



**UNIVERSIDAD JUÁREZ AUTÓNOMA DE TABASCO**  
**DIVISIÓN ACADÉMICA DE INGENIERÍA Y ARQUITECTURA**



**“ANÁLISIS DE LAS VARIABLES DEL PROCESO DEL CARBÓN ACTIVADO  
USANDO RESIDUOS DE GRANOS DE CAFÉ PARA LA FABRICACIÓN DE  
SUPERCAPACITORES”**

TESIS PARA OBTENER EL GRADO DE:  
**MAESTRO EN CIENCIAS EN INGENIERÍA**

PRESENTA:  
**ING. ALEX PÉREZ AGUIRRE**  
<https://orcid.org/0000-0002-6959-1115>

DIRECTOR:  
**DRA. EBELIA DEL ÁNGEL MERAZ**  
[ID: 35268372300](https://orcid.org/0000-0002-35268372300)

CO-DIRECTOR:  
**DR. JOSÉ MARÍA ROJO MARTÍN**  
**INSTITUTO DE CIENCIA DE MATERIALES DE MADRID (ICMM)**

CUNDUACÁN, TABASCO, ENERO DE 2025



UNIVERSIDAD JUÁREZ  
AUTÓNOMA DE TABASCO

"EL BIEN EN LA DUDA, ACCIÓN EN LA FE"



División  
Académica  
de Ingeniería  
y Arquitectura



2024  
Fuerza con la  
Educación

JEFATURA DE POSGRADO

Cunduacán, Tabasco a 04 de diciembre de 2024  
MEM / AP-DAIA / 228 / 2024

PARA: DRA. DORACINDA FRÍAS MÁRQUEZ  
DIRECTORA DE LA DAIA  
DE: COMISIÓN SINODAL  
ASUNTO: APROBACIÓN DE IMPRESIÓN DE TESIS

Una vez hecha la revisión detallada de la Tesis denominada:

"Análisis de las variables del proceso del carbón activado usando residuos de granos de café para la fabricación de supercapacitores"

Desarrollado por el Ing. Alex Pérez Aguirre, de la Maestría en Ciencias en Ingeniería, le comunicamos que aceptamos la impresión del trabajo ya que el mismo ha cumplido con los requisitos necesarios.

COMITÉ SINODAL

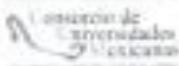
  
DRA. MAYRA AGUSTINA PANTOJA CASTRO  
PRESIDENTE

  
DR. ERIK RAMÍREZ MORALES  
SECRETARIO

  
DRA. EBELIA DEL ÁNGEL MERAZ  
VOCAL 1

  
DR. JUAN GABRIEL ALVAREZ RAMÍREZ  
VOCAL 2

  
DRA. MA. GUADALUPE RIVERA RUEDAS  
VOCAL 3



Carretera Cunduacán - Talpa de Méndez, km 1, Cunduacán, Tabasco.  
C.P. 86900 Cunduacán, Tabasco  
Tel: (983) 258 1111 ext. 6752  
e-Mail: directoria@uajtat.mx

www.uajtat.mx

**DIRECCIÓN**

**OFICIO:** DAIA/DIR/139/2025  
**FECHA:** 14 de enero de 2025  
**ASUNTO:** Autorización de  
impresión definitiva

**ING. ALEX PÉREZ AGUIRRE**  
PASANTE DE LA MAESTRÍA EN CIENCIAS EN INGENIERÍA  
**PRESENTE**

En virtud de haber elaborado su trabajo de Tesis denominado:

**"Análisis de las variables del proceso del carbón activado usando residuos de granos de café para la fabricación de supercapacitores"**

Para obtener el grado de **Maestra en Ciencias en Ingeniería** y en la cual ha tenido como Directora de Tesis a la Dra. Ebeila del Ángel Meráz.

Tengo a bien autorizarle la **IMPRESIÓN DEFINITIVA** de dicho trabajo, continuando con los trámites correspondientes para su examen de obtención de grado.

Sin otro particular, le envío un afectuoso saludo.

**ATENTAMENTE**



**DRA. DORA MARÍA FRÍAS MÁRQUEZ**  
**DIRECTORA**

c.c.p. Archivo  
DRAD/DIR/139/2025

## Carta de Cesión de Derechos

Villahermosa, Tabasco a 08 de enero de 2025.

Por medio de la presente manifestamos haber colaborado como AUTOR(A) y/o AUTORES(AS) en la producción, creación y/o realización de la obra denominada "Análisis de las variables del proceso del carbón activado usando residuos de granos de café para la fabricación de supercapacitores".

Con fundamento en el artículo 83 de la Ley Federal del Derecho de Autor y toda vez que, la creación y/o realización de la obra antes mencionada se realizó bajo la comisión de la Universidad Juárez Autónoma de Tabasco; entendemos y aceptamos el alcance del artículo en mención, de que tenemos el derecho al reconocimiento como autores de la obra, y la Universidad Juárez Autónoma de Tabasco mantendrá en un 100% la titularidad de los derechos patrimoniales por un periodo de 20 años sobre la obra en la que colaboramos, por lo anterior, cedemos el derecho patrimonial exclusivo en favor de la Universidad.

### COLABORADORES

Ing. Alex Pérez Aguirre

Dra. Ebelia del Ángel Meraz

ALUMNO(A) O EGRESADA(O)

DIRECTOR(A) Y CODIRECTOR(A)

### TESTIGOS

Dra. Mayra Agustina Pantoja Castro

Dr. Erik Ramírez Morales

### Declaración de Autoría y Originalidad

En la Ciudad de Cunduacán, Tabasco, el día 08 del mes enero del año 2025, el que suscribe Alex Pérez Aguirre alumna(o) del Programa de Maestría en Ciencias en Ingeniería con número de matrícula 192D19009, adscrito a la División de Ingeniería y Arquitectura, de la Universidad Juárez Autónoma de Tabasco, como autor(a) (es) de la Tesis presentada para la obtención del (título, diploma o grado según sea el caso) Maestría en Ciencias en Ingeniería y titulada "Análisis de las variables del proceso del carbón activado usando residuos de granos de café para la fabricación de supercapacitores" dirigida por Dra. Ebelia del Ángel Meraz.

#### DECLARO QUE:

La Tesis es una obra original que no infringe los derechos de propiedad intelectual ni los derechos de propiedad industrial u otros, de acuerdo con el ordenamiento jurídico vigente, en particular la LEY FEDERAL DEL DERECHO DE AUTOR (Decreto por el que se reforman y adicionan diversas disposiciones de la Ley Federal del Derecho de Autor del 01 de Julio de 2020 regularizando y aclarando y armonizando las disposiciones legales vigentes sobre la materia), en particular, las disposiciones referidas al derecho de cita. Del mismo modo, asumo frente a la Universidad cualquier responsabilidad que pudiera derivarse de la autoría o falta de originalidad o contenido de la Tesis presentada de conformidad con el ordenamiento jurídico vigente.

Villahermosa, Tabasco a 08 de enero de 2025.

Nombre y Firma

Alex Pérez Aguirre

## **Agradecimientos**

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT), por el valioso apoyo brindado durante mis estudios de Maestría en Ciencias en Ingeniería.

A la División Académica de Ingeniería y Arquitectura Unidad Chontalpa de la Universidad Juárez Autónoma de Tabasco por haberme permitido cumplir uno de los objetivos en mi formación profesional.

A mi Directora de Tesis, Dra. Ebelia del Ángel Meraz, le agradezco su apoyo incondicional para lograr esta meta y por todo el apoyo técnico, conocimientos y por haber dirigido este proyecto, muchas gracias.

Al Dr. José María Rojo Martín, agradezco todas sus asesorías técnicas sobre Evaluación Electroquímica, y haber compartido todos sus conocimientos.

A mi Comité Sinodal, a la Dra. Ebelia del Ángel Meraz, a la Dra. Mayra Agustina Pantoja Castro y al Dr. Erik Ramírez Morales por sus comentarios y sugerencias que contribuyeron al desarrollo de este proyecto de Tesis. De igual forma agradezco a mis profesores, compañeros y a todos aquellos que me compartieron sus conocimientos y su atención.

A mi familia, por el amor, la empatía, el apoyo y su grata compañía.

¡Muchas gracias!

## Resumen

Los carbones activados (CAs) se obtuvieron a partir de residuos de granos de café. Para la síntesis se utilizó un diseño experimental con un arreglo factorial  $3^3$ , tomando como factores; los agentes de activación ácido fosfórico ( $H_3PO_4$ ) e hidróxido de potasio (KOH), el tiempo de impregnación (24 - 48 h), y las temperaturas de carbonización (600 - 800 °C). La caracterización de los CAs se realizó mediante; Espectroscopía de Infrarrojo con Transformada de Fourier, Difracción de Rayos X, Microscopía Electrónica de Transmisión, Microscopía Electrónica de Barrido, Análisis Termogravimétrico y Fisisorción de  $N_2$ . Consecutivamente se realizó el análisis estadístico utilizando el programa Minitab 18 con la finalidad de analizar el proceso de obtención del carbón activado, para posteriormente seleccionar las mejores muestras y utilizar los CAs como material activo en la aplicación de supercapacitores, en el almacenamiento de energía. Con las muestras de los CAs, se procesaron los electrodos en forma de pastillas compactadas. La caracterización electroquímica de los electrodos se lleva a cabo en configuración de dos electrodos, utilizando como electrolito acuoso KOH (5M). Los electrodos mostraron un mecanismo de almacenamiento de carga en forma de supercapacitores asimétricos o híbridos, incluida la capacitancia de doble capa y la contribución pseudocapacitiva para los CAs, alcanzando capacidades específicas de hasta 495 F/g a 1 mA/g, usando como agente activante KOH.

**Palabras claves:** carbón activado, granos de café, supercapacitores, capacitancia específica.

## **Abstract**

The activated carbons (ACs) were obtained from coffee bean waste. For the synthesis, an experimental design with factorial arrangement  $3^3$  was used, taking as factors; the activating agents phosphoric acid ( $H_3PO_4$ ) and potassium hydroxide (KOH), the impregnation time (24 - 48 h), and the carbonization temperatures (600 - 800 °C). The characterization of the ACs was carried out by means of; Infrared Spectroscopy with Fourier Transform, X-ray Diffraction, Transmission Electron Microscopy, Scanning Electron Microscopy, Thermogravimetric Analysis and  $N_2$  Physisorption. Subsequently, the statistical analysis was performed using the Minitab 18 program in order to analyze the process of obtaining activated carbon, to later select the best samples and use the ACs as active material in the application of supercapacitors, in energy storage. With the samples of the ACs, the electrodes were processed in the form of compacted pellets. Electrochemical characterization of the electrodes is carried out in a two-electrode configuration, using KOH (5M) as aqueous electrolyte. The electrodes showed a charge storage mechanism in the form of asymmetric or hybrid supercapacitors, including double-layer capacitance and pseudocapacitive contribution for the CAs, reaching specific capacities up to 495 F/g at 1 mA/g, using KOH as activating agent.

**Keywords:** activated carbon, coffee beans, supercapacitors, specific capacitance.

## Índice de contenido

Resumen.....	7
Abstract.....	8
Índice de figuras.....	11
Índice de tablas.....	14
Capítulo I. Introducción.....	15
1.1.- Generalidades.....	15
1.2 Hipótesis.....	18
1.3.- Objetivos.....	19
1.3.1.- Objetivo general.....	19
1.3.2.- Objetivos específicos.....	19
Capítulo II. Marco teórico.....	20
2.1. Sistemas de almacenamiento de energía (SAE).....	20
2.1.1. Importancia del almacenamiento de energía.....	21
2.1.2. Clasificación de los sistemas de almacenamiento.....	22
2.2. Supercapacitores.....	22
2.2.1. Clasificación de los supercapacitores.....	24
2.2.2. Carbón activado.....	24
2.3. Técnicas de caracterización del material activo de electrodo.....	25
2.4. Técnicas electroquímicas para evaluar al material activo de electrodo.....	26
2.4.1. Voltametría cíclica (VC).....	26
2.4.2. Cronopotenciometría galvanostática (ciclos de carga y descarga).....	27
2.4.3. Celda de dos electrodos.....	28
2.4.4. Celda de tres electrodos.....	29
Capítulo III. Diseño experimental.....	31
3.1. Obtención del carbón activado.....	31
3.1.1. Recolección y secado de la materia prima o precursor del carbón.....	31
3.1.2. Peso e impregnación de las muestras.....	32
3.1.3. Proceso de carbonización/activación en horno tubular.....	32
3.1.4. Lavado y neutralización de las muestras de carbón activado.....	33
3.1.5. Secado y etiquetado de las muestras de carbón activado.....	33
3.2. Técnicas de caracterización del carbón activado.....	34
3.2.1. Espectroscopía de Infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR).....	34

3.2.2. Difracción de Rayos X (DRX) .....	34
3.2.3. Microscopía Electrónica de Trasmisión (MET) .....	35
3.2.4. Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) .....	35
3.2.5. Análisis Termogravimétrico (ATG) .....	35
3.2.6. Fisisorción de N <sub>2</sub> .....	36
3.3. Análisis estadístico .....	36
3.4. Fabricación de los electrodos en forma de pastillas auto-consistentes para su aplicación en supercapacitores .....	36
3.5. Medidas electroquímicas de los electrodos para su aplicación en supercapacitores .....	37
Capítulo IV. Resultados y discusiones .....	39
4.1. Caracterización de las muestras de CA por espectroscopía de infrarrojo con transformada de Fourier (FT-IR) .....	39
4.2. Caracterización de las muestras de CA por difracción de rayos X (DRX) .....	41
4.3. Caracterización de las muestras de CA por microscopía electrónica de trasmisión (MET) .....	45
4.4. Caracterización de las muestras de CA por microscopía electrónica de barrido (MEB) .....	47
4.5. Análisis elemental de las muestras de CA .....	49
4.6. Caracterización de las muestras de CA por análisis termogravimétrico (ATG) ..	51
4.7. Caracterización de las muestras de CA por Fisisorción de N <sub>2</sub> .....	52
4.8. Isotermas de adsorción-desorción para las muestras de CA .....	53
4.9. Análisis estadístico .....	55
4.10. Medidas electroquímicas de los electrodos de CA impregnados en KOH .....	58
4.11. Ciclos de carga y descarga .....	59
Capítulo V: Conclusiones .....	64
Capítulo VI: Recomendaciones y perspectivas .....	66
Referencias .....	67
Anexos .....	79

## Índice de figuras

N °	Descripción	Pág.
2.1	Representación del comportamiento de un supercapacitor en la celda de dos electrodos.	23
2.2	Esquema del circuito eléctrico equivalente propuesto para un supercapacitor.	23
2.3	Clasificación de los supercapacitores.	24
2.4	Estructura del carbón activado.	25
2.5	Voltamperograma de una voltametría cíclica.	26
2.6	Ciclo de carga-descarga de una medida galvanostática.	27
2.7	Celda Swagelok de dos electrodos.	29
2.8	Celda Swagelok de tres electrodos.	30
3.1	a) Peso de la materia prima, b) Impregnación de la materia prima con $H_3PO_4$ , c) Impregnación de la materia prima con KOH. Tiempos de impregnación de 24, 48 y 72 h.	32
3.2	Proceso de carbonización/activación a las temperaturas de 600, 700 y 800 °C.	33
3.3	Neutralización con (a) NaOH y (b) $H_2SO_4$ de las muestras de CA.	33
3.4	a) Etiquetado de muestras de CA/ $H_3PO_4$ , b) Etiquetado de muestras de CA/KOH.	34
3.5	Electrodos en forma de pastillas auto-consistentes para su aplicación en supercapacitores.	37
3.6	Celda Swagelok de dos electrodos utilizada para el estudio electroquímico.	38
3.7	Equipo potenciostato AUTOLAB, para realizar las medidas electroquímicas.	38
4.1	Espectros FT-IR de las muestras de carbón que fueron activadas con $H_3PO_4$ . (a) Impregnación de 24 h y temperaturas de activación de 600, 700 y 800 °C. (b) Impregnación de 48 h y temperaturas de activación de 600, 700 y 800 °C. (c)	40

	Impregnación de 72 h y temperaturas de activación de 600, 700 y 800 °C.	
4.2	Espectros FT-IR de las muestras de carbón que fueron activadas con KOH. (a) Impregnación de 24 h y temperaturas de activación de 600, 700 y 800 °C. (b) Impregnación de 48 h y temperaturas de activación de 600, 700 y 800 °C. (c) Impregnación de 72 h y temperaturas de activación de 600, 700 y 800 °C.	41
4.3	Difractogramas de las muestras de carbón que fueron activadas con H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> . Impregnación durante (a) 24 h, (b) 48 h y (c) 72 h. Temperaturas de activación de 600, 700 y 800 °C	42
4.4	Difractogramas de las muestras de carbón que fueron activadas con KOH. Impregnación durante (a) 24 h, (b) 48 h y (c) 72 h. Temperaturas de activación de 600, 700 y 800 °C	43
4.5	Imágenes de MET de las muestras de carbón que fueron activadas con H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> . Impregnación durante (a) 24 h, (b) 48 h, (c) 72 h y (d) ampliación de la imagen 100X. Temperatura de activación de 600 °C.	46
4.6	Imágenes de MET de las muestras de carbón que fueron activadas con KOH. Impregnación durante (a) 24 h, (b) 48 h, (c) 72 h y (d) ampliación de la imagen 100X. Temperatura de activación de 600 °C.	46
4.7	Micrografías MEB del carbón que había sido activado con H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> . Impregnación de (a) 24, (b) 48 y (c) 72 h. Temperatura de activación de 600,700 y 800 °C. Aumentos de 1500X.	48
4.8	Micrografías MEB del carbón que había sido activado con KOH. Impregnación de (a) 24, (b) 48 y (c) 72 h. Temperatura de activación de 600,700 y 800 °C. Aumentos de 1500X.	49
4.9	ATG de las muestras de carbón activado con H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> , KOH y residuos de granos de café puro.	51

4.10	Isotermas de adsorción-desorción para las muestras de carbón que fueron activadas con $H_3PO_4$ .	55
4.11	Isotermas de adsorción-desorción para las muestras de carbón que fueron activadas con KOH.	55
4.12	Medidas de interacción, a) tiempos de impregnación b) agentes activantes y c) temperaturas de carbonización, con respecto al área superficial.	57
4.13	Área superficial en función del tiempo de impregnación y temperatura de carbonización, para los datos experimentales.	57
4.14	Voltamograma cíclico de los electrodos CA a 1 mV/s.	59
4.15	Grafica galvanostática de carga/descarga a 1 mA/g obtenida para la muestra CA <sub>4</sub> -48-600 °C funcionando como electrodo en el rango de potencial total.	60
4.16	Grafica galvanostática de carga/descarga a 1 mA/g obtenida para la muestra CA <sub>5</sub> -48-700 °C funcionando como electrodo en el rango de potencial total.	60
4.17	Grafica galvanostática de carga/descarga a 1 mA/g obtenida para la muestra CA <sub>6</sub> -48-800 °C funcionando como electrodo en el rango de potencial total.	61
4.18	Dependencia de la capacitancia específica total (CT) en función de la densidad de corriente (J) para los tres electrodos de CA.	62

## Índice de tablas

N°	Descripción	Pág.
2.1	Descripción de los sistemas de almacenamiento de energía.	20
3.1	Diseño experimental para la obtención del carbón activado.	31
4.1	Datos de análisis de la caracterización de DRX.	44
4.2	Distribución de los elementos de la muestra CA-48-600 °C, que fue activada con H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> .	50
4.3	Distribución de los elementos de la muestra CA-48-600 °C, que fue activada con KOH.	50
4.4	Parámetros texturales deducidos de las isotermas de adsorción-desorción de N <sub>2</sub> . Área superficial (S <sub>BET</sub> ), diámetro de poro (Dp) y volumen de poro (Vp).	52
4.5	Datos para ajustar el modelo de tercer orden.	55
4.6	Análisis de varianza para el modelo de tercer orden.	56
4.7	Capacidad de la celda.	61
4.8	Capacidad específica de los electrodos.	62
4.9	Comparación del rendimiento de la Capacitancia específica en diferentes materiales de electrodos.	63

## Capítulo I. Introducción

### 1.1.- Generalidades

Con la finalidad de satisfacer la creciente demanda energética del sector industrial y doméstico, se han realizado muchos esfuerzos para desarrollar y diseñar nuevos sistemas de almacenamiento de energía, con alta eficiencia, como son: supercapacitores, baterías de litio, sodio y algunas otras recargables [1]. Entre ellos, el supercapacitor ha llamado mucho la atención como un dispositivo de almacenamiento, debido a sus características únicas como: alta densidad de potencia, velocidad de carga y descarga rápida, ciclos largos de vida, buena estabilidad y amplias perspectivas en el almacenamiento de energía [2, 3].

Los supercapacitores ( $SC_s$ ) son sistemas de almacenamiento de energía prometedores reducen la brecha entre los capacitores convencionales y las baterías, ofreciendo una mayor densidad de energía que los capacitores convencionales [4, 5, 6]. Los  $SC_s$  han encontrado un interés considerable en las tecnologías de transporte eléctrico, esto se debe al respaldo de energía de emergencia y a la estabilidad del sistema de red, contrarrestando la caída de voltaje debido a la potencia de salida como variable [7, 8]. Los  $SC_s$  se clasifican en: capacitores eléctricos (EDLCs) y Pseudocapacitores (PCs). Los EDLCs almacenan en la interfase de una doble capa eléctrica con la interacción del electrodo y electrolito. Los PCs trabajan con procesos redox reversibles en la superficie del electrodo [9, 10, 11]. Si se comparan los dos tipos de supercapacitores, los supercapacitores de doble capa eléctrica suelen almacenar menor densidad de energía que los pseudocapacitores, lo que restringe sus aplicaciones [12]. Por lo tanto, el reto para los EDLCs está en conseguir materiales de electrodo que muestren una alta capacitancia específica. Esto aún no se ha logrado porque no se han establecido los estándares correctos para obtener los materiales activos de electrodo. Siendo de vital importancia analizar y desarrollar materiales activos de electrodo, como los materiales de carbón activado, que presenten alta capacitancia específica [13, 14].

Hasta ahora, se han estudiado y utilizado varios tipos de carbón poroso para los EDLCs, debido a su buena estabilidad química y adecuada estructura porosa. La estructura porosa del carbón activado se puede obtener por: pirólisis, activación física y activación química [15, 16]. No obstante, la clave para conseguir un excelente rendimiento capacitivo de los EDLCs es conseguir, por un lado, una estructura porosa adecuada que facilite la interacción entre el electrodo y los iones del electrolito, es decir que favorezca la electro-adsorción y electro-desorción de los iones del electrolito en la interfase electrolito/electrodo y por otro, que la interfase electrolito/electrodo tenga un área lo mayor posible [17]. Se sabe que poros con tamaños menores que el tamaño de los iones del electrolito no contribuyen a la doble capa eléctrica, por tanto, no contribuyen a la capacitancia [18]. Además, la química superficial de los CAs puede contribuir a aumentar la capacitancia mediante una pseudocapacidad, esta última debida a procesos redox [19].

El material activo del electrodo determina el rendimiento de los SCs. Por lo general, los materiales a base de carbón se utilizan para fabricar los electrodos [20, 21]. Aunque los nuevos materiales de carbón, como los nanotubos de carbón y el grafeno, se han probado como materiales de electrodos activos para supercapacitores, su alto costo en la fabricación ha planteado dificultades para su uso práctico [14, 22, 23]. Esto explica la búsqueda de materiales de carbón a menor costo, como es el carbón activado (CA) [24]. El CA derivado de productos agrícolas y desechos es aún más barato que el obtenido a partir de polímeros, productos fósiles y otros compuestos orgánicos. Cabe mencionar que el CA muestra propiedades interesantes como material activo de electrodo, área superficial y capacidad de adsorción, buena conductividad térmica y eléctrica, alta estabilidad química, además de bajo costo y disponibilidad comercial [25, 26].

Los desechos agrícolas, incluidos los granos de café, son residuos prometedores debido a su alta disponibilidad y bajo costo para fabricar carbón activado [12, 14, 26]. Como agentes activantes se han utilizado:  $ZnCl_2$ ,  $H_3PO_4$ ,  $H_2SO_4$ ,  $HNO_3$ ,  $KOH$ ,  $K_2CO_3$  y  $HCl$  [21, 27].  $H_3PO_4$  y el  $KOH$  han dado lugar a carbones altamente hidrófilos, que favorecen el contacto con el electrolito acuoso y permiten extender la

ventana de voltaje hasta 1.3 V en el caso del electrolito  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1M) [28]. En cuanto a la temperatura de activación, se han reportado temperaturas en el rango de 400 - 800 °C [8, 10, 12, 14, 21, 29], en las cuales se ha demostrado que las temperaturas superiores a 200 °C provocan un aumento del área superficial y desarrollan una alta porosidad en el CA [30].

Se realizó el análisis de las variables del proceso de los CAs de residuos de granos de café, para verificar el uso como materiales de almacenamiento de energía. La importancia de esta investigación es utilizar un material que se considera un desecho como lo son los granos de café y darle un uso al elaborar supercapacitores asimétricos o híbridos [28, 29], de igual forma se muestran las propiedades de almacenamiento de carga y se observa que son una alternativa eficiente y sustentable para almacenar energía.

Universidad Juárez Autónoma de Tabasco.  
México.

## **1.2 Hipótesis**

El agente de impregnación, tiempo de impregnación y temperatura de carbonización influyen en la elaboración del carbón activado y en las propiedades que tengan los electrodos, para su aplicación en supercapacitores electroquímicos.

Universidad Juárez Autónoma de Tabasco.  
México.

### **1.3.- Objetivos**

#### **1.3.1.- Objetivo general**

Analizar el efecto del impregnante, el tiempo y temperatura en la elaboración del CA usando residuos de granos de café como precursor de carbono, para su uso como electrodos en supercapacitores electroquímicos.

#### **1.3.2.- Objetivos específicos**

- 1.- Elaborar CAs a partir de residuos de granos de café, por el método químico de activación, usando  $H_3PO_4$  y  $KOH$ .
- 2.- Realizar las caracterizaciones de los CAs por medio de: FTIR, Rayos X, MET, MEB, ATG y Fisisorción con  $N_2$ .
- 3.- Fabricar o procesar los electrodos en forma de pastillas auto-consistentes, utilizando un equipo de prensado hidráulico.
- 4.- Determinar la carga almacenada y la capacitancia específica, mediante las técnicas electroquímicas: voltametría cíclica y medidas galvanostáticas.

## Capítulo II. Marco teórico

### 2.1. Sistemas de almacenamiento de energía (SAE)

Los SAE, tienen un amplio espectro de funciones. Deben proporcionar calidad de potencia, adaptación en alimentación distribuida, a granel y fiabilidad del usuario final, por ejemplo, suministro de energía ininterrumpido [29]. Los sistemas de almacenamiento de energía se clasifican en: (I) aire comprimido, (II) superconductores magnéticos, (III) materiales termoeléctricos, (IV) materiales nano catalíticos porosos, (V) baterías y (VI) supercapacitores [30]. Ver Tabla 2.1.

**Tabla 2.1.** Descripción de los diferentes tipos de almacenamiento

Aire comprimido	Superconductores magnéticos	Materiales termoeléctricos	Material nano catalítico poroso	Baterías	Supercapacitores
Almacenamiento de aire a altas presiones (60- 70 bar) bajo tierras naturales o artificiales.	Almacena la energía bajo la forma de un campo magnético creado por la circulación de una corriente continua en un anillo superconductor.	Acumulan la energía que aprovecha el calor; cambiando la fase de una sustancia o subiendo y bajando su temperatura.	Acumulan energía en óxidos metálicos, nitruros metálicos, nanotubos de carbono y grafeno.	Almacenan energía mediante reacciones electroquímicas que transportan electrones entre los electrodos.	Almacenan energía eléctrica por los mecanismos de doble capa electroquímica y reacciones redox.

Las baterías utilizadas en la movilidad eléctrica son esenciales para el almacenamiento de la electricidad a partir de energía eólica y solar. Las tecnologías de almacenamiento de energía basada en baterías de alta capacidad tienen una serie de ventajas como son:

- Diseño modular y tamaño relativamente compacto.
- Flexibilidad funcional.
- Fácil control y mantenimiento.

- Integración simple en redes eléctricas inteligentes.

También es evidente que las baterías tienen una serie de problemas no resueltos, por ejemplo: alto costo específico de la energía almacenada, ciclo de vida insuficiente (500–3,000 ciclos de carga-descarga), disminución significativa de la vida útil cuando operan a alta corriente de carga-descarga y problemas de la descarga de profundidad [31, 32]. Pero la disponibilidad aleatoria de energía primaria conduce a períodos de exceso y escasez de energía. Esto ha llevado al desarrollo de diferentes métodos para almacenar la energía sobrante y de esta forma utilizarla en el momento que se requiera.

### **2.1.1. Importancia del almacenamiento de energía**

Recientemente se presentan grandes dificultades para suministrar energía bajo demanda de manera segura. Las condiciones de generación de energía no son óptimas o durante los períodos de máxima producción, el exceso de energía debe almacenarse para su uso posterior. Este requisito ha provocado un aumento en la demanda de instalaciones de almacenamiento de energía para lograr un mejor rendimiento [33].

Los sistemas tradicionales, como acumuladores o bombas hidráulicas, proporcionando límites de eficiencia y durabilidad. Por lo tanto, los sistemas de almacenamiento tienen un rol muy importante en asegurar el crecimiento y el futuro energético, que debe incluir [34]:

- Permitir eficientemente el uso de la generación existente.
- Estabilizar la red de distribución y transmisión.
- Servir como una fuente de reserva eléctrica, y contar con la mayor capacidad que cualquier otra reserva elaborada de combustibles fósiles.
- Hacer de una manera más flexible y económica las energías renovables.
- Servir como amortiguadores de precios, es decir, ser un elemento para suministrar la energía cuando sus costos son altos, un ejemplo, las horas punta.
- Permitir una capacidad de reserva.

- Realizar un soporte de la estabilidad de voltaje.
- Reducir o disminuir la necesidad de nuevas generadoras.
- Realizar un seguimiento de la carga, alternando la respuesta de variación entre el suministro de demanda y de electricidad.

### **2.1.2. Clasificación de los sistemas de almacenamiento**

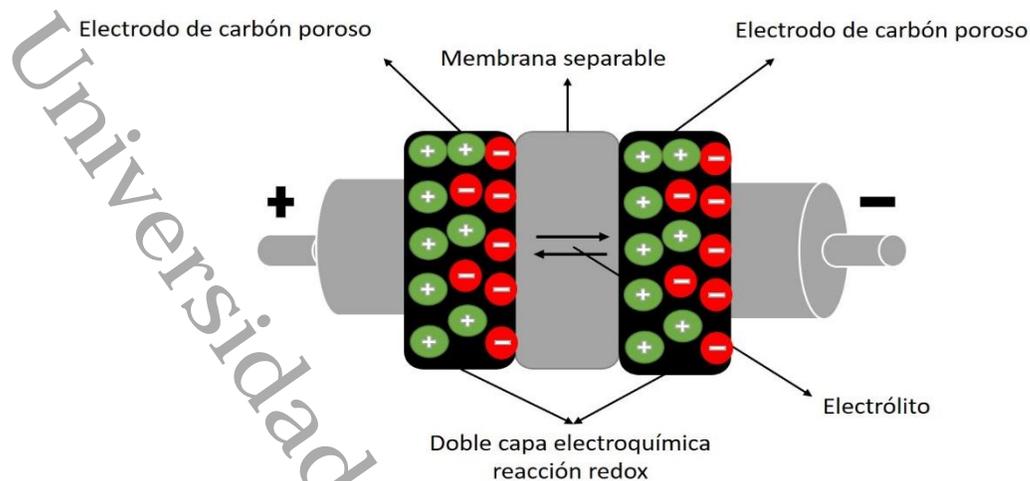
Una característica muy importante de los sistemas de almacenamiento de energía no es sólo la cantidad de energía que son capaces de almacenar, sino también el tiempo que se pueda almacenar [29, 30]. El tipo de almacenamiento de energía se puede realizar basándose en la clasificación de factores como son [31, 32]:

- Factor energético
- Factor económico
- Factor social
- Factor ambiental

### **2.2. Supercapacitores**

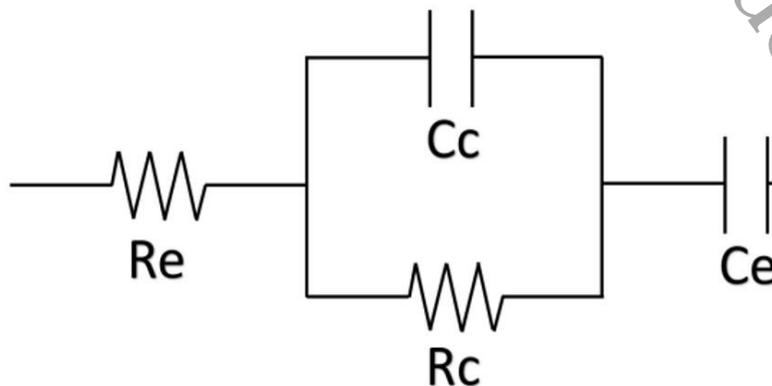
Los supercapacitores son dispositivos que almacenan la energía eléctrica, conformados por un electrodo negativo y uno positivo sumergidos en un electrolito, separados por una membrana permeable que evita que se produzcan cortocircuitos y que permite pasar el flujo de iones. Cuando se les aplica una diferencia de potencial, los iones del electrolito migran a la interfase electrodo/ electrolito formando la doble capa [35, 36].

En la Figura 2.1 se muestra un supercapacitor, el cual está formado por: (I) dos electrodos de carbón, (II) una lámina de un material poroso, denominado separador, y (III) electrolito, el cual facilita la libre circulación de los iones en los poros de los electrodos, una vez cerrado el circuito [37].



**Figura 2.1.** Representación del comportamiento de un supercapacitor en la celda de dos electrodos.

El circuito eléctrico equivalente propuesto para un supercapacitor con electrodos de carbono (Figura 2.2), F. Pico *et. al.*, (2007) [37], es similar al propuesto por H. Shao *et. al.*, (2020) [38], para supercapacitores con electrodos de materiales de biomasa. La interpretación de estos circuitos difiere de la interpretación propuesta por P. Liu *et al.* (2018) [39]. Estos circuitos consisten en: (I) una resistencia  $R_e$ , que fue adscrita al electrolito y ahora se asigna al material de electrodo, (II) una capacitancia  $C_c$  y una resistencia  $R_c$ , que ahora se asignan al electrolito y (III) la capacitancia de doble capa electroquímica  $C_e$ , que no cambia su asignación. La resistencia total del circuito, es decir  $R_e + R_c$  coincide con la resistencia deducida de las medidas galvanostáticas.



**Figura 2.2.** Esquema del circuito eléctrico equivalente propuesto para un supercapacitor.

### 2.2.1. Clasificación de los supercapacitores

La energía eléctrica se almacena en los supercapacitores por medio de dos fenómenos: (i) la doble capa, en la cual ocurre una atracción electrostática entre los iones y los electrodos y/o (ii) la pseudocapacidad, ocurre por reacciones redox de alguno de los elementos del electrodo. El término supercapacitor engloba diferentes clases de de electrodo empleado, doble capa y pseudocapacidad. Existen tres tipos de supercapacitores: (I) supercapacitores de doble capa eléctrica (EDLCs), (II) pseudocapacitores (Ps) y (III) supercapacitores asimétricos, con los dos electrodos mostrando comportamiento capacitivo (EDLCs o Ps) y supercapacitores híbridos, con un electrodo mostrando comportamiento capacitivo (EDLC o Ps) y el otro electrodo mostrando comportamiento de batería (Figura 2.3) [40].

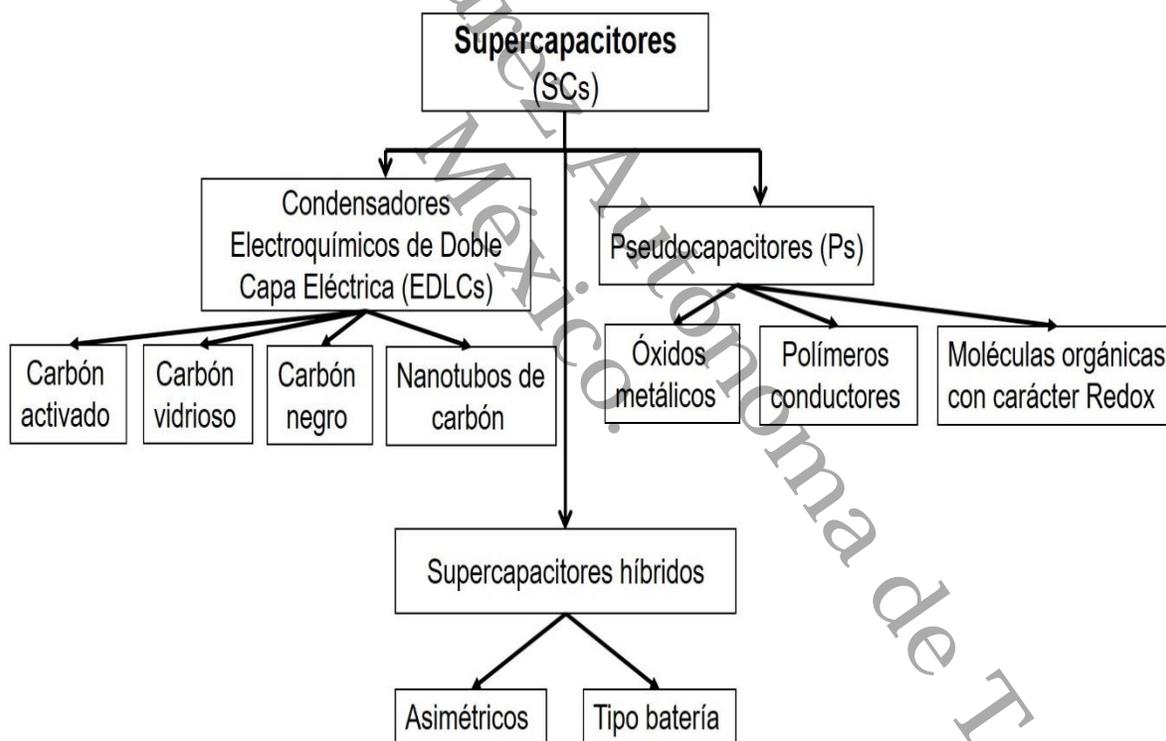
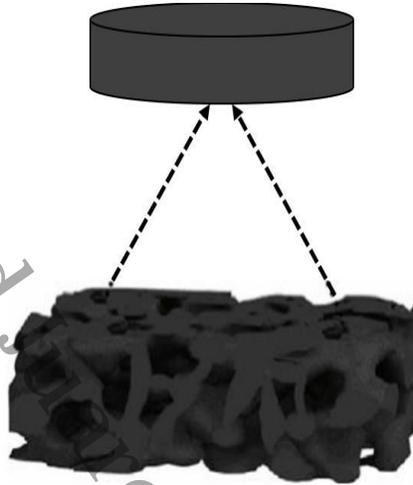


Figura 2.3. Clasificación de los supercapacitores [40].

### 2.2.2. Carbón activado

El carbón activado (CA) es un material de carbono con una estructura tipo grafitica, con las láminas desordenadas, es un material extremadamente poroso que puede desarrollar áreas superficiales de hasta 1,500 m<sup>2</sup>/g [41]. Debido a su estructura son

capaces de realizar procesos de adsorción [42]. En la Figura 2.4 se observa la estructura del CA en forma desordenada y con tamaños de poros heterogéneos [43].



**Figura 2.4.** Estructura del carbón activado [43].

Prácticamente cualquier material orgánico con contenidos altos de carbono es susceptible de ser transformado en carbón activado [44]. Posee aplicaciones como: almacenamiento de gas, uso en la industria farmacéutica, purificación de agua y aire, descontaminación medioambiental, catálisis, industria de alimentos, industria de cosméticos y en el almacenamiento de energía.

### **2.3. Técnicas de caracterización del material activo de electrodo**

Las técnicas de caracterización permiten el análisis de estas propiedades estructurales del material activo de electrodo, estos análisis se realizan con el fin de conocer detalladamente la morfología y microestructura. Las técnicas utilizadas para llevar a cabo los análisis del material activo de electrodo han sido: Espectroscopía de Infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR), Difracción de Rayos X, Microscopía Electrónica de Trasmisión (MET), Microscopía Electrónica de Barrido (MEB), Análisis Termogravimétrico (ATG) y Fisorción de N<sub>2</sub>.

## 2.4. Técnicas electroquímicas para evaluar al material activo de electrodo

Los carbones activados se han estudiado como materiales activos de electrodos para supercapacitores en celdas de dos y tres electrodos. La medida de las propiedades electroquímicas del carbón activado se realiza mediante voltametría cíclica (VC), cronopotenciometría galvanostática (CDG).

### 2.4.1. Voltametría cíclica (VC)

Esta técnica se realiza mediante un intervalo de voltaje para medir corrientes farádicas y capacitivas [66]. Con el fin de obtener información sobre el voltaje de trabajo de la celda ( $E_o/E_f$ ), evitando reacciones no deseadas de descomposición del electrolito [44, 45, 46]. En la Figura 2.5 se observa un voltamperograma, la forma del voltamperograma nos indica el tipo de mecanismo que sucede: (I) para un sistema de doble capa se obtiene un voltamperograma de forma rectangular. (II) pseudocapacitivos se observan picos anchos debidos a reacciones de oxidación-reducción (rédox) a determinados voltajes. En todos los casos, a partir del voltamperograma obtenido se pueden calcular distintos parámetros del material activo de electrodo, tales como: la capacitancia específica del material activo ( $C_{ma}$ ), la carga acumulada durante los barridos anódicos y catódicos ( $Q_a$ ,  $Q_c$ ) y la eficiencia culómbica ( $\mu$ ) que es el cociente  $Q_c/Q_a$  [47, 48].

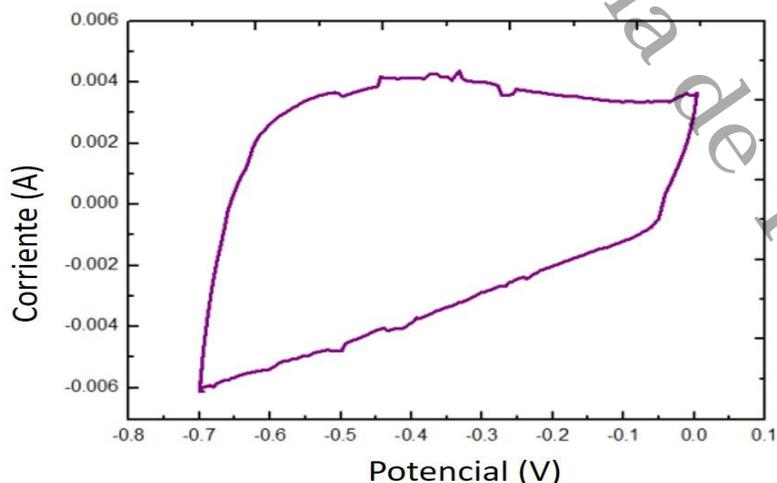
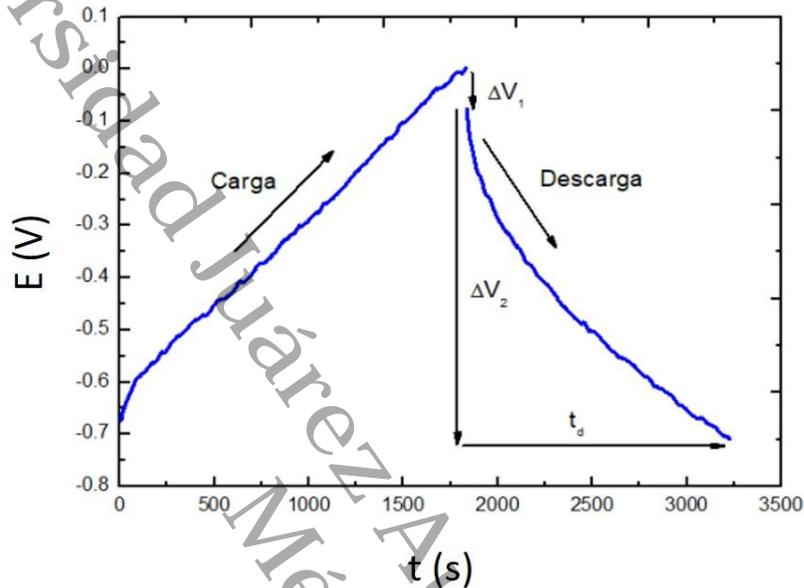


Figura 2.5. Voltamperograma de una voltametría cíclica [46].

### 2.4.2. Cronopotenciometría galvanostática (ciclos de carga y descarga)

La cronopotenciometría galvanostática es una técnica electroquímica en la que se aplica una corriente constante y se recoge la dependencia del potencial o voltaje en función del tiempo (Figura 2.6) [49].



**Figura 2.6.** Ciclo de carga-descarga de una medida galvanostática [49].

En el caso de una respuesta puramente electrostática, el cronopotenciograma cíclico presenta perfiles lineales de carga-descarga de forma triangular, tal y como se muestra en la Figura 2.6. Sin embargo, la presencia de una respuesta pseudocapacitiva produce una desviación de la linealidad de los perfiles triangulares de carga y descarga [50, 51, 52]. Si la respuesta redox es de tipo batería, aparece un valor constante de  $E(V)$  vs.  $t(s)$  [53-57].

La técnica de medidas galvanostáticas es la más fácil para determinar la capacitancia de un supercapacitor electroquímico. La capacitancia se determina a partir del valor de la pendiente de la rama de descarga del cronopotenciograma, siendo ésa igual al inverso de este valor, de acuerdo con la ecuación 1:

$$C = \frac{I \cdot t_d}{\Delta V_2} \quad (1)$$

Donde  $I$  es la intensidad de corriente aplicada medida en amperio (A),  $t_d$  es el tiempo en la descarga medido en segundos (s),  $\Delta V_2$  es el intervalo de voltaje asociado con la descarga de la celda, medido en voltios (V). La resistencia de la celda (ESR) se determina aplicando la ecuación 2:

$$\Delta V_1 = 2 * I * ESR \quad (2)$$

Donde  $\Delta V_1$  es la caída de voltaje al inicio de la carga medida en (V), que está marcada en la Figura 2.6, e  $I$  es la intensidad de la corriente en (A).

A partir de la capacitancia de la celda, se puede determinar la capacitancia específica del electrodo, es decir la capacidad del electrodo referida a su masa. Para una celda de 3 electrodos se aplica la ecuación 3:

$$C_{esp} = \frac{C}{m} \quad (3)$$

Siendo  $C$  la capacitancia de la celda en faradios (F) y  $m$  la masa del electrodo de trabajo en gramos (g) [47].

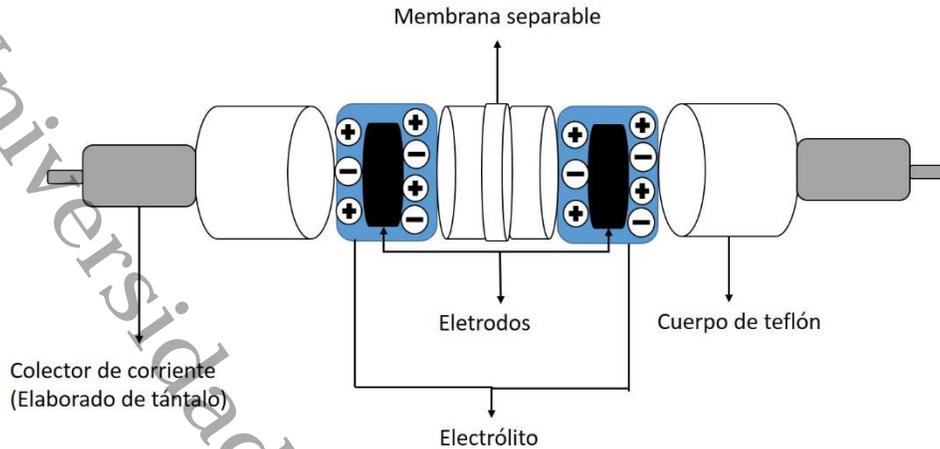
Para una celda de 2 electrodos se aplica la ecuación 4:

$$C_{esp} = \frac{2C}{m} \quad (4)$$

Donde  $C$  es la capacitancia de la celda en faradios (F) y  $m$  la masa de sólo uno de los dos electrodos, expresado en gramos (g).

### 2.4.3. Celda de dos electrodos

La celda de dos electrodos está formada por un cuerpo de un material no conductor y tiene un diámetro interno dentro del cual se colocan las dos piezas de carbón (electrodos), las cuales se separan mediante un material poroso que es aislante (separador). El electrolito se encuentra en el interior del cuerpo de la celda, mojando los dos electrodos y el material que los separa. Dos cilindros conductores se utilizan como colectores de corriente. Para mejorar el contacto electrodo/colector, se coloca una rejilla de un material conductor entre ambos. Un ejemplo de una celda de dos electrodos tipo Swagelok se muestra en la Figura 2.7.

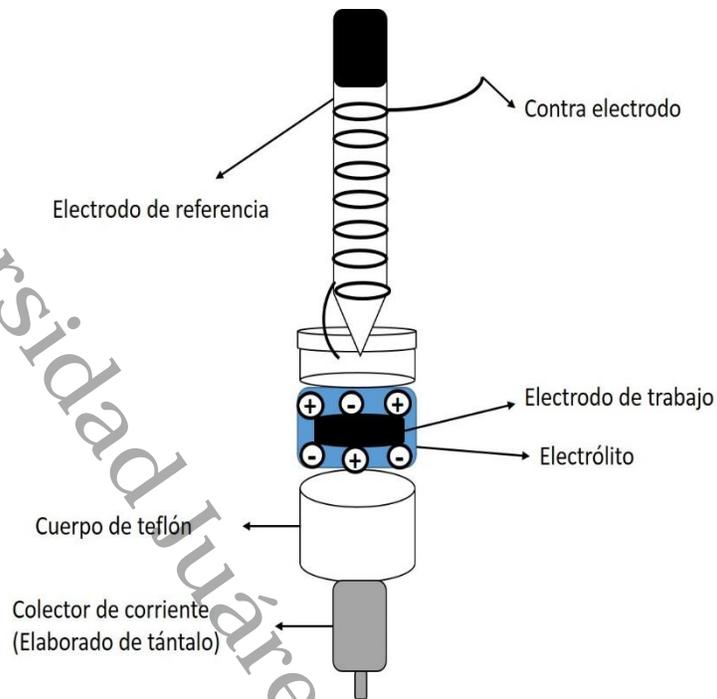


**Figura 2.7.** Celda Swagelok de dos electrodos.

#### 2.4.4. Celda de tres electrodos

La celda de tres electrodos está formada por el electrodo de trabajo, un electrodo de referencia y un contraelectrodo. A diferencia de la celda de dos electrodos, donde la corriente fluye a través de los dos electrodos, en la celda de tres electrodos, la corriente fluye entre el electrodo de trabajo y el contraelectrodo. El potencial del electrodo de trabajo se mide respecto del electrodo de referencia. El contraelectrodo se coloca enroscado en el electrodo de referencia, siempre intentando que la superficie del contraelectrodo sea la mayor posible. El cuerpo de la celda de tres electrodos es similar al utilizado para la celda de dos electrodos. La distancia entre el contraelectrodo y el electrodo de trabajo debe ser la menor posible, de esta manera se minimiza la caída óhmica. En la Figura 2.8 se muestra un ejemplo de una celda de tres electrodos tipo Swagelok.

Universidad Juárez Autónoma de Tabasco.



**Figura 2.8.** Celda Swagelok de tres electrodos.

## Capítulo III. Diseño experimental

### 3.1. Obtención del carbón activado

El carbón activado (CA) se obtuvo a partir de residuos de granos de café, que fueron utilizados como material precursor del CA. Se eligieron como variables de la preparación: (1) los agentes de activación ácido fosfórico ( $H_3PO_4$ ) e hidróxido de potasio (KOH), (2) el tiempo de impregnación de esos agentes con los residuos de café, tiempo medido en horas (h) y (3) la temperatura de carbonización, que fue medida en grados Celsius ( $^{\circ}C$ ). Se utilizó un diseño experimental con un arreglo factorial  $3^3$ , tal y como se presenta en la Tabla 3.1.

**Tabla 3.1.** Diseño experimental para la obtención del carbón activado.

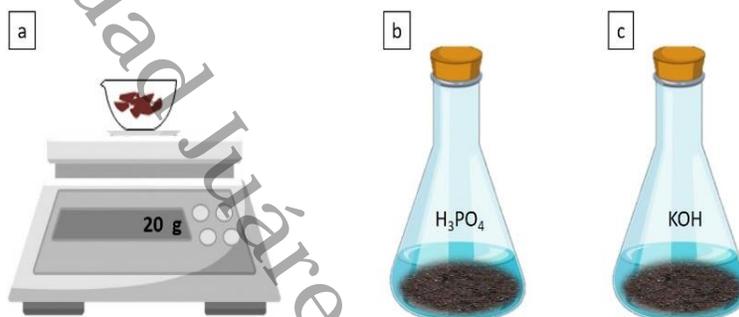
Agente activante	Tiempos de impregnación (h)	Temperaturas de carbonización ( $^{\circ}C$ )		
Ácido fosfórico ( $H_3PO_4$ )	24	600	700	800
	48	600	700	800
	72	600	700	800
Hidróxido de potasio (KOH)	24	600	700	800
	48	600	700	800
	72	600	700	800

#### 3.1.1. Recolección y secado de la materia prima o precursor del carbón

Se realizó la recolección de los residuos de granos de café, de las máquinas utilizadas para hacer café (de cafetera), en el Laboratorio de Electroquímica y Corrosión. Se manipuló una sola marca de café. Los residuos se depositaron en una bandeja y fueron expuestos al sol durante tres días. Posteriormente, los residuos se secaron en un horno a la temperatura de  $100^{\circ}C$  durante 24 h.

### 3.1.2. Peso e impregnación de las muestras

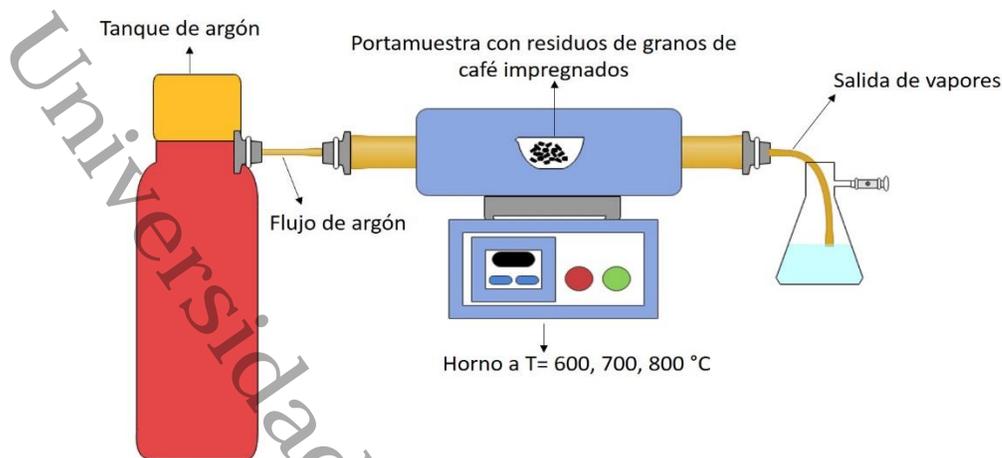
Después del secado de la materia prima, se pesaron 20 g para cada una de las preparaciones. La materia prima se impregnó con los agentes activantes ácido fosfórico ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ , 2M) e hidróxido de potasio (KOH, 2M) durante 24, 48 y 72 h. La relación en masa de agente activante/residuos de granos de café fue de 4:1 en todos los casos (Figura 3.1).



**Figura 3. 1.** a) Peso de la materia prima, b) Impregnación de la materia prima con  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , c) Impregnación de la materia prima con KOH. Tiempos de impregnación de 24, 48 y 72 h.

### 3.1.3. Proceso de carbonización/activación en horno tubular

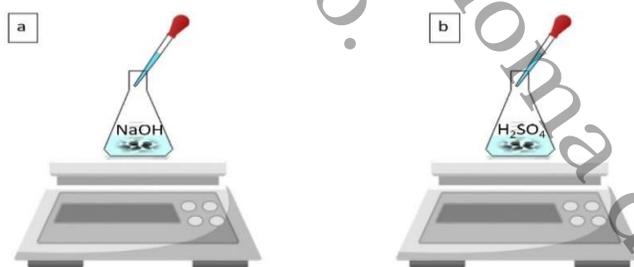
Después de la impregnación, las muestras se carbonizaron en un horno tubular, marca MTI GSL-1100X, a las temperaturas de 600, 700 y 800 °C, utilizando una corriente de flujo de Ar (250 ml/min) por 2 h. El Ar disminuye la liberación de los vapores generados durante la carbonización y evita reacciones secundarias que puedan alterar las muestras (Figura 3.2). De acuerdo con el Diseño Experimental (Tabla 3.1) y considerando las variables del proceso: agente activante, tiempo de impregnación en h y temperatura de carbonización en °C, se hicieron tres repeticiones, y se obtuvieron 54 muestras en total.



**Figura 3.2.** Proceso de carbonización/activación a las temperaturas de 600, 700 y 800 °C.

### 3.1.4. Lavado y neutralización de las muestras de carbón activado

Después de obtener los CAs, éstos se lavaron con agua desionizada y seguidamente se neutralizaron. Las muestras de CA preparadas con  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , como agente activante, se neutralizaron con hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ ), 1 M. Las muestras de CA obtenidas con  $\text{KOH}$ , como agente activante, se neutralizaron con ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), 1 M. Para todas las neutralizaciones se alcanzó un pH igual a 7 (Figura 3.3).

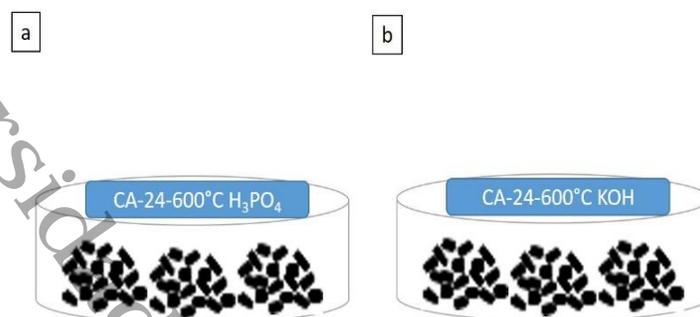


**Figura 3.3.** Neutralización con (a)  $\text{NaOH}$  y (b)  $\text{H}_2\text{SO}_4$  de las muestras de CA.

### 3.1.5. Secado y etiquetado de las muestras de carbón activado

Después del lavado y la neutralización, las muestras de CA se secaron a 100 °C durante 4 h, en un horno tubular MTI GSL-1100X. Finalmente, las muestras de CA

se etiquetaron con la siguiente leyenda: carbón activado (CA)/ tiempo de impregnación en h/ temperatura de activación en °C/ agente activante (Figura 3.4).



**Figura 3.4.** a) Etiquetado de muestras de CA/H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, b) Etiquetado de muestras de CA/KOH.

### 3.2. Técnicas de caracterización del carbón activado

Las técnicas utilizadas fueron: Espectroscopía de Infrarrojo con Transformada de Fourier, Difracción de Rayos X, Microscopía Electrónica de Transmisión, Microscopía Electrónica de Barrido, Análisis Termogravimétrico y Fisisorción de N<sub>2</sub>.

#### 3.2.1. Espectroscopía de Infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR)

Las muestras de carbón activado se mezclaron con KBr (Sigma Aldrich grado FTIR) a una concentración de 10% p/p. Después, se obtuvieron pastillas auto-consistentes mediante prensado. Se utilizó un espectrómetro FTIR Thermo Nicolet iS 50, en un rango de frecuencias de 400-4000 cm<sup>-1</sup>, con una resolución de 2 cm<sup>-1</sup> y se hicieron 40 escaneos en modo transmitancia. Los datos fueron analizados con el Software IRsolutionTM.

#### 3.2.2. Difracción de Rayos X (DRX)

Se utilizó la técnica de Difracción de Rayos X con el fin de conocer la composición y las fases cristalinas que se formaron durante el proceso de activación química. El equipo era Bruker, modelo D8 Advance y se aplicaron las siguientes condiciones: ángulo rasante 2θ, voltaje del tubo de 30 kV, corriente de 10 mA, número de pasos de 10 a 90°, tamaño del paso de 0.020°, tiempo del paso de 0.3 segundos. Para el

análisis, se trituró la muestra perfectamente y se colocó en un portamuestras que posteriormente se ingresó al equipo de rayos X. Para el análisis cualitativo de los difractogramas se aplicaron los softwares: DRX Wizard (programación de medición) y DRX Commander (ejecución de medición).

### **3.2.3. Microscopía Electrónica de Trasmisión (MET)**

La microestructura de las muestras de carbón activado fue analizada por Microscopía Electrónica de Transmisión. Las muestras de CA se depositaron en rejillas de cobre, de 3.05 mm de diámetro. Las muestras se observaron en un microscopio JEOL JEM 2100, a un voltaje de aceleración de 200 kV y con una fuente de iluminación de LaB6. Las imágenes fueron tomadas en modo MET campo claro y modo SA DIFF (difracción de electrones de área seleccionada).

### **3.2.4. Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)**

Con el fin de conocer la morfología de las muestras de CA, éstas fueron analizadas por Microscopía Electrónica de Barrido. Las muestras de CA se depositaron sobre una cinta conductora de carbón de doble cara en un portamuestras de aluminio. Se utilizó un microscopio JEOL JSM-6010LA, con un analizador de energía dispersiva de rayos X, de Oxford Instruments (modelo INCAx-sight) Hitachi S-2500. Se aplicó un voltaje de aceleración de 20 kV, en condiciones de alto vacío. Así mismo, con el fin de realizar un análisis semicuantitativo de los elementos presentes en la superficie de las muestras se utilizó un dispositivo de energía dispersiva (EDS) acoplado al MEB.

### **3.2.5. Análisis Termogravimétrico (ATG)**

Las muestras de carbón activado y una muestra de residuos de granos de café sin activar se estudiaron mediante Análisis Termogravimétrico, con el propósito de medir la estabilidad térmica de las muestras y determinar su humedad, el contenido de cenizas y el material volátil. El análisis se realizó en un equipo Setaram LABSYS evo DTA/DSC. La temperatura inicial fue de 100 °C y la temperatura final fue de 900 °C. La velocidad de calentamiento fue de 15 C/min. Se determinó el porcentaje (%)

de masa pérdida en cada una de las muestras y se evaluó si las temperaturas de desvolatilización de 600, 700 y 800 °C eran las más adecuadas.

### **3.2.6. Fisisorción de N<sub>2</sub>**

Para determinar algunas características texturales de los CAs, tales como el área superficial (BET, en m<sup>2</sup>/g), el volumen de los poros, la distribución de los tamaños de poro y el diámetro de poro equivalente, se hicieron medidas de adsorción-desorción de nitrógeno (Fisisorción). Previamente, las muestras de CAs se habían sometido a un tratamiento de desgasificación en vacío a la temperatura de 100°C y durante 1 h. El equipo de las medidas de adsorción de N<sub>2</sub> era un Micromeritics Tristar II. Las medidas de adsorción se realizaron a la temperatura de -196°C y presiones crecientes de N<sub>2</sub>.

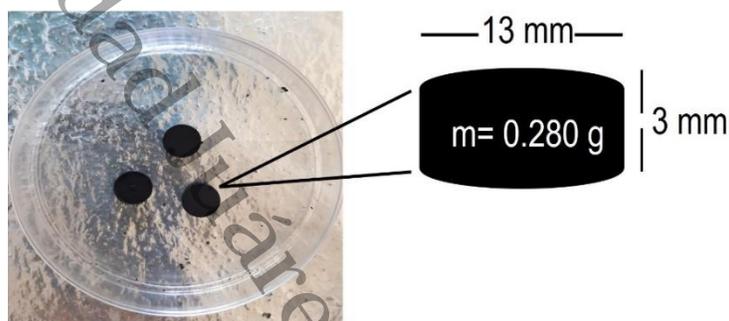
### **3.3. Análisis estadístico**

El análisis estadístico se realizó de acuerdo con el diseño experimental para la obtención del carbón activado (Tabla 3.1), donde se consideró un diseño factorial de tercer orden. La región de exploración para ajustar el modelo fue en un tiempo de 24, 48 y 72 h, temperaturas de carbonización de 600, 700 y 800 °C, usando como agentes activantes un medio ácido (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) y una base (KOH). Para corroborar si el modelo se ajusta a los valores obtenidos de área superficial en las muestras, se utilizó el programa Minitab 18, donde se analizó por medio de los métodos: a) análisis de varianzas, y b) superficie de respuesta, con la finalidad de analizar el proceso de obtención del carbón y elegir las muestras más adecuadas para la elaboración de electrodos aplicados a supercapacitores.

### **3.4. Fabricación de los electrodos en forma de pastillas auto-consistentes para su aplicación en supercapacitores**

Los electrodos se procesaron en forma de pastillas por el conocido método químico, que consiste en obtener una mezcla del carbón activado (80% en peso), negro de carbono (10% en peso) y el polímero fluoruro de polivinilideno, PVDF, (10% en peso). Los tres componentes se mezclaron en un mortero y se añadió 1-metil-2-pirrolidinona para disolver al componente PVDF. La dispersión se mantuvo bajo

agitación mecánica durante 1 h para lograr una buena homogeneización de los tres componentes. Seguidamente, la dispersión se calentó a 120°C para evaporar la 1-metil-2-pirrolidinona. Finalmente, se recogió todo el material y se pasó a un molde para ser prensado. Se utilizó un equipo de prensado hidráulico y se obtuvieron las pastillas de los electrodos, las cuales medían 13 mm de diámetro, aproximadamente 3 mm de altura y 250-280 mg de peso (Figura 3.5).



**Figura 3.5.** Electrodo en forma de pastillas auto-consistentes para su aplicación en supercapacitores.

### 3.5. Medidas electroquímicas de los electrodos para su aplicación en supercapacitores

Para llevar a cabo la evaluación electroquímica de los electrodos, primero se realizó el montaje del supercapacitor en una celda simétrica de 2-electrodos, en la cual el cuerpo de la celda era de teflón y dos cilindros de tántalo operaban como colectores de corriente. Se colocó una primera pastilla (electrodo positivo) en contacto con el cilindro de tántalo. Se añadió unas gotas de una disolución de hidróxido de potasio (KOH) 6M, que actuaba como electrolito. Seguidamente, se añadió una membrana de la marca Whatman (filtros de microfibras de vidrio), que actuaba como separador de los dos electrodos. Finalmente, se colocó la segunda pastilla (electrodo negativo) encima del separador y se volvió a añadir más electrolito para que se impregnaran bien los dos electrodos y el separador (Figura 3.6). Entonces, la celda se dejó reposar durante 72 h con la finalidad de que los dos electrodos se impregnaran completamente con el electrolito. Transcurrido ese lapso de tiempo, se cerró la celda y se procedió a realizar las medidas electroquímicas con un

Potenciostato/Galvanostato AUTOLAB. Concretamente, se hicieron: 1) medidas de voltametría cíclica a una velocidad de barrido de potencial de 20 mV/s, y 2) medidas galvanostáticas de carga y descarga utilizando intensidades de corriente en el intervalo 1-40 mA (Figura 3.7).

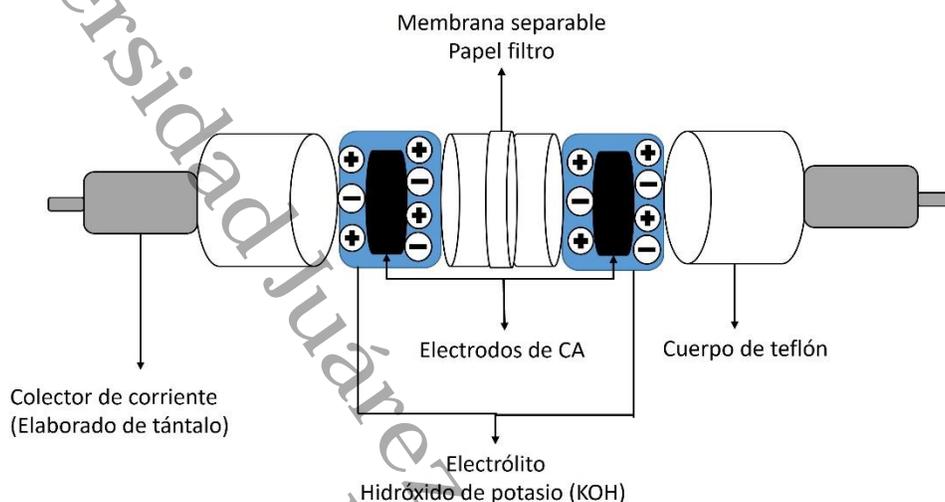


Figura 3.6. Celda Swagelok de dos electrodos utilizada para el estudio electroquímico.

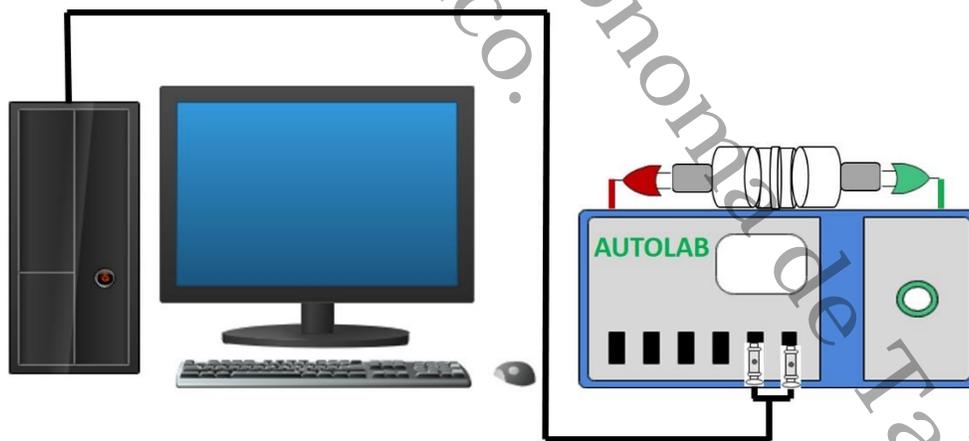


Figura 3.7. Equipo potenciostato AUTOLAB, para realizar las medidas electroquímicas.

## Capítulo IV. Resultados y discusiones

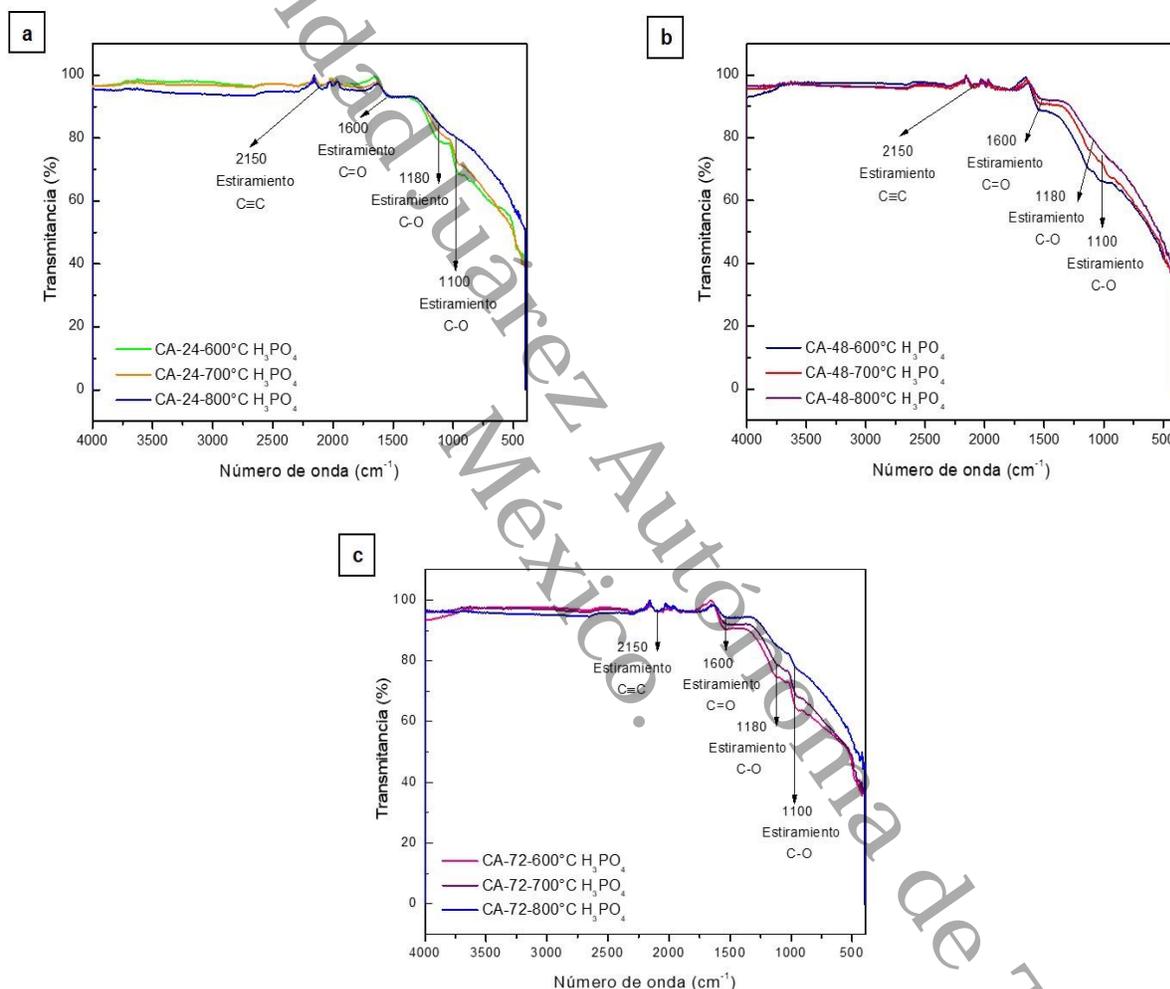
En este capítulo se discuten los resultados obtenidos, a partir de las técnicas de caracterización, para los carbones que fueron activados con  $\text{H}_3\text{PO}_4$  y con  $\text{KOH}$ .

### 4.1. Caracterización de las muestras de CA por espectroscopía de infrarrojo con transformada de Fourier (FT-IR)

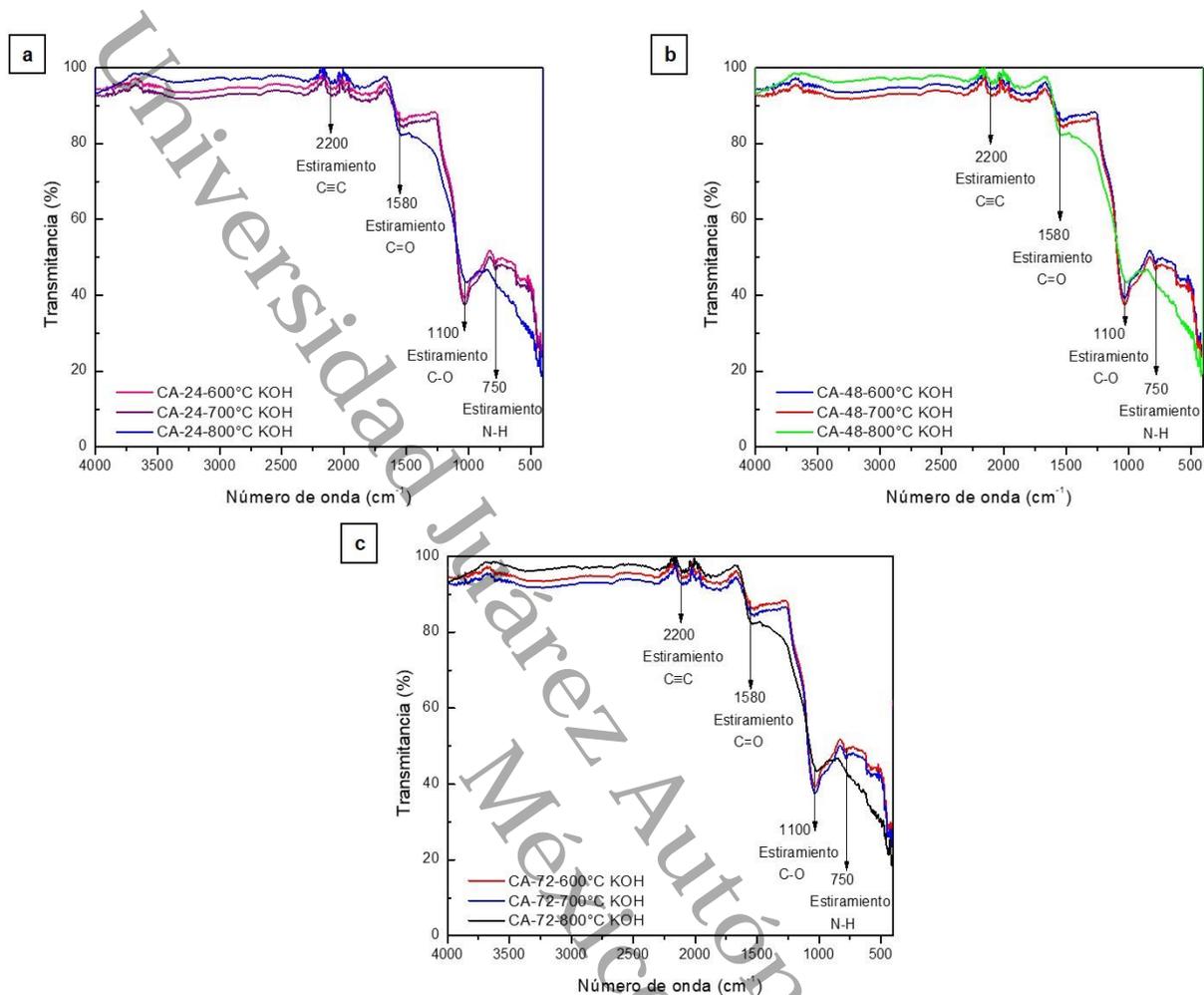
Los espectros FT-IR se obtuvieron para las muestras de CA, en las cuales los tiempos de impregnación habían sido de 24, 48 y 72 h y se había utilizado ácido fosfórico ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) o hidróxido de potasio ( $\text{KOH}$ ) como agente activante (Figura 4.1 y 4.2). En las Figuras 4.1a, 4.1b y 4.1c se observan cuatro bandas características de los grupos funcionales del carbono, el cual había sido activado con  $\text{H}_3\text{PO}_4$ . La banda a  $2150\text{ cm}^{-1}$  se asigna a grupos alquenos,  $\text{C}\equiv\text{C}$ , y es debida a una vibración de estiramiento de esos grupos. La banda que aparece alrededor de  $1600\text{ cm}^{-1}$  se asigna a una vibración de estiramiento  $\text{C}=\text{O}$  de grupos carboxílicos ( $\text{COOH}$ ). La banda a  $1180\text{ cm}^{-1}$  se asigna a vibraciones de estiramiento  $\text{C}-\text{O}$  de alcoholes secundarios ( $\text{CHOH}$ ). La banda alrededor de  $1100\text{ cm}^{-1}$  se asigna a vibraciones de estiramiento  $\text{C}-\text{O}$  de grupos ácidos ( $\text{COOH}$ ) y éteres ( $\text{CO}$ ) [47, 48]. La presencia de todas estas bandas confirma que hay grupos oxigenados que se formaron durante el proceso de activación en el cual  $\text{H}_3\text{PO}_4$  fue el agente activante.

En las Figuras 4.2a, 4.2b y 4.2c se observan cuatro bandas características de los grupos funcionales que están presentes en las muestras de carbono que fue activado con  $\text{KOH}$ . La banda a  $2200\text{ cm}^{-1}$  se asigna a vibración de estiramiento de grupos alquinos,  $\text{C}\equiv\text{C}$ . La banda alrededor de  $1580\text{ cm}^{-1}$  se asigna a vibraciones de estiramiento de grupos cetónicos,  $\text{C}=\text{O}$ . La banda a  $1100\text{ cm}^{-1}$  se asigna a vibraciones de estiramiento  $\text{C}-\text{O}$  de alcohol secundario. La banda que aparece a  $750\text{ cm}^{-1}$  se asigna a vibraciones de estiramiento de grupos  $\text{N}-\text{H}$  y grupos aromáticos [48, 49]. Los resultados FT-IR confirman que grupos oxigenados y nitrogenados se formaron durante el proceso de activación en el que  $\text{KOH}$  fue el

agente activante. Según J. Cheng et. al., (2021) y M. Aravind & M. Amalanathan (2020), la presencia de grupos funcionales de oxígeno y nitrógeno favorece la mojabilidad del CA por el electrolito acuoso, y esto hace que aumente la capacitancia específica del CA cuando opera como electrodo de supercapacitor [50, 51].



**Figura 4.1.** Espectros FT-IR de las muestras de carbón que fueron activadas con  $\text{H}_3\text{PO}_4$ .  
 (a) Impregnación de 24 h y temperaturas de activación de 600, 700 y 800 °C. (b) Impregnación de 48 h y temperaturas de activación de 600, 700 y 800 °C. (c) Impregnación de 72 h y temperaturas de activación de 600, 700 y 800 °C.



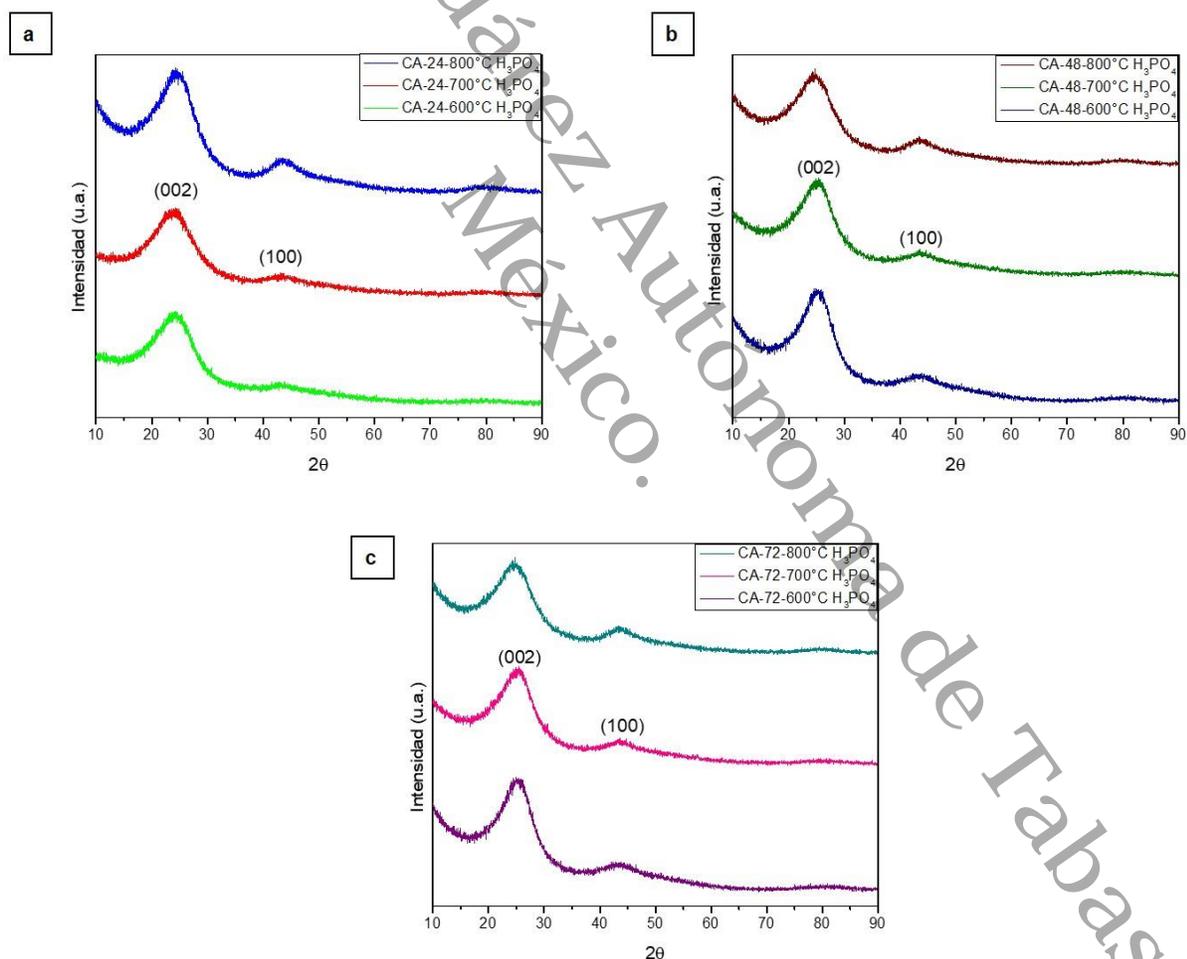
**Figura 4.2.** Espectros FT-IR de las muestras de carbón que fueron activadas con KOH.

- (a) Impregnación de 24 h y temperaturas de activación de 600, 700 y 800 °C. (b) Impregnación de 48 h y temperaturas de activación de 600, 700 y 800 °C. (c) Impregnación de 72 h y temperaturas de activación de 600, 700 y 800 °C.

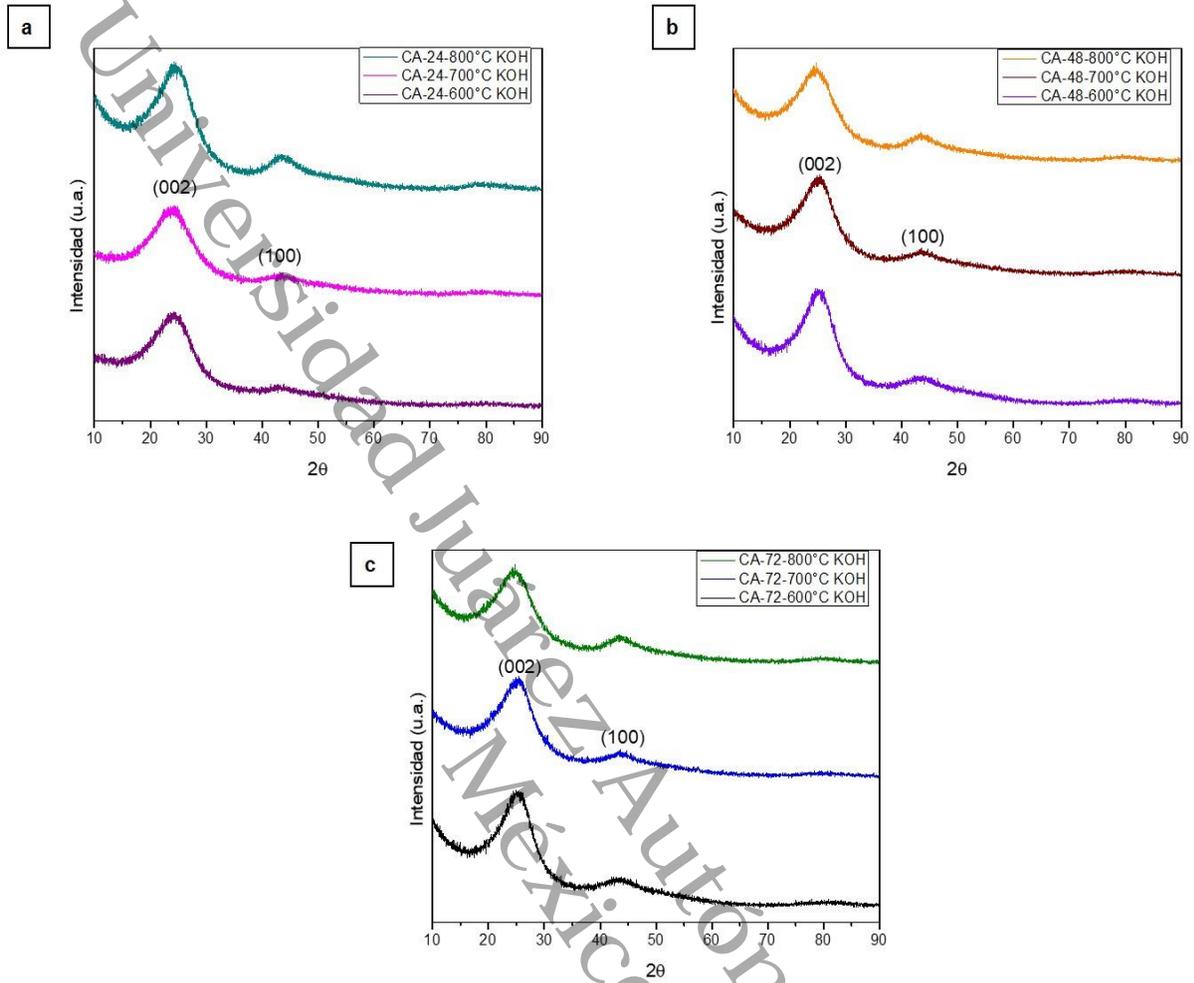
#### 4.2. Caracterización de las muestras de CA por difracción de rayos X (DRX)

En los difractogramas (Figura 4.3 y 4.4) de las muestras de carbón activado con  $H_3PO_4$  y KOH, se observan dos picos anchos, uno más intenso a  $2\theta \approx 23^\circ$  y un pico más débil a  $2\theta \approx 44^\circ$ . El primero es debido a la difracción de los planos 002, el segundo es debido a la difracción de los planos 100. Ambos picos son muy anchos, lo que es característico de materiales porosos de carbón desordenado [52]. Los patrones de difracción indican un apilamiento estructural del carbón en la forma

hexagonal correspondiente al grafito y al grafeno [53] tal y como ocurre con otros carbones activados [54]. La amplitud de los picos a  $2\theta \approx 23^\circ$  puede ser debido a las pequeñas dimensiones de los microcristalitos y de su orientación aleatoria, lo que es beneficioso para obtener altas áreas superficiales [55, 56]. Los picos menos intensos a  $2\theta \approx 44^\circ$  se adscriben a un carbono tipo grafitico, pero con un grado limitado de la grafitización. Esto se debe a que el microcristalito del carbón derivado de la biomasa es desordenado, lo que favorece el desarrollo de altas áreas superficiales y, por tanto, una mayor electro-adsorción y electro-desorción de los iones del electrolito cuando aquel carbón se utiliza como material activo de electrodo en un supercapacitor [57, 58].



**Figura 4.3.** Difractogramas de las muestras de carbón que fueron activadas con  $H_3PO_4$ . Impregnación durante (a) 24 h, (b) 48 h y (c) 72 h. Temperaturas de activación de 600, 700 y 800 °C.



**Figura 4.4.** Difractogramas de las muestras de carbón que fueron activadas con KOH. Impregnación durante (a) 24 h, (b) 48 h y (c) 72 h. Temperaturas de activación de 600, 700 y 800 °C.

En la Tabla 4.1 se recogen los valores calculados para la distancia interplanar ( $d$ ), tamaño de cristalito ( $D$ ) y diámetro medio de las partículas de carbono. Los cálculos se realizaron a partir de la anchura media del pico más intenso de cada una de las fases, de acuerdo con la Ecuación de Scherrer (Ecuación 1) y ley de Bragg (Ecuación 2):

$$D = K\lambda/\beta \cos\theta \quad (1)$$

$$d = \eta\lambda/2 \sin\theta \quad (2)$$

Dónde:

$K$  = Constante de proporcionalidad que depende de la geometría, estructura y distribución de tamaño del cristalito (0.94 para cristales esféricos con simetría cúbica).

$\lambda$  = Longitud de onda del haz (0.15405 nm).

$\beta$  = Anchura media del pico en su intensidad máxima (en radianes).

$\theta$  = Ángulo de dispersión de B ( $2\theta / 2$ , en radianes).

$\eta$  = Número entero (orden de difracción).

$d$  = Distancia paralela entre los planos de los átomos.

El tamaño de partícula fue calculado a partir de la Ecuación 2, donde se ha considerado una estimación para el valor de  $k$ , debido a que no hay un valor exacto. En las muestras activadas con  $H_3PO_4$  se obtuvo un tamaño de partícula de 0.80 nm en el pico más intenso y un valor de 0.92 nm en el pico menos intenso, con un tamaño promedio de partícula de 0.86 nm. En las muestras de CA, que fueron activadas con KOH, se obtuvo un tamaño de partícula de 0.83 nm en el pico más intenso y un valor de 0.89 nm en el pico menos intenso, con un tamaño promedio de partícula de 0.86 nm. Estos resultados están de acuerdo con los tamaños deducidos del estudio por microscopía electrónica de transmisión (MET).

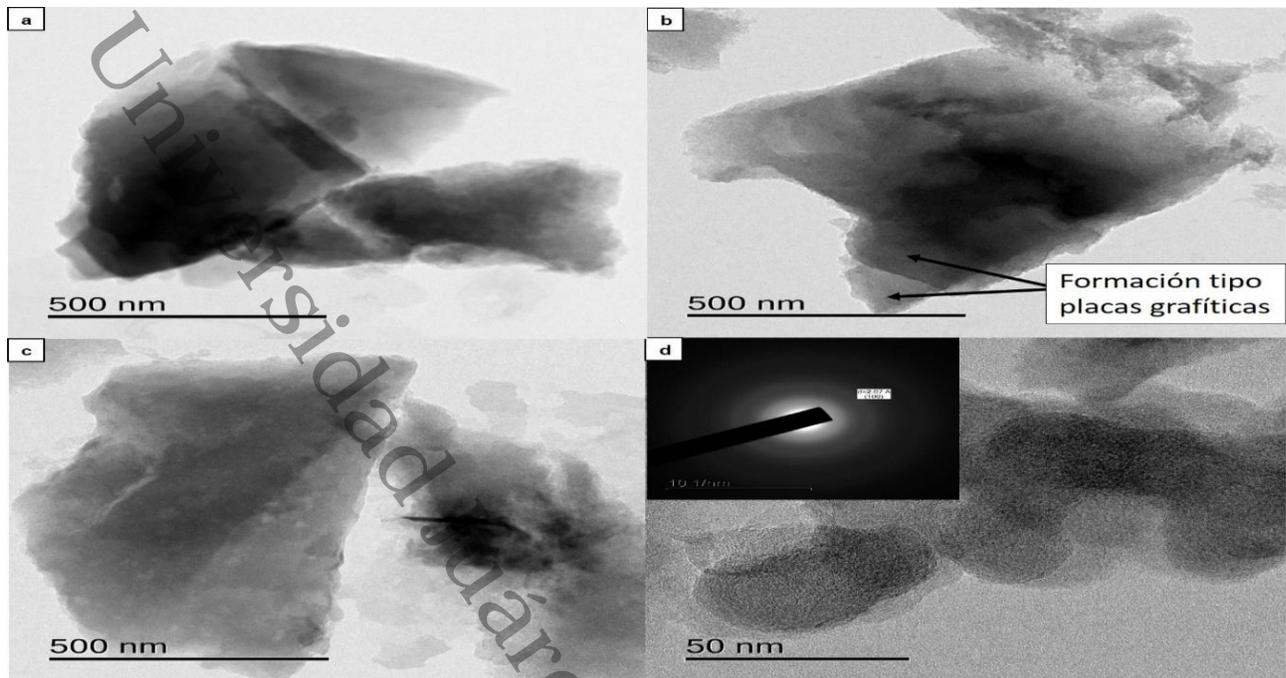
**Tabla 4.1.** Datos de análisis de la caracterización de DRX.

Muestra	Número del Pico	K	$\lambda$ (nm)	Posición del pico ( $2\theta$ )	$\beta$ (FWHM)	(D) Tamaño del cristalito (nm)	Tamaño promedio (nm)
CA-48-600°C $H_3PO_4$	1	0.94	0.15	23.93	10.5272	0.80	0.86
CA-48-600°C $H_3PO_4$	2	0.94	0.15	42.75	9.6879	0.92	
CA-48-600°C KOH	1	0.94	0.15	23.89	10.1187	0.83	0.86
CA-48-600°C KOH	2	0.94	0.15	42.60	9.9437	0.89	

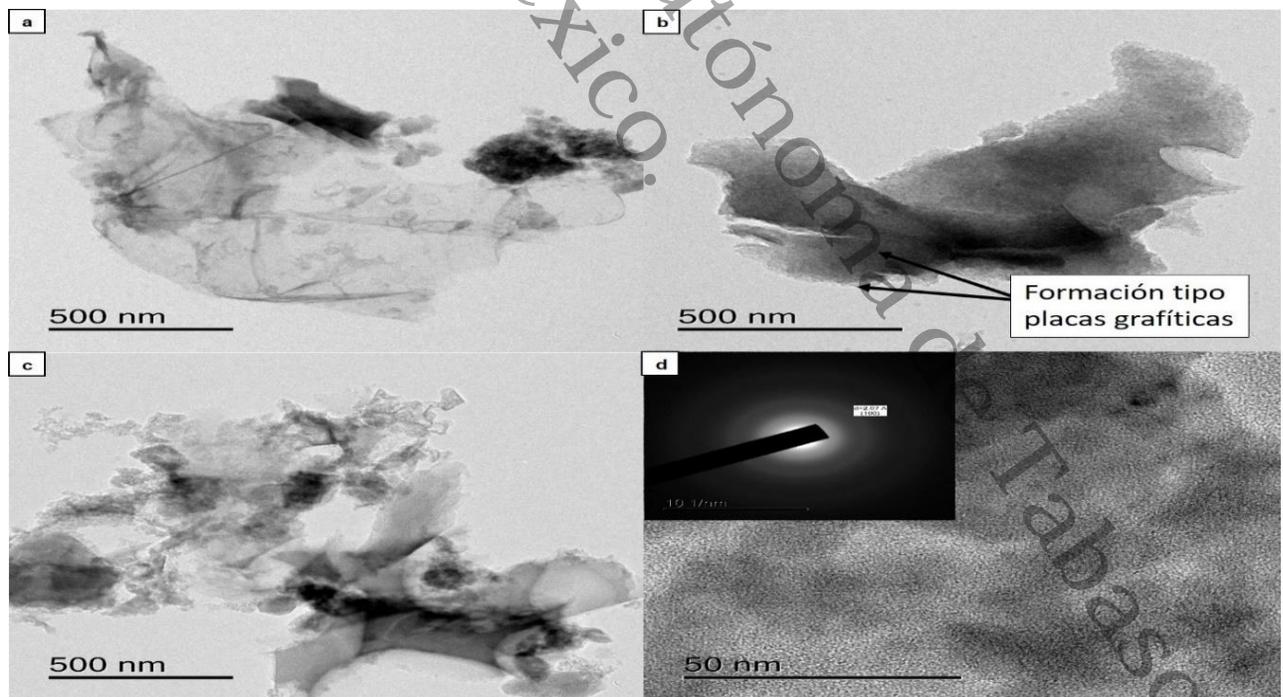
### 4.3. Caracterización de las muestras de CA por microscopía electrónica de transmisión (MET)

En la Figura 4.5 y 4.6 se observan las imágenes MET de las muestras de carbón que fueron activadas con  $H_3PO_4$  y  $KOH$ . En ambos procesos de activación, los tiempos de impregnación fueron de 24, 48 y 72 h, y las temperaturas de activación fueron de 600, 700 y 800 °C. Las imágenes MET fueron obtenidas con una resolución de 500 nm. En todas las imágenes se observan placas gráficas con alta traslucidez y con formas geométricas irregulares. La alta traslucidez es debida a la presencia de poros entre placas adyacentes. Según lo reportado por Y. Cao *et. al.*, (2016) y por J. J. Prias *et. al.*, (2015), la presencia de fuerzas electrostáticas entre placas de carbono favorece su aglomeración, lo que debería afectar al movimiento de los iones del electrolito y en definitiva al almacenamiento de energía en los dispositivos electroquímicos [53, 54].

En las Figuras 4.5d y 4.6d se observa que las partículas de carbón están constituidas por aglomeración de partículas con un tamaño inferior, de aproximadamente 30 nm, que tienen un carácter amorfo. De acuerdo con X. Zhang *et. al.*, (2019), reportaron que el carbón activado en los planos, presentan partículas con una estructura amorfa, parecida a nano onions, es decir, micropartículas. Considerando que este comportamiento es debido a que el carbón no se aprecia en los planos cristalinos orientados en la difracción de rayos X [59]. Sin embargo H. Kashani *et. al.*, (2016), mencionaron que la estructura interfacial del carbón no solo mejora la transferencia de carga, sino también minimiza eficazmente la resistencia eléctrica en compuesto de alta conductividad que se pueden aplicar en electroquímica [60].



**Figura 4.5.** Imágenes de MET de las muestras de carbón que fueron activadas con  $H_3PO_4$ . Impregnación durante (a) 24 h, (b) 48 h, (c) 72 h y (d) ampliación de la imagen 100X. Temperatura de activación de 600 °C.



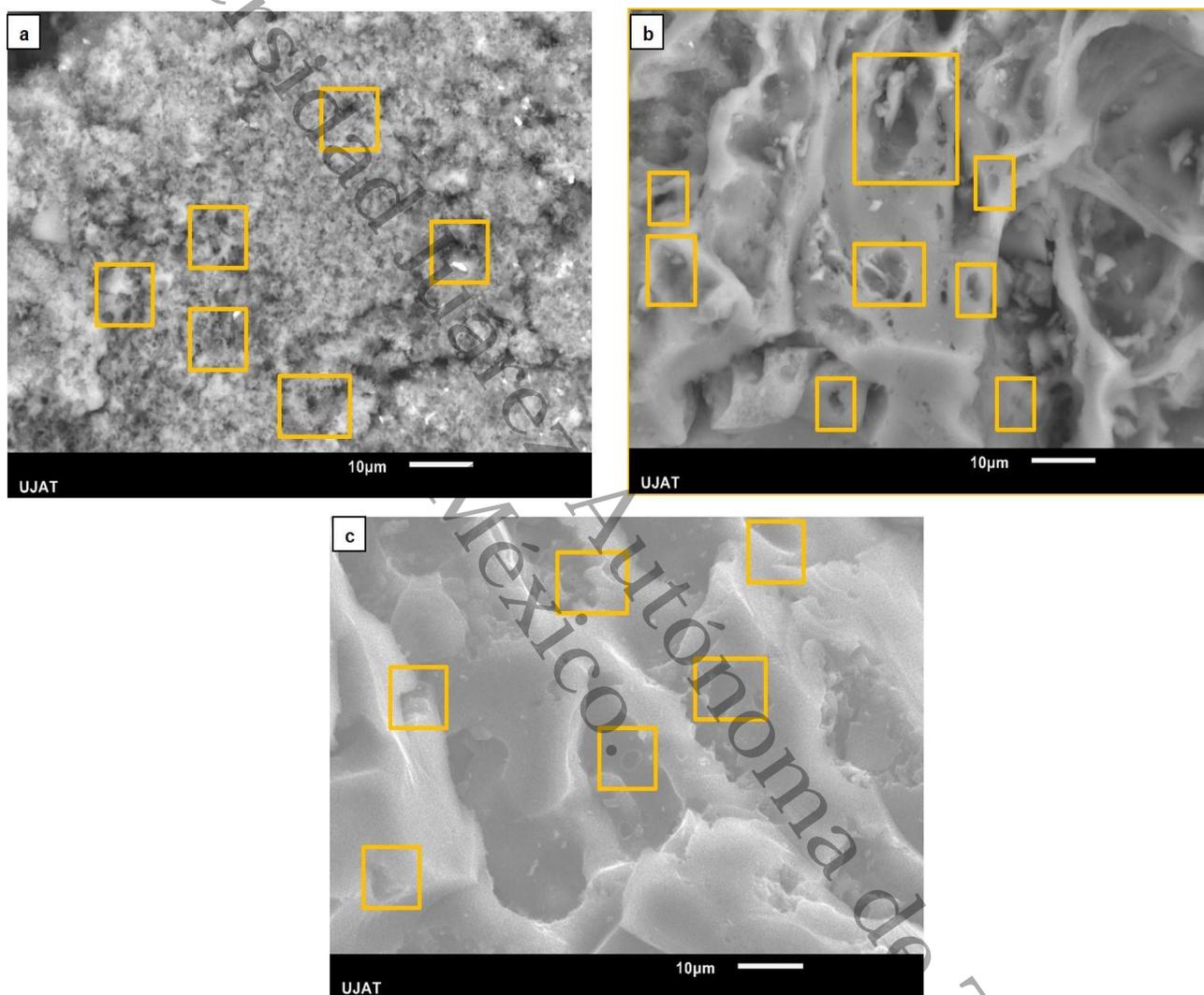
**Figura 4.6.** Imágenes de MET de las muestras de carbón que fueron activadas con KOH. Impregnación durante (a) 24 h, (b) 48 h, (c) 72 h y (d) ampliación de la imagen 100X. Temperatura de activación de 600 °C.

#### 4.4. Caracterización de las muestras de CA por microscopía electrónica de barrido (MEB)

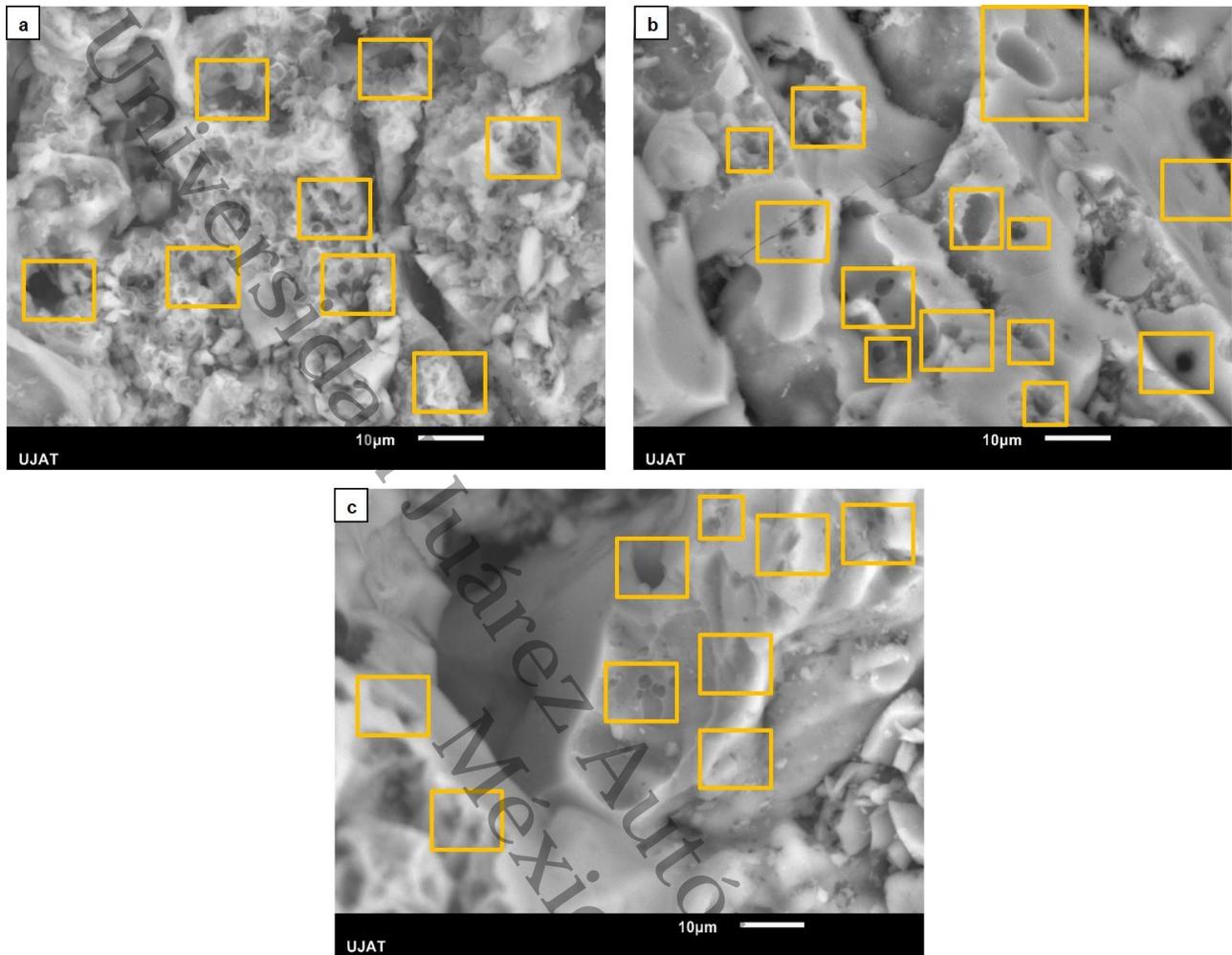
En la Figura 4.7 y 4.8 se presentan las micrografías del carbón que habían sido activados con  $H_3PO_4$  y  $KOH$  durante los tiempos de 24, 48 y 72 h. En la Figura 4.7 se puede observar grietas en la superficie del carbono activado con  $H_3PO_4$ . Algunos autores como V. V. Pavlenko, *et. al.*, (2018), C. Huang, *et. al.*, (2018), interpretan o explican que las grietas son el resultado de la evaporación del reactivo químico durante la carbonización [61, 62]. Este comportamiento se observa mejor en la Figura 4.7a, donde además de las grietas se observan poros de tamaño menor que 2 nm, es decir, la presencia de microporos, de acuerdo con la clasificación de poros realizada por IUPAC. Así mismo, V. V. Pavlenko, *et. al.*, (2018), menciona que los microporos son los poros que más contribuyen a aumentar el área superficial, pues son los más pequeños y, por tanto, los que más contribuyen a aumentar la capacitancia específica. Sin embargo, no son buenos para la retención de la capacitancia al aumentar la densidad de corriente, pues los iones del electrolito tienen que entrar rápidamente en el poro y salir rápidamente del poro, para eso, los supermicroporos (0.8-2 nm) y los mesoporos (2-50 nm) son mucho mejor que los microporos pequeños (menores que 0.8 nm). Además, en la Figura 4.7b y 4.7c se observan mesoporos (tamaño de 2-50 nm). La presencia de los mesoporos favorece la capacitancia específica que se mide a altas densidades de corriente, pues los iones del electrolito entran y salen rápidamente del mesoporo [61, 63].

En la Figura 4.8 se observan las micrografías del CA obtenido con  $KOH$  como agente activante. Concretamente, las Figuras 4.8b y 4.8c muestran una forma de panal no uniforme, con un tamaño de partícula similar y con poros en los rangos <2 nm y 2-50 nm, los cuales se adscriben respectivamente a microporos y mesoporos. Según lo reportado por Q. Wei *et. al.*, (2018), los procesos de activación con  $KOH$  conllevan una gasificación catalítica del carbón y la intercalación de potasio metálico seguido de su rápida remoción. La gasificación del carbón superficial puede dar lugar a la formación de macroporos [64]. En la Figura 4.8a se observan microporos, pero no se observan mesoporos. Este hecho podría estar relacionado con la manera

en la que el agente activante se evapora durante la activación [94]. En resumen, los resultados de MEB sobre la presencia de microporos y mesoporos, están de acuerdo con los resultados que se han obtenido mediante medidas de adsorción-desorción de  $N_2$ , tal y como se describirá más adelante.



**Figura 4.7.** Micrografías MEB del carbón que había sido activado con  $H_3PO_4$ . Impregnación de (a) 24, (b) 48 y (c) 72 h. Temperatura de activación de 600, 700 y 800 °C. Aumentos de 1500X.



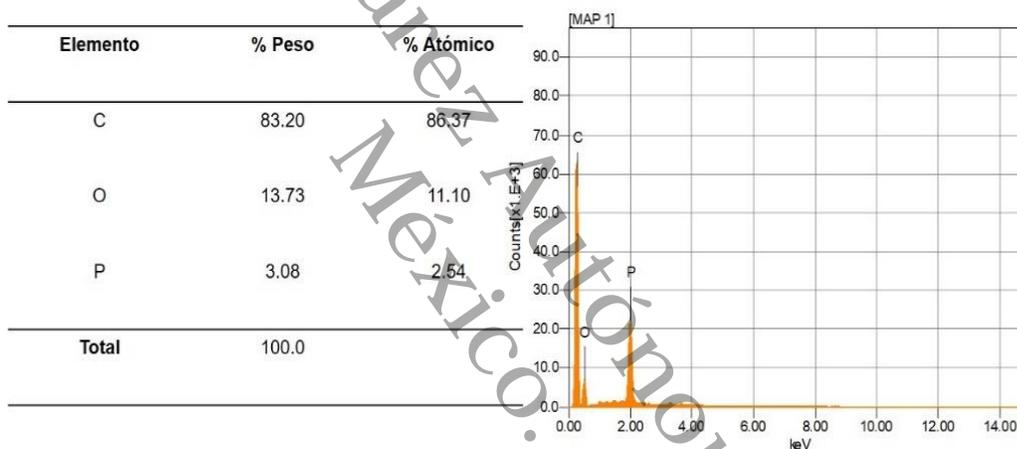
**Figura 4.8.** Micrografías MEB del carbón que había sido activado con KOH. Impregnación de (a) 24, (b) 48 y (c) 72 h. Temperatura de activación de 600,700 y 800 °C. Aumentos de 1500X.

#### 4.5. Análisis elemental de las muestras de CA

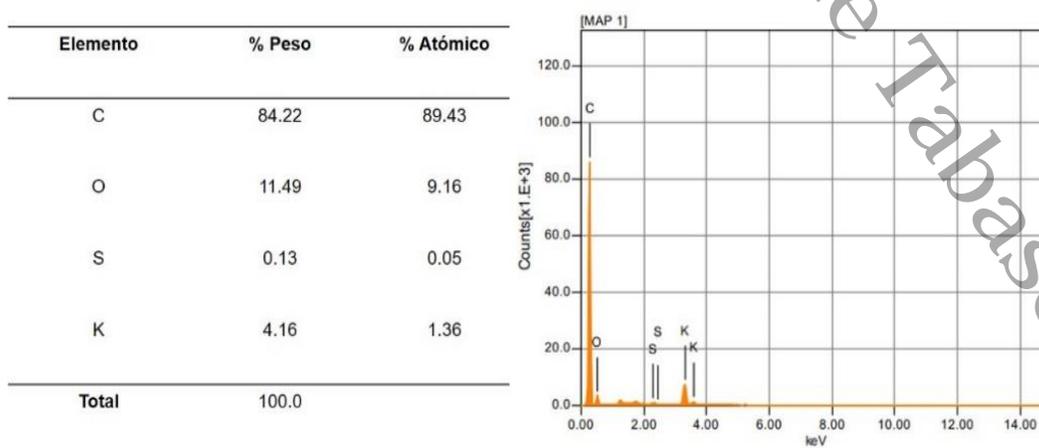
El análisis de los elementos del carbón que fue activado con  $H_3PO_4$ , se obtuvo mediante espectroscopía dispersiva de energía (EDS). Concretamente, se determinó los contenidos en peso y atómicos de carbono, oxígeno y fósforo. El contenido en peso de C fue del 83.20%. El contenido de O fue del 13.73%. El contenido de P fue del 3.08%. La presencia de un contenido de P indica que después de lavar y neutralizar las muestras con hidróxido de sodio (NaOH), todavía quedaron trazas del agente activante que se utilizó en el proceso de activación, es

decir trazas de  $H_3PO_4$  (Tabla 4.2). De manera análoga, se realizó el análisis elemental de las muestras de carbono que fueron activadas con KOH. Se encontró los contenidos en peso de: 84.22% de C, 11.49% de O y 4.16% de K. Este último contenido indica que después de lavar y neutralizar las muestras con ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ), todavía quedaron trazas del agente activante que se utilizó en el proceso de activación, es decir de KOH. También se encontró azufre en un porcentaje del 0.13%, lo que se consideró una impureza. Por tanto, ese contenido de S no proviene de las muestras de CA (Tabla 4.3).

**Tabla 4.2.** Distribución de los elementos de la muestra CA-48-600 °C, que fue activada con  $H_3PO_4$ .



**Tabla 4.3.** Distribución de los elementos de la muestra CA-48-600 °C, que fue activada con KOH.



#### 4.6. Caracterización de las muestras de CA por análisis termogravimétrico (ATG)

El análisis termogravimétrico indica el cambio en la masa de las muestras cuando la temperatura aumenta en función del tiempo. En la Figura 4.9 se observa la pérdida de masa en las muestras, las cuales disminuyen después de ser tratadas por el pretratamiento con  $H_3PO_4$  con una pérdida de masa del 23% a partir de una temperatura de 550-900 °C y KOH con una pérdida de masa del 42%, la cual ocurrió en un rango de temperatura de 400-900 °C, este proceso, promovió aún menos la pérdida de masa con respecto a la muestra de CA a partir de residuos de granos de café, la cual tiene una pérdida de masa del 58%, a partir de un rango de temperatura de 300-900 °C, debido a que la eliminación de ceniza se logró después del pretratamiento con ácido y base, respectivamente, los componentes restantes en el carbón activado se degradaban fácilmente, por lo tanto, disminuyen la pérdida de masa en las muestras de carbón activado, siendo estas excelentes candidatas para su aplicación en supercapacitores electroquímicos [62,63].

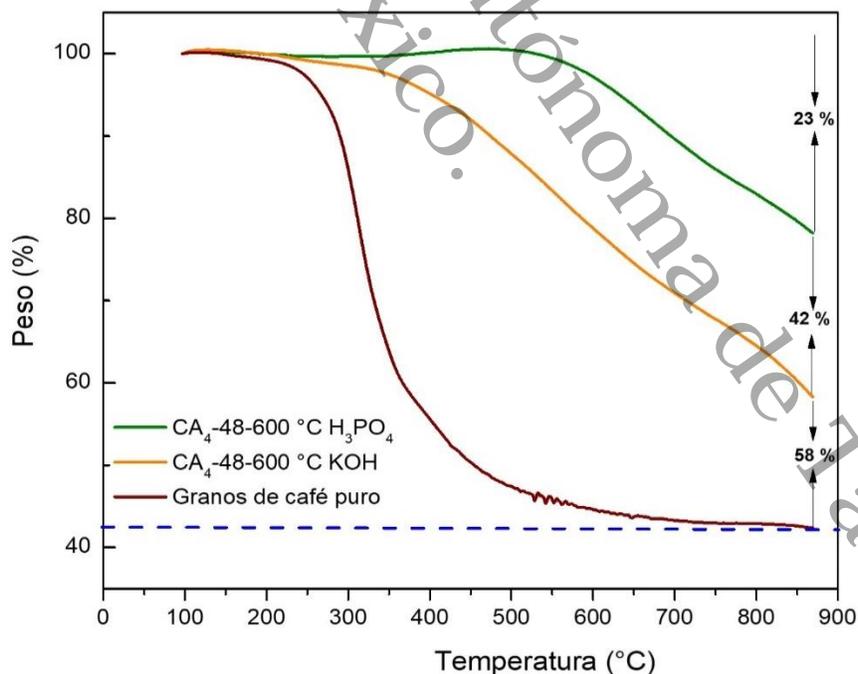


Figura 4.9 ATG de las muestras de carbón activado con  $H_3PO_4$ , KOH y residuos de granos de café puro.

#### 4.7. Caracterización de las muestras de CA por Fisisorción de N<sub>2</sub>

A partir de las isotermas de adsorción-desorción de N<sub>2</sub> se determinaron los parámetros texturales del CA, tales como el área superficial (S<sub>BET</sub>), el diámetro de los poros (D<sub>P</sub>) y el volumen de los poros (V<sub>P</sub>). Los valores de estos parámetros se recogen en la Tabla 4.4.

**Tabla 4.4.** Parámetros texturales deducidos de las isotermas de adsorción-desorción de N<sub>2</sub>. Área superficial (S<sub>BET</sub>), diámetro de poro (D<sub>p</sub>) y volumen de poro (V<sub>p</sub>).

Muestras	S <sub>BET</sub> m <sup>2</sup> /g	D <sub>P</sub> Å	D <sub>P</sub> Nm	V <sub>P</sub> cm <sup>3</sup> /g
<i>CA<sub>1</sub>-24-600 °C H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub></i>	24.44	18.40	1.84	0.18
CA <sub>2</sub> -24-700 °C H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	426.85	16.88	1.68	0.20
CA <sub>3</sub> -24-800 °C H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	682.08	18.84	1.88	0.22
<b>CA<sub>4</sub>-48-600 °C H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub></b>	<b>1966.25</b>	<b>33.84</b>	<b>3.38</b>	<b>0.69</b>
<b>CA<sub>5</sub>-48-700 °C H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub></b>	<b>450.38</b>	<b>19.64</b>	<b>1.96</b>	<b>0.17</b>
<b>CA<sub>6</sub>-48-800 °C H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub></b>	<b>1105.39</b>	<b>16.88</b>	<b>1.68</b>	<b>0.64</b>
CA <sub>7</sub> -72-600 °C H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	112.16	19.64	1.96	0.52
CA <sub>8</sub> -72-700 °C H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	498.71	16.88	1.68	0.23
CA <sub>9</sub> -72-800 °C H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	1009.04	35.53	3.55	0.62
<i>CA<sub>1</sub>-24-600 °C KOH</i>	51.79	16.67	1.66	0.43
CA <sub>2</sub> -24-700 °C KOH	553.36	16.88	1.68	0.52
CA <sub>3</sub> -24-800 °C KOH	753.65	19.64	1.96	0.56
<b>CA<sub>4</sub>-48-600 °C KOH</b>	<b>3946.08</b>	<b>35.53</b>	<b>3.55</b>	<b>2.61</b>
<b>CA<sub>5</sub>-48-700 °C KOH</b>	<b>2236.07</b>	<b>24.88</b>	<b>2.48</b>	<b>2.12</b>
<b>CA<sub>6</sub>-48-800 °C KOH</b>	<b>3104.45</b>	<b>26.47</b>	<b>2.67</b>	<b>2.45</b>
CA <sub>7</sub> -72-600 °C KOH	335.39	16.88	1.68	0.48
CA <sub>8</sub> -72-700 °C KOH	505.88	16.88	1.68	0.36
CA <sub>9</sub> -72-800 °C KOH	838.36	19.64	1.96	0.38

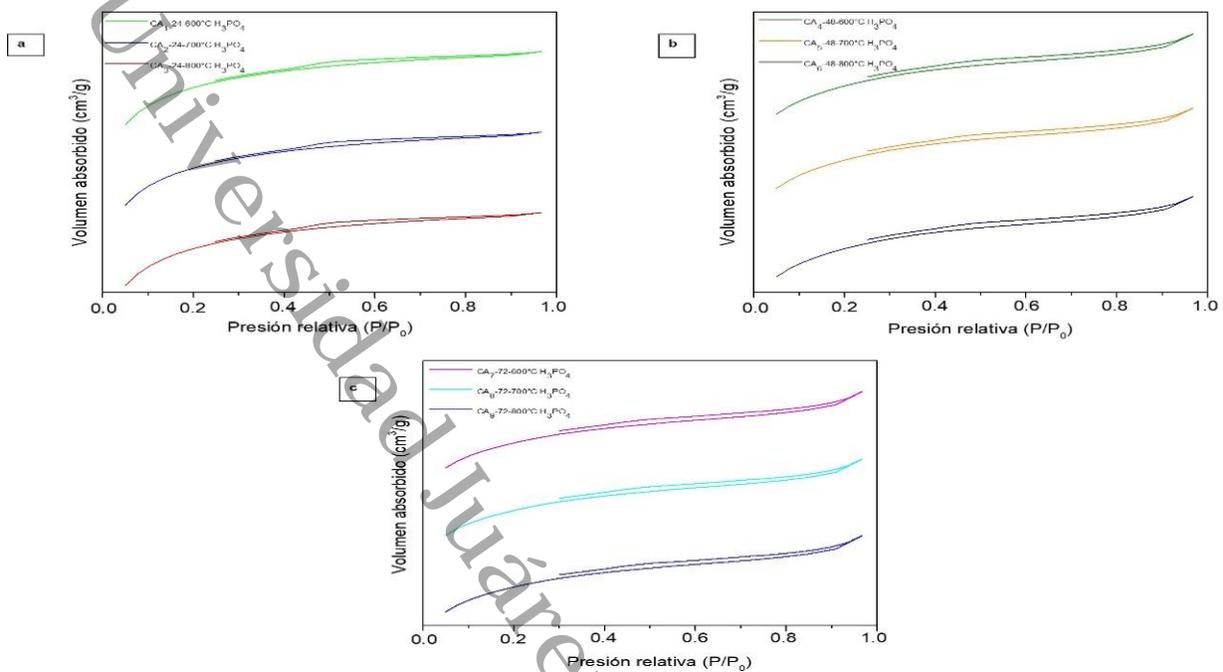
Las muestras CA<sub>1</sub>-24-600°C H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> y CA<sub>1</sub>-24-600 °C KOH (cursiva), presentaron un área superficial muy pequeña, lo que se asoció con una evaporación de los reactivos químicos durante los procesos de carbonización [30].

En general, se observa que, independientemente del agente activante, el área S(BET), aumenta con el del tiempo de impregnación y las temperaturas de carbonización. Finalmente, comparando los dos agentes activantes observamos que, el área S(BET) es mayor para los carbones activados con KOH que con H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>. Los volúmenes adsorbidos siguen una tendencia similar a la tendencia observada

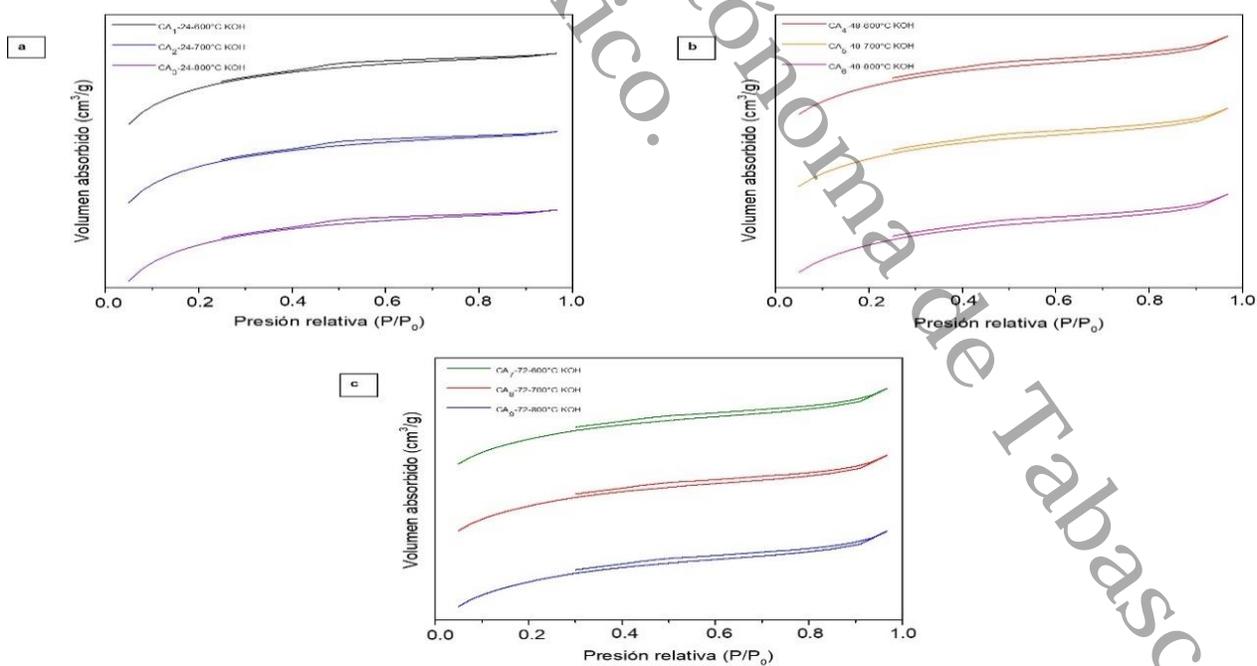
para la S(BET). En relación con el tamaño de poro, las muestras CA<sub>4</sub>-48-600 °C H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, CA<sub>6</sub>-48-600 °C H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, CA<sub>9</sub>-72-800 °C H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, CA<sub>4</sub>-48-600 °C KOH, CA<sub>5</sub>-48-700 °C KOH y CA<sub>6</sub>-48-800 °C KOH (negrita) tienen mesoporos (tamaño de 2-50 nm) además de microporos (tamaño inferior a 2 nm). La presencia de mesoporos favorece una mayor retención de la capacitancia al aumentar la intensidad de la corriente [64]. En base a las áreas y volúmenes medidos, se deduce que la activación química de los residuos de granos de café se realizó de manera satisfactoria [65, 66, 67].

#### **4.8. Isotermas de adsorción-desorción para las muestras de CA**

En las Figuras 4.10 y 4.11 se observan las isotermas de adsorción-desorción para las muestras de carbón que fueron activadas con los agentes activantes H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> y KOH. Las isotermas obtenidas presentan una forma del tipo IV, que es característica de sólidos mesoporosos (anchura de poro de 2-50 nm) y en ellos ocurre una condensación capilar [62, 63]. Este tipo de isoterma presenta un ciclo de histéresis, que consiste en el hecho de que el volumen medido durante la adsorción es menor que el volumen medido durante la desorción. Así mismo, el tipo de histéresis es H4, que es característico de sólidos con poros en forma de placas. El carbón activado presenta frecuentemente este tipo de histéresis [68], que es favorable para materiales activos de electrodos de supercapacitores. Además, a presiones relativas menores que 0.1, se observa un aumento importante del volumen adsorbido. Esta adsorción es debida a la presencia de microporos en el CA. Los resultados sugirieron que los agente H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> y KOH en el proceso de activación cambiaron la estructura porosa de las muestras. Los diagramas de distribución del tamaño de poro de las muestras se concentraron después de la activación de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> y KOH, y el tamaño de poro de las muestras fue principalmente enfocado en el rango de 16.67 a 35.53 Å.



**Figura 4.10.** Isothermas de adsorción-desorción para las muestras de carbón que fueron activadas con  $H_3PO_4$ .



**Figura 4.11.** Isothermas de adsorción-desorción para las muestras de carbón que fueron activadas con KOH.

#### 4.9. Análisis estadístico

El análisis estadístico se realizó con la finalidad de analizar el proceso de obtención del carbón activado, para posteriormente seleccionar las mejores muestras y utilizar el CA como material activo en la aplicación de supercapacitores, en el almacenamiento de energía. En la Tabla 4.5 se observan los datos para las variables naturales y codificadas para ajustar el modelo de tercer orden, los experimentos se realizaron de manera almacenada, es decir, llevando un orden.

Tabla 4.5. Datos para ajustar el modelo de tercer orden.

Tipo Pt	Bloques	Agentes	Tiempo de impregnación	Temperatura de carbonización	Área superficial (m <sup>2</sup> /g)
1	1	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	24	600	24.44
1	1	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	24	700	426.85
1	1	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	24	800	682.08
1	1	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	48	600	1966.25
1	1	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	48	700	450.38
1	1	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	48	800	1105.39
1	1	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	72	600	112.16
1	1	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	72	700	498.71
1	1	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	72	800	1009.04
1	1	KOH	24	600	51.79
1	1	KOH	24	700	553.36
1	1	KOH	24	800	753.65
1	1	KOH	48	600	3946.08
1	1	KOH	48	700	2236.07
1	1	KOH	48	800	3104.45
1	1	KOH	72	600	335.39
1	1	KOH	72	700	505.88
1	1	KOH	72	800	838.36

Las regiones de análisis para ajustar el modelo propuesto fueron: (1) los agentes de activación ácido fosfórico e hidróxido de potasio, (2) el tiempo de impregnación de esos agentes con los residuos de café, tiempo medido en horas (h) y (3) la

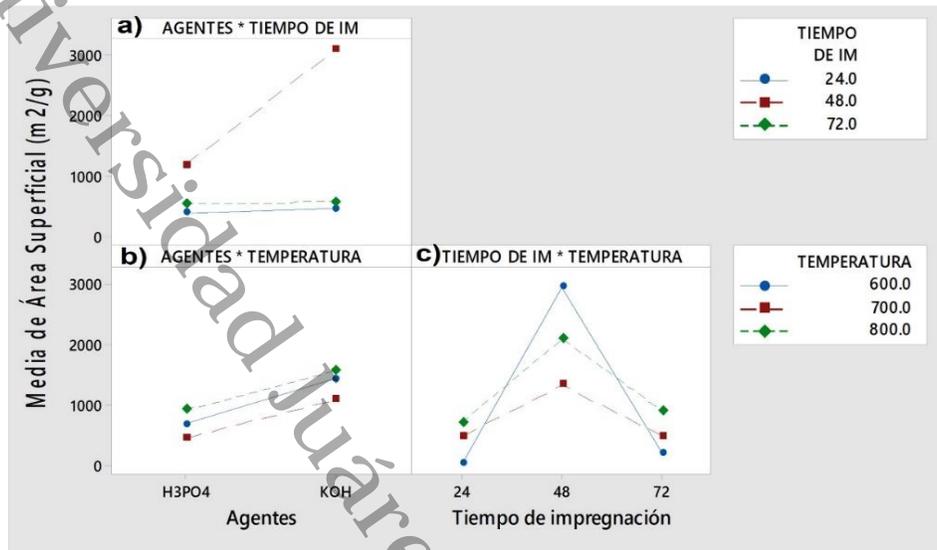
temperatura de carbonización, que fue medida en grados Celsius (°C). Se utilizó un diseño experimental con un arreglo factorial 3<sup>3</sup>, para simplificar los cálculos, las variables independientes se codificaron en un intervalo (-1, 1) y se establecieron 5 puntos centrales para la evaluación del error experimental. Para ratificar si el modelo se ajusta a los datos se efectuó el análisis de varianza (Tabla 4.6), el resultado que se obtuvo para el término cuadrático es de  $F_0 = 7.793$ , donde se observa que la falta de ajuste no es significativa y la regresión si lo es con un nivel de confianza del 99 %, por lo que el modelo se ajusta al tercer orden, el cual se aproxima de manera adecuada a la superficie real [69].

**Tabla 4.6.** Análisis de varianza para el modelo de tercer orden.

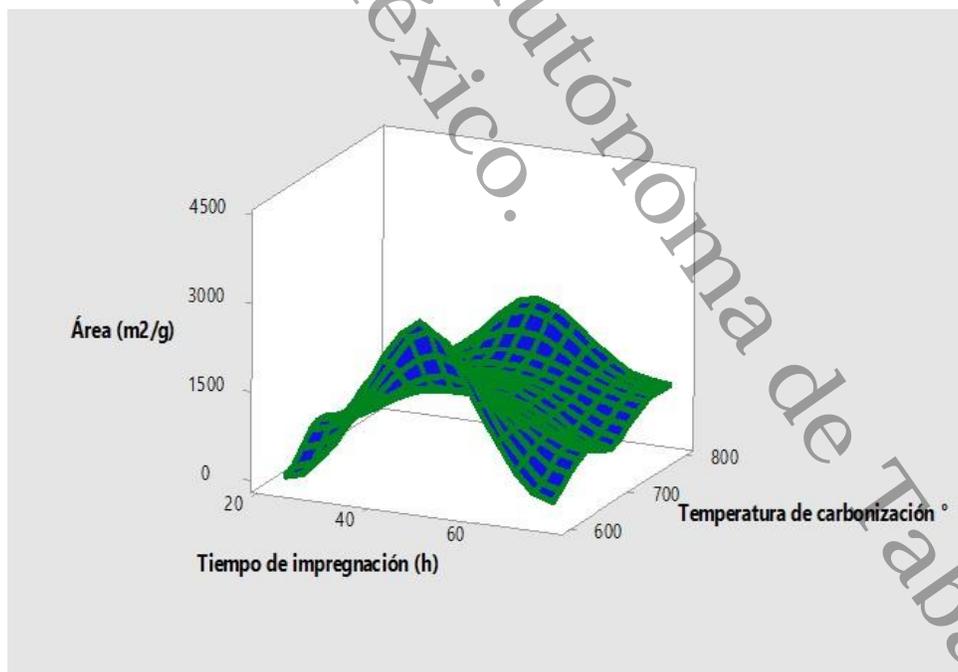
Fuente	GL	SC	MC	F	P
Regresión	1	55.9	55.887	0.14	0.709
Error	52	20680.1	397.694		
Total	53	20736.0			

Con el propósito de afirmar que el modelo se ajusta al tercer orden y es el adecuado, se llevó a cabo el análisis factorial. En la Figura 4.12 se observan las medidas de interacción con respecto al área superficial, en función del tiempo de impregnación, agentes activantes, y temperaturas de carbonización, donde se logra apreciar que las áreas más sobresalientes son aquellas donde el tiempo de impregnación fue de 48 h y las temperaturas de carbonización de 600 °C, usando como agente activante KOH, siendo el tiempo y la temperatura más óptima, permitiendo obtener áreas superficiales en un rango de 1000 a 3000 m<sup>2</sup>/g, de acuerdo a los resultados y a los reportados en las medidas de adsorción-desorción de N<sub>2</sub>, se deduce que la activación química de los residuos de granos de café se realizó de manera satisfactoria, proporcionando al carbón buenas áreas, que permitirán que el electrodo de trabajo presente mayor capacidad de almacenaje [65, 69]. Mediante la metodología de superficie de respuesta se obtuvieron las condiciones óptimas de

activación las cuales son: temperatura de carbonización máxima de 600 °C y un tiempo de impregnación de 48 h, señaladas en la Figura 4.13.



**Figura 4.12.** Medidas de interacción, a) tiempos de impregnación b) agentes activantes y c) temperaturas de carbonización, con respecto al área superficial.

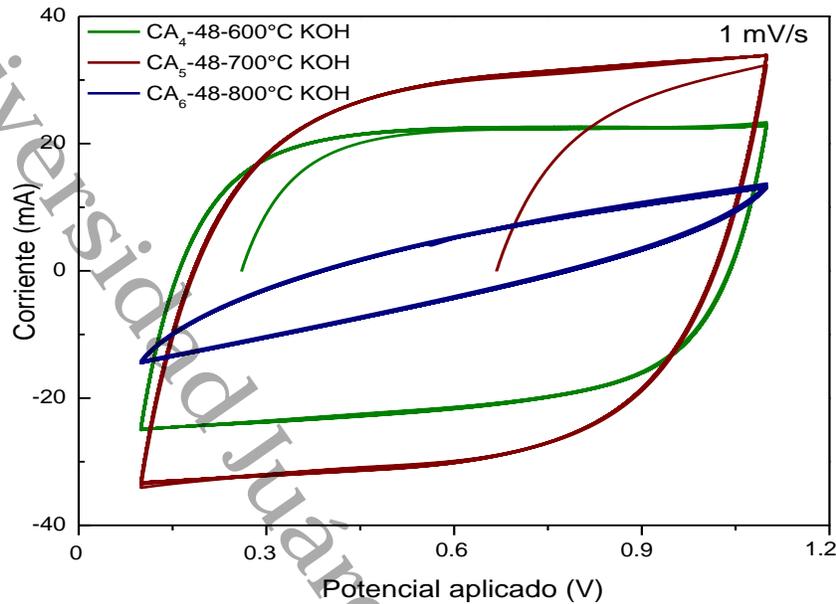


**Figura 4.13.** Área superficial en función del tiempo de impregnación y temperatura de carbonización, para los datos experimentales.

#### 4.10. Medidas electroquímicas de los electrodos de CA impregnados en KOH

De acuerdo con los resultados que se obtuvieron en el análisis estadístico se seleccionaron las muestras CA<sub>4</sub>-48-600 °C, CA<sub>5</sub>-48-700 °C y CA<sub>6</sub>-48-800 °C usando como agente activante KOH, con el fin de evaluar el comportamiento electroquímico de los electrodos, para ello se realizaron las pruebas de voltametrías cíclicas, en una celda de tántalo utilizando dos electrodos elaborados a partir del carbón activado, sumergidos en un electrolito; hidróxido de potasio (KOH) a 5 M, separados por un material semipermeable que evita que se produjera cortocircuitos, pero admite pasar los iones del medio electrolítico. De esta manera se logró obtener información sobre el intervalo de voltaje de trabajo de la celda y detectar posibles contribuciones pseudocapacitivas.

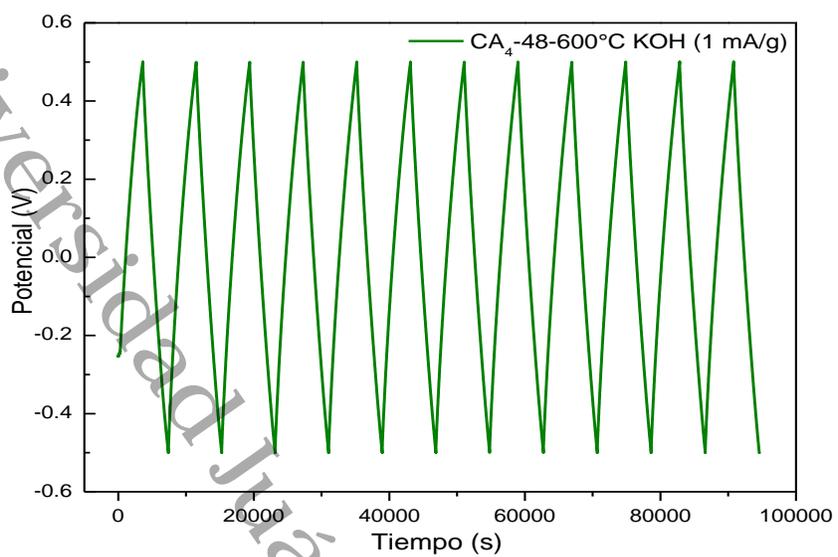
En la Figura 4.14 se observan los voltamogramas cíclicos de los electrodos de carbón activado a 1 mV/s, en los rangos de potencial de circuito abierto (OCP) de -1 V hasta 0.1 V. Por debajo de -0.9 V, la fuerte disminución de la corriente indica descomposición de electrolitos con desprendimiento de hidrógeno. Por encima de 0 V, el fuerte aumento de la corriente está asociado con la descomposición de electrolitos con la descomposición de oxígeno. Aunque el potencial de carga cero (PCZ) es el potencial de referencia para la adsorción de aniones y cationes en la superficie del electrodo de carbono, en este trabajo el OCP se ha tomado como el potencial de referencia para comparar los rangos de potencial de trabajo del electrodo negativo (K<sup>+</sup> electro-adsorción) y electrodo positivo (OH<sup>-</sup> electro-adsorción). El rango potencial negativo (-0.6 V) es más amplio que el positivo (0.2 V). La corriente medida para el electrodo negativo también es más alta que la medida para el electrodo positivo, lo que indica una capacitancia específica más alta para el electrodo negativo. La forma casi rectangular de los voltamogramas cíclicos indica una respuesta supercapacitiva y el rendimiento electroquímico que incluye la capacidad de doble capa del carbón, siendo la muestra CA<sub>4</sub>-48-600 °C, la más representativa en los dos rangos de potencial [70-74].



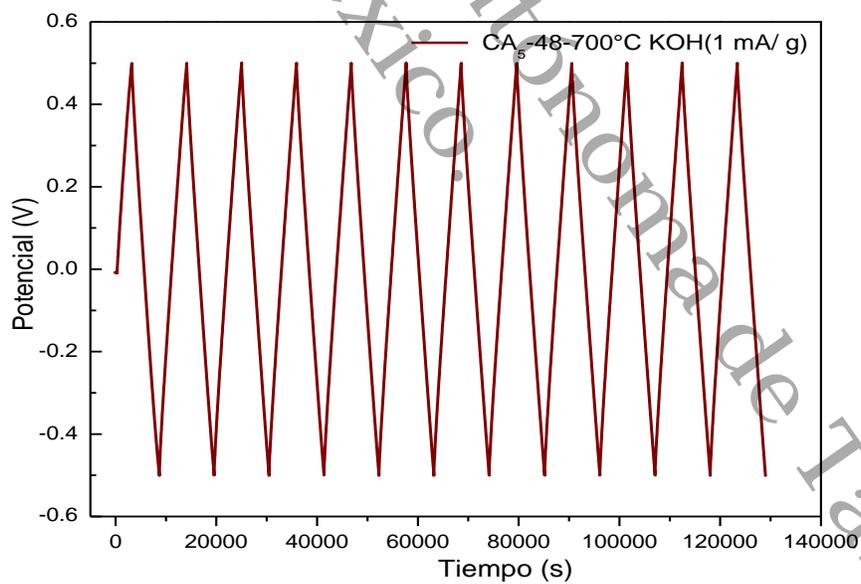
**Figura 4.14.** Voltamograma cíclico de los electrodos CA a 1 mV/s.

#### 4.11. Ciclos de carga y descarga

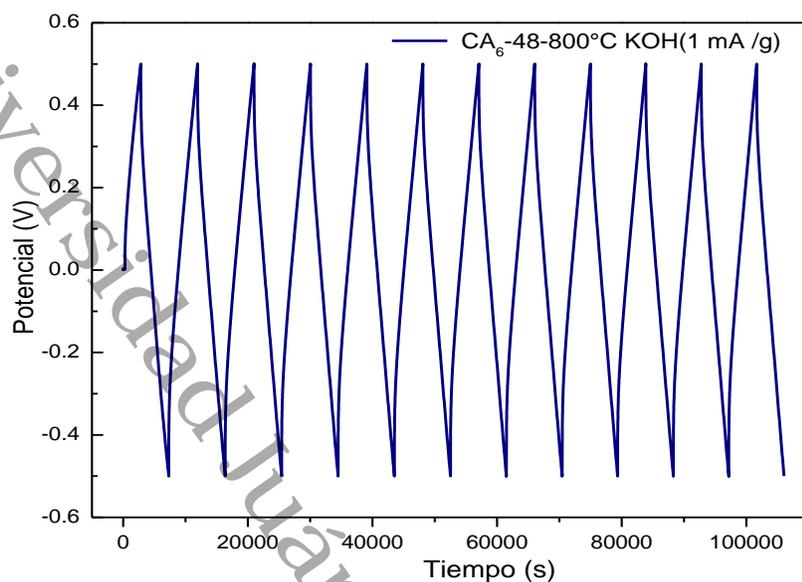
Las gráficas galvanostáticas (CG) obtenidas para las muestras de carbón activado en el rango de potencial total, mostraron buenos comportamientos capacitivos (Figuras 4.15, 4.16 y 4.17). Donde se observan la generación de picos, que tienen una forma triangular, indicando una buena simetría entre los ciclos [106-107]. Esto sucede en el caso de todos los materiales evaluados, indicando un buen almacenamiento energético [75]. También se puede observar que los tiempos fueron menores, debido a que dichos tiempos de carga y descarga ocurrían rápidamente. Lo anterior demuestra que el supercapacitor carga rápidamente, es decir, en pocos segundos, donde entrega una alta potencia, lo que es una característica muy favorable del supercapacitor y evidenciando una clara preferencia del carbón activado por trabajar como electrodo negativo. Debido al hecho de que el rango de potencial de trabajo es más amplio para el electrodo negativo que para el positivo. Las muestras CA<sub>4</sub>-48-600 °C, CA<sub>5</sub>-48-700 °C y CA<sub>6</sub>-48-800 °C son útiles para su posible aplicación como electrodos negativos en supercapacitores asimétricos e híbridos [75-77].



**Figura 4.15.** Grafica galvanostática de carga/descarga a 1 mA/g obtenida para la muestra CA<sub>4</sub>-48-600 °C funcionando como electrodo en el rango de potencial total.



**Figura 4.16.** Grafica galvanostática de carga/descarga a 1 mA/g obtenida para la muestra CA<sub>5</sub>-48-700 °C funcionando como electrodo en el rango de potencial total.



**Figura 4.17.** Grafica galvanostática de carga/descarga a 1 mA/g obtenida para la muestra CA<sub>6</sub>-48-800 °C funcionando como electrodo en el rango de potencial total.

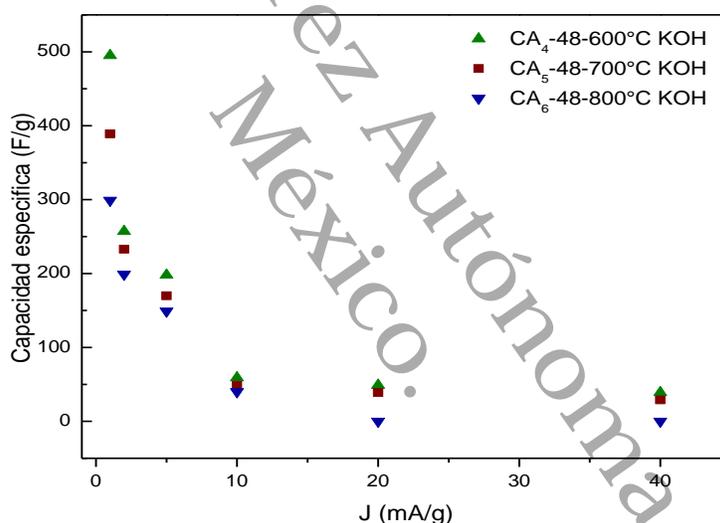
De acuerdo con las gráficas galvanostáticas de los ciclos de carga y descarga de las muestras de CA usando como agente activante KOH, a las cuales se le aplicaron diferentes corrientes (1 - 40 mA), se realizó el cálculo de la capacidad de la celda y los electrodos con las ecuaciones 1, 2 y 4 (Capítulo 2). Los datos se registraron en la Tabla 4.7 y 4.8.

**Tabla 4.7.** Capacidad de la celda.

Corriente aplicada (mA)	Capacidad (F)		
	CA <sub>4</sub> -48-600 °C KOH	CA <sub>5</sub> -48-700 °C KOH	CA <sub>6</sub> -48-800 °C KOH
1	50	40	30
2	26	24	20
5	20	17	15
10	6	5	4
20	5	4	0
40	4	3	0

**Tabla 4.8.** Capacidad especifica de los electrodos.

Corriente aplicada (mA)	Capacidad especifica (F/g)		
	CA <sub>4</sub> -48-600 °C KOH	CA <sub>5</sub> -48-700 °C KOH	CA <sub>6</sub> -48-800 °C KOH
1	495	389	299
2	257	233	199
5	198	170	149
10	59	49	40
20	49	39	0
40	39	29	0



**Figura 4.18.** Dependencia de la capacitancia especifica total (CT) en función de la densidad de corriente (J) para los tres electrodos de CA.

La capacidad específica total de los tres carbones activados (CA<sub>4</sub>-48-600 °C, CA<sub>5</sub>-48-700 °C y CA<sub>6</sub>-48-800 °C) y su variación con la densidad de corriente (J) se comparan en la Figura 4.18. Estos resultados muestran que el aumento en el tiempo de impregnación utilizando como agente al KOH en los residuos de granos de café, es poco significativo en el valor de CT, se deduce que el tiempo suficiente para la

impregnación es 48 h. Sin embargo, la temperatura de activación tiene un efecto positivo muy significativo en el valor de CT. Esto se deriva de la comparación de la muestra CA<sub>4</sub>-48-600 °C a la muestra CA<sub>6</sub>-48-800 °C; por ejemplo, a 1 mA/g, el valor CT es 495 F/g para la muestra CA<sub>4</sub>-48-600°C y 299 F/g para la muestra CA<sub>6</sub>-48-800 °C. Comparando la variación de CT vs J, esto es similar para las tres muestras, indicando un comportamiento electroquímico de supercapacitores asimétricos e híbridos [76-77].

Finalmente, se puede comparar los resultados del presente trabajo con trabajos reportados anteriormente (Tabla 4.9) y corroborar que al aumentar el tiempo de impregnación de 24 a 48 h y trabajar con una temperatura de 600 °C tenemos un aumento muy importante en la capacitancia específica de los electrodos y estos son buenos candidatos para su uso como materiales de electrodos para supercapacitores [28, 61, 78-81].

**Tabla 4.9.** Comparación del rendimiento de la Capacitancia específica en diferentes materiales de electrodos.

Material del electrodo	Impregnante	Capacidad específica (F/g)	Referencia
Carbón comercial	KOH	134 (10 mV/g)	[28]
Cascara de nuez	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	123 (1.0 A/g)	[61]
Norit CC	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	120 (50 mA/g)	[78]
Almidón	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	124 (50 mA/g)	[79]
Cascara de huevo	N <sub>2</sub>	120 (0.5 A/g)	[80]
Resina melamina	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	125 (0.5 mV/g)	[81]
Residuos de granos de café	KOH	495 (1 mA/g)	Este trabajo

## Capítulo V: Conclusiones

En este proyecto de investigación se analizaron los procesos y comportamientos del CA como electrodos en supercapacitores y se llegó a las siguientes conclusiones:

En cuanto a la preparación de los carbones activados (CAs), el tiempo de impregnación de 48 h, ha permitido aumentar el área superficial y la capacitancia específica con respecto a un tiempo de 24 o 72 h lo cual da por hecho que a tiempos más altos es menos beneficioso para la impregnación de los desechos de granos de café con  $\text{H}_3\text{PO}_4$  e  $\text{KOH}$ . La temperatura de carbonización de  $600\text{ }^\circ\text{C}$  conduce a CAs con mejores rendimientos como electrodos para supercapacitores que los CA obtenidos por carbonización a  $700$  y  $800\text{ }^\circ\text{C}$ .

Los carbones activados están formados por partículas de carbón, con tamaños en el rango de  $2\text{-}50\text{ }\mu\text{m}$ , obteniendo la presencia de mesoporos, los cuales favorecen la capacitancia específica que se mide a altas densidades de corriente, pues los iones del electrolito entran y salen rápidamente del mesoporo del electrodo elaborado a partir de CA.

Los CAs son materiales amorfos o desordenados, que presentan un apilamiento estructural en forma hexagonal correspondiente al grafito y al grafeno como se deduce en los resultados de DRX. Además, en los resultados de FTIR, se confirma la presencia de grupos funcionales de oxígeno y nitrógeno, los cuales favorecen la mojabilidad del CA por el electrolito acuoso, y esto hace que aumente la capacitancia específica del CA cuando opera como electrodo de supercapacitor.

Los electrodos procesados a partir de CA usando como agente activante  $\text{KOH}$ , fueron mejores a los electrodos de CA que fueron impregnados en  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , debido a que mostraron un comportamiento supercapacitivo, con capacidad de hasta  $50\text{ F}$ . También lograron capacidades específicas de hasta  $495\text{ F/g}$  a  $1\text{ mA/g}$ . Además, se midió la capacitancia específica y la densidad de corriente de los carbones activados, lo que indica la preferencia de los CAs para funcionar como electrodos

en supercondensadores asimétricos e híbridos. A bajas densidades de corriente, la carga almacenada para los CAs es más alta, que a altas densidades.

Finalmente, en este estudio se confirmó que los electrodos realizados de residuos orgánicos de granos de café, usando como agente activante KOH, con un tiempo de impregnación de 48 h y una temperatura de carbonización de 600 °C, muestran resultados favorables para el almacenamiento de energía; ya que los electrodos mostraron un comportamiento capacitivo. Por lo tanto, los electrodos de CA podrían usarse como electrodos en supercapacitores híbridos o asimétricos para así contribuir al almacenamiento de energía.

Universidad Juárez Autónoma de Tabasco.  
México.

## Capítulo VI: Recomendaciones y perspectivas

Se recomienda:

- i) Realizar el ensamble de los electrodos con comportamiento de supercapacitores en una celda capacitiva híbrida.
- ii) Analizar la síntesis para depositar un óxido metálico sobre carbón activado.
- iii) Analizar por medio de MEB el tamaño ideal de las partículas de CA para que el área superficial aumente de manera significativa.

Universidad Juárez Autónoma de Tabasco.  
México.

## Referencias

- [1] K. S. Kumar, N. Choudhary, Y. Jung, & J. Thomas. Recent advances in two-dimensional nanomaterials for supercapacitor electrode applications. *ACS Energy Lett*, 3, 482–495, (2018).
- [2] W. Raza, F. Ali, N. Raza, Y. W. Luo, K. H. Kim, J. H. Yang, S. Kumar, A. Mehmood, & E. E. Kwon. Recent advancements in supercapacitor technology. *Nano Energy*, 52, 441–473, (2018).
- [3] K. Krishnamoorthy, P. Pazhamalai, & S. J. Kim. Two-dimensional siloxene nanosheets: novel high-performance supercapacitor electrode materials. *Energy Environ. Sci.*, 11, 1595–1602, (2018).
- [4] B. Chang, H. Yin, X. F. Zhang, S. R. Zhang, & B. C. Yang. Chemical blowing strategy synthesis of nitrogen-rich porous graphitized carbon nanosheets: Morphology, pore structure and supercapacitor application. *Chem. Eng. J.*, 312, 191–203, (2017).
- [5] R. Zhang, Q. Wen, W. Qian, D. S. Su, Q. Zhang, & F. Wei. Superstrong ultralong carbon nanotubes for mechanical energy storage. *Adv. Mater*, 23, 3387–3391, (2017).
- [6] Y. Wang, Z. Chang, M. Qian, Z. C. Zhang, J. Lin, F. Q. Huang, Y. Wang, Z. Chang, & M. Qian. Enhanced specific capacitance by a new dual redox-active electrolyte in activated carbon-based supercapacitors. *Carbon*, 143, 300–308, (2019).
- [7] S. L. Jian, L. Y. Hsiao, N. H. Yeh, & K. C. Ho. Designing a carbon nanotubes-interconnected ZIF-derived cobalt sulfide hybrid nanocage for supercapacitors. *J. Mater. Chem.*, 7, 1479–1490, (2019).

- [8] X.J. Wei, S.G. Wan, & S.Y. Gao. Self-assembly-template engineering nitrogen-doped carbon aerogels for high-rate supercapacitors. *Nano Energy*, 28, 206–215, (2016).
- [9] R. Wang, Y. W. Sui, S. F. Huang, Y. G. Pu, & P. Cao. High-performance flexible all-solidstate asymmetric supercapacitors from nanostructured electrodes prepared by oxidation-assisted dealloying protocol. *Chem. Eng. J.*, 331, 527–535, (2018).
- [10] H. Wang, Z. Xu, A. Kohandehghan, Z. Li, K. Cui, X. Tan, T.J. Stephenson, C. M. Holt, C. K. Kingodu, & B. C. Olsen. Interconnected carbon nanosheets derived from hemp for ultrafast supercapacitors with high energy. *ACS Nano*, 7, 5131–5141, (2017).
- [11] Y. Gong, D. Li, C. Z. Luo, Q. Fu, & C. X. Pan. Highly porous graphitic biomass carbon as advanced electrode materials for supercapacitors. *Green Chem.*, 19, 4132–4140, (2017).
- [12] W. Shi, B. Chang, H. Yin, S. R. Zhang, B. C. Yang, & X. P. Dong. Crab shell-derived honeycomb-like graphitized hierarchically porous carbons for satisfactory rate performance of all-solid-state supercapacitors. *Sustain. Energy Fuels*, 3, 1201–1214, (2019).
- [13] P. Bujewska, B. Gorska, & K. Fic. Redox activity of selenocyanate anion in electrochemical capacitor application. *Synthetic Metals*, 253, 62-72, (2019).
- [14] Q. Xie, R. Bao, Ch. Xie, A. Zheng, S. Wu, Y. Zhang, R. Zhang, & P. Zhao. Core shell Ndoped active carbon fiber graphene composites for aqueous symmetric supercapacitors with high-energy and highpower density. *Journal of Power Sources*, 317, 133-142, (2016).
- [15] P. Thomas, L. Ch. Wei, J. Mohd, & R. Bin. Recent developments in biomass derived carbon as a potential sustainable material for super-

- capacitor-based energy storage and environmental applications”  
Journal of Analytical and Applied Pyrolysis, 140, 54-85, (2019).
- [16] X. Xu, J. Nan, J. Wang, & Z. Gao. Estimate of super capacitor's dynamic capacity. Energy Procedia, 105, 2194-2200, (2017).
- [17] L. K. Shrestha, R. G. Shrestha, S. Joshi, R. Rajbhandari, N. Shrestha, M. P. Adhikari, R. R. Pradhananga, & K. Ariga. Nanoarchitectonics of nanoporous carbon materials from natural resource for supercapacitor application. Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials, 27, 48-56, (2017).
- [18] L. Eliad, G. Salitra, A. Soffer, & D. Aurbach. Ion sieving effects in the electrical double layer of porous carbon electrodes: Estimating effective ion size in electrolytic solutions. Journal of Physical Chemistry B, 105, 6880-6887, (2001).
- [19] V. Barranco, M.A. Lillo-Rodenas, A. Linares-Solano, A. Oya, F. Pico, J. Ibañez, F. Agullo-Rueda, J.M. Amarilla, & J.M. Rojo. Amorphous carbon nanofibers and their activated carbon nanofibers as supercapacitor electrodes. Journal of Physical Chemistry C, 114, 10302-10307, (2010).
- [20] A. K. Thakur, R. B. Choudhary, M. Majumder, & G. Gupta. In-situ integration of waste coconut shell derived activated carbon/polypyrrole/rare earth metal oxide ( $\text{Eu}_2\text{O}_3$ ): a novel step towards ultrahigh volumetric capacitance. Electrochimica Acta, 251, 532-545, (2017).
- [21] M. Dhelipan, A. Arunchander, A. K. Sahu, & D. Kalpana. Activated carbon from orange peels as supercapacitor electrode and catalyst support for oxygen reduction reaction in proton exchange membrane fuel cell. Journal of Saudi Chemical Society, 21, 487-494 (2017).

- [22] T. P. Rao, A. Kumar, V. M. Naik, & R. Naik. Effect of carbon nanofibers on electrode performance of symmetric supercapacitors with composite MnO<sub>2</sub> nanorods. *Journal of Alloys and Compounds*, 789, 518-527, (2019).
- [23] L. K. Shrestha, L. Adhikari, R. G. Shrestha, M. P. Adhikari, R. Adhikari, J. P. Hill, & K. Ariga. Nanoporous carbon materials with enhanced supercapacitance performance and non-aromatic chemical sensing with C1/C2 alcohol discrimination. *Science and Technology of Advanced Materials*, 17, 483-492, (2016).
- [24] L. K. Shrestha, R. G. Shrestha, S. Joshi, R. Rajbhandari, N. Shrestha, M. P. Adhikari, & K. Ariga. Nanoarchitectonics of nanoporous carbon materials from natural resource for supercapacitor application. *Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials*, 27, 48-56, (2017).
- [25] A. Jayakumar, R. P. Antony, J. Zhao, & J. M. Lee. MOF-derived nickel and cobalt metal nanoparticles in a N-doped coral shaped carbon matrix of coconut leaf sheath origin for high performance supercapacitors and OER catalysis. *Electrochimica Acta*, 265, 336-342, (2018).
- [26] J. Wang, Y. Li, L. Yan, & Y. Qu. Nitrogen-Phosphorus co-doped Porous Carbon Based on Peanut Shell for Surpercapactor. *Electrochem. Sci.*, 13, 6259-6271, (2018).
- [27] Y. Li, X. Fan, M. Zhang, L. Cui, & T. Jiao. Enhanced electrochemical performance of the activated carbon electrodes with a facile and in-situ phosphoric acid modification. *Journal of Energy Storage*, 24, 100744-100749, (2019).
- [28] M. Kim, I. Oh, H. Ju, & J. Kim. Introduction of Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> into activated honeycomb-like carbon for the fabrication of high-performance

- electrode materials for supercapacitors. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 18, 9124-9132, (2016).
- [29] S. Kaipannan, S. Marappan, "Fabrication of 9.6 V High-performance asymmetric supercapacitors stack based on nickel hexacyanoferrate-derived Ni(OH)<sub>2</sub> nanosheets and bio-derived activated carbon, *Scientific Reports*, 9, 1 (2019).
- [30] C. Huang, A. M. Puziy, O. I. Poddubnaya, D. Hulicova-Jurcakova, M. Sobiesiak, & B. Gawdzik. Phosphorus, nitrogen and oxygen co-doped polymer-based core-shell carbon sphere for high-performance hybrid supercapacitors. *Electrochimica Acta*, 270, 339-351, (2018).
- [31] R. Sebastián, R. P. Alzola. Flywheel energy storage systems: Review and simulation for an isolated wind power system, *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 16, 6803, (2012).
- [32] H. Ibrahim, A. Ilinca, J. Perron. Energy storage systems- Characteristics and comparisons, *Renewable & Sustainable Energy Reviews*, 12, 1221, (2008).
- [33] M. A. Hannan, M. M. Hoque, A. Mohamed, A. Ayob. Review of energy storage systems for electric vehicle applications: Issues and challenges, *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 69, 771. (2017).
- [34] P. Simon, Y. Gogotsi, B. Dunn. Where do batteries end and supercapacitors begin, *Science*, 343, 1210, (2014).
- [35] B. E. Conway. *Electrochemical supercapacitors: scientific fundamentals technological applications*, Springer Science & Business Media, (2013).

- [36] X. Hu, Y. Wang, B. Ding, X. Wu. A novel way to synthesize nitrogen doped porous carbon materials with high rate performance and energy density for supercapacitors, *Journal of Alloys and Compounds*, 785, 110, (2019).
- [37] F. Pico, C. Pecharroman, A. Ansón, M. T. Martínez, J. M. Rojo. Understanding Carbon–Carbon Composites as Electrodes of Supercapacitors; A Study by AC and DC Measurements, *Journal of The Electrochemical Society*, 154, A579, (2007).
- [38] H. Shao, Y-Ch. Wu, Z. Lin, P-L. Taberna, P. Simon. Nanoporous carbon for electrochemical capacitive energy storage, *Royal society oh Chemistry*, (2020).
- [39] P. Liu, Z. Liu, P. Wu, X. Ou, Y. Zhang, W. Cai, F. Yu, M. Ni, S. Cheng, M. Liu, J. Liu. Enhanced capacitive performance of nickel oxide on porous  $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{CoO}_{3-\delta}$  ceramic substrate for electrochemical capacitors, *International Journal of Hydrogen Energy*, 30, 1, (2018).
- [40] Bo, X., Xiang, K., Zhang, Y., Shen, Y., Chen, S., Wang, Y., ... & Guo. Microwave-assisted conversion of biomass wastes to pseudocapacitive mesoporous carbon for supercapacitor, *Journal of Energy Chemistry*, 39, 1-7, (2019).
- [41] N. Lin, J. Tian, Z. Shan, K. Chen, W. Liao. Hydrothermal synthesis of hydrous ruthenium oxide/graphene sheets supercapacitors, *Electrochimica Acta*, 99, 219, (2013).
- [42] E. Fiset, T. E. Rufford, D. Hulicova-Jurcakova. Poly (vinylidene fluoride) as a porogen to prepare nitrogen-enriched porous carbon electrode materials from pyrolysis of melamine resin, *Materials Today Communications*, 3, 36, (2015).
- [43] Y. Wen, T. E. Rufford, D. Hulicova-Jurcakova, X. Zhu, L. Wang. Structure control of nitrogen-rich graphene nanosheets using

- hydrothermal treatment and formaldehyde polymerization for supercapacitors, *ACS Applied Materials & Interfaces*, 8, 18051, (2016).
- [44] G. Moreno-Fernández, J. L. Gómez-Urbano, M. Enterría, T. Rojo, D. Carriazo. Flat shaped carbon–graphene microcomposites as electrodes for high energy supercapacitors, *Journal of Materials Chemistry*, 7, 14646, (2019).
- [45] B. E. Conway. *Electrochemical supercapacitors: scientific fundamentals technological applications*” Springer Science & Business Media, (2013).
- [46] K. Mensah-Darkwa, C. Zequine, P. K. Kahol, R. K. Gupta. Supercapacitor energy storage device using biowastes: a sustainable approach to green energy, *Sustainability*, 11, 414, (2019).
- [47] Ch. W. Purnomo, E. P. Kesuma, I. Perdana, & M. Aziz. Lithium recovery from spent Li-ion batteries using coconut shell activated carbón. *Waste Management*, 79, 454-456, (2018).
- [48] P. C. Carvaho. *Manual de Experimentos. Química Alimento*, 1407, 71–76, (2016).
- [49] M. Shi, Y. Xin, X. Chen, K. Zou, W. Jing, & J. Sun. Coal-derived porous activated carbon with ultrahigh specific surface area and excellent electrochemical performance for supercapacitors. *Journal of Alloys and Compd*, 859, 156-159, (2021).
- [50] J. Cheng, S. C. Hu, G. T. Sun, K. Kang, M. Q. Zhu, & Z. C. Geng. Comparison of activated carbons prepared by one-step and two-step chemical activation process based on cotton stalk for supercapacitors application. *Energy*, 215, 119-144, (2021).

- [51] M. Aravind & M. Amalanathan. Structural, morphological, and optical properties of country eggshell derived activated carbon for dye removal. *Mater. Today Proc.*, 2, 16-24, (2020).
- [52] Q. Wei, Z. Chen, Y. Cheng, X. Wang, X. Yang, & Z. Wang. Preparation and electrochemical performance of orange peel based-activated carbons activated by different activators. *Colloids Surfaces A Physicochem. Eng. Asp*, 574, 221–227, (2019).
- [53] Y. Cao, Y. Xiao, Y. Gong, C. Wang, & F. Li. One-pot synthesis of MnOOH nanorods on graphene for asymmetric supercapacitors. *Electrochim. Acta*, 127, 200–207, (2015).
- [54] J. J. Prías-Barragán, N. A. Echeverry-Montoya, & H. Ariza-Calderón. Fabricación y caracterización de carbón activado y de nanoplaquetas de carbón a partir de *Guadua angustifolia* Kunth para aplicaciones en electrónica. *Rev. la Acad. Colomb. Ciencias Exactas, Físicas y Nat.*, 39; 153, 444, (2015).
- [55] X. Hu, Y. Wang, B. Ding, & X. Wu. A novel way to synthesize nitrogen doped porous carbon materials with high-rate performance and energy density for supercapacitors. *J. Alloys Compd.*, 785, 110–116, (2019).
- [56] K. Sun, C. Leng, Jiang, J. Jiang, Q. Bu, Lin, G. Lin, X. Lu, & G. Zhu. Microporous activated carbons from coconut shells produced by self-activation using the pyrolysis gases produced from them that have an excellent electric double layer performance. *New Carbon Mater*, 32; 5, 451–459, (2017).
- [57] A. R. Hidayu & N. Muda. Preparation and characterization of impregnated activated carbon from palm kernel shell and coconut shell for CO<sub>2</sub> capture. *Procedia Eng.*, 148, 106–113, (2016).

- [58] Y. Zhao, Y. Q. Lu, M. Tao, P. Y. Zhang, Y. J. Gong, X. T. Yang, Z. Zhang, G. Qing, & H. Li. Hierarchically porous and heteroatom doped carbon derived from tobacco rods for supercapacitors. *J. Power Sources*, 307, 391–400, (2016).
- [59] T. Ma, X. Zhang, & Y. Wang. Tassel tree flowers-derived hierarchically porous carbons with high surface area for high-performance flexible all-solid-state symmetric supercapacitors. *J. Energy Storage*, 26, (2019).
- [60] H. Kashani, L. Chen, Y. Ito, J. Han, A. Hirata, & M. Chen. Bicontinuous nanotubular graphene-polypyrrole hybrid for high performance flexible supercapacitors. *Nano Energy*, 19, 391–400, (2016).
- [61] V. V. Pavlenko, Q. Abbas, P. Przygocki, T. Kon'kova, Z. Supiyeva, N. Abeykoon, & Z. A. Mansurov. Temperature Dependent Characteristics of Activated Carbons from Walnut Shells for Improved Supercapacitor Performance. *Eurasian ChemicoTechnological Journal*, 20, 99-105, (2018).
- [62] C. Huang, A. M. Puziy, O. I. Poddubnaya, D. Hulicova-Jurcakova, M. Sobiesiak, & B. Gawdzik. Phosphorus, nitrogen and oxygen co-doped polymer-based core-shell carbon sphere for high-performance hybrid supercapacitors. *Electrochimica Acta*, 270, 339-351, (2018).
- [63] K. S. Sing, D. H. Everett, R. A. Haul, L. Moscou, R. A. Pierotti, J. Rouquerol, & T. Siemieniewska. Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity. *Pure and applied chemistry*, 57(4), 603-619, (1985).
- [64] Q. Wei, Z. Chen, Y. Cheng, X. Wang, X. Yang, & Z. Wang. Preparation and electrochemical performance of orange peel based-activated carbons activated by different activators. *Colloids and*

- Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 574, 221-227, (2018).
- [65] M. Naderi. Surface Area: Brunauer–Emmett–Teller (BET). Progress in filtration and separation. Academic Press, 585-608, (2015).
- [66] Y. Wen, T. E. Rufford, D. Hulicova-Jurcakova, X. Zhu, & L. Wang. Structure control of nitrogen-rich graphene nanosheets using hydrothermal treatment and formaldehyde polymerization for supercapacitors. ACS Applied Materials & Interfaces, 8; 28, 18051-18053, (2016).
- [67] A. Tianxiao, X. Zhang, & Y. Wang. Tassel tree flowers-derived hierarchically porous carbons with high surface area for high-performance flexible all-solid-state symmetric supercapacitors. Journal of Energy Storage, 26, 11-14, (2019).
- [68] M. Dhelipan, A. Arunchander, A. K. Sahu, & D. Kalpana. Activated carbon from orange peels as supercapacitor electrode and catalyst support for oxygen reduction reaction in proton exchange membrane fuel cell. Journal of Saudi Chemical Society, 21; 4, 487-494, (2017).
- [69] I. Moulefera, F. J. García-Mateos, A. Benyoucef, J. M. Rosas, J. Rodríguez-Mirasol, and T. Cordero. Effect of Co-solution of Carbon Precursor and Activating Agent on the Textural Properties of Highly Porous Activated Carbon Obtained by Chemical Activation of Lignin With H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>. Mater, 7, 1–14, (2020).
- [70] A. Macías-García, D. Torrejón-Martín, M. Á. Díaz-Díez, and J. P. Carrasco-Amador. Study of the influence of particle size of activate carbon for the manufacture of electrodes for supercapacitors. J. Energy Storage, 25, 100829, (2019).
- [71] Z. Liu, J. Mi, Y. Yang, X. Tan, C. Lv. Easy synthesis of phosphorus-incorporated three-dimensionally ordered macroporous carbons with

- hierarchical pores and their use as electrodes for supercapacitors, *Electrochimica Acta*, 115, 206 (2019).
- [72] T. Adinaveen, L. J. Kennedy, J. J. Vijaya, G. Sekaran. Surface and porous characterization of activated carbon prepared from pyrolysis of biomass (rice straw) by two-stage procedure and its applications in supercapacitor electrodes, *Journal of Material Cycles and Waste Management*, 17 736 (2015)
- [73] H. S. Jang, C. J. Raj, W. G. Lee, B. C. Kim, K. H. Yu. Enhanced supercapacitive performances of functionalized activated carbon in novel gel polymer electrolytes with ionic liquid redox-mediated poly (vinyl alcohol) /phosphoric acid, *RSC Advances*, 6, 75376 (2019).
- [74] Y. Cao, K. Wang, X. Wang, Z. Gu, Q. Fan, W. Gibbons, J. D. Hoefelmeyer, P. R. Kharel, M. Shrestha. Hierarchical porous activated carbon for supercapacitor derived from corn stalk core by potassium hydroxide activation, *Electrochimica Acta*, 212, 839 (2020).
- [75] G. Godillot, P.-L. Taberna, B. Daffos, P. Simon, C. Delmas, L. Guerlou-Demourgues. High power density aqueous hybrid supercapacitor combining activated carbon and highly conductive spinel cobalt oxide, *J. Power Sources*, 331, 277 (2019).
- [76] M. A. Hannan, M. M. Hoque, A. Mohamed, A. Ayob. Review of energy storage systems for electric vehicle applications: Issues and challenges, *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 69, 771 (2017).
- [77] I. Aldama, K.I. Siwek, J.M. Amarilla, J.M. Rojo, S. Eugénio, T.M. Silva, M.F. Montemor. Electrochemical response of a high-power asymmetric supercapacitor based on tailored MnOx/Ni foam and

- carbon cloth in neutral and alkaline electrolytes, *Journal of Energy Storage*, 22, 345 (2019).
- [78] E. Taer, M. Deraman, I. A. Talib, A. A. Umar, M. Oyama, R. M. Yunus. Physical, electrochemical and supercapacitive properties of activated carbon pellets from pre-carbonized rubber wood sawdust by CO<sub>2</sub> activation, *Current Applied Physics*, 10, 1071 (2018).
- [79] T. Tsubota, Y. Miyauchi, N. Murakami, T. Ohno. Improvement of capacitance value as the electrode of an electrochemical capacitor by mixing starch with guanidine phosphate, *Journal of Power Sources*, 196, 5769 (2019).
- [80] J.Wang, S. Feng, Y. Song, W. Li, W. Gao, A. A. Elzatahry, D. Aldhayan, X. Yongyao, D. Zhao. Synthesis of hierarchically porous carbon spheres with yolk- shell structure for high performance supercapacitors, *Catalysis Today*, 243, 199 (2019).
- [81] E. Fiset, T. E. Rufford, D. Hulicova-Jurcakova. Poly (vinylidene fluoride) as a porogen to prepare nitrogen-enriched porous carbon electrode materials from pyrolysis of melamine resin, *Materials Today Communications*, 3, 36 (2018).

## Anexos

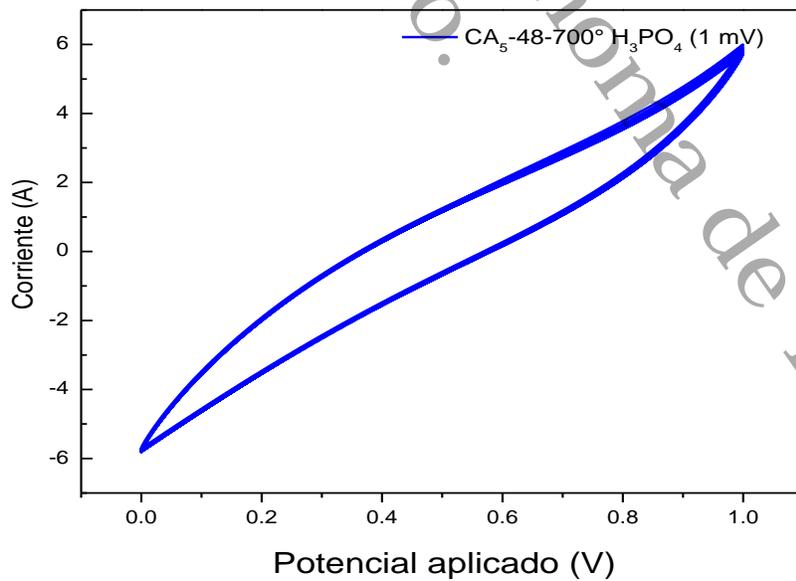
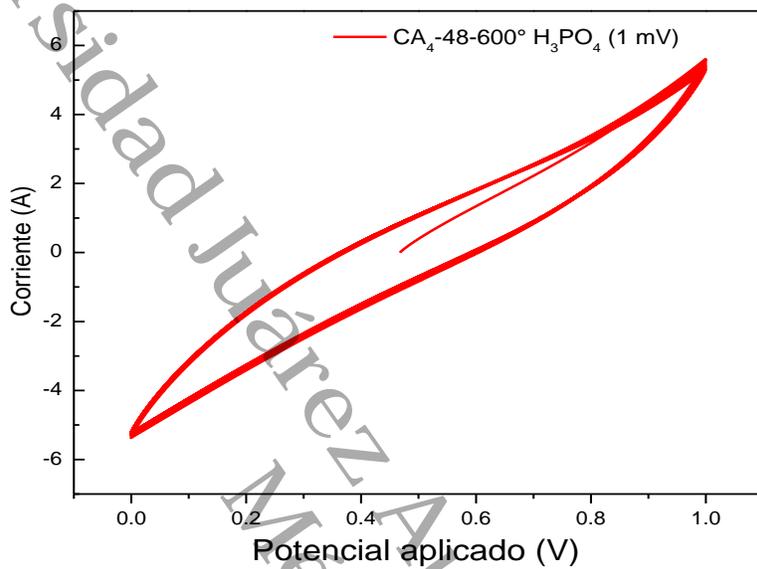
Alojamiento de la Tesis en el	Repositorio Institucional
<b>Título de Tesis:</b>	Análisis de las variables del proceso del carbón activado usando residuos de granos de café para la fabricación de supercapacitores
<b>Autor(a) o autores(ras) de la Tesis:</b>	Ing. Alex Pérez Aguirre
<b>ORCID:</b>	<a href="https://orcid.org/0000-0002-6959-1115">https://orcid.org/0000-0002-6959-1115</a>
<b>Resumen de la Tesis:</b>	<p>Los carbones activados (CAs) se obtuvieron a partir de residuos de granos de café. Para la síntesis se utilizó un diseño experimental con un arreglo factorial <math>3^3</math>, tomando como factores; los agentes de activación ácido fosfórico (<math>H_3PO_4</math>) e hidróxido de potasio (KOH), el tiempo de impregnación (24 - 48 h), y las temperaturas de carbonización (600 - 800 °C). La caracterización de los CAs se realizó mediante; Espectroscopía de Infrarrojo con Transformada de Fourier, Difracción de Rayos X, Microscopía Electrónica de Transmisión, Microscopía Electrónica de Barrido, Análisis Termogravimétrico y Fisisorción de <math>N_2</math>. Consecutivamente se realizó el análisis estadístico utilizando el programa Minitab 18 con la finalidad de analizar el proceso de obtención del carbón activado, para posteriormente seleccionar las mejores muestras y utilizar los CAs como material activo en la aplicación de supercapacitores, en el almacenamiento de energía. Con las muestras de los CAs, se procesaron los electrodos en forma de pastillas compactadas. La caracterización electroquímica de los electrodos se lleva a cabo en configuración de dos electrodos, utilizando como electrolito acuoso KOH (5M). Los electrodos mostraron un mecanismo de almacenamiento de carga en forma de supercapacitores asimétricos o híbridos, incluida la capacitancia de</p>

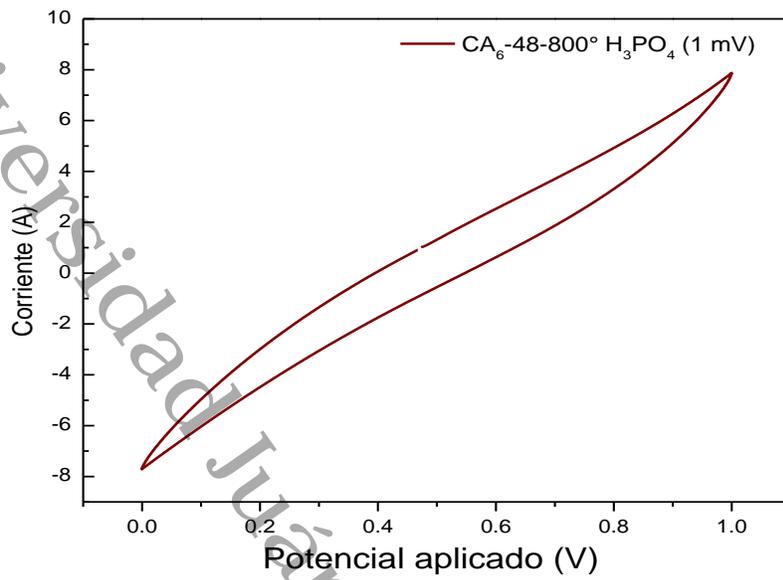
	doble capa y la contribución pseudocapacitiva para los CAs, alcanzando capacidades específicas de hasta 495 F/g a 1 mA/g, usando como agente activante KOH.
<b>Palabras claves de la Tesis:</b>	carbón activado, granos de café, supercapacitores, capacitancia específica.
<b>Referencias citadas:</b>	

Universidad Juárez Autónoma de Tabasco.  
México.

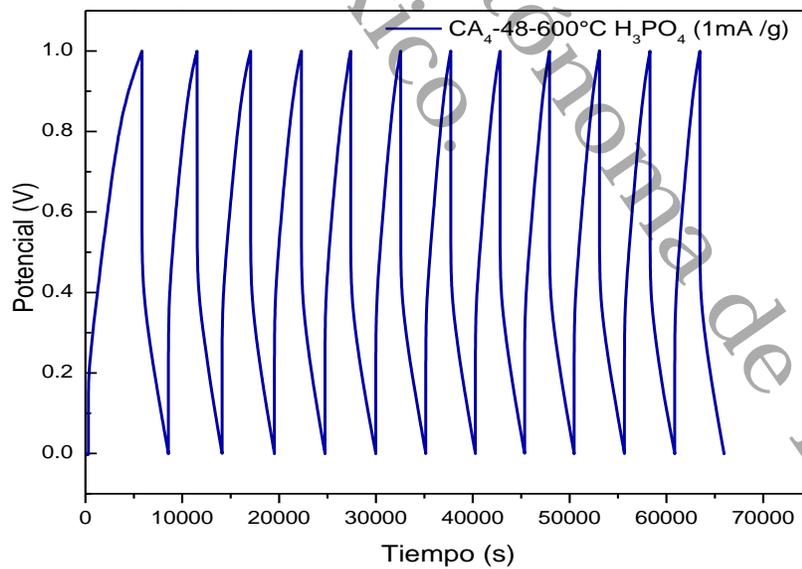
## A. Estudios electroquímicos:

1. Voltamogramas cíclicos de los electrodos de carbón activado impregnados con  $\text{H}_3\text{PO}_4$  a 1 mV/s.

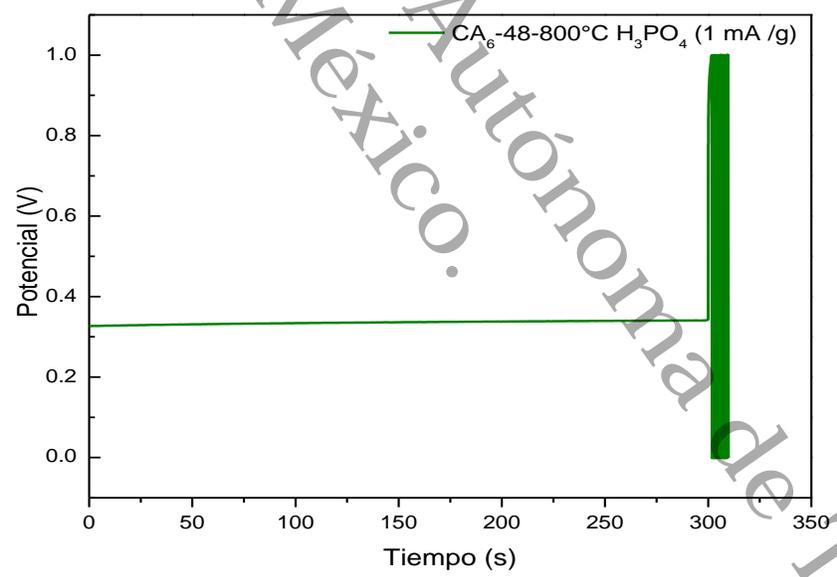
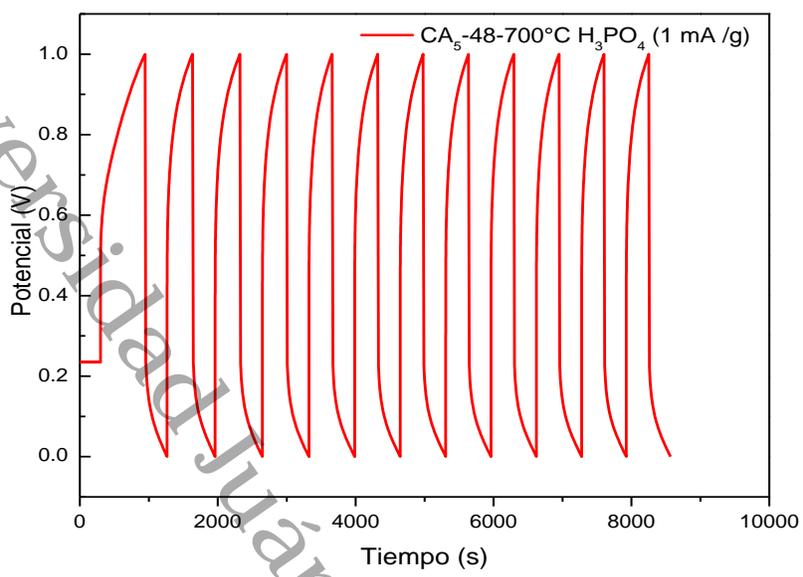




2. Gráficas galvanostáticas de carga/descarga de los electrodos de carbón activado impregnados con H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> a 1 mA/g.



Universidad Juárez Autónoma de Tabasco.



**B. Actividades académicas:**

1. Asistencia al III Foro: Avances de la Nanotecnología en Biomedicina y Medio Ambiente.



2. Participación en el Curso: Manejo básico de datos e imágenes de caracterización de materiales.

UNIVERSIDAD JUÁREZ  
AUTÓNOMA DE TABASCO  
"SERVIDO EN LA PALABRA. ACCIÓN EN LA FE"

División  
Académica  
de Ingeniería  
y Arquitectura

2020  
LEONARDO VIGILANTE

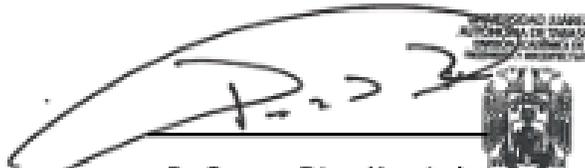
Otorga la presente

# CONSTANCIA

**A:** ALEX PÉREZ AGUIRRE

Por su participación en el Curso: «*Manejo básico de datos e imágenes de caracterización de materiales*», dirigido a estudiantes del Posgrado en Ciencias en Ingeniería, efectuado del 27 de julio a 14 de agosto del 2020 de manera virtual, por medio de la plataforma microsoft teams, con una duración de 30 horas.

Comisión, Tabasco; 18 de Agosto de 2020.

  
Dr. German Pérez Hernández  
Director

  
DIRECCIÓN

Folio CIPDAIA/2020/096-11

3. Participación en el seminario de: Introducción a la resolución de problemas de optimización de procesos químicos mediante Excel, Matlab y Aspen Plus.



4. Ponencia oral en el XXXV congreso nacional de la sociedad mexicana de electroquímica.



**XXXV CONGRESO NACIONAL DE LA SOCIEDAD MEXICANA DE ELECTROQUÍMICA**  
131 Meeting of the Mexican Section of the Electrochemical Society  
14 al 16 de octubre 2020

**Virtual**

Otorga el presente

**RECONOCIMIENTO**

A **A. Pérez Aguirre, E. del Ángel Méraz,**  
**A. E. Cruz Pérez, M. A. Pantoja Castro**

Por su participación como ponente en modalidad virtual con el trabajo titulado  
**“Fabricación de electrodos de carbón activado a partir de granos de café para su aplicación en supercapacitores”**

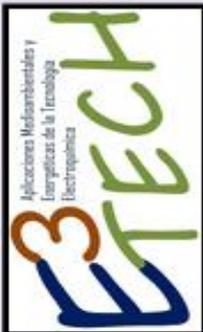
Octubre, 2020. Ciudad Juárez, Chihuahua. México.

**Dr. Bernardo A. Frontana Uribe**  
Presidente del Comité Ejecutivo de la SMEQ  
2019-2021

**Dra. Rosa A. Saucedo Acuña**  
Presidente Comité Organizador del Congreso  
Universidad Autónoma de Ciudad Juárez

**SOMOSUACJ**

5. Asistencia al evento “V Workshop de la Red E3TECH / I Workshop Iberoamericano a Distancia ‘Aplicaciones Medioambientales y Energéticas de la Tecnología Electroquímica.



Agencia Estatal de Investigación

Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades

Red de Excelencia E3TECH (CTQ2017-90659-REDT)

---

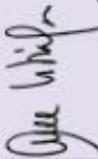
### CERTIFICADO DE ASISTENCIA

Mediante el presente documento se certifica que

**Alex Pérez Aguirre**  
*de Cundinacari, Tabasco*

ha asistido al evento “V Workshop de la Red E3TECH / I Workshop Iberoamericano a Distancia ‘Aplicaciones Medioambientales y Energéticas de la Tecnología Electroquímica’ (V E3TECH)” (28-31 Octubre, 2020) celebrado telemáticamente.

El Comité Organizador del V E3TECH,

 <b>Juan Uribe</b> Universidad de Cantabria	 <b>Ane M. Urribe</b> Universidad de Cantabria	 <b>M. Angeles Sanromán</b> Universidad de Vigo	 <b>Rebeca Marcella</b> IMDEA Energía	 <b>Marta Pazos</b> Universidad de Vigo	 <b>Ignasi Sirés</b> Universidad de Barcelona
--	---	--	---	--	--

6. Artículo publicado en la revista: Renewable Energy, Biomass & Sustainability (REB&S), Vol. 2, No. 2, 7-15.

Renewable Energy, Biomass & Sustainability (REB&S), Vol. 2, No. 2, 7-15

**Supercondensadores para el almacenamiento de energía a partir de residuos de granos de café**

Alex Pérez Aguirre<sup>1</sup>, Ezequiel Ángel Meraz<sup>1,\*</sup>

<sup>1</sup> Universidad Juárez Autónoma de Tabasco (UJAT), División Académica de Ingeniería y Arquitectura (DIAA), Posgrado en Ciencias en Ingeniería (PCI), Cunduacán, Tabasco, México

\* Autor de correspondencia: [ezequiel.meraz@ujat.mx](mailto:ezequiel.meraz@ujat.mx)

Recibido: 11 de Agosto de 2020 Aceptado: 23 de Octubre de 2020

**Resumen:** El carbón activado (CA) se preparó a partir de desechos de granos de café, el cual se preparó por activación química, usando como agente activante hidróxido de potasio (KOH) a 2 M, con tiempos de impregnación de 24 y 48 h, temperaturas de carbonización de 600 y 700 °C, una vez obtenidas las muestras de carbón activado se doparon con óxido de níquel (NiO), con la finalidad de modificar las propiedades del CA, posteriormente se caracterizaron (adsorción física de N<sub>2</sub>, FT-IR, DRX). Los composites de CA/NiO se prepararon por el método químico y se compactaron electrodos en formas de pastillas autoconsistentes, las cuales fueron colocadas en una celda de dos electrodos utilizando como electrolito ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) a 2 M. Se evaluó la parte electroquímica mediante voltametría cíclica y cronopotenciometría galvanostática, obteniendo el comportamiento de los electrodos para su aplicación en supercapacitores (SC). Finalmente se determinó la capacitancia específica de los SC, a partir de CA/NiO, como resultado se observó que las muestras de CA/NiO-48-700°C-KOH, mostraron una capacitancia máxima de: 405.405 F/g respectivamente. Esto comprueba que el óxido de níquel mejoró las propiedades del CA para su uso como electrodos en supercapacitores.

**Palabras clave:** dopaje, carbón activado, granos de café, supercapacitores, capacitancia específica

**Supercapacitors for storing energy from coffee bean waste**

**Abstract:** Activated carbon (AC) was made from coffee bean waste, which was prepared by chemical activation, using potassium hydroxide (KOH) at 2 M as activating agent, with impregnation times of 24 and 48 h, temperatures carbonization of 600 and 700 °C, once the activated carbon samples were obtained, they were doped with nickel oxide (NiO), in order to modify the electrical properties of CA, later they were characterized (physical adsorption of N<sub>2</sub>, FT-IR, XRD). The CA / NiO composites were prepared by the chemical method and electrodes were compacted into forms of self-consistent tablets, which were placed in a two-electrode cell using sulfuric acid (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) as electrolyte at 2 M. The electrochemical part was evaluated by means of Cyclic voltammetry and galvanostatic chronopotentiometry, obtaining the electrical behavior of the electrodes for their application in supercapacitors (SCs). Finally, the specific capacitance of the SC, was determined from CA / NiO, as a result it was obtained that the CA / NiO-48-700 °C-KOH samples showed a maximum capacitance of 405.405 F / g respectively. This proves that nickel oxide improved the properties of AC for use as electrodes in supercapacitors.

**Keywords:** doping, activated carbon, coffee beans, supercapacitors, specific capacitance

**Introducción**

Los supercapacitores (SC) también conocidos como condensadores electroquímicos de doble capa (EDLC), supercondensadores, pseudocapacitores, ultracondensadores, ultracapacitores, son dispositivos electroquímicos capaces de sustentar una densidad de energía inusualmente alta en comparación con los capacitores normales, presentando una capacitancia específica mayor que la de los capacitores electroquímicos de alta capacidad (Xie et al., 2016), (Lamine et al., 2014), (Cao & Yang, 2018). Los SCs son sistemas de almacenamiento de energía electroquímica más prometedores que las baterías recargables. Estos sistemas tienen diferentes aplicaciones en los campos de transporte, aereospacial, defensa nacional, información y tecnología de comunicación, a causa de la alta densidad de potencia, un largo ciclo de vida y una alta fiabilidad, incluyendo los capacitores eléctricos de doble capa (EDLCs) y pseudocapacitores (PC), que se clasifican de acuerdo a sus dos diferentes mecanismos de almacenamiento de carga (Hidayat & Muda, 2016), (González-Domínguez et al., 2018), (Cuña et al., 2014).

El material del electrodo es uno de los principales factores para determinar el rendimiento de los supercapacitores (Qi et al., 2017). La combinación de los materiales a base de carbono (Aldama, 2015), (carbón negro (Huang et al., 2017), grafeno (Han et al., 2017), nanotubos de carbono (Dai et al., 2017), aerogel de carbono (Yang et al., 2017), carbón vídrioso (Ahmed et al., 2017), carbón activado (Hall et al., 2015), y los materiales de pseudocapacitancia (óxidos metálicos)

ALDESER

Cita:

A. P. Aguirre and Á. Meraz. Supercondensadores para el almacenamiento de energía a partir de residuos de granos de café. Supercapacitors for storing energy from coffee bean waste, 2, 2,7–15, (2020).

7. Participación en el curso: Diseño de Experimentos DOE con MINITAB.

**CERTIFICATE**  
of Completion

**trainex**  
mejores negocios

**Minitab**

Trainex, S. A. de C. V. awards this Certificate of Completion to

**Alex Pérez Aguirre**

<b>Course Title</b>	<b>Duration</b>	<b>Location</b>
"Diseño de Experimentos DOE con MINITAB" - Webinar	1:30 Hours	Online

The course you have completed was designed to meet your learning needs with professional instructors in Minitab

**Date**  
November 12, 2020

**Instructor**  
Enrique Sotelo Rasgado  
Minitab Instructor

Trainex (Matriz): Tel: (722) 199-5600, 319-4892 y 319-4893 | Querétaro (442) 182-5000 ext. 2002 | Monterrey (81) 1170 8879 | [www.trainex.com.mx](http://www.trainex.com.mx)

8. Participación oral en el Congreso Internacional de Desarrollo Sustentable y Energías Renovables 2020.

**CIDSE 20**

La Asociación Latinoamericana de Desarrollo Sustentable y Energías Renovables (ALDESER) y El Colegio de Veracruz (Colver)

Otorgan el presente

**RECONOCIMIENTO**

a:

**Pérez Aguirre Alex, Del Angel Meraz Ebelia, Pantoja Castro Mayra Agustina, Olán Ramos Manuel, López Villareal Francisco.**

Por la presentación del trabajo:

**Fabricación de Supercondensadores a partir de residuos de granos de café usados para el almacenamiento de energía.**

Congreso Internacional de Desarrollo Sustentable y Energías Renovables 2020

Dr. José Luis Sandoval Herazo  
ALDESER

Dr. José Luis Marín Muñoz  
COLVER

9. Participación en el en el curso: Manejo Básico de Imágenes de Microscopía Electrónica.

UNIVERSIDAD JUÁREZ  
AUTÓNOMA DE TABASCO  
"ESTUDIO EN LA DUDA. ACCIÓN EN LA FE"

División  
Académica  
de Ingeniería  
y Arquitectura

2020  
LEONARDO VILLARDO

Otorga la presente  
**CONSTANCIA**

**A: Alex Pérez Aguirre**

Por haber participado como asistente en el curso Manejo Básico de Imágenes de Microscopía Electrónica, en el marco del IV Foro Avances de la Nanotecnología en Biomedicina y Medio Ambiente y 1er Simposio Internacional en Nanotecnología, llevado a cabo a través del Aula virtual UJAT, el 01 de diciembre del presente, con una duración de 3 horas.

Cunduacán, Tabasco; 04 de diciembre de 2020

Dr. Germán Pérez Hernández  
Director

Dra. Mayra Angélica Álvarez Lemus  
Representante del Comité Organizador

Folio: CDCE/2020/719

Use of Coffee Beans to Obtain Activated Carbon with Potential Applications as Supercapacitors

A. Pérez<sup>a</sup>, E. del Ángel<sup>a</sup>, M. A. Pantoja<sup>a</sup> and L.L. Díaz<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Universidad Juárez Autónoma de Tabasco (UJAT), División Académica de Ingeniería y Arquitectura (DAIA), Posgrado en Ciencias en Ingeniería (PCI), 86690, Cunduacán, Tabasco, México

Activated carbons (AC) from coffee bean waste were prepared by chemical activation, using as activating compounds potassium hydroxide (KOH) and potassium carbonate (K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) respectively, impregnation times of 24 and 48 hours, 600 °C and 700 °C as temperatures of activation. After that coals samples were synthesized they were doped with nickel oxide (NiO) in order to modify the electrical properties of the AC, later they were characterized (physical adsorption of using N<sub>2</sub>, FT-IR, XRD). The AC/NiO composites were prepared by the chemical method and the electrodes were compressed into pellet forms, which were placed in a two-electrode cell using 2M sulfuric acid (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) as electrolyte. Activity electrochemical was evaluated by cyclic voltammetry and galvanostatic chronopotentiometry. Finally, the specific capacitance of the supercapacitors (SCs) was determined from AC/NiO. Results of AC/NiO-48-700 °C-KOH and AC/NiO-48-700 °C-K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> materials showed maximum capacitances of: 405, 40 and 394.73 F/g respectively.

Introduction

Supercapacitors (SCs) also known as double-layer electrochemical capacitors (EDLCs), pseudocapacitors and ultracapacitors. These kind of materials are electrochemical devices capable of supporting an unusually high energy density compared to normal capacitors, also presenting a capacitance highly higher than high capacity electrolytic capacitors (1, 2, 3). Also SCs are more promising electrochemical energy storage systems than rechargeable batteries. These systems have attracted attention due to their diverse applications in the fields of transportation, aerospace, information and communication technology (4, 5, 6).

Many factor affect the performance of many supercapacitors including the material base of electrodes (7). In this sense combination of carbon-based materials (8), as black carbon (9), graphene (10), carbon nanotubes (11), carbon airtel (12), glassy carbon (13), activated carbon (14), and pseudocapacity materials (metal oxides) such as ruthenium oxide (RuO<sub>2</sub>), nickel oxide (NiO), manganese oxide (MnO<sub>2</sub>), among others (15, 16, 17), are the most widely used to obtain composite electrodes. Nowadays attention in low metal oxides including NiO and easy processes to obtain it compared for example with RuO<sub>2</sub>-taking account both show the same pseudocapacity. Therefore, NiO is a great candidate for application as compound electrodes, due to its high resistivity, good temperature stability and a relatively high surface area (18-25).

Cita:

A. P. Pérez Aguirre, E. D. A. Meraz, M. A. P. Castro, and L. L. D. Flores. Use of Coffee Beans to Obtain Activated Carbon with Potential Applications as Supercapacitors. *ECS Trans.*,101,1, 433–447, (2021).

11. participación en la Escuela Nacional de Electroquímica en Procesos Ambientales.



12. Presentación oral en el Marco del 1er Coloquio Nacional: Tendencias en el Desarrollo de los Materiales hacia los Procesos Sostenibles.

Coloquio Nacional  
1er Tendencias en el desarrollo de los materiales. Hacia los procesos sostenibles

Otorga la presente

# CONSTANCIA

A: ALEX PÉREZ AGUIRRE, EBELIA DEL ANGEL MERAZ, MAYRA AGUSTINA PANTOJA CASTRO, LAURA LORENA DÍAZ FLORES

Aula Virtual UJAT

Por la ponencia titulada

"VALORIZACIÓN DE LOS GRANOS DE CAFÉ USADOS PARA SU APLICACIÓN EN EL ALMACENAMIENTO DE ENERGÍA"

Presentada en el Marco del 1er Coloquio Nacional "Tendencias en el Desarrollo de los Materiales hacia los Procesos Sostenibles del Eje temático NANOMATERIALES PARA LA CONVERSIÓN DE ENERGÍA SOLAR en la modalidad ORAL.

Cunduacán, Tabasco; a 25 de Marzo de 2021.

Dr. Germán Pérez Hernández  
Director  
DIRECCIÓN  
División Académica de Ingeniería y Arquitectura

FOLIO: CDCE/2021/909

UNIVERSIDAD JUÁREZ AUTÓNOMA DE TABASCO  
"ESTUDIOS DE LA BIEN, ACCIÓN EN LA VIDA"

Cinvestav UNIDAD MERIDA

13. Asistencia a la conferencia NOM-036-1-STPS-2018: Factores de riesgo ergonómico en el Trabajo Identificación, análisis, prevención y control.

UNIVERSIDAD JUÁREZ AUTÓNOMA DE TABASCO  
"ESTUDIO EN LA BÚEDA. ACCIÓN EN LA FE"

SECRETARÍA DE SERVICIOS ADMINISTRATIVOS

COORDINACIÓN DE SEGURIDAD, HIGIENE Y MEDIO AMBIENTE LABORAL

Otorga la presente

# CONSTANCIA

**A: Alex Pérez Aguirre**

Por su asistencia a la conferencia "NOM-036-1-STPS-2018, Factores de riesgo ergonómico en el Trabajo Identificación, análisis, prevención y control", realizada el día 26/11/2021 a través de Aula Virtual.

Folio 3217

Villahermosa, Tabasco, México.

**MRO. JORGE MEMBREÑO JUÁREZ**  
Secretario de Servicios Administrativos

**L.A. MARTHA A. CADENA HERNÁNDEZ**  
Coordinadora de Seguridad, Higiene y Medio Ambiente Laboral

14. Participación en el Taller: Llenado de marco de referencia para acreditación ante el Sistema Nacional de Posgrado (SNP).



**El Consejo Mexicano de Estudios de Posgrado, COMEPO**  
**Otorga la presente**

**CONSTANCA**

**PÉREZ AGUIRRE ALEX**

Por su valiosa participación en el taller

"Llenado de marco de referencia para acreditación ante el Sistema Nacional de Posgrado (SNP)"  
con duración de 6 horas, en el marco del **34° Congreso Nacional de Posgrado 2021**.

León, Guanajuato, del 8 al 10 de septiembre de 2021.

**Dr. Eduardo Gómez Ramírez**  
PRESIDENTE DEL  
COMITÉ DIRECTIVO DE COMEPO

**Dr. Enrique Alejandro González Álvarez, fsc**  
RECTOR DE LA UNIVERSIDAD  
DE LA SALLE BAJÍO