

# Ricerca di Sistema elettrico



Sviluppo di componenti per celle elettrochimiche mediante AM:  
scelta di catalizzatori nanostrutturati ottimali per i processi  
elettrochimici (LA3.9-Report 3.9.1)

Claudia Cirillo, Mariagrazia Iuliano, Maria Sarno



UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI SALERNO

**DF** Dipartimento di  
Fisica E.R. Caianiello



Per inserire report di riferimento modificare il titolo nel riepilogo delle proprietà del documento

Sviluppo di componenti per celle elettrochimiche mediante AM: scelta di catalizzatori nanostrutturati ottimali per i processi elettrochimici

SVILUPPO DI COMPONENTI PER CELLE ELETTROCHIMICHE MEDIANTE AM: REALIZZAZIONI ELEMENTI PROTOTIPALI (LA3.9)

Claudia Cirillo<sup>1,2</sup>, Mariagrazia Iuliano<sup>1,2</sup>, Maria Sarno<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup> Dipartimento di Fisica "E.R. Caianiello", Università degli Studi di Salerno, Via Giovanni Paolo II, 132-84084 Fisciano, Italia;

<sup>2</sup> Centro di ricerca NANO\_MATES, Università degli Studi di Salerno, Via Giovanni Paolo II, 132-84084 Fisciano, Italia

Dicembre 2024

Report Ricerca di Sistema Elettrico

Accordo di Programma Ministero dell'Ambiente e della Sicurezza Energetica -ENEA Piano Triennale di Realizzazione 2022-2024

Obiettivo: Decarbonizzazione

Progetto: *1.4 Materiali di frontiera per usi energetici*

Linea di attività: LA 3.9

Responsabile del Progetto: Daniele Mirabile Gattia (ENEA)

Responsabile del Work Package: Daniele Mirabile Gattia (ENEA)

Responsabile Linea di Attività: Università degli Studi di Salerno - Dipartimento di Fisica "E. R. Caianiello - Centro di Ricerca Interdipartimentale NanoMates

Mese inizio previsto: luglio 2023

Mese inizio effettivo: luglio 2023

Mese fine previsto: dicembre 2024

Mese fine effettivo: dicembre 2024

Il presente documento descrive le attività di ricerca svolte all'interno dell'Accordo di collaborazione: "Sviluppo di componenti per celle elettrochimiche mediante AM"

## Indice

Risultati attesi .....	4
Risultati ottenuti.....	4
Analisi degli scostamenti su attività e risultati.....	4
Sintesi delle attività svolte .....	4
Dettaglio delle attività svolte.....	5
1.1 Sintesi del nanocatalizzatore G/Pd .....	5
1.1.1 Caratterizzazione del nanocatalizzatore .....	5
1.1.2 Valutazione dell'attività elettrocatalitica del catalizzatore Pd/G nella produzione elettrochimica di biodiesel .....	9
1.1.3 Risultati sperimentali.....	10
1.1.4 Analisi composizionale e qualità del biodiesel .....	11
1.1.5 Confronto tra i nanocatalizzatori testati.....	12
Conclusioni.....	12
Riferimenti .....	13

## Indice delle figure

Figura 1 Immagine al microscopio elettronico a scansione (SEM) con analisi a dispersione di energia dei raggi X (EDX) del campione Graphene_Palladium (G/Pd) (a); spettri EDX e mappe elementari per tre diversi elementi (b, c); fotografia della polvere di Graphene_Palladium (G/Pd) (d). ....	7
Figura 2 Spettro di diffrazione a raggi X (XRD) del campione Graphene_Palladium (G/Pd) (a); spettro Raman del campione Graphene_Palladium (G/Pd) (b). ....	8
Figura 3 Profilo termogravimetrico (TG-DTG) del campione Graphene_Palladium (G/Pd). ....	8
Figura 4 Analisi spettroscopica infrarossa in trasformata di Fourier (FT-IR) del campione Graphene_Palladium (G/Pd). ....	9
Figura 5 Effetto di NaCl sulla produzione di Biodiesel. Condizioni: Rapporto molare metanolo/olio: 25:1. Acqua 1.0% in peso. Elettrolisi a tensione costante: 10 V. ....	10
Figura 6 Biodiesel prodotto da catalisi elettrochimica con G/Pd.....	11

## Indice delle tabelle

Tabella 1. Proprietà chimico fisiche dell'olio di canola esausto .....	10
Tabella 2 Proprietà chimico fisiche del biodiesel prodotto.....	11
Tabella 3 Confronto tra i due catalizzatori testati.....	12

## Risultati attesi

Di seguito si elencano i risultati attesi della LA 3.9, come previsti dal capitolato:

- Valutazione comparativa delle prestazioni elettrocatalitiche dei nanocatalizzatori sviluppati nella precedente linea di attività (LA 3.8), al fine di identificare il materiale con le caratteristiche più promettenti.

## Risultati ottenuti

Di seguito si elencano i risultati ottenuti nel corso della linea di attività LA 3.9:

Nel corso di queste attività, è stato identificato NiRuIr/G come il catalizzatore più promettente, grazie a un overpotential estremamente basso sia in soluzione acida (0.06 V) che in acqua di mare (0.08 V), valori inferiori rispetto ad altri materiali testati e alla media dei catalizzatori presenti in letteratura. Il materiale ha mostrato un'elevata stabilità a lungo termine, confermata da test cronoamperometrici condotti per oltre 200 ore in acqua marina naturale, con una perdita di corrente limitata (~10%) e mantenimento della struttura cristallina. I Tafel slope registrati (28 mV/dec in H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> e 25 mV/dec in acqua di mare) indicano un'efficiente cinetica di reazione secondo un meccanismo Volmer-Tafel. L'efficienza nella produzione di idrogeno è risultata elevata e coerente con i valori teorici, come dimostrato da gascromatografia accoppiata a spettrometria di massa. La struttura nanometrica del catalizzatore garantisce una migliore conducibilità, un efficace ancoraggio dei siti catalitici attivi e un'elevata compatibilità con tecnologie di stampa 3D. Tali risultati collocano NiRuIr/G tra le soluzioni più avanzate per l'elettrolisi dell'acqua di mare e ne evidenziano il potenziale per contribuire alla transizione energetica nazionale attraverso la produzione distribuita e sostenibile di idrogeno verde. In parallelo, nell'ambito della stessa linea di attività, è stato sintetizzato e validato un nuovo catalizzatore a base di Pd/G per la produzione sostenibile di biodiesel. Questo materiale ha mostrato un'eccellente attività elettrocatalitica in condizioni blande, raggiungendo una resa del 98.9% in FAME dopo sole due ore di reazione. Ha inoltre evidenziato un'elevata stabilità su cicli ripetuti e una buona tolleranza verso oli contenenti acqua, rendendolo adatto anche all'impiego con scarti oleosi non purificati.

## Analisi degli scostamenti su attività e risultati

(8000 caratteri max)

Descrivere le motivazioni di eventuali scostamenti tecnici/economici rispetto al preventivo e criticità riscontrate (*Evidenziare il contenuto in riferimento al piano di rischi presentato*)

Non si sono registrati scostamenti di natura economica rispetto alla pianificazione iniziale. Le attività si sono svolte in linea con quanto pianificato, anche grazie a un'attenta pianificazione delle risorse e alla completa disponibilità delle infrastrutture di ricerca necessarie allo svolgimento delle varie fasi operative.

## Sintesi delle attività svolte

Le attività di ricerca inerenti alla linea di attività LA 3.9 si è focalizzata sulla selezione del catalizzatore più idoneo per la produzione di idrogeno da acqua di mare. In questo contesto, il catalizzatore NiRuIr/G è emerso come il candidato più promettente, grazie alle eccellenti prestazioni elettrocatalitiche, all'elevata stabilità nel tempo e alla compatibilità con le tecnologie di Additive Manufacturing. La scelta è stata orientata sia da

rigorosi criteri scientifici, sia dalla prospettiva di una futura integrazione industriale in sistemi per la produzione sostenibile di idrogeno.

Parallelamente, è stato sviluppato e testato un secondo catalizzatore a base di **Pd/G**, specificamente progettato per la produzione elettrochimica di biodiesel da oli vegetali di scarto. Questo materiale ha evidenziato performance eccellenti in termini di resa, operando a bassa temperatura e con tensioni moderate, senza l'impiego di co-solventi o catalizzatori disciolti in soluzione. Tali risultati confermano la versatilità e l'efficacia dei sistemi catalitici sviluppati, ampliando il contributo della linea di attività anche al settore strategico dei biocarburanti avanzati.

## Dettaglio delle attività svolte

(15000 caratteri max)

Nel contesto della linea di attività LA 3.9, l'obiettivo principale è stato l'identificazione del catalizzatore con le migliori prestazioni per la reazione di evoluzione dell'idrogeno (HER) in ambiente reale, tra quelli sviluppati nella fase precedente (LA 3.8). Il campione NiRuIr/G è stato selezionato come il candidato più promettente, grazie alla sua efficienza, stabilità, sostenibilità e compatibilità con dispositivi elettrochimici reali.

Il catalizzatore NiRuIr/G è costituito da una lega trimetallica a base di nichel, rutenio e iridio, supportata su grafene a pochi strati (few-layer graphene). La sintesi è stata realizzata attraverso un processo scalabile, economico e privo di tensioattivi, che evita l'uso di agenti organici complessi, riducendo così l'impatto ambientale e rendendo la produzione più sostenibile. La struttura ottenuta è nanometrica, con particelle di circa 8 nm di diametro uniformemente distribuite sulla superficie del grafene, come confermato da analisi SEM-EDX e spettroscopia XRD.

Un elemento distintivo del processo di sintesi è rappresentato dal trattamento finale in autoclave a 205 °C in atmosfera riducente, che ha consentito la formazione di una lega metallica omogenea, ben cristallizzata e saldamente ancorata alla rete conduttiva del grafene, mantenendo un'elevata attività catalitica.

Parallelamente, è stata avviata un'attività finalizzata ad estendere le applicazioni dei nanocatalizzatori sviluppati ad altri processi di conversione energetica, in particolare alla produzione elettrocatalitica di biodiesel. In quest'ottica, è stato sintetizzato un catalizzatore innovativo a base di Pd/G, anch'esso ottenuto mediante un processo scalabile condotto in atmosfera riducente.

### 1.1 Sintesi del nanocatalizzatore G/Pd

La sintesi del nanocatalizzatore G/Pd(grafene/palladio) è stata effettuata in atmosfera inerte sotto flusso continuo di azoto [1]. Per la preparazione, 100 mg di few-layer graphene (FLG) sono stati dispersi in 20 mL di etere benzilico, insieme a 0,16 mmol di acetato di palladio(II), 20 mmol di 1,2-esadecanediolo e 12 mmol di acido oleico. La miscela è stata inizialmente agitata magneticamente a temperatura ambiente, quindi riscaldata fino a 200 °C per 2 ore, e successivamente portata a circa 300 °C per 1 ora. Al termine della reazione, il prodotto è stato purificato mediante lavaggi per centrifugazione (7500 rpm per 30 minuti), inizialmente con etanolo, e successivamente con una miscela 1:1 di esano ed etanolo, al fine di eliminare eventuali residui organici e ottenere un nanocatalizzatore pulito, stabile e privo di impurità.

#### 1.1.1 Caratterizzazione del nanocatalizzatore

La **Figura 1**, ottenuta tramite microscopia elettronica a scansione (SEM), mostra la morfologia a fogli del nanocatalizzatore G/Pd sintetizzato. Si evidenziano strutture ripiegate, caratteristiche tipiche dei fogli sottili di grafene. L'analisi SEM-EDX ha fornito informazioni sulla composizione elementare del materiale: le Figure 2b e 2c presentano le immagini SEM-EDX, le mappe di distribuzione elementare (color mapping) e lo spettro EDX del campione. I dati confermano la presenza degli elementi Pd, C e O, come evidenziato anche dalla distribuzione cromatica degli elementi. In Figura 2d è riportata un'immagine del catalizzatore ottenuto.

Le proprietà cristalline del nanocatalizzatore sono state analizzate mediante diffrazione a raggi X (XRD). Lo spettro XRD (**Figura 2a**) mostra picchi intensi associati ai riflessi di Bragg (111), (200), (220) e (311), localizzati rispettivamente a  $2\theta = 39,9^\circ$ ,  $45,8^\circ$ ,  $67,0^\circ$  e  $83,1^\circ$ , confermando la formazione di nanoparticelle di Pd. La dimensione cristallina media delle nanoparticelle è stata stimata applicando l'equazione di Scherrer, risultando pari a  $4,0 \pm 0,7$  nm.

Lo spettro Raman del nanocatalizzatore G/Pd (**Figura 2b**) mostra due bande caratteristiche: una a  $1355\text{ cm}^{-1}$ , attribuibile alla banda D (disordine), e l'altra a  $1581\text{ cm}^{-1}$ , corrispondente alla banda G (grafite) del supporto in grafene [2].

Il profilo termogravimetrico (TG-DTG) del catalizzatore, riportato in **Figura 3**, evidenzia perdite di massa riconducibili alla decomposizione dell'acido oleico (OA) e del grafene. L'acido oleico risulta presente nel campione in quantità pari a circa 30% in peso, come stimato nell'intervallo termico  $110\text{--}300^\circ\text{C}$ . La quantificazione precisa del grafene risulta complessa a causa della concomitante ossidazione dei metalli presenti.

L'analisi FT-IR (**Figura 4**) ha evidenziato diversi segnali significativi. Il picco a  $2849\text{ cm}^{-1}$  è attribuibile allo stretching C-H dei gruppi metilenici, mentre quello a  $2919\text{ cm}^{-1}$  corrisponde allo stretching antisimmetrico dei gruppi terminali  $-\text{CH}_3$ . I segnali a  $1453$ ,  $1417$ ,  $1271$  e  $930\text{ cm}^{-1}$  sono rispettivamente associati alle vibrazioni di bending dei gruppi  $-\text{CH}_2-$ , al bending in piano del gruppo  $-\text{C}-\text{O}-\text{H}$ , allo stretching del gruppo  $-\text{C}-\text{OH}$ , e alla modalità fuori piano  $-\text{O}-\text{H}$  dell'acido carbossilico. La presenza di un segnale intenso a  $1681\text{ cm}^{-1}$ , dovuto allo stretching del gruppo carbonilico ( $-\text{C}=\text{O}$ ), conferma che l'acido oleico si lega alla superficie delle nanoparticelle di Pd tramite l'ossigeno del gruppo carbonilico in modalità monodentata ( $\text{R}-\text{C}(=\text{O})-\text{O}$ ), piuttosto che formando strutture bidentate [3].

Infine, la presenza di una vibrazione a  $1604\text{ cm}^{-1}$ , attribuibile al doppio legame  $\text{C}=\text{C}$  tipico del grafene, conferma che la sua struttura resta inalterata durante il processo di sintesi del nanocatalizzatore.

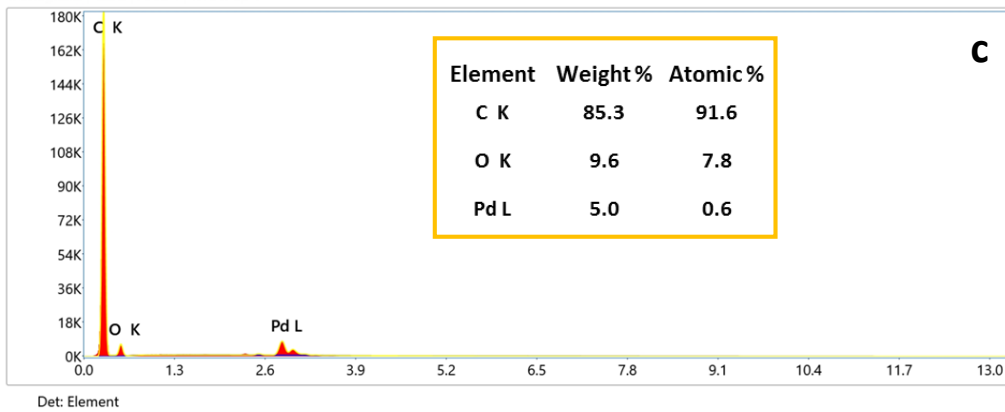
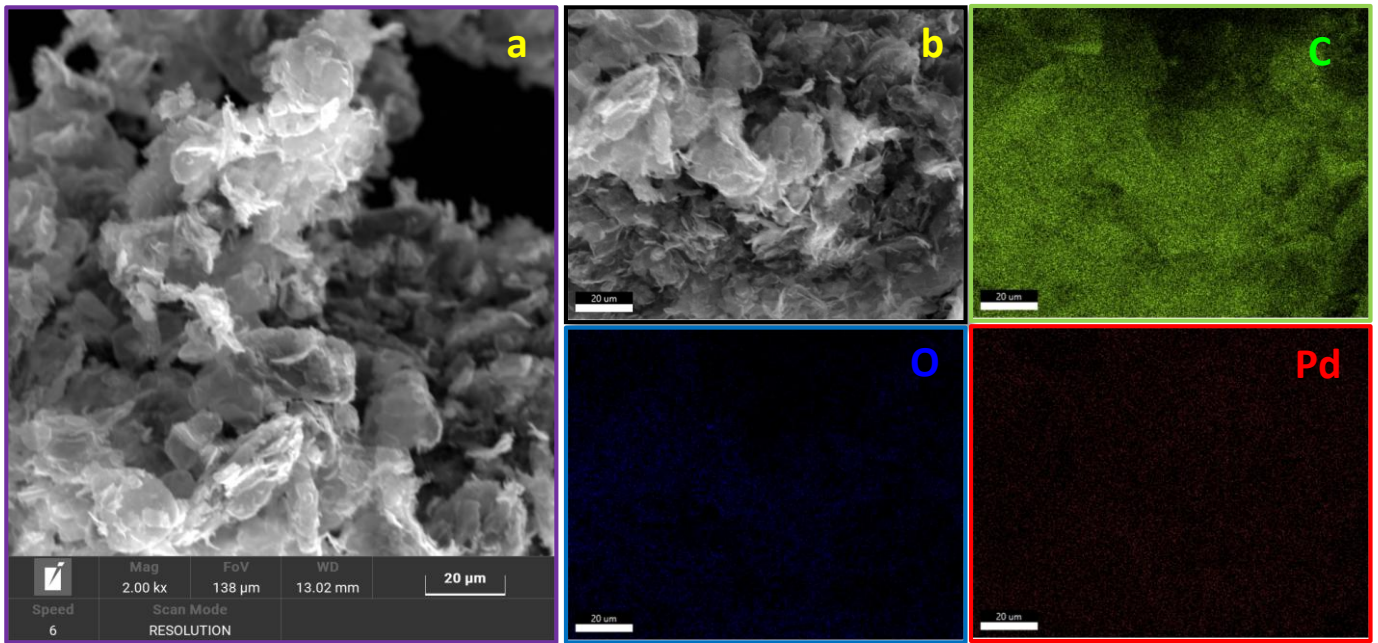


Figura 1 Immagine al microscopio elettronico a scansione (SEM) con analisi a dispersione di energia dei raggi X (EDX) del campione Graphene\_Palladium (G/Pd) (a); spettri EDX e mappe elementari per tre diversi elementi (b, c); fotografia della polvere di Graphene\_Palladium (G/Pd) (d).

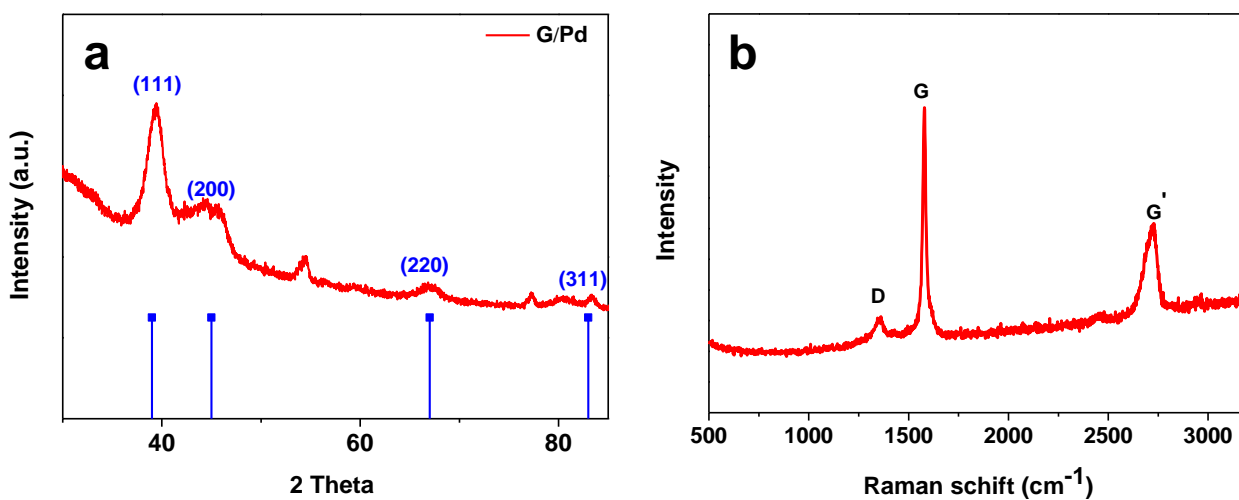


Figura 2 Spettro di diffrazione a raggi X (XRD) del campione Graphene\_Palladium (G/Pd) (a); spettro Raman del campione Graphene\_Palladium (G/Pd) (b).

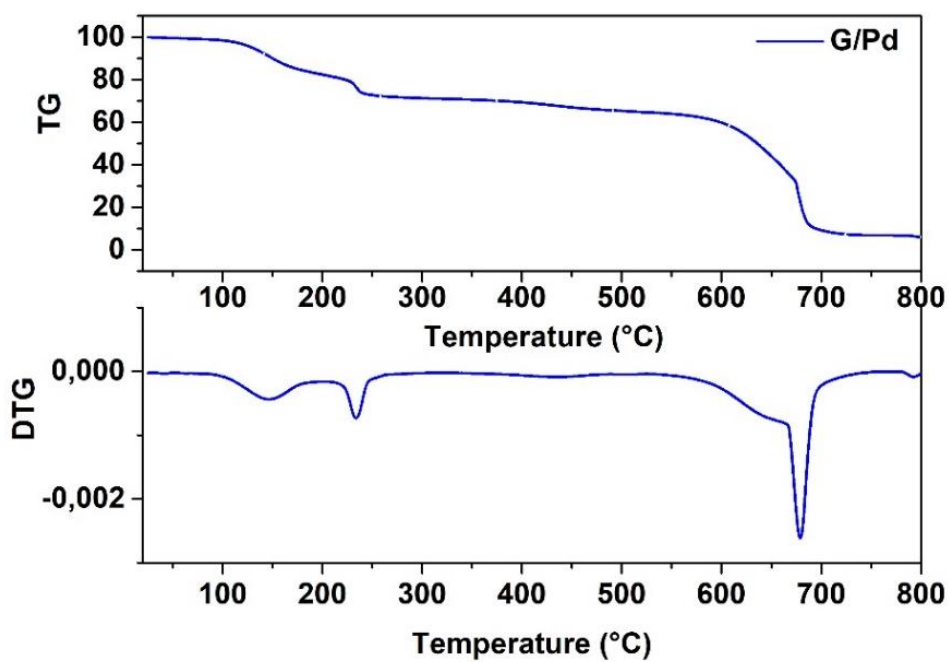


Figura 3 Profilo termogravimetrico (TG-DTG) del campione Graphene\_Palladium (G/Pd).

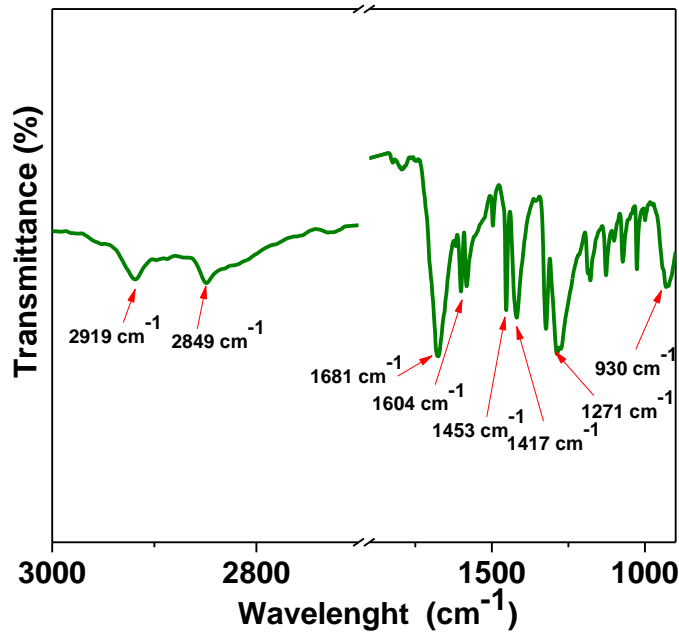


Figura 4 Analisi spettroscopica infrarossa in trasformata di Fourier (FT-IR) del campione Graphene\_Palladium (G/Pd).

### 1.1.2 Valutazione dell'attività elettrocatalitica del catalizzatore Pd/G nella produzione elettrochimica di biodiesel

Il catalizzatore Pd/G, costituito da nanoparticelle di palladio disperse su un supporto in grafene, è stato testato per valutarne l'efficacia nella sintesi elettrochimica di biodiesel a partire da olio di canola esausto (WCO), pretrattato a 240 °C per una settimana (Tabella 1). L'obiettivo dell'attività sperimentale era verificare la possibilità di impiegare Pd/G come alternativa efficiente e sostenibile per la produzione di esteri metilici degli acidi grassi (FAME), in condizioni blande e senza l'utilizzo di co-catalizzatori omogenei.

I test sono stati condotti in una cella elettrochimica, contenente una miscela costituita da 0.03 moli di olio esausto, 0.6 moli di metanolo, 0.024 moli di acqua deionizzata e concentrazioni variabili di NaCl. L'elettrolisi è stata eseguita applicando una tensione costante di 10 V per 3 ore alla temperatura di 40 °C, utilizzando un potenziostato Autolab PGSTAT302N.

Il catalizzatore Pd/G è stato depositato sull'elettrodo sotto forma di inchiostro catalitico, ottenuto disperdendo la polvere catalitica in una soluzione di Nafion al 5% in peso, acqua ed etanolo. Durante l'elettrolisi, sono state prelevate aliquote da 1 mL ogni 30 minuti per l'analisi dei prodotti di reazione. Il biodiesel ottenuto è stato purificato mediante lavaggi con acqua distillata calda (60 °C) e successivamente essiccato.

L'analisi dei FAME è stata condotta mediante GC-MS, utilizzando una colonna capillare TG-WaxMS TraceGOLD™, secondo le norme EN14214 ed EN14103, impiegando come standard interno l'estere metilico dell'acido eptadecanoico. Tutti i test sono stati eseguiti in triplicato per garantire l'affidabilità dei risultati.

La resa in FAME è stata espressa in percentuale secondo la formula:

$$FAME\ yield(\%) = \frac{m_p}{m_{WPCO}}$$

dove  $m_p$  rappresenta il peso (in g) del prodotto essiccato e  $m_{WPCO}$  è il peso (in grammi) dell'olio di canola da cucina utilizzato come materia prima.

Tabella 1. Proprietà chimico fisiche dell'olio di canola esausto

Proprietà	Valori
Acidità (mgKOH/g)	2.7±0.03
Acidi grassi liberi (%)	1.4±0.04
Umidità (%)	0.03 ±0.02
Indice di Saponificazione (mgKOH/g)	256±0.04
Iodio (gI <sub>2</sub> /100g oil)	162±0.02

### 1.1.3 Risultati sperimentali

Nel processo di produzione elettrocatalitica di biodiesel mediante il nanocatalizzatore G/Pd (grafene/palladio), la presenza di NaCl si è rivelata un parametro chiave per il miglioramento dell'efficienza di conversione degli oli in esteri metilici degli acidi grassi (FAME). Il cloruro di sodio, introdotto in concentrazioni comprese tra 0.1% e 0.6% in peso, ha agito come elettrolita supportante, aumentando significativamente la conduttività della soluzione reattiva e favorendo la formazione di ioni idrossido (OH<sup>-</sup>) al catodo.

Queste specie reattive hanno accelerato l'attivazione del metanolo e la conseguente formazione di ioni metossido, responsabili dell'attacco nucleofilo ai trigliceridi e della loro conversione in biodiesel. L'incremento della concentrazione di NaCl fino a 0,3% ha determinato un notevole aumento della resa in biodiesel, attribuibile a una più efficiente generazione di specie catalitiche e a una migliore emulsione della miscela bifasica olio/metanolo (Figura 5).

L'adozione di una concentrazione ottimale di NaCl, associata a un opportuno rapporto molare metanolo/olio, ha consentito di raggiungere rese superiori al 95% in meno di 2 ore di elettrolisi a temperatura ambiente. Tuttavia, concentrazioni di NaCl superiori a 0.6% hanno determinato un aumento indesiderato di reazioni collaterali, come la saponificazione, con conseguente riduzione della purezza del prodotto finale.

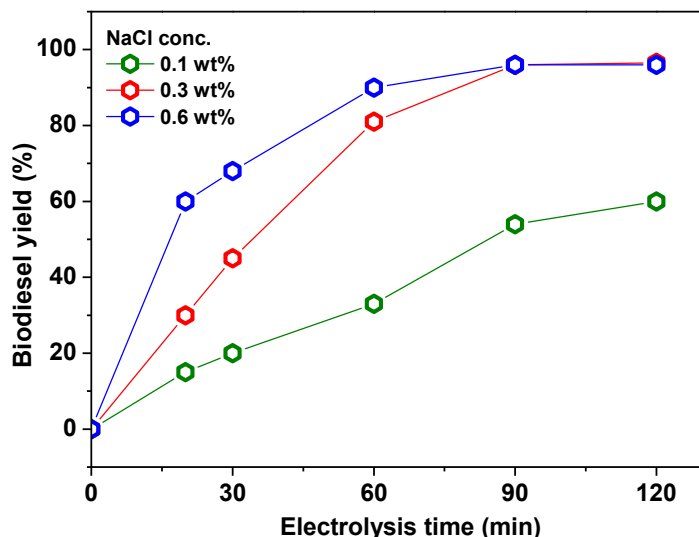


Figura 5 Effetto di NaCl sulla produzione di Biodiesel. Condizioni: Rapporto molare metanolo/olio: 25:1. Acqua 1.0% in peso. Elettrolisi a tensione costante: 10 V.

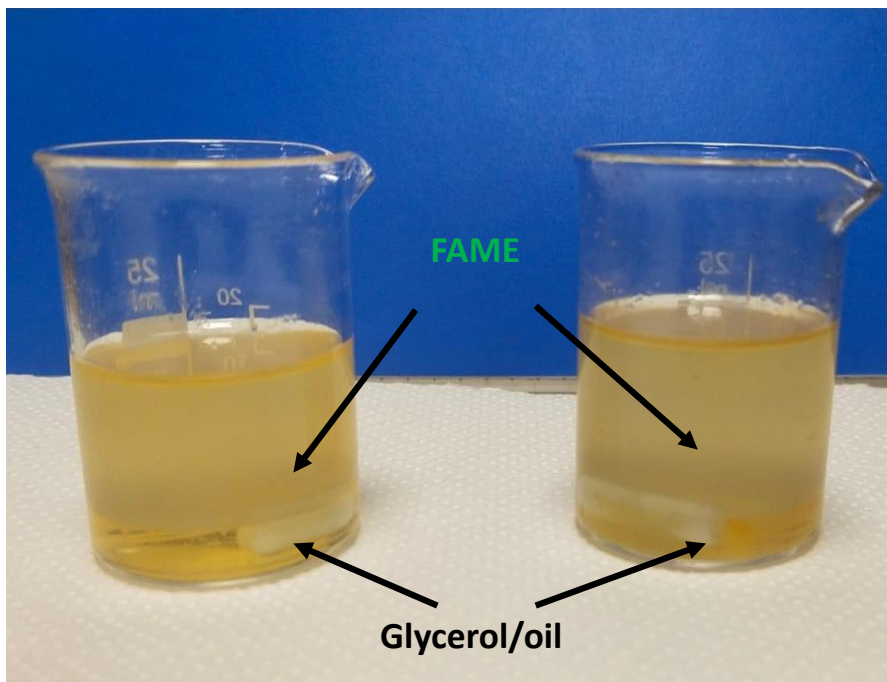


Figura 6 Biodiesel prodotto da catalisi elettrochimica con G/Pd

Le fotografie dell'esperimento, riportate in [Figura 6](#), mostrano l'aspetto dell'olio esausto iniziale, della miscela reattiva dopo 30 minuti e del biodiesel ottenuto al termine del trattamento elettrochimico di 3 ore.

#### 1.1.4 Analisi composizionale e qualità del biodiesel

La composizione in FAME del biodiesel ottenuto tramite approccio elettrocatalitico con il catalizzatore G/Pd è stata analizzata mediante spettrometria di massa accoppiata a gascromatografia (GC-MS), al fine di valutarne la qualità in conformità con la normativa EN14214. In [Tabella 2](#) sono riportati i principali esteri metilici degli acidi grassi identificati, inclusi i dati relativi al metil estere dell'acido linolenico.

I risultati confermano che sia il contenuto totale di FAME sia quello relativo all'acido linolenico sono pienamente conformi ai requisiti imposti dallo standard EN14214. Sono state inoltre determinate alcune proprietà fisiche fondamentali del biodiesel prodotto, tra cui viscosità, numero di iodio, valore di acidità, densità e contenuto di acido linolenico. I valori ottenuti risultano pienamente entro i limiti previsti dalla normativa europea per il biodiesel, come anch'essi riportato in [Tabella 2](#).

Tabella 2 Proprietà chimico fisiche del biodiesel prodotto

Nome del composto	Acido corrispondente	Tempo di ritenzione (min)	% FAME $\pm$ deviazione
Acido palmitico	C16:0	18,2	10,2 $\pm$ 0,1
Acido palmitoleico	C16:1	19,4	16,4 $\pm$ 0,81
Acido stearico	C18:0	22,65	7,05 $\pm$ 0,31
Acido oleico	C18:1	23,58	38,1 $\pm$ 0,4
Acido linoleico	C18:2	25,14	40,5 $\pm$ 0,03
Acido linolenico	C18:3	26,4	0,57 $\pm$ 0,01
Acido gadoleico	C20:1	28,15	0,94 $\pm$ 0,02
Acido beenico	C22:0	29,68	1,66 $\pm$ 0,02
<b>Proprietà del carburante</b>	<b>Unità</b>	<b>Valore</b>	<b>Limite EN14214</b>
Acido linolenico	% m/m	0,52	< 12
Densità a 15 °C	kg/m <sup>3</sup>	880	> 860 & < 900

Nome del composto	Acido corrispondente	Tempo di ritenzione (min)	% FAME $\pm$ deviazione
Viscosità a 40 °C	mm <sup>2</sup> /s	4,2	> 3,50 & < 5
Valore di acidità	mg KOH/g	0,504	< 0,5
Numero di iodio	g I <sub>2</sub> /100 g	102	< 120
Esteri metilici poliinsaturi ( $\geq 4$ doppi legami)	% m/m	0,0	< 1,0
Metanolo	% m/m	0	< 0,2
Monogliceridi	% m/m	0	< 0,8
Digliceridi	% m/m	0	< 0,2
Trigliceridi	% m/m	0	< 0,2
Glicerolo libero	% m/m	0	< 0,02

### 1.1.5 Confronto tra i nanocatalizzatori testati

Nel corso delle attività svolte tra le fasi LA 3.8 e LA 3.9, sono stati testati due nanocatalizzatori per la produzione elettrochimica di biodiesel: Ag/rGO@PEI@GQDs e G/Pd. Tra i due, il catalizzatore G/Pd ha evidenziato prestazioni superiori sia in termini di efficienza di conversione che di qualità del prodotto finale. Pur avendo ottenuto buone rese in condizioni ottimizzate, il sistema Ag/rGO@PEI@GQDs si è dimostrato meno efficace rispetto a G/Pd, il quale ha mostrato una maggiore attività elettrocatalitica, consentendo di raggiungere rese elevate di biodiesel in tempi inferiori alle due ore (**Tabella 3**). Inoltre, il prodotto ottenuto con G/Pd presenta una purezza superiore, come dimostrato dall'assenza di residui significativi (monogliceridi, digliceridi, glicerolo) e dalla piena conformità agli standard EN14214.

La struttura compatta delle nanoparticelle di Pd ancorate al grafene, unita all'elevata conducibilità elettrica del supporto, ha favorito un migliore trasferimento di carica e una maggiore disponibilità dei siti attivi, rendendo il sistema G/Pd più stabile ed efficiente nel tempo.

Tabella 3 Confronto tra i due catalizzatori testati

Catalizzatore	Condizioni	Tempo (min)	Resa (%) Biodiesel
Ag/rGO@PEI@GQDs	Rapporto molare metanolo/olio: 25:1. Acqua 1.0% in peso. Elettrolisi a tensione costante: 10 V.	180	>95
G/Pd	Rapporto molare metanolo/olio: 25:1. Acqua 1.0% in peso. NaCl 0.3 % Elettrolisi a tensione costante: 10 V.	90	>95

## Conclusioni

Le attività svolte nell'ambito della linea di ricerca LA 3.9 hanno condotto con successo all'individuazione e caratterizzazione di catalizzatori altamente performanti per due processi cruciali della transizione verso

un'energia sostenibile: la generazione di idrogeno da acqua di mare e la produzione elettrocatalitica di biodiesel da oli esausti.

Tra i materiali sviluppati, il catalizzatore NiRuIr/G si è distinto per le sue prestazioni elettrocatalitiche eccezionali, con overpotential estremamente contenute sia in ambiente acido che salino, nettamente inferiori rispetto ai riferimenti presenti in letteratura. La sua notevole stabilità operativa, confermata da test di lunga durata in acqua marina naturale, e i valori di Tafel slope molto ridotti, indicano una cinetica di reazione rapida ed efficiente. Inoltre, la natura nanostrutturata del materiale, unita al supporto in grafene, ne ha favorito la conducibilità e la compatibilità con processi innovativi come la stampa 3D, posizionando NiRuIr/G tra i candidati più avanzati per l'elettrolisi dell'acqua marina e la produzione di idrogeno verde distribuito e sostenibile. In parallelo, è stato progettato e testato con successo il catalizzatore Pd/G, pensato per applicazioni nella produzione di biodiesel. Questo materiale ha evidenziato ottima attività elettrocatalitica in condizioni miti, raggiungendo rese in FAME prossime al 99% in tempi ridotti. La sua stabilità nel tempo e la capacità di operare efficacemente anche con oli contenenti acqua ne confermano la versatilità e l'idoneità per il trattamento di scarti oleosi non purificati.

Le attività sperimentali hanno permesso di sviluppare, quindi, materiali nanostrutturati avanzati, caratterizzati da elevata efficienza catalitica, stabilità operativa a lungo termine e compatibilità con tecnologie scalabili, quali l'Additive Manufacturing e i processi elettrochimici a bassa temperatura.

## Riferimenti

- [1]. C. Altavilla, M. Sarno, P. Ciambelli, *Chem. Mater.* 21 (2009) 4851–4858; S. Sun, H. Zeng, D.B. Robinson, S. Raoux, P.M. Rice, S.X. Wang, G. Li, *J. Am. Chem. Soc.* 126 (2004) 273–279.
- [2]. M. Sarno, C. Scudieri, A. Longo, P. Ciambelli, *Chem. Eng. Trans.* 60 (2017) 13–18; M. Sarno, M. Casa, *J. Phys. Chem. Solids* 120 (2018) 241–249.
- [3]. M. Kuo, S.J. Chang, P.H. Hsieh, Y.C. Huang, C.C. Li, *J. Am. Ceram. Soc.* 99 (2016) 445–451.