



Universitat d'Alacant
Universidad de Alicante

SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN ELECTROQUÍMICA DE NANOPARTÍCULAS DE PLATINO CON ESTRUCTURAS DEFINIDAS UTILIZANDO MICROEMULSIONES AGUA EN ACEITE

Roberto Alexis Martínez-Rodríguez

Mentor: Juan Miguel Feliu Martínez

Directores: Juan Miguel Feliu Martínez

Francisco José Vidal Iglesias

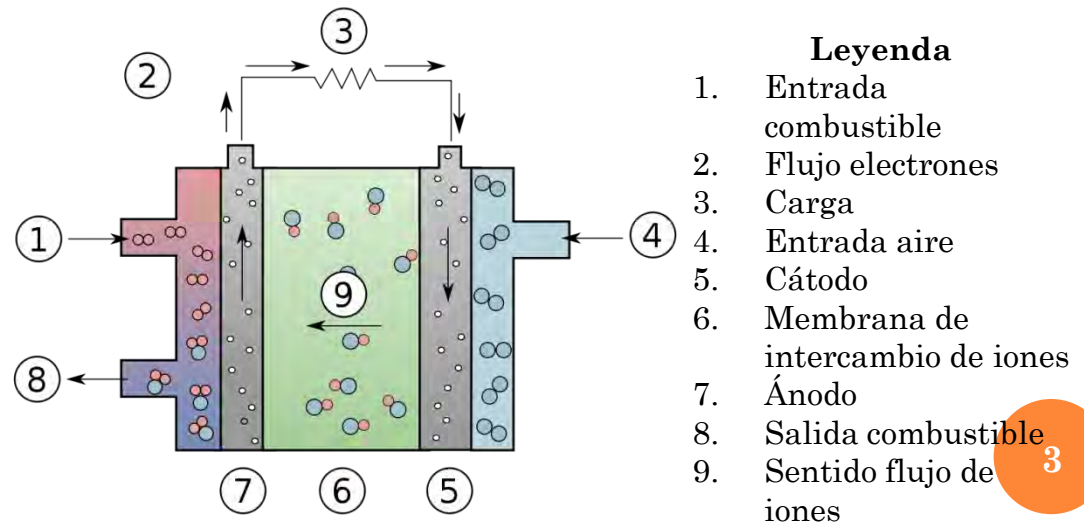
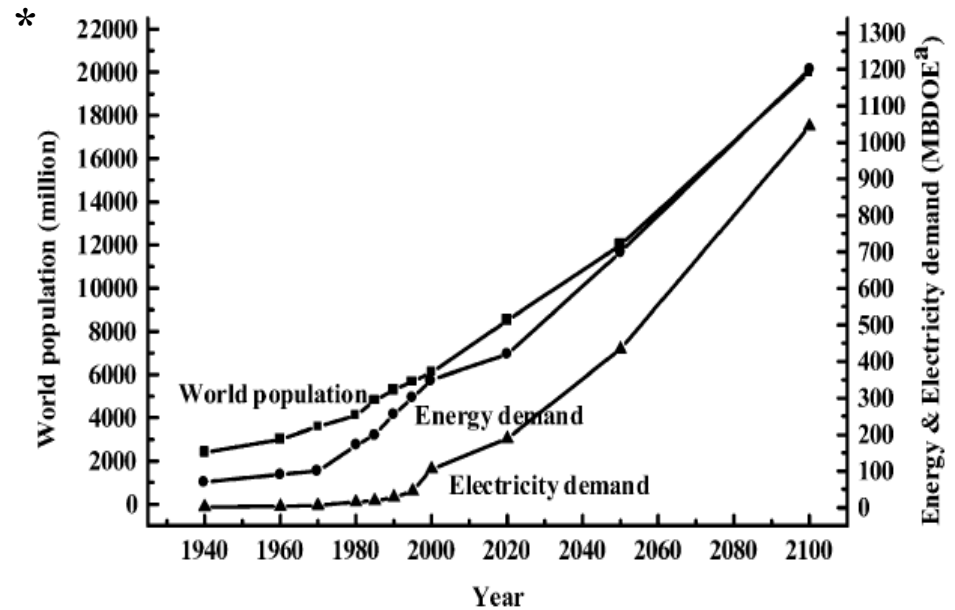
1

ÍNDICE

- Introducción
- Planteamiento del Problema
- Objetivos de la Investigación
- Trabajo Preliminar
- Preguntas

INTRODUCCIÓN: ENERGÍA ALTERNATIVA PARA LA DEMANDA ENERGÉTICA

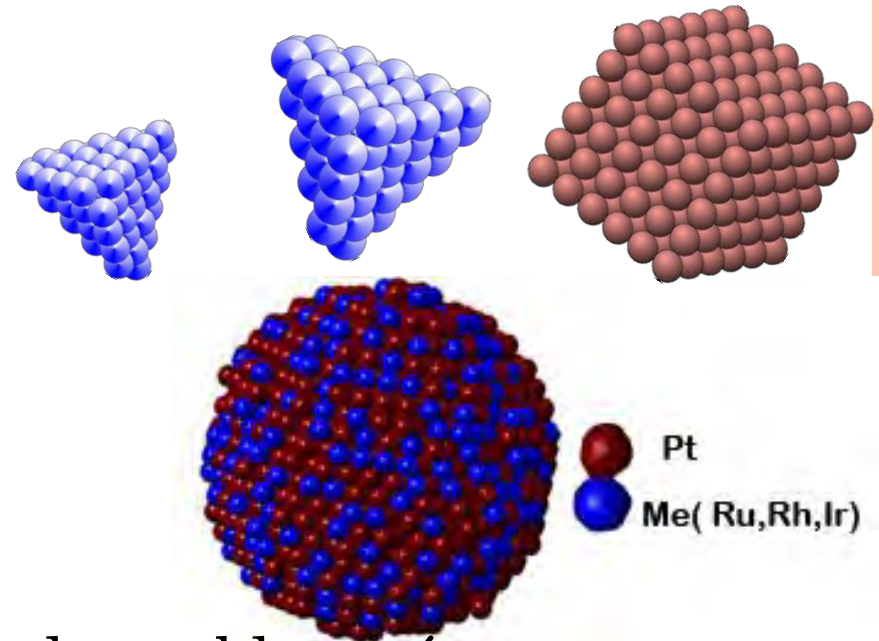
- La alta demanda energética hace necesario el uso de fuentes de energía alternativas
- Células de combustible se presentan como fuente de producción de energía alternativa
- Las nanopartículas con formas preferenciales presentan altas actividades electrocatalíticas para diversas reacciones de interés en células de combustible



* World Energy Council. Survey of energy resources. 1998

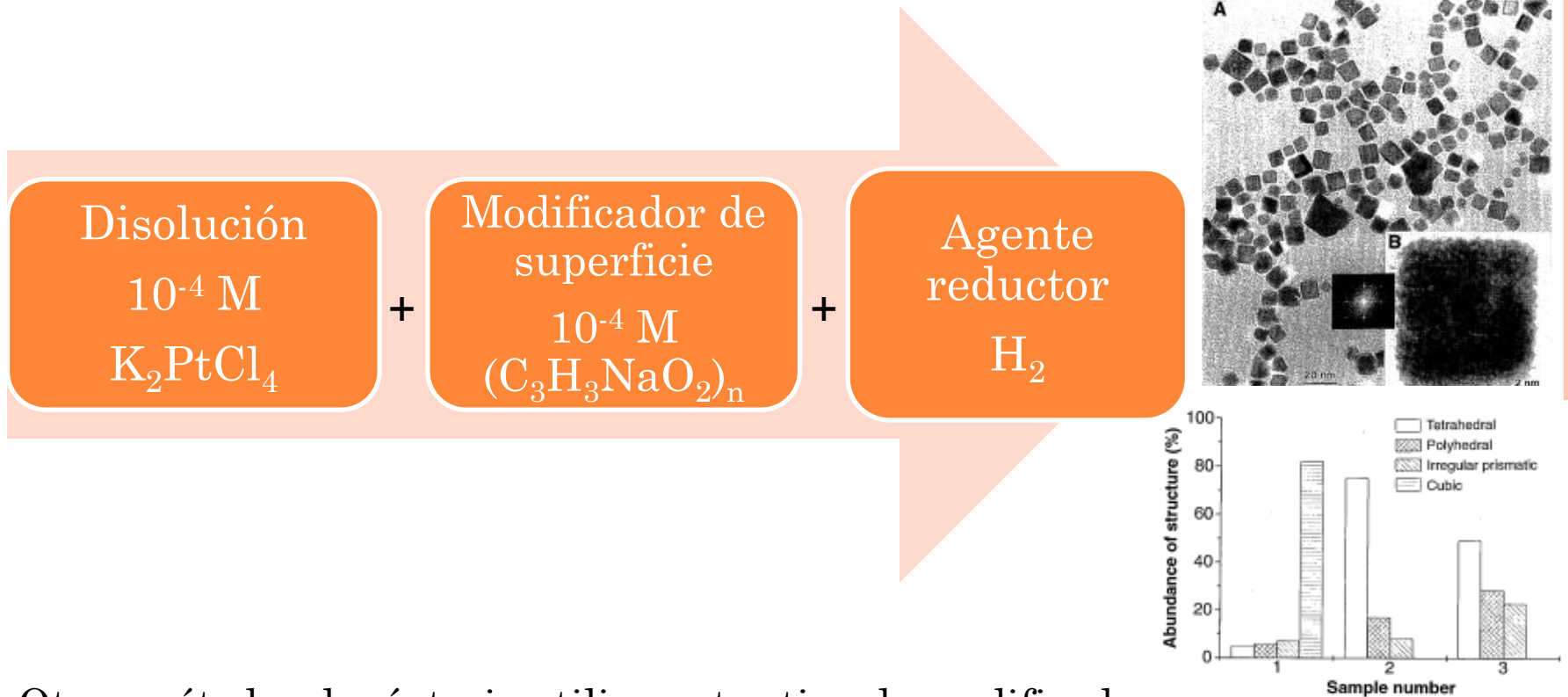
NANOPARTÍCULAS METÁLICAS:

- Partículas con tamaño a escala nanométrica (hasta 100 nm)
- Sus propiedades se deben a:
 - Área superficial
 - Efecto de forma/tamaño
 - Composición
- Campos de aplicación:
 - Electrónica
 - Óptica
 - Catálisis
- *Platino* (Pt) es uno de los metales nobles más estudiados en la preparación de nanopartículas metálicas.



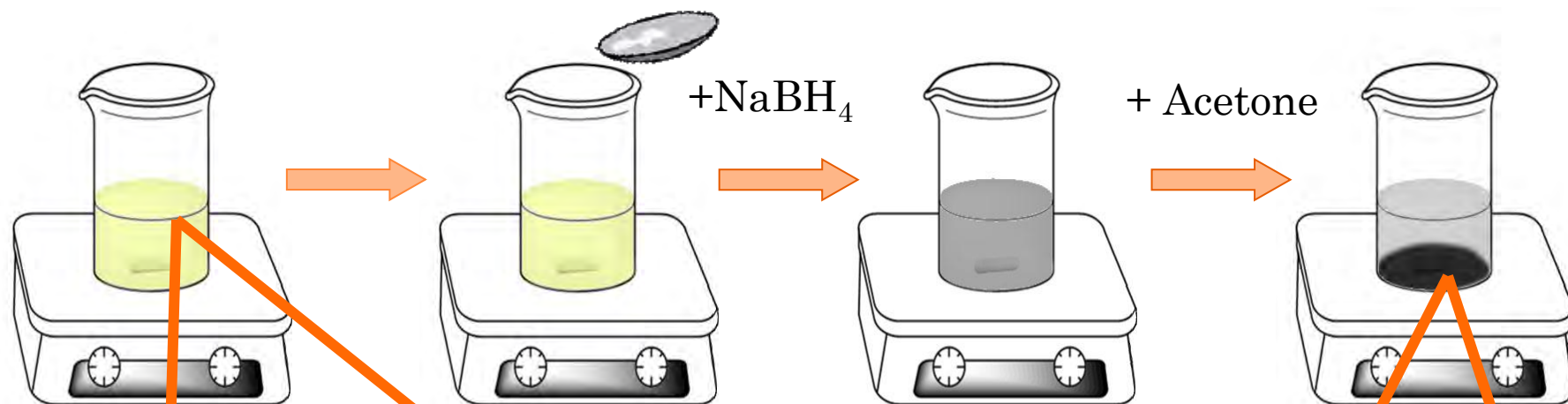
SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS DE PT

- El Sayed y col. (Science 272 (1996) 1925) fueron los primeros en desarrollar una síntesis de nanopartículas con estructuras definidas



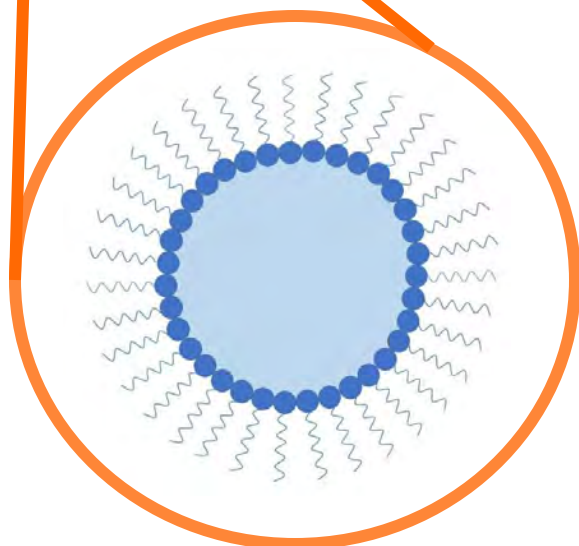
- Otros métodos de síntesis utilizan otro tipo de modificadores como:
 - Moléculas aromáticas
 - Carbonilos metálicos
 - Surfactantes
 - Haluros

SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS DE PT



Microemulsión Agua en Aceite:

- n-heptano: 80.5 %
- Brij30®: 16.5 %
- Solución acuosa: 3%
 - 0.1M H_2PtCl_6



PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

- Desarrollar un método de síntesis de nanopartículas de Pt que cumpla con estos requisitos:
 - Fácil
 - Rápido
 - Producción a gran escala
 - Costo efectivo
- Controlar el tamaño y la forma/estructura superficial de las partículas
- Lograr disminuir la dependencia del Pt
- Obtener estabilidad a largo plazo:
 - Bajos sobrepotenciales
 - Alta densidad de corriente
 - Tolerante a venenos

METODOLOGÍA

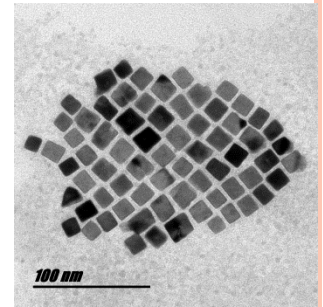
Síntesis de nanopartículas con formas utilizando microemulsión con ácidos como modificadores

- Microemulsión agua en aceite



Caracterización físico-química

- Microscopía de Transmisión Electrónica (TEM)
- Dispersión electrónica de Rayos X (EDX)



Caracterización electroquímica

- Voltametría Cíclica
- Cronoamperometría



Estudio fundamental con monocristales de Pt

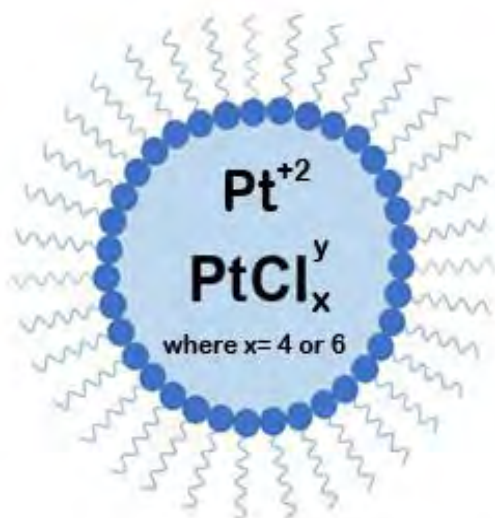
- Voltametría cíclica



OBJETIVOS DE LA INVESTIGACIÓN

○ Bloque 1

Síntesis, caracterización y comportamiento electrocatalítico de nanopartículas de Pt con formas definidas



w/o microemulsion

Using: H_2PtCl_6 or K_2PtCl_4 or $\text{Pt}(\text{Acetylacetonate})$

Halogen Acids

HCl

HI

HBr

Multiprotic Acids

H_2SO_4

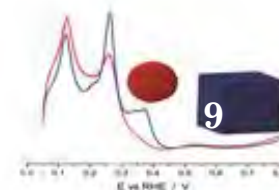
H_3PO_4

Organic Acids

Ascorbic Acid

Oxalic Acid

Citric Acid

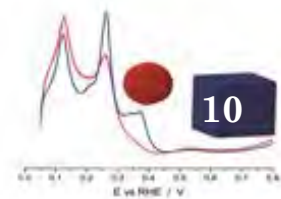
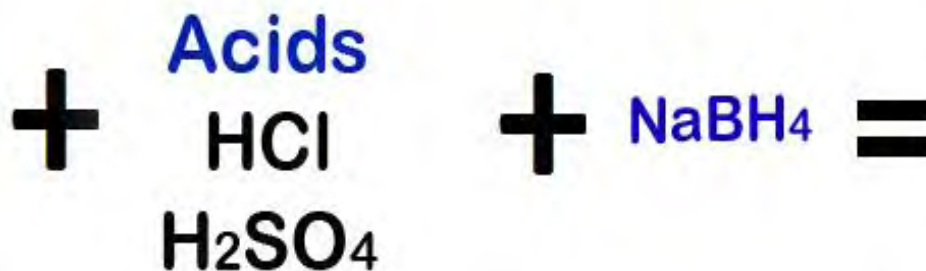


○ Bloque 2

Síntesis, caracterización y comportamiento electrocatalítico de nanopartículas bimetálicas de PtMe (Me = Rh, Ir, Ru)

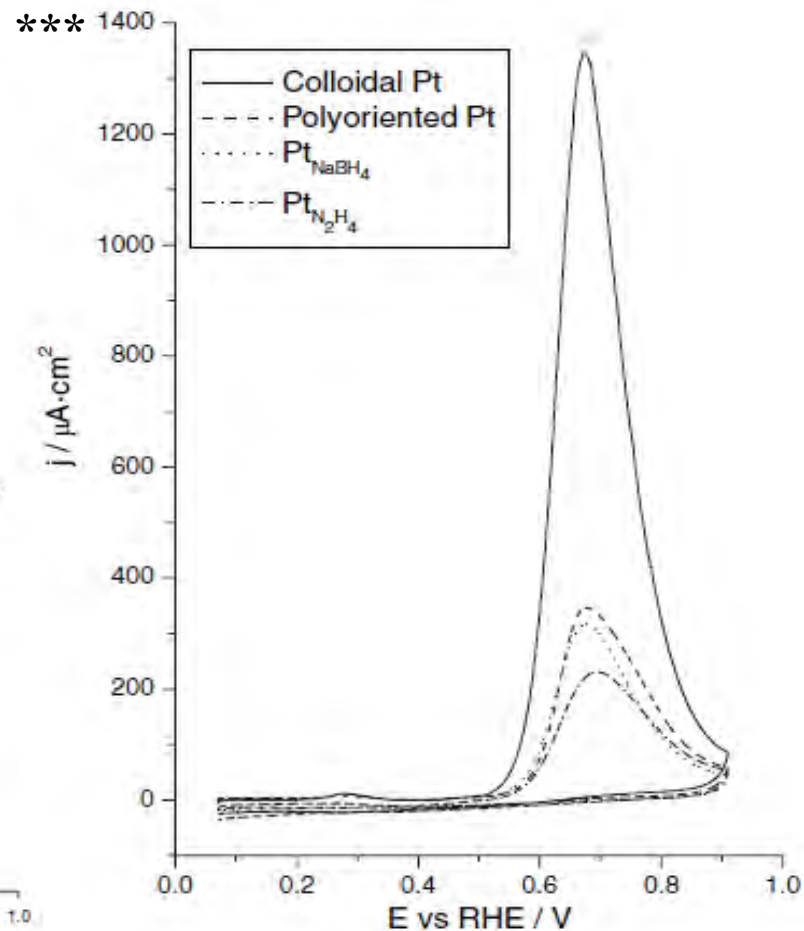
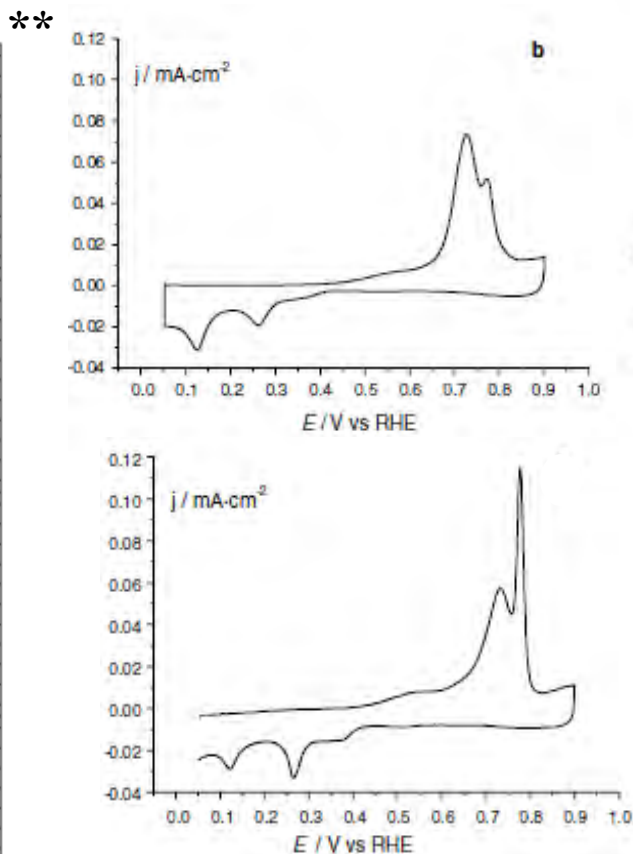
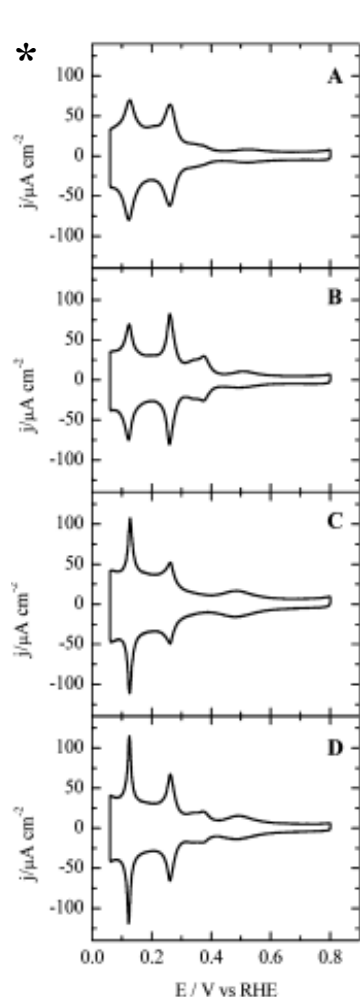


w/o microemulsion



COMPORTAMIENTO ELECTROCATALÍTICO

- Voltametría cíclica de nanopartículas de Pt
- Oxidación de monocapa de CO
- Oxidación de Amoniac



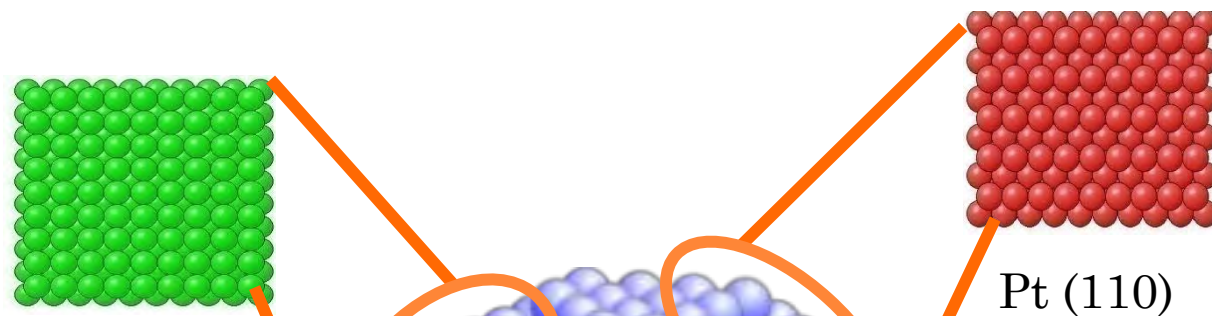
* Vidal-Iglesias F.J et al. *ACS Catal.* **2012**,2, 901-910.

** J. Solla-Gullón et. al *J. Electrochem. Comm.* 8, **2006** 189-194.

***F.J. Vidal Iglesias et al. *Electrochem. Comm.* 6, **2004**, 1080-1084.

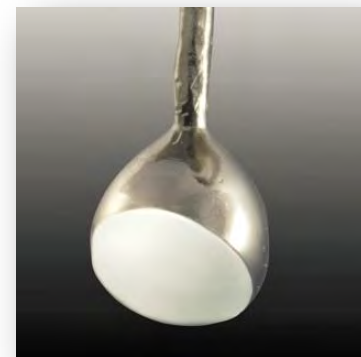
○ Bloque 3

Estudio fundamental electrocatalítico de la adsorción de iones en monocristales de Pt

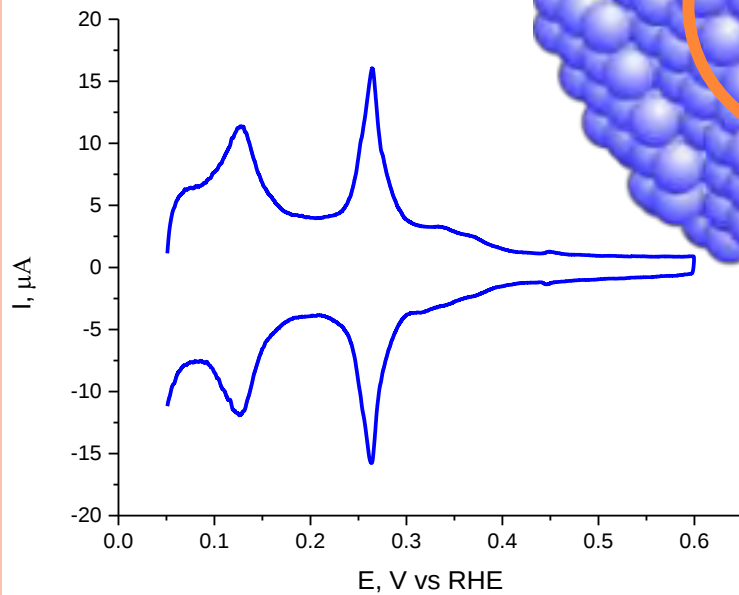


Pt(100)

Pt (110)



Pt(111)



Synthesis of Pt Nanoparticles in Water-in-Oil Microemulsion: Effect of HCl on Their Surface Structure

Martínez-Rodríguez R. A.; Vidal-Iglesias F.J.; Solla-Gullon J.; Cabrera C.R.; Feliu J.M. *J. Am. Chem. Soc.* **2014**, 136, 1280-1283.

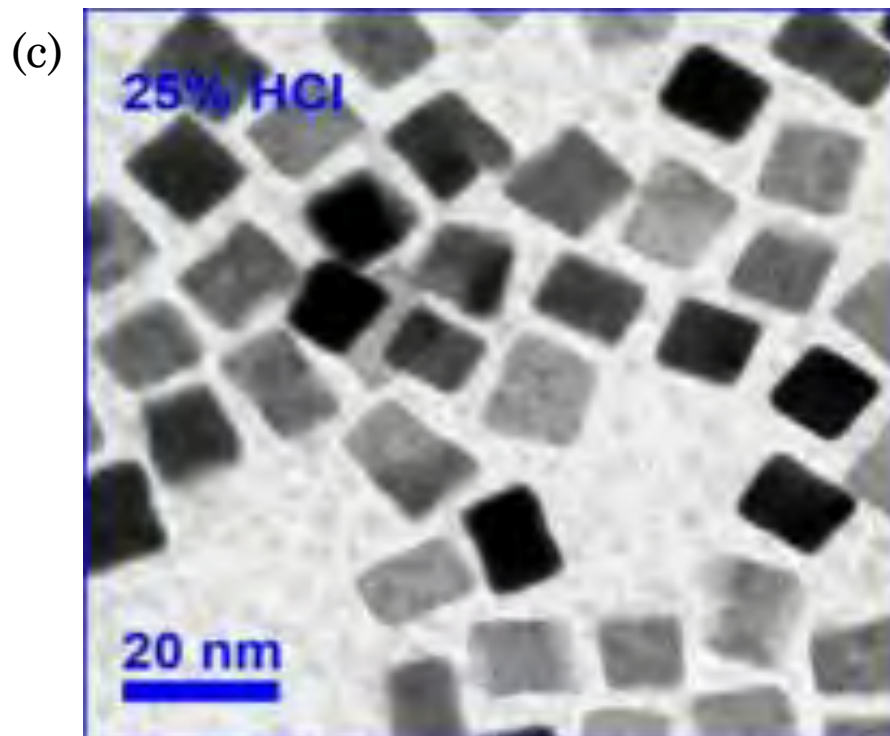
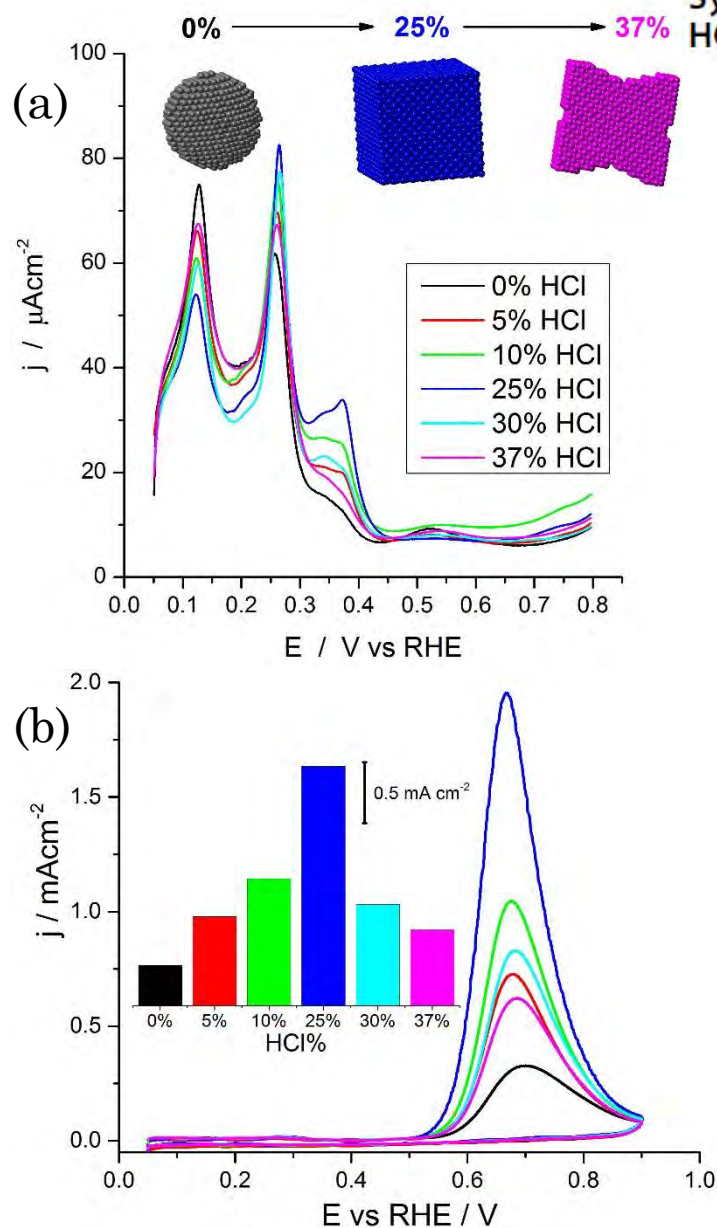
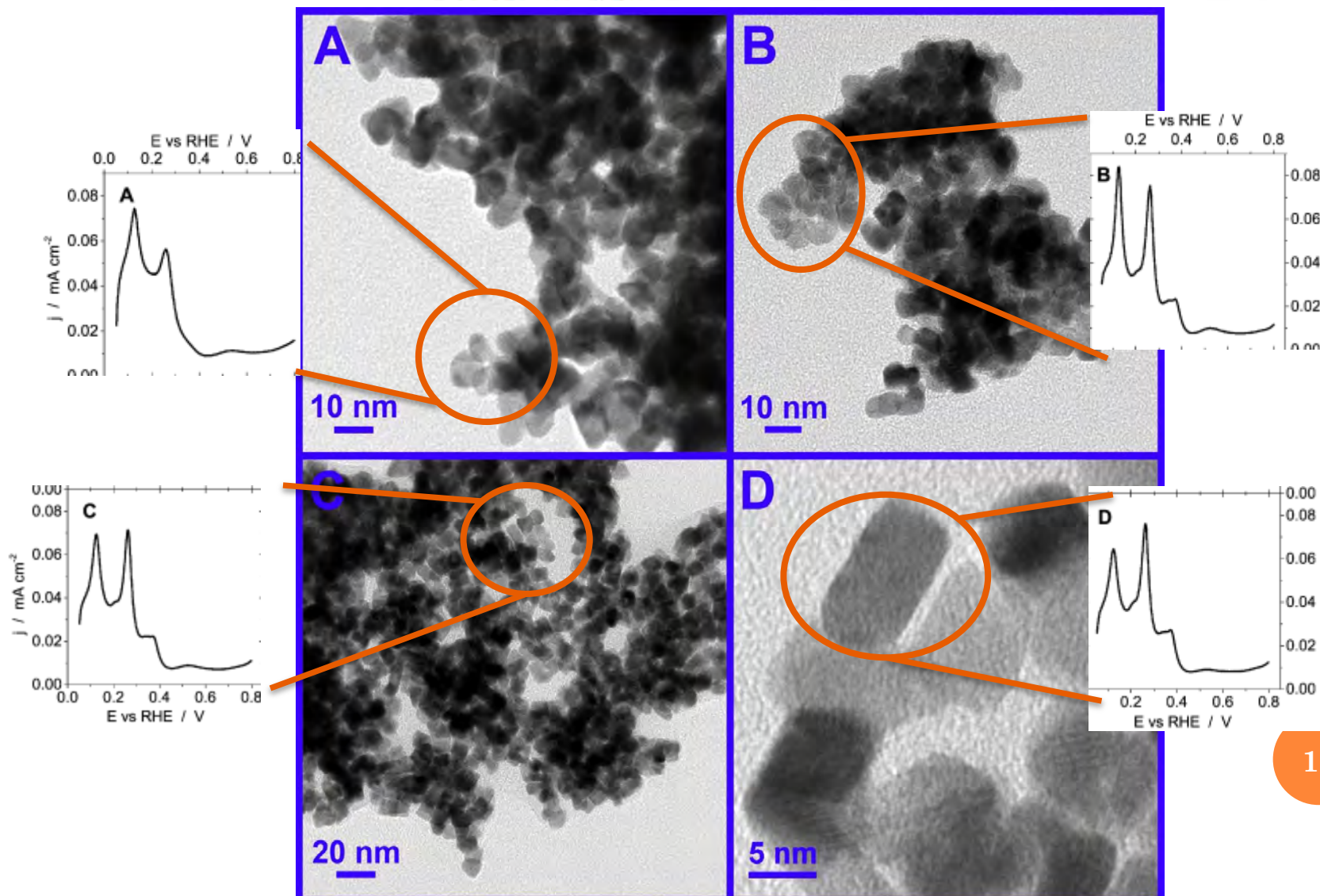


Fig 1. (a) C.V. de nanopartículas de Pt utilizando microemulsiones con distintas concentraciones de HCl en 0.5 M H_2SO_4 a 50 mV/s. (b) Oxidación de amoníaco con las mismas muestras en 0.2 M NaOH + 0.1 M NH_3 a 10 mV/s. (c) Imagen TEM de la muestra preparada al 25% HCl

DOI: 10.1002/cphc.201400056

Martínez-Rodríguez R. A.;
Vidal-Iglesias F.J.; Solla-Gullon
J.; Cabrera C.R.; Feliu J.M.
Phys. Chem. Phys. **2014**,15, 1-5

Synthesis and Electrocatalytic Properties of H₂SO₄-Induced (100) Pt Nanoparticles Prepared in Water-in-Oil Microemulsion



Trabajo preliminar:

Synthesis and Electrocatalytic Properties of H_2SO_4 -Induced (100) Pt Nanoparticles Prepared in Water-in-Oil Microemulsion

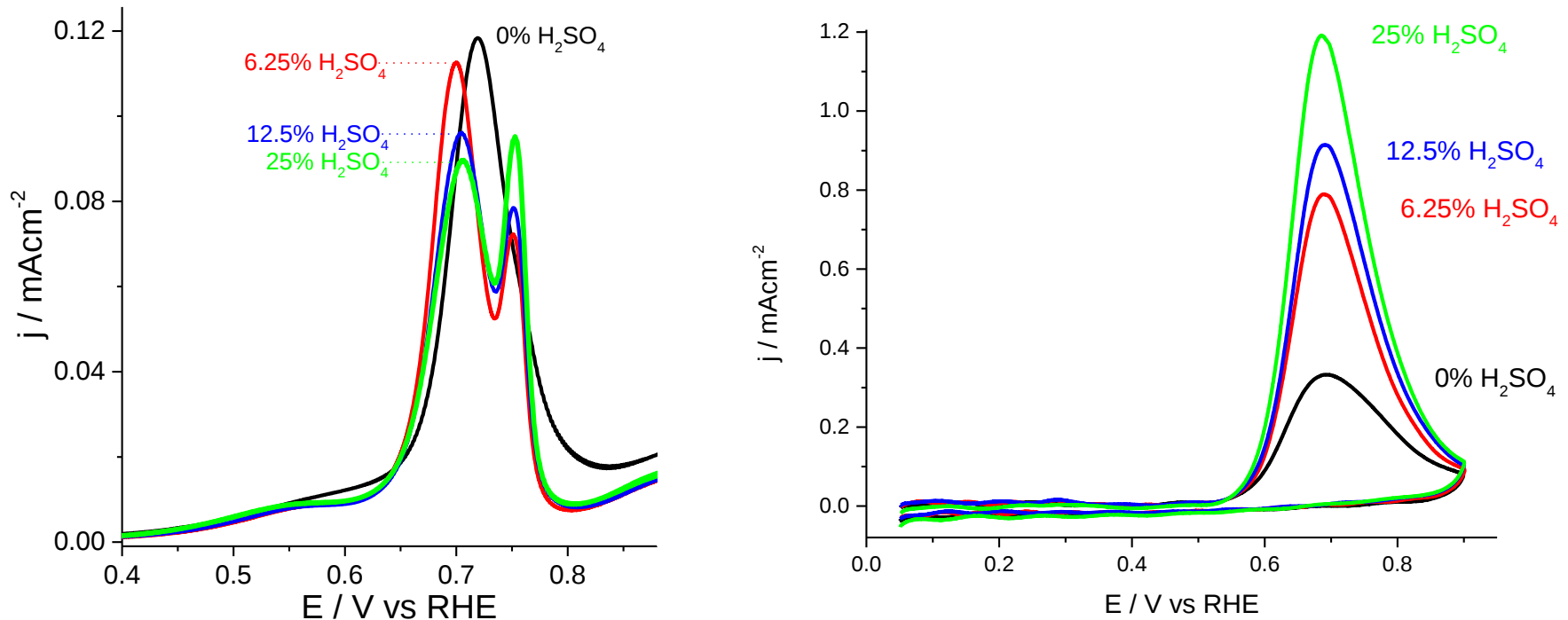


Fig. 2 Oxidación de una monocapa de CO en las nanopartículas de Pt sintetizadas utilizando distintas concentraciones de H_2SO_4 en 0.5 M H_2SO_4 a 20 mV/s (b) Oxidación de amoníaco de las muestras preparadas en 0.2 M NaOH + 0.1 M NH_3 a 10 mV/s



Universitat d'Alacant
Universidad de Alicante

SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN ELECTROQUÍMICA DE NANOPARTÍCULAS DE PLATINO CON ESTRUCTURAS DEFINIDAS UTILIZANDO MICROEMULSIONES AGUA EN ACEITE

16

Roberto Alexis Martínez-Rodríguez

Mentor: Juan Miguel Feliu Martínez

Directores: Juan Miguel Feliu Martínez

Francisco José Vidal Iglesias