

Innovative Beschichtungs- und Charakterisierungsmethoden für die nasschemische Herstellung von asymmetrischen Gastrennmembranen auf Basis von SiO_2

Jan Hoffmann

Forschungszentrum Jülich GmbH
Institut für Energie- und Klimaforschung (IEK)
Werkstoffsynthese und Herstellungsverfahren (IEK-1)

Innovative Beschichtungs- und Charakterisierungs- methoden für die nasschemische Herstellung von asymmetrischen Gastrennmembranen auf Basis von SiO₂

Jan Hoffmann

Schriften des Forschungszentrums Jülich
Reihe Energie & Umwelt / Energy & Environment

Band / Volume 195

ISSN 1866-1793

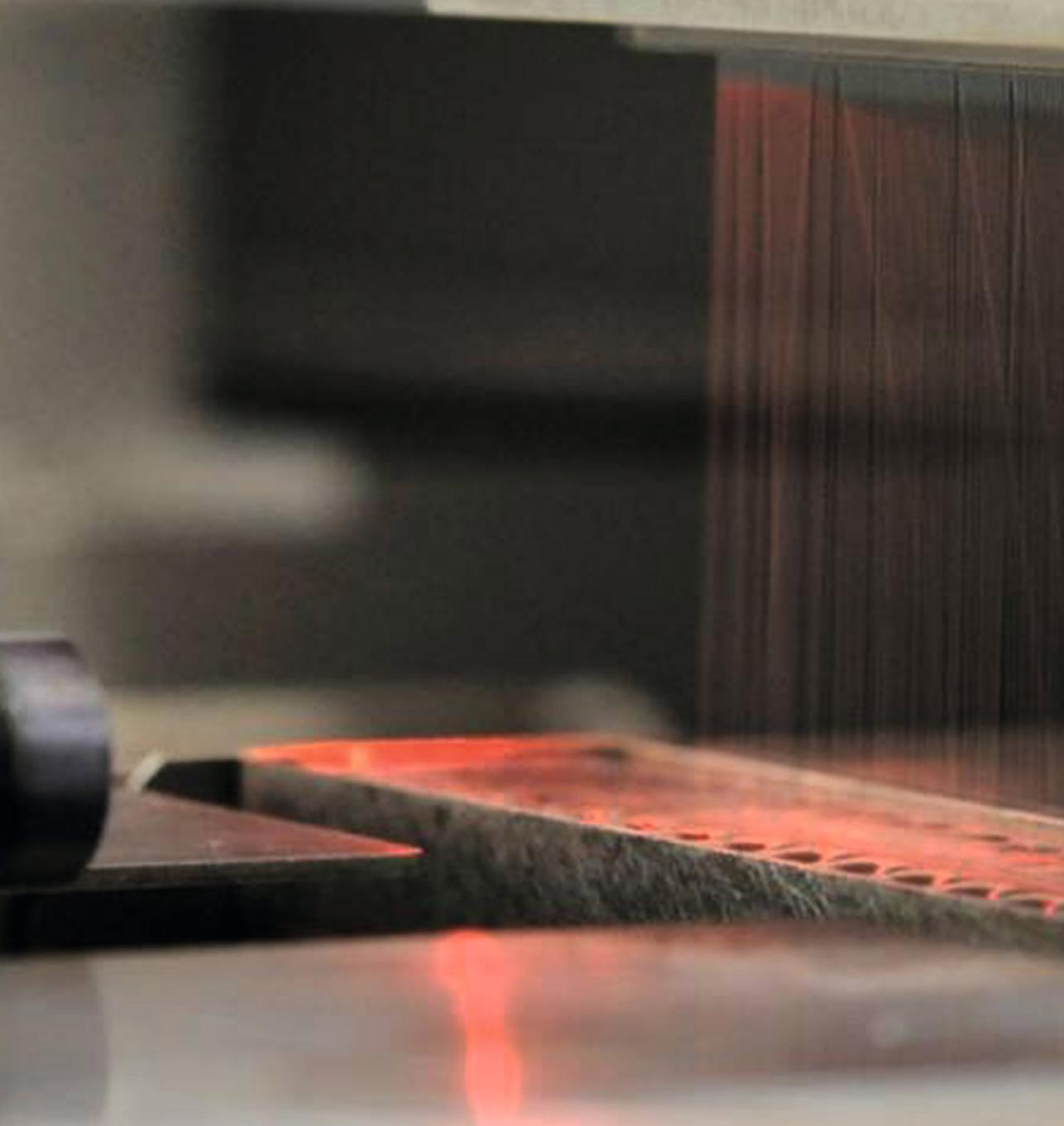
ISBN 978-3-89336-917-1

Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis.....	I
Abkürzungsverzeichnis	IV
1. Einleitung und Zielsetzung	1
2. Stand der Technik	4
2.1. Membranen.....	4
2.1.1. Klassifizierung von Membranen	4
2.1.2. Kenngrößen und Anforderungen.....	6
2.1.3. Aufbau graderter Systeme.....	7
2.1.4. Polymermembrane und spezifische Anwendungen	9
2.1.5. Anorganische Membrane und spezifische Anwendungen	10
2.2. Herstellung keramischer Membrane.....	15
2.2.1. Sol-Gel-Prozess	15
2.2.1.1. Sol-Gel Synthese	15
2.2.1.2. Dotierung des Sols zur Erhöhung der hydrothermalen Stabilität.....	17
2.2.1.3. Sol-Gel-Beschichtungstechniken	18
2.2.1.4. Wärmebehandlung von Sol-Gel-Schichten.....	22
2.2.2. Chemische Gasphasenabscheidung.....	22
2.3. Membranspezifische Charakterisierungsmethoden	24
2.3.1. Permporosimetrie	24
2.3.2. Permeationsmessungen.....	26
2.3.3. Optische Methoden	27
2.4. Gastransport in porösen Membranen.....	29
2.4.1. Beschreibung des Gastransportes durch das Binary-Friction-Modell	33
2.5. Literaturübersicht SiO₂ basierter Membrane	37
3. Experimentelle Methoden und Versuchsdurchführung	43
3.1. Membranherstellung	43
3.1.1. Substrate	43
3.1.1.1. α -Al ₂ O ₃ -Substrate aus eigener Herstellung	43
3.1.1.2. Kommerzielle α -Al ₂ O ₃ -Substrate.....	44
3.1.2. Sol-Gel-Synthesen	45
3.1.2.1. AlO(OH)-Kolloidalsol.....	45
3.1.2.2. SiO ₂ -Polymersol.....	46
3.1.3. Beschichtungsmethoden	46
3.1.3.1. Horizontales Tauchbeschichten.....	47

3.1.3.2. Tintenstrahldrucken	48
3.1.4. Wärmebehandlung der Sol-Gel-Schichten.....	54
3.1.4.1. γ -Al ₂ O ₃ -Zwischenschichten.....	55
3.1.4.2. SiO ₂ -Funktionsschichten.....	55
3.2. Analytische Methoden.....	55
3.2.1. Sol-Charakterisierung.....	56
3.2.2. Quecksilberporosimetrie.....	57
3.2.3. Permporosimetrie	57
3.2.4. Permeationsmessungen.....	60
3.2.4.1. Dead-End Permeationsmessungen	60
3.2.4.2. Cross-Flow Messungen	62
3.2.5. Optische Charakterisierungsmethoden	64
3.2.5.1. Elektronenmikroskopie.....	64
3.2.5.2. Konfokale Lasermikroskopie.....	65
3.2.5.3. Weißlichttopographie	65
3.2.6. Anwendung des Binary-Friction-Modelles.....	65
3.3. Übersicht über die hergestellten Membranen.....	67
4. Ergebnisse und Diskussion	71
4.1. Steigerung der Effizienz der Charakterisierungsmethoden und Fehleranalyse..	71
4.2. Charakterisierung von gradierten SiO₂-Membranen	75
4.2.1. α -Al ₂ O ₃ -Substrate	76
4.2.1.1. Permeations- und Permporosimetriemessungen.....	78
4.2.1.2. Modellierung des Gastransportes	79
4.2.1.3. Zusammenfassung	80
4.2.2. γ -Al ₂ O ₃ -Zwischenschichten	81
4.2.2.1. Permeations- und Permporosimetriemessungen.....	82
4.2.2.2. Modellierung des Gastransportes	86
4.2.2.3. Zusammenfassung	87
4.2.3. SiO ₂ -Funktionsschicht	88
4.2.3.1. Einzel- und Mischgasmessungen im Cross-Flow-Betrieb.....	90
4.2.3.2. Einzelgasmessungen im Dead-End-Betrieb	94
4.2.3.3. Zusammenfassung und Diskussion	99
4.2.4. Qualifizierung von alternativen Substraten.....	101
4.2.4.1. Charakterisierung eines alternativen α -Al ₂ O ₃ -Substrates der Firma Pervatech	101
4.2.4.2. Charakterisierung eines alternativen α -Al ₂ O ₃ -Substrates der Firma Atech	104
4.2.4.3. Zusammenfassung und Diskussion	107
4.3. Herstellung von Funktionsschichten mittels Tintenstrahldrucken	109
4.4. Ortsaufgelöste Charakterisierung von Oberflächen.	114
4.4.1. Entwicklung einer geeigneten Methode	115
4.4.2. Beurteilung der Oberfläche des α -Al ₂ O ₃ -Substrates der Firma Atech.....	119
4.4.3. Einfluss von definierten Fehlstellen auf die Sol-Gel-Schichten	121

4.4.4. Untersuchung der Oberflächen von SiO ₂ -Funktionsschichten	126
4.4.5. Zusammenfassung und Diskussion	129
5. Zusammenfassung und Ausblick.....	133
6. Literatur.....	137



**Energie & Umwelt / Energy & Environment
Band / Volume 195
ISBN 978-3-89336-917-1**

 **JÜLICH**
FORSCHUNGSZENTRUM