Com a necessidade de utilização de novas fontes de energia, a célula a combustível (CaC) se tornou uma das opções mais promissoras na produção de energia limpa. Uma das variantes mais populares são as Células a Combustível com Membrana Trocadora de Próton (PEMFC), que são constituídas por um eletrólito (membrana Nafion), duas camadas difusoras de gases, O2 e H2, e catalisador [anódico e catódico] compostos por platina. Este catalisador é amplamente utilizado devido a sua eficiência, contudo seu elevado custo conduz à pesquisa de novos materiais para esta finalidade. O presente trabalho tem como objetivo a síntese de nanopartículas a base de PtNi suportadas em carbono Vulcan pelo método de redução via borohidreto de sódio. Este método consiste, primeiramente, na dissolução dos precursores, NiCl₂.6H₂O e H₂PtCl₆.6H₂O, em água e isopropanol, seguido da dispersão com o Carbono Vulcan XC-72R Cabot em ultrassom. Após faz-se a adição de NaBH4 na proporção de 5:1 (mol:mol) de PtNi para que ocorra a redução dos agentes precursores. A caracterização do produto final foi realizada por análises de Difração de Raios-X (DRX), Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) e Voltametria Cíclica (VC). As voltametrias cíclicas foram realizadas em uma célula eletroquímica de três eletrodos, sendo o eletrodo de referência o calomelano de dupla-junção, um fio de platina como contra-eletrodo e o eletrodo de trabalho, preparado pela técnica de camada fina porosa, constituído por catalisador e solução de Nafion. Os resultados obtidos através dos dados voltamétricos sugerem um comportamento semelhante ao descrito na literatura para a reação de H2. O método de síntese foi eficiente na produção de nanopartículas de PtNi/C, em diferentes proporções, devido a sua dispersão uniforme no suporte, além do tamanho de partícula adequando, em torno de 5 nm, como requerido para os catalisadores aplicados em PEMFC.