

SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE PENTÓXIDO DE VANADIO Y NIOBIO

LAURA DANIELA BRAVO AVELLANEDA

**TRABAJO DE GRADO PRESENTADO COMO REQUISITO PARCIAL PARA OPTAR
AL TÍTULO DE:**

INGENIERA MECÁNICA

ORIENTADOR:

LEYDI JULIETA CÁRDENAS FLECHAS

INGENIERA ELECTROMECAÁNICA

FUNDACIÓN UNIVERSIDAD AMÉRICA

FACULTAD DE INGENIERÍAS

PROGRAMA DE INGENIERÍA MECÁNICA

BOGOTÁ D.C.

2024

NOTA DE ACEPTACIÓN

Firma del director

Firma del presidente del jurado

Firma del jurado

Firma del jurado

DIRECTIVOS DE LA UNIVERSIDAD

Presidente de la Universidad y Rector del Claustro

Dr. Mario Posada García-Peña

Consejero Institucional

Dr. Luis Jaime Posada García-Peña

Vicerrectora Académica

Dra. María Fernanda Vega de Mendoza

Vicerrector Administrativo y Financiero

Dr. Ramiro Augusto Forero Corzo

Vicerrectora de Investigaciones y Extensión

Dra. Susan Margarita Benavides Trujillo

Secretario general

Dr. José Luis Macías Rodríguez

Decano de la Facultad de Ingenierías

Dra. Naliny Patricia Guerra Prieto

Directora del Programa

Dra. María Angélica Acosta

Las directivas de la Universidad de América, los jurados calificadores y el cuerpo docente no son responsables por los criterios e ideas expuestas en el presente documento. Estos corresponden únicamente a los autores

DEDICATORIA

. A mi hermana, Valentina, su amor y compañía han sido el motor que me impulsa en los momentos difíciles y su complicidad enaltece los mejores.

Para mis papás, Jazmín y Edison, por su constante apoyo, protección y ejemplo, su fe me ha impulsado a seguir mis sueños y a alcanzar mis metas.

A la vida y a Dios por cuidar de mi en el camino.

AGRADECIMIENTOS

Mi sincero agradecimiento para la Ingeniera Leydi Cárdenas por permitirme hacer parte de su proyecto de investigación y aceptar ser mi tutora. Gracias totales por su guía, tiempo, disposición y ayuda, sus orientaciones y correcciones han sido imprescindibles para lograr culminar este trabajo.

Quiero expresar mi gratitud a la Universidad de América por darme la oportunidad, apoyo y herramientas para desarrollar mi formación académica y profesional, así mismo, a los docentes del departamento de Ingeniería Mecánica quienes han orientado, aportado y contribuido con conocimientos al direccionamiento de mi proyecto de vida.

Gracias a la Universidad de los Andes y la Universidad Nacional de Colombia por el apoyo institucional brindado para el desarrollo de esta investigación.

TABLA DE CONTENIDO

	Pág.
RESUMEN	12
INTRODUCCIÓN	13
PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	14
JUSTIFICACIÓN	15
1. OBJETIVOS	16
1.1 Objetivo general	16
1.2 Objetivos específicos	16
2. MARCO TEÓRICO	17
2.1 Óxidos de metales de transición	17
2.1.1 Óxido de vanadio (V_2O_5)	19
2.1.2 Óxido de niobio (Nb_2O_5)	22
2.2 Grafeno	23
2.2.1 Óxido de grafeno	24
2.2.2 Óxido de grafeno reducido	25
2.3 Dopaje de niobio (Nb) y adición de óxido de grafeno reducido (rGO) a óxido de vanadio (V_2O_5)	26
3. MÉTODOS DE SÍNTESIS	28
3.1 Técnica hidrotermal	28
4. MÉTODOS Y TÉCNICAS EXPERIMENTALES	30
4.1 Microscopia Electrónica de Barrido (SEM)	30
4.2 Difracción de Rayos X (DRX)	32
4.3 Espectroscopía Raman	33
5. ASPECTOS EXPERIMENTALES	35

5.1	Cálculos para síntesis de V ₂ O ₅ + rGO + Nb	35
5.2	Parámetros de síntesis de V ₂ O ₅ + rGO + Nb	38
6.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	41
6.1	Caracterización por Difracción de Rayos X (DRX)	41
6.2	Caracterización por Espectroscopía Raman	47
6.3	Caracterización por Microscopia electrónica de barrido (SEM)	50
7.	CONCLUSIONES	62
8.	PERSPECTIVAS	64
	REFERENCIAS	65

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1 <i>Ilustración de diferentes materiales necesarios para desarrollar compuestos TMO.</i>	17
Figura 2 <i>Clasificación de los nanomateriales según su dimensionalidad</i>	18
Figura 3 <i>Ilustración esquemática de óxidos de vanadio y sus aplicaciones</i>	20
Figura 4 <i>Estructura química V₂O₅.</i>	21
Figura 5 <i>Diagrama de fase ampliado del sistema V₂O₃- V₂O₅ a 1 atm.</i>	22
Figura 6 <i>Estructura química Nb₂O₅.</i>	23
Figura 7 <i>Estructura del óxido de grafeno</i>	24
Figura 8 <i>Estructura del óxido de grafeno reducido</i>	25
Figura 9 <i>Relación de actividad específica por átomo según tamaño de metal</i>	26
Figura 10 <i>Esquema general de la técnica hidrotermal</i>	28
Figura 11 <i>Esquema formación de cristales mediante técnica hidrotermal</i>	29
Figura 12 <i>Partes principales el microscopio electrónico de barrido (SEM)</i>	30
Figura 13 <i>Equipo de Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) FE-MEB LYRA3 - TESCAN</i>	31
Figura 14 <i>Diagrama tubo de rayos X usado en técnica de difracción de rayos X (DRX)</i>	32
Figura 15 <i>Equipo de Difracción de Rayos X (DRX) marca Panalytical modelo Empyrean</i>	33
Figura 16 <i>Diagrama de bloques componentes fundamentales de espectrómetro Raman</i>	34
Figura 17 <i>Equipo de Espectroscopía Raman marca HORIBA Scientific modelo Xplora.</i>	34
Figura 18 <i>Experimentación para obtención de muestras por la técnica hidrotermal.</i>	40
Figura 19 <i>Muestras de V₂O₅ + Nb + rGO.</i>	40
Figura 20 <i>Patrones DRX de muestras de V₂O₅ + rGO con distintos dopajes de Nb.</i>	41
Figura 21 <i>Patrón DRX de muestra de V₂O₅ + rGO.</i>	42
Figura 22 <i>Patrón DRX de muestra de V₂O₅ + rGO + Nb 1%.</i>	43
Figura 23 <i>Patrón DRX de muestra de V₂O₅ + rGO + Nb 5%.</i>	44
Figura 24 <i>Patrón DRX de muestra de V₂O₅ + rGO + Nb 10%.</i>	45
Figura 25 <i>Patrón DRX de muestra de V₂O₅ + rGO + Nb 15%.</i>	46
Figura 26 <i>Modos vibracionales espectro Raman de muestras de V₂O₅ + rGO + Nb a diferentes porcentajes</i>	48

Figura 27 <i>Grupos funcionales espectro Raman de muestras de V2O5 + rGO + Nb a diferentes porcentajes.</i>	49
Figura 28 <i>Imágenes SEM (200µm) de muestras de V2O5 + rGO con distintos dopajes de Nb.</i>	50
Figura 29 <i>Imágenes SEM (10µm y 2 µm) de muestra de V2O5 + rGO + Nb 0%.</i>	51
Figura 30 <i>Imágenes SEM (5µm y 2 µm) de muestra de V2O5 + rGO + Nb 0%.</i>	52
Figura 31 <i>Imágenes SEM (5µm y 2 µm) de muestra de V2O5 + rGO + Nb 1%.</i>	52
Figura 32 <i>Imágenes SEM (10µm y 2 µm) de muestra de V2O5 + rGO + Nb 5%.</i>	53
Figura 33 <i>Imágenes SEM (10µm y 2 µm) de muestra de V2O5 + rGO + Nb 10%</i>	53
Figura 34 <i>Imágenes SEM (10µm y 2 µm) de muestra de V2O5 + rGO + Nb 15%.</i>	54
Figura 35 <i>Mapa elemental y espectro EDS muestra V2O5 + rGO.</i>	55
Figura 36 <i>Mapa elemental y espectro EDS muestra V2O5 + rGO + Nb 1%.</i>	56
Figura 37 <i>Mapa elemental y espectro EDS muestra V2O5 + rGO + Nb 5%.</i>	57
Figura 38 <i>Mapa elemental y espectro EDS muestra V2O5 + rGO + Nb 10%.</i>	58
Figura 39 <i>Mapa elemental y espectro EDS muestra V2O5 + rGO + Nb 15%.</i>	59

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1 <i>Variación de concentración de reactivos para síntesis de V2O5 + rGO + Nb.</i>	39
Tabla 2 <i>Concentración de elementos en muestra V2O5 + rGO.</i>	55
Tabla 3 <i>Concentración de elementos en muestra V2O5 + rGO + Nb 1%.</i>	57
Tabla 4 <i>Concentración de elementos en muestra V2O5 + rGO + Nb 5%.</i>	58
Tabla 5 <i>Concentración de elementos en muestra V2O5 + rGO + Nb 10%.</i>	59
Tabla 6 <i>Concentración de elementos en muestra V2O5 + rGO + Nb 15%.</i>	60

RESUMEN

Esta investigación presenta las síntesis de cinco muestras de pentóxido de vanadio (V_2O_5) con contenido de óxido de grafeno reducido (rGO) y diferentes porcentajes de dopaje de pentóxido de niobio (Nb_2O_5) por medio de la técnica hidrotermal, al incorporar dos o más compuestos se busca estimar la microestructura, composición química y modos vibracionales de las muestras sintetizadas. Así, con apoyo de equipos de Difracción de Rayos X (DRX), Espectroscopía Raman y Microscopia Electrónica de Barrido (SEM) se hallaron estructuras cristalinas, indicios de una red cristalina bien definida y formación de nanopartículas aglomeradas y dispersas.

Palabras claves: caracterización de materiales, técnica hidrotermal.

INTRODUCCIÓN

La búsqueda de materiales mejorados para el almacenamiento y la conversión de energía se ha vuelto cada vez más vital frente a las crecientes demandas globales de energía y la necesidad de soluciones sostenibles. El pentóxido de vanadio (V_2O_5) es un material semiconductor con propiedades electroquímicas y ópticas interesantes, esto ha llamado la atención como posible candidato para diversas aplicaciones, dispositivos electrónicos, tales como baterías, supercondensadores y sensores. Sin embargo, uno de los principales desafíos para aprovechar al máximo el potencial del pentóxido de vanadio radica en su limitada conductividad eléctrica, lo que dificulta su eficiencia en estas aplicaciones [1].

El dopaje con elementos químicos puede ser una estrategia para evaluar su rendimiento y propiedades eléctrica del pentóxido de vanadio. El niobio (Nb) es un elemento químico que llega a modificar la estructura y propiedades de otros elementos mediante dopajes [2]. El óxido de grafeno reducido (rGO) es un material compuesto de átomos de carbono organizados en una estructura que se asemeja a la del grafeno. Este material tiene una alta conductividad eléctrica. Por lo tanto, su adición al pentóxido de vanadio también puede aumentar su área superficial específica [3].

La técnica hidrotermal es una técnica de síntesis que permite obtener materiales con una alta pureza y una buena distribución de dopantes [4]. En este trabajo de grado se propone evaluar el efecto del dopaje en la estructura y composición química del pentóxido de vanadio mediante la adición de óxido de grafeno reducido y dopaje de niobio utilizando la técnica hidrotermal.

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

El pentóxido de vanadio (V_2O_5) es un material electroactivo potencial para un supercondensador [1] distinguido por sus estados de oxidación mixtos, indicador del grado de oxidación de un átomo que forma parte del compuesto porque pierde uno o más electrones, por su alta densidad de energía y amplia ventana de voltaje.

Es importante resaltar su deficiente habilidad conductiva y baja estabilidad cíclica, la tasa de retención de capacitancia de los materiales del electrodo en condiciones estándar tras una cantidad de ciclos de carga y descarga [5]; esto incide negativamente en sus propiedades electroquímicas. Este compuesto presenta un mejor rendimiento supercapacitivo que otros óxidos de vanadio debido a su estructura y firmeza, además, representa un potencial almacenador de energía.

Por otro lado, el niobio suele emplearse con frecuencia como un agente de dopaje, este elemento presenta una buena estabilidad cíclica y un alta constante dieléctrica, características que no tiene el pentóxido de vanadio (V_2O_5). Ahora, el óxido de grafeno reducido (rGO) se utiliza ampliamente para aplicaciones fotovoltaicas, también, es ideal para almacenar energía electroquímica gracias a su área superficial específica y mejora la conductividad en gran escala por un aumento en la superficie que permite el paso de electrones entre el electrodo y el electrolito, significa que aumenta la estabilidad cíclica [6].

La síntesis de dos o más materiales pretende mejorar sus propiedades físicas, químicas, mecánicas, entre otras. La caracterización de materiales estudia las características morfológicas y funcionales de diferentes elementos, compuesto o sustancias, esta herramienta permite analizar y gestionar la selección de materiales en diversas aplicaciones industriales y de investigación.

Pregunta de investigación

¿Cómo mejorar las propiedades de conductividad del pentóxido de vanadio (V_2O_5) con dopajes de niobio (Nb) y óxido de grafeno reducido (rGO)?

JUSTIFICACIÓN

El niobio (Nb) es un metal de transición con excelente conductividad eléctrica aporta sus propiedades eléctricas al compuesto. Al introducir niobio, creamos una red de trayectorias conductoras dentro de la estructura del pentóxido de vanadio, mejorando mucho su movilidad electrónica y su conductividad eléctrica [2]. Esto, a su vez, aumenta la velocidad de transferencia de electrones durante las reacciones electroquímicas, lo que lo hace un candidato ideal para optimizar el rendimiento de los dispositivos de almacenamiento de energía que utilizan pentóxido de vanadio.

Conocido por su alta capacidad de adsorción y gran área superficial el óxido de grafeno reducido (rGO) mejora aún más el compuesto. El óxido de grafeno reducido mejora la integridad estructural del compuesto. Este efecto sinérgico entre pentóxido de vanadio, niobio y óxido de grafeno reducido promueve un transporte eficiente de electrones y una capacidad de almacenamiento de carga, abordando así las limitaciones de conductividad del pentóxido de vanadio puro [2].

El compuesto resultante pentóxido de vanadio, niobio y óxido de grafeno reducido ofrece varias ventajas [6]. No solo mejora significativamente la conductividad eléctrica de pentóxido de vanadio (V_2O_5), sino que también conserva sus propiedades redox únicas que hacen que sea atractivo para el almacenamiento de energía.

La síntesis de este compuesto se hará por medio de la técnica hidrotermal, pues es utilizada para obtener materiales nanoestructurados debido a su capacidad para regular la morfología, el tamaño de la partícula y las características de los materiales que se producen [4]. Para saber si es exitosa la síntesis se recurre a técnicas y métodos de caracterización de materiales, para esta investigación se analizará los resultados obtenidos del producto sintetizado por equipos de Difracción de Rayos X (DRX), Espectroscopía Raman y Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) ubicados en la Universidad de Los Andes.

1. OBJETIVOS

1.1 Objetivo general

Sintetizar por medio de la técnica hidrotermal muestras de pentóxido de vanadio dopadas con diferentes porcentajes de niobio.

1.2 Objetivos específicos

- Analizar la morfología y tamaño de partículas de los productos obtenidos por medio de caracterización por Microscopía Electrónica de Barrido.
- Distinguir estructuras cristalinas o amorfas en el producto obtenido mediante la caracterización por Espectroscopía Raman.
- Identificar la distribución y espaciado de partículas de materiales cristalinos de la muestra caracterizando por Difracción de Rayos X.

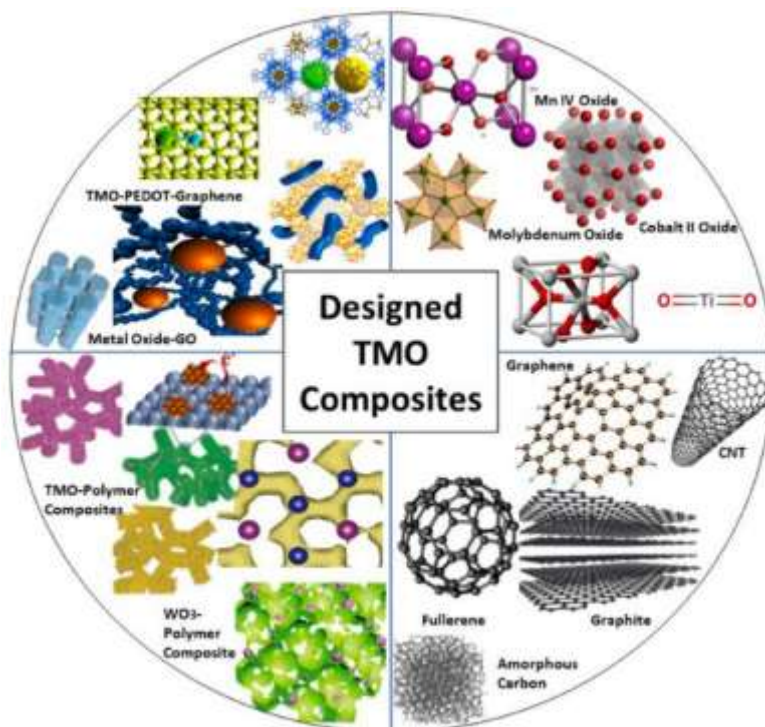
2. MARCO TEÓRICO

2.1 Óxidos de metales de transición

Los óxidos de metales de transición (TMO) son materiales compuestos por cationes metálicos unidos a aniones de oxígeno. Estos exhiben características ópticas y magnéticas únicas, lo que los convierte en candidatos prometedores para aplicaciones en dispositivos fotónicos, sensores y dispositivos de almacenamiento de datos, incluyendo dispositivos para el almacenamiento de energía, tales como supercondensadores y baterías de iones metálicos. A menudo se utilizan en materiales compuestos con nanomateriales de carbono, polímeros conductores y otros aditivos para mejorar sus características de rendimiento [7].

Figura 1

Ilustración de diferentes materiales necesarios para desarrollar compuestos TMO.



Nota: Extraído de G. Tatrari, M. Ahmed y F. U. Shah, "Synthesis, thermoelectric and energy storage performance of transition metal oxides composites", *Coordination Chemistry Rev.*, vol. 498, p. 215470, enero de 2024. Accedido el 26 de febrero de 2024. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1016/j.ccr.2023.215470>.

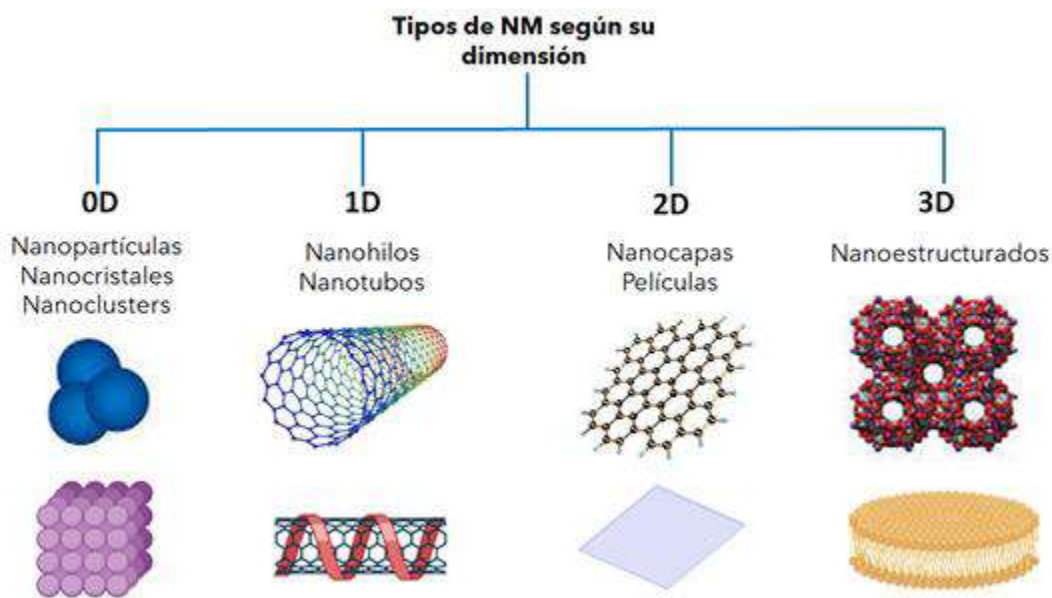
La Figura 1 se presentan los diferentes materiales necesarios para desarrollar compuestos de óxidos de metales de transición, entre estos se destacan los compuestos basados en carbono como el grafeno, óxido de grafeno (GO), nanotubos de carbono (CNT) o grafito ubicados en el cuadrante

inferior derecho de la ilustración, compuestos dopados con materiales como el grafeno y óxido de grafeno (GO) en el cuadrante superior izquierdo y óxidos de metales de transición (TMO) con elementos como el Sc, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Zr, Ni, entre otros en el cuadrante superior derecho.

Los óxidos de metales nanoestructurados son materiales compuestos por partículas de óxido de metal con dimensiones en la escala nanométrica, generalmente entre 1 y 100 nanómetros. Esta nanoestructuración confiere propiedades únicas a los óxidos de metal, que difieren significativamente de sus contrapartes a granel [7]. Su vida útil prolongada les permite mantener la capacitancia a través de numerosos ciclos de carga y descarga eléctrica, mejorando su durabilidad y fiabilidad.

Figura 2

Clasificación de los nanomateriales según su dimensionalidad



Nota: Extraído de S. Estrada-Flores, C. Garcias-Morales, C. Pérez Berumen y L. Cantu-Sifuentes. “Química Viva - Nanomateriales: conceptos, aplicación en nanoterapia y regulaciones”. Química Viva. Accedido el 14 de mayo de 2024. [En línea]. Disponible: <http://www.quimicaviva.qb.fcen.uba.ar/v22n1/E0242.htm>.

Hay muchos nanomateriales (NM) con diversas formas y tamaños, vinculados a las propiedades ópticas, electrónicas, catalíticas y magnéticas. De este modo, es posible clasificar estos materiales de acuerdo con las dimensiones de sus componentes, así se muestra en la Figura 2, en las direcciones x, y, z en cuatro categorías distintas [9]:

- Dimensión cero (0D): en esta categorización, todas las medidas de NM (x, y, z) están en el rango nanométrico, con un diámetro inferior a 100 nm. Esta clasificación incluye nanopartículas, nanocristales y nanoclusters. [10].
- Monodimensionales (1D): estos NM tienen dos de sus dimensiones (x, y, z) en la escala nanométrica (1-100 nm). Ejemplos incluyen nanohilos o nanocables [12], estructuras cristalinas alargadas con propiedades semiconductoras, se incluyen nanotubos como los nanotubos de carbono (CNT), que presentan estructuras tubulares con un espacio hueco en el centro [13].
- Bidimensionales (2D): estos nanomateriales tienen solo una de sus dimensiones en la escala nanométrica, y están compuestos por capas delgadas, como el grafeno, con un espesor de 1-100 nm, conocidas como nanocapas o películas delgadas. El grafeno es conocido por sus propiedades de conducción [7].
- Tridimensionales (3D): esta categoría incluye materiales cuya composición interna está constituida por nanoestructuras más diminutas, como moléculas, o cuyo tamaño se acerca a aproximadamente 100 nm. [13].

Por su pequeño tamaño y alta relación superficie-volumen, los óxidos de metal nanoestructurados muestran una mayor actividad catalítica, siendo útiles en aplicaciones como catálisis heterogénea, conversión de energía, y almacenamiento de energía. Además, su tamaño nanométrico permite una dispersión homogénea en diversas matrices, lo que los hace ideales como aditivos en materiales para optimizar las propiedades mecánicas, ópticas y eléctricas [8]. Los óxidos de metal nanoestructurados representan una clase fascinante de materiales con un potencial significativo en campos científicos y tecnológicos por sus propiedades mejoradas a escala nanométrica.

2.1.1 Óxido de vanadio (V_2O_5)

El pentóxido de vanadio (V_2O_5) es un óxido ácido de color amarillo naranjado, su estructura consiste en átomos de vanadio dispuestos en capas, con átomos de oxígeno unidos entre las capas de vanadio, esta estructura determina sus propiedades [4].

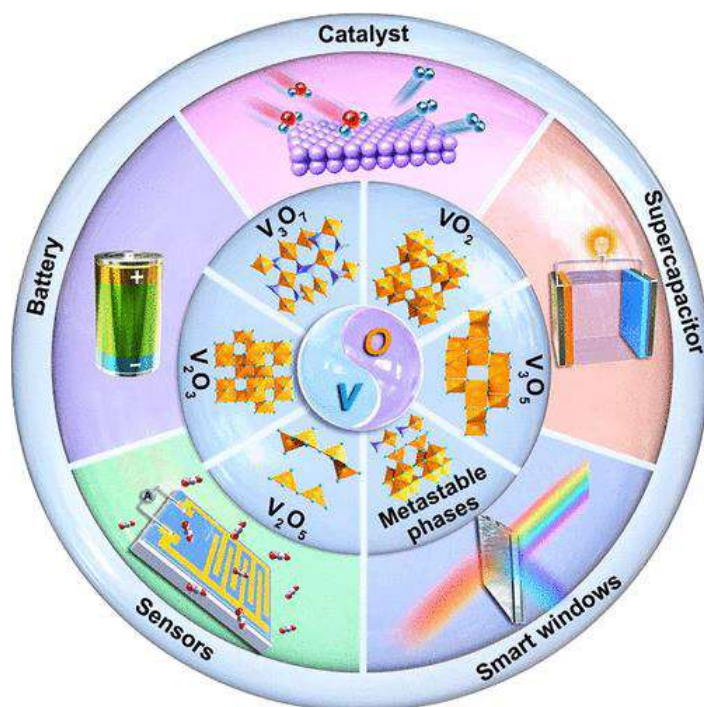
La forma más común es una estructura de capas en la que se alternan capas de oxígeno y vanadio. En esta disposición, los átomos de vanadio están dispuestos en una estructura octaédrica de coordinación con los átomos de oxígeno, formando cadenas de octaedros de vanadio conectados por átomos de oxígeno en los vértices. En la Figura 3 podemos observar diferentes formas

cristalinas de los óxidos de vanadio, según las condiciones de síntesis y la temperatura estos serán útiles para diferentes aplicaciones [14].

Dentro de los métodos de síntesis para materiales, el método hidrotérmico ha sido ampliamente utilizado para la síntesis de una amplia gama de nanoestructuras V_2O_5 con un tamaño y morfología deseados, tales como nanopartículas, nanohilos, nanotubos, nanoláminas y micro-/nanoestructuras [15].

Figura 3

Ilustración esquemática de óxidos de vanadio y sus aplicaciones



Nota: Extraído de P. Hu et al., “Vanadium Oxide: Phase Diagrams, Structures, Synthesis, and Applications”, Chem. Rev., marzo de 2023. Accedido el 6 de marzo de 2024. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1021/acs.chemrev.2c00546>.

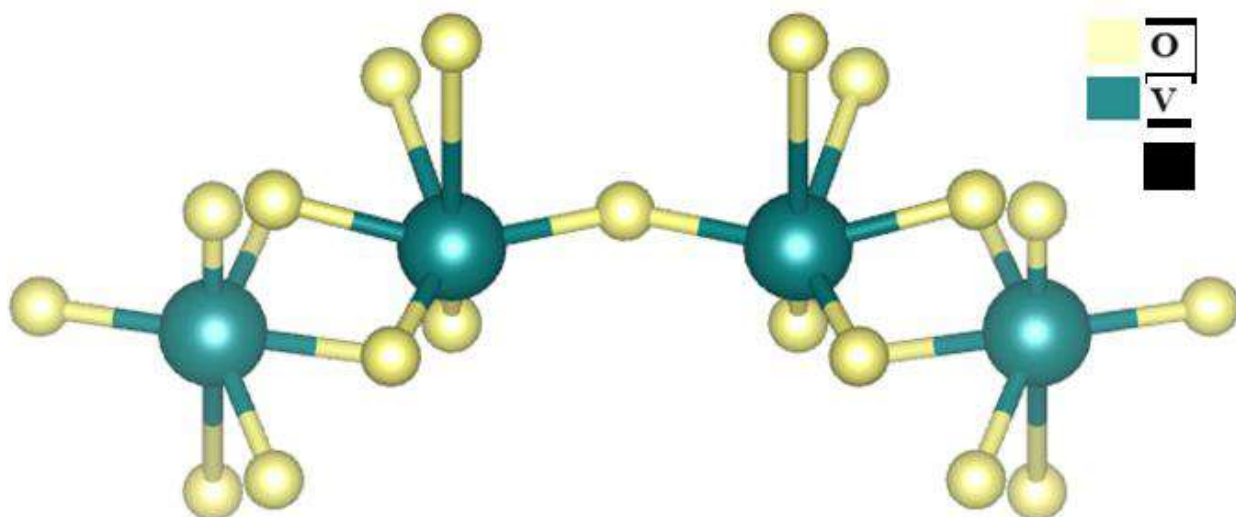
En formas como V_2O_5 dopado con rGO, exhibe una alta conductividad eléctrica que facilita la inserción y extracción de iones de litio, lo que resulta en una alta capacidad de descarga, y permite una difusión rápida de iones de litio, lo que contribuye a su alto rendimiento en baterías [1].

En la Figura 4 se evidencia la estructura realizada en el software Vesta, como se ve desde arriba, esta estructura de capas puede parecer como una disposición de V-O-V-O, donde los átomos de oxígeno forman una red hexagonal. Esta distribución de capas da al V_2O_5 propiedades

interesantes, como su capacidad para intercalar iones, lo que significa que los iones pueden insertarse entre las capas de la estructura cristalina, útil en varias aplicaciones, como baterías recargables y materiales para electroquímica [15].

Figura 4

Estructura química V₂O₅.



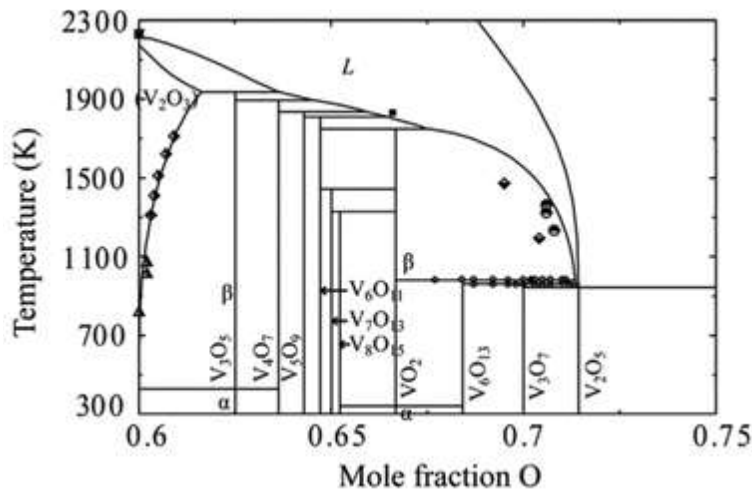
Nota: Estructura generada por software libre Vesta, con ficha cristalográfica CIF 1004148

Cuando se sintetiza el pentóxido de vanadio (V₂O₅), la estructura cristalina que adopta puede variar según las condiciones de la síntesis y la temperatura a la que se encuentra el material durante su formación. Los parámetros de síntesis, como la temperatura, la presión, la velocidad de enfriamiento y otros factores, pueden influir en la formación de diferentes fases cristalinas del V₂O₅. Esto significa que, bajo ciertas condiciones, el V₂O₅ puede cristalizar en una estructura específica, mientras que, bajo diferentes condiciones, puede adoptar una estructura cristalina diferente [15].

Según la Figura 5, la temperatura y la fracción molar pueden interactuar de manera compleja para afectar la fase de V₂O₅. Por ejemplo, a temperaturas más altas, puede requerirse una fracción molar específica de los reactivos para favorecer la formación de la fase deseada. Además, la temperatura puede influir en la solubilidad de los reactivos y la rapidez de las reacciones químicas, que a su vez puede afectar la composición y la fase de los productos obtenidos [15].

Figura 5

Diagrama de fase ampliado del sistema V_2O_3 - V_2O_5 a 1 atm.



Nota: Adaptado de P. Hu et al., “Vanadium Oxide: Phase Diagrams, Structures, Synthesis, and Applications”, Chem. Rev., marzo de 2023. Accedido el 6 de marzo de 2024. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1021/acs.chemrev.2c00546>.

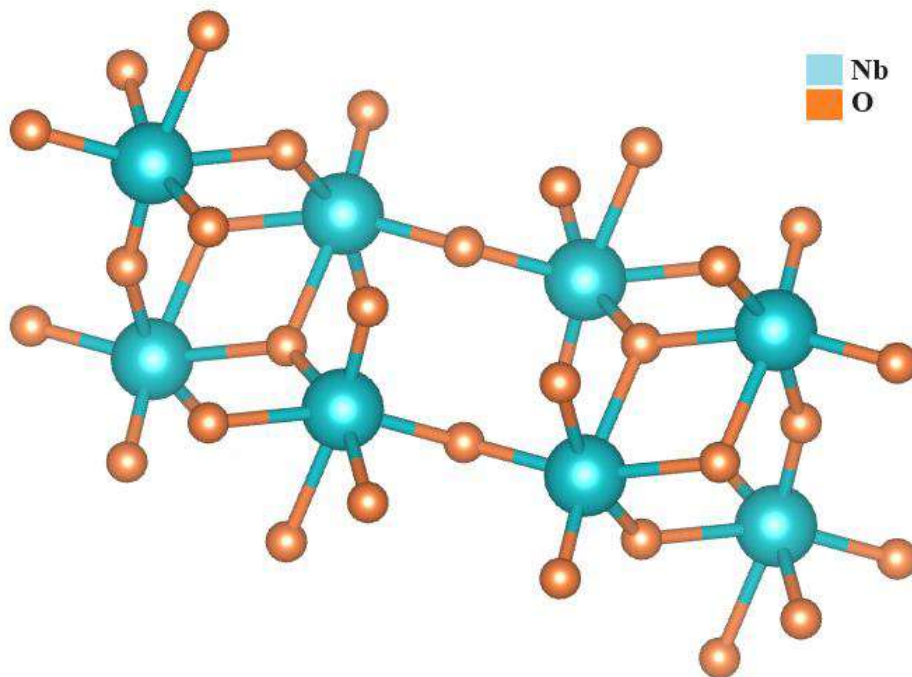
2.1.2 Óxido de niobio (Nb_2O_5)

El óxido de niobio (Nb_2O_5) es un sólido blanco inodoro con una estructura cristalina ortorrómbica caracterizada por la presencia de octaedros unidos por vértices compartidos, formando una red tridimensional [16].

Según su estructura, el Nb_2O_5 puede presentar distintas fases cristalinas, las cuales varían según las condiciones de síntesis y la temperatura. La Figura 6 muestra la representación de la estructura generada mediante el software Vesta, donde cada átomo de niobio está rodeado por átomos de oxígeno [14].

Figura 6

Estructura química Nb₂O₅.



Nota: Estructura generada por software libre Vesta con ficha cristalográfica CIF 1528678.

El niobio (Nb) es un metal de transición conocido por sus excelentes propiedades y ha contribuido a diversas industrias y tecnologías, ideal para aplicaciones donde el material debe soportar temperaturas extremas, exhibe propiedades superconductoras a temperaturas extremadamente bajas, esencial para desarrollar imanes superconductores para instrumentos de resonancia magnética y aceleradores de partículas, además, presenta alta resistencia a la corrosión y se usa en ambientes corrosivos como equipos de procesamiento químico [16].

2.2 Grafeno

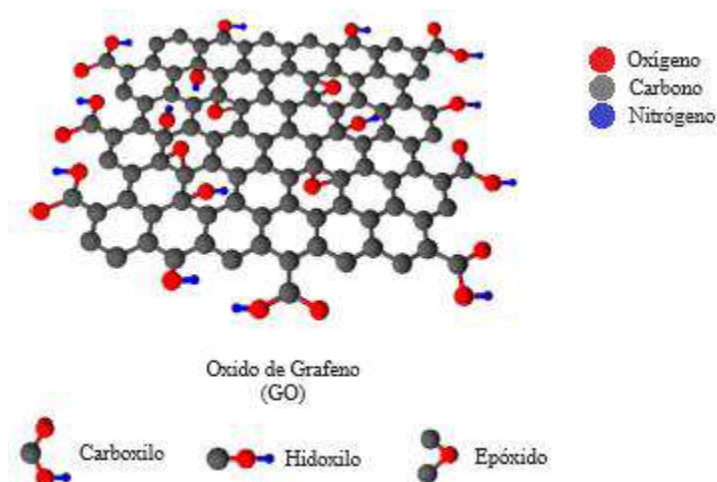
El grafeno, una variante de carbono puro, está conformado por una única capa de átomos organizados en una estructura bidimensional en forma de panal de abeja [13]. Posee propiedades excepcionales, como alta conductividad eléctrica y térmica, gran área superficial y resistencia mecánica. Estas características lo hacen adecuado como soporte para catalizadores de átomos individuales debido a su capacidad para estabilizar y promover reacciones catalíticas [3].

2.2.1 Óxido de grafeno

El óxido de grafeno (GO) es un material constituido por átomos de carbono y oxígeno dispuestos en una estructura de celosía bidimensional. Es un derivado del grafeno obtenido mediante la oxidación del grafito, lo que introduce grupos funcionales con oxígeno, como epóxido, hidroxilo y carboxilo, en el plano basal y los bordes del grafeno. Se produce mediante la oxidación del grafito con agentes oxidantes potentes, lo que añade funcionalidades oxigenadas a la estructura del grafito, expandiendo la separación entre las capas y aumentando la hidrofilia del material [3].

Figura 7

Estructura del óxido de grafeno



Nota: Adaptado de M. M. Stylianakis et al., “Updating the role of reduced graphene oxide ink on field emission devices in synergy with charge transfer materials,” *Nanomaterials*, vol. 9, no. 2, pp. 1–15, 2019.

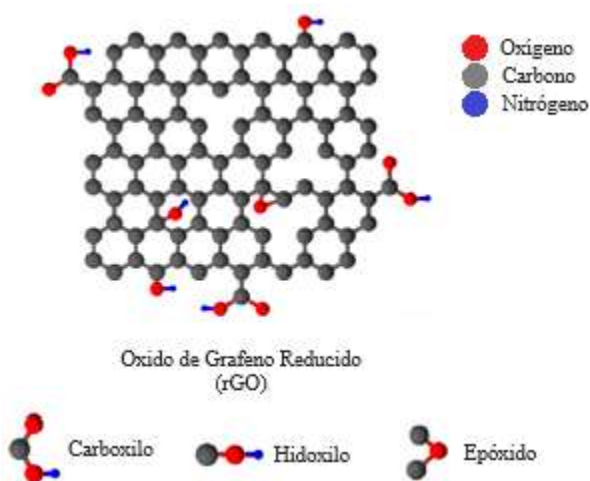
En la Figura 7, el óxido de grafeno (GO) posee una estructura laminar bidimensional compuesta de una capa de átomos de carbono dispuestos en una red hexagonal similar a la del grafito, pero con la inclusión de los grupos funcionales epóxidos, hidroxilos y grupos carboxilo, unidos a los átomos de carbono en la capa basal y en los bordes de la lámina de grafeno. Los carboxilos e hidroxilos se componen de átomos de carbono, oxígeno y nitrógeno, y los epóxidos de carbono y oxígeno. Estos grupos funcionales de oxígeno son responsables de las propiedades químicas y físicas únicas del óxido de grafeno en comparación con el grafeno puro, como una mayor dispersión en solventes polares y una mayor reactividad química. La presencia de grupos funcionales también afecta la conductividad eléctrica del óxido de grafeno en comparación con el grafeno, lo que hace que el óxido de grafeno sea menos conductor [18].

2.2.2 Óxido de grafeno reducido

El óxido de grafeno reducido (rGO) es el resultado de reducir el óxido de grafeno (GO) mediante diferentes métodos, como la reducción química o la reducción con microondas. Conserva la estructura laminar bidimensional del óxido de grafeno (GO), pero con una reducción en la cantidad de grupos funcionales de oxígeno presentes en la capa basal y en los bordes de la lámina de grafeno [3], así se observa en la Figura 8. En el proceso de reducción se eliminan parcialmente los grupos funcionales de oxígeno, restaurando parcialmente la estructura del grafeno original y mejorando la conductividad eléctrica del material [18].

Figura 8

Estructura del óxido de grafeno reducido



Nota. Adaptado de M. M. Stylianakis et al., “Updating the role of reduced graphene oxide ink on field emission devices in synergy with charge transfer materials,” *Nanomaterials*, vol. 9, no. 2, pp. 1–15, 2019.

Al igual que el óxido de grafeno, el rGO también posee una gran superficie específica debido a su estructura bidimensional. Esta gran superficie proporciona amplios puntos de contacto para la transferencia de electrones, lo que favorece el transporte eficaz de cargas y mejora la conductividad eléctrica en los materiales compuestos. Así mismo, el rGO es flexible al integrarse fácilmente en diversas matrices para adaptar sus propiedades a aplicaciones específicas.

Figura 9

Relación de actividad específica por átomo según tamaño de metal



Nota: Relación de la energía libre de superficie, la inestabilidad y la actividad específica por átomo de metal en el sustrato de soporte tradicional con tamaño de metal: Adaptado de S. Ren, Q. Yu, X. Yu, P. Rong, L. Jiang y J. Jiang, “Graphene-supported metal single-atom catalysts: a concise review”, *Sci. China Mater.*, vol. 63, n.º 6, pp. 903–920, marzo de 2020. Accedido el 5 de octubre de 2023. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1007/s40843-019-1286-1>

El grafeno tiene una estructura de red única y estable que proporciona una excelente conductividad térmica y eléctrica, así como una gran área superficial. Estas propiedades hacen que el grafeno sea un soporte ideal para los catalizadores de átomos individuales, según Figura 9. Además, su estructura bidimensional y la facilidad de modificación química lo hacen adecuado para la estabilización de átomos individuales y la promoción de reacciones catalíticas [20].

2.3 Dopaje de niobio (Nb) y adición de óxido de grafeno reducido (rGO) a óxido de vanadio (V₂O₅)

El dopaje de compuestos con Nb es un proceso que implica la introducción controlada de pequeñas cantidades de niobio en una estructura cristalina con el fin de alterar sus propiedades físicas y químicas. Este proceso puede tener una serie de efectos significativos en las características del material dopado. Uno de los efectos más notables es el aumento de la conductividad eléctrica, ya que el niobio puede introducir portadores de carga adicionales en la estructura cristalina, facilitando así el flujo de corriente eléctrica. Además, el dopaje con niobio puede mejorar la resistencia mecánica del material, esto lo vuelve más idóneo para aplicaciones que demandan una

gran resistencia y durabilidad, como en la fabricación de aleaciones metálicas y materiales estructurales avanzados [14].

Los dopajes con niobio suelen demostrar mejoras en el crecimiento del grano y una buena integración en la estructura del pentóxido de vanadio (V_2O_5) [6], así mismo, la adición de óxido de grafeno reducido (rGO) promueve las reacciones redox y mejora la conductividad eléctrica del material [11], también las adiciones de nanotubos de carbono (CNT) proporciona mejoras en las propiedades estructurales y una mayor área específica [13]. Ajustando la composición y la estructura del material compuesto, se pueden optimizar las propiedades de conducción eléctrica para satisfacer los requisitos de distintos dispositivos o sistemas electrónicos [20].

Estas aleaciones encuentran aplicaciones para fabricar cables eléctricos de alta eficiencia y componentes electrónicos [15]; también se puede dopar en el acero inoxidable para mejorar su estabilidad estructural y resistencia a la corrosión [17]. Además, el niobio dopado puede exhibir propiedades magnéticas mejoradas, esto lo convierte en una opción valiosa para aplicaciones que necesitan un material magnético altamente eficiente, como la producción de dispositivos electrónicos y componentes para el almacenamiento de datos.

3. MÉTODOS DE SÍNTESIS

3.1 Técnica hidrotermal

La técnica hidrotermal es un método de síntesis química donde los reactivos se colocan en un recipiente sellado junto con un líquido y se calientan a temperaturas superiores a la temperatura ambiente. La presión generada por el calentamiento del agua en estado líquido permite que ocurran reacciones químicas que pueden producir materiales con propiedades únicas [21].

Es empleada en química y ciencia de materiales para sintetizar y cultivar materiales en ambientes acuosos de alta presión y temperatura [21]. Es importante para producir cristales, nanopartículas y materiales únicos con propiedades controladas [22]. La técnica hidrotermal se usa en la síntesis de materiales nanoestructurados por su capacidad para controlar la morfología, tamaño de partícula y propiedades de los materiales producidos. Además, este método es relativamente sencillo, esto permite una elección favorable para la elaboración de nanomateriales con aplicaciones en variados ámbitos [21].

Figura 10

Esquema general de la técnica hidrotermal



Nota: Esquema elaborado en Canva.

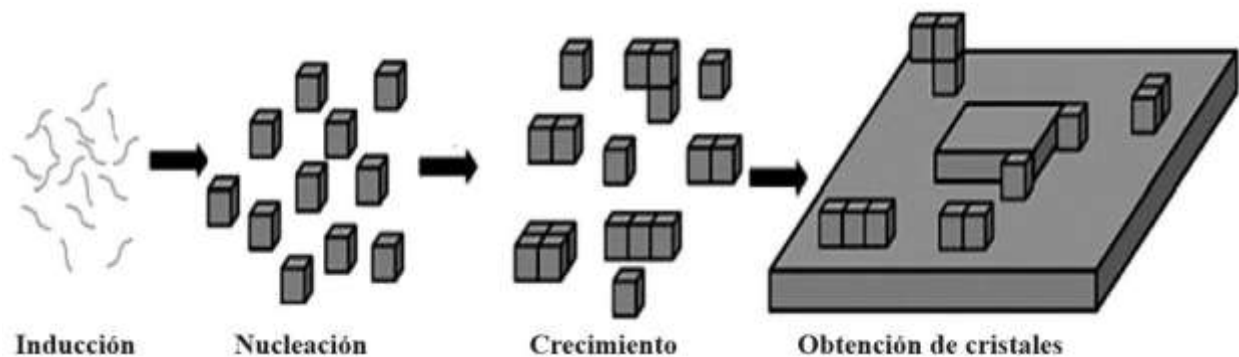
El proceso como se puede ver en la Figura 10 comienza con la preparación de la solución y agitación del reactivo, donde se pesan y disuelven los precursores en el disolvente adecuado en la proporción molar requerida. Esta solución se transfiere cuidadosamente al recipiente de reacción, un reactor hidrotérmico sellado herméticamente para evitar fugas durante el proceso. A continuación, se procede al calentamiento y aumento de presión, colocando el reactor dentro de un autoclave. Posteriormente, se realiza el enfriamiento y despresurización, tras abrir el reactor, se recolecta el producto y se lava con el disolvente adecuado para eliminar impurezas. Finalmente, el producto se calcina utilizando muflas a la temperatura y tiempo deseados [21].

La síntesis hidrotermal permite la formación de una amplia variedad de compuestos con diferentes morfologías y tamaños, lo que brinda flexibilidad en la obtención de nanomateriales con propiedades específicas. Al operar a altas temperaturas y presiones, la síntesis hidrotermal favorece la reactividad y solubilidad entre los reactantes, lo que facilita la formación de nanomateriales cristalinos sin necesidad de tratamientos adicionales.

Mediante la técnica hidrotermal se puede obtener cristales y controlar el crecimiento de cristal y controlar el tamaño y sus morfologías, según la temperatura, la concentración, aditivos y el pH; con los aditivos se absorben caras cristalográficas deteniendo su crecimiento o su facilidad para regular su solubilidad [22]. Un cristal es un sólido cuyas partículas (átomos, iones o moléculas) están dispuestas de manera ordenada y periódica en el espacio, lo que resulta en una estructura tridimensional con una forma definida y bordes planos. Esta disposición ordenada se refleja en la simetría y la repetición de patrones a nivel atómico o molecular.

Figura 11

Esquema formación de cristales mediante técnica hidrotermal



Nota: Extraído de C. J. Bahena Martínez et al., “Síntesis hidrotermal de nanomateriales”, en *Materiales Avanzados y Nanomateriales: Aprovechamiento de fuentes naturales y sus beneficios al medio ambiente*, OmniaScience, 2022, pp. 239–280.

La formación de cristales se divide en tres fases, inducción, nucleación y crecimiento, como se observa en la Figura 11. La inducción es la fase donde se da la formación del compuesto, la fase de inducción es el momento donde las moléculas presentes se organizan y se agrupan para formar los núcleos de los cristales, y en la fase de crecimiento las moléculas se absorben en la interfaz de crecimiento, se descomponen y se vuelven a absorber para cristalizar y formar cristales más grandes.

4. MÉTODOS Y TÉCNICAS EXPERIMENTALES

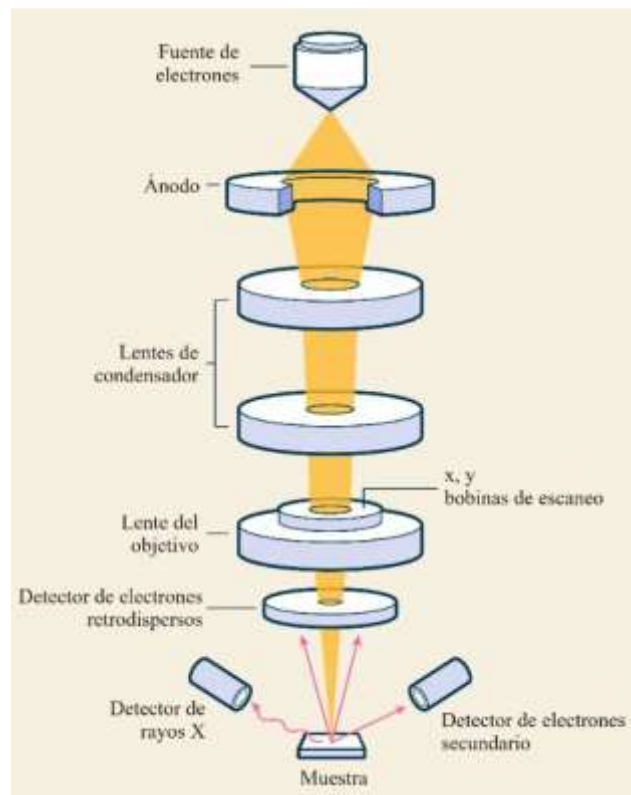
Los métodos de caracterización de materiales son técnicas y procedimientos utilizados para aprender y entender las propiedades físicas, químicas, estructurales y funcionales de los materiales [23].

4.1 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

La microscopía electrónica de barrido (SEM), examina la estructura microscópica utilizando un haz de electrones para examinar la superficie de muestras sólidas [24], con una resolución y profundidad claramente superior a la de un microscopio convencional. En lugar de utilizar luz como un microscopio óptico, un SEM utiliza electrones para crear imágenes de alta resolución de una muestra [25]. En la Figura 12 se observan sus partes principales.

Figura 12

Partes principales el microscopio electrónico de barrido (SEM)



Nota: Adaptado de “SEM vs TEM | Redes de tecnología.” Accedido el 23 de abril de 2024. [En línea]. Disponible: <https://www.technologynetworks.com/analysis/articles/sem-vs-tem-331262>

El proceso de electrones escanea la superficie de una muestra, generando señales como electrones secundarios y retro dispersados, son recolectadas y utilizadas para crear una imagen detallada de la topografía y composición de la muestra a nanométrica. La generación de electrones es ejecutada mediante un filamento caliente. Los electrones interactúan con la muestra, produciendo fenómenos como dispersión elástica e inelástica, emisión secundaria y retrodispersión. Estas señales son capturadas por detectores especializados y transformadas en una imagen digital. Se usa ampliamente en diversas áreas, como ciencia de materiales, biología, geología, nanotecnología y más, por su capacidad para proporcionar imágenes detalladas a nivel microscópico y submicrométrico de las muestras [25].

El análisis principal de la técnica son los estudios morfológicos y de superficie de muestras, sin embargo, si se acopla un espectrómetro de rayos X de energía dispersiva (EDS), se puede realizar análisis elementales. A través del análisis EDS se obtiene un mapa elemental y espectro de la muestra sintetizada. El mapa elemental muestra la distribución espacial de los elementos en una muestra, mientras que el espectro muestra la cantidad de cada elemento identificado. Los elementos presentes en la muestra tienen picos discretos de energía [25].

En la Figura 13 puede observarse el microscopio electrónico de barrido FE-MEB LYRA3 de TESCAN de la Universidad de Los Andes, empleado para desarrollar esta investigación.

Figura 13

Equipo de Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) FE-MEB LYRA3 - TESCAN



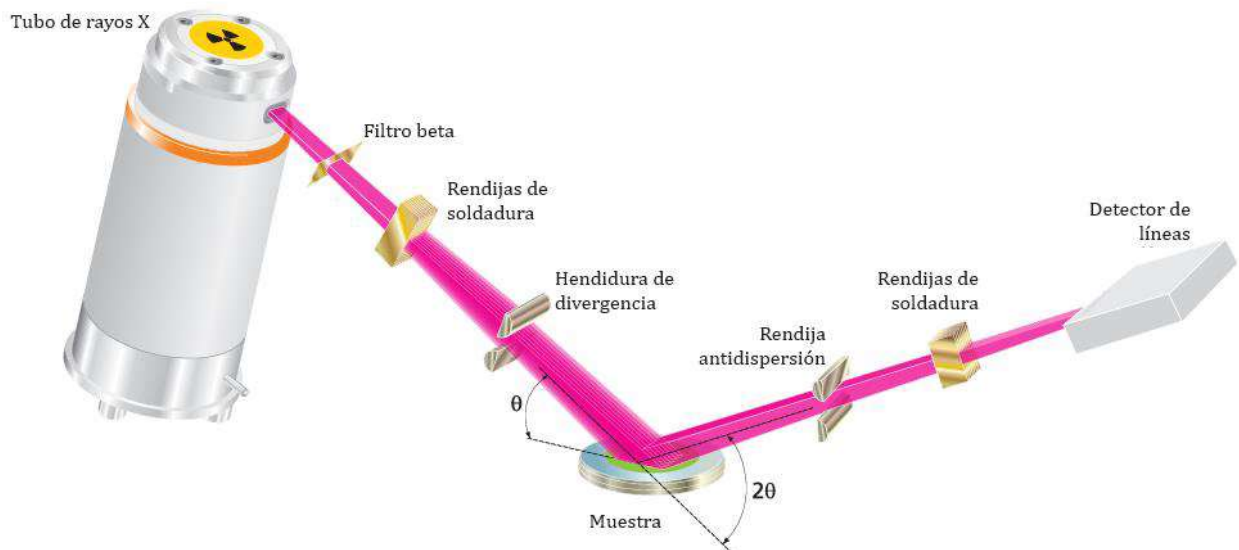
Nota: Extraído de Universidad de Los Andes. “Equipos del Centro de microscopía”. MicroCore. Accedido el 11 de julio de 2024. [En línea]. Disponible: <https://microcore.uniandes.edu.co/es/equipos-y-servicios>

4.2 Difracción de Rayos X (DRX)

La difracción de rayos X (DRX) es una técnica analítica que emplea rayos X para examinar la estructura cristalina de los materiales e identificación de materiales cristalinos desconocidos. Se basa en la capacidad del cristal para dispersar rayos X y producir patrones de difracción característicos que se utilizan para determinar la disposición de los átomos dentro del material. La difracción de rayos X se emplea ampliamente en investigación de materiales, química, ciencia de materiales y geología para analizar la estructura y propiedades de diversos materiales sólidos [27]. En la Figura 14 se observan sus partes principales.

Figura 14

Diagrama tubo de rayos X usado en técnica de difracción de rayos X (DRX)



Nota: Adaptado de PANalytical, “X ’Pert Powder Let materials work for you Advancing materials research,” 2014.

Durante el análisis por DRX, el material es bombardeado con rayos X, lo que hace que los átomos del material dispersen los rayos X en diferentes ángulos dependiendo de su disposición atómica. Midiendo la intensidad y el ángulo de dispersión de los rayos X, se puede determinar la estructura cristalina de un material; así mismo, proporciona información importante sobre la estructura cristalina de un material, lo que permite a los investigadores comprender cómo los cambios en la composición o como el proceso distorsiona la estructura atómica del material [27].

En la Figura 15 puede observarse el difractómetro de rayos X Empyrean de Malvern Panalytical de la Universidad de Los Andes, empleado para desarrollar esta investigación.

Figura 15

Equipo de Difracción de Rayos X (DRX) marca Panalytical modelo Empyrean



Nota: Extraído de “Malvern Panalytical”. Accedido el 11 de julio de 2024. [En línea]. Disponible: https://www.malvernpanalytical.com/en/assets/empyrean%20brochure_tcm50-56767.pdf

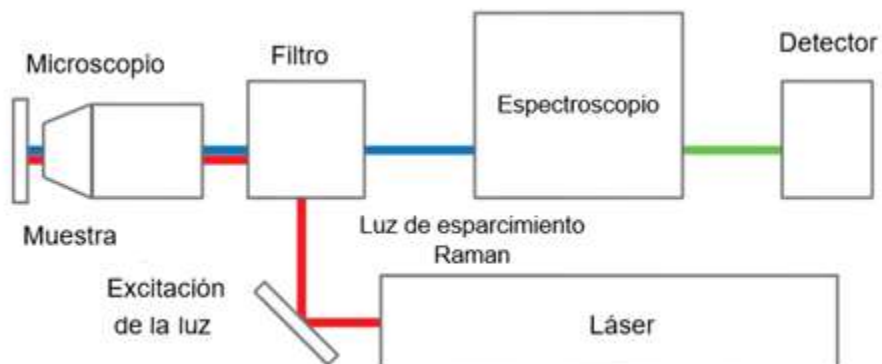
4.3 Espectroscopía Raman

La espectroscopia Raman se presenta como una técnica analítica de gran alcance que utiliza la dispersión de luz láser para develar información sobre las vibraciones y la estructura molecular de una muestra [29]. Cuando la luz láser incide sobre el producto a analizar, parte de la luz se dispersa debido a las interacciones con las moléculas, lo que cambia su energía [30].

En la Figura 16 se evidencia el procedimiento para obtener el espectro Raman resultante, que muestra picos característicos que proporcionan información sobre la composición química y la estructura molecular de la muestra [31].

Figura 16

Diagrama de bloques componentes fundamentales de espectrómetro Raman



Nota: Adaptado de Repositorio Digital Universidad de Caldas. Accedido el 24 de abril de 2024. [En línea]. Disponible: <https://repositorio.ucaldas.edu.co/bitstream/handle/ucaldas/19653/Monogrhttps://doi.org/10.1021/acs.chemrev.2c00546>

En la Figura 17 puede observarse el equipo de Espectroscopía Raman marca XploRA™ PLUS de HORIBA Scientific de la Universidad de Los Andes, empleado para desarrollar está investigación.

Figura 17

Equipo de Espectroscopía Raman marca HORIBA Scientific modelo Xplora.



Nota: Extraído de “XploRA Series”. Accedido el 11 de julio de 2024. [En línea]. Disponible: https://www.horiba.com/fileadmin/uploads/Scientific/Documents/Raman/Brochure_XploRA_Series-062016.pdf

5. ASPECTOS EXPERIMENTALES

5.1 Cálculos para síntesis de $V_2O_5 + rGO + Nb$

De acuerdo con lo propuesto se exponen los cálculos para determinar la cantidad de reactivos a emplear, así se presentan detalles experimentales para la síntesis de $V_2O_5 + rGO$ con adición de Nb en diferentes porcentajes: 1%, 5%, 10% y 15% por medio de la técnica hidrotérmica.

Para hallar la masa molar del V2 se multiplica su masa molar (M) por la cantidad de átomos (ver Ecuación 1), así mismo para hallar la masa molar de O5 (ver Ecuación 2), ahora para calcular la masa molar del V_2O_5 se suma la masa molar de V2 y de O5 (ver Ecuación 3).

$$M_{(V_2)} = 50.94 \frac{g}{mol} \times 2 = 101.88 \frac{g}{mol} \quad (1)$$

$$M_{(O_2)} = 16 \frac{g}{mol} \times 5 = 80 \frac{g}{mol} \quad (2)$$

$$M_{(V_2O_5)} = 101.88 \frac{g}{mol} + 80 \frac{g}{mol} = 181.88 \frac{g}{mol} \quad (3)$$

Para calcular la masa molar del Nb2 se multiplica su masa molar (M) por la cantidad de átomos (ver Ecuación 4), así mismo para hallar la masa molar de O5 (ver Ecuación 5), ahora para encontrar la masa molar del Nb_2O_5 se suma la masa molar de Nb2 y de O5 (ver Ecuación 6).

$$M_{(Nb_2)} = 92.91 \frac{g}{mol} \times 2 = 185.82 \frac{g}{mol} \quad (4)$$

$$M_{(O_2)} = 16 \frac{g}{mol} \times 5 = 80 \frac{g}{mol} \quad (5)$$

$$M_{(Nb_2O_5)} = 185.82 \frac{g}{mol} + 80 \frac{g}{mol} = 265.82 \frac{g}{mol} \quad (6)$$

Para obtener la cantidad de moles necesarios para sintetizar 2 gramos de V_2O_5 , se divide la cantidad de muestra por su masa molar (ver Ecuación 7).

$$moles_{V_2O_5} = \frac{2 g V_2O_5}{181.88 \frac{g}{mol}} = 0.011 \text{ moles de } V_2O_5 \quad (7)$$

Ahora para hallar la cantidad de moles de V2 multiplicamos la cantidad de moles de V_2O_5 por la cantidad de átomos (ver Ecuación 8).

$$\text{moles}_{V_2} = 0.011 \text{ moles} \times 2 = 0.022 \text{ moles} \quad (8)$$

De acuerdo con lo obtenido anteriormente las cantidades necesarias para sintetizar muestras de V₂O₅ + rGO con dopajes de Nb en diferentes porcentajes se calculan a continuación:

Dopaje 0% Nb + 5% rGO

- Cantidad de rGO (5%)

La cantidad de rGO se calcula multiplicando 2 gramos de metavanadato de amonio (NH₄VO₃) por 0.05 g rGO y se divide en 1 gramo de NH₄VO₃ (ver Ecuación 9).

$$rGO (0\%) = \frac{2 \text{ g NH}_4\text{VO}_3 \times 0.05 \text{ g rGO}}{1 \text{ g NH}_4\text{VO}_3} = 0.1 \text{ g rGO} \quad (9)$$

Dopaje 1% Nb + 5% rGO

- Cantidad de Nb₂O₅ (1%)

Se realiza una regla de tres, 99% de V es equivalente a las moles de V₂ (ver Ecuación 10), y se busca hallar la cantidad de moles de Nb correspondiente al dopaje de 1% (ver Ecuación 11). Para hallar la cantidad de Nb₂O₅ (1%), se multiplica su masa molar por la cantidad de moles, y se divide en la cantidad de átomos de Nb (ver Ecuación 12).

$$99\% V \rightarrow 0.022 \text{ moles} \quad (10)$$

$$1\% Nb \rightarrow 0.00022 \text{ moles} \quad (11)$$

$$Nb_2O_5 (1\%) = \frac{265.82 \text{ g} \times 0.00022 \text{ mol}}{2 \text{ mol}} = 0.0292 \text{ g de Nb}_2\text{O}_5 \quad (12)$$

- Cantidad de rGO (5%)

La cantidad se calcula sumando 2 gramos de metavanadato de amonio (NH₄VO₃) más la cantidad de Nb₂O₅ (1%), se multiplica por 0.05 gramos de rGO, y se divide en 1 gramo de NH₄VO₃ + Nb₂O₅ (ver Ecuación 13).

$$rGO (1\%) = \frac{(2 \text{ g NH}_4\text{VO}_3 + 0.0292 \text{ g Nb}_2\text{O}_5) \times 0.05 \text{ g rGO}}{1 \text{ g NH}_4\text{VO}_3 + Nb_2O_5} = 0.101 \text{ g rGO} \quad (13)$$

Dopaje 5% Nb + 5% rGO

- Cantidad de Nb₂O₅ (5%)

Se realiza una regla de tres, 95% de V es equivalente a las moles de V₂ (ver Ecuación 14), y se busca hallar la cantidad de moles de Nb correspondiente al dopaje de 5% (ver Ecuación 15). Para hallar la cantidad de Nb₂O₅ (5%), se multiplica su masa molar por la cantidad de moles, y se divide en la cantidad de átomos de Nb (ver Ecuación 16).

$$95\% V \rightarrow 0.022 \text{ moles} \quad (14)$$

$$5\% Nb \rightarrow 0.001157 \text{ moles} \quad (15)$$

$$Nb_2O_5 (5\%) = \frac{265.82 \text{ g} \times 0.001157 \text{ mol}}{2 \text{ mol}} = 0.107 \text{ g de } Nb_2O_5 \quad (16)$$

- Cantidad de rGO (5%)

La cantidad de rGO se calcula sumando 2 gramos de metavanadato de amonio (NH₄VO₃) más la cantidad de Nb₂O₅ (5%), se multiplica por 0.05 gramos de rGO, y se divide en 1 gramo de NH₄VO₃ + Nb₂O₅ (ver Ecuación 17).

$$rGO (5\%) = \frac{(2 \text{ g } NH_4VO_3 + 0.154 \text{ g } Nb_2O_5) \times 0.05 \text{ g } rGO}{1 \text{ g } NH_4VO_3 + Nb_2O_5} = 0.107 \text{ g } rGO \quad (17)$$

Dopaje 10% Nb + 5% rGO

- Cantidad de Nb₂O₅ (10%)

Se realiza una regla de tres, 90% de V es equivalente a las moles de V₂ (ver Ecuación 18), y se busca hallar la cantidad de moles de Nb correspondiente al dopaje de 10% (ver Ecuación 19). Para hallar la cantidad de Nb₂O₅ (10%), se multiplica su masa molar por la cantidad de moles, y se divide en la cantidad de átomos de Nb (ver Ecuación 20).

$$90\% V \rightarrow 0.022 \text{ moles} \quad (18)$$

$$10\% Nb \rightarrow 0.0024 \text{ moles} \quad (19)$$

$$Nb_2O_5 (10\%) = \frac{265.82 \text{ g} \times 0.0024 \text{ mol}}{2 \text{ mol}} = 0.31 \text{ g de } Nb_2O_5 \quad (20)$$

- Cantidad de rGO (5%)

La cantidad de rGO se calcula sumando 2 gramos de metavanadato de amonio (NH₄VO₃) más la cantidad de Nb₂O₅ (10%), se multiplica por 0.05 gramos de rGO, y se divide en 1 gramo de NH₄VO₃ + Nb₂O₅ (ver Ecuación 21).

$$rGO (10\%) = \frac{(2 \text{ g } NH_4VO_3 + 0.31 \text{ g } Nb_2O_5) \times 0.05 \text{ g } rGO}{1 \text{ g } NH_4VO_3 + Nb_2O_5} = 0.115 \text{ g } rGO \quad (21)$$

Dopaje 15% Nb + 5% rGO

- Cantidad de Nb₂O₅ (15%)

Se realiza una regla de tres, 85% de V es equivalente a las moles de V₂ (ver Ecuación 22), y se busca hallar la cantidad de moles de Nb correspondiente al dopaje de 15% (ver Ecuación 23). Para hallar la cantidad de Nb₂O₅ (15%), se multiplica su masa molar por la cantidad de moles, y se divide en la cantidad de átomos de Nb (ver Ecuación 24).

$$85\% V \rightarrow 0.022 \text{ moles} \quad (22)$$

$$15\% Nb \rightarrow 0.0038 \text{ moles} \quad (23)$$

$$Nb_2O_5 (15\%) = \frac{265.82 \text{ g} \times 0.0038 \text{ mol}}{2 \text{ mol}} = 0.505 \text{ g de } Nb_2O_5 \quad (24)$$

- Cantidad de rGO (5%)

La cantidad de rGO se calcula sumando 2 gramos de metavanadato de amonio (NH₄VO₃) más la cantidad de Nb₂O₅ (15%), se multiplica por 0.05 gramos de rGO, y se divide en 1 gramo de NH₄VO₃ + Nb₂O₅ (ver Ecuación 25).

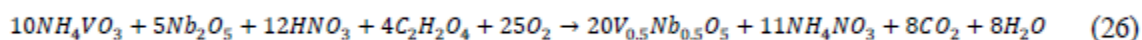
$$rGO (15\%) = \frac{(2 \text{ g } NH_4VO_3 + 0.505 \text{ g } Nb_2O_5) \times 0.05 \text{ g } rGO}{1 \text{ g } NH_4VO_3 + Nb_2O_5} = 0.125 \text{ g } rGO \quad (25)$$

5.2 Parámetros de síntesis de V₂O₅ + rGO + Nb

La síntesis de V₂O₅ + rGO + Nb se desarrolló usando 2 gramos de metavanadato de amonio (NH₄VO₃) para las cinco muestras, óxido de niobio (Nb₂O₅) en diferentes cantidades, óxido de

grafeno reducido (rGO) en diferentes cantidades y 50 mL de ácido nítrico (HNO₃) en vasos de precipitado. Se inicia agitación entre 300 y 400 rpm aproximadamente a una temperatura oscilante entre 40°C y 60°C durante 40 minutos en planchas de agitación con agitadores magnéticos, a su vez, se añadió 1.33 g de ácido oxálico (C₂H₂O₄) y 2.5 mL de amoníaco (NH₃) hasta observar las soluciones completamente solubilizadas y homogéneas [34]. Las soluciones se envasaron en reactores hidrotermales para calentar a 180°C durante 17 horas dentro de una autoclave sellado herméticamente. Tras enfriar la muestra a temperatura ambiente, las muestras se transfieren a vasos de precipitado para lavar con agua destilada y secarse en una mufla a 60°C por 12 horas. Por último, las muestras obtenidas se calcinaron a 500°C durante 3 horas [35].

Con los parámetros anteriores se propone la siguiente reacción estequiométrica (ver Ecuación 26) que resume el procedimiento de síntesis por medio de la técnica hidrotermal.



En la Tabla 1 se especifica las cantidades de reactivos usados en la síntesis para las muestras de V₂O₅ + rGO con adición de Nb en diferentes porcentajes: 1%, 5%, 10% y 15% por medio de la técnica hidrotermal.

Tabla 1

Variación de concentración de reactivos para síntesis de V₂O₅ + rGO + Nb.

Variación de la concentración molar	NH ₄ VO ₃ (g)	Nb ₂ O ₅ (g)	rGO (g)	HNO ₃ (mL)
V ₂ O ₅ + rGO.	2	0	0.1	50
V ₂ O ₅ + Nb 1% wt. + rGO.		0.0292	0.101	
V ₂ O ₅ + Nb 5% wt. + rGO.		0.154	0.107	
V ₂ O ₅ + Nb 10% wt. + rGO.		0.31	0.115	
V ₂ O ₅ + Nb 15% wt. + rGO.		0.505	0.125	

Nota: Tabulación concentración de reactivos usado en la síntesis de V₂O₅ + rGO + Nb.

En la Figura 18, se observan las principales etapas del proceso de síntesis para las muestras obtenidas por la técnica hidrotermal.

Figura 18

Experimentación para obtención de muestras por la técnica hidrotermal.

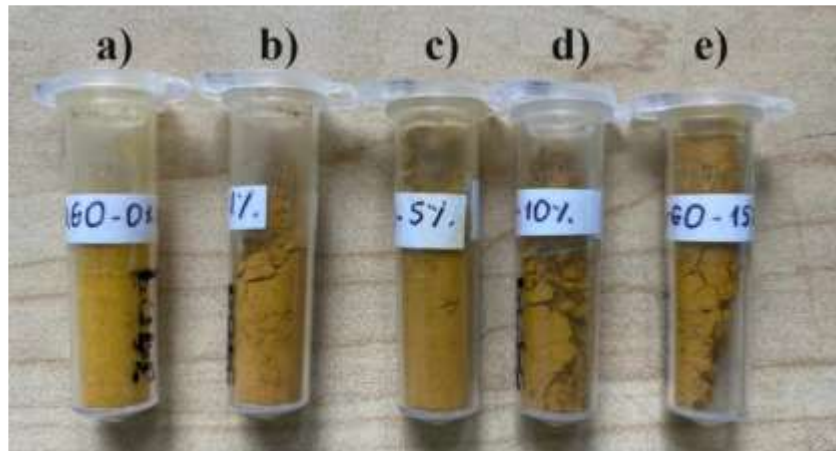


Nota. Experimentación para obtención de muestras por la técnica hidrotermal.

En la Figura 19 se exponen las muestras obtenidas por la técnica hidrotermal calcinadas a 500°C, como se puede observar su color es de una tonalidad amarillo anaranjado, esto es un buen indicador de que la síntesis pudo alcanzar la fase V₂O₅ porque coincide con lo expuesto en la teoría.

Figura 19

Muestras de V₂O₅ + Nb + rGO.



Nota: a) V₂O₅ + rGO, b) V₂O₅ + Nb 1% wt. + rGO, c) V₂O₅ + Nb 5% wt. + rGO, d) V₂O₅ + Nb 10% wt. + rGO y e) V₂O₅ + Nb 15% wt. + rGO.

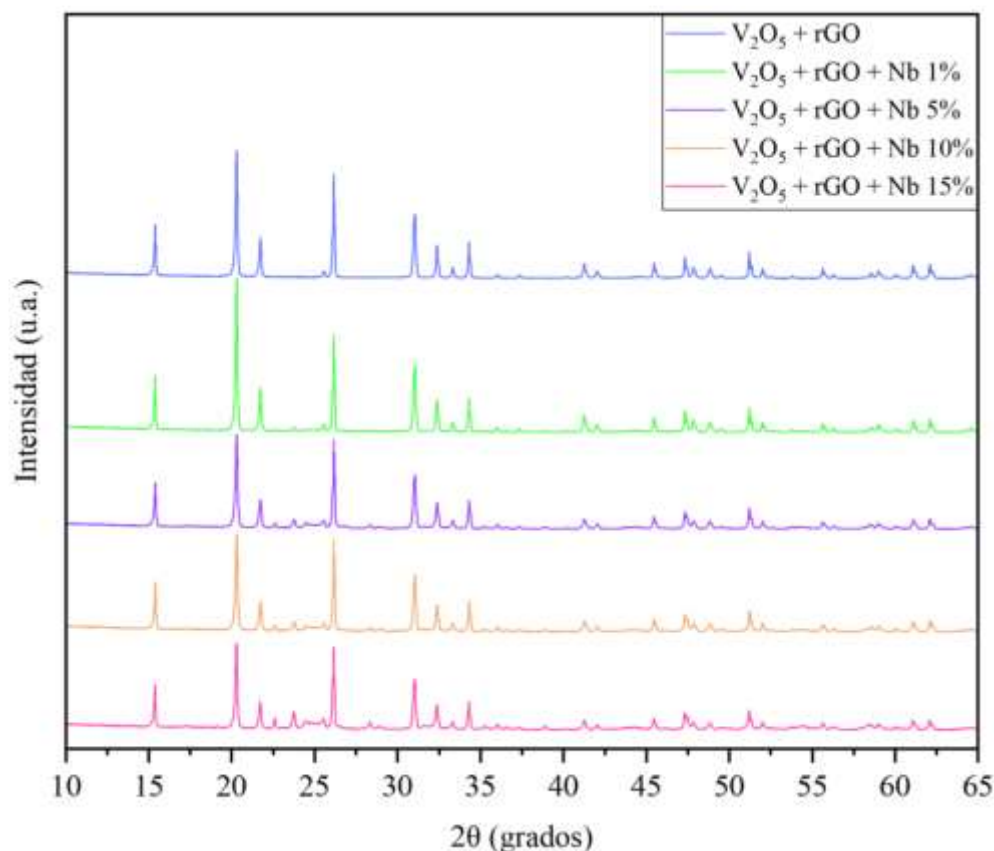
6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

6.1 Caracterización por Difracción de Rayos X (DRX)

La caracterización por DRX es usada para determinar el porcentaje de cristalinidad de cada muestra sintetizada e identificar la composición de las fases presentes, ideal para concluir si se logró sintetizar correctamente la fase de V_2O_5 , y a su vez los planos cristalográficos coincidentes con Nb_2O_5 [36]. Los patrones obtenidos se realizaron empleando fichas cristalográficas CIF obtenidas del crystallography open database y datos obtenidos por el equipo de DRX [36].

Figura 20

Patrones DRX de muestras de $V_2O_5 + rGO$ con distintos dopajes de Nb.



Nota: De arriba abajo, difractograma muestra de $V_2O_5 + rGO + Nb$ al 0%, 1%, 5%, 10% y 15%.

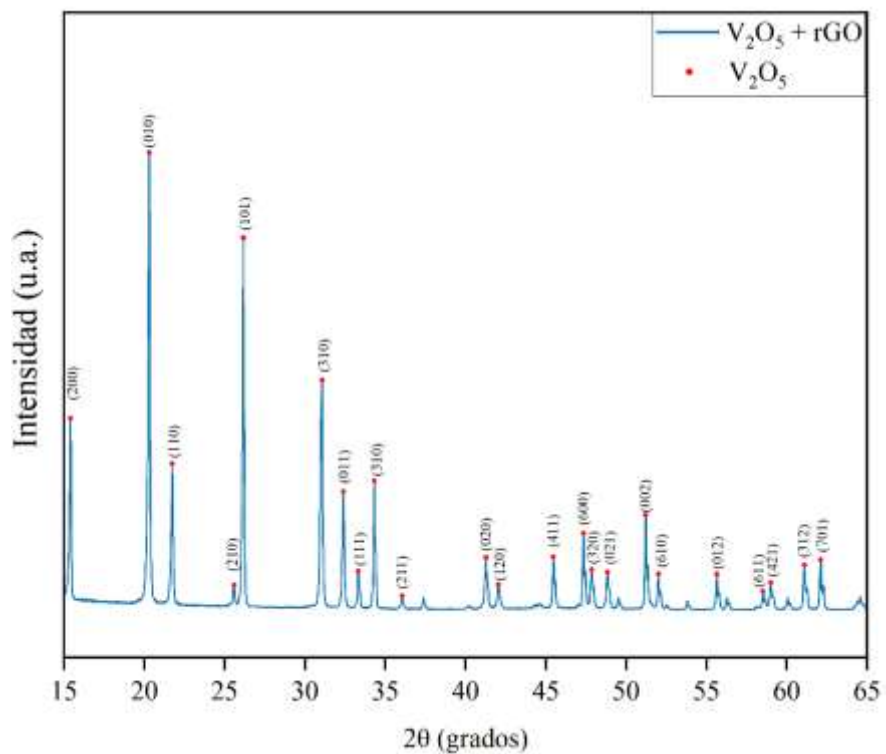
En la Figura 20 se presenta el difractograma de muestras de $V_2O_5 + rGO + Nb$ con dopajes porcentuales de 0%, 1%, 5%, 10% y 15%, sintetizadas por técnica hidrotérmica y calcinadas a 500°C durante 3 horas; entre las ubicaciones $2\theta = 20^\circ$ y 25° puede detallarse la aparición más picos cristalográficos.

La estructura cristalina es la disposición ordenada y repetitiva de átomos en un cristal; el grupo espacial describe la simetría completa de una estructura cristalina y el número de grupo espacial es un identificador único asignado a cada uno de los 230 grupos espaciales existentes.

En la Figura 21 se expone el patrón de difractograma para la muestra $V_2O_5 + rGO$ sin dopaje de Nb, se evidencian los picos (200), (010), (110), (210), (101), (310), (011), (111), (310) y (211) en las posiciones $2\theta = 15.38^\circ, 20.31^\circ, 21.74^\circ, 25.57^\circ, 26.16^\circ, 31.05^\circ, 32.39^\circ, 33.34^\circ, 34.32^\circ$ y 34.302° , respectivamente; picos relacionados con la fase V_2O_5 , compatible con la estructura cristalina ortorrómbica, de grupo espacial $Pmmn$ y número 59 de acuerdo con la referencia COD 01-072-0433.

Figura 21

Patrón DRX de muestra de $V_2O_5 + rGO$.

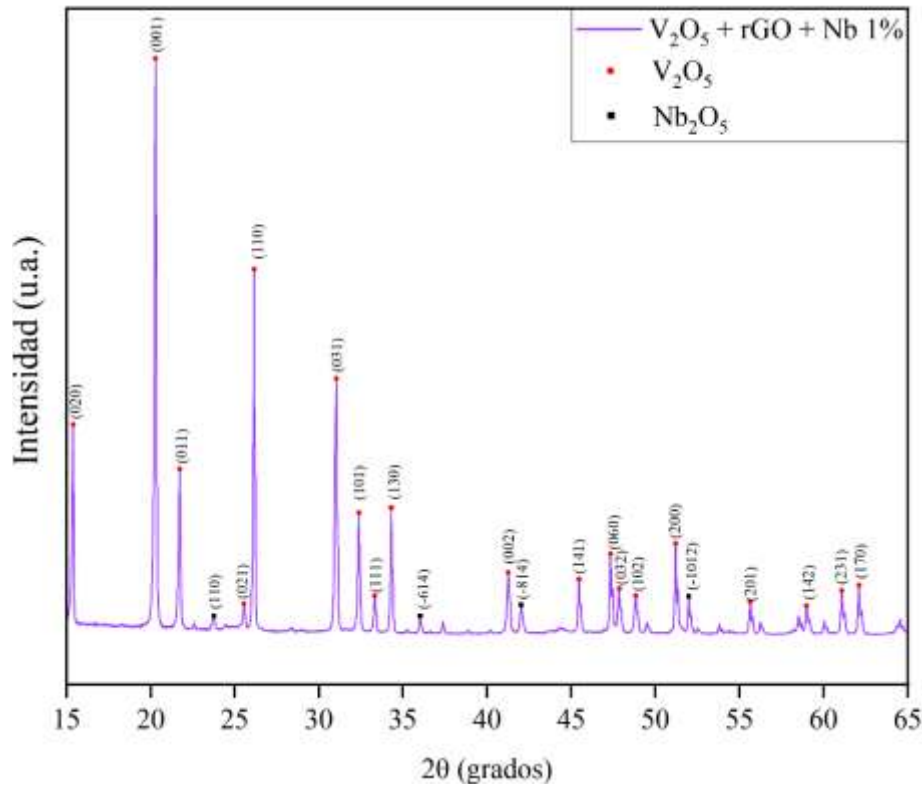


Nota: Difractograma muestra $V_2O_5 + rGO + Nb$ al 0%, los puntos rojos indican la fase V_2O_5 .

En la Figura 22 se presenta el patrón DRX de la muestra $V_2O_5 + rGO + Nb$ 1%, se evidencian los picos relacionados con la fase V_2O_5 .

Figura 22

Patrón DRX de muestra de $V_2O_5 + rGO + Nb$ 1%.



Nota: Difractograma muestra $V_2O_5 + rGO + Nb$ al 1%, los puntos rojos indican la fase V_2O_5 y los cuadros negros indican la fase Nb_2O_5 .

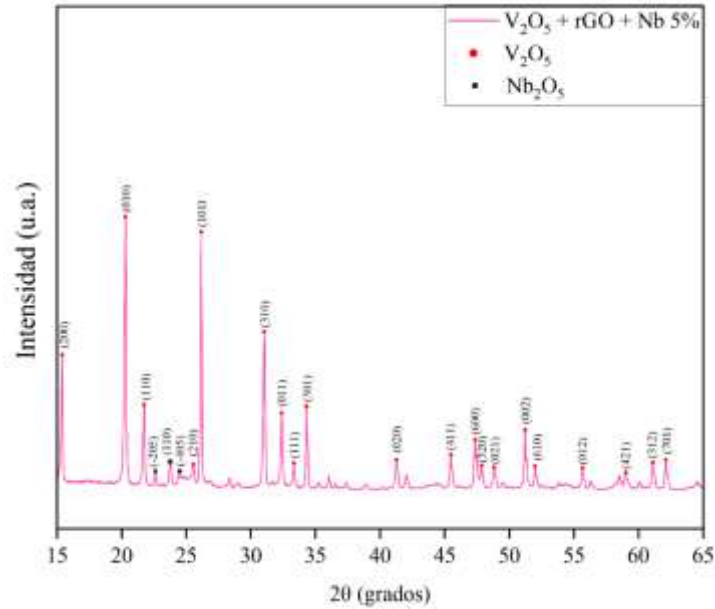
Es compatible con la estructura cristalina ortorrómbica cuyo grupo espacial es $Pmmn$ 59 de acuerdo con la referencia COD 01-085-0601, los planos cristalográficos predominantes asociados son (020), (001), (011), (021), (110), (031), (101), (111) y (130) ubicados en las posiciones $2\theta = 15.37^\circ, 20.29^\circ, 21.72^\circ, 25.55^\circ, 26.15^\circ, 31.03^\circ, 32.38^\circ, 33.32^\circ$ y 34.30° , respectivamente. Así mismo, se observan los picos relacionados con la fase Nb_2O_5 , compatible con la estructura cristalina monoclinica y su grupo espacial es $P2$ con número 3 de acuerdo con la referencia COD 00-037-1468, los planos cristalográficos predominantes asociados son (110), (-614), (-814) y (-1012) ubicados en la posición $2\theta = 23.73^\circ, 36.21^\circ, 42.76^\circ$ y 52.01° , respectivamente. La presencia de Nb_2O_5 como una fase secundaria en el patrón DRX de la muestra $V_2O_5 + rGO$ sugiere una incompleta incorporación del Nb dentro de la matriz de V_2O_5 . Este comportamiento se ha observado en estudios previos, donde la adición de diferentes dopantes en matrices de óxidos

metálicos resulta en la formación de fases secundarias debido a la segregación de los dopantes o a la incompatibilidad en la estructura cristalina [37].

En la Figura 23 se presenta el patrón DRX de la muestra $V_2O_5 + rGO + Nb$ 5%.

Figura 23

Patrón DRX de muestra de $V_2O_5 + rGO + Nb$ 5%.



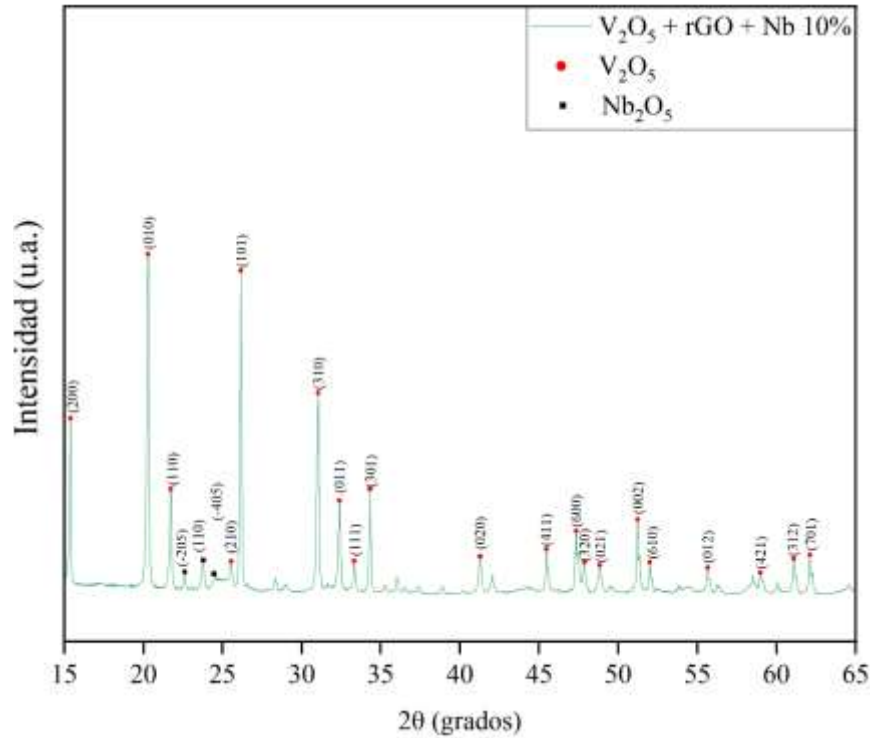
Nota: Difractograma muestra $V_2O_5 + rGO + Nb$ al 5%, los puntos rojos indican la fase V_2O_5 y los cuadros negros indican la fase Nb_2O_5

Primero, se evidencian los picos relacionados con la fase V_2O_5 , compatible con la estructura cristalina ortorrómbica cuyo grupo espacial es $Pmmn$ 59 de acuerdo a la referencia COD 01-072-0433, los planos cristalográficos más notables asociados son (200), (010), (110), (210), (101), (310), (011), (111) y (301) ubicados en la posiciones $2\theta = 15.38^\circ, 20.31^\circ, 21.74^\circ, 25.57^\circ, 26.16^\circ, 31.05^\circ, 32.39^\circ, 33.34^\circ$ y 34.32° , respectivamente; y segundo, se observan los picos relacionados con la fase Nb_2O_5 , compatible con la estructura cristalina monoclinica, grupo espacial $P2$ de número 3 siguiendo la referencia COD 00-037-1468, los planos cristalográficos predominantes asociados son (-205), (110) y (-405) ubicados en la posición $2\theta = 22.98^\circ, 23.73^\circ$ y 24.41° , respectivamente. Al igual que en el dopaje con 1% nuevamente se observa una fase segregada de Nb_2O_5 influenciada posiblemente por factores termodinámicos y cinéticos durante el proceso de síntesis, que favorecen la formación de fases separadas en lugar de una solución sólida uniforme.

En la Figura 24 se presenta el patrón DRX de la muestra V2O5 + rGO + Nb 10%

Figura 24

Patrón DRX de muestra de V2O5 + rGO + Nb 10%.



Nota: Difractograma muestra V2O5 + rGO + Nb al 10%, los puntos rojos indican la fase V2O5 y los cuadros negros indican la fase Nb2O5.

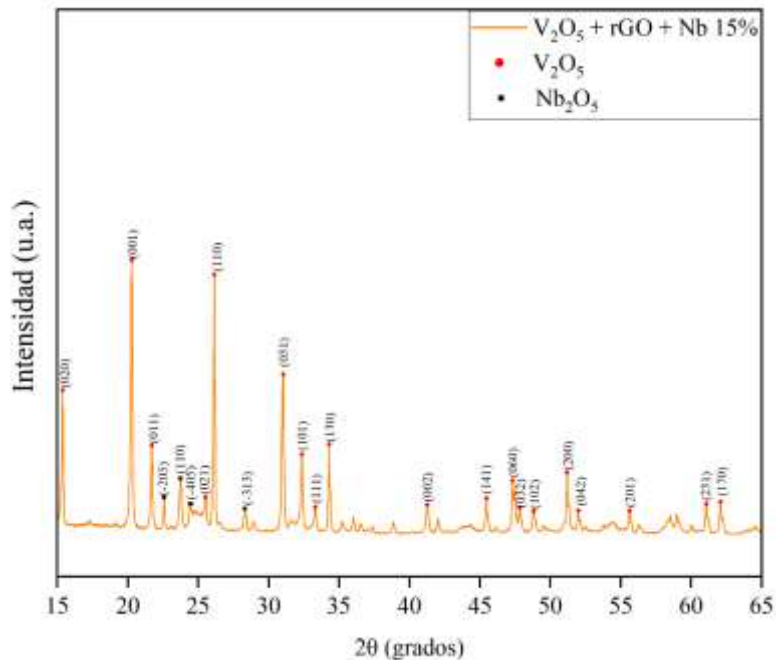
En ella se exponen los picos relacionados con la fase V2O5, compatible con la estructura cristalina ortorrómbica cuyo grupo espacial es Pmmn 59 según a la referencia COD 01-072-0433, los planos cristalográficos más notables asociados son (200), (010), (110), (210), (101), (310), (011), (111) y (301) ubicados en la posiciones $2\theta = 15.38^\circ, 20.31^\circ, 21.74^\circ, 25.57^\circ, 26.16^\circ, 31.05^\circ, 32.39^\circ, 33.34^\circ$ y 34.32° , respectivamente, también observan los picos relacionados con la fase Nb2O5, compatible con la estructura cristalina monoclinica y su grupo espacial es P2 de número 3 como indica la referencia COD 00-037-1468, los planos cristalográficos predominantes asociados son (-205), (110) y (-405) ubicados en la posición $2\theta = 22.98^\circ, 23.73^\circ$ y 24.41° , respectivamente; como puede notarse los picos predominantes relacionados con la fase V2O5 de esta muestra se encuentran en las mismas posiciones de la muestra V2O5 + rGO + Nb 5%.

El dopaje con óxido de grafeno reducido (rGO) en óxidos de metales de transición, especialmente en V_2O_5 , ha demostrado influir significativamente en las propiedades electroquímicas y estructurales de diferentes materiales formando una estructura híbrida que incrementa la superficie activa y mejora la transferencia de electrones [38].

En la Figura 25 se observa el patrón DRX de la muestra $V_2O_5 + rGO + Nb$ 15%.

Figura 25

Patrón DRX de muestra de $V_2O_5 + rGO + Nb$ 15%.



Nota: Difractograma muestra $V_2O_5 + rGO + Nb$ al 15%, los puntos rojos indican la fase V_2O_5 y los cuadros negros indican la fase Nb_2O_5 .

Se pueden observar los picos relacionados con la fase V_2O_5 , compatible con la estructura cristalina ortorrómbica, grupo espacial $Pmmn$ y número 59 de acuerdo a la referencia COD 01-085-0601, los planos cristalográficos más notables asociados son (020), (001), (011), (021), (110), (031), (101), (111) y (130) ubicados en la posiciones $2\theta = 15.37^\circ, 20.29^\circ, 21.72^\circ, 25.55^\circ, 26.15^\circ, 31.03^\circ, 32.38^\circ, 33.32^\circ$ y 34.30° , respectivamente, además se observan los picos relacionados con la fase Nb_2O_5 , compatible con la estructura cristalina monoclinica, su grupo espacial es $P2$ de número 3 según la referencia 00-037-1468, los planos cristalográficos predominantes asociados son (-205), (110), (-405) y (-313) ubicados en la posición $2\theta = 22.98^\circ, 23.73^\circ, 24.41^\circ$ y 28.22° ,

respectivamente; como puede notarse los picos predominantes relacionados con la fase V₂O₅ de esta muestra se encuentran en las mismas posiciones de la muestra V₂O₅ + rGO + Nb 1%. Algunos estudios han demostrado que el rGO puede interactuar con el vanadio, formando una estructura híbrida que incrementa la superficie activa y mejora la transferencia de electrones, y llegar a tener en un mejor rendimiento electroquímico general [11].

El pico predominante en los cinco difractogramas se encuentra ubicado en el plano cristalográfico (001) en la posición $2\theta = 15.372^\circ$, a su vez, cerca de la misma posición suelen observarse picos de rGO cuando su concentración es superior a 1 gramo para cada muestra [39], sin embargo, para esta investigación la concentración de rGO usada no supera los 0.125 gramos para la muestra de V₂O₅ + rGO + Nb 15%.

Usualmente el rGO cuenta con un pico característico en la ubicación $2\theta = 25.87^\circ$ aproximadamente [40], la cual corresponde al pico de red de rGO y a nanotubos o nanocables de carbono, sin embargo, puede que este pico cristalográfico no cuente con una intensidad mayor porque la concentración usada para la síntesis es menor a un gramo [41].

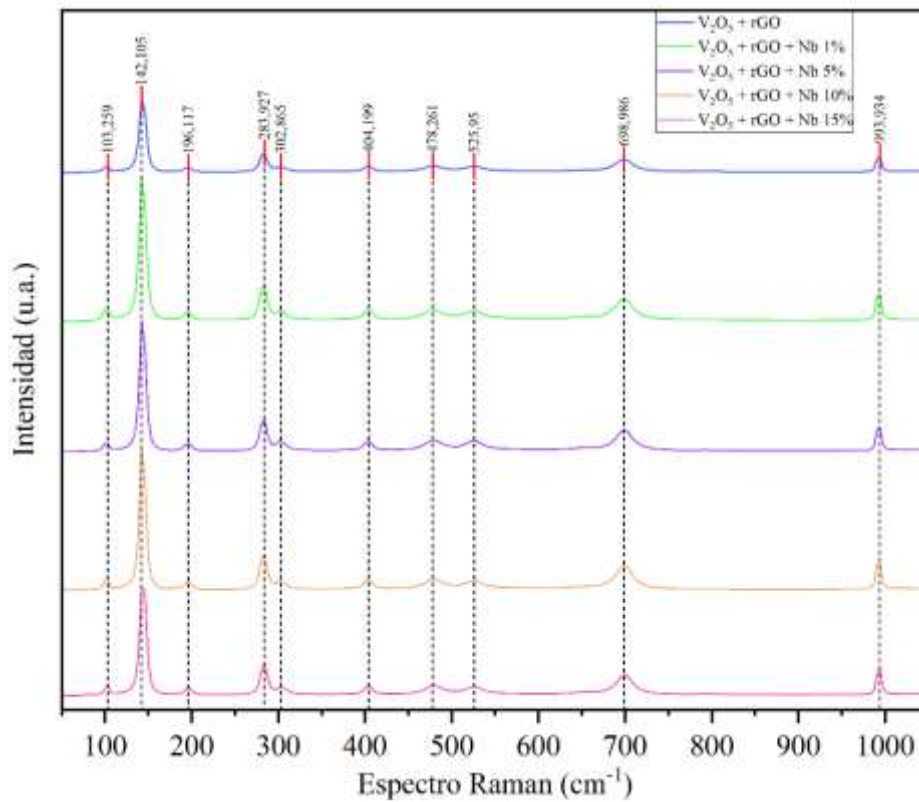
6.2 Caracterización por Espectroscopía Raman

Los modos vibracionales dan la información clara sobre la estructura molecular y propiedades del material sintetizado, incluyendo identificación molecular, estructura molecular, estado de agregación, conformación molecular, interacciones intermoleculares y propiedades físicas. La presencia de picos en el espectro Raman indica la existencia de vibraciones moleculares específicas en el material. La posición y la intensidad de cada pico están relacionadas con la composición química y la estructura de las moléculas presentes en la muestra; la intensidad de los picos del Raman puede usarse para determinar la concentración relativa de diferentes componentes en una mezcla [36].

Cada pico en el espectro corresponde a una vibración molecular particular, lo que facilita la identificación de los componentes de la muestra y el análisis de su estructura. La Figura 26 presenta los modos vibracionales de las muestras de V₂O₅ + rGO con distintos dopajes de Nb todas calcinadas a 500°C.

Figura 26

Modos vibracionales espectro Raman de muestras de V₂O₅ + rGO + Nb a diferentes porcentajes



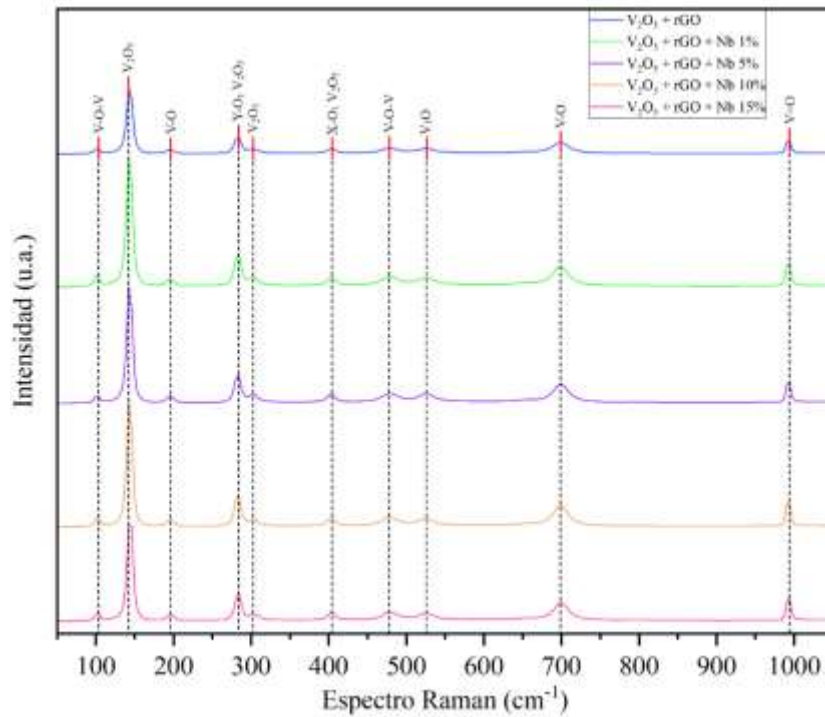
Nota: De arriba abajo espectros Raman de muestra de V₂O₅ + rGO + Nb al 0%, 1%, 5%, 10% y 15%.

Siguiendo esta línea, los modos vibracionales 283.927 cm⁻¹, 302.865 cm⁻¹, 404.199 cm⁻¹ y 525.951 cm⁻¹ hacen referencia a Y-O1 V₂O₅, V₂O₅, X-O1 V₂O₅ y V3O, respectivamente [43]; así mismo, 103.259 cm⁻¹ y 478.261 cm⁻¹ corresponden al grupo funcional V-O-V.

Cada modo vibracional se asocia a un enlace, como se puede visualizar en la Figura 27, en este caso para 142.105 cm⁻¹, 196.117 cm⁻¹, 283.927 cm⁻¹, 404.199 cm⁻¹, 478.261 cm⁻¹, 698.986 cm⁻¹ y 993.934 cm⁻¹ hacen una huella dactilar típica de cristales de V₂O₅ [40]. Los modos vibracionales 698.986 cm⁻¹ y 993.934 cm⁻¹ son vibraciones de estiramiento que indican los grupos V-O y V=O, respectivamente [41].

Figura 27

Grupos funcionales espectro Raman de muestras de V₂O₅ + rGO + Nb a diferentes porcentajes.



Nota: De arriba abajo espectros Raman de muestra de V₂O₅ + rGO + Nb al 0%, 1%, 5%, 10% y 15%.

Después de la ubicación 1100 cm⁻¹ no se evidencian modos vibracionales, sin embargo, aproximadamente en 1350 cm⁻¹ y 1597 cm⁻¹ se suelen ver grupos relacionados con rGO, sin embargo, puede que en esta investigación no sea visible por la poca cantidad usada durante la síntesis [41].

Los materiales con una estructura cristalina bien definida tienden a tener una mejor conductividad eléctrica debido a la movilidad de los electrones a través de la red cristalina, la disponibilidad de electrones libres indica una banda de conducción eléctrica; así mismo algunos modos vibracionales pueden estar asociados con la presencia de enlaces que facilitan la conducción eléctrica, como son los enlaces π en los materiales conjugados [42].

La posible ausencia de modos vibracionales correspondientes a los reactivos usados puede indicar una variedad de escenarios, como la concentración de estos, temperatura y tiempo de reacción, puede afectar la formación y detección de sus grupos funcionales e influir en la presencia o

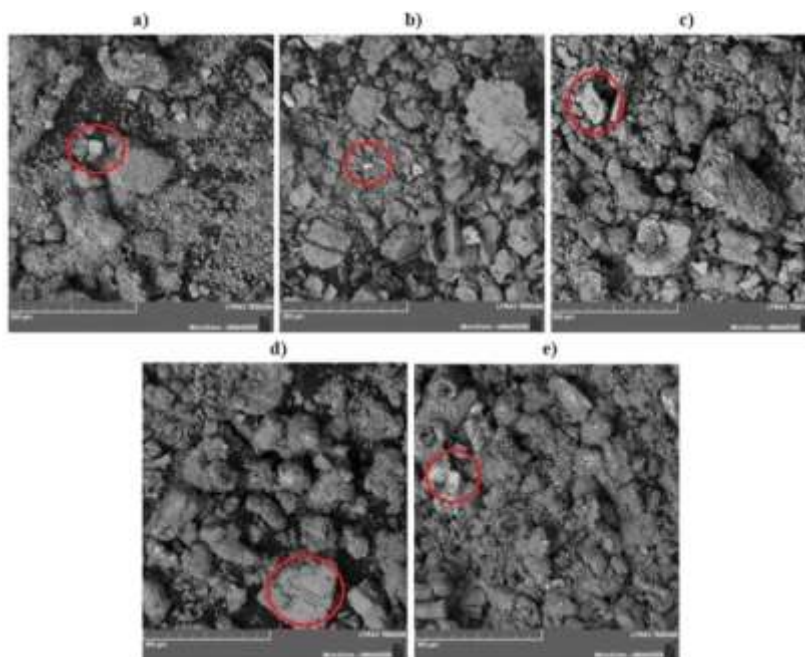
ausencia de modos vibracionales. En otros casos puede referirse a la posibilidad de que los reactivos se hallan consumido durante la reacción o eliminado durante el proceso de lavado [43].

6.3 Caracterización por Microscopia electrónica de barrido (SEM)

Esta caracterización permite observar la morfología y la estructura superficial de muestras a una escala muy pequeña, así se pueden identificar características como la topografía, textura, composición química y distribución de elementos, así mismo, información de su orientación cristalina y presencia de contaminantes o distribución de partículas [41].

Figura 28

Imágenes SEM (200 μ m) de muestras de V₂O₅ + rGO con distintos dopajes de Nb.



Nota: Muestras sintetizadas de V₂O₅ + rGO + Nb a **a)** 0%, **b)** 1%, **c)** 5%, **d)** 10% y **e)** 15%.

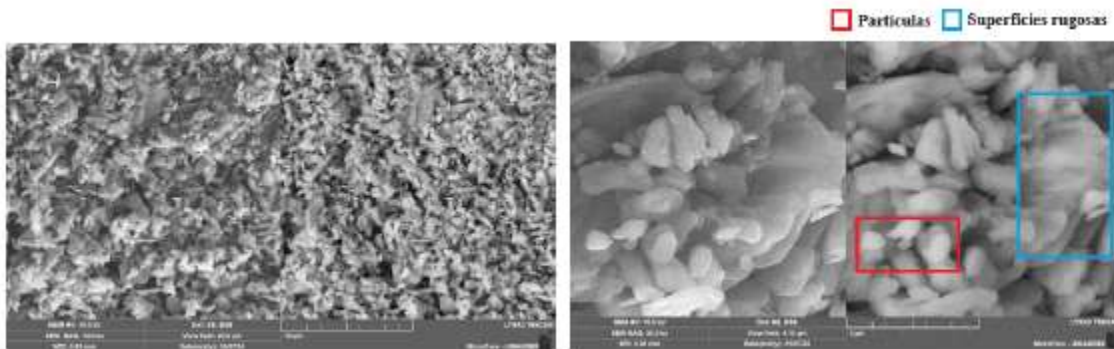
Las muestras obtenidas se sintetizaron por la técnica hidrotérmica, mientras que, en [44] se preparó mediante un proceso de mezcla simple de los componentes para asegurar su completa solubilidad; en la Figura 28 se presenta el resultado a 200 μ m de resolución de cada una de las muestras sintetizadas, se puede observar zonas más claras/blancas algunas de ellas demarcadas en rojo que, en el resto de la muestra, esto indica que durante la síntesis no se solubilizo por completo.

En algunas zonas a la derecha de la Figura 29 para la muestra de V₂O₅ + rGO + Nb 0% a 2 μ m es visible la presencia de partículas y superficies rugosas. Las nanopartículas pueden ser encontradas

en polvos, dispersiones o materiales granulares, para esta investigación las muestras son en polvo, y las superficies rugosas se caracterizan por tener irregularidades y grietas, la rugosidad puede aumentar la resistencia mecánica y fricción entre materiales, en [44] se sintetizó V₂O₅ obteniendo nanopartículas dispersas y superficies rugosas con bastantes grietas, similares a las obtenidas en la muestra V₂O₅ + rGO + Nb 0%.

Figura 29

Imágenes SEM (10µm y 2 µm) de muestra de V₂O₅ + rGO + Nb 0%.

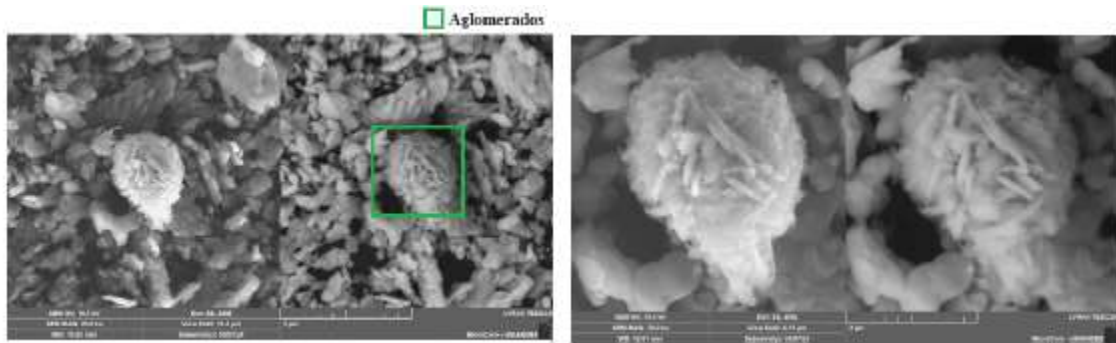


Nota: Imagen izquierda a 10µm e imagen derecha a 2 µm de resolución.

En la izquierda de la Figura 30 se logra visualizar la formación de aglomerados con una resolución de 5µm en la muestra V₂O₅ + rGO + Nb 0%, los aglomerados como su nombre lo indica es la unión de varias nanopartículas, en [45] se sintetizó V₂O₅ + rGO, de esta preparación se obtuvieron nanoflores con algunas aglomeraciones de nanopartículas.

Figura 30

Imágenes SEM ($5\mu\text{m}$ y $2\mu\text{m}$) de muestra de $\text{V}_2\text{O}_5 + \text{rGO} + \text{Nb } 0\%$.

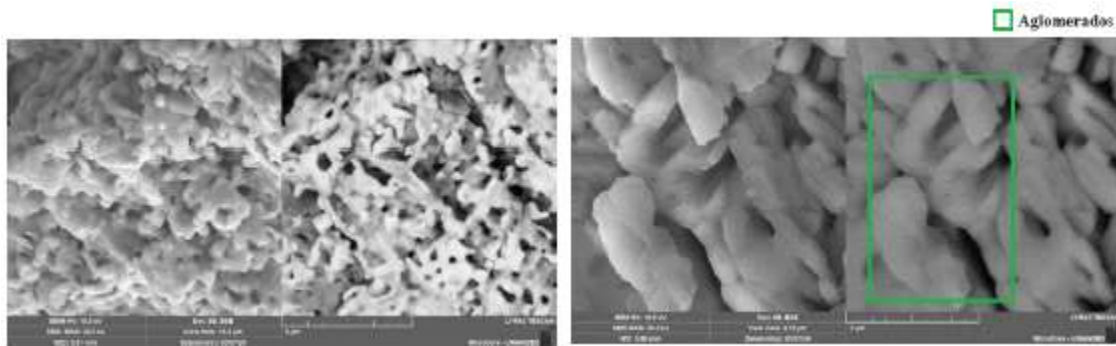


Nota: Imagen izquierda a $5\mu\text{m}$ e imagen derecha a $2\mu\text{m}$ de resolución.

En la Figura 31 se puede observar a la derecha la muestra $\text{V}_2\text{O}_5 + \text{rGO} + \text{Nb } 1\%$ a $2\mu\text{m}$ es posible encontrar aglomerados, estos contienen espacios entre cada partícula individual, aglomeraciones similares a las obtenidas en [45].

Figura 31

Imágenes SEM ($5\mu\text{m}$ y $2\mu\text{m}$) de muestra de $\text{V}_2\text{O}_5 + \text{rGO} + \text{Nb } 1\%$.

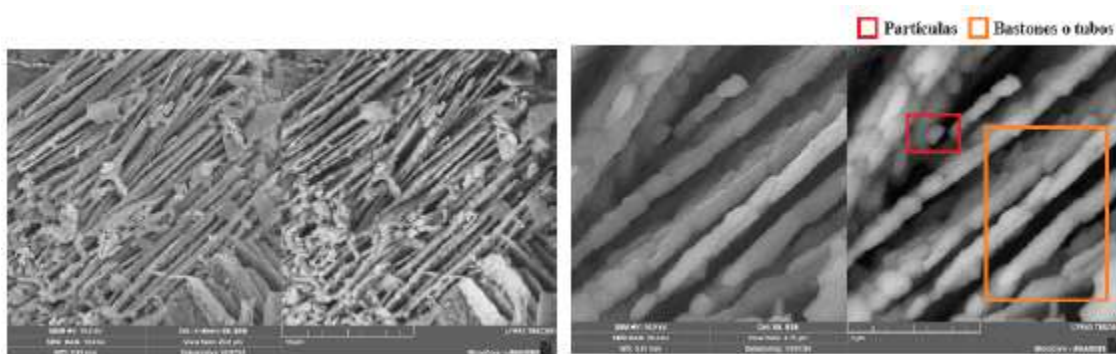


Nota: Imagen izquierda a $5\mu\text{m}$ e imagen derecha a $2\mu\text{m}$ de resolución.

En la Figura 32, a la derecha para la muestra de $\text{V}_2\text{O}_5 + \text{rGO} + \text{Nb } 5\%$ a $10\mu\text{m}$ se pueden ver fibras, y a la derecha se ven estructuras alargadas y delgadas similares a bastones, los nanobastones son estructuras sólidas que suelen componerse de metales, semiconductores o compuestos inorgánico, y los nanotubos son estructuras huecas usualmente obtenidas en compuestos con presencia de carbono; en [46] se sintetizó un compuesto de V_2O_5 con adición de rGO por medio de la técnica hidrotérmal, de la cual se obtuvieron nanotubos, por contener carbono, sin embargo, en este caso el análisis SEM no permite observar si las estructuras obtenidas son huecas o sólidas.

Figura 32

Imágenes SEM (10µm y 2 µm) de muestra de V2O5 + rGO + Nb 5%.

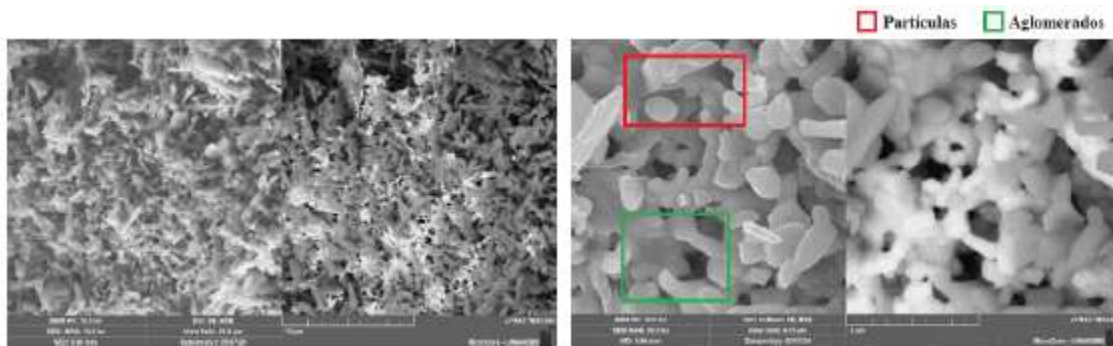


Nota: Imagen izquierda a 10µm e imagen derecha a 2 µm de resolución.

Ahora en la Figura 33, a la derecha para la muestra de V2O5 + rGO + Nb 10% a 10 µm es visible la presencia de aglomerados y partículas, similares a los obtenidos en [47], pero, estas estructuras variaron de acuerdo a la técnica de síntesis, usando la técnica hidrotérmal se observó partículas dispersas de gran tamaño y algunas de ellas uniéndose entre sí hasta formar aglomeraciones.

Figura 33

Imágenes SEM (10µm y 2 µm) de muestra de V2O5 + rGO + Nb 10%

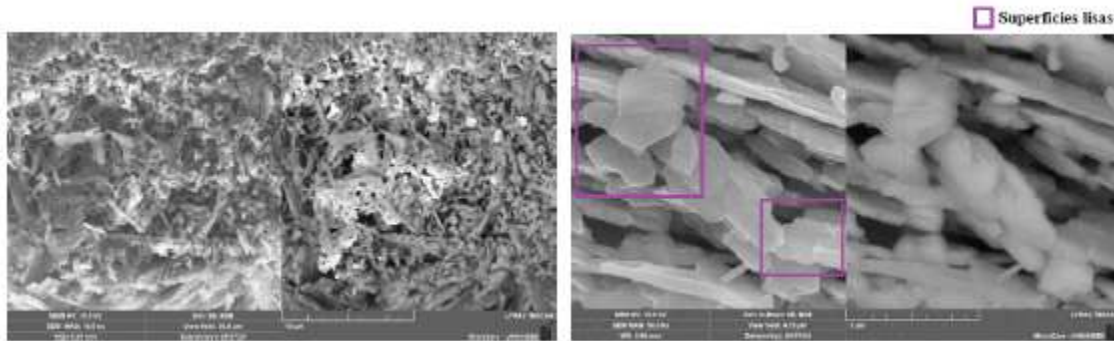


Nota: Imagen izquierda a 10µm e imagen derecha a 2 µm de resolución.

En la Figura 34 se puede apreciar a la derecha para la muestra de V2O5 + rGO + Nb 15% 2 µm estructuras similares a placas, las nanoplacas son estructuras delgadas cuyo grosor es mínimo, su forma plana y de tamaño nanométrico que contienen metales o semiconductores y por su superficie sin protuberancias son ideales para aplicaciones conductividad eléctrica, en [48] se sintetizaron placas de las cuales aumentaban su tamaño a medida que aumentaba la temperatura de calcinación y adición de niobio.

Figura 34

Imágenes SEM (10 μ m y 2 μ m) de muestra de V₂O₅ + rGO + Nb 15%.



Nota: Imagen izquierda a 10 μ m e imagen derecha a 2 μ m de resolución

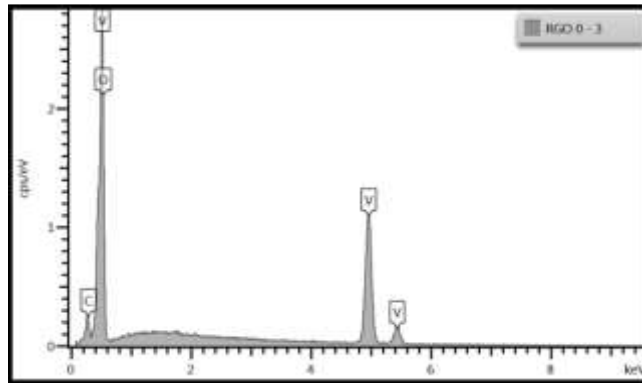
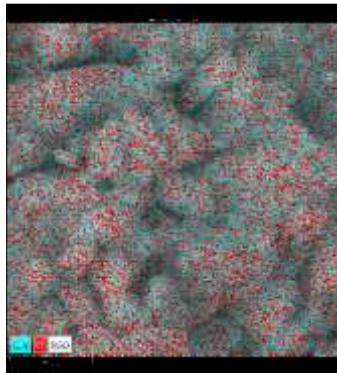
Aparte de las imágenes obtenidas por SEM, se realizó un análisis cualitativo de la composición química mediante EDS (Espectroscopía de Dispersión de Energía). De este se obtiene el mapa elemental y espectro de la muestra sintetizada.

El mapa elemental representa la distribución espacial de los elementos en una muestra, y el espectro indica la cantidad de cada elemento identificado, con picos discretos en la energía correspondientes a los elementos presentes en la muestra. Los mapas y espectros EDS obtenidos por el microscopio SEM aportan información valiosa sobre la composición elemental y la distribución espacial de los elementos en varios materiales [49].

En la Figura 35 se puede observar el mapa elemental EDS de la muestra V₂O₅ + rGO, compuesta principalmente por vanadio (V), oxígeno (O) y carbono (C), el espectro EDS confirma la presencia de estos elementos y proporciona información sobre su concentración relativa.

Figura 35

Mapa elemental y espectro EDS muestra V2O5 + rGO.



Nota: Imagen izquierda a 5µm e imagen derecha a 2 µm de resolución.

En la Tabla 2 se sintetiza la cantidad de cada elemento identificado en la zona de análisis, la altura de cada pico es proporcional a la concentración del elemento correspondiente.

Tabla 2

Concentración de elementos en muestra V2O5 + rGO.

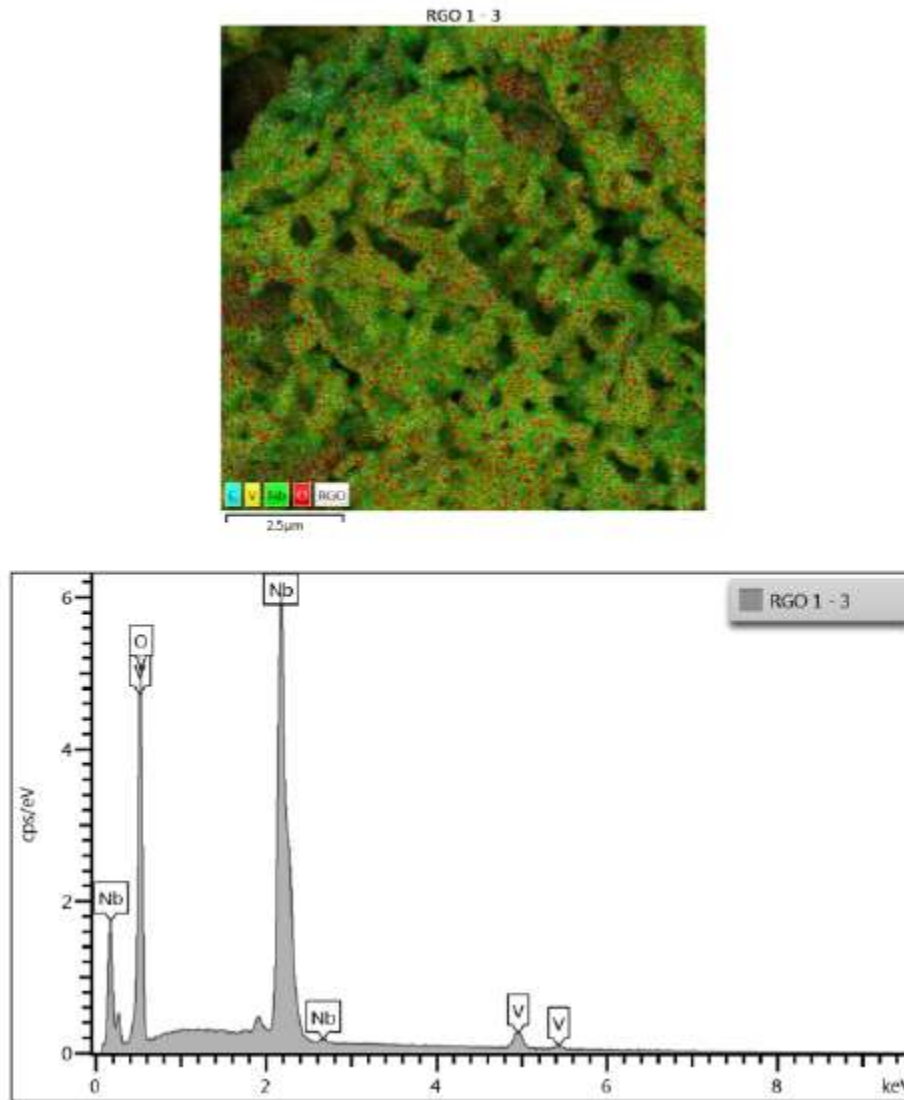
Elemento	C	O	V	Total
Peso	1.73	31.22	67.05	100

Nota: Imagen izquierda a 5µm e imagen derecha a 2 µm de resolución

En la Figura 36 se visualiza el mapa elemental EDS de la muestra V2O5 + rGO + Nb 1%, compuesta por oxígeno (O), niobio (Nb) y vanadio (V) en color rojo, verde y amarillo, respectivamente, en la zona seleccionada, el análisis EDS verifica la presencia de estos elementos.

Figura 36

Mapa elemental y espectro EDS muestra V₂O₅ + rGO + Nb 1%.



Nota: Imagen izquierda a 5 μm e imagen derecha a 2 μm de resolución

En la Tabla 3 puede ver la cantidad de cada elemento identificado por el instrumento, como puede observarse no hay presencia de carbono, esto se debe a que, aunque la muestra contiene rGO, la zona seleccionada para analizar no se encontraba totalmente integrada.

Tabla 3

Concentración de elementos en muestra V2O5 + rGO + Nb 1%.

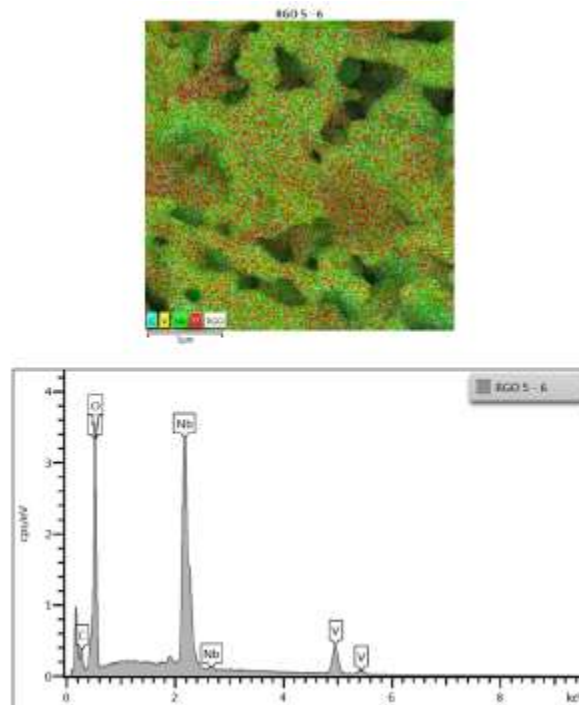
Elemento	O	V	Nb	Total
Peso	34.89	6.12	58.99	100

Nota: Imagen izquierda a 5 μm e imagen derecha a 2 μm de resolución

En la Figura 37 se visualiza el mapa elemental EDS de la muestra V2O5 + rGO + Nb 5% en la zona seleccionada para analizar, compuesta por niobio (Nb), oxígeno (O), vanadio (V) y carbono (C) en color verde, rojo, amarillo y azul, respectivamente, el espectro EDS valida la presencia de estos elementos y aporta información sobre su distribución relativa.

Figura 37

Mapa elemental y espectro EDS muestra V2O5 + rGO + Nb 5%.



Nota: Imagen izquierda a 5 μm e imagen derecha a 2 μm de resolución.

En la Tabla 4 puede ver la cantidad de cada elemento identificado, la altura de cada pico es proporcional a la concentración del elemento correspondiente.

Tabla 4

Concentración de elementos en muestra V2O5 + rGO + Nb 5%.

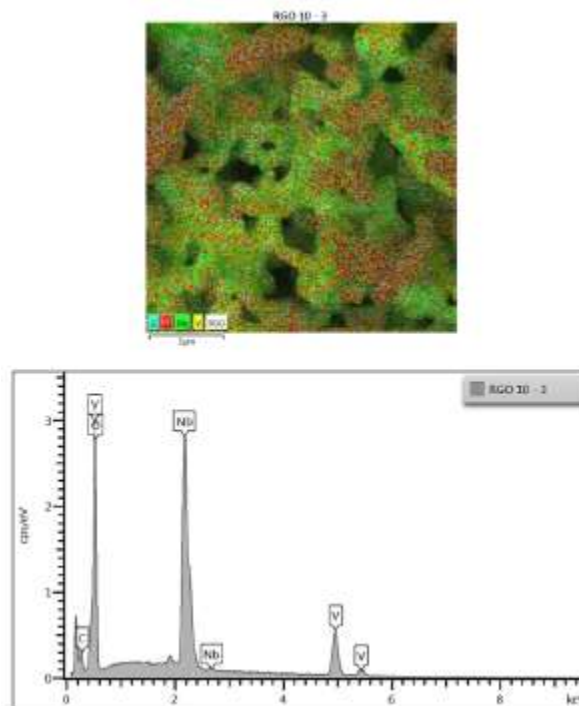
Elemento	C	O	V	Nb	Total
Peso	4.44	33.88	15.95	45.72	100

Nota: Imagen izquierda a 5µm e imagen derecha a 2 µm de resolución

En la Figura 38 se visualiza el mapa elemental EDS de la muestra V2O5 + rGO + Nb 10% en la zona seleccionada para analizar, compuesta por niobio (Nb), oxígeno (O), vanadio (V) y carbono (C) identificados por colores verde, rojo, amarillo y azul, respectivamente.

Figura 38

Mapa elemental y espectro EDS muestra V2O5 + rGO + Nb 10%.



Nota: Imagen izquierda a 5µm e imagen derecha a 2 µm de resolución

La Tabla 5 muestra las cantidades exactas de cada elemento, siendo el niobio el de mayor concentración.

Tabla 5

Concentración de elementos en muestra V2O5 + rGO + Nb 10%.

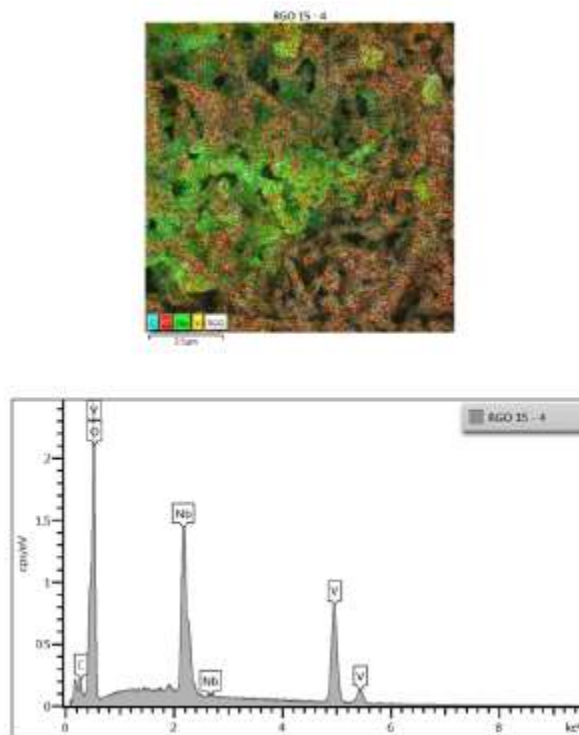
Elemento	C	O	V	Nb	Total
Peso	3.55	31.97	22.67	41.82	100

Nota: Imagen izquierda a 5 μm e imagen derecha a 2 μm de resolución.

En la Figura 39 se encuentra el mapa de elemental de la muestra V2O5 + rGO + Nb 15%, se observa color verde para vanadio (V), rojo para oxígeno (O), amarillo para niobio (Nb) y azul para carbono (C), la intensidad del color indica la concentración relativa de cada elemento.

Figura 39

Mapa elemental y espectro EDS muestra V2O5 + rGO + Nb 15%.



Nota: Imagen izquierda a 5 μm e imagen derecha a 2 μm de resolución

La Tabla 6 muestra las cantidades exactas de cada elemento.

Tabla 6

Concentración de elementos en muestra V2O5 + rGO + Nb 15%.

Elemento	C	O	V	Nb	Total
Peso	2.26	28.26	42.94	26.54	100

Nota: Imagen izquierda a 5µm e imagen derecha a 2 µm de resolución.

Es preciso recordar que el análisis EDS es una técnica valiosa para identificar y cuantificar los elementos presentes en una muestra. Los resultados obtenidos con EDS pueden no representar la composición elemental total de la muestra, especialmente cuando el análisis se realiza en zonas puntuales y no en toda la superficie [49]. Es fundamental interpretar los resultados del análisis puntual de EDS con cautela, considerando que no representan necesariamente la composición total de la muestra [50].

El dopaje con óxido de grafeno reducido (rGO) y niobio (Nb) en muestras de V2O5 afecta significativamente la composición elemental y la distribución de los elementos en las muestras sintetizadas por el método hidrotérmico. Según los análisis EDS realizados, se observa que la concentración de carbono (C) disminuye progresivamente con el aumento del contenido de Nb, lo cual es evidente al comparar las Tablas 2, 4, 5 y 6. En la muestra V2O5 + rGO, el contenido de carbono es del 1.73%, mientras que en la muestra con 10% de Nb, el contenido de carbono disminuye al 3.55%. Por otro lado, la concentración de oxígeno (O) y vanadio (V) también varía con el aumento del Nb. En la muestra V2O5 + rGO + Nb 1%, el contenido de vanadio es solo del 6.12%, mientras que en la muestra con 15% de Nb, el contenido de vanadio aumenta significativamente al 42.94%. Esto sugiere que el niobio se está incorporando a la matriz de V2O5, alterando la distribución de los elementos. El niobio tiene una alta afinidad para formar óxidos estables según la investigación [51], lo que puede desplazar al carbono (en forma de rGO) de la matriz, reduciendo así su concentración relativa.

Adicionalmente, la variación en las concentraciones de oxígeno y vanadio con el aumento del Nb también puede explicarse por la capacidad del niobio para modificar la estructura cristalina de V2O5. El Nb puede inducir la formación de fases adicionales y alterar la distribución de los elementos en la matriz, lo que resulta en un cambio en la cantidad de vanadio y oxígeno detectado en el análisis EDS. Así, en la investigación [52], el aumento significativo del contenido de vanadio

en las muestras con mayores concentraciones de niobio sugiere que este promueve la estabilización de fases de V_2O_5 . La concentración de niobio (Nb) muestra un incremento considerable conforme aumenta el porcentaje de dopaje, alcanzando el 41.82% en la muestra con 10% de Nb. Este comportamiento indica que el dopaje con rGO y Nb no solo influye en la cantidad relativa de los elementos sino también en su distribución espacial, comparando con [53], afectando las propiedades estructurales y funcionales del material.

7. CONCLUSIONES

Se sintetizaron muestras de $V_2O_5 + rGO$ con dopajes de Nb al 0%, 1%, 5%, 10% y 15% por medio de la técnica hidrotérmal, obteniendo estructuras cristalinas y diferentes morfologías.

La síntesis hidrotérmal permite la formación de una amplia variedad de compuestos con diferentes morfologías y tamaños, lo que brinda flexibilidad en la obtención de nanomateriales con propiedades específicas. Al operar a altas temperaturas y presiones, la síntesis hidrotérmal favorece la reactividad y solubilidad entre los reactantes, lo que facilita la formación de nanomateriales cristalinos sin necesidad de tratamientos adicionales.

La presencia de picos en el análisis Raman indica que el material es cristalino, no amorfo. Así podría permitir la revalorización de su conductividad eléctrica debido a la movilidad de los electrones a través de la red cristalina, los modos vibracionales encontrados se relacionan en su mayoría con V_2O_5 , indicado así que se logró llegar a la fase esperada para evaluar la posibilidad de aumentar su conductividad eléctrica; sin embargo, no se evidenció modos vibracionales relacionados con rGO debido a que la concentración usada para la síntesis fue demasiado baja como para identificar modos vibracionales significativos.

La aparición de picos cristalográficos, según lo obtenido por DRX y Raman, indican partículas distribuidas organizadas y repetitivas lo que indica la formación de la fase pura al V_2O_5 la aparición de fase secundaria de NbO, la muestra $V_2O_5 + rGO + Nb$ 1% muestra los picos cristalográficos más intensos.

Las morfologías obtenidas de las muestra sintetizadas no fueron idénticas entre cada una, por ejemplo, se obtuvieron estructuras alargadas y delgadas en la Figura 32 para la muestra $V_2O_5 + rGO + Nb$ 5%, en las muestras $V_2O_5 + rGO + Nb$ 1% y $V_2O_5 + rGO + Nb$ 10% en las Figuras 31 y 33, respectivamente, se observaron aglomeraciones y partículas dispersas con evidencia de espacios entre partículas y uniones entre ellas, y para la muestra $V_2O_5 + rGO + Nb$ 15% en la Figura 34 se notó parte de su composición a partir de láminas sin protuberancias, así su superficie lisa es capaz de soportar estructuras de V_2O_5 . Así mismo, se observó el crecimiento de las estructuras a medida que aumentaba el porcentaje de dopaje de Nb.

Se logró evidenciar una falta de solubilidad entre los reactantes en las muestras sintetizadas por medio de los mapas elementales y espectros EDS, en las cinco muestras sintetizadas no se logra

identificar una homogeneidad en las cantidades de cada uno de los reactantes comparando con las concentraciones de cada uno en el proceso de síntesis, debido a que este análisis se realiza en una zona determinada y no en el total de la muestra; por ejemplo, para la muestra $V_2O_5 + rGO + Nb$ 1% el instrumento EDS no identifico presencia de carbono a pesar de su contenido de rGO, en las muestras de $V_2O_5 + rGO + Nb$ en porcentajes de 5% y 10% se observó mayor presencia de niobio que de vanadio.

8. PERSPECTIVAS

Esta investigación presento un estudio de síntesis y caracterización de $V_2O_5 + rGO + Nb$ en diferentes dopajes. Según los resultados obtenidos y analizados se proponen las siguientes perspectivas:

- Agregar más cantidad de óxido de grafeno reducido para lograr identificar sus modos vibracionales en el análisis por Espectroscopía Raman.
- Sintetizar más muestras para probar diferentes temperaturas de calcinación para identificar distintos tamaños de nanopartículas mediante Microscopía Electrónica de Barrido.
- Probar diferentes métodos de síntesis para lograr incorporar al máximo los reactivos empleados.
- Realizar pruebas experimentales que permitan determinar la conductividad eléctrica del producto sintetizado.
- Caracterizar las muestras sintetizadas por Microscopía Electrónica de Transmisión, Espectroscopía UV-Vis o Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier para obtener una imagen más completa y detallada de la estructura, composición, propiedades físicas y químicas del material.

REFERENCIAS

- [1] G. Temam et al., “Recent Progress on V₂O₅ Based Electroactive Materials: Synthesis, Properties and Supercapacitor Application”, *Curr. Opin. Electrochem.*, p. 101239, febrero de 2023. Accedido el 5 de octubre de 2023. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1016/j.coelec.2023.101239>
- [2] B. Wang, y. Bian, s. Feng, s.-q. Wang y b.-x. Shen, “Modification of the V₂O₅-WO₃/TiO₂ catalyst with Nb to reduce its activity for SO₂ oxidation during the selective catalytic reduction of NO”, *J. Fuel Chemistry Technol.*, vol. 50, n.º 4, pp. 503–512, abril de 2022. Accedido el 5 de octubre de 2023. [En línea]. Disponible: [https://doi.org/10.1016/S1872-5813\(21\)60177-9](https://doi.org/10.1016/S1872-5813(21)60177-9)
- [3] X. Colom, J. Cañavate, M. Lis y I. GiL, “Análisis estructural de Óxidos de Grafeno (GO) y Óxidos de Grafeno reducidos (rGO).”, *Universitat Politècnica de Catalunya BarcelonaTECH. ESEIAAT, & Res. Dept. Forest Next, Terrassa, Spain*, febrero de 2020.
- [4] N. M. Abd-Alghafour, N. M. Ahmed, Z. Hassan y M. A. Almessiere, “Hydrothermal Synthesis and Structural Properties of V₂O₅ Nanoflowers at Low Temperatures”, *J. Physics: Conf. Ser.*, vol. 1083, p. 012036, agosto de 2018. Accedido el 5 de octubre de 2023. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1083/1/012036>
- [5] M. Gotić, S. Popović, M. Ivanda y S. Musić, “Sol–gel synthesis and characterization of V₂O₅ powders”, *Mater. Lett.*, vol. 57, n.º 21, pp. 3186–3192, julio de 2003. Accedido el 5 de octubre de 2023. [En línea]. Disponible: [https://doi.org/10.1016/s0167-577x\(03\)00022-3](https://doi.org/10.1016/s0167-577x(03)00022-3)
- [6] C.-W. Nahm, “Effect of dopant (Al, Nb, Bi, La) on varistor properties of ZnO–V₂O₅–MnO₂–Co₃O₄–Dy₂O₃ ceramics”, *Ceram. Int.*, vol. 36, n.º 3, pp. 1109–1115, abril de 2010. Accedido el 5 de octubre de 2023. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2009.12.002>
- [7] G. Tatrari, M. Ahmed y F. U. Shah, “Synthesis, thermoelectric and energy storage performance of transition metal oxides composites”, *Coordination Chemistry Rev.*, vol. 498, p. 215470, enero de 2024. Accedido el 26 de febrero de 2024. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1016/j.ccr.2023.215470>
- [8] M.-l. QIN, W.-m. LIU, Y.-j. XIANG, W.-g. WANG y B. SHEN, “Synthesis and electrochemical performance of V₂O₅/NaV₆O₁₅ nanocomposites as cathode materials for

sodium-ion batteries”, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, vol. 30, n. ° 8, pp. 2200–2206, agosto de 2020. Accedido el 5 de octubre de 2023. [En línea]. Disponible: [https://doi.org/10.1016/s1003-6326\(20\)65372-9](https://doi.org/10.1016/s1003-6326(20)65372-9)

[9] S. Estrada-Flores, C. Garcias-Morales, C. Pérez Berumen y L. Cantu-Sifuentes. “Quí-micaViva - Nanomateriales: conceptos, aplicación en nanoterapia y regulaciones”. *QuimicaViva*. Accedido el 14 de mayo de 2024. [En línea]. Disponible: <http://www.quimicaviva.qb.fcen.uba.ar/v22n1/E0242.htm>

[10] W. Mwakikunga, A. Forbes, E. Sideras-Haddad, M. Scriba y E. Manikandan, “Self-Assembly and Properties of C: WO₃ Nano-Platelets and C: VO₂/V₂O₅ Triangular Capsules Produced by Laser Solution Photolysis”, *Nanoscale Res. Lett.*, vol. 5, n.º 2, pp. 389–397, diciembre de 2009. Accedido el 5 de octubre de 2023. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1007/s11671-009-9494-4>

[11] K. Shireesha y S. C. Chidurala, “Impact of hybridization on specific capacitance in hybrid NiO/V₂O₅@graphene composites as advanced supercapacitor electrode materials”, *Appl. Surf. Sci. Advances*, vol. 122019.00329, diciembre de 2022. Accedido el 5 de octubre de 2023. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1016/j.apsadv.2022.100329>

[12] H. Wang, X. Gao, J. Feng y S. Xiong, “Nanostructured V₂O₅ arrays on metal substrate as binder free cathode materials for sodium-ion batteries”, *Electrochemical Acta*, vol. 182, pp. 769–774, noviembre de 2015. Accedido el 5 de octubre de 2023. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2015.09.154>

[13] V. Rajesh, K. Veeramuthu y C. Shiyamala, “Investigation of the morphological, optical and electrochemical capabilities of V₂O₅/MWCNT nanoparticles synthesized using a microwave autoclave technique”, *JCIS Open*, vol. 4, p. 100032, diciembre de 2021. Accedido el 5 de octubre de 2023. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1016/j.jciso.2021.100032>

[14] P. R. Kharangarh, N. M. Ravindra, G. Singh y S. Umapathy, “Synthesis and characterization of Nb-doped strontium cobaltite@GQD electrodes for high performance supercapacitors”, *J. Energy Storage*, vol. 55, p. 105388, noviembre de 2022. Accedido el 5 de octubre de 2023. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1016/j.est.2022.105388>

- [15] P. Hu et al., “Vanadium Oxide: Phase Diagrams, Structures, Synthesis, and Applications”, *Chem. Rev.*, marzo de 2023. Accedido el 6 de marzo de 2024. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1021/acs.chemrev.2c00546>
- [16] M. D. Patil, S. Dhas, A. A. Mane y A. V. Moholkar, “Clinker-like V₂O₅ nanostructures anchored on 3D Ni-foam for supercapacitor application”, *Mater. Sci. Semicond. Process.*, vol. 133, p. 105978, octubre de 2021. Accedido el 5 de octubre de 2023. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1016/j.mssp.2021.105978>
- [17] M. Pércio et al., “Effect of the addition of TiO₂, ZrO₂, V₂O₅ and Nb₂O₅ on the stability parameters of the Li₂O–BaO–SiO₂ glass”, *Journal of Non-Crystalline Solids.*, p. 125–131, enero de 2015. Accedido el 5 de octubre de 2023. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2014.12.031>
- [18] M. M. Stylianakis et al., “Updating the role of reduced graphene oxide ink on field emission devices in synergy with charge transfer materials,” *Nanomaterials*, vol. 9, no. 2, pp. 1–15, 2019.
- [19] J. P. Aguilar González, R. Gómez Aguilar y G. Ortega Cervantez, “Síntesis, caracterización y comparación de Óxido de grafeno reducido mediante láser pulsado de CO₂ y CVD”, *Dep. Fis. Del Estado Sólido, ESFM-IPN. & Cienc. Basicas, UPIITA-IPN.*
- [20] S. Ren, Q. Yu, X. Yu, P. Rong, L. Jiang y J. Jiang, “Graphene-supported metal single-atom catalysts: a concise review”, *Sci. China Mater.*, vol. 63, n. ° 6, pp. 903–920, marzo de 2020. Accedido el 5 de octubre de 2023. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1007/s40843-019-1286-1>
- [21] S. Gad, K. Chaudhary, A. H. Ahmed, S. Rafiq, A. M. Yousif y M. Suleman, “Hydrothermal synthesis of bifunctional Ag/MnO₂ nanowires decorated with V₂O₅ nanorice: Photocatalytic and electrochemical impedance study for treatment of impurities present in wastewater”, *Opt. Mater.*, vol. 135, p. 113274, enero de 2023. Accedido el 5 de octubre de 2023. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1016/j.optmat.2022.113274>

- [22] C. J. Bahena Martínez et al., “Síntesis hidrotermal de nanomateriales”, en *Materiales Avanzados y Nanomateriales: Aprovechamiento de fuentes naturales y sus beneficios al medio ambiente*, OmniaScience, 2022, pp. 239–280.
- [23] L. T. Boaes Mendonça, A. G. Bezerra y W. Mendes de Azevedo, “Preparation and characterization of V₂O₅ and V₂O₅/PANI nanocomposite by laser ablation technique in liquid”, *Mater. Chemistry Phys.*, vol. 273, p. 125084, noviembre de 2021. Accedido el 5 de octubre de 2023. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2021.125084>
- [24] “Microscopio electrónico de barrido: Qué es y cómo funciona”. *Metalinspec Blog - Control de calidad, metrología y pruebas*. Accedido el 21 de abril de 2024. [En línea]. Disponible: <https://www.blog.metalinspec.com.mx/que-es-y-como-funciona-un-microscopio-electronico-de-barrido>
- [25] “SEM vs TEM | Redes de tecnología.” Accedido el 23 de abril de 2024. [En línea]. Disponible: <https://www.technologynetworks.com/analysis/articles/sem-vs-tem-331262>
- [26] Universidad de Los Andes. “Equipos del Centro de microscopía”. *MicroCore*. Accedido el 11 de julio de 2024. [En línea]. Disponible: <https://microcore.uniandes.edu.co/es/equipos-y-servicios>
- [27] Y.-L. Chan, S.-Y. Pung y S. Sreekantan, “Synthesis of V₂O₅ Nanoflakes on PET Fiber as Visible-Light-Driven Photocatalysts for Degradation of RhB Dye”, *J. Catalysts*, vol. 2014, pp. 1–7, agosto de 2014. Accedido el 5 de octubre de 2023. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1155/2014/370696>
- [28] PANalytical, “X 'Pert Powder Let materials work for you Advancing materials research,” 2014.
- [29] “Malvern Panalytical”. Accedido el 11 de julio de 2024. [En línea]. Disponible: https://www.malvernpanalytical.com/en/assets/empyrean%20brochure_tcm50-56767.pdf
- [30] “How Does a Raman Spectrometer Work? - Wasatch Photonics.” Accedido el 21 de abril de 2024. [En línea]. Disponible: <https://wasatchphotonics.com/technologies/how-raman-spectrometer->

works/#:~:text=Raman%20spectroscopy%20uses%20intense%20light,and%20even%20for%20medical%20diagnostics

- [31] Repositorio Digital Universidad de Caldas. Accedido el 24 de abril de 2024. [En línea]. Disponible:
[https://repositorio.ucaldas.edu.co/bitstream/handle/ucaldas/19653/Monografía.pdf?sequence=](https://repositorio.ucaldas.edu.co/bitstream/handle/ucaldas/19653/Monografía.pdf?sequence=1&isAllowed=y)
[1&isAllowed=y](https://repositorio.ucaldas.edu.co/bitstream/handle/ucaldas/19653/Monografía.pdf?sequence=1&isAllowed=y)
- [32] L. Reimer and H. Kohl, "Transmission Electron Microscopy: Physics of Image Formation and Microanalysis," in Springer Series in Optical Sciences, ser. Vol. 36, Berlin, Germany: Springer, 1998, pp. 145–196. Disponible: https://doi.org/10.1007/978-1-4615-0333-0_6
- [33] "XploRA Series". Accedido el 11 de julio de 2024. [En línea]. Disponible: https://www.horiba.com/fileadmin/uploads/Scientific/Documents/Raman/Brochure_XploRA_Series-062016.pdf
- [34] J. Mu et al., "Hydrothermal synthesis and electrochemical properties of V₂O₅ nanomaterials with different dimensions," *Ceram. Int.*, vol. 41, no. 10, pp. 12626–12632, 2015.
- [35] M. Revathi, R. B. Bennie, C. Joel, K. Narayanan, M. S. Khan, and Y. A. Kumar, "Single-pot synthesis of Nb₂O₅-V₂O₅ nanocomposite for advanced charge storage applications: Unveiling morphological, structural and electrochemical insights," *Electrochim. Acta*, vol. 483, no. 144006, p. 144006, 2024.
- [36] L. A. Macelesh del Pino Pérez, "ÓXIDO DE GRAFENO DOPADO CON ÓXIDOS METÁLICOS, SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN", INST. TECNOL. CIUDAD MADERO, Cd. Madero, 2016.
- [37] J. B. De Paiva Jr, W. R. Monteiro, M. A. Zacharias, J. A. J. Rodrigues, y G. G. Cortez, "Characterization and catalytic behavior of MoO₃/V₂O₅/Nb₂O₅ systems in isopropanol decomposition," *Braz. J. Chem. Eng.*, vol. 23, pp. 517-524, 2006.
- [38] George, N. S., Jose, L. M., & Aravind, A. (2022). "Review on Transition Metal Oxides and Their Composites for Energy Storage Application." *En Updates on Supercapacitors*. IntechOpen.

- [39] L. J. C. Flechas, “Síntesis y caracterización de nanoestructuras de Co_3O_4 dopadas con Ni para aplicación en detección de gases”, Universidad Nacional de Colombia, Bogotá, Colombia, 2022.
- [40] K. S. Rubesh Ashok, M. D. Vasvini, J. G. Suganya y M. A. Riswan Ahamed. “Graphene/GO/rGO based nanocomposites: Emerging energy and environmental application– review”. Accedido el 31 de mayo de 2024. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1016/j.hybadv.2024.100168>
- [41] M. Sadiq et al., “High electrochemical performance of rGO-CNTs composites as an electrode material for supercapacitors applications”, *Hybrid Adv.*, vol. 3, p. 100051, agosto de 2023. Accedido el 31 de mayo de 2024. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1016/j.hybadv.2023.100051>
- [42] R. Bulánek, P. Čičmanec y M. Setnička, “Possibility of VO_x/SiO_2 Complexes Speciation: Comparative Multi-wavelength Raman and DR UV-vis Study”, *Phys. Procedia*, vol. 44, pp. 195–205, 2013. Accedido el 31 de mayo de 2024. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1016/j.phpro.2013.04.024>
- [43] P. Pooseekheaw, W. Thongpan, E. Kantarak, W. sroila, T. Kumpika y P. Singjai, “Effect of magnetic field on improvement of photocatalytic performance of $\text{V}_2\text{O}_5/\text{TiO}_2$ nanoheterostructure films prepared by sparking method”, *Scientific Rep.*, vol. 12, n.º 1, febrero de 2022. Accedido el 31 de mayo de 2024. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1038/s41598-022-05015-2>
- [44] J. Xu and T. Zhang, “Fabrication of spent FCC catalyst composites by loaded V_2O_5 and TiO_2 and their comparative photocatalytic activities,” *Sci. Rep.*, vol. 9, no. 1, 2019. Accedido el 3 de junio de 2024. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1038/s41598-019-47155-y>
- [45] Neha, G. R. Turpu, P. Das, Y.-S. Seo, I. Rabani y S. S. K. Reddy, “Ultrafast photodegradation of methylene blue dye and supercapacitor applications of flower like hydrothermal synthesized V_2O_5 nano -structures on rGO as nano - composite”, *J. Phys. Chemistry Solids*, vol. 184, p. 111673, enero de 2024. Accedido el 31 de mayo de 2024. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1016/j.jpccs.2023.111673>

- [46] X. Zheng et al., “Freestanding, flexible and interfused V2O5 nanowire/rGO composite fiber nonwoven fabric for high-capacity binder-free aqueous zinc-ion batteries,” *Colloids Surf. A Physicochem. Eng. Asp.*, vol. 682, no. 132864, p. 132864, 2024. Accedido el 3 de junio de 2024. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2023.132864>
- [47] N. Vishwakarma, T. T. Mashangva, M. Kumar, A. Srivastava, and A. Sharma, “Impact of hydrothermal and solvent-thermal synthesis on the electrochemical performance of V2O5,” *Mater. Lett.*, vol. 361, no. 136137, p. 136137, 2024. Accedido el 3 de junio de 2024. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2024.136137>
- [48] C.-C. Wu and C.-F. Yang, “Effect of V2O5 B-site substitution on the microstructure, Raman spectrum, and dielectric properties of SrBi2Ta2O9 ceramics,” *Sci. Rep.*, vol. 10, no. 1, 2020. Accedido el 3 de junio de 2024. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1038/s41598-020-73327-2>
- [49] “Scanning Electron Microscopy / energy dispersive spectroscopy,” Faculty of Arts, diciembre de 2019. Accedido el 6 de junio de 2024. [En línea]. Disponible: <https://arts.unimelb.edu.au/grimwade-centre-for-cultural-materials-conservation/conservation-services/services-support/technical-analysis/scanning-electron-microscopyenergy-dispersive-spectroscopy>
- [50] “EDS analysis | energy dispersive spectroscopy - US.” Accedido el 6 de junio de 2024. [En línea]. Disponible: <https://www.thermofisher.com/co/en/home/materials-science/eds-technology.html>
- [51] R. Keerthika Devi et al., “In-situ formation of niobium oxide – Niobium carbide – Reduced graphene oxide ternary nanocomposite as an electrochemical sensor for sensitive detection of anticancer drug methotrexate,” *J. Colloid Interface Sci.*, vol. 643, pp. 600–612, 2023.
- [52] C. Nico, T. Monteiro, and M. P. F. Graça, “Niobium oxides and niobates physical properties: Review and prospects,” *Prog. Mater. Sci.*, vol. 80, pp. 1–37, 2016.
- [53] D. C. Ford, P. Zapol, and L. D. Cooley, “First-principles study of carbon and vacancy structures in niobium,” *J. Phys. Chem. C Nanomater. Interfaces*, vol. 119, no. 26, pp. 14728–14736, 2015.