



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

C25B 11/081 (2026.05); B82B 1/00 (2026.05)

(21)(22) Заявка: 2025138891, 27.12.2025

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
27.12.2025

Дата регистрации:
18.08.2026

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 27.12.2025

(45) Опубликовано: 18.08.2026 Бюл. № 23

Адрес для переписки:

105005, г. Москва, вн.тер.г. Муниципальный
округ Басманный, ул. 2-я Бауманская, 5, стр.
1, ФГАОУ ВО "МГТУ им. Н.Э. Баумана",
Амелина Ксения Евгеньевна

(72) Автор(ы):

Болдырев Вениамин Станиславович (RU),
Кузнецов Виталий Владимирович (RU),
Герман Константин Эдуардович (RU),
Галиновский Андрей Леонидович (RU),
Рубан Евгений Андреевич (RU),
Хромова Татьяна Дмитриевна (RU),
Бабий Антон Олегович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
образования "Московский государственный
технический университет имени Н.Э.
Баумана (национальный исследовательский
университет)" (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: ЕА 3063 В1, 26.12.2002. RU 2402625
С2, 27.10.2010. KR 816671 В1, 27.03.2008. WO
2007149541 А2, 27.12.2007. GB 2509790 А,
16.07.2014.

(54) Способ изготовления палладийсодержащего электрода-катализатора для электрохимического получения водорода или электроокисления муравьиной кислоты

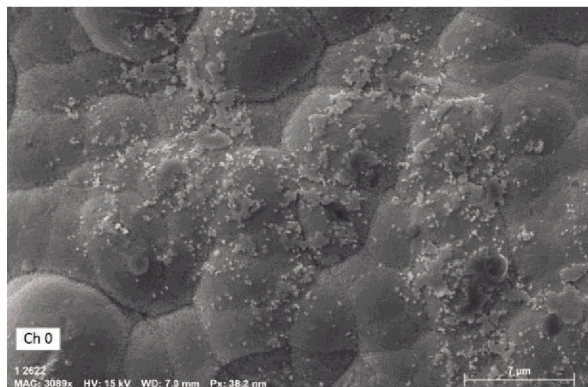
(57) Реферат:

Изобретение относится к способу изготовления электрода-катализатора для электрохимического получения водорода или электроокисления муравьиной кислоты для применения в низкотемпературном топливном элементе с протонпроводящими полимерными мембранами. Способ включает стадии: (А) осаждения карбидообразующего вещества из газовой фазы на углеродный материал носителя с образованием карбидного слоя и (Б) осаждения каталитически активного благородного металла с образованием каталитического слоя. При этом на стадии (А) углеродным материалом носителя является высокоплотный графит, газовая фаза содержит газообразный гексафторид вольфрама

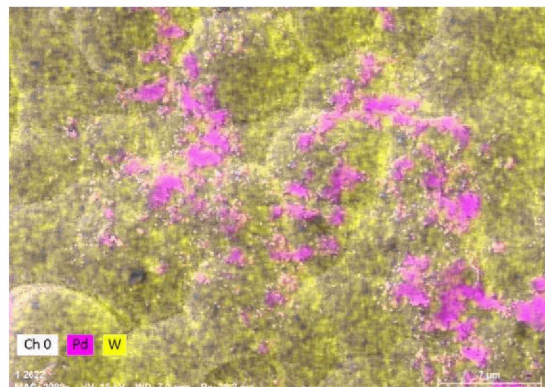
WF₆ в качестве карбидообразующего вещества, газообразный водород H₂ в качестве восстановителя и газообразный пропан C₃H₈ в качестве источника углерода, а осаждение карбидообразующего вещества проводят в следующих условиях: расход гексафторида вольфрама: 1-120 л/ч, расход водорода: 8-960 л/ч, расход пропана: 4-480 л/ч, температура: 450-650°C, давление: 40-300 мм рт. ст. с получением плотного слоя нестехиометрических карбидов вольфрама состава WC_{1-x}, в которых x принимает значения от 0,15 до 0,4, с пористостью менее 0,01% и отсутствием сквозных пор; и на стадии (Б) осаждение каталитически активного благородного металла, которым является

палладий в виде нанокластеров, проводят в бестоковом режиме выдерживанием изделия с нанесённым плотным слоем нестехиометрических карбидов вольфрама в течение 1-2 часов в растворе, содержащем 0,01-0,1 моль/л PdCl_2 в 0,5 М серной кислоте. Технический результат: расширение арсенала способов получения композитных $\text{Pd}(\text{WC}_{1-x})$ электродов-

катализаторов, проявляющих устойчивый каталитический эффект в реакциях электрохимического выделения водорода (РВВ) в растворах серной кислоты или в реакции электроокисления муравьиной кислоты (РЭОМК) при значениях плотности тока для РВВ и потенциале анода для РЭОМК, приемлемых при эксплуатации соответствующих источников тока. 1 з.п. ф-лы, 2 ил., 2 табл., 5 пр.



(А)



(Б)

Фиг. 1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC

C25B 11/081 (2026.05); *B82B 1/00* (2026.05)(21)(22) Application: **2025138891, 27.12.2025**

(24) Effective date for property rights:
27.12.2025

Registration date:
18.08.2026

Priority:

(22) Date of filing: **27.12.2025**(45) Date of publication: **18.08.2026 Bull. № 23**

Mail address:

105005, g. Moskva, vn.ter.g. Munitsipalnyj okrug
Basmannyj, ul. 2-ya Baumanskaya, 5, str. 1,
FGAOU VO "MG TU im. N.E. Baumana", Amelina
Kseniya Evgenevna

(72) Inventor(s):

**Boldyrev Veniamin Stanislavovich (RU),
Kuznetsov Vitalii Vladimirovich (RU),
German Konstantin Eduardovich (RU),
Galinovskii Andrei Leonidovich (RU),
Ruban Evgenii Andreevich (RU),
Khromova Tatiana Dmitrievna (RU),
Babii Anton Olegovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federalnoe gosudarstvennoe avtonomnoe
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniia "Moskovskii gosudarstvennyi
tekhnicheskii universitet imeni N.E. Baumana
(natsionalnyi issledovatel'skii universitet)" (RU)**

(54) **METHOD FOR PRODUCING PALLADIUM-COMPRISING ELECTRODE CATALYST FOR ELECTROCHEMICAL PRODUCTION OF HYDROGEN OR ELECTROOXIDATION OF FORMIC ACID**

(57) Abstract:

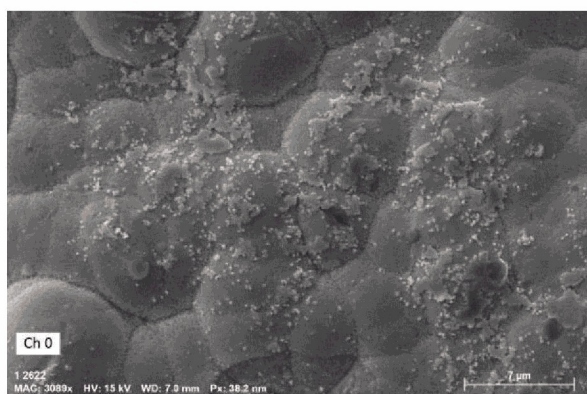
FIELD: chemical production.

SUBSTANCE: invention relates to a method for producing an electrode catalyst for the electrochemical production of hydrogen or the electrooxidation of formic acid for use in a low-temperature fuel cell with proton-conducting polymer membranes. The method includes the following stages: (A) deposition of a carbide-forming substance from the gas phase onto a carbon support material to form a carbide layer and (B) deposition of a catalytically active noble metal to form a catalytic layer. At stage (A), the carbon carrier material is high-density graphite, the gas phase comprises gaseous tungsten hexafluoride WF_6 as a carbide-forming substance, gaseous hydrogen H_2 as a reducing agent and gaseous propane C_3H_8 as a carbon source, and the deposition of the carbide-forming substance is carried out under the following conditions: consumption of tungsten hexafluoride: 1-120 l/h, hydrogen consumption: 8-960 l/h, propane consumption: 4-480 l/h, temperature: 450-650 °C,

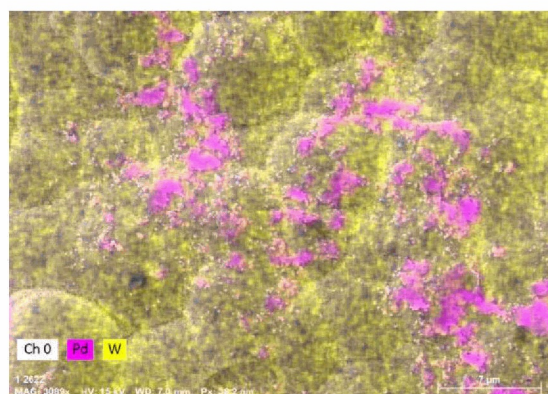
pressure: 40-300 mm Hg to obtain a dense layer of non-stoichiometric tungsten carbides of the composition WC_{1-x} , in which x takes values from 0.15 to 0.4, with a porosity of less than 0.01% and the absence of through pores; and in stage (B), the deposition of a catalytically active noble metal, which is palladium in the form of nanoclusters, is carried out in a current-free mode by holding the product with a dense layer of non-stoichiometric tungsten carbides applied for 1-2 hours in a solution comprising 0.01-0.1 mol/l $PdCl_2$ in 0.5 M sulfuric acid.

EFFECT: expansion of the range of methods for producing composite $Pd(WC_{1-x})$ electrode-catalysts that exhibit a stable catalytic effect in reactions of electrochemical hydrogen evolution (EHE) in sulfuric acid solutions or in the reaction of formic acid electrooxidation (RAFO) at values of current density for EHE and anode potential for RAFO that are acceptable during operation of the corresponding current sources.

2 cl, 2 dwg, 2 tbl, 5 ex



(A)



(Б)

Фиг. 1

RU 2868274 C1

RU 2868274 C1

Область изобретения

Изобретение относится к области электрокатализа и обеспечивает способ изготовления электродного материала в форме слоев нестехиометрического карбида вольфрама состава WC_{1-x} , в которых x принимает значения от 0,15 до 0,4, нанесенных химическим осаждением из газовой фазы, содержащей гексафторид вольфрама WF_6 в качестве прекурсора вольфрама, газообразный водород H_2 в качестве восстановителя и газообразный пропан C_3H_8 в качестве источника углерода; указанные слои модифицированы бестоковым осаждением микроколичеств палладия в виде нанокластеров.

Способ позволяет изготавливать электродные материалы, проявляющие устойчивую каталитическую активность в реакциях электрохимического получения газообразного водорода, известных также как реакцию выделения водорода (РВВ) и в реакции электроокисления муравьиной кислоты (РЭОМК).

Изобретение может быть использовано при разработке генераторов особо чистого водорода с протонообменной мембраной, а также для изготовления анодов низкотемпературных топливных элементов с протонообменной мембраной.

Уровень техники

Из уровня техники известны различные способы получения палладийсодержащих катализаторов, содержащих карбиды вольфрама, пригодных для применения в низкотемпературных топливных элементах.

В заявке CN119040938A (дата публикации: 29.11.2024) раскрыт способ получения электрокатализатора РВВ из карбида вольфрама и нанокластеров палладия, который включает следующие этапы: (А) приготовление раствора дофамина и хлорида палладия с рН около 2; (Б) добавление вольфрамата натрия в раствор, полученный на этапе А, с образованием осадка; (С) Карбонизацию осадка с предварительной сушкой в вакуумном шкафу при температуре $60^\circ C$ в течение 12 часов в трубчатой печи с двойной температурной зоной и инертной атмосферой, которую нагревают до $900^\circ C$ со скоростью около $2^\circ C/мин$ нагрева и проводят карбонизацию в течение 2 часов, чтобы получить материал для электрокатализатора выделения водорода из карбида вольфрама, легированного нанокластерами палладия. Показано, что получаемый катализатор пригоден для проведения РВВ. Данные о катализе РЭОМК в заявке отсутствуют. Предложенный способ характеризуется большой общей длительностью и трудоёмкостью, что является его недостатком.

В качестве аналога заявляемого изобретения авторы рассматривают способ получения нанесённого каталитического материала электрода для топливных элементов, раскрытый в международной опубликованной заявке WO2018/001930 (дата публикации: 04.01.2018). Известный способ включает в себя следующие этапы: предоставление электропроводящего материала носителя на основе углерода; осаждение карбидообразующего вещества из газовой фазы на углеродный материал носителя с образованием карбидных слоёв в результате химической реакции вещества, образующего карбид, с углеродом материала носителя и осаждение каталитически активного благородного металла из газовой фазы с образованием каталитического слоя. Карбидообразующее вещество предпочтительно содержит вольфрам, а каталитически активный благородный металл выбран из платины, рутения, родия, осмия, иридия и палладия. Нанесенный материал катализатора имеет толщину от 1 до 50 атомных слоев. После нанесения карбидообразующего вещества на него наносят слой диффузионного барьера, а затем благородного металла. Изобретение изложено весьма обобщённо и

не содержит информации как об условиях осаждения из газовой фазы, так и об устойчивости работы полученных электродов в условиях низкотемпературного топливного элемента.

Независимо от способа осаждения благородного металла изготовление электрода-катализатора включает стадию нанесения на его поверхность покрытия из карбидов вольфрама. В формуле изобретения к авторскому свидетельству SU413753 (дата публикации: 25.06.1977) заявлен способ получения карбидов вольфрама восстановлением гексафторида вольфрама водородом в присутствии углеводородов, отличающийся тем, что с целью получения карбидов различного стехиометрического состава процесс проводят при 400-900°C, а исходный углеводород, например пропан, подвергают предварительному термokatалитическому крекингу.

Для получения карбида W_2C процесс проводят при соотношении гексафторида вольфрама к водороду от 0,1 до 0,25 и отношении пропана к водороду от 1 до 1,5. Для получения карбида WC процесс проводят при соотношении гексафторида вольфрама к водороду от 0,2 до 0,4 и отношении пропана к водороду от 1,8 до 2,4. Общее давление близко к 1 атм. В Примере 2 толщина слоя W_2C , осаждённого на вольфрамовой подложке, составляет 200 мкм.

В формуле изобретения к опубликованной международной заявке WO00/47796 (дата публикации: 17.08.2000) заявлен способ получения карбидов вольфрама путем химического газофазного осаждения на нагретой подложке с использованием смеси газов, включающий гексафторид вольфрама, водород, углеродсодержащий газ, и, не обязательно, инертный газ, отличающийся тем, что углеродсодержащий газ предварительно активируют путем нагрева до температуры 500-850°C.

Предпочтительно в качестве углеродсодержащего газа используют пропан, процесс ведут при давлении 2-150 кПа, температуре подложки 400-900°C, соотношении углеродсодержащего газа к водороду 0,2-1,7, соотношении гексафторида вольфрама к водороду 0,02-0,12.

Для получения монокарбида вольфрама WC процесс ведут при соотношении углеродсодержащего газа к водороду 1,0-1,5, гексафторида вольфрама к водороду 0,08-0,10, углеродсодержащий газ предварительно нагревают до температуры 750-850°C.

Для получения полукарбида вольфрама W_2C процесс ведут при соотношении углеродсодержащего газа к водороду 0,75-0,90, гексафторида вольфрама к водороду 0,06-0,08, углеродсодержащий газ предварительно нагревают до температуры 600-750°C.

Альтернативно, в том случае, если процесс ведут при соотношении углеродсодержащего газа к водороду 0,90-1,00, гексафторида вольфрама к водороду 0,07-0,09, углеродсодержащий газ предварительно нагревают до температуры 670-790°C, то получают смесь карбидов WC и W_2C . В примере 13 при соотношении WF_6 к H_2 равном 0,048 и соотношении C_3H_8 к H_2 равном 0,65 с предварительной термоактивацией C_3H_8 при 700°C, температуре 520°C и давлении реакционной смеси 42 кПа на основу из спёка натуральных алмазов наносят композитное покрытие, состоящее из внутреннего слоя вольфрама толщиной 0,8 мкм и наружного слоя из смеси W_2C и C толщиной 12 мкм.

В формуле изобретения к опубликованной международной заявке WO2006/040545 (дата публикации: 20.04.2006) заявлен способ получения износостойкого, эрозионностойкого и химически стойкого материала путем химического осаждения из паровой фазы на нагретую подложку с использованием смеси газов, включающей

гексафторид вольфрама, водород, углеродсодержащий газ и, необязательно, инертный газ, при этом углеродсодержащий газ предварительно термически активируют путем нагревания до температуры 500-850°C.

Предпочтительно указанный материал содержит матрицу металлического вольфрама с диспергированными наночастицами карбида вольфрама, такого как монокарбид вольфрама WC, полукарбид вольфрама W₂C или их смесь с размером частиц не более 50 нанометров, при этом углерод присутствует в количестве от 0,01 масс. % до 0,97 масс. % от общей массы.

Предпочтительно углеродсодержащий газ представляет собой пропан, процесс осуществляют при давлении 0,1-150 кПа, температуре подложки 350-700°C, объемном соотношении углеродсодержащего газа к водороду 0,001-0,7 и объемном соотношении гексафторида вольфрама к водороду 0,02-0,5.

В примерах осуществления известного изобретения на металлических подложках показана возможность осаждения композитного покрытия, состоящего из внутреннего слоя вольфрама толщиной 1-8 мкм и внешнего слоя карбидов вольфрама неуказанного состава толщиной 15-46 мкм при давлении 2-150 кПа, температуре подложки 350-700°C, соотношении углеродсодержащего газа к водороду 0,2-1,7, соотношении гексафторида вольфрама к водороду 0,02-0,12.

Таким образом, существует потребность в разработке технологически выгодных способов получения материалов на основе карбидов вольфрама, содержащих палладий, которые позволяют интенсифицировать изготовление электродов-катализаторов с приемлемыми эксплуатационными характеристиками при экономии палладия.

Раскрытие изобретения

В результате обширных исследований авторы изобретения неожиданно установили, что осаждение палладия на поверхность электрода, покрытую химическим осаждением из газовой фазы соединениями карбидов вольфрама, осуществляемое в бестоковом режиме, позволяет технологически просто и быстро получать композитные Pd(WC_{1-x}) электроды-катализаторы с достаточными характеристиками для применения в РВВ и РЭОМК.

В соответствии с этим, предложен способ изготовления электрода-катализатора для электрохимического получения водорода или электроокисления муравьиной кислоты для применения в низкотемпературном топливном элементе с протонпроводящими полимерными мембранами, включающий стадии:

(А) осаждения карбидообразующего вещества из газовой фазы на углеродный материал носителя с образованием карбидного слоя и

(Б) осаждения каталитически активного благородного металла с образованием каталитического слоя,

в предложенном способе:

на стадии (А) углеродным материалом носителя является высокоплотный графит, газовая фаза содержит газобразный гексафторид вольфрама WF₆ в качестве карбидообразующего вещества, газобразный водород H₂ в качестве восстановителя и газообразный пропан C₃H₈ в качестве источника углерода, а осаждение карбидообразующего вещества проводят в следующих условиях:

расход гексафторида вольфрама:	1-120 л/ч
расход водорода:	8-960 л/ч
расход пропана:	4-480 л/ч
температура:	450-650°C

давление:

40-300 мм рт. ст.

с получением плотного слоя нестехиометрических карбидов вольфрама состава WC_{1-x} , в которых x принимает значения от 0,15 до 0,4, с пористостью менее 0,01 % и отсутствием сквозных пор; и

на стадии (Б) осаждение каталитически активного благородного металла, которым является палладий в виде нанокластеров, проводят в бестоковом режиме выдерживанием изделия с нанесённым плотным слоем нестехиометрических карбидов вольфрама в течение 1-2 часов в растворе, содержащем 0,01-0,1 моль/л $PdCl_2$ в 0,5 М серной кислоте.

Предпочтительно в предложенном способе условия осуществления стадии (А) оптимизируют для нанесения слоя карбидов вольфрама толщиной от 10 до 20 мкм подбором более узких интервалов расходов компонентов газовой фазы, температуры и давления в предварительных экспериментах, в частности, в зависимости от площади поверхности основы электрода-катализатора.

Техническим результатом изобретения является расширение арсенала способов получения композитных $Pd(WC_{1-x})$ электродов-катализаторов, проявляющих устойчивый каталитический эффект в реакции электрохимического выделения водорода (РВВ) в растворах серной кислоты или в реакции электроокисления муравьиной кислоты (РЭОМК) при значениях плотности тока, равной 30 мА/см² геометрической поверхности электрода для РВВ и потенциале, равном 0,18 В относительно обратимого водородного электрода в том же растворе для РЭОМК, приемлемых при эксплуатации соответствующих источников тока.

Краткое описание фигур

На Фиг. 1 представлены: (А) изображение участка поверхности электрода с покрытием из карбида вольфрама с осаждённым палладием, полученное сканирующей электронной микроскопией (СЭМ), и (Б) карта распределения палладия по поверхности электрода, изготовленного в соответствии с Примером 2.

На Фиг. 2 представлены: (А) изображение участка поверхности электрода с покрытием из карбида вольфрама с осаждённым палладием, полученное СЭМ, и (Б) карта распределения палладия по поверхности электрода, изготовленного в соответствии с Примером 3.

Осуществление изобретения

Термин «сквозные поры» понятен среднему специалисту в области физической химии. Например, частный случай сквозных пор - цилиндрические поры с двумя открытыми концами использован в качестве модели для анализа уравнения Кельвина при рассмотрении капиллярной конденсации в публикации Пальтиель Л.Р., Зенин Г.С., Волюнец Н.Ф. Коллоидная химия: Учеб. пособие. -СПб: СЗТУ, 2004. с. 54. В контексте изобретения термин «сквозные поры» определяет тип пор, в которых объём, ограничиваемый порой, сообщается с внешним пространством через, по меньшей мере, два отверстия.

Условия осуществления способов получения карбидов вольфрама восстановлением гексафторида вольфрама водородом в присутствии углеводородов, известных из публикаций SU413753, WO00/47796 и WO2006/040545, и характеристики получаемых покрытий приведены в таблице 1:

Таблица 1

Параметр или характеристика	Источник информации		
	SU413753	WO00/47796	WO2006/040545

Соотношение $WF_6:H_2$	W_2C :	0,1-0,25	W_2C :	0,06-0,08	W_2C :	0,02-0,5
	WC :	0,2-0,4	WC :	0,08-0,10		
			$WC+W_2C$:	0,07-0,09		
Соотношение $C_3H_8:H_2$	W_2C :	1-1,5	W_2C :	0,75-0,9	W_2C :	0,001-0,7
	WC :	1,8-2,4	WC :	1,0-1,5		
			$WC+W_2C$:	0,90-1,00		
Давление, мм рт.ст.	~ 760		15-1125		0,75-1125	
Температура, °C	400-900		400-900		350-700	
Подложка	Вольфрам		Сплавы Ni/Cr, Fe/Ni, Ni/Cr/Mo/Fe, инструментальные и нержавеющие стали, спёк алмазов		Сплавы Ni/Cu/Fe/Mn/Co, Ni/Cr/Mo/Fe, медь, никелированные стали	
Покрытие (толщина, мкм)	W_2C (200)		W_2C+C (12) на W (0,8)		W_xC (15-46) на W (1-8) $x = 1-2$	

Предложенный способ химического осаждения палладия на модифицированную поверхность углеродного материала носителя неизвестен из уровня техники.

Таким образом, авторы изобретения полагают, после ознакомления с рассмотренным уровнем техники средний специалист в области химии катализаторов не способен прийти к способу, раскрытому в формуле изобретения, основываясь исключительно на общих знаниях.

Достижение технического результата изобретения будет показано на примерах осуществления, не ограничивающих объём формулы изобретения.

Пример 1. Получение покрытия из карбидов вольфрама на поверхности высокоплотного графита осаждением из газовой фазы

Осаждение покрытия из карбидов вольфрама на поверхность высокоплотного графита осуществляют в реакторе из нержавеющей стали марки AISI 316/321 или 12X18H10T для проведения реакций при пониженном давлении, снабжённом внешним нагревателем и входами газообразного гексафторида вольфрама (WF_6), газообразного водорода (H_2) в качестве восстановителя и газообразного пропана (C_3H_8) в качестве источника углерода.

В реактор помещают основу электрода-катализатора в виде токопроводящих конструкционных пластин из высокоплотного углерода, откачивают газовую среду, нагревают до заданной температуры и подают WF_6 , H_2 и C_3H_8 в стехиометрическом соотношении 1:8:4, чему соответствуют соотношение $WF_6:H_2$ равное 0,125 и соотношение $C_3H_8:H_2$ равное 0,5. Химическое осаждение карбидов вольфрама состава WC_{1-x} , где $x = 0,15-0,4$ из газовой фазы ведут в следующих интервалах рабочих параметров:

расход гексафторида вольфрама:	1-120 л/ч,
расход водорода:	8-960 л/ч,
расход пропана:	4-480 л/ч,
температура:	450-650°C,
давление:	40-300 мм рт. ст.

Для достижения требуемой толщины и состава слоя осаждённых карбидов вольфрама более близкие границы интервалов устанавливают в предварительных экспериментах в зависимости от площади поверхности основы электрода-катализатора.

Примеры 2, 3, 4, 5. Бестоковое осаждение палладия на покрытие из карбидов вольфрама

На поверхности электрода из высокоплотного графита (производитель: СЕТС, КНР) химическим осаждением из газовой фазы формируют покрытие WC_{1-x} , где $x = 0,15-0,4$ толщиной, оцениваемой величиной h , мкм. Электрод с покрытием помещают в раствор,

содержащий $\alpha(\text{PdCl}_2)$, моль/л в 0,5 М H_2SO_4 , и выдерживают в течение времени τ , ч при температуре 20-25°C. По завершении поверхностной окислительно-восстановительной реакции электрод извлекают и промывают дистиллированной водой.

Определяют концентрацию палладия на поверхности карбида вольфрама, которую выражают в виде удельной величины $m(\text{Pd})$, мкг/см² площади геометрической поверхности электрода. Участки поверхности электрода исследуют методом СЭМ и оценивают равномерность и характер распределения осажденного палладия.

При катодной плотности тока 30 мА/см² геометрической поверхности электрода определяют величину E , В перенапряжения РВВ, оценивают его стабильность во времени и категорию каталитической активности. При потенциале электрода 0,18 В измеряют ток I , мкА/см² в РЭОМК относительно обратимого водородного электрода.

Параметры получения электродов и их характеристики приведены в таблице 2.

Таблица 2

Параметр или характеристика	Пример 2	Пример 3	Пример 4	Пример 5
τ , мин	30	120	120	120
$\alpha(\text{PdCl}_2)$, моль/л	0,1	0,01	0,1	0,1
h , мкм	20	20	20	5
$m(\text{Pd})$, мг/см ²	5-15	400-600	30-50	380-560
Распределение Pd	Неравномерное у активных центров	Равномерное в виде нанокластеров	Равномерное в виде нанокластеров	Равномерное в виде нанокластеров
E , мВ	110-150	70-100	90-120	80-100
Стабильность E во времени	Стабильно	Стабильно	Стабильно	Нестабильно*
Каталитическая активность	Удовл.	Хор.	Удовл.	Удовл.
I , мкА/см ²	0,05	0,5-1,2	0,8-1,0	0,5-0,9
Удовл. - Удовлетворительная; Хор. - Хорошая; * увеличивается в течение 2 часов электролиза до 140-170 мВ				

Предложенный способ нанесения палладия на поверхность слоев WC_{1-x} , полученных осаждением из газовой фазы, прост в исполнении. Полученные электроды проявляют каталитическую активность в РВВ и РЭОМК.

(57) Формула изобретения

1. Способ изготовления электрода-катализатора для электрохимического получения водорода или электроокисления муравьиной кислоты для применения в низкотемпературном топливном элементе с протонпроводящими полимерными мембранами, включающий стадии:

(А) осаждения карбидообразующего вещества из газовой фазы на углеродный материал носителя с образованием карбидного слоя и

(Б) осаждения каталитически активного благородного металла с образованием каталитического слоя,

отличающийся тем, что:

на стадии (А) углеродным материалом носителя является высокоплотный графит, газовая фаза содержит газообразный гексафторид вольфрама WF_6 в качестве карбидообразующего вещества, газообразный водород H_2 в качестве восстановителя и газообразный пропан C_3H_8 в качестве источника углерода, а осаждение карбидообразующего вещества проводят в следующих условиях:

расход гексафторида вольфрама
расход водорода

1-120 л/ч
8-960 л/ч

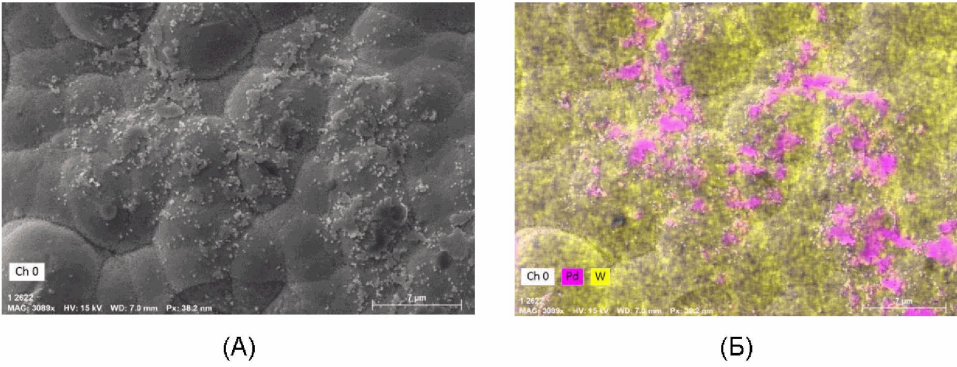
расход пропана
температура
давление

4-480 л/ч
450-650°C
40-300 мм рт. ст.,

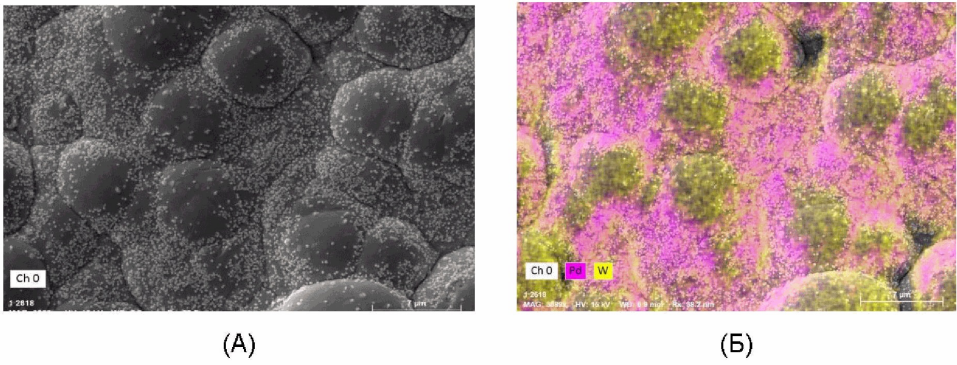
с получением плотного слоя нестехиометрических карбидов вольфрама состава WC_{1-x} , в которых x принимает значения от 0,15 до 0,4, с пористостью менее 0,01% и отсутствием сквозных пор; и

на стадии (Б) осаждение каталитически активного благородного металла, которым является палладий в виде нанокластеров, проводят в бестоковом режиме выдерживанием изделия с нанесённым плотным слоем нестехиометрических карбидов вольфрама в течение 1-2 часов в растворе, содержащем 0,01-0,1 моль/л $PdCl_2$ в 0,5 М серной кислоте.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что условия осуществления стадии (А) оптимизируют для нанесения слоя карбидов вольфрама толщиной от 10 до 20 мкм подбором более узких интервалов расходов компонентов газовой фазы, температуры и давления в предварительных экспериментах, в частности, в зависимости от площади поверхности основы электрода-катализатора.



Фиг. 1



Фиг. 2