

Linda Ney, Kläre Christmann, Patrick Schneider, Neethu Philip Thombra,  
Richard Lohmann, Thomas Jungmann, Rajveer Singh, Dr. Nada Zamel,  
Mario Zedda, Dr. Matthias Klingele, Dr. Roman Keding, Ulf Groos

HyFab-Baden-Württemberg: Forschungsfabrik  
für Wasserstoff und Brennstoffzellen



**Baden-Württemberg**

MINISTERIUM FÜR UMWELT, KLIMA UND ENERGIEWIRTSCHAFT



FRAUNHOFER-INSTITUT FÜR SOLARE ENERGIESYSTEME, ISE

**ABSCHLUSSBERICHT  
HYFAB-BADEN-WÜRTTEMBERG,  
FORSCHUNGSFABRIK FÜR WASSERSTOFF  
UND BRENNSTOFFZELLEN**

Berichtszeitraum: 11.11.2019 – 30.06.2023

# **FORSCHUNGSFABRIK FÜR WASSERSTOFF UND BRENNSTOFFZELLEN**

## Wesentliche Ergebnisse aus dem Berichtszeitraum

**Linda Ney, Kläre Christmann, Patrick Schneider, Neethu Philip Thombra, Richard Lohmann, Thomas Jungmann, Rajveer Singh, Dr. Nada Zamel, Mario Zedda, Dr. Matthias Klingele, Dr. Roman Keding, Ulf Groos**

Fraunhofer-Institut für Solare Energiesysteme ISE

Heidenhofstraße 2  
79110 Freiburg

E-Mail: [linda.ney@ise.fraunhofer.de](mailto:linda.ney@ise.fraunhofer.de)

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

Datum: 20.02.2024

Projektpartner: Zentrum für Sonnenenergie- und Wasserstoff-Forschung (ZSW)

Das Projekt wurde gefördert durch das Land Baden-Württemberg, Ministerium für Umwelt, Klima und Energiewirtschaft im Zeitraum vom 11.11.2019 - 30.06.2023 unter dem Förderkennzeichen L75 23109.

# Inhalt

<b>1</b>	<b>Definition der Qualitätsparameter (Q1)</b> .....	<b>4</b>
<b>2</b>	<b>Neue Analytik und Qualitätssicherungsverfahren (Q2 &amp; Q3)</b> .....	<b>5</b>
2.1	Ex-situ Messtechnik.....	5
2.1.1	Material- und Tinten-Analytik.....	5
2.1.2	Analytik für die Katalysatorschicht, CCM, GDL und MEA .....	6
2.2	In-situ Messtechnik .....	9
<b>3</b>	<b>Unterstützung Normung und Standardisierung (Q4)</b> .....	<b>13</b>
<b>4</b>	<b>Herstellungsverfahren für CCMs (H1)</b> .....	<b>14</b>
4.1	Anforderungen an die Prozesstechnologien .....	14
4.2	Identifikation geeigneter Prozesstechnologien.....	14
4.3	Aufbau des Labors „HyFab“ zur CCM-Herstellung am Fraunhofer ISE .....	16
4.3.1	Geräte zur Tintenherstellung.....	17
4.3.2	Geräte zur Beschichtung, Trocknung und Transfer .....	18
4.3.3	Erstellung einer Datenbank für Produkt und Prozessparameter.....	20
4.4	Studien zur Produktionsforschung an CCMs .....	20
4.4.1	Untersuchung der Tintenalterung.....	20
4.4.2	Einfluss der Ausgangsmaterialien auf die Rheologie der Tinte.....	23
4.4.3	Optimierung des Siebdruckverfahrens.....	25
4.4.4	Skalierung der aktiven Fläche auf Vollformat (Generischer Stack) .....	27
4.4.5	Untersuchung des Decal-Transferverfahrens.....	29
4.5	Maschinelles Lernen: CCM-Materialstruktur und Betriebsverhalten .....	32
<b>5</b>	<b>GDL-Verarbeitung und Analyse (H2)</b> .....	<b>36</b>
5.1	Messvorrichtung zur Bestimmung der Leitfähigkeit von GDLs .....	36
5.2	Wirkzusammenhänge von GDL-Materialstruktur und Betriebsverhalten .....	37
<b>6</b>	<b>Schulungen zu Fertigungs- und QS-Themen (T2)</b> .....	<b>41</b>
6.1	Workshops.....	41
6.2	Veröffentlichungen .....	41
6.3	Konferenzen .....	41
6.4	Preise .....	43

## 1 Definition der Qualitätsparameter (Q1)

Es wurde frühzeitig entschieden, dass sinnvollerweise eine Abstimmung mit den führenden internationalen WissenschaftlerInnen und der global führenden Industrie erfolgt. Hierzu wurde, aufbauend auf internationalen Workshops des Fraunhofer ISE zusammen mit dem National Research Council Canada (NRC) sowie dem VDMA im September 2018 am Fraunhofer ISE, im Mai 2019 in Vancouver, im Juni 2019 am ZBT, im September 2019 am Fraunhofer ISE und im Januar 2020 am ZBT, ein sog. „*book of attributes*“ erarbeitet. Darin werden auf über 100 Seiten die strukturellen Eigenschaften der Komponenten einer Einzelzelle beschrieben sowie etablierte Messverfahren zur Bestimmung dieser Eigenschaften. Hauptautoren sind Xiao-Zi Yuan (NRC, Kanada) und Dr. Nada Zamel (Fraunhofer ISE). Mitautoren sind Christine Nayoze (CEA, Frankreich), Nima Shaigan (NRC, Kanada), David Fischer (ElringKlinger), Nana Zhao (NRC, Kanada), Pawel Gazdzicki (DLR), Michael Ulsh (NREL, USA), Ulf Groos (Fraunhofer ISE), Francois Girard (NRC, Kanada).

Dieses *book of attributes* wurde von Science Direct veröffentlicht:

<https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2021.229540>

Damit steht der Fachöffentlichkeit und der Industrie ein umfassendes Nachschlagewerk zur Komponentenanalytik zur Verfügung.

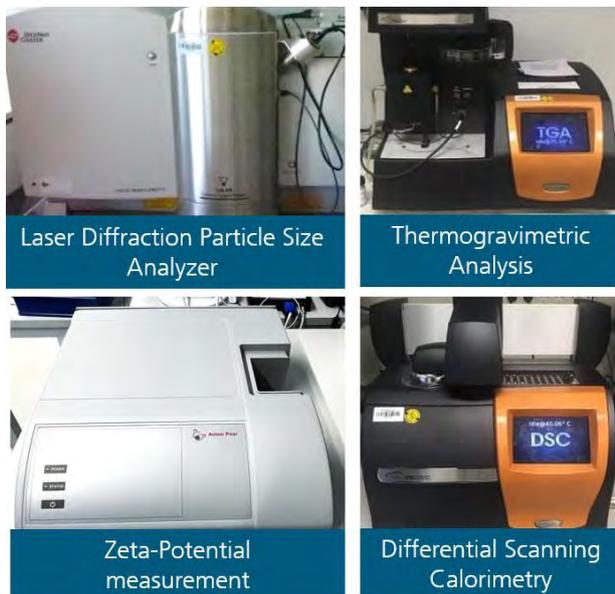
## 2

# Neue Analytik und Qualitätssicherungsverfahren (Q2 & Q3)

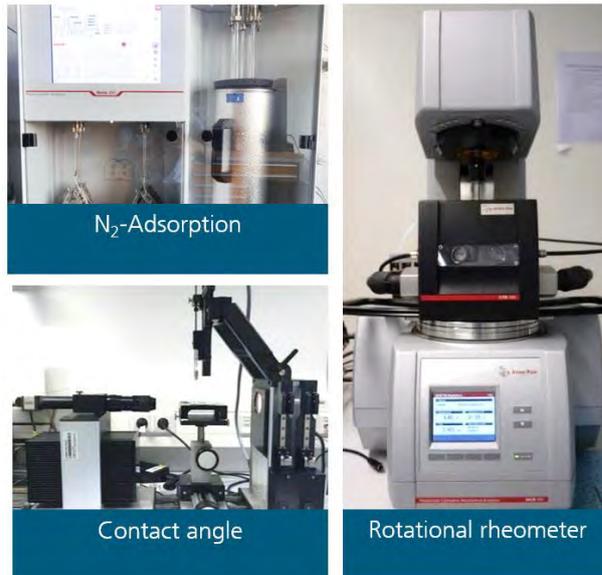
## 2.1 Ex-situ Messtechnik

### 2.1.1 Material- und Tinten-Analytik

Die Hauptbestandteile der hergestellten Pasten sind das Katalysatorpulver, die Ionomer-Dispersion und verschiedene Lösungsmittel. Zur Verbesserung des Verständnisses der Mikrostruktur der Katalysatorschicht ist es wichtig, die Materialeigenschaften der Einzelkomponenten zu charakterisieren, sowie deren Interaktionen innerhalb einer Suspension. Das verwendete Platin-Kohlenstoffpulver kann je nach Hersteller und Fertigungsbedingungen unterschiedliche Eigenschaften wie Porosität, Partikelgröße, Platin-Anteil, Dichte, elektr. Leitfähigkeit und Korrosionsbeständigkeit aufweisen. Dafür sind bereits die in Abb. 2.1 erkennbaren Geräte in Verwendung. Durch Laserbeugung können Partikelgrößenverteilungen in Flüssigkeiten bestimmt werden. Die Stickstoffadsorptionsmessung dient der Bestimmung der spezifischen Oberfläche von Katalysatorpulvern (Porengrößenverteilung). Über die thermogravimetrische Analyse (TGA) lassen sich sowohl Platinbeladungen überprüfen als auch das Ausdampfverhalten von Lösemitteln untersuchen. Die Differenz-Kalorimetrie (DSC) erhitzt ebenfalls ein definiertes Probenvolumen, wobei hier Membranen und Ionomere auf ihre Temperaturstabilität untersucht werden können. Mit Hilfe des Kontaktwinkelmessgeräts lassen sich unterschiedliche Substrate auf ihre Oberflächenenergie und Lösemittelgemische auf ihre Oberflächenspannung untersuchen. Diese spielen besonders im Druckprozess bei der Benetzung der Paste auf dem Substrat eine entscheidende Rolle. Durch das Rotationsrheometer wird die Rheologie und damit Mikrostruktur der Paste in Abhängigkeit der Materialparameter der Pasten-Einzelbestandteile untersucht.



**Abb. 2.1** Verschiedene Analytik-Geräte, welche am Fraunhofer ISE in HyFab-BW eingesetzt werden.



### 2.1.2 Analytik für die Katalysatorschicht, CCM, GDL und MEA

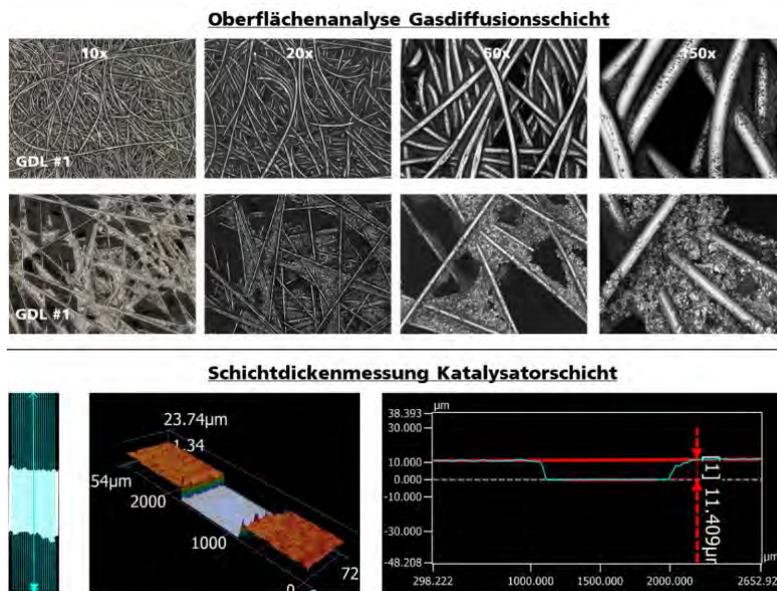
Im Rahmen des Projekts wird verschiedenste Analytik eingesetzt, die eine ausführliche ex-situ Charakterisierung einzelner Komponenten wie Membran, Elektrode oder Gasdiffusionschicht ermöglicht. Zur Oberflächenanalyse kommt hierzu sowohl ein konfokales Laserscanning-Mikroskop sowie ein optisches 3D Profilometer zum Einsatz. Ersteres arbeitet mit einem fokussierten konfokalen Laser, der die Abbildung von Oberflächenstrukturen bis in den Nanometer-Bereich ermöglicht. Diese Analytik soll vorwiegend zur detaillierten Betrachtung von Oberflächen im kleinen Maßstab dienen, sowie der Detektion und näheren Betrachtung von möglichen Defekten. Weiterhin eignet sich die Methodik sehr gut zur schnellen und einfachen Schichtdickenbestimmung von teiltransparenten Membranen. Weiterhin können zum Beispiel Beschichtungen auf Kohlefasern in Gasdiffusionslagen näher untersucht und bewertet werden.



**Abb. 2.2** Verschiedene Analytik-Geräte, welche am Fraunhofer ISE in HYFAB-BW eingesetzt werden (in grün markierte Geräte wurden in diesem Projekt beschafft bzw. entwickelt)

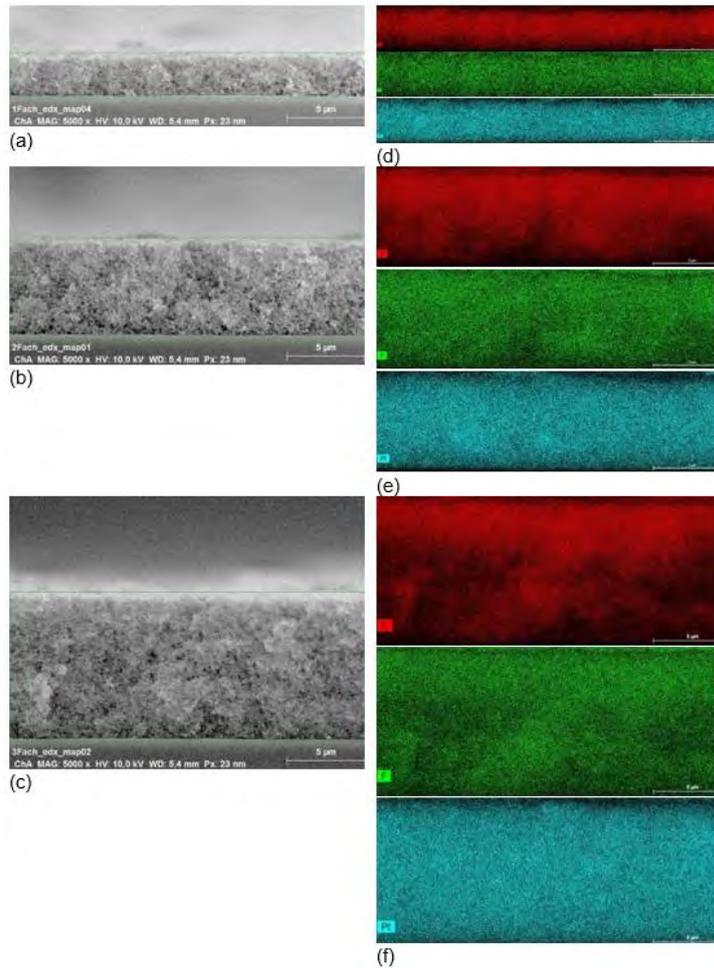
Das 3D Profilometer hingegen dient der schnellen und großflächigen Charakterisierung von Oberflächen. Hiermit kann die Oberfläche größerer, produzierter Flächen hinsichtlich möglicher Defekte, sowie ihrer allgemeinen Güte untersucht und validiert werden.

Die Messgenauigkeit liegt zwar deutlich unter der des konfokalen Laserscanning-Mikroskops, dafür können aber große Flächen in wenigen Sekunden vollständig erfasst und prozessiert werden.

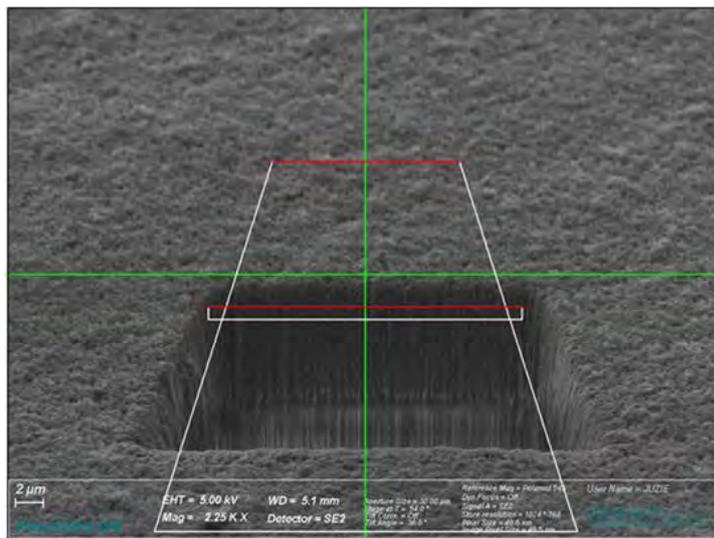


**Abb. 2.3** Oberflächenanalyse zwei verschiedener GDL-Typen (oben) und Schichtdickenmessung von Katalysatorschichten mittels konfokaler Laserscanning Mikroskopie (unten)

Neben der Oberflächencharakterisierung von Katalysatorschichten ist weiterhin dessen Materialzusammensetzung, insbesondere die flächige Beladung und Verteilung von Platin und Ionomer von Interesse. Zur Bestimmung dieser kommt ein Gerät zur Elementbestimmung mittels Mikro-Röntgenfluoreszenzanalyse ( $\mu$ XRF) zum Einsatz. Des Weiteren wird für Mikrostrukturanalyse im Mikrometer bis Nanometer-Bereich ein Rasterelektronenmikroskop (FIB-SEM) verwendet. Mit Hilfe der REM-Aufnahmen wird das Verständnis für die eingesetzten Druckprozesse und ihre Effekte auf die Schichtstruktur geschaffen. Je nach Beschichtungsprozess werden einzelne Katalysatorschichten aufeinander gedruckt. Daher ist es wichtig, die Interaktion zwischen den einzelnen Katalysatorschichten zu verstehen und wie diese Druckprozesse die Grenzschichten beeinflussen. Deswegen wurden REM-Aufnahmen von drei (mittels Siebdruck) aufeinander gedruckten Katalysatorschichten gemacht und analysiert.



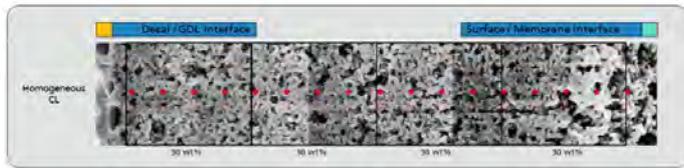
**Abb. 2.4 REM-/EDX-Aufnahmen von drei aufeinander siebgedruckten Katalysatorschichten des Fraunhofer ISE. Der Ionomergehalt beträgt jeweils 30 wt%, die Pt-Beladung 0,08 mg/cm<sup>2</sup> für eine Schicht (a), 0,180 mg/cm<sup>2</sup> für zwei Schichten und 0,271 mg/cm<sup>2</sup> für drei Schichten (c). In der rechten Spalte wird jeweils die Elementverteilung aus den korrespondierenden EDX-Aufnahmen gezeigt mit Kohlenstoff (rot), Fluor (grün) und Platin (türkis).**



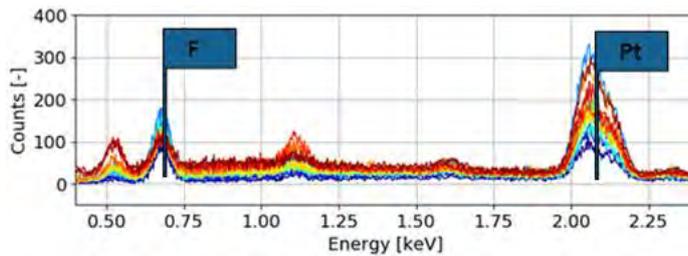
**Abb. 2.5 Segmentierung der Katalysatorschichten im FIB-SEM**

Mit Hilfe von Energy Dispersive X-Ray-Auswertungen (EDX) wird die Elementzusammensetzung in den Katalysatorschichten erfasst (Abb. 2.6) Das Pt/F-Verhältnis in der Katalysatorschicht mit Ionomer-Gradienten zeigt die erwartete Abnahme von GDL hin zur Membran. In der homogenen, mit Mehrfachdruck erzeugten Katalysatorschicht wurden kleine Veränderungen festgestellt, die sich durch den Lösemiteleintrag einer

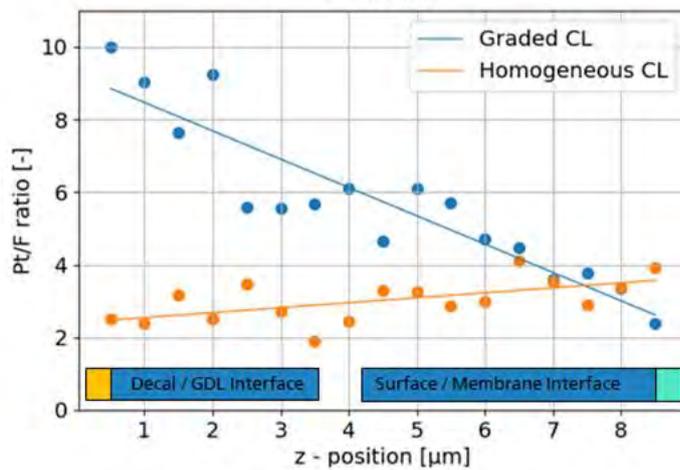
frisch gedruckten Schicht in die untere, bereits getrocknete Schicht erklären lassen könnten.



**Abb. 2.6 2D-Wiedergabe der mit FIB-SEM ausgewerteten Orte über die Höhe der Katalysatorschicht**



**Abb. 2.7 EDX-Analyse einer Katalysatorschicht mit Ionomer-Gradient (blau) sowie einer homogenen Katalysatorschicht (orange) hinsichtlich des Pt/F-Verhältnisses.**



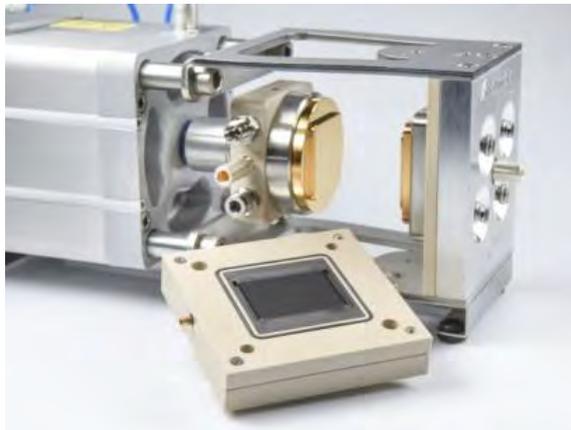
## 2.2 In-situ Messtechnik

Zu Projektbeginn wurden am Fraunhofer ISE entwickelte Teststände in Betrieb genommen (Abb. 2.8). Das Teststandskonzept erlaubt einen Druckbetrieb, eine zuverlässige und dynamische Befeuchtung von Anoden- und Kathodengas und einen weiten Durchflussbereich für geringe bis hohe Stromdichten. Es werden die elektro-chemischen Charakterisierungsmethoden Polarisationskennlinien, elektrochemische Impedanzspektroskopie (EIS), Zyklovoltammetrie (CV), Linear Sweep Voltammetrie (LSV) und Grenzstromdichtemessungen ( $i_{Lim}$ ) sowie inzwischen auch CO-Stripping und CO-Displacement eingesetzt.



**Abb. 2.8 Einzelzell-  
Teststand des Fraun-  
hofer ISE**

Zur Komponenten-Charakterisierung wird eine vom Fraunhofer ISE in Abstimmung mit baltic Fuel Cells GmbH entwickelte differenzielle Testzelle eingesetzt (Abb. 2.9). Der Vorteil ist, dass die Entwicklung dem Stand der Wissenschaft entspricht und gleichzeitig die optimale Handhabung des balticQuickConnect-Systems erreicht wird. baltic bietet die Testzelle „high Amp“ der Fachöffentlichkeit an.



**Abb. 2.9 Testzelle des  
Fraunhofer ISE. Gemein-  
schaftsentwicklung mit  
balticFuelCells**

Das Charakterisierungsprotokoll zielt darauf ab, das Verhalten der hergestellten CCMs hinsichtlich der Wirkzusammenhänge zwischen Materialstruktur und Betriebsverhalten zu verstehen. Es werden vollständige Polarisationskennlinien aufgenommen und zusätzlich in jedem Lastpunkt die Impedanz gemessen. Diese Charakterisierung wird zu Testbeginn (Begin of Test, BoT) und nach Abschluss des Tests (End of Test, EoT) durchgeführt, wobei eine Schnellalterung stattfindet, um das Alterungsverhalten aufzunehmen (Tab. 1).

## Testprotokoll-Abschnitt

-----  
 Neue Analytik und  
 Qualitätssicherungsverfahren  
 (Q2 & Q3)  
 -----

Break-In, Zell-Konditionierung	<b>1h Steady State</b> 1.5 A/cm <sup>2</sup> <b>4h Cycles</b> OCV/0.6/0.4V (10s/60s/60s)
Begin-of-Test Charakterisierung	Polarization Curves (wet, dry), Cyclic Voltammetry, Linear Sweep Voltammetry, Impedance Spectroscopy, Limiting Current Measurement
Beschleunigte Katalysator-Degradation	<b>30000 Rect. Cycles</b> 0.6 – 1.0 V (1s/1s), H <sub>2</sub> /N <sub>2</sub> T = 90°C, RH = 100%
Zyklische Voltammetrie (CV)	1x
Beschleunigte Support-Degradation	<b>2h Steady State – 1.3 V</b> H <sub>2</sub> /N <sub>2</sub> T = 80°C, RH = 100%
End-of-Test Charakterisierung	

**Tab. 1 Charakterisierungsprotokoll des Fraunhofer ISE zur Untersuchung der Katalysatorschichten hinsichtlich ihres Betriebsverhaltens (in-situ)**

Auch MEAs im Vollformat sollen getestet werden, um lokale Effekte in einem realen Zellstapel zu charakterisieren. Dazu wurden zwei 10 kW-Teststände der Firma MS2 aus Baden-Württemberg beschafft und in Betrieb genommen

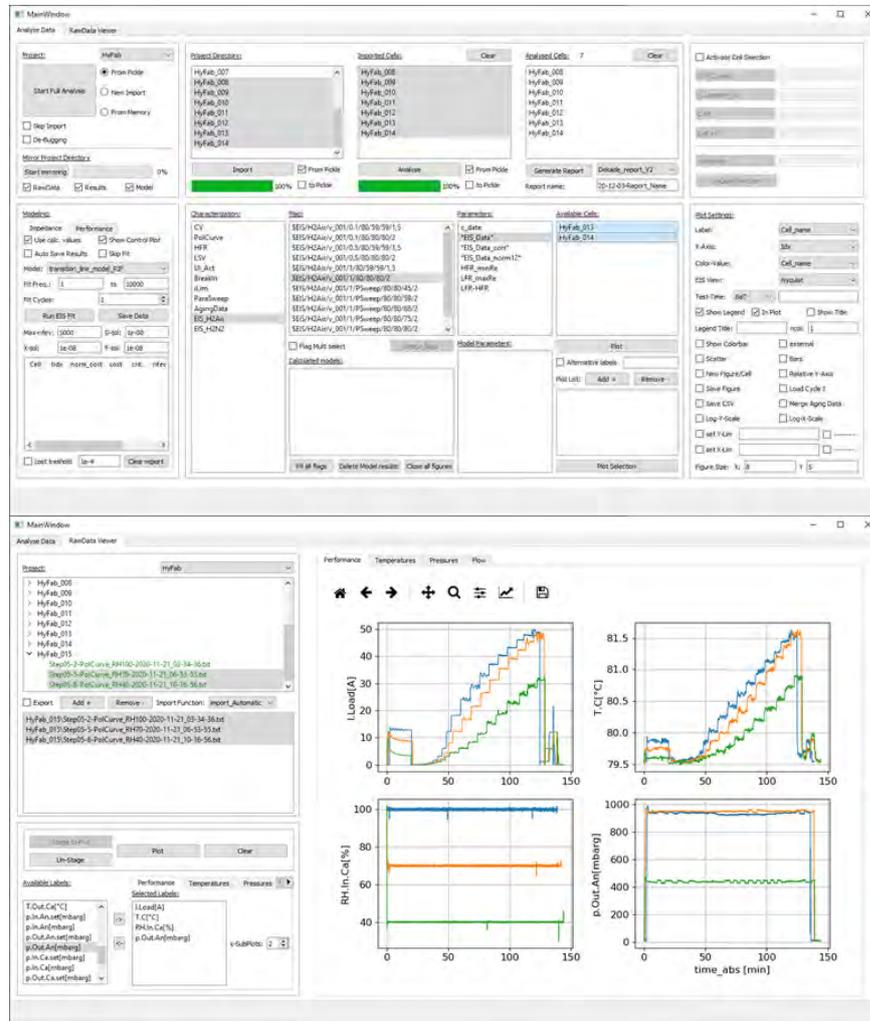


**Abb. 2.10 : Kurzstapel-Teststand des Fraunhofer ISE. Ein zweiter Teststand steht unmittelbar neben dem gezeigten.**

Da bei der in-situ-Charakterisierung der gefertigten Membran-Elektroden-Einheiten eine Vielzahl unterschiedlicher elektrochemischer Analyse-Methoden zum Einsatz kommt (z.B. Impedanz, Cyclovoltammetrie, Linear Sweep Voltammetrie, Grenzstromdichtemessungen, CO-Stripping und CO-Displacement, sowie unterschiedlichste Datentypen von mehreren Geräten zusammen verarbeitet werden müssen, wurde eine

Software-Oberfläche entwickelt, die die vollautomatisierte Auswertung all dieser Daten ermöglicht.

Im Rahmen dieser Software (Abb. 2.11) werden die Daten zunächst anhand von festgelegten Schlüssel-Parametern gesammelt und in Form von Meta-Daten nach jeweiliger Methode kategorisiert. Im Anschluss wird jedes Datenpaket mit der dafür vorgesehenen programmierten Analysefunktion prozessiert.



**Abb. 2.11**  
Software-  
basierte  
Auswertung der  
Ergebnisse  
aus der in-situ-  
Charakterisierung.

Die aus der jeweiligen Auswertemethodik ermittelten Kennzahlen werden erneut in Form von Meta-Daten kategorisiert und abgelegt. Mithilfe der Software sind dann eine weitere Visualisierung sowie der Vergleich verschiedener Messungen miteinander möglich. Neben der Betrachtung der analysierten Kennwerte ist auch die Analyse der Rohdaten des jeweiligen Testlaufs möglich. Dies dient unter anderem zur Kontrolle von Prozessparametern wie Temperatur, Druck, Gasfeuchten und Zellspannung während des Zellbetriebs.

### 3

## Unterstützung Normung und Standardisierung (Q4)

-----  
Unterstützung Normung und  
Standardisierung (Q4)  
-----

Die Abteilung Brennstoffzellensysteme des Fraunhofer ISE unterstützt die nationalen und internationalen Arbeiten zur Harmonisierung und Standardisierung im Bereich Brennstoffzellen in folgenden Gremien:

- International: IEC TC 105 „Fuel cell technologies“, dort in folgenden Arbeitsgruppen:
  - o WG 2: „Fuel cell modules“
  - o WG 7: Portable fuel cell power systems – Safety
  - o WG 8: Micro fuel cell power systems – Safety
  - o WG 9: Micro fuel cell power systems – Performance
  - o WG 10: Micro fuel cell power systems – Interchangeability
  - o WG 11: Single cell test methods for PEFC and SOFC
  - o ahG 11: Accelerated stress testing
- National:
  - o DKE/K 384 „Brennstoffzellen“ (nationales Spiegelgremium zum IEC TC 105)

Fachausschuss „Wasserstoff und Brennstoffzellen“ der VDI GEU und der ETG im VDE

## 4 Herstellungsverfahren für CCMs (H1)

### 4.1 Anforderungen an die Prozesstechnologien

Für die Auswahl geeigneter Beschichtungsverfahren, wurden allgemeine Anforderungen an den Prozess in Abb. 4.1 zusammengestellt



**Abb. 4.1 Übersicht über die Anforderungen an einen Beschichtungsprozess**

Dabei wird von einem Decal-Transferprozess (engl., Indirect CCM) ausgegangen. Für die direkte Beschichtung von Membran oder Gas Diffusionsschicht (GDL) gelten gesonderte Prozessanforderungen. Zunächst bestimmt die Funktionalität der Katalysatorschicht ihre Herstellung, wie beispielweise die Anforderungen an die verwendeten Rohmaterialien und Mischungsverhältnisse in der Paste.

Diese bestimmen innerhalb einer Paste bzw. Suspension deren Mikrostruktur und damit die Rheologie. Der Spielraum zur Anpassung der Paste an das jeweilige Beschichtungsverfahren ist durch die Änderung der Lösemittel und des Feststoffanteils gegeben. Für die Beschichtung durch Sprühen werden Pasten mit einem Feststoffanteil zwischen 3-5 gew. % verwendet. In Kontrast dazu steht z.B. das Siebdruckverfahren mit ca. 17-25 gew. % Feststoffanteil.

Des Weiteren müssen bei der Wahl des Beschichtungsverfahrens die Freiheitsgrade der Prozessregelung beachtet werden. Die Möglichkeit durch Prozessparameter die gedruckte Schicht in ihren Eigenschaften wie Schichtdicke und Schichtmasse zu beeinflussen ist besonders wichtig für eine automatisierte Prozesskontrolle und -regelung. Zugleich ist die Möglichkeit der strukturierten Applikation (insb. in-plane Gradienten) von Katalysatorschichten nicht bei allen Beschichtungsverfahren gegeben (vgl. Schlitzdüse und Siebdruck).

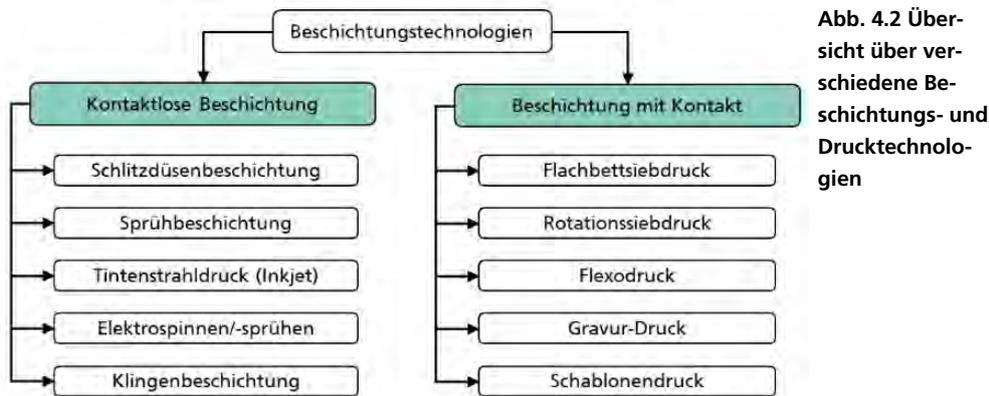
Ein geeignetes Beschichtungsverfahren soll außerdem möglichst niedrige Investitions- und Betriebskosten aufweisen. Diese werden durch die Komplexität des Prozesses, der Anzahl an nötigen Prozessschritten, den Durchsatz und dem Materialeinsatz bestimmt.

### 4.2 Identifikation geeigneter Prozesstechnologien

Als Referenzprozess am Fraunhofer ISE wurde der Flachbettsiebdruck etabliert. Dafür wird zunächst eine Katalysatorpaste aus Pt/C (Katalysatorpulver), Ionomer und Lösemittel hergestellt. Diese wird mittels Siebdruck zu einer Katalysatorschicht auf eine Decalfolie (Transferfolie) gedruckt und getrocknet. Die Trockenschichtdicke eines Siebdruckvorgangs kann variabel eingestellt werden. Um bei konstantem Pt/C-Verhältnis eine

höhere Katalysatorbeladung zu erreichen werden entweder mehrere Schichten aufeinander gedruckt oder gröbere Siebgewebe verwendet.

Im Allgemeinen können Druckverfahren in Prozesse mit und ohne Kontakt zum Substrat eingeteilt werden, wie die Übersicht in Abb. 4.2 zeigt. Am häufigsten erfolgt die Beschichtung im Labormaßstab über die Verwendung einer Streichklinge (Blade Coating) oder über das Sprühverfahren. Es wurde ebenfalls der Einsatz der Schlitzdüse zur Herstellung von Membran, Anode und Kathode mit anschließendem Heißpressen zur Gas-Diffusionsschicht (GDL) oder zur Steigerung der Produktionsrate im Vergleich zum Sprühverfahren verwendet. Auch das kontaktlose Inkjet-Verfahren wurde bereits verwendet, um Katalysatorschichten herzustellen, beispielweise über die direkte Beschichtung der Membran oder die Beschichtung der GDL bzw. MPL (Mircoporouss Layer). Besonders poröse Schichten lassen sich über die Applizierung von Nanofasern mit Electrospinning (engl.; Elektrosinnen) herstellen.



**Abb. 4.2 Übersicht über verschiedene Beschichtungs- und Drucktechnologien**

In der Literatur konnte bereits gezeigt werden, dass der Flachbettsiebdruck als alternativer Beschichtungsprozess sogar homogenere Oberflächenstrukturen bei Abscheidung auf die mikroporöse Schicht (MPL) im Vergleich zum Sprühverfahren aufweisen kann. Flachbettsiebdruckverfahren haben im Allgemeinen ein höheres Potential zur Durchsatzsteigerung im Vergleich zum Sprühen, dennoch muss das zu beschichtende Substrat während des Druckvorgangs angehalten werden. Der Rotationsiebdruck hingegen bietet die Möglichkeit zur kontinuierlichen Prozessführung und würde somit eine weitere Skalierungsstufe zum Rolle-zu-Rolle Prozess darstellen, welcher aber bisher noch nicht im Zusammenhang mit der CCM-Fertigung für Brennstoffzellen in der Literatur zu finden ist.

Erprobte Verfahren zur Steigerung des Durchsatzes, wie z.B. der Flexodruck (Hochdruck) oder Gravurdruck (Tiefdruck) der Katalysatorschicht wurden bereits erfolgreich evaluiert. Mauger et al. untersuchte, inwiefern der Schichtauftrag bzw. die Platinbeladung über die Prozessgeschwindigkeit und das Volumen-Verhältnis des Gravur-Zylinders kontrolliert werden kann. Die Steuerung der Druckqualität über die Prozessparameter ist essenziell für die Wahl des Beschichtungsverfahrens.

Durch das Potential des hohen Durchsatzes werden im Rahmen von HyFab die Technologien Schlitzdüse, Flexodruck und Gravurdruck mit dem ISE-Basisprozess des Flachbettsiebdrucks verglichen. Eine entsprechende Multifunktionsdruckanlage wird dafür beschafft.

### 4.3 Aufbau des Labors „HyFab“ zur CCM-Herstellung am Fraunhofer ISE

Bevor das Projekt HyFab-BW startete, wurden die ersten Katalysatorschichten per Hand mit Sieb- oder Schablonendruck hergestellt, wobei viele Einflussgrößen und Prozessparameter nicht erfassbar waren, wie z.B. die Rakelgeschwindigkeit oder der Rakelwinkel. Während des Projektzeitraums wurden Prozesse an einem industriellen halb-automatischen Flachbettsiebdrucker entwickelt und optimiert. Die Skalierung auf große Flächen (Vollformat für den Generischen Stack) konnte damit wesentlich zeitsparender erfolgen. In Abb. 4.3 erkennt man, wie die Produktion von Katalysatorschichten startete und wie sie heute (2024) durchgeführt wird.



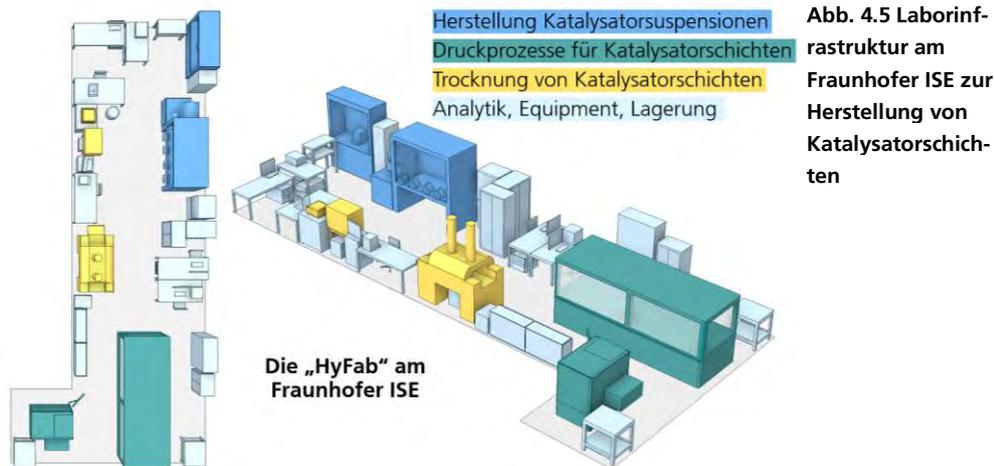
**Abb. 4.3** Startpunkt des HyFab Projektes: Manueller Siebdruckprozess kleiner Flächen per Hand (links) bis hin zum Ende des Projektes mit der halb-automatischen Herstellung von großflächigen Katalysatorschichten mittels EKRA XHS STS Siebdruckers (rechts).

Auch das Labor „HyFab“ am Fraunhofer ISE (Abb. 4.4) wuchs während der Projektlaufzeit mehr und mehr durch die Spezifizierung und Beschaffung von Gerätschaften für die Tintenherstellung, Beschichtung, Trocknung, sowie einiger Analytik Geräte (siehe auch Abb. 4.5). Die sogenannten „Back-end“-Prozesse wie Transfer auf Membran und Subgasket- und GDL-Anbringung finden in anderen Räumlichkeiten am Fraunhofer ISE statt. In den weiteren Kapiteln werden die angeschafften Geräte und Maschinen für die Herstellung von CCMs beschrieben.



**Abb. 4.4** Aufbau des HyFab-Labors am Fraunhofer ISE über den Projektzeitraum. Im Jahr 2021 war das HyFab-Labor Teil des „e-mobil BW“ Films.

[Quelle Bild rechts unten: <https://www.youtube.com/watch?v=n3ufYT7Hm9o>, 25.01.2022]



### 4.3.1 Geräte zur Tintenherstellung

Die Beschaffung und Inbetriebnahme einer inertierten Glovebox (Abb. 4.6), im Rahmen eines öffentlichen Ausschreibungsverfahrens, hat erfolgreich am 26.02.21 stattgefunden. Sie dient zur Verarbeitung von pulverförmigen Nanopartikeln, bewertet nach dem STOP-Modell des Arbeitsschutzgesetz § 5. Zudem ist der Umgang mit organischen Lösungsmitteln in Anwesenheit der Katalysatorpartikel wie Platin nicht vernachlässigbar, da der direkte Kontakt die Entflammung des Lösungsmittels verursacht. Hervorgehoben wird diese Selbstentzündung durch eine exotherme Oxidationsreaktion (begünstigt durch den katalytischen Effekt des Platinpartikels), wenn die Wärmeproduktionsrate die Wärmeabfuhr übersteigt. Durch das hermetisch geschlossene System sowie die Stickstoffatmosphäre, wird eine mögliche Exposition des Personals mit Stäuben sowie die Entflammung von Dispersionen, vollständig vermieden. Zudem wurde die Absaugung von Stäuben oder Aerosolen am Einlass-/Auslassventil durch zwei HEPA Filter der Klasse H14 (mit hohem Abscheidungsgrad) bestückt, damit das Abluftsystem und etwaige Leckagen eine Kreuzkontamination im Labor verhindern. Für die Handhabung diverser organischer Lösungsmittel innerhalb der Glovebox wird zusätzlich ein Aktivkohlefilter eingebracht, um die Konzentration von Lösungsmitteldämpfen in der abgeschlossenen Atmosphäre zu senken. Bei staubförmiger Verteilung und gefährlicher Staubmengenkonzentration erfolgt eine zusätzliche Reinigung durch das Laminarflowsystem, ebenfalls mit HEPA Filter H14.



**Abb. 4.6 Glovebox-System zur Herstellung von Katalysator-tinten in einer inerten Atmosphäre**

Während der Zugabe des Katalysatorpulvers, wird die Suspension durch einen Magnetrührer vordispersiert. Anschließend sollen durch die Verwendung des Speedmixers und des Ultraschallbades verbliebene Agglomerate aufgebrochen werden. Abb. 4.7 zeigt die im Rahmen von HyFab bestellten Geräte für die Herstellung einer homogenisierten Suspension. In der jeweiligen Bildunterschrift wird ebenfalls der Verwendungszweck darstellt.



**Abb. 4.7 Geräte zur Produktion von Katalysatorschichten, welche im Rahmen HyFab bereits geliefert und in Betrieb genommen wurden.**

### 4.3.2 Geräte zur Beschichtung, Trocknung und Transfer

Die verwendeten Decalfolien werden vor und nach jeder Beschichtung gewogen, um die Platin-Beladung zu bestimmen. Da in einem zukünftigen Rolle-zu-Rolle Prozess die Decalfolie vor der Beschichtung nicht zerschnitten wird, muss das Flächengewicht bekannt sein. Um dieses zu bestimmen, wurde eine Präzisionsstanze und eine Waage bestellt (siehe Abb. 4.7). Durch die Verwendung der Stanze sollen die Fertigungstoleranzen und die sich daraus ergebenden Abweichungen der Platinbeladung des Decal-Flächengewichts gemessen werden.

Zentraler Bestandteil der HyFab ist eine multifunktionale Beschichtungsanlage, welche die Applikation von Katalysatorschichten und Trocknung mit verschiedenen Verfahren ermöglicht.

Die zukünftigen Schlüsselverfahren zur Hochdurchsatzbeschichtung von Substraten wurden identifiziert als: Beschichtung durch Schlitzdüse und rotative Verfahren wie Flexodruck (Hochdruck) und Gravurdruck (Tiefdruck). Diese Verfahren bieten das Potential für die Nutzung in einem kontinuierlichen Rolle-zu-Rolle-Prozess.

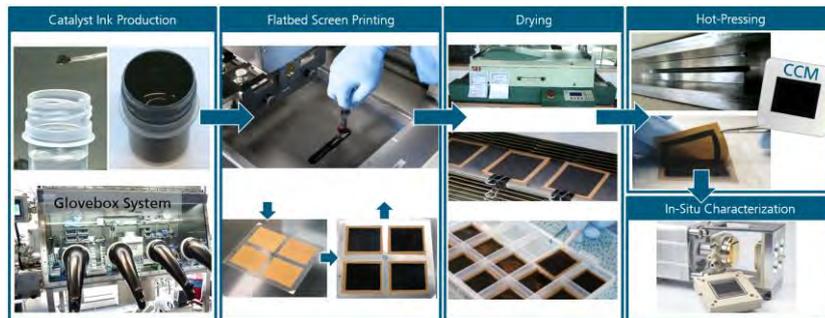
Der Flexodruck und Gravurdruck sind in der Verpackungsindustrie etablierte Beschichtungsverfahren, mit welchen geringe Nassschichtdicken mit niedrigviskosen Pasten gedruckt werden. So kann mit diesen Verfahren die Komposition einer Katalysatorschicht durch das Aufbringen von dünnen Einzelschichten (500nm -1µm) präzise eingestellt werden. Zudem ist die Applikation von strukturierten Schichten möglich. Insgesamt ermöglichen die ausgewählten Rotationsdruckverfahren eine Reduzierung der Platinbeladung bei der Herstellung von MEA im kontinuierlichen Rolle-zu-Rolle Betrieb und so eine starke Reduzierung der Produktionskosten. Bevor diese Verfahren in einem Rolle-zu-Rolle Prozess zum Einsatz kommen, sollen sie im Druck von Einzelschichten evaluiert werden.



**Abb. 4.8 Multifunktionale Druckanlage „EC 80“ von Coatema, welche im Rahmen des Projektes beschafft wurde und nun am Fraunhofer ISE im Labor „HyFab“ steht.**

In der Multifunktionalen Druckanlage wird ein Substratschlitten mit Vakuum-Ansaugung mit einstellbarer Geschwindigkeit durch das Druckwerk fahren. Dieses Druckwerk wird die Optionen des Flexodruck-, Gravurdruck- und Schlitzdüsenbeschichtung enthalten. Nach der Beschichtung fährt der Substrattisch durch verschiedenen Trocknungseinheiten. Da zukünftig die Art der Trocknung ebenfalls untersucht werden soll, kann durch Konvektion, Infrarot und UV-Licht getrocknet werden. Die Konvektionstrocknung soll aus Sicherheitsgründen in einer Stickstoffatmosphäre stattfinden. Diese kann damit als Vortrocknungsmethode verwendet werden. Nachdem die Schicht getrocknet ist, fährt der Schlitten zurück und sie kann erneut bedruckt werden.

Der Referenz-Prozess zur CCM-Herstellung erfolgt über den Flachbettsiebdruck-Prozess. Dabei wird die Katalysatorpaste auf ein Sieb gegeben und durch Flut- und Druckrakel auf dem Sieb verteilt, sowie auf das Substrat gedruckt. Anschließend findet die Trocknung der Katalysatorschichten in einem Durchlaufkonvektionstrockner statt. Die Katalysatorschichten für Anode und Kathode werden anschließend in einem Heißpress-Schritt mit der geframten Membran verbunden, sowie die Decalfolien wieder abgelöst. Zurück bleibt die Katalysatorbeschichtete Membran (CCM). Diese kann dann nach Applizierung der GDLs in der Testzelle im Betrieb vermessen werden. Der Prozessablauf ist in Abb. 4.9 dargestellt.



**Abb. 4.9** Herstellung von CCMs am Fraunhofer ISE mittels Flachbettsiebdruck über den Decal-Transfer.

### 4.3.3 Erstellung einer Datenbank für Produkt und Prozessparameter

Die Dokumentation und Verknüpfung von Prozessdaten mit Daten der Qualitätssicherung stellt die Grundlage für eine erfolgreiche Prozess- und Brennstoffzellenoptimierung dar. Dazu wurde eine Datenbankstruktur erstellt, welche durch Eintragungen in einer selbst entwickelten, graphischen Oberfläche durch den Benutzer beschrieben werden kann.

Diese Benutzeroberfläche ermöglicht die Planung und Dokumentation von verschiedensten Parametervariationen unterschiedlicher Herstellungsprozesse von Katalysatorschichten. Die Darstellung und Datenstruktur für die Planung der Pastensynthese erlaubt die schrittweise Repräsentation des Herstellungsprozesses und hat keine Einschränkungen in der Parametertypvielfalt und Anzahl dieser. Es lassen sich beispielsweise die Auswirkungen verschiedener Beschichtungsverfahren wie Flachbettsiebdruck oder der Beschichtung durch die Schlitzdüse auf eine produzierte Brennstoffzelle dokumentieren und analysieren. Somit bietet die neue Applikation eine Basis für die statistische Auswertung jedes Produktionsschrittes der Katalysatorschicht der Brennstoffzelle. Darüber hinaus wurde mit dem neuen System eine konsistente Nomenklatur eingeführt, die eine effizientere Kommunikation zwischen den Operatoren ermöglicht. Des Weiteren wurde ein Verbrauchszähler hinzugefügt. Dieser bildet den Bestand von Verbrauchsmaterialien, wie z.B. Katalysatorpulvern, Membranen und Gasdiffusionschichten ab und wird bei Durchführung von Experimenten aktualisiert. Dadurch lassen sich mögliche Engpässe frühzeitig erkennen, um Verzögerungen in der Produktion verhindern zu können.

Schließlich kann durch die Speicherung der Prozessdaten und deren Verknüpfung mit den ex-situ und in-situ Qualitätsparametern der Brennstoffzelle die Grundlage für die Implementierung eines Machine-Learning Algorithmus gelegt werden. Dies beinhaltet auch die Speicherung von Bilddaten jedes einzelnen hergestellten Drucks sowie eine umfangreiche Suchfunktion über alle verfügbaren Daten.

## 4.4 Studien zur Produktionsforschung an CCMs

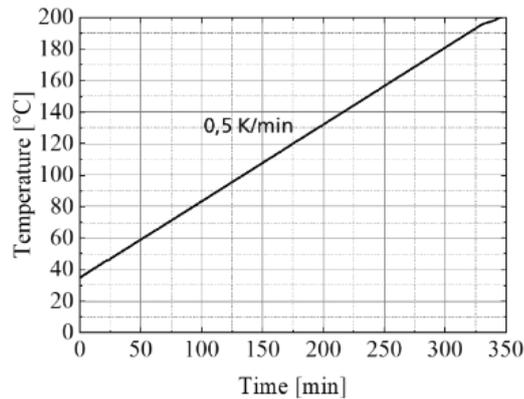
Anhand unterschiedlicher Studien entlang der CCM-Prozesskette kommt eine Vielzahl der ex-situ Analytik-Geräte zum Einsatz.

### 4.4.1 Untersuchung der Tintenalterung

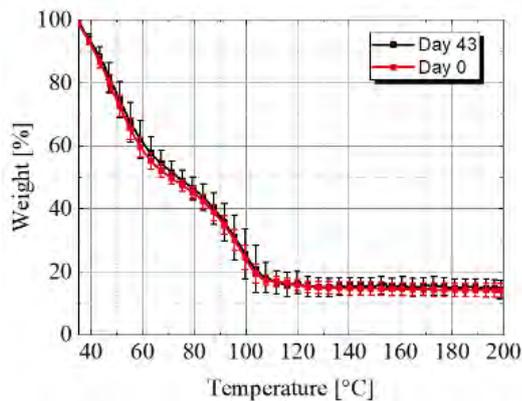
Vor der Bewertung von verschiedenen Technologien für die MEA-Herstellung auf Basis von Druckverfahren muss die Vergleichbarkeit gewährleistet sein. Einen signifikanten Einfluss auf die Vergleichbarkeit hat – neben der Reproduzierbarkeit der Pastenherstellung – auch die Langzeitstabilität der Paste.

Vor den Messungen wurde eine 43 Tage gealterte Paste durch Magnetrühren erneut „aktiviert“, damit Sedimentationseffekte ausgeschlossen werden können. Zunächst

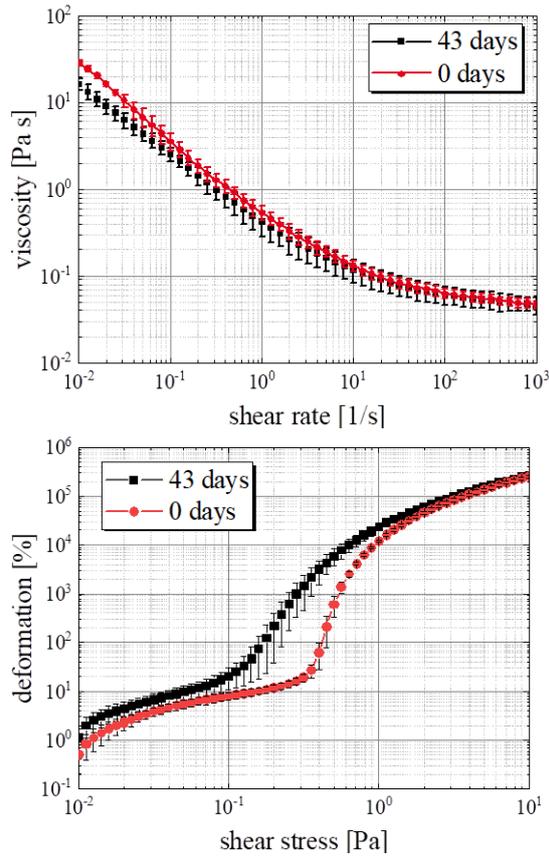
sollte festgestellt werden, ob sich die gealterte Paste über den Zeitraum von 43 Tagen chemisch verändert hat. Dazu wurden beide Pasten thermogravimetrisch mit Hilfe eines TGAs (TGA5500 von TA Instruments) untersucht. Bei diesem Verfahren wird die jeweilige Paste in einen Tiegel gegeben, welche durch eine Wiegevorrichtung gewogen wird. Dieser Tiegel wird dann in eine temperierbare Kammer gefahren, in welcher verschiedene Temperaturrampen eingestellt werden können. Abb. 4.10 zeigt die Gewichtsabnahme von jeweils drei Proben. Beide Pastenrezepturen haben einen Feststoffanteil von 15wt%, was auch durch die Messung bestätigt werden kann. Es lässt sich allerdings kein Unterschied zwischen der frischen und gealterten Paste feststellen.



**Abb. 4.10 Thermogravimetrische Analyse der Pasten. Oben: Angelegtes Temperaturprofil, Unten: Gewichtsreduzierung in Abhängigkeit der Temperatur.**

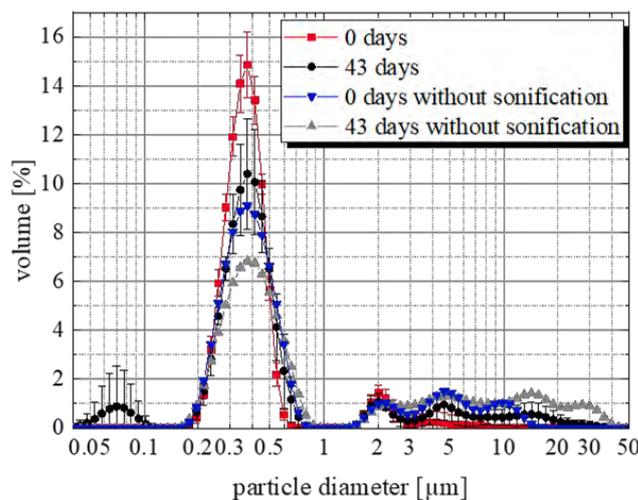


Die rheologischen Messungen wurden an einem Rotationsrheometer MCR702 von Anton-Paar mit aufgerauter Platte-Platte Geometrie durchgeführt. Da es während der Messung zum Ausdampfen der Lösemittel in der Paste kommen kann, wurde der dadurch entstehende Quereinfluss auf die Viskosität zuvor untersucht. Bei einer Scherrate von  $20s^{-1}$  beträgt die Viskositätsänderung nach 20 min  $\Delta\eta(20s^{-1}; 20min) = 0.025Pas$ . Diese Änderung wird erst in hohen Scherratenbereichen relevant und ist abhängig von der gewählten Pastenrezeptur, sowie deren Lösemittel. Abb. 4.11 zeigt die rheologischen Untersuchungen der gealterten und frischen Paste. Dabei sind geringe Unterschiede der Nullviskosität im Bereich geringer Scherraten zu erkennen. Durch die Messung der Fließgrenze bestätigt sich, dass die frische Paste eine etwas höhere Fließgrenze aufweist, was auf eine erhöhte Strukturfestigkeit der Paste zurückzuführen sein kann. Die Fließgrenzen betragen  $\tau_{y,43d} \approx 0,15Pa$  und  $\tau_{y,0d} \approx 0,4Pa$ .



**Abb. 4.11 Rheologischer Vergleich der gealterten (schwarz) und frischen (rot), gemessen mit einem Rotationsrheometer. Gezeigt wird die Abhängigkeit der dynamischen Viskosität von der Scherrate (oben) und Abhängigkeit der Scherung von der Schubspannung (unten).**

Für die anschließenden Partikelgrößenmessungen mit Hilfe des Laser Diffraction Particle Size Analyzers LSI3320 wurden Proben der Pasten mit Ethanol verdünnt und jeweils neun Mal vermessen. Abb. 4.12 zeigt die Partikelgrößenverteilung der frischen und gealterten Pasten, sowie deren Messung mit und ohne Ultraschall. Die frische Paste zeigt in beiden Fällen kleinere Agglomerate als die gealterte Paste. Dies könnte daran liegen, dass Agglomerate in der frischen Paste nur 1,5h Zeit hatten sich aneinander zu binden.

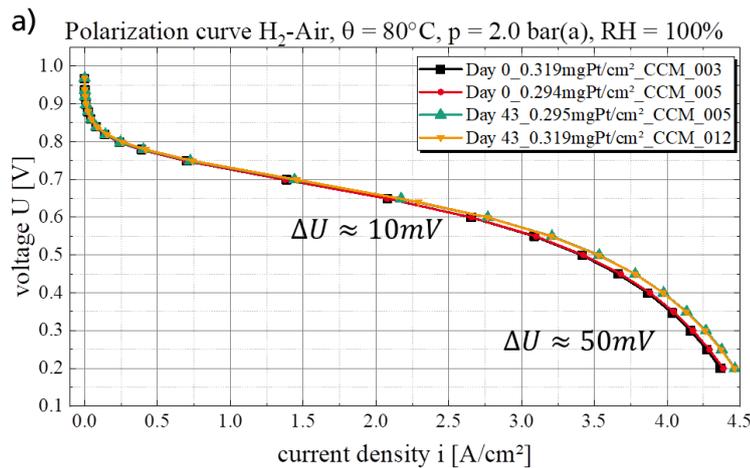


**Abb. 4.12 Partikelgrößenverteilung von verdünnten Pastenproben mit und ohne Ultraschall während der Messung. Verglichen werden Partikelgrößen der frischen (rot, blau) und gealterten (schwarz, grau) Pasten.**

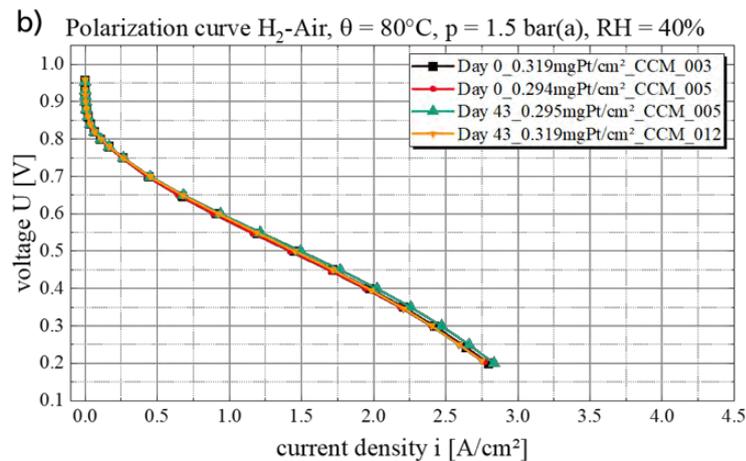
Nach dem Verdrucken der Pasten wurden jeweils zwei Katalysatorschichten mit vergleichbarer Platinbeladung auf eine Membran transferiert und im Teststand in-situ charakterisiert. Die Polarisationskurven in Abb. 4.13 zeigen besonders bei feuchten Testbedingungen (RH=100%) im Massenstrombereich eine leicht erhöhte Spannung um

ca. 50mV für die gealterten Katalysatorschichten. Dies könnte auf eine bessere Ausbildung des Ionomerfilms um die Kohlenstoffpartikel zurückzuführen sein. Durch eine stärkere Anbindung des Ionomers an die Kohlenstoffpartikel könnte die Bindung an das umgebende Lösemittel abgeschwächt werden, wodurch sich auch die geringere Fließgrenze und die größeren Agglomerate erklären lassen.

Die Untersuchung der Langzeitstabilität hat gezeigt, dass bei gegebenem Pastenrezept die Alterung von 43 Tagen keine negativen Auswirkungen auf die Leistungsdichte im Betrieb der Brennstoffzelle hat. Die Vergleichbarkeit von Versuchen zu MEA-Technologieentwicklung mit frischer und gealterter Paste (insb. bei feuchten Testbedingungen in der in-situ Charakterisierung) muss allerdings weiter diskutiert werden.



**Abb. 4.13** Polarisationskurven der frischen „Day\_0“ und gealterten „Day\_43“ Pasten mit Angabe der Platinbeladungen bei (a) bei 100% relativer Luftfeuchte und 2bar Druck und (b) 40% Luftfeuchte und 1,5 bar Druck

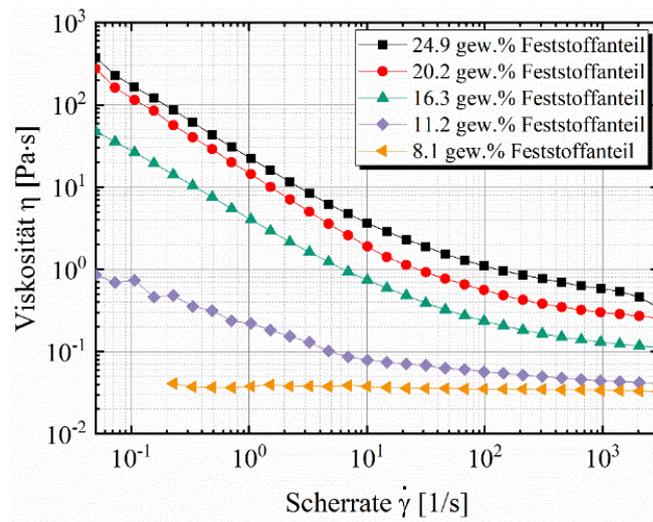


#### 4.4.2 Einfluss der Ausgangsmaterialien auf die Rheologie der Tinte

Die Eigenschaften der verwendeten Materialien für die Pastenherstellung haben direkten Einfluss auf das rheologische Verhalten der Paste. Dieses ist besonders entscheidend in jedem Druckprozess und beeinflusst letztendlich die Mikrostruktur und Funktionalität der Katalysatorschicht während des Betriebs. Exemplarisch wird im Folgenden eine Versuchsreihe zur Beschreibung der Korrelation zwischen Rohstoffen und Pastenrheologie dargestellt.

Nachfolgend werden verschiedene Pasten-Variationen und ihr Einfluss auf die Rheologie gezeigt. Da bereits in vorherigen Studien gezeigt werden konnte, dass ein Ionomer- zu Kohlenstoff-Verhältnis  $I/C=0,7$  zu einer optimalen Leistung während des Betriebs führt, wird bei allen rheologischen Untersuchungen dieses Verhältnis beibehalten.

Abb. 4.14 zeigt die Viskosität von Vulcan-Pasten (ohne Platin) mit unterschiedlichen Lösemittelanteilen. Es wurde ein Rotationsrheometer der Firma Anton-Paar (MCR702) eingesetzt. Da das Ionomer in einer wässrigen Dispersion vorliegt, wird bei Verringern des Lösemittelanteils auch ein Teil des Wassers ausgedampft. Somit bleiben die Mischungs-Verhältnisse der Lösemittel untereinander konstant. Wie zu erkennen ist, steigt die Viskosität mit erhöhtem Feststoffanteil der Paste. Es lässt sich erkennen, dass bei zu hohem Feststoffanteil eine Sättigung des Kohlenstoffs im Lösemittel eintritt, wodurch sich bei gegebenem Ionomeranteil ein maximaler Feststoffanteil einstellt. Des Weiteren kollabiert das scherverdünnende Verhalten bei zunehmender Lösemittelmenge zu newtonschem Verhalten.



**Abb. 4.14** Dynamische Viskosität für Vulcan-Pasten mit verschiedenen Feststoffanteilen. Die Lösemittelverhältnisse untereinander sind konstant,  $I/C=0.7$

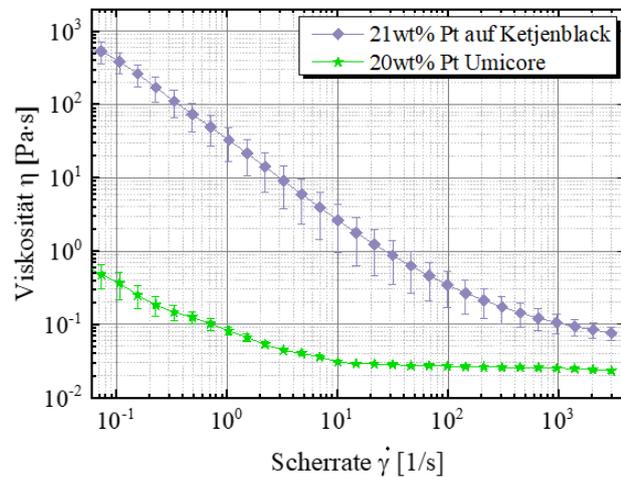
Unterschiedliche Kohlenstoffpulver und unterschiedliche Platinanteile wirken sich sehr stark auf die Porenstruktur der Katalysatorschicht aus. Tab. 2 zeigt die abnehmende, spezifische Oberfläche von Ketjenblack, bei Erhöhung des Platinanteils. Es wurde dabei ein BET-Messgerät (Stickstoffadsorption) der Firma Quadrasorp eingesetzt. Des Weiteren wurden ebenfalls die Pulver VulcanXC72R und des Herstellers Umicore untersucht.

Katalysatorpulver	spezifische Oberfläche [m²/g]
11wt%Pt auf Ketjenblack	748
21wt%Pt auf Ketjenblack	663
31wt%Pt auf Ketjenblack	578
41wt%Pt auf Ketjenblack	480
50wt%Pt auf Ketjenblack	397
60wt%Pt auf Ketjenblack	334
Vulcan XC72R	230
48wt% Pt Umicore Elyst 0550	396
20wt% Pt Umicore Elyst 0380	74

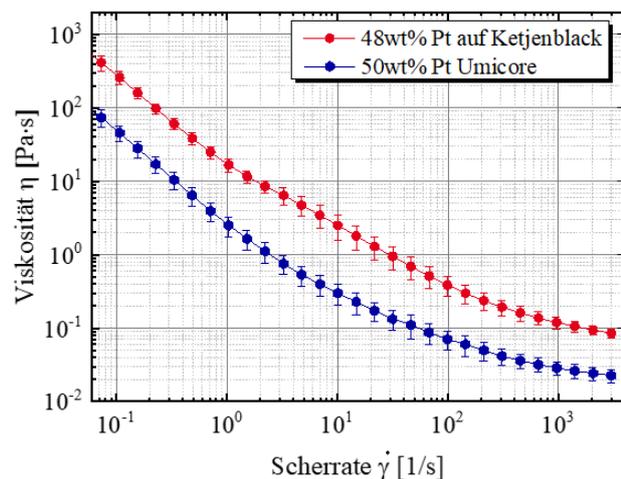
**Tab. 2** Durch Stickstoffadsorption gemessene spezifische Oberfläche (nach BET-Methode) für unterschiedliche Platinanteile auf Ketjenblack, zwei Umicore-Pulver (Anode Pt20 und Kathode Pt50) und VulcanXC72R

Der rheologische Vergleich dieser Pulver bei Dispersion in üblichen Pastenrezepturen zeigt einerseits eine Abhängigkeit der Viskosität von der BET-Oberfläche für die Platin-20-Proben. Andererseits ist die Viskosität nicht nur von der BET-Oberfläche des Pulvers

abhängig, wie die Platin-50-Proben (Abb. 4.15). Trotz ähnlicher BET-Oberfläche von Umicore Pt50 und Ketjenblack mit 50wt% Platin, weist die Umicore-Probe eine niedrigere Viskosität auf. Dies zeigt, dass weitere Untersuchungen zur Charakterisierung der Katalysatorpulver notwendig sind, um ihre Auswirkungen auf das rheologische Verhalten und schließlich das Verhalten von MEA im Betrieb zu verstehen.



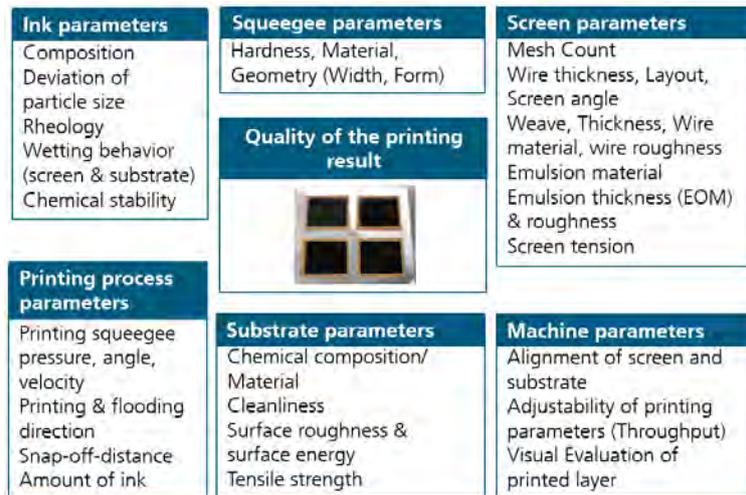
**Abb. 4.15 Auswirkungen der BET-Oberfläche auf die Viskosität der Pasten. Oben: Vergleich Pt20 auf Ketjenblack vs. Umicore Pt20, unten: Vergleich Pt50 auf Ketjenblack vs. Umicore Pt50**



#### 4.4.3 Optimierung des Siebdruckverfahrens

Das Flachbettsiebdruckverfahren ist bereits etabliert in anderen Branchen wie in der Elektronik oder Photovoltaik-Industrie zur Aufbringung von elektr. leitfähigen Kontakten mit aktuellen Taktraten von ca. 2 Solarzellen pro Sekunde (M6 Format). Der hier verwendete Flachbettsiebdruck-Halbautomat EKRA XH STS kann eine maximale Fläche von 300x300mm<sup>2</sup> bedrucken mit einer maximalen Rakel- und Flutgeschwindigkeit von 300mm/s.

Dieses Potential kann sich auch die Brennstoffzellenfertigung zu Nutze machen. Die Optimierung dieser Technologie benötigt ein umfassendes Verständnis aller Einflussgrößen auf den Siebdruckprozess. Dazu ist in Abbildung Abb. 4.16 eine Übersicht dargestellt. Die Herausforderungen und ersten Optimierungen wurden publiziert im Journal of Coatings Technology and Research von Ney et al. mit dem Titel „Challenges of fabricating catalyst layers for PEM fuel cells using flatbed screen printing“ (DOI: <https://doi.org/10.1007/s11998-022-00710-1>). Auszüge aus dieser Studie werden nachfolgend beschrieben.



**Abb. 4.16 Übersicht über Einflussgrößen für die gedruckte Fläche im Flachbettsiebdruck**

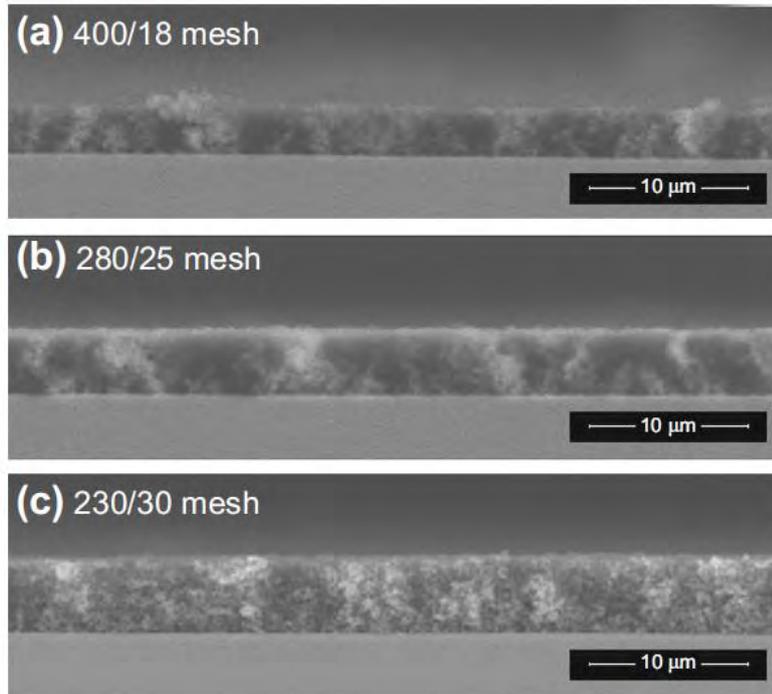
Nachfolgend wurden Druckprozessparameter variiert, um die Auswirkungen auf den Schichtauftrag und die Schichthomogenität zu untersuchen. Die dabei verwendete Test-Paste bestand aus Vulcan XC72R, Aquivion®-Dispersion und einem Lösungsmittelgemisch. Vorhandenes Wasser aus der Aquivion-Dispersion wurde vor dem Mischvorgang ausgedampft, ähnlich zu Bonifacio et al., 2011. Für die Evaluation der Prozessparameter des Siebdruckverfahrens wurden hier zwei Parameter ausgewählt: das Siebgewebe und die Druckgeschwindigkeit. Alle anderen Prozessparameter wurden in einem Vorversuch evaluiert und an die verwendete Paste angepasst.

Für die Siebvariation wurden ausschließlich kalandrierte Gewebe verwendet. Das Sieb mit der Bezeichnung 400/18/22,5 stellt das feinste verwendete Sieb dar mit einer Drahtanzahl (sog. Mesh Count) von 400 Drähten je Zoll, einem Drahtdurchmesser von 18 µm und einen Siebwinkel (Gewebe zu Rahmen) von 22,5°. Die Siebeigenschaften werden in Tab. 3 zusammengefasst. Es ist zu erwarten, dass der höchste Schichtauftrag mit dem größten Gewebe (230/30/22,5) erzielt wird.

Bezeichnung	Gewebedicke [µm]	Drahtanzahl [1/zoll]	Drahtdurchmesser [µm]	Emulsionsdicke [µm]
400/18/22,5	31±2	400	18	11-13µm
280/25/22,5	40±2	280	25	11-13µm
230/30/22,5	49±2	230	30	11-13µm

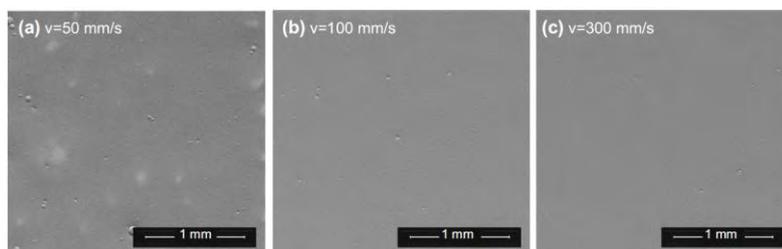
**Tab. 3 Übersicht über die Eigenschaften der verwendeten Siebe (KOENEN GmbH)**

Um qualitativ gute Proben für Querschnittsbilder im Rasterelektronenmikroskop zu bekommen, wurde in jeder Prozessparametervariation auch auf einen monokristallinen Siliziumwafer gedruckt. Dieser bricht entlang einer homogenen Bruchkante, sodass die poröse Kohlenstoffschicht unbeschädigt bleibt. Abb. 4.17 zeigt die Querschnittsbilder von Schichten, hergestellt mit verschiedenen Siebgeweben. Dabei zeigt das grobe Gewebe die höchste Schichtdicke und das Feinste die niedrigste Schichtdicke.



**Abb. 4.17 REM Bilder von Querschnitten der Kohlenstoffschichten, hergestellt mit verschiedenen Siebgeweben.**

Auch unterschiedliche Druck- bzw. Rakelgeschwindigkeiten zeigten insbesondere Auswirkungen auf die Schichtdickenhomogenität. Durch zu langsames Drucken (50mm/s) wird der Prozess der Tintenübertragung instabil und es entstehen Fehlstellen und Inhomogenitäten, wie in Abb. 4.18. Mit diesen Erkenntnissen konnten bereits erste geeignete Prozessfenster gefunden werden, welche auch in weiteren Studien zum Einsatz kommen.



**Abb. 4.18 REM Bilder als Draufsicht auf die Kohlenstoffschichten, hergestellt unter verschiedenen Druckgeschwindigkeiten.**

#### 4.4.4 Skalierung der aktiven Fläche auf Vollformat (Generischer Stack)

Die CCM-Herstellung von industriell relevanter aktiver Fläche erfolgt nach den vereinbarten MEA-Maßen des Generischen Stacks. Dabei hat die CCM eine Fläche von 123,3mm x 254,2mm, wobei durch einen 2mm-breiten Überlapp mit dem Subgasket eine aktive Fläche von 115,3mm x 246,2mm entsteht. Da der Transferprozess inklusive Alignierung und der CCM-Schneidprozess nachfolgend angepasst und weiterentwickelt werden müssen, wurde zunächst eine größere Katalysatorfläche im Layout für den Siebdruckprozess gewählt. Diese ist in Abb. 4.19 dargestellt.

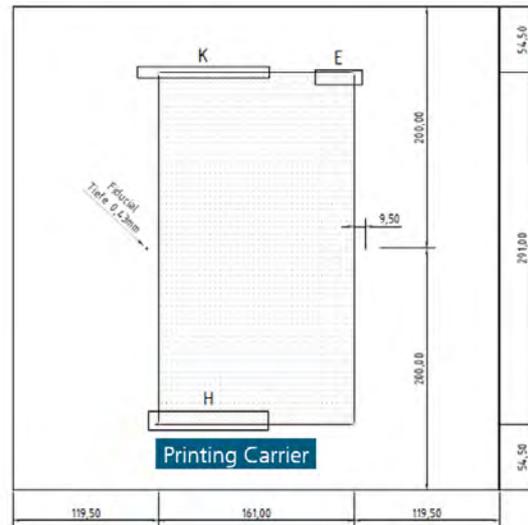
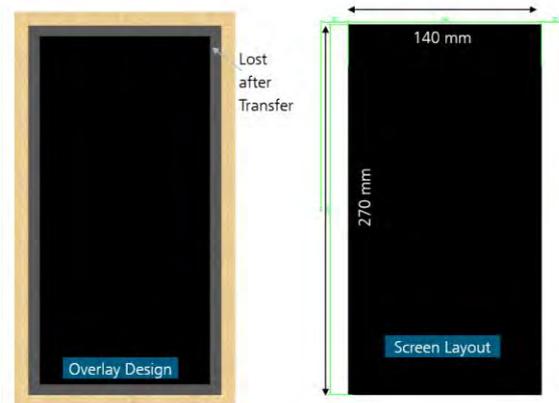


Abb. 4.19 Auslegung des Druck-Carriers (oben), der Sieböffnung (unten) für die Herstellung von Katalysatorschichten für die Maße des Generischen Stacks. Da eine genaue Alignierung während des Transfers noch nicht gewährleistet werden kann, wurde die gedruckte Fläche größer gewählt.

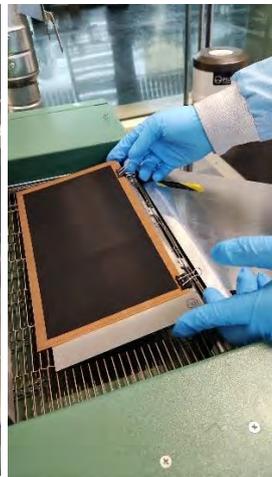


Der Druckprozess konnte ohne Probleme durchgeführt werden, benötigte aber eine größere Menge an Katalysatorpaste. Im ersten Druckschritt wurden Pt-Beladungen von ca.  $0.2\text{mg}/\text{cm}^2$  (Kathode) und  $0.05\text{mg}/\text{cm}^2$  (Anode) erzielt, wodurch dann durch einen späteren Doppeldruck auf ausgewählten Schichten Beladungen von  $0.4\text{mg}/\text{cm}^2$  (Kathode) und  $0.1\text{mg}/\text{cm}^2$  (Anode) für den generischen Stack hergestellt wurden. Sowohl Druckprozessparameter als auch Trocknungsparameter konnten weitestgehend aus vorhergehenden Prozessoptimierungen übernommen werden. Abb. 4.20 und Abb. 4.21 zeigen Bilder des Druck- und Trocknungsprozesses. Einiges Equipment zum Handling und Transport der größeren Schichten musste zusätzlich beschafft werden.



**Abb. 4.20 Erfolgreiche Druckversuche zur Herstellung der vergrößerten aktiven Fläche im Vergleich zu den herkömmlichen 20cm<sup>2</sup> (links). Eine größere Pastenmenge wird verwendet (rechts).**

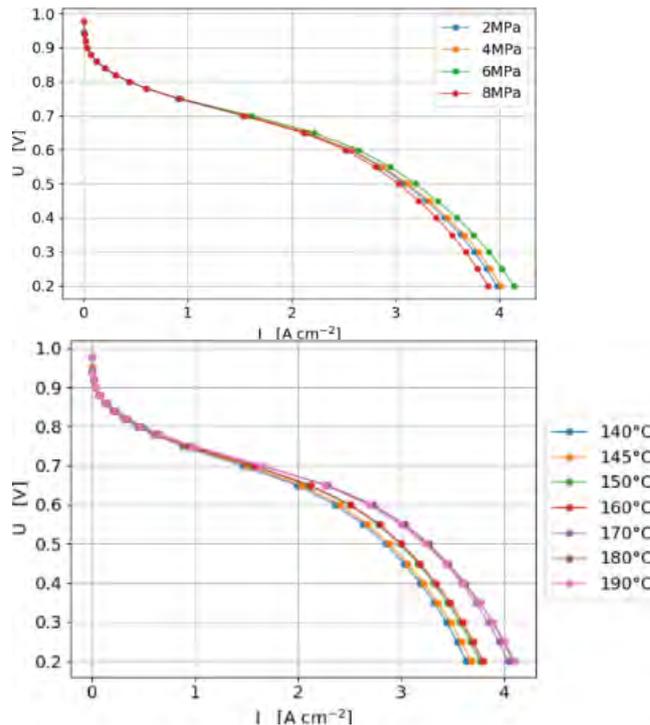
-----  
 Herstellungsverfahren für CCMs (H1)  
 -----



**Abb. 4.21 Erfolgreicher Druckprozess einer nassen Katalysatorschicht auf alternativer Decalfolie aus ETFE (links). Katalysatorschicht nach dem Trocknungsprozess (rechts)**

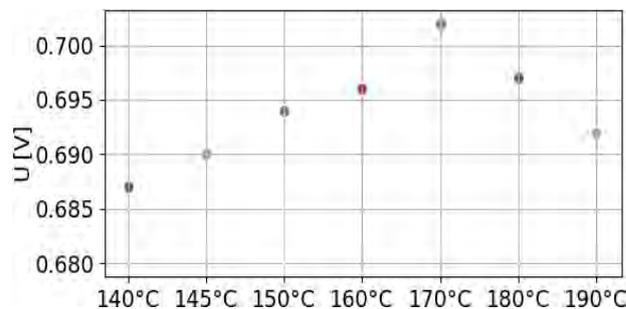
#### 4.4.5 Untersuchung des Decal-Transferverfahrens

Der Transfer der Katalysatorschicht von der Decalfolie auf die Membran erfolgt am Fraunhofer ISE durch ein Heißpressverfahren. Um den Einfluss von Druck und Temperatur auf den Transfervorgang zu untersuchen, wurden diese Parameter variiert und die Zelleistungen und das Aktivierungsverhalten der produzierten CCMs verglichen. Dazu wurde die Heißpresse zunächst kalibriert und Drucktests mit Druckindikator-Folien durchgeführt, um den tatsächlichen Druck auf die aktive Fläche der CCM zu bestimmen. Der Druck wurde zwischen 2, 4, 6 und 8 MPa variiert. Die Heißpresstemperatur wurde von 140 °C auf 190 °C in 10 K Schritten erhöht. Die Polarisationskennlinien der Parametervariationen sind in Abb. 4.22 dargestellt. Es zeigt sich, dass 6 MPa und Temperaturen über 170 °C zu den höchsten Zelleistungen führen, allerdings ist der Einfluss der Druckvariation weniger signifikant.



**Abb. 4.22** Polarisationskennlinien der Transferparametervariationen beim Heißpressen

Um eine optimale Heißpresstemperatur zu bestimmen, wurde zusätzlich das Aktivierungsverhalten der CCMs untersucht. Dazu wurde die erreichte Zellspannung nach 60 min Aktivierung mit einem Strom von 1,5 A/cm<sup>2</sup> verglichen, welche in Abb. 4.23 dargestellt ist.

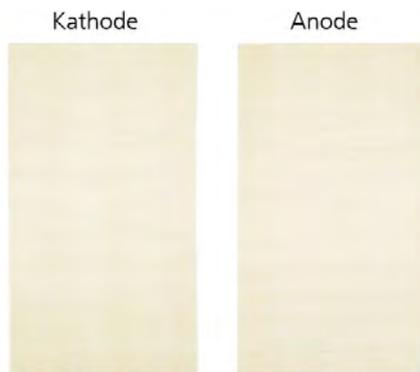


**Abb. 4.23** Zellspannung nach 60 Min Aktivierung der CCMs, die bei verschiedenen Heißpresstemperatur hergestellt wurden

Mit steigender Heißpresstemperatur werden höhere Zelleistungen erreicht bis zu einem Maximum bei 170 °C. Höhere Temperaturen führen wiederum zu einer Abnahme der Zelleistung nach 60 Min Aktivierung. Dies wird darauf zurückgeführt, dass sich mit zunehmender Temperatur die Grenzfläche zwischen der Katalysatorschicht und der Membran verbessert. Werden zu hohe Heißpresstemperaturen verwendet, führt dies zu einem stärkeren Austrocknen der Membran. Da die Zelle, welche bei 170 °C heißgepresst wurde, nach 60 Min nicht nur die maximale Leistung zeigt, sondern auch schneller eine konstante Spannung und somit eine schnellere Aktivierung erreicht, wird sie für den Decal-Prozess am Fraunhofer ISE als optimale Transfertemperatur genutzt.

Nachdem mehrere Anoden und Kathoden mit vergrößerter aktiver Fläche hergestellt wurden, folgte der Transferprozess auf die Membran. Hier konnte die herkömmlich verwendete Heißpresse nicht mehr verwendet werden, da die CCM-Fläche zu groß ist. Der in Abb. 4.25 dargestellte Rollen-Laminator wird stattdessen für den Transferprozess verwendet. Mit eher geringer beladenen Katalysatorschichten wurden erste Transferversuche und eine Parameter-Optimierung durchgeführt. Dabei konnte die beste Trans-

fergüte bei einer Geschwindigkeit von 0,01m/min und 180°C Kalandertemperatur erzielt werden. Die „leeren“ Decalfolien wurden nach dem Transfer optisch charakterisiert, um mögliche Katalysatorrückstände festzustellen. Abb. 4.24 zeigt dabei rückstandsfreie Decalfolien. Diese Transferprozessparameter wurden dann auch für Katalysatorschichten mit erhöhten Beladungen angewandt, wobei hierbei besonders an der Anoden-Schicht leichte Rückstände detektiert wurden.



**Kathode : 0.15 mg Pt/cm<sup>2</sup>**  
**Anode : 0.05 mg/cm<sup>2</sup>**

**Abb. 4.24 Decalfolien nach dem Transferprozess. Bei geringen Beladungen (links) erkennt man kaum Katalysatorrückstände. Bei höheren Pt-Beladungen (rechts) sind leichte Rückstände erkennbar.**



**Kathode : 0.44 mg Pt/cm<sup>2</sup>**  
**Anode : 0.1 mg/cm<sup>2</sup>**

Schließlich wurden 10 erfolgreich transferierte CCMs an den Projektpartner ZSW geschickt, um damit den ersten HyFab Short-Stack mit ISE-CCMs zu bauen und zu testen. Ein Beispiel einer CCM ist in Abb. 4.25 zu sehen. Die darunterliegende Decalfolie dient dabei nur als Unterlage.

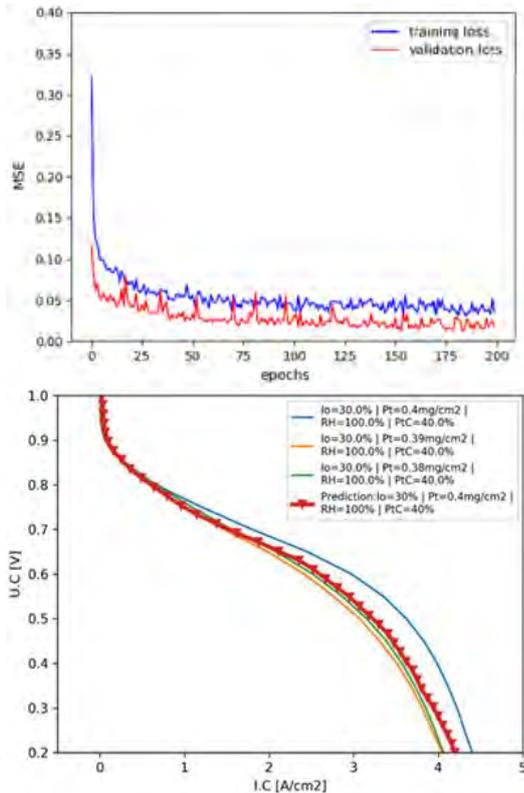


**Abb. 4.25 Links: Fertig hergestellte CCM nach dem Transferprozess für den generischen Stack. Die braune Decalfolie dient nur als Unterlage. Rechts: Rollen-Laminator zum Transfer von großflächigen Kathoden und Anoden auf die Membran**

## 4.5 Maschinelles Lernen: CCM-Materialstruktur und Betriebsverhalten

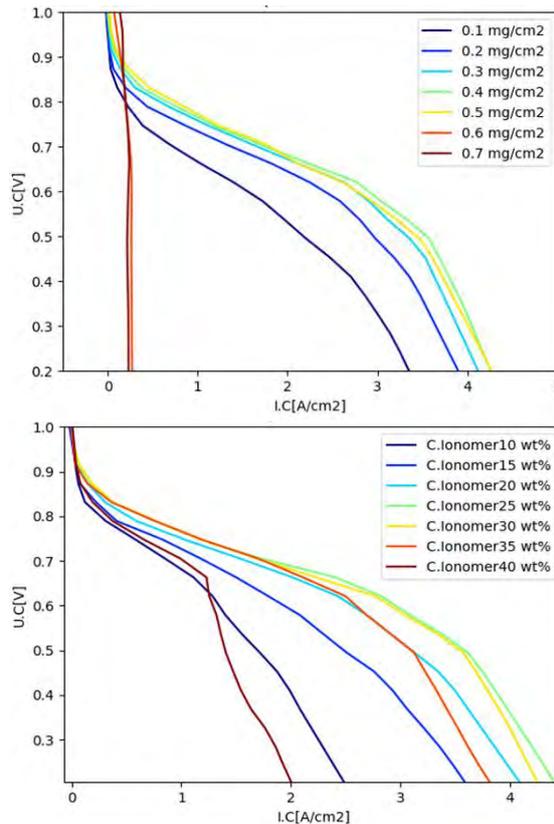
Maschinelles Lernen (ML) oder Künstliche Intelligenz (KI) wird hier eingesetzt, um die Zusammenhänge zwischen Zelleistung und Katalysatorschichtzusammensetzung zu untersuchen. Im Vergleich zu physikalischen Modellen, ermöglicht die KI-basierte Modellierung eine weniger aufwändige und schnellere Simulation des Verhaltens von CCMs mit unterschiedlicher Zusammensetzung. Diese Vorhersagen werden aufgrund von mathematischen Korrelationen zwischen den physikalischen Produktionsparametern und den gemessenen Leistungscharakteristika getroffen. Das im Projekt gewählt ML-Regressionsmodell war ein künstliches, neuronales Netzwerk auf Basis der Multi-layer Perception (MLP). Dieser Typ eines neuronalen Netzwerks ermöglicht genaue Ergebnisse bei einer hohen Simulationsgeschwindigkeit und Skalierbarkeit [1, 2] und zeigte in früheren Studien [3, 4] sehr gute Fähigkeiten zum Auffinden von nicht-linearen Korrelationen zwischen Eingangs- und Ausgangseigenschaften.

Das ausgewählte, künstliche, neuronale Netzwerk wurde mittels einer Optimierungsmethodik aufgebaut, welche einen möglichst niedrigen Fehler bei schneller Lerngeschwindigkeit erzielt. Die beste Struktur besteht aus neuen Haupt-Ebenen, von denen sieben Ebenen versteckt sind. Als Ergebnis wurde ein mittlerer quadratischer Fehler von 5 Prozent für das Training und 2,059 Prozent für die Vorhersage erreicht (siehe Abb. 4.26). Die Eingangsebene enthält fünf Knoten, die die Platinbeladung der Katalysatorschicht, den Ionomergehalt, das Pt/C-Verhältnis, die relative Feuchte und die Spannung als Eingangsparameter beschreiben. Die Ausgangsebene besteht aus einem Neuron, welches einen Ausgangsparameter beschreibt, nämlich die Stromdichte. Sowohl die Eingangs- als auch die Ausgangsebene haben linear Aktivierungsfunktionen und die Neuronen in den versteckten Ebenen haben ReLU-Aktivierungsfunktionen. Das künstliche, neuronale Netzwerk wird in dargestellt. Zur Modellvalidierung wurde eine CCM mit 0,4 mg/cm<sup>2</sup> Pt-Beladung, 30 Prozent Ionomergehalt und 40 Gewichtsprozent Pt/C-Verhältnis im Betrieb mit 100 Prozent Feuchte ausgewählt. Abb. 4.26 zeigt eine gute Übereinstimmung von Simulation und Experiment.



**Abb. 4.26** Oben: Mittlere Fehler für Training und Validierung, Unten: Vergleich der KI-Simulation (rot) mit den Experimenten

In den folgenden Abschnitten wird das Modell angewandt, um Vorhersagen für bestimmte Parameterkonstellationen zu treffen. Ausgehend von den Parametern  $0,4 \text{ mg}_{\text{Pt}}/\text{cm}^2$ , 30 Gewichtsprozent Ionomeranteil, 60 Gewichtsprozent Pt/C-Verhältnis und 100 Prozent relative Feuchte wird ein einzelner Parameter variiert. Entsprechend der experimentellen Ergebnisse (Marquis et al. [5]) steigt die Leistung bei Pt-Beladungen von  $0,1$  bis  $0,5 \text{ mg}_{\text{Pt}}/\text{cm}^2$  an. Bei höheren Pt-Beladungen zeigt das Modell einen starken Leistungsabfall – da die Höhe der Katalysatorschicht bei der eingesetzten Siebdruck-Methode mit der Pt-Beladung skaliert, kann von einer hohen Diffusionshemmung bei hohen Pt-Beladungen ausgegangen werden (Abb. 4.27).



**Abb. 4.27** Oben: Simulation mit Variation der Pt-Beladung, Unten: Simulation mit Variation des Ionomergehalts

Auch bei der Modellierung mit veränderlichem Ionomergehalt gibt das Modell das erwartete Verhalten wieder: bis zu einem Ionomergehalt von ca. 30 Gewichtsprozent steigt die Stromdichte an, um jenseits von 30 Gewichtsprozent wieder abzunehmen (Abb. 4.270). Dies ist durch die mit steigendem Ionomergehalt zunächst bessere protonische Anbindung der Katalysatorschicht an die Membran zu begründen, während die Abnahme durch den zunehmenden Diffusionswiderstand von Sauerstoff in der Katalysatorschicht erklärt wird [6, 7].

#### Literatur in diesem Kapitel:

- [1] Rojas R. The Hopfield Model. In Neural Networks 1996 (pp. 335-369). Springer, Berlin, Heidelberg.
- [2] He H, Garcia EA. Learning from imbalanced data. IEEE Transactions on knowledge and data engineering. 2009 Jun 26;21(9):1263-84.
- [3] Olyae S, Hamedi S, Dashtban Z. Efficient performance of neural networks for non-linearity error modeling of three-longitudinal-mode interferometer in nano-metrology system.
- [4] El-Sharkh MY, Rahman A, Alam MS. Neural networks-based control of active and reactive power of a stand-alone PEM fuel cell power plant. Journal of Power Sources. 2004 Sep 3;135(1-2):88-94.
- [5] Marquis J, Coppens MO. Achieving ultra-high platinum utilization via optimization of PEM fuel cell cathode catalyst layer microstructure. Chemical Engineering Science. 2013 Oct 11;102:151-62.
- [6] Afsahi F, Mathieu-Potvin F, Kaliaguine S. Impact of ionomer content on proton exchange membrane fuel cell performance. Fuel Cells. 2016 Feb;16(1):107-25.
- [7] Kim KH, Lee KY, Kim HJ, Cho E, Lee SY, Lim TH, Yoon SP, Hwang IC, Jang JH. The effects of Nafion® ionomer content in PEMFC MEAs prepared by a catalyst-coated membrane (CCM) spraying method. International Journal of Hydrogen Energy. 2010 Mar 1;35(5):2119-26.

[8] Alink R, Singh R, Schneider P, Christmann K, Schall J, Keding R, Zamel N. Full Parametric Study of the Influence of Ionomer Content, Catalyst Loading and Catalyst Type on Oxygen and Ion Transport in PEM Fuel Cell Catalyst Layers. *Molecules*. 2020 Jan;25(7):1523.

[9] Farrukh A, Ashraf F, Kaltbeitzel A, Ling X, Wagner M, Duran H, Ghaffar A, ur Rehman H, Parekh SH, Domke KF, Yameen B. Polymer brush functionalized SiO<sub>2</sub> nanoparticle based Nafion nanocomposites: a novel avenue to low-humidity proton conducting membranes. *Polymer Chemistry*. 2015;6(31):5782-9

-----  
Herstellungsverfahren für CCMs  
(H1)  
-----

## 5 GDL-Verarbeitung und Analyse (H2)

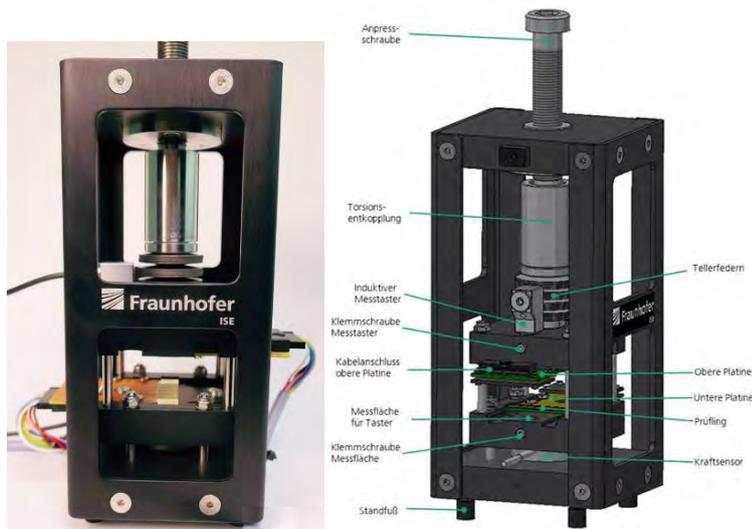
Das Anforderungsprofil für die Technologien wurde definiert. Die Beschichtung (MPL) ist mit vergleichbarer Prozesstechnologie wie für die Herstellung von Katalysatorschichten darstellbar. Verfahren wie z.B. die Schlitzdüse können eingesetzt werden, ggf. auch einfachere Verfahren wie Rakeln könnten zum Einsatz kommen. Für die in-situ-Charakterisierung von CCMs wurden die erforderlichen Gasdiffusionslagen zugeschnitten und appliziert. Die Hochskalierung dieses Prozesses für Vollformat-GDLs erfolgte ebenfalls.



**Abb. 5.1 Stanzvorrichtung für Gasdiffusionslagen**

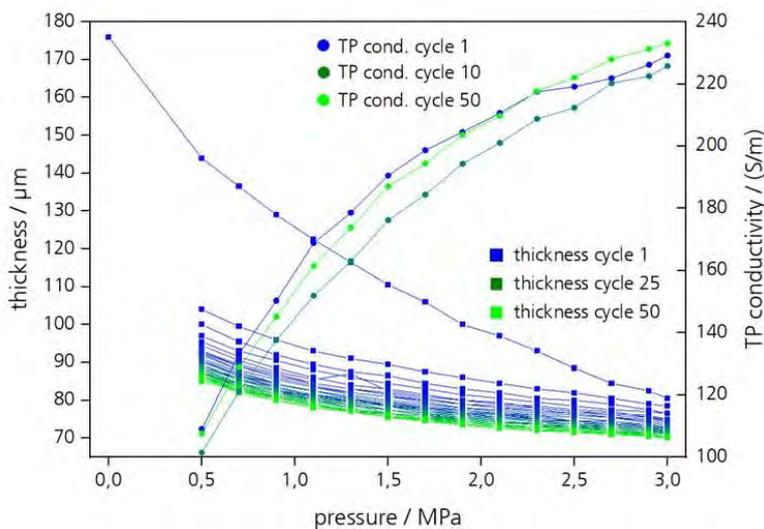
### 5.1 Messvorrichtung zur Bestimmung der Leitfähigkeit von GDLs

Die Vorrichtung soll dazu dienen, die elektrische Leitfähigkeit und die Kraft-Weg-Charakteristik von Gasdiffusionslagen (GDL) zu bestimmen, die in PEM-Brennstoffzellen zum Einsatz kommen (Abb. 5.2). Der zu untersuchende Prüfling wird zwischen zwei Platinen verpresst und mit Strom beaufschlagt. Die resultierende Potentialdifferenz wird gemessen und hieraus die elektrische Leitfähigkeit ermittelt. Es kann sowohl die In-Plane- als auch die Through-Plane-Leitfähigkeit des Prüflings bestimmt werden. Beide Platinen sind baugleich und mit stromführenden und spannungsmessenden Kontaktflächen und Kabeln ausgestattet. Mittels der Elektroden wird elektrischer Strom über den Prüfling geleitet, während die Sense-Kontakte die Potentialdifferenz erfassen. Sowohl die Bereitstellung des elektrischen Stroms, als auch die Spannungsmessung erfolgen mit Hilfe des Messgeräts Keysight U3606B. Das Messergebnis wird als Widerstand in Milliohm ausgegeben. Über die Anpressvorrichtung kann eine definierte Kraft auf den Prüfling aufgebracht werden. Sowohl die Kraft als auch die Dickenänderung der Probe werden mit Sensoren erfasst.



**Abb. 5.2 Messvorrichtung zur Bestimmung der Leitfähigkeit bzw. des Kontaktwiderstands von GDLs**

Mit der Messvorrichtung können die elektrische Leitfähigkeit und die Kraft-Weg-Charakteristik eines Prüflings zeitgleich oder unabhängig voneinander gemessen werden. Nach Auswertung der Messergebnisse erhält man die Probendicke und die elektrische Leitfähigkeit als Funktion des Anpressdrucks.



**Abb. 5.3 Dicke und Through-Plane-Leitfähigkeit einer GDL-Probe in Abhängigkeit des Anpressdrucks. 50 Zyklen Kompression/Entspannung**

## 5.2 Wirkzusammenhänge von GDL-Materialstruktur und Betriebsverhalten

Im Rahmen des Projektes wurden verschiedene kommerziell erhältliche Gas Diffusionslagen (GDL's) elektrochemisch charakterisiert. Hierzu wurden in-situ Tests in Kombination mit einer GORE PRIMEA CCM mit einer Kathodenbeladung von  $0.4 \text{ mg/cm}^2$  durchgeführt. Abb. 5.4 zeigt die Strom Spannungskennlinien der jeweiligen MEAs unter trockenen (rechts) und vollbefeuchteten (links) Bedingungen.

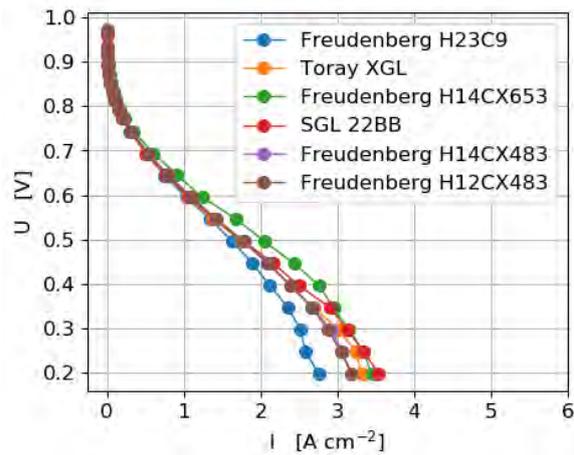
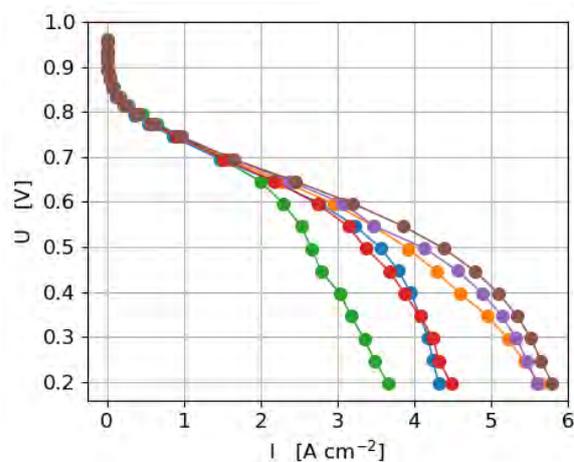


Abb. 5.4 Strom-Spannungskennlinien gemessen unter H<sub>2</sub>/Luft, 80°C, 2 bara und 40% RH (oben) und 100% RH (unten) Gasfeuchte



Die Freudenberg H12CX483 zeigte hierbei insbesondere unter feuchten Bedingungen in mittleren und hohen Strömen die höchste Leistung, während die Freudenberg H14CX654 deutliche Spannungseinbrüche im Massentransportbereich aufwies, die mit hoher Wahrscheinlichkeit auf Flutungen der Zelle zurückzuführen sind. Unter trockenen Bedingungen wiederum erreichte diese GDL die höchsten Leistungen, was darauf hindeutet, dass diese GDL speziell für den Betrieb unter trockenen Bedingungen ausgelegt wurde.

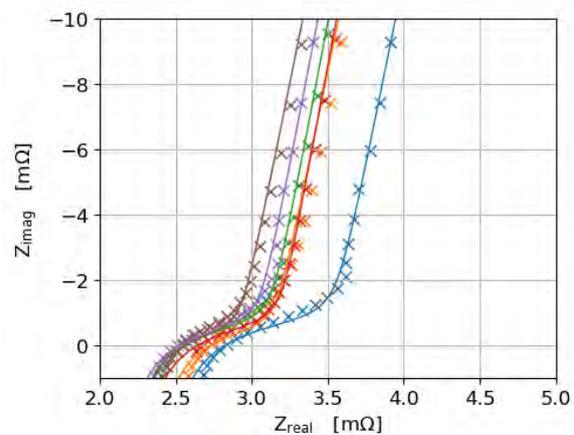


Abb. 5.5 Gefittete Impedanz Spektren gemessen bei 80°C, 100% RH und 450mV von 1 Hz - 10kHz (oben), protonische Schichtwiderstände ermittelt durch fitten der Spektren an ein Transition Line Modell (unten)

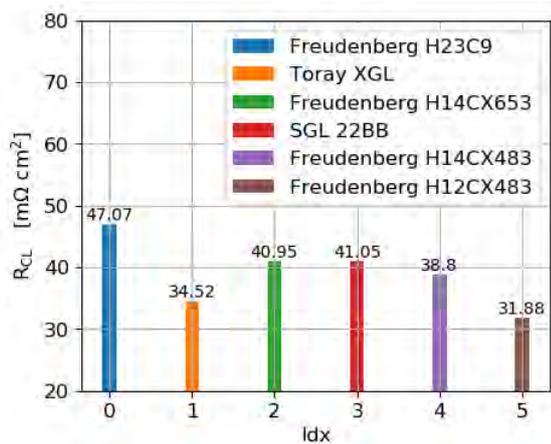
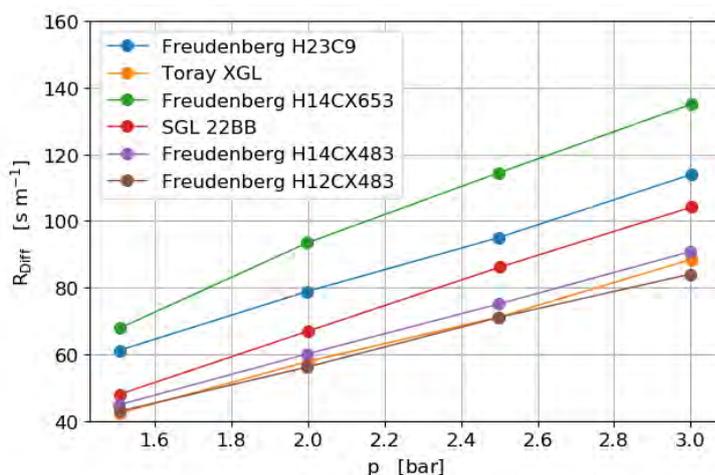


Abb. 5.5 zeigt die protonischen Schichtwiderstände der Katalysatorschichten in Kombination mit der jeweiligen GDL, ermittelt durch Fitten der gemessenen Impedanz Spektren an ein Kettenleitermodell. Die ermittelten Schichtwiderstände zeigen hierbei insbesondere für die Toray XGL und Freudenberg H12CX483 deutlich niedrigere Widerstände, welche auf ein verbessertes Feuchtmanagement in der Katalysatorschicht durch die jeweilig gepaarte GDL zurückgeführt werden können.



**Abb. 5.6 Sauerstoff Diffusionswiderstände bei 1.5, 2, 2.5 und 3 bara, ermittelt aus Grenzstromdichtemessungen bei 80°C, 100% RH und 1, 1.5, 2 und 2.5 % O<sub>2</sub>**

Abb. 5.6 zeigt die aus Grenzstromdichtemessungen ermittelten Sauerstoff Diffusionswiderstände bei 4 verschiedenen Drücken zwischen 1.5 und 3 bara. Die Messungen ergaben deutliche Unterschiede zwischen den GDLs, mit stark erhöhten Diffusionswiderständen für die Freudenberg H14CX653 GDL. Wie bereits anhand der Leistungsdaten vermutet kommt dieser GDL-Typ präferiert für trockene Bedingungen in Frage, und tendiert zur Flutung unter vollbefeuchteten Bedingungen. Dies spiegelt sich hier ebenfalls in einem erhöhten Sauerstoffdiffusionswiderstand wider. Toray und Freudenberg H12CX483 GDLs zeigten hingegen die niedrigsten Diffusionswiderstände, was sich auch mit den hohen Leistungen im Massentransportbereich aus den Leistungskennlinien in Abb. 5.4 deckt.

Die Freudenberg und SGL GDLs wurden nun durch REM-Messungen auf ihre Materialstruktur untersucht. Abb. 5.7 zeigt REM-Aufnahmen der makroporösen Seite der GDLs von SGL und Freudenberg. Es sind deutliche Unterschiede im Durchmesser der Fasern und der Porosität erkennbar. Anhand der Bilder kann allerdings keine quantifizierbare Aussage zur Porengrößenverteilung getroffen werden. Auch die Seite der mikroporösen Schicht (MPL) zeigt topografische Unterschiede (Abb. 5.8). Für eine Korrelation mit dem Betriebsverhalten der MEAs müssten allerdings deutlich mehr Daten aufgenommen werden.

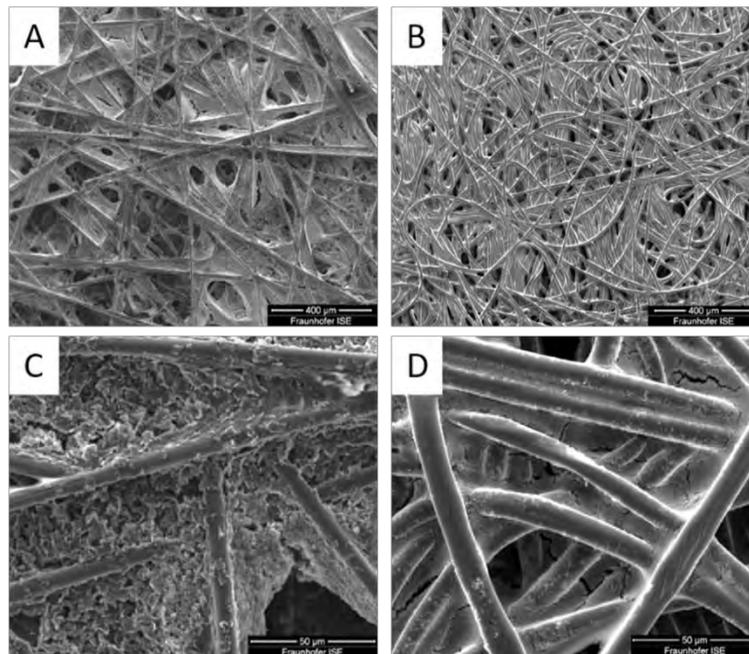


Abb. 5.7 REM-Aufnahmen von GDLs von SGL (A und C) sowie von Freudenberg (B und C) in verschiedenen Auflösungen.

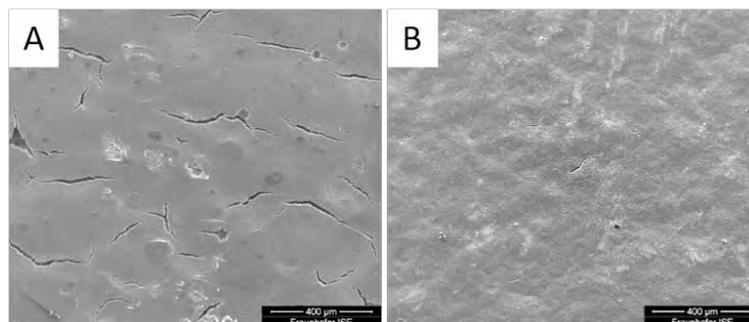


Abb. 5.8 REM-Aufnahme der MPL-Seite der GDL von SGL (A) und Freudenberg (B).

## 6 Schulungen zu Fertigungs- und QS-Themen (T2)

### 6.1 Workshops

- VDMA-Workshop, 28. & 29. Januar 2020, ZBT, Duisburg: Automatisierte Stackstapelung von Membran-Brennstoffzellen. Das Fraunhofer ISE leitete die Arbeitsgruppe „Fehlerkatalog“ (vgl. AP Q.1 KPIs). Außerdem konnten das ZSW und das Fraunhofer ISE das Projekt HyFAB-BW vorstellen.
- VDMA-/NRC-Workshop, 01. & 02. Oktober 2020, Fraunhofer ISE, Web-Seminar: Factory Acceptance Testing & Break-in of Fuel Cell Stacks
- International QC Workshop, 05. & 06.05.2021, HFTO/NREL (Mitorganisation Fraunhofer ISE)
- VDMA AG Brennstoffzellen Workshop Degradation / Lebensdauer von Brennstoffzellen, 18.05.2021, VDMA AG NT-PEMBZ (Mitorganisation Fraunhofer ISE)
- International Web Seminar »Fuel Cell MEA Production Research«, 24. & 25.11.2021, Fraunhofer ISE
- International Web Seminar »Fuel Cell MEA Production«, 15. & 16.11.2022, Fraunhofer ISE
- HyFab Industrietag am ZSW, 16.06.2023 in Ulm

### 6.2 Veröffentlichungen

- Y. Wang, B. Seo, B. Wang, N. Zamel, K. Jiao, X. Cordobes Adroher. Fundamentals, materials, and machine learning of polymer electrolyte membrane fuel cell technology. *Energy and AI*, 2020; 1:100014. <https://doi.org/10.1016/j.egyai.2020.100014>
- X.-Z. Yuan, C. Nayoze, N. Shaigan, D. Fisher, N. Zhao, N. Zamel, P. Gazdzicki, M. Ulsh, K. A. Friedrich, F. Girard, U. Groos. A review of functions, attributes, properties and measurements for the quality control of proton exchange membrane fuel cell components. *Journal of Power Sources*, Vol. 491, 2021, <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2021.229540>
- K. Christmann et al., Activation mechanisms in the catalyst coated membrane of PEM fuel cells, 2021; <https://doi.org/10.1016/j.peecs.2021.100924>
- Ney et al. "Challenges of fabricating catalyst layers for PEM fuel cells using flatbed screen printing", *Journal of Coatings Technology and Research*, 2022. DOI: <https://doi.org/10.1007/s11998-022-00710-1>
- H. Liu, L. Ney, N. Zamel, X. Li "Effect of Catalyst Ink and Formation Process on the Multiscale Structure of Catalyst Layers in PEM Fuel Cells", *Applied Sciences* 2022, 12 (8), 3776. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2022.140680>
- Ney et al. "Impact of the Drying Temperature during Catalyst Layer Manufacturing on PEM Fuel Cell Performance", Meet. Abstr. ECS 2022, MA2022-01 (35), 1422. DOI: <https://doi.org/10.1149/MA2022-01351422mtgabs>

### 6.3 Konferenzen

- Zamel et al. „Catalyst coated membranes – their structure, their performance and their durability“. World Fuel Cell Conference 2021, August 16 – 20, 2021.
- Ney et al., „Modeling the Flow Behavior of Catalyst Inks for PEM Fuel Cells by an Evolutionary Algorithm“; Annual European Rheology Conference 2021, 2021. DOI: 10.13140/RG.2.2.20968.19209.

- Ney et al., „Challenges of Fabricating Catalyst Layers for PEM Fuel Cells Using Flatbed Screen Printing“, European Coating Symposium 2021, T-55, <https://www.european-coating-symposium.eu/index.html>
- Ney et al., „HyFab PEM Fuel Cell MEA Production Research at ISE“, 20th Virtual International Coating Symposium by COATEMA Coating Machinery GmbH, 08.09.2021
- Zamel et al., „Application of artificial intelligence in the context of fuel cells“, f-cell 2021, 15.09.2021
- Groos et al., „From catalyst powder to membrane electrode assembly – results from HyFab“, f-cell 2021, 15.09.2021
- Ney et al. „Fabricating Catalyst Layers for PEM Fuel Cells by Screen Printing“, 6th Advanced Screen Printing Workshop SPF 2021 by ASADA MESH Co. LTD., Valencia, Spain, <https://edu.asada-mesh.com/screen-printing-forever-2021/>, 27.10.2021
- Ney et al. „Modeling the flow behavior of catalyst inks for PEM fuel cells by an evolutionary algorithm“, AERC (Annual European Rheology Conference) Presentation, online, 15.04.2021, <https://nrs.blob.core.windows.net/pdfs/nrc-4-f2974757-c356-412a-b546-34f081567f8e.pdf>
- Ney et al. „Challenges of fabricating catalyst layers for PEM fuel cells using flatbed screen printing“, European Coating Symposium, Presentation, online, 07.09.2021
- Ney et al. „Impact of the Drying Temperature during Catalyst Layer Manufacturing on PEM Fuel Cell Performance“, ECS 241<sup>st</sup> Meeting Electrochemical Society, Presentation, Vancouver, Canada, 29.05.2022, <https://www.electrochem.org/241>
- Ney et al. „Optimizing Ink Formulations to Enable Advanced Production Technologies for Catalyst Layer Manufacturing of PEMFC“, Gordon Research Seminar & Conference for Fuel Cells, Presentation and Poster, Smithfield, USA, 23.07.2022, <https://www.grc.org/fuel-cells-grs-conference/2022/>
- Ney et al. „HyFab – PEM FC MEA production research at Fraunhofer ISE“ 20<sup>th</sup> Coatema Coating Symposium, Presentation, online, 08.09.2021
- Keding et al. „New technologies in fuel cells“, Presentation, 21<sup>th</sup> Coatema Coating Symposium, Dormagen, 08.11.2022
- Groos et al., „Screen Printed Catalyst Coated CCMs for Fuel Cells“, VDD Seminar, 07.04.2022, online
- Ney et al., Poster „Manufacturing the Electro-Chemical Heart of a PEM fuel cell – Production Research for Membrane Electrode Assembly“, 14.-15.06.23, UECT, Ulm
- Thombra et al., Poster „Upscaling the CCM manufacturing process to enable industrial active areas“, 14.-15.06.23, UECT, Ulm

## 6.4 Preise

-----  
Schulungen zu Fertigungs- und  
QS-Themen (T2)  
-----



**Abb. 6.1** Der f-cell Award wurde von Baden-Württembergs Umweltminister Franz Untersteller (links) an Dr. Roman Keding (Mitte) und Dr. Matthias Klingele (rechts) übergeben.

## Kontakt:

---

Linda Ney  
Wasserstofftechnologien  
[linda.ney@ise.fraunhofer.de](mailto:linda.ney@ise.fraunhofer.de)

Fraunhofer-Institut für Solare Energiesystem ISE  
Heidenhofstraße 2  
79110 Freiburg im Breisgau  
[www.ise.fraunhofer.de](http://www.ise.fraunhofer.de)