

Potentiometrischer NH₃-Sensor auf Basis NH₄⁺-leitender Zeolithe

Verfasser: Isabella Marr, M. Sc.

Zusammenfassung

Ziel dieser Masterarbeit war der Aufbau eines kostengünstigen NH₃-Sensors mit Hilfe unkomplizierter Methoden. Durch Einsatz NH₄⁺-leitender Zeolithe sollte ein potentiometrischer NH₃-Gassensor realisiert werden. Am Lehrstuhl wurden schon erfolgreich planare zeolithbasierte Sensoren zur Detektion von CO₂ hergestellt.[1] Als Festelektrolyt wurden hier mit Pt-beladene Zeolithe des Typs ZSM-5 eingesetzt. Es wurde gezeigt, dass die Kombination aus planarem Sensoraufbau und den einzigartigen Eigenschaften des Zeoliths, Filtereigenschaft und ionische Leitfähigkeit, zu einem sehr selektiven Sensor führte. Die Pt-Beladung führt zu einer zusätzlichen katalytischen Aktivität des Zeoliths. Aus theoretischen Überlegungen wurden nun in dieser Masterarbeit verschiedene Sensoraufbauten umgesetzt und die Funktion der Sensoren in ersten Messungen getestet.

Zum Aufbau der Sensoren wurden eine Referenz- und eine Messelektrode sowie der ionenleitende Festelektrolyt benötigt. Die Elektroden wurden aus Gold bzw. Platin hergestellt; die Referenzelektrode wurde zusätzlich mit einer Referenzphase versehen. Dabei handelte es sich um die Sulfate seltener Erden, die zunächst aus den entsprechenden Oxiden hergestellt wurden. Als ionenleitender Festelektrolyt wurden zwei verschiedene Zeolithe, MFI- und MOR-Typ, in ihrer NH₄⁺-Form eingesetzt und jeweils mit 1 wt% Pt beladen. Die Pt-Beladung wurde zum einen nasschemisch, zum anderen mittels „incipient wetness impregnation“ durchgeführt. Da die Zeolithe während der Pt-Beladung ihre NH₄⁺-Form verlieren und in die H⁺-Form übergehen, musste diese in einem zusätzlichen Schritt mit NH₄NO₃-Lösung zurückgewonnen werden.

Dargestellt wurde ein planarer Sensoraufbau sowie ein speziell mit einem Tiegelchen aufgebauter Sensor. Für den planaren Aufbau wurden Goldelektroden mit unterschiedlichen Strukturen im Siebdruckverfahren auf ein Al₂O₃-Substrat aufgebracht. Auf eine Elektrode wurde die Referenzphase aufgebracht. Für die abschließende Zeolithschicht wurde das Pt-beladene Zeolithpulver mit Glykol zu einer Paste verarbeitet und auf die Elektroden aufgebracht. Für den Aufbau im Tiegel wurde das pulverförmige Referenzmaterial in ein speziell dafür angefertigtes Keramiktiegelchen gefüllt und ein Edelmetallnetz als Elektrodenmaterial darüber gelegt. Der Zeolith wurde als Pulver oder Tablette darauf gefüllt. Ein weiteres Edelmetallnetz wurde als zweite Elektrode auf den Zeolith gelegt und mit einer Al₂O₃-Scheibe fixiert.

Die Messungen der verschiedenen Sensoren wurden jeweils in einer Gasatmosphäre aus 10 % O₂ und 2,5 % H₂O in N₂ durchgeführt. Als Testgas wurde NH₃ in Konzentrationen von 50 bis 500 ppm zudosiert. Bei einer Messtemperatur von 250 °C wurden die besten Ergebnisse erhalten. Die Sensoren zeigten unabhängig von Aufbau, Typ des Zeolithen und Methode der Pt-Beladung alle eine Reaktion auf NH₃.

Hinsichtlich Aufbau und Signalstabilität besteht somit noch Potential für weitere Arbeiten.

[1] G. Hagen, I. Marr, R. Moos, Solid-state CO₂ gas sensor based on zeolites, 13th International Meeting on Chemical Sensors, Perth, Western Australia, 11.-14.7.2010

Kontakt

E-Mail: Ralf.Moos@Uni-Bayreuth.de
Telefon: +49 921 55 7400