



forschen.  
vernetzen.  
anwenden.

# Innovationsreport 2026

Industrielle Gemeinschaftsforschung

IGF-Forschungsvorhaben 01IF22812N / 22812 N

## **Hocheffiziente und kostengünstige Wasserstoffproduktion durch alkalische Membran Wasser Elektrolyse: Korrosive und galvanische Abscheidung edelmetallfreier Katalysatorschichten zur Herstellung von Elektroden für Membran-Elektroden-Einheiten – ME(G)AEM**

**Laufzeit:**

01.03.2023 – 30.09.2025

**Beteiligte Forschungsstelle(n):**

Zentrum für BrennstoffzellenTechnik ZBT GmbH,  
Duisburg

Westfälische Hochschule Gelsenkirchen Bocholt Recklinghausen  
Westfälisches Energieinstitut  
Arbeitsgruppe Wasserstoffenergiesysteme

# Schlussbericht vom 28.02.2026

zum IGF-Vorhaben 01IF22812N

## Thema

Hocheffiziente und kostengünstige Wasserstoffproduktion durch alkalische Membran Wasser Elektrolyse: Korrosive und galvanische Abscheidung edelmetallfreier Katalysatorschichten zur Herstellung von Elektroden für Membran-Elektroden-Einheiten (ME(G)AEM)

## Berichtszeitraum

01.04.2023 bis 30.09.2025

## Forschungsvereinigung

Institut für Energie- und Umwelttechnik e.V. - IUTA  
Bliersheimer Straße 58-60  
47229 Duisburg

## Forschungseinrichtung(en)

FE 1: Zentrum für BrennstoffzellenTechnik ZBT GmbH  
Carl-Benz-Straße 201  
47057 Duisburg

FE 2: Westfälische Hochschule Gelsenkirchen Bocholt Recklinghausen  
Westfälisches Energieinstitut Arbeitsgruppe Wasserstoffenergiesysteme  
Neidenburger Straße 43  
45897 Gelsenkirchen

## Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Durchgeführte Arbeiten und Ergebnisse .....</b>	<b>3</b>
1.1	Arbeitspaket 1: Anodenentwicklung (FE1).....	3
1.2	Arbeitspaket 2: Kathodenentwicklung (FE2).....	7
1.3	Arbeitspaket 3: Skalierbarkeit der Elektrodenherstellung (FE1, FE2).....	17
1.4	Arbeitspaket 4: MEA-Fertigung (FE1, FE2).....	20
1.5	Arbeitspaket 5: Charakterisierung in AEMEL (FE1, FE2) .....	21
1.6	Arbeitspaket 6: Iterative Prozessoptimierung (FE1, FE2).....	26
<b>2</b>	<b>Verwendung der Zuwendung.....</b>	<b>28</b>
2.1	Forschungseinrichtung 1: ZBT .....	28
2.2	Forschungseinrichtung 2: WHS WEI.....	28
<b>3</b>	<b>Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit .....</b>	<b>28</b>
<b>4</b>	<b>Darstellung des wissenschaftlich-technischen und wirtschaftlichen Nutzens der erzielten Ergebnisse insbesondere für KMU sowie ihres innovativen Beitrags und ihrer industriellen Anwendungsmöglichkeiten .....</b>	<b>29</b>
<b>5</b>	<b>Wissenstransfer in die Wirtschaft .....</b>	<b>30</b>
<b>6</b>	<b>Durchgeführte Transfermaßnahmen.....</b>	<b>30</b>
<b>7</b>	<b>Geplante spezifische Transfermaßnahmen nach der Projektlaufzeit .....</b>	<b>30</b>
<b>8</b>	<b>Literaturverzeichnis .....</b>	<b>31</b>

## 1 Durchgeführte Arbeiten und Ergebnisse

Die Ergebnisse dieses Forschungsprojektes fließen teilweise in die Dissertationen von Miriam Hesse (Ruhr-Universität Bochum, Fakultät für Maschinenbau, vorläufiger Titel „Electrode Engineering of Directly Deposited Nickel-Based Catalysts for PGM-Free Anion Exchange Membrane Water Electrolysis“) und Leonard Böhm (Ruhr-Universität Bochum, Fakultät für Chemie und Biochemie, vorläufiger Titel: „Aufbau einer galvanisch hergestellten NiMo-Kohlenstoff Kathode mit optimierter Elektrodenarchitektur für die AEMWE“) ein.

### 1.1 Arbeitspaket 1: Anodenentwicklung (FE1)

Im Rahmen von Arbeitspaket 1 stand die Entwicklung und Optimierung einer Anoden-Katalysatorschicht (NiFe LDH) auf porösen Nickel-Substraten im Vordergrund. Ziel war es, geeignete Elektrolytrezepturen und Abscheidungsbedingungen zu identifizieren, die Schichtbildung zu verstehen und die resultierenden Elektroden sowohl ex situ als auch unter realen Betriebsbedingungen in der AEM-Wasserelektrolyse zu bewerten.

#### AP1a: Elektrolyt Rezeptur Ermittlung Anode

Zur Ermittlung geeigneter Elektrolytlösungen wurden Eisen-Salz-Lösungen unterschiedlicher Konzentration im Bereich von 10 mM bis 200 mM angesetzt. Hierbei kamen  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  und  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  zum Einsatz. Ergänzend wurde eine Elektrolytlösung mit  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$  in verschiedenen Konzentrationen von 25 mM bis 100 mM hergestellt, um den Einfluss der  $\text{Fe}^{3+}$ -Ionen von Sulfatanionen im Vergleich der  $\text{Fe}^{2+}$ -Ionen zu untersuchen.

Mit diesen Lösungen wurde die korrosive Abscheidung auf ein kommerzielles, poröses Nickelvlies durchgeführt. Dabei konnten für die verschiedenen Eisenlösungen konzentrationsabhängige Trends beobachtet werden. Die Ergebnisse aus dieser Rezepturvariation wurden zusammen mit den Ergebnissen der Parametervariation aus Arbeitspaket 1b ausgewertet und zusammengefasst.

#### AP1b: Variation der Abscheidungsparameter Anode (Labormaßstab)

Zur Optimierung der Anoden-Katalysatorschichten wurden die Abscheidungsbedingungen systematisch variiert. Dabei wurden neben der Konzentration (AP1a) insbesondere die Zeit der Synthese (1 h bis 16 h) sowie die Konvektion der Lösung als Optimierung (0 RPM und 60 RPM). Diese Parameteruntersuchung wurden für alle drei oben genannten Eisensalze durchgeführt.

Um die Synthese durchzuführen, wurde eine selbst hergestellte Halterung mittels 3D-Druck konstruiert. Diese Halterung ermöglicht die parallele Herstellung von drei Elektroden mit jeweils  $5 \text{ cm}^2$  aktiver Fläche,

sodass die Reproduzierbarkeit innerhalb einer Synthese direkt beurteilt werden kann. Während der Synthese wurde zudem das Leerlaufpotential (OCP vs. RHE) gemessen. Hierfür wurde eine Wasserstoffelektrode als Referenzelektrode und Graphit als Gegenelektrode verwendet, um zu prüfen, ob die Korrosion bzw. die Redoxreaktionen und damit die Bildung von NiFe LDHs an der Oberfläche stattfinden.

Für die Synthesen mit  $\text{FeSO}_4$  wurde berücksichtigt, dass sich  $\text{Fe}^{2+}$ -Ionen in der Lösung befinden, die durch Reduktion des gelösten Sauerstoffs zu  $\text{Fe}^{3+}$  oxidiert werden können. Es zeigte sich jedoch insgesamt eine geringe Oxidation der  $\text{Fe}^{2+}$ -Ionen zu  $\text{Fe}^{3+}$ , was mit der hohen Differenz zwischen dem gemessenen Leerlaufpotential und dem Standardpotential des  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ -Paares (0,771 V vs. SHE) begründet werden kann. Daraus lässt sich ableiten, dass bei Potentialen über -0,257 V die Ni-Oxidation thermodynamisch günstig ist. Beim Rühren der Lösung wird eine höhere Löslichkeit von Sauerstoff begünstigt, wodurch die Oxidation der  $\text{Fe}^{2+}$ -Ionen zu  $\text{Fe}^{3+}$ -Ionen gefördert wird. Bei höheren Konzentrationen stieg das gemessene Potential an, was auf eine vermehrte Oxidation des Nickelvlieses hinweist.

Während der Synthese mit  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  findet zusätzlich zur Sauerstoff- und Eisenreaktion auch die Reduktion der  $\text{NO}_3^-$ -Ionen zu  $\text{NO}_2^-$  statt. Dadurch können  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{O}_2$  und  $\text{NO}_3^-$  als Oxidationsmittel fungieren. Auffällig dabei war, dass sich bei 10 mM mit Rühren sowie bei 100 mM eine deutliche Absenkung des gemessenen Potentials um etwa 0,25 bis 0,4 V im Vergleich zur 10 mM-Lösung ohne Rühren zeigte. Diese Beobachtung lässt sich darauf zurückführen, dass unter diesen Bedingungen eine bevorzugte Reduktion von  $\text{NO}_3^-$  und  $\text{Fe}^{3+}$  vorliegt und damit theoretisch die Nickel-Oxidation intensiver wäre, da die Oxidation des Nickelvlieses eine der wenigen potenziellen Oxidationsreaktionen darstellt.

Für  $\text{FeCl}_3$  zeigten die Synthesen einen ähnlichen Trend wie bei  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ : Höhere Konzentrationen reduzierten das gemessene Leerlaufpotential. Zusätzlich wurde beobachtet, dass durch die Hydrolyse von Chlorid-Ionen Salzsäure entsteht und dies zu Lochkorrosion neigt.

Zur Bestimmung des Eisengehaltes wurden XRF-Messungen herangezogen. Dabei ist zu berücksichtigen, dass XRF aufgrund der relativ großen Eindringtiefe nicht ausschließlich die Oberflächenzusammensetzung erfasst, sondern auch Beiträge des Nickel-Substrats misst. Dies kann zu scheinbar niedrigeren Eisenanteilen an der Oberfläche führen. Für  $\text{FeSO}_4$  wurde bei 10 mM ein Anstieg des Eisenanteils mit zunehmender Synthesedauer beobachtet. Die Ergebnisse deuten darauf hin, dass die Schichtbildung zu Beginn stärker verläuft und anschließend abnimmt, was mit den Beobachtungen aus den Leerlaufpotentialmessungen übereinstimmt. Insgesamt zeigen bei 10 mM hergestellte Anoden höhere Eisenanteile als Proben aus höheren  $\text{FeSO}_4$ -Konzentrationen bei vergleichbarer Synthesedauer. Eine schwächere Schichtbildung bei höheren Konzentrationen kann mit einem erhöhten Anteil an  $\text{Fe}^{2+}$ -Ionen zusammenhängen, die verstärkt oxidiert werden. Dies passt zur höheren OCP-Lage bei 100 mM, die sich dem Gleichgewicht der  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ -Oxidation

annähert. Zusätzlich wurden nach der Synthese Niederschläge in der Lösung sowie Ablagerungen auf der Nickeloberfläche beobachtet. Diese Niederschläge bestehen wahrscheinlich aus FeOOH.

Bei den mit  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  hergestellten Anoden wurde mit zunehmender Syntheszeit grundsätzlich ein höherer Anteil abgeschiedener Eisenspezies festgestellt. Dies kann auf eine stärkere Filmbildung und/oder eine intensivere Korrosion des Substrats hinweisen, was mit den zugehörigen Leerlaufpotentialmessungen übereinstimmt. Zudem zeigen die XRF-Daten, dass der Anteil abgeschiedener Eisenspezies mit steigender Konzentration zunimmt, was plausibel durch die höhere Verfügbarkeit von Eisenionen in der Lösung erklärt werden kann. Insgesamt wirkt sich die Konzentration stärker auf die Menge der abgeschiedenen Eisenspezies aus als die Syntheszeit. Höhere  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ -Konzentrationen gehen gleichzeitig mit höheren  $\text{NO}_3^-$ -Konzentrationen einher, die während der Synthese ebenfalls als Oxidationsmittel wirken (auch dies wird durch die OCP-Ergebnisse gestützt). Daraus lässt sich ableiten, dass unter diesen Bedingungen sowohl mehr  $\text{Fe}^{3+}$ -Ionen zur Substratkorrosion beitragen als auch mehr Nitrat für die Bildung von Eisenoxid-Spezies verfügbar ist.

Bei der  $\text{FeCl}_3$ -basierten Synthese zeigte sich ebenfalls überwiegend ein Anstieg der Eisenspezies mit zunehmender Konzentration und Synthesedauer, mit einer Ausnahme bei 100 mM und 7 h. Dies spricht dafür, dass Konzentration und Zeit im Allgemeinen die Abscheidung von Eisenspezies fördern. Die Abweichung bei 100 mM und 7 h könnte darauf hindeuten, dass sich ein Teil der Schicht aufgrund der Anwesenheit von  $\text{Cl}^-$  während der Synthese teilweise ablöst.

Zusammenfassend lassen sich also die Unterschiede in den Leerlaufpotentialmessungen zwischen den verschiedenen Salzen auf die spezifischen Reaktionsmechanismen und Wechselwirkungen zwischen den unterschiedlichen Oxidationsstufen der Eisen-Ionen und der Anionen zurückführen.

#### **AP1c: Material Screening Substrat Anode**

Zur Auswahl eines geeigneten Substrats wurden während der Synthese verschiedene Nickel-Substrate variiert: Nickelvlies, Nickelschaum und Nickelgewebe. Auf Grundlage der guten Schichtbildung auf dem Substrat sowie der Orientierung an aktuellen Referenzsubstraten der PEM-Wasserelektrolyse erwies sich das Nickelvlies als am besten geeignet und wurde deshalb für alle Versuche verwendet. Das ausgewählte Vlies weist eine Dicke von 0,5 mm und eine Porosität von 80 % auf.

#### **AP1d: Anodenherstellung in Testsystemgröße**

Alle zuvor durchgeführten Experimente wurden ausgewertet und für jeden Elektrolyten optimale Abscheidungsbedingungen festgelegt. Ziel war es, durch kontrollierte Korrosion und gleichzeitige Eisenintegration

eine reproduzierbare Oberflächenmodifikation zu erreichen, die perspektivisch ohne aufwändige Beschichtungsverfahren auskommt und damit gut skalierbar ist. Der Fokus lag auf einer prozesssicheren Fertigung, die eine homogene Schichtbildung über die gesamte Elektrodenfläche sowie eine Integration in den Zellaufbau ermöglicht. Hierzu wurden Substratvorbehandlung (Reinigung mittels Aceton und HCl), Fixierung und Parameter (Elektrolytzusammensetzung und Zeitprofil) so angepasst, dass Randeffekte minimiert werden.

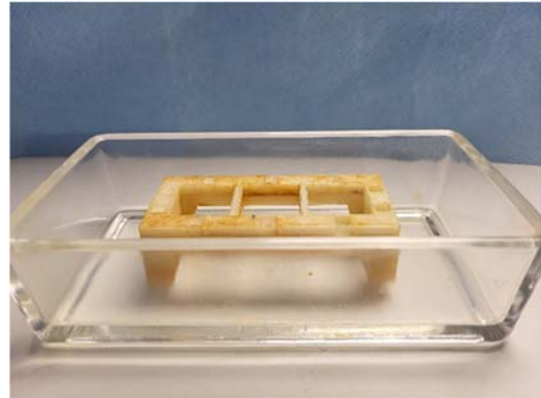
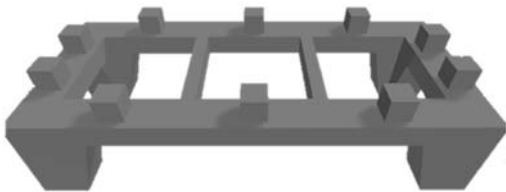


Abbildung 1: Aufbau Synthese von 5-6.5 cm<sup>2</sup> für die elektrochemische Charakterisierung in der AEMEL-Zelle

Um die Skalierbarkeit der Elektroden zu realisieren, wurde eine 3D-gedruckte Halterung entwickelt (für 6.5 cm<sup>2</sup> und 25 cm<sup>2</sup>), die eine definierte Positionierung der größeren Proben im Elektrolyten ermöglicht hat. Die Ergebnisse dienen als Grundlage, um den Prozess in Richtung einer standardisierbaren Anodenfertigung für größere Flächen weiterzuentwickeln (AP 3: Skalierbarkeit der Elektrodenherstellung)

### AP1e: Charakterisierung Anode

Zur Charakterisierung der hergestellten Elektroden wurden XRF, REM-EDX und XPS als ex-situ-Methoden eingesetzt. Die Ergebnisse der XRF-Daten sind bereits in AP1b beschrieben.

Nachfolgend werden die Ergebnisse der REM-EDX Daten diskutiert. Für FeSO<sub>4</sub> deuten die Aufnahmen auf eine erfolgreiche LHD-Synthese hin, da vertikal wachsende Plättchen sichtbar sind. Zusätzlich wurden Agglomerate aus Eisen beobachtet. Bei konstanter Konzentration (10 mM) stieg der Eisenanteil von 0,6 Gew.-% (1 h) auf 1,1 Gew.-% (16 h). Bei Variation der Konzentration wurde bei hohen Konzentrationen eine Abnahme des Eisenanteils bis auf 0,1 Gew.-% beobachtet, was mit dem Ausfallen von Zwischenprodukten wie FeOOH begründet werden kann, die in Wasser schwerlöslich sind. Für Fe<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub> konnte festgestellt werden, dass der Schwefel- und Eisenanteil bei 25 mM und 6 h Syntheszeit am höchsten ist. Der Schwefelanteil beträgt 0,28 Massen-% und der Eisenanteil 0,30 Massen-%. Zusätzlich konnte ein Trend beobachtet werden, dass bei konstanter Zeit von 6 h und höheren Konzentrationen (bis 100 mM) die S- und Fe-Anteile abnehmen. Für Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> nahm der Fe-Anteil bei höheren Korrosionszeiten stark zu. Bei sehr hohen Konzentrationen wurde beobachtet, dass sich die Proben bei zu langer Syntheszeit in der Lösung vollständig zersetzen

und daher nicht mehr genutzt werden konnten. Der Eisenanteil der Elektrode mit der höchsten Performance lag bei 2 Gew.-%. Im REM wurden sehr feine Strukturen sichtbar, die auf eine Vergrößerung der aktiven Oberfläche schließen lassen. Für  $\text{FeCl}_3$  zeigten die Elektroden insgesamt eine nur marginale Schichtbildung. Im REM sind Risse und Löcher zu sehen, was als Hinweis auf Delamination durch Chlorid-Ionen gesehen werden kann. Es sind zudem keine Anzeichen von LDHs zu erkennen, welche die typische Lamellenform aufweisen. Der Fe-Anteil stieg selbst bei sehr hohen Fe-Konzentrationen im Elektrolyten kaum an, über alle Proben lagen die Anteile maximal bei 0,34 Gew.-%.

Die ex-situ Charakterisierung mittels XPS hat wichtige Erkenntnisse zu den vorliegenden Eisen-, Nickel- und Sauerstoff-Spezies bei unterschiedlichen Synthesebedingungen geben können und ist eine hilfreiche Ergänzung, um die Unterschiede innerhalb der in-situ Messungen verstehen zu können. So ist der Unterschied bei den  $\text{FeSO}_4$ -basierten Synthesen bei längeren Synthesedauern dadurch begründet, dass niedrigere Konzentrationen die Bildung von  $\text{FeOOH}$ ,  $\text{Ni}(\text{OH})_2$  und  $\text{NiOOH}$  begünstigen, welche in diesem Fall die elektrochemisch aktiven Spezies darstellen. Somit liegt eine Inhibition insbesondere der Bildung der Spezies  $\text{FeOOH}$ ,  $\text{Ni}(\text{OH})_2$  und  $\text{NiOOH}$  vor. Bei den  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ -basierten Synthesen weisen kürzere Synthesedauern weniger  $\text{FeOOH}$  und mehr  $\text{NiOOH}$  auf. Es ist jedoch wichtig zu erwähnen, dass die länger synthetisierte Anode mittels  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  über den höchsten Anteil an Eisen-Spezies insgesamt verfügt und somit der hohe Eisen-Anteil bzw. geringe Nickel-Anteil in der Schicht die geringeren Stromdichten bei der in-situ Messung begründen (AP5). Des Weiteren zeigt sich bei den  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ -basierten Synthesen die Charakteristik, dass keine Bildung von  $\text{Ni}(\text{OH})_2$  vorliegt und die Verwendung dieses Eisen-Salzes einen deutlich höheren Anteil an MOH-LDH im Vergleich zu Synthesen mit anderen Eisen-Salzen aufweist. Im Falle der  $\text{FeCl}_3$ -basierten Synthesen haben höhere Konzentrationen insbesondere die Bildung von  $\text{FeOOH}$  und  $\text{Ni}(\text{OH})_2$  bzw. generell  $\text{M}(\text{OH})_2$ -Spezies begünstigt. Hierbei scheinen die besagten Spezies bei Synthesen mittels  $\text{FeCl}_3$  die elektrochemisch aktiven Spezies zu sein.

## 1.2 Arbeitspaket 2: Kathodenentwicklung (FE2)

Ziel des APs: Herstellung und Charakterisierung von edelmetallfreien Kathoden mit galvanisch abgeschiedenen NiMo-Katalysatoren

### AP2a: Elektrolyt Rezeptur Ermittlung Kathode

Die Ergebnisse dieses Arbeitspakets wurden unter dem Titel „Electrodeposition of Mo-rich NiMo catalysts: Effect of deposition parameters and oxygen content on the alkaline HER activity“ in der wissenschaftlichen Zeitschrift ChemElectroChem veröffentlicht <sup>[1]</sup>.

Für die galvanische Abscheidung des NiMo-Katalysators wurden zunächst die Elektrolytrezeptur und Abscheidungsparameter untersucht. Die Elektrolytrezeptur wurde adaptiert von dem Elektrolyten von Sun

und Podlaha <sup>[2]</sup>, welcher eine Abscheidung mit hohem Mo-Gehalt ermöglicht. Um höhere Abscheidungsstromdichten zu erreichen, wurde die Elektrolytrezeptur um Natriumsulfat ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) ergänzt. Dies fungiert als Leitsalz und verbessert die elektrische Leitfähigkeit des Elektrolyten.

Anschließend wurde ein Versuchsplan erstellt, bei dem die Parameter Natriumolybdatgehalt im Elektrolyten, Abscheidungsstromdichte und Massentransport variiert wurden, um Katalysatorschichten mit möglichst geringer Überspannung zu erzeugen. Der Massentransport wurde hierbei durch eine Rotating-disc-electrode kontrolliert, welche eine definierte Rotation der Arbeitselektrode während der Abscheidung ermöglicht.

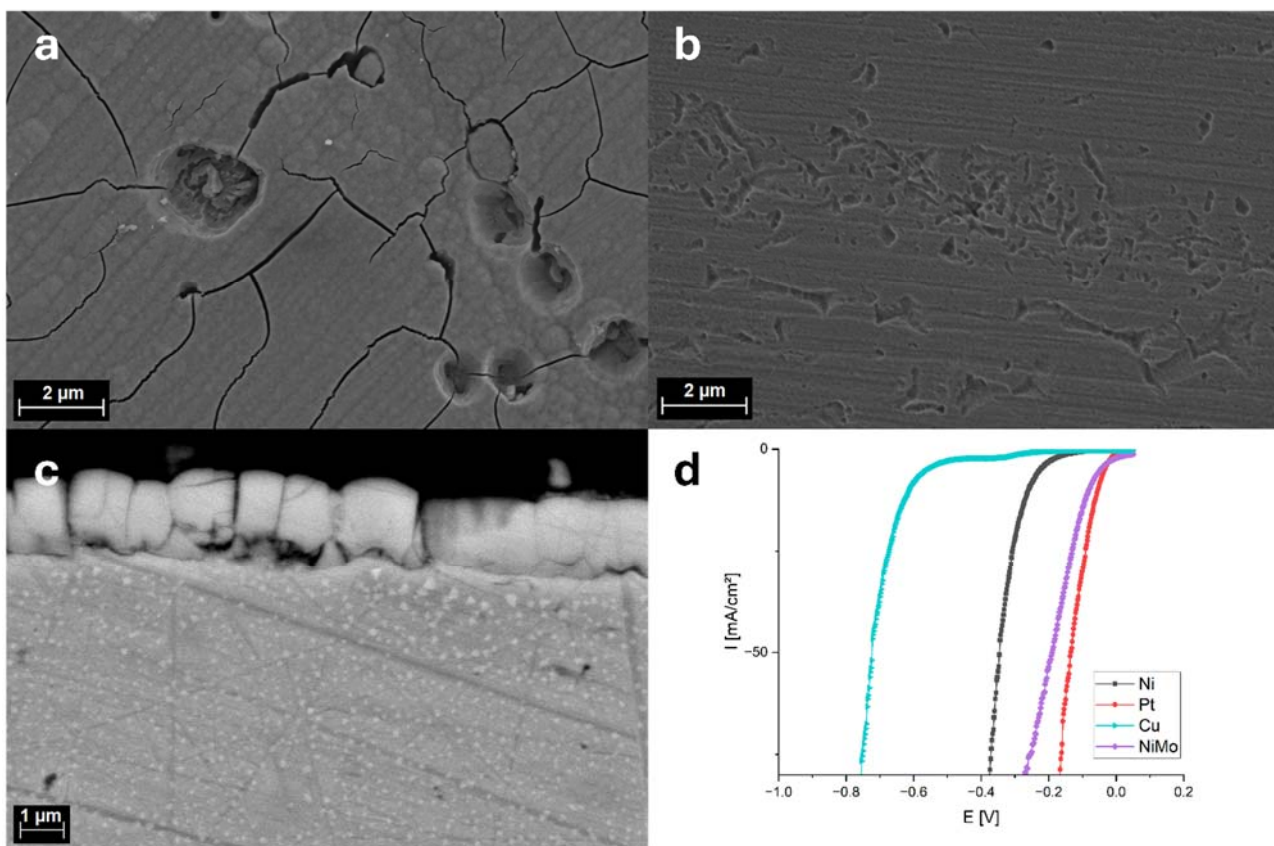


Abbildung 2: a,b) Oberflächenmorphologie der abgeschiedenen NiMo-Schichten, c) Querschnitt der NiMo-Schicht, d) Vergleich der NiMo-Schicht mit Referenzproben mittels linearer Voltammetrie

Die Variation des Natriumolybdatgehalts wirkte sich unter anderem auf die spezifische Oberfläche des Katalysators aus (siehe Abbildung 2a und b). Ein Molybdatgehalt von 0,02 mol/L sorgte für eine zerklüftere Oberfläche mit Rissen und Kratern (Abbildung 2a), während ein höherer Molybdatgehalt von 0,2 mol/L zu geringerer Zerklüftung und damit geringerer spezifischer Oberfläche führte (Abbildung 2b). Die Risse, Krater und Zerklüftung sind typisch für NiMo-Abscheidungen mit höheren Mo-Gehalten ab 22 wt% <sup>[3]</sup> (in diesem Versuchsplan hergestellte Schichten hatten über 44 wt%) und sind für Katalysatoranwendungen

von Vorteil, da sie die elektrochemisch aktive Oberfläche vergrößern. Abbildung 2c zeigt im Querschnitt, dass sich die Risse und damit die Oberflächenvergrößerung durch die gesamte Schicht bis zum Substrat erstrecken.

Final wurden zusätzlich zur geringeren Molybdätmenge im Elektrolyten für die aktivste, hergestellte Katalysatorschicht eine hohe Stromdichte von  $600 \text{ mA/cm}^2$  und eine statische Abscheidung (keine Rotation) verwendet, da dies zu einer Mischung aus erhöhter spezifischer Oberfläche und verbesserten kinetischen Eigenschaften des Katalysators führte. Dieser kombinierte Effekt ist in Abbildung 2d zu erkennen: Die abgeschiedene NiMo-Katalysatorschicht zeigt eine deutliche Verbesserung zur Ni-Referenzprobe. Die NiMo-Schicht erreicht eine Überspannung von  $118 \text{ mV @ } -10 \text{ mA cm}^2$  und liegt damit nur  $36 \text{ mV}$  über der Pt-Referenzprobe.

### **AP2b: Variation des Abscheidungsverfahrens (Labormaßstab)**

Ergebnisse der Arbeitspakete AP2b bis e werden noch in einer wissenschaftlichen Zeitschrift eingereicht.

Für AP2b wurde das Substrat für die Abscheidungen variiert (siehe Abbildung 3a): Die verwendeten Kohlenstoffelektroden bestehen aus der Gasdiffusionselektrode (GDE) H23C8 von der Firma Freudenberg, die ein gewobenes Kohlenstoffpapier mit einer Ruß-basierten mikroporösen Schicht verbindet. Auf diese GDE wurde anschließend eine Schicht aus Kohlenstoffnanofasern (CNF) mit hohem Graphitisierungsgrad per Ultraschallsprühanlage aufgesprüht (Abbildung 3b und c). Dieser mehrschichtige Elektrodenaufbau hat sich bereits in der PEM-Brennstoffzelle und Elektrolyse bewährt <sup>[4]</sup>.

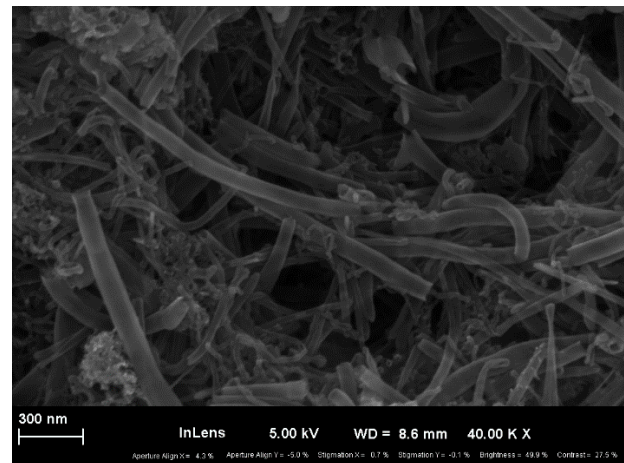
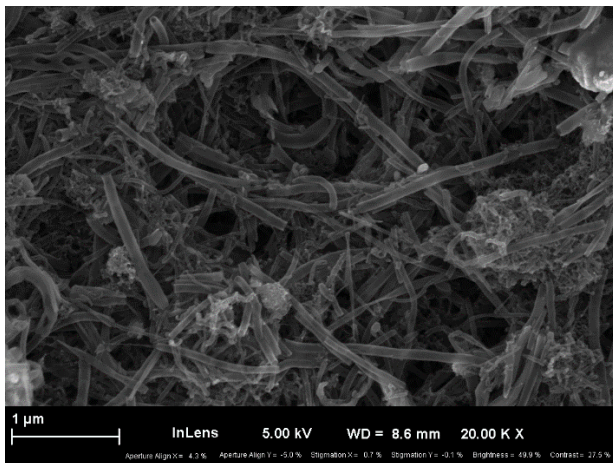
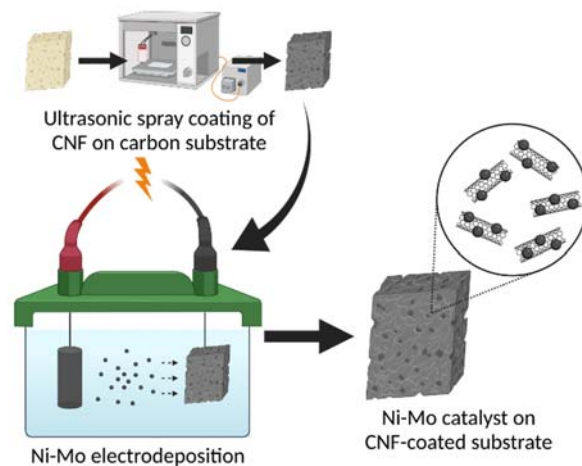


Abbildung 3: a) Schematische Darstellung der Elektrodenherstellung, b,c) CNF-Schicht im REM bei unterschiedlichen Vergrößerungen

Die Elektrolyte und Abscheidungsparameter aus AP2a wurden an die neuen Gegebenheiten angepasst, indem das Leitsalz aus AP2a durch Ethylenglykol (EG) ersetzt wurde. EG als Additiv maskiert während der Abscheidung Teile der Oberfläche, was zur Bildung kleinerer NiMo-Partikel auf der restlichen Oberfläche führt und dadurch die aktive Oberfläche des Katalysators vergrößert. Als weiterer positiver Effekt der teilweisen Maskierung konnte die Abscheidungsstromdichte gesenkt werden, da für die maskierte Fläche kein Strom erforderlich ist.

Zusätzlich zur NiMo-Abscheidung wurde die Anbindung der CNF an das Substrat untersucht. Dazu wurden die gesprühten Elektroden zyklisch in ein Wasserbad getaucht und der Verlust per Wägung quantifiziert. Da während des ersten Zyklus im Wasserbad schon ein bedeutender Verlust an CNF zu erkennen war, wurde die Dispersion für die Ultraschallsprühanlage um Nafion erweitert, welches als Bindemittel zwischen CNF und GDE fungiert. Dies konnte den CNF-Verlust um über 75% reduzieren und so einem Katalysatorverlust durch Verlust der CNF vorbeugen.

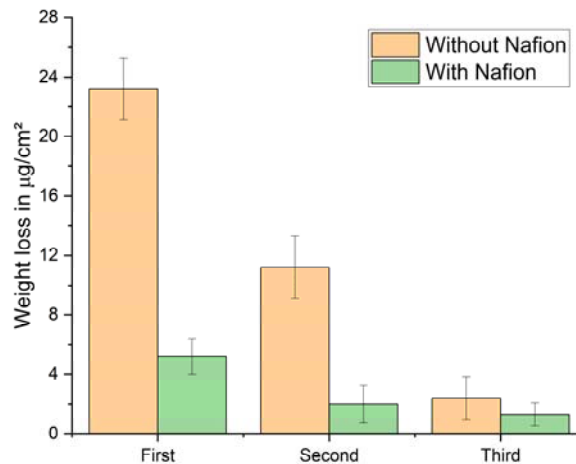


Abbildung 4: CNF-Verlust durch Eintauchen ins Wasserbad mit und ohne Nafion-Binder

### AP2c: Optimierung der Abscheidungsparameter für die Kathode

Aufbauend auf die Anpassungen des Elektrolyten und die Reduktion der Abscheidungsstromdichte in AP2b, wurde die Konzentration des hinzugefügten Ethylenglykols zwischen 0 und 9 mol/L variiert. Außerdem wurde die Gleichstromabscheidung zu einer gepulsten Abscheidung weiterentwickelt, welches zusätzlich zum EG die Bildung kleiner NiMo-Partikel begünstigen soll. Dabei wurde sowohl die Pulsdauer als auch die Gesamtabscheidungszeit variiert.

Der Effekt des EG zeigt sich in Abbildung 5a und b: Ohne EG im Elektrolyten (Abbildung 5a) bildet sich eine geschlossene NiMo-Schicht oben auf der CNF-Schicht, was nachteilig für den Massentransport und die spezifische Oberfläche ist. Mit 6 mol/L EG (Abbildung 5b) zeigt sich der in AP2b erwähnte Effekt der präferentiellen Abscheidung kleinerer Partikel. Abgesehen von der erhöhten spezifischen Oberfläche, bleibt so auch die Oberflächenmorphologie der CNF-Schicht erhalten, was sich positiv auf den Massentransport des Elektrolyten durch die Elektrode auswirkt.

Ein weiterer positiver Effekt des EG ist, dass die Abscheidung bis in tiefere Schichten der Elektrode vordringt. Abbildung 5c zeigt den Querschnitt einer Elektrode im REM. Die CNF-Schicht oben auf der Elektrode ist komplett in NiMo gehüllt, und die Abscheidung hat sogar die darunter liegende mikroporöse Schicht der GDE erreicht, wodurch zusätzliche Oberfläche für den NiMo-Katalysator realisiert werden konnte.

Die bisherige Gleichstromabscheidung (DC) wurde zur gepulsten Abscheidung (AC) weiterentwickelt, da diese die Keimbildung anstatt des Keimwachstums begünstigt, was zu einer geringeren NiMo-Partikelgröße führt. Um diesen Effekt auszunutzen, wurden kurze 20 ms Pulse mit einer 40 ms Pausezeit verwendet. So konnten kleine Partikel abgeschieden werden, während durch die Pause ausreichend Zeit für Diffusionspro-

zesse vorhanden war. In Kombination mit dem EG hat die gepulste Abscheidung ebenfalls die Abscheidungseffizienz verbessert, da durch die Diffusion in der Pausezeit wieder ausreichend Ionen an die unmaskeierte Oberfläche diffundieren konnten. Dies führte zu der in Abbildung 5d dargestellten höheren Abscheidungseffizienz für EG und gepulste Abscheidung (bei gleicher geflossener Ladungsmenge während der Abscheidung ergab sich eine höhere NiMo-Beladung).

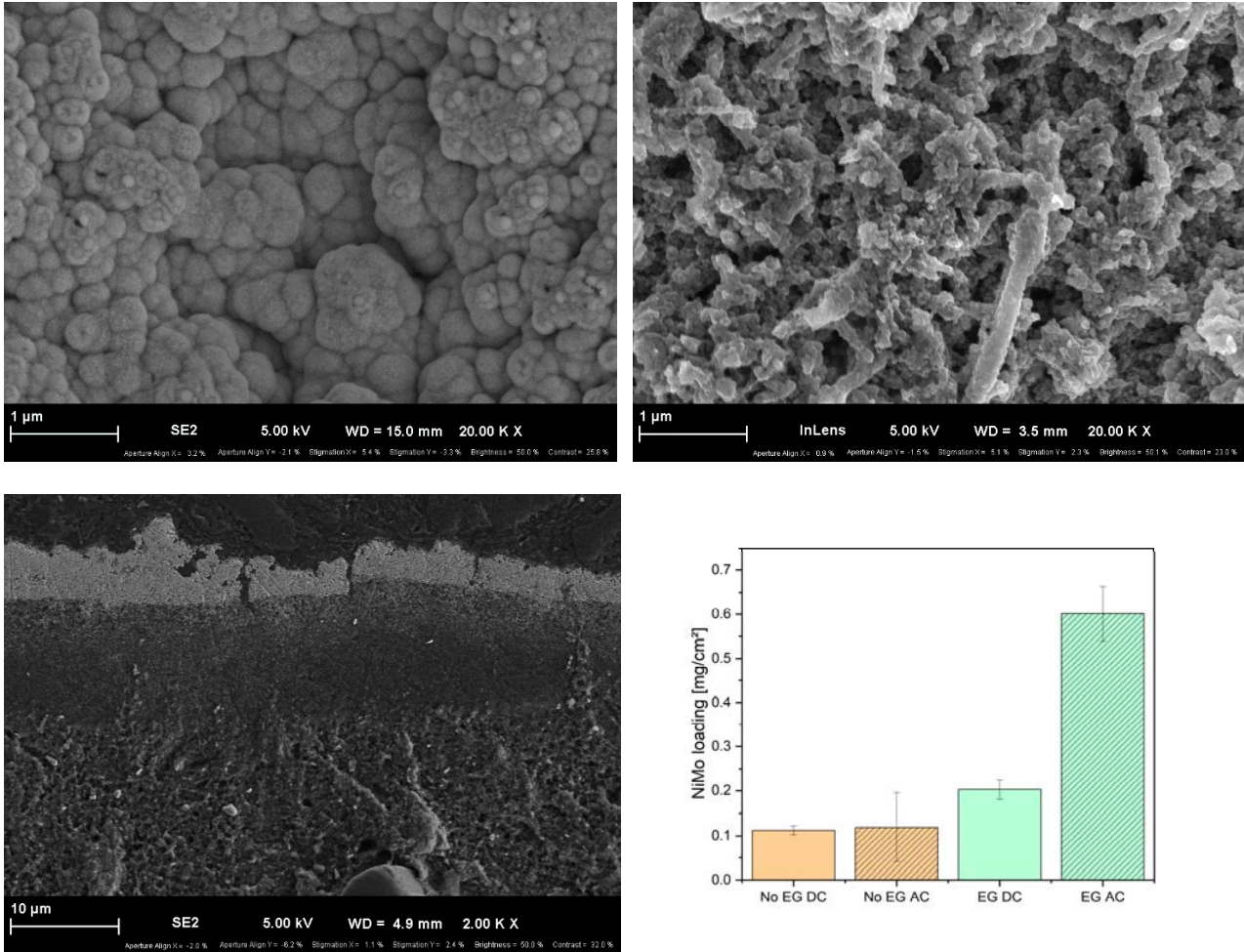


Abbildung 5: REM-Aufnahmen NiMo auf CNF a) ohne EG und b) mit EG, c) REM-Aufnahme einer Cross section NiMo auf CNF, d) Effekt von EG und Pulsdauer auf die Abscheidungseffizienz

#### AP2d: Kathodenherstellung in Testsystemgröße

Die Ergebnisse des AP2d wurden im Rahmen der Masterarbeit von Annika Neuwinger erzielt (Titel: „Entwicklung von galvanisch abgeschiedenen Nickel-Molybdän-Katalysatorschichten auf kohlenstoffbasierten Kathoden für die Anionenaustausch-Membran-Elektrolyse“)

Versuche mit einer von 1 zu 25 cm<sup>2</sup> hochskalierten Elektrode wurden durchgeführt. Die Abscheidung erfolgt in einer selbst entwickelten galvanischen Abscheidungs zelle mit 25 cm<sup>2</sup> aktiver Fläche und einer Pt-Gitter Gegenelektrode. Da die verwendeten Potentiostate begrenzte Leistung haben bzgl. Strom und Span-

nung, ergeben sich niedrigere Grenzen für die Abscheidungsstromdichte auf der größeren Elektrodenfläche. Die Elektrolytzusammensetzung und die Abscheidungsparameter wurden an die neuen Limits angepasst, wie bereits im Arbeitspaket 2b beschrieben. Nach dieser Anpassung wurden weitere Untersuchungen mit längerer Abscheidungsdauer durchgeführt, um die NiMo-Beladung zu erhöhen, wobei die weiteren Parameter wie Pulsdauer und Pausenzeiten konstant gehalten wurden. Die Herstellung der Elektroden in Zielgröße wurde erfolgreich durchgeführt.

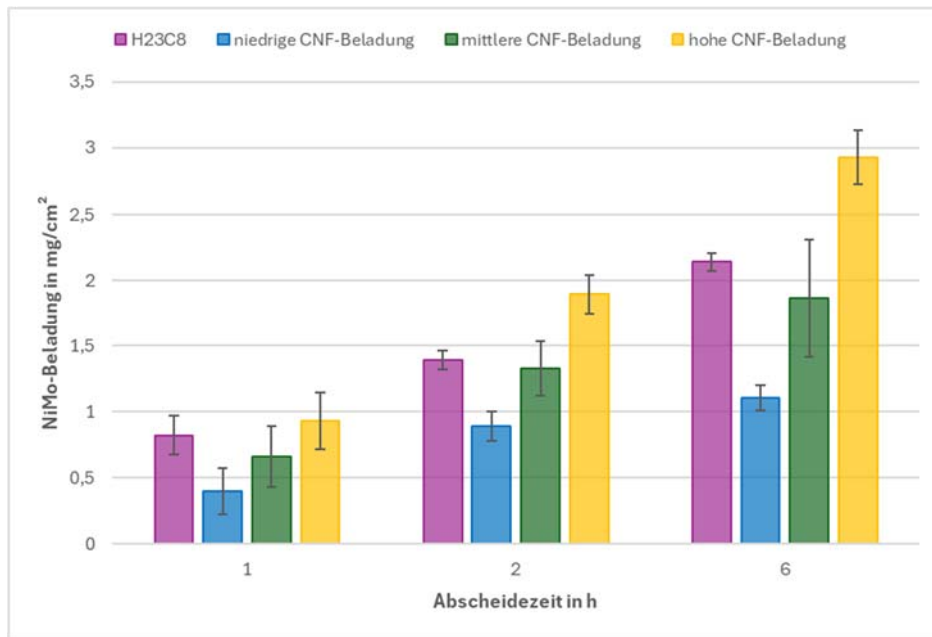


Abbildung 6: Vergleich der mittleren abgeschiedenen Katalysatormenge und Standardabweichung für unterschiedliche CNF-Beladungen

Zur Analyse eines möglichen Einflusses der CNF auf die galvanische Katalysatorabscheidung wurde die CNF-Beladung systematisch variiert und mit der Abscheidung auf dem Substrat H23C8 verglichen. Dabei zeigte sich eine klare Abhängigkeit der abgeschiedenen Katalysatormenge von der CNF-Beladung, s. Abbildung 6. Die Metallreduktion an der Kathodenoberfläche erfolgt ausschließlich nach dem Durchdringen der elektrischen Doppelschicht, da nur so energetisch günstige aktive Zentren für die Keimbildung entstehen können. Die reduzierte Katalysatorabscheidung bei geringer CNF-Beladung deutet darauf hin, dass bereits kleine CNF-Mengen die Oberflächenrauheit erhöhen und eine zusätzliche Grenzfläche einführen. Diese zusätzliche Grenzfläche kann den Elektrodenwiderstand vergrößern, während die veränderte Oberflächentopografie lokal zu einer Verringerung der Stromdichte führt. Da die Stromdichte eine der zentralen Einflussgrößen für die galvanische Abscheidung darstellt, wirkt sich dies unmittelbar auf die Katalysatormenge aus. Mit steigender CNF-Beladung nimmt hingegen auch die NiMo-Beladung zu, was auf die im Vergleich zur MPL der GDL höhere elektrische Leitfähigkeit der CNF zurückzuführen ist. Ab einer bestimmten CNF-Menge überwiegt dieser Leitfähigkeitsvorteil die negativen Effekte der zusätzlichen Grenzfläche und der erhöhten

Oberflächenrauheit. Durch den höheren Anteil leitfähigen CNF-Materials stehen mehr geeignete Abscheidungsstellen für NiMo zur Verfügung, wodurch die Katalysatorausbeute bei der galvanischen Abscheidung insgesamt ansteigt.

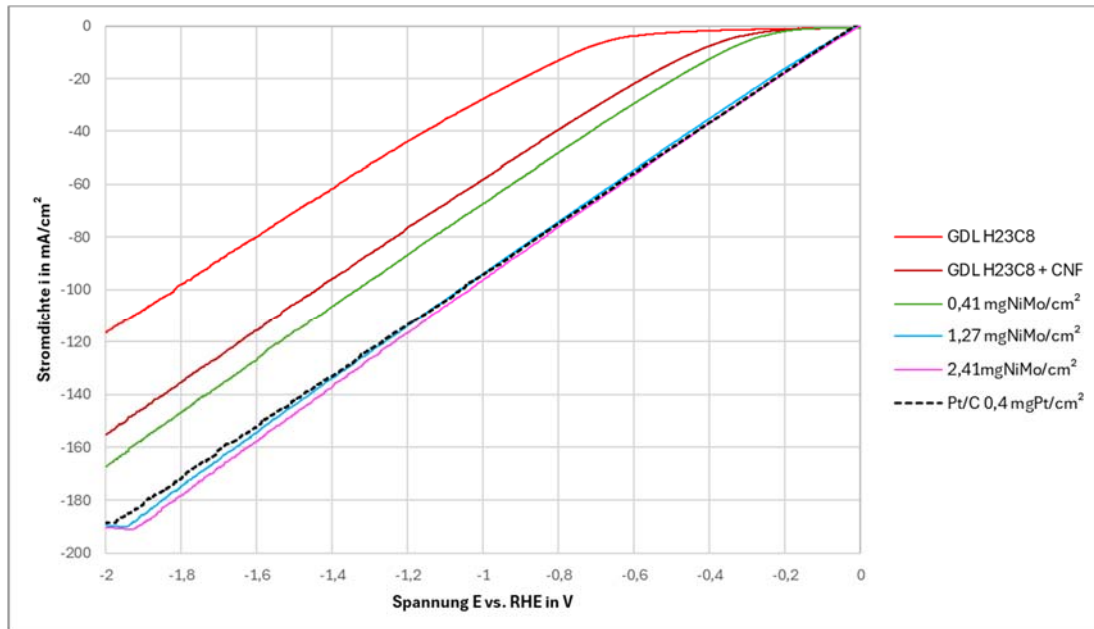


Abbildung 7: LSV-Messungen @ 60 °C in 1 M KOH unterschiedlicher Proben: H23C8, H23C8 + CNF, CNF/NiMo-Kathoden mit unterschiedlichen Katalysatorbeladungen im Vergleich zum kommerziellen Pt/C-Katalysator

Abbildung 7 zeigt exemplarisch die LSV-Kurven verschiedener Proben. Die gemessenen Ströme wurden flächennormiert und als Funktion des angelegten Potentials gegenüber der RHE dargestellt. Die resultierende Stromdichte repräsentiert die kapazitive Durchtrittsströme, die mit der Überwindung des Widerstands der elektrischen Doppelschicht verbunden ist. Ein niedrigeres Potential bei konstanter Stromdichte weist dabei auf einen geringeren Durchtrittswiderstand hin, wodurch die HER beschleunigt ablaufen kann.

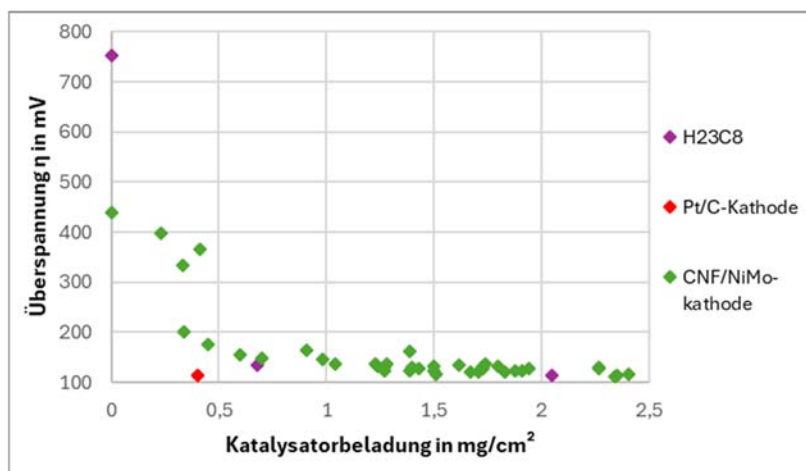


Abbildung 8: Überspannungen  $\eta$  aus LSV-Messungen bei 10 mA/cm<sup>2</sup> der Kategorie mittlerer CNF-Beladung ausgewertet, im Vergleich zu den Referenzen Pt/C und H23C8

Zur quantitativen Bewertung der Überspannung wurde eine Stromdichte von 10 mA/cm<sup>2</sup> im kinetisch kontrollierten Bereich herangezogen. In diesem Bereich dominiert die intrinsische elektrochemische Aktivität des Katalysators, während Massentransporteinflüsse, wie sie bei höheren Stromdichten (z. B. 50 oder 100 mA/cm<sup>2</sup>) auftreten, vernachlässigbar sind. Darüber hinaus ist 10 mA/cm<sup>2</sup> als Referenzstromdichte etabliert, um die Vergleichbarkeit verschiedener Katalysatorsysteme zu gewährleisten. Die Auswertung der Überspannungen bei 10 mA/cm<sup>2</sup> ist in Abbildung 8 und Tabelle 1.1 dargestellt.

*Tabelle 1.1: Überspannungen bezüglich HER bei 10 mA/cm<sup>2</sup> von CNF/NiMo-Kathoden mit unterschiedlichen Katalysatorbeladungen im Vergleich zur kommerziellen Referenz Pt/C und den verwendeten Substraten H23C8 und H23C8 mit CNF*

Probe	Katalysatorbeladung	Durchschnittliche Überspannung $\eta$ bei 10 mA/cm <sup>2</sup>
Referenz: H23C8 + Pt/C	0,4 mg <sub>Pt</sub> /cm <sup>2</sup>	113
Referenz: H23C8	–	753
Referenz: H23C8 + CNF	–	440
CNF/NiMo-Kathode	< 0,50 mg <sub>NiMo</sub> /cm <sup>2</sup>	269
	0,50 – < 1,00 mg <sub>NiMo</sub> /cm <sup>2</sup>	148
	1,00 – < 1,50 mg <sub>NiMo</sub> /cm <sup>2</sup>	135
	1,50 – < 2,00 mg <sub>NiMo</sub> /cm <sup>2</sup>	127
	2,00 – < 2,50 mg <sub>NiMo</sub> /cm <sup>2</sup>	120

Grundsätzlich hat sich gezeigt, dass die unbeschichtete GDL die geringste HER Kinetik und dementsprechend die höchste Überspannung aufwies. Die Einführung einer CNF-Schicht führte bereits zu einer Reduktion der Überspannung, jedoch war der Einsatz eines Katalysators erforderlich, um eine mit dem kommerziellen Elektrodenaufbau mit Platinkatalysator vergleichbare Reaktionskinetik zu erreichen. Den stärksten Effekt auf die Verringerung der Überspannung zeigte eine niedrige Katalysatorbeladung (< 0,50 mg<sub>NiMo</sub>/cm<sup>2</sup>) mit einer durchschnittlichen Absenkung um 171 mV. Mit weiter steigender Katalysatorbeladung verringerte sich sukzessive die Differenz zum Überspannungswert der Referenzelektrode (Pt/C). Wie ebenfalls aus Tabelle 1.1 hervorgeht, führten Kathoden mit einer NiMo-Beladung von > 1,50 mg<sub>NiMo</sub>/cm<sup>2</sup> im Vergleich zu Elektroden im Bereich von 1,00 mg<sub>NiMo</sub>/cm<sup>2</sup> bis < 1,50 mg<sub>NiMo</sub>/cm<sup>2</sup> lediglich zu einer zusätzlichen mittleren Überspannungsreduktion von 8 mV bzw. 15 mV. Die insgesamt beobachtete Abnahme der Überspannung ist auf das erhöhte Angebot an frei verfügbaren Elektronen im NiMo-System zurückzuführen, die direkt an der elektrochemischen Reaktion beteiligt sind.

Zudem wurden elektrochemische Impedanzspektroskopiemessungen aufgenommen. Bei der Auswertung derer kann die Adsorptionskapazität bestimmt werden, welche die Fähigkeit, Wasserstoff an der Elektrodenoberfläche zu adsorbieren, beschreibt. Eine geringe NiMo-Beladung ( $< 0,50 \text{ mg}_{\text{NiMo}}/\text{cm}^2$ ) zeigte den niedrigsten  $C_a$ -Wert mit einem Mittelwert von 0,1 F. Mit steigender Katalysatorbeladung nahm die Adsorptionskapazität kontinuierlich zu. Das kohlenstoffbasierte Substrat stellt ausschließlich delokalisierte  $\pi$ -Elektronen zur Verfügung, wodurch die Wasserstoffadsorption an der Elektrodenoberfläche gehemmt ist. Durch die Zugabe des metallisch gebundenen NiMo-Katalysators wurde die Adsorptionsfähigkeit deutlich verbessert, was zu einer erhöhten elektrochemischen Aktivität führte. Im Beladungsbereich von 1,50 bis  $< 2,00 \text{ mg}_{\text{NiMo}}/\text{cm}^2$  wurde mit 5,9 F die maximale Adsorptionskapazität gemessen. Dies entspricht einer 59-fachen Steigerung der Adsorptionskapazität bei einer vierfach erhöhten NiMo-Beladung.

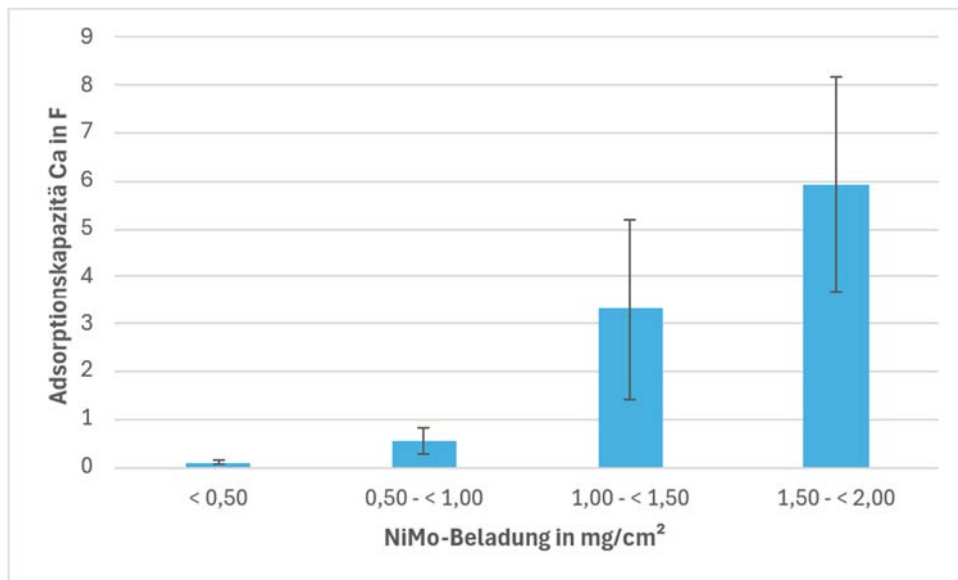


Abbildung 9: Bestimmung der Adsorptionskapazität  $C_a$  aus der EIS-Messung bei  $E = 0 \text{ V}$

Werden die Überspannungen aus den LSV-Messungen in Zusammenhang mit der Adsorptionskapazität  $C_a$  gesehen, zeigt sich, dass eine Zunahme der Katalysatorbeladung die katalytische Aktivität positiv beeinflussen kann. Die Zugabe des galvanisch abgeschieden NiMo-Katalysators im Vergleich zu H23C8 und H23C8 + CNF hatte die Überspannungen grundsätzlich verringert.

Die effektive Oberfläche und die damit verbundene Adsorptionskapazität steigt zwar bis zu einer Katalysatorbeladung von ca.  $2 \text{ mg}_{\text{NiMo}}/\text{cm}^2$ , aber die Überspannung sinkt im Vergleich nur geringfügig. Daher ist eine NiMo-Beladung darüber hinaus als wenig lohnend zu bewerten. Auf Basis der durchgeführten Untersuchungen wurde somit  $2 \text{ mg}/\text{cm}^2$  als NiMo-Beladung festgelegt, da hier unter ex-situ Bedingungen eine vergleichbare HER-Aktivität mit einem kommerziellen Pt/C-Kathode mit  $0,4 \text{ mg}_{\text{Pt}}/\text{cm}^2$  erreicht wurde.

## AP2e: Charakterisierung Kathode

Die hergestellten Kathoden wurden mittels Wägung, REM/EDX, XRF, LV und EIS charakterisiert. Für die Beladungsbestimmung per Wägung wurde eine präzise Mikrogrammwaage beschafft, welche zehn Mikrogramm Genauigkeit hat und damit sowohl die niedrigen Beladungen von  $0,1 \text{ mg/cm}^2$  als auch die späteren hohen Beladungen von  $2 \text{ mg/cm}^2$  erfassen kann. Die Rasterelektronenmikroskopie wurde verwendet, um die Morphologie der Substrate, der CNF-Schicht und der NiMo-Partikel zu untersuchen. Dadurch konnte unter anderem der in AP2b und c untersuchte Einfluss des EG auf die Partikelgröße nachgewiesen werden. XRF und EDX wurde verwendet, um die chemische Zusammensetzung des Katalysators zu ermitteln, wobei EDX für oberflächennähere Charakterisierung und XRF für die Zusammensetzung durch die gesamte Dicke der Elektrode eingesetzt wurde.

Die elektrochemischen Methoden wurden verwendet, um die Aktivität der Elektroden zu charakterisieren und um Rückschlüsse über die Oberfläche zu ziehen. Dafür wurden aus den linearen Voltammogrammen die Überspannungen ermittelt und aus der elektrochemischen Impedanzspektroskopie die Adsorptionskapazität als Maß für die Fähigkeit Wasserstoff zu adsorbieren ermittelt. Durch diese Charakterisierungsmethoden konnten Ergebnisse erzielt werden, die für den iterativen Entwicklungsprozess genutzt werden konnten.

### 1.3 Arbeitspaket 3: Skalierbarkeit der Elektrodenherstellung (FE1, FE2)

Ziel des APs: Hochskalierung der Abscheidungsmethoden für industrierelevante Elektrodengeometriebereiche und Analyse der Skalierbarkeit der Elektrodenherstellungsverfahren

#### ZBT (FE1):

Im Vergleich der eingesetzten Eisenquellen (Nitrat und Sulfat) zeigte sich ein deutlicher Einfluss der Anionen auf die Homogenität der Eisenverteilung auf dem Nickelsubstrat (Abb. X). Bei Verwendung von  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  war der Eisengehalt auf der Elektrode nicht gleichmäßig verteilt, was auf lokal unterschiedliche Korrosions- bzw. Abscheidungsbedingungen hinweist. Dagegen führte  $\text{FeSO}_4$  zu einer sichtbar homogenen Eisenverteilung über die Elektrodenfläche. Diese Beobachtung spricht dafür, dass die Sulfat-basierte Rezeptur robustere Bedingungen für eine gleichmäßige Modifikation bietet und damit besser für eine skalierbare Elektrodenfertigung geeignet ist. Die langsamere Oxidation durch den Einsatz von  $\text{Fe}^{2+}$  könnte der Grund für die gleichmäßigere Verteilung von Eisen sein.

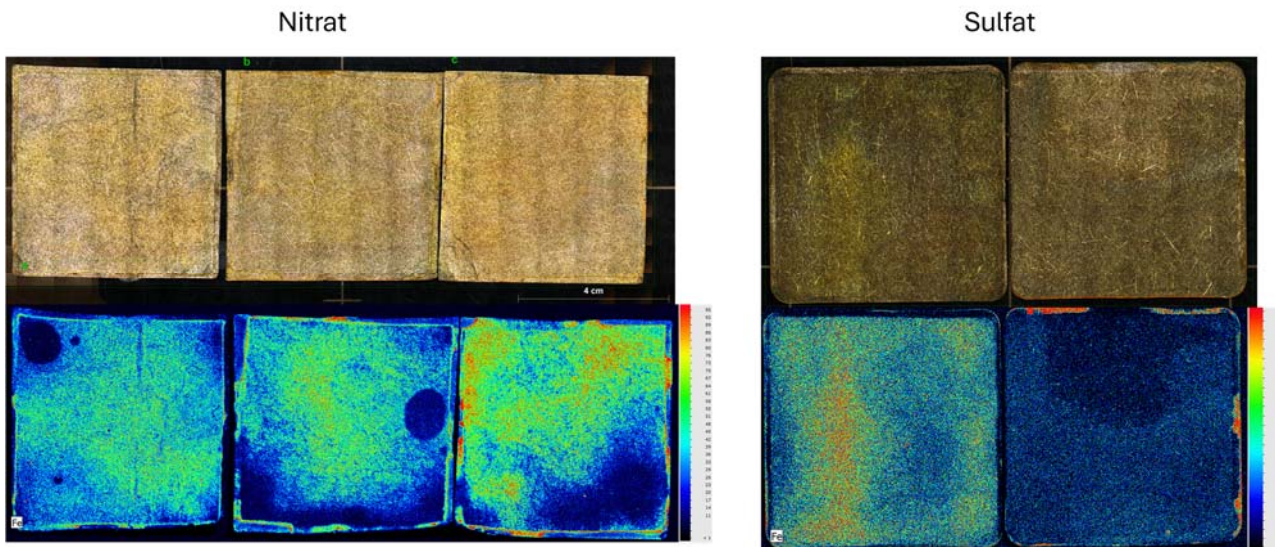


Abbildung 10: Bestimmung des Fe-Gehaltes mittels XRF. Links: Korrosion mit  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ , Rechts: Korrosion mit  $\text{FeSO}_4$ .

Hier lassen sich folgende Entwicklungspotentiale zusammenfassen: Die Hardware muss einen Aufbau aufweisen, der eine Durchmischung des Elektrolyten und eine gleichmäßige Benetzung, ggf. eine Durchströmung und auch Temperierung des Substrates ermöglicht, um eine homogene Abscheidung zu gewährleisten. Das Substrat sollte von der Elektrolytlösung durchströmbar sein, wobei diese Durchströmung über der gesamten Fläche gleichmäßig erfolgen muss, und zusätzlich die Durchströmungsgeschwindigkeit einstellbar sein muss. Durch eine kontinuierliche Durchmischung während des Abscheidungsprozesses lassen sich Konzentrationsgradienten minimieren und eine gleichmäßige Katalysatorschicht sicherstellen. Weiterhin ist die Steuerung der Sauerstoffverteilung bzw. -konzentration im Elektrolyten entscheidend, um eine gleichmäßige und kontrollierte Korrosionsabscheidung zu fördern. Durch die gezielte Optimierung dieser Parameter können sowohl die katalytische Aktivität, die Homogenität der Abscheidung als auch die Effizienz der Katalysatorabscheidung deutlich gesteigert werden. Dies trägt dazu bei, eine gleichbleibend hohe Qualität der Katalysatorschichten sicherzustellen, die für industrielle Anwendungen zwingend erforderlich ist, und ermöglicht eine stabile und zuverlässige Leistung über längere Betriebszeiten hinweg.

Trotz der Vielzahl an Optimierungsparametern ist der Ansatz der Korrosionsabscheidung (spontan, stromlos) für industrielle Anwendungen besonders relevant. Dies liegt an seiner vergleichsweise einfachen Umsetzung, da keine komplexen oder kostenintensiven Geräte wie Potentiostaten erforderlich sind. Der Prozess zeichnet sich durch geringe technische Anforderungen und hohe Skalierbarkeit aus, was ihn für eine breite Anwendung in der industriellen Produktion von Elektroden für alkalische Systeme attraktiv macht.

#### WH-S (FE2):

Während der Kathodenentwicklung in AP2 wurde bereits auf die Skalierbarkeit der einzelnen Komponenten und Prozesse geachtet: Besonderen Einfluss auf die Skalierbarkeit hat die Elektrolytzusammensetzung, da

diese maßgeblich die erforderliche Abscheidungsstromdichte bestimmt. Die Elektrolytzusammensetzung der NiMo-Abscheidungen auf den 1 cm<sup>2</sup> Cu-Scheiben erforderte hohe Stromdichten von über 400 mA/cm<sup>2</sup>. Dies hätte das Upscaling erschwert, weshalb die Elektrolytrezeptur für die Abscheidungen auf 25 cm<sup>2</sup> porösem Kohlenstoff-Material wie in AP2b und c angepasst wurde. Die Abscheidung konnte durch die Zugabe von EG auf 60 mA/cm<sup>2</sup> gesenkt werden, was einer Gesamtstromstärke von 1,5 A entspricht, im Gegensatz zu 10 A, welche bei einer Stromdichte von 400 mA/cm<sup>2</sup> und 25 cm<sup>2</sup> erforderlich gewesen wären.

Der aktuelle Elektrolyt erreicht diese Stromdichte von 60 mA/cm<sup>2</sup> bei knapp unter 10 V, was innerhalb des Gerätelimits des verwendeten Potentiostaten liegt. Gerade für weiteres Upscaling der Zellfläche Richtung 100 cm<sup>2</sup> ist eine geringe Stromdichte erforderlich, da die Anforderungen an den Potentiostaten und somit die Investitionskosten sonst stark ansteigen.

Sofern die erforderliche Spannung unter 10 V gehalten werden kann, sind Boosteroptionen für Potentiostate verfügbar, welche bis zu 100 A bei bis zu 10 V bieten. Bei der aktuell verwendeten Stromdichte von 60 mA/cm<sup>2</sup> wäre damit ein Upscaling auf 100 cm<sup>2</sup> Zellfläche möglich.

Um ein solches Upscaling zu realisieren, müsste die Galvanikzelle (Abbildung 11a), welche für die Abscheidungen verwendet wird, angepasst werden. Bei der aktuell verwendeten, selbst entwickelten Galvanikzelle wurde bei der Abscheidung in 25 cm<sup>2</sup> eine ungleichmäßige Kontaktierung festgestellt (Abbildung 11b). Die Ungleichmäßigkeit in der Mitte der Elektrode ist unter anderem auf die inhomogene Anpressung an den Probenhalter der Galvanikzelle zurückzuführen, da diese durch einen Rahmen am Rand stark angepresst wird, in der Mitte jedoch nicht fixiert ist, um die aktive Fläche nicht zu verdecken. Ein weiter Grund könnte in der Verteilung des elektrischen Feldes liegen. Für zukünftige Weiterentwicklungen und Upscaling sollten diese Punkte adressiert werden.

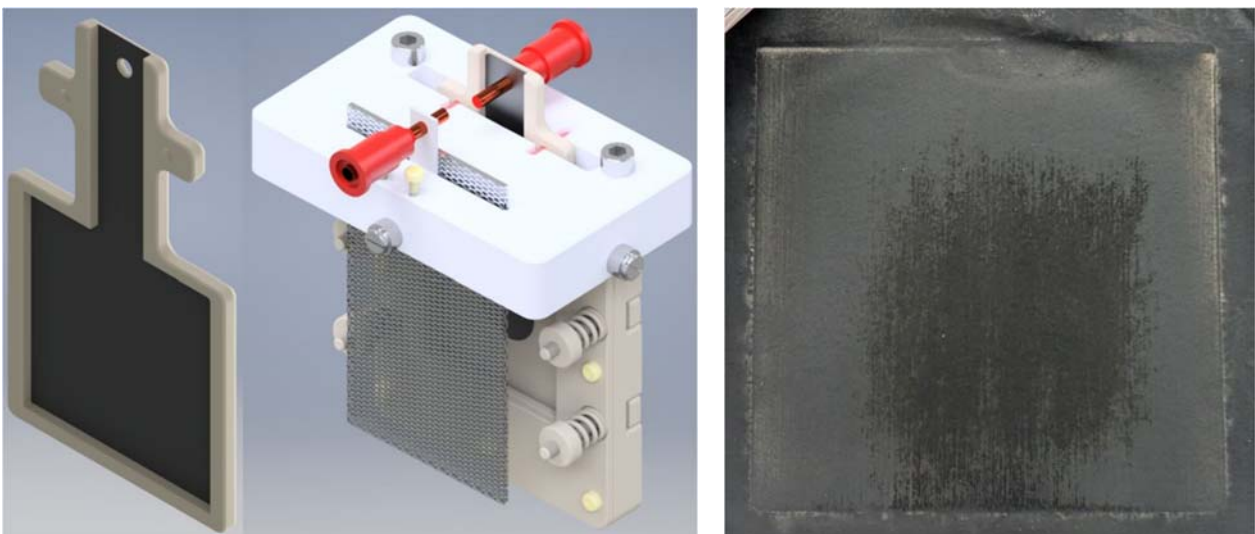


Abbildung 11: a) CAD-Darstellung der entwickelten Galvanikzelle, b) Inhomogenität der Abscheidung beim Upscaling

## 1.4 Arbeitspaket 4: MEA-Fertigung (FE1, FE2)

Ziel des APs: Zusammenführung der in AP1 und AP2 entwickelten Elektroden in Zielgröße mit kommerziellen Membranen, um MEAs nach dem CCS-Ansatz herzustellen. Ziel der Entwicklung war eine MEA wie in Abbildung 12 dargestellt aufzubauen und zu charakterisieren. Die Anode, welche durch das ZBT entwickelt wurde, besteht aus einer Nickel-Eisen Beschichtung auf einem Nickel-Substrat. Die Kathode, welche durch die WHS entwickelt wurde, besteht aus einer Nickel-Molybdän Beschichtung auf einem Kohlenstoffpapier mit CNF als Katalysatorträgerschicht. Beide Elektroden werden mit einer Anionenleitenden Membran kombiniert und in einem Testsystem der Firma ProPuls hydraulisch verpresst und in-situ getestet.

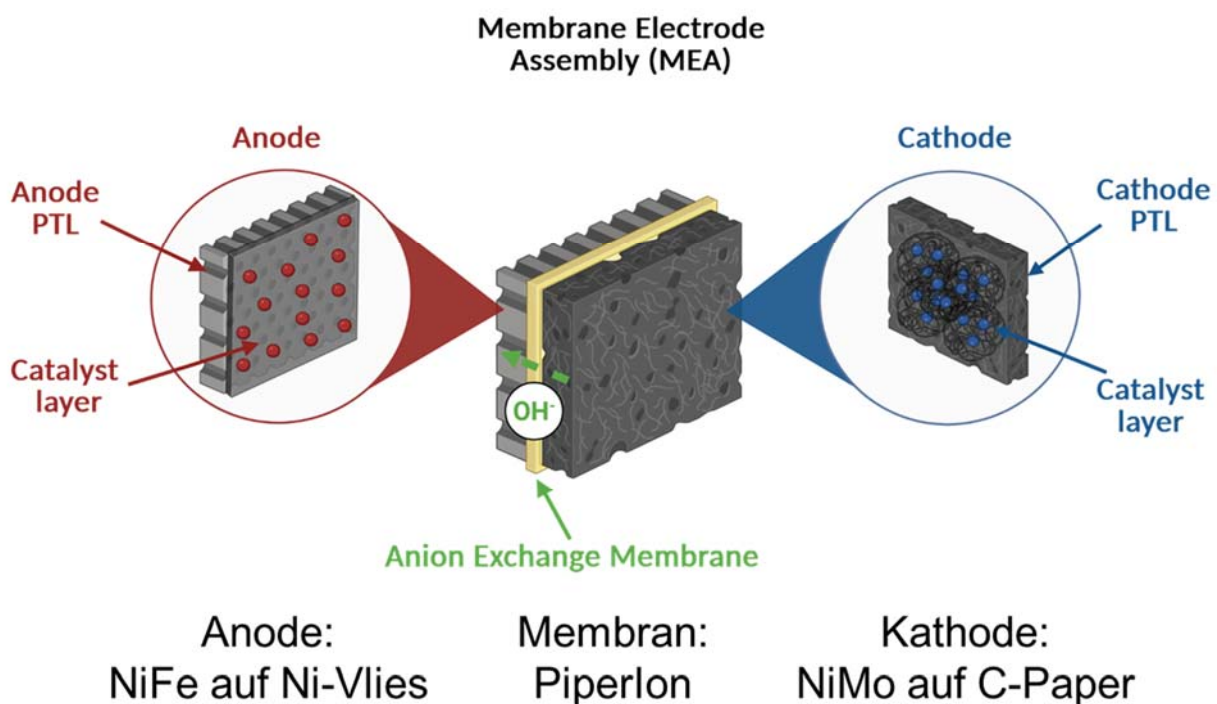


Abbildung 12: Schematische Darstellung des Membran-Elektroden-Aufbaus

### ZBT (FE1):

Als Referenzsystem wurde eine PGM-Kathode aus 40 % Pt/C (Heraeus) auf ein Kohlenstoffgewebe (Freudenberg H23) mittels Ultraschallbeschichtung aufgesprüht. Die Katalysatorbelegung betrug 0,2 mg/cm<sup>2</sup>. Die Beschichtung der PGM-freien Kathode erfolgt nach einer am ZBT etablierten und standardisierten Methode. Als Anoden wurden sowohl blankes Nickelvlies als auch ein Nickelvlies mit kommerziell verfügbarem NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> eingesetzt, welches ebenfalls aufgesprüht wurde (bis zu einer Beladung von 2 mg/cm<sup>2</sup>). Als Membran wurde die kommerziell verfügbare FAA-3-50 (Fumatech) verwendet. Die Aktivierung der Membran erfolgte in einem luftdichten Behälter mit 1 M KOH-Lösung, um den Austausch der funktionellen Gruppen in OH<sup>-</sup>-Ionen zu fördern. Die im Rahmen des Projekts synthetisierten Anoden wurden ebenfalls mit der beschriebenen PGM-Kathode kombiniert und messtechnisch untersucht.

Um die Aktivität der LDHs in Abhängigkeit der Synthese zu untersuchen, wurden NiFe-LDHs mittels Ko-Fällung hergestellt und in eine Dispersion zum Ultraschallsprühen überführt. Der Katalysatoranteil beträgt 0,5 % und der Ionomeranteil in der Dispersion 0,1 %. Die Beladung liegt bei 2 mg/cm<sup>2</sup>.

#### **WH-S (FE2):**

Für die in-situ Testung der an der WH entwickelten Kathoden wurden zunächst unterschiedliche Setups aus verschiedenen Anoden und Kathoden-Materialien in Verbindung mit einer kommerziell erhältlichen Membran getestet. Als Membran wurde bei allen Tests Piperlon in 40 µm Dicke verwendet. Es wurden verschiedene Ni-Vliese in Kombination mit einem Ni-Streckgitter und Edelstahl Vliese in Kombination mit einem Edelstahlstreckgitter auf der Anoden Seite getestet. Auf der Kathodenseite wurde zunächst eine Standardkathode mit 0,4 mg<sub>Pt</sub>/cm<sup>2</sup> (40%wt. Pt/C) auf Freudenberg E20 getestet. Anhand der Ergebnisse wurde für die Anode ein Nickel Setup und ein Edelstahl Setup für die weiteren Tests festgelegt.

Das favorisierte Ni-Setup besteht aus einem 500 µm Ni-Vlies von Bekaert (Currento PTL Ni-80/500) in Kombination mit einem 800 µm Ni-Streckgitter (Maschengeometrie 2 x 2,5 mm von Bender GmbH). Das favorisierte Edelstahl-Setup besteht aus einem 300 µm Edelstahl-Vlies von Bekaert (Currento PTL SS-78/300) mit Double-Layer Aufbau in Kombination mit einem 800 µm Edelstahl-Streckgitter (Maschengeometrie 2 x 2,5 mm von Bender GmbH). Beide Setups wurden wiederrum vergleichend getestet.

Aufgrund der erzielten in-situ Ergebnisse der beiden Setups, wurde das Edelstahl-Setup für weitere Tests als Anode festgelegt. Das festgelegte Anoden-Setup wurde daran anschließend mit unterschiedlichen Kathoden kombiniert und getestet. Alle Kathoden basierten dabei auf Freudenberg H23C8 als Substrat. Im Rahmen dieses Projektes wurde das Kohlenstoffsubstrat mit CNF als Katalysatorträgerschicht beschichtet und anschließend wurden galvanisch Nickel-Molybdän Partikel auf der Trägerschicht abgeschieden, siehe AP2, Abbildung 3. Die neu entwickelten Kathoden wurden in-situ getestet und verglichen mit einer Referenzkathode, bestehend aus 0,4 mg<sub>Pt</sub>/cm<sup>2</sup> (40%wt. Pt/C) auf Freudenberg H23C8.

### **1.5 Arbeitspaket 5: Charakterisierung in AEMEL (FE1, FE2)**

Ziel des APs: Untersuchung der hergestellten MEAs in AEM-Elektrolyse-Prüfständen

#### **AP5a: AEMEL-Zelle-Optimierung**

##### **ZBT (FE1):**

Eine entscheidende Bewertungsmethode war die elektrochemische Charakterisierung in der AEM-WE, um Ursachen verbesserter Leistungen in Abhängigkeit von Schichtbildung und Materialeigenschaften zu identifizieren. Die Messungen wurden in einer qCf 25/100 (Baltic FuelCells GmbH) mit einer aktiven Fläche von 5 cm<sup>2</sup> durchgeführt. Beidseitig wurde 1 M KOH zirkuliert (Volumenstrom 4,2 ml/min). Die Betriebstemperatur

betrug 60 °C bei 1 bar. Polarisationskurven wurden galvanostatisch bis zu einer maximalen Spannung von 2,1 V aufgenommen. Die Schrittweite lag bei 0,5 A pro Messpunkt, wobei jeder Punkt 30 s gehalten wurde. Neben Polarisationskurven wurden Impedanzmessungen durchgeführt, um die einzelnen Widerstände und Verluste der MEA und der Katalysatorschicht zu charakterisieren.

Für  $\text{FeSO}_4$  führten niedrige Konzentrationen und lange Synthesenzeiten zur besten Performance. So wurden bei 1 h und 10 mM 1,9 A/cm<sup>2</sup> bei 2 V erreicht, während bei 16 h und 10 mM 2,6 A/cm<sup>2</sup> bei 2 V erzielt wurden. Dieser Trend wird auf die langsame Oxidationskinetik von  $\text{FeSO}_4$  zurückgeführt, was zu einer allmählichen Bildung elektrochemisch aktiver Schichten auf der Anodenoberfläche führt. Somit könnten niedrigere  $\text{FeSO}_4$ -Konzentrationen zu einer besseren Kontrolle der Schichtbildung und gegebenenfalls die Bildung homogenerer Schichten begünstigen. Für  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  ergaben moderate Konzentrationen und kurze Synthesenzeiten die beste Performance, was mit einer schnellen Schichtbildung durch  $\text{Fe}^{3+}$  und  $\text{NO}_3^-$  begründet wurde. Bei 1 h und 50 mM wurden 2,6 A/cm<sup>2</sup> bei 2 V erreicht, während bei 16 h und 50 mM 2,0 A/cm<sup>2</sup> bei 2 V gemessen wurden. Des Weiteren konnte bei den Messungen zur Reproduzierbarkeit von  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ -basierter Synthesen bei 50 mM und einer Stunde Synthesedauer festgestellt werden, dass die Abweichungen in den Spannungen bei niedrigeren bis mittleren Stromdichten vergleichsweise hoch sind. Wenn die Abweichungen über die gesamte U-I-Kennlinie betrachtet werden, so weist die  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ -basierte Anode insgesamt die niedrigsten Abweichungen von allen Anoden auf, die auf Reproduzierbarkeit getestet worden sind. Für  $\text{FeCl}_3$  führten sehr hohe Konzentrationen und kurze Zeiten zur besten Performance, obwohl insgesamt niedrige Fe-Anteile auf der Schicht vorlagen (0,34 Gew.-%). Bei 1 h und 10 mM wurden 2,3 A/cm<sup>2</sup> bei 2 V erreicht, während bei 1 h und 200 mM 2,5 A/cm<sup>2</sup> bei 2 V gemessen wurden. Die Synthesen weisen keine klaren Trends in Bezug auf Konzentration und Synthesedauer hinsichtlich erreichbarer Stromdichten bei 2 V auf.

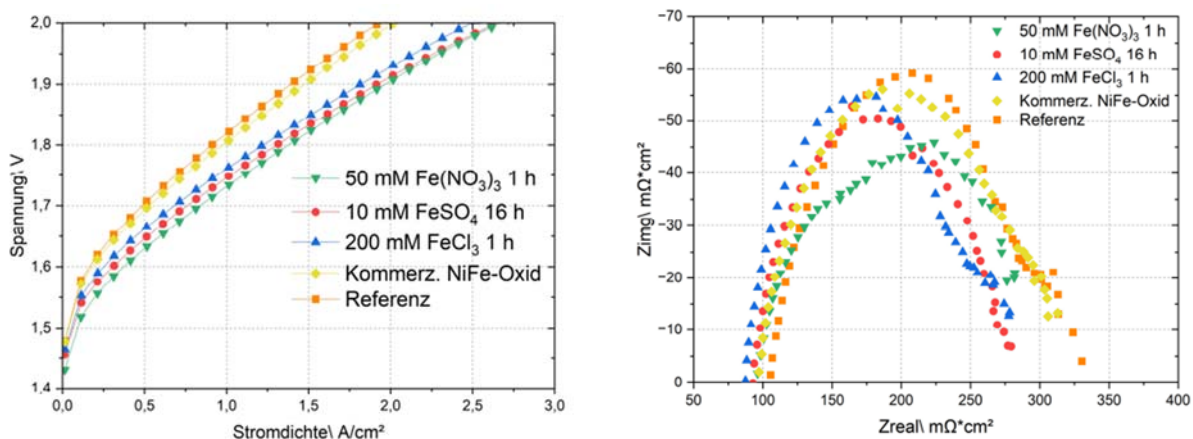


Abbildung 13: U-I-Kennlinien und Impedanz-Messungen der Anoden mit dem besten in-situ Ergebnis nach verwendetem Salz im Vergleich zu kommerziellem NiFe-Oxid und Referenz

Der Unterschied in den Stromdichten ist in den Impedanzspektren deutlich zu erkennen. Die Probe mit der höchsten Stromdichte hat einen  $R_{ct}$  von  $212 \text{ m}\Omega \text{ cm}^2$ , während die Probe mit der niedrigsten Stromdichte einen Widerstand von  $249 \text{ m}\Omega \text{ cm}^2$  aufweist. Der erhöhte Gehalt an Schwefel und Eisen könnte die Ursache für eine gesteigerte katalytische Aktivität sein. Im direkten Vergleich erreichten die aufgespritzten NiFe-LDHs-Partikel mit Sulfatanionen zwischen den Schichten eine Stromdichte von  $2,6 \text{ A/cm}^2$ .

Für Stabilitätsuntersuchungen wurde ein beschleunigter Belastungstest entwickelt. Der Test basiert auf dem Konzept, dass die Wasserelektrolyse in einer Sekunde ablaufen kann und eine Abschaltzeit von zwei Sekunden ( $0,01 \text{ A/cm}^2$ ) für den Blasentransport ausreicht, während die Elektrode ohne Verzögerung für die intensiven HER- und OER-Reaktionen bei  $2 \text{ A/cm}^2$  vorbereitet wird. Bei hohen Stromdichten von  $1 \text{ s}$  ( $2 \text{ A/cm}^2$ ) bildet sich für Wasserstoff und Luft schnell ein Gas. Dieser Vorgang führt zu einer lokalen Mikroexplosion, die die Haltbarkeit der Elektroden nicht nur hinsichtlich der schnellen Änderung des Elektrodenpotentials, sondern auch hinsichtlich der mechanischen Stabilität der Katalysatorschicht testet. Die Gesamttestzeit betrug  $3000 \text{ Sekunden}$ , bestehend aus  $1000 \text{ Zyklen}$ . Die Auswirkung des Belastungstests wird mit Polarisationskurven BoT (Begin of Test) und EoT (End of Test) und Impedanzspektren für  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  untersucht. Die Auswertung der Kennlinien ergab kaum Differenzen. Eine minimale Verschiebung des ohmschen Widerstands nach rechts im Impedanzspektrum (höherer Widerstand) wurde nach dem Belastungstest beobachtet.

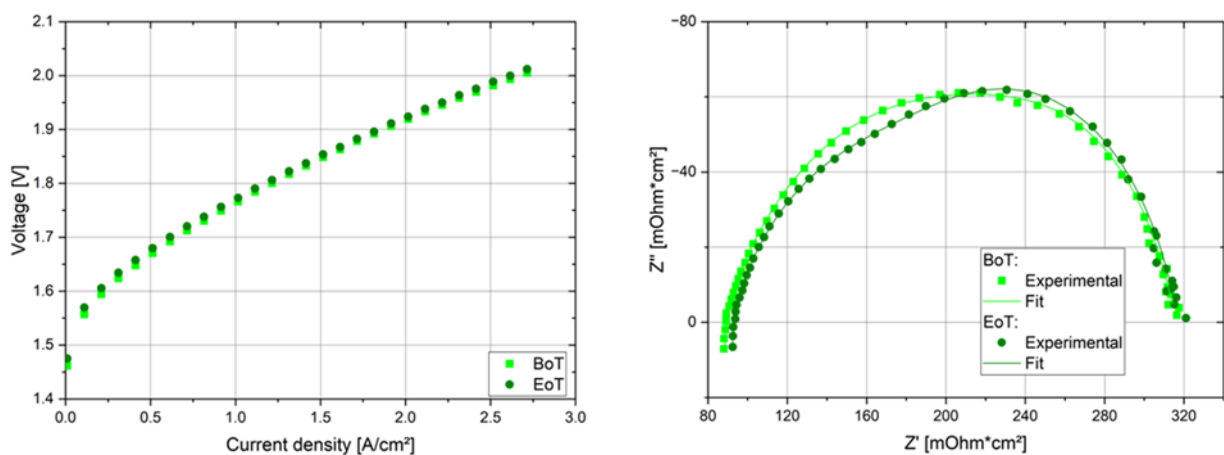


Abbildung 14: U-I-Kennlinien und Impedanzmessungen der Anode aus  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  vor (BoT = Begin of Test) und nach (EoT = End of Test) dem Belastungstest.

### WH-S (FE2):

In-situ Untersuchungen an der WH der in Arbeitspaket 4 dokumentierten Nickel und Edelstahl Setups wurden an einem hausinternen AEM-Prüfstand durchgeführt. Die MEA wurde dabei in ein Testsystem der Firma ProPuls eingebaut und hydraulisch mit  $8 \text{ bar}$  verpresst. Sowohl auf der Kathode als auch auf der Anode wurde mit einem Durchfluss von  $50 \text{ ml/min}$   $1 \text{ M KOH}$  bei  $60^\circ\text{C}$   $\text{KOH}$  Temperatur gearbeitet. Alle Setups wurden stromgeführt betrieben bis zu einer Stromdichte von  $2,5 \text{ A/cm}^2$ , wobei jede Stromstufe für

60s gehalten wurde. Zur Auswertung wurde aus den jeweils letzten 30s ein Mittelwert für die Zellspannung gebildet.

Die in-situ Untersuchungen für die beiden favorisierten Setups sind in Abbildung 15 dargestellt. Für das Nickel-Setup ergab sich bei einer Stromdichte von  $1\text{ A/cm}^2$  eine Spannung von  $1,79\text{ V}$ , während die Spannung für das Edelstahl-Setup bei  $1,73\text{ V}$  lag. Der Unterschied im ohmschen Verlauf der Polarisationskurven zeigte sich bei einer Stromdichte von  $2\text{ A/cm}^2$  noch deutlicher, mit einer Spannung von  $1,97\text{ V}$  für das Nickel-Setup und einer Spannung von  $1,9\text{ V}$  für das Edelstahl-Setup. Aufgrund der niedrigeren Überspannungen des Edelstahl-Setups wurde im weiteren Verlauf des Projektes mit  $300\text{ }\mu\text{m}$  Edelstahl-Vlies von Bekaert (Currento PTL SS-78/300) mit Double-Layer Aufbau in Kombination mit einem  $800\text{ }\mu\text{m}$  Edelstahl-Streckgitter (Maschengemetrie  $2 \times 2,5\text{ mm}$  von Bender GmbH) als Referenzanode gearbeitet.

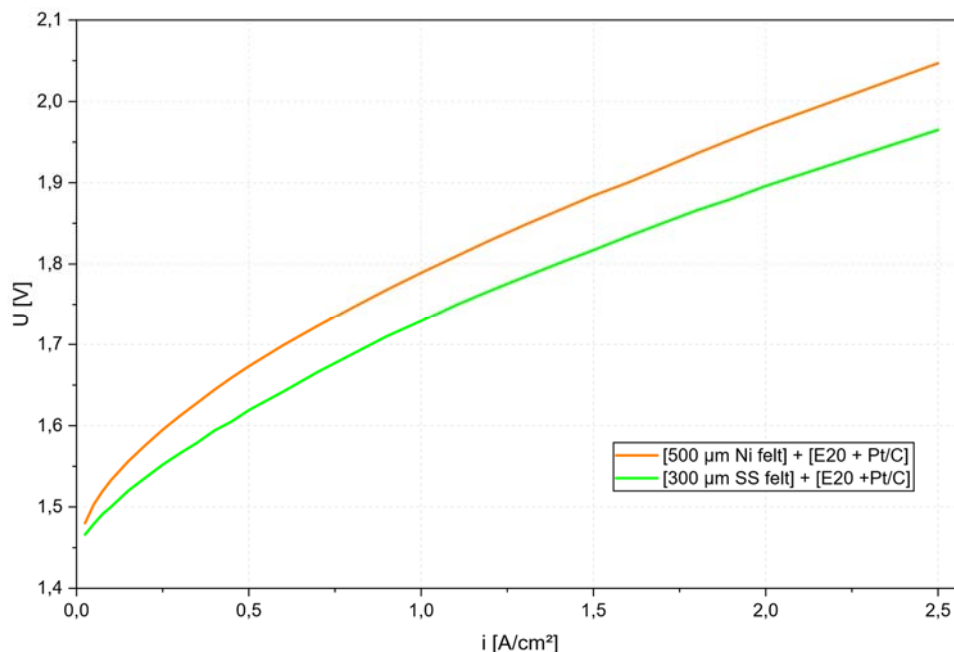


Abbildung 15: In-situ Vergleich des favorisierten Nickel- und Edelstahl-Setups

### AP5b: Elektrochemische Charakterisierung des AEMELS

Anschließend wurden, wie in AP4 beschrieben, unterschiedliche Kathoden mit dem favorisierten Anoden-Edelstahl-Setup kombiniert und ebenfalls in-situ bei den genannten Bedingungen getestet. Abbildung 16 zeigt zunächst die Polarisationskurve von H23C8 mit Pt/C in grün im Vergleich zu H23C8 mit CNF und NiMo Beschichtung in rot. Für die Kathode mit Pt/C Katalysatorschicht zeigten sich deutliche Massentransportprobleme ab einer Stromdichte von  $0,5\text{ A/cm}^2$  und einer Spannung von  $1,71\text{ V}$ , erkennbar durch den schnellen, nichtlinearen Anstieg der Spannung bis hin zu  $2,25\text{ V}$  bei  $1\text{ A/cm}^2$ . Aufgrund der stark ansteigenden Zellspannung oberhalb von  $0,5\text{ A/cm}^2$  kann davon ausgegangen werden, dass die aufgebrauchte Pt/C Schicht

in Verbindung mit der MPL des H23C8 Kohlenstoffsubstrates zu einer Blockierung der aktiven Zentren durch erhöhte Gasblasenproduktion führt und somit nicht mehr ausreichen KOH die Reaktionszentren erreicht. Da die Massentransportprobleme bei einer vergleichbaren Katalysatorschicht auf einem anderen Kohlenstoffsubstrat (Freudenberg E20, siehe Abbildung 15) nicht zu Massentransportproblemen führt, kann davon ausgegangen werden, dass die Katalysatorschicht nicht alleine für die Problematik verantwortlich ist, sondern wie bereits beschrieben, die Kombination mit einem Kohlenstoffpapier, welches eine MPL und eine hydrophobe Beschichtung hat.

Die experimentellen Kathoden, welche auf Basis des gleichen Kohlenstoffpapiers mit MPL (H23C8) hergestellt wurden, jedoch eine Beschichtung aus  $300 \mu\text{g}/\text{cm}^2$  CNF und  $2 \text{ mg}/\text{cm}^2$  Nickel-Molybdän Partikeln hatten, zeigten hingegen höhere Überspannungen im Aktivierungsbereich der Polarisationskurve, jedoch keine Massentransportprobleme und somit einen flacheren charakteristischen Verlauf im Bereich der ohmschen Überspannungen. Die Aktivierungsüberspannungen, welche nötig sind, um die Reaktionskinetik der Wasserstoffentwicklungsreaktion an der Kathode in Gang zu setzen sind bei einem NiMo-Katalysator folglich höher als bei dem als Referenz verwendeten Platin-Kohlenstoff Katalysator. Bei einer Stromdichte von  $0,5 \text{ A}/\text{cm}^2$  lag die Spannung bei  $1,85 \text{ V}$  und bei einer Stromdichte von  $1 \text{ A}/\text{cm}^2$  bei  $1,99 \text{ V}$ . Da das Anoden-Setup bei allen Tests gleich gehalten wurde, kann davon ausgegangen werden, dass die erhöhten Aktivierungsüberspannungen durch die Kathodenkatalysatoren und deren Eigenschaften verursacht werden.

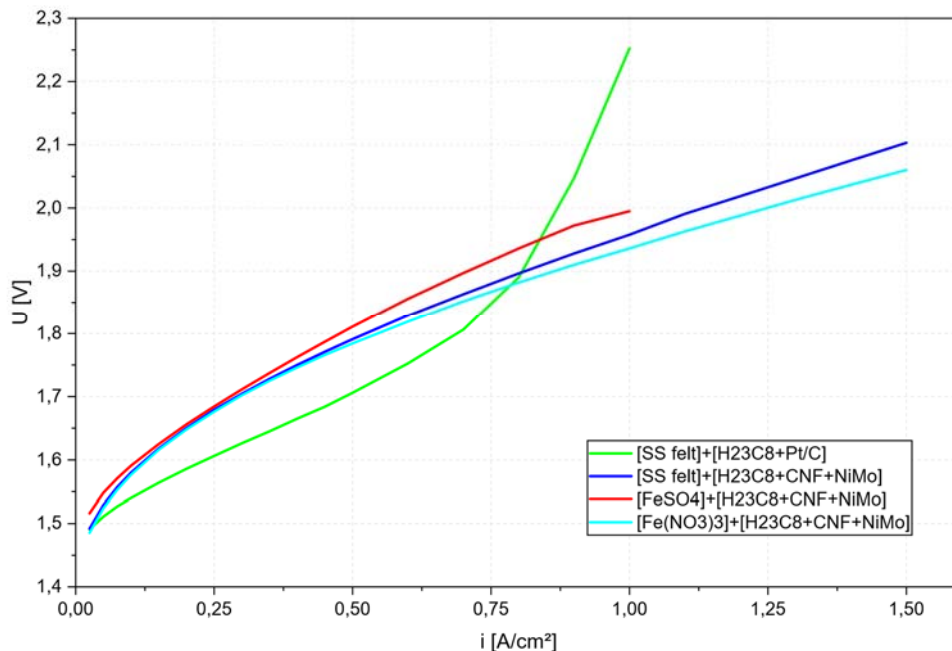


Abbildung 16: In-situ Vergleich der im Projekt entwickelten Anoden und Kathoden

Des Weiteren sind in Abbildung 16 zwei Polarisationskurven in blau dargestellt, bei denen die am ZBT entwickelten Anoden in Kombination mit den an der WHS entwickelten Kathoden getestet wurden. Durch die

zusätzliche Beschichtung der ZBT-Anoden konnte eine geringfügige Reduzierung der Überspannungen erreicht werden, welche sich durch einen flacheren Verlauf im Bereich der ohmschen Überspannungen zeigen. Die  $\text{FeSO}_4$  (16h, 10mM) beschichteten Anoden zeigten eine um 30 mV geringere Spannung von 1,96 V bei 1 A/cm<sup>2</sup> im Vergleich zu einem unbeschichteten Edelstahlvlies, während die  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  (1h, 50 mM) beschichteten Anoden eine um 50 mV geringere Spannung von 1,94 V bei 1 A/cm<sup>2</sup> zeigten. Die Kombination von H23C8 mit CNF und NiMo als Kathode und  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  auf Nickelvlies als Anode zeigte somit die beste In-situ Performance der getesteten Kombinationen.

## 1.6 Arbeitspaket 6: Iterative Prozessoptimierung (FE1, FE2)

Ziel des APs: Verwertung der gewonnenen Erkenntnisse aus den APs, um bestehende und neue Prozesse schrittweise zu verbessern

Über die gesamten 30 Projektmonate wurde die Elektrodenherstellung und -integration im Sinne einer iterativen Prozessoptimierung kontinuierlich weiterentwickelt. Ausgangspunkt waren erste Referenzprozesse im Labormaßstab, die schrittweise hinsichtlich Reproduzierbarkeit, Skalierbarkeit und elektrochemischer Performance angepasst wurden. Das AP6 beschreibt demnach die, während der anderen APs erzielten Verbesserungen der Prozesse, welche direkt in die Erreichung der AP- und Projektziele eingeflossen sind. Darunter fallen unter anderem die Verbesserung des Elektrolyten in AP2a, b und c, oder die Optimierung der CNF-Dispersion mit einem Nafion Binder (AP2c), um der Degradation vorzubeugen.

Bei der MEA-Fertigung konnte durch ein Screening möglicher Elektroden-Materialien die MEA optimiert werden, z.B. durch Auswahl einer geeigneten AEM.

Das zusätzliche Rühren des Elektrolyten mittels Magnetrührer wurde in AP1 als möglicher Optimierungsparameter anhand von Leerlaufpotentialmessungen untersucht. Da die Oxidation des Nickelvlieses überwiegend über die Sauerstoffreduktion erfolgt, wurde erwartet, dass eine verbesserte Durchmischung den Sauerstofftransport zur Oberfläche beeinflusst. Tatsächlich zeigte sich bei erhöhter Rührgeschwindigkeit eine verstärkte Oxidation des Nickelvlieses, was konsistent mit einer erhöhten Sauerstoffverfügbarkeit an der Elektrode ist.

Für die  $\text{FeSO}_4$ -basierte Synthese wurde zudem beobachtet, dass sich bei höheren Konzentrationen das Gleichgewicht der  $\text{Fe}^{2+}$ -Oxidation verstärkt bemerkbar macht. Im Gegensatz dazu zeigten  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ -basierte Synthesen bei Rühren bzw. bei erhöhter Konzentration eine Absenkung des Leerlaufpotentials. So wurde bei 10 mM  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  ohne Rühren ein höheres OCP gemessen, während es bei 10 mM  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  mit Rühren sowie bei 100 mM  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  abnahm. Dies kann auf veränderte Reduktionsprozesse (z. B.  $\text{NO}_3^-$ - und/oder  $\text{Fe}^{3+}$ -Reduktion) hinweisen, die die Korrosions- und Oxidationsbedingungen des Nickelsubstrats beeinflus-

sen. Da der Einfluss der Elektrolytdurchmischung auf Stofftransport, Redoxgleichgewichte und resultierende Oberflächenmodifikation potenziell relevant ist, wurde das Rühren im Projekt als Screening-Parameter betrachtet. Eine systematische Untersuchung (definierte Strömungsbedingungen und Korrelation mit Homogenität) ist für zukünftige Arbeiten erforderlich, wie in AP3 bereits angedeutet.

Insgesamt verdeutlichen die Ergebnisse die Komplexität der Synthese und Charakterisierung elektrochemisch aktiver Anoden und Kathoden für die AEM-WE mittels korrosiver und galvanischer Abscheidung. Die Auswahl des Elektrolyten und die Feinabstimmung der Synthesebedingungen sind entscheidend für die Leistung der Elektroden. Nichtsdestotrotz besteht weiterer Forschungsbedarf hinsichtlich der Optimierung der Synthesebedingungen und der Charakterisierung der Schichten auf die Zellperformance. Um die Langzeitstabilität der synthetisierten Elektroden besser zu verstehen, müssten aufbauend auf diesen Ergebnissen, weitere in-situ Stabilitätsmessungen durchgeführt werden.

## 2 Verwendung der Zuwendung

### 2.1 Forschungseinrichtung 1: ZBT

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

- Es wurde wiss. Personal (HPA-A) im Umfang von 23,54 Personenmonaten eingesetzt.
- Die leichte Überschreitung resultiert aus der Umsetzung zweier Änderungsanträge, die leider in umgekehrter Reihenfolge bewilligt wurden. Dem Verwendungsnachweis liegt ein ausführlicheres Erklärungsschreiben dazu bei.

Ausgaben für Gerätebeschaffung (Ansatz C des Finanzierungsplans):

- Wie beantragt wurde ein Galvanostat / Potentiostat (Ivium Vertex 5A) zum Preis von 14.400 € beschafft

Ausgaben für Leistungen Dritter (Ansatz D des Finanzierungsplans):

- Wurden nicht beantragt

### 2.2 Forschungseinrichtung 2: WHS WEI

Ausgaben für wissenschaftlich-technisches Personal (Ansatz A.1 des Finanzierungsplans):

- Es wurde wiss. Personal (HPA-A und B) im zeitlichen Umfang von 32,21 Personenmonaten eingesetzt  
Geräte:

Ausgaben für Gerätebeschaffung (Ansatz B des Finanzierungsplans):

- Hochpräzise Analysewaage: 4.293,16 €
- Weitere Gerätebeschaffungen lagen unterhalb von 2500€ und wurden über die Pauschale abgerechnet.

Ausgaben für Leistungen Dritter (Ansatz D des Finanzierungsplans):

- Wurden nicht beantragt

## 3 Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit

In beiden Forschungseinrichtungen erfolgten die durchgeführten Arbeiten planmäßig und entsprechend der im Projektantrag formulierten Zielstellungen. Personaleinsatz und die geleisteten Arbeiten entsprechend des Arbeitsplans waren für den erzielten Projektfortschritt angemessen und notwendig

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

Im Rahmen des Projektes konnten hochaktive Nichtedelmetallkatalysatoren durch simple Syntheseverfahren hergestellt werden, was sowohl wissenschaftlich-technischen als auch wirtschaftlichen Nutzen bringt.

Die Elektroden wurden mit kostengünstigeren Elektrolyten hergestellt als vergleichbare Edelmetallelektroden für kommerzielle MEAs. Dies führt zu einem Wettbewerbsvorteil, sowohl durch reduzierte Produktionskosten als auch durch den Verzicht auf kritische Rohstoffe, welche nur begrenzt verfügbar sind.

Darüber hinaus wurde im Projekt ein NiMo-Elektrolyt entwickelt, welcher kommerziell nicht verfügbar ist. Dadurch lassen sich für KMUs neue Geschäftsfelder erschließen, welche nicht nur auf AEM-Elektrolyse beschränkt sind. Der Elektrolyt ist direkt einsatzbereit für Elektrodenherstellung, kann jedoch nach Bedarf auf andere Felder, wie z.B. die Herstellung von Korrosionsschutzschichten angepasst werden.

Für die Elektrodenherstellung sind außerdem die ersten Skalierungsschritte bereits abgeschlossen, was die Umsetzbarkeit für KMUs erleichtert. Darüber hinaus wurden Herausforderungen und Chancen für die weitere Skalierung betrachtet, um die Übertragbarkeit auf industrielle Größen zu erleichtern. Industrielle Anwendungsmöglichkeiten ergeben sich vor allem in AEM-Elektrolyseur-Stacks, in denen robuste, poröse nickelbasierte Träger etabliert sind und die MEA als wesentlicher Performance- und Kostentreiber wirkt. Die bereits demonstrierte Übertragbarkeit auf  $25 \text{ cm}^2$  ist hierfür ein wichtiger Zwischenschritt, weil sie die Brücke von der Laborgeometrie zur stacknahen Elektrodenfläche bietet. Die im Projekt etablierten Charakterisierungsmethoden (z. B. XRF als schneller Screen) unterstützen zudem eine spätere industrielle Prozessführung mit definierten Kriterien für Schichtzusammensetzung und Reproduzierbarkeit.

Die kombinierte MEA hat in In situ Untersuchungen eine vielversprechende Leistung von  $1 \text{ A/cm}^2$  bei  $1,94 \text{ V}$  erreicht, was das Potential dieser Entwicklung unterstreicht. Da die AEM-Technologie momentan stark weiterentwickelt wird und es noch wenig kommerziell verfügbare AEM-Elektrolyseure gibt, bietet dies die Chance für KMUs, sich in der Branche zu etablieren und unersetzlich zu machen, durch Zulieferung von den hier entwickelten hochaktiven Nichtedelmetallelektroden.

## 5 Wissenstransfer in die Wirtschaft

Nachfolgende Tabellen zeigen die im Berichtszeitraum erfolgten Transfermaßnahmen in die Wirtschaft.

## 6 Durchgeführte Transfermaßnahmen

Maßnahme	Ziel	Ort/Rahmen	Datum/Zeitraum
Sitzung des projektbegleitenden Ausschusses	Diskussion der Forschungsergebnisse, weitere Versuchsplanung und Wissenstransfer in die Industrie	ZBT Gelsenkirchen	06.06.2023 29.01.2024 12.11.2024 08.09.2025
Forschungstransfer in die Wirtschaft	Transfer der erzielten Ergebnisse durch Vorträge bei internationalen Konferenzen und Messen	AMS Rumänien Koop-Kaffee WHS Hannover Messe Hydrogen Technology Expo Europe Hydrogen Energy Symposium Prime 2024 Hannover Messe EFCF Luzern ICE Freiburg Hydrogen Expo Hamburg	30.05.-01.06.2024 24.04.2024 22-26.04.2024 23.-24.10.2024  30.10.2024  6.-11.10.2024 31.03.-04.01.2025 01.-04.07.2025 25.-29.08.2025 21-23.10.2025
Weiterbildung/Transfer der Projektergebnisse in die Industrie	Weiterbildung von Mitarbeitern kleiner und mittlerer Unternehmen ohne eigene Forschungskapazitäten	Vorträge bei WHS im Rahmen der Westfälischen Energiediskurse (Teilnehmer aus Forschung, KMU und Industrie) WHS Forschungsbericht	2025
Internetpräsenz	Eine rasche, umfassende Verbreitung der Ergebnisse durch die Internetpräsenzen	Veröffentlichung Online auf der Webseite	Durchgängig
Mehrfache Diskussion und Abstimmung mit den Projektpartnern		Bilateral und online	projektbegleitend

## 7 Geplante spezifische Transfermaßnahmen nach der Projektlaufzeit

Maßnahme	Ziel	Ort/Rahmen	Datum/Zeitraum
Weiterbildung/Transfer der Projektergebnisse in die Industrie durch regelmäßig veranstaltete Fortbildungsseminare	Weiterbildung von Mitarbeitern kleiner und mittlerer Unternehmen ohne eigene Forschungskapazitäten	Vorträge im Rahmen des Koop-Kaffees der Westfälischen Hochschule	Jährlich ab 2025

Forschungstransfer in die Wirtschaft	Transfer der erzielten Forschungsergebnisse durch Vorträge bei internationalen Konferenzen und Messen	Teilnahme an Konferenzen und Messen, wie während der Projektlaufzeit  Lehre: Masterarbeiten, Dissertationen  Wissenschaftliche Publikationen	Fortlaufend
Internetpräsenz	Eine rasche, umfassende Verbreitung der Ergebnisse durch die Internetpräsenzen	Veröffentlichung Online auf der Webseite	Durchgängig

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

## 8 Literaturverzeichnis

- [1] L. Böhm, M. Cieluch, N. Kazamer, F. Wirkert, G. Marginean, U.-P. Apfel, M. Brodmann, "Electrodeposition of Mo-Rich NiMo Catalysts: Effect of Deposition Parameters and Oxygen Content on the Alkaline Hydrogen Evolution Reaction Activity" *ChemElectroChem* **2025**, *12*, e202500300.
- [2] S. Sun, E. J. Podlaha, "Electrodeposition of Mo-Rich, MoNi Alloys from an Aqueous Electrolyte" *J. Electrochem. Soc.* **2011**, *159*, D97.
- [3] N. V. Krstajić, V. D. Jović, Lj. Gajić-Krstajić, B. M. Jović, A. L. Antozzi, G. N. Martelli, "Electrodeposition of Ni–Mo alloy coatings and their characterization as cathodes for hydrogen evolution in sodium hydroxide solution" *International Journal of Hydrogen Energy* **2008**, *33*, 3676–3687.
- [4] P. Podleschny, U. Rost, R. Muntean, G. Marginean, A. Heinzl, V. Peinecke, I. Radev, M. Muhler, M. Brodmann, "Investigation of Carbon Nanofiber-supported Electrocatalysts with Ultra-low Platinum Loading for the Use in PEM Fuel Cells" *Fuel Cells* **2018**, *18*, 586–593.