



Quantitative Analyse der Trocknungsverläufe von Katalysatordispersionen

Fabian Scheepers

Energie & Umwelt / Energy & Environment

Band / Volume 452

ISBN 978-3-95806-384-6

Forschungszentrum Jülich GmbH
Institut für Energie- und Klimaforschung
Elektrochemische Verfahrenstechnik (IEK-3)

Quantitative Analyse der Trocknungsverläufe von Katalysatordispersionen

Fabian Scheepers

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

Band / Volume 452

ISSN 1866-1793

ISBN 978-3-95806-384-6

INHALTSVERZEICHNIS

1	Einleitung.....	1
1.1	Ziel der Arbeit.....	2
1.2	Gliederung der Arbeit.....	2
2	Stand der Technik.....	3
2.1	Trocknung.....	3
2.1.1	Mechanismus	3
2.1.2	Elektrodentrocknung im Brennstoffzellenbereich.....	8
2.1.3	Beobachtung der Trocknung kolloidaler Dispersionen	10
2.2	FTIR-Spektroskopie	11
2.3	Methode zur Bestimmung der Messunsicherheit	13
2.3.1	Terminologie	14
2.3.2	Fortpflanzung von Messunsicherheiten	15
3	Teststandaufbau, Geräte und Material	19
3.1	Teststandaufbau	19
3.2	Teststandkomponenten	21
3.2.1	Trocknungsofen	21
3.2.2	Gastemperatur und -strom.....	23
3.2.3	FTIR-Spektrometer	24
3.2.4	Dynamischer Prüfgasgenerator	25
3.3	Externe Geräte	26
3.3.1	Beschichtungsgeräte	26
3.3.2	Analysenwaage.....	27
3.3.3	Sonstige Bauteile und Geräte.....	27
3.4	Chemikalien und Material	28
4	Entwickelte Methoden.....	29
4.1	Messprinzip.....	29
4.2	Kalibrierung des Spektrometers.....	32
4.3	Reliabilität von Messungen.....	33
4.3.1	Mathematisches Modell	34
4.3.2	Methoden zur Quantifizierung	44
4.4	Validität des Messprinzips	66
4.4.1	Validität der Temperatur und des Gasdrucks	67

4.4.2	Einflüsse aufgrund des Teststandes.....	67
4.4.3	Probenpräparation	74
4.5	Wiederholpräzision und Gesamtmassenbestimmung	75
4.5.1	Wiederholpräzision bei der Bestimmung eines Messwerts	76
4.5.2	Zeitabhängige Unsicherheit der Gesamtmassenbestimmung.....	78
4.5.3	Bilanzierungsmethode	79
5	Bestimmung der Messunsicherheit.....	83
5.1	Temperatur	83
5.2	Gas.....	85
5.2.1	Druck im Ofen, Dichtigkeit und Gasflussreglung	85
5.2.2	Gaseigenschaften in der Messzelle	87
5.3	Kalibrierung des Spektrometers.....	92
5.3.1	Substanzvolumenstrom	92
5.3.2	Einfluss der Injektionsstelle.....	96
5.3.3	Aufnahme von Referenzgasspektren.....	98
5.3.4	Zusammenhang von Extinktion und Volumenanteil	100
5.3.5	Linearisierung von Referenzspektren.....	102
5.4	Ergebnis und Auswertung von Messdaten	103
5.4.1	Bewertung von Residuum-Spektrums	103
5.4.2	Unsicherheit der Sehnentrapezregel.....	104
5.4.3	Abschätzung der mittleren zeitlichen Verzögerung	107
5.4.4	Einfluss von Diffusion	108
5.4.5	Einfluss von Sorption.....	111
5.4.6	Umgang mit Sorption und Diffusion	112
6	Validierung.....	117
6.1	Reliabilität der Methode.....	117
6.1.1	Anwendung der Methode zur Bilanzierung der Gesamtmasse	117
6.1.2	Mehrstoffgemische	121
6.1.3	Wiederholpräzision.....	122
6.2	Validität der Methode.....	124
6.2.1	Zeitaufgelöste Auswertung.....	124
6.2.2	Analyse der Unsicherheitsbeiträge	129
6.2.3	Einfluss von Sorption und Diffusion	130
7	Trocknung von Beschichtungen	133

7.1	Einfluss des Beschichtungsverfahrens	133
7.2	Einfluss der Probenzusammensetzung	138
7.2.1	Erzeugung eines Phasendiagramms	139
7.2.2	Selektivität bei Änderung der Probenzusammensetzung	142
7.2.3	Einfluss der Selektivität und des Substrats auf das Schichtbild	143
7.3	Einfluss von Trocknungsparametern	145
7.3.1	Einfluss des Trocknungsgases	145
7.3.2	Einfluss der Temperatur	149
7.3.3	Einfluss der Überströmungsgeschwindigkeit	150
7.3.4	Einfluss einer vorbeladenen Gasphase	152
7.4	Bestimmung der Schichtzusammensetzung	154
8	Diskussion und Ausblick	157
9	Zusammenfassung	163
	Literaturverzeichnis	167
	Anhang	171
	Abbildungsverzeichnis	181
	Tabellenverzeichnis	189

Energie & Umwelt / Energy & Environment
Band / Volume 452
ISBN 978-3-95806-384-6