

# Fabricación y análisis de rendimiento del supercondensador tipo coin cell basado en electrodos de $rGO/Ag_2MoO_4$

---

Fabián Nicolás Aravena Coloma

---

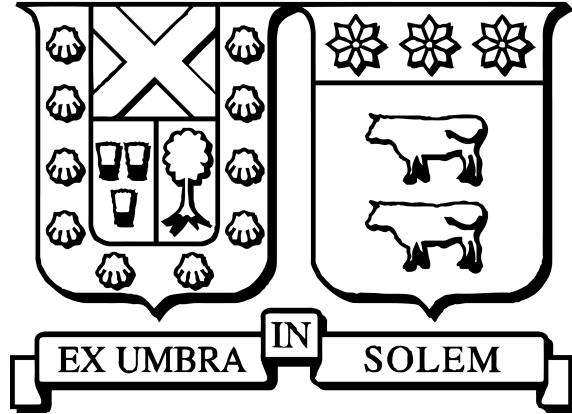
2024

Requisito parcial para obtener el título de:  
Ingeniero Civil Electricista

Profesor Guía:  
Leonardo Vivas (UTFSM)

Comisión:  
Jorge Ardila (UTFSM)

Santiago, 13 de mayo de 2025.



# Fabricación y análisis de rendimiento del supercondensador tipo coin cell basado en electrodos de $rGO/Ag_2MoO_4$

---

Fabián Nicolás Aravena Coloma

---

2024

*“Cuanto más difícil es la victoria, mayor es la felicidad de ganar.”*  
— *Edson Arantes do Nascimento*

# Agradecimientos

Quiero expresar mi más profundo agradecimiento a mi familia, en especial a mi padre Carlos, mi madre Sandra, mi hermano Matías y a toda mi familia que, con su apoyo incondicional, palabras de aliento y ayuda constante, me acompañaron a lo largo de mi camino universitario.

Asimismo, deseo extender mi gratitud a mis profesores, quienes, con su guía y enseñanza, contribuyeron a mi formación como profesional. Ellos me brindaron no solo conocimientos, sino también herramientas que me permitirán representar dignamente a nuestra universidad en los desafíos futuros. En especial, quiero agradecer a mi profesor guía Leonardo Vivas, cuya dedicación y apoyo fueron cruciales en el desarrollo de este trabajo de investigación. Su experiencia y enseñanzas, tanto en el ámbito de la física como en el de los materiales eléctricos, enriquecieron enormemente mi comprensión de estos temas fundamentales. Además, gracias a su orientación, tuve la oportunidad de conocer el campus de la Universidad de Santiago y de trabajar en su laboratorio, donde realicé la mayoría de los ensayos experimentales que sustentan este trabajo.

No puedo dejar de mencionar a los amigos que formé durante mi etapa universitaria, quienes jugaron un papel fundamental en este camino. Gracias a ellos, pude superar y afrontar cada desafío con una sonrisa, compartiendo momentos inolvidables que enriquecieron mi experiencia en la universidad.

A todos ustedes, mi más sincero agradecimiento por haber formado parte de este importante capítulo de mi vida.

# Índice de contenidos

Índice de contenidos	I
Índice de figuras	III
Índice de tablas	V
Resumen	1
Abstract	2
<b>1. Introducción</b>	<b>3</b>
1.1. Objetivos . . . . .	6
1.1.1. Objetivo general . . . . .	6
1.1.2. Objetivos específicos . . . . .	6
<b>2. Supercondensadores</b>	<b>7</b>
2.1. Fundamentos . . . . .	7
2.2. Tipos de supercondensadores . . . . .	8
2.2.1. Doble capa eléctrica . . . . .	9
2.3. Materiales de los electrodos . . . . .	10
2.3.1. Óxido de grafeno reducido . . . . .	11
2.3.2. Nanopartículas $Ag_2MoO_4$ . . . . .	11
2.4. Electrolito . . . . .	12
<b>3. Métodos de caracterización para supercondensadores</b>	<b>14</b>
3.1. Voltametría cíclica . . . . .	15
3.2. Carga y descarga . . . . .	17
3.3. Espectroscopia de impedancia electroquímica . . . . .	18
3.3.1. Circuito equivalente . . . . .	19
3.4. Diagrama de Ragone . . . . .	21
<b>4. Caracterización del material</b>	<b>23</b>
4.1. Difracción de Rayos X . . . . .	23
4.2. Microscopia electrónica de barrido . . . . .	24
<b>5. Trabajo experimental</b>	<b>25</b>
5.1. Determinación de la proporción de materiales . . . . .	25
5.2. Fabricación de electrodos . . . . .	26
5.3. Fabricación del supercondensador . . . . .	27

---

5.4. Pruebas realizadas . . . . .	27
5.4.1. Montaje para prueba de tres electrodos . . . . .	28
5.4.2. Montaje para prueba de dos electrodos . . . . .	29
<b>6. Resultados</b>	<b>30</b>
6.1. Difracción de rayos X . . . . .	30
6.2. SEM . . . . .	33
6.2.1. SEM <i>rGO</i> . . . . .	33
6.2.2. SEM nanopartículas <i>Ag<sub>2</sub>MoO<sub>4</sub></i> . . . . .	34
6.3. Medición electroquímica en configuración de tres electrodos . . . . .	35
6.4. Medición dispositivo coin cell . . . . .	39
6.5. Diagrama de ragone . . . . .	44
<b>7. Conclusiones</b>	<b>46</b>
<b>Anexo A</b>	<b>47</b>
A.1. Materiales adicionales . . . . .	47
A.1.1. Polímero . . . . .	47
A.1.2. Carbón activado . . . . .	47
A.2. Potenciostato Gamry . . . . .	47
A.3. Datos Cuantitativos y tablas de resultados . . . . .	48
A.3.1. Configuración tres electrodos . . . . .	48
A.3.2. Configuración dos electrodos . . . . .	48
A.4. Circuito equivalente . . . . .	48
A.4.1. Difusión . . . . .	48

# Índice de figuras

1.1.	Capacidad instalada de generación por tecnología del SEN (Agosto 2024).	3
1.2.	Energías renovables y aplicaciones de supercondensadores. . . . .	5
2.1.	Representación esquemática de los tipos de supercondensadores: (a) tipo EDLC; (b) tipo pseudocondensador; (c) tipo condensador híbrido. . . . .	9
2.2.	Carga y descarga de un EDLC. . . . .	10
2.3.	Estructura esquemática tipos de grafeno. . . . .	11
2.4.	Clasificación de los electrolitos para supercondensadores. . . . .	13
3.1.	Ilustración de las principales métricas de rendimiento, métodos de prueba y principales factores que afectan a la evaluación de los supercondensadores.	15
3.2.	Características típicas de la voltametría cíclica de un condensador electroquímico. . . . .	17
3.3.	Esquema típico de carga y descarga de un EDLC (a) y de un supercondensador híbrido (b). . . . .	18
3.4.	Gráfica de tensión y corriente con su respectivo desfase debido a una perturbación oscilante. . . . .	19
3.5.	Un esquema simple para describir el circuito EIS y la reacción redox que ocurre en la superficie de los electrodos de trabajo en una celda electroquímica convencional (Tres electrodos). . . . .	20
3.6.	Diagramas de Nyquist, gráficos de magnitud de Bode y de ángulo de fase para distintos circuitos modelo. . . . .	21
3.7.	Diagrama de Ragone para dispositivos de almacenamiento de energía. . . . .	22
4.1.	Modo de operación de un difractómetro de Rayos-X. . . . .	23
4.2.	Comparación de las escalas de longitud con distintos tipos de microscopios.	24
5.1.	Electrodos del supercondensador. . . . .	26
5.2.	Fabricación del dispositivo supercondensador. . . . .	27
5.3.	Diferentes tipos de celdas electroquímicas de 2 y 3 electrodos, para diferentes modos de conexión con el electrodo de trabajo (WE), electrodo de sentido de trabajo (WS), electrodo contraelectrodo (CE) y electrodo de referencia (RE). . . . .	28
5.4.	Prueba experimental de 3 electrodos. . . . .	28
5.5.	Prueba experimental de 2 electrodos. . . . .	29
6.1.	Patrón de difracción de Rayos X de $Ag_2MoO_4$ . . . . .	31
6.2.	Patrón de difracción de Rayos X de <i>rGO</i> . . . . .	32
6.3.	SEM para rGO a diferentes escalas. . . . .	33

---

6.4.	SEM para nanopartículas $Ag_2MoO_4$ a diferentes escalas. . . . .	34
6.5.	Voltametría cíclica para diferentes velocidades de barrido. . . . .	35
6.6.	Capacitancia para diferentes velocidades de barrido. . . . .	36
6.7.	Retención de carga en función del numero de ciclos. . . . .	37
6.8.	Prueba de impedancia. . . . .	38
6.9.	Voltametría cíclica para diferentes velocidades de barrido. . . . .	39
6.10.	Capacitancia para diferentes velocidades de barrido. . . . .	40
6.11.	Retención de carga en función del numero de ciclos. . . . .	41
6.12.	Curva de carga y descarga. . . . .	42
6.13.	Prueba de impedancia. . . . .	43
6.14.	Ubicación en el diagrama de Ragone del dispositivo. . . . .	44
6.15.	Comparación de dispositivos. . . . .	45

# Índice de tablas

1.1.	Sistemas de almacenamiento de energía. . . . .	4
1.2.	Potenciales aplicaciones de los supercondensadores. . . . .	5
2.1.	Principales electrolitos y tensión de trabajo. . . . .	13
5.1.	Porcentaje y peso de cada componente para la mezcla. . . . .	25
5.2.	Detalle de los electrodos. . . . .	25
6.1.	Nombre y formula nanopartículas. . . . .	30
6.2.	Parámetros cristalográficos. . . . .	31
6.3.	Comparación de dispositivos . . . . .	44
A.1.	Calculo de capacitancia para distintas velocidades de barrido para 3 electrodos. . . . .	48
A.2.	Calculo de capacitancia para distintas velocidades de barrido para 2 electrodos. . . . .	48

# Nomenclatura

- SEN* : Sistema Eléctrico Nacional.
- EDLC* : Doble capa electroquímica.
- DRX* : Difracción de rayos X.
- SEM* : Microscopia electrónica de barrido.
- rGO* : Óxido de grafeno reducido.
- ESR* : Resistencia serie equivalente.
- CCCD* : Carga y descarga con corriente constante.
- EIS* : Espectroscopia de impedancia electroquímica.

# Resumen

Este trabajo muestra la fabricación y caracterización de un supercondensador tipo coin cell basado en electrodos de óxido de grafeno reducido (*rGO*) y nanopartículas de óxido de molibdeno de plata ( $Ag_2MoO_4$ ), diseñado para aplicaciones de almacenamiento de energía. Los materiales con que se fabricó el dispositivo se seleccionaron debido a que el rGO muestra un gran área superficial y las nanopartículas de  $Ag_2MoO_4$  muestran propiedades de conducción eléctrica sobresalientes, que en conjunto aportan mejoras significativas en cuanto al rendimiento electroquímico del dispositivo. El supercondensador fue fabricado mediante una mezcla optimizada de materiales y ensamblado con un electrolito de KOH 5M. Las pruebas incluyeron voltametría cíclica, carga-descarga a corriente constante y espectroscopía de impedancia electroquímica, evaluando tanto el material como el dispositivo final. Los resultados mostraron una capacitancia específica de 269 [F/g] en configuración de tres electrodos y 0.855 [F/g] en el dispositivo coin cell, con una retención de carga del 60 % tras 5000 ciclos. Aunque su densidad de potencia obtuvo un buen resultado (86.7 [W/kg]), su densidad de energía (0.8 [Wh/kg]) resultó limitada frente a otros supercondensadores. El trabajo concluye que las nanopartículas de  $Ag_2MoO_4$  mejoran significativamente el rendimiento del dispositivo, posicionándolo como una alternativa adecuada para aplicaciones que requieren alta potencia y rápida entrega de energía, aunque con limitaciones en el almacenamiento de energía a largo plazo.

# Abstract

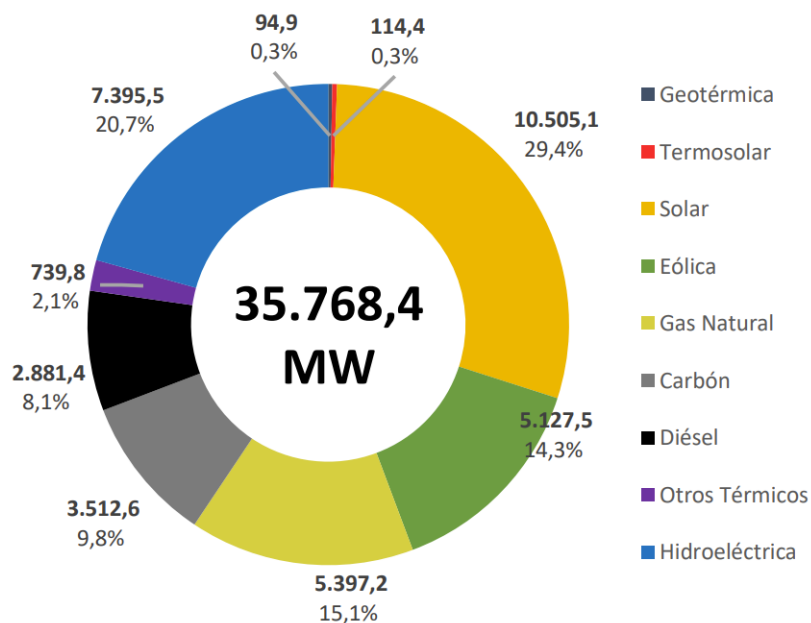
This work presents the fabrication and characterization of a coin cell-type supercapacitor based on reduced graphene oxide (*rGO*) electrodes and silver molybdate oxide ( $Ag_2MoO_4$ ) nanoparticles, designed for energy storage applications. The materials used to fabricate the device were selected because rGO exhibits a large surface area and the  $Ag_2MoO_4$  nanoparticles display outstanding electrical conduction properties, which together provide significant improvements in the device's electrochemical performance. The supercapacitor was manufactured through an optimized mixture of materials and assembled with a 5M KOH electrolyte. The tests included cyclic voltammetry, constant current charge-discharge, and electrochemical impedance spectroscopy, evaluating both the material and the final device. The results showed a specific capacitance of 269 [F/g] in a three-electrode configuration and 0.855 [F/g] in the coin cell device, with a charge retention of 60% after 5000 cycles. Although its power density yielded a good result (86.7 [W/kg]), its energy density (0.8 [Wh/kg]) was limited compared to other supercapacitors. The work concludes that the  $Ag_2MoO_4$  nanoparticles significantly improve the performance of the device, positioning it as a suitable alternative for applications that require high power and rapid energy delivery, albeit with limitations in long-term energy storage.

# Capítulo 1

## Introducción

El cambio climático, una menor disponibilidad de combustibles fósiles y el consumo mundial de energía en constante aumento, hacen que la sociedad evolucione hacia recursos sostenibles y renovables, como resultado, estamos observando un aumento en la producción de energía renovable, como la energía solar y la eólica, las cuales hoy en día tienen un gran porcentaje de participación en el sistema eléctrico nacional.

Figura 1.1: Capacidad instalada de generación por tecnología del SEN (Agosto 2024).



**Fuente:** Reporte energético Coordinador Eléctrico Nacional [1].

Sin embargo, las fluctuaciones en la disponibilidad de estas fuentes debido a cambios en la velocidad del viento y la intensidad solar plantean desafíos para su uso como fuente principal de generación en un sistema eléctrico estable y resistente a variaciones en la demanda. De ahí que el uso eficiente de la energía este recibiendo una gran atención, uno

de los temas relevantes en los que se busca avanzar son los sistemas de almacenamiento de energía eléctrica, los cuales por lo general se clasifican en función de la forma de energía que utilizan, como se observa en la Tabla 1.1.

Tabla 1.1: Sistemas de almacenamiento de energía.

<b>Categoría</b>	<b>Tipos de Almacenamiento</b>
<b>Mecánico</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Almacenamiento hidroeléctrico de bombeo</li> <li>• Almacenamiento de energía de aire comprimido</li> <li>• Almacenamiento de energía de aire líquido</li> <li>• Volantes de inercia</li> </ul>
<b>Térmico</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Sales fundidas</li> </ul>
<b>Químico</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Almacenamiento de hidrógeno</li> <li>• Gas natural sintético (SNG)</li> </ul>
<b>Electroquímico</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Batería de iones de litio</li> <li>• Batería de ácido plomo</li> <li>• Batería Sodio Azufre</li> <li>• Batería de flujo redox</li> </ul>
<b>Eléctrico</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Supercapacitores</li> </ul>

**Fuente:** Material for supercapacitors applications [2].

Los supercondensadores son dispositivos que han ganado protagonismo en la investigación debido a su capacidad de almacenar energía con una alta densidad de potencia y ciclos de vida notablemente largos, alcanzando hasta 100.000 ciclos. Pueden reaccionar de forma extremadamente rápida y además cuentan con un alto rendimiento, que puede oscilar entre el 80 % y el 95 % [3].

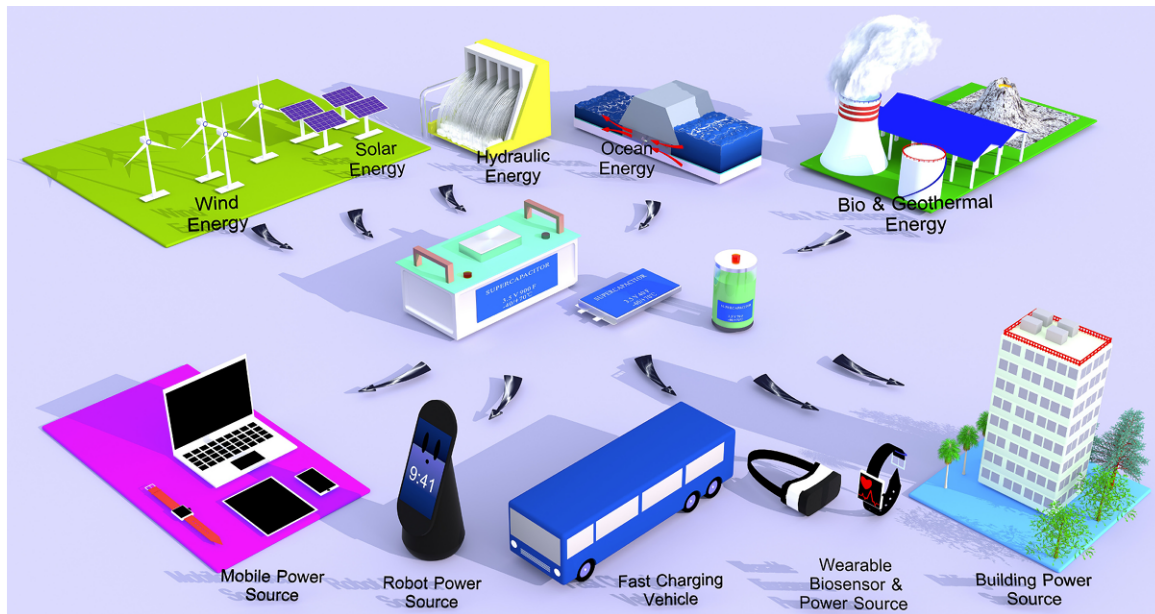
En los últimos años, los supercondensadores además han experimentado un crecimiento significativo en su desarrollo y aplicación, consolidándose como una alternativa energética clave en diversos sectores. A medida que las demandas energéticas evolucionan, los supercondensadores han encontrado aplicaciones estratégicas en múltiples industrias, desempeñando un papel fundamental en la optimización de la eficiencia energética y la sostenibilidad. A continuación, se presentan algunas de las aplicaciones más relevantes en las que los supercondensadores han logrado un impacto significativo, ya sea como complemento o como una alternativa a otras tecnologías de almacenamiento energético.

Tabla 1.2: Potenciales aplicaciones de los supercondensadores.

Objetivo	Aplicaciones
Reemplazo de baterías de plomo-ácido	Vehículos con parada y arranque frecuente
	Vehículos de guiado automático
	E-carts
	Respaldo de energía
	Anti caída de voltaje
Aplicaciones de regeneración	Estaciones base de telecomunicaciones
	Maquinas de construcción
	Grúas Elevadores
Energías renovables	Almacenamiento para energía fotovoltaica
	Nivelación de carga para energía solar/eolica
	Microrredes
Vehículos	Vehículos eléctricos y buses híbridos
	Tranvía eléctrico de corta distancia

**Fuente:** Electrochemical capacitors: mechanism, materials, systems, characterization and applications [4].

Figura 1.2: Energías renovables y aplicaciones de supercondensadores.



**Fuente:** Supercapacitors for renewable energy applications: A review [5].

Los materiales basados en carbono, como el grafeno, se utilizan comúnmente en la fabricación de supercondensadores debido a su buena conductividad eléctrica, alta área superficial, bajo costo y técnicas de fabricación ya establecidas. El grafeno es uno de ellos, el cual es una estructura bidimensional nanométrica derivada del grafito, puede separarse en capas mediante oxidación y reducción química, lo que permite la producción masiva y

económica de óxido de grafeno reducido (*rGO*) [2].

En esa misma línea los metales nobles, como el rutenio (Ru), paladio (Pd), platino (Pt), plata (Ag) y oro (Au), son conocidos por su alta conductividad eléctrica y estabilidad electroquímica, lo que los convierte en materiales ideales para electrodos en dispositivos electroquímicos, varios estudios han demostrado mejoras en el rendimiento electroquímico al incorporar nanopartículas de plata en diversos nanocompuestos [6]-[7]-[8].

Es por esto, que buscamos aprovechar lo mejor de ambos mundos: la versatilidad del *rGO* y la estabilidad electroquímica de los metales nobles. Al combinar ambos materiales, esperamos desarrollar electrodos que potencien el desempeño del supercapacitor. Finalmente, el dispositivo tipo coin cell fabricado será sometido a diferentes pruebas electroquímicas, permitiéndonos evaluar su rendimiento y compararlo con otros dispositivos en la literatura, con el objetivo de igualar o incluso superar el desempeño de las tecnologías más avanzadas en esta área.

## 1.1. Objetivos

### 1.1.1. Objetivo general

Desarrollo de un supercondensador tipo coin cell en base a óxido de grafeno reducido (*rGO*) y nanopartículas de  $Ag_2MoO_4$ , con el fin de investigar su desempeño y viabilidad como dispositivo de almacenamiento de energía.

### 1.1.2. Objetivos específicos

- Caracterización estructural y morfológica de los materiales a usar.
- Construcción del electrodo de *rGO/Ag<sub>2</sub>MoO<sub>4</sub>*.
- Caracterización electroquímica del material mediante técnica de tres electrodos.
- Fabricación del supercondensador coin cell con electrodos de *rGO/Ag<sub>2</sub>MoO<sub>4</sub>* y electrolito de KOH.
- Caracterización electroquímica del supercondensador.

# Capítulo 2

## Supercondensadores

### 2.1. Fundamentos

En los capacitores convencionales, se utilizan dos electrodos conductores separados por un material dieléctrico aislante. Cuando se aplica un voltaje a través de los electrodos, se genera una acumulación de cargas de signo opuesto en la superficie de cada uno. Estas cargas permanecen separadas gracias a la presencia del dieléctrico, lo que permite al capacitor almacenar energía en el campo eléctrico creado entre los electrodos.

La capacitancia  $C$  se define como la relación entre la carga almacenada  $Q$  y el voltaje aplicado  $V$ :

$$C = \frac{Q}{V} \quad (2.1)$$

Adicionalmente, la capacitancia  $C$  depende de factores físicos del capacitor, siendo directamente proporcional al área  $A$  de los electrodos e inversamente proporcional a la distancia  $D$  que los separa. Esta relación se expresa de la siguiente forma en la Ecuación 2.2:

$$C = \varepsilon_0 \varepsilon_r \cdot \frac{A}{D} \quad (2.2)$$

En esta ecuación,  $\varepsilon_0$  representa la permitividad del vacío, y  $\varepsilon_r$  es la constante dieléctrica del material aislante. El producto de  $\varepsilon_0$  y  $\varepsilon_r$  actúa como el factor de proporcionalidad que define la capacidad del capacitor para almacenar energía en función del tipo de material aislante y la geometría del dispositivo.

Los principales atributos de un capacitor son su densidad de energía y su densidad de potencia. La densidad de energía representa la cantidad de energía que puede almacenar por unidad de volumen o masa, mientras que la densidad de potencia es la velocidad a la que puede liberar o entregar esa energía, también por unidad de volumen o masa.

Las baterías pueden almacenar una gran cantidad de energía, pero su capacidad para entregarla rápidamente es limitada, resultando en una baja densidad de potencia. En contraste, los condensadores almacenan menos energía por unidad de masa o volumen, pero son capaces de liberar dicha energía de manera rápida y eficiente, lo que se traduce en una alta densidad de potencia.

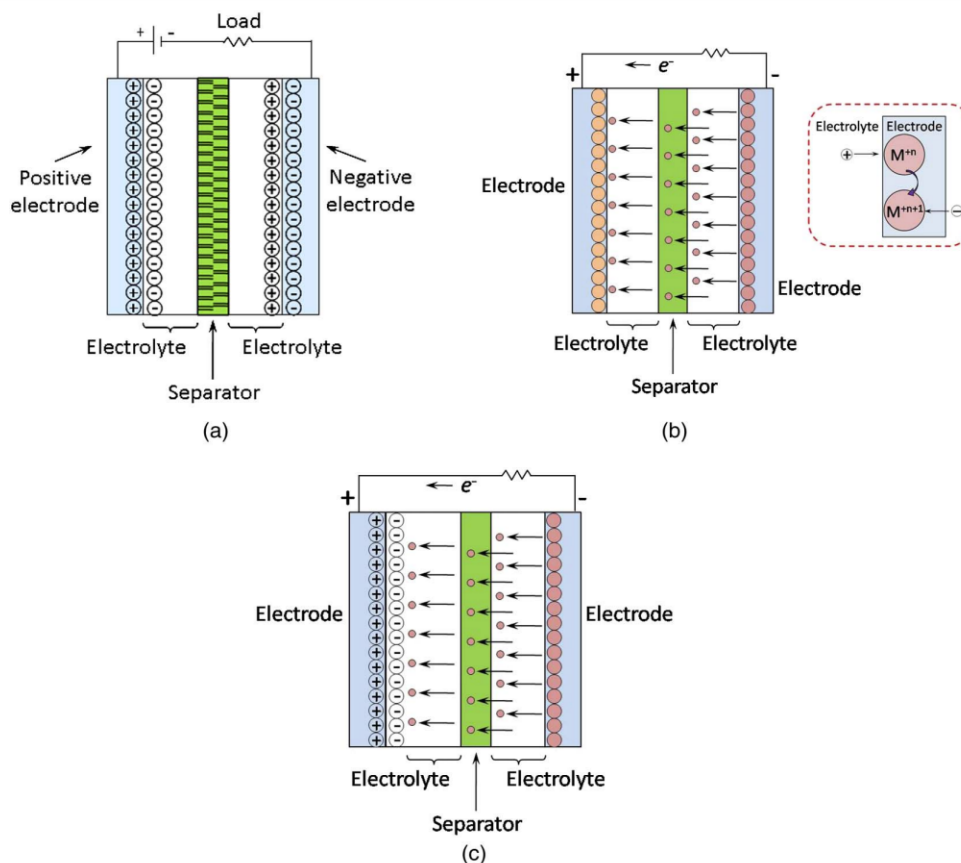
Los supercondensadores, se basan en los mismos principios que los condensadores convencionales, utilizan electrodos con una mayor área superficial y dieléctricos más delgados, lo cual reduce la distancia  $D$  entre los electrodos. De acuerdo con la ecuación 2.2, estas modificaciones resultan en un aumento significativo en la capacitancia.

## 2.2. Tipos de supercondensadores

El principio operativo de un supercondensador se basa en el almacenamiento de energía y la distribución de los iones provenientes del electrolito con respecto al área superficial de los electrodos. Estos se pueden clasificar en tres tipos: doble capa electroquímica (EDLC), pseudocapacitores y un tipo híbrido que combina EDLC y pseudocapacitores. En los EDLC, el mecanismo de almacenamiento y liberación de energía se basa en la separación de carga a escala nanométrica en la interfaz electroquímica formada entre un electrodo y un electrolito. Este mecanismo de almacenamiento de carga es no faradaico, es decir, no involucra reacciones químicas de oxidación-reducción (redox). Los EDLC tienen ciclos de vida relativamente largos, ya que solo ocurre transferencia física de carga.

Por otro lado, los pseudocapacitores se basan en reacciones redox faradaicas que involucran materiales de electrodos de alta energía, como óxidos metálicos, carbones dopados con metales o polímeros conductores. Estos materiales de electrodos permiten a los supercondensadores alcanzar una mayor densidad de energía. Como resultado, los pseudocapacitores generalmente ofrecen mayor densidad de energía, pero a costa de vidas útiles más cortas y menores tasas de carga-descarga en comparación con los EDLC. Los supercondensadores híbridos, como su nombre indica, combinan mecanismos de funcionamiento tanto de los EDLC como de los pseudocapacitores.

Figura 2.1: Representación esquemática de los tipos de supercondensadores: (a) tipo EDLC; (b) tipo pseudocondensador; (c) tipo condensador híbrido.

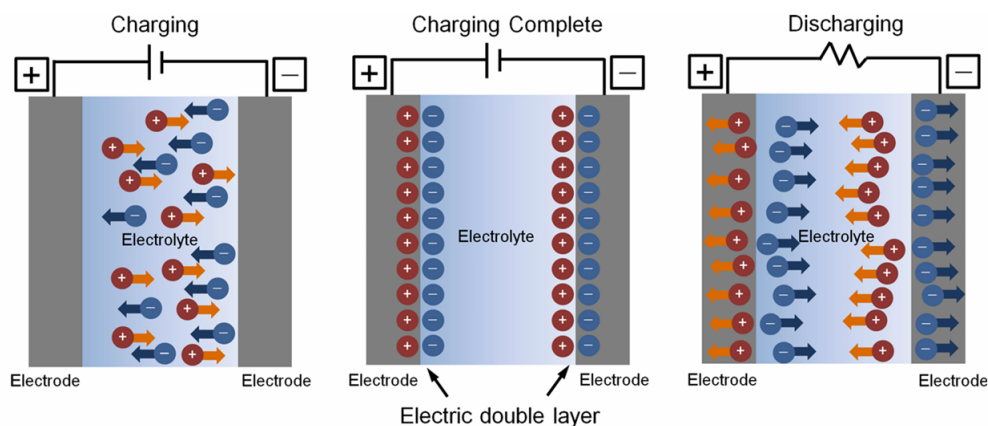


**Fuente:** Supercapacitors: Review of Materials and Fabrication Methods [9].

### 2.2.1. Doble capa eléctrica

Una doble capa eléctrica es una estructura que se forma cuando un objeto cargado se introduce en un líquido (electrolito). Como resultado, las cargas opuestas se acumulan en el electrolito, concentrándose principalmente en la proximidad de la superficie del objeto cargado. Este fenómeno da lugar a la formación de una capa doble de cargas, donde el objeto cargado atrae a los iones de carga opuesta del electrolito, estableciendo un equilibrio electrostático. Para entender y describir de manera precisa esta interfaz entre un sólido y un líquido, se han propuesto varios modelos teóricos a lo largo del tiempo [10]. Estos modelos buscan explicar cómo se distribuyen las cargas y cómo influyen factores como el potencial aplicado, la concentración iónica y las propiedades del solvente en la formación de la doble capa.

Figura 2.2: Carga y descarga de un EDLC.



**Fuente:** Electric double-layer transistors: a review of recent progress [11].

En los supercondensadores, la doble capa eléctrica se forma rápidamente en la interfaz, lo que les otorga tasas de potencia más altas en comparación con las baterías convencionales, donde el transporte de masa en distancias mayores limita la velocidad de carga y descarga.

### 2.3. Materiales de los electrodos

Como se mencionó anteriormente en los supercondensadores EDLC, la interfaz entre el electrodo y el electrolito actúa como un condensador, creando el fenómeno de la "doble capa", donde la carga se acumula sin reacciones químicas significativas. Esta configuración permite un almacenamiento de energía eficiente mediante la separación física de las cargas en la interfaz, lo que proporciona una respuesta rápida a los cambios de voltaje y alta reversibilidad durante los ciclos de carga y descarga.

Los electrodos de los supercondensadores de doble capa suelen estar fabricados con materiales de carbono, que presentan alta área superficial y porosidad, lo que permite una mayor acumulación de carga y optimiza la superficie disponible para la separación de cargas. Estos materiales han sido el foco de la investigación debido a su eficiencia, estabilidad y capacidad para ofrecer altas densidades de potencia y tiempos de respuesta rápidos. La mayoría de los electrodos actuales se fabrican a escala nanométrica, lo que potencia aún más estas características.

Si bien la capacitancia de los supercondensadores está relacionada con el área superficial específica del material del electrodo, esta no siempre aumenta proporcionalmente, ya que solo una parte del área es electroquímicamente accesible. Por ello, el concepto de área superficial activa electroquímica resulta más adecuado para describir el comportamiento de la capacitancia. Un factor determinante en este contexto es el tamaño de los poros: los estudios sugieren que los poros cuyo tamaño se asemeja al de los iones del electrolito logran maximizar la capacitancia, mientras que poros más grandes o más pequeños tienden a reducirla.

Los materiales de carbono, como el carbón activado, los aerogeles de carbono, los nanotubos de carbono y el grafeno, se utilizan ampliamente en la fabricación de super-

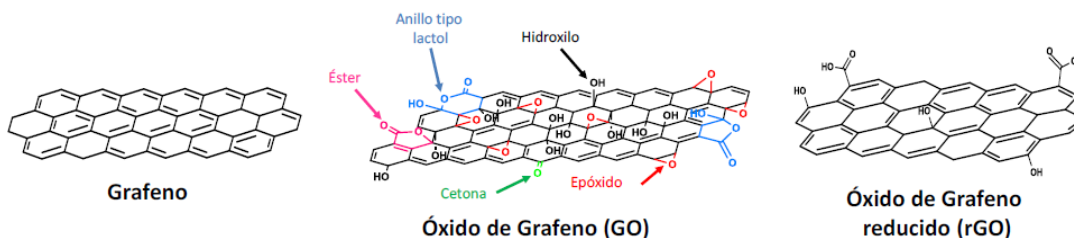
condensadores debido a su gran área superficial, su bajo costo y tecnologías de producción bien establecidas. Dado que los supercondensadores tienen como objetivo cerrar la brecha entre los condensadores tradicionales y las baterías en términos de energía y rendimiento de potencia, es fundamental que estos materiales permitan mayores densidades de energía y una reducción de costos para aplicaciones a gran escala.

### 2.3.1. Óxido de grafeno reducido

El grafeno es una estructura de carbono bidimensional formada por una sola capa de átomos de carbono en hibridación  $sp^2$ , dispuestos en una red hexagonal que le otorga su característico patrón de panal de abeja. Esta configuración le confiere propiedades excepcionales, como alta conductividad eléctrica, gran estabilidad química, y una considerable superficie específica teórica, lo que lo hace atractivo para una amplia gama de aplicaciones.

Uno de los métodos más utilizados para obtener derivados de grafeno es a través del óxido de grafeno (*GO*), el cual se obtiene comúnmente mediante la oxidación de grafito utilizando fuertes agentes oxidantes, donde el método de Hummers es el más empleado en la actualidad. Sin embargo, este precursor puede ser reducido mediante tratamientos químicos o térmicos, obteniendo así óxido de grafeno reducido (*rGO*), que retiene parcialmente la conductividad del grafeno.

Figura 2.3: Estructura esquemática tipos de grafeno.



**Fuente:** Grafeno: obtención, tipos y su aplicación como sensor para detección de gases y sensor de presión [12].

El *rGO* se ha destacado como un material prometedor para electrodos, y su aplicación en nanocompuestos ha sido ampliamente investigada en diversos estudios científicos debido a su contribución al rendimiento electroquímico [13]-[14]-[15]-[16].

Por lo tanto, este material ha sido elegido como uno de los componentes para la fabricación de los electrodos en este trabajo.

### 2.3.2. Nanopartículas $Ag_2MoO_4$

Otro componente clave para lograr un rendimiento sobresaliente en el almacenamiento de carga en dispositivos de energía, como parte del material de los electrodos, son los elementos electroactivos que optimizan la cinética de transporte de electrones. La investigación ha enfocado su atención en los óxidos metálicos nanoestructurados como materiales de electrodos, debido a su capacidad de almacenamiento de carga a través de procesos de

doble capa. Entre estos, los molibdatos metálicos ( $AxMoOy$ , donde 'A' es un ion metálico) destacan por su alta capacidad de carga teórica, excelente conductividad eléctrica e iónica, lo que resulta en una notable actividad electroquímica.

En particular, los molibdatos con iones de plata (Ag) son de gran interés por sus propiedades conductivas, ya que presentan redes de partículas que facilitan el transporte rápido de electrones, crucial para aplicaciones de alta potencia. Hasta la fecha, el estudio de estos materiales en supercondensadores está en desarrollo [17]. En este trabajo, se emplearán nanopartículas de  $Ag_2MoO_4$  en el electrodo para analizar los efectos mencionados.

## 2.4. Electrolito

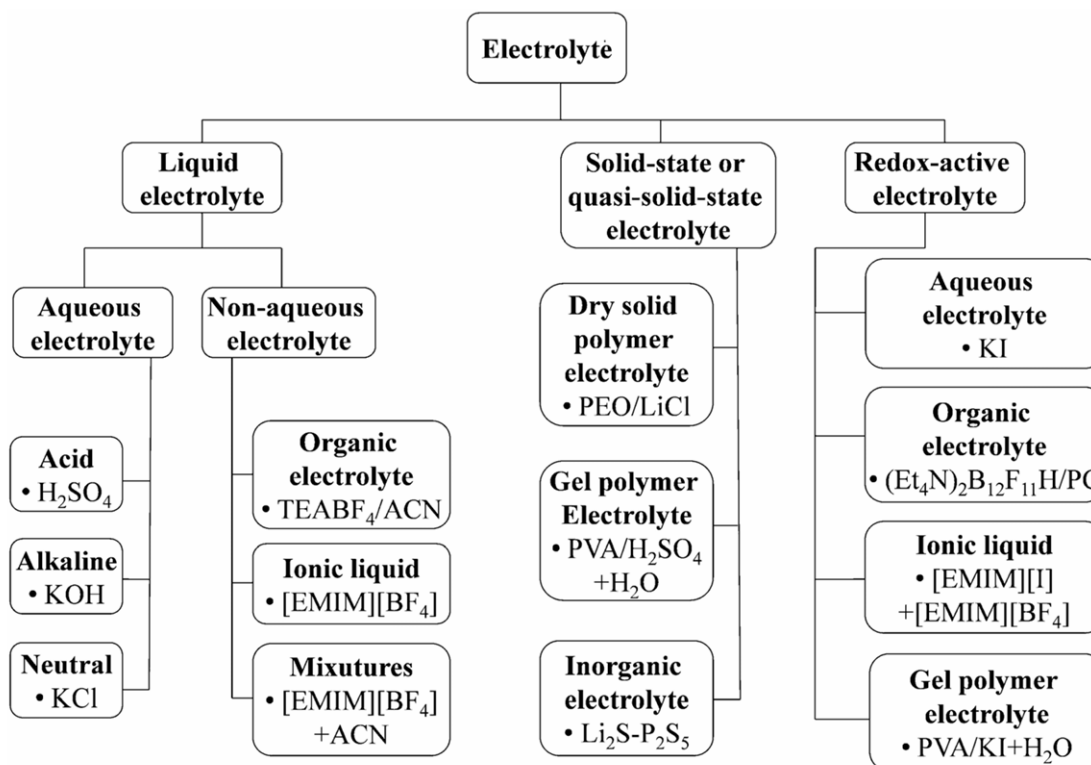
Otro aspecto fundamental es el electrolito utilizado en la construcción de supercondensadores, mientras que la capacitancia del electrodo puede aumentarse mediante materiales de mayor capacidad, el rango de voltaje depende de la ventana de estabilidad electroquímica del electrolito y su compatibilidad química con los materiales del electrodo.

El electrolito influye en el rendimiento del supercondensador en tres aspectos:

1. Su conductividad, que impacta la resistencia serie equivalente (ESR) y la capacidad de entrega de potencia.
2. La absorción de aniones, que afecta la capacitancia específica de la doble capa.
3. Las propiedades dieléctricas del solvente y el grado de ionización de la sal, ambos determinantes en la capacitancia y conductancia.

Existen diversos tipos de electrolitos: líquidos (acuosos, orgánicos, y líquidos iónicos) y sólidos/cuasi-sólidos (orgánicos e inorgánicos). Cada uno presenta ventajas y limitaciones: los acuosos ofrecen alta conductividad y capacitancia pero su voltaje es limitado; los orgánicos y líquidos iónicos alcanzan voltajes más altos, pero con menor conductividad; y los sólidos evitan fugas pero presentan baja conductividad.

Figura 2.4: Clasificación de los electrolitos para supercondensadores.



**Fuente:** A review of electrolyte materials and compositions for electrochemical supercapacitors [18].

Tabla 2.1: Principales electrolitos y tensión de trabajo.

Electrolito	Tensión de operación (V)
TEABF <sub>4</sub> /PC	3.5
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	1.0
KOH	1.0
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	1.8
Li <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	2.2
Pyrrolidinium dicyanamide	2.6
PVA/H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> hydrogel	0.8

**Fuente:** Electrochemical capacitors: mechanism, materials, systems, characterization and applications [4].

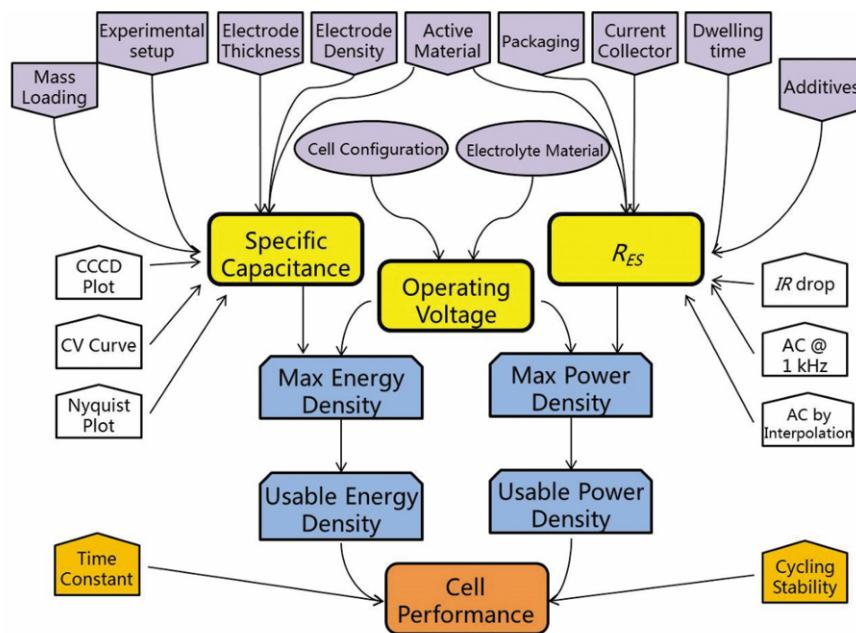
# Capítulo 3

## Métodos de caracterización para supercondensadores

El rendimiento de un supercondensador puede evaluarse a través de una serie de parámetros clave, como la capacitancia del dispositivo, el voltaje de operación, la ESR, la densidad de potencia, la densidad de energía y la constante de tiempo. Para medir estos parámetros con alta precisión y exactitud, se han desarrollado y empleado diversos métodos en el ámbito académico y en la industria [19].

Existen numerosos factores importantes que influyen en el rendimiento de los supercondensadores, y la Figura 3.1 presenta una visión general de las complejas interrelaciones entre diversas métricas de rendimiento y los métodos de prueba correspondientes. Se utilizan varios esquemas de color: los tres parámetros principales se destacan en amarillo (Capacitancia, voltaje de operación y ESR); las densidades de energía y potencia, en azul oscuro; la constante de tiempo y la estabilidad de ciclo, en naranja claro; todos los factores, en morado claro; y los métodos de ensayo, en blanco.

Figura 3.1: Ilustración de las principales métricas de rendimiento, métodos de prueba y principales factores que afectan a la evaluación de los supercondensadores.



Fuente: Supercapacitors performance evaluation [19].

Es importante destacar que esta representación es ilustrativa y no pretende abarcar todos los factores ni detallar exhaustivamente las interconexiones entre ellos. En este trabajo, se emplearán las pruebas comúnmente utilizadas para evaluar el rendimiento energético y de potencia utilizadas también en otros estudios pudiendo así tener punto de comparación, las cuales además suelen ser suficientes en productos comerciales en los que influyen los materiales, la fabricación y el diseño, estas pruebas son las de voltametría cíclica, carga y descarga a corriente constante y espectroscopía de impedancia electroquímica. Además, estos tres modos de prueba pueden utilizarse para examinar tanto los materiales de los supercondensadores, es decir, los medios de almacenamiento de electricidad (incluyendo los materiales de los electrodos y el electrolito), así como los dispositivos supercondensador en su conjunto. Es fundamental diferenciar claramente entre una propiedad medida en la celda completa o solo en su material activo al reportar un resultado de prueba; aunque esta práctica parece evidente, a menudo se omite. En este caso específico, se estudiarán primero los materiales de los electrodos y luego el dispositivo como supercondensador.

### 3.1. Voltametría cíclica

Debido a su versatilidad, la voltametría cíclica es una de las técnicas más ampliamente utilizadas en el análisis electroquímico. Sin embargo, se emplea principalmente para mediciones en celdas de prueba a escala de laboratorio, ya que, en dispositivos de mayor tamaño, las corrientes pueden alcanzar valores de cientos a miles de amperios, lo cual resulta técnicamente complejo de manejar.

En la técnica de la voltametría cíclica, el potencial eléctrico entre los electrodos positivo

y negativo en sistemas de dos electrodos, o entre el electrodo de referencia y el electrodo de trabajo en configuraciones de tres electrodos, se varía de forma periódica y lineal con el tiempo. La rapidez de cambio del potencial, expresada en [mV/s], se denomina velocidad de barrido o tasa de escaneo,  $\nu$ , mientras que el rango de cambio de potencial se conoce como ventana de potencial o potencial operativo.

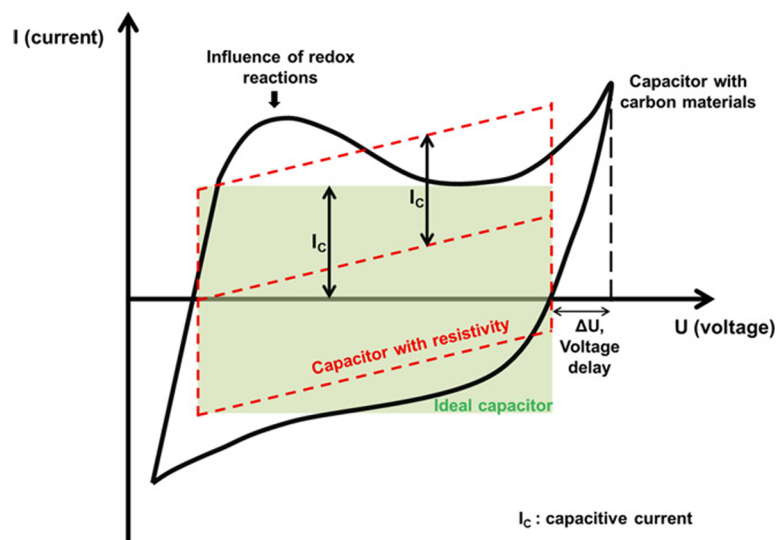
Durante los barridos catódicos y anódicos, la corriente se registra instantáneamente, lo que permite caracterizar las reacciones electroquímicas asociadas. Los datos se representan gráficamente como corriente (A) frente a potencial (V), o en algunos casos, corriente (A) o potencial (V) frente a tiempo (s). El principio de esta técnica consiste en aplicar una rampa de voltaje lineal a un electrodo (o dispositivo) entre dos límites de voltaje y medir la corriente resultante. La expresión para el voltaje aplicado es:

$$V(t) = \begin{cases} V_0 + \nu t & \text{para } V \leq V_1 \\ V_0 - \nu t & \text{para } V \geq V_2 \end{cases}$$

donde  $V_1$  y  $V_2$  son los límites de voltaje y  $\nu$  es la velocidad de barrido que mencionamos anteriormente. La capacitancia generalmente se mide a diferentes velocidades de escaneo para caracterizar el rendimiento de dispositivos de almacenamiento de energía, como los supercondensadores. A bajas velocidades de escaneo, los valores de capacitancia son más altos y se aproximan a un comportamiento ideal. Los capacitores operan dentro de una ventana de voltaje con límites establecidos, y voltajes fuera de esta ventana pueden provocar descomposición del electrolito, dañando el dispositivo.

La forma de la curva en la voltametría también permite deducir los procesos electroquímicos involucrados en la carga y descarga del supercondensador. Por ejemplo, al cargar el supercondensador desde un potencial cero, la corriente inicialmente aumenta y luego disminuye con el aumento adicional en el potencial, generando un 'bulto' en las curvas de voltametría cíclica. En el caso de supercondensadores, la voltametría cíclica de un capacitor ideal sin resistencia muestra una forma perfectamente rectangular y exhibe un comportamiento dependiente de la tasa de escaneo. Un capacitor ideal no pierde energía durante la carga o descarga; sin embargo, en la práctica, existen limitaciones e imperfecciones que provocan desviaciones de la forma rectangular en capacitores reales, representándose mediante una resistencia interna.

Figura 3.2: Características típicas de la voltametría cíclica de un condensador electroquímico.



**Fuente:** Graphene for energy conversion and storage in fuel cells and supercapacitors [20].

Luego la capacitancia específica para tres electrodos se evalúa a partir de la siguiente ecuación [21]:

$$C = \frac{\int I dv}{m \nu \Delta V} \quad (3.1)$$

donde  $I$ ,  $V$ ,  $m$  y  $\nu$  son la densidad de corriente de respuesta (A), potencial (V), masa de materiales activos (g) y  $\nu$  es la velocidad de barrido del potencial ( $V s^{-1}$ ), respectivamente.

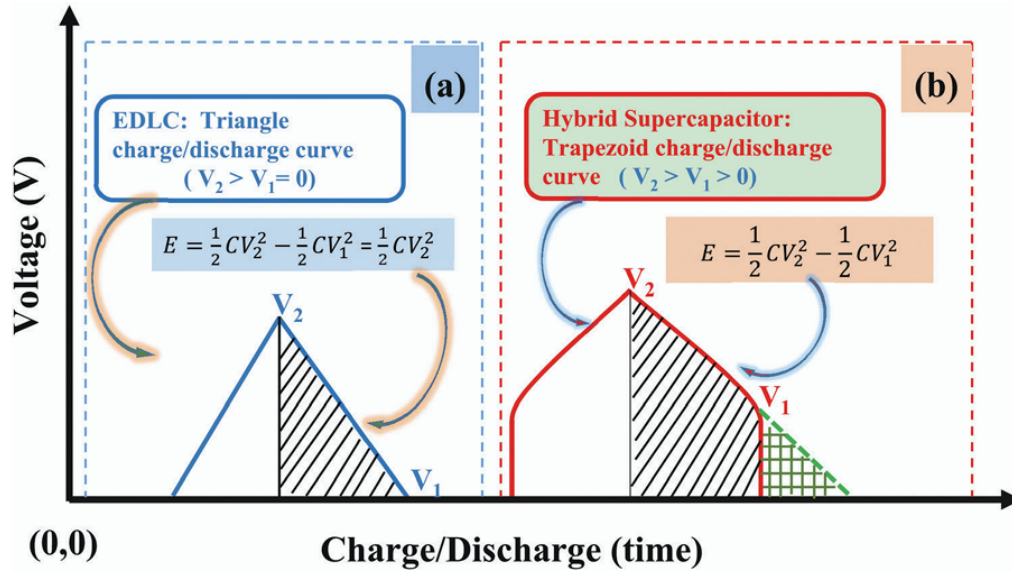
Mientras que para la dos electrodos se deriva una ecuación similar [21]:

$$C = \frac{\int I dv}{2m \nu \Delta V} \quad (3.2)$$

### 3.2. Carga y descarga

La prueba de carga-descarga con corriente constante (CCCD) es una técnica estándar para evaluar el rendimiento y la durabilidad de los supercondensadores EDLC y las baterías. Este proceso aplica ciclos repetitivos de carga y descarga a corriente constante hasta alcanzar un voltaje determinado. Se mide la capacidad en cada ciclo y se representa en función del número de ciclos, formando una curva de capacidad que permite observar el deterioro a lo largo del tiempo. Cuando la capacidad cae un porcentaje establecido, se determina el ciclo de vida útil del dispositivo, que para los condensadores comerciales suele llegar a cientos de miles de ciclos. Además elegir un nivel adecuado de corriente, es fundamental para producir datos consistentes y comparables en una prueba de carga y descarga.

Figura 3.3: Esquema típico de carga y descarga de un EDLC (a) y de un supercondensador híbrido (b).



**Fuente:** Electrochemical capacitors: mechanism, materials, systems, characterization and applications [4].

Como se ve en la Figura 3.3 para calcular la densidad de energía, se utiliza la siguiente ecuación:

$$E_D = \frac{1}{2}C_s(\Delta V)^2 \quad (3.3)$$

donde  $C_s$  es la capacitancia específica, obtenida a partir de las curvas de voltametría cíclica y  $\Delta V$  es la ventana de voltaje utilizada en la prueba. Además, para calcular la densidad de potencia, se utiliza la siguiente ecuación:

$$P_D = \frac{E_D}{\Delta t} \quad (3.4)$$

### 3.3. Espectroscopia de impedancia electroquímica

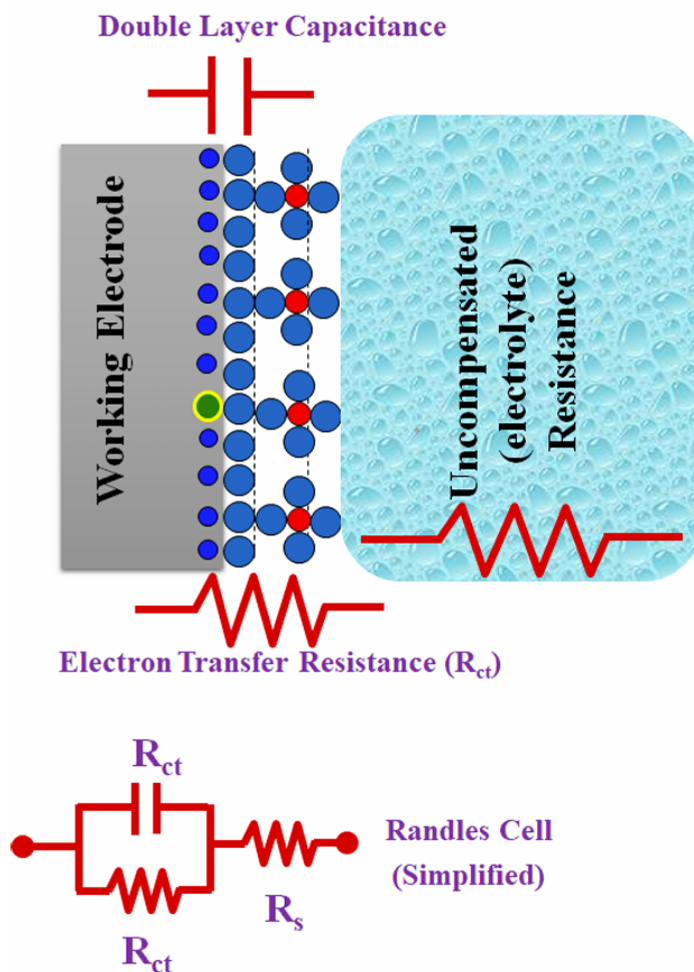
Las características de respuesta en frecuencia de un condensador son fundamentales para su evaluación, ya que dependen de diversos factores, como la naturaleza intrínseca del material del electrodo, la distribución de tamaños de poro del material de alta superficie usado en su fabricación, y la técnica utilizada en la creación de los electrodos.

La espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS) proporciona un método conveniente para evaluar las características de respuesta en frecuencia de un material de condensador. Esta técnica consiste en polarizar primero la celda a un voltaje fijo y luego aplicar un pequeño voltaje adicional (o, en algunas ocasiones, una corriente) que oscila armónicamente en el tiempo, generando una corriente alterna, como se muestra en la Figura 3.4. De este modo, es posible realizar la técnica controlando ya sea la corriente o el voltaje y midiendo el valor opuesto.



aplicar la misma señal de excitación, se denomina circuito eléctrico equivalente de la interfaz electroquímica. El circuito equivalente debe ser lo más simple posible para representar adecuadamente el sistema en estudio, por lo que el circuito equivalente de Randle es un modelo eléctrico simple comúnmente utilizado para representar el comportamiento de una celda electroquímica.

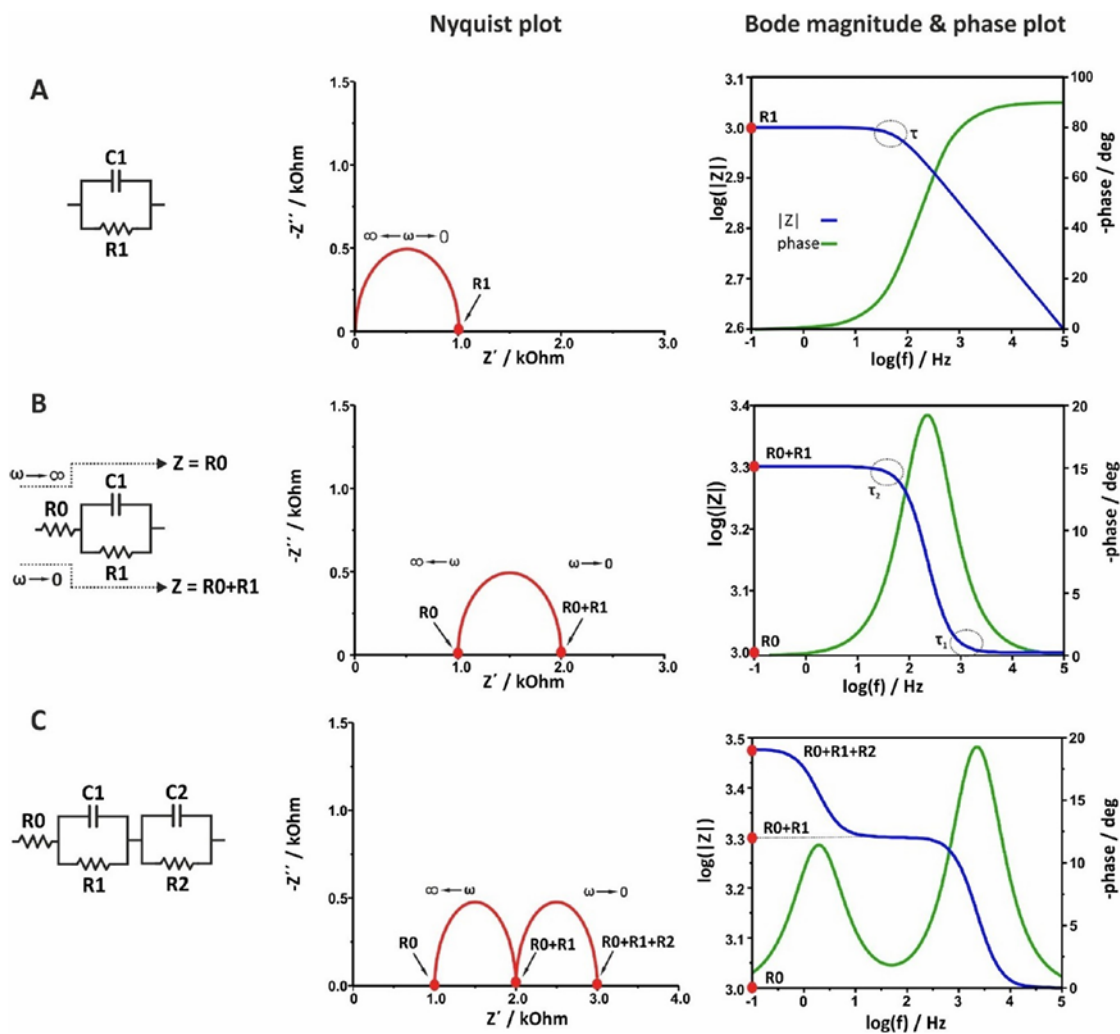
Figura 3.5: Un esquema simple para describir el circuito EIS y la reacción redox que ocurre en la superficie de los electrodos de trabajo en una celda electroquímica convencional (Tres electrodos).



**Fuente:** Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS): Principles, Construction, and Biosensing Applications [22].

Una vez obtenidos los resultados en el diagrama de Nyquist o diagrama de Bode, es necesario analizarlos para identificar el circuito equivalente y determinar los valores correspondientes de los elementos que lo componen. Existen varios estudios que abordan este proceso [22]-[23]-[24].

Figura 3.6: Diagramas de Nyquist, gráficos de magnitud de Bode y de ángulo de fase para distintos circuitos modelo.



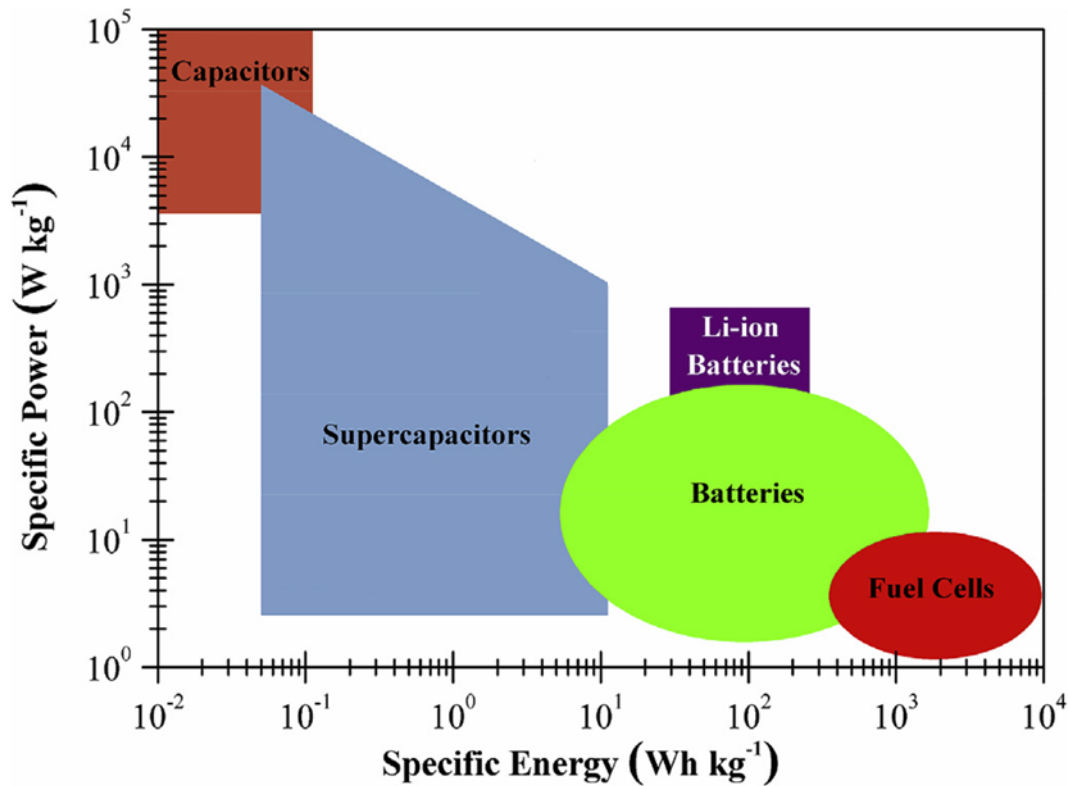
Fuente: Electrochemical Impedance Spectroscopy A Tutorial [23].

### 3.4. Diagrama de Ragone

Entre los diversos indicadores de rendimiento que se prefieren para evaluar distintos tipos de sistemas de almacenamiento y conversión de energía para sus aplicaciones finales, la densidad de potencia y la densidad de energía son los más relevantes, su calculo lo definimos anteriormente mediante las ecuaciones 3.3 y 3.4. Su densidad de potencia se mide en  $[\text{W kg}^{-1}]$ , la cual describe la eficiencia en la absorción/entrega de energía, mientras que su densidad de energía en  $[\text{Wh kg}^{-1}]$  representa la cantidad de energía eléctrica almacenada o entregable.

El diagrama de Ragone (densidad de energía vs. densidad de potencia) permite la comparación de supercondensadores con otros dispositivos de almacenamiento de energía eléctrica.

Figura 3.7: Diagrama de Ragone para dispositivos de almacenamiento de energía.



**Fuente:** Reviewing the fundamentals of supercapacitors and the difficulties involving the analysis of the electrochemical findings obtained for porous electrode materials capacitors [25].

# Capítulo 4

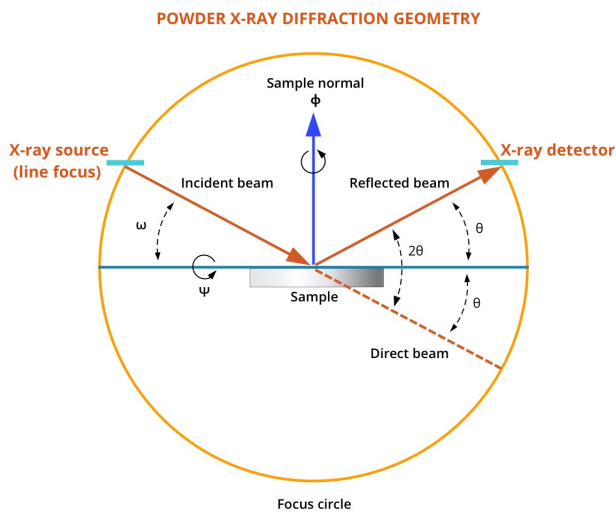
## Caracterización del material

### 4.1. Difracción de Rayos X

La difracción de rayos X (DRX) es una técnica que permite analizar la estructura cristalina de los materiales, basada en la interacción de los rayos X con los átomos del sólido. Cuando los rayos X inciden sobre un material, se dispersan en la estructura cristalina y crean patrones de interferencia, que proporcionan información sobre la disposición atómica. Estos patrones permiten identificar si un material es cristalino o amorfo, así como obtener detalles sobre las fases presentes y el tamaño de los cristales.

La DRX se realiza comúnmente utilizando una geometría de reflexión, donde los rayos X dispersados por la muestra son reflejados y dirigidos hacia un detector. Esta técnica se lleva a cabo en un difractómetro, un instrumento que puede tener diferentes configuraciones en cuanto a cómo se mueve la muestra y el detector, pero siempre mantiene una relación constante entre los ángulos de incidencia y difracción. La DRX es esencial para estudiar la estructura interna de los materiales y comprender su composición a nivel atómico.

Figura 4.1: Modo de operación de un difractómetro de Rayos-X.



Fuente: Myscope microscopy training [26].

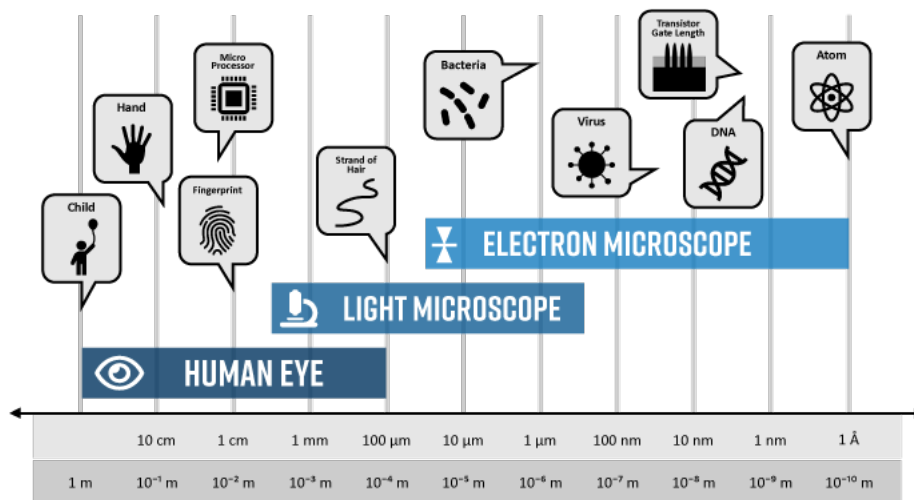
## 4.2. Microscopia electrónica de barrido

La microscopía electrónica de barrido (SEM, por sus siglas en inglés: *Scanning Electron Microscope*) es una técnica ampliamente utilizada para la caracterización de materiales, especialmente a nivel nanométrico.

En el SEM, un haz fino de electrones recorre la muestra preparada siguiendo una serie de trayectorias paralelas. Los electrones interactúan con los átomos de la muestra, generando señales que se pueden detectar y visualizar en una pantalla. Estas señales incluyen electrones secundarios, que proporcionan información sobre la topografía de la muestra, y electrones retrodispersados, que aportan detalles sobre la composición química.

Una de las principales ventajas del SEM es su capacidad para proporcionar imágenes tridimensionales con una resolución muy alta, que puede llegar hasta el rango de los nanómetros. Además, la profundidad de enfoque del SEM es mucho mayor que la de un microscopio óptico convencional, lo que permite obtener información detallada sobre la textura superficial de las partículas.

Figura 4.2: Comparación de las escalas de longitud con distintos tipos de microscopios.



Fuente: Nanoscience Instruments [27].

# Capítulo 5

## Trabajo experimental

### 5.1. Determinación de la proporción de materiales

Para la preparación de los electrodos, primero es necesario definir las proporciones adecuadas de cada material que los conformará. El polímero [A.1.1] actúa como aglutinante de los demás componentes, mientras que el carbón activado [A.1.2] proporciona estructura a la mezcla sin comprometer su conductividad eléctrica.

Además, se debe determinar la cantidad óptima de óxido de grafeno reducido (rGO) y nanopartículas de  $Ag_2MoO_4$  en la mezcla final. En este caso, se prioriza la alta área superficial del rGO, por lo que su proporción es mayor. Las nanopartículas, por su parte, contribuyen a mantener esta superficie activa y mejoran la conductividad eléctrica.

Basándonos en estudios previos [21]-[28], se ha definido la proporción óptima de materiales, la cual se presenta en la Tabla 5.1.

Tabla 5.1: Porcentaje y peso de cada componente para la mezcla.

Componente	Porcentaje [%]	Peso [mg]
<i>rGO</i>	49	70
$Ag_2MoO_4$	21	30
Carbón Activado	20	28.57
Polímero	10	14.28

**Fuente:** Elaboración propia.

Tabla 5.2: Detalle de los electrodos.

Descripción	Peso [mg]
Placa electrodo n°1	284
Placa electrodo n°2	284.3
Ambas placas con electrodos	629.1
Masa electrodos	$629,1 - 284 - 284,3 = 60,8$
Masa efectiva de electrodos	$60,8 \cdot 0,7 = 42,56$

**Fuente:** Elaboración propia.

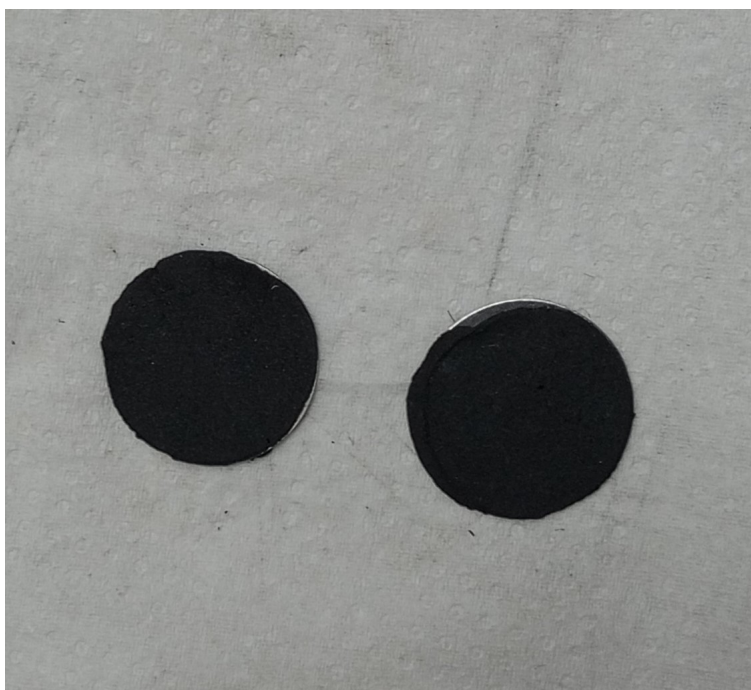
## 5.2. Fabricación de electrodos

Para la creación de los electrodos, cada material fue cuidadosamente pesado para cumplir con los porcentajes detallados en la Tabla 5.1. Luego, en un vaso precipitado, se mezclaron los materiales: el *rGO*, el carbón activado y las nanopartículas en polvo, junto con el polímero disuelto en agua. Además se añadió agua destilada hasta obtener una consistencia pastosa.

La mezcla resultante se transfirió a un agitador magnético con calefacción para asegurar una mezcla homogénea. Después de unos 10 minutos de agitación, se extendió la mezcla sobre una plataforma de vidrio para lograr un grosor uniforme. Posteriormente, se colocó en un horno durante varias horas para eliminar el agua y la humedad agregadas.

Una vez seca, la hoja de material se cortó con un molde redondo del tamaño deseado, procurando así obtener círculos de un mismo tamaño, que se usaron para fabricar el dispositivo coin cell. También se cortaron cuadrados de 1x1 [cm] de la hoja para hacer pruebas al material mediante pruebas electroquímicas en configuración de tres electrodos.

Figura 5.1: Electrodos del supercondensador.

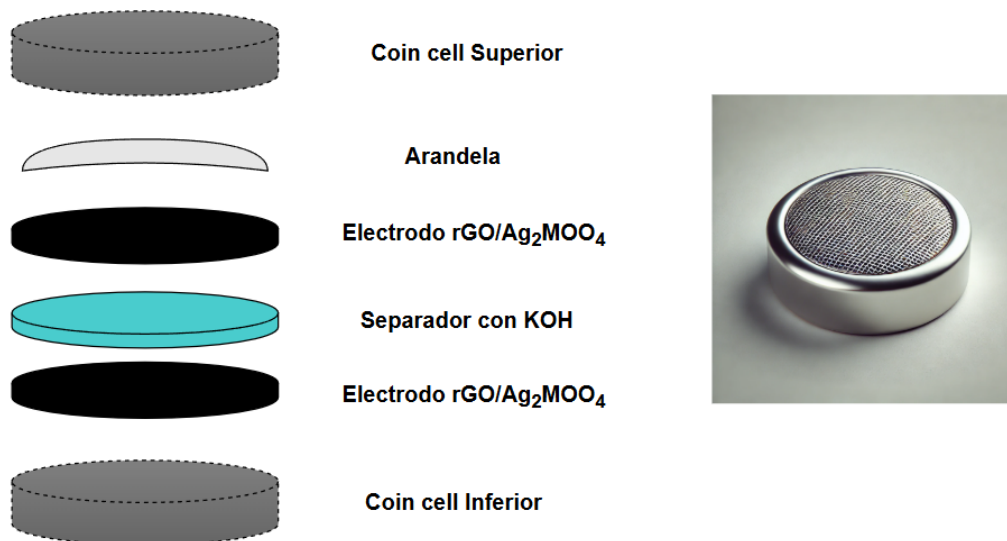


**Fuente:** Elaboración propia.

### 5.3. Fabricación del supercondensador

Una vez fabricados los electrodos, se procede a ensamblar los componentes del supercondensador utilizando una prensa hidráulica, y usando KOH a 5M como electrolito del dispositivo.

Figura 5.2: Fabricación del dispositivo supercondensador.

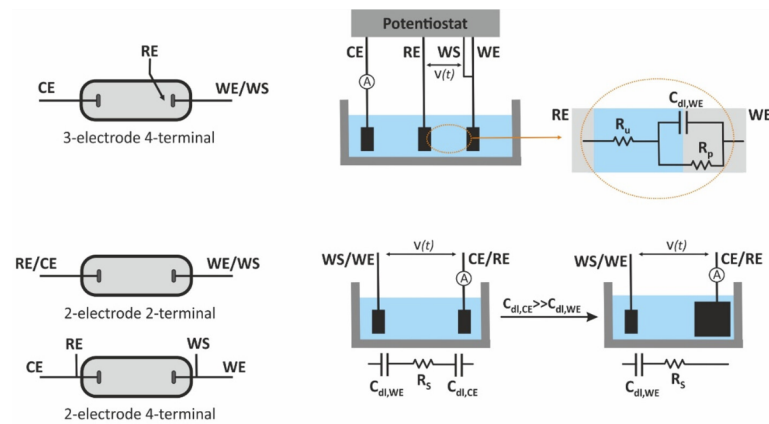


Fuente: Elaboración propia.

### 5.4. Pruebas realizadas

Se realizaron las pruebas de voltametría cíclica (3.1), de carga y descarga (3.2) y espectroscopia de impedancia electroquímica (3.3) en configuración de 3 electrodos y de 2 electrodos para el dispositivo supercapacitor tipo coin cell. La primera se utilizó para evaluar el rendimiento del material, mientras que la segunda se empleó para evaluar el dispositivo.

Figura 5.3: Diferentes tipos de celdas electroquímicas de 2 y 3 electrodos, para diferentes modos de conexión con el electrodo de trabajo (WE), electrodo de sentido de trabajo (WS), electrodo contraelectrodo (CE) y electrodo de referencia (RE).

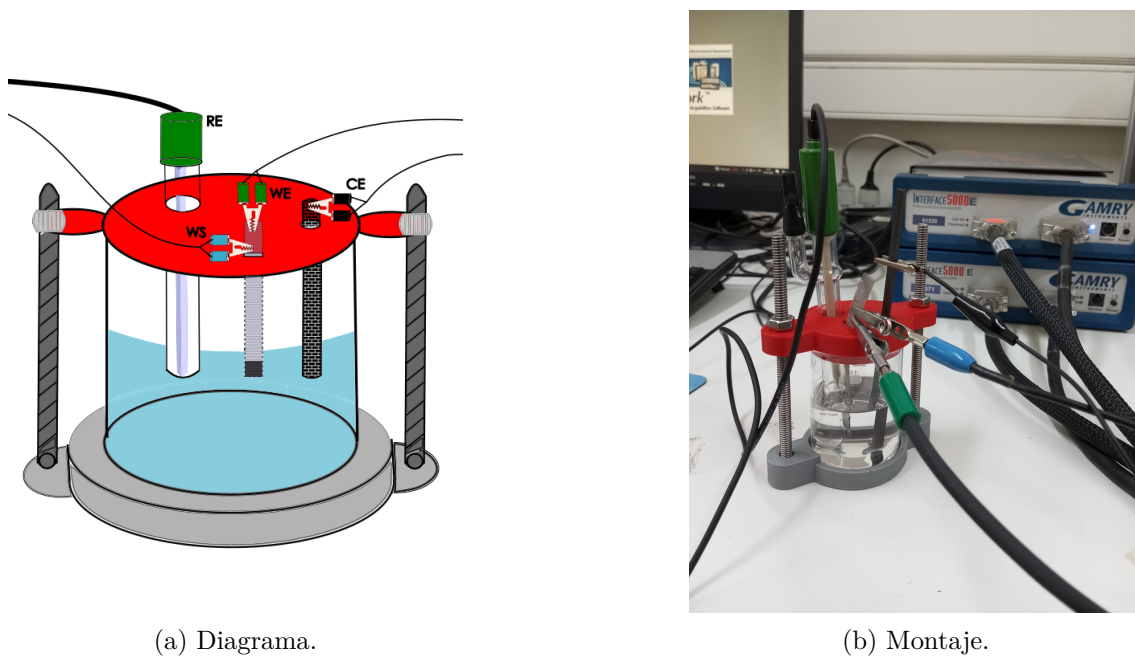


**Fuente:** Electrochemical Impedance Spectroscopy A Tutorial [23].

### 5.4.1. Montaje para prueba de tres electrodos

En la configuración de tres electrodos, se conectan los cables de trabajo y de sentido de trabajo al electrodo de  $rGO/Ag_2MoO_4$ , el cable de referencia al electrodo de referencia y el contraelectrodo a un tercer electrodo. En la mayoría de los casos, este electrodo se coloca de forma que mida un punto muy cercano al electrodo de trabajo. Además, este montaje se realiza en un vaso con electrolito como se puede observar en la Figura 5.4.

Figura 5.4: Prueba experimental de 3 electrodos.



(a) Diagrama.

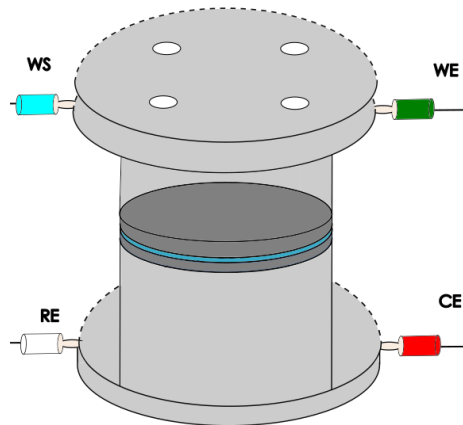
(b) Montaje.

**Fuente:** Elaboración propia.

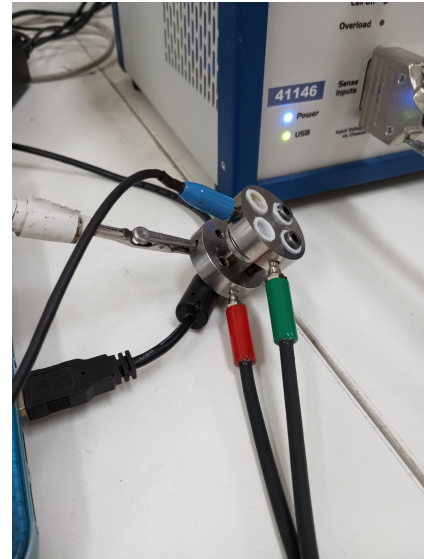
### 5.4.2. Montaje para prueba de dos electrodos

Para la configuración de dos electrodos los cables de trabajo y sentido de trabajo están conectados al electrodo de  $rGO/Ag_2MoO_4$  mientras que referencia y contraelectrodo están conectados a un segundo electrodo (en este caso también de  $rGO/Ag_2MoO_4$ ).

Figura 5.5: Prueba experimental de 2 electrodos.



(a) Diagrama.



(b) Montaje.

**Fuente:** Elaboración propia.

# Capítulo 6

## Resultados

### 6.1. Difracción de rayos X

El análisis de las nanopartículas de  $\text{Ag}_2\text{MoO}_4$  incluye la identificación detallada de su nombre y fórmula química, los cuales se presentan en la Tabla 6.1.

Tabla 6.1: Nombre y formula nanopartículas.

<b>Código de referencia</b>	00-008-0473
<b>Nombre</b>	Oxido de molibdeno y plata
<b>Formula empírica</b>	$\text{Ag}_2\text{MoO}_4$
<b>Formula química</b>	$\text{Ag}_2\text{MoO}_4$
<b>Segunda formula química</b>	$\text{Ag}_2\text{O} \cdot \text{MoO}_3$

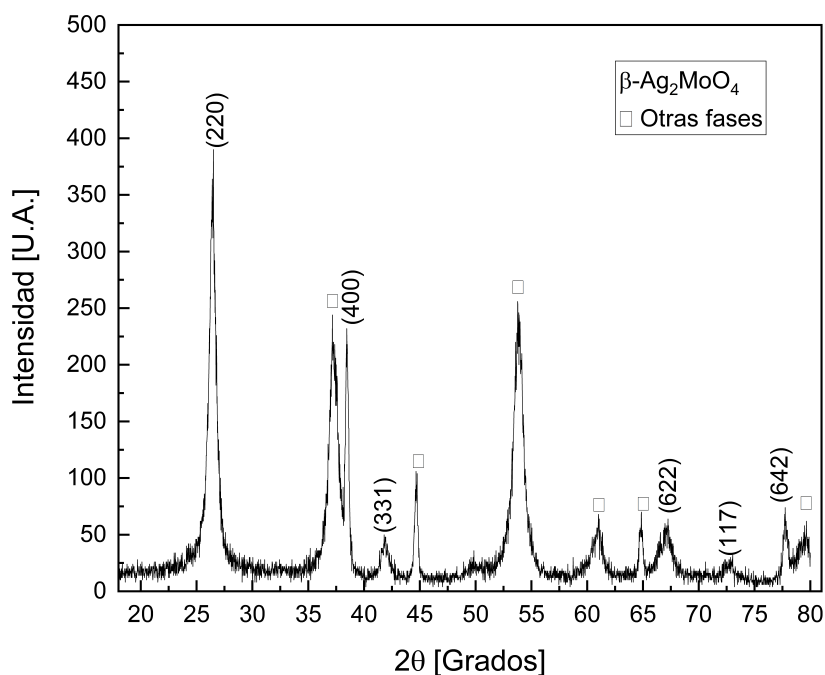
**Fuente:** Elaboración propia.

Se ha demostrado que los cristales de  $\text{Ag}_2\text{MoO}_4$  se forman en dos fases características: una fase beta ( $\beta$ ) más estable con una estructura cúbica similar a la espinela y un grupo espacial ( $\text{Fd}\bar{3}\text{m}$ ), y una fase alfa ( $\alpha$ ) metaestable con una estructura tetragonal y un grupo espacial ( $\text{P4122}$ ).

Para este trabajo se realizó la síntesis de microcristales de  $\text{Ag}_2\text{MoO}_4$  mediante el método hidrotérmico a 150 [°C] por 12 horas. Los microcristales obtenidos fueron caracterizados estructuralmente mediante XRD, utilizando un difractor de polvo XRD-Shimadzu 6000, en la Figura 6.1 se muestra el patrón de difracción de rayos X de microcristales de  $\text{Ag}_2\text{MoO}_4$ .

La muestra presenta los picos característicos de una estructura cúbica de tipo espinela con el grupo espacial ( $\text{Fd}\bar{3}\text{m}$ ), correspondiente a la fase  $\beta$ - $\text{Ag}_2\text{MoO}_4$ , como fase mayoritaria. Sin embargo, se observa la aparición de algunos picos adicionales que pueden asociarse a fases minoritarias de óxidos de Mo y Ag.

Figura 6.1: Patrón de difracción de Rayos X de  $\text{Ag}_2\text{MoO}_4$ .



Fuente: Elaboración propia.

Finalmente, los parámetros correspondientes a la muestra se presentan en la Tabla 6.2.

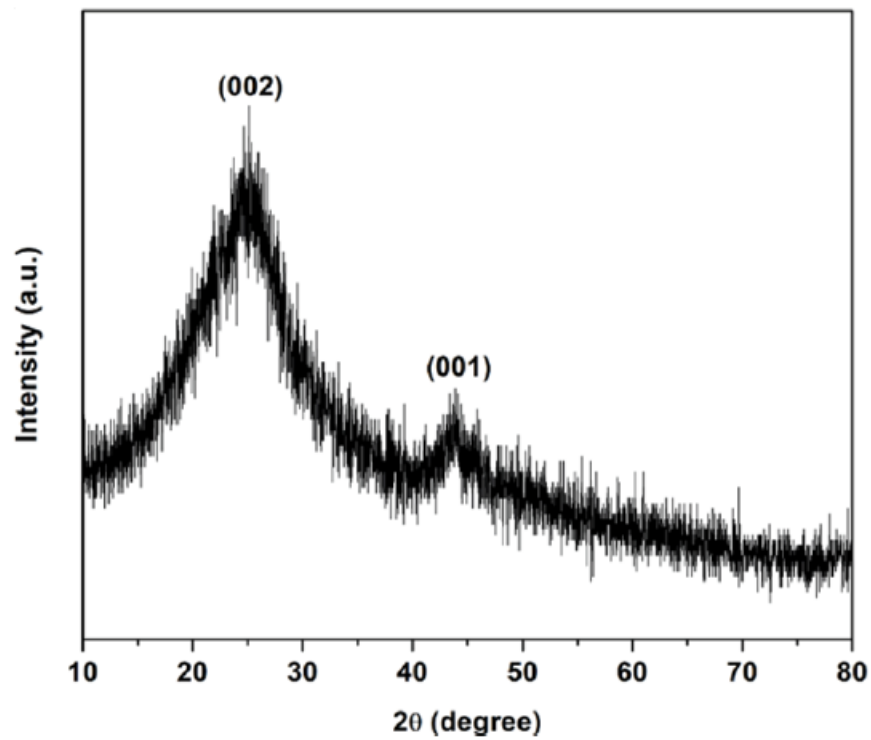
Tabla 6.2: Parámetros cristalográficos.

<b>Sistema cristalino:</b>	Cubico	
<b>Grupo espacial:</b>	Fd3m	
<b>Número del grupo:</b>	227	
<b>Parámetro</b>	<b>Valor</b>	<b>Unidad</b>
a	9.3127	Å
b	9.3127	Å
c	9.3127	Å
Alpha	90	°
Beta	90	°
Gamma	90	°
<b>Densidad calculada:</b>	6.18	$\text{g/cm}^3$
<b>Volumen de celda:</b>	807.66	$10^6 \text{ pm}^3$
<b>Z:</b>	8.00	

Fuente: Elaboración propia.

Por otro lado, se incluyó el análisis de difracción de rayos X del óxido de grafeno reducido (*rGO*). Aunque no se realizó una caracterización experimental directa de este material, se presenta su patrón de difracción, mostrado en la Figura 6.2.

El patrón presenta los picos característicos de *rGO*, como se observa en el pico principal alrededor de  $26^\circ$  (002), y un pico menor en  $43^\circ$  (001).

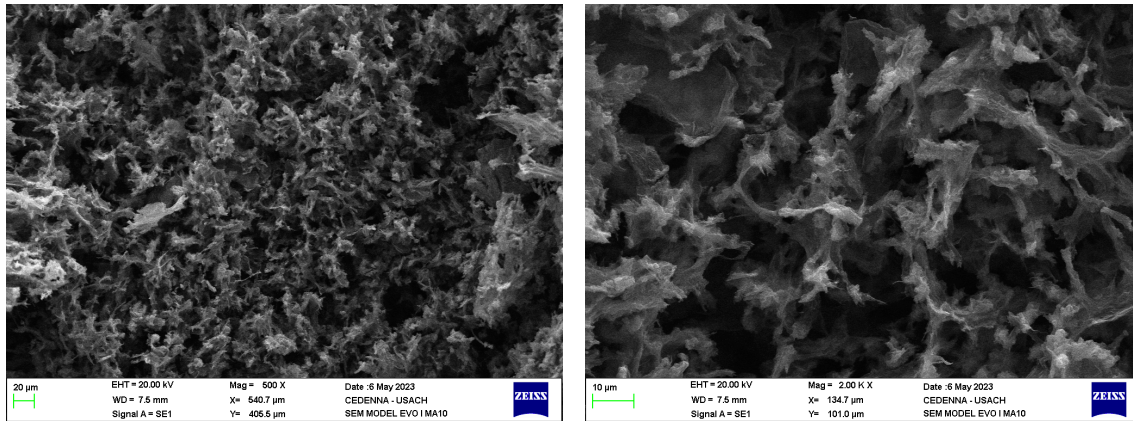
Figura 6.2: Patrón de difracción de Rayos X de *rGO*.

**Fuente:** Facile Synthesis and Optimization of CrOOH/rGO-Based Electrode Material for a Highly Efficient Supercapacitor Device [28].

## 6.2. SEM

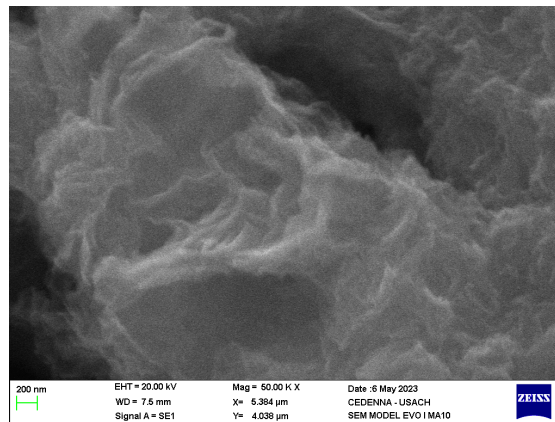
### 6.2.1. SEM *rGO*

Figura 6.3: SEM para *rGO* a diferentes escalas.



(a) 20 [μm].

(b) 10 [μm].



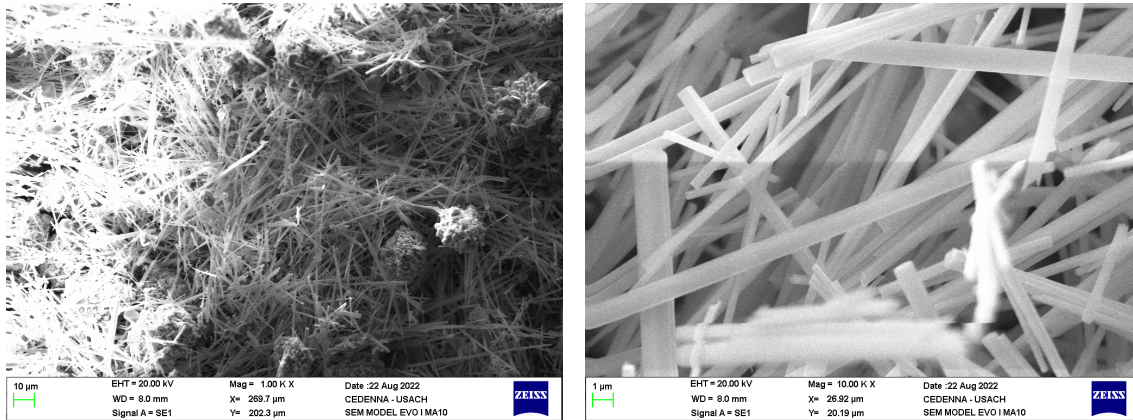
(c) 200 [nm].

**Fuente:** Elaboración propia.

El análisis por SEM revela la presencia de láminas delgadas superpuestas, característica propia del *rGO*. Estas láminas presentan una morfología laminar bien definida, lo que concuerda con estudios previos que describen su estructura típica tras la reducción del óxido de grafeno [29]-[30].

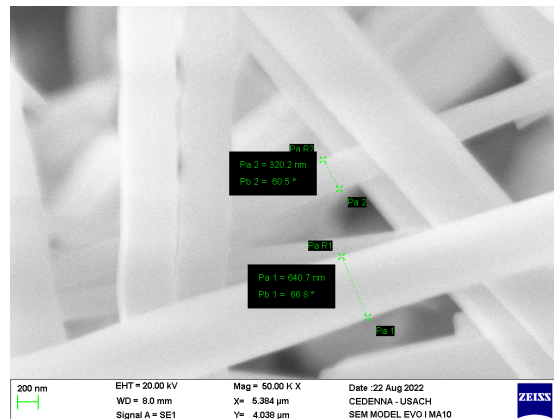
### 6.2.2. SEM nanopartículas $Ag_2MoO_4$

Figura 6.4: SEM para nanopartículas  $Ag_2MoO_4$  a diferentes escalas.



(a) 10 [µm].

(b) 1 [µm].



(c) 200 [nm].

**Fuente:** Elaboración propia.

Se observan las micrografías de los cristales de  $Ag_2MoO_4$  con distintos grados de magnificación. En la Figura 6.4(a), se aprecian barras que corresponden a los cristales de  $\beta$ - $Ag_2MoO_4$  y cúmulos de material en forma cuasi esférica, los cuales podrían estar asociados a fases secundarias presentes en la muestra, posiblemente aglomeraciones de  $MoO_2$  o  $Ag_2O$ , como fases minoritarias observadas previamente en la difracción de rayos X.

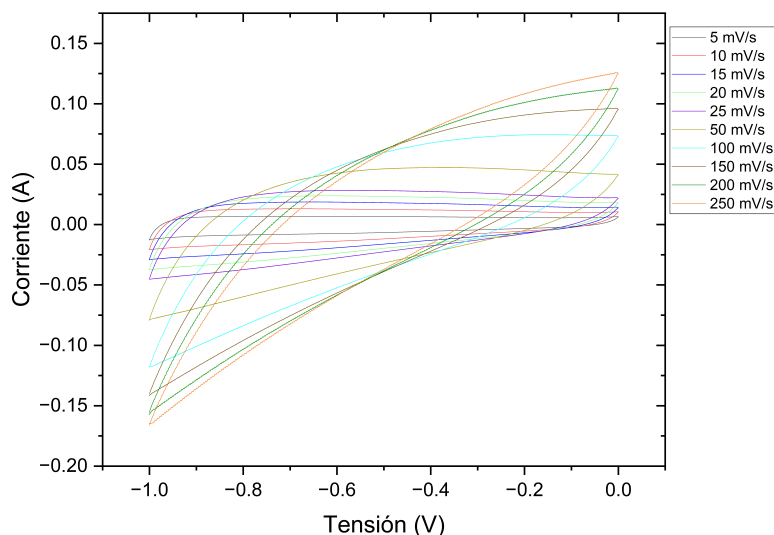
A medida que se incrementa la magnificación, se distinguen claramente las formas de las barras de  $\beta$ - $Ag_2MoO_4$ , con diámetros promedio que oscilan entre 320 [nm] y 640 [nm].

### 6.3. Medición electroquímica en configuración de tres electrodos

La Figura 6.5 muestra las curvas del voltametría cíclica del material  $rGO/Ag_2MoO_4$  en solución 5M KOH, en una ventana de potencial de -1 - 0 [V] con velocidades de barrido de 5 [mV/s], 10 [mV/s], 15 [mV/s], 20 [mV/s], 25 [mV/s], 50 [mV/s], 100 [mV/s], 150 [mV/s], 200 [mV/s] y 250 [mV/s].

Es posible observar a bajas velocidades de escaneo entre 5 [mV/s] a 25 [mV/s] que la curva es más cercana a la forma rectangular ideal de capacitancia, esto indica que, a velocidades bajas, el sistema tiene suficiente tiempo para permitir que las cargas se distribuyan uniformemente en el electrodo, mostrando un comportamiento más capacitivo. Además podemos ver que la corriente toma valores bajos, por lo que la resistencia tiene menor impacto en esta región de velocidad. A velocidades medias de escaneo entre 50 [mV/s] a 100 [mV/s], la forma de la curva comienza a desviarse del rectángulo ideal. Se observa un ligero bulto en la curva, junto con un aumento en la corriente máxima con respecto a la velocidad, lo que sugiere que hay un comportamiento dependiente de la velocidad, posiblemente por la existencia un comportamiento más resistivo [31]. A altas velocidades de escaneo entre 150 [mV/s] a 250 [mV/s] la desviación de la curva es más evidente. La corriente muestra picos más pronunciados y se aleja del eje central.

Figura 6.5: Voltametría cíclica para diferentes velocidades de barrido.

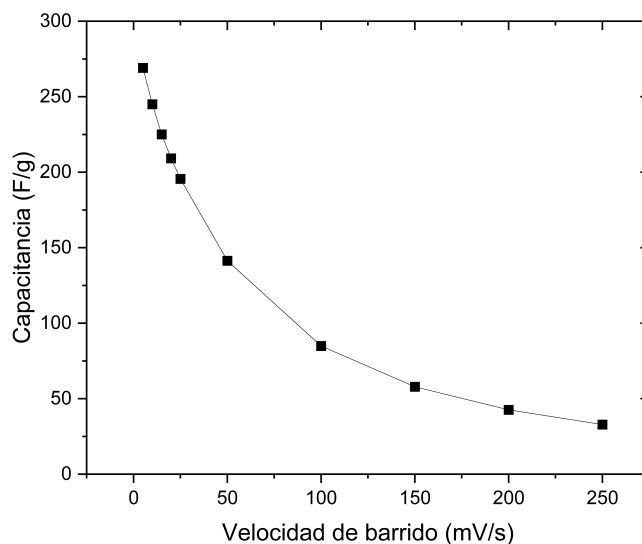


**Fuente:** Elaboración propia.

La Figura 6.6 presenta la capacitancia específica del nanocompuesto  $rGO/Ag_2MoO_4$  calculada en función de la velocidad de barrido a partir de la Ecuación 3.1. Se observan valores máximos y mínimos de capacitancia específica de 269 [F/g] y 33 [F/g], correspondientes a velocidades de barrido de 5 [mV/s] y 250 [mV/s] respectivamente, el detalle de estos valores se encuentra en Anexos (A.3.1). Se observa que el valor de capacitancia obtenido muestra una mejora significativa en comparación con otros estudios. Por ejemplo, en un trabajo previo, el  $rGO$  presentó una capacitancia de 101 [F/g] a una velocidad de

barrido de 20 [mV/s] [32]. En otro estudio, que realizó un análisis similar basado en la densidad de corriente, se reportó un valor máximo de capacitancia de 191 [F/g] [33]. Estos resultados contrastan con los obtenidos en este trabajo, lo que permite visualizar que la adición de nanopartículas contribuye de manera efectiva al aumento de la capacitancia.

Figura 6.6: Capacitancia para diferentes velocidades de barrido.



**Fuente:** Elaboración propia.

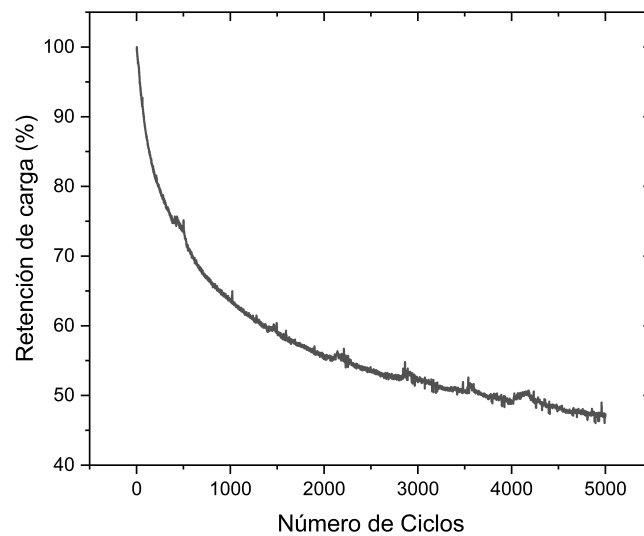
Ahora, mediante las pruebas de carga y descarga, es posible observar en la Figura 6.7 el porcentaje de carga que el material retiene durante 5000 ciclos. Se aprecia que la pendiente es muy pronunciada durante los primeros 1000 ciclos, lo que indica una degradación rápida de la capacidad de carga en las etapas iniciales del proceso. Esto puede atribuirse a factores como la pérdida de sitios activos en la superficie o modificaciones estructurales inducidas por los procesos repetidos de carga y descarga.

A partir de los 1000 ciclos, la pendiente comienza a reducirse y el comportamiento se estabiliza, adquiriendo una tendencia más horizontal. En términos de rendimiento, si bien la retención de carga al final del ensayo alcanza aproximadamente el 50%.

Una posible causa de este fenómeno podría ser la autodescarga en los materiales de los electrodos, la cual depende de sus características específicas. En particular, la distribución de los poros, incluido su tamaño y forma, la que influye significativamente en la capacidad de absorción de iones [34].

Respecto al tamaño de los poros del material estos pudieron influir en la retención obtenida, se ha estudiado el desempeño de fibras de carbono activado nanoporosas con diferentes distribuciones de tamaño de poro. Donde descubrieron que, a medida que disminuye el tamaño del poro, se aumenta la retención. Un supercondensador con poros menores a 1 [nm] presentaba una tasa de retención de carga superior al 87%, mientras que aquellos con poros mayores a 1 [nm] presentan una retención del 69% [35].

Figura 6.7: Retención de carga en función del número de ciclos.



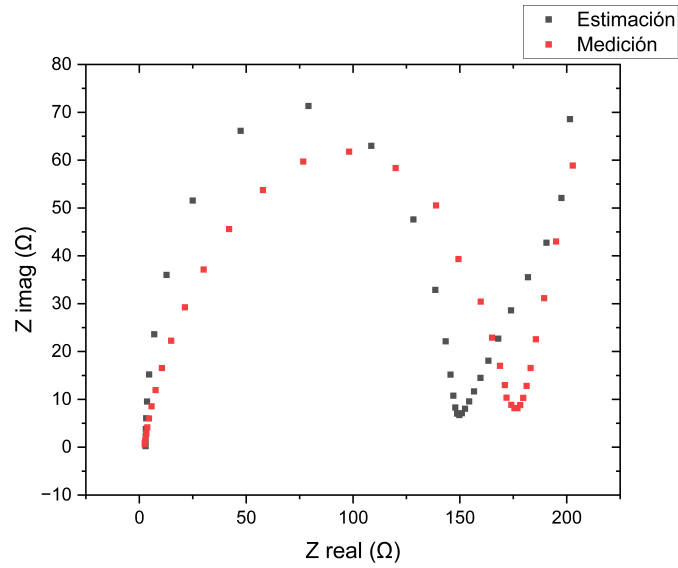
**Fuente:** Elaboración propia.

En la Figura 6.8(a), se observa el diagrama de Nyquist correspondiente a la configuración de tres electrodos. Los puntos rojos representan los datos experimentales, mientras que los puntos negros muestran la estimación obtenida a partir del modelo de circuito equivalente ilustrado en la Figura 6.8(b).

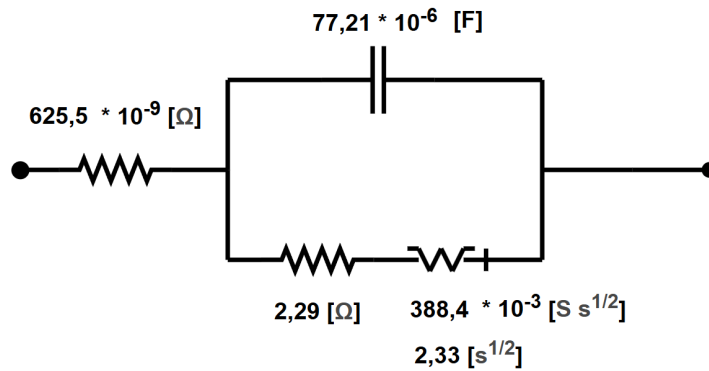
El circuito equivalente incluye:

- Una resistencia serie ( $ESR = 625,5 \cdot 10^{-9} \Omega$ ).
- Una capacitancia ( $C = 77,21 \mu F$ ).
- Una resistencia de transferencia de carga ( $R_{ct} = 2,29 \Omega$ ).
- Un elemento Warburg, descrito por los parámetros  $Y = 388,4 \cdot 10^{-3} S s^{1/2}$  y  $B = 2,33 s^{1/2}$ .

Figura 6.8: Prueba de impedancia.



(a) Diagrama de Nyquist del material.



(b) Circuito equivalente.

**Fuente:** Elaboración propia.

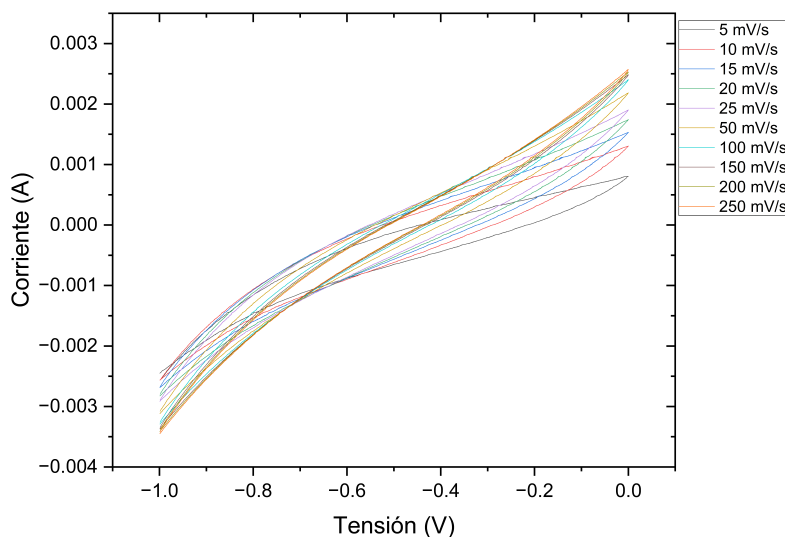
La impedancia de Warburg modela la difusión y se explica en mayor detalle en Anexos (A.4.1).

## 6.4. Medición dispositivo coin cell

La Figura 6.9 muestra las curvas de voltametría cíclica del dispositivo basado en  $rGO/Ag_2MoO_4$  ensamblado en configuración de dos electrodos, utilizando una solución de 5M KOH como electrolito. Las mediciones se realizaron dentro de una ventana de potencial de -1 [V] a 0 [V], con iguales velocidades de barrido para el ensayo anterior de 5 [mV/s] a 250 [mV/s].

Se observa un comportamiento similar al del material en configuración de tres electrodos. A bajas velocidades de escaneo, las curvas presentan una forma casi rectangular en el gráfico, lo que indica que los electrolitos tienen tiempo suficiente para interactuar de manera efectiva con la superficie del electrodo, permitiendo alcanzar el valor más alto de capacitancia específica de la muestra. Por el contrario, a altas velocidades de escaneo, el tiempo de interacción entre los electrolitos y la superficie del electrodo se reduce considerablemente, lo que limita la transferencia de carga. Además, se observa una curva más estrecha, lo cual sugiere una disminución en la capacitancia específica.

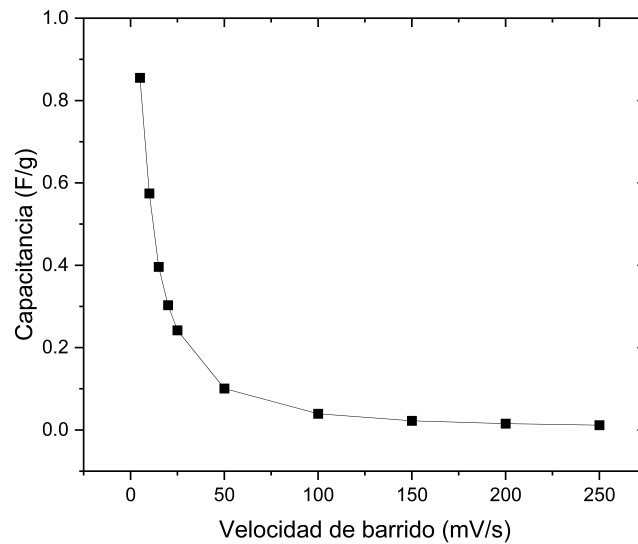
Figura 6.9: Voltametría cíclica para diferentes velocidades de barrido.



**Fuente:** Elaboración propia.

Para la figura 6.10 se observan valores máximos y mínimos de capacitancia específica de 0.855 [F/g] para una velocidad de barrido de 5 [mV/s] y 0.011 [F/g] para 250 [mV/s] respectivamente obtenidos a través de la Ecuación 3.2, el detalle de estos valores se encuentra en Anexos (A.3.2). La configuración de tres electrodos muestra valores de capacitancia significativamente mayores porque se evalúa de forma independiente al dispositivo, sin considerar las limitaciones reales de ensamblaje. En cambio, para dos electrodos se refleja el comportamiento real del dispositivo, incluyendo las pérdidas en resistencias internas, lo que explica su menor capacidad.

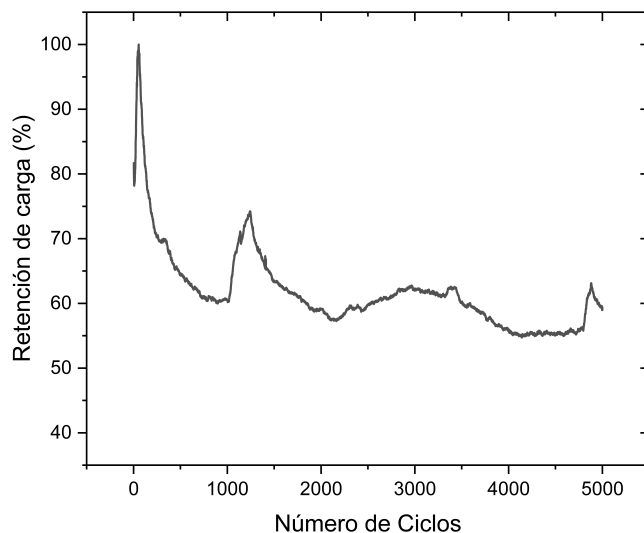
Figura 6.10: Capacitancia para diferentes velocidades de barrido.



**Fuente:** Elaboración propia.

Por otra parte el desempeño del supercapacitor, frente al número de ciclos de carga y descarga, se observa un pico inicial de retención de carga cercano al 100 %, posiblemente debido al efecto de formación y estructuración inicial del supercapacitor, luego hay una disminución pronunciada en la retención de carga, estabilizándose alrededor del 70 %, después de los primeros cientos de ciclos, la retención de carga muestra fluctuaciones moderadas, oscilando entre el 60 % y 70 % por lo que el supercapacitor alcanza cierta estabilidad cíclica, pero pueden existir procesos de degradación menores que contribuyen a que esta variación continúe bajando y quedando finalmente cercana al 60 %.

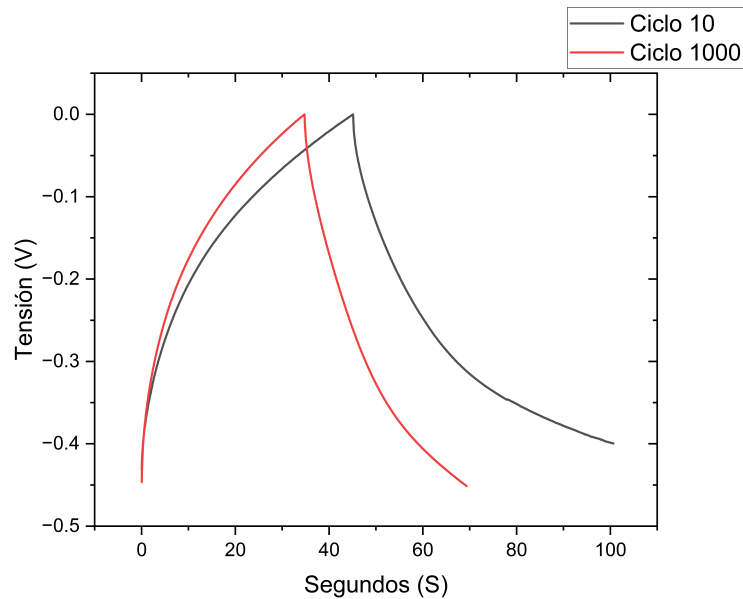
Figura 6.11: Retención de carga en función del numero de ciclos.



**Fuente:** Elaboración propia.

Para este ensayo también se presentan las curvas correspondientes a los ciclos de carga y descarga número 10 y 1000 para observar con detalle el comportamiento inicial y uno a mayor número de ciclos. Las curvas muestran una forma aproximada a un triángulo, característica de un comportamiento capacitivo [21], pero presentan ligeras curvaturas en las regiones de carga y descarga, esta curvatura se debe principalmente a la ESR del supercondensador. La resistencias generan una caída de tensión que afecta la linealidad de las curvas.

Figura 6.12: Curva de carga y descarga.



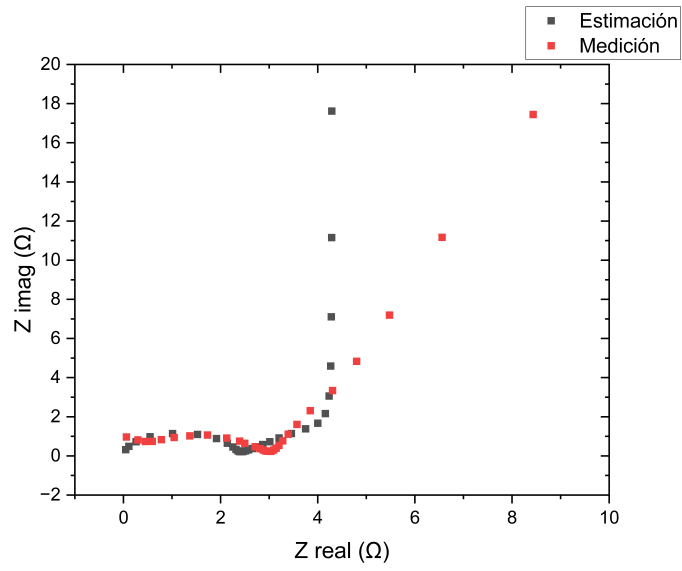
**Fuente:** Elaboración propia.

En la Figura 6.13(a), se presenta el diagrama de Nyquist obtenido mediante la prueba de impedancia electroquímica para el dispositivo estudiado. Los puntos en rojo corresponden a los datos experimentales, mientras que los puntos en negro representan la estimación ajustada mediante el modelo de circuito equivalente mostrado en la Figura 6.13(b).

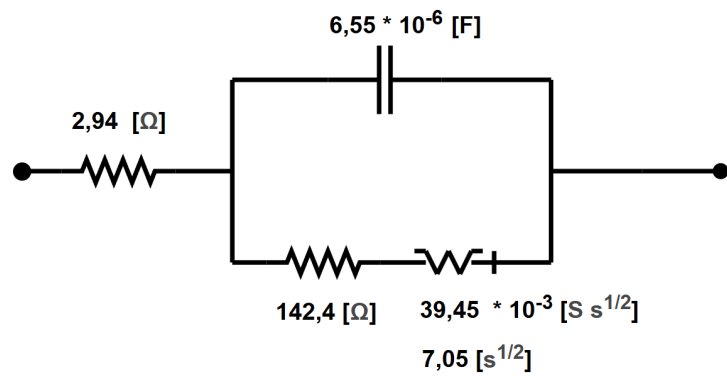
El circuito equivalente incluye:

- Una resistencia serie ( $ESR = 2,94 \Omega$ ).
- Una capacitancia ( $C = 6,55 \mu F$ ).
- Una resistencia de transferencia de carga ( $R_{ct} = 142,4 \Omega$ ).
- Un elemento Warburg, descrito por los parámetros  $Y = 39,45 \cdot 10^{-3} S s^{1/2}$  y  $B = 7,05 s^{1/2}$ .

Figura 6.13: Prueba de impedancia.



(a) Diagrama de Nyquist del material.



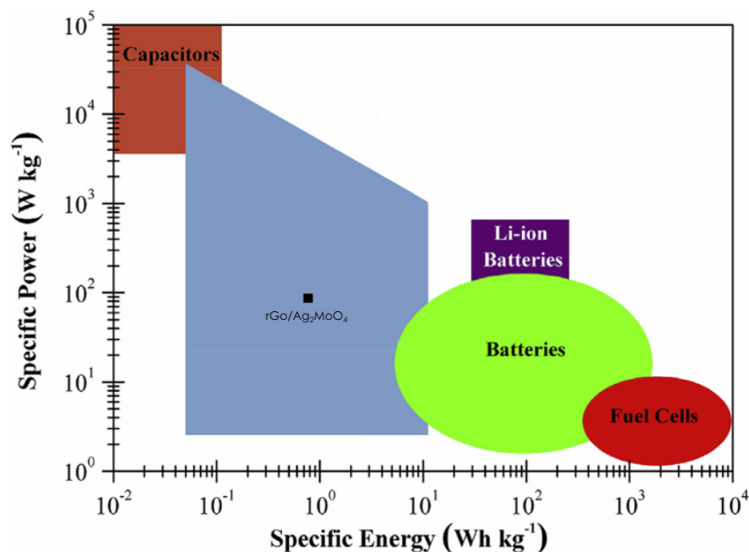
(b) Circuito equivalente.

**Fuente:** Elaboración propia.

### 6.5. Diagrama de ragone

El supercapacitor basado en  $rGO/Ag_2MoO_4$  muestra un desempeño característico dentro de la región de los supercapacitores en el diagrama de Ragone, con una densidad de energía de 0.8 [Wh/kg] y una densidad de potencia de 86.7 [W/kg].

Figura 6.14: Ubicacion en el diagrama de Ragone del dispositivo.



Fuente: Elaboración propia.

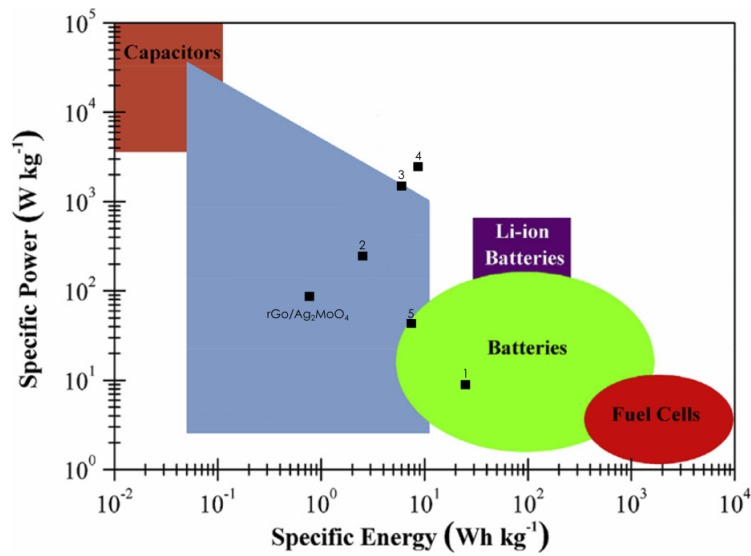
Al comparar con otros dispositivos de características similares en terminos de material de construcción y electrolito se obtuvo lo siguiente:

Tabla 6.3: Comparación de dispositivos

N.º	Materiales de nanocompuestos	Electrolito	$E_D$ (Wh/kg)	$P_D$ (W/kg)	Retención
1	Grafeno/MoS <sub>2</sub> nanohíbrido [36]	PVA-KOH	24.59	8.8	90% después de 1400 ciclos
2	Material híbrido con carbono / MoS <sub>2</sub> [37]	1 M Li <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	2.1	273.2	71.6% después de 3000 ciclos
3	rGO/Ag/PEDOT [38]	1M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	5.71	1750	101.8% después de 1000 ciclos
4	Grafeno/Au [21]	6M KOH	7.79	2512.9	80% después de 10000 ciclos
5	Grafeno muy poroso [39]	1M KOH	6.5	50	90% después de 1000 ciclos
6	Este trabajo	5M KOH	0.84	86.7	60% despues de 5000 ciclos

Fuente: Elaboración propia.

Figura 6.15: Comparación de dispositivos.



Fuente: Elaboración propia.

Se puede observar que el dispositivo tipo coin cell desarrollado en este trabajo presenta una potencia específica adecuada, ubicándose en la región central dentro del sector de los supercondensadores. Esto indica que combina, en cierta proporción, las ventajas de los capacitores convencionales y las baterías.

Sin embargo, su densidad de energía es limitada, posicionándose bajo en comparación con los demás dispositivos de la tabla. Esta característica lo hace menos competitivo para aplicaciones donde el almacenamiento de energía a largo plazo es crítico.

# Capítulo 7

## Conclusiones

- La caracterización estructural y morfológica permitió identificar que las nanopartículas presentan una estructura cúbica tipo espinela y un tamaño uniforme con barras de diámetros promedio de 320-640 [nm]. Por su parte, el *rGO* mostró una estructura laminar con una red porosa tridimensional, características clave que contribuyen a la mejora en la conductividad y el desempeño electroquímico, asegurando la viabilidad de estos materiales para su integración en dispositivos de almacenamiento de energía.
- La construcción del electrodo *rGO/Ag<sub>2</sub>MoO<sub>4</sub>* se llevó a cabo mediante la optimización de la proporción de materiales y la implementación de un proceso de fabricación reproducible. La mezcla homogénea de *rGO* y las nanopartículas de *Ag<sub>2</sub>MoO<sub>4</sub>*, carbón activado y polímero permitió obtener electrodos funcionales con propiedades adecuadas para su caracterización y posterior integración en el dispositivo.
- La caracterización electroquímica del material en configuración de tres electrodos demostró el alto desempeño del compuesto, los resultados obtenidos evidencian que la adición de nanopartículas de *Ag<sub>2</sub>MoO<sub>4</sub>* al *rGO* genera una mejora significativa en la capacitancia específica del material. En comparación con valores reportados en la literatura para el *rGO* puro, los resultados muestran un incremento notable, alcanzando hasta 269 [F/g] a bajas velocidades de barrido.
- La fabricación del supercondensador coin cell fue exitosa, utilizando electrodos basados en *rGO/Ag<sub>2</sub>MoO<sub>4</sub>* y un electrolito de 5M KOH, además se evaluó la caracterización electroquímica, que mostró que el dispositivo alcanza una densidad de potencia de 86.7 [W/kg], ubicándose en un rango competitivo en el diagrama de Ragone. No obstante, la densidad de energía de 0.84 [Wh/kg] y la retención de carga del 60 % después de 5000 ciclos reflejan áreas de oportunidad para mejorar.
- Finalmente, el desarrollo y evaluación de un supercondensador coin cell basado en *rGO/Ag<sub>2</sub>MoO<sub>4</sub>* representan un avance significativo en la exploración de materiales híbridos para almacenamiento de energía. Este estudio sienta las bases para futuras investigaciones dirigidas a optimizar dispositivos de almacenamiento energético más eficientes y duraderos.

# Anexo A

## A.1. Materiales adicionales

### A.1.1. Polímero

Como parte de los materiales del electrodo se utilizó el polímero PTFE (politetrafluoroetileno), el cual tiene una función aglutinante para unir las partículas activas del material, para así proporcionar cohesión y estabilidad mecánica al compuesto sin afectar sus propiedades eléctricas o químicas [40].

### A.1.2. Carbón activado

Como mencionamos anteriormente con el grafeno, los electrodos de carbón y materiales basados en carbón han alcanzado un uso destacado en aplicaciones de sistemas de almacenamiento de energía debido a su bajo costo, estabilidad térmica, procesabilidad y propiedades estructurales adecuadas para cumplir con las demandas de aplicaciones específicas. En las últimas dos décadas, los carbones activados derivados de biomasa han ganado considerable atención gracias a su abundancia, bajo costo y porosidad, lo que además otorga un valor añadido al aprovechamiento de bio-residuos. Diversos residuos de origen biológico se han empleado como materias primas para obtener carbón activado. Además, la presencia de grupos funcionales orgánicos proporciona estabilidad térmica a su estructura, lo cual los hace aún más prometedores [41]-[42].

## A.2. Potenciostato Gamry

Para este trabajo se emplearon los potenciostatos Interface 5000E [43] y Reference 3000 [44] de Gamry Instruments. Ambos equipos resultaron esenciales para caracterizar las propiedades electroquímicas del material y dispositivo estudiado, asegurando la obtención de datos confiables y reproducibles.

### A.3. Datos Cuantitativos y tablas de resultados

#### A.3.1. Configuración tres electrodos

Tabla A.1: Calculo de capacitancia para distintas velocidades de barrido para 3 electrodos.

Velocidad de barrido (mV/s)	Densidad de corriente [A]	Masa [g]	Potencial [V]	Capacitancia [F/g]
5	0.0119	0.00882	1	269.09
10	0.0216	0.00882	1	245.02
15	0.0298	0.00882	1	225.07
20	0.0369	0.00882	1	209.18
25	0.0431	0.00882	1	195.58
50	0.0623	0.00882	1	141.32
100	0.0749	0.00882	1	84.89
150	0.0766	0.00882	1	57.88
200	0.0752	0.00882	1	42.60
250	0.0725	0.00882	1	32.87

Fuente: Elaboración propia.

#### A.3.2. Configuración dos electrodos

Tabla A.2: Calculo de capacitancia para distintas velocidades de barrido para 2 electrodos.

Velocidad de barrido (mV/s)	Densidad de corriente [A]	Masa [g]	Potencial [V]	Capacitancia [F/g]
5	0.000364	0.04256	1	0.86
10	0.000489	0.04256	1	0.57
15	0.000506	0.04256	1	0.40
20	0.000516	0.04256	1	0.30
25	0.000515	0.04256	1	0.24
50	0.000429	0.04256	1	0.10
100	0.000336	0.04256	1	0.04
150	0.000287	0.04256	1	0.02
200	0.000263	0.04256	1	0.02
250	0.000247	0.04256	1	0.01

Fuente: Elaboración propia.

### A.4. Circuito equivalente

#### A.4.1. Difusión

La difusión puede crear una impedancia conocida como impedancia de Warburg, que depende de la frecuencia de la perturbación del potencial. A altas frecuencias, la impedancia de Warburg es pequeña porque los reactivos difusores no tienen que moverse muy lejos. A bajas frecuencias, los reactivos tienen que difundirse más, aumentando así la impedancia de Warburg. La ecuación para la impedancia infinita de Warburg es:

$$Z = \sigma(\omega)^{-1/2}(1 - j) \quad (1)$$

En un diagrama de Nyquist, la impedancia infinita de Warburg aparece como una línea diagonal con una pendiente de 0,5. En un diagrama de Bode, la impedancia de Warburg muestra un desplazamiento de fase de 45°. En la ecuación anterior, el coeficiente de

Warburg se definió como:

$$\sigma = \frac{RT}{n^2 F^2 A \sqrt{2}} \left( \frac{1}{C_0^* \sqrt{D_O}} + \frac{1}{C_R^* \sqrt{D_R}} \right) \quad (2)$$

en el que

- $\omega$  = frecuencia radial [1/s]
- DO = coeficiente de difusión del oxidante [ $\text{cm}^2/\text{s}$ ]
- DR = coeficiente de difusión del reductor [ $\text{cm}^2/\text{s}$ ]
- A = superficie del electrodo [ $\text{cm}^2$ ]
- n = número de electrones transferidos
- $C^*$  = concentración aparente de la especie difusora [ $\text{moles}/\text{cm}^3$ ]

La ecuación para la impedancia de Warburg también se puede escribir como:

$$Z = \frac{(1/Y_0)}{\sqrt{j\omega}} \quad (3)$$

Donde:

$$Y_0 = \frac{1}{\sqrt{2} \cdot \sigma} \quad (4)$$

Si la capa de difusión está acotada, usamos:

$$Z = \frac{(1/Y_0)}{\sqrt{j\omega}} \tanh(B\sqrt{j\omega}) \quad (5)$$

Con:

$$B = \frac{\delta}{\sqrt{D}} \quad (6)$$

Definiciones:

- $\delta$ : Espesor de la capa de difusión de Nernst [cm].
- D: Valor medio de los coeficientes de difusión de las especies difusoras [ $\text{cm}^2/\text{s}$ ].

Esta ecuación más general (5) se llama Warburg acotado poroso.

El Warburg acotado describe un proceso de difusión totalmente dentro de una fina rebanada de solución o una fina rebanada de material. Ejemplos comunes son una membrana de polímero conductor o un supercondensador. Los parámetros utilizados para este elemento son  $Y_0$  en [ $\text{S}^* \text{s}^{1/2}$ ] y B en [ $\text{s}^{1/2}$ ].

# Bibliografía

- [1] Coordinador Eléctrico Nacional. *Reporte Energético*. Agosto 2024. URL: [https://www.coordinador.cl/wp-content/uploads/2024/08/CEN\\_Reporte\\_Energetico\\_SEN\\_Ago24.pdf](https://www.coordinador.cl/wp-content/uploads/2024/08/CEN_Reporte_Energetico_SEN_Ago24.pdf).
- [2] M. Aulice Scibioh y B. Viswanathan. *Materials for Supercapacitor Applications*. 2020. URL: <https://www.sciencedirect.com/book/9780128198582/materials-for-supercapacitor-applications?via=ihub>.
- [3] World Energy Council. *Five Steps to Energy Storage. Innovation Insights Brief*. 2020. URL: [https://www.worldenergy.org/assets/downloads/Five\\_steps\\_to\\_energy\\_storage\\_v301.pdf](https://www.worldenergy.org/assets/downloads/Five_steps_to_energy_storage_v301.pdf).
- [4] Yuegang Wang, Yanli Song y Yong Xia. *Electrochemical capacitors: mechanism, materials, systems, characterization and applications*. 2016. URL: <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2016/cs/c5cs00580a>.
- [5] Jie Zhang, Min Gu y Xi Chen. *Supercapacitors for renewable energy applications: A review*. 2023. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S259000722300059X?via%3Dihub>.
- [6] A.R. Ansari et al. *Silver Nanoparticles Embedded on Reduced Graphene Oxide Copper Oxide Nanocomposite for High Performance Supercapacitor Applications*. 2021. URL: <https://www.mdpi.com/1996-1944/14/17/5032>.
- [7] S. Sinha et al. *Investigation of optical, electrical and electrochemical properties of polyaniline/rGO/Ag2O nanocomposite*. 2020. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0925963520301941?via%3Dihub>.
- [8] R. Bhujel et al. *Capacitive and sensing responses of biomass derived silver decorated graphene*. 2019. URL: <https://www.nature.com/articles/s41598-019-56178-4>.
- [9] Manisha Vangari, Tonya Pryor y Li Jiang. *Supercapacitors: Review of Materials and Fabrication Methods*. 2013. URL: <https://ascelibrary.org/doi/10.1061/%28ASCE%29EY.1943-7897.0000102>.
- [10] Christopher M.A. Brett y Oliveira Brett. *Principles, Methods, and Applications*. Electrochemistry, 1993.
- [11] H. Du et al. *Electric double-layer transistors: A review of recent progress*. 2015. URL: <https://link.springer.com/article/10.1007/s10853-015-9121-y>.
- [12] Iván Esteve-Adell et al. *Grafeno: obtención, tipos y su aplicación como sensor para detección de gases y sensor de presión*. 2020. URL: <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=93364482004>.

- [13] Yanxia Li et al. *High-performance NF-loaded F-NiFe-LDH/rGO nanoflower/nanosheet composite electrode material achieving enhanced specific capacitance and energy density for supercapacitor*. 2024. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2352152X24035400?via%3Dihub>.
- [14] Lina N. Khandarea et al. *Facile synthesis and first principles calculations of Li MoS<sub>2</sub>/rGO nanocomposite for high-performance supercapacitor applications*. 2024. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2352152X24037526?via%3Dihub>.
- [15] Guoping Wang et al. *One-Step Hydrothermal Synthesis of Nickel/Cobalt Double Hydroxide Composite Containing Reduced Graphene Oxide as High Performance Electrode Material for Supercapacitor*. 2017. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1452398123107711?via%3Dihub>.
- [16] Oktaviardi Bityasmawan Abdillah et al. *Recent progress on reduced graphene oxide and polypyrrole composites for high performance supercapacitors: A review*. 2017. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2352152X23026981?via%3Dihub>.
- [17] J. Johnson William et al. *Mesoporous b-Ag<sub>2</sub>MoO<sub>4</sub> nanopotatoes as supercapacitor electrodes*. 2022. URL: <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2022/ma/d2ma00708h>.
- [18] C. Zhong et al. *A review of electrolyte materials and compositions for electrochemical supercapacitors*. 2015. URL: <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2015/cs/c5cs00303b>.
- [19] Sanliang Zhang y Ning Pan. *Supercapacitors performance evaluation*. 2015. URL: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/aenm.201401401>.
- [20] Hyun-Jung Choi et al. *Graphene for energy conversion and storage in fuel cells and supercapacitors*. 2012. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2211285512001085?via%5C%3Dihub>.
- [21] Leonardo Vivas y Dinesh Pratap Singh. *A Highly Efficient Graphene Gold Based Green Supercapacitor Coin Cell Device for Energy Storage*. 2022. URL: <https://www.frontiersin.org/journals/energy-research/articles/10.3389/fenrg.2021.794604/full>.
- [22] Hend S. Magar, Rabeay Y. A. Hassan y Ashok Mulchandani. *Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS): Principles, Construction, and Biosensing Applications*. 2021. URL: <https://www.mdpi.com/1424-8220/21/19/6578>.
- [23] Alexandros Ch. Lazanas y Mamas I. Prodromidis. *Electrochemical Impedance Spectroscopy A Tutorial*. 2022. URL: <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/acsmeasuresciau.2c00070>.
- [24] S. Wang, J. Zhang, O. Gharbi et al. *Electrochemical impedance spectroscopy*. 2021. URL: <https://www.nature.com/articles/s43586-021-00039-w>.
- [25] Leonardo M. Da Silva et al. *Reviewing the fundamentals of supercapacitors and the difficulties involving the analysis of the electrochemical findings obtained for porous electrode materials*. 2019. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2405829719310931?via%3Dihub>.

- [26] MyScope Training. *XRD: Anatomy of an X-ray Diffractometer - Introduction*. URL: [https://myscope.training/XRD\\_Anatomy\\_of\\_an\\_X\\_ray\\_diffractometer\\_\\_\\_Intro](https://myscope.training/XRD_Anatomy_of_an_X_ray_diffractometer___Intro).
- [27] Nanoscience Instruments. *Scanning Electron Microscopy*. URL: <https://www.nanoscience.com/techniques/scanning-electron-microscopy/>.
- [28] Leonardo Vivas et al. *Facile Synthesis and Optimization of CrOOH/rGO-Based Electrode Material for a Highly Efficient Supercapacitor Device*. 2025. URL: <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/acsomega.2c05670>.
- [29] James A. Lloyd, Rachel L. Smith y Andrew G. Wilson. *The characterisation of commercial 2D carbons: graphene, graphene oxide and reduced graphene oxide*. 2022. URL: <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2022/ma/d1ma01023a>.
- [30] Juan P. González, Laura R. Martínez y Diego A. Pérez. *Análisis estructural de Óxidos de Grafeno (GO) y Óxidos de Grafeno reducidos (rGO)*. 2021. URL: <https://www.raco.cat/index.php/afinidad/article/view/377162>.
- [31] Manuel Prieto Lobato. *Preparación de materiales porosos para la formación de supercondensadores y tratamiento de aguas*. 2025. URL: [https://oa.upm.es/55971/1/TFG\\_MANUEL\\_PRIETO\\_LOBATO.pdf](https://oa.upm.es/55971/1/TFG_MANUEL_PRIETO_LOBATO.pdf).
- [32] Meryl D. Stoller et al. *Graphene-Based Ultracapacitors*. 2008. URL: <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/nl802558y>.
- [33] Yanwu Zhu et al. *Microwave assisted exfoliation and reduction of graphite oxide for ultracapacitors*. 2010. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008622310000990?via%3Dihub>.
- [34] Jennifer M. Black y Heather A. Andreas. *Pore Shape Affects Spontaneous Charge Redistribution in Small Pores*. 2010. URL: <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/jp103766q>.
- [35] Wenxu Shang et al. *Insight into the self-discharge suppression of electrochemical capacitors: Progress and challenges*. 2022. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2772834X22000586>.
- [36] Kulvinder Singh et al. *Three-dimensional Graphene with MoS<sub>2</sub> Nanohybrid as Potential Energy Storage/Transfer Device*. 2017. URL: <https://www.nature.com/articles/s41598-017-09266-2>.
- [37] Lina N. Khandare, Dattatray J. Late y Nandu B. Chaure. *MoS<sub>2</sub> nanobelts-carbon hybrid material for supercapacitor applications*. 2023. URL: <https://www.frontiersin.org/journals/chemistry/articles/10.3389/fchem.2023.1166544/full>.
- [38] Murat Ates, Sinan Caliskan y Esin Ozten. *Preparation of rGO/Ag/PEDOT nanocomposites for supercapacitors*. 2018. URL: <https://www.tandfonline.com/doi/full/10.1080/10667857.2018.1521087>.
- [39] Huanjing Wang et al. *Creation of nanopores on graphene planes with MgO template for preparing high-performance supercapacitor electrodes*. Nanoscale, Royal Society of Chemistry. 2014. URL: <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2014/nr/c4nr00538d>.

- 
- [40] Pelin Ozpinar et al. *Effect of binder on the electrochemical performance of activated carbon electrodes obtained from waste hazelnut shells: Comparison of PTFE and PVDF*. 2024. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S092596352300417X?via%3Dihub>.
- [41] Aziz Ahmad et al. *Preparation and Characterization of Physically Activated Carbon and Its Energetic Application for All-Solid-State Supercapacitors: A Case Study*. URL: <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/acsomega.3c01065>.
- [42] Abdul Hakim Ab. Rahim et al. *Supercapacitor Performance with Activated Carbon and Graphene Nanoplatelets Composite Electrodes, and Insights from the Equivalent Circuit Model*. 2021. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S266705692100078X?via%3Dihub>.
- [43] Gamry Instruments. *Interface 5000E Potentiostat/Galvanostat/ZRA*. URL: <https://www.gamry.com/potentiostats/interface/interface-5000e-potentiostat/>.
- [44] Gamry Instruments. *Reference 3000 Potentiostat/Galvanostat/ZRA*. URL: <https://www.gamry.com/potentiostats/reference/reference-3000/>.