

Selektive Gasmessung mit cyclovoltammetrisch betriebenen Festelektrolytsensoren

Anastasiya Ruchets¹, Nils Donker², Jens Zosel¹, Daniela Schönauer-Kamin², Ralf Moos², Ulrich Guth³, Michael Mertig¹

¹Kurt-Schwabe-Institut für Mess- und Sensortechnik e.V. Meinsberg, Waldheim, Deutschland

²Lehrstuhl für Funktionsmaterialien, Universität Bayreuth, Bayreuth, Deutschland

³Fakultät Chemie und Lebensmittelchemie, Technische Universität Dresden, Dresden, Deutschland

Einleitung

Um in inerten Gasen wie Ar oder N₂ Spuren anderer Komponenten wie O₂, H₂, NO_x, H₂O oder CO nachzuweisen, können ZrO₂-basierte Festelektrolytsensoren (FES) verwendet werden. Der bei hohen Temperaturen oxidionenleitende Festelektrolyt ist thermodynamisch hochstabil und kann mit verschiedenen stationären (Potentiometrie, Amperometrie) oder dynamischen Methoden (Pulspolarisation [1], Cyclovoltammetrie [2]) betrieben werden. Im stationären Modus ist die Selektivität solcher Sensoren eingeschränkt und es kann nicht zwischen einzelnen Gaskomponenten unterschieden werden. Im Gegensatz dazu ermöglichen dynamische Methoden eine deutlich erhöhte Selektivität, indem unterschiedliche Kinetiken der Elektrodenreaktionen der einzelnen Komponenten genutzt werden, um diese so unabhängig voneinander und quasi gleichzeitig zu erfassen [2].

Versuchsaufbau

Der in Abb. 1 gezeigte Versuchsaufbau ist ausführlich in [2] beschrieben und wurde für die Einstellung der O₂-Konzentration (FES 1) und die Messung der Konzentrationen von O₂ und NO in Stickstoff (FES 2) benutzt. Beide FES vom Typ "Messgas, Pt|YSZ|Pt, Luft" weisen zwei 4 cm lange zylindrische Platin-Netzelektroden auf. FES 1 wurde während des Experiments kontinuierlich mit -300 mV polarisiert, so dass die O₂-Konzentration 0,2 Vol.-ppm betrug.

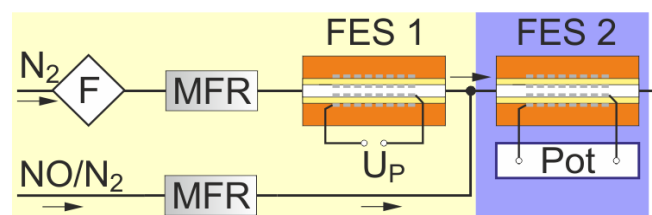


Abb. 1: Schema des Versuchsaufbaus. FES = Festelektrolytsensor, Pot = Potentiostat, MFR = Massenflussregler, F = Filter für O₂, H₂O und Kohlenwasserstoffe [2].

Cyclovoltammetrie

Die in Abb. 2a dargestellten Cyclovoltammogramme (CV) wurden in einem nicht-equilibrierten Gasgemisch bei unterschiedlichen NO-Konzentrationen und Scangeschwindigkeiten und einer FES-Temperatur von 650 °C gemessen. Sie zeigen, dass NO-bedingte Peaks in kathodischer Scanrichtung zwischen -0,3 und -0,6 V bei Scangeschwindigkeiten zwischen 100 und 2000 mV/s auftreten und durch die Reduktion von NO zu N₂ und O₂ an der Pt-Elektrode erzeugt werden können.

O₂-bedingte Peaks treten nach anodischer Polarisation bei Scangeschwindigkeiten über 100 mV/s in kathodischer Scanrichtung zwischen -0,1 und -0,3 V auf. Diese unterschiedlichen Peaklagen eröffnen die Möglichkeit, zwischen O₂- und NO-bedingten Peaks im Bereich von 200 - 1000 mV/s bei der gewählten Sensortemperatur zu unterscheiden.

Um aus der Peakhöhe die NO-Empfindlichkeit zu bestimmen, wurde dieser Parameter in Abb. 2b über der NO-Konzentration für verschiedene Scangeschwindigkeiten aufgetragen. Er steigt weitgehend linear mit der NO-Konzentration an, wobei die Kurvensteigungen mit der Scangeschwindigkeit zunehmen.

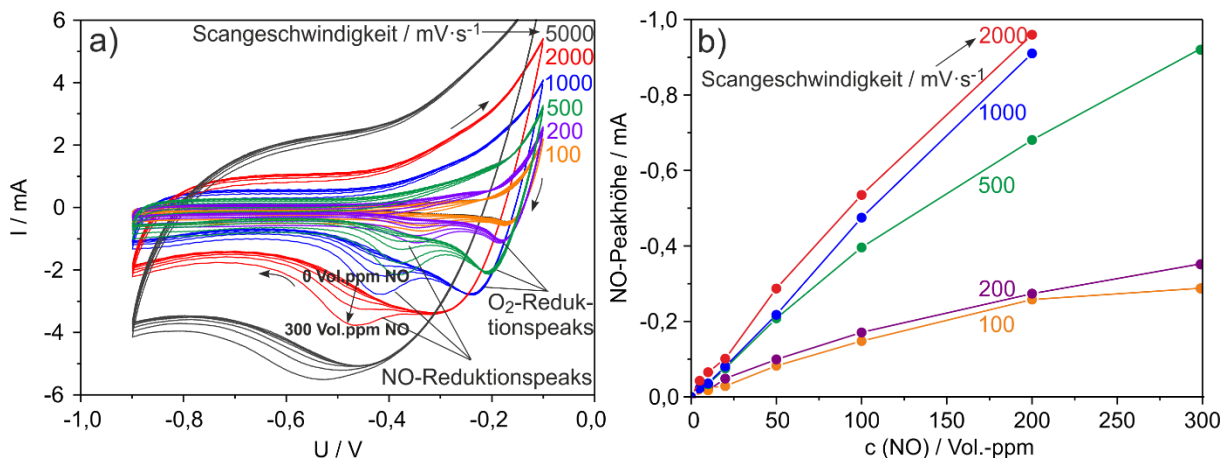


Abb. 2: Voltammogramme (a) und NO-Peakhöhen (b) bei verschiedenen Scangeschwindigkeiten und NO-Konzentrationen. Sensortemperatur = 650 °C; Volumenstrom = 10 ml/min; c(O₂) = 0,2 Vol.-ppm.

Literatur

- [1] N. Donker, A. Ruchets, D. Schönauer-Kamin, J. Zosel, U. Guth, R. Moos, Influence of polarization time and polarization current of Pt|YSZ-based NO sensors utilizing the pulsed polarization when applying constant charge, Sens. Actuators B 290 (2019) 28–33.
- [2] A. Ruchets, N. Donker, D. Schönauer-Kamin, R. Moos, J. Zosel, U. Guth, M. Mertig, Selectivity improvement towards hydrogen and oxygen of solid electrolyte sensors by dynamic electrochemical methods, Sens. Actuators B 290 (2019) 53–58.