



**Estudio de la electro-oxidación de glicerol crudo con nanopartículas basadas en
Pd/C, PdAu/C y Au/C sintetizados con líquidos iónicos**

I. Velázquez-Hernández¹, V. Lair², L. Álvarez-Contreras³, M. Guerra-Balcázar⁴, y N. Arjona¹.

¹Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica, Sanfandila, Pedro Escobedo, Qro., C.P. 76703, México.

²Institut de Recherche de Chimie Paris, CNRS-Chimie ParisTech, 11 rue Pierre et Marie Curie, 75005 Paris, France.

³Centro de Investigación en Materiales Avanzados S.C., Complejo Industrial Chihuahua, Chihuahua Chi., C. P. 31136, México. Facultad de Ingeniería, División de Investigación y Posgrado.

⁴Universidad Autónoma de Querétaro, Querétaro, Qro., C. P. 76010, México.

1 Resumen

El glicerol crudo como desecho de la síntesis del biodiesel se ha empleado en celdas de combustible para la obtención de energía eléctrica en donde el Pd y el Au se han utilizado como electrocatalizadores. En el presente trabajo se sintetizaron nanopartículas de Pd/C, Au/C y PdAu/C y se probaron en la reacción de electro-oxidación del glicerol crudo. Los materiales sintetizados fueron caracterizados por difracción de rayos X (XRD, por sus siglas en inglés), espectroscopia de rayos X de energía dispersiva (EDX), fluorescencia de rayos-X (XRF) análisis termogravimétrico (TGA), microscopía electrónica de transmisión de alta resolución (HR-TEM) y voltamperometría cíclica. Por otro lado, se preparó glicerol crudo por medio de una reacción de transesterificación vía alcalina y con temperatura a partir de aceite vegetal comestible, KOH y metanol, además, los nanocatalizadores de Pd, Au y PdAu soportados sobre carbón Vulcan® fueron sintetizados por vía química verde usando el líquido iónico de formiato de 2-hidroxietilamonio y fueron utilizados como electrocatalizadores para la oxidación del glicerol crudo. Las micrografías obtenidas por HR-TEM revelaron la presencia de partículas semiesféricas con tamaños entre 8 y 16 nm. Mientras que, los análisis de XRF mostraron una relación metálica de 40:60 para el PdAu/C. La evaluación electrocatalítica realizada por voltamperometría cíclica a 0.1 y 0.5 M de glicerol mostró que el PdAu/C obtuvo una densidad de corriente máxima de $202 \text{ mA mg}_{\text{Pd}}^{-1}$ a una concentración de 0.5 M de glicerol. El análisis por Raman demostró que se obtuvo glicerol crudo presentando las bandas características.

1.1 Palabras Clave:

Glicerol crudo, nanopartículas, PdAu/C, electro-oxidación, Raman

2 Abstract

Crude glycerol as waste from the synthesis of biodiesel has been used in fuel cells to obtain electrical energy where Pd and Au have been used as electrocatalysts. In the present work, nanoparticles of Pd/C, Au/C and PdAu/C were synthesized and tested in the electro-oxidation reaction of crude glycerol. The synthesized materials were characterized by X-ray diffraction (XRD), energy dispersive X-ray spectroscopy (EDX), X-ray fluorescence (XRF), thermogravimetric analysis (TGA), and high resolution transmission electron microscopy (HR-TEM) and cyclic voltammetry. On the other hand, crude glycerol was prepared through a transesterification reaction via alkaline medium with temperature from edible vegetable oil, KOH and methanol, in addition, the nanocatalysts of Pd, Au and PdAu supported on Vulcan® carbon were synthesized via green chemistry using the 2-hydroxyethylammonium formate ionic liquid and were used as electrocatalysts for the oxidation of crude glycerol. The micrographs obtained by HR-TEM revealed the presence of hemispherical particles with sizes between 8 and 16 nm. While, the XRF analyzes showed a metal ratio of 40:60 for the PdAu/C. The electrocatalytic evaluation performed by cyclic voltammetry at 0.1 and 0.5 M glycerol showed that the PdAu/C obtained a maximum current density of $202 \text{ mA mg}_{\text{Pd}}^{-1}$ at a concentration of 0.5 M glycerol. The analysis by Raman showed that crude glycerol was synthesized presenting the characteristic bands.

2.1 Keywords:

Crude glycerol, nanoparticles, PdAu/C, electro-oxidation, Raman

3 Referencias

1. Z. Zhang, L. Xin, J. Qi, D.J. Chadderton, W. Li, *Appl. Catal. B Environ.* 136–137 (2013) 29–39.
2. P. Kannan, T. Maiyalagan, M. Opallo, *Nano Energy*, 2013, 2, 677-687.

3. Y. Liu, D. Li, S. Sun, *J. Mater. Chem.*, 2011, **21**, 12579-12587.
4. Y. Dai, L. Ou, W. Liang, F. Yang, Y. Liu, S. Chen, *J. Phys. Chem. C*, 2011, **115**, 2162-2168.
5. Gomes, J. F. and G. Tremiliosi-Filho (2011). "Spectroscopic Studies of the Glycerol Electro-Oxidation on Polycrystalline Au and Pt Surfaces in Acidic and Alkaline Media." Electrocatalysis **2**(2): 96-105.