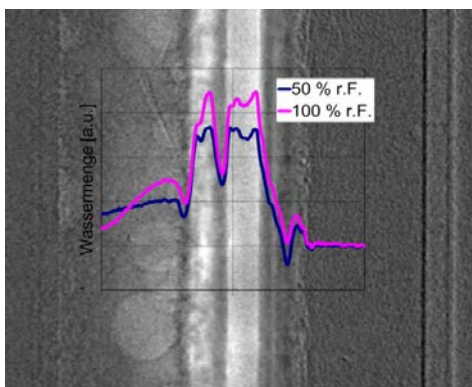


Untersuchung mit Röntgenstrahlen (Synchrotron oder μ -CT)

Der Wasserhaushalt von Gasdiffusionslagen kann im laufenden Betrieb (in situ) mittels des Einsatzes von Röntgenstrahlen untersucht werden. Je nach der spezifischen Fragestellung werden diese Untersuchungen entweder mit einem μ -CT am ZSW oder an einer Synchrotron-Anlage gemeinsam mit den Partnern vom HZB durchgeführt. Hierbei können, ebenfalls je nach Fragestellung, sowohl radiographische als auch tomographische Methoden zum Einsatz kommen.

- **Radiographische Untersuchungen**

Unter Einsatz spezieller Messzellen können mittels Synchrotron-Radiographien integrale Wasserverteilungen über eine Membran-Elektroden-GDL-Einheit einschließlich ihrer zeitlichen Abhängigkeit bestimmt und so ihr Verhalten in Abhängigkeit von der Komponentenauswahl und den gewählten Betriebsbedingungen bestimmt werden.



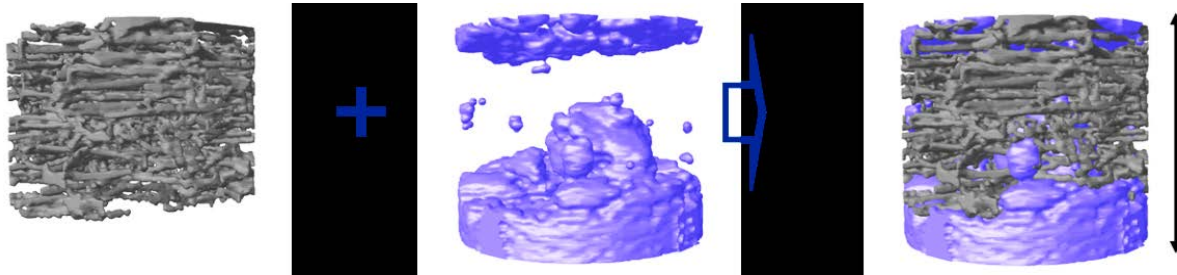
Die Leistungsmerkmale dieser Untersuchung lassen sich wie folgt zusammenfassen:

- Untersuchung an speziellen Messzellen im laufenden Betrieb (in situ) möglich
- Unterscheidung zwischen MPL und GDL (Substrat)
- Kleinste Wassercluster im Bereich von Nanolitern nachweisbar
- Sehr hohe örtliche und zeitliche Auflösung (0,9 μ m pro Pixel bei 3 Sekunden pro Bild)

Synchrotron-Radiographie an einer laufenden Brennstoffzelle bei unterschiedlichen Feuchten (ebenfalls sichtbar sind Tropfen auf der Kathoden-GDL)

- **Tomographische Untersuchungen**

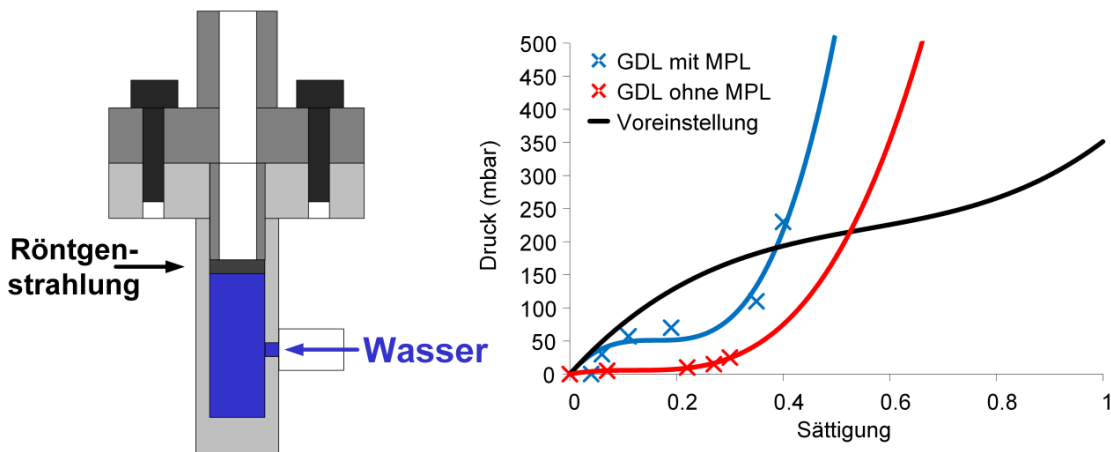
Unter Einsatz spezieller Messzellen können mittels Synchrotron- oder μ -CT-Tomographien orts aufgelöste Wasserverteilungen über eine Membran-Elektroden-GDL-Einheit bestimmt und so die lokale und integrale Wassersättigung in Abhängigkeit von der Komponentenauswahl und den gewählten Betriebsbedingungen bestimmt werden. Weiterhin kann die individuelle Druckabhängigkeit der Wassersättigung einer GDL bestimmt werden (Link: Leverett-Funktion).



3-D Röntgen-Tomographie (μ -CT): Optische Trennung von Wasser und GDL

- **Ex-situ-Untersuchungen zum Wasserhaushalt (Leverett-Funktion)**

Mittels einer speziell entwickelten Apparatur kann das Eindringverhalten von Wasser in eine GDL in Abhängigkeit vom Druck gemessen und so eine an die spezifische GDL angepasste Leverett-Funktion ermittelt werden. Diese Funktion wird unter anderem für eine möglichst exakte Repräsentation der GDL-Eigenschaften in einer CFD-Zell-Modellierung [Link: Zellen und Stacks (CFD)] benötigt.



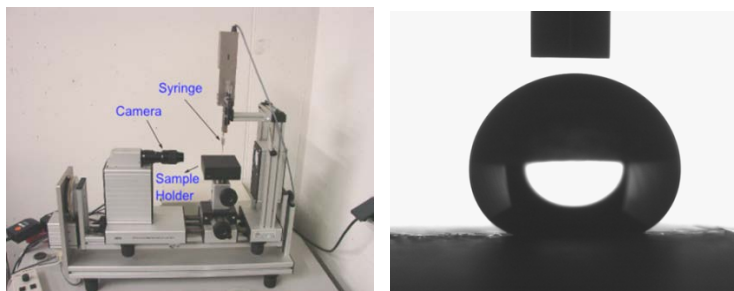
Schematischer Versuchsaufbau zur Messung der funktionalen Abhängigkeit der Wassersättigung vom Wasserdruck im Vergleich zu einem Standardansatz

Kontaktwinkelmessungen

Beim Benetzungsverhalten eines porösen Materials ist zwischen dem äußeren oder Oberflächen-Kontaktwinkel und dem inneren Kontaktwinkel zu unterscheiden. Letzterer bestimmt das Verhalten von Wasser im Inneren des Materials und ist von den chemischen Eigenschaften der Oberfläche abhängig. Der Oberflächen-Kontaktwinkel wird dagegen auch von den Struktureigenschaften der Oberfläche bestimmt. Eine Oberflächen-Strukturierung im μm -Bereich führt oft zu verstärkt hydrophoben Eigenschaften („Lotus-Effekt“), so dass die mit den entsprechenden Methoden bestimmten Kontaktwinkel für GDL-Materialien oft weit höher liegen als es nach den chemischen Eigenschaften der Materialoberfläche (innerer Kontaktwinkel) zu erwarten wäre.

- **Tropfenkontur**

Mittels einer Tropfenkontur-Messung kann der äußere Kontaktwinkel einer BZ-Komponente bestimmt werden. Weiterhin kann durch eine Neigungsfunktion der zugehörigen Apparatur (Goniometer) auch der Abperlwinkel des Materials bestimmt werden. Diese Informationen werden sowohl direkt für die Beurteilung der Eignung von Brennstoffzellen-Komponenten in bestimmten Anwendungsbereichen verwendet als auch als Eingangsparameter in Modellierungen von Brennstoffzellen (Modellierung und Simulation von Brennstoffzellen). Auch innerhalb der Kanälen von Bipolarplatten können Messungen durchgeführt werden.



Goniometer zur Kontaktwinkelbestimmung, re.: Auf dem Probenkörper aufsitzender Wassertropfen zur Kontaktwinkelbestimmung

- **Flüssig-Sorptionsmessungen**

Zur Bestimmung des inneren Kontaktwinkels poröser Materialien können Flüssig-Sorptionsmessungen eingesetzt werden. Hierzu wird das Material mit einer benetzenden Flüssigkeit in Kontakt gebracht und aus der durch die Sorption der Flüssigkeit resultierenden Gewichtszunahme über die Zeit auf den Kontaktwinkel geschlossen. Für nicht benetzende Flüssigkeiten, also z.B. Wasser bei den meisten GDL-Materialien, kann diese Eigenschaft durch Messungen mit mehreren benetzenden Flüssigkeiten und eine Extrapolation auf die interessierende Flüssigkeit bestimmt werden. Ein entsprechendes Gerät (Tensiometer) und geeignete Flüssigkeiten stehen am ZSW für solche Untersuchungen zur Verfügung.

- **Inverse Gas-Chromatographie**

Bei einer Flüssig-Sorptionsmessung [Flüssig-Sorptionsmessungen] hängt die Flüssigkeitsaufnahme sowohl von der chemischen Beschaffenheit der Oberfläche als auch von der Struktur des Materials ab. Genauer gesagt wird der sogenannte Kapillardruck sowohl vom Kontaktwinkel als auch vom

Durchmesser des Hohlraums bestimmt (Strukturabhängigkeit).

Als reine Gasphasenmethode vermeidet die sogenannte inverse Gaschromatographie (iGC) diese Strukturabhängigkeit. Hier wird die Wechselwirkung bestimmter Chemikalien mit der Oberfläche bestimmt, indem die Zeit gemessen wird, die sie in einem Trägergasstrom über die Probe geführt auf der Oberfläche derselben verbleiben. Daraus können die Komponenten der Oberflächenenergie und letztlich der Kontaktwinkel zu Wasser berechnet werden. Die Bezeichnung inverse Gaschromatographie rührt daher, dass hier im Gegensatz zur analytischen Gaschromatographie die feste Phase durch die Probe gebildet wird. Ein solches Gerät, welches auch als SEA (Surface Energy Analyzer) bezeichnet wird, wird am ZSW routinemäßig für die Bestimmung der inneren Benetzungseigenschaften benutzt.

HydroHead

Als ein mögliches Vergleichskriterium verschiedener Gasdiffusionslagen kann der sogenannte HydroHead bestimmt werden. Dies ist der hydrostatische Druck auf das Material, bei dem erstmals Wasser hindurchdringt. Wie in der Zelle stellt auch hier die mikroporöse Schicht (MPL, Micro Porous Layer) den größten Transportwiderstand gegen flüssiges Wasser dar, so dass mit dieser Methode besonders Unterschiede in Bezug auf die größten Poren in der MPL charakterisiert werden können.

BubblePoint

Während bei der Bestimmung des HydroHead [Link] neben der Struktur des Materials der Kontaktwinkel zur Messflüssigkeit Wasser in das Ergebnis eingeht, hängt das Ergebnis der verwandten Methode der Bestimmung des sogenannten Blasenpunkts nur von der Struktur des Materials ab. Hier wird versucht, mit steigendem Gasdruck eine vollbenetzende Flüssigkeit aus der damit gesättigten Probe zu drücken. Der BubblePoint entspricht dem Druck, bei dem erstmals ein Gasdurchtritt erfolgt und daher Blasen an der Oberfläche zu sehen sind. An diesem Punkt wird die größte Durchgangspore durch das Material von der Flüssigkeit befreit und das Ergebnis ist für ihren Durchmesser charakteristisch.

Wasserdampfsorption

Mittels der Methode der dynamischen Wasserdampfsorption (DVS, Dynamic Vapour Sorption) kann bestimmt werden, welche Menge an Wasser eine Probe bei gegebener Temperatur und relativer Feuchte aus der Gasphase aufnimmt bzw. wie schnell in der Probe vorhandenes Wasser abgegeben wird. Eine solche Messung erlaubt z.B. Aussagen zum Trocknungsverhalten von Gasdiffusionslagen sowie zum Verhalten von Brennstoffzellen-Membranen.

// Kontakt:

Dr. Joachim Scholta
Fachgebietsleiter Brennstoffzellen Stacks
Zentrum für Sonnenenergie- und Wasserstoff-
Forschung Baden-Württemberg (ZSW)
Helmholtzstraße 8
89081 Ulm
Tel.: +49 (0)731 95 30-206
E-Mail: joachim.scholta@zsw-bw.de