

Fém nanoszerkezetek (nanorészecskék és vékonyrétegek) előállítása elektrokémiai és kémiai redukciós eljárással

Dr. Lakatos-Varsányi Magda

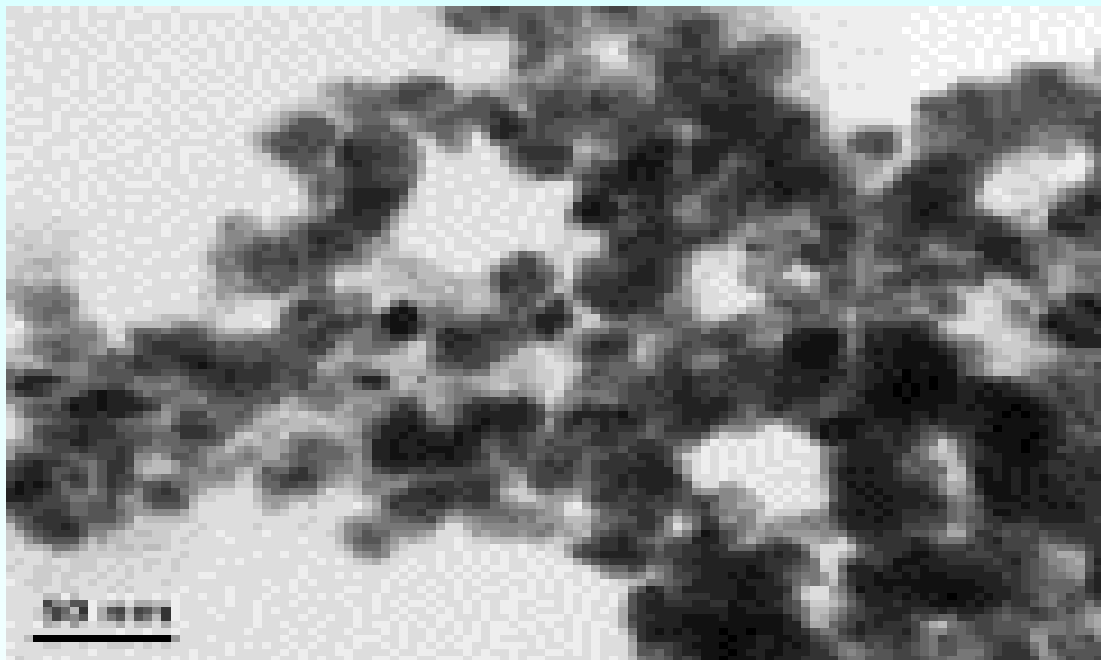
Nanoszerkezetű anyagok előállítása stacionárius (I.) nemstacionárius elektrokémiai (II.) és kémiai redukciós eljárással (III.)

- I. Elektrolízis konstans árammal/ potenciálon
- II. Áramimpulzust alkalmazó elektrolízis:
 - a) Négyszöghullám
 - b) Pólusváltó áramimpulzus
 - c) Kettős áramimpulzus
- III. Kémiai redukciós eljárás:

A leggyakrabban használt redukáló anyagok:



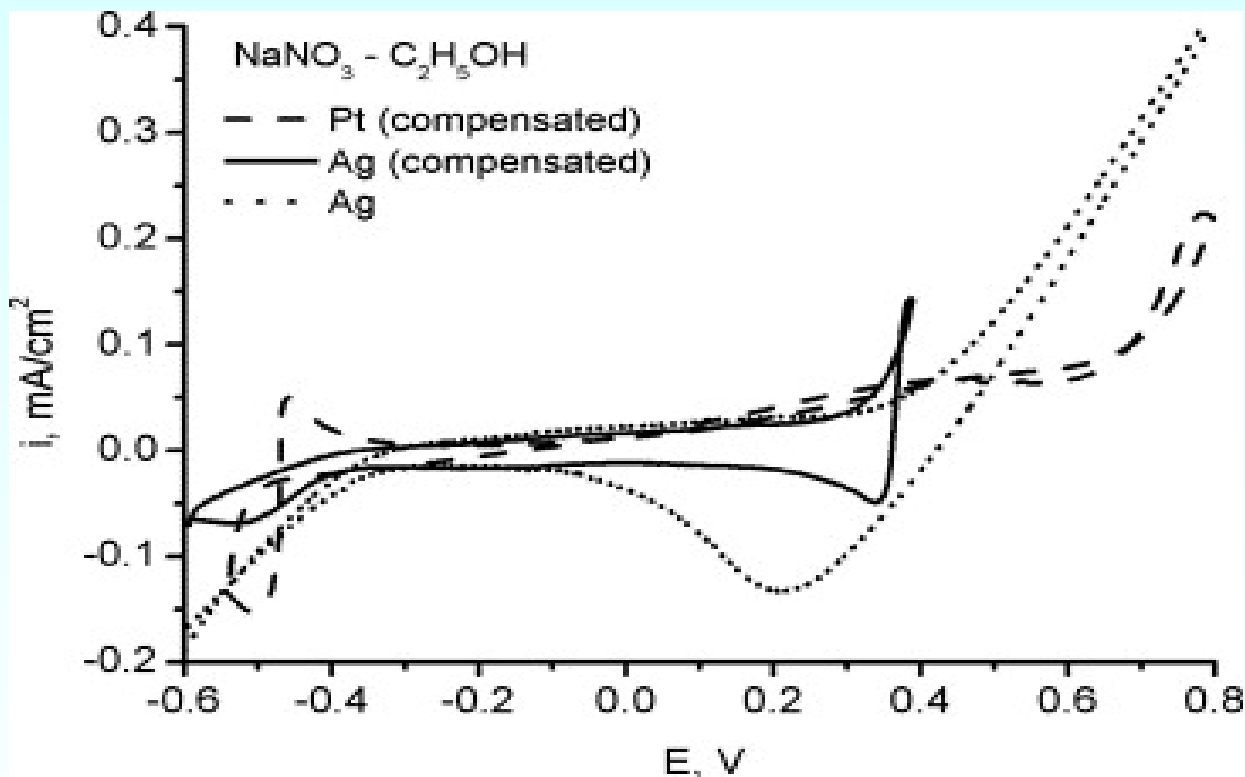
Galvanosztatikusan előállított Ag részecskék TEM analízise



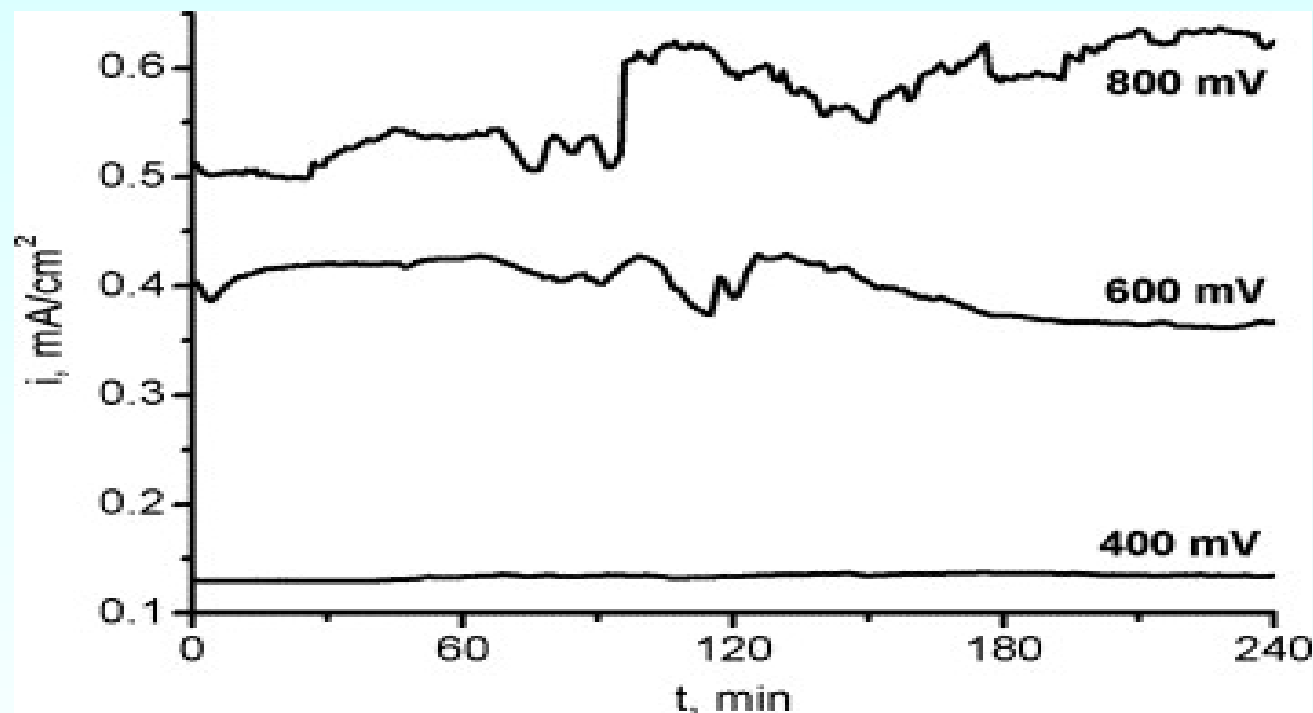
Áramsűrűség: $0,5\text{mA}/\text{cm}^2$

Elektrolízis idő: 40 perc

Ciklikus voltammogramok ezüst- és platina-elektrodokon NaNO_3 etanolos oldatában $v=1\text{V/sec}$.



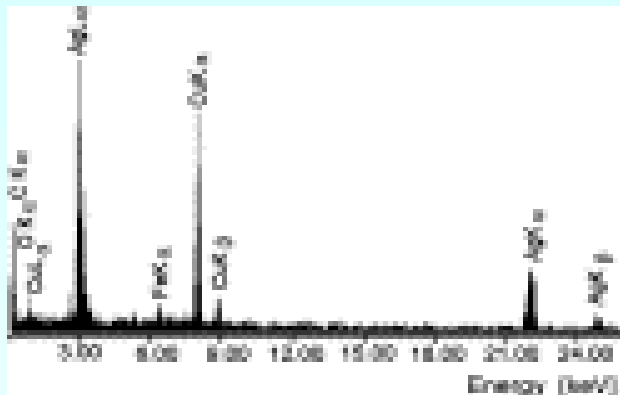
Ezüst elektródon konstans elektródpotenciálon mért áramtranziensek



Galvanosztatikusan előállított Ag részecskék vizsgálata

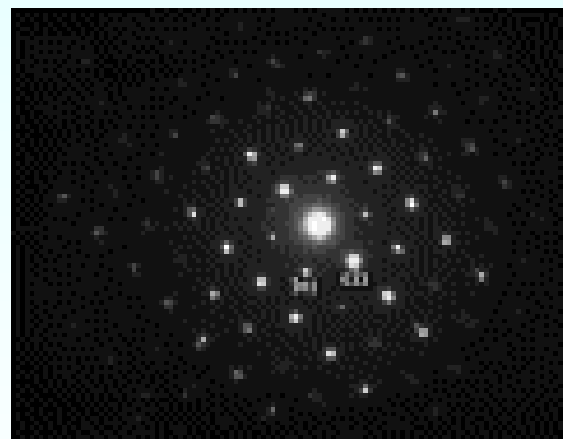
- EDX spektrum

Domináló jel
a fémezüst



- Elektrondiffrakciós vizsgálat

Ezüstre jellemző
laponcentrált kockarács

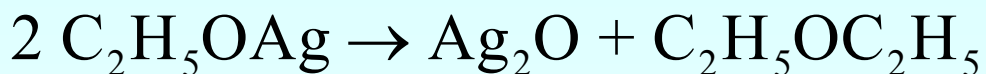


Elektródreakciók

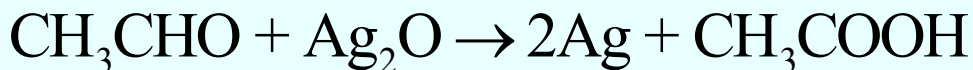
Anódreakciók:



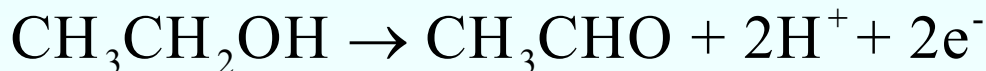
Az alkoxid bomlása
nemvizes közegben:



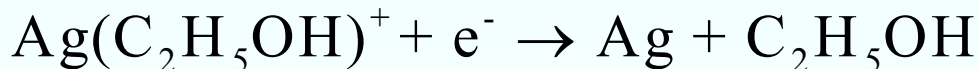
Nanokristályos Ag képződik
az Ag_2O redukciójával:



Etanol oxidációja:



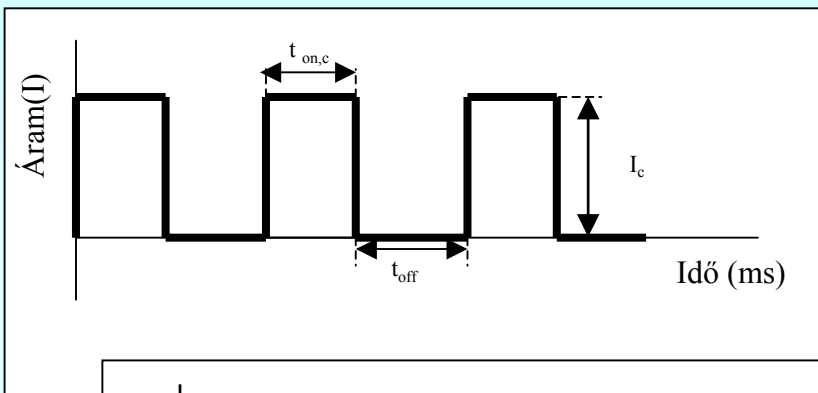
Katódreakció:



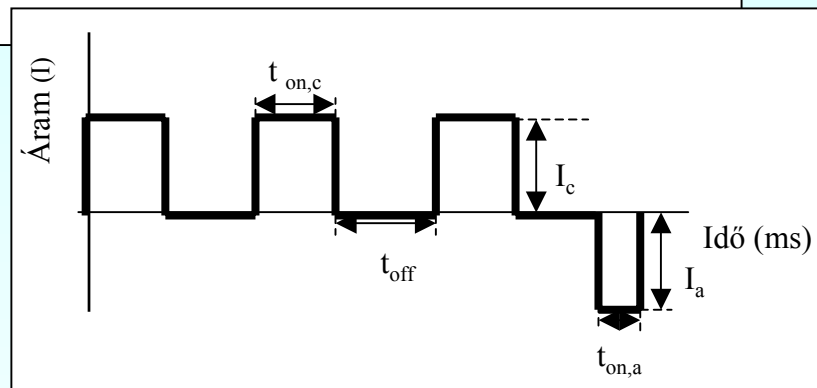
$$E_{\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}/\text{CH}_3\text{CHO}}^0 = 0,84\text{V}$$

Különböző impulzus jelalakok

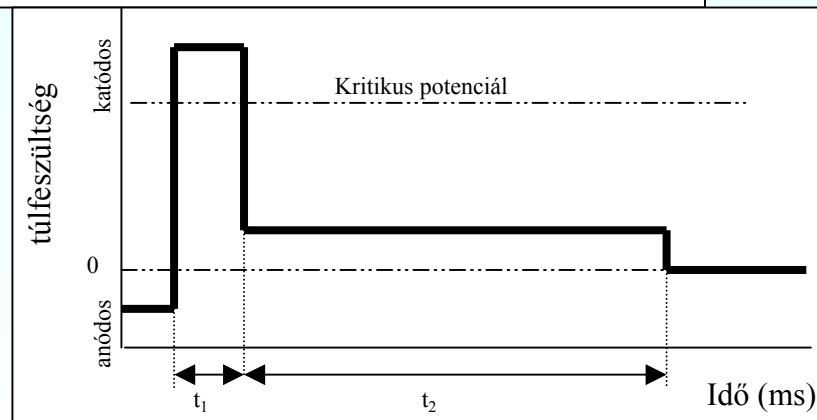
- Négyszöghullám



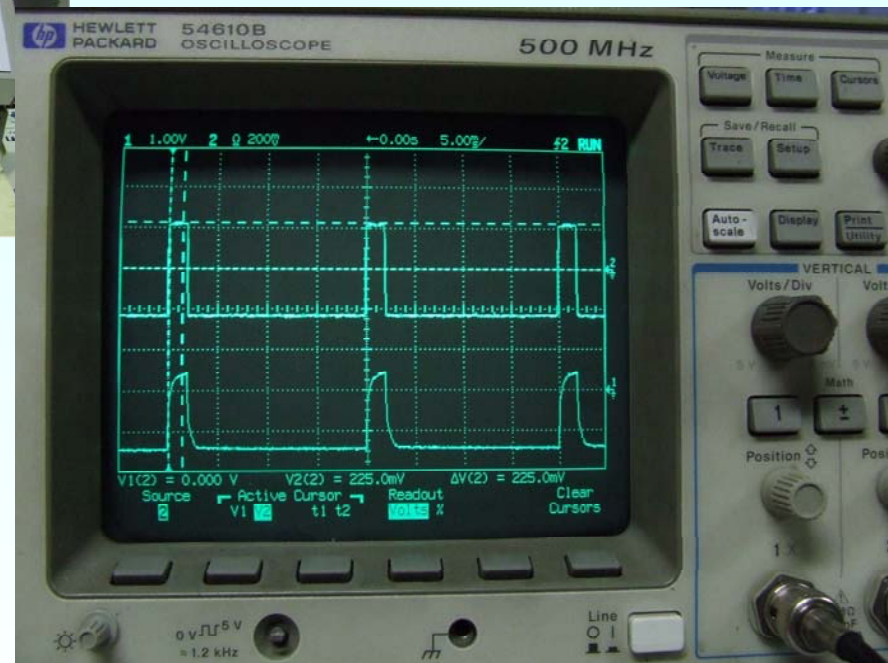
- Pólusváltó



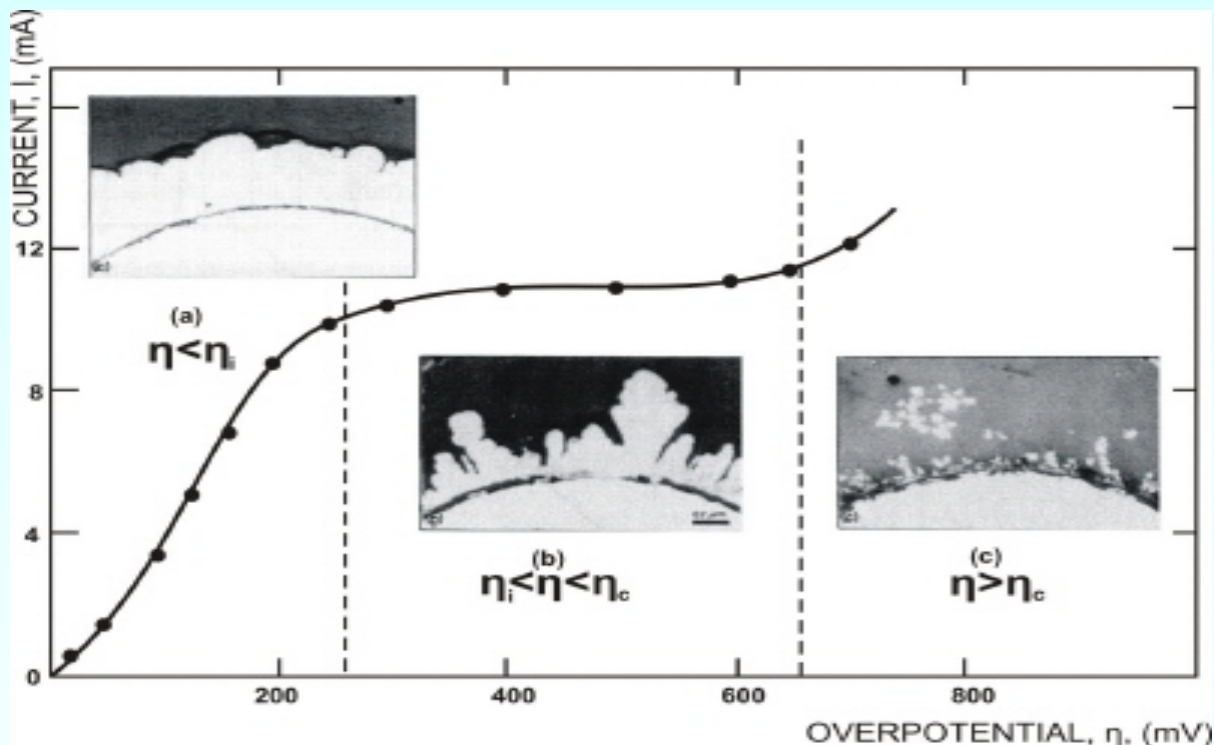
- Kettős áramimpulzus



Alkalmazott polaritásváltó galvanizálóáram és feszültség jelalakjai



Áram-elektródpotenciál összefüggés fémleválasztáskor

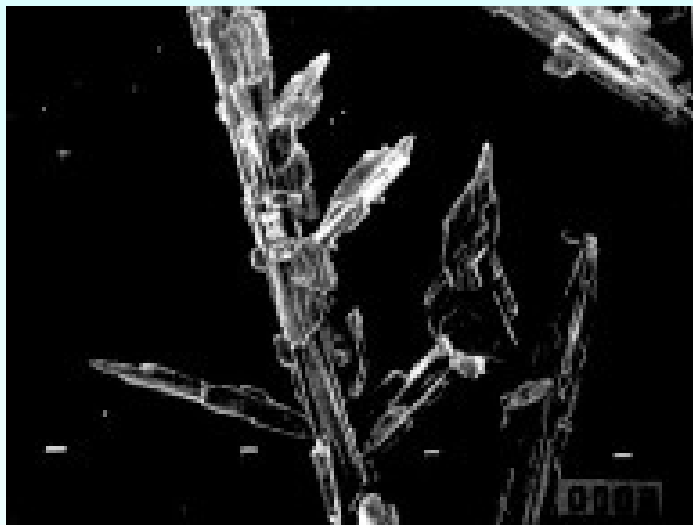


(a) túlfeszültség : 200 mV, leválasztási idő : 6 óra;

(b) túlfeszültség : 300 mV, leválasztási idő : 5 óra;

(c) túlfeszültség : 700 mV, leválasztási idő : 2 perc.

Konstans túlfeszültségen leválasztott diszperz ezüstbevonatok



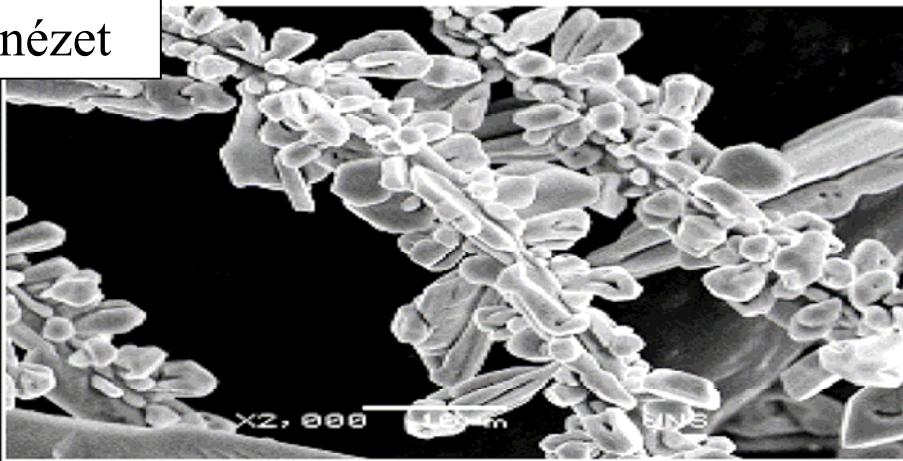
*túlfeszültség: 100 mV,
nagyítás: 350X*



*túlfeszültség: 300 mV,
nagyítás: 5000X*

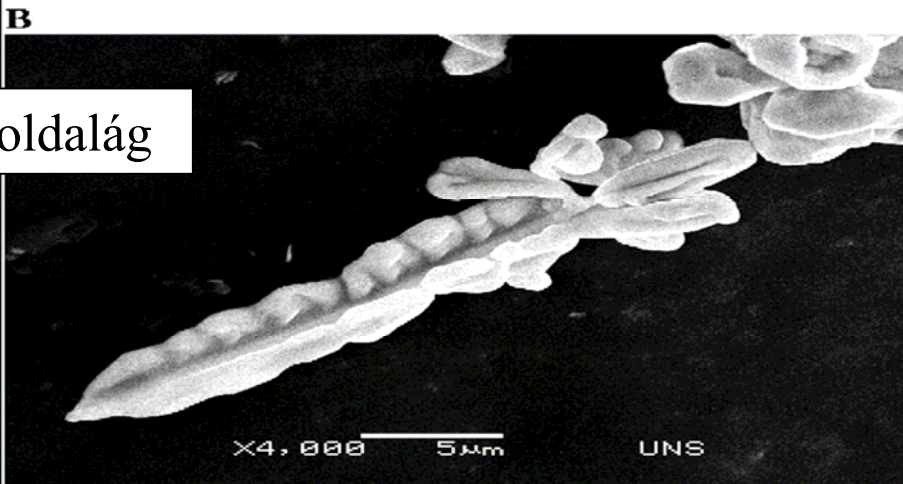
Négyszöghullám áramimpulzussal leválasztott Ag por SEM felvételei

Általános nézet

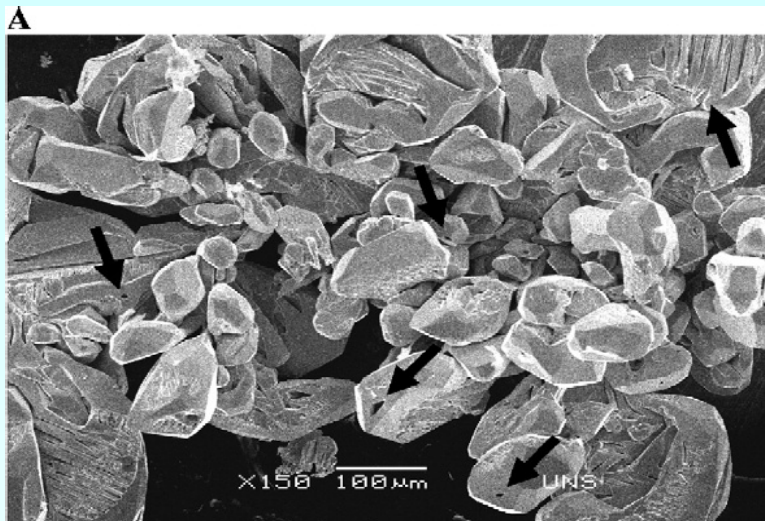


Túlfeszültség: 300mV,
 $t_{on}/t_{off} = 1:1$
Impulzus időtartam: 50 ms

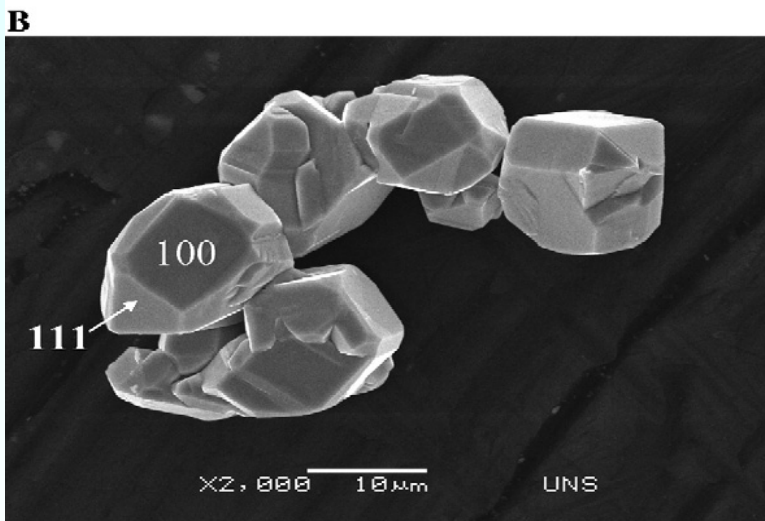
Megegyeztetett oldalág



Négyszöghullám áramimpulzussal leválasztott Ag por SEM felvételei



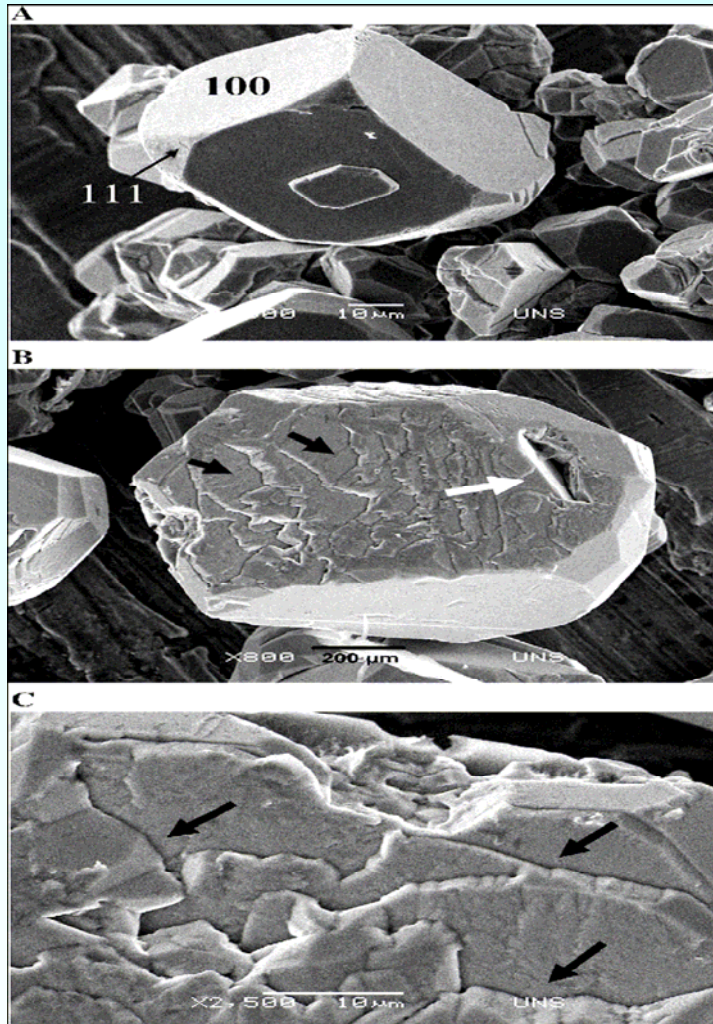
A) túlfeszültség: $\eta_a = 300$ mV,
 $t_{on}/t_{off} = 1:2$,
Impulzus időtartam: 50 ms



B) túlfeszültség: $\eta_a = 300$ mV,
 $t_{on}/t_{off} = 1:5$
Impulzus időtartam: 50 ms

Pólusváltó áramimpulzussal leválasztott Ag por SEM felvételei

$i_c=9\text{mA}$, $i_a=3\text{ mA}$,
 $t_c:t_a=1:1$,
impulzus időtartam:
10 ms,
átlag áramsűrűség:
 1mA/cm^2 ;

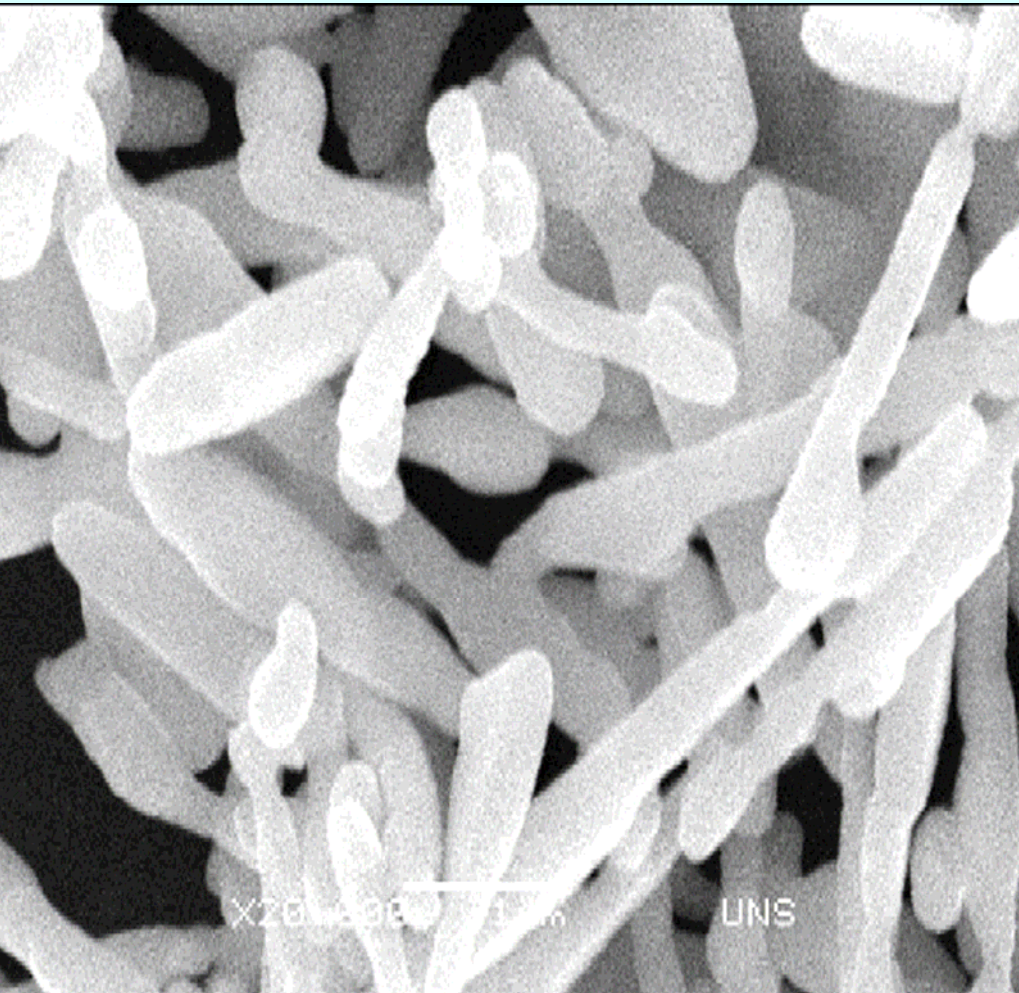


A) Szabályos kristály

(B) durva felszínű kristály

(C) a (B) kristály
felszínének kinagyított
részlete.

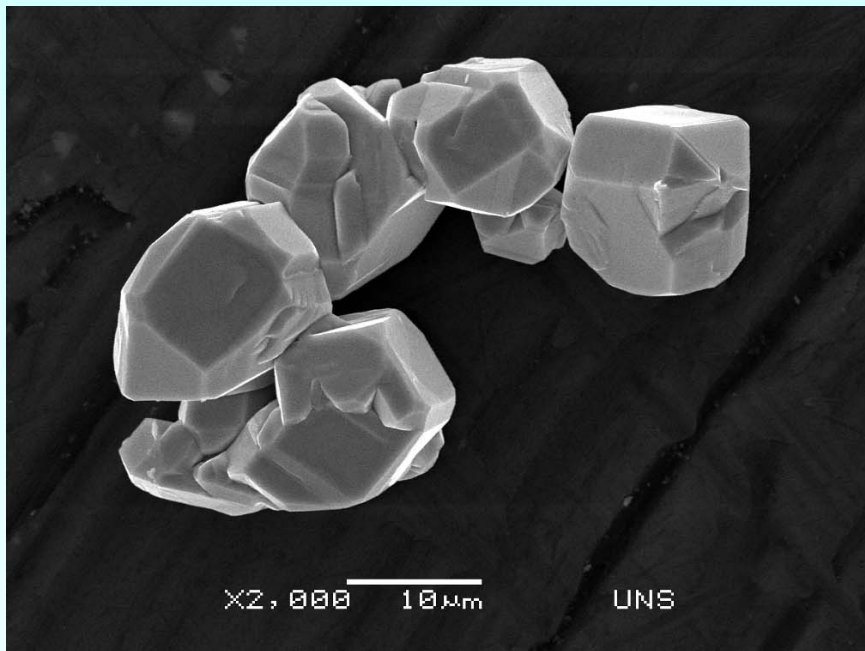
Pólusváltó áramimpulzussal leválasztott Ag por SEM felvételei



$j_c=70$ mA, $j_a=38.5$ mA, $t_c:t_a=5:1$,
Impulzus időtartam: 10 ms,
Átlag áramsűrűség: 51.92 mA/cm²

Pálcikaszerű részecskék.

Ezüst porrészecskék SEM felvételei



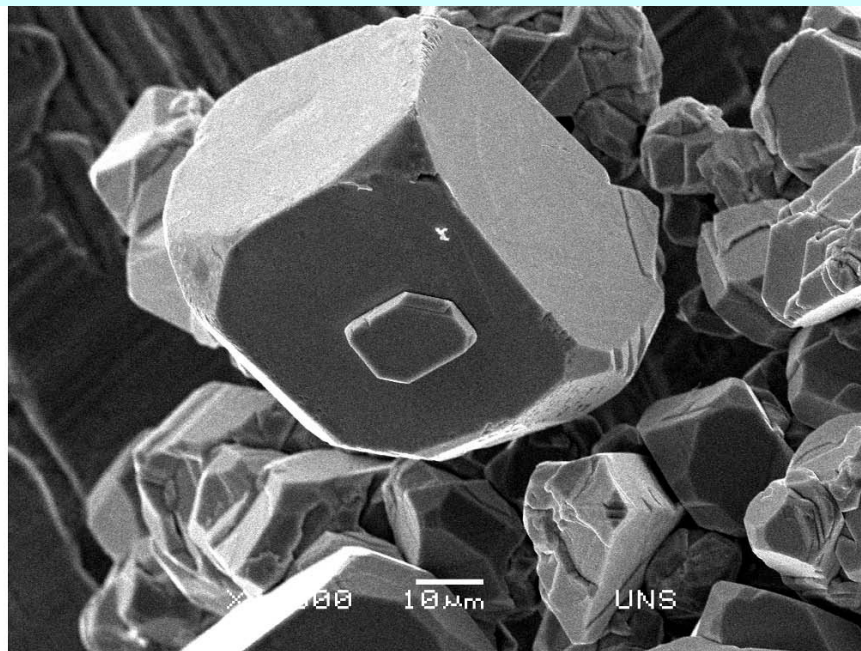
Négyszög hullám leválasztás

Túlfeszültség: 300mV

Pulzus időtartam: 50ms

$t_{on}/t_{off} = 1:5$

Nagyítás: 2000X



Pólusváltó leválasztás

Katódos áramsűrűség: 9 mA/cm²

anódos áramsűrűség: 3 mA/cm²

Leválasztási idő: 10ms

Visszaoldási idő: 10ms

Nagyítás: 1000X

Protézisek fertőzés elleni védelme

Elektrokémiai úton leválasztott,
ezüst réteggel bevont protézis (a)

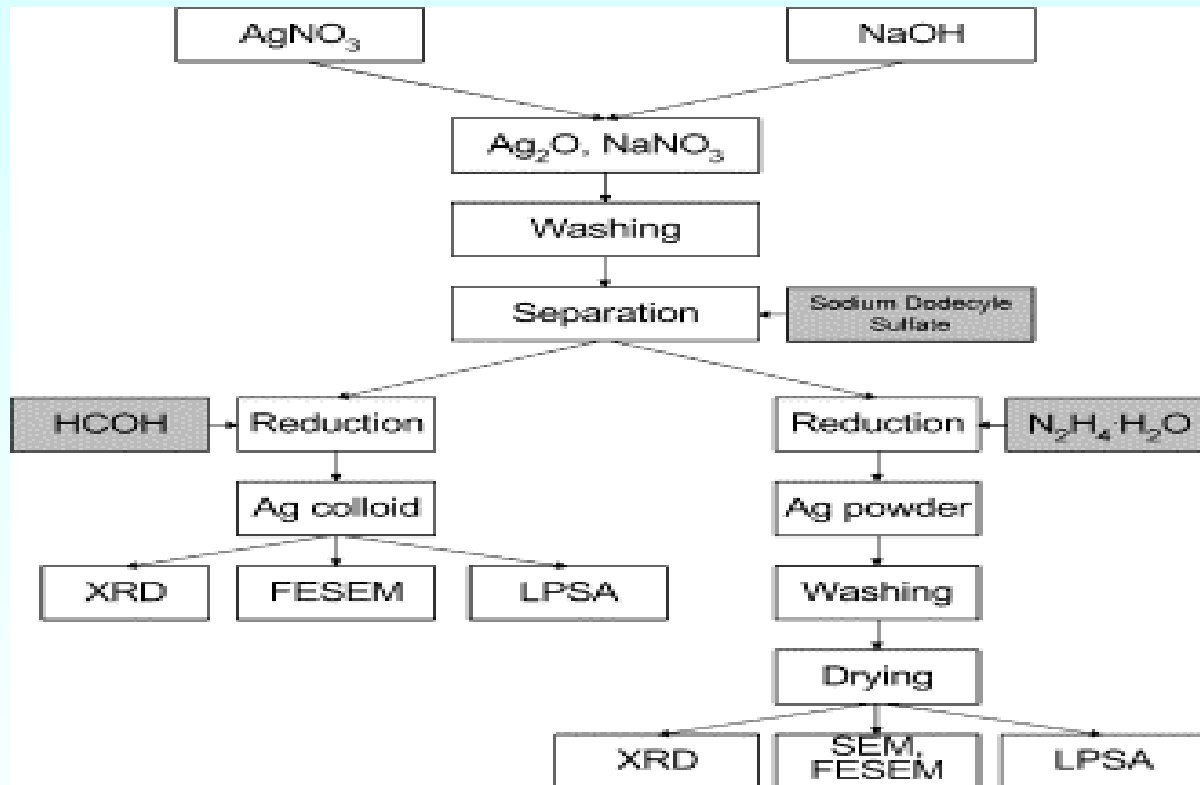
Röntgenfelvétel beültetett,
ezüst réteggel védett combcsont
implantátumról (b)

Arany szubréteg ($0,2\mu\text{m}$) a
Ti/V felületen



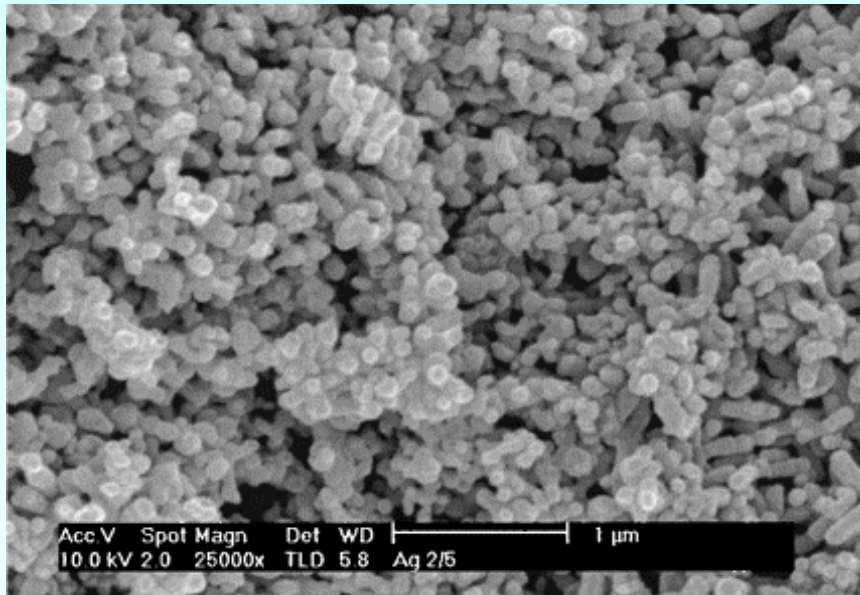
Nanoméretű Ag por és kolloid oldat előállításának részlépései

(kémiai redukciós eljárás)

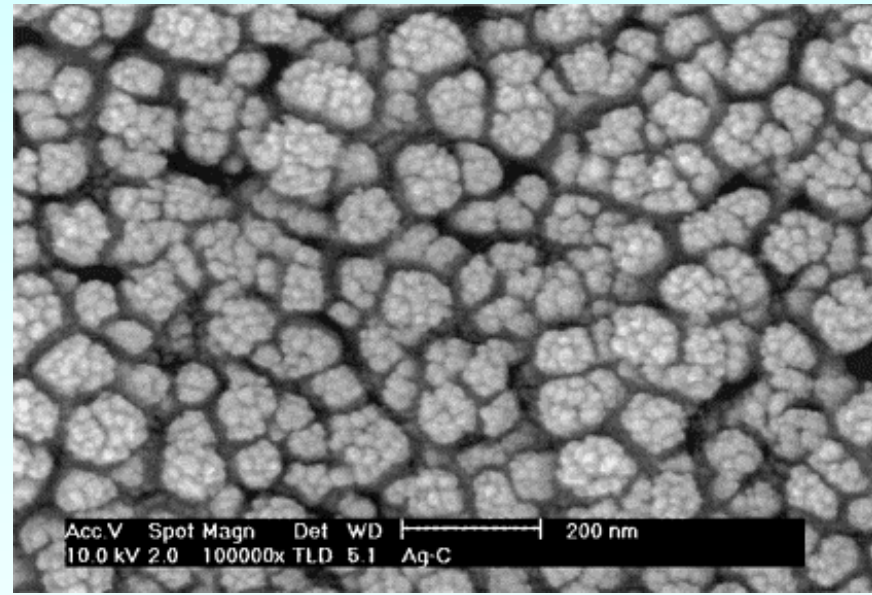


H. H. Nersisyan, J. H. Lee, H. T. Sona, C. W. Wona, D. Y. Maenga: A new and effective chemical reduction method for preparation of nanosized silver powder and colloid dispersion, Materials

FESEM felvételek



Nanoméretű Ag por
(100-120 nm)



Ezüst kolloid oldat
(10-20 nm)

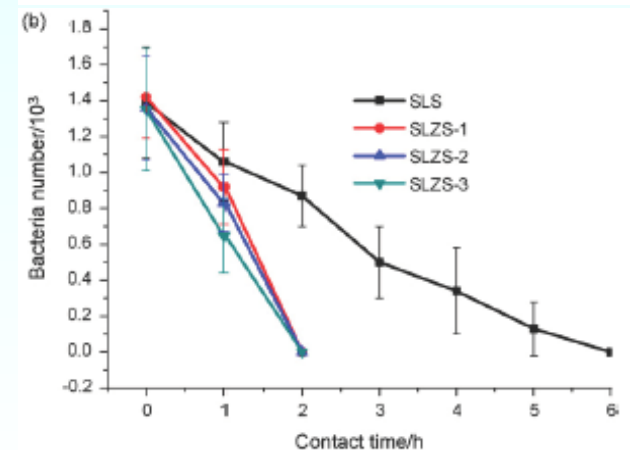
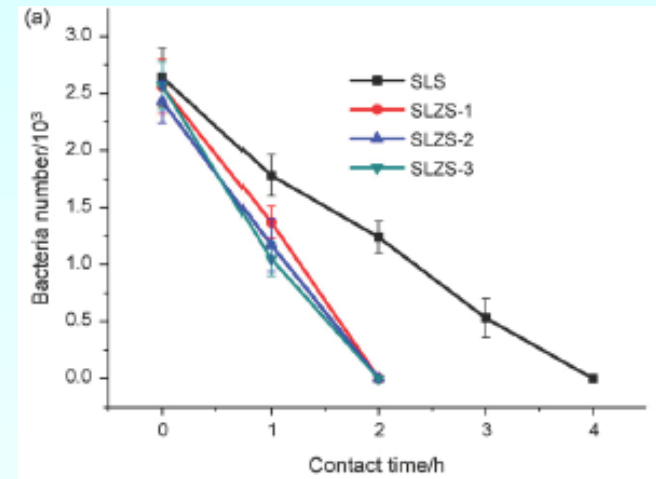
Redukálószer: formaldehid

Fogaszatban használt ragasztok antibakteriális védelme nano SiO₂ hordozóra felvitt ezüst(SLS) és ezüst-cink(SLZS) részecskékkel

Az SLS és SLZS antibakteriális hatása az:

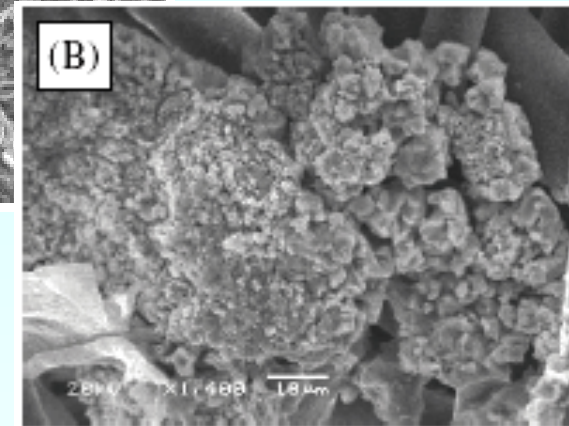
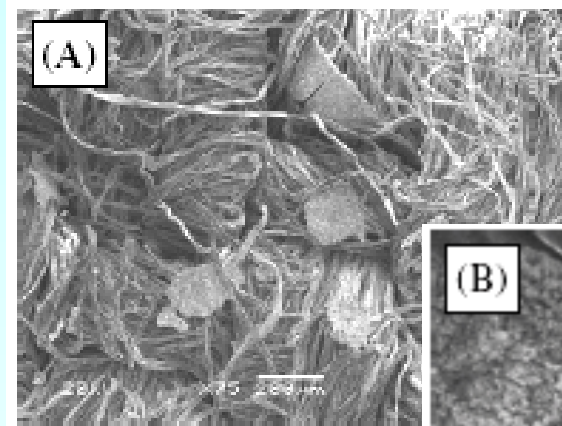
- E. coli és
- S. faecalis baktériumokkal szemben

Antibakteriális hatás növekedése a cink koncentrációjának növelésével

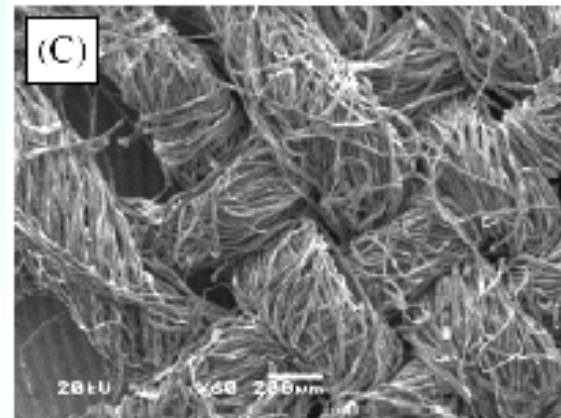


Ezüst nanorészecskékkel kezelt és kezeletlen pamutszálak

Baktériumok szaporodása ezüst nanorészecskékkel nem tartalmazó szöveteken (A) x75; (B) x1400



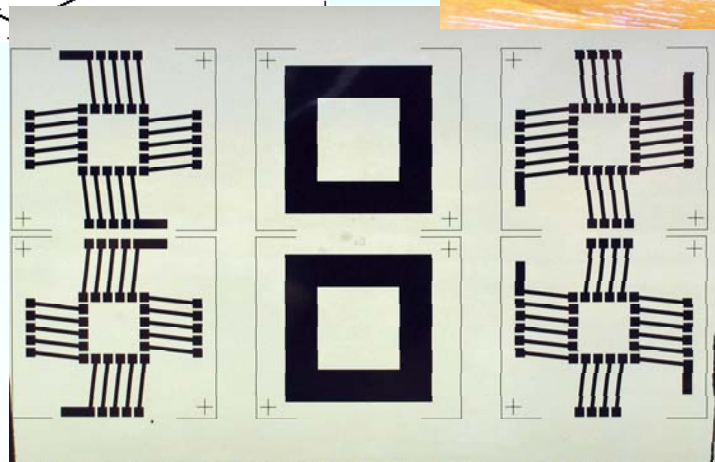
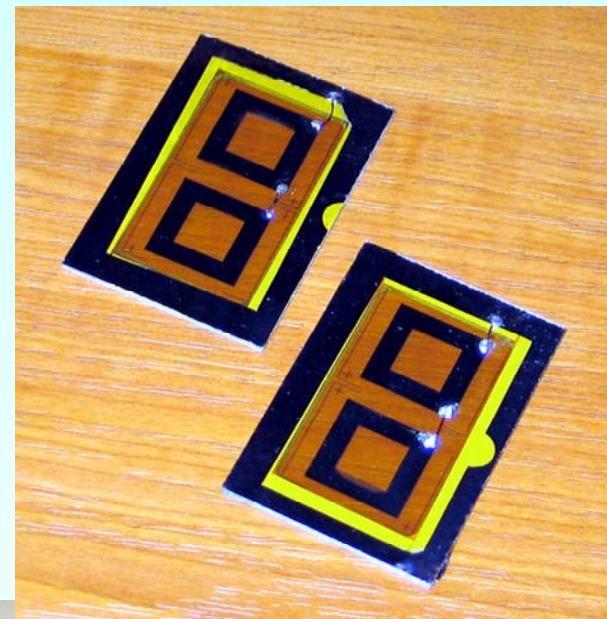
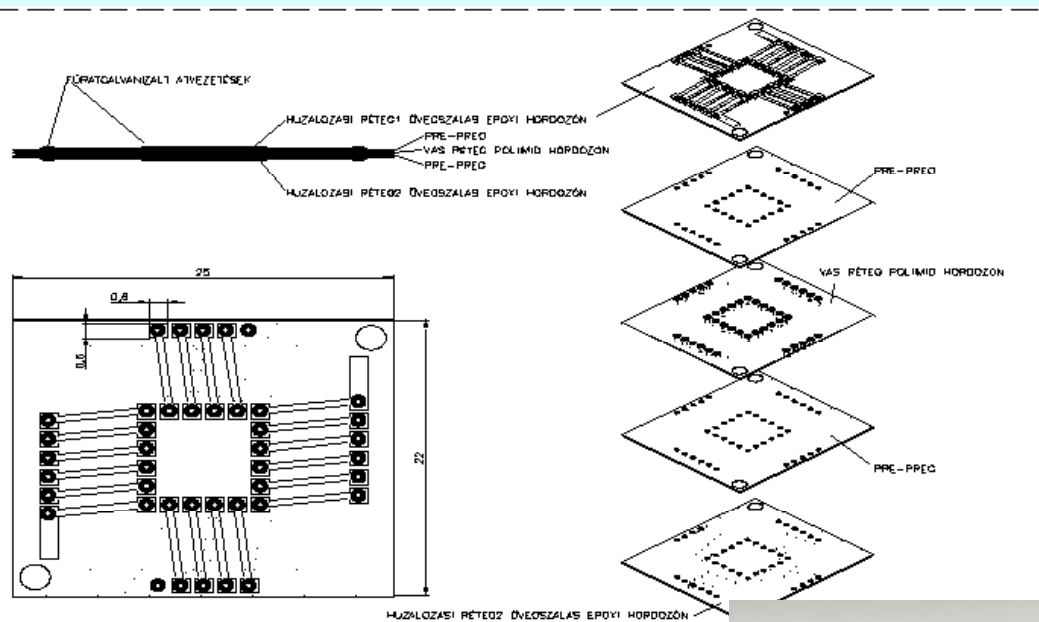
Ezüst nanorészecskékkel tartalmazó szövet. (C) x60



Ezüst nanorészecskék felhasználási területei

- orvosi eszközök, csipeszek, katéterek, implantátumok bevonatolása ezüst mikrorészecskékkel
- ezüst nanorészecskék beépítése ruhaneműkbe, sebészeti maszkok antibakteriális védelme
- ezüst nanorészecskék aktivált szénszálakra ill. zeolitokra történő felvitele, szűrőként való alkalmazásuk légúti fertőzések megelőzésében,
- módosított, többfalú szén nanocsöveken előállított ezüst nanoszemcsék alkalmazása a metanolos tüzelőanyagcellák hatásfokának javítására (magas katalitikus hatás)
- elektronikai ipar

Lapos toroid típusú transzformátor nagyfrekvenciás alkalmazásokra



Nikkel nyomóbélyeg technológiájának kidolgozása galvántechnikai úton

(K+F megbízás)

Optikai dokumentum biztonsági célokra

- Elektrokémiai eljárás fejlesztése a fotoreziszt ábráról méretpontos háromdimenziós másolatok, nikkel klisék előállítására **BAYATI, Elektrokémiai Laboratórium**
- A mintázat elvi tervezése SZTAKI
- A mintaábra elkészítése fotolitográfiai műveletekkel Mikro-T Kft.

