



forschen.
vernetzen.
anwenden.

Innovationsreport 2025

Industrielle Gemeinschaftsforschung

IGF-Forschungsvorhaben 01IF22598N / 22598 N

Selbsttragende, strukturierte, elektrogesponnene Kohlenstoffnanofaservlies-basierte Hochleistungs-Katalysatorschichten für PEM-Brennstoffzellen (FASER-KAT)

Laufzeit:

01.09.2022 – 31.08.2025

Beteiligte Forschungsstelle(n):

Deutsches Textilforschungszentrum NW gGmbH (DTNW)
Krefeld

Zentrum für BrennstoffzellenTechnik ZBT GmbH
Duisburg

Schlussbericht vom 31.01.2026

zum IGF-Vorhaben 01IF22598N

Thema

Selbsttragende, strukturierte, elektrogesponnene Kohlenstoffnanofaservlies basierte Hochleistungs-Katalysatorschichten für PEM Brennstoffzellen (**FASER-KAT**)

Berichtszeitraum

01.09.2022 bis 31.08.2025

Forschungsvereinigung

Institut für Umwelt & Energie, Technik & Analytik e. V.
Bliersheimer Str. 58 – 60
47229 Duisburg

Forschungseinrichtungen

FE 1: Deutsches Textilforschungszentrum Nord-West gGmbH (DTNW)
Adlerstr. 1
47798 Krefeld

FE 2: Zentrum für Brennstoffzellen Technik GmbH
Carl-Benz-Straße 201
47057 Duisburg

Inhaltsverzeichnis

1	Durchgeführte Arbeiten und Ergebnisse	3
1.1	Arbeitspaket 1: Parameteroptimierung des Elektrosplinnens von CNF-Vliesen	3
1.2	Arbeitspaket 2: Oxidierung und Carbonisierung elektrogewebener PAN-Vliese zu CNF-Vliesen	5
1.3	Arbeitspaket 3: Ex-Situ-Charakterisierung der CNF-Vliese	7
1.4	Arbeitspaket 4: Herstellung Pt/CNF-Katalysatorstrukturen.....	14
1.5	Arbeitspaket 5: Ex-Situ-Charakterisierung: Pt-Belegungsmessung und EIS.....	16
1.6	Arbeitspaket 6: Iterative Optimierung von PAN-, CNF- und Pt/CNF-Vliesen auf der Basis der Ex-Situ-Vorcharakterisierung	20
1.7	Arbeitspaket 7: Herstellung von CCMs mit Pt/CNF-Vliesen-Kathoden.....	22
1.8	Arbeitspaket 8: PEMFC-Tests	22
1.9	Arbeitspaket 9: Iterative Optimierung von Pt/CNF-Vliesen und CCM auf der Basis kombinierter Ex und In Situ-Ergebnisse.....	26
1.10	Arbeitspaket 10: Bewertung der Skalierbarkeit der Pt/CNF-Vlies-CCM-Herstellung.....	31
2	Verwendung der Zuwendung.....	32
3	Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit	32
4	Darstellung des wissenschaftlich-technischen und wirtschaftlichen Nutzens der erzielten Ergebnisse insbesondere für KMU sowie ihres innovativen Beitrags und ihrer industriellen Anwendungsmöglichkeiten	32
5	Wissenstransfer in die Wirtschaft	34
6	Durchgeführte Transfermaßnahmen.....	34
7	Geplante spezifische Transfermaßnahmen nach der Projektlaufzeit	35
8	Literaturverzeichnis	36

1 Durchgeführte Arbeiten und Ergebnisse

Im Projekt FASER-KAT wurden neuartige selbsttragende, strukturierte und elektrogesponnene Kohlenstoffnanofaservliese (CNF-Vliese) als Katalysatorschichten für Polymer-Elektrolyt-Membran-Brennstoffzellen (PEMFC) entwickelt und hinsichtlich Ihrer Eignung als Hochleistungskatalysatorschicht untersucht. Ziel des Vorhabens war es, durch eine gezielte Auslegung der Platin/CNF-Vliese und der daraus hergestellten katalysatorbeschichteten Membranen die elektrochemische Leistung und Haltbarkeit von PEMFC zu steigern.

Das Deutsche Textilforschungszentrum Nord-West gGmbH (DTNW) war im Wesentlichen für die Entwicklung, Herstellung und der Charakterisierung der elektrogesponnenen Polyacrylnitril (PAN) und CNF-Vliese sowie der platinbeladenen Katalysatorstrukturen verantwortlich, während das Zentrum für Brennstoffzellen Technik GmbH (ZBT) die Integration dieser Materialien in Membran-Elektroden-Einheiten (MEA), die elektrochemische Charakterisierung in der Brennstoffzelle sowie die Bewertung der Skalierbarkeit des Anwendungspotenzials übernahm.

1.1 Arbeitspaket 1: Parameteroptimierung des Elektrospinnens von CNF-Vliesen

Da die Mikrostruktur der späteren Kohlenstoffnanofaservliese maßgeblich durch die vorgelagerten Elektrospinnbedingungen bestimmt wird, war zunächst eine gezielte Optimierung der Spinnparameter für die Herstellung der PAN-Vliese erforderlich.

Die Prozessparameter für PAN basierte Vliese wurden so eingestellt, dass nach Oxidation zu PAN_{OX} und anschließender Carbonisierung zu CNF-Vliesen eine an die Funktion als Katalysatorschicht angepasste Leitfähigkeit, Porenstruktur und Medientransport gewährleistet sind. Hierzu wurden sowohl Parameter der Spinnlösung als auch die Prozessparameter systematisch variiert. Zunächst wurden verschiedene PAN-Copolymere mit unterschiedlichen Molmassen und Zusammensetzungen untersucht, bei denen Methylacrylat (MA), Methacrylsäure (MAA), Itaconsäure (ITA) oder auch Vinylacetat (VA) als Comonomere zur gezielten Einstellung der thermischen Eigenschaften und des Oxidationsverhaltens eingesetzt wurden.

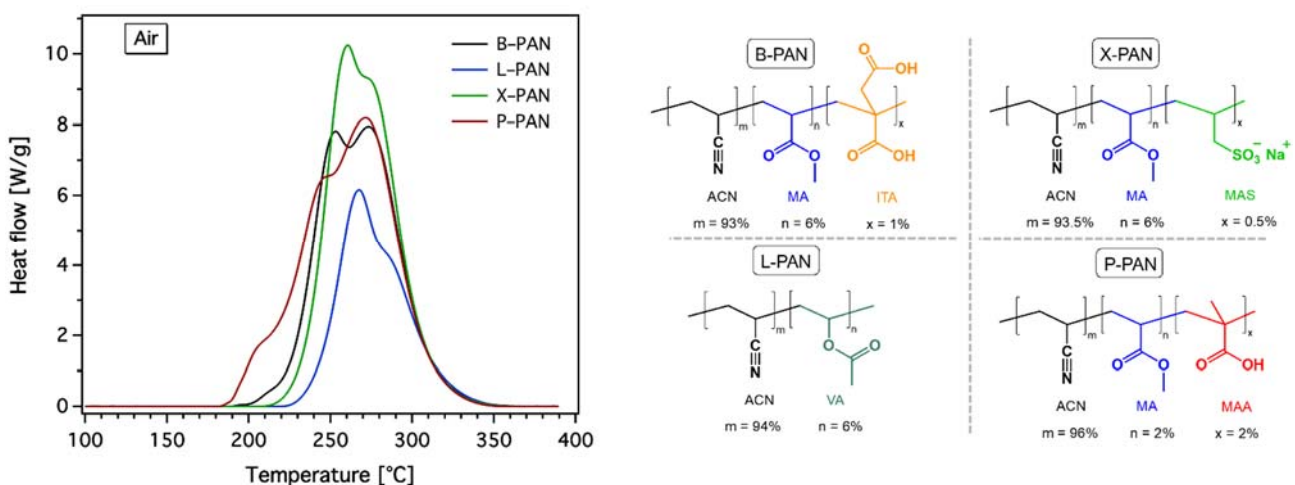


Abbildung 1: DSC-Kurven der verschiedenen Polyacrylnitril Copolymere sowie schematische Darstellung der jeweilige Copolymerzusammensetzung mit den Comonomeren Methylacrylat (MA), Itaconsäure (ITA), Natrium Methallylsulfonat (MAS), Methacrylsäure (MAA) und Vinylacetat (VA).

Die in Abbildung 1 dargestellte DSC-Kurven zeigen, dass P-PAN (96% Acrylnitril, 2% Methylacrylat, 2% Methacrylsäure) im Vergleich zu den übrigen Copolymeren ein moderates, gut kontrollierbares exothermes Verhalten während der Zyklisierung und Dehydrierung aufweist und sich damit als geeignetes Ausgangsmaterial für die weiteren Untersuchungen aufwies. Die exotherme Reaktion von P-PAN (braune Kurve) setzt bei niedrigeren Temperaturen ein und erstreckt sich über drei relativ breit ausgeprägte Maxima. Dadurch wird die Wärmefreisetzung über einen größeren Temperaturbereich verteilt, was das Risiko lokaler Temperaturspitzen reduziert, die bei stark überlappenden, sehr intensiven Peaks zu Strukturschäden oder Faserbruch während der Oxidation führen können.

Auf Basis von P-PAN wurden anschließend Spinnlösungen mit Konzentrationen zwischen 10 und 15 Gew.% in N,N-Dimethylformamid (DMF) untersucht. Dabei zeigte sich, dass bei Konzentrationen unter 13 Gew.% aufgrund der zu geringen Viskosität keine stabile Faserbildung möglich war und vermehrt Beads sowie inhomogene Faserdurchmesser auftraten, während bei 15 Gew.% die deutlich erhöhte Viskosität zu einer instabilen Jetbildung und ungleichmäßigen Ablagerung der Fasern führte. Eine Konzentration von 13 Gew.% stellte somit einen geeigneten Kompromiss zwischen verarbeitbarer Viskosität und stabiler, kontinuierlicher Faserbildung dar.

Bei einer P-PAN-Konzentration von 13 Gew.% wurden die angelegte Spannung im Bereich von 20 bis 26 kV, der Abstand zwischen Kanüle und Kollektor zwischen 15 und 25 cm sowie die Spinnzeit zwischen 2 und 8 Stunden systematisch variiert. Unter diesen Bedingungen konnten PAN-Vliese hergestellt werden, wobei sich eine Spannung von 23 kV in Kombination mit einem Elektrodenabstand von 20 cm als optimal erwies. Bei niedrigeren Spannungen traten verstärkt Tropfen- beziehungsweise Bead-Bildung und inhomogene Faserdurchmesser auf, während höhere Spannungen zu instabilen Jets mit Verwirbelung der Fasern führten; Abstände außerhalb von 20 cm resultierten ebenfalls in weniger homogenen Vliesstrukturen.

Wie in Abbildung 2 gezeigt, führte die Optimierung der Elektrospinnparameter zu einer homogenen, beadsfreien Faserstruktur mit gleichmäßigem Faserdurchmesser, während in den Ausgangsversuchen noch inhomogene Faserdurchmesser, Beads-Bildung und verschmolzene Fasern beobachtet wurden. Nach der thermischen Behandlung blieben die optimierten Vliese strukturell stabil und wiesen in REM-Aufnahmen eine feine, gleichmäßig verteilte Faserstruktur mit einem durchschnittlichen Faserdurchmesser von 273 ± 13 nm und eine Vlies-Schichtdicke von 330 ± 16 μm nach 8 Stunden Spinnzeit auf.

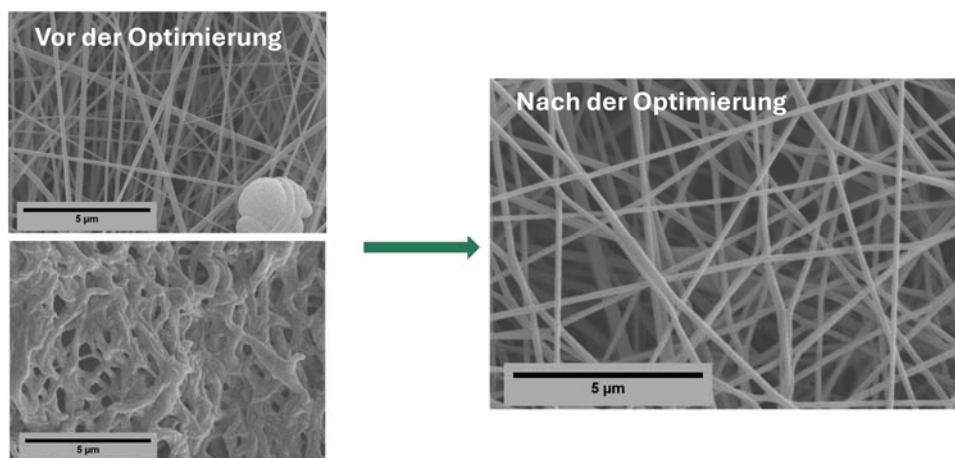


Abbildung 2: REM-Aufnahmen elektrogespinnener PAN-Vliese vor und nach der Optimierung der Elektrospinnparameter. Vor der Optimierung zeigen sich inhomogene Faserdurchmesser, ausgeprägte Beads-Bildung und verschmolzene Fasern, während nach der Optimierung eine homogene, beadsfreie Faserstruktur mit gleichmäßigen Faserdurchmessern ausgebildet ist.

Ausgehend von den optimierten PAN-Vliesen wurden in der Spinnlösung Spinnadditive hinzugegeben, um die Porosität der CNF-Vliese während des Pyrolyse- bzw. Carbonisierungsschrittes zu erhöhen. Spinnadditive wie Polymethylmethacrylat (PMMA) oder Celluloseacetat (CA) können entweder aus der Nanofaser freigesetzt werden oder zersetzen sich während der Pyrolyseschritte, wodurch poröse Strukturen in den Fasern gebildet werden können. Dadurch wird eine erhöhte CNF-Oberfläche für eine optimale Abscheidung der Pt-Nanopartikel (Pt-NP) gewährleistet. Im Rahmen dieses Projekts wurde PMMA als Spinnadditiv detaillierter untersucht. Hierzu wurde der PMMA-Anteil in der Spinnlösung schrittweise variiert und die Faserbildung unter Beibehaltung der zuvor optimierten Elektrospinnparameter bewertet. Die BET-Messungen der carbonisierten Vliese zeigten, dass durch Zugabe von 5 Gew.% PMMA bezogen auf PAN die spezifische Oberfläche von etwa 7 m²/g auf 12 m²/g anstieg, während bei einem PMMA-Anteil von 20 Gew.% eine sehr hohe spezifische Oberfläche von 394 m²/g erreicht wurde. Gleichzeitig führte der hohe Additivgehalt aufgrund der thermoplastischen Eigenschaften von PMMA und der stark erhöhten Porosität zu einer ausgeprägten Verklebung und Verformung der Nanofasern sowie zu einer deutlich reduzierten mechanischen Stabilität der Vliese. Als Kompromiss zwischen Oberflächenvergrößerung und mechanischer Integrität wurde daher ein PMMA-Anteil von 10 Gew.% gewählt, bei dem eine spezifische Oberfläche von etwa 100 m²/g erzielt werden konnte und die Vliese zugleich ausreichend mechanisch stabil blieben.

1.2 Arbeitspaket 2: Oxidierung und Carbonisierung elektrogesponnener PAN-Vliese zu CNF-Vliesen

Oxidations- und Carbonisierungsprozesse der PAN-Vliese wurden gezielt optimiert, um CNF-Vliese mit einer für die homogene Verteilung von Pt-Nanopartikeln geeigneten Faserstruktur und Faseroberflächenmorphologie zu erzeugen. Zur Auslegung des Stabilisierungsprozesses wurden Differential Scanning Calorimetry (DSC), X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) und Fourier-Transform-Infrarotspektroskopie (FTIR) eingesetzt. Die DSC-Analyse des P-PAN-Vlieses zeigte drei ausgeprägte exotherme Maxima (Abbildung 1) bei etwa 214, 253 und 281 °C, die der Zyklisierung und Dehydrierung der Nitrilgruppen zugeordnet werden können. In Kombination mit den XPS-Daten ergab sich ein Anstieg des Sauerstoffgehalts von 2,1 % im unbehandelten PAN auf 6,3 % nach Stabilisierung bei 220 °C und 13,4 % bei 280 °C. Aus der abnehmenden exothermen Wärmemenge der PANox-Vliese wurde ein Zyklisierungsindex berechnet, der bei einer Endtemperatur von 260 °C einen Wert von etwa 87 % erreichte.

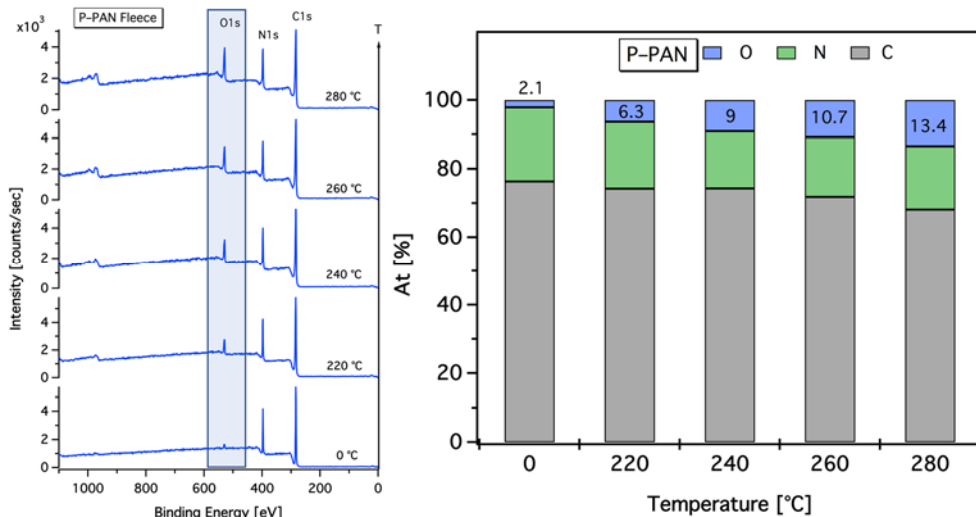


Abbildung 3: XPS-Analyse der P-PAN Vliese für die Optimierung des Stabilisierungsprozesses. Auf der linken Seite sind die XPS-Spektren von PAN-Vlies dargestellt, die bei verschiedenen Temperaturen stabilisiert wurden. Auf der rechten Seite ist die Elementzusammensetzung in einem Balkendiagramm dargestellt.

Ergänzende FTIR-Spektren zeigten oberhalb von 260 °C keine signifikanten Änderungen mehr an den Banden der Zyklisierung und Dehydrierung, sodass 260 °C als geeignete Endtemperatur für die Ausbildung einer stabilen Leiterstruktur identifiziert wurde.

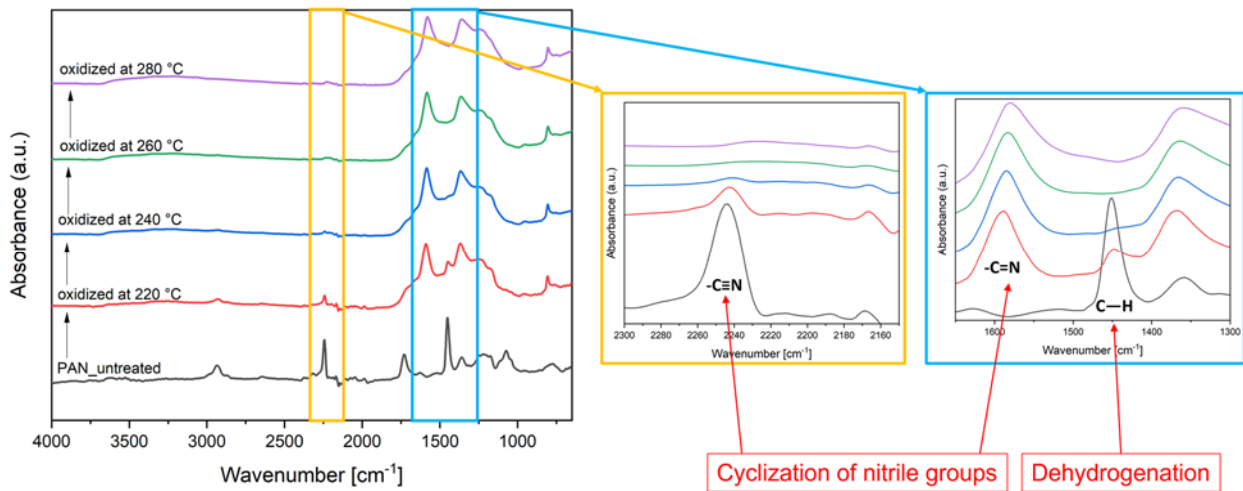


Abbildung 4: FTIR-Analyse für die Optimierung des Stabilisierungsprozesses.

Auf dieser Basis wurde ein Stabilisierungsprofil mit langsamer Aufheizrate von 1 °C pro Minute und isothermen Haltestufen in Luft bei 220, 240 und 260 °C mit jeweils 15 Minuten Verweilzeit abgeleitet, mit dem reproduzierbare und mechanisch stabile PANOx-Vliese hergestellt werden konnten. Die so oxidierten und strukturell stabilisierten PANOx-Vliese wurden anschließend unter Stickstoffatmosphäre carbonisiert. Zur Optimierung des Carbonisierungsprozesses wurden Endtemperaturen zwischen 800 und 1500 °C mit einer Aufheizrate von 5 °C pro Minute und einer Haltezeit von zwei Stunden untersucht. Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen zeigten, dass sich die mittleren Faserdurchmesser oberhalb von 1200 °C nicht mehr signifikant verringerten und keine Änderungen in der Fasermorphologie zu erkennen waren, während die mechanische Stabilität der Vliese mit steigender Temperatur deutlich abnahm und die CNF-Vliese zunehmend spröde wurden.

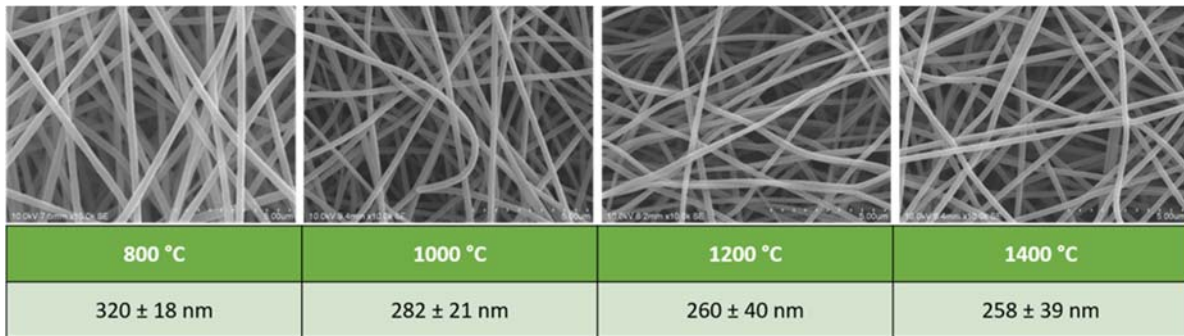


Abbildung 5: REM-Aufnahmen der bei unterschiedlichen Temperaturen carbonisierten CNF-Vliese mit Angabe der Faserdurchmesser.

Vor diesem Hintergrund wurde eine Carbonisierungstemperatur von 1000 °C als Kompromiss zwischen hoher elektrischer Leitfähigkeit, geeigneter Faserstruktur und ausreichender mechanischer Integrität festgelegt. Die so hergestellten CNF-Vliese wiesen eine gute Flexibilität auf. Elementar- und EDX-Analysen ergaben einen Kohlenstoffanteil von etwa 97 %, und XPS-Messungen bestätigten die Ausbildung einer graphitartigen Struktur, die für die elektrische Leitfähigkeit der CNFs wesentlich ist.

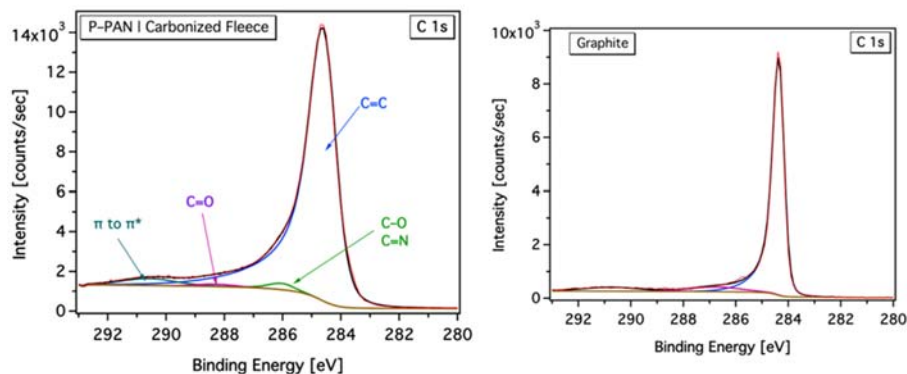


Abbildung 6: XPS-Spektrum zur Darstellung der graphitartigen Struktur von P-PAN nach der Carbonisierung (links) im Vergleich zum Graphit (rechts).

Die in Ebenenrichtung mittels Vier-Elektroden-Methode bestimmte spezifische elektrische Leitfähigkeit zeigte zudem, dass die bei 1000 °C carbonisierten CNF-Vliese mit 176 S/m deutlich bessere Werte aufwiesen als ein kommerzielles Carbonvlies von SGL Carbon mit 25 S/m, sodass die hergestellten CNF-Vliese als elektrisch leistungsfähige Trägerstruktur für die weitere Platin-Belegung eingestuft werden können.

1.3 Arbeitspaket 3: Ex-Situ-Charakterisierung der CNF-Vliese

Im vorliegenden Bericht wurde die ursprünglich in Arbeitspaket 3 vorgesehene ex-situ-Charakterisierung der hergestellten CNF-Vliese hinsichtlich ihrer strukturellen und oberflächenanalytischen Eigenschaften in die Darstellung der Arbeitspakete 1 und 2 integriert. Dadurch können Optimierungs- und Prozessverlauf unmittelbar zusammen mit den jeweiligen Struktur- und Materialkennwerten beschrieben und somit nachvollziehbarer dargestellt werden.

Das von DTNW (FE1) elektrogesponnene Kohlenstoff-Nanofaser-Vlies (CNF-Vlies, siehe Tabelle) wird durch das ZBT ex-situ elektrochemisch charakterisiert (Tabelle 1).

Tabelle 1: Herstellungsparameter der CNF-Vliese

Karbonierungstemperatur [°C]	Spinnndauer [h]	Charge	Pt-Zusatz	Probenbezeichnung [T_h_mg/L Pt (Kern-Mantel)]	Probenbezeichnung
1000	8	1	-	1000_8	F_CNF_01_01
1000	4	3	-	1000_4	F_CNF_03_01
1000	2	3	-	1000_2	F_CNF_03_02
1000	1.5	3	-	1000_1.5	F_CNF_03_03
1200	8	2	-	1200_8	F_CNF_02_01
1400	8	2	-	1400_8	F_CNF_02_02
1500	1.5	3	-	1500_1.5	F_CNF_03_04
1500	1.5	3	-	1500_1.5	F_CNF_03_05
1500	2	3	-	1500_2	F_CNF_03_06
1500	2	3	-	1500_2	F_CNF_03_07
1500	1.5	4	-	1500_1.5	F_CNF_04_01
1500	1.5	4	-	1500_1.5	F_CNF_04_02
1500	1.5	3	100mg/L	1500_1.5_100	F_CNF_03_08
1500	1.5	4	100mg/L	1500_1.5_100	F_CNF_04_03
1500	1.5	4	200mg/L	1500_1.5_200	F_CNF_04_04
1500	1.5	4	200mg/L	1500_1.5_200	F_CNF_04_05
1500	1.5	4	400mg/L	1500_1.5_400	F_CNF_04_06
1500	1.5	4	400mg/L	1500_1.5_400	F_CNF_04_07
1500	1.5	4	1000mg/L + Mantel 20%PMMA	1500_1.5_1000 (K-M)	F_CNF_04_08

Die Carbonisierungstemperatur und die Elektrospinnzeit sind wichtige Parameter für die elektrochemischen Eigenschaften der CNF-Vliese. Zu Beginn betrug die Elektrospinnzeit 8 Stunden, was zu einer CNF-Vlies-Dicke von ca. 110 µm führte. Dies ist 5- bis 10-mal dicker als die Standard-Katalysatorschichtdicke. Daher wurde die Elektrospinnzeit in den folgenden Proben auf 1,5 h reduziert, wodurch eine CNF-Vlies-Dicke von 20-30 µm erzielt werden konnte.

Eine wichtige Eigenschaft des Kohlenstoff-Nanofaservlieses ist seine Elektronenleitfähigkeit bezogen auf durch die Ebene und in der Ebene.

Zur Analyse der CNF-Vliese wurden drei am ZBT entwickelte Techniken zur Leitfähigkeitsprüfung eingesetzt. Eine der Techniken dient der Leitfähigkeit in der Ebene und zwei der durch die Ebene.

1) In-Plane-Leitfähigkeitszelle: basiert auf dem 4-Elektroden-Messprinzip und ist in der Lage ist, die Leitfähigkeit an zwei verschiedenen Positionen (zwei Paare von Erfassungselektroden) zu messen.

2) Pulverleitfähigkeitstestzelle (PLMZ): Diese wurde basierend auf dem Quasi-Vier-Elektroden-Prinzip konzipiert, um Leitfähigkeitsmessungen von Pulverproben als Funktion der Kompressionskraft durchzuführen. Im Rahmen des FASER-KAT-Projekts wird diese Zelle zur Analyse der Through-Plane-Leitfähigkeit von CNF-Vliesen verwendet.

3) BePPel-Leitfähigkeitszelle: Eine Through-Plane-Messzelle (Abbildung 7) mit vier Elektroden, die kontaktwiderstandsfreie Leitfähigkeitsmessungen als Funktion der Druckkraft ermöglicht. Die anfänglichen CNF-Vlies-Proben werden aufgrund ihrer mechanischen Instabilität als Sandwichstruktur zwischen zwei Gasdiffusionssystemen H23C8 (Freudenberg) positioniert und gemessen.

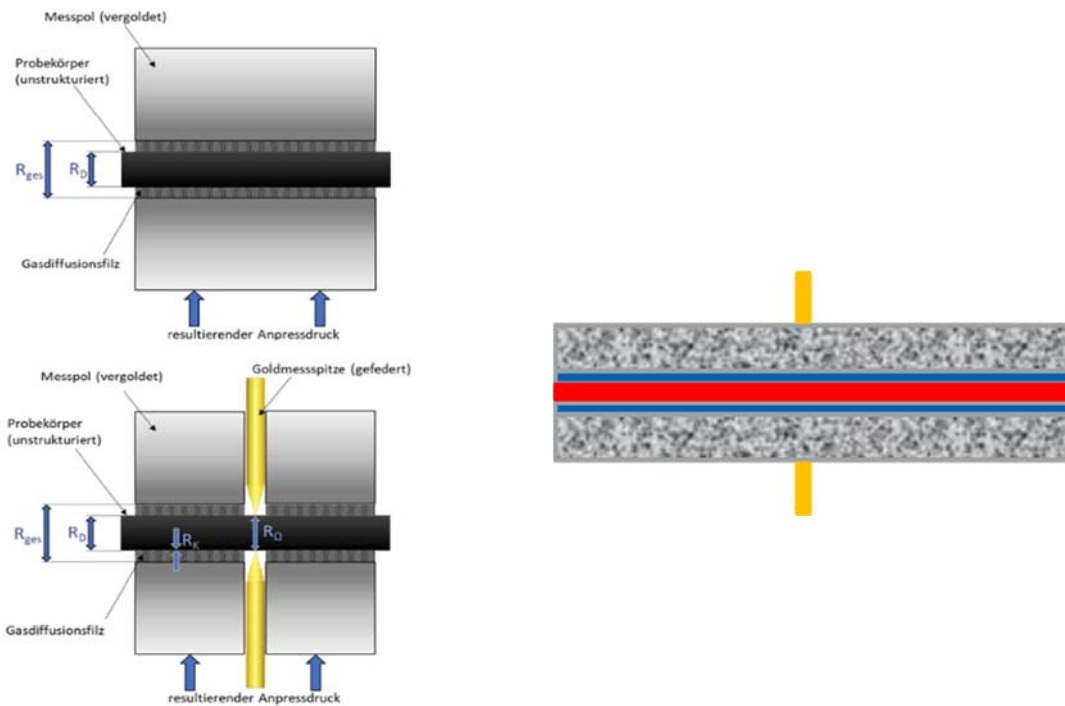


Abbildung 7: BePPEl-Through-plane-Leitfähigkeitsmesszelle (links); CNF-Vlies-Probe (rot) zwischen zwei Gasdiffusionssystemen mit der mikroporösen Schicht H23C8 von Freudenberg (rechts)

Die In-Plane-Leitfähigkeit der CNF-Vliese (Abbildung 8) wurde in zwei Positionen sowie in 0°- und 90°-Orientierung parallel bzw. senkrecht zur Faserrichtung der elektrogesponnenen Nanofasern ermittelt. Die Ergebnisse für die spezifische Leitfähigkeit, normiert durch die Probendicke, sind in der Abbildung 8 dargestellt. Die spezifische Leitfähigkeit der CNF-Vliese ohne Pt steigt mit der Carbonisierungstemperatur an, beginnend bei 5,7 S/cm (1000 °C) bis zu 20,4 S/cm (1500 °C). Die Zugabe von Pt führt zu einer weiteren Erhöhung der Leitfähigkeit in der Ebene. Möglicherweise ist dies auf die katalytische Wirkung von Pt auf die Carbonisierung zurückzuführen. Die In-Plane-Leitfähigkeit des kommerziellen Gasdiffusionssystems (H23C9/Freudenberg) beträgt im Vergleich dazu etwa das Doppelte (66,4 S/cm).

Messrichtung:
x-Richtung bzw. 0°
y-Richtung bzw. 90°

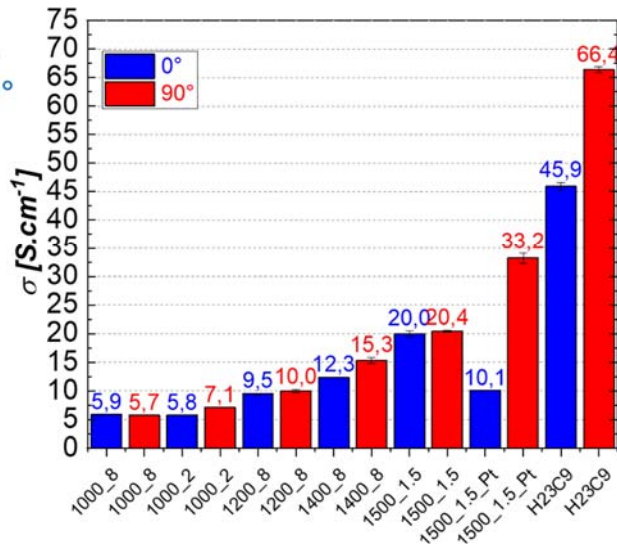
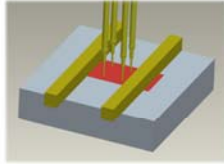
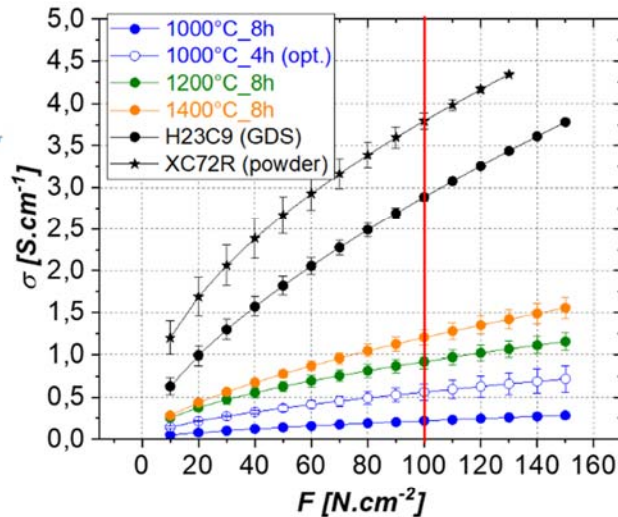
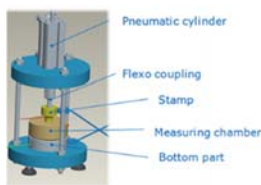


Abbildung 8: In-Plane-Leitfähigkeitsmesszelle und die gemessenen in-Plane-spezifischen elektrischen Leitfähigkeiten

Wie im Fall der Leitfähigkeit in der Ebene führt eine höhere Carbonisierungstemperatur zu einer höheren Elektronenleitfähigkeit der CNF-Vliese durch die Ebene (Abbildung 9). Es werden auch Daten für die Leitfähigkeit durch die Ebene der Standard-Gasdiffusionsschicht H23C8 (Freudenberg) und des Standard-Katalysatorträgers Vulcan XC72R (Cabot, USA) zum Vergleich mitaufgeführt.



Karbonisierungstemp.	t	σ ^{TPLMZ}
[°C]	[h]	[S/cm]
1000	4	0,56
1000	8	0,22
1200	8	0,92
1400	8	1,20

100 N.cm⁻²
Optimierte Spinprozess (Kollektor)

Abbildung 9: Pulverleitfähigkeitsmesszelle (PLMZ) und die gemessenen Through-Plane-Leitfähigkeiten bei 100 N/cm²

Im Gegensatz zur PLMZ-Zelle misst die BePPel-Zelle die Leitfähigkeit der CNF-Vliese durch die Ebene und eliminiert dabei die Kontaktwiderstände. Die CNF-Vlies-Proben werden in der BePPel-Zelle zwischen zwei

Gasdiffusionssystemen positioniert, was mechanische Schäden verhindert und die Abweichungen während der Messungen verringert.

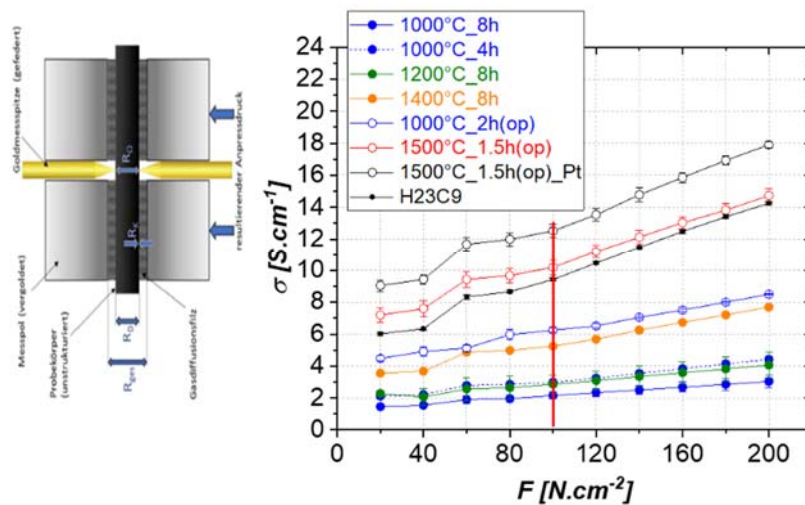


Abbildung 10: BePPel-Through-Plane-Leitfähigkeitsmesszelle: Through-Plane-spezifische Leitfähigkeit als Funktion der Anpresskraft, CNF-Vliese ohne Pt

Wie bei den beiden anderen Leitfähigkeitszellen steigt auch bei dieser die Elektronenleitfähigkeit mit der Carbonisierungstemperatur. Zur Vergleichbarkeit wird das Gasdiffusionssystem zwischen zwei weiteren Gasdiffusionssystemen positioniert, ähnlich wie bei der Messung der CNF-Vliese in einer sogenannten „Sandwichstruktur“. Die Ergebnisse sind vielversprechend, da die Durchgangsleitfähigkeit der optimierten CNF-Vliese, welche bei 1500 °C carbonisiert wurden, nur ca. 23 % niedriger ist als die des kommerziellen Gasdiffusionssystems H23C9 ($100 N/cm^2$).

Die Abbildung 10 zeigt links den Messaufbau zur Through-Plane-Leitfähigkeitsmessung unter definierter Flächenpressung: Die gemessene Gesamtdurchgangsleitfähigkeit wird dabei von der Probe selbst und von Kontakt-/Übergangswiderständen an den Grenzflächen beeinflusst (schematisch als Widerstandsanteile entlang der Stromrichtung dargestellt). Rechts ist die daraus bestimmte spezifische elektrische Leitfähigkeit σ (S/cm) als Funktion der Anpresskraft F (N/cm^2) für verschiedene CNF-Proben (Carbonisierung/Behandlung) sowie eine Referenz (H23C9) aufgetragen. Über alle Proben hinweg steigt σ mit zunehmender Pressung nahezu linear an. Gleichzeitig ist ein klarer Temperatur-/Prozess-Effekt erkennbar: Proben mit höherer Carbonisierungstemperatur liegen über den gesamten Druckbereich auf höheren Leitfähigkeitsniveaus (z. B. $1400\text{ °C} > 1200\text{ °C} > 1000\text{ °C}$). Die bei 1500 °C behandelten Proben zeigen die höchsten σ -Werte; die Pt-haltige 1500 °C-Probe weist eine nochmals höhere Leitfähigkeit auf. Bei $100 N/cm^2$ (rote Linie) erreichen die „1500 °C-Proben“ Leitfähigkeiten in der Größenordnung der H23C9-Referenz, während die „1000–1400 °C-Proben“ deutlich darunterbleiben.

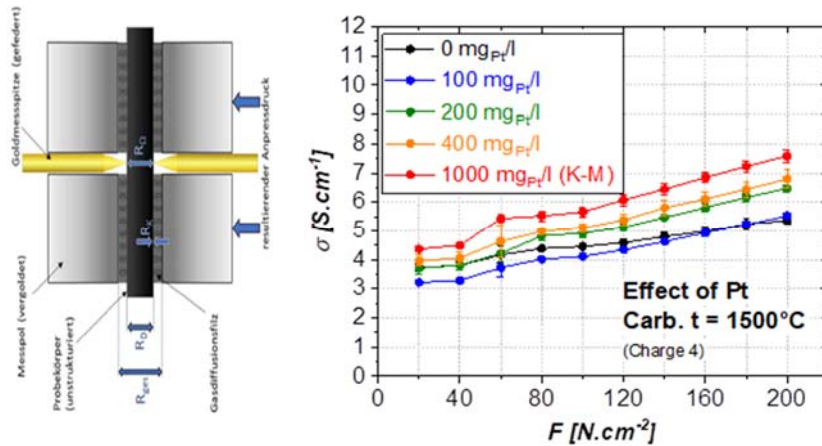


Abbildung 11: BePPel-Through-plane-Leitfähigkeitsmesszelle – spezifische Through-plane-Leitfähigkeit als Funktion des Pt-Anteils und Anpresskraft – CNF-Vliese mit und ohne Pt

Abbildung 11 zeigt die Through-plane-Leitfähigkeitsmesszelle (links) und rechts die through-plane spezifische Leitfähigkeit σ (S/cm) der bei 1500 °C carbonisierten CNF-Vliese als Funktion der Anpresskraft F (N/cm²) und des Pt-Anteils (hier über die Pt-Konzentration im Ansatz: 0, 100, 200, 400, 1000 mg Pt/L).

Druckeffekt: Für alle Proben steigt σ mit zunehmender Anpresskraft nahezu monoton an (von ca. 3 - 4 auf ca. 5 - 8 S/cm im Bereich bis 200 N/cm²). Das bedeutet: Unter höherer Pressung wird der Through-plane-Stromtransport insgesamt begünstigt.

Pt-Effekt (Vergleich bei gleicher Anpressung): Mit steigendem Pt-Anteil verschieben sich die Kurven im Mittel zu höheren σ -Werten. Die 1000 mg Pt/L-Probe zeigt über den gesamten Druckbereich die höchsten Leitfähigkeiten. 200 und 400 mg Pt/L liegen grundsätzlich über der Pt-freien Probe. Die 100 mg Pt/L-Probe liegt dagegen über weite Bereiche unter der 0-mg-Referenz. Dass 100 mg Pt/L schlechter als 0 mg Pt/L ausfällt, deutet darauf hin, dass bei geringer Pt-Menge nicht primär zusätzliche leitfähige Pfade entstehen, sondern ggf. Struktur-/Kontaktänderungen dominieren (ohne, dass sich daraus aus der Abbildung allein eine eindeutige Ursache ableiten lässt).

Einfluss Anpressdruck: Die Unterschiede zwischen den Proben mit unterschiedlichen Pt-Anteilen bleiben über den gesamten Kraft-Bereich sichtbar. Bei hohen Pressungen erreicht die 1000-mg-Probe etwa 7,5–8 S/cm, während die 0-mg-Probe bei ca. 5,0–5,5 S/cm liegt.

Tabelle 2: Übersicht zur spezifischen Through-plane-Leitfähigkeit (PLMZ) unter Variation von Carbonisierungstemperatur, Elektrospinnzeit, H₂PtCl₆-Zugabe und des Spinnprozesses (optimierter Kollektor)

Karbonisierung Temperatur [°C]	t [h]	σ [S/cm]	
1000	2	6,25	} 100 N.cm⁻² Opt. Spinnprozess (Kollektor)
1000	4	2,98	
1000	8	2,15	
1200	8	2,86	
1400	8	5,25	} Opt. Spinnprozess (Kollektor)
1500	1,5	10,19	
1500	1,5 mit H ₂ PtCl ₆	12,02	

Die through-plane-Leitfähigkeit σ hängt stark von der Carbonisierungstemperatur ab (Tabelle 2): Sie steigt

von niedrigen Werten bei 1000 - 1200 °C (z. B. 2,15 - 2,86 S/cm bei 1000 °C/8 h bzw. 1200 °C/8 h) auf deutlich höhere Werte bei 1500 °C (10,19 S/cm bei 1500 °C/1,5 h). Bei 1000 °C ist zusätzlich ein deutlicher Einfluss der Elektrospinnzeit sichtbar: 2 h → 6,25 S/cm, 4 h → 2,98 S/cm, 8 h → 2,15 S/cm (also keine monotone Entwicklung). H₂PtCl₆-Präsenz (Pt-Vorstufe) erhöht bei 1500 °C/1,5 h die σ von 10,19 auf 12,02 S/cm. Proben aus dem optimierten Kollektor-Setup („Opt. Spinnprozess (Kollektor)“) führen zu jeweils zu höheren σ -Niveaus innerhalb der jeweiligen Prozessgruppe (z. B. 1500 °C/1,5 h).

Tabelle 3: Vergleich der Through-plane (BePPel-Zelle, 20 N.cm⁻²) und In-plane Leitfähigkeit (EasyTest Cell, drucklos)

Karbonisierungs Temperatur [°C]	t [h]	$\sigma_{\perp \text{BePPel}}$ [S/cm]	σ_{\parallel} [S/cm]	
1000	2	6,16	7,09	→ Optimierter Spinnprozess (Kollektor)
1000	8	1,45	5,72	
1200	8	2,28	9,98	
1400	8	5,24	19,08	
1500	1,5	9,63	20,43	→ Optimierter Spinnprozess (Kollektor)
1500	1,5 mit Pt	12,02	33,18	

Der Pt-Effekt ist in Tabelle 3 besonders stark im in-plane sichtbar (1500 °C: 20,43 → 33,18 S·cm⁻¹), während der Zugewinn im through-plane geringer ausfällt (9,63 → 12,02 S·cm⁻¹).

PLMZ vs. BePPel

Trotz unterschiedlicher Pressung, sind die sehr ähnlichen σ_{\perp} Werte zwischen PLMZ und BePPel nicht als 1:1 identische Probenleitfähigkeit zu interpretieren, sondern als Ergebnis unterschiedlicher Kontaktierungs- und Strompfad-Geometrien (PLMZ über Stempelkontakt mit pseudo-4-poligem Abgriff vs. BePPel über H23C8-Zwischenlagen zur Vermeidung von Kurzschluss durch Kontaktstifte).

Höhere Carbonisierungstemperaturen und Pt-Zugabe erhöhen die elektrische Leitfähigkeit deutlich. Gleichzeitig zeigt der Richtungs-Vergleich (in-plane >> through-plane) eine ausgeprägte Leitfähigkeitsanisotropie der CNF-Vliese, die mit Prozessführung (inkl. optimiertem Kollektor) und Mikrostruktur verknüpft ist.

1.4 Arbeitspaket 4: Herstellung Pt/CNF-Katalysatorstrukturen

Auf Basis der in den vorangegangenen Arbeitspaketen optimierten CNF-Vliese wurden verschiedene Herstellungsstrategien für Pt/CNF-Katalysatorstrukturen entwickelt, mit dem Ziel, definierte Platinbeladungen im Bereich von 50 bis 200 $\mu\text{g Pt/cm}^2$ bei möglichst homogener Verteilung der Pt-Nanopartikel an der Faseroberfläche zu erreichen.

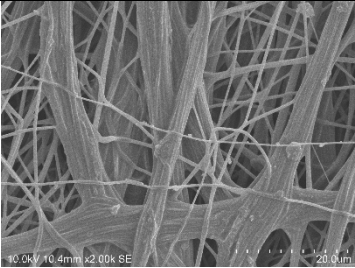
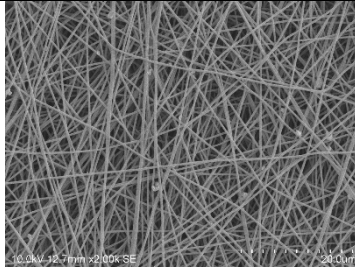
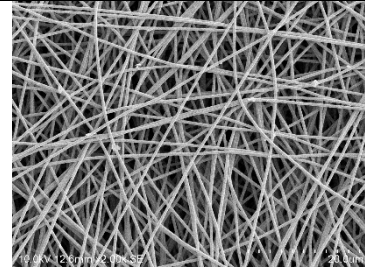
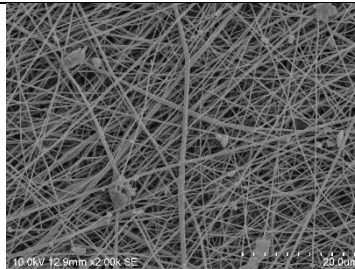
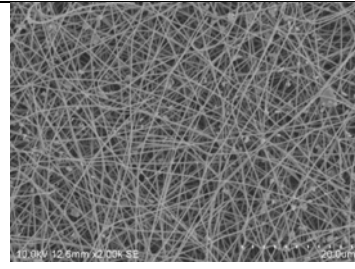
Zur Optimierung dieser Strukturen wurden drei unterschiedliche Konzepte untersucht:

1. Pt-PAN-Mischung: Pt-Salz oder Pt-Kolloid als Pt-Vorläufer-Spezies, welches während der Pyrolyseschritte zu Pt-Nanopartikel (Pt-NP) reduziert wird
2. Kern-Mantel-Elektrospinnen: Elektrospinnen von Fasern mit PAN-Kern und Pt-haltigem Mantel, um die Pt-NPs bevorzugt im oberflächennahen Bereich der Fasern zu platzieren
3. Nachgeschaltete Pt-Abscheidung: CNF-Vliese nachträglich mit Pt-NP beladen, zum Beispiel durch elektrophoretische Abscheidung

Der erste Ansatz bestand darin, Pt-Vorläufer (Präkursoren) direkt in die Spinnlösung zu integrieren, sodass während der Carbonisierung Pt-Nanopartikel innerhalb der Kohlenstoffnanofasern gebildet wurden. Hierfür wurde Hexachloroplatinsäure (H_2PtCl_6) in verschiedenen Konzentrationen (100, 200 und 400 mg/L) sowie Pt-Kolloide, hergestellt durch Laserablation, verwendet. Die ICP-Analysen zeigten, dass eine Erhöhung der Präkursor-Konzentration zu einer höheren Pt-Beladung führte. Während bei einer Konzentration von 100 mg/L 0,05 % Pt nachgewiesen werden konnte, stieg der Gehalt bei 400 mg/L auf 0,43 % Pt an. Die Verwendung von Pt-Kolloiden erwies sich als deutlich effizienter, da bei einer Pt-Konzentration von 10 % (bezogen auf PAN) nach der Carbonisierung 23,33 % Pt (ICP) bzw. $20,43 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ (XRF) nachgewiesen wurden. Zusätzlich wurde ein weiterer Ansatz verfolgt, bei dem 5 % PtO_2 (bezogen auf PAN) in die Spinnlösung eingebracht wurde. Nach der Oxidation bei 280°C wurde das PtO_2 durch eine Reduktion mit H_2 in Pt umgesetzt, was nach der Carbonisierung zu einer Pt-Beladung von 4 % führte.

Eine Übersicht der eingesetzten Pt-Vorläufer sowie der daraus resultierenden CNF-Morphologie ist in Tabelle 3 zusammengefasst, in der die jeweiligen Systeme mit den zugehörigen Konzentrationen sowie REM-Aufnahmen dargestellt sind. Auf den REM-Aufnahmen lässt sich jedoch keine eindeutige Pt-NP Verteilung auf den Faseroberflächen erkennen, was auf die begrenzte Auflösung des eingesetzten REM-Systems zurückzuführen ist.

Tabelle 3: Übersicht der untersuchten Pt-Präkursoren mit den entsprechenden REM-Aufnahmen der CNF-Proben.

<p>H_2PtCl_6</p>	 <p>100 mg/L</p>	 <p>200 mg/L</p>	 <p>400 mg/L</p>
<p>Pt-Kolloid</p>	 <p>10% Pt bezogen auf PAN (in Spinnlösung)</p>		
<p>PtO_2</p>	 <p>5% PtO_2 bezogen auf PAN</p>		

Für das System mit Pt-Kolloid und der höchsten Platinbeladung wurde daher ergänzend eine hochauflösende REM-Untersuchung an dem fem Forschungsinstitut durchgeführt. In der in Abbildung 12 gezeigten Aufnahmen sind die Pt-Nanopartikel als helle Kontrastelemente auf den Faseroberflächen (Abbildung 12, links) erkennbar, und in den vergrößerten Detailansichten (Abbildung 12, rechts) treten sie als feine, körnige Struktur auf der Faseroberfläche deutlich hervor, was die oberflächennahe Verteilung der Pt-Nanopartikel bestätigt. Aufgrund der für diese Messung verwendeten hohen Beschleunigungsspannung wird jedoch auch das Faserrinnere erfasst, sodass nicht eindeutig unterschieden werden kann, welcher Anteil der beobachteten hellen Bereiche Pt an der Oberfläche und welcher Anteil Pt im Inneren der Fasern zugeordnet werden muss.

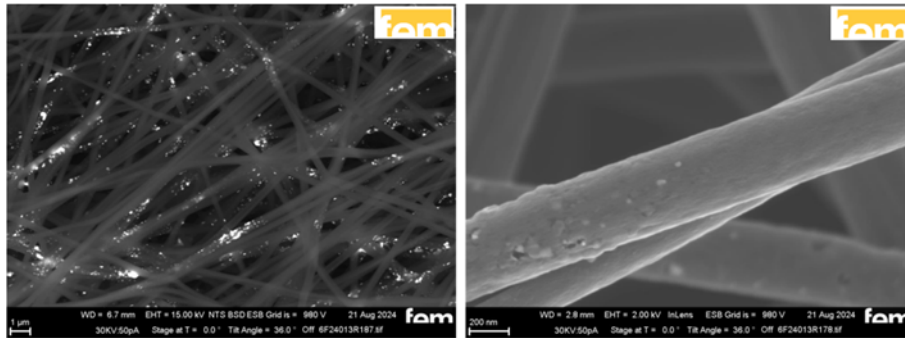


Abbildung 12: Hochauflösende REM-Aufnahme eines mit Pt-Kolloid hergestellten Pt/CNF-Vlieses. Helle Punkte markieren Pt-haltige Bereiche (Messung am fem Forschungsinstitut durchgeführt).

Die zweite Methode zur gezielten Beladung der Faseroberfläche mit Pt-Partikeln war das Kern-Mantel-Elektrospinnen. Dabei bestand der Kern aus reinem PAN, während der Mantel platinhaltige Materialien enthielt. Eine Übersicht der untersuchten Kern-Mantel-Systeme ist in der Tabelle 4 dargestellt. Als Mantelmaterialien wurden PAN/H₂PtCl₆, PAN/Pt-Kolloid sowie PMMA/Pt-Kolloid eingesetzt. Im letzteren Fall sollte PMMA während der Carbonisierung zersetzt werden, sodass ausschließlich Pt-Nanopartikel auf der Faseroberfläche verbleiben. Die ICP- und XRF-Analysen bestätigten dieses Konzept: Während für PAN/Pt-Kolloid als Mantel ein Pt-Gehalt von 10,08 % (ICP) bzw. 217 µg/cm² (XRF) gemessen wurde, erreichte das PMMA/Pt-Kolloid-System nach der Carbonisierung 12,79 % Pt. Allerdings zeigte sich in REM-Aufnahmen eine starke Verklebung und Verformung der Fasern, was vermutlich durch die thermoplastischen Eigenschaften von PMMA während des Stabilisierungs- und Carbonisierungsprozesses verursacht wurde.

Tabelle 4: Übersicht der Kern-Mantel-Systeme für das Elektrospinnen mit PAN als Kernpolymer und den Mantelmaterialien PAN/H₂PtCl₆, PAN/Pt-Kolloid und PMMA/Pt-Kolloid zur Erzeugung Pt-beladener CNF-Vliese.

Kern: PAN	Mantel: PAN/H ₂ PtCl ₆	Mantel: PAN/Pt	Mantel: PMMA/Pt

Zusätzlich wurden für die Proben mit den höchsten über ICP und XRF bestimmten Pt-Gehalten XPS-Messungen (Abbildung 13) durchgeführt, um gezielt die Faseroberfläche zu analysieren und zu prüfen, ob sich Pt

bevorzugt an der Oberfläche oder überwiegend im elektrochemisch weitgehend inaktiven Faserinneren befindet. In den XPS-Spektren konnte trotz der hohen Gesamtbeladung kein signifikanter Platingehalt an der Oberfläche nachgewiesen werden. Da ICP die Gesamtprobe erfasst und XRF aufgrund der größeren Eindringtiefe ebenfalls innere Bereiche der Fasern mit einbezieht (während die informationsgebende Tiefe von XPS auf maximal etwa 10 nm begrenzt ist), deutet dieses Ergebnis darauf hin, dass ein wesentlicher Anteil der Pt-Partikel trotz Kern-Mantel-Ansatz im Inneren der Fasern eingebettet ist und nur ein geringer Anteil tatsächlich die äußerste Faseroberfläche besetzt.

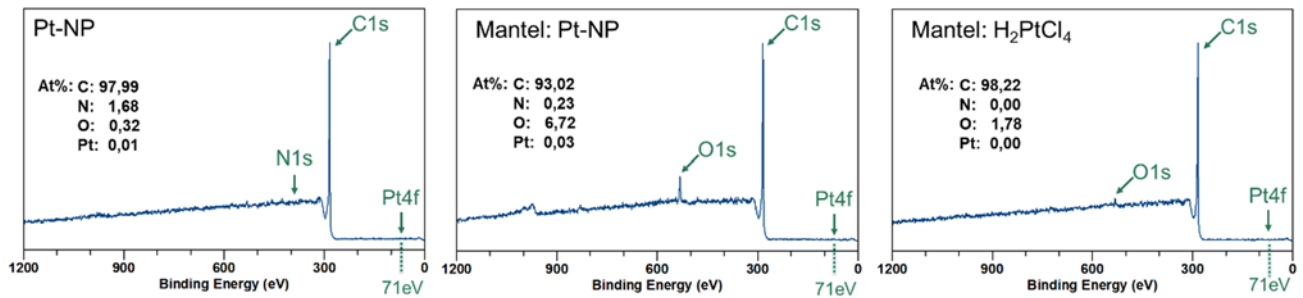


Abbildung 13: XPS-Übersichtsspektren der carbonisierten CNF-Vliese mit unterschiedlichen Methoden zur Pt-Belegung. Links: PAN-Faser mit Pt-NPs. Mitte: Kern-Mantel-Elektrospinnen mit PAN-Kern und Pt-NP-Mantel. Rechts: Kern-Mantel-Elektrospinnen mit PAN-Kern und H₂PtCl₆-Mantel. Bei allen Proben sind keine Pt4f-Intensität nachweisbar.

Der dritte Ansatz für die Pt-Belegung bestand darin, die Pt-Beschichtung nicht während des Elektrospinnens durch Zugabe von Präkursoren in die Spinnlösung durchzuführen, sondern nachträglich auf die carbonisierten CNF-Vliese aufzubringen. Eine Möglichkeit stellte die pH-abhängige Adsorption von H₂PtCl₆ auf oxidierten PAN-Vliesen dar, bei der sich Pt gezielt an der Faseroberfläche anlagern sollte. Dabei konnte durch Variation des pH-Werts gezeigt werden, dass bei pH 1 eine Pt-Beladung von 7,14 µg/cm², bei pH 6 eine Beladung von 14,16 µg/cm² und bei pH 10 eine maximale Pt-Konzentration von 45,18 µg/cm² erreicht wurde. Allerdings sank die Pt-Beladung nach der Carbonisierung bei 1500 °C auf 12,09 %, vermutlich aufgrund der Sublimation flüchtiger Pt-Spezies während der Pyrolyse.

Darüber hinaus entwickelte das ZBT eine originelle Methode zur elektrochemischen Abscheidung von Pt-Nanopartikeln auf CNF-Trägerstrukturen. Grundlage ist die Herstellung einer Dispersion aus Ionomer, Katalysatorträger, Pt-Präkursor(en) sowie Dispergiermitteln (Wasser und niedere aliphatische Alkohole). Diese Dispersion wird auf die CNF-Katalysatorträgerstruktur aufgebracht und anschließend mittels Heißpressen auf die PEM übertragen. Damit steht ein zusätzlicher Prozesspfad zur gezielten Herstellung von Pt/CNF-Katalysatorstrukturen zur Verfügung.

Alle im Rahmen der verschiedenen Herstellungsansätze entwickelten Pt/CNF-Katalysatorstrukturen wurden am ZBT elektrochemisch untersucht (siehe AP 8)

1.5 Arbeitspaket 5: Ex-Situ-Charakterisierung: Pt-Belegungsmessung und EIS

1.5.1. Ex-situ ORR-Aktivität in RDE (Abbildung 14)

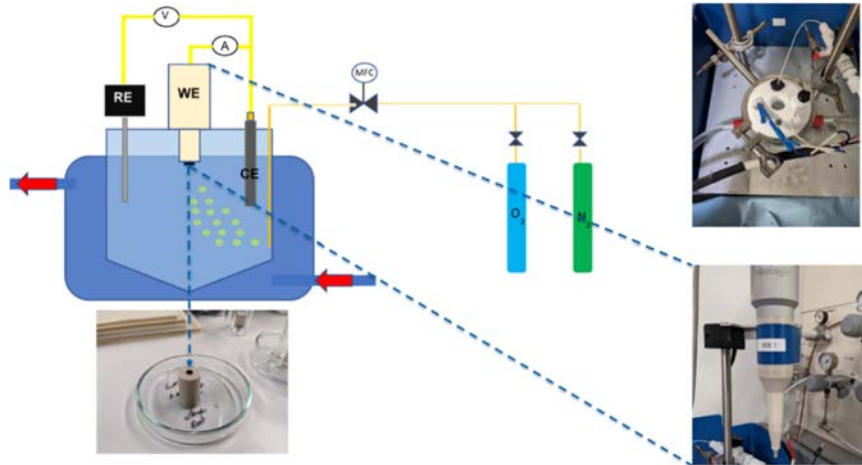
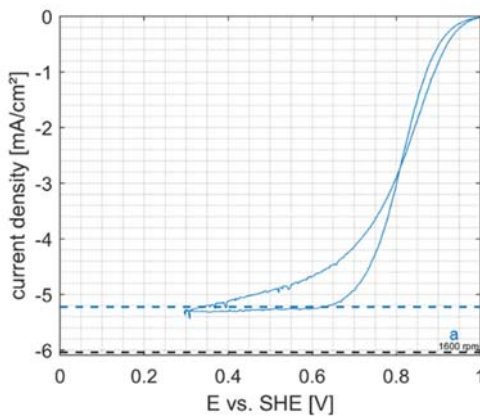


Abbildung 14: Rotierende Scheibenelektrode (RDE) zur ex-situ elektrochemischen Charakterisierung der Pt/CNF-Vliese



$$\text{spezifische Aktivität} \left[\frac{\text{mA}}{\text{cm}^2_{\text{Pt}}} \right] = \frac{j_{\text{kin}} \cdot A_{\text{Elektrode}}}{\text{ECSA} \cdot m_{\text{Pt}}}$$

$$\text{Massenaktivität} \left[\frac{\text{A}}{\text{mg}_{\text{Pt}}} \right] = \frac{j_{\text{kin}} \cdot A_{\text{Elektrode}}}{m_{\text{Pt}}}$$

$$\text{Massenaktivität} = \text{spezifische Aktivität} \cdot \text{ECSA}$$

Abbildung 15: Lineare Sweep-Voltammetrie (LSV) einer rotierenden Scheibenelektrode (RDE, 1600 rpm) mit Pt/CNF-Vlies

Die Messkurve (Abbildung 15) zeigt einen typischen ORR-Verlauf mit einem diffusionslimitierten Plateau bei ca. $-5,2 \text{ mA/cm}^2$ (gestrichelte Linie) und dem Übergang in den kinetisch kontrollierten Bereich bei höheren Potentialen (Beginn des steilen Stromanstiegs).

Tabelle 5: Vergleich der Through-plane (BePPel-Zelle, 20 N.cm⁻²) und In-plane Leitfähigkeit (EasyTest Cell, drucklos). SA: spezifische Aktivität; MA: Massenaktivität.

Karbonisierungs Temperatur [°C]	t [h]	$j_{0,9V}$ [mA/cm ²]	SA [mA/cm _{Pt} ²]	MA [A/g _{Pt}]
1000	2	0,84	0,29	41,8
1400	8	0,55	0,20	27,4
1500	1,5	0,84	0,13	41,8
1500	1,5 mit H ₂ PtCl ₆	0,8	0,22	40,2

Die im Vergleich zu herkömmlichen Pt/C-Katalysatoren (20–40 Gew.-% Pt) niedrigeren MA- und SA-Werte der Pt/CNF-Vliese (Tabelle 5) deuten auf eine reduzierte Pt-Ausnutzung hin. Die MA der Pt/CNF-Vliese (27 – 42 A/g_{Pt}) liegt dabei etwa um den Faktor 4 bis 10 unter typischen Pt/C-Referenzwerten (abhängig von Referenz und Messprotokoll). Die SA ist mit 0,13 - 0,29 mA/cm²_{Pt} dagegen nur moderat niedriger im Vergleich

zu Pt/C-Referenzen ($\sim 0,20\text{--}0,60 \text{ mA/cm}^2_{\text{Pt}}$). Diese Beobachtungen hinsichtlich SA und MA sprechen dafür, dass ein Teil des Pt grundsätzlich aktiv ist, jedoch nicht vollständig genutzt wird (z. B. aufgrund einer zu geringen zugänglichen Pt-Oberfläche/ECSA bzw. einer eingeschränkten Reaktionszone). Als wahrscheinlichste Ursache wird eine inhomogene Pt-Belegung bzw. Flächenverteilung im Vlies angenommen. Zudem können Pt-Nanopartikel teilweise im CNF-Kern bzw. in abgeschirmten Bereichen eingebettet sein und sind damit für Elektrolyt/Ionomer nicht zugänglich, wodurch sie nicht zur elektrochemischen Aktivität beitragen. Auffällig ist, dass die höchsten MA-Werte bei den beiden Proben auftreten, die bei 1500 °C carbonisiert wurden. Das weist darauf hin, dass die hohe Carbonisierungstemperatur die Pt-Ausnutzung grundsätzlich verbessert - vermutlich durch eine höhere elektrische Leitfähigkeit, wodurch mehr Pt-Partikel effektiv in den elektronischen Perkolationspfad eingebunden sind. Gleichzeitig bleibt die MA insgesamt deutlich unter Pt/C-Referenzen, was konsistent damit ist, dass trotz des Vorteils von 1500 °C weiterhin ein relevanter Anteil des Pt (z. B. durch inhomogene Verteilung oder Einbettung/Abschirmung in der CNF-Struktur) elektrochemisch nicht zugänglich ist.

1.5.2. Pt-Belegungsmessung durch Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA)

Die μXRF -Ergebnisse (Tabelle 6, Abbildung 16) zeigen, dass die aufgebrachte Pt-Belegung je nach Schichtaufbau deutlich variiert: Für M4404/M4405 (2 Schichten) ergibt sich eine gemittelte Pt-Belegung von $37 \mu\text{g}_{\text{Pt}}/\text{cm}^2$, während M4418/M4419 (3 Schichten) mit $54 \mu\text{g}_{\text{Pt}}/\text{cm}^2$ höher liegt. Die Referenz/Reproduktion M4403 (Repro von M4253/M4272) liegt mit $50 \mu\text{g}_{\text{Pt}}/\text{cm}^2$ in einem ähnlichen Bereich wie der 3-Schicht-Aufbau. Zusätzlich weist M4253 (10 % Pt-Laserablation in PAN) mit $24 \mu\text{g}_{\text{Pt}}/\text{cm}^2$ eine deutlich niedrigere Pt-Belegung auf, ist jedoch gemäß Ihrer Einordnung dennoch ORR-aktiv.

Tabelle 6: Erste Kathoden für die in-situ (PEMFC) Messungen; Pt-Belegung ist mittels RFA analysiert.

MEA	Kathodenkatalysatorschicht "FASER-KAT"	Pt Kathode [$\mu\text{g}_{\text{Pt}}\cdot\text{cm}^{-2}$]
M4253	P-Pan 1500°C 10% Pt (Pt Ablation) mehr stabil	24
M4254	P-Pan 1500°C_100mg/L Pt (Pt-Kolloid)	?
M4255	P-PAN 1500°C_200mg/L Pt (Pt-Kolloid)	?
M4270	13% P-PAN 1500°C_20% PMMA1000mg/L Pt(Pt-Kolloid); A=6,5cm ²	?
M4271	P-PAN 1500°C 1,5h_400gm/L Pt (Pt-Kolloid); A=6,5cm ²	?
M4272	P-PAN 10%Pt-NP 1500°C weniger stabil_11x16mm; (Pt Ablation)	24
M4403	13%Pt-P-PAN; A=19,20cm ² (Repro von M4272; M4253)	50
M4004	2 Layer (1.PAN+2.PMMA-Pt-Ablation) 1500°C; A=15,20cm ²	37
M4005	2 Layer (1.PAN+2.PMMA-Pt-Ablation) 1500°C; A=17,55cm ²	37
M4418	3 Layer (1.PAN+2.PMMA-Pt-Ablation+3.PAN) 1500°C; A=6cm ²	54
M4419	3 Layer (1.PAN+2.PMMA-Pt-Ablation+3.PAN) 1500°C; A=4cm ²	54
M4498	Pt-Salz-Reduktion auf 1.PAN+2.PMMA; A=17 cm ²	100
M4497	Pt-Salz-Reduktion auf 1.PAN+2.PMMA; A=16,7 cm ²	100

Die μXRF -Messungen bestätigen grundsätzlich, dass der Schichtaufbau (2 vs. 3 Lagen) die erreichbare Pt-Flächenbelegung beeinflusst, gleichzeitig aber auch, dass eine vergleichsweise geringe Pt-Beladung bei geeigneter Pt-Einbringung funktional ausreichend sein kann.

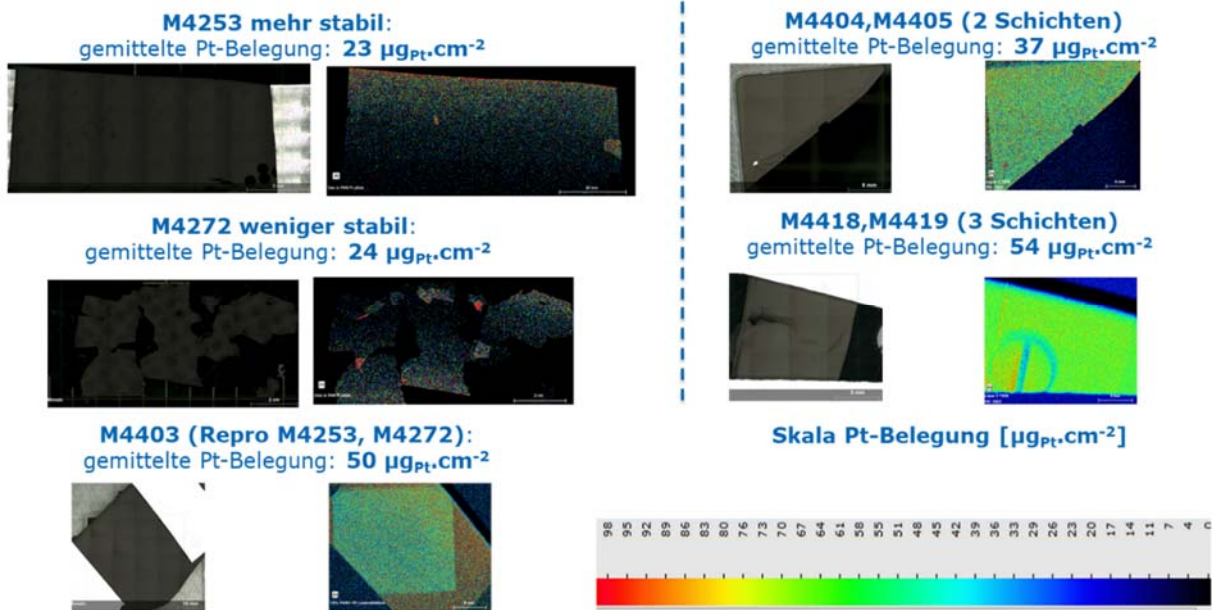


Abbildung 16: Bestimmung der Pt-Belegung mittels Röntgenfluoreszenzspektroskopie (RFA)

Obwohl die Pt-Belegung ein notwendiger Parameter ist, reicht sie allein nicht aus, um zu erklären, ob eine MEA ORR-aktiv ist. Die rot markierten MEAs (siehe Tabelle 6) zeigen keinen OCV. Eine ORR-Aktivität ist dagegen nur bei MEAs mit Pt-Laserablation in PAN nachzuweisen. Dies deutet darauf hin, dass neben der Pt-Menge vor allem die Art der Pt-Einbringung und die resultierende Mikrostruktur bzw. Erreichbarkeit des Pt (Kontakterung, Verteilung, Einbindung in die PAN-basierte Faserstruktur) entscheidend sind. Der Vergleich M4253 ($24 \mu\text{g}_{\text{Pt}}/\text{cm}^2$, ORR-aktiv) mit Proben höherer Pt-Belegung legt nahe, dass die Laserablation in PAN eine bessere Pt-Nutzbarkeit (z. B. günstigere Verteilung/Anbindung nahe der Oberfläche) erzeugt. Das $\mu\text{XRF-Mapping}$ unterstützt dabei typischerweise auch Aussagen zur Homogenität der Pt-Verteilung: Eine geringere oder inhomogenere Belegung kann die lokale Reaktionszone einschränken, selbst wenn der Mittelwert der Pt-Beladung im erwarteten Bereich liegt.

1.6 Arbeitspaket 6: Iterative Optimierung von PAN-, CNF- und Pt/CNF-Vliesen auf der Basis der Ex-Situ-Vorcharakterisierung

Zusätzlich zu den drei Elektrosplein-Methoden im Arbeitspaket 4 wurden weitere Optimierungsversuche durchgeführt. Ein Ansatz bestand in der Plasmabehandlung der CNFs, um die oberste Schicht gezielt zu entfernen und eingeschlossene Pt-Nanopartikel freizulegen. Ziel war es, die katalytische Aktivität durch eine bessere Zugänglichkeit der Platinpartikel zu steigern. Allerdings führte der starke Ionenbeschuss sowie eine mögliche Oxidation zur unerwarteten Zerstörung der Fasern, wodurch das gesamte Vlies seine Struktur verlor. Eine weitere Optimierung bestand in der Entwicklung eines Mehrschicht-Elektrospleinverfahrens, um eine gezielte Platzierung der Pt-Schicht bei gleichzeitig verbesserter mechanischer Stabilität zu erreichen. Bei einem Zweischichtsystem bestand die untere Schicht aus reinem PAN, während die obere Schicht aus PMMA/Pt bestand, wodurch die mechanische Stabilität durch die stabile untere Schicht verbessert und das Pt primär an der Oberfläche platziert wurde. Hierdurch konnte eine Pt-Beladung von 14,70 % erzielt werden. Das Dreischichtsystem war als Sandwich-Struktur aufgebaut, bei der die äußeren Schichten aus PAN bestan-

den, während die mittlere Schicht PMMA/Pt enthielt. Diese äußeren Schichten sollten während der Carbonisierung eine Schutzfunktion übernehmen, um Pt-Verluste durch Sublimation zu minimieren, während gleichzeitig die mechanische Stabilität erhalten blieb. Eine geringe Erhöhung der Pt-Beladung von 16,24 % konnte nachgewiesen werden. Die resultierende Faserstruktur der beiden Schichtsysteme ist in Abbildung 17 dargestellt. Im Zweischichtsystem (Abbildung 17, links) liegt die Pt-haltige PMMA-Schicht direkt an der Oberfläche und bildet Pt-Agglomerate auf den Fasern, während im Dreischichtsystem (Abbildung 17, rechts) die zusätzlichen äußeren PAN-Schichten die Pt-Partikel größtenteils überdecken.

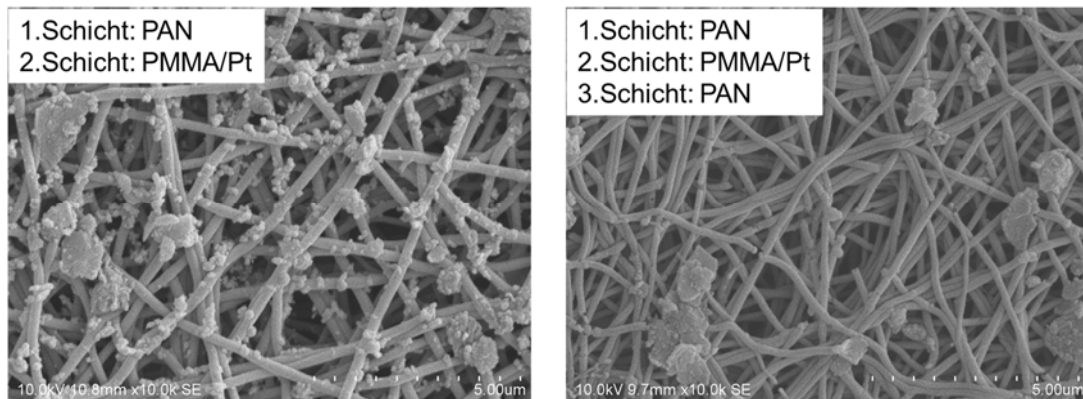


Abbildung 17: REM-Aufnahmen der carbonisierten Mehrschichtsysteme. Links: Zweischichtsystem mit PAN als unterer Schicht und PMMA/Pt als zweiter Schicht. Rechts: Dreischichtsystem in Sandwichstruktur mit PAN als äußeren Schichten und PMMA/Pt als mittlerer Schicht.

In einem weiteren Schritt wurde ein weiteres Sandwich-Elektrospinnssystem untersucht, bei dem im Unterschied zu den zuvor beschriebenen Mehrschichtsystemen die beiden äußeren Schichten aus PAN/PMMA bestanden und die mittlere Schicht aus reinem PAN aufgebaut war. Ziel war es, durch die thermische Zersetzung des PMMA während der Pyrolyse eine poröse Oberflächenstruktur zu erzeugen und damit zusätzliche spezifische Oberfläche für die nachträgliche Platinierung bereitzustellen. BET-Messungen bestätigten diesen Ansatz, da im Vergleich zu einem rein aus PAN bestehenden Nanofaservlies mit einer spezifischen Oberfläche von $7 \text{ m}^2/\text{g}$ für das PAN/PMMA Sandwichsystem eine deutlich vergrößerte Oberfläche von etwa $100 \text{ m}^2/\text{g}$ ermittelt wurde. Die nachträgliche Pt-Beladung führte jedoch zu vergleichbaren Pt Flächenbeladungen, die über Röntgenfluoreszenzanalyse für das PAN-Vlies mit $223,7 \pm 8,6 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ und für das PAN/PMMA Vlies mit $208,9 \pm 9,1 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ bestimmt wurden. Möglicherweise ist der durch die Zersetzung von PMMA erzeugten Mikro- und Mesoporesität für die Pt-Spezies nur eingeschränkt zugänglich, da die BET-Messungen Porendurchmesser im Bereich von etwa 2 nm bis maximal 15 nm gezeigt haben und diese vergleichsweise engen Poren daher nicht in vollem Umfang zur effektiven Erhöhung der Platinbeladung beitragen.

Parallel dazu wurden CNF-Vliese mit dem Ziel einer erhöhten elektrischen Leitfähigkeit entwickelt. Hierzu wurden kommerziell verfügbare Carbon-Black-Partikel (Vulcan, Cabot Corporation) als Spinnadditive in Konzentrationen von 1, 2, 4 und 8 Gew.% bezogen auf PAN in die Spinnlösung eingearbeitet, anschließend elektrogesponnen, carbonisiert und nachträglich mit Pt beladen. Mit zunehmendem Vulcan-Anteil traten beim Elektrospinnen vermehrt Verstopfungen der Kanüle auf, sodass insbesondere bei hohen Konzentrationen die stabile Faserbildung deutlich eingeschränkt war. Die resultierenden CNF-Vliese zeigten im Vergleich zur Referenz ohne Vulcan eine deutlich erhöhte Flexibilität, was darauf hindeuten könnte, dass die eingelagerten Carbon-Black-Partikel die Bruchneigung des Faserverbundes reduzieren. Die in Ebenenrichtung mittels Vierpunkt-Methode bestimmte spezifische elektrische Leitfähigkeit nahm hingegen bei dem stark erhöhtem Vul-

can-Anteil von 8 Gew.% signifikant ab (von 51,51 S/m bei 1 Gew.% auf 14,26 S/m bei 8 Gew.%), was vermutlich darauf zurückzuführen ist, dass die Ausbildung zusammenhängender graphitischer Leitpfade durch die eingebetteten Partikel lokal gestört wird. BET-Analysen belegten eine Zunahme der spezifischen Oberfläche mit steigender Vulcan-Konzentration. So wurden für 1, 2, 4 und 8 Gew.% Vulcan spezifische Oberflächen von 14, 19, 31 bzw. 45 m²/g ermittelt. Trotz dieser Oberflächenvergrößerung konnte über die XRF-Messung keine höhere Pt-Flächenbeladung erzielt werden. Die Werte lagen beispielsweise für 1 Gew.% Vulcan bei 222,6 ± 21,4 µg/cm² und für 2 Gew.% bei 204,9 ± 18,7 µg/cm². Die morphologischen Veränderungen infolge der Vulcan-Zugabe sind in Abbildung 18 anhand der REM-Aufnahmen der Nanofasern mit verschiedenen Vulcan-Anteilen dargestellt, in denen die Carbon-Black-Partikel als agglomerierter Partikel auf den Faseroberflächen erkennbar sind.

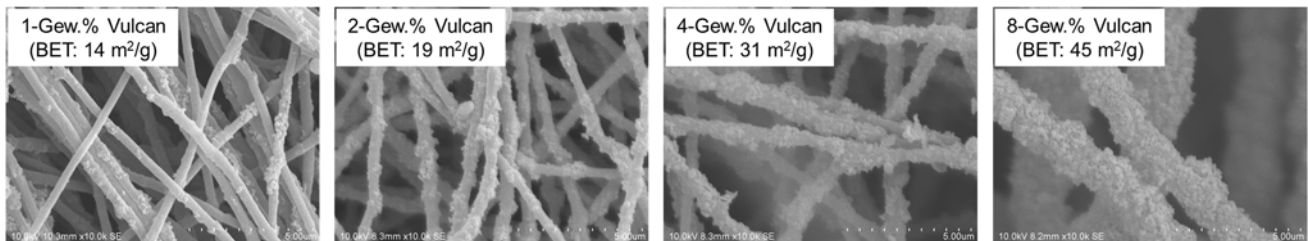


Abbildung 18: REM-Aufnahmen carbonisierter CNF-Vliese mit unterschiedlichen Vulcan-Anteilen (1, 2, 4 und 8 Gew.% bezogen auf PAN) und den zugehörigen BET-Oberflächen.

Im Rahmen der drei untersuchten Herstellungsstrategien sowie der iterativen Optimierungsversuche konnte gezeigt werden, dass die Ansätze mit Pt-Zugabe vor der Carbonisierung, sowohl die Pt-PAN-Mischungen als auch die Kern-Mantel-Systeme, zwar je nach Methodik zu einer deutlichen Erhöhung des gesamten Pt-Gehalts in den CNF-Katalysatorschichten führten, der überwiegende Anteil des Platins jedoch im Faserinneren lokalisiert war und damit für die katalytische Umsetzung weitgehend inaktiv blieb. Die Kombination der ICP- und XRF-Ergebnisse mit den XPS-Messungen und REM-Aufnahmen deutet darauf hin, dass oberflächennahe Pt-Spezies während der Hochtemperaturbehandlung oberhalb von 1000 °C entweder in das Faserinnere diffundierten oder teilweise durch Verdampfung platinhaltiger Spezies verloren gingen, sodass nach der Carbonisierung nur ein geringer, mit XPS kaum nachweisbarer Pt-Anteil in der äußersten Oberflächenschicht verblieb. Im Gegensatz dazu zeigte sich bei der nachträglichen Pt-Abscheidung auf bereits carbonisierten CNF-Vliesen, dass Platin gezielt in den oberflächennahen, elektrochemisch aktiven Bereichen eingebracht werden konnte. Hier konnten über XRF-Analysen die gewünschten Pt-Flächenbeladungen nachgewiesen werden, wobei die geforderten Zielgrößen für die weitere elektrochemische Charakterisierung erreicht wurden.

1.7 Arbeitspaket 7: Herstellung von CCMs mit Pt/CNF-Vliesen-Kathoden

ZBT hat die CNF-basierten „FASER-KAT“-Proben mittels Ionomer-Dispersion voraktiviert und daraus Kathodenstrukturen hergestellt. Teilweise wurde auch eine Ionomer/Vulcan-XC72R-Dispersion genutzt, insbesondere, wenn die elektrische Leitfähigkeit des CNF-Substrats (z. B. bei PAN_{OX} ohne Carbonisierungsschritt) nicht ausreichend war. Die Voraktivierung erfolgte mittels vollautomatisiertem Ultraschallsprühverfahren (EXACTA COAT). Dabei wurde das CNF-Substrat („Probe“, Abbildung 19) zur mechanischen Stabilisierung während des Sprühprozesses auf einer Gasdiffusionsschicht GDS (Freudenberg H23C8) positioniert. Auf diese Weise bleibt das mechanisch empfindliche CNF-Substrat während der Beschichtung stabil und plan.

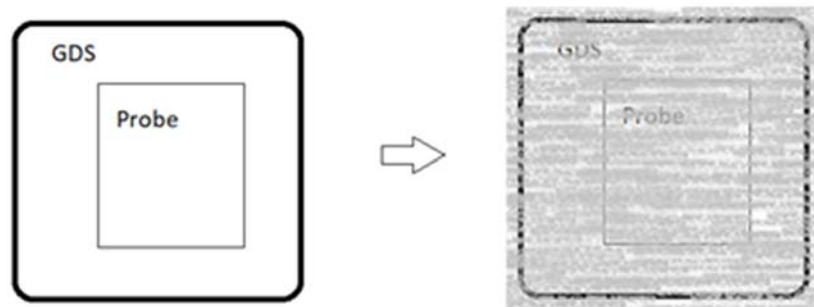


Abbildung 19: Voraktivierung der CNF-Substrate (Probe) auf Gasdiffusionsschicht (GDS) mit Ionomer-Dispersion mittels Ultraschallprozess.

Die Ionomer-Dispersion wurde auf die gesamte Fläche der Gasdiffusionsschicht (5 cm × 5 cm) aufgesprüht. Für die Auswertung und spätere elektrochemische Charakterisierung wurde jedoch ausschließlich die geometrische Fläche des CNF-Substrats als Kathodenfläche zugrunde gelegt, da der Pt-Katalysator nur in diesem Bereich vorhanden ist. Für ausgewählte Kathodenproben entwickelte ZBT zusätzlich eine innovative Prozedur zur galvanischen Abscheidung von Pt.

Für die MEA/CCM-Herstellung wurde eine Nafion™ HP-Membran (PFSA-verstärkt, Dicke 20,3 µm) eingesetzt. Als Anode diente ein ZBT-Standardaufbau mit einer Pt-Beladung von 50 µg_{Pt}/cm². Kathode, Membran und Anode wurden bei 160 °C und einer Anpresskraft von 20 kg·cm⁻² laminiert. Die resultierenden MEAs wurden anschließend in einer PEMFC-Hardware (balticfuelcell) mit 25 cm² geometrischer Fläche montiert und für die elektrochemische Charakterisierung bereitgestellt.

1.8 Arbeitspaket 8: PEMFC-Tests

Die Abbildung 20 vergleicht die PEMFC-Polarisationskurven mehrerer MEAs mit unterschiedlichen „FASER-KAT“-Kathodenaufbauten (Legende rechts: Pt-Ablation in PAN, PAN + Pt-Ablation in PMMA als 2-Lagen-Ansatz, 3. PAN-Decklage, sowie Pt-Abscheidung). Dargestellt sind jeweils Messungen bei 70 % r.F. und 0 % r.F. (oben: Ausgangszustand, unten: nach Alterung/Aktivierung).

Über alle Proben zeigt sich, dass die Performance unter trockenen Bedingungen (0 % RH) häufig höher ausfällt als bei 70 % r.F. Das ist konsistent mit der Annahme, dass die CNF-basierten Strukturen sehr hydrophil sind und bei höherer Feuchte eher zu ungünstiger Wasserbilanz/Transportlimitierungen neigen. Eine auffällige Ausnahme ist die Pt-Abscheidung-MEA (M4498), die zwar hohe Ströme erreicht, aber insgesamt ein abweichendes Verhalten zeigt.

Tabelle 7: PEMFC-Testbedingungen und beschleunigte Alterungsstresstest (AST) von Department of Energy, USA (DOE).

Pol. curve	p [bar abs]	t [°C]	RHc [%]	RHa [%]
1	2.5	80	70	70
2	2.5	80	15	70
3	2.5	80	0	70
Aging DOE "support": 5k traingular cycles 1,0 - 1,5 V, 0.5 V.s⁻¹, 80°C, 100% RH				
1 after aging	2.5	80	70	70
2 after aging	2.5	80	15	70
3 after aging	2.5	80	0	70

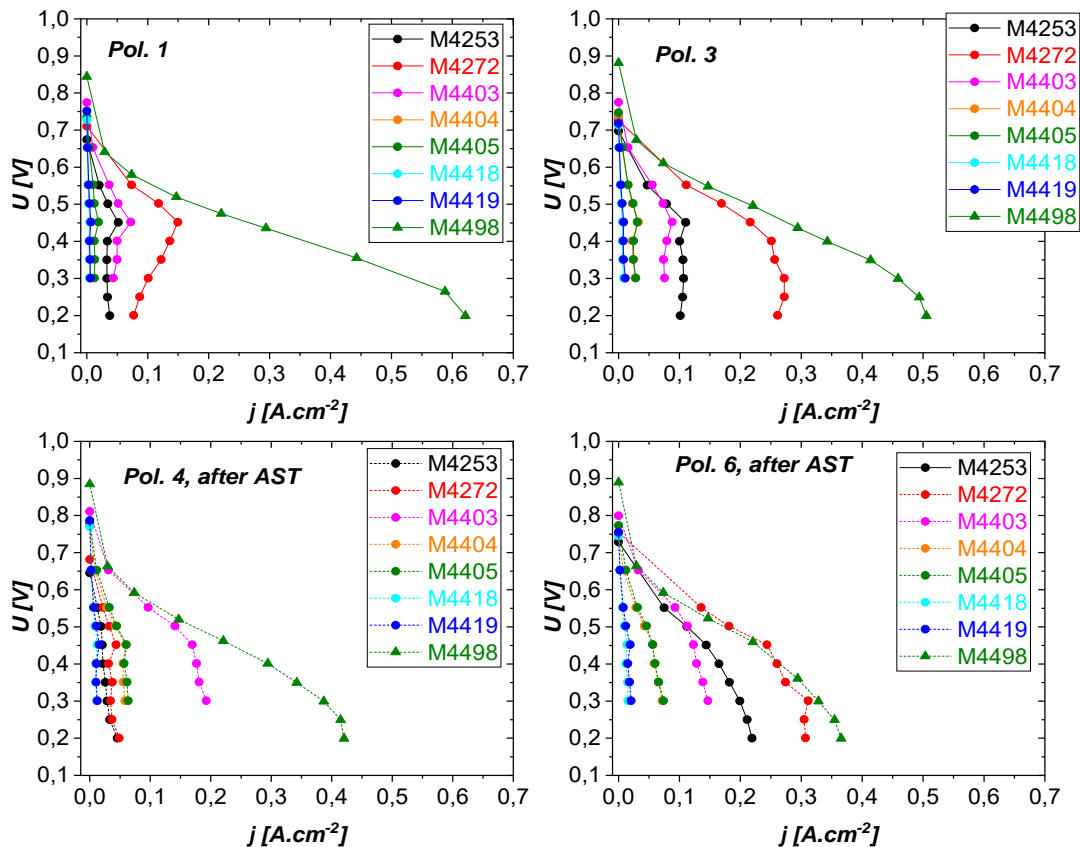


Abbildung 20: U/j -Kennlinien der ersten MEAs mit der Kathode „FASER-KAT“.

Bei mehreren MEAs wird eine niedriger OCV-Wert ($< 0,8$ V) beobachtet. Das spricht für eine eingeschränkte ORR-Startaktivität bzw. Pt-„Vergiftung“/Abschirmung zu Beginn. Nach der Alterung verschieben sich die Kurven teilweise zu höheren Strömen, was auf eine Aktivierung durch Freilegen zugänglicher Pt-Oberflächen hinweist. Eine plausible Erklärung ist eine anfängliche C-Haut/organische Restschicht auf Pt bzw. in der Faserstruktur, die während der Alterung teilweise entfernt/„oxidiert“ wird, wodurch Pt-Nanopartikel besser zugänglich werden.

Der Vergleich der Schichtdesigns zeigt außerdem, dass sich die zusätzliche dritte PAN-Schicht (M4418/M4419) insgesamt nachteilhaft gegenüber den 2-Lagen-Konzepten auswirkt, was auf zusätzliche Transportwiderstände bzw. eine ungünstigere Anbindung der aktiven Pt-Zone hindeutet. Insgesamt bestätigen die Kurven damit, dass nicht nur die Pt-Menge, sondern vor allem Pt-Einbringung, Schichtarchitektur und Zugänglichkeit der Pt-Reaktionszone die PEMFC-Performance bestimmen.

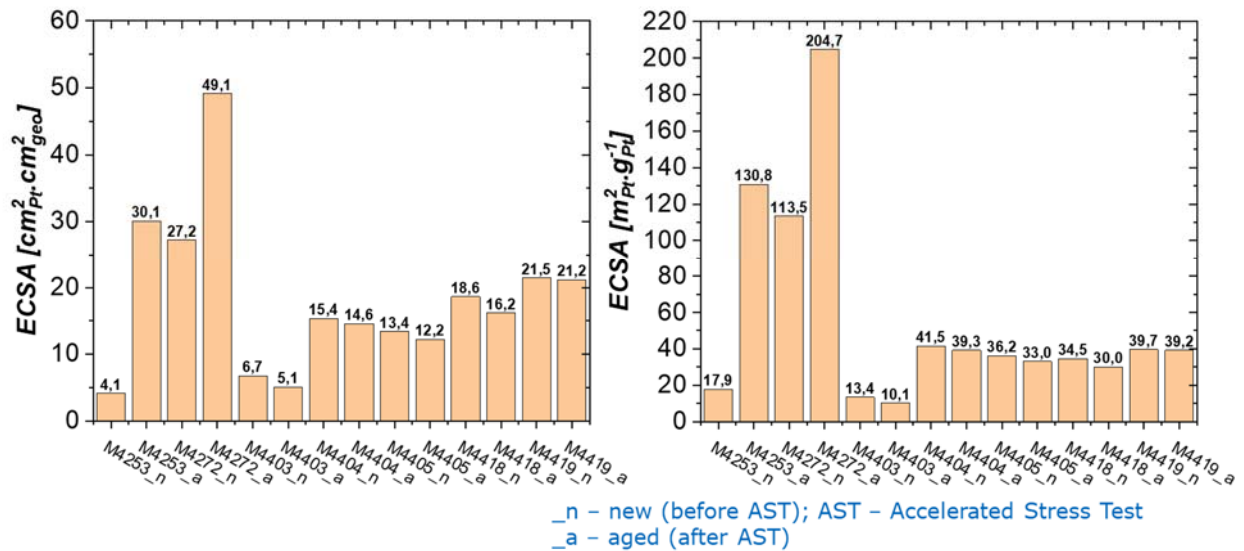


Abbildung 21: Elektrochemisch aktive Oberfläche (ECSA) der FASER-KAT-MEA-Kathoden vor (n) und nach Accelerated Stress Test (AST, a) in [cm_{Pt}²/cm_{geo}²] und normiert pro P-Belegung [m_{Pt}²/g_{Pt}]

Die Abbildung 21 vergleicht die ECSA-Daten der verschiedenen FASER-KAT-Kathodenarchitekturen im Neuzustand und nach dem AST. Auffällig ist, dass bei den Pt-ablatierten PAN-Proben (insbesondere M4253 und M4272) die ECSA nach dem AST deutlich ansteigt (ca. 2- bis 3-fach), was auf eine Aktivierung bzw. Freilegung zuvor abgeschirmter Pt-Oberflächen hindeutet. Bei den übrigen Proben zeigen sich nach dem AST eher geringe ECSA-Verluste oder weitgehend konstante Werte, was typisch für eine moderate Alterung mit leichten Oberflächenverlusten ist. Insgesamt unterstützt die ECSA-Entwicklung die Interpretation aus den Polarisationskurven: Ein Teil des Pt ist im Ausgangszustand nicht vollständig zugänglich (z. B. durch Oberflächenabdeckung/Abschirmung) und wird erst durch das Einfahren bzw. die beschleunigte Beanspruchung besser nutzbar. Die ECSA ist dabei insbesondere in der auf Pt-Masse normierten Darstellung ein geeigneter Kennwert, um die Pt-Ausnutzung zwischen den MEAs vergleichend zu bewerten.

Die Abbildung 22 zeigt die Kurzschlusselktronenleitfähigkeit („El. cond.“, orange, mS/cm²) und den H₂-Durchtritt (grün, mA/cm²) der MEAs. Als Richtwerte sollten für Nafion™ HP sowohl El. cond. < 2 mS/cm² als auch H₂-Durchtritt < 2 mA/cm² liegen (gestrichelte Linie als Orientierung). Die Ergebnisse zeigen, dass der H₂-Durchtritt für alle untersuchten MEAs im zulässigen Bereich liegt und somit keine auffälligen Membrandefekte bzw. Gasleckagen angezeigt werden. Demgegenüber ist die Kurzschlusselktronenleitfähigkeit bei einzelnen Proben deutlich erhöht, insbesondere bei M4253 und M4272. Dies weist auf einen erhöhten elektronischen Leckstrom bzw. partielle Kurzschlusswege im MEA-Aufbau hin. Als plausible Ursache wird angenommen, dass das verwendete Heißpressen mit 5 kN (entspricht ca. 20 kg/cm² bei 25 cm²) für die kleinen, CNF-basierten Kathodenstrukturen zu hoch sein kann und dadurch lokale Kontakt-/Durchdringungs- oder Strukturprobleme begünstigt, die die elektronische Leitfähigkeit durch die MEA erhöhen.

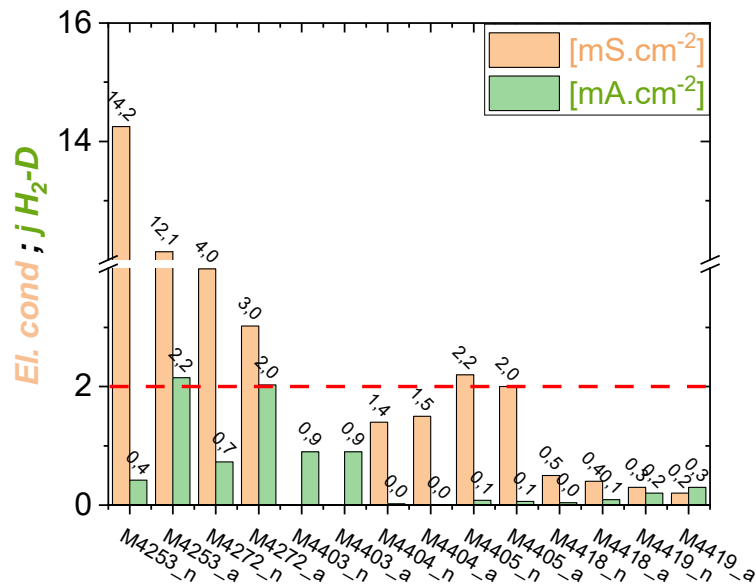


Abbildung 22: Kurzschlussleitfähigkeit („El. cond.“) und H₂-Durchtritt der MEAs (Nafion™ HP) – Vergleich vor (n) und nach Alterung (a) mit Richtwerten (2 mS/cm² bzw. 2 mA/cm²) für Nafion HP

Im Projekt konnten erstmals MEAs auf Basis selbsttragender FASER-KAT-Kathodenkatalysatorschichten (CNF-basiert) erfolgreich hergestellt und im PEMFC-Betrieb getestet werden. Dabei zeigte sich, dass nur Kathodenkatalysatorschichten mit Pt-Laserablation – sowohl in PAN als auch in PMMA – eine messbare ORR-Aktivität aufweisen. Innerhalb dieser Varianten lieferte die Pt-Laserablation in PAN die beste Kathodenperformance in der PEMFC. Dagegen zeigten Elektroden, bei denen zusätzlich ex-situ hergestelltes Pt-Kolloid eingebracht wurde, keine ORR-Aktivität, was auf eine unzureichende elektrochemische Zugänglichkeit bzw. ungünstige Einbindung des Pt in die Reaktionszone hindeutet. Die insgesamt noch relativ geringe PEMFC-Leistung ist durch die niedrige Pt-Beladung (ca. 20 bzw. 50 µg_{Pt}/cm², bestimmt mittels RFA) sowie durch eine Abdeckung der Pt-Nanopartikel plausibel erklärbar. Eine mögliche Ursache ist eine kohlenstoffartige „Haut“/Abschirmung, die die Pt-Oberfläche zunächst teilweise passiviert und erst im Verlauf einer beschleunigten elektrochemischen Alterung teilweise oxidiert wird, wodurch Pt-Anteile besser zugänglich werden können. Zudem wurde eine bessere Kathodenleistung unter trockenen Bedingungen beobachtet. Dies ist konsistent mit der Annahme, dass CNF-Strukturen vergleichsweise hydrophil sind und bei höherer Befeuchtung eher zu ungünstiger Wasserbilanz bzw. Transportlimitierungen neigen.

Für die Alterungsuntersuchungen wurde festgestellt, dass der DOE-Belastungstest (1,0–1,5 V vs. RHE) zur gezielten Trägeralterung sehr aggressiv ist und selbst kommerzielle CCMs stark degradiert. Daher wird für die nächsten MEAs das ZBT-AST-Protokoll (0,4–1,0 V vs. RHE) eingesetzt, um eine realistischere Beanspruchung und besser vergleichbare Aussagen zur Stabilität der neuartigen Kathoden zu ermöglichen.

Als alternative Prozessroute wurde außerdem eine nachträgliche Pt-Abscheidung untersucht. Diese Pt-Abscheidung war zwar grundsätzlich erfolgreich auf Rußen und CNFs, jedoch zeigen die Pt/CNF-Proben eine geringe ECSA sowie Hinweise auf Laminierungs- bzw. Kontaktprobleme zwischen Pt/CNF-Kathode und Protonenaustauschmembran, was sich u. a. in einem deutlich erhöhten ohmschen Widerstand (bis ca. 10-fach höherer R_{ohm}) äußert.

1.9 Arbeitspaket 9: Iterative Optimierung von Pt/CNF-Vliesen und CCM auf der Basis kombinierter Ex und In Situ-Ergebnisse

Die Tabelle 8 gibt einen Überblick über die hergestellten und geprüften iterativ optimierten MEA-Varianten (M-Nummern) im Rahmen der FASER-KAT-Entwicklung. Jede Zeile steht für eine konkrete Proben-/MEA-Konfiguration, die sich in mehreren Entwicklungszyklen schrittweise aus den vorherigen Ergebnissen abgeleitet hat (z. B. Anpassungen an Schichtaufbau, Pt-Einbringungsmethode, Ionomer-Implementierung und Laminierparametern). Die farbliche Markierung (blau/weiss/rot) dient der schnellen Zuordnung des Ergebnisstatus der jeweiligen MEA (z. B. blau und weiß (ganz neue Messungen): funktionsfähig vs. rot: nicht funktionsfähig/keine ORR-Aktivität bzw. kein OCV).

Tabelle 8: Übersicht der iterativ optimierten FASER-KAT-MEA-Varianten (M-Nummern) einschließlich Vulcan-XC72R-Zugabe als zusätzlicher Katalysatorträger zur Oberflächenvergrößerung für die Pt-Abscheidung.

MEA Nummer	Belegung (200µg Pt/cm ²)	Vulcan XC72R	Fläche
M4676	Probe 10 PAN/Vulcan (4-Gew.% Vulcan, bezogen auf PAN) (Oxi. & Carb.)	nein	16,8cm ²
M4675	Probe 10 PAN/Vulcan (4-Gew.% Vulcan, bezogen auf PAN) (Oxi. & Carb.)	nein	16,5cm ²
M4674	Probe 10 PAN/Vulcan (4-Gew.% Vulcan, bezogen auf PAN) (Oxi. & Carb.)	ja	16,8cm ²
M4673	Probe 10 PAN/Vulcan (4-Gew.% Vulcan, bezogen auf PAN) (Oxi. & Carb.)	ja	15,5cm ²
M4672	Probe 9 PAN/Vulcan (4-Gew.% Vulcan, bezogen auf PAN) (Oxi.)	ja	24,5cm ²
M4671	Probe 9 PAN/Vulcan (4-Gew.% Vulcan, bezogen auf PAN) (Oxi.)	ja	23,5cm ²
M4670	Probe 8 PAN/Vulcan (2-Gew.% Vulcan, bezogen auf PAN)(Oxi. & Carb.)	nein	17,2cm ²
M4669	Probe 8 PAN/Vulcan (2-Gew.% Vulcan, bezogen auf PAN)(Oxi. & Carb.)	nein	17,3cm ²
M4668	Probe 8 PAN/Vulcan (2-Gew.% Vulcan, bezogen auf PAN)(Oxi. & Carb.)	ja	16,8cm ²
M4667	Probe 8 PAN/Vulcan (2-Gew.% Vulcan, bezogen auf PAN)(Oxi. & Carb.)	ja	15,9cm ²
M4666	Probe 7 PAN/Vulcan (2-Gew.% Vulcan, bezogen auf PAN) (Oxi.)	ja	25,0cm ²
M4665	Probe 7 PAN/Vulcan (2-Gew.% Vulcan, bezogen auf PAN) (Oxi.)	ja	25,0cm ²
M4664	Probe 6 PAN/Vulcan (1-Gew.% Vulcan, bezogen auf PAN)(Oxi. & Carb.)	nein	19,2cm ²
M4663	Probe 6 PAN/Vulcan (1-Gew.% Vulcan, bezogen auf PAN)(Oxi. & Carb.)	nein	18,5cm ²
M4662	Probe 6 PAN/Vulcan (1-Gew.% Vulcan, bezogen auf PAN)(Oxi. & Carb.)	ja	17,6cm ²
M4661	Probe 6 PAN/Vulcan (1-Gew.% Vulcan, bezogen auf PAN)(Oxi. & Carb.)	ja	17,9cm ²
M4660	Probe 5 PAN/Vulcan (1-Gew.% Vulcan, bezogen auf PAN) (Oxi.)	ja	19,5cm ²
M4659	Probe 5 PAN/Vulcan (1-Gew.% Vulcan, bezogen auf PAN) (Oxi.)	ja	20,0cm ²
M4658	Probe 4 PAN (Oxi. & Carb.)	nein	23,5cm ²
M4657	Probe 4 PAN (Oxi. & Carb.)	nein	21,6cm ²
M4656	Probe 4 PAN (Oxi. & Carb.)	ja	23,0cm ²
M4655	Probe 4 PAN (Oxi. & Carb.)	ja	19,8cm ²
M4654	Probe 3 PAN(Oxi.)	ja	12,5cm ²
M4653	Probe 3 PAN(Oxi.)	ja	12,0cm ²
M4652	Probe 2 Sandwich: 1.PAN/PMMA 2. PAN 3.PAN/PMMA (Oxi. & Carb.)	nein	16,8cm ²
M4651	Probe 2 Sandwich: 1.PAN/PMMA 2. PAN 3.PAN/PMMA (Oxi. & Carb.)	nein	19,6cm ²
M4650	Probe 2 Sandwich: 1.PAN/PMMA 2. PAN 3.PAN/PMMA (Oxi. & Carb.)	ja	18,8cm ²
M4649	Probe 2 Sandwich: 1.PAN/PMMA 2. PAN 3.PAN/PMMA (Oxi. & Carb.)	ja	16,0cm ²
M4648	Probe 1 Sandwich: 1.PAN/PMMA 2. PAN 3.PAN/PMMA (Oxi.)	ja	5,6cm ²
M4647	Probe 1 Sandwich: 1.PAN/PMMA 2. PAN 3.PAN/PMMA (Oxi.)	ja	9,0cm ²

Wichtig für die Interpretation ist die Spalte „Vulcan XC72R“: Diese kennzeichnet nicht das CNF-Substrat selbst, sondern den zusätzlich von ZBT beigemischten Katalysatorträger Vulcan XC72R. Der Zweck dieser Zugabe besteht darin, eine größere spezifische Oberfläche bereitzustellen und damit die Pt-Abscheidung bzw. Pt-Verteilung zu unterstützen. Dadurch sollen mehr potenzielle Abscheide-/Ankerstellen für Pt-Nanopartikel verfügbar werden und die Pt-Ausnutzung verbessert werden. In der Tabelle lässt sich somit gezielt vergleichen, ob die Vulcan-Zugabe innerhalb der iterativen Optimierung einen Einfluss auf Herstellbarkeit, Funktionsstatus und Reproduzierbarkeit der MEAs hat.

Elektrisch leitfähige Proben ohne Vulcan in Ionomer-Dispersion

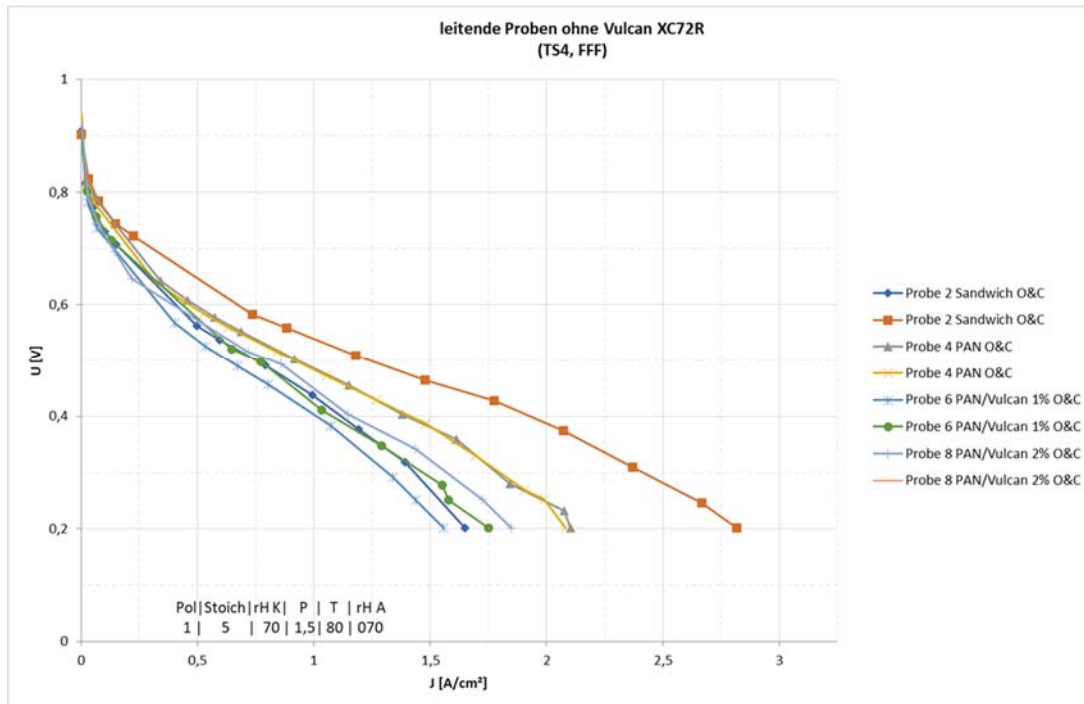


Abbildung 23: U/j-Kennlinien der elektrisch leitfähigen CNF-Proben Proben 2, 4, 6 und 8 (CNF-Kathoden) ohne Zugabe von Vulcan XC72R in der Ionomer-Dispersion.

Probe 2 = M4651–M4652 (Sandwich Oxi & Carb., ohne Vulcan):

Diese Variante zeigt über den gesamten Stromdichtebereich die höchste Zellspannung und die höchsten erreichbaren Stromdichten und somit die beste Performance. Das spricht für geringere Gesamtverluste, insbesondere für niedrigere Kontakt-/ohmische Widerstände und/oder eine günstigere Schichtanbindung durch das Sandwich-Layout.

Probe 4 = M4657–M4658 (PAN Oxi & Carb, ohne Vulcan):

Diese Probe liegt leistungsmäßig unter Probe 2 und erreicht eine mittlere Stromdichtegrenze (früheres Abknicken/Abbruch). Im Vergleich zum Sandwich-Aufbau treten hier eher Kontakt- oder Transportlimitierungen auf, sodass die Spannung bei steigender Stromdichte schneller abfällt.

Probe 6 = M4663–M4664 (PAN, ohne Vulcan) und Probe 8 = M4669–M4670 (PAN, ohne Vulcan):

Beide zeigen die schlechtesten Kennlinien in dieser Gruppe: geringere Zellspannungen bei gleicher Stromdichte und ein früheres Einsetzen des starken Spannungsabfalls. Das ist konsistent mit einer weniger optimalen Mikrostruktur bzw. weniger robuster Kontaktierung der CNF-Kathode, sodass ohne zusätzlichen hochoberflächigen Kohlenstoffträger (Vulcan) die Pt-Ausnutzung und/oder die protonische Anbindung stärker begrenzt ist.

Reproduzierbarkeit (jeweils zwei MEAs pro Probe):

Innerhalb jeder Probe liegen die beiden MEAs (z. B. M4651 vs. M4652) relativ nahe beieinander, was auf eine grundsätzlich reproduzierbare Herstellung hindeutet. Die Abweichungen sind jedoch sichtbar, was für CNF-basierte, mechanisch empfindliche Elektroden plausibel ist und auf eine gewisse Sensitivität gegenüber Laminierung/Kontaktpressung und lokaler Schichtuniformität schließen lässt.

Gesamtaussage für „ohne Vulcan in Ionomer-Dispersion“:

Auch ohne Vulcan-Zugabe sind leitfähige CNF-Kathoden prinzipiell funktionsfähig; die Performance wird aber stark von der Kathodenarchitektur bestimmt. Das Sandwich-Konzept (M4651–M4652) ist in diesem Datensatz klar überlegen und erscheint als robustester Ansatz für die nächste Optimierungsschleife (z. B. Feinabstimmung Ionomer-Beladung und Laminierparameter).

Die Abbildung 24 zeigt die PEMFC-Kennlinien der nichtleitenden CNF-Kathoden nach Zugabe von Vulcan XC72R zur Ionomer-Dispersion. Die Vulcan-Zugabe dient dazu, (i) die Kathodenleitfähigkeit zu erhöhen, (ii) die PEMFC-Performance zu verbessern und (iii) die Pt-Abscheidung überhaupt zu ermöglichen. Untersucht wurden Probe 3: PAN(Oxi.) (M4653/M4654), Probe 5: PAN/Vulcan 1 Gew.-% (M4659/M4660) und Probe 9: PAN/Vulcan 4 Gew.-% (M4671/M4672).

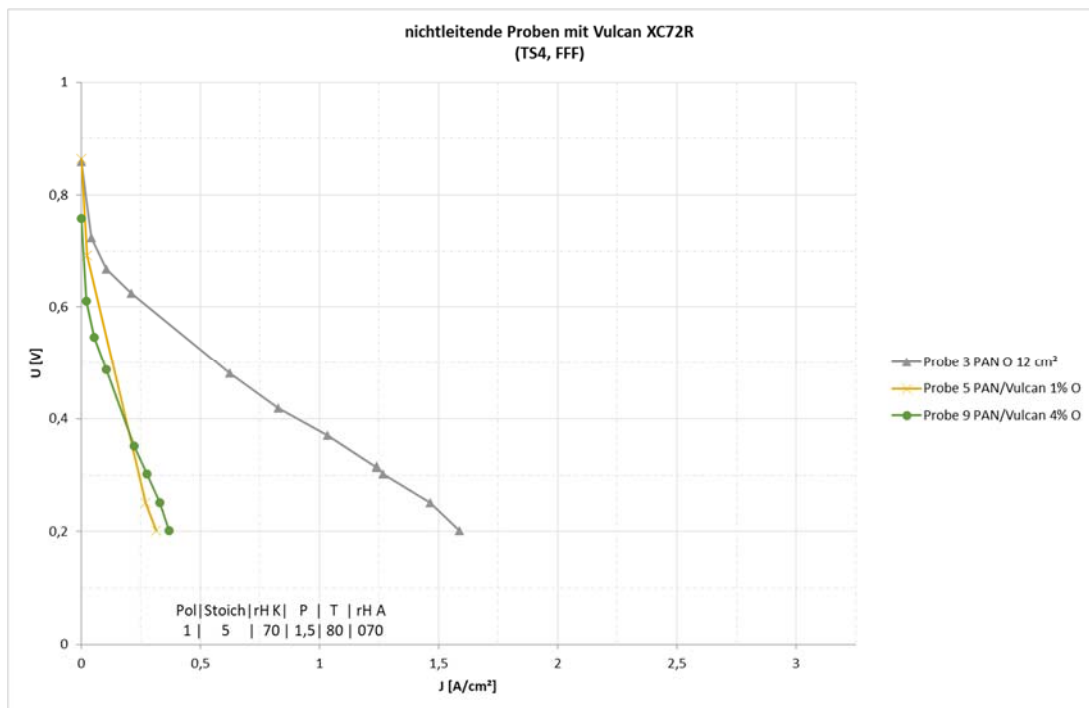


Abbildung 24: U/j -Kennlinien der nichtleitenden CNF-Proben 3, 5, 6 und 9 (CNF-Kathoden) mit Zugabe von Vulcan XC72R in der Ionomer-Dispersion.

Trotz Vulcan-Zugabe zeigen alle drei Varianten ein problematisches Zellverhalten: Der OCV-Wert bleibt unter 0,9 V, und die Kennlinien brechen bereits bei niedrigen Stromdichten stark ein. Dies korreliert mit den sehr hohen 1-kHz-Widerständen im Bereich von ca. 368 bis 658 $m\Omega \cdot cm^2$, die deutlich über den Werten der elektrisch leitenden Proben liegen. Damit dominieren ohmsche Verluste den Spannungsabfall, wodurch nur geringe Stromdichten erreichbar sind (Probe 5 und Probe 9 enden bereits im Bereich $< ca. 0,5 A/cm^2$; Probe 3 erreicht zwar höhere j , fällt aber ebenfalls stark ab).

In Summe lässt sich ableiten, dass der Vulcan-Zusatz in diesen nichtleitenden CNF-Systemen die gewünschte Leitfähigkeitssteigerung und Performanceverbesserung nicht erreicht hat. Zusätzlich war die Pt-Abscheidung bei diesen Proben häufig nicht erfolgreich durchführbar – damit wird das eigentliche Ziel der Vulcan-Zugabe (größere Oberfläche/„Ankerstellen“ für Pt und bessere elektronische Perkolation) in dieser Materialklasse nicht zuverlässig erfüllt.

Elektrisch leitfähige CNF-Vliese mit Vulcan in Ionomer-Dispersion

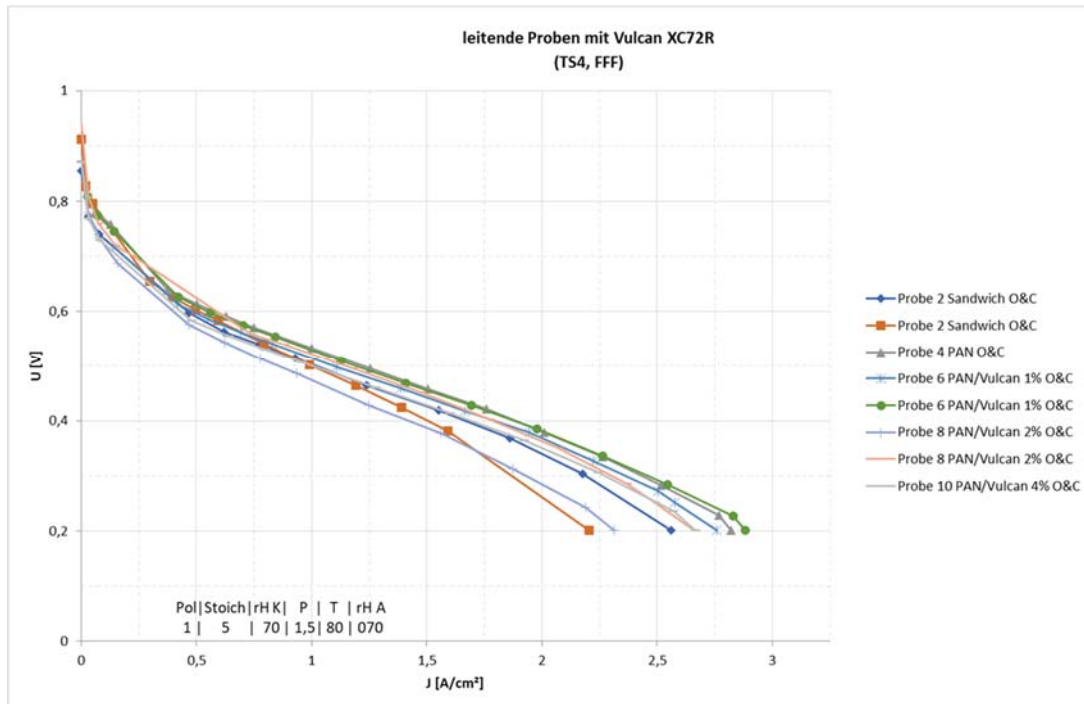


Abbildung 25: U/j-Kennlinien der leitenden CNF-Proben 2, 4, 6, 8 und 10 (CNF-Kathoden) mit Zugabe von Vulcan XC72R in der Ionomer-Dispersion.

Die Abbildung 25 zeigt die U/j-Kennlinien der leitfähigen CNF-Vlies-Kathoden mit Vulcan-Zugabe bzw. den jeweiligen Schichtaufbau. Die HFR-Werte fallen gering aus (ca. 72–150 mΩ.cm²) und die Kennlinien erreichen deutlich höhere Stromdichten als die nichtleitenden Varianten; damit sind die ohmischen Verluste wesentlich geringer und die Performance insgesamt verbessert.

Probe 2 (M4649, M4650; Sandwich, Oxi. & Carb.):

Die Kennlinien liegen im oberen Feld, zeigen aber eine spürbare Streuung. Das passt zu den HFR-Werten 76,27 bzw. 115,94 mΩ.cm²: Der höhere Widerstand führt zu einem stärkeren linearen Spannungsabfall bei steigender Stromdichte und erklärt die Abweichung zwischen den beiden MEAs.

Probe 4 (M4655, M4656; PAN, Oxi. & Carb.):

Mittlere Performance mit relativ stabiler Charakteristik – der HFR von 91,77 mΩ.cm² liegt im Mittelfeld und ist konsistent mit einem etwas stärkeren ohmischen Spannungsabfall gegenüber den besten Proben.

Probe 6 (M4661, M4662; PAN/Vulcan 1 Gew.-%, Oxi. & Carb.):

Diese Variante zeigt die beste Gesamtpformance in den Kennlinien; entsprechend ist M4662 als beste MEA einzuordnen. Die HFR-Werte sind niedrig und relativ nah beieinander (75,44 bzw. 87,45 mΩ.cm²), was die gute Leistungsfähigkeit und die insgesamt verbesserte Reproduzierbarkeit innerhalb dieser Probe unterstützt.

Probe 8 (M4667, M4668; PAN/Vulcan 2 Gew.-%, Oxi. & Carb.):

Die Kennlinien liegen insgesamt gut, jedoch mit deutlicher Streuung. Das spiegelt sich in den HFR-Werten 77,93 vs. 149,98 mΩ.cm² wider: Der sehr hohe Widerstand einer MEA erklärt den frühzeitigeren Spannungsabfall und die geringere erreichbare Stromdichte.

Probe 10 (M4673; PAN/Vulcan 4 Gew.-%, Oxi. & Carb.):

Gute Kennlinie bei niedrigem HFR von $71,69 \text{ m}\Omega\cdot\text{cm}^2$ (Bestwert im Datensatz). Die Einzelprobe deutet darauf hin, dass hohe Leitfähigkeit erreichbar ist; zur Reproduzierbarkeit dieser Variante sind mit nur einer MEA jedoch keine belastbaren Aussagen möglich.

Die leitenden CNF-Vlies-Kathoden zeigen insgesamt niedrige 1-kHz-Widerstände und entsprechend gute U/j-Performance. Innerhalb der untersuchten Varianten liefert Probe 6 (PAN/Vulcan 1 Gew.-%) die beste Kombination aus Performance und HFR; die beste MEA ist M4662. Die Streuung der HFR-Werte (insbesondere bei Probe 8) zeigt zugleich, dass die Ergebnisse weiterhin empfindlich auf Kontaktierung/Laminierung und lokale Schichtuniformität reagieren.

Referenz-Kathoden mit Vulcan und ohne CNF-Vliese

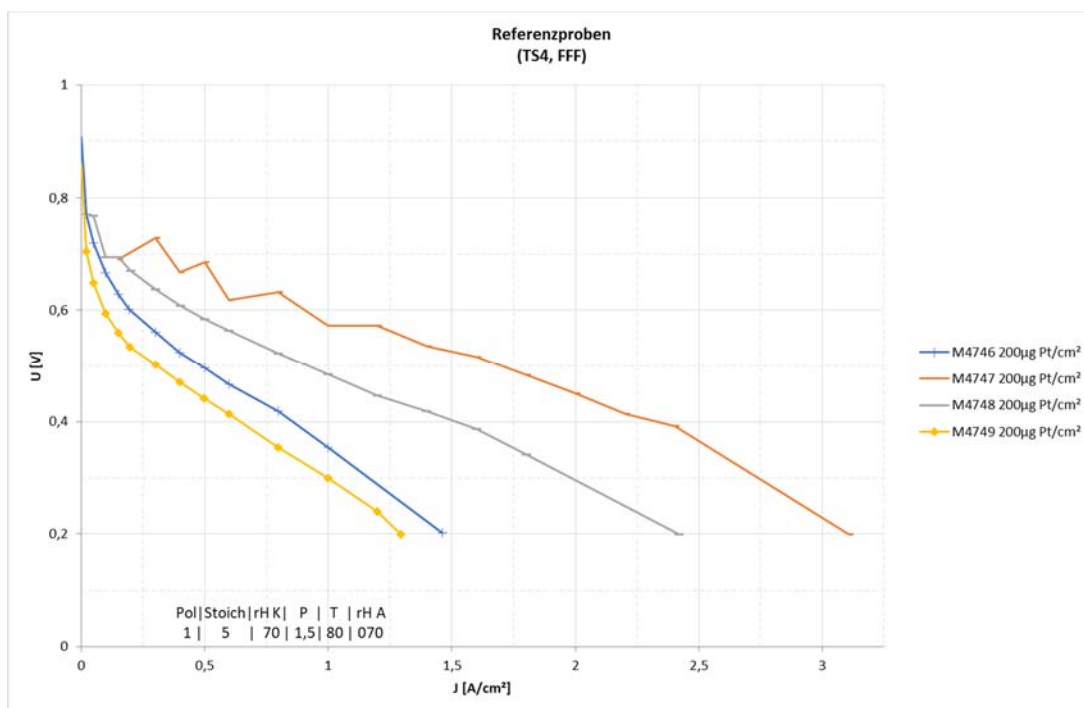


Abbildung 26: U/j-Kennlinien der Referenzproben mit ausschließlich Vulcan XC72R (ohne CNF-Substrate).

Die Referenz-MEAs mit reinem Vulcan und in-situ Pt-Abscheidung ($200 \mu\text{g}_{\text{Pt}}/\text{cm}^2$) (Abbildung 26) zeigen eine sehr geringe Reproduzierbarkeit: Die U/j-Kennlinien weichen deutlich voneinander ab und erscheinen teilweise unplausibel, weshalb sie nicht als belastbare Benchmark im engeren Sinne genutzt wurden. Auffällig ist insbesondere die große Differenz zwischen dem „alten“ Aktivieren (M4746/M4747) und dem „neuen“ Aktivieren (M4748/M4749), was darauf hindeutet, dass die Performance dieser Referenzen stark vom Aktivierungs-/Einfahrprotokoll und der damit verbundenen Pt-Zugänglichkeit abhängt. Beim „neuen“ Aktivieren wurden die Prozessparameter (insbesondere die Fahrweise/Parameterführung während der Aktivierung) besser kontrolliert; die grundsätzliche Prozedur blieb jedoch identisch.

Trotz der geringen Reproduzierbarkeit liegen die gemessenen 1-kHz-Widerstände im Bereich von ca. $76\text{-}112 \text{ m}\Omega\cdot\text{cm}^2$ und damit vergleichbar zu den leitfähigen CNF-Proben mit Vulcan XC72R. Entsprechend kann auch die erreichbare Performance einzelner Referenz-MEAs (insbesondere M4747/M4748) in eine ähnliche Größenordnung wie die leitenden Vulcan-CNF-Varianten fallen. Für die Gesamtbewertung bedeutet dies: Die

optimierten FASER-KAT-Kathoden bleiben weiterhin die bevorzugte Entwicklungsrichtung, während die Vulcan-Referenzen aufgrund der stark schwankenden Aktivierung/Abscheidung derzeit nur eingeschränkt als reproduzierbarer Vergleichsmaßstab geeignet sind.

1.10 Arbeitspaket 10: Bewertung der Skalierbarkeit der Pt/CNF-Vlies-CCM-Herstellung

Die im Projekt entwickelten Prozessketten zur Herstellung von Pt/CNF-Vlies-Katalysatorschichten und darauf basierenden CCM sind in der vorliegenden Form vor allem als Laborverfahren geeignet und lassen sich ohne weitergehende Anpassungen noch nicht direkt auf einen industriellen Maßstab übertragen. Die Kombination aus Elektrosponnen freistehender CNF-Vliese, mehrstufiger thermischer Behandlung und Pt-Belegung ist mit vergleichsweise langen Prozesszeiten, hohem apparativem Aufwand und einer komplexen Handhabung verbunden, sodass eine großserientaugliche Umsetzung unter den im Projekt gewählten Bedingungen derzeit nicht wirtschaftlich realisierbar erscheint. Die im Rahmen des Vorhabens erzielten Ergebnisse liefern jedoch einen wichtigen Machbarkeitsnachweis für Pt/CNF-basierte Katalysatorstrukturen. Aus den gewonnenen Struktur- und Materialdaten lassen sich Designrichtlinien für zukünftige Prozessvereinfachungen, alternative Strategien für die Pt-Belegung und kontinuierliche Fertigungskonzepte ableiten, die eine stärkere Annäherung an industrielle Rahmenbedingungen erlauben.

Ergänzend zur Pt-Abscheidung ist festzuhalten, dass eine Skalierung der in-situ Pt-Abscheidung grundsätzlich auch in einem späteren Prozessschritt vor einem Factory Acceptance Test (FAT) denkbar ist. Für eine robuste Hochskalierung kann hierfür jedoch hochpräzise und hochdynamische Potentiostat-/Galvanostat-Technik erforderlich sein, da eine reine Leistungsenke die benötigte Regelgüte, Transientenfähigkeit und Prozessführung für reproduzierbare Abscheidung und Homogenität nicht in jedem Fall abbildet. Damit sind insbesondere Anforderungen an eine definierte Strom-/Potentialführung, eine homogene Stromverteilung über größere Flächen sowie eine geeignete Inline-Prozessüberwachung zu adressieren.

Darüber hinaus zeigen die entwickelten CNF- und Pt/CNF-Vliese aufgrund ihrer Kombination aus hoher spezifischer Oberfläche, einstellbarer elektrischer Leitfähigkeit und definierbarer Porenstruktur ein Potenzial für den Einsatz in weiteren elektrochemischen Anwendungen, beispielsweise in Elektrolyseuren, Redox-Flow- und Metall-Luft-Batterien, Kondensatoren sowie als dünne funktionelle Schichten in Filtrations- oder Sensorsystemen.

Im ZBT-Teil (FE2) wurden in AP3, AP4 und AP5 die CNF-Substrate sowie Pt/CNF-Strukturen elektrochemisch und elektrisch bewertet und als zentrale Stellgröße die ohmsche Anbindung der Kathode identifiziert: Zwischen leitfähigen Proben (mit/ohne Vulcan) und nichtleitfähigen Proben (trotz Vulcan-Zugabe) zeigte sich ein klarer, reproduzierbarer Unterschied, der sich insbesondere in den 1-kHz-Widerständen und dem entsprechenden Spannungsabfall in den Polarisationskurven widerspiegelt. In AP7 und AP8 wurde die MEA/CCM-Herstellung und das Einfahrprotokoll iterativ optimiert; dabei liefert das optimierte Einfahren die höchste Anfangsperformance und führt zu einer erhöhten ECSA, was auf eine verbesserte Zugänglichkeit der aktiven Pt-Oberfläche hindeutet. In AP9 bestätigte die kombinierte Ex-/In-situ-Iteration, dass leitfähige Proben mit Vulcan-Zusatz insgesamt die beste PEMFC-Performance und die robusteste Kombination aus niedrigen Widerständen und reproduzierbarer Kennlinienform erreichen, während nichtleitfähige Proben auch mit Vulcan durch hohe Widerstände leistungslimitiert bleiben. Zusätzlich zeigte sich, dass carbonisierte Substrate ge-

genüber rein oxidierten Varianten deutlich performanter sind. Insgesamt ergibt sich damit, dass die optimierten FASER-KAT-Katalysatorschichten bei der am ZBT eingesetzten Pt-Abscheidungsmethode eine höhere PEMFC-Performance erreichen als konventionelle, rein Vulcan-basierte Katalysatorschichten.

2 Verwendung der Zuwendung

2.1 Forschungseinrichtung 1: DTNW

Ausgaben für Wissenschaftliches Personal (Ansatz A.1 des Finanzierungsplans):

- Es wurde wiss. Personal (HPA-A) im Umfang von 19,07 Personenmonaten eingesetzt.

Ausgaben für Gerätebeschaffung (Ansatz B des Finanzierungsplans):

- ein Messgerät zur Bestimmung der Flüssigkeitsdichte wurde beschafft

Ausgaben für Leistungen Dritter (Ansatz C des Finanzierungsplans):

- Wie beantragt wurden TEM- und XPS-Messungen beim ICAN durchgeführt.

2.2 Forschungseinrichtung 2: ZBT

Ausgaben für Wissenschaftliches Personal (Ansatz A.1 des Finanzierungsplans):

- Es wurde wiss. Personal (HPA-A) im Umfang von 18,96 Personenmonaten eingesetzt.

Ausgaben für Gerätebeschaffung (Ansatz B des Finanzierungsplans):

- Nicht beantragt

Ausgaben für Leistungen Dritter (Ansatz C des Finanzierungsplans):

- Nicht beantragt

3 Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit

Die innerhalb des Berichtszeitraums durchgeführten Arbeiten entsprechen den im Forschungsantrag vorgesehenen Arbeitsschritten. Das wissenschaftliche Personal wurde entsprechend dieser Arbeitspakete eingesetzt. Der Personaleinsatz war für die Erreichung der formulierten Forschungsziele notwendig und angemessen. Der Umfang der experimentellen Untersuchungen sowie der eingesetzte personelle und apparative Aufwand waren ebenfalls angemessen.

4 Darstellung des wissenschaftlich-technischen und wirtschaftlichen Nutzens der erzielten Ergebnisse insbesondere für KMU sowie ihres innovativen Beitrags und ihrer industriellen Anwendungsmöglichkeiten

Die erzielten Ergebnisse leisten einen Beitrag zur Weiterentwicklung freistehender Kohlenstoffnanofaservliese als Katalysatorträgerstrukturen für PEM-Brennstoffzellen und andere elektrochemische Anwendungen. Es konnten Aussagen zu den strukturabhängigen Materialeigenschaften getroffen werden, insbesondere hinsichtlich des Zusammenhangs zwischen Polymerzusammensetzung, Porenstruktur, Carbonisierungstemperatur, elektrischer Leitfähigkeit und Platinverteilung. Die systematische Untersuchung verschiedener Konzepte für die Platin-Belegung liefert außerdem wichtige Designrichtlinien zur Erhöhung der elektrochemisch aktiven Pt-Oberfläche und zur Bewertung der Eignung von Pt/CNF-Schichten für zukünftige MEA-Konzepte. Für KMU entlang der Wertschöpfungskette, insbesondere Materialhersteller, Elektroden- und MEA-Produzenten sowie Anlagenbauer, dienen die gewonnenen Prozessfenster und Materialdaten als Grundlage, um eigene CNF-basierte Materialien weiterzuentwickeln und auf skalierbare Fertigungskonzepte zu übertragen. Darüber hinaus weisen die entwickelten CNF- und Pt/CNF-Vliese aufgrund ihrer Kombination aus einstellbarer Leitfähigkeit, hoher spezifischer Oberfläche und definierbarer Porenstruktur auch Potenzial für Anwendungen in Elektrolyseuren, Redox-Flow- und Metall-Luft-Batterien, Kondensatoren sowie als dünne funktionelle Schichten in Filter- und Sensorsystemen auf.

Zusätzlich konnte im Rahmen der PEMFC-Demonstration gezeigt werden, dass die Leistungsfähigkeit der FASER-KAT-Kathoden maßgeblich von der elektrischen Anbindung und Kontaktierung abhängt, was sich unmittelbar in den 1-kHz-Widerständen (HFR) widerspiegelt. Der Vergleich elektrisch leitfähiger CNF-Proben (mit und ohne Vulcan-Zusatz) mit nichtleitenden CNF-Proben (trotz Vulcan-Zugabe) zeigt, dass der Zusatz von Vulcan XC72R allein für nichtleitende Substrate nicht ausreicht. Hingegen ermöglichen leitende, carbonisierte CNF-Vliese – insbesondere mit optimierter Vulcan-Implementierung in der Ionomer-Dispersion – eine verbesserte Performance und höhere Reproduzierbarkeit ermöglichen.

Ein weiterer innovativer Beitrag liegt in der Optimierung der Inbetriebnahme-/Einfahrprozedur: Durch optimiertes Einfahren (Inkl. Pt-Abscheidung) konnte eine Aktivierung der Kathoden erreicht werden, die sich in einer erhöhten elektrochemisch aktiven Oberfläche (ECSA) zeigt. Dies ist insbesondere bei niedriger Pt-Belegung relevant, da die ECSA bei vergleichbarer Pt-Beladung ein direktes Maß für die Pt-Ausnutzung und damit für die PEMFC-Performance darstellt.

Wirtschaftlich ist hervorzuheben, dass die optimierten FASER-KAT-Katalysatorschichten bei der verwendeten Pt-Abscheidungsmethode eine höhere PEMFC-Performance erreichen als konventionelle, rein vulcanbasierte Katalysatorschichten. Die abgeleiteten Material- und Prozessrichtlinien (oxidiert vs. carbonisiert, Leitfähigkeit/Kontaktierung, Rolle von Vulcan XC72R sowie Einfahren) bilden damit eine verwertbare Grundlage für KMU zur Übertragung in skalierbare Fertigung und Qualitätssicherung.

5 Wissenstransfer in die Wirtschaft

Der Wissenstransfer in die Wirtschaft erfolgte im Wesentlichen über den projektbegleitenden Ausschuss, in dem die erzielten Ergebnisse regelmäßig mit den beteiligten Industriepartnern vorgestellt und hinsichtlich möglicher Skalierungs- und Anwendungsszenarien diskutiert wurden. Die im Projekt gewonnenen Prozessfenster und Materialkennwerte zu Pt/CNF-Vliesen und darauf basierenden CCMs wurden so dokumentiert, dass sie von Unternehmen entlang der Wertschöpfungskette weiter genutzt werden können. Zudem wurden die Ergebnisse für Konferenzbeiträge aufbereitet, um zusätzliche industrielle Anwender auf das entwickelte Materialkonzept aufmerksam zu machen.

Darüber hinaus wurden die zentralen Erkenntnisse (z. B. Einfluss von Carbonisierung, Kontaktierung/ohmschem Widerstand, Einfahrprotokoll und Vulcan-Zusatz) in Form von vergleichenden Datensätzen und Handlungsempfehlungen zusammengefasst. Dadurch erhalten insbesondere KMU eine belastbare Grundlage für die Auswahl geeigneter Prozessrouten sowie die Auslegung eigener Validierungs- und Upscaling-Versuche.

6 Durchgeführte Transfermaßnahmen

Tabelle 9: Transfermaßnahmen während der Projektlaufzeit.

Maßnahme	Ziel	Ort/Rahmen	Datum/Zeitraum
1.PA-Sitzung	Vorstellung des Projekts und Planung der Arbeiten	Online-Veranstaltung	18.11.2022
2.PA-Sitzung	Diskussion der Ergebnisse und Beratung über den Projektfortgang	Hybrid-Veranstaltung, DTNW, Krefeld	19.09.2023
3.PA-Sitzung	Diskussion der Ergebnisse und Beratung über den Projektfortgang	Hybrid-Veranstaltung, ZBT, Duisburg	20.06.2024
4.Abschluss-PA-Sitzung	Diskussion der Ergebnisse des gesamten Projekts	Hybrid-Veranstaltung, DTNW, Krefeld	27.08.2025
Homepage	Information eines breiten Fachpublikums über das Projekt	Homepage DTNW, ZBT	Mit Vorhabenbeginn
Vortrag bei ADD-ITC 2023	Information eines breiten Fachpublikums zu Zielen und Ergebnissen des Projekts	Dresden Präsentation bisher erhaltener Ergebnisse	30.11.– 01.12.2023
Vortrag bei MRS Conference 2024	Information eines breiten Fachpublikums zu Zielen und Ergebnissen des Projekts	Straßburg	27.05.– 31.05.2024

Poster bei:	Information eines breiten Fachpublikums zu Zielen und Ergebnissen des Projekts	1) Dortmund 2) Würzburg 3) Aachen	1) 30.09. -
1) NRW Nano Conference			01.10.2025
2) Nanocarbon Conference			2) 18.03. - 19.03.2025
3) Advanced Battery Power Conference			3) 02.04.- 03.04.2025

7 Geplante spezifische Transfermaßnahmen nach der Projektlaufzeit

Tabelle 10: Transfermaßnahmen nach der Projektlaufzeit.

Maßnahme	Ziel	Ort/Rahmen	Datum/Zeitraum
DTNW-Mitteilung	Information eines breiten Fachpublikums über Projektergebnisse	DTNW-Publikation / Eigenverlag	3 Monate nach Laufzeitende
Publikationen in Textil- + Brenn-stoffzellen-Wissenschaftsjournalen	Information eines breiten wissenschaftl. Fachpublikums zu textil- und brennstoffzellenrelevanten Projektergebnissen	z.B. Technische Textilien, Fuel Cells, J. Power Sources, Int. J. Hydrogen Energy, Electrochimica Acta, Chemical Fibers Int., Melliand, Textil plus, Applied Surface Sc.	3 Monate nach Laufzeitende
Information/Beratung interessierter Unternehmen	Direkter Know-How-Transfer zu Unternehmen, gezielt auch KMU; Information über Projektergebnisse	Gezieltes Ansprechen u. Information von pot. interessierten Unternehmen; Übersenden des Abschlussberichtes	fortlaufend, nach Laufzeitende
Publikationen in Wissenschaftsjournalen	Information eines breiten, wissenschaftl. Fachpublikums zu Ergebnissen des Projektes	Publik. in wiss. Journ. (z.B. ACS Applied Material & Interfaces, J. of Mat. Chem. A, Fuel Cells, J. Power Sources, Int. J. Hydrogen Energy, Electrochim. Acta)	fortlaufend, nach Laufzeitende
Publikation in Fachzeitschriften	Publikationen der Ergebnisse primär fokussiert auf industriellen Anwender	Publikation in Fachjournalen (wie z.B. Techn. Textilien, Textil Plus, Melliand)	fortlaufend, nach Laufzeitende

Verbreitung via Internet	Information eines breiten Fachpublikums über Ergebnisse des Projektes	Ergebniskurzfassung auf dtnw.de sowie im Textilforschungsbericht	mit Laufzeitende
Proben/Muster	Angebot zur Herstellung von Mustern auf Waren der Industrie	Direkte Ansprache, Messen, Tagungen	ab Ende der Laufzeit

Die Realisierbarkeit der Transfermaßnahmen nach Projektende wird, gemäß bisheriger Erfahrungen der beteiligten Forschungseinrichtungen in diesem und vielen weiteren Vorhaben als hoch eingeschätzt.