



SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE ELECTROCATALIZADORES RU-SE NANOMETRICOS

Dante Gabriel Sáenz Uribe¹, Manuel David Delgado Vigil², Jesús Salinas Gutiérrez²,
Alejandro López Ortiz², Armando Zaragoza Contreras², Virginia Collins-Martínez^{2*}

¹*Facultad de Ciencias Químicas, Universidad Autónoma de Chihuahua,
Circuito Universitario S/N, Chihuahua, México, 31200.*

²*Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S.C.,
Miguel de Cervantes 120, Chihuahua, Chih., México, 31109*

Introducción

En las celdas de combustible de intercambio protónico (PEMFCs), el platino (Pt) soportado en carbón es usualmente empleado como catalizador para la electroreducción del oxígeno. Debido al hecho de que el Pt es un metal costoso con una abundancia limitada, la búsqueda por catalizadores no-platino para la reacción de reducción de oxígeno (ORR) se ha convertido en una tarea importante en la investigación de catalizadores para PEMFC. Los clusters de compuestos base Ru conteniendo selenio (Se) fueron inicialmente propuestos como catalizadores para la ORR por Alonso-Vante et al. [1, 2]. Estos materiales eran convencionalmente sintetizados mediante la reacción en estado sólido de Ru y Se bajo vacío y a una temperatura entre 1200 y 1700 °C [1, 3]. Estas condiciones de síntesis hacen el proceso complicado y costos. Recientemente, metodologías de baja temperatura han sido desarrolladas para preparar calcogenuros amorfos, las cuales se basan en la termólisis de carbonilos de Ru en solventes orgánicos en presencia de Se [4]. Sin embargo, este método presenta considerables desventajas entre las que se encuentran: formación de compuestos polinucleares con estructuras amorfas (subproductos) cuya separación de los calcogenuros de Ru presenta gran dificultad, el rendimiento de la reacción es relativamente bajo (~50 %, originados por el tipo de subproductos formados) [5], el costo de los materiales precursores (carbonilo de rutenio) de la reacción es relativamente alto y los solventes utilizados en este método son tóxicos y dañinos al ambiente. El objetivo del presente trabajo consiste en sintetizar y caracterizar materiales nanométricos base Ru (Ru y RuSe) vía soporte polimérico, además de evaluar su comportamiento como electrocatalizadores en la reacción de reducción de oxígeno (ORR) en un medio de ácido sulfúrico.

Proceso Experimental

Los electrocatalizadores de Ru y Ru-Se fueron sintetizados vía soporte polimérico, los cuales fueron llevados a cabo mediante reacciones entre una sal de rutenio ($\text{RuCl}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) y en su caso con el ácido selenioso, en una solución de poli (4-vinilpiridina), cuya mezcla fue sometida a ultrasonido durante 30 minutos. El precipitado se dejó secando toda la noche a temperatura ambiente, para posteriormente colocarlo en un reactor de

* virginia.collins@cimav.edu.mx



cuarzo donde se calcinó a 280°C durante una hora bajo una atmósfera reductora de H₂ (8%) y argón. Los materiales de Ru se caracterizaron mediante difracción de rayos X (XRD), microscopía electrónica de transmisión (TEM) y análisis semicuantitativo por (EDS). La evaluación electroquímica de los materiales sintetizados se llevó a cabo mediante la técnica de electrodo de disco rotatorio (RDE). Para lo cual se prepararon electrodos de trabajo en carbón vítreo, en los cuales se depositó una película delgada compuesta del material en estudio soportado en carbón Vulcan XRC-72, alcohol etílico y Nafion[®] líquido.

Resultados

Los patrones XRD de ambos materiales sintetizados indican el pico característico de la estructura cristalina del Ru localizado alrededor de $2\theta = 44^\circ$. Sin embargo, este pico para la muestra RuSe está ligeramente desplazado hacia valores menores de 2θ , sugiriendo la disolución del Se en la red cristalina del Ru; estos resultados concuerdan con los reportados por Liu et al. [4]. Las imágenes de TEM de los materiales en estudio muestran la formación de nanopartículas homogéneas. En la Figura 1 se presentan la imagen de TEM de la muestra RuSe donde se aprecian partículas menores a 5 nm y con un cierto grado de dispersión.

Por otro lado, el análisis por EDS indica en forma semicuantitativa las proporciones en porcentaje peso de los elementos: rutenio, selenio y oxígeno presentes en la muestra analizada: Ru, 64 %; Se, 28%; y O, 7%.

Resultados preliminares de la evaluación electroquímica sugieren que la actividad del catalizador RuSe hacia la reacción de reducción de oxígeno fue comparable con la respuesta mostrada por un catalizador comercial de Platino.

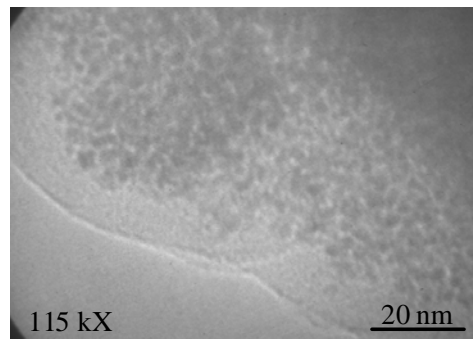


Figura 1. Imágenes de TEM de RuSe.

Agradecimientos

Los autores agradecen a la Ing. Claudia Hernández y al M. C. Enrique Torres sus aportaciones en la síntesis de los materiales y en los resultados de XRD, respectivamente.

Referencias

1. N. Alonso-Vante, H. Tributsch, Nature 323 (1986) 431.
2. N. Alonso-Vante, M. Giersig, H. Tributsch, J. Electrochem. Soc. 138 (1991) 639.
3. N. Alonso-Vante, W. Jaegermann, H. Tributsch, W. Hönle, K. Yvon, J. Am. Chem. Soc. 109 (1987) 3251.
4. Liu G., Zhang H., Hu J., Electrochemistry Communications 9 (2007) 2643–2648
5. N. Alonso-Vante, I.V. Malakhov, S.G. Nikitenko, E.R. Savinova, D.I. Kochubey, Electrochim. Acta 47 (2002) 3807.