

# UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE HIDALGO



Escuela Superior de Apan  
LICENCIATURA EN INGENIERIA EN NANOTECNOLOGIA

TESIS DE LICENCIATURA  
Construcción de Heterounión g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/OG/MoS<sub>2</sub>: caracterización morfológica y  
estructural

Para obtener el título de  
Licenciada en Ingeniería en Nanotecnología

P R E S E N T A  
Samara Jazmín Cisneros Trejo  
No de cuenta: 366172

Directores:  
Dra. Alejandra García García  
Dr. Arturo Hernández Hernández  
Apan, Hidalgo., Junio 2025





**MTRA. OJUKY DEL ROCIO ISLAS MALDONADO**  
**DIRECTORA DE ADMINISTRACION ESCOLAR**  
**DE LA U.A.E.H.**  
**PRESENTE**

Por este conducto, le comunico que la Comisión Revisora asignada al trabajo de tesis de la alumna de la Licenciatura en Ingeniería en Nanotecnología, **Samara Jazmín Cisneros Trejo**, con número de cuenta 366172, quien presenta el tema "**Construcción de Heterounión g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/OG/MoS<sub>2</sub>: caracterización morfológica y estructural**", después de revisar la tesis y constituida como Jurado, ha autorizado la impresión de la tesis, hechas las correcciones que fueron acordadas.

A continuación, se presentan las firmas de conformidad de los miembros de este jurado:

PRESIDENTE: DRA. ALEJANDRA GARCÍA GARCÍA

SECRETARIO: DR. LUIS ALBERTO HERNÁNDEZ HERNÁNDEZ

PRIMER VOCAL: M. ING. JESÚS ALEJANDRO ARIZPE ZAPATA

SEGUNDO VOCAL: M. EN C. ÁNGEL OSUNA ZATARAIN

TERCER VOCAL: DR. ARTURO HERNÁNDEZ HERNÁNDEZ

SUPLENTE A: DR. JOSÉ ALFREDO PESCADOR ROJAS

Sin otro particular, le reitero a usted la seguridad de mi atenta consideración.

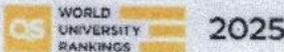
ATENTAMENTE  
"AMOR, ORDEN Y PROGRESO"  
Apan, Hgo., a 09 de junio de 2025

  
**DR. JORGE ZUNO SILVA**  
**DIRECTOR DE LA ESCUELA SUPERIOR DE APAN**



Carretera Apan - Calpulapan Km. 8, Colonia Chimalpa  
Tlalayote, Apan, Hidalgo, México C.P. 43900  
Teléfono: 7717172000 Ext. 50901  
esap@uaeh.edu.mx

"Amor, Orden y Progreso"



uaeh.edu.mx

*“No tienes que hacer siempre cosas fuera de lo común; lo que tienes que hacer es hacerlo todo de la mejor manera que puedas, eso es todo”.*

*Ann Cameron*

## **Dedicatoria**

*Durante toda mi vida crecí con la idea de que para poder ser feliz necesitaba tener éxito a nivel académico y profesional, por lo que vivía tratando de ser la mejor en todo hasta el punto en que perdí mi esencia, el gusto por lo que amaba; pero al final, después de casi 24 años me detuve y me di cuenta de que la felicidad siempre ha estado frente a mí y es tan simple que, tal vez, por eso nunca la percibí.*

*Siempre pensé que iba a dedicar mi tesis a Karla, mi hermana, sin embargo, jamás me imagine que conocería a un ser lleno de magia, que llegó a cambiar la vida de toda la familia y me inspiró a dar ese pequeño salto que necesitaba para completar esta tesis, no como requisito, sino como un acto de amor por lo que hago y lo que soy.*

*Dedico esta tesis a Carlitos por mostrarme la verdadera felicidad.*

## **Agradecimientos**

Quiero expresar mi más sincero agradecimiento a todas las personas que me acompañaron y apoyaron a lo largo de este camino.

En primer lugar, a Dios, por guiar mi camino y estar siempre conmigo.

A mis padres, por su amor incondicional, sus sacrificios, por permitirme la oportunidad de creer y nunca limitarme; gracias por darme todo lo que tenían e incluso más de lo que estaba en sus posibilidades. A mis abuelos, que con su sabiduría, cariño y ejemplo me han inspirado siempre a seguir adelante.

A mi hermana por estar siempre conmigo y para mí, por todo su amor y confianza; no hay una forma de agradecer por todo lo que haces por mí.

A Rubí, Santiago y Isabella, por cada risa y abrazos cuando los necesitaba, incluso si no lo notaban.

A Sheyka Andrea Vázquez Ruiz por ser mi amiga durante esta aventura; gracias por compartir un poquito de tu vida y ser un pilar fundamental en mis estudios, por ayudarme a avanzar y escucharme siempre.

A Ángel Osuna Zatarain mi compañero durante esta aventura llamada vida, por su enorme comprensión y paciencia; por sus palabras de aliento y confianza, así como su apoyo y guía a lo largo de la experimentación y escritura de esta tesis.

Agradezco al doctor Arturo Hernández, por su infinita paciencia y apoyo a lo largo de mi carrera universitaria, gracias por la oportunidad y confianza otorgada, así como por impulsarme en cada pequeño paso, alentándome a mejorar cada día.

A la Dra. Alejandra García y M.C. Alejandro Arizpe por su guía, apoyo y confianza durante mi estancia no sólo dentro del laboratorio, también por sus consejos y comprensión. Al personal técnico, doctores e investigadores de CIMAV, con una mención especial a Julio Rivera, Lilia Bautista, Ana Arizmendi y Isabel Mendivil.

## Resumen

Este trabajo reporta el desarrollo de una heterounión de tipo Van der Waals compuesta por nitruro de carbono grafitico ( $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ), óxido de grafeno (OG) y disulfuro de molibdeno ( $\text{MoS}_2$ ), cuyo objetivo es optimizar la eficiencia fotocatalítica mediante la mejora en la separación de cargas y la absorción de luz visible. Para ello, los materiales constituyentes fueron diseñados, sintetizados y caracterizados exhaustivamente a través de metodologías específicas: se empleó la exfoliación térmica controlada para obtener nanohojas de  $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ; una versión modificada del método de Hummer, destinada a la obtención de OG; y síntesis hidrotérmica para la producción de  $\text{MoS}_2$ . Estas técnicas permitieron obtener materiales de alta pureza y propiedades idóneas para su integración en la heterounión.

La caracterización estructural y química se realizó mediante difracción de rayos X (XRD), espectroscopia Raman, FT-IR, XPS y microscopía electrónica (SEM, FESEM, HRSEM). Los análisis confirmaron la exitosa síntesis de cada componente y la formación de una heterounión, evidenciada por la identificación de los planos característicos en los sistemas  $g\text{-C}_3\text{N}_4/\text{MoS}_2$  y  $g\text{-C}_3\text{N}_4/\text{OG}/\text{MoS}_2$ , la efectiva exfoliación de las nanohojas de  $g\text{-C}_3\text{N}_4$ , la estabilidad estructural de  $\text{MoS}_2$ , y la detección de modos vibracionales distintivos en Raman que indican interacciones sinérgicas entre los componentes.

En el ámbito fotocatalítico, la heterounión  $g\text{-C}_3\text{N}_4/\text{OG}/\text{MoS}_2$  exhibió una destacada actividad en la degradación del azul de metileno bajo irradiación solar. Los ensayos de fotodegradación, monitoreados mediante espectrofotometría UV-Vis, demostraron una alta eficiencia en la remoción del colorante en tiempos significativamente inferiores a los de sistemas convencionales, lo cual evidencia la efectividad del diseño en términos de separación y transferencia de cargas.

En conjunto, este estudio aporta avances significativos en el diseño y la ingeniería de heteroestructuras basadas en interacciones de Van der Waals, abriendo nuevas perspectivas para el desarrollo de fotocatalizadores de alto rendimiento con potenciales aplicaciones ambientales y energéticas.

## Abstract

This work reports the development of a Van der Waals-type heterojunction composed of graphitic carbon nitride ( $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ), graphene oxide (GO), and molybdenum disulfide ( $\text{MoS}_2$ ), aimed at optimizing photocatalytic efficiency by enhancing charge separation and visible light absorption. To achieve this, the constituent materials were meticulously designed, synthesized, and comprehensively characterized using specific methodologies: controlled thermal exfoliation to obtain  $g\text{-C}_3\text{N}_4$  nanosheets, a modified Hummers' method for the synthesis of GO, and hydrothermal synthesis to produce  $\text{MoS}_2$ . These techniques enabled the production of high-purity materials with properties ideally suited for integration into the heterojunction.

Structural and chemical characterization was performed using X-ray diffraction (XRD), Raman spectroscopy, FT-IR, XPS, and electron microscopy (SEM, FESEM, HRSEM). The analyses confirmed the successful synthesis of each component and the formation of an efficient heterojunction, as evidenced by the identification of characteristic planes in both the  $g\text{-C}_3\text{N}_4/\text{MoS}_2$  and  $g\text{-C}_3\text{N}_4/\text{GO}/\text{MoS}_2$  systems, the effective exfoliation of  $g\text{-C}_3\text{N}_4$  nanosheets, the structural stability of  $\text{MoS}_2$ , and the detection of distinctive vibrational modes in Raman spectroscopy that indicate synergistic interactions among the components.

In the domain of photocatalysis, the  $g\text{-C}_3\text{N}_4/\text{GO}/\text{MoS}_2$  heterojunction exhibited remarkable activity in degrading methylene blue under solar irradiation. Photodegradation tests, monitored via UV-Vis spectrophotometry, demonstrated a high efficiency in dye removal within significantly shorter time intervals compared to conventional systems, thereby evidencing the design's effectiveness in terms of charge separation and transfer.

Overall, this study provides significant advances in the design and engineering of heterostructures based on Van der Waals interactions, opening new perspectives for the development of high-performance photocatalysts with potential applications in environmental remediation and renewable energy conversion.

# ÍNDICE

<b>1. INTRODUCCIÓN</b> .....	10
<b>2. ANTECEDENTES</b> .....	12
<b>2.1 Fotocatálisis</b> .....	12
2.1.1 Principios de la fotocatálisis.....	13
2.1.2 Semiconductores utilizados en la fotocatálisis.....	14
2.1.3 Fotocatálisis Heterogénea .....	16
<b>2.2 Heteroestructuras</b> .....	18
2.2.1 Heterouniones.....	19
2.2.2 Tipos de Heterouniones .....	21
2.2.3 Heterouniones según aspectos estructurales: Van Der Waals.....	24
<b>2.3 Materiales 2D usados en heterouniones / heteroestructuras</b> .....	25
2.3.1 Grafeno Oxidado (OG) .....	26
2.3.2 Nitruro de carbono grafitico. ....	28
2.3.3 Heterouniones estudiadas con g-C <sub>3</sub> N <sub>4</sub> .....	31
2.3.4 Disulfuro de Molibdeno (MoS <sub>2</sub> ).....	31
<b>2.4 Heterounión OG/G-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-MoS<sub>2</sub></b> .....	34
<b>3. JUSTIFICACIÓN</b> .....	36
<b>4. HIPÓTESIS</b> .....	37
<b>5. OBJETIVOS</b> .....	38
<b>OBJETIVO GENERAL:</b> .....	38
<b>OBJETIVOS ESPECÍFICOS:</b> .....	38
<b>6. METODOLOGÍA</b> .....	39
<b>6.2 Síntesis de nano hojas de g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub></b> .....	39
<b>6.3 Síntesis de OG</b> .....	40

6.4 Síntesis de MoS <sub>2</sub> .....	41
6.5 Unión OG / g-C <sub>3</sub> N <sub>4</sub> .....	42
6.6 Heterounión g-C <sub>3</sub> N <sub>4</sub> /OG/ MoS <sub>2</sub> .....	43
<b>7. RESULTADOS</b> .....	<b>44</b>
7.1 SEM .....	46
7.1.1 g-C <sub>3</sub> N <sub>4</sub> .....	46
7.1.2 MoS <sub>2</sub> .....	47
7.1.3 OG.....	48
7.1.4 OG- g-C <sub>3</sub> N <sub>4</sub> .....	50
7.1.5 Heterounión .....	50
7.2 DRX.....	52
7.2.1 g-C <sub>3</sub> N <sub>4</sub> .....	53
7.2.2 MoS <sub>2</sub> .....	54
7.3 FT-IR.....	55
7.3.1 g-C <sub>3</sub> N <sub>4</sub> .....	56
7.4 Raman.....	57
7.4.1 g-C <sub>3</sub> N <sub>4</sub> .....	57
7.4.2 MoS <sub>2</sub> .....	59
7.4.3 OG.....	60
7.5 XPS .....	61
7.5.1 g-C <sub>3</sub> N <sub>4</sub> .....	61
7.5.2 MoS <sub>2</sub> .....	63
7.5.3 OG.....	66
7.6 Evaluación fotocatalítica .....	68
<b>8. CONCLUSIONES</b> .....	<b>71</b>
<b>9. REFERENCIAS</b> .....	<b>73</b>

## ILUSTRACIONES Y FIGURAS

*Figura 1. Mecanismo de la fotocatalisis heterogénea*

*Figura 2. Ilustración esquemática de la migración de portadores de carga en fotocatalizadores de heterounión bajo irradiación de luz visible: (a) Tipo-I, (b) Tipo-II, (c) heterounión p-n y (d) esquema Z*

*Figura 3. Representación de óxido de Grafeno*

*Figura 4. Representación de  $g\text{-C}_3\text{N}_4$  y su unidad repetitiva tri-s-triazina*

*Figura 5. Vistas superior y lateral de la disposición 1T y 2H de  $\text{MoS}_2$ . En 2H- $\text{MoS}_2$  se muestra la coordinación prismática trigonal para el átomo de Mo y en 1T- $\text{MoS}_2$ , la coordinación octaédrica para el átomo de Mo. Los átomos de S se representan en amarillo y en verde Mo.*

*Figura 6. Esquema representativo del proceso de exfoliación térmica de  $g\text{-C}_3\text{N}_4$*

*Figura 7. Esquema representativo de la síntesis de OG.*

*Figura 8. Esquema representativo de síntesis hidrotermal para la obtención de nanohojas de  $\text{MoS}_2$ .*

*Figura 9. Esquema representativo de la preparación y adición de  $g\text{-C}_3\text{N}_4$  al OG para la unión de las capas.*

*Figura 10. Esquema representativo de la preparación y adición de  $\text{MoS}_2$  para la unión de las capas.*

*Figura 11. Micrografía SEM a) material en bulto, b) capas exfoliadas de  $g\text{-C}_3\text{N}_4$  y c)  $g\text{-C}_3\text{N}_4$  en forma fomi.*

*Figura 12. Micrografía FESEM a)  $\text{MoS}_2$  vía hidrotermal, b) flor de  $\text{MoS}_2$ , y HRSEM c) nanoláminas en una flor y d) vista de cada lámina.*

*Figura 13. Lámina de OG por HRSEM.*

Figura 14.  $g\text{-C}_3\text{N}_4$  sobre una lámina de OG a)  $g\text{-C}_3\text{N}_4$  en nanohojas y b) en nanohojas tipo fomi.

Figura 15. a) Micrografía de Heterounión, b)  $\text{MoS}_2$  sobre capas de  $g\text{-C}_3\text{N}_4$ , c) frontera entre OG,  $g\text{-C}_3\text{N}_4$  y  $\text{MoS}_2$ , y d) análisis EDS de muestra de la heterounión.

Figura 16. Comparación de DRX de  $g\text{-C}_3\text{N}_4$  en bulto, nanohojas y fomi.

Figura 17. DRX de  $\text{MoS}_2$ .

Figura 18. FTIR de  $g\text{-C}_3\text{N}_4$

Figura 19. Espectro Raman de  $g\text{-C}_3\text{N}_4$

Figura 20. Espectro Raman de  $\text{MoS}_2$

Figura 21. Espectro Raman de OG, banda D corresponde a carbono  $sp^2$  desordenado y la banda G corresponde a carbono  $sp^2$  ordenado.

Figura 22. Espectro XPS de alta resolución en la región C 1s del  $g\text{-C}_3\text{N}_4$ .

Figura 23. Espectro XPS de alta resolución en la región N 1s del  $g\text{-C}_3\text{N}_4$ .

Figura 24. Espectro XPS de alta resolución en la región Mo 3d del  $\text{MoS}_2$ .

Figura 25. Espectro XPS de alta resolución en la región S 2p del  $\text{MoS}_2$ .

Figura 26. Espectro XPS de alta resolución en la región C 1s del OG.

Figura 27. Espectro XPS de alta resolución en la región O 1s del OG.

Figura 28. Gráfico de la degradación de moléculas contaminantes de MB utilizando 1 mL y 0.2 mL de heterounión en dispersión bajo exposición a la luz solar.

## TABLAS

**Tabla 1** Semiconductores usados en Fotocatálisis ..... 15

**Tabla 2** Heterouniones desarrolladas con  $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ..... 31

## 1. INTRODUCCIÓN

En los últimos años, los fotocatalizadores semiconductores han despertado un gran interés en la investigación debido a su potencial para la conversión de energía y la mitigación de la contaminación ambiental.

Dentro de la amplia gama de materiales, el nitruro de carbono grafitico ( $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ) ha emergido como un candidato prometedor debido a su estructura laminar, estabilidad química, baja toxicidad y ancho de banda ( $\sim 2.7$  eV), lo que le permite absorber luz en la región visible del espectro electromagnético. Sin embargo, sus aplicaciones fotocatalíticas se ven limitadas por factores como la rápida recombinación de cargas fotogeneradas, su baja conductividad eléctrica y su reducida área superficial específica (correspondiente a los sitios activos).

Para abordar estas limitaciones, se han explorado diversas estrategias, incluyendo la modificación morfológica del material, adición de óxidos metálicos ( $g\text{-C}_3\text{N}_4/\text{TiO}_2$ ,  $g\text{-C}_3\text{N}_4/\text{MnO}_2$ ), el dopaje con iones metálicos y no metálicos ( $\text{Ag}/g\text{-C}_3\text{N}_4$ ), dicalcogenuros de metales de transición ( $\text{CuS}/g\text{-C}_3\text{N}_4$ ,  $\text{CdS}/g\text{-C}_3\text{N}_4$ ) y materiales de carbono como el óxido de grafeno (OG). En este contexto, la formación de heteroestructuras semiconductoras se ha posicionado como una estrategia eficaz para mejorar la separación de cargas fotogeneradas y, por ende, el rendimiento fotocatalítico. Particularmente, los dicalcogenuros de metales de transición (TMDs) han sido identificados como materiales prometedores debido a su excelente estabilidad química, propiedades electrónicas y capacidad de absorción en el espectro visible. Entre ellos, el disulfuro de molibdeno ( $\text{MoS}_2$ ) destaca por su reducido ancho de banda prohibido ( $\sim 2.1$  eV) y alta conductividad, lo que lo convierte en un candidato idóneo para la fabricación de heterouniones con  $g\text{-C}_3\text{N}_4$ .

Dado que la banda de conducción (CB) del  $g\text{-C}_3\text{N}_4$  ( $\approx -1.3$  eV) está a un potencial más negativo que la de  $\text{MoS}_2$  ( $\approx -0.86$  eV), la fabricación de una heteroestructura  $\text{MoS}_2/g\text{-C}_3\text{N}_4$  es una estrategia válida para reducir la tasa de recombinación de las cargas

fotogeneradas en g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>. En este diseño, los electrones fotogenerados se transferirán desde la CB de g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> hacia la CB de MoS<sub>2</sub>, mientras que los huecos se dirigirán desde la banda de valencia (VB) de MoS<sub>2</sub> hacia la VB de g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> bajo irradiación de luz visible. Sin embargo, la fabricación de heteroestructuras MoS<sub>2</sub>/g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> con una interfaz de alta calidad sigue siendo un desafío significativo, por lo que diversas investigaciones se centran en la incorporación de nuevos materiales tales como el Óxido de Grafeno, el cual puede actuar como un mediador en la transferencia de carga y mejorar la estabilidad estructural del sistema.

En este contexto, el presente trabajo se centra en el diseño, síntesis y caracterización de una heteroestructura de materiales bidimensionales como nitruro de carbono graffítico, óxido de grafeno y disulfuro de molibdeno (g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> / OG/ MoS<sub>2</sub>), con el objetivo de mejorar la eficiencia de separación de portadores de carga, optimizar la eficiencia fotocatalítica, así como la capacidad de absorción de luz visible. A través de diversas técnicas de caracterización, se analizarán la estructura, morfología y composición química de la heteroestructura para evaluar la interacción entre sus componentes y su impacto en la actividad fotocatalítica. Los resultados obtenidos proporcionarán nuevas perspectivas para el desarrollo de fotocatalizadores eficientes con aplicaciones ambientales y tecnológicas.

## 2. ANTECEDENTES

### 2.1 Fotocatálisis

Desde que Fujishima y Honda descubrieron en 1972 la división del agua mediante reacciones fotoelectroquímicas con un electrodo de  $\text{TiO}_2$  bajo luz ultravioleta, el estudio de la fotocatálisis ha experimentado una evolución significativa. Este descubrimiento marcó un punto de inflexión al demostrar el potencial de los semiconductores como catalizadores para procesos activados por luz (Zhang Liu, 2022).

La fotocatálisis ocurre cuando un material semiconductor es irradiado con luz cuya energía es igual o superior a la brecha de banda (band-gap), lo que genera pares electrón-hueco ( $e^-/h^+$ ) esenciales para reacciones redox. Los huecos ( $h^+$ ) reaccionan con moléculas de agua, generando radicales hidroxilos ( $\text{OH}\cdot$ ), mientras que los electrones ( $e^-$ ) reducen el oxígeno molecular, formando radicales superóxidos ( $\text{O}_2^{\cdot-}$ ). Ambas especies son altamente reactivas y desempeñan un papel fundamental en la degradación de contaminantes orgánicos (R. Ranjith, 2023).

Las principales ventajas de la fotocatálisis incluyen su alta estabilidad química, eficiencia en la degradación de diversos contaminantes, bajo costo operativo y carácter no tóxico. Estas características la convierten en una alternativa viable frente a tecnologías tradicionales, que a menudo requieren grandes cantidades de productos químicos o generan subproductos secundarios (Gurleen Bal, 2022).

La fotocatálisis ha emergido como una tecnología innovadora y eficiente para abordar diversos problemas debido a su capacidad para aprovechar la energía solar, una fuente renovable y abundante, para inducir reacciones químicas que descomponen los contaminantes hasta convertirlos en productos menos dañinos (Zhang Liu, 2022).

No obstante, los fotocatalizadores convencionales presentan limitaciones como la activación exclusiva bajo luz ultravioleta y una elevada tasa de recombinación de pares

electrón-hueco, lo que compromete su eficiencia. En este contexto, el desarrollo de nuevos fotocatalizadores con una respuesta extendida al espectro visible y propiedades mejoradas ha recibido atención considerable (Saldaña, 2018).

### 2.1.1 Principios de la fotocatalisis

La fotocatalisis es un proceso químico que involucra la activación de semiconductores mediante irradiación lumínica, lo que induce reacciones redox en la superficie del fotocatalizador. Este fenómeno ocurre cuando la energía de la luz incidente es igual o superior a la brecha de banda (band-gap) del semiconductor. En estas condiciones, un electrón ( $e^-$ ) de la banda de valencia (BV) es promovido a la banda de conducción (BC), dejando un hueco positivo ( $h^+$ ) en la BV (Izquierdo, 2016).

Estos pares  $e^-/h^+$  fotogenerados pueden migrar a la superficie del catalizador y reaccionar con especies adsorbidas o próximas a la superficie, pero también pueden sufrir procesos de recombinación, que disminuirían la eficiencia de la reacción fotocatalítica.

En otras palabras, la fotocatalisis se lleva a cabo mediante:

1. **Oxidación mediante huecos ( $h^+$ ):** Los huecos generados en la BV reaccionan con moléculas de agua o grupos hidroxilo ( $OH^-$ ), formando radicales hidroxilos ( $OH\cdot$ ), que son especies altamente oxidantes capaces de degradar contaminantes orgánicos mediante procesos de ruptura de enlaces moleculares.
2. **Reducción mediante electrones ( $e^-$ ):** Los electrones fotogenerados en la BC interactúan con moléculas de oxígeno ( $O_2$ ), generando radicales superóxidos ( $O_2^{\cdot-}$ ). Estas especies reactivas contribuyen a la reducción y mineralización de contaminantes orgánicos, formando productos finales como dióxido de carbono ( $CO_2$ ) y agua ( $H_2O$ ). (Yang, 2021).

Para minimizar los procesos de recombinación y optimizar el aprovechamiento de la radiación incidente, especialmente bajo luz solar, uno de los principales desafíos actuales es el desarrollo de materiales fotocatalíticos avanzados. Estas mejoras incluyen técnicas como el dopaje con aniones o cationes, el diseño de composites, la deposición de nanopartículas metálicas y el acoplamiento de semiconductores, con el fin de ampliar la respuesta espectral y mejorar la eficiencia del proceso fotocatalítico.

### *2.1.2 Semiconductores utilizados en la fotocatalisis*

Cuando los fotocatalizadores semiconductores son irradiados con luz solar, los electrones ( $e^-$ ) en su banda de valencia (BV) se excitan hacia la banda de conducción (BC), dejando huecos ( $h^+$ ) con capacidad de oxidación en la BV. Estos portadores fotoexcitados participan en procesos de degradación y mineralización de contaminantes orgánicos, reducción y detoxificación de iones metálicos, eliminación de microorganismos, conversión de  $CO_2$  en hidrocarburos y división del agua en  $H_2$  y  $O_2$  (Yang, 2021). Si bien existen diversos materiales con aplicaciones fotocatalíticas, es importante considerar su impacto ambiental. Por ejemplo, el nano- $TiO_2$  es foto reactivo y genera especies reactivas de oxígeno (ROS), lo que puede inducir estrés oxidativo en células humanas (Vânia Serrão Sousa, 2017).

En este sentido, se han estudiado diversos materiales con posibles aplicaciones en fotocatalisis, a continuación, se presenta una tabla con algunos Semiconductores usados para la fotocatalisis.

**Tabla 1** Semiconductores usados en Fotocatálisis

Semiconductor	Estructura Cristalina	CB (eV)	VB (eV)	Eg (eV)	Aplicaciones Típicas
<b>TiO<sub>2</sub> (Anatasa)</b>	Anatasa	-0.5	2.7	3.2	Degradación de contaminantes orgánicos bajo luz UV
<b>Cu<sub>2</sub>O</b>	Cúbica	-1.16	0.85	2.0	Reducción de CO <sub>2</sub> a hidrocarburos
<b>CdS</b>	Hexagonal	-0.9	1.5	2.4	Producción de H <sub>2</sub>
<b>g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub></b>	Laminar	-1.3	1.4	2.7	Degradación de contaminantes y generación de H <sub>2</sub>
<b>MoS<sub>2</sub></b>	Hexagonal	-0.86	1.22	2.1	Fotodegradación bajo luz visible
<b>WO<sub>3</sub></b>	Monoclínica	-0.1	2.7	2.8	Oxidación de contaminantes orgánicos bajo luz UV-visible

Aunque el TiO<sub>2</sub> presenta actividad fotocatalítica significativa, su activación está limitada a la luz ultravioleta y sufre una elevada tasa de recombinación de cargas, reduciendo su eficiencia; por ello, diversos autores plantean el desarrollo de la estructura de heterounión como una técnica exitosa para mejorar características fotocatalíticas como una región de recolección de luz extendida, una fuerte capacidad redox y una recombinación reducida. (S. Sivakumar, 2022)

En 2015, se publicaron más de 5500 estudios sobre aplicaciones fotocatalíticas, lo que evidencia el creciente interés científico en la fotocatalisis heterogénea. Claramente, la presencia de fotocatalizadores eficientes desempeña un papel esencial en la determinación de la eficiencia cuántica general de todos estos sistemas de reacción fotocatalítica. Durante los últimos 40 años, diversos materiales semiconductores

disponibles, como  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{CdS}$ ,  $\text{g-C}_3\text{N}_4$ , etc., y sus ensamblajes nanoestructurados, se han empleado ampliamente como fotocatalizadores para aprovechar directamente la energía solar en diferentes reacciones redox ([Jiuqing Wen, 2017](#))

### *2.1.3 Fotocatálisis Heterogénea*

La fotocatalisis heterogénea es un proceso en el que una reacción fotoquímica se acelera mediante la presencia de un catalizador sólido, típicamente un semiconductor. ([Alex Omo Ibhaddon, 2013](#)).

El mecanismo de la fotocatalisis heterogénea ha sido ampliamente estudiado y consta de siete etapas clave ([Jiuqing Wen, 2017](#)), que pueden agruparse en cuatro procesos fundamentales:

- 1.- Captación de luz (etapa 1);*
- 2.- Excitación de carga (etapa 2);*
- 3.- Separación y transferencia de carga (etapas 3, 4 y 5)*
- 4.- Reacciones electrocatalíticas superficiales (etapas 6 y 7).*

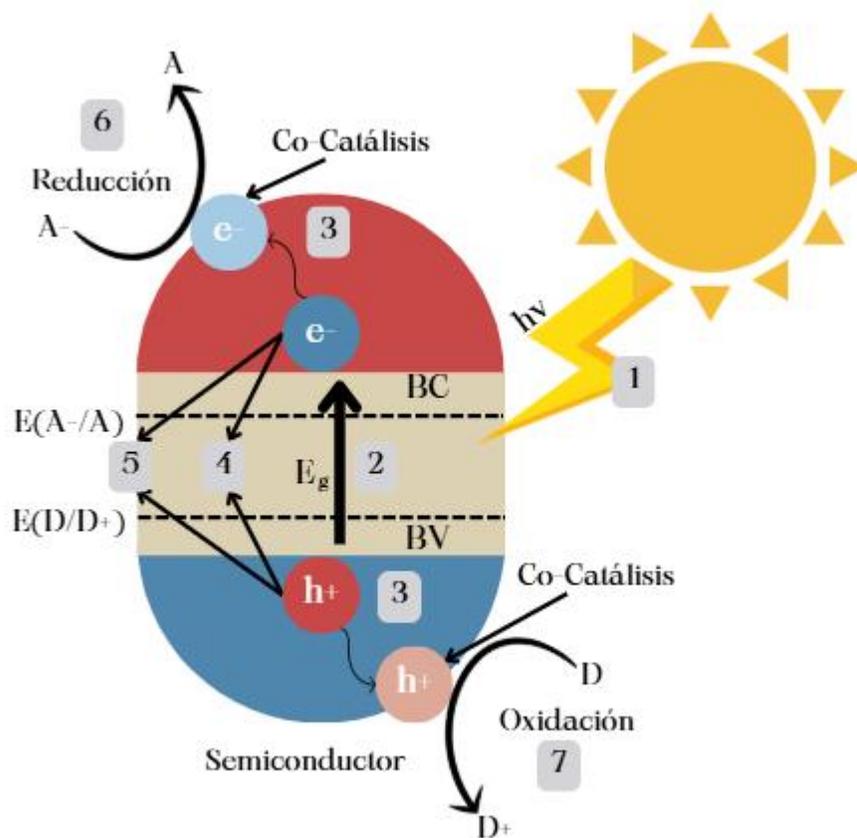
La captación de luz depende en gran medida de la morfología y estructura superficial del fotocatalizador. Su eficiencia puede mejorarse mediante efectos de múltiples reflexiones y dispersión, optimizados a través del diseño de arquitecturas jerárquicas macroporosas y mesoporosas.

La excitación de carga en un semiconductor está determinada por su estructura electrónica, ya que los electrones en la banda de valencia (BV) solo pueden ser promovidos a la banda de conducción (BC) si la energía de la luz incidente es igual o superior a la brecha de banda ( $E_g$ ). La recombinación no deseada de cargas en el volumen (etapa 4) y en la superficie (etapa 5) del semiconductor afecta negativamente la separación y transferencia de carga (etapa 3) hacia los sitios activos en la interfaz. Este fenómeno es clave para determinar la eficiencia cuántica del fotocatalizador, la cual está dada por:

$$n_q = \frac{(r)_A}{(e^n)_A} \times 100$$

Donde  $r$  es la velocidad de reacción expresada en moles por unidad de volumen o área superficial y tiempo, y  $e^n$  es la tasa (local, volumétrica o superficial) de absorción de fotones. Debido a la naturaleza inherentemente no homogénea del flujo de radiación de fotones a lo largo de las coordenadas espaciales del reactor, los valores de todas las variables observables presentadas son de carácter local. Por lo tanto, estas ecuaciones utilizan valores promedios (subíndice A) calculados sobre todo el volumen o superficie del medio de reacción y sobre el rango de longitudes de onda de la fuente de iluminación.

Solo los electrones y huecos suficientemente energéticos logran migrar a la superficie del semiconductor sin recombinarse, donde pueden ser atrapados por sitios activos o catalizadores. Esto favorece las reacciones electrocatalíticas de reducción (etapa 6) y oxidación (etapa 7) de los reactivos adsorbidos. Dichas reacciones solo ocurren cuando los potenciales de reducción y oxidación son más positivos o negativos que los niveles de CB y VB.



**Figura 1.** Mecanismo de la fotocatalisis heterogénea.

## 2.2 Heteroestructuras

Un enfoque clave para mejorar la eficiencia de los fotocatalizadores es la formación de heteroestructuras, que se generan mediante la combinación de materiales con distintas composiciones químicas, estructuras y propiedades electrónicas.

Las heteroestructuras representan una herramienta fundamental en el diseño de materiales avanzados, ya que permiten la integración de propiedades químicas, estructurales y electrónicas para mejorar el rendimiento fotocatalítico. Para optimizar las funciones electrónicas dentro de una heteroestructura, es crucial mantener una

interfaz prístina, evitando desorden químico excesivo o estados electrónicos no controlados que puedan alterar sus propiedades (Peiqi Wang, 2021)

### 2.2.1 Heterouniones

El concepto de heterouniones se remonta a 1979, cuando Bard introdujo los fotocatalizadores tipo Z, los cuales han sido ampliamente estudiados y han mantenido su relevancia durante décadas. (Yakubu Adekunle Alli, 2023)

Una heterounión es la interfaz formada por la conexión de dos o más semiconductores con bandas prohibidas desiguales, lo que favorece la transferencia de carga y mejora la eficiencia fotocatalítica. Las heterouniones suelen estar conformadas por dos semiconductores con estructuras de bandas escalonadas, acompañados de mediadores redox iónicos que facilitan la transferencia electrónica entre los fotocatalizadores. Esta forma podría ser propicia para expandir el rango de absorción del espectro de un solo catalizador, promoviendo la migración de cargas fotogeneradas en diferentes fotocatalizadores a través del contacto cercano entre las interfaces y potenciando su separación espacial. (Shanlin Qiao, 2022)

La construcción de heterouniones mediante el acoplamiento de dos semiconductores ha demostrado ser uno de los métodos más eficaces para realizar la separación espacial de pares electrón-hueco foto excitados. A diferencia de las homouniones, estos materiales semiconductores tienen configuraciones de banda prohibida escalonadas/desiguales que mejoran la transferencia de carga.

Si los dos semiconductores poseen diferentes niveles de energía de Fermi ( $E_F$ ) o funciones de trabajo ( $W$ ), se espera que se forme un campo eléctrico incorporado (ED) en la interfaz de heterounión debido a la difusión espontánea de los de electrones desde el semiconductor con mayor  $E_F$  hacia el de menor  $E_F$ .

El avance en la heterounión de materiales 2D se debe a sus propiedades distintivas, como el confinamiento cuántico, una interfaz de contacto optimizada y una mayor

estabilidad en comparación con materiales masivos ([S. Sivakumar, 2022](#)). Además, las heteroestructuras 2D/2D garantizan grandes interfaces de contacto íntimas, que pueden mejorar en gran medida la transferencia de carga interfacial, por lo tanto, es práctico desarrollar una hetero interfaz 2D/2D cercana sobre una gran superficie con una distancia de transferencia de carga bastante corta utilizando nano hojas con múltiples capas atómicas como bloques de construcción. ([Zambaga Otgonbayar, 2023](#))

Bajo irradiación luminosa, los electrones y huecos fotoexcitados migran entre los semiconductores a través del campo eléctrico incorporado, lo que inhibe la recombinación y mejora la eficiencia fotocatalítica. Cabe señalar que la formación del campo eléctrico incorporado en la interfaz de heterounión y el comportamiento de transferencia de portadores foto excitados dependen de muchos factores, tales como la semiconductividad (tipo N o tipo P), la función de trabajo (o nivel de Fermi), y potenciales CB/VB de los semiconductores. ([Yang, 2021](#))

Además del band gap adecuado, la interfaz entre los componentes adyacentes es esencial para el fotocatalizador. La interacción electrostática de los semiconductores en una solución proporciona una plataforma ideal para construir heterounión, que procesa una fuerte fuerza de atracción. Se ha demostrado que la carga superficial de los semiconductores puede ajustarse mediante el pH de la solución, lo que podría inducir la formación de heterouniones con dos semiconductores de carga opuesta.

Los enlaces de hidrógeno conectados a dos semiconductores poseen una baja resistencia eléctrica interfacial de carga ultrarrápida. En comparación con las interacciones físicas relativamente vulnerables, el enlace químico es estable y firme. Por lo tanto, la heterounión final construida mediante enlaces químicos no es frágil, y los enlaces químicos entre semiconductores actúan como un medio de transferencia de electrones para promover la migración de los portadores de carga fotoinducidos.

### 2.2.2 Tipos de Heterouniones

Las heterouniones se clasifican principalmente en cuatro tipos según la banda prohibida del semiconductor, su nivel de energía electrónica y la eficiencia en la separación de los portadores fotogenerados: tipo I, tipo II, heterounión p-n y esquema Z. ([Shanlin Qiao, 2022](#))

En el sistema fotocatalítico de la heterounión tipo-I (Fig.2 a), la energía de la banda de conducción (BC) en el semiconductor tipo I (SC I) es más elevada que la del semiconductor tipo II (SC II), mientras que la posición de la banda de valencia (BV) de SC I es más baja. Como resultado, durante la exposición a la luz, los portadores fotogenerados se acumulan en la BV y BC de SC tipo II. Este fenómeno provoca una separación ineficaz de los pares electrón-hueco, ya que se concentran en un solo semiconductor, reduciendo significativamente el rendimiento de las reacciones redox.

En el escenario de la heterounión tipo-I, los electrones y huecos tienden a confinarse cerca de la interfaz de los semiconductores del núcleo y la cáscara. Sin embargo, esta localización resulta desfavorable para las reacciones en el semiconductor externo.

En una búsqueda incesante de fotocatalizadores que cumplan con todas las condiciones universales para una reacción fotocatalítica eficaz, Serpone y sus colaboradores introdujeron en 1984 un nuevo esquema denominado heterounión tipo II. ([Serpone, 2012](#)) El grupo describió por primera vez la transferencia de electrones entre partículas para solucionar la rápida recombinación de pares electrón-hueco en mono fotocatalizadores. Posteriormente, junto con Bedja et al., este esquema se mejoró de transferencia de electrones entre partículas a transferencia de huecos entre partículas cuando dos semiconductores combinados mostraron estructuras de bandas escalonadas. ([Bedja, 1996](#)) ([Yakubu Adekunle Alli, 2023](#))

En la heterounión tipo II (Fig.2 b), tanto la BV como la BC de SC tipo I son superiores a las de SC tipo II. Por lo tanto, durante la irradiación con luz igual o superior al espacio de energía prohibida de SC tipo II, los electrones se excitan hacia la BC vacante, dejando huecos en la BV. Estos huecos se transfieren a SC I, mientras que los

electrones fotogenerados migran a SC II. Aunque ambos procesos de transporte y recombinación ocurren simultáneamente, el último es significativamente más rápido que el primero.

Los electrones y huecos no solo intervienen en reacciones redox, sino que también pueden interactuar con  $\text{H}_2\text{O}$  y  $\text{O}_2$ , generando especies reactivas como radicales hidroxilos ( $\text{OH}\cdot$ ) y superóxido ( $\text{O}_2^{\cdot-}$ ), lo que potencia la eficiencia fotocatalítica ([Linxuan Xie, T. D. 2021](#)).

A pesar de la capacidad redox reducida de la heterounión tipo-II, similar a la heterounión tipo-I, donde los portadores fotogenerados se separan en diferentes semiconductores, los sitios de oxidación y reducción se encuentran en la posición de menor potencial de VB y CB en este sistema fotocatalítico, respectivamente. Además, debido a la repulsión electrostática entre electrones o huecos, inevitablemente migran hacia el otro lado, lo cual es físicamente desfavorable cuando hay una abundancia de electrones o huecos.

Los fotocatalizadores de heterounión p-n (Fig.2 c) se basan en la unión de dos semiconductores con diferentes tipos de conducción: tipo p (dominado por huecos) y tipo n (dominado por electrones). Al entrar en contacto, ocurre un proceso de redistribución de cargas cerca de la interfaz, que genera un campo eléctrico interno. Este campo se forma debido al movimiento de electrones desde el semiconductor tipo n hacia el tipo p, y de huecos en sentido contrario, hasta alcanzar el equilibrio del nivel de Fermi.

Cuando el sistema es irradiado con luz de energía suficiente, se generan pares electrón-hueco en ambos semiconductores. El campo eléctrico interno facilita la separación espacial de los portadores: los electrones migran al semiconductor tipo n, mientras que los huecos se dirigen hacia el semiconductor tipo p, mejorando la eficiencia fotocatalítica.

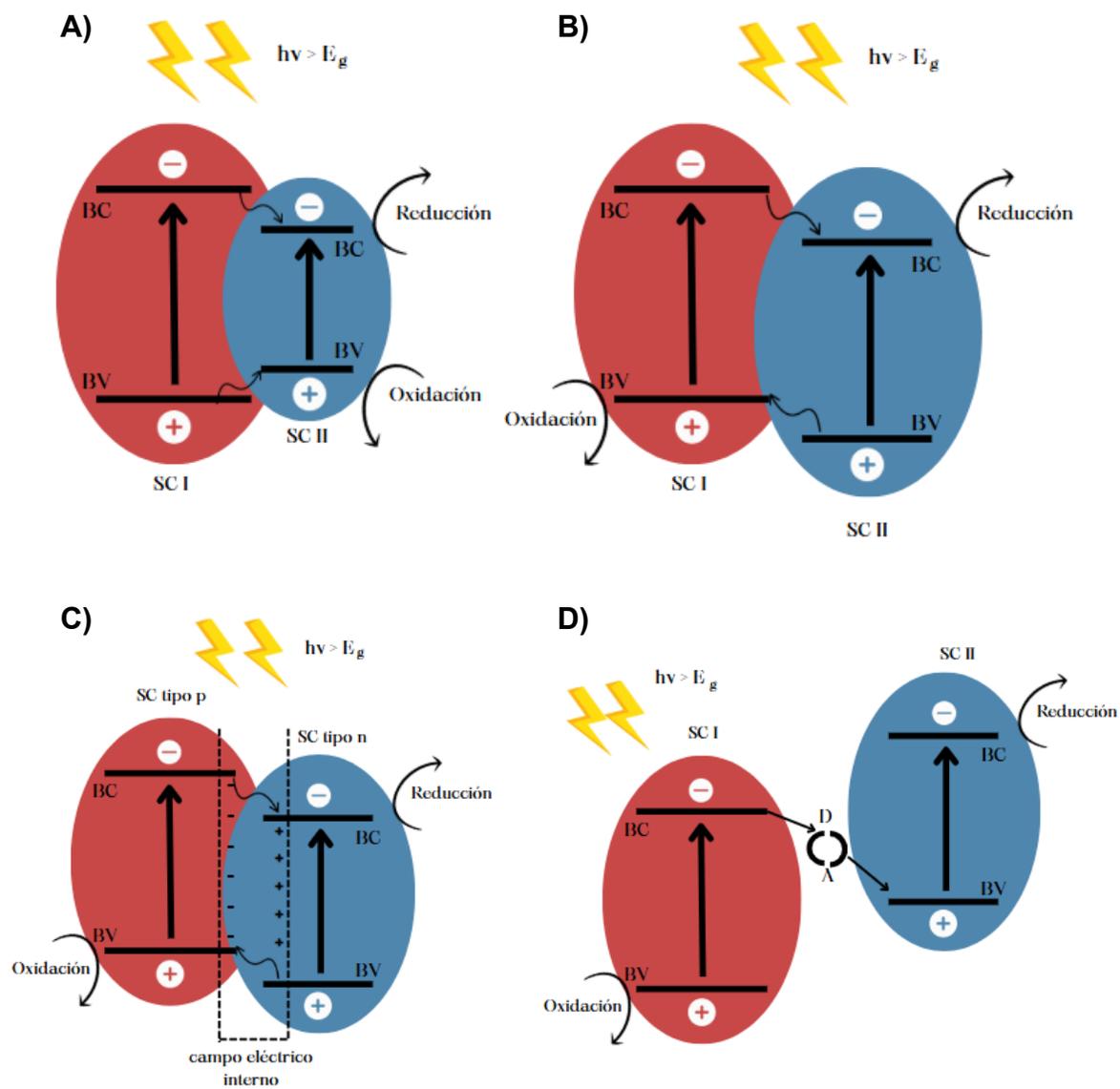
Otra ventaja es que las bandas de energía del semiconductor tipo p suelen estar más elevadas, lo cual facilita la separación de portadores. Como resultado, los

fotocatalizadores p–n tienen un rendimiento superior a las heterouniones tipo I y II, conservando además su capacidad redox y sin presentar corrosión significativa.

Inspirado en la fotosíntesis natural, el esquema Z (Fig.2 d) es una estrategia avanzada para lograr una separación más eficiente de electrones y huecos. Estos sistemas combinan dos o más semiconductores con bandas escalonadas que permiten que los huecos se acumulen en un semiconductor oxidante (con banda de valencia profunda) y los electrones en otro semiconductor reductor (con banda de conducción elevada), manteniendo así su potencial redox.

Existen tres tipos principales:

- **Esquema Z indirecto:** Usa un mediador redox (como iones metálicos) en solución para transferir electrones entre semiconductores. Aunque eficaz, presenta limitaciones como sensibilidad al pH, baja estabilidad y necesidad de operar en fase líquida.
- **Esquema Z de estado sólido:** Reemplaza los mediadores en solución por materiales conductores sólidos (como metales nobles o grafeno). Esto mejora la estabilidad y permite operar en otras fases, pero aumenta el costo y puede provocar efectos de apantallamiento (reducción de la absorción de luz por parte del semiconductor).
- **Esquema Z directo:** Elimina completamente los mediadores y establece un contacto íntimo entre los semiconductores, permitiendo la formación de un campo eléctrico interno. Este diseño optimiza la eficiencia del sistema, disminuye costos y minimiza la recombinación de cargas, al tiempo que preserva un alto potencial redox. Actualmente, es la estrategia más prometedora para mejorar la fotocatalisis.



**Figura 2.** Ilustración esquemática de la migración de portadores de carga para fotocatalizadores de heterounión convencionales bajo irradiación de luz visible: (a) Tipo-I, (b) Tipo-II, (c) heterounión p-n y (d) esquema tipo Z (Linxuan Xie, 2021)

### 2.2.3 Heterouniones según aspectos estructurales: Van Der Waals

Desde el descubrimiento del grafeno por Novoselov et al. en 2004, se han desarrollado heterouniones estructuradas con láminas 2D que combinan distintos materiales

mediante fuerzas de van der Waals, optimizando las propiedades individuales de cada componente.

En 2011, A.K. Geim introdujo el concepto de 'heteroestructuras de van der Waals' en una publicación en la revista Nature, estableciendo un marco para el diseño de estructuras híbridas 2D con aplicaciones emergentes en electrónica y fotocatalisis. [\(Xiao Li, 2015\)](#)

Recientemente, se ha despertado un enorme interés en las heterouniones VdW (vdWH) formadas entre dos materiales 2D diferentes o entre dos láminas 2D idénticas con desajuste de red debido a sus excepcionales propiedades que no pueden ser proporcionadas por sus componentes individuales.

Las heterouniones de van der Waals (vdWH) presentan una interfaz suave y atómicamente definida, lo que facilita la transferencia eficiente de carga al reducir la presencia de defectos estructurales y trampas electrónicas. [\(Y. Yan, 2020\)](#)

### **2.3 Materiales 2D usados en heterouniones / heteroestructuras**

Los materiales bidimensionales (2D) han sido objeto de una intensa investigación en los últimos años debido a sus propiedades únicas y aplicaciones emergentes. Entre ellos destacan el grafeno, los dicalcogenuros de metales de transición (TMDs), el nitruro de boro hexagonal (h-BN), los nitruros de carbono graffíticos (g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>), el fosforeno, los tricalcogenuros de fósforo y metal, las nanohojas de perovskita, las monocapas de óxido metálico y las moléculas orgánicas 2D [\(Y. Yan, 2020\)](#)

Las heteroestructuras basadas en materiales 2D ofrecen ventajas significativas debido a su superficie libre, que permite la separación de capas de unos pocos átomos y facilita la combinación de distintos materiales 2D. Esto da lugar a heteroestructuras de van der Waals (VdW) con interfaces atómicamente limpias y electrónicamente estables. Estos materiales pueden combinarse de manera versátil, permitiendo ajustes

en los ángulos entre las capas atómicas y posibilitando la creación de estructuras personalizadas con propiedades electrónicas y ópticas mejoradas.

Sin la necesidad de enlaces químicos directos, las heteroestructuras 2D basadas en fuerzas de van der Waals (VdW) ofrecen una enorme flexibilidad para construir una amplia variedad de heteroestructuras con variaciones prácticamente arbitrarias en composición química, estructuras electrónicas y ángulos de giro, lo que abre una libertad sin precedentes para explorar propiedades físicas exóticas como electrones correlacionados, excitones intercapas e interacciones de espín. ([Peiqi Wang, 2021](#))

Las heteroestructuras formadas por materiales semiconductores 2D/2D han demostrado una transferencia de carga altamente eficiente en procesos de reducción catalítica heterogénea de CO<sub>2</sub>. Su amplia superficie expone numerosos sitios catalíticamente activos y permite una mejor captación de luz, lo que los hace prometedores para la reducción fotocatalítica de CO<sub>2</sub>. Las heteroestructuras 2D/2D permiten la formación de interfaces altamente íntimas, lo que favorece la transferencia eficiente de carga a nivel interfacial.

Esto hace viable el diseño de hetero interfaces 2D/2D con una distancia de transferencia de carga corta, utilizando nanohojas ultrafinas con múltiples capas atómicas como bloques de construcción. ([Zambaga Otgonbayar, 2023](#))

### *2.3.1 Grafeno Oxidado (OG)*

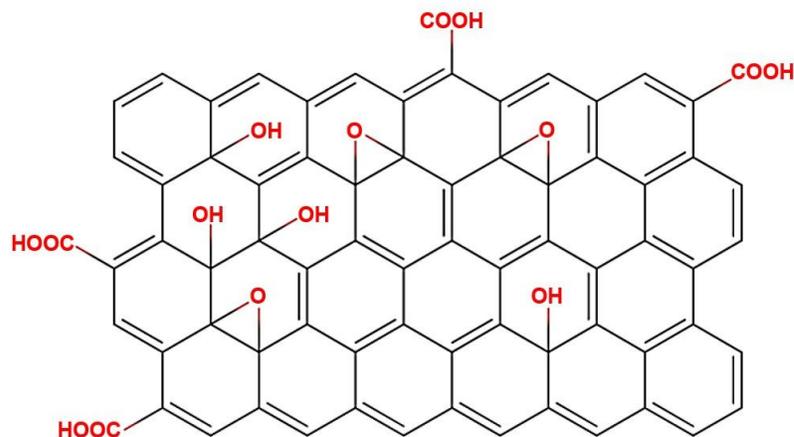
El grafeno es un material bidimensional (2D) con espesor atómico, compuesto por átomos de carbono sp<sup>2</sup> organizados en una estructura de panal hexagonal. Se ha demostrado que el grafeno posee propiedades excepcionales, entre ellas alta resistencia mecánica, elevada conductividad eléctrica y capacidad para actuar como barrera molecular, lo que ha impulsado su aplicación en diversos campos científicos y tecnológicos. Por estas razones, numerosos esfuerzos de investigación han buscado incorporar grafeno en polímeros para diseñar nanocompuestos poliméricos. ([Andrew T. Smith, 2019](#))

El óxido de grafeno (OG, Fig. 3) es un derivado del grafeno modificado químicamente con grupos funcionales oxigenados en su plano basal y bordes. Estas modificaciones permiten interacciones covalentes y no covalentes con otras moléculas, ampliando sus aplicaciones en materiales avanzados.

El OG es un material a base de carbono con una gran superficie específica, alta estabilidad química y estructura en capas. Se obtiene mediante la oxidación controlada del grafito, proceso que introduce grupos funcionales oxigenados y modifica sus propiedades electrónicas y químicas.

El OG conserva la estructura hexagonal del grafito, pero incorpora grupos funcionales oxigenados como hidroxilo ( $-OH$ ), alcóxido ( $C-O-C$ ), carbonilo ( $C=O$ ) y ácido carboxílico ( $-COOH$ ) entre sus capas, lo que mejora su solubilidad y capacidad de funcionalización superficial. Gracias a la presencia de estos grupos funcionales, el OG exhibe mayor solubilidad y capacidad de funcionalización, lo que ha ampliado su aplicación en el desarrollo de materiales nanocompuestos y dispositivos electrónicos avanzados.

En el OG, los grupos epoxi e hidroxilo están distribuidos en su plano basal, mientras que sus bordes presentan mayoritariamente grupos carboxilo, lo que influye en sus propiedades químicas y reactividad superficial. (Zambaga Otgonbayar, 2023)



**Figura 3.** Representación de óxido de Grafeno

Entre los materiales de carbono, el óxido de grafeno (OG) tiene un gran potencial para atrapar electrones del fotocatalizador semiconductor. La modificación con OG mejora la eficiencia fotocatalítica debido a sus admirables características eléctricas, térmicas, mecánicas y alta superficie. (Ghani Ur Rehman, 2019)

### 2.3.2 Nitruro de carbono grafitico.

El nitruro de carbono polimérico, uno de los primeros polímeros sintéticos conocidos, fue denominado "melón" por Berzelius y Liebig en 1834. Berzelius identificó el nitruro de carbono en 1830 durante una reacción luminiscente entre mercurio y tiocianato. La primera aplicación para la producción de hidrógeno a partir de la división del agua fue realizada por Wang et al. (Faten Saman, 2024)

Aunque el  $g\text{-C}_3\text{N}_4$  es la fase más comúnmente investigada debido a su estabilidad, el nitruro de carbono también forma varias alotropías, como:

- $\alpha\text{-C}_3\text{N}_4$ ,
- $\beta\text{-C}_3\text{N}_4$ ,
- $g\text{-C}_3\text{N}_4$  (grafítico),
- $\text{C}_3\text{N}_4$  cúbico y
- $\text{C}_3\text{N}_4$  pseudo-cúbico

El nitruro de carbono grafitico ( $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ) se ha consolidado como un fotocatalizador polimérico eficiente, gracias a su capacidad para absorber fotones en la región visible debido a su estrecho ancho de banda y su elevado sobrepotencial para la reducción del agua.

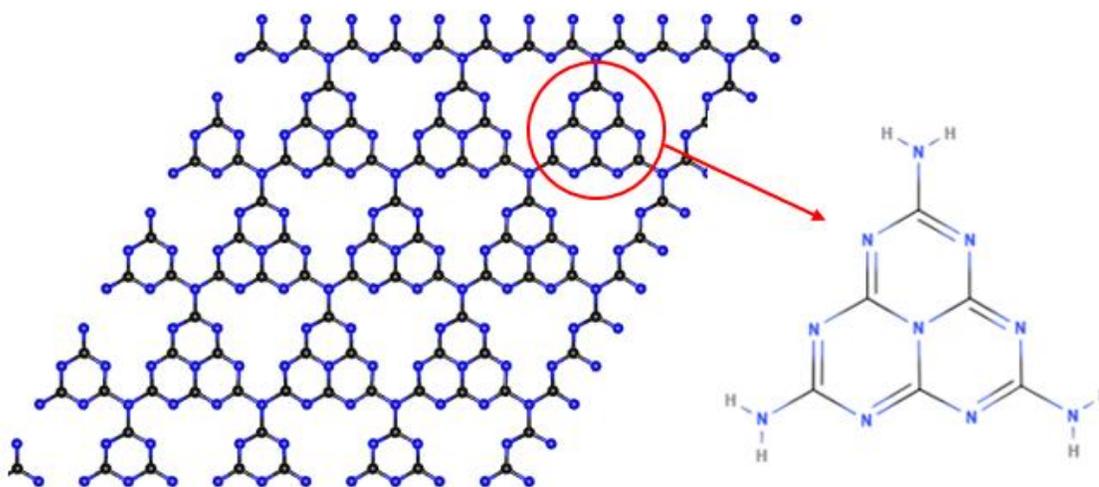
El nitruro de carbono grafitico ( $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ) ha sido estudiado debido a su estructura en capas similar al grafito, su estructura electrónica adecuada para la catálisis redox del

agua, así como su síntesis simple a partir de elementos abundantes en la tierra y su estabilidad química. (Yazi Liu, 2018) .

El g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> presenta un rango de respuesta a la luz visible con una banda prohibida (E<sub>g</sub>) de 2,7 eV (Yazi Liu, 2018), así como posiciones de banda de conducción (CB) y banda de valencia (VB) de -1,3 eV y 1,4 eV, respectivamente, vs (NHE). Además, exhibe extraordinaria estabilidad química y térmica, soportando temperaturas de hasta 600 °C, lo que lo convierte en uno de los materiales orgánicos más estables. (Jiaqi Dong, 2022)

La estructura electrónica del g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> es altamente flexible, lo que permite su dopaje con diversos elementos para optimizar su respuesta a la luz visible. A diferencia de los fotocatalizadores metálicos, que suelen requerir luz UV para activarse, el g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> puede aprovechar una mayor fracción del espectro solar. (Faten Saman, 2024)

Tiene una estructura conjugada deslocalizada bidimensional (2D) formada por una extensión infinita del anillo de triazina (C<sub>3</sub>N<sub>3</sub>) o del anillo de tri-s-triazina (C<sub>6</sub> N<sub>7</sub>) como unidades estructurales básicas (Fig. 4); tales características estructurales dotan al g - C<sub>3</sub> N<sub>4</sub> de sitios más activos para la separación de cargas y la reacción redox que otros semiconductores poliméricos. (Jiaqi Dong, 2022)



**Figura 4.** Representación de g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> y su unidad repetitiva tri-s-triazina.

El g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> posee planos graffíticos conjugados 2D (bidimensionales) con átomos de carbono y nitrógeno hibridados sp<sup>2</sup>, por lo tanto, es capaz de generar portadores de carga mediante la energía de los fotones.

En escala nano, el g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> puede acortar la ruta de transferencia de los portadores fotogenerados, lo que resulta en una separación altamente eficiente de electrones y huecos fotogenerados. (Hui Wang, 2018). La estructura de bandas de este material permite que se generen radicales libres activos, electrones fotogenerados y huecos con fuerte oxidación y reducción para diversas aplicaciones fotocatalíticas. Para hacer frente a las crisis energéticas, el g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> puede dividir el agua en H<sub>2</sub> y O<sub>2</sub> y reducir el CO<sub>2</sub> en compuestos ricos en energía.

La alineación de bandas entre g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> y otros semiconductores genera flexión de bandas, estableciendo un campo eléctrico interno que favorece la separación eficiente de cargas fotogeneradas y minimiza los efectos de recombinación, mejorando así la eficiencia fotocatalítica. Como resultado, la separación de carga se optimiza, reduciendo la recombinación electrónica y mejorando significativamente la eficiencia fotocatalítica.

La síntesis del g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> a partir de precursores ricos en nitrógeno es un proceso económico y sostenible, lo que lo convierte en un material atractivo para la investigación en fotocatalisis y conversión de energía.

El nitruro de carbono graffítico (g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>), con su estructura laminar bidimensional, exhibe propiedades eléctricas y ópticas excepcionales, además de un alto potencial de óxido-reducción, lo que lo hace ideal para la división del agua y la generación de hidrógeno (Faten Saman, 2024). Gracias a su alta estabilidad química en un amplio rango de pH, el g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> tiene aplicaciones versátiles en fotocatalisis, incluyendo la división del agua, la reducción de CO<sub>2</sub>, la degradación de contaminantes orgánicos y su uso como material antibacteriano.

### 2.3.3 Heterouniones estudiadas con $g\text{-C}_3\text{N}_4$

**Tabla 2** Heterouniones desarrolladas con  $g\text{-C}_3\text{N}_4$ .

Tipo de Heterounión	Semiconductores	Nanocompuestos
Heterounión Tipo I	Óxido de cobalto (II, III)	$\text{Co}_3\text{O}_4/g\text{-C}_3\text{N}_4$
	Sulfuro de estaño	$\text{SnS}_2/g\text{-C}_3\text{N}_4$
Heterounión Tipo II	Sulfuro de cadmio	$\text{CdS}/g\text{-C}_3\text{N}_4$
	Disulfuro de Molibdeno	$\text{MoS}_2/g\text{-C}_3\text{N}_4$
Heterounión p-n	Sulfuro de cobre	$g\text{-C}_3\text{N}_4/\text{CuS}$
	Óxido de níquel	$g\text{-C}_3\text{N}_4/\text{NiO}$
Heterounión tipo esquema Z	Dióxido de molibdeno	$\text{MoO}_2/g\text{-C}_3\text{N}_4$
	Sulfuro de cadmio - oro	$\text{CdS}/\text{Au}, g\text{-C}_3\text{N}_4$

### 2.3.4 Disulfuro de Molibdeno ( $\text{MoS}_2$ )

El disulfuro de molibdeno ( $\text{MoS}_2$ ) es un parte de los dicalcogenuros de metales de transición (TMDCs), una clase de materiales bidimensionales (2D) con estructura en capas. Su fórmula química general es  $\text{MX}_2$ , donde M representa un metal de transición y X al calcógeno que puede ser S (azufre), Se (selenio) o Te (telurio).

En estado sólido, los TMDCs exhiben una estructura en capas tipo X–M–X, cuya disposición depende del tipo de metal de transición, afectando directamente sus propiedades electrónicas y mecánicas. En películas monocapa de  $\text{MoS}_2$ , los átomos de  $\text{Mo}^{4+}$  y  $\text{S}^{2-}$  se organizan en una disposición S–Mo–S, en la que seis átomos de azufre rodean a cada átomo de molibdeno.

Una monocapa atómica de tres átomos de MoS<sub>2</sub> consiste en un átomo de molibdeno está intercalado entre dos átomos de azufre con un enlace covalente espaciado a 0,30 nm, en los que los átomos de S están dispuestos en planos hexagonales y el átomo de Mo se intercalan entre los átomos S en una configuración prismática trigonal. (Abin Philip, 2023). Las fuerzas de Van der Waals interconectan cada capa S-MO-S con un espaciado de 0,62 nm (Hemant Singh, 2023). El MoS<sub>2</sub> exhibe polimorfismo, presentando tres configuraciones principales:

- **1T** (fase metálica, simetría trigonal, mayor conductividad eléctrica, grupo puntual D6d).
- **2H** (fase semiconductor, simetría hexagonal, estructura estable en la naturaleza, grupo puntual D6h).
- **3R** (fase romboédrica, menos estable, puede transformarse en **2H** mediante calentamiento, grupo puntual C3V).

En estos polimorfos, el primer dígito representa cuántas capas hay en la disposición y la letra indica la configuración cristalográfica. (Deepika Gupta, 2020)

La fase 'T' representa la disposición trigonal, 'H' representa la disposición hexagonal y 'R' representa la disposición romboédrica.

Estas fases dependen del tipo de apilamiento de capas y de la coordinación del molibdeno (Fig. 5).

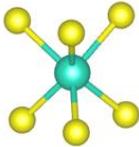
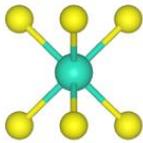
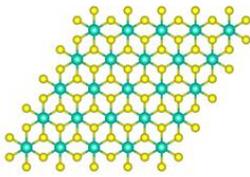
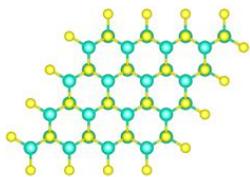
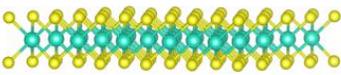
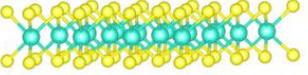
La fase 1T-MoS<sub>2</sub> presenta un orden de apilamiento ABC, generado por la desorientación de una de sus capas de azufre, lo que permite mayor exposición de sitios activos y mejora su conductividad eléctrica. Esta fase presenta un enlace Mo–Mo simétrico y tiene simetría trigonal, por lo que también se conoce como la fase metálica 1T y tiene mayor número de sitios activos expuestos, por lo que su presencia mejora notablemente la conductividad eléctrica del MoS<sub>2</sub>. (N. Thomas, 2021)

La fase 2H-MoS<sub>2</sub> es la más estable y abundante en la naturaleza. Posee un apilamiento tipo ABA, una simetría hexagonal y enlaces Mo–S predominantemente covalentes, lo que le confiere propiedades semiconductoras. En esta estructura, los

átomos de azufre en diferentes planos atómicos ocupan las mismas posiciones perpendiculares entre sí.

Los enlaces Mo–S son predominantemente covalentes, mientras que las capas de S están unidas por fuerzas de van der Waals, lo que facilita su exfoliación y la producción de monocapas ultradelgadas de MoS<sub>2</sub>. Esta propiedad estructural facilita el desprendimiento de cristales a lo largo de la dirección Z, al romperse las débiles interacciones de van der Waals, lo cual es aprovechado para la síntesis de MoS<sub>2</sub> en monocapas.

La fase 3R-MoS<sub>2</sub> posee simetría romboédrica, con tres capas por celda unitaria, y es altamente inestable, pudiendo transformarse en 2H mediante calentamiento. Esta estructura puede reorganizar su orientación hacia el tipo 2H al ser sometida a calentamiento. En las estructuras 2H y 3R de MoS<sub>2</sub>, los arreglos hexagonales de Mo están intercalados entre capas de azufre.

	1T	2H
Coordinación		
Vista superior		
Secuencia de Apilamiento		

**Figura 5.** Vistas superior y lateral de la disposición 1T y 2H de MoS<sub>2</sub>. En 2H-MoS<sub>2</sub> se muestra la coordinación prismática trigonal para el átomo de Mo y en 1T-MoS<sub>2</sub>, la coordinación octaédrica para el átomo de Mo. Los átomos de S se representan en amarillo y en verde Mo.

La estructura de bandas del  $\text{MoS}_2$  varía drásticamente al pasar de su forma tridimensional (3D) a su configuración bidimensional (2D), modificando su comportamiento electrónico y fotocatalítico. El número de capas determina las propiedades físicas y químicas del material, por lo que, al realizar algunas modificaciones en el procedimiento de síntesis, se pueden lograr diferentes alotropías y morfologías, como 3D (flores, copos de nieve y dientes de león), 2D (nano láminas y nano listones), 1D (nano cables y nano varillas) y 0D (puntos cuánticos). El  $\text{MoS}_2$  termodinámicamente estable y naturalmente presente es 2H con un 3% de 3R. (N. Thomas, 2021)

#### 2.4 Heterounión OG/G- $\text{C}_3\text{N}_4$ - $\text{MoS}_2$

Además de lo descrito anteriormente, el nitruro de carbono grafitico ( $\text{g-C}_3\text{N}_4$ ) ha recibido gran atención en la investigación debido a sus propiedades libres de metales, su alta dureza, estabilidad térmica y sus versátiles propiedades ópticas, electroquímicas y fotocatalíticas. Sin embargo, su limitada área superficial y la rápida recombinación de pares electrón-hueco fotogenerados reducen su rendimiento fotocatalítico, afectando su eficiencia en aplicaciones avanzadas (Fan Dong, 2015) (Ha Tran Huu, 2021).

Para superar estas limitaciones, diversos estudios han explorado el acoplamiento de  $\text{g-C}_3\text{N}_4$  con materiales semiconductores, una estrategia clave para mejorar la eficiencia fotocatalítica y desarrollar materiales más eficientes. El disulfuro de molibdeno ( $\text{MoS}_2$ ) es un material altamente estudiado en fotocatalisis, gracias a su estructura en capas 2D, donde sus capas atómicas apiladas facilitan la absorción eficiente de luz y la transferencia de carga hacia la superficie, proporcionando abundantes sitios activos para las reacciones fotocatalíticas.

La heterounión 2D/2D formada por  $\text{g-C}_3\text{N}_4$  y  $\text{MoS}_2$  se ha destacado debido a sus propiedades fisicoquímicas únicas, incluyendo una gran área superficial, banda prohibida ajustable (1,2-1,9 eV) y transferencia eficiente de portadores de carga hacia

la superficie, mejorando la separación de electrones y huecos. Las capacidades fotocatalíticas de esta heterounión 2D/2D se deben a la alta interfaz de contacto entre MoS<sub>2</sub> y g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, que transfiere efectivamente electrones de g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> a las capas de MoS<sub>2</sub> mejorando el transporte de cargas y la separación de los portadores. (S. Sivakumar, 2022)

El sistema binario g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/MoS<sub>2</sub>, aunque altamente eficiente, puede mejorar aún más sus propiedades fotocatalíticas con la incorporación de Óxido de Grafeno (OG). En pequeñas cantidades, el OG actúa como co-catalizador, gracias a su movilidad electrónica, favoreciendo la separación de carga y reduciendo la recombinación de electrones y huecos (Jia Yan, 2019). El OG también actúa como un canal conductor, facilitando el transporte de electrones fotogenerados y huecos entre g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> y MoS<sub>2</sub>, promoviendo la separación efectiva de carga, reduciendo la recombinación y optimizando la migración de electrones hacia los sitios reactivos del catalizador. (Zambaga Otgonbayar, 2023)

### 3. JUSTIFICACIÓN

Esta investigación se centra en la exploración de un diseño de la heterounión g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/MoS<sub>2</sub>/OG empleando fuerzas de van der Waals (VdW) para su ensamblaje.

Si bien la actividad fotocatalítica de la heterounión g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/MoS<sub>2</sub> ha sido ampliamente estudiada, los trabajos existentes presentan una carencia en la integración del OG, lo que deja una brecha en la maximización de su eficiencia.

Según estudios previos ([Ha Tran Huu, 2021](#)), la naturaleza semiconductor de los materiales empleados y su bajo Band Gap (menores 2.7 eV) permiten la activación fotocatalítica bajo irradiación solar, favoreciendo la absorción eficiente de fotones en el espectro visible.

Las heterouniones 2D son preferidas debido a su amplia área superficial, lo que favorece la interacción entre reactivos, además de su facilidad de recuperación en comparación con sistemas basados en nanopartículas.

En este sentido, el desarrollo de una heterounión g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/MoS<sub>2</sub>/OG empleando un ensamblaje de los materiales 2D mediante VDW busca superar estas limitaciones, permitiendo la activación eficiente del fotocatalizador bajo luz visible y minimizando la recombinación de cargas, lo que incrementa el rendimiento fotocatalítico del sistema.

Esta investigación propone el desarrollo de un fotocatalizador basado en g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/OG/MoS<sub>2</sub>, diseñado para activarse bajo luz visible.

La relevancia de esta investigación radica en su potencial contribución para la creación de heteroestructuras artificiales y dispositivos de alto rendimiento que van más allá de lo alcanzable por las heteroestructuras convencionales, expandiendo así sus posibles aplicaciones.

#### **4. HIPÓTESIS**

La integración de g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, MoS<sub>2</sub> y óxido de grafeno (OG) mediante interacciones tipo Van der Waals generará una heterounión heterogénea con interfaces eficientes para la transferencia de carga, permitiendo una mejora significativa en la eficiencia fotocatalítica bajo luz visible, como resultado de una mayor separación de cargas, mejor transporte electrónico y menor recombinación, en comparación con los materiales individuales.

## 5. OBJETIVOS

### OBJETIVO GENERAL:

**Diseñar una heterounión heterogénea semiconductor con materiales de baja dimensionalidad (2D) basada en g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/OG/MoS<sub>2</sub> acoplada por fuerzas de VdW con propiedades optimizadas para aplicaciones fotocatalíticas.**

### OBJETIVOS ESPECÍFICOS:

- Desarrollar un método de síntesis Bottom-up/top-down eficiente y reproducible para la obtención de la heterounión semiconductor g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/OG/MoS<sub>2</sub>, optimizando sus condiciones experimentales.
- Analizar el efecto de distintos tiempos de exfoliación de g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> sobre la dispersión.
- Evaluar experimentalmente el impacto de diferentes concentraciones de g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, OG y MoS<sub>2</sub> en la heterounión, optimizando las proporciones que favorezcan su formación y determinando la cantidad óptima de OG para maximizar la generación y disponibilidad del material disperso.
- Investigar la eficiencia fotocatalítica de la heterounión g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/OG/MoS<sub>2</sub> en la degradación de contaminantes orgánicos persistentes, con especial enfoque en la eliminación del colorante azul de metileno, monitoreando los porcentajes de remoción en función del tiempo de exposición.

## 6. METODOLOGÍA

La siguiente metodología se establece para la síntesis, caracterización y evaluación de una heterounión fotocatalítica basada en g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, óxido de grafeno (OG) y disulfuro de molibdeno (MoS<sub>2</sub>). Se garantiza la reproducibilidad experimental mediante el uso de procedimientos estandarizados y la optimización de parámetros críticos.

### 6.1 Materiales

El molibdato de amonio tetrahidratado ((NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>·4H<sub>2</sub>O, 99.98%) y tiourea (NH<sub>2</sub>SCNH<sub>2</sub>, ≥99%) fueron adquiridos de Sigma-Aldrich. Todos los reactivos utilizados fueron de grado analítico y se emplearon sin necesidad de purificación adicional.

### 6.2 Síntesis de nano hojas de g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>

La síntesis de nanohojas de g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> se realizó mediante exfoliación térmica, siguiendo la metodología reportada por [\(Wanjun Wang, 2014\)](#)

Se pesaron 150 mg de g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> en su forma bulto utilizando una balanza analítica. Posteriormente, el material fue macerado en un mortero de ágata, asegurando una distribución homogénea y una mayor exposición superficial.

El material macerado se sometió a exfoliación térmica en horno bajo condiciones controladas. La temperatura se incrementó gradualmente hasta 500 °C a una tasa de rampa de 2 °C/min, manteniéndose durante 2 horas para promover la separación de capas y la formación de nanohojas de g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>. Es importante controlar el tiempo del proceso, ya que influye directamente en la porosidad y características estructurales de las nanohojas.



**Figura 6.** Esquema representativo del proceso de exfoliación térmica de  $g\text{-C}_3\text{N}_4$

Una vez completado el tratamiento térmico, el material se dejó enfriar a temperatura ambiente. Para obtener  $g\text{-C}_3\text{N}_4$  en su forma fomi, se siguió el mismo procedimiento de exfoliación térmica, pero modificando el tiempo de tratamiento en horno, incrementándolo a 4.5 horas con el propósito de analizar su efecto sobre la exfoliación y propiedades estructurales (Yunfeng Li, 2016).

### 6.3 Síntesis de OG

El óxido de grafeno (OG) se sintetizó mediante exfoliación química del grafito, siguiendo una versión modificada del método de Hummer, registrada bajo la patente MX/a/2018/014101. Se dispersaron 1.0 g de grafito en una solución concentrada de ácido sulfúrico y ácido nítrico, asegurando una oxidación efectiva. Posteriormente, se añadió gradualmente  $\text{KMnO}_4$  como precursor oxidante bajo agitación continua. Finalmente, se incorporaron  $\text{H}_2\text{O}$  y  $\text{H}_2\text{O}_2$ , completando la reacción de oxidación. El producto final se lavó y neutralizó cuidadosamente para eliminar impurezas, obteniendo óxido de grafeno (OG) de alta pureza.



**Figura 7.** Esquema representativo de la síntesis de OG.

#### 6.4 Síntesis de MoS<sub>2</sub>

La síntesis de nanopartículas de MoS<sub>2</sub> se llevó a cabo mediante el método hidrotermal, siguiendo la metodología descrita por (Pooja, 2023).

Inicialmente, se disolvieron 2 g de tiourea y 0.41 g de molibdato de amonio tetrahidratado en 60 mL de agua destilada, asegurando una mezcla homogénea. La solución se agitó continuamente a temperatura ambiente durante 20 minutos y posteriormente fue transferido a un reactor autoclave en un vial de teflón de 100 mL, donde se sometió a calentamiento a 200 °C durante 24 horas. Una vez finalizada la reacción, la autoclave se dejó enfriar naturalmente a temperatura ambiente. El producto obtenido se lavó dos veces con etanol y agua, eliminando impurezas y mejorando la calidad de las nanopartículas.



**Figura 8.** Esquema representativo de síntesis hidrotérmica para la obtención de nanohojas de  $\text{MoS}_2$ .

### 6.5 Unión OG / g- $\text{C}_3\text{N}_4$

Para la formación de la unión OG/g- $\text{C}_3\text{N}_4$ , se prepararon diferentes disoluciones con el objetivo de determinar las proporciones óptimas que favorecieran una interfaz adecuada entre ambos materiales.

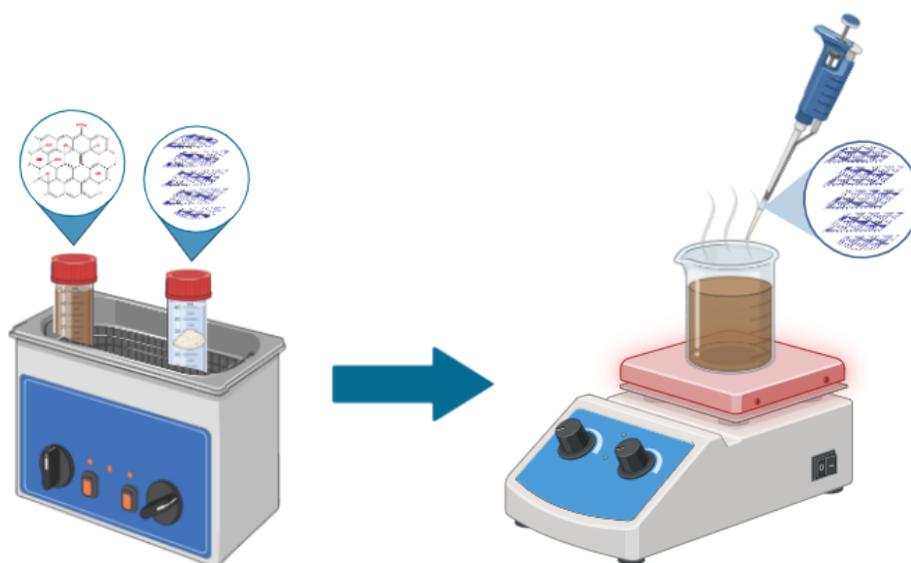
Inicialmente, se pesaron 17 mg de g- $\text{C}_3\text{N}_4$  exfoliado, los cuales se diluyeron en 100 mL de agua para facilitar su dispersión. Posteriormente, la solución fue sometida a sonicación en un equipo ultrasónico durante 2 horas, asegurando una distribución homogénea del material en el medio líquido.

Tras la sonicación, 20 mL de sobrenadante se diluyeron al doble de su volumen con agua. De manera simultánea, se preparó la solución de óxido de grafeno (OG), tomando 1 mL de una solución con una concentración de 0.0089 g/mL, la cual se aforó a 50 mL con agua. Luego, esta mezcla fue sometida a sonicación continua en ultrasonido durante 2 horas, con el propósito de garantizar una dispersión uniforme de las láminas de OG. Este paso fue crucial para asegurar la dispersión uniforme de las láminas de OG en el medio. Después de la sonicación, se extrajeron 20 mL del sobrenadante de la solución de OG. Estos 20 mL fueron llevados al doble de su volumen original mediante la adición de agua.

Para la síntesis de la unión OG- g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> se llevaron a cabo variaciones en las relaciones entre el óxido de grafeno (OG) y el g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>. Se exploraron tres relaciones diferentes, 1:1, 1:5 y 1:10, representando las proporciones de OG respecto al g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> en cada caso.

Para cada relación específica (1:1, 1:5, 1:10) de OG- g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, se tomaron cantidades correspondientes de g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> y OG y se colocaron en vasos de precipitado separados.

Bajo agitación constante y a una temperatura de 80 °C, el g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> se añadió al OG por goteo durante 30 minutos, favoreciendo su incorporación gradual y asegurando una dispersión homogénea, lo que facilita la interacción efectiva entre ambos materiales.



**Figura 9.** Esquema representativo de la preparación y adición de g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> al OG para la unión de las capas.

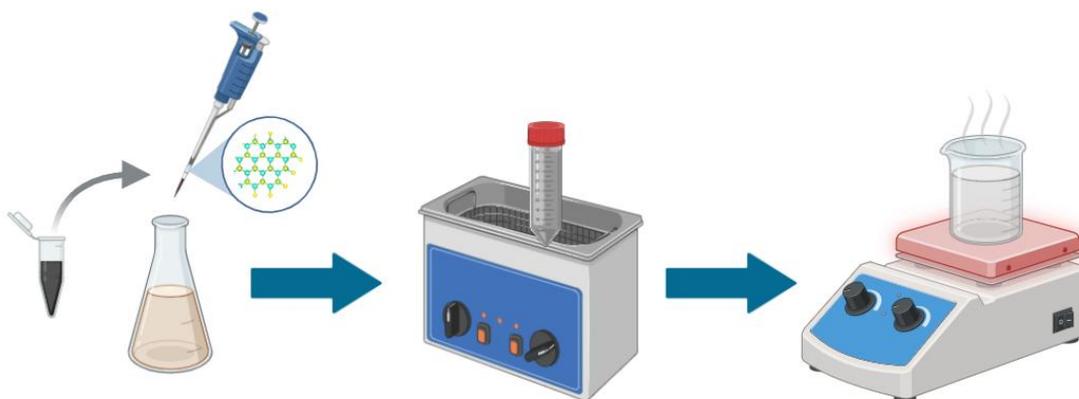
### 6.6 Heterounión g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/OG/ MoS<sub>2</sub>

Se sintetizó la heterounión g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/OG/MoS<sub>2</sub>, combinando los materiales previamente preparados para optimizar sus propiedades fotocatalíticas.

Inicialmente, se extrajeron 4 mL de la solución g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/OG, preparada previamente en una relación 1:1, y se sometió a sonicación en baño ultrasónico durante 10 minutos, con el objetivo de garantizar una dispersión homogénea de los componentes. Este paso tuvo como objetivo garantizar una dispersión homogénea de los componentes en la solución.

Luego, se añadieron 2 mL de una solución de MoS<sub>2</sub> al 25% a la mezcla g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/OG, integrándolo a la estructura de la heterounión mediante sonicación. La mezcla resultante fue sometida nuevamente a un proceso de sonicación prolongado, esta vez durante 30 minutos, para asegurar una interacción efectiva entre los materiales y promover la intercalación y formación de enlaces.

Después de la sonicación, la mezcla se mantuvo bajo agitación constante a 60 °C durante 1 hora, favoreciendo la interacción química entre los componentes y promoviendo la formación de una heteroestructura estable y homogénea.



**Figura 10.** Esquema representativo de la preparación y adición de MoS<sub>2</sub> para la unión de las capas.

## 7. RESULTADOS

INFRAESTRUCTURA EMPLEADA PARA LA OBTENCIÓN DE RESULTADOS.

La caracterización morfológica de g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, MoS<sub>2</sub> y g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/OG/MoS<sub>2</sub> se llevó a cabo mediante microscopía electrónica de barrido de emisión de campo (FESEM, Nova NanoSEM 200, FEI, HITACHI SU7000 SEM). Además, el mapeo elemental de los materiales se analizó utilizando microscopía electrónica de barrido (SEM-EDS) con espectroscopía de dispersión de energía (EDS, INCA Oxford Instrument).

La estructura cristalina de g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, MoS<sub>2</sub> y g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/OG/MoS<sub>2</sub> se determinó mediante difracción de rayos X (XRD), utilizando un difractómetro Panalytical Empyrean con fuente de radiación Cu K $\alpha$ . El análisis espectroscópico por transformada de Fourier en el infrarrojo (FT-IR) se llevó a cabo mediante un espectrómetro Nicolet iS50 FTIR, utilizando un accesorio de reflexión total atenuada (ATR), operando en un rango espectral de 500 a 4000 cm<sup>-1</sup> con una resolución de 5 cm<sup>-1</sup>.

La espectroscopía Raman de las muestras se llevó a cabo utilizando un espectrómetro LabRAM HR Evolution. En el caso del óxido de grafeno, se emplearon láseres de 633 nm y 532 nm, registrando los espectros en el rango de 100 a 3000 cm<sup>-1</sup> con el objetivo de identificar las bandas D y G características del carbono sp<sup>2</sup>. Para g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, los espectros se adquirieron en el intervalo de 100 a 2000 cm<sup>-1</sup>, utilizando un láser de 785 nm. Finalmente, en el análisis de MoS<sub>2</sub>, se emplearon láseres de 663 nm y 532 nm, registrando los espectros en el rango de 100 a 2000 cm<sup>-1</sup>, lo que permitió identificar los modos Raman característicos del disulfuro de molibdeno.

El análisis por espectroscopía de fotoelectrones de rayos X (XPS) se llevó a cabo utilizando un espectrómetro Thermo Scientific Escalab 250Xi, equipado con una fuente monocromática Al K $\alpha$  (1486.68 eV), con el propósito de determinar la composición química y estados de valencia de los elementos presentes en la heterounión.

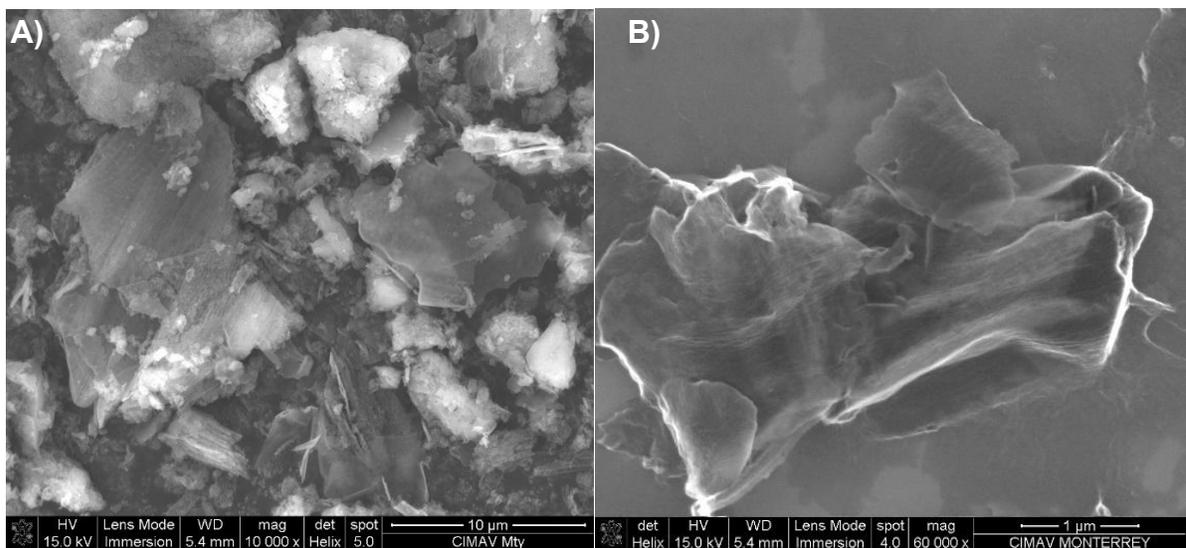
La evaluación fotocatalítica de las muestras se realizó mediante la degradación del colorante azul de metileno (MB) a una concentración de 5 ppm, empleando una lámpara de Xenón de 300 W como fuente de irradiación. Se establecieron intervalos de medición de 15 minutos, durante los cuales se extrajeron alícuotas de 3 mL de solución para su análisis mediante espectrofotometría UV-Vis.

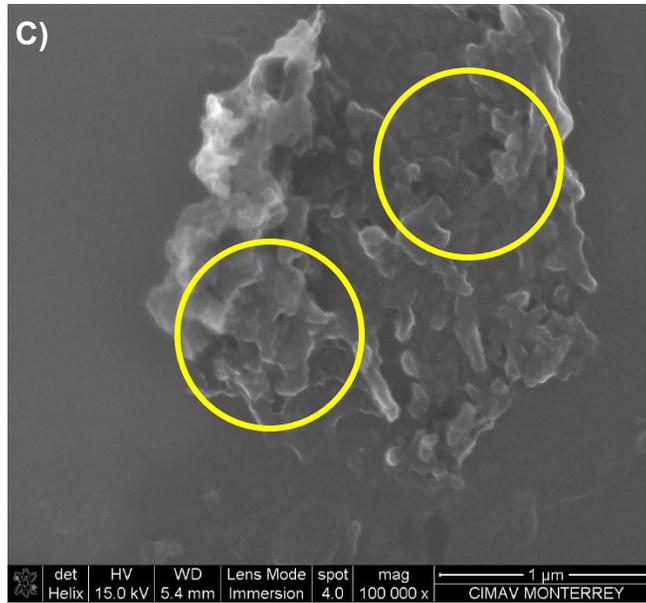
## 7.1 SEM

### 7.1.1 $g\text{-C}_3\text{N}_4$

En la Figura 11, se presentan las micrografías SEM de las muestras de  $g\text{-C}_3\text{N}_4$  antes de la exfoliación térmica (Fig. 11a) y después del tratamiento a diferentes temperaturas (Fig. 11b y Fig. 11c). En la Fig. 11a, el  $g\text{-C}_3\text{N}_4$  en bulto exhibe capas aglomeradas con una distribución morfológica variada. Tras el tratamiento térmico, se observa una reducción en la aglomeración y una estructura en capas más definida. En la Fig. 11b, el FESEM revela una estructura multicapa característica de  $g\text{-C}_3\text{N}_4$ , con acumulación irregular y ausencia de poros en la superficie de las láminas.

En la Fig. 11c, el  $g\text{-C}_3\text{N}_4$  en forma fomi exhibe una estructura apilada de nanohojas, con una superficie que presenta pequeños agujeros, lo que sugiere la formación de poros. Además, se observa una textura fragmentada, resultado del tiempo de calcinación, lo que indica una ruptura progresiva de las capas del material.





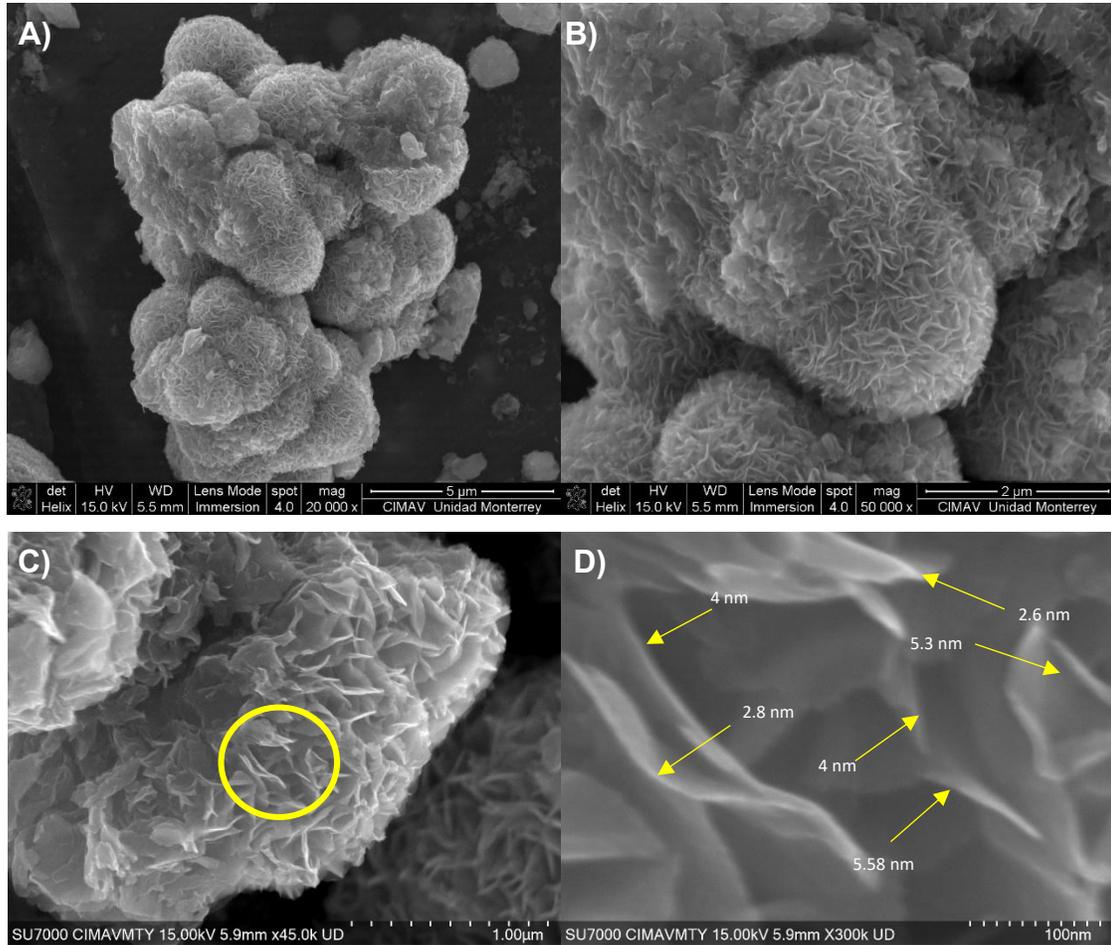
**Figura 11.** Micrografía SEM a) material en bulto, b) capas exfoliadas de  $g\text{-C}_3\text{N}_4$  y c)  $g\text{-C}_3\text{N}_4$  en forma fomi.

### 7.1.2 $\text{MoS}_2$

La morfología superficial del  $\text{MoS}_2$  se caracterizó mediante FESEM y HR-SEM, revelando una morfología jerárquica tridimensional, con estructuras en forma de flor altamente organizadas. Las Figuras 12a y 12b muestran imágenes FESEM de baja y alta magnificación, respectivamente, de las nanoflores de  $\text{MoS}_2$  sintetizadas. En la imagen de baja magnificación, se observa que la muestra está compuesta por estructuras jerárquicas tridimensionales con una morfología en forma de flor, altamente densas y uniformemente aglomeradas, con un diámetro promedio de aproximadamente  $2\ \mu\text{m}$ .

Las micrografías HRSEM muestran que las nanoflores de  $\text{MoS}_2$  están compuestas por nanoláminas ultradelgadas, con un espesor desde 2 hasta 6 nm (Fig. 12c y Fig. 12d). Estas nanoláminas se organizan y aglomeran, formando la estructura tridimensional en forma de flor.

Dentro de las nanoflores de  $\text{MoS}_2$ , algunas nanoláminas se encuentran aleatoriamente situadas en el centro de la estructura, mientras que otras se intersecan entre sí, contribuyendo a la organización jerárquica del material.



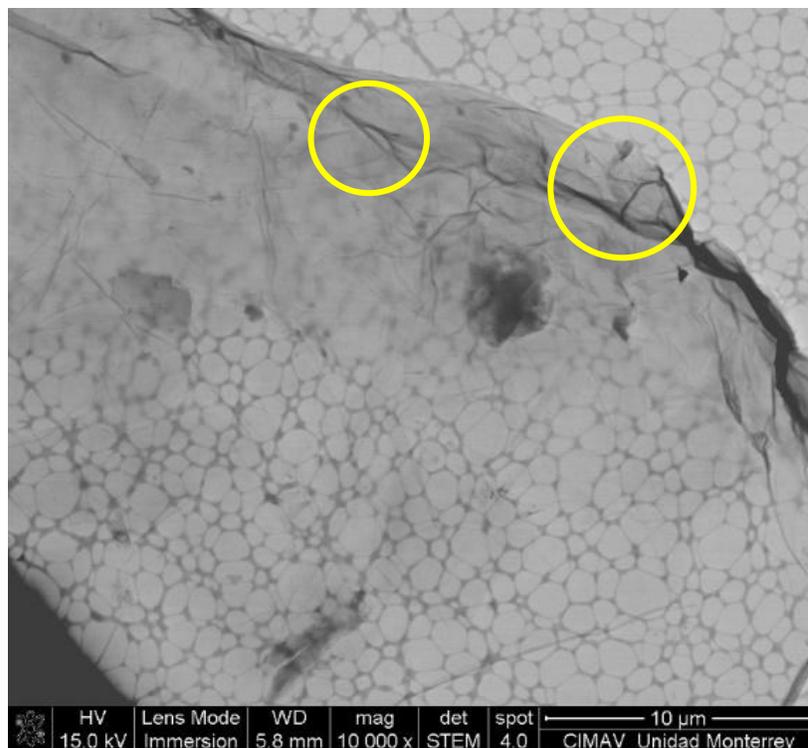
**Figura 12.** Micrografía FESEM a)  $\text{MoS}_2$  vía hidrotermal, b) flor de  $\text{MoS}_2$ , y HRSEM c) nanoláminas en una flor y d) medición de láminas en la sección seleccionada.

### 7.1.3 OG

Las micrografías obtenidas mediante FESEM permitieron analizar en detalle la morfología y estructura del óxido de grafeno (OG), evidenciando su organización en láminas delgadas con pocas capas.

El OG sintetizado presenta láminas delgadas y bien definidas, con una estructura de pocas capas, como se observa en la Figura 13. Las micrográficas FESEM muestran láminas delgadas y extendidas, con superficies arrugadas características, lo que indica su estructura de pocas capas y su alta flexibilidad mecánica. Las arrugas observadas en la estructura del OG (marcadas en la Fig.13) pueden favorecer su anclaje físico en sistemas compuestos, incrementando el área superficial de interacción. Además, esta morfología mejora la transferencia de carga del OG con los demás materiales en la heterounión.

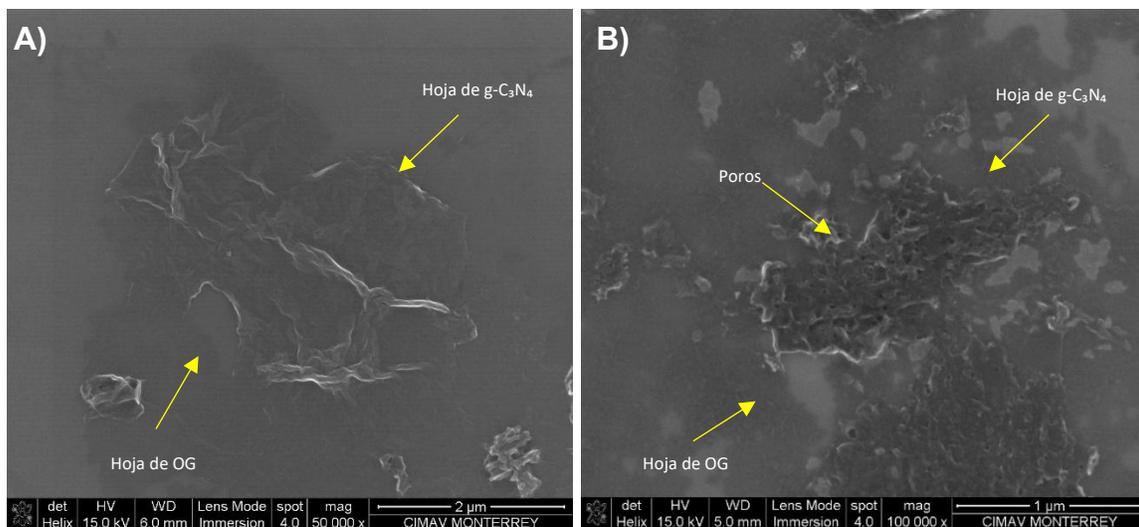
Las imágenes HRTEM confirman la naturaleza laminar del OG, evidenciando regiones semitransparentes que corresponden a nanoláminas individuales de bajo espesor.



**Figura 13.** Lámina de OG por HRSEM.

#### 7.1.4 OG- $g\text{-C}_3\text{N}_4$

En la micrografía FESEM (Fig. 14a), se observa una superficie heterogénea compuesta por óxido de grafeno (OG) y nitruro de carbono grafitico ( $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ). Se aprecia la deposición de una hoja de  $g\text{-C}_3\text{N}_4$  sobre el OG, con una amplia superficie de contacto, lo que favorece la posterior incorporación de  $\text{MoS}_2$ . Además, la presencia de bordes irregulares mejora el área superficial expuesta, promoviendo la interacción entre los materiales. En la micrografía FESEM (Fig. 14b), se observa una hoja de  $g\text{-C}_3\text{N}_4$  en su forma fomi sobre una lámina de OG. A diferencia de la Fig. 14a, en esta imagen las hojas están más dispersas, presentando una superficie altamente corrugada. Esta morfología evidencia la formación de poros, así como la ruptura de nanohojas, lo que podría influir en la estabilidad estructural y en la eficiencia de la heterounión.



**Figura 14.**  $g\text{-C}_3\text{N}_4$  sobre una lámina de OG a)  $g\text{-C}_3\text{N}_4$  en nanohojas y b) en nanohojas tipo fomi.

#### 7.1.5 Heterounión

En la micrografía HRSEM (Fig. 15a), se observa una superficie heterogénea, donde se integran los tres materiales constituyentes de la heterounión: óxido de grafeno (OG), disulfuro de molibdeno ( $\text{MoS}_2$ ) y nitruro de carbono grafitico ( $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ). En el fondo de

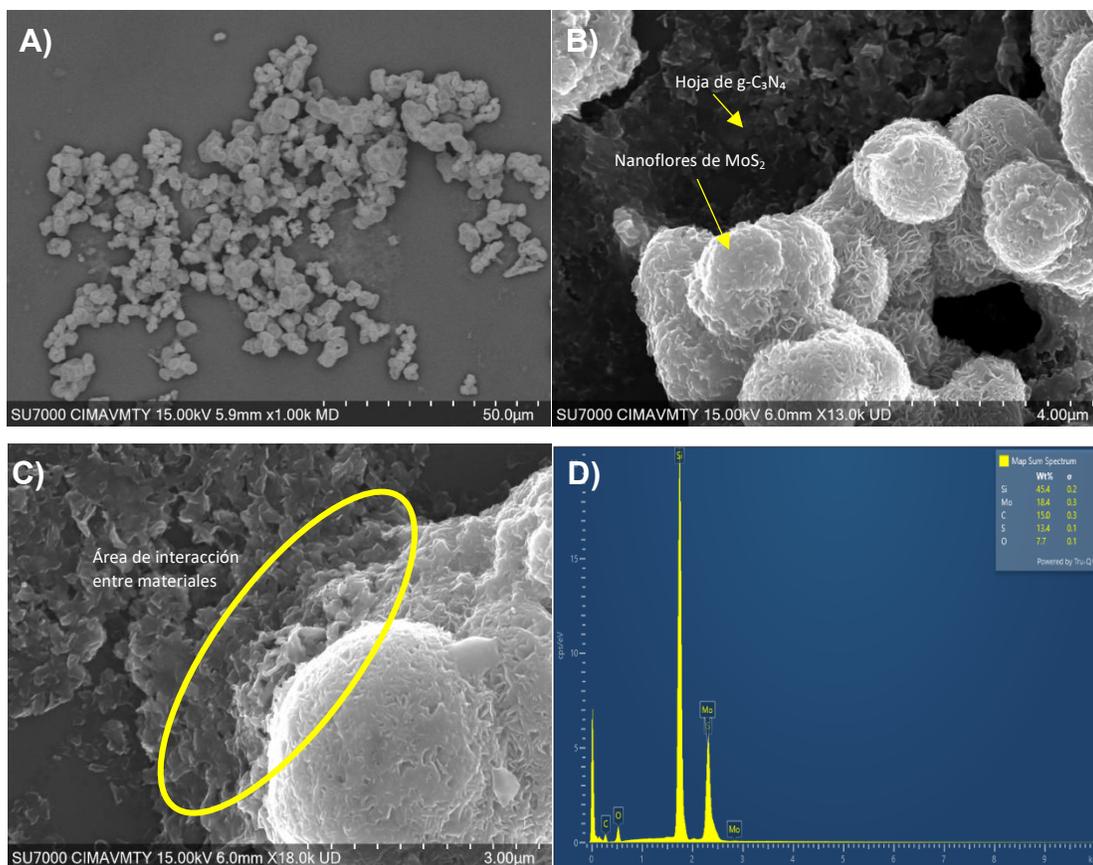
la Fig. 15a, se distingue la estructura laminar continua y arrugada característica del OG, que actúa como una plataforma bidimensional sobre la cual se depositan los demás materiales de la heterounión.

Sobre la matriz de OG, se observan regiones dispersas con morfologías menos definidas, caracterizadas por estructuras planas y escamosas, compatibles con la morfología de g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>. Este material, al presentar una estructura polimérica con porosidad superficial y dominios de triazina, tiende a formar capas delgadas o fragmentadas, que pueden distribuirse de manera uniforme sobre el OG. Sobre la estructura de g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, se observan formaciones de aspecto aglomerado, correspondientes a nanoflores de MoS<sub>2</sub> (Fig. 15b).

El MoS<sub>2</sub>, al presentar una estructura en capas y una mayor densidad electrónica en comparación con el OG y g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, genera un contraste más intenso en la micrografía, facilitando su identificación.

Se realizó un análisis de espectroscopía de dispersión de energía (EDS), que permitió determinar la composición elemental de la heterounión y corroborar la presencia de los elementos clave (C, N, Mo, S) (Fig. 15d).

La coexistencia de las tres morfologías dentro del mismo campo visual y la ausencia de fronteras abruptas indican la formación efectiva de una heterounión de van der Waals, en la cual las fases interactúan a través de fuerzas físicas sin modificar sus estructuras cristalinas individuales. Esto se observa en la Fig. 15c, donde se distingue la separación entre MoS<sub>2</sub> y g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, confirmando su integración sin alteración estructural.



**Figura 15.** a) Micrografía de Heterounión, b) MoS<sub>2</sub> sobre capas de g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, c) frontera entre OG, g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> y MoS<sub>2</sub>, y d) análisis EDS de muestra de la heterounión.

## 7.2 DRX

La difracción de rayos X (DRX) permitió identificar la estructura cristalina, el grado de orden y los planos preferenciales de cada material, proporcionando información sobre el apilamiento de las capas formadas.

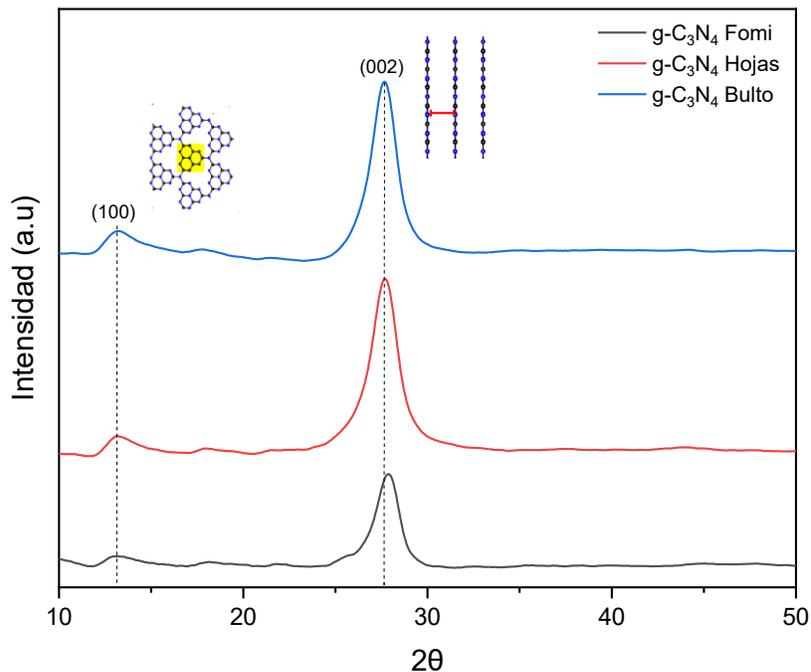
### 7.2.1 g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>

La estructura cristalina de las muestras de g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> obtenidas antes y después de la exfoliación se analizó mediante difracción de rayos X (DRX).

En la Figura 16, se observan dos picos de difracción ubicados a 13.15° y 27.73°, correspondientes a los planos cristalinos (100) y (002), respectivamente, según la base de datos JCPDS 87-1526. El pico a 13.15° está asociado con el enlace trigonal en las celdas de tri-s-triazina, mientras que el pico a 27.73° corresponde al apilamiento periódico de capas en los sistemas aromáticos conjugados. Las intensidades de los picos de difracción disminuyen progresivamente a medida que aumenta el tiempo de calcinación, lo que indica modificaciones estructurales en el material.

La disminución en la intensidad del pico a 13.15° se atribuye al grabado oxidativo de las partes de melem (unidades extendidas de tri-s-triazina) durante la calcinación prolongada, proceso que reduce el grado de orden de las unidades estructurales en el plano y favorece la formación de poros. (Yunfeng Li, 2016)

La reducción en la intensidad del pico a 27.73° confirma la exfoliación efectiva del g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, resultando en la formación de nanohojas.

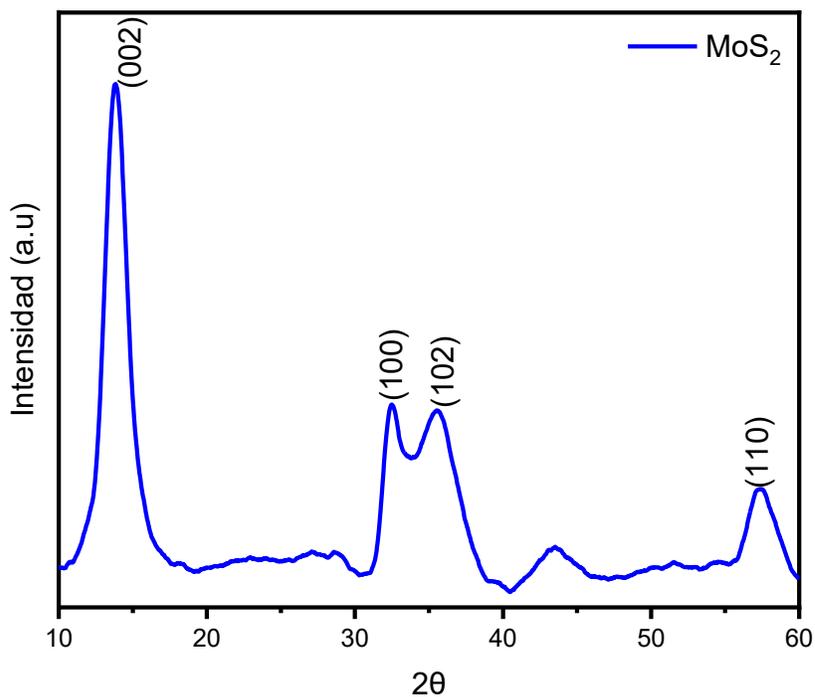


**Figura 16.** Comparación de DRX de g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> en bulto, nanohojas y fomi.

### 7.2.2 MoS<sub>2</sub>

Las propiedades microestructurales del MoS<sub>2</sub> fueron caracterizadas mediante difracción de rayos X (XRD), con el objetivo de determinar su estructura cristalina y la disposición de sus planos cristalinos. La figura muestra el patrón de XRD del MoS<sub>2</sub>, con una estructura cristalina hexagonal (JCPDS 00-037-1492). El difractograma de MoS<sub>2</sub> (Fig. 17) muestra cuatro picos de difracción característicos ubicados a 13.84° (002), 32.48° (100), 35.44° (102) y 58.34° (110), correspondientes a su estructura cristalina hexagonal según la base de datos JCPDS 00-037-1492. El espaciado interplanar del plano (002) del MoS<sub>2</sub> es de 6.398 Å, ligeramente superior al valor estándar de 6.155 Å, lo que podría atribuirse a la intercalación de iones y moléculas entre las capas del material durante la síntesis. (Hudya Fitra Hasmin, 2021).

El intenso pico en el plano (002) revela que el material tiene un gran número de planos cristalinos orientados en esa dirección concreta y corresponde al apilamiento de capas simples de nanohojas de MoS<sub>2</sub>-2D.



**Figura 17.** DRX de MoS<sub>2</sub>.

### 7.3 FT-IR

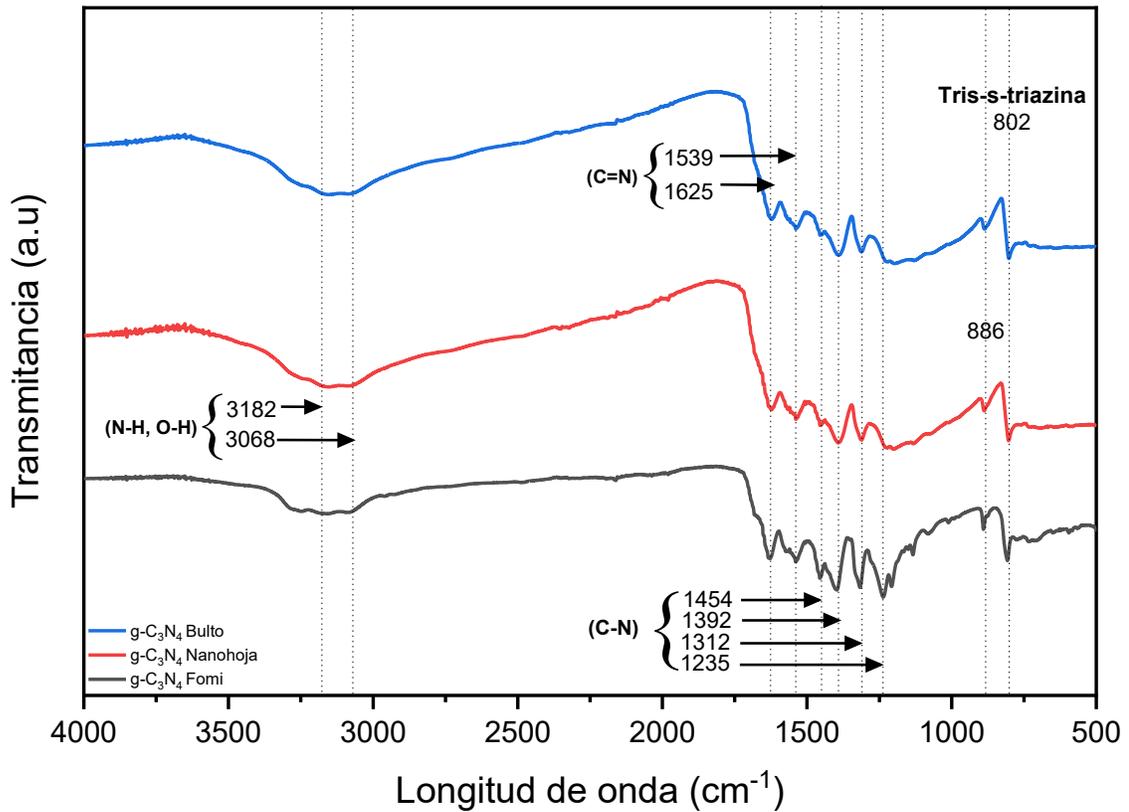
Las muestras de g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> se analizaron mediante espectroscopía FT-IR, con el objetivo de identificar los grupos funcionales presentes, confirmar su síntesis correcta y determinar la composición química de los materiales a partir de sus enlaces característicos.

### 7.3.1 g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>

La caracterización espectroscópica de los grupos funcionales en las muestras de g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> se llevó a cabo mediante espectroscopia FT-IR (Fig. 18). La banda ubicada alrededor de 802 cm<sup>-1</sup> corresponde al modo de vibración de respiración característico de las unidades de tris-s-triazina. En la región de 1100-1700 cm<sup>-1</sup>, se identifican bandas intensas, dominando el espectro y asociadas con los modos de estiramiento (stretching) característicos de los heterociclos aromáticos C-N.

Los picos en 1539 cm<sup>-1</sup> y 1625 cm<sup>-1</sup> corresponden a los modos de vibración de estiramiento C=N, mientras que los picos en 1235 cm<sup>-1</sup>, 1312 cm<sup>-1</sup>, 1392 cm<sup>-1</sup> y 1454 cm<sup>-1</sup> se asocian con el estiramiento aromático C-N.

Las bandas en el rango de 3000-3200 cm<sup>-1</sup> corresponden a los modos de vibración de estiramiento de los grupos -NH<sub>x</sub> y OH, generándose el enlace N-H por hidrogenación de los átomos de nitrógeno. Las bandas espectrales del g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> en nanohojas presentan una mayor nitidez en comparación con el material en bulto, lo que se atribuye a la disposición más uniforme de las unidades CN y al empaquetamiento estructural más ordenado tras la exfoliación térmica a alta temperatura (Fan Dong, 2015)



**Figura 18.** FTIR de g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>

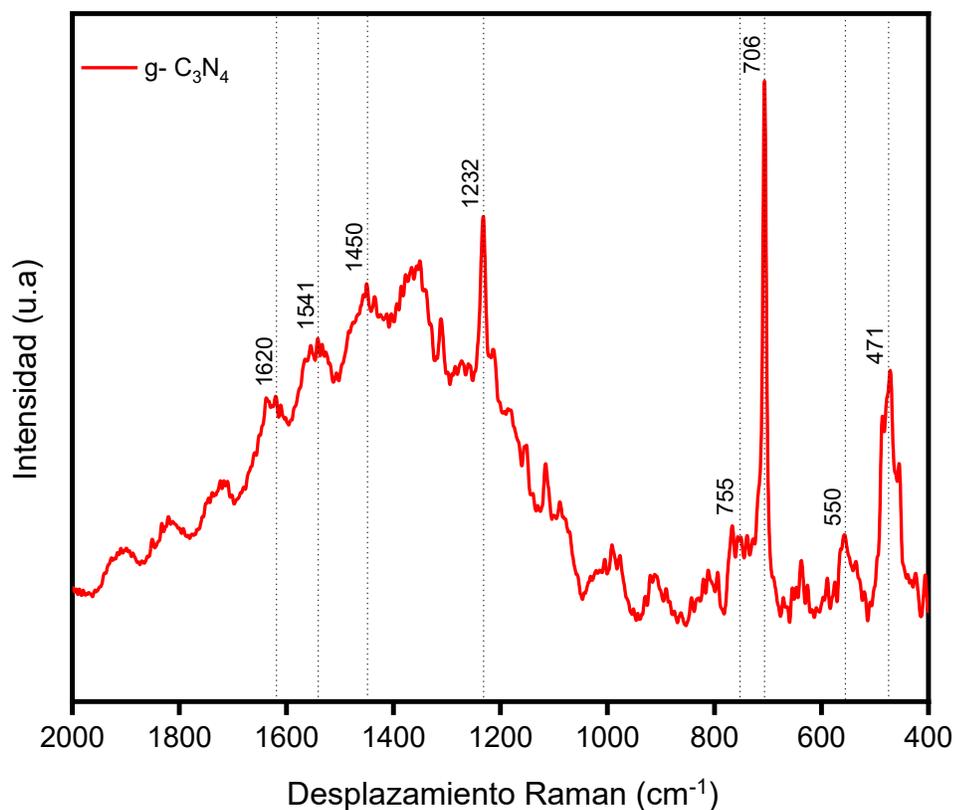
## 7.4 Raman

La espectroscopía Raman permitió confirmar la correcta formación estructural de los materiales, identificando sus modos vibracionales característicos.

### 7.4.1 g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>

En la Figura 19, se muestra el espectro Raman de g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, cuyos picos característicos coinciden con los reportados en la literatura.

La banda en  $1541\text{ cm}^{-1}$  se asocia con el modo de vibración de estiramiento C=N, también denominada banda G gráfica, lo que indica la presencia de una estructura similar al grafito en el  $g\text{-C}_3\text{N}_4$ . La señal en  $550\text{ cm}^{-1}$  se atribuye al modo de vibración de estiramiento simétrico en el plano de los heterociclos de heptazina. Asimismo, las bandas en  $471\text{ cm}^{-1}$  y  $1232\text{ cm}^{-1}$  corresponden a los modos de vibración de los heterociclos C–N en el  $g\text{-C}_3\text{N}_4$ . (Yushuai Chen, 2021), (Hui Wang, 2018)



**Figura 19.** Espectro Raman de  $g\text{-C}_3\text{N}_4$

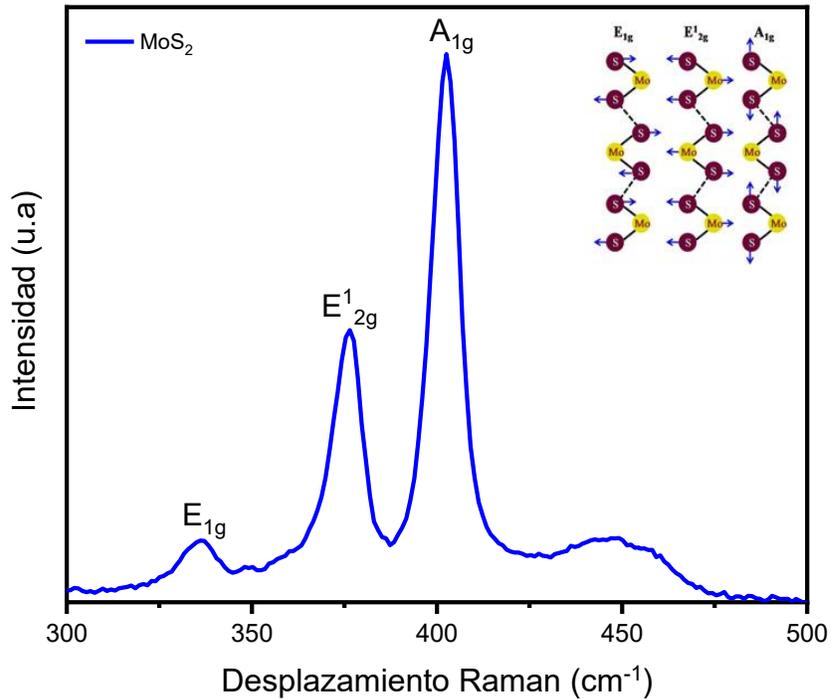
#### 7.4.2 MoS<sub>2</sub>

La espectroscopía Raman permite examinar las vibraciones de red (fonones) en las partículas de MoS<sub>2</sub>, proporcionando información sobre la formación de fases cristalinas.

En la Figura 20, se presenta el espectro Raman de la muestra sintetizada de MoS<sub>2</sub>, evidenciando el desplazamiento vibracional de los átomos de Mo y S en distintos modos de oscilación. ([Naveen Kumar, 2022](#))

El espectro Raman de MoS<sub>2</sub> exhibe tres picos característicos en 336.9 cm<sup>-1</sup>, 376.45 cm<sup>-1</sup> y 402.56 cm<sup>-1</sup>. El pico en 336.9 cm<sup>-1</sup> corresponde al modo de vibración E<sub>1g</sub>, asociado con el estiramiento simétrico en el plano de los átomos terminales, característico de la estructura hexagonal de MoS<sub>2</sub>. ([Naveen Kumar, 2022](#))

Los picos en 376.45 cm<sup>-1</sup> y 402.56 cm<sup>-1</sup> corresponden a los modos de vibración Raman de primer orden E<sup>1</sup><sub>2g</sub> y A<sub>1g</sub>, respectivamente. El modo E<sup>1</sup><sub>2g</sub> está asociado con las vibraciones opuestas en el plano de los átomos Mo/S, mientras que el modo A<sub>1g</sub> representa la vibración fuera del plano de los átomos S dentro de la estructura hexagonal del MoS<sub>2</sub>. La alta intensidad y nitidez de los picos Raman indica una excelente calidad cristalina en el MoS<sub>2</sub> sintetizado, además de una reducción de estados estructurales defectuosos.



**Figura 20.** Espectro Raman de MoS<sub>2</sub>

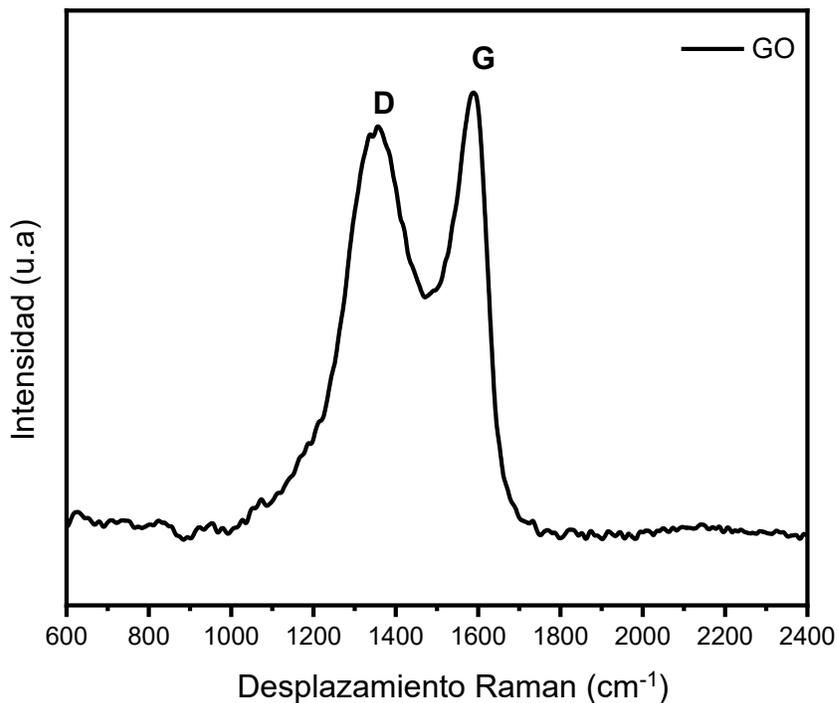
### 7.4.3 OG

En la Figura 21, se presenta el espectro Raman del OG, donde se identifican dos modos de vibración principales de este material.

La banda de vibración D, que se forma a partir del modo de respiración de fotones del punto de simetría k A<sub>1g</sub>, puede observarse en 1356.42 cm<sup>-1</sup>, lo que sugiere la presencia de carbono sp<sup>2</sup> desordenado. Por otro lado, la banda de vibración G, ubicada en 1587.8 cm<sup>-1</sup>, se asocia con la dispersión de primer orden de fonones E<sup>1</sup><sub>2g</sub>, característica del carbono sp<sup>2</sup> ordenado.

De acuerdo con resultados obtenidos por N.M.S Hidayah y colaboradores, los valores obtenidos anteriormente corresponden a OG-reducido. (N. M. S. Hidayah, 2017)

Las bandas D y G en el espectro Raman representan, respectivamente, la presencia de desorden estructural (banda D) y la ordenación tangencial del carbono  $sp^2$  (banda G). (N. M. S. Hidayah, 2017)



**Figura 21.** Espectro Raman de OG, banda D corresponde a carbono  $sp^2$  desordenado y la banda G corresponde a carbono  $sp^2$  ordenado.

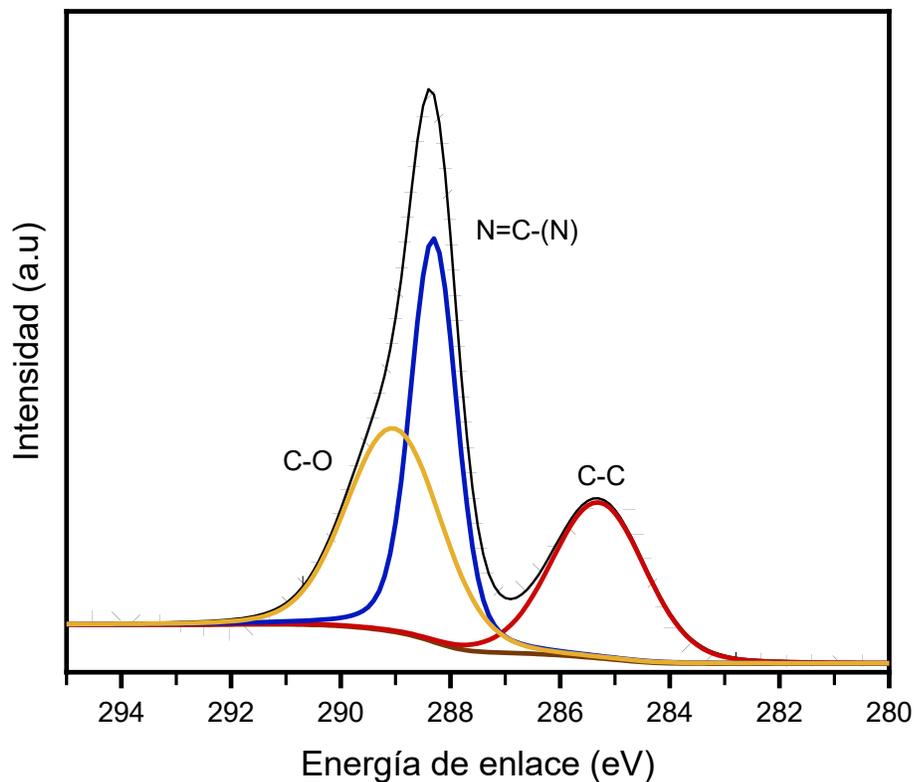
## 7.5 XPS

Para investigar los estados químicos de oxidación y la composición superficial de los materiales, se realizó la espectroscopía de fotoelectrones de rayos X (XPS).

### 7.5.1 g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>

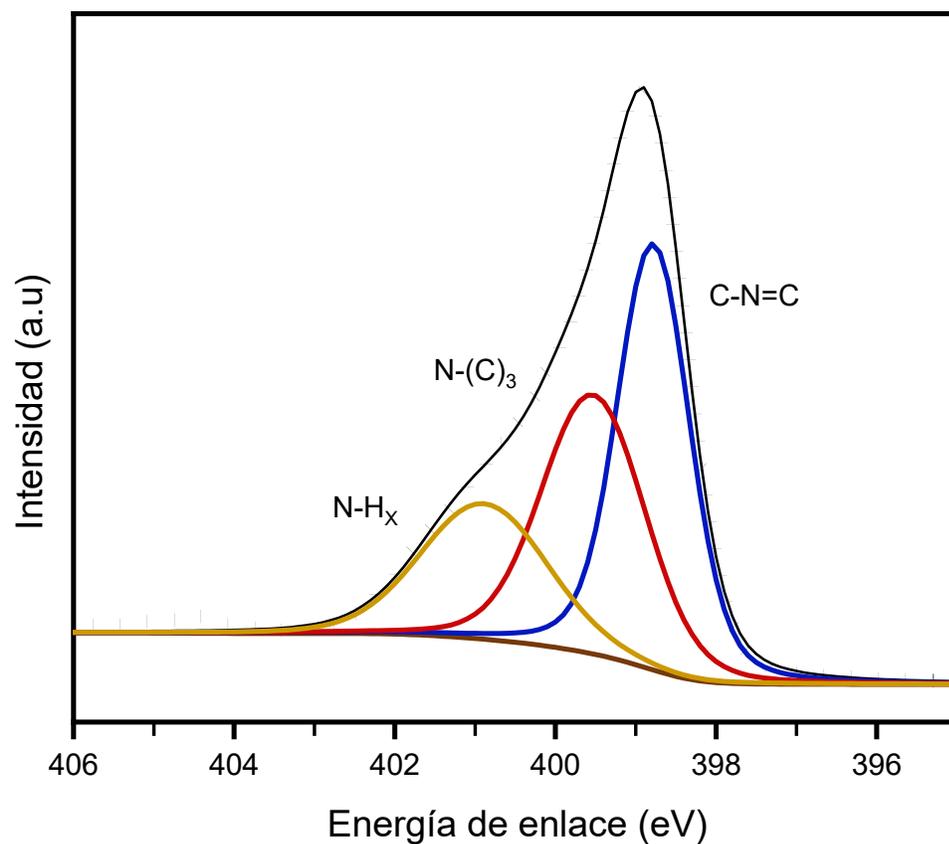
El espectro de la región C 1s del g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> se deconvoluciona en tres picos principales. El pico a 285.3 eV se asigna a impurezas superficiales de carbono, las cuales pueden originarse por la presencia de residuos orgánicos o carbono no integrado en la estructura principal.

Por otra parte, el pico a 288.3 eV corresponde al carbono presente en el grupo N=C–N<sub>2</sub>, característico de los anillos de triazina del g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>; este pico refleja la combinación de los enlaces C–N y C=N, fundamentales para la red estructural del material. Finalmente, aunque menos discutido en la literatura, el pico a 289 eV puede estar relacionado con la presencia de grupos carboxilo o carbonato, formando especies débilmente unidas en la superficie de la muestra ([E.H.H. Hasabeldaim, 2023](#))



**Figura 22.** Espectro XPS de alta resolución en la región C 1s del g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>.

En el espectro correspondiente a la región N 1s (Figura 23), se observa un pico dominante a 398.7 eV atribuido al nitrógeno en los anillos de triazina del g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, correspondiente a la especie C-N=C. Así mismo, se observan componentes menores en torno a 399.5 y 400.8 eV que se asignan, respectivamente, al nitrógeno tri-coordinado (N-(C)<sub>3</sub>) y a grupos amino superficiales (incluyendo aminas primarias (NH<sub>2</sub>) y secundarias (NH)). (Graham J. Hutchings, 2022)



**Figura 23.** Espectro XPS de alta resolución en la región N 1s del g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>.

### 7.5.2 MoS<sub>2</sub>

La caracterización por XPS de MoS<sub>2</sub> permite identificar los picos correspondientes a las emisiones de S 2s, Mo 3d<sub>5/2</sub> y Mo 3d<sub>3/2</sub>, lo que confirma la formación de la fase 2H de MoS<sub>2</sub>.

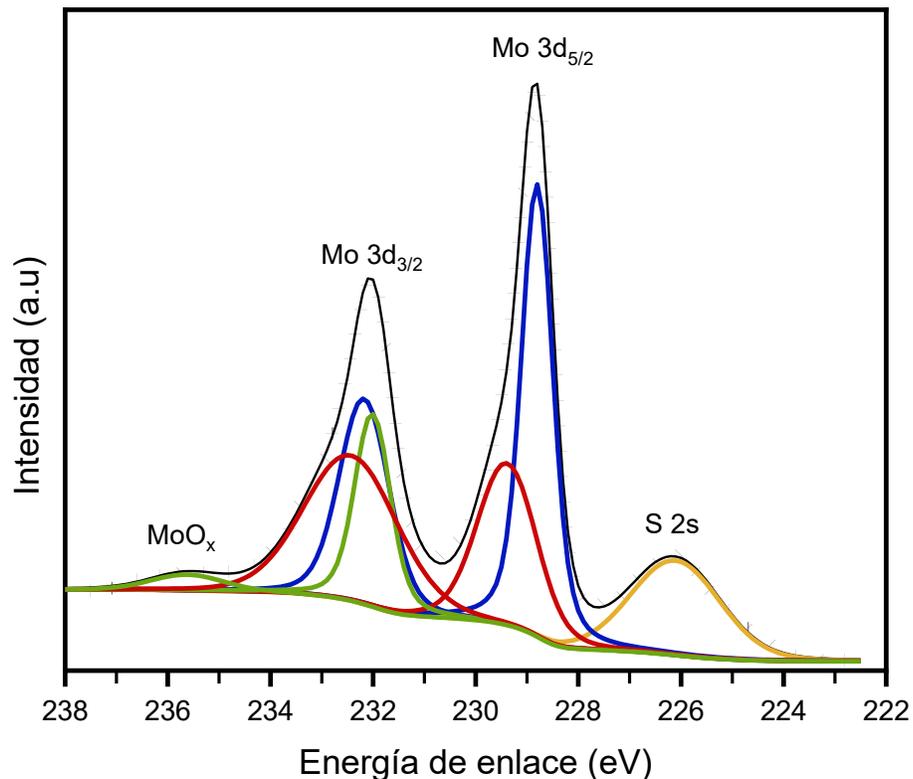
En la región espectral representada en la **Figura 24** se observan las señales de los niveles fundamentales de Mo 3d y S 2s.

El espectro se deconvoluciona en tres componentes dobles correspondientes a Mo 3d junto con un pico singlete asignado a S 2s. ([M.A Baker, 1999](#))

El pico singlete, correspondiente a la emisión de S 2s de regiones libres de defectos en MoS<sub>2</sub>, se encuentra aproximadamente a 226 eV.

El doblete más intenso, ubicado a una energía de enlace (BE) de 228.8 eV, se atribuye a Mo<sup>4+</sup> intrínseco (i-Mo<sup>4+</sup>), el estado de carga del molibdeno en MoS<sub>2</sub>, mientras que el doblete ubicado en 229.4 eV proviene del Mo<sup>4+</sup> defectuoso (d-Mo<sup>4+</sup>), es decir, corresponde a átomos de molibdeno cercanos a vacantes de azufre. ([Ali Syari'ati, 2019](#))

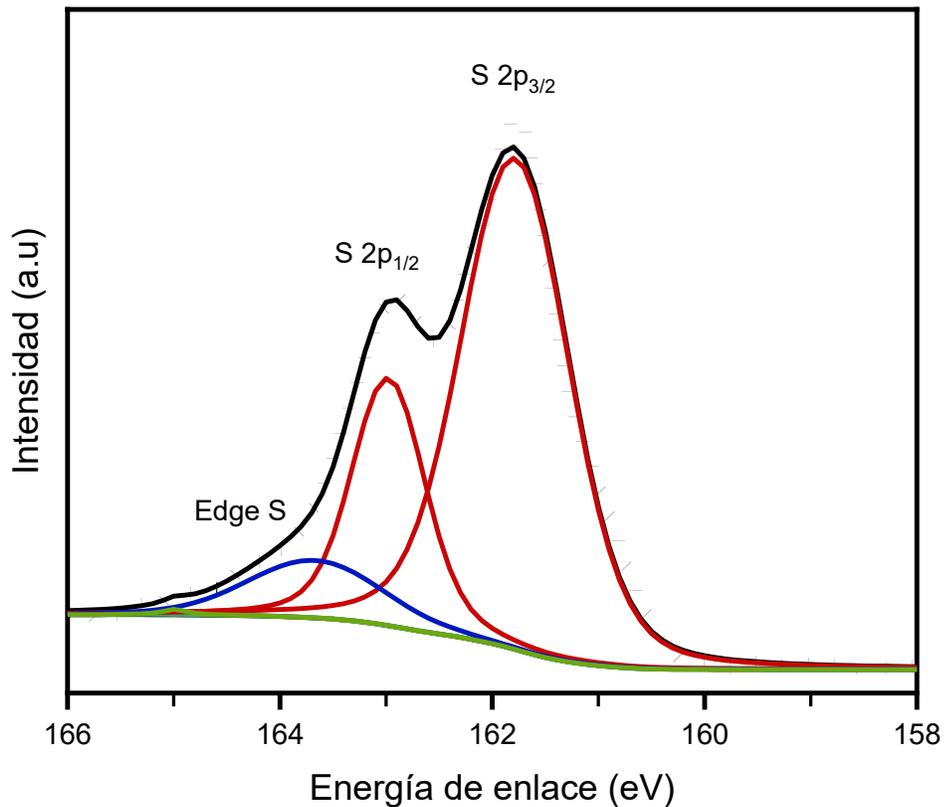
El doblete de Mo 3d a mayor energía de enlace (232 eV) se asigna a Mo<sup>6+</sup> y corresponde a MoO<sub>3</sub> no reaccionado, que se detecta como un contaminante en la muestra. ([Thermo Fisher Scientific, 2025](#)).



**Figura 24.** Espectro XPS de alta resolución en la región Mo 3d del MoS<sub>2</sub>.

El entorno químico del azufre se estudia en la región S 2p, mostrado en la **Figura 25**. Se observa un pico a 161.8 eV que se asigna al azufre intrínseco (i-S) que forma parte de la red de MoS<sub>2</sub> y un pico a 163.7 eV relacionado con el azufre presente en los bordes (b-S) de la estructura. ([Ali Syari'ati, 2019](#))

Además, la deconvolución del espectro S 2p sugiere la presencia de tres componentes (correspondientes a S 2p<sub>3/2</sub>, S 2p<sub>1/2</sub> y un componente de borde), lo que confirma el estado S<sup>2-</sup> del azufre en la muestra. ([Jaspal Singh, 2023](#))



**Figura 25.** Espectro XPS de alta resolución en la región S 2p del MoS<sub>2</sub>.

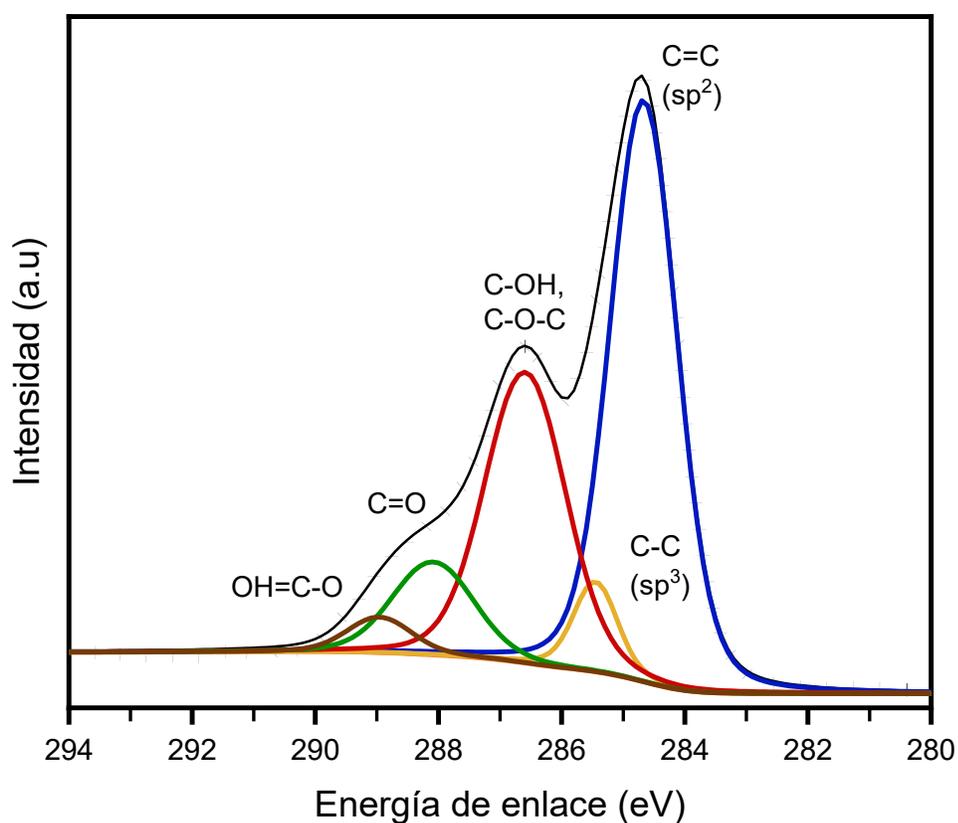
### 7.5.3 OG

El espectro XPS del Óxido de Grafeno (OG) revela una elevada proporción atómica de carbono y oxígeno, lo que se refleja en la relación C/O corresponde a 2.

En la región C 1s (Figura 26), el ajuste de picos muestra un componente principal a 284.6 eV asignado a la hibridación sp<sup>2</sup>, correspondiente a los enlaces C=C característicos de la red gráfitica y un componente a 285.4 eV que se atribuye a la hibridación sp<sup>3</sup> (C–C), que indica la presencia de carbono en regiones no conjugadas o defectuosas. ([A Young Lee, 2021](#))

La deconvolución de estos picos indica que el OG se encuentra en estado reducido (r-GO), evidenciando una restauración parcial de la estructura conjugada  $sp^2$  del grafeno; sin embargo, se conservan defectos estructurales y áreas con hibridación  $sp^3$ , lo cual se traduce en diferencias importantes en las áreas bajo cada componente.

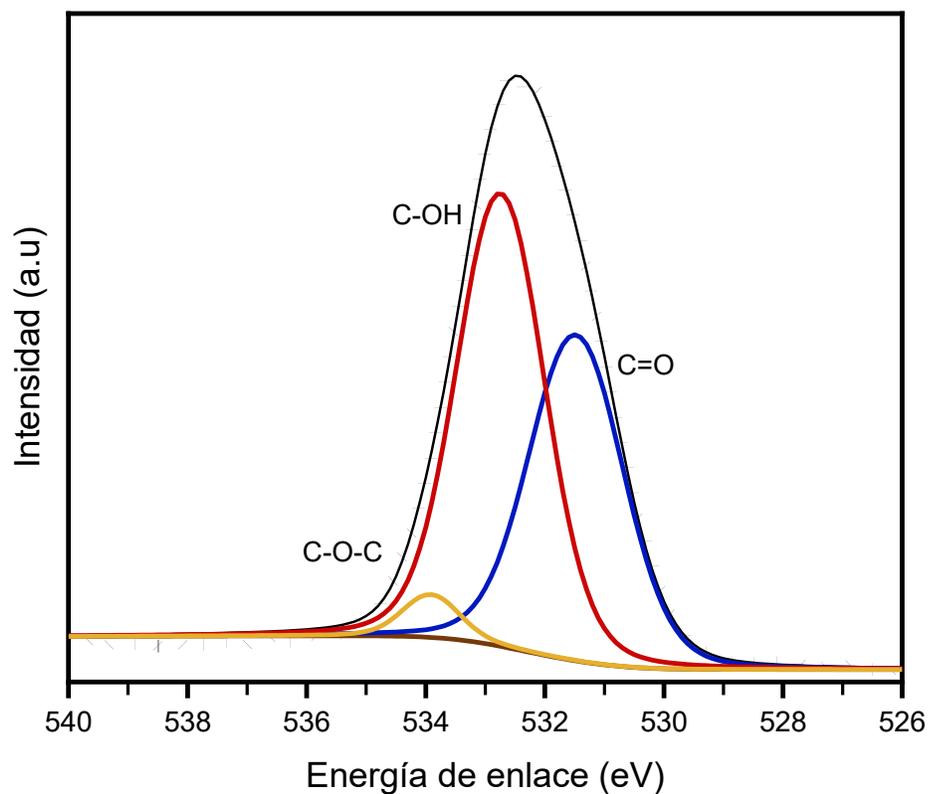
Adicionalmente, se identifican tres componentes en el espectro a 286.6, 288 y 288.9 eV, que se asignan respectivamente a grupos C–OH y/o C–O–C, C=O y OH=C–O.



**Figura 26.** Espectro XPS de alta resolución en la región C 1s del OG.

Por otra parte, la región O 1s del OG se presenta en la Figura 27. En este espectro, los picos descompuestos se ajustan a valores de energía de enlace de 531.5, 532.8 y 534 eV, que se asignan a grupos C=O, C–OH y C–O–C respectivamente.

Estos resultados confirman la presencia de diversas especies oxigenadas en la superficie del OG. (R. Al-Gaashani, 2019)



**Figura 27.** Espectro XPS de alta resolución en la región O 1s del OG.

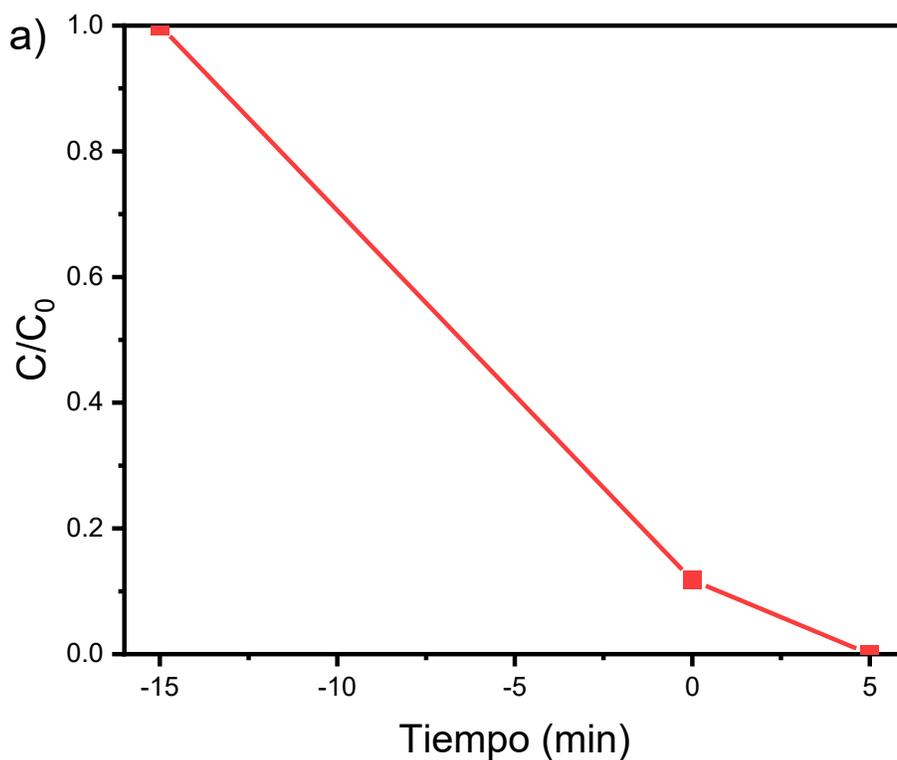
## 7.6 Evaluación fotocatalítica

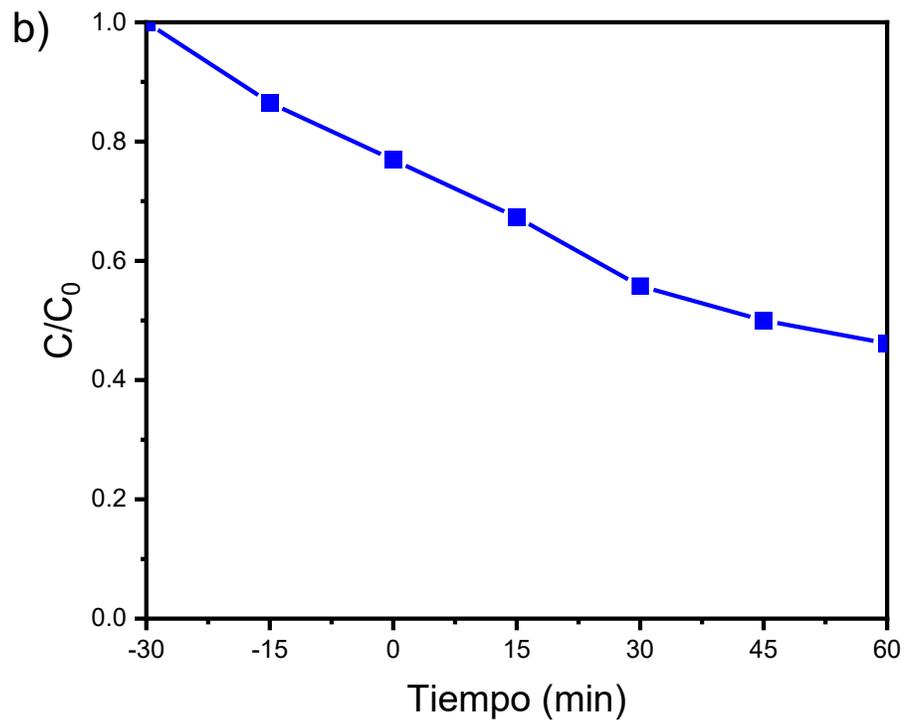
Se prepararon 2 soluciones de 50 mL de MB, a las cuales se añadieron 1mL y 0.2 mL de la unión en dispersión manteniendo la mezcla bajo agitación constante para mejorar la dispersión de la heterounión.

Para garantizar el equilibrio de adsorción-desorción, la solución de azul de metileno se agitó durante 30 minutos en la oscuridad, permitiendo la estabilización del sistema antes de la exposición a la radiación.

Para evaluar cuantitativamente la cantidad de solución de moléculas de azul de metileno (MB) con respecto al tiempo de exposición, la cinética de la tasa de fotodegradación se graficó y se representa en la Fig. 28. Los estudios cinéticos de la tasa de fotodegradación confirman una descomposición del 100 % de una solución de MB a **5 ppm** utilizando **1 mL** de fotocatalizador en dispersión en menos de 20 minutos (Fig. 28 a).

Por otra parte, para la muestra de 0.2 mL de la heterounión en dispersión, se logró una reducción de aproximadamente el 50% en una hora de exposición (Fig. 28 b).





**Figura 28.** a) Gráfico de la degradación de moléculas contaminantes de MB utilizando 1 mL y b) 0.2 mL de heterounión en dispersión bajo exposición a la luz solar.

## 8. CONCLUSIONES

La presente investigación logró la síntesis exitosa de una heterounión de Van der Waals compuesta por nitruro de carbono grafítico ( $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ), óxido de grafeno (OG) y disulfuro de molibdeno ( $\text{MoS}_2$ ). El enfoque empleado permitió preservar las propiedades intrínsecas de cada componente, al mismo tiempo que promovió una interacción interfacial sinérgica esencial para potenciar la eficiencia fotocatalítica. La estrategia de ensamblaje no covalente, basada en interacciones de Van der Waals, facilitó la integración de los materiales sin alterar su estructura cristalina individual, lo cual se reflejó en la reorganización de los niveles energéticos y en la mejora en la separación de cargas.

La caracterización estructural y química—realizada mediante técnicas como XRD, espectroscopia Raman, FT-IR, XPS y microscopía electrónica (SEM, FESEM, HRSEM)—confirmó la alta pureza y estabilidad de cada componente, así como la formación de una heteroestructura jerárquica a escala nanométrica. En este sistema, el OG actúa como un puente bidimensional que conecta al  $g\text{-C}_3\text{N}_4$  y a  $\text{MoS}_2$ , facilitando el tránsito de cargas sin comprometer la funcionalidad electrónica de cada fase gracias a la ausencia de enlaces covalentes agresivos. Esta configuración optimiza la movilidad electrónica, aumenta el área superficial disponible y garantiza una estabilidad térmica elevada.

En el ámbito fotocatalítico, los ensayos de degradación del azul de metileno bajo irradiación solar demostraron que la heterounión  $g\text{-C}_3\text{N}_4/\text{OG}/\text{MoS}_2$  presenta una eficiencia destacadamente superior, con tiempos de remoción del contaminante significativamente menores que los de los sistemas convencionales. Esto avala la efectividad del diseño en términos de mejora en la separación y transferencia de cargas.

No obstante, los resultados sugieren la necesidad de optimizar de forma más precisa las concentraciones individuales de cada componente. Establecer condiciones óptimas de composición no solo maximizaría el desempeño técnico del fotocatalizador, sino que también reduciría el consumo de reactivos, lo que implicaría menores costos

de síntesis y una disminución en la generación de residuos químicos, favoreciendo la sostenibilidad del proceso.

En conjunto, este estudio aporta avances significativos en el diseño y la ingeniería de heteroestructuras basadas en interacciones de Van der Waals, demostrando que la manipulación exacta de la estructura y electrónica a escala nanométrica puede generar sistemas con propiedades emergentes y con un alto potencial para aplicaciones en el tratamiento ambiental y la conversión de energía renovable.

## 9. REFERENCIAS

- 1 A Young Lee, K. Y. (2021). Raman study of D\* band in graphene oxide and its correlation with reduction,. *Applied Surface Science*,.
- 2 Abin Philip, A. R. (2023). Solvent effects on the drop cast films of few layers of MoS<sub>2</sub> primed by facile exfoliation to realize optical and structural properties. *Inorganic Chemistry Communications*.
- 3 Alex Omo Ibhaddon, P. F. (2013). Heterogeneous Photocatalysis: Recent Advances and Applications. *Catalysts*, 189-218.
- 4 Ali Syari'ati, O. I. (2019). Photoemission spectroscopy study of structural defects in molybdenum disulfide (MoS<sub>2</sub>) grown by chemical vapor deposition (CVD). *Chemical Communications*, 10384-10387.
- 5 Al-Taai, S. H. (2021). Water pollution Its causes and effects . *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*.
- 6 Andrew T. Smith, A. M. (2019). Synthesis, properties, and applications of graphene oxide/reduced graphene oxide and their nanocomposites . *Nano Materials Science*, 31-47.
- 7 Bedja, K. V. (1996). Nanostructured Semiconductor Films for Photocatalysis. Photoelectrochemical Behavior of SnO<sub>2</sub>/TiO<sub>2</sub> Composite Systems and Its Role in Photocatalytic Degradation of a Textile Azo Dye. *Chemistry of Materials*, 2180–2187.
- 8 Bhatia, S. C. (2017). *Pollution Control in Textile Industry*. New Delhi : WOODHEAD PUBLISHING INDIA PVT LTD.
- 9 Bruno Lellis, C. Z.-P. (2019). Effects of textile dyes on health and the environment and bioremediation potential of living organisms. *Biotechnology Research and Innovation*, 275-290.

- 10 Deepika Gupta, V. C. (2020). A comprehensive review on synthesis and applications of molybdenum disulfide (MoS<sub>2</sub>) material: Past and recent developments. *Inorganic Chemistry Communications*.
- 11 E.H.H. Hasabeldaim, H. S. (2023). Degradation and chemical stability of graphitic carbon nitride during ultraviolet light irradiation. *Materials Chemistry and Physics*.
- 12 Fan Dong, Y. L.-K. (2015). Enhanced visible light photocatalytic activity and oxidation ability of porous graphene-like g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> nanosheets via thermal exfoliation. *Applied Surface Science*, 393-403.
- 13 Faten Saman, C. H. (2024). Review on synthesis and modification of g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> for photocatalytic H<sub>2</sub> production. *International Journal of Hydrogen Energy*, 1090-1116.
- 14 Ghani Ur Rehman, M. T.-D. (2019). Facile synthesis of GO and g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> nanosheets encapsulated magnetite ternary nanocomposite for superior photocatalytic degradation of phenol. *Environmental Pollution*, 1066-1078.
- 15 Graham J. Hutchings, P. R. (2022). Facile synthesis of a porous 3D g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> photocatalyst for the degradation of organics in shale gas brines,. *Catalysis Communications*.
- 16 Gurleen Bal, A. T. (2022). Distinct approaches of removal of dyes from wastewater: A review. *Materials Today: Proceedings*, 1575-1579.
- 17 Ha Tran Huu, M. D. (2021). One-pot synthesis of S-scheme MoS<sub>2</sub>/g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> heterojunction as effective visible light photocatalyst. *Scientific Reports*.
- 18 Ha Tran Huu, M. D. (2021). One-pot synthesis of S-scheme MoS<sub>2</sub>/g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> heterojunction as effective visible light photocatalyst. *Scientific Reports*.
- 19 Hemant Singh, R. K. (2023). Facile synthesis of gC<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/MoS<sub>2</sub> composite for rapid sequestration of lead and methylene blue and its potential application in

- paint industry wastewater remediation. *Environmental Nanotechnology, Monitoring & Management*.
- 20 Hongai Zheng, X. S. (2021). New g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/GO/MoS<sub>2</sub> composites as efficient photocatalyst for photocathodic protection of 304 stainless steel. *Water Science & Technology*, 499-511.
- 21 Hudya Fitra Hasmin, C. I. (2021). The Role of Temperature in the Hydrothermal Synthesis on the Structural and Morphological Properties of MoS<sub>2</sub>. *Journal of Physics: Conference*, Ser. 1951 012014.
- 22 Hui Wang, Q. S. (2018). Preparation of nanoscale-dispersed g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/graphene oxide composite photocatalyst with enhanced visible-light photocatalytic activity. *Materials Letters*, 143-145.
- 23 Izquierdo, M. F. (2016). Photocatalysis: nanomaterials for pollution abatement and energy production. *Instituto de Catálisis y Petroleoquímica (ICP- CSIC)*.
- 24 Jaspal Singh, S. A. (2023). MoS<sub>2</sub> nanoflowers functionalized with C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> nanosheets for enhanced photodecomposition. *Journal of Alloys and Compounds*.
- 25 Jia Yan, Z. S. (2019). Construction of 3D Hierarchical GO/MoS<sub>2</sub>/g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Ternary Nanocomposites with Enhanced Visible-Light Photocatalytic Degradation Performance. *ChemistrySelect*, 7123-7133.
- 26 Jiaqi Dong, Y. Z.-N. (2022). g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>: Properties, Pore Modifications, and Photocatalytic Applications. *Nanomaterials*, 12(1):121.
- 27 Jiuqing Wen, J. X. (2017). A review on g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-based photocatalysts. *Applied Surface Science, Volume 391*, 72-123.
- 28 Krzysztof Piaskowski, R. Ś.-D. (2018). Dye Removal from Water and Wastewater Using Various Physical, Chemical, and Biological Processes. *AOAC International*, 1371-1384.

- 29 Li Lin, H. Y. (2022). Effects of Water Pollution on Human Health and Disease Heterogeneity: A Review. *Front. Environ. Sci.*
- 30 Linxuan Xie, T. D. (2021). Recent advances on heterojunction-based photocatalysts for the degradation of persistent organic pollutants. *Chemical Engineering Journal*.
- 31 Linxuan Xie, T. D. (2021). Recent advances on heterojunction-based photocatalysts for the degradation of persistent organic pollutants. *Chemical Engineering Journal*.
- 32 M.A Baker, R. G. (1999). XPS investigation of preferential sputtering of S from MoS<sub>2</sub> and determination of MoS<sub>x</sub> stoichiometry from Mo and S peak positions,. *Applied Surface Science*, 255-262.
- 33 N. M. S. Hidayah, W.-W. L.-W.-S. (2017). Comparison on graphite, graphene oxide and reduced graphene oxide: Synthesis and characterization. *AIP Conference Proceedings* 1892.
- 34 N. Thomas, S. M. (2021). 2D MoS<sub>2</sub>: structure, mechanisms, and photocatalytic applications . *Materials Today Sustainability*.
- 35 Naveen Kumar, P. S. (2022). Probing into crystallography and morphology properties of MoS<sub>2</sub> nanoflowers synthesized via temperature dependent hydrothermal method. *Nano Express*.
- 36 Ouissal Assila, K. T. (2020). Adsorption Studies on the Removal of Textile Effluent over Two Natural Eco-Friendly Adsorbents. *Journal of Chemistry*.
- 37 Peiqi Wang, C. J. (2021). Van der Waals Heterostructures by Design: From 1D and 2D to 3D. *Cell Press*, 552-581.
- 38 Peter Olusakin Oladoye, T. O. (2022). Methylene blue dye: Toxicity and potential elimination technology from wastewater. *Results in Engineering*.

- 39 Peter Olusakin Oladoye, T. O. (2022). Methylene blue dye: Toxicity and potential elimination technology from wastewater . *Results in Engineering*, Volume 16,.
- 40 Pooja, S. Y. (2023). Ternary heterostructures of GO, MoS<sub>2</sub>, and g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>: Synthesis, stability and properties. *Results in Surfaces and Interfaces* .
- 41 R. Al-Gaashani, A. N. (2019). XPS and structural studies of high quality graphene oxide and reduced graphene oxide prepared by different chemical oxidation methods. *Ceramics International*, 14439-14448.
- 42 R. Ranjith, N. K. (2023). Construction of g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/CdS/BiVO<sub>4</sub> ternary nanocomposite with enhanced visible-light-driven photocatalytic activity toward methylene blue dye degradation in the aqueous phase. *Journal of Environmental Management*.
- 43 S. Sivakumar, T. D. (2022). Two-dimensional z-type MoS<sub>2</sub>/g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> semiconductor heterojunction nanocomposites for industrial methylene blue dye degradation under daylight. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, Volume 654.
- 44 Saldaña, L. A. (2018). *Síntesis de dióxido de titanio nanoestructurado para la degradación de azul de metileno*. Ensenada, Baja California: CICESE.
- 45 Serpone, N. E. (2012). Semiconductor Photocatalysis — Past, Present, and Future Outlook. *The Journal of Physical Chemistry Letters*, 560-677.
- 46 Shanlin Qiao, M. D.-X.-H. (2022). Conjugated porous polymers for photocatalysis: The road from catalytic mechanism, molecular structure to advanced applications. *EnergyChem*, Volume 4.
- 47 Tang, H. P.-o. (2013). Recent development in analysis of persistent organic pollutants under the Stockholm Convention. *Trends in Analytical Chemistry* 45, 48-66.

- 48 Thermo Fisher Scientific. (2025). *Molybdenum*. Retrieved from Thermo Fisher Scientific: <https://www.thermofisher.com/mx/es/home/materials-science/learning-center/periodic-table/transition-metal/molybdenum.html>
- 49 Vânia Serrão Sousa, C. C. (2017). The effect of TiO<sub>2</sub> nanoparticles removal on drinking water quality produced by conventional treatment C/F/S. *Water Research*, 1-12.
- 50 Vanitha Katheresan, J. K. (2018). Efficiency of various recent wastewater dye removal methods: A review. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 4676-4697.
- 51 VELÁSQUEZ, Y. T. (2022). “*Degradación de colorantes utilizando radiación solar y visible mediante fotocatalizadores de Sr<sub>2</sub>CeO<sub>4</sub>: xNi*”. Saltillo: CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DE ESTUDIOS AVANZADOS DEL INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL.
- 52 Wanjun Wang, J. C. (2014). g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> quantum dots: direct synthesis, upconversion properties and photocatalytic application. *Chemical Communications*.
- 53 Xiao Li, H. Z. (2015). Two-dimensional MoS<sub>2</sub>: Properties, preparation, and applications. *Journal of Materiomics*, 33-44.
- 54 Y. Yan, Z. Z. (2020). Van der waals heterojunctions for catalysis. *Materials Today Advances*.
- 55 Yakubu Adekunle Alli, P. O. (2023). Step-scheme photocatalysts: Promising hybrid anomaterials for optimum conversion of CO<sub>2</sub>. *Nano Today*.
- 56 Yang Li, C.-X. Y.-L.-P. (2019). Carboxyl-Functionalized Covalent Organic Frameworks for the Adsorption and Removal of Triphenylmethane Dyes. *APPLIED NANO MATERIALS*, 7290-7298.

- 57 Yang, H. (2021). A short review on heterojunction photocatalysts: Carrier transfer behavior. *Materials Research Bulletin*.
- 58 Yang, H. (2021). A short review on heterojunction photocatalysts: Carrier transfer behavior and photocatalytic mechanisms. *Materials Research Bulletin*.
- 59 Yazli Liu, H. Z. (2018). 0D (MoS<sub>2</sub>)/2D (g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) heterojunctions in Z-scheme for enhanced photocatalytic and electrochemical hydrogen evolution. *Applied Catalysis B: Environmental*, 64-74.
- 60 Yunfeng Li, R. J. (2016). Macroscopic Foam-Like Holey Ultrathin g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Nanosheets for Drastic Improvement of Visible-Light Photocatalytic Activity. *Advanced Energy Materials*.
- 61 Yushuai Chen, B. Y. (2021). Combined soft templating with thermal exfoliation toward synthesis of porous g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> nanosheets for improved photocatalytic hydrogen evolution. *Journal of Materials Research and Technology*, 301-310.
- 62 Zambaga Otgonbayar, Y. L.-C. (2023). Design of type-II heterojunction MoS<sub>2</sub>/gC<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/graphene ternary nanocomposite for photocatalytic CO<sub>2</sub> reduction to hydrocarbon fuels: In aqueous solvents with a sacrificial donor. *Journal of Environmental Chemical Engineering*.
- 63 Zhang Liu, Y. Y. (2022). Semiconductor heterojunctions for photocatalytic hydrogen production and Cr(VI) Reduction: A review. *Materials Research Bulletin*, 147.