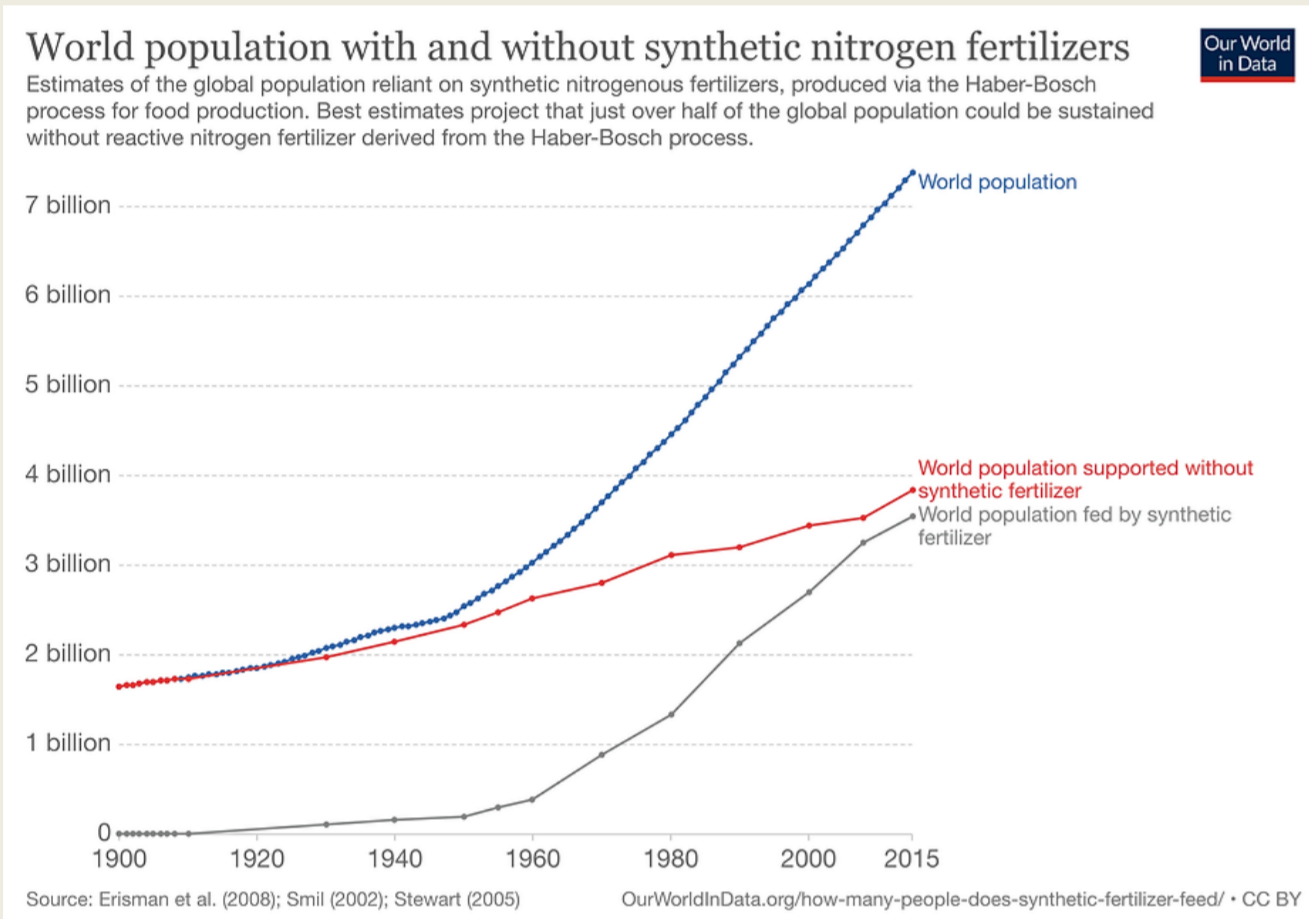


# Vom Molekül zum Katalysator: Abscheidung von Materialien für elektrisch getriebene Reaktionen.

Asja Begić, Yannis Höhle, Simon Richter, Anna Lena Vienken, Niyaz Alizadeh, Sven Schneider

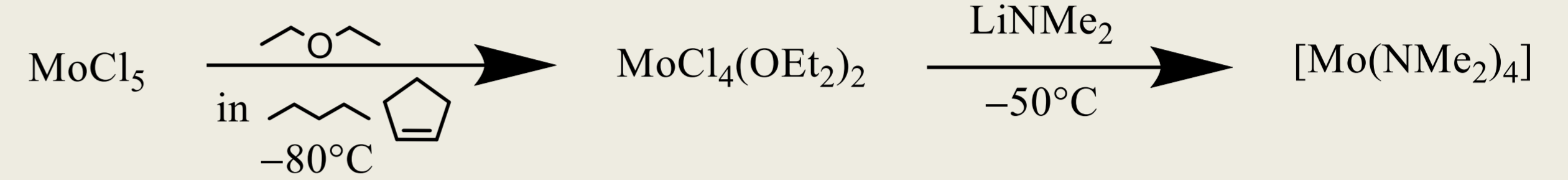
## Einleitung:

Für die weltweite Düngerproduktion ist die Herstellung von Ammoniak von großer Relevanz. Hierfür wird der sehr energieintensive Haber-Bosch-Prozess verwendet, für den Wasserstoff benötigt wird, der meistens aus fossilen Ressourcen hergestellt wird. Eine Alternative dazu bietet die elektrokatalytische Stickstofffixierung in wässriger Lösung. Für diese Reaktionen werden jedoch Katalysatoren benötigt. MoS<sub>2</sub> zeigte in Studien großes Potential [1,2], weswegen wir mit dem ALD-Verfahren ultradünne MoS<sub>2</sub> Schichten auf Glaskohlenstoff (GC)-Elektroden hergestellt und in der Elektrolyse verwendet haben. Zudem wurden die beschichteten Elektroden mit verschiedenen Methoden analysiert.

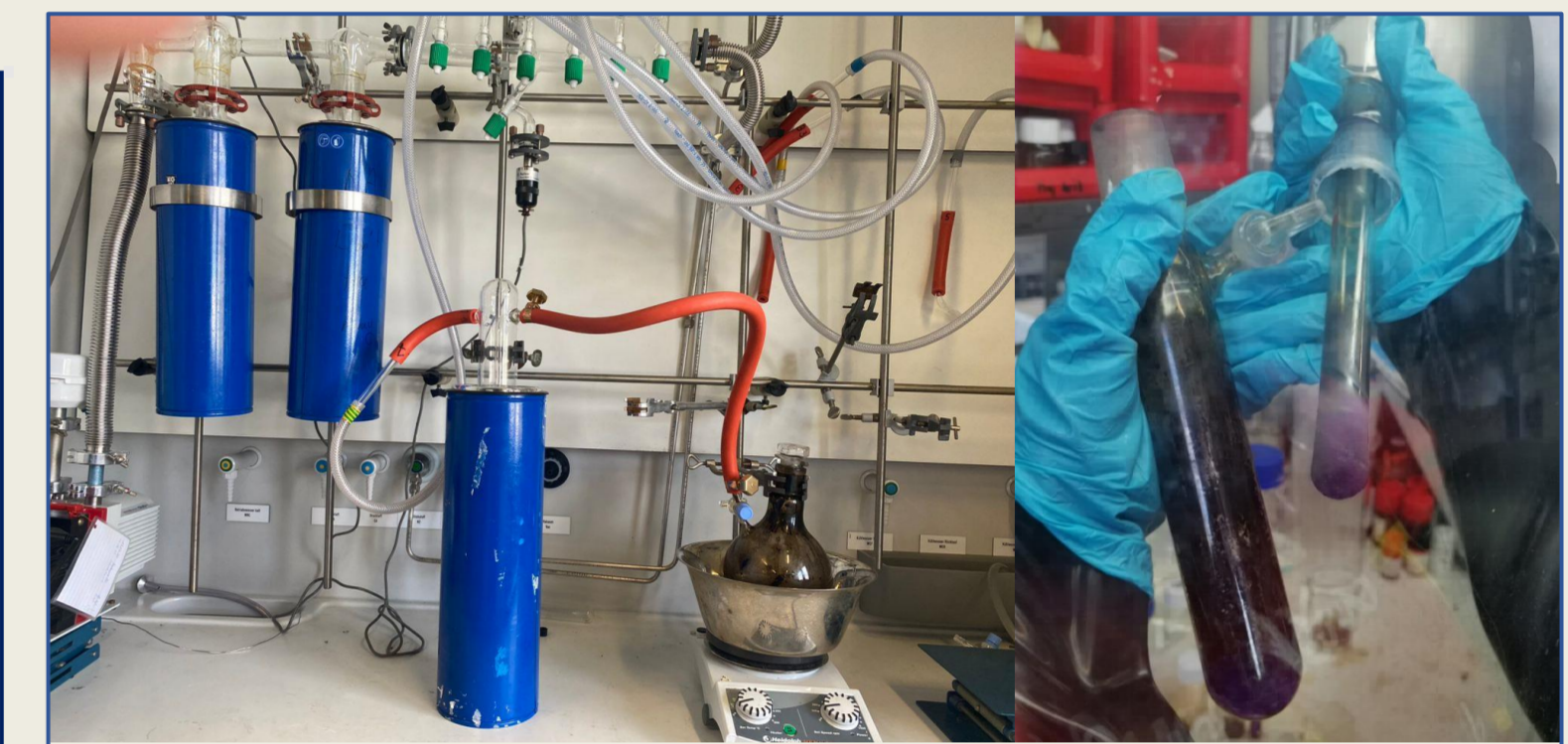


## Precursor-Synthese:

Zur Nutzung im ALD-Prozess müssen die Substrate leicht flüchtig sein, sowie die gewünschte Reaktivität besitzen. Dafür wurde [Mo(NMe<sub>2</sub>)<sub>4</sub>] genutzt, welches zuerst synthetisiert werden musste.

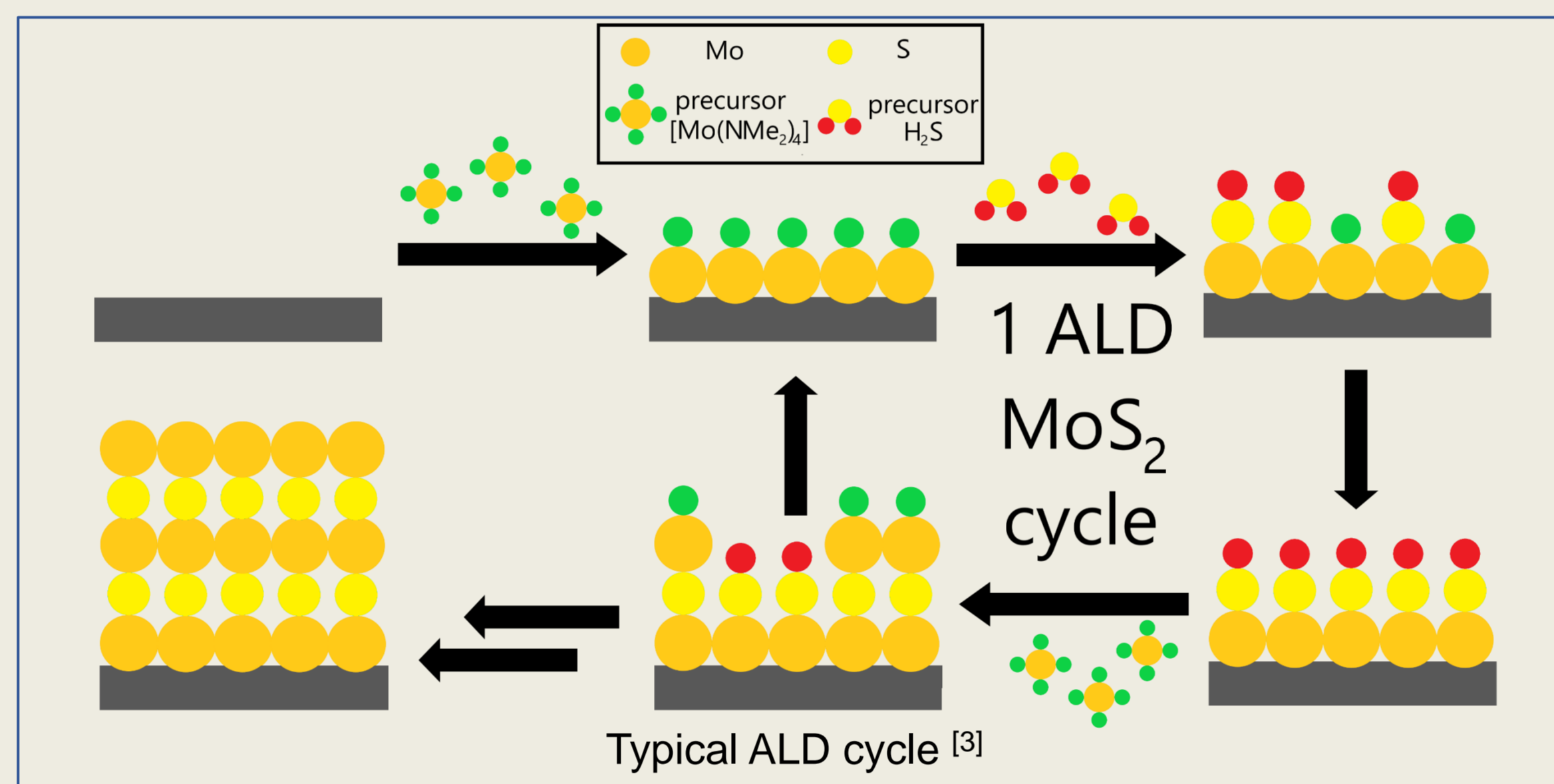


Die ganze Synthese musste unter absolutem Ausschluss von Sauerstoff und Wasser durchgeführt werden, da auch nur kleine Spuren davon zur Zersetzung des Produkts führen. Das Substrat wurde durch Sublimation gereinigt.

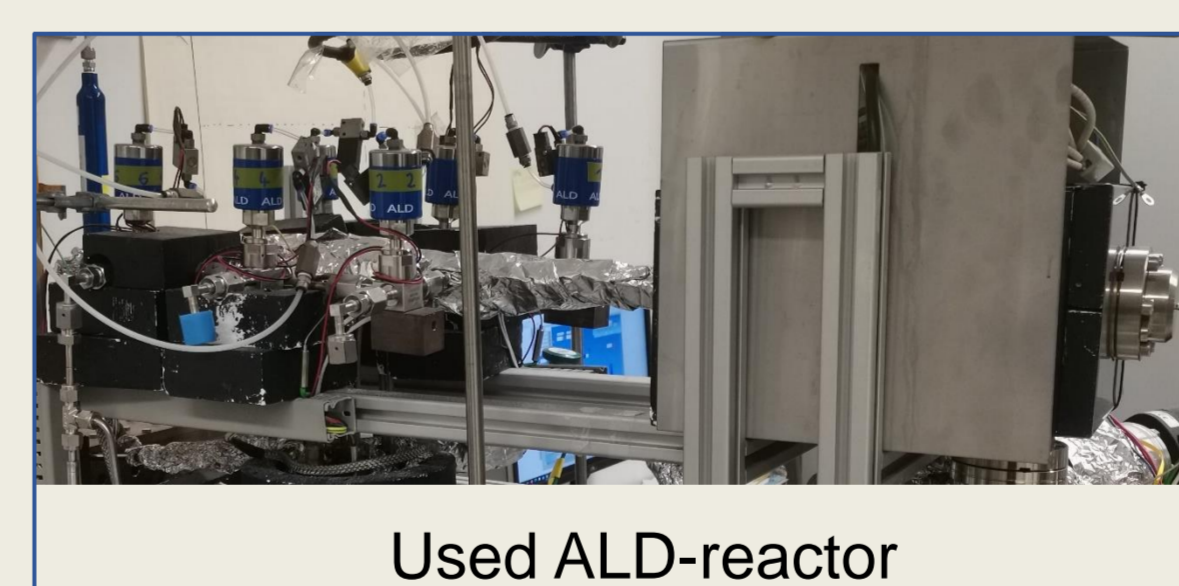
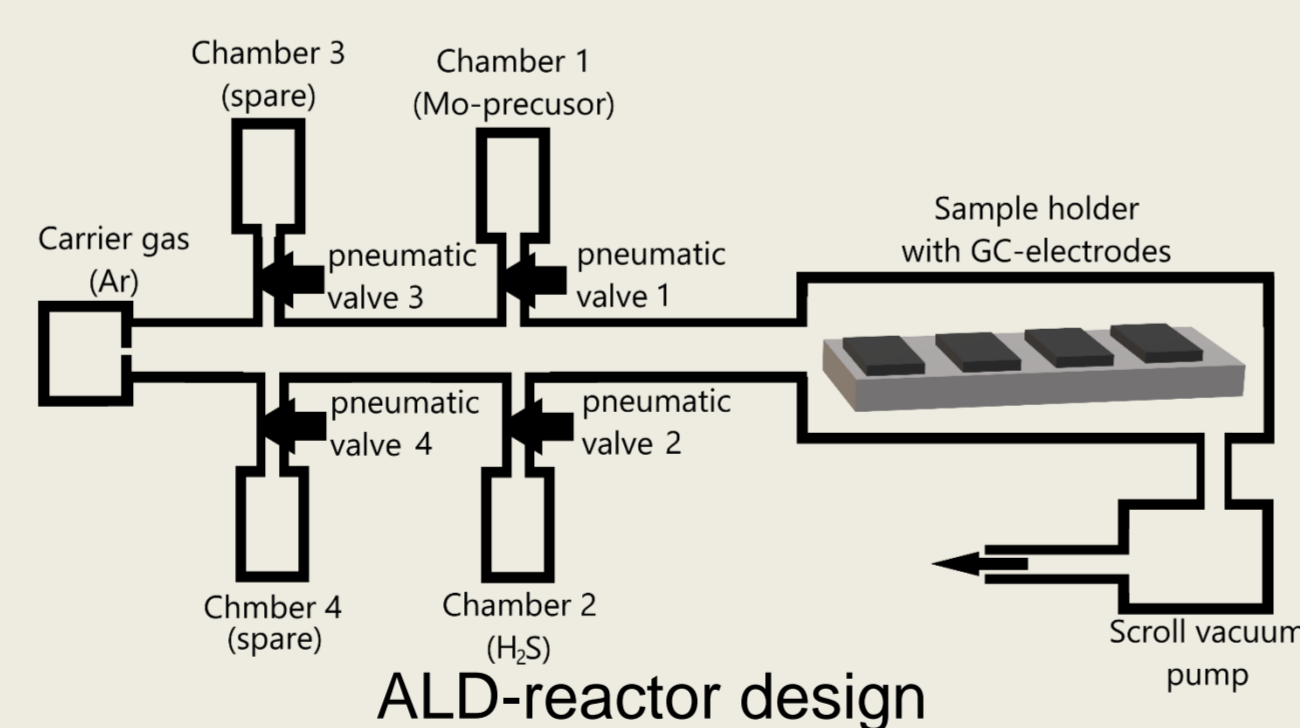


Synthese des [Mo(NMe<sub>2</sub>)<sub>4</sub>]

## Atomic Layer Deposition (ALD):

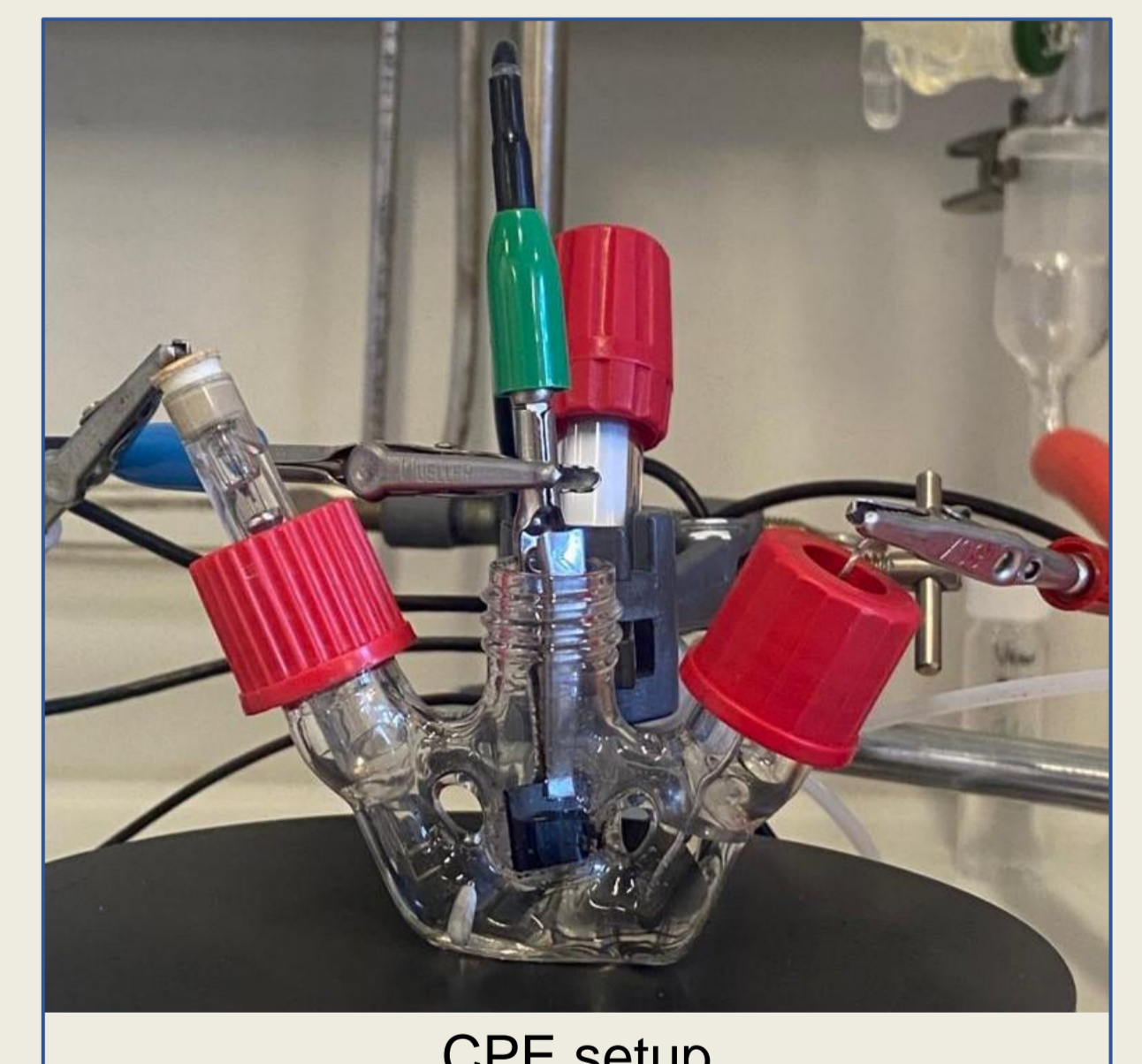
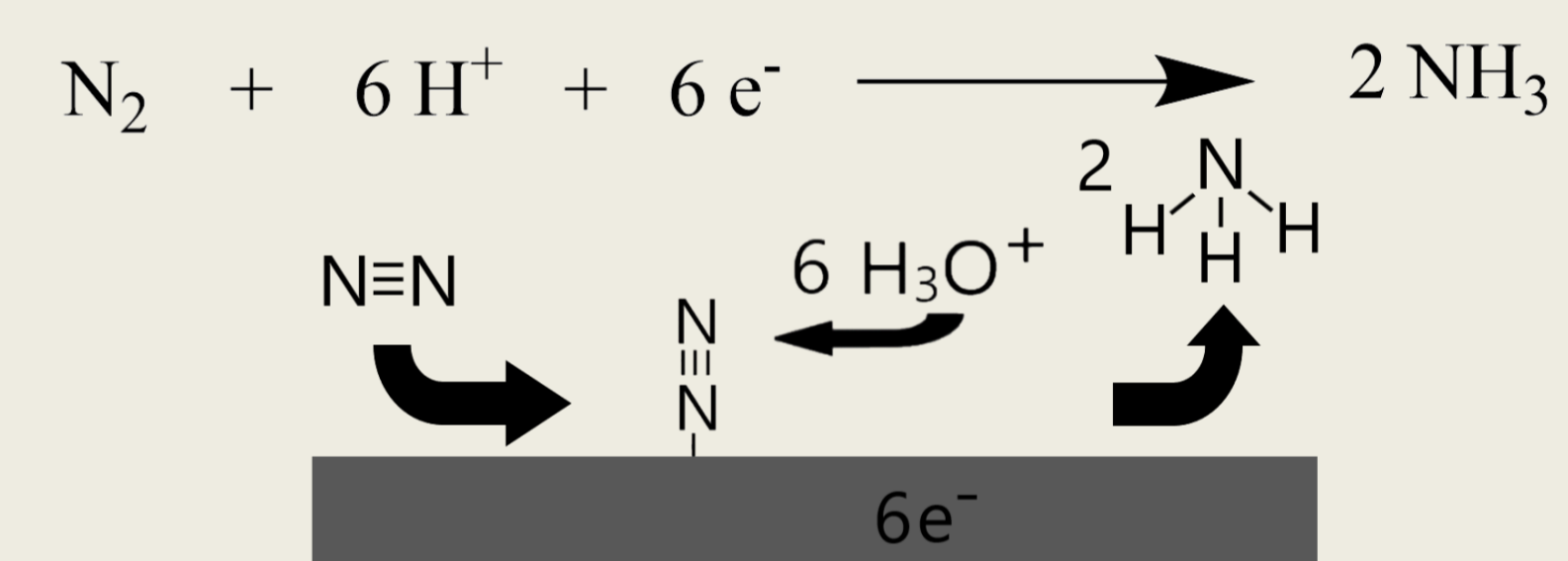


Mit Hilfe des ALD-Prozesses wurden ultradünne Schichten hergestellt, wobei [Mo(NMe<sub>2</sub>)<sub>4</sub>] und H<sub>2</sub>S als Substrate genutzt wurden. Hierfür wurde im ALD-Reaktor eine Schicht des [Mo(NMe<sub>2</sub>)<sub>4</sub>] durch einem Edelgasstrom auf den Glaskohlenstoffelektroden (GC) abgeschieden. Als nächstes wurde mit H<sub>2</sub>S das N(Me<sub>2</sub>) mit Sulfiden als Bindungspartnern ersetzt, sodass MoS<sub>2</sub> entstand. Da die Reaktionen auf der Oberfläche sich selbst limitieren, ergibt sich nach jedem Zyklus eine ein Molekül dünne Schicht. Mit der Anzahl der Zyklen kann die Schichtdicke genau kontrolliert werden.



Used ALD-reactor

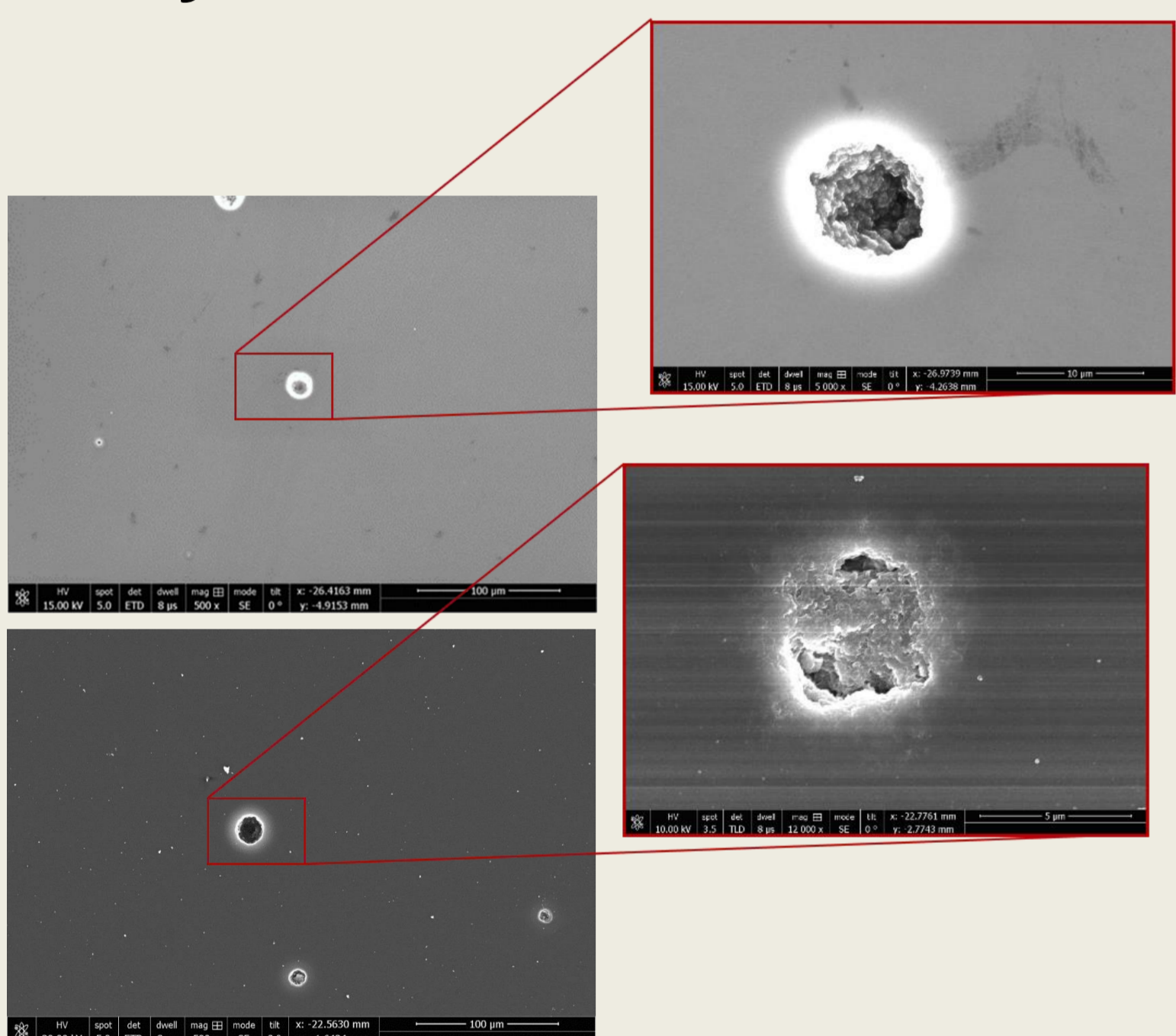
## Katalyse:



CPE setup

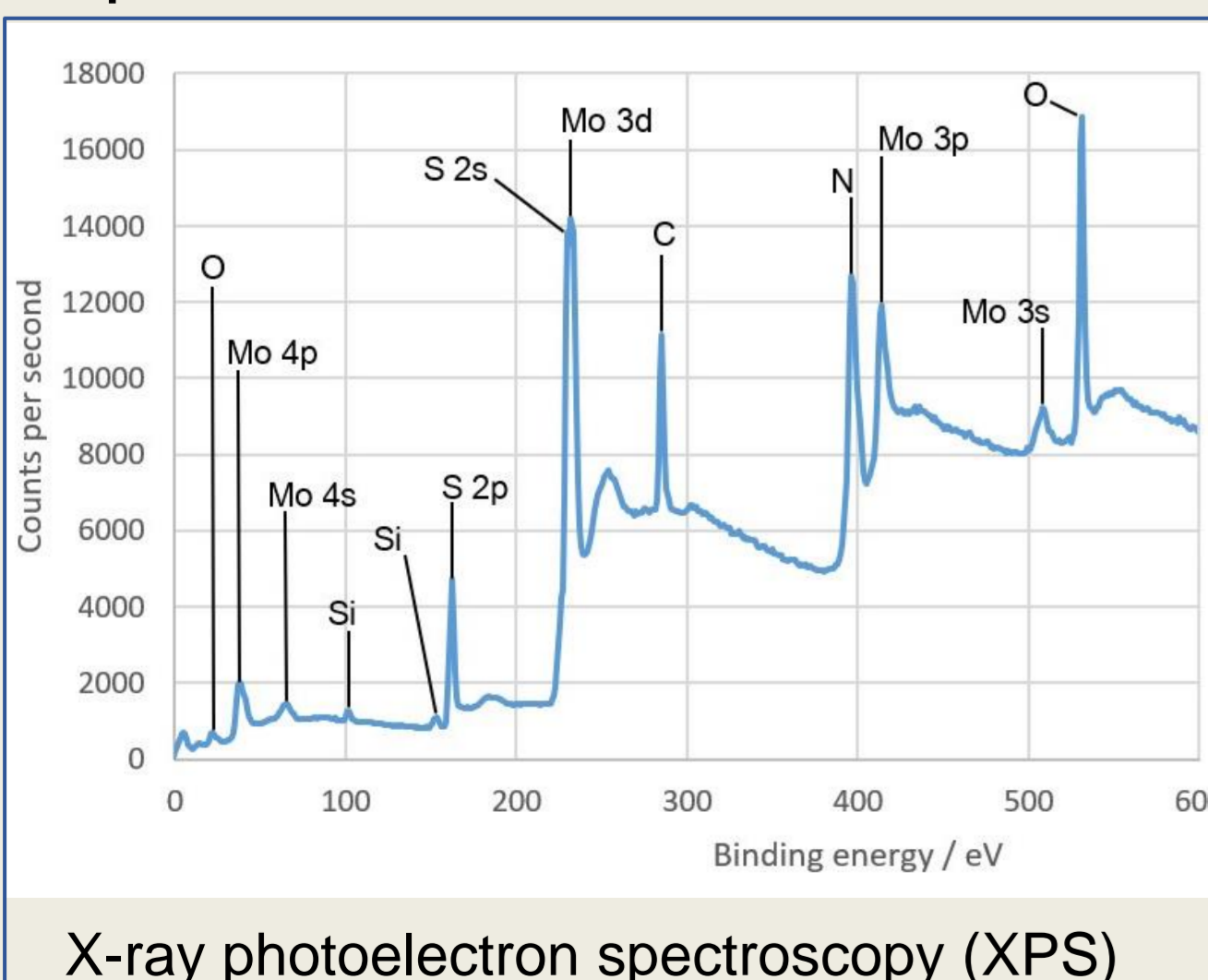
Ziel des Projekts war die Elektrokatalyse der Ammoniak-synthese. Diese wurde in einer kleinen Elektrolysezelle durchgeführt. Allerdings hat die Bestimmung des Ammoniakgehalts gezeigt, dass die Ammoniakbildung mit Katalysator und ohne Katalysator ähnlich ist. Dies bedeutet, dass unser so hergestellter vermeintlicher Katalysator keine katalytische Aktivität für diese Reaktion zeigt.

## Analyse der Elektroden:

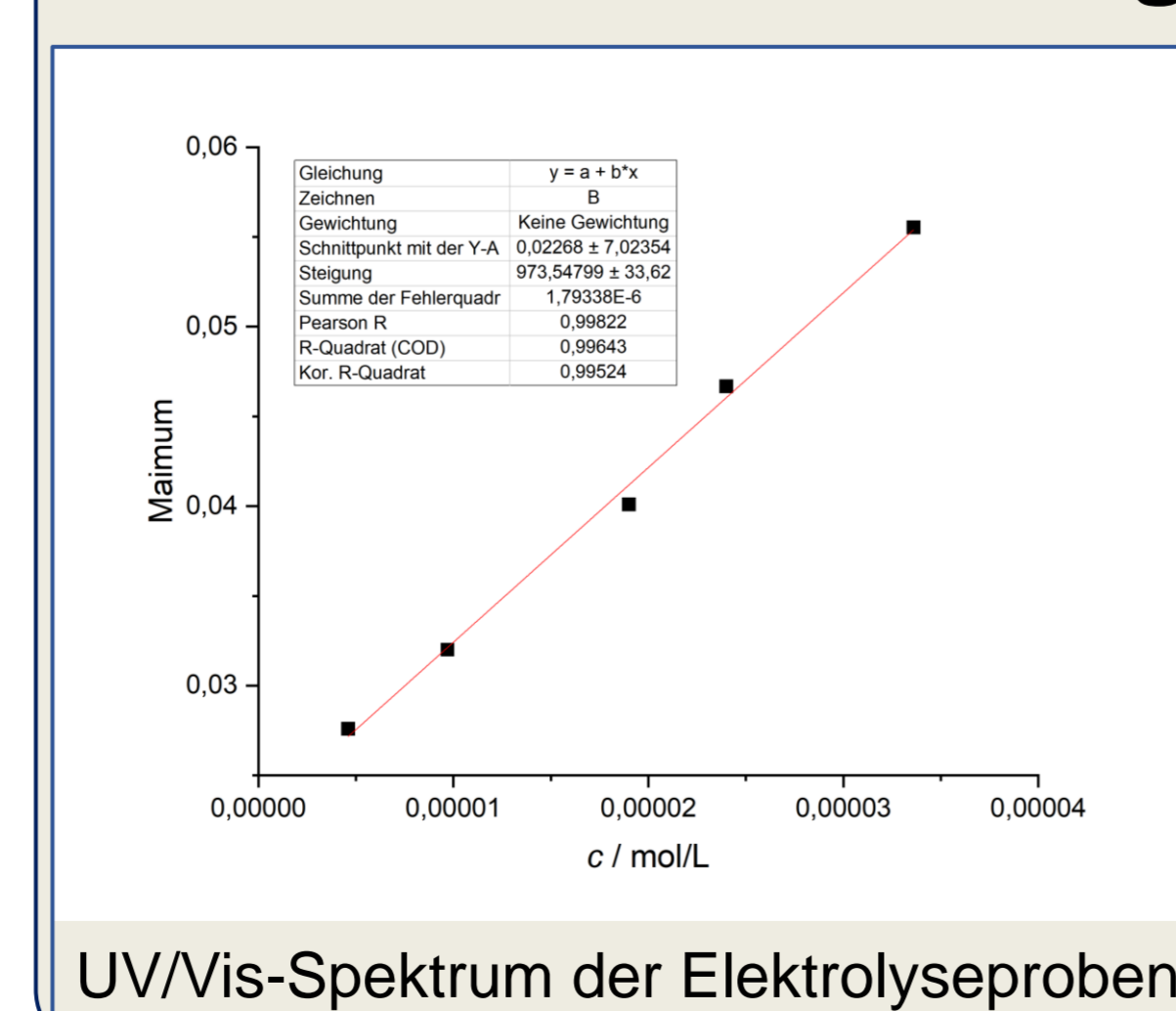


SEM der reinen GC (oben) und der MoS<sub>2</sub>-beschichteten (unten) mit hervorgehobenen Defekten

Unter anderem wurde die Rasterelektronenmikroskopie (SEM) benutzt, um die Oberfläche der Elektroden zu analysieren. Mit der XPS-Methode konnte die elementare Zusammensetzung ermittelt werden, wobei diese, wie zu erwarten, hauptsächlich aus Mo und S bestand.



## Ammoniakbestimmung:



Mit Hilfe der Indophenol-Methode lässt sich der Ammoniakgehalt einer Lösung durch UV/Vis-Spektroskopie sehr genau bestimmen. Dafür werden verschiedene Reagenzien zu der Probelösung gegeben, sodass bei einer bestimmten Wellenlänge die Absorbanz proportional zum Ammoniakgehalt ansteigt.

## References:

- Zhang, L., Ji, X., Ren, X., Ma, Y., Shi, X., Tian, Z., Asiri, A. M., Chen, L., Tang, B., Sun, X., Electrochemical Ammonia Synthesis via Nitrogen Reduction Reaction on a MoS<sub>2</sub> Catalysts: Theoretical and Experimental Studies, *Adv. Mater.* **2018**, *30*, 1800191.

## Mehr zu FoLL unter:

[www.uni-goettingen.de/forschendeslernen](http://www.uni-goettingen.de/forschendeslernen)

- Yang, J., Xing, Y., Wu, Z. *et al.* Ultrathin molybdenum disulfide (MoS<sub>2</sub>) film obtained in atomic layer deposition: A mini-review. *Sci. China Technol. Sci.* **2021**, *64*, 2347–2359.
- Kheng Tan, L., Liu, B., Hua Teng, J., Guo, S., Yee Low, H., Ping Loh, K., Atomic layer deposition of a MoS<sub>2</sub> Film, *Nanoscale*, **2014**, *6*, 10584.