



forschen.
vernetzen.
anwenden.

Innovationsreport 2024

Industrielle Gemeinschaftsforschung

IGF-Forschungsvorhaben 01IF21668N / 21668 N

Entwicklung und Validierung einer neuartigen Methode zur kontinuierlichen Produktion von hochstabilen und leistungsfähigen Elektroden für MEAs auf Basis galvanischer Prozesse angewandt in PEM-Brennstoffzellen (UP-MEA)

Laufzeit:

01.06.2021 - 31.08.2024

Beteiligte Forschungsstelle(n):

Zentrum für BrennstoffzellenTechnik ZBT GmbH,
Duisburg

Westfälische Hochschule Gelsenkirchen
Westfälisches Energieinstitut
Arbeitsgruppe Wasserstoffenergiesysteme

Schlussbericht vom 31.01.2025

zu IGF-Vorhaben Nr. 01IF21668N

Thema

Entwicklung und Validierung einer neuartigen Methode zur kontinuierlichen Produktion von hochstabilen und leistungsfähigen Elektroden und MEAs auf Basis galvanischer Prozesse angewandt in PEM-Brennstoffzellen (UP-MEA)

Berichtszeitraum

01.06.2021 – 31.08.2024

Forschungsvereinigung

Institut für Umwelt & Energie, Technik & Analytik e. V

Forschungseinrichtung(en)

FE 1: Zentrum für Brennstoffzellen Technik ZBT GmbH, Duisburg
Abteilung Elektrochemische Komponenten

FE 2: Westfälische Hochschule Gelsenkirchen Bocholt Recklinghausen (WHS),
Westfälisches Energieinstitut - Arbeitsgruppe Wasserstoffenergiesysteme



Gefördert durch:



aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages

Inhaltsverzeichnis

1	Ziele und Herausforderungen	4
2	Arbeiten und Ergebnisse	5
2.1	AP1: Aufbringung Kohlenstoffnanofasern (FE2)	5
2.1.1	Suspensionsformulierung	5
2.1.2	Beschichtungsverfahren	6
2.1.2.1	Ultraschallsprühen	6
2.1.2.2	Schlitzdüsenbeschichtung	7
2.1.2.3	Plasmaspritzen	8
2.1.3	Oberflächenfunktionalisierung	8
2.2	AP2: Katalysatorabscheidung (FE2)	9
2.2.1	Optimierung Abscheideprozess im Labormaßstab	9
2.2.2	Aufbau Galvanik im kontinuierlichen R2R-Prinzip	9
2.2.2.1	Konstruktion des Galvanikaufbaus	9
2.2.2.2	Skalierungsprozess der galvanischen Katalysatorabscheidung	11
2.3	AP3: Ionomer- und Additivauftrag (FE1)	11
2.3.1	Parameteroptimierung im Labormaßstab	11
2.3.2	Prozessadaption für Betrieb im kontinuierlichen R2R-Prinzip	12
2.4	AP4: MEA-Fertigung (FE1)	13
2.5	AP5: Charakterisierung funktioneller Schichten und Elektrodensysteme (FE1, FE2) .	14
2.5.1	Aufbringung des Katalysatorträgers	14
2.5.2	Katalysatorabscheidung	18
2.5.2.1	Kommerzieller Elektrolyt	18
2.5.2.2	Entwickelter Elektrolyt	21
2.5.2.3	Katalysatorabscheidung mittels Rollgalvanik	22
2.6	AP6: In-situ Charakterisierung und Degradationsuntersuchung (FE1)	24
2.6.1	Parameteroptimierung für in-situ Betrieb	25
2.6.1.1	Einfluss von t auf die PEMFC-Leistung	25
2.6.1.2	Einfluss des Katalysatorträgers auf die PEMFC-Leistung	26
2.6.1.3	Einfluss des MEA-Herstellungskonzeptes: Additive MEA vs. GDE-MEA	29
2.6.1.4	Einfluss der Pt-Beladung von CNF auf die PEMFC-Leistung	36
2.6.1.5	Einfluss der relativen Luftfeuchtigkeit auf die PEMFC-Leistung	38
2.7	AP7: Iterative Prozessoptimierung (FE1, FE2)	40
2.8	AP8: Aufbau Demonstratorstack (FE1, FE2)	41
3	Verwendung der Zuwendung	46

4	Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit.....	47
5	Darstellung des wissenschaftlich-technischen und wirtschaftlichen Nutzens	48
6	Ergebnistransfer in die Wirtschaft	49
7	Referenzen.....	51
8	Anhang: Tabelle der getesteten MEAs in PEMFC	52

1 Ziele und Herausforderungen

Das übergeordnete Ziel dieses Vorhabens war die Entwicklung einer neuartigen Methode zur einfachen, schnellen, kostengünstigen und reproduzierbaren Fertigung von hochstabilen und leistungsfähigen Gasdiffusionselektroden (GDE) sowie Membran-Elektroden-Einheiten (MEA) für Polymer-Elektrolyt-Membran-Brennstoffzellen (PEM-BZ). Ein kontinuierliches Produktionsverfahren auf Basis von Kohlenstoffnanofasern (CNF) und galvanischen Prozessen soll zu einer hohen Leistungsfähigkeit mit geringem Katalysatoreinsatz sowie eine deutlich erhöhte Lebensdauer beitragen.

Die Hauptziele waren:

- ein kontinuierlicher Nassauftrag mittels Schlitzdüse von elektrochemisch hochstabilen CNF als Katalysatorträgerschicht auf ein kommerziell verfügbares Gasdiffusionssystem (GDS). Im nächsten Schritt sollte das CNF-GDS-Schichtsystem mittels eines ebenfalls kontinuierlich arbeitenden pulsgalvanischen Abscheidungsverfahrens mit Platin als Elektrokatalysator zu Elektrodenvorstufen aufgebaut werden.
- die Beschichtung der Elektrodenvorstufen mit einem protonenleitenden Polymer (Ionomer), um die volle elektrochemische Funktionalität einer GDE (Kathode & Anode) zu erhalten, sowie das anschließende Heißverpressen mit einer Hochleistungsmembran zu einer MEA. Ergänzend sollte die Membran mittels einer zu entwickelnden Auftragsprozedur durch eine geschlossene Ionomerschicht („additive“ Membran) ersetzt und so ein komplett kontinuierlicher MEA-Produktionsprozess erreicht werden.

Soweit für den jeweiligen Prozess sinnvoll, sollten die Entwicklungsschritte jeweils mit folgenden Untersuchungsmethoden begleitend charakterisiert werden:

- Ex situ: REM, XRD, TGA, CV, RDE, TEM & Querschnittsaufnahmen

Die hergestellten MEAs wurden umfassend in situ hinsichtlich ihres Einfahr- (Konditionierungs-), Leistungs- und Alterungsverhaltens charakterisiert. Hinzu wurden die Temperatur- und Feuchteempfindlichkeit, EIS, H₂-Durchtritt und die elektrochemisch aktive Oberfläche (ECSA) bestimmt.

Aufgrund der eigenen Entwicklung einer neuen Produktionsmethode, kann ein kontinuierlicher Prozess in Einzelschritten dargestellt werden. Hierzu wurde eine Schlitzdüsenanlage beschafft und eine Apparatur zur galvanischen Abscheidung in Rollenform entwickelt.

2 Arbeiten und Ergebnisse

Die Forschungseinrichtung 1 (ZBT) war verantwortlich für die Präparation der Membran-Elektroden-Einheiten (MEA) durch Assemblierung der Kathode mit einer Ionenschicht, der Polymerelektrolytmembran und einer standardisierten Anode. Die elektrochemische Charakterisierung der MEA und realitätsnahen Bedingungen erfolgte mittels der Aufnahme der Polarisationskurve, zyklischer Voltammetrie (CV), Impedanzspektroskopie (EIS).

Die Forschungseinrichtung 2 (WHS) war für die Kathodenpräparation, bestehend aus dem Auftrag des Katalysatorträgers, der galvanischen Katalysatorabscheidung und Charakterisierung der funktionellen Schichten, verantwortlich.

Die Charakterisierung erfolgte mittels Röntgenfluoreszenzspektroskopie (XRF), Rasterelektronenmikroskopie (REM), energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX) und zyklischer Voltammetrie.

2.1 AP1: Aufbringung Kohlenstoffnanofasern (FE2)

Als Katalysatorträger dienen Kohlenstoffnanofasern (CNF), welche in vorherigen Forschungsprojekten als geeigneter Träger ermittelt wurden. Kohlenstoffnanofasern zeigen eine erhöhte Stabilität gegenüber Carbon Black oder CNT auf. Sie besitzen eine hohe elektrische Leitfähigkeit, was auf ihren hohen Graphitisierungsgrad zurückzuführen ist. Des Weiteren bilden sie durch ihre Strukturausbildung eine hohe Oberfläche und ermöglichen so den Einsatz als Katalysatorträger.

Vor der Schichtaufbringung der CNF auf die GDL steht der Arbeitsschritt der Suspensionsformulierung. Die Dispergierung der Suspension wird durch den Einsatz eines Ultraschallhomogenisators ermöglicht. Der anschließende Beschichtungsprozess wird durch den Einsatz einer Ultraschallsprühanlage und einer semikontinuierlichen Schlitzdüsenanlage realisiert. Der Katalysator kann abschließend mit verschiedenen Beschichtungsmethoden auf die CNF-beschichtete Gasdiffusionslage aufgebracht werden.

Die effektivste Methode, um die CNF/C-Beladung zu bestimmen, wird durch das Wiegen der Probe vor und nach der Beschichtung repräsentiert. Über die Massendifferenz kann die Beladung bezogen auf die beschichtete Fläche bestimmt werden. Dieser Wert kann als quantitativer Vergleichswert für die hergestellten Elektroden herangezogen werden.

2.1.1 Suspensionsformulierung

Die Suspensionsformulierung ist grundsätzlich vom gewählten Beschichtungsprozess abhängig, wobei der Feststoffanteil durch die Dispergierbarkeit und Fließfähigkeit der Suspension begrenzt wird. Bei der Ultraschallsprühbeschichtung sind nur Suspensionen mit geringer Viskosität verarbeitbar. Untersuchungen geeigneter Suspensionsmittel ergaben, dass hydrophobe Kohlenstoffmaterialien effektiv mit Isopropanol und Reinstwasser gemischt werden können. Für die Schlitzdüsenbeschichtung muss dabei ein optimales Mischungsverhältnis zwischen Reinstwasser und Isopropanol gefunden werden, um die Oberflächenspannung der Suspension gezielt zu regulieren. Dies ist notwendig, um eine vollständige Benetzung der Probe sicherzustellen und gleichzeitig ein homogenes sowie zeiteffizientes Trocknen zu ermöglichen.

Zur Verbesserung der Haftung des Katalysatorträgers auf der Gasdiffusionslage (GDL) und zur Optimierung der Ionenleitfähigkeit wird der Suspension das kommerziell erhältliche Ionomer Nafion zugesetzt. Ein angestrebtes Mischungsverhältnis von Kohlenstoff zu Ionomer von 3:1

dient hierbei als Zielwert, der in einem vorhergehenden Projektvorhaben ermittelt wurde. Neben den verwendeten kommerziellen Kohlenstoffnanofasern (CNF) wurden auch die kommerziell erhältlichen Materialien Carbon Black, Carbon Nanotubes (CNT), Graphen und Graphit hinsichtlich ihrer Eignung als Katalysatorträger untersucht.

Für das Dispergieren der Kohlenstoffmaterialien in Pulverform kam ein Ultraschallhomogenisator des Herstellers Hielscher (Modell UP200St) zum Einsatz. Dadurch konnte eine homogene Suspension ohne Agglomerate hergestellt werden. Sowohl für die Ultraschallsprühbeschichtung als auch für die Schlitzdüsenbeschichtung war die Zugabe zusätzlicher Dispergiermitteln nicht erforderlich. Es ist jedoch zu beachten, dass der Einsatz eines leistungsstarken Ultraschallgeräts Veränderungen an den Kohlenstoffnanofasern hervorrufen kann. Ein zu hoher Energieeintrag könnte Oberflächenveränderungen oder eine Verkürzung der Nanofasern verursachen, was die Leitfähigkeit beeinträchtigen und zu einer inhomogenen Verteilung dieser Eigenschaft führen kann.

Da bei der galvanischen Abscheidung im hochskalierten Maßstab inhomogene Ergebnisse beobachtet wurden, muss die Suspensionsherstellung in zukünftigen Untersuchungen priorisiert und beispielsweise durch den Einsatz von Rheometern detailliert analysiert werden. Dies war im Zuge dieses Vorhabens nicht durchführbar.

Der Feststoffanteil in der Suspension neigt zur Sedimentation, weshalb während des Beschichtungsprozesses die Suspension kontinuierlich in Bewegung gehalten werden muss, etwa mithilfe eines Magnetrührfischs. Die Suspension sollte zudem für jeden Beschichtungsprozess unmittelbar vorher hergestellt werden.

2.1.2 Beschichtungsverfahren

In dem Projektvorhaben wurden die Verfahren des Ultraschallsprühens und der Schlitzdüsenbeschichtung genutzt und hinsichtlich der Eignung für den Auftrag des Katalysatorträgers untersucht.

2.1.2.1 Ultraschallsprühen

Das Ultraschallsprühen ist ein industriell etablierter Prozess, welcher die Herstellung von homogenen Schichtsystemen mit hoher Reproduzierbarkeit ermöglicht. Das Kohlenstoffmaterial wird in einem flüssigen Medium (Wasser / Alkohol) dispergiert und auf das Substrat gesprüht. Die Suspension wird durch eine Düse gepumpt und in einen Nebel mit definierten Tröpfchen umgewandelt. Der Nebel wird mit Druckluft auf das Substrat gelenkt und dort in dünnen Schichten abgelagert, während die Düse in definierten Bahnen über die zu beschichtende Oberfläche bewegt wird. Dabei wird die Auftragsgeschwindigkeit durch die notwendige niedrige Viskosität bzw. Feststoffkonzentration der Suspension beim Ultraschallsprühen begrenzt. Die begrenzte Materialmenge pro Schicht hat zur Folge, dass mehrere Schichten notwendig sind, um die gewünschte Beladung zu erreichen. Durch den langsamen schichtweisen Herstellungsprozess können lokale Inhomogenitäten ausgeglichen werden, aber das Potential für die Massenproduktion bleibt begrenzt. Die verwendete Ultraschall-Sprühvorrichtung ist in Abbildung 2.1 dargestellt.



Abbildung 2.1: Ultraschallsprühanlage PRISM-400 Benchtop [1]

Das Substrat, die GDL, wird mittels eines Vakuumbetts fixiert. Eine Schablone mit Aussparungen dient der Abgrenzung eines definierten Beschichtungsbereiches, sodass anhand dieser beschichteten Fläche und der Gewichts Differenz die Beladung bestimmt werden kann. Die Temperatur des beheizbaren Vakuumbetts kann in Abhängigkeit des Lösungsmittels eingestellt werden. Bei der hergestellten Suspension wurde Isopropanol verwendet, sodass eine Temperatur von 70 °C ausreichend war, um das Lösungsmittel an der Substratoberfläche zu verdunsten. Mittels REM-Aufnahmen konnte eine Schichtqualität ohne CNF-Agglomerate bestätigt werden, s. Kapitel 2.5.1.

2.1.2.2 Schlitzdüsenbeschichtung

Für die Hochskalierung der Elektrodenherstellung wurde eine Schlitzdüsenanlage des Herstellers Coatema Machinery GmbH (Test Solution S2S 2nd Generation) angeschafft, s. Abbildung 2.2. Aufgrund von Lieferverzögerungen konnten die Beschichtungsversuche erst verspätet beginnen und wurden anschließend mit Vorrang durchgeführt.

Die beschaffte Anlage arbeitet nach dem Sheet-to-Sheet-Prinzip (S2S) und ermöglicht die Beschichtung von Gasdiffusionslagen (GDL) im DIN-A4-Format. Dadurch lässt sich ein Rolle-zu-Rolle-Prozess der MEA-Fertigung semikontinuierlich in den einzelnen Prozessschritten abbilden. Das Substrat wird hierbei auf einem Granittisch über ein Vakuum befestigt. Durch Bewegen des verfahrbaren Tisches unterhalb der unbeweglichen Schlitzdüse wird die Suspension gleichmäßig auf das Substrat aufgetragen.



Abbildung 2.2: Schlitzdüsenanlage mit Umhausung

Der Prozess der Schlitzdüsenbeschichtung ermöglicht eine schnell ablaufende und gut kontrollierbare Produktion funktioneller Schichten aus hoch konzentrierten und viskosen Suspensionen [2–4]. Sie gehört zu den vordosierenden Verfahren und ermöglicht so geringe Schichtdicken t , die allein durch die Substratgeschwindigkeit S_s , den Volumenstrom P_r und die Bahnbreite w eindeutig bestimmt ist.

$$t_{nass} = \frac{P_r}{S_s * w}$$

Durch Hinzufügen der Konzentration C der Lösung und der Dichte des getrockneten Materials ρ , kann die Schichtdicke im trockenen Zustand berechnet werden.

$$t_{trocken} = \frac{P_r}{S_s * w} * \frac{C}{\rho}$$

Der Aufbau des Schlitzdüsenkopfs besteht aus zwei Hälften mit einer Fertigungsgenauigkeit von $\pm 4 \mu\text{m}$. Die Präzision ist entscheidend für einen homogenen Durchfluss und damit für eine gleichmäßige Beschichtung. Eine der Düsenhälften verfügt über einen Zufluss und eine T-förmige Verteilungskammer. Aufgrund der Viskosität der Suspension können innerhalb der Verteilungskammer Druckunterschiede auftreten, die zu Unregelmäßigkeiten im Zufluss führen. Dies begünstigt Randdefekte bei der Beschichtung, die durch die gegebene Schlitzdüsengeometrie anlagenbedingt sind und nicht vermieden werden können. Dies muss im Verlauf der Parametrisierung berücksichtigt werden.

Die Beschichtung erfolgt im Bead-Mode, bei dem der Abstand zwischen Schlitzdüse und Substrat relativ gering ist. Der Flüssigkeitsfilm wird hierbei ausschließlich durch Viskositäts- und Scherkräfte reguliert. Da die Anlage nicht über eine Vakuumkammer zur Stabilisierung des Flüssigkeitsfilms verfügt, ist die Prozessgeschwindigkeit begrenzt und das Beschichtungsfenster eingeschränkt. Der Beschichtungsspalt zwischen den Düsenhälften lässt sich durch den Einsatz von Shims variieren.

Die Zufuhr des Beschichtungsmediums erfolgt über eine Spritzenpumpe, die einen konstanten Durchfluss gewährleistet. Ein ungleichmäßiger Durchfluss fördert Defekte wie Rivulets oder Lufteinschlüsse in der Beschichtung und sollte daher vermieden werden.

Die Anlage kann vom Bediener manuell gesteuert werden. Eine Ausrichtung des Nullpunkts wird durch Schieblehren durchgeführt. Der Abstand zwischen Schlitzdüse und Substrat wird mithilfe von Handrädern eingestellt und durch Messuhren ausgerichtet. Auch die Geschwindigkeit der Anlage wird über ein Handrad reguliert.

2.1.2.3 Plasmaspritzen

Nach Gesprächen mit der Industrie und nach im Projekt durchgeführten Untersuchungen, wurde das Plasmaspritzen als weniger sinnvoll für den Auftrag von Kohlenstoffmaterial auf ein GDS eingestuft. Dafür ist das Verfahren zu schwer in einen R2R-Prozess zu integrieren und eine zusätzliche Funktionalisierung des Kohlenstoffmaterials ist ohnehin nicht von Nöten, wie in parallellaufenden Forschungsvorhaben ermittelt wurde.

2.1.3 Oberflächenfunktionalisierung

Die Funktionalisierung der Kohlenstoffmaterialien nach der Synthese ist nicht zwingend erforderlich, weshalb favorisiert der Weg verfolgt wird, bei dem die Kohlenstoffnanomaterialien

nach der Synthese nicht weiter modifiziert werden. Damit wird die simpelste und am einfachsten hochskalierbare Methode verfolgt. Sollte eine Funktionalisierung bei neuen Materialien nötig sein, so ist die Behandlung der Kohlenstoffoberfläche nach dem Beschichtungsschritt unter gezielt eingestellter Atmosphäre durchzuführen.

2.2 AP2: Katalysatorabscheidung (FE2)

Die Katalysatorabscheidung sollte im Labormaßstab optimiert und geeignete Katalysatorelektrolyten sollten evaluiert werden. Zudem sollte für die Hochskalierung eine Galvanikapparatur im kontinuierlichen R2R-Prinzip entwickelt werden.

2.2.1 Optimierung Abscheideprozess im Labormaßstab

Zur Optimierung des Abscheideprozesses im Labormaßstab wurden geeignete Pt-haltige Elektrolyte evaluiert. Dazu zählt eigens hergestellter und kommerzieller Elektrolyt von Wieland und Metalor. Da der Hersteller Wieland den im Projekt verwendeten Elektrolyten (GALVATRON Platinbad ohne Glanzzusatz Pt 2,5 g/L) aus dem Sortiment genommen hat, wurden die abschließenden Abscheidungen im semikontinuierlichen R2R-Prozess mit dem selbst entwickelten Elektrolyten durchgeführt.

Für Abscheidungen mit dem Wieland-Elektrolyten im Labormaßstab 25 cm² wurden Parameter genutzt, die in vorherigen Forschungsarbeiten an der WH ermittelt wurden. Die Abscheidung verläuft stromgeführt mit Strompulsen.

Die effektivste Methode, um die Pt-Beladung zu bestimmen, wird durch eine XRF-Messung mit dem Gerät SpectroMidex repräsentiert. Eine Referenzelektrode mit bekannter Pt-Beladung kann zum Vergleich hinzugezogen werden, um die Anzahl an Detektionen eines Energieniveaus von Pt in eine Beladung umrechnen zu können.

Zur Charakterisierung der Katalysatorabscheidungen wurden REM-Aufnahmen gemacht, sowie CV-Messungen durchgeführt. Die Ergebnisse sind im Kapitel 2.5.2 zusammengefasst.

Die Methode des Broad Ion Beam (BIB) kann für die Präparation von Querschnittsaufnahmen der Elektroden genutzt werden. Die Untersuchungen wurden von Hitachi High-Tech Europe GmbH mit dem Argon Ion Beam milling system IM5000 durchgeführt. Nachdem die Schnittkante abgetragen wurde, wurde die Elektrode im REM positioniert, sodass der Querschnitt betrachtet werden konnte, s. Abbildung 2.9.

Des Weiteren wurden verschiedene Elektrolytrezepturen entwickelt. Als Basiselektrolyt wurde 0,01 M Pt-Salz in Form von K₂PtCl₆ oder H₂PtCl₆ mit 0,2 M H₂SO₄ eingesetzt. Additive wurden bezüglich ihres Einflusses auf die Abscheidung untersucht.

2.2.2 Aufbau Galvanik im kontinuierlichen R2R-Prinzip

Zur Darstellung einer galvanischen Katalysatorabscheidung im R2R-Prinzip sollte eine Apparatur entwickelt werden, sodass die Hochskalierung der Elektrodenherstellung umgesetzt werden kann.

2.2.2.1 Konstruktion des Galvanikaufbaus

Die galvanische Abscheidezelle muss die Anforderungen der elektrischen Leitfähigkeit und der chemischen Beständigkeit erfüllen. Dazu wurden geeignete Materialien, wie z.B. Titan und PTFE,

gewählt und getestet. Der grundlegende Aufbau, s. Abbildung 2.3, besteht aus folgenden Komponenten:

- Motor-Getriebe-Einheit
- Galvanikwanne
- Arbeits- und Gegenelektrode
- Stromkontakte
- Heizung
- Sensoren (Temperatur, Volumenstrom, etc.)
- SPS-Programmierung

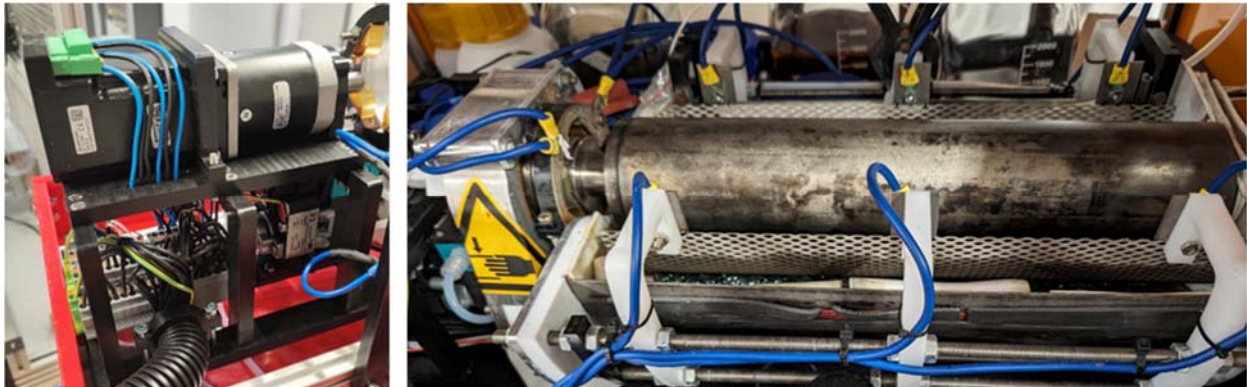


Abbildung 2.3: Konstruktion des Galvanikaufbaus

Die Motor-Getriebe-Einheit sorgt für eine konstante Rotation der Arbeitselektrode, welche durch ein Titanrohr realisiert wurde. Um eine möglichst reproduzierbare und konstante Drehzahl zu ermöglichen, wurde ein Schrittmotor mit fest definierten, zeitbezogenen Winkeleinzelschritten ausgewählt. Das Getriebe dient der Drehzahlumsetzung und Drehmomentübertragung. Die Motor-Getriebe-Einheit wurde mit Berücksichtigung des maximalen Abtriebs-Drehmoments ausgelegt.

Die mit Platinelektrolyt gefüllte Wanne muss die benötigte chemische Beständigkeit aufweisen und keine Kontamination verursachen. Um die gewünschte Füllhöhe mit einer geringen Elektrolytmenge zu erreichen, besitzt die Galvanikwanne im Querschnitt eine Halbkreisform. Als gebogenes Blech wurde Titan gewählt, um die thermische Leitung der außen angebrachten Heizmatte zu gewährleisten. Die bei Kontakt mit Sauerstoff entstehende Oxidschicht verhindert eine Reaktion des Titans mit dem Platinelektrolyten. Die Stirnflächen sind mit PTFE-Platten abgedichtet.

Die Arbeitselektrode besteht aus einem Titanrohr und dem zu beschichtenden Gasdiffusionssystem (GDS) als Elektrode für die Brennstoffzelle. Das GDS wird mit chemisch beständigem Klebeband an dem Titanrohr mit Zug befestigt, um einen Anpressdruck auf die Oberfläche des Rohrs auszuüben und somit den elektrischen Kontakt zu erzeugen.

Zwischen Walze und Wanne befindet sich die Gegenelektrode. Diese besitzt eine Halbkreisform, um einen identischen Abstand zur Walze über die gesamte Probenfläche zu ermöglichen. Der Abstand ist relevant für die Stromdichte an der Probenoberfläche und muss somit über die gesamte Länge möglichst konstant gehalten werden. Die gitterartige Struktur der Gegenelektrode ermöglicht eine Durchströmung der Gegenelektrode mit dem Platinelektrolyten. Die

Durchströmung ist relevant, damit das Bad eine homogene Platinkonzentration aufweist und kein Temperaturgefälle bei Erwärmung des Elektrolyten in der Wanne entsteht.

Die erforderliche Temperierung erfolgt über eine Heizmatte, welche automatisiert angesteuert wird. Die Regelung wurde so eingestellt, dass ein Überspringen der Temperatur verhindert wird, um möglichen Zersetzungsprozessen bei höheren Temperaturen entgegenzuwirken.

Die Bestromung der Abscheidungszone wird durch die Verkabelung der Gegenelektrode und Schleifkontakten an der Arbeitselektrode realisiert. Der einzustellende Strom ist von der maximalen Eintauchtiefe und der daraus resultierenden benetzten Probenoberfläche abhängig, da für die Abscheidung eine Stromdichte vorgegeben wird.

In der Steuerungseinheit können die Parameter der Motordrehzahl und Heizungstemperatur eingestellt werden. Die Eingabe der Abscheidungsparameter erfolgt über einen externen Potentiostat. Bei der Bestimmung dieser Parameter ist die Drehbewegung und Benetzung mit dem Elektrolyten im Verhältnis zu der Anordnung der Strompulse zu berücksichtigen.

2.2.2.2 Skalierungsprozess der galvanischen Katalysatorabscheidung

Für die Parametrisierung der galvanischen Abscheidung mittels Rollgalvanik wurden zunächst Elektroden bestehend aus Freudenberg H23C8 und ultraschallgesprühter CNF-Schicht verwendet. Für die Herstellung von MEAs wurden im späteren Verlauf schlitzdüsenbeschichtete Elektroden sowohl mit CNF als auch mit Ketjenblack EC-600 JD verwendet. Diese wurden mit einem chemisch beständigen Klebeband an der Oberfläche des Titanrohrs befestigt und mehrfach durch den Elektrolyten gedreht, um die Benetzung zu verbessern.

Die Abscheidungsparameter des Labormaßstabs in 25 cm² konnten nicht ohne weiteres für die Rollgalvanik übernommen werden, aufgrund von unterschiedlicher Geometrie und dem dynamischen Abscheidungsprinzip. Unter Berücksichtigung der vorangegangenen Entwicklungen konnte der Ansatz der Stromdichte und Strompulsen pro Fläche genutzt werden. Dies führte zu Inhomogenitäten der Katalysatorverteilung. Die ersten Versuche zeigten, dass Schichten aus der R2R-Galvanik weniger aktiv sind und REM-Untersuchungen auf größere Nanopartikel hindeuten. Durch Anpassung der Drehgeschwindigkeit und Pulsanzahl konnte die Problematik der Inhomogenität nicht behoben werden. Daher wurden Versuche mit einer Gleichspannungsabscheidung durchgeführt. Als Entwicklungsergebnis bleibt festzuhalten, dass der Prozess prinzipiell im R2R-Verfahren abbildbar ist, aber weitergehende Entwicklungsarbeit nötig ist, um Katalysatorschichten zu erzeugen, welche denen entsprechende, die zuvor im Labormaßstab bei Einzelproben erzeugt wurden. Im Labormaßstab ermittelte Prozessparameter können nicht ohne weiteres auf die gestiegene Probenfläche hochskaliert werden.

2.3 AP3: Ionomer- und Additivauftrag (FE1)

Im Rahmen des AP3 wurde die Entwicklung und Optimierung eines für ein Rolle-zu-Rolle Prozess geeigneten Verfahrens zur Auftragung von Ionomer- und Additivmaterial auf der Oberfläche der GDE durchgeführt.

2.3.1 Parameteroptimierung im Labormaßstab

Die Ergebnisse der elektrochemischen Testung der PEMFC zeigten, dass das Ionomer mit einem Äquivalentgewicht (EW) von 830 am besten für die UP-MEA-Kathoden geeignet ist. Getestet wurde bei einem Gasdruck von 2,5 bar abs, einer konstanten relativen Feuchtigkeit der Anode von 70 % und einer Zelltemperatur von 80 °C sowie unter Einstellung folgender drei

Testparameter: (i) hohe Wasserstoff- und Luftstöchiometrie von 5 und hohe Kathodenfeuchtigkeit von 70 %; (ii) mittlere Wasserstoff- und Luftstöchiometrie von 3 und mittlere relativen Kathodenfeuchtigkeit von 15 % und (iii) praxisnahe bzw. relativ niedrigen Wasserstoff- und Luftstöchiometrie von 2 und keine externe Befeuchtung der Luft. Diese Art von Ionomer 800EW ist hydrophob genug, um ein Fluten der Kathode durch das erzeugte flüssige Wasser zu vermeiden, während gleichzeitig ein starkes Austrocknen vermieden wird, wodurch eine moderate PEMFC-Leistung bei trockenen Bedingungen erhalten wird.

Die Trockenionomerbelegung der Pt/CNF-Kathoden von $0,5 \text{ mg/cm}^2$ bei einer Pt-Belegung von ca. $0,1 \text{ mg Pt/cm}^2$ übertrifft die PEMFC-Leistung bei einer Ionomerbelegung von $0,4 \text{ mg/cm}^2$ und scheint optimal zu sein. Eine weitere Verringerung der Ionomerbelegung führt zu höheren ohmschen Widerständen und einer geringeren elektrochemisch aktiven Oberfläche (ECSA) der Kathode. Andererseits treten bei erhöhten Beladungen mit trockenem Ionomer über $0,5 \text{ mg/cm}^2$ höhere Sauerstoffdiffusionswiderstände der Katalysatorschicht auf.

2.3.2 Prozessadaption für Betrieb im kontinuierlichen R2R-Prinzip

Aufgrund der Geometrie (Aspektverhältnis) der bisher verwendeten CNF (Durchmesser 20-80 nm und Länge $> 30 \text{ }\mu\text{m}$) und deren Beschichtungsapplikation in Form von handelsüblichen kolloidal stabilisierten Dispersionen wurde für die Beschichtung der Kohlenstoff-Nanofasern mittels Ultraschall-Sprühen in FE2 kein zusätzliches Dispergier- und Haftmittel eingesetzt werden müssen. Die auf der mikroporösen Schicht des verwendeten Gasdiffusionssystems H23C8 (Freudenberg) applizierten CNFs bildeten eine stabile Schicht. Die bisher eingesetzten CNFs werden nicht weiter kommerziell hergestellt und stehen demzufolge nicht mehr zur Verfügung. Dies hatte zur Folge, dass nach passenden Alternativen für Katalysatorträger auf Kohlenstoffbasis gesucht und diese werden sollten, darunter Ruße, aktivierter Kohlenstoff, Graphen und Graphit. Alle diese Katalysatorträger erforderten ein dispergierendes und adhäsives Additiv, da sie in Wasser / kurzkettigen aliphatischen Alkoholen keine ausreichend stabilen Dispersionen bildeten und – am wichtigsten – die Haftung der applizierten Katalysatorträgerschichten auf dem GDS-Substrat nicht ausreichend war. Nach dem Eintauchen in den Pt-Salzelektrolyten für die elektrolytische Pt-Abscheidung wurde die Kohlenstoffträgerschicht teilweise abgelöst und war am Boden des Elektroabscheidungsbadess sedimentiert, was zu keinen reproduzierbaren Ergebnissen führte. Um das Problem zu lösen, wurde auf Initiative von FE1 eine Teilmenge von etwa 10 % der gesamten Ionomerbeladung zu der Katalysatorträgerdispersion hinzugefügt. Der Ansatz führte zum Erfolg – die Katalysatorträgerdispersionen waren stabil genug für die Ultraschallapplikation und die resultierenden Schichten waren im Pt-Salzelektrolyt stabil, hatten ausreichende Hafteigenschaften. Nach der Beschichtung des Kohlenstoffträgers und der galvanischen Pt-Abscheidung, die von FE2 durchgeführt wurden, brachte FE1 die Ionomerbeladung von 90 % der Nennbeladung auf, wodurch die Gesamtionomerbeladung bezogen auf CNF und die anderen Katalysatorträger konstant gehalten wurde.

Parallel zum Ultraschall-Sprühverfahren wurde erfolgreich der Rakelprozess für die abschließende Ionomerbeschichtung der galvanisch abgeschiedenen Kathoden validiert. Dieses Verfahren zeichnet sich durch eine höhere Geschwindigkeit und eine bessere Eignung für kontinuierliche also skalierbare Beschichtungsprozesse aus. Die Rakelbeschichtung erzielt optimale Ergebnisse, wenn die PFSA-Dispersionskonzentration im Bereich von 15–25 Gew.% liegt (im Vergleich dazu liegt die Konzentration beim Ultraschall-Sprühverfahren bei 0,32 Gew.% trockener Ionomerkonzentration). Die trockene Ionomerbelegung wurde bei beiden Verfahren

konstant bei $0,5 \text{ mg/cm}^2$ gehalten, ein Wert, der bereits durch das Ultraschall-Sprühverfahren optimiert wurde. Die Beschichtungen wurden auf einer Gasdiffusionselektrode fixiert auf einer porösen Vakuumplatte bei einer Temperatur von $160 \text{ }^\circ\text{C}$ durchgeführt.

Im Gegensatz zu den ersten Experimenten, bei denen die Plasmaaktivierung der CNF einen positiven Effekt auf die Leistung der PEMFC-Kathode zeigte, wurde dieser Effekt in den weiteren systematischen Tests nicht bestätigt. Der anfänglich beobachtete positive Effekt des Plasmaeinflusses war auf die höhere CNF-Belegung der getesteten Kathode zurückzuführen, was zu einer höheren Pt-Belegung und einer höheren ECSA führte. In den nächsten Tests zeigte sich durch kontrolliert konstante CNF-Belegung, dass die Plasmavoraktivierung keine Auswirkung auf die Pt-Belegung (gemessen mit RFA) nach der Pt-Abscheidung und auf die Kathodenleistung in der PEMFC hat. Daher ist der Plasmaaktivierungsschritt nicht notwendig und wurde nicht mehr angewendet. Dies vereinfacht und verkürzt den UP-MEA-Herstellungsprozess erheblich und macht den gezeigten Synthese-, Beschichtungs- und Produktionsablauf der PEMFC-Kathoden für einen kontinuierlichen Rolle-zu-Rolle-Prozess noch besser geeignet.

2.4 AP4: MEA-Fertigung (FE1)

Dieses AP beschäftigte sich mit der Entwicklung eines für einen Rolle-zu-Rolle Prozess geeigneten Verfahrens zur Herstellung von MEA auf Basis der entwickelten GDE.

Im Falle Gasdiffusionselektroden-(GDE)-Ansatzes der Kathode, wie bei den UP-MEAs, bei dem die Katalysatorschicht direkt auf das Gasdiffusionssystem (GDS) abgeschieden wird, wird in der Regel auch eine GDE-Anode verwendet. In diesem Fall ist die Laminierkraft während des Heißpressens aufgrund der Faserstruktur des GDS viermal geringer (20 kg/cm^2) als beim Decal-Prozess (80 kg/cm^2), um einen hohen Wasserstoffdurchtritt und ggf. elektrischen Kurzschluss der MEA zu vermeiden.

Ein Problem bei der Verwendung von GDE-Anoden liegt darin, dass diese auf eine Platinbelegung von $180 \text{ } \mu\text{gPt/cm}^2$ optimiert sind, was die Pt-Belegung der UP-MEA-Kathoden übersteigt. Untersuchungen am ZBT zeigten jedoch, dass durch den Einsatz der direkten dCCM und indirekten (zuerst auf einer Transferfolie, iCCM) Katalysatorbeschichtung der Membran die Pt-Belegung der Anode ohne signifikante Leistungsverlust auf $50 \text{ } \mu\text{gPt/cm}^2$ reduziert werden kann.

Zur Optimierung der Pt-Belegung für die UP-MEAs wurde ein Hybridkonzept erfolgreich angewendet: indirekte Anode / PEM / GDE-Kathode. Das Heißpressen erfolgte in einem einzigen Schritt mit einer reduzierten Laminierkraft von 20 kg/cm^2 . Die Ergebnisse zeigten, dass die vollständige Übertragung der Anodenkatalysatorschicht auch bei diesem Druck erfolgt. Dafür wurden die Parameter des Heißpressens von Gasdiffusionselektroden und der dazwischenliegenden PEM optimiert: 10 Minuten bei 20 kg/cm^2 Anpressdruck und einer Temperatur von $160 \text{ }^\circ\text{C}$.

Die Pt-Belegung der Kathoden lag zwischen 100 und $200 \text{ } \mu\text{gPt/cm}^2$, während die der Anode konstant mit $50 \text{ } \mu\text{gPt/cm}^2$ gehalten wurde. Die Nennwerte der verwendeten Nafion HP-Membran für Wasserstoffdurchtritt ($< 2 \text{ mA/cm}^2$) und elektrische Kurzschlussleitfähigkeit ($< 2 \text{ mS/cm}^2$) wurden durch die reduzierte Druckkraft nicht überschritten. Dadurch entfiel ein zweistufiges Heißpressverfahren (80 kg/cm^2 für die Anode im ersten Schritt und 20 kg/cm^2 für die Kathode im zweiten Schritt).

Diese Methode reduzierte die Pt-Gesamtbeladung der MEA auf 50 $\mu\text{gPt}/\text{cm}^2$ für die Anode und etwa 100 $\mu\text{gPt}/\text{cm}^2$ für die Kathode, verkürzt den Heißpressvorgang und löste die bis dato aufgetretene Problematiken eines höheren Wasserstoffdurchtritts und des Kurzschlusses von UP-MEAs.

Die Additivmembran (gesprühte PEM) wurde mittels Ultraschallsprühverfahrens appliziert, das sowohl für die industrielle Produktion als auch für das Rolle-zu-Rolle-Verfahren geeignet ist. Für eine noch schnellere MEA-Produktion kann jedoch auch das Raket- oder Schlitzdüsenverfahren eingesetzt werden, indem die Konzentration des Ionomers in der Dispersion erhöht wird.

2.5 AP5: Charakterisierung funktioneller Schichten und Elektrodensysteme (FE1, FE2)

2.5.1 Aufbringung des Katalysatorträgers

Wie im Kapitel 2.1.2.1 beschrieben, kann ein Ultraschallsprühprozess homogene Beschichtungen erzeugen. Dies konnte mittels REM-Aufnahme bestätigt werden, s. Abbildung 2.4.

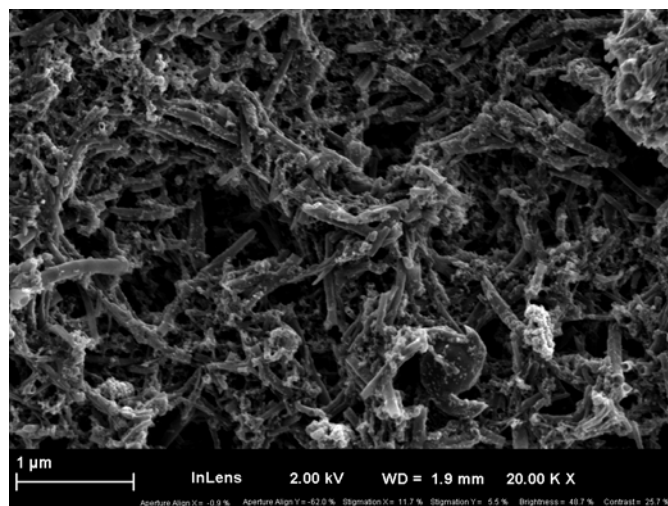


Abbildung 2.4: REM-Aufnahme einer ultraschallgesprühten CNF-Schicht

Für erste Versuche zur Optimierung der Suspensionszusammensetzung bei der Schlitzdüsenbeschichtung wurde eine Kunststoffolie als Beschichtungsmedium gewählt. Aufgrund ihres stark hydrophoben Verhaltens ließen sich erste Einschätzungen zur Eignung der Suspension sowie zur Verarbeitbarkeit in Verbindung mit der Anlage treffen. Änderungen des Beschichtungsmediums können jedoch die Oberflächenbeschaffenheit und die wirkenden Scherkräfte beeinflussen. Daher ist eine eindeutige Prozessoptimierung immer nur für ein spezifisches Setup möglich, da auch das Substrat das Beschichtungsergebnis beeinflusst.

Die ersten Suspensionszusammensetzungen bestanden aus Kohlenstoffnanofasern (CNF) in wässriger Lösung und Nafion in Kombination mit 2-Propanol. Der Gesamtfeststoffanteil beträgt 3 %. Basierend auf Vorversuchen, die in Zusammenarbeit beim Anlagenhersteller Coatema durchgeführt wurden, wurde ein Anfangsabstand zwischen Schlitzdüse und Substrat von 127 μm gewählt. Die Beschichtungsgeschwindigkeit variierte zwischen 0,5 und 1 m/min, während der Durchfluss zwischen 2 und 3 ml/min eingestellt wurde. Unter diesen Bedingungen konnten auf der Folie keine durchgängigen Beschichtungen erzielt werden. Zudem zeigte die Suspension eine sehr geringe Oberflächenspannung, was zu unzureichender Benetzung und schnellem Trocknen

sowohl auf der hydrophoben Folie als auch am Schlitzdüsenausgang führte. Die Herstellung der Proben musste somit jeweils nach einem Beschichtungsdurchgang abgebrochen und die Schlitzdüse ausgebaut und gereinigt werden.

Zur Erhöhung der Oberflächenspannung wurde eine weitere Suspension hergestellt, der deionisiertes Wasser zugesetzt wurde. Bei erhöhtem Durchfluss erzielte diese Suspension bessere Beschichtungsergebnisse. Durch weitere Anpassungen der Prozessparameter und der Suspensionszusammensetzung wurde die Beschichtungsgeschwindigkeit auf 0,5 m/min festgelegt. Ein erhöhter Durchfluss verbesserte ebenfalls die Ergebnisse und sollte bei der gewählten Verfahrensgeschwindigkeit mindestens 5 ml/min betragen. Zudem führte eine Reduzierung des Feststoffanteils zu einer verbesserten Handhabung der Suspension in der Anlage.

Nach erfolgreicher Festlegung eines funktionsfähigen Parametersatzes für die Kunststoffolie wurde als nächstes das Substrat SGL Carbon als Beschichtungsmedium ausgewählt, da es eine vergleichbare Oberflächenstruktur zum Zielsubstrat H23C8 aufweist. Auch hier erwiesen sich eine Substratgeschwindigkeit von 0,5 m/min und ein Durchfluss von mehr als 5 ml/min als effektiv. Der Abstand zwischen Schlitzdüse und Substrat wurde schrittweise auf bis zu 50 µm verringert. Dieser Abstand war jedoch zu gering, da sich die Beschichtungswulst auf der stromaufwärts gerichteten Düsenhälfte sammelte und so zu Inhomogenitäten in der Beschichtung führte.

Nachdem ein geeigneter Parametersatz für das SGL-Carbon-Substrat entwickelt worden war, wurde dieser auf das Zielsubstrat H23C8 übertragen. Durch gezielte Anpassungen der Suspension sowie Änderungen von Abstand und Durchfluss konnten vollflächige Beschichtungen erzielt werden. Allerdings traten deutliche Unterschiede im Vergleich zur Beschichtung des SGL-Carbon-Substrats auf. Bei einem Parametersatz, bei dem auf dem SGL-Carbon Substrat eine vollflächige Beschichtung möglich war, ist die Beschichtungswulst bei gleichen Parametern bei der Freudenberg GDL aufgerissen und führte so zu unbeschichteten Bereichen. Dies verdeutlicht, dass die optimalen Beschichtungsparameter stets in Abhängigkeit von Substrat und Suspension bestimmt werden müssen, auch bei ähnlichen Oberflächeneigenschaften. Die Schlitzdüsenbeschichtung zeigt insgesamt eine starke Abhängigkeit von den rheologischen Eigenschaften der Suspension.

Die so erzielten Beschichtungen wiesen eine im Vergleich zum Labormaßstab hohe Gesamtbeladung im Bereich von 350–450 µg/cm² auf, was über der angestrebten Zielbeladung liegt.

Durch weitere Parameteränderungen konnte ein Parametersatz für eine erfolgreiche Beschichtung bestehend aus einer Suspension mit einem Feststoffanteil von 3 % (CNF/Nafion im Verhältnis 3:1) und einem Mischungsverhältnis von 2-Propanol zu Wasser von 3:2 festgelegt werden. Bei einem Durchfluss von 6,5 ml/min, einem Düsenabstand von etwa 100 µm und einer Substratgeschwindigkeit von 0,5 m/min ermittelt werden. Damit können reproduzierbare Beladungen von etwa 300 µg/cm² erzielt werden.

In Abbildung 2.5 sind die einzelnen Entwicklungsschritte des Beschichtungsprozesses anschaulich dargestellt.



Abbildung 2.5: Optimierungsprozess der Schlitzdüsenbeschichtung

Bei Betrachten der Reproduzierbarkeit ist jedoch zu beachten, dass die Geschwindigkeitsanzeige der Anlage nur eine Auflösung von einer Nachkommastelle aufweist, wodurch geringfügige Abweichungen in der Geschwindigkeit entstehen können. Ebenso erfolgt die Einstellung des Düsenabstands mithilfe von Messuhren, was ebenfalls zu leichten Abweichungen führen kann. Zudem kann der Neueinbau der Schlitzdüse Unterschiede im Beschichtungsergebnis verursachen. Geringfügige Abweichungen in der Beladung der verschiedenen Proben sind daher auf anlagenbedingte Ungenauigkeiten zurückzuführen und nicht auf den Beschichtungsprozess selbst. Diese Ungenauigkeiten können durch den Einsatz einer R2R-Anlage im kontinuierlichen Betrieb reduziert werden.

Durch die vorstehend genannten Veränderungen der Suspensionszusammensetzung und Beschichtungsparameter konnten Agglomerate und unbeschichtete Bereiche erfolgreich reduziert werden.

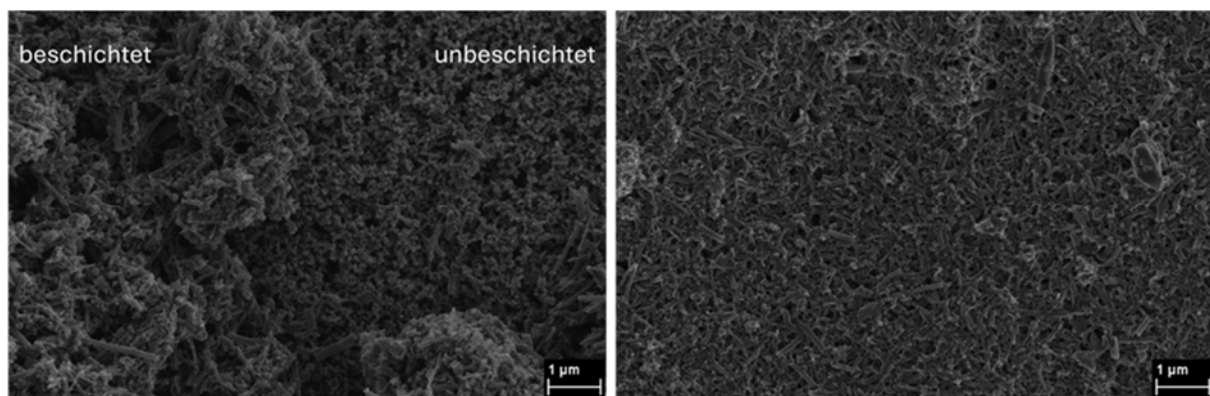


Abbildung 2.6: Optimierungsprozess: a) Agglomerate und unbeschichtete Bereiche; b) homogene CNF-Katalysatorträgerschicht

Ein Austausch des Kohlenstoffmaterials zu Ketjenblack EC-600JD hat zur Folge, dass die Suspension bei gleicher Zusammensetzung eine höhere Viskosität besitzt und eine Beschichtung bei Wahl der gleichen Parameter wie bei Auftrag der CNF nicht möglich ist, s. Abbildung 2.7.

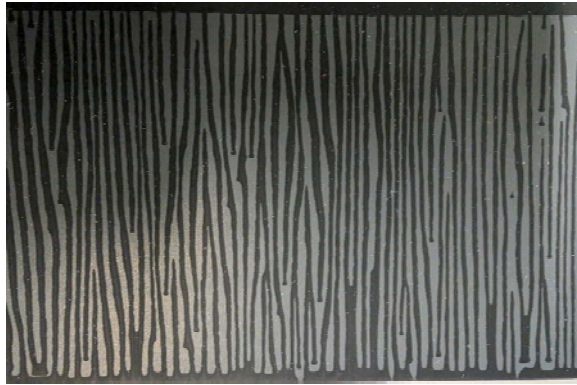


Abbildung 2.7: Beschichtung mit Ketjenblack EC-600JD bei gleicher Suspensionszusammensetzung und Beschichtungsparameter

Durch die Anpassung der Suspensionszusammensetzung, indem der Feststoffanteil reduziert und die Durchflussrate auf 8,5 ml/min erhöht wurde, konnte eine vollflächige, aber noch inhomogene Katalysatorträgerschicht erzeugt werden. Die Proben erreichten im Vergleich zu den hergestellten CNF-Proben nur ca. die Hälfte der Beladung. Bei der Betrachtung der Reproduzierbarkeit kommt es zu leichten Abweichungen, die wie bei der Beschichtung mit CNF auf anlagenbedingte Quellen zurückzuführen sind.



Abbildung 2.8: Beschichtung mit Ketjenblack EC-600JD bei angepasster Suspensionszusammensetzung und Beschichtungsparameter

Der Schlitzdüsenbeschichtungsprozess bedarf weiterer Optimierung in Bezug auf unterschiedliche Materialien. Hier sind priorisiert rheologische Untersuchungen der Beschichtungssuspension durchzuführen, um eine Übertragung der Versuchsergebnisse auf andere Suspensionen zu ermöglichen.

Anhand der Schlitzdüsenbeschichtung ist die Herstellung von hochskalierten, funktionsfähigen Proben mit variabler Beladung möglich. Eine Fertigung ist im semikontinuierlichen S2S-Prozess durch lange Rüstzeiten geprägt, zeigt jedoch eine insgesamt deutliche Verkürzung der Herstellungszeiten. Eine Fertigung im R2R-Prozess ermöglicht eine Fertigung von Elektroden im Industriemaßstab und erweist sich im Vergleich zur Ultraschallbeschichtung als eindeutig zeiteffizienter. Um das Entwicklungspotential dieses Herstellungsprozesses weiter auszuschöpfen, werden Homogenitätsuntersuchungen der Proben sowie rheologische Untersuchungen der Suspension empfohlen.

2.5.2 Katalysatorabscheidung

2.5.2.1 Kommerzieller Elektrolyt

Externe XRF-Messungen von Laufenberg GmbH haben gezeigt, dass es bei der Probenpräparation im Labormaßstab Inhomogenitäten bei der Beladung gibt, besonders einen Abfall der Pt-Beladung zum Elektrodenmittelpunkt hin. Die Verwendung eines passenden Rahmens bei der genutzten Galvanik-Zelle hat diese Inhomogenitäten verringert, da die Stromlinien dadurch konzentriert werden. Des Weiteren hat sich die Beladung bei gleichen Abscheidungsparametern erhöht.

Tabelle 1: Vergleich der Pt-Beladung und der Schwankung der Pt-Beladung auf den durch galvanische Abscheidung hergestellten Elektroden ermittelt mittels XRF.

	Mittlere Pt-Beladung	Mittlere Schwankung	Mittlere prozentuale Schwankung
Ohne Rahmen	0,123 mg/cm ²	0,013 mg/cm ²	11 %
Mit Rahmen	0,199 mg/cm ²	0,018 mg/cm ²	9 %

Die REM-Aufnahme des Elektrodenquerschnitts (Abbildung 2.9) zeigt die unterschiedlichen Lagen des Elektrodenaufbaus. Zudem lässt sich erkennen, dass der Katalysator hauptsächlich an der Oberfläche abgeschieden wurde, da eine Konzentrationsabnahme Richtung GDL-Rückseite vorliegt.

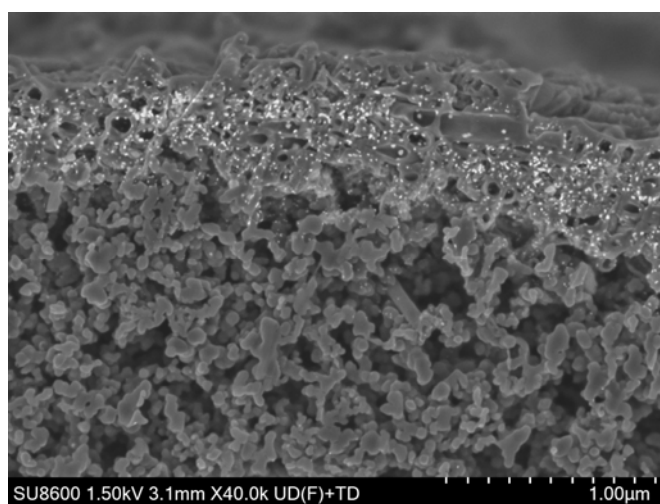


Abbildung 2.9: REM-Aufnahme des Kathodenquerschnitts nach BIB

Aus Zyklovoltammetrie-Untersuchungen in der elektrochemischen Halbzelle, s. Abbildung 2.10, lässt sich eine elektrochemisch aktive Oberfläche bei Verwendung unterschiedlicher Kohlenstoffmaterialien ableiten, wobei die Oberfläche zunimmt von CNF < CNT. CNTs sind aber aufgrund der kleinen Partikelgröße deutlich schwerer zu beschichten, da Suspensionen stark andicken. Für die Aktivität der Platin-Nanopartikel konnte kein Vorteil durch den Einsatz von CNTs ermittelt werden.

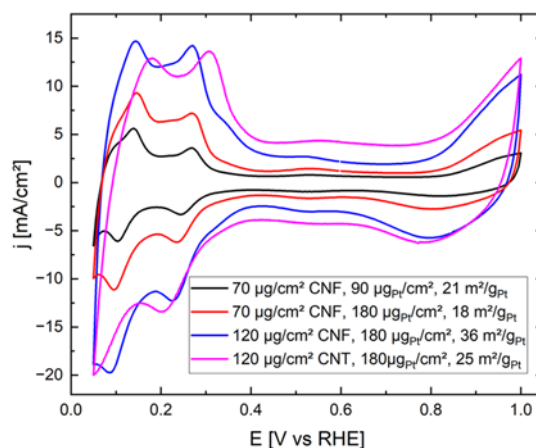


Abbildung 2.10: CV-Messung unterschiedlicher CNF- und Pt-Beladung im Vergleich zu CNT

Weitere CV-Messungen zur Verwendung unterschiedlicher Kohlenstoffmaterialien ergaben, dass mit Graphen als Katalysatorträger ähnliche ECSA wie mit CNF erreicht werden. Die Verwendung kommerziellen Carbon Blacks zeigt die höchste ECSA.

Tabelle 2: Ergebnisse der CV Messungen von Pt auf verschiedenen Katalysatorträgern

Probe	Ø ECSA [m²/g]
100 % Graphen	19,7
25 % CNF, 75 % Graphen	*28,7
75 % CNF, 25 % Graphen	*35,8
100 % Graphit	26,6
25 % CNF, 75 % Graphit	*35,8
75 % CNF, 25 % Graphit	*33,2
100 % Carbon Black	31,1

* ECSA mit einer angenommenen Pt-Beladung von 0,1 mg/cm²

Die REM-Aufnahmen mit EDX-Bildern (Abbildung 2.11) lassen eine hohe Schichtqualität erkennen, wobei keine großen CNF-Agglomerate erkennbar waren. Weiter ist eine feine Verteilung von Pt-Partikeln auf den CNF zu erkennen, wobei die Verteilung gleichmäßig erfolgt.

Die Pt-Belegung der galvanisch abgeschiedenen Kathoden (Abbildung 2.12) ist mit dem Standard-Träger Kohlenstoff (Carbon) höher ist, gefolgt von Graphit, Graphen und Kohlenstoffnanofasern. Dies kann auf die offenere turbostratische Struktur des Standard-Trägers zurückzuführen sein, die mehr Kohlenstofffläche für die Pt-Keimbildung bietet.

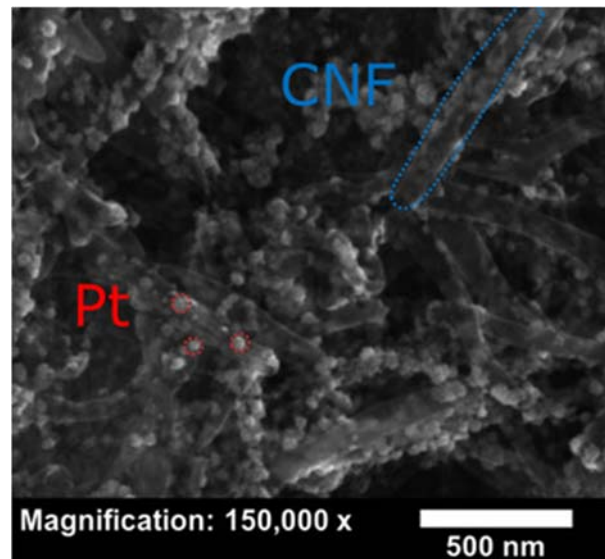


Abbildung 2.11: REM-Aufnahme eines elektrochemisch abgeschiedenen Pt-Katalysators auf CNF-Katalysatorträger (Kohlenstoff-Nanofasern) Kathode von WH

Die XRF bzw. Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA) wurde für die Bestimmung der Katalysatorbelegung verwendet und teilweise durch die Elementaranalyse (AAS bzw. ICP-MS), die in Auftrag gegeben wurde, ergänzt. Es zeichnet sich ab, dass eine Katalysatorbelegung im Bereich zwischen 0,1-0,3 mg/cm² benötigt wird, um eine leistungsfähige und langzeitstabile Katalysatorschicht zu erzeugen.

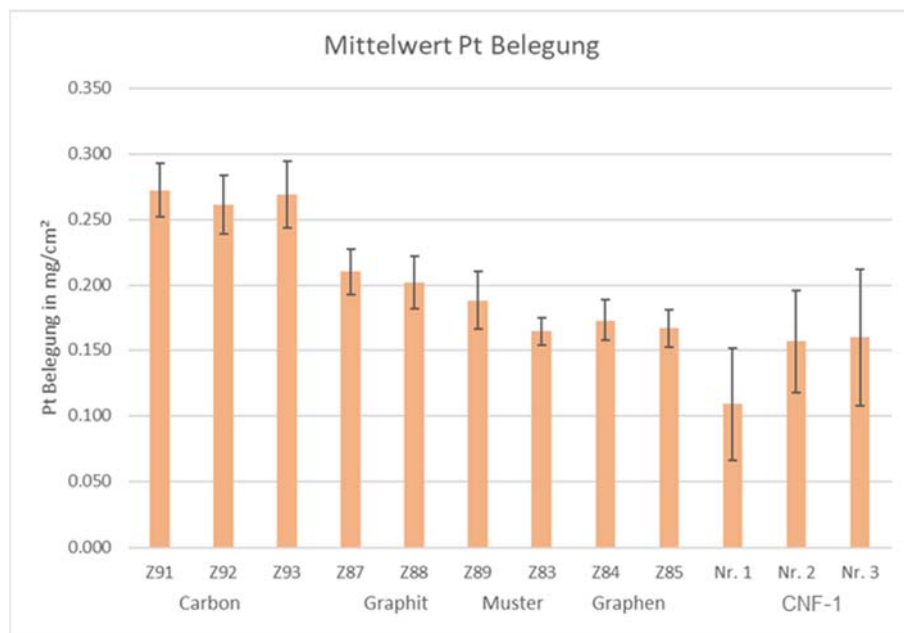


Abbildung 2.12: Pt-Belegungen (Mittelwerte) mittels RFA vs. Kohlenstoff-Substrattypen

Es besteht eine lineare Abhängigkeit zwischen der Ladung der galvanischen Abscheidung und der Pt-Belegung (Abbildung 2.13). Die Pt-Belegung ist bei längeren t_{on}-Zeiten normalerweise geringer, da die gleichzeitige Wasserstoffentwicklungsreaktion (HER) und damit die faradische

Effizienz der galvanischen Pt-Abscheidung geringer ist. Dieses Ergebnis zeigt, dass ton kürzer als 1 s sein sollte.

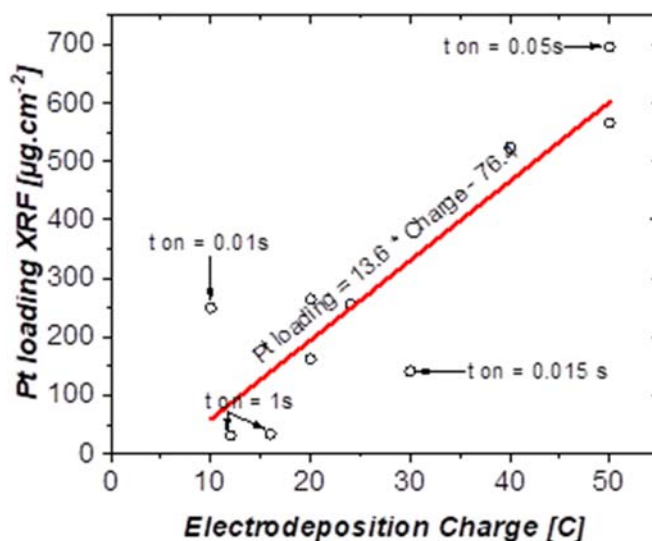


Abbildung 2.13: Pt-Belegung in Abhängigkeit von der Ladung der Pt-Abscheidung

2.5.2.2 Entwickelter Elektrolyt

Für die Optimierung der Katalysatorschicht wurden verschiedene Elektrolytrezepturen entwickelt. Als Basiselektrolyt wurde 0,01 M Pt-Salz in Form von K_2PtCl_6 oder H_2PtCl_6 mit 0,2 M H_2SO_4 eingesetzt. Folgende Additive wurden identifiziert, welche sich individuell positiv auf die Aktivität in CV-Messungen auswirkten: 0,5 M NaCl, 5 wt% Ethylenglykol, 5 wt% Triethylenglykol, 10 wt% PVP. Besonders die Zugabe von Triethylenglykol und PVP führten zu kleinen und aktiven Nanopartikeln, reduzierten aber gleichzeitig auch die Abscheideeffizienz im Vergleich zum Basiselektrolyten.

Die Abscheidungsparameter des Wieland-Elektrolyten dienten als Ansatzpunkt für die Parametervariation des eigenen Elektrolyten. Durch Änderung der Stromdichte und Abscheidungszyklen konnten unterschiedliche Pt-Beladungen erzielt werden. Mittels CV-Messung konnte festgestellt werden, dass eine größere Pt-Menge nicht zwingend zu einer erhöhten elektrochemisch aktiven Oberfläche (ECSA) führt, s. Abbildung 2.14.

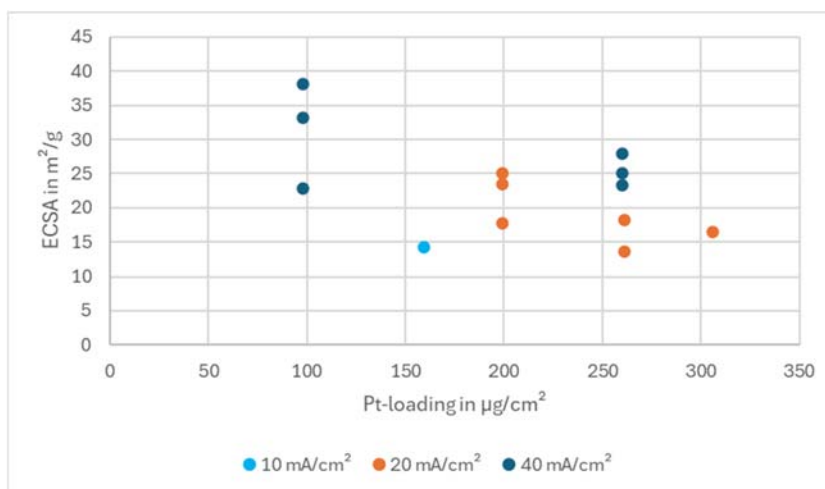


Abbildung 2.14: ESCA in Abhängigkeit der Pt-Beladung und Stromdichte

Die CV-Ergebnisse geben Aufschluss über die elektrochemisch aktive Oberfläche (ECSA) des Platins und zeigen, dass die Verwendung des von der FE2 entwickelten Pt-Elektrolyten für die Pt-Abscheidung zu einer höheren Aktivität führt als die Verwendung des Wieland-Elektrolyten.

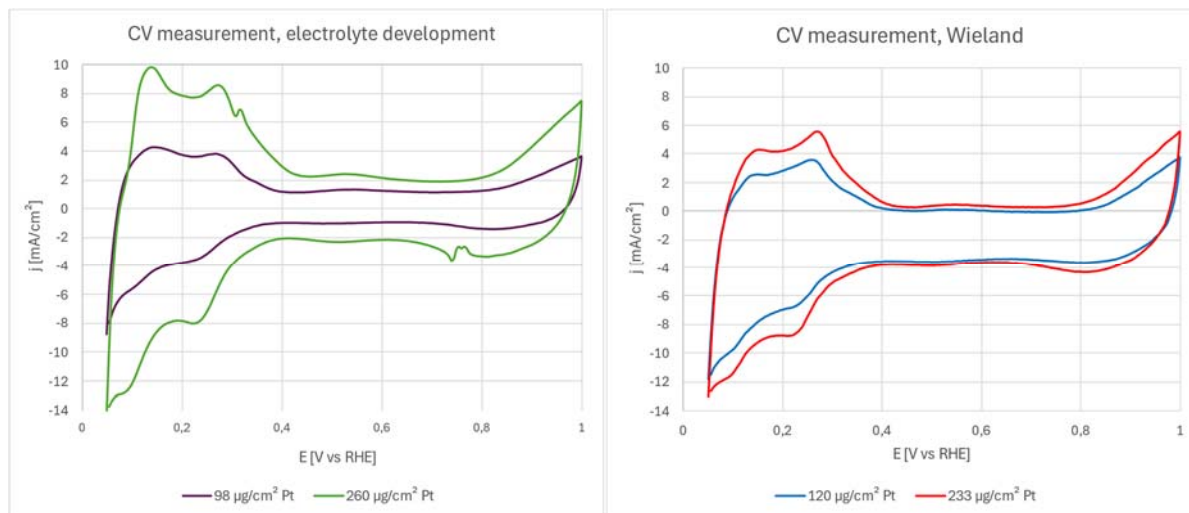


Abbildung 2.15: CV-Messungen unterschiedlicher Pt-Beladung, links: eigener Elektrolyt, rechts: kommerzieller Elektrolyt

2.5.2.3 Katalysatorabscheidung mittels Rollgalvanik

Die Abscheidungen mittels Rollgalvanik wiesen zunächst deutliche optische Inhomogenitäten und Fehlstellen in der Katalysatorverteilung auf, die mit XFR-Messungen bestätigt werden konnten. Dies kann an der Stromführung bzw. elektrischen Kontaktierung oder der Benetzung der Elektrode mit dem Elektrolyten liegen.



Abbildung 2.16: Pt-Abscheidung im DIN A4-Format mit Strompulsen (links) und Gleichspannung (rechts)

Durch Veränderung der Abscheidungsart von Strompulsen zu Gleichspannung konnte die Pt-Beladungshomogenität verbessert werden, s. Abbildung 2.16. Die Ursache für die optischen Strömungslinien konnte im Rahmen des Projektvorhabens nicht abschließend geklärt werden. Mittels XRF konnte festgestellt werden, dass die optischen Unterschiede kein Indiz für unterschiedliche Pt-Beladungen sind. Im Vergleich der zwei Abscheidungsarten ist bei den REM-Aufnahmen in Abbildung 2.17 eine Vergrößerung der Pt-Nanopartikel zu erkennen.

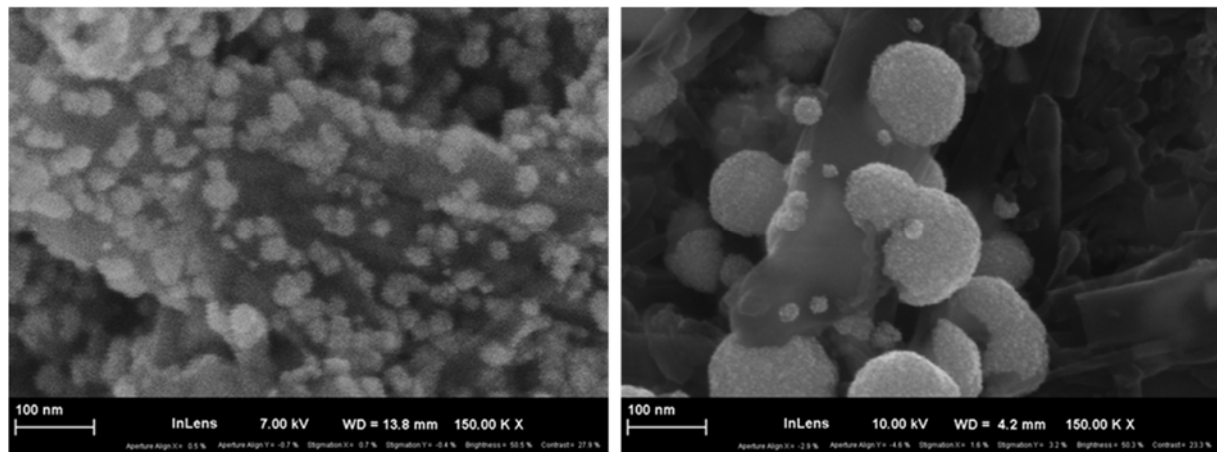


Abbildung 2.17: REM-Aufnahmen: Vergleich von gepulster Abscheidung (links) und Abscheidung mit Gleichspannung (rechts)

Des Weiteren wurde die galvanische Abscheidung auf dem kommerziellen Katalysatorträger Ketjenblack EC-600JD durchgeführt. Dabei konnte ein stärkeres hydrophobes Verhalten beobachtet werden. Bei konstanten Abscheidungsparametern wurde im Durchschnitt eine halbierte Pt-Beladung erzeugt, sodass die Parameter angepasst wurden durch Erhöhung des Spannungsniveaus und eine längere Abscheidungszeit. In Abbildung 2.18 ist eine vergleichbare Pt-Verteilung auf CNF und Ketjenblack EC-600JD zu erkennen. Die Aktivität wurde in situ durch das ZBT untersucht, s. Kapitel 2.6.

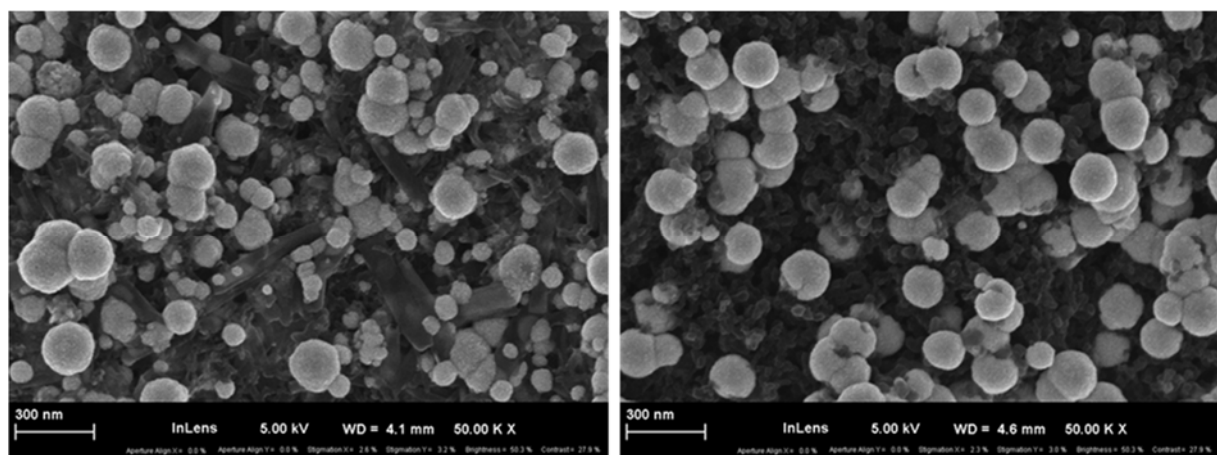


Abbildung 2.18: REM-Aufnahmen: Vergleich Pt-Abscheidung auf CNF (links) und Ketjenblack EC-600JD (rechts)

Die Schmierung der Schleifkontakte mit Graphit konnte die Homogenität der Katalysatorverteilung erneut deutlich verbessern, s. Abbildung 2.19. Dies geht auf die Leitfähigkeit der Schleifkontakte zurück und der gleichmäßigeren Kontaktierung.

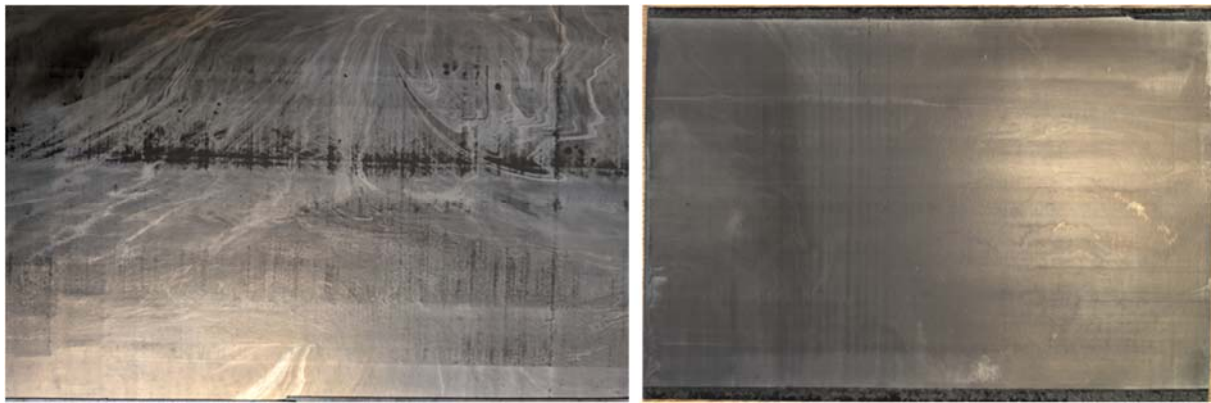


Abbildung 2.19: Abscheidungsergebnis auf Freudenberg GDL im Format DIN A4: Inhomogenitäten (links), verbesserte Homogenität (rechts)

Für die Pt-Abscheidung wurden mehrere Drehungen durch den Elektrolyten benötigt. Das Ziel, die Katalysatorbeladung innerhalb einer Umdrehung für den Übertragung in einen realen Rolle-zu-Rolle-Prozess zu realisieren, konnte nicht abschließend umgesetzt werden. Dies benötigt weiterer Optimierung, und muss im Zuge der Überführung in den tatsächlichen R2R-Prozess angepasst werden, auch um die erwünschte Beschichtungsgeschwindigkeit zu erreichen.

Anschließend konnten Elektroden mit unterschiedlichen Katalysatorträgern (CNF und Ketjenblack EC-600JD) und Pt-Beladungen im geforderten Format für den Demonstratorstack herausgeschnitten und zu MEAs verarbeitet werden. Diese wurden abschließend seitens des ZBT getestet.

2.6 AP6: In-situ Charakterisierung und Degradationsuntersuchung (FE1)

In diesem AP wurden die neu entwickelten Membran-Elektroden-Einheiten im Brennstoffzellen-Betrieb im Hinblick auf Stabilität und Leistungsfähigkeit systematisch charakterisiert und ihre Leitungsfähigkeit optimiert.

Die ausgewählten Testbedingungen des PEMFC-Testprotokolls (Tabelle 3) zielen darauf ab, Spitzen-, Moderate- und Realbedingungen (nahe an der industriellen Gasflusstöchiometrie, ohne externe Befeuchungskathode) zu demonstrieren.

Tabelle 3: PEMFC-Testprotokoll einschließlich beschleunigter elektrochemischer Alterung

Pol. Curve	p [bar abs]	t [°C]	$\lambda_a = \lambda_c$	RHc [%]	RHa [%]
1 (Peak)	2.5	80	5	70	70
2 (Medium)	2.5	80	3	15	70
3 (Real)	2.5	80	2	0	70
Aging: 30k triangular cycles 0.40 - 1.00 V, 1 V.s⁻¹					
4 (Peak after aging)	2.5	80	5	70	70
5 (Medium after aging)	2.5	80	3	15	70
6 (Real after aging)	2.5	80	2	0	70

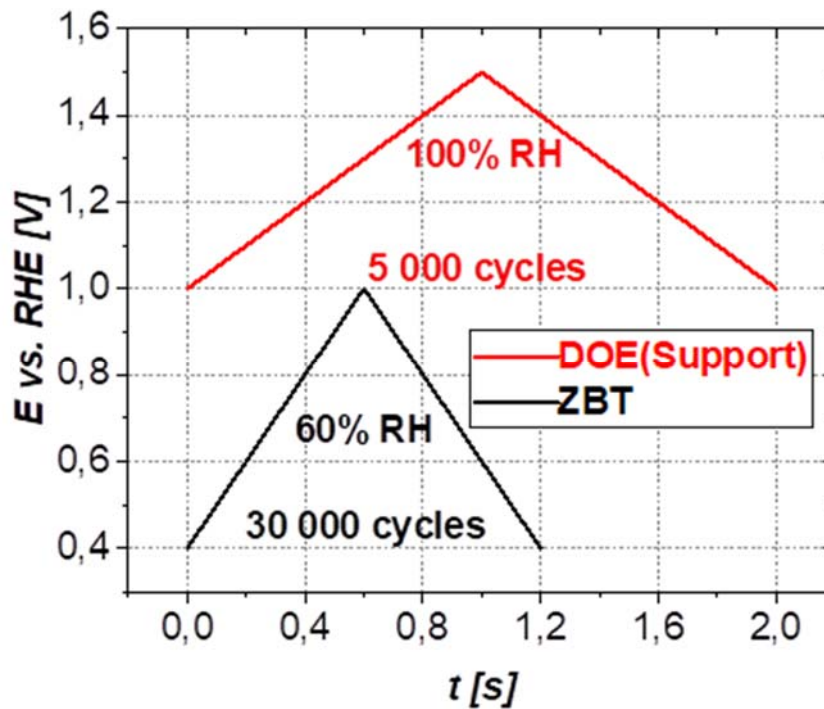


Abbildung 2.20: Protokolle zur beschleunigten elektrochemischen Alterung des ZBT und des Department of Energy (DOE)

Das beschleunigte elektrochemische Alterungsprotokoll des Energieministeriums (USA) für Kohlenstoffträger war sehr aggressiv und führte zu einem extremen Leistungsverlust der PEMFC, wodurch die Interpretation des Vergleichs zwischen der Haltbarkeit der verschiedenen Kathoden und MEAs irrelevant wurde. Daher haben wir uns auf das von uns (ZBT) entwickelte beschleunigte Alterungsprotokoll (Abbildung 2.20) konzentriert.

Die Ergebnisse und Erkenntnisse werden in folgenden Abschnitten dargestellt und ausführlich diskutiert.

2.6.1 Parameteroptimierung für in-situ Betrieb

2.6.1.1 Einfluss von t auf die PEMFC-Leistung

Die längere Pulszeit t_{on} führt zu einer höheren Pt-Belegung, was wiederum zu einer höheren PEMFC-Leistung führt. Daher kann in diesem Fall die Auswirkung von t_{on} auf die PEMFC-Leistung nicht direkt interpretiert werden.

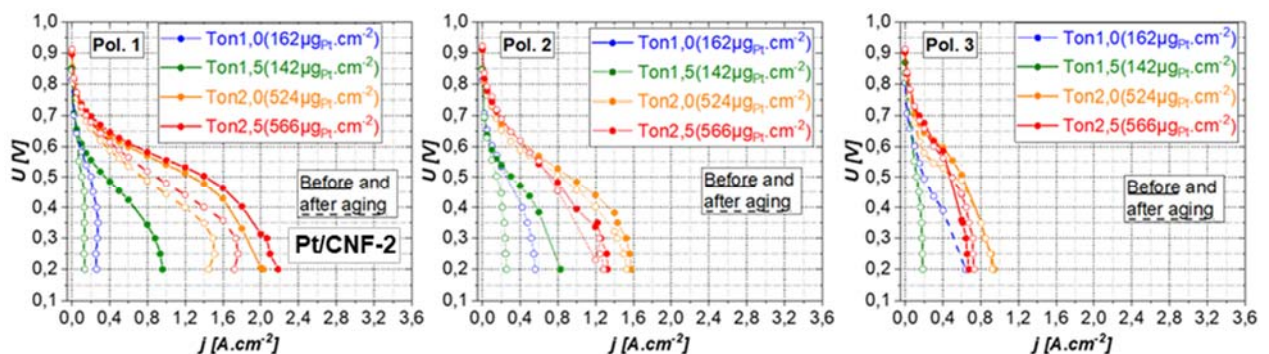


Abbildung 2.21: Einfluss der t_{on} [s] der Pt-Elektroabscheidung auf die PEMFC-Leistung, gemessen unter den Bedingungen Pol 1, Pol 2 und Pol 3.

2.6.1.2 Einfluss des Katalysatorträgers auf die PEMFC-Leistung

Tabelle 4: MEAs mit Kathodenkatalysatorschichten aus unterschiedlichen Katalysatorträgern

MEA	Catalyst	Cathode catalyst type	Cathode catalyst support	Cathode Pt loading [$\mu\text{g}_{\text{Pt}}\cdot\text{cm}^{-2}$]	Pt [wt.%]/C	PEM	Anode Pt loading [$\mu\text{g}_{\text{Pt}}\cdot\text{cm}^{-2}$]
M3369	electrodeposited (WHS)	Pt/CNF-2	CNF-2	115	40.0	Nafion HP	50
M3371	electrodeposited (WHS)	Pt/CNF-1	CNF-1	109	54.5	Nafion HP	50
M3567	electrodeposited (WHS)	Pt/CB (KB600)	CB (KB600)	110	58.8	Nafion HP	50
M3585	electrodeposited (WHS)	Pt/Graphite	Graphite	100	46.9	Nafion HP	50
M3568	electrodeposited (WHS)	Pt/Graphene	Graphene	77	25.8	Nafion HP	50
M3367	Pt/C comm. Powder	Pt/CB (commercial)	CB (KB300)	100	40.0	Nafion HP	50

Katalysatorträger spielen eine entscheidende Rolle bei der Gestaltung der Struktur der Kathodenkatalysatorschicht. Sie beeinflussen die Platin-Abscheidung sowie wesentliche Eigenschaften der Katalysatorschicht, darunter die Schichtdicke, die Sauerstoffdiffusion, den Wassertransport, die Elektronenleitfähigkeit, die elektrochemisch aktive Oberfläche, die Katalysatorausnutzung und die kinetischen Ladungsübergangswiderstände.

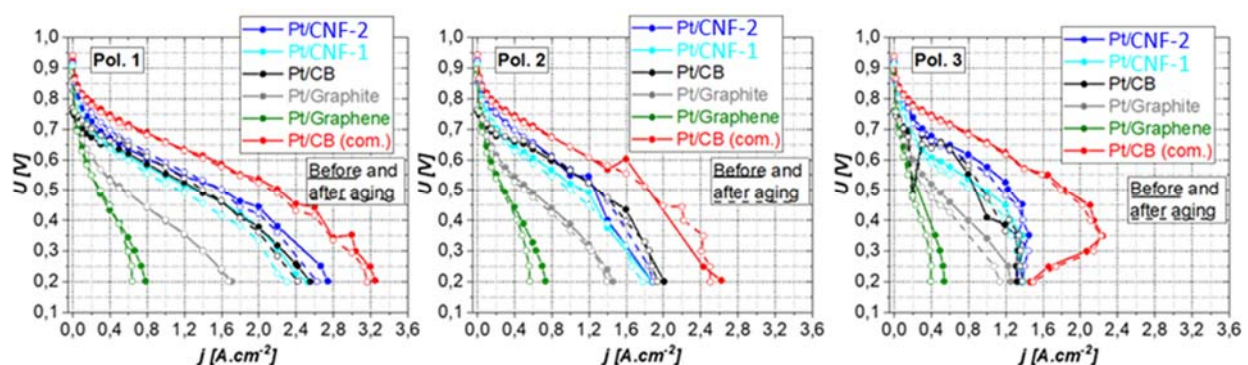


Abbildung 2.22: Einfluss des Katalysatorträgers auf die PEMFC-Leistung

Die Ergebnisse zeigen, dass Kathoden mit kommerziellen Pt/C-Katalysatoren die höchste Leistungsfähigkeit aufweisen. Unter den UP-MEA-Kathoden (mit galvanisch abgeschiedenem Pt und anschließender Beschichtung mit optimierter Ionomerbelegung) erzielen die auf Kohlenstoffnanofasern (CNFs) vom Typ CNF-2 basierenden Kathoden die besten Ergebnisse. Sie werden gefolgt von Kathodenkatalysatorträgern aus Ruß (CB) sowie CNFs vom Typ CNF 1, die eine vergleichbare Leistung in PEM-Brennstoffzellen zeigen. Im Gegensatz dazu weisen Kathoden mit Graphit- und Graphen-Katalysatorträgern eine deutlich geringere Leistung auf.

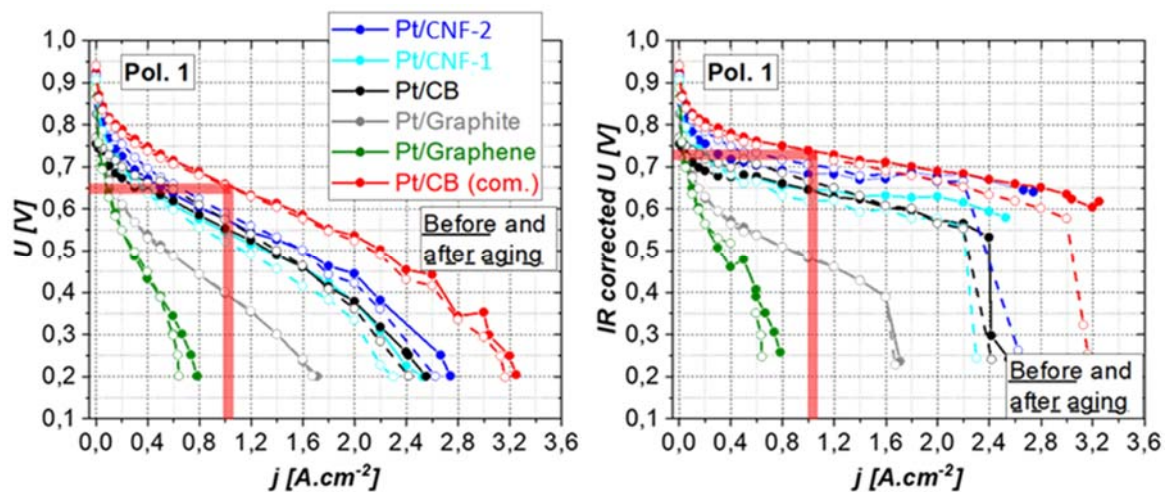


Abbildung 2.23: Polarisationsspektren mit Kathoden mit kommerziellem Pt/C-Katalysator und galvanisch abgeschiedenen Pt-Katalysatoren auf verschiedenen Katalysatorsubstraten: nicht ohmsch korrigiert (links) und ohmsch korrigiert (rechts)

Es ist ersichtlich, dass der ohm'sche Widerstand bei der PEMFC-Leistung mit Kathoden mit unterschiedlichen Katalysatorträgern eine bedeutende Rolle spielt.

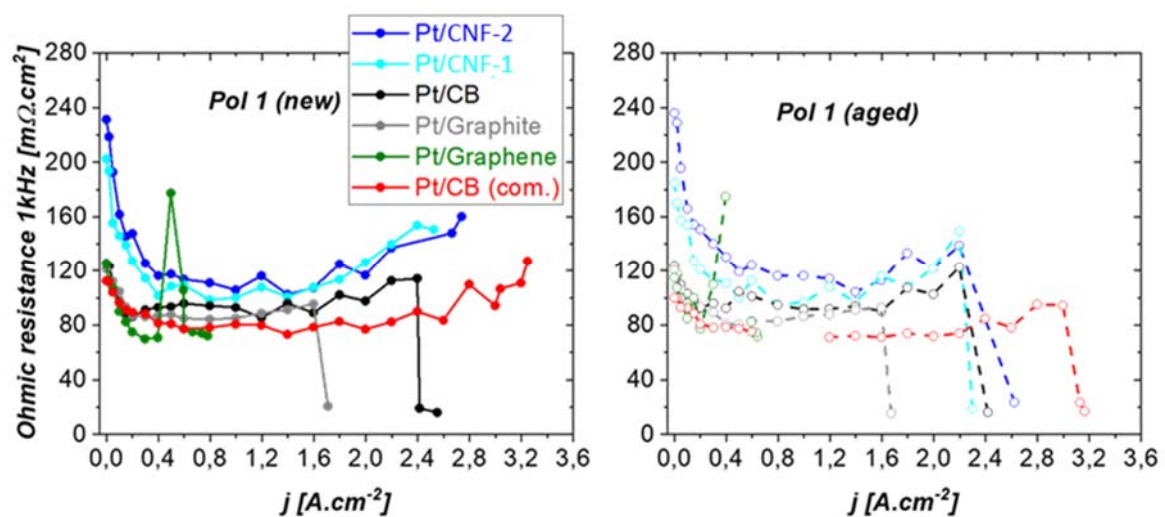


Abbildung 2.24: Ohm'scher Widerstand der PEMFC gemessen bei 1 kHz

Mögliche Erklärung für den höheren R_{ohm} :

- Pt/CB (com.): gemischte Pt/C- und Ionenschicht in der Dispersion führt zu geringerer Elektronen- und Ionenphasentrennung und daher geringerem R_{ohm}
- UP-MEA: separate reine Ionenschicht auf Pt aufgrund der ersten Pt-Abscheidung und anschließender Ionomerbeschichtung

Daher könnte eine MEA, bei der die Protonenaustauschmembran auf die Gasdiffusionselektroden aufgetragen wird, die sogenannte „Additive PEM MEA“, eine Lösung für das Problem des hohen ohmschen Widerstands sein.

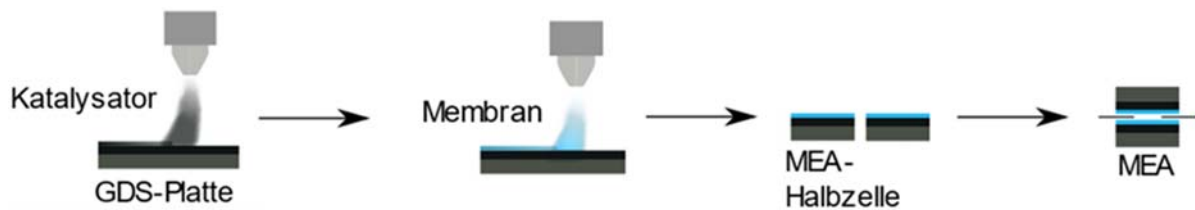


Abbildung 2.25: Schematische Darstellung des „Additive PEM MEA“-Konzeptes

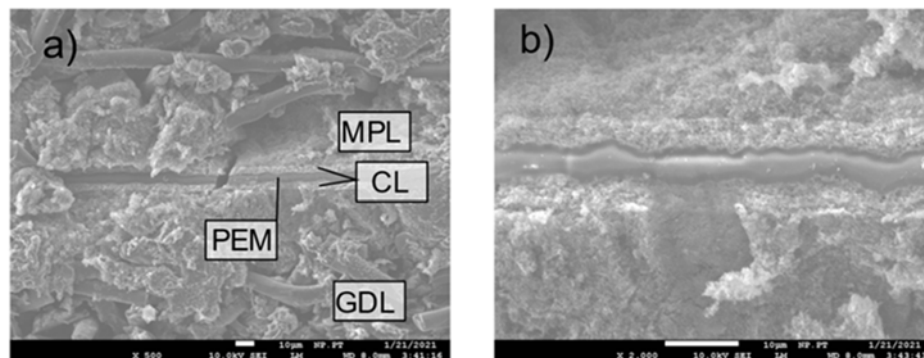


Abbildung 2.26: SEM-Aufnahmen des Querschnitts einer in flüssigem Stickstoff eingefrorenen und gebrochenen „Additive MEA“ inklusive der Funktionsschichten

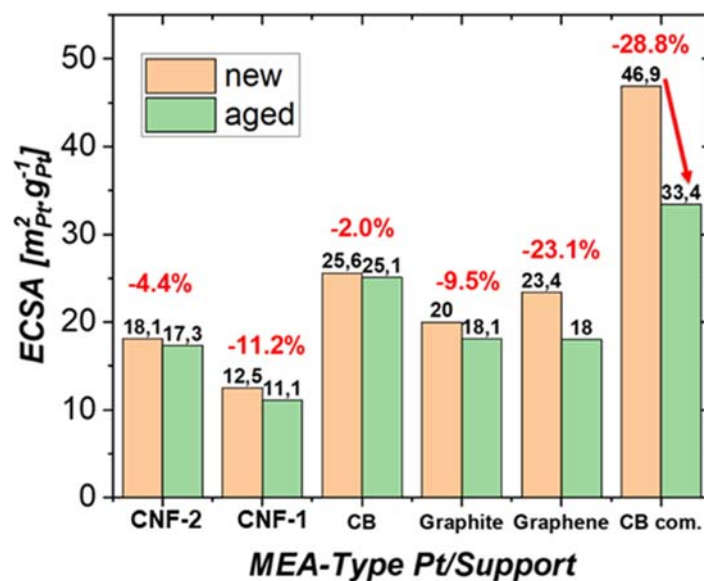


Abbildung 2.27: Elektrochemisch aktive Oberfläche (ECSA) pro Gramm Pt [m²Pt.g⁻¹Pt] aus zyklischer Voltammetrie und Hads-Peaks

Die ECSA ist bei galvanisch abgeschiedenem Pt fast doppelt niedriger als bei einem kommerziellen Pt/C-Katalysator. Die höchste ECSA unter den galvanisch abgeschiedenen Pt-Kathoden weist der kommerzielle Rußträger (CB) auf. Die höchste Alterungsrate (ECSA-Verlust) wird für die aktivste Kathode mit dem kommerziellen Pt/C-Katalysator beobachtet.

Die EIS-Ergebnisse stimmen mit den Polarisationskurven überein. Der Hauptanteil des Gesamtwidestands ist wie bei den kommerziell entwickelten MEAs auf den Kathoden-Ladungstransferwiderstand zurückzuführen. Der niedrigere ECSA führt zu einem höheren Kathoden-Ladungstransferwiderstand von galvanisch abgeschiedenen UP-MEA-Kathoden.

Der Kathodendifusionswiderstand ist bei Pt/CNF im Vergleich zu Pt/CB für galvanisch abgeschiedene Pt-Kathoden doppelt so niedrig.

Die Ergebnisse zeigen, dass CNF1 bislang der optimale Kathodenkatalysatorträger für die Pt-Elektroabscheidung ist.

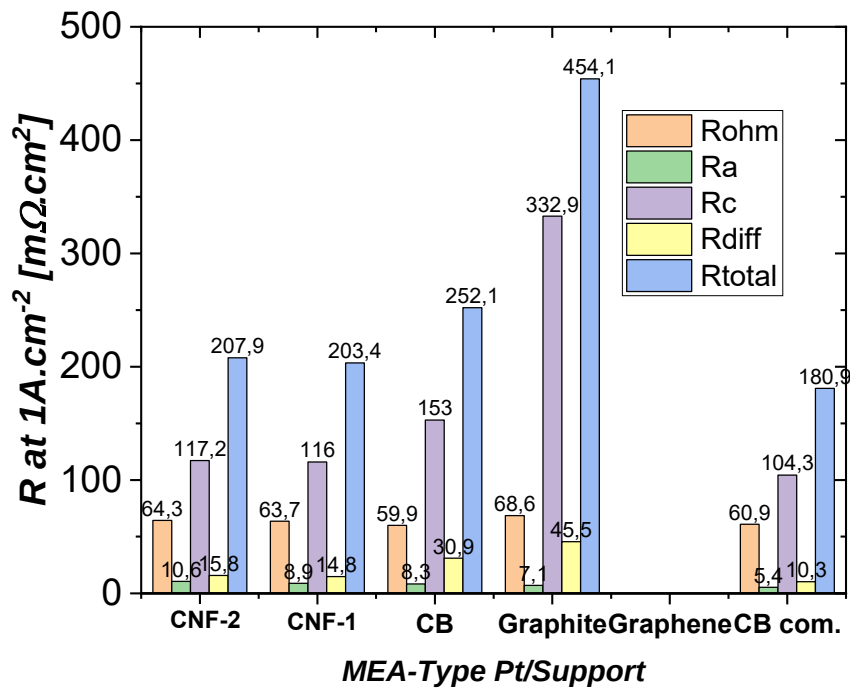


Abbildung 2.28: Ohmic (Rohm), Anodenladungstransfer (Ra), Kathodenladungstransfer (Rc), Diffusionswiderstand (Rdiff) und Gesamtwiderstand (Rtotal) aus Fits elektrochemischer Impedanzspektren, die bei einem Gleichstrom von 1 A/cm² durchgeführt wurden

2.6.1.3 Einfluss des MEA-Herstellungskonzeptes: Additive MEA vs. GDE-MEA

Additive MEA (gesprühte PEM) vs. GDE-MEA:

- Geringere Rohm (inkl. Kontakte)
- Geringere Wärmeentwicklung
- Schnellere Wasserrückdiffusion
- Höhere PEMFC-Leistung

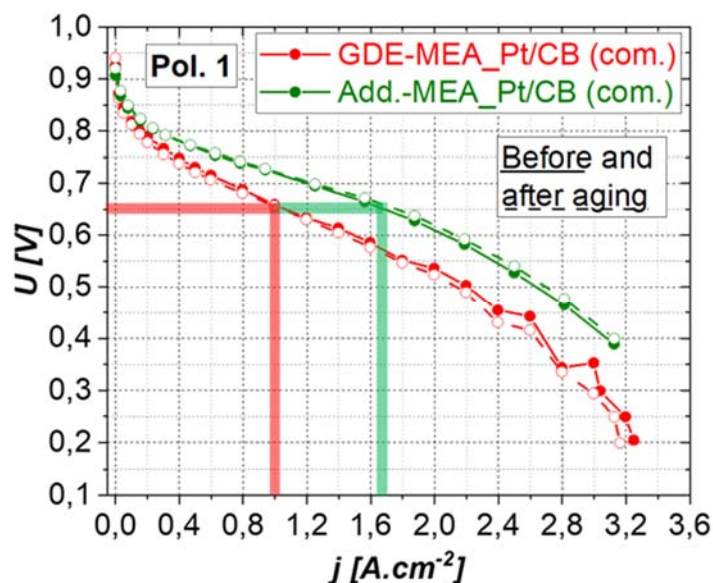


Abbildung 2.29: Vergleich zwischen der PEMFC-Leistung von MEAs, die mit Gasdiffusionselektroden (GDE), handelsüblichem Pt/C-Katalysator und handelsüblichem Nafion HP und „Additive MEA“ hergestellt wurden, die mit denselben elektrochemischen Komponenten hergestellt wurden, wobei jedoch anstelle einer handelsüblichen Nafion HP-Membran die Membran aus einer Ionomerdispersion auf die Anode und die Kathode gesprüht wird

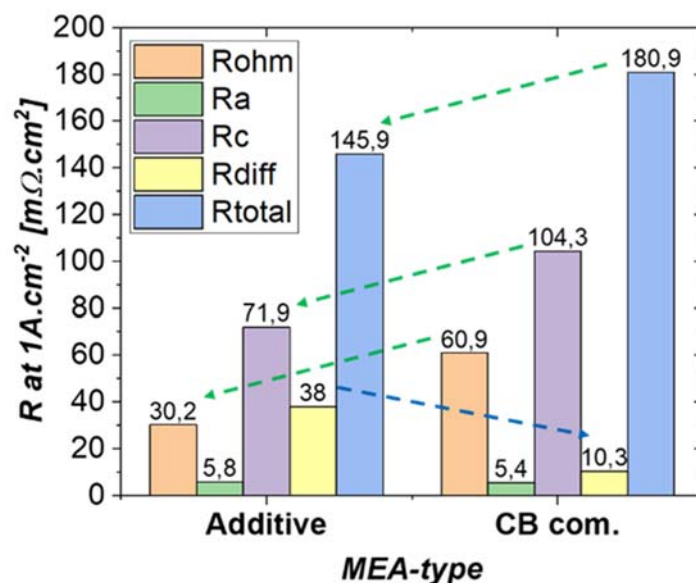


Abbildung 2.30: Vergleich zwischen der PEMFC-Leistung (EIS)

Die Widerstände aus Fits elektrochemischer Impedanzspektren (EIS) bei Gleichstrom von $1 A/cm^2$ von MEAs, die unter Verwendung von Gasdiffusionselektroden (GDE), handelsüblichem Pt/C-Katalysator und handelsüblichem Nafion HP hergestellt wurden, und „Additive MEA“, die unter Verwendung derselben elektrochemischen Komponenten hergestellt wurden, bei denen jedoch anstelle einer handelsüblichen Nafion HP-Membran eine auf die Anode und Kathode gesprühte Ionomerdispersionsmembran verwendet wurde.

- Additive MEA (gesprühte PEM) vs. GDE-MEA:
- Geringere R_{ohm} (inkl. Kontakte)
- Geringere R_c
- Höhere R_{diff}

- Geringere R_{total}
- Höhere PEMFC-Leistung

Vergleich zwischen der PEMFC-Leistung von MEAs, die unter Verwendung von Gasdiffusionselektroden (GDE) und handelsüblicher Nafion HP hergestellt wurden, und „Additive MEA“, die unter Verwendung derselben elektrochemischen Komponenten hergestellt wurden, bei denen jedoch anstelle einer handelsüblichen Nafion HP-Membran eine auf die Anode und Kathode gesprühte Ionomerdispersionsmembran verwendet wurde.

Tabelle 5: Liste der getesteten MEAs: Additive MEAs und GDE-MEAs

MEA	PEM	Cathode	Symbol
M3976	Sprayed PEM	Pt/C comm. ($200 \mu\text{g}_{\text{Pt}}\cdot\text{cm}^{-2}$)	Pt200/C_s
M4138	Nafion HP	Pt/C comm. ($200 \mu\text{g}_{\text{Pt}}\cdot\text{cm}^{-2}$)	Pt200/C_hp
M3367	Nafion HP	Pt/C comm. ($100 \mu\text{g}_{\text{Pt}}\cdot\text{cm}^{-2}$)	Pt100/C_hp
M4170	Sprayed PEM	gPt/C Z159 ($190 \mu\text{g}_{\text{Pt}}\cdot\text{cm}^{-2}$)	gPt190/C_s
M3567	Nafion HP	gPt/CNF Z96 ($110 \mu\text{g}_{\text{Pt}}\cdot\text{cm}^{-2}$)	gPt110_C_hp
M4003	Sprayed PEM	gPt/CNF Z150 ($130 \mu\text{g}_{\text{Pt}}\cdot\text{cm}^{-2}$)	gPt130_cnf_s
M4006	Sprayed PEM	gPt/CNF Z157 ($200 \mu\text{g}_{\text{Pt}}\cdot\text{cm}^{-2}$)	gPt190_cnf_s
M3369	Nafion HP	gPt/CNF WHS4 ($115 \mu\text{g}_{\text{Pt}}\cdot\text{cm}^{-2}$)	gPt115_cnf_hp
M4175	Sprayed PEM	gPt/80%CNF_20%Graphene Z157 ($200 \mu\text{g}_{\text{Pt}}\cdot\text{cm}^{-2}$)	gPt190_cnf4g_s
M3568	Nafion HP	gPt/Graphene Z99 ($77 \mu\text{g}_{\text{Pt}}\cdot\text{cm}^{-2}$)	gPt77_g_hp
M4176	Sprayed PEM	gPt/CNT Z165 ($190 \mu\text{g}_{\text{Pt}}\cdot\text{cm}^{-2}$)	gPt190_cnt_s

Dabei steht g für galvanische Abscheidung, die Zahl nach Pt gibt die Pt-Beladung in [$\mu\text{g}_{\text{Pt}}\cdot\text{cm}^{-2}$] an, danach folgt die Angabe des Substrattyps und am Ende der Membrantyp – hp steht für kommerzielle Nafion HP-Membran, während s – gesprühte PEM (Additive MEA) bedeutet.

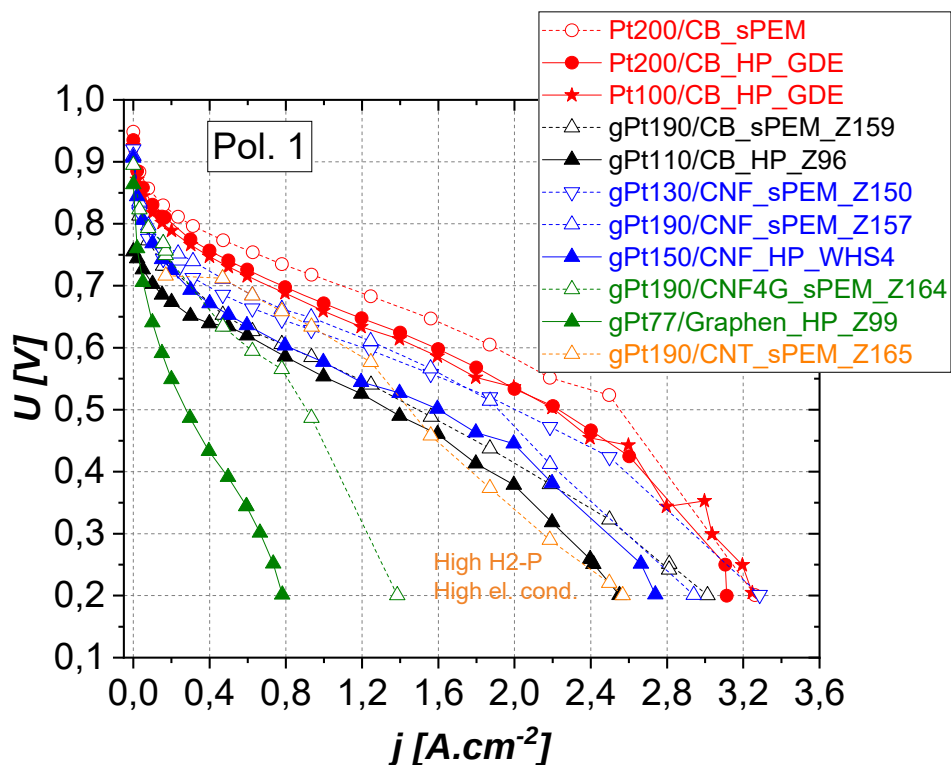


Abbildung 2.31: PEMFC-Polarisationskurven von additiven und GDE-MEAs

Es ist ersichtlich, dass alle MEAs ihre Leistung verbessern, wenn die PEM aufgesprüht wird, im Vergleich zur GDE-MEA, bei der eine im Handel erhältliche Nafion HP-Membran verwendet wird.

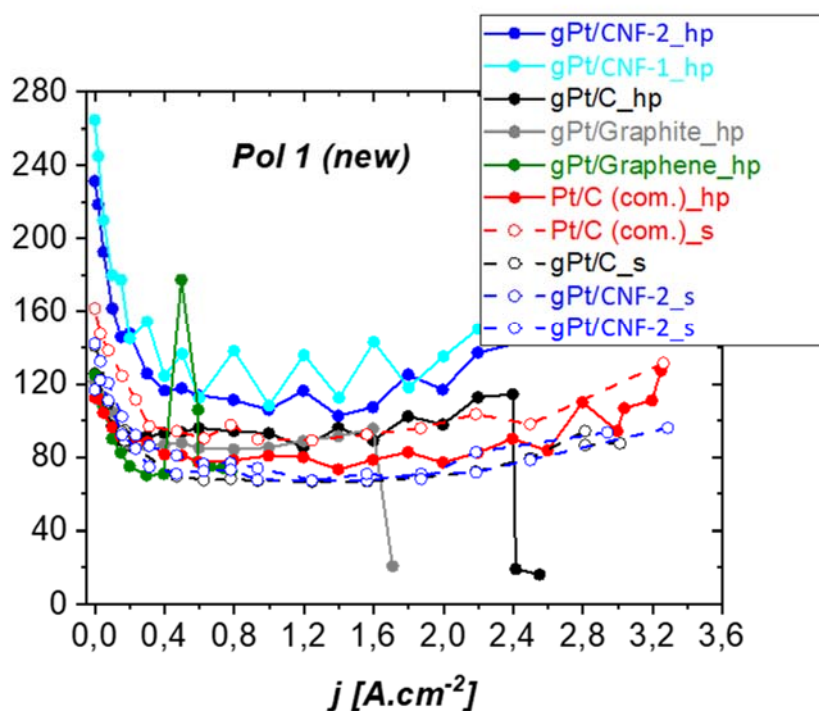


Abbildung 2.32: 1 kHz (ohmscher Widerstand) während der Polarisationskurven in Abbildung 2.31

Wirkung des aufgesprühten PEM (hohle Symbole) auf Rohm im Vergleich zu Nafion HP:

- Pt/C (com.): erhöhtes R_{ohm}
- gPt/C: 27 % Reduktion bei R_{ohm}
- gPt/CNF: 36 % Reduktion bei R_{ohm}

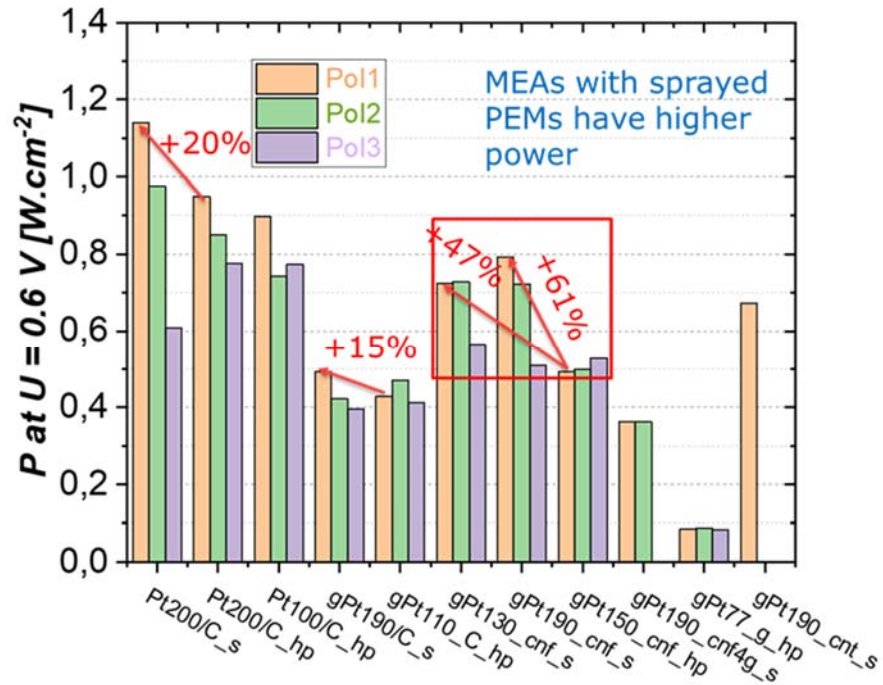


Abbildung 2.33: Leistungsdichte bei 0,6 V unter den Testbedingungen der Polarisationskurven 1, 2 und 3 der getesteten GDE-MEAs und Additive-MEAs

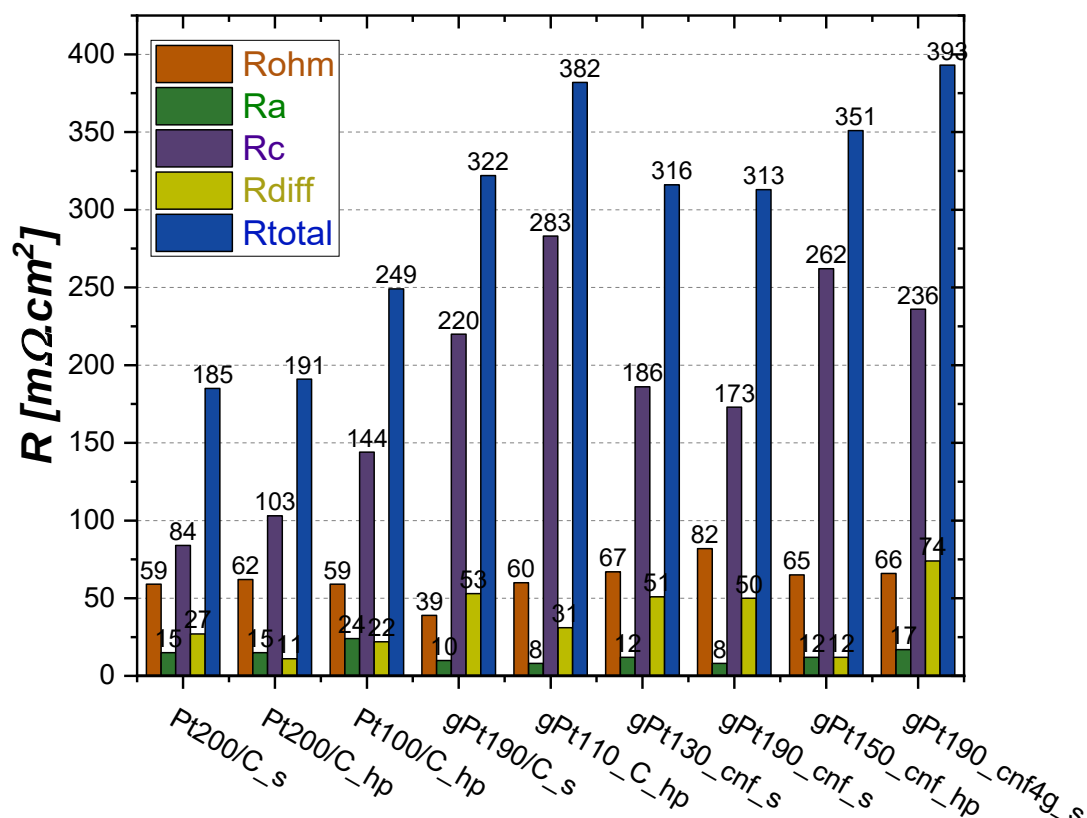


Abbildung 2.34: Ohmische (R_{ohm}), Anodenladungstransfer (R_a), Kathodenladungstransfer (R_c), Diffusionswiderstand (R_{diff}) und Gesamtwiderstand (R_{total}) aus Fits elektrochemischer Impedanzspektren, die bei einem Gleichstrom von 1 A/cm^2 durchgeführt wurden

- MEAs mit Pt/C-Komm.: „Additive MEA“ (mit gesprühter PEM statt Nafion HP PEM) reduziert R_{ohm} (1-kHz-Widerstände, aber im EIS nicht ganz sichtbar), reduziert R_c und erhöht R_{diff} im Vergleich zu MEAs mit Nafion HP
- MEAs mit galvanisch abgeschiedenem Pt: „Additive MEA“ reduziert R_{ohm} und R-Kathode, erhöht aber R_{diff}
- Die beste Leistung von galvanisch abgeschiedenem Pt: auf Kohlenstoffnanofasern (CNF)-Träger aufgrund des niedrigen R_c

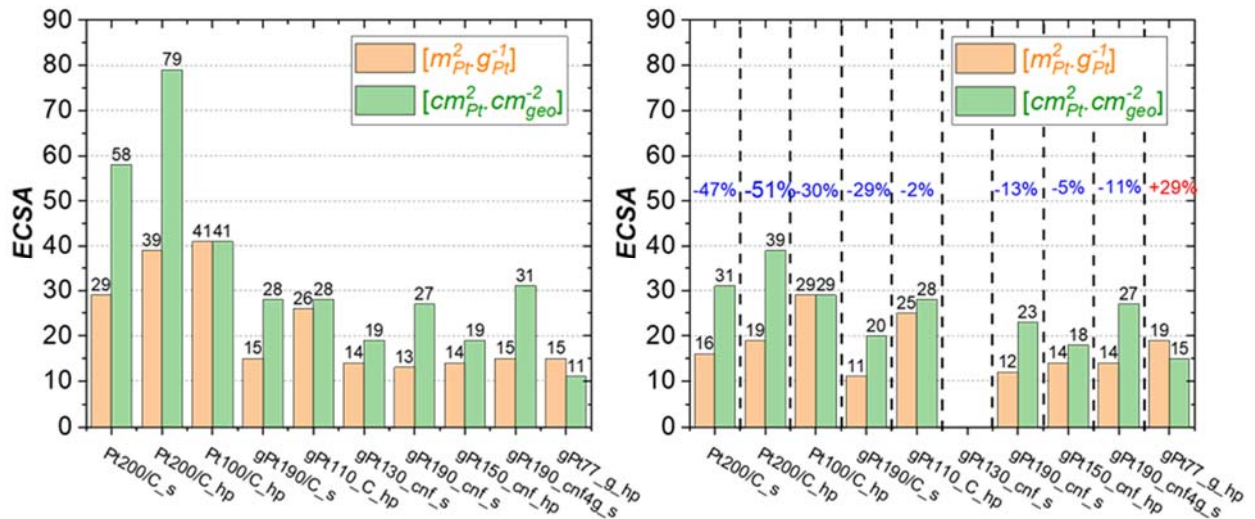


Abbildung 2.35: Elektrochemisch aktive Oberfläche (ECSA) pro Gramm Pt [$m^2_{Pt} \cdot g^{-1}_{Pt}$] aus zyklischer Voltammetrie und Hads-Peaks: neu (links); nach AST, i.e. aged (rechts)

- Additive-MEAs haben eine geringere ECSA [$m^2 \cdot g^{-1}$] als MEAs mit Nafion HP. Zusätzlich bildet aufgespritztes Ionomer „gespritztes PEM“ und bedeckt die Pt-Oberfläche.
- Galvanisch abgeschiedene Kathoden haben eine um ca. 30 % geringere ECSA als Pt/C-Komm.
- Je höher die anfängliche ECSA, desto höher der ECSA-Verlust.

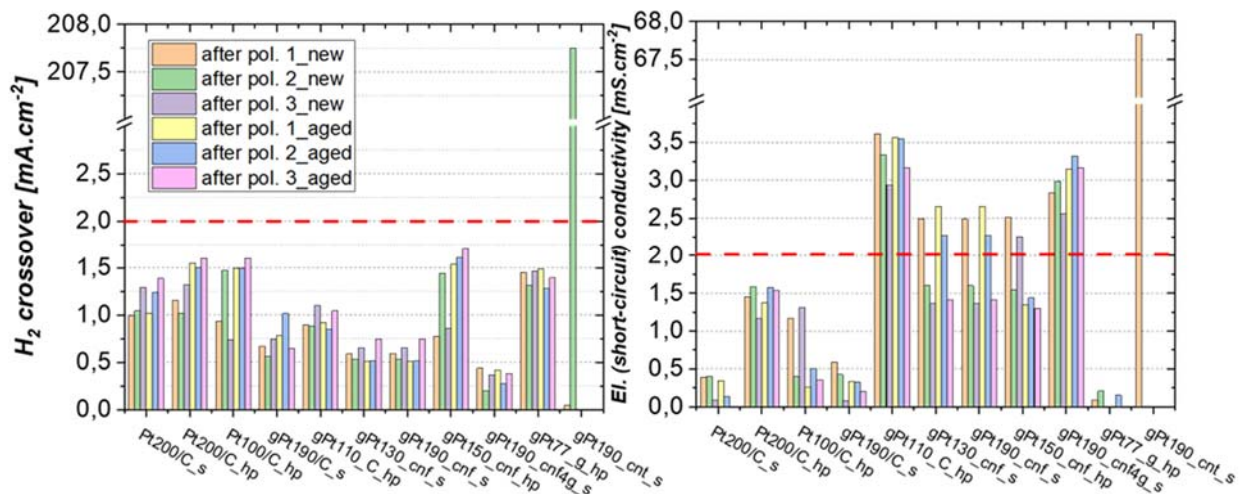


Abbildung 2.36: Elektrochemisch gemessen in PEMFC-Zelle - Wasserstoffdurchtritt (links) und Elektronen-„Kurzschluss“-Leitfähigkeit der MEAs (rechts)

Wir haben festgestellt, dass bei einer nicht perforierten Nafion HP-Membran (20 μm Dicke) ohne „Hot Spots“ der Wasserstoff-Übergang und die Elektronen-„Kurzschluss“-Leitfähigkeit 2 mA/cm^2 bzw. 2 mS/cm^2 nicht überschreiten sollten.

- Entgegen der Erwartung haben die gespritzten PEM-MEAs weder einen höheren H2-Übergang noch eine höhere Elektronenleitfähigkeit (Kurzschlussleitfähigkeit) als MEAs mit Nafion HP
- Höher als die Kriterien für die elektrische Leitfähigkeit für MEAs mit „scharfen Trägern“ – CNF und insbesondere CNT

2.6.1.4 Einfluss der Pt-Beladung von CNF auf die PEMFC-Leistung

Tabelle 6: Liste der getesteten MEAs mit variabler Pt-Beladung

MEA	PEM	Cathode	Symbol
M3369	Nafion HP	64.8wt.%gPt/CNF WHS4 ($115 \mu\text{g}_{\text{Pt}}\cdot\text{cm}^{-2}$)	115Pt (65wt.%)
M4460	Nafion HP	44.0wt.%gPt/CNF Z161 ($120 \mu\text{g}_{\text{Pt}}\cdot\text{cm}^{-2}$)	120Pt (44wt.%)
M4461	Nafion HP	44.0wt.%gPt/CNF Z162 ($120 \mu\text{g}_{\text{Pt}}\cdot\text{cm}^{-2}$)	120Pt (44wt.%)
M4462	Nafion HP	60.4wt.%gPt/CNF Z165 ($233 \mu\text{g}_{\text{Pt}}\cdot\text{cm}^{-2}$)	233Pt (60wt.%)
M4463	Nafion HP	60.4wt.%gPt/CNF Z167 ($233 \mu\text{g}_{\text{Pt}}\cdot\text{cm}^{-2}$)	233Pt (60wt.%)
M4545	Nafion HP	61.7wt.%gPt/CNF Z196 ($260 \mu\text{g}_{\text{Pt}}\cdot\text{cm}^{-2}$)	260Pt (62wt.%)
M4546	Nafion HP	62.5wt.%gPt/CNF Z195 ($268 \mu\text{g}_{\text{Pt}}\cdot\text{cm}^{-2}$)	268Pt (63wt.%)
M4547	Nafion HP	42.7wt.%gPt/CNF Z193 ($120 \mu\text{g}_{\text{Pt}}\cdot\text{cm}^{-2}$)	120Pt (43wt.%)
M4548	Nafion HP	44.9wt.%gPt/CNF Z191 ($131 \mu\text{g}_{\text{Pt}}\cdot\text{cm}^{-2}$)	131Pt (45wt.%)

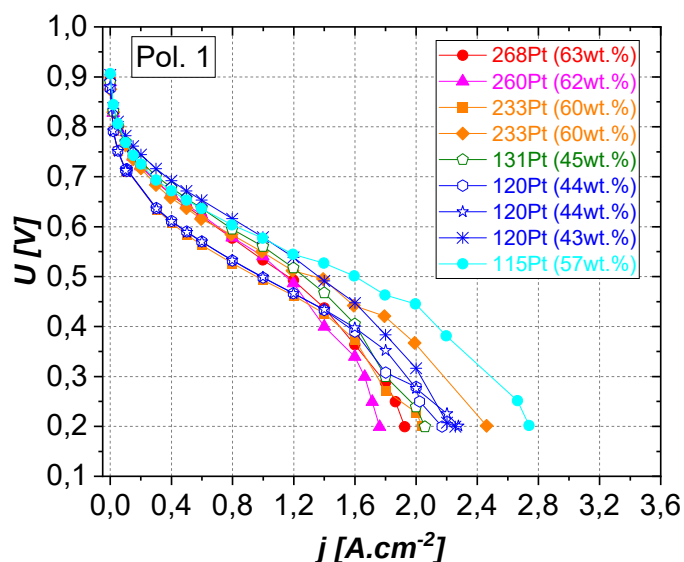


Abbildung 2.37: PEMFC-Polarisationskurven: Einfluss der Pt-Beladung [$\mu\text{gPt}\cdot\text{cm}^{-2}$] und Pt-Beladung [Gew. %] in Pt/C auf die PEMFC-Leistung

- Höhere Pt-Beladung durch galvanische Abscheidung bedeutet nicht bessere PEMFC-Kathodenleistung
- Bei höheren Pt-Beladungen von $200 \mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$ sollte der Pt-Beladung (Gewichtsanteil in Pt/C) reduziert werden, d.h. die CNF-Beladung sollte erhöht werden
- Die Pt-Beladung sollte ca. $120 \mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$ betragen

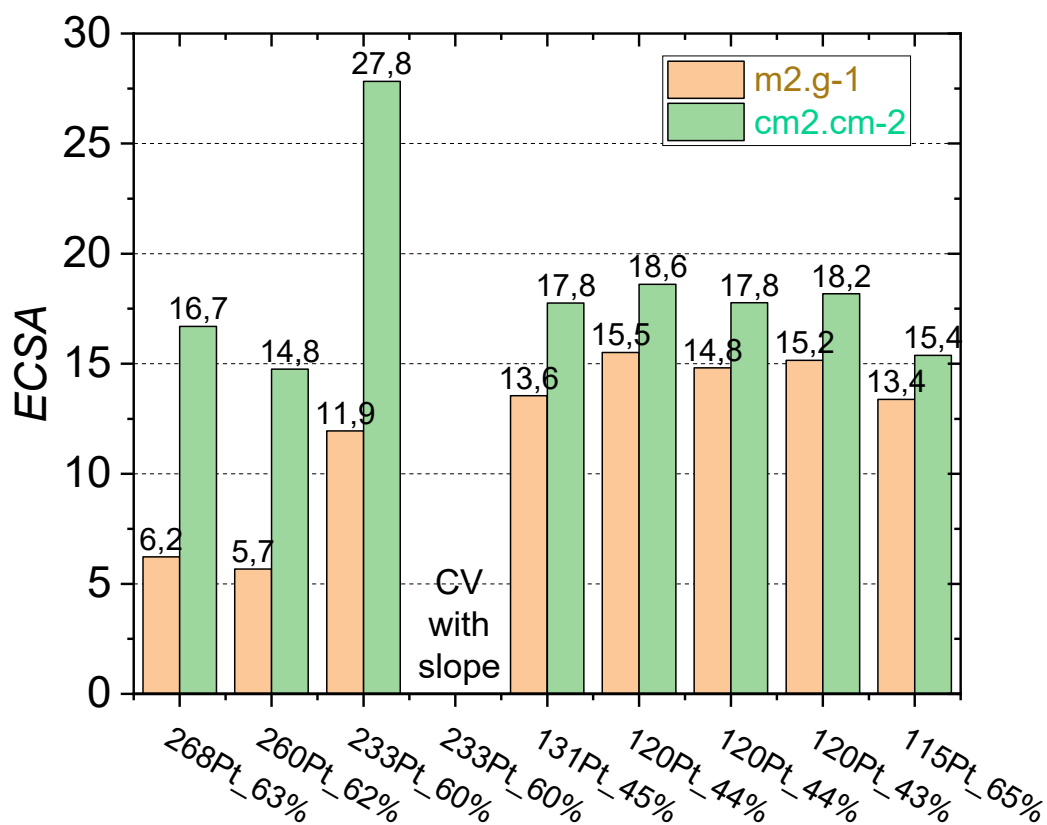


Abbildung 2.38: Elektrochemisch aktive Oberfläche (ECSA) pro Gramm Pt [m2Pt.g-1Pt] und pro geometrische Fläche [cm2Pt/cm2 Kathode] aus zyklischer Voltammetrie und Hads-Peaks

- Wie bei der PEMFC-Leistung führt eine höhere Pt-Beladung nicht zu einer höheren ECSA, möglicherweise aufgrund von Pt-Agglomeration
- Um die Pt-Dispersion zu erhöhen, sollte die Trägerbeladung erhöht werden

2.6.1.5 Einfluss der relativen Luftfeuchtigkeit auf die PEMFC-Leistung

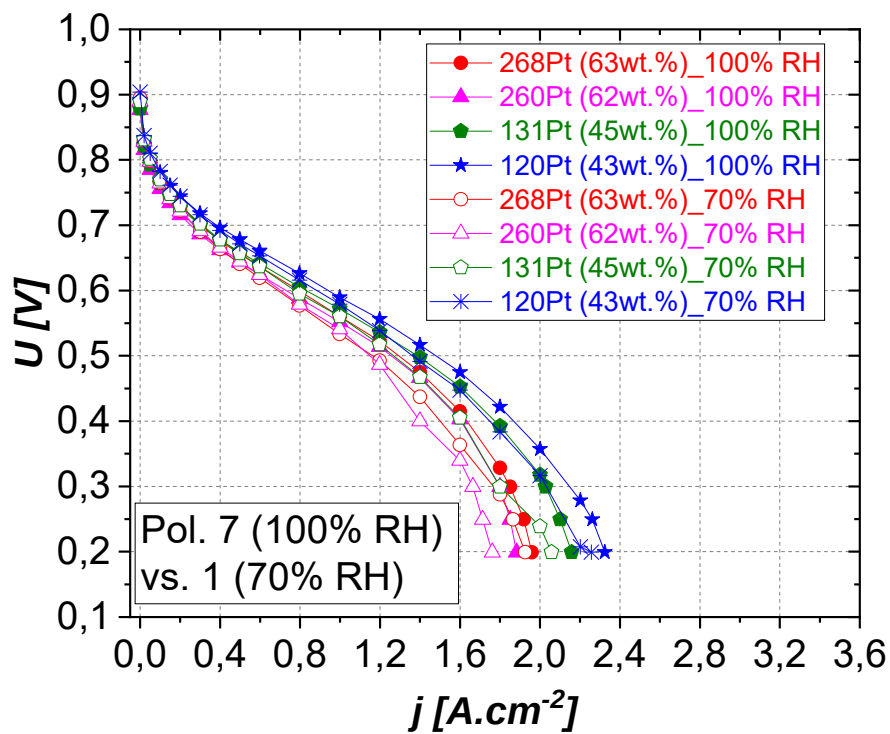


Abbildung 2.39: PEMFC-Polarisationskurven: Einfluss der relativen Luftfeuchtigkeit auf die PEMFC-Leistung

- Bei $\lambda = 5$, 80 °C, 2,5 bar abs ist die Leistung der PEMFC bei 100 % RH besser als bei 70 % RH
- UP-MEA-Kathoden (gPt/CNF) sind leistungsfähiger und werden bei 100 % RH nicht mit Wasser geflutet

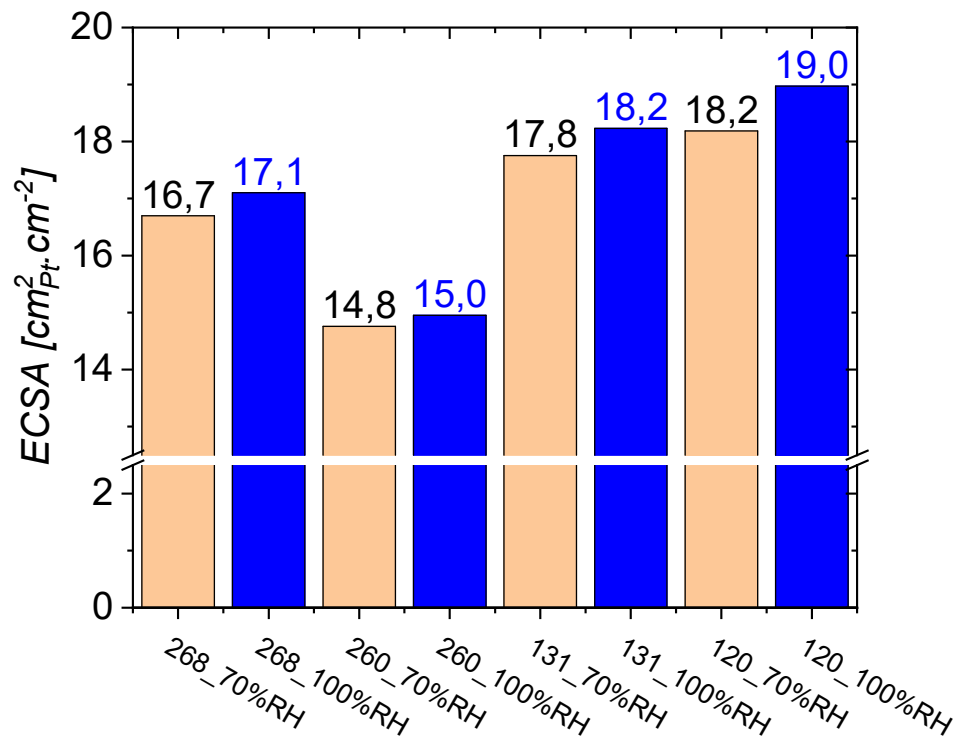


Abbildung 2.40: Elektrochemisch aktive Oberfläche (ECSA) pro geometrische Fläche [cm²Pt/cm² Kathode] aus zyklischer Voltammetrie und Hads-Peaks bei 70 und 100% relative Feuchte

- Wie bei der PEMFC-Leistung führt eine höhere relative Luftfeuchtigkeit zu einem höheren ECSA

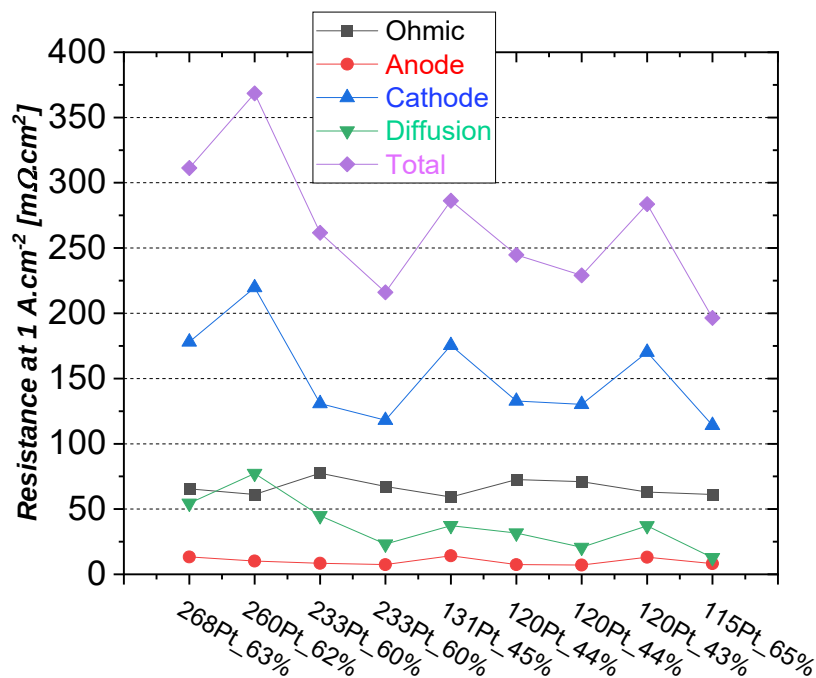


Abbildung 2.41: Ohmic (Rohm), Anodenladungstransfer (Ra), Kathodenladungstransfer (Rc), Diffusionswiderstand (Rdiff) und Gesamtwiderstand (Rtotal) aus Fits elektrochemischer Impedanzspektren, die bei einem Gleichstrom von 1 A/cm² durchgeführt wurden

- Wie bei der PEMFC-Leistung verringert eine erhöhte Pt-Belegung nicht den Ladungsübertragungswiderstand der Kathode (R_c)
- Im Gegenteil, geringere Pt-Belegungen (dünnere Kathodenkatalysatorschichten) könnten den Diffusionswiderstand (R_{diff}) verringern

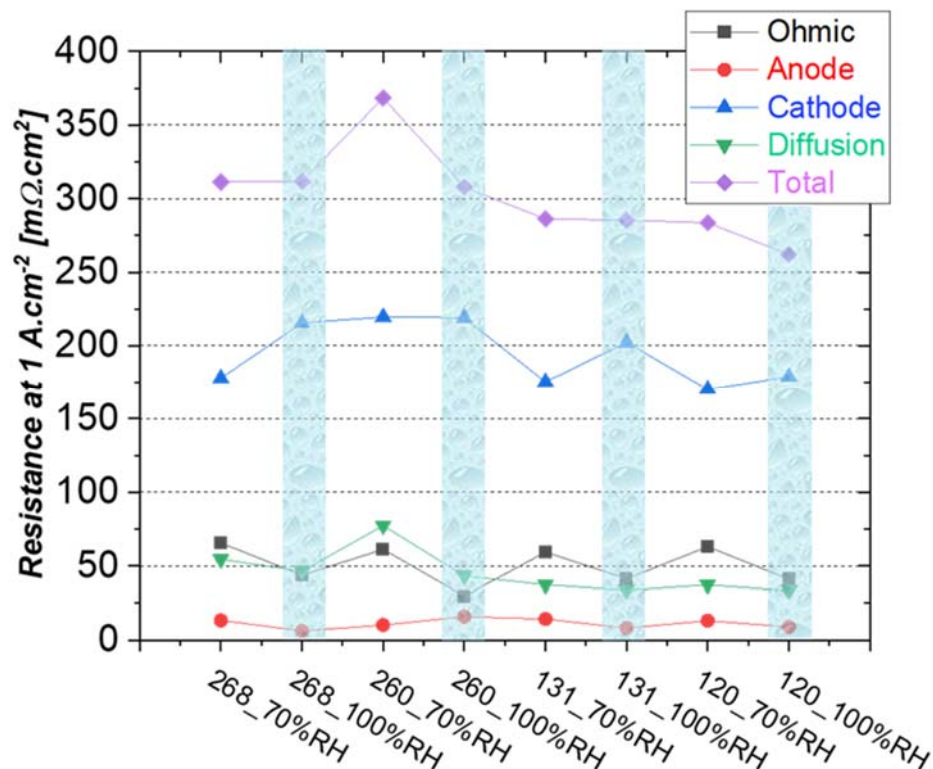


Abbildung 2.42: Vergleich bei 70 und 100% relative Feuchte (r_F): Ohmic (Rohm), Anodenladungstransfer (R_a), Kathodenladungstransfer (R_c), Diffusionswiderstand (R_{diff}) und Gesamtwiderstand (R_{total}) aus Fits elektrochemischer Impedanzspektren, die bei einem Gleichstrom von 1 A/cm² durchgeführt wurden

- Wie bei PEMFC-Leistung und ECSA führt eine erhöhte r_F zu einem niedrigeren Gesamtwiderstand.
- Die bessere Leistung bei höherer r_F ist auf den niedrigeren Rohm (höhere p+-Leitung bei höherer RH) und niedrigeren R_{diff} (höhere Gasdurchlässigkeit des Ionomers) zurückzuführen.

2.7 AP7: Iterative Prozessoptimierung (FE1, FE2)

Die in AP 5 und 6 erzielten Ergebnisse und Erkenntnisse wurden gezielt genutzt, um die Entwicklungsarbeiten in den AP 1 bis 4 iterativ voranzutreiben. Diese wurden auch mit dem projektbegleitenden Ausschuss diskutiert und eingestuft. Zudem wurden die Präparationsparameter in den jeweiligen APs angepasst und die Beschichtung mit CNF sowie die Katalysatorabscheidung optimiert. Sowohl für den Prozess der CNF-Beschichtung als auch für die galvanische Aufbringung von Katalysatormaterial konnte gezeigt werden, dass eine Umsetzung im R2R-Verfahren möglich ist, wobei die tatsächlichen Prozessparameter abhängig vom gewählten Verfahren, den Gegebenheiten des jeweiligen Anlagenaufbaus sowie der eingesetzten Materialien jeweils angepasst werden müssen. Im Zuge der iterativen Prozessoptimierung konnten wichtige Erkenntnisse erzielt werden, um diesen Prozess zukünftig beschleunigen zu können.

2.8 AP8: Aufbau Demonstratorstack (FE1, FE2)

Die schlitzdüsenbeschichteten Kathoden mit einer geometrischen Fläche von 100 cm², die von WH in einem proprietären (WHS) Rolle-zu-Rolle-Galvanikbad mit einem von WH entwickelten Galvanisierungselektrolyten hergestellt wurden, werden mittels XRF analysiert, um die Pt-Belegungsverteilung [$\mu\text{gPt.cm}^{-2}$] zu bestimmen. Anschließend werden die Elektroden auf eine Fläche von 25 cm² zugeschnitten und in einem 5-Zellen-Stapel (balticFuelCells) getestet. Dieser verfügt über feine Strömungsfelder, die identisch mit denen der Einzelzelle (balticFuelCells) sind. Die durchschnittlichen Pt-Belegungswerte sind in der Tabelle im Anhang dargestellt. Für die Prüfung der Betriebsmöglichkeiten und Betriebsbedingungen des PEMFC-Stacks wird es in allen Tests nach unserem besten Wissen als das beste kommerziell erhältliche CCM eingestuft.

Tabelle 7: Testbedingungen für PEMFC-Stack

Pol. Curve "Stack"	p [bar abs]	t [°C]	$\lambda_a = \lambda_c$	RHc [%]	RHa [%]
1	1.5	80	5	100	100
2	1.5	80	5	70	70
3	1.5	80	2	70	70

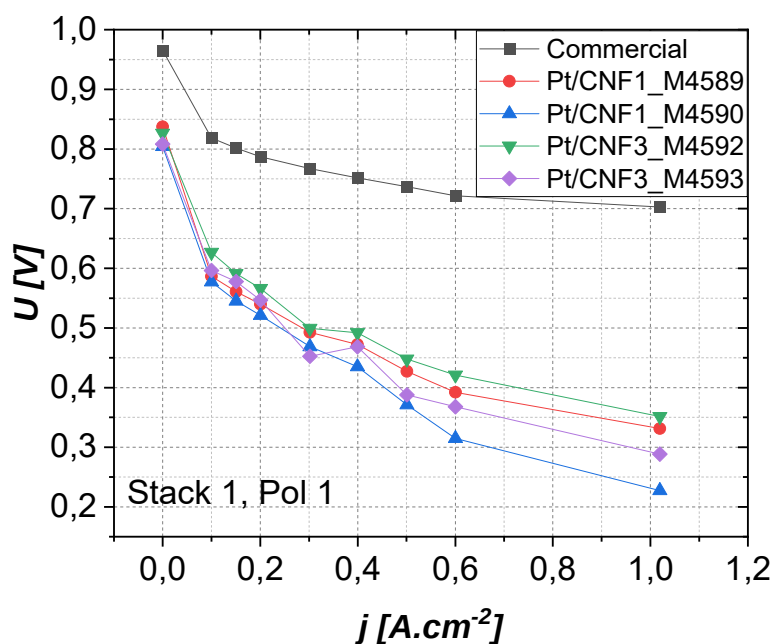


Abbildung 2.43: PEMFC-Polarisationskurven von 5-Zellen-Stack 1. M4589: 189 $\mu\text{gPt.cm}^{-2}$; M4590: 176 $\mu\text{gPt.cm}^{-2}$; M4592: 243 $\mu\text{gPt.cm}^{-2}$; M4593: 232 $\mu\text{gPt.cm}^{-2}$

Obwohl die Betriebsbedingungen des PEMFC-Stapels von denen der Einzelzelle abweichen (siehe Tabelle 1 und Tabelle 5), beträgt der Gasdruck im Stapel beispielsweise nur 1,5 bar abs. Dieser Wert entspricht dem maximal zulässigen Überdruck laut Herstellerangaben und ergibt sich aus dem Stapeldesign, während in der Einzelzelle ein Gasdruck von 2,5 bar abs vorliegt. Die Pt/CNF-Kathoden zeigen eine geringere Leistung als erwartet, basierend auf den Ergebnissen der Einzelzelle (siehe Abb. 14). Im Gegensatz dazu funktioniert das kommerzielle CCM wie erwartet, was darauf hinweist, dass der PEMFC-Stapel und die Betriebsbedingungen ordnungsgemäß arbeiten. Die reduzierte Leistung der Pt/CNF-Kathoden, einschließlich der

niedrigeren Leerlaufspannung (OCV) im Vergleich zu den Testergebnissen der Einzelzelle und zum kommerziellen CCM im Stapel, könnte auf die geringe ECSA zurückzuführen sein.

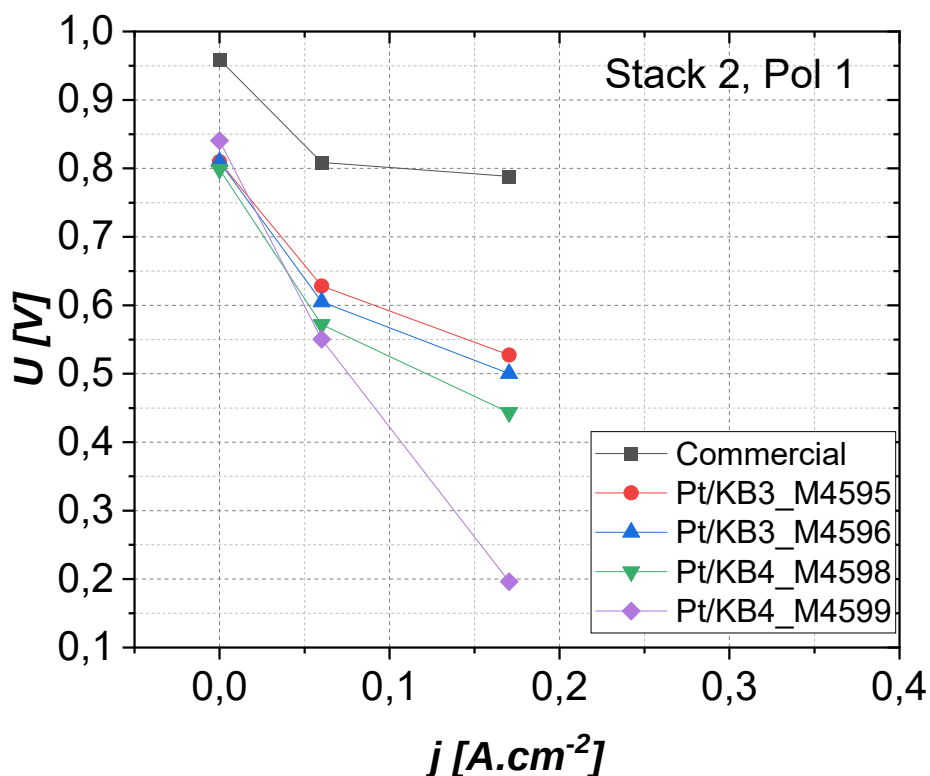


Abbildung 2.44: PEMFC-Polarizationskurven von 5-Zellen-Stack 2. M4595: 138 $\mu\text{gPt.cm}^{-2}$; M4596: 129 $\mu\text{gPt.cm}^{-2}$; M4598: 155 $\mu\text{gPt.cm}^{-2}$; M4599: 176 $\mu\text{gPt.cm}^{-2}$; 80°C, 100 % rF, Stöchiometrie = 5, $p = 1,5$ bar abs

Für Pt/KB-Kathoden wurde eine noch geringere Leistung als bei Pt/CNF-Kathoden festgestellt, was möglicherweise auf die niedrigere Pt-Belegung sowie die ebenfalls geringe ECSA zurückzuführen ist, die sich in der reduzierten OCV widerspiegelt.

Die Absenkung der relativen Luftfeuchtigkeit von 100 auf 70 % führte zu einer doppelt so hohen maximalen Stromdichte von 0,2 auf 0,4 A/cm² (Abbildung 2.44 vs. Abbildung 2.45)

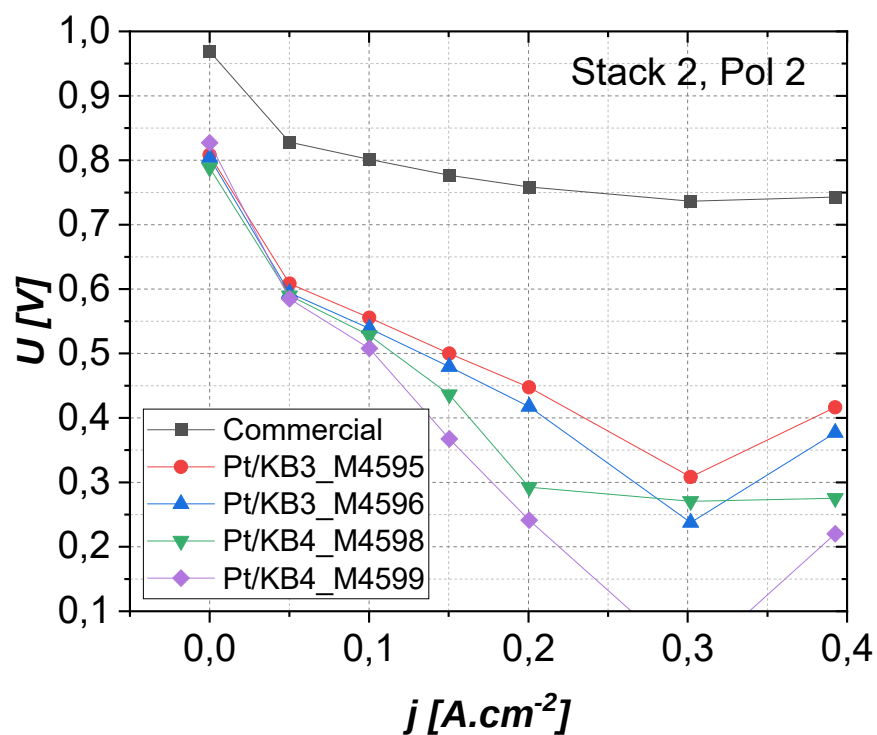


Abbildung 2.45: PEMFC-Polarisationskurven von 5-Zellen-Stack 2. M4595: 138 $\mu\text{gPt.cm}^{-2}$; M4596: 129 $\mu\text{gPt.cm}^{-2}$; M4598: 155 $\mu\text{gPt.cm}^{-2}$; M4599: 176 $\mu\text{gPt.cm}^{-2}$; 80°C, 70 % rF, $p = 1,5$ bar abs

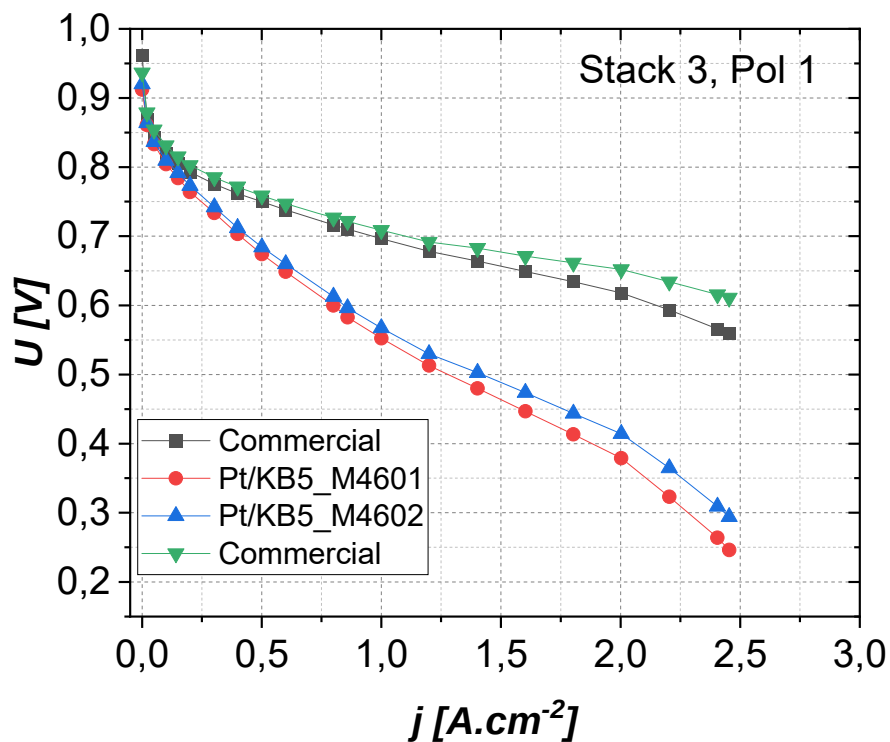


Abbildung 2.46: PEMFC-Polarisationskurven von 4-Zellen-Stack 3. M4601: 644 $\mu\text{gPt.cm}^{-2}$; M4602: 645 $\mu\text{gPt.cm}^{-2}$; 80°C, 100 % rF, $\lambda = 5$, $p = 1,5$ bar abs

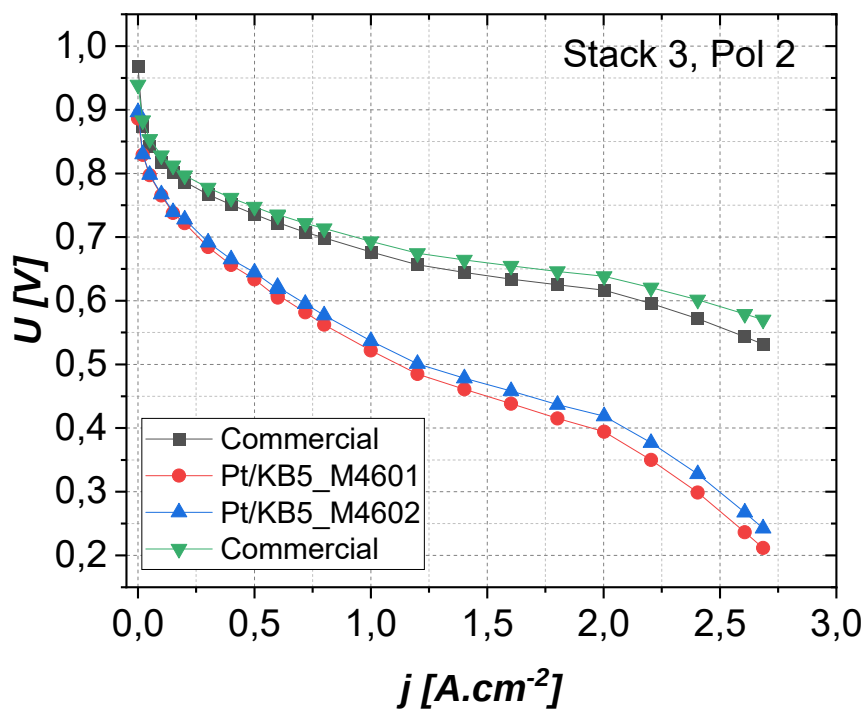


Abbildung 2.47: PEMFC-Polarizationskurven von 4-Zellen-Stack 3. M4601: $644 \mu gPt \cdot cm^{-2}$; M4602: $645 \mu gPt \cdot cm^{-2}$; $80^{\circ}C$, 70 % rF, $\lambda = 5$, $p = 1,5 \text{ bar abs}$

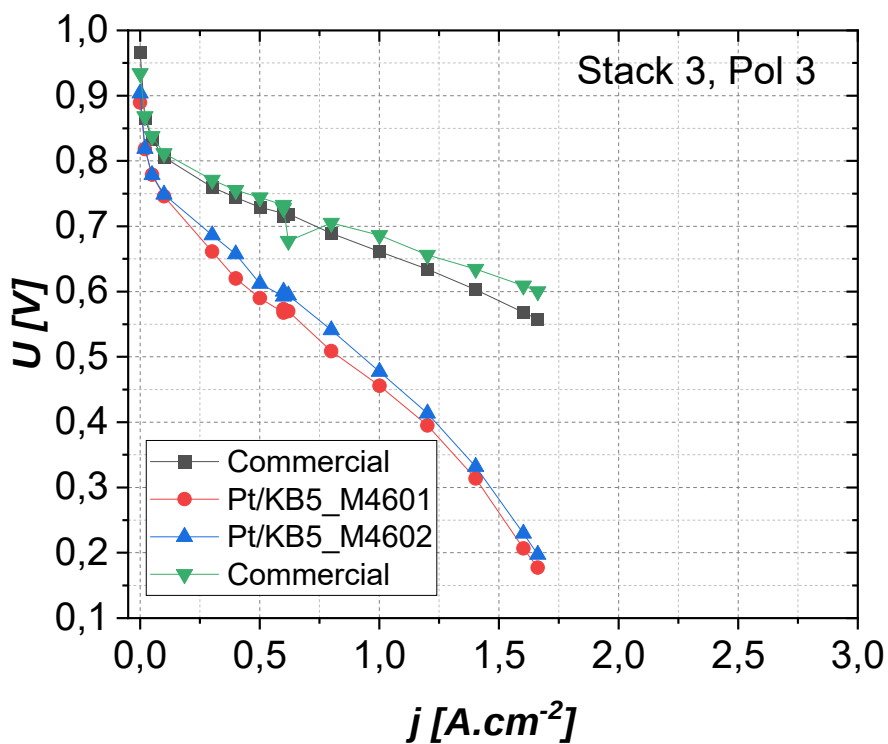


Abbildung 2.48: PEMFC-Polarizationskurven von 4-Zellen-Stack 3. M4601: $644 \mu gPt \cdot cm^{-2}$; M4602: $645 \mu gPt \cdot cm^{-2}$; $80^{\circ}C$, 70 % rF, $\lambda = 2$, $p = 1,5 \text{ bar abs}$

Die leistungsstärksten UP-MEA-Kathoden, die im WH „UP-MEA“-Roll-to-Roll-Galvanikbad mit einem speziell entwickelten WH-Elektrolyten für die Pt-Elektroabscheidung hergestellt wurden, wurden auf KB-Substrat abgeschieden und erreichten $0,70 \text{ A/cm}^2$ bei $0,6 \text{ V}$ (siehe Polkurve 2). Zum Vergleich: Die beste kommerzielle CCM erzielt $2,4 \text{ A/cm}^2$ bei $0,6 \text{ V}$. Zudem wiesen diese Kathoden die höchste OCV unter den getesteten UP-MEA-Roll-to-Roll-Kathoden auf. Die vergleichsweise hohe Leistung dieser UP-MEA-Kathoden lässt sich durch die etwa dreifach höhere Pt-Belegung erklären – 645 µgPt/cm^2 im Vergleich zu anderen UP-MEA-Kathoden.

Es ist wichtig zu beachten, dass das kommerzielle CCM ein fortschrittlicheres PEM mit niedrigerem Äquivalentgewicht (EW) und einer geringeren Dicke (15 µm) verwendet, während in den UP-MEAs ein Nafion HP mit einer Dicke von $20,3 \text{ µm}$ eingesetzt wird. Die Pt-Beladung der Kathoden des kommerziellen CCMs beträgt 400 µgPt/cm^2 .

- **Alle aufgesprühten PEM-Additiv-MEAs** verbessern die Leistung der PEMFC im Vergleich zu MEAs mit Nafion HP, hauptsächlich durch die Reduktion des **Kontaktwiderstands (R_c)**, aber auch durch niedrigere **R_{ohm} -Werte**.
- **R_{diff}** steigt bei aufgesprühten PEM-Additiv-MEAs im Vergleich zu MEAs mit Nafion HP.
- Die **galvanische Abscheidung von Pt** auf Kohlenstoffnanofasern (CNF) als Hochleistungskatalysatorträger und auf Ruß (KB) als kostengünstigem Standardträger liefert die vielversprechendsten Ergebnisse.
- **Einzelzellentests** zeigen, dass die optimale Kathoden-Pt-Belegung für galvanisch abgeschiedene Kathoden bei etwa **120 µgPt/cm^2** liegt. Eine höhere Beladung (200 µgPt/cm^2) führt unter den gegebenen Bedingungen der galvanischen Abscheidung auf CNF-Trägern mit ca. 60 Gew.-% Pt-Beladung nicht zu einer Leistungssteigerung.
- **PEMFC-Stapelexperimente** (5-4-Zellen-PEMFC-Stapel, 25 cm^2) zeigen, dass der selbst entwickelte Elektrolyt von WH und das Rolle-zu-Rolle-Galvanikbad erfolgreich für die industrielle Herstellung von Kathoden eingesetzt werden können. Eine **Optimierung der galvanischen Abscheidung** ist jedoch erforderlich, um die elektrochemisch aktive Oberfläche weiter zu maximieren und die Kathoden- sowie PEMFC-Leistung zu steigern.

3 Verwendung der Zuwendung

Forschungseinrichtung 1 (ZBT)

- Wissenschaftlich-technisches Personal (Einzelansatz A.1 des Finanzierungsplans)
 - o 17,46 PM HPA-A und 3,85 PM HPA-B. Somit insgesamt 21,32 PM. Die geringfügige Überschreitung wurde rechtzeitig angezeigt.
- Geräte (Einzelansatz B des Finanzierungsplans): nicht beantragt
- Leistungen Dritter (Einzelansatz C des Finanzierungsplans): nicht beantragt

Forschungseinrichtung 2 (WHS)

- Wissenschaftlich-technisches Personal (Einzelansatz A.1 des Finanzierungsplans)
 - o 13,5 PM HPA-A 18,0 PM HPA-B, somit insgesamt 31,5 PM.
Die geringfügige Überschreitung wurde auch hier angezeigt.
- Geräte (Einzelansatz B des Finanzierungsplans)
 - o Coatema Test Solutions Slot-Die Coater: 40.936 € brutto
- Leistungen Dritter (Einzelansatz C des Finanzierungsplans): nicht beantragt

4 Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit

Die Arbeitspakete lassen sich dem Arbeitsplan im Antrag zuordnen. Die geleistete Arbeit war für den Projekterfolg angemessen und notwendig. Der zeitliche Umfang der geleisteten Arbeit entspricht weitgehend dem im Antrag dargestellten Umfang.

Die Kooperation der zwei beteiligten Forschungseinrichtungen verlief wie geplant. Die Projektverlängerung hat weder den Arbeitsaufwand erhöht noch den Umfang des Vorhabens verändert.

Forschungseinrichtung 1 (ZBT)

Die durch FE 2 hergestellten Elektroden wurden in FE 1 mit optimiertem Ionomergehalt ummantelt, zu MEAs assembliert und als Vollzellen hinsichtlich der elektrochemischen Leistungsdaten untersucht. Der Laminierdruck wurde angepasst, um Kurzschlüsse und eine hohe Wasserstoffpenetration zu vermeiden. Darüber hinaus wurden Referenz-MEAs mit kommerziellen Katalysatoren hergestellt und getestet. Im Verlauf des Projekts wurden kommerzielle Elektrodenmaterialien, wie die Kohlenstoffnanofasern CNF-1, CNF-2 und CNF-3 sowie einige Referenzkatalysatoren (HiSPEC4000 der Firma Johnson Matthey) aus dem Sortiment genommen, was zusätzliche Arbeiten erforderlich gemacht hat, um geeignete Substitute zu finden und die Auswirkungen des Materialaustauschs auf die MEA-Leistungsdaten zu bestimmen. Die eingesetzten personellen und finanziellen Ressourcen waren dem Arbeitsumfang angemessen und notwendig, um die entsprechenden experimentellen Aufbauten zu entwickeln und zu realisieren, und anschließend damit eine ausreichende Anzahl an Messreihen durchzuführen, um die Funktionalität zu validieren und damit das Ziel des Vorhabens zu erreichen.

Forschungseinrichtung 2 (WHS)

Es wurden verschiedene Katalysatorträger sowie Elektrolytrezepturen und Zusammensetzungen an Katalysatoren untersucht. Aufgrund der Lieferverzögerungen der Schlitzdüsenanlage konnten die Beschichtungsarbeiten im Vergleich zur ursprünglichen Zeitplanung erst verzögert beginnen. Weiter wurden umfangreiche Arbeiten an der Rolle-zu-Rolle-Galvanikanlage durchgeführt, damit hier kontinuierlich Katalysatorabscheidungen durchgeführt werden können. Die prinzipielle Funktion des Aufbaus konnte gezeigt und optimiert werden. Die eingesetzten personellen und finanziellen Ressourcen waren dem Arbeitsumfang angemessen und notwendig, um die entsprechenden experimentellen Aufbauten zu entwickeln und zu realisieren, und anschließend damit eine ausreichende Anzahl an Messreihen durchzuführen, um die Funktionalität zu validieren und damit das Ziel des Vorhabens zu erreichen.

5 Darstellung des wissenschaftlich-technischen und wirtschaftlichen Nutzens

Durch das Projektvorhaben ‚UP-MEA‘ konnte gezeigt werden, dass der Prozess zur Herstellung von Elektroden und Membran-Elektroden-Anordnungen (MEA), welcher zuvor in Einzelschritten entwickelt wurde, in einen kontinuierlichen Produktionsprozess überführt werden kann. Die einzelnen Arbeitsschritte wurden hierfür unabhängig voneinander bezüglich einer Überführbarkeit in einen Rolle-zu-Rolle-(R2R-)Prozess untersucht. Die Aufbringung kohlenstoffbasierter Katalysatorträgermaterialien auf poröse Gasdiffusionslagen, welche bisher durch einen Ultraschall-Sprühprozess vorgenommen wurde, konnte durch ein Schlitzdüsenverfahren realisiert werden, welches für den R2R-Prozess geeignet ist. Die Aufbringung von Katalysatormaterial durch galvanische Abscheidung, welche Vorteile in Bezug auf Materialausnutzung und Langzeitstabilität gegenüber einer Sprühbeschichtung aufweist, konnte ebenfalls durch einen Roll-Galvanik-Aufbau realisiert werden, wodurch die prinzipielle Eignung des Verfahrens für den kontinuierlichen Produktionsprozess demonstriert werden konnte. Die Assemblierung von Elektroden und Membranen im R2R-Verfahren ist bereits Stand der Technik und wurde im Rahmen des Projektvorhabens ‚UP-MEA‘ nicht weiterverfolgt. Stattdessen wurde ein Ansatz zur additiven Fertigung von MEA durch das Aufbringen eines protonenleitenden Ionomermaterials direkt auf die zuvor präparierten Elektroden untersucht. Auch dieser Prozess kann potentiell für den Einsatz im R2R-Verfahren genutzt werden.

Die im Rahmen des Projektvorhabens ‚UP-MEA‘ erzielten Ergebnisse trugen unter anderem dazu bei, dass seitens mehrerer Mitarbeiter der Westfälischen Hochschule ein Exist-Vorhaben beantragt und genehmigt wurde mit dem Ziel, ein Unternehmen zur Herstellung von Elektroden und MEA für Brennstoffzellen und Elektrolyseure im kontinuierlichen Rolle-zu-Rolle-Prozess zu gründen. Anfang des Jahres 2024 konnte im Zuge der weiteren Entwicklung die ‚Hydrogenea GmbH‘ offiziell gegründet werden, welche seither intensiv an der Weiterentwicklung des Verfahrens arbeitet. Die Verwertung der Ergebnisse des Vorhabens im kmU-Bereich ist somit unmittelbar gegeben.

Darüber hinaus nutzen die beteiligten Forschungseinrichtungen die erzielten Ergebnisse, um darauf aufbauend weitere Forschungsvorhaben anzustoßen. Außerdem fließen die Ergebnisse seitens der Westfälischen Hochschule in die Lehre und wissenschaftliche Weiterbildung ein.

6 Ergebnistransfer in die Wirtschaft

Durchgeführte Transfermaßnahmen:

- Maßnahme A: Das Vorhaben wurde inkl. Projektziel und Förderkennzeichen im Forschungsbericht der WH erwähnt, welcher im Laufe des Jahres 2023 veröffentlicht wurde.
- Maßnahme B: Vorstellung des Projekts durch Mitarbeiter der WH während des Besuchs auf der Hannovermesse 2022, 2023 und 2024 sowie bilateraler Austausch mit Teilnehmern des projektbegleitenden Ausschusses.
- Maßnahme B: Vorstellung des Projekts und der Ergebnisse durch Mitarbeiter der WH im Rahmen eines Auftritts des Westfälischen Energieinstituts auf der Messe ‚hy-fcell‘ vom 13. bis 14. September 2023 in Stuttgart.
- Maßnahme B: Vorstellung des Projekts und der Ergebnisse durch Mitarbeiter der WH im Rahmen eines Auftritts des Westfälischen Energieinstituts auf der Messe ‚Hydrogen Technology Expo Europe‘ vom 27. bis 28. September 2023 in Bremen.
- Maßnahme B: 21-22.09.2022: Teilnahme an AiF Brennstoffzellen Allianz, I. Radev FE1, P. Podleschny FE2, F. Wirkert FE2, D. Sandbeck FE1, A. Neuwinger FE2, M. Brodmann FE2, V. Peinecke FE1, Poster “New method for continuous production of highly stable and high-performance electrodes and MEAs based on galvanic coating processes for PEMFC (UP-MEA)”
- Maßnahme C: Vorstellen des Projekts auf der Internetseite der WH.
- Maßnahme D: 1. Sitzung des projektbegleitenden Ausschusses im Rahmen des Kick-Off Meeting am 08.07.2021.
- Maßnahme D: 2. Sitzung des projektbegleitenden Ausschusses am 16.05.2023
- Maßnahme D: 3. Sitzung des projektbegleitenden Ausschusses am 18.03.2024
- Maßnahme D: 4. Sitzung des projektbegleitenden Ausschusses am 23.08.2024
- Maßnahme E: Vorstellung des Projekts beim KOOP-Kaffee der WH, Postertitel: „Konstruktion und Aufbau einer Galvanikanlage zur kontinuierlichen Katalysatorabscheidung basierend auf Kohlenstoffsubstraten“, Finn Lenkewitz, 04. Mai 2022
- Maßnahme E: Vorstellung des Projekts beim KOOP-Kaffee der WH, Postertitel: „Parameteroptimierung eines semikontinuierlichen Schlitzdüsenbeschichtungsprozess zum Auftrag von Katalysatorträgern auf Gasdiffusionssystemen für Elektroden angewandt in PEM-Brennstoffzellen“, 24.04.2024
- Maßnahme F: Bachelorarbeit von Finn Lenkewitz 06/2022, Titel: Konstruktion und Aufbau einer Galvanikanlage zur kontinuierlichen Katalysatorabscheidung basierend auf Kohlenstoffsubstraten
- Maßnahme F: Masterarbeit von Julia Niewerth 2024, Titel: Entwicklung und Parametrisierung eines Schlitzdüsenbeschichtungsprozesses zum Auftrag einer homogenen Kohlenstoffnanofaser-Katalysatorträgerschicht auf Gasdiffusionslagen für Polymerelektrolytmembran-Brennstoffzellen

Geplante Maßnahmen:

- Maßnahme B: Vorstellung des Projekts und der Ergebnisse durch Mitarbeiter der WH im Rahmen eines Auftritts des Westfälischen Energieinstituts auf der Hannovermesse 2025 vom 31.03.2025 bis 04.04.2025.
- Maßnahme B: Vorstellung des Projekts und der Ergebnisse durch Mitarbeiter der WH im Rahmen eines Auftritts des Westfälischen Energieinstituts auf der Messe ‚Hydrogen Technology Expo Europe‘ vom 21. bis 23. Oktober 2025 in Hamburg.
- Maßnahme E: Vorstellung des Projekts bei ‚Campus meets Business der WH, geplanter Titel: „Entwicklung und Validierung einer neuartigen Methode zur kontinuierlichen Produktion von Elektroden auf Basis galvanischer Prozesse angewandt in PEM-Brennstoffzellen“, 07.05.2025

6.1 Einschätzung zur Realisierbarkeit des Transferplans

Die Realisierbarkeit der noch ausstehenden Maßnahmen wird nach den bisherigen Erfahrungen als hoch eingeschätzt.

7 Referenzen

- [1] S3 Alliance. PRISM-400 Benchtop Ultrasonic Spray Coating System - S3 Alliance. [September 11, 2024]; Available from: <https://s3-alliance.com/products/prism-benchtop-bt/>.
- [2] Colin Busby, W. L. Gore & Associates, Inc. Manufacturing of Low-Cost, Durable Membrane Electrode Assemblies Engineered for Rapid Conditioning - DOE Hydrogen and Fuel Cells Program FY 2014 Annual Progress Report.
- [3] Jay s. Hulett. METHOD OF MAKING MEA FOR PEM/SPE FUEL CELL(US6,074,692); 2000.
- [4] Yoichi Suzuki, Tomoya Nomura, Takuya Kosaka, Shinichi Nishimura. METHOD FOR MANUFACTURING REINFORCED MEMBRANE ELECTRODE ASSEMBLY AND REINFORCED MEMBRANE ELECTRODE ASSEMBLY(US 2012/0219874 A1).

8 Anhang: Tabelle der getesteten MEAs in PEMFC

MEA-Nr. (ZBT)	Details: Kathode WHS	Kathode "WH Bezeichnung"	Kathode: Pt- Belegung [$\mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$] RFA; ICP- MS	Katalysa- torträger	Träger- Belegung [$\mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$]	Plasma	Pulse (Zyklen - Anzahl ; Strom; ton; t off)	Elektro- lyt
M330 4	Ka: CNF 2; 87 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$; mCNF=0,4771g; plasmaaktiviert; Pt Wieland; 12 Zyklen; 1A; 1s/60s; Aquivion 0,7862;			CNF 1	87	ja	12 Zykl. / 1 A / 1 s / 60 s	
M330 5	H23C8;mCNF=048 4; Pt beschichtet Wieland; CNF Beladung unbekannt; ohne Aktivierung; Aquivion 0,785			CNF 1	19	nein	12 Zykl. / 1 A / 1 s / 60 s	
M336 4	H23C8 ; verpresst mit 5kN	ZBT	100.0	KB600 (High surface)	150	nein		
M336 5	H23C8 ; verpresst mit 5kN	ZBT	100.0	KB600 (High surface)	150	nein		
M336 6	H23C8 ; verpresst mit 5kN	ZBT	100.0	KB600 (High surface)	150	nein		
M336 7	H23C9 ; verpresst mit 5kN	ZBT	100.0	KB600 (High surface)	150	nein		
M336 8	H23C9 ; verpresst mit 5kN	ZBT	100.0	KB600 (High surface)	150	nein		
M336 9	Ka: WHS 4, CNF (CNF 1, 87 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$), plasmaaktiviert	WHS 4	115.4	CNF 1	87			Metalor
M337 0	Ka: WHS 3, CNF (CNF 1, 87 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$), plasmaaktiviert	WHS 3	159.8 (RFA 08.06.2022)	CNF 1	87			Metalor
M337 1	Ka: WHS 1, CNF (CNF 2, 91 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$), plasmaaktiviert	WHS 1	108.8 (RFA 08.06.2022)	CNF 2	91			Metalor
M337 3	Ka: WHS 2, CNF (CNF 2, 91 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$), plasmaaktiviert	WHS 2	157 (RFA 08.06.2022)	CNF 2	91			Metalor
M337 4	Ka: WHS 5, CNF (CNF 2, 87 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$), nicht plasmaaktiviert	WHS 5		CNF 2	87			Metalor
M337 5	Ka: WHS 6, CNF (CNF 2, 87 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$), nicht plasmaaktiviert	WHS 6		CNF 2	87			Metalor
M337 6	Ka: WHS 7, CNF (CNF 2, 80 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$), nicht plasmaaktiviert	WHS 7		CNF 2	80			Metalor
M337 7	Ka: WHS 8, CNF (CNF 2, 80 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$),	WHS 8		CNF 2	80	nein	12	Metalor

	nicht plasmaaktiviert							
M3500	Ka: WHS #Z11, CNF (CNF 2, 91µg /cm²), plasmaaktiviert	#Z11		CNF 2	91	ja	12	
M3552	Ka: WHS #Z71, CNF 2, 89µg /cm², nicht plasmaaktiviert	#Z71	117.2 (RFA); 90 (ICP-MS)	CNF 2	89	nein	12	Wielan d
M3553	Ka: WHS #Z72, CNF 2, 89µg /cm², nicht plasmaaktiviert	#Z72	125.8 (RFA); 90 (ICP-MS)	CNF 2	89	nein	12	Wielan d
M3554	Ka: WHS #Z73, CNF 2, 89µg /cm², nicht plasmaaktiviert	#Z73	123.8 (RFA)	CNF 2	89	nein	12	Wielan d
M3555	Ka: WHS #Z74, CNF 2, 89µg /cm², nicht plasmaaktiviert	#Z74	123.6 (RFA)	CNF 2	89	nein	12	Wielan d
M3556	Ka: WHS #Z75, CNF 1, 85µg /cm², nicht plasmaaktiviert	#Z75	94.4 (RFA)	CNF 1	85	nein	12	Wielan d
M3557	Ka: WHS #Z76, CNF 1, 85µg /cm², nicht plasmaaktiviert	#Z76	78.2 (RFA)	CNF 1	85	nein	12	Wielan d
M3558	Ka: WHS #Z77, CNF 1, 85µg /cm², nicht plasmaaktiviert	#Z77	116.4 (RFA)	CNF 1	85	nein	12	Wielan d
M3559	Ka: WHS #Z78, CNF 1, 85µg /cm², nicht plasmaaktiviert	#Z78	116.4 (RFA)	CNF 1	85	nein	12	Wielan d
M3566	Ka: WHS #Z95, Carbon black 77µg /cm²; Ionomer 33µg /cm²; Prog B_GDE	#Z95	110 (ICP- MS)	Carbon black Ketjen Black 600	77 (+33 - Ionomer)	nein	12	Wielan d
M3567	Ka: WHS #Z96, Carbon black 77µg /cm²; Ionomer 33µg /cm²; Prog B_GDE	#Z96	110 (ICP- MS)	Carbon black Ketjen Black 600	77 (+33 - Ionomer)	nein	12	Wielan d
M3568	Ka: WHS #Z99, Graphen 221µg /cm²; Ionomer 124µg /cm²; Prog A ICCM	#Z99	77 (ICP- MS)	Graphen	221 (+124 - Ionomer)	nein	12	Wielan d
M3569	Ka: WHS #Z100, Graphen 221µg /cm²; Ionomer 124µg /cm²; Prog B_GDE	#Z100	77 (ICP- MS)	Graphen	221 (+124 - Ionomer)	nein	12	Wielan d
M3583	Ka 7: WHS CNF 1, 87µg, GDE	Ka 7	X (RFA 14.12.2021)	CNF 1	87		6 Zykl. / 2 A / 500 ms / 60s	Metalor
M3584	Ka 8: WHS CNF 1, 87µg, GDE	Ka 8	31.8 (RFA 14.12.2021)	CNF 1	87		6 Zykl. / 2 A / 1000	Metalor

							ms / 60s	
M3585	Ka: WHS #Z104, Graphit 113µg /cm ² ; Auivion 49µg /cm ² ; Prog B_GDE	#Z104		Graphit	113 (+49 - lonomer Aquivion)	nein	12	Wieland
M3586	Ka: WHS #Z105, Graphit 113µg /cm ² ; Auivion 49µg /cm ² ; Prog B_GDE	#Z105		Graphit	113 (+49 - lonomer Aquivion)	nein	12	Wieland
M3615	Ka 1: WHS CNF 1, 87µg, GDE	Ka 1	162 (RFA 14.12.2021)	CNF 1	87		1000 Zykl. / 2 A / 10 ms / 200 ms	Metalor
M3616	Ka 2: WHS CNF 1, 87µg, GDE	Ka 2	141.5 (RFA 14.12.2021)	CNF 1	87		1000 Zykl. / 2 A / 15 ms / 200 ms	Metalor
M3617	Ka 3: WHS CNF 1, 87µg, GDE	Ka 3	523.8 (RFA 14.12.2021)	CNF 1	87		1000 Zykl. / 2 A / 20 ms / 200 ms	Metalor
M3618	Ka 4: WHS CNF 1, 87µg, GDE	Ka 4	565.8 (RFA 14.12.2021)	CNF 1	87		1000 Zykl. / 2 A / 25 ms / 200 ms	Metalor
M3619	Ka 5: WHS CNF 1, 87µg, GDE	Ka 5	250 (RFA 14.12.2021)	CNF 1	87		500 Zykl. / 2 A / 25 ms / 200 ms	Metalor
M3620	Ka 6: WHS CNF 1, 87µg, GDE	Ka 6	696 (RFA 14.12.2021)	CNF 1	87		500 Zykl. / 2 A / 50 ms / 200 ms	Metalor
M3621	Ka 9: WHS CNF 1, 85µg, GDE	Ka 9	33.7 (RFA 14.12.2021)	CNF 1	85		8 Zykl. / 2 A / 1000 ms / 60s	Metalor
M3632	Ka 10: WHS CNF 1, 85µg, GDE	Ka 10	264.4 (RFA 14.12.2021)	CNF 1	85		10 Zykl. / 2 A / 1000 ms / 60s	Metalor
M3633	Ka 11: WHS CNF 1, 87µg, GDE	Ka 11	X (RFA 14.12.2021)	CNF 1	85		12 Zykl. / 2 A / 500 ms / 60s	Metalor
M3634	Ka 12: WHS CNF 1, 85µg, GDE	Ka 12	256.2 (RFA 14.12.2021)	CNF 1	85		12 Zykl. / 2 A / 1000 ms / 60s	Metalor
M3836 (WHS - MEA) #Z112	#Z112: Pt/KB600 77 µg.cm-2 KB; 33 µg.cm-2 lonomer; 480 µg.cm-2 lonomer-Impregnung;	#Z112		Carbon black Ketjen Black 600	77 (+33 - lonomer Aquivion) + 450 µg/cm2 lonomer-Impreg	nein	12	

	Nafion HP; Anode: Pt/C 0.5 mg							
M392 5	#Z115 CNF-3	#Z115						
M392 6	#Z117 CNF-3	#Z117						
M392 7	#Z116 CNF-3	#Z116						
M392 8	#Z119 CB + Aquivion	#Z119						
M392 9	#Z122 CB + Aquivion	#Z122						
M393 0	#Z120 CB + Aquivion	#Z120						
M397 5	aus gesprühtem Nafion D521 hergestellte Membran; Pt/C High surface (kommerziell); Referenz Additive MEA							
M397 6	aus gesprühtem Nafion D521 hergestellte Membran; Pt/C High surface (kommerziell); Referenz Additive MEA							
WHS- MEA #Z11 0 (WHS - MEA)	#Z110: Pt/KB 77 µg.cm-2 KB; 33 µg.cm-2 Ionomer; 470 µg.cm-2 Ionomer- Impregnierung; Nafion HP; Anode: Pt/C 0.5 mg	#Z110		Carbon black Ketjen Black 600		nein	12	
WHS- MEA #Z11 1 (WHS - MEA) Priorit ät	#Z111: Pt/KB 77 µg.cm-2 KB; 33 µg.cm-2 Ionomer; 540 µg.cm-2 Ionomer- Impregnierung; Nafion HP; Anode: Pt/C 0.5 mg	#Z111		Carbon black Ketjen Black 600		nein	12	
M398 4	ICCM_An//GDE_Ka WHS Z152	Z152	130	CNF (65 µgCNF.c m-2)		nein		
M400 2	ICCM_An//GDE_Ka WHS Z158(beschädigt)	Z158 (beschädigt)	200	CNF (120 µgCNF.c m-2)		nein		
M400 3	gesprühte Membran; + Dichtung zw. GDEs; Ka: WHS Z150	Z150	130	CNF (65 µgCNF.c m-2)		nein		
M400 4	gesprühte Membran; + Dichtung zw. GDEs; Ka: WHS Z151	Z151	130	CNF (65 µgCNF.c m-2)		nein		
M400 5	gesprühte Membran; + Dichtung zw. GDEs; Ka: WHS Z156	Z156	200	CNF (120 µgCNF.c m-2)		nein		

M4006	gesprühte Membran; + Dichtung zw. GDEs; Ka: WHS Z157	Z157	200	CNF (120 $\mu\text{gCNF.c m-2}$)		nein		
M4138	An:iccm; Ka:GDE; Referenz MEA	An:iccm; Ka:GDE; Referenz MEA				nein		
M4146	An:iccm; Ka:GDE; Referenz MEA	An:iccm; Ka:GDE; Referenz MEA				nein		
M4170	gesprühte Nafion D2020 Membran; + Dichtung zw. GDEs; Ka: WHS Z159	Z159	190	KB (EC600) (120 $\mu\text{gKB.cm -2}$)		nein		
M4171	gesprühte Nafion D2020 Membran; + Dichtung zw. GDEs; Ka: WHS Z160	Z160	190	KB (EC600) (120 $\mu\text{gKB.cm -2}$)		nein		
M4172	gesprühte Nafion D2020 Membran; + Dichtung zw. GDEs; Ka: WHS Z161	Z161	190	KB (EC600) (120 $\mu\text{gKB.cm -2}$)		nein		
M4173	gesprühte Nafion D2020 Membran; + Dichtung zw. GDEs; Ka: WHS Z162	Z162	190	80%CNF +20%Gra phene (120 $\mu\text{gKB.cm -2}$) (wie Z156-Z158 aber mit Graphen)		nein		
M4174	gesprühte Nafion D2020 Membran; + Dichtung zw. GDEs; Ka: WHS Z163	Z163	190	80%CNF +20%Gra phene (120 $\mu\text{gKB.cm -2}$) (wie Z156-Z158 aber mit Graphen)		nein		
M4175	gesprühte Nafion D2020 Membran; + Dichtung zw. GDEs; Ka: WHS Z164	Z164	190	80%CNF +20%Gra phene (120 $\mu\text{gKB.cm -2}$) (wie Z156-Z158 aber mit Graphen)		nein		
M4176	gesprühte Nafion D2020 Membran; + Dichtung zw. GDEs; Ka: WHS Z165	Z165	190	CNT (120 $\mu\text{gCNT.c m-2}$)		nein		
M4177	gesprühte Nafion D2020 Membran; + Dichtung zw. GDEs; Ka: WHS Z166	Z166	190	CNT (120 $\mu\text{gCNT.c m-2}$)		nein		

M417 8	gesprühte Nafion D2020 Membran; + Dichtung zw. GDEs; Ka: WHS Z167	Z167	190	CNT (120 µgCNT.c m-2)		nein		
M446 0	Ka: #Z161 + Aquivion D83-24B	Z161	120	CNF (153 µgCNF.c m-2)		nein		
M446 1	Ka: #Z162 + Aquivion D83-24B	Z162	120	CNF (153 µgCNF.c m-2)		nein		
M446 2	Ka: #Z165 + Aquivion D83-24B	Z165	233	CNF (153 µgCNF.c m-2)		nein		
M446 3	Ka: #Z167 + Aquivion D83-24B	Z167	233	CNF (153 µgCNF.c m-2)		nein		
M454 5	Ka: #Z196 + Aquivion D83-24B	Z196	260	CNF (161 µgCNF.c m-2)		nein		
M454 6	Ka: #Z195 + Aquivion D83-24B	Z195	268	CNF (161 µgCNF.c m-2)		nein		
M454 7	Ka: #Z193 + Aquivion D83-24B	Z193	120	CNF (161 µgCNF.c m-2)		nein		
M454 8	Ka: #Z191 + Aquivion D83-24B	Z191	131	CNF (161 µgCNF.c m-2)		nein		
M458 9	ZBT tests in 5-cell PEMFC stack: WH-Kathode von Rolle-zu-Rolle Galvanikbad „UP-MEA“, WH-Elektrolyt; ZBT-Anode; ZBT-MEA	Ka: CNF1_ob en[1] 0,189mg Pt/cm²	146 (RFA von ZBT)	CNF1		nein		
M459 0	ZBT tests in 5-cell PEMFC stack: WH-Kathode von Rolle-zu-Rolle Galvanikbad „UP-MEA“, WH-Elektrolyt; ZBT-Anode; ZBT-MEA	Ka: CNF1_ob en[2] 0,176mg Pt/cm²	146 (RFA von ZBT)	CNF1		nein		
M459 1	ZBT tests in 5-cell PEMFC stack: WH-Kathode von Rolle-zu-Rolle Galvanikbad „UP-MEA“, WH-Elektrolyt; ZBT-Anode; ZBT-MEA	Ka: CNF1_ob en[3] 0,169mg Pt/cm²	146 (RFA von ZBT)	CNF1		nein		
M459 2	ZBT tests in 5-cell PEMFC stack: WH-Kathode von Rolle-zu-Rolle Galvanikbad „UP-MEA“, WH-Elektrolyt; ZBT-Anode; ZBT-MEA	Ka: CNF3_un ten[1] 0,243mg Pt/cm²	180 (RFA von ZBT)	CNF3		nein		
M459 3	ZBT tests in 5-cell PEMFC stack: WH-Kathode von Rolle-zu-Rolle Galvanikbad „UP-MEA“, WH-	Ka: CNF3_un ten[2] 0,232mg Pt/cm²	180 (RFA von ZBT)	CNF3		nein		

	Elektrolyt; ZBT-Anode; ZBT-MEA							
M4594	ZBT tests in 5-cell PEMFC stack: WH-Kathode von Rolle-zu-Rolle Galvanikbad „UP-MEA“, WH-Elektrolyt; ZBT-Anode; ZBT-MEA	Ka: CNF3_un ten[3] 0,223mg Pt/cm ²	180 (RFA von ZBT)	CNF3		nein		
M4595	ZBT tests in 5-cell PEMFC stack: WH-Kathode von Rolle-zu-Rolle Galvanikbad „UP-MEA“, WH-Elektrolyt; ZBT-Anode; ZBT-MEA	Ka: KB3_un ten[1] 0,138mg Pt/cm ²	102 (RFA von ZBT)	KB3		nein		
M4596	ZBT tests in 5-cell PEMFC stack: WH-Kathode von Rolle-zu-Rolle Galvanikbad „UP-MEA“, WH-Elektrolyt; ZBT-Anode; ZBT-MEA	Ka: KB3_un ten[2] 0,129mg Pt/cm ²	102 (RFA von ZBT)	KB3		nein		
M4597	ZBT tests in 5-cell PEMFC stack: WH-Kathode von Rolle-zu-Rolle Galvanikbad „UP-MEA“, WH-Elektrolyt; ZBT-Anode; ZBT-MEA	Ka: KB3_un ten[3] 0,132mg Pt/cm ²	102 (RFA von ZBT)	KB3		nein		
M4598	ZBT tests in 5-cell PEMFC stack: WH-Kathode von Rolle-zu-Rolle Galvanikbad „UP-MEA“, WH-Elektrolyt; ZBT-Anode; ZBT-MEA	Ka: KB4_un ten[1] 0,155mg Pt/cm ²	130 (RFA von ZBT)	KB4		nein		
M4599	ZBT tests in 5-cell PEMFC stack: WH-Kathode von Rolle-zu-Rolle Galvanikbad „UP-MEA“, WH-Elektrolyt; ZBT-Anode; ZBT-MEA	Ka: KB4_un ten[2] 0,176mg Pt/cm ²	130 (RFA von ZBT)	KB4		nein		
M4600	ZBT tests in 5-cell PEMFC stack: WH-Kathode von Rolle-zu-Rolle Galvanikbad „UP-MEA“, WH-Elektrolyt; ZBT-Anode; ZBT-MEA	Ka: KB4_un ten[3] 0,170mg Pt/cm ²	130 (RFA von ZBT)	KB4		nein		
M4601	ZBT tests in 5-cell PEMFC stack: WH-Kathode von Rolle-zu-Rolle Galvanikbad „UP-MEA“, WH-Elektrolyt; ZBT-Anode; ZBT-MEA	Ka: KB5_obe n[1] 0,644mg Pt/cm ²	492 (RFA von ZBT)	KB5		nein		

M460 2	ZBT tests in 5-cell PEMFC stack: WH-Kathode von Rolle-zu-Rolle Galvanikbad „UP-MEA“, WH-Elektrolyt; ZBT-Anode; ZBT-MEA	Ka: KB5_oben[2] 0,645mg Pt/cm ²	492 (RFA von ZBT)	KB5		nein		
M460 3	ZBT tests in 5-cell PEMFC stack: WH-Kathode von Rolle-zu-Rolle Galvanikbad „UP-MEA“, WH-Elektrolyt; ZBT-Anode; ZBT-MEA	Ka: KB5_oben[3] 0,608mg Pt/cm ²	492 (RFA von ZBT)	KB5		nein		
M460 8	ZBT tests in 5-cell PEMFC stack: WH-Kathode von Rolle-zu-Rolle Galvanikbad „UP-MEA“, WH-Elektrolyt; ZBT-Anode; ZBT-MEA	Gore PRIMEA Referenz MEA A510.1/M 820.15/C 580.4	400 (Hersteller)	commercial CCM		nein		
M460 9	ZBT tests in 5-cell PEMFC stack: WH-Kathode von Rolle-zu-Rolle Galvanikbad „UP-MEA“, WH-Elektrolyt; ZBT-Anode; ZBT-MEA	Gore PRIMEA Referenz MEA A510.1/M 820.15/C 580.4	400 (Hersteller)	commercial CCM		nein		