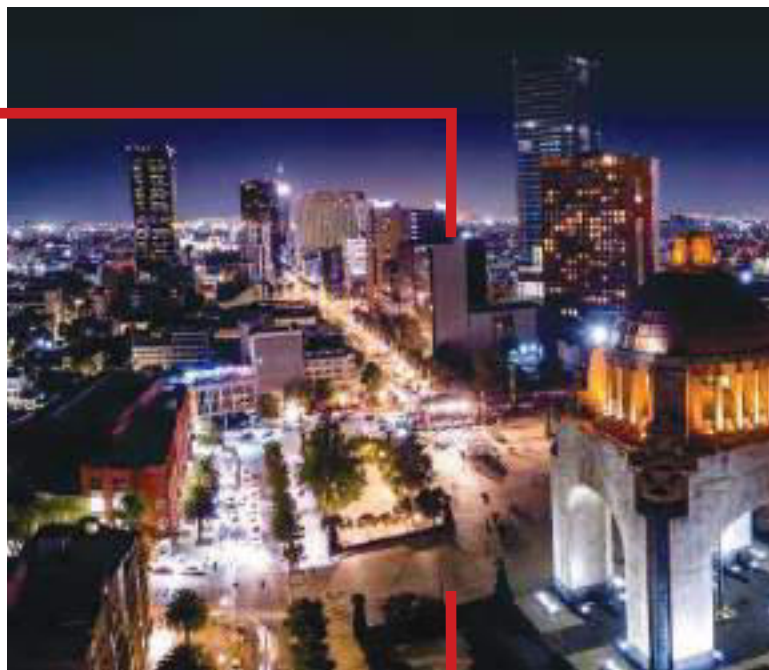




Sociedad Mexicana
de Electroquímica

Memorias del Congreso Nacional de la Sociedad Mexicana de Electroquímica



ISSN 2448-6191



**XL CONGRESO NACIONAL DE LA SOCIEDAD
MEXICANA DE ELECTROQUÍMICA 2025**

18th Meeting of the Mexican Section of the
Electrochemical Society
CDMX

Ciudad de México, México
Septiembre 2025

Reserva de Derechos

Este libro incluye artículos clasificados dentro de las áreas de las ciencias electroquímicas de: Electroquímica Analítica (EA), Ingeniería Electroquímica y Aplicaciones Tecnológicas (IE), Electroquímica Molecular y Bioelectroquímica (EMB), Electroquímica Ambiental (EAM), Corrosión y Tratamientos de Superficies (CTS), Conversión y Almacenamiento de Energía (CAE), Educación Electroquímica (EE).

Los autores participantes son responsables directos del contenido de sus artículos y asumen toda responsabilidad por la publicación de estos, motivo por el cual el compilador de la memoria se declara exento de toda responsabilidad relacionada con el contenido de los mismos.

Derechos reservados

Septiembre, 2025

D.R. ©Publicaciones SMEQ

Barranca del Muerto 26, Col. Crédito Constructor

Alcaldía Benito Juárez, 03940, Ciudad de México, México

www.SMEQ.org.mx/Memorias/XLSMEQ.pdf

Ciudad de México, México – septiembre 2025



Reservados todos los derechos. Ni todo el material ni parte de él pueden ser reproducidos, archivados o transmitidos en forma ninguna o mediante sistemas electrónico, mecánicos de fotocopia, memoria o cualquier otro sin permiso escrito de los titulares.

Memorias del Congreso Nacional de la Sociedad Mexicana de Electroquímica Vol.9, No. 1, 2025 - Julio 2026, es una publicación anual de la Sociedad Mexicana de electroquímica A.C. editada a través de Publicaciones SMEQ por la Sociedad Mexicana de Electroquímica, Barranca del Muerto 26, Col. Crédito Constructor. Alcaldía Benito Juárez, 03940, Ciudad de México, México www.smeq.org.mx. Reserva de Derecho al Uso Exclusivo **04-2017-072515390400- 203**, otorgada por el Instituto Nacional del Derecho de Autor e **ISSN 2448-6191**.

Responsable de la última actualización de este Número en la Sociedad Mexicana de Electroquímica, Dr. Facundo Almeraya Calderón, Barranca del Muerto 26, Col. Crédito Constructor. Alcaldía Benito Juárez, 03940, Ciudad de México, México. Fecha de última modificación, 20 de Octubre 2024.

Los autores participantes son responsables directos del contenido de sus artículos y asumen toda responsabilidad por la publicación de estos, motivo por el cual, los compiladores y recopiladores de la memoria se declaran exentos de toda responsabilidad relacionada con el contenido de los mismos.

Liga de acceso:

<http://www.SMEQ.org.mx/Memorias/XLSMEQ.pdf>

Desarrollo y caracterización de un supercapacitor a base de DDB-MoS₂

L. E. Toxqui Martínez¹, J. Morales Hernández^{1*}, E.J. Aldeco Pérez¹, A. Sandoval González¹, C. Magdaleno López^{2*}, H. Herrera Hernández³

¹ Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica s.c. Parque Tecnológico Querétaro s/n, Sanfandila Pedro Escobedo, Querétaro, C.P.76703, México.

² Instituto Tecnológico Superior de Abasolo, Blv. Cuitzeo de los Naranjos 401, Col. Cuitzeo de los Naranjos, Guanajuato, C.P. 36976, México.

³ Centro Universitario UAEM Valle de México, Blvd. Universitario s/n, Predio San Javier, Atizapán de Zaragoza, Estado de México, México.

E-mail: jmorales@cideteq.mx, coraquetzali.ml@abasolo.tecnm.mx

1. INTRODUCCIÓN.

Indiscutiblemente, la energía eléctrica será una de las principales fuentes que domine la economía mundial. El proceso de implementación de energías renovables ha motivado al desarrollo de fuentes de distribución eficaz, por lo que el almacenamiento de la energía eléctrica es importante para la creación de sistemas de red flexibles y fiables.

El almacenamiento de energía eléctrica mediante la tecnología de capacitores se basa en el proceso de absorción de carga electrostática, por lo que no implica reacciones químicas complejas como es necesario ocurra en una batería. Esto motiva a que el desarrollo de supercapacitores de alta velocidad de carga y descarga (alta densidad de potencia) sea una alternativa de almacenamiento más limpia y segura.

El grafito posee una serie de propiedades químicas y físicas que lo hacen ideal para aplicaciones en capacitores ya que es un material altamente conductor, lo que permite una transferencia eficiente de electrones durante los procesos de carga y descarga. Esta alta conductividad contribuye a la eficacia del proceso y ayuda a minimizar la resistencia eléctrica en la interfaz electrodo-electrolito [1].

Además, los electrodos de grafito son químicamente estables e inertes en la mayoría de los procesos electroquímicos, evitando así la contaminación del electrolito y garantizando una mayor durabilidad del capacitor.

La naturaleza porosa del grafito permite disponer de una alta relación de superficie, lo que facilita la transferencia de electrones durante las reacciones electroquímicas [2].

Los electrodos de Diamante Dopado con Boro (DDB) combinan una alta resistencia a la corrosión con una alta actividad catalítica, lo que los hace ideales para aplicaciones en capacitores. Sin embargo, su costo suele ser más elevado derivado del alto costo que implica el uso del proceso de Deposición de Vapor Química (CVD siglas en inglés) asistida por plasma.

El plasma es activado por un filamento caliente o por radiación de microondas, donde la fase gaseosa puede ser hidrógeno como gas de transporte, metano o una mezcla de acetona/metano como fuente del carbono, alcanzándose temperaturas en el filamento del orden de los 2200 – 2800 °C para activar la fase gaseosa y formar el plasma [3].

Dopar el diamante con otro elemento y reducir su banda prohibida es la forma ideal de fabricar diamante como material de electrodo. El boro es el dopante ampliamente utilizado para los electrodos de diamante debido a su energía de activación que es relativamente pequeña con un valor de 0.37 eV, por lo que se adapta eficazmente en la misma posición del átomo de carbono desplazándolo [3]. La sustitución del dopante de boro en la red de carbono del diamante exhibe el comportamiento del semiconductor tipo p donde el boro consume electrones adicionales para el enlace químico, lo que resulta en la formación de agujeros adicionales en el semiconductor.

Muy pocos estudios se han publicado sobre el desarrollo de electrodos de DDB para el almacenamiento o conversión de energía, de tal manera que el desarrollo de electrodos de DDB para supercapacitores de doble capa han sido de gran interés debido a su gran rapidez de intercambio de energía eléctrica [4].

En baterías de iones de litio se han utilizado electrodos de intercambio de DDB depositado sobre fibras de grafito, cuyos resultados demostraron capacidades de hasta 370 mAh/g. Algunos autores consideran que una batería de iones de litio combinada con un supercapacitor, permitiría la creación de un electrodo híbrido de una alta densidad de energía y alta potencia específica [5].

Desarrollar una nueva metodología para la síntesis de una estructura tipo diamante (DLC) de bajo costo y de alta capacidad de producción, ha dirigido la atención al uso de técnicas en el estado sólido fuera del equilibrio como lo es la síntesis mecano-química o aleado mecánico (AM). Esta técnica se caracteriza por crear una alta densidad de defectos internos en la estructura tales como dislocaciones y vacancias, que permiten la difusión atómica y la alineación de planos en direcciones preferenciales; de tal manera que se puede promover un cambio de hibridación Sp^2 del grafito, a la hibridación Sp^3 del diamante [6].

En el estado sólido, al promover un cambio de hibridación del grafito de Sp^2 a Sp^3 se logra la transformación de la estructura del carbono tipo diamante (DLC, diamond like carbon); reportándose una relación Sp^2/Sp^3 del orden de 0.6.

En la hibridación Sp^2 del grafito se tienen cuatro electrones de valencia dispuestos en los orbitales $\langle\langle s \rangle\rangle$ y $\langle\langle p \rangle\rangle$. Para promover la estructura tipo diamante, el orbital $\langle\langle s \rangle\rangle$ se combina con tres orbitales $\langle\langle p \rangle\rangle$ para formar la hibridación Sp^3 . De esta manera, la estructura hexagonal del grafito, cambia a una estructura tetragonal del diamante por efecto de la deformación mecánica, promoviendo un cambio en el ángulo de enlace del grafito de 120° a un valor de 109.47 ° para el diamante [6].

En la presente investigación fue posible lograr el cambio de hibridación natural del carbono, al doparlo

con boro y someterlos a un proceso de deformación continua bajo condiciones normales de presión y temperatura, por medio de la técnica de Molienda Mecánica de alta energía donde es posible generar una alta densidad de defectos estructurales, incrementando la entalpía y entropía del sistema hasta obtener un cambio de hibridación Sp_2 - Sp_3 bajo condiciones normales de presión y temperatura.

2. METODOLOGÍA

Para promover la hibridación del grafito en una estructura tipo diamante característica del DDB, se utilizaron tres concentraciones de boro (5, 7.5 y 15% at B) como medio de dopaje. Cada mezcla fue sometida a un proceso de deformación mecánica continua en un molino del tipo planetario durante 80 h, bajo una atmósfera inerte. Los polvos elementales junto con el molino planetario, las esferas de acero como medios de molienda, el agente de control de proceso (metanol) fueron cargados en el interior de una caja de guantes donde se mantuvo un flujo continuo de gas argón para asegurar el desplazamiento del aire en el interior de la caja. La relación en peso de las bolas/muestra fue de 4:1 y se mantuvo el molino a una velocidad de 350 rpm por intervalos de 5 h hasta completar las 80 h totales de molienda. Después de las 80 h de molienda, se adiciono un 10% en peso de MoS_2 como un segundo componente de dopaje, obteniéndose una mezcla homogénea después de 10 h de molienda.

El producto de la molienda, se caracterizó por Difracción de Rayos-X, Microscopía electrónica de Barrido, Raman y XPS para comprobar la presencia de la estructura tipo diamante. Por medio de la técnica de voltamperometría, a diferentes velocidades de barrido, se determinó la ventana de potencial de cada composición, para calcular su capacitancia específica. La figura 1 muestra el flujo del proceso utilizado para la síntesis de DDB.



Figura 1. Síntesis del DDB por medio de la técnica de Molienda Mecánica de alta energía.

Por medio de la técnica de Jet de Plasma a Presión Atmosférica (APPJ) se obtuvieron películas delgadas sobre sustratos de acero inoxidable, haciendo uso de los polvos después de molienda y generando un plasma atmosférico a temperatura ambiente. Para ello se preparó una solución con 1 g de polvo de cada mezcla en 100 ml de agua destilada, para ser aplicada por medio de un aerógrafo, con interacción directa con el jet de plasma.

3. RESULTADOS

3.1 Difracción de rayos-X

Después de las 80 h de molienda, los patrones de difracción de rayos-X (DRX) para la mezcla con 5% at B en la Figura 2, muestran una disminución en la intensidad relativa, así como ensanchamiento del pico de grafito en la posición de 26° (2 Theta). Un segundo pico en la posición de 44° (2 Theta) que inicialmente era de baja intensidad, mostró un aumento en su intensidad relativa, así como ensanchamiento asimétrico después 80 h de molienda. El aumento en intensidad relativa del segundo pico (44° , 2 Theta), corresponde a un cambio de textura y orientación cristalina preferencial en el grafito que pasa del plano (002) sin deformación, al plano (101) con 80 h de molienda.

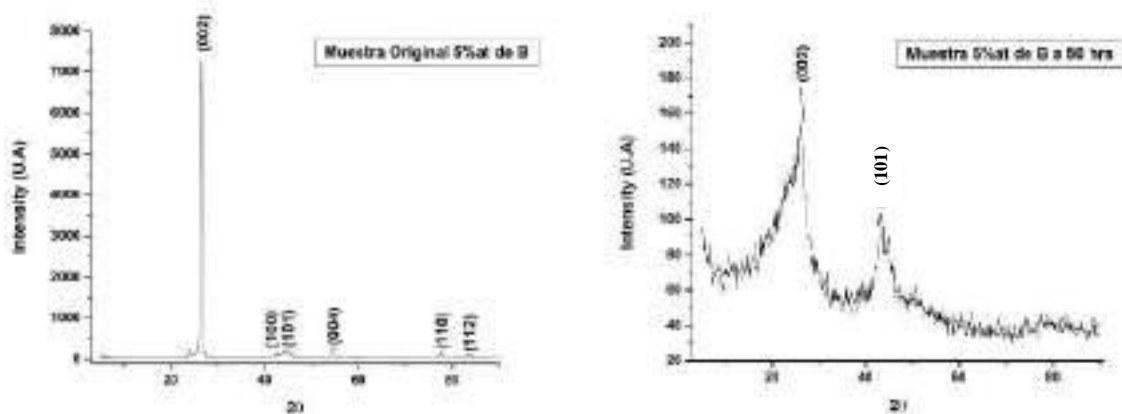


Figura 2. Patrones de difracción de rayos-X de la mezcla Gr-5%at B original y con 80 h de molienda.

El aumento en la concentración de boro para la mezcla con 7.5% at B como se observa en la Figura 3, mostró un comportamiento similar donde la intensidad relativa del primer pico de grafito sin deformación, se ve disminuir significativamente con la molienda, mientras que el segundo pico de grafito en la posición de 44° (2 Theta) tiende a aumentar significativamente. Particularmente, el aumento en el contenido de B, propicia que la intensidad relativa de ambos picos sea similar, manteniendo un equilibrio entre la orientación de los planos (002) y (101), lo que corresponde a un cambio de estructura cristalina del grafito.

Para la mezcla con 15% at B mostrada en la figura 4, vuelve a ser evidente el cambio de textura del grafito sin deformación, manteniendo una altura similar para ambos planos (002) y (101), lo que indica que hay una combinación de estructuras cristalinas en la mezcla después de 80 de molienda.

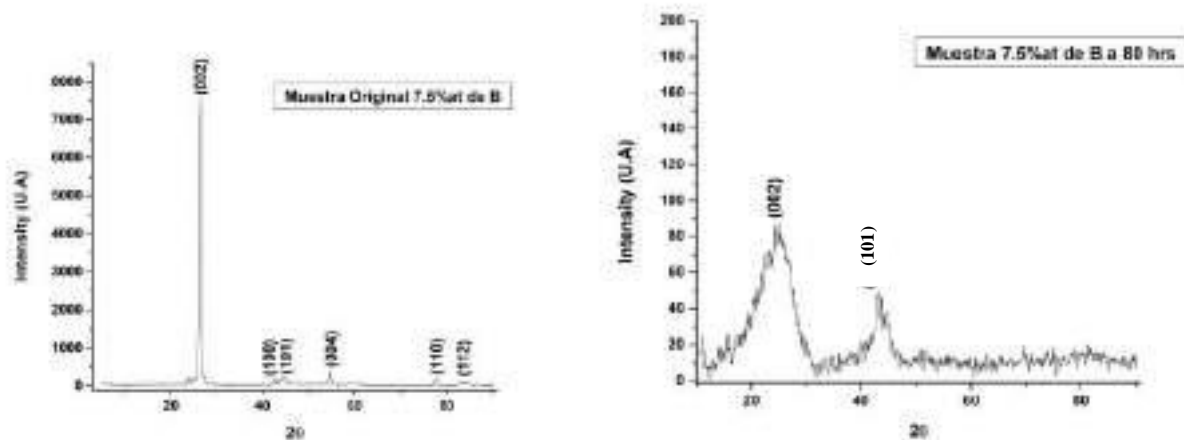


Figura 3. Patrones de difracción de rayos-X de la mezcla Gr-7.5%at B original y con 80 h de molienda.

Para poder identificar la presencia de un cambio estructural, se calculó el tamaño de cristal y parámetro reticular antes y después de la deformación, tomando como referencia los dos planos principales del grafito. La tabla 1 muestra los valores del tamaño de cristal antes y después de la molienda para las tres mezclas, donde se observa una reducción significativa promedio del 88.98% de su tamaño de cristal por el efecto de la molienda.

La mezcla con 5%at B es la que presentó una mayor reducción en el tamaño de su cristal del orden de los 2 nm, comparada con las otras dos mezclas, de tal manera que el aumento en el contenido de boro, reduce el grado de deformación y con ello el ensanchamiento asimétrico de los picos principales de difracción. Por otra parte, un aumento en el contenido de boro, permite un mayor equilibrio entre los cambios de textura de los planos (002) y (101), con un tamaño de cristal ligeramente más grande con respecto a la mezcla con un menor contenido de boro.

La medición del parámetro reticular mostró un aumento significativo en todas las mezclas como se observa en la tabla 1, de tal manera que con el aumento en el contenido de boro es mayor el cambio en el parámetro de red por efecto de la deformación; teniendo un aumento de 70.74% para la mezcla con 5%at B, un aumento del 134% para la mezcla con 7.5%at B y un aumento del 125.8% para la mezcla con 15%at B. Este cambio en el parámetro de red corresponde a un cambio en la estructural del grafito la cual pasa de una estructura hexagonal a tetragonal característica de la estructura tipo diamante.

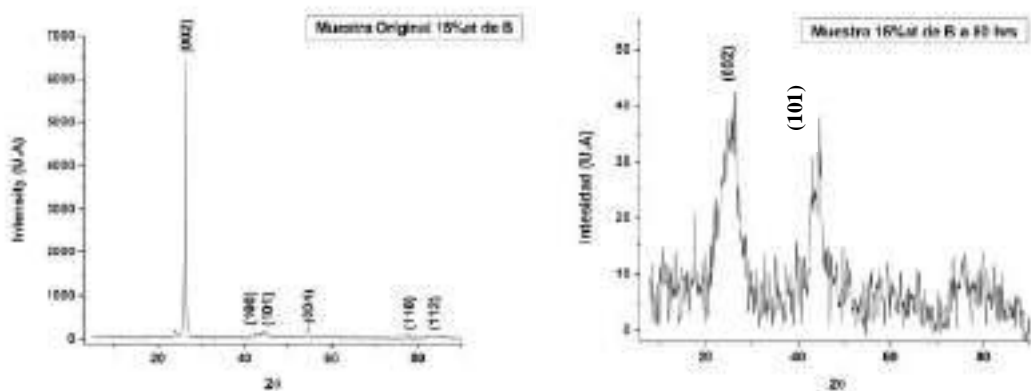


Figura 4. Patrones de difracción de rayos-X de la mezcla Gr-15%at B original y con 80 h de molienda.

Tabla 1. Tamaño de cristal y parámetro reticular del grafito con el efecto de la molienda.

Contenido de boro [% at]	Tamaño de cristal inicial [nm]	Parámetro reticular inicial [Å]	Tamaño de cristal final [nm]	Parámetro reticular final [Å]
5	18.11	2.2679	2.00	3.8724
7.5	21.48	2.2735	2.20	5.3424
15	20.05	2.2686	2.38	5.1243

3.2 Espectroscopia Raman

Los resultados de espectroscopia Raman para la mezcla con 5%at B sin deformación se muestran en la Figura 5, donde se observa una gran intensidad relativa para el pico característico del grafito, correspondiente a la banda G (hibridación Sp₂) en la posición de 1592 cm⁻¹.

Una menor intensidad relativa se observa para la banda D del grafito en la posición de 1339 cm⁻¹ y que corresponde a la hibridación Sp₃ del diamante.

Después de 80 h de molienda, se revierte la relación de alturas de tal manera, que es mayor la intensidad de la banda D del diamante con respecto a la banda G de grafito. Los resultados de espectroscopia Raman para la mezcla con 7.5%at B se presentan en la Figura 6.

Similarmente, la muestra sin molienda reportó una mayor intensidad relativa del pico correspondiente a la banda G en la posición de 1592 cm⁻¹ con respecto al pico de la banda D en la posición de 1337 cm⁻¹. Ya que la intensidad del pico está relacionada con la probabilidad de que ocurra la vibración, la estructura molecular de la muestra indica que antes del proceso de molienda la hibridación Sp₂ del grafito es la que predomina. Después de las 80 h de molienda, cambia la relación de intensidades de las bandas G y D, siendo más dominante la intensidad del pico característico de la banda D, correspondiente a la hibridación Sp₃ del diamante. La forma de los picos cambia ligeramente después de molienda, ya que se observan picos

ligeramente ensanchados, lo que está asociado al nivel de deformación de la estructura y a la modificación del entorno molecular del cambio de hibridación.

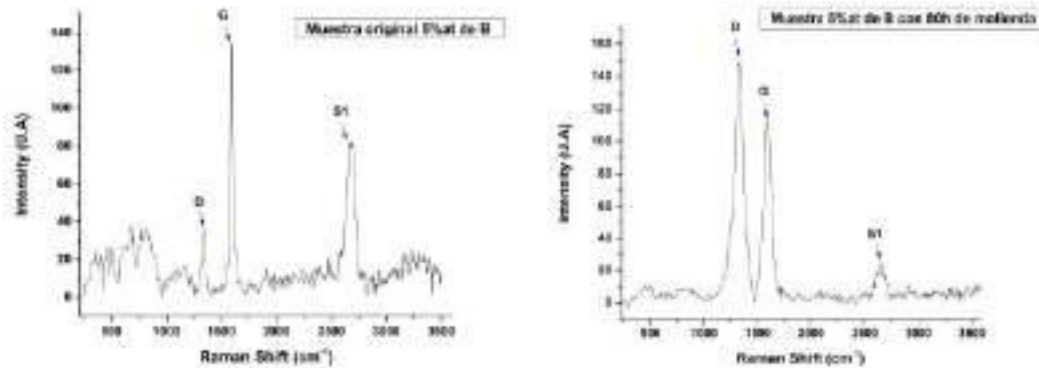


Figura 5. Espectros Raman de la mezcla Gr-5%at B original y con 80 h de molienda.

Para la muestra con 15%at B, los resultados de la espectroscopia Raman se muestran en la Figura 7. La muestra original sin molienda muestra una mayor intensidad relativa de la banda G con un valor de frecuencia de la luz de 1349 cm^{-1} y una baja intensidad relativa de la banda D con un valor de frecuencia de 1590 cm^{-1} . Después de 80 h de molienda, el estado de energía de la banda D aumenta con respecto a su estado inicial como resultado de un cambio en la polarización de los enlaces debido a la deformación de su estructura, que también está relacionada con una deformación de su nube de electrones y con ello un cambio de hibridación.

Se puede observar que, con el aumento en el contenido de boro, los picos tienden a ser más anchos como resultado de un mayor desorden en la estructura cristalina de la mezcla, que como se pudo observar en los resultados de DRX, el efecto de la molienda representó un cambio de estructura de hexagonal a tetragonal. Midiendo el área bajo la curva de cada uno de los picos característicos de las bandas G y D, se calcula la relación de hibridación Sp_2/Sp_3 antes y después de molienda para poder identificar el cambio de hibridación y su correlación con la presencia de la estructura tipo diamante del grafito dopado con boro.

En la tabla 2 se muestra la relación de hibridación Sp_2/Sp_3 de las mezclas antes y después del proceso de molienda. A medida que la relación de hibridación tiende a disminuir con respecto a su valor inicial, representa un aumento de la hibridación Sp_3 , lo que corresponde a un cambio asociado a la mayor presencia o dominio de la estructural tipo diamante.

Con el aumento en el contenido de boro, tiende a ser menor la relación Sp_2/Sp_3 , siendo más estable para las composiciones con 5 y 15%at B (tabla 2). Algunos autores han reportado la posición del pico correspondiente a la hibridación C- Sp_3 en 1350 cm^{-1} con una relación de hibridación Sp_2/Sp_3 de 0.60, la

cual es muy cercana a la reportada en este trabajo de investigación y que correspondiente al resultado de caracterización de un electrodo de Diamante Dopado con Boro comercial, sintetizado por el proceso CVD [7].

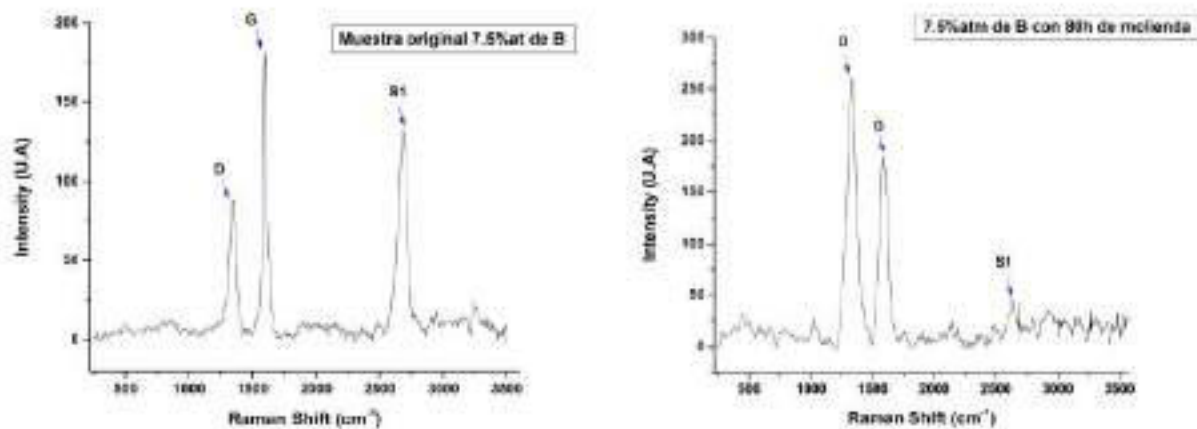


Figura 6. Espectros Raman de la mezcla Gr-7.5%at B original y con 80 h de molienda.

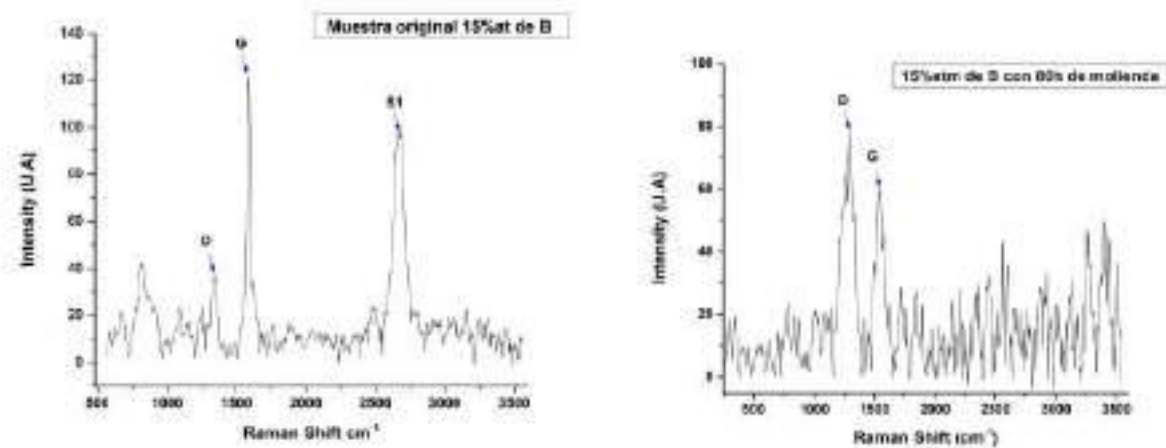


Figura 7. Espectros Raman de la mezcla Gr-15%at B original y con 80 h de molienda.

Tabla 2. Relación de hibridación Sp²/Sp³ al tiempo máximo de molienda para las diferentes concentraciones de boro

Contenido de boro [% at]	Relación inicial Sp ² /Sp ³	Relación final Sp ² /Sp ³
5	2.439	0.613
7.5	1.190	0.625
15	2.857	0.606

3.3 Películas delgadas por APPJ

Un gramo de los polvos después de molienda se dispersó en 100 ml de agua destilada para ser aplicados por medio de la técnica de Jet de Plasma a Presión Atmosférica (APPJ) sobre sustratos de acero inoxidable. La solución después de una hora de estar bajo la acción de un ultrasonido, es aerosolizada en contacto directo con el plasma atmosférico. Es un principio similar al utilizado en el área médica para la administración de medicamentos a través de nebulizadores. De esta manera, las partículas finas son dispersas en el vapor de agua y arrastradas y proyectadas por el plasma en la superficie del sustrato para la síntesis de una película uniforme y controlada.

La Figura 8 muestra la imagen de la película delgada de DDB con 5%at de B y 10% peso de MoS₂ combinados en la solución depositada por APPJ. Se observa una película homogénea con una baja rugosidad y con algunos defectos superficiales tales como porosidad y segregación.

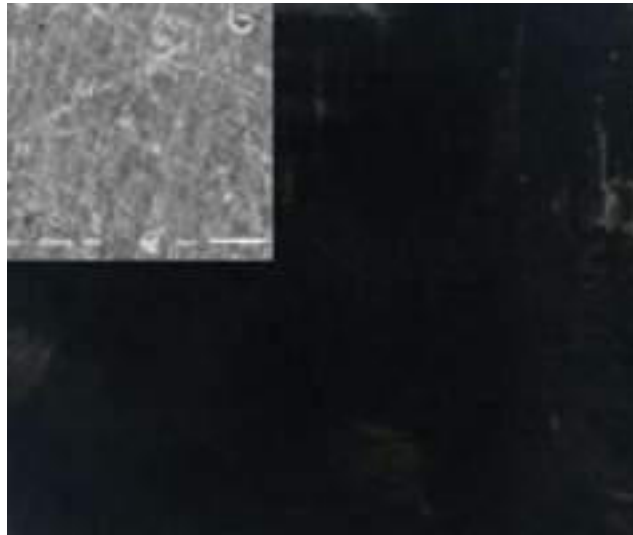


Figura 8. Película delgada de DDB depositada sobre acero inoxidable por la técnica de APPJ con una imagen de Microscopía Electrónica de Barrido

3.4 Voltamperometría cíclica

Los resultados de voltamperometría cíclica de la película de DDB con 7.5%at B y 10% peso de MoS₂ realizados en una celda con tres electrodos y utilizando una solución de H₂SO₄ al 0,5 M, se muestran en las Figuras 9. El límite de potencial utilizado fue de -0.2 a 0.8 V con diferentes velocidades de barrido de 20, 40, 60, 80 y 100 mV/s.

Se observa que con el aumento de la velocidad de barrido también aumenta la corriente de pico como resultado de que las reacciones electroquímicas de oxidación y reducción ocurren más rápido y propician a que los picos sean más pronunciados.

La relación entre la corriente de pico y la capacitancia de un electrodo son inversamente proporcional. Si la capacitancia se define como la cantidad de carga (Q) que se puede almacenar en un electrodo por unidad de voltaje (V) aplicado, cuando un electrodo tiene una alta capacitancia, puede almacenar más carga. Esto implica que la corriente que es la tasa de cambio de carga deberá ser menor.

La figura 10 muestra los voltamperogramas de la película de DDB-15%at B y 10% peso de MoS_2 donde podemos observar que la corriente de pico es menor con respecto a la mezcla con 7.5%at B, lo cual puede estar relacionado con la mayor hibridación Sp^3 y un mejor desarrollo de la estructura tipo diamante.

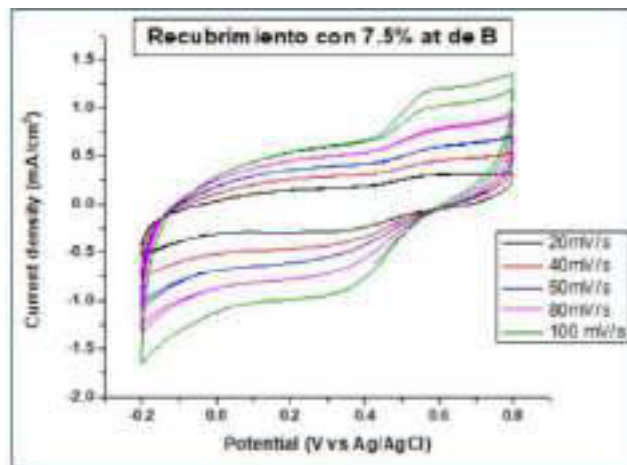


Figura 9. Voltamperograma de la película de DDB-7.5%at B- MoS_2 a diferentes velocidades de barrido.

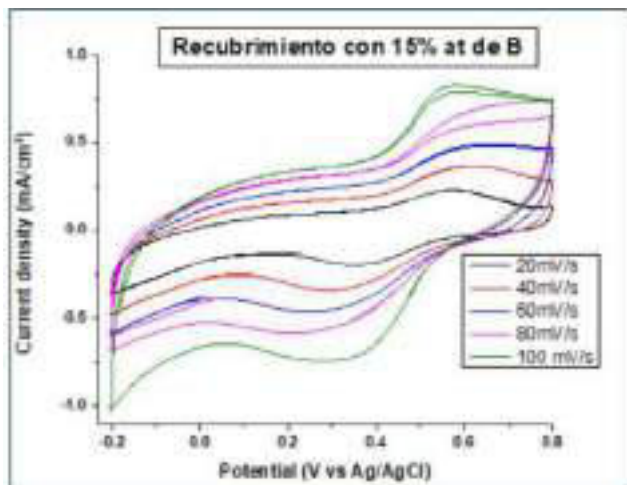


Figura 10. Voltamperograma de la película de DDB-15%at B- MoS_2 a diferentes velocidades de barrido.

4. CONCLUSIONES

Se demuestra la síntesis en el estado sólido a baja presión y temperatura de electrodos de DDB a través de cumplir con la relación de hibridación Sp_2/Sp_3 del grafito mediante espectroscopia Raman, la cual presentó un cambio de 2.7 a 0.61 promedio después de 80 h de molienda del grafito dopado con boro.

La hibridación Sp_3 característica de la estructura tipo diamante, se identificó con una mayor intensidad relativa de la banda D en la frecuencia de 1340 cm^{-1} con respecto a la posición de la banda G a 1591 cm^{-1} .

Mediante DRX se identifica el cambio de estructura cristalina del grafito al cambiar de una estructura hexagonal compacta característica del grafito, a una estructura tetragonal característica del diamante. Este cambio estructural se identificó con el aumento en la intensidad relativa del pico en la posición $43.72 (2\theta)$ grados), la reducción en el tamaño de cristalito del orden de 2.19 nm y el aumento del parámetro reticular de 2.27 \AA a 4.7798 \AA . La adición de MoS_2 como segundo componente de dopaje, muestra en los voltamperogramas, curvas características de un capacitor en forma de elipse, donde la mayor concentración de boro (15%at B) muestra una menor corriente de pico, lo que representa una mayor tasa de cambio de carga por unidad de voltaje, lo que representa una mayor capacitancia.

5. REFERENCIAS

- [1] A.J. Bard, & L.R. Faulkner, *Electrochemical methods: fundamentals and applications*. John Wiley & Sons, (2001).
- [2] Q. Zhang, Y. Chen, L. Zhang, & Z. Guo, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, Graphite and its application in corrosion protection: A review., 19 (1), 1-11, (2013).
- [3] A. Kraft, *Int. J. Electrochem. Sci.*, Doped Diamond; A compact Review on a New, Versatile Electrode Material, 2, 355 – 385 (2007).
- [4] Pleskov, Y.V. Electrochemistry of Diamond: A Review. *Russian Journal of Electrochemistry* **38**, 1275–1291(2002). <https://doi.org/10.1023/A:1021651920042>
- [5] E.C. Almeida, V.J. Trava-Airoldi, N.G. Ferreira and J.M. Rosolen, *Diamond Relat. Mater.*, 14, 1673 (2005).
- [6] J. Morales-Hernández, Producción de Materiales Compuestos de Cu-Gr-Al por medio de Aleación Mecánica, Instituto Politécnico Nacional, (1997).
- [7] Alejandro M. et al., *Electrocatalysis*, 4, Surface Activation of C-sp³ in Boron-Doped Diamond Electrode, (2013).

[8] J. Smith, Environmental Pollution, Environmental Pollution: Causes, Effects, and Control Measures (2020).

[9] H.B. Ammar, M.B. Brahim, R. Abdelhédi & Y. Samet, Separation and Purification Technology, Green electrochemical process for metronidazole degradation at BDD anode in aqueous solutions via direct and indirect oxidation, 157, 9-16 (2016).