



UMWELT- UND VERFAHRENS-TECHNIK

Projektberichte

- 72 Elektrochemische Verfahren für Wasserbehandlung und Rohstoffrecycling
- 74 Membranerprobung im Technikum und Feldversuch
- 76 Schockwellenrecycling von Keramiken und Keramik-Edelmetall-Verbunden
- 77 Photokatalytische Abwasserreinigung mit funktionalisierter, zellulärer Keramik
- 78 Prüfung und Entwicklung von DeNOx-Katalysatoren
- 79 Keramische Trägerstrukturen für die heterogene Katalyse

Im Geschäftsfeld »Umwelt- und Verfahrenstechnik« bietet das Fraunhofer IKTS Werkstoffe, Technologien und Systeme, die die Umwandlung von Stoffen und Energie sicher, effizient, umwelt- und klimaschonend gestalten. Im Mittelpunkt stehen dabei Prozesse im Bereich konventioneller und Bioenergien, Strategien und Verfahren zur Wasser- und Luftreinigung sowie zur Rückgewinnung von werthaltigen Rohstoffen aus Reststoffen. Keramische Technologien ermöglichen neue Reaktorkonzepte für die chemische Industrie.

Das Fraunhofer IKTS gehört zu den weltweit führenden Forschungseinrichtungen auf dem Gebiet der Stofftrenntechnik unter Verwendung keramischer Materialien. Werkstoff-, Technologie- und Verfahrensexpertise greifen ineinander und ermöglichen so komplexe verfahrenstechnische Systeme für energieeffiziente Trennverfahren, chemische Umsetzung und Wertstoffrückgewinnung. Keramische Membranen, Filter, Adsorbentien und Katalysatoren des Fraunhofer IKTS spielen eine zentrale Rolle bei Prozessen der Gasaufbereitung und Wasserbehandlung. Zudem werden keramische Membranverfahren mit innovativen Werkstoffen zu neuen Reaktorkonzepten kombiniert.

Das Wissen um die Prozesstechnik zur Zerkleinerung, zum Aufschluss und Mischen biogener Substrate stellt eine weitere Kernkompetenz des Fraunhofer IKTS im Bereich der biochemischen und thermochemischen Biomassekonversion dar. In zahlreichen Labor- und Pilotanlagen werden fluidische, elektrochemische und thermomechanische Kenngrößen für die Stofftransportvorgänge und Reaktionen modelliert, validiert und optimiert. Mit umfangreichen Laboren, Technika und den Applikationszentren für Membrantechnologie und Bioenergie verfügt das Geschäftsfeld über eine ausgezeichnete Infrastruktur, um Projekte verschiedenster Umfänge und Skalen realisieren zu können. Die Ergebnisse fließen direkt in Demonstrationsanlagen ein, die beim Kunden errichtet und durch das Fraunhofer IKTS betreut werden können.



ELEKTROCHEMISCHE VERFAHREN FÜR WASSERBEHANDLUNG UND ROHSTOFFRECYCLING

Dipl.-Chem. Hans-Jürgen Friedrich

Elektrochemische Verfahren verfügen aufgrund ihrer Selektivität, eines relativ einfachen Aufbaus und einer guten Skalierbarkeit über ein erhebliches Anwendungspotenzial in den Bereichen Umwelt- und Rohstofftechnologie.

Für die Behandlung stark mineralisierter, sulfatreicher Bergbauwässer wurde das RODOSAN®-Verfahren entwickelt und für verschiedene Anwendungsfälle im technischen Pilotmaßstab erprobt (Bild 1 und 2). Dabei handelt es sich um ein Membranelektrolyse-Verfahren, das die weitgehend selektive Abtrennung von Sulfat bei gleichzeitiger Konversion in verwertbare Produkte (Sulfatdünger) zulässt. Damit kann ein unerwünschter Wasserinhaltsstoff in einen Wertstoff konvertiert werden. Dies stellt einen wesentlichen Vorteil gegenüber alternativen wenig selektiven Verfahrensansätzen wie Nanofiltration oder Umkehrosmose dar. So kann zwar Wasser von Trinkwasserqualität erzeugt werden, allerdings ist die Verwertung der erzeugten Konzentrate ein ungelöstes Problem. Auch energetisch bieten solche Verfahren hier keinen Vorteil.

Im technischen Pilotmaßstab konnte bislang gezeigt werden, dass eine Verminderung der Salinität um bis zu 60 % möglich ist, im Technikumsmaßstab werden zwischenzeitlich Werte von mehr als 80 % erreicht. Weiterhin werden Schwermetall- und Aluminiumionen quantitativ abgetrennt und Pufferkapazität erzeugt. Hierfür werden keine Prozesschemikalien benötigt.

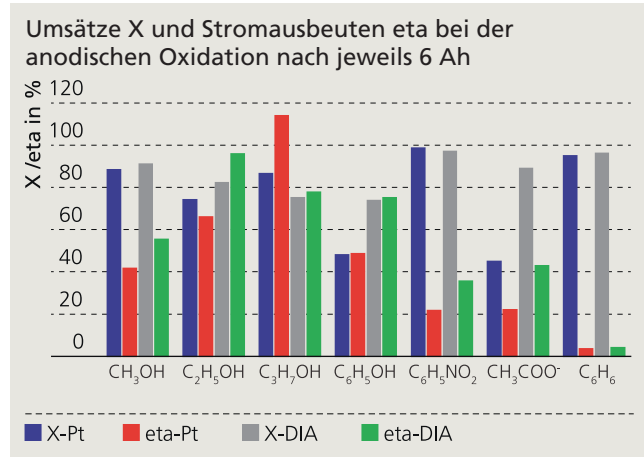
Anfänglich bereitete die Behandlung calciumreicher Wässer Probleme durch erhebliches Scaling in den Membranelektrolysezellen. Zwischenzeitlich konnten dafür wirkungsvolle Abwehrmaßnahmen entwickelt und im Pilotmaßstab erprobt werden. Das Verfahren ist vorrangig für die Behandlung größerer Wasservolumina konzipiert, wie sie für den Bergbau typisch sind. Die Anlagen sind jedoch modular aufgebaut, sodass eine breite Spannweite von Anlagengrößen im praktischen Einsatz realisiert werden kann (0,01–2 m³/s). Neben dem behandelten Wasser und dem dabei erzeugten Dünge-

mittel wird bei der Elektrolyse in nennenswertem Umfang H₂ erzeugt sowie CO₂ als Prozesschemikalie verwendet.

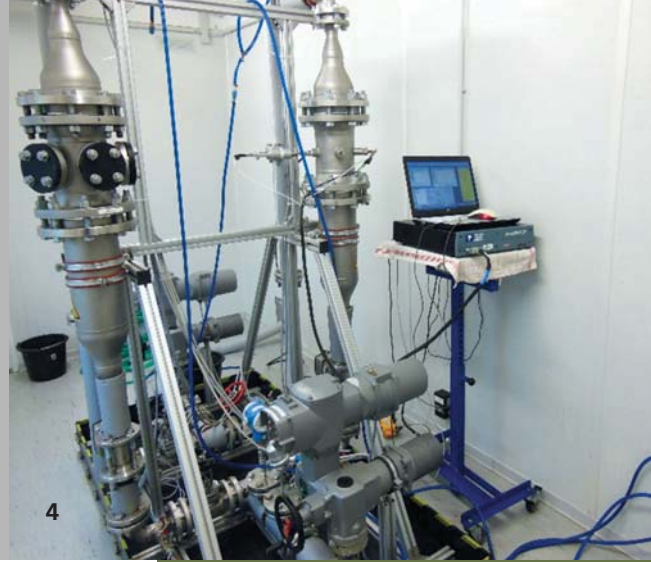
Membranelektrolyse-Verfahren eignen sich auch hervorragend für die Zerstörung persistenter organischer Schadstoffe in kontaminierten Wässern. Zahlreiche solcher Verbindungsklassen, z. B. Nitroaromaten können durch alternative Verfahren wie Photo- oder Ozonolyse nur unvollständig abgebaut werden. Ein biologischer Abbau findet kaum statt. Bei der elektrochemischen Totaloxidation werden organische Substanzen vollständig zu CO₂ umgesetzt. Aus Heteroatomen entstehen dabei die entsprechenden oxidierten Anionen wie das folgende Beispiel (Nitrobenzol) illustriert:



Die erfolgreiche Einsetzbarkeit wurde inzwischen für eine ganze Reihe von Anwendungsfällen, teils bis zum Pilotmaßstab, demonstriert (Behandlung von Chemieabwasser, Reinigung durch Sprengstoffe kontaminierter Grundwässer, Behandlung radioaktiver Abfälle).

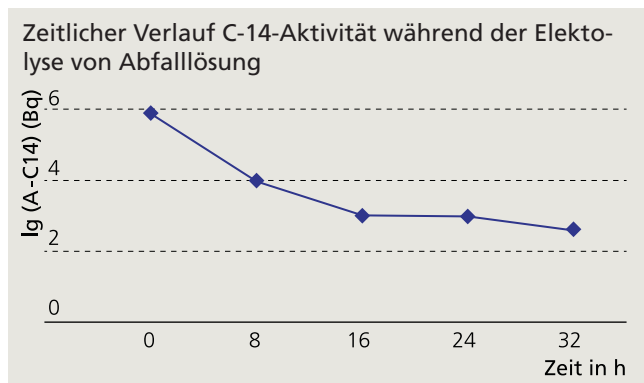


Letzteres ist Gegenstand eines aktuellen BMBF-Projekts mit dem Ziel einer Pilotierung (FKZ 02S9154). Innerhalb dieses Pro-



jekts wurden in breiterem Umfang Untersuchungen zum Einfluss des Elektrodenmaterials und der Reaktionsbedingungen auf die Umsetzung diverser chemischer Verbindungen durchgeführt. Dabei erwies sich zumeist bordotierter Diamant als überlegenes Anodenmaterial.

Bei der Totaloxidation stofflich teilweise unbekannter Proben radioaktiver C-14-Abfälle konnte in ersten kleinmaßstäblichen Tests (Bild 3) ein Umsatz erreicht werden, der eine Entsorgung der dekontaminierten flüssigen Phase als konventioneller Abfall zulässt. Das freigesetzte C-14-CO₂ wird dabei in einem nachgeschalteten Absorptionsschritt in endlagerfähige Erdalkalcarbonate überführt.

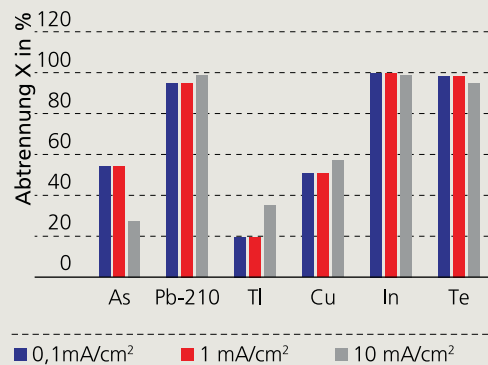


Mit dem Projekt sollen zugleich die Grundlagen für ein C-14-Recycling geschaffen werden.

Ein weiteres Anwendungsgebiet, bei dem sowohl die Abtrennung von Radionukliden als auch die Gewinnung seltener Metalle auf elektrochemischem Wege im Fokus steht, ist die Konditionierung von Thermalsolen in der Tiefen-Geothermie (BMW-Projekt FKZ 0325696). Im Vordergrund steht dabei die Vermeidung von sogenanntem Scaling durch natürlich vorkommende Radionuklide wie Pb-210 und toxische Schwermetalle. Scaling führt in der Praxis zu Betriebsstörungen bis hin zu sicherheitsrelevantem Bauteilversagen und zu erheblichen Zusatzkosten für Wartung und Entsorgung. Entwicklungsziel ist hier die Abtrennung der unerwünschten Komponenten, vorzugsweise noch untertage. Andererseits enthalten Thermalsolen teilweise auch seltene Metalle in Konzentrationen, die eine Gewinnung prinzipiell möglich erscheinen lassen.

Im Rahmen eines Förderprojektes der DBU (FKZ 31916/01) werden beide Ansätze gegenwärtig näher untersucht. Die bisherigen Untersuchungsergebnisse in Modellsole zeigen, dass sowohl die elektrochemische Abtrennung toxischer Schwermetalle als auch die Abscheidung von seltenen Metallen auch bei den typischerweise vorliegenden Konzentrationen <1 mg/l meist mit hoher Ausbeute möglich ist.

Elektrochem. Abscheidung von Scalents aus Modellsole, Verweilzeit je 240 s (10 mA/cm² = 120 s)



Vor allem die Abscheidung des kritischen Nuklids Pb-210 erscheint als sehr aussichtsreich. Ebenso können Indium und Tellur nahezu vollständig abgetrennt werden. Bei Arsen und Thallium werden weitere Verbesserungen angestrebt, was Gegenstand derzeitiger FuE-Arbeiten ist. Für die anstehenden Praxistests wird ein mobiler Teststand, ausgelegt in PN 40 mit TÜV-Abnahme und bergrechtlicher Zulassung genutzt, der ebenso für In-situ-Korrosionsuntersuchungen verwendet wird (Bild 4).

Weitere Arbeitsgebiete sind die Rückgewinnung von Laugungschemikalien aus der Extraktion von Sekundärrohstoffen durch Elektrodialyse und die Entwicklung elektrochemischer Selektionsschritte bei der Trennung von Seltenen Erden und von anderen seltenen Metallen.

- 1 Pilotanlage elektrochemische Sulfat-abtrennung.
- 2 Übersicht Anlagenstandort.
- 3 Laborversuchsstand C-14-Totalmine-ralisation.
- 4 Teststand Tiefe Geothermie.



MEMBRANERPROBUNG IM TECHNIKUM UND FELDVERSUCH

Dr. Marcus Weyd, Dipl.-Ing. Christian Pflieger, Dipl.-Ing. Steffen Wöhner

Membranverfahren sind als energetisch effiziente Trennverfahren in der Technik weit verbreitet. Sie benötigen keine chemischen Hilfsstoffe und sind alternativen Trennverfahren bezüglich der Selektivität meist deutlich überlegen. Anorganische Membranen zeichnen sich durch hohe Flussleistungen aus. Des Weiteren sind sie bei extremen chemischen und thermischen Bedingungen einsetzbar. Am Fraunhofer IKTS werden anorganische Membranen für Trennprozesse in flüssigen, dampfförmigen und gasförmigen Medien entwickelt. Das Ziel der Entwicklungen besteht zumeist darin, die Trennleistung und Trennschärfe der Membranen weiter zu verbessern, die Membranflächen pro keramischem Element zu erhöhen bzw. Membranen für neuartige Trenaufgaben zu synthetisieren und zu erproben. Hierbei werden auch neue Trägergeometrien entwickelt, die bezüglich Stofftransport bewertet werden müssen. Einige Membrantypen werden prototypisch hergestellt. Unterstützend zur Membranentwicklung müssen die Eigenschaften der Membranen ermittelt werden. Porengrößen von oft unterhalb einem Nanometer bedingen spezieller Testverfahren. Porengrößen und Porengrößenverteilungen müssen bestimmt und die Schichtqualität analysiert werden.

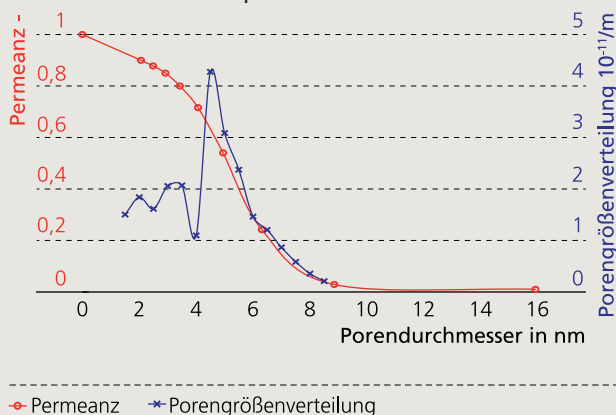
Diese Eigenschaften müssen für Labormuster von nur wenigen Zentimeter Länge aber auch für 1,2 m lange Membranen analysiert werden. Ebenso muss sichergestellt sein, dass die Membranen für die jeweiligen Prozessbedingungen (Druck, Temperatur, Prozessmedien, pH-Wert) geeignet sind. Es folgen die wesentlichen Methoden der Membrancharakterisierung:

- Permporosimetrie
- Bubble-Point-Methode
- Permeationsmessung
- Trenngrenzenbestimmung
- Simulation von Stofftransport und Festigkeit
- Berstdruckprüfung
- Kontaktwinkelmessung
- Ermittlung von Säure- und Laugenstabilität

Entscheidend für den wirtschaftlichen Einsatz eines Membranverfahrens sind die Trennleistungen im technischen Prozess bei Verwendung der realen Medien. Diese Daten werden in einem mehrstufigen Prozess erhoben. Erste Prinzipversuche in Laboranlagen mit kleineren Membrangeometrien liefern bei reduziertem Aufwand eine qualitative Aussage zum Membranverfahren. Nach positivem Testergebnis erfolgen Versuche mit industriell relevanten Membrangeometrien (z. B. Mehrkanalrohre, Länge 1,2 m) in Pilotanlagen im Technikum, mit dem Ziel erste belastbare Leistungsdaten zu erfassen. Das IKTS verfügt über Membrananlagen im Labor- und Pilotmaßstab für Verfahren wie Pervaporation, Dampfpermeation, Gaspermeation, Mikro-, Ultra- und Nanofiltration sowie organophile Nanofiltration.

Eine Gaspermeationsanlage zur Gastrennung und zur Trocknung von Gasgemischen bei hohen Temperaturen und eine Pilotdampfpermeationsanlage konnten 2014 in Betrieb genommen werden. Mit der Dampfpermeationsanlage können Lösungsmittel unter gleichzeitiger Verwendung mehrerer Membranmodule getrocknet und azeotrope Zusammensetzungen gebrochen werden. Auch Dauerversuche sind bei Temperaturen bis 220 °C und Drücken bis 25 bar möglich.

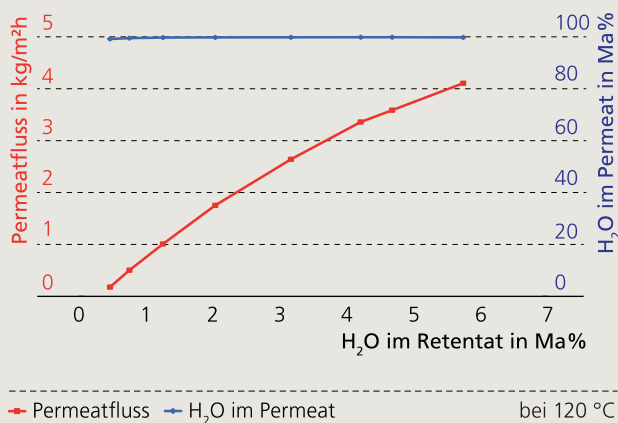
Porengrößenverteilung einer Ultrafiltrationsmembran ermittelt durch Permporosimetrie





UMWELT- UND VERFAHRENSTECHNIK

Entwässerung von Ethanol durch Dampfpermeation



Für Applikationsuntersuchungen im Bereich der Flüssigfiltration sowie im Bereich der organophilen Nanofiltration verfügt das IKTS über ein Applikationszentrum Membrantechnik in Schmal-kalden. Der Fokus liegt hier neben der Membrancharakterisierung auf der Verfahrenserprobung und -entwicklung in Form von praktischen Machbarkeitsversuchen. Mobile Anlagen können für kunden- bzw. projektspezifische Projekte verwendet werden. Am Applikationszentrum werden diese Versuchsanlagen in Form von Prototypen ebenso entwickelt und aufgebaut.

Im Bereich der Flüssigfiltration sind folgende Anlagen verfügbar:

- Tischanlagen (MF, UF, NF; PN16)
- Laboranlagen (MF, UF, NF, UO; PN16/PN100)
- Feldversuchsanlagen (MF, UF, NF; PN25)
- Mobile ATEX-Anlagen (MF, UF, NF; PN25/PN40)

Es wird Wert darauf gelegt, dass jeder Membranprozess auch mit Membranen industriell relevanter Geometrie betrieben werden kann. Zur Membrancharakterisierung hinsichtlich Bestimmung des Klarwasserflusses bzw. des Rückhaltes von Testsubstanzen werden gesondert Anlagen vorgehalten. Die Bestimmung der Säure- oder Laugenstabilität erfolgt in verschiedenen Spezialanlagen für die Verwendung der jeweiligen Medien. Darüber hinaus können statische Auslagerungsversuche von Membranen in aggressiven Medien bei Temperaturen bis 150 °C durchgeführt werden.

Für die Membranerprobung im Feldversuch wurden spezialisierte Feldversuchsanlagen entwickelt und aufgebaut. Diese

Anlagen zeichnen sich durch folgende Eigenschaften/Merkmale aus:

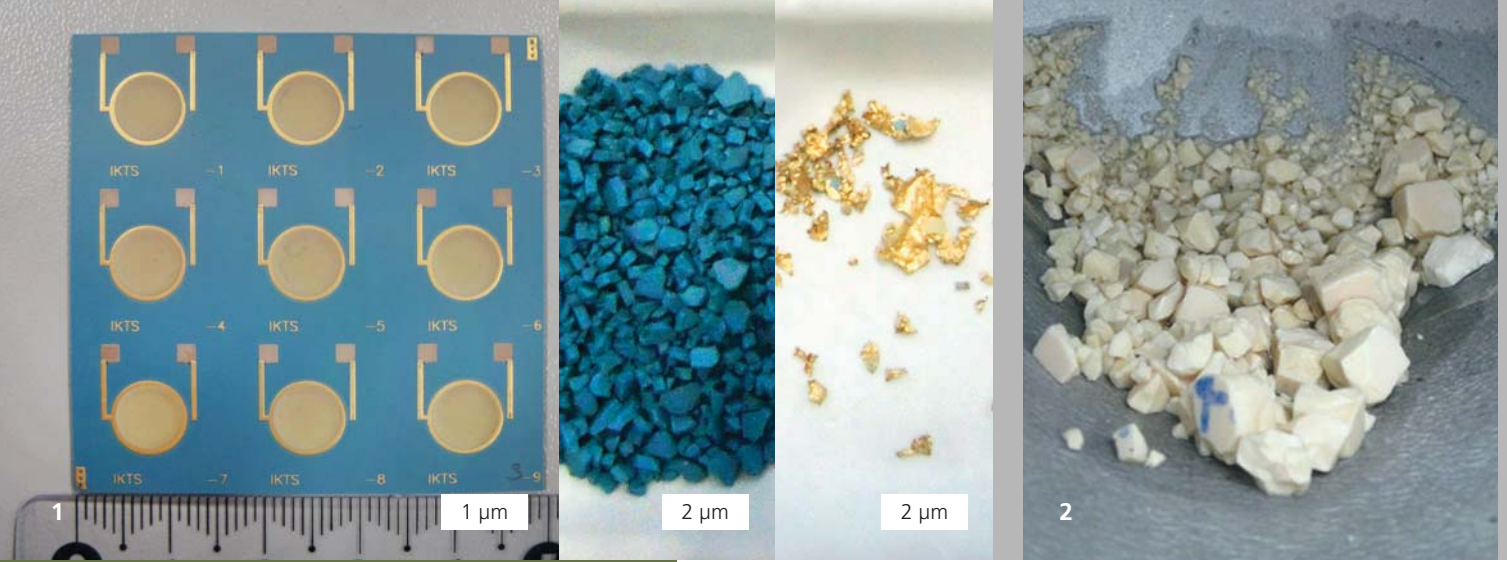
- Automatisierter Batch- oder Feed-and-Bleed-Betrieb
- Befüllungs- bzw. Füllstandsüberwachung
- Regelung auf Druck bzw. Permeatvolumenstrom
- Intelligenter Retentat-/Produktaustrag
- Heiz- und Kühlfunktion
- Rückspülfunktion (2 Arten)
- Datenaufnahme

Die Feldversuchsanlagen können im Batchbetrieb eine definierte Anzahl an Zyklen verarbeiten und sich selbstständig füllen. Die Temperaturregelung erfolgt automatisch mit Thermostat oder extern vorgehaltenem Kühl- oder Heißwasser. Im Feed-and-Bleed-Betrieb kann der Produkt- bzw. Retentat-austrag proportional zum Permeatfluss erfolgen, um an einem vorgegebenen Konzentrationspunkt zu fahren. Die Anlagen können auch in ein Ringleitungssystem einer bestehenden Anlage integriert werden.

Leistungs- und Kooperationsangebot

- Kunden- und anwendungsspezifische Membrantestung und -erprobung
- Pilotierung von Membranprozessen
- Verfahrensentwicklung für die genannten Membranprozesse
- Entwicklung und Bau geeigneter Membrangehäuse
- Entwicklung und Konstruktion von Membran(test)anlagen
- Entwicklung von Membranreinigungsstrategien von z. B. bestehenden Membrananlagen beim Kunden
- Durchführung und/oder Begleitung bzw. Auswertung von Feldversuchen
- Lieferung von Membranmustern
- Konzeptentwicklung zum Einbinden von Membrananlagen/-verfahren in kundenspezifischen Produktionsablauf

- 1 Membranerprobung im Technikum.
- 2 Mobiler Filtrationscontainer zur Verwendung mit organischen Lösungsmitteln.
- 3 Mobile Filtrationsanlage mit Rückspüleinheit und Temperaturregelung.
- 4 Pilotdampfpermeationsanlage im Technikum.



SCHOCKWELLENRECYCLING VON KERAMIKEN UND KERAMIK-EDELMETALL-VERBUNDEN

Dipl.-Ing. Axel Müller-Köhn, Dipl.-Ing. Carolin Lohrberg, Dipl.-Ing. Kerstin Lenzner, Dipl.-Ing. Anne Bergner, Dr. Manfred Fries, Dr. Tassilo Moritz

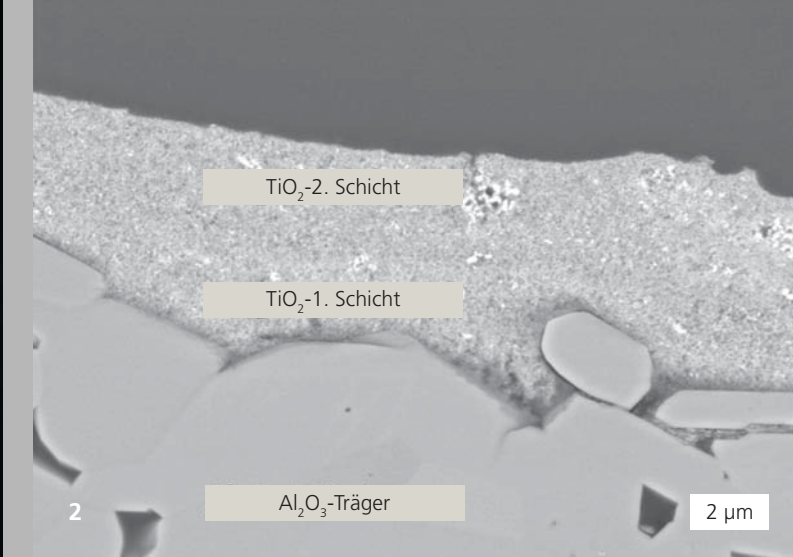
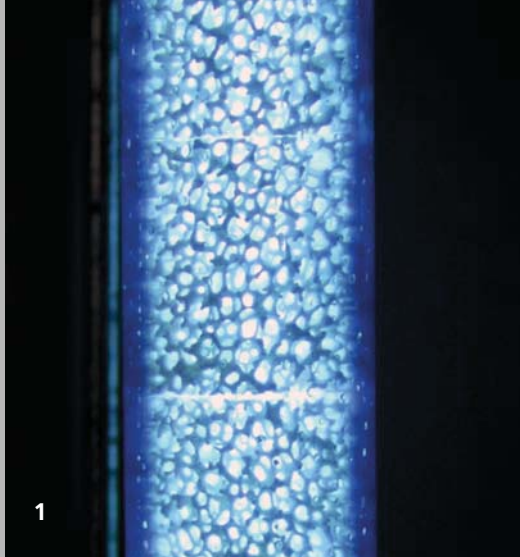
Die Bauteil- und Systementwicklung von Keramiken ist gekennzeichnet durch einen zunehmenden Grad der Integration verschiedenster Komponenten und Funktionalitäten. Das keramische Material übernimmt häufig die Funktion eines Trägers, eines Gehäuses oder einer eigenständigen Funktionskomponente in Form eines elektrischen Leiters, Isolators oder Dielektrikums. Diese Komponenten werden häufig mit Metallen oder Edelmetallen über Beschichtungs-, Löt- und Kontaktierungsverfahren sowie Co-Sinterverfahren stoffschlüssig miteinander verbunden.

Beispiele solcher Werkstoffverbundbauteile oder -systeme finden sich in Form von Mehrlagen-Bauteilen, wie z. B. Brennstoffzellenstacks, Sensorbauteilen oder piezoelektrischen Aktoren, Katalysatorträgern oder medizinischen Instrumenten. Als metallische Verbundpartner sind häufig Gold, Platin, Silber und Kupfer zu finden. Auf der keramischen Seite werden vielfach Aluminiumoxid, Zirkoniumoxid oder Seltenerdoxide verwendet.

Durch die Adensis GmbH wurde ein innovatives, materialelektives Zerkleinerungsverfahren entwickelt, wodurch eine Anreicherung bzw. Rückgewinnung der enthaltenen strategischen Metalle, Seltenerdoxide und Edelmetalle erzielt wird. Das Verfahren bedient sich mechanischer Schockwellen in einem flüssigen Medium, um eine Energieeinkopplung und damit eine Zerkleinerung zu bewirken. Die Schockwellen werden mit Hilfe des elektrohydraulischen Effekts erzeugt, bei dem in einer Flüssigkeit zwischen zwei Elektroden ein kurzzeitiger, intensiver Lichtbogen gezündet und somit eine Stoßentladung erzeugt wird. Hierbei ergibt sich kein Kontakt mit einem festen Mahlkörper, sodass gewissermaßen ein »berührungsfreies« Trennverfahren vorliegt.

Im Rahmen eines durch das SMWK geförderten, gemeinsamen Forschungsvorhabens (Fö.-Nr. 100119802) konnte der wichtigste Vorteil des EHZ-Verfahrens – ein materialsensitiver Aufschluss – am Beispiel der Trennung von LTCC-Keramiken (Low Temperature Co-fired Ceramics) und aufgedruckten Gold- bzw. Silberkomponenten sowie der Zerkleinerung hochwertiger Keramikkomponenten deutlich herausgestellt werden. Als wirtschaftlich sinnvolle Materialsysteme stellen sich LTCC und ZrO_2 -Keramiken sowie keramische Beschichtungen dar. Anhand dieser Beispielsysteme wurde die Zerkleinerungs- und Trenneffizienz und ihre Recyclierbarkeit, d. h. der Wiederaufführung in den Rohstoffkreislauf, untersucht und als aussichtsreiche Recyclingmethode im Sinne der Ressourceneinsparung bewertet.

- 1 LTCC-Bauteil vor (links) und nach (rechts) Zerkleinerung und Sortierung.
- 2 Zerkleinertes Material eines Zirkoniumoxid-Monolithen.



PHOTOKATALYTISCHE ABWASSERREINIGUNG MIT FUNKTIONALISIERTER, ZELLULÄRER KERAMIK

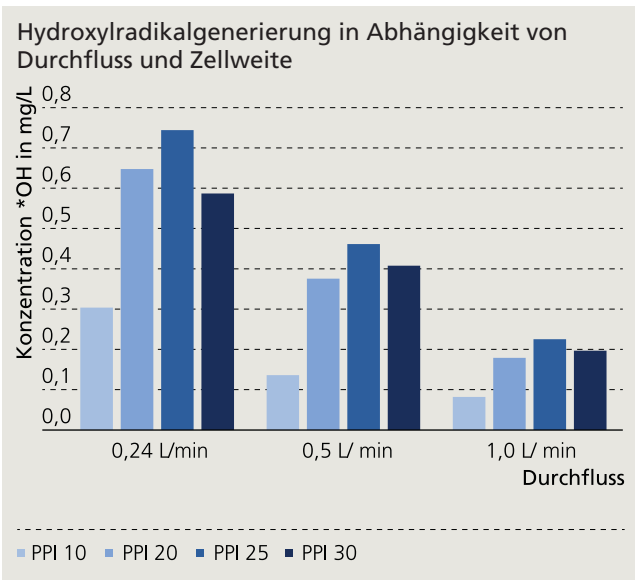
Dipl.-Ing. Franziska Saft, Dipl.-Ing. Heike Heymer, Dipl.-Krist. Jörg Adler, Dr. Burkhardt Faßauer

Spurenstoffe anthropogenen Ursprungs, insbesondere persistente und bioakkumulierende Human- und Veterinärpharmaka, sind in den letzten Jahren verstärkt in den Fokus des öffentlichen Interesses getreten, da sie durch konventionelle Abwasserreinigungsverfahren nicht vollständig abgebaut werden und sich somit in der aquatischen Umwelt anreichern. AOP-Verfahren (Advanced Oxidation Processes) wie z. B. die Photokatalyse, deren Fokus auf der Erzeugung nicht selektiv reagierender Hydroxylradikale beruht, sind in der Lage, eine vollständige Oxidation persistenter Stoffe bei simultaner Desinfektion zu erzielen. Der Oberflächenkontakt zwischen Schadstoff und Katalysator/Licht ist bei der Anwendung des photokatalytisch initiierten Schadstoffabbaus von besonderer Bedeutung. Große optimal bestrahlte Katalysatoroberflächen begünstigen somit eine effiziente Erzeugung von Hydroxylradikalen.

Die Immobilisierung von Katalysatoren auf zellulären, keramischen Substraten ermöglicht im Vergleich zu wenig effizienten Fixierungsvarianten auf Behälterwänden bzw. Membranoberflächen hohe Wechselwirkungsflächen sowie günstige Eindringtiefen der Lichtbestrahlung.

Aus diesem Grund wurden am Fraunhofer IKTS zelluläre Keramiken mit unterschiedlichen Porengrößen (PPI – Pores per Inch) und Geometrien mit einer photokatalytisch aktivierbaren TiO_2 -Beschichtung entwickelt. Hierfür wurden Al_2O_3 -Schaumkeramikträger zwischen PPI10 (4–5 mm Porenweite) und PPI30 (2 mm Porenweite) nach dem Schwartzwalder-Verfahren hergestellt und anschließend mit einer TiO_2 -Suspension mittels Tauchverfahren allseitig beschichtet. Die Schichtdicke des TiO_2 beträgt bis zu 100 µm. Die Einsatzmöglichkeiten der beschichteten Keramiken wurden unter Verwendung von Modellschadstoffen und realen Abwässern systematisch untersucht.

Es konnte gezeigt werden, dass mit einem zu anderen AOP-Verfahren vergleichsweise niedrigen Energieeintrag ein vollständiger Abbau von Problemschadstoffen wie Carbamazepin



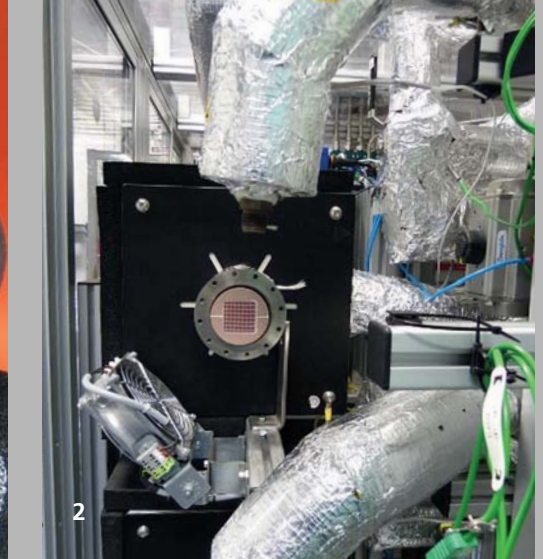
und Diclofenac bei simultaner Desinfektion möglich ist. Das IKTS bietet anwendungsorientierte Leistungen zur Entwicklung von Materialien und Verfahren für die Aufbereitung unterschiedlich belasteter Wässer an.

- 1 Zelluläre Keramik unter UV-C-Bestrahlung im Versuchsreaktor.
- 2 Stereomikroskopische Aufnahme einer zweifach TiO_2 -beschichteten, zellulären Keramik.





1



2

PRÜFUNG UND ENTWICKLUNG VON DeNO_x-KATALYSATOREN

M. Sc. Marcel Hübner, Dr. Uwe Petasch

DeNO_x-Katalysatoren dienen zur Reduzierung von im Abgas enthaltenen Stickoxiden, die nicht nur wegen ihrer reizenden und giftigen Wirkung kritisch für die Gesundheit des Menschen und die Umwelt zu sehen sind, sondern auch weil sie zusammen mit flüchtigen Kohlenwasserstoffen Ozon bilden. In den letzten 20 Jahren konnten laut Bundesumweltamt die Stickstoffoxid-Emissionen in Deutschland um mehr als 50 % gesenkt werden. Als treibende Kraft für diese Entwicklung ist vor allem die immer restriktivere Abgasgesetzgebung zu sehen, die zu einer deutlichen Verschärfung der NO_x-Emissionsgrenzwerte führte. Diese Grenzwerte können zum heutigen Stand in nahezu allen Fahrzeug-, Maschinen- und Anlagenbereichen nur durch den Einsatz effektiver Abgasnachbehandlungssysteme erreicht werden.

Die Prüfung und Entwicklung von Katalysatoren für die Abgasnachbehandlung bilden einen Arbeitsschwerpunkt in der Gruppe Carbid- und Filterkeramik des Fraunhofer IKTS. Diese Arbeiten umfassen sowohl die Untersuchung der Eigenschaften und des Einsatzverhaltens konventioneller Katalysatoren, als auch die Entwicklung eigener Katalysatorlösungen. Dabei liegt der Fokus auf der Entwicklung von Katalysatoren auf Basis unterschiedliche Substrate, wie hochporöse Waben- und Filtersegmente, offenzellige Schaumkörper und Schaumpellets. Zu den Katalysatoranwendungen zählen sowohl klassische SCR- und NO_x-Speicher-katalysatoren als auch DeNO_x-funktionalisierte Partikelfilter.

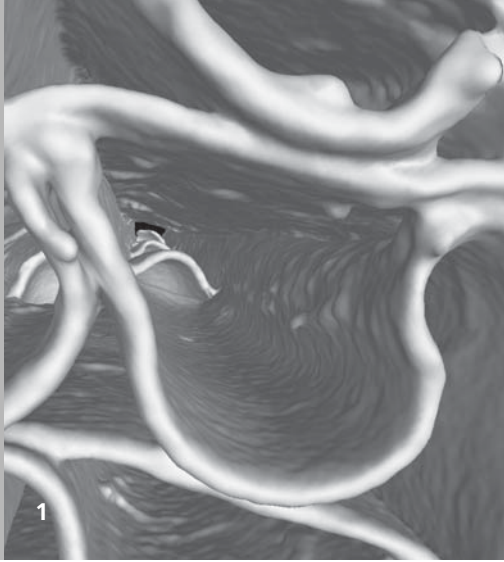
Der Vergleich der verschiedenen Katalysatorstrukturen erfolgt durch eine gleichartige Beschichtung mit kommerziellen Katalysatorpulvern und der anschließenden Bewertung anwendungsrelevanter Eigenschaften, wie der Reaktivität und dem Gegendruck, die durch das unterschiedliche Durchströmungsverhalten beeinflusst werden. Für die Untersuchung und Optimierung der katalytischen Eigenschaften von Abgasnachbehandlungskatalysatoren wurde ein Synthesegasprüfstand mit moderner Analysetechnik aufgebaut. Für die DeNO_x-Katalysa-

toren werden damit spezifische Eigenschaften, wie NO_x-Konvertierung, NH₃-Speicherfähigkeit, Light-off-Temperatur, Sekundäremissionen (z. B. N₂O) und Resistenz gegen Vergiftung ermittelt. Diese Untersuchungen erfolgen in Abhängigkeit von der Temperatur (RT bis 900 °C), dem NO₂/NO_x-Verhältnis (Standard- und Fast-SCR), der Abgaszusammensetzung (NH₃, NO_x, O₂, HC, H₂O, SO_x) und dem Volumenstrom (10-100 l/min). Die Messung der Katalysatoren erfolgt typischerweise an Bohrkernproben oder an speziell gefertigten Prüflingsgeometrien. Zur Erreichung repräsentativer und aussagekräftiger Ergebnisse wird das Probenvolumen auf anwendungsrelevante Durchströmungsbedingungen angepasst und kann im Maximum einen Liter betragen. Neben der Reaktivitätsuntersuchung stehen spezielle Analysemethoden zur Charakterisierung der Materialeigenschaften der Katalysatoren zur Verfügung. Durch die Analyse alterungsbedingter Veränderungen der Katalysatorzusammensetzung, der Washcoatstruktur und der spezifischen Oberfläche sowie der mechanischen und thermomechanischen Eigenschaften können Desaktivierungsmechanismen verstanden werden.

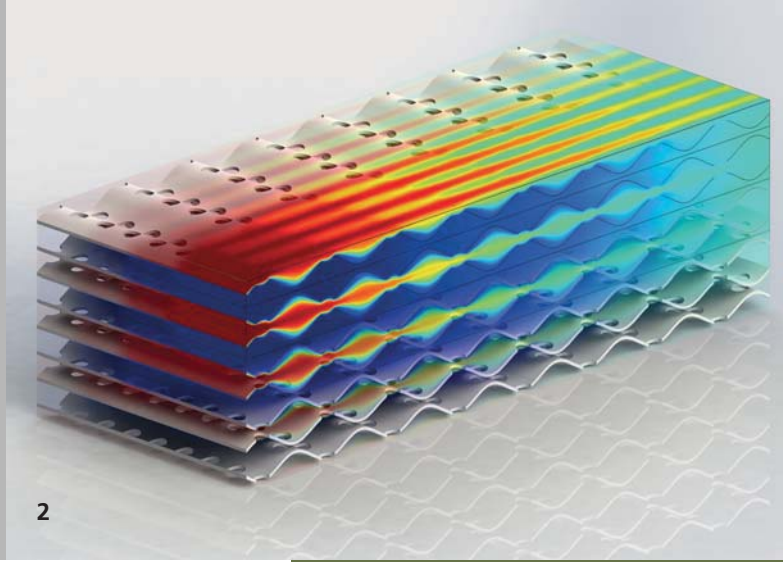
Leistungs- und Kooperationsangebot

- Material- und Technologieentwicklung zur Herstellung und katalytischen Beschichtung von keramischen Substraten (hochporöse Wabenkörper und Filtersegmente, offenzellige Schäume, Schaumpellets)
- Anwendungsbezogene Eigenschaftsbestimmung und -optimierung von DeNO_x-Komponenten hinsichtlich Katalysatoraktivität, -struktur und -zusammensetzung
- Prüfung charakteristischer Alterungsmerkmale (Desaktivierungsmechanismen) von DeNO_x-Komponenten in Post-Mortem-Analysen

- 1 Substrate für DeNO_x-Katalysatoren.
- 2 Synthesegasprüfstand zur Aktivitätsuntersuchung von Abgaskatalysatoren.



1



2

KERAMISCHE TRÄGERSTRUKTUREN FÜR DIE HETEROGENE KATALYSE

Dipl.-Ing. Erik Reichelt, Dipl.-Ing. Uwe Scheithauer, Dr. Wieland Beckert, Dr. Matthias Jahn

Vor dem Hintergrund der sich wandelnden Energie- und Rohstoffbasis erfahren dezentrale Anlagen zur Energiebereitstellung und zur Herstellung chemischer Produkte ein gesteigertes Interesse. Die Entwicklung neuer Prozesse für solche kleinskalierten Anlagen bzw. die Übertragung bekannter Prozesse auf diese macht die Nutzung neuer Reaktorkonzepte notwendig. Eine vergleichbare Effizienz zu hochintegrierten, großskaligen Prozessen erfordert eine Verbesserung der Effizienz der einzelnen Prozessschritte. Hier können neuartige keramische Trägerstrukturen einen wichtigen Beitrag leisten.

Bisher industriell eingesetzte Katalysatorträgerstrukturen weisen nur geringe Einstellmöglichkeiten bezüglich Stofftransport und Druckverlust auf. Während sich z. B. Pellets durch gute Stofftransporteigenschaften auszeichnen, ist der hohe Druckverlust ein entscheidender Nachteil. Wabenförmige Katalysatorträger hingegen zeigen zwar niedrige Druckverluste, jedoch auch schlechte Stofftransporteigenschaften. Eine gezielte Einstellung dieser Eigenschaften ist bisher nur über die Nutzung metallischer Träger möglich. Probleme bereitet hier jedoch die langzeitstabile Beschichtung mit Aktivmaterial. Neue keramische Fertigungsmethoden erlauben die Herstellung maßgeschneiderter Katalysatorträger, die darüber hinaus Eigenschaften wie mechanische und thermische Stabilität sowie gute Beschichtbarkeit auf sich vereinen. Insbesondere für stark exotherme oder durch Stofftransportvorgänge limitierte Reaktionen wie Methanisierung oder Fischer-Tropsch-Synthese sind diese Strukturen deshalb vorteilhaft. Eine Fertigungsmöglichkeit bietet die Nutzung keramischer Folientechnologie. Ausgangsmaterial in Pulverform wird mittels Foliengießen in sogenannte Grünfolien als Breit-Flach-Erzeugnisse überführt, die quasi endlos hergestellt, umgeformt, gewickelt, gestapelt und/oder miteinander verbunden werden können. Dabei können auch unterschiedliche Materialien in einer Grünfolie oder in einem Verbund aus verschiedenen Grünfolien kombiniert werden, sodass bei der abschließenden Sinterung auch Material- und Eigenschaftsgradienten realisiert werden können.

Besonders interessant ist hier die Möglichkeit zur Integration metallischer Schichten zur Erhöhung der Wärmeleitfähigkeit. Durch einfache Verfahrensschritte können in den Kanälen der Trägerstrukturen Strömungsleitelemente und Turbulenzpromotoren eingebracht werden. Die Möglichkeit zur endlosen Fertigung erlaubt eine einfache Übertragung auf den industriellen Fertigungsmaßstab. Ein Verfahren, welches sich durch besonders viele Freiheitsgrade bei der Formgebung auszeichnet, ist die additive Fertigung. Zwar ist diese bisher aufgrund höherer Fertigungskosten für den breiten industriellen Einsatz nur bedingt nutzbar, doch für spezielle Anforderungen, u. a. im Bereich hochpreisiger Feinchemikalien, ist der Einsatz auf diesem Weg gefertigter Katalysatorträger denkbar. Die Möglichkeit zur gezielten Selektivitätsbeeinflussung kann in diesem Fall die höheren Fertigungskosten rechtfertigen.

Beide Verfahren haben gemeinsam, dass sie zahlreiche Optionen und Variationsmöglichkeiten zum Aufbau von Katalysatorträgerstrukturen bieten. Die komplexen Zusammenhänge zwischen konstruktiver Gestaltung und den für den Prozess wichtigen lokalen Größen übersteigen die Möglichkeiten einer intuitiven Analyse. Hier bietet die Nutzung von Simulationswerkzeugen die Möglichkeit zur gezielten Identifizierung geeigneter Strukturen für spezifische Anwendungen.

Leistungs- und Kooperationsangebot

- Entwicklung und Fertigung anwendungsspezifischer Katalysatorträgerstrukturen
- Katalysatorbeschichtung und -screening
- Reaktor- und Prozessauslegung
- CFD- und Multiphysics-Simulation

1 Computertomographische Aufnahme einer keramischen Folienstruktur mit Turbulenzpromotoren.

2 Simulation des Konzentrationsprofils.