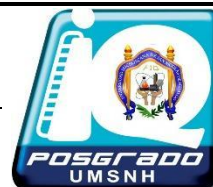




**UNIVERSIDAD MICHUACANA DE
SAN NICOLÁS DE HIDALGO**

**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO**



Impacto Electroquímico de MoS₂/MoSe: en reacciones de Evolución de Hidrógeno HER

Tesis que para obtener el grado de

**Maestro en Ciencias
en
Ingeniería Química**

presenta

Ing. Simón Pedro Hernández García

Línea de investigación:

Ingeniería de Procesos Sostenibles

**Director de Tesis : Dr. Rafael Huirache Acuña
Co-Directora: Dra. Brenda Torres Escobar**

Morelia, Michoacán de Ocampo, agosto de 2025.

Agradecimiento

A la División de Estudios de Posgrado de la Facultad de Ingeniería Química de la Universidad De Michoacana De San Nicolás De Hidalgo.

A la secretaria Secretaría de Ciencia, Humanidades, Tecnología e Innovación(SECIHTI) por la beca de maestría con número de apoyo: 1318399.

A los proyectos 1) SEP-CONACYT-ANUIES-ECOS NORD- 322574 y M22P01. (2) CIC UMSNH 2024-2025 (3) PICIR22-047-C.

Al Dr. Juan Francisco Pérez Robles y su equipo por darnos la oportunidad de usar el laboratorio de caracterización electroquímica.

Al Dr. Jorge Noe Díaz De León y su equipo por el apoyo en la caracterización de DRX Y XPS.

Al Dr. Eric Mauricio Rivera Muñoz y su equipo por el apoyo en la caracterización de SEM Y DRX.

A mi asesor el Dr. Rafael Huirache Acuña por el apoyo brindado en estos dos años.

A mi familia papa , mama y hermanos por su apoyo.

A mi esposa Nieves e hijos, por su apoyo y comprensión en estos dos años.

Tabla de Contenido

Resumen	8
Título	8
Estudio de Materiales Catalíticos tipo Sulfuro de Molibdeno dopado con Selenio /NTC para electroquímica de hidrógeno.	8
1.1 Antecedentes.....	13
1.2 Justificación de la Investigación	16
1.3 Hipótesis	18
1.4 Objetivos	19
II. Marco Teórico	20
III. Metodología.....	50
3.1 Funcionalización de los NTC.....	50
3.2 Síntesis de Sulfuro de Molibdeno dopado con Selenio /NTC.....	53
3.3 Evaluación electroquímica del catalizador	58
IV Resultados y discusión	61
4.1 Microscopía electrónica de barrido de los materiales	61
4.2 Espectroscopía de Fotoelectrones de rayos X (XPS).	68
4.3 Difracción de rayos X (DRX)	77
4.4 Caracterización electroquímica	80

v Conclusiones y Recomendación	88
Bibliografía	89
Anexo	95
Figura 1: Materiales utilizados en la REH (Trasatti, S. 2009)	13
Figura 2: Obtención de Hidrogeno, obtenida de la página web divulga H2 («Producción Hidrógeno», s. f.)	21
Figura 3: Diagrama esquemático de la cuba de electrolisis, (Peng et al., 2019).	24
Figura 4: Grafica comparativa de las energías de activación en la cual podemos apreciar el comportamiento necesario para que ocurra una reacción química	26
Figura 5: Gráfica tipo volcán donde se muestran los compuestos MoS ₂ y Ni ₂ P (Morales-Guio et al., 2014).	27
Figura 6: Esquema de una celda electrolítica para la producción de Hidrogeno. (Salvatore Luiso, 2015).....	33
Figura 7 Esquema de Reactor Hidrotermal en la cual podemos apreciar de manera visual las principales partes que componen a un reactor solvotermal.....	36
Figura 8: Voltamperograma típico de reacción reversible.	41
Figura 9: Metodología para las síntesis de MoS ₂ xSe ₂ (1-x)/NTC.....	50

Figura 10: Diagrama de flujo sobre la Funcionalización de los nanotubos de carbono.	51
Figura 11: Nanotubos de carbono en ácido clorhídrico grado reactivo en un equipo de agitación magnética a 750 rpm.	52
Figura 12: Funcionalización de nanotubos de carbono con mezcla de ácido sulfúrico y clorhídrico grado reactivo.	52
Figura 13: Lavado final de la funcionalización de los nanotubos de carbón, la cual se realizó con agua desionizada.	53
Figura 14: Diagrama de flujo para síntesis del sulfoseleniuros de molibdeno.	54
Figura 15: Solución de precursores sobre el equipo de agitación magnita a 750 rpm.	55
Figura 16: Reactor hidrotérmico dentro de la estufa de secado la cual se mantuvo a 200 °C.	55
Figura 17: Diagrama de flujo para la caracterización electroquímica...	58
Figura 18: Deposito del catalizador sobre el electrodo de carbón vitro.	59
Figura 19: Figura A laboratorio de caracterización electroquímica, Figura B celda electrolítica montada sobre el soporte rotativo del equipo de caracterización electroquímico.....	60
Figura 20: Morfología del compuesto MoSSe	62

Figura 21: Análisis morfológico y de mapeo elemental del compuesto MoSSe/NTC mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) y espectroscopía de dispersión de energía de rayos X (EDS).....	63
Figura 22: Micrografías del compuesto MoSe/NTC.....	64
Figura 23: Análisis morfológico y de mapeo elemental del compuesto MoSe/NTC mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) y espectroscopía de dispersión de energía de rayos X (EDS).....	65
Figura 24: Morfología del compuesto MoS ₂ / NTC.....	67
Figura: 25 Análisis morfológico y de mapeo elemental del compuesto MoS ₂ /NTC mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) y espectroscopía de dispersión de energía de rayos X (EDS).....	68
Figura 26: El espectro general de XPS del compuesto MoSSe/NTC muestra señales características correspondientes a los elementos constituyentes del sistema híbrido.. ..	69
Figura 27: Espectro de alta resolución de Sp ₂ , Mo3d, Se3d, O1s, C1s.	71
Figura 28: El espectro general de XPS del compuesto MoS ₂ /NTC muestra señales características correspondientes a los elementos constituyentes del sistema híbrido.	72
Figura 29: Espectro de alta resolución de Sp ₂ , Mo3d, O1s, C1.. ..	73

Figura 30: El espectro general de XPS del compuesto MoSSe/NTC revela señales características de los elementos constituyentes del sistema híbrido..	74
Figura 31: Espectro de alta resolución de Mo3d, Se3d, O1s, C1s.	76
Figura 33: Patrones de difracción de los compuestos MoSSe, MoSe ₂ , MoS ₂ y los nanotubos de carbono.	79
Figura 34: Diagramas de Nyquist de los compuestos MoSSe/NTC, MoSe/NTC, MoS ₂ /NTC, MoSSe y Nanotubos de carbono (NTC).	80
Figura 35: Diagrama de Nyquist comparativo, los compuestos MoSSe/NTC, MoSe/NTC, MoS ₂ /NTC, MoSSe y Nanotubos de carbono (NTC).	81
Figura 36: Voltamperometría lineal de barrido de los catalizadores MoSSe/NTC, MoSe/NTC, MoS ₂ /NTC, MoSSe y Nanotubos de carbono (NTC).	82
Figura 37: Pendientes de Tafel de los catalizadores MoSSe/NTC, MoSe/NTC, MoS ₂ /NTC, MoSSe y Nanotubos de carbono (NTC).	83
Figura 38: Voltamperometría cíclica de los catalizadores MoSSe/NTC, MoSe/NTC, MoS ₂ /NTC, MoSSe y Nanotubos de carbono (NTC).	86

Resumen

Título

Estudio de Materiales Catalíticos tipo Sulfuro de Molibdeno dopado con Selenio /NTC para electroquímica de hidrógeno.

Resumen

El presente proyecto de investigación se enfoca en la síntesis de materiales catalíticos tipo sulfuro de molibdeno dopado con selenio soportado en nanotubos de carbono (NTC), con el objetivo de evaluar su viabilidad en aplicaciones de electroquímica del hidrógeno, particularmente en la generación de H_2 a partir de la reacción de descomposición electroquímica del agua.

Aunque los metales nobles como el platino (Pt) presentan una excelente actividad electrocatalítica para la reacción de evolución de hidrógeno (REH), su alto costo limita su aplicación a gran escala para la producción de H_2 . Por ello, el desarrollo de materiales de bajo costo que empleen elementos abundantes en la corteza terrestre como electrocatalizadores ha cobrado gran interés.

En este contexto, los sulfuros y seleniuro de metales de transición se han investigado recientemente como materiales catalíticos prometedores para la REH, debido a su abundancia y a sus relativamente altos valores de actividad electroquímica. Además, cuando estos compuestos se soportan sobre materiales a base de carbono, se ha reportado un incremento en el área superficial específica y una mejora en su estabilidad electroquímica.

Por lo tanto, se estudiar la incorporación de sulfoseleniuro de molibdeno soportado en nanotubos de carbono de paredes múltiples (NTC). Los compuestos tipo $MoS_{2-x}Se_x$ serán sintetizados mediante el método hidrotérmico y caracterizados utilizando diversas técnicas que permitirán

evaluar sus propiedades físico-químicas. Finalmente, se evaluará su actividad catalítica en la reacción de evolución de hidrógeno (HER) mediante técnicas electroquímicas, lo que permitirá relacionar su estructura con su funcionalidad en procesos de producción de hidrógeno.

Palabras clave: Sulfoseleniuro de molibdeno, nanotubos de carbono, electrocatalizadores, reacción de evolución de hidrógeno, síntesis hidrotérmica.

Abstract

This research project focuses on the synthesis of catalytic materials based on selenium-doped molybdenum sulfide supported on carbon nanotubes (CNTs), with the aim of evaluating their feasibility for use in hydrogen electrochemistry, particularly for generating H₂ via the electrochemical water-splitting reaction.

Although noble metals such as platinum (Pt) exhibit excellent electrocatalytic activity for the hydrogen evolution reaction (HER), their high-cost limits large-scale application for hydrogen production. Therefore, developing low-cost materials using earth-abundant elements as electrocatalysts has attracted considerable attention.

In this context, transition metal sulfides and selenides have recently been explored as promising catalytic materials for HER due to their abundance and relatively high electrochemical activity. Furthermore, when supported on carbon-based materials, they have shown increased specific surface area and improved electrochemical stability.

Thus, this project proposes to study the incorporation of molybdenum sulfoselenides supported on multi-walled carbon nanotubes (CNTs). MoS_{2-x}Se_{2(1-x)}-type compounds will be synthesized via the hydrothermal

method and characterized using various techniques to assess their physical and chemical properties. Their catalytic activity in the hydrogen evolution reaction will then be evaluated through electrochemical techniques, which will allow us to correlate their structure with their functionality in hydrogen production processes.

Keywords: Molybdenum sulfoselenide, carbon nanotubes, electrocatalysts, hydrogen evolution reaction, hydrothermal synthesis

1. Introducción

El mundo está experimentando una transición energética necesaria hacia modos de producción menos dependientes de los recursos fósiles. En este contexto, se abre la puerta a nuevos vectores energéticos que anteriormente no tenían tanto auge, como la electrólisis del agua (water splitting), proceso que consiste en la separación de la molécula de agua (H_2O) mediante una corriente eléctrica.

El hidrógeno se ha posicionado como un portador de energía prometedor debido a su alta densidad energética y a que su combustión solo produce agua como subproducto. No obstante, su producción eficiente y económica continúa representando un desafío tecnológico, especialmente mediante procesos electroquímicos como la reacción de evolución de hidrógeno (HER) en medios acuosos. Tradicionalmente, los metales nobles como el platino han sido los catalizadores más efectivos para esta reacción. Sin embargo, su alto costo y escasez limitan su aplicación a gran escala.

Por ello, en los últimos años ha surgido un creciente interés en el desarrollo de catalizadores alternativos que sean tanto eficientes como económicamente viables. Entre estos, los dicalcogenuros de metales de transición (TMDs), como el disulfuro de molibdeno (MoS_2) y el diseleniuro de molibdeno (MoSe_2), han demostrado un desempeño prometedor gracias a su estructura en capas y sus propiedades electroquímicas. La combinación de azufre y selenio en la forma de $\text{MoS}_{2-x}\text{Se}_x$ permite ajustar finamente sus propiedades electrónicas y catalíticas, lo que puede mejorar significativamente su actividad en HER. Modelos computacionales realizados por DFT han mostrado una eficacia en otros ámbitos como los son materiales que emplean en semiconductores en su estado de metafase de una película delgada (López-Galán et al., 2024).

En este trabajo, los materiales sintetizados fueron depositados sobre nanotubos de carbono (CNTs), los cuales contribuyen a mejorar las propiedades catalíticas del sistema gracias a su alta área superficial, que favorece una mayor exposición de los sitios activos.

El presente proyecto de investigación reporta la síntesis de los catalizadores $\text{MoS}_{2-x}\text{Se}_2(1-x)/\text{NTC}$, así como su caracterización estructural, morfológica y electroquímica. Para el desarrollo del material, se empleó una síntesis hidrotermal típica, en la cual se estudió el efecto de la concentración molar relativa entre azufre (S) y selenio (Se). Se trabajaron tres composiciones: 100 % selenio, 100 % azufre y una proporción equimolar 50/50.

Se emplearon diversas técnicas para la caracterización de los materiales, incluyendo microscopía electrónica de barrido (MEB), difracción de rayos X (DRX) y espectroscopía de fotoelectrones de rayos X (XPS). La evaluación electroquímica se realizó mediante voltamperometría cíclica y lineal, complementada con espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS), con el fin de analizar el comportamiento catalítico de los compuestos en la reacción de evolución de hidrógeno (HER) (van der Heijden et al., 2024)

1.1 Antecedentes

Investigaciones recientes (Wu et al., 2007; Li y Baek, 2019; Bae et al., 2020) identifican metales nobles —platino (Pt), rodio (Rh), iridio (Ir) y rutenio (Ru)— como los catalizadores más eficientes para la Reacción de Evolución de Hidrógeno (REH). No obstante, su implementación industrial directa como metales sólidos resulta limitada debido a la escasez de recursos y los elevados costos. Un ejemplo ilustrativo es el platino, con una abundancia cortical de apenas 0.005 ppm y un valor de mercado cercano a los \$945 por onza (Johnson Matthey, 2023).

La actividad catalítica en la REH puede evaluarse mediante la energía de enlace hidrógeno-metal, parámetro central en el modelo teórico de Parsons (1960). Como evidencia experimental, la curva volcánica en la Figura 1 demuestra que los máximos rendimientos se alcanzan con metales del grupo del platino (Pt, Ru, Rh, Ir), seguidos por metales de transición como Au, Ni, Co, Fe, Cu, Mo y W (Elizabeth Ramírez Mondragón, 2020)

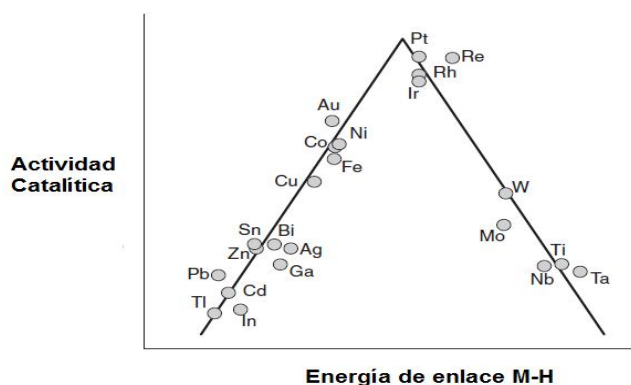


Figura 1: Materiales utilizados en la REH (Trasatti, S. 2009)

Los dicalcogenuros de metales de transición como el Disulfuro de Molibdeno (MoS_2), Diselenuro de Molibdeno (MoSe_2), Disulfuro de Tungsteno (WS_2) y Diselenuro de Tungsteno (WSe_2) se han explorado como materiales promisorios para REH debido a su abundancia,

disponibilidad y alta actividad electroquímica (Yu, B. y col, 2018; Gupta, U. y col. 2017, Eftekhari. A., 2017; Jung Y. y col. 2014; Zou, M. y col. 2015)

Diferentes intentos se han realizado enfocados en mejorar la conductividad de los dicalcogenuros de metales de transición y el número de sitios activos para mejorar la actividad en la REH. Se ha reportado un incremento en sitios borde activos en nanocintas de MoS_2 , puntos cuánticos de MoS_2 y nanocapas delgadas. También la actividad se puede mejorar depositando los catalizadores en estructuras base carbón como óxido de grafeno (Li Y. y col. 2011), nanotubos de carbono (Yan Y. y col. 2013) y nanofibras de carbono (Xiong X. y col., 2015).

Adicionalmente, se ha reportado que algunos autores han intentado introducir un tercer elemento para incrementar la actividad en la REH. Por ejemplo, la adición de Se, Co, Fe, Ni o Zn a MoS_2 .

El grupo de trabajo conformado por Dr. Mohammed Mukarram Ahmed Ansari, Dr. Chandrakumar. R, Dr. Manjunatha. C reportan una síntesis por el método hidrotermal de MoS_2 . Ellos describen el método como un procedimiento hidrotermal típico, donde usaron de precursores Na_2MoO_4 como fuente de molibdeno. S_8 , $((\text{NH}_2)_2\text{CS})$, $(\text{CH}_3\text{CSNH}_2)$ como fuente de azufre. Los resultados que obtuvieron fueron morfologías variados de esferas hasta hilos, las cuales dependen del precursor asociado a la obtención de azufre. (Mohammed Mukarram Ahmed Ansari et al., 2019)

El grupo de trabajo conformado por Hua Tanga*, Hong Huanga, Xiaoshuai Wanga, Kongqiang Wua, Guogang Tanga, Changsheng Lia, reportan una síntesis hidrotermal para un compuesto similar al que vamos a estudiar MoSe_2 . Ellos lo describen usando precursores muy similares, su síntesis fue un procedimiento típico, se disolvieron $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, Se y NaBH_4 en una mezcla de agua destilada y etanol absoluto (relación de volumen 1:1)

con agitación violenta. Reportan resultados favorables para el objetivo de la investigación el cual fue hacer crecer cristales en forma de flor, los cuales dependen de tiempo. Mostrando una opción viable para el desarrollo de a gran escala de materiales de transición con estructuras complejas con grandes aplicaciones en diferentes ámbitos de la ciencia.(Hua Tang, Hong Huang, Xiaoshuai Wang, Kongqiang Wu, & Guogang Tang, Changsheng Li, 2016)

1.2 Justificación de la Investigación

La Agenda 2030 de la ONU establece un compromiso global orientado a enfrentar los principales retos del mundo actual mediante los Objetivos de Desarrollo Sostenible (ODS). Entre ellos, el ODS 7 destaca la necesidad de garantizar energía asequible, segura, sostenible y moderna para toda la población, fijando como meta un aumento considerable en la participación de energías renovables para el año 2030. Esta meta adquiere especial relevancia frente al incremento sostenido en la demanda energética y la crisis ambiental que demanda una transición inmediata hacia fuentes más limpias.

En este marco, el hidrógeno se ha perfilado como un candidato prometedor para sustituir progresivamente a los combustibles fósiles, debido a sus propiedades como portador de energía limpia. Entre las diversas metodologías para la producción de hidrógeno, la descomposición electroquímica del agua emerge como una opción particularmente atractiva por su simplicidad y efectividad. No obstante, el principal desafío que enfrenta esta tecnología es el desarrollo de electrocatalizadores que no solo sean altamente eficientes, sino también de bajo costo, para hacer viable su implementación a gran escala.

Este proyecto se enmarca en el contexto global antes mencionado y pretende aportar al cumplimiento del ODS 7 mediante el desarrollo de nuevos materiales orientados a la Reacción de Evolución de Hidrógeno (REH). La propuesta consiste en sintetizar y evaluar compuestos basados en sulfuro de molibdeno dopado con selenio, soportados sobre nanotubos de carbono (NTC). Dichos materiales se consideran prometedores electrocatalizadores gracias a la combinación de la alta actividad catalítica del Mo y Se con la elevada conductividad y estabilidad de los Nanotubos de Carbono . La integración de fases $\text{MoS}_{2-x}\text{Se}_2(1-x)$ con Nanotubos de

carbono favorece no solo una mayor eficiencia en la REH, sino también la reducción de costos frente a catalizadores nobles como el platino. Apostar por materiales económicos es fundamental para derribar las limitaciones económicas que restringen la adopción de tecnologías basadas en hidrógeno, garantizando su factibilidad técnica y viabilidad económica.

1.3 Hipótesis

Cuando los materiales tipo disulfuro de molibdeno (MoS_2) dopados con selenio (Se) sean soportados en nanotubos de carbono (NTC) se espera que presenten una actividad catalítica para la Reacción de Evolución de Hidrógeno (HER) comparable a la de los electrodos de platino.

1.4 Objetivos

General

- Sintetizar materiales catalíticos de sulfuro de molibdeno dopado con selenio soportados en nanotubos de carbono (NTC) que sean activos para la producción de hidrógeno mediante métodos electroquímicos.

Específicos

- a) Sintetizar estructuras de sulfuro de molibdeno dopado con selenio sobre nanotubos de carbono de paredes múltiples (NTC) mediante un método hidrotermal.
- b) Funcionalizar los NTC para generar dispersión en fase acuosa y así mejorar el depósito de las estructuras de sulfuro de molibdeno dopado con selenio.
- c) Caracterizar el catalizador sintetizado mediante técnicas analíticas, microscopia de barrido electrónico (SEM), espectroscopía de fotoelectrones de rayos X (XPS) y difracción de rayos X (DRX), con el fin de obtener información sobre sus propiedades fisicoquímicas y el grado de dispersión de las partículas metálicas.
- d) Evaluar el desempeño del catalizador en la reacción de evolución de hidrógeno (REH) mediante técnicas electroquímicas, incluyendo gráficas de Tafel y análisis de impedancia electroquímica a través de diagramas de Nyquist.

II. Marco Teórico

Características del hidrógeno

El hidrógeno, situado en el primer lugar de la tabla periódica, es el elemento más ligero conocido. Su estructura atómica está compuesta por un único protón y un electrón, y se encuentra de forma estable como una molécula diatómica (H_2). En condiciones normales, se presenta como un gas incoloro, insípido e inodoro. A pesar de ser uno de los elementos más abundantes en el universo, constituyendo aproximadamente el 75 % de la materia, no se encuentra libre en la naturaleza. Normalmente está combinado con otros elementos, como el oxígeno en el agua o el carbono en compuestos orgánicos. Debido a ello, no puede ser utilizado directamente como combustible, sino que funciona como un portador de energía similar a la electricidad, lo que requiere su producción mediante procesos artificiales. (*Hidrógeno*, s. f.)

¿Como se obtiene? En la Tierra, el hidrógeno no se encuentra en forma libre de manera abundante, aunque es el elemento más común en el universo. Generalmente, está combinado con otros elementos, como ocurre en el agua o en los hidrocarburos. Para obtenerlo, existen diversos métodos que emplean distintas materias primas, fuentes de energía y técnicas de producción. Dependiendo de la combinación utilizada, estos procesos pueden ser totalmente renovables, totalmente fósiles o una mezcla de ambos en diferentes proporciones.

El hidrógeno puede producirse de manera local, ya sea en plantas centrales o en domesticas instalaciones cercanas al lugar donde se va a utilizar. Esto permite que incluso las regiones más aisladas tengan la posibilidad de producir su propia energía. Cuando se emplean fuentes renovables para su generación y se utiliza en pilas de combustible de alta eficiencia, el hidrógeno ofrece importantes ventajas ambientales.

Asimismo, el hidrógeno puede ser almacenado aprovechando el excedente de energía proveniente de fuentes renovables, como la solar, eólica o hidráulica. Este elemento destaca por su elevada densidad energética, ya que un solo kilogramo libera una cantidad de energía superior a la de cualquier otro combustible, llegando a ser casi tres veces mayor que la de la gasolina o el gas natural. Además, durante su utilización únicamente se produce vapor de agua, sin emitir dióxido de carbono (CO₂), lo que lo convierte en una alternativa con un impacto ambiental mínimo. En la Figura 2 se presenta una descripción de los diferentes métodos y energías empleados para su producción (*Hidrógeno renovable (verde) - ¿Qué es y qué usos tiene?, s. f.*).

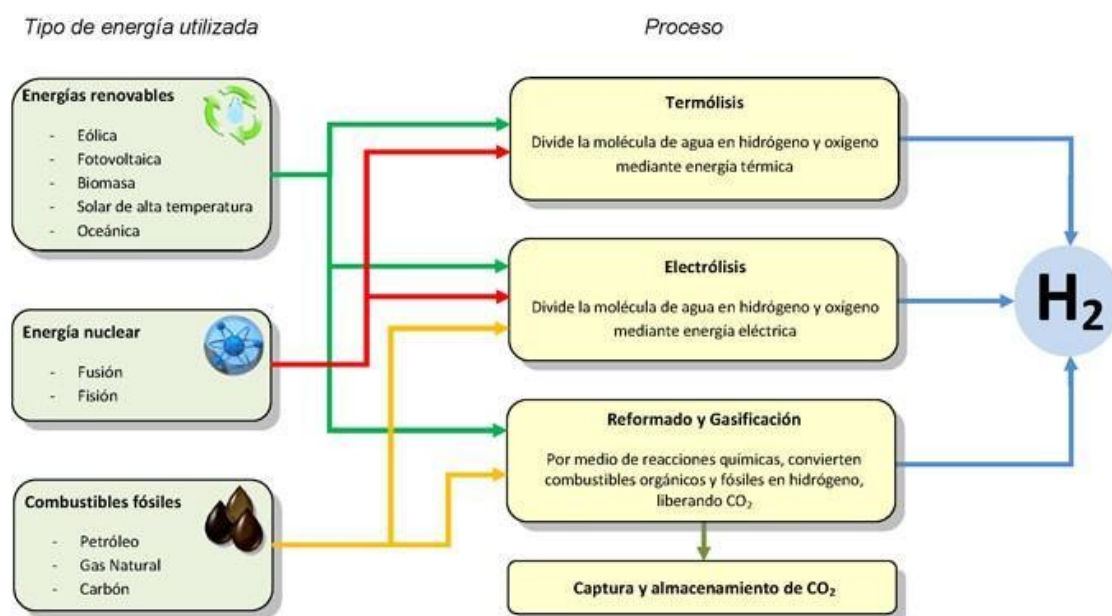


Figura 2: Obtención de Hidrógeno, obtenida de la página web divulga H2 («Producción Hidrógeno», s. f.)

Aplicaciones del hidrógeno

El hidrógeno lleva décadas empleándose con seguridad en sectores diversos como la alimentación, metalurgia, vidrio y química. La industria global, sólidamente establecida, produce anualmente más de 50 millones de toneladas de este elemento. Como fuente energética, el hidrógeno destaca como combustible para transporte y para generar electricidad mediante pilas de combustible. Su elevado poder energético es notable: un kilogramo libera casi el triple de energía que la gasolina o el gas natural, y lo hace sin emitir dióxido de carbono, solo vapor de agua, minimizando así su impacto ambiental. (*Hidrógeno renovable (verde) - ¿Qué es y qué usos tiene?*, s. f.).

Electroquímica; La electroquímica es una rama de la ciencia que se encarga de estudiar la interacción entre las reacciones químicas de las sustancias y la energía eléctrica. Según la literatura, el inicio formal de esta disciplina se sitúa en el año 1800, época en la que se popularizó el uso de reacciones de óxido-reducción para la generación de electricidad. El precursor de este campo fue el científico Alessandro Volta, quien desarrolló la primera pila eléctrica, compuesta por dos discos metálicos —uno de plata y otro de zinc— separados por un papel empapado en una solución salina (NaCl), que actuaba como electrolito.

Un avance crucial en la evolución de la electroquímica fue la invención de una fuente más estable de energía eléctrica. La pila de Volta tenía una duración limitada, lo que representaba una desventaja. No obstante, con el desarrollo de generadores eléctricos por parte de Michael Faraday, la electroquímica encontró un mayor campo de aplicación en la industria, como en la producción de hidróxido, generación de hidrógeno y la purificación de ciertos metales.

En la actualidad, la electroquímica se segmenta en dos áreas principales. La primera comprende la electrólisis, que involucra reacciones químicas

provocadas por la aplicación de una corriente eléctrica. La segunda abarca los procesos químicos que, de manera espontánea, generan corriente eléctrica, los cuales se desarrollan en dispositivos denominados celdas o pilas galvánicas (*Electrólisis – Química Industrial*, 2023).

Electrólisis: La electrólisis es un proceso mediante el cual se induce la descomposición química de un compuesto utilizando corriente eléctrica. Tal como se muestra en la figura 3, este fenómeno ocurre cuando una corriente eléctrica atraviesa un electrolito, ya sea en estado fundido o en disolución. Para que este procedimiento se lleve a cabo, es necesario utilizar un dispositivo denominado celda o cuba electrolítica.

La celda electrolítica está compuesta por un medio conductor —conocido como electrolito— y por dos electrodos conectados a una fuente de energía eléctrica o batería. Uno de los electrodos, denominado cátodo, tiene carga negativa y atrae a los cationes (iones positivos); mientras que el otro, llamado ánodo, posee carga positiva y atrae a los aniones (iones negativos). La batería es responsable de suministrar electrones al cátodo, permitiendo así que ocurran las reacciones de reducción y oxidación.

Los electrodos utilizados suelen ser metales inertes como el platino o el paladio, ya que no participan directamente en la reacción. A diferencia de las celdas galvánicas o voltaicas —donde las reacciones químicas ocurren de forma espontánea y generan energía eléctrica— en la electrólisis, la transferencia de electrones debe ser inducida externamente mediante una fuente de energía(*Electrólisis – Química Industrial*, 2023).

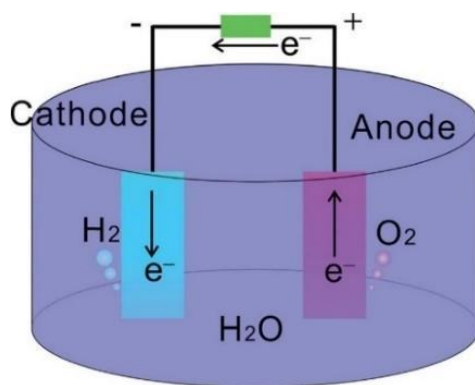


Figura 3:Diagrama esquemático de la celda de electrolisis,(Peng et al., 2019).

Nanotubos de carbono (NTC's); Los nanotubos de carbono (NTC's) son alótropos del carbono, como el diamante, el grafito o los fulerenos. Son tubos conformados de átomos de carbono en forma hexagonal unidos entre sí, la bibliografía reporta que la primera vista que tenemos sobre nanotubos fue por los científicos rusos Radushkevich y Lukyanovich quienes publicaron imágenes de tubos de carbono de 50 nanómetros de diámetro en la revista Journal of Physical Chemistry Of Russia. En 1991 el físico japonés Sumio Iijima, realizó un experimento con grafito vaporizado debido a una corriente eléctrica, como resultado obtuvo un hollín el cual fue observado en microscopio y descubrió la formación de Nanotubos, sus publicaciones de este evento causaron que los científicos del mundo pusieran atención en estos materiales, encontrando aplicación a esta área de la investigación (Popov, 2004).

Los nanotubos de carbono pueden clasificarse según la cantidad de capas de grafito que los constituyen. Entre ellos se encuentran los nanotubos de pared sencilla (SWCNT, por sus siglas en inglés) y los nanotubos de pared múltiple (MWCNT), los cuales pueden visualizarse como láminas de grafito enrolladas de manera concéntrica, en las que cada átomo de carbono se enlaza con otros tres mediante hibridación sp^2 . Asimismo, existen las nano fibras de carbono (CNF), consideradas una variante más desordenada de los nanotubos de pared múltiple, aunque conservan su

estructura tubular. Estos nanomateriales destacan por sus notables propiedades físicas, como baja densidad, elevada resistencia mecánica y alta conductividad térmica, características que resultan atractivas para el desarrollo de nuevos materiales. Por ejemplo, se han fabricado compuestos que combinan nanotubos de carbono de pared múltiple con polímeros, los cuales presentan aplicaciones muy diversas. (Popov, 2004).

Catalizador: Un catalizador es una sustancia que altera la velocidad de una reacción química sin experimentar cambios permanentes ni consumirse durante el proceso. Según su influencia, los catalizadores se clasifican en positivos, cuando aumentan la velocidad de reacción, o negativos, cuando la reducen. Cabe señalar que, aunque afectan la rapidez de la reacción, no alteran el equilibrio químico, pues actúan de manera simétrica sobre las reacciones directa e inversa. La función del catalizador radica en su capacidad para disminuir la energía del estado de transición, lo cual reduce la energía de activación necesaria o modifica el mecanismo de la reacción. Esto facilita que el proceso ocurra más rápidamente, tal como se ilustra en la figura 4, que compara la Energía Libre de Gibbs con y sin la presencia del catalizador a lo largo del tiempo. En algunos casos, la energía requerida para que una reacción química se produzca es tan elevada que resulta prácticamente inviable sin la ayuda de un catalizador (Marlene Lariza Andrade Guel et al., 2012)

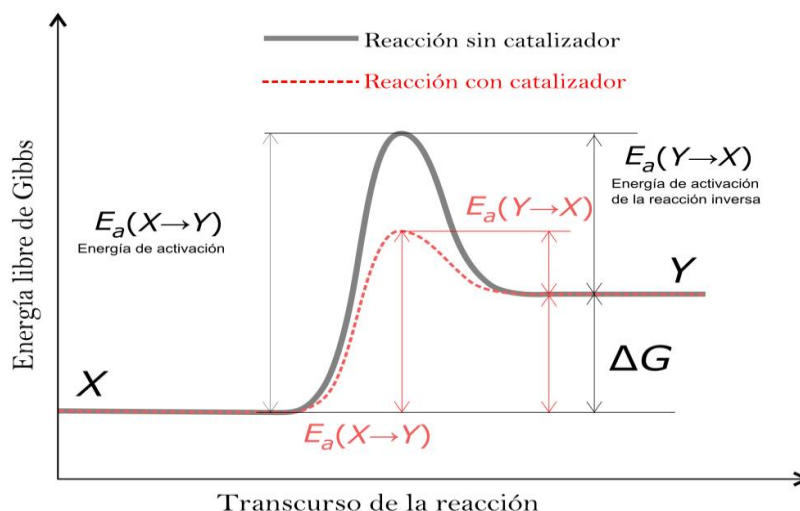


Figura 4: Grafica comparativa de las energías de activación magnética en la cual podemos apreciar el comportamiento necesario para que ocurra una reacción química .

El disulfuro de molibdeno (MoS_2)

Los dicalcogenuros de metales de transición (TMD) son compuestos caracterizados por una estructura en capas con la disposición X-M-X, descrita mediante la fórmula general MX_2 . En esta notación, M corresponde a un metal de transición perteneciente a los grupos IV (como Ti, Zr), V (V, Nb o Ta) o VI (Mo, W), mientras que X se refiere a los elementos calcógenos (S, Se o Te). Un caso representativo de estos materiales es el disulfuro de molibdeno (MoS_2), el cual presenta una estructura laminar en la que cada capa está formada por una lámina de molibdeno ubicada entre dos capas de azufre (S-Mo-S). En esta configuración, los átomos de S y Mo se enlazan mediante interacciones covalentes, mientras que las láminas completas S-Mo-S se mantienen unidas por fuerzas intermoleculares débiles, conocidas como fuerzas de Van der Waals. Además, la separación entre capas en el MoS_2 se encuentra en el rango de aproximadamente 0.6 a 0.7 nm. (Elizabeth Ramírez Mondragón, Tesis doctoral 2020).

MoS₂ como catalizador en la REH

Los compuestos basados en MoS₂ se encuentran entre los catalizadores más investigados para la reacción de evolución de hidrógeno (REH), gracias a su notable estabilidad, elevada actividad catalítica, abundancia y bajo costo. Asimismo, este material es ampliamente reconocido por su empleo en procesos de hidrodesulfuración, destinados a la eliminación de azufre en derivados del petróleo. En 2005, Hinnemann y colaboradores llevaron a cabo un estudio teórico utilizando la teoría del funcional de la densidad (DFT) para analizar la interacción entre el hidrógeno y MoS₂. Los resultados indicaron que la energía de enlace del hidrógeno con MoS₂ es muy similar a la del platino, lo cual se refleja en la tendencia tipo “volcán” mostrada en la figura 5. Adicionalmente, la investigación reveló que los sitios más activos catalíticamente se localizan en los bordes de la estructura S-Mo-S, mientras que las superficies basales son prácticamente inertes. (Elizabeth Ramírez Mondragón, 2020).

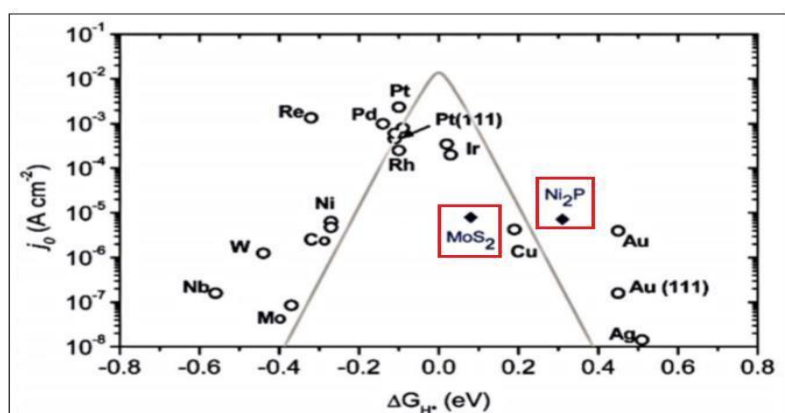


Figura 5: Gráfica tipo volcán donde se muestran los compuestos MoS₂ y Ni₂P (Morales-Guio et al., 2014).

Estos hallazgos fueron validados experimentalmente por Jaramillo y colaboradores en 2007, quienes confirmaron que el MoS₂ constituye un material catalítico altamente eficiente para la reacción de evolución de hidrógeno (REH). A partir de este descubrimiento, se incrementó el

interés en el estudio del MoS₂ en diversas configuraciones, tales como nanopartículas, estructuras mesoporosas, nanoalambres dopados o en estado amorfo, así como películas delgadas compuestas por MoS₂ y grafeno. Dichas investigaciones abarcan una amplia gama de variaciones en tamaño, morfología, textura superficial y estructura cristalina, concentrándose principalmente en optimizar la actividad catalítica mediante el incremento de los sitios activos localizados en los bordes o la generación de un mayor número de estos sitios en el catalizador. (Elizabeth Ramírez Mondragón, 2020).

El diseleniuro de molibdeno (MoSe₂) pertenece a la familia de los dicalcogenuros de metales de transición (TMDC) y ha despertado un creciente interés en los últimos años debido a su potencial en aplicaciones electroquímicas, fotocatalíticas y en dispositivos optoelectrónicos. Esta atención se debe a ciertas ventajas frente a otros seleniuros de metales de transición e incluso frente al ampliamente estudiado MoS₂. Su estructura en capas confiere al MoSe₂ un mayor tamaño interlaminar y mejor conductividad eléctrica, mientras que la presencia de selenio ofrece una excelente capacidad para alojar contraiones, lo que resulta ventajoso en sistemas de almacenamiento de energía como baterías de iones de litio y sodio. Asimismo, los átomos de Se insaturados en los bordes, junto con aquellos situados en defectos estructurales o en planos basales modificados, presentan una actividad electrocatalítica destacada para la reacción de evolución de hidrógeno (HER) y otros procesos similares, como los que ocurren en baterías de litio-oxígeno. Además, la banda prohibida ajustable del MoSe₂ lo posiciona como un material promisorio para la fotocatálisis y el desarrollo de celdas solares fotoelectroquímicas (Ali Eftekhari, 2016).

Propiedades del MoSe₂

Composición:

- El MoSe₂ tiene una estructura similar a la del grafeno, con capas individuales de átomos dispuestas en una red hexagonal.
- Cada capa consta de una capa de átomos de molibdeno (Mo) intercalada entre dos capas de átomos de selenio (Se).

Propiedades Electrónicas:

- MoSe₂ es un semiconductor con un ancho de banda directa en su forma monoatómica, lo que lo hace adecuado para aplicaciones optoelectrónicas.
- En su forma masiva (bulk), tiene un ancho de banda indirecta.

Propiedades Ópticas: - Exhibe una fuerte absorción de luz y una emisión de luz significativa en el rango visible e infrarrojo cercano. Estas propiedades ópticas varían considerablemente con el grosor del material.

Propiedades Mecánicas: - MoSe₂ tiene una alta flexibilidad y resistencia mecánica, similar a otros TMDCs.

Propiedades Térmicas: - Posee una baja conductividad térmica, lo que es ventajoso para aplicaciones en dispositivos electrónicos donde el control del calor es crucial. (Ali Eftekhari, 2016)

Aplicaciones del MoSe₂

Electrónica: - MoSe₂ puede ser utilizado en transistores de efecto de campo (FETs), diodos y otros dispositivos electrónicos debido a sus propiedades semiconductoras. (Ali Eftekhari, 2016)

Optoelectrónica: Su capacidad para emitir y absorber luz lo hace adecuado para celdas solares, LEDs, y fotodetectores.

Almacenamiento de Energía: MoSe₂ puede ser utilizado en baterías y supercondensadores debido a su capacidad para almacenar y liberar energía. (López-Galán et al., 2024)

Lubricantes Sólidos: Similar al disulfuro de molibdeno (MoS₂), el MoSe₂ también se puede utilizar como lubricante sólido debido a su estructura en capas que permite el deslizamiento fácil entre las capas. (Ali Eftekhari, 2016)

Fotocatálisis y Catálisis: MoSe₂ muestra actividad catalítica en reacciones como la evolución del hidrógeno, lo que es útil en aplicaciones de energía limpia. (Ali Eftekhari, 2016)

Desafíos y Perspectivas sobre el MoSe₂

Aunque el MoSe₂ tiene un gran potencial, todavía existen desafíos en su producción y integración en dispositivos prácticos. La síntesis de capas de alta calidad y la transferencia a sustratos adecuados son áreas de investigación activa. Además, la comprensión y optimización de sus propiedades a escala nano siguen siendo áreas de interés para los científicos e ingenieros. (Ali Eftekhari, 2016)

Sulfoseleniuros de molibdeno

El sulfoseleniuros de molibdeno son compuestos inorgánicos que contienen molibdeno, azufre y selenio. Estos materiales han atraído interés en diversas aplicaciones, particularmente en catalizadores y en la producción de materiales avanzados debido a sus propiedades de Estructura y Composición. El sulfoselienuro de molibdeno tiene una estructura similar a otros calcogenuros de metales de transición (TMCs),

como el disulfuro de molibdeno (MoS_2) y el diseleniuro de molibdeno (MoSe_2). Estos compuestos pueden presentar una estructura en capas, donde átomos de molibdeno están coordinados octaédricamente o trigonalmente prismáticamente por átomos de azufre y selenio. Propiedades Electrónicas y Ópticas: Los sulfoseleniuros de molibdeno tienen propiedades electrónicas y ópticas que pueden ser ajustadas variando la proporción de azufre y selenio. Esto los hace útiles en dispositivos optoelectrónicos, fotovoltaicos y sensores. (Zhang et al., 2013)

Catalíticas: Estos compuestos son conocidos por su alta actividad catalítica en reacciones como la hidrogenación y la desulfuración. La presencia de selenio puede modificar las propiedades catalíticas en comparación con los sulfuros puros. (Zhang et al., 2013)

Síntesis: La síntesis de sulfoseleniuros de molibdeno puede realizarse mediante varios métodos, incluyendo:

- Método hidrotermal: Involucra la reacción de precursores en una solución acuosa bajo alta presión y temperatura.
- Método solvotermal: Similar al método hidrotermal, pero utiliza solventes orgánicos.
- Deposición Química de Vapor (CVD): Proceso en el cual se depositan capas delgadas del material sobre un sustrato a partir de precursores en fase vapor.

Aplicaciones:

- Electrónica y Optoelectrónica: Debido a sus propiedades electrónicas ajustables, los sulfoseleniuros de molibdeno son prometedores para su uso en transistores, diodos emisores de luz (LEDs) y celdas solares.

- Catalizadores: Utilizados en la industria química para procesos de hidrogenación y desulfuración, mejorando la eficiencia y selectividad de las reacciones.
- Materiales 2D: Como materiales bidimensionales, pueden formar parte de heteroestructuras y dispositivos con propiedades electrónicas únicas, similares a las del grafeno.(Zhang et al., 2013)

Investigación y Desarrollo. La investigación actual se centra en mejorar los métodos de síntesis para controlar mejor la composición y estructura de estos materiales, así como en explorar nuevas aplicaciones en tecnologías emergentes como la producción de hidrógeno, almacenamiento de energía y dispositivos electrónicos flexibles.(Wang et al., 2012)

Tipo de Estructura

Estructura de Tipo : Similar a MoS_2 y MoSe_2 , $\text{MoS}_{2x}\text{Se}_{2(1-x)}$ generalmente adopta una estructura hexagonal en capas , donde cada capa consiste en una hoja de átomos de molibdeno (Mo) entre hojas de átomos de calcógenos (S y Se). Estas capas se apilan una sobre otra con interacciones van der Waals débiles entre ellas. (Wang et al., 2012)

Estructura de Tipo 1T: También puede existir en una fase trigonal (1T) menos común, donde los átomos de Mo tienen una coordinación octaédrica en lugar de trigonal prismática.

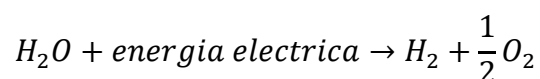
Sulfoseleniuro de molibdeno ($\text{MoS}_{2x}\text{Se}_{2(1-x)}$) como catalizadores en la reacción HER

Los dicalcogenuros de metales de transición han demostrado ser prometedores en la reacción de evolución de hidrógeno (HER), son eficientes como electrocatalizadores. El $\text{MoS}_{2x}\text{Se}_{2(1-x)}$ a diferencia del MoS_2 y de 2H- MoS_2 , el tercer elemento (Se) muestra que no solo cuenta con

más espacios en las capas, si no también muestra que hay más espacios catalíticos y que reduce la transferencia de carga. Como consecuencia $\text{MoS}_{2x}\text{Se}_{2(1-x)}$ exhibe una alta actividad HER electrocatalítica con un sobrepotencial bajo de 188 mV frente a RHE para lograr una densidad de corriente geométrica de -10 mA cm^{-2} . Existen varios métodos para sintetizar este compuesto, pero los estudios previos demuestran que la síntesis solvotermal es un camino viable para su síntesis, (Congli Zhen, a Bin Zhang, a Yuhong Zhou, a Yunchen Dua and Ping Xua, 2020).

Electrolisis del agua

La separación del agua por electrolisis la cual se muestra en la Figura 6 ocurre cuando se permite que la corriente fluya a través de dos electrodos sumergidos en un electrolito acuoso, descomponiendo así electroquímicamente el agua con la reacción general:



Esta reacción requiere un aporte energético de $\Delta G = 237,1 \text{ kJ/mol}$ en condiciones estándar, que corresponde a una demanda de tensión termodinámica de 1,23 V. (Salvatore Luiso, 2015)

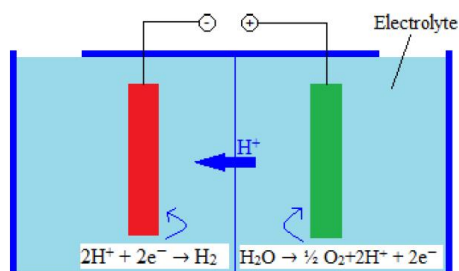
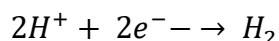


Figura 6: Esquema de una celda electrolítica para la producción de Hidrógeno. (Salvatore Luiso, 2015)

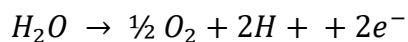
La celda electrolítica es un recipiente con un electrolito, donde se encuentran los dos electrodos (ánodo y cátodo) están sumergidos. El campo eléctrico creado por el potencial aplicado hace que los aniones se moverse hacia el ánodo y los cationes hacia el cátodo. Al mismo tiempo, los protones se reducen en el cátodo y el agua se oxida en el ánodo.(Salvatore Luiso, 2015)

En la división del agua se dan dos reacciones:

- La reacción de evolución del hidrogeno (HER), en el cátodo:



- La reacción de evolución de oxígeno (OER), en el ánodo:



Sin embargo, la división electroquímica del agua requiere una cantidad significativa de energía sin el uso de catalizadores avanzados, para tener una alta densidad de corriente con un sobrepotencial bajo. (Salvatore Luiso, 2015) Se cree que el HER implica tres posibles pasos de reacción que conducen a dos posibles mecanismos: el mecanismo de Volmer-Heyrovsky o el de Volmer-Tafel (Salvatore Luiso, 2015).

- Paso Volmer : $H^{+} + e^{-} \rightarrow H_{ad}$
- Paso Heyrovsky : $H^{+} + H_{ad} + e^{-} \rightarrow H_2$

En ambos casos, la reacción se produce a través de átomos de hidrógeno adsorbidos en el electrodo superficie, H_{ad} , y por lo tanto la velocidad de la reacción general está influenciada por la energía libre de adsorción de hidrógeno, ΔG_H . El paso limitante de la velocidad podría ser la adsorción, o en otro caso un débil enlace hidrógeno-superficie, o la desorción, en caso de un enlace fuerte hidrógeno-superficie. Los mejores catalizadores

HER tienen energías de adsorción de hidrógeno cercanas a $\Delta G_H = 0$ (Salvatore Luiso, 2015).

Síntesis hidrotermal

Las primeras referencias a este tipo de síntesis datan de mediados del siglo XIX. A partir de esas publicaciones iniciales, la síntesis hidrotermal fue reconocida como una tecnología clave para la obtención de nuevos materiales. Este método se basa en la realización de reacciones homogéneas o heterogéneas en un medio acuoso a temperaturas elevadas, superiores a las condiciones ambientales.

En este proceso, los precursores se introducen generalmente en forma de soluciones, geles o suspensiones. Específicamente, la síntesis hidrotermal involucra reacciones heterogéneas en agua a temperaturas superiores a 100 °C y presiones mayores a 1 bar.

El principal objetivo de esta técnica es favorecer la disolución de los componentes presentes en el sistema, permitiendo que especies con baja solubilidad bajo condiciones normales puedan disolverse o reaccionar de manera más eficiente (Cesar Adrian Huerta Mata, 2024).

Los objetos que componen esta ruta síntesis son una carcasa de acero inoxidable, un vaso de algún material inerte sólido, por ejemplo, el teflón (PTFE) en otros casos usan polipropileno (PPL), todo depende las condiciones físicas que se busquen en el proceso.

La figura 7 muestra un esquema sencillo de un reactor hidrotérmico, donde se puede apreciar sus partes más sobresalientes.

1. Carcasa de Al
2. Junta inferior
3. Vaso de PTFE
4. Junta superior
5. Tapa

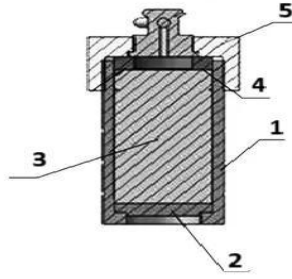


Figura 7 Esquema de Reactor Hidrotermal en la cual podemos apreciar de manera visual las principales partes que componen a un reactor solvothermal.

Punto isoeléctrico

El punto isoeléctrico (pI) corresponde al valor de pH en el que una molécula, como una proteína o un aminoácido, presenta una carga neta igual a cero. En esta condición, las cargas positivas y negativas se equilibran, haciendo que la molécula sea eléctricamente neutra. Para los aminoácidos, el pI se determina a partir de los valores de pKa de sus grupos ionizables. En el caso de las proteínas, que poseen estructuras más complejas con múltiples grupos ionizables, el cálculo del punto isoeléctrico resulta más complejo y generalmente se realiza mediante métodos experimentales. El pI tiene gran relevancia en técnicas como la electroforesis y la purificación de proteínas, ya que en este pH la movilidad eléctrica de las moléculas disminuye considerablemente debido a la ausencia de carga neta (Cesar Adrian Huerta Mata, 2024).

El punto isoeléctrico (pI) de los nanotubos de carbono (NTC) funcionalizados puede ser definido de manera similar a las proteínas y aminoácidos, pero considerando la química específica de los grupos funcionales que han sido añadidos a los nanotubos. Los nanotubos de carbono en su forma pura no tienen un punto isoeléctrico significativo porque no poseen grupos funcionales que puedan ionizarse. Sin embargo, los NTC funcionalizados, que han sido modificados químicamente con

grupos ácidos (como carboxilos, $-\text{COOH}$) o básicos (como aminos, $-\text{NH}_2$), sí pueden exhibir un punto isoelectrico. (Cesar Adrian Huerta Mata, 2024)

Funcionalización de NTC

La funcionalización de nanotubos de carbono (NTC) se refiere a la modificación de su superficie para mejorar sus propiedades y aumentar su reactividad química. Este proceso es crucial para integrar los NTC en diversas aplicaciones, incluyendo la catálisis y electrónica. Existen dos tipos principales de funcionalización: covalente y no covalente. Funcionalización covalente: Involucra la formación de enlaces químicos fuertes entre los átomos de carbono de la pared del nanotubo y los grupos funcionales. Esto se puede lograr mediante diversas reacciones químicas, como:

- Oxidación: Introducción de grupos funcionales oxigenados (carboxilos, hidroxilos) en los extremos y defectos de los NTC utilizando agentes oxidantes fuertes.
- Halogenación: Adición de halógenos (flúor, cloro, etc.) a los NTC, que luego pueden ser sustituidos por otros grupos funcionales.
- Reacciones de diazonio: Acoplamiento de sales de diazonio con la pared del NTC para introducir grupos arilo .

Funcionalización no covalente: Implica la adsorción de moléculas o polímeros en la superficie de los NTC a través de interacciones físicas, como fuerzas de Van der Waals, π - π y enlaces de hidrógeno. Esta técnica tiene la ventaja de preservar la estructura electrónica y las propiedades intrínsecas de los NTC. Algunos métodos comunes incluyen: Adsorción de polímeros: Uso de polímeros solubles en agua para envolver los NTC y mejorar su dispersión en soluciones acuosas. Interacción con surfactantes: Uso de surfactantes para estabilizar suspensiones de NTC en agua y otros solventes (Julián López Tinoco et al., 2021).

La funcionalización de los NTC es esencial para mejorar su dispersión en diversos medios, aumentar su solubilidad, y facilitar su interacción con otros materiales y compuestos químicos. En el contexto de nuestro catalizador la funcionalización buscara mejorar la interacción entre Sulfuro de Molibdeno dopado con Selenio con el soporte de NTC, optimizando la actividad catalítica y la estabilidad del sistema (Julián López Tinoco et al., 2021).

Tafel Plot

Las gráficas de Tafel son representaciones de la relación entre el sobrepotencial y el logaritmo de la densidad de corriente. Estas gráficas se utilizan para evaluar el desempeño de un catalizador en reacciones electroquímicas como la evolución de hidrógeno (HER). En el gráfico de Tafel, la pendiente y la intersección de la línea con el eje vertical proporcionan información clave sobre la eficiencia y el mecanismo de reacción del catalizador.

Ecuación de Tafel : la ecuación de Tafel es una representación matemática que conecta la relación entre el sobrepotencial y la densidad de corriente en las reacciones electroquímicas, es fundamental para comprender y evaluar la eficiencia de dicha reacción, brinda detalles específicos de la cinética de la reacción. La forma general de la ecuación de Tafel es:

$$\eta = a + b \cdot \log(j)$$

Ecuación 1: Tafel.

Donde η es el sobre potencial, lo cual es la diferencia entre el potencial aplicado y el potencial termodinámico de la reacción, j es la densidad de corriente que está relacionada con la velocidad de la reacción, a es el termino de intercepción relacionado con las propiedades cinéticas del

sistema y b es la pendiente de Tafel, que indica la dependencia de η con el $\log(j)$ y está relacionado su mecanismo de reacción (Petrii et al., 2007).

Electrolisis en masa

La técnica de electrólisis en masa se utiliza para la producción de grandes cantidades de sustancias químicas mediante la aplicación de una corriente eléctrica en una celda electrolítica. En esta celda, los reactivos, que suelen estar en solución o en estado fundido, se someten a un proceso de oxidación o reducción para obtener productos específicos. En el caso de la electrólisis en masa para la producción de hidrógeno, el proceso se lleva a cabo en celdas electrolíticas que contienen agua o una solución de un electrolito, y al aplicar una corriente, el agua se descompone en hidrógeno y oxígeno gaseoso. Esto es esencial en aplicaciones industriales donde se necesita una producción sostenida y en grandes cantidades.

La relación matemática que describe la cantidad de especie que se reduce durante el proceso se expresa mediante la ley de Faraday, la cual establece que “la masa de una sustancia depositada en un electrodo durante la electrólisis es directamente proporcional a la cantidad de electricidad transferida a dicho electrodo”. En este contexto, la cantidad de electricidad se refiere a la carga eléctrica total, la cual se mide comúnmente en Coulombs (Bond, 2003).

$$Q = \int_0^t I dt$$

Ecuación 2; ley de Faraday.

Donde Q es la carga o número de coulombs que pasa en determinado t, I es la intensidad de corriente que trasmite en el momento. Una manera alternativa es la ecuación 2 donde N es el número de moles de materiales reducidos u oxidados, F la constante de Faraday que es aproximadamente de 96485.33212 C/mol y n son los equivalentes molares es decir el número

de electrones transferidos por molécula o ion que ha sido sometido a electrólisis (Bond, 2003).

$$N = Q/n * F$$

Ecuación 3: Ecuación alternativa a ley de Faraday.

Voltamperometría Cíclica (VC)

Descripción: Es una técnica electroquímica en la que se aplica un barrido cíclico de potencial entre dos valores límite, registrando simultáneamente la corriente generada.

- Permite identificar el potencial de inicio para procesos como la evolución de hidrógeno (HER) o de oxígeno (OER).
- Ofrece datos sobre las reacciones redox que ocurren en el electrodo.
- Evalúa tanto la actividad catalítica como la estabilidad del material a lo largo de múltiples ciclos.
- La aparición de picos de oxidación o reducción puede indicar la formación de especies intermedias durante la reacción.

En la Figura 8 podemos apreciar el comportamiento típico de una reacción electroquímica reversible, donde vemos puntos o picos que indican la formación del compuesto, para nuestro caso nos interesa conocer el punto catódico, que es donde se dé sorbe el hidrogeno (Choudhary et al., 2017).

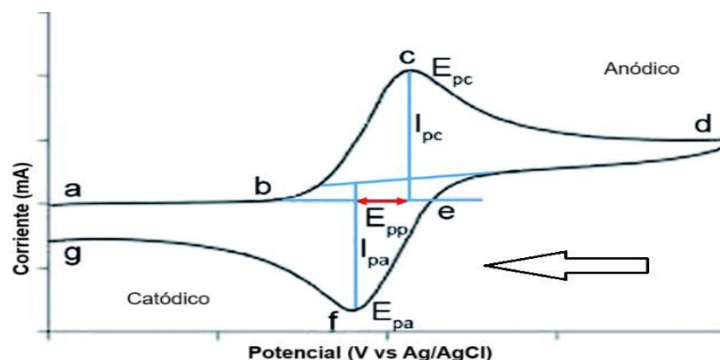


Figura 8: Voltamperograma típico de reacción reversible.

Un **electrodo reversible** es un tipo de electrodo que puede intercambiar iones con una solución de manera reversible, es decir, que puede participar en una reacción de oxidación o de reducción sin que se produzcan cambios irreversibles en su estructura o composición. Este tipo de electrodo se utiliza como referencia o como parte de una celda electroquímica. Donde la compensación para los datos obtenidos se realiza con la ecuación 4 (Bond, 2003).

$$E_{ERH} = E_{Ag/AgCl} + 0.059 * pH + 0.197$$

Ecuación 4: Compensación para electrodo reversible.

Voltamperometría de Barrido Lineal (VLS)

Descripción: Técnica similar a la VC, pero el barrido de potencial se realiza en una sola dirección (anódica para OER o catódica para HER), midiendo la corriente en función del potencial aplicado (Mendoza et al., 2015).

Sobrepotencial:

- Corresponde al voltaje adicional necesario, más allá del potencial termodinámico (0 V para HER y 1,23 V para OER vs. RHE), para que la reacción ocurra a una velocidad apreciable.

- Un menor sobrepotencial puede indicar una mayor eficiencia catalítica.
- Permite determinar el potencial de inicio de la reacción y su cinética, así como comparar distintos catalizadores con base en el sobrepotencial requerido para alcanzar una densidad de corriente específica (por ejemplo, η a 10 mA/cm²) (Mendoza et al., 2015).

Espectroscopía de Impedancia Electroquímica (EIS)

Descripción: Técnica frecuencial que analiza la impedancia de un sistema electroquímico frente a una perturbación alterna.

Brinda información sobre la resistencia a la transferencia de carga, la resistencia óhmica de la solución y las limitaciones asociadas al transporte de masa. Una menor resistencia a la transferencia de carga sugiere una mayor eficiencia del catalizador. Se emplea para estudiar la cinética electroquímica, así como los efectos de la carga del catalizador, la conductividad y la naturaleza del electrolito (Choudhary, Y. S., Jothi, L. & Nageswaran, G., s. f.).

Diagrama de Tafel

Descripción: Representa la relación entre el sobrepotencial (η) y el logaritmo de la densidad de corriente, permitiendo analizar la cinética de la reacción electroquímica.

Pendiente de Tafel:

- Una pendiente menor se asocia con una cinética más rápida.
- En la HER, las pendientes típicas permiten identificar el mecanismo dominante:

- **Volmer (adsorción de H):** ~ 120 mV/dec
- **Heyrovsky (desorción de H):** ~ 40 mV/dec
- **Tafel (formación de H₂):** ~ 30 mV/dec
- Este análisis permite identificar el paso limitante de la velocidad (RDS) y comparar la eficiencia de diferentes catalizadores.

Diagrama de Nyquist

La grafica tipo Nyquist es una representación gráfica sobre la resistencia real dada en el eje X y la impedancia imaginaria dada en el eje Y, estos gráficos están contruidos por curvas de semicírculos los cuales representas diferentes procesos de transferencia de cargas o difusión en el sistema.

Es importe definir que es la resistencia y impedancia, la resistencia eléctrica describe la oposición que presenta el sistema electroquímico al flujo de corriente. En este contexto, la resistencia se descompone en diferentes contribuciones que reflejan fenómenos específicos en el sistema de estudio, y cada una de ellas se interpreta de manera diferente:

- Resistencia de la solución (R_S): Esta resistencia representa la oposición al flujo de corriente dentro del electrolito que rodea el electrodo. Está relacionada con la conductividad iónica del medio en el que ocurre la reacción electroquímica y depende de factores como la concentración de iones y la distancia entre los electrodos. En un diagrama de Nyquist, la resistencia de la solución se observa como el punto inicial en el eje real (parte real de la impedancia) a frecuencias altas.
- Resistencia de transferencia de carga (R_{CT}): Esta es la resistencia al paso de electrones a través de la interfaz entre el electrodo y el

electrolito, y está asociada directamente con el proceso de la reacción electroquímica. La RCT proporciona información sobre la cinética de la reacción en el electrodo, ya que una RCT alta indica una reacción lenta (o un catalizador ineficaz), mientras que una RCT baja sugiere una reacción rápida. En el diagrama de Nyquist, la RCT se visualiza como el diámetro de un semicírculo a frecuencias medias.(Ge et al., 2022)

La impedancia en la EIE (espectroscopía de impedancia electroquímica) se refiere a la oposición total que encuentra una corriente alterna al pasar a través de un sistema electroquímico. Se denota con la letra Z y es un concepto que combina tanto la resistencia como la reactividad del sistema (fenómenos capacitivos e inductivos). A diferencia de la resistencia pura, que se aplica en corriente continua (DC) y se refiere únicamente a la oposición al flujo de corriente, la impedancia considera la frecuencia de la corriente alterna (AC) aplicada, y se describe como una cantidad compleja, con una parte real y una imaginaria.

$$z = z' + jz''$$

Ecuación 5: Representación matemática de la impedancia.

La ecuación 5 está compuesta por Z' la parte real, lo cual es la resistencia pura del sistema y jZ'' la parte imaginaria, la cual representa los efectos capacitivos e inductivos del sistema.

La impedancia permite cuantificar y modelar los procesos electroquímicos. Cada componente de la impedancia puede asociarse a un fenómeno particular (resistencia de solución, transferencia de carga, difusión, etc.), por lo que es posible utilizar esta información para mejorar y optimizar materiales y diseños. En el caso de la evolución de hidrógeno (HER), por ejemplo, una impedancia baja en el sistema indica una menor resistencia

al flujo de electrones y, en general, un material catalíticamente activo y eficiente.(Ge et al., 2022)

Microscopia de barrido electrónico (SEM)

Es una técnica de microscopía que permite observar la superficie de una muestra con alta resolución y gran profundidad de campo. Es especialmente útil en ciencias de materiales, metalurgia y electrónica, ya que permite el análisis detallado de la morfología y topografía de los materiales. A diferencia de la microscopía óptica, que utiliza luz visible, el SEM emplea un haz de electrones para explorar la superficie de la muestra y generar una imagen.

Su funcionamiento es muy similar al de un microscopio normal, solo que en vez de usar luz visible usaremos un haz de electrones, el primer paso es la

- **Generación del Haz de Electrones:** Un cañón de electrones emite un haz de electrones que es acelerado y enfocado mediante lentes electromagnéticas para crear un haz fino.
- **Barrido de la Superficie:** El haz de electrones se desplaza en un patrón de barrido sobre la superficie de la muestra. Cada punto del barrido produce una serie de interacciones entre los electrones y los átomos de la muestra, generando señales electrónicas y fotónicas que contienen información sobre la morfología y composición.
- **Detección de Señales:** A medida que el haz de electrones incide en la superficie de la muestra, se producen diferentes tipos de electrones y radiación:
 1. **Electrones secundarios (SE):** Se originan cerca de la superficie de la muestra y proporcionan información de la topografía. Estos son los electrones más comunes en las imágenes SEM.

2. Electrones retrodispersados (BSE): Son electrones que se dispersan hacia atrás tras chocar con la muestra. Estos electrones son útiles para obtener contraste en función de la composición química, ya que los elementos de mayor número atómico producen señales BSE más intensas.
3. Rayos X característicos: Cuando el haz de electrones excita átomos en la muestra, estos emiten rayos X específicos de cada elemento, lo que permite hacer un análisis elemental (composición química) de la superficie mediante técnicas como la espectroscopía de rayos X por dispersión de energía (EDS o EDX).
 - Formación de la Imagen: Las señales electrónicas se detectan y se procesan para generar una imagen. La imagen final se construye punto por punto según el escaneo del haz de electrones, permitiendo obtener imágenes en blanco y negro de alta resolución que muestran la morfología de la muestra. (Cesar Adrian Huerta Mata, 2024)

Espectroscopía de fotoelectrones de rayos X (XPS)

Es una técnica de análisis de superficie que se utiliza para estudiar la composición química y los estados de oxidación de los elementos presentes en la superficie de un material. Es especialmente útil en química de materiales, ciencia de superficies, estudios de corrosión y catálisis, ya que proporciona información detallada sobre la composición y la estructura química de las capas superficiales de un material (generalmente los primeros 5 a 10 nanómetros).

La técnica está ayudada con por un alto vacío y una muestra completamente seca lo cual hace que algunas muestras sean difíciles manejar cuando son muy volátiles. La espectroscopía de fotoelectrones de rayos X se basa en el efecto fotoeléctrico, descubierto por Albert

Einstein. En XPS, se irradian rayos X sobre la superficie de una muestra, lo que provoca la expulsión de electrones de los átomos de la muestra. XPS es una técnica poderosa y altamente precisa para analizar la química superficial de los materiales. Su capacidad para identificar elementos y estados de oxidación en la superficie lo hace invaluable en áreas que requieren el control de la composición y las interacciones de la superficie, como la catálisis, el desarrollo de nuevos materiales y el análisis de recubrimientos.(Pratt et al., 1994)

Difracción de rayos X (DRX)

Es una técnica analítica utilizada para estudiar la estructura cristalina de los materiales. Esta técnica se basa en la interacción de los rayos X con los átomos en una red cristalina, permitiendo identificar fases cristalinas, medir el tamaño de los cristales y analizar la orientación de las estructuras cristalinas. La DRX es una herramienta fundamental en la ciencia de materiales, la mineralogía, la química y diversas aplicaciones industriales, ya que proporciona información sobre la estructura y composición de materiales sólidos.

El principio de funcionamiento es la incidencia de rayos X en la muestra de material cristalino, son 4 puntos básicos para comprender el funcionamiento:

- Emisión de Rayos X: Los rayos X de una fuente son dirigidos hacia la muestra. Estos rayos tienen una longitud de onda comparable a las distancias interatómicas en los cristales, lo cual es esencial para que ocurra la difracción.
- Interacción con la Red Cristalina: Cuando los rayos X inciden en el material, interactúan con los átomos de las capas de la red cristalina. Estos átomos actúan como centros de dispersión, dispersando los rayos X en distintas direcciones.

- **Difracción y Ley de Bragg:** Para que los rayos X difractados de distintos planos cristalinos interfieran constructivamente, deben cumplir con la **Ley de Bragg**

$$n\lambda = 2d\sin\theta$$

Ecuación 6: Ley de Bragg.

Donde n es un número entero (orden de la difracción), indica la secuencia de interferencia constructiva en diferentes ordenes, λ es la longitud de onda de los rayos X de la energía de los rayos X y la fuente de que genere dichos rayos, d es la distancia en planos cristalinos y θ es el ángulo de incidencia con respecto al plano de difracción.

Potenciostato

Un potenciostato es un equipo electrónico fundamental para el control de una celda electroquímica de tres electrodos y la ejecución de experimentos electroanalíticos. Su función principal consiste en mantener el potencial del electrodo de trabajo estable respecto al electrodo de referencia, regulando la corriente que circula a través del electrodo auxiliar. Este control se realiza mediante un circuito eléctrico que usualmente está compuesto por varios amplificadores operacionales.

Existen variantes como el bipotenciostato y el polipotenciostato, que permiten controlar dos o más electrodos de trabajo simultáneamente, lo que amplía su capacidad para estudiar sistemas más complejos o múltiples reacciones a la vez.

Este equipo es esencial en los estudios electroquímicos modernos que utilizan sistemas de tres electrodos, permitiendo investigar los mecanismos de reacción asociados con procesos redox y otros fenómenos químicos. Es uno de los primeros ejemplos de instrumentación química, y

los datos generados varían según el tipo de experimento. Por ejemplo, en voltamperometría, se registra la corriente eléctrica (A) en función del potencial eléctrico (V), mientras que en coulombimetría potencioestática se grafican los coulombios totales (carga eléctrica) frente al tiempo, con mediciones intermedias de corriente frente al tiempo para verificar la aproximación a los valores esperados de carga.

Inicialmente, los potencioestatos funcionaban de manera análoga entregando resultados en formato físico, como gráficas impresas. En cambio, los potencioestatos modernos están diseñados para integrarse con computadoras personales y operan mediante software especializado. Este software permite automatizar los experimentos, ajustar rápidamente las condiciones experimentales y procesar los datos con mayor eficacia, rapidez y precisión, superando las limitaciones de los métodos tradicionales (M. S. Dresselhaus I. L. Thomas, 2001).

III. Metodología.

En la Figura 9, se observa un diagrama de flujo de la síntesis de los materiales estudiados.

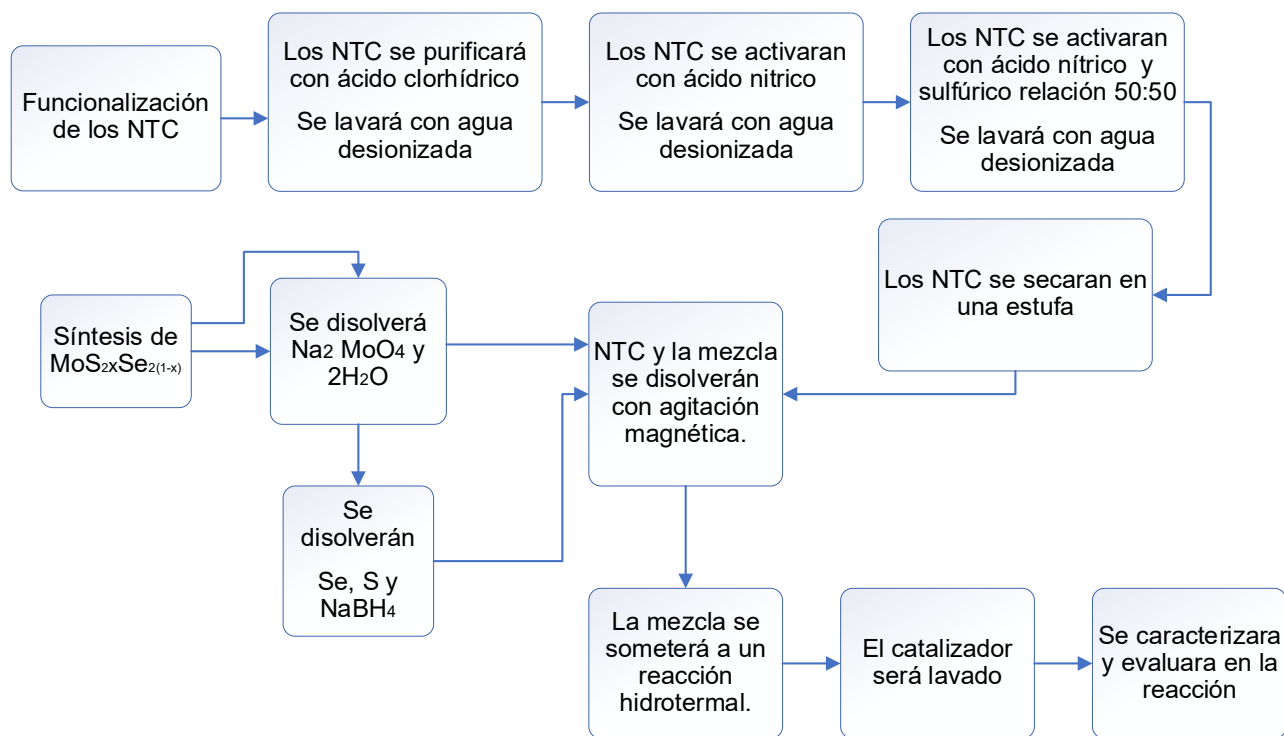


Figura 9: Metodología para las síntesis de MoS₂xSe_{2(1-x)}/NTC.

3.1 Funcionalización de los NTC

La Figura 10, se muestra un diagrama de un flujo de la funcionalización de los nanotubos de carbono.

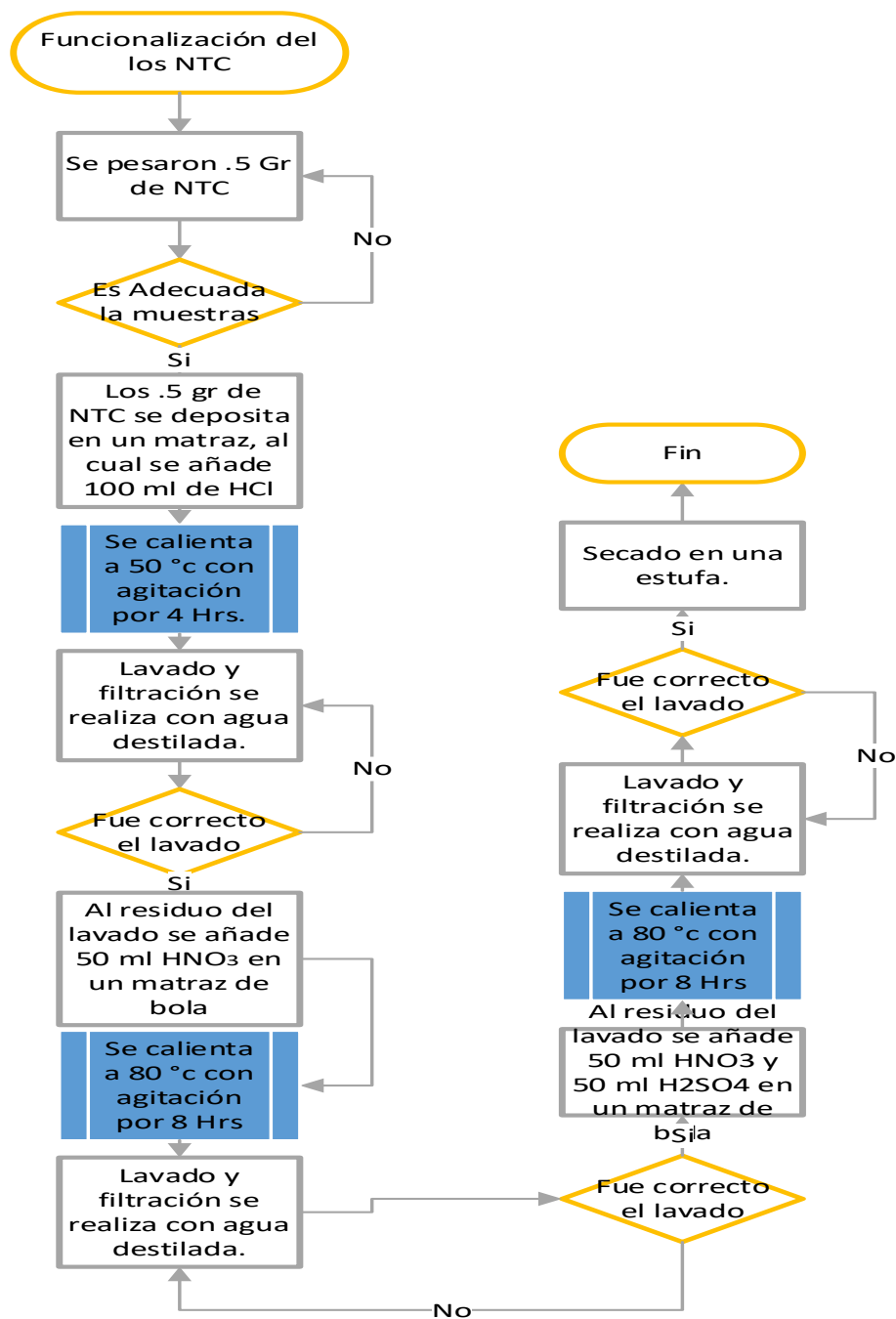


Figura 10: Diagrama de flujo sobre la Funcionalización de los nanotubos de carbono.

En el paso inicial se depositó .5 g de NTC en un matraz con 100 ml de ácido clorhídrico, en agitación magnética a una temperatura de 50 °C durante 4 h. Como se muestra en la Figura 11.

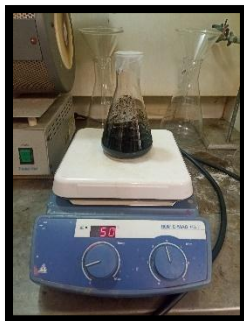


Figura 11: Nanotubos de carbono en ácido clorhídrico grado reactivo en un equipo de agitación magnética a 750 rpm.

A continuación, la solución se filtró y se lavó con agua desionizada para eliminar el exceso de ácido.

En el paso subsecuente, los Nanotubos de carbono (NTC) se depositaron en un matraz con 100 ml de ácido nítrico y esta solución y se mantuvo a reflujo constante durante 8 h con agitación magnética a 80 °C como se muestra en la figura 12.



Figura 12: Funcionalización de nanotubos de carbono con mezcla de ácido sulfúrico y clorhídrico grado reactivo.

En el paso subsecuente, los Nanotubos De Carbono (NTC) se filtraron , se lavaron con agua desionizada y depositaron a reflujo constante con una mezcla de 50 ml de ácido sulfúrico y 50 ml de ácido nítrico durante 8 h a 80 °C para su funcionalización y finalmente los NTC se filtraron, se lavaron con agua desionizada como paso final se secaron en estufa a 100°C para

llevar a cabo la síntesis hidrotermal como se muestra en la figura 13. (Julián López Tinoco et al., 2021).

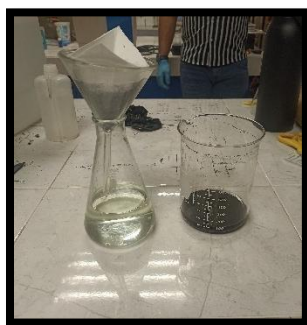


Figura 13: Lavado final de la funcionalización de los nanotubos de carbón, la cual se realizó con agua desionizada.

3.2 Síntesis de Sulfuro de Molibdeno dopado con Selenio /NTC

En la Figura 14 se muestra un diagrama de flujo de la síntesis del sulfoseleniuro de molibdeno.

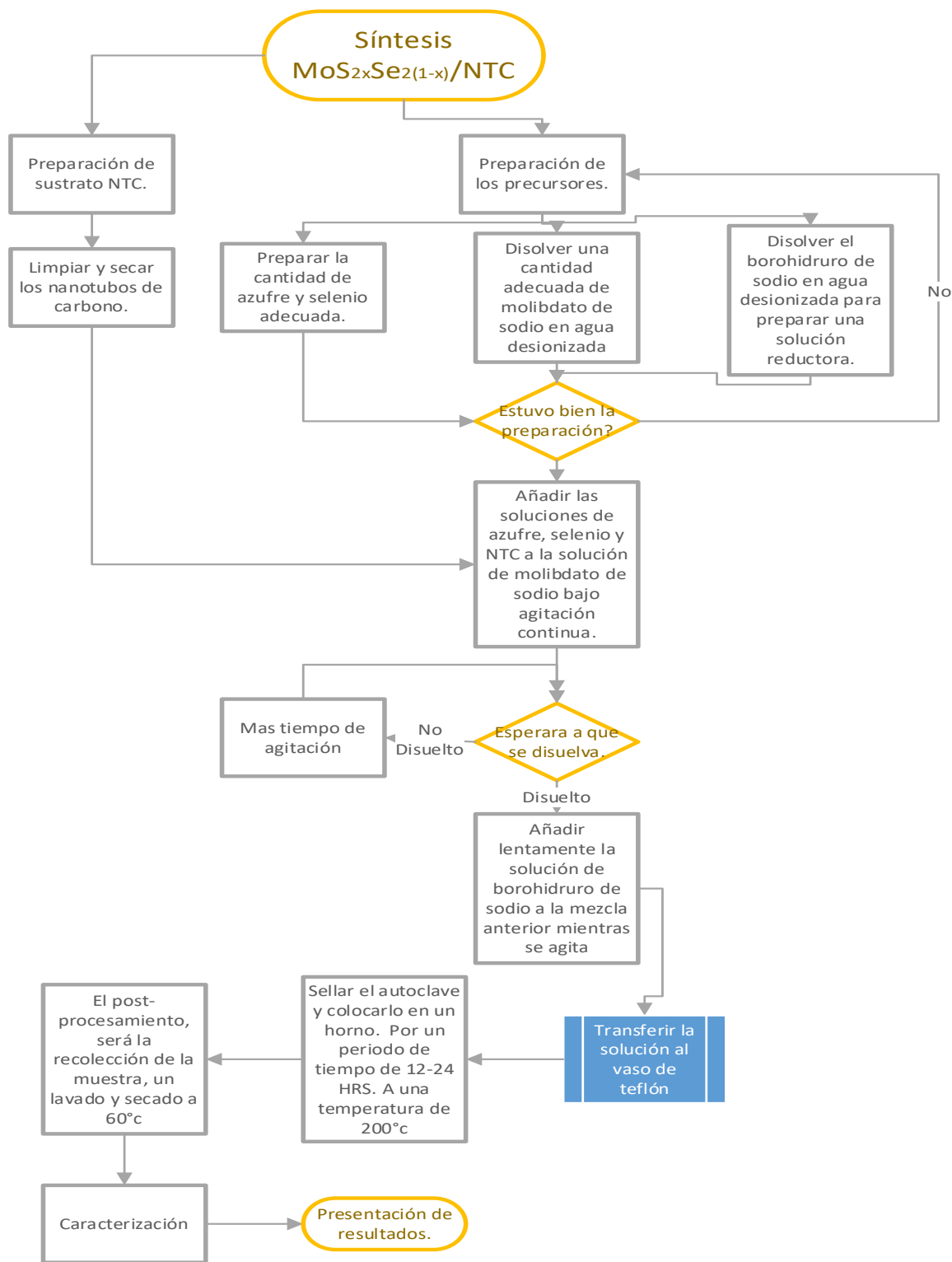


Figura 14: Diagrama de flujo para síntesis del sulfoseleniuros de molibdeno.

En una síntesis típica de Sulfuro de Molibdeno dopado con Selenio /NTC se hará con los siguientes precursores Na_2MoO_4 , Se, S, NTC y NaBH_4 , usando agua destilada como medio de disolución.

Como paso inicial se disolvieron en 20 ml de 2 mmol de Na_2MoO_4 , 2 mmol de Se, 2 mmol de S y 20 % peso de Nanotubos de carbono funcionalizados de relación teórica estequiométrica en agua desionizada usando agitador magnético para generar una solución negra homogénea como se muestran en la Figura 15.



Figura 15: Solución de precursores sobre el equipo de agitación magnética a 750 rpm.

Por otro lado, 2 mmol de $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$, se disolvieron en 20 ml de agua desionizada. Las dos soluciones anteriores se mezclaron mediante sonicación usando el equipo Emerson 20800 durante 10 minutos y posteriormente fueron transferidos a una autoclave de acero inoxidable revestido de teflón de 50 ml y se mantuvieron a 200 °C durante 12 hrs en una estufa, como se pueden apreciar en la figura 16.



Figura 16: Reactor hidrotérmico dentro de la estufa de secado la cual se mantuvo a 200 °C.

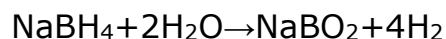
Después se enfriaron hasta temperatura ambiente, lavado con agua desionizada, el producto fue recolectado por centrifugación, posteriormente el producto fue secado a 100 °C por un periodo de 12 horas.

Tabla 1: Cálculos estequiométricos para la formación de MoSSe soportados en NTC, unidades en gramos.

Precursores					Productos			
Na ₂ MoO ₄	S	Se	2 NaBH ₄	NTC	MoSSe	2 NaBO ₂	2 NaOH	3 H ₂
0.41184	0.06412	0.15792	0.605328	0.100	0.47806	0.1316	0.0799942	0.004

Reacciones presentes en el proceso

- Reacción cuando el borohidruro de sodio se combina con agua.



- Reacción cuando combinamos molibdato de sodio con agua. En esta etapa no hay reacción solo hay una disociación.



- Reacción que nos asocia la mezcla de todos los precursores presentes.



- Reacción global para determinar las condiciones de alimentación



Tabla 1: Cálculos estequiométricos para formación MoS₂ soportado en NTC, unidades en gramos.

Precursores				Producto			
Na ₂ MoO ₄	2 S	NaBH ₄	NTC	MoS ₂	3 NaOH	2 NaBO ₂	3 H ₂
0.41184	0.12824	0.302664	0.064028	0.32014	0.2399826	0.123666	0.004

Tabla 2: Cálculos estequiométricos para formación MoSe₂ soportado en NTC, en gramos.

Precursores				Producto			
Na ₂ MoO ₄	2 Se	NaBH ₄	NTC	MoSe ₂	3 NaOH	2 NaBO ₂	3 H ₂
0.41184	0.31584	0.302664	0.101552	0.50776	0.2399826	0.123666	0.004

Diseño del experimento para las pruebas electroquímicas.

Para nuestro proyecto usamos un diseño completamente al azar, se le conoce como de un factor o One Way. Su principal característica esencial es que todas las posibles fuentes de variación o de influencia están controladas y sólo hay efecto del factor en estudio. Nuestro factor de estudio será la variación entre la relación de azufre y selenio, estará conformado por 3 niveles los cuales están descritos en la siguiente tabla, de igual forma se hará un muestreo sin soporte de nanotubos de carbono y solo nanotubos de carbono, las cuales nos servirán como referencia solamente en la evaluación electroquímica

Tabla 3: Propuesta de diseño experimental

Nivel	Relación S/Se	Composición en fórmula
1	100% x S / 0% x Se	MoS ₂ (x =1)/ NCT
2	50% x S / 50% w Se	MoS _{2(.5)} Se _{2(1-.5)} (x ≈ .5)/NTC
3	0% w S / 100% w Se	MoSe ₂ (x =0)/NTC
4	50% x S / 50% w Se	MoS _{2(.5)} Se _{2(1-.5)} (x ≈ .5)
5	Nanotubos de carbono.	Solo Nanotubos de carbono

3.3 Evaluación electroquímica del catalizador

En la Figura 17 se muestra el diagrama de las pruebas electroquímicas realizadas.

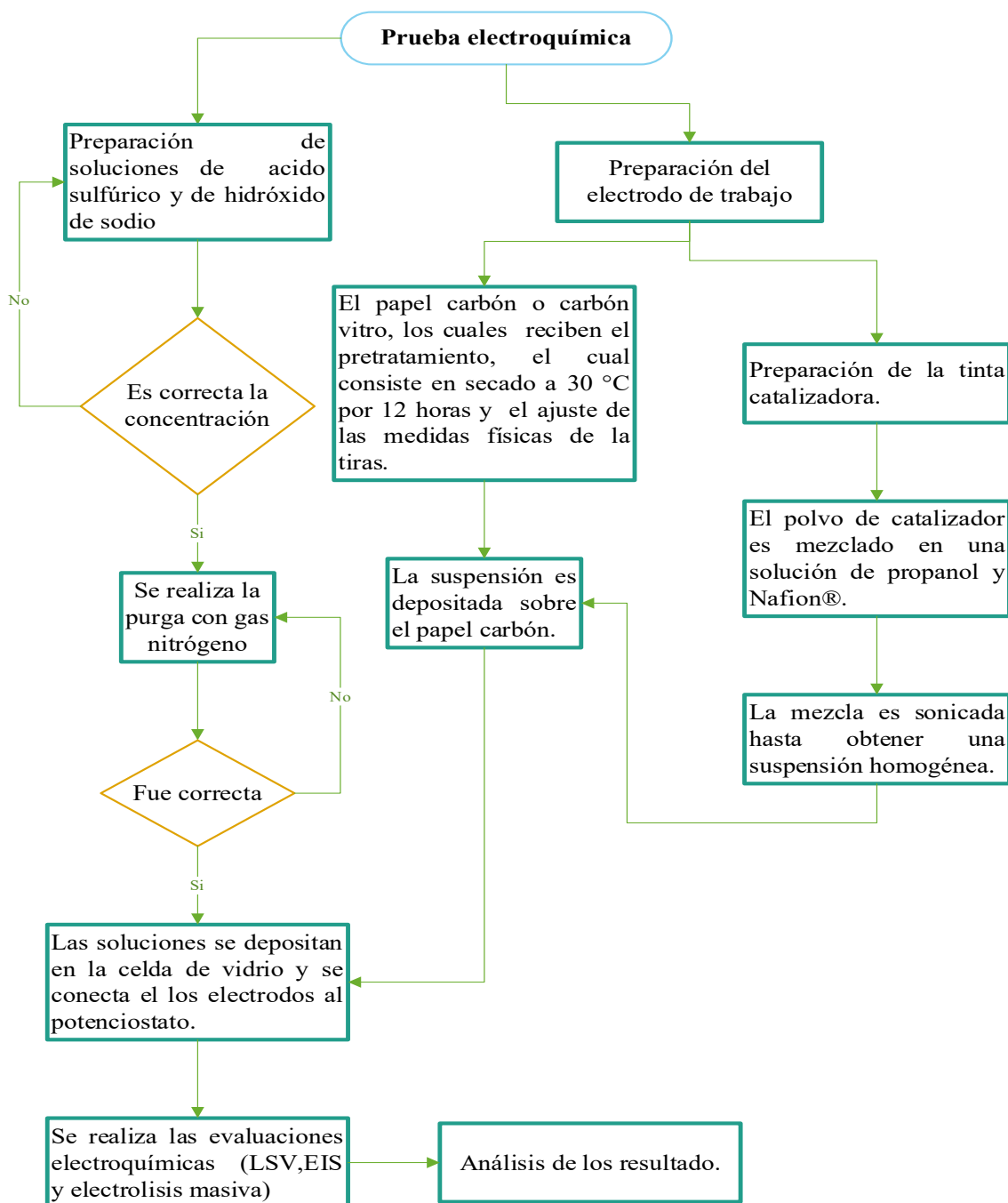


Figura 17: Diagrama de flujo para la caracterización electroquímica.

Preparación de la tinta electrolíticas.

Como paso inicial el catalizador fue pesado (.02 gramos de catalizador), se preparó una de solución nafion al 20% V/V en una mezcla de alcoholes alifáticos.

Los .02 gramos de catalizador se mezcla con 100 μ l nafion al 20%V/V y 5 μ l de alcoholes alifáticos, posteriormente se pasa a la lanza sónica con 21% de amplitud durante 2 minutos y se cercioro que este homogénea la solución.

Posterior a ese paso se mezcla fue depositado en el electrodo de carbón vitro la cantidad de 6 microlitros con una micropipeta, como se muestra en la imagen en la Figura 18. Con este paso queda preparado en electrodo de trabajo.

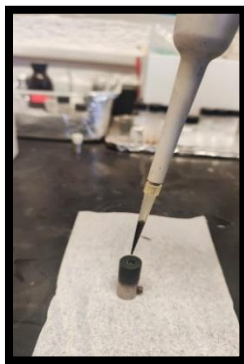


Figura 18: Deposito del catalizador sobre el electrodo de carbón vitro.

El paso final es colocar el electrodo en la celda electrolítica, donde se encuentran el contraelectrodo y el electrodo de referencia (Platino). Como se muestra en la figura 19. Dicho arreglo permite realizar las mediciones correspondientes, los pasos se repiten para cada catalizador que se evaluaron.

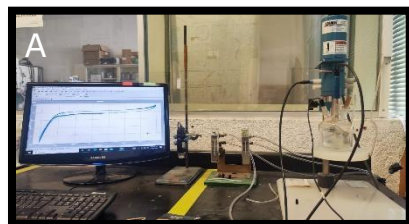


Figura 19: Figura A laboratorio de caracterización electroquímica, Figura B celda electrolítica montada sobre el soporte rotativo del equipo de caracterización electroquímico.

IV Resultados y discusión

4.1 Microscopía electrónica de barrido de los materiales

El análisis se llevó a cabo utilizando un microscopio electrónico de la marca , modelo SU8230, equipado con un detector Bruker modelo XFlash 6160. Este equipo permitió realizar espectroscopia de rayos X dispersiva (EDS) y microscopía electrónica de transmisión de barrido (STEM).

Las propiedades morfológicas de los materiales y la presencia de sulfuro de molibdeno se estudiaron mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) y microscopía electrónica de transmisión de barrido (STEM) .

Para el análisis, las muestras, debido a su estructura sólida, se diluyeron en alcohol etílico al 70 % V/V.

Microscopía electrónica de barrido del material MoSSe

En la figura 20 se presenta una micrografía del compuesto sintetizado (MoSSe/NTC) mediante el método hidrotermal. En la sección C de la figura, se observa que las superficies son rugosas y exhiben una topografía irregular, con características tubulares asociadas a los nanotubos de carbono (NTC). Por otro lado, la sección B muestra un aglomerado amorfo con formaciones similares a tubos salientes.

Finalmente, las secciones D y E evidencian la dispersión del compuesto sobre la rejilla, reflejando que una gran parte de las partículas presenta comportamientos similares.

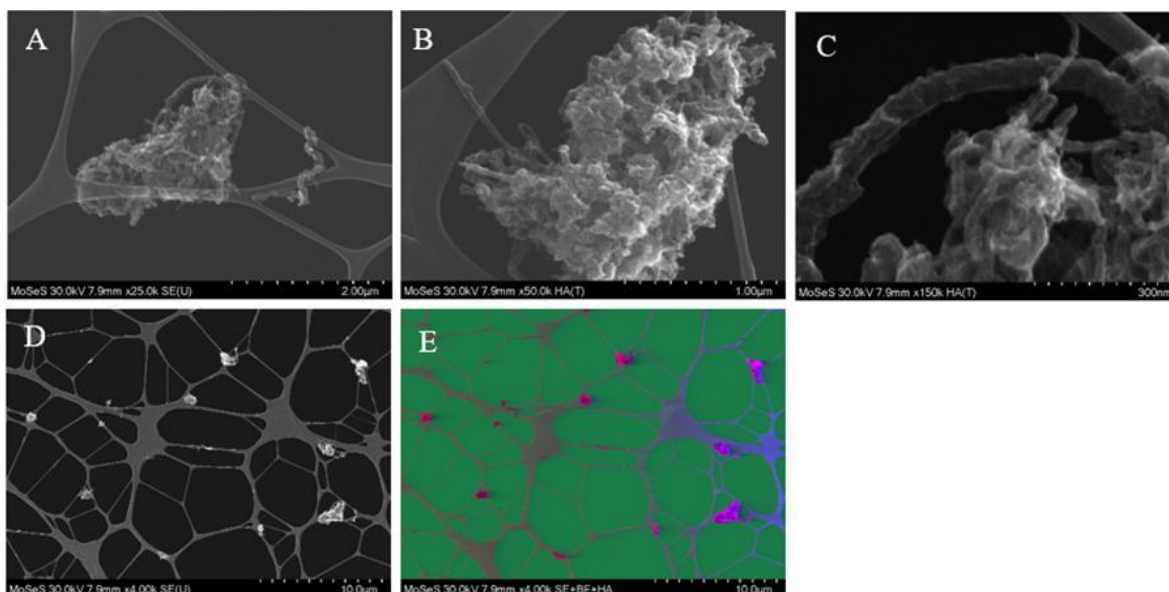


Figura 20: Morfología del compuesto MoSSe. (A) Micrografía SEM obtenida con electrones secundarios (SE) a 30 kV, con un aumento correspondiente a 3 μm de escala. (B) Micrografía SEM obtenida mediante electrones transmitidos a 30 kV, con detección en ángulo alto (HA), y una escala de 1 μm . (C) Misma técnica que en (B), con modificación del aumento a una escala de 300 nm. (D) Micrografía SEM obtenida mediante electrones secundarios (SE) a 30 kV, con una escala de 10 μm . (E) Micrografía SEM obtenida mediante electrones secundarios, electrones transmitidos en ángulo alto y campo brillante (BFSTEM), a 30 kV, con una escala de 3 μm . Todas las imágenes fueron adquiridas a 30 kV.

En la figura 21 se muestra un Análisis morfológico y de mapeo elemental del compuesto MoSSe/NTC mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) y espectroscopía de dispersión de energía de rayos X (EDS). (A) Micrografía SEM obtenida con electrones secundarios (SE) a 30 kV y una magnificación de 15000 $\times$, donde se observa un aglomerado de partículas depositado sobre un soporte fibroso (nanotubos de carbono). (B) Imagen superpuesta SEM-EDS que muestra la distribución elemental de Azufre (verde), Selenio (azul), Carbono (rojo) y Molibdeno (Amarillo). (C-E) Mapas elementales individuales correspondientes a: (D) Molibdeno (Mo), distribuido homogéneamente en todo el aglomerado, (E) Selenio (Se), con una distribución también uniforme, (C) Carbono (C), claramente asociado al fondo y al soporte, correspondiente a los nanotubos de carbono (NTC) y (F) Azufre (S) con una distribución homogénea. Lo cual

es corroborado con la tabla 5 destacando al carbono como elemento principal.

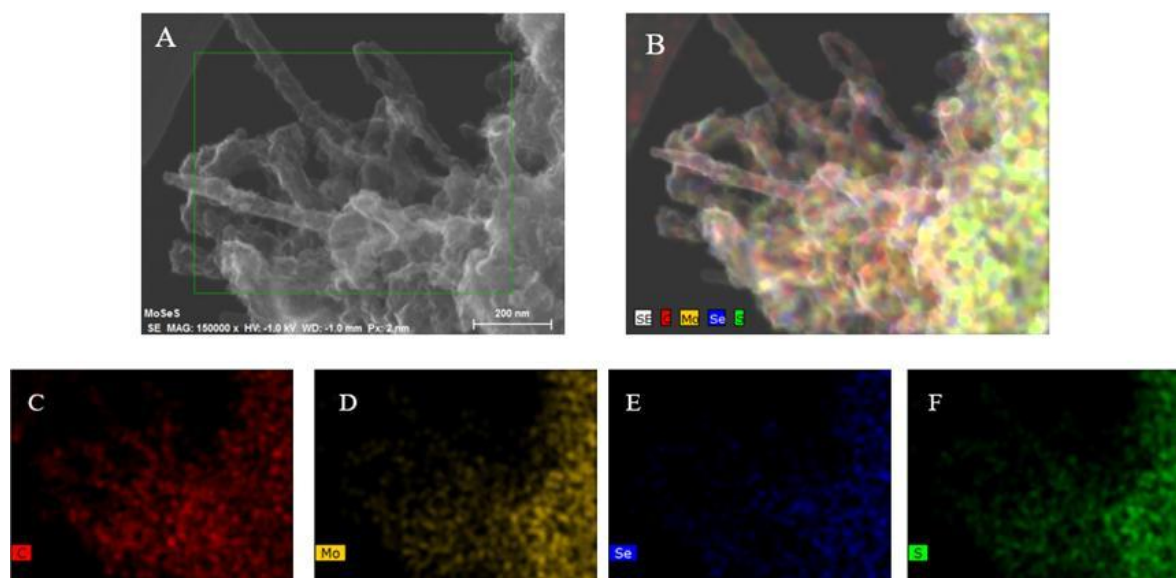


Figura 21: Análisis morfológico y de mapeo elemental del compuesto MoSSe/NTC mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) y espectroscopía de dispersión de energía de rayos X (EDS). (A) Micrografía SEM obtenida con electrones secundarios (SE) a 30 kV y una escala de 200 nm. (B) Imagen superpuesta de la sección (A) con condiciones iguales. (C a F) Mapas elementales individuales del catalizador.

Tabla 4: Composición elemental del compuesto MoSSe/NTC

Elemento	% Masa	% Atómico
Carbono	80.22	96.33
Sodio	0.88	0.5
Selenio	4.54	0.83
Molibdeno	13.89	2.09
Azufre	0.55	0.25

Microscopía electrónica de barrido del material MoSe

En la figura 22 se presenta una micrografía del compuesto sintetizado (MoSe/NTC) mediante el método hidrotermal. En la sección C de la imagen se observa que las superficies presentan rugosidad y una topografía no plana, con características tubulares asociadas a los nanotubos de carbono (NTC). La sección B muestra un aglomerado

amorfo con formaciones de tubos sobresalientes. Por otro lado, las secciones D y E evidencian la dispersión del compuesto sobre la rejilla, indicando que una gran parte de las partículas exhiben comportamientos similares, aunque podemos observar que hay formaciones grandes de NTC. Cabe destacar que la distribución del compuesto MoSe guarda gran similitud con la del compuesto MoSSe.

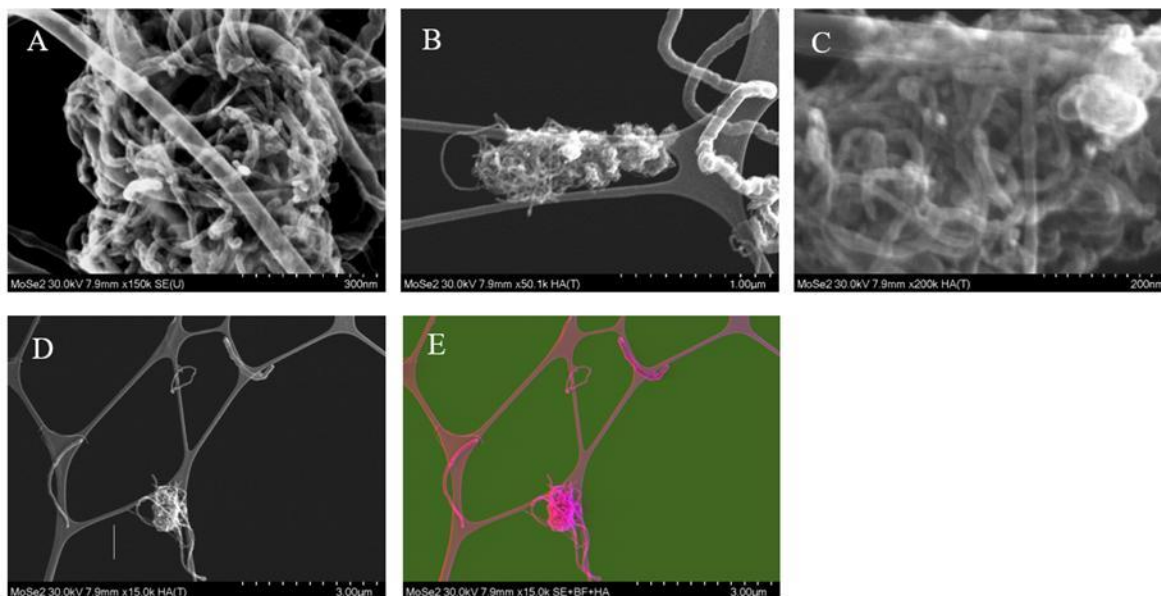


Figura 22: Micrografías del compuesto MoSe/NTC. (A) Micrografía SEM obtenida con electrones secundarios (SE) a 30 kV, con un aumento correspondiente a 300 nm de escala. (B) Micrografía SEM obtenida mediante electrones transmitidos a 30 kV, con detección en ángulo alto (HA), y una escala de 1 μ m. (C) Misma técnica que en (B), con modificación del aumento a una escala de 200 nm. (D) Micrografía SEM obtenida mediante electrones transmitidos en ángulo alto a 30 kV, con una escala de 3 μ m. (E) Micrografía SEM obtenida mediante electrones secundarios, electrones transmitidos en ángulo alto y campo brillante (BFSTEM), a 30 kV, con una escala de 3 μ m. Todas las imágenes fueron adquiridas a 30 kV.

En la figura 23 se muestran un análisis morfológico y la distribución elemental del compuesto MoSe₂/NTC mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) y espectroscopía de dispersión de energía de rayos X (EDS). Sección A Micrografía SEM obtenida con electrones secundarios (SE) a 30 kV y una magnificación de 20,000 $\times$, donde se observa un aglomerado de partículas depositado sobre un soporte fibroso (posiblemente nanotubos de carbono). Sección (B) Imagen superpuesta SEM-EDS que muestra la distribución elemental de Mo (verde), Se (azul)

y C (rojo). (C-E) Mapas elementales individuales correspondientes a: (C) Molibdeno (Mo), distribuido homogéneamente en todo el aglomerado, (D) Selenio (Se), con una distribución también uniforme, (E) Carbono (C), claramente asociado al fondo y al soporte, correspondiente a los nanotubos de carbono (NTC).

Por otro lado, en la tabla 6 se muestra el porcentaje elemental de la muestra, destacando que el carbono es el elemento más abundante.

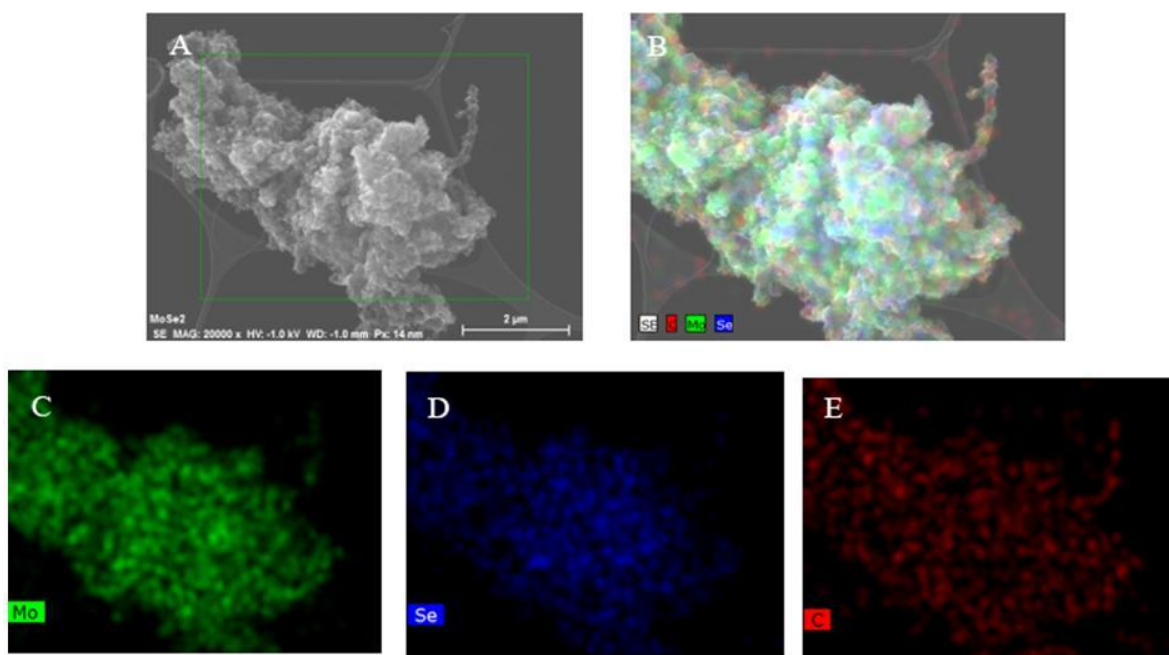


Figura 23: Análisis morfológico y de mapeo elemental del compuesto MoSe/NTC mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) y espectroscopía de dispersión de energía de rayos X (EDS). (A) Micrografía SEM obtenida con electrones secundarios (SE) a 30 kV y una escala de 2 μm . (B) Imagen superpuesta de la sección (A) con condiciones iguales. (C a E) Mapas elementales individuales del catalizador.

Tabla 5: Composición elemental del compuesto MoSe/NTC.

Elemento	% Masa	% Atómico
Carbono	43.47	71
Oxígeno	16.45	20.17
Selenio	14.52	3.61
Molibdeno	25.55	5.22

Microscopía electrónica de barrido del material MoS₂

En la figura 24 se presentan una serie de micrografías correspondientes al MoS₂, donde es posible observar estructuras con morfología tubular, destacándose en la sección C. La distribución de los nanotubos de carbono muestra cierta aglomeración; sin embargo, en las secciones A y B se identifican formaciones más grandes con forma de tubo. Además, las diferentes coloraciones visibles en las micrografías sugieren una distribución heterogénea de los elementos molibdeno y azufre en la muestra.

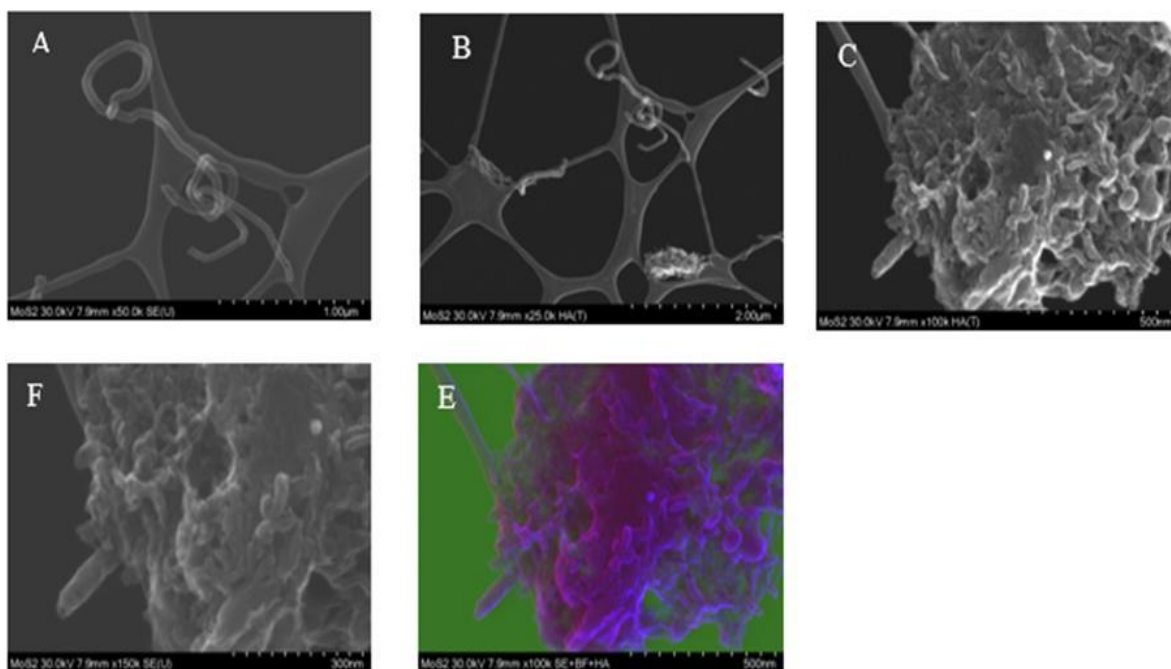


Figura 24: Morfología del compuesto MoS₂ / NTC. (A) Micrografía SEM obtenida con electrones secundarios (SE) a 30 kV, con un aumento correspondiente a 1 µm de escala. (B) Micrografía SEM obtenida mediante electrones transmitidos a 30 kV, con detección en ángulo alto (HA), y una escala de 2 µm. (C) Misma técnica que en (B), con modificación del aumento a una escala de 500 nm. (F) Micrografía SEM obtenida mediante electrones secundarios (SE) a 30 kV, con una escala de 300 nm. (E) Micrografía SEM obtenida mediante electrones secundarios, electrones transmitidos en ángulo alto y campo brillante (BFSTEM), a 30 kV, con una escala de 500 µm. Todas las imágenes fueron adquiridas a 30 kV.

En la figura 25 se muestran un análisis morfológico y la distribución elemental del compuesto MoS₂/NTC mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) y espectroscopía de dispersión de energía de rayos X (EDS). Sección A Micrografía SEM obtenida con electrones secundarios (SE) a 30 kV y una magnificación de 10,000 ×, donde se observa un aglomerado de partículas depositado sobre un soporte fibroso (nanotubos de carbono). Sección (B) Imagen superpuesta SEM-EDS que muestra la distribución elemental de Mo (verde), C (azul) y S (rojo). (C-E) Mapas elementales individuales correspondientes a: (C) Carbono (C), distribuido homogéneamente en todo el aglomerado claramente asociado al fondo y al soporte, correspondiente a los nanotubos de carbono (NTC), (D) Azufre, con una distribución también uniforme, aunque en muy baja concentración, (E) Molibdeno (Mo) de manera similar que el azufre, baja concentración. Los datos los podemos corroborar con la tabla 7.

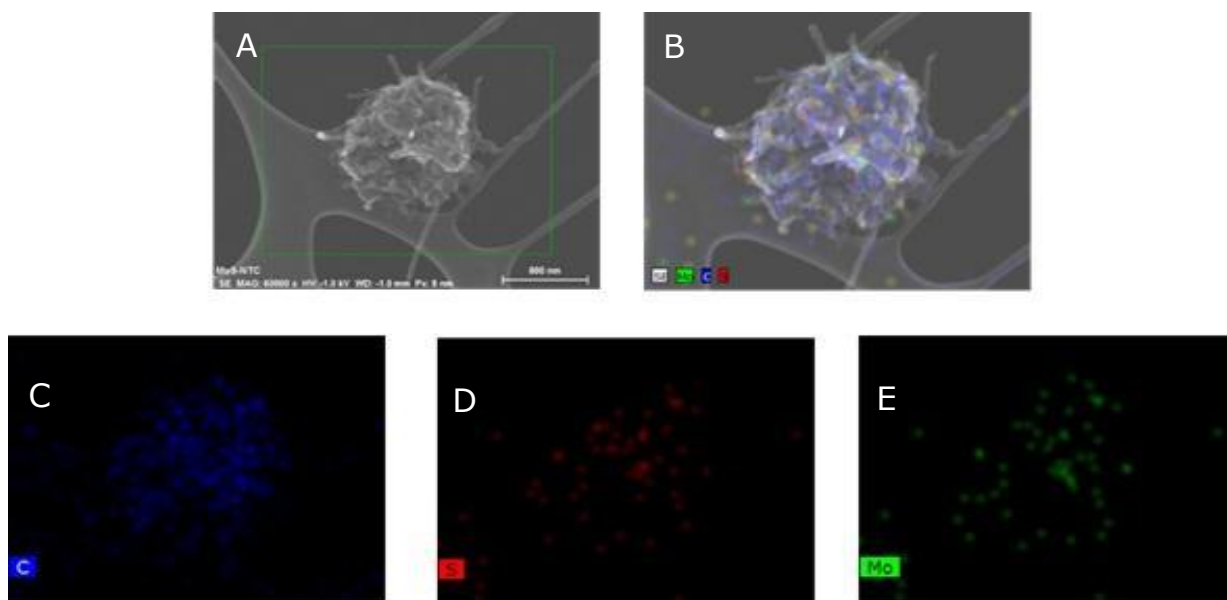


Figura: 25 Análisis morfológico y de mapeo elemental del compuesto MoS_2/NTC mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) y espectroscopía de dispersión de energía de rayos X (EDS). (A) Micrografía SEM obtenida con electrones secundarios (SE), con una escala de 300 nm. (B) Imagen superpuesta de la sección (A) con condiciones iguales. (C a E) Mapas elementales individuales del catalizador.

Tabla 6: Composición elemental del compuesto MoS_2/NTC

Elemento	% Masa	% Atómico
Carbono	77.5	83
Oxígeno	20.7	16.71
Azufre	0.26	0.1
Molibdeno	1.42	0.19

4.2 Espectroscopía de Fotoelectrones de rayos X (XPS).

Para el estudio de la superficie de los materiales se utilizó un equipo de marca SPECS equipado con un analizador de energía hemisférica PHOIBOS® 150 W, compuesto por cuatro etapas:

1. Cámara de introducción de muestras.
2. Cámara de transferencia.

3. Cámara de tratamiento de materiales a alta presión.

4. Cámara de análisis de materiales.

El sistema cuenta con dos fuentes de rayos X: una con ánodo dual de aluminio (Al K α , 1486.6 eV) y magnesio (Mg K α , 1253.6 eV), y otra exclusiva de aluminio (Al). Las mediciones se realizaron en condiciones de alto vacío (presión < 10⁻⁷ Pa) y alto voltaje (15 kV), manteniendo una atmósfera inerte y controlada durante los análisis.

En la Figura 26 se presenta el espectro obtenido de la medición de la nanoestructura MoSSe/NTC, abarcando un conteo general de 1300 a 0 eV. En este espectro se destacan cuatro picos principales: O 1s, C 1s, Mo 3d, Se 3/2 y S 2p.

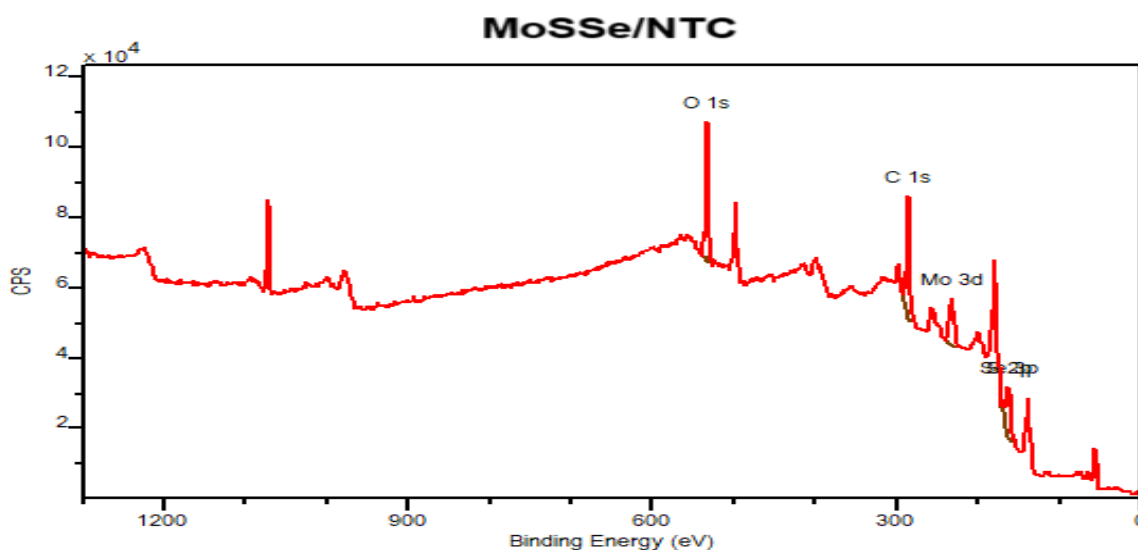


Figura 26: El espectro general de XPS del compuesto MoSSe/NTC muestra señales características correspondientes a los elementos constituyentes del sistema híbrido. Se observa un pico intenso en la región de enlace de O 1s (532 eV), el cual puede asociarse a la presencia de oxígeno superficial, posiblemente debido a la adsorción de especies oxigenadas o a una ligera oxidación del material. El pico correspondiente a C 1s (285 eV) se atribuye a los nanotubos de carbono (NTC), confirmando su presencia como soporte. Adicionalmente, se detectan señales correspondientes a Mo 3d (229–233 eV), S 2p (162 eV), Se 3d (55.5), indicando la correcta incorporación del disulfuro de molibdeno en el sistema. La presencia simultánea de estos elementos confirma la formación del material híbrido MoSSe/NTC.

Se muestran en figura 27 un espectro de alta resolución y se analizan los picos correspondientes a cada sección.

Sección Mo3d: En esta sección, los picos observados se pueden asociar principalmente con dos compuestos: el Trióxido de Molibdeno (MoO_3) y el Disulfuro de Molibdeno (MoS_2). Estos compuestos son coherentes con lo esperado según la literatura. La presencia de MoO_3 podría indicar alguna oxidación parcial del molibdeno, mientras que MoS_2 es el compuesto deseado en la estructura del catalizador.

Sección S2p: En esta sección, los picos se asocian principalmente con el Disulfuro de Molibdeno (MoS_2) y el Dióxido de Azufre (SO_2). La presencia de SO_2 sugiere que la reducción de los precursores ha sido exitosa, lo que es indicativo de una buena conversión en el proceso de síntesis.

Sección Se3d: El pico principal en esta sección, situado en 55.244 eV para Se $3d_{5/2}$, está dentro del rango esperado para el selenio en MoSSe ($\sim 54.5\text{--}55.5$ eV). Esto indica que el selenio está mayormente integrado en la estructura del catalizador, lo cual es una confirmación positiva de la incorporación efectiva del selenio en la nanoestructura.

Sección C1s. En la sección C1s, los picos se asocian principalmente con el grafito, lo cual es esperado dado que el soporte del catalizador es nanotubo de carbono (CNT). Además, se observa la presencia de compuestos carboxílicos y carbonilos, lo cual sugiere que pueden existir grupos funcionales en la superficie de los nanotubos, lo que podría influir en la interacción con el catalizador.

Sección O1s. Finalmente, en la sección O1s se destacan picos asociados con O-C, O en MoS_2 hidratado y MoO_2 . La presencia de oxígeno podría deberse a la oxidación parcial del catalizador o a impurezas superficiales, lo que puede ser un factor relevante a la hora de evaluar la estabilidad y

la actividad del catalizador.(Congli Zhen,a Bin Zhang,a Yuhong Zhou,a Yunchen Dua and Ping Xua, 2020)

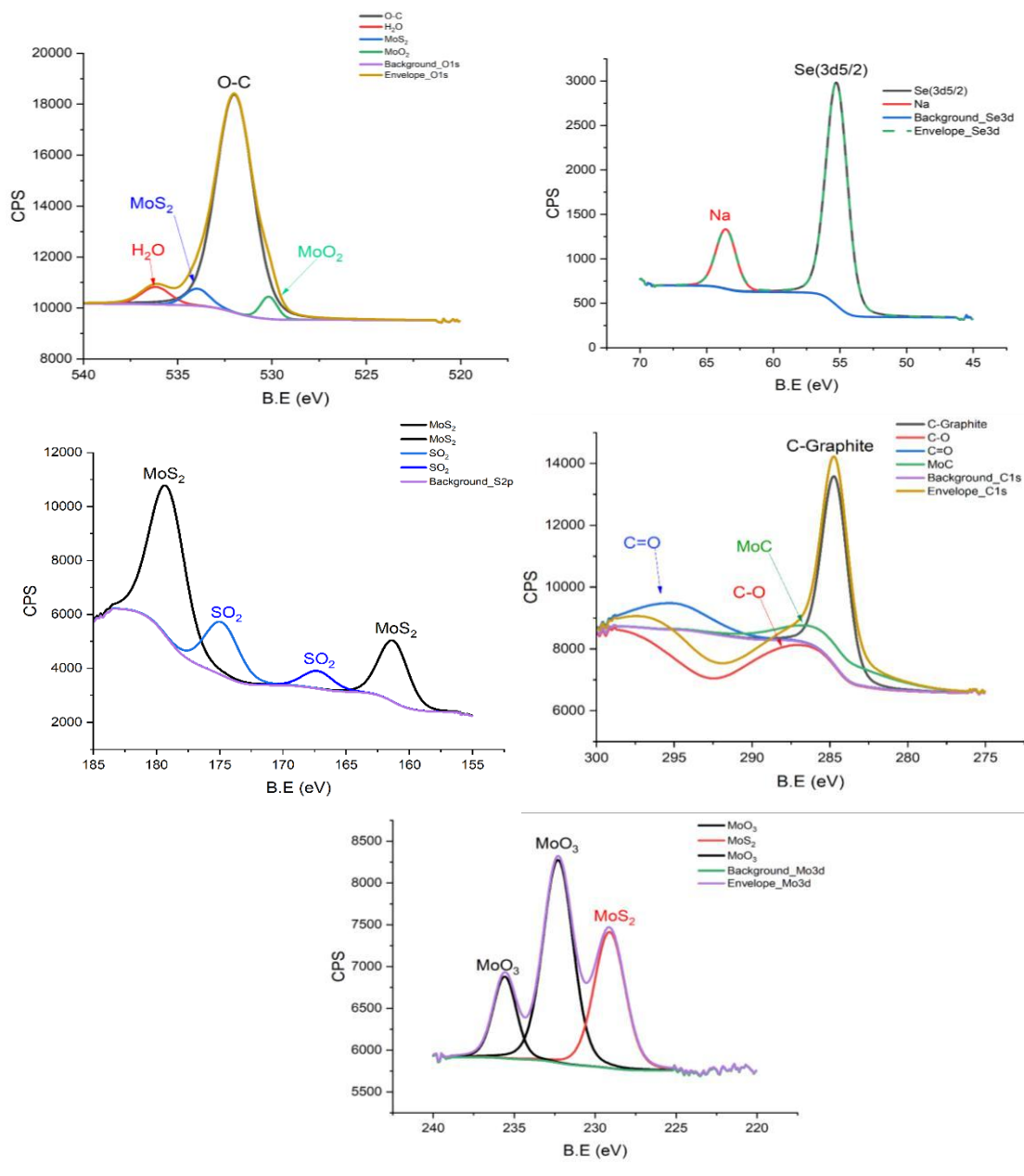


Figura 27: Espectro de alta resolución de $\text{Sp}2$, $\text{Mo}3d$, $\text{Se}3d$, $\text{O}1s$, $\text{C}1s$.

En la Figura 28 se presenta el espectro obtenido de la medición de la nanoestructura MoS₂/NTC, abarcando un rango de energía de 1300 a 0 eV.

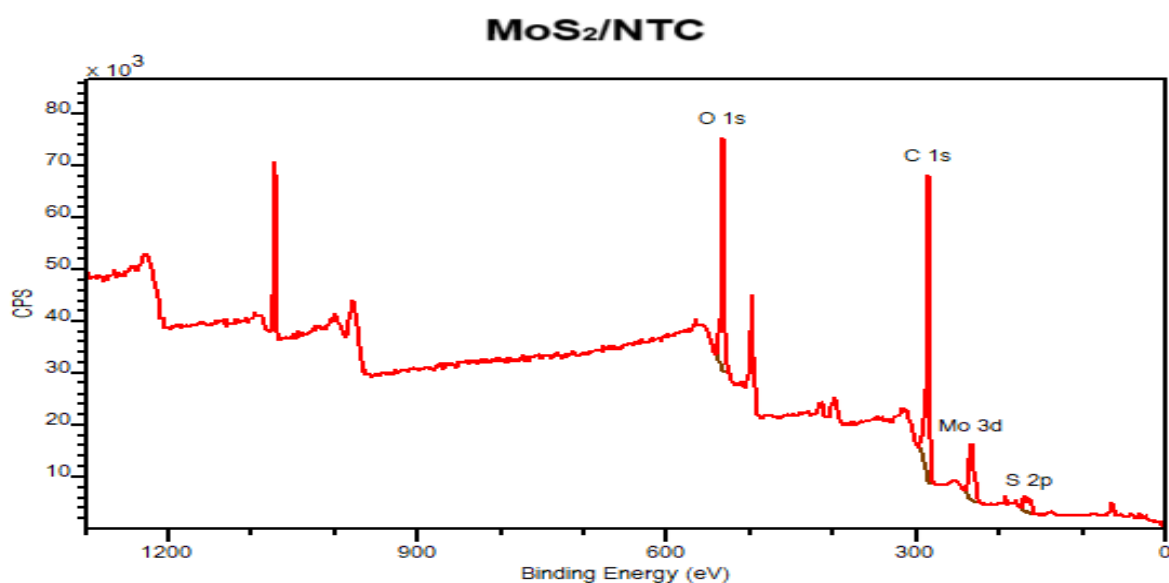


Figura 28: El espectro general de XPS del compuesto MoS₂/NTC muestra señales características correspondientes a los elementos constituyentes del sistema híbrido. Se observa un pico intenso en la región de enlace de O 1s (~532 eV), el cual puede asociarse a la presencia de oxígeno superficial, posiblemente debido a la adsorción de especies oxigenadas o a una ligera oxidación del material. El pico correspondiente a C 1s (~285 eV) se atribuye a los nanotubos de carbono (NTC), confirmando su presencia como soporte. Adicionalmente, se detectan señales correspondientes a Mo 3d (~229–233 eV) y S 2p (~162 eV), características del MoS₂, indicando la correcta incorporación del disulfuro de molibdeno en el sistema. La presencia simultánea de estos elementos confirma la formación del material híbrido MoS₂/NTC. Estos resultados sugieren una posible interacción entre MoS₂ y los NTC, lo que podría modificar el entorno electrónico de los sitios activos, impactando favorablemente en la actividad catalítica del material

En la Figura 29 observamos espectro de alta resolución donde se destacan cuatro picos principales: Mo3d, S2p, O1s y C1s. A continuación, se analizan los picos correspondientes a cada sección:

Sección Mo3d: Los picos observados pueden asociarse principalmente a dos compuestos: trióxido de molibdeno (MoO₃) y disulfuro de molibdeno (MoS₂). Estos compuestos son coherentes con la síntesis realizada, siendo el disulfuro de molibdeno el compuesto deseado.

Sección S2p: Los picos pueden asociarse a cuatro compuestos principales: disulfuro de molibdeno (MoS_2), sulfuro de sodio (Na_2S) y sulfuro de dimetilo ($\text{C}_2\text{H}_6\text{S}$). La presencia de estos sulfuros es consistente con la síntesis, destacando el disulfuro de molibdeno como el compuesto objetivo.

Sección C1s: Los picos detectados corresponden principalmente a grafito, acetato de sodio y disulfuro de molibdeno (MoS_2). Tanto el grafito como

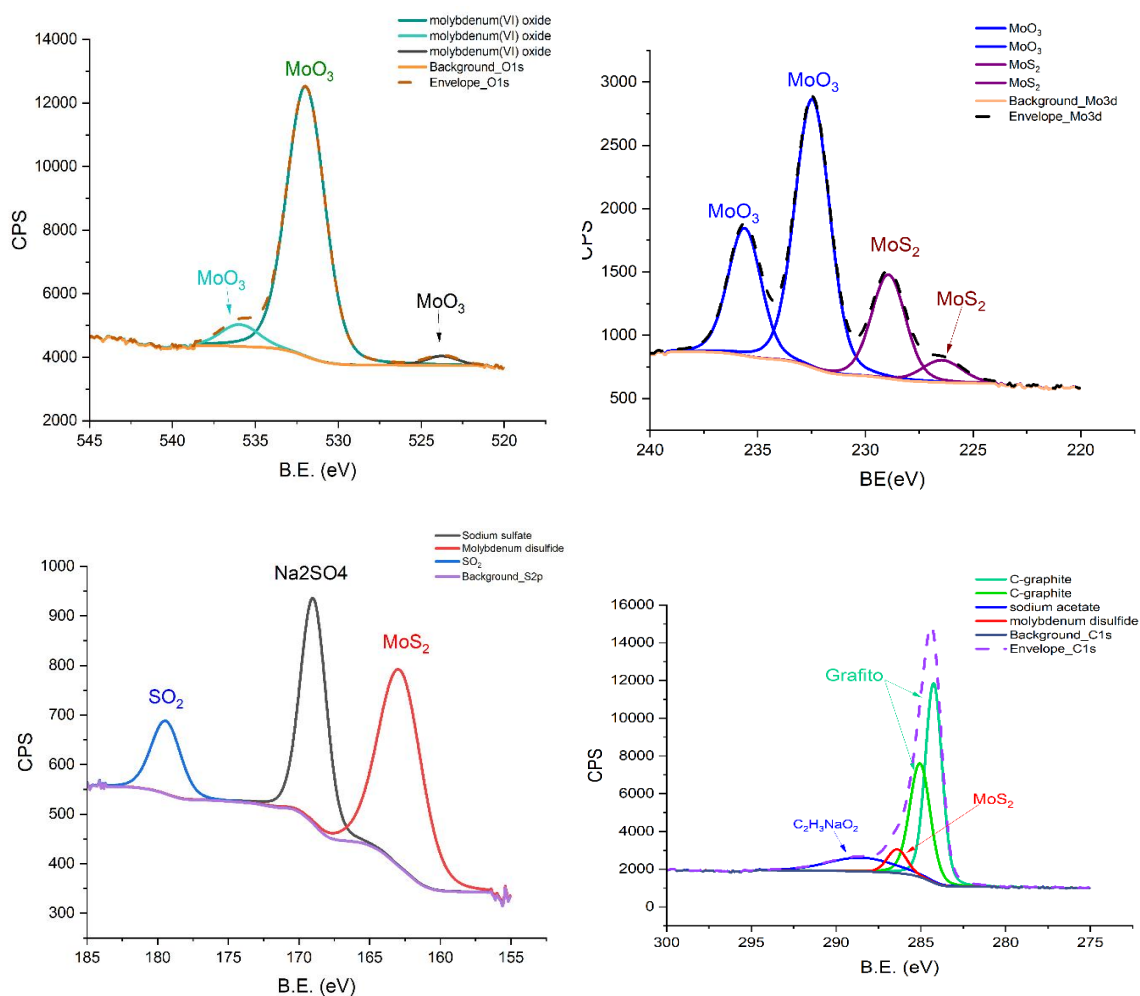


Figura 29: Espectro de alta resolución de $\text{Sp}2$, $\text{Mo}3d$, $\text{O}1s$, $\text{C}1s$.

el disulfuro de molibdeno son compuestos deseados, mientras que el acetato de sodio es considerado una impureza del catalizador. (Mohammed Mukarram Ahmed Ansari et al., 2019)

O1s: El pico presente en esta región se asocia con la formación de óxido de molibdeno (MoO_3).

En la Figura 30 se presenta el espectro obtenido de la medición de la nanoestructura MoSe_2/NTC , abarcando un rango de energía de 1300 a 0 eV. En este espectro se destacan cuatro picos principales: Mo3d, Se3p, O1s y C1s.

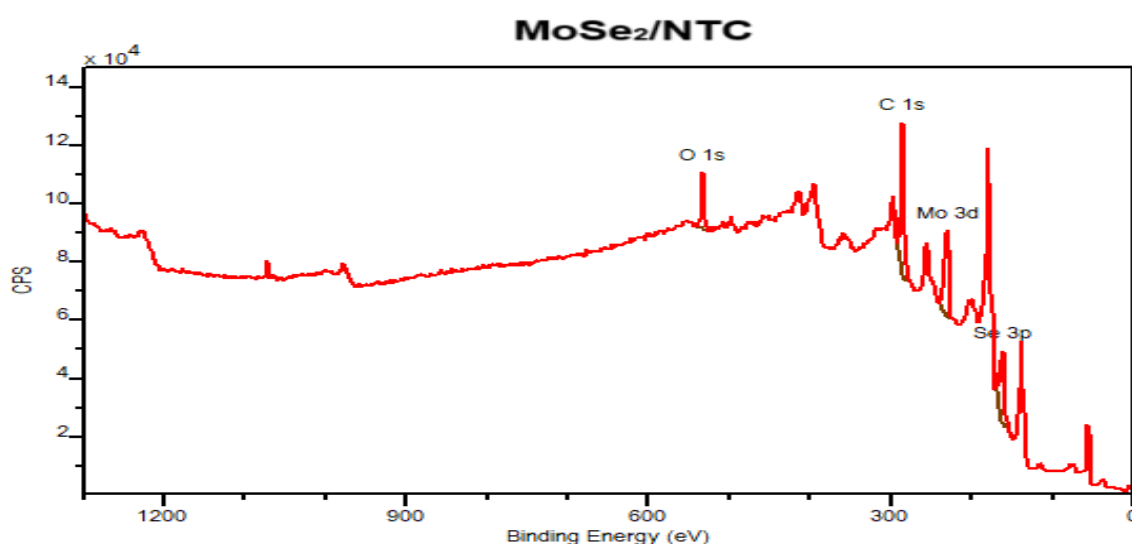


Figura 30: El espectro general de XPS del compuesto MoSe_2/NTC revela señales características de los elementos constituyentes del sistema híbrido. Se identifica un pico intenso en la región de enlace correspondiente al O 1s (~ 532 eV), el cual puede asociarse a la presencia de oxígeno superficial, posiblemente debido a la adsorción de especies oxigenadas o a una ligera oxidación del material. La señal en ~ 285 eV, atribuida al C 1s, confirma la presencia de los nanotubos de carbono (NTC) como soporte estructural. Asimismo, se detectan picos correspondientes a Mo 3d (229–233 eV) y Se 3d (~ 55.2 eV), lo que indica la incorporación efectiva de Mo y Se en el sistema. La detección simultánea de estos elementos confirma la formación exitosa del material híbrido MoSe_2/NTC .

A continuación, se analizan los picos correspondientes a cada sección lo cual podemos apreciar en la Figura 31:

Sección Mo3d: Los picos observados pueden asociarse principalmente a cuatro elementos: óxidos de molibdeno con una valencia de 6+, lo cual es común en la síntesis del seleniuro de molibdeno; sulfuro de molibdeno,

lo que sugiere una posible contaminación; y molibdeno con un corrimiento en su banda de 5 eV.

Sección Se3d: Los picos pueden atribuirse a dióxido de selenio (SeO_2 , 4+) y a selenio con un corrimiento en su banda, lo cual se asocia con las señales características de Se $3d_{5/2}$ y Se $3d_{3/2}$, típicas en la síntesis de este material.

Sección C1s: Los picos observados corresponden al grafito, lo que indica la presencia de los nanotubos de carbono utilizados como soporte en la estructura.

Sección O1s: El pico detectado en la medición se asocia a la presencia de especies metóxidos. (Ali Eftekhari, 2016)

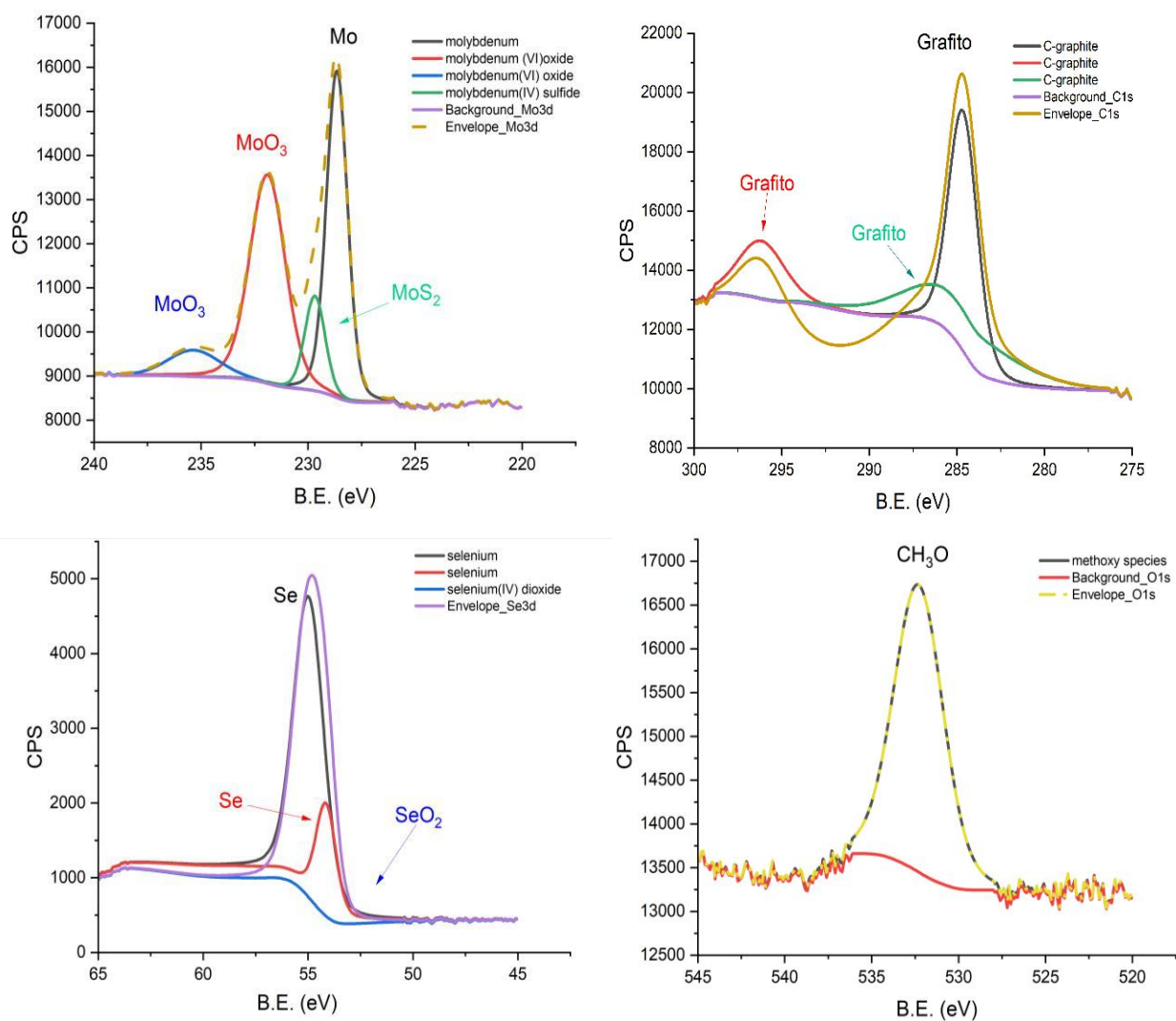


Figura 31: Espectro de alta resolución de Mo3d , Se3d , O1s , C1s .

4.3 Difracción de rayos X (DRX)

En la figura 32 se muestra una comparación de los difractogramas, en los cuales se observan tres picos etiquetados como (100), (103) y (110), correspondientes a planos cristalográficos típicos de las fases 2H de disulfuros y diseleniuros de molibdeno. La muestra de MoSSe presenta sus picos en posiciones intermedias entre MoS₂ y MoSe₂, lo que sugiere la posible formación de una solución sólida o fase intermedia (MoSSe) con una distribución mixta de S y Se en la estructura.

Asimismo, se observa que las respuestas son planas, lo que puede interpretarse como la presencia de estructuras poco cristalinas, posiblemente debido a la interacción con los nanotubos de carbono (Hou et al., 2020).

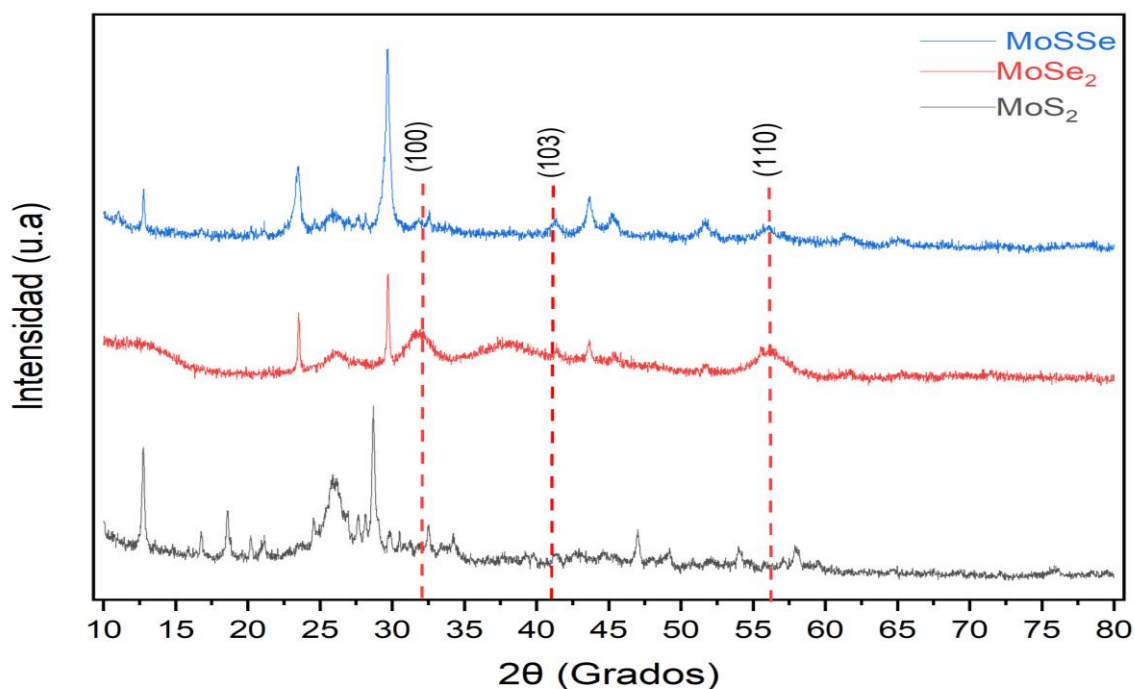


Figura 32. Patrones de difracción de rayos X (DRX) de los compuestos MoSSe/NTC, MoSe₂/NTC y MoS₂/NTC. La caracterización se realizó utilizando un difractómetro de la marca Rigaku, modelo Ultima IV, empleando un tubo de rayos X con ánodo de cobre (Cu) y una longitud de onda de

1.5406 Å ($K\alpha_1$). El escaneo se llevó a cabo con un paso de 0.02173° en un rango de 2 θ de 10.00° a 80.00°.

En la Figura 33 se presentan los patrones de difracción de rayos X (DRX) correspondientes a los distintos materiales analizados: seleniuro de molibdeno (MoSe_2), sulfoseleniuro de molibdeno (MoSSe), sulfuro de molibdeno (MoS_2) y nanotubos de carbono (NTC). A partir de estos patrones, se pueden destacar dos aspectos clave:

Fases cristalinas

- El patrón de difracción del compuesto MoSe_2 exhibe picos bien definidos en posiciones específicas, lo que indica la presencia de fases cristalinas. Se observan reflejos característicos en las posiciones correspondientes a los planos (002), (004), (006) y (008), propios de la estructura tipo 2H del seleniuro de molibdeno (Ali Eftekhari, 2016).
- El patrón del compuesto MoSSe presenta picos intermedios entre los de MoSe_2 y MoS_2 , lo que sugiere la existencia de una fase mixta. Esto indica que el selenio y el azufre están distribuidos dentro de la red cristalina, formando una aleación sólida. (*MoSSe - Molybdenum Sulfide Selenide alloy*, s. f.).
- El patrón del compuesto MoS_2 muestra picos característicos correspondientes a los planos (002), (100), (103), (006) y (008), los cuales son típicos de los sulfuros de molibdeno con estructura 2H (Salvatore Luiso, 2015).
- En el patrón de difracción de los nanotubos de carbono (NTC) se observa un pico de gran intensidad alrededor de los 27°, característico del grafito con estructura 2H (Marlene Lariza Andrade Guel et al., 2012).

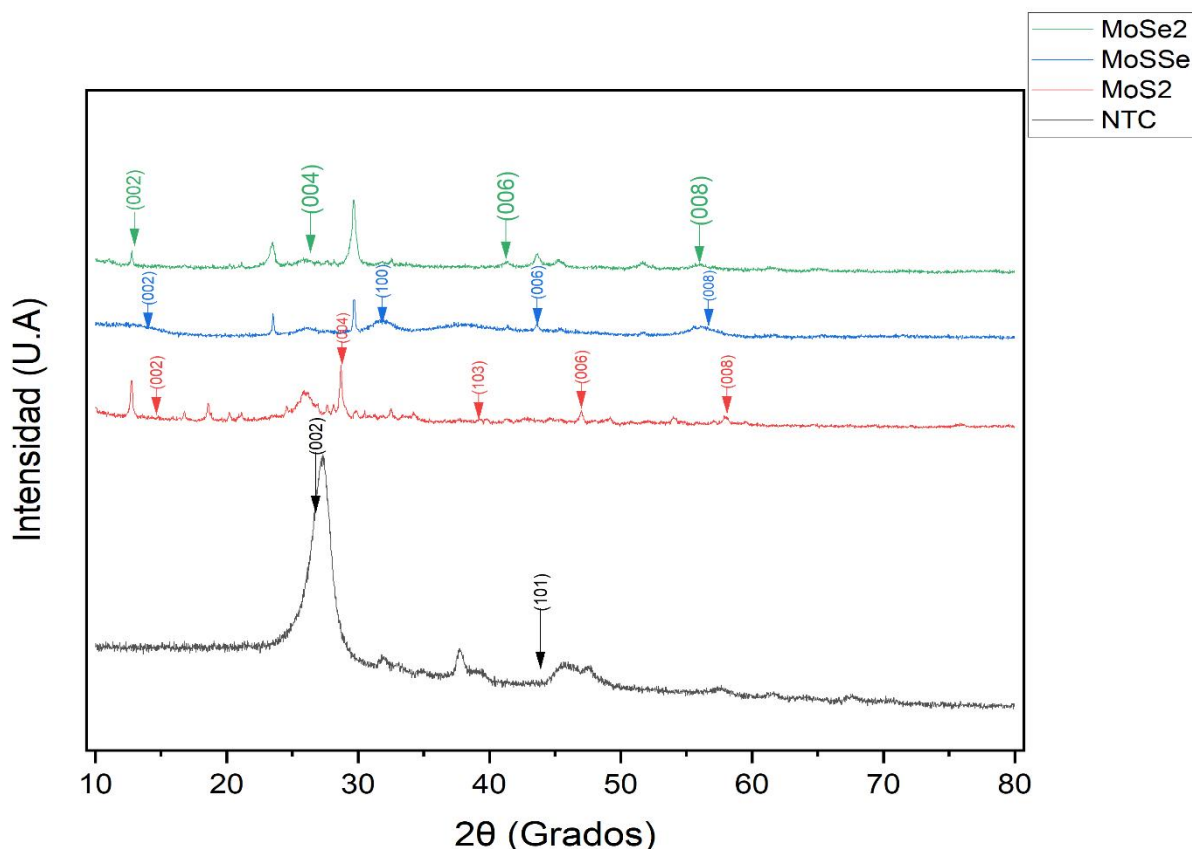


Figura 32: Patrones de difracción de los compuestos MoSSe, MoSe₂, MoS₂ y los nanotubos de carbono. La caracterización se realizó utilizando un difractómetro de la marca Rigaku, modelo Ultima IV, empleando un tubo de rayos X con ánodo de cobre (Cu) y una longitud de onda de 1.5406 Å (K α_1). El escaneo se llevó a cabo con un paso de 0.02173° en un rango de 2θ de 10.00° a 80.00°.

Desplazamiento de picos

El patrón de difracción del compuesto MoSSe muestra un leve desplazamiento de sus picos en comparación con los patrones de MoS₂ y MoSe₂. Este desplazamiento es coherente con la formación de una aleación sólida, ya que el radio atómico del selenio es mayor que el del azufre, lo que influye en la posición de los picos en el patrón de difracción (Hou et al., 2020).

En los difractogramas podemos apreciar picos con altas intensidades los cuales están relacionados con los precursores que emplearon para la síntesis. En el caso de los difractogramas MoSe y MoSSe, la intensidad

más elevada se le atribuye al selenio (Se), para el caso de del Difractograma de MoS_2 la señales esta atribuidas al molibdato de sodio. El análisis de los difractogramas están el apartado anexos.

4.4 Caracterización electroquímica

La caracterización se realizó con los con un potenciostato modelo PGZ-402 de la marca VOLTA-LAB, una celda electroquímica acoplada con tres electrodos (Referencia, trabajo y contraelectrodo). Para el electrodo de trabajo usamos un electrodo carbono-vitro soportado en polímero, de electrodo de referencia usamos platino y para contra electrodo usamos plata-cloruro de plata.

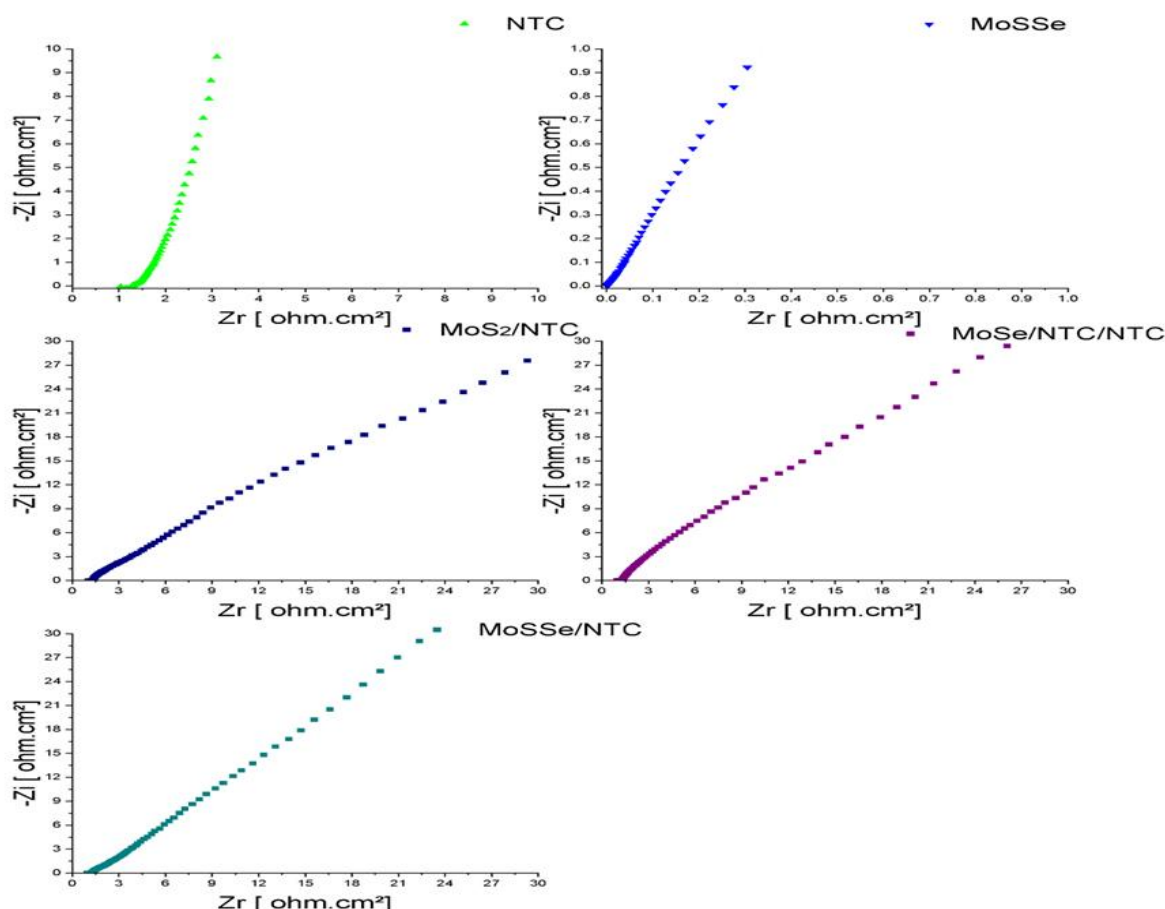


Figura 33: Diagramas de Nyquist de los compuestos MoSSe/NTC, MoSe/NTC, MoS₂/NTC, MoSSe y Nanotubos de carbono (NTC).

Espectroscopia de impedancia

En la Figura 35 se muestran los diagramas de Nyquist, en los cuales se representan la resistencia que opone la solución al paso de la carga eléctrica (resistencia real) y la resistencia teórica o imaginaria, conocida como impedancia. En nuestro estudio de caracterización electroquímica, estos valores proporcionan información relevante sobre el comportamiento del catalizador en la solución analizada.

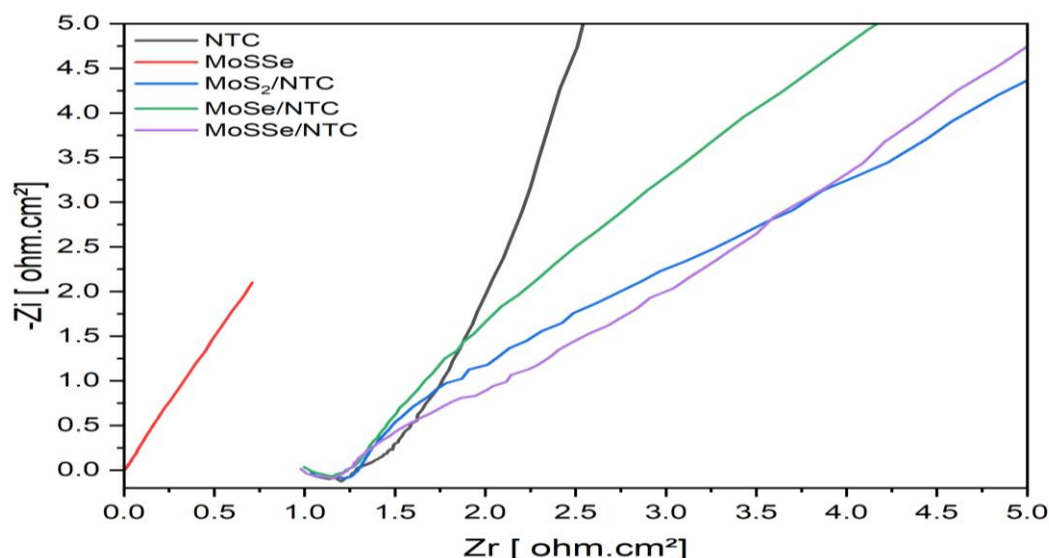


Figura 34: Diagrama de Nyquist comparativo, los compuestos MoSSe/NTC, MoSe/NTC, MoS₂/NTC, MoSSe y Nanotubos de carbono (NTC).

Para la muestra con nanotubos de carbono (NTC), la resistencia de la solución fue de 1.20 Ω ; para MoSSe, se obtuvo un valor de 0.00182 Ω ; para MoS₂, de 1.29 Ω ; para MoSe₂, de 1.231 Ω ; y para MoSSe/NTC, de 1.239 Ω . Con estos resultados, podemos concluir que el catalizador que presenta menor oposición al paso de carga eléctrica es MoSSe. Entre los tres catalizadores soportados, se observa que MoSSe presenta la menor resistencia como lo podemos apreciar en la figura 35.

Además, se aprecia en casi todos los gráficos con la excepción de los nanotubos de carbono, que la pendiente tiende a aproximadamente 45°,

lo cual sugiere la presencia de un fenómeno de difusión de masa (impedancia de Warburg), lo que indica que la entrega de los reactivos al sitio activo es lenta y limita el rendimiento observado. En relación a los nanotubos de carbono podemos apreciar un comportamiento semi-inductivo, lo cual puede estar asociado a su estructura hexagonal.

Voltamperometría lineal de barrido

En la Figura 36 se pueden apreciar los resultados de las voltamperometrías lineales. El primer parámetro obtenido fue el **potencial de inicio o sobrepotencial**, el cual proporciona una idea de la cantidad de voltaje necesario para iniciar la reacción de evolución de hidrógeno. Los resultados obtenidos fueron los siguientes: para el **MoS₂**, 102 mV; para el **MoSe₂**, 145 mV; para el **MoSSe**, 119 mV; para el **MoSSe/NTC**, 113 mV; y para el **nanotubo de carbono**, 208 mV.

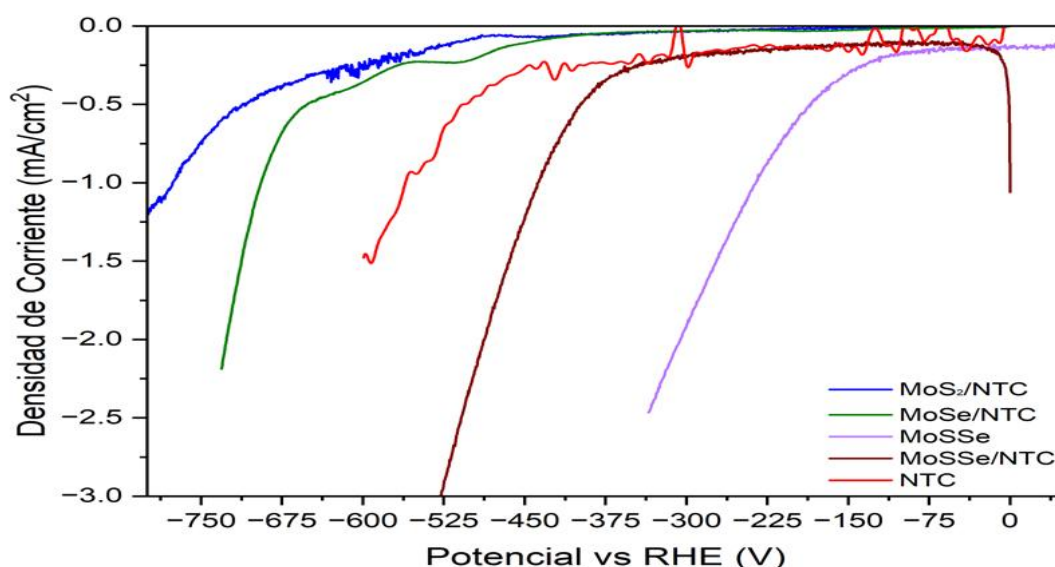


Figura 35: Voltamperometría lineal de barrido de los catalizadores MoSSe/NTC, MoSe/NTC, MoS₂/NTC, MoSSe y Nanotubos de carbono (NTC).

Según la literatura, un potencial de inicio menor indica una mayor actividad catalítica, ya que la reacción ocurre con menor aporte de

energía. En nuestro caso, el catalizador **MoS₂** presenta el valor más bajo, lo que sugiere una mejor eficiencia catalítica (Elizabeth Ramírez Mondragón, 2020).

El siguiente parámetro que se obtuvo fue la **pendiente de Tafel**, la cual permite comprender el comportamiento cinético y los mecanismos de la reacción, al analizar la sensibilidad de la densidad de corriente respecto al potencial aplicado, mediante la definición del paso determinante.

Para estimar la pendiente se utilizará la **Ecuación 5**:

$$\eta = b \log\left(\frac{j}{j_0}\right)$$

Ecuación 7: Ecuación de Tafel

Donde η corresponde al **sobrepotencial**, b es la **pendiente de Tafel**, j es la **densidad de corriente**, y j_0 es la **densidad de corriente de intercambio** (Petrii et al., 2007).

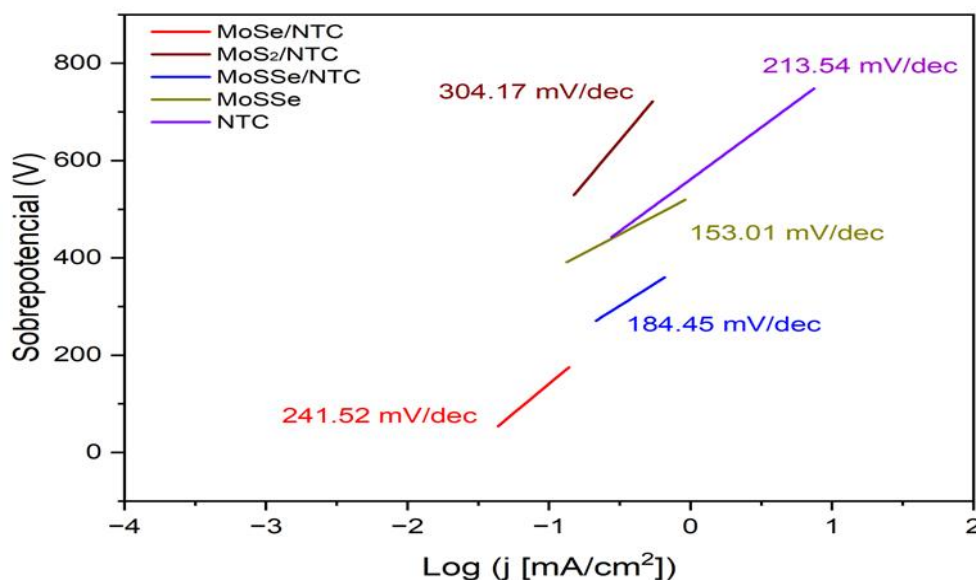


Figura 36: Pendientes de Tafel de los catalizadores MoSSe/NTC, MoSe/NTC, MoS₂/NTC, MoSSe v Nanotubos de carbono (NTC).

En la Figura 37 se presenta el estimado de las pendientes de Tafel, las cuales son clave para comprender el mecanismo de reacción en la evolución del hidrógeno. Existen tres posibles pasos en este proceso:

- **Paso de Volmer:** Es uno de los pasos fundamentales en la reducción electroquímica de protones, crucial para la producción de hidrógeno. En este paso, la pendiente de Tafel es aproximadamente de 120 mV/dec.
- **Paso de Heyrovsky:** Es un paso determinante en la reacción de evolución del hidrógeno (HER), en el cual un protón se desorbe de la superficie del electrodo y se combina con un electrón para formar una molécula de hidrógeno (H_2). La pendiente asociada a este paso es de aproximadamente 40 mV/dec.
- **Paso de Tafel:** Este paso, también conocido como la desorción de H_2 , corresponde a la recombinación de dos átomos de hidrógeno adsorbidos sobre la superficie del catalizador para formar una molécula de H_2 gaseoso. Su pendiente característica es de aproximadamente 30 mV/dec(van der Heijden et al., 2024).

Como podemos observar en la tabla 8, los catalizadores que muestran mejor actividad son los que tienen en su estructura Selenio (Se).

Tabla 7: Comparación de las pendientes de Tafel.

Catalizador	Pendiente (mV/dec)	Interpretación
MoSe/NTC	241.52	Muy alta — cinética lenta, posiblemente limitado por adsorción o difusión.
MoS₂/NTC	304.17	Muy alta — cinética aún más lenta, mecanismo desfavorable para REH.
MoSSe/NTC	184.45	Moderado — su actividad es la segunda mejor en comparación a la de los demás, pero a una limitada en comparación al electrodo de platino.
MoSSe	153.01	Moderada — mejora en la actividad, presenta mejor actividad que los demás materiales analizados, sin embargo, presenta baja actividad en comparación con el electrodo de Platino.
NTC	213.54	Alta — contribución del soporte, pero no óptima.

Voltametría cíclica

En los voltamogramas que se muestran en la Figura 38 se observa el comportamiento anódico y catódico de los catalizadores en medio ácido.

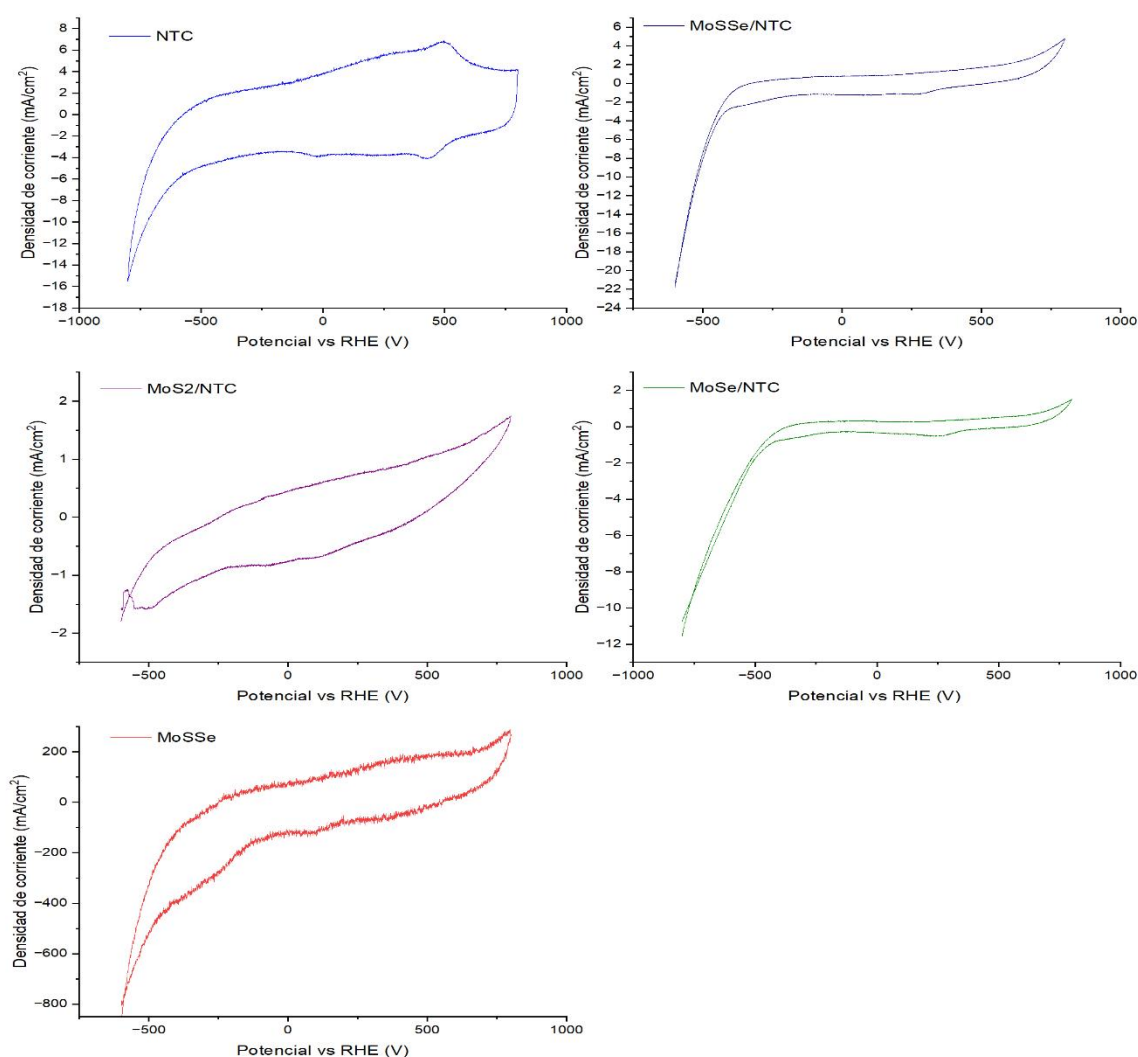


Figura 37: Voltamperometría cíclica de los catalizadores MoSSe/NTC, MoSe/NTC, MoS₂/NTC, MoSSe y Nanotubos de carbono (NTC).

El análisis general de las gráficas: En el eje de las X podemos encontrar la representación del potencial VS el electrodo reversible, con unidades en vatios (V), en el eje de las Y podemos encontrar la representación de la densidad de corriente con unidades en miliamperios/ centímetro

cuadrado (mV/cm^2). Las formas que observamos en las curvas nos representan los procesos de oxidación y reducción el material, para nuestro caso es la molécula de agua.

NTC (Nanotubos de carbono) Muestra una respuesta pseudocapacitiva, sin procesos redox definidos. Corrientes moderadas, pero no muestra signos claros de actividad HER.

► Conclusión: Actúa como soporte, no como catalizador.

MoSSe/NTC, Densidad de corriente catódica más alta (alrededor de $-22 \text{ mA}/\text{cm}^2$), lo cual indica buena actividad HER. Buena simetría y amplia área bajo la curva.

► Conclusión: Buen desempeño HER. La sinergia entre MoSSe y NTC parece efectiva.

MoS₂/NTC, Corriente reducida baja (alrededor de $-2 \text{ mA}/\text{cm}^2$). Menor área bajo la curva.

► Conclusión: Desempeño limitado en HER en esta configuración.

MoSe/NTC, Mejor que MoS₂/NTC (llega a $\sim -12 \text{ mA}/\text{cm}^2$), pero menor que MoSSe/NTC. Indica que MoSe es más activo que MoS₂ para HER en este entorno.

► Conclusión: Moderado desempeño HER.

MoSSe (sin soporte), Muestra una densidad de corriente considerablemente alta ($\sim -400 \text{ mA}/\text{cm}^2$).

► Conclusión: Moderado desempeño HER.

v Conclusiones y Recomendación

- Se logró la síntesis efectiva de los catalizadores MoSe_2 y MoSSe soportados en nanotubos de carbono mediante un método hidrotermal. El uso de nanotubos de carbono como soporte mejoró la dispersión del material activo y proporcionó una estructura con mayor área superficial, lo cual es favorable para la exposición de sitios catalíticos.
- El uso de técnicas como la voltamperometría cíclica, voltamperometría lineal y espectroscopía de impedancia fue clave para comprender el comportamiento catalítico del sistema. Asimismo, la implementación de un diseño experimental permitió evaluar de forma sistemática el efecto de la composición en el rendimiento del catalizador.
- En cuanto a la actividad catalítica encontramos que el MoS_2 soportado en nanotubos de carbono obtuvo el sobrepotencial mas bajo de 102 mV, pero obtuvo la pendiente mas alta de 304.17 mV/dec, lo cual nos indica que requiere menos energía para iniciar, pero la pendiente no es favorable.
- Los catalizadores que mejor puntuación obtuvieron en la pendiente de Tafel son MoSSe , MoSSe/NTC y MoSe/NTC , los cuales tiene de factor común al selenio, eso nos da indicios sobre la capacidad catalítica que aporta el Selenio, sería necesario hacer pruebas más extensas a dichos compuestos.
- Se recomienda usar otro elemento ya sea Ni u otro elemento de transición dopando la molécula de MoSe , así como usar la técnica de microscopia de trasmisión (TEM) para poder observar el acomodo de las estructuras.

Bibliografía

D. Merki, H. Vrubel, L. Rovelli, S. Fierro and X. Hu, Chem. Sci., 2012, 3, 2515.

Marlene Lariza Andrade Guel, Lluvia Itzel López López, Aidé Sáenz Galindo. (2012). Nanotubos de carbono: Funcionalización y aplicaciones biológicas.

Ali Eftekhari. (2016). Molybdenum diselenide (MoSe₂) for energy storage, catalysis, and optoelectronics. 2016, 17.

Bond, A. M. (2003). 2.15—Electrochemistry: General Introduction. En J. A. McCleverty & T. J. Meyer (Eds.), *Comprehensive Coordination Chemistry II* (pp. 197-222). Pergamon. <https://doi.org/10.1016/B0-08-043748-6/01117-8>

Cesar Adrian Huerta Mata. (2024).

Síntesis y caracterización de nanoestructuras de MoS₂ soportados sobre NTC y su evaluación catalítica en hidrodesulfuración de 3-metil tiofeno. UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN NICOLÁS DE HIDALGO.

Choudhary, Y., Lavanya, J., & Nageswaran, G. (2017). Electrochemical Characterization. En *Spectroscopic Methods for Nanomaterials Characterization* (pp. 19-54). <https://doi.org/10.1016/B978-0-323-46140-5.00002-9>

Choudhary, Y. S., Jothi, L. & Nageswaran, G. (s. f.). *Electrochemical Characterization. Spectroscopic Methods for Nanomaterials Characterization*.

Congli Zhen,^a Bin Zhang,^a Yuhong Zhou,^a Yunchen Dua and Ping Xua. (2020). Hydrothermal synthesis of ternary MoS₂xSe₂(1-x) nanosheets for electrocatalytic hydrogen evolution. *enero*, 2020.

Electrólisis – Química Industrial. (2023).
<https://blogceta.zaragoza.unam.mx/quimicaindustrial/unidad-11/ou14/>

Elizabeth Ramírez Mondragón. (2020). *Desarrollo de un electrodo catalítico compuesto de Ni₂P-MoS₂ /MWCNT para la evolución de hidrógeno* [Tesis doctoral]. Centro de Investigación Científica y de Educación Superior de Ensenada, Baja California.

Ge, Y., Wu, Y., Ma, L., Li, X. (James), Román, M., Chianelli, R. R., Torres, B., & Villagrán, D. (2022). Amine and Carbon-pretreated nickel-molybdenum disulfide as bifunctional electrocatalysts for hydrogen and oxygen gas evolution. *International Journal of Hydrogen Energy*, 47(65), 27839-27847.
<https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2022.06.114>

Hidrógeno. (s. f.). Centro Nacional del Hidrógeno. Recuperado 19 de diciembre de 2023, de <https://www.cnh2.es/el-hidrogeno/>

Hidrógeno renovable (verde)—¿Qué es y qué usos tiene? (s. f.). REPSOL.

Recuperado 7 de diciembre de 2023, de <https://www.repsol.com/es/tecnologia-digitalizacion/technology-lab/reduccion-emisiones/hidrogeno-renovable/index.cshtml>

Hou, K., Huang, Z., Liu, S., Liao, G., Qiao, H., Li, H., & Qi, X. (2020). A hydrothermally synthesized $\text{MoS}_2(1-x)\text{Se}_{2x}$ alloy with deep-shallow level conversion for enhanced performance of photodetectors. *Nanoscale Adv.*, 2(5), 2185-2191. <https://doi.org/10.1039/D0NA00202J>

Hua Tang, Hong Huang, Xiaoshuai Wang, Kongqiang Wu, & Guogang Tang, Changsheng Li. (2016, abril 12). Hydrothermal Synthesis of 3D Hierarchical Flower-like MoSe_2 microspheres and their adsorption performances for methyl orange. 2016. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2016.04.086>.

Julián López Tinoco, Javier Lara Romero, Ricardo Rangel, José Apolinar Cortes, Francisco Paraguay Delgado, Sergio Jiménez Sandoval, Lourdes Bazan Diaz, & Rubén Mendoza Cruz. (2021). *Microwave-assisted synthesis of ceria nanoparticles on carbon nanotubes and their dye-removal assesstment. Journal of materials research and technology.*

López-Galán, O. A., Boll, T., Nogan, J., Chassaing, D., Welle, A., Heilmaier, M., & Ramos, M. (2024). One-step sputtering of MoSSe

metastable phase as thin film and predicted thermodynamic stability by computational methods. *Scientific Reports*, 14(1), 7104. <https://doi.org/10.1038/s41598-024-57243-3>

M. S. Dresselhaus I. L. Thomas. (2001, noviembre). *Alternative energy technologies*.

Marlene Lariza Andrade Guel, Lluvia Itzel López López, & Aidé Sáenz Galindo. (2012). *Nanotubos de carbono: Funcionalización y aplicaciones biológicas*.

Mendoza, S., Bustos, E., Manríquez, J., & Godínez, L. (2015). *Voltammetric Techniques* (pp. 21-48). <https://doi.org/10.1002/9781118684030.ch2>

Mohammed Mukarram Ahmed Ansari, Dr.Chandrakumar. R, & Dr. Manjunatha. C. (2019). *Hydrothermal Synthesis of Molybdenum Disulfide*.

MoSSe—Molybdenum Sulfide Selenide alloy. (s. f.). Recuperado 15 de marzo de 2025, de <https://www.hqgraphene.com/MoSSe.php>

Petrij, O. A., Nazmutdinov, R. R., Bronshtein, M. D., & Tsirlina, G. A. (2007). Life of the Tafel equation: Current understanding and prospects for the second century. *Electrochimica Acta*, 52(11), 3493-3504. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2006.10.014>

- Popov, V. N. (2004). Carbon nanotubes: Properties and application. *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 43(3), 61-102. <https://doi.org/10.1016/j.mser.2003.10.001>
- Pratt, A. R., Muir, I. J., & Nesbitt, H. W. (1994). X-ray photoelectron and Auger electron spectroscopic studies of pyrrhotite and mechanism of air oxidation. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 58(2), 827-841. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(94\)90508-8](https://doi.org/10.1016/0016-7037(94)90508-8)
- Salvatore Luiso. (2015). *Co/Fe-doped MoS₂ Nanoparticles on Carbon Support as a Catalyst for Hydrogen Evolution Reaction*. [Tesis Maestria]. Faculty of North Carolina State University.
- van der Heijden, O., Park, S., Vos, R. E., Eggebeen, J. J. J., & Koper, M. T. M. (2024). Tafel Slope Plot as a Tool to Analyze Electrocatalytic Reactions. *ACS Energy Letters*, 9(4), 1871-1879. <https://doi.org/10.1021/acsenergylett.4c00266>
- Wang, Q. H., Kalantar-Zadeh, K., Kis, A., Coleman, J. N., & Strano, M. S. (2012). Electronics and optoelectronics of two-dimensional transition metal dichalcogenides. *Nature Nanotechnology*, 7(11), 699-712. <https://doi.org/10.1038/nnano.2012.193>
- Zhang, Q., Uchaker, E., Candelaria, S., & Cao, G. (2013). Nanomaterials for Energy Conversion and Storage. *Chemical Society reviews*, 42. <https://doi.org/10.1039/c3cs00009e>
- X. Xiong, W. Luo, X. Hu, C. Chen, L. Qie, D. Hou and Y. Huang, *Sci. Rep.*, 2015, 5, 9254.

Ren, Q. Ma, H. Fan, L. Pang, Y. Zhang, Y. Yao, X. Ren and S. F. Liu, Chem. Commun., 2015, 51, 15997-16000Y. Li, H. Wang, L. Xie, Y. Liang, G. Hong and H. Dai, J. Am. Chem. Soc., 2011, 133, 7296-7299.

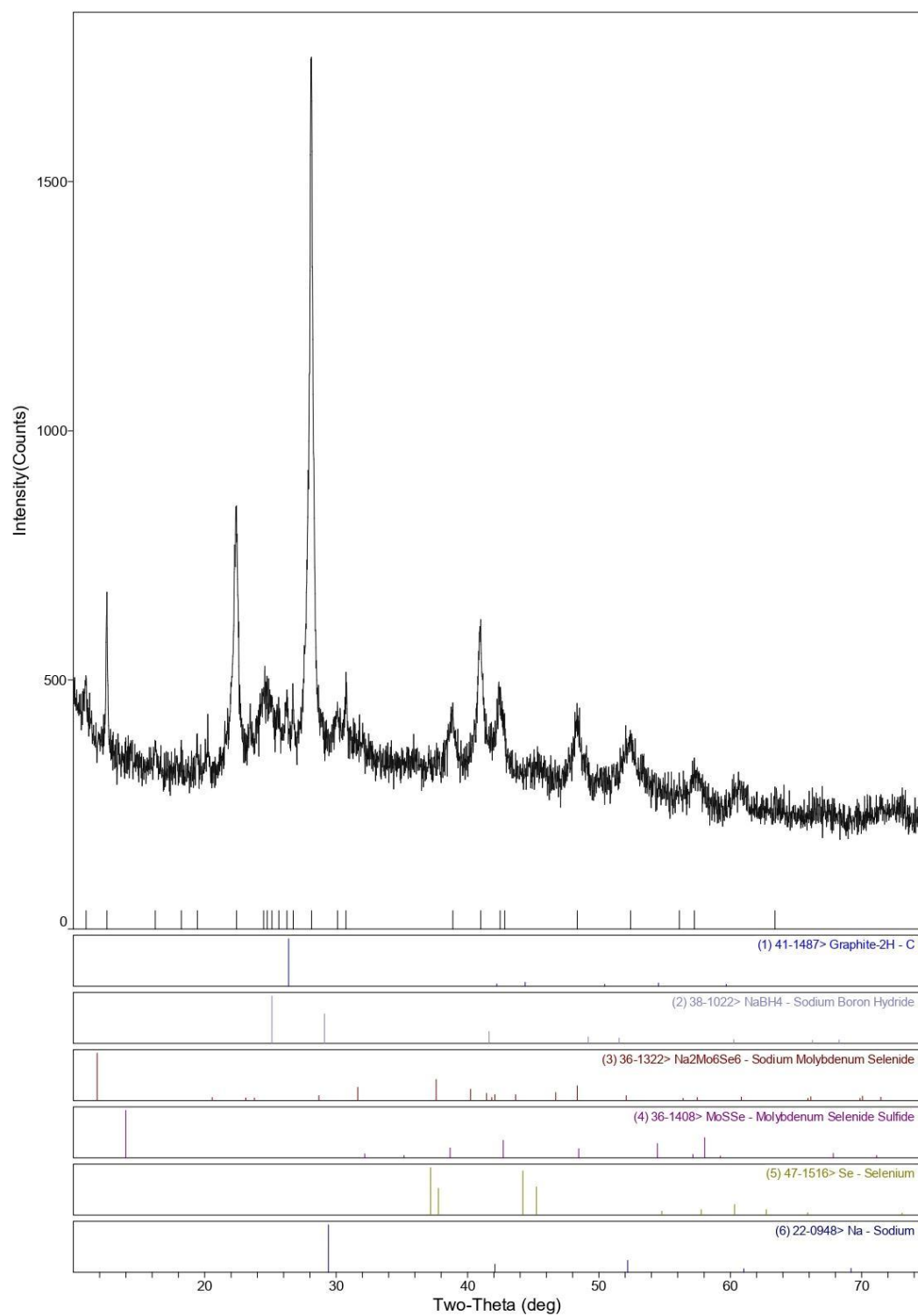
Y. Yan, X. Ge, Z. Liu, J. Y. Wang, J. M. Lee and X. Wang, Nanoscale, 2013, 5, 7768-7771.

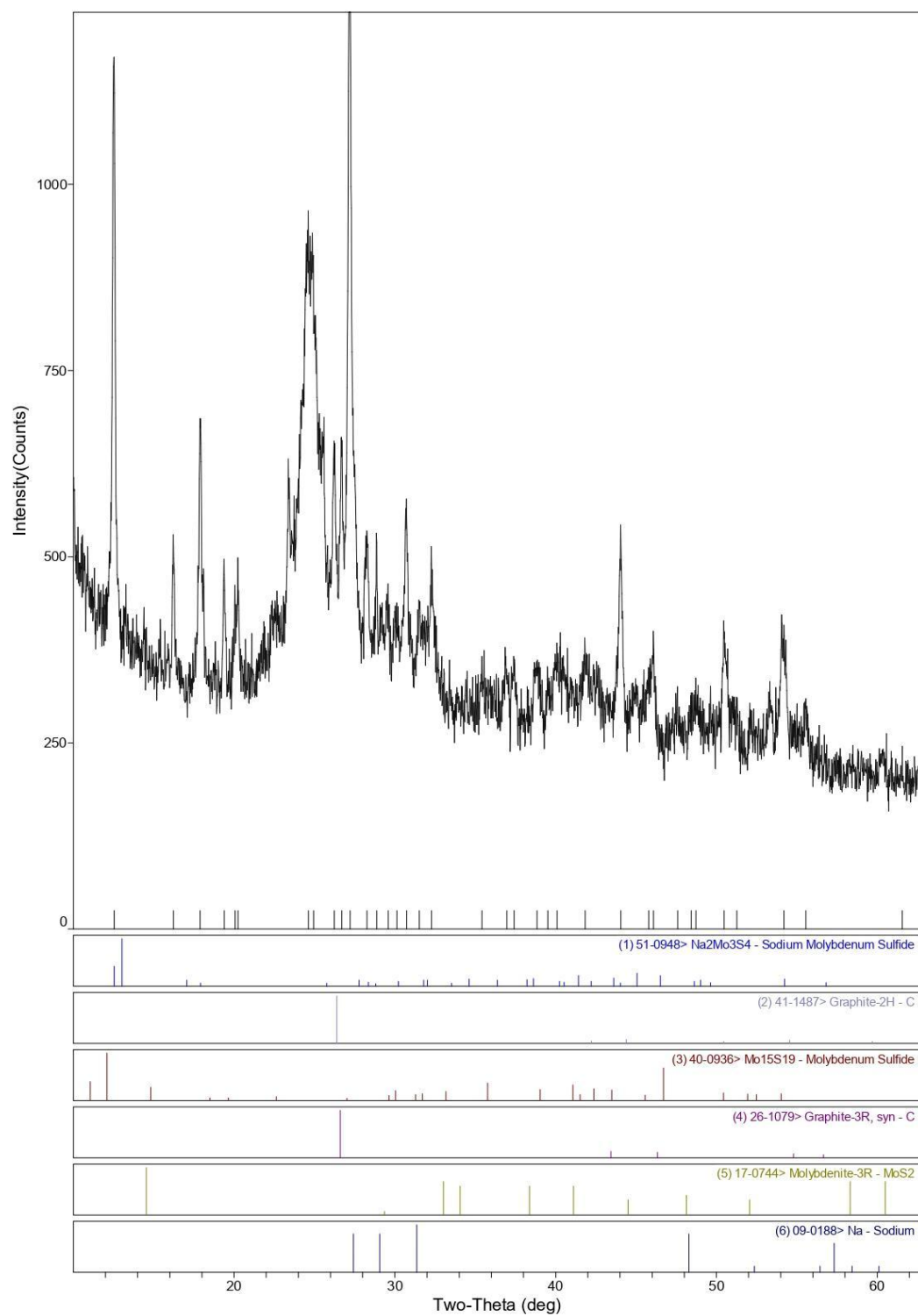
Y. Shi, Y. Zhou, D.-R. Yang, W.-X. Xu, C. Wang, F.-B. Wang, J.-J. Xu, X.-H. Xia and H.-Y. Chen, J. Am. Chem. Soc., 2017, 139, 15479-15485.

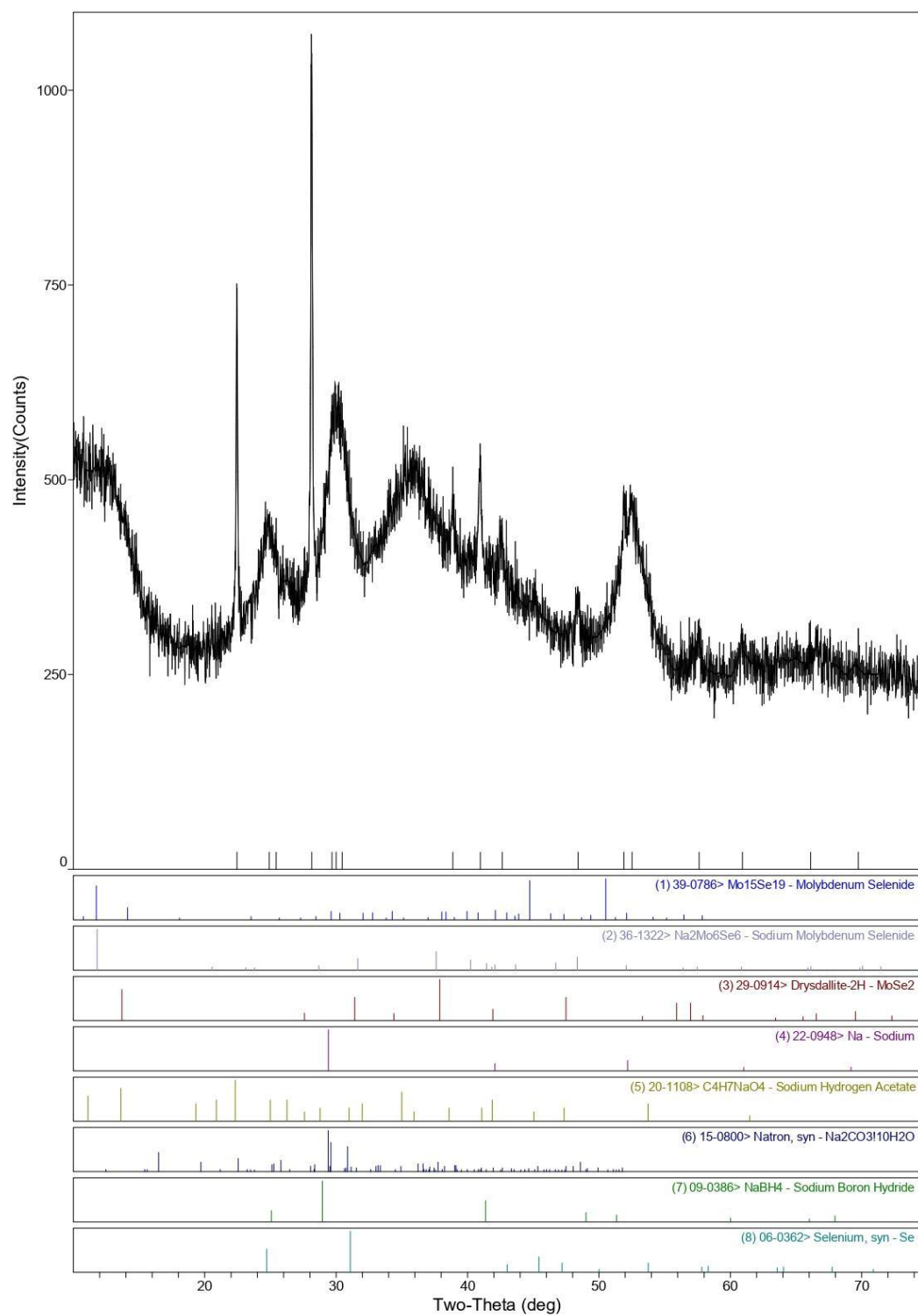
Z. Pu, S. Wei, Z. Chen and S. Mu, RSC Adv., 2016, 6, 11077-11080.

Peng, X., Pi, C., Zhang, X., Li, S., Huo, K., & Chu, P. (2019). Recent Progress of Transition Metal Nitrides for Efficient Electrocatalytic Water Splitting. Sustainable Energy & Fuels, 3. <https://doi.org/10.1039/C8SE00525G>

Anexo







Simón Pedro Hernández García

Impacto Electroquímico de MoS₂MoSe en reacciones de Evolución de Hidrógeno HER.pdf

 Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo

Detalles del documento

Identificador de la entrega

trn:oid::3117:478362965

Fecha de entrega

4 ago 2025, 10:01 a.m. GMT-6

Fecha de descarga

4 ago 2025, 10:29 a.m. GMT-6

Nombre de archivo

Impacto Electroquímico de MoS₂MoSe en reacciones de Evolución de Hidrógeno HER.pdf

Tamaño de archivo

2.9 MB

98 Páginas

17.414 Palabras

98.607 Caracteres

Formato de Declaración de Originalidad y Uso de Inteligencia Artificial

Coordinación General de Estudios de Posgrado
Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo



A quien corresponda,

Por este medio, quien abajo firma, bajo protesta de decir verdad, declara lo siguiente:

- Que presenta para revisión de originalidad el manuscrito cuyos detalles se especifican abajo.
- Que todas las fuentes consultadas para la elaboración del manuscrito están debidamente identificadas dentro del cuerpo del texto, e incluidas en la lista de referencias.
- Que, en caso de haber usado un sistema de inteligencia artificial, en cualquier etapa del desarrollo de su trabajo, lo ha especificado en la tabla que se encuentra en este documento.
- Que conoce la normativa de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, en particular los Incisos IX y XII del artículo 85, y los artículos 88 y 101 del Estatuto Universitario de la UMSNH, además del transitorio tercero del Reglamento General para los Estudios de Posgrado de la UMSNH.

Datos del manuscrito que se presenta a revisión		
Programa educativo	Maestría en Ciencia de la Ingeniería Química	
Título del trabajo	Impacto Electroquímico de MoS ₂ /MoSe: en reacciones de Evolución de Hidrógeno HER	
	Nombre	Correo electrónico
Autor/es	Simon Pedro Hernández Garcia	2349570j@umich.mx
Director	Rafel Huirache Acuña	rafael.huirache@umich.mx
Codirector	Brenda Torres	btorres2@utep.edu
Coordinador del programa	María del Carmen Chaves Parga	cparga@umich.mx

Uso de Inteligencia Artificial		
Rubro	Uso (sí/no)	Descripción
Asistencia en la redacción	No	

Formato de Declaración de Originalidad y Uso de Inteligencia Artificial

Coordinación General de Estudios de Posgrado
Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo



Uso de Inteligencia Artificial		
Rubro	Uso (sí/no)	Descripción
Traducción al español	No	
Traducción a otra lengua	No	
Revisión y corrección de estilo	Si	
Análisis de datos	No	
Búsqueda y organización de información	Si	
Formateo de las referencias bibliográficas	No	
Generación de contenido multimedia	No	
Otro	No	

Datos del solicitante	
Nombre y firma	Simon Pedro Hernández Garcia
Lugar y fecha	Morelia, Michoacán a 18 de julio de 2025