

Ph.D. értekezés tézisei

**SZILÁRD / FOLYADÉK HATÁRFELÜLETEN ELŐÁLLÍTOTT
PALLÁDIUM NANORÉSZECSKÉK TULAJDONSÁGAI**

Írta:

Szűcs Anna

Témavezető: Dr. Dékány Imre

**Szegedi Tudományegyetem, TTK
Kolloidkémiai Tanszék**

Szeged

2001

1. BEVEZETÉS

Az elmúlt évtizedekben előtérbe kerültek olyan új fizikai és kémiai tulajdonságokkal rendelkező korszerű anyagok, amelyek megfelelnek a mai technológiai követelményeknek, pl. környezetbarátok, vagy előállításuk anyag- és energiatakarékos. A kémia tudománya megpróbál a jelenlegi elvárásoknak eleget tenni, ezért is tapasztalhatunk az anyagtudományban jelentős fejlődési tendenciát, az új anyagok és az új technológiák fejlesztésében.

Az új fizikai és kémiai tulajdonságokkal rendelkező anyagokra elsősorban a mikroelektronikának volt jelentős igénye. A méretcsökkentés, különösen a félvezetők esetében, a nanoelektronikai kutatások megalapozását is jelentette. Ez azonban csak egyike a nanotechnológiának. A másik ága az anyagtudomány azon igyekezete, hogy a jellemző méret csökkentésével és szabályozásával új ill. szabályozott tulajdonságokhoz jusson. Új tulajdonságokkal rendelkező anyagok bevezetésére igényt tart pl. az energiaipar és a környezetvédelem is. Az energiaipar a napfény energiáját szeretné hasznosítani pl. a félvezető napelemek segítségével, a környezetvédelem pedig úgy a félvezető, mint a nemesfém nanorészecskéket alkalmazza a környezetre káros vegyületek katalitikus lebontására. A félvezető nanorészecskék alkalmazásával a napenergiával bontható a víz, amely a "tisztá" energiahordozó, a hidrogén előállítását teszi lehetővé. A hidrogén tárolására - amely ma még meglehetősen veszélyes módon történik - lehetőséget adnak a nanoszerkezetű grafitok, pl. az ún. nanocsövek, melyek kis nyomásokon is jelentős mennyiségű hidrogént képesek tárolni.

A kolloid mérettartomány alsó határán (1-50 nm) lévő részecskék, a nanorészecskék jelentőségét sok egyéb mellett az adja, hogy fizikai és kémiai tulajdonságaik eltérnek a makroszkópikus részecskeméret esetén észlelhető sajátosságoktól. Az anyagi tulajdonságok nagymértékben függenek a részecskemérettől. Ezen kapcsolat létének és jellegének meghatározása a nanorészecskék vizsgálatának egyik legfontosabb területe.

A nanorészecskék nagy fajlagos felületük következtében minden olyan területen fontosak lehetnek, ahol a határfelülethez kötődik valamilyen fizikai vagy kémiai folyamat. Sok egyéb mellett ez a folyamat lehet egy heterogén katalitikus reakció is. A legismertebb nemesfém heterogén katalizátorok közé tartozik a palládium és a platina, mely fémek számos gyakorlatban igen fontos kémiai reakciót katalizálnak, elég, ha csak a kipufogógázok NO_x , CO és C_xH_y tartalmának katalitikus ártalmatlanítására, vagy különféle szerves vegyületek hidrogénezési reakcióira gondolunk.

Mint a fentiekből kitűnik, a részecskeméret és méreteloszlás meghatározása rendkívül fontos a nanorészecskék tanulmányozása során. A szakirodalomban a legelterjedtebb módszerek közé tartozik a transzmissziós elektronmikroszkópiás felvételek elemzése, mert egyszerű, nagyszámú részecske vizsgálatára alkalmas, sőt a részecskeméret-eloszlás is meghatározható. Kevésbé közismertek a módszer korlátai, melyek közül most csak az egyik legfontosabbat említem: a nanorészecskék esetén járulékos és a csökkenő részecskemérettel egyre növekvő bizonytalanságot okoz, hogy a részecskeméret egyre közelebb kerül az elektronmikroszkóp felbontóképességéhez. A másik igen gyakran alkalmazott eljárás a röntgendiffrakciós vonalkiszélesedésen alapuló

részecskeméret-meghatározás, amely által tömeg szerinti átlagot kapunk, vagyis a nagyobb méretű részecskéket nagyobb súllyal vesszük figyelembe. A szelektív gázadszorpciós eljárások alkalmazásánál - sok más egyéb mellett - a tisztázatlan számítási módszer jelenthet problémát. Ezt látva dolgozatom egyik célkitűzése az, hogy egy alapos összehasonlító elemzést végezzek a leggyakoribb részecskeméret-meghatározási módszerek alkalmazhatóságára a nanométeres mérettartományban.

A jól ismert fémkolloidok közül a palládium fémot választottam. Katalitikus jelentősége igen nagy, és számos gázzal lép specifikus kölcsönhatásba: hidrogénnel, oxigénnel, szén-monoxiddal. A hidridképződés és az ezzel összefüggő adszorpciós hiszterézis részecskeméret-függésének vizsgálata határfelületi és kolloidkémiai szempontból sem teljesen tisztázott.

A részecskeméret-meghatározásra szolgáló módszerek többsége, de különösen az adszorpciós módszerek, megkövetelik a részecske felületének tisztaságát. Ez távolról sem magától értetődő, hiszen - a szakirodalomban számos közlemény foglalkozik a nanorészecskék előállítási lehetőségeivel - a fellelhető receptúrák gyakran tartalmaznak olyan stabilizátorokat (tenzidek, makromolekulák), melyeket utólag nehéz tökéletesen eltávolítani a fém felületről. Gázfázisú redukciónál, ahol rendszerint hidrogént használnak, a redukció után a hordozó felületén maradt protonok, mint savas centrumok, bizonyos körülmények között zavaróak lehetnek.

Mindezt szem előtt tartva próbáltam megfelelő reakciókörülményeket keresni és olyan szintézismódszert alkalmazni, mellyel a fenti zavaró effektusok kiküszöbölhetők. Ebben segítségemre volt a Kolloidkémiai Tanszéken a 90-es években kidolgozott "nanofázisú-reaktor technika", melynek során a folyadékfázisban szuszpendált hordozó határfelületén kialakuló vékony (1-2 nm) adszorpciós rétegben képződnek a részecskék. Ez a módszer megköveteli egy (katalitikusan rendszerint inert) szilárd hordozó alkalmazását (mely esetemben réteges szerkezetű agyagásvány volt), ami az esetleges gyakorlati alkalmazás szempontjából előnyös lehet.

A fentiekben megfogalmazott gondolatmenet alapján disszertációm célkitűzései a következők:

1. Kísérletileg meghatározni azokat a reakciókörülményeket, melyek alkalmazása mellett a "nanofázisú-reaktor technikával" különböző hordozókon lehetőleg minél kisebb méretű és közel monodiszperz palládium-nanorészecskék állíthatók elő.
2. A fenti módon előállított hordozós palládium katalizátorok jellemzése alkalmas módszerekkel, beleértve a katalitikus aktivitás tesztreakcióval való ellenőrzését.
3. A transzmissziós elektronmikroszkópos felvételek alapján kiválasztani néhány különböző átlagos részecskeméretű mintát, az átlagos részecskeméretet a szakirodalomban fellelhető más módszerekkel is meghatározni, a kapott eredményeket összehasonlítani, és kritikai elemzésnek alávetni.
4. Különböző fajlagos felületű palládium-fémporok előállítása, a szelektív adszorpció vizsgálatán alapuló fajlagos felület meghatározás hitelesítése céljából.

5. A hidridképződés tanulmányozása, és összefüggések keresése a hidridképződés jellemző paraméterei valamint a részecskeméret között.
6. Meglepő és a szakirodalomnak részben ellentmondó eredményeket kaptam a hidrogénadszorpció vizsgálata terén. Az eredmények és következtetések helyességét szükségesnek láttam az izosztér hő meghatározásával és mikrokalorimetriás vizsgálatokkal is ellenőrizni.

2. KÍSÉRLETI ANYAGOK ÉS MÓDSZEREK

A nanorészecskék előállításához hordozóként montmorillonitot, szaponitot és alumínium-oxiddal pillérezett montmorillonitot, a nanorészecskék prekursor vegyületeiként pedig palládium-kloridot és palládium-acetátot használtam.

Az etanol(1)-toluol(2)/EX-M534 és az etanol(1)-víz(2)/montmorillonit elegyszuszpenziós rendszerek adszorpció s többletizotermáját immerziós (batch) módszerrel, egyfelől Zeiss interferométerrel $25 \pm 0.05^\circ\text{C}$ hőmérsékleten, másfelől Anton-Paar (DMA 58) számítógéppel vezérelt sűrűségmérő berendezéssel, $25 \pm 0.01^\circ\text{C}$ hőmérsékleten határoztam meg.

A katalizátorok fémtartalmának meghatározását JY-24 secvens ICP-AES JOBIN.YVON gyártmányú spektrofotométerrel, $\lambda = 229.65$ nm hullámhossznál végeztem.

A Pd tartalmú agyagásvány-minták, ill. a különböző összetételű elegyekben szuszpendált montmorillonit-minták bázislap-távolságának (d_{\perp}) és a Pd nanorészecskék méretének meghatározása céljából röntgendiffrakciós vizsgálatokat végeztem. A vizsgálatokhoz Philips gyártmányú röntgendiffraktométert (PW 1830 generátor, PW 1820 goniométer, PW 1711 detektor, Cu_α sugárzás $\lambda = 0.154$ nm) használtam.

A minták szerkezeti jellemzőinek megállapítása céljából a Micrometrics Gemini 2375 automata gázadszorpció s berendezéssel 77 K-en N_2 adszorpció s és deszorpció s izotermákat határoztam meg. Az adszorpció s izotermák megfelelő pontjaiból számítottam a BET- felületet (a_{BET}^s), a de Boer- féle t- módszerrel pedig az ún. külső (external) felületet (a_{ext}^s). A szakirodalmi gyakorlatnak megfelelően a mikropórus- felületet (a_{mp}^s) a fenti két érték különbségével közelítettem.

A Pd nanorészecskéket CM-10 Philips típusú 100 kV-os gyorsító feszültséggel működő transzmissziós elektronmikroszkóppal azonosítottam.

Hidrogén-szorpció s és oxigén-adszorpció s mérések szintén a Micrometrics Gemini 2375 automata gázadszorpció s készülékkel történtek. A minták előkezelése az adszorpció s készülékben közvetlenül a mérés előtt szobahőmérsékleten 20 percig hidrogén-atmoszférában, majd 1 órán keresztül 140°C -on $p < 10^{-2}$ Torr vákuumban történt.

A Pd/H₂ kölcsönhatás ellenőrzésére mikrokalorimetrikus rendszert használtam, mely három fő egységből épül fel: nagyvákuum-rendszer, gázadagoló-rendszer és LKB 2107 típusú, szorpció s mikrokaloriméter.

A Pd katalizátorok aktivitásának a szakirodalomban található adatokkal történő összehasonlítására a folyadékfázisú hidrogénezést választottam. A tesztreakció a ciklohexén-etanolos ill. toluolos közegű hidrogénezése volt, rotációs filmreaktorban.

3. AZ ÉRTEKEZÉS TÉZISEI

1. Tanulmányoztam annak lehetőségét, hogy tenzidek ill. makromolekulás stabilizálószer használata nélkül is előállíthatók-e katalitikus célokra megfelelő méretű és méreteloszlású Pd nanorészecskék folyadékfázisból, különböző hordozókon. Az ilyen módszer előnye az, hogy „tisztá” fémfelületet eredményez, ami különösen előnyös a Pd nanorészecskék jellemzőinek tanulmányozása szempontjából. Erre a célra a „nanofázisú reaktor technikát” alkalmaztam. Etanol-toluol és etanol-víz elegyek szuszpenzióiban dolgoztam. Meghatároztam az optimális szintézis-körülményeket, melynek során a Pd²⁺ ionok adszorpciójának, valamint az elegyadszorpció réteg összetételének alapvető jelentősége volt. Megállapítottam, hogy etanol-toluol elegyben történő preparálás során az etanol optimális móltörtje $x_1=0.104$, a Pd(OAc), optimális koncentrációja pedig 5.8 mmol/dm³. Etanol-víz elegy esetén a PdCl₂, optimális koncentrációja 0.2-1.5 mmol/dm³, az optimális etanol móltört pedig $x_1=0.05$. Az etanol-toluol elegyben folytatott szintézisek optimális hőmérséklete 298 K, az etanol-víz elegyben pedig 338 K volt.
2. A „nanofázisú reaktor technikával” két különböző típusú hordozó felületén szintetizáltam Pd nanorészecskéket.
 - a, Az első esetben Na-montmorillonit felületén etanol-víz rendszerre kidolgozott és optimalizált technikát alkalmaztam. Tekintettel a hordozó viszonylag kis fajlagos felületére, itt különösen kérdéses volt, hogy vajon a részecskék a határfelületi adszorpció rétegben vagy az annál három nagyságrenddel nagyobb térfogatú tömbfázisban keletkeznek-e. Ha ez utóbbi történt volna, akkor nagyméretű és koagulált Pd csomók keletkeztek volna. Az elektronmikroszkópos felvételek szerint azonban kis méretű és a montmorillonit felületét egyenletesen beborító Pd részecskéket kaptam. Ez csak úgy lehetséges, hogy azok valóban a felületen keletkeztek. A röntgendiffrakciós felvételeken kis szög tartományban egy új csúc jelenik meg, melynek helye összhangban van a várható bázislap-távolság változással. Megállapítottam, hogy a csúc helye és intenzitása változik a Pd tartalommal.
 - b, A második hordozó-típust alkották az alumínium-oxiddal pillérezett montmorillonit és szaponit. A preparáció első lépése vizes közegben zajlott, majd az interkalált gélen oldószereserét hajtottam végre, és a palládium-acetát prekursorzt már etanol-toluol elegyből vittem be a gél szerkezetébe. Vizsgáltam a kalcinálási hőmérséklet részecskeméretre gyakorolt hatását. Már 573 K-en is nagymérvű szintereződés következett be. Az elektronmikroszkópos képek szerint a részecskék többsége nem aggregálódott és aránylag szűk mérettartományban (3-8 nm) van. A röntgendiffraktogramokon ezekben az esetekben is új reflexió jelenik meg kis szögeknél, és az ebből számított bázislap-távolság arra utal, hogy a Pd részecskék jelentős hányadban a rétegek közti térben keletkeztek.
3. Összehasonlító vizsgálatokat végeztem annak felderítése céljából, hogy mennyire megbízhatóak a TEM módszerrel kapott átlagos részecskeméretetek ill.

méreteloszlások. Más módszerekkel is meghatároztam az átlagos részecskeméreteket.

A röntgendiffrakciós vonalszélesedésből a Scherrer-formulával számított átlagos részecskeméreteket nagyobbak adódtak, mint a TEM képek alapján számított tömeg szerinti átlagméret. Az eltérés mintegy 1.3-szeres faktort jelentett.

Hidrogén kemiszorpcióval is meghatároztam átlagos részecskeméreteket. Elsőként a leggyakrabban használt Benson-Boudart módszert próbáltam ki, amellyel a megfelelő TEM átlagértéknél 2.4-szer nagyobb szemcseméretet kaptam. Az általunk kifejlesztett „ \sqrt{v} reprezentáció” szerinti kiértékelés már csak 1.5-ször nagyobb szemcseméretet jelzett. Még ha figyelembe vesszük is az XRD és kemiszorpció módszerek bizonytalanságát, akkor is bizonyos, hogy a TEM felvételek kiértékelésével alulbecsült átlagos részecskeméretet kapunk. A jelenség oka feltehetően az, hogy a nagy részecskeaggregátumok TEM képe nem kiértékelhető ill. a részecskék nem izometrikusak.

4. Kísérletet tettem a szakirodalomban többször említett oxigén kemiszorpció alkalmazására a részecskeméret meghatározás céljából. Ismert felületű „tiszta” Pd poron vizsgáltam az oxigén kemiszorpcióját és fiziszorpcióját, és meghatároztam a megfelelő szorpció izotermákat. Megállapítottam, hogy a szakirodalmi előrejelzésekkel összhangban a kemiszorpció telítettség a felületi $O_2/Pd_2 \approx 1$ aránynál következik be. A kemiszorpció egyensúly beállása igen lassú folyamatnak bizonyult, azt a hőmérséklet emelése csak 298 K hőmérsékletig növelte egyértelműen, magasabb hőmérsékleten egy gyors kezdeti szakasz után igen vontatott oxigénfelvételt regisztráltam.

Hasonlóképpen vizsgáltam az oxigénfelvétel folyamatát agyagásvány hordozós Pd katalizátoron. Megállapítottam, hogy az oxigénfelvétel mértéke jóval nagyobb az elméleti telítési értéknél. Ez a tény a módszer használatát ilyen típusú hordozó felületén részecskeméret meghatározás szempontjából kizárja. A jelenség valószínűleg hordozófüggő, és nézetem szerint oxidált állapotú Pd hordozó felületére való migrálásával hozható kapcsolatba. Ugyancsak összefügghet a dolog azzal a megfigyeléssel, hogy az agyagásvány-hordozós Pd katalizátor oxidatív atmoszférában való magasabb hőmérsékletű hevítése nehezen reprodukálható változást okoz a minta kemiszorpció és katalitikus tulajdonságaiban.

5. A hidrogénkemiszorpció izotermák felvétele előtt, de sok más esetben is szükséges, hogy a palládiumot megtisztítsuk az adszorbeált és az abszorbeált hidrogéntől. Meghatároztam azokat a körülményeket, melyek között a hidrogén megbízhatóan és reprodukálhatóan eltávolítható, de szinterződés még nem következik be. Megállapítottam, hogy 10^{-3} mbar vákuumban a minimális aktiválási hőmérséklet 403 K, 10^{-2} mbar vákuumban pedig 413 K.

Összehasonlító vizsgálatokat végeztem az átlagos részecskeméret hidrogénkemiszorpció izoterma kezdeti szakasza alapján történő meghatározását illetően. Két ismert, de különböző fajlagos felületű Pd poron mért kemiszorpció izotermák segítségével teszteltem két szakirodalomban leírt módszert és egy általam kidolgozott metódust. A legrosszabb eredményeket a disszociatív Langmuir

izoterma alapján végzett kiértékelés szolgáltatta. Formálisan jó eredményeket szolgáltatott a szakirodalomban legelterjedtebben használt Benson-Boudart módszer, annak ellenére, hogy feltevéseit illetően kételyek támaszthatók, és az általa figyelembe vett nyomástartomány átnyúlik az $\alpha \rightarrow \beta$ fázisátalakulás kezdeti szakaszába. Az általam kidolgozott és „ \sqrt{p} -reprezentáció”-nak elnevezett kiértékelési módszer még jobb illesztést adott, mint a Benson-Boudart módszer. Ezután a fenti módszerekkel hordozós katalizátorok esetére átlagos részecskeméreteket számítottam. Megállapítottam, hogy a „ \sqrt{p} -reprezentáció” révén kapott értékek jóval közelebb esnek a TEM és XRD módszerek hasonló adataihoz, mint a Benson-Boudart módszer szerinti átlag.

6. Vizsgáltam a hidrogén-szorpciós izoterma hiszterézishurkot tartalmazó szakaszát, és összefüggést találtam a részecskeméret és a hiszterézishurkot jellemző paraméterek között. A szakirodalomban eddig leírt módszerek túl szubjektívek és bizonytalanok, ezért kidolgoztam egy módszert, amellyel egyértelműen meghatározható és jellemezhető a hiszterézishurok területe és szélessége. A módszer lényege az, hogy az adszorpciós és deszorpciós izotermaágakat megfelelő módon illesztjük, majd numerikus integrálás révén meghatározzuk a hiszterézishurok területét és súlypontját. Kimutattam, hogy a súlypont helye alig függ a részecskemérettől. Javasoltam a relatív hiszterézishurok terület és relatív hiszterézishurok szélesség, mint paraméterek alkalmazását, melyek dimenziómentesek és erősen függenek a részecskemérettől.
7. Az általam kifejlesztett és részecskeméret meghatározásra jól bevált „ \sqrt{p} -reprezentáció” módszere $H_2/Pd_3=0.5$ felületi adszorpciós telítettségi sztöchiometriát szolgáltat, szemben az általánosan elfogadott Benson-Boudart modell $H_2/Pd_3=1$ értékével. Ezen túlmenően a javasolt modell szerint jóval kisebb nyomásnál következik be az adszorpciós telíttség, mint az előbbi modellnél. Ez nehezen képzelhető el abszolút értékben viszonylag magas kezdeti differenciális adszorpciós hő nélkül. Ezért éreztem szükségét a szorpciós hőeffektusok vizsgálatának.
 - a, Először az izosztér szorpciós hő szorpciós telítettségtől való függését határoztam meg különböző hőmérsékleteken felvett izotermák Clausius-Clapeyron-egyenlet szerinti kiértékelésével. A függvényalakok megegyeztek a szakirodalomban nagyobb szemcseméretű Pd-ra közölt hasonló függvényekkel, a kezdeti tartományt kivéve, ahol nem észleltem a szakirodalmi ábrákon látható felfutó szakaszt, hanem már a legelső pont is jelentős szorpciós hőeffektust mutatott. A kisebb szemcseméretű mintára nagyobb szorpciós hőeffektust kaptam. Az eredmények alapján valószínűsítettem, hogy a kezdeti tartományban az adszorpciós és abszorpciós hőeffektus súlyozott átlagát kapjuk, így nagy szemcseméretnél felfutó-, kis szemcseméretnél lefutó szakasszal indul a differenciális adszorpciós entalpia függvény. Ennek kimutatására azonban a kezdeti szakaszon - és különösen a hordozós mintáknál - a nagy kiértékelési bizonytalanság miatt a fenti módszer nem alkalmas. Ezért kalorimetriás méréseket is végeztem.
 - b, A mikrokolorimetriás úton meghatározott integrális szorpciós entalpia vs. egyensúlyi nyomás függvény és a volumetrikusan meghatározott izoterma kombinálásával kiszámítottam az integrális szorpciós entalpia fajlagos szorbeált

mennyiségtől való függését. A pontsorozat illesztése, majd a numerikus differenciálás elvégzése után megkaptam a differenciális szorpciós entalpia fajlagosan szorbeált mennyiségtől való függését. Kimutattam, hogy kis részecskeméretű mintánál valóban a várt - kis boritottságoknál meredeken csökkenő - függvényalakot kapjuk.

4. AZ ÉRTEKEZÉS ANYAGÁHOZ KAPCSOLÓDÓ PUBLIKÁCIÓK

Közlemények:

1. I. Dékány, L. Túri, A. Szűcs and Z. Király:

Preparation of semiconductor and transition metal nanoparticles on colloidal solid supports.

Colloids and Surfaces A: 141, 405-417 (1998)

2. A. Szűcs, Z. Király, F. Berger and I. Dékány:

Preparation and hydrogen sorption of Pd nanoparticles on Al₂O₃-pillared clays.

Colloids and Surfaces A: 139, 109-118 (1998)

3. A. Beck, A. Horváth, A. Szűcs, Z. Schay, Z. E. Horváth, S. Niwa, Z. Zsoldos, I. Dékány, L. Guzzi:

Structure and catalytic activity of monodisperse Pd particles prepared by "Controlled Colloidal Synthesis" in solid/liquid layer on silica.

Catalysis Letters: 65, 33-42 (2000)

4. I. Dékány, A. Szűcs, K. Mogyorósi, Z. Király:

Liquid sorption and nanoparticle interaction in layer structured materials.

Mol. Cryst. and Liq. Cryst.: 341, 363-368 (2000)

5. A. Szűcs, F. Berger, I. Dékány:

Preparation and structural properties of Pd nanoparticles in layered silicate

Colloids and Surfaces A: 174, 387-402 (2000)

6. Sz. Papp, A. Szűcs, I. Dékány:

Preparation of Pd nanoparticles stabilized by polymers and layered silicate.

Applied Clay Science (közlésre elfogadva) (2001)

7. Sz. Papp, A. Szűcs, I. Dékány:

Colloid synthesis of monodisperse Pd nanoparticles in layered silicates.

Solid State Ionics (közlésre elfogadva) (2001)

8. A. Horváth, A. Beck, A. Sárkány, Zs. Koppány, A. Szűcs, I. Dékány,

Z. E. Horváth, L. Guzzi:

Effect of different treatments on Aerosil silica supported Pd nanoparticles produced by "Controlled Colloidal Synthesis".

Solid State Ionics (közlésre elfogadva) (2001)

Posztterek:

1. Z. Király, F. Berger, A. Szűcs, I. Dékány, Á. Mastalir:

Palladium nanoparticles in pillared calys: microcalorimetric and adsorption control of Pd-H₂ interaction.

NATO ARW on Nanoparticles in Solids and solutions: An Integrated Approach to their Preparation and Characterization.

Szeged, Hungary, 1996. Abstracts of papers p.51.

2. A. Horváth, A. Szűcs, Zs. Koppány, A. Beck, Z. Zsoldos, I. Dékány, L. Guzzi:

Structural and catalytical characterization of monodisperse Pd(0)-nanoparticles prepared in solid/liquid interfacial layer in SiO₂,

4th Pannonian International Symposium on Catalysis, Smolenice Castle, Slovak Republic, June 11-14, 1998, Book of Abstracts, P-23

3. A. Beck, A. Horváth, D. Horváth, Zs. Koppány, Z. Schay, L. Guzzi, A. Szűcs, L. Turi, I. Dékány, Zs. Horváth, Z. Zsoldos:

The structure and catalytic properties of monodisperse Pd/SiO₂, prepared by controlled colloidal synthesis(CCS).

9th International Symposium on Relations Between Homogeneous and Heterogeneous Catalysis, University of Southampton, GB, July 20-24, 1998, Book of Abstracts, P. 119

4. A. Szűcs, Z. Király, Á. Mastalir, I. Dékány:

Calorimetric study of hydrogen sorption by palladium nanoparticles intercalated in layer silicates.

216th American Chemical Society National Meeting and Exposition Program, Boston, USA, August 23-27, 1998, Book of Abstracts, COLL, P. 229

5. I. Dékány, A. Szűcs, K. Mogyorósi, Z. Király:

Liquid sorption and nanoparticle interaction in layer structured materials.

10th International Symposium on Intercalation Compounds (ISIC 10), May 30- June 3, Okazaki, Japan, Book of Abstracts, 31PS77, 1999

6. A. Horváth, A. Beck, L. Guzzi, A. Szűcs, I. Dékány, Z. E. Horváth:

Study on the effect of different parameters on the Pd nanoparticles produced by "controlled colloidal synthesis" on silica.

XIVth International Symposium on the reactivity of solids.

August 27-31, Budapest, Hungary, Program and Abstracts, P27, 2000

7. Sz. Papp, A. Szűcs, I. Dékány:

Colloid synthesis of monodisperse Pd nanoparticles in layered silicates.

XIVth International Symposium on the reactivity of solids.

August 27-31, Budapest, Hungary, Program and Abstracts, P31, 2000

8. A. Szűcs, F. Berger, I. Dékány:

Colloid synthesis of monodisperse Pd nanoparticles in layered silicate.

Colloids 2000, The Third International Conference of the Kolloid-Gesellschaft e. V.

September 25-28, Budapest, Hungary, Abstract Book, P58, 2000

9. Sz. Papp, I. Dékány, A. Szűcs:

Monodisperse Pd nanoparticles growth on desaggregated kaolinite lamellae.

Colloids 2000, The Third International Conference of the Kolloid-Gesellschaft e. V.

September 25-28, Budapest, Hungary, Abstract Book, P41, 2000

10. A. Horváth, A. Beck, L. Guzzi, A. Szűcs, I. Dékány, Z. E. Horváth:

Study on the effect of different parameters on the Pd nanoparticles produced by “controlled colloidal synthesis” on silica gel.

Colloids 2000, The Third International Conference of the Kolloid-Gesellschaft e. V.

September 25-28, Budapest, Hungary, Abstract Book, P22, 2000