

VERSLAG

Meetsessie 26-01-747 DUBBLE
19.04.2006 – 22.04.2006

Annemie Adriaens, Bart Schotte, Frederik Dhooghe
Universiteit Gent, Vakgroep Analytische Chemie, Krijgslaan 281-S12, 9000 Gent

1. Achtergrond en doelstelling

Het koppelen van elektrochemische apparatuur met SR opstellingen voor het uitvoeren van in-situ analyses, biedt de mogelijkheid om gevormde chemische componenten te bestuderen gedurende het verloop van elektrochemische processen (i.e. in real-time of tijdsgeresolveerde metingen). Het is evident dat dergelijke metingen een significante bijdrage kunnen leveren tot het begrijpen van oppervlakreacties aan elektroden.

De metingen uitgevoerd aan DUBBLE hebben als doel de ontwikkeling en toepassing van bovenvermelde tijdsgeresolveerde in-situ SR-technieken voor de studie van redoxprocessen onder gecontroleerde omstandigheden. Twee projecten worden hierbij beschouwd: (1) nagaan in hoeverre elektrochemische metingen ingezet kunnen worden om oppervlakbehandelingsprocessen van koperen voorwerpen te controleren en (2) de studie naar het gebruik van elektrochemische methoden als behandelingstechniek voor (oude) metalen voorwerpen.

In voorafgaande meetperioden (26-01-720, 26-01-726, 26-01-733) werden de materialen van de speciaal hiervoor ontworpen elektrochemische cel getest op hun resistentie en mechanische eigenschappen wanneer bestraald met X-stralen. Daarnaast werd de optimale geometrie onderzocht voor het uitvoeren van XAS experimenten in de in-situ cel. Tenslotte werden testmetingen uitgevoerd op koper- en loodmonsters.

Deze experimenten brachten een aantal onduidelijkheden met zich mee inzake het begrip van het resulterende XAS signaal. Zo stijgt ondermeer het XAS signaal van de elektrode in de elektrolytoplossing in functie van de tijd zonder dat er een elektrochemische reactie plaats grijpt. Gezien het complexe systeem, is het noodzakelijk te weten welke factoren bijdragen tot het XAS spectrum. Mogelijk kunnen colloïdale deeltjes, afkomstig van de elektrode, in oplossing gaan en het XAS signaal beïnvloeden. In deze meetsessie werd deze problematiek in detail bestudeerd en werden afzonderlijke metingen uitgevoerd op het elektrolyt, venster en elektrode. Daarna werden een aantal experimenten uit vorige sessies herhaald. Het betreft de stabiliteit van paratacamiet in sesquicarbonaat en de omzetting van nantokiet (CuCl) naar cupriet (Cu_2O) in dezelfde oplossing.

2. Resultaten

- We kunnen aantonen dat wanneer een corrosielaag bestaande uit koperchloride bedekt is met elektrolyt en kapton of LDPE venster, dat het XAS spectrum karakteristiek is voor de vloeistof en het venster en dus niet voor het te meten oppervlak.
- Het signaal dat we daarbij meten is een combinatie van koperchloride opgelost in de elektrolytoplossing en deze geabsorbeerd aan het venster.
- Zowel kapton als LDPE (beiden worden gebruikt als venstermateriaal) absorberen koperchloride en geven een duidelijke koperrand weer.

- Het stijgende XAS signaal in functie van de tijd is een gevolg van het feit dat de concentratie van koperchloride in oplossing toeneemt.
- Dezelfde resultaten werden bekomen met koperoxide als corrosielaag. Weliswaar zijn de effecten kleiner.
- Koper in elektrolytoplossing toont een zeer kleine toename in XAS signaal. De significantie van de stijging dient nog te worden na gegaan.