

## Desarrollo de aerogeles Fe/C como electrocatalizadores para la reacción de reducción de oxígeno

J. González Lavín\*, N. Rey-Raap, A. Arenillas

Instituto de Ciencia y Tecnología del Carbono, INCAR-CSIC, C. Francisco Pintado Fe, 26, 33011 Oviedo, España  
 judith.g.lavin@incar.csic.es

Palabras clave: aerogeles metálicos, síntesis sol-gel, microondas, pilas de combustible.

### Introducción

Las pilas de combustible, especialmente las de membrana de intercambio de protones (PEMFC), son dispositivos muy prometedores en aplicaciones portátiles sostenibles debido a su baja temperatura de trabajo, su alta eficiencia en la conversión de energía y sus nulas emisiones de CO<sub>2</sub>. Sin embargo, se deben resolver algunos inconvenientes para su producción a gran escala. Uno de los principales problemas es el elevado coste de los electrodos, debido a que comúnmente se utilizan compuestos de nanopartículas de platino soportadas en material de carbono, por lo que es imperativo desarrollar alternativas más económicas para estos electrocatalizadores como, por ejemplo, el uso de metales de transición por su alta disponibilidad y bajo precio.

Los electrocatalizadores deben cumplir una serie de requisitos como una gran área activa, estabilidad y durabilidad. Para aunar estas propiedades es necesario controlar las características fisicoquímicas como la morfología y composición química de los materiales activos. Una forma de obtener materiales porosos, ligeros, estables y duraderos es mediante la metodología sol-gel, donde las propiedades finales derivan directamente de las variables químicas y físicas del proceso de síntesis [1]. En base a esto, en este trabajo se han desarrollado nuevos materiales basados en aerogeles autoportados de Fe, Ni y Mn. Con el fin de mejorar su actividad frente a la reacción de reducción de oxígeno (ORR) y producirla mediante un mecanismo de reacción directa, los materiales se han funcionalizado con carbono y nitrógeno con el objetivo de mejorar su electroactividad sin que ello suponga un aumento en los costes de producción. Tanto los precursores utilizados como el proceso en sí se han seleccionado con criterios de eficiencia y sostenibilidad, por lo que el proceso sol-gel asistido con microondas se presenta como una alternativa altamente competitiva para una producción rápida y efectiva de estos materiales.

### Experimental

Los aerogeles de Fe, Ni, Mn, Fe-Ni, Fe-Mn y Fe-Ni-Mn (FeA, NiA, MnA, FeNi, FeMn y FeNiMn) se han preparado mediante la metodología sol-gel asistida por microondas. Para ello se ha mezclado una disolución reductora, compuesta por una parte de ácido glicólico por seis de carbonato de sodio, con una disolución que contiene el cloruro del metal. La mezcla precursora se calienta a 70°C durante 1 h en un microondas. El aerogel obtenido se reduce (ejemplo de nomenclatura: rFeA) en una atmósfera de H<sub>2</sub> a 550°C durante 3h. Los aerogeles se han caracterizado individualmente y se han funcionalizado con C (mediante mezcla con ácido cítrico y tratamiento a 170°C durante 1h, C-FeA, C-rFeA).

La caracterización fisicoquímica se ha realizado mediante difracción de Rayos X (DRX), espectrometría fotoelectrónica de Rayos X (XPS), isotermas de adsorción-desorción de nitrógeno, microscopía electrónica de barrido (SEM) y espectroscopía de energía dispersiva de Rayos X (EDX). Los materiales funcionalizados también se han sometido a termogravimetrías (TGA) para conocer la temperatura de descomposición de los aditivos. La caracterización electroquímica se ha llevado a cabo mediante un electrodo de disco rotatorio, de manera que se han obtenido medidas en condiciones hidrodinámicas. Las técnicas empleadas han sido voltamperometrías cíclicas (CV) y voltamperometrías de barrido lineal (LSV).

### Resultado y discusión

Las condiciones de síntesis de los aerogeles metálicos se han optimizado para obtener electrocatalizadores con elevada actividad frente a la ORR. Todos los aerogeles presentan una estructura nodular propia de aerogeles, similar a la mostrada en la Figura 1a, y áreas superficiales de aproximadamente 160 m<sup>2</sup>/g. Los resultados electroquímicos indican que las muestras reducidas son más electroactivas que los aerogeles formados por óxidos (Figura 1b), mejorando el potencial de inicio de la reacción y la densidad de corriente, especialmente para el aerogel bimetálico rFeMn. Por otro lado, la adición de carbono favorece el mecanismo directo (reacción mediante 4 electrones), gracias a su configuración electrónica rica en electrones π (Figura 1c). Además, la densidad de corriente aumenta con el porcentaje de carbono introducido en la estructura.

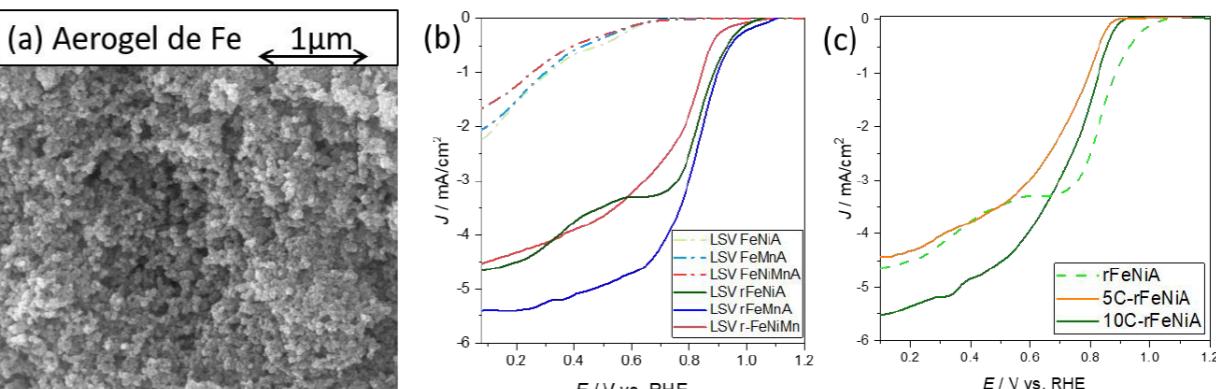


Figura 1. (a) Imagen SEM del aerogel de hierro con propiedades controladas para su aplicación en PEMFC; (b) LSV obtenidas a 1600 rpm de FeA, NiA, MnA, FeNiMnA y rFeNiMnA; (c) LSV del aerogel reducido rFeNiA y tras funcionalizarlo con C.

### Conclusiones

Los resultados obtenidos demuestran que los aerogeles de metales de transición sintetizados mediante un método sencillo, escalable y a partir de compuestos sostenibles y de bajo coste pueden ser una alternativa para sustituir a los materiales convencionales empleados como catalizadores en PEMFC. Además, la funcionalización de los aerogeles con carbono mejora el rendimiento electroquímico frente a la ORR sin elevar los costes de producción del material, demostrando que la optimización de estos materiales es una estrategia muy prometedora para desarrollar nuevos electrocatalizadores.

### Agradecimientos

Este trabajo ha sido financiado por el Ministerio de Ciencia e Innovación con los proyectos PCI2020-112039 (MCIN/AEI/10.13039/501100011033) y PID2020-113001RB-100 (MCIN/AEI/10.13039/501100011033), por la Unión Europea NextGenerationEU/PRTR; y por el Principado de Asturias (GRUPIN2021 IDI/2021/50921). NRR agradece la financiación de Horizon-MSCA-2021-PF-01-01 a través del proyecto Metgel 101059852. JGL agradece al Principado de Asturias su ayuda predoctoral del Programa Severo Ochoa.

### Referencias

- [1] Metallic Aerogels for their use in sustainable energy generation". Judith González-Lavín, Alejandra Martínez-Lázaro, Merari H. Rodríguez-Barajas, Janet Ledesma-García, Luis G. Arriaga, Ana Arenillas, Natalia Rey-Raap. Conventional and alternative electrochemical methods for synthesis and analysis of advanced functional layers and coatings. Theoretical bases and practical applications. Publisher. Cambridge Scholars Publishing House. Aceptado y en edición.