

XII Konferencja Naukowa Czujniki Optoelektroniczne i Elektroniczne Karpacz, 24 - 27 czerwca 2012

pod patronatem JM Rektora Politechniki Wrocławskiej profesora Tadeusza Wieckowskiego





WSTĘP

Pallad jest jednym z pierwiastków chemicznych stosowanych w detekcji wodoru ze względu na swoją wysoką reaktywność i selektywność na wodór. Atomy wodoru zajmują międzywęzłowe luki oktaedryczne w sieci fcc Pd, co Al_2O_3 . powoduje, że krystality Pd zwiększają swoją objętość, a ponadto wykazują zmianę przewodnictwa elektrycznego. W wyniku absorpcji atomów wodoru przez krystality Pd tworzy się wodorek palladu (PdH_x). Stąd absorpcja wodoru w materiałach zawierających Pd wiąże się z mierzalną zmianą oporu elektrycznego. Korzystając z metody PVD (Physical Vapor Deposition) otrzymano warstwy weglowo-palladowe (C-Pd) o różnej zawartości Pd, które następnie modyfikowano w temperaturze 650°C, w różnym czasie i w różnej atmosferze (argon lub argon/ksylen). Celem modyfikacji było wytworzenie warstwy czułej na H₂, zdolnej do zastosowań w czujnikach wodorowych. W tej pracy przedstawiono dwa sposoby otrzymywania warstw reagujących na wodór. Stwierdzono, że w zależności od typu modyfikacji zmienia się morfologia, topografia i struktura warstw C-Pd, a co za tym idzie, także ich właściwości sensorowe.

METODA OTRZYMYWANIA WARSTW C-Pd

Nanostrukturalne warstwy C-Pd otrzymano metodą PVD, na podłożach I etap: PVD

dete 🛛





CHARAKTERYZACJA WARSTW C-Pd

Struktura, morfologia i topografia badanych warstw zostały scharakteryzowane za pomocą Skaningowej Mikroskopii Elektronowej (SEM) oraz Transmisyjnej Mikroskopii Elektronowej (TEM). Badanie zmian rezystancji warstw C-Pd odbywało się w atmosferze 1% wodoru.



Parametry	PRÓBKA	I _{C60} [A]	I _{Pd} [A]	t [min]	d [mm]	Zawartość Pd
technologiczne	S1	2.1	1.2	10	54	17%
procesu PVD	S2	2.1	1.2	10	69	10%

II etap: wygrzewanie

Otrzymane w procesie PVD warstwy C-Pd zostały wygrzane w wysokiej temperaturze w atmosferze argonu oraz mieszaninie argonu z ksylenem. Wygrzewanie przeprowadzone w temperaturze 650 °C, w różnych czasach: 5, 10 i 30 min.

Obraz TEM wraz z dyfrakcją elektronową dla warstwy S1 wygrzewanej z atmosferze Ar. Elektronogramy W atmosferze przedstawiają których średnice pierścienie, argonu odpowiadają odległościom międzypłaszyznowym Pd o sieci krystalicznej fcc oraz grafitu. Nanoziarno Pd nanoziarna otoczone grubą W atmosferze warstwą składającą argon/ksylen się z wielu powłok węglowych. Otoczka węglowa

Badanie zmian rezystancji warstw C-Pd

t (s)

t (%)





INNOWACYJNA

iospodarka

Schemat układu pomiarowego do badań zmian rezystancji (1, 2 – butle z gazem, 3, 4 – przepływomierze, 5 – mieszalnik gazów, 6, 10, 11 – zawory, 7 – komora pomiarowa, 8 – ciśnieniomierz, 9 – czwórnik, 12 – pompa próżniowa, 13 – woltomierz, 14 – opornik wzorcowy, 15 – zasilacz, 16 – regulator temperatury)

EUROPEJSKI FUNDUSZ ZWOJU REGIONALNEGO

WNIOSKI

W

przez

- > Wygrzanie warstw C-Pd otrzymanych w procesie PVD powoduje zmianę ich struktury i morfologii > Wygrzewanie w atmosferze Ar powoduje aglomerację nanoziaren Pd w większe skupiska rzadko rozłożone na powierzchni matrycy węglowej, która wydaje się być "spieczona". W przypadku warstwy S1 nanoziarna Pd są duże, natomiast dla S2 są drobne i gęsto rozmieszczone, a matryca węglowa jest porowata
- Wygrzewanie w atmosferze argon/ksylen, który jest dodatkowym źródłem węgla w tym procesie, powoduje dyfuzję Pd na powierzchnię warstwy. Matryca węglowa w tym przypadku jest porowata (S2) lub "podziurkowana" (S1). Nanoziarna Pd są w otoczkach węglowych
- > Badania zmian rezystancji potwierdziły czułość warstw C-Pd wygrzewanych dwoma sposobami na obecność wodoru
- > Rezystancja maleje wraz z rosnącym czasem wygrzewania warstw, zarówno w atmosferze Ar jak i argonu/ksylenu
- \triangleright Największą czułością na H₂ charakteryzowała się warstwa S2 (o mniejszej zawartości Pd) wygrzewana w ksylenie w najkrótszym (5min) czasie.

Praca jest współfinansowana z Europejskiego Funduszu Rozwoju Regionalnego w ramach Programu Operacyjnego Innowacyjna Gospodarka 2007-2013 (projekt pt. "Opracowanie technologii nowej generacji czujnika wodoru i jego związków do zastosowań w warunkach ponadnormatywnych", umowa Nr UDAPOIG. 01.03.01-14-071/08-06)