

# Entwicklung und Qualitätssicherung stabiler diamantbeschichteter Elektroden für elektrochemische Prozesse

D. Becker, K. Jüttner, I. Tröster, L. Schäfer

E-Mail: [dbecker@dechema.de](mailto:dbecker@dechema.de)

gefördert durch: Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen (AiF)

Laufzeit: 01.10.2002 – 31.09.2004



## Einführung

Eine wesentliche Voraussetzung für die erfolgreiche industrielle Nutzung der Diamantelektroden in den Bereichen Galvanotechnik, elektrochemische Synthese und Abwasserbehandlung ist die Verbesserung der Stabilität und Zuverlässigkeit der Diamantelektroden. Es ist daher das Ziel dieses Vorhabens, eine kostengünstige und einfache Methode zu Qualitätssicherung zu erarbeiten, mit der Defekte zuverlässig nachgewiesen werden können.

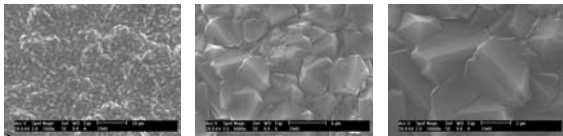
In enger Zusammenarbeit mit den projektbegleitenden Firmen verfolgen die beiden Forschungsstellen folgende Ziele:

- Identifizierung von Defekten beziehungsweise Versagensmechanismen an Diamantelektroden.
- Weiterentwicklung des Herstellungsprozesses für Diamantelektroden zur weitgehenden Reduzierung bzw. vollständigen Vermeidung der Defekte.
- Ermittlung von Messgrößen, die ein Versagen der Diamantelektroden in ausgesuchten, industrierelevanten Anwendungen eindeutig vorhersagen.
- Entwicklung von kostengünstigen Verfahren möglichst auf der Basis vorhandener Geräte, um diese Messgrößen auf einfache Weise erfassen und bewerten zu können.

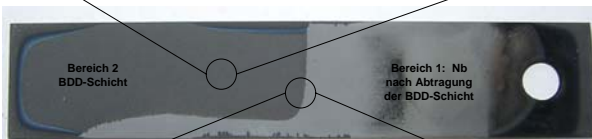
Gesamtziel ist die Entwicklung stabiler Diamantelektroden und einer Qualitätssicherung, die eine zuverlässige Bewertung der Stabilität für unterschiedliche industrielle Anwendungen ermöglicht.

Durch Steigerung der Ausfallsicherheit wird die Akzeptanz bei den Anwendern deutlich erhöht und dadurch der Marktzugang für diamantbeschichtete Elektroden wesentlich verbessert.

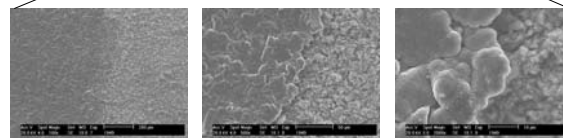
## Optische Untersuchung



Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Diamantbeschichtung in 1000, 5000 und 10000 facher Vergrößerung

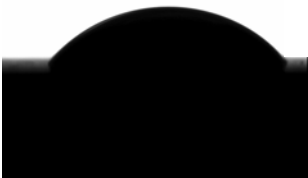


BDD-Elektrode nach einer Betriebszeit von 3 h bei 40 °C und 0,5 A cm<sup>-2</sup> unter Bedingungen der Peroxodisulfatsynthese



Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen des Überganges von Diamantbeschichtung zu Niobsubstrat in 100, 500 und 2000 facher Vergrößerung

## Kontaktwinkelmessungen

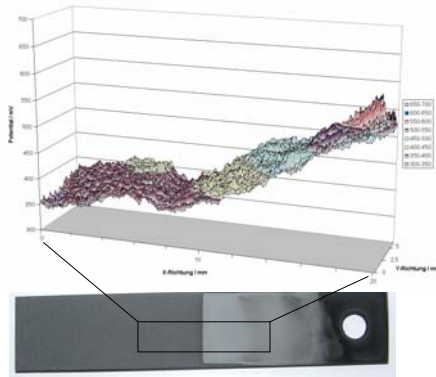


Diamantbeschichtung ( Bereich 2)  
Kontaktwinkel (H<sub>2</sub>O): 46,2 - 50,4 °



Niobsubstrat (Bereich 1)  
Kontaktwinkel (H<sub>2</sub>O): 7,2 - 12,8 °

## Raster-Kelvinsonde Untersuchung

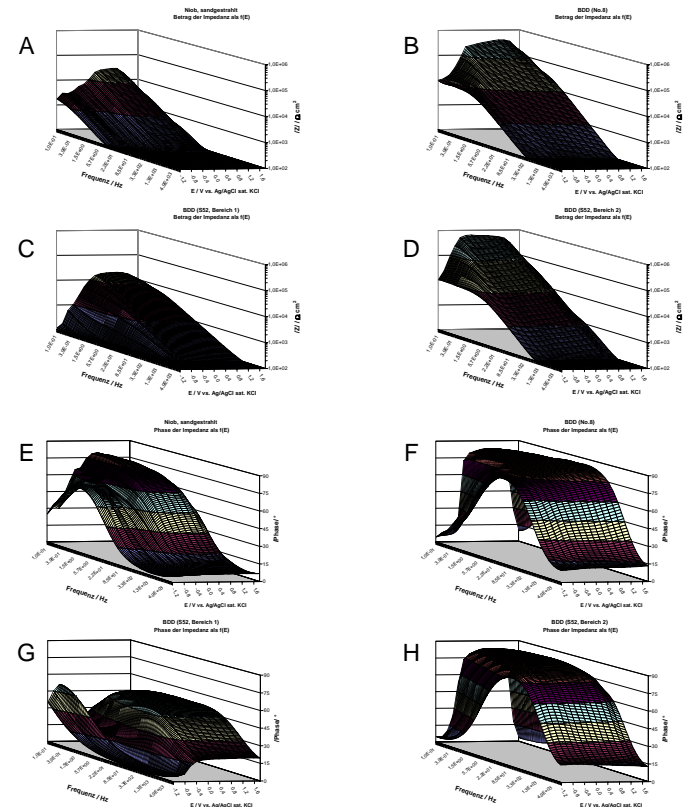


Mit der Raster-Kelvinsonde kann der sichtbare Übergang von Diamantschicht zu Niobsubstrat detektiert werden. Es ist allerdings auch möglich, optisch unauffällige Bereiche der Diamantbeschichtung zu untersuchen, die eine signifikante Potentialänderung aufweisen und somit eventuell vorgeschädigt sind.

## Elektrochemische Untersuchungen



Stromdichte-Potentialkurven: Potentialvorschub = 100 mV/s; 0,5 M Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> Lösung; Kriterien: i<sub>0</sub> (kapazitive Ladestromdichte der Doppelschicht) und ΔE (Potentialfenster zwischen Wasserstoff- und Sauerstoffentwicklung)



Impedanzmessungen an Niob und BDD in 0,5 M Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> Lösung; A-D: Impedanzbetrag über die Frequenz in Abhängigkeit vom Potential; E-H: Phase über die Frequenz in Abhängigkeit vom Potential. Die Messungen A und E wurden an Niob, B und F an einer unbeschädigten BDD-Schicht gemessen. C, D, G und H an der beschädigten Elektrode nach 3 h bei 0,5 A cm<sup>-2</sup> unter Bedingungen der Peroxodisulfatsynthese (siehe Bild links in der Mitte).

## Danksagung

Die Autoren danken der Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen (AiF) für die finanzielle Unterstützung dieses Projektes (AiF-Zutech 85 ZN) aus Mitteln des Bundesministeriums für Wirtschaft und Arbeit und den projektbegleitenden Firmen: CONDIAS GmbH, Elektrolyse- und Umwelttechnik GmbH (EUT), EnViro-cell Umwelttechnik GmbH, Gesellschaft für elektrochemisches Recycling, Umwelt- und Solartechnologie mbH (G.E.R.U.S.) und Metakern GmbH.