

Entwicklung, Charakterisierung und Testung von Alkali-Gettermaterialien

H.-P. Hennig, K. Richter, J. Rutkowsky, G. Stein, B. Eipel

*GNF Gesellschaft zur Förderung der naturwissenschaftlich-technischen Forschung
in Berlin-Adlershof e. V.*

Gliederung

1. Einleitung
 2. Experimentelles
 3. Ergebnisse
 - 3.1. Charakterisierung der Getter- und anderen Materialien
 - 3.2. Ergebnisse zur Alkali-Reaktivität der Gettermaterialien
 4. Zusammenfassung, Diskussion und Fortführung der Arbeiten
 5. Literatur
- Anhang:
6 Tabellen, 6 Abbildungen

1. Einleitung

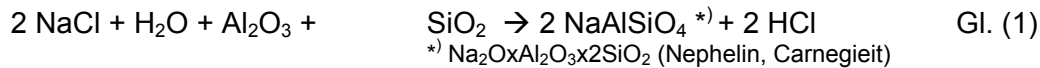
Die Reinigung von heißen Kohle-Rauchgasen bis zur Turbinentauglichkeit von Partikeln und Alkalien sind entscheidende Schritte bei der Entwicklung und Realisierung des DKSF-Verfahrens. Zahlreiche Arbeiten beschäftigen sich deshalb mit dieser Problematik, einen Überblick gibt [1].

Die im Folgenden vorgestellten Arbeiten und Ergebnisse zur Entwicklung, Charakterisierung und Testung von Alkali-Gettermaterialien für das DKSF-Verfahren stellen die Fortführung bisheriger Arbeiten dar, in denen der Aufbau einer Labortestanlage, die genutzte Tracer-Methode zum Nachweis der Alkalien erörtert werden und über erste Ergebnisse berichtet wird [2]. Die Tracer-Methode gestattet es in Verbindung mit der chemischen Analyse, zwischen den neu in das Gettermaterial eingebrachten und den im Ausgangsmaterial bereits vorhandenen Alkalien zu unterscheiden. Das ist besonders bei den eingesetzten Naturstoffen von Interesse, die bereits Alkalien in größeren Mengen enthalten als durch die Messfahrt innerhalb von 10 h hinzukommen.

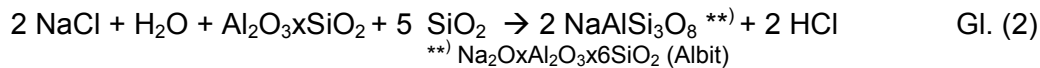
Neben den speziell entwickelten bzw. hergestellten Gettermaterialien auf der Basis von Ton und Bauxit wurden auch Gettermaterialien von der DKSF GbR in die Untersuchungen mit einbezogen. Als Herstellungsverfahren für die Gettermaterialien (im Folgenden auch kurz: GM) wird bevorzugt das Strangpressen im Hinblick auf ein auch großtechnisch realisierbares Verfahren gewählt.

(Zusammenstellung der im Bericht häufig verwendeten Abkürzungen am Artikel-Ende)

Entsprechend der Temperatur von 1.400 °C, bei der im Rahmen des DKSF-Verfahrens die Alkali-Abscheidung aus Kohle-Rauchgasen stattfinden soll, kommen nur chemische Reaktionen der Alkalien (als Chloride, Hydroxide und/oder Oxide) mit GM in Frage, deren thermodynamische Gleichgewichte auf der Seite der Reaktionsprodukte liegen. Hier werden den aus Al_2O_3 und SiO_2 bestehenden Feststoffen unterschiedlicher Zusammensetzung die größten Chancen eingeräumt (u. a. [3 - 8]), z. B.:



*⁾ $\text{Na}_2\text{OxAl}_2\text{O}_3\text{x}2\text{SiO}_2$ (Nephelin, Carnegieit)



**⁾ $\text{Na}_2\text{OxAl}_2\text{O}_3\text{x}6\text{SiO}_2$ (Albit)

Das thermodynamische Gleichgewicht gibt bekanntlich aber nur die Richtung der möglichen Reaktion an, gestattet aber keine Aussagen über die Kinetik der tatsächlich ablaufenden Reaktion.

Bei der Bildung der genannten Na-Alumosilikate kann bei vollständigem Umsatz 1 t der GM 160 bzw. 90 kg Na binden [entspr. Gl. (1) bzw. (2); beim K: 250 bzw. 140 kg]. Bei einer Alkali-Konzentration von z. B. 10 mg/Nm³ Na im Rauchgas und einer Gettermaterialmenge von 250 kg im Alkali-Abscheider ist ein 10 %iger Umsatz entsprechend Gl. (1) nach einem Durchsatz von $5 \cdot 10^5$ Nm³ Rauchgas erreicht, d. h. nach einer relativ kurzen Betriebsdauer einer technischen Anlage. Es muss deshalb eine weitere Vorabscheidung der Alkalien aus dem Rauchgas stattfinden.

Die Reinigung von Kohle-Rauchgasen bis zur Gasturbinentauglichkeit sollte daher in drei Stufen erfolgen:

1. Stufe

Bindung der Hauptmenge der Alkalien noch während der Verbrennung der Kohle in der Schlacke

2. Stufe

Einbindung einer weiteren Menge an Alkalien im schmelzflüssigen Schlackefilm im Schlackeabscheider mit Unterstützung eines elektrischen Feldes bis zum Erreichen einer Konzentration von < 1 mg/Nm³ im Rauchgas.

3. Stufe

Einbindung der Restmengen an Alkalien bis zur geforderten Konzentration von $\leq 0,01$ mg/Nm³ durch ein mechanisch und thermisch stabiles, poröses, hochreaktives Sicherheits-/Polizeifilter mit ausreichender Alkali-Kapazität.

Dem Gettermaterial der 3. Reinigungsstufe kommt in zweierlei Hinsicht große Bedeutung zu:

- in der Anfahrphase der Anlage, in der erst die Bildung des schmelzflüssigen Schlackefilmes erfolgt
- bei zeitweisem Ausfall des elektrischen Feldes oder anderen betriebstechnischen Störungen.

Einige der Anforderungen an das Material zur Alkali-Reinigung/Getterung von Kohle-Rauchgasen sind in Tab. 1 aufgeführt.

(alle Tabellen und Abbildungen im Anhang)

Die im Folgenden dargelegten Arbeiten und Ergebnisse betreffen

- Herstellung und Entwicklung von Getter- und anderen Materialien und deren Charakterisierung nach unterschiedlicher thermischer Behandlung
- Messfahrten in der Labortestanlage zur Prüfung der Alkali-Reaktivität der Materialien
- vergleichende Einschätzung der Alkali-Reaktivität der Gettermaterialien
- Ausblick und Fortführung der Arbeiten.

Sowohl bei der Herstellung und Charakterisierung als auch bei der Testung der Gettermaterialien werden Leistungen von Kooperationspartnern genutzt (s. am Artikelende).

2. Experimentelles

Die für die Arbeiten genutzten Apparaturen und eingesetzten Methoden und Geräte werden in [2] erläutert. Im Folgenden wird deshalb nur kurz auf die Labortestanlage (LTA) und die Tracer- und sonstigen Methoden eingegangen. Es werden vor allem die zur Testung in der LTA entwickelten Materialien zur Alkali-Getterung erörtert.

• Labortestanlage

Die LTA besteht aus Brenner, Hochtemperaturrohröfen, GM-Halter, Armaturen, Steuergeräten und wird in Verbindung mit einer Tracer-Methode zum Alkali-Nachweis eingesetzt [2].

Das für die Testungen erzeugte Rauchgas wird durch Verbrennen von Alkohol in einem Spezialbrenner erzeugt. Der Brenner ist an einem elektrisch beheizten 2-Zonenofen angeflanscht. Im Alkohol befinden sich die gelösten Alkali-Salze NaCl und KCl, die zuvor in einer Neutronenquelle aktiviert wurden und dann kurzzeitig schwache γ -Strahler sind. Die Alkali-Konzentrationen von Na mit 2 - 5 und K mit 10 - 20 mg/Nm³ im simulierten Rauchgas sind hierbei den technischen Vorgaben für das DKSF-Verfahren sowie den messtechnischen Bedingungen zum Einsatz der Tracer-Methode angepasst. Ebenso entspricht auch die Betriebstemperatur der LTA von 1.400 °C den Vorgaben zur Reinigung des Rauchgases im Rahmen des DKSF-Verfahrens.

Das Gettermaterial befindet sich als Festbett, i. d. R. in zwei Schichten, im Ofen und wird vom Rauchgas senkrecht durchströmt.

Die für die Messfahrten eingestellten bzw. herrschenden Betriebsbedingungen in der Laboranlage sind in Tab. 2 zusammengestellt.

Bei der Beurteilung der Gettermaterialien ist es wichtig, dass bei den Messfahrten mit möglichst technisch relevanten Parametern gearbeitet wird. Das ist mit der berechneten linearen Strömungsgeschwindigkeit von 4 m/s über dem GM bei dem gewählten Volumenstrom von 0,8 Nm³/h und mit der Gettermaterial-Belastung von ca. 40.000 NI_{Gas}/I_{GM}·h der Fall.

Bei der Einschätzung der Wirtschaftlichkeit von Katalysatoren wie auch von Feststoff-Gas-Reaktionen in der Industrie ist die Feststoff-Belastung, d. h. das Verhältnis von Gasvolumenstrom und Schüttvolumen des Feststoffs eine wichtige Kenngröße. Bei technisch genutzten katalytischen Reaktionen beträgt das Verhältnis 20.000 - 40.000 NI_{Gas}/I_{GM}·h.

• Gettermaterialien

Als Ausgangsstoffe kamen bevorzugt Ton - ohne und mit SiO₂- bzw. Böhmit-Zusatz - und Weipa Bauxit mit Böhmit-Zusatz zum Einsatz. Daneben dienten auch reines Al₂O₃ und SiO₂ sowie SiC als Ausgangsmaterialien.

Die GM wurden hauptsächlich in Form von Strangpresslingen (SP) mit Durchmessern von 2 bzw. 3 mm und Längen von 3 - 5 mm eingesetzt.

Strangpressen ist ein in der Technik gängiges Verfahren zur Herstellung von Formkörpern und hat deshalb auch bei der Herstellung größerer GM-Mengen, z. B. für die Versuchsanlage in Dorsten und darüber hinaus, eine Realisierungschance.

Der zur Herstellung von GM ausgewählte Ton - Ton B - kann auf Grund seiner plastischen Eigenschaften infolge seines Kaolinit-Gehaltes sowohl in technisch aufbereiteter Form (Aufschlämmen, Abtrennung der in ihm enthaltenen größeren Quarzkörner, Trocknen, Aufmahlen) als auch in nicht aufbereiteter Form, d. h. als grubenfeuchter Ton, angemischt und zu Strangpresslingen verarbeitet werden. Im vorliegenden Bericht werden die Ergebnisse an dem aufbereiteten Ton und den daraus hergestellten 2 mm-SP erörtert.

Der Weipa Bauxit (von der DKSF GbR), der in Form von 5 - 10 mm großen Sedimentkörnern zur Verfügung steht, musste vor der Herstellung der Strangpresslinge vorzerkleinert (erfolgte

im Backenbrecher) und anschließend feingemahlen werden (Scheibenschwingmühle). Zur Herstellung der SP diente die Fraktion $< 63 \mu\text{m}$. Da der Bauxit nicht wie der verwendete Ton über plastische Eigenschaften verfügt, ließen sich nach dem Anmischen nur SP unter Zusatz von Fällungsbohmit (entspricht 10 Ma.-% Al_2O_3) und einem Durchmesser von 3 mm anstelle von 2 mm wie beim Ton herstellen, die auch bei Temperaturen $< 1.200 \text{ }^\circ\text{C}$ gehandhabt werden konnten.

Weiterhin wurden als Al_2O_3 - SiO_2 -haltige GM zur Charakterisierung und Testung Al_2O_3 -Formkörper (Durchmesser / Länge 10 mm; von der DKSF GbR zur Verfügung gestellt) ausgewählt, die vor dem Einsatz zerkleinert wurden; Verwendung der Siebfraktion F: 0,8 - 2,0 mm.

Für einige Messfahrten dienten als GM auch Tropfkugeln (γ - Al_2O_3 aus Fällungsbohmit hergestellt; Durchmesser 2 bzw. 3 mm) sowie Flintstein-Splitt (größere Steine nach thermischer Vorbehandlung zerkleinert, F: 1,0 - 2,0 mm verwendet) und SiC-Splitt (F: 1,25 - 2,0 mm).

Die chemische Zusammensetzung und verschiedene Parameter der GM werden weiter unten erörtert.

• Charakterisierungsmethoden

Die Ausgangsmaterialien und die GM wurden vor und nach den thermischen Vorbehandlungen mit einer Reihe von Standardmethoden charakterisiert und untersucht:

- chemische Analyse [Mikrowellendruckaufschluss und Atomabsorptions-(AAS) bzw. Röntgenfluoreszenzspektroskopie (RFA)]; Vorbehandlung: $800 \text{ }^\circ\text{C}$ / 2 h, Zerkleinerung in Scheibenschwingmühle / Achatmahlgarnitur oder im Korundmörser
- Phasenzusammensetzung (Röntgendiffraktometrie)
- Porenanalyse (Quecksilber-Hochdruckporosimetrie), gemessener Porenradienbereich: 3,7 - 7.500 nm, Porosität aus der integralen Porenradienverteilung berechnet
- spezifische Oberfläche (N_2 -Adsorptions-Methode)
- Oberflächenuntersuchung (Rasterelektronen- und Lichtmikroskopie)

Eine wichtige Rolle in zweierlei Hinsicht spielt die Verfolgung des thermischen Verhaltens der Materialien vor dem Einsatz in der LTA in Abhängigkeit von dem Aufheizregime, der Endtemperatur und der Haltezeit. Die thermische Behandlung erfolgte in einem Kammerofen. Erstens wird damit geprüft, ob es bis zu $1.400 \text{ }^\circ\text{C}$ zum Zusammenschmelzen der GM-Formkörper und zu Anschmelzungen an der Tiegelwand kommt. Zweitens können hieraus Schlussfolgerungen für das Verhalten der GM in der LTA sowie auch bei einem technischen Einsatz gezogen werden. Außerdem geben diese thermischen Beanspruchungen in Verbindung mit nachfolgenden Untersuchungen Informationen über Veränderungen in den Festkörpern.

Für die thermischen Behandlungen (Glühen, Brennen) der GM im Kammerofen wurde i. d. R. mit einem Aufheizregime von 7,5 K/min gearbeitet. Die jeweiligen Endtemperaturen und Haltezeiten werden bei der Erörterung der einzelnen Ergebnissen mit angegeben. Meistens wurden als stärkste thermische Belastung $1.400 \text{ }^\circ\text{C}$ und 10 h gewählt.

• Alkali-Reaktivität

Als Maß für die Alkali-Reaktivität der GM, R_{rel} , wird das Verhältnis von mit dem Alkohol eingebrachter mit der nach der Messfahrt (MF) im GM bestimmten Aktivität verwendet, s. unter 2. (Labortestanlage) und in Tab. 6. Durch Salzverluste während der MF am Brenner und im Ofen liegen bei reaktiven GM die R_{rel} -Werte sowohl für Na als auch für K im Mittel nicht über 85 %, bei weniger reaktiven GM entsprechend niedriger.

3. Ergebnisse

Gettermaterialien auf Al_2O_3 - SiO_2 -Basis sind entsprechend den Ausführungen unter 1. am erfolgversprechensten zur Alkali-Getterung aus heißen Kohle-Rauchgasen.

In Tab. 3 sind einige mögliche Reaktionen unter Einbeziehung der weitgehend reinen Oxide Al_2O_3 und SiO_2 aufgeführt. Wie aus der Tabelle zu ersehen ist, weisen die Alkalisilikate Schmelzpunkte unterhalb der für das DKSF-Verfahren relevanten Temperatur von 1.400 °C auf. Demzufolge kommt es beim Einsatz von SiO_2 , z. B. in Form von Flintsteinen oder Sand, zur Bildung von Alkalisilikat-Schmelzphasen.

Die Bildung von Schmelzbrücken zwischen Strangpresslingen und das Anschmelzen von SP an den Korundrohrwänden im GM-Halter kann aber auch bereits bei Al_2O_3 - SiO_2 -GM mit höherem SiO_2 -Anteil bei schnellem Aufheizen eintreten (und eventuell auch durch den K-Gehalt beim verwendeten Ton bedingt sein). Hierzu laufen noch Versuche, über deren Ergebnisse zu einem späteren Zeitpunkt berichtet wird.

3.1. Charakterisierung der Getter- und anderen Materialien

Für die Bewertung der Feststoffe als geeignete Alkali-Gettermaterialien für das DKSF-Verfahren ist neben der eigentlichen Prüfung in der LTA die Charakterisierung der Materialien von Bedeutung. Hierbei interessieren die chemische und die Phasenzusammensetzung, die Porosität und die spezifische Oberfläche nach unterschiedlicher thermischer Behandlung. Mit der Kenntnis dieser Daten ist bereits auch für den Einsatz in der LTA zukünftig eine Vorauswahl möglich.

• Chemische und Phasenzusammensetzung

Die chemische Zusammensetzung verschiedener Materialien geht aus Tab. 4 hervor. Hierbei sind der Ton B (als verwendetes Standard-GM) und der Weipa Bauxit als aufbereitete, preiswerte Naturstoffe von besonderem Interesse.

Ton

Der zur Herstellung von Strangpresslingen verwendete Ton - ohne und mit Zusatz von SiO_2 bzw. Al_2O_3 - enthält sehr viel mehr SiO_2 als Al_2O_3 . Durch die thermische Behandlung, bei der der im Ausgangsmaterial enthaltene Kaolinit ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) zersetzt wird, kommt es zur Bildung der thermisch sehr stabilen Mullit-Phase ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$). Beispielhaft sind in Abb. 1 (a, b) die Diffraktogramme des Tons vor (als Ausgangspulver) und nach (als SP) der thermischen Behandlung ($1.400\text{ °C} / 10\text{ h}$) dargestellt. Der im Überschuss gegenüber Mullit vorhandene SiO_2 -Anteil wie auch das Fe_2O_3 mit 3 Ma.-% treten unter den gewählten Aufnahmebedingungen nicht als röntgenographisch nachweisbare kristalline Phasen auf (bis $1.400\text{ °C} / 10\text{ h}$).

Erwähnenswert ist ein Halo bei 2θ -Werten um 22 Grad im Röntgendiffraktogramm, das auf die Bildung einer Glas-/Schmelzphase zurückzuführen ist, s. Abb. 1 (b) und weiter unten.

Bauxit

Das Bauxit-Ausgangsmaterial besteht hauptsächlich aus größeren Sedimentkörnern mit einem zwiebelförmigen Schichtenaufbau. Dieses ist sehr viel inhomogener als das Ton-Ausgangsmaterial, was auch aus den Phasenzusammensetzungen der beiden Materialien zu ersehen ist (s. Tab. 4). Der Bauxit ist vor allem nicht duktil wie der Ton. Deshalb ist im Rahmen der Aufbereitung und Herstellung der Strangpresslinge eine Grob- und Feinzerkleinerung sowie der Zusatz von Fällungsbohmit vor dem Anmischen erforderlich.

Durch die thermische Behandlung bis 1.400 °C tritt im Bauxit eine Reihe von Phasenumwandlungen ein. In Abb. 1 (c, d) sind als Beispiele die Diffraktogramme des Ausgangsmaterials und der bei 1.400 °C / 10 h geglühten SP dargestellt. Es tritt wiederum als thermisch stabile, kristalline Phase der Mullit auf. Außerdem führt der Überschuss an Al_2O_3 zur Korund-Bildung. Eine thermische Behandlung bis 1.600 °C führt lediglich zu einer geringen Zunahme der beiden kristallinen Phasen.

Die beiden anderen, bei niedrigeren Temperaturen nachweisbaren Phasen Hämatit (Fe_2O_3) und Anatas (TiO_2) treten nach der Temperung bei > 1.000 °C als kristalline Phasen nicht mehr auf.

Al_2O_3 -Formkörper

Die verwendeten, grobporösen Al_2O_3 -Formkörper (Al_2O_3 -FK) ähneln von ihrer chemischen Zusammensetzung her eher dem Bauxit als dem Ton, weisen aber einen etwa dreifach höheren SiO_2 -Gehalt als der Bauxit auf (Tab. 4). Die Anwesenheit von Mullit im Ausgangsmaterial beweist, das Material war während der Herstellung bzw. der anschließenden Temperaturbehandlung beim Hersteller bereits Temperaturen > 1.000 °C ausgesetzt. Der höhere SiO_2 -Gehalt führte zur Bildung größerer Mengen an Mullit als bei den Bauxit-Strangpresslingen. Die eigene weitere thermische Behandlung des Materials erhöhte die Anteile der kristallinen Phasen nicht, s. Abb. 2 (c).

Weitere Gettermaterialien

Als Gettermaterialien kamen auch Flintsteine als Material mit hohem SiO_2 -Gehalt in entsprechend aufbereiteter Form zum Einsatz. Die chemische Zusammensetzung und die Phasenbestandteile vor und nach der thermischer Behandlung (1.400 °C / 10 h) sind aus Tab. 4 und Abb. 2 (d) zu ersehen. Durch die thermische Behandlung bis 1.400 °C tritt eine Phasenumwandlung vom Quarz in die Hochtemperaturmodifikation ein, wobei unter den gewählten thermischen Bedingungen geringe Mengen an Tridymit erhalten bleiben.

Auf reiner Al_2O_3 -Basis, d. h. mit sehr niedrigem SiO_2 -Gehalt, wurden Böhmit-SP und γ - Al_2O_3 -Tropfkugeln hergestellt und charakterisiert, s. Tab. 4 und Abb. 2 (b). Bei der thermischen Behandlung > 1.000 °C entsteht bei beiden GM Korund als kristalline Phase.

Da SiC als potenzielles Gettermaterial ebenfalls diskutiert wird [1], wurde dieses bei einer orientierenden Messfahrt eingesetzt und zuvor auch röntgenographisch untersucht (s. Tab. 4, Nr. 8). Im eingesetzten SiC wird die hexagonale Modifikation (Moissanit) röntgenographisch nachgewiesen. Durch die thermische Behandlung tritt keine Phasenänderung ein.

Zusammenfassend ergibt sich: Unabhängig vom Ausgangsmaterial, das Al_2O_3 und SiO_2 enthält, kommt es bei einer thermischen Vorbehandlung - oder sonst beim Einsatz des Materials in der Anlage - zur Bildung der Hochtemperaturphase Mullit. Ein Überschuss an SiO_2 , wie beim Ton, führt nicht zu einer röntgenographisch nachweisbaren kristallinen SiO_2 -Phase, ein Überschuss an Al_2O_3 im Material, wie z. B. beim Bauxit, aber zur Bildung von Korund.

• Porosität und Oberfläche

Festkörper-Gas-Reaktionen werden in ihrer Kinetik maßgeblich sowohl durch Transport- als auch Reaktionsporen bestimmt. Deshalb erfolgten an den GM zur Charakterisierung nach unterschiedlichen thermischen Behandlungen Porositätsmessungen, die Bestimmung der spezifischen Oberfläche sowie rasterelektronen- und lichtmikroskopische Untersuchungen.

Die an den Gettermaterialien aus den Porositätsmessungen ermittelten Parameter sind in Tab. 5. zusammengefasst. Es sind die Ergebnisse an den nach der Vortemperung (i. d. R.:

800 °C / 2 h) und an den nach 1.400 °C / 10 h geglähten GM aufgeführt. Erwartungsgemäß tritt durch die thermische Behandlung ein starker Rückgang des Porenvolumens besonders bei Temperaturen ≥ 1.200 °C und damit der Porosität sowie der spezifischen Oberfläche und ein Anstieg der Rohdichte der Materialien ein. Das trifft besonders für die gezielt hergestellten Gettermaterialien, wie die SP aus Ton und Böhmit und die Tropfkugeln vom Böhmit zu.

Eine hohe Porosität besitzen die Al_2O_3 -Formkörper. Die Porosität der als Splitt hergestellten bzw. zur Verfügung stehenden Materialien (Flintsteine / SiO_2 , SiC) ist dagegen sehr niedrig.

Die SP vom Weipa Bauxit weisen anfangs ebenfalls eine vergleichsweise hohe Porosität auf. Durch eine thermische Behandlung bei 1.400 °C / 10 h geht diese aber stark zurück. Das geht auch aus den integralen Porenradienverteilungen in Abhängigkeit von der thermischen Belastung für diese SP hervor (Abb. 3).

Aus Abb. 4 sind die Unterschiede im Verlauf der integralen Porenradienverteilungen ausgewählter GM nach der thermischen Behandlung bei 1.400 °C / 10 h zu ersehen.

Beispielhaft für die REM-Untersuchungen sind in Abb. 5 die Aufnahmen an Ton und Bauxit-SP vor und nach der thermischen Behandlung bei 1.400 °C / 10 h dargestellt. Deutlich ist die viel homogenere und weniger zerklüftete Oberfläche der Ton-SP gegenüber der von Bauxit-SP zu sehen. Das zeigt sich auch an Bruchflächen der SP. Die bei den Ton-SP sichtbaren Poren um 20 μm gehen durch die thermische Beanspruchung (1.400 °C / 10 h) weitgehend verloren.

[Die Poren im Bereich von 20 - 50 μm werden mit dem eingesetzten Quecksilber-Porosimeter, das Porenradien $\leq 7,5$ μm (Porendurchmesser entsprechend ≤ 15 μm) misst, nicht erfasst.] Auf den in Abb. 6 dargestellten lichtmikroskopischen Bildern kommt der stark heterogene Aufbau der Bauxit-SP gegenüber dem der Ton-SP zum Ausdruck. Dieser Unterschied bleibt auch noch bei der thermischen Behandlung bei 1.400 °C / 10 h erhalten.

3.2. Ergebnisse zur Alkali-Reaktivität der Gettermaterialien

Die Ergebnisse zur Reaktivität R_{rel} der einzelnen Gettermaterialien (in der entscheidenden, oberen Schicht vom Festbett) sind in Tab. 5 im Verhältnis der Al_2O_3 -Anteile im GM zusammengestellt. Zwischen den R_{rel} -Werten der einzelnen Materialien treten große Unterschiede auf. Aufgeführt sind in der Tabelle auch die chemische und Phasenzusammensetzung sowie die ermittelte Porosität der Materialien.

Die als Standardmaterial eingesetzten Ton-Strangpresslinge erreichen mit R_{rel} -Werten von 82 % für Na und 86 % für K die höchsten Werte. (Es handelt sich hierbei um mittlere Werte, die für Na zwischen 78 und 98 sowie für K zwischen 74 und 108 % bei insgesamt 7 Messfahrten schwanken.) Deutliche Unterschiede in der Reaktivität der Ton-SP gegenüber Na und K sind an Hand der vorliegenden Ergebnisse nicht zu erkennen.

Obwohl die Al_2O_3 -Tropfkugeln im Vergleich zu den Ton-SP mit $P = 58$ % eine hohe Porosität aufweisen, sind die R_{rel} -Werte für Na und K am Rande bzw. unter der Nachweisgrenze. Zum besseren Vergleich mit den SP werden aus Böhmit hergestellte SP, die bereits charakterisiert wurden, zukünftig getestet.

Der Bauxit mit dem geringen SiO_2 -Anteil weist eine relativ hohe Reaktivität auf. Hier sind aber die Ausführungen in Abschn. 2 zu beachten. Der Bauxit ist auf Grund seines heterogenen Aufbaus und seiner fehlenden plastischen Verformbarkeit ohne Böhmit-Zusatz zur Herstellung von SP wenig geeignet. Das trifft auch bereits auf die als Ausgangsmaterial vorliegenden Sedimentkörper mit dem zwiebelschalenförmigen Aufbau zu. Diese werden

ohne Aufbereitung bei der thermischen Behandlung forminstabil, es kommt zu starken Rissbildungen und Abplatzungen.

Die Al_2O_3 -Formkörper erreichen trotz des vergleichsweise hohen SiO_2 -Anteils von 15 Ma.-% und hohen P-Wertes von 55 % mit je 66 % für Na und K bei den bisher vorliegenden Ergebnissen nicht die hohen R_{rel} -Werte wie die Ton-Strangpresslinge. Die R_{rel} -Werte sind auch trotz der größeren P-Werte niedriger als die von Bauxit-SP, wozu eine Erklärung noch aussteht.

Mit dem aus Flintsteinen nach der thermischen Vorbehandlung hergestellten und für Messfahrten eingesetzten Splitt werden trotz des hohen SiO_2 -Anteils nicht die höchsten R_{rel} -Werte erzielt. Außerdem treten bei größeren Umsätzen durch die Bildung von Alkali-Silikaten Schmelzphasen auf, die bei einem technischen Einsatz zu beachten sind. Das gilt auch für die im Verlauf der Aufheizung des Materials auftretende zwischenzeitliche Sprödigkeit.

Das als potenzielles GM in der Diskussion auch befindliche SiC wurde bei einer MF als obere Schicht im Festbett installiert. Die erzielten R_{rel} -Werte mit 8 % für Na und < 4 % für K sprechen für eine sehr geringe Alkali-Reaktivität.

Die Testung der GM in der Laboranlage ist nicht abgeschlossen, wie aus den Ausführungen hervorgeht. Die bisher vorliegenden Ergebnisse belegen, dass die chemische Zusammensetzung einen wesentlich stärkeren Einfluss auf die Alkali-Reaktivität hat als die Porosität.

4. Zusammenfassung, Diskussion und Fortführung der Arbeiten

Die Ergebnisse zur Charakterisierung und Testung von Alkali-Gettermaterialien sind in Tab. 6 zusammengefasst.

Bei der thermischen Behandlung von Al_2O_3 und SiO_2 enthaltenden Gettermaterialien, wie z. B. Ton und Bauxit, bei Temperaturen > 1.000 °C kommt es zu Veränderungen im Phasenbestand. Der Mullit als Hochtemperaturphase spielt hierbei eine zentrale Rolle. Zukünftige Arbeiten beschäftigen sich daher mit der Frage, welche Reaktivität aus Mullit hergestellte GM, d. h. GM ohne Überschuss an Al_2O_3 oder SiO_2 , aufweisen.

Die GM mit den hohen R_{rel} -Werten, z. B. die aus dem Ton hergestellten (Al_2O_3 : SiO_2 -Verhältnis = 1 : 3), weisen bereits höhere SiO_2 -Gehalte auf. Diese können bei der thermischen Vorbehandlung zur Bildung von Schmelz- / Glasphasen führen. Bei den drei GM:

Ton + Al_2O_3 -Zusatz → Ton ohne Zusatz → Ton + SiO_2 -Zusatz

zeigt sich bei der schrittweisen thermischen Behandlung in der angegebenen Richtung eine zunehmende Neigung zur Bildung von Schmelzbrücken. Diese lässt sich durch das Aufheizregime beeinflussen. (Bei dem verwendeten Ton könnte der relativ hohe K-Gehalt mit 1,6 Ma.-% sich ebenfalls fördernd auf die Schmelzphasenbildung auswirken.) Zukünftige Arbeiten beschäftigen sich auch mit dieser Problematik.

Der hohen Reaktivität des Bauxits steht auf Grund der fehlenden plastischen Eigenschaften die geringe Formstabilität der SP unter 1.200 °C entgegen. So konnten überhaupt nur durch Zusatz von Fällungsbohmit SP hergestellt werden, die auch bei Temperaturen zwischen 800 und 1.200 °C gehandhabt werden können.

Die Ausführungen zeigen, dass neben der Thermodynamik der chemischen Reaktionen auch Parameter, wie die Verformbarkeit, das Formgebungsverfahren, die Formstabilität, das

Aufheizregime, das Schmelzverhalten, die Porosität und nicht zuletzt die Alkali-Reaktivität der Formkörper wichtige Einflussgrößen sind, die bei der Überführung der Laborergebnisse zu beachten sind.

Die Arbeiten werden fortgesetzt und betreffen neben weiteren Messfahrten vor allem das Aufheizregime und die Übertragbarkeit der Ergebnisse auf relevante Gettermaterial-Mengen für die Versuchsanlage in Dorsten.

5. Literatur

- [1] Erstes (a) bis Viertes (d) Statusseminar 'Druckflamm', Vorträge und Poster (Tagungsband bzw. CD ROM): a) Essen, 17.11.1998; b) Aachen, 2. 11. 2000; c) Essen, 06.11.2002; d) Dortmund, 09.11.04 (CD ROM in Vorbereitung)
- [2] H.-P. Hennig, K. Richter, J. Rutkowsky, B. Eipel, J. J. Albrecht, K.Vydra, "Entwicklung, Aufbau und Betrieb einer Laboranlage zur schnellen Testung der Reaktivität von Alkali-Gettermaterialien mit einer Tracer-Methode", s. [1b], Vortrag 4.2
- [3] L. A. Scandrett, R. Clift, "The thermodynamics of alkali removal from coal-derived gases", J of Inst. of Energy **57** (1984), 391
- [4] S. Pintsch, H. W. Gudenau, "Alkalienheißgasreinigung beim GUD-Prozeß", Teil 2: "Thermodynamische Berechnungen", VGB Kraftwerkstechnik **71** (1991), 222
- [5] J. McLaughlin, R. Schulz, R. Clift, "Reaction of Getter Minerals with Alkali Salt Vapors, in: R. Clift, J. P. K. Seville: Gas Cleaning at High Temperature, 556, London (1993)
- [6] A. Witthohn, L. Oeltjen, K. Hilpert, L. Singheiser, "Freisetzung und Einbindung von Alkalien bei der Kohleverbrennung", s. [1a], Vortrag 3.1, S. 75
- [7] M. Müller, B. Abbas, C. Fricke, A. Prikhodovsky, W. Willenborg, K.-J. Wolf, A. Zuev, K. Hilpert, L. Singheiser, "Forschung für die DKSF-Entwicklung am Forschungszentrum Jülich - Werkstoffe für die Flüssigascheabscheidung und Untersuchungen zur Alkali-rückhaltung", s. [1c], Vortrag 3.5
- [8] T. Bause, B. Meyer, "Thermodynamik der Alkalimetallfreisetzung und -einbindung", s. [1c], Vortrag 3.6
- [9] E. F. Osborn, A. Muan, "Phase Equilibrium Diagrams of Oxide Systems", ed. Amer. Ceramic Society et al., 1960, Plates 4, 5.
- [10] E. M. Levin, C. R. Robbiuns, H. F. McMurdie, "Phase Diagrams for Ceramists, 1969 Supplement", ed. M. K. Reser, Amer. Ceram. Soc., 1969, 179 pp

Im vorliegenden Artikel verwendete Abkürzungen von häufig benutzten Begriffen

AM - Ausgangsmaterial	LTA - Labortestanlage
F - Siebfraktion	MF - Messfahrt
FK - Formkörper	SP - Strangpresslinge
GM - Gettermaterial	

Folgenden, an den Arbeiten beteiligten Unternehmen und Bearbeitern sei hiermit gedankt:

Die Herstellung der Strangpresslinge erfolgte durch die SCW Process Technology Development GmbH, Berlin, Herrn Dr. Weber. Die Neutronenaktivierung der Alkalien und die γ -spektroskopischen Messungen wurden durch die IUT - Institut für Umwelttechnologien GmbH, Berlin, Herrn Dr. H. Mießner durchgeführt. Die chemischen Analysen erfolgten durch die ANTEUM GmbH, Berlin, Herrn Schulze sowie die Porositäts- und Oberflächenmessungen durch die UVR-FIA GmbH, Freiberg, Herrn Prof. H. Heegn. Die Oberflächenuntersuchungen mittels REM- und lichtmikroskopischer Untersuchungen wurden von der BAM - Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Abt. OE IV.2, Frau Dipl.-Min. K. Adam und Frau Dipl.-Ing. (FH) I. Feldmann ausgeführt.

Außerdem gilt der Dank der Autoren dem BMWA für die Förderung der Arbeiten im Rahmen des Förderprogrammes "Forschung, Entwicklung und Innovation in kleinen und mittleren Unternehmen und externen Industrieforschungseinrichtungen in den neuen Bundesländern" (Projekt-Nr. 80/02; Projektträger: EuroNorm, Berlin) sowie der DKSF GbR, Dorsten in Verbindung mit der SaarEnergie GmbH, Saarbrücken und der STEAG AG, Essen.

Tab. 1: Anforderungen an das Material zur Alkali-Getterung aus dem Rauchgas für das DKSF-Verfahren

1	Hohe Reaktivität gegenüber den Alkalien Gleichgewichtslage bei 1400 °C auf Seiten der Reaktionsprodukte
2	Mechanische und thermische Stabilität Dauerstandfestigkeit
3	Porosität, (Transport- und Reaktionsporen) Zwischenkornvolumen
4	Niedrige Rohstoff- und Herstellungskosten
5	Entsorgung bzw. Verwertung (keine Regenerierung)

Tab. 2: Betriebsbedingungen der Laboranlage zur Testung von Alkali-Gettermaterialien

	Betriebsbedingungen:	
1	Temperatur	1.400 °C
2	Druck	1.130 mbar
3	Messfahrdauer	10 h
	Ethanol:	
4	Volumenstrom	75 ml/h
	Rauchgas:	
5	Volumenstrom v_{Gas}/t	0,8 Nm ³ /h
6	lineare Strömungsgeschwindigkeit ¹⁾	4 m/s bei 1.400 °C
7	Gaszusammensetzung CO ₂ /H ₂ O(+10% H ₂ O aus Eth.)/N ₂ /O ₂	10,5/18/70/1,5 Vol.-%
	α ²⁾	1,1 – 1,2
8	Na ⁺ -/K ⁺ -Konzentration	3 / 14 mg/Nm ³
	Gettermaterial:	
9	Festbett: Masse m (1 – 2 Schichten) Schüttdichte d_s	20 – 60 g ca. 1,0 kg/l ³⁾
10	Gettermaterial-Belastung $v_{\text{Gas}}/t \cdot v_s$ ⁴⁾	40.000 NI _{Gas} /h·l _{GM}

¹⁾ oberhalb des Gettermaterials

²⁾ Fahrweise mit leichtem O₂-Überschuss (gegenüber $\alpha = 1$ bei stöchiometrischer Verbrennung des Alkohols mit Sauerstoff)

³⁾ Ton B-Strangpresslinge

⁴⁾ für obere Schicht (m = 20 g) im 2 Schichten-Festbett berechnet (GM – Gettermaterial)
 $v_s = m/d_s$ v_s - Schüttvolumen

Tab. 3: Mögliche chemische Umsetzungen der Alkalien am Beispiel von NaCl mit Al₂O₃ und/oder SiO₂ ¹⁾

lf. Nr.	chem. Verbindung bzw. Gemisch Al ₂ O ₃ x/+ SiO ₂ ^{*)} [Ma.-%]	Reaktion				
		x Al ₂ O ₃	+ y SiO ₂	+ z NaCl	+ z/2 H ₂ O	→ + z HCl
1	Al ₂ O ₃ 100	11 Al ₂ O ₃		+ 2NaCl	+ H ₂ O	→ Na ₂ Ox11Al ₂ O ₃ + 2 HCl
		1 Al ₂ O ₃		+ 2NaCl	+ H ₂ O	→ Na ₂ OxAl ₂ O ₃ + 2 HCl
						NaAlO ₂
2	7,9 Al ₂ O ₃ + 1 SiO ₂ 81 / 6,2 Weipa-Bauxit					i. B.
3	3 Al ₂ O ₃ x 2 SiO ₂ 72 / 28 Mullit (Hochtemperaturphase)	3 Al ₂ O ₃ x	2SiO ₂	+ NaCl	+ H ₂ O	→ ? i. B.
4	1 Al ₂ O ₃ + 2 SiO ₂ 46 54	1 Al ₂ O ₃	+ 2 SiO ₂	+ 2 NaCl	+ H ₂ O	→ Na ₂ OxAl ₂ O ₃ x2SiO ₂ + 2 HCl
						NaAlSiO ₄ Nephelin F = 1526 °C
5	1 Al ₂ O ₃ + 3 SiO ₂ 32,5 59,0 Ton B					i. B.
6	1 Al ₂ O ₃ + 6 SiO ₂ 22 78	1 Al ₂ O ₃	+ 6 SiO ₂	+ 2 NaCl	+ H ₂ O	→ Na ₂ OxAl ₂ O ₃ x6SiO ₂ + 2 HCl
						NaAlSi ₃ O ₈ Albit F = 1118 °C
7	SiO ₂ 100		SiO ₂	+ 2 NaCl	+ H ₂ O	→ Na ₂ OxSiO ₂ + 2 HCl
						Na ₂ SiO ₃ F = 1089 °C
			2 SiO ₂	+ 2 NaCl	+ H ₂ O	→ Na ₂ Ox2SiO ₂ + 2 HCl
					Na ₂ Si ₂ O ₅ F = 874 °C	

¹⁾ in Anlehnung an [9,10]

^{*)} als chemische Verbindung (x) oder als Gemisch (+), i. B. – in Bearbeitung, F – Schmelzpunkt

Tab. 4: Chemische und Phasen-Zusammensetzung verschiedener Getter- und anderer Materialien nach unterschiedlicher thermischer Behandlung

If. Nr.	Material	Vorbehandl.		Chemische Zusammensetzung [Ma.-%]										Phasenbestandteile	Abb.-Nr. *)		
		T [°C]	t [h]	Al ₂ O ₃	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	TiO ₂	Na ₂ O	K ₂ O	gesamt	B				
1	Mullit (theoretisch)			71,8	28,2										Mullit		
2	Ton B:																
	• AM (Pulver)													1)	Quarz, Kaolinit	1,a)	
	• SP ohne Zusatz	800	2	32,5	59,0	3,4	1,3			0,2	1,6	98,0		2)	Quarz		
		1400	10												1)	Mullit, Quarz	1,b)
	• SP mit SiO ₂ -Zusatz (15 Ma.-%)	800	2	28,3	63,9	2,9	1,1			0,2	1,4	97,8		2)			
		1400	10												2)	Mullit	
• SP mit Böhmit-Zusatz (= 15 Ma.-% Al ₂ O ₃)	800	2	42,7	50,2	2,9	1,0			0,2	1,3	98,3		2)				
	1400	10												2)	Mullit		
3	Weipa Bauxit:																
	• AM (Pulver)													3)	Gibbsit, Böhmit, Hämatit, Quarz, Anatas	1,c)	
		800	2	80-82	5,8-6,6	6,7-9,0			3,4	0,05-0,07	0,05-0,07	98,4					
				81,88	6,84	7,8			3,44	0,01	0,03	99,9					
	• SP mit Böhmit-Zusatz (= 10 Ma.-% Al ₂ O ₃)	800	2	84,7	5,2	7,7	0,06	0,022	2,1	0,04	0,04	99,9			ε-Al ₂ O ₃ , Quarz, Hämatit, Anatas		
				83	5,6	7,1				0,05	0,05	95,8		4)			
	1400	10													Korund, Mullit	1,d)	
4	Al ₂ O ₃ -FK	1400	10	83,1	15,2	0,72	0,3	0,029	0,44	0,065	0,22	100,0		3)	Mullit > Korund	2,c)	
				84	16								100,0		5)		
5	Flintsteine / Splitt			3,21	94,1	0,09	2,15	0,012	0,03	0,015	0,24	99,8		3)	Quarz >> Calcit		
		1400	10												Cristobalit >> Tridymit	2,d)	
6	Böhmit														Böhmit		
	• AM (Pulver)																
	• SP	800	2	99,4	0,45	0,04	0,01	0,002	0,02	0,79	0,03	100,7					
		1400	10												Korund	2,b)	
7	Al ₂ O ₃ -TK I	550	5	100											γ-Al ₂ O ₃		
		1400	10												Korund		
	Al ₂ O ₃ -TK II			100											γ-Al ₂ O ₃		
		1400	10												Korund		
8	SiC / Splitt	1400	6												SiC (hexag./Moissanit)		

Erläuterungen zur Tabelle siehe nächste Seite

Erläuterungen zur Tab. 4:

T, t - Temperatur und Zeit der thermischen Vorbehandlung; B - Bemerkung; *) - im vorliegenden Artikel

AM - Ausgangsmaterial, FK - Formkörper, SP - Strangpresslinge, TK - Tropfkugeln

Anatas - TiO_2 ; Böhmit - AlO(OH) ; Calcit - CaCO_3 ; Cristobalit - SiO_2 ; Gibbsit - Al(OH)_3 ; Hämatit - Fe_2O_3 ;
Kaolinit - $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; Korund - $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$; Mullit - $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$; Quarz - $\alpha\text{-SiO}_2$; Rutil - TiO_2 ;
Tridymit - SiO_2

¹⁾ bzw. ²⁾ verwendeter Ton ohne bzw. mit technischer Aufbereitung
(Aufschlämmen, Abtrennen der gröberen Quarzkörner, Trocknung, Aufmahlung)

³⁾ Ausgangsmaterial von DKSF GbR, Dorsten

⁴⁾ Werte aus den mittleren AM-Werten berechnet

⁵⁾ quantitative röntgenographische Phasenanalyse

Tab. 5: Vergleich der Porositäten, Rohdichten und Oberflächen verschiedener Getter- und anderer Materialien nach unterschiedlicher thermischer Behandlung

lf. Nr.	Material	Vorbehandl.		Porosität					O_s [m ² /g]
		T [°C]	t [h]	$v_{p,g}$ [cm ³ /g]	P [%]	$r_{p,m}$ [nm]	$r_{p,h}$ [nm]	d_r [g/cm ³]	
1	Ton B-SP: • ohne Zusatz	800	2	0,28	43	18	16		
		1400	10	0,12	23	$3 \cdot 10^3$	$2 \cdot 10^3$		< 1
	• mit SiO ₂ -Zusatz (15 Ma.-%)	800	2	0,49	60	12	12	1,21	
		1400	10	0,13	25	$6,3 \cdot 10^2$	($1,2 \cdot 10^1$); ($1,2 \cdot 10^3$); ($2,5 \cdot 10^3$)	1,88	< 1
• mit Böhmit-Zusatz (= 15 Ma.-% Al ₂ O ₃)	1400	10	0,15	28	$1,2 \cdot 10^3$	(5); $1,2 \cdot 10^3$	1,8	< 1	
2	Weipa Bauxit-SP: • mit Böhmit-Zusatz (= 10 Ma.-% Al ₂ O ₃)	800	2	0,36	47	11	6; ($2 \cdot 10^2$)	1,32	98;101
		1400	10	0,08	16	$8 \cdot 10^2$	(4); $1 \cdot 10^3$	2,09	0,35
3	Al ₂ O ₃ -FK (F: 0,8-2,0 mm)	1400	4	0,32	55	$4,5 \cdot 10^2$	(80); $5 \cdot 10^2$	1,74	1,4
4	Flintsteine / Splitt (F: 1,0-2,0 mm)	1400	10	0,05	11	$2,8 \cdot 10^2$	(6,3); ($6,3 \cdot 10^2$)	2,22	0,02
5	Böhmit-SP:	800	2	0,90	73	$1,2 \cdot 10^2$	(4); $1,6 \cdot 10^2$	0,81	78
		1400	10	0,53	62	$2,5 \cdot 10^2$	$2,5 \cdot 10^2$	1,15	2,8
6	Al ₂ O ₃ -TK I: (D _A : 3,1 mm)	550	10	0,88	69	$2,5 \cdot 10^1$	4; $3 \cdot 10^2$	0,78	
		1400	12	0,56	58	$4 \cdot 10^2$	$5 \cdot 10^2$	1,05	
7	Al ₂ O ₃ -TK II: (D _A : 2,5 mm)			0,18	41	5	4	2,31	160;178
		1400	5,25	0,40	50	$1,6 \cdot 10^2$	(4); $1,6 \cdot 10^2$	1,25	2,9
		1400	10	0,32	44	$8 \cdot 10^1$	$1,25 \cdot 10^2$	1,39	1,7;1,7
8	SiC / Splitt (F: 1,25-2,0 mm)	1400	6	0,01	3,4	57	24; $3,2 \cdot 10^3$	2,99	0,02

T, t - Temperatur und Zeit der thermischen Vorbehandlung

Porositätsmessungen:

$v_{p,g}$ - Porenvolumen, P - Porosität, $r_{p,m}$ - mittlerer Porenradius (bei einem Porenvolumen von 50 %),
 $r_{p,h}$ - häufigste Porenradien (kleinere Maxima in Klammern gesetzt), d_r - Rohdichte

O_s - spezif. Oberfläche

D_A - Anfangsdurchmesser, F - Fraktion, FK - Formkörper, SP - Strangpresslinge, TK - Tropfkugeln

Tab. 6: Vergleich von chemischer und Phasenzusammensetzung sowie Porosität mit der Alkali-Reaktivität R_{rel} verschiedener Gettermaterialien

Gettermaterial	γ - Al_2O_3 -TK	Böhmit-SP [AlO(OH)]	Bauxit-SP ¹⁾ (+10 Ma.-% Böhmit)	Al_2O_3 -FK	Mullit-SP Splitt $3 Al_2O_3 \times 2 SiO_2$	Ton B-SP (+15 Ma.-% SiO_2)	Flintsteine Splitt
chemische ²⁾ Analyse [Ma.-%]	Al_2O_3 100		Al_2O_3 SiO_2 Fe_2O_3 85 5,2 7,7	Al_2O_3 SiO_2 Fe_2O_3 83 15 0,7	Al_2O_3 SiO_2 72 28	Al_2O_3 SiO_2 Fe_2O_3 28 64 2,9	Al_2O_3 SiO_2 3 94
Phasenbestand (1.400 °C / 10 h)	Korund (α - Al_2O_3)		Korund > Mullit	Mullit > Korund	Mullit	Mullit > Quarz (SiO_2)	Cristobalit >> Tridymit
Porosität [%] (1.400 °C / 10 h)	58	62	13	55	4	32	11
R_{rel} [%]	Na K $\leq 3 \leq 5$	Na K i. B.	Na K 75 86	Na K 66 66	Na K i. B.	Na K 82 86	Na K 52 ≤ 25
						Standardmaterial	

FK – Formkörper, SP – Strangpresslinge, TK – Tropfkugeln, i. B. – in Bearbeitung, ¹⁾ Weipa-Bauxit, ²⁾ weitere Werte s. Tab. 4
 A_{GM} bzw. A_{Eth} – Aktivität im Gettermaterial bzw. im Ethanol

$$R_{rel} = \frac{A_{GM}}{A_{Eth}} \cdot 100 \%$$

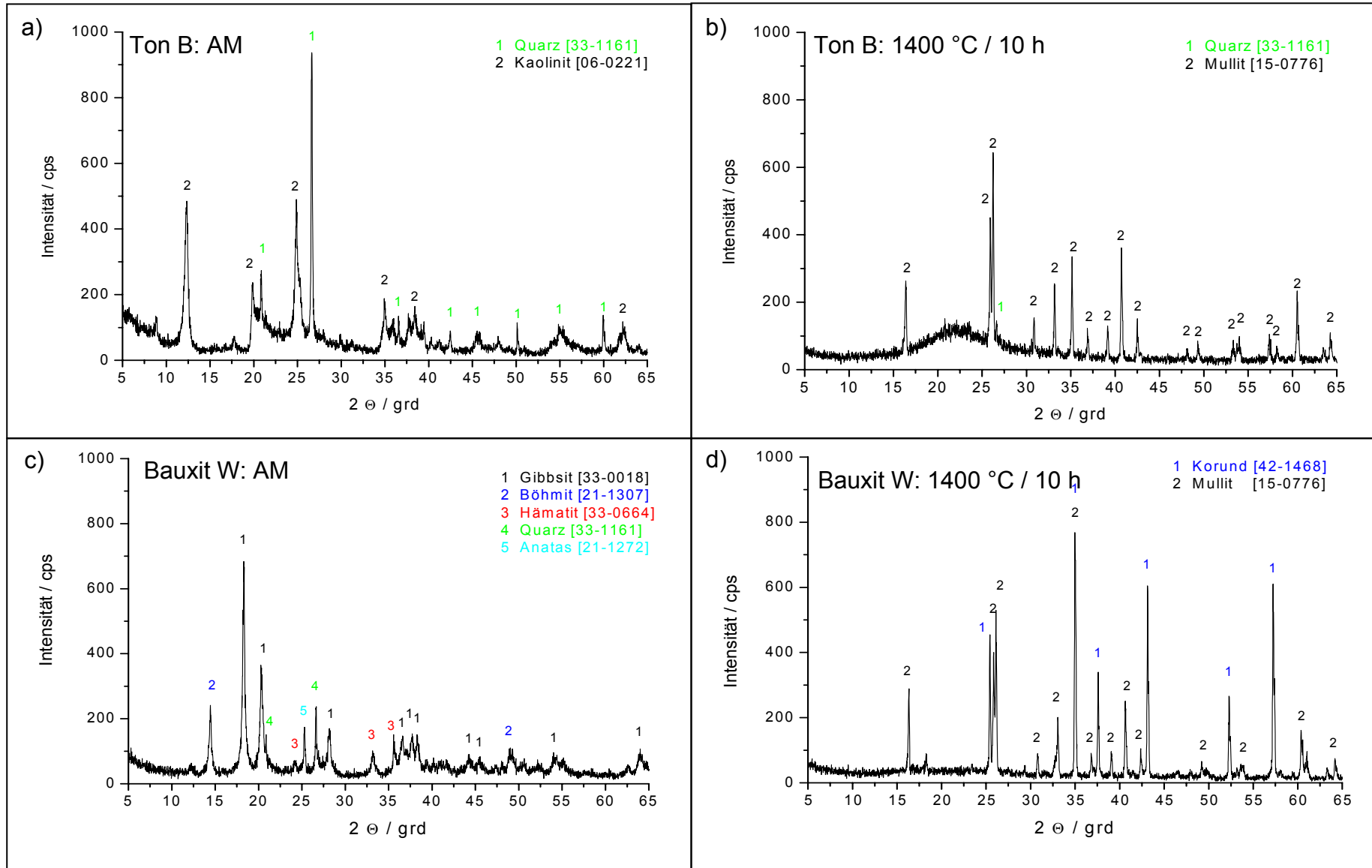


Abb. 1: Röntgendiffraktogramme von Ton und Bauxit als Ausgangsmaterial (AM) und als Strangpresslinge nach thermischer Behandlung (W – Weipa)

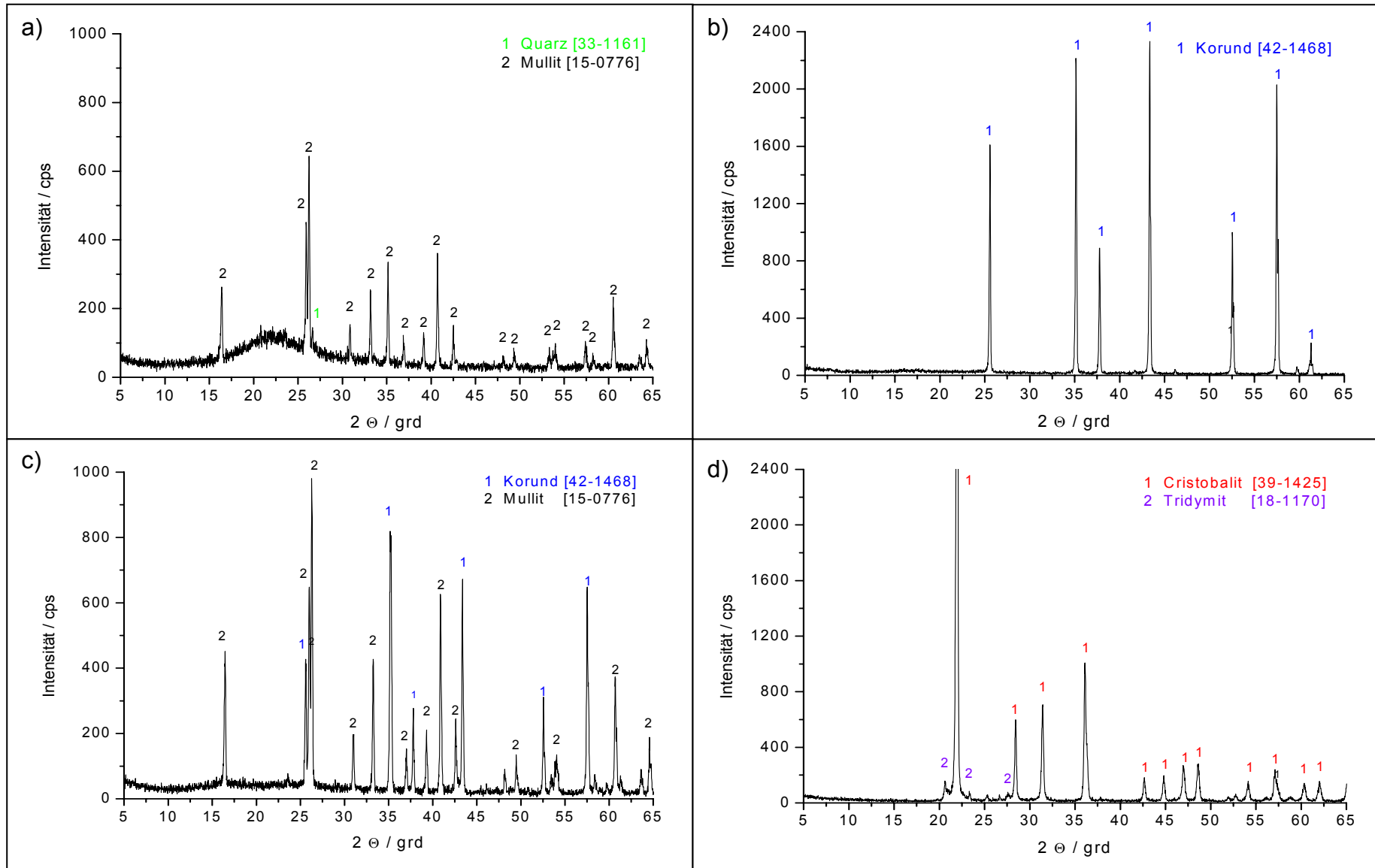


Abb. 2: Röntgendiffraktogramme von Ton- (a), Böhmit-Strangpresslingen (b), Al_2O_3 -Formkörpern (c) und Flintstein-Splitt (d) nach thermischer Behandlung (1400 °C / 10 h)

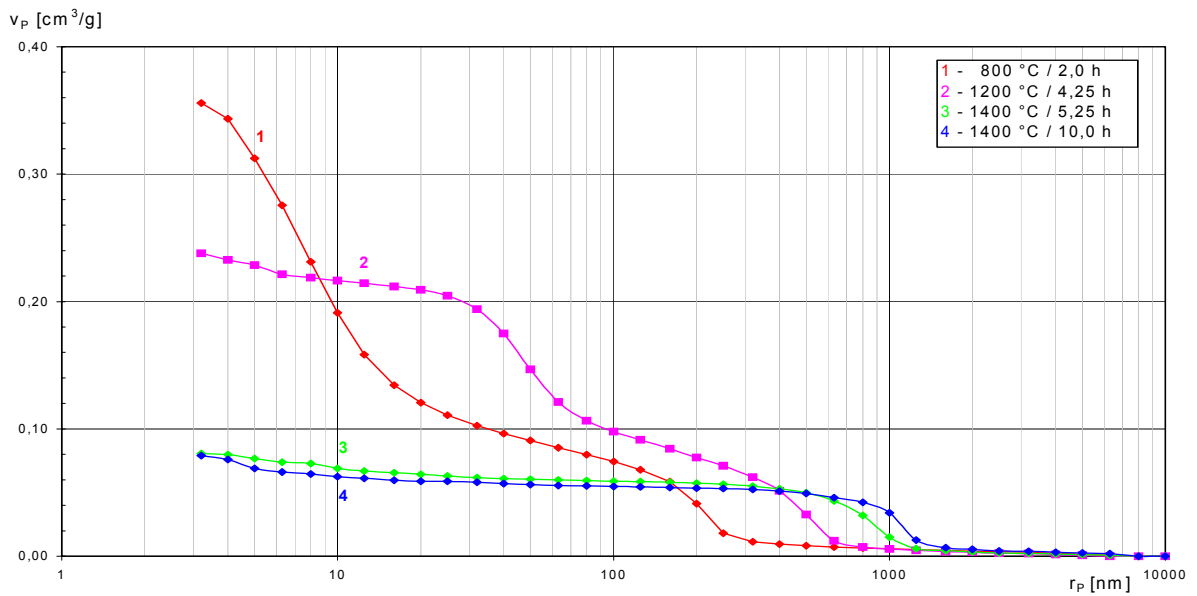


Abb. 3: Vergleich der integralen Porenradienverteilung von Weipa Bauxit-Strangpresslingen nach unterschiedlicher thermischer Behandlung
 v_p -Porenvolumen, r_p -Porenradius

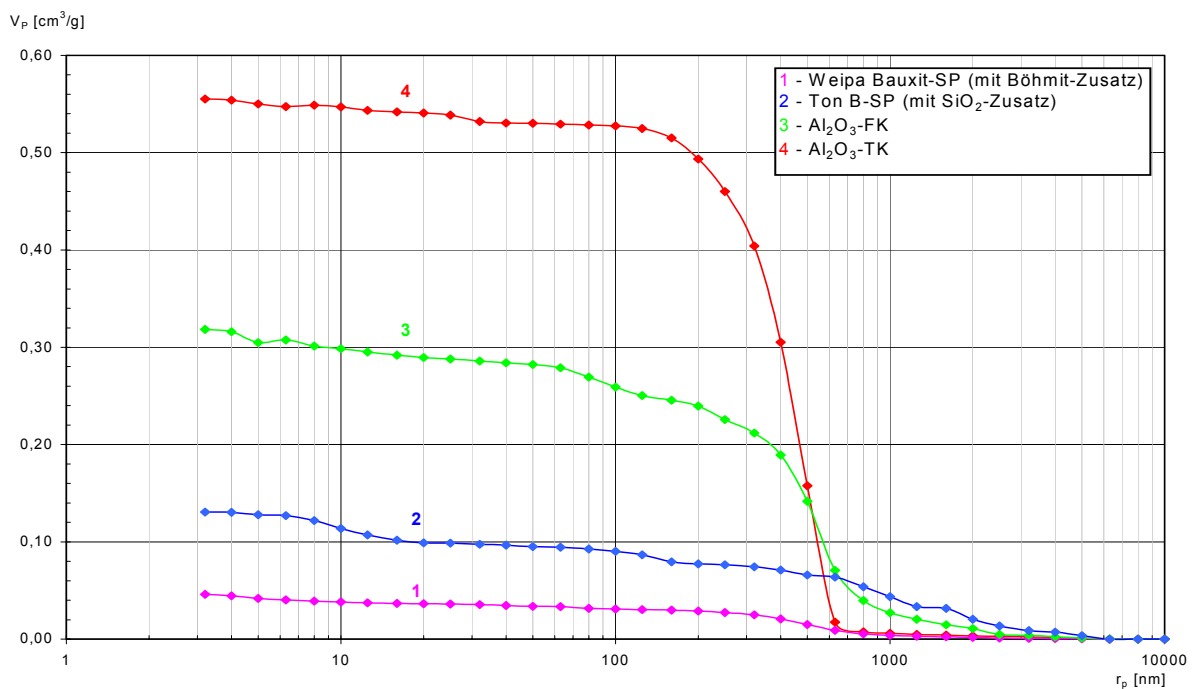


Abb. 4: Vergleich der integralen Porenradienverteilung verschiedener Gettermaterialien nach der thermischen Behandlung bei 1400 °C / 10 h
 v_p , r_p – s. Abb. 3; SP – Strangpresslinge, FK – Formkörper, TK – Tropfkugeln

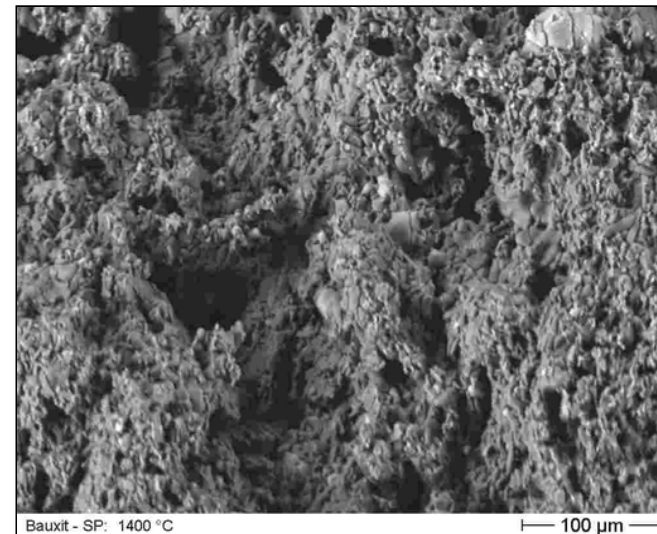
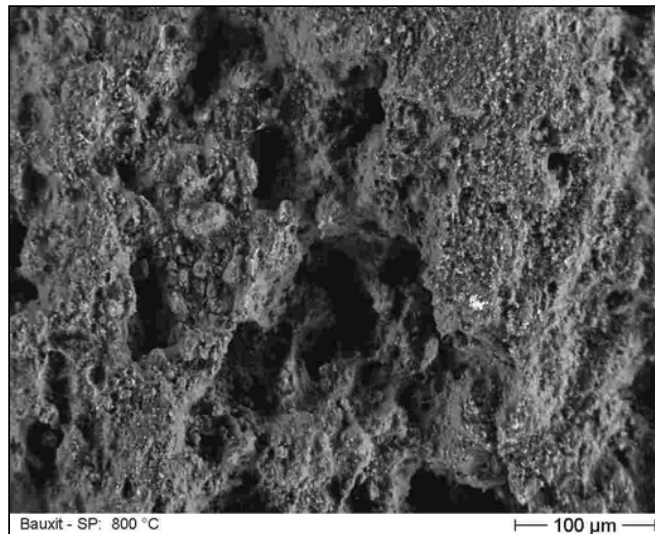
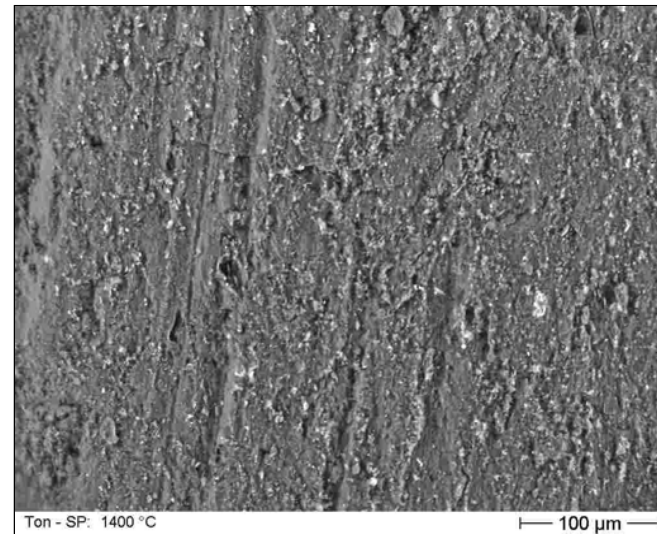
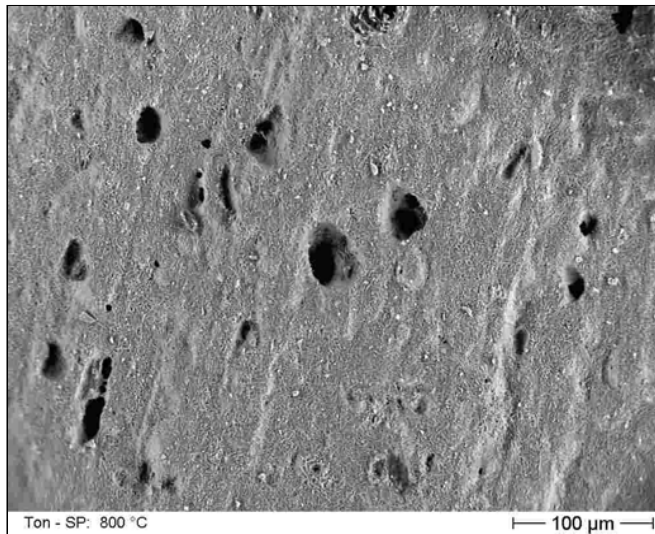


Abb. 5: Vergleich der Oberflächen von Ton- und Bauxit-Strangpresslingen vor und nach der Temperung bei 1400 °C / 10 h
(REM-Aufnahmen: V = 200x)

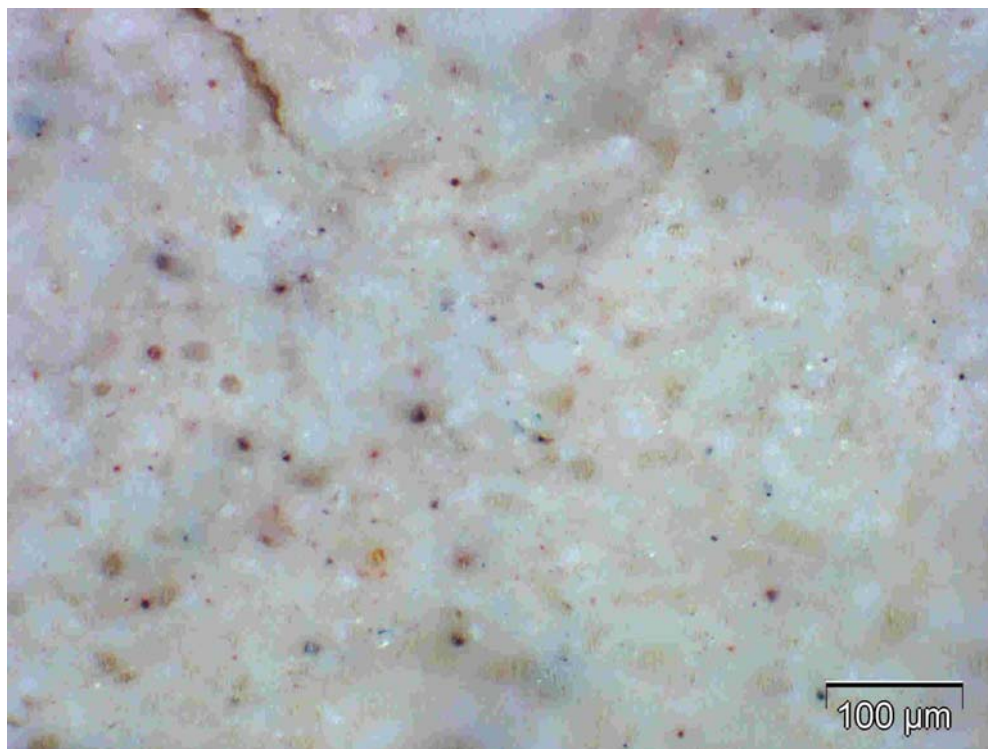
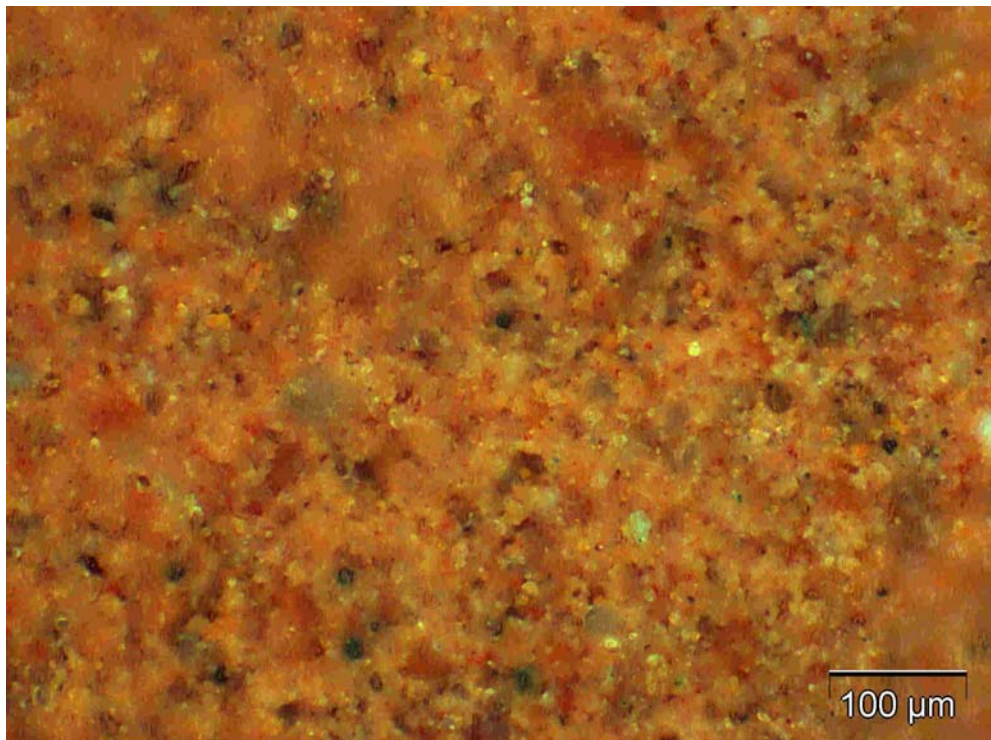


Abb. 6: Lichtmikroskopische Aufnahmen von Ton- (unten) und Bauxit-Strangpresslingen (oben) nach thermischer Behandlung bei 800 °C / 2 h