

Producción de Carbón Activado a partir de Cáscara de Cacao Utilizando CO₂ como Agente
Activante y su Aplicación como Electrodo en un Supercondensador

Xiomara Andrea Gutiérrez Gil y Elizabeth Montenegro Rojas

Trabajo de Grado para Optar al Título de Ingeniera Metalúrgica

Director

Óscar Andrés Vargas Ceballos

Doctor en Química

Codirectora

Laura Ximena Arenas Cordero

Magíster en Ingeniería de Materiales

Universidad Industrial de Santander

Facultad de Ingeniería Físicoquímicas

Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales

Bucaramanga

2025

Dedicatoria

Primeramente, a Dios, por permitirme llegar hasta aquí, demostrándome una vez más que sus planes son perfectos. ¡Toda la gloria sea para Él!

A mi mamá, Ana Belén Gil Monsalve, aunque ya no estés en este plano terrenal, te haré sentir orgullosa de la mujer que formaste. Esto es una pequeña muestra de lo que soy capaz gracias a ti. Te amo y te extraño.

A mi papá, Reynaldo Gutiérrez Rueda, por ser mi pilar principal, enseñándome a través del amor y la paciencia que estoy hecha para grandes cosas, sin olvidar que "*de la prisa solo queda el cansancio*". Te amo.

A mis hermanos: Eliana, Reynaldo y Lizeth Gutiérrez, por ser mis mejores mentores y padrinos, por orientarme cada vez que quise soltarlo todo y por apoyarme en cada decisión. Quiero que sepan que este logro también es de ustedes, son mi mayor inspiración.

A mis sobrinos: Samuel, Astrid, Juan José y María José, por ser mis rayitos de luz en mis días buenos y malos. Soy la tía más feliz por tenerlos a ustedes.

A Valentina Fernández y Angy Parra, por estar siempre dispuestas a escucharme y alentarme a dar lo mejor de mí, su apoyo fue esencial en mi camino.

A Santiago Fuentes, por escucharme y siempre creer en mí, incluso cuando yo misma no lo hacía; por acompañarme en las madrugadas mientras realizaba cada trabajo; por demostrarme que no hay recompensa fácil sin un enorme esfuerzo detrás. Tu apoyo y amor incondicional también hicieron posible todo esto. Te amo.

Xiomara Andrea Gutiérrez Gil

No alcanzan las palabras para expresar lo que siente mi corazón un día como hoy.

Primero a Dios, por sostener mi mano aun cuando más sentía desfallecer, cuando todo en mí quería renunciar; por mirarme con sus ojos llenos de amor y ternura, recordándome que soy la niña de sus ojos, y que Él jamás dejará inconclusa la obra que comenzó en mí. ¡Todo se lo debo a Él!

A mi mamita hermosa, Alicia, mi mayor inspiración, mi apoyo incondicional en cada paso de la vida. Gracias por cada sacrificio hecho por amor, por entregarte sin reservas solo para verme cumplir mis sueños. Sin ti, esto no habría sido posible. Te amo con todo mi corazón.

A ti, hijo mío, tu llegada a mi vida no solo transformó mi mundo, lo reescribió por completo, despertaste en mí a una mujer valiente e inquebrantable.

A mis hermanas Brigitte y Katerine, por acompañarme siempre en el camino, por motivarme a seguir adelante y recordarme, incluso en la distancia, que nunca estoy sola.

A Diego G, por creer en mí cuando incluso yo dudaba, por llenarme de confianza e impulsarme a crecer, a desafiar mis propios límites buscando siempre mi mejor versión.

A Israel, quién me enseñó a mirar el mundo con otros ojos, con más luz y menos miedo; por ser ese amigo que contagia con su carisma a reírme con la vida.

A Kemsito, por estar presente en cada etapa de este proceso, por tu apoyo constante y ayuda invaluable; estaré siempre agradecida contigo.

A mi Paito, por ser ese hombro donde pude recostarme tantas veces brindando alivio a mi corazón; por permanecer a mi lado a través de los años, haciéndome sentir, siempre, superpoderosa.

A mi Aleja, por llegar a mi vida, convirtiéndose en más que una amiga; quién me motivó hasta el cansancio a inscribirme en esta maravillosa universidad. Me hiciste ver que la vida da tantas oportunidades y que una caída solo es para tomar impulso.

Elizabeth Montenegro Rojas

Agradecimientos

Agradecemos primeramente a la Universidad Industrial de Santander y a la escuela de **Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales** por brindarnos los conocimientos y bases necesarias para nuestra formación profesional.

A nuestro director, **Óscar Andrés Vargas Ceballos** y nuestra Codirectora, **Laura Ximena Arenas Cordero**, por brindarnos su apoyo y orientación en cada paso de la realización de este proyecto.

Al proyecto de regalías BPIN2021000100226-SGR por brindar el material y recursos necesarios para llevar a cabo esta investigación.

Al **Grupo de Investigación en Desarrollo y Tecnología de Nuevos Materiales (GIMAT)** por sus instalaciones y los recursos brindados.

Al **centro de Investigaciones en Catálisis – CICAT** y al **Grupo de Investigación en Polímeros – GIP**, por su colaboración para los resultados de caracterización textural.

A la escuela de **Química**, por su colaboración para los análisis elementales de nuestras muestras.

A los técnicos **Javier, Mario y César**, por su disposición y paciencia al orientarnos, compartiendo sus conocimientos y haciendo más fácil nuestro camino.

Y a cada persona que nos brindó su mano o palabras de apoyo cuando lo requerimos, gracias.

Tabla de Contenido

	Pág.
Introducción	12
1. Antecedentes	13
1.1 Cáscara de cacao	13
1.2 Electrodo de carbón activado.....	14
1.3 Supercondensadores	15
1.4 Activación física y activación química	16
2. Objetivos	19
2.1 Objetivo general	19
2.2 Objetivos específicos.....	19
3. Metodología	20
3.1 Recolección de la materia prima	20
3.2 Preparación del material carbonoso	21
3.2.1 Pretratamiento (lavado y secado).....	21
3.2.2 Activación	22
3.2.3 Carbonización.....	23
3.3 Identificación de propiedades de los carbones activados	24
3.3.1 Caracterización de las muestras	24
3.4 Preparación de electrodos.....	25
3.5 Evaluación de electrodos.....	26
3.5.1 Voltamperometría cíclica.....	26

3.5.2 Carga y descarga galvanostática.....	26
3.5.3 Impedancia	27
4. Resultados y discusión	28
4.1 Codificación de las muestras.....	28
4.2 Caracterización fisicoquímica del carbón activado.....	28
4.2.1 Caracterización por Análisis Termogravimétrico (TGA)	29
4.2.2 Análisis Elemental (CHNS)	31
4.2.3 Caracterización Superficial (BET).....	32
4.3 Voltamperometría Cíclica (CV).....	34
4.4 Carga y descarga galvanostática.....	38
4.5 Espectroscopía de impedancia electroquímica.....	42
5. Conclusiones	46
6. Recomendaciones.....	47
Referencias Bibliográficas.....	48
Apéndices.....	53

Lista de Tablas

	Pág.
Tabla 1. Codificación de las muestras.....	28
Tabla 2. Porcentajes de cenizas obtenidos	31
Tabla 3. Resultados del análisis elemental.....	32
Tabla 4. Resultados análisis BET.....	33
Tabla 5. Valores de capacitancia de los electrodos CAQ800/2 CO ₂ y CAQ800/2 N ₂ a diferentes densidades de corriente en KOH 6M.....	40
Tabla 6. Parámetros del circuito equivalente obtenidos mediante espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS) en KOH 6M.....	45

Lista de Figuras

	Pág.
Figura 1. Partes de la cáscara de cacao	14
Figura 2 Tamaño de poros en un carbón activado.....	15
Figura 3. Representación esquemática de un EDLC.....	16
Figura 4. Diagrama de bloques de la metodología.....	20
Figura 5 Lavado de la materia pima.....	21
Figura 6. Activación física	22
Figura 7. Proceso de activación química de la materia prima.....	23
Figura 8. Proceso de carbonización.....	24
Figura 9 Proceso de fabricación de electrodos.....	25
Figura 10. Montaje para la prueba de voltamperometría cíclica.....	26
Figura 11. Montaje de prueba galvanostática carga y descarga	27
Figura 12. Curvas de pérdida de peso	30

Lista de Apéndices

	Pág.
Apéndice A. Isoterma de adsorción/desorción de N ₂ a -196°C.....	53
Apéndice B. Voltamperometrías de los CAF600.....	54
Apéndice C. Voltamperometrías de los CAQ600	55
Apéndice D. Voltamperometrías de los CAF800.....	56
Apéndice E. Voltamperometrías de los CAQ800	57

Resumen

Título: Producción de Carbón Activado a partir de Cáscara de Cacao Utilizando CO₂ como Agente Activante y su Aplicación como Electrodo en un Supercondensador *

Autor: Xiomara Andrea Gutiérrez Gil, Elizabeth Montenegro Rojas **

Palabras Clave: Biomasa, cáscara de cacao, electrodos, carbón activado, supercondensadores.

Descripción:

Los residuos agroindustriales han dejado de ser considerados simples desechos para convertirse en una valiosa fuente de materia prima. En este trabajo, se propone el uso de la cáscara de cacao como precursor para la fabricación de electrodos destinados a supercondensadores, explorando su potencial como alternativa sostenible. Para ello, se prepararon carbones activados bajo diferentes condiciones de activación, empleando dos métodos: activación física con CO₂ y activación química con ZnCl₂ en una proporción 2:1 respecto a la biomasa, seguida de una activación física adicional con CO₂. El uso de CO₂, aunque no es el más común, se consideró estratégico para aprovechar emisiones residuales este gas como un recurso útil.

La activación térmica se llevó a cabo a temperaturas de 600 °C y 800 °C, con tiempos de carbonización de 1, 2 y 3 horas. Los resultados evidenciaron que el electrodo activado químico-físicamente a 800 °C durante 2 horas presentó el mejor desempeño capacitivo, alcanzando 81,89 F/g en pruebas de voltamperometría cíclica, además de mostrar una alta estabilidad tras 1000 ciclos de carga y descarga.

Adicionalmente, se realizaron análisis elementales (CHNS) y caracterización textural mediante adsorción de nitrógeno, destacándose un área superficial máxima de 1746,0 m²/g. Estos hallazgos confirman que el carbón activado obtenido es un buen candidato para el desarrollo de electrodos en dispositivos de almacenamiento energético.

* Proyecto de grado

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales. Director: Óscar Andrés Vargas Ceballos. Doctor en Química. Codirectora: Laura Ximena Arenas Cordero. Magister en Ingeniería de Materiales

Abstract

Title: Production of Activated Carbon from Cocoa Shell Using CO₂ as an Activating Agent and its Application as an Electrode in a Supercapacitor *

Author(s): Xiomara Andrea Gutiérrez Gil, Elizabeth Montenegro Rojas **

Key Words: Biomass, cocoa husk, electrodes, activated carbon, supercapacitors.

Description:

Agro-industrial residues are no longer viewed as simple waste, but as valuable source materials for material development. In this study, we propose the use of cocoa shells as a source material for the fabrication of electrodes for supercapacitors, exploring their potential as a sustainable alternative. To this end, the energy storage capacity was evaluated under different activation conditions using two methods: physical activation with CO₂ and chemical activation with ZnCl₂ at a 2:1 ratio relative to the biomass, followed by an additional physical activation with CO₂. Although CO₂ is not the most used activating agent, its use was strategically considered to repurpose this gas as a valuable resource. Agro-industrial residues are no longer viewed as simple waste but have become valuable sources of raw materials. In this study, cocoa shells are proposed as precursors for the fabrication of electrodes for supercapacitors, exploring their potential as a sustainable alternative. To this end, activated carbons were prepared under different activation conditions using two methods: physical activation with CO₂ and chemical activation with ZnCl₂ at a 2:1 ratio relative to the biomass, followed by an additional physical activation with CO₂. Although CO₂ is not the most used activating agent, its use was strategically considered to repurpose residual emissions as a valuable resource.

Thermal activation was carried out at temperatures of 600 °C and 800 °C, with carbonization times of 1, 2, and 3 hours. The results showed that the electrode subjected to combined chemical and physical activation at 800 °C for 2 hours delivered the best capacitive performance, achieving 81,89 F/g in cyclic voltammetry tests and demonstrating high stability after 1,000 charge–discharge cycles.

Additionally, elemental analysis (CHNS) and textural characterization via nitrogen adsorption revealed a maximum surface area of 1,746.0 m²/g. These findings confirm that the resulting activated carbon is a highly suitable candidate for the development of electrodes in energy storage devices.

* Degree project

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales. Director: Óscar Andrés Vargas Ceballos. Doctor en Química. Codirectora: Laura Ximena Arenas Cordero. Magister en Ingeniería de Materiales

Introducción

La búsqueda de nuevas alternativas para almacenamiento de energía ha sido todo un reto. Sin embargo, debido a que la demanda energética sigue en aumento, es necesario que exista una solución para lograr almacenar y a su vez, acceder a la energía eléctrica; esto último va de la mano con algunos objetivos que plantea la Organización de las Naciones Unidas (ONU). En cuanto al panorama actual de los dispositivos de almacenamiento podemos encontrar los supercondensadores, los cuales poseen una capacitancia específica alta y soportan más ciclos de carga y descarga que otras baterías convencionales (Banerjee et al., 2025).

En la agroindustria solo se aprovecha el 26 % del cacao, mientras que el 74 % restante, como la cáscara, se desecha y genera impacto ambiental (Villamizar & López, 2017). Para dar valor a estos residuos y apoyar los Objetivos de desarrollo sostenible (ODS) de la ONU, se propone su uso en la producción de carbón activado para electrodos en supercondensadores, aprovechando sus propiedades físico-químicas.

Un ejemplo de lo anterior es el caso de (Le Van & Luong Thi Thu, 2019) utilizaron cáscaras de arroz y crearon electrodos que alcanzaron capacitancias de 205 F/g; en 2020 (Yetri et al., 2020a) fabricaron electrodos con cáscara de cacao alcanzando capacitancias de 140 F/g. También se encuentra el caso de (Farma et al., 2023) desarrollaron electrodos para supercapacitores utilizando cáscaras de avellana, obteniendo capacitancias de 137,6 F/g y 166,4 F/g. Con lo anterior, se puede demostrar que el almacenamiento de energía se favorece gracias a este tipo de carbón activado creado con de residuos agroindustriales.

Este proyecto busca convertir la cáscara de cacao en carbón activado, usando CO₂ como agente activante, para su posible uso en supercondensadores.

1. Antecedentes

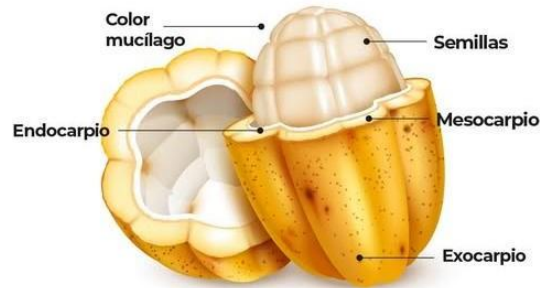
1.1 Cáscara de cacao

La cáscara de cacao *Theobroma cacao L.* es un residuo lignocelulósico que presenta un alto contenido en celulosa, hemicelulosa y lignina, debido a esto, es un material de difícil degradación, el cual es desechado en los cultivos cacaoteros donde generalmente no se les da una buena disposición final generando así problemáticas ambientales.

Según datos de la Federación Nacional de Cacaoteros, representa del 52-70% del peso fresco del fruto de cacao, se estima que en el 2021 en Colombia se alcanzó 2,1 millones de toneladas/año de este residuo y frecuentemente no tienen ningún uso, estos subproductos de residuos agroindustriales constituyen parte importante de la reserva energética sustentable del mundo, buscando así nuevas alternativas de aprovechamiento.

Figura 1.

Partes de la cáscara de cacao



Nota. Tomado de: (Agrokrebs, 2021)

1.2 Electrodo de carbón activado

Los materiales carbonosos son los materiales más utilizados para la fabricación de electrodos (Simon & Gogotsi, 2013), pueden obtenerse de residuos lignocelulósicos, ofreciendo una opción económica y ecológica. Su alta área superficial, buena conductividad, peso ligero y estabilidad química y térmica los hacen ideales para supercondensadores (Manasa et al., 2022).

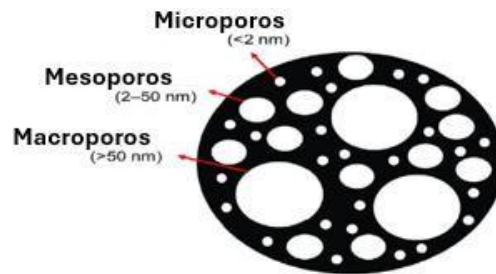
La preparación del carbón activado (CA) suele implicar la precarbonización del precursor seguida de activación física o química para generar estructuras porosas. La activación física se lleva a cabo en una atmósfera oxidativa (como CO₂, O₂ o vapor) a temperaturas aproximadas de 600–1200 °C, mientras que la activación química se refiere al tratamiento térmico con productos químicos (KOH, NaOH, H₃PO₄, ZnCl₂, K₂CO₃, etc.) a temperaturas relativamente más bajas (Miao et al., 2020).

La estructura porosa obtenida por el electrodo se clasifica según su tamaño y forma: microporos, mesoporos y macroporos; < 2 nm, entre 2-50 nm y > 50 nm respectivamente. Los macroporos pueden actuar como depósitos de almacenamiento de iones, disminuyendo las

distancias de transporte desde el electrolito hasta el electrodo. Los mesoporos pueden ofrecer canales para la transferencia de carga. Finalmente, los microporos aseguran una alta área superficial y contribuyen a la capacitancia eléctrica de doble capa (Manasa et al., 2022).

Figura 2

Tamaño de poros en un carbón activado



Nota. Adaptado de: Recent progress on biomass waste derived activated carbon electrode materials for supercapacitors applications—A review de Manasa et. al, 2022.

1.3 Supercondensadores

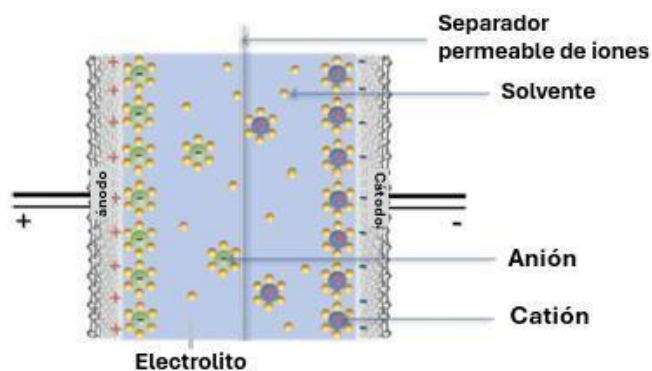
Son dispositivos electroquímicos capaces de almacenar y liberar energía eléctrica de manera rápida, presentan ciclos de vida prolongados y se consideran como dispositivos versátiles de almacenamiento de energía, superando a los condensadores tradicionales (Liao et al., 2024).

Los supercondensadores cuentan con dos electrodos carbonosos, un electrolito (acuoso o no) y una membrana porosa que da paso a la permeación del electrolito. Su alta capacidad se debe a la mínima separación y gran área interfacial entre la configuración intrínseca de doble capa, lo que permite cargas y descargas rápidas (Miao et al., 2020).

La capacidad de un supercondensador depende de la porosidad y área superficial del electrodo. Materiales como carbones, polímeros conductores y metales de transición son comunes. Se han usado diversos carbones derivados de biomasa, como carbón activado, aerogeles, grafeno y CNT, la biomasa se destaca por su bajo costo y disponibilidad. (Manasa et al., 2022).

Figura 3.

Representación esquemática de un EDLC



Nota. Adaptado de Recent advances in carbon-based supercapacitors de Miao et. al, 2020.

1.4 Activación física y activación química

La activación física comprende dos pasos: el primero, hace referencia a la carbonización o pirólisis del material precursor, consiste en llevar a altas temperaturas la materia prima (aproximadamente de 600-800°C) en atmósferas inertes, generalmente de nitrógeno, para romper las uniones que se encuentran entre los átomos de carbono, liberando así gases volátiles y compuestos orgánicos volátiles debido a la deshidratación del material. De esta manera, incrementa la proporción de átomos de carbono formando una estructura carbonosa; el segundo paso, consiste en la activación: se lleva a cabo a altas temperaturas (aproximadamente entre 800°-

1000°C) en presencia de agentes oxidantes como CO₂ o vapor de agua (Ospina-Guarín et al., 2014), (Gunasekaran & Badhulika, 2022).

Por otro lado, la activación química consiste en desarrollar mayor porosidad en el carbón incrementando su área superficial logrando mejor capacidad de absorción. Se da por la reacción entre la materia precursora y el agente activador, donde el tiempo, la temperatura y la concentración son decisivos. En este proceso la biomasa se impregna con sustancias químicas y, posteriormente, es carbonizada a temperaturas entre 400°C y 900°C, este método podría complementar la activación física o sustituirla, aunque los métodos químicos generan un mayor grado de porosidad en comparación con los métodos físicos al promover reacciones de deshidratación u oxidación en el precursor celulósico (Ospina-Guarín et al., 2014). Se realiza con agentes activadores preferiblemente deshidratantes, los tres más frecuentes son el cloruro de zinc (ZnCl₂), el ácido fosfórico (H₃PO₄) y el hidróxido/carbonato de potasio (KOH/K₂CO₃). Aunque cada uno de estos reactivos produce un gran desarrollo de porosidad, existen diferencias entre ellos al aumentar el grado de activación. Mientras que el KOH solo produce un ensanchamiento del tamaño de los microporos, el ZnCl₂ desarrolla adicionalmente una pequeña mesoporosidad y el H₃PO₄ conduce a una distribución de tamaño de poro más heterogénea (Molina-Sabio & Rodríguez-Reinoso, 2004).

(Tsai et al., 2020): realizaron un estudio con cascarilla de cacao, donde estudiaron la viabilidad de usar el carbón activado como adsorbente de bajo costo para la eliminación de compuestos orgánicos en soluciones acuosas. Mediante activación con KOH, se logró un carbón activado con alta área superficial, alcanzando aproximadamente 1800 m²/g a 800 °C

(Yetri et al., 2020): hicieron una combinación de activación química y física en desechos de cacao, usando KOH 0.4 M como agente activante y carbonizando a una temperatura de 700°C bajo una atmósfera de CO₂, logrando así una capacitancia específica de 140,2 F·g⁻¹

(Awitdrus et al., 2022): crearon electrodos de carbón activado, utilizando KOH como agente activante y carbonizando a 950°C con nitrógeno y CO₂, obteniendo una capacitancia específica de 131 F·g⁻¹.

(Ramírez-Valencia et al., 2024): utilizaron cáscaras de cacao para crear electrodos de carbón activado, usando KOH como agente activante y carbonizando sobre los 800°C, obteniendo finalmente una capacitancia específica de 120 F·g⁻¹.

2. Objetivos

2.1 Objetivo general

Obtener un carbón activado a partir de residuos agroindustriales de cacao, usando CO₂ como agente activante, para determinar su comportamiento como electrodo de un supercondensador.

2.2 Objetivos específicos

Obtener un carbón activado a partir de cáscara de cacao utilizando CO₂ como agente activante.

Identificar las propiedades fisicoquímicas y texturales (área superficial y volumen de poros) de los carbones preparados.

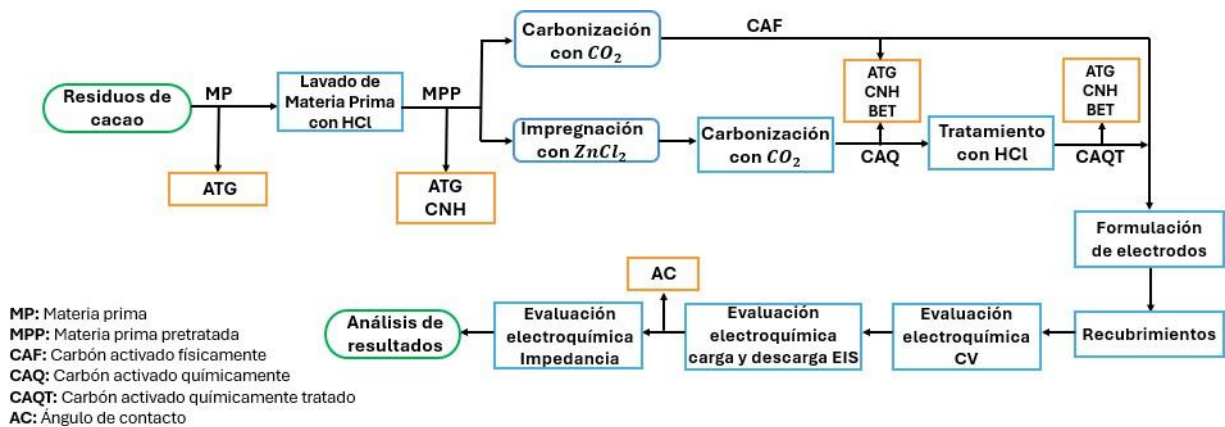
Evaluar el comportamiento y el desempeño electroquímico de los carbones activados preparados, como electrodos en un supercondensador.

3. Metodología

A continuación, se describe cada etapa realizada para la realización del presente trabajo, la cual se resume en el diagrama de bloques de la Figura 4.

Figura 4.

Diagrama de bloques de la metodología



3.1 Recolección de la materia prima

La etapa inicial de este proyecto abarcó la recolección de los residuos de cáscara de cacao, los que primero pasaron por un proceso de extracción de polifenoles. Los residuos fueron proporcionados por el grupo de investigación CICTA de la UIS.

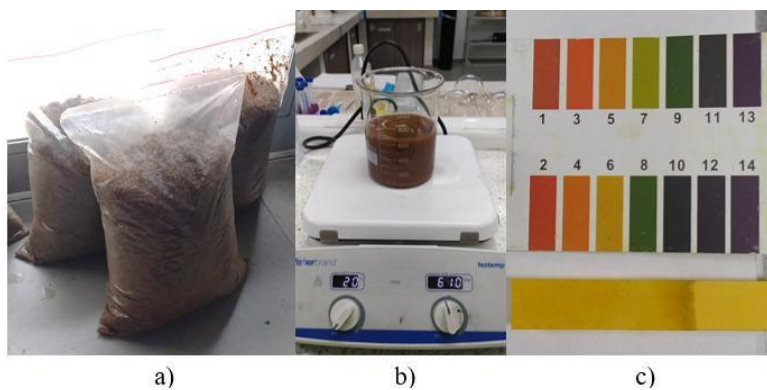
3.2 Preparación del material carbonoso

3.2.1 Pretratamiento (lavado y secado)

Para la realización del pretratamiento se hicieron dos lavados: el primero, con ácido clorhídrico (HCl) 1M a temperatura ambiente por 2 horas a temperatura ambiente mediante agitación magnética a 600 rpm, esto con el fin de poder eliminar las sustancias inorgánicas que se pudiesen encontrar presentes en el material. El segundo lavado se realizó con agua destilada hasta lograr un pH cercano al neutro, tal como se observa en la Figura 5. Finalmente, la muestra se secó a 80°C por 24 horas.

Figura 5

Lavado de la materia prima



Nota. a) Materia prima sin lavar, b) Pretratamiento de materia prima, c) Tira de pH después del lavado

3.2.2 Activación

Esta etapa se dividió en dos partes: primero, se realizó activación física y se analizaron los resultados obtenidos. Una vez encontrado los mejores resultados se procedió a la segunda parte donde se activó primero química y luego físicamente.

La activación física se realizó con un horno tubular (Figura 6), por el que se inyectó CO₂ (agente activante) a la materia prima pretratada (MPP), mientras se realizó la carbonización.

La activación química se muestra en la Figura 7, la cual se realizó con cloruro de zinc (ZnCl₂) a una proporción 2:1 (material: ZnCl₂) mediante agitación magnética a 600 rpm y a una temperatura de 80°C por 2 horas. Luego, la materia se llevó a la estufa por 9 horas a 70°C. Finalmente, se realizó la activación física mencionada en el párrafo anterior.

Figura 6.

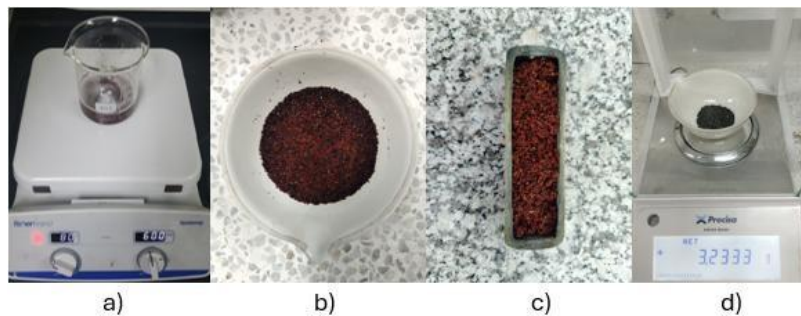
Activación física



Nota. a) Materia prima pretratada antes de entrar al horno tubular, b) Horno tubular

Figura 7.

Proceso de activación química de la materia prima



Nota. a) Agitación a 600rpm, b) Materia prima pretratada activada luego del secado, c) Materia prima pretratada activada lista para carbonizar, d) Carbón activado obtenido.

3.2.3 Carbonización

Para las carbonizaciones del material, se utilizó una atmósfera de CO₂ con un flujo constante de 0,098 L/min y variaciones de temperatura de 600 y 800°C con una rampa de calentamiento de 10°C/min. De igual forma, se evaluaron bajo 3 tiempos de activación (1, 2 y 3 horas); las condiciones anteriores fueron tomadas como guía de (Nabais et al., 2008; Vidal et al., 2018) y mediante el ATG bajo atmósfera de CO₂ realizado a la materia prima se corroboraron dichas condiciones, en la Figura 8 se puede observar el carbón activado resultante de este proceso.

Figura 8.

Proceso de carbonización



Nota. a) Materia prima en el horno tubular, b) Carbón activado obtenido

3.3 Identificación de propiedades de los carbones activados

3.3.1 Caracterización de las muestras

Se realizaron 3 tipos de caracterizaciones: La primera, análisis elemental CHNS (Carbono, hidrógeno, nitrógeno y azufre) a la materia pretratada y a los carbones obtenidos de las carbonizaciones. Este análisis se hizo con un analizador elemental Vario Elcube a una temperatura de combustión de 1150°C y una temperatura de reducción de 850°C con un flujo de gas de O₂ a 230 L/min. La segunda caracterización realizada fue análisis termogravimétrico (TGA) el cual se ejecutó a distintas atmósferas (Aire y CO₂) tanto para la materia pretratada como para los carbones obtenidos. Finalmente, se realizó análisis de adsorción de N₂ para determinar el área superficial específica por el método BET (*Brunauer-Emmett-Teller*) y el volumen de poros a los carbones obtenidos.

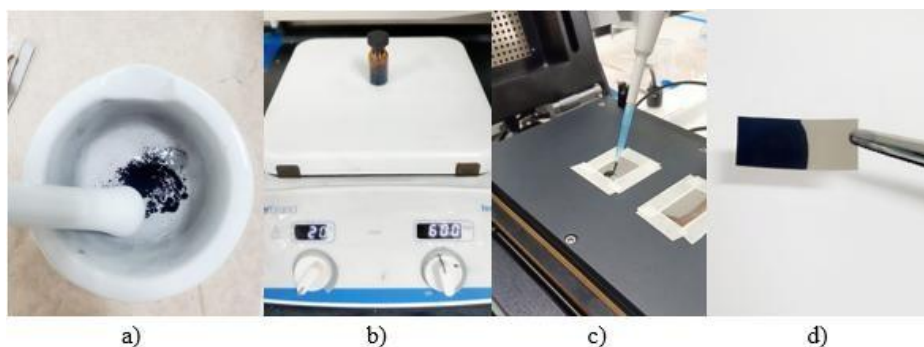
3.4 Preparación de electrodos

Para poder evaluarlos, se fabricaron electrodos con un recubrimiento de los carbones activados obtenidos después de cada proceso de carbonización, dichos recubrimientos se realizaron sobre unas láminas de acero inoxidable austenítico.

Cada electrodo fue preparado mediante una mezcla de carbón activado, aglutinante y aditivo conductor bajo una formulación 80:10:10. En una preparación típica, se tomaron 250 mg de carbón activado y 31,2 mg de carbón conductor súper P, los cuales se maceraron y se vertieron en un vaso de precipitado de 25 ml. Luego, se agregó 31,2 mg de difluoruro de polivinilideno (PDVF); luego, se adicionaron 1,3 ml de N-metil-2-pirrolidona (NMP) como solvente, todo se mezcló en una plancha de agitación magnética. La mezcla se dejó agitando por 24 horas a 1000 rpm y finalmente se realizó el recubrimiento mediante la técnica de deposición por cuchilla o Doctor Blade, la Figura 9 muestra el proceso realizado.

Figura 9

Proceso de fabricación de electrodos



Nota. a) Carbón activado (80%) PVDF (10%) y Carbón super P (10%), b) Agitación de tinta para electrodo, c) Tinta depositada en láminas de acero inoxidable austenítico, d) Electrodo final.

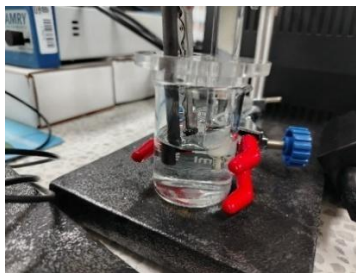
3.5 Evaluación de electrodos

3.5.1 Voltamperometría cíclica

Esta prueba se realizó en una ventana de potencial de -1 a 0 V, aplicando diferentes velocidades de barrido de potencial (5, 10, 20, 50 y 100 mV/s) a un sistema electroquímico, basado en un electrolito acuoso (KOH 6M), un electrodo de trabajo (electrodo fabricado con carbón activado), un electrodo de referencia (Ag/AgCl) y un contraelectrodo (barra de grafito) tal como se observa en la Figura 10.

Figura 10.

Montaje para la prueba de voltamperometría cíclica.



3.5.2 Carga y descarga galvanostática

En la Figura 11 se describe el paso a paso para la creación de los electrodos utilizados para carga y descarga, los cuales consistían en una celda completa tipo botón, donde los electrodos utilizados presentaron masas similares, además, se utilizó fibra de vidrio Whatman como

separador. Este paso se realizó con el carbón activado con mejor respuesta capacitiva y fue evaluado a diferentes densidades de corriente (0,5, 2 y 5 A/g).

Figura 11.

Montaje de prueba galvanostática carga y descarga



3.5.3 Impedancia

Los electrodos estudiados fueron sometidos a Espectroscopía de Impedancia Electroquímica (EIS, por sus siglas en inglés), con el fin de estimar su conductividad eléctrica. El análisis se llevó a cabo aplicando una señal sinusoidal de corriente alterna de ± 10 mV, variando la frecuencia de 100 kHz a 10 mHz, y manteniendo los electrodos en potencial de circuito abierto.

Para evaluar la influencia de la atmósfera controlante durante la carbonización, se fabricaron electrodos con la mejor ruta de síntesis con mejor desempeño electroquímico bajo un flujo de nitrógeno. Siendo evaluados de igual forma por CV, carga y descarga y EIS en KOH 6M como electrolito.

4. Resultados y discusión

4.1 Codificación de las muestras

Para tener claridad con los resultados obtenidos, se optó por asignar unas etiquetas a cada condición realizada, es decir, para el carbón activado físicamente a 600°C por 1h se le asignó la etiqueta CAF600/1 y así sucesivamente para cada muestra, siendo así:

Tabla 1.

Codificación de las muestras

Condiciones	Etiqueta
600°C 1h act. Física	CAF600/1
600°C 2h act. Física	CAF600/2
600°C 3h act. Física	CAF600/3
800°C 1h act. Física	CAF800/1
800°C 2h act. Física	CAF800/2
800°C 3h act. Física	CAF800/3
600°C 1h act. Química	CAQ600/1
600°C 2h act. Química	CAQ600/2
600°C 3h act. Química	CAQ600/3
800°C 1h act. Química	CAQ800/1
800°C 2h act. Química	CAQ800/2
800°C 3h act. Química	CAQ800/3

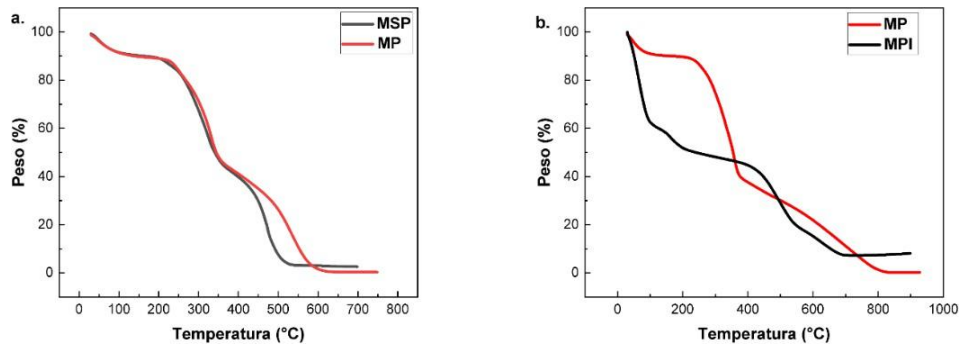
4.2 Caracterización fisicoquímica del carbón activado

Una vez realizadas las activaciones se obtuvo un material con un rendimiento de carbón activado/ biomasa aproximadamente del 30 %.

4.2.1 Caracterización por Análisis Termogravimétrico (TGA)

Esta caracterización se llevó a cabo a diferentes muestras en diferentes atmósferas, a la materia prima recibida sin pretratamiento (MSP) y a la materia prima pretratada con HCl (MP) bajo atmósfera de aire con el fin de analizar el porcentaje de cenizas y la disminución de materia no volátil. También se realizó en la materia prima pretratada impregnada con ZnCl₂ (MPI) y en la MP en atmósfera de dióxido de carbono (CO₂) con el fin de obtener la temperatura donde la materia se logra estabilizar (Figura 12).

En la Figura 12.a se observa que la muestra MP presenta una pérdida de masa por debajo de los 200 °C, atribuida a la eliminación de humedad. Posteriormente, entre los 200 °C y 400 °C, ocurre la descomposición térmica de la hemicelulosa y la celulosa. Finalmente, alrededor de los 600 °C, tiene lugar la descomposición de la lignina, alcanzando una estabilización térmica a temperaturas superiores (Manals et al., 2011), con un residuo final (ceniza) del 0,305 %. Un comportamiento similar se presenta en la muestra MSP; sin embargo, esta exhibe una degradación menos progresiva en la última etapa y un contenido de ceniza superior (2,580 %), como se muestra en la Tabla 2. Este resultado sugiere que el pretratamiento aplicado mejora las condiciones estructurales y la estabilidad térmica de la biomasa. El lavado se realiza para eliminar las impurezas de la superficie y evitar obstrucción en la porosidad que se va a formar. (Haider et al., 2025)

Figura 12.*Curvas de pérdida de peso*

Nota. a. TGA de materia prima sin pretratamiento (MSP) y pretratada (MP) en atmósfera de oxígeno (O₂). b. TGA de la materia prima pretratada (MP) y de la materia prima pretratada impregnada con ZnCl₂ (MPI) en atmósfera de dióxido de carbono (CO₂).

En la Figura 12.b se evidencia que la impregnación con ZnCl₂ tiene un efecto favorable sobre la descomposición térmica de la biomasa. Este compuesto actúa como agente deshidratante y catalizador, facilitando la eliminación más eficiente de los componentes volátiles y promoviendo la formación de sitios activos. La reducción en el contenido de volátiles surge ya que los activadores degradan la estructura superficial del carbón activado y, por lo tanto, facilitan la eliminación más fácil de las sustancias volátiles (Suhdi & Wang, 2021). Esto contribuye a la obtención de carbones activados con alta porosidad. Además, se observa que la muestra impregnada (MPI) presenta una estabilización más temprana de la curva de pérdida de masa, lo que indica una mayor eficiencia en la activación térmica y una conversión más controlada del material precursor. Adicionalmente, a partir de esta gráfica se extraen las temperaturas a las cuales se realizarán las carbonizaciones en la misma atmósfera (600°C y 800°C), esto debido a que a

600°C es una temperatura donde ha completado la mayor parte de su descomposición y a 800°C ya ha alcanzado la estabilización.

Tabla 2.

Porcentajes de cenizas obtenidos

Condiciones	%cenizas
MSP	2,582
MP	0,305

4.2.2 Análisis Elemental (CHNS)

Los valores obtenidos de carbono (C), hidrógeno (H) y nitrógeno (N)) se reportan en la Tabla 3. Los datos de oxígeno no fueron reportados debido a fallas técnicas en el laboratorio responsable del análisis de cenizas en las muestras. Según los resultados obtenidos, los carbones activados únicamente mediante activación física (CAF) presentan un mayor contenido de carbono en comparación con aquellos sometidos a activación química seguida de activación física (CAQ), con una disminución de 83,4 % a 61 %.

Asimismo, la temperatura de activación influye significativamente en la composición elemental. En el caso de la activación física, al aumentar la temperatura de 600 °C a 800 °C, el contenido de hidrógeno tiende a disminuir de 8,8 % a 1,4 %, debido a procesos de deshidrogenación del material.

Tabla 3.*Resultados del análisis elemental*

Muestras	C (%)	H (%)	N (%)	S (%)
CAF600/1	83,4	8,2	2,0	0,03
CAF600/2	83,7	8,0	2,11	0,02
CAF600/3	81,7	7,3	2,1	0,03
CAF800/1	79,1	1,4	2,0	0,05
CAF800/2	77,8	2,7	1,9	0,06
CAF800/3	77,1	2,8	1,9	0,2
CAQ600/1	64,8	6,9	1,3	0,1
CAQ600/2	65,0	7,8	1,2	0,1
CAQ600/3	61,0	8,8	1,2	0,1
CAQ800/1	66,75	3,51	1,34	0,219
CAQ800/2	65,1	6,6	1,3	0,1
CAQ800/3	64,4	7,0	1,3	0,1
CAQ800/2 N ₂	67,65	3,123	1,03	0,159

Nota. No se pudo medir el contenido de cenizas, por lo que tampoco se pudo calcular el contenido de oxígeno.

Por otro lado, el contenido de nitrógeno muestra una ligera disminución en las muestras con activación química (CAQ), siendo estos valores inferiores a los observados en las muestras activadas únicamente con CO₂ (CAF), lo que sugiere que dicho reactivo facilita la liberación de los grupos funcionales nitrogenados.

4.2.3 Caracterización Superficial (BET)

El análisis BET (a partir de la isoterma de adsorción de N₂) indicó que la muestra CAF600/1 no arrojó resultados, al igual que otras condiciones no incluidas en la Tabla 4, lo que sugiere ausencia de porosidad o predominancia de macroporos no detectables por esta técnica. En la Tabla

4 se presentan los valores de área superficial y volumen de poros, donde se evidencia una distribución dominante de microporos, acompañada por una proporción significativa de mesoporos.

Tabla 4.

Resultados análisis BET.

Muestras	S _{BET} [m ² /g]	S _{micro} [m ² /g]	S _{meso} [m ² /g]	V _{total} [cm ³ /g]	V _{micro} [cm ³ /g]	V _{meso} [cm ³ /g]
CAF600/1	272,8	-	-	-	-	-
CAF800/3	482,0	448,70	33,3	0,18704	0,17642	0,01062
CAQ600/1	1542,0	868,12	673,88	0,67545	0,43166	0,24379
CAQ600/2	1536,0	772,78	763,22	0,69023	0,40015	0,29008
CAQ600/3	1537,0	725,55	811,44	0,70066	0,39661	0,30405
CAQ800/1	1478,27	784,06	693,93	0,63939	0,38394	0,25545
CAQ800/2	1746,0	937,50	808,5	0,76814	0,46527	0,30287
CAQ800/3	1501,0	1059,93	441,97	0,62329	0,45271	0,17058
CAQ800/2 N ₂	1247,06	686,42	560,64	0,54417	0,33508	0,20909

Cabe resaltar, que la muestra de CAQ800/2 sobresale a las demás presentando el área superficial más alta, su elevado volumen de microporos sugiere que su respuesta capacitiva podría no ser tan favorable; esta inferencia se revalidará en la sección de resultados electroquímicos.

A pesar de lo anterior, es notable que los carbones que tuvieron activación físico-química presentan propiedades texturales muy superiores que los tratados únicamente con activación física. Esta afirmación se asiente con los resultados obtenidos en la Tabla 4 del CAF800/3 y CAQ800/2, y así mismo en el Apéndice A, donde las isothermas del CAF800/3 se mantienen constantes sobre los 100 cm³/g sin ningún aumento importante con la presión relativa, esto sugiere que presenta baja porosidad o nula; en contraste, los carbones que tuvieron impregnación con ZnCl₂ muestran un rendimiento muy diferente, este reactivo ensancha considerablemente los microporos debido a

su efecto deshidratante, promueve la ruptura de la estructura y la eliminación de compuestos volátiles, facilitando la creación de canales y poros. Este agente se intercala dentro de la matriz de carbono favoreciendo reacciones entre los átomos de carbono que inducen el hinchamiento y la expansión de la estructura, lo que finalmente resulta en una red de poros más desarrollada e interconectada (Hock & Zaini, 2018).

La caracterización textural de los carbones reveló isothermas de fisisorción tipo I según la IUPAC (Apéndice A), lo que indica la obtención de un material predominantemente microporoso, característico de carbones activados. Además, se observaron bucles de histéresis tipo H4 (Ania & Valdés-Solís, 2010), estrechos y con ramas de absorción y desorción similares.

También se evidencia que el Apéndice A.b y Apéndices A.c muestran un aumento rápido en la adsorción a presiones bajas, seguido de una estabilización. No obstante, el CAQ800/2 con CO₂ exhibe una adsorción superior, lo que se atribuye a su mayor porosidad y a una posible menor obstrucción de sus poros.

4.3 Voltamperometría Cíclica (CV)

El comportamiento del carbón activado como electrodo en supercondensadores se evaluó mediante voltamperometría cíclica (CV), analizando su respuesta electroquímica en un electrolito acuoso (KOH 6M). La Figura 13 presenta los voltamperogramas obtenidos para la mejor condición mediante activación física y activación química, los cuales se registraron a distintas velocidades de barrido (5, 10, 20, 50 y 100 mV/s) durante 10 ciclos.

El área bajo la curva aumenta con la velocidad de barrido. Los voltamperogramas no muestran picos anódicos ni catódicos, indicando ausencia de reacciones redox y almacenamiento

de energía no faradaico. Además, presentan curvas aproximadamente rectangulares, características de un comportamiento capacitivo, con resistencias asociadas al material o al electrolito (Morata et al., 2015)

Los valores de capacitancia se calcularon a partir de la Ecuación 1 utilizada por (Ramírez-Valencia et al., 2024)

$$C_p = \frac{A}{2mk(V2 - V1)} \quad (1)$$

Donde:

C_p : capacitancia específica

A : área bajo la curva de los voltamperogramas

m : masa del material depositado

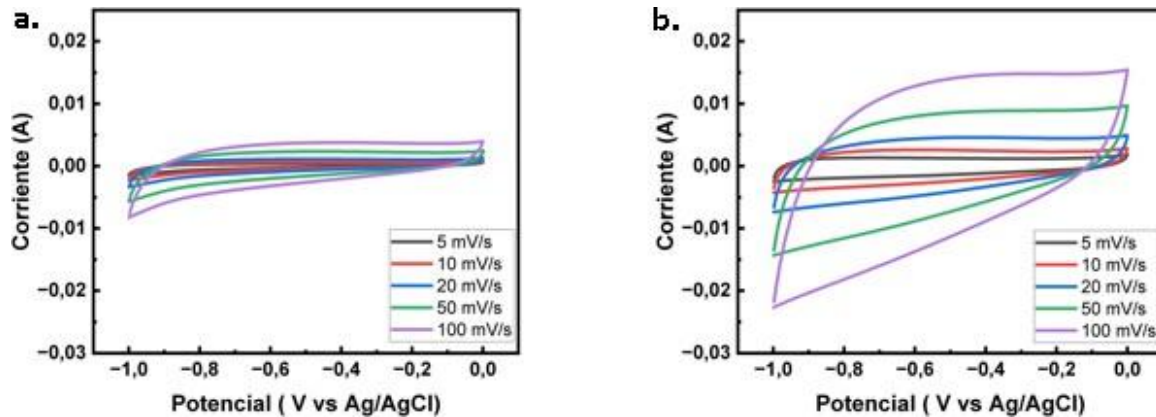
k : velocidad de barrido

$(V2 - V1)$: la ventana de potencial

La Figura 13 presenta los voltamperogramas de las condiciones CAF800/3 y CAQ800/2, con capacitancias de 14,24 y 81,89 F/g, respectivamente. Se puede observar que, el carbón activado físicamente obtiene una capacitancia baja en comparación al carbón impregnado previamente con ZnCl₂, y dicho comportamiento se repite para las demás condiciones (Apéndices B-E); esto se puede atribuir a que el ZnCl₂ actúa como catalizador, ayudando a formar sitios activos en la estructura del carbón activado de una manera más eficiente que solamente activando con CO₂. Además, al eliminar los compuestos de zinc intercalados en la matriz de carbono, se forma la estructura altamente porosa (Gunasekaran & Badhulika, 2022), como se ha podido constatar por los resultados de caracterización textural.

Figura 13.

Voltamperogramas del electrodo CAF800/3 y CAQ800/2

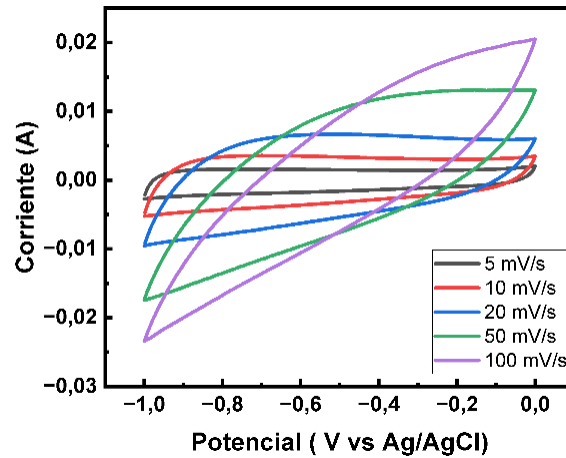


Nota. (a) Efecto que presenta la velocidad de barrido sobre el comportamiento de CAF800/3, con capacitancia de 14,24 F/g; (b) CAQ800/2 con capacitancia de 81,89 F/g

La Figura 14 refleja el voltamperograma obtenido para el electrodo producido bajo atmósfera de nitrógeno, donde se obtuvo una capacitancia de 52,8 F/g. Se observa que las curvas presentan una inclinación al aumentar la velocidad de barrido, indicando una transferencia de carga poco eficiente. El carbón activado presentó una cantidad semejante entre microporos y mesoporos (Tabla 4), el área superficial obtenida es baja en comparación al CAQ800/2 obtenido bajo atmósfera de CO₂. Posiblemente, estos microporos no permiten el acceso de los iones del electrolito en la estructura del CA (Ramírez-Valencia et al., 2024) afectando su capacidad de almacenamiento de energía.

Figura 14.

Voltamperograma de electrodo CAQ800/2 en atmósfera de N₂

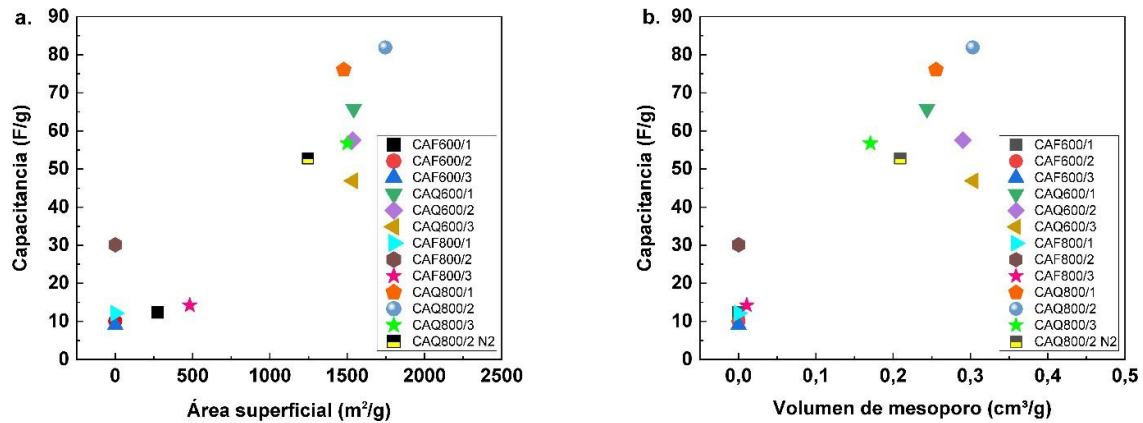


Nota. Efecto que presenta la velocidad de barrido sobre el comportamiento de CAQ800/2 N₂ con capacitancia de 52,8 F/g.

Para visualizar mejor los resultados, la Figura 15 muestra la variación de la capacitancia según el área superficial y volumen de mesoporos, destacando al electrodo CAQ800/2. En general, ambos métodos de activación se presentan capacitancias similares, aunque la activación química a 800 °C ofrece mejores resultados que la activación física.

Figura 15.

Variación de capacitancia de cada electrodo según el área superficial y según el volumen de mesoporo



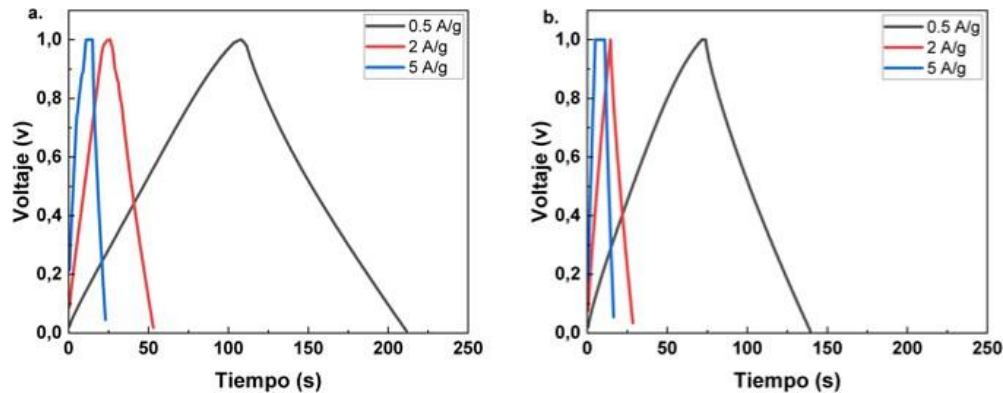
Nota. (a) Área superficial Vs. Capacitancia y (b). Volumen de mesoporo Vs. Capacitancia.

4.4 Carga y descarga galvanostática

La Figura 16 revela curvas con perfil triangular, típico de supercondensadores fabricados con carbón activado (Rustamaji et al., 2023) con un voltaje cercano a 1V en todos los casos. En ambos casos podemos observar que, al aumentar la densidad de corriente, se presenta una disminución de tiempo para completar los ciclos de carga y descarga; esto puede deberse a la velocidad de la formación de la doble capa eléctrica (Payares Morales, 2024), (Huang et al., 2019).

Figura 16.

Curvas de carga y descarga a diferentes velocidades de corriente CAQ800/2 CO₂ y CA800/2 N₂.



Nota. (a) Curvas de carga y descarga galvanostáticas en 6M KOH del CAQ800/2 CO₂, (b) curvas de carga y descarga galvanostáticas en 6M KOH del CA800/2 N₂.

El electrodo producido bajo una atmósfera de CO₂ (CAQ800/2 CO₂) tuvo un tiempo de descarga ligeramente más prolongado en comparación al electrodo creado bajo una atmósfera de N₂ (CAQ800/2 N₂), esto indica que el electrodo CAQ800/2 CO₂ alcanzó una mayor capacidad de almacenamiento, presentando un volumen de microporos y mesoporos equivalente, tal distribución de poros pudo ser más favorable para la difusión de iones del electrolito dentro de electrodo, esto también se evidenció en los resultados de voltamperometría. De igual forma, se puede observar que en los picos de la carga en el electrodo CAQ800/2 N₂ se presentó una meseta en el ciclo con una mayor densidad de corriente (5 A/g), lo que apunta a una mayor resistencia interna durante el proceso de carga.

Para realizar un análisis más completo acerca del desempeño de los electrodos, se determinaron las capacitancias (C) de cada uno utilizando la ecuación (Ramírez-Valencia et al., 2024), los valores obtenidos se pueden encontrar en la Tabla 5.

$$C = \frac{I_d * \Delta t}{m * \Delta V} \quad (2)$$

Donde:

I_d : Corriente de descarga (A/g)

Δt : tiempo de descarga (s)

m : masa de material activo

ΔV : ventana de potencial (V)

Tabla 5.

Valores de capacitancia de los electrodos CAQ800/2 CO₂ y CAQ800/2 N₂ a diferentes densidades de corriente en KOH 6M

Muestras	Capacitancia F/g		
	0,5 A/g	2 A/g	5 A/g
CAQ800/2 CO ₂	50,50	46,52	41,33
CAQ800/2 N ₂	32,79	28,76	28,27

La energía y la potencia específica de los electrodos fue calculada utilizando la curva de descarga extraída de las curvas C y las ecuaciones 3 y 4 las cuales fueron tomadas de (Ojeda López, 2022). Con esto, se construyó el diagrama de Ragone para ambos electrodos.

$$E = \frac{1}{2} \left[\frac{C * \Delta V^2}{3.6} \right] \quad (3)$$

$$P = \frac{3600 * E}{\Delta t} \quad (4)$$

Donde:

E : energía de la celda tipo botón (Wh/Kg)

P : potencia específica de la celda tipo botón (W/Kg)

C : capacitancia obtenida en carga y descarga (Datos en tabla 5)

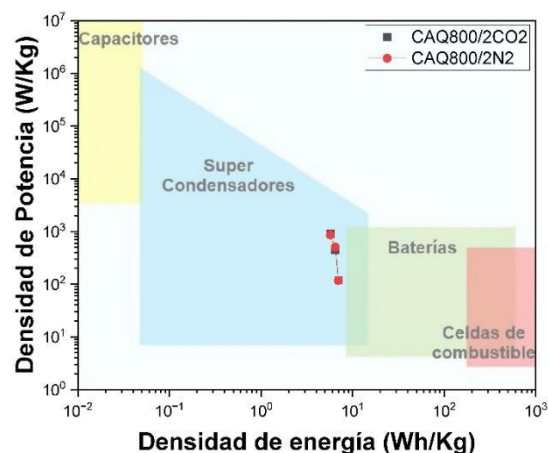
ΔV : ventana de potencial

Δt : tiempo de descarga del dispositivo

La Figura 17 ilustra la relación entre la densidad de energía y la densidad de potencia para los electrodos CAQ800/2 CO₂ y CAQ800/2 N₂, encontrando que ambos se ubican dentro de la zona típica de los supercondensadores, presentando densidades de energía de 3 a 7 Wh/Kg y densidades de potencia entre 117 y 898 W/Kg.

Figura 17.

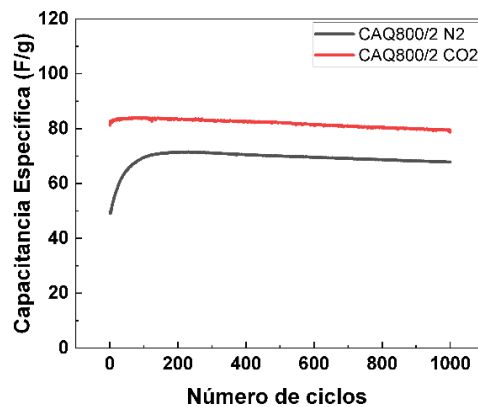
Diagrama de Ragone para los electrodos CAQ800/2 CO₂ y CAQ800/2 N₂



La Figura 18 muestra la evolución de la capacitancia específica (F/g) según el número de ciclos para los electrodos CAQ800/2 CO₂ y CAQ800/2 N₂. El primero inició con 81,2 F/g y finalizó con 78,69 F/g, con una retención del 96,90%, evidenciando alta estabilidad estructural. El segundo pasó de 49,66 F/g a 67,79 F/g, con una retención del 136,5%, atribuida a una posible humectación que mejora la accesibilidad del electrolito por su porosidad balanceada (Macherla et al., 2025).

Figura 18.

Capacitancia específica Vs. Número de ciclos de los electrodos CAQ800/2 CO₂ y CA800/2 N₂ en KOH 6M



Nota. a) Curvas de carga y descarga galvanostáticas en 6M KOH 1000 ciclos.

Si bien el electrodo CAQ800/2 N₂ muestra un mejor desempeño general que el CAQ800/2 CO₂, este último alcanza una capacitancia superior. Este hallazgo indica que, aunque el CAQ800/2 CO₂ posee un volumen de microporos un poco mayor que el de mesoporos, esta estructura estable de poros otorga una estabilidad capacitiva notable.

4.5 Espectroscopía de impedancia electroquímica

Esta técnica permite analizar las propiedades eléctricas de los electrodos y de los electrolitos, los resultados se presentan en las Figuras 19 y 20 (diagramas de Nyquist y Bode) y en la Tabla 6 (parámetros del circuito). La prueba abarcó frecuencias de 100 kHz a 10 mHz, iniciando en altas frecuencias. En la Figura 19 se observa un semicírculo a altas frecuencias, asociado a la resistencia de transferencia de carga en la interfaz electrodo-electrolito (Banerjee et al., 2025). En

la Figura 20, las pendientes superiores a 45° indican que el proceso de carga fue dominado por la formación de la doble capa eléctrica (Ramírez-Valencia et al., 2024).

Figura 19.

Diagramas de Nyquist

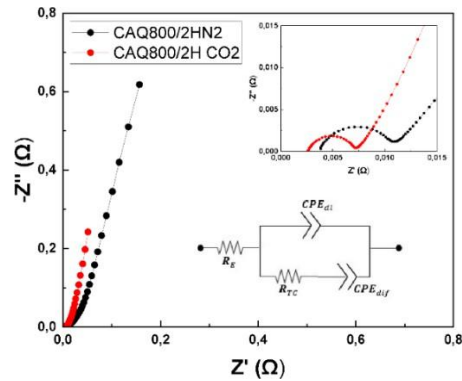
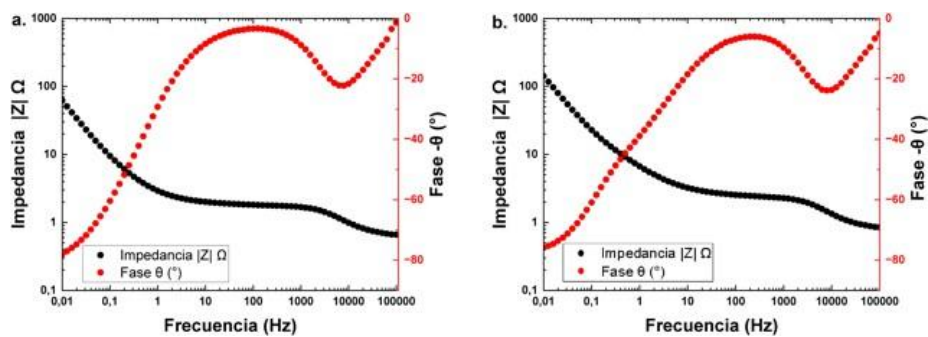


Figura 20.

Diagramas de Bode



Nota. a) Diagrama de Bode del electrodo CAQ800/2 CO₂. b) Diagrama de Bode del electrodo CAQ800/2 N₂.

Se observa que el electrodo CAQ800/2 CO₂ presenta una pendiente en la región lineal del diagrama de Nyquist más cercana a los 90°, lo cual se aproxima al comportamiento ideal

capacitivo. Respecto al volumen de mesoporos y las áreas superficiales obtenidas en cada condición (Tabla 4), estos parámetros se correlacionan con la parte lineal del espectro de impedancia, que representa la resistencia al electrolito. Los resultados muestran que el electrodo CAQ800/2 CO₂ presenta una menor resistencia al electrolito en comparación con CAQ800/2 N₂. Este comportamiento se atribuye a que el material carbonizado en atmósfera de CO₂ desarrolló una mayor área superficial y un volumen de mesoporos ligeramente superior. Estas características texturales generan una mayor cantidad de sitios activos accesibles para la adsorción de iones del electrolito y facilitan el transporte iónico, resultando en una menor resistencia total del sistema electroquímico. Además, de la Figura 19 se puede analizar que el electrodo CAQ800/2 CO₂ muestra un diámetro de semicírculo más reducido, indicando una menor resistencia a la transferencia de carga (0,0049 Ω·g) en comparación con el electrodo CAQ800/2 N₂, cuya resistencia es de 0,0082 Ω·g; esta resistencia también se puede observar en la Figura 16.b como una meseta (Ramírez-Valencia et al., 2024). La combinación de bajas resistencias en el electrolito y a la transferencia de carga conllevan a la obtención de una capacitancia más alta para el material producido con CO₂.

(Yi et al., 2025) Reporta en su estudio que la incorporación de nitrógeno en la matriz de carbono contribuye a mejorar la capacidad de almacenamiento de carga, debido a un incremento en la humectabilidad en la interfaz electrodo-electrolito. Esta conclusión se respalda en los datos presentados en la Tabla 3, donde se evidencia que el electrodo CAQ800/2 CO₂ exhibe un contenido de nitrógeno ligeramente superior al registrado en el electrodo CAQ800/2 N₂ y en las Figuras 13 y 14, donde se observa una capacitancia mayor alcanzada para el electrodo CAQ800/2 CO₂.

Tabla 6.

Parámetros del circuito equivalente obtenidos mediante espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS) en KOH 6M

Electrodo	R_{el} (Ωg)	$Y_{oCPE_{dl}}$ ($S \cdot s^n$)	N	R_{tc} (Ωg)	$Y_{oCPE_{dif}}$ ($S \cdot s^n$)	n
CAQ800/2 CO ₂	0,0025	2,2328x10 ⁻⁴	0,8158	0,0049	0,1585	0,7992
Error (%)	1,1265x10 ⁻²	3,9428x10 ⁻⁵	1,7748x10 ⁻²	1,9317x10 ⁻²	1,3483x10 ⁻³	3,9803x10 ⁻³
CAQ800/2 N ₂	0,0035	2,2671x10 ⁻⁴	0,7751	0,0082	0,0585	0,7203
Error (%)	1,6241x10 ⁻²	4,0002x10 ⁻⁵	1,7647x10 ⁻²	3,1968x10 ⁻²	4,2992x10 ⁻⁴	3,4234x10 ⁻³

En la Tabla 6 se evidencia que la muestra CAQ800/2 CO₂ presenta una resistencia del electrolito (R_{el}) más baja (0,0025 $\Omega \cdot g$) en comparación con CAQ800/2 N₂ (0,0035 $\Omega \cdot g$). De manera similar, la resistencia a la transferencia de carga (R_{tc}) también resulta inferior para la muestra activada en atmósfera de CO₂ frente a la activada en N₂. Esta menor resistencia sugiere una mejor conductividad iónica, probablemente favorecida por una estructura porosa más abierta. Este comportamiento concuerda con los resultados texturales de la Tabla 4, en los que CAQ800/2 CO₂ exhibe un mayor volumen de mesoporos y una distribución más favorable para el acceso del electrolito.

Adicionalmente, se presentan los parámetros de los elementos de fase constante (CPE), asociados a la doble capa eléctrica (CPE_{dl}) y al transporte difusivo (CPE_{dif}). Asimismo, se incluye el coeficiente n , que indica el grado de idealidad del comportamiento capacitivo. Un valor de n cercano a 1 representa un comportamiento ideal de doble capa, mientras que un valor próximo a 0,5 sugiere un proceso predominantemente difusivo; y al presentarse valores intermedios, haría referencia a sistemas con características mixtas capacitivas y difusivas. (Ehirim et al., 2022)

En ambos materiales, los valores de n del CPE_{dl} (entre 0,7751 y 0,8158) indican una doble capa eléctrica dominante, aunque con ligera desviación del comportamiento ideal. En lo referente

a los CPE_{dif} , los valores de n (0,7992 para CO₂ y 0,7203 N₂) reflejan una participación importante de procesos difusivos.

En conjunto, estos hallazgos confirman que ambos mecanismos de almacenamiento, tanto de carga doble capa eléctrica y difusión coexisten, pero con una ligera inclinación hacia el comportamiento capacitivo.

5. Conclusiones

Se ha obtenido un carbón activado usando la cáscara de cacao como precursor, usando CO₂ como agente activante. De las dos rutas de activación utilizadas, la más favorable es la química, que usa una previa impregnación de la materia prima con ZnCl₂. El ZnCl₂ y el CO₂ fueron claves para maximizar los resultados, ya que el ZnCl₂ actuó como catalizador y el CO₂ fue necesario en la formación de poros en el carbón activado.

Se evidenció que durante las pruebas electroquímicas no hubo reacciones redox, demostrando así, que los carbones activados pueden ser potencialmente utilizados como material activo en electrodos para supercondensadores.

Siendo así, el electrodo CAQ800/2 obtuvo los mejores resultados de capacitancia (81,89 F/g) con una retención del 96,90%, aunque presentara un volumen de microporos ligeramente mayor a mesoporos, posiblemente se deba a que su distribución fue favorable para la difusión de iones del electrolito dentro de electrodo.

Finalmente, se resalta que el electrodo obtenido bajo una atmósfera de CO₂ destacó por encima del electrodo obtenido bajo una atmósfera de N₂ (52,8 F/g.) evidenciando así, que el CO₂ como agente activante es viable para la creación de carbón activado.

6. Recomendaciones

Para futuros trabajos se propone:

Explorar nuevas formulaciones. Por ejemplo, con un dopaje previo ya que este puede favorecer el acceso del electrolito a los poros del carbón activado y mejorar su conductividad eléctrica, alcanzando así mayores valores de capacitancias.

Complementar el estudio con análisis como Espectroscopía fotoelectrónica de rayos-X (XPS) con el objetivo de tener más información de la composición elemental en los carbones activados.

Realizar pruebas electroquímicas usando otros electrolitos, para evaluar su desempeño electroquímico en diferentes medios y la estabilidad que pueda presentar el material.

Referencias Bibliográficas

Agrokrebs. (2021). *Agrokrebs*.

Ania, C., & Valdés-Solís, T. (2010). Materiales en adsorción y catálisis. *Revista Del Grupo Especializado de Adsorción de La RSEQ*.

Awitdrus, A., Yusra, D. A., Taer, E., Agustino, A., Apriwandi, A., Farma, R., & Taslim, R. (2022). Biomass conversion into activated carbon as a sustainable energy material for the development of supercapacitor devices. *Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization and Environmental Effects*, 44(2), 3349–3359. <https://doi.org/10.1080/15567036.2022.2064941>

Banerjee, S., Mordina, B., Sinha, P., & Kar, K. K. (2025). Recent advancement of supercapacitors: A current era of supercapacitor devices through the development of electrical double layer, pseudo and their hybrid supercapacitor electrodes. *Journal of Energy Storage*, 108(November 2024), 115075. <https://doi.org/10.1016/j.est.2024.115075>

Ehirim, T. J., Ozoemena, O. C., Mwonga, P. V., Haruna, A. B., Mofokeng, T. P., De Wael, K., & Ozoemena, K. I. (2022). Onion-like Carbons Provide a Favorable Electrocatalytic Platform for the Sensitive Detection of Tramadol Drug. *ACS Omega*, 7(51), 47892–47905. <https://doi.org/10.1021/acsomega.2c05722>

Farma, R., Tania, Y., & Apriyani, I. (2023). Conversion of hazelnut seed shell biomass into porous activated carbon with KOH and CO₂ activation for supercapacitors. *Materials Today: Proceedings*, 87, 51–56. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2023.02.099>

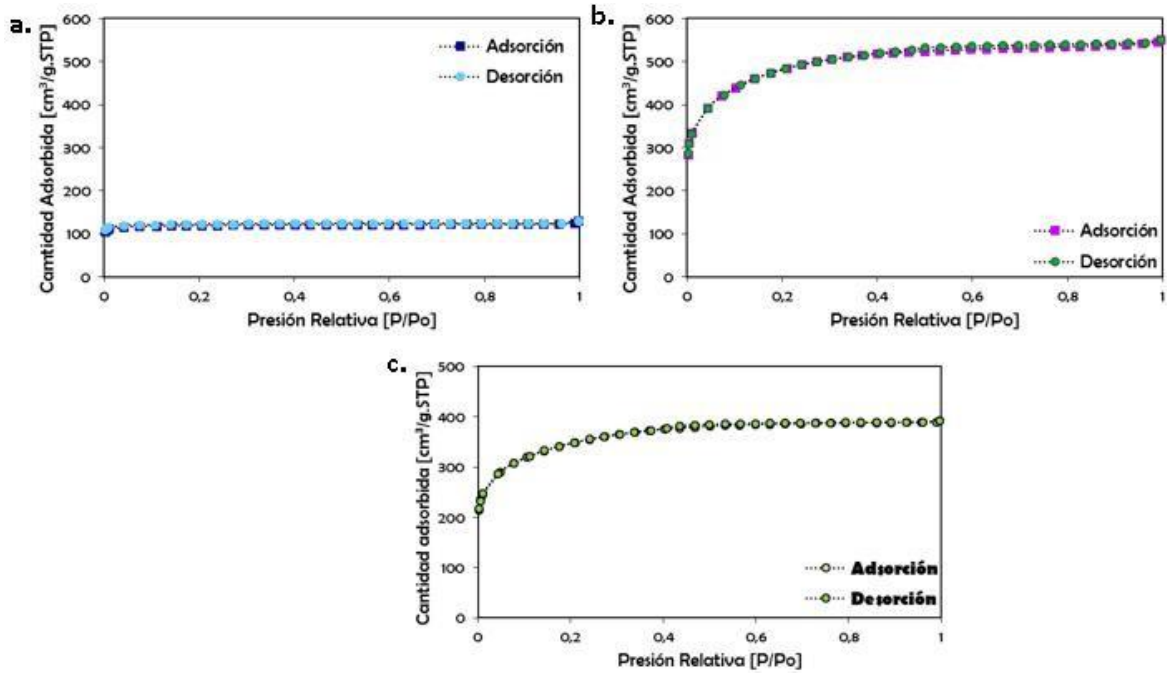
- Gunasekaran, S. S., & Badhulika, S. (2022). Effect of pH and activation on macroporous carbon derived from cocoa-pods for high performance aqueous supercapacitor application. *Materials Chemistry and Physics*, 276(November 2021), 125399. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2021.125399>
- Haider, R., Sagadevan, S., Cameron, N. R., & Johan, M. R. (2025). Biomass-derived activated carbon for high-performance energy storage devices. In *Journal of Power Sources* (Vol. 633). Elsevier B.V. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2025.236404>
- Hock, P. E., & Zaini, M. A. A. (2018). Activated carbons by zinc chloride activation for dye removal – a commentary. *Acta Chimica Slovaca*, 11(2). <https://doi.org/10.2478/acs-2018-0015>
- Huang, G., Wang, Y., Zhang, T., Wu, X., & Cai, J. (2019). High-performance hierarchical N-doped porous carbons from hydrothermally carbonized bamboo shoot shells for symmetric supercapacitors. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 96, 672–680. <https://doi.org/10.1016/j.jtice.2018.12.024>
- Le Van, K., & Luong Thi Thu, T. (2019). Preparation of pore-size controllable activated carbon from rice husk using dual activating agent and its application in supercapacitor. *Journal of Chemistry*, 2019. <https://doi.org/10.1155/2019/4329609>
- Liao, Y., Tang, D., Liu, S., Liu, T., Chen, L., & Zhang, Q. (2024). Self-supporting electrodes for high-performance flexible solid-state supercapacitors: Recent advances and perspectives. *Chemical Engineering Journal*, 499(September), 156147. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2024.156147>

- Macherla, N., Nerella, M., Ramana, C. V., Kumari, K., Koutavarapu, R., & Shim, J. (2025). Corn husk biowaste-derived porous carbon as efficient electrode material for supercapacitor. *Ionics*, 2085–2097. <https://doi.org/10.1007/s11581-024-06028-9>
- Manasa, P., Sambasivam, S., & Ran, F. (2022). Recent progress on biomass waste derived activated carbon electrode materials for supercapacitors applications—A review. *Journal of Energy Storage*, 54(June), 105290. <https://doi.org/10.1016/j.est.2022.105290>
- Miao, L., Song, Z., Zhu, D., Li, L., Gan, L., & Liu, M. (2020). Recent advances in carbon-based supercapacitors. *Materials Advances*, 1(5), 945–966. <https://doi.org/10.1039/d0ma00384k>
- Molina-Sabio, M., & Rodríguez-Reinoso, F. (2004). Role of chemical activation in the development of carbon porosity. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 241(1–3), 15–25.
- Morata, S. V., Marcilla, R., Jesús, G., Del Val, P., & Ocón, P. (2015). *Diseño y Caracterización de Supercondensadores de Alta Energía Basados en Materiales Carbonosos*.
- Nabais, J. V., Carrott, P., Ribeiro Carrott, M. M. L., Luz, V., & Ortiz, A. L. (2008). Influence of preparation conditions in the textural and chemical properties of activated carbons from a novel biomass precursor: The coffee endocarp. *Bioresource Technology*, 99(15), 7224–7231. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2007.12.068>
- Ojeda López, L. M. (2022). *Desarrollo de supercapacitores flexibles basados en materiales de carbono y polímeros*.
- Ospina-Guarín, V. M., Buitrago-Sierra, R., & López-López, D. P. (2014). Preparación y caracterización de carbón activado a partir de torta de higuera. *TecnoLógicas*, 17(32), 75. <https://doi.org/10.22430/22565337.207>

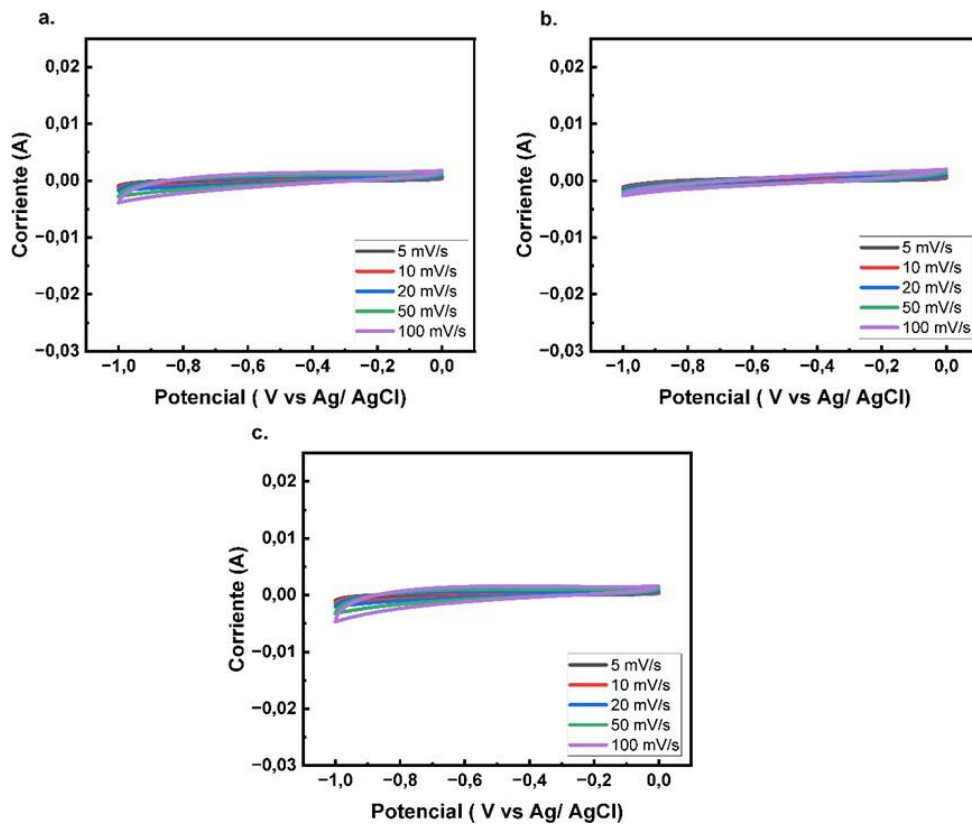
- Payares Morales, A. D. J. (2024). *Producción de carbón activado dopado con nitrógeno a partir de cáscaras de cacao para su posible uso como electrodos para supercondensadores.*
- Ramírez-Valencia, L. D., López-Suárez, F. E., Conde, L. R., Bailón-García, E., Bueno-López, A., & Perez-Cadenas, A. F. (2024). Cocoa husk as precursor of carbonaceous materials for supercapacitors electrodes. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 963(March). <https://doi.org/10.1016/j.jelechem.2024.118325>
- Rustamaji, H., Prakoso, T., Devianto, H., Widiatmoko, P., & Kurnia, K. A. (2023). Facile synthesis of N, S-modified activated carbon from biomass residue for promising supercapacitor electrode applications. *Bioresource Technology Reports*, 21(October 2022), 101301. <https://doi.org/10.1016/j.biteb.2022.101301>
- Simon, P., & Gogotsi, Y. (2013). Carbon À Electrolyte Systems. *Acc. Chem. Res.*, 46(Xx), 1094.
- Suhdi, & Wang, S. C. (2021). Fine activated carbon from rubber fruit shell prepared by using zncl₂ and koh activation. *Applied Sciences (Switzerland)*, 11(9). <https://doi.org/10.3390/app11093994>
- Tsai, W. T., Bai, Y. C., Lin, Y. Q., Lai, Y. C., & Tsai, C. H. (2020). Porous and adsorption properties of activated carbon prepared from cocoa pod husk by chemical activation. *Biomass Conversion and Biorefinery*, 10(1), 35–43. <https://doi.org/10.1007/s13399-019-00403-7>
- Vidal, M. V, Rodríguez Suarez, A., Barrios, K. M., Ocampo Pérez, J., & Lara, W. B. (2018). Potencial de residuos agroindustriales para la síntesis de Carbón Activado: una revisión Potential of agroindustrial waste for the synthesis of activated carbon: a review. *Scientia et Technica Año XXIII*, 23(03), 411–419.

- Villamizar, A., & López, L. (2017). Cáscara de cacao fuente de polifenoles y fibra: simulación de una planta piloto para su extracción. *Revista científica de la Universidad Francisco de Paula Santander*, *22*(1), 75–83.
- Yetri, Y., Hoang, A. T., Mursida, Dahlan, D., Muldarisnur, Taer, E., & Chau, M. Q. (2020a). Synthesis of activated carbon monolith derived from cocoa pods for supercapacitor electrodes application. *Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization and Environmental Effects*, *00*(00), 1–15. <https://doi.org/10.1080/15567036.2020.1811433>
- Yetri, Y., Hoang, A. T., Mursida, Dahlan, D., Muldarisnur, Taer, E., & Chau, M. Q. (2020b). Synthesis of activated carbon monolith derived from cocoa pods for supercapacitor electrodes application. *Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization and Environmental Effects*, *00*(00), 1–15. <https://doi.org/10.1080/15567036.2020.1811433>
- Yi, M., Budarin, V., Yue, H., Tajuelo-castilla, G., Morales, E., Ellis, G. J., & Shuttleworth, P. S. (2025). Lignin-derived porous carbons via nitrogen-enhanced activation for efficient supercapacitors. *Journal of Colloid And Interface Science*, *700*(July).

Apéndices

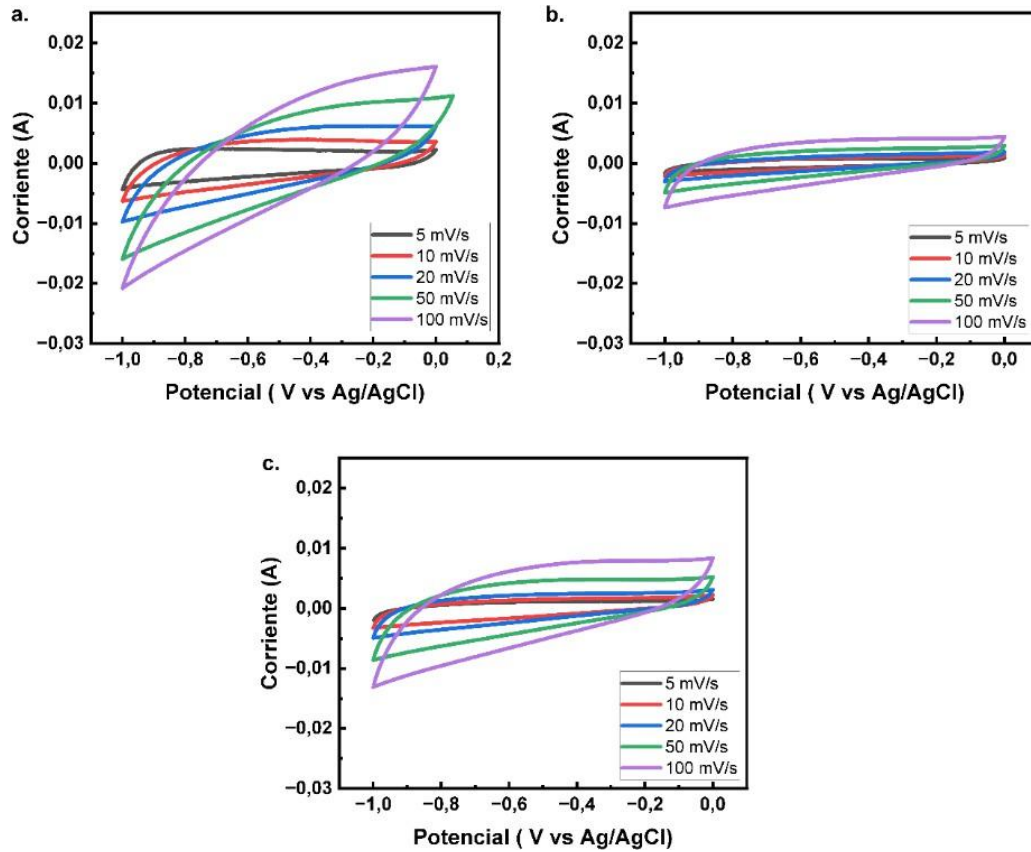
Apéndice A. Isoterma de adsorción/desorción de N₂ a -196°C

Nota. a) Isoterma del CAF800/3 con gas activante CO₂; b) Isoterma del CAQ800/2 con gas activante CO₂ y c) Isoterma del CAQ800/2 con gas activante N₂

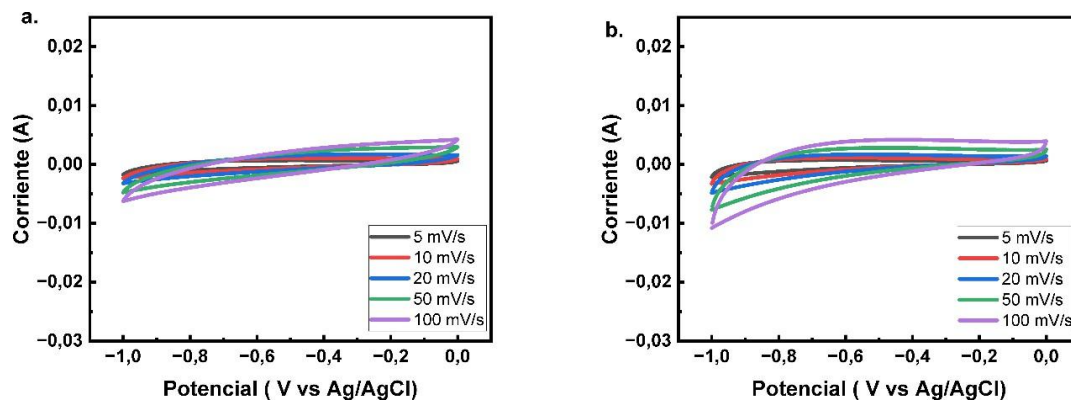
Apéndice B. Voltamperometrías de los CAF600

Nota. (a) Voltamperometría cíclica CAF600/1, (b) Voltamperometría cíclica CAF600/2, (c) Voltamperometría cíclica CAF600/3

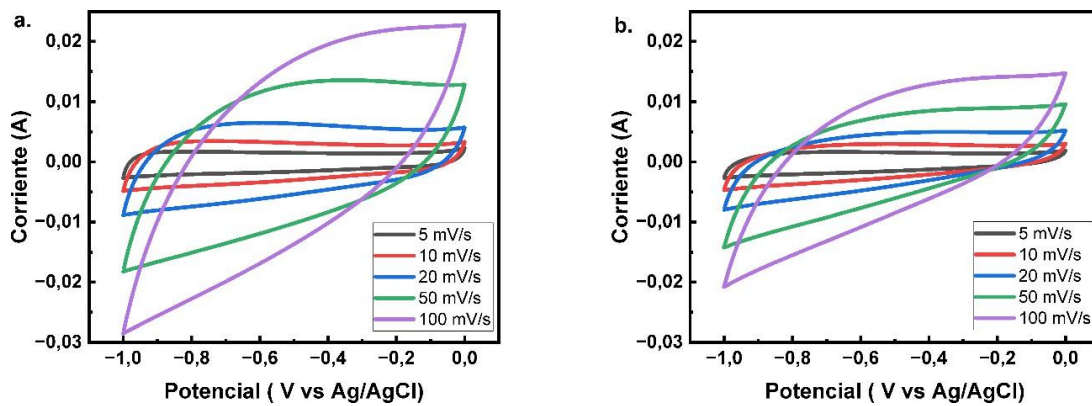
Apéndice C. Voltamperometrías de los CAQ600



Nota. (a) Voltamperometría cíclica CAQ600/1, (b) Voltamperometría cíclica CAQ600/2, (c) Voltamperometría cíclica CAQ600/3

Apéndice D. Voltamperometrías de los CAF800

Nota. (a) Voltamperometría cíclica CAF800/1, (b) Voltamperometría cíclica CAF800/2.

Apéndice E. Voltamperometrías de los CAQ800

Nota. (a) Voltamperometría cíclica CAQ800/1, (b) Voltamperometría cíclica CAQ800/3