

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
G01N 27/30 (2006.01)



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200910067290.0

[43] 公开日 2009年12月23日

[11] 公开号 CN 101609064A

[22] 申请日 2009.7.17

[21] 申请号 200910067290.0

[71] 申请人 中国科学院长春应用化学研究所

地址 130022 吉林省长春市人民大街5625号

[72] 发明人 王玉江 李翠玲 黄莉 苏怡
华凯峰 吕翔宇

权利要求书1页 说明书5页

[54] 发明名称

一种乙炔气体传感器膜电极的制备方法

[57] 摘要

本发明属于一种乙炔气体传感器膜电极的制备方法。该方法是将胶体空心金用喷枪喷至多孔聚四氟乙烯膜上，室温干燥后，于烘箱中30~50℃烧结，再用丙酮淋洗，除去乳液中的表面活性剂，再在180~220℃下烧结即可得到乙炔气体膜电极。本发明的膜电极制备方法工艺简单，成本低廉，可以连续批量生产，且膜电极组装的乙炔气体传感器的稳定性好，可以用于乙炔气体的长期监测。

1、一种乙炔气体传感器膜电极,其特征在于纳米金平均粒径为2~5 nm,电阻 10~30 Ω , 100ppm 乙炔气体的响应信号为 2.5~5.0 μ A。

2、一种乙炔气体传感器膜电极的制备方法,其特征在于制备步骤如下:

1)、将多孔的聚四氟乙烯膜与盐酸中浸泡,除去其中的氧化物,用去离子水反复淋洗直至中性,干燥;

2)、将空心金溶胶用喷枪均匀的喷涂于干燥后的多孔聚四氟乙烯膜的表面,室温干燥;

3)、将干燥后的负载有纳米空心 Au 的多孔聚四氟乙烯膜于 30~50 $^{\circ}$ C 烧结,烧结后自然冷却到室温;

4)、将冷却后的负载有空心 Au 的多孔聚四氟乙烯膜用丙酮淋洗;

5)、将淋洗后的负载有空心 Au 的多孔聚四氟乙烯膜于 180~220 $^{\circ}$ C 烘箱内烧结。

一种乙炔气体传感器膜电极的制备方法

技术领域

本发明属于一种乙炔气体传感器膜电极的制备方法。

背景技术

控制电位电解型气体传感器具有检测浓度范围宽、体积小、价格低、可用于现场监测等优点，得到了广泛的应用。空心金纳米材料不仅具有比表面积高、密度较低的特点，而且与非空心金纳米材料相比有着新的物理化学性能，同时空心结构可以节约贵金属金的使用量，降低催化剂的成本，使得其在气体传感器中得到了广泛应用。为了提高金的催化活性，并达到控制电位电解型气体传感器灵敏度的要求，传感器中所使用的催化剂颗粒必须控制在纳米尺寸范围内。目前，国内外没有相应的乙炔气体传感器膜电极制备方法的专利。乙炔气体传感器膜电极的制备方法是提高电化学乙炔气体传感器信号稳定性的一个重要技术。

发明内容

本发明的目的是提供一种乙炔气体传感器膜电极；

本发明的另一目的是提供一种乙炔气体传感器膜电极的制备方法。

为探索低成本、高质量和大批量的生产电化学乙炔气体传感器膜电极，本发明以多孔聚四氟乙烯膜、空心金溶胶为原料，用喷枪将金溶胶均匀的喷涂于多孔聚四氟乙烯膜表面，经后处理即得到乙炔气体传感器膜电极。

实现本发明的制备步骤如下：

- 1)、将多孔的聚四氟乙烯膜与盐酸中浸泡，除去其中的氧化物，用去离子水反复淋洗直至中性，干燥；
- 2)、将空心金溶胶用喷枪均匀的喷涂于干燥后的多孔聚四氟乙烯膜的表面，室温干燥；
- 3)、将干燥后的负载有纳米空心 Au 的多孔聚四氟乙烯膜于 30~50℃ 烧结，烧结后自然冷却到室温；
- 4)、将冷却后的负载有空心 Au 的多孔聚四氟乙烯膜用丙酮淋洗；
- 5)、将淋洗后的负载有空心 Au 的多孔聚四氟乙烯膜于 180~220℃ 烘箱内烧结。

依上述方法所制得的纳米空心金负载的多孔聚四氟乙烯膜的扫描电镜分析表明：得到的空心 Au 膜电极是纳米金均匀分散的膜，纳米金平均粒径为 5~8nm；对空心金膜电极的金进行电阻测试，测得电阻为 10~30Ω；对 100ppm 的乙炔进行监测，得到的电流为 2.5~5.0μA。

本发明的制备方法工艺简单，成本低廉，且可连续批量生产；该方法得到的空心 Au 多孔聚四氟乙烯膜电极，有很好的稳定性，且空心金纳米粒子在膜的表面有很好的分散性，有利于乙炔气体的交换。

具体实施方式

实施例 1：

将多孔的聚四氟乙烯膜于盐酸中浸泡，除去其中的氧化物，用去离子水反复淋洗直至中性，干燥后，将空心金溶胶用喷枪均匀的喷涂于多孔聚四氟乙烯膜的表面，室温下干燥后，再于 30℃ 下烧结，烧结后自然冷却到

室温，再用丙酮淋洗。丙酮淋洗后将负载有空心 Au 的多孔聚四氟乙烯膜于 180℃烘箱内烧结。空心 Au 粒子的粒径为 5nm，测量膜电极表面的金的电阻为 25Ω，对 100ppm 的乙炔气体进行检测，其响应信号为 2.5~5.0μA。

实施例 2:

将多孔的聚四氟乙烯膜于盐酸中浸泡，除去其中的氧化物，用去离子水反复淋洗直至中性，干燥后，将空心金溶胶用喷枪均匀的喷涂于多孔聚四氟乙烯膜的表面，室温下干燥后，再于 40℃下烧结，烧结后自然冷却到室温，再用丙酮淋洗。丙酮淋洗后将负载有空心 Au 的多孔聚四氟乙烯膜于 180℃烘箱内烧结。空心 Au 粒子的粒径为 5nm，测量膜电极表面的金的电阻为 24，对 100ppm 的乙炔气体进行检测，其响应信号为 2.7μA。

实施例 3:

将多孔的聚四氟乙烯膜于盐酸中浸泡，除去其中的氧化物，用去离子水反复淋洗直至中性，干燥后，将空心金溶胶用喷枪均匀的喷涂于多孔聚四氟乙烯膜的表面，室温下干燥后，再于 50℃下烧结，烧结后自然冷却到室温，再用丙酮淋洗。丙酮淋洗后将负载有空心 Au 的多孔聚四氟乙烯膜于 180℃烘箱内烧结。空心 Au 粒子的粒径为 6nm，测量膜电极表面的金的电阻为 22Ω，对 100ppm 的乙炔气体进行检测，其响应信号为 2.9μA。

实施例 4:

将多孔的聚四氟乙烯膜于盐酸中浸泡，除去其中的氧化物，用去离子水反复淋洗直至中性，干燥后，将空心金溶胶用喷枪均匀的喷涂于多孔聚四氟乙烯膜的表面，室温下干燥后，再于 30℃下烧结，烧结后自然冷却到室温，再用丙酮淋洗。丙酮淋洗后将负载有空心 Au 的多孔聚四氟乙烯膜于

200℃烘箱内烧结。空心 Au 粒子的粒径为 5nm，测量膜电极表面的金的电阻为 19Ω，对 100ppm 的乙炔气体进行检测，其响应信号为 4.7μA。

实施例 5:

将多孔的聚四氟乙烯膜于盐酸中浸泡，除去其中的氧化物，用去离子水反复淋洗直至中性，干燥后，将空心金溶胶用喷枪均匀的喷涂于多孔聚四氟乙烯膜的表面，室温下干燥后，再于 40℃下烧结，烧结后自然冷却到室温，再用丙酮淋洗。丙酮淋洗后将负载有空心 Au 的多孔聚四氟乙烯膜于 200℃烘箱内烧结。空心 Au 粒子的粒径为 5nm，测量膜电极表面的金的电阻为 10Ω，对 100ppm 的乙炔气体进行检测，其响应信号为 5.0μA。

实施例 6:

将多孔的聚四氟乙烯膜于盐酸中浸泡，除去其中的氧化物，用去离子水反复淋洗直至中性，干燥后，将空心金溶胶用喷枪均匀的喷涂于多孔聚四氟乙烯膜的表面，室温下干燥后，再于 50℃下烧结，烧结后自然冷却到室温，再用丙酮淋洗。丙酮淋洗后将负载有空心 Au 的多孔聚四氟乙烯膜于 200℃烘箱内烧结。空心 Au 粒子的粒径为 7nm，测量膜电极表面的金的电阻为 15Ω，对 100ppm 的乙炔气体进行检测，其响应信号为 4.0μA。

实施例 7:

将多孔的聚四氟乙烯膜于盐酸中浸泡，除去其中的氧化物，用去离子水反复淋洗直至中性，干燥后，将空心金溶胶用喷枪均匀的喷涂于多孔聚四氟乙烯膜的表面，室温下干燥后，再于 30℃下烧结，烧结后自然冷却到室温，再用丙酮淋洗。丙酮淋洗后将负载有空心 Au 的多孔聚四氟乙烯膜于 220℃烘箱内烧结。空心 Au 粒子的粒径为 7nm，测量膜电极表面的金的电阻

为 15Ω ，对 100ppm 的乙炔气体进行检测，其响应信号为 $3.0\mu\text{A}$ 。

实施例 8:

将多孔的聚四氟乙烯膜于盐酸中浸泡，除去其中的氧化物，用去离子水反复淋洗直至中性，干燥后，将空心金溶胶用喷枪均匀的喷涂于多孔聚四氟乙烯膜的表面，室温下干燥后，再于 40°C 下烧结，烧结后自然冷却到室温，再用丙酮淋洗。丙酮淋洗后将负载有空心 Au 的多孔聚四氟乙烯膜于 220°C 烘箱内烧结。空心 Au 粒子的粒径为 8nm，测量膜电极表面的金的电阻为 18Ω ，对 100ppm 的乙炔气体进行检测，其响应信号为 $4.5\mu\text{A}$ 。

实施例 9:

将多孔的聚四氟乙烯膜于盐酸中浸泡，除去其中的氧化物，用去离子水反复淋洗直至中性，干燥后，将空心金溶胶用喷枪均匀的喷涂于多孔聚四氟乙烯膜的表面，室温下干燥后，再于 50°C 下烧结，烧结后自然冷却到室温，再用丙酮淋洗。丙酮淋洗后将负载有空心 Au 的多孔聚四氟乙烯膜于 220°C 烘箱内烧结。空心 Au 粒子的粒径为 8nm，测量膜电极表面的金的电阻为 18Ω ，对 100ppm 的乙炔气体进行检测，其响应信号为 $4.3\mu\text{A}$ 。