

APPLICATION NOTE

Chemikalien – TG/STA-MS

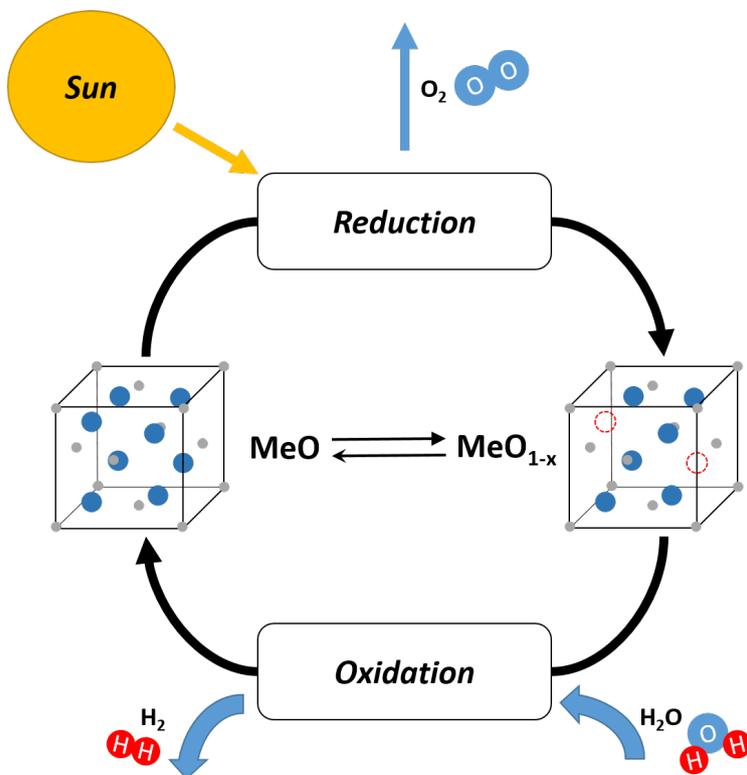
Wasserstofferzeugung mittels thermochemischer Wasserspaltung

Dr. Michael Schöneich

Einleitung

Die thermochemische Wasserspaltung beschreibt den Prozess zur Wasserstofferzeugung unter Verwendung von Hochtemperaturwärme (500 °C bis 2000 °C) und einer Reihe von chemischen Reaktionen. Die im Prozess verwendeten Chemikalien werden in jedem Zyklus

wiederverwendet, wodurch ein geschlossener Kreislauf entsteht, der nur Wasser verbraucht sowie Wasserstoff und Sauerstoff produziert (siehe Schema in Abbildung 1). Somit stellt die thermochemische Wasserstofferzeugung eine umweltverträgliche Alternative gegenüber den auf fossilen Brennstoffen basierenden Wasserstoffproduktionssystemen dar [1].



1 Schematischer Ablauf eines solar-thermischen Kreislaufprozesses dargestellt anhand der zyklischen Oxidation/Reduktion eines Metalloxides unter Spaltung von Wasser in Sauerstoff und Wasserstoff.

APPLICATIONNOTE Wasserstofferzeugung mittels thermochemischer Wasserspaltung

Messbedingungen

Zur Untersuchung der thermochemischen Wasserspaltung an LSC20 ($\text{La}_{0.8}\text{Sr}_{0.2}\text{CoO}_3$) wurden thermogravimetrische Messungen (TG) mit der NETZSCH STA 449 **F3 Jupiter**[®] durchgeführt. Zur unterstützenden Interpreta-

tion wurde der Thermoanalysator zusätzlich mit dem NETZSCH-Quadrupol-Massenspektrometer QMS Aëolos[®] Quadro gekoppelt. Eine detaillierte Zusammenstellung der genauen Messbedingungen kann der Tabelle 1 entnommen werden.

Tabelle 1 Messparameter

Parameter	Thermochemische Wasserabspaltung an LSC20
Analysegerät	STA 449 F3 Jupiter [®]
Zubehör	Wasserdampföfen und Dampfgenerator
Probenhalter	TG Typ S
Tiegel	TG-Platte aus Al_2O_3 mit einem Durchmesser von 17 mm
Probeneinwaage	215,46 mg (in Pulverform)
Messprogramm	RT bis 1200 °C, 15 K/min, 4 % H_2 in Argon 90 min isotherm @ 1200 °C, 4 % H_2 in Argon 1200 °C bis 600 °C, 15 K/min, 4 % H_2 in Argon 30 min isotherm @ 600 °C, Argon 60 min isotherm @ 600 °C, 33 % H_2O in Argon 30 min isotherm @ 600 °C, Argon

Ergebnisse und Diskussion

Im ersten Schritt der Untersuchung erfolgte die Aktivierung des LSC20 unter Verwendung einer reduzierenden Atmosphäre (4 % H₂ in Argon). Dabei zeigt das Probenmaterial einen ausgeprägten Massenverlust von -11.0 %. Des Weiteren kann mittels des simultan gekoppelten Massenspektrometers eindeutig der Verbrauch an Wasserstoff (Massenzahl 2) unter gleichzeitiger Wasserfreisetzung (Massenzahl 18) beobachtet werden.

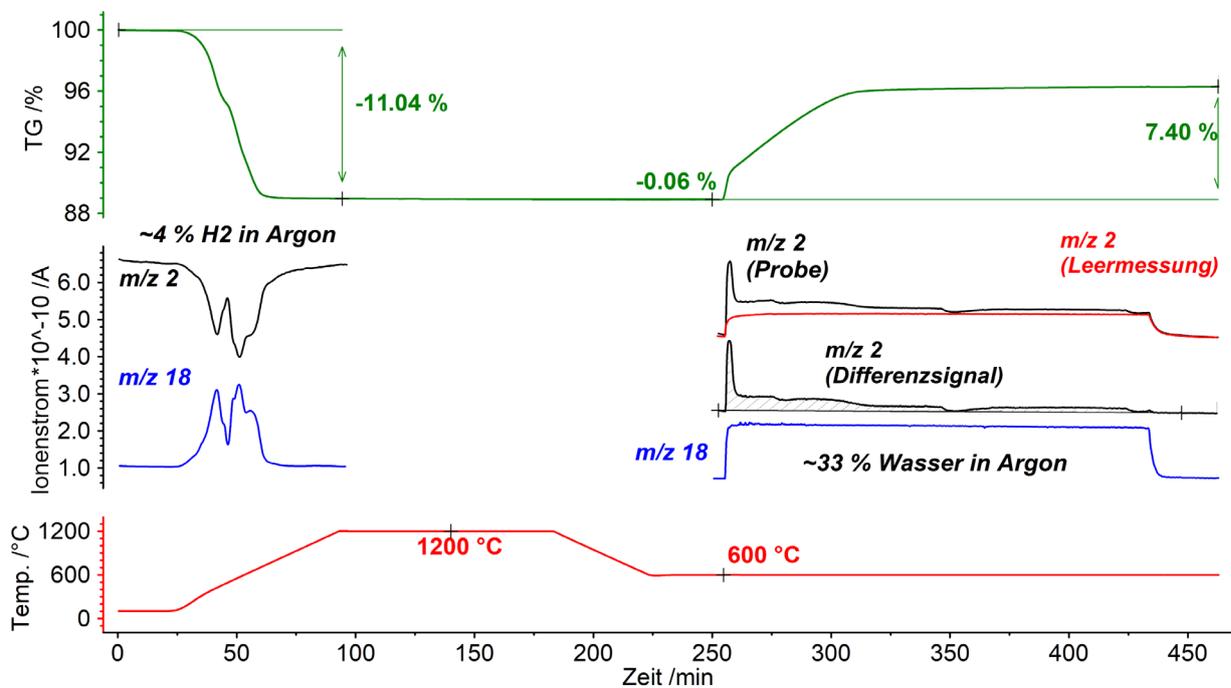
Die eigentliche thermochemische Wasserspaltung findet im zweiten Teil der Untersuchung statt. Hierfür wurde die Probe auf 600 °C abgekühlt und im Anschluss einer wasserhaltigen Gasatmosphäre (33% H₂O in Argon) ausgesetzt. Dadurch kommt es zu einer oxidativ bedingten Massenzunahme von 7.4 % unter gleichzeitiger Freisetzung von Wasserstoff (Massenzahl 2). Anhand der sprunghaften Änderungen im Verlauf der Massenkurve wie auch der Ionenstromkurve des Massenspektrometers ist zu erkennen, dass die Wasserspaltung als mehrstufiger Prozess abläuft und lässt auf eine direkte Oberflächenreaktion als anfänglichen Reaktionsschritt sowie eine diffusionsgesteuerte Reaktion im weiteren Verlauf schließen (Abbildung 2).

Zusammenfassung

Das Plattformkonzept der NETZSCH STA 449 *Jupiter*[®]-Serie bietet eine ideale Basis, um komplexe thermische Sachverhalte wiederzugeben. So konnte im hier gezeigten Beispiel unter Verwendung des speziell designten Wasserdampfofens und eines Dampfgenerators eine gezielte Untersuchung der thermochemischen Wasserspaltung wiedergegeben werden. Neben der reinen gravimetrischen Erfassung wurden mittels gekoppelter Massenspektrometrie die ablaufenden Prozesse auch hinsichtlich der freigesetzten Gase analysiert und interpretiert. Somit bietet die angewandte Gerätekombination die perfekte Grundlage für eine thermische Charakterisierung der ablaufenden Reaktionen der thermochemischen Wasserspaltung.

Literatur

[1] Wasserstoff als ein Fundament der Energiewende Teil 1: Technologien und Perspektiven für eine nachhaltige und ökonomische Wasserstoffversorgung, DLR, Institut für Solarforschung, 2020 <https://elib.dlr.de/137796/>



2 Thermochemischer Zyklus der Wasserspaltung von La_{0,8}Sr_{0,2}CoO₃.