

Schlussbericht

Prometheus:

**Protonen-Austausch-Membran
Elektrolyseurkonzept für erhöhte
Temperaturen und Druckzustände**

Förderkennzeichen: 03EI3032B

Gefördert durch:



Bundesministerium
für Wirtschaft
und Energie

aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages

Gefördert durch:



aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages

FKZ 03EI3032B (NKBF 98)

Danksagung

Das Forschungsprojekt Prometheus wurde in der Zeit vom 01.01.2021 bis zum 31.12.2024 durch den Projektträger Jülich (PtJ) unter dem Förderkennzeichen 03EI3032B betreut. Die Finanzierung erfolgte aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages durch das Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz, wofür wir uns herzlich bedanken.

Das Vorhaben wurde als Verbundprojekt vom Fraunhofer-Institut für Solare Energiesysteme ISE, Freiburg, iChemAnalytics GmbH, Detmold, Aalberts Surface Treatment GmbH, Lübeck und Hoeller Electrolyzer GmbH, Wismar, als Projektkoordinator gemeinsam durchgeführt. Dieser Bericht beinhaltet eine Beschreibung der Arbeiten und Ergebnisse des Verbundpartners Fraunhofer ISE im Teilprojekt „Vom Material zum Stack – Komponentenoptimierung zur Nutzung in Hochtemperatur- und Hochdruck-PEM-Elektrolyseuren“. Für die Arbeiten in den angeschlossenen Teilprojekten wird ein separater Abschlussbericht von Seiten der eben genannten Verbundpartner eingereicht.

Gefördert durch:



Bundesministerium
für Wirtschaft
und Energie



aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages

FKZ 03EI3032B (NKBF 98)

Prometheus

Protonen-Austausch-Membran Elektrolyseurkonzept für erhöhte Temperaturen und Druckzustände



Zuwendungsempfänger:

**Fraunhofer-Gesellschaft zur Förderung der angewandte
Forschung e.V.**

Postfach 20 07 33, 80007 München

Fraunhofer-Institut für Solare Energiesysteme ISE

Heidenhofstrasse 2, 79110 Freiburg

Dipl.-Wirt.-Ing. (FH) Kolja Bromberger, M.Sc.

Tel: 0761 4588-5574

E-Mail: kolja.bromberger@ise.fraunhofer.de

Förderkennzeichen: 03EI3032B

Berichtszeitraum: 01.01.2021 – 31.12.2024

Autor*innen Fraunhofer ISE: Stefan Bercher, Andreas Georg, Maren Lebrecht, Beatrice Hacker, Sebastian Kopp, Daniel Hahn, Kolja Bromberger

Die Verantwortung für den Inhalt dieser Veröffentlichung liegt bei den Autorinnen und Autoren.

Inhaltsverzeichnis

Abbildungsverzeichnis.....	4
Tabellenverzeichnis	6
Abkürzungen	7
1. Ausgangssituation des Vorhabens.....	8
1.1 Aufgabenstellung	8
1.2 Voraussetzungen	8
1.3 Planung und Ablauf des Vorhabens	9
AP 0: Projektmanagement und Verwertung	10
AP 2: Komponentenqualifizierung für erhöhte Temperaturen	10
AP 3: Innovativer Halbzellenverbund	12
AP 4: Hochleistungsbeschichtungen	12
AP 7: Evaluation Stackhardware	13
Zeitplanung.....	14
1.4 Wissenschaftlicher und technischer Stand	16
1.4.1 Herstellung neuartiger Testzelle	16
1.4.2 Messprozedur und optimierte Materialkombinationen	16
1.4.3 Langzeitcharakterisierung des neuartigen Short-Stacks	16
1.5 Zusammenarbeit mit anderen Stellen	16
2. Ablauf und Ergebnisse des Vorhabens	17
AP 0: Projektmanagement und Verwertung	17
AP 2: Komponentenqualifizierung für erhöhte Temperaturen	18
AP 2.1: Anpassung Test-Hardware für erweitertes Betriebsfenster	18
AP2.2: Optimierte Messzelle für erhöhte Temperaturen	21
AP 2.3: Materialscreening PTL (ex-situ Messungen)	24
AP 2.4: Materialscreening PTL (in-situ EL-Labor Zelle)	28
AP 2.5: Materialscreening MEA (in-situ EL-Laborzelle)	30
AP 3: Innovativer Halbzellenverbund	33
AP 3.2: Strukturanalyse PTL-MPL Verbund (Mirco-CT)	33
AP 3.3: In-situ Qualifizierung PTL-MPL-Verbund	33
AP 4: Hochleistungsbeschichtungen.....	35
AP 4.5: Elektrochemische Analyse	35
AP 7: Evaluation Stackhardware.....	38
AP 7.1: Anpassung Test-Hardware	38
AP 7.2: Langzeitcharakterisierung Short-Stack	38
2.1 Wichtigste Positionen des zahlenmäßigen Nachweises.....	39
2.3 Notwendigkeit der Arbeit.....	39
2.4 Verwertbarkeit der Ergebnisse.....	40
2.5 Relevante Ergebnisse von dritter Seite	40

2.6 Erfolgte oder geplante Veröffentlichungen	40
3. Anlagen	41
3.1 Erfolgskontrollbericht.....	41
3.2 Berichtsblatt.....	41

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Fließbild des Teststandes für das Projekt Prometheus	18
Abbildung 2: Foto des Teststandes für das Projekt Prometheus	18
Abbildung 3: Testhardware während der Inbetriebnahme	19
Abbildung 4: Wasserabscheider mit automatischen Kondensatablass.....	19
Abbildung 5: Druckverlauf über der Zeit (in Stunden) beim Dichtigkeitstest mit Stickstoff an Anode und Kathode.....	19
Abbildung 6: Schaltschränke und Leistungselektronik des Teststandes für das erweiterte Betriebsfenster.20	
Abbildung 7: Vollständig aufgebauter und funktionsfähiger Teststand inklusive Testzelle für die Inbetriebnahme bis 5bar Kathodengasdruck.	20
Abbildung 8: Druckverlauf von Anoden- und Kathodenseite während der finalen Inbetriebnahme bei 80°C, 1 A/cm ² und 0.3l/min mit PEM-Testzelle.....	20
Abbildung 9: Sicherheits-faktorverteilung in einem Bauteil durch einen metallischem Einschrauber (nicht gezeigt) in einem Kunststoffgewinde.	22
Abbildung 10: Messzelle mit variabler Taschentiefe durch Anpressstempel, Ausführung mit modifizierten Bauteilen aus PEI.....	22
Abbildung 11: Polarisationskurve der neu entwickelten Messzelle bei 80°C.	22
Abbildung 12: Druckverteilung in der Zelle. Die zwei pinken konzentrischen Kreise stammen von den O-Ringen, die eine sehr gute Abdichtung nach Außen zeigen. Aktiven Fläche (Quadrat in der Mitte)	22
Abbildung 13: Endoskopiebild aus dem inneren der Messzelle.	22
Abbildung 14: Ex-situ Differenzdrucktest mit optimiertem Dichtungskonzept und Materialien der Firma Hoeller bei ca. 60°C und 45 bar,g.....	23
Abbildung 15: In-Situ Messung mit Materialien der Firma Hoeller bei 80°C Zelltemperatur und 20 bar Kathoden Gasdruck.	23
Abbildung 16: Polarisationskennlinien während des Charakterisierungsprotokolls bei Stromdichten von 0.1 – 7 A/cm ² mit einer kommerziellen CCM	23
Abbildung 17:In-Situ Messung mit Materialien der Firma Hoeller bei 80°C Zelltemperatur und 20 bar Kathoden Gasdruck.	23
Abbildung 18: Druckverlauf während der Charakterisierung von Anode und Kathode während des Charakterisierungsprotokolls.....	23
Abbildung 19: Gemittelte Kraft-Weg-Kurven von PTL-Materialien unterschiedlicher Dicke und Porosität. 24	
Abbildung 20: Kraft-Weg Untersuchung: Druckschritte des Messprotokolls mit angewendeten Zyklen (links) sowie die mittlere druckabhängige Höhenänderung von 3 Proben einer Gasdiffusionsschicht.	24
Abbildung 21: Konfokalmikroskopie der CCM-Oberfläche (links), resultierendes Höhenprofil (rechts)	25
Abbildung 22: Fraunhofer ISE Flow-Zelle für die hydraulische Charakterisierung von zwei-phasen Strömungen (links) und die schematische Darstellung des neuen Testaufbaus für die Bestimmung der Gas-In-Plane-Charakterisierung von GDLs (rechts).....	25
Abbildung 23: Ablauf der Inbetriebnahme der hydraulischen ex-situ in-plane Charakterisierung.	25
Abbildung 24: Messaufbau in-plane Leitfähigkeitsmesszelle (links), schematischer Aufbau (rechts, oben) und Anpressdruckkontrolle mit Druckpapier (rechts, unten).	26
Abbildung 25: Untersuchung des Einflusses der Kontaktierung der Katschicht mit Federkontaktstiften. Draufsicht (links), Höhenprofil 1 (rechts, oben), Höhenprofil 2 (rechts, unten)	27
Abbildung 26: Ortsaufgelöste Schichtwiderstandmessung unter Berücksichtigung der Korrekturfaktoren G1 (Probendicke), G2 (Abstand zum Rand) & G3 (Ausdehnung der Probe).....	27
Abbildung 27: Darstellung der schematischen Anordnung der Messspitzen in zentraler Position der Probe und Kennzeichnung der relevanten Parameter zur Korrektur des gemessenen Schichtwiderstandes.	28
Abbildung 28: Vergleich der Schichtwiderstände der Anodenseite einer neuen CCM bei verschiedenen Flüchtigkeiten.	28
Abbildung 29: Impedanzspektrum bei geringer Stromdichte (0,1 A/cm ²) zur Ermittlung der elektrischen Widerstände der Zelle.	29
Abbildung 30: Polarisationskurven von Schichtaufbauten	29
Abbildung 31: Polarisationskurven von Reproduktionsmessungen.....	29

Abbildung 32: Polarisationskennlinien der Kathoden-PTL-Variationen V8-V21 sowie die entsprechenden um den ohmschen Anteil korrigierten Kennlinien (IR korrigiert).....	29
Abbildung 33: 4cm ² -Testzelle mit Messung der Druckverteilung auf der aktiven Fläche.....	30
Abbildung 34: Messprotokoll CCM-Screening 4cm ² -Testzelle.....	31
Abbildung 35: Spannung und Stromdichte über den Zeitverlauf für den vollständiger Messablauf der ersten CCM-Charakterisierung.....	31
Abbildung 36: Polarisationskennlinien CCM-Screening 4cm ² -Testzelle 80°C von 0.1 – 7 A/cm ² mit 12 verschiedenen CCMs und Wiederholungsmessungen. (Genauere Hersteller Bezeichnung unkenntlich gemacht).....	32
Abbildung 37: Elektrochemische Impedanz Spektren in Nyquist-Darstellung von drei CCMs verschiedener Hersteller im Vergleich bei 0.1, 0.5, 1 und 2 A/cm ² . (Genauere Hersteller Bezeichnung unkenntlich gemacht).....	32
Abbildung 38: Nyquist Plot von Impedanz Spektren für unterschiedliche CCMs VR3-VR6 in einem Strombereich von 1, 2 und 3 A/cm ²	34
Abbildung 39: Beispiel einer chronoamperometrischen Messung mit 2V vs. SHE an einem unbeschichteten Titan-Blech.....	35
Abbildung 40: Messaufbau zur Bestimmung des Kontaktwiderstands. Links: gesamter Aufbau. Mitte: vergoldete Zylinder mit Titanblech. Rechts: Schema des Messprinzips für die Vierpunktmessung.	36
Abbildung 41: Kontaktwiderstand ICR vor und nach Chronoamperometrie für die GDL Sigaret 29BA (links) für die GDL der Firma Aalberts (rechts).	36
Abbildung 42: Vermessene Materialproben	36
Abbildung 43: verwendete Testzelle für die elektrochemischen Korrosionstests	36
Abbildung 44: Stromverlauf des Korrosionstests (Chronoamperometrie, CA)	37

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Gantt-Chart mit Meilensteinen. Farbcodierung der Arbeitspakete: grün-HEL, blau-ISE, gelb-E22, rot-AST, violett-iCA.....	14
Tabelle 2: Neue Zeitplanung.....	15

Abkürzungen

Abkürzung	Bedeutung
AP	Arbeitspaket
AST	Schnellalterungstest (englisch: accelerated stress test)
BMWE	Bundesministerium für Wirtschaft und Energie
CAD	rechnergestütztes Konstruieren (englisch: computer-aided design)
CCM	katalysatorbeschichtete Membran (englisch: catalyst coated membrane)
EL	Elektrolyse
EIS	elektrochemische Impedanzspektroskopie
FC	Brennstoffzelle (englisch: fuel cell)
FhG ISE	Fraunhofer-Institut für Solare Energiesysteme
FKM	Fluorkautschuk
Fraunhofer ISE	Fraunhofer-Institut für Solare Energiesysteme
GDL	Gasdiffusionsschicht (englisch: gas diffusion layer)
HER	Wasserstoffentstehungsreaktion (englisch: hydrogen evolution reaction)
HFR	Hochfrequenzwiderstand (englisch: high frequency resistance)
HiERN	Helmholtz Institute Erlangen-Nürnberg
ICR	Kontaktwiderstand (englisch: interfacial contact resistance)
IEA	International Energy Agency
MEA	Membran-Elektroden-Einheit (englisch: membrane electrode assembly)
MEE	Membran-Elektroden-Einheit
MTL	Massentransportverluste (englisch: mass transport losses)
NHE	Normalwasserstoffelektrode (englisch: normal hydrogen electrode)
OER	Sauerstoffentstehungsreaktion (englisch: oxygen evolution reaction)
PAAG	Prognose, Auffinden der Ursache, Abschätzen der Auswirkung, Gegenmaßnahme)
PEM	Polymer-Elektrolyt-Membran
PFSA	Perfluorosulfonsäure
PPEK	Polyetheretherketon
PTE	poröse Transportelektrode (englisch: porous transport electrode)
PTL	poröse Transportschicht (englisch: porous transport layer)
RE	Referenzelektrode

1. Ausgangssituation des Vorhabens

1.1 Aufgabenstellung

Im Rahmen des Verbundprojektes "Prometheus" wird das Ziel verfolgt, die Wettbewerbsfähigkeit der PEM-Elektrolyse in Deutschland durch die Entwicklung und Optimierung einer neuartigen Elektrolysezelle und anschließend als Elektrolyse-Stack signifikant zu steigern. Vor dem Hintergrund der Zielvorgaben der Bundesregierung für den Anteil an erneuerbaren Energien am Bruttoenergieverbrauch bis zum Jahr 2050, ist die Erzeugung von Wasserstoff mittels strombasierter Verfahren, insbesondere der Wasserelektrolyse, von entscheidender Bedeutung. [1]

Das Projekt hat sich die Entwicklung einer PEM-Elektrolysezelle zum Ziel gesetzt, die bei Betriebstemperaturen über 80 °C betrieben werden kann, wobei eine optimale Weiterentwicklung angestrebt wird, um eine Betriebstemperatur von bis zu 120 °C zu erreichen. Diese Temperaturerhöhung soll nicht nur die Effizienz der elektrochemischen Wasserspaltung erheblich steigern, sondern auch die Möglichkeit bieten, zusätzliche Wärme für nachgelagerte Prozesse und Anwendungen auszukoppeln. Dies hat das Potenzial, die Kühlung zu vereinfachen, da der Temperaturunterschied zur Außentemperatur selbst in wärmeren Regionen ausreichend groß ist.

Ein weiteres zentrales Ziel des Projektes ist die Erhöhung des Wasserstoffausgangsdrucks. Während ein minimaler Druck von 30 bar angestrebt wird, soll ein deutlich höherer Wert von bis zu 80 bar erreicht werden. Diese Erhöhung würde eine Wasserstoffspeicherung und -weiterverarbeitung ohne kostenintensive, mechanische Nachverdichtung ermöglichen und somit den dezentralen Einsatz der PEM-Elektrolyse im kleinen einstelligen Megawatt-Bereich erheblich erleichtern.

Zusätzlich zielt das Projekt darauf ab, wettbewerbsfähige Strukturen innerhalb der Elektrolyse-Industrie zu schaffen und leistungsfähige Zulieferketten aufzubauen. Dies ist besonders relevant angesichts der schnell steigenden Nachfrage nach grünem Wasserstoff aus Elektrolyseverfahren und der damit verbundenen Wachstumschancen für die deutsche Industrie. Das Projekt "Prometheus" leistet somit einen Beitrag zur Transformation des Energiesystems und zur Erreichung der Klimaschutzziele der Bundesregierung, indem es die technologische Basis für eine nachhaltige und wettbewerbsfähige Elektrolyse-Industrie in Deutschland stärkt.

Im Teilprojekt des Fraunhofer ISE sind die wissenschaftlichen und technischen Arbeitsziele: Die Herstellung einer neuartigen Messzelle zur Materialtestung bei erweitertem Betriebsfenster; Entwicklung neuer Methodik durch die Etablierung von Messprozeduren bei hohen Temperaturen und Drücken. Hiermit einher geht ein Kompetenz- und Erkenntnisgewinn bezüglich geeigneter Materialien und Materialkombinationen für den Einsatz bei hohen Temperaturen und Drücken durch in-situ und ex-situ Betestung; Die Langzeitcharakterisierung und damit eine Identifizierung wesentlicher Degradationseffekten des produzierten neuartigen Short-Stacks.

1.2 Voraussetzungen

Die **Hoeller Electrolyzer GmbH [HEL]** verfügt durch die langjährige Erfahrung der Mitarbeiter und des Unternehmensgründers Expertise in Entwicklung, Herstellung und Vertrieb von PEM-Elektrolyse-Stacks als der zentralen Komponente von Elektrolyseuren. Sie verfügt über das Know-How, PEM-Elektrolyse-Stacks mit herausragenden Wirkungsgraden und Leistungen zu entwickeln, die mit Hilfe von Massenfertigungsverfahren preiswert produziert werden können. Im Rahmen des vorliegenden Verbundprojektes übernimmt die Hoeller Electrolyzer GmbH die Rolle des Koordinators, führt aber auch eigene Forschungs- und Entwicklungsarbeiten durch und dient den übrigen Mitgliedern des Konsortiums zudem als zentraler Kontakt für Produktspezifikationen. Geplante Arbeiten in diesem Verbundvorhaben sind: Entwicklung eines neuartigen Stacks im Bereich bisher nicht erreichter Temperaturen, Drücke und Leistungseffizienz für den flexiblen Einsatz in der Sektorkopplung; Technische Feinoptimierung des Konstruktionsdesigns; Spezifikation der zu verwendenden einzelnen Komponenten (BPP, PTL, MPL, MEA); Techno-ökonomische Analyse; Montage, Zurverfügungstellung und Eigentest der optimierten Stacks.

Das **Fraunhofer ISE [ISE]** als Forschungsdienstleister hat bereits jahrzehntelange Vorerfahrungen mit der Wasserstoffherzeugung durch PEM-Elektrolyse, die von der Erforschung der naturwissenschaftlich-technischen Grundlagen über die Entwicklung von Prototypen bis hin zur Ausführung von Demonstrationsanlagen reichen. Das ISE berät den Konsortialführer in technischen Fragen und übernimmt einen Gutteil der Arbeiten in den verschiedenen Arbeitspaketen. Zudem trägt das ISE die Verantwortung für die Verbreitung und Verwertung der Ergebnisse auf Konferenzen, in Fachliteratur und in der Gremienarbeit. Das Institut ist qualitätszertifiziert nach DIN ISO 9001:2008. Geplante Arbeiten in diesem

1. Ausgangssituation des Vorhabens

Verbundvorhaben sind: Konzeption und Aufbau neuartiger Testhardware und Testzellen für ein erweitertes Druck und Temperaturfenster; Elektrochemische und chemische/physikalische Material- und Komponentenqualifizierung für neuentwickelte Bauteile und deren weitere Bauteiloptimierung; Lebensdaueruntersuchung für das erweiterte Betriebsfenster, u.a. durch Stackcharakterisierung bei erhöhten Temperaturen und Drücken.

Die **Aalberts Surface Treatment GmbH [AST]** bringt ihre Erfahrung und Expertise als Lohnbeschichter für die Oberflächenbeschichtungen (Coatings) in das zugehörige Arbeitspaket ein. Die Firma verfügt über die Anlagentechnologie, das Know-how und die Analytik, um seriennahe Entwicklungen durchzuführen und diese dann in einer Großserie umzusetzen. Die Aalberts Surface Treatment GmbH ist zertifiziert nach ISO 9001, ISO 13485 und VDA. Geplante Arbeiten in diesem Vorhaben sind: Screening potentieller Coatings auf Basis bisheriger Erfahrungen und Literaturrecherche; Optimierung der aussichtsreichsten Beschichtungen an die Anforderungen der unterschiedlichen Komponenten (Kathode, Anode); Analyse und Charakterisierung der hergestellten Beschichtungen; Beschichtung von Prototypen und Stackkomponenten.

Die **iChemAnalytics GmbH [iCA]** hat langjährige Erfahrung in der Untersuchung von Wasserstoffversprödung von Bauteilen in den verschiedensten Arbeitsbereichen und bringt diese Expertise in das zugehörige Arbeitspaket ein. Geplante Arbeiten in diesem Verbundvorhaben sind: Wasserstoffanalytik (Heißgasextraktion und Schmelzgasextraktion); Mechanische Prüfung von Werkstoffen unter Zug/Druck und dynamischer Belastung; Softwareentwicklung zur Beurteilung von Werkstoffverhalten; Entwicklung von Prüftechnik zur mechanischen und elektrochemischen Werkstoffprüfung.

1.3 Planung und Ablauf des Vorhabens

Die **Hoeller Electrolyzer GmbH** wird federführend ein neuartiges und optimiertes Stackdesign entwickeln und dabei ihre Expertise in der Hochdruck- und Hochtemperatur-PEM-Elektrolyse nutzen. Die FuE-Arbeiten sollen für die mittlere Stackgröße mit einer Grundfläche von ca. 40 x 30 cm² durchgeführt werden, da für diese Flächenmaße am Zuliefermarkt bereits teilweise Komponenten verfügbar sind. Konkret wird die Hoeller Electrolyzer GmbH ein durch kostengünstige Prägeverfahren umgeformtes und anschließend beschichtete Komponenten als Bipolarplatte (BPP) zum Wassertransport entwickeln, sodass die deutlich material- und produktionskostenintensiveren Herstellprozesse für Bipolarplatten entfallen können. Die anderen Projektpartner greifen dieses Konzept auf und entwickeln, darauf abgestimmt und basierend auf ihren bisherigen Kernkompetenzen, neuartige Zellkomponenten und führen auch die grundlegenden Forschungsarbeiten durch, um das notwendige Fachwissen für diese erhöhten Betriebsparameter zu generieren.

Die **Aalberts Surface Technologies GmbH** widmet sich der Entwicklung von langlebigen und kostengünstigen Schutzschichten für titanbasierte Bauteile, mit dem Ziel, Lebensdauern von mehreren 10.000 Betriebsstunden im Stack zu garantieren. Da die Schutzschichten auch auf mikroporöse Materialien aufgebracht werden müssen, sind auf diesem Gebiet grundlegende Arbeiten zur Haftbarkeit preisgünstiger Metalle und deren Oxiden auf Titan notwendig.

Die **iChemAnalytics GmbH** beschäftigt sich mit der Wasserstoffversprödung in Metallen (und vor allem Titan) und soll belastbare Messmethoden zur Quantifizierung der Wasserstoffversprödung in Elektrolysezellen entwickeln. Im Fokus dieses Aufgabenpakets steht die Untersuchung des mechanischen Werkstoffverhaltens unter Wasserstoffbelastung. In Abhängigkeit von der mechanischen Belastung und der Wasserstoffbelastung der Proben soll untersucht werden, ob es werkstofftechnische Grenzzustände bezüglich der Materialversprödung gibt. Hiermit einher geht ein Kompetenz- und Erkenntnisgewinn bezüglich geeigneter Materialien und Materialkombinationen für den Einsatz in Elektrolyseuren.

Das **Fraunhofer ISE** als Forschungspartner unterstützt mit seiner Expertise im Bereich PEM Elektrolyse die Industriepartner in ihren FuE-Arbeiten und stellt geeignete Testhardware zur Verfügung. Es besteht das Ziel, geeignete Zellen für den Hochtemperatur-Bereich zu entwickeln, die ein breites Messdienstleistungsangebot abdecken können. Ferner sollen gängige Protokolle für ex- und in-situ Charakterisierungen so erweitert werden, dass sie auch für das erweiterte Betriebsfenster Anwendung finden können. Zudem werden Langzeittest zur Analyse von Degradationseffekten am Fraunhofer ISE durchgeführt werden.

Das Forschungsvorhaben gliedert sich in Summe in acht Arbeitspakete (AP0-AP7). Das Fraunhofer ISE ist folgenden Arbeitspaketen beteiligt:

AP 0: Projektmanagement und Verwertung

AP 2: Komponentenqualifizierung für erhöhte Temperaturen

AP 3: Innovativer Halbzellenverbund

AP 4: Hochleistungsbeschichtungen

AP 7: Evaluation Stackhardware

AP 0: Projektmanagement und Verwertung

Teilarbeitspaket		0	Projektmanagement und Verwertung			
Start	01	Ende	36	Personalaufwand	0,5 PMs	
Ziel des Arbeitspaketes: Organisation und Durchführung regelmäßiger Projekttreffen, Verfassen der Zwischen- und Jahresberichte. Abfassen von Fachpublikationen und Besuch von Fachveranstaltungen. Hin-zu kommen mehrere Deliverables, welche die Weitergabe von Materialien und/oder Materialspezifikationen beinhalten.						
Input/Arbeitsergebnisse						
I/O	Deliverable	Was			Wann	Wer
in	D0.1	Initiale Liste und Zusendung initialer Materialien der Zellkomponenten			01	HEL
in	D0.2	Liste und Zusendung optimierter Materialien der finalen Zell/Stackkomponenten			18	HEL

AP 2: Komponentenqualifizierung für erhöhte Temperaturen

Teilarbeitspaket		2.1	Anpassung Test-Hardware für erweitertes Betriebsfenster			
Start	01	Ende	12	Personalaufwand	13 PMs	
Ziel des Arbeitspaketes: Die geplanten Arbeiten in AP2.1 beinhalten den Erwerb von Hardwarekomponenten, die für die Benutzung im erweiterten Betriebsfenster zugelassen sind und deren Einbau in einen existierenden Teststand. Hierdurch wird der ursprüngliche Teststand ertüchtigt, für alle Zellmessungen oberhalb von 80°C dienen zu können, die für die in-situ Zellmessungen der ersten 18 Monate notwendig sind.						
Input/Arbeitsergebnisse						
I/O	Deliverable	Was			Wann	Wer
in	D0.1	Initiale Liste und Materialien der Zellkomponenten			01	HEL
out	D2.2	Fertigstellung angepasster Zellteststand			12	ISE

Teilarbeitspaket		2.2	Optimierte Messzelle für erhöhte Temperaturen			
Start	04	Ende	07	Personalaufwand	3 PMs	
Ziel des Arbeitspaketes: AP 2.2 beinhaltet die Konzeption und den Aufbau einer neuen Testmesszelle, die im Betriebsfenster von Temperaturen von bis zu 120°C und Drücken von bis zu 50 bar einsetzbar ist, da eine solche Zelle am Markt nicht verfügbar ist. Hierzu wird auf existierenden und zuverlässig funktionierenden Testzellkonzepten am Fraunhofer ISE aufgebaut und diese nach Abklärung der durchzuführenden in-situ Charakterisierungsmerkmale modifiziert.						
Input/Arbeitsergebnisse						
I/O	Deliverable	Was			Wann	Wer
in	D1.2	Randbedingungen für Materialien und optimierte Messzelle für erhöhte Temperaturen (aus AP 1.1)			03	HEL
out	M1	Einsatzbereite Messzelle			07	ISE

1. Ausgangssituation des Vorhabens

Teilarbeitspaket		2.3	Materialscreening PTL (ex-situ Messungen)			
Start	04	Ende	07	Personalaufwand	3,5 PMs	
Ziel des Arbeitspaketes: AP 2.3 beinhaltet die ex-situ Charakterisierung verschiedener Materialien, die sich als poröse Transportschicht eignen könnten. Hierzu werden die Porositätscharakteristika und Durchströmungscharakteristika der Materialien untersucht sowie die elektrischen through-plane Leitfähigkeiten sowie Kraft-Weg-Eigenschaften. Die genauen Messungen sind hierbei von den Materialkombinationen abhängig, wobei bekannte Materialien als Referenz dienen werden.						
Input/Arbeitsergebnisse						
I/O	Deliverable	Was			Wann	Wer
in	D0.1	Initiale Liste und Materialien der Zellkomponenten			01	HEL
in	D1.1	Update Materialliste und Zusendung von Werkstoffen/Probenkörpern/MEA für Zellkomponenten			03	HEL
out	D2.1	Abgestimmte Liste zu messender PTL Komponenten			04	ISE

Teilarbeitspaket		2.4	Materialscreening PTL (in-situ EL-Laborzelle)			
Start	06	Ende	14	Personalaufwand	3,5 PMs	
Ziel des Arbeitspaketes: AP 2.4 beinhaltet die in-situ Charakterisierung von Materialien, die sich in AP 2.3 als vielversprechend herausgestellt haben. Hierzu wird die in AP 2.1 und AP 2.2 hergestellte Hardware verwendet. Erste Komponententests werden mit am Markt verfügbaren Referenzmembranen zunächst bei 80°C und Drücken zwischen 30-50 bar durchgeführt. Bei späteren Messreihen wird (mit Input von AP 2.5) bei 120°C gemessen.						
Input/Arbeitsergebnisse						
I/O	Deliverable	Was			Wann	Wer
in	D0.1	Initiale Liste und Materialien der Zellkomponenten			01	HEL
in	D1.1	Update Materialliste und Zusendung von Werkstoffen/Probenkörpern/MEA für Zellkomponenten			03	HEL
out	D2.1	Abgestimmte Liste zu messender PTL Komponenten			04	ISE

Teilarbeitspaket		2.5	Materialscreening MEA (in-situ EL-Laborzelle)			
Start	08	Ende	16	Personalaufwand	4 PMs	
Ziel des Arbeitspaketes: AP 2.5 beinhaltet die in-situ Charakterisierung potentieller MEAs. Hierzu werden in AP 2.4 bereits optimierte Materialkombinationen eingesetzt und der Einfluß der unterschiedlichen MEAs auf die Performance untersucht. Erste Messungen werden bei 80°C durchgeführt, da diese Ergebnisse mit bereits in anderen Projekten vermessenen Materialkombinationen verglichen werden können. Unter anderem ist die Druckabhängigkeit der Materialien zu prüfen. Je nach Stabilität der verfügbaren MEAs wird das Betriebsfenster auf 120°C erhöht und bei den gleichen Drücken wie zuvor gemessen.						
Input/Arbeitsergebnisse						
I/O	Deliverable	Was			Wann	Wer
in	D0.1	Initiale Liste und Materialien der Zellkomponenten			01	HEL
in	D1.1	Update Materialliste und Zusendung von Werkstoffen/Probenkörpern/MEA für Zellkomponenten			03	HEL
out	D2.3	Abgestimmte Liste zu messender MEA Komponenten			14	ISE
out	D2.4	Analyse PTL und MEA Ergebnisse (aus AP 2.4 + AP 2.5)			16	ISE

AP 3: Innovativer Halbzellenverbund

Teilarbeitspaket		3.2	Strukturanalyse PTL-MPL Verbund (Mirco-CT)			
Start	04	Ende	12	Personalaufwand	3,5 PMs	
Ziel des Arbeitspaketes: In AP 3.2 wird die Grundlage für ein strukturelles Verständnis des PTL /MPL-Verbundes gelegt, was für eine systematische Weiterentwicklung der Herstellprozeduren von Element 22 notwendig ist. Die Untersuchung mittels Micro-CT erlaubt dabei eine exakte dreidimensionale Reproduktion des PTL/MPL-Verbundes sowie eine Analyse der unterschiedlichen Porosität des PTL und des MPL Teils.						
Input/Arbeitsergebnisse						
I/O	Deliverable	Was			Wann	Wer
in	D3.1	Zu messende PTL/MPL-Verbund Prototypen			04	E22
in	D3.3	Zu messender optimierter PTL/MPL-Verbund			09	E22
out	D3.2	Analysierte Ergebnisse der PTL/MPL-Verbünde			06	ISE
out	D3.4	Analysierte Ergebnisse von optimiertem PTL/MPL-Verbund			12	ISE

Teilarbeitspaket		3.3	In-situ Qualifizierung PTL-MPL-Verbund			
Start	04	Ende	12	Personalaufwand	4,5 PMs	
Ziel des Arbeitspaketes: In AP 3.3 wird der Hergestellte PTL/MPL Verbund in situ charakterisiert. Hierzu wird der PTL/MPL-Verbund unter den gleichen Bedingungen wie im in-situ Materialscreening in AP 2.4 untersucht werden und ein direkter Performanceeinfluss der applizierten MPL herausgearbeitet.						
Input/Arbeitsergebnisse						
I/O	Deliverable	Was			Wann	Wer
in	D3.1	Zu messende PTL/MPL-Verbund Prototypen			04	E22
in	D3.3	Zu messender optimierter PTL/MPL-Verbund			09	E22
out	D3.2	Analysierte Ergebnisse der PTL/MPL-Verbünde			06	ISE
out	D3.4	Analysierte Ergebnisse von optimiertem PTL/MPL-Verbund			12	ISE

AP 4: Hochleistungsbeschichtungen

Teilarbeitspaket		4.5	Elektrochemische Analyse			
Start	06	Ende	16	Personalaufwand	6 PMs	
Ziel des Arbeitspaketes: In AP 4.5 werden die in AP 4.2 von Aalberts hergestellten beschichteten Anodenmaterialien elektrochemisch analysiert. Hierfür wird ein Dreielektrodenaufbau verwendet und im Vergleich zum unbeschichteten Grundmaterial die Oxidationsgeschwindigkeit und die damit ein-hergehende Performancereduktion der beschichteten Materialien über die Zeit gemessen. Zudem werden Leitfähigkeitsanalysen für die in AP 4.3 entwickelten Coatings gegen Kon-taktwiderstand durchgeführt.						
Input/Arbeitsergebnisse						
I/O	Deliverable	Was			Wann	Wer
in	D4.3	Versand beschichteter Probekörper (Kathode)			06,13	AST
in	D4.5	Versand beschichteter Probekörper (Anode)			06,13	AST
in	D4.6	Ergebnis Physikalische Analyse der Schutzschichten (aus AP 4.4)			09,16	AST
in	M3	Untersuchungsergebnisse aus der Analyse zur Wasserstoffversprödung (aus AP 4.6)			09,16	ICA
out	D4.7	Untersuchungsergebnisse aus der Elektrochemischen Analyse der Beschichtungen (aus AP 4.5)			09,16	ISE

1. Ausgangssituation des Vorhabens

AP 7: Evaluation Stackhardware

Teilarbeitspaket		7.1	Anpassung Test-Hardware			
Start	17	Ende	23	Personalaufwand	4 PMs	
Ziel des Arbeitspaketes: Um den Short-Stack und den Full-Stack vermessen zu können, müssen zunächst die zugehörigen Stackmessstände (nicht zu verwechseln mit den Zellmessstand in AP2, der deutlich niedrige Leistungsbereiche abdeckt) an die zu messenden Druck und Temperaturbereiche angepasst sowie der sichere Anschluss des Stacks an den Teststand sichergestellt werden.						
Input/Arbeitsergebnisse						
I/O	Deliverable	Was			Wann	Wer
in	M5	Fertigstellung aus Komponenten und Auslieferung Short-Stack			23	HEL
out	D7.1	Abschluss Stackteststandmodifikation			23	ISE

Teilarbeitspaket		7.2	Langzeitcharakterisierung Short-Stack			
Start	23	Ende	34	Personalaufwand	18 PMs	
Ziel des Arbeitspaketes: In AP 7.2 wird die Performance des Short-Stack über Langzeitmessungen analysiert. Hierzu gehören das Break-in, kurze Qualifizierungsmessungen bei unterschiedlichen Betriebsfenstern sowie Strom-Spannungskurven über einen Zeitraum von mehreren tausend Stunden.						
Input/Arbeitsergebnisse						
I/O	Deliverable	Was			Wann	Wer
in	M5	Fertigstellung aus Komponenten und Auslieferung Short-Stack			23	HEL
out	D7.2	Analyse Langzeitcharakterisierung und Rückgabe Short-Stack			34	ISE

Zeitplanung

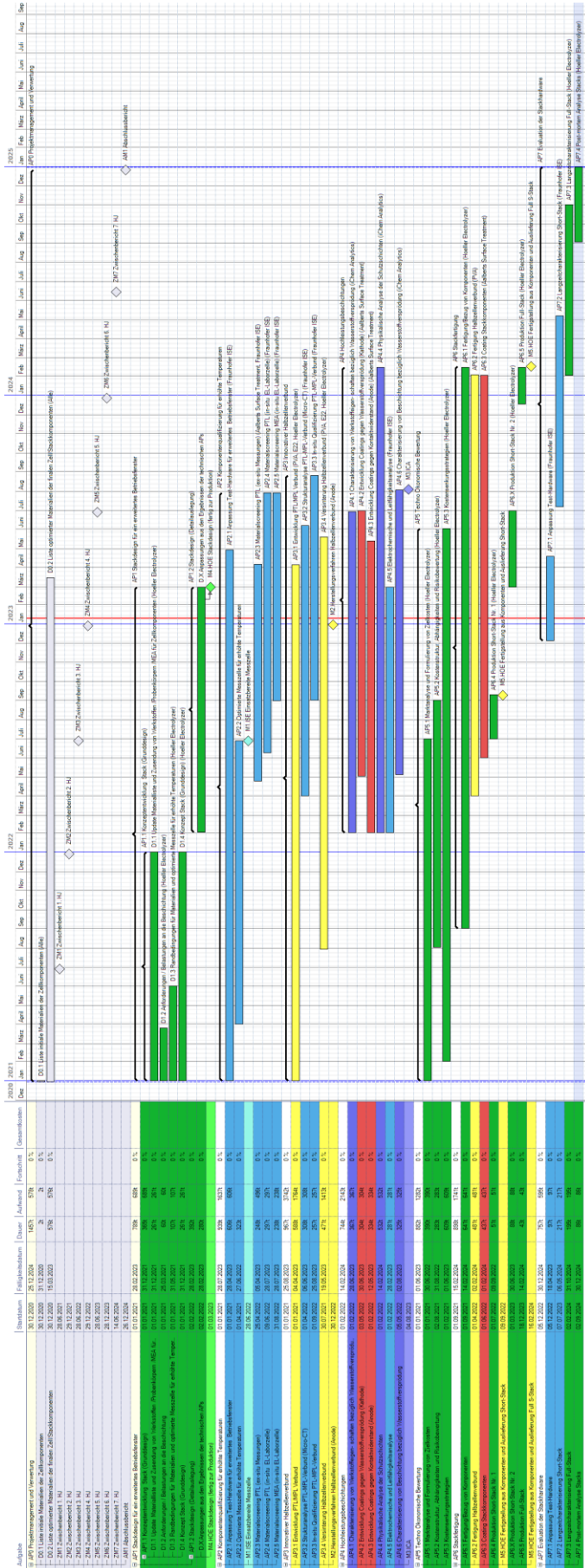
Zur Durchführung der geplanten Arbeiten wurde eine im Konsortium abgestimmte Zeitplanung aufgestellt (Tabelle 1). Aufgrund der Tatsache, dass ein geplanter Konsortialpartner vor Start des Projektes das Konsortium verlassen hat und sich im folgenden Projektablauf, bedingt durch die Komplikationen der Corona Pandemie und damit ausgelöster Lieferengpässen, einige Arbeiten verzögert haben, wurde eine Projektverlängerung auf Basis einer neuen Zeitplanung beantragt und genehmigt (Tabelle 2).

Tabelle 1: Gantt-Chart mit Meilensteinen. Farbcodierung der Arbeitspakete: grün-HEL, blau-ISE, gelb-E22, rot-AST, violett-iCA

AP	Titel	Projektmonat																																			
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36
AP 0	Projektmanagement und Verwertung	[Blue]																																			
AP 1	Stackdesign für ein erweitertes Betriebsfenster	[Blue]																																			
AP 1.1	Konzeptentwicklung Stack (Grunddesign)	[Green]																																			
AP 1.2	Stackdesign (Detailauslegung)	[Green]																																			
AP 2	Komponentenqualifizierung für erhöhte Temperaturen	[Blue]																																			
AP 2.1	Anpassung Test-Hardware für erweitertes Betriebsfenster	[Blue]																																			
AP 2.2	Optimierte Messzelle für erhöhte Temperaturen	[Blue]																																			
AP 2.3	Materialscreening PTL (ex-situ Messungen)	[Blue]																																			
AP 2.4	Materialscreening PTL (In-situ EL-Laborzelle)	[Blue]																																			
AP 2.5	Materialscreening MEA (In-situ EL-Laborzelle)	[Blue]																																			
AP 3	Innovativer Halbzellenverbund	[Blue]																																			
AP 3.1	Entwicklung PTL/MPL Verbund	[Yellow]																																			
AP 3.2	Strukturanalyse PTL-MPL-Verbund (Micro-CT)	[Blue]																																			
AP 3.3	In-situ Qualifizierung PTL-MPL-Verbund	[Blue]																																			
AP 3.4	Versinterung Halbzellenverbund	[Blue]																																			
AP 4	Hochleistungsbeschichtungen	[Blue]																																			
AP 4.1	Charakterisierung von Werkstoffeigenschaften bezüglich Wasserstoffversprödung	[Blue]																																			
AP 4.2	Entwicklung Coatings gegen Wasserstoffversprödung (Kathode)	[Red]																																			
AP 4.3	Entwicklung Coatings gegen Kontaktwiderstand (Anode)	[Red]																																			
AP 4.4	Physikalische Analyse der Schutzschichten	[Blue]																																			
AP 4.5	Elektrochemische und Leitfähigkeitsanalyse	[Blue]																																			
AP 4.6	Analyse Wasserstoffversprödung	[Blue]																																			
AP 5	Techno-ökonomische Bewertung	[Blue]																																			
AP 5.1	Marktanalyse und Formulierung von Zielkosten	[Blue]																																			
AP 5.2	Kostenstruktur, Abhängigkeiten und Risikobewertung	[Blue]																																			
AP 5.3	Kostensenkungsstrategien	[Blue]																																			
AP 6	Stackfertigung	[Blue]																																			
AP 6.1	Fertigung/Bezug von Komponenten	[Blue]																																			
AP 6.2	Fertigung Halbzellenverbund	[Yellow]																																			
AP 6.3	Coating Stackkomponenten	[Red]																																			
AP 6.4	Produktion Short-Stack	[Blue]																																			
AP 6.5	Produktion Full-Stack	[Blue]																																			
AP 7	Evaluation der Stackhardware	[Blue]																																			
AP 7.1	Anpassung Test-Hardware	[Blue]																																			
AP 7.2	Langzeitcharakterisierung Short-Stack	[Blue]																																			
AP 7.3	Langzeitcharakterisierung Full-Stack	[Blue]																																			
AP 7.4	Post-mortem Analyse Stacks	[Blue]																																			

1. Ausgangssituation des Vorhabens

Tabelle 2: Neue Zeitplanung



1.4 Wissenschaftlicher und technischer Stand

1.4.1 Herstellung neuartiger Testzelle

Die Performance eines zu entwickelnden Stacks ist zu einem nicht unerheblichen Teil abhängig vom Betriebsfenster und den zu diesem Betriebsfenster passenden Materialien. Die Charakterisierung letzterer sollte daher unter identischen oder zumindest möglichst ähnlichen äußeren Bedingungen stattfinden. Allerdings unterscheidet sich das anvisierte Betriebsfenster stark von dem aktuellen Stand der Technik und den aktuell im Einsatz befindlichen Elektrolyseuren. Während bisherige PEM-Elektrolyseure nicht dauerhaft oberhalb von 80 °C betrieben werden, soll das zu entwickelnde neuartige Konzept bei Temperaturen von 120 °C arbeiten. Dies geht über den aktuellen Stand der Technik so weit hinaus, dass es momentan keine geeignete Testzelle für die Materialcharakterisierung innerhalb des Betriebsfensters auf dem Markt gibt. Ausgehend von, der vom ISE entwickelten Referenztestzellen (bis 6 bar und 80°C) und einer aktuellen Weiterentwicklung (30 bar und 80°C), siehe, wird eine Weiterentwicklung auf 50 bar und 120 °C stattfinden.

1.4.2 Messprozedur und optimierte Materialkombinationen

Um die Ergebnisse verschiedener Messungen zuverlässig miteinander vergleichen zu können, sind neben reproduzierbaren Messbedingungen (die durch die zu vorhandene bzw. neu zu entwickelnde Mess- und Testhardware gewährleistet werden) zuverlässige Messprozeduren unumgänglich. In der Vergangenheit hat sich gezeigt, dass ohne eine etablierte Messprozedur selbst für identische Materialkombinationen stark voneinander abweichende Messwerte erhalten wurden. Für die geplanten Materialkombinationen und bei den anvisierten Temperaturen und Drücken existieren aber nicht einmal Referenzwerte aus der Literatur. Es ist daher essenziell, für die zu generierenden Messwerte eine zuverlässige Messprozedur zu etablieren; diese kann später als Grundlage für ein Referenzdokument in der Zusammenarbeit im Rahmen internationaler Arbeitsgruppen¹ einfließen. Hiermit einher geht ein Kompetenz- und Erkenntnisgewinn bezüglich geeigneter Materialien und Materialkombinationen für den Einsatz bei hohen Temperaturen und Drücken, insbesondere durch die Verknüpfung von Daten aus in-situ und ex-situ Betestung.

1.4.3 Langzeitcharakterisierung des neuartigen Short-Stacks

Die Verhaltensweise von Elektrolyseestacks in der Langzeitanwendung und insbesondere die dabei auftretenden Alterungs- und Degradationseffekte sind nach wie vor nicht vollständig verstanden und noch weniger vorhersagbar. Die Forschung auf diesem Gebiet gestaltet sich schwierig, da sowohl in der akademischen als auch in der industriellen Forschung aufgrund seiner Zeit- und Kostenintensität kein entsprechendes Momentum aufgebaut werden kann.

Im Teilprojekt soll beides miteinander kombiniert werden: Zum einen die Charakterisierung des neuen Stacks über einen langen Zeitraum, um die Qualität des Endproduktes für den Kunden verifizieren zu können, zum anderen auch die akademische Analyse der generierten Daten, um ein besseres Verständnis der ablaufenden Alterungsprozesse zu erhalten. Dies liefert zudem wertvolle Hinweise, welche Betriebsbedingungen (insbesondere in Abhängigkeit von Stromdichten und Spannung) welche Auswirkung auf die Langzeitperformance und die unterschiedlichen Degradationseffekte hat. Ein entsprechendes Verständnis ist für eine sehr breite Kundenschicht im Elektrolysektor von hohem Wert.

1.5 Zusammenarbeit mit anderen Stellen

Dieses Projekt wurde als Verbundprojekt mit folgenden Partnern durchgeführt:

iChemAnalytics GmbH:	Untersuchung von Wasserstoffversprödung
Aalberts Surface Treatment GmbH: und Stackkomponenten	Entwicklung von Coatings und Beschichtung von Prototypen
Hoeller Electrolyzer GmbH:	Koordinator, Entwicklung eines neuartigen Stacks im Bereich bisher nicht erreichter Temperaturen.

Neben den Verbundpartner gab es keine weitere Zusammenarbeit mit anderen Stellen.

¹ International: IEA TCP AFC Annex 30 Electrolysis“ Europa: JRC Working Group for LTWE EU Harmonised test protocols, USA: DOE Benchmarking project on water electrolysis

2. Ablauf und Ergebnisse des Vorhabens

Entsprechend der Aufgaben- und Zielstellung werden im Folgenden die Ergebnisse erläutert. Hierbei wird sich auf die Teilvorhaben von Fraunhofer ISE fokussiert.

AP 0: Projektmanagement und Verwertung

Ziel des Arbeitspaketes:

Organisation und Durchführung regelmäßiger Projekttreffen, Verfassen der Zwischen- und Jahresberichte. Abfassen von Fachpublikationen und Besuch von Fachveranstaltungen. Hin-zu kommen mehrere Deliverables, welche die Weitergabe von Materialien und/oder Materialspezifikationen beinhalten.

Arbeitsergebnisse:

Während der Projektlaufzeit wurden regelmäßige Projekttreffen mit den Projektpartnern abgehalten.

Folgend sind Daten der Projekttreffen aufgeführt:

Projekttreffen: 28.05.2021, 25.06.2021, 29.10.2021, 28.01.2022, 25.03.2022, 24.2.2023, 22.03.2023, 24.03.2023, 28.04.2023, 26.05.2023, 23.06.2023

Während der Projektlaufzeit wurden regelmäßige Zwischenberichte zum Stand Projektstatus verfasst.

Folgend sind die Monate der Zwischenberichte aufgeführt:

Zwischenberichte (ZB): ZB1: Juni 2021, ZB2: Dezember 2021, ZB3: Juni 2022, ZB4: Dezember 2022, ZB5: Juni 2023, ZB6: Dezember 2023, ZB7: Juni 2024

AP 2: Komponentenqualifizierung für erhöhte Temperaturen

AP 2.1: Anpassung Test-Hardware für erweitertes Betriebsfenster

Ziel des Arbeitspaketes:

Die geplanten Arbeiten in AP2.1 beinhalten den Erwerb von Hardwarekomponenten, die für die Benutzung im erweiterten Betriebsfenster zugelassen sind und deren Einbau in einen existierenden Teststand. Hierdurch wird der ursprüngliche Teststand ertüchtigt, für alle Zellmessungen oberhalb von 80°C dienen zu können, die für die in-situ Zellmessungen der ersten 18 Monate notwendig sind.

Arbeitsergebnisse:

Ausgehend von einem bestehenden Teststand wurden Anpassung für das erweiterte Betriebsfenster konzipiert. Ein Rohr- und Instrumentfließschema (RI-Fließschema, siehe Abbildung 1) wurde erstellt, auf Grundlage des PAAG-Verfahrens (Prognose, Auffinden der Ursache, Abschätzen der Auswirkungen, Gegenmaßnahmen) sicherheitstechnisch bewertet. Eine Stückliste wurde erstellt und die Bestellung der benötigten Komponenten durchgeführt.

Insbesondere die Betriebstemperatur von 120°C, die ein neues Temperaturmanagement nötig macht, sowie die Sicherheitsbetrachtung des Teststandes haben sich als zeitintensive Aufgaben dargestellt. Für die Heizer, welche den Teststand auf eine Temperatur von 120°C erhöhen sollen, gab es erhebliche Lieferschwierigkeiten. Einen Zwischenstand der Montagearbeiten des Teststandes ist in Abbildung 2 gezeigt. Das Automatisierungskonzept inklusive Sicherheitskonzept wurde abgeschlossen. Bei den elektrischen Komponenten gab es ebenfalls in der Beschaffung deutliche Zeitverzögerungen aufgrund von Lieferschwierigkeiten der Hersteller.

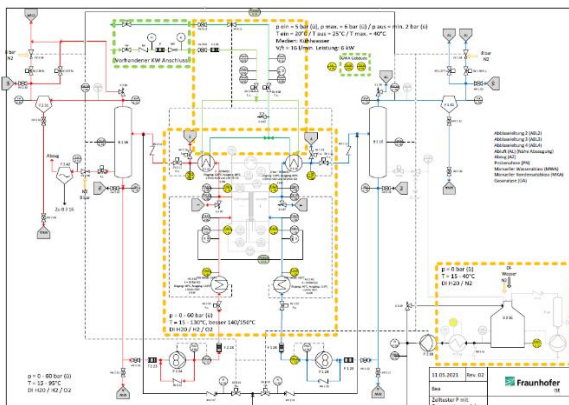


Abbildung 1: Fließbild des Teststandes für das Projekt Prometheus

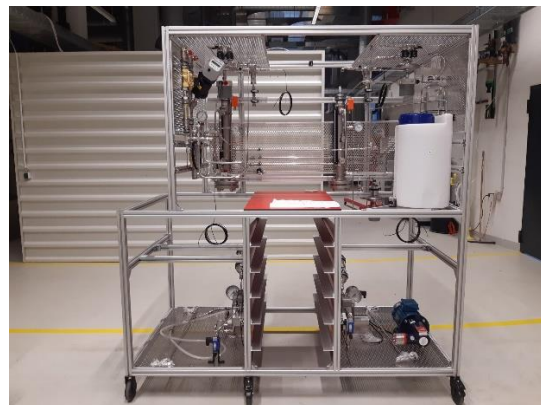


Abbildung 2: Foto des Teststandes für das Projekt Prometheus

Unabhängig vom Stand der EMSR wurde die verfahrenstechnische Inbetriebnahme des Teststandes vorangebracht (Abbildung 3). Neben einem Dichtigkeitstest (Abbildung 3) mit Stickstoff für die Anlagenteile der Anode und Kathode wurden eine Funktionsprüfung der Aktorik, der passiven Bauelemente sowie der Sensorik durchgeführt.

Die in Abbildung 5 dargestellten Druckverluste über die Zeit entsprechen einem Gasverlust von circa 0,6 l Sauerstoff pro Stunde an der Anode und 0,6 l Wasserstoff pro Stunde an der Kathode. Der Teststand wird in einem Abzug mit einer Absaugleistung von 1100 m³ Luft pro Stunde betrieben, somit verursacht die Leckage keine Ex-Gefahr. Für die Gasabfuhr der Anlagenteile an Anode und Kathode wurden Wasserabscheider (Abbildung 4) integriert, welche im Falle einer Druckentlastung des Systems das auskondensierende Wasser vom Gas trennen und automatisch über einen Schwimmer ableiten. Die Gase können durch zwei getrennte im Abzug bestehende Abgasleitungen über Dach abgeführt werden.

2. Ablauf und Ergebnisse des Vorhabens

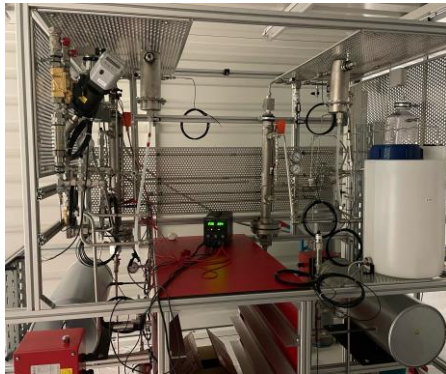
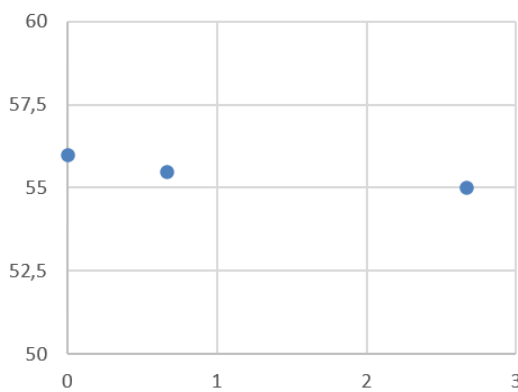


Abbildung 3: Testhardware während der Inbetriebnahme



Abbildung 4: Wasserabscheider mit automatischen Kondensatablass

Anode komplett ohne ABL:
Druck [bar]



Kathode komplett ohne ABL:
Druck [bar]

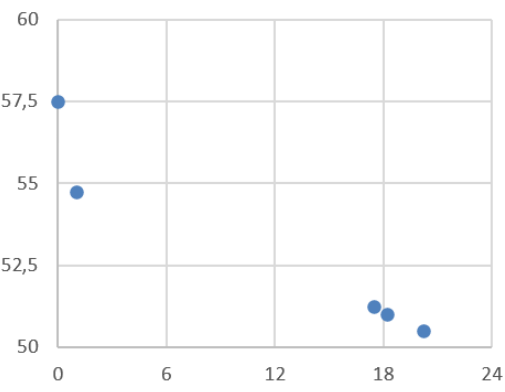


Abbildung 5: Druckverlauf über der Zeit (in Stunden) beim Dichtigkeitstest mit Stickstoff an Anode und Kathode

Um die Steuerung und Automatisierung des Teststandsystems zu ermöglichen, wurde ein Benutzerinterface mittels der Software LabVIEW realisiert. Die für das erweiterte Betriebsfenster erforderlichen Schaltschränke wurden aufgebaut, am Teststand angebracht und an die Feldgeräte angeschlossen. Die Schnittstelle zwischen LabVIEW und der Teststandsteuerung Beckhoff wurde implementiert und die Feldgeräte wurden hinsichtlich ihrer Funktionalität getestet. Weiterhin wurde die Leistungselektronik in den Teststand integriert. Abbildung 6 zeigt die Schaltschränke sowie die Leistungselektronik des Teststandes für das erweiterte Betriebsfenster.

Die vollständige elektrische Abnahme des Teststandsystems (Zelltester P) seitens des Facility Managements des Fraunhofer ISE erfolgte Ende November 2023. Die anschließende Einstellung, Testung und Kalibrierung sämtlicher Aktoren und Sensoren, sowie die Überprüfung der Schaltpunkte der sicherheitsrelevanten Bauteile der Hardwaresicherheitskette (HSK) wurde erfolgreich am Teststandsystem abgeschlossen. Wie in Abbildung 7 zu sehen, konnten Anfang 2024 die Regelkreise und automatisierte Test-Protokolle in-situ an einer Testzelle getestet werden.

Die vollständige funktionale Inbetriebnahme des Teststandsystems erfolgte bis zu einem Betriebsdruck von 50 bar und einer Temperatur 80 °C unter Gleichdruck mit der überarbeiteten Version der 25cm²-Kombizelle. Aufgrund der Tatsache, dass der Projektpartner Hoeller Electrolyzer GmbH keinen Membranhersteller finden konnte, der CCMs bereitstellte, die bei Temperaturen über 80°C betrieben werden können und aufgrund von Problemen in der ISE-Laborinfrastruktur bei Anschluss des Teststandes an das Prozesskühlwasser wurde das Teststandsystem mit einer maximale Betriebstemperatur von 80°C in Betrieb genommen. Dadurch war es ermöglicht weitere Arbeitspakete in der Projektlaufzeit zu bearbeiten und mit der Charakterisierung verschiedener PTL-Varianten bei erhöhtem Drücken und auf einer aktiven Fläche von 25cm² fortzufahren. Abbildung 8 zeigt den Druckverlauf von Anode und Kathode von Beginn des Testes bei atmosphärischen Bedingungen bis zu einem Gleichdruck von 50bar auf Anode und Kathode. Darüber hinaus wurden final, alle softwareseitigen als auch die hardwareseitigen Sicherheitsketten am Teststandsystem auf ihre Funktionalität hin überprüft, ebenso wie die externe Überwachung durch die Gaswarnanlage im realen Zellbetrieb mit Wasserstoffproduktion. Anfang Mai

2025 erfolgte dann die offizielle Abnahme des Teststandsystems durch den TÜV Süd nach §15 BetrSichV für Druckgeräte/-behälter. Das Arbeitspaket konnte mit angepassten Betriebsparameter abgeschlossen werden.



Abbildung 6: Schaltschränke und Leistungselektronik des Teststandes für das erweiterte Betriebsfenster.

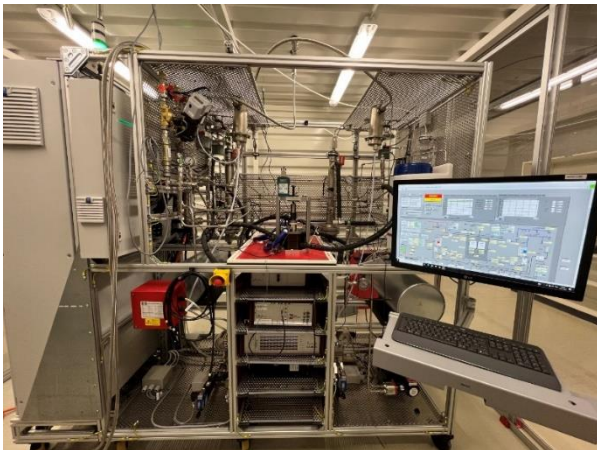


Abbildung 7: Vollständig aufgebauter und funktionsfähiger Teststand inklusive Testzelle für die Inbetriebnahme bis 5bar Kathodengasdruck.

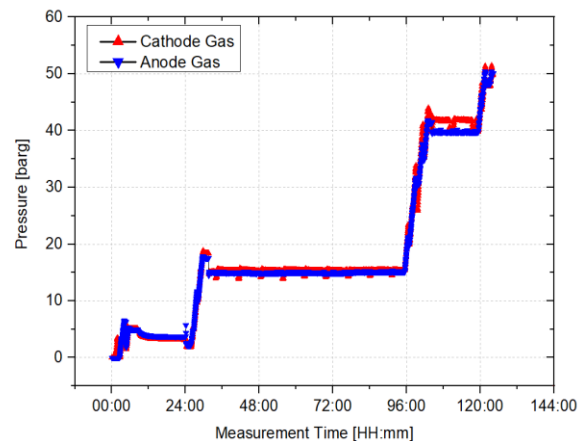


Abbildung 8: Druckverlauf von Anoden- und Kathodenseite während der finalen Inbetriebnahme bei 80°C, 1 A/cm² und 0.3l/min mit PEM-Testzelle.

AP2.2: Optimierte Messzelle für erhöhte Temperaturen

Ziel des Arbeitspaketes:

AP 2.2 beinhaltet die Konzeption und den Aufbau einer neuen Testmesszelle, die im Betriebsfenster von Temperaturen von bis zu 120°C und Drücken von bis zu 50 bar einsetzbar ist, da eine solche Zelle am Markt nicht verfügbar ist. Hierzu wird auf existierenden und zuverlässig funktionierenden Testzellkonzepten am Fraunhofer ISE aufgebaut und diese nach Abklärung der durchzuführenden in-situ Charakterisierungsmerkmale modifiziert.

Arbeitsergebnisse:

Für die komplexen Anforderungen in der Materialcharakterisierung wurde eine Konzeption einer flexiblen Testzelle, in der in einfacher Art und Weise Materialien unterschiedlicher Dicken bei unterschiedlichen Anpresskräften vermessen werden können, durchgeführt. Nach Fertigstellung der Auslegung wurden die einzelnen Bauteile gefertigt und in mehreren Schritten weiter optimiert.

Es wurden erste Messungen bei 80°C durchgeführt. Hierbei zeigte sich, dass die verwendeten Materialien (PSU), die in der Vergangenheit erfolgreich in Zellbau eingesetzt wurden, bei den anvisierten Temperaturen und Drücken nur bedingt einsetzbar sind.

Die Verwendung von metallischen Einschraubern, als hydraulische Schnittstelle zum Teststandsystem, zu einer Deformation des entsprechenden Bauteils und in der Konsequenz zu Undichtigkeiten (vgl. Abbildung 9). Da Einschrauber in FEM-Simulationen normalerweise als passives Bauteil angesehen werden, die zwar Kraft aufnehmen, aber keine Kräfte auf den Kunststoffrahmen ausüben, trat dieses Problem erst bei den experimentellen Arbeiten zutage.

Es wurden daraufhin ausführliche Tests mit alternativen Materialien und Fertigungsdicken durchgeführt. Das Dichtkonzept mittels O-Ringen war geeignet, zeigt aber bei höheren Drücken noch eine zu hohe Leckagerate. Tests mit einem angepassten Dichtungskonzept wurden durchgeführt und führten zu einer nach außen technisch dichten Testzelle.

Zur Erreichung einer homogenen Verpressung der Zellbauteile wurden weitere Optimierungen und Anpassungen der übrigen Bauteile durchgeführt. Ein inhomogenes Druckfeld ist in Abbildung 12 dargestellt. Ein inhomogenes Druckfeld kann zu einem Membranriss führen. Dies ist während der experimentellen Arbeiten geschehen. Dabei ist Wasserstoff in den Anodenraum eingedrungen und es hat zu einer Verpuffung im Teststand geführt. Ein Gutteil der eingesetzten Kunststoffbauteile wurde hierdurch beschädigt und konnte für nachfolgende Messungen nicht mehr verwendet werden konnten. Dies unterstreicht, die Wichtigkeit eines homogenen Druckfeldes bei der Verpressung der PTLs.

Für die weiteren Arbeiten wurde der Hochleistungskunststoff (PEI) unter Verwendung dickerer Wandstärken eingesetzt. Ein verbessertes Dichtungskonzept führte zudem zu geringeren Spaltmaße zwischen den Kanten der PTL und dem Kunststoffteil. Endoskopisch wurde das in der verbauten Zelle nachgeprüft (Abbildung 13). Hierdurch konnte ein homogener Überstand der PTLs sichergestellt werden. Der Aufbau und das Design der Zelle ist in Abbildung 10 zu sehen. Für Temperaturen bis 80°C ist die Zelle nun nachgewiesenermaßen einsatzfähig (vgl. Abbildung 11), womit Meilenstein 1 „Einsatzbereite Messzelle“ erreicht werden konnte.

Es gab, während dem Projektverlauf eine Vielzahl von Anpassungen und Iterationsschritten seitens der Firma Hoeller Electrolyzer GmbH bis eine erste Materialkonfiguration für die Anoden- und Kathodenhalbzelle an das Fraunhofer ISE geschickt werden konnte. Zur Vorbereitung der Charakterisierung dieser Materialkombinationen mussten das Dichtungskonzept, sowie die Dichtungsmaterialien erneut angepasst werden. Festgelegt wurde die Verwendung von dickeren O-Ringen in der Membranebene, sowie Flachdichtungen aus FKM mit einer Materialstärke von 0,8 mm in allen anderen Zellebenen. Messungen mit einer drucksensitiven Messfolie und darauffolgende Dichtigkeitstests zeigten mit dieser Dichtungsauswahl und den ISE internen Materialien das bisher beste Ergebnis.

Die mit dem Projektpartner Hoeller Electrolyzer GmbH vereinbarten 40 bar_g konnten ex-situ erfolgreich nachgewiesen werden. Es folgten weitere Tests bei erhöhten Temperaturen bis 80 °C mit Materialien der Hoeller Electrolyzer GmbH. Abbildung 14 zeigt den Druckverlauf bis 45 bar Differenzdruck bei 60°C Zelltemperatur. Bei diesem Druck konnte keine signifikante Leckage nach Außen und kein Riss in der Membran festgestellt werden, sodass davon auszugehen ist, dass der beobachtbare Druckabfall über die Zeit, nach Erreichen des Zieldruckes von 45 bar, durch die bekannte Wasserstoff-Permeation (Crossover) durch die Membran verursacht wird. Aus diesem ex-situ Dichtigkeitstest ist die Dichtigkeit der Zelle für einen Differenzdruck von 40 bar erfolgreich demonstriert worden.

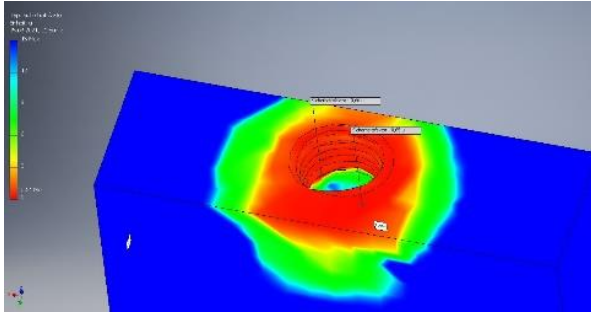


Abbildung 9: Sicherheitsfaktorverteilung in einem Bauteil durch einen metallischem Einschrauber (nicht gezeigt) in einem Kunststoffgewinde.

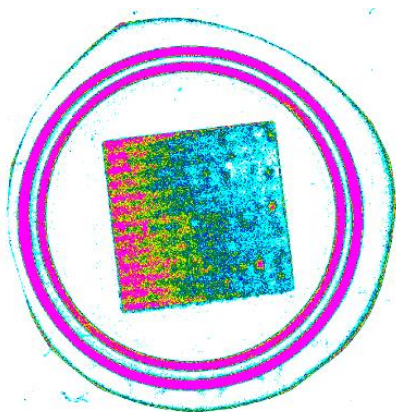


Abbildung 12: Druckverteilung in der Zelle. Die zwei pinken konzentrischen Kreise stammen von den O-Ringen, die eine sehr gute Abdichtung nach Außen zeigen. Aktiven Fläche (Quadrat in der Mitte)



Abbildung 13: Endoskopiebild aus dem inneren der Messzelle.

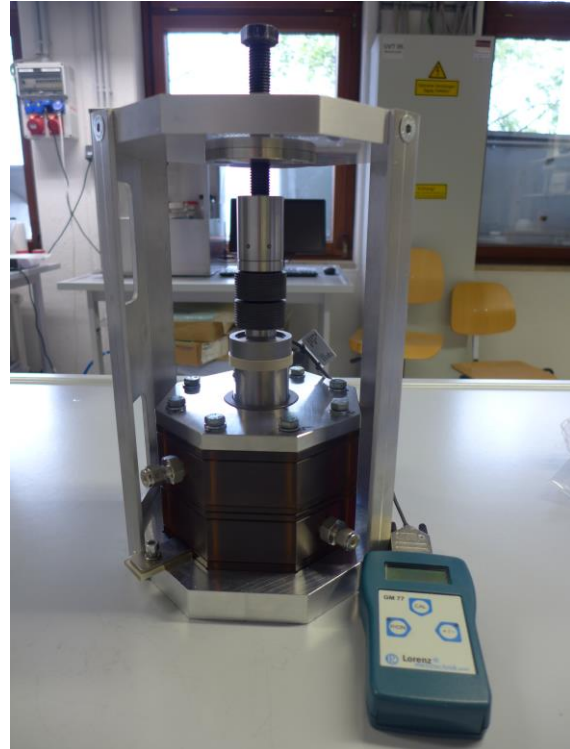


Abbildung 10: Messzelle mit variabler Taschentiefe durch Anpressstempel, Ausführung mit modifizierten Bauteilen aus PEI

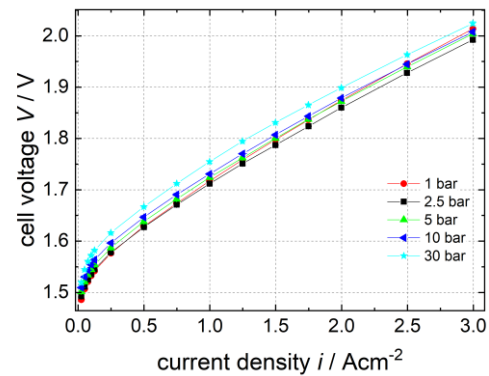


Abbildung 11: Polarisationskurve der neu entwickelten Messzelle bei 80°C.

Auf Basis des neuen Dichtungskonzeptes wurden im Anschluss in-situ Dichtigkeits tests mit Zellmaterialien der Firma Hoeller Electrolyzer GmbH durchgeführt, zunächst mit 20 bar Differenzdruck, da der zu Testung verwendete Teststand bei Betriebsdrücken über 20 bar Kathodendruck Probleme bei der Entleerung des Kathoden Gas-Wasser-Separators aufwies, die sich nur mit der Integration neuer Prozessregelventile beheben ließ. Die Ergebnisse dieses ersten in-situ Drucktestes sind in Abbildung 15 dargestellt. Die Testzelle konnte nach Anpassungen und Optimierungen auf der Kathodenseite auf dem vollständig in Betrieb genommenen Teststands system bei 80°C und 40 bar Differenzdruck vermessen werden. Abbildung 16 zeigt den Verlauf der Stromdichte und der Zellspannung während des Charakterisierungsprotokolls. Abbildung 17 zeigt die generierten Polarisationskurven. Abbildung 18 zeigt den Druckverlauf während des Charakterisierungsprotokolls. Die verwendete Testzelle wurde dabei mit Zellkomponenten der Firma Hoeller Electrolyzer GmbH auf Anode und Kathode aufgebaut und eine kommerzielle catalyst coated membrane (CCM) verwendet. Diese Messung diente sowohl als Benchmark für das anschließende Membran-Screening in AP 3.3, als auch für die Demonstration der Funktionsfähigkeit der optimierten

2. Ablauf und Ergebnisse des Vorhabens

25cm²-Kombizelle. Das Arbeitspaket konnten mit angepassten Betriebsbedingungen abgeschlossen werden.

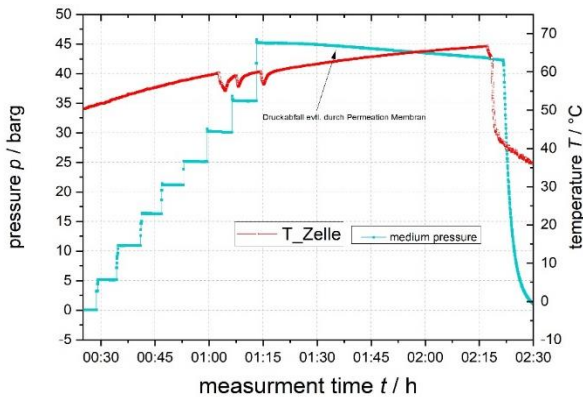


Abbildung 14: Ex-situ Differenzdrucktest mit optimiertem Dichtungskonzept und Materialien der Firma Hoeller bei ca. 60°C und 45 bar,g.

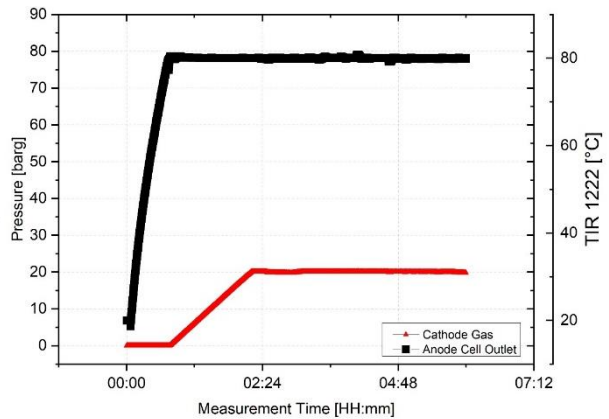


Abbildung 15: In-Situ Messung mit Materialien der Firma Hoeller bei 80°C Zelltemperatur und 20 bar Kathoden Gasdruck.

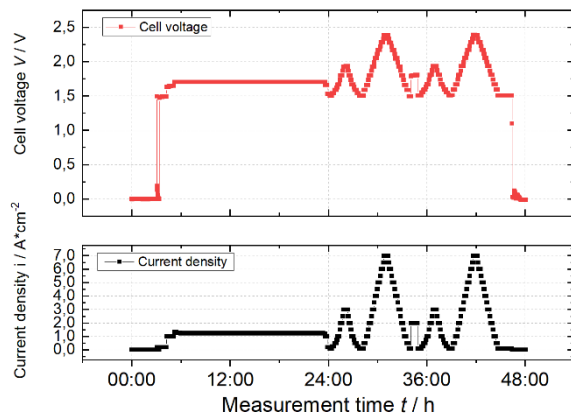


Abbildung 16: Polarisationskennlinien während des Charakterisierungsprotokolls bei Stromdichten von 0.1 – 7 A/cm² mit einer kommerziellen CCM

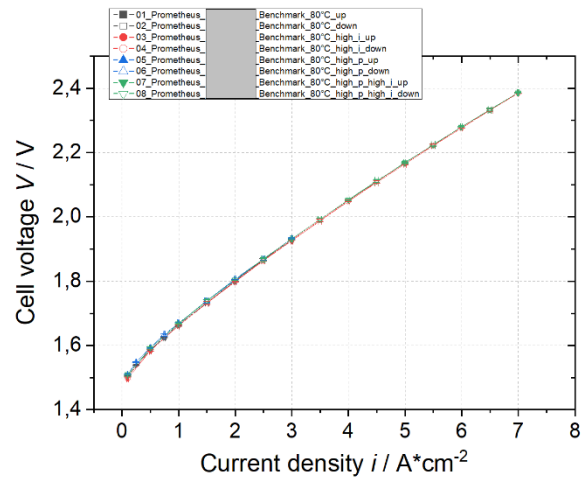


Abbildung 17: In-Situ Messung mit Materialien der Firma Hoeller bei 80°C Zelltemperatur und 20 bar Kathoden Gasdruck.

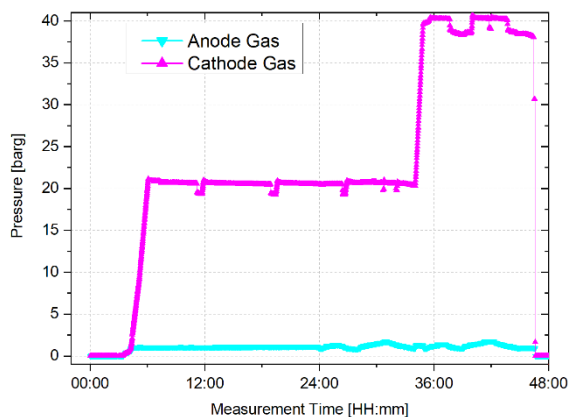


Abbildung 18: Druckverlauf während der Charakterisierung von Anode und Kathode während des Charakterisierungsprotokolls.

AP 2.3: Materialscreening PTL (ex-situ Messungen)

Ziel des Arbeitspaketes:

AP 2.3 beinhaltet die ex-situ Charakterisierung verschiedener Materialien, die sich als poröse Transportschicht eignen könnten. Hierzu werden die Porositätscharakteristika und Durchströmungscharakteristika der Materialien untersucht sowie die elektrischen through-plane Leitfähigkeiten sowie Kraft-Weg-Eigenschaften. Die genauen Messungen sind hierbei von den Materialkombinationen abhängig, wobei bekannte Materialien als Referenz dienen werden.

Arbeitsergebnisse:

Kraft-Weg-Messungen - PTL

Es wurde verschiedene PLT-Materialien in Kraft-Weg Messungen zur Charakterisierung der Kompressibilität untersucht. Unter anderem wurden am Markt erhältliche Titansintermaterialien verwendet, ähnlich denen, die im späteren Prometheus Stack verbaut werden sollen. Die Materialdicken wurden bei unterschiedlichen aufgebrachten Kräften gemessen und analysiert. Exemplarisch sind in Abbildung 19 typische Kraft-Weg-Kurven dargestellt.

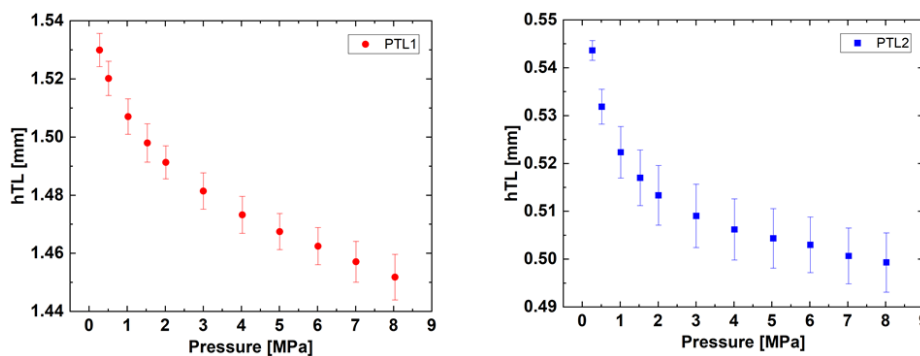


Abbildung 19: Gemittelte Kraft-Weg-Kurven von PTL-Materialien unterschiedlicher Dicke und Porosität.

Es wurden weitere Kraft-Weg-Kurven für Kathodenmaterialien der Firma Hoeller Electrolyzer GmbH aufgenommen. Hier zeigte der Vergleich mit den Daten des Herstellers eine konstante Abweichung. Es konnte gezeigt werden, dass die Materialien Inhomogenitäten aufweisen und eine exakte Höhe mit einer Genauigkeit im μm -Bereich nur sehr schwer zu ermitteln ist. Das Messprotokoll umfasste 4 Zyklen, wobei der Schwerpunkt auf dem ersten und letzten Zyklus liegt. Der erste Zyklus ist relevant für die erste Verpressung (Stackmontage). Der letzte Zyklus stellt die reale Situation im Dauerbetrieb dar.

Oberflächenstruktur - CCM

Es wurden Untersuchungen an von der Firma Hoeller Electrolyzer GmbH zur Verfügung gestellten CCM-Materialien durchgeführt. Da es sich um völlig neu entwickelte Materialkombinationen handelt, wurde zunächst die Oberflächenstruktur analysiert. Eine konstante Materialdicke, sowie eine homogene, feinstrukturierte Verteilung des Katalysators auf der Oberfläche sind essenziell für eine gute Performance und eine lange Lebensdauer der CCM. Aus der Konfokalmikroskopieaufnahme (Abbildung 21) konnte eine gute Homogenität der Katalysatorschicht festgestellt werden. Der zugehörige Höhenscan zeigt eine gewisse Welligkeit der Trägermembran, die zum Teil darauf zurückzuführen ist, dass die Probe auf einem Vakuumtisch vermessen werden musste.

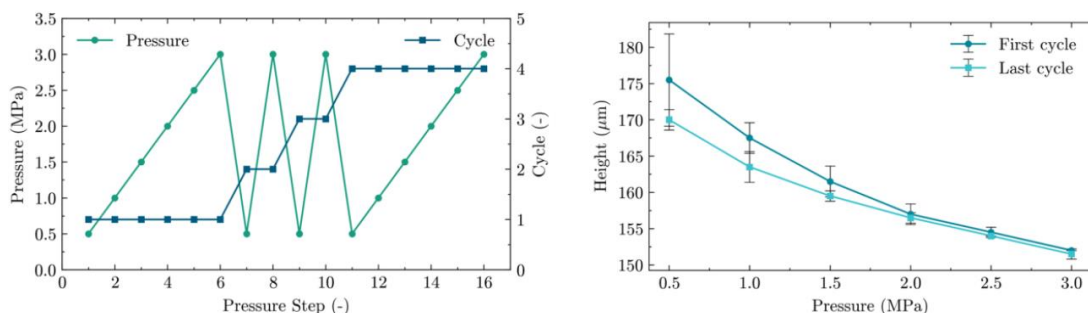


Abbildung 20: Kraft-Weg Untersuchung: Druckschritte des Messprotokolls mit angewendeten Zyklen (links) sowie die mittlere druckabhängige Höhenänderung von 3 Proben einer Gasdiffusionsschicht.

2. Ablauf und Ergebnisse des Vorhabens

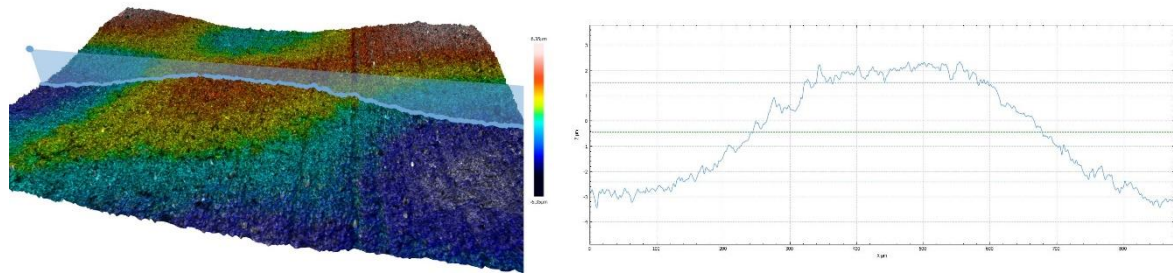


Abbildung 21: Konfokalmikroskopie der CCM-Oberfläche (links), resultierendes Höhenprofil (rechts)

Hydraulische ex-situ Charakterisierung - PTL

Für die hydraulische ex-situ Charakterisierung wurden PTL-Materialien durch den Projektpartner Hoeller Electrolyzer GmbH ausgewählt. Die Anforderungen durch die ausgewählten Materialien an die Methodik und Messapparatur hatte eine Erweiterung des Testaufbaus zur Folge. Die PTL-Proben wurden nach Vorgabe durch Hoeller Electrolyzer GmbH dabei nicht, wie sonst üblich, mit einer zwei-phasen Strömung horizontal (in-plane) charakterisiert, sondern ausschließlich mit gasförmigem Stickstoff (Abbildung 22). Die Flow-Zelle und Testaufbau wurden für die Anforderung angepasst und betriebsbereit gestellt (vgl. Abbildung 23).

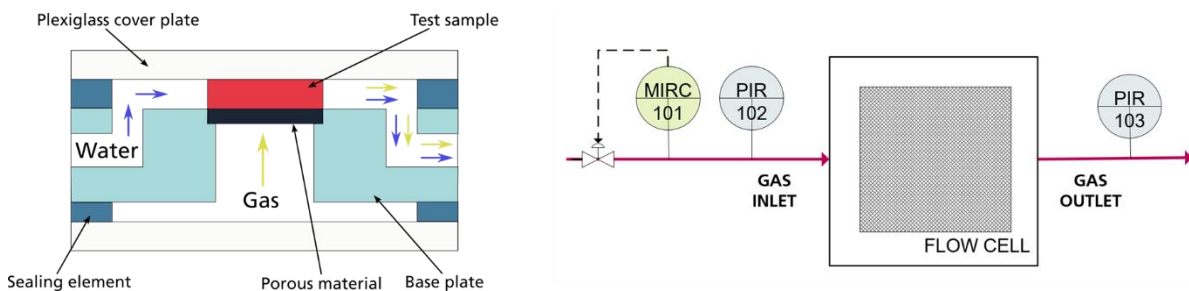


Abbildung 22: Fraunhofer ISE Flow-Zelle für die hydraulische Charakterisierung von zwei-phasen Strömungen (links) und die schematische Darstellung des neuen Testaufbaus für die Bestimmung der Gas-In-Plane-Charakterisierung von GDLs (rechts).

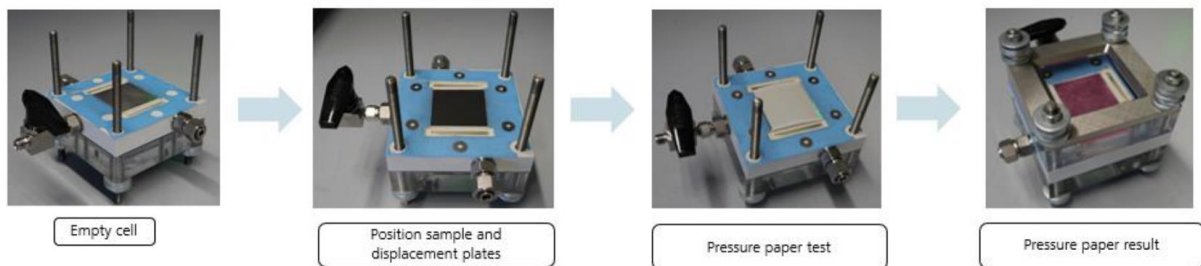


Abbildung 23: Ablauf der Inbetriebnahme der hydraulischen ex-situ in-plane Charakterisierung.

Da die bereitgestellten Proben sehr leicht zu verpressen sind, wurden zunächst Kraft-Weg-Kurven für alle Proben aufgenommen. Diese Daten wurden dann als Grundlage verwendet, um die exakte Höhe bei der gewünschten Verpressung einzustellen zu können. Präzisionsdistanzscheiben dienten dabei als Hardstop um eine Zerstörung der Proben zu verhindern. Zur Kontrolle der gewünschten Verpressung wurde Druckpapier verwendet. Eine homogene Verpressung konnte erreicht werden, wobei jedoch das Erreichen des im Vorhinein definierten Absolutdruckes nicht realisiert werden konnte. Es wurde festgestellt, dass die Toleranzen der Zelle zu groß sind, um die Proben auf eine exakte Höhe mit einem definierten Druck zu verpressen. Auch konnte in-situ bestätigt werden, dass die GDLs sehr empfindlich auf Höhenänderungen und folglich auch auf Druckerhöhungen reagieren.

Elektrische ex-situ Charakterisierung – CCM

Mit den von Hoeller Electrolyzer GmbH zur Verfügung gestellten CCM-Materialien sollten ex-situ Messmethoden erarbeitet werden, um verschiedenen CCMs anhand von Standardparameter vergleichen zu können. Nachdem die Oberflächenstruktur bereits untersucht wurde, wurde ein weiterer geeigneter Parameter identifiziert. Nach ersten Testversuchen und Rücksprache mit der Firma Hoeller Electrolyzer GmbH, sowie den CCM-Herstellern wurde der Fokus auf die elektrische in-plane Leitfähigkeitsmessung der Katschicht gelegt. Ein bereits bestehender Teststand zur Leitfähigkeitseinrichtung für Brennstoffzellen GDLs wurde auf die Anforderungen der PEM-Elektrolyse Membranen angepasst und erste Vorversuche durchgeführt (Abbildung 24). Die Kontaktierung der CCM stellte sich hierbei als herausfordernd heraus. Daher wurde in verschiedenen Iterationsschritten die Druckverteilung durch das Einlegen verschiedenster Materialien als Zwischenschichten optimiert.

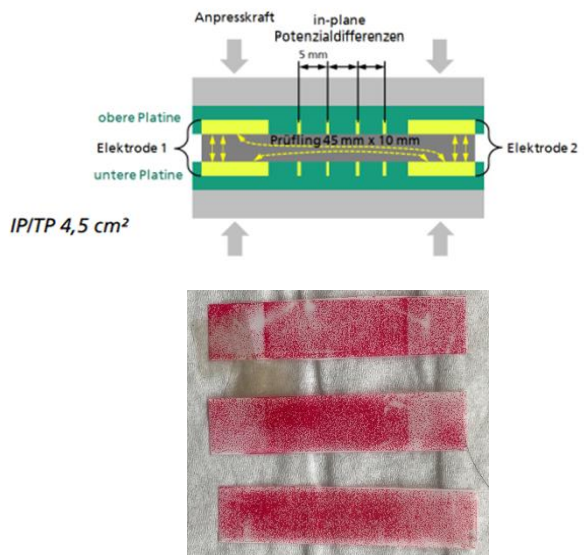
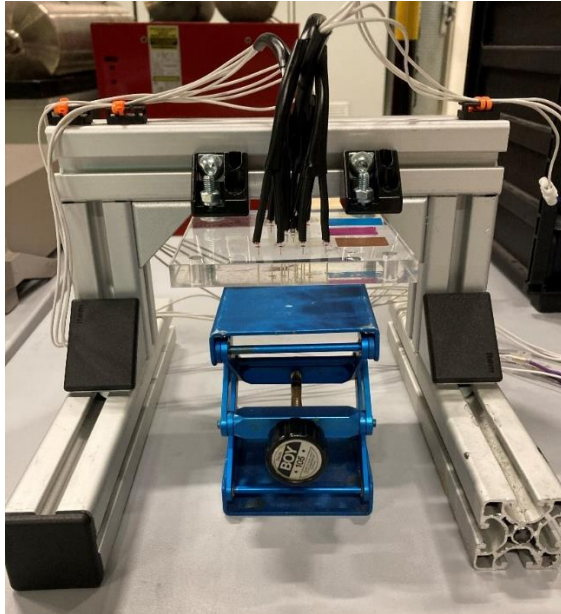


Abbildung 24: Messaufbau in-plane Leitfähigkeitsmesszelle (links), schematischer Aufbau (rechts, oben) und Anpressdruckkontrolle mit Druckpapier (rechts, unten).

Die Entwicklung der Messmethodik für die In-Plane-Leitfähigkeit von CCMs wurde fortgesetzt. Die Kontaktierung konnte mit einem geeigneten Stützmaterial erreicht werden. Es zeigte sich, dass das Schneiden der Proben vermutlich zu einem Kurzschluss zwischen Anode und Kathode führt. Dadurch können die Schichten nicht unabhängig voneinander gemessen werden. Nach weiteren Untersuchungen wurde geprüft, ob der Schichtwiderstand gemessen werden kann, ohne dass die Probe geschnitten werden muss. Dazu wurde ein erster Prototyp eines Vierpunkt-Messaufbaus entwickelt, bei welchem die Kontaktierung über vier Goldfederkontakte erfolgt. Es wurden verschiedene Federkontakte getestet und der Einfluss auf die Katalysatorschicht untersucht.

2. Ablauf und Ergebnisse des Vorhabens

Es wurde erkannt, dass bei maximalem Arbeitshub Druckstellen mit einer Tiefe von ca. $10\ \mu\text{m}$ in der Probe entstehen. (vgl. Abbildung 25). Bei minimalem Arbeitshub konnten Farbänderungen des Katalysators und Druckstellen mit einer Tiefe von weniger als $1\ \mu\text{m}$ festgestellt werden.

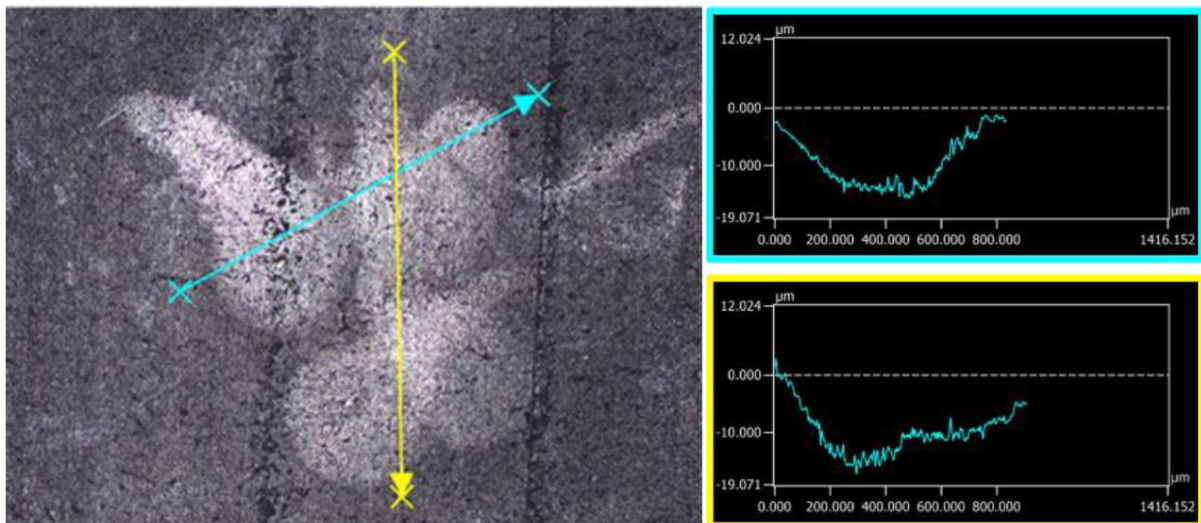


Abbildung 25: Untersuchung des Einflusses der Kontaktierung der Katschicht mit Federkontaktstiften. Draufsicht (links), Höhenprofil 1 (rechts, oben), Höhenprofil 2 (rechts, unten)

Der Einfluss der Probengeometrie und des Randabstandes wurde ebenfalls berücksichtigt (vgl. Abbildung 26).

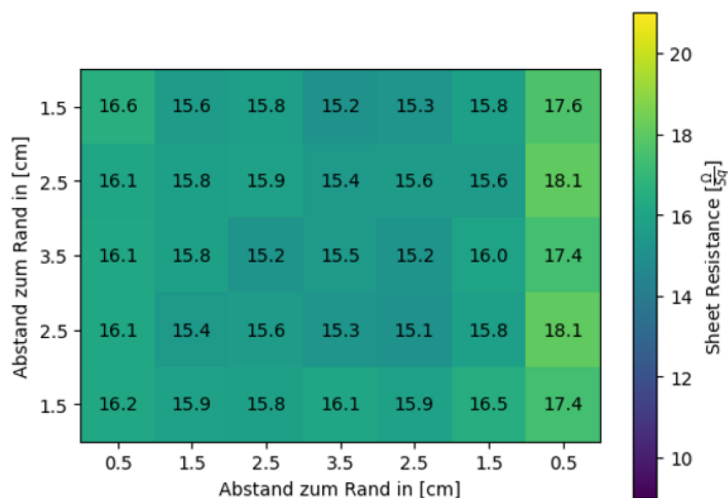


Abbildung 26: Ortsaufgelöste Schichtwiderstandmessung unter Berücksichtigung der Korrekturfaktoren G1 (Probendicke), G2 (Abstand zum Rand) & G3 (Ausdehnung der Probe)

Es wurde der Schichtwiderstand von 12 verschiedenen CCMs bestimmt. Die CCMs wurden in zwei verschiedenen Zuständen vermessen: einmal neu und vor der Benutzung in der Elektrolysezelle und einmal, nachdem sie in der Zelle getestet wurden. Zusätzlich wurden sie im nassen und im trockenen Zustand vermessen. Abbildung 27 zeigt den schematischen Aufbau des Messaufbaus mit den relevanten Parametern zur Bestimmung des Schichtwiderstands. Die Ergebnisse in Abbildung 28 zeigen, dass die Schichtwiderstände für die trockenen CCMs im Bereich von $100\ \Omega/\text{sq}$ bis $350\ \Omega/\text{sq}$ liegen. Dabei liegen sieben im Bereich von $100 - 175\ \Omega/\text{sq}$, eine bei $250\ \Omega/\text{sq}$ und eine bei $300\ \Omega/\text{sq}$. Nach einer Stunde in Wasser zeit sich bei allen Proben eine Erhöhung des Schichtwiderstandes. Diese variiert zwischen einer Verdopplung bis zur Vervielfachung des ursprünglichen Widerstandes. Nach einer weiteren Woche im Wasserbad zeigen sich nur leichte Veränderungen von maximal $70\ \Omega/\text{sq}$.

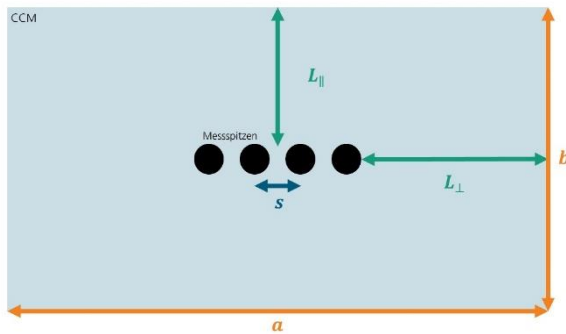


Abbildung 27: Darstellung der schematischen Anordnung der Messspitzen in zentraler Position der Probe und Kennzeichnung der relevanten Parameter zur Korrektur des gemessenen Schichtwiderstandes.

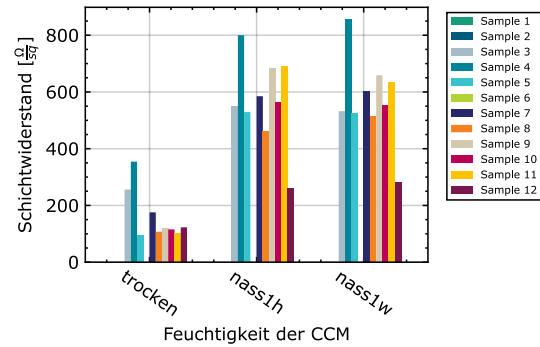


Abbildung 28: Vergleich der Schichtwiderstände der Anodenseite einer neuen CCM bei verschiedenen Feuchtigkeiten.

Vergleicht man die Messwerte der neuen und in-situ getesteten Proben zeigt sich, dass für den trockenen, neuen Zustand im Durchschnitt die geringsten Widerstände gemessen werden. Für den nassen, neuen Zustand (nass1h) werden dagegen die höchsten Widerstände gemessen. Dabei sind die Widerstände für alle Proben bis auf Sample 12 mehr als doppelt so groß wie die in-situ getesteten nassen Proben. Für den Vergleich der neuen, trockenen Proben mit den alten, trockenen Proben zeigt sich für alle bis auf zwei Proben eine Verringerung des Schichtwiderstandes. Die Ursachen für das beobachtete spezifische Verhalten der CCMs in Bezug auf den Schichtwiderstand unter trockenen und nassen Bedingungen bleiben unklar, solange die genaue Zusammensetzung der Katalysatorschichten nicht bekannt ist. Weitere analytische Untersuchungen mit bekannter Materialzusammensetzung sind erforderlich, um diese Effekte besser zu verstehen zu können. Auch unter Berücksichtigung der festgestellten Limitierungen kann der Schichtwiderstand für die verschiedenen CCMs reproduzierbar gemessen werden und stellt einen interessanten Parameter zur Beschreibung einer CCM dar, der einfach und kostengünstig ex-situ gemessen werden kann.

AP 2.4: Materialscreening PTL (in-situ EL-Labor Zelle)

Ziel des Arbeitspaketes:

AP 2.4 beinhaltet die in-situ Charakterisierung von Materialien, die sich in AP 2.3 als vielversprechend herausgestellt haben. Hierzu wird die in AP 2.1 und AP 2.2 hergestellte Hardware verwendet. Erste Komponententests werden mit am Markt verfügbaren Referenzmembranen zunächst bei 80°C und Drücken zwischen 30-50 bar durchgeführt. Bei späteren Messreihen wird (mit Input von AP 2.5) bei 120°C gemessen.

Arbeitsergebnisse:

Mit der in AP 2.2 entwickelten Testzelle wurden in-situ Messungen in einem breiten Temperatur- (bis 80°C) und Druckbereich (bis 50 bar) durchgeführt. Hierfür wurden zunächst am Markt erhältliche CCM-Referenzmaterialien verwendet. Während die Impedanzmessungen (vgl. Abbildung 29) an sich die erwarteten Charakteristika aufweisen, zeigen sich Schwächen in den Kontaktwiderständen der Zelle, die durch Optimierung in der Anpressung reduziert werden konnten.

Die durch die Firma Hoeller Electrolyzer GmbH bereitgestellten Schichtaufbauten wurden in-situ untersucht und Polarisationskurven vermessen (vgl. Abbildung 30 und Abbildung 31). Die Messungen (mit kommerziellen CCMs) zeigen eine gute Performance und zudem eine hohe Reproduzierbarkeit. Sowohl die Temperaturwechsel als auch die H₂-Druckwechsel resultieren in stabilen Kennlinien, was auf eine gute Auswahl der verwendeten Titankomponenten hinweist.

Die PTL-Materialkombination auf der Anodenseite wurden durch die Firma Hoeller Electrolyzer GmbH auf Grundlage der Ergebnisse aus AP2.3 final definiert und die BBP wurde auf diese Materialkombination ausgelegt. Diese BBP-Proben wurden im Februar 2023 dem Fraunhofer ISE zur Verfügung gestellt. Durch die in AP 2.2 beschriebenen Optimierungen an der Testzelle und den erfolgreichen ex- und in-situ Drucktests konnten 21 verschiedene Kathoden-PTL Variationen vermessen werden. Dazu wurden an einem bereits betriebsfähigen Teststandsystem unterschiedliche PTL-Streckmetallkombinationen auf der Kathode bis 20 bar Kathodendruck vermessen (Abbildung 32).

2. Ablauf und Ergebnisse des Vorhabens

Zunächst wurde in den Versuchen V1-V6 versucht die Performance des bereits von Hoeller Electrolyzer GmbH extern vermessen S3 Stack in der 25cm²-Testzelle zu reproduzieren. Dies ermöglichte durch Variationen des Anpressdruckes auf der aktiven Fläche und einer optimierten Kathoden-PTL Rückschlüsse und Verbesserungen für den nächsten Stack Prototypen zu ziehen. Die Streckmetalle in den Versuchen V7-V21 unterschieden sich in ihren mechanischen Eigenschaften und ihrer Gesamthöhe, sodass sich bei selbem Anzugsdrehmoment an der Zelle rechnerische Anpressdrücke zwischen 2 MPa und 5 MPa ergaben. Der Anpressdruck und die Druckverteilung wurden für jede Variante mittels einer drucksensitiven Messfolie bei Raumtemperatur ermittelt.

Abbildung 32 zeigt die gesamten Polarisationskennlinien dieser anpressdruckabhängigen Kathoden PTL-Variationen. Zusätzlich wurden die Kennlinien um den ohmschen Anteil korrigiert. Dies wurde durch die elektrochemischen Impedanz Spektren (EIS) bei ausgewählten Stromdichtepunkten möglich und lässt Rückschlüsse auf die kinetischen und Massentransportverluste der jeweiligen Variante zu. Darüber hinaus ist in lila die Kennlinie der 4cm²-Testzelle mit der gleichen kommerziellen CCM (vgl. AP. 2.5: 4cm²-Testzelle CCM-Screening), als Benchmark-Referenz dargestellt. Diese Ergebnisse wurde ausführlich ausgewertet und mit dem Projektpartner Hoeller Electrolyzer GmbH besprochen. Daraus haben sich weitere Messungen mit optimierten Parametern für das Arbeitspaket AP 3.3 ergeben. Diese Arbeitspaket konnte erfolgreich abgeschlossen werden.

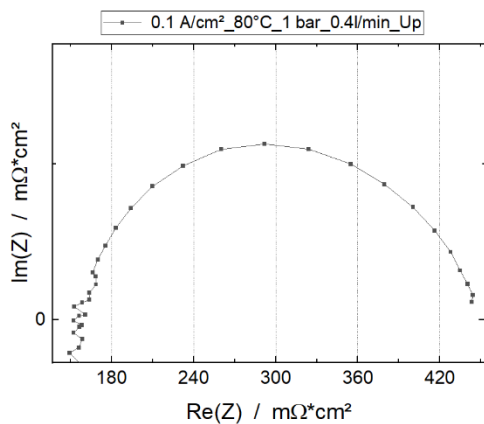


Abbildung 29: Impedanzspektrum bei geringer Stromdichte (0,1 A/cm²) zur Ermittlung der elektrischen Widerstände der Zelle.

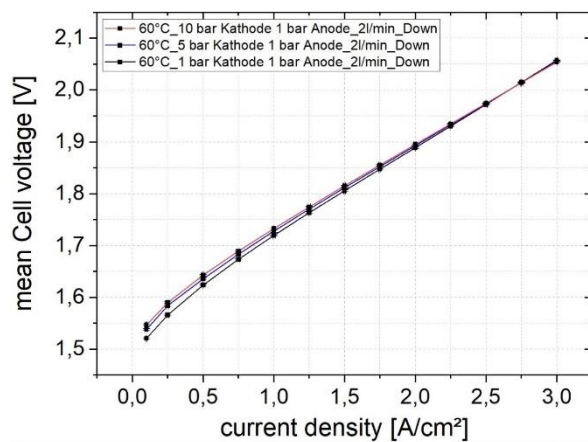


Abbildung 30: Polarisationskurven von Schichtaufbauten

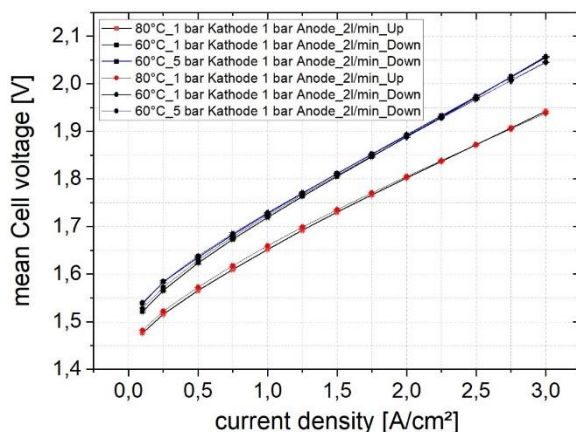


Abbildung 31: Polarisationskurven von Reproduktionsmessungen

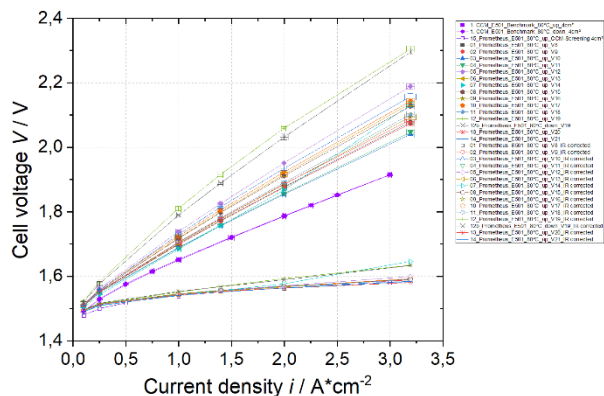


Abbildung 32: Polarisationskennlinien der Kathoden-PTL-Variationen V8-V21 sowie die entsprechenden um den ohmschen Anteil korrigierten Kennlinien (IR korrigiert).

AP 2.5: Materialscreening MEA (in-situ EL-Laborzelle)

Ziel des Arbeitspaketes:

AP 2.5 beinhaltet die in-situ Charakterisierung potenzieller MEAs. Hierzu werden in AP 2.4 bereits optimierte Materialkombinationen eingesetzt und der Einfluss der unterschiedlichen MEAs auf die Performance untersucht. Erste Messungen werden bei 80°C durchgeführt, da diese Ergebnisse mit bereits in anderen Projekten vermessenen Materialkombinationen verglichen werden können. Unter anderem ist die Druckabhängigkeit der Materialien zu prüfen. Je nach Stabilität der verfügbaren MEAs wird das Betriebsfenster auf 120°C erhöht und bei gleichen Drücken wie zuvor gemessen.

Arbeitsergebnisse:

Im Austausch mit der Firma Hoeller Electrolyzer GmbH wurde beschlossen die Charakterisierung der MEAs im Hinblick auf die Performance auf einer 4cm²-Referenztestzelle des Fraunhofer ISE durchzuführen. Darüber hinaus sollte auf der 25cm²-Testzelle, mit variabel einstellbarem Anpressdrucksystem, das Quellverhalten durch Sättigung der Membran mit DI-Wasser für verschiedene MEAs analysiert werden. Dazu wurden die Auslegungs- und Betriebsgrenzen beider Zellen sowie die benötigten MEA-Geometrien mit der Firma Hoeller Electrolyzer GmbH besprochen.

Die Versuche zum Quellverhalten der verschiedenen CCMs wurden aus Gründen der zeitlichen Dringlichkeit der Messergebnisse in einem Teststandsystem der Firma Hoeller Electrolyzer GmbH durchgeführt. Die daraus gewonnen Erkenntnisse haben den Aufbau der Kathodenseite maßgeblich beeinflusst, sodass eine geeignete Kathoden-PTL Kombinationen evaluiert werden konnte. Dabei wurde das Quellen der Membran berücksichtigt, sodass ein zu hoher Anpressdruck auf der aktiven Fläche vermieden wird.

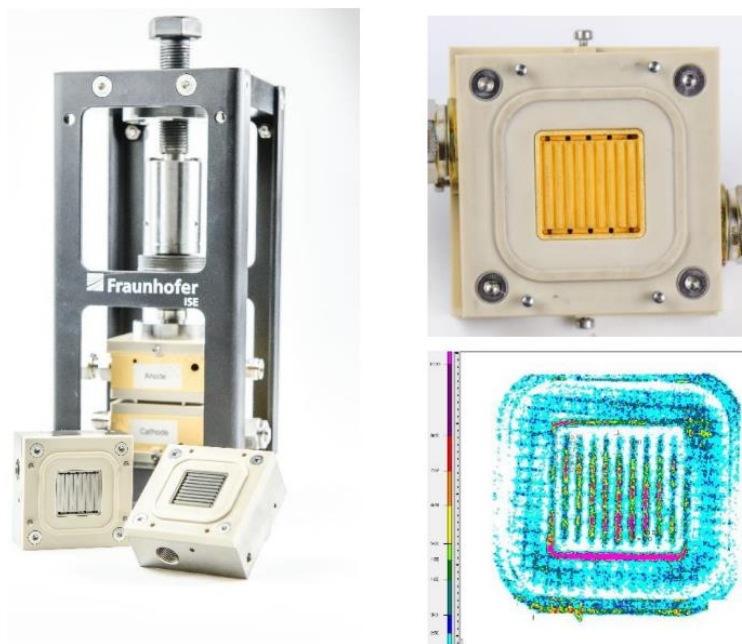


Abbildung 33: 4cm²-Testzelle mit Messung der Druckverteilung auf der aktiven Fläche.

Es wurde eine Charakterisierung von CCMs verschiedener kommerzieller Hersteller durchgeführt. Diese unterschieden sich in ihrem Membranmaterial, Membrandicke, Katalysatorsystem, Edelmetallbeladung auf Anode und Kathode, sowie deren Verfügbarkeit und Preis. Abbildung 33 zeigt die verwendete 4cm²-Testzelle des Fraunhofer ISE mit vergoldeten Flowfield-Titankörpern für Anode und Kathode. Als PTLs wurden für alle Versuche mit der 4cm²-Zelle auf beiden Seiten 250µm Titanvliese mit 200 nm Platinbeschichtung verwendet. Als Messprotokoll wurde der in Abbildung 34 dargestellte Ablauf definiert.

2. Ablauf und Ergebnisse des Vorhabens

Messprotokoll CCM Screening 4cm ² -Zelle Prometheus - Standard Break in													
Nr	Phase	Einzelschritt	Zweck	dtt	V _{Anod}	V _{Kath}	p _{Anod}	p _{Kath}	T _{Anod}	T _{Kath}	Stromdichte	Spannung	Anmerkungen
1	Einbringung	Zell-Überprüfung in Teststand, elektrischer Kurzschluss Anschluss & 10 bar SV	Koppelung Zelle und Teststand		k.A.	0	0	0	0	RT	RT	0	Trockener Zellaufbau mit identischer Anode und Kathode -> Flowfild 25µm PFL Leitfähigkeit 18 Wasser = 0,2 µS/cm Max. Anodenstrom: 60µA aktive Fläche! Max. Cell voltage: 2V
2	Zelleinbringung	Reinstemporeinstellung, Zelltemperatur 80 °C, Stromvolts	Zelle flüssig durchschleusen	10 min	0,1	0,1	0	0	RT	k.A.	k.A.	0,1 A	k.A.
3	Break in	Druckanhebung, cc, 80 °C mit EIS, Konditionierung, cc, 80 °C mit EIS, Druckerhöhung, cc, 80 °C mit EIS	Quelle(n) der MA, mechanisches Setzen der Bauteile Druck flüssig bis 2 barg Kathode und 1 barg Anode Konditionierung Konditionierung	16 min 30 min 35 min	0,1 0,1 0,1	0,1 0,1 0,1	0 1 1	0 5 5	80 k.A. 80 k.A. 80 k.A.	cc: 0 cc: 1 cc: 1	80 k.A. 80 k.A. 80 k.A.	0,1 A 0,1 A 0,1 A	Anschließend auf Zellenantrieb (MPa) verpressen
4	Übergang	Reinstrom	Stabile Betriebsparameter	10 min	0,1	0,1	1	1	80 k.A.	cc: 0	80 k.A.	0,1 A	k.A.
5	Pol Kennlinie 80°C Up	cc - Kennlinie 80 °C - 5 barg C - 1 barg A - Up	Polarisationskennlinie Up	3 min Tu	0,1	0,1	1	5	80 k.A.	cc: 0,1/0,25/0,5/1,0/1,5/2,0/2,5/3,0	80 k.A.	0,1 A	DS Ø 0,1, 0,25, 0,5, 1,0, 2,0, 3,0 A/cm ²
6	Pol Kennlinie 80°C Down	cc - Kennlinie 80 °C - 5 barg C - 1 barg A - Down	Vorgeschaltet Polarisationskennlinie Down	3 min Tu	0,1	0,1	1	5	80 k.A.	cc: 3,0/2,5/2,0/1,5/1,0/0,75/0,5/0,25/0,1	80 k.A.	0,1 A	DS Ø 0,1, 0,25, 0,5, 1,0, 2,0, 3,0 A/cm ²
7	Übergang	Reinstrom	Stabile Betriebsparameter	30 min	0,1	0,1	1	1	80 k.A.	cc: 0	80 k.A.	0,1 A	k.A.
8	Pol Kennlinie 60°C Up	cc - Kennlinie 60 °C - 5 barg C - 1 barg A - Up	Polarisationskennlinie Up	3 min Tu	0,1	0,1	1	5	60 k.A.	cc: 0,1/0,25/0,5/1,0/1,5/2,0/2,5/3,0	60 k.A.	0,1 A	DS Ø 0,1, 0,25, 0,5, 1,0, 2,0, 3,0 A/cm ²
9	Pol Kennlinie 60°C Down	cc - Kennlinie 60 °C - 5 barg C - 1 barg A - Down	Vorgeschaltet Polarisationskennlinie Down	3 min Tu	0,1	0,1	1	5	60 k.A.	cc: 3,0/2,5/2,0/1,5/1,0/0,75/0,5/0,25/0,1	60 k.A.	0,1 A	DS Ø 0,1, 0,25, 0,5, 1,0, 2,0, 3,0 A/cm ²
10	Übergang	Reinstrom	Stabile Betriebsparameter	15 min	0,1	0,1	1	5	60 k.A.	cc: 0	60 k.A.	0,1 A	k.A.
11	Kennlinie Hochstrom 80°C Up	cc - Kennlinie 80 °C - 5 barg C - 1 barg A - Up	Polarisationskennlinie Up	1 min Tu	0,1	0,1	1	1	80 k.A.	cc: 0,1/0,5/1,0/1,5/2,0/2,5/3,0/3,5/4,0/4,5/5,0/5,5/6,0/6,5/7,0	80 k.A.	0,1 A	DS Ø 0,1, 0,5, 1,0, 2,0, 3,0, 4,0, 5,0, 6,0, 7,0 A/cm ²
12	Kennlinie Hochstrom 80°C Down	cc - Kennlinie 80 °C - 5 barg C - 1 barg A - Down	Vorgeschaltet Polarisationskennlinie Down	1 min Tu	0,1	0,1	1	1	80 k.A.	cc: 7,0/6,5/6,0/5,5/5,0/4,5/4,0/3,5/3,0/2,5/2,0/1,5/1,0/0,5/0,1	80 k.A.	0,1 A	DS Ø 0,1, 0,5, 1,0, 2,0, 3,0, 4,0, 5,0, 6,0, 7,0 A/cm ²
13	Übergang	Reinstrom	Stabile Betriebsparameter	15 min	0,1	0,1	1	1	80 k.A.	cc: 0	80 k.A.	0,1 A	k.A.
14	Kennlinie Hochstrom 80°C Up	cc - Kennlinie 80 °C - 5 barg C - 1 barg A - Up	Polarisationskennlinie Up	1 min Tu	0,1	0,1	1	5	80 k.A.	cc: 0,1/0,5/1,0/1,5/2,0/2,5/3,0/3,5/4,0/4,5/5,0/5,5/6,0/6,5/7,0	80 k.A.	0,1 A	DS Ø 0,1, 0,5, 1,0, 2,0, 3,0, 4,0, 5,0, 6,0, 7,0 A/cm ²
15	Kennlinie Hochstrom 80°C Down	cc - Kennlinie 80 °C - 5 barg C - 1 barg A - Down	Vorgeschaltet Polarisationskennlinie Down	1 min Tu	0,1	0,1	1	5	80 k.A.	cc: 7,0/6,5/6,0/5,5/5,0/4,5/4,0/3,5/3,0/2,5/2,0/1,5/1,0/0,5/0,1	80 k.A.	0,1 A	DS Ø 0,1, 0,5, 1,0, 2,0, 3,0, 4,0, 5,0, 6,0, 7,0 A/cm ²
16	Übergang	Reinstrom, Druckhalten, Spülen für next Zh	Reinstrom, Druckhalten, Messung aus, Spülen für next Zh		k.A.	0,1	0,1	0	k.A.	k.A.	k.A.	0,1 A	k.A.

Abbildung 34: Messprotokoll CCM-Screening 4cm²-Testzelle.

Die aufgebauten Testzellen wurden in den Teststand integriert. Das Messprotokoll begann mit dem „Break-In“ oder „Conditioning“ für 16 Stunden nach den internen Standardschritten am Fraunhofer ISE. Währenddessen wurden stündlich elektrochemische Impedanzmessungen (EIS) durchgeführt, um die Veränderungen der Testzelle während dieser Einfahrprozedur analysieren zu können. Der Gasdruck wurde im Anschluss auf der Kathode auf 5 barg und auf der Anode auf 1 barg erhöht. Anschließend wurden galvanostatische Polarisationskennlinien zwischen 0.1 und 3 A/cm² mit EIS an definierten Stromdichtepunkten bei 60°C und 80°C aufgenommen. Im letzten Abschnitt des Messprotokolls wurden erneut Polarisationskennlinien aufgenommen, dieses Mal wurden die Stromdichten auf 7 A/cm² erhöht, um so auch das Verhalten der Testzelle im Massentransport-Bereich analysieren zu können. Die Zellspannungen und Stromdichten sind über den gesamte Messablauf exemplarisch für die erste CCM in Abbildung 35 dargestellt.

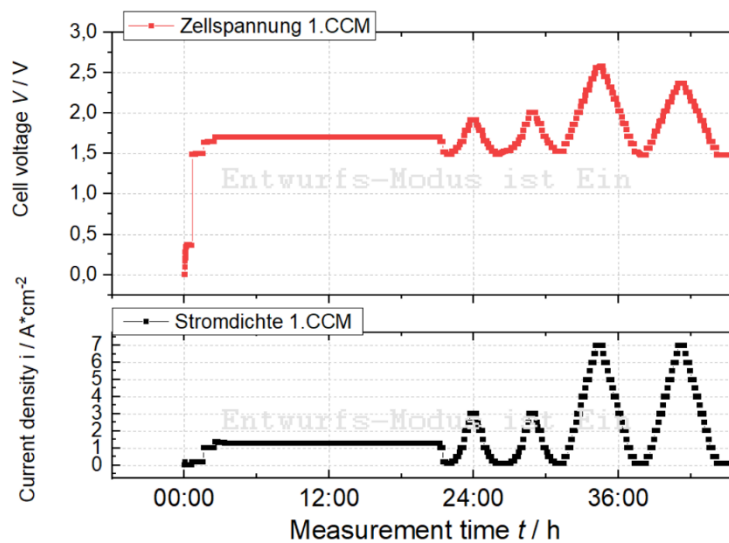


Abbildung 35: Spannung und Stromdichte über den Zeitverlauf für den vollständiger Messablauf der ersten CCM-Charakterisierung.

Abbildung 36 zeigt exemplarisch die Polarisationskennlinien der 12 verschiedenen CCMs von 7 verschiedenen Herstellern bei 80°C und bis 7 A/cm² inklusive Wiederholungsmessungen. Die in-situ Charakterisierung wurde mit dem Standardprotokoll des Fraunhofer ISE durchgeführt. Nach der Konditionierung mit den drei Schritten 0.2 A/cm² (30min), 1 A/cm² (30min) und 1.7V (15h) wurden Up- und Down-Kennlinien bei 60°C und 80°C von 0.1 A/cm² bis 3 A/cm² aufgezeichnet. Anschließend kam der Hochstromteil, bei dem die CCMs bis auf 7 A/cm² vermessen wurden. Außerdem wurde an definierten Stromdichtepunkten Impedanz Spektren aufgenommen, um die Möglichkeit der genaueren Analyse und dem Vergleich zwischen zwei CCMs zu haben (vgl. Abbildung 37). Somit ließen sich die am besten geeigneten CCMs in Absprache mit dem Projektpartner Hoeller Electrolyzer GmbH anhand der Performance, Druckstabilität, Gas-Crossover und weiterer Parameter auswählen.

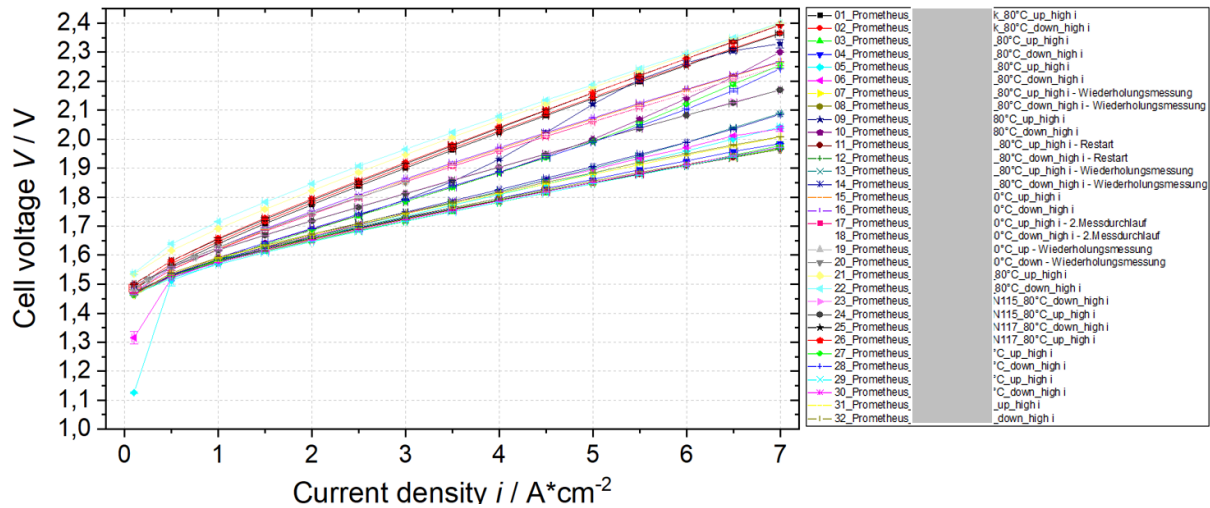


Abbildung 36: Polarisationskennlinien CCM-Screening 4cm²-Testzelle 80°C von 0.1 – 7 A/cm² mit 12 verschiedenen CCMs und Wiederholungsmessungen. (Genauere Hersteller Bezeichnung unkenntlich gemacht)

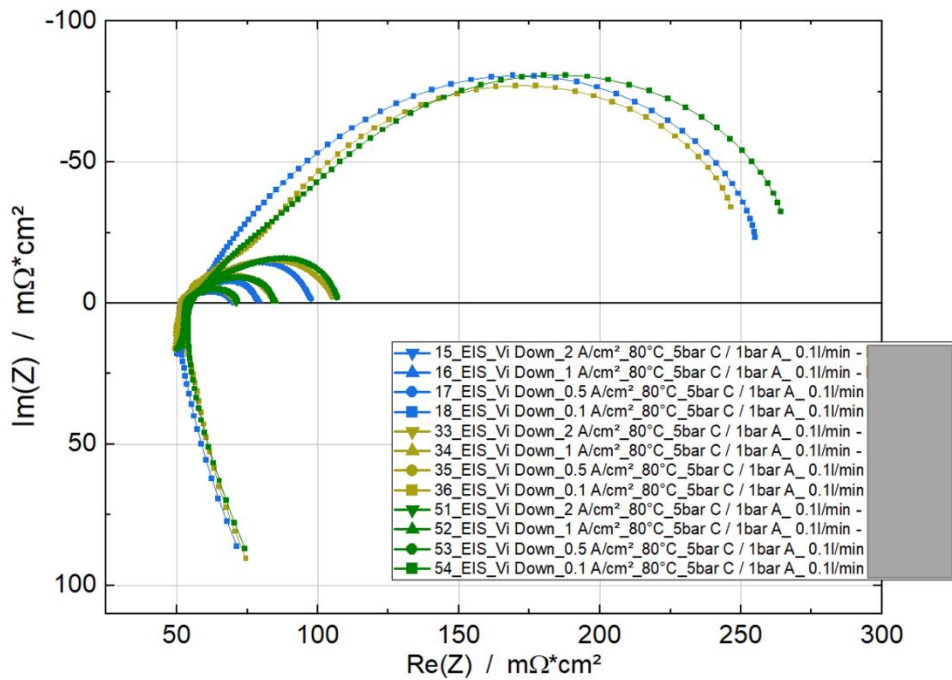


Abbildung 37: Elektrochemische Impedanz Spektren in Nyquist-Darstellung von drei CCMs verschiedener Hersteller im Vergleich bei 0.1, 0.5, 1 und 2 A/cm². (Genauere Hersteller Bezeichnung unkenntlich gemacht)

AP 3: Innovativer Halbzellenverbund

AP 3.2: Strukturanalyse PTL-MPL Verbund (Mirco-CT)

Ziel des Arbeitspaketes:

In AP 3.2 wird die Grundlage für ein strukturelles Verständnis des PTL /MPL-Verbundes gelegt, was für eine systematische Weiterentwicklung der Herstellprozeduren von Element 22 notwendig ist. Die Untersuchung mittels Micro-CT erlaubt dabei eine exakte dreidimensionale Reproduktion des PTL/MPL-Verbundes sowie eine Analyse der unterschiedlichen Porosität des PTL und des MPL Teils.

Arbeitsergebnisse:

Es wurden mit am Markt erhältlichen Materialien Vorversuche mit der 3D-Röntgenthomographie (μ CT) durchgeführt, um die Probengröße und die optimalen Testparametern für die Versuchsdurchführung zu identifizieren. Aus den erhaltenen Daten wurden 3D-Strukturmodelle berechnet, die dann mit einer Analysesoftware weiter prozessiert wurden, um Porosität und Porenstrukturen zu bestimmen. Zur Analyse des Kompressionsverhaltens der Proben wurde ein Präparationswerkzeug konzipiert und gefertigt. Dies ermöglichte die Proben mit definierter Kraft in einen verpressten Zustand zu versetzen und mittels 3D-Röntgenthomographie zu charakterisieren.

Es wurde ein PTL-MPL Verbund an das Fraunhofer ISE gesendet. Dieser wurde dann auf die Probengröße der 3D-Röntgenthomographie zugeschnitten und anschließend charakterisiert. Die äußerst feine Porenstruktur der MPL und die Inhomogenität der Probe erwiesen sich als Herausforderung. Zur Erreichung eine hoher Auflösung in der Bildgebung wurden sehr lange Scan-Zeit notwendig. Die technische Auflösungsgrenze von ca. $1\mu\text{m}$ erwies sich als limitierender Faktor, die Probe in hinreichender Genauigkeit zu charakterisieren.

Die Bildqualität der Einzelbilder war nicht ausreichend, um eine erfolgreiche 3D-Rekonstruktion der Probe zu erstellen. Mit den Projektpartnern wurde diese technische Limitierung besprochen und die Firma Hoeller Electrolyzer GmbH wick auf andere Analysemethoden aus.

AP 3.3: In-situ Qualifizierung PTL-MPL-Verbund

Ziel des Arbeitspaketes:

In AP 3.3 wird der hergestellte PTL/MPL Verbund in-situ charakterisiert. Hierzu wird der PTL/MPL-Verbund unter den gleichen Bedingungen wie im in-situ Materialscreening in AP 2.4 untersucht werden und ein direkter Performanceeinfluss der applizierten MPL herausgearbeitet.

Arbeitsergebnisse:

Der PTL-MPL Verbund wurde mit unterschiedlichen marktverfügbaren CCMs charakterisiert. Die Zellkonfiguration wurde finalisiert und ist Grundlage für das Stackdesign in AP 7.2.

Abbildung 38 zeigt eine Auswahl der Impedanz Spektren aus dem CCM-Screening von vier verschiedenen Herstellern im Vergleich. Der Benchmark in diesem Vergleich sind die schwarzen Graphen (V3). Gemessen wurde bei 20bar und 80 °C für unterschiedliche Stromdichten.

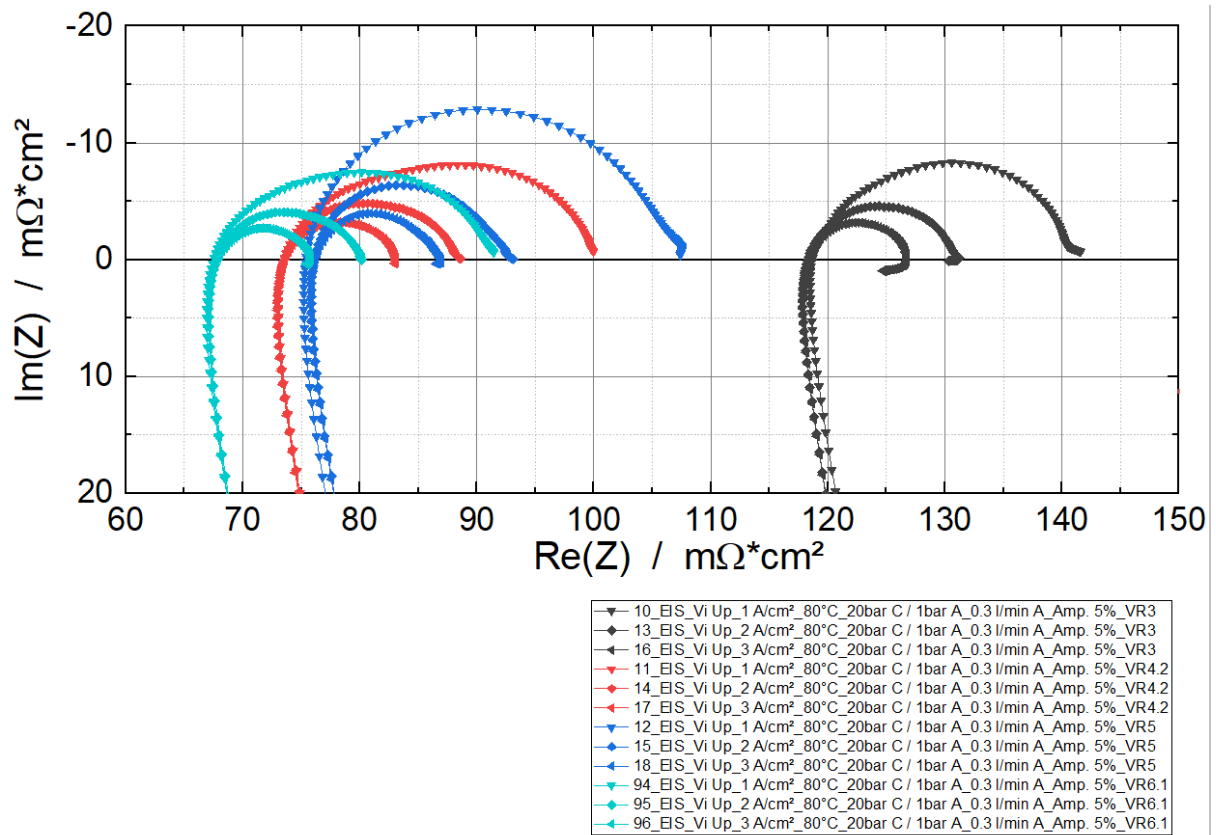


Abbildung 38: Nyquist Plot von Impedanz Spektren für unterschiedliche CCMs VR3-VR6 in einem Strombereich von 1, 2 und 3 A/cm².

AP 4: Hochleistungsbeschichtungen

AP 4.5: Elektrochemische Analyse

Ziel des Arbeitspaketes:

In AP 4.5 werden die in AP 4.2 von Aalberts hergestellten beschichteten Anodenmaterialien elektrochemisch analysiert. Hierfür wird ein Dreielektrodenaufbau verwendet und im Vergleich zum unbeschichteten Grundmaterial die Oxidationsgeschwindigkeit und die damit einhergehende Performancereduktion der beschichteten Materialien über die Zeit gemessen. Zudem werden Leitfähigkeitsanalysen für die in AP 4.3 entwickelten Coatings gegen Kontaktwiderstand durchgeführt.

Arbeitsergebnisse:

In Zusammenarbeit mit der Firma Aalberts und unter Einbeziehung der Literatur wurde ein Testprotokoll für die Charakterisierung der auf Titanträger aufgetragenen Beschichtungen erarbeitet. Das Testprotokoll wurde von der Firma Aalberts bereits in der Vorcharakterisierung von Proben verwendet und wurde im Anschluss zur ausführlicheren Charakterisierung auch am Fraunhofer ISE verwendet. Die Zusammensetzung des Elektrolyten ist so gewählt, dass eine ausreichende Ionenleitung gegeben ist, aber keine für den Betrieb im Elektrolyseur ungewöhnlichen Bedingungen vorliegen. Dies betrifft den pH-Wert und den Einsatz eines Leitsalzes. Die Ionenleitung muss bei katalytisch wirkenden Schichten hoch sein, da hier ein hoher Strom fließt. Ein niedriger pH-Wert ist hierzu grundsätzlich förderlich, solange nicht mit zu sauren Bedingungen unrealistische Transpassivierungsprozesse angeschoben werden. Ein Durchfahren eines Linear-Sweep-Voltammogramms mit niedriger Vorschubrate (≤ 1 mV/s) ermöglichte eine erste Einordnung des Korrosionsverhaltens, musste aber durch chronoamperometrische Messungen (konstante Spannung über längere Zeit, vgl. Abbildung 39) ergänzt werden.

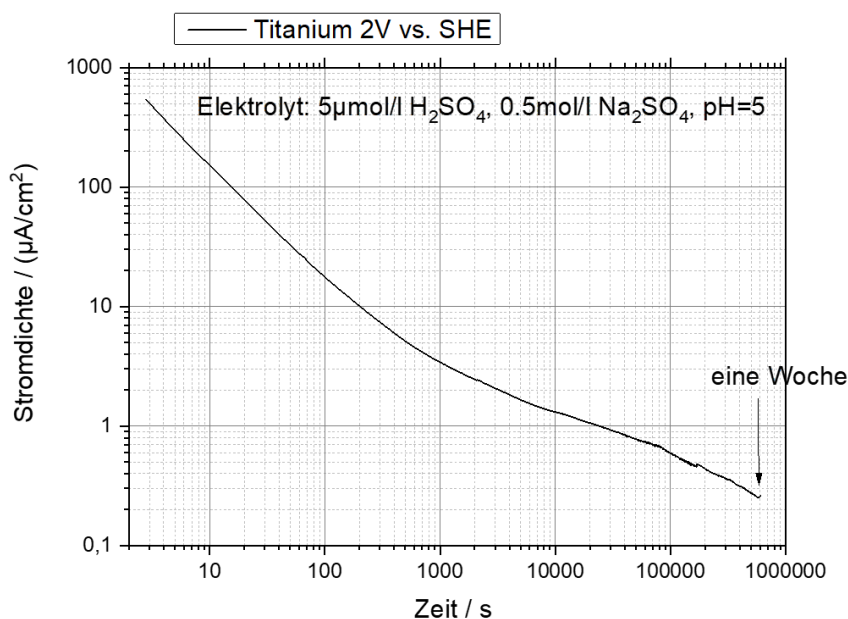


Abbildung 39: Beispiel einer chronoamperometrischen Messung mit 2V vs. SHE an einem unbeschichteten Titan-Blech.

Es wurden Kontaktwiderstände (vgl. Abbildung 41) von sechs PTL-Titanblechen (vgl. Abbildung 42), die zuvor von der Firma Aalberts beschichtet wurden, nach definiertem Testprotokoll bestimmt. Dabei wurden alle Proben beidseitig mit derselben Materialkombination beschichtet, bis auf die Probe N. Hier wurde die eine Seite mit Platin, die andere mit Gold beschichtet. An diesen Proben wurde ein ex-situ Korrosionstest durchgeführt, und der Kontaktwiderstand vor und nach Korrosionstest vermessen. Der Kontaktwiderstand der beschichteten Bleche wurde gegen eine Carbon-GDL gemessen (vgl. Abbildung 40); Anpressdruck 1.4MPa; Fläche 1cm^2 , Strom 1A).

Zur Überprüfung der Vergleichbarkeit wurde sowohl eine GDL von der Firma Aalberts als auch eine GDL, wie sie am Fraunhofer ISE verwendet wird (Sigracet GDL 29BA / SGL Carbon), eingesetzt und die Messdaten verglichen. Die Messwerte vor dem Korrosionstest ergaben höhere Werte für die GDL von Aalberts als bei Sigracet 29BA, nach dem Korrosionstest waren sie vergleichbar. Insgesamt können sie als

vergleichbar angesehen werden. Typische Standardabweichungen der Messungen betragen $0.3\text{m}\Omega\cdot\text{cm}^2$, bis auf J ($40\text{m}\Omega\cdot\text{cm}^2$).

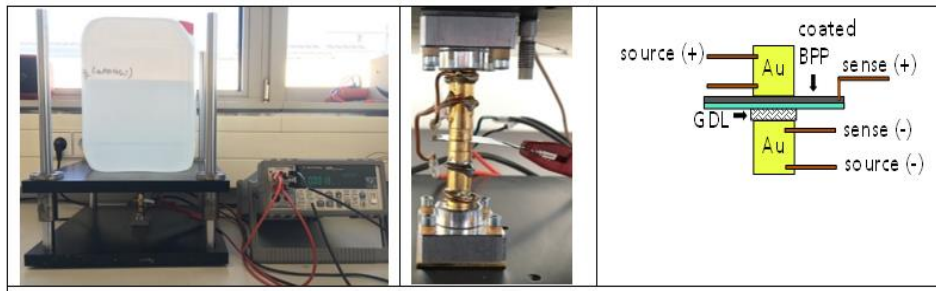


Abbildung 40: Messaufbau zur Bestimmung des Kontaktwiderstands. Links: gesamter Aufbau. Mitte: vergoldete Zylinder mit Titanblech. Rechts: Schema des Messprinzips für die Vierpunktmessung.

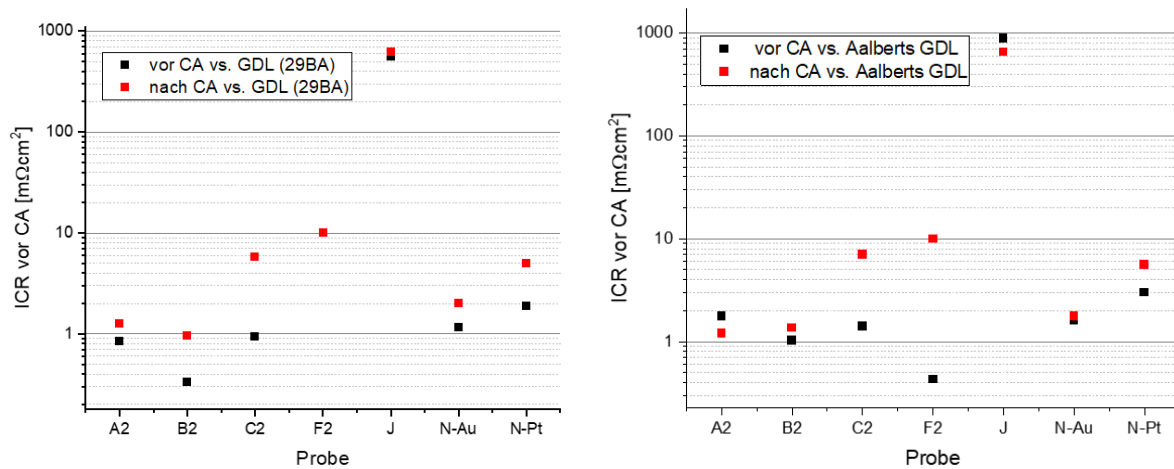


Abbildung 41: Kontaktwiderstand ICR vor und nach Chronoamperometrie für die GDL Sigaret 29BA (links) für die GBL der Firma Aalberts (rechts).

sample	material	Probe am ISE vorhanden, Maße
A2	Ti + Pt	31*67mm
B2	Ti + Pt	35*80mm
C2	Ti + Ir	46*68mm
F2	Ti + Ru	30*80mm
J	Ti + Pt	60*60mm
N	Ti + Pt / Ti + Au	35mm*60mm

Abbildung 42: Vermessene Materialproben

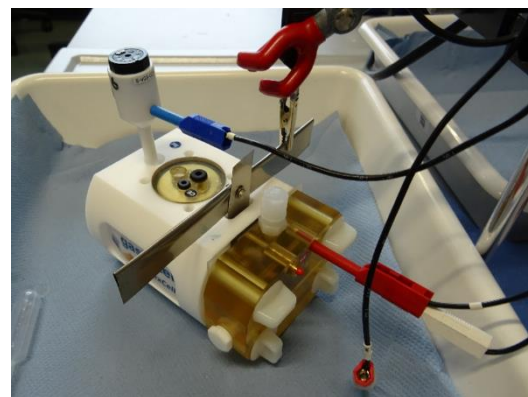


Abbildung 43: verwendete Testzelle für die elektrochemischen Korrosionstests

² Der ICR-Wert von F2, vor CA, ergab sich zu $-0.24\text{m}\Omega\cdot\text{cm}^2$. Negative Werte ergeben sich durch die Korrektur des Bulk-Widerstands der GDL in dieser Messung und sind auf statistische Fehler zurückzuführen. Werte unter $1\text{m}\Omega\cdot\text{cm}^2$ können nicht mehr genau gemessen werden.

2. Ablauf und Ergebnisse des Vorhabens

Abbildung 44 zeigt den Stromverlauf des Korrosionstests unter Verwendung der modifizierten Testzelle „Flexcell“ der Firma Gaskatel (vgl. Abbildung 43). Dabei wird ein Nafionschlauch als Luggin-Kapillare für die Referenzelektrode verwendet. Die Gegenelektrode war ein Pt-beschichtetes Titanblech.

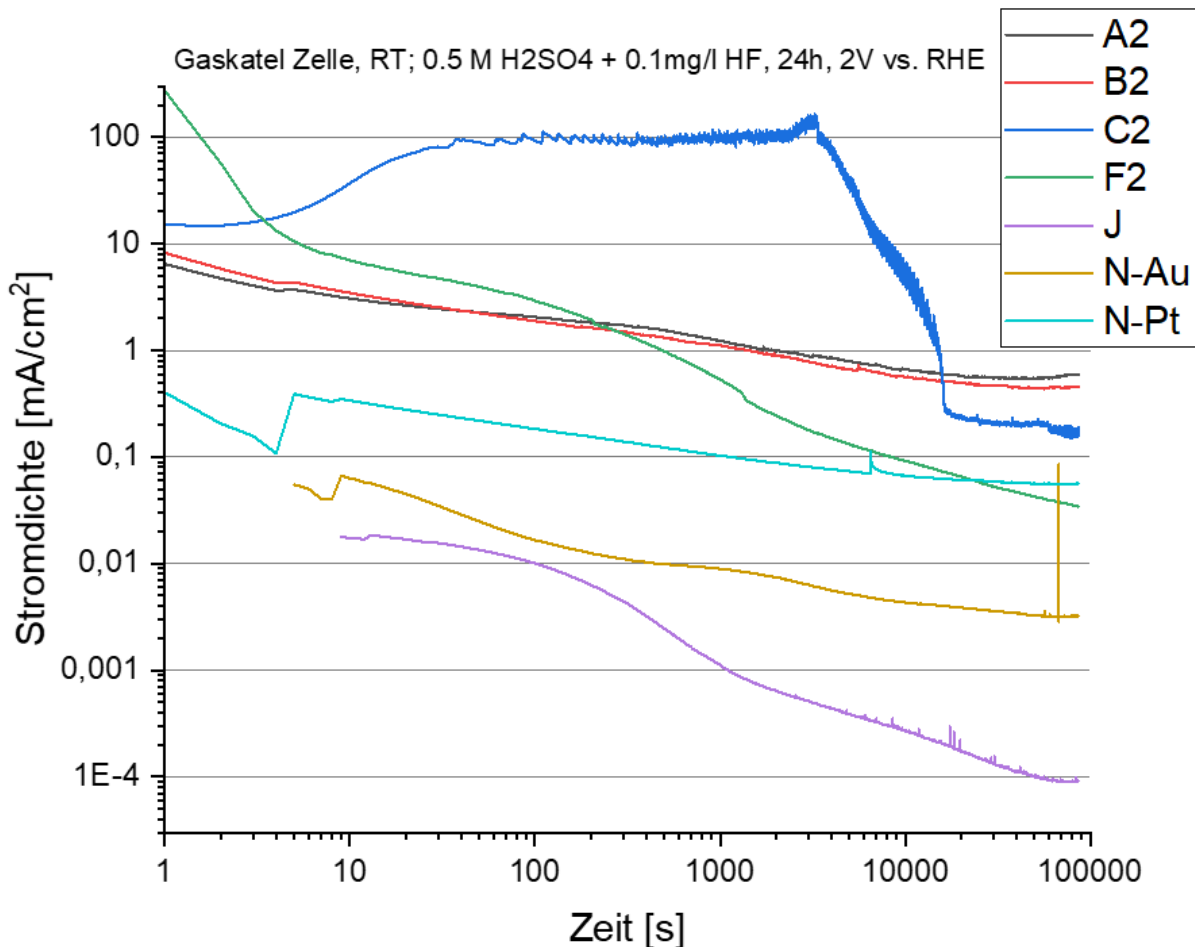


Abbildung 44: Stromverlauf des Korrosionstests (Chronoamperometrie, CA)

Bei den meisten Proben entspricht der Strom einer O₂-Bildung durch Wasserspaltung. Die Platin-Schichten A2, B2 und J zeigen einen ähnlichen Verlauf, wobei N-Pt einen etwa zehnmal geringeren Strom aufweist, d.h. die katalytische Wirksamkeit ist entsprechend geringer. Bei J ist der Strom sehr gering. Auch ist hier der Kontaktwiderstand vor und nach Korrosionstest sehr hoch. Sollte hier tatsächlich eine Platin-Schicht vorliegen, dann hat sie keine Wirksamkeit.

Der abfallende Strom kann mit einer Oxidation der Pt-Oberfläche zusammenhängen, die die katalytischen Eigenschaften beeinträchtigt bzw. einen elektrischen Widerstand bildet, ohne aber einen hohen Kontaktwiderstand auszubilden, vermutlich aufgrund der geringen Schichtdicke des Platinoxids. Bei C2 (Ir) steigt der Strom zunächst an. Dies kann ebenfalls durch eine Oxidation hervorgerufen sein. Zum einen würde man eine Oxidation des Ir bei 2V erwarten, zum anderen weist IrO₂ eine sehr hohe katalytische Leistungsfähigkeit für eine O₂-Bildung auf. Der Abfall nach 3000 Sekunden wäre ein Hinweis auf weitere Veränderungen in der Schicht, die zwar einen Anstieg in dem Kontaktwiderstand bewirken, der sich aber in Grenzen hält.

Die Ru-Schicht (F2) fällt im Strom ab und steigt im ICR-Wert an. Ruthenium löst sich bei 2V auf. Daher ist ein weiterer Anstieg des Kontaktwiderstands für längere Messzeiten zu erwarten. Die Au-Schicht (N-Au) zeigt einen geringen Strom, der auf eine begrenzte katalytische Wirksamkeit zurückgeführt werden kann. Der Kontaktwiderstand bleibt niedrig. Ordnet man die Kontaktwiderstände nach Chronoamperometrie in eine Reihe, dann erhält man: B2 = A2 = N-Au <= N-Pt = C2 <= F2 << J

Mit einem Widerstandslimit von 10mOhm*cm² fallen alle Proben außer J darunter, wobei F2 bei längerer Testdauer vermutlich den 10mOhm*cm² Wert übersteigen wird. J fällt aus der Reihe.

AP 7: Evaluation Stackhardware

AP 7.1: Anpassung Test-Hardware

Ziel des Arbeitspaketes:

Um den Short-Stack und den Full-Stack vermessen zu können, müssen zunächst die zugehörigen Stackmeßstände an die zu messenden Druck und Temperaturbereiche angepaßt sowie der sichere Anschluß des Stacks an den Teststand sichergestellt werden.

Arbeitsergebnisse:

Nach mehreren Abstimmungsmeetings zwischen dem Fraunhofer ISE und dem Projektpartner Hoeller Electrolyzer GmbH wurde das final besprochene Messprotokoll als automatisiertes Protokoll mit der Teststandssoftware programmiert. Das Protokoll umfasst eine Laufzeit von 2000h und beinhaltet die Charakterisierung des schon bereits konditionierten Stacks der Firma Hoeller Electrolyzer GmbH (Performancetests, Degradations- bzw. Stresstests).

Aufgrund der sehr spezifischen Anforderungen des Stacks mussten am bereits vorhanden Teststandsystem einige verfahrens- und softwaretechnische Änderungen vorgenommen werden.

Die LabView-Software zum Bedienen des Teststandes wurde angepasst, da während des Betriebs zu jeder Zeit gewährleistet sein musste, dass die Kathodenseite mit keinem geringeren Druck als die Anodenseite beaufschlagt wird. Darüber hinaus musste für die geringen Leitfähigkeitsanforderungen des DI-Wassers neue Ionentauscherkartuschen integriert werden und das gesamte Teststandsystem auf 50 bar Gasdruck abgedrückt werden. Aus sicherheitstechnischer Sicht war es bei dem geplanten Stack notwendig Isolationswächter im Teststand zu integrieren. Für den elektrischen und fluidischen Anschluss des Stacks wurden sowohl Stahlflexschläuche und Kupferleitungen mit entsprechenden Stromanschlüssen vorgefertigt und auf Funktionalität getestet.

AP 7.2: Langzeitcharakterisierung Short-Stack

Ziel des Arbeitspaketes:

In AP 7.2 wird die Performance des Short-Stack über Langzeitmessungen analysiert. Hierzu gehören das Break-in, kurze Qualifizierungsmessungen bei unterschiedlichen Betriebsfenstern sowie Strom-Spannungskurven über einen Zeitraum von mehreren tausend Stunden.

Arbeitsergebnisse:

Es wurde durch die Firma Hoeller Electrolyzer GmbH kein Versuchs Stack geliefert, der charakterisiert werden konnte.

2.1 Wichtigste Positionen des zahlenmäßigen Nachweises

Die Kosten für die Bearbeitung des Vorhabens überstiegen geringfügig die vorkalkulierten Kosten. Wesentlicher Kostenpunkt waren die Personalkosten, die gegenüber der Vorkalkulation ca. 5% höher ausfielen. Die höheren Personalkosten konnten durch geringer Material-, Reise-, Investitions- und Sonstige Sachkosten ausgeglichen werden. Die Materialkosten fielen ca. 5% geringer aus. Die Reisekosten fielen ca. 88% geringer aus. Die Investitionskosten fielen ca. 12% geringer aus. Die Sonstige Sachkosten fielen ca. 62% geringer aus.

2.3 Notwendigkeit der Arbeit

Testzellen und -systeme, sowie geeignete Methoden für die Charakterisierung von CCMs und PTL/MPLs, im Besonderen für den erweiterten Betriebsbereich für die PEM-Elektrolyse gelten nach wie vor als Voraussetzung für die Weiterentwicklung von Komponenten und Stacks und sind daher unabdingbar für die Weiterentwicklung von Elektrolyseuren.

Das Projekt hat sich die Entwicklung einer PEM-Elektrolysezelle zum Ziel gesetzt, die bei Betriebstemperaturen über 80 °C betrieben werden kann, wobei eine optimale Weiterentwicklung angestrebt wurde, um eine Betriebstemperatur von bis zu 120 °C zu erreichen. Ein minimaler Druck von 30 bar wurde angestrebt. Die Konzeption, Auslegung und Fertigung der PEM-Elektrolysezelle wurden für Temperaturen bis 120°C und Drücken bis 50bar durchgeführt. Aufgrund der Verzögerungen beim Aufbau des Teststandes, der damit verbundenen technischen Einschränkung des Teststandes und die Nichtverfügbarkeit von MEAs für den Temperaturbereich >80°C konnte der Auslegungsfall der PEM-Elektrolysezelle nicht getestet werden. Es konnte ein stabiler und sicherer Betrieb bei 80°C und 40 bar nachgewiesen werden.

Im Rahmen des Projektes wurde ein Teststand entwickelt und aufgebaut, der bei Temperaturen von 120°C und 50 bar betrieben werden kann. Der Teststand wurde vollständig automatisiert und in Betrieb genommen. Der PEM-Betrieb wurde aus bereits genannten Gründen bei 80°C und 40 bar nachgewiesen. Zudem wurden im Projektverlauf umfangreiche ex-situ Materialscreenings zu PTLs und CCMs durchgeführt. Zunächst wurden für PTLs mittels Kraft-Weg-Charakterisierung die Materialdicken im nicht verpressten und verpressten Zustand erhoben und das mechanische Verhalten unter Last untersucht. Es wurden Kraft-Weg-Kurven für Anoden- und Kathodenmaterialien der Firma Hoeller Electrolyzer GmbH und marktübliche Materialien vermessen. Diese Untersuchungen waren relevant, um die mechanischen Eigenschaften der Materialien zu ermitteln, die für die Assemblierung der Testzelle und bei der Stack Auslegung und Montage durch die Firma Hoeller Electrolyzer GmbH relevant waren.

Durch eine hydraulische ex-situ Charakterisierung der PTLs konnten Erkenntnisse über die fluidische Durchströmbarkeit gewonnen werden. Der Schwerpunkt lag durch die Vorgabe von Hoeller Electrolyzer GmbH auf einer horizontalen Durchströmung mit Stickstoff.

Die elektrische in-plane Leitfähigkeitsmessung der Katalysatorschichten einer CCM wurde gemeinsam mit der Firma Hoeller Electrolyzer GmbH, sowie mit CCM-Herstellern als aussichtsreiche Charakterisierungsmethode für CCMs identifiziert. Ein bereits bestehender Teststand zur Leitfähigkeitseinrichtung für Brennstoffzellen GDLs wurde auf die Anforderungen der PEM-Elektrolyse Membranen angepasst. Die Messmethodik wurde weiterentwickelt. Es konnten erfolgreich reproduzierbar Schichtwiderstände von 12 verschiedenen CCMs bestimmt werden. Der Schichtwiderstand stellt einen interessanten Parameter zur Beschreibung einer CCM dar, der einfach und kostengünstig ex-situ gemessen werden kann.

Es folgten umfangreiche in-situ Materialscreenings zu PTLs und CCMs mit unterschiedlichen Fragestellungen. Mit der entwickelten Testzelle wurden in-situ Messungen in einem breiten Temperatur- (bis 80°C) und Druckbereich (bis 50 bar) durchgeführt. Die durch die Firma Hoeller Electrolyzer GmbH bereitgestellten Schichtaufbauten wurden in-situ untersucht und Polarisationskurven vermessen. Die Messungen (mit kommerziellen CCMs) zeigen eine gute Performance und zudem eine hohe Reproduzierbarkeit. Sowohl die Temperaturwechsel als auch die H₂-Druckwechsel resultieren in stabilen Kennlinien, was auf eine gute Auswahl der verwendeten Titankomponenten hinweist. Die PTL-Materialkombination auf der Anodenseite wurden durch die Firma Hoeller Electrolyzer GmbH auf Grundlage der ex-situ Ergebnisse ausgewählt und die BBP wurde auf diese Materialkombination ausgelegt. Es konnten erfolgreich 21 verschiedene Kathoden-PTL Variationen vermessen werden. Diese Ergebnisse wurde ausführlich ausgewertet und mit dem Projektpartner Hoeller Electrolyzer GmbH besprochen. Es wurde eine Charakterisierung von CCMs verschiedener kommerzieller Hersteller durchgeführt. Diese unterschieden sich in ihrem Membranmaterial, Membrandicke, Katalysatorsystem, Edelmetallbeladung auf Anode und Kathode, sowie deren Verfügbarkeit und Preis. Es wurde eine 4cm²-

Testzelle des Fraunhofer ISE mit vergoldeten Flowfield-Titankörpern für Anode und Kathode verwendet. Als PTLs wurden für alle Versuche mit der 4cm²-Zelle auf beiden Seiten 250µm Titanvliese mit 200 nm Platinbeschichtung verwendet. Ein Messprotokoll wurde entwickelt, um die am besten geeigneten CCMs zu identifizieren. In Absprache mit dem Projektpartner Hoeller Electrolyzer GmbH konnten anhand der Performance, Druckstabilität, Gas-Crossover und weiterer Parameter eine geeignete CCM-Auswahl getroffen werden. Es konnte erfolgreich der PTL-MPL Verbund mit unterschiedlichen marktverfügbaren CCMs charakterisiert werden. Gemessen wurde bei 20bar und 80 °C für unterschiedliche Stromdichten. Die Zellkonfiguration wurde finalisiert und war Grundlage für das Stack Design. Es wurden vor und nach einem Korrosionstest, jeweils Kontaktwiderstände von sechs PTL-Titanblechen, die zuvor von der Firma Aalberts beschichtet wurden, nach definiertem Testprotokoll bestimmt.

2.4 Verwertbarkeit der Ergebnisse

Testzellen und -systeme, sowie geeignete Methoden für die Charakterisierung von CCMs und PTL/MPLs, im Besonderen für den erweiterten Betriebsbereich für die PEM-Elektrolyse gelten nach wie vor als Voraussetzung für die Weiterentwicklung von Komponenten und Stacks und sind daher unabdingbar für die Weiterentwicklung von Elektrolyseuren.

Die entwickelte PEM-Elektrolyse Testzelle konnte für unterschiedliche CCMs und PTLs stabil und sicher bei 80°C und 40 bar betrieben werden. Die Nachfrage aus der Industrie für diesen Betriebsbereich ist hoch und weiter anhaltend. Aufgrund der hohen Nachfrage konnte die PEM-Elektrolyse Testzelle bereits in mehreren Folgeaufträgen durch Industriekunden verwertet werden.

Der entwickelte PEM-Elektrolyse Teststand wurde vollständig in Betrieb genommen und ist einsatzbereit. Aufgrund der nicht gegebenen Verfügbarkeit von CCMs für den Betriebsbereich bis 120°C ist die Nachfrage eingeschränkt. Der Teststand bietet die technische Voraussetzung, elektrochemische in-situ Charakterisierungen für den erweiterten Temperatur- (80 bis 120°C) und Druckbereich (bis 50bar) durchzuführen.

Die Entwicklung der Messmethodik und Messeinrichtung für die Ermittlung von Schichtwiderständen von CCMs war erfolgreich und ist ein wertvolles Werkzeug zur Charakterisierung von CCMs.

Die umfangreich durchgeführten in-situ Materialscreenings zu PTLs und CCMs mit unterschiedlichen Fragestellungen führten zu einem hohen Kompetenzzuwachs im Bereich der Komponentencharakteristiken und einer Weiterentwicklung der Messmethodik. Beide Bereiche sind Voraussetzung für die Weiterentwicklung von Komponenten und Stacks und sind daher unabdingbar für die Weiterentwicklung von Elektrolyseuren. Die entwickelte in-situ Charakterisierungsmethoden dienen in laufenden und nachfolgenden Projekten als Grundlage für weitere Untersuchungen.

2.5 Relevante Ergebnisse von dritter Seite

Die wissenschaftlich-technische Situation zur Verfügbarkeit von Testzellen und Testsystemen für den erweiterten Temperatur- und Druckbereich wurde durch Beobachtung wissenschaftlicher Publikationen regelmäßig betrachtet. Während der Projektlaufzeit sind jedoch keine veröffentlichten Arbeiten dazu bekannt geworden. Für das Projekt relevante Fortschritte von anderen Stellen wurden, soweit möglich, bei der Ausführung des Projektes berücksichtigt.

2.6 Erfolgte oder geplante Veröffentlichungen

Im Rahmen des Projektes wurden keine Publikationen veröffentlicht.

3. Anlagen

3.1 Erfolgskontrollbericht

3.2 Berichtsblatt

Literatur

- [1] Bundesministerium für Umwelt, Naturschutz und nukleare Sicherheit, *Klimaschutz in Zahlen. Fakten, Trends und Impulse deutscher Klimapolitik*. Bundesministerium für Umwelt, Naturschutz und Nukleare Sicherheit (BMU).