

CARACTERIZAÇÃO ELETROQUÍMICA E FÍSICA DE ELETROCATALISADORES PtRu/C PREPARADOS PELO MÉTODO DE REDUÇÃO VIA ÁCIDO CÍTRICO

*Roberto Willyan Ramon V. da Silva**, *Marcelo Linardi***, *Estevam V. Spinacé***, *Almir Oliveira Neto***

* Aluno de mestrado IPEN-USP, (bolsa CAPES)

** Pesquisador, Laboratório de Células a Combustível, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN/CNEN-SP

e-mails: r_willyan@yahoo.com.br ; mlinardi@ipen.br ; espinace@ipen.br ; aolivei@ipen.br

palavras-chave: eletro-oxidação, metanol, célula a combustível, difração de raios-X, equação de Scherrer

RESUMO

Neste trabalho foi estudada a preparação de nanopartículas platina-rutênio ancoradas em carbono de alta área superficial (eletrocatalisadores PtRu/C) utilizando o ácido cítrico como agente redutor.

Os eletrocatalisadores foram caracterizados pela análise de espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDX) utilizando um microscópio eletrônico de varredura Philips modelo XL30 com feixe de elétrons de 20KeV equipado com o microanalisador EDAX modelo DX-4 para determinação da razão atômica Pt:Ru. A análise de difração de raios-X (DRX) foi utilizada para determinação do tamanho médio das partículas no catalisador (utilizando a equação de Scherrer) e da composição de fases. Para estes estudos foi utilizado um difratômetro de raios-X da Rigaku modelo Multiflex com fonte de radiação de CuK_α ($\lambda=1,54056 \text{ \AA}$), os difratogramas foram obtidos a uma velocidade de varredura de 2° min^{-1} . Os valores médios dos diâmetros das nanopartículas metálicas de PtRu foram estimadas utilizando o pico correspondente ao plano (220) em $2\theta \approx 67,7^\circ$ dos difratogramas, onde não aparecem contribuições do suporte de carbono.

A técnica de Voltametria Cíclica foi utilizada com o intuito de verificar o desempenho dos eletrocatalisadores preparados para os estudos frente a eletro-oxidação do metanol. Para estes estudos foi utilizada a técnica do Eletrodo de Camada Fina Porosa e os experimentos foram realizados em um potenciostato/galvanostato da Microquímica[®] (modelo MQPG01, Brasil) acoplado a um microcomputador do tipo IBM-PC com software da própria Microquímica[®].

Pelo método da redução por ácido cítrico foi possível preparar eletrocatalisadores com diferentes razões atômicas Pt:Ru, sendo que razões atômicas PtRu:ácido cítrico variando entre 1:1 e 1:5 mostraram ser eficientes para a redução completa dos íons metálicos no meio reacional. Nestas condições, as razões atômicas Pt:Ru determinadas por EDX para os eletrocatalisadores obtidos forem sempre similares as razões atômicas nominais.

A adição ao meio reacional de hidróxido de potássio (KOH) proporcionou uma diminuição no tamanho médio das nanopartículas de 10nm para 5nm e também resultou em um eletrocatalisador PtRu/C com desempenho similar ao eletrocatalisador comercial E-TEK para eletro-oxidação de metanol.