

# Elektrochemische Abscheidung von Nanopartikeln einer Platin-Nickel-Legierung auf Kohlenstoffnanofasern

Autoren: R. Muntean, D.T. Pascal, U. Rost, P. Podleschny, M. Schumacher und G. Mărginean

## Zusammenfassung

- Es wurde die Möglichkeit getestet, einen bimetallic Pt-Ni-Katalysator für elektrochemische Zellen unter Anwendung eines zweistufigen elektrochemischen Prozesses herzustellen. Der binäre Legierungskatalysator wurde auf einem graphitischen Substrat abgeschieden, welches zuvor mit Sauerstoffplasma behandelten Kohlenstoffnanofasern beschichtet wurde. Dieses Trägersystem bietet eine große Oberfläche für die Deponierung von Legierungspartikeln, wodurch die katalytische Aktivität beträchtlich verbessert wird.
- Die gleichzeitige Reduktionsreaktion von Pt und Ni wurde durchgeführt, indem die Metallverhältnisse in der Lösung streng kontrolliert und geeignete Abscheidungsparameter gewählt wurden. Eine gepulste Stromtechnik wurde angewendet. Die Variation des Pt:Ni-Verhältnisses im Elektrolyten und das Einstellen der Abscheidungsparameter führen zu einer homogenen Verteilung des Katalysators.
- Die Morphologie, Struktur und chemische Zusammensetzung der Katalysatorpartikel wurde mittels der Rasterelektronenmikroskopie in Kombination mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie untersucht. Die Röntgendiffraktometrie wurde verwendet, um die Zusammensetzung der Legierungsphase zu identifizieren. Die Menge an abgeschiedener Legierung, die mit thermogravimetrischen Messungen bestimmt wurde, korrelierte mit der zyklischen Voltammetrie, die in 0,5 M  $H_2SO_4$ -Lösung durchgeführt wurde. Auf diese Weise konnte die elektrochemische Oberfläche abgeschätzt werden, die Rückschlüsse auf die katalytische Aktivität zulässt.

Tab. 1: Chemische Zusammensetzung von PtNi-Abscheidungselektrolyten

Elektrolyte	1:2	1:4	1:6
Pt content [g L <sup>-1</sup> ]	10	10	10
Ni content [g L <sup>-1</sup> ]	20	40	60

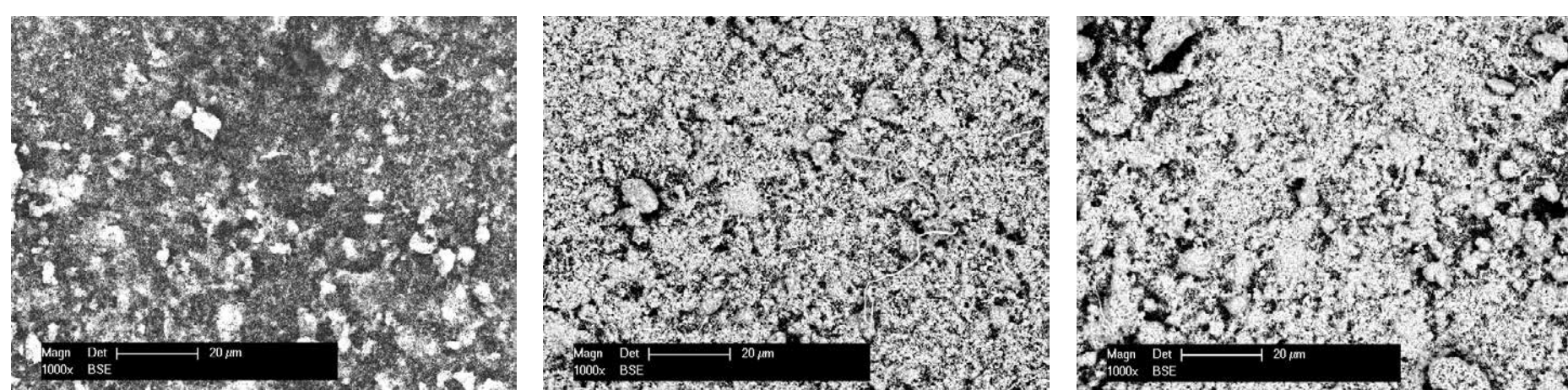


Abb. 1. REM-Aufnahmen von PtNi/CNF-Proben, abgeschieden mit:  
a) 100 mA cm<sup>-2</sup>;  
b) 125 mA cm<sup>-2</sup>;  
c) 150 mA cm<sup>-2</sup> aus Elektrolyt 1:2, mit  $t_{on} = 12$  ms, d.c = 10%, 2000 Zyklen

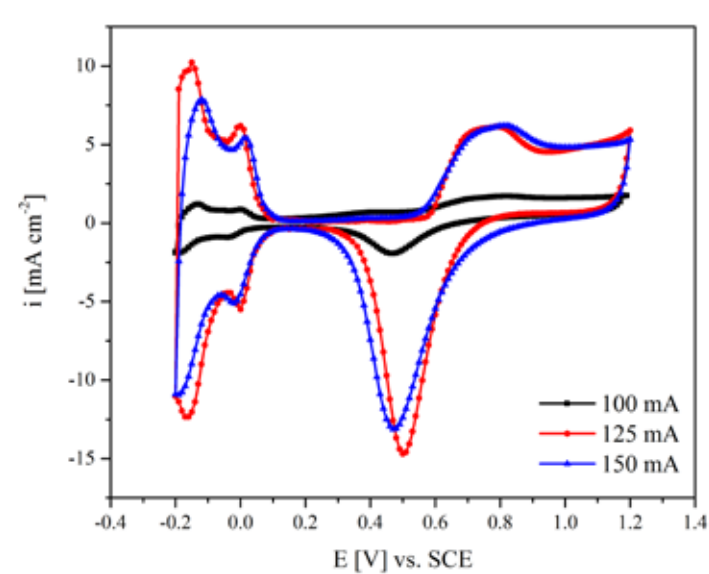


Abb. 2. CV-Polarisationskurven für drei PtNi/CNF-Elektroden, abgeschieden mit unterschiedlichen Stromdichten (100 mA cm<sup>-2</sup>, 125 mA cm<sup>-2</sup> und 150 mA cm<sup>-2</sup>) in 0.5 M  $H_2SO_4$ -Lösung mit einer Polarisationsrate von 100 mV s<sup>-2</sup>.

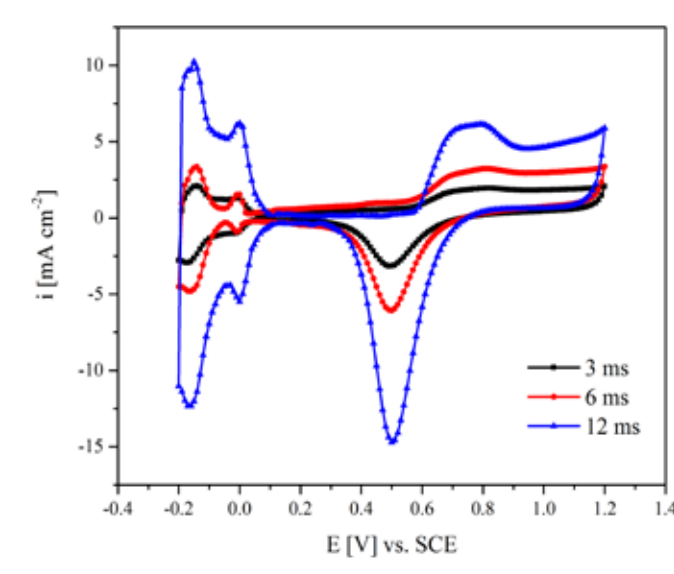


Abb. 3. CV-Polarisationskurven für drei PtNi/CNF Elektroden abgeschieden mit unterschiedlichem  $t_{on}$  (3 ms, 6 ms, 12 ms), 125 mA cm<sup>-2</sup>, in 0.5 M  $H_2SO_4$ -Lösung mit einer Polarisationsrate von 100 mV s<sup>-2</sup>

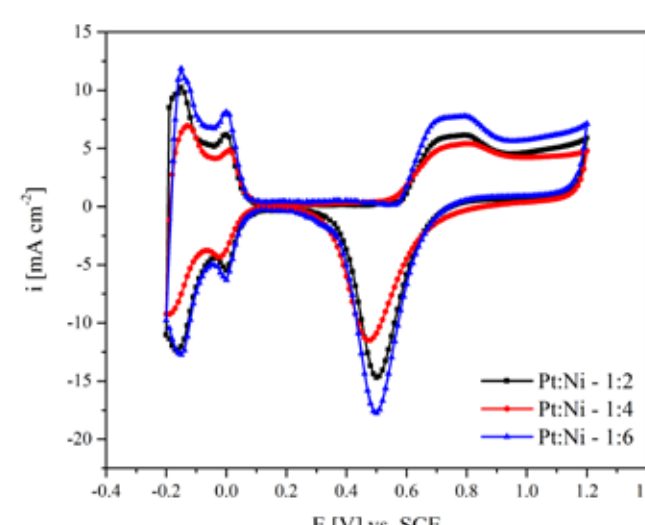


Abb. 5. CV-Polarisationskurven für drei PtNi/CNF-Elektroden, abgeschieden aus verschiedenen Abscheidungsbadern (1:2, 1:4, 1:6) mit 125 mA cm<sup>-2</sup> in 0.5 M  $H_2SO_4$ -Lösung mit einer Polarisationsrate von 100 mV s<sup>-2</sup>

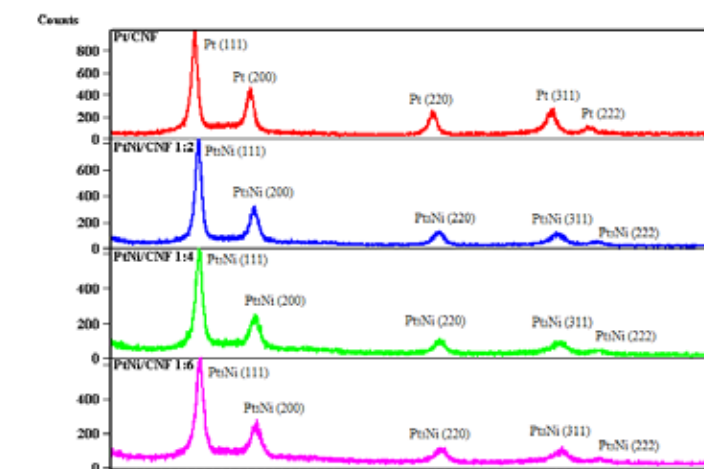


Abb. 6. XRD-Analyse für Pt/CNF (Referenzelektrode) und PtNi/CNF-Elektroden, abgeschieden aus verschiedenen Elektrolyt-Zusammensetzungen (1:2, 1:4, 1:6)

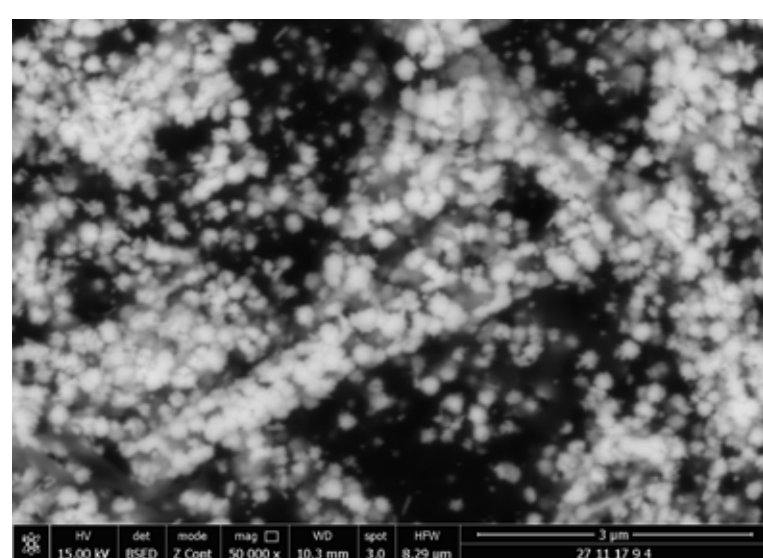


Abb. 4. REM-Aufnahmen von PtNi/CNF-Proben, abgeschieden mit 12 ms; aus Elektrolyt 1:2, mit einer Stromdichte von 125 mA cm<sup>-2</sup>, konstante d.c - 10% und 2000 Zyklen (Mag. 50000x)

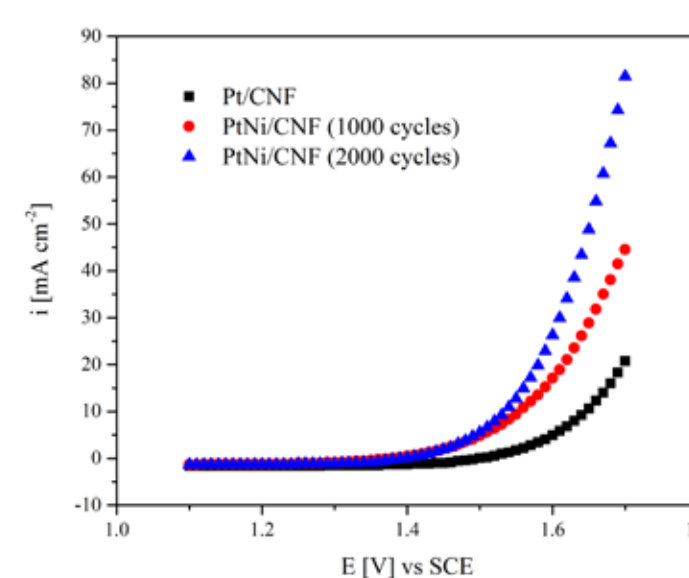


Abb. 7. HER an ausgewählten Pt/CNF- und PtNi/CNF-Elektroden in 0.5 M  $H_2SO_4$ -Lösung, aufgenommen mit einer Polarisationsrate von 5 mV s<sup>-1</sup>

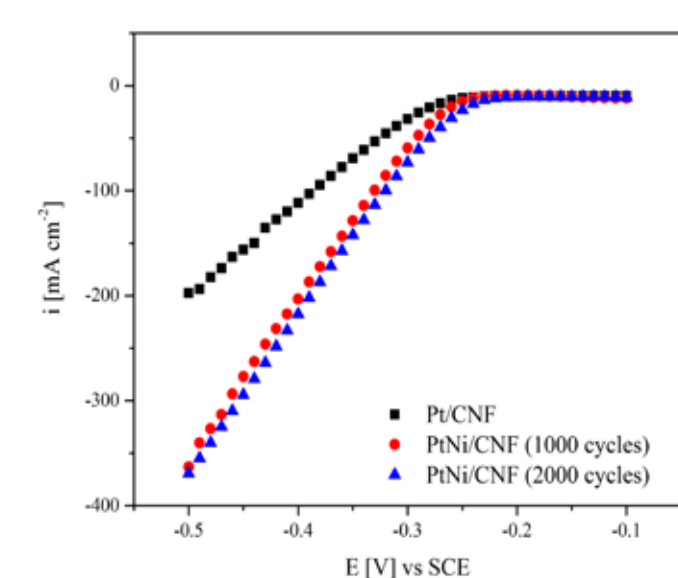


Abb. 8. OER an ausgewählten Pt/CNF- und PtNi/CNF-Elektroden in 0.5 M  $H_2SO_4$ -Lösung, aufgenommen mit einer Polarisationsrate von 5 mV s<sup>-1</sup>

## Schlussfolgerungen

- Der Einfluss der Abscheidungsparameter Stromdichte, Zeit und Elektrolyt-Zusammensetzung wurde untersucht, um PtNi-Katalysatoren mit hoher elektrochemischer Aktivität zu erzielen, die in elektrochemischen Systemen sinnvoll eingesetzt werden können.
- Elektroden mit einer hohen elektrochemischen Oberfläche bei einer nahezu gleichmäßigen Legierungspartikelverteilung konnten präpariert werden, indem für 12 ms (2000 Zyklen) aus dem PtNi 1:4-Elektrolyt eine Stromdichte von 125 mA cm<sup>-2</sup> angelegt wurde. Die REM-Aufnahmen stimmen mit den CV-Messungen sowie TG- und XRD-Untersuchungen gut überein. Die XRD-Analyse bestätigt die Pt<sub>3</sub>Ni-Phasenbildung an der CNF-Struktur, da die Pt-charakteristischen Peaks, wie sie durch das Röntgendiagramm identifiziert werden, sich von denjenigen von reinem Pt verschieben.