



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 118943390 A

(43) 申请公布日 2024. 11. 12

(21) 申请号 202411141997.2

(22) 申请日 2024.08.20

(71) 申请人 极永氢能科技(江苏)有限公司

地址 225000 江苏省扬州市宝应经济开发区金源路9号-1

(72) 发明人 王明华 王兆生 陈超

(74) 专利代理机构 南京文宸知识产权代理有限公司 32500

专利代理师 陈亮

(51) Int. Cl.

H01M 4/88 (2006.01)

H01M 4/92 (2006.01)

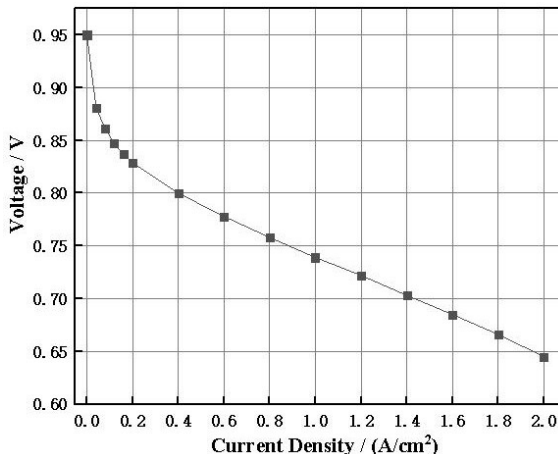
权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54) 发明名称

一种水溶性铂碳催化剂制备方法

(57) 摘要

本发明涉及贵金属纳米催化材料技术领域,尤其涉及一种水溶性铂碳催化剂制备方法,包括铂碳催化剂制备方法,所述铂碳催化剂制备方法包括步骤一、步骤二、步骤三、步骤四、步骤五及步骤六,所述步骤一包括亲水炭黑的物料准备,称取一定量的超纯水放置备用,再在称量纸上称取适量的炭黑倒入称好水的烧杯中,摇晃使催化剂完全浸润;本发明提供了一种水溶性铂碳催化剂制备方法,通过酸化处理和高温反应,炭黑的表面性质得到显著改善,增加了其亲水性,这使得催化剂在水相反应体系中能够更好地分散和稳定,提高了催化效率,经过严格的后处理工艺,如洗涤和真空干燥,确保了催化剂的稳定性和耐用性,延长了使用寿命。



1. 一种水溶性铂碳催化剂制备方法,包括铂碳催化剂制备方法,其特征在于,所述铂碳催化剂制备方法包括步骤一、步骤二、步骤三、步骤四、步骤五及步骤六,所述步骤一包括亲水炭黑的物料准备,称取一定量的超纯水放置备用,再在称量纸上称取适量的炭黑倒入称好水的烧杯中,摇晃使催化剂完全浸润。

2. 根据权利要求1所述的一种水溶性铂碳催化剂制备方法,其特征在于,所述步骤二包括酸化处理,按照一定比例,称取适量的硝酸和硫酸,分别用量筒量取后,在另一容器中混合均匀,将混合好的酸液缓慢且均匀地滴加到炭黑悬浮液中,边加边用玻璃棒轻轻搅拌,形成混合液。

3. 根据权利要求1所述的一种水溶性铂碳催化剂制备方法,其特征在于,所述步骤三包括超声分散,将加入混合酸的炭黑悬浮液放入超声分散机中,设定合适的超声功率和分散时间,分散时间的选择应根据炭黑的种类、粒径以及所需亲水程度进行调整,一般建议在30分钟至180分钟之间,在超声分散过程中,应定期检查悬浮液的状态。

4. 根据权利要求1所述的一种水溶性铂碳催化剂制备方法,其特征在于,所述步骤四包括高温反应,将分散好的炭黑悬浮液转移到聚四氟乙烯反应釜中,密封好反应釜的盖子。将反应釜置于加热设备中,设定温度为150℃,进行高温反应,高温反应能够加速酸与炭黑之间的化学反应,进一步增加炭黑的亲水性。反应时间一般设定为3小时,以确保反应充分进行。在反应过程中,应定期检查反应釜的压力和温度,确保其在安全范围内运行。

5. 根据权利要求1所述的一种水溶性铂碳催化剂制备方法,其特征在于,所述步骤五包括亲水型催化剂层的洗涤,将反应后的冷却产物倒入压滤式过滤器,向里面灌入1-3L去离子水,进行过滤,过滤至电导率20-40us/m。

6. 根据权利要求1所述的一种水溶性铂碳催化剂制备方法,其特征在于,所述步骤六包括干燥工艺,将过滤好的催化剂放入真空干燥箱内进行干燥,干燥温度60-100℃,干燥10-30小时后取出进行研磨收集。

一种水溶性铂碳催化剂制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及贵金属纳米催化材料技术领域,尤其涉及一种水溶性铂碳催化剂制备方法。

背景技术

[0002] 目前,商业化应用的燃料电池催化剂仍然以铂碳催化剂为主。研究显示,传统炭黑载体负载的铂碳催化的耐腐蚀性较差,而基于石墨化碳载体负载的催化剂能够有效改善载体耐久性能。但是,石墨化碳载体表面的含氧官能团非常少,导致该类型碳载体与水溶液的相容性非常差,特别是在批量制备催化剂时,百克级以上的石墨化碳载体在水中的分散难度会更大。另外,石墨化碳表面与铂粒子的吸附作用小,出现了高石墨化结构碳与金属离子之间的作用力较弱的问题,另外,催化剂的批量化制备仍然面临不少问题与挑战,包括铂颗粒在碳载体上的分散性差,碳载体颗粒易团聚和难以批量化制备等。

发明内容

[0003] 为解决上述现有技术存在的一些问题,本发明提供一种水溶性铂碳催化剂制备方法,以解决上述现有技术中存在的不足。

[0004] 为达上述目的,本发明提供一种水溶性铂碳催化剂制备方法,包括铂碳催化剂制备方法,所述铂碳催化剂制备方法包括步骤一、步骤二、步骤三、步骤四、步骤五及步骤六,所述步骤一包括亲水炭黑的物料准备,称取一定量的超纯水放置备用,再在称量纸上称取适量的炭黑倒入称好水的烧杯中,摇晃使催化剂完全浸润。

[0005] 作为本发明的进一步改进,为了便于给后续酸处理提供均匀的炭黑悬浮液,确保酸处理效果的一致性,所述步骤二包括酸化处理,按照一定比例,称取适量的硝酸和硫酸,分别用量筒量取后,在另一容器中混合均匀,将混合好的酸液缓慢且均匀地滴加到炭黑悬浮液中,边加边用玻璃棒轻轻搅拌,形成混合液。

[0006] 作为本发明的进一步改进,为了避免局部浓度过高导致的团聚现象,保证催化剂制备的重复性和稳定性,所述步骤三包括超声分散,将加入混合酸的炭黑悬浮液放入超声分散机中,设定合适的超声功率和分散时间,分散时间的选择应根据炭黑的种类、粒径以及所需亲水程度进行调整,一般建议在30分钟至180分钟之间,在超声分散过程中,应定期检查悬浮液的状态。

[0007] 作为本发明的进一步改进,为了能够更有效地负载铂纳米粒子,形成高分散度的铂碳催化剂,所述步骤四包括高温反应,将分散好的炭黑悬浮液转移到聚四氟乙烯反应釜中,密封好反应釜的盖子。将反应釜置于加热设备中,设定温度为150℃,进行高温反应,高温反应能够加速酸与炭黑之间的化学反应,进一步增加炭黑的亲水性。反应时间一般设定为3小时,以确保反应充分进行。在反应过程中,应定期检查反应釜的压力和温度,确保其在安全范围内运行。

[0008] 作为本发明的进一步改进,为了能够抵抗反应过程中的化学侵蚀和物理磨损,所

述步骤五包括亲水型催化剂层的洗涤,将反应后的冷却产物倒入压滤式过滤器,向里面灌入1-3L去离子水,进行过滤,过滤至电导率20-40us/m。

[0009] 作为本发明的进一步改进,为了方便地去除催化剂表面的杂质和未反应的酸液,确保催化剂的纯度,所述步骤六包括干燥工艺,将过滤好的催化剂放入真空干燥箱内进行干燥,干燥温度60-100℃,干燥10-30小时后取出进行研磨收集。

[0010] 本发明工作时,首先,需要准备一定量的超纯水,并放置在洁净的容器中备用;随后,在称量纸上精确称取适量的炭黑,避免与空气中的杂质接触;将称好的炭黑缓慢倒入装有超纯水的烧杯中,通过轻轻摇晃烧杯,使炭黑颗粒完全浸润于水中;此步骤的目的是为后续酸处理提供均匀的炭黑悬浮液,确保酸处理效果的一致性;需要配制一定比例的确酸和硫酸混合液;硝酸和硫酸的比例应根据炭黑的种类和所需亲水程度进行调整;硝酸和硫酸的混合使用能够更有效地在炭黑表面引入亲水基团;在配制混合酸时,应使用玻璃棒进行充分搅拌,确保两者均匀混合;然后,将混合好的酸缓慢加入到炭黑悬浮液中,边加边搅拌,避免局部浓度过高导致炭黑颗粒聚集或损坏;将分散好的炭黑悬浮液转移到聚四氟乙烯反应釜中,密封好反应釜的盖子;将反应釜置于加热设备中,设定温度为150℃,进行高温反应;高温反应能够加速酸与炭黑之间的化学反应,进一步增加炭黑的亲水性;反应时间一般设定为3小时,以确保反应充分进行;在反应过程中,应定期检查反应釜的压力和温度,确保其在安全范围内运行;反应完成后,将反应产物进行过滤处理,以去除多余的酸和杂质;过滤时应选择适当的滤纸或滤膜,以避免催化剂颗粒的损失;过滤后的催化剂应放入真空干燥箱,干燥10-30小时后取出进行研磨收集。

[0011] 本发明的有益效果在于:本发明提供了一种水溶性铂碳催化剂制备方法,该制备方法的有益效果主要体现在以下几个方面:

1.提高催化剂的亲水性:

通过酸化处理和高温反应,炭黑的表面性质得到显著改善,增加了其亲水性,这使得催化剂在水相反应体系中能够更好地分散和稳定,提高了催化效率。

[0012] 2.优化催化剂的制备工艺:

该方法采用超声分散技术,确保了炭黑与酸液的均匀混合,避免了局部浓度过高导致的团聚现象,同时,通过精确控制反应时间和温度,保证了催化剂制备的重复性和稳定性。

[0013] 3.提高催化剂的活性:

亲水型炭黑作为载体,能够更有效地负载铂纳米粒子,形成高分散度的铂碳催化剂,这种高分散度有助于增加催化剂的活性位点,从而提高催化反应的速率和效率。

[0014] 4.简化催化剂的后处理过程:

通过压滤式过滤器进行洗涤,可以方便地去除催化剂表面的杂质和未反应的酸液,同时控制洗涤液的电导率,确保催化剂的纯度,此外,真空干燥工艺进一步去除了催化剂中的水分和残留溶剂,简化了后处理步骤。

[0015] 5.增强催化剂的耐用性:

经过高温反应和洗涤处理后的催化剂,其结构更加稳定,能够抵抗反应过程中的化学侵蚀和物理磨损,从而延长催化剂的使用寿命。

附图说明

[0016] 为了便于本领域技术人员理解,下面结合附图对本发明作进一步的说明:

图1为本水溶性铂碳催化剂在不同电压电流条件下的塔菲尔曲线图。

具体实施方式

[0017] 为了使本技术领域的人员更好地理解本申请中的技术方案,下面结合附图1对本发明作进一步描述,以下实施例仅用于更加清楚地说明本发明的技术方案,而不能以此来限制本发明的保护范围。

[0018] 如图1所示的 一种水溶性铂碳催化剂制备方法,包括铂碳催化剂制备方法,所述铂碳催化剂制备方法包括步骤一、步骤二、步骤三、步骤四、步骤五及步骤六,所述步骤一包括亲水炭黑的物料准备,称取一定量的超纯水放置备用,再在称量纸上称取适量的炭黑倒入称好水的烧杯中,摇晃使催化剂完全浸润。

[0019] 所述步骤二包括酸化处理,按照一定比例,称取适量的硝酸和硫酸,分别用量筒量取后,在另一容器中混合均匀,将混合好的酸液缓慢且均匀地滴加到炭黑悬浮液中,边加边用玻璃棒轻轻搅拌,形成混合液。

[0020] 所述步骤三包括超声分散,将加入混合酸的炭黑悬浮液放入超声分散机中,设定合适的超声功率和分散时间,分散时间的选择应根据炭黑的种类、粒径以及所需亲水程度进行调整,一般建议在30分钟至180分钟之间,在超声分散过程中,应定期检查悬浮液的状态。

[0021] 所述步骤四包括高温反应,将分散好的炭黑悬浮液转移到聚四氟乙烯反应釜中,密封好反应釜的盖子。将反应釜置于加热设备中,设定温度为150℃,进行高温反应,高温反应能够加速酸与炭黑之间的化学反应,进一步增加炭黑的亲水性。反应时间一般设定为3小时,以确保反应充分进行。在反应过程中,应定期检查反应釜的压力和温度,确保其在安全范围内运行。

[0022] 所述步骤五包括亲水型催化剂层的洗涤,将反应后的冷却产物倒入压滤式过滤器,向里面灌入1-3L去离子水,进行过滤,过滤至电导率20-40us/m。

[0023] 所述步骤六包括干燥工艺,将过滤好的催化剂放入真空干燥箱内进行干燥,干燥温度60-100℃,干燥10-30小时后取出进行研磨收集。

[0024] 本发明工作时,本发明工作时,首先,需要准备一定量的超纯水,并放置在洁净的容器中备用;随后,在称量纸上精确称取适量的炭黑,避免与空气中的杂质接触;将称好的炭黑缓慢倒入装有超纯水的烧杯中,通过轻轻摇晃烧杯,使炭黑颗粒完全浸润于水中;此步骤的目的是为后续酸处理提供均匀的炭黑悬浮液,确保酸处理效果的一致性;需要配制一定比例的硝酸和硫酸混合液;硝酸和硫酸的比例应根据炭黑的种类和所需亲水程度进行调整;硝酸和硫酸的混合使用能够更有效地在炭黑表面引入亲水基团;在配制混合酸时,应使用玻璃棒进行充分搅拌,确保两者均匀混合;然后,将混合好的酸缓慢加入到炭黑悬浮液中,边加边搅拌,避免局部浓度过高导致炭黑颗粒聚集或损坏;将分散好的炭黑悬浮液转移到聚四氟乙烯反应釜中,密封好反应釜的盖子;将反应釜置于加热设备中,设定温度为150℃,进行高温反应;高温反应能够加速酸与炭黑之间的化学反应,进一步增加炭黑的亲水性;反应时间一般设定为3小时,以确保反应充分进行;在反应过程中,应定期检查反应釜的

压力和温度,确保其在安全范围内运行;反应完成后,将反应产物进行过滤处理,以去除多余的酸和杂质;过滤时应选择适当的滤纸或滤膜,以避免催化剂颗粒的损失;过滤后的催化剂应放入真空干燥箱,干燥10-30小时后取出进行研磨收集。

实施例1

[0025] 步骤一:亲水炭黑的物料准备,称取500mL超纯水放置备用;在称量纸上称取20g炭黑,倒入装有超纯水的烧杯中,摇晃使炭黑完全浸润。

[0026] 步骤二:酸化处理

称取10mL浓硝酸和20mL浓硫酸,分别用量筒量取后,在玻璃烧杯中混合均匀,将混合好的酸液缓慢且均匀地滴加到炭黑悬浮液中,边加边用玻璃棒轻轻搅拌,形成混合液。

[0027] 步骤三:超声分散

将加入混合酸的炭黑悬浮液放入超声分散机中,设定超声功率为200W,分散时间为90分钟;在超声分散过程中,定期检查悬浮液的状态,确保无团聚现象。

[0028] 步骤四:高温反应

将分散好的炭黑悬浮液转移到聚四氟乙烯反应釜中,密封好反应釜的盖子;将反应釜置于加热设备中,设定温度为150℃,进行高温反应3小时;在反应过程中,定期检查反应釜的压力和温度,确保其在安全范围内运行。

[0029] 步骤五:亲水型催化剂层的洗涤

将反应后的冷却产物倒入压滤式过滤器,向里面灌入2L去离子水,进行过滤;过滤至电导率达到30us/m时停止。

[0030] 步骤六:干燥工艺

将过滤好的催化剂放入真空干燥箱内,设定干燥温度为80℃,干燥24小时;干燥完成后取出催化剂,进行研磨收集。

实施例2

[0031] 步骤一:亲水炭黑的物料准备,称取500mL超纯水放置备用;在称量纸上称取20g炭黑,倒入装有超纯水的烧杯中,摇晃使炭黑完全浸润。

[0032] 步骤二:酸化处理

称取10mL浓硝酸和20mL浓硫酸,分别用量筒量取后,在玻璃烧杯中混合均匀,将混合好的酸液缓慢且均匀地滴加到炭黑悬浮液中,边加边用玻璃棒轻轻搅拌,形成混合液。

[0033] 步骤三:超声分散

将加入混合酸的炭黑悬浮液放入超声分散机中,设定超声功率为200W,分散时间为90分钟;在超声分散过程中,定期检查悬浮液的状态,确保无团聚现象。

[0034] 步骤四:高温反应

将分散好的炭黑悬浮液转移到聚四氟乙烯反应釜中,密封好反应釜的盖子;将反应釜置于加热设备中,设定温度为150℃,进行高温反应3小时;在反应过程中,定期检查反应釜的压力和温度,确保其在安全范围内运行。

[0035] 步骤五:亲水型催化剂层的洗涤

将反应后的冷却产物倒入压滤式过滤器,向里面灌入1.5L去离子水,进行过滤;过滤至电导率达到25us/m时停止。

[0036] 步骤六:干燥工艺

将过滤好的催化剂放入真空干燥箱内,设定干燥温度为90℃,干燥18小时;干燥完成后取出催化剂,进行研磨收集。

实施例3

[0037] 步骤一:亲水炭黑的物料准备,称取500mL超纯水放置备用;在称量纸上称取20g炭黑,倒入装有超纯水的烧杯中,摇晃使炭黑完全浸润。

[0038] 步骤二:酸化处理

称取10mL浓硝酸和20mL浓硫酸,分别用量筒量取后,在玻璃烧杯中混合均匀,将混合好的酸液缓慢且均匀地滴加到炭黑悬浮液中,边加边用玻璃棒轻轻搅拌,形成混合液。

[0039] 步骤三:超声分散

将加入混合酸的炭黑悬浮液放入超声分散机中,设定超声功率为200W,分散时间为90分钟;在超声分散过程中,定期检查悬浮液的状态,确保无团聚现象。

[0040] 步骤四:高温反应

将分散好的炭黑悬浮液转移到聚四氟乙烯反应釜中,密封好反应釜的盖子;将反应釜置于加热设备中,设定温度为150℃,进行高温反应3小时;在反应过程中,定期检查反应釜的压力和温度,确保其在安全范围内运行。

[0041] 步骤五:亲水型催化剂层的洗涤

将反应后的冷却产物倒入压滤式过滤器,向里面灌入3L去离子水,进行过滤;过滤至电导率达到40us/m时停止。

[0042] 步骤六:干燥工艺

将过滤好的催化剂放入真空干燥箱内,设定干燥温度为70℃,干燥30小时;干燥完成后取出催化剂,进行研磨收集。

[0043] 本发明并不局限于上述实施例,在本发明公开的技术方案的基础上,本领域的技术人员根据所公开的技术内容,不需要创造性的劳动就可以对其中的一些技术特征作出一些替换和变形,这些替换和变形都在本发明的保护范围内。

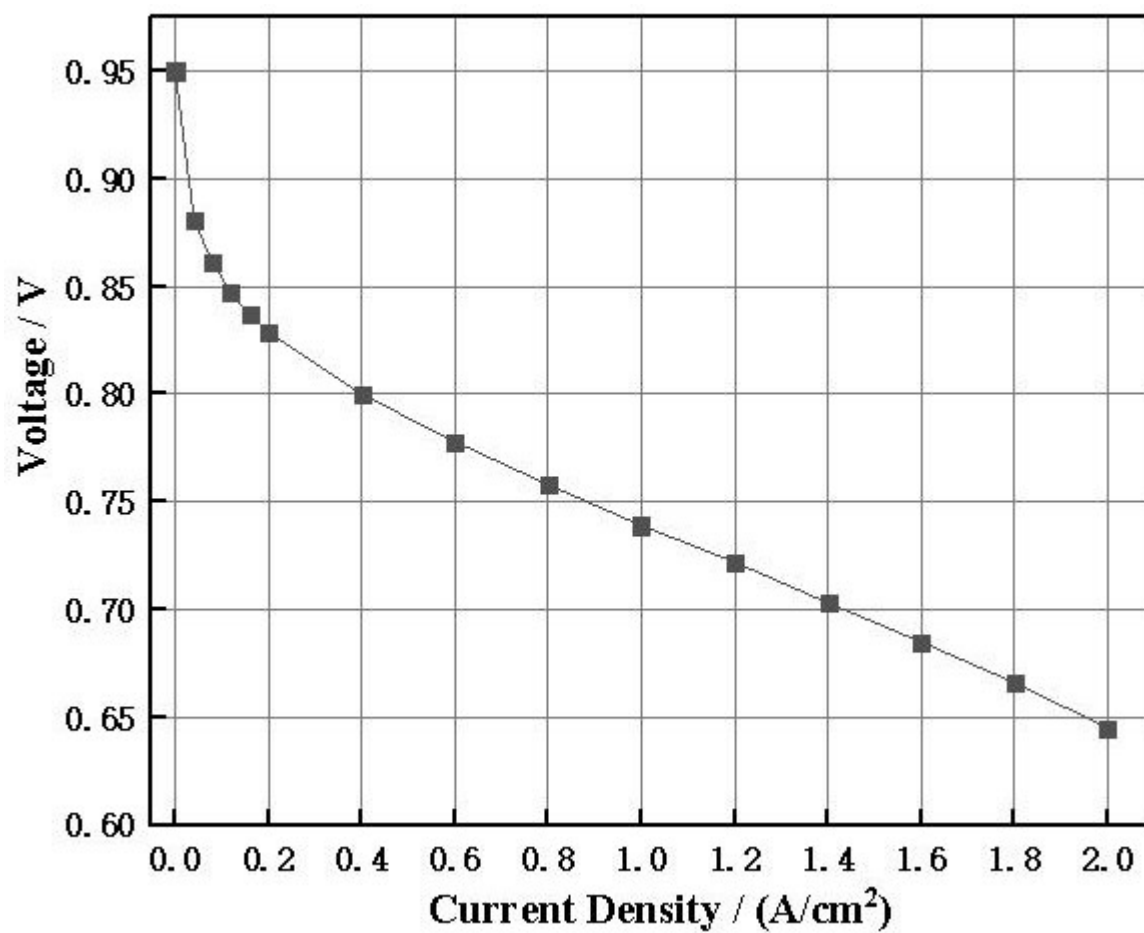


图 1