

2. Treffen QT

“Biobrennstoffzelle”

7.9.2015

Dr. Sven Kerzenmacher
Laboratory for MEMS Applications (Prof. R. Zengerle)
Department of Microsystems Engineering - IMTEK
University of Freiburg, Germany

UNI
FREIBURG

GEFÖRDERT VOM



Bundesministerium
für Bildung
und Forschung



FONA
Nachhaltiges
Wassermanagement
BMBF

NaWaM
Nachhaltiges Wassermanagement



ERWAS

TOP 5: Diskussion von Methoden

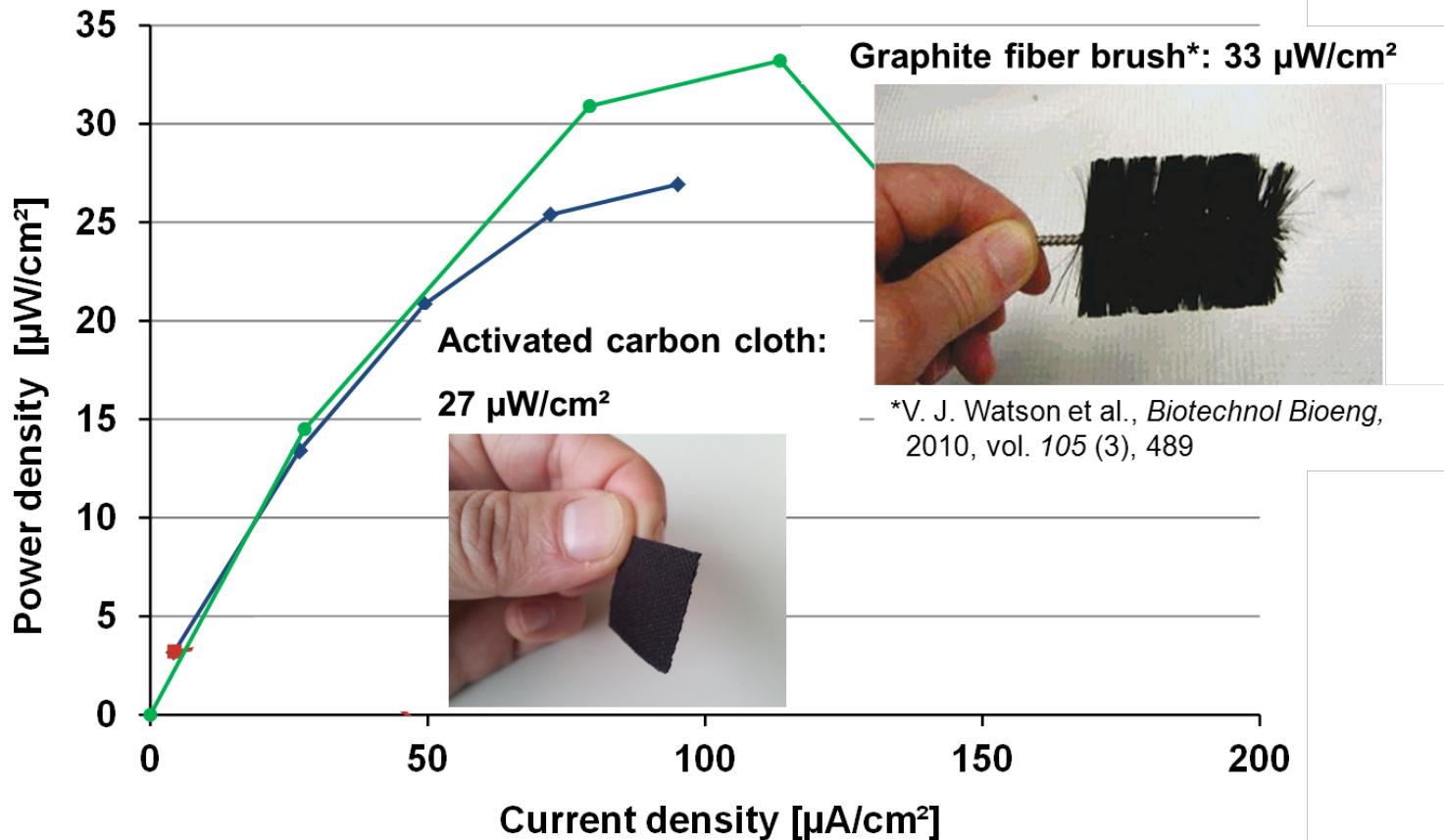
Ableitung von Struktur-Eigenschaftsbeziehungen auf Elektrodenebene

- Aufnahme & Darstellung von Polarisationskurven
 - **Normalisierung** der Stromdichte
 - Verwendung von **Referenzelektroden**
 - **Stabilität/Scanraten** bei der Aufnahme
 - Messungen an Halbzellen
 - Messung des **unkompensierten Widerstands** im System und dessen Korrektur
 - Gründe für und Vermeidung von **Schwankungen** zwischen nominell gleichen Experimenten

- Rahmenbedingungen der Abwasserreinigung
 - Einfluss der Zusammensetzung und der Konzentration des Abwassers auf die Leistungsfähigkeit (Polarisationsverhalten) der Elektroden

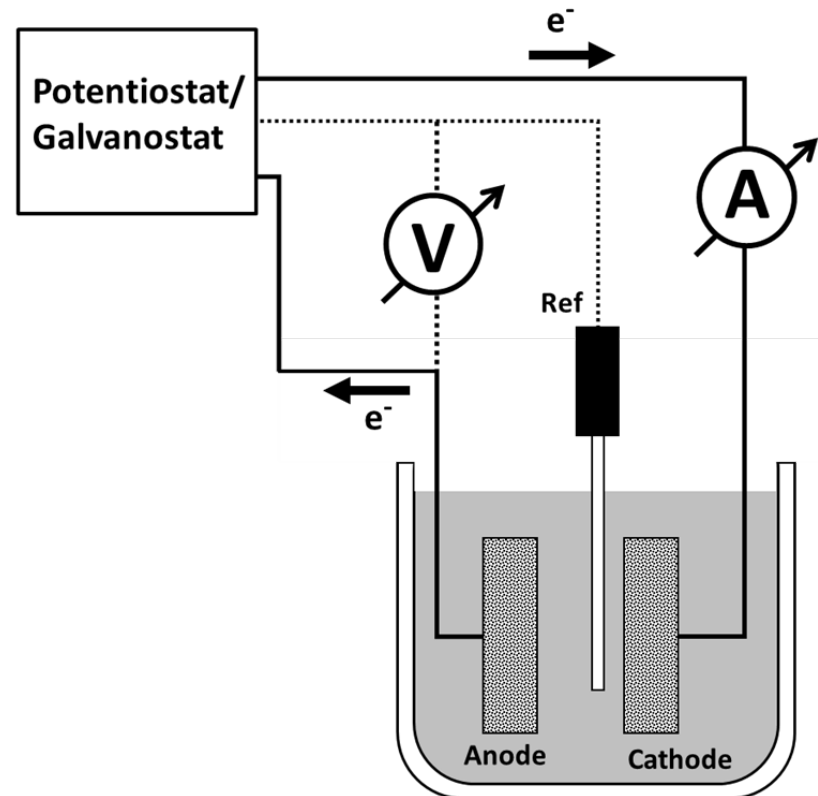
Normalisierung der Stromdichte

- Bezug des Stromes auf
 - Geometrische (projizierte) **Elektrodenfläche**
 - Aktive (spezifische, innere) **Oberfläche** der Elektrode
 - Elektroden- oder Reaktor-**Volumen**



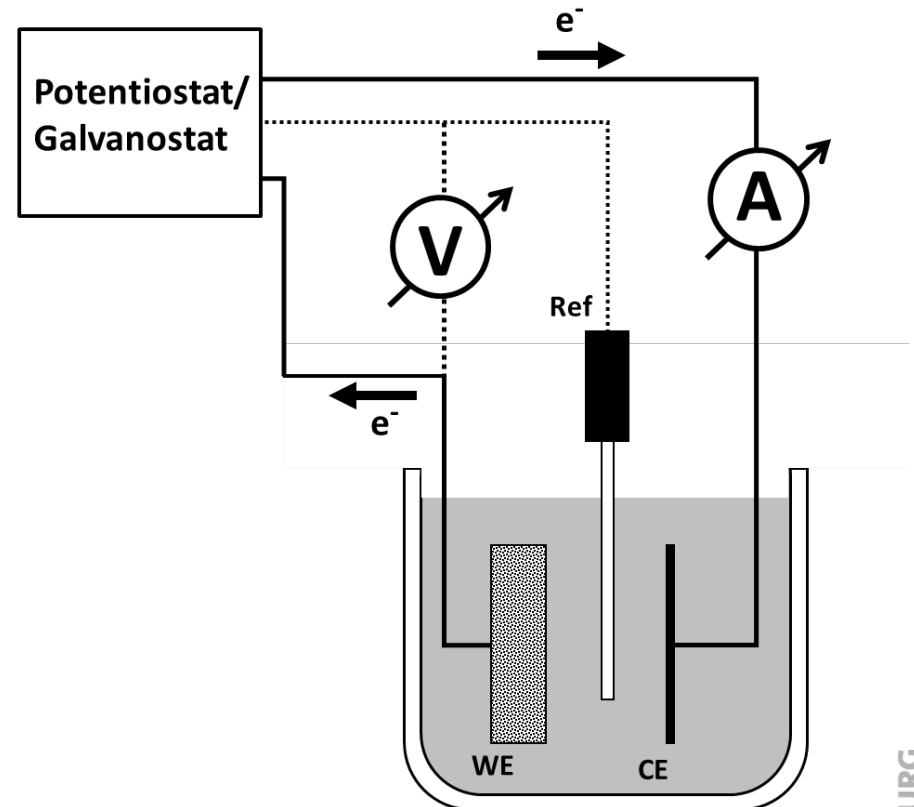
Verwendung von Referenzelektroden

- **Kalibrierung** (vor/nach dem Experiment)
 - Langzeitstabilität?
- **Platzierung** der Referenzelektrode im Aufbau?
- **Sterilisierung**
 - Ethanol, H_2O_2 , ...



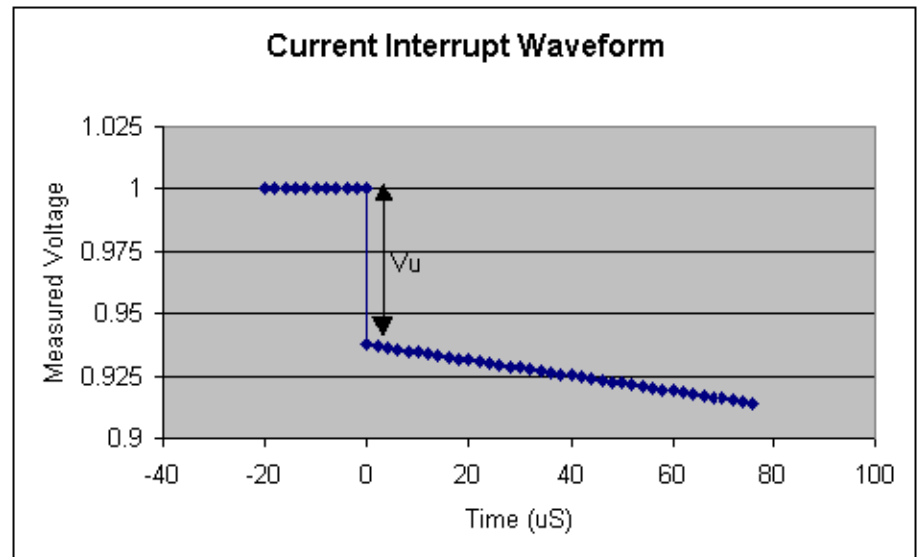
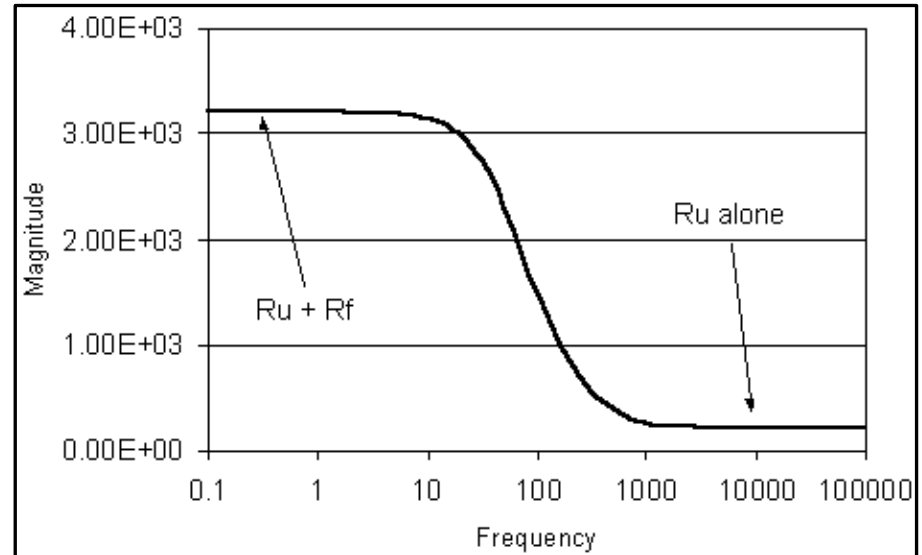
Messungen an Halbzellen

- Wahl der **Gegenelektrode**?
 - Pt, ...
- Abtrennung von Anode & Kathode mit **Membran**?



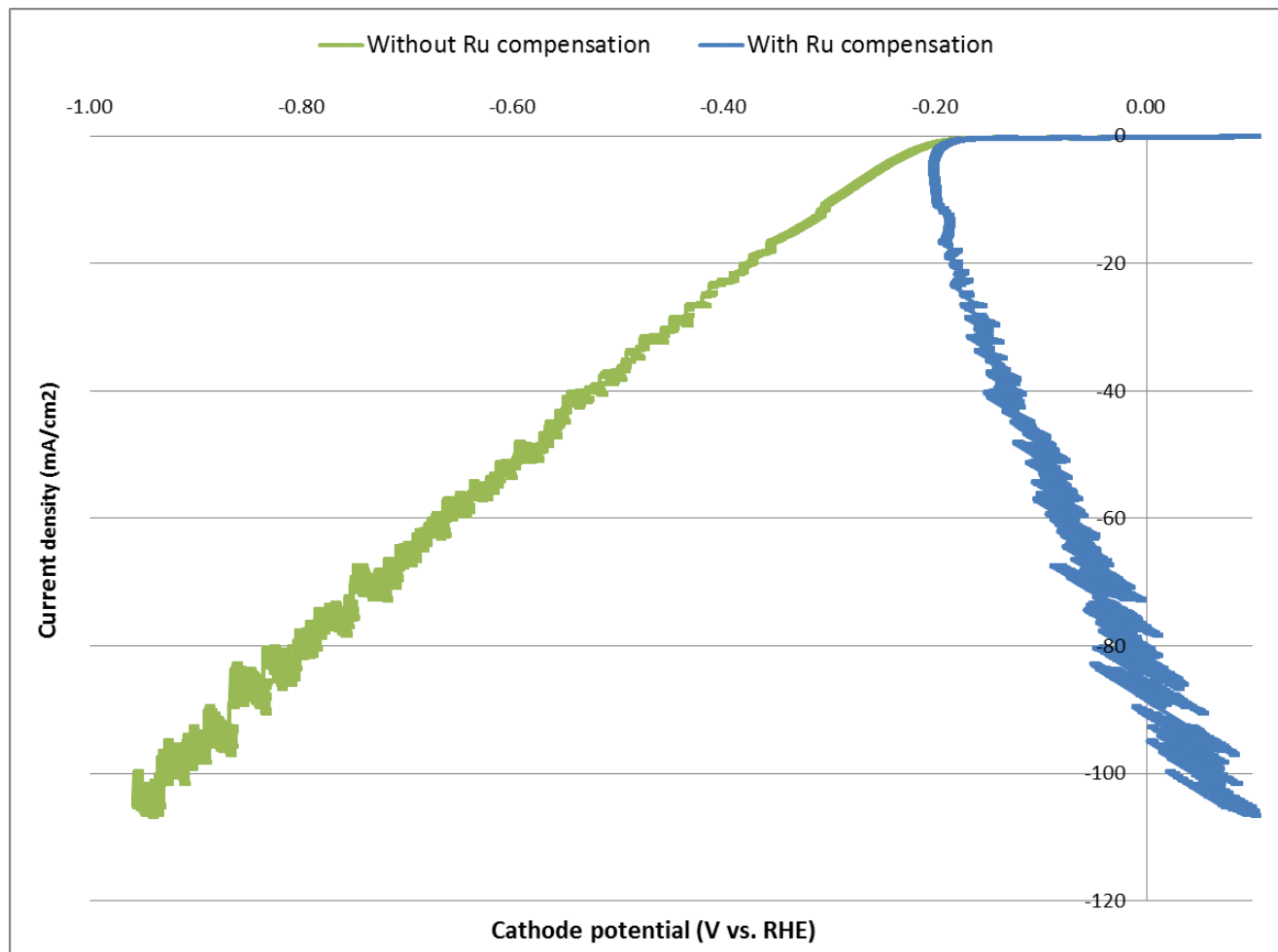
Messung des unkompensierten Widerstands

- **Impedanzspektroskopie**,
z.B. „GetRu-Skript“ bei
GAMRY-Systemen
- **Current-Interrupt-Technik (CI)**



Überkorrektur des unkompensierten Widerstands

- Buckypaper-Elektrode mit MoS_4^{2-} -Beschichtung
 - Unkompensierter Widerstand mit Current Interrupt bestimmt



Schwankungen zwischen nominell gleichen Experimenten

- Gründe
 - **Vorbehandlung** (Conditioning) der Elektrode
 - **Vorgeschichte** der Elektrode
- Vergleich der **Ergebnisse in verschiedenen Labors**
 - AG Kerzenmacher/ IMTEK
 - AG Schröder/ TU Braunschweig



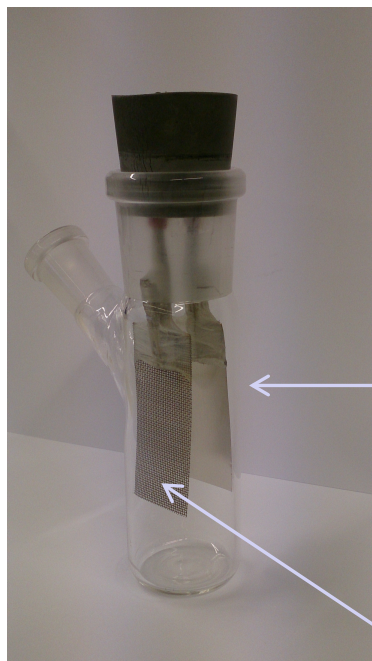
In Zusammenarbeit mit



Vergleich H₂-Kathoden

Setup 1 (AG Schröder)

- Arbeitsvolumen: 35-40 mL
- Elektrode: 2 cm x 5 cm
- Rührerdrehzahl: 500 rpm

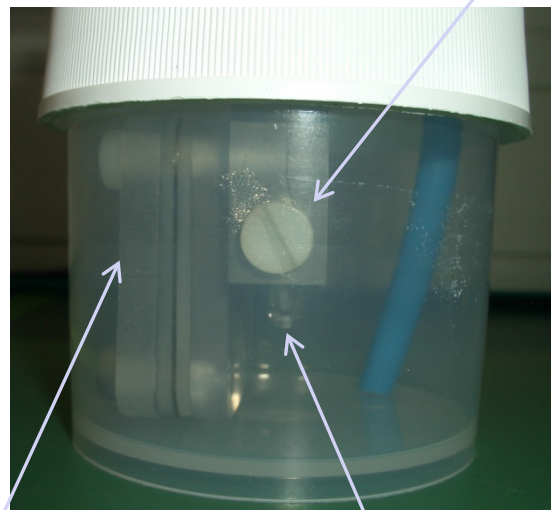


Counter electrode

Working electrode

Setup 2 (AG Kerzenmacher)

- Arbeitsvolumen: 80 mL
- Elektrode: 1 cm x 1 cm
- Ohne Rühren



Counter electrode

Working electrode

Reference electrode

Vergleich H₂-Kathoden

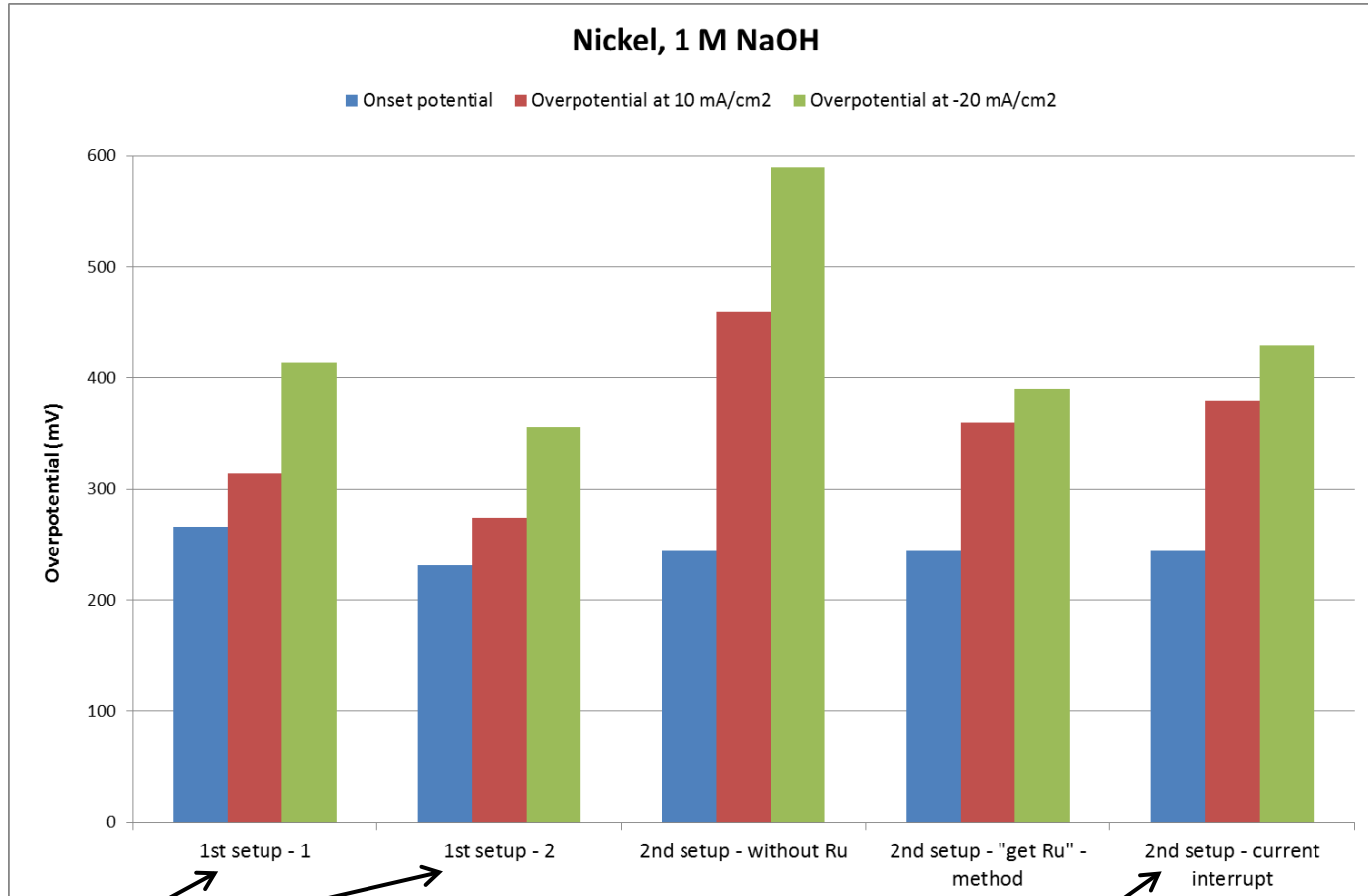
Methode 1 (AG Schröder)

- **Konditionierung** für 5 s bei +200 mV ggü. $E^{\circ}_{\text{H}_2/\text{H}^+}$ bei dem entsprechenden pH (+ 0.200 V vs. RHE)
 - 0.5 M H₂SO₄: - 70 mV vs. SCE
 - 1 M NaOH: - 800 mV vs. SCE
- **10 CVs bei 5 mV s⁻¹**
 - CVs liefern einen absoluten Strom von ~ 300 mA
 - Ergebnis berechnet auf Basis des Vorwärts/Rückwärts-Scan von 3 Zyklen
 - n = 6

Methode 2 (AG Kerzenmacher)

- **3 LSVs (Linear Sweep Voltammograms)**
 - Von OCP + 20 mV bis -1.2 V vs. SCE (in 0.5 M H₂SO₄, ~ -0.95 V vs. RHE)
 - Auswertung des letzten Durchlaufs

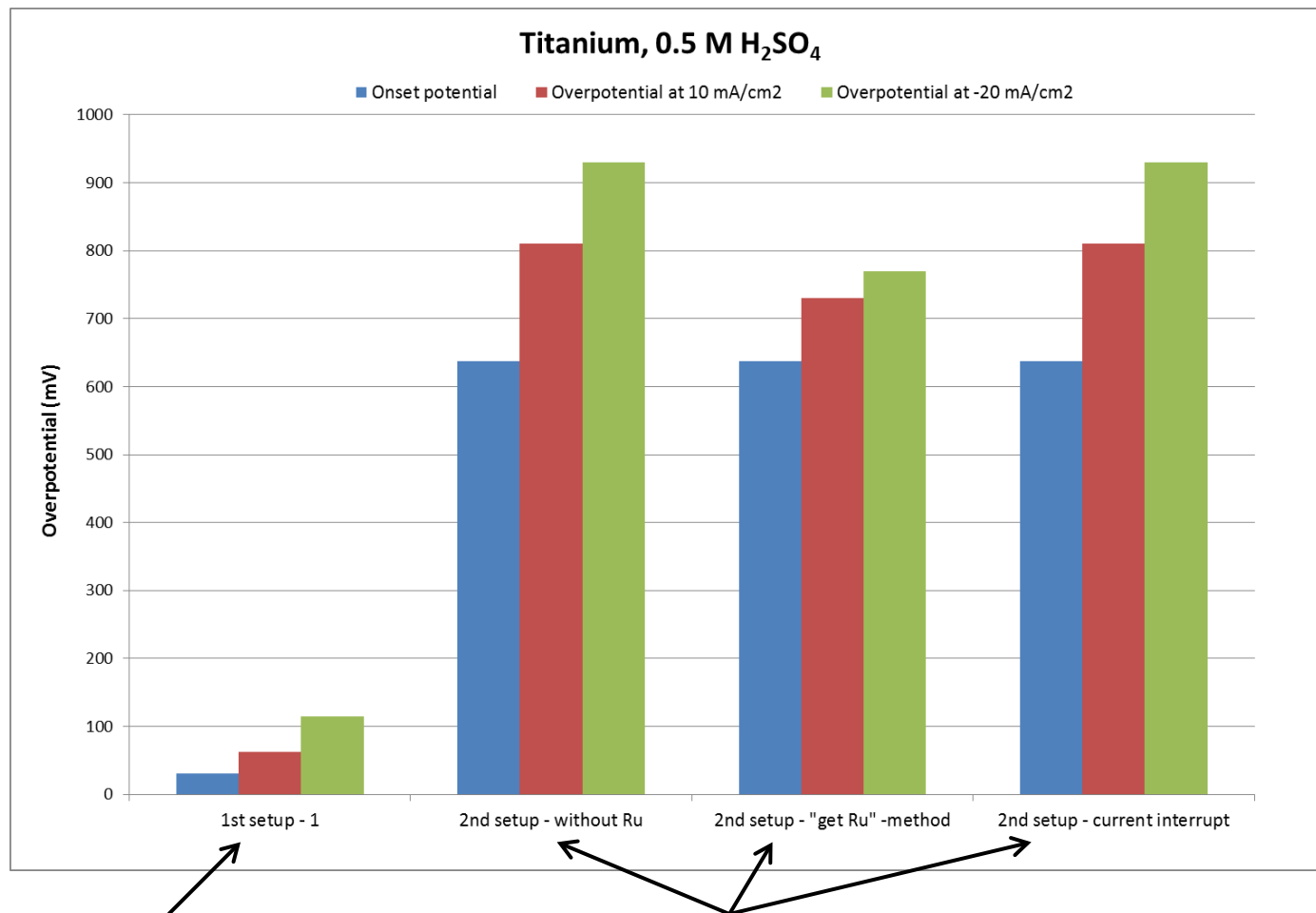
Effekt der Ru-Kompensation



2 parallel runs

2 different methods for measuring Ru

Effekt von Vorgeschichte und Vorbehandlung der Elektrode

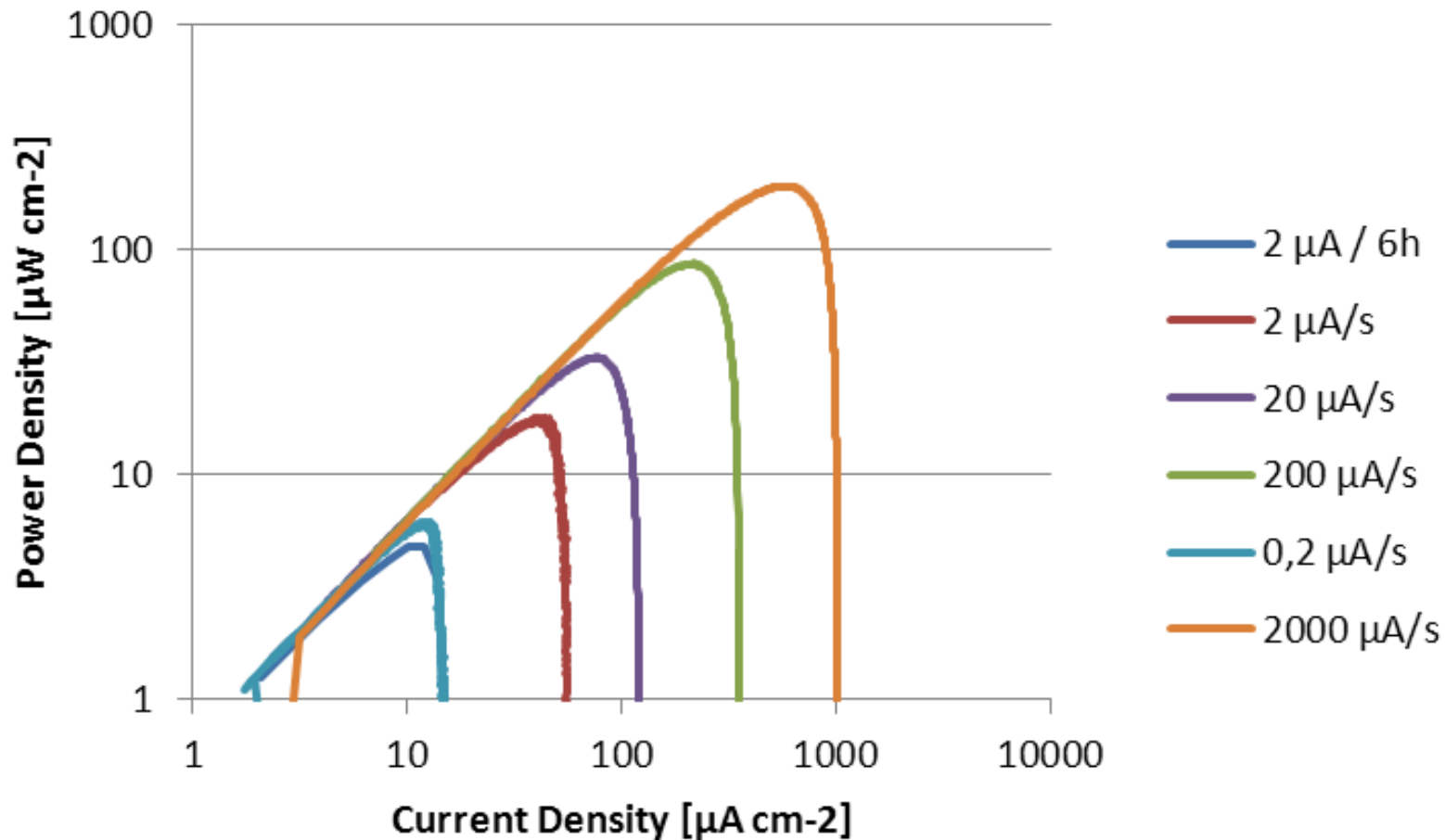


New electrode, 3 LSV runs

New electrode average from 8th, 9th
& 10th cycles

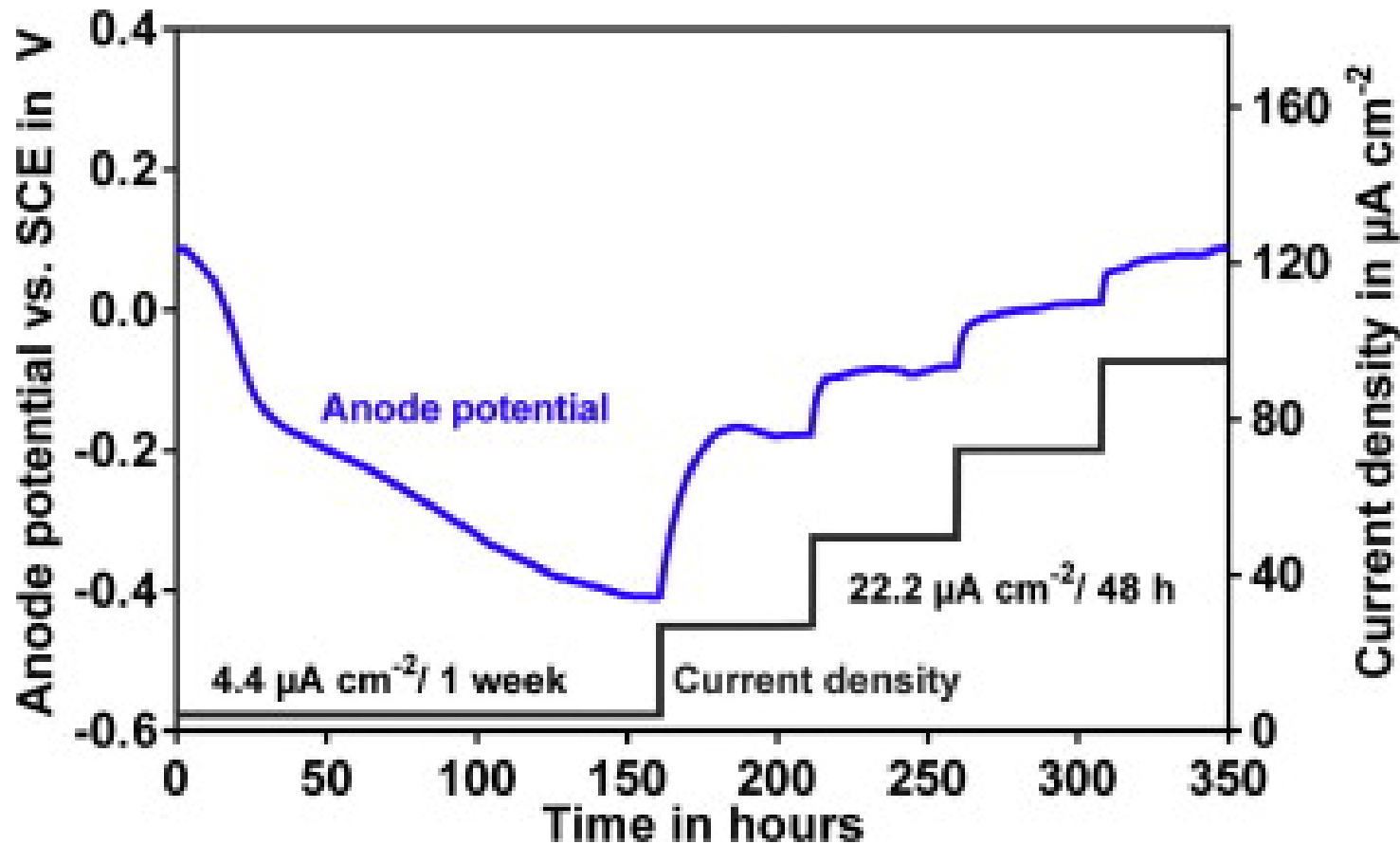
Stabilität/Scanraten

- Einfluss der **Scanrate** auf Leistungsdichte*
 - Beispiel implantierbare Glukosebrennstoffzelle



Stabilität/Scanraten

- Zeit zur **Stabilisierung** des Potentials
 - Beispiel mikrobielle Anode mit *S. oneidensis**



Einfluss der Abwasser-Zusammensetzung auf das Polarisationsverhalten

- Störstoffe
 - Sulfate, Nitrat,
 - ?
- pH & Pufferkapazität
- CSB
- Salinität
- ...