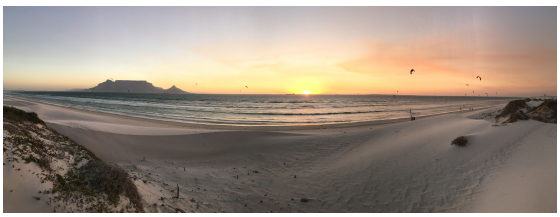
IN-SITU CHARAKTERISIERUNG EISENBASIERTER FISCHER-TROPSCH KATALYSATOREN IN KAPSTADT

Ein Forschungsaufenthalt gefördert von der DECHEMA.

Die DECHEMA hat 2016 ein neues Förderformat für Promotionsstudenten eingeführt. Die Idee dahinter: Doktoranden mit 3000 € auszustatten, wenn ihnen der Aufenthalt in einer ausländischen Arbeitsgruppe einen signifikanten Mehrwert für ihre anzufertigende Dissertation liefert. Das neue Förderkonzept wurde auf der Reaktionstechnik Jahrestagung 2016 vorgestellt und sollte im ersten Jahr drei Doktoranden fördern.

Meine Dissertation fokussiert die Katalysatoroptimierung eisenbasierter Systeme zur selektiven Synthese höherer Alkohole unter Fischer-Tropsch-Bedingungen. Wer sich mit der Fischer-Topsch-Synthese beschäftigt weiß, dass aufgrund seiner verfehlten Innenpolitik und darauf folgender internationaler Sanktionierung ein Staat dazu gezwungen war die Fischer-Tropsch-Synthese auch in Zeiten billigen Erdöls in großem Stil zu betreiben. Aufgrund des daraus resultierenden Forschungsvorsprungs verschiedener Forschungseinrichtungen dieses Landes, bewarb ich mich auf ein Stipendium für einen Auslandaufenthalt in

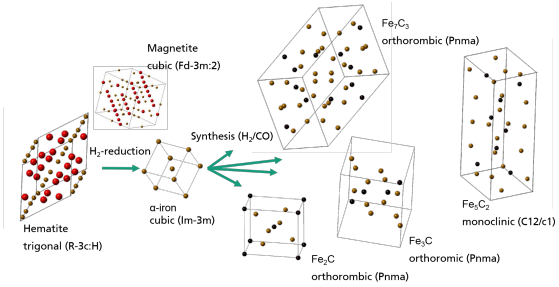


Kapstadt, Südafrika.

Zunächst musste, neben diversen Zeugnissen, einem Exposé zur geplanten Forschung, einem Motivations- und einem Empfehlungsschreiben auch eine Aufnahmebestätigung des Professors im Ausland eingereicht werden. Den dazu nötigen Kontakt zu Prof. Michael Claeys, dessen Arbeitsgruppe zu besuchen ich mir vorgenommen hatte, stellte Prof. Hans Schulz her, wofür mich an dieser Stelle noch einmal ganz herzlich bedanken möchte! Die Motivation Prof. Claeys Arbeitsgruppe zu besuchen resultierte aus den interessanten, teilweise unikalen Analyse- und Charakterisierungsmethoden für heterogene Katalysatoren welche dort entwickelt wurden [1–3].

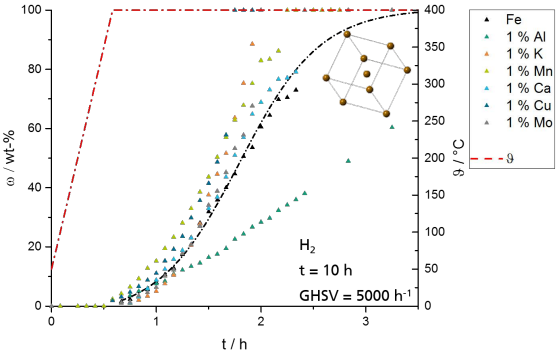
Als die Zusage für das Stipendium kam, bewarb sich meine Freundin für den gleichen Zeitraum (12/16-03/17) um ein Praktikum in Kapstadt, welches ebenfalls bewilligt wurde.

Ziel meines Forschungsaufenthaltes war es, die am Fraunhofer IKTS in Dresden hergestellten Fällungskatalysatoren mittels der in-situ Charakterisierungstechniken zeitlich aufgelöst auf die unter Fischer-Tropsch-Bedingungen auftretenden Eisenphasen zu untersuchen



und den Zusammenhang zwischen den verschiedenen Phasen und der Selektivität, insbesondere zu höheren Alkoholen, zu untersuchen. Schnell stellte sich heraus, dass ich dafür hauptsächlich am in-situ Röntgendiffraktometer arbeiten würde. Durch die unterschiedlichen Gitterstrukturen der auftretenden Eisenspezies finden unter Reduktions- und Synthesebedingungen Änderungen im Röntgenbeugungsbild statt. Das verwendete in-situ Diffraktometer war ein umgebauter Bruker D8 mit Molybdänquelle, Parallelstrahlenoptik und einem beweglichen Detektor (Bruker Vantec). Die in-situ Reaktorzelle wurde in der Gruppe von Prof. Claeys entwickelt [2] und bestand aus einer Gasdosierung, einer Kapillare ($d_i \approx 0{,}5$ mm, $m_{Kat} \approx 0{,}015$ g), einer Infrarotheizung und einer Rückdruckregelung.

Die Handhabung der Quarzkapillaren beim Befüllen mit Glaswolle und Katalysator sowie die Installation der präparierten Kapillare in den Aufbau erforderten, aufgrund der Fragilität der Röhrchen, sehr hohes experimentelles Geschick. Am ersten Tag zerbrach ich mindestens zehn Kapillaren, zum leichten Missfallen von Dr. Nico Fischer, welcher mich primär vor Ort betreute und welcher durch seine Geduld und stetige Hilfe sehr zum guten Vorankommen der Experimente beitrug. Dafür an dieser Stelle ein großes Dankeschön! Hauptfokus der Arbeiten war es den Einfluss unterschiedlicher, via incipient-wetness Imprägnierung aufgebrachter, Promotoren auf die Entwicklung der Eisenphasen und die dazugehörigen Kristallitgrößen während Katalysatorvorbehandlung und Synthese zu erfassen. Die Applikation von $\omega = 1$ m-% der unterschiedlichen Promotoren führte zu großen Veränderungen in Bildungsgeschwindigkeit, Phasenanteilen und Kristallitgrößen während Katalysatorvorbehandlung und Synthese, wovon hier nur die Bildung von α-Eisen während der Reduktion mit Wasserstoff gezeigt werden soll. Der Rest der Forschungsergebnisse wird zeitnah publiziert.



Während meines Aufenthaltes konnte ich sechs unterschiedlich promotierte Katalysatoren unter Synthesebedingungen und verschiedene Reduktionsbedingungen mit dem in-situ XRD untersuchen, sowie an einer Konferenz (Catalysis for Fuels) teilnehmen

und das wunderschöne Südafrika kennenleren. Jedes Wochenende nutzen wir um das Land zu entdecken und waren von der Schönheit und Vielfalt immer wieder beeindruckt!

Ich danke der DECHEMA, Prof. Claeys und der FhG für diese Möglichkeit und möchte jedem Doktoranden empfehlen sich für ein Auslandsstipendium zu bewerben!

Literatur

[1] Grobler, T., Claeys, M., van Steen, E., and van Janse Vuuren, M.J., *Catalysis Communications*, Vol. 10, 1674–1680, 2009.

[2] Fischer, N., and Claeys, M., *Catalysis Today*, Vol. 275, 149–154, 2016.

[3] Claeys, M., Dry, M.E., van Steen, E., Du Plessis, E., van Berge, P.J., Saib, A.M., and Moodley, D.J., *Journal of Catalysis*, Vol. 318, 193–202, 2014.

Ein Bericht von Max Schaller, max.rudolf.schaller@ikts.fraunhofer.de, 0351 2553-7798