

# UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA  
ELECTROQUÍMICA

## **”COMPUESTO DE CARBONO MESOPOROS CONTENIENDO NANOTUBOS DE CARBONO”**

BUNCES PABLO

CAPELO SANTIAGO

4TO SEMESTRE

PARALELO: 2

PROFESOR: Juan Enrique Tacoronte

2013-12-20

## TABLA DE CONTENIDO

### 1. Contenido

1. Contenido.....	2
2. INTRODUCCION.....	3
3. MARCO TEORICO.....	4
3.1. CNT Nanotubos de carbono.....	4
3.1.1. Usos y aplicaciones.....	4
3.2. Las Células De Combustible.....	6
4. EXPERIMENTO (INVENCION).....	6
4.1. Antecedentes de la invención.....	6
4.1.1. Campo de la invención.....	6
4.1.2. Discusión de los antecedentes.....	6
4.2. Resumen de la invención.....	8
4.3. Descripción de un método de preparación de un material compuesto de sílice – CNT.	9
4.4. Preparación de un CNT- mesoporosos de sílice.....	16
4.5. Preparación de un CNT- mesoporosos Carbon.....	16
4.6. Preparación de un catalizador soportado - Pt.....	16
4.7. Preparación de una célula de combustible.....	17
5. CONCLUSIONES.....	18
6. BIBLIOGRAFÍA.....	18

## 2. INTRODUCCION

La presente monografía tiene como principal objetivo motivar en el alumno la pasión sobre la investigación, además de buscar solución a los diferentes problemas que nos enfrentamos día a día con la ayuda de conocimiento adquirido a lo largo de la carrera.

La investigación realizada consiste en “Compuesto de carbono mesoporoso conteniendo nanotubos de carbono”. Como materiales a utilizar tenemos un compuesto de la CNT-mesoporoso de sílice, un compuesto de carbono CNT-mesoporoso y un catalizador soportado.

Utilizando el compuesto de carbono CNT-mesoporoso como soporte, y una célula de combustible que usa como el catalizador, soportado como ánodo, cátodo, o ambos ánodo y el cátodo. El compuesto de carbono-CNT mesoporoso se prepara utilizando el material compuesto de sílice CNT-mesoporoso. El compuesto de carbono CNT-mesoporoso tiene una alta conductividad eléctrica debido a los nanotubos de carbono contenidos en el mismo, y por lo tanto, cuando se utiliza el compuesto de carbono CNT-mesoporoso en un electrodo de una pila de combustible, la pila de combustible tiene un rendimiento notablemente mejorado con respecto a la convencional soporte de catalizador que no contiene nanotubos de carbono.

### 3. MARCO TEORICO

#### 3.1. CNT Nanotubos de carbono

“Los nanotubos de carbono son de dimensión uno. Los nanotubos de carbono, cuya longitud es mucho mayor que su diámetro, son cables de grosor manométrico cuyas propiedades físicas a nivel microscópico tienen que ser descritas mediante conceptos de mecánica cuántica.

Habitualmente se suele distinguir entre dos grandes clases de nanotubos de carbono:

Nanotubos de pared o capa única (SWNTs) y nanotubos de pared o capa múltiple (MWNTs). En principio, esta distinción puede parecer un poco arbitraria, dado que los nanotubos de capa múltiple son, en realidad, una serie de dos o más nanotubos de capa única distribuidos de manera concéntrica.

Los nanotubos de carbono son producidos de tres maneras: por descarga en arco eléctrico, ablación laser y deposición química en fase vapor.”(1)

##### 3.1.1. Usos y aplicaciones

“Una de las más interesantes aplicaciones de los nanotubos de carbono es el almacenamiento electroquímico de energía en electrodos de supercondensadores y baterías. Su relativamente alta área superficial puede llevar mayores capacidades de almacenamiento de carga que los condensadores y baterías estándar.”(1)

Tabla 1: Comparación entre las diferentes tecnologías de almacenamiento eléctrico

Características	Condensador electrónico	Supercondensador	Bateria
Tiempo nominal de carga	$10^{-6}$ - $10^{-3}$ s	1-30 s	0.3-3 h
Tiempo nominal de descarga	$10^{-6}$ - $10^{-3}$ s	1-30 s	1-5 h
Densidad de energía [Wh/kg]	0.01-0.1	1-10	10-1000
Densidad de potencia [W/kg]	Menos de $10^5$	Menos de $10^4$	Menos de $10^3$
Ciclos de vida	Más de 500000 ( $\infty$ )	Más de 100000	500-2000

“La eficiencia del proceso de carga-descarga de los sistemas de almacenamiento eléctrico puede estimarse como el cociente del tiempo nominal de descarga entre el tiempo descarga. La eficiencia de los supercondensadores es muy alta, casi tanto como la de los condensadores convencionales, que es cercana al 100 %. La eficiencia de los supercondensadores es mayor que la de las baterías.” (1)

“En general, los electrodos de los supercondensadores se construyen de tres tipos de materiales distintos: Materiales carbonosos, óxidos metálicos o polímeros conductores.

Cada uno de ellos presenta características propias en cuanto al mecanismo de almacenamiento de energía.

Los materiales carbonosos son los más utilizados y de mayor implantación tecnológica por su bajo costo, disponibilidad y elevada área superficial específica. Los supercondensadores con electrodos carbonosos almacenan energía por separación de cargas negativas y positivas en la interface electrodo-electrolito. Dicha separación se produce, junto con el desplazamiento de los iones en el seno del electrolito hacia el electrodo con carga de signo opuesto, como consecuencia de una diferencia de potencial aplicada externamente.” (1)

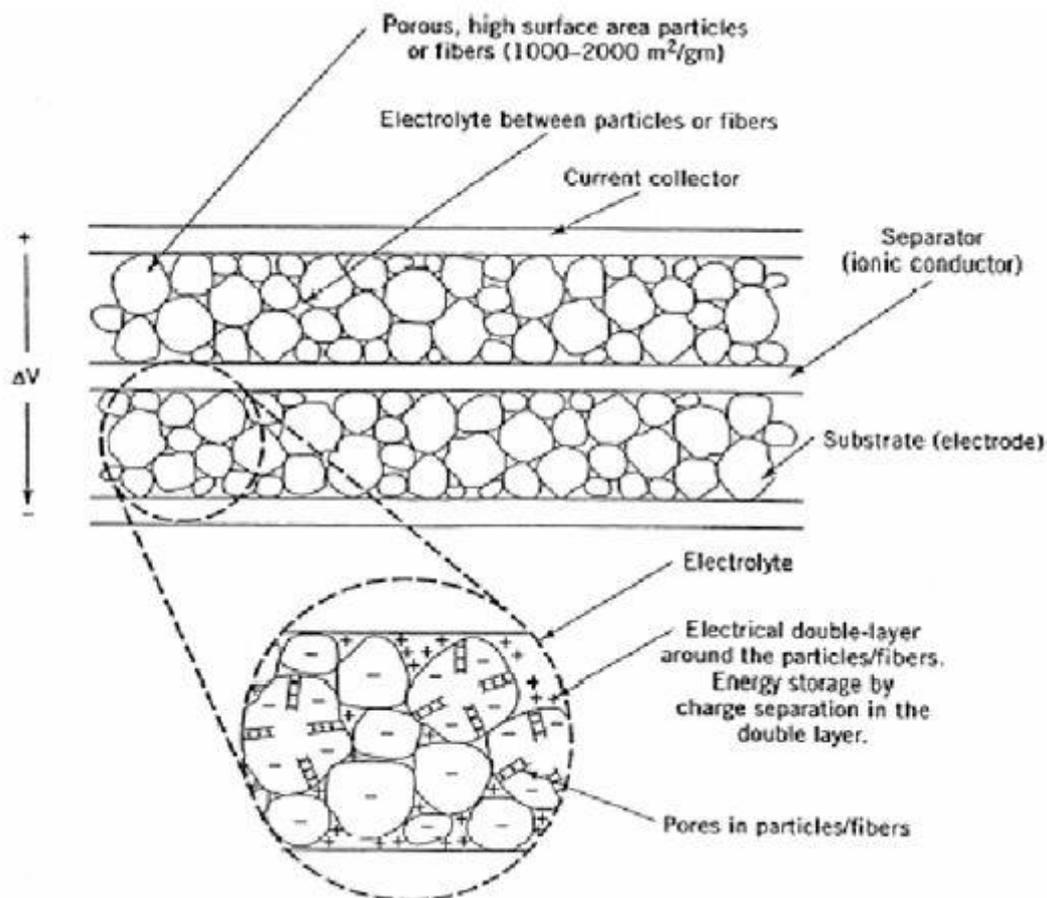


Figura 2: Esquema de un supercondensador de doble capa eléctrica

En el material compuesto de carbono - CNT mesoporoso, los mesoporoso pueden tener un diámetro medio de aproximadamente 2 nm a aproximadamente 10 nm. Si el diámetro medio de los poros es menos de 2 nm, el material combustible suministrado no puede ser fácilmente difundido, reduciendo de este modo la actividad catalítica. Si el diámetro medio de los mesoporoso es mayor que 10 nm, la superficie específica se reduce, reduciendo de este modo el área de reacción de la superficie y, por lo tanto, la actividad catalítica.

El compuesto de carbono CNT- mesoporoso puede tener un área de superficie específica de 800 m<sup>2</sup> / g o mayor, y por lo general alrededor de 1000 m<sup>2</sup> / g hasta aproximadamente 3500 m<sup>2</sup> / g. Si el área de superficie específica del material compuesto de carbono CNT - mesoporoso es menos de aproximadamente 800 m<sup>2</sup> / g, las partículas de catalizador de metal no se pueden dispersar de manera uniforme

durante la preparación del catalizador soportado. Si el área de superficie específica del material compuesto de carbono CNT - mesoporoso es mayor que aproximadamente 3500 m<sup>2</sup> / g, demasiados microporos están presentes y la difusión del combustible pueden reducirse, reduciendo así la eficiencia catalítica.

### **3.2.Las Células De Combustible**

“Son dispositivos electroquímicos que convierten directamente energía química en eléctrica, con un alta eficiencia. Sin partes móviles internas, las Células de Combustible operan de forma similar a las pilas secas, excepto que para la producción continua de electricidad requieren el suministro continuo de combustible, normalmente hidrógeno. Funcionan bajo el principio de intercambio de carga electrolítica entre una placa de ánodo positiva y una placa de cátodo negativa. Cuando se utiliza hidrógeno como combustible básico se produce hidrólisis inversa, produciendo agua y calor como subproductos, sin producir contaminantes.” (2)

Es un sistema de generación de energía que produce electricidad de corriente continua a través de una reacción electroquímica del combustible, tal como hidrógeno, gas natural o metanol, con un agente oxidante. En general, la pila de combustible incluye un ánodo (electrodo de combustible), donde un combustible suministrado se oxida electroquímicamente, un cátodo (electrodo de aire) en el que el agente oxidante se reduce electroquímicamente, y una membrana de electrolito que está interpuesta entre el ánodo y el cátodo para proporcionar un camino para el transporte de iones producidos en el ánodo al cátodo. Los electrones se generan a través de la oxidación del combustible en el ánodo, trabajar a través de un circuito externo, y luego son devueltos al cátodo para reducir el agente oxidante. Catalizador de una célula de combustible está contenido en el ánodo y el cátodo y cataliza la reacción electroquímica.

## **4. EXPERIMENTO (INVENCION)**

### **4.1.Antecedentes de la invención**

#### **4.1.1. Campo de la invención**

La presente invención se refiere a un nanotubo de carbono ( CNT ) - mesoporoso de compuesto de carbono , un método de preparación de la misma , un catalizador soportado , y una pila de combustible , y más particularmente , a un material compuesto de carbono CNT - mesoporoso preparado utilizando una sílice CNT - mesoporoso compuesto como una plantilla , un método para preparar el compuesto de carbono CNT - mesoporoso , un catalizador soportado usando el compuesto de carbono CNT - mesoporoso como un soporte , y una célula de combustible usando el catalizador soportado como un ánodo , cátodo , o ambos ánodo y el cátodo .

#### **4.1.2. Discusión de los antecedentes**

Las pilas de combustible son fuentes de energía limpia que han recibido un gran interés como una de las alternativas para la sustitución de los combustibles fósiles.

Una célula de combustible es un sistema de generación de energía que produce electricidad de corriente continua a través de una reacción electroquímica del combustible, tal como hidrógeno, gas natural o metanol, con un agente oxidante. En general, la pila de combustible incluye un ánodo (electrodo de combustible), donde un combustible suministrado se oxida electroquímicamente, un cátodo (electrodo de aire) en el que el agente oxidante se reduce electroquímicamente, y una membrana de electrolito que está interpuesta entre el ánodo y el cátodo para proporcionar un camino para el transporte de iones producidos en el ánodo al cátodo. Los electrones se generan a través de la oxidación del combustible en el ánodo, trabajar a través de un circuito externo, y luego son devueltos al cátodo para reducir el agente oxidante. Catalizador de una célula de combustible está contenido en el ánodo y el cátodo y cataliza la reacción electroquímica. Por lo tanto, se han realizado muchos ensayos para aumentar la actividad del catalizador utilizado en los electrodos. La actividad catalítica aumenta a medida que el área de superficie de reacción del catalizador aumenta. Área de superficie de reacción aumenta a medida que el diámetro de partícula del catalizador disminuye, y diámetro de partícula pequeño permite a las partículas de catalizador se distribuyan uniformemente en el electrodo. Cuando se aumenta el área de superficie de reacción del catalizador, el área superficial del soporte del catalizador también se debe aumentar.

Un soporte de catalizador para la pila de combustible debe tener una gran área superficial debido a la alta porosidad y una alta conductividad eléctrica para el flujo de electrones. Polvos de carbono microporosos amorfos conocidos como carbón activado o negro de humo se utilizan ampliamente como soporte de catalizador para las pilas de combustible.

Polvos de carbono microporosos amorfos se preparan generalmente por químicamente y / o físicamente la activación de una materia prima , tal como madera , turba , carbón de leña , carbón, lignito , la cáscara de coco , y coque de petróleo . Después de la activación, el carbono tiene un tamaño de poro de aproximadamente 1 nm o menos y un área de superficie específica de aproximadamente 60 m<sup>2</sup> / g a aproximadamente 1000 m<sup>2</sup> / g. Específicamente, Vulcano Negro y Ketjen Negro, que son productos comerciales ampliamente utilizadas como soporte de catalizador para las pilas de combustible, tienen una superficie específica de alrededor de 230 m<sup>2</sup> / g y aproximadamente 800 m<sup>2</sup> / g, respectivamente. Su diámetro de partícula primaria es de aproximadamente 100 nm o menos.

Sin embargo, las partículas de carbono microporosos amorfos tienen mala interconexión de los microporos. En particular, en una pila de combustible de metanol directo convencional (DMFC), un catalizador soportado usando las partículas de carbono microporosos amorfos como soporte tiene una reactividad más baja que un catalizador que consiste en partículas de metal solamente. Sin embargo, el uso de un catalizador que consta de sólo partículas de metal aumenta el costo de la DMFC significativamente. Por lo tanto, se requiere el desarrollo de un soporte de carbono capaz de mejorar la reactividad del catalizador sin incurrir en el costo de un catalizador de metal puro.

Para superar estos problemas, un tamiz molecular de carbono mesoporoso se describe en la patente coreana abierta a inspección pública N ° 2001-0001127. Esta patente describe un método de preparación de un tamiz molecular de carbono mesoporoso ordenada utilizando una sílice mesoporoso, que se prepara utilizando un agente tensoactivo como un material de la plantilla. En el método anterior, sobre la base de nano - replicación, la sílice mesoporoso, tales como " MCM - 48 " y " SBA - 1 ", ha microporos conectada tridimensionalmente por mesoporoso y se utiliza como una plantilla para preparar un carbono mesoporoso ordenada molecular tamizar con microporos y mesoporoso, que tienen un diámetro uniforme y están dispuestas regularmente. De acuerdo con la definición de la Unión Internacional de Química Pura y Aplicada (IUPAC), microporos se refieren a los poros con un diámetro de menos de 2 nm y mesoporoso se refieren a los poros con un diámetro de 2 a 50 nm.

Sin embargo, desde el tamiz de carbono mesoporoso se compone de carbono amorfo, que tiene una conductividad eléctrica relativamente baja. Por lo tanto, hay una necesidad de mejorar la conductividad eléctrica del soporte y por lo tanto mejorar el rendimiento de la pila de combustible.

#### **4.2. Resumen de la invención**

El compuesto de carbono CNT- mesoporoso tiene una alta conductividad eléctrica debido a los nanotubos de carbono que contienen. Por lo tanto , cuando el material compuesto de carbono CNT - mesoporoso se utiliza como un soporte de catalizador en un electrodo de una pila de combustible , que proporciona un rendimiento notablemente mejorado de la relativa pila de combustible para el soporte de catalizador convencional , que no contiene nanotubos de carbono .

Ha de entenderse que tanto la descripción general anterior y la siguiente descripción está detallada son ejemplares y explicativas y están destinadas a proporcionar una explicación adicional de la invención tal como se reivindica

Esta invención puede ser realizada de muchas formas diferentes y no debe interpretarse como limitada a las realizaciones expuestas en el presente documento. Más bien, estas realizaciones se proporcionan para que esta descripción sea exhaustiva, y transmita completamente el alcance de la invención a los expertos en la técnica.

En una forma de realización de la presente invención, primero un nanotubo de carbono (CNT) - mesoporoso se prepara de material compuesto de sílice, y luego un compuesto de carbono CNT - mesoporoso se prepara usando el compuesto de sílice CNT - mesoporoso como plantilla. El compuesto de carbono CNT - mesoporoso está en forma de una partícula porosa sustancialmente compuesto de carbono. A diferencia de un polvo amorfo micro poroso convencional de carbono que tiene principalmente microporos, el compuesto de carbono CNT - mesoporoso tiene ambos mesoporoso y microporos en una proporción adecuada.

Los poros del material compuesto de carbono - CNT mesoporoso pueden o no pueden estar dispuestos regularmente. En el compuesto de carbono -CNT mesoporoso,

microporos de interconexión a través de mesoporoso o mesoporoso interconexión a través de los microporos. En consecuencia, los reactivos se pueden suministrar con facilidad a través de los microporos mesoporoso, y los productos creados en los microporos pueden ser fácilmente descargados fuera de las partículas de catalizador soportado a través de mesoporoso.

El compuesto de carbono - CNT mesoporoso puede estar caracterizada por un diámetro medio de mesoporoso o un área de superficie.

En el material compuesto de carbono - CNT mesoporoso, los mesoporoso pueden tener un diámetro medio de aproximadamente 2 nm a aproximadamente 10 nm. Si el diámetro medio de los poros es menos de 2 nm, el material combustible suministrado no puede ser fácilmente difundido, reduciendo de este modo la actividad catalítica. Si el diámetro medio de los mesoporoso es mayor que 10 nm, la superficie específica se reduce, reduciendo de este modo el área de reacción de la superficie y, por lo tanto, la actividad catalítica.

El compuesto de carbono CNT- mesoporoso puede tener un área de superficie específica de 800 m<sup>2</sup> / g o mayor, y por lo general alrededor de 1000 m<sup>2</sup> / g hasta aproximadamente 3500 m<sup>2</sup> / g. Si el área de superficie específica del material compuesto de carbono CNT - mesoporoso es menos de aproximadamente 800 m<sup>2</sup> / g, las partículas de catalizador de metal no se pueden dispersar de manera uniforme durante la preparación del catalizador soportado. Si el área de superficie específica del material compuesto de carbono CNT - mesoporoso es mayor que aproximadamente 3500 m<sup>2</sup> / g, demasiados microporos están presentes y la difusión del combustible pueden reducirse, reduciendo así la eficiencia catalítica.

Como se describió anteriormente, el compuesto de carbono CNT - mesoporoso se prepara mediante la preparación de un material compuesto de sílice - CNT mesoporoso, la impregnación del material compuesto de CNT- sílice con un sol de precursor de carbono, y luego la disolución y la eliminación de la sílice.

#### **4.3. Descripción de un método de preparación de un material compuesto de sílice – CNT.**

En primer lugar, un agente tenso activo se disuelve en agua y se mezcla con nanotubos de carbono. La concentración del agente tensoactivo puede ser de aproximadamente 1.000 a aproximadamente 100.000 partes en peso basado en 100 partes en peso de los nanotubos de carbono. Los nanotubos de carbono pueden ser nanotubos de carbono de pared simple (SWNT), CNT de pared múltiple (MWNTs), o nanofibras de carbono CNT.

Entonces, se añade una fuente de sílice a la mezcla. La concentración de la fuente de sílice puede ser de aproximadamente 3.000 a aproximadamente 300.000 partes en peso basado en 100 partes en peso de los nanotubos de carbono. Luego, se añade agua, y la

solución resultante puede ser de aproximadamente 5.000 a aproximadamente 500.000 partes en peso basado en 100 partes en peso de los nanotubos de carbono. La fuente de sílice puede ser alcoxilano, que no está limitado específicamente y puede ser tetraetoxisilano (TEOS) o tetrametoxisilano, o, alternativamente, la fuente de sílice puede ser una solución acuosa de silicato de sodio. La concentración de silicato de sodio en la solución acuosa de silicato de sodio puede ser de aproximadamente 10 % a aproximadamente 30 % en peso.

A continuación, se añade un ácido a la solución resultante para ajustar el pH de la solución. El ácido no está limitado específicamente y puede ser ácido nítrico, ácido clorhídrico, ácido sulfúrico, o ácido acético. El pH de la solución se puede ajustar desde aproximadamente -0,7 a aproximadamente 7,0.

A continuación, la solución resultante se mezcla a fondo por agitación, y después se hace reaccionar por calentamiento en un horno. La temperatura de calentamiento del horno puede ser de aproximadamente 80 °. C a aproximadamente 160 °. C. Si la temperatura de calentamiento es inferior a aproximadamente 80 °. C, la solución resultante puede no ser suficientemente hidrolizado y por lo tanto, el producto puede tener una estructura débil. Si la temperatura de calentamiento es mayor que aproximadamente 160 °. C, no se puede formar la estructura deseada. El tiempo de reacción no está limitado específicamente y se puede seleccionar de acuerdo con las condiciones de reacción de tal manera que un rendimiento adecuado se puede conseguir.

Generalmente, el tiempo de calentamiento puede ser de aproximadamente 30 minutos a aproximadamente 2 horas. El producto resultante es un líquido turbio dentro de la cual se distribuyen polvos blancos.

A continuación, los polvos se separan del líquido turbio con un método convencional, tal como filtración y centrifugación. Después de la separación de los polvos, los polvos se pueden lavar al menos una vez.

Después del lavado, los polvos se secan y se calcinan a continuación en un horno de reacción para obtener un compuesto de sílice - CNT mesoporoso. El secado de los polvos puede llevarse a cabo a temperatura ambiente durante aproximadamente 12 horas a aproximadamente 36 horas. La temperatura de calcinación de los polvos secos puede ser de aproximadamente 300 °. C a aproximadamente 550 °. C. Si la temperatura de calcinación es menos de aproximadamente 300 °. C., una estructura esquelética de la plantilla no puede estar bien formado ya que las impurezas pueden permanecer. Si la temperatura de calcinación es mayor que aproximadamente 550. C, la estructura del esqueleto puede no ser uniforme y los nanotubos de carbono en el material compuesto puede ser quemado. La calcinación se puede realizar bajo una atmósfera oxidante tal como aire. La calcinación puede llevarse a cabo durante aproximadamente 3 horas a aproximadamente 15 horas. Si el tiempo de calcinación es menos de aproximadamente 3 horas, las impurezas pueden permanecer. Si el tiempo de calcinación es mayor que alrededor de 15 horas, una gran cantidad de tiempo puede ser gastado durante la preparación del material compuesto de sílice - CNT mesoporoso. Por lo tanto, puede ser

económicamente deseable para mantener el tiempo de calcinación en alrededor de 15 horas o menos.

La concentración de los nanotubos de carbono en el material compuesto de sílice - CNT mesoporoso puede ser de aproximadamente 0,3 % a aproximadamente 10 % en peso. Si la concentración de los nanotubos de carbono en el material compuesto de sílice CNT - mesoporoso es menor que aproximadamente 0,3 % en peso, un aumento de la conductividad eléctrica sobre soporte de carbono sin nanotubos de carbono pueden no resultar. Si la concentración de los nanotubos de carbono en el material compuesto de sílice CNT - mesoporoso es mayor que aproximadamente 10 % en peso, los nanotubos de carbono no se pueden dispersar de manera uniforme, y por lo tanto el material compuesto de sílice CNT - mesoporoso no se pueden preparar fácilmente.

El material compuesto de sílice CNT - mesoporoso preparado de esta manera se usa como una plantilla para preparar el compuesto de carbono CNT - mesoporoso.

Un método de preparación de un compuesto de carbono - CNT mesoporoso de acuerdo con una realización de la presente invención se describirá ahora más o menos. En primer lugar, un sol de precursor de carbono se prepara mediante la mezcla de un compuesto que contiene carbono polimerizable con un vehículo. A continuación, el sol de precursor de carbono se impregna en el material compuesto de sílice - CNT mesoporoso. Entonces, un precursor de carbono se obtiene por polimerización de la sol de precursor de carbono en el material compuesto de sílice - CNT mesoporoso. A continuación, el precursor de carbono y el material compuesto de sílice CNT - mesoporoso se someten a la descomposición térmica, lo que resulta en un material compuesto de carbono - CNT - sílice. Finalmente, la sílice se disuelve y se retira, y el material compuesto de carbono CNT - mesoporoso permanece.

El precursor de carbono se llena en los poros del material compuesto de sílice - CNT mesoporoso como la plantilla. El precursor de carbono término se refiere a un material que se puede carbonizar por descomposición térmica. El precursor de carbono puede ser un polímero de un compuesto que contiene carbono polimerizable. La polimerización incluye varios tipos de polimerización, tales como polimerización por adición y polimerización por condensación. Ejemplos del compuesto que contiene carbono polimerizable incluyen hidratos de carbono y un monómero.

Los hidratos de carbono utilizados en una realización de la presente invención incluyen monosacáridos, oligosacáridos y polisacáridos. Los carbohidratos pueden ser monosacáridos, oligosacáridos, polisacáridos, o una mezcla de los mismos. Los ejemplos representativos de los monosacáridos incluyen glucosa, fructosa, manosa, galactosa, ribosa, y xilosa. Estos materiales pueden usarse solos o en una combinación de dos o más. Los oligosacáridos son carbohidratos compuestos de dos o más monosacáridos unidos por un enlace glicosídico. Sacáridos de disacáridos formados por dos monosacáridos para decaacáridos compuesta por diez monosacáridos se conocen colectivamente como los oligosacáridos. Los oligosacáridos incluyen los simples, que se componen de un tipo de monosacárido, y los complicados, que se componen de dos o

más tipos de monosacáridos. De los oligosacáridos, disacáridos están presentes principalmente en el mundo natural en un estado aislado. Los ejemplos específicos de los disacáridos incluyen sacarosa contenida en la caña de azúcar, maltosa (azúcar de malta), que es un material digerido del almidón por amilasa y es una materia prima de gluten de trigo, y la lactosa (azúcar de leche) contenida en la leche de los mamíferos.

Grupos reductores de los sacáridos y los grupos hidroxilo de sacáridos o compuestos distintos de los sacáridos pueden someterse a condensación por deshidratación.

Los ejemplos representativos de monómeros que pueden usarse como el compuesto que contiene carbono polimerizable incluyen alcohol furfúrico, divinilbenceno, fenol - formaldehído, resorcinol - formaldehído, benceno y antraceno.

El método de llenar el precursor de carbono en los poros de la plantilla se describirá ahora en detalle. En primer lugar, un sol de precursor de carbono, que es una mezcla del compuesto que contiene carbono polimerizable con un vehículo, se impregna en los poros de la plantilla. Después, el compuesto que contiene carbono polimerizable en la plantilla se polimeriza para formar un polímero del compuesto que contiene carbono polimerizable en los poros de la plantilla.

El portador tal vez en un estado líquido y actúa como un disolvente, disolviendo el compuesto que contiene carbono polimerizable, y como un medio de llevar el compuesto que contiene carbono polimerizable a los poros de la plantilla. El vehículo puede ser seleccionado entre agua, un disolvente orgánico, o una mezcla de los mismos. El disolvente orgánico puede ser alcohol tal como etanol y acetona. Sin embargo, el alcohol furfúrico puede ser usado como el compuesto que contiene carbono polimerizable o como el portador.

Un ácido puede añadirse aún más durante la preparación del sol de precursor de carbono. El ácido puede promover la polimerización del precursor de carbono. El ácido puede seleccionarse de entre ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido nítrico, ácido sulfónico, o un derivado o mezcla de los mismos. Los ejemplos representativos del ácido sulfónico incluyen ácido metilsulfónico.

Las concentraciones de los respectivos componentes en la mezcla no se limitan específicamente siempre y cuando el propósito de la presente invención puede llevarse a cabo. Por ejemplo, las concentraciones de los respectivos componentes en la mezcla pueden ser las siguientes.

La concentración de la portadora puede ser de aproximadamente 300 a aproximadamente 1.000 partes en peso basado en 100 partes en peso del compuesto que contiene carbono polimerizable. Si la concentración del vehículo es inferior a aproximadamente 300 partes en peso basadas en 100 partes en peso del compuesto que contiene carbono polimerizable, la impregnación de la mezcla en la plantilla no se puede realizar fácilmente. Si la concentración del vehículo es mayor que aproximadamente 1.000 partes en peso basadas en 100 partes en peso del compuesto

que contiene carbono polimerizable, la cantidad de relleno de carbono en la plantilla se puede reducir perjudicialmente.

La concentración del ácido puede ser de aproximadamente 1 a aproximadamente 30 partes en peso basado en 100 partes en peso del compuesto que contiene carbono polimerizable. Si la concentración del ácido es menos de aproximadamente 1 parte en peso basado en 100 partes en peso del compuesto que contiene carbono polimerizable, el efecto de promover la polimerización del compuesto polimerizable que contiene carbono debido a la adición del ácido de peso puede ser mínimo. Si la concentración del ácido es mayor que aproximadamente 30 partes en peso basado en 100 partes en peso del compuesto que contiene carbono polimerizable, el efecto de promover la polimerización del compuesto polimerizable que contiene carbono debido a la adición del ácido se puede disminuir.

La polimerización del compuesto que contiene carbono polimerizable en los poros de la plantilla puede ser realizada por, por ejemplo, tratamiento térmico o irradiación UV. Cuando la polimerización se lleva a cabo por tratamiento térmico, la temperatura de tratamiento térmico del material compuesto de sílice CNT - mesoporoso impregnado con la mezcla puede ser de aproximadamente 50 °. C a aproximadamente 250 °. C. Si la temperatura de tratamiento térmico es menor que aproximadamente 50 °. C, el compuesto que contiene carbono polimerizable puede no ser suficientemente polimerizado. Si la temperatura de tratamiento térmico es mayor de aproximadamente 250 °. C, la uniformidad del precursor de carbono resultante puede ser disminuida. El tratamiento térmico también puede comprender un primer tratamiento térmico y un segundo tratamiento térmico. Por ejemplo, la primera de tratamiento térmico puede llevarse a cabo a aproximadamente 50. C a aproximadamente 150 °. C y el segundo tratamiento térmico se pueden realizar en aproximadamente 150. C a aproximadamente 250 °. C. Después de la finalización de los procesos de tratamiento térmico, el precursor de carbono debe ser polimerizado y el vehículo líquido debe ser vaporizado.

La impregnación arriba y el tratamiento térmico se pueden repetir. Es decir, después de la polimerización, la plantilla de secado puede ser impregnado con un segundo sol de precursor de carbono preparado y luego se trató por calor como se describió anteriormente.

Por lo tanto, después de la polimerización, el precursor de carbono impregnado en el material compuesto de sílice - CNT mesoporoso se carboniza por la descomposición térmica, lo que resulta en un material compuesto de sílice de carbono - CNT - mesoporoso. La descomposición térmica puede llevarse a cabo, por ejemplo, por calentamiento de la plantilla que tiene el precursor de carbono impregnado en el mismo a aproximadamente 600 °. C a 1400 °. C en una atmósfera no oxidante. Si la temperatura es inferior a aproximadamente 600 °. C, no se puede producir una carbonización completa, y por lo tanto el material compuesto de carbono - CNT - sílice no puede estar completamente formado. Si la temperatura es mayor que aproximadamente 1400 °. C, el carbono puede ser descompone térmicamente o las estructuras de los materiales

utilizados en la plantilla compuesta de sílice CNT - mesoporoso puede ser cambiado. La atmósfera no oxidante puede ser seleccionada de un vacío, una atmósfera de nitrógeno, o una atmósfera de gas inerte, por ejemplo. Durante este proceso, el precursor de carbono es carbonizado y el portador y el ácido, si se usa, se eliminan a través de la evaporación o descomposición.

Después de la descomposición térmica convierte el precursor de carbono lleno en la plantilla para el material compuesto de carbono - CNT - sílice, la sílice se elimina por tratamiento del compuesto con una solución capaz de disolver sílice. Una solución capaz de disolver la sílice se define como una solución que disuelve sólo la sílice partir del material compuesto de sílice - carbono CNT - mesoporoso. Ejemplos de una solución capaz de disolver solamente de sílice incluyen un ácido acuoso fluorhídrico (HF) solución y una solución acuosa de hidróxido de sodio. Se sabe que la sílice se convierte en un silicato soluble por fusión alcalina o de fusión de carbonato y reacciona con HF para formar  $\text{SiF}_4$  erosionable. Una vez que la sílice se disuelve y se retira, el compuesto de carbono CNT- mesoporoso permanece.

La concentración de los nanotubos de carbono en el material compuesto de carbono - CNT mesoporoso puede ser de aproximadamente 0,6 % a aproximadamente 20 % en peso. Si la concentración de la CNT es menor que aproximadamente 0,6 % en peso, un efecto positivo de la CNT en un aumento en la conductividad eléctrica no se puede esperar. Si la concentración de la CNT es mayor que aproximadamente 20 % en peso, el compuesto de carbono CNT - mesoporoso no se puede preparar fácilmente, ya que el material compuesto de sílice CNT - mesoporoso no se puede preparar fácilmente.

A continuación se describirá un catalizador soportado utilizando un compuesto de carbono - CNT mesoporoso como un soporte de acuerdo con una realización de la presente invención.

El catalizador soportado comprende un compuesto de carbono -CNT mesoporoso con partículas de catalizador metálico soportado uniformemente en el compuesto de carbono CNT- mesoporoso. El compuesto de carbono CNT - mesoporoso puede tener mesoporoso con un diámetro medio de aproximadamente 2 nm a aproximadamente 10. M, y puede tener un área de superficie específica de aproximadamente 800  $\text{m}^2 / \text{g}$  a aproximadamente 3500  $\text{m}^2 / \text{g}$ , el metal catalítico que se puede utilizar para el catalizador soportado de acuerdo con una realización de la presente invención no está específicamente limitada y ejemplos específicos del mismo incluyen titanio (Ti), vanadio (V), cromo (Cr), manganeso (Mn), hierro (Fe), cobalto (Co), níquel (Ni), cobre (Cu), zinc (Zn), aluminio (Al), molibdeno (Mo), selenio (Se), estaño (Sn), platino (Pt), rutenio (Ru), paladio (Pd), el tungsteno (W), iridio (Ir), osmio (Os), rodio (Rh), niobio (Nb), tantalio (Ta), plomo (Pb), o una mezcla de los mismos.

El metal catalítico se puede seleccionar apropiadamente dependiendo de una reacción específica a la que el catalizador soportado se va a aplicar. Además, el metal catalítico puede ser un único metal o de una aleación de dos o más metales.

Específicamente, cuando se utiliza el catalizador soportado en una capa de catalizador de un cátodo o un ánodo de una pila de combustible, tal como una célula de combustible de ácido fosfórico (PAFC) y una célula de combustible de membrana de intercambio de protones (PEMFC), Pt puede utilizarse generalmente como el metal catalítico. Cuando se utiliza el catalizador soportado en una capa de catalizador de un ánodo de una pila de combustible de metanol directo (DMFC), un catalizador de Pt - Ru aleación puede ser utilizado generalmente como el metal catalítico, en donde la relación atómica de Pt - Ru puede ser típicamente aproximadamente 0,5:1 a aproximadamente 2:1. Además, cuando se utiliza el catalizador soportado en una capa de catalizador de un cátodo de DMFC, Pt puede ser utilizado generalmente como el metal catalítico.

Las partículas de metal catalíticos pueden tener un tamaño medio de partícula de aproximadamente 1 nm a aproximadamente 5 nm. Si el tamaño medio de partícula de las partículas de metal catalítico es menor de aproximadamente 1 nm, el catalizador no puede catalizar la reacción catalítica. Si el tamaño medio de partícula de las partículas de metal catalítico es mayor que aproximadamente 5 nm, el área de superficie de reacción de las partículas de metal catalítico es relativamente pequeña y la actividad catalítica se reduce.

La concentración de las partículas de catalizador de metal en el catalizador soportado puede ser de aproximadamente 40 % a aproximadamente 80 % en peso. Si la concentración de las partículas de catalizador de metal en el catalizador soportado es menos de aproximadamente 40 % en peso, el catalizador puede ser insuficiente para su uso en una pila de combustible. Si la concentración de las partículas de catalizador de metal en el catalizador soportado es mayor que aproximadamente 80 % en peso, se aumenta el coste para producir una célula de combustible con altas cantidades de partículas de metal.

Para preparar el catalizador soportado de acuerdo con una realización de la presente invención, se pueden utilizar varios métodos conocidos para un experto en la técnica.

Por ejemplo, el catalizador soportado se puede preparar por impregnación del soporte con una solución del precursor de metal catalítico y reducir el precursor de metal catalítico. Dado que tal método es bien conocido, la descripción detallada de los mismos no se proporciona en este documento.

Una célula de combustible de acuerdo con una realización de la presente invención se describirá ahora en detalle.

La célula de combustible comprende un cátodo, un ánodo, y una membrana de electrolito interpuesta entre el cátodo y el ánodo, en el que el cátodo, el ánodo, o tanto el cátodo y el ánodo comprender el catalizador soportado de acuerdo con la realización anterior.

Ejemplos de la célula de combustible de la presente invención incluyen una PAFC, una PEMFC, DMFC o una. Las estructuras de las células de combustible y los métodos de

fabricación de tales células de combustible no se limitan específicamente, y muchos ejemplos de los mismos son bien conocidos para un experto en la técnica. Por lo tanto, las descripciones detalladas de los mismos no se proporcionan aquí.

En lo sucesivo, la presente invención se describirá en más detalle con referencia a los siguientes ejemplos. Estos ejemplos se dan con el propósito de ilustración y no están destinados a limitar el alcance de la invención.

#### **4.4.Preparación de un CNT- mesoporosos de sílice**

Se disolvió 5,0 g de un agente tensioactivo Triton X - 100 (Aldrich) en 200 ml de agua, y después se añadió 0,14 g de nanotubos de carbono de una sola pared (SWNT) a la solución obtenida y se mezcla. Se disolvió 48,4 g de tetraetoxisilano (TEOS) en la solución resultante, y se añadieron 300 ml de agua y 85 g de una solución de ácido clorhídrico al 35 % a la mezcla resultante. La mezcla se agitó a 40 °. C durante 2 horas.

#### **4.5.Preparación de un CNT- mesoporosos Carbon**

0,94 g de sacarosa se disolvió en 3,75 ml de agua y después se añadió 0,11 g de ácido sulfúrico a la solución resultante y se mezcla bien para obtener un sol de precursor de carbono. A continuación, se mezcló 1 g de material compuesto de sílice CNT - mesoporoso obtenida anteriormente con el sol de precursor de carbono. El producto resultante se trató térmicamente en un horno a 160 °. C durante 2 horas. Entonces, se añadió un sol de precursor de carbono recién preparada al producto tratado con calor, en el que la cantidad de sol de precursor de carbono añadida era 60 % de la cantidad de sol de precursor de carbono inicialmente añadido, y después se trató de calor de nuevo a 160. C durante 2 horas.

Entonces, el producto tratado con calor se descompuso térmicamente a 900 °. C bajo una atmósfera de nitrógeno. Una rampa fue 15 °. C. / Min. El compuesto de sílice de carbono - CNT- mesoporoso resultante se añadió a la IC y se mezcló bien para eliminar la sílice.

#### **4.6.Preparación de un catalizador soportado - Pt**

Se colocó 0,5 g del compuesto de carbono CNT - mesoporoso preparado en una bolsa de plástico, y luego se pesó 0,9616 g de H.sub.2PtCl.sub.6 y se disolvió en 1,5 ml de acetona en un vaso de precipitados. La solución obtenida se mezcló con el soporte de carbono en la bolsa de plástico. La mezcla se secó en aire durante 4 horas, y luego se transfirió a un crisol y se secó en un horno a una temperatura de 60 °. C durante la noche. A continuación, el crisol se colocó en un horno eléctrico con una corriente de nitrógeno y el nitrógeno se dejó fluir durante 10 minutos. A continuación, el gas de nitrógeno se reemplazó con gas hidrógeno y la temperatura en el horno eléctrico se elevó desde la temperatura ambiente hasta 200 °. C y se mantiene durante 2 horas para reducir una sal de Pt soportado sobre el material compuesto de carbono CNT - mesoporoso. El gas hidrógeno se sustituyó con gas nitrógeno y la temperatura en el horno eléctrico se elevó a 250 °. C a una velocidad de 5 °. C. / Min, se mantuvo a 250 °. C durante 5 horas, y después se enfrió a temperatura ambiente. Por lo tanto, un

catalizador soportado sobre el material compuesto de CNT- mesoporoso, con una concentración de Pt soportado igual a 60 % en peso, se obtuvo.

#### **4.7.Preparación de una célula de combustible**

El catalizador soportado preparado en el que se utilizó el compuesto de carbono CNT - mesoporoso como un soporte, se dispersó en una solución de dispersión de Dupont - marca NafionR. 115 en alcohol isopropílico para preparar una suspensión y se revistió sobre un electrodo de carbono usando un proceso de pulverización a fin de obtener una concentración de 3 mg/cm<sup>2</sup> del catalizador recubierto, medido por la concentración de Pt. Entonces, el electrodo se pasó a través de una máquina de laminación para mejorar la adhesión entre la capa de catalizador y el electrodo de carbono, obteniendo de este modo un cátodo. Un ánodo se preparó usando un catalizador de Pt disponibles comercialmente - Negro catalizador de Ru y una celda unitaria se preparó usando el cátodo y el ánodo.

Como se describió anteriormente, un compuesto de carbono - CNT mesoporoso de acuerdo con la presente invención se puede preparar usando un compuesto de sílice CNT - mesoporoso como una plantilla. El compuesto de carbono CNT- mesoporoso tiene una alta conductividad eléctrica debido a los nanotubos de carbono que contienen. Por lo tanto, cuando se utiliza el compuesto de carbono CNT - mesoporoso en un electrodo de una pila de combustible, la pila de combustible tiene un rendimiento notablemente mejorado en relación con el soporte de catalizador convencional que no contiene nanotubos de carbono.

Será evidente para los expertos en la técnica que diversas modificaciones y variaciones se pueden hacer en la presente invención sin apartarse del espíritu o alcance de la invención. Por lo tanto, se pretende que la presente invención cubra las modificaciones y variaciones de esta invención siempre que estén dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas y sus equivalentes.

## 5. CONCLUSIONES

- 5.1. Se consiguió un catalizador soportado en el que las partículas de catalizador de metal están soportados de manera uniforme en el material compuesto de carbono - CNT mesoporoso.
- 5.2. Se consiguió una célula de combustible que usa el catalizador soportado como el cátodo, el ánodo, o tanto el cátodo y el ánodo.
- 5.3. La fabricación y uso de pilas de combustible como fuentes de energía limpia para la sustitución del uso de combustibles fósiles.
- 5.4. La optimización de recursos a partir del uso de carbono CNT-mesoporoso en un electrodo de una pila de combustible, ya que la pila de combustible llega a un rendimiento notablemente mejorado con respecto al convencional soporte de catalizador que no contiene nanotubos de carbono.
- 5.5. La utilización de la Electroquímica para resolver problemas cotidianos y problemas mayores como la contaminación de ecosistemas, con técnicas relativamente sencillas y con costos ligeramente elevados.

## 6. BIBLIOGRAFÍA

- 6.1. (1) <http://www.monografias.com/trabajos93/nanotuboscarbono/nanotuboscarbono.shtml>
- 6.2. (2) <http://www.alu.ua.es/v/vap/Celulas.htm>
- 6.3. <http://www.slideshare.net/drewlharris/april-30-2007-nanotech-colloquium-nanotube-talkppt>
- 6.4. <http://www.intechopen.com/download/get/type/pdfs/id/17290>
- 6.5. Patente:  
<http://www.google.com.mx/patents/US20060116284>