KOSTENEFFIZIENTE SYNTHESEPROZESSE ZUR HERSTELLUNG VON BSCF-PULVERSYSTEMEN IM PULSIERENDEN GASSTROM

SaMBa-Forschungsprojekt: Neuartiges Herstellungsverfahren für hochpermeable Sauerstoff-Membranen und Entwicklung einer innovativen Membran-Anschlussplatte für Sauerstoff-Generatoren

Der innovative Prozess

Die Glatt Pulversynthese ist ein einzigartiges, kontinuierliches Verfahren, mit dem Hochleitungspulvermaterialien im industriellen Maßstab erzeugt und modifiziert werden können.
Das Verfahren nutzt einen pulsierenden Gasstrom, in welchen die Rohstoffe (Lösungen, Suspensionen oder Pulver) gesprüht, getrocknet und ggf. kalziniert werden. Das pulsierende Gas erzeugt Turbulenzen in der Reaktionskammer und erhöht somit den Wärmetransport zu den Partikeln um so einzigartige Strukturen und außergewöhnliche Eigenschaften zu generieren. Der Prozess ist einfach skalierbar und somit im Labor- und Produktionsmaßstab verfügbar. Bei der Pulversynthese können Temperaturen bis zu 1.300 °C erreicht und oxidierende, reduzierende oder inerte Atmosphären eingesetzt werden.

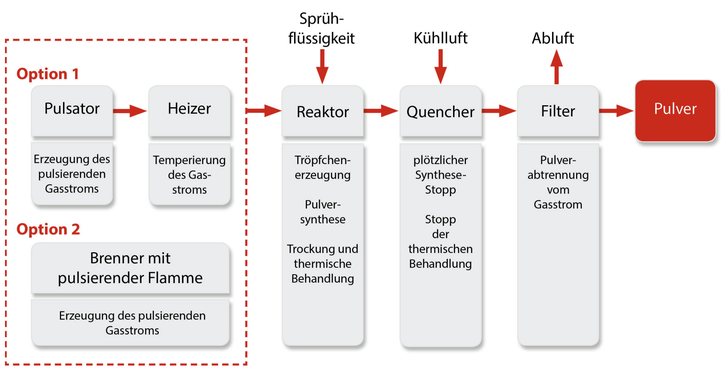


Bild 1: Prozessablauf der Glatt Pulversynthese

Vorteile:

- homogene Materialien
- keine harten Aggregate
- schneller, effizienter & skalierbarer Prozess
- einstellbare Material-eigenschaften
- nm- bis µm-Partikel
- Lohnproduktion & Reaktoren verfügbar

Bild 2: Reaktoren zur Glatt Pulversynthese
Glatt ProAPP® 80 HT (oben) und ProAPP® 300 (unten)

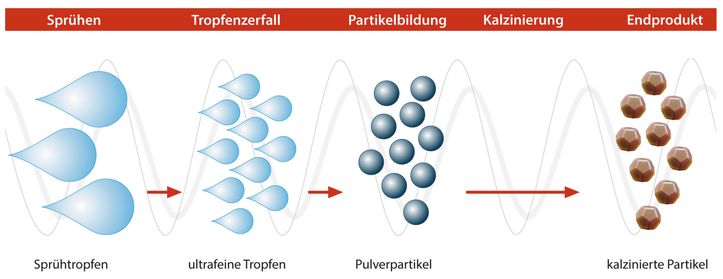


Bild 3: Grundprinzip der Sprühkalzinierung mit Glatt Pulversynthese

Prozessparametereinfüsse

Um den Prozess besser zu verstehen wurden Vorversuche mit dem weniger komplexen und ungefährlicherem Manganoxid durchgeführt. Dieses eignet sich als interessantes Forschungsthema, wegen den verschiedenen Oxidationsstufen des Mangans. Es wurde der Einfluss unterschiedlicher Parameter in der Glatt-Pulversynthese über die Zusammensetzung und Morphologie der erzeugten Manganoxid-Pulver untersucht.
Mit Mangannitratlösung als Ausgangsmaterial, bei Temperaturen von etwa 450 °C fand die Oxidation zu verschiedenen Manganoxiden statt. Sprühdruck, Amplitude und Frequenz wurden moduliert um ihren Einfluss auf die Partikelgröße, chemische Zusammensetzung und Ausbeute zu vergleichen.

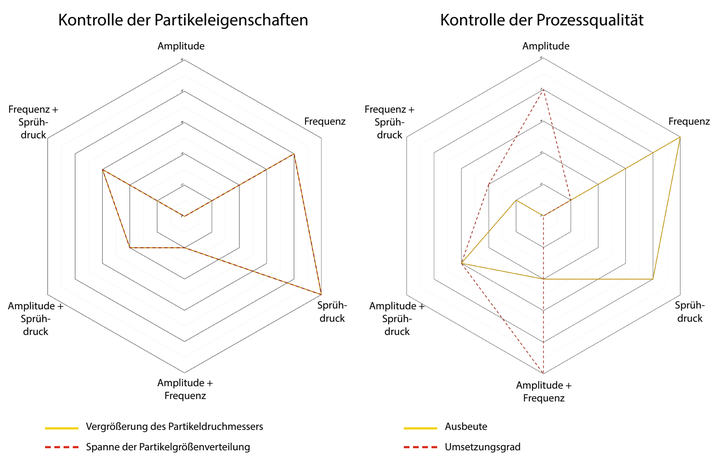
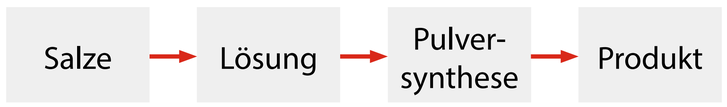


Bild 4: Einfluss der Prozessparameter

Die Diagramme zeigen, dass Frequenz und Sprühdruck einen großen Einfluss auf die Partikelgröße, Partikelgrößenverteilung und Ausbeute haben. Der Grad der Umwandlung zu Manganoxiden, einschließlich die Reaktion von MnO_2 auf Mn_2O_3, wird weitgehend von der Amplitude des pulsierenden Gasstroms sowie von der Kombination von Frequenz und Amplitude bestimmt. Auf diese Weise kann die chemische Reaktion des Oxids eingestellt werden ohne Änderung der Temperatur des Reaktors. Diese Erkenntnisse konnten in ersten Versuchen zur Synthese von BSCF eingebaut werden und werden auch bei weiteren Versuchsreihen einen großen Einfluss auf die Wahl der Parameter zur Optimierung der Materialeigenschaften spielen.



Forschungsmotivation

»Mixed ionic electronic conductor« (MIEC) Membranen sind spezialisierte Einphasenmaterialien, welche eine erhebliche Elektronen- und Ionenleitfähigkeit aufweisen. Deshalb können neutrale Moleküle durch eine feste Membran transportiert und somit von anderen Komponenten getrennt werden. Solch ein Material ist BSCF (Barium-Strontium-Kobalt-Eisen Oxid), welches den Sauerstoffaustausch ermöglicht. Dieses Material und dessen Produktion durch die Glatt Pulversynthese, sowie die spätere Herstellung der Membranen zur Sauerstoffabtrennung aus der Luft sind hier der Forschungsschwerpunkt. Als übergeordnetes Ziel setzt sich das Projekt die Konstruktion eines mobilen Generators zur Sauerstoff-Erzeugung aus Luft. Zusammen mit den Projektpartnern wird ein solches Gerät zum Einsatz in Krankenhäusern und in effizienteren Verbrennungsprozessen entwickelt.

Synthese von BSCF

Die Synthese der Rohstoffe für die Membranen ist hierbei der Schritt dem Glatt sich widmet und dieser zielt darauf ab, BSCF-Pulver aus erschwinglichen Ressourcen und in einem industriellen Maßstab erzeugen zu können. Der Prozess beginnt mit dem Auflösen dieser Rohstoffe, um eine Lösung oder eine Suspension herzustellen. Diese Rohstoffmischung wird hierbei durch ein Sprühsystem in den Reaktor eingebracht und direkt durch die Pulsation des Gasstromes und den Temperaturschock in einem sekundären Atomisierungsvorgang in sehr kleine Partikel (ca. 1-10 µm je nach Einstellung) zerteilt. Diese kleinen Tropfen werden anschließend im gleichen Prozess getrocknet und man erhält eine homogene Mischung der Rohstoffe in Pulverform. Zur Erzeugung von BSCF wird dieses Pulver noch bei höheren Temperaturen (700 – 1300 °C) kalziniert.

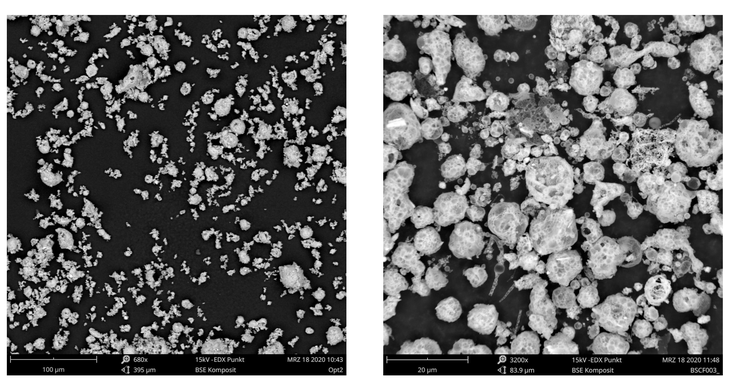


Bild 5: REM-Aufnahmen der, aus Suspension, generierten BSCF-Pulver (oben 680x, 3200x; unten 4400x, 4000x) lediglich die Art der Rohstoffsuspension unterschied sich

Der gesamte Prozess, vom Einsprühen der Lösung oder Suspension bis zur Kalzination zum BSCF, dauert üblicherweise weniger als eine Sekunde. Die so erzeugten Pulver werden dann weiterverarbeitet, um die gewünschten Kristallstrukturen zu generieren und zu Rohrmembranen geformt. Die Analyse dieser Membranen und Tests in einem mobilen Sauerstoffgenerator sind im Gange.
Die geplante Optimierung der Produktion ist die nachträgliche Kalzinierung der erzeugten Pulver entfallen zu lassen und die Synthese in einem einstufigen Prozess bei höheren Temperaturen durchzuführen. Durch diese Weiterentwicklung können voraussichtlich mehrere Prozessschritte eingespart und Kosten verringert werden. Glatt arbeitet gerade am Bau einer Anlage die dieses befähigt.

Danksagung

Das diesen Ergebnissen zugrundeliegende Vorhaben wurde vom Freistaat Thüringen unter der Nummer 2018 FE 9026 gefördert und durch Mittel der Europäischen Union im Rahmen des Europäischen Fonds für regionale Entwicklung (EFRE) kofinanziert.

EFRE EUROPE FOR THURINGIA EUROPEAN REGIONAL DEVELOPMENT FUND
EUROPEAN UNION