ELEKTROCHEMICZNE GENEROWANIE NANOCZĄSTEK PALLADU NA PODŁOŻU WĘGLOWYM

WYDZIAŁ CHEMII
Uniwersytet Łódzki

Andrzej Leniart, Mariola Brycht, Barbara Burnat, Sławomira Skrzypek

Uniwersytet Łódzki, Wydział Chemii, Katedra Chemii Nieorganicznej i Analitycznej
ul. Tamka 12, 91-403 Łódź

WSTĘP

Pallad, ze względu na bardzo dobre właściwości katalityczne, znajduje zastosowanie w katalizatorach heterogenicznych. Takie katalizatory wykorzystuje się w procesach utleniania małocząsteczkowych związków organicznych (metanol, formaldehyd). Wytwarzanie nanocząstek palladu można prowadzić wieloma metodami, z których można wyróżnić metody chemiczne, osadzanie próżniowe czy osadzanie elektrochemiczne. Elektrochemiczne osadzanie metali pozwala na uzyskanie materiału w formie nanocząstek czy powłok. W celu uzyskania odpowiedniej formy i struktury otrzymywanego materiału ważnym elementem jest odpowiednie sterowanie i kontrolowanie parametrami procesu elektrochemicznego osadzania takimi jak na przykład: potencjał, gęstość prądowa, skład roztworu, czas czy temperatura. Dzięki temu otrzymany materiał może być drobno czy grubokrystaliczny. Z tym pierwszym przypadkiem mamy do czynienia, kiedy szybkość powstania zarodków krystalicznych jest większa niż szybkość ich narastania. Z kolei materiał grubokrystaliczny otrzymujemy, kiedy szybkość narastania kryształów jest większa od szybkości ich zarodkowania. Oprócz dobrania odpowiednich parametrów elektrochemicznego osadzania metali, zasadniczy wpływ na formę i strukturę osadzanego metalu ma rodzaj podłoża i proces jego przygotowania. W przypadku katalizatorów heterogenicznych podłoże (nośnik) powinien charakteryzować się dużą odpornością chemiczną i dużym rozwinięciem powierzchni. Połączenie węgla szklistego z nanorurkami węglowymi powinno spełnić te wymagania.

Celem prezentowanej pracy było opracowanie elektrochemicznej metody generowania nanocząstek palladu (Pd) na podłożu z węgla szklistego (GC) powierzchniowo modyfikowanego wielościennymi nanorurkami węglowymi (MWCNT) oraz charakterystyka topograficzna i elektrochemiczna wytworzonego katalizatora GC-MWCNT-Pd.

APARATURA, MATERIAŁY

Aparatura: potencjostat/galwanostat AUTOLAB PGSTAT128N z modułem FRA2 (Methrom Autolab B.V.), statyw elektrodowy M164 (MTM Anko Instruments), mikroskop sił atomowych AFM Dimension ICON (Bruker Corporation), skaningowy mikroskop elektronowy SEM z analizatorem pierwiastków EDS (FEI Company);

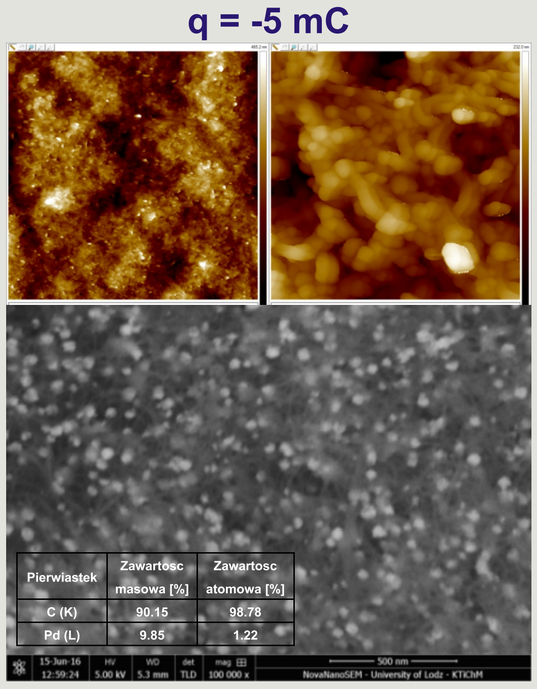
Materiały: węgiel szklisty, wielościenne nanoruki węglowe, sole palladu, platyna 99,99%, Ag/AgCl w 3M KCl;

PREPARATYKA KATALIZATORA GC-MWCNT-Pd

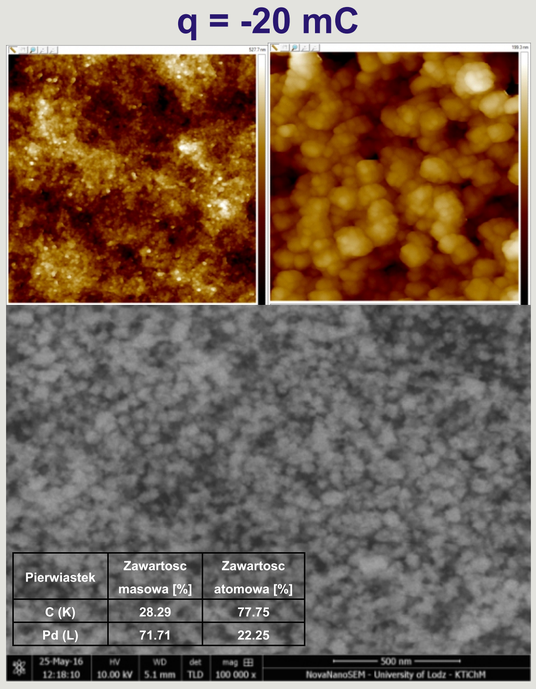
czyszczenie mechaniczne węgla szklistego przy użyciu zawiesiny Al_2O_3 → czyszczenie węgla szklistego (GC) w myjce ultradźwiękowej → naniesienie nanorurek węglowych na powierzchnię węgla szklistego (GC) → aktywacja elektrochemiczna podłoża GC-MWCNT → Elektrochemiczne osadzanie nanocząstek Pd metodą potencjostatyczną z kontrolą ładunku

CHARAKTERYSTYKA TOPOGRAFICZNA I MORFOLOGIA POWIERZCHNI KATALIZATORA GC-MWCNT-Pd

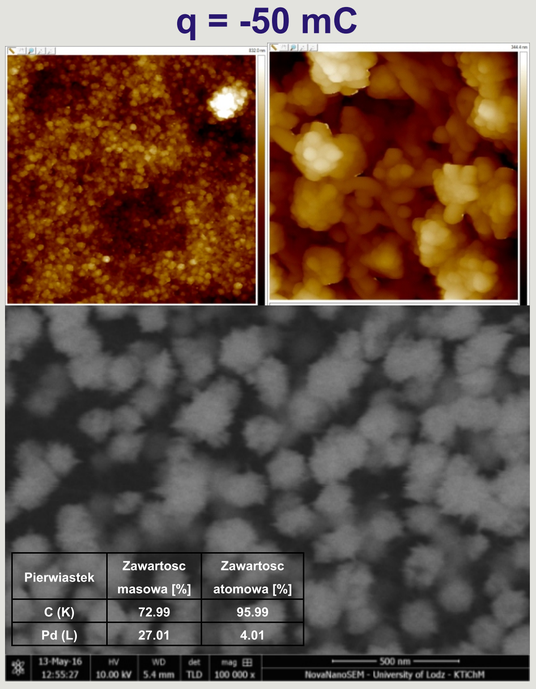
q = -5 mC



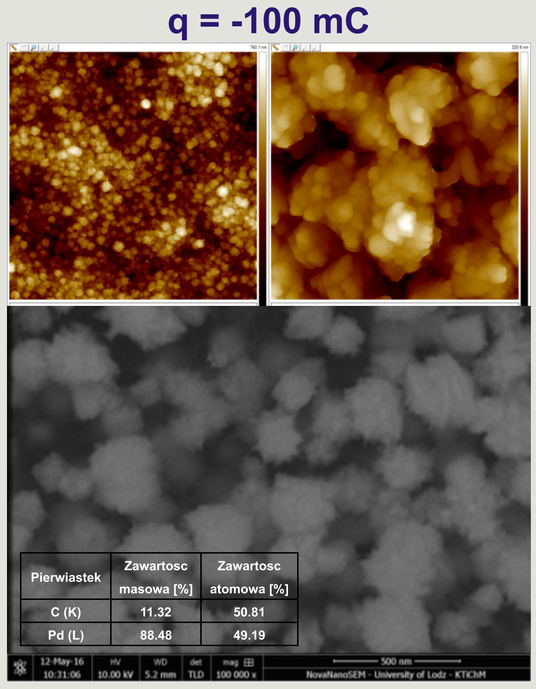
q = -20 mC



q = -50 mC

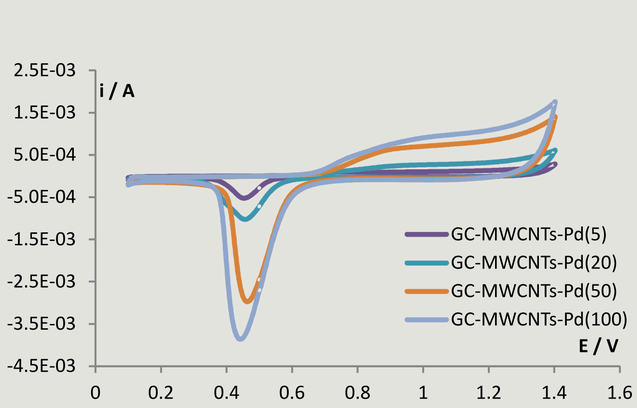


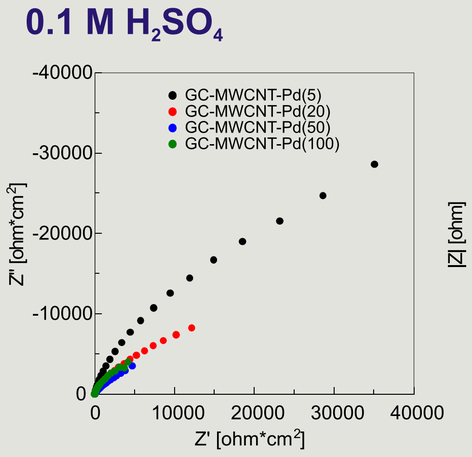
q = -100 mC

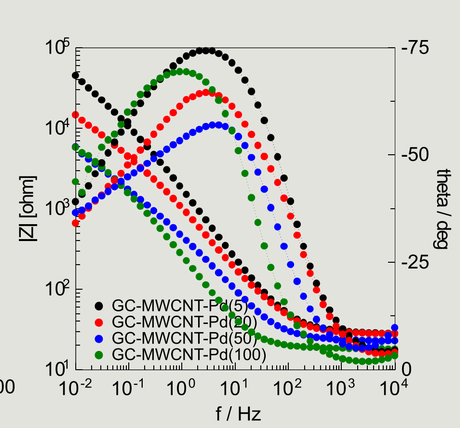


CHARAKTERYSTYKA WOLTAMPEROMETRYCZNA I IMPEDANCYJNA KATALIZATORA GC-MWCNT-Pd

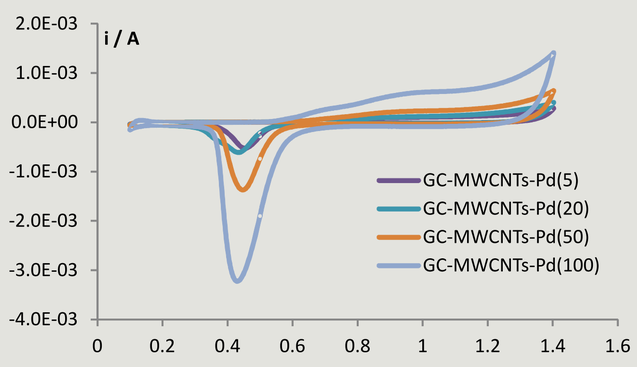
0.1 M H_2SO_4

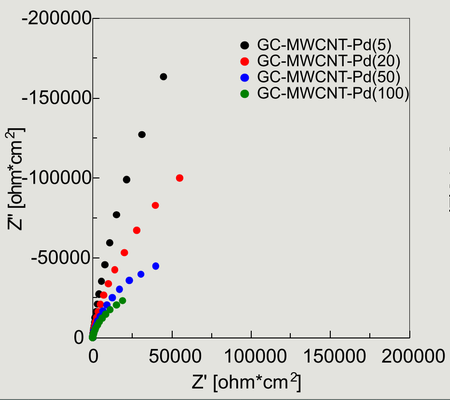


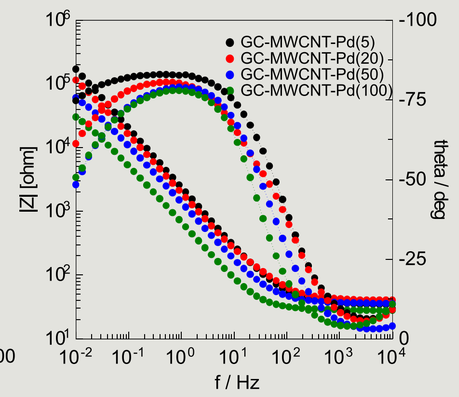




0.1 M $HClO_4$







PODSUMOWANIE

- Opracowano elektrochemiczną metodę generowania nanocząstek palladu na węglu szklistym modyfikowanym powierzchniowo wielościennymi nanorurkami węglowymi;
- Ilość i rozmiar nanocząstek palladu na podłożu węglowym zależy od potencjału polaryzacji i czasu od ładunku zastosowanego w czasie elektrochemicznego sadzania;
- Impedancja katalizatora GC-MWCNT-Pd zmniejsza się wraz ze zwiększeniem ilości palladu na podłożu;
- Katalizator GC-MWCNT-Pd wykazuje większą aktywność elektrochemiczną w roztworach kwasu siarkowego (VI) niż w roztorach kwasu chlorowego (VII);

PODZIĘKOWANIA

Badania finansowane przez Uniwersytet Łódzki