

Electrodos de grafito/brea mediante DIW para aplicaciones de conversión de energía

P. R. Lagar*, R. Santamaría, C. Blanco, J. Angel Menéndez, M. A. Montes-Morán, V.G. Rocha

Instituto de Ciencia y Tecnología del Carbono (INCAR-CSIC), C. Francisco Pintado Fe, 26, 3011, Oviedo, Asturias.

pablo.lagar@incar.csic.es

Palabras clave: grafito, brea, Direct Ink Writing.

Introducción

El grafito es un material muy valorado por su estabilidad química y su conductividad eléctrica, siendo esencial en la producción de refractarios y electrodos en las industrias siderúrgica y del aluminio, entre otras. El proceso de fabricación tradicional de elementos con geometrías complejas de grafito consiste en la obtención de un bloque de material mediante técnicas de compactación de polvos que posteriormente se somete a mecanizado para dotarlo de las dimensiones finales. Con la aparición de las tecnologías de fabricación aditivas numerosos autores han explorado la producción de compuestos polímero-grafito mediante FDM, Direct Ink Writing [1] y Binder Jetting. En este trabajo se presenta un enfoque novedoso utilizando DIW para crear estructuras conductoras tipo rejilla químicamente estables, con potencial aplicación como soporte de catalizadores en reacciones electroquímicas.

Experimental

Como paso previo a la formulación de la suspensión acuosa que contendrá grafito y brea de petróleo, se procedió a la preparación del hidrogel, destinado a servir como matriz polimérica. Esta etapa involucró la disolución al 25% en peso del copolímero tribloque Pluronic F-127 en agua, seguida de una refrigeración a 4°C durante 24 horas. A continuación, se añadió gradualmente sobre el hidrogel un 40% p. de grafito sintético (TIMREX KS-75) y un 11% p. de brea de petróleo (P.R: 110°C), ambos previamente tamizados para asegurar una distribución de tamaño de partícula por debajo de 75 µm. Finalmente, los sólidos son incorporados en cinco porciones semejantes, realizando la agitación en un mezclador centrífugo (SpeedMixer DAC 150.1 FVZ-K) a 3000 rpm durante 60 segundos y enfriando la mezcla en agua con hielo entre cada adición. Las piezas de dimensiones 10x15x2,5 mm fueron impresas por medio de la técnica de DIW a través de una boquilla de 0,61 mm empleando una impresora 3D (PRUSA MK3S+) modificada para tal efecto. Finalmente, las estructuras malladas se sometieron a un tratamiento de secado y posterior carbonización (800°C, 1°C/min, N₂). Tras esto y como método de prueba del desempeño del material en un proceso electroquímico se depositaron sobre su superficie níquel y hierro, catalizadores conocidos de la reacción de evolución de oxígeno. Inicialmente, se preparó el sustrato de carbono realizando un lavado en baño de ultrasonidos con 2M HCl, etanol y agua durante 15 min en cada medio. A continuación, se preparó el baño que consistió en: 53g/L H₃BO₃, 30g/L NH₄Cl, 60 g/L NiCl₂·6H₂O, 40g/L FeCl₂·4H₂O. Las condiciones del electrodeposición fueron 60°C y cronopotenciometría a 5 mA/cm² durante 10 min.

Resultados y discusión

En el contexto del estudio, se diseñaron y fabricaron estructuras en forma de rejilla (Figura 1a) con el objetivo de maximizar la superficie activa y proporcionar un adecuado soporte para catalizadores. Durante el proceso de carbonización de estas estructuras, se observó una contracción significativa del 12% en el eje Z, mientras las demás dimensiones permanecieron inalteradas. Este fenómeno de contracción dimensional se atribuye directamente a la pérdida de masa (52%) que registra la pieza durante el tratamiento térmico, típico de los procesos de carbonización debido a la eliminación de componentes volátiles y no carbonizados. Debido a esta contracción y pérdida de masa, se evidencia una contracción del diámetro de los filamentos que conforman la pieza del 24%, siendo el diámetro medio tras carbonizar de 460 µm (Figura 1b).

La metodología empleada para evaluar el desempeño de estas estructuras en aplicaciones electroquímicas y catalíticas involucró el electrodeposición de finas capas de níquel y hierro sobre la superficie del material de carbono. Posteriormente, la pieza se empleó como electrodo activo en la reacción de evolución de oxígeno en medio básico (1M KOH) (Figura 1c). Esta reacción electroquímica es de particular relevancia en aplicaciones relacionadas con la generación de hidrógeno en los electrolizadores, por ser la etapa limitante de este proceso. Durante las pruebas el material mostró una correcta estabilidad química junto con una respuesta electroquímica destacada, lo que sugiere un alto potencial para su aplicación en sistemas de generación de oxígeno y otras tecnologías electroquímicas.

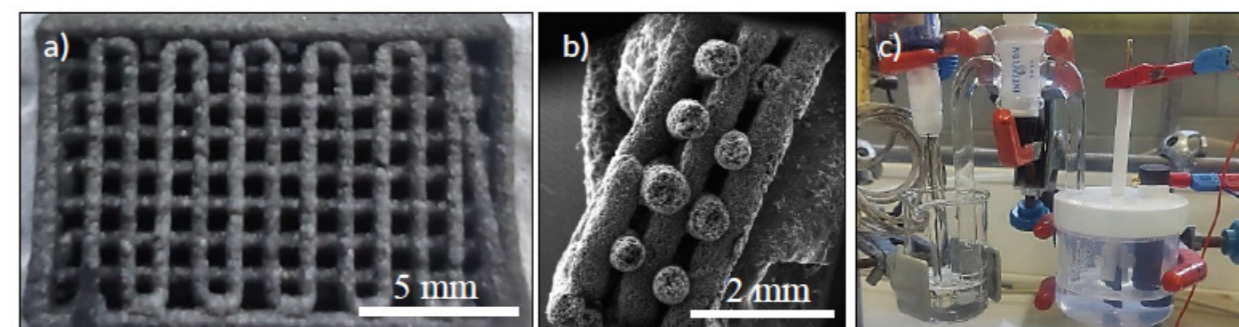


Figura 1. Estructura grafito-brea carbonizada. a) Vista general del un electrodo con una malla rectangular. b) Micrografía SEM de un corte transversal de la pieza. c) Montaje en celda de 3 electrodos empleado en la evaluación del desempeño del electrodo.

Conclusiones

La sinergia entre la formulación de materiales compuestos de carbono y el diseño geométrico adaptado se revela como una ruta clave para el desarrollo de electrodos altamente efectivos y específicos para aplicaciones electroquímicas. Esta metodología no solo permite abordar desafíos inherentes a la estabilidad y reactividad de los materiales en entornos electroquímicos, sino que también abre la puerta a la personalización de electrodos en función de las necesidades de aplicaciones particulares.

Agradecimientos

Al Principado de Asturias a través de los fondos FEDER (IDI/2021/000015). Pablo R. Lagar quiere agradecer a los fondos NextGenerationEU por la concesión de la ayuda a la investigación (ref: 032022004279) a través del programa YO INVESTIGO y V.G. Rocha agradece al Gobierno de España (Contrato Ramón y Cajal, RYC2018-024404-I).

Referencias

[1] Mohammad Sajadi S., Enayat S., Vászahelyi L., et al. Three-dimensional printing of complex graphite structures, Carbon, 2021, 37, p. 260-269, <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2021.05.003>.