrones XRD de SiO_2 , P3HT y P3HT: SiO_2 se muestran en la fig. 37 (a y b). Las partículas de SiO_2 tratadas y sin tratar mostraron un pico de difracción amplio en $2\theta=23^\circ$, lo que confirma la estructura amorfa de las partículas de sílice, un patrón que ya se ha descrito anteriormente [142, 143]. El polímero P3HT mostró un pico de difracción amplio con picos de difracción 2θ definidos de $10,5^\circ$, $16,2^\circ$ y 23° , atribuidos a los índices de Miller (2 0 0), (3 0 0) y (1 2 0), respectivamente, identificados con la tarjeta P3HT: 00–054-2080 (sistema cristalino: ortorrómbico). El pico amplio también mostró dos picos de difracción adicionales a $27,8^\circ$ y $38,8^\circ$, probablemente debido a un sistema cristalino P3HT diferente. Cabe mencionar que el pico de difracción a 23° fue el más nítido e intenso, lo que hace referencia a la orientación preferencial de las cadenas de polímeros en el plano (1 2 0). Los difractogramas sugieren una estructura semicristalina del P3HT, con una estructura cristalina compuesta por cadenas principales planas apiladas unas sobre otras [157].

Los compósitos P3HT/SiO₂ presentan los mismos picos que el P3HT, pero más definidos (excepto el pico en 2θ de $27,8^\circ$), lo que indica un mejor ordenamiento de las cadenas poliméricas. El pico de 23° es una superposición de una de las difracciones del P3HT y las partículas de SiO₂. Estos resultados son consistentes con los presentados en UV-Vis, donde se observa que aparecen señales de acoplamiento vibrónico en los compósitos debido a un mejor ordenamiento de las cadenas.

Los difractogramas correspondientes a los compósitos sin tratamiento ácido muestran indicios de la formación de un pico de difracción en el ángulo $2\theta < 7^\circ$, cuanto mayor es la concentración de SiO₂, mayor es la definición, lo que probablemente indica una mayor presencia de SiO₂ en dichos compósitos.

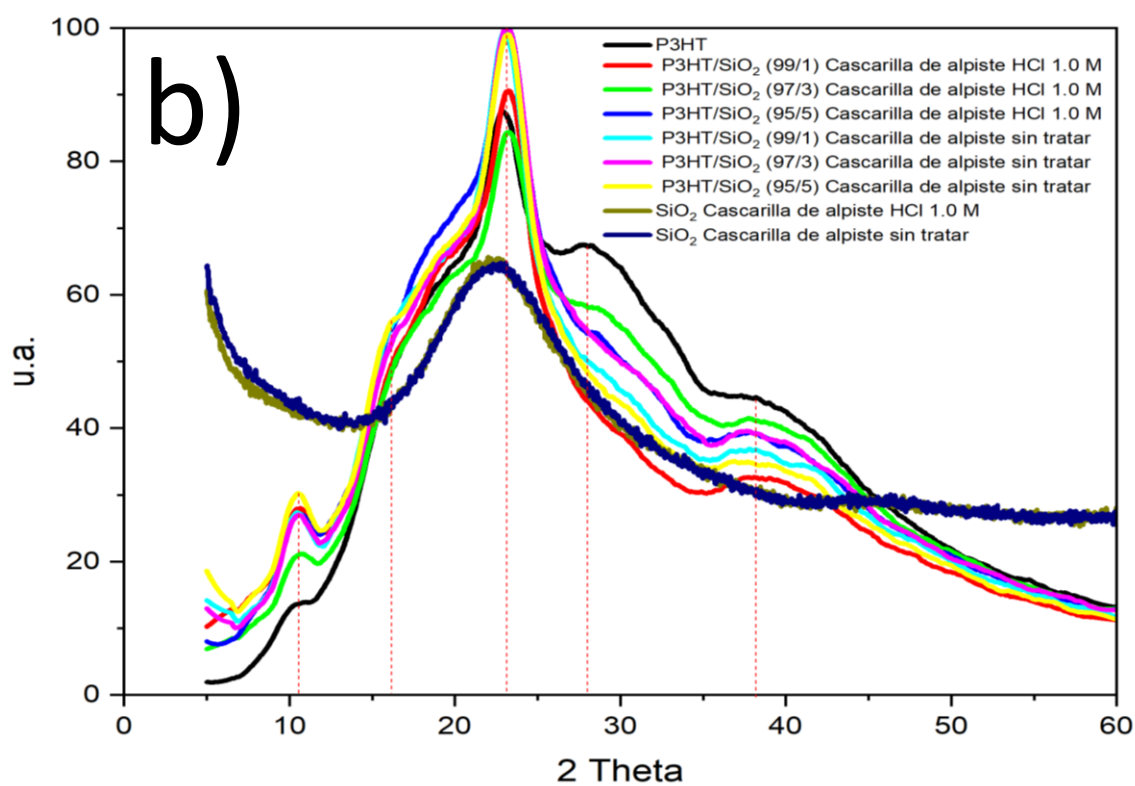
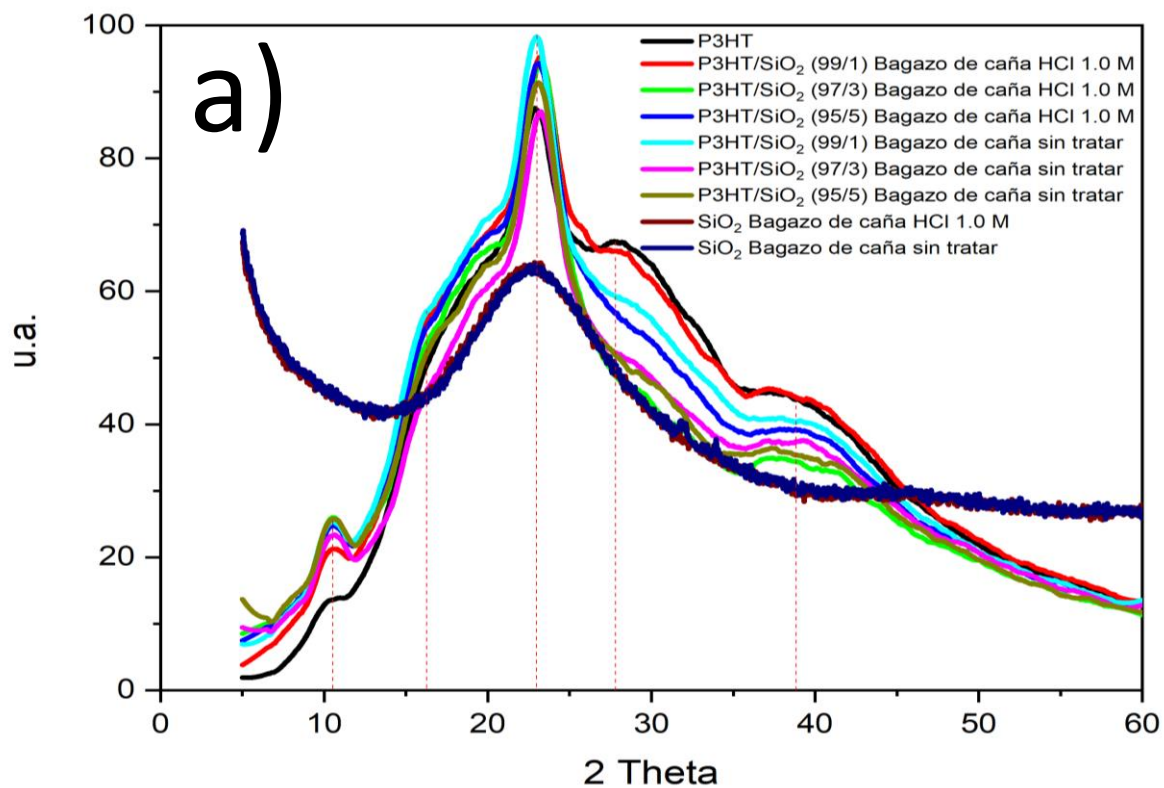


Figura 37. Difractogramas de difracción de rayos X de SiO_2 , P3HT y compósitos de P3HT/ SiO_2 : a) BC y b) CA, con diferentes concentraciones de SiO_2 .

En los compósitos basados en SiO_2 extraído de BC, la mayor definición del pico ubicado a 23° se observó con 1% de carga sin pretratamiento ácido, mientras que en los compósitos con SiO_2 de CA, dicha definición fue máxima con 3% y con 1% sin tratar. Probablemente las muestras sin tratar presentaron la mayor definición debido a la mayor incorporación de SiO_2 en los compósitos.

El mayor cambio en intensidad del pico a 23° entre el P3HT y los compósitos fue de 5.41 u.a. para los compósitos a base de SiO_2 de BC y de 8.39 u.a. para los compósitos a base de SiO_2 de CA, mostrando un mayor cambio los segundos, lo que indica que en dichos compósitos se tiene un mayor ordenamiento de cadenas en el plano (1 2 0). Esta diferencia sugiere que la morfología y química superficial del SiO_2 , determinadas por su fuente de origen, modulan la interacción interfacial con las cadenas del polímero. Pareciera que el pretratamiento ácido, disminuye la organización estructural detectable por XRD, al eliminar grupos silanoles y residuos orgánicos superficiales parece reducir la compatibilidad con la matriz de P3HT, comportamiento consistente con lo reportado para compósitos de polímeros con nanopartículas de silica funcionalizadas [158].

4.3.6 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

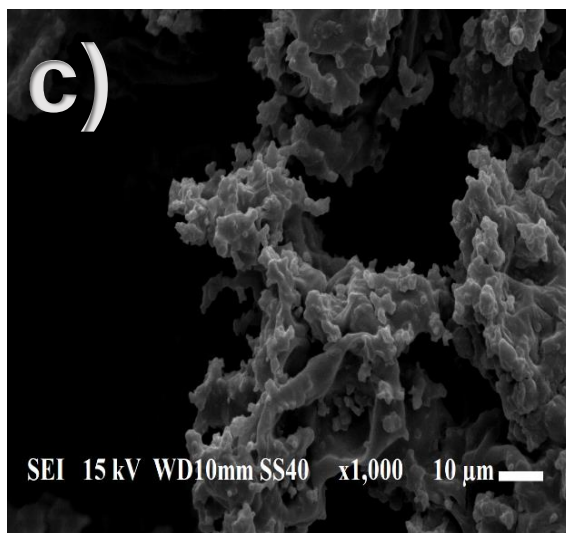
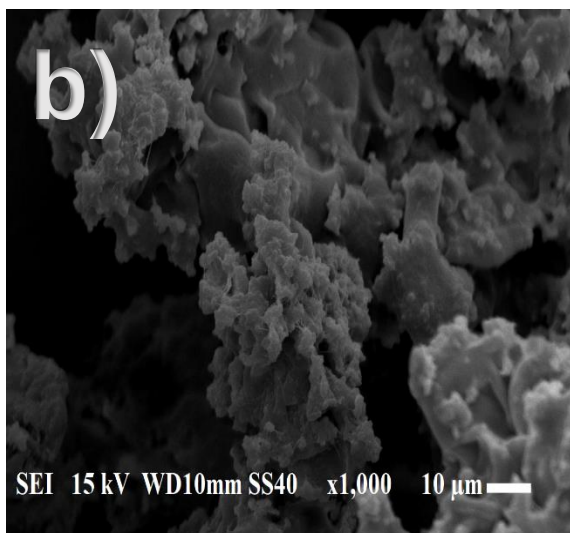
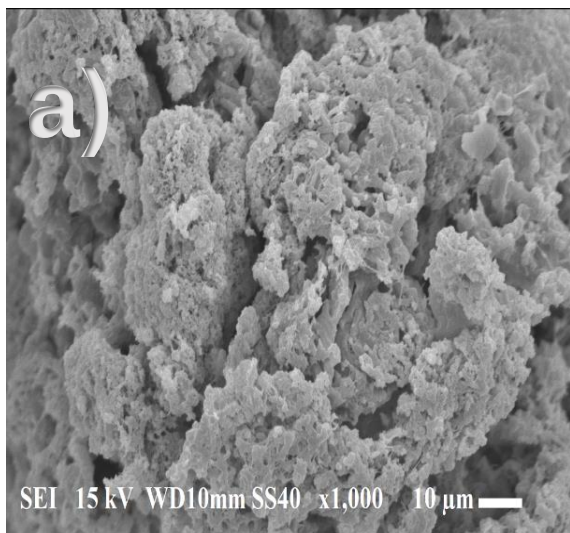
La morfología del P3HT y de los compósitos fue evaluada mediante microscopía electrónica de barrido (SEM), los resultados obtenidos se presentan en la fig. 38. En el caso del P3HT prístino (fig. 38, a), se observa una morfología caracterizada por la formación de aglomerados de partículas que generan una superficie con alta porosidad y marcada irregularidad.

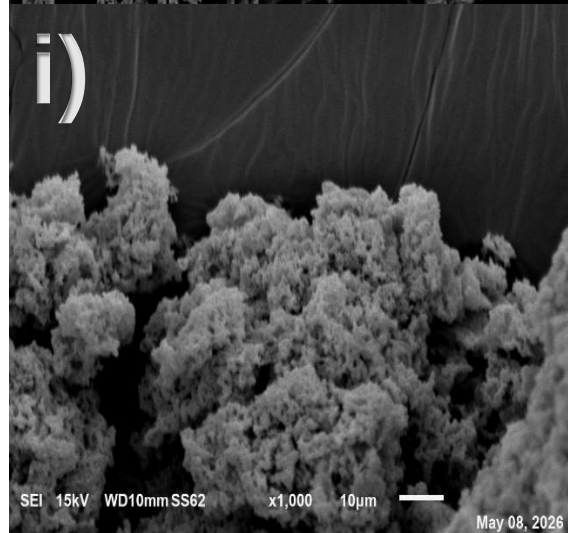
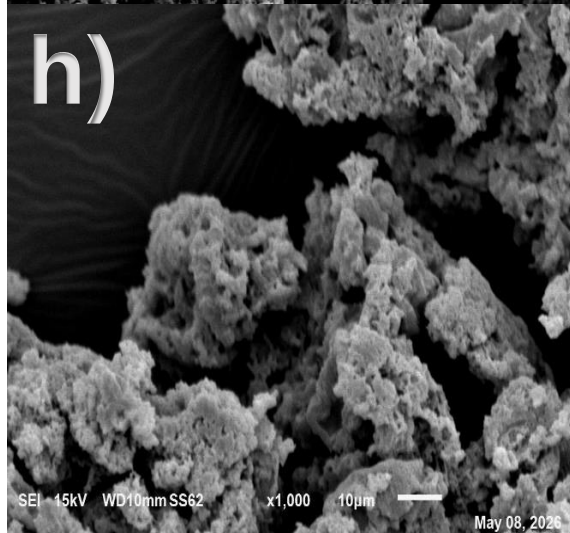
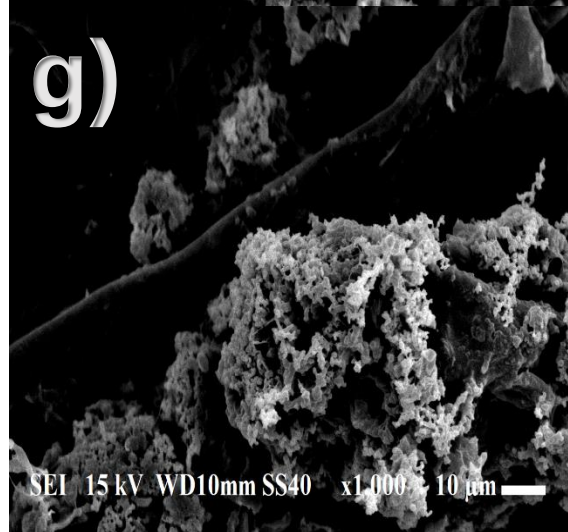
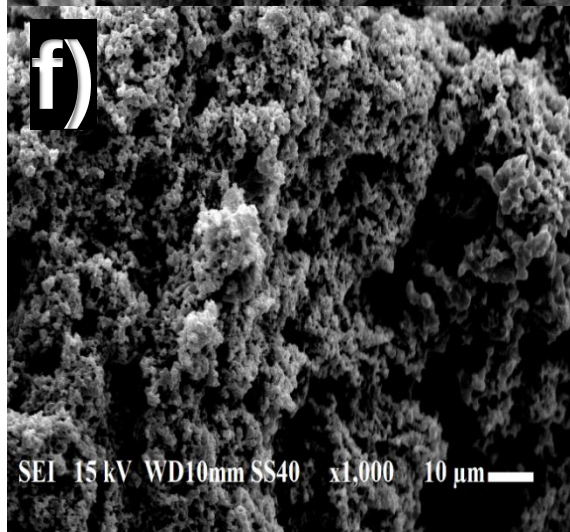
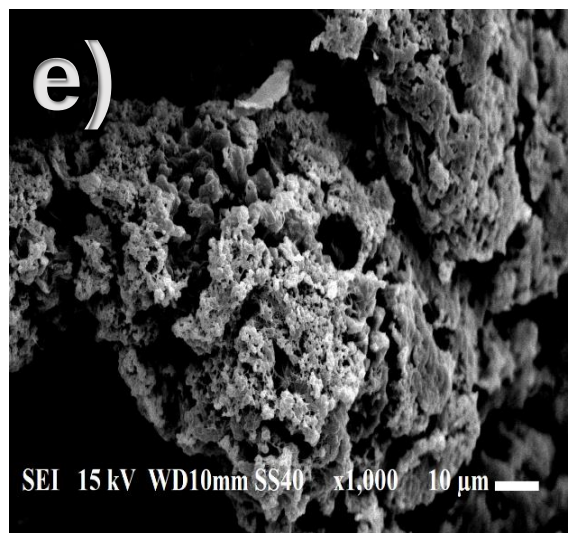
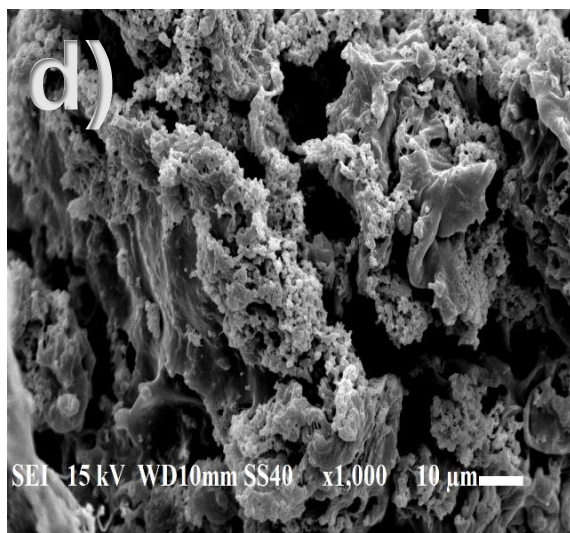
Para los compósitos P3HT/ SiO_2 sintetizados a partir de SiO_2 de BC sometidos a tratamiento con HCl (fig. 38, d–f), se identifica igualmente una morfología de tipo granular con características porosas, aunque en este caso se distinguen regiones parcialmente cubiertas por una película de apariencia más lisa. En particular, la muestra con mayor concentración de SiO_2 presenta una disminución en el tamaño de partícula junto con un incremento en la extensión de las zonas granulares porosas que no están recubiertas por dicha película superficial. En contraste, los compósitos obtenidos a partir de SiO_2 de BC sin tratamiento ácido (fig. 38 g–i) exhiben una morfología predominantemente granular y porosa, sin evidenciar la formación de una película

continúa, lo que sugiere una incorporación más homogénea de la fase inorgánica dentro de la matriz polimérica. Este comportamiento es consistente con los resultados obtenidos mediante análisis DRX, donde se observó una mayor presencia relativa de SiO_2 en los compósitos elaborados con material sin tratar, evidenciada por la aparición del pico de difracción en $2\theta < 7^\circ$ en DRX. Dichos cambios en la morfología se atribuyen a interacciones entre los orbitales π del anillo de tiofeno y los componentes inorgánicos incorporados, lo que influye en la organización estructural del sistema [159]. La morfología observada en los compósitos tratados presenta similitudes con la reportada por Vergara et al. [3] para sistemas P3HT/ SiO_2 obtenidos a partir de cascarilla de arroz, donde se identificó que las nanopartículas y agregados de sílice se encuentran encapsulados por la matriz polimérica.

Para el caso de los compósitos preparados con SiO_2 de CA se presentan morfologías semejantes a las de BC, observándose una zona lisa en los compósitos al 5% con tratamiento ácido (fig. 38 j) y 1% sin tratamiento (fig. 38 k), mientras que el compósito con 3% de SiO_2 sin tratamiento (fig. 38 l) muestra un comportamiento más compacto. Finalmente, todas las muestras de SiO_2 de CA sin tratamiento ácido exhiben la presencia de fibras alargadas, las cuales podrían ser de celulosa proveniente del papel filtro utilizado para los enjuagues que se les realizaron a los polímeros después de la síntesis.

En conjunto, los resultados indican que la incorporación de SiO_2 en el P3HT conduce a la formación de estructuras con mayor porosidad, lo cual puede resultar favorable para aplicaciones en dispositivos electrocrómicos, ya que un incremento en el área de contacto con el electrolito puede contribuir a mejorar el desempeño del sistema.





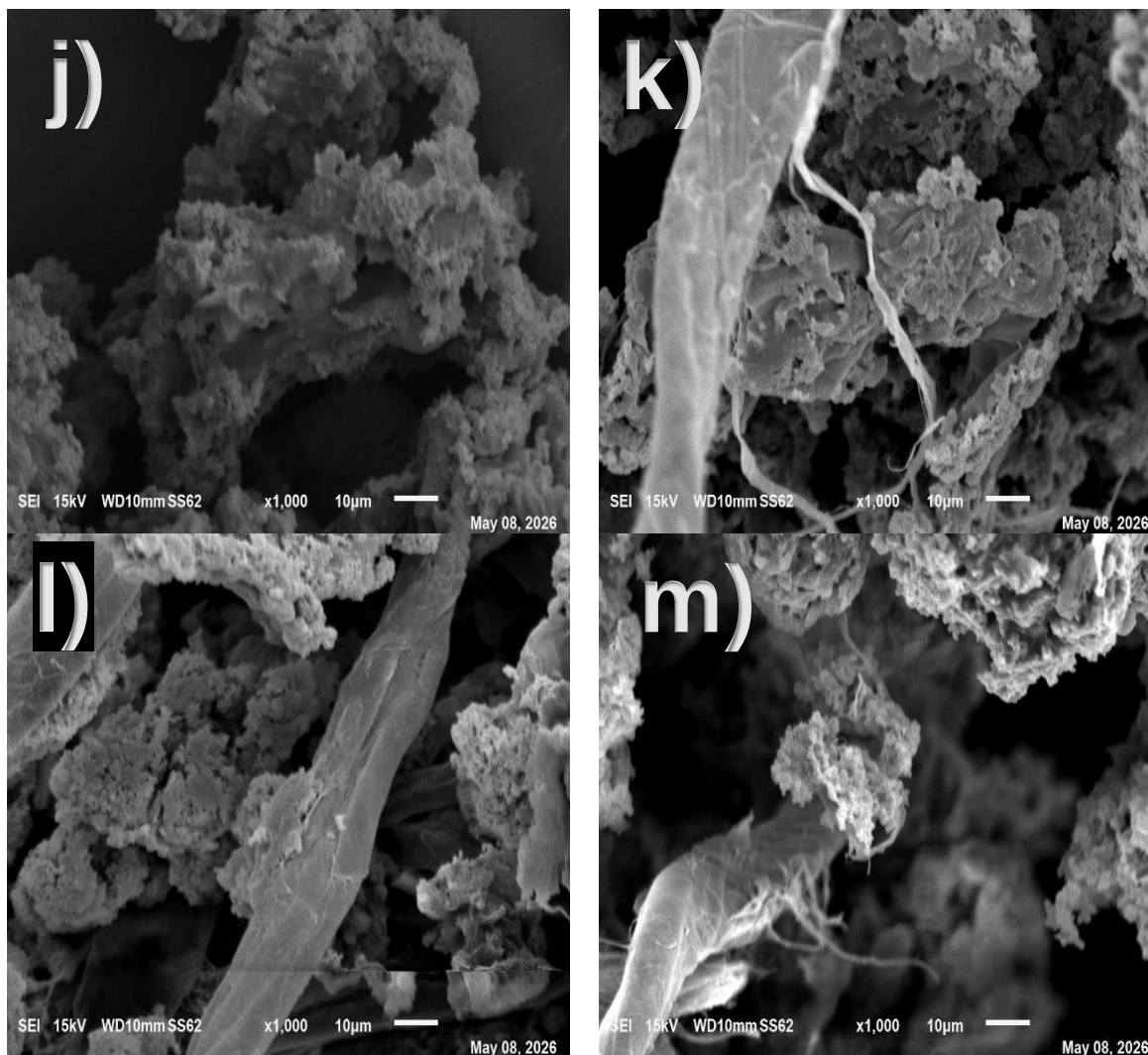


Figura 38. SEM de a) P3HT, b) P3HT/SiO₂ (99/1) BC HCl 1.0 M, c) P3HT/SiO₂ (97/3) BC HCl 1.0M, d) P3HT/SiO₂ (95/5) BC HCl 1.0 M, e) P3HT/SiO₂ (99/1) BC sin tratar, f) P3HT/SiO₂ (97/3) BC sin tratar, g) P3HT/SiO₂ (95/5) BC sin tratar, h) P3HT/SiO₂ (99/1) CA HCl 1.0 M, i) P3HT/SiO₂ (97/3) CA HCl 1.0 M, j) P3HT/SiO₂ (95/5) CA HCl 1.0 M, k) P3HT/SiO₂ (99/1) CA sin tratar, l) P3HT/SiO₂ (97/3) CA sin tratar, m) P3HT/SiO₂ (95/5) CA sin tratar

4.3.6.1 ESPECTROSCOPIA ENERGÍA DISPERSA (EDS)

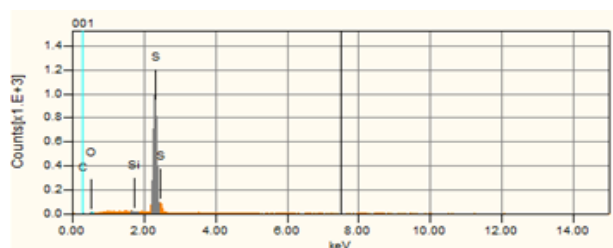
Los compósitos de P3HT con SiO₂ fueron evaluados mediante espectroscopía de luz dispersa. Este análisis sirvió para identificar los elementos químicos presentes en los materiales, los cuales fueron C, S, Si y O, lo que confirmó la presencia de SiO₂ en los polímeros sintetizados. Se calcularon las relaciones molares S/Si para cada compósito, y los resultados se presentan en la tabla 15. Los resultados mostraron que, para el caso de los materiales con SiO₂ de BC, la incorporación de SiO₂ en P3HT fue mayor en los compósitos con SiO₂ sin tratar, lo que

concuenda con los resultados de la difracción de rayos X, mientras que para los materiales preparados con SiO₂ de CA, los que tuvieron pretratamiento ácido presentaron mayor presencia de SiO₂. Como era de esperar, las relaciones molares disminuyeron a medida que aumentaba el contenido de SiO₂ para casi todos los compósitos excepto en los compósitos con SiO₂ de BC tratado con ácido, en los cuales esta relación aumentó.

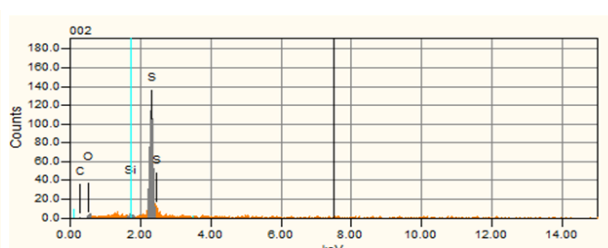
Tabla 15. Relación atómica S/Si en compósitos P3HT/SiO₂

Número de material	Muestra Compósitos (relación peso 3HT/SiO ₂)	Relación molar S/Si
1	P3HT/SiO ₂ (99/1) BC HCl 1.0 M	588.5
2	P3HT/SiO ₂ (97/3) BC HCl 1.0 M	759.71
3	P3HT/SiO ₂ (95/5) BC HCl 1.0 M	1004.83
4	P3HT/SiO ₂ (99/1) BC sin tratar	139.79
5	P3HT/SiO ₂ (97/3) BC sin tratar	117.37
6	P3HT/SiO ₂ (95/5) BC sin tratar	104.89
7	P3HT/SiO ₂ (99/1) CA HCl 1.0 M	78.42
8	P3HT/SiO ₂ (97/3) CA HCl 1.0 M	73.68
9	P3HT/SiO ₂ (95/5) CA HCl 1.0 M	32.76
10	P3HT/SiO ₂ (99/1) CA sin tratar	291.23
11	P3HT/SiO ₂ (97/3) CA sin tratar	129.09
12	P3HT/SiO ₂ (95/5) CA sin tratar	26.50

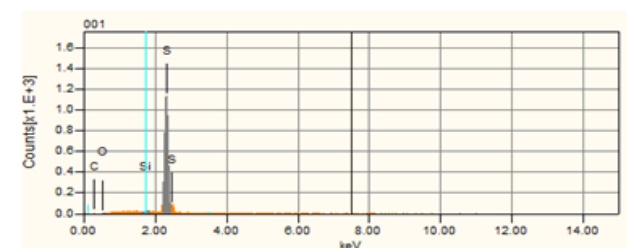
En la fig. 39 se presentan los espectros EDS de los compósitos que muestran las señales correspondientes a la aparición del Si y O, las cuales concuerdan con lo reportado previamente en la literatura [160].



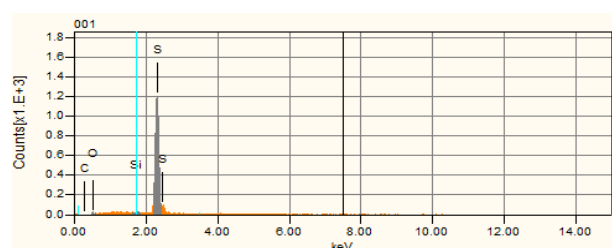
a) P3HT/SiO₂ (99/1) BC HCl 1.0 M



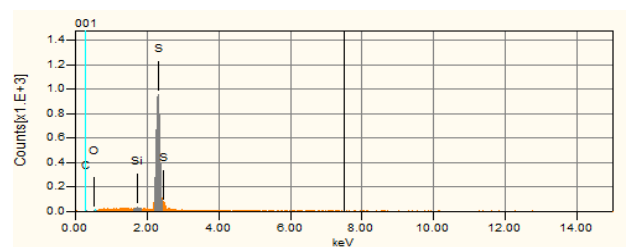
b) P3HT/SiO₂ (97/3) BC HCl 1.0 M



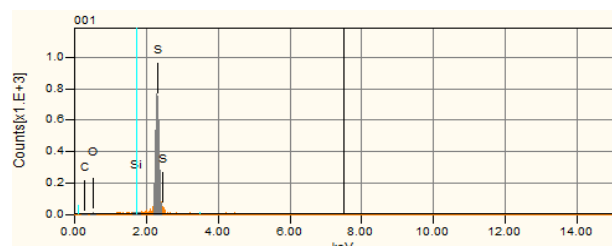
c) P3HT/SiO₂ (95/5) BC HCl 1.0 M



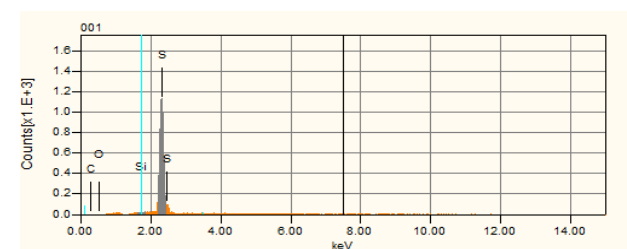
d) P3HT/SiO₂ (99/1) BC ST



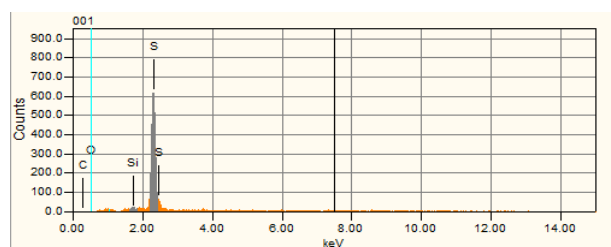
e) P3HT/SiO₂ (97/3) BC ST



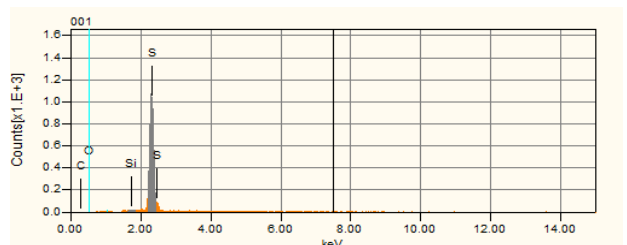
f) P3HT/SiO₂ (95/5) BC ST



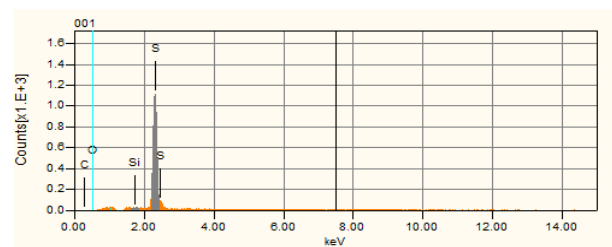
g) P3HT/SiO₂ (99/1) CA HCl 1.0 M



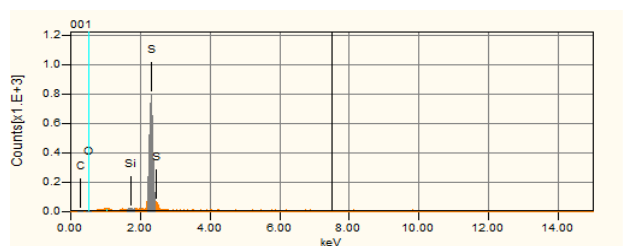
h) P3HT/SiO₂ (97/3) CA HCl 1.0 M



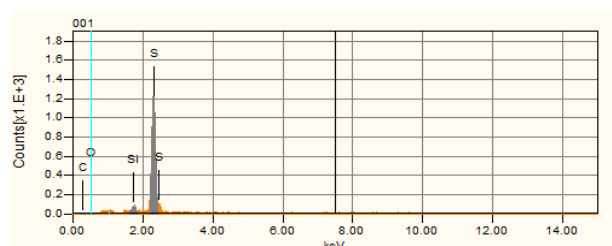
i) P3HT/SiO₂ (95/5) CA HCl 1.0 M



j) P3HT/SiO₂ (99/1) CA ST



k) P3HT/SiO₂ (97/3) CA ST



l) P3HT/SiO₂ (95/5) CA ST

Figura 39. Espectros EDS de los compósitos P3HT/SiO₂ BC: 1 % en peso de SiO₂ HCl 1.0 M a), 3 % en peso de SiO₂ HCl 1.0 M b), 5 % en peso de SiO₂ HCl 1.0 M c), 1 % en peso de SiO₂ sin tratar d), 3 % en peso de SiO₂ sin tratar e), 5 % en peso de SiO₂ sin tratar f); compósitos P3HT/SiO₂ CA: 1 % en peso de SiO₂ HCl 1.0 M g), 3 % en

peso de SiO₂ HCl 1.0 M h), 5 % en peso de SiO₂ HCl 1.0 M i), 1 % en peso de SiO₂ B.C. sin tratar j), 3 % en peso de SiO₂ B.C. sin tratar k) y 5 % en peso de SiO₂ B.C. sin tratar l).

4.3.7 CARACTERIZACIÓN ELECTROQUÍMICA

La fig. 40 muestra los voltamogramas obtenidos para las películas sobre vidrio ITO de P3HT y los compósitos P3HT y SiO₂ extraídos de BC (a) y de CA (b). Los voltamogramas presentaron un patrón similar: el P3HT prístino muestra un pico de oxidación a 0,71 V, mientras que en la etapa de reducción presenta un pico a 0,40 V. En el caso de los compósitos, no se observaron nuevos picos de oxidación o reducción, pero se presentó una variación en el potencial de los picos máximos. Los voltamogramas cíclicos de los compósitos P3HT/SiO₂ revelan que la incorporación de SiO₂ modifica significativamente el comportamiento electroquímico del polímero, sin generar nuevos procesos redox, lo que indica que la naturaleza semiconductora del P3HT se preserva en la matriz de los compósitos. El desplazamiento del pico de oxidación hacia potenciales más bajos respecto al P3HT prístino (0.71 V) sugiere que la presencia del SiO₂ facilita la ionización de las cadenas poliméricas, fenómeno atribuible a una mayor porosidad de la película que favorece la difusión iónica del electrolito hacia los dominios electroactivos del polímero. Dicho comportamiento coincide con estudios previos en electrodos porosos, en los cuales el aumento de la porosidad promueve una mayor área electroactiva y una menor resistencia al transporte de carga, favoreciendo procesos redox a menores potenciales [161].

Así mismo, el pico de reducción cambió de potencial, en este caso, hacia uno más alto (0,47 V), para todos los compósitos, siendo esta la reacción inversa en el ciclo de la voltamperometría, mediante la cual las cadenas oxidadas recuperan el electrón y vuelven a su estado neutro, por lo que, si el pico se desplaza a un potencial más alto, significa que en el barrido de potencial inverso la reducción ocurre antes en los compósitos en comparación con el P3HT prístino. Esta característica es crucial en el desempeño de los dispositivos electrocrómicos y se observa en el análisis de cinética óptica que es discutida más adelante.

Cabe mencionar que para el caso de los compósitos elaborados con SiO₂ de BC, el compósito con un 1 % en peso de SiO₂ tratado mostró el pico de oxidación más amplio mientras que, en los compósitos elaborados con SiO₂ extraído de CA, el compósito que presentó el pico de oxidación más amplio fue el de 1% en peso con SiO₂ sin tratar. Un pico más ancho implica una

mayor diversidad de dominios electroactivos accesibles, lo que puede interpretarse como una interacción más extensa entre el SiO_2 y las cadenas del P3HT que redistribuye y amplía el rango energético de oxidación. En este sentido, la densidad de carga alcanzada en el proceso de oxidación —proporcional al área bajo la curva— es un indicador directo de la cantidad de cadenas poliméricas efectivamente oxidadas: una mayor densidad de carga refleja un mayor número de sitios electroactivos accesibles, lo que se asocia a una mejor difusión iónica y una interacción P3HT- SiO_2 más eficiente. Los dominios cristalinos presentan mayor concentración de dopante y mayor conductividad eléctrica local en comparación con los dominios amorfos [162] por lo que un SiO_2 que preserve o promueva la cristalinidad local del P3HT resultará en mayor densidad de carga alcanzable, lo que concuerda para el compósito con el 1% de SiO_2 sin tratar de CA, el cual obtuvo una mayor anchura de pico en voltamperometría cíclica y reflejó un pico más definido en el análisis de DRX, así como el compósito con el 1% de SiO_2 de BC tratado con HCl, que igualmente fue el de mayor anchura de pico y presentó una mayor longitud de conjugación mediante el análisis de FTIR.

Comparando ambas fuentes de SiO_2 , los compósitos basados en BC exhibieron su mayor anchura de pico de oxidación con 1% de SiO_2 tratado ácidamente, mientras que los de CA la alcanzaron con 1% sin pretratamiento. Esta diferencia tiene implicaciones prácticas relevantes. El SiO_2 de BC requiere pretratamiento ácido para alcanzar su interacción óptima con el P3HT, lo que implica un paso adicional en el proceso, pero ofrece ventaja al operar eficazmente a baja concentración de carga (1%), reduciendo el costo de material y minimizando potenciales efectos de aglomeración a una mayor concentración. El SiO_2 de CA, en cambio, resulta funcional sin pretratamiento —simplificando el proceso de síntesis—, aunque su mayor tamaño de partícula implica menor área superficial específica, lo que explica una menor carga de almacenamiento máxima del compósito basado en SiO_2 de CA (10.45 mC/cm^2 , ver tabla 16) en comparación con el de BC (10.96 mC/cm^2 ,², ver tabla 16). Sin embargo, ambas fuentes agroindustriales representan, en conjunto, alternativas viables y de bajo costo para la modificación electroquímica del P3HT, con rutas de optimización diferenciadas según la fuente elegida.

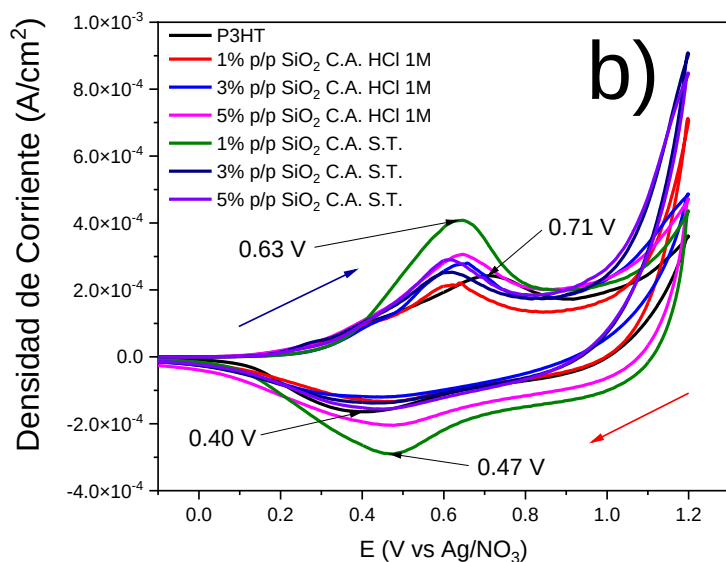
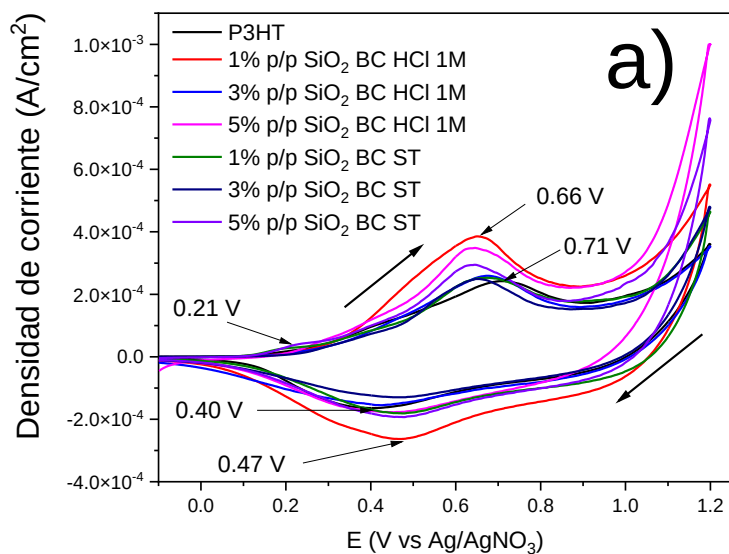


Figura 40. Primer ciclo de voltamperometría cíclica de P3HT y compósitos; las flechas indican la dirección de los ciclos de potencial. El electrolito fue hexafluorofosfato de tetrabutilamonio 0,1 M en acetonitrilo: a) BC con y sin tratamiento y b) CA con y sin tratamiento.

En la fig. 41 se presentan los cambios de color que exhibió la película electrocrómica de P3HT durante el análisis de voltamperometría cíclica. Debido a que el P3HT es un polímero conjugado semiconductor, sus propiedades ópticas están directamente relacionadas con el estado de

oxidación de la cadena polimérica, el cual cambia a medida que se aplica un potencial diferente al polímero. En su estado neutro (0.0 V), la película presenta una coloración roja característica, asociada a la transición electrónica $\pi-\pi^*$ de la cadena conjugada del politiofeno y al aplicar potenciales de oxidación crecientes se comienzan a formar polarones y bipolarones [163] por lo cual, al incrementar el potencial hacia 0.7 V, la película adquiere una coloración negra que corresponde a un estado de dopado intermedio en el que coexisten especies polarónicas y bipolarónicas. Finalmente, a 0.8 V la película adopta una coloración azul característica del estado completamente oxidado (bipolarónico). Estos tres estados cromáticos —rojo (neutro), negro (polaron/bipolaron coexistentes) y azul (bipolaron dominante)— son consistentes con los reportados en la literatura para películas de P3HT [164].



Figura 41. Película de P3HT exhibiendo: a) coloración roja, b) coloración negra y c) coloración azul

La tabla 16 presenta los resultados del almacenamiento de carga (Q_{oxi}) y la relación entre el área de carga y descarga de los materiales (Q_{oxi}/Q_{red}). Los compósitos obtenidos a partir de SiO_2 de BC mostraron una densidad de corriente máxima del pico de oxidación más alta que el P3HT prístino, excepto los compósitos con un 3 % en peso de SiO_2 con y sin tratamiento, y 1 % sin tratamiento, los cuales mostraron una densidad de corriente similar a la del P3HT; mientras que los compósitos con SiO_2 de CA que presentaron menor densidad de corriente en comparación el P3HT fueron los preparados con 1% de SiO_2 tratado y el del 3% sin tratamiento. Cabe señalar que los compósitos elaborados con SiO_2 de CA presentaron en su mayoría, una carga de almacenamiento superior a la del P3HT, excepto el compósito con 1% en peso de SiO_2 tratado con HCl, por otro lado, los compósitos a base de SiO_2 de BC que presentaron menor carga de almacenamiento que el P3HT fueron los preparados con 3% de SiO_2 . Este

fenómeno puede explicarse por la aglomeración de las partículas que pudo haberse efectuado en la preparación de la solución, ya que se ha demostrado que nanopartículas de SiO₂ sin funcionalización superficial puede aglomerarse reduciendo la supresión de carga y disminuyendo las propiedades eléctricas del compuesto [165].

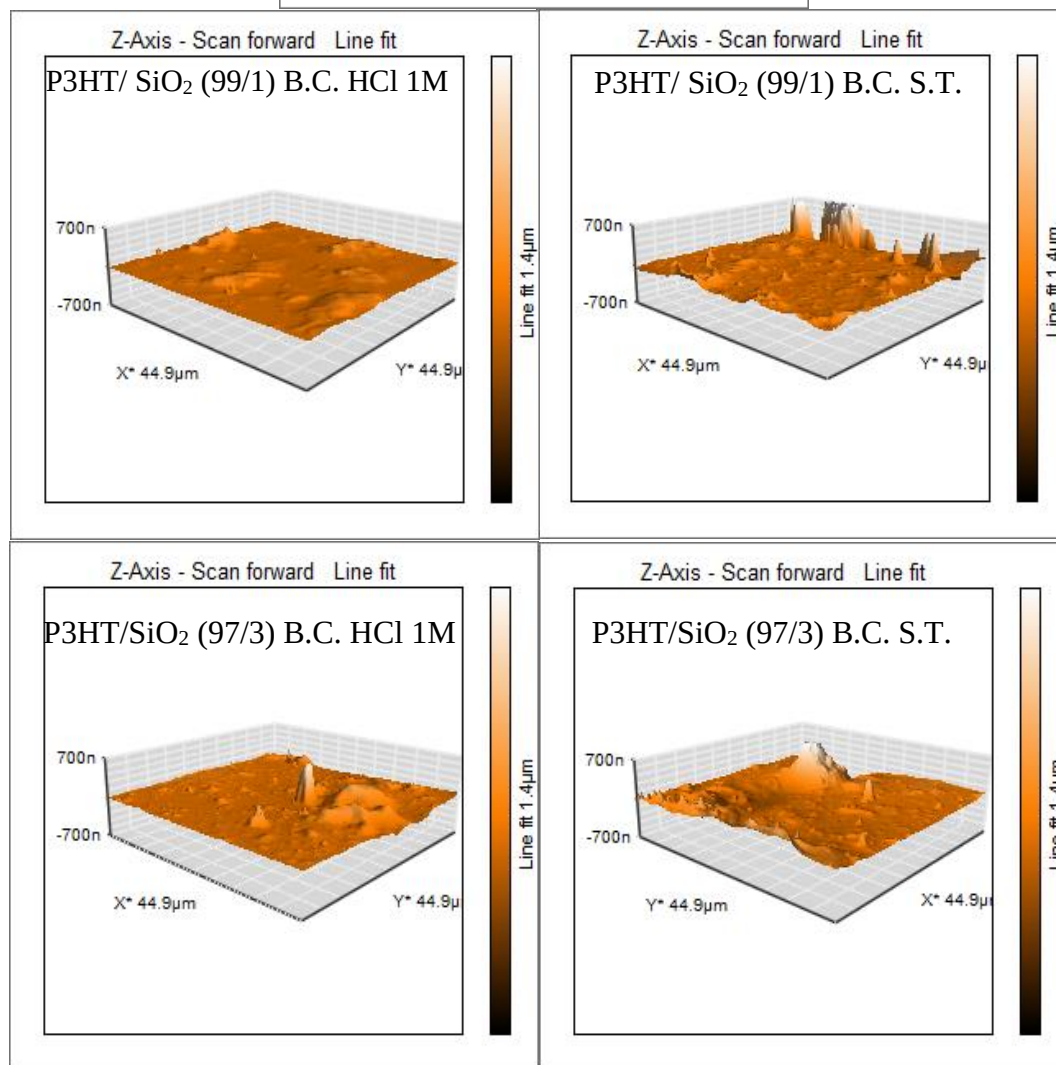
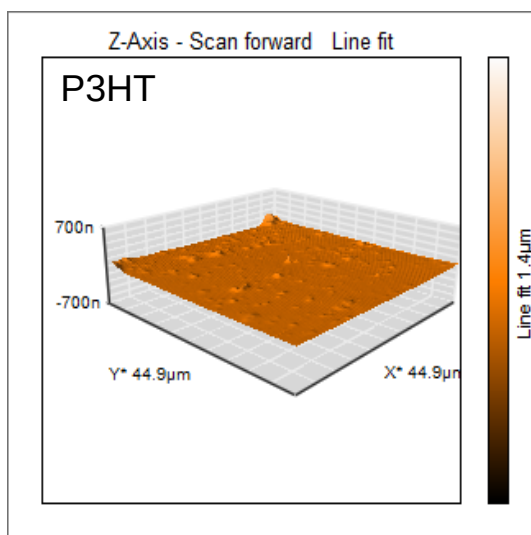
La reversibilidad de los sistemas se calculó utilizando la relación entre el área de carga y descarga de los materiales (Q_{oxi}/Q_{red}), es decir, la relación entre las cargas intercaladas y las desintercaladas; la reversibilidad de las reacciones de intercalación/desintercalación de iones Li⁺ aumenta cuando esta relación se aproxima a 1. La relación Q_{oxi}/Q_{red} en los compósitos con SiO₂ de BC indica que la reversibilidad del sistema aumenta al añadir SiO₂ al P3HT, excepto en los compósitos con un 3 % de SiO₂ sin tratar y un 5 % de SiO₂ tratado. Marchesi y Pereira [166] informaron de que el aumento de la cristalinidad del P3HT aumenta la actividad electroquímica, lo que concuerda con nuestros resultados, ya que, como se ha mencionado anteriormente, la incorporación de SiO₂ en el P3HT aumentó el ordenamiento de las cadenas poliméricas y, en consecuencia, la actividad electroquímica. Sin embargo, la relación (Q_{oxi}/Q_{red}) en los compósitos con SiO₂ de CA, indica que la reversibilidad disminuyó al incorporar el SiO₂, con excepción de los compósitos con 1% de SiO₂ sin tratar y 5% de SiO₂ tratado con HCl, esto podría deberse a que el SiO₂ amorfo posee la capacidad intrínseca de actuar como capa de atrapamiento de iones Li⁺ puesto que se ha demostrado experimentalmente que el SiO₂ puede funcionar como una capa de atrapamiento de iones Li⁺, y que su presencia impide la migración de regreso de los iones Li⁺ hacia el material activo durante el proceso de reducción [167] lo cual podría estar ligado a que su tamaño de partícula el cual es mayor comparado con el SiO₂ extraído de BC.

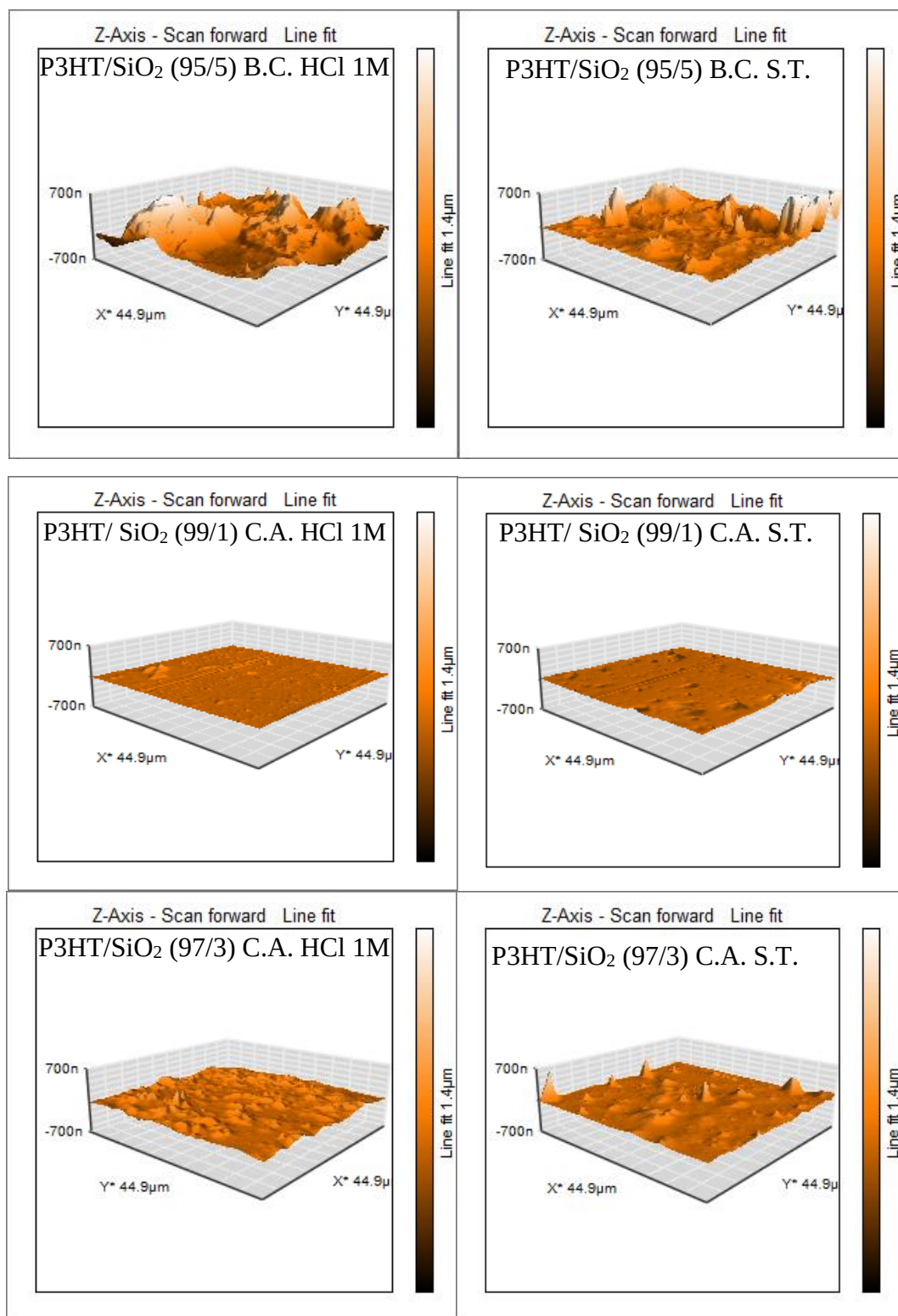
Tabla 16. Resultados de voltamperometría cíclica

Número de síntesis/ Material	Muestra	Almacenamiento de carga (Q_{oxi} , mC/cm ²)	(Q_{oxi}/Q_{red})
1	P3HT	7.25	1.68
2	P3HT/SiO ₂ (99/1) BC sin tratar	7.81	1.52
3	P3HT/SiO ₂ (97/3) BC sin tratar	6.61	1.82
4	P3HT/SiO ₂ (95/5) BC sin tratar	8.68	1.61
5	P3HT/SiO ₂ (99/1) BC HCl 1.0 M	10.96	1.42
6	P3HT/SiO ₂ (97/3) BC HCl 1.0 M	7.14	1.60
7	P3HT/SiO ₂ (95/5) BC HCl 1.0 M	10.38	2.16
8	P3HT/SiO ₂ (99/1) CA sin tratar	10.45	1.27
9	P3HT/SiO ₂ (97/3) CA sin tratar	7.53	2.00
10	P3HT/SiO ₂ (95/5) CA sin tratar	8.15	2.00
11	P3HT/SiO ₂ (99/1) CA HCl 1.0 M	6.27	1.72
12	P3HT/SiO ₂ (97/3) CA HCl 1.0 M	7.44	2.27
13	P3HT/SiO ₂ (95/5) CA HCl 1.0 M	9.61	1.58

4.3.8 MICROSCOPIA DE FUERZA ATÓMICA

Las micrografías obtenidas por AFM se presentan en la fig. 42, y los resultados de rugosidad por área (2016 nm²) se observan en la tabla 17. La adición de SiO₂, sin importar la naturaleza de la materia prima, al P3HT aumenta la rugosidad de la película; se observa que cuanto mayor es la concentración de SiO₂, mayor es la rugosidad y mayor es el número de picos o protuberancias. Esto sugiere que, a medida que aumenta la cantidad de SiO₂, las partículas podrían aglomerarse y formar grumos, lo que daría lugar a un aumento de la rugosidad. Lo anterior verifica la incorporación de SiO₂ en el P3HT. Estos hallazgos concuerdan con el aumento de gránulos y aglomeraciones observado en los análisis SEM al aumentar la concentración de SiO₂.





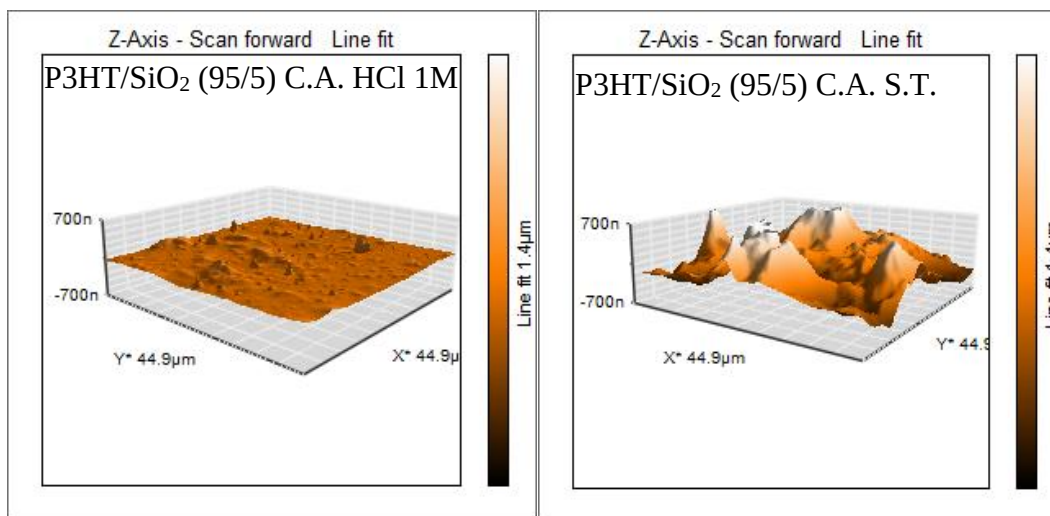


Figura 42. AFM de películas de P3HT y compósitos de P3HT/SiO₂ BC y CA con diferentes concentraciones.

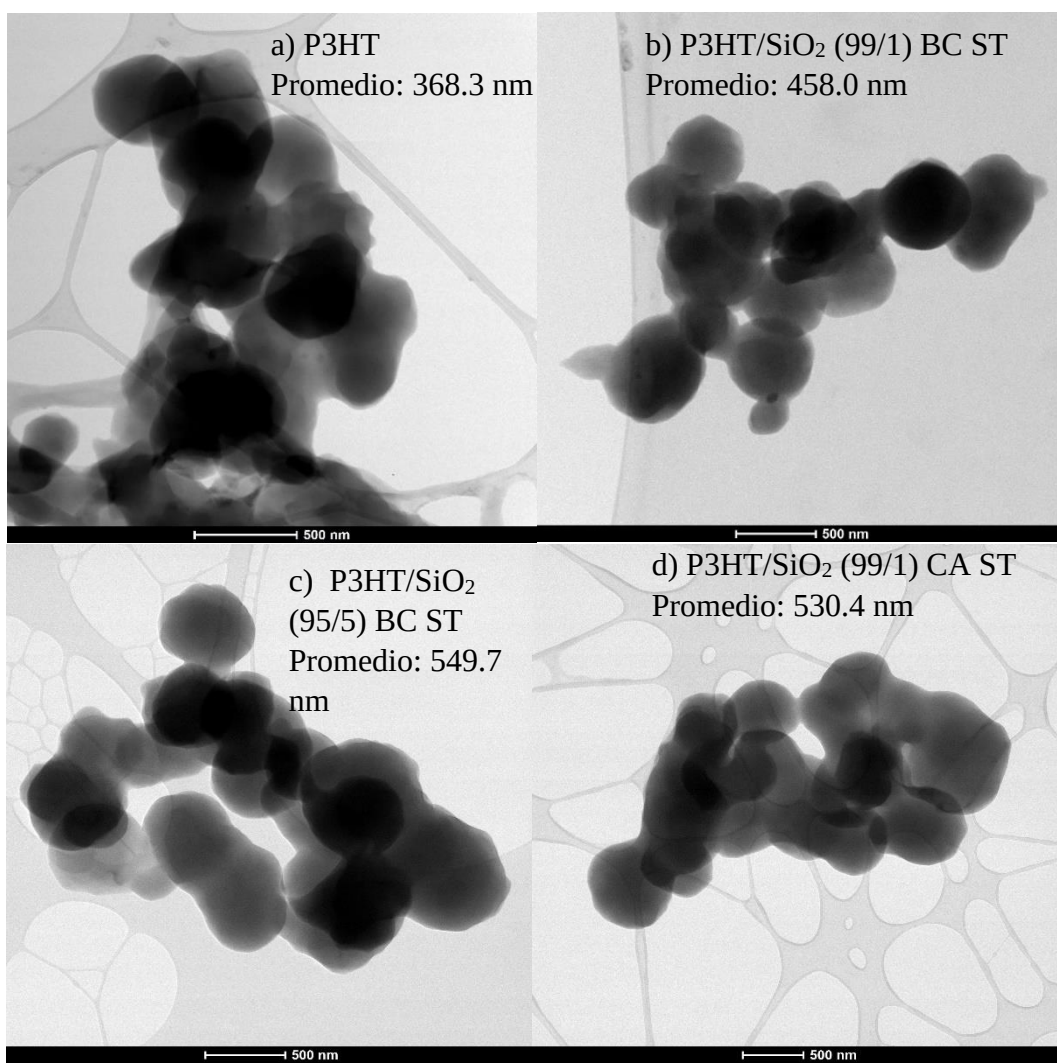
Tabla 17. Rugosidad de P3HT y compósitos de P3HT/SiO₂ BC y CA con diferentes concentraciones.

Muestra	Rugosidad, Sa (nm)
P3HT	183.69
P3HT/SiO ₂ (99/1) BC HCl 1.0 M	205.89
P3HT/SiO ₂ (97/3) BC HCl 1.0 M	217.82
P3HT/SiO ₂ (95/5) BC HCl 1.0 M	251.96
P3HT/SiO ₂ (99/1) BC sin tratar	174.14
P3HT/SiO ₂ (97/3) BC sin tratar	204.00
P3HT/SiO ₂ (95/5) BC sin tratar	250.49
P3HT/SiO ₂ (99/1) CA HCl 1.0 M	122.68
P3HT/SiO ₂ (97/3) CA HCl 1.0 M	132.76
P3HT/SiO ₂ (95/5) CA HCl 1.0 M	210.87
P3HT/SiO ₂ (99/1) CA sin tratar	131.81
P3HT/SiO ₂ (97/3) CA sin tratar	219.92
P3HT/SiO ₂ (95/5) CA sin tratar	240.5

4.3.9 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN (TEM)

En la fig. 43 se encuentran las micrografías electrónicas de transmisión del P3HT y de los compósitos con 1% y 5% de SiO₂ obtenido de BC y de CA sin tratar. En las micrografías se aprecia que las partículas del P3HT y de los compósitos se encuentran aglomeradas, tal como lo han reportado Shokry et al., 2022 [168], además las partículas tienen forma esférica, como las observadas por Tan et al., 2018 [169] y Ho Lee et al., 2011 [170]. El tamaño de partícula promedio para el P3HT prístino fue de 368.3 nm mientras que para los compósitos el tamaño

aumentó conforme se incrementó la concentración de SiO_2 en el material, esto posiblemente debido a la interacción del polímero con el SiO_2 , ya que se ha reportado previamente que la calidad de dispersión de las partículas en la matriz polimérica así como su tendencia a la aglomeración, son factores determinantes en las propiedades del compuesto resultante [171]. Por otro lado, los compósitos con SiO_2 extraído de CA presentan un tamaño de partícula mayor que los materiales de BC. Este efecto es consistente con lo reportado en estudios comparativos de sílice proveniente de distintas fuentes vegetales, donde la naturaleza fisicoquímica de la biomasa precursora —incluyendo su contenido en lignina y la arquitectura de la pared celular— condiciona directamente la morfología y el tamaño de las partículas obtenidas [172].



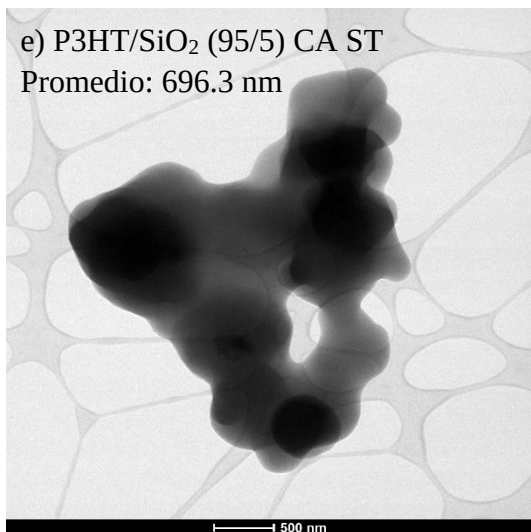


Figura 43. Micrografías TEM de a) P3HT, de compósitos b) P3HT:SiO₂ (99/1) BC ST, c) P3HT:SiO₂ (95/5) BC ST, d) P3HT:SiO₂ (99/1) CA ST y e) P3HT:SiO₂ (95/5) CA ST

4.3.10 ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO (TGA)

En la fig. 44 se presentan los resultados de los análisis termogravimétricos del P3HT y de los compósitos P3HT: SiO₂ (concentraciones del 1 y 5% de SiO₂ obtenido de BC con y sin tratamiento). En dicha figura se observan los termogramas (a) y las gráficas de la primera derivada de la pérdida de peso (b). El termograma del P3HT y de los compósitos muestran la presencia de dos picos de degradación, uno pequeño a 337 °C, que es debido a la descomposición de cadenas formadas más cortas y otro en un rango de los 400 a los 500 °C correspondiente a cadenas más grandes, lo cual se ha visto previamente [173], este último es el de mayor pérdida de peso, como era de esperarse para este análisis en presencia de nitrógeno [174]. Por otro lado, en la figura b) se observa notablemente el desplazamiento del pico de la derivada de la pérdida de peso hacia una mayor temperatura para el caso de los compósitos en comparación con el P3HT prístino, lo cual indica una mayor estabilidad térmica cuando el SiO₂ es incorporado al P3HT, esto es debido a que se necesita mayor temperatura para degradar el polímero puesto que se tienen que romper las interacciones que existen entre el SiO₂ y P3HT. Dichas interacciones entre las partículas de SiO₂ y las cadenas poliméricas se reportaron en la caracterización de FTIR, las cuales contribuyen a la estabilidad térmica. Los resultados de la temperatura de descomposición máxima, así como el porcentaje de peso residual a 550 °C, se presentan en la tabla 18. Se observa que el incremento de temperatura

de descomposición fue de hasta 25 °C para el compósito con el 1% p/p de SiO₂ obtenido a partir de BC con tratamiento de HCl 1M en comparación con el P3HT prístino. Así mismo, la presencia de SiO₂ en los compósitos también puede evidenciarse con la disminución de la pérdida de peso después de la degradación de las cadenas poliméricas [3], o sea, por encima de los 500 °C, por lo que, a mayor porcentaje de peso residual, menor será la pérdida de peso. De acuerdo con la tabla 18, los compósitos con 1% p/p de SiO₂ obtenido a partir de BC con tratamiento de HCl 1M y con 5 % p/p de SiO₂ obtenido a partir de BC sin tratamiento muestran evidencia de la presencia de SiO₂ y a pesar de que las otras dos muestras no cuentan con un porcentaje de peso residual mayor al del P3HT prístino, su presencia en los compósitos se demostró con una mayor estabilidad térmica.

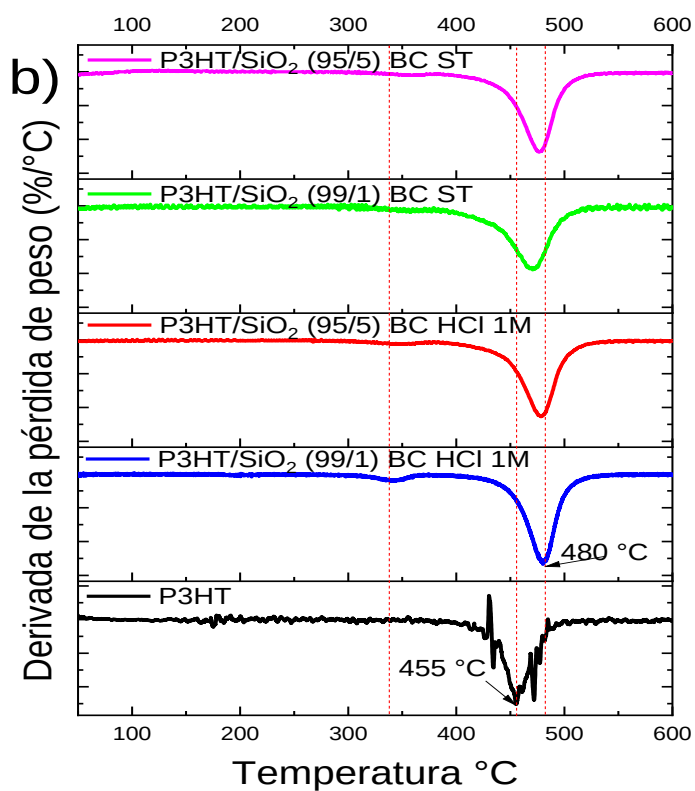
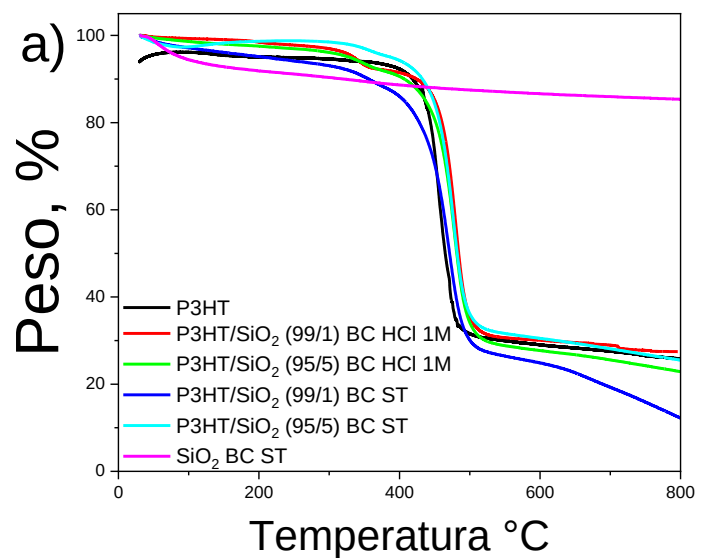


Figura 44. Termogramas (a) y primera derivada (b) de P3HT y compósitos P3HT/SiO₂ extraído de BC a diferentes concentraciones y tratamientos

Tabla 18. Análisis Termogravimétrico

Muestra	Temperatura (°C), máxima degradación	Peso residual a 550 °C (% peso)
P3HT	455 °C	30
P3HT/SiO ₂ (99/1) B.C. HCl 1.0 M	480 °C	31
P3HT/SiO ₂ (95/5) B.C. HCl 1.0 M	479 °C	29
P3HT/SiO ₂ (99/1) B.C. Sin Tratamiento	470 °C	26
P3HT/SiO ₂ (95/5) B.C. Sin Tratamiento	477 °C	32

4.3.11 PRUEBAS DE ADHERENCIA Y ÁNGULO DE CONTACTO

Se realizaron ensayos de adhesión y medición del ángulo de contacto en películas de P3HT y en compósitos P3HT/(SiO₂-BC) depositados sobre sustratos de vidrio recubiertos con ITO, cuyos resultados se muestran en la fig. 45. Ambos ensayos constituyen herramientas fundamentales para la evaluación indirecta de las propiedades mecánicas superficiales de los materiales, ya que permiten inferir aspectos relacionados con la interacción interfacial y la estabilidad del recubrimiento.

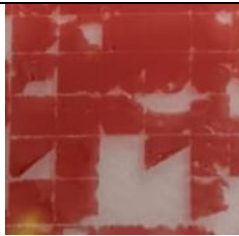
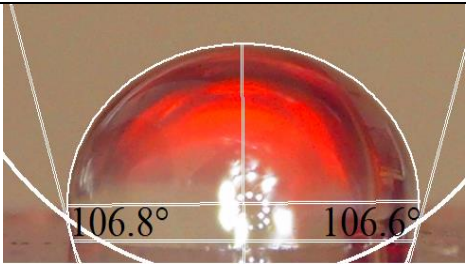
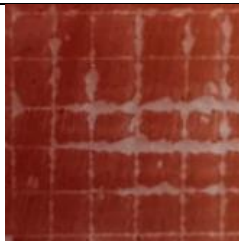
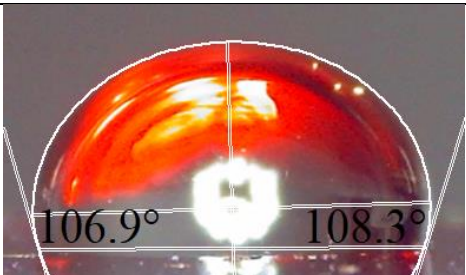
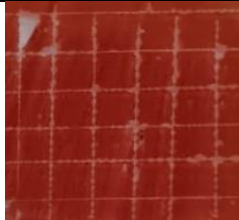
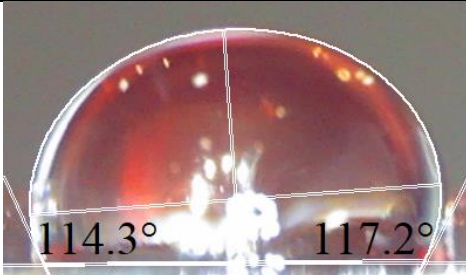
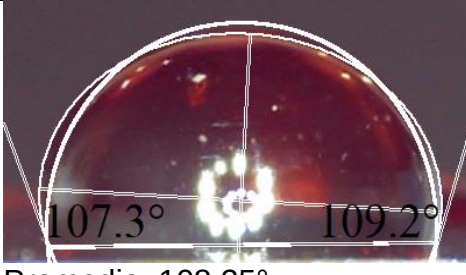
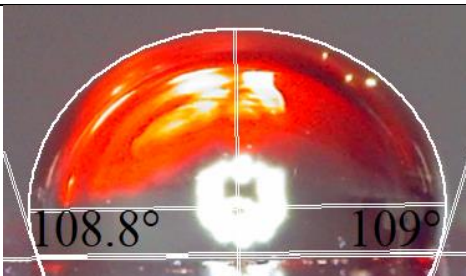
En particular, el ensayo de adhesión tiene como finalidad determinar la resistencia del recubrimiento a su desprendimiento del sustrato, lo cual representa una medida directa de la fuerza de unión entre la película y el vidrio conductor de ITO. Esta propiedad es crítica para garantizar la durabilidad, estabilidad y desempeño del material en aplicaciones tecnológicas, especialmente en dispositivos donde la integridad del recubrimiento es determinante para su funcionamiento. La evaluación de la adhesión se llevó a cabo conforme a la norma ASTM D3359, la cual establece una clasificación cualitativa basada en la cantidad de área desprendida tras la prueba. Dicha clasificación comprende los niveles 0B, 1B, 2B, 3B y 4B, donde 0B indica la menor adherencia y 4B la mayor, correspondiendo a porcentajes de área removida superiores al 65 %, entre 35–65 %, 25–35 %, 5–15 % y menores al 5 %, respectivamente. El porcentaje

de área desprendida fue determinado mediante análisis de imagen utilizando el software ImageJ.

Los resultados obtenidos evidencian que la película de P3HT puro presentó la menor adhesión, con una clasificación de 1B. En contraste, los compósitos con diferentes concentraciones de SiO_2 mostraron una mejora significativa en esta propiedad. Específicamente, las muestras con 1 % en peso de SiO_2 sin tratar, así como aquellas tratadas con HCl en concentraciones de 1 %, 3 % y 5 %, alcanzaron una clasificación de 2B. Por otro lado, los compósitos con 3 % y 5 % de SiO_2 sin tratamiento ácido exhibieron el mejor desempeño, alcanzando una clasificación de 3B, lo que indica una mayor resistencia al desprendimiento. Estos resultados sugieren que los materiales preparados a partir de fibras sin tratamiento ácido presentan una mejor interacción con el sustrato, lo que se traduce en propiedades mecánicas superiores.

Por otro lado, el análisis del ángulo de contacto permitió evaluar la hidrofobicidad de las superficies, propiedad estrechamente relacionada con la energía superficial y la microestructura del material. En general, la incorporación de SiO_2 en la matriz de P3HT condujo a un incremento en el ángulo de contacto, lo que indica una mayor hidrofobicidad. Esta característica se asocia comúnmente con superficies que presentan micro o nano- rugosidad, así como una menor energía superficial, lo que favorece la repelencia al agua. No obstante, se observaron excepciones en los compósitos con 3 % y 5 % de SiO_2 tratados con HCl, los cuales no mostraron el mismo incremento en hidrofobicidad.

Los resultados del ángulo de contacto corroboran los hallazgos del ensayo de adhesión, ya que los compósitos obtenidos a partir de fibras sin tratamiento ácido presentaron valores más altos, lo que confirma su mejor desempeño mecánico. En conjunto, estos resultados demuestran que la incorporación de SiO_2 en el P3HT no solo mejora la adhesión al sustrato de ITO, sino que también incrementa la hidrofobicidad y, por ende, contribuye a una mayor durabilidad y resistencia del material. Este comportamiento puede atribuirse a la formación de películas con mayor porosidad y modificaciones en la estructura superficial, lo cual influye positivamente en las propiedades mecánicas y funcionales de los compósitos desarrollados.

Material	Adhesión	Porcentaje de área removida y clasificación	Ángulo de contacto
P3HT		37.05% Clasificación: 1B	 Promedio: 106.7°
P3HT/SiO ₂ (99/1) BC sin tratar		16.97% Clasificación: 2B	 Promedio: 107.6°
P3HT/SiO ₂ (97/3) BC sin tratar		5.80% Clasificación: 3B	 Promedio: 115.75°
P3HT/SiO ₂ (95/5) BC sin tratar		11.58% Clasificación: 3B	 Promedio: 108.25°
P3HT/SiO ₂ (99/1) BC HCl 1.0 M		20.36% Clasificación: 2B	 Promedio: 108.9°

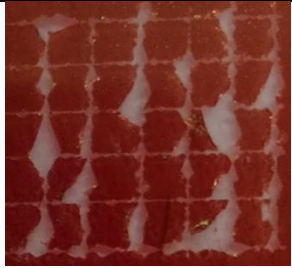
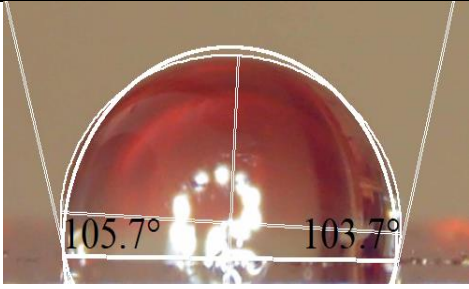
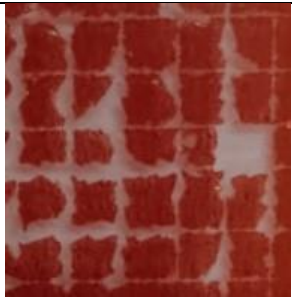
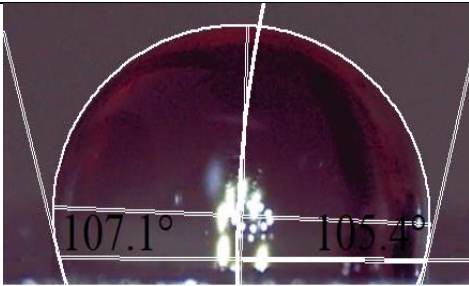
P3HT/SiO ₂ (97/3) BC HCl 1.0 M		24.18% Clasificación: 2B	 Promedio: 104.7°
P3HT/SiO ₂ (95/5) BC HCl 1.0 M		27.20% Clasificación: 2B	 Promedio: 106.25°

Figura 45. Resultados de adhesión y ángulo de contacto de P3HT y compósitos con SiO₂ de BC

4.4 CARACTERIZACIÓN PARA LOS DED

4.4.1 TRANSMITANCIA

Se determinó el contraste óptico de los dispositivos electrocrómicos. En la fig. 46 se presentan los espectros de transmitancia óptica de los estados aclarado y oscurecido de los DED de P3HT y compósitos P3HT:SiO₂ en el rango de 350 a 1000 nm, bajo potenciales de -1,2, 0 y +1,2 V. Se aplicó el potencial positivo al electrodo que contenía la película de P3HT o el compuesto P3HT:SiO₂, mientras que el potencial negativo se conectó al electrodo con la película de PANI. El estado blanqueado se mostró a +1,2 V y el oscurecido a -1,2 y 0 V en la región visible. En los DEDs, ambos materiales de electrodo activo se aclaran u oscurecen simultáneamente con el potencial aplicado. A un voltaje positivo, la película de P3HT o el compuesto se oxida y su color cambia a azul transparente; al mismo tiempo, la película de PANI se reduce y su color cambia a amarillo transparente, lo que provoca un aumento de la transmitancia en la región visible.

A voltaje negativo, la película de P3HT se reduce y su color cambia a rojo; al mismo tiempo, la película de PANI se oxida (se oscurece) y su color cambia a azul, lo que provoca una disminución de la transmitancia en la región visible. Todos los dispositivos muestran que, en el

rango de longitudes de onda de 350 a 600 nm, se observa una mayor transmitancia cuando se aplica un potencial positivo que cuando se aplica uno negativo. Lo contrario ocurre en el rango de longitudes de onda de 600 a 1000 nm, con una mayor absorbancia cuando se aplica un potencial negativo. El contraste óptico máximo y su longitud de onda correspondiente para los DED basados en P3HT y compósitos P3HT:SiO₂ en ambas regiones espectrales se muestran en la tabla 19. Se observa que en el caso de los dispositivos elaborados con compósitos de SiO₂ extraído de BC, la incorporación de SiO₂ en P3HT mejora significativamente el contraste óptico en ambas regiones espectrales mencionadas, en cambio para los dispositivos con SiO₂ extraído de CA, a pesar de que, si existe un contraste óptico en ambas regiones, solo se observa un aumento en el contraste óptico en la región de 600 a 1000 nm en relación al dispositivo de P3HT. Los mayores contrastes ópticos alcanzados en los compósitos con SiO₂ de BC está relacionado con la reversibilidad de las reacciones redox reportada en el análisis de voltamperometría cíclica, en la cual se observó que los compósitos con SiO₂ extraído de CA mostraron menor reversibilidad del proceso redox en comparación con los compósitos con SiO₂ extraído del BC, por lo cual la movilidad de los iones Li⁺ entre los electrodos se ve comprometida, afectando la conmutación electrocrómica de los dispositivos, debido a que el grado de oxidación alcanzado en el estado coloreado es incompleto y la película no logra su coloración máxima, reduciendo el contraste óptico observado.

Para los compósitos con SiO₂ de BC, el contraste óptico aumenta hasta un 60,5 % para el dispositivo con 3% p/p de SiO₂ sin tratamiento ácido en el rango de 350-600 nm en comparación con el dispositivo de P3HT prístino y hasta un 126,6 % para el dispositivo con 5% p/p de SiO₂ con tratamiento ácido, en el rango de 600-1000 nm. Mientras que, para los dispositivos elaborados con compósitos a partir de SiO₂ de CA no se obtuvo un aumento en el contraste óptico en el rango de 350-600 nm, solo se observa una mejora de hasta 79.72% de aumento en el rango de 600-1000 nm obtenida con el compósito con el 1% p/p de SiO₂ sin tratamiento, cabe mencionar que este compósito fue el que presentó mayor reversibilidad en las reacciones redox en el análisis de voltamperometría cíclica, en comparación con los demás compósitos basados en SiO₂ obtenido de CA.

El contraste de color se calculó utilizando la ecuación 2 “Contraste de color”

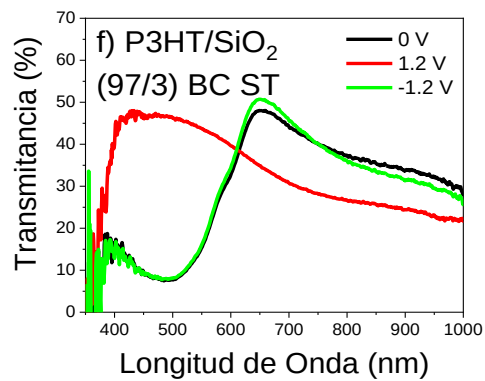
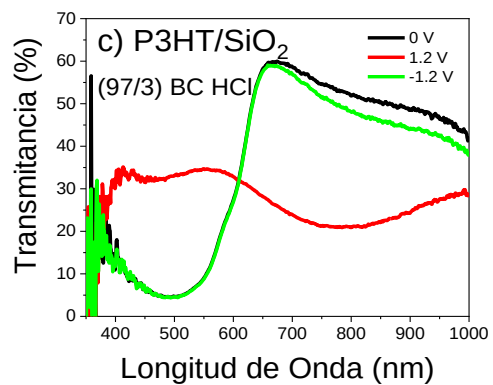
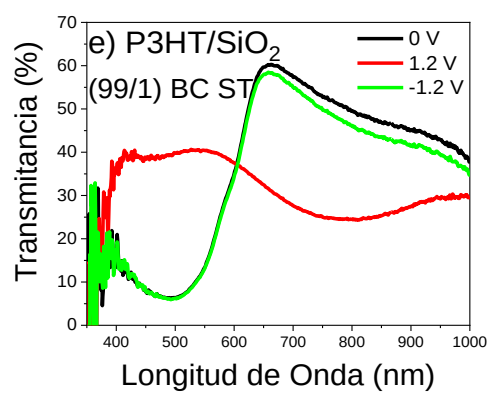
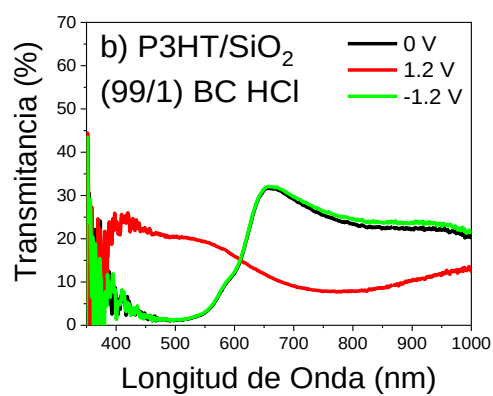
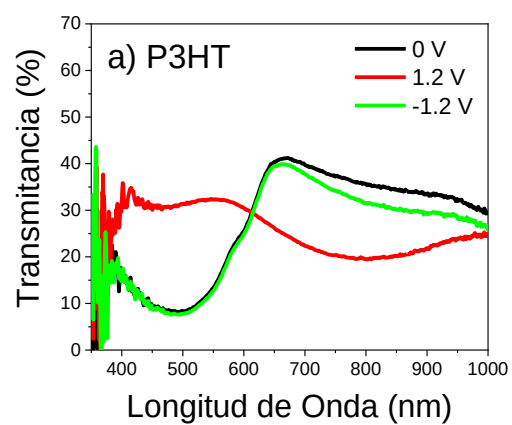
$$Ec.2, \text{ Contraste de color} = \frac{T_{\text{aclorado}} - T_{\text{oscurecido}}}{T_{\text{aclorado}}} \times 100$$

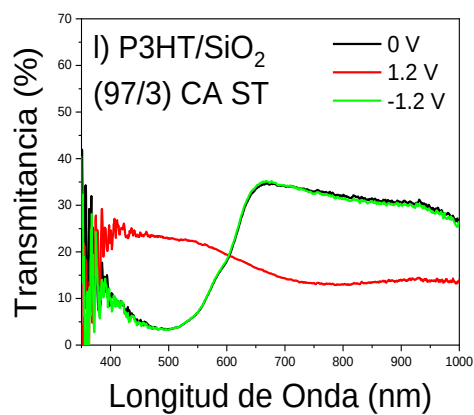
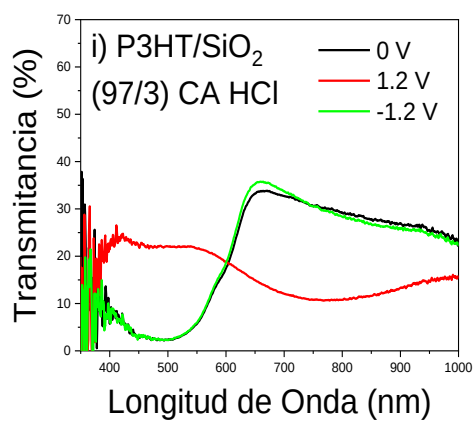
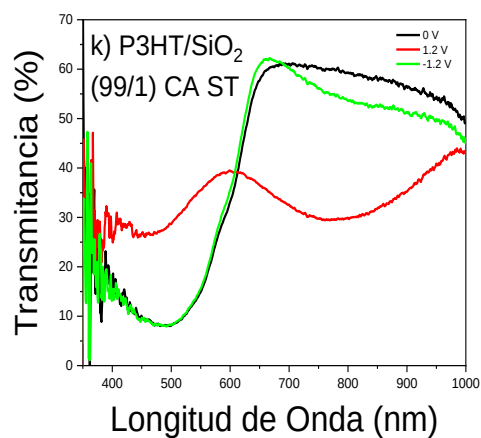
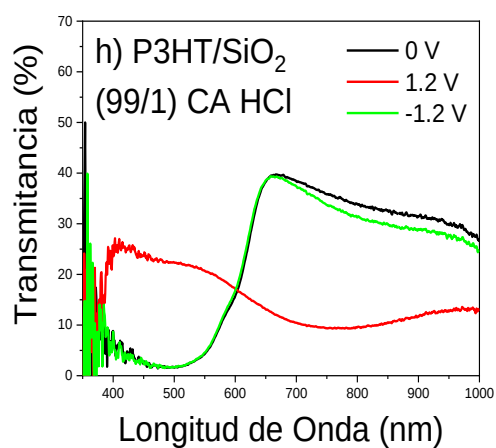
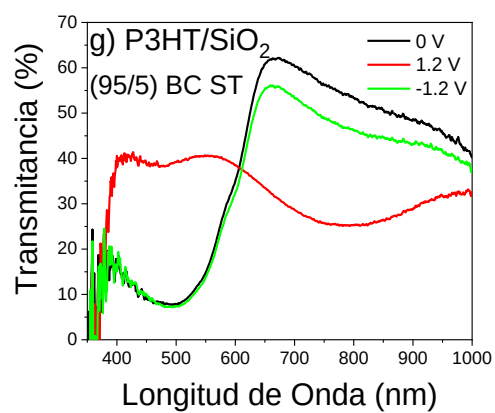
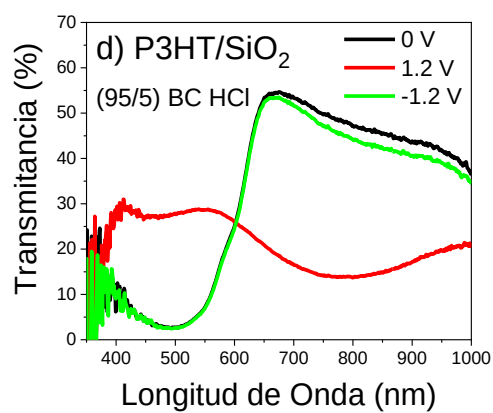
donde T_{aclarado} y $T_{\text{oscurecido}}$ son los valores de transmitancia (%) correspondientes al estado oxidado (claro) y reducido (oscuro) del dispositivo, respectivamente [175]. Los resultados se muestran en la tabla 19. Todos los ECDs duales basados en compósitos con SiO_2 de BC mostraron un mayor contraste de color que el basado en P3HT. Por otro lado, en los compósitos con SiO_2 de CA, aunque la mayoría si obtuvo un mayor contraste de color, hubo dos dispositivos que no lograron aumentarlo, los cuales fueron elaborados con películas de los compósitos con 1% y 5% p/p de SiO_2 sin tratar, cabe mencionar que el compósito con 1% de SiO_2 en peso obtuvo una menor rugosidad en el análisis de AFM, lo cual disminuyó el área superficial de contacto y pudo haber afectado el intercambio iónico impactando en el rendimiento del DED, por otro lado el compósito con 5% de SiO_2 presentó en el análisis de voltamperometría cíclica una relación ($Q_{\text{oxi}}/Q_{\text{red}}$) mayor al P3HT, lo que indicó una menor reversibilidad en las reacciones redox, minimizando así el desempeño del compósito en el dispositivo electrocrómico.

Es importante decir que en el trabajo de Vergara-Juárez et al. quienes trabajaron con compósitos de P3HT con SiO_2 extraído de cáscaras de arroz probados en dispositivos electrocrómicos simples (SED), en comparación con los SED de solo P3HT, no se logró un aumento del contraste en el rango de 500-600 nm; sin embargo, en el rango de 600-1000 nm se logró un aumento del contraste del 58,6 %, inferior al obtenido en este trabajo a pesar de utilizar un potencial de conmutación más alto (1,2 frente a 1,4 V) [3].

Se observó que el tratamiento para la obtención del SiO_2 influye en el contraste óptico de los DED basados en compósitos, independientemente de la materia prima. En el rango de 350-600 nm, los DED basados en compósitos que utilizaban SiO_2 sin tratamiento ácido mostraron el mayor contraste. Sin embargo, en el rango de 600-1000 nm, el mayor contraste se logró con los compósitos que utilizaban SiO_2 tratado con ácido.

Los contrastes ópticos logrados en el espectro infrarrojo y visible, especialmente de los dispositivos elaborados con compósitos de SiO_2 extraído de BC, son favorables para el rendimiento de los dispositivos electrocrómicos, específicamente en su aplicación en ventanas inteligentes para el ahorro de energía, ya que pueden bloquear en gran medida la radiación IR que provoca aumentos de temperatura en una habitación.





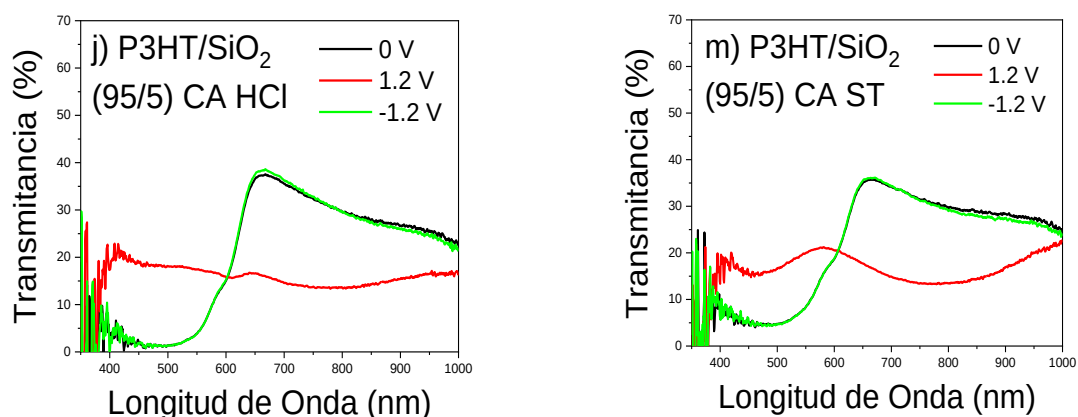


Figura 46. Espectros de transmitancia de los estados coloreados y blanqueados de los ECD en un rango de longitud de onda de 370 a 1000 nm: P3HT a), compósitos P3HT/SiO₂ BC: 1 % en peso de SiO₂ HCl 1.0 M b), 3 % en peso de SiO₂ HCl 1.0 M c), 5 % en peso de SiO₂ HCl 1.0 M d), 1 % en peso de SiO₂ sin tratar e), 3 % en peso de SiO₂ sin tratar f), 5 % en peso de SiO₂ sin tratar g), compósitos P3HT/SiO₂ CA: 1 % en peso de SiO₂ HCl 1.0 M h), 3 % en peso de SiO₂ HCl 1.0 M i), 5 % en peso de SiO₂ HCl 1.0 M j), 1 % en peso de SiO₂ sin tratar k), 3 % en peso de SiO₂ sin tratar l) y 5 % en peso de SiO₂ sin tratar m).

Tabla 19. Cambio máximo de transmitancia con su longitud de onda respectiva; y cambio de transmitancia a 532 nm para ECD duales.

Película electrocrómica	ΔT máx (%) 350-600 nm rango (λ , nm)	ΔT máx (%) 600-1000 nm rango (λ , nm)	ΔT máx (%), 532.3 nm	Contraste de Color (%), 532.3 nm
P3HT	23.7 (506.78)	15.607 (681.27)	21.9	68.208
P3HT/SiO ₂ (99/1) B.C. HCl 1M	19.39 (502.26)	21.021 (671.73)	18.053	90.477
P3HT/SiO ₂ (97/3) B.C. HCl 1M	28.852 (503.77)	33.273 (698.11)	27.86	81.306
P3HT/SiO ₂ (95/5) B.C. HCl 1M	25.359 (505.27)	35.366 (692.25)	24.024	84.018
P3HT/SiO ₂ (99/1) B.C. S.T.	33.711 (503.02)	28.006 (676.87)	31.018	76.603
P3HT/SiO ₂ (97/3) B.C. S.T.	38.041 (502.26)	16.596 (673.2)	32.655	73.103
P3HT/SiO ₂ (95/5) B.C. S.T.	32.114 (503.02)	25.056 (688.59)	30.027	74.280

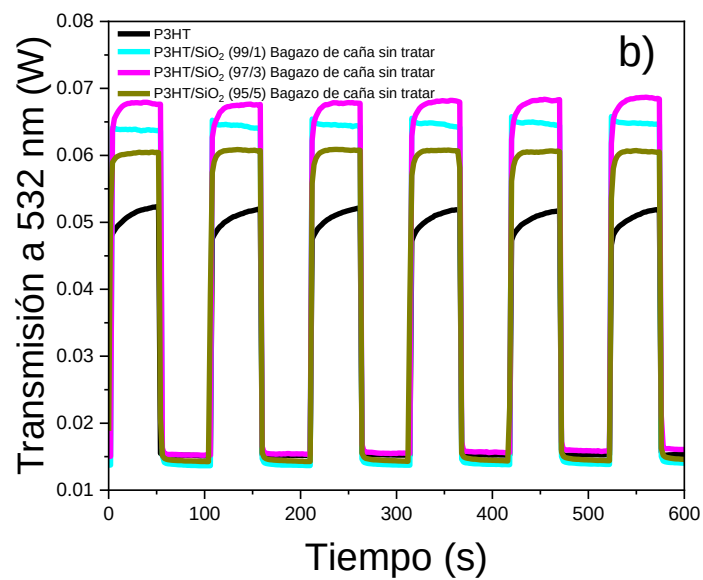
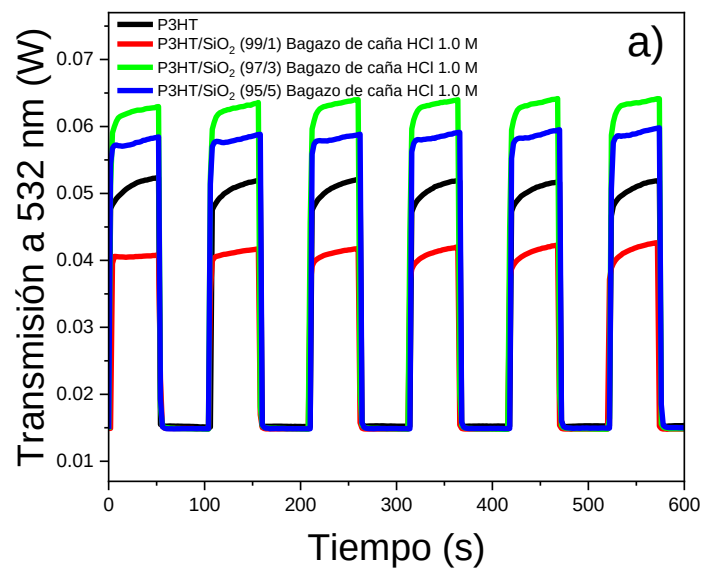
P3HT/SiO ₂ (99/1) C.A. HCl 1M	20.624 (500.01)	27.578 (676.87)	18.507	86.481
P3HT/SiO ₂ (97/3) C.A. HCl 1M	19.799 (500.01)	22.175 (675.4)	18.009	82.067
P3HT/SiO ₂ (95/5) C.A. HCl 1M	16.801 (500.01)	22.625 (668.06)	15.326	85.850
P3HT/SiO ₂ (99/1) C.A. S.T.	21.438 (515.79)	28.05 (690.06)	21.386	64.068
P3HT/SiO ₂ (97/3) C.A. S.T.	20.04 (484.18)	20.14 (703.95)	17.266	77.008
P3HT/SiO ₂ (95/5) C.A. S.T.	12.796 (571.3)	19.832 (682.73)	12.357	65.620

4.4.2 CINÉTICA ÓPTICA

Los DED también se evaluaron mediante cinética óptica. La fig. 47 muestra los resultados para los DED de P3HT y de los compósitos P3HT:SiO₂ a 532 nm, con un potencial aplicado de $\pm 1,2$ V durante 60 s. Cuando el potencial aplicado se cambió de negativo a positivo (de -1,2 V a 1,2 V), los dispositivos electrocrómicos pasaron de un estado coloreado a un estado blanqueado. Para el caso de los DED basados en SiO₂ de BC, se observa que la incorporación de SiO₂ en P3HT beneficia al contraste óptico de los DED, excepto en el caso del DED con el compósito de 1 % en peso de SiO₂ de BC con tratamiento ácido, lo cual concuerda con los resultados de transmitancia, en los que este compósito fue el de menor contraste óptico dentro de los DED basados en SiO₂ de BC. Con respecto a los DED basados en SiO₂ de CA, todos los DED con compósitos obtuvieron mayor contraste que el DED con P3HT prístino. Los DED que mostraron el mayor cambio en la transmisión fueron los que contenían un 3 % en peso de SiO₂, en el caso de los DED con SiO₂ de BC, y con 1 y 3% en peso de SiO₂, para el caso de los DED con SiO₂ de CA, lo cual podría estar relacionado a la rugosidad de las películas de los compósitos, como se presentó en los análisis de AFM, la mayor rugosidad se presentó con la concentración del 5% de SiO₂ de ambas primas, lo cual indicaría probablemente mayor presencia de aglomeraciones que actúan como barrera para el intercambio de iones Li⁺, decayendo de esta forma el desempeño de los DED, por lo que las mejores concentraciones serían el 1 y 3% en

peso, con las que el área superficial aumenta para un mayor contacto del polímero con el polielectrolito y no hay exceso de conglomerados que disminuyen el mismo. La incorporación de SiO_2 en P3HT también benefició la cinética de oxidación. Todos los DED basados en compósitos mostraron perfiles de oxidación mejores que el P3HT, excepto el DED basado en el compósito con 1% en peso de SiO_2 de CA sin tratar, en el cual a pesar de que no se observa un cambio instantáneo, si se obtuvo un mayor contraste óptico. La mejora en la cinética de oxidación coincide con el análisis de voltamperometría cíclica en el que se observó una mayor facilidad en el proceso de oxidación en los compósitos. Cabe señalar que el proceso de reducción instantánea se mantuvo cuando se incorporó SiO_2 en P3HT, a excepción del compósito con 1% en peso de SiO_2 de CA sin tratar.

Teniendo en cuenta el contraste óptico del primer ciclo en comparación con el del quinto, se observa que, en el caso del P3HT, el contraste óptico disminuye con el número de ciclos. Sin embargo, en el caso de los compósitos sintetizados con SiO_2 de BC tratado con HCl, el contraste óptico aumenta con el número de ciclos. Del mismo modo, para los compósitos preparados con SiO_2 de BC sin tratamiento ácido, el contraste óptico aumenta o permanece igual con el número de ciclos. Para el caso de los DED preparados con SiO_2 de CA, el contraste aumentó con el número de ciclos para los DED preparados con compósitos del 1 y 5% en peso de SiO_2 . Esto indica que la incorporación de SiO_2 en P3HT mejora la estabilidad del DED. Estos resultados mejorados tanto en la cinética de oxidación como en la estabilidad del dispositivo se atribuyen al aumento del área superficial lograda con la adición de SiO_2 en P3HT, lo que facilita la inserción/extracción de iones de litio del polielectrolito. Se han obtenido resultados similares en DEDs utilizando un compósito de P3HT/ TiO_2 como capa activa y PANI como contraelectrodo, observando que al añadir TiO_2 al P3HT, tanto el contraste óptico en la región visible como la cinética de oxidación mejoran [176]. De manera similar, Kim et al. investigaron las propiedades electrocrómicas mejoradas con la incorporación de WO_3 en P3HT, y los compósitos mostraron velocidades de conmutación más rápidas en comparación con las capas de WO_3 , lo que atribuyeron a la fácil inserción/extracción de Li^+ resultante de la incorporación de P3HT [177].



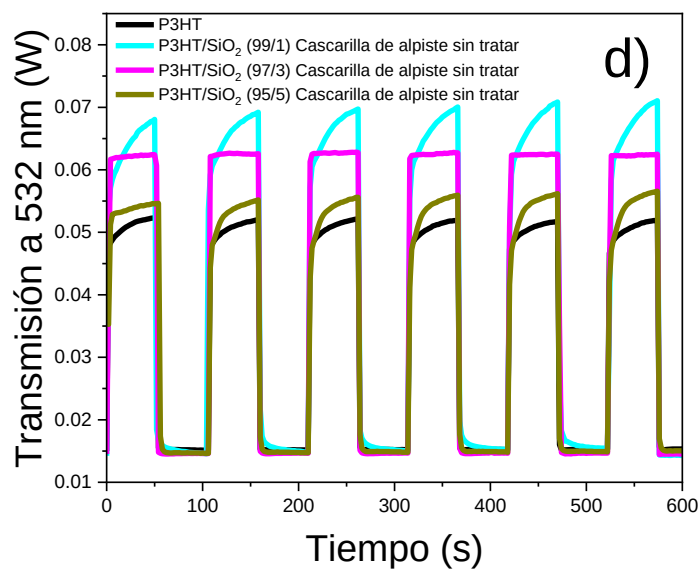
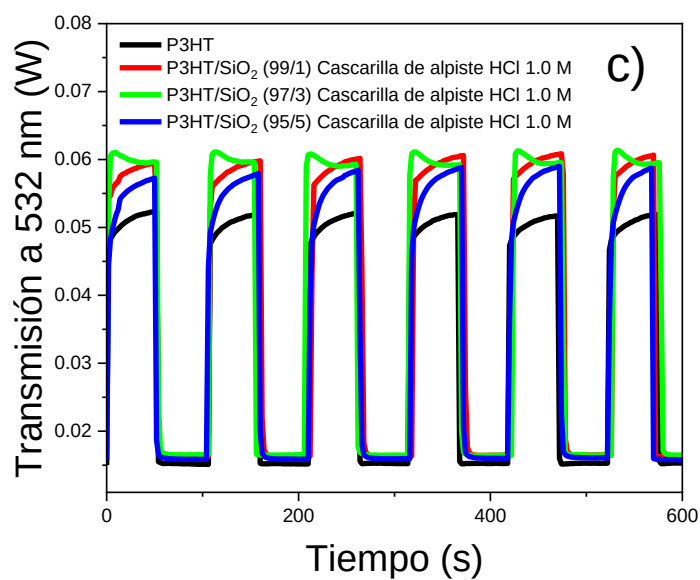


Figura 47. Curvas cinéticas ópticas a 532 nm de DED con configuración ITO/(P3HT o P3HT/SiO₂)/PE/PANI/ITO bajo aplicaciones potenciales de $\pm 1,2$ V, polarización positiva en P3HT o compuesto: a) P3HT/SiO₂ BC con tratamiento ácido, b) P3HT/SiO₂ BC sin tratamiento, c) P3HT/SiO₂ CA con tratamiento ácido, d) P3HT/SiO₂ CA sin tratamiento.

Es digno de mencionar que las ventajas de los resultados obtenidos en este trabajo, en comparación con trabajos anteriores en el que se obtenía sílice a partir de cáscaras de arroz, fueron una mejora del contraste óptico tanto en el rango visible como en el infrarrojo en comparación con el dispositivo basado en solo P3HT, a pesar de utilizar un potencial de conmutación más bajo (1,2 frente a 1,4 V). Además, se mejoró la cinética de reducción, con una respuesta instantánea.

4.4.3 ESPECTROSCOPIA DE IMPEDANCIA ELECTROQUÍMICA

Se realizó el análisis de espectroscopía de impedancia para los DED de P3HT y de los compósitos con SiO₂ de BC. El diagrama de Nyquist del ECD basado en P3HT al 100%, visto en la fig. 48, a), proporciona una referencia fundamental para entender los procesos desarrollándose en los DED. A un potencial de 0V (estado neutro), el sistema muestra un comportamiento caracterizado por una Rct significativa, con un semicírculo cuyo diámetro (representativo de Rct) tiene un valor aprox. De 1500 ohms.cm². Este valor refleja la energía necesaria para iniciar el proceso de dopaje en el polímero prístino. Cuando se aplica un potencial de +1.2V, el P3HT se oxida, pasando de un estado semiconductor neutro a un estado conductor dopado (formación de polarones y bipolarones). Esta transición se manifiesta en el diagrama de Nyquist como una disminución en el valor del diámetro del semicírculo, cayendo a valores inferiores a los 1200 ohms.cm². A este potencial, la resistencia del polímero disminuye y el sistema entra en un régimen controlado mayoritariamente por la difusión de iones y la capacitancia de la película, lo que se observa a medias – bajas frecuencias como una línea con una pendiente a 45° aprox. Al eje real (Z'). Bajo un potencial de -1.2V (proceso de reducción o desdopaje), se observa una respuesta similar de baja resistencia, indicando que el dispositivo mantiene una buena cinética de transferencia de carga durante el ciclado reversible.

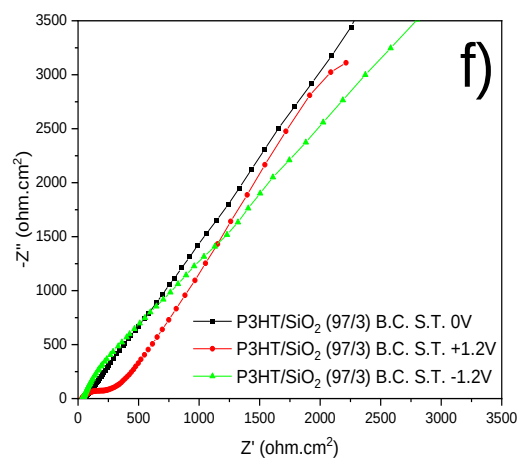
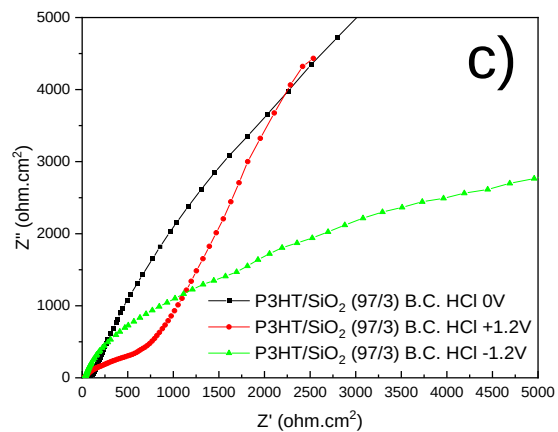
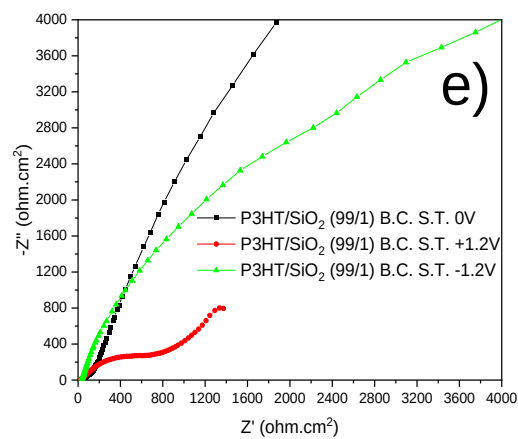
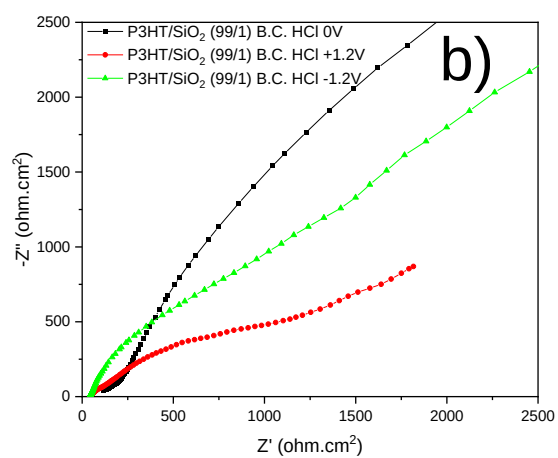
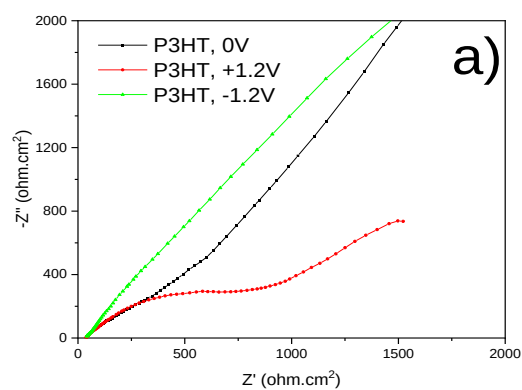
Al introducir SiO₂ en concentraciones variables sin tratamientos químicos adicionales, el comportamiento de la impedancia experimenta cambios complejos que no siguen una tendencia lineal simple. En el caso de P3HT:SiO₂ 99% (fig. 48, e): con solo un 1% de SiO₂, la impedancia en el estado neutro (0V) aumenta poco en comparación con el P3HT puro, alcanzando valores de Rct de aprox. 1200 ohms.cm². Esto sugiere que pequeñas cantidades de SiO₂ no obstaculizan considerablemente el ordenamiento de largo alcance de las cadenas de P3HT, dificultando el transporte de carga electrónica inicial. Sin embargo, al aplicar +1.2V, la Rct cae

a aprox. 900 ohms.cm², lo que demuestra que el material sigue siendo funcionalmente electrocrómico.

Al incrementar la carga de SiO₂ al 3% (fig. 48, f), la impedancia a 0V disminuye a aprox. A 700 ohms.cm², un valor menor que el de la muestra al 1%. Este comportamiento indica que a esta concentración se alcanza una sinergia morfológica donde el SiO₂ promueve una estructura más abierta o porosa que facilita la penetración del electrolito, compensando en gran medida su naturaleza aislante. Al aplicar +1.2V, la Rct es de aprox. Entre 400 y 500 ohms.cm², y el diagrama de Nyquist muestra una respuesta predominantemente capacitiva/difusiva, lo cual es ideal para un dispositivo de rápida conmutación.

Un aumento al 5% de SiO₂ (fig. 48, g) afecta la conductividad. La Rct a 0V aumenta hasta los 5000 ohms.cm² aprox., y la componente imaginaria -Z" alcanza niveles de los 10000 ohms.cm². El diagrama de Nyquist muestra una línea casi vertical de muy alta impedancia, lo que es indicativo de un comportamiento de bloqueo de carga. A esta concentración, es probable que el SiO₂ forme aglomerados que encapsulan por completo los dominios de P3HT, aislándolos del circuito eléctrico y del contacto con el electrolito.

En el caso del SiO₂ con tratamiento ácido (fig. 4, b-d), la respuesta de impedancia tiende a uniformizarse a través de las diferentes concentraciones de SiO₂. Por ejemplo, en SiO₂ al 5%, el tratamiento ácido podría haber ayudado a disgregar los aglomerados de sílice, permitiendo que el P3HT se infiltre mejor, restaurando caminos de conducción que de otro modo estarían bloqueados. Esto se traduce en una ligera reducción del valor de Rct y una transición un poco más suave hacia el régimen difusivo de Warburg en las medias-bajas frecuencias (línea recta).



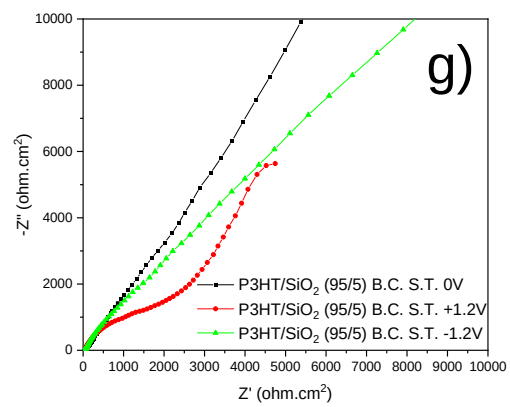
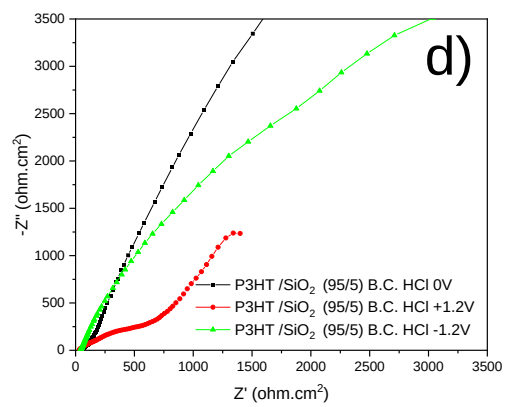


Figura 48. Diagrama Nyquist de DED basados en PANI y compósitos de P3HT y SiO₂ extraído de BC a diferentes concentraciones y tratamientos

CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES Y TRABAJOS FUTUROS

5.0 CONCLUSIONES Y TRABAJOS FUTUROS

5.1 CONCLUSIONES

- La extracción de SiO_2 a partir de BC y CA fue exitosa en ambos casos, confirmada por FTIR, EDS, DRX y TEM; el SiO_2 obtenido presentó estructura amorfa y morfología de nanopartículas, con un tamaño promedio de 8.75 nm para el derivado de BC y de 9.97 nm para el de CA.
- Los compósitos P3HT/ SiO_2 fueron sintetizados mediante polimerización oxidativa in situ, empleando SiO_2 extraído de dos fuentes agroindustriales: BC y CA, con y sin pretratamiento ácido de las fibras precursoras.
- La incorporación de SiO_2 en la matriz de P3HT generó mejoras sistemáticas en las propiedades fisicoquímicas del polímero: incremento en la absorbancia, mayor longitud de conjugación, mejor ordenamiento de cadenas, reducción del *band gap*, aumento de rugosidad y mayor estabilidad térmica.
- Asimismo, se observó una mejora en la adhesión al sustrato de ITO y en la hidrofobicidad, siendo más pronunciada en los compósitos elaborados con SiO_2 sin pretratamiento ácido.
- Electroquímicamente, la incorporación de SiO_2 favoreció la oxidación del P3HT a menores potenciales y aumentó la reversibilidad de las reacciones redox en los compósitos basados en SiO_2 de BC, mientras que en los de CA la reversibilidad fue menor, atribuible parcialmente al mayor tamaño de partícula del SiO_2 y a su capacidad de atrapar iones Li^+ .
- En los DED, los compósitos basados en SiO_2 de BC mostraron mejoras en el contraste óptico de hasta 60.5% en el rango de 350–600 nm y hasta 126.6% en el rango de 600–1000 nm respecto al P3HT puro, junto con una cinética de oxidación más rápida y mayor estabilidad al ciclado.
- Los compósitos basados en SiO_2 de CA mejoraron el contraste únicamente en el rango de 600–1000 nm, con un incremento máximo de 79.72%.
- Ambas fuentes agroindustriales demostraron ser alternativas viables y sostenibles para la síntesis de compósitos P3HT/ SiO_2 con propiedades electrocrómicas mejoradas, reforzando la viabilidad de estrategias de valorización de residuos agroindustriales en el desarrollo de materiales para dispositivos ópticos inteligentes.

5.2 TRABAJOS FUTUROS

- Extender el estudio a otras fuentes agroindustriales de SiO_2 (rastrojo de maíz, cáscara de coco) para establecer correlaciones sistemáticas entre la naturaleza de la biomasa precursora, la morfología del SiO_2 obtenido y las propiedades del compósito resultante.

-
-
- Realizar estudios de ciclado prolongado (cientos o miles de ciclos) para evaluar la durabilidad real de los DED basados en estos compósitos.
 - En los DED, sustituir la PANI por otros materiales electrocrómicos como WO_3 para evaluar si la combinación amplía aún más el contraste óptico o mejora la estabilidad del dispositivo.
 - Sintetizar los compósitos utilizando el monómero 2,5-dibromo-3-hexiltiofeno para obtener polímeros regioregulares y evaluar su impacto en el desempeño de los DEDs.

REFERENCIAS

- [1] Benchaabane A, Hajlaoui ME, Hnainia N, et al. Optical properties enhancement of hybrid nanocomposites thin films based on P3HT matrix and ZnO@SiO₂ core-shell nanoparticles. *Optical Materials* 2020;102:109829. <https://doi.org/10.1016/j.optmat.2020.109829>.
- [2] Athinarayanan J, Periasamy VS, Alhazmi M, et al. Synthesis of biogenic silica nanoparticles from rice husks for biomedical applications. *Ceramics International* 2015;41:275–81. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2014.08.069>.
- [3] Vergara-Juárez F, Baray-Calderón A, León-Silva U, et al. Effect of incorporating silica extracted from natural source in poly(3-hexylthiophene-2,5-diyl). *J Polym Res* 2021;28:485. <https://doi.org/10.1007/s10965-021-02852-z>.
- [4] Duan H, Guan C, Xue J, et al. Facile synthesis of water-dispersible poly(3-hexylthiophene) nanoparticles with high yield and excellent colloidal stability. *iScience* 2022;25:104220. <https://doi.org/10.1016/j.isci.2022.104220>.
- [5] Gao J, Tang R, Cai H, et al. Oriented Organization of Poly(3-Hexylthiophene) for Efficient and Stable Antimony Sulfide Solar Cells. *Energy & Environ Materials* 2023;6:e12453. <https://doi.org/10.1002/eem2.12453>.
- [6] Lou Q, Xu X, Xu Z, et al. A two-in-one additive strategy for poly(3-hexylthiophene)-based perovskite solar cells with improved efficiency and stability. *Cell Reports oPhysical Science* 2025;6:102515. <https://doi.org/10.1016/j.xcrp.2025.102515>.
- [7] Ansari MA, Mohiuddin S, Kandemirli F, et al. Synthesis and characterization of poly(3-hexylthiophene): improvement of regioregularity and energy band gap. *RSC Adv* 2018;8:8319–28. <https://doi.org/10.1039/C8RA00555A>.
- [8] Alam S, Anand A, Islam MM, et al. P3HT:PCBM polymer solar cells from a didactic perspective. *J Photon Energy* 2022;12. <https://doi.org/10.1117/1.JPE.12.035501>.
- [9] Gostkowska-Lekner N, Kojda D, Hoffmann J-E, et al. Synthesis of organic–inorganic hybrids based on the conjugated polymer P3HT and mesoporous silicon. *Microporous and Mesoporous Materials* 2022;343:112155. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2022.112155>.

-
-
- [10] Lee Y, Mongare A, Plant A, et al. Strain–Microstructure–Optoelectronic Inter-Relationship toward Engineering Mechano-Optoelectronic Conjugated Polymer Thin Films. *Polymers* 2021;13:935. <https://doi.org/10.3390/polym13060935>.
- [11] Woo CH, Thompson BC, Kim BJ, et al. The Influence of Poly(3-hexylthiophene) Regioregularity on Fullerene-Composite Solar Cell Performance. *J Am Chem Soc* 2008;130:16324–9. <https://doi.org/10.1021/ja806493n>.
- [12] Kao K-Y, Pei R-Y, Chen H-L, et al. Regioregularity effect on the self-assembly behavior of poly(3-hexylthiophene): the significance of triad sequence. *RSC Adv* 2016;6:79209–14. <https://doi.org/10.1039/C6RA17250D>.
- [13] Sahu B, Singh MK, Bansal L, et al. $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ -MXene-Based Color-Indicative All-Organic Electrochromic Supercapacitors. *Adv Eng Mater* 2024;26:2401295. <https://doi.org/10.1002/adem.202401295>.
- [14] Chen J, Zhu J, Wang N, et al. Hydrophilic polythiophene/SiO₂ composite for adsorption engineering: Green synthesis in aqueous medium and its synergistic and specific adsorption for heavy metals from wastewater. *Chemical Engineering Journal* 2019;360:1486–97. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2018.10.228>.
- [15] Wang Y, Runnerstrom EL, Milliron DJ. Switchable Materials for Smart Windows. *Annu Rev Chem Biomol Eng* 2016;7:283–304. <https://doi.org/10.1146/annurev-chembioeng-080615-034647>.
- [16] Chen W-K, Hu C-W, Hsu C-Y, et al. A study on the electrochromic properties of polyaniline/silica composite films with an enhanced optical contrast. *Electrochimica Acta* 2009;54:4408–15. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2009.03.017>.
- [17] Zhang S, Chen S, Yang F, et al. A facile preparation of SiO₂/PEDOT core/shell nanoparticle composite film for electrochromic device. *J Mater Sci: Mater Electron* 2019;30:3994–4005. <https://doi.org/10.1007/s10854-019-00686-6>.
- [18] Zhang G, Lu K, Zhang X, et al. Enhanced Transmittance Modulation of SiO₂-Doped Crystalline WO₃ Films Prepared from a Polyethylene Oxide (PEO) Template. *Coatings* 2018;8:228. <https://doi.org/10.3390/coatings8070228>.

-
-
- [19] Griggs S, Marks A, Bristow H, et al. n-Type organic semiconducting polymers: stability limitations, design considerations and applications. *J Mater Chem C* 2021;9:8099–128. <https://doi.org/10.1039/D1TC02048J>.
- [20] Weis M. Organic Semiconducting Polymers in Photonic Devices: From Fundamental Properties to Emerging Applications. *Applied Sciences* 2025;15:4028. <https://doi.org/10.3390/app15074028>.
- [21] Kumar R, Singh S, Yadav BC. Conducting Polymers: Synthesis, Properties and Applications 2015;2. [DOI 10.17148/IARJSET.2015.21123](https://doi.org/10.17148/IARJSET.2015.21123).
- [22] Neena, Asha D, Gulati G, et al. FASCINATING ADVANCEMENTS IN POLYTHIOPHENE AND ITS DERIVATIVES-BASED NANOCOMPOSITES. In: Deb DrM, Ansari DrMZ, Sarkar DrK, et al., editors. IIP Series, vol. 3, Iterative International Publishers (IIP); 2023, p. 72–83. <https://doi.org/10.58532/V3BKPS4P3CH3>.
- [23] Ho H-A, Najari A, Leclerc M. Optical Detection of DNA and Proteins with Cationic Polythiophenes. *Acc Chem Res* 2008;41:168–78. <https://doi.org/10.1021/ar700115t>.
- [24] Li Y, Zhou M, Wang Y, et al. Remarkably enhanced performances of novel polythiophene-grafting-graphene oxide composite via long alkoxy linkage for supercapacitor application. *Carbon* 2019;147:519–31. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2019.03.030>.
- [25] K N, Rout CS. Conducting polymers: a comprehensive review on recent advances in synthesis, properties and applications. *RSC Adv* 2021;11:5659–97. <https://doi.org/10.1039/D0RA07800J>.
- [26] Dai Q, Lang X, Brédas J-L, et al. Impact of the alkyl side-chain length on solubility, interchain packing, and charge-transport properties of amorphous π -conjugated polymers. *Moore More* 2024;1:8. <https://doi.org/10.1007/s44275-024-00008-x>.
- [27] Spann R, Boucher D. Impact of molecular weight on the solubility parameters of poly(3-hexylthiophene). *Journal of Polymer Science* 2023;61:503–14. <https://doi.org/10.1002/pol.20220573>.

-
-
- [28] King M, Gottlieb D, Boucher D. Impact of regioregularity on the solubility parameters of poly(3-hexylthiophene). *Journal of Polymer Science* 2022;60:2769–83. <https://doi.org/10.1002/pol.20220235>.
- [29] Machui F, Langner S, Zhu X, et al. Determination of the P3HT:PCBM solubility parameters via a binary solvent gradient method: Impact of solubility on the photovoltaic performance. *Solar Energy Materials and Solar Cells* 2012;100:138–46. <https://doi.org/10.1016/j.solmat.2012.01.005>.
- [30] Chang J-F, Sun B, Breiby DW, et al. Enhanced Mobility of Poly(3-hexylthiophene) Transistors by Spin-Coating from High-Boiling-Point Solvents. *Chem Mater* 2004;16:4772–6. <https://doi.org/10.1021/cm049617w>.
- [31] Lin JW, Dudek LP. Synthesis and properties of poly(2,5-thienylene). *J Polym Sci Polym Chem Ed* 1980;18:2869–73. <https://doi.org/10.1002/pol.1980.170180910>.
- [32] Street GB, Clarke TC. Conducting Polymers: A Review of Recent Work. *IBM J Res & Dev* 1981;25:51–7. <https://doi.org/10.1147/rd.251.0051>.
- [33] G. Schopf and G. Kößmehl, Polythiophenes — Electrically Conductive Polymers, vol. 129, *Advances in Polymer Science*. Berlin, Heidelberg: Springer, 1997. <https://doi.org/10.1007/BFb0111619>.
- [34] J. Roncali, “Conjugated poly(thiophenes): synthesis, functionalization and applications,” *Chem. Rev.*, vol. 92, pp. 711-738, 1992. <https://doi.org/10.1021/cr00012a009>.
- [35] J. Roncali, “Synthetic Principles for Bandgap Control in Linear π -Conjugated Systems,” *Chem. Rev.*, vol. 97, no. 1, pp. 173–206, Feb. 1997. <https://doi.org/10.1021/cr950257t>.
- [36] R.D. McCullough, “The Chemistry of Conducting Polythiophenes,” *Adv. Mat.*, vol. 10, pp. 1-24, 1998. DOI: [10.1002/\(SICI\)1521-4095\(199801\)10:2<93::AID-ADMA93>3.0.CO;2-F](https://doi.org/10.1002/(SICI)1521-4095(199801)10:2<93::AID-ADMA93>3.0.CO;2-F)
- [37] J.L. Reddinger and J.R. Reynolds, “Molecular Engineering of p-Conjugated Polymers,” *Adv. Polym. Sci.*, vol. 145, pp. 57-122, 1999. https://doi.org/10.1007/3-540-70733-6_2.
- [38] McQuade DT, Pullen AE, Swager TM. Conjugated Polymer-Based Chemical Sensors. *Chem Rev* 2000;100:2537–74. <https://doi.org/10.1021/cr9801014>.

-
-
- [39] B. Suleiman A, Maigari A, S. Gidado A, et al. Density Functional Theory Study of the Structural, Electronic, Non-Linear Optical and Thermodynamic Properties of Poly (3-Hexylthiophene-2, 5 - Diyl) in Gas Phase and in Some Solvents. *PSIJ* 2022;34–51. <https://doi.org/10.9734/psij/2022/v26i430319>.
- [40] Tarekegn EN, Seyedi M, Luzinov I, et al. Poly(3-hexylthiophene)-Based Organic Thin-Film Transistors with Virgin Graphene Oxide as an Interfacial Layer. *Polymers* 2022;14:5061. <https://doi.org/10.3390/polym14235061>.
- [41] Wang C, Li T, Zhang S, et al. Characterization of Aligned Polymers Using the Spin Hall Effect of Light. *Polymers* 2025;17:958. <https://doi.org/10.3390/polym17070958>.
- [42] Hu K, Doti S, Brambilla L, et al. Vibrational Properties of Doped P3HT Chains in Solution: Insight into the Doping Mechanism from Infrared IRAV and Raman RaAV Bands. *Molecules* 2025;30:1403. <https://doi.org/10.3390/molecules30071403>.
- [43] Kesornsit S, Direksilp C, Phasuksom K, et al. Synthesis of Highly Conductive Poly(3-hexylthiophene) by Chemical Oxidative Polymerization Using Surfactant Templates. *Polymers* 2022;14:3860. <https://doi.org/10.3390/polym14183860>.
- [44] Abdel Aziz I, Tullii G, Antognazza MR, et al. Poly(3-hexylthiophene) as a versatile semiconducting polymer for cutting-edge bioelectronics. *Mater Horiz* 2025;12:5570–93. <https://doi.org/10.1039/D5MH00096C>.
- [45] Beygisangchin M, Abdul Rashid S, Shafie S, et al. Preparations, Properties, and Applications of Polyaniline and Polyaniline Thin Films—A Review. *Polymers* 2021;13:2003. <https://doi.org/10.3390/polym13122003>.
- [46] Shawky N. A.; Abdallah S. M.; Sorour M. H.; et al. Electrochemical Polymerization of Polyaniline: A Comprehensive Review of Synthesis Conditions, Nanocomposites, and Industrial Applications. *Cureus Journal of Engineering* (2025). <https://doi.org/10.7759/s44388-025-04726-2>.
- [47] Pérez Martínez, C.J., 2015. *Bioactivación de polianilina para aplicaciones biomédicas*. Tesis Doctoral. Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S.C. (CIMAV), Chihuahua, México. Disponible en:

<https://cimav.repositorioinstitucional.mx/jspui/bitstream/1004/2352/1/Tesis%20D.%20Cinthia%20Jhovanna%20P%C3%A9rez.pdf>

- [48] Marrocchi A, Lanari D, Facchetti A, et al. Poly(3-hexylthiophene): synthetic methodologies and properties in bulk heterojunction solar cells. *Energy Environ Sci* 2012;5:8457. <https://doi.org/10.1039/c2ee22129b>.
- [49] Chen J, Ding Y, Zhou J, et al. Preparation of Novel Organic Polymer Semiconductor and Its Properties in Transistors through Collaborative Theoretical and Experimental Approaches. *Polymers* 2023;15:4421. <https://doi.org/10.3390/polym15224421>.
- [50] Palaniappan S, John A. Polyaniline materials by emulsion polymerization pathway. *Progress in Polymer Science* 2008;33:732–58. <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2008.02.002>.
- [51] Zhang X, Meng X, Wang Q, et al. Preparation and electrochemical investigation of polyaniline nanowires for high performance supercapacitor. *Materials Letters* 2018;217:312–5. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2018.01.112>.
- [52] De Barros RA, Areias MCC, De Azevedo WM. Conducting polymer photopolymerization mechanism: The role of nitrate ions (NO₃⁻). *Synthetic Metals* 2010;160:61–4. <https://doi.org/10.1016/j.synthmet.2009.09.033>.
- [53] Freitas TV, Sousa EA, Fuzari Jr GC, et al. Different morphologies of polyaniline nanostructures synthesized by interfacial polymerization. *Materials Letters* 2018;224:42–5. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2018.04.062>.
- [54] Cortizo MS, Oberti TG, Peruzzo PJ. Introducción a la síntesis de polímeros. Editorial de la Universidad Nacional de La Plata (EDULP); 2023. <https://doi.org/10.35537/10915/161059>.
- [55] Lovell PA, Schork FJ. Fundamentals of Emulsion Polymerization. *Biomacromolecules* 2020;21:4396–441. <https://doi.org/10.1021/acs.biomac.0c00769>.
- [56] Palma-Cando A, Rendón-Enríquez I, Tausch M, et al. Thin Functional Polymer Films by Electropolymerization. *Nanomaterials* 2019;9:1125. <https://doi.org/10.3390/nano9081125>.

-
-
- [57] Bongiovanni R, Vacche SD, Vitale A. Photoinduced Processes as a Way to Sustainable Polymers and Innovation in Polymeric Materials. *Polymers* 2021;13:2293. <https://doi.org/10.3390/polym13142293>.
- [58] Song Y, Fan J-B, Wang S. Recent progress in interfacial polymerization. *Mater Chem Front* 2017;1:1028–40. <https://doi.org/10.1039/C6QM00325G>.
- [59] Hebert DD, Naley MA, Cunningham CC, et al. Enabling Conducting Polymer Applications: Methods for Achieving High Molecular Weight in Chemical Oxidative Polymerization in Alkyl- and Ether-Substituted Thiophenes. *Materials* 2021;14:6146. <https://doi.org/10.3390/ma14206146>.
- [60] Abbood AS, Ibraheem IJ. Polyaniline Nano Films Synthesis in One Step via Chemical Oxidative Polymerization. *Baghdad SciJ* 2023. <https://doi.org/10.21123/bsj.2023.8057>.
- [61] Saeb MR, Zarrintaj P, Khandelwal P, et al. Synthetic route of polyaniline (I): Conventional oxidative polymerization. *Fundamentals and Emerging Applications of Polyaniline*, Elsevier; 2019, p. 17–41. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-817915-4.00002-6>.
- [62] Gómez Cortez, A., 2024. *Síntesis de compositos a base de politiofeno y óxido de cobre para aplicación en dispositivos electrocrómicos*. Tesis de Doctorado en Ingeniería y Ciencias Aplicadas, Centro de Investigación en Ingeniería y Ciencias Aplicadas, Instituto de Investigación en Ciencias Básicas y Aplicadas, Universidad Autónoma del Estado de Morelos, Cuernavaca, Morelos, México.
- [63] Kasap S, Koughia C, Ruda HE. Electrical Conduction in Metals and Semiconductors. In: Kasap S, Capper P, editors. *Springer Handbook of Electronic and Photonic Materials*, Cham: Springer International Publishing; 2017, p. 1–1. https://doi.org/10.1007/978-3-319-48933-9_2.
- [64] Ujam CJ, Adeniyi DA. Temperative Dependence of Electrical Conductivity in Semiconductors. *JERR* 2021;30–7. <https://doi.org/10.9734/jerr/2021/v21i1117501>.
- [65] Bloor, D., 1997. Electrical conductivity. In: Allen, G., Bevington, J.C. (Eds.), *Comprehensive Polymer Science and Supplements*. Pergamon Press, Oxford, pp. 687–705.
- [66] Scuseria GE. Advancing solid-state band gap predictions. *Proc Natl Acad Sci USA* 2021;118:e2113648118. <https://doi.org/10.1073/pnas.2113648118>.

-
-
- [67] Perdew JP, Yang W, Burke K, et al. Understanding band gaps of solids in generalized Kohn–Sham theory. *Proc Natl Acad Sci USA* 2017;114:2801–6. <https://doi.org/10.1073/pnas.1621352114>.
- [68] Kita T, Harada Y, Asahi S. Fundamentals of Semiconductors. Energy Conversion Efficiency of Solar Cells, Singapore: Springer Singapore; 2019, p. 157–202. https://doi.org/10.1007/978-981-13-9089-0_8.
- [69] Domingo, G. (2020). Types of Semiconductors. In *Semiconductor Basics*, G. Domingo (Ed.). <https://doi.org/10.1002/9781119597124.ch3>.
- [70] Lim JW. Advances in Polymeric Semiconductors for Next-Generation Electronic Devices. *Polymers* 2025;17:3174. <https://doi.org/10.3390/polym17233174>.
- [71] Bredas JL, Street GB. Polarons, bipolarons, and solitons in conducting polymers. *Acc Chem Res* 1985;18:309–15. <https://doi.org/10.1021/ar00118a005>.
- [72] Wypych G. PRINCIPLES OF THERMAL DEGRADATION. *PVC Degradation and Stabilization*, Elsevier; 2015, p. 79–165. <https://doi.org/10.1016/B978-1-895198-85-0.50006-6>.
- [73] S.-J. Wang, S. Hutsch, F. Talnack, M. Deconinck, S. Huang, Z. Zhang, A.-L. Hofmann, H. Thiersch, H. Kleemann, Y. Vaynzof, S.C.B. Mannsfeld, F. Ortmann, K. Leo, Band Structure Engineering in Highly Crystalline Organic Semiconductors, *Chem. Mater.* 35 (2023) 7867–7874. <https://doi.org/10.1021/acs.chemmater.3c01934>.
- [74] Trembath-Reichert E, Wilson JP, McGlynn SE, et al. Four hundred million years of silica biomineralization in land plants. *Proc Natl Acad Sci USA* 2015;112:5449–54. <https://doi.org/10.1073/pnas.1500289112>.
- [75] Lechner C, Becker C. Silaffins in Silica Biomineralization and Biomimetic Silica Precipitation. *Marine Drugs* 2015;13:5297–333. <https://doi.org/10.3390/md13085297>.
- [76] Guerreiro AN, Costa IB, Vale AB, et al. Distinctive Electric Properties of Group 14 Oxides: SiO₂, SiO, and SnO₂. *IJMS* 2023;24:15985. <https://doi.org/10.3390/ijms242115985>.

-
-
- [77] Richard Drees L, Wilding LP, Smeck NE, et al. Silica in Soils: Quartz and Disordered Silica Polymorphs. In: Dixon JB, Weed SB, editors. SSSA Book Series, vol. 1. 1st ed., Wiley; 1989, p. 913–74. <https://doi.org/10.2136/sssabookser1.2ed.c19>.
- [78] Seroka NS, Taziwa RT, Khotseng L. Extraction and Synthesis of Silicon Nanoparticles (SiNPs) from Sugarcane Bagasse Ash: A Mini-Review. Applied Sciences 2022;12:2310. <https://doi.org/10.3390/app12052310>.
- [79] Iningev TS, Agbo EO, Abu OE. Comparative Analysis of Dietary Silica in <i>Vigna subterranean</i> (Bambara Nut) and <i>Arachis hypogea</i> (Ground Nut or Peanut). CBE 2024. <https://doi.org/10.11648/j.cbe.20240901.12>.
- [80] L. Cajero Sotelo, M.E. Nicho Díaz, U. León Silva, M.R. Díaz Guillén, R. Salgado Delgado, E. García Hernández, E. Díaz Barriga Castro, Caracterización de SiO₂ obtenido a partir de fuentes naturales, Rev. Politéc. Aguascalientes 3 (2024) 1–5.
- [81] Dicovski Riobóo LM, Meza Peter LE. Alpiste, phalaris canariensis, su uso para consumo humano. Higo 2020;10:1–11. <https://doi.org/10.5377/elhigo.v10i2.10581>.
- [82] Urbizo-Reyes UC, Aguilar-Toalá JE, Liceaga AM. Hairless canary seeds (Phalaris canariensis L.) as a potential source of antioxidant, antihypertensive, antidiabetic, and antiobesity biopeptides. Food Prod Process and Nutr 2021;3:6. <https://doi.org/10.1186/s43014-020-00050-w>.
- [83] Morales-Zamora M, Mesa-Garriga L, Ley-Chong N, et al. Estudios previo inversionistas para la producción de furfural-etanol y tableros a partir de bagazo de caña de azúcar. revion 2021;34. <https://doi.org/10.18273/revion.v34n2-2021002>.
- [84] Pandey A, Soccol CR, Nigam P, et al. Biotechnological potential of agro-industrial residues. I: sugarcane bagasse. Bioresource Technology 2000;74:69–80. [https://doi.org/10.1016/S0960-8524\(99\)00142-X](https://doi.org/10.1016/S0960-8524(99)00142-X).
- [85] Embong R, Shafiq N, Kusbiantoro A. SILICA EXTRACTION AND INCINERATION PROCESS OF SUGARCANE BAGASSE ASH (SCBA) AS POZZOLANIC MATERIALS: A REVIEW 2016;11.

-
-
- [86] Gonçalves MC. Sol-Gel Silica Nanoparticles in Medicine: A Natural Choice. Design, Synthesis and Products. *Molecules* 2018;23:2021. <https://doi.org/10.3390/molecules23082021>.
- [87] Pavlenko VI, Cherkashina NI, Demkina LN. Influence of Hydrothermal Treatment on Crystalline Form of SiO₂ Synthesized by Sol-Gel Method. *IOP Conf Ser: Mater Sci Eng* 2018;327:052026. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/327/5/052026>.
- [88] Pratibha Sharma, Jai Prakash, Raj Kaushal, An insight into the green synthesis of SiO₂ nanostructures as a novel adsorbent for removal of toxic water pollutants, *Environmental Research*, Volume 212, Part C, 2022, 113328, ISSN 0013-9351, <https://doi.org/10.1016/j.envres.2022.113328>.
- [89] Zarei V, Mirzaasadi M, Davarpanah A, et al. Environmental Method for Synthesizing Amorphous Silica Oxide Nanoparticles from a Natural Material. *Processes* 2021;9:334. <https://doi.org/10.3390/pr9020334>.
- [90] Xu B, Li S, Shi R, et al. Multifunctional mesoporous silica nanoparticles for biomedical applications. *Sig Transduct Target Ther* 2023;8:435. <https://doi.org/10.1038/s41392-023-01654-7>.
- [91] Peng R, Asadullah Khan M, Li Liu C. Synthesis of Silica nanoparticles and their application of Dielectric relaxation spectroscopy- a review. *Results in Chemistry* 2023;6:101218. <https://doi.org/10.1016/j.rechem.2023.101218>.
- [92] D. Hull, *Materiales compuestos*, Editorial Reverté, Barcelona, 1987.
- [93] Kangishwar S, Radhika N, Sheik AA, et al. A comprehensive review on polymer matrix composites: material selection, fabrication, and application. *Polym Bull* 2023;80:47–87. <https://doi.org/10.1007/s00289-022-04087-4>.
- [94] Kaliyev A, Yessengabylov I, Kyrykbayeva A, et al. High-Performance Composite Gears: A Systematic Review of Materials, Processing, and Performance. *J Compos Sci* 2026;10:195. <https://doi.org/10.3390/jcs10040195>.
- [95] Dhanasekar S, Stella TJ, Thenmozhi A, et al. Study of Polymer Matrix Composites for Electronics Applications. *Journal of Nanomaterials* 2022;2022:8605099. <https://doi.org/10.1155/2022/8605099>.

-
-
- [96] D'Souza AA, Kumari D, Banerjee R. Nanocomposite biosensors for point-of-care—evaluation of food quality and safety. *Nanobiosensors*, Elsevier; 2017, p. 629–76. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-804301-1.00015-1>.
- [97] A.K. Nayak, S. Mazumder, T.J. Ara, M.T. Ansari, M.S. Hasnain, Calcium fluoride-based dental nanocomposites, in: A.M. Asiri, Inamuddin, A. Mohammad (Eds.), *Applications of Nanocomposite Materials in Dentistry*, Woodhead Publishing, 2019, pp. 27–45. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-813742-0.00002-X>.
- [98] Nayak AK, Mazumder S, Ara TJ, et al. Calcium fluoride-based dental nanocomposites. *Applications of Nanocomposite Materials in Dentistry*, Elsevier; 2019, p. 27–45. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-813742-0.00002-X>.
- [99] Dinh NN, Khanh TST, Long LM, et al. Nanomaterials for Organic Optoelectronic Devices: Organic Light-Emitting Diodes, Organics Solar Cells and Organic Gas Sensors. *Mater Trans* 2020;61:1422–9. <https://doi.org/10.2320/matertrans.MT-MN2019042>.
- [100] Zhang L, Huang X, Liu L, et al. Fabrication of Organic/Inorganic Nanocomposites: From Traditional Synthesis to Additive Manufacturing. *Advanced Materials* 2025;37:2505504. <https://doi.org/10.1002/adma.202505504>.
- [101] Adnan MM, Dalod ARM, Balci MH, et al. In Situ Synthesis of Hybrid Inorganic–Polymer Nanocomposites. *Polymers* 2018;10:1129. <https://doi.org/10.3390/polym10101129>.
- [102] Kamal A, Ashmawy M, S S, et al. Fabrication techniques of polymeric nanocomposites: A comprehensive review. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part C: Journal of Mechanical Engineering Science* 2022;236:4843–61. <https://doi.org/10.1177/09544062211055662>.
- [103] Navas D, Fuentes S, Castro-Alvarez A, et al. Review on Sol-Gel Synthesis of Perovskite and Oxide Nanomaterials. *Gels* 2021;7:275. <https://doi.org/10.3390/gels7040275>.
- [104] Rane AV, Kanny K, Abitha VK, et al. Methods for Synthesis of Nanoparticles and Fabrication of Nanocomposites. *Synthesis of Inorganic Nanomaterials*, Elsevier; 2018, p. 121–39. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-101975-7.00005-1>.

-
-
- [105] Hernández-Guzmán F, Nicho-Díaz ME, Medrano-Solís A, et al. In-situ synthesis by Grignard Metathesis of poly(3-hexylthiophene) in presence of CdS and their properties. *European Polymer Journal* 2017;90:407–17. <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2017.03.040>.
- [106] Gupta A, Akhtar AJ, Saha SK. In-situ growth of P3HT/graphene composites for supercapacitor application. *Materials Chemistry and Physics* 2013;140:616–21. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2013.04.015>.
- [107] Kharkwal A, Sharma SN, Jain K, et al. Polymeric stabilization of hybrid nanocomposites: a comparison between in situ and ex situ-grown CuInS₂ in poly(3-hexylthiophene) polymer. *Colloid Polym Sci* 2013;291:2607–17. <https://doi.org/10.1007/s00396-013-2967-0>.
- [108] Chua, M., Tang, T., Ong, K., Neo, W., & Xu, J. (2018). Chapter 1. Introduction to Electrochromism. *Smart Materials Series*. <https://doi.org/10.1039/9781788016667-00001>.
- [109] Jia, R., Xiang, S., Wang, Y., Chen, H., & Xiao, M. (2023). Electrically Triggered Color-Changing Materials: Mechanisms, Performances, and Applications. *Advanced Optical Materials*, 12. <https://doi.org/10.1002/adom.202302222>.
- [110] Shchegolkov AV, Jang S-H, Shchegolkov AV, et al. A Brief Overview of Electrochromic Materials and Related Devices: A Nanostructured Materials Perspective. *Nanomaterials* 2021;11:2376. <https://doi.org/10.3390/nano11092376>.
- [111] Zhang W, Li H, Hopmann E, et al. Nanostructured inorganic electrochromic materials for light applications. *Nanophotonics* 2021;10:825–50. <https://doi.org/10.1515/nanoph-2020-0474>.
- [112] Xu B, Chen J, Ding Z, et al. The Progress and Outlook of Multivalent-Ion-Based Electrochromism. *Small Science* 2023;3:2300025. <https://doi.org/10.1002/sssc.202300025>.
- [113] Gu C, Jia A-B, Zhang Y-M, et al. Emerging Electrochromic Materials and Devices for Future Displays. *Chem Rev* 2022;122:14679–721. <https://doi.org/10.1021/acs.chemrev.1c01055>.
- [114] Neo WT, Ye Q, Chua S-J, et al. Conjugated polymer-based electrochromics: materials, device fabrication and application prospects. *J Mater Chem C* 2016;4:7364–76. <https://doi.org/10.1039/C6TC01150K>.

-
-
- [115] A.B. Medrano-Solís, Síntesis y caracterización de polímeros conductores para su aplicación en dispositivos electrocrómicos duales, Ph.D. thesis, Universidad Autónoma del Estado de Morelos, México, 2018.
- [116] Padilla Martínez J. Caracterización y optimización electroquímica de dispositivos electrocrómicos duales basados en polímeros conductores. Universidad Politécnica de Cartagena, 2006. <https://doi.org/10.31428/10317/972>.
- [117] P.M.S. Monk, R.J. Mortimer, D.R. Rosseinsky, Electrochromism: Fundamentals and Applications, VCH, Weinheim, 1995.
- [118] W. Wang, S. Guo, F. Feng, Q. Li, H. Cai, A. Rougier, D. Ma, J. Wang, Research Progress in Polymer Electrolytes for Electrochromic Devices, Polym. Rev. 65 (2024) 302–328. <https://doi.org/10.1080/15583724.2024.2406973>.
- [119] Sundaresan V, Cutri AR, Metro J, et al. Potential dependent spectroelectrochemistry of electrofluorogenic dyes on indium-tin oxide. Electrochemical Science Adv 2022;2:e2100094. <https://doi.org/10.1002/elsa.202100094>.
- [120] Kim JS, Park JH, Lee JH, et al. Control of the electrode work function and active layer morphology via surface modification of indium tin oxide for high efficiency organic photovoltaics. Applied Physics Letters 2007;91:112111. <https://doi.org/10.1063/1.2778548>.
- [121] Yaseen M, Khattak MAK, Khan A, et al. State-of-the-art electrochromic thin films devices, fabrication techniques and applications: a review. Nanocomposites 2024;10:1–40. <https://doi.org/10.1080/20550324.2023.2291619>.
- [122] Marciel A, Borges J, Pereira L, et al. Advancements in Electrochromic Technology for Multifunctional Flexible Devices. Materials 2025;18:2964. <https://doi.org/10.3390/ma18132964>.
- [123] Rai V, Singh RS, Blackwood DJ, et al. A Review on Recent Advances in Electrochromic Devices: A Material Approach. Adv Eng Mater 2020;22:2000082. <https://doi.org/10.1002/adem.202000082>.

-
-
- [124] Anthony Raj MR, Humeniuk HV, Skene WG. Covalent Attachment Strategies of Molecular Electrochromes for Enhancing Electrochromic Performance. *ChemPlusChem* 2025;90:e202500178. <https://doi.org/10.1002/cplu.202500178>.
- [125] Jia Z, Sui Y, Qian L, et al. Electrochromic windows with fast response and wide dynamic range for visible-light modulation without traditional electrodes. *Nat Commun* 2024;15:6110. <https://doi.org/10.1038/s41467-024-50542-3>.
- [126] Zhang S, Chen S, Zhao Y, et al. All-Solid-State Electrochromic Device Based on Nanocellulose/PANI/PEDOT Ternary Hybrid System for High Optical Contrast and Excellent Cycling Stability. *J Electrochem Soc* 2019;166:H77–86. <https://doi.org/10.1149/2.0751902jes>.
- [127] Choi SJ, Park SY, Kim KH, et al. Porous material engineering through synthesis for smart sensor systems. *Microsyst Nanoeng* 2026;12:123. <https://doi.org/10.1038/s41378-025-01156-2>.
- [128] Guo J, Jia H, Shao Z, et al. Fast-Switching WO₃ -Based Electrochromic Devices: Design, Fabrication, and Applications. *Acc Mater Res* 2023;4:438–47. <https://doi.org/10.1021/accountsmr.2c00217>.
- [129] Padilla, J., Niklaus, L., Schott, M., Posset, U., Faceira, B., Mjejri, I., Rougier, A., Alesanco, Y., Viñuales, A., Shen, D. E., Österholm, A. M., & Reynolds, J. (2023). Quantitative Assessment of the Cycling Stability of Different Electrochromic Materials and Devices. *ACS Applied Optical Materials*. <https://doi.org/10.1021/acsaom.3c00087>.
- [130] Chen D, Tong Z, Rao Q, et al. High-Performance Black Copolymers Enabling Full Spectrum Control in Electrochromic Devices. *Nat Commun* 2024;15:8457. <https://doi.org/10.1038/s41467-024-52430-2>.
- [131] Chen CC. Characterization of Porous WO₃ Electrochromic Device by Electrochemical Impedance Spectroscopy. *Journal of Nanomaterials* 2013;2013:785023. <https://doi.org/10.1155/2013/785023>.
- [132] Megawati, Fardhyanti DS, Artanti Putri RD, et al. Synthesis of Silica Powder from Sugar Cane Bagasse Ash and Its Application as Adsorbent in Adsorptive-distillation of Ethanol-water Solution. *MATEC Web Conf* 2018;237:02002. <https://doi.org/10.1051/matecconf/201823702002>.

-
-
- [133] Tadesse M, Amare E, Murthy HCA, et al. Extraction and Characterization of Bio-Silica from Sugar Cane Bagasse Ash of Wonji Sugar Industry, Ethiopia 2019;6.
- [134] Falk G, Shinhe GP, Teixeira LB, et al. Synthesis of silica nanoparticles from sugarcane bagasse ash and nano-silicon via magnesiothermic reactions. *Ceramics International* 2019;45:21618–24. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.07.157>.
- [135] Shi B, Xie L, Ma B, et al. Preparation and Properties of Highly Transparent SiO₂ Aerogels for Thermal Insulation. *Gels* 2022;8:744. <https://doi.org/10.3390/gels8110744>.
- [136] Ellerbrock RH, Stein M, Schaller J. Comparing silicon mineral species of different crystallinity using Fourier transform infrared spectroscopy. *Front Environ Chem* 2024;5:1462678. <https://doi.org/10.3389/fenvc.2024.1462678>.
- [137] Gabriel AM, Sierra E Silva MLL, De Camargo ER. Effect of SiO₂ Nanoparticles on PNVCL Polymerization and Molecular Weight Control. *ACS Omega* 2025;10:43141–9. <https://doi.org/10.1021/acsomega.5c06375>.
- [138] Arun Kumar D, Merline Shyla J, Xavier FP. Synthesis and characterization of TiO₂/SiO₂ nano composites for solar cell applications. *Appl Nanosci* 2012;2:429–36. <https://doi.org/10.1007/s13204-012-0060-5>.
- [139] Palanimuthu V, Periakaruppan R, Romanovski V, et al. Synthesis and Structural Characterization of SiO₂ Nanoparticles Using Extract of *Gracilaria Crassa* Via Green Chemistry Approach. *ChemistryOpen* 2025;14:e202400356. <https://doi.org/10.1002/open.202400356>.
- [140] Munasir, Dewanto AS, Kusumawati DH, et al. Structure Analysis of Fe₃ O₄ @SiO₂ Core Shells Prepared from Amorphous and Crystalline SiO₂ Particles. *IOP Conf Ser: Mater Sci Eng* 2018;367:012010. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/367/1/012010>.
- [141] Alqaheem Y, Alomair AA. Microscopy and Spectroscopy Techniques for Characterization of Polymeric Membranes. *Membranes* 2020;10:33. <https://doi.org/10.3390/membranes10020033>.
- [142] Mehravar M, Mirjalili BBF, Babaei E, et al. Nano-SiO₂/DBN: an efficacious and reusable catalyst for one-pot synthesis of tetrahydrobenzo[b]pyran derivatives. *BMC Chemistry* 2021;15:34. <https://doi.org/10.1186/s13065-021-00760-3>.

-
-
- [143] Musić S, Filipović-Vinceković N, Sekovanić L. Precipitation of amorphous SiO₂ particles and their properties. *Braz J Chem Eng* 2011;28:89–94. <https://doi.org/10.1590/S0104-66322011000100011>.
- [144] Wang S, Wang DK, Smart S, et al. Ternary Phase-Separation Investigation of Sol-Gel Derived Silica from Ethyl Silicate 40. *Sci Rep* 2015;5:14560. <https://doi.org/10.1038/srep14560>.
- [145] Molefe FV, Mothudi BM, Dhlamini MS. The effect of deposition method and thickness dependence on the growth of P3HT for organic photovoltaic devices. *Results in Optics* 2024;16:100684. <https://doi.org/10.1016/j.rio.2024.100684>.
- [146] Hernández-Martínez D, Nicho ME, Alvarado-Tenorio G, et al. Elaboration and characterization of P3HT–PEO–SWCNT fibers by electrospinning technique. *SN Appl Sci* 2020;2:462. <https://doi.org/10.1007/s42452-020-2278-2>.
- [147] Chen T-A, Wu X, Rieke RD. Regiocontrolled Synthesis of Poly(3-alkylthiophenes) Mediated by Rieke Zinc: Their Characterization and Solid-State Properties. *J Am Chem Soc* 1995;117:233–44. <https://doi.org/10.1021/ja00106a027>.
- [148] Sasakura H, Kinoshita Y, Tamiaki H. Visible absorption and fluorescence emission of synthetic dimers of chlorophyll-a derivatives linked with a π -conjugated oligoene spacer at the peripheral 3-position. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry* 2025;462:116270. <https://doi.org/10.1016/j.jphotochem.2025.116270>.
- [149] Ren S, Zhang W, Wang Z, et al. Preparation of Dye Semiconductors via Coupling Polymerization Catalyzed by Two Catalysts and Application to Transistor. *Molecules* 2023;29:71. <https://doi.org/10.3390/molecules29010071>.
- [150] Kuila BK, Malik S, Batabyal SK, et al. In-Situ Synthesis of Soluble Poly(3-hexylthiophene)/Multiwalled Carbon Nanotube Composite: Morphology, Structure, and Conductivity. *Macromolecules* 2007;40:278–87. <https://doi.org/10.1021/ma061548e>.
- [151] Saini V, Li Z, Bourdo S, et al. Electrical, Optical, and Morphological Properties of P3HT-MWNT Nanocomposites Prepared by in Situ Polymerization. *J Phys Chem C* 2009;113:8023–9. <https://doi.org/10.1021/jp809479a>.

-
-
- [152] Huang Y-J, Lo W-C, Liu S-W, et al. Unified assay of adverse effects from the varied nanoparticle hybrid in polymer–fullerene organic photovoltaics. *Solar Energy Materials and Solar Cells* 2013;116:153–70. <https://doi.org/10.1016/j.solmat.2013.03.031>.
- [153] Guo X-S, Zhang Z-K, Zhang T-Y, et al. Interfacial self-assembly of amphiphilic conjugated block copolymer into 2D nanotapes. *Soft Matter* 2019;15:8790–9. <https://doi.org/10.1039/C9SM01503E>.
- [154] F. A. Santos, D. J. Christensen, II, R. Y. Cox, S. A. Schultz, R. H. Fernando, and S. Zhang, “Dynamic Gelation of Conductive Polymer Nanocomposites Consisting of Poly(3-Hexylthiophene) and ZnO Nanowires,” *Journal of Composites Science* 5 (2021): 19, <https://doi.org/10.3390/jcs5080199>.
- [155] Makuła P, Pacia M, Macyk W. How To Correctly Determine the Band Gap Energy of Modified Semiconductor Photocatalysts Based on UV–Vis Spectra. *J Phys Chem Lett* 2018;9:6814–7. <https://doi.org/10.1021/acs.jpcllett.8b02892>.
- [156] Rasmussen S. Low-Bandgap Polymers. In: Kobayashi S, Müllen K, editors. *Encyclopedia of Polymeric Nanomaterials*, Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg; 2013, p. 1–13. https://doi.org/10.1007/978-3-642-36199-9_5-1.
- [157] Molefe FV, Mothudi BM, Dhlamini MS, et al. Interactions in GO/P3HT thin films: Spectroscopic investigation for organic solar cells. *MRS Advances* 2024;9:1548–53. <https://doi.org/10.1557/s43580-024-00956-4>.
- [158] Ribeiro T, Baleizão C, Farinha J. Functional Films from Silica/Polymer Nanoparticles. *Materials* 2014;7:3881–900. <https://doi.org/10.3390/ma7053881>.
- [159] V. Molefe F, Khenfouch M, S. Dhlamini M, et al. Spectroscopic investigation of charge and energy transfer in P3HT/GO nanocomposite for solar cell applications. *Adv Mater Lett* 2017;8:246–50. <https://doi.org/10.5185/amlett.2017.1409>.
- [160] Panwar K, Jassal M, Agrawal AK. In situ synthesis of Ag–SiO₂ Janus particles with epoxy functionality for textile applications. *Particuology* 2015;19:107–12. <https://doi.org/10.1016/j.partic.2014.06.007>.

-
-
- [161] Lim T, Sung M, Kim J. Oxygen Evolution Reaction at Microporous Pt Layers: Differentiated Electrochemical Activity between Acidic and Basic Media. *Sci Rep* 2017;7:15382. <https://doi.org/10.1038/s41598-017-15688-9>.
- [162] Maddali H, House KL, Emge TJ, et al. Identification of the local electrical properties of crystalline and amorphous domains in electrochemically doped conjugated polymer thin films. *RSC Adv* 2020;10:21454–63. <https://doi.org/10.1039/D0RA02796K>.
- [163] Tsokkou D, Cavassin P, Rebetez G, et al. Bipolarons rule the short-range terahertz conductivity in electrochemically doped P3HT. *Mater Horiz* 2022;9:482–91. <https://doi.org/10.1039/D1MH01343B>.
- [164] Kandpal S, Ghosh T, Rani C, et al. Bifunctional Application of Viologen-MoS₂ - CNT/Polythiophene Device as Electrochromic Diode and Half-Wave Rectifier. *ACS Mater Au* 2022;2:293–300. <https://doi.org/10.1021/acsmaterialsau.1c00064>.
- [165] Zhang G-W, Gao J-G, Wang R, et al. Space Charge Characteristics and Breakdown Properties of Nanostructured SiO₂/PP Composites. *Polymers* 2023;15:2826. <https://doi.org/10.3390/polym15132826>.
- [166] Marchesi LF, Pereira EC. The influence of the drying process on electrochemical properties of P3HT/PCBM (1.00/0.25wt%) electrodes. *Synthetic Metals* 2014;194:82–7. <https://doi.org/10.1016/j.synthmet.2014.04.018>.
- [167] Hu Q, Li R, Zhang X, et al. Lithium ion trapping mechanism of SiO₂ in LiCoO₂ based memristors. *Sci Rep* 2019;9:5081. <https://doi.org/10.1038/s41598-019-41508-3>.
- [168] Shokry A, Karim M, Khalil M, et al. Supercapacitor based on polymeric binary composite of polythiophene and single-walled carbon nanotubes. *Sci Rep* 2022;12:11278. <https://doi.org/10.1038/s41598-022-15477-z>.
- [169] Tan B, Pan H, Budhlall BM, et al. Poly(3-hexylthiophene)/poly(styrene) blended colloids: Exploiting the effects of composition and marginal solvent. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 2018;539:221–8. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2017.12.027>.

-
-
- [170] Lee SH, Lee YB, Park DH, et al. Tuning optical properties of poly(3-hexylthiophene) nanoparticles through hydrothermal processing. *Science and Technology of Advanced Materials* 2011;12:025002. <https://doi.org/10.1088/1468-6996/12/2/025002>.
- [171] Kontou E, Christopoulos A, Koralli P, et al. The Effect of Silica Particle Size on the Mechanical Enhancement of Polymer Nanocomposites. *Nanomaterials* 2023;13:1095. <https://doi.org/10.3390/nano13061095>.
- [172] September LA, Kheswa N, Seroka NS, et al. Green synthesis of silica and silicon from agricultural residue sugarcane bagasse ash – a mini review. *RSC Adv* 2023;13:1370–80. <https://doi.org/10.1039/D2RA07490G>.
- [173] García-Escobar CH, Nicho ME, Hu H, et al. Effect of Microwave Radiation on the Synthesis of Poly(3-hexylthiophene) and the Subsequent Photovoltaic Performance of CdS/P3HT Solar Cells. *International Journal of Polymer Science* 2016;2016:1–9. <https://doi.org/10.1155/2016/1926972>.
- [174] Chalal D, Kherfi A, Madani A, et al. Electroactivity of the hybrid material composed of poly(3-hexylthiophene) and titania nanoparticles synthesized by electrochemical process. *Bull Mater Sci* 2022;45:73. <https://doi.org/10.1007/s12034-022-02659-8>.
- [175] Sahu B, Bansal L, Rath DK, et al. Bendable & twistable oxide-polymer based hybrid electrochromic device: Flexible and multi-wavelength color modulation. *Materials Today Electronics* 2024;7:100082. <https://doi.org/10.1016/j.mtelec.2023.100082>.
- [176] Baray-Calderón A, Camacho-Cáceres J, Hernández-Guzmán F, et al. Enhanced performance of poly(3-hexylthiophene)-based electrochromic devices by adding a mesoporous TiO₂ layer. *Synthetic Metals* 2023;293:117274. <https://doi.org/10.1016/j.synthmet.2022.117274>.
- [177] Kim T-H, Jeon HJ, Lee J-W, et al. Enhanced electrochromic properties of hybrid P3HT/WO₃ composites with multiple colorations. *Electrochemistry Communications* 2015;57:65–9. <https://doi.org/10.1016/j.elecom.2015.05.008>.

ANEXO 1. DOCUMENTOS PROBATORIOS

ARTÍCULOS



Journal of Applied Polymer Science

WILEY
Applied Polymer
SCIENCE

RESEARCH ARTICLE

Eco-Friendly SiO₂ From Sugarcane Bagasse Enhance P3HT Electrochromic Devices

Liliana Cajero-Sotelo¹ | María E. Nicho¹ | Ulises León-Silva¹ | Jesús Castrellón-Urbe¹ | Mario R. Díaz-Guillén² | Areli M. Salgado-Delgado³

¹Centro de Investigación en Ingeniería y Ciencias Aplicadas de la Universidad Autónoma del Estado de Morelos, Cuernavaca, Morelos, México | ²Instituto Nacional de Electricidad y Energías Limpias, Cuernavaca, Morelos, México | ³Tecnológico Nacional de México/Instituto Tecnológico de Zacatepec, Zacatepec, Morelos, México

Correspondence: María E. Nicho (menicho@uaem.mx)

Received: 25 October 2025 | **Revised:** 18 December 2025 | **Accepted:** 8 January 2026

Keywords: composites | conducting polymers | optical and photovoltaic applications

ABSTRACT

Harnessing the synergistic effects of composite materials enables the design of smart windows with improved performance. Furthermore, the utilization of agro-industrial waste is desirable to promote the circular economy and contribute to environmental and health care. In this work, in situ synthesized composites based on poly(3-hexylthiophene-2,5-diyl) (P3HT) and silicon dioxide (SiO₂) extracted from a natural source (sugarcane bagasse) are investigated. The effect of acid treatment of sugarcane bagasse fibers and variations in SiO₂ concentration in P3HT on the physicochemical properties of the compound are studied. The composites are characterized by infrared and ultraviolet–visible spectroscopy, X-ray diffraction, cyclic voltammetry, scanning electron microscopy/energy dispersive spectroscopy, and atomic force microscopy. The results show that the properties of P3HT improve with the addition of SiO₂ extracted from sugarcane bagasse, corroborating an increase in conjugation length, polymer chain arrangement, and stored charge, as well as a decrease in the bandgap. Furthermore, the synthesized composites are tested in dual electrochromic devices (DEDs) using the GLASS/ITO/COMPOSITE/PE/PANI/ITO/GLASS configuration. DEDs show higher optical contrast and more stable optical kinetics when incorporating SiO₂ into P3HT. The addition of SiO₂ to P3HT increases the optical contrast of dual DEDs by up to 126.9%, offering an alternative for the development of electrochromic devices.

1 | Introduction

One of the key emerging technologies in the field of energy efficiency is smart windows, which can adjust their optical properties, such as transmittance, in response to the application of a voltage [1]. Among the most advanced options for optimizing these windows are composites of semiconductor polymers and inorganic materials, which combine electronic and optical properties to improve device functionality and efficiency [2]. One area of interest is the use of natural oxides in the manufacture of these composites. An oxide that can be found naturally in plants is silicon dioxide (SiO₂), a porous inorganic material, which has the potential to enrich the structure of polymers and expand the contact area between the composite and its environment [3].

Therefore, incorporating the polymer/SiO₂ composite into smart windows would result in a greater contact area between the electrolyte and the active composite layer, thus improving the device's performance. SiO₂ extracted from sugarcane bagasse not only presents a more sustainable and less expensive option than its synthetic counterparts but also provides unique optical and mechanical properties to the final material [4].

On the other hand, poly(3-hexylthiophene-2,5-diyl) P3HT is a polymer with hexyl groups in Position 3 of the thiophene ring, which thanks to its conjugated double bonds resulting from the overlap of p orbitals that generate delocalized electrons and present semiconductivity [5]. P3HT exhibits electrochromism, changing color from dark red to light blue upon

© 2026 Wiley Periodicals LLC.

Journal of Applied Polymer Science, 2026; 0:e70388
<https://doi.org/10.1002/app.70388>

1 of 17

RESEARCH ARTICLE

Nanosilica from canary seed husk for corrosion protection of structural steel

U. León-Silva¹ | M. E. Nicho¹ | L. Cajero-Sotelo¹ | C. F. Castro-Guerrero² |
Jesús Escobedo-Alatorre¹ | M. R. Díaz-Guillén³

¹Center for Research in Engineering and Applied Science (CIIAp), Autonomous University of the State of Morelos (UAEM), Cuernavaca, Morelos, Mexico

²National Technological Institute of Mexico, National Council of Humanities, Sciences and Technologies (Conahcyt), Altamira, Mexico

³National Institute of Electricity and Clean Energies (INEEL), Cuernavaca, Morelos, Mexico

Correspondence

U. León-Silva, Centro de Investigación en Ingeniería y Ciencias Aplicadas, Universidad Autónoma del Estado de Morelos, Ave. Universidad 1001, Col. Chamilpa, Cuernavaca, Morelos, México.
Email: ulises.leon@uaem.mx

Funding information

Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) / Secretaría de Educación Pública (SEP) / Fondo Sectorial de Investigación para la Educación, Grant/Award Number: A1-S-40536

Abstract

An alternative technique is presented for the corrosion protection of the A36 structural steel (A36SS) in acid medium (H_2SO_4) using silica obtained from canary seed husk (CSH). The silica was obtained in a solid amorphous state with a particle size of 10–22 nm. The anticorrosive properties of nanosilica (NS) were studied using potentiodynamic polarization (PDP), linear polarization resistance (LPR), and electrochemical impedance spectroscopy (EIS). Before carrying out the corrosion tests, the A36SS was subjected to a treatment with NaOH solution without and with the presence of NS. The A36SS treated with NS presented the lowest current density values and the noblest corrosion potential values, indicating that the corrosion rate decreased. The surface morphological study of the tested systems using SEM/EDS showed that the NS-treated A36SS had a more efficient physical barrier against corrosive species.

KEYWORDS

canary seed husk, corrosion, nanosilica, steel, surface treatment

1 | INTRODUCTION

Corrosion is a natural, irreversible, and catastrophic phenomenon. According to the industry, the total direct cost of this phenomenon is between 3% and 5% of gross domestic product (GDP)¹ and occurs in metals that are used in many technological applications and infrastructure.

The need for new materials in the global industry and the environmental threat of “climate change” create problems related to the premature degradation of metals and corrosion protection with environmentally harmful compounds. Therefore, proposing technologies or methods for the control of corrosion in metals that consider environmental, economic, and social aspects is very important today.

Agro-industrial waste represents a serious environmental pollution problem and can cause harmful effects on human and animal health. However, the use of this type of waste, which has lost its value, as a reliable source of raw material is very interesting. In this context, the silica contained in the rice husk has been used to develop efficient corro-

sion inhibitors for metals, such as steel and aluminum.^{2–5} In the case of silica from canary seed husk (CSH) and other husks (e.g., millet bran and wheat), cancer cases have been reported due to its consumption in some food and through direct contact.^{6–8} However, no studies have been reported on the use of silica from CSH for corrosion control. This silica is expected to have anticorrosive properties similar to those reported for rice husk silica. Likewise, the study of this compound arises from the need to replace toxic and expensive anticorrosive inhibitors based on hexavalent chromium,⁹ heavy metals,¹⁰ acetylenic alcohols, alkenylphenones, aromatic aldehydes, carbonyls, amines,¹¹ among others.

Compounds that have in their structure atoms with lone electron pairs such as phosphorous, sulfur, nitrogen or oxygen have functioned as corrosion inhibitors.¹² Such is the case of dry rice husk that contains (% by weight): 39–42 carbon (C), 30–34 oxygen (O), 5 hydrogen (H), 0.6 nitrogen (N), 16–23 inorganic elements and organic compounds: cellulose, lignin, pentosans, proteins and



Contents lists available at ScienceDirect

Journal of Physics and Chemistry of Solids

journal homepage: www.elsevier.com/locate/jpcs

Biopolymeric separator for capacitors based on porous silicon

U. León-Silva^{a,*}, L. Cajero-Sotelo^a, M.E. Nicho^a, E.E. Antúñez^a, J. Escobedo-Alatorre^a, J.A. Sandoval-Espino^a, J.A. Marbán-Salgado^a, M.R. Díaz-Guillén^b^a Universidad Autónoma del Estado de Morelos, Centro de Investigación en Ingeniería y Ciencias Aplicadas, Avenida Universidad No. 1001, Col. Chamilpa, C.P. 62209, Cuernavaca, Mor., Mexico^b Instituto Nacional de Electricidad y Energías Limpias, Avenida Reforma No. 113, Col. Palmira, C.P. 62490, Cuernavaca, Mor., Mexico

ARTICLE INFO

Keywords:

—Chicken waste
Cyclic voltammetry
Electrochemical double layer
Energy storage
Corn waste

ABSTRACT

Biopolymers (BPs) synthesized from corn and chicken waste were studied for the first time as separator in the manufacture of capacitors based on porous silicon (pSi) as metal plate for charge storage. BPs were synthesized using easy, cheap, and sustainable thermochemical processes. The BP films (separators) were characterized by FT-IR, contact angle, surface electrical resistivity and AFM. Devices with the following pSi/BP/pSi configuration were manufactured and characterized by electrochemical impedance spectroscopy (EIS) and cyclic voltammetry (CV) to determine their performance as capacitors and study the mechanisms that control the process at the pSi/BP interface. Likewise, the charge/discharge process of the devices was observed on an oscilloscope using a resistor-capacitor (RC) circuit. The results obtained show that the devices have the capacity to store energy in the form of an electric field with the contribution of an electrochemical double layer. Likewise, it was found that greater surface roughness and hydrophobicity in the biopolymeric separators allowed a greater energy storage capacity. The capacitance values of the charge/discharge test were in the order of 215, 296 pF, 45 and 47 nF. The synthesized biopolymers have enormous potential for use as separators in the fabrication of pSi-based capacitors.

1. Introduction

Biopolymers (BP) are a type of environmentally friendly material that is causing great sensation and interest due to its properties and the process to obtain it is cheap and simple. In this regard, there are works reported in the literature on the synthesis, characterization, and applications of this type of material. Pritesh et al. [1] carried out a review on the improvement of concrete properties with biopolymer compounds highlighting the environmental benefits of using these types of materials. Zhang et al. [2] studied the water-retention behavior and microscopic analysis of xanthan gum and gellan gum (biopolymers) treated sandy soils. These biopolymers performed efficiently for the said application. Platnieks et al. [3] carried out a review on the synergistic interactions of cellulose with various biopolymers, such as lignin, hemicellulose, pectin, starch, alginate, chitin, chitosan, collagen, and silk, among others. The review focused on additive manufacturing for the development of these versatile, sustainable, and cheap materials.

In energy storage applications, biopolymers have been used for the development of supercapacitors and batteries, and porous silicon (pSi) for the manufacture of capacitors. A capacitor stores energy through

static electricity in the form of an electrostatic field [4]. The manufacturing of pSi/graphene/Pt capacitors with high density and fast charging speed have been reported [5]; this technology combines an enlarged electrode surface with dielectric thin film layers [6]. On the other hand, supercapacitors were manufactured with a novel quasi solid-state electrolyte (qSSE) made of cellulose or chitin, and 1-ethyl-3-methylimidazolium tetrafluoroborate (ionic liquid); devices with qSSE showed high performance in terms of specific capacitance ($140\text{--}145\text{ F g}^{-1}$) and energy-power densities ($35\text{--}45\text{ Wh kg}^{-1}$) [7]. Kasturi et al. [8] reported that activated carbon from *Artocarpus heterophyllus* seed and a flexible, conductive, thermally stable, biodegradable biopolymer electrolyte film from *Manihot esculenta* starch powder were good candidates for the fabrication of supercapacitors with high specific capacitance (240 F g^{-1}). Rebar et al. [9] used chitosan and potato starch doped with ammonium thiocyanate (electrolyte) to prepare solid electrolytes for supercapacitors; the electrolytes exhibited excellent ion transfer number and great stability of electrochemical potential. Likewise, the devices with these electrolytes showed good stability and high performance in energy and power density, and coulombic efficiency. In an extensive review by Gokul et al. [10] indicated that "traditional"

* Corresponding author.

E-mail address: ulises.leon@uaem.mx (U. León-Silva).<https://doi.org/10.1016/j.jpcs.2025.112597>

Received 9 December 2024; Received in revised form 21 January 2025; Accepted 24 January 2025

Available online 25 January 2025

0022-3697/© 2025 Elsevier Ltd. All rights are reserved, including those for text and data mining, AI training, and similar technologies.

Caracterización de SiO₂ obtenido a partir de fuentes naturales

L. Cajero Sotelo¹, M.E. Nicho Díaz¹, U. León Silva¹, M.R. Díaz Guillén², R. Salgado Delgado³,
E. García Hernández³ y E. Díaz Barriga Castro⁴

¹Universidad Autónoma del Estado de Morelos, Centro de Investigación en Ingeniería y Ciencias Aplicadas, Avenida Universidad No. 1001, Col. Chamilpa, C.P. 62209, Cuernavaca, Mor., México, liliana.cajero@uaem.edu.mx, ulises.leon@uaem.mx y menicho@uaem.mx

²Instituto Nacional de Electricidad y Energías Limpias, Avenida Reforma No. 113, Col. Palmira, C.P. 62490, Cuernavaca, Mor., México, mario.diaz@ineel.mx

³Tecnológico Nacional de México Campus Zacatepec, Calzada Tecnológico No. 27, Col. Plan de Ayala, C.P. 62780, Zacatepec, Mor., México, rene.sd@zacatepec.tecnm.mx y edgar.gh@zacatepec.tecnm.mx

⁴Centro de Investigación en Química Aplicada, Boulevard Enrique Reyna Hermosillo No. 140, C.P. 25294, Saltillo, Coah., México, enrique.diazbarriga@ciqua.edu.mx+

Resumen

En la presente investigación se desarrolló un proceso termoquímico para obtener dióxido de silicio (SiO₂) a partir del bagazo de caña de azúcar (BC) y cascarilla de alpiste (CA), los cuales son residuos no deseables de la industria azucarera y alimenticia. La utilización de este tipo de residuos permite darle un valor agregado al producto principal y contribuir con una economía circular. El BC y la CA se trataron con ácido clorhídrico (HCl) o ácido acético (CH₃COOH) antes del proceso de calcinación con la finalidad de mejorar el rendimiento en la obtención del SiO₂ y eliminar algunas impurezas inorgánicas. Las muestras de SiO₂ obtenidas a partir de BC y CA se caracterizaron por espectroscopia de infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR), microscopia electrónica de barrido (SEM), espectroscopia de rayos X de energía dispersiva (EDS), espectroscopia de luz ultravioleta y visible (UV-Vis), difracción de rayos X (XRD) y microscopia electrónica de transmisión (TEM). De acuerdo con los resultados de la caracterización fisicoquímica, los materiales obtenidos corresponden a SiO₂ amorfo con un tamaño de partícula < 50 nm. De acuerdo con la literatura, las propiedades fisicoquímicas del SiO₂ podrían ser las adecuadas para su aplicación en protección contra la corrosión y ventanas inteligentes.

Palabras clave— Bagazo de caña, cascarilla de alpiste, dióxido de silicio, proceso termoquímico.

Abstract

In the present research, a thermochemical process was developed to obtain silicon dioxide (SiO₂) from sugarcane bagasse (BC) and bird seed husk (CA), which are undesirable wastes from the sugar and food industry. The use of this type of waste provides added value to the main product and contributes to a circular economy. BC and CA were treated with hydrochloric acid (HCl) or acetic acid (CH₃COOH) before the calcination process in order to improve the yield in obtaining SiO₂ and remove some inorganic impurities. The SiO₂ samples obtained from BC and CA were characterized by Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive spectroscopy (EDS), ultraviolet and visible light spectroscopy (UV-Vis), X-ray diffraction (XRD) and transmission electron microscopy (TEM). According to the results of the physicochemical characterization, the materials obtained correspond to amorphous SiO₂ with a particle size < 50 nm. According to the literature, the physicochemical properties of SiO₂ could be suitable for its application in corrosion protection and smart windows.

Keywords— Sugarcane bagasse, birdseed husk, silicon dioxide, thermochemical process.

I. INTRODUCCIÓN

Los problemas ambientales que está enfrentando la humanidad han obligado a algunas empresas, centros de investigación y gobiernos a generar alternativas más verdes para la fabricación de sus productos con materiales sostenibles. Un material sostenible que tiene un gran número de aplicaciones, es el dióxido de silicio (SiO₂) debido a sus propiedades semiconductoras [1], absorbentes [2] y anticorrosivas [3], entre otras. El SiO₂ se encuentra en la naturaleza como cuarzo y se puede extraer de la arena y otros minerales. Sin embargo, la minería y extracción trae consigo problemas como la erosión y contaminación del suelo [4]. Otra fuente de SiO₂ son las plantas (esencial para su crecimiento), por lo que también se podría obtener SiO₂ a partir de algunos residuos agroindustriales. En este trabajo, se presenta un proceso termoquímico para la extracción de SiO₂ contenido en

dos residuos agroindustriales, el bagazo de caña (BC) y la cascarilla de alpiste (CA). La utilización de este tipo de residuos permite darle un valor agregado al producto principal, valorizar el residuo y contribuir con el cuidado del medio ambiente. Los materiales obtenidos fueron caracterizados mediante las técnicas de FTIR, SEM, EDS, UV-Vis, TEM y XRD.

II. METODOLOGÍA

Se realizó el mismo proceso de extracción del SiO₂ para el BC y la CA, el cual está basado en lo reportado por Embong et al., 2016 y por Vergara-Juárez et al., 2021 [5, 6]. El proceso se realizó en tres etapas: 1. Acondicionamiento del material, que consistió en la limpieza, lavado y pretratamiento con HCl 1M o CH₃COOH 1M o sin tratamiento (tres diferentes muestras), para evaluar el efecto de cada ácido en la remoción de la materia orgánica, 2. Calcinación del material y 3. Purificación de las cenizas con la finalidad de eliminar otro tipo de óxidos

ESTANCIAS



Energía
Secretaría de Energía



Cuernavaca, Morelos, a 16 de junio de 2026

Asunto: Constancia de Estancias de Investigación

A QUIEN CORRESPONDA

Por medio de la presente se hace constar que la **MCI. Liliana Cajero Sotelo** realizó diferentes estancias de investigación en la Gerencia de Energías Renovables de esta institución, durante los siguientes periodos: *17 de octubre al 11 de diciembre del 2022; 8 - 31 de marzo del 2023 y 2 - 15 octubre de 2024.*

Durante las estancias de investigación se llevó a cabo la síntesis de materiales y la caracterización morfológica de polímeros conductores mediante Microscopia de Fuerza Atómica. Dichas actividades estuvieron enmarcadas dentro del proyecto de tesis de doctorado que realizó la MCI Cajero en el CIICAp-UAEM.

Se extiende la presente a solicitud de la interesada y para los fines que considere convenientes en la Ciudad de Cuernavaca, Morelos a los 16 días del mes de junio del 2026.

Atentamente,

Dr. Mario Román Díaz Guillén
Investigador
Gerencia de Energías Renovables
Instituto Nacional de Electricidad y Energías Limpias
mario.diaz@ineel.mx



2026
año de
Margarita
Maza

Reforma 113, Col. Palmira, C.P. 62450, Cuernavaca, Morelos, México (777) 362 38 11 | www.cub.unam.mx/ineel

CONGRESOS



Sociedad Mexicana
de Materiales A.C.

August 2025

TO WHOM IT MAY CONCERN
Present

This is to certify that Liliana Cajero Sotelo, Maria Elena Nicho Diaz, Ulises León Silva, Jesús Castrellón-Urbe, Mario Román Díaz Guillén presented the contribution: P3HT/SiO₂ COMPOSITES: SYNTHESIS, CHARACTERIZATION AND APPLICATION IN ELECTROCHROMIC DEVICES as Poster modality, in the G2, Semiconducting Materials: Synthesis, Characterization and Applications Symposium at the 33rd International Materials Research Congress held in Cancun, Mexico from August 17th to 21st, 2025.

Sincerely,


Dra. Cecilia Noguez Garrido
SMMater President



33rd







2º CONGRESO ESTATAL DE MATERIALES DE MORELOS



LA SOCIEDAD MEXICANA DE MATERIALES A TRAVÉS DEL CAPÍTULO ESTUDIANTIL DEL ESTADO DE MORELOS (CE-SMMATER-MORELOS), OTORGA LA PRESENTE CONSTANCIA A:

Liliana Cajero Sotelo, Ma. Elena Nicho Díaz, Ulises León Silva, Mario R. Díaz Guillén, Rene Salgado Delgado

POR LA PRESENTACIÓN DEL PÓSTER TITULADO:

"Uso de dióxido de silicio extraído de bagazo de caña en compósitos de P3HT"

El día 4 de abril de 2025 en
Cuernavaca, Morelos.

MTRO. JUAN PABLO CASTREJÓN MARTÍNEZ
PRESIDENTE

DR. NAVEEN KUMAR REDDY BOGIREDDY
SUPERVISOR

DR. VÍCTOR BARBA LÓPEZ
SUPERVISOR

DR. JUAN CARLOS MARTÍNEZ OROZCO
COORDINADOR DE CEE-SMMATER



INSTITUTO DE
CIENCIAS
FÍSICAS



2º CONGRESO ESTATAL DE MATERIALES DE MORELOS



3-4 de abril de 2025

LA SOCIEDAD MEXICANA DE MATERIALES A TRAVÉS DEL CAPÍTULO ESTUDIANTIL DEL ESTADO DE MORELOS, OTORGAN EL PRESENTE RECONOCIMIENTO A:

Liliana Cajero Sotelo

Por haber obtenido el **primer lugar** en el **Torneo de Pósters del Segundo Congreso Estatal de Materiales de Morelos**, demostrando excelencia científica y compromiso con la investigación. Como premio a su destacada participación, se le otorga un viaje al **33rd International Materials Research Congress (IMRC)** en Cancún, México, en calidad de **monitor**, el cual incluye:

Transporte aéreo

Hospedaje por cuatro noches

Condonación del pago de inscripción para la presentación de su trabajo en el IMRC

¡FELICIDADES POR ESTE GRAN LOGRO!

MTRO. JUAN PABLO CASTREJÓN MARTÍNEZ
PRESIDENTE DEL CE-SMMATER-MORELOS

DR. NAVEEN KUMAR REDDY BOGIREDDY
SUPERVISOR DEL CE-SMMATER-MORELOS

DR. VÍCTOR BARBA LÓPEZ
SUPERVISOR DEL CE-SMMATER-MORELOS



Educación
Secretaría de Educación Pública



TECNOLOGICO
NACIONAL DE MEXICO

EL TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO
A TRAVÉS DEL INSTITUTO TECNOLÓGICO DE ZACATEPEC
OTORGA EL PRESENTE

RECONOCIMIENTO

A

LILIANA CAJERO SOTELO, MARÍA ELENA NICHÓ
DÍAZ, ULISES LEÓN SILVA, MARIO ROMÁN DÍAZ
GUILLÉN Y ALFREDO OLARTE PAREDES

POR SU CONTRIBUCIÓN PRESENTADA EN MODALIDAD ORAL DEL TEMA:
USO DE SiO_2 OBTENIDO A PARTIR DE CASCARILLA DE ALPISTE PARA LA
SÍNTESIS DE P3HT

EN EL CONGRESO INTERNACIONAL EN TECNOLOGÍA, INNOVACIÓN Y
DOCENCIA 2025 (CITID 2025) CELEBRADO DEL 8 AL 10 DE ABRIL DEL
2025.



PORFIRIO ROBERTO NÁJERA MEDINA
DIRECTOR DEL INSTITUTO
ZACATEPEC, MOR., A 10 DE ABRIL DEL 2025

POS-171/25



Sociedad Mexicana
de Materiales A.C.

August 2024

TO WHOM IT MAY CONCERN
Present

This is to certify that Liliana Cajero Sotelo, María Elena Nicho Díaz, Ulises Leon Silva, Mario Román Díaz Guillén presented the contribution: **SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF P3HT/SIO2 COMPOSITES** as Poster modality, in the E6. Polymers as Versatile Materials: Design, Preparation, Characterization, Properties, and Extended Applications Symposium at the 32nd International Materials Research Congress held in Cancun, Mexico from August 18th to 23th, 2024.

Sincerely,

Jesús González Hernández
President



155/154



**We deliver the present
ATTESTATION to:**

Liliana Cajero Sotelo, Ma. Elena Nicho Díaz, Ulises León
Silva, Mario R. Díaz Guillén

**For their participation with the
POSTER
presentation entitled:**

**“Preparation and characterization of composites based on
p3ht and sio2 extracted from birdseed husk”**

in the

**International Conference on Polymers and Advanced
Materials “Polymat-2024”
Huatulco, Mexico. October 20-25, 2024.**

Prof. Ernesto Rivera Garcia
President of the Organizing Committee



EDUCACIÓN



TECNOLOGICO
NACIONAL DE MEXICO

EL TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO
A TRAVÉS DEL INSTITUTO TECNOLÓGICO DE ZACATEPEC
OTORGA EL PRESENTE

RECONOCIMIENTO

A

**L. CAJERO-SOTELO, M.E. NICHÓ-DÍAZ, U. LEÓN-
SILVA Y M. R. DÍAZ-GUILLÉN**

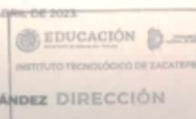
POR SU CONTRIBUCIÓN PRESENTADA EN MODALIDAD ORAL DEL TEMA:

**“OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE SiO_2 A PARTIR
DE BAGAZO DE CAÑA”**

EN EL CONGRESO INTERNACIONAL EN TECNOLOGÍA, INNOVACIÓN Y DOCENCIA
(CITID 2023) CELEBRADO DEL 25 AL 27 DE ABRIL DEL 2023

ZACATEPEC, MOR., 27 DE ABRIL DE 2023

LORENZO O. HERNÁNDEZ
DIRECTOR









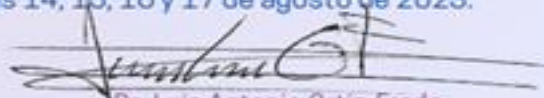
XI Encuentro de Química Inorgánica San Juan del Río, Querétaro, 2023

Se otorga la presente constancia de participación a:

**Cajero Sotelo, Liliana; Nicho Díaz, Ma. Elena;
León Silva, Ulises; Díaz Guillén, Mario R.**

Por la presentación oral titulada **"Obtención y caracterización de dióxido de silicio a partir de cascarilla de alpiste"**, en el marco del XI Encuentro de Química Inorgánica en las instalaciones de la Universidad Tecnológica de San Juan del Río en la ciudad de San Juan del Río, Querétaro, celebrado los días 14, 15, 16 y 17 de agosto de 2023.


Dr. René Antaño López
Director General CIDETEQ


Dr. Luis Antonio Ortiz-Frade
Coordinador EQI 2023



ACTIVIDADES DE DIVULGACIÓN DE LA CIENCIA

**MORELOS**
GOBIERNO DEL ESTADO

**ECONOMÍA**
SECRETARÍA DE ECONOMÍA

**CCYTEM**
COMITÉ COORDINADOR DE CIENCIA Y TECNOLOGÍA DEL ESTADO DE MORELOS

**MUSEO DE CIENCIAS**
INSTITUTO DEL ESTADO DE MORELOS DE CIENCIAS Y TECNOLOGÍA

EL CONSEJO DE CIENCIA Y TECNOLOGÍA DEL ESTADO DE MORELOS
OTORGA LA PRESENTE

CONSTANCIA

a:

Liliana Cajero Sotelo

Por su invaluable participación como tallerista en el evento "Museo Fest".
Cuernavaca, Morelos a 25 marzo de 2026.


Jaime Eugenio Arau Roffiel
Director general del Consejo de Ciencia y Tecnología
del Estado de Morelos


Alejandra Ramírez Mendoza
Directora del Centro Morelense de
Comunicación de la Ciencia



MORELOS
GOBIERNO DEL ESTADO

ECONOMÍA
SECRETARÍA DE DESARROLLO
ECONÓMICO Y DEL TRABAJO

CCYTEM
CONSEJO DE CIENCIA Y TECNOLOGÍA
DEL ESTADO DE MORELOS

MUSEO DE CIENCIAS
DIRECCIÓN DEL MUSEO DE CIENCIAS DE MORELOS

EL CONSEJO DE CIENCIA Y TECNOLOGÍA DEL ESTADO DE MORELOS
OTORGA LA PRESENTE

CONSTANCIA

a:

Liliana Cajero Sotelo

Por su participación como tallerista en el evento
"Soy Mujer y Hago Ciencia"
celebrado en la Ayudantía del poblado de Ocotepec.
Con un total de cuatro horas culturales.

Cuernavaca, Morelos a 26 de febrero de 2026.

Jaime Eugenio Arau Roffiel
Director general del Consejo de Ciencia y Tecnología
del Estado de Morelos

Alejandra Ramírez Mendoza
Directora del Centro Morelense de
Comunicación de la Ciencia



MORELOS
LA TIERRA QUE NOS UNE

ECONOMÍA
SECRETARÍA DE DESARROLLO
ECONÓMICO Y DEL TRABAJO

CCYTEM
CONSEJO DE CIENCIA Y TECNOLOGÍA
DEL ESTADO DE MORELOS

MUSEO DE CIENCIAS
DIRECCIÓN DEL MUSEO DE CIENCIAS DE MORELOS

EL CONSEJO DE CIENCIA Y TECNOLOGÍA DEL ESTADO DE MORELOS
OTORGA LA PRESENTE

CONSTANCIA

a:

Liliana Cajero Sotelo

Por su invaluable participación como tallerista en el evento
Tercera Feria de la "Ruta de la Ciencia"
Coajomulco, Huitzilac Morelos, 06 de febrero de 2026

Jaime Eugenio Arau Roffiel
Director general del Consejo de Ciencia y Tecnología
del Estado de Morelos

Alejandra Ramírez Mendoza
Directora del Centro Morelense de
Comunicación de la Ciencia









RECONOCIMIENTO

El Consejo de Ciencia y Tecnología del Estado de Morelos,
otorga el presente reconocimiento a:

Liliana Cajero Sotelo

Por haber impartido el taller "Demostración de precipitación de sales",
en el evento Museo Fest 2024, llevado a cabo el 22 de marzo de 2024.



ANDREA ANGÉLICA RAMÍREZ PAULÍN
Directora General del Consejo de Ciencia
y Tecnología del Estado de Morelos



ADRIÁN MARGARITO MEDINA CANIZAL
Director del Centro Morelense de
Comunicación de la Ciencia



SECRETARÍA DE
DESARROLLO ECONÓMICO
Y DEL TRABAJO

CCyTEM
CONSEJO DE CIENCIA
Y TECNOLOGÍA DEL
ESTADO DE MORELOS

MUSEO
DE CIENCIAS
DE MORELOS







UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOS

**LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS,
A TRAVÉS DEL CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS**

OTORGA LA PRESENTE CONSTANCIA A:

MCI. LILIANA CAJERO SOTELO

Por su apoyo en el séptimo Taller de Niñas, niños y adolescentes científicos del
CIICAp, durante el periodo septiembre 2023- Junio 2024.





DR. J JESÚS ESCOBEDO ALATORRE
DIRECTOR DEL CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN
INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS DE LA UAEM



U.A.E.M.
CENTRO DE INVESTIGACIÓN
EN INGENIERÍA Y CIENCIAS
APLICADAS



LIC. GUADALUPE TRUJILLO ESLAVA
SUPERVISORA DE LA ZONA NO. 5 DE EDUCACIÓN
ESPECIAL EN EL ESTADO DE MORELOS



UAEM
RECTORÍA
2023 - 2029



MORELOS
LA TIERRA QUE NOS UNE

CCYTEM
CONSEJO DE CIENCIA Y TECNOLOGÍA
DEL ESTADO DE MORELOS

MUSEO DE CIENCIAS
DIRECCIÓN DEL MUSEO DE CIENCIAS DE MORELOS

EL CONSEJO DE CIENCIA Y TECNOLOGÍA
DEL ESTADO DE MORELOS
OTORGA LA PRESENTE

CONSTANCIA

a:

Liliana Cajero Sotelo

Por su participación como tallerista en el evento "Museo Fest 2025".
Morelos a 26 de marzo de 2025

Jaime Eugenio Arau Roffiel
Director general del Consejo de Ciencia y Tecnología
del Estado de Morelos

Alejandra Ramírez Mendoza
Directora del Centro Morelense de
Comunicación de la Ciencia



MORELOS
LA TIERRA QUE NOS UNE

CCYTEM
CONSEJO DE CIENCIA Y TECNOLOGÍA
DEL ESTADO DE MORELOS

MUSEO DE CIENCIAS
DIRECCIÓN DEL MUSEO DE CIENCIAS DE MORELOS

EL CONSEJO DE CIENCIA Y TECNOLOGÍA
DEL ESTADO DE MORELOS
OTORGA LA PRESENTE

CONSTANCIA

a:

Liliana Cajero Sotelo

Por su participación como tallerista en el evento "Soy Mujer y Hago Ciencia".
Morelos, 26 de Febrero de 2025

Jaime Eugenio Arau Roffiel
Director General del Consejo de Ciencia y Tecnología
del Estado de Morelos

Alejandra Ramírez Mendoza
Directora del Centro Morelense de
Comunicación de la Ciencia

GRUPO EDUCATIVO UDM

COLEGIO DARWIN

Campus Guelatao

Coordinación académica otorga la presente

CONSTANCIA A:

Liliana Cajero Sotelo

Por su notable participación en la ponencia **"La ciencia detrás de los materiales"** durante la "1ª Semana de la Ciencia y el Deporte Charles Darwin", llevado a cabo del 9 al 13 de junio de 2025.

Lic. Avi Enid Abarca Castillo
COORDINADOR GENERAL
ACADÉMICA.



Lic. César Luis Ortega Sánchez
COORDINADOR ACADÉMICO
SECUNDARIA Y PREPARATORIA.



El Centro de Estudios Tecnológicos industrial y de servicios No. 43
"Mariano Matamoros Guridi"

Otorga la presente

CONSTANCIA

A: LILIANA CAJERO SOTELO

POR SU PARTICIPACIÓN COMO ORGANIZADORA DE CÍRCULOS DE LECTURA Y PRÁCTICA DE MICROSCOPIA EN EL MARCO DEL "DÍA INTERNACIONAL DE LA CULTURA CIENTÍFICA", EL 25 DE SEPTIEMBRE DE 2025.

Javier Román Castañeda

JAVIER ROMÁN CASTAÑEDA
Director del Plantel



C4325/3234

Xochitepec, Morelos, 10 de octubre de 2025

TALLERES/CURSOS



Educación
Secretaría de Educación Pública



DIRECCIÓN GENERAL DE EDUCACIÓN
TECNOLÓGICA INDUSTRIAL Y DE SERVICIOS

Subsecretaría de Educación Media Superior
Dirección General de Educación Tecnológica Industrial y de Servicios
Oficina Estatal de la D.G. S.I. en el Estado de Morelos



LA REPRESENTACIÓN DE LA DIRECCIÓN GENERAL DE
EDUCACIÓN TECNOLÓGICA INDUSTRIAL Y DE SERVICIOS EN
EL ESTADO DE MORELOS

OTORGA LA PRESENTE

CONSTANCIA

A

LILIANA CAJERO SOTELO

Por su destacada participación y asistencia al Taller de Metodologías de la Investigación, para la redacción exitosa del informe del XXVIII Concurso Nacional de Prototipos y Proyectos de Emprendimiento 2026, celebrado de manera virtual del 03 al 05 de febrero del 2026, con una duración de 30 horas.



JOSÉ MANUEL CORONEL CUEVAS,
COMISIONADO RESPONSABLE DE LA OFICINA ESTATAL
DGETI-MORELOS.
CIVAC JUITEPEC, MORELOS, FEBRERO 2026.

FOLIO: OE17A251549



2026
Margarita
Maza

Calle 6 Este Esquina Andador Central S/N, CIVAC, Juitepec, Morelos, C.P. 62578, Tel. 7773117304
Correo electrónico: oficinaestatal.morelos@dgeti.sep.gob.mx

El Centro de Estudios Tecnológicos industrial y de servicios No. 43
"Mariano Matamoros Guridi"

Otorga la presente

CONSTANCIA

A: Liliana Cajero Sotelo

POR HABER APROBADO EL CURSO "METODOLOGÍA DE LA INVESTIGACIÓN", EL CUAL SE LLEVÓ A CABO EN LAS INSTALACIONES DEL PLANTEL, DEL 11 AL 15 DE AGOSTO, CON UNA DURACIÓN DE 30 HORAS.

JAVIER ROMÁN
CASTAÑEDA
Director del plantel

SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA
CENTRO DE ESTUDIOS
TECNOLÓGICOS
INDUSTRIAL Y DE SERVICIOS
No. 43
XOCHITEPEC, MORELOS
C.P. 62578
EDGAR GARCÍA
HERNÁNDEZ
Instructor del Curso



C4325/00140

Xochitepec, Morelos, 15 de agosto 2025



El Instituto de Energías Renovables mediante el Laboratorio de Innovación Fotovoltaica y Caracterización de Celdas Solares (LIFYCS)

otorga la presente

CONSTANCIA DE PARTICIPACIÓN

a: **Liliana Cajero Sotelo**

por su asistencia al “Taller Fotovoltaico para Docentes de Educación Básica 2025-B2” como parte del proyecto LNC-2023-33: I&D de prototipos de módulos fotovoltaicos con celdas solares experimentales, llevado a cabo de manera virtual el 06 de mayo de 2025.

Duración 5 horas

Temixco, Morelos a 21 de mayo de 2025.



Dr. Miguel Robles Pérez

Director del Instituto de Energías Renovables -UNAM

Dr. P. Karunakaran Nair

Responsable Técnico del LIFYCS



MORELOS

CCYTEM

MUSEO DE CIENCIAS

EL CONSEJO DE CIENCIA Y TECNOLOGÍA DEL ESTADO DE MORELOS
OTORGA LA PRESENTE

CONSTANCIA

a:

Liliana Cajero Sotelo

Por su participación como evaluador en ExpoCiencias Morelos 2025
Cuernavaca, Morelos a 03 de octubre de 2025

Jaime Eugenio Arau Roffiel
Director General del Consejo de Ciencia y Tecnología
del Estado de Morelos

Alejandra Ramírez Mendoza
Directora del Centro Morelense de
Comunicación de la Ciencia

VOTOS APROBATORIOS



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOS



INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN CIENCIAS BÁSICAS Y APLICADAS

JEFATURA DE POSGRADO EN INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS



Cuernavaca, Morelos, a 29 de mayo de 2026.

DR. J JESÚS ESCOBEDO ALATORRE
ENCARGADO DE DESPACHO
DE LA DIRECCIÓN DEL CIICAp
P R E S E N T E

Atendiendo a la solicitud para emitir DICTAMEN sobre la revisión de la TESIS titulada: Desarrollo de compósitos de P3HT y óxido de silicio extraído de fuentes naturales para su aplicación en dispositivos electrocrómicos. que presenta la alumna **Liliana Cajero Sotelo**, para obtener el título de **Doctorado en Ingeniería y Ciencias Aplicadas**.

Nos permitimos informarle que nuestro voto es **APROBATORIO**.

Atentamente
Por una humanidad culta

DR. J. JESÚS CASTRELLÓN URIBE

DR. ARTURO MOLINA OCAMPO

DRA. ABIGAIL PARRA PARRA

DR. MARIO ROMÁN DÍAZ GUILLÉN

DRA. ATALIA GÓMEZ CORTEZ

DR. ULISES LEÓN SILVA

DRA. MARÍA ELENA NICHÓ DÍAZ

Se adiciona efirma UAEM



Av. Universidad 1001 Col. Chamilpa, Cuernavaca Morelos, México, 62209, Edificio 65,
Tel. 777 329 70 00 Ext. 6208 / ciicap.posgrado@uaem.mx

UAEM
RECTORÍA
2023-2029



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOS

Se expide el presente documento con firma electrónica UAEM, soportada por el certificado vigente a la fecha de su elaboración y con efectos plenos de conformidad con los LINEAMIENTOS EN MATERIA DE FIRMA ELECTRÓNICA PARA LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS PUBLICADOS en el ÓRGANO INFORMATIVO UNIVERSITARIO "ADOLFO MENÉNDEZ SAMARÁ" número 117 de fecha 20 de abril de 2021.

Sello electrónico

MARIO ROMÁN DÍAZ GUILLÉN | Fecha:2026-06-04 09:43:32 | FIRMANTE

u2oLEOOTdiVatzIL3zf3GRvDnmwBQJQBnH0YLg8gbr5WAo9aGVadUdEX8R+wlxYbRGIGDePXVafCwP+UCNZF9APMBRW9Q9e5gBOJrgVLyzR1bfcPnayutBhOfK8O+EcA0g
AxdfD2e27BYs2FZ8uvixHzSM1xRWqPiVHMTJh4haZiY2F3qGRA8HeNXT3YccDSPZ541NqYqD/+BnFYEdxV+NIUOpIzVWEva1deNDEs2miqIXM4LRvKRpqYth+EW2AI7YY
hEgDp8zU5PxlwjoalFi+dXsdDxAasx90a01Eo2c7SZmb5pBnATI4+7XIKMUNNa7aD+Dtb17kFP4cA==

MARIA ELENA NICHÓ DIAZ | Fecha:2026-06-04 09:46:54 | FIRMANTE

mzHuBsyhhoS+BwAGNT/4eMMWcF1NuiNfJaBYuOncWELPz8Kif5TgPuZFEm7y8vSyHVMyByUakrYfv+opv6SkjEmFG9B8CeGGTwZFeYTsEy5+O8VJ/mrwzCh6wT5LiVsTpFG
S3UMQIR1jboKrf5zfvx1iObnWRPqFkN7vD/+xNqd/4jhkfymFDeKkMNDxkHpPrBRDQ23TsGK+uotmXWIdMfyYtIBdAYmSR53Po+rqVKmK1sbt482VLInsrA6k6k7VNe7opHO9z7zd
zzvQdwerH6JQ7Dpz2HEM+GhEBV5nlpVWCRLzq1+paQS/uaITu5V8TMrbwKOVb94cXrygOoQ==

ARTURO MOLINA OCAMPO | Fecha:2026-06-04 11:38:15 | FIRMANTE

MBnANToR9wWl6KWHHj1YNuItJ8QAd5be6M76mgzrgccCiwDP5v9HSqkS5xayg+gMpADf9g3/ovtDKZRR6S10AsX8X2MTZxTtwOG6Xndx6nxHPKQ0WMP1q2c2/aiV6rb9xlv
2yRdRj5WzXawmWYWKTSle5MkocAsKZ4IY1Db4225u5FwbsHMxdIRqdLnYoMhbrUc8VFYyP/NAiw5p9tpoqCTlzzQeVqDCSQf9gaq2G59M/RpMEWIRfuvQfB/sodPgYmRlnRo
tVZ8+2En5VGN8lqDmArEq5LdMGnjM48njjGvbea8eMxFPVVGXRMNDf1Fp1gVc6V8N5CVDmH5A==

J. JESUS CASTRELLON URIBE | Fecha:2026-06-04 12:12:46 | FIRMANTE

e+Sfyc6RQpRaw8CKrUV3zmQtU08vu3gu8zAvGuXNoE8EPawhnpDI8772f86Q/u6YcAfhBsvz10uWYwsVy2DxBIXFSCDUM4XSC9kzf+u5HH3Au2SpOK4I+Pzk6U7fM8RUzWc
u/sLdltzsOuualT/thrBlpW7DEG2K8DwmhubCZOVRrgNbbQzq1HE60zI03vr8KMUpih39yOUP2X9e0nM/5QOgAZbC90NJoXxLwUR2fAVxx/BIQ+be9R3O4uZEitEO2g6YVs
CgQc3reOy0lItabwW/+6H931LrVsz2MuxUu6ZFoX8GI04i5Su9uxFzFVgPghfXkYcSr+FRwsg==

ULISES LEON SILVA | Fecha:2026-06-04 14:44:32 | FIRMANTE

CSKvkXyT/QiAQ27aLgfnQdMlYIS9bBPjkvAVlb4r6lme+5I4nxBUResrL0gGkUlpHX3vaGLzLq7NChT7aylher7X4LixOzOU3jswGy3Hm4s1+A2TqnaNY5I7AJzHrZhoi6jdD642fXh
LIUIZIY8iCmF19UeulF1R3TGU/QCvFqd1IKvDWiBAve16gvE/W5JDI1G1AEpf8E8N/84yv7r2b6a9DCIC2LwTAaCOuVAgyskIEhskDqj7kWCgBvqrLBdwcQIARZvvpHyINf6oqOU
xBhWAhtMefrRZnnlGz1JulKzPf783T07rFKwbEv/Swk387Vc7rLehgE9XCMA==

ABIGAIL PARRA PARRA | Fecha:2026-06-05 13:49:46 | FIRMANTE

QjRVwH9fsn1c+ORHf8xL7dTrqorIJ3+8YSA4KGSGLqf1XiUrQnrof8bBmSUDY9viC8vg6Pgax6ODKd3EL3bBLEDNutlyPIXsfs8hVnXluyEkee9x+fiwj7KKbqktaJbVkwdaRMqic2H42Y
EGvs7E6CpJ/cvO/D/FUfU4IWKWAggc67X5A2C41O2EA4HBBFCwJvgi2cw8LDQKJE9VzJWJyapglgD7AJ/5FHDb1x/SEyvkLYI/R079NDvDXvxqvwutC828wIB8fo7KcRdlrjlyGcZl
w2qjplOqdgA1ym9PsemDTy7IyA4qst5+UHA0Ow54A3+1atiEKejBLsYEMw==

ATALIA GOMEZ CORTEZ | Fecha:2026-06-08 09:57:26 | FIRMANTE

EEa/Ryqga0+ikUf8YKPYUX2mXP4BgwG5s4fQ9L4edlAhs3L2JFHLASz8HjsWDeFIW3Wf60EBBcdv/KceR7uY0BrYPENWCwmyrGf6H4M5DhRlGScdknw6glb8Lbvt9/0lugoZ
OPkXc1HShgkPk1SFr0k2GWUvVZTPfMmF4HoJPasMvb+5fGvBWXEOGBOIE7uluhtkwsTTPXPMp1iKXVtt9D5IDfcb3P6COK5IWLgdUgWJyVzbaCvGezkQ7q/tndjywarhRu0j
S5DqTcBaesY76dRlqyJCU7/MThC9L4Uogs+02e61www1MmRt9ndfBrpdsHPSgl6Bb+m4fjw==

Puede verificar la autenticidad del documento en la siguiente dirección electrónica o
escaneando el código QR ingresando la siguiente clave:



bCcNVYI6k

<https://efirma.uaem.mx/noRepudio/GIEdicWCzx1grbO1XgEk3JHttl6xXlk>



UAEM
RECTORÍA
2023-2029