



Hochschule für Angewandte Wissenschaften Hamburg  
*Hamburg University of Applied Sciences*

## Bachelorarbeit

Dmitry Shipunov

### Entwicklung einer Testzelle zur optischen Beobachtung und Messung von Blasenbildungsprozessen der Wasser-Elektrolyse

*Fakultät Technik und Informatik  
Department Maschinenbau und Produktion*

*Faculty of Engineering and Computer Science  
Department of Mechanical Engineering and  
Production Management*

**Dmitry Shipunov**

**Entwicklung einer Testzelle zur  
optischen Beobachtung und Messung  
von Blasenbildungsprozessen der  
Wasser-Elektrolyse**

Bachelorarbeit eingereicht im Rahmen der Bachelorprüfung

im Studiengang Maschinenbau Entwicklung und Konstruktion  
am Department Maschinenbau und Produktion  
der Fakultät Technik und Informatik  
der Hochschule für Angewandte Wissenschaften Hamburg

Erstprüfer/in: Prof. Dr. Thorsten Struckmann  
Zweitprüfer/in: Fabian Brandes

Abgabedatum: 11.02.2025

# Zusammenfassung

Dmitry Shipunov

## Thema der Bachelorthesis

Entwicklung einer Testzelle zur optischen Beobachtung und Messung von Blasenbildungsprozessen der Wasser-Elektrolyse

## Stichworte

Wasserelektrolyse, Blasenbildung, optische Messungen, elektrochemische Testzelle, SAXS, 3D-Druck, Katalysator, nanostrukturierte Elektrode

## Kurzzusammenfassung

Diese Arbeit befasst sich mit der Entwicklung und Optimierung von Testzellen zur Untersuchung von Blasenbildungsprozessen in der Wasserelektrolyse. Eine bereits existierende Testzelle wurde für optische Messungen mittels 4D-Particle-Tracking-Velocimetry weiterentwickelt. Zusätzlich entstand eine neue Testzelle, die gezielt auf Synchrotronstrahlungsuntersuchungen (SAXS) ausgerichtet ist. Beide Varianten sollen dazu beitragen, das Verständnis von Blasenbildung und Gastransport in elektrochemischen Systemen zu vertiefen und eine präzise Charakterisierung der Prozesse in der Wasserelektrolyse zu ermöglichen.

Dmitry Shipunov

## Title of the paper

Development of a test cell for optical observation and measurement of bubble formation processes in water electrolysis

## Keywords

Water electrolysis, bubble formation, optical measurements, electrochemical test cell, SAXS, 3D printing, catalyst, nanostructured electrode

## Abstract

This thesis deals with the development and optimization of test cells for investigating bubble formation processes in water electrolysis. An existing test cell was enhanced for optical measurements using 4D Particle Tracking Velocimetry (4D-PTV). In addition, a new test cell was designed specifically for synchrotron radiation studies (SAXS). Both solutions aim to improve our understanding of bubble formation and gas transport in electrochemical systems and enable precise characterization of these processes in water electrolysis.

# Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis .....	IV
Abbildungsverzeichnis .....	VI
Tabellenverzeichnis .....	VIII
Abkürzungs- und Symbolverzeichnis .....	IX
1 Einleitung .....	1
1.1 Relevanz des Themas.....	1
1.2 Ziele und Aufbau der Arbeit.....	2
2 Projektübersicht und Zielsetzung .....	3
2.1 Aktueller Stand.....	3
2.2 Ziele .....	5
2.2.1 Anpassung der zweiten Testzelle (Z2) zur optimierten Fassung (Z2u).....	5
2.2.2 Entwicklung einer neuen Testzelle (Z3) für Synchrotronstrahlungsuntersuchungen.....	5
3 Theoretische Grundlagen.....	6
3.1 Einführung in die Wasser-Elektrolyse und Blasenbildung .....	6
3.1.1 Grundlagen der Wasser-Elektrolyse .....	6
3.1.2 Protonenaustauschmembran-Wasserelektrolyse.....	6
3.1.3 Wasserelektrolyse ohne Membran mit $H_2SO_4$ .....	8
3.1.4 Potentialmessung und 3-Elektroden-Aufbau.....	9
3.1.5 Blasenbildung und ihre Bedeutung .....	10
3.1.6 Katalysatoren (Effizienz und Kosten).....	11
3.2 Optische Beobachtung in der Elektrolyseforschung.....	12
4 Optimierung der Optischen Durchflusszelle von Z2 zu Z2u .....	15
4.1 Methodische Vorgehensweise.....	15
4.2 Überarbeitung der Anforderungsliste .....	15
4.3 Grobgestaltung.....	19

4.3.1	Elektrodenintegration .....	20
4.3.2	Gasableitung .....	22
4.3.3	Optimierung der Schlauchverschraubungen .....	24
4.3.4	Optimierung der Dichtigkeit der Flachdichtung .....	26
4.3.5	Erstellung der Gesamtkonstruktion .....	29
4.3.6	Rapid Prototyping Z2u (3d-Druck) .....	29
4.4	Zusammenbau und Tests .....	31
4.5	Verifikation und Validierung von Anforderungen .....	32
5	Entwicklung einer Testzelle (Z3) für Synchrotronstrahlungsuntersuchungen .....	34
5.1	Definition der Anforderungen an die Zelle .....	34
5.2	Entscheidung über Neukonstruktion oder Anpassung .....	36
5.3	Erstellung einer Grobgestaltung .....	36
5.3.1	Materialauswahl für Fenster und Konstruktionsteile .....	36
5.3.2	Gestaltung der Küvette und Fenster .....	37
5.3.3	Abdichtung der Küvette .....	39
5.3.4	Elektrodenintegration .....	39
5.3.5	Gesamtkonstruktion .....	40
5.3.6	Rapid Prototyping Z3 (3d-Druck) .....	41
5.4	Montage und Tests .....	42
5.5	Verifikation und Validierung von Anforderungen .....	44
6	Zusammenfassung und Ausblick .....	46
6.1	Erzielte Ergebnisse beider Projekte .....	46
6.2	Ausblick auf mögliche Weiterentwicklungen .....	46
7	Literaturverzeichnis .....	47
8	Anhang .....	54
8.1	Technische Zeichnungen, Stücklisten .....	54
8.1.1	Gesamtkonstruktion Z2u .....	54
8.1.2	Gesamtkonstruktion Z3 .....	62
8.2	Zusätzliche Dokumentationen .....	71
8.2.1	3d-Druck von PP-Material: Einstellungen, Material und Software .....	71
8.2.2	Montageanleitung (Z2u und Z3) .....	79

## Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Schematische Darstellung der Zelle (Z1).....	3
Abbildung 2: Schematische Darstellung der Testzelle in Betrieb (Z2) .....	4
Abbildung 3: Prinzip der Protonenaustauschmembran-Wasserelektrolyse (PEMWE) [2] .....	7
Abbildung 4: Aufbau einer PEMWE-Zelle mit Hauptkomponenten [14] .....	8
Abbildung 5: Schema des 3-Elektroden-Aufbaus für elektrochemische Messungen [1] .....	9
Abbildung 6: Blasenbildungsprozess an der Katalysatorschicht (CL) einer PEMWE: (A) Nukleation, (B) Wachstum, (C) Ablösung [16] .....	10
Abbildung 7: Bild des MUST-Geräts zur Strömungsanalyse [63] .....	13
Abbildung 8: Endstation der SAXSMAT-Beamline P62 bei PETRA III – Schematische Darstellung [64].....	13
Abbildung 9: Gasansammlungen im oberen Bereich der Küvette während des Betriebs (Z2) .....	16
Abbildung 10: Abgetragene Schlauchverschraubung (Z2) .....	16
Abbildung 11: Durchführung eines Dichtigkeitstests der Testzelle (Z2).....	17
Abbildung 12: Anforderungsliste für Z2u .....	18
Abbildung 13: CAD-Modell des Einsatzes WE+RE von Z2u .....	21
Abbildung 14: Schnittansicht des Einsatzes WE+RE mit Annotation (Z2u) .....	22
Abbildung 15: CAD-Modell des Einsatzes CE+GA von Z2u .....	23
Abbildung 16: Schnittansicht des Einsatzes CE+GA mit Annotation (Z2u).....	23
Abbildung 17: Schnittansicht des Deckels (GA+WE) mit Annotation (Z2u) .....	24
Abbildung 18: Dreiviertelschnittansicht des Deckels Z2u (GA+WE) mit Annotation (Z2u) ....	25
Abbildung 19: Kontaktfläche der Glasküvette für die Flachdichtung (Z2).....	26
Abbildung 20: Flachabdichtungsnut im Deckel (Z2) .....	27
Abbildung 21: Randbedingungen der FEM-Simulation der Deckelverformung (Z2).....	27
Abbildung 22: FEM-Simulation der Deckelverformung – Darstellung der maximalen Verschiebung (Z2u) .....	28
Abbildung 23: Gesamtkonstruktion von Z2u in Explosionsansicht.....	29
Abbildung 24: Spezieller Klebestift für die Haftung von PP-Filament im 3D-Druck .....	30
Abbildung 25: 3D-gedrucktes Bauteil ohne Stützstrukturen (Z2u) .....	30

Abbildung 26: Montage des Ti-Vlies-Einsatzes für WE und RE (Z2u) .....	31
Abbildung 27: Elektrische Widerstandsmessung des Elektrodeneinsatzes (Z2u) .....	31
Abbildung 28: Anforderungsliste von Z2u mit Verifikations- und Validierungsergebnissen ...	33
Abbildung 29: Anforderungsliste für Z3 .....	35
Abbildung 30: Kommerziell erhältliche Kapton-Fensterlösung von Redox.me.....	37
Abbildung 31: Fenster mit Verschraubung [77] .....	37
Abbildung 32: Verklebte Fenster – Beispiel aus DESY-Projekt .....	38
Abbildung 33: CAD-Modell der Küvette (Z3) .....	38
Abbildung 34: CAD-Modell des Einsatzes WE+RE mit Annotation (Z3) .....	40
Abbildung 35: Gesamtkonstruktion von Z3 in Explosionsansicht.....	40
Abbildung 36: 3D-gedruckter Einsatz für WE und RE (Z3).....	41
Abbildung 37: Einfluss verschiedener 3D-Druck-Parameter auf Dichtheit [80] .....	41
Abbildung 38: 3D-gedruckte Küvette (Z3) .....	42
Abbildung 39: Kontaktierungstest des montierten Elektrodeneinsatzes für WE und RE (Z3)	42
Abbildung 40: Provisorischer Testaufbau von Z3 .....	43
Abbildung 41: Anforderungsliste Z3 mit Verifikation und Validierung.....	45

## Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Funktionsliste von Z2u.....	19
Tabelle 2: Morphologischer Kasten von Z2u .....	20
Tabelle 3: Berechnete Verschiebungen aus der FEM-Simulation (Z2).....	28
Tabelle 4: Berechnete Verschiebungen aus der FEM-Simulation (Z2u) .....	28
Tabelle 5: Widerstand des Aufbaus .....	32
Tabelle 6: Widerstand des beschichteten Ti-Vlies mit Kupferdraht (Z2u) .....	32
Tabelle 7: Widerstand des unbeschichteten Ti-Vlieses mit Kupferdraht (Z3).....	43

## Abkürzungs- und Symbolverzeichnis

<b>Symbole</b>	<b>Bezeichnung</b>
$4D - \mu PTV$	4D Micro Particle Tracking Velocimetry
$A_F$	Flachdichtfläche
$A_N$	Nutfläche
$A_Q$	Querschnittsfläche
$AF$	Ausgangsfunktion (bei Funktionslisten)
$ALD$	Atomic Layer Deposition (Atomlagenabscheidung)
$CE$	Counter Electrode (Gegenelektrode)
$CL$	Catalyst Layer (Katalysatorschicht)
$CO_2$	Kohlendioxid
$d$	Nenndurchmesser
$DESY$	Deutsche Elektronen-Synchrotron
$EF$	Eingangsfunktionsgruppe (Funktionslisten)
$e^-$	Elektron
$FEM$	Finite-Elemente-Methode
$FF$	Fluid Flow (Flüssigkeitsströmung)
$F_K$	Klemmkraft
$GA$	Gasableitung (bspw. in Konstruktion/Deckel gekennzeichnet)
$GDL$	Gas Diffusion Layer (Gasdiffusionsschicht)
$H_2$	Wasserstoff
$H_2O$	Wasser
$H^+$	Proton
$H_2SO_4$	Schwefelsäure
$HER$	Hydrogen Evolution Reaction (Wasserstoffentwicklungsreaktion)
$I$	Stronstärke

$I_{amp}$	Gemessener Strom
$I_{quell}$	Quellstrom
$Ir$	Iridium
$KAI - Projekt$	Kooperation für Anwendung und Innovation (Projekt HAW Hamburg und DESY)
$M_A$	Anzugsmoment
$MEA$	Membrane Electrode Assembly (Membranelektrodeneinheit)
$MUST$	Mobile Multianalyseeinheit für Strömungen (Großgeräteprojekt an der HAW)
$OER$	Oxygen Evolution Reaction (Sauerstoffentwicklungsreaktion)
$p_F$	Flächenpressung
$PEEK$	Polyetheretherketon
$PEMWE$	Proton Exchange Membrane Water Electrolysis (PEM-Wasserelektrolyse)
$PET$	Polyethylenterephthalat
$PETRA III$	Synchrotronlichtquelle am DESY
$Pt$	Platin
$PP$	Polypropylen
$PVDF$	Polyvinylidenfluorid
$PTL$	Porous Transport Layer (poröse Transportlage)
$PTV$	Particle Tracking Velocimetry
$R_{prob}$	Probewiderstand
$Ra$	arithmetischer Mittenrauwert (Oberflächenrauheit)
$Re$	Reynolds-Zahl
$RE$	Reference Electrode (Referenzelektrode)
$Rz$	gemittelte Rautiefe (Oberflächenrauheit)
$SAXS$	Small-Angle X-ray Scattering (Röntgenkleinwinkelstreuung)
$SLA$	Stereolithografie (3D-Druckverfahren)
$SLS$	Selective Laser Sintering (3D-Druckverfahren)

<i>TPU</i>	Thermoplastisches Polyurethan
<i>Ti</i>	Titan
<i>Ti – Vlies</i>	nanostrukturiertes Vlies aus Titan, häufig mit Iridium beschichtet
$U_0$	Zersetzungsspannung
$U_V$	gemessene Spannung
$\dot{V}$	Volumenstrom
$v$	Strömungsgeschwindigkeit
<i>WAXS</i>	Wide-Angle X-ray Scattering (Röntgenweitwinkelstreuung)
<i>WE</i>	Working Electrode (Arbeitselektrode)
$Z1, Z2, Z2u, Z3$	verschiedene Testzellenversionen (Z1 = erste Zelle, Z2 = Weiterentwicklung usw.)
$\Delta p_v$	Druckverlust
$\Delta\varphi_{WE}, \Delta\varphi_{RE}$	Potentialdifferenz an WE bzw. RE
$\eta$	Viskosität
$\eta_{Anode}, \eta_{Kathode}$	Überspannung an Anode/Kathode
$\rho$	Dichte
$R_e$	Elektrolytwiderstand

# 1 Einleitung

## 1.1 Relevanz des Themas

Die Wasserstofftechnologie gewinnt zunehmend an Bedeutung, da sie eine zentrale Rolle für eine nachhaltige Energiezukunft spielt. Wasserstoff gilt als vielseitiger Energieträger, der sowohl für die Energiespeicherung als auch als emissionsfreier Treibstoff eingesetzt werden kann. Die Polymer-Elektrolyt-Membran-Wasserelektrolyse (PEMWE) ist eine vielversprechende Methode, um Wasserstoff effizient und umweltfreundlich zu produzieren. Dieses Verfahren zeichnet sich durch hohe Wirkungsgrade, eine kompakte Bauweise und die Erzeugung von reinem Wasserstoff aus [1-7].

Ein entscheidender Faktor, der die Leistung der PEMWE beeinflusst, ist die Blasenbildung an den Elektroden. Diese Blasen können den Stofftransport beeinträchtigen und somit die Effizienz der Elektrolyse verringern. Daher ist es wichtig, die Dynamik dieser Prozesse genauer zu untersuchen. In der aktuellen Forschung werden verschiedene Ansätze genutzt, um die Mechanismen hinter der Blasenbildung und dem gleichzeitigen Transport von flüssigem Elektrolyt und Gasblasen (Zweiphasenfluss) zu analysieren. Elektrochemische Methoden wie Polarisationskurven und elektrochemische Impedanzspektroskopie helfen dabei, die Beiträge von Gasblasen und Gastransport zur Gesamtleistung der PEMWE zu identifizieren. Allerdings liefern diese Messungen häufig keine eindeutige Zuordnung zu den einzelnen Prozessen [8-11].

Gastransport kann und wurde in einigen Studien direkt mithilfe von Neutronen-, Röntgen- und optischer Bildgebung untersucht, oft in Kombination mit elektrochemischen Techniken [8-13]. Trotz dieser Fortschritte sind viele Aspekte noch wenig erforscht. Beispielsweise gibt es bisher kaum Studien, die detailliert untersuchen, wie ein erzwungener Elektrolytfluss die verschiedenen Phasen der Blasenbildung – von der Nukleation über das Wachstum bis hin zur Ablösung – beeinflusst. Insbesondere der Übergang von einfachen Laborelektroden zu praxisnahen, komplexeren Aufbauten wurde noch nicht systematisch beleuchtet [8].

Das KAI-Projekt (Kooperation für Anwendung und Innovation zwischen der HAW Hamburg und DESY) befasst sich mit der detaillierten Untersuchung von Blasenbildung und Mikroströmungen an nanostrukturierten gasentwickelnden Elektroden. Um diese Prozesse zuverlässig zu analysieren, stehen an der HAW Hamburg Hochgeschwindigkeitskameras im Rahmen des Großgeräteprojekts MUST (Mobile Multianalyseeinheit für Strömungen im Kontext von Power-to-X-Technologien und Wasserstoffanwendungen) zur Verfügung, während am DESY das Synchrotron für weiterführende Messungen eingesetzt wird.

Optische Messungen wurden bisher üblicherweise in vollständigen Zellaufbauten mit Beobachtungsfenstern in den Endplatten oder in Drei-Elektroden-Zellen mit modifizierten Küvetten durchgeführt. Durch die Anpassung und Neuentwicklung dieser Testzellen soll es möglich werden, die Blasenbildungsprozesse unter unterschiedlichen Bedingungen präzise zu erfassen. Ziel ist es, Daten zur Dynamik der Blasenbildung, zum Stofftransport und zu den Wechselwirkungen zwischen Elektrolyt und Gasblasen zu gewinnen [8].

Im Rahmen des Forschungsprojekts wurden bereits zwei Testzellen mit Drei-Elektroden-Aufbau entwickelt, um die Blasenbildung optisch zu untersuchen. Eine dritte Testzelle ist noch geplant. Die Zellen berücksichtigen eine wachsende Komplexität sowohl in den experimentellen Bedingungen als auch in der Wahl der Elektroden. Die erste Zelle ist speziell für optische Messungen ausgelegt, bietet jedoch keine Konvektion. Auf dieser Basis wurde eine zweite Zelle konstruiert, die neben der optischen Zugänglichkeit auch einen konvektiven

Elektrolytfluss aufweist, um den Einfluss des Elektrolytflusses auf die Blasenbildung zu untersuchen. Eine dritte Zelle ist geplant, die ebenfalls für optische Messungen ausgelegt sein soll, darüber hinaus aber so konstruiert wird, dass sie sich für Synchrotronstrahlungsuntersuchungen am DESY eignet. Ziel ist es, mithilfe dieser dritten Testzelle sowohl den konvektiven Fluss zu kontrollieren als auch Röntgenmessungen durchzuführen [8].

## 1.2 Ziele und Aufbau der Arbeit

Ziel dieser Arbeit ist es, die zweite Testzelle, die ursprünglich für Messungen an der HAW Hamburg konzipiert wurde, weiterzuentwickeln und eine dritte Testzelle speziell für den Einsatz unter Synchrotronstrahlung zu gestalten. Die Optimierung der zweiten Testzelle betrifft in erster Linie das Beheben von Problemen im bisherigen Betrieb sowie die Integration einer nanostrukturierten Elektrode. Die dritte Testzelle basiert auf dem Design der zweiten, wird aber an die Anforderungen für Röntgenuntersuchungen angepasst.

Kapitel 2 („Projektübersicht und Zielsetzung“) stellt zunächst den Zusammenhang mit dem KAI-Projekt her und fasst die bisherigen Fortschritte bei der Entwicklung der Testzellen zusammen. Ein Schwerpunkt liegt dabei auf dem aktuellen Entwicklungsstand der drei geplanten Testzellen, wobei insbesondere die Optimierung der zweiten Testzelle und die Konstruktion der dritten Testzelle im Vordergrund stehen.

Kapitel 3 („Theoretische Grundlagen“) legt die wesentlichen Aspekte dar, die für das Verständnis der Blasenbildung in der Wasserelektrolyse erforderlich sind. Dazu zählen die elektrochemischen Grundlagen, die besonderen Merkmale der Polymer-Elektrolyt-Membran-Wasserelektrolyse, die Wasserelektrolyse ohne Membran sowie die Bedeutung von Blasenbildung und Katalysatoren. Darüber hinaus werden Methoden der optischen Beobachtung vorgestellt, die als Grundlage für die späteren Konstruktionen dienen.

Kapitel 4 („Optimierung der optischen Durchflusszelle von Z2 zu Z2u“) beschreibt die Weiterentwicklung der bestehenden Zelle. Schwerpunkte sind die Sicherstellung der Dichtigkeit, eine effiziente Gasableitung und die Optimierung von Schlauchverschraubungen und Flachdichtungen. Zudem wird erläutert, wie 3D-Druck (Rapid Prototyping) zur Herstellung von Bauteilen eingesetzt wird, um eine flexible Fertigung zu gewährleisten. Ein zentrales Anliegen ist außerdem die Integration einer nanostrukturierten Elektrode, die das Blasenbildungsverhalten weiter aufklären soll.

Kapitel 5 („Entwicklung einer Testzelle (Z3) für Synchrotronstrahlungsuntersuchungen“) widmet sich der neu konzipierten Zelle, die für den Einsatz unter Röntgenstrahlung am DESY optimiert wurde. Zunächst werden die Anforderungen definiert, die sich insbesondere auf die Strahlendurchlässigkeit, chemische Beständigkeit und Gehäusematerialien beziehen. Anschließend geht es um die Entscheidung zwischen Neukonstruktion und Anpassung, die Materialauswahl für Fenster und Konstruktionsteile, die Gestaltung der Küvette sowie die Abdichtungskonzepte und Elektrodenintegration. Auch hier wird der 3D-Druck herangezogen, und der iterative Prozess aus Planung, Konstruktion und Verifikation wird detailliert beschrieben.

Das abschließende Kapitel 6 („Zusammenfassung und Ausblick“) fasst die erzielten Ergebnisse zusammen und diskutiert deren Bedeutung für die Untersuchung von Blasenbildungsprozessen in der Wasserelektrolyse. Ein Ausblick auf mögliche Weiterentwicklungen zeigt, wie die gewonnenen Erkenntnisse für die weitere Optimierung der Testzellen oder für verwandte Forschungsfragen genutzt werden können.

## 2 Projektübersicht und Zielsetzung

### 2.1 Aktueller Stand

Im Rahmen des KAI-Projekts (Kooperation für Anwendung und Innovation zwischen der HAW Hamburg und DESY) werden mehrere Testzellen entwickelt und untersucht, um die Blasenbildung und den Stofftransport in der Wasserelektrolyse gezielt zu erforschen. Jede Zelle ist für bestimmte Messmethoden und Forschungsfragen konzipiert. Insbesondere wurden die erste und zweite Zelle darauf ausgelegt, Messungen mit dem MUST-Gerät an der HAW Hamburg durchzuführen. Eine dritte Zelle wird eigens für Röntgenuntersuchungen am DESY konstruiert.

Die erste Zelle (Z1) basiert auf einer angepassten Standard-Glasküvette mit den Maßen  $40 \times 10 \times 10 \text{ mm}$  (Abbildung 1). Sie stellt eine offene Zelle dar, die ohne konvektive Strömung arbeitet und somit ideale Bedingungen für grundlegende Untersuchungen zur Blasenbildung bietet. Die Spannungskontrolle und Strommessung erfolgen über einen Biologic-Potentiostat, der präzise elektrochemische Messungen ermöglicht. Die Arbeitselektrode (working electrode, WE) in dieser Zelle wird als Punktelektrode eingesetzt. Allerdings traten Probleme mit der Referenzelektrode (reference electrode, RE) auf, die nicht korrekt funktionierte und unzuverlässige Messergebnisse lieferte. Z1 liefert die Basisdaten zu Nukleation, Wachstum und Ablösung von Gasblasen unter möglichst einfachen Rahmenbedingungen an eine Punktelektrode mit dem MUST-Gerät.

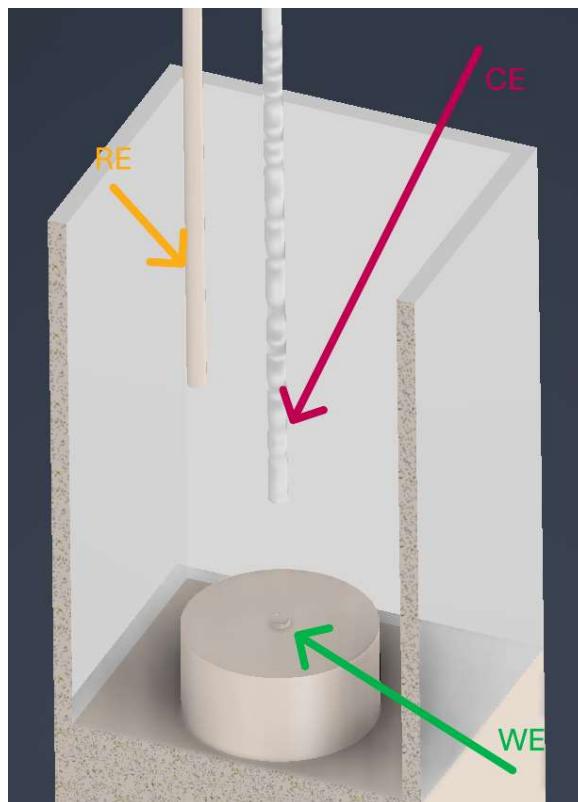


Abbildung 1: Schematische Darstellung der Zelle (Z1)

Aufbauend auf den Erkenntnissen aus Z1 wurde die zweite Zelle (Z2) entwickelt, um die Rolle des konvektiven Elektrolytflusses bei der Blasenbildung und dem Stofftransport zu untersuchen und ebenfalls optische Messungen mit dem MUST-Gerät zu ermöglichen. Z2 ist

als geschlossene Einheit konzipiert und verfügt über einen Ein- und Auslass, durch die eine externe Pumpe den Elektrolytfluss erzeugt. Für die Ein- und Auslassverbindungen werden PVDF-Verschraubungen verwendet, die eine einfache Verbindung mit Kapillarschläuchen ermöglichen. Die Verschraubungen nutzen ein Standard-Zoll-Gewinde von 1/8 und gewährleisten eine dichte und zerstörungsfreie Montage. Die Konvektion wird durch das externe Pumpensystem gesteuert, wodurch gezielte Strömungsbedingungen erzeugt werden können.

Die Glasküvette von Z2 ist eine Standard-Glasküvette mit den Außenmaßen 40 x 40 x 10 mm und Innenmaßen von 40 x 35,51 x 4,9 mm. Diese Maße stellten besondere Herausforderungen bei der Konstruktion dar. Die Deckel der Zelle, die die Glasküvette umschließen, wurden aus PVDF-Kunststoff gefertigt und mittels CNC-Technik verarbeitet. In den Deckeln befinden sich Nuten zur Aufnahme von FKM-Flachdichtungen, die eine zuverlässige Abdichtung gewährleisten. Zwischen den beiden Deckeln wird die Glasküvette eingespannt, wobei die Einsätze, die die Elektroden aufnehmen, mit zwei Schrauben sicher verbunden sind.

Der obere Einsatz enthält die Gegenelektrode (counter electrode, CE), die aus einem Platindraht besteht. Dieser Draht umwickelt ein Platin-Gitter, das wiederum um den oberen Einsatz gelegt und mithilfe einer Einsatzklammer fest fixiert wurde. Der untere Einsatz umfasst die Referenzelektrode und die Arbeitselektrode. Die Arbeitselektrode ist in den Einsatz eingeklebt und anschließend plan abgeschliffen, um eine ideale Punktelektrode wie bei Z1 zu schaffen. Die Referenzelektrode ist als Kapillarschlauch gestaltet und mit einer Salzbrücke realisiert. Sie ist ebenfalls eingeklebt und plan abgeschliffen. In Abbildung 2 ist eine technische Zeichnung von Z2 im Schnitt ohne Elektroden und Kapillarschläuche dargestellt. Zusätzlich zeigt die Abbildung die Zelle im Betrieb. Die Fluidströmung (fluid flow, FF) ist durch blaue Pfeile gekennzeichnet, während die Arbeitselektrode durch grüne, die Referenzelektrode durch rote und die Gegenelektrode durch gelb-grüne Pfeile markiert sind.

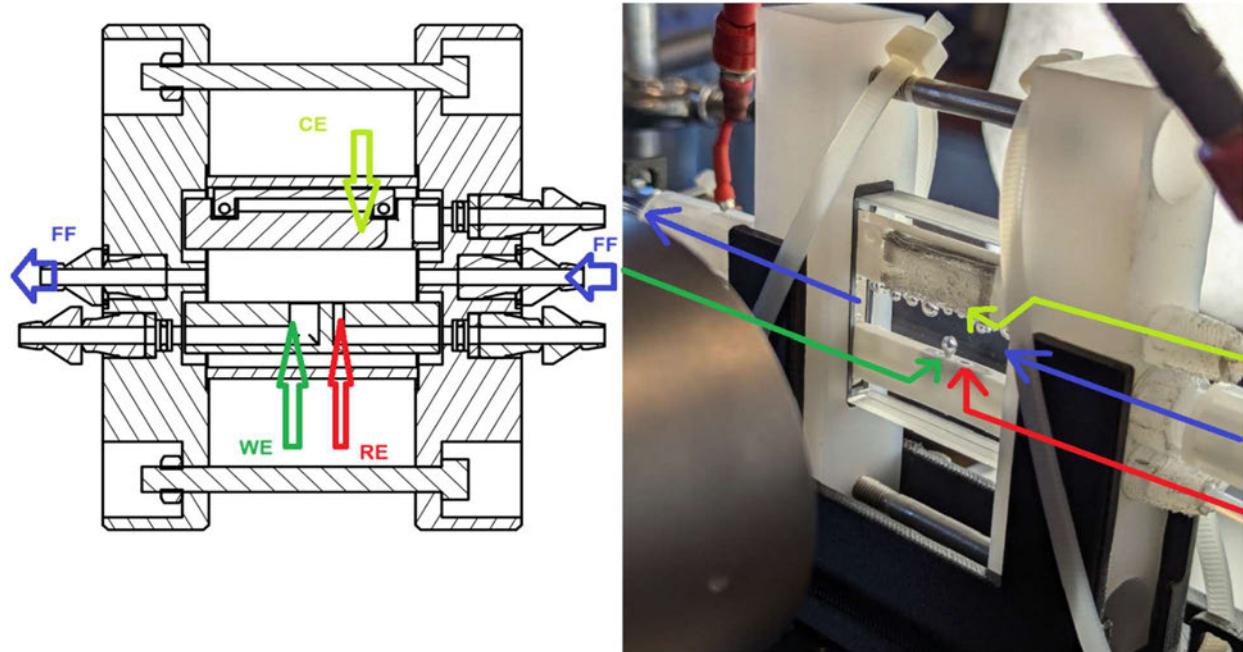


Abbildung 2: Schematische Darstellung der Testzelle in Betrieb (Z2)

Zusätzlich wurde für Z2 eine Strömungssimulation in COMSOL durchgeführt, um das Strömungsverhalten zu analysieren. Die Zelle wurde anschließend in Betrieb genommen, und Messungen mit dem MUST-Gerät wurden durchgeführt. Während des Betriebs traten einige nicht kritische Probleme auf. Diese Probleme beeinträchtigen zwar nicht die Funktion der Zelle,

weisen jedoch auf Optimierungspotenziale hin, die bei zukünftigen Konstruktionen berücksichtigt werden können. Diese Aspekte werden in Abschnitt 2.2.1 detaillierter erläutert.

Die Messungen wurden ausschließlich mit einer Punktelektrode durchgeführt. Z2 bietet jedoch keine Möglichkeit, Messungen mit nanostrukturierten Elektroden durchzuführen, was für weitergehende Untersuchungen von Bedeutung wäre.

Die dritte Zelle (Z3), deren Entwicklung im Rahmen des Projekts geplant wurde, konnte im Projektverlauf bisher nicht realisiert werden. Diese wird jedoch im Rahmen dieser Arbeit entwickelt und soll die experimentellen Möglichkeiten erweitern, indem sie speziell für Untersuchungen unter Synchrotronstrahlung konzipiert wird.

## 2.2 Ziele

### 2.2.1 Anpassung der zweiten Testzelle (Z2) zur optimierten Fassung (Z2u)

Während des Betriebs wurden bei Z2 einige Probleme festgestellt, die auf Optimierungspotenziale hinwiesen. Zu den wichtigsten zählten Gasansammlungen im oberen Teil der Küvette, die den Betrieb teils erheblich beeinträchtigten (Abbildung 2). Diese Gasblasen blockierten zeitweise die Gegenelektrode und schränkten den direkten Kontakt zum Elektrolyten ein, was die elektrochemische Reaktion beeinflussen konnte. Um diesen Effekt zu beheben, musste die Zelle gelegentlich gekippt oder entlüftet werden, was zu unerwünschten Unterbrechungen im Messablauf führte. Ein weiteres Problem betraf die Schlauchverschraubungen, bei denen an einigen Stellen Material abgetragen werden musste, um benachbarte Verschraubungen ordnungsgemäß montieren zu können.

Obwohl die Dichtigkeit der Zelle insgesamt zuverlässig war, wurde sie vor dem Befüllen mit Elektrolyt regelmäßig unter Wasser und unter Argondruck getestet. Dabei war es jedoch manchmal notwendig, die Zelle nachzustimmen, da die Ergebnisse der Dichtigkeitsprüfung nach der Montage nicht immer konstant waren. Diese Herausforderungen betrafen zwar nicht die grundsätzliche Funktion der Zelle, wiesen jedoch auf Bereiche hin, in denen Verbesserungen vorgenommen werden konnten.

Neben der Behebung der im Betrieb identifizierten Probleme wurde ein weiteres wichtiges Ziel definiert: die Integration einer neuen nanostrukturierten Elektrode in das bestehende System. Aufbauend auf den bei Z2 gemachten Erfahrungen soll eine überarbeitete Version (Z2u) entstehen, die sowohl die festgestellten Probleme behebt als auch die Integration einer nanostrukturierten Elektrode ermöglicht.

### 2.2.2 Entwicklung einer neuen Testzelle (Z3) für Synchrotronstrahlungsuntersuchungen

Parallel zur Optimierung der zweiten Zelle wird eine dritte Zelle (Z3) entwickelt, die gezielt für Röntgenuntersuchungen am DESY (PETRA III) ausgelegt ist. Ihr Aufbau orientiert sich zwar an Z2u, wird jedoch an die besonderen Anforderungen der Synchrotronstrahlung angepasst.

Eine einfache Glasküvette, wie in Z2 verwendet, kommt hier nicht in Frage, da sie nicht notwendige optische Eigenschaften für hochauflöste Messungen mit Synchrotronstrahlung bietet. Stattdessen sind Materialien erforderlich, die sowohl strahlendurchlässig als auch chemisch und strahlungsbeständig sind, um den in der Wasserelektrolyse eingesetzten

Elektrolyten standzuhalten. Darüber hinaus muss die Zelle mechanisch stabil sein. Auch in Z3 wird eine nanostrukturierte Elektrode integriert.

Damit wird das Ziel verfolgt, optische Messungen (wie bei Z1, Z2 und Z2u) mit hochauflösten Röntgenuntersuchungen zu verknüpfen, um ein detailliertes Bild der Blasenbildungsprozesse zu gewinnen.

Weitere Details zu den spezifischen Herausforderungen und Anforderungen finden sich im Kapitel „Optische Beobachtung in der Elektrolyseforschung“.

### 3 Theoretische Grundlagen

#### 3.1 Einführung in die Wasser-Elektrolyse und Blasenbildung

##### 3.1.1 Grundlagen der Wasser-Elektrolyse

Die Wasser-Elektrolyse ist ein elektrochemischer Prozess, bei dem Wasser durch die Zuführung von elektrischem Strom an Elektroden in Wasserstoff und Sauerstoff zerlegt wird. An der Anode findet die elektrochemische Oxidation statt, bei der Elektronen abgegeben werden, was zur Bildung von Sauerstoff führt. An der Kathode wird Wasserstoff durch die elektrochemische Reduktion gebildet. Dabei werden die Elektronen aufgenommen und die Oxidationsstufe nimmt ab.

Um die Ionenleitfähigkeit bei der Elektrolyse zu gewährleisten, wird ein Elektrolyt verwendet. Elektrolyte können in zwei Gruppen unterteilt werden: feste und flüssige. Im Rahmen dieser Arbeit werden verdünnte Säuren (flüssig) und Protonenaustauschmembranen (fest) betrachtet.

Die Wasserelektrolyse beginnt bei einer Zersetzungsspannung von  $1,23\text{ V}$ , unterhalb dieser Spannung stoppt die Elektrolyse. Dieser Wert stellt die theoretische Mindestspannung dar. Aufgrund von Überspannungen ist die tatsächlich benötigte Spannung jedoch höher. Diese Überspannungen entstehen durch kinetische Hemmungen der Reaktionen, wie die Aktivierungsenergie für die Sauerstoffentwicklung (Oxygen Evolution Reaction, OER) und die Wasserstoffentwicklung (Hydrogen Evolution Reaction, HER), sowie durch ohmsche Verluste im Elektrolyt und an der Elektrodenoberfläche.

Die tatsächlich benötigte Spannung ist somit die Summe aus der Zersetzungsspannung  $U_0$ , den Überspannungen an Anode  $\eta_{Anode}$  und Kathode  $\eta_{Kathode}$  sowie den ohmschen Verlusten im System, wobei  $R_e$  der Elektrolytwiderstand [1].

$$U(I) = U_0 + \eta_{Anode} + |\eta_{Kathode}| + IR_e \quad (3.1)$$

##### 3.1.2 Protonenaustauschmembran-Wasserelektrolyse

Die Protonenaustauschmembran-Wasserelektrolyse ist eine Form der Wasserelektrolyse, bei der eine Protonenaustauschmembran (Proton Exchange Membrane, PEM) als Elektrolyt dient und die Membran nur für Protonen durchlässig ist.

Bei der PEMWE entstehen Sauerstoff und Wasserstoff an der Anode bzw. Kathode. Wasser wird an der Anode oxidiert, wobei Sauerstoff  $O_2$ , Protonen  $H^+$  und Elektronen  $e^-$  gebildet werden.



Die Protonen wandern durch die Membran, während die Elektronen über einen äußeren Stromkreis zur Kathode geleitet werden. An der Kathode werden die Protonen durch Elektronen reduziert, wodurch Wasserstoff  $H_2$  entsteht [2].



Das Prinzip der PEMWE wird auch in Abbildung 3 veranschaulicht.

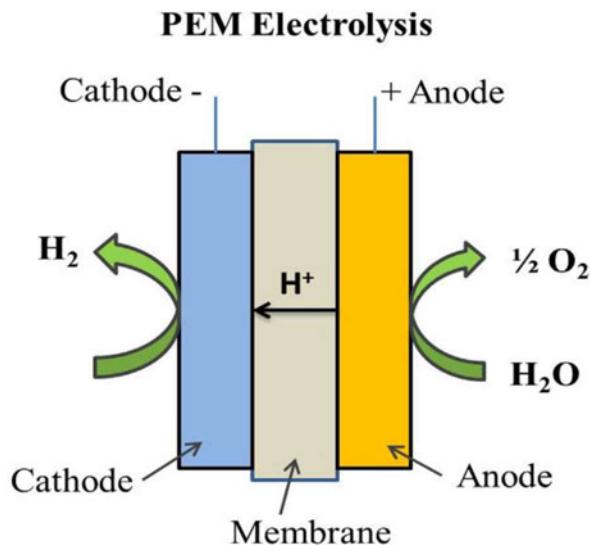


Abbildung 3: Prinzip der Protonenaustauschmembran-Wasserelektrolyse (PEMWE) [2]

Die Abbildung 4 zeigt das grundlegende Design einer PEMWE-Zelle, das auf einer Protonenaustauschmembran für den Protonentransport basiert. Die Zelle besteht aus mehreren Hauptkomponenten, darunter die Membran-Elektroden-Einheit (Membrane Electrode Assembly, MEA), die Gasdiffusionslagen (Gas diffusion layer, GDL) oder porösen Transportlagen (Porous transport layer, PTL), die Stromkollektoren (Current collector) und die Flusskanäle (flow fields).

Die Protonenaustauschmembran ist die zentrale Komponente der Zelle, die den Protonentransport von der Anode zur Kathode ermöglicht und gleichzeitig eine physikalische Trennung von Reaktanten und Produkten sicherstellt. Sie sind sehr dünn ( $20\text{--}300\ \mu\text{m}$ ), besitzen eine hohe Protonenleitfähigkeit ( $0,1 \pm 0,02\ S * cm^{-1}$ ). Die bekanntesten Marken von Protonenaustauschmembranen sind Nafion® von DUPONT sowie Nachfolgeprodukte von GORE, HOECHST CELANESE, BALLARD, TOKUYAMA (Neosepta®), SOLVAY (Hyflon®) und FUMATECH (Fumion®) [1-7].

Die Katalysatorschichten (catalyst layer, CL) sind dünn und werden entweder direkt auf die Membran oder auf die angrenzenden Transportlagen aufgebracht. Auf der Anodenseite wird Iridium als Katalysator für die Sauerstoffentwicklungsreaktion verwendet, während die Kathodenseite mit Platin für die Wasserstoffentwicklungsreaktion beschichtet ist. Die entstehenden Gasblasen bilden sich direkt an der katalytischen Oberfläche der CL und

müssen durch die PTL geleitet werden, um in die Flusskanäle (Flow Fields) der Anodenseite abtransportiert zu werden.

Die Gasdiffusionslagen, die auf beiden Seiten der MEA anliegen, gewährleisten die Verteilung von Reaktanten und den Abtransport der erzeugten Produkte. In diesem Beispiel wird an der Anodenseite Titan verwendet, da es korrosionsbeständig ist und einen effizienten Sauerstofftransport ermöglicht, während an der Kathodenseite Kohlenstoffpapier zum Einsatz kommt, um den Wasserstofftransport zu unterstützen [14].

Die Kontaktierung erfolgt sowohl an der Anode als auch an der Kathode über die Stromkollektoren, die sicherstellen, dass der elektrische Strom zwischen den Flussfeldern und der MEA effektiv übertragen wird. Die Anode befindet sich auf der Seite der Titan-Transportlage, wo Wasser zugeführt wird, und die Sauerstoffentwicklungsreaktion stattfindet. Die Kathode liegt auf der Seite der Kohlenstoff-GDL, wo Wasserstoff durch die Wasserstoffentwicklungsreaktion erzeugt wird.

Dieses Design ermöglicht eine optimale Kontaktierung, Reaktantenversorgung und Produktableitung und zeichnet sich durch eine kompakte Konstruktion aus, die hohe Stromdichten ermöglicht. Zudem bietet es eine gute Effizienz bei niedrigen Betriebstemperaturen sowie die Produktion von reinem Wasserstoff und Sauerstoff, da die Membran eine hohe Gasdichtigkeit gewährleistet [1–7, 14].

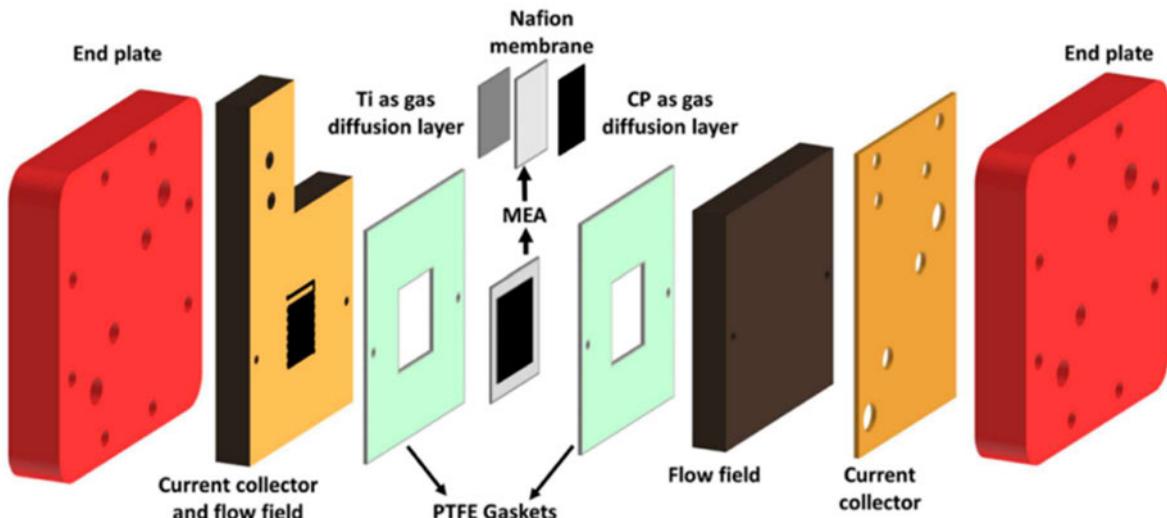


Abbildung 4: Aufbau einer PEMWE-Zelle mit Hauptkomponenten [14]

### 3.1.3 Wasserelektrolyse ohne Membran mit $H_2SO_4$

Reines Wasser ist ein elektrischer Isolator. Daher wird für eine Wasserelektrolyse ohne Membran eine Säure-, Base- oder Salzlösung hinzugefügt, um die elektrische Leitfähigkeit zu erreichen. Im Rahmen dieser Arbeit wird verdünnte Schwefelsäure  $H_2SO_4$  als Elektrolyt verwendet.

Schwefelsäure hat eine hohe Leitfähigkeit (0,85 bis  $1 S \cdot cm^{-1}$ ) und erreicht ihre maximale Leitfähigkeit in einer 3-molaren Lösung. Ein bedeutender Nachteil von verdünnten Säuren ist jedoch ihre aggressive und korrosive Wirkung auf mehrere Materialien [1].

Die Gesamtreaktion an den Elektroden während der Elektrolyse mit verdünnter Schwefelsäure ähnelt der bei der PEMWE und ist in den Gleichungen 3.2 und 3.3 dargestellt.

### 3.1.4 Potentialmessung und 3-Elektroden-Aufbau

Um wichtige Informationen über die elektrochemischen Eigenschaften einer Elektrode und den Ablauf einer Reaktion zu erhalten, wird das Elektrodenpotential gemessen. In der elektrochemischen Theorie werden alle Potentiale nur relativ zueinander angegeben, weshalb eine Referenzelektrode mit festem Bezugspotential erforderlich ist. Üblicherweise bezieht man sich dabei auf die Standard-Wasserstoffelektrode (SHE), die mit 0 V definiert ist. In der Praxis kommen jedoch häufiger Alternativen wie Ag/AgCl- oder Kalomelektroden (Hg/Hg<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>) zum Einsatz, da sie einfacher zu handhaben sind und ein stabiles Potential gegenüber der SHE aufweisen.

Für diese Arbeit ist der Dreielektrodenaufbau eines Elektrolyseurs von besonderer Relevanz. Der Dreielektrodenaufbau, wie der Name bereits andeutet, besteht aus drei Elektroden: einer Arbeitselektrode (Working Electrode, WE), einer Gegenelektrode (Counter Electrode, CE) und einer Referenzelektrode (Reference Electrode, RE).

Die Arbeitselektrode und die Gegenelektrode können entweder als Kathode oder Anode fungieren, abhängig von der Art der elektrochemischen Reaktion, die untersucht werden soll. Die Referenzelektrode ist eine Elektrode, deren Potential gegenüber der Arbeitselektrode konstant bleibt. An der Arbeitselektrode und der Gegenelektrode laufen die elektrochemischen Reaktionen ab, während die Referenzelektrode zur Messung des Potentials an der Arbeitselektrode dient [15].

Abbildung 5 zeigt die schematische Darstellung eines 3-Elektroden-Aufbaus mit integriertem Amperemeter  $I$  zur Strommessung und Voltmeter  $E$  zur Potentialmessung.

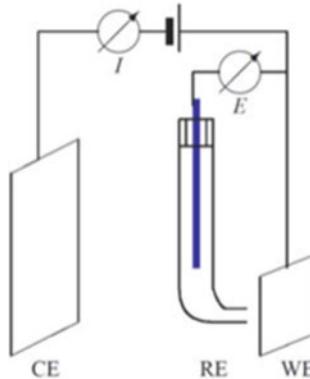


Abbildung 5: Schema des 3-Elektroden-Aufbaus für elektrochemische Messungen [1]

Die Gleichung für die Potentialmessung wird folgendermaßen aussehen, wobei  $\Delta\varphi_{WE}$  das Potential an Arbeitselektrode und  $\Delta\varphi_{RE}$  das Potential an Referenzelektrode bezeichnet:

$$E = \Delta\varphi_{WE} - \Delta\varphi_{RE} \quad (3.4)$$

Für eine präzisere Potentialmessung und Steuerung der Elektrolyse wird ein Potentiostat verwendet. Der Potentiostat ist ein Regelgerät, das die Spannung zwischen der Referenz- und Arbeitselektrode misst und Arbeits- und Gegenelektrode mit Strom einspeist. [15].

### 3.1.5 Blasenbildung und ihre Bedeutung

Während des Betriebs der Wasserelektrolyse bilden sich Gasblasen an den Elektroden. Der Prozess der Blasenbildung wird in die Phasen Nukleation, Wachstum und Ablösung unterteilt [20]. Abbildung 6 zeigt die drei Phasen der Blasenbildung am Beispiel der Sauerstoffentwicklung auf der Katalysatoroberfläche eines PEMWE-Systems.

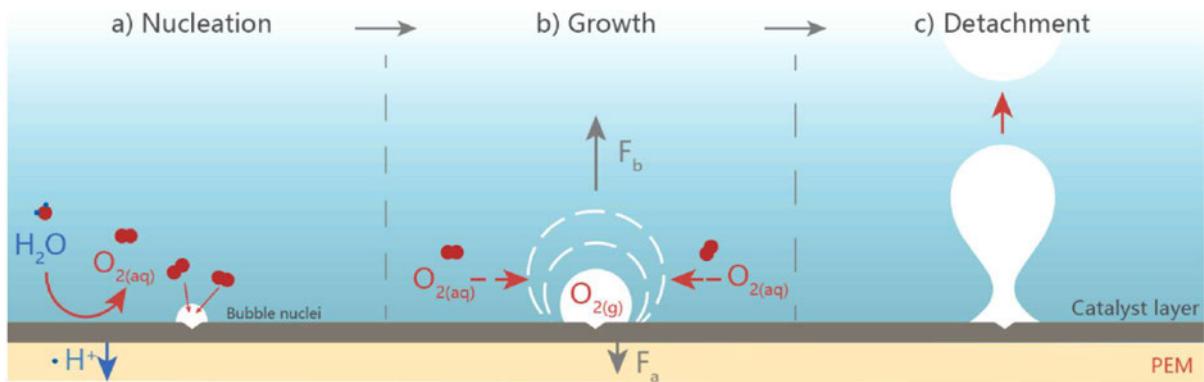


Abbildung 6: Blasenbildungsprozess an der Katalysatorschicht (CL) einer PEMWE: (A) Nukleation, (B) Wachstum, (C) Ablösung [16]

Die Nukleation von Gasblasen bei der Wasserelektrolyse passiert durch Übersättigung gelöster Gase nahe der Katalysatoroberfläche, die durch die Sauerstoffentwicklungsreaktion entsteht. Gasblasen wachsen bei der Wasserelektrolyse, weil die Gaskonzentration an der Katalysatoroberfläche höher ist als an der Blasengrenzfläche [17, 18]. Dieser Unterschied sorgt dafür, dass Gas in die Blase strömt. Die Wachstumsrate hängt vom Übersättigungsgrad und Eigenschaften der Katalysatorschicht wie Geometrie und Benetzung ab [19, 20]. Das Wachstum verläuft in drei Phasen: Zunächst wirken innere Kräfte und Oberflächenspannung, dann wird das Wachstum durch den Gasfluss bestimmt, und schließlich durch die Reaktionsrate, die Gas direkt in die Blase leitet [20-23]. Zu große Blasen können die Effizienz mindern, da sie aktive Flächen bedecken und sich langsamer ablösen, was als Blasenabschirmung bezeichnet wird [16, 24].

Die Ablösung von Gasblasen erfolgt, wenn die nach oben wirkenden Kräfte wie der Auftrieb größer sind als die Haftkräfte zwischen der Blase und der Oberfläche [17, 25]. Zusätzlich beeinflussen elektrostatische Wechselwirkungen und die Marangoni-Kraft das Ablöseverhalten. Die Marangoni-Kraft beschreibt eine Bewegung von Fluid, die durch Unterschiede in der Oberflächenspannung entsteht. Diese Unterschiede können z. B. durch Temperatur- oder Konzentrationsunterschiede verursacht werden. Faktoren wie die Oberflächenstruktur und der Kontaktwinkel der Elektrode bestimmen, wie groß die Blase bei der Ablösung ist und wie schnell sie sich löst [26, 27]. Der Prozess beginnt mit der Bildung eines schmalen Halses zwischen der Blase und der Oberfläche. Dieser Hals wird schmäler, bis die Blase vollständig abgetrennt ist und in die Flüssigkeit aufsteigt [18, 21]. Zurück bleibt oft eine kleine Gastasche, die das Wachstum einer neuen Blase an derselben Stelle erleichtert [20]. Durch aerophobe Elektroden, die die Haftung der Blasen verringern, können kleinere Blasen schneller abgelöst werden, was die Effizienz verbessert [16, 27].

Gasblasen, die während der Elektrolyse an der Katalysatoroberfläche entstehen, haben einen großen Einfluss auf diese Spannungsverluste, insbesondere auf die Aktivierungsverluste und, in geringerem Maße, die ohmschen Verluste und Massenübertragungsverluste [16].

Die anhaftenden Gasblasen verdecken Teile der aktiven Katalysatoroberfläche, wodurch die elektrochemische Reaktion verlangsamt wird und die Aktivierungsüberspannung steigt [28, 29]. Der Grad der Blasenbedeckung, also das Verhältnis der blockierten zur gesamten aktiven Fläche, nimmt mit steigender Stromdichte zu. Experimente zeigen, dass größere Blasen, die durch geringere Ablösefrequenzen entstehen, zu höheren Spannungsverlusten führen [30-34]. Verbesserte Designs der Katalysatorschicht, die die Blasenbildung optimieren, können diese Verluste verringern [16, 35, 36].

Die ohmschen Verluste bei der Elektrolyse entstehen hauptsächlich durch den Widerstand im Ionenleitungspfad. Bei Elektrolyse mit flüssigem Elektrolyten können anhaftende und strömende Gasblasen den Ionentransport behindern und dadurch die ohmschen Verluste erhöhen [20, 30]. In Elektrolysesystemen mit Membran, wie bei PEMWE-Zellen, beeinflussen Gasblasen die ohmschen Verluste dagegen kaum direkt. Allerdings kann der Wassergehalt der Membran durch Gasblasen reduziert werden, was zu einer leichten Erhöhung der ohmschen Verluste führt [16].

Gasblasen beeinflussen den Transport der Reaktanten und Produkte. Während sie lokal den Transport behindern können, fördern sie durch Mikroströmungen (z. B. den Marangoni-Effekt) auch die Massenübertragung [25, 31, 32]. Eine unzureichende Ablösefrequenz bei hoher Übersättigung kann jedoch zu einem Anstieg der Massenübertragungsverluste führen. Elektroden mit mehr Nukleationsstellen und kleineren Blasen zeigen hierbei eine bessere Leistung [16, 33-38].

Die Blasenbildung bei der Wasserelektrolyse kann die Stabilität des Katalysators und der Katalysatorschicht beeinträchtigen [39-41]. Besonders bei hohen Stromdichten erzeugt die wiederholte Bildung und Ablösung von Blasen mechanische Spannungen, die Schäden in der Struktur hervorrufen oder den Katalysator vom Substrat ablösen können [16, 39, 42].

### 3.1.6 Katalysatoren (Effizienz und Kosten)

In der PEM-Wasserelektrolyse kommen edelmetallbasierte Elektrokatalysatoren zum Einsatz, wie Pt/Pd-basierte Katalysatoren für die Wasserstoffentwicklungsreaktion an der Kathode und RuO<sub>2</sub>/IrO<sub>2</sub>-Katalysatoren für die Sauerstoffentwicklungsreaktion an der Anode [43-47].

Obwohl die PEMWE-Technologie Vorteile wie hohe Betriebsstromdichten, Gasreinheit und Effizienz bietet, stellen die hohen Kosten der verwendeten Materialien eine zentrale Herausforderung dar. Besonders die teuren Iridium- und Iridiumoxid-Katalysatoren (Ir/IrO<sub>2</sub>), die in kommerziellen PEMWE-Zellen für die OER verwendet werden, treiben die Kosten. Ein wichtiger Forschungsansatz ist die Optimierung der Katalysatorstrukturen, beispielsweise durch Nanoröhren oder Nanopartikel, um die Aktivierungsüberspannung zu verringern und die Effizienz der Materialien zu maximieren [48-56].

Vielversprechende Ansätze zur Reduzierung der Katalysatormenge basieren auf alternativen Beschichtungsmethoden und optimiertem Massenfluss für eine verbesserte Katalysatornutzung. So kann die atomlagenweise Abscheidung (Atomic layer deposition, ALD) [57-59] die Katalysatorbeladung deutlich verringern, führt jedoch oft zu ungleichmäßigen Katalysatorverteilungen. Diese Inhomogenitäten sowie der Einfluss von Nanostrukturen auf die Blasenbildung und die effektive Katalysatornutzung erfordern ein besseres Verständnis. [8]

## 3.2 Optische Beobachtung in der Elektrolyseforschung

Die Dynamik von Gasblasen und Zweiphasenströmungen in Elektrolysezellen ist ein wichtiger Forschungsbereich, da sie die Leistung und Effizienz von PEMWE-Zellen stark beeinflussen. Elektrochemische Methoden wie die Polarisationskurvenanalyse und die elektrochemische Impedanzspektroskopie werden häufig verwendet, um die Auswirkungen von Blasen und Gastransport zu untersuchen. Diese Methoden liefern jedoch oft keine genauen Informationen über die zugrunde liegenden Prozesse [8, 9].

Direkte Beobachtungen mit Neutronen- und Röntgenbildgebung haben dabei geholfen, Gastransport und Blasenverhalten besser zu verstehen. Synchrotron-Röntgenaufnahmen haben gezeigt, wie Blasen gebildet, abgelöst und durch die porösen Schichten (PTL) transportiert werden. Solche Studien helfen, die Zusammenhänge zwischen Blasenverhalten und Zelleistung zu erklären [8-11, 60].

In offenen Systemen wie Drei-Elektroden-Zellen ist die Beobachtung des Blasenverhaltens einfacher, da die Elektroden zugänglicher sind. Hier können Methoden wie Hochgeschwindigkeitsaufnahmen genutzt werden, um Blasengröße, Ablösedauer und Verteilung zu analysieren [8, 30].

Fortschritte in der optischen Messtechnik eröffnen neue Möglichkeiten. Hochgeschwindigkeitskameras ermöglichen die Echtzeitbeobachtung von Blasenbildungsprozessen, während die 4D Particle Tracking Velocimetry ( $4D - \mu PTV$ ) Strömungs- und Geschwindigkeitsfelder erfasst [61, 62].

Geräte wie das Forschungsgroßgerät MUST ermöglichen eine Beobachtung der Blasenbildung und des Flüssigkeitsflusses in Elektrolysezellen.

Das Forschungsgroßgerät MUST bietet die Möglichkeiten zur Untersuchung von Strömungen, Stofftransport und Reaktionen in Gasen und Flüssigkeiten (Abbildung 7). Es kombiniert optische und spektroskopische Messmethoden mit einem Stereomikroskop, das hochauflösende Vergrößerungen ermöglicht.

Ein zentraler Bestandteil des Systems ist ein Hochgeschwindigkeitslaser, der in Kombination mit vier Hochgeschwindigkeitskameras zur Particle Tracking Velocimetry ( $PTV$ ) eingesetzt wird. Dabei werden fluoreszierende Mikropartikel in das Fluid eingebracht, durch den Laser beleuchtet und aus unterschiedlichen Kamerawinkeln aufgenommen. Diese Partikel ermöglichen es, präzise Informationen über Strömungsmuster, Stofftransport sowie deren Wechselwirkungen mit Blasen oder Elektroden zu gewinnen.

Um die optische Analyse zu ermöglichen, müssen die verwendeten Messzellen durchleuchtbar gestaltet sein. Dies erlaubt eine direkte Beobachtung der Prozesse und Strömungen im Inneren der Zelle. Die Kombination aus Laser- und LED-basierten Methoden erlaubt sowohl hochauflösende, räumlich-zeitlich präzise Messungen als auch grundlegende Beobachtungen wie die Analyse von Blasengrößen und -verteilungen.

MUST erweitert die Möglichkeiten der Strömungsforschung, insbesondere in der Wasserstoffforschung, Elektrolyse und  $CO_2$ -neutralen Technologien [63].

Zusätzlich bietet der Einsatz von Synchrotron-Röntgenquellen, wie bei DESY, fortschrittliche Methoden wie SAXS (Small-Angle X-ray Scattering) und WAXS (Wide-Angle X-ray Scattering).

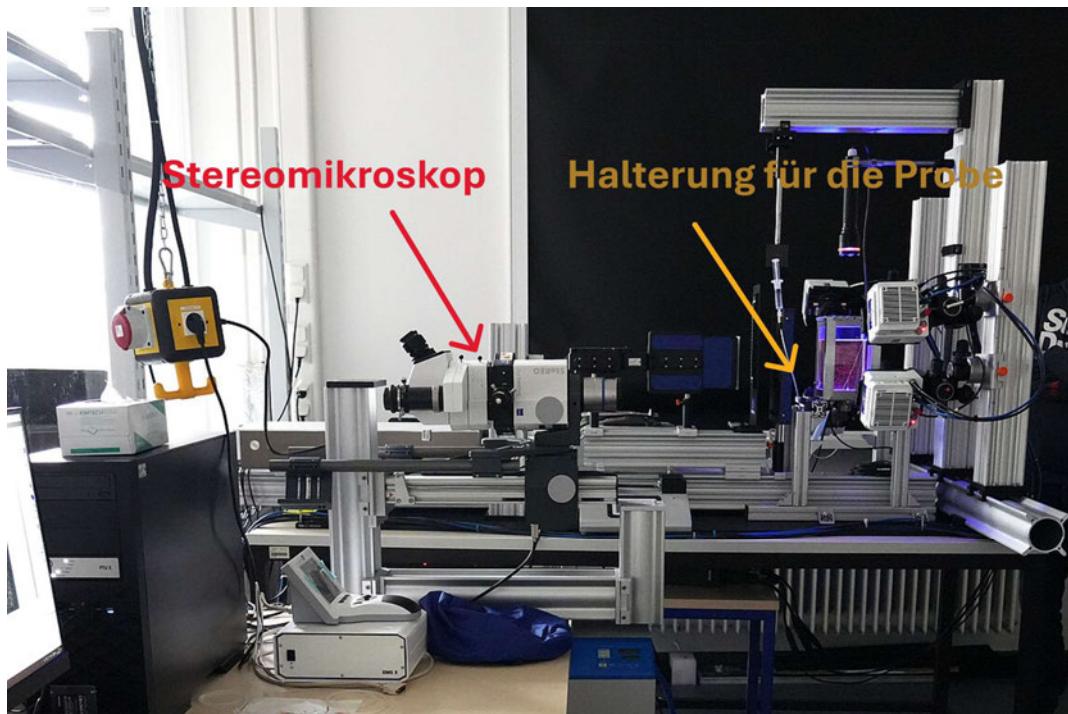


Abbildung 7: Bild des MUST-Geräts zur Strömungsanalyse [63]

Die SAXSMAT-Beamline P62 am Synchrotron PETRA III des DESY ist eine hochmoderne Einrichtung, die speziell für Experimente mit Small- und Wide-Angle X-ray Scattering (SAXS/WAXS) entwickelt wurde. Sie wird in Bereichen wie Materialwissenschaft, Biologie und Chemie eingesetzt. Das optische System umfasst hochpräzise Spiegel und zweidimensionale Berylliumlinsen zur Fokussierung, wodurch Strahlgrößen von wenigen Mikrometern am Probenstandort erreicht werden [64]. Abbildung 8 zeigt eine schematische Darstellung der Endstation mit den wichtigsten Komponenten. Im zentralen Sample-Bereich, der etwa  $700 \times 800$  mm umfasst, werden die Proben platziert. Hinter dem Probenraum ist der SAXS-Detektor positioniert, der je nach Versuchsdurchführung durch einen WAXS-Detektor ergänzt werden kann.

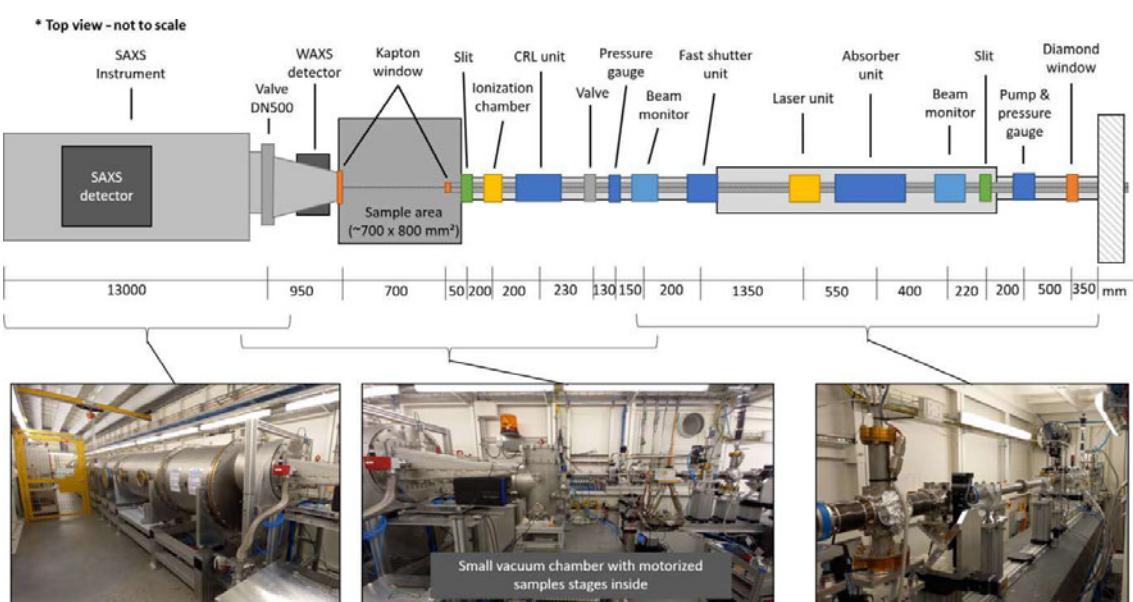


Abbildung 8: Endstation der SAXSMAT-Beamline P62 bei PETRA III – Schematische Darstellung [64]

Eine zentrale Herausforderung bei Messungen an der Beamline besteht darin, geeignete Materialien für Probenzellen zu wählen, die eine hohe Durchlässigkeit für Röntgenstrahlen bieten, wie Kapton oder spezielle Polymere. Diese Materialien dürfen keine Streuartefakte verursachen und müssen dem hohen Strahlungsfluss standhalten.

Diese Techniken erlauben es, die Mikrostruktur von Materialien genau zu analysieren und so ein besseres Verständnis für die Prozesse an den Elektroden zu gewinnen. Durch die Kombination dieser Methoden können Blasenbildung, Ablösedynamik und Stofftransport besser untersucht werden.

## 4 Optimierung der optischen Durchflusszelle von Z2 zu Z2u

### 4.1 Methodische Vorgehensweise

Dieses Kapitel erläutert die methodische Vorgehensweise bei der Entwicklung von Z2u. Die Optimierung der Durchflusszelle Z2u orientiert sich an den fünf Aktivitäten der methodischen Produktentwicklung nach Jorden. Diese Aktivitäten umfassen das Klären und Präzisieren der Aufgabenstellung (Anforderungsliste), das Ermitteln von Funktionen und deren Strukturen (Funktionsliste), die Suche und Auswahl von Wirkprinzipien (Morphologischer Kasten), die Gestaltung der Konstruktionselemente sowie das Finalisieren der Gesamtkonstruktion (Zeichensatz, Stücklisten und Dokumentation).

Die Methodik wird weitgehend beibehalten, doch können einzelne Schritte zusammengefasst oder in einer anderen Reihenfolge bearbeitet werden, sofern dies für die jeweilige Aufgabenstellung und den Entwicklungsprozess sinnvoll erscheint. Die hier vorgestellte Methodik findet auch bei sämtlichen weiteren konstruktiven Aufgaben Anwendung, unter anderem beim Entwurf von Z3 in Kapitel 5 [65].

### 4.2 Überarbeitung der Anforderungsliste

Es soll eine überarbeitete Fassung der Zelle Setup 2 erstellt werden. Dazu wird die bestehende Anforderungsliste herangezogen und angepasst. Die Liste liegt in Form einer Tabelle vor, in der die erste Spalte die Nummerierung der Anforderungen enthält und die zweite Spalte den jeweiligen Namen der Anforderung. In der dritten Spalte wird, falls relevant, ein Zahlenwert mit zugehöriger Toleranz angegeben, während in der vierten Spalte die Einheit der jeweiligen Anforderung vermerkt ist. In der fünften Spalte wird festgehalten, ob es sich bei der Anforderung um eine Forderung oder um einen Wunsch handelt, und in der letzten Spalte steht ein Kommentar mit einer genaueren Beschreibung. Die Anforderungen sind in folgende Gruppen eingeteilt: funktionale Anforderungen, Leistung, Geometrie, Energie, Elektroden, Sicherheit, Ergonomie, Kosten, Gebrauch, Montage und Termin.

Die funktionalen Anforderungen beschreiben die Funktionsweise der Zelle. Zu den bereits bestehenden Anforderungen – Wasserstoffbildung mittels Wasserelektrolyse, Sauerstoffbildung mittels Wasserelektrolyse, optische Zugänglichkeit für Messungen, kontrollierter Elektrolytfluss und Drei-Elektroden-Aufbau – kommt nun die zusätzliche Forderung hinzu, dass der Betrieb frei von Gasansammlungen zu erfolgen hat. Während des Betriebs wurde festgestellt, dass zum vollständigen Befüllen der Zelle diese zunächst in eine Querposition gebracht werden muss, da sich ansonsten Gasblasen im oberen Teil der Küvette sammeln (Abbildung 9). Da das Schwenken und Kippen der Zelle bei der Befüllung mit Schwefelsäure umständlich und teilweise auch gefährlich ist, gilt dies als zwingende Forderung.

Die geometrischen Anforderungen umfassen ebenfalls die bereits bekannten Punkte. Der Beobachtungsbereich des MUST-Geräts muss exakt  $5 \times 5 \times 5 \text{ mm}$  betragen, was eine feste Forderung darstellt. Außerdem soll eine Glasküvette mit den Maßen  $40 \times 40 \times 10 \text{ mm}$  eingesetzt werden, ebenfalls eine Forderung.

Im Bereich Energie bleibt es dabei, dass die Spannungsregelung und -messung über einen Potentiostaten erfolgt. Die maximale Betriebsspannung beträgt weiterhin 10 V.

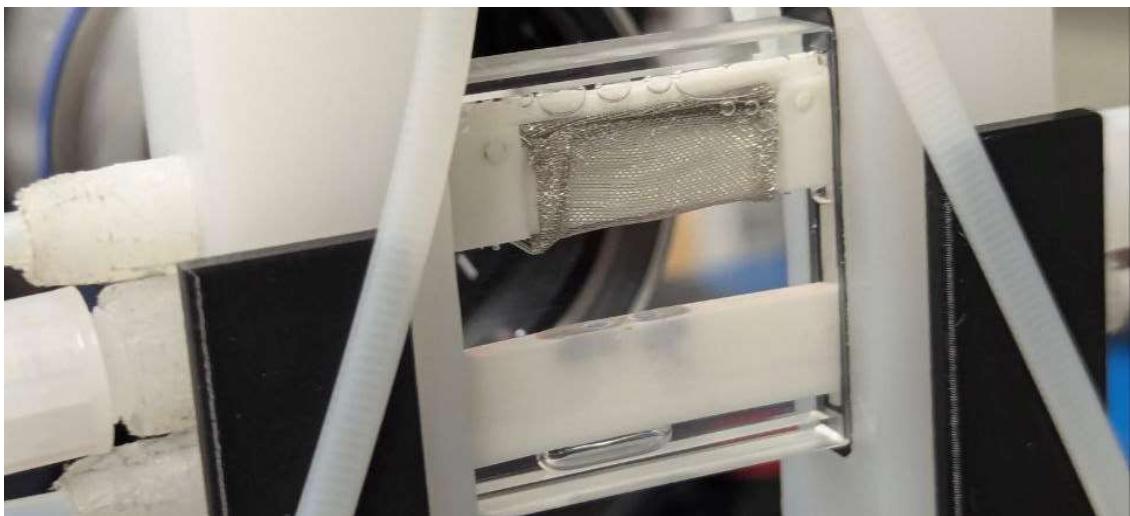


Abbildung 9: Gasansammlungen im oberen Bereich der Küvette während des Betriebs (Z2)

Die Anforderungsgruppe Elektroden regelt alle Punkte, die sich auf den Einsatz von Elektroden beziehen. Hier bleibt die Forderung bestehen, einen Pt-Ir-Draht mit einem Durchmesser von  $0,1\text{ mm}$  einzusetzen. Neu ist die Verwendung eines nanostrukturierten Titan-Vlieses als Sauerstoffelektrode, das mithilfe der ALD-Methode mit Ir beschichtet wird. Dieses Vlies ist biegsam und flexibel und verfügt über Abmessungen von  $20 \times 8 \times 0,35\text{ mm}$ . Die Referenzelektrode mit Kapillarschlauch und Salzbrücke bleibt unverändert erhalten. Die Gegenelektrode aus Platindraht mit  $0,6\text{ mm}$  Durchmesser wird ebenfalls weiterhin verwendet und gilt als Forderung.

Im Bereich Sicherheit bestehen keine Änderungen, da alle Bauteile säurebeständig sein müssen, um der Schwefelsäure standzuhalten.

Bei der neuen Gruppe Ergonomie ist es eine Forderung, dass der Abstand zwischen den Schlauchverschraubungen mindestens  $2\text{ mm}$  betragen muss. Dieser Punkt geht auf Probleme mit zu dicht aneinanderliegenden Verschraubungen zurück, die dazu geführt haben, dass bei Verwendung von PVDF-Verschraubungen Material abgetragen werden musste, damit sie nebeneinander passen (Abbildung 10).



Abbildung 10: Abgetragene Schlauchverschraubung (Z2)

Im Abschnitt Kosten bleibt die Vorgabe bestehen, möglichst marktübliche Bauteile zu verwenden, was als Wunsch klassifiziert ist.

Die Gruppe Gebrauch ist neu hinzugekommen und bezieht sich auf alle anwendungsrelevanten Anforderungen. Ein Wunsch in diesem Zusammenhang ist eine konstant dichte Zelle ohne Nachjustierung oder zusätzliche Dichtheitstests. In der bisherigen Praxis musste häufig an Schrauben, Dichtungen oder an der Küvette nachjustiert werden. Zudem gab es meist einen Zwischenschritt mit einem Argondrucktest oder einem Test unter Wasser (Abbildung 11).



Abbildung 11: Durchführung eines Dichtigkeitstests der Testzelle (Z2)

Für den Bereich Montage wurden bereits zuvor die Anforderungen festgelegt, eine Montageanleitung sowie technische Zeichnungen und Stücklisten zu erstellen und eine zerstörungsfreie Montage und Demontage zu ermöglichen. Neu ist das Konzept der wechselbaren Einsätze für Elektroden und Salzbrücke sowie die Integration des nanostrukturierten Ti-Vlieses in diese Einsätze. Diese Innovationen sollen gewährleisten, dass sowohl der neue Einsatz mit Ti-Vlies als auch ältere Einsätze kompatibel sind. Dies ist zwar als Wunsch eingestuft, spielt jedoch eine wichtige Rolle, um sowohl die Herstellungskosten als auch den Zeitaufwand zu reduzieren. Die bisherigen terminlichen Anforderungen, zum Beispiel der Projektabschluss zum festgelegten Termin, bleiben unverändert.

Die vollständige Anforderungsliste ist in Abbildung 12 dargestellt.

Nr.	Beschreibung/Name der Anforderung	Zahlenwert (mit Toleranz)	Einheit (phys.)	F/N	Kommentar
		min.	exakt	max.	
<b>Funktionele Anforderungen</b>					
1	Wasserstoffbildung mittels Wasserelektrolyse			F	Die Zelle muss den Prozess der Wasserstoffbildung durch Elektrolyse gewährleisten.
	Sauerstoffbildung mittels Wasserelektrolyse			F	Die Zelle muss den Prozess der Sauerstoffbildung durch Elektrolyse gewährleisten.
	Betrieb frei von Gasansammlungen			F	
	Optische Zugänglichkeit für Messungen			F	Die Zelle muss vollständig kompatibel mit dem MUST-Equipment sein, d.h., sie muss für LED-Durchlicht, Hochgeschwindigkeitskamera, Stereo-Mikroskop und Hochgeschwindigkeitslaser
	Kontrollierter Elektrolytfluss			F	Die Zelle muss eine gleichmäßige und kontrollierten Stromung des Elektrolyten haben, um unerwünschte Blasenbildung zu verhindern.
	Drei-Elektroden-Aufbau			F	Arbeits-, Gegen-, Referenzelektrode muss vorhanden sein.
2	Leistung				
	Dichtheit mit Argondruck	75	100	mbar	F
	Temperaturbeständigkeit der Zelle	20	80	°C	W
3	Geometrie				
	Beobachtungsbereich des MUST-Geräts	5x5x5	mm	F	Die Zelle muss so dimensioniert sein, dass sie in den Beobachtungsbereich des MUST-Geräts passt
	Verwendung einer Glasküvette	40x40x10	mm	F	und einem Beobachtungsbereich von mindestens 5mm x 5mm x 5mm für die Blasenbildung bietet.
4	Energie				
	Spannungskontrolle über Potentiostat			F	
	Strommessung über Potentiostat			F	
	Betriebsspannung		10	V	F
5	Elektroden				
	Einsatz von Platin-Indium-Draht als Sauerstoffelektrode	0,1	mm	F	Dicke von Platin-Indium-Draht 0,1mm
	Einsatz von Ti-Vlies als Sauerstoffelektrode	8x20x0,35	mm	F	Ti-Vlies, nano-strukturiert mit Ir-Beschichtung (100 Zyklen, 7,2 nm))
	Referenzelektrode mit Kapillarschlauch und Salzbrücke			F	
	Einsatz von Platindraht als Gegenelektrode	0,6	mm	F	Dicke von Platin-Draht 0,6mm
6	Sicherheit				
	Chemische Beständigkeit gegen H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>			F	Alle Komponenten, die mit dem Elektrolyten H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> in Kontakt kommen, müssen säurebeständig sein.
7	Ergonomie				
	Abstand zwischen Schlauchverschraubungen	2	mm	F	Die Verschraubung muss sowohl per Hand als auch mit gängigen Werkzeugen möglich sein, ohne dass Materialabtrag erforderlich ist.
8	Kosten				
	Verwendung von marktüblichen Bauteilen ist anzustreben			W	
9	Gebrauch				
	Konstante Dichtheit ohne Nachjustierungen oder zusätzlichen Dichtheitstest			W	
10	Montage				
	Schritt-für-Schritt Montageanleitung			F	
	Technische Zeichnungen			F	
	Detaillierte Stückliste			F	
	Zerstörungsfreie Montage/Demonstratage			W	
	Wechselbare Einsätze für Elektroden und Salzbrücke			W	Die Zelle soll so konstruiert sein, dass Elektroden und die Salzbrücke als Ersatztauschbar sind.
11	Integration der Ti-Vlies-Elektrode mit wechselbaren Einsätzen			W	
	Termin				
	Fertigstellung bis 31.12.2024			W	

Abbildung 12: Anforderungsliste für Z2u

### 4.3 Grobgestaltung

Um zur Grobgestaltung zu gelangen, müssen mitunter neue Funktionen und deren Wirkprinzipien definiert werden. Obwohl es sich hier im Wesentlichen um eine Anpassungskonstruktion handelt, treten dennoch neue Funktionen der Zelle auf, nämlich „Gasblasen im System leiten“ und „Gasblasen ableiten“. Für die vorliegende Anpassung wurde deshalb eine Funktionsliste erstellt, in der nur diejenigen Funktionen aufgeführt sind, die für diesen Zweck relevant sind. Bestehende Funktionen, welche in der Funktionsliste stehen, sollten ebenfalls an die neuen Anforderungen angepasst werden (Tabelle 1).

Die Einteilung in Eingangs-, Innere und Ausgangsfunktionen beruht auf der Überlegung, welche Schritte am Systembeginn (EF) stattfinden, welche Vorgänge während des Betriebs im Inneren ablaufen (IF) und welche Ergebnisse das System letztendlich nach außen liefert (AF). Daher wurden „Elektrode fixieren“ und „Elektrolyt-Konvektion starten“ als Eingangsfunktionen definiert, da sie zu Beginn eines Versuchslaufs ausgeführt werden. „Elektrische Energie leiten“, „Wasserelektrolyse an der Elektrode“ und „Schaltvorgang steuern“ finden innerhalb des Systems statt und werden den Inneren Funktionen zugeordnet. Die neu hinzugekommene Funktion „Gasblasen im System leiten“ wird ebenfalls dem inneren Bereich zugewiesen, da diese Strömung und Leitung der Gasblasen noch innerhalb der Zelle geschieht. „Gasblasen ableiten“ und „Elektrolyt-Konvektion fortsetzen“ stehen am Ende der Prozesskette und werden den Ausgangsfunktionen zugeordnet.

Eingangsfunktionen (EF)	Innere Funktionen (IF)	Ausgangsfunktionen (AF)
Elektrode fixieren	Elektrische Energie leiten	Gasblasen ableiten
Elektrolyt-Konvektion starten	Wasserelektrolyse an der Elektrode	Elektrolyt-Konvektion fortsetzen
	Schaltvorgang steuern	
	Gasblasen im System leiten	

Tabelle 1: Funktionsliste von Z2u

Um mögliche Anpassungsansätze zu entwickeln, wurde ein morphologischer Kasten erstellt, in dem entweder neue Funktionen oder bereits vorhandene Funktionen, die geändert werden sollen, mit Lösungsansätzen aufgelistet sind (Tabelle 2). Die als am einfachsten und sinnvollsten erscheinenden Umsetzungsprinzipien wurden grün markiert, insbesondere dann, wenn bereits ähnliche Konzepte oder Erfahrungen in diesem Bereich existieren.

Bei der Fixierung des Ti-Vlieses (bzw. der Elektrode) wurde als praktikabelste Lösung eine Klemmhalterung gewählt. Ein ähnliches Prinzip wird schon für die Fixierung der Gegenelektrode eingesetzt, bei der eine spezielle Klammer verwendet wird. Eine Schraubverbindung wurde aufgrund der engen Platzverhältnisse und der eingesetzten Materialien als eher schwierig erachtet. Ein Stecksystem wäre ebenfalls denkbar, könnte sich aber im Vergleich zur Klemmhalterung als weniger zuverlässig erweisen. Klebe- oder Nietverbindungen kommen nicht in Betracht, da laut Anforderungen eine zerstörungsfreie Montage und Demontage gewährleistet sein muss.

Eine weitere anzupassende Funktion besteht darin, das Ti-Vlies elektrisch zu kontaktieren (also elektrische Energie zu leiten). Auch hier erschien ein Klemmkontakt als optimale Lösung. Techniken wie Löten oder Schweißen würden gegen die Vorgabe der zerstörungsfreien

Demontage verstoßen. Ein Schraubkontakt wiederum ist hinsichtlich Platzbedarfs und Materialkombination ebenfalls ungünstig.

Funktion	Lösungsansatz 1	Lösungsansatz 2	Lösungsansatz 3	Lösungsansatz 4	Lösungsansatz 5
Ti-Vlies fixieren (Elektrode fixieren)	Klemmhalterung	Schraubverbindung	Stecksystem	Klebverbindung	Nietverbindung
Ti-Vlies elektrisch kontaktieren (Elektrische Energie leiten)	Klemmkontakt	Löten	Schweißen	Schraubkontakt	Kleben
Gasblasen im System ansammeln	Auftriebskraft	Unterdruck			
Gasblasen ableiten	Gasableitungskanal	Hydrophobe Filtermembran	Druckregelung über Ventil	Verflüssigung des Gases	Gas in Elektrolyt vermischen

Tabelle 2: Morphologischer Kasten von Z2u

Die neue Funktion „Gasblasen im System ansammeln“ lässt sich auf einfache Weise durch die Auftriebskraft der Blasen realisieren. Das gezielte Ableiten der Gasblasen erfolgt schließlich durch einen Gasableitungskanal. Alternativen wie eine hydrophobe Filtermembran oder ein Druckregelventil wären kostspieliger und zudem technisch komplexer, insbesondere in Verbindung mit dem verwendeten Säureelektrolyten. Optionen wie das Umwandeln von Gas in flüssige Form oder das gezielte Vermischen mit dem Elektrolyten erweisen sich in diesem Zusammenhang als zu aufwendig.

#### 4.3.1 Elektrodenintegration

Aus den zuvor beschriebenen Funktionen geht hervor, dass die Elektrode sowohl fixiert als auch elektrisch kontaktiert werden muss. In beiden Fällen fiel die Wahl auf eine Klemmverbindung als Lösung. Darüber hinaus gibt es mehrere wichtige Anforderungen, die für die Integration der Elektrode relevant sind. Dazu zählen die optische Zugänglichkeit, das Einsetzen einer Glasküvette mit den Innenmaßen  $40 \times 35,5 \times 4,9 \text{ mm}$  und die Integration der Ti-Vlies-Elektrode in wechselbare Einsätze. Daraus lässt sich ableiten, dass der neue Einsatz möglichst große Ähnlichkeit mit dem bestehenden aufweisen sollte, insbesondere was die Position der Enden des Einsatzes und die Bohrung für den Kapillarschlauch angeht. Eine Änderung ist in erster Linie dort sinnvoll, wo das Ti-Vlies positioniert werden soll und wo Kapillarschlauch und Platindraht verlegt werden.

In mehreren Iterationen entstand aus diesen Überlegungen die in Abbildung 13 gezeigte Konstruktion des Einsatzes mit WE und RE für die Testzelle.

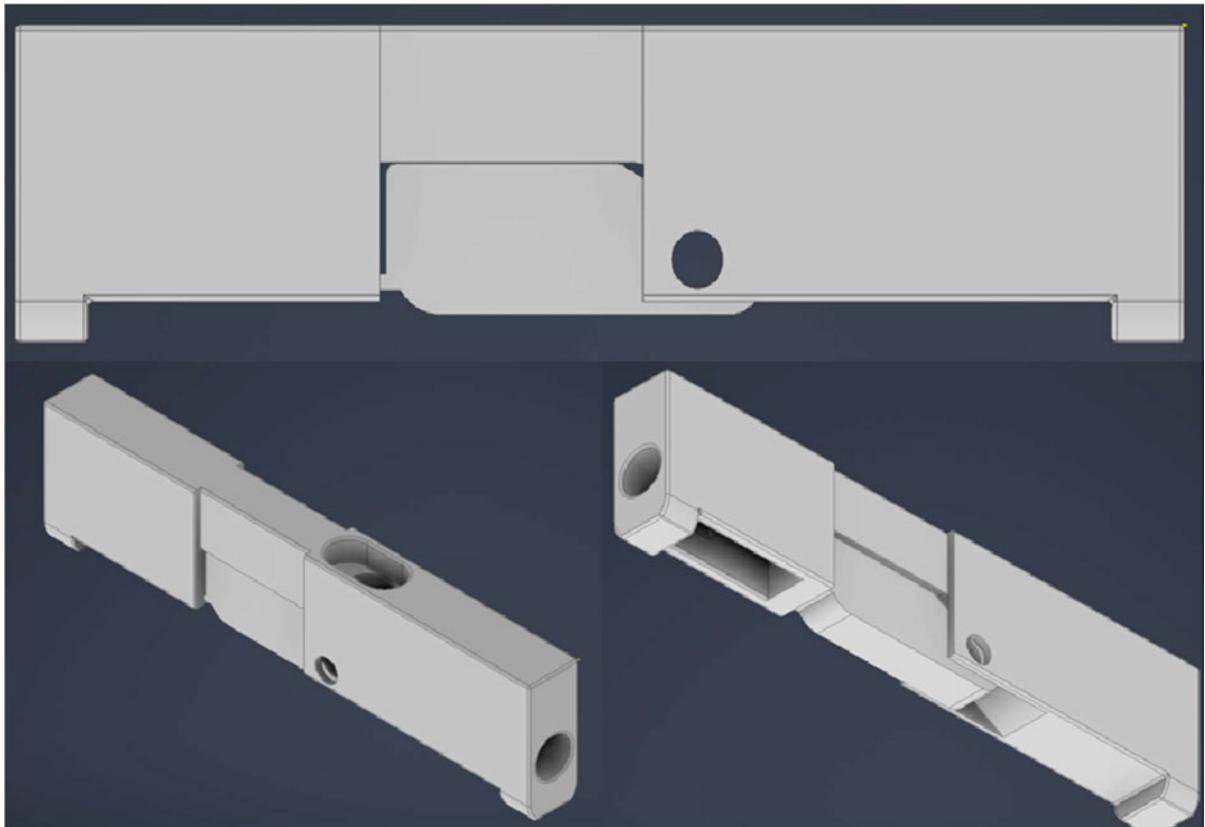


Abbildung 13: CAD-Modell des Einsatzes WE+RE von Z2u

Zur besseren Übersicht illustriert Abbildung 14 eine Schnittansicht desselben Einsatzes. Die blauen Pfeile kennzeichnen die Strömungsrichtung des Elektrolyts sowie den Ort, an dem die eigentliche Messung und optische Beobachtung stattfindet. Der orangefarbene Pfeil zeigt die Position des Ti-Vlieses, das am Einsatz anliegt und dessen Enden bis zu der Stelle um den Einsatz gewickelt werden, an der die Klemmung mit dem Platindraht erfolgt. Der grüne Pfeil gibt an, durch welche Bohrungen der Platindraht verläuft und wo er gemeinsam mit dem Ti-Vlies eingeklemmt wird. Der großvolumige Hohlraum zwischen den beiden Bohrungen ist der Bereich, in den der Kapillarschlauch reicht, bevor nur noch der Platindraht weitergeführt und an der Klemmstelle fixiert wird. Dieser Hohlraum wird anschließend mit Zweikomponentenkleber ausgegossen, um Kapillarschlauch und Platindraht zu fixieren. Der rote Pfeil markiert die Bohrung für den Kapillarschlauch mit Salzbrücke. An der Stelle, an der der Elektrolyt strömt, wird der Schlauch ebenfalls eingegossen. Der rosaarbene Pfeil verweist auf die bewegliche Klemme, die um einen Drehpunkt (weiß dargestellt) rotiert. In dieser Klemme befindet sich eine Bohrung, die einer Passfederähnelt. Dort wird ein Stift eingesteckt, nachdem Ti-Vlies und Platindraht geklemmt wurden. Die Form dieser Bohrung wurde bewusst gewählt, um ein gewisses Spiel in der Konstruktion zu erlauben.

Das Funktionsprinzip dieser Klemme ähnelt stark dem des oberen Einsatzes (CE + GA), in dem ein Platin-Gitter um den Einsatz gewickelt und dort ebenfalls mittels Klemme befestigt wird. Auch hier kommt anstelle eines speziell gefertigten Stifts ein Stück Filament aus dem 3D-Druck (Durchmesser 1,75 mm) als Stift zum Einsatz. In einem späteren Kapitel zur Gesamtkonstruktion wird das vollständige System noch einmal dargestellt, um die Zusammenhänge abschließend zu verdeutlichen.

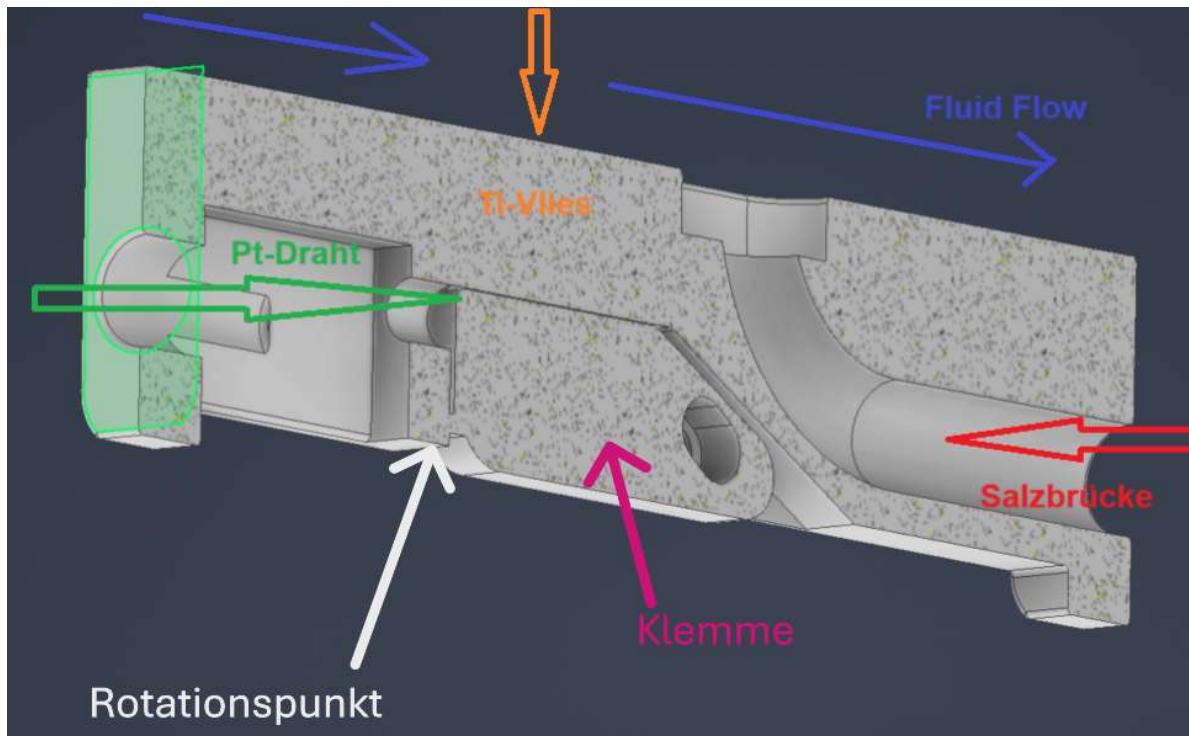


Abbildung 14: Schnittansicht des Einsatzes WE+RE mit Annotation (Z2u)

#### 4.3.2 Gasableitung

Ein weiteres Ziel bei der Weiterentwicklung von Z2 zu Z2u besteht darin, Gasansammlungen zu vermeiden und somit einen durchgängigen Betrieb der Zelle sicherzustellen. In der Anforderungsliste wird ausdrücklich festgehalten, dass der Betrieb frei von Gasansammlungen erfolgen muss. Zusätzlich gelten alle weiteren Anforderungen, zum Beispiel eine hinreichende optische Zugänglichkeit für Messungen, ein kontrollierter Elektrolytfluss, die Verwendung einer Glasküvette mit bestimmten Innenmaßen, chemische Beständigkeit, ein Mindestabstand zwischen Schlauchverschraubungen von 2 mm, der Einsatz marktüblicher Bauteile, eine konstante Dichtheit ohne Nachjustierung sowie eine zerstörungsfreie Montage und Demontage.

Ergänzend legt die Funktionsliste (Tabelle 2) fest, dass Gasblasen im System geleitet (innere Funktion) und letztlich ausgeleitet (Ausgangsfunktion) werden müssen. Als Wirkprinzip für das Ansammeln der Blasen wird die Auftriebskraft im Fluid genutzt, während zur Ableitung ein Gasableitungskanal konzipiert wurde.

Um das Prinzip technisch umzusetzen, wurde der obere Einsatz zusammen mit dem Deckel, der zuvor lediglich einen Auslass für den Elektrolytkreislauf und eine Bohrung für die Arbeitselektrode aufwies, neugestaltet. Abbildung 15 zeigt die resultierende Konstruktion. Der Einsatz bietet das gleiche Kontaktierungsprinzip auf wie zuvor: Ein Platindraht (Pt-Draht) wird mit einem Platingitter (Pt-Gitter) und einer Klammer verbunden. Der Hauptunterschied zu Z2 besteht in einer neu eingefügten Bohrung für die Gasableitung (GA), die auf der dem Platingitter abgewandten Seite des Einsatzes platziert wurde.



Abbildung 15: CAD-Modell des Einsatzes CE+GA von Z2u

Abbildung 16 veranschaulicht diese Bohrung (grüner Pfeil) und die vergrößerte Tasche (TA, schwarzer Pfeil) für die Klammer, die nötig wurde, um den Gasableitungskanal sicher unterzubringen. Die Tasche wurde bewusst am oberen Bereich des Einsatzes platziert, damit aufsteigende Gasblasen gesammelt werden können und die Strömung des Elektrolyten im Beobachtungsbereich nicht übermäßig beeinträchtigt wird.

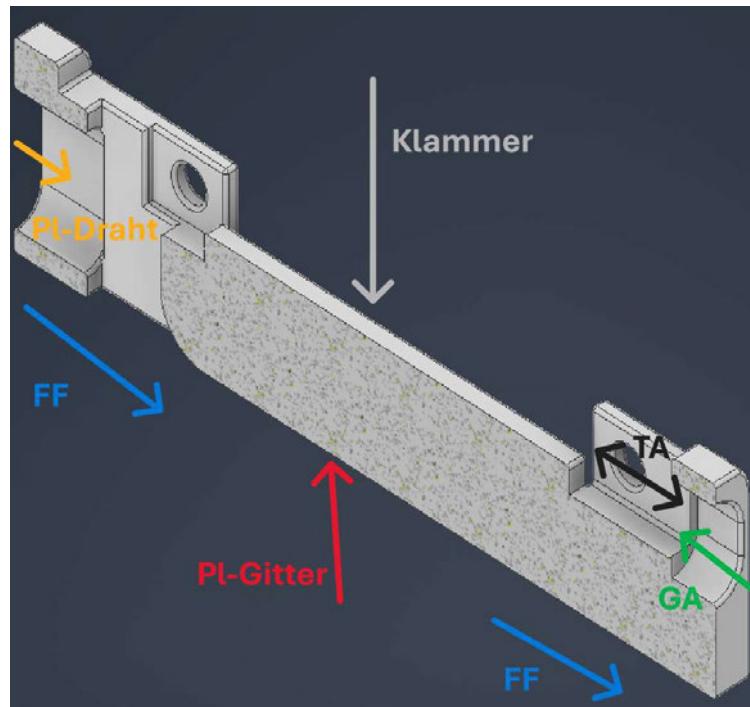


Abbildung 16: Schnittansicht des Einsatzes CE+GA mit Annotation (Z2u)

In den Gasableitungskanal wird ein Kapillarschlauch eingesetzt, der dem Schlauchtyp von RE, CE oder WE ähnelt. Abbildung 17 zeigt, dass auch der Deckel entsprechend angepasst wurde. Die neu hinzugekommene Bohrung (grüner Pfeil) nimmt diesen Kapillarschlauch für die Gasableitung auf. Das Bohrungskonzept folgt dem gleichen Prinzip wie bei den anderen Elektrodenanschlüssen, um eine zerstörungsfreie Montage und Demontage, eine konstante

Dichtheit und die notwendige chemische Beständigkeit sicherzustellen. Die Platzierung der Bohrungen unterscheidet sich jedoch leicht, um den Abstand zwischen den Schlauchverschraubungen zu wahren. Nähere Einzelheiten hierzu werden im Kapitel „Optimierung der Schlauchverschraubungen“ erläutert.

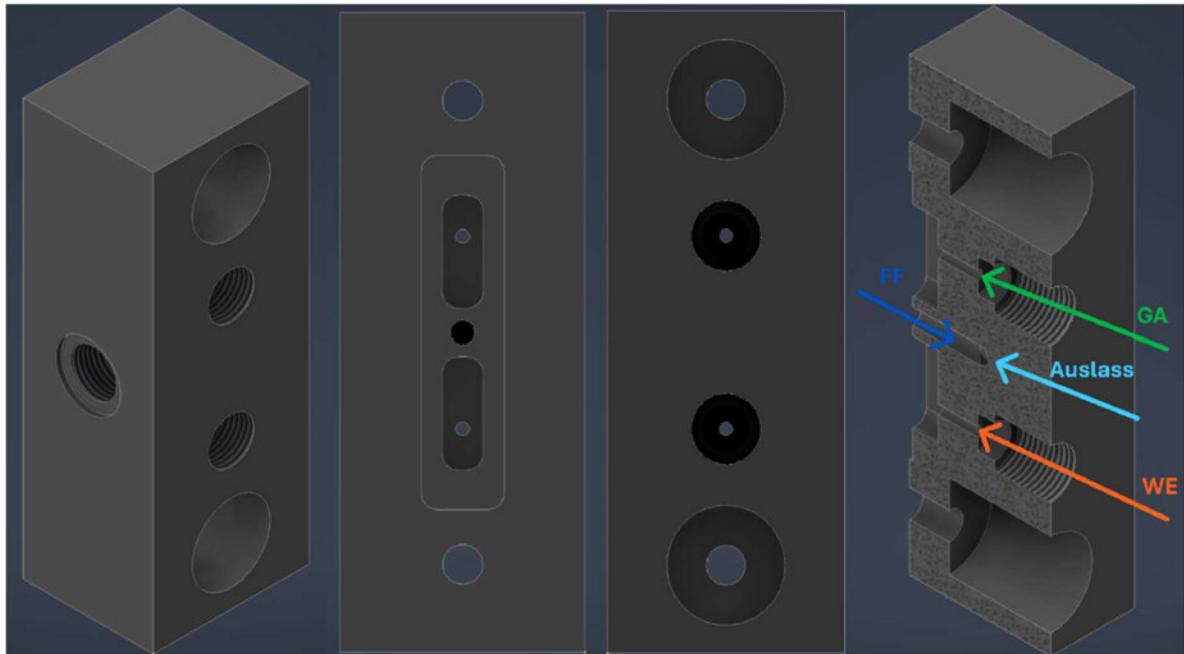


Abbildung 17: Schnittansicht des Deckels (GA+WE) mit Annotation (Z2u)

Das Funktionsprinzip sieht vor, dass der reguläre Auslass geschlossen wird, während der Gasableitungskanal geöffnet bleibt. Mit Beginn des Elektrolytflusses sollen die aufsteigenden Gasblasen über den Gasableitungskanal (GA) ausgetragen werden. Sobald die Ableitung abgeschlossen ist, wird dieser Schlauch geschlossen und der reguläre Auslass wieder geöffnet. Auf diese Weise wird ein Betrieb ohne unerwünschte Gasansammlungen und damit eine verlässliche optische Beobachtung sichergestellt.

#### 4.3.3 Optimierung der Schlauchverschraubungen

Im vorherigen Kapitel wurde bereits die Anforderung an den Verschraubungsabstand erläutert. In Abbildung 17 ist die überarbeitete Lösung für dieses Problem dargestellt. Um marktübliche Bauteile und bewährte Konstruktionen weiterhin nutzen zu können, wurde entschieden, die Ein- und Auslassbohrungen von ihrer ursprünglichen Position auf die linke Seite der Zelle zu verlegen. Diese Anpassung ermöglichte es, eine neue Anordnung ohne die Entwicklung eines vollständig neuen Systems zu realisieren. Abbildung 18 zeigt im Dreiviertelschnitt die genaue Position der Bohrung sowie den zugehörigen Strömungskanal für Ein- oder Auslass.

Es bestand zunächst die Befürchtung, dass ein solcher 90°-Knick im Strömungskanal das Strömungsprofil ungünstig beeinflussen könnte. Daher wurden überschlägige Berechnungen des Druckverlustes durchgeführt. Für die Entwicklung von Z2 wurden bereits, während der COMSOL-Simulationen erste Reynolds-Zahlen bestimmt, jedoch wird hier nochmals eine eigene Berechnung für Wasser und hochkonzentrierte Schwefelsäure (95–98 %) vorgenommen.

Der Durchmesser  $d$  des Kanals beträgt 3 mm, sodass sich eine Querschnittsfläche  $A_Q \approx 7,07 \cdot 10^{-6} m^2$  ergibt. Als maximaler Volumenstrom  $\dot{V}$  wurden  $10 mL/min$  gewählt, was  $1,67 \cdot 10^{-7} m^3/s$  entspricht. Die Dichte  $\rho$  beträgt für Wasser  $1000 kg/m^3$  und für Schwefelsäure  $1840 kg/m^3$ . Die dynamische Viskosität  $\eta$  liegt bei Wasser bei  $0,001 Pa \cdot s$  und bei Schwefelsäure bei  $0,0269 Pa \cdot s$  [66, 67].

Zur Berechnung der Strömungsgeschwindigkeit  $v$  wird die Beziehung

$$v = \frac{\dot{V}}{A} \quad (4.1)$$

verwendet, woraus sich  $v \approx 0,0236 m/s$  ergibt. Die Gleichung zur Berechnung der Reynolds-Zahl  $Re$  für die Rohrströmung lautet:

$$Re = \frac{\rho * v * d}{\eta} \quad (4.2)$$

Für Wasser liegt die Reynolds-Zahl bei etwa 70,8 und für Schwefelsäure bei etwa 4,84. Beide Werte liegen damit deutlich im laminaren Bereich, weit unter dem Grenzwert von  $Re = 2300$ .

Für die Abschätzung des Druckverlustes  $\Delta p_v$  wird die Gleichung

$$\Delta p_v = \zeta * \frac{\rho * v^2}{2} \quad (4.3)$$

verwendet. Der Widerstandsbeiwert  $\zeta$  beträgt für einen  $90^\circ$ -Knick in einem glatten Rohr etwa 1,13 [68]. Daraus folgt für Wasser ein Druckverlust von rund  $0,31 Pa$  und für Schwefelsäure etwa  $0,58 Pa$ . Für den Fluss des Fluids während der Messungen kommt eine Spritzenpumpe von kdScientific zum Einsatz, die laut Datenblatt über eine maximale lineare Kraft von etwa  $136 N$  verfügt [69]. Damit lässt sich ein solcher zusätzlicher Druckabfall problemlos ausgleichen, sodass keine negativen Auswirkungen auf den Betrieb zu erwarten sind.

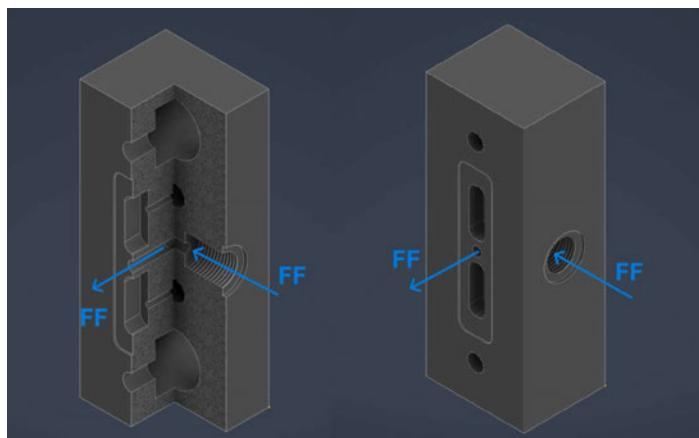


Abbildung 18: Dreiviertelschnittansicht des Deckels Z2u (GA+WE) mit Annotation (Z2u)

Um die erforderliche Bohrung anzulegen, mussten zudem die Breite um  $10 mm$  und die Höhe um  $5 mm$  am Deckel geändert werden. Andernfalls wäre es nicht möglich gewesen, die vorhandene Lösung mit Bohrungen, Gewinde und PVDF-Verschraubungen zu realisieren. Diese Änderung brachte einen weiteren Vorteil mit sich, der im nächsten Kapitel näher erläutert wird.

#### 4.3.4 Optimierung der Dichtigkeit der Flachdichtung

Eine neue Anforderung für Z2u sieht vor, die Dichtheit ohne Nachjustierungen oder zusätzliche Dichtheitsprüfungen zu gewährleisten. Diese Vorgabe ist als Wunsch klassifiziert. Bei der Fehleranalyse traten zunächst zwei Hauptursachen in den Vordergrund: Zum einen kann eine zu geringe Dichtflächenpressung vorliegen, zum anderen kann eine Verformung des Deckels in Kombination mit einer unzureichenden Oberflächengüte die Dichtigkeit beeinträchtigen.

Als Grundlage für die benötigte Dichtflächenpressung dienten Berechnungen nach DIN 1591-1. Für nichtmetallische Flachdichtungen, die Gummi- oder FKM-ähnliche Eigenschaften aufweisen, wird dabei von etwa  $0,5 \text{ MPa}$  Pressung  $p_F$  ausgegangen, sofern keine besonderen Anforderungen an die Leckagerate bestehen [70]. In Z2u kontaktiert die Flachdichtung  $A_F$  eine  $180,6 \text{ mm}^2$  große Fläche an der Glasküvette (Abbildung 19).

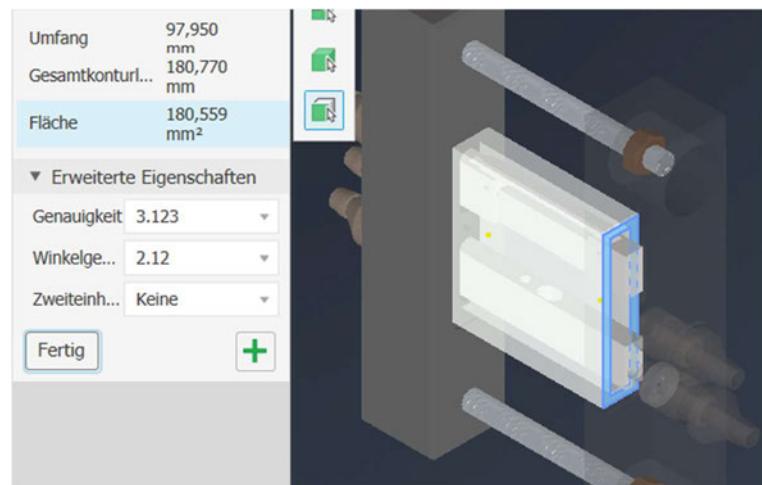


Abbildung 19: Kontaktfläche der Glasküvette für die Flachdichtung (Z2)

Mithilfe der Gleichung (4.4)

$$F = p * A \quad (4.4)$$

ergibt sich bei  $0,5 \text{ MPa}$  eine nötige Klemmkraft  $F_K$  von etwa  $90 \text{ N}$ , also  $45 \text{ N}$  je Schraube bei zwei Schrauben. Um diese Kraft in ein Anzugsmoment  $M_A$  zu übersetzen, wird eine Überschlagsformel verwendet [71]:

$$M_A \approx 0,17 * F_K * d \quad (4.5)$$

wobei  $d$  (6 mm) den Nenndurchmesser einer M6-Schraube bezeichnet. Daraus ergibt sich ein Anzugsmoment  $M_A \approx 0,05 \text{ Nm}$ . In der Praxis wird jedoch meist deutlich fester angezogen. Selbst bei Verwendung der kurzen Seite eines Inbusschlüssels, dessen Hebellänge häufig nur 0,02 m beträgt, genügt bereits eine geringe Kraft von etwa  $2,5 \text{ N}$ , um dieses Moment zu erreichen. Es zeigt sich somit, dass die für eine ausreichende Dichtflächenpressung erforderliche Klemmkraft überschritten wird, sodass zu wenig Anpressdruck nicht die primäre Ursache für Undichtigkeiten sein dürfte.

Stattdessen liegt der Verdacht nahe, dass eine Verformung des Deckels beim Anziehen der Schrauben die Dichtheit beeinträchtigt. Um die Wirkung einer Pressung von  $0,5 \text{ MPa}$  abzuschätzen, wurde eine FEM-Analyse durchgeführt. Für den Deckel aus PVDF wurden

Materialdaten aus Literatur und Produktangaben herangezogen (Zugfestigkeit, Elastizitätsmodul, Schubmodul, Poissonzahl) [72, 73]. Da sich die Nutfläche  $A_N$  von etwa 306,2  $mm^2$  (Abbildung 20) von der Kontaktfläche an der Glasküvette unterscheidet, musste die anzusetzende Druckhöhe  $p$  umgerechnet werden (Gleichung 4.4), was zu einem Wert von 0,29 MPa führte.

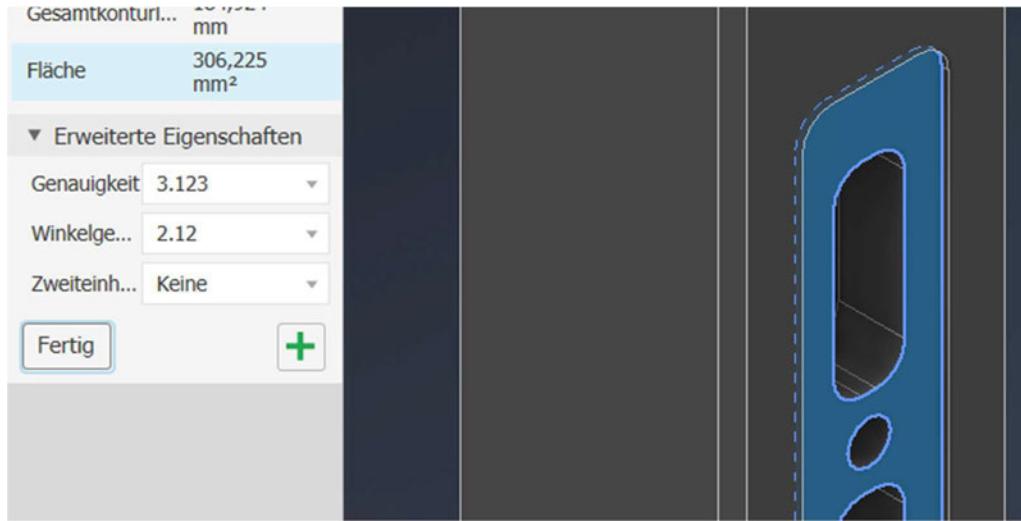


Abbildung 20: Flachabdichtungsnut im Deckel (Z2)

In der Simulation wurde lediglich der Deckel berücksichtigt, da die Glasküvette nicht fest mit dem Deckel verbunden ist und nur zwischen zwei Deckeln eingespannt wird. Eine Simulation, die das Zusammenspiel mit der Glasküvette einschließt, wäre aufwendiger, da die Kopplung nicht starr ist. Die Lagerung erfolgte als feste Einspannung an den Kopfauflagen in den Durchgangsbohrungen (Abbildung 21).

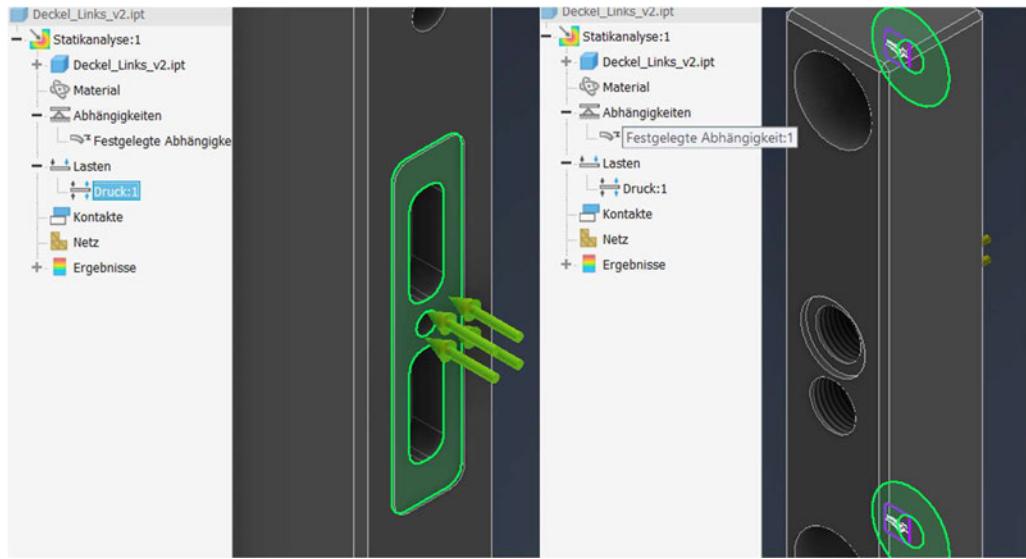


Abbildung 21: Randbedingungen der FEM-Simulation der Deckelverformung (Z2)

Die FEM-Analyse ergab bei diesem Lastfall eine maximale Verschiebung von etwa 0,019 mm in der z-Achse (Tabelle 3). Dieser Wert ist zwar gering, kann aber bereits Auswirkungen auf die Dichtheit haben. Er bezieht sich außerdem auf eine kontrollierte Montagekraft. Im praktischen Betrieb ziehen Anwender die Schrauben oft stärker an, was zu höheren Verformungen führen kann.

X Verschiebung	-0,00153224 mm	0,0015154 mm
Y Verschiebung	-0,00670336 mm	0,00641356 mm
Z Verschiebung	-0,00202869 mm	0,0187153 mm

Tabelle 3: Berechnete Verschiebungen aus der FEM-Simulation (Z2)

Im letzten Kapitel wurde bereits angesprochen, dass der Deckel durch die neue Platzierung von Ein- und Auslass breiter und höher gestaltet wurde. Diese Änderung führt zu einem höheren Biegewiderstandsmoment und somit zu einer kleineren Biegespannung. Laut zusätzlicher FEM-Simulation sinkt die maximale Verschiebung um die Biegelastachse auf etwa  $0,005 \text{ mm}$  (Tabelle 4). Das ist eine deutliche Verbesserung gegenüber dem vorherigen Wert von  $0,019 \text{ mm}$ .

X Verschiebung	-0,000571238 mm	0,000432114 mm
Y Verschiebung	-0,00153079 mm	0,00152867 mm
Z Verschiebung	-0,000403863 mm	0,00464848 mm

Tabelle 4: Berechnete Verschiebungen aus der FEM-Simulation (Z2u)

In Abbildung 22 wird die FEM-Analyse der Deckelverformung nochmals gezeigt, wobei die Verschiebung in z-Richtung hervorgehoben ist.

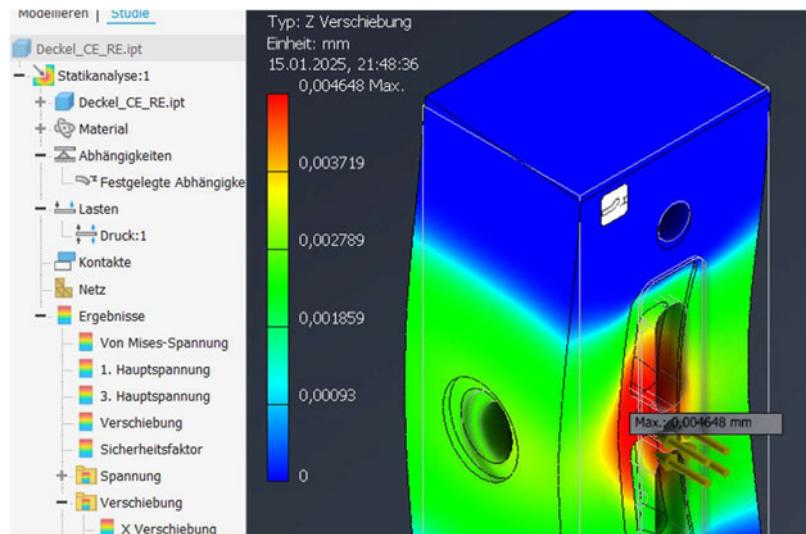


Abbildung 22: FEM-Simulation der Deckelverformung – Darstellung der maximalen Verschiebung (Z2u)

Zusätzlich kommt es entscheidend auf die Oberflächenbeschaffenheit an. Nach DIN 1092-1 [74] sollten die Rauheitswerte für Flachdichtungen zwischen  $\text{Ra } 3,2 \mu\text{m}$  und  $\text{Ra } 12,5 \mu\text{m}$  liegen, beziehungsweise zwischen  $\text{Rz } 12,5 \mu\text{m}$  und  $\text{Rz } 50 \mu\text{m}$ . Kratzer oder Riefen sind unbedingt zu vermeiden.

Eine weitere Verbesserung könnte darin bestehen, eine dickere und weichere FKM-Dichtung einzusetzen, die leichte Unebenheiten besser ausgleicht. Auf diese Weise lassen sich die

geforderten Eigenschaften für eine verlässliche Dichtheit ohne wiederholtes Nachjustieren weitgehend erfüllen.

#### 4.3.5 Erstellung der Gesamtkonstruktion

Auf der Grundlage der in den vorangegangenen Kapiteln beschriebenen Anpassungen entstand die in Abbildung 23 gezeigte Gesamtkonstruktion. Das Verfahren zur Herstellung ähnelt dem von Z2: Die Deckel sollen mithilfe von CNC-Fräsbearbeitung gefertigt werden, während die Einsätze im 3D-Druckverfahren entstehen. Bei den Komponenten ergibt sich lediglich eine kleine Änderung an der Flachdichtung, die statt in einer Dicke von  $0,5\text{ mm}$  nun in einer  $1\text{ mm}$  starken FKM-Ausführung verwendet wird. Alle weiteren Bauteile bleiben unverändert. Die technischen Zeichnungen und die dazugehörige Stückliste befinden sich im Anhang.

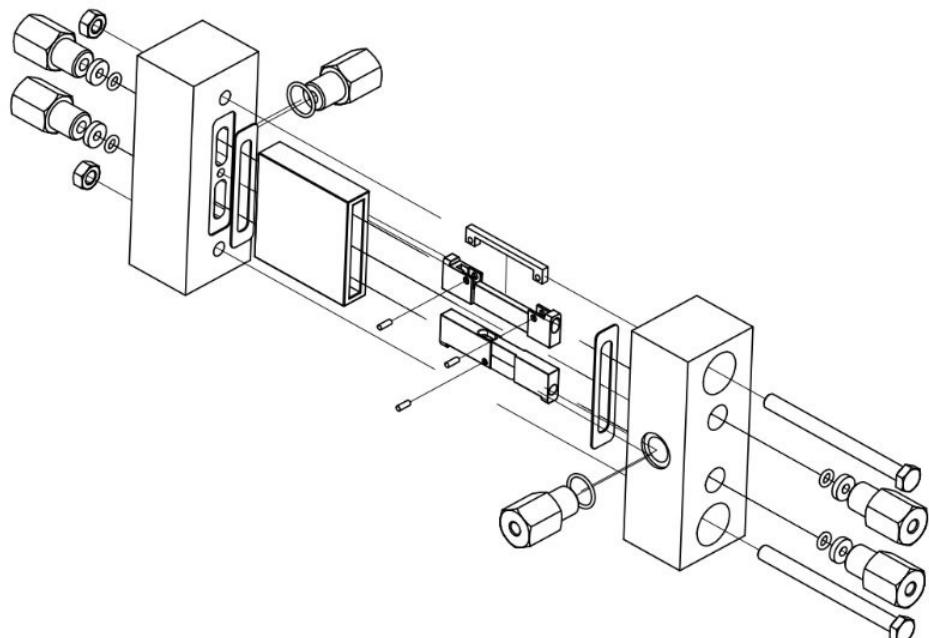


Abbildung 23: Gesamtkonstruktion von Z2u in Explosionsansicht

#### 4.3.6 Rapid Prototyping Z2u (3D-Druck)

Ein wesentlicher Bestandteil bei der Weiterentwicklung von Z2u war das 3D-Drucken der Einsätze, ein Aspekt, der bereits bei der ursprünglichen Testzelle Z2 für Herausforderungen sorgte. Als Verfahren wurde das Fused Deposition Modeling (FDM) ausgewählt, da sich nur wenige für die Stereolithografie (SLA) geeignete Harze für den Kontakt mit Säuren eignen. Während FDM auf dem schichtweisen Aufschmelzen und Extrudieren eines thermoplastischen Filaments beruht, arbeitet SLA mit einem flüssigen Harz, das durch UV-Licht lokal ausgehärtet wird. Für diese Anwendung steht beim FDM mit Polypropylen (PP) ein robustes und säurebeständiges Filament zur Verfügung, das sich bereits in Z2 bewährt hat. Andere Materialien waren entweder nur schwer zu drucken oder deutlich teurer, wie beispielsweise PEEK. Polypropylen gilt zwar als chemisch resistent, ist jedoch bei der Fertigung anspruchsvoll, weil es nicht gut an vielen Druckoberflächen haftet. Oft heißt es in Anleitungen, dass sich PP fast nur auf PP dauerhaft fixieren lässt. Als Lösung kommen in der Praxis verschiedene Ansätze infrage, zum Beispiel ein Druckbett, das bereits mit PP beschichtet ist,

oder ein Streifen PP-Klebeband. Für diese Arbeit wurde ein spezieller Klebestift verwendet, der auf das kalte Druckbett aufgetragen wird (Abbildung 24).



Abbildung 24: Spezieller Klebestift für die Haftung von PP-Filament im 3D-Druck

Damit die Haftung funktioniert, muss die Druckoberfläche gründlich gereinigt und entfettet sein. Außerdem wurde festgestellt, dass eine Druckbetttemperatur von mindestens 90 °C notwendig ist, damit die Bauteile während des gesamten Druckvorgangs fest aufliegen. Die Druckparameter für PP ähneln denen für TPU-Filamente und können meist beim jeweiligen Hersteller nachgelesen werden. In der Regel wird langsam gedruckt und nur minimal gekühlt, um das Verziehen des Materials zu vermeiden. Materialien, Software und Druckparameter sind im Anhang aufgeführt.

Bei der Konstruktion der zu druckenden Einsätze wurden einige CAD-Anpassungen vorgenommen, um Stützstrukturen zu umgehen. In Abbildung 25 sind zum Beispiel bewegliche Teile miteinander verbunden und werden erst nach dem Druckvorgang mit einem Skalpell getrennt. Auf diese Weise bleibt die Oberfläche frei von Stützmaterial und ist insgesamt glatter.

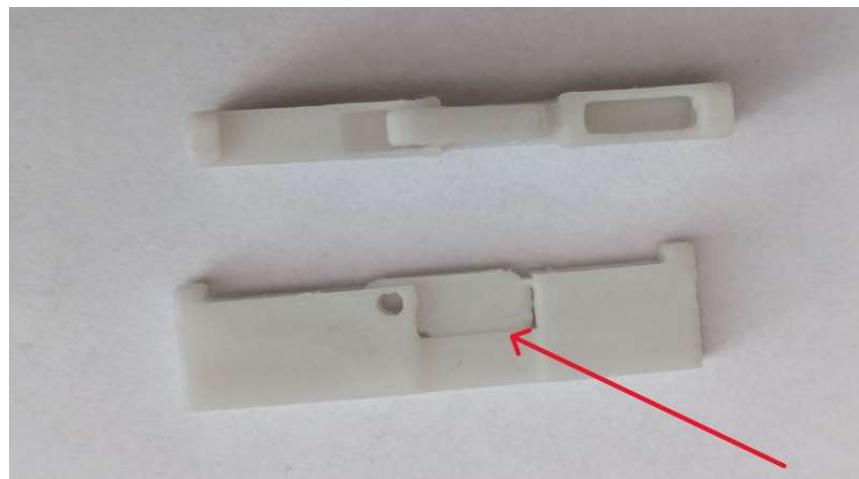


Abbildung 25: 3D-gedrucktes Bauteil ohne Stützstrukturen (Z2u)

Nach dem Abtrennen liegen die endgültigen Bauteile so vor, wie sie konstruktiv vorgesehen sind. Durch die Flexibilität des PP lässt sich die integrierte Klemmlösung gut umsetzen, da das Material im Einsatzbereich leichte Biegungen zulässt. Im folgenden Kapitel wird gezeigt, wie sich diese Baugruppe in die Gesamtkonstruktion einfügt.

## 4.4 Zusammenbau und Tests

Im Rahmen dieser Arbeit war es nicht möglich, sämtliche Änderungen an Z2u vollständig zu testen und in Betrieb zu nehmen. Aus zeitlichen Gründen konnten die Deckel nicht wie vorgesehen per CNC gefertigt werden. Stattdessen entstand lediglich ein Satz 3D-gedruckter Einsätze, während die vorhandenen Deckel aufgrund paralleler Messungen für den Aufbau nicht zur Verfügung standen. Somit fand lediglich eine teilweise Montage statt, um die Funktion der neu entwickelten Komponenten zu prüfen.

Die wichtigste Neuerung, die sich untersuchen ließ, war der Einsatz für das Ti-Vlies. Dabei wurde getestet, ob sich das beschichtete Vlies mithilfe eines Kupferdrahts zuverlässig kontaktieren lässt, ohne die dünne Iridium-Schicht zu beschädigen (Abbildung 26). Die Montage verlief erfolgreich, das Ti-Vlies konnte in die vorgesehene Klemmstelle eingebracht werden, ohne dass Oberflächenfehler auftraten.



Abbildung 26: Montage des Ti-Vlies-Einsatzes für WE und RE (Z2u)

Zusätzlich wurde die elektrische Kontaktierung überprüft, indem das Bauteil mit einer Stromquelle  $I_{quel}$  betrieben und der resultierende Spannungsabfall bei konstantem Strom gemessen wurde. Abbildung 27 zeigt das Testsetup, bei dem in Reihe ein Amperemeter  $I_{amp}$  und parallel ein Voltmeter  $U_V$  angeordnet waren. Zunächst wurde der Innenwiderstand  $R_{prob}$  des Aufbaus (ohne Ti-Vlies) bestimmt, anschließend folgten drei Messungen mit eingelegtem, beschichtetem Ti-Vlies. Nach jeder Messung wurde die Kontaktierung auseinandergebaut und erneut hergestellt, um die Reproduzierbarkeit zu prüfen.

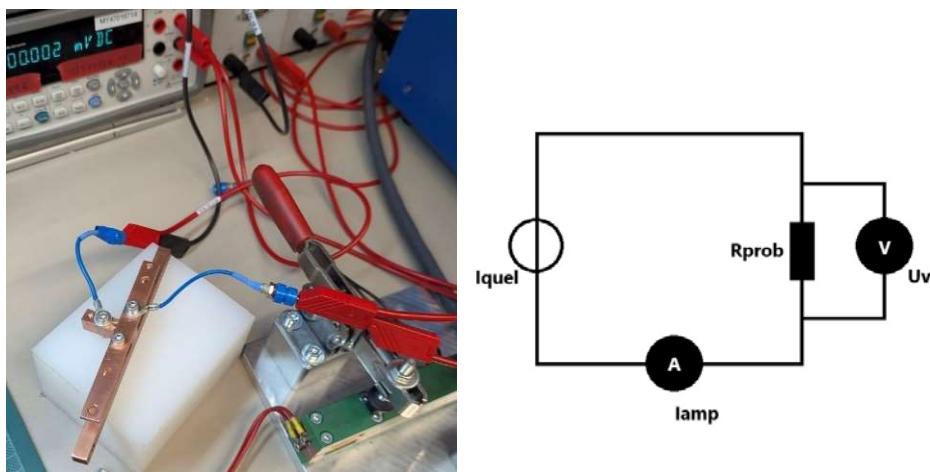


Abbildung 27: Elektrische Widerstandsmessung des Elektrodenaufbaus (Z2u)

Tabelle 5 fasst die Ergebnisse für den reinen Einbauwiderstand  $R_{prob}$  zusammen. Der Mittelwert aus den drei Messungen liegt bei  $13,22 \text{ m}\Omega$ .

$I_{quel}/A$	$I_{amp}/A$	$U_V/mV$	$R_{prob}/m\Omega$
1	1,0344	14,845	14,35
1	1,0346	16,6	16,04
1	1,0346	9,58	9,26

Tabelle 5: Widerstand des Aufbaus

Der untersuchte Ti-Vlies-Einsatz mit Iridium-Beschichtung erreichte hingegen einen durchschnittlichen Widerstand  $R_{prob}$  von  $86,09\text{ m}\Omega$ , wie aus Tabelle 6 hervorgeht. Dieser Wert wurde ermittelt, ohne den bereits in Tabelle 5 dokumentierten Innenwiderstand abzuziehen.

$I_{quel}/A$	$I_{amp}/A$	$U_V/mV$	$R_{prob}/m\Omega$
1	1,0355	97,42	94,08
1	1,0347	76,49	73,92
1	1,0353	93,46	90,27

Tabelle 6: Widerstand des beschichteten Ti-Vlies mit Kupferdraht (Z2u)

Die Ergebnisse bestätigen, dass die Kontaktierung auch bei wiederholter Montage stabil ist und sich der Messwiderstand lediglich geringfügig ändert. Da das beschichtete Vlies intakt geblieben ist und die Messwerte eine zuverlässige elektrische Verbindung erkennen lassen. Umfangreiche Funktions- und Dichtheitstests mit den finalen CNC-gefertigten Deckeln sind zwar nicht möglich gewesen, lassen sich aber anhand der bisherigen Resultate mit optimistischer Erwartung angehen.

## 4.5 Verifikation und Validierung von Anforderungen

Verifikation beschreibt die Überprüfung, ob das entwickelte Produkt die definierten Anforderungen erfüllt. Validierung untersucht, ob diese Anforderungen überhaupt richtig gewählt wurden und das Produkt somit den Erwartungen des „Kunden“ oder Anwenders entspricht [75]. Da es in dieser Arbeit nicht möglich war, die Zelle unter Betriebsbedingungen zu testen, sind lediglich diejenigen Anforderungen verifiziert und validiert worden, bei denen eine Prüfung ohne Inbetriebnahme machbar war.

Die folgenden Punkte konnten überprüft werden, da sie sich anhand der Konstruktion und der vorhandenen Bauteile nachweisen lassen: Optische Zugänglichkeit für Messungen, Drei-Elektroden-Aufbau, Beobachtungsbereich des MUST-Geräts, Verwendung einer Glasküvette, Spannungskontrolle und Strommessung über einen Potentiostaten, Einsatz eines Pt-Ir-Drahtes, Integration eines Ti-Vlieses als Sauerstoffelektrode, Referenzelektrode mit Kapillarschlauch und Salzbrücke, Gegenelektrode aus Platindraht, Einhaltung eines Mindestabstands von 2 mm zwischen den Schlauchverschraubungen, Einsatz marktüblicher Bauteile, Bereitstellung einer Montageanleitung und technischer Zeichnungen mit detaillierten Stücklisten sowie wechselbare Einsätze für Elektroden und Salzbrücke einschließlich Integration des Ti-Vlieses in diese Einsätze. Diese Vorgaben wurden sowohl verifiziert als auch validiert, da sie sich anhand der Konstruktionszeichnungen, der verwendeten Komponenten und der praktischen Montagearbeiten nachvollziehbar umsetzen ließen.

Andere Anforderungen konnten hingegen nicht im praktischen Betrieb überprüft werden, etwa die Bildung von Wasserstoff und Sauerstoff mittels Wasserelektrolyse, ein gasansammlungsfreier Betrieb, der kontrollierte Elektrolytfluss, die Dichtheit bei Argondruck und die Temperaturbeständigkeit. Auch die Betriebsspannung, die chemische Beständigkeit

sowie eine konstante Dicke ohne Nachjustierung lassen sich erst nach Inbetriebnahme wirklich verifizieren und validieren. Zwar wurde die Zelle gezielt mit Blick auf diese Anforderungen konstruiert, eine Bestätigung ist jedoch erst in echten Versuchsreihen möglich. Auch die zerstörungsfreie Montage und Demontage unter realen Bedingungen konnte nicht abschließend geprüft werden.

Darüber hinaus wurde der angestrebte Fertigstellungstermin 31. Dezember 2024 nicht eingehalten und konnte folglich nicht validiert werden.

Abbildung 28 zeigt die komplette Anforderungsliste und kennzeichnet, welche Punkte bereits verifiziert oder validiert wurden (grün) und welche nicht (rot). Alle nicht geprüften Anforderungen sind farbig nicht markiert.

Nr.	Beschreibung/Name der Anforderung	Zahlenwert (mit Toleranz)	Einheit (phys.)	F/W	Kommentar	Verifikation	Validierung
		min.	exakt	max.			
1	Funktionsale Anforderungen						
	Wasserstoffbildung mittels Wasserelektrolyse				F		
	Betrieb bei von Gasen umhüllten				F		
	Optische Zugänglichkeit für Messungen				F		
	Kontrollierter Elektrolytfluss				F		
2	Drei-Elektroden-Aufbau						
	Leistung	75	100	mbar	F		
	Dichtheit mit Angriffdruck	20	80	°C	F		
	Temperaturbeständigkeit der Zelle						
3	Geometrie						
	Beobachtungsbereich des MUST-Geräts	55x5	mm	F			
	Spannungskontrolle über Potentiostat				F		
	Verwendung einer Glasküvette	Außen 40x40x10 Innen 40x35,5x4	mm	F			
4	Energie						
	Spannungskontrolle über Potentiostat				F		
	Betriebsspannung		10	V	F		
5	Elektroden						
	Einsatz von Platin-Indium-Draht als Sauerstoffelektrode	0,1	mm	F	Dicke von Platin-Indium-Draht 0,1mm		
	Einsatz von Ti-V-Ni als Sauerstoffelektrode	8x20x0,35	mm	F	Ti-V-Ni, nano-Struktur mit Ir-Beschichtung (1100 Zk/mm, 7,2 nm)		
	Referenzelektrode mit Kaliumschlauch und Salzbrücke				F		
	Einsatz von Platinmühle als Gegenelektrode	0,6	mm	F	Dicke von Platin-Draht 0,6mm		
6	Sicherheit						
	Chemische Beständigkeit gegen H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>				F		
7	Ergonomie						
	Abstand zwischen Schlauchverklebungen	2	mm	F	Die Verschraubung muss sowohl per Hand als auch mit fachgeübten Werkzeugen möglich sein, ohne dass Materialabtrag erforderlich ist.		
8	Kosten						
	Verwendung von marktüblichen Bauteilen ist anzustreben				W		
9	Grundbuch						
	Konstante Dicke ohne Nachjustierungen oder zusätzlichen Dichtmeistest				W		
10	Montage						
	Schritt-für-Schritt Montageanleitung				F		
	Technische Zeichnungen				F		
	Detaillierte Stückliste				F		
	Zerstörungsfreie Montage/Demontage				W		
	Wechselbare Einsätze für Elektroden und Salzbrücke						
	Integration des Ti-V-Ni-Elektrode mit wechselbaren Einsätzen				W		
11	Termin						
	Fertigstellung bis 31.12.2024				W		

Abbildung 28: Anforderungsliste von Z2u mit Verifikations- und Validierungsergebnissen

## 5 Entwicklung einer Testzelle (Z3) für Synchrotronstrahlungsuntersuchungen

### 5.1 Definition der Anforderungen an die Zelle

Die methodische Vorgehensweise bei der Entwicklung von Z3 entspricht weitgehend dem in Kapitel 4.1 beschriebenen Vorgehen. Auch die Anforderungsliste orientiert sich an der für Z2u erstellten Übersicht, wie zuvor in Kapitel 4.2 erläutert. Da das grundlegende Konzept auf Z2u aufbaut, jedoch speziell für den Einsatz unter Synchrotronstrahlung angepasst wird, werden an dieser Stelle nur die Unterschiede und neuen Anforderungen behandelt.

Dieses Teilprojekt ist Teil der gemeinsamen Forschungsaktivitäten im KAI-Projekt, in dessen Rahmen die HAW Hamburg und DESY (Deutsches Elektronen-Synchrotron) kooperieren. Die Zielsetzung besteht darin, eine Zelle zu entwickeln, die einerseits auf den Erfahrungen mit Z2u aufbauen, andererseits aber die besonderen Bedingungen an einem Synchrotron berücksichtigen. Um diese Anforderungen zu schärfen, fand ein Austausch mit dem erweiterten DESY-Team des KAI-Projekts statt. Hier konnten vor allem empirische Erfahrungen eingebracht werden, die bereits bei verschiedenen Experimenten mit Röntgenstrahlung gesammelt wurden.

Der erste wesentliche Unterschied zu Z2u betrifft die funktionalen Anforderungen in Bezug auf die Messmethoden am Synchrotron, etwa SAXS. Z3 soll für solche Röntgenverfahren optimiert werden, was unter anderem eine geeignete Anordnung von Fenstern und Elektroden erfordert. Ein weiterer Unterschied liegt in der maximalen Schichtdicke des Elektrolyten, die laut dem DESY-Team 7 mm nicht überschreiten darf, um optimale Messergebnisse zu erzielen. Dieser Wert basiert auf empirischen Erkenntnissen über die Durchstrahlung flüssiger Medien und den damit verbundenen Einfluss auf die Bildqualität.

Auch das Fenster selbst stellt eine wichtige Stellgröße dar, da die Synchrotronstrahlung ungehindert in die Zelle und wieder herausgelangen muss. Eine maximale Materialstärke von 1 mm und eine hinreichende Strahlendurchlässigkeit gelten als entscheidend. Als geeignete Werkstoffe werden Teflon, PEEK oder Kapton in Betracht gezogen, da sie sich durch hohe Durchlässigkeit und eine gute Beständigkeit gegen Strahlschäden auszeichnen.

Hinzu kommt die durchstrahlbare Ti-Vlies-Elektrode, die als neue Anforderung vorschreibt, dass hinter der Elektrode ausschließlich der Elektrolyt und ein strahlungsdurchlässiges Fenster platziert werden dürfen, um Streuung oder Abschwächung des Röntgenstrahls zu minimieren.

Ein weiterer Unterschied zu Z2u liegt in der Auslegung von Z3 auf den Einsatz des Ti-Vlieses. Bei Z2u lassen sich verschiedene Elektrodenkonzepte integrieren, während Z3 primär auf das Ti-Vlies zugeschnitten ist. Ziel ist es, bei Röntgenmessungen gezielt die Blasenbildung und Strömungsdynamik an diesem Vlies zu untersuchen.

Eine vollständige Übersicht aller Anforderungen, einschließlich der für die Synchrotronuntersuchungen angepassten Punkte, ist in Abbildung 29 zusammengefasst.

Nr.	Beschreibung/Name der Anforderung	Zahlenwert (mit Toleranz) min. exakt	Einheit (phys.) max.	FWR	Kommentar
1	Funktionele Anforderungen				
	Wasserstoffbildung mittels Wasserelektrolyse			F	Die Zelle muss den Prozess der Wasserstoffbildung durch Elektrolyse gewährleisten.
	Sauerstoffbildung mittels Wasserstoffelektrolyse			F	Die Zelle muss den Prozess der Sauerstoffbildung durch Elektrolyse gewährleisten.
	Betrieb frei von Gasansammlungen			F	
	Kompatibilität mit Messmethoden (z. B. SAXS und Nanotomographie)			F	Zelle muss vollständig kompatibel mit den Anforderungen der Beamline P62 (Kleinwinkelstreuung) und P05 (Nanotomographie) sein.
	Kontrollierter Elektrolytfluss			F	Die Zelle muss eine gleichmäßige und kontrollierten Stromung des Elektrolyten haben, um unerwünschte Blasenbildung zu verhindern.
	Drei-Elektroden-Aufbau			F	Arbeits-, Gegen-, Referenzelektrode muss vorhanden sein.
2	Leistung				
	Dichtheit mit Argondruck	75	100	mbar	F
	Temperaturbeständigkeit der Zelle	20	80	°C	W
3	Geometrie				
	Beobachtungsbereich (Elektrolytschicht)		7	mm	F
	Fensterdicke		1	mm	F
	Energie				
4	Spannungskontrolle über Potentiostat			F	
	Strommessung über Potentiostat			F	
	Betriebsspannung		10	V	F
5	Elektroden				
	Einsatz von Ti-Vlies als Sauerstoffelektrode	8x20x0.35	mm	F	Ti-Vlies, nano-strukturiert mit Ir-Beschichtung (100 Zyklen, 7.2 nm))
	Durchstrahlbarkeit der Ti-Vlies-Elektrode			F	Die Ti-Vlies-Elektrode muss vollständig durch Synchrotronstrahlung durchstrahlbar sein. Hinter der Elektrode dürfen sich ausschließlich Elektrolyt und ein strahlungsdurchlässiges Fenster befinden, um Streuung oder Blockierung der Strahlung zu vermeiden.
	Referenzelektrode mit Kapillarschlauch und Salzbrücke			F	
	Einsatz von Platindraht als Gegenelektrode			F	
6	Sicherheit				
	Chemische Beständigkeit gegen H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>		1	mol	F
	Strahlschäden minimieren				Alle Komponenten, die mit dem Elektrolyten in Kontakt kommen, müssen beständig gegenüber 1 molarer Schwefelsäure (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ) sein. Elementen sollten Strahlschäden widerstehen
7	Materialien				
	Material für Fenster			F	Fenster aus Teflon, PEEK oder Kapton.
8	Kosten				
	Verwendung von marktüblichen Bauteilen ist anzustreben			W	
9	Gebrauch				
	Konstante Dichtheit ohne Nachjustierungen oder zusätzlichen Dichtheits-tests			W	
10	Montage				
	Schnitt-für-Schnitt Montageanleitung			F	
	Technische Zeichnungen			F	
	Detaillierte Stückliste			F	
	Zerstörungsfreie Montage/Demonatage			W	
11	Termin				
	Fertigstellung bis 31.12.2024				W

Abbildung 29: Anforderungsliste für Z3

## 5.2 Entscheidung über Neukonstruktion oder Anpassung

Aufgrund zeitlicher Vorgaben fiel die Wahl zugunsten einer Anpassungskonstruktion, die auf den Prinzipien und Bauteilen von Z2u aufbaut, um Fertigungs- und Entwicklungsaufwand zu reduzieren. In diesem Zusammenhang bleiben die grundsätzlichen Wirkprinzipien unverändert, doch müssen einzelne Konstruktionselemente neugestaltet werden. Da die Glasküvette nicht mehr zum Einsatz kommen kann, ist eine alternative Küvette zu entwickeln und in der Folge auch der Einsatz für WE und RE entsprechend anzupassen.

Die Einordnung als Anpassungskonstruktion gründet auf der Betrachtung, dass die wesentlichen Funktionen und Wirkprinzipien aus Z2u übernommen werden. Daher wurden keine neuen Funktionslisten oder morphologischen Kästen erstellt [65]. Die Entwicklung konzentriert sich unmittelbar auf eine Grobgestaltung, die sich an den speziellen Anforderungen für den Einsatz am Synchrotron orientiert.

In einem Gespräch mit dem DESY-Team wurden viele Parameter empirisch festgelegt. Generell stützen sich zahlreiche Aspekte der Entwicklung für Zelle 3 auf bereits gemachte Erfahrungen und ein gewisses „Reverse Engineering“, da es kaum standardisierte Methoden gibt, um beispielsweise ein geeignetes Material und eine sinnvolle Materialdicke für Synchrotronanwendungen zu bestimmen. Einzelne Studien belegen zwar die Möglichkeit entsprechender Konstruktionen, jedoch existieren keine allgemein anerkannten Normen, die sich exakt auf diesen Fall übertragen lassen [76].

## 5.3 Erstellung einer Grobgestaltung

### 5.3.1 Materialauswahl für Fenster und Konstruktionsteile

Nach der Anforderungsliste muss das Fenstermaterial für Synchrotronmessungen (SAXS) eine maximale Dicke von 1 mm aufweisen, chemisch beständig sein und möglicher Strahlenschädigung standhalten. Zudem sollen bevorzugt marktübliche Bauteile eingesetzt werden. Zwar galten PEEK und Teflon zunächst als mögliche Optionen, jedoch sind in den bisher recherchierten Arbeiten keine Beispiele für Zellaufbauten mit Fenstern aus diesen Stoffen zu finden.

In der Praxis kommen eher Mylar (PET), Glaskohlenstoff oder Kapton zum Einsatz. Beispielsweise berichtet eine Studie von der Verwendung von Glaskohlenstoff als Fenster, während in einem anderen Projekt Mylar (PET) eingesetzt wurde [77, 78]. Beide Materialien erfüllen die hier definierten Anforderungen nur bedingt.

Kapton dagegen hat sich als besonders geeignet für SAXS-Fenster erwiesen. Es überzeugt durch eine hohe Röntgentransmission (bis zu 98 % bei 8 keV und 25  $\mu m$  Dicke) und eine geringe Streuung [76]. Kapton ist zudem robust, leicht verfügbar und säurebeständig. Des Weiteren nutzt DESY an verschiedenen Beamlines bereits Kaptonfenster, was die Praxisnähe des Materials belegt. Bei Redox.me sind beispielsweise fertige Kapton-Fenster mit 25 mm Durchmesser und 75  $\mu m$  Dicke erhältlich (Abbildung 30), die der Vorgabe einer Dicke von höchstens 1 mm genügen.

Für Einsätze und Küvette stehen – wie bei Z2u – zwei Werkstoffe zur Wahl. Wird ein Bauteil im 3D-Druck gefertigt, kommt Polypropylen (PP) zum Einsatz, während PVDF für die CNC-Fertigung vorgesehen ist. Die Einsätze sollen erneut im FDM-Verfahren aus PP gedruckt werden, da dies bereits in der Vorgängerversion erfolgreich erprobt wurde. Die Entscheidung

über Konstruktion und Material der Küvette wird in einem folgenden Kapitel ausführlicher behandelt.

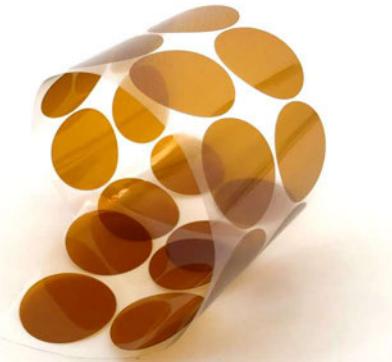


Abbildung 30: Kommerziell erhältliche Kapton-Fensterlösung von Redox.me

### 5.3.2 Gestaltung der Küvette und Fenster

Aus Gründen der Herstellungszeit wird die gesamte Konstruktion für den 3D-Druck ausgelegt. Die Anforderungen an das Fenstermaterial wurden im vorherigen Kapitel dargelegt. Das Kapton-Fenster sowie dessen Abmessungen ergeben sich weitgehend aus verfügbaren Kaufteilen. Ein Kapton-Fenster mit einem Durchmesser von  $25\text{ mm}$  wird ausgewählt und bestimmt den Aufbau der Konstruktion. Ein weiteres wesentliches Kriterium ist die in der Anforderungsliste festgelegte maximale Elektrolytschichtdicke von  $7\text{ mm}$ .

Zur Ideenfindung wurden bereits einige fertige Zelllösungen analysiert. Eine davon, wie in der Arbeit „Operando X-ray diffraction in transmission geometry ‘at home’ from tape casted electrodes to all-solid-state battery“ von Kriti Choudhary et al. beschrieben (Abbildung 31), setzt auf eine Verschraubung zur Fixierung des Fensters.

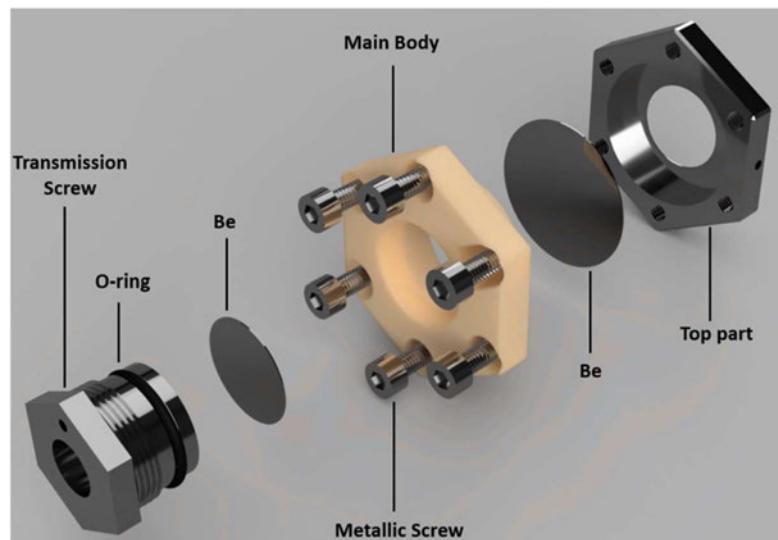


Abbildung 31: Fenster mit Verschraubung [77]

Diese Umsetzung erwies sich aus mehreren Gründen als ungeeignet. Bei einem 3D-Druck mit Polypropylen (PP) wäre es kaum möglich, stabile Gewinde zu schneiden, da PP zu flexibel ist. Ohne Gewinde könnten die Schrauben wiederum nicht halten. Zudem würde eine Konstruktion

nach diesem Prinzip sehr massiv ausfallen. Die vorherige Küvette hatte Abmessungen von  $40 \times 40 \times 10 \text{ mm}$ , sodass jede weitere Vergrößerung zu einer komplexeren Abdichtfläche führen würde. Da es bei Z2u bereits Schwierigkeiten mit der Abdichtung gab, war es wichtig, zusätzliche potenzielle Dichtflächen zu vermeiden. Eine grundsätzlich neue Konstruktion für eine verschraubte Lösung schien deshalb wenig sinnvoll.

Als Alternative wurde eine vom DESY-Team verwendete Methode in Betracht gezogen (Abbildung 32), bei der eine Folie verklebt wird. Da im Projekt bereits PTFE-Schläuche und Pt-Elektroden mit PP-Einsätzen mithilfe eines speziellen Zweikomponenten-Klebers (Huntsman ARALDITE 2014-2) erfolgreich verbunden wurden, existiert das notwendige Know-how für diese Technik. Aus diesem Grund blieb es bei der Entscheidung für eine Klebelösung.

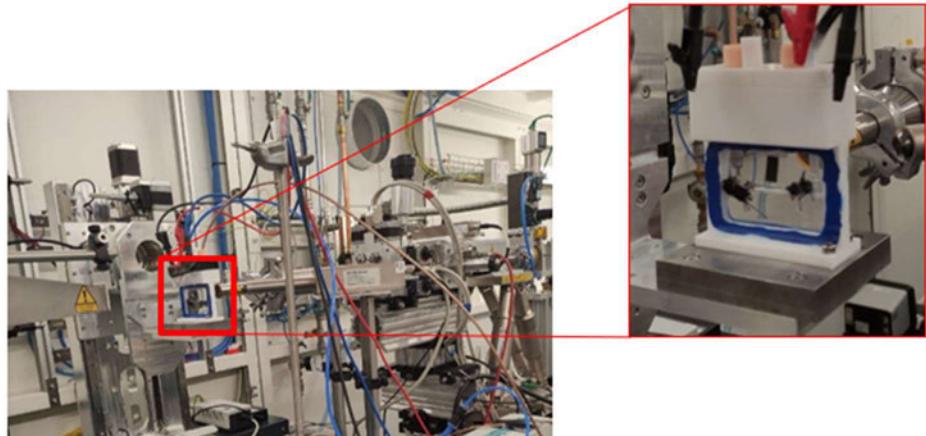


Abbildung 32: Verklebte Fenster – Beispiel aus DESY-Projekt

Die PP-Küvette ähnelt im Grundprinzip der Glasküvette, verfügt jedoch anstelle der Arbeitselektrode über zwei Fenster. Abbildung 33 verdeutlicht mit einem orangefarbenen Pfeil die Auflage für das Kapton-Fenster. Da das Kapton einen Durchmesser von  $25 \text{ mm}$  aufweist, beträgt der Auflagendurchmesser  $26,5 \text{ mm}$ , um Fertigungstoleranzen auszugleichen. Eine Durchgangsbohrung von  $15 \text{ mm}$  im Zentrum soll ein möglichst großes Sichtfeld bieten, ohne die Stabilität des Fensters zu beeinträchtigen.

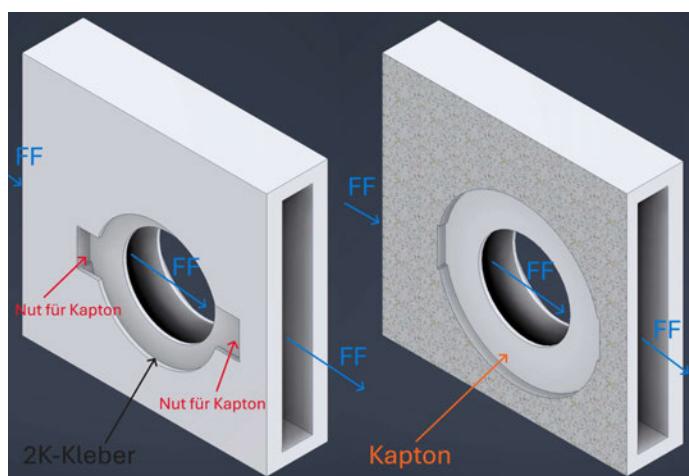


Abbildung 33: CAD-Modell der Küvette (Z3)

Eine umlaufende Tasche (Abbildung 33, schwarzer Pfeil) nimmt den Zweikomponenten-Kleber auf. Das Kapton-Fenster wird auf der Auflage positioniert und die Tasche anschließend

vollständig mit Klebstoff gefüllt. Die zusätzliche Klebefläche und der formschlüssige Gegendruck der Wandung sind besonders wichtig, da PP ein eher inertes Material ist und nur eingeschränkt verklebt werden kann. Eine angedeutete Nut (rote Pfeile) ermöglicht es, das flexible Kapton-Fenster in diese Tasche einzulegen und zu fixieren.

### 5.3.3 Abdichtung der Küvette

Bei der Abdichtung der neuen Küvette sind mehrere Aspekte zu berücksichtigen. Zunächst muss sichergestellt sein, dass die 3D-gedruckten Bauteile selbst ausreichend dicht sind. Zu diesem Zweck wird in der Konstruktion eine Wandstärke von mindestens  $2\text{ mm}$  vorgesehen, wie dies in einer Studie empfohlen wurde [80]. Diese Stärke stellt sicher, dass die Perimeterschichten beim Druck vollständig gefüllt werden und keine hohlen Zwischenräume entstehen, die später zu Undichtigkeiten führen könnten (mehr dazu in Kapitel Rapid Prototyping).

Ein weiterer Punkt betrifft die Dichtigkeit der Auflageflächen. Die Kontaktbereiche der Küvette, auf denen die Flachdichtungen anliegen, werden von Hand mit Schleifpapier der Körnung 1000 und unter Verwendung von Wasser geglättet. Durch das Wasser lässt sich Überhitzen vermeiden, da Polypropylen (PP) ein sehr weiches Material ist und beim Trockenschleifen zu viel Wärme ansammeln könnte. Laut einer technischen Empfehlung zur Oberflächenbearbeitung kann eine Körnung von 1000 bei Metallen eine ausreichend glatte Oberfläche für Dichtzwecke erzeugen [81]. Da Polypropylen (PP) ein weicheres Material ist, wird davon ausgegangen, dass diese Körnung auch hier eine geeignete Oberflächengüte für eine zuverlässige Abdichtung gewährleistet.

Als Flachdichtung wird, analog zu Z2u, eine  $1\text{ mm}$  dicke FKM-Dichtung eingesetzt, die dank ihrer Dicke und Elastizität kleinere Unebenheiten ausgleicht und chemisch beständig ist.

Ein dritter Aspekt betrifft die Dichtigkeit an den Fenstern. Für die Verklebung des Kapton-Fensters ist eine spezielle Tasche vorgesehen, die mit Zweikomponenten-Kleber (Araldite) gefüllt wird. Dieses Verfahren hat sich bereits in Z2 bewährt, wo ein 3D-gedruckter PP-Einsatz und ein Platindraht erfolgreich verklebt und dichtgehalten werden konnten. Sollte es dennoch zu Undichtigkeiten kommen, lässt sich die Haftung zwischen PP und Klebstoff weiter verbessern, indem man die Kontaktfläche mit Schleifpapier anraut, einer kurzen Flammenbehandlung unterzieht oder einen speziellen Primer einsetzt [82].

Alternativ wäre eine CNC-gefräste Küvette aus PVDF denkbar, doch spricht die Ausweichfähigkeit von PP dafür, geringfügige Unebenheiten oder ungleichmäßigen Anpressdruck durch Schrauben leichter zu kompensieren.

### 5.3.4 Elektrodenintegration

Eine neue Anforderung im Vergleich zu Z2u betrifft die Durchstrahlbarkeit der Ti-Vlies-Elektrode. Hinter der Elektrode dürfen sich ausschließlich Elektrolyt und ein durchlässiges Fenster befinden, damit die Synchrotronstrahlung weder gestreut noch blockiert wird. Um dies zu ermöglichen, wurde die bestehende Lösung nur geringfügig angepasst, da sich die Kontaktierung in Z2u bereits bewährt hat. Der Hauptunterschied besteht darin, nun einen freien Strahlengang sicherzustellen. Abbildung 34 zeigt den neu gestalteten Einsatz für die Arbeitselektrode.

Die Konstruktion ähnelt stark der von Z2u, unterscheidet sich jedoch durch eine Durchstecktasche für das Ti-Vlies. In der Schnittansicht ist die ungefähre Position des Ti-

Vlieses in Grün dargestellt, während die roten Pfeile den Platindraht kennzeichnen. Wie in Z2u wird das Ti-Vlies mit dem Draht geklemmt.

Die scheinbar spitze Ecke, an der das Ti-Vlies gebogen wird, stellt in der Praxis kein Problem dar, da das Ti-Vlies ausreichend nachgiebig ist.

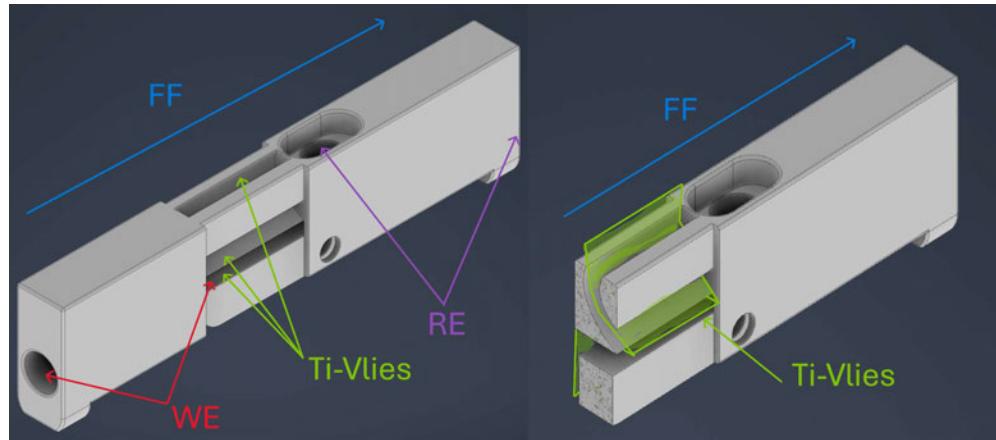


Abbildung 34: CAD-Modell des Einsatzes WE+RE mit Annotation (Z3)

### 5.3.5 Gesamtkonstruktion

Die in den vorherigen Kapiteln nicht erwähnten Komponenten entsprechen weitgehend der Ausführung von Z2u. Es wurden lediglich jene Elemente angepasst, die sich aus den neuen Anforderungen ergaben. Abbildung 35 zeigt das Ergebnis dieser Überarbeitungen. Das Verfahren zur Herstellung ähnelt dem bereits in Z2u angewandten Ansatz. Die neu konstruierten Teile werden mit einem FDM-3D-Druck gefertigt, während alle übrigen Bauteile unverändert bleiben. Eine technische Zeichnung mit Stückliste sowie eine Montageanleitung befinden sich im Anhang.

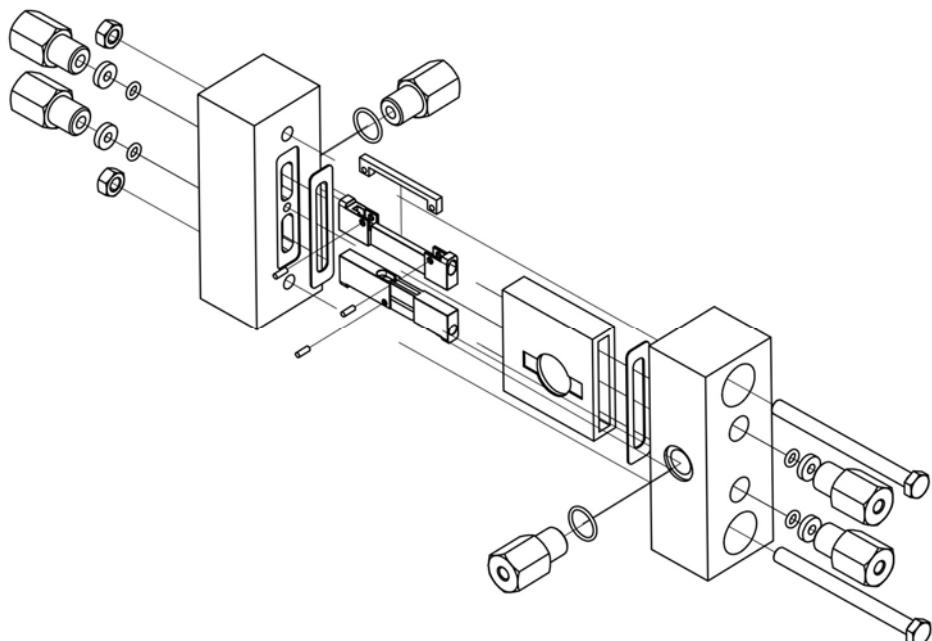


Abbildung 35: Gesamtkonstruktion von Z3 in Explosionsansicht

### 5.3.6 Rapid Prototyping Z3 (3D-Druck)

Das Vorgehen beim 3D-Druck für Z3 entspricht im Wesentlichen dem bereits in Kapitel 4.3.6 erläuterten Verfahren. Auch hier werden Einsätze für die Arbeitselektrode und Referenzelektrode konstruiert, die sich nach dem Druck mit einem Skalpell weiterbearbeiten lassen. Abbildung 36 zeigt das daraus resultierende Bauteil, bei dem die rote Markierung jene Fläche kennzeichnet, die nach dem Druck entfernt wird, um eine saubere Kantenbildung zu erreichen.

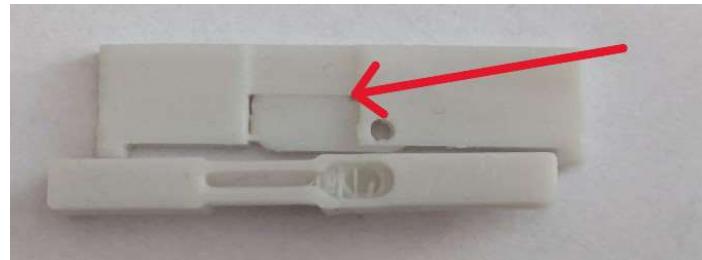


Abbildung 36: 3D-gedruckter Einsatz für WE und RE (Z3)

Neben den bereits bekannten Bauteilen musste nun erstmals eine Küvette in 3D-Druck realisiert werden. Im Zusammenhang mit der Dichtigkeit von gedruckten Komponenten sind drei Einstellgrößen besonders wichtig.

Erstens empfiehlt es sich, die Fülldichte auf 100 % zu setzen, da übliche Werte von etwa 15 % zu Hohlräumen führen, die eine Abdichtung erschweren.

Zweitens ist der Overlap zwischen benachbarten Schichten zu vergrößern, damit Außen- und Innenwände sicher überlappen und keine Lücken bleiben.

Drittens sollte die Wandstärke im CAD-Modell so ausgelegt werden, dass der Slicer mindestens zwei Perimeter (Wandlinien) generieren kann. Abbildung 37 zeigt, wie Parameter wie Füllung, Wandzahl und Overlap die Qualität und Dichtheit beeinflussen [80].

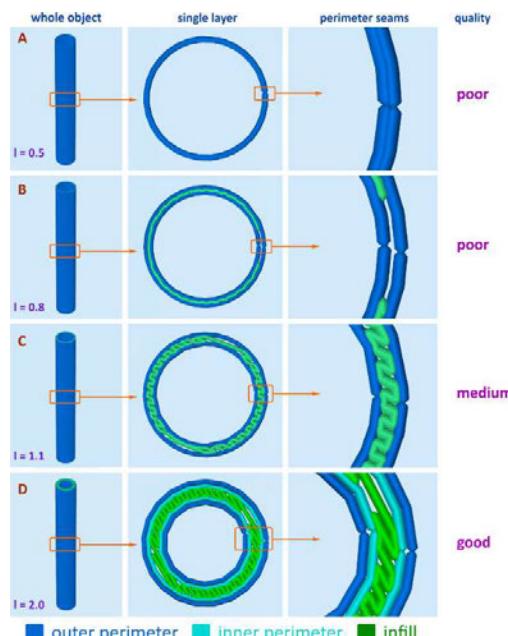


Abbildung 37: Einfluss verschiedener 3D-Druck-Parameter auf Dichtheit [80]

Auf Basis dieser Anpassungen wurde die in Abbildung 38 gezeigte Küvette gefertigt. Die allgemeine Druckqualität erweist sich als zufriedenstellend, dennoch erfordern einige Stellen eine Nachbearbeitung mit Schleifpapier, um mögliche Unebenheiten zu entfernen. Mit den roten Pfeilen ist jeweils hervorgehoben, wo ein Feinschliff vorzunehmen ist. Wie bereits erwähnt, sollten vor allem die Auflageflächen, an denen später die Flachdichtung anliegt, mit feinkörnigem Schleifpapier geglättet werden, um eine zuverlässige Abdichtung zu gewährleisten. Die Druckeinstellungen sind ebenfalls im Anhang aufgeführt.

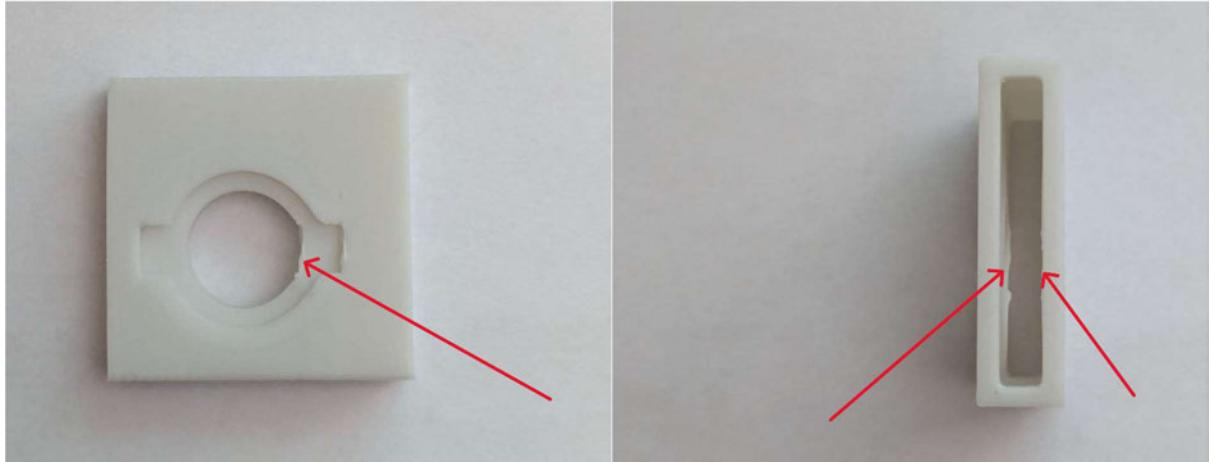


Abbildung 38: 3D-gedruckte Küvette (Z3)

## 5.4 Montage und Tests

Die vollständige Montage und Erprobung von Z3 konnte aus denselben Gründen wie bei Z2u nicht durchgeführt werden. Dennoch fand ein Teilversuch statt, bei dem das Ti-Vlies mithilfe des neu entwickelten Einsatzes für die WE und RE eingebaut wurde. Im Anschluss wurde die Kontaktierung überprüft (Abbildung 39). Zusätzlich wurde ein Kapton-Fenster eingesetzt und mithilfe eines Zweikomponenten-Klebers fixiert. Die Montage verlief reibungslos und das Ti-Vlies ließ sich ohne Beschädigung einsetzen.

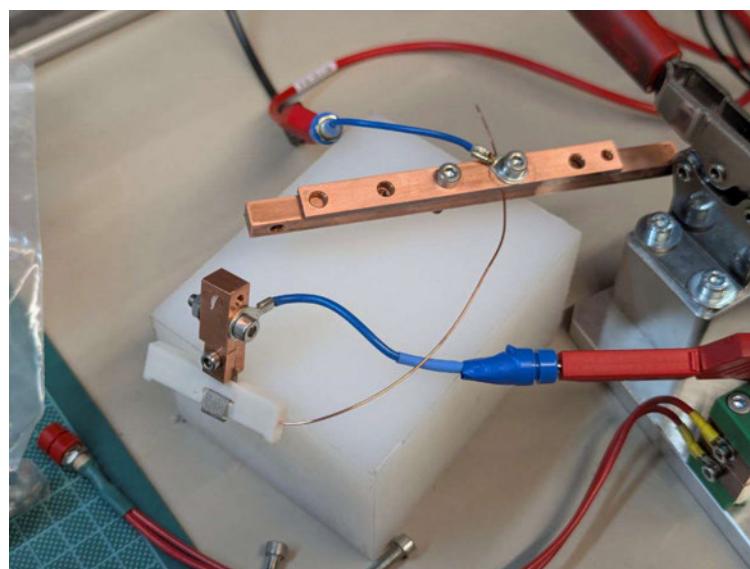


Abbildung 39: Kontaktierungstest des montierten Elektrodeneinsatzes für WE und RE (Z3)

Für den Kontaktierungstest kam das gleiche Vorgehen wie beim Einsatz in Z2u zum Einsatz. Zunächst wurde der Widerstand der reinen Aufbauten gemessen, anschließend der Widerstand des unbeschichteten Ti-Vlieses. Die Einzelheiten dazu sind bereits in Kapitel 4.4 beschrieben. Die Messwerte der Bauteile entsprachen jenen aus Tabelle 5, da dieselbe Messmethode und identische Kupferblöcke verwendet wurden. Der Mittelwert aus drei Messungen für den reinen Aufbauwiderstand  $R_{prob}$  beträgt  $13,22 \text{ m}\Omega$ .

Der ermittelte Mittelwert aus drei Messungen (Tabelle 7) für das unbeschichtete Ti-Vlies mit Kupferdraht liegt bei  $39,11 \text{ m}\Omega$  (ohne Abzug des Aufbauwiderstands). Das Ergebnis ist zufriedenstellend und zeigt, dass die Kontaktierung funktioniert.

$I_{quel}/A$	$I_{amp}/A$	$U_V/\text{mV}$	$R_{prob}/\text{m}\Omega$
1	1,0352	30,92	29,87
1	1,0349	35,34	34,15
1	1,0357	55,21	53,31

Tabelle 7: Widerstand des unbeschichteten Ti-Vlieses mit Kupferdraht (Z3)

Für das Verkleben des Kapton-Fensters ergab sich keine Schwierigkeit. Das Kapton ließ sich wie vorgesehen biegen und in die am Einsatz vorgesehene Nut einführen. Die Verklebung mit Araldite erfolgte ebenfalls ohne Probleme, da der Kleber an PP hinreichend haftete, ohne dass eine besondere Behandlung erforderlich war.

Abschließend wurde die Zelle in einem provisorischen Testaufbau zusammengesetzt, da nicht alle Komponenten verfügbar oder gefertigt waren. Dennoch ließen sich die vorhandenen Komponenten zusammenfügen, und das Ergebnis macht einen vielversprechenden Eindruck. Sämtliche Bauteile passten zusammen, das Kapton-Fenster befand sich an der gewünschten Position gegenüber dem Ti-Vlies (Abbildung 40).



Abbildung 40: Provisorischer Testaufbau von Z3

## 5.5 Verifikation und Validierung von Anforderungen

Im Rahmen der Entwicklung der Testzelle Z3 wurden verschiedene Anforderungen überprüft. Aufgrund der begrenzten Testmöglichkeiten konnte die Zelle nicht vollständig in Betrieb genommen werden. Daher beschränkt sich die Verifikation auf diejenigen Anforderungen, die direkt prüfbar sind.

Die grundlegenden Anforderungen, die verifiziert und validiert wurden, umfassen den Drei-Elektroden-Aufbau, die Einhaltung der vorgegebenen Elektrolytschichtdicke von maximal 7 mm sowie die Fensterdicke von maximal 1 mm. Ebenso konnten die Spannungskontrolle und Strommessung über einen Potentiostaten, die Verwendung von Ti-Vlies als Sauerstoffelektrode, die Integration einer Referenzelektrode mit Kapillarschlauch und Salzbrücke sowie der Einsatz eines Platin-Drahtes als Gegenelektrode bestätigt werden. Darüber hinaus wurden die Materialvorgaben für die Fenster aus Kapton eingehalten. Auch die Zielsetzung, marktübliche Bauteile zu verwenden, sowie die Bereitstellung von technischen Zeichnungen, einer Montageanleitung und einer detaillierten Stückliste wurden erfüllt.

Bestimmte Anforderungen konnten jedoch nicht abschließend verifiziert oder validiert werden. Dazu gehören die Wasserstoff- und Sauerstoffbildung mittels Wasserelektrolyse, der kontrollierte Elektrolytfluss und der Betrieb frei von Gasansammlungen. Ebenso sind die Kompatibilität mit den Messmethoden SAXS und Nanotomographie, die Temperaturbeständigkeit der Zelle und die Beständigkeit gegenüber Strahlenschäden noch nicht geprüft worden. Die chemische Resistenz des Systems konnte aufgrund der fehlenden Langzeitversuche nicht getestet werden. Weiterhin ist die Durchstrahlbarkeit der Ti-Vlies-Elektrode, eine der zentralen neuen Anforderungen, derzeit nur konstruktiv gewährleistet, muss aber noch experimentell bestätigt werden. Auch die Dichtheit unter Argondruck und die langfristige Stabilität der Verklebungen konnten noch nicht überprüft werden. Schließlich wurde der ursprünglich geplante Fertigstellungstermin zum 31.12.2024 nicht eingehalten und konnte daher nicht validiert werden.

Ein entscheidender Aspekt der Verifikation und Validierung betrifft die konstruktiven Änderungen im Vergleich zur vorherigen Zelle Z2u. Durch die Implementierung von Kapton-Fenstern und die Neukonstruktion der Elektrodenaufnahme wurde sichergestellt, dass die grundlegenden Anforderungen an die optische Zugänglichkeit und die Materialkompatibilität mit Synchrotronstrahlung erfüllt sind. Zwar konnte die Durchstrahlbarkeit der Ti-Vlies-Elektrode noch nicht experimentell überprüft werden, jedoch wurde die Zellengeometrie speziell darauf ausgelegt, dass sich hinter der Elektrode keine weiteren Bauteile außer Elektrolyt und Fenster befinden.

Zudem wurde die Küvette speziell für den 3D-Druck optimiert, um eine schnelle Herstellung zu gewährleisten. Die Wandstärken wurden so ausgelegt, dass eine vollständige Füllung der Schichten ohne Hohlräume sichergestellt ist. Zusätzlich wurden die Kontaktflächen für die Abdichtung mit Flachdichtungen nachbearbeitet, um eine gleichmäßige Anpressung zu ermöglichen. Die Verklebung der Kapton-Fenster konnte erfolgreich durchgeführt werden, wobei die Haftung des 2K-Klebers ohne besondere Oberflächenbehandlung zufriedenstellend war. Diese Maßnahmen verbessern die potenzielle Dichtheit der Küvette, konnten jedoch noch nicht in einem Drucktest mit Argon überprüft werden.

Trotz der begrenzten Testmöglichkeiten zeigen die bisherigen Ergebnisse, dass die wesentlichen Designänderungen zielführend waren und das Konzept der neuen Zelle grundsätzlich umsetzbar ist. Die Validierung offener Anforderungen sollte in künftigen Untersuchungen erfolgen. Dabei empfiehlt es sich, die Zelle zunächst unter realen Betriebsbedingungen zu testen und insbesondere die Dichtheit, die chemische Beständigkeit sowie die Gasableitung zu prüfen. Anschließend sollte die Messmethode mittels

Synchrotronstrahlung erprobt werden. Abbildung 41 zeigt die komplette Anforderungsliste und kennzeichnet, welche Punkte bereits verifiziert oder validiert wurden (grün) und welche nicht (rot). Alle nicht geprüften Anforderungen sind farbig nicht markiert.

Nr.	Beschreibung/Name der Anforderung	Zahlenwert (mit Toleranz)	Einheit	FW? (phys.)	Kommentar	Verifikation	Validierung
<b>1 Funktionale Anforderungen</b>							
1.1	Wasserstoffbildung mittels Wasserelektrolyse			F	Die Zelle muss den Prozess der Wasserstoffbildung durch Elektrolyse gewährleisten.		
1.2	Sauerstoffbildung mittels Wasserstoffelektrolyse			F	Die Zelle muss den Prozess der Sauerstoffbildung durch Elektrolyse gewährleisten.		
1.3	Betrieb frei von Gasansammlungen			F	Zelle muss vollständig kompatibel mit den Anforderungen der Beamline P02 (Kleinwinkelstreuung) und P05 (Nanotomographie) sein.		
1.4	Kompatibilität mit Messmethoden (z. B. SAXS und Nanotomographie)			F	Die Zelle muss eine gleichmäßige und kontrollierten Stromung des Elektrolyten haben, um unerwünschte Blasenbildung zu verhindern.		
1.5	Kontrollierter Elektrolytfluss			F	Aktivs-, Gegen-, Referenzelektrode muss vorhanden sein.		
<b>2 Leistung</b>							
2.1	Dichtheit mit Angrondruck	75	100	mbar	F	Die Zelle muss dauerhaft dicht sein.	
2.2	Temperaturbeständigkeit der Zelle	20	80	°C	W	Die Zelle soll für den Betrieb bei Elektrolyttemperaturen im Bereich von 20 °C bis 80 °C ausgelegt sein.	
3	Geometrie						
3.1	Beobachtungsbereich (Elektrolytschicht)		7	mm	F	Die Elektrolytschichtdicke zwischen Fenster und Gegenwand darf maximal 7 mm betragen.	
3.2	Fensterdicke		1	mm	F	Fenster für Strahlendurchlass so dünn wie möglich.	
4	Energie						
4.1	Spannungskontrolle über Potentiostat				F		
4.2	Strommessung über Potentiostat				F		
4.3	Betriebsspannung		10	V	F		
<b>5 Elektroden</b>							
5.1	Ensayo von Ti-Viles als Sauerstoffelektrode	8x200x35	mm	F	Ti-Viles, nano-strukturiert mit Ir-Beschichtung (100 Zyklen, 7-2 mm)		
5.2	Durchstrahlbarkeit der Ti-Viles-Elektrode			F	Die Ti-Viles-Elektrode muss vollständig durch Synchrotronstrahlung durchstrahlbar sein. Hinter der Elektrode dürfen sich ausschließlich Elektrolyt und ein strahlungsdurchlässiges Fenster befinden, um Streuung oder Blockierung der Strahlung zu vermeiden.		
5.3	Referenzelektrode mit Kapillarschlauch und Salztröpfchen			F			
5.4	Ensayo von Platindraht als Gegenelektrode			F			
<b>6 Sicherheit</b>							
6.1	Chemische Beständigkeit gegen H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>		1	mol	F	Alle Komponenten, die mit dem Elektrolyten in Kontakt kommen, müssen beständig gegenüber 1 molaren Schwefelsäure (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ) sein.	
6.2	Strahlenschäden minimieren					Elementen sollten Strahlenschäden widerstehen	
7	Materialien						
7.1	Material für Fenster			F	Fenster aus Teflon, PEEK oder Kapton.		
8	Kosten						
8.1	Vernwendung von marktüblichen Bauteilen ist anzustreben			W			
9	Gebrauch						
9.1	Konstante Dictheit ohne Nachjustierungen oder zusätzlichen Dichtestest			W			
10	Montage						
10.1	Schritt-für-Schritt Montagelanleitung			F			
10.2	Technische Zeichnungen			F			
10.3	Detaillierte Stückliste			F			
10.4	Zerstörungsfreie Montage/Demontage			W			
11	Termin						
	Fertigstellung bis 31.12.2024						

Abbildung 41: Anforderungsliste Z3 mit Verifikation und Validierung

## 6 Zusammenfassung und Ausblick

### 6.1 Erzielte Ergebnisse beider Projekte

Die vorliegende Arbeit befasste sich mit der Entwicklung und Optimierung zweier Testzellen für die Untersuchung von Blasenbildungsprozessen in der Wasserelektrolyse. Während die Zelle Z2u für Messungen am MUST-Gerät der HAW Hamburg konzipiert und verbessert wurde, wurde die Zelle Z3 speziell auf Anforderungen der Synchrotronstrahlungsuntersuchungen zugeschnitten. In beiden Fällen wurden die jeweiligen Anforderungen definiert, technische Lösungen erarbeitet und teilweise prototypisch umgesetzt. Die Herausforderungen lagen vor allem in der Gewährleistung einer zuverlässigen Abdichtung, der Auswahl geeigneter Materialien und in der Integration einer durchstrahlbaren Elektrode. Aufgrund zeitlicher Beschränkungen war es nicht möglich, die Zellen unter realen Betriebsbedingungen zu testen, doch konnten alle unmittelbar prüfbaren Anforderungen verifiziert und validiert werden.

Im Rahmen der Z2u-Optimierung wurden diverse Maßnahmen ergriffen, um eine zuverlässige Dichtheit und eine effiziente Elektrodenintegration zu erreichen. Die Neugestaltung der Elektrodeneinsätze, die Verbesserung der Schlauchverschraubungen sowie eine angepasste Gasableitung trugen wesentlich zu einer benutzerfreundlichen Konstruktion bei. Die Entscheidung für Polypropylen (PP) als 3D-Druck-Material sorgte für eine schnelle Fertigung. Eine FEM-Analyse der Deckelstruktur zeigte, dass sich die Verformung unter mechanischer Belastung deutlich verringern lässt.

Für die Zelle Z3 stand die Anpassung an Messungen mit Synchrotronstrahlung im Mittelpunkt. Um diese Anforderung zu erfüllen, wurde eine durchstrahlbare Ti-Vlies-Elektrode integriert und ein Kapton-Fenster als Beobachtungsfenster eingesetzt, das durch eine hohe Röntgenstrahltransmission und chemische Beständigkeit gekennzeichnet ist. Die Küvette wurde für den 3D-Druck ausgelegt, während eine spezielle Verklebungstechnik für das Fenster angewandt wurde. Erste Tests zur Elektrodenmontage und Kontaktierung bestätigten die Eignung des Ti-Vlies in Verbindung mit einem Kupferdraht, allerdings konnte die tatsächliche Durchstrahlbarkeit der Elektrode nicht unmittelbar geprüft werden.

### 6.2 Ausblick auf mögliche Weiterentwicklungen

Trotz vieler erfolgreich verifizierter Teilespekte gibt es noch offene Punkte für zukünftige Arbeiten. Ein zentraler Schritt ist die vollständige Inbetriebnahme der Zellen unter realen Bedingungen, um die Gasableitung und die Dichtheit bei Druckbelastung zu testen. Bei Z3 wäre zudem die Prüfung der Materialstabilität unter Synchrotronstrahlung und in Kontakt mit Schwefelsäure erforderlich, um potenzielle Strahlenschäden an den Fenstern zu bewerten. Ebenso lassen sich Langzeittests durchführen, um die Dauerhaftigkeit der Konstruktion und der Klebeverbindungen zu untersuchen.

Die Entwicklung kann zusätzlich durch Strömungstests und Strömungssimulationen vertieft werden, um das Zusammenspiel von Gasbildung und Elektrolytfluss besser zu verstehen und Verbesserungen abzuleiten.

Darüber hinaus bietet es sich an, alternative Fertigungsmethoden wie CNC-gefräste PVDF-Elemente oder feinere 3D-Druck-Verfahren wie SLA oder SLS zu erproben.

Da in den bisherigen Recherchen keine vergleichbaren, umfassend dokumentierten Zellaufbauten gefunden werden konnten, stellen die in dieser Arbeit entwickelten Lösungen eine neue Basis für weitere Forschungen zur Wasserelektrolyse dar. Die hier vorgestellten Konzepte können als Leitfaden für künftige Untersuchungen dienen und auf andere elektrochemische Fragestellungen übertragen werden.

## 7 Literaturverzeichnis

- [1] Kurzweil, P.; Dietlmeier, O.K.: Elektrochemische Speicher – Superkondensatoren, Batterien, Elektrolyse-Wasserstoff, Rechtliche Grundlagen. Springer Vieweg, Wiesbaden, 2015. ISBN: 978-3-658-10900-4, DOI: 10.1007/978-3-658-10900-4.
- [2] Kumar, S.S.; Himabindu, V.: Hydrogen production by PEM water electrolysis – A review. *Materials Science for Energy Technologies*, 2 (2019), 442–454. DOI: 10.1016/j.mset.2019.03.002.
- [3] Jua, H.K.; Badwal, S.; Giddey, S.: A comprehensive review of carbon and hydrocarbon assisted water electrolysis for hydrogen production. *Applied Energy*, 231 (2018), 502–533. DOI: 10.1016/j.apenergy.2018.09.022.
- [4] Nikolaidis, P.; Poullikkas, A.: A comparative overview of hydrogen production processes. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 67 (2017), 597–611. DOI: 10.1016/j.rser.2016.09.044.
- [5] Grigoriev, S.A.; Millet, P.; Fateev, V.N.: Evaluation of carbon supported Pt and Pd nanoparticles for the hydrogen evolution reaction in PEM water electrolyzers. *Journal of Power Sources*, 177 (2008), 281–285. DOI: 10.1016/j.jpowsour.2007.11.052.
- [6] Grigoriev, S.A.; Porembsky, V.I.; Fateev, V.N.: Pure hydrogen production by PEM electrolysis for hydrogen energy. *International Journal of Hydrogen Energy*, 31 (2006), 171–175. DOI: 10.1016/j.ijhydene.2005.04.038.
- [7] Millet, P.; Ngameni, R.; Grigoriev, S.A.; Mbemba, N.; Brisset, F.; Ranjbari, A. et al.: PEM water electrolyzers: from electrocatalysis to stack development. *International Journal of Hydrogen Energy*, 35 (2010), 5043–5052. DOI: 10.1016/j.ijhydene.2009.10.088.
- [8] Struckmann, T.; von Kameke, A.: Project Description – Project Proposals Hamburg, BUBBLES – Beobachtung und Beschreibung der Blasenbildung in Elektrolyse-Sauerstoffelektroden. Projektantrag, 2024.
- [9] Maier, M.; Smith, K.; Dodwell, J.; Hinds, G.; Shearing, P.R.; Brett, D.J.L.: Mass transport in PEM water electrolyzers: a review. *International Journal of Hydrogen Energy*, 47 (2022), 30–56. DOI: 10.1016/j.ijhydene.2021.10.013.
- [10] Selamet, O.F.; Pasaogullari, U.; Spernjak, D.; Hussey, D.S.; Jacobson, D.L.; Mat, M.D.: Two-phase flow in a proton exchange membrane electrolyzer visualized *in situ* by simultaneous neutron radiography and optical imaging. *International Journal of Hydrogen Energy*, 38 (2013), 5823–5835. DOI: 10.1016/j.ijhydene.2013.02.087.
- [11] Hoeh, M.A.; Arlt, T.; Kardjilov, N.; Manke, I.; Banhart, J.; Fritz, D.L. et al.: In-operando neutron radiography studies of polymer electrolyte membrane water electrolyzers. *ECS Transactions*, 69 (2015), 1135–1140.
- [12] Maier, M.; Dodwell, J.; Ziesche, R.; Tan, C.; Heenan, T.; Majasan, J. et al.: Mass transport in polymer electrolyte membrane water electrolyser liquid-gas diffusion layers: A combined

neutron imaging and X-ray computed tomography study. *Journal of Power Sources*, 455 (2020), 227968. DOI: 10.1016/j.jpowsour.2020.227968.

[13] Lee, C.; Lee, J.K.; George, M.G.; Fahy, K.F.; LaManna, J.M.; Baltic, E. et al.: Reconciling temperature-dependent factors affecting mass transport losses in polymer electrolyte membrane electrolyzers. *Energy Conversion and Management*, Online (2020), 112797. DOI: 10.1016/j.enconman.2020.112797.

[14] Piñeiro García, A.; Perivoliotis, D.; Wu, X.; Gracia-Espino, E.: Benchmarking molybdenum-based materials as cathode electrocatalysts for proton exchange membrane water electrolysis: can these compete with Pt? *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 11 (2023), 7641–7654. DOI: 10.1021/acssuschemeng.2c07201.

[15] Dölling, R.: *Potentiostaten – Eine Einführung*. Revidierte Auflage, 2004.

[16] Yuan, S.; Zhao, C.; Cai, X.; An, L.; Shen, S.; Yan, X. et al.: Bubble evolution and transport in PEM water electrolysis: Mechanism, impact, and management. *Progress in Energy and Combustion Science*, 96 (2023), 101075. DOI: 10.1016/j.pecs.2023.101075.

[17] Lubetkin, S.D.: The fundamentals of bubble evolution. *Chemical Society Reviews*, 24 (1995), 243. DOI: 10.1039/cs9952400243.

[18] Oguz, H.N.; Prosperetti, A.: Dynamics of bubble growth and detachment from a needle. *Journal of Fluid Mechanics*, 257 (1993), 111. DOI: 10.1017/S0022112093003015.

[19] Maier, M.; Smith, K.; Dodwell, J.; Hinds, G.; Shearing, P.R.; Brett, D.J.L.: Mass transport in PEM water electrolyzers: a review. *International Journal of Hydrogen Energy*, Online First (2021). DOI: 10.1016/j.ijhydene.2021.10.013.

[20] Angulo, A.; van der Linde, P.; Gardeniers, H.; Modestino, M.; Fernández Rivas, D.: Influence of bubbles on the energy conversion efficiency of electrochemical reactors. *Joule*, 4 (2020), 555–579. DOI: 10.1016/j.joule.2020.01.005.

[21] Schmidt, L.E.; Keim, N.C.; Zhang, W.W.; Nagel, S.R.: Memory-encoding vibrations in a disconnecting air bubble. *Nature Physics*, 5 (2009), 343–346. DOI: 10.1038/nphys1233.

[22] Mo, J.; Kang, Z.; Yang, G.; Li, Y.; Retterer, S.T.; Cullen, D.A. et al.: In situ investigation on ultrafast oxygen evolution reactions of water splitting in proton exchange membrane electrolyzer cells. *Journal of Materials Chemistry A*, 5 (2017), S. 18469–18475. DOI: 10.1039/C7TA05681H.

[23] Brandon, N.P.; Kelsall, G.H.: Growth kinetics of bubbles electrogenerated at microelectrodes. *Journal of Applied Electrochemistry*, 15 (1985), S. 475–484. DOI: 10.1007/BF01059288.

[24] Lee, J.K.; Bazylak, A.: Bubbles: the good, the bad, and the ugly. *Joule*, 5 (2021), 19–21. DOI: 10.1016/j.joule.2020.12.024.

[25] Yang, X.: Marangoni convection at electrogenerated hydrogen bubbles. Dissertation, 2018.

[26] Taqieddin, A.; Allshouse, M.R.; Alshawabkeh, A.N.: Editors' choice—Critical review—Mathematical formulations of electrochemically gas-evolving systems. *Journal of The Electrochemical Society*, 165 (2018), E694–E711. DOI: 10.1149/2.0791813jes.

- [27] Xu, W.; Lu, Z.; Sun, X.; Jiang, L.; Duan, X.: Superwetting electrodes for gas-involving electrocatalysis. *Accounts of Chemical Research*, 51 (2018), 1590–1598. DOI: 10.1021/acs.accounts.8b00070.
- [28] Gabrielli, C.; Huet, F.; Keddam, M.; Macias, A.; Sahar, A.: Potential drops due to an attached bubble on a gas-evolving electrode. *Journal of Applied Electrochemistry*, 19 (1989), 617–629. DOI: 10.1007/BF01320636.
- [29] Vogt, H.; Balzer, R.J.: The bubble coverage of gas-evolving electrodes in stagnant electrolytes. *Electrochimica Acta*, 50 (2005), 2073–2079. DOI: 10.1016/j.electacta.2004.09.025.
- [30] Iwata, R.; Zhang, L.; Wilke, K.L.; Gong, S.; He, M.; Gallant, B.M. et al.: Bubble growth and departure modes on wettable/non-wettable porous foams in alkaline water splitting. *Joule*, 5 (2021), 887–900. DOI: 10.1016/j.joule.2021.02.015.
- [31] Kempler, P.A.; Coridan, R.H.; Lewis, N.S.: Effects of bubbles on the electrochemical behavior of hydrogen-evolving Si microwire arrays oriented against gravity. *Energy & Environmental Science*, 13 (2020), 1808–1817. DOI: 10.1039/D0EE00356E.
- [32] Gabrielli, C.; Huet, F.; Nogueira, R.P.: Fluctuations of concentration overpotential generated at gas-evolving electrodes. *Electrochimica Acta*, 50 (2005), 3726–3736. DOI: 10.1016/j.electacta.2005.01.019.
- [33] Garcia-Navarro, J.C.; Schulze, M.; Friedrich, K.A.: Measuring and modeling mass transport losses in proton exchange membrane water electrolyzers using electrochemical impedance spectroscopy. *Journal of Power Sources*, 431 (2019), 189–204. DOI: 10.1016/j.jpowsour.2019.05.027.
- [34] Suermann, M.; Schmidt, T.J.; Büchi, F.N.: Investigation of mass transport losses in polymer electrolyte electrolysis cells. *ECS Transactions*, 69 (2015), 1141–1148. DOI: 10.1149/06917.1141ecst.
- [35] Suermann, M.; Schmidt, T.J.; Büchi, F.N.: Cell performance determining parameters in high pressure water electrolysis. *Electrochimica Acta*, 211 (2016), 989–997. DOI: 10.1016/j.electacta.2016.06.120.
- [36] Lickert, T.; Kiermaier, M.L.; Bromberger, K.; Ghinaiya, J.; Metz, S.; Fallisch, A. et al.: On the influence of the anodic porous transport layer on PEM electrolysis performance at high current densities. *International Journal of Hydrogen Energy*, 45 (2020), 6047–6058. DOI: 10.1016/j.ijhydene.2019.12.204.
- [37] Tsushima, S.; Hirai, S.: In situ diagnostics for water transport in proton exchange membrane fuel cells. *Progress in Energy and Combustion Science*, 37 (2011), 204–220. DOI: 10.1016/j.pecs.2010.06.001.
- [38] Taie, Z.; Peng, X.; Kulkarni, D.; Zenyuk, I.V.; Weber, A.Z.; Hagen, C. et al.: Pathway to complete energy sector decarbonization with available iridium resources using ultra-low loaded water electrolyzers. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 12 (2020), 52701–52712. DOI: 10.1021/acsami.0c15687.
- [39] Feng, Q.; Yuan, X.; Liu, G.; Wei, B.; Zhang, Z.; Li, H. et al.: A review of proton exchange membrane water electrolysis on degradation mechanisms and mitigation strategies. *Journal of Power Sources*, 366 (2017), 33–55. DOI: 10.1016/j.jpowsour.2017.09.006.

- [40] Spori, C.; Kwan, J.T.H.; Bonakdarpour, A.; Wilkinson, D.P.; Strasser, P.: The stability challenges of oxygen evolving catalysts: towards a common fundamental understanding and mitigation of catalyst degradation. *Angewandte Chemie International Edition*, 56 (2017), 5994–6021. DOI: 10.1002/anie.201608601.
- [41] Li, F.-B.; Hillman, A.R.; Lubetkin, S.D.; Roberts, D.J.: Electrochemical quartz crystal microbalance studies of potentiodynamic electrolysis of aqueous chloride solution: surface processes and evolution of H<sub>2</sub> and Cl<sub>2</sub> gas bubbles. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 335 (1992), 345–362. DOI: 10.1016/0022-0728(92)80253-Z.
- [42] Chen, F.-Y.; Wu, Z.-Y.; Adler, Z.; Wang, H.: Stability challenges of electrocatalytic oxygen evolution reaction: from mechanistic understanding to reactor design. *Joule*, 5 (2021), 1704–1731. DOI: 10.1016/j.joule.2021.05.005.
- [43] Xu, W.; Scott, K.: The effects of ionomer content on PEM water electrolyser membrane electrode assembly performance. *International Journal of Hydrogen Energy*, 35 (2010), 12029–12037.
- [44] Giacomini, M.T.; Balasubramanian, M.; Khalid, S.; McBreen, J.; Ticianelli, E.A.: Characterization of the activity of palladium-modified polythiophene electrodes for the hydrogen oxidation and oxygen reduction reactions. *Journal of The Electrochemical Society*, 150 (2003), A588–A593.
- [45] Rozain, C.; Mayousse, E.; Guillet, N.; Millet, P.: Influence of iridium oxide loadings on the performance of PEM water electrolysis cells: Part I – pure IrO<sub>2</sub>-based anodes. *Applied Catalysis B: Environmental*, 182 (2016), 153–160.
- [46] Rozain, C.; Mayousse, E.; Guillet, N.; Millet, P.: Influence of iridium oxide loadings on the performance of PEM water electrolysis cells: Part II – advanced oxygen electrodes. *Applied Catalysis B: Environmental*, 182 (2016), 153–160.
- [47] Yin, L.; Yang, T.; Ding, X.; He, M.; Wei, W.; Yu, T.T.; Zhao, H.: Synthesis of phosphorus-iridium nanocrystals and their superior electrocatalytic activity for oxygen evolution reaction. *Electrochemistry Communications*, 96 (2018), 16–20.
- [48] Santana, M.H.P.; De Faria, L.A.: Oxygen and chlorine evolution on RuO<sub>2</sub> + TiO<sub>2</sub> + CeO<sub>2</sub> + Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> mixed oxide electrodes. *Electrochimica Acta*, 51 (2006), 3578–3585. DOI: 10.1016/j.electacta.2005.10.028.
- [49] Baglio, V.; Di Blasi, A.; Denaro, T.; Antonucci, V.; Arico, A.S.; Ornelas, R. et al.: Synthesis, characterization and evaluation of IrO<sub>2</sub>–RuO<sub>2</sub> electrocatalytic powders for oxygen evolution reaction. *Journal of New Materials for Electrochemical Systems*, 11 (2008), 105–108.
- [50] Wu, X.; Tayal, J.; Basu, S.; Scott, K.: Nano-crystalline RuxSn1-xO2 powder catalysts for oxygen evolution reaction in proton exchange membrane water electrolyzers. *International Journal of Hydrogen Energy*, 36 (2011), 14796–14804. DOI: 10.1016/j.ijhydene.2011.01.053.
- [51] Terezo, A.J.; Pereira, E.C.: Preparation and characterization of Ti/RuO<sub>2</sub>–Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> electrodes obtained by polymeric precursor method. *Electrochimica Acta*, 44 (1999), 4507–4513. DOI: 10.1016/S0013-4686(99)00182-6.
- [52] Liu, B.; Wang, C.; Chen, Y.: Surface determination and electrochemical behavior of IrO<sub>2</sub>–RuO<sub>2</sub>–SiO<sub>2</sub> ternary oxide coatings in oxygen evolution reaction application. *Electrochimica Acta*, 264 (2018), 350–357. DOI: 10.1016/j.electacta.2018.01.167.

- [53] Kötz, R.; Stucki, S.: Stabilization of RuO<sub>2</sub> by IrO<sub>2</sub> for anodic oxygen evolution in acid media. *Electrochimica Acta*, 31 (1986), 1311–1316. DOI: 10.1016/0013-4686(86)80153-0.
- [54] Kumar, S.S.; Ramakrishna, S.U.B.; Devi, B.R.; Himabindu, V.: Phosphorus doped carbon nanoparticles supported palladium electrocatalyst for the hydrogen evolution reaction (HER) in PEM water electrolysis. *Ionics*, 24 (2018), 3113–3121. DOI: 10.1007/s11581-018-2471-0.
- [55] Clapp, M.; Zalitis, C.M.; Ryan, M.: Perspectives on current and future iridium demand and iridium oxide catalysts for PEM water electrolysis. *Catalysis Today*, 420 (2023), 114140. DOI: 10.1016/j.cattod.2023.03.012.
- [56] Kiemel, S.; Smolinka, T.; Lehner, F.; Full, J.; Sauer, A.; Miehe, R.: Critical materials for water electrolyzers at the gigawatt scale: Challenges and opportunities. *International Journal of Energy Research*, 45 (2021), 9914–9935.
- [57] Bachmann, J.: Atomic layer deposition, a unique method for the preparation of energy conversion devices. *Beilstein Journal of Nanotechnology*, 5 (2014), 245–248. DOI: 10.3762/bjnano.5.26.
- [58] Schlicht, S.; Barr, M.K.S.; Wu, M.; Hoppe, P.; Spiecker, E.; Peukert, W.; Bachmann, J.: Minimization of Catalyst Loading on Regenerative Fuel Cell Positive Electrodes Based on Titanium Felts using Atomic Layer Deposition. *ChemElectroChem*, 5 (2018), 39 32–3937. DOI: 10.1002/celc.201801220.
- [59] Hofer, A.; Wachter, S.; Döhler, D.; Laube, A.; Sánchez Batalla, B.; Fu, Z. et al.: Practically applicable water oxidation electrodes for high-efficiency and stable PEM electrolysis. *Electrochimica Acta*, 417 (2022), 140308.
- [60] Hoeh, M.A.; Arlt, T.; Manke, I.; Banhart, J.; Fritz, D.L.; Maier, W.; Lehnert, W.: In operando synchrotron X-ray radiography studies of polymer electrolyte membrane water electrolyzers. *Electrochemistry Communications*, 55 (2015), 55–59.
- [61] Baczyzmalski, D.; Karnbach, F.; Yang, X.; Mutschke, G.; Uhlemann, M.; Eckert, K.; Cierpka, C.: Marangoni convection at electrogenerated hydrogen bubbles. *Physical Review Fluids*, 20 (2018), 11542–11548.
- [62] Stockmeier, F.; Schatz, M.; Habermann, M.; Linkhorst, J.; Mani, A.; Wessling, M.: Measurement of electrokinetically induced hydrodynamics at ion-selective interfaces using 3D Micro particle tracking velocimetry (μPTV). *MethodsX*, 9 (2022), 101814. DOI: 10.1016/j.mex.2022.101814.
- [63] HAW Hamburg: Vorstellung des Forschungsgroßgerätes MUST. URL: [www.haw-hamburg.de/detail/news/news/show/vorstellung-des-forschungsgrossgeraetes-must/](http://www.haw-hamburg.de/detail/news/news/show/vorstellung-des-forschungsgrossgeraetes-must/) (04.02.2025)
- [64] Haas, S.; Sun, X.; Conceição, A.L.C.; Horbach, J.; Pfeffer, S.: The new small-angle X-ray scattering beamline for materials research at PETRA III: SAXSMAT beamline P62. Jahr (2023). DOI: 10.1107/S1600577523008603.
- [65] Schlattmann, J.; Seibel, A.: Produktentwicklungsprojekte – Aufbau, Ablauf und Organisation. 2. Auflage, Springer, Berlin, 2022. ISBN: 978-3-662-67987-6. DOI: 10.1007/978-3-662-67988-3.

- [66] Sicherheitsdatenblatt gemäß Verordnung (EG) Nr. 1907/2006 (REACH), geändert mit 2020/878/EU. Carl Roth, URL: <https://www.carlroth.com/medias/SDB-2609-DE-DE.pdf> (03.01.2025).
- [67] Wikipedia: Viskosität. URL: <https://de.wikipedia.org/wiki/Viskosit%C3%A4t> (04.02.2025).
- [68] Bschorer, S.; Költzsch, K.: Technische Strömungslehre. Mit 262 Aufgaben und 31 Beispielen. 12. überarbeitete und erweiterte Auflage, Springer Vieweg, Wiesbaden, 2020. ISBN: 978-3-658-30406-5. DOI: 10.1007/978-3-658-30407-2.
- [69] KD Scientific: Datasheet „Legato® 101 Syringe Pump“. URL: [https://www.kdscientific.com/media/brochures/KDS%20Legato%20101\\_Datasheet.pdf](https://www.kdscientific.com/media/brochures/KDS%20Legato%20101_Datasheet.pdf) (04.02.2025).
- [70] DIN EN 1591-1: Flansche und ihre Verbindungen – Regeln für die Auslegung von Flanschverbindungen mit runden Flanschen und Dichtung – Teil 1: Berechnung; Deutsche und Englische Fassung prEN 1591-1:2021.
- [71] Wittel, H.; Muhs, D.; Jannasch, D.; Voßiek, J.: Roloff/Matek Maschinenelemente – Normung, Berechnung, Gestaltung. 19. Auflage, Springer Vieweg, Berlin, 2019. ISBN: 978-3-8348-0689-5.
- [72] WHM: Technische Daten für PVDF weiß., 43–44. URL: <https://whm.net/wp-content/uploads/2024/01/PVDF-weiss-S.-43-44.pdf> (04.02.2025).
- [73] Dokument zur PVDF-Anwendung. URL: <https://www.acoustics.co.uk/wp-content/uploads/2022/04/Uses-and-properties-of-poled-PVDF-V1-0422.pdf> (04.02.2025).
- [74] DIN 1092-1: Flansche und ihre Verbindungen – Runde Flansche für Rohre, Armaturen, Formstücke und Zubehörteile, nach PN bezeichnet – Teil 1: Stahlflansche; Deutsche Fassung EN 1092-1:2018.
- [75] Pulm, U.: Methodische Produktentwicklung. 11 – Testen und Eigenschaften ermitteln. Vorlesungsmaterial, HAW Hamburg, 2022.
- [76] Lurio, L.; Mulders, N.; Paetkau, M.; Jemian, P.R.; Narayanan, S.; Sandy, A.: Windows for small-angle X-ray scattering cryostats. *Journal of Synchrotron Radiation*, 14 (2007), 503–508. DOI: 10.1107/S0909049507033466.
- [77] Choudhary, K. et al.: Operando X-ray diffraction in transmission geometry „at home“ from tape casted electrodes to all-solid-state battery. *Journal of Power Sources*, 2022, 232270. DOI: 10.1016/j.jpowsour.2022.232270.
- [78] Froech, F.; Kubicek, S.; Artner, W.; Nelhiebel, M.; Larisegger, S.; Fafilek, G.: A versatile electrochemical cell for in-situ GI-XRD measurements on lab-scale XRD devices. *Journal of Electrochemistry*, 2024, 118591. DOI: 10.1016/j.jelechem.2024.118591.
- [79] Masterflex: Chemical resistance chart. URL: [http://www.masterflex.asia/sites/default/files/chemical\\_resistance\\_chart\\_0.pdf](http://www.masterflex.asia/sites/default/files/chemical_resistance_chart_0.pdf) (04.02.2025).
- [80] Gordeev, E.G.; Galushko, A.S.; Ananikov, V.P.: Improvement of quality of 3D printed objects by elimination of microscopic structural defects in fused deposition modeling. *PLoS ONE*, 2018. DOI: 10.1371/journal.pone.0198370.

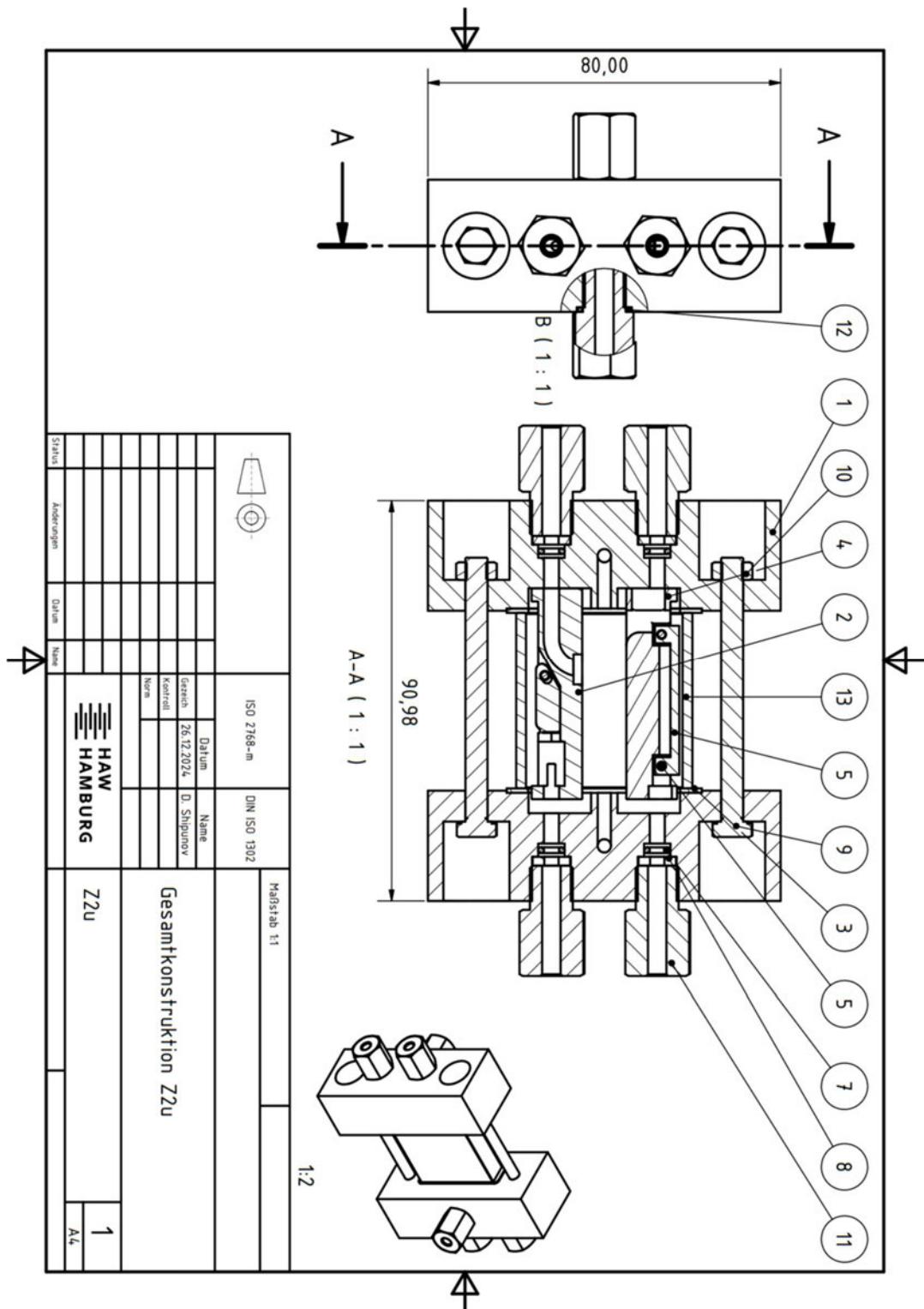
[81] Van Geenen Metallschleiferei: Oberflächenrauheit. URL: <https://vangeenen-metallschleiferei.de/wissensbasis/oberflaechenrauheit/> (04.02.2025).

[82] Huntsman (Araldite Industrial Adhesives): Surface preparation and pretreatments. URL: [https://www.huntsman.com/docs/Documents/Araldite\\_adhesives\\_users\\_guide\\_for\\_preparation\\_and\\_pretreatments.pdf](https://www.huntsman.com/docs/Documents/Araldite_adhesives_users_guide_for_preparation_and_pretreatments.pdf) (04.02.2025).

## 8 Anhang

### 8.1 Technische Zeichnungen, Stücklisten

#### 8.1.1 Gesamtkonstruktion Z2u



## BAUTEILLISTE

BAUTEILLISTE			
OBJEKT	ANZAHL	BENENNUNG	BESCHREIBUNG
1	2	Deckel RE + CE (GA + WE)	
2	1	Einsatz WE + RE	
3	2	Flachdichtung	FKM - 1 mm
4	1	Einsatz CE + GA	
5	1	Klammer	
6	3	Zylinderstift	Länge 4,9 mm - bitte entsprechend zuschneiden - PP-Filament (Fiberlogy Natural 1,75 mm)
7	4	O-Ring	3,2 x 1,6 mm - FKM 70
8	4	Distanzhülse	
9	2	Zylinderschraube	DIN 912 - M5 x 60
10	2	Sechskantmutter	DIN 934 - M5
11	6	Schlauchverschraubung	ISO 1/8" Gewinde - Innenbohrung 4 mm - PVDF
12	2	O-Ring	9 x 1,5 mm - FKM 70
13	1	Glassküvette	40 x 40 x 10 mm - cuvet.co



ISO 2768-2

DIN ISO 1302

	Datum	Name
1	26.12.2024	D. Shchuray

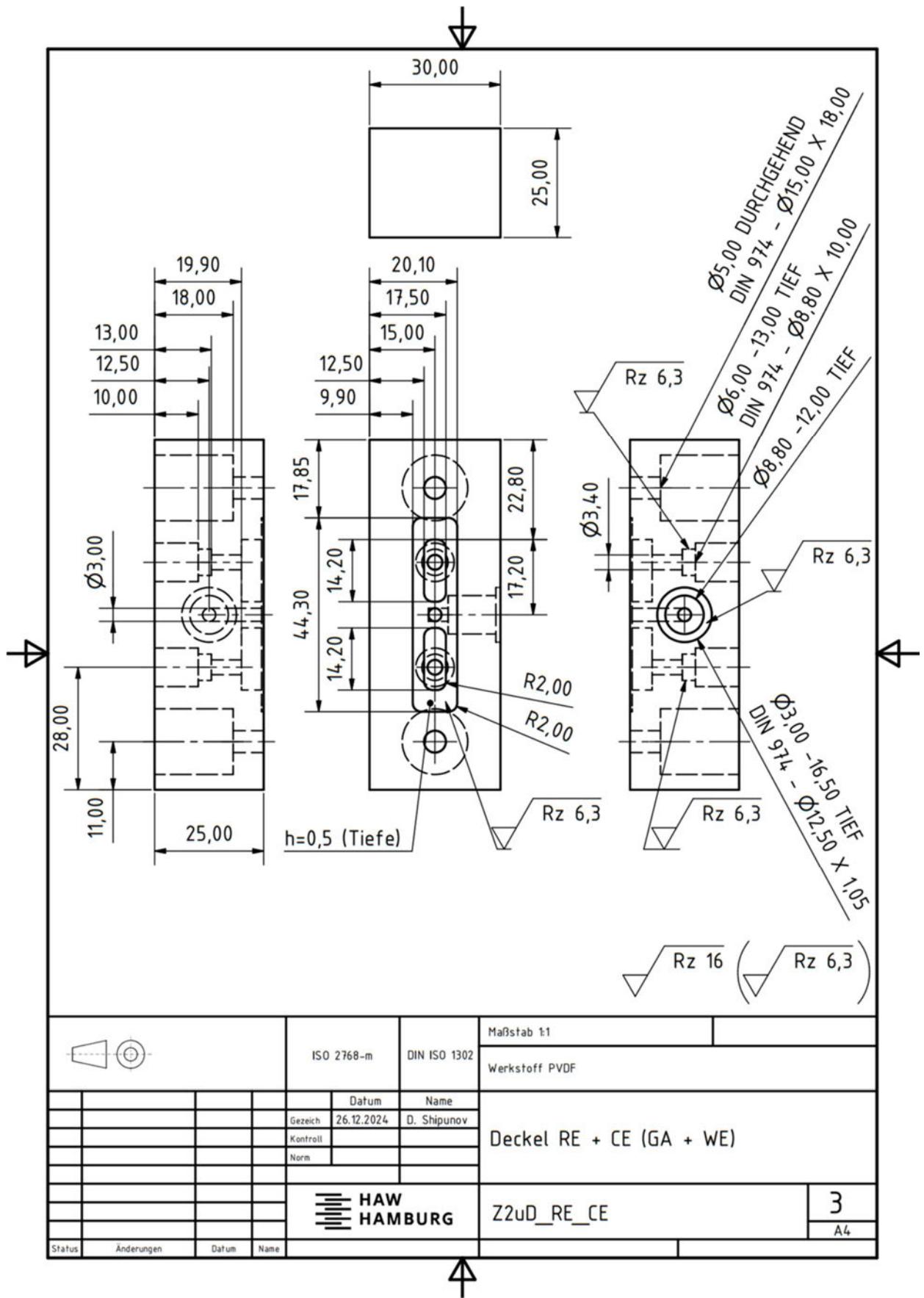
## Gesamtkonstruktion Z2u

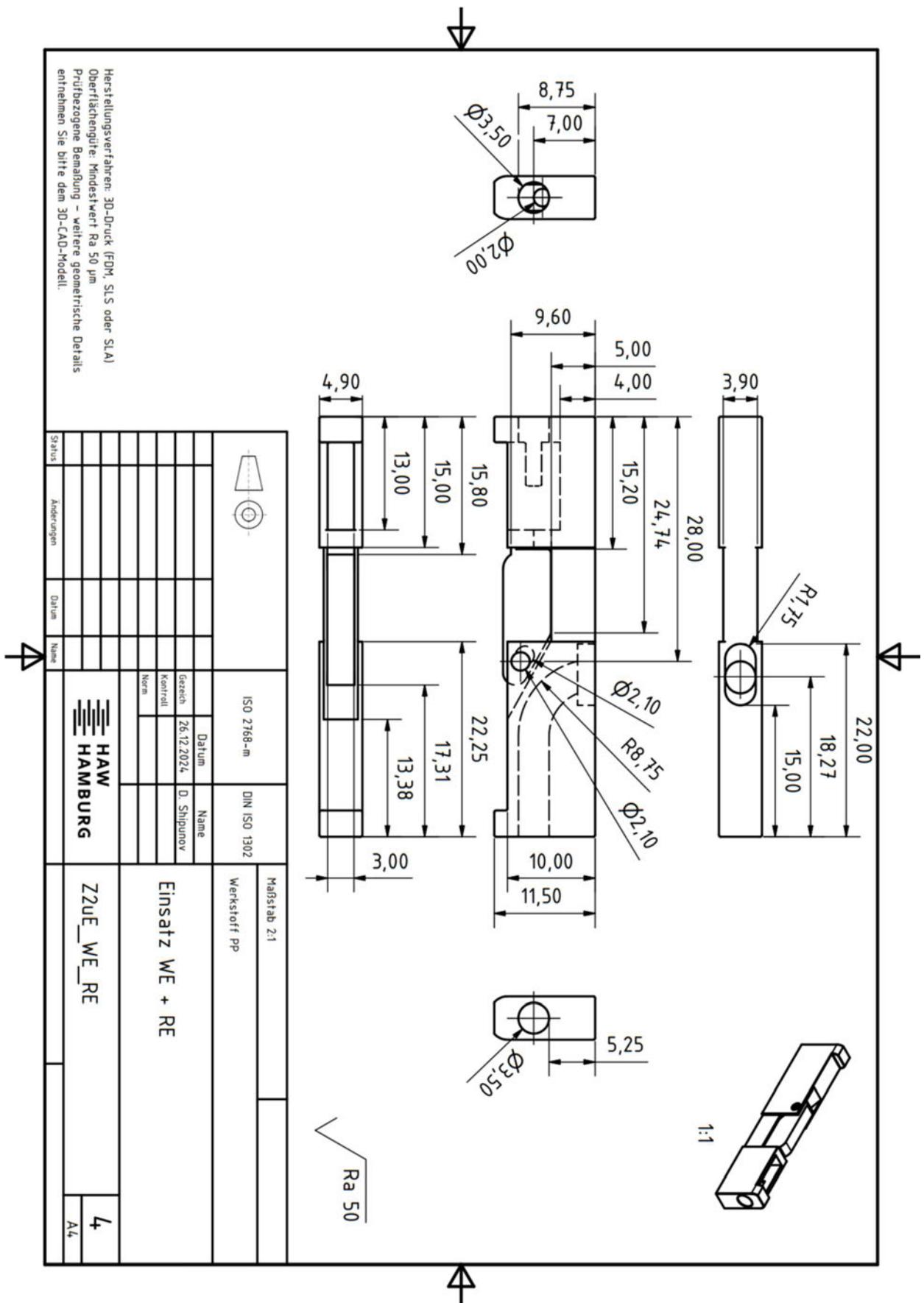
HAW  
HAMBURG

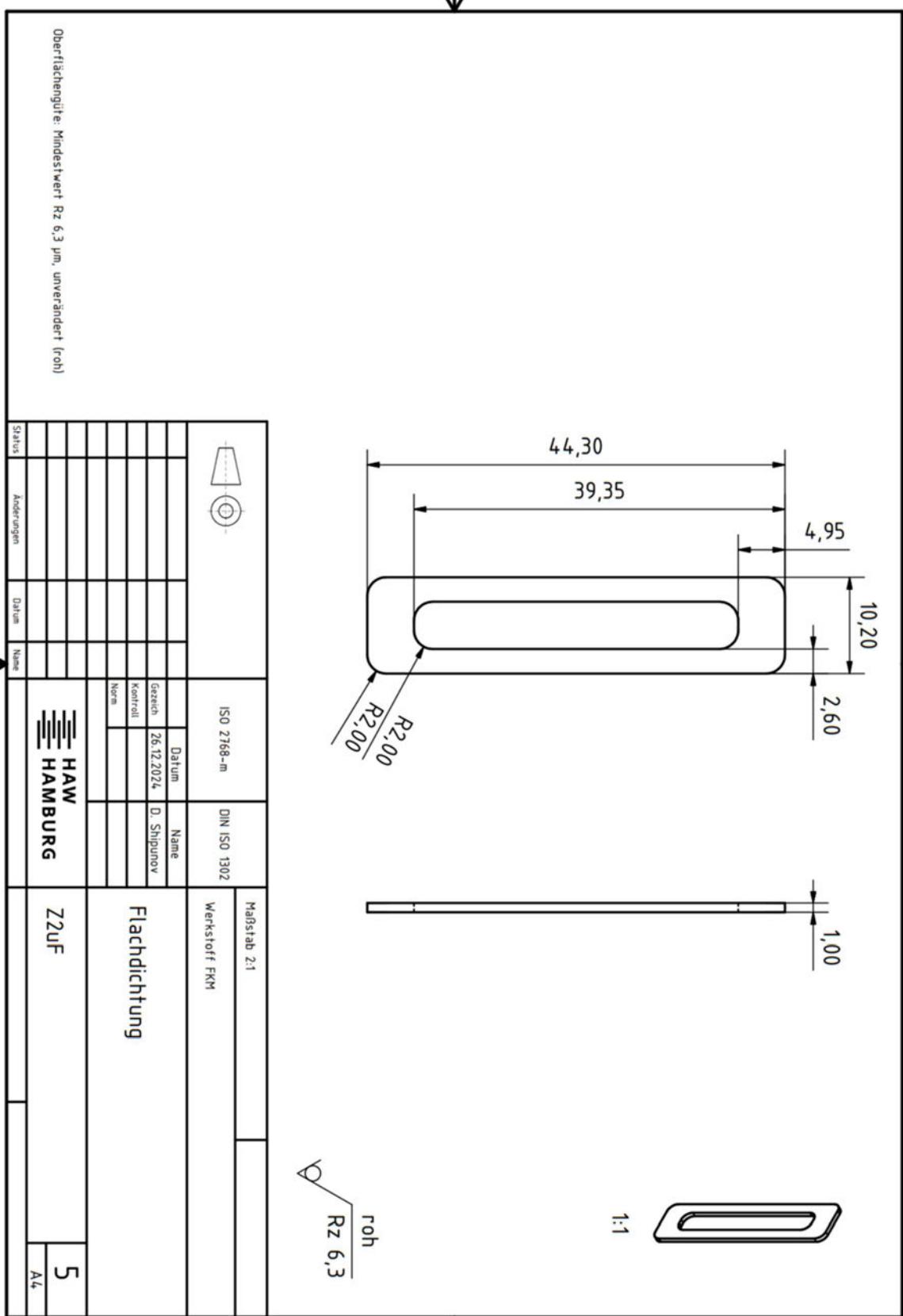
Z2u

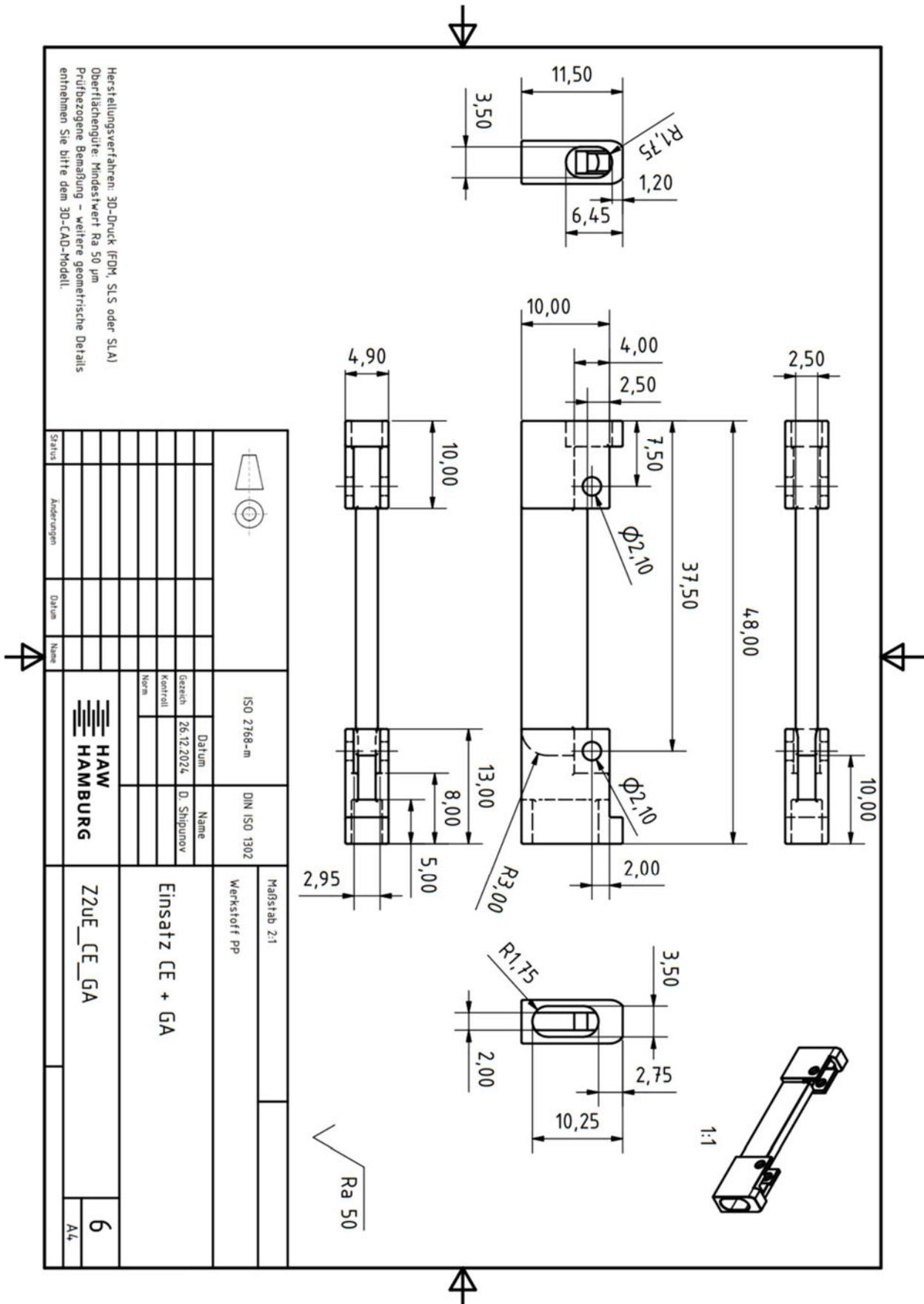
2

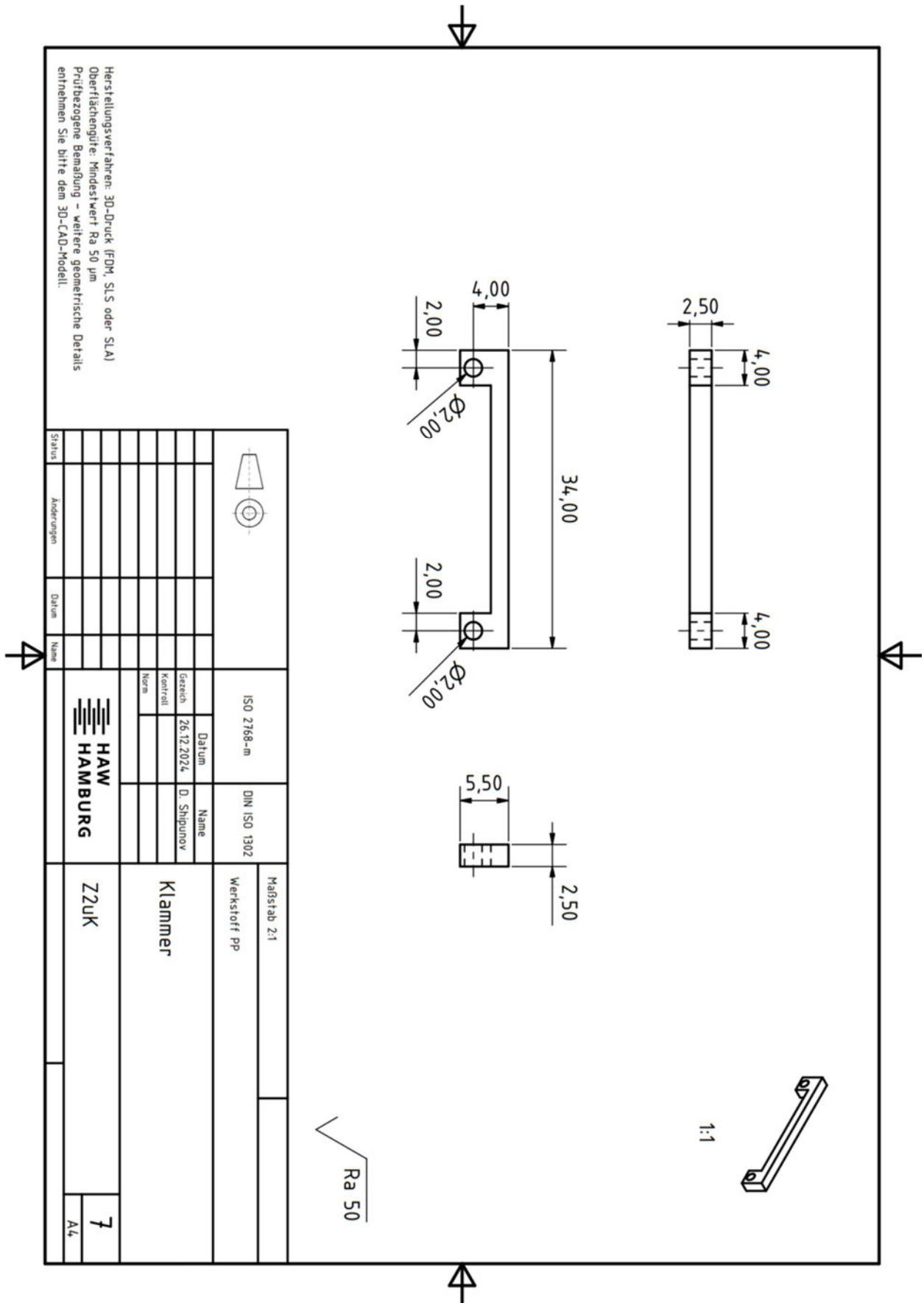
Status	Änderungen	Datum	Name
--------	------------	-------	------

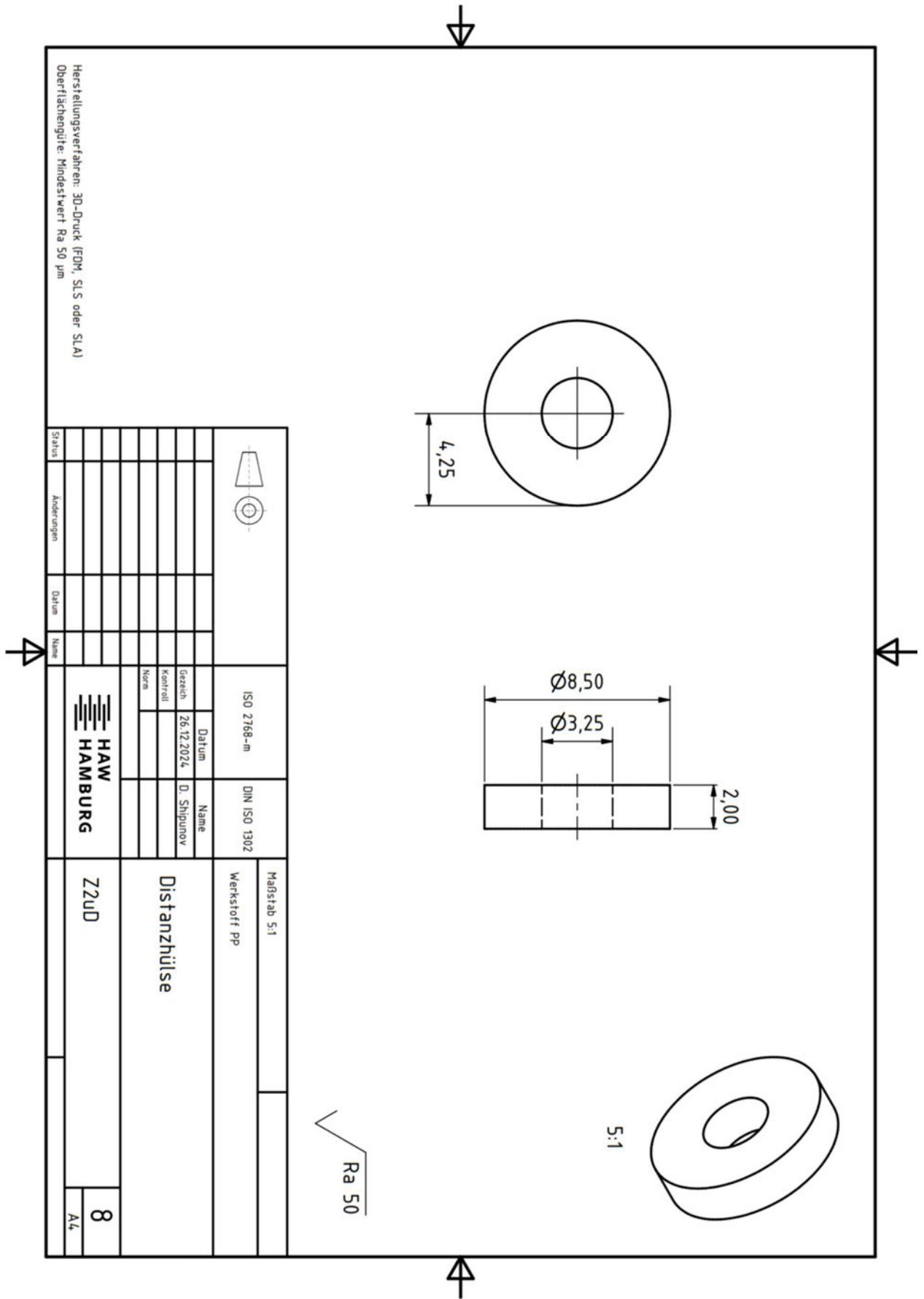




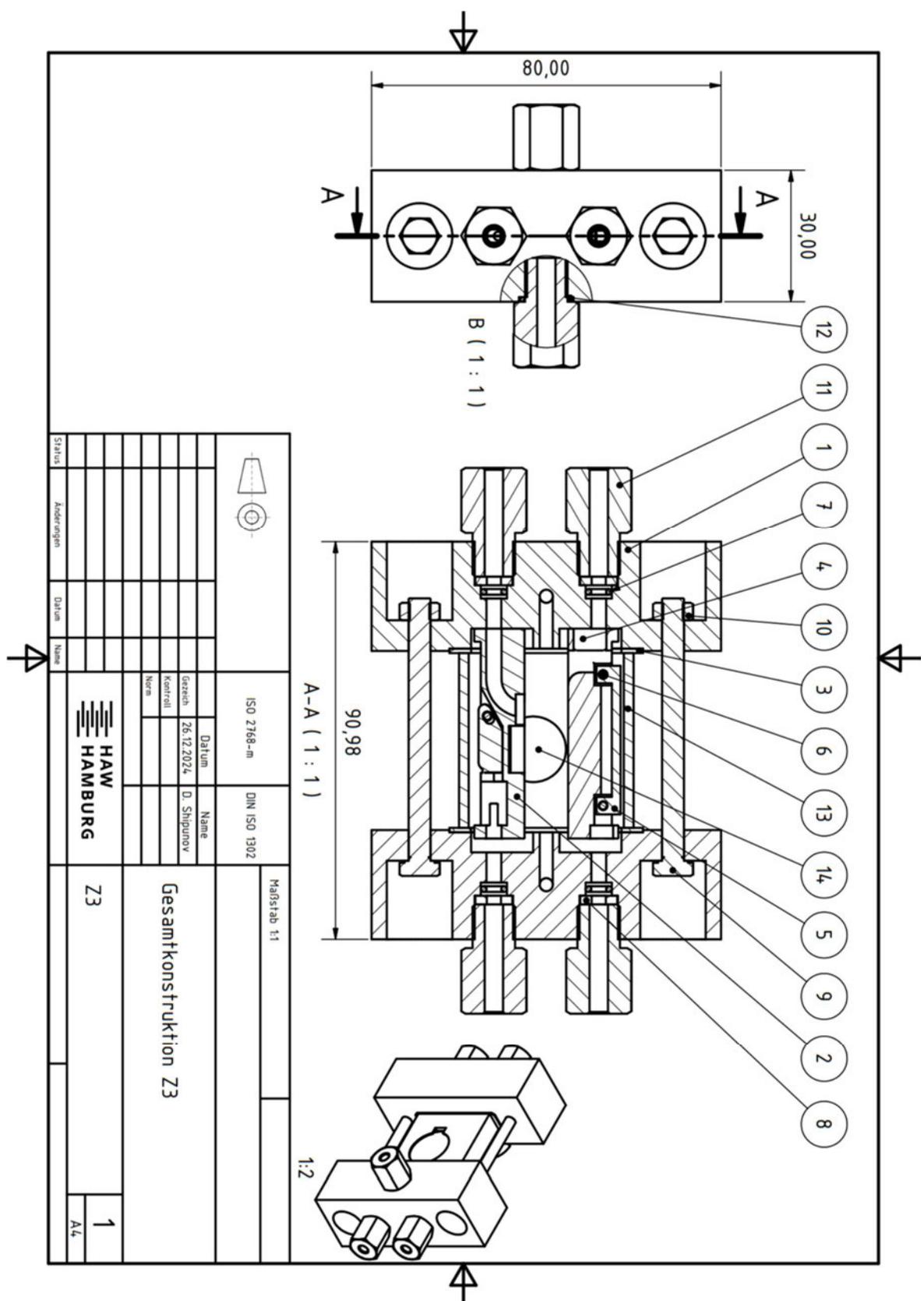








### 8.1.2 Gesamtkonstruktion Z3



## BAUTEILLISTE

BAUTEILLISTE			
OBJEKT	ANZAHL	BENENNUNG	BESCHREIBUNG
1	2	Deckel RE + CE (GA + WE)	
2	1	Einsatz WE + RE	
3	2	Flachdichtung	FKM - 1 mm
4	1	Einsatz CE + GA	
5	1	Klammer	
6	3	Zylinderstift	Länge 4,9 mm - bitte entsprechend zuschneiden - PP-Filament (Fiberlogy Natural 1,75 mm)
7	4	O-Ring	3,2 x 1,6 mm - FKM 70
8	4	Distanzhülse	
9	2	Zylinderschraube	DIN 912 - M5 x 60
10	2	Sechskantmutter	DIN 934 - M5
11	6	Schlauchverschraubung	ISO 1/8" Gewinde - Innenbohrung 4 mm - PVDF
12	2	O-Ring	9 x 1,5 mm - FKM 70
13	1	PP-Küvette	
14	2	Fenster	Durchmesser 25 mm - Kapton - redox.me



ISO 2768-**m**

DIN ISO 1302

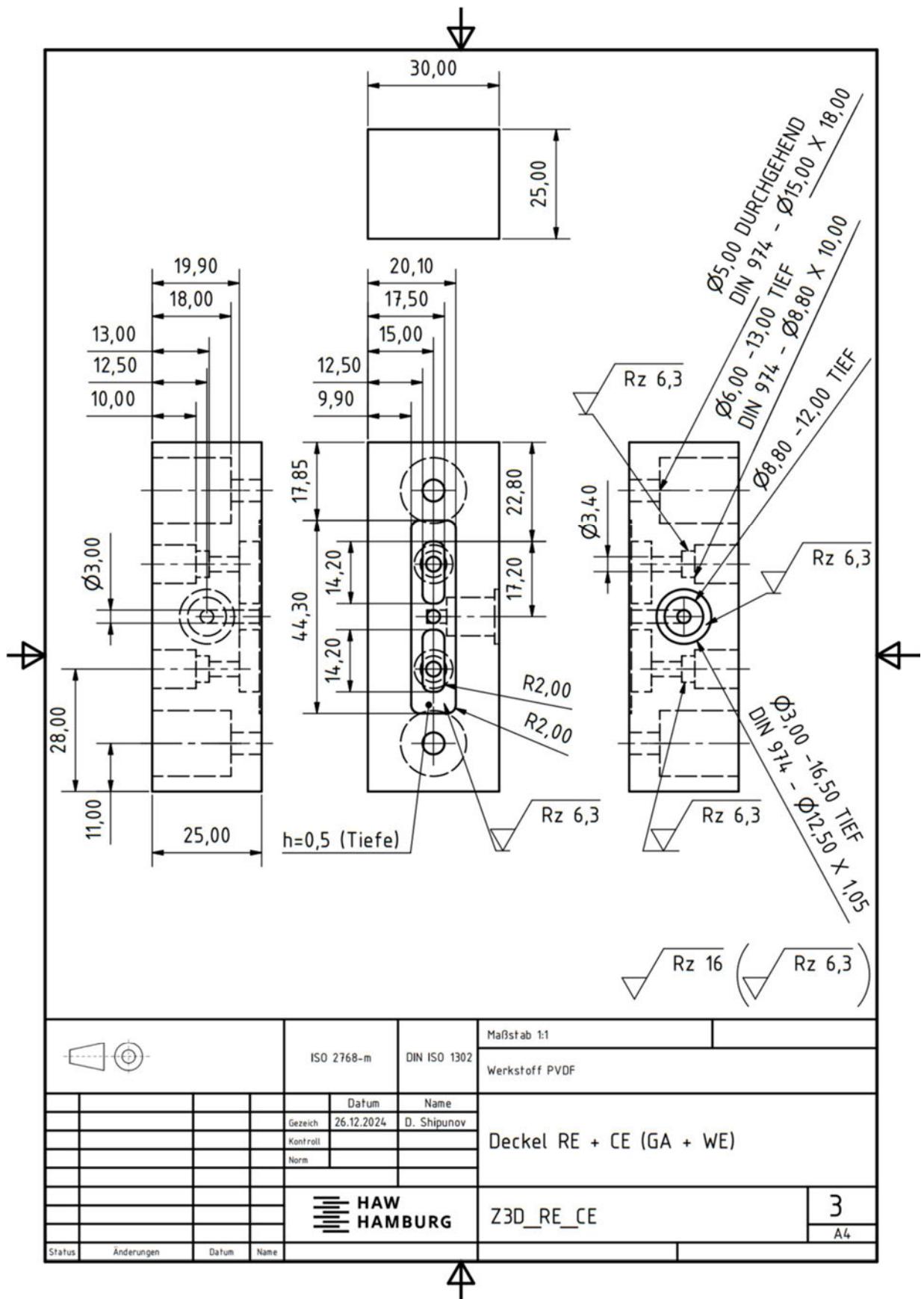
reich 26.12.2024 D. Shipunov

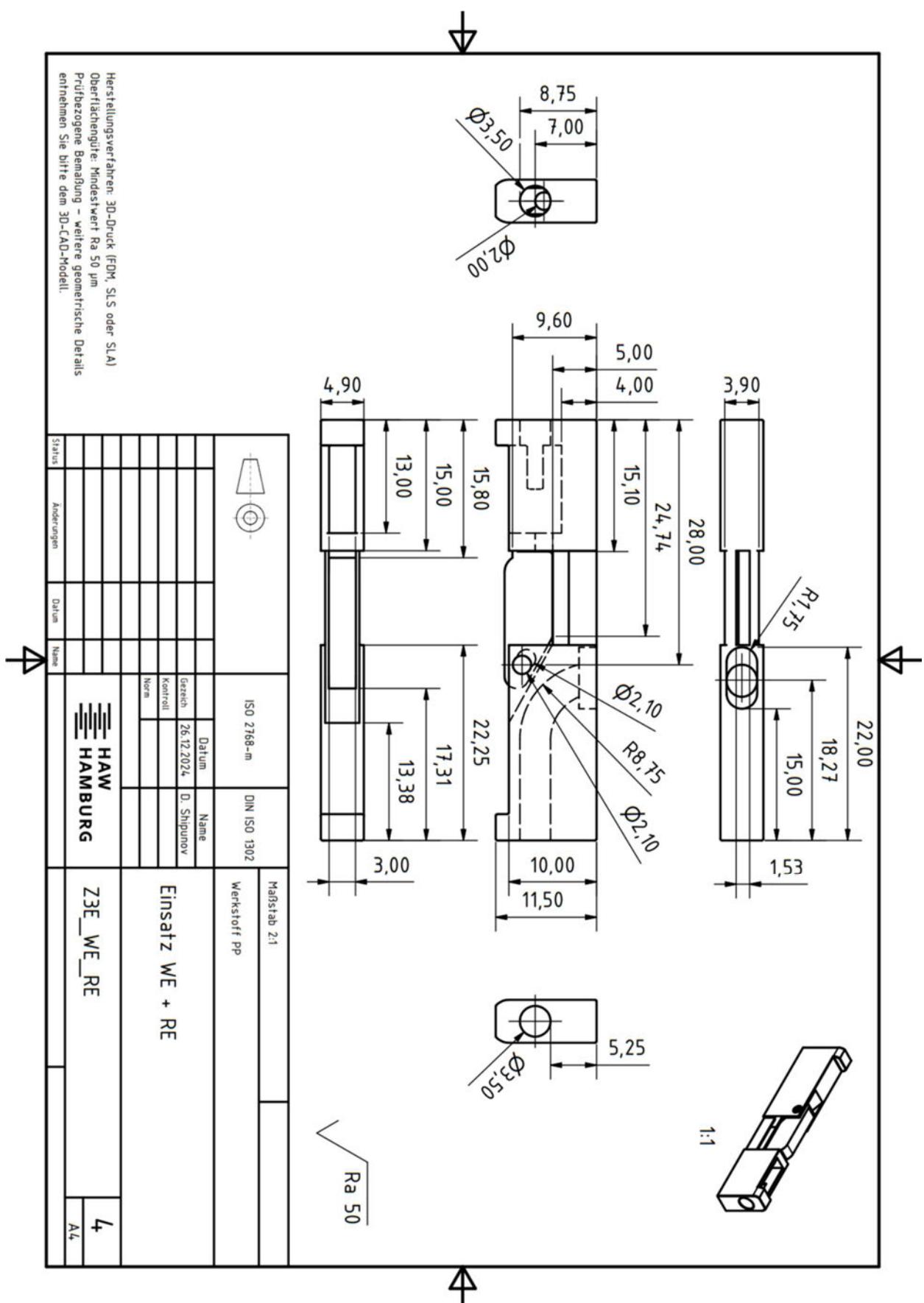
Gesamtkonstruktion Z3

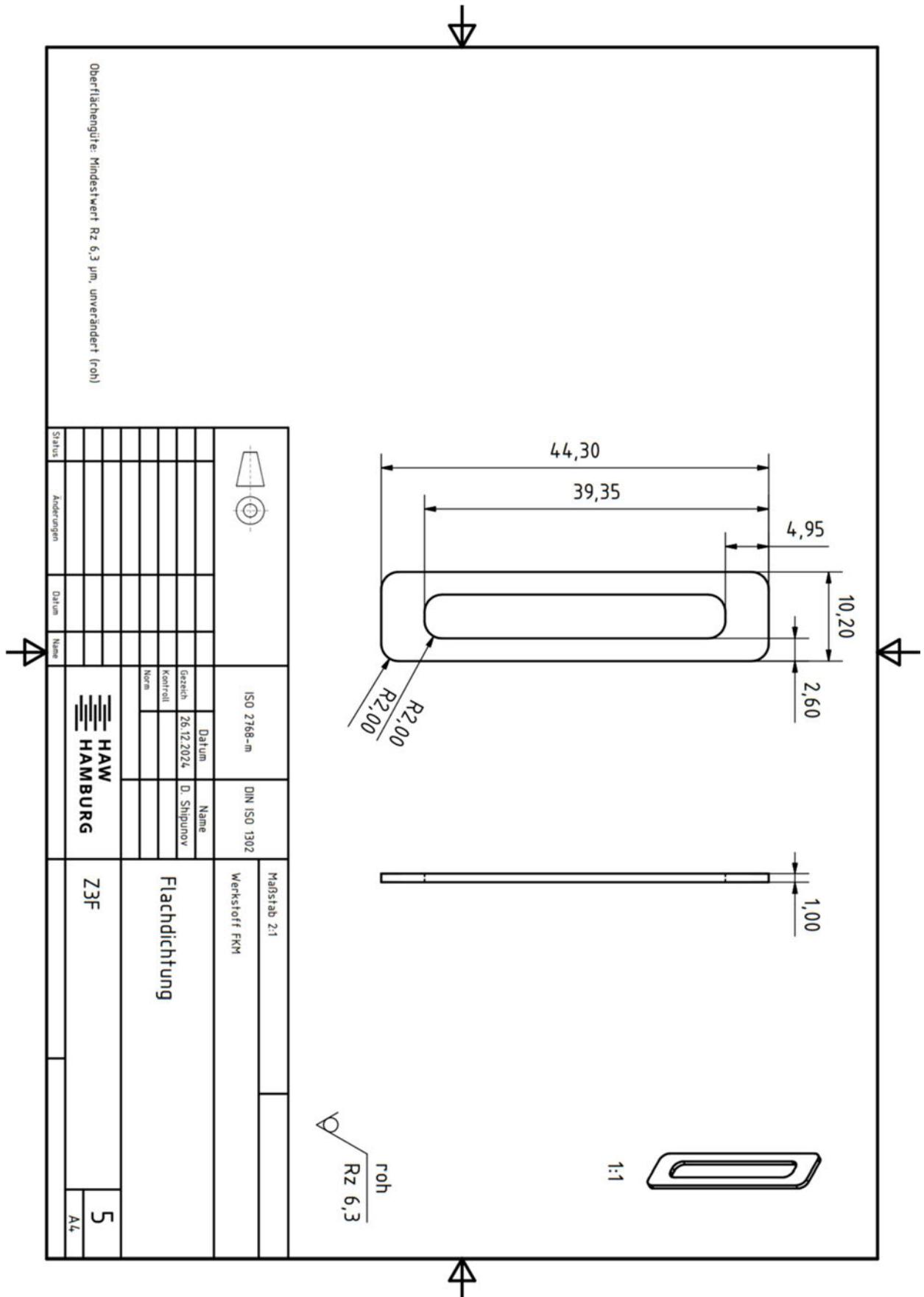
Status	Änderungen	Datum	Name
--------	------------	-------	------

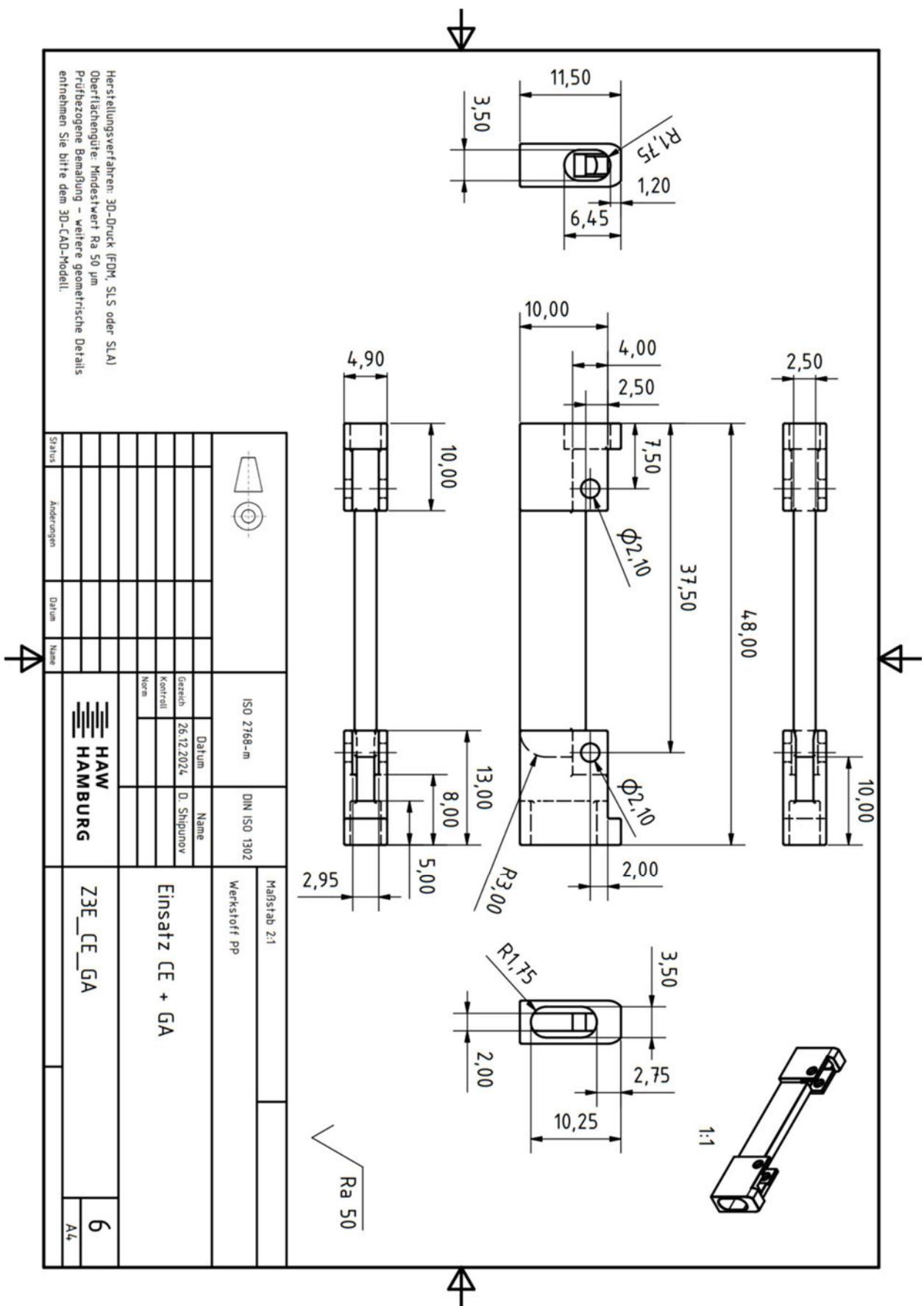
z3

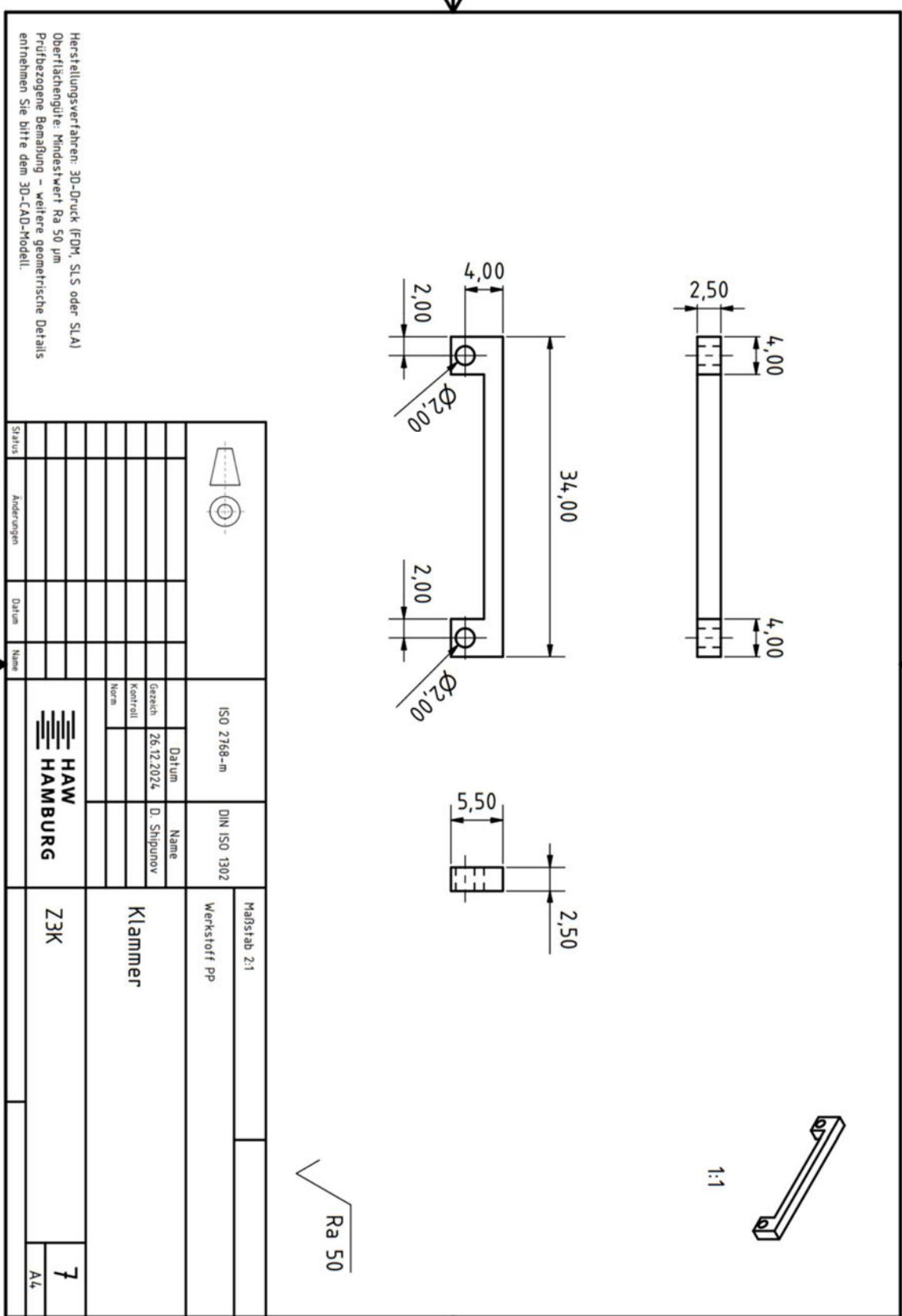
2

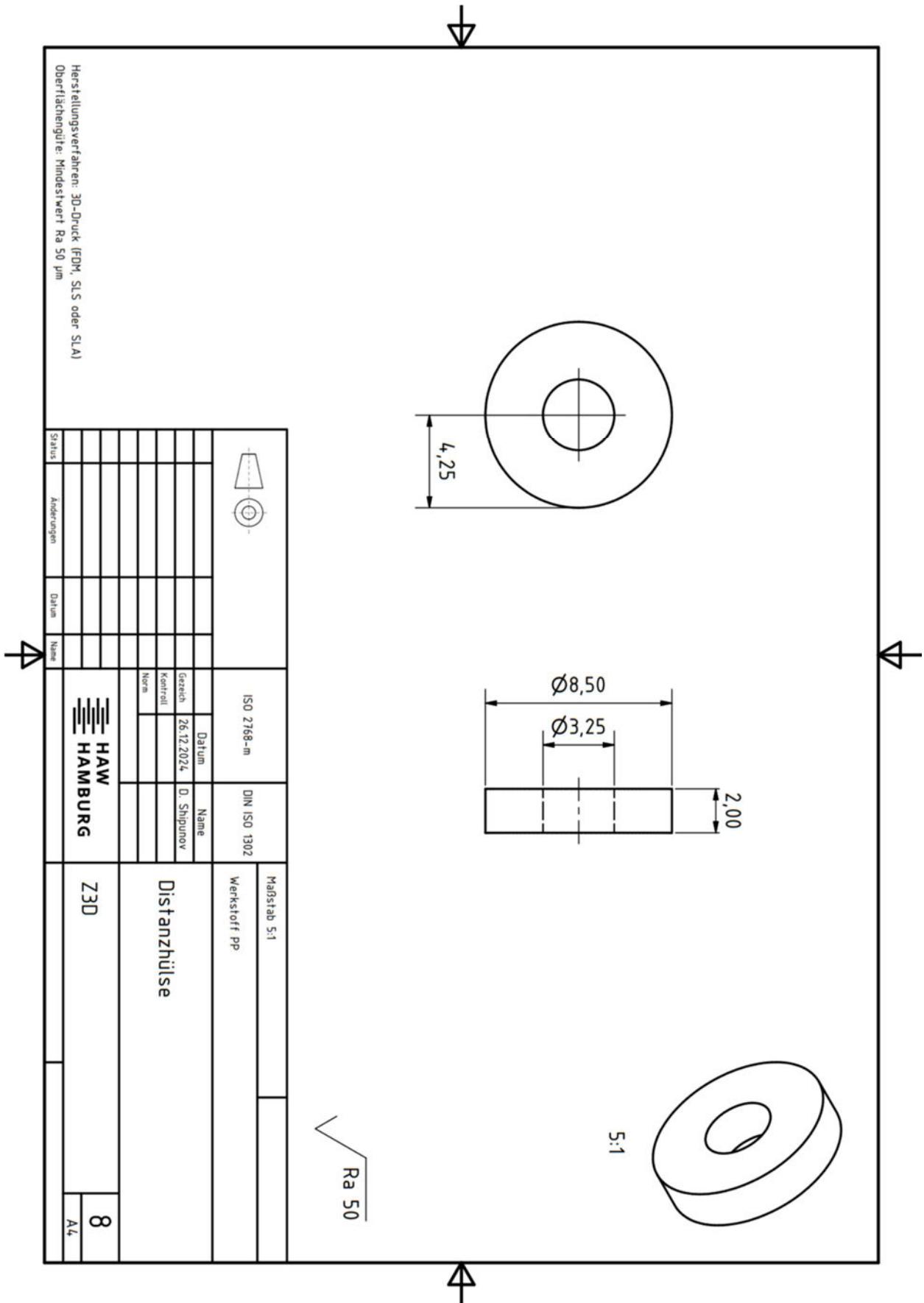


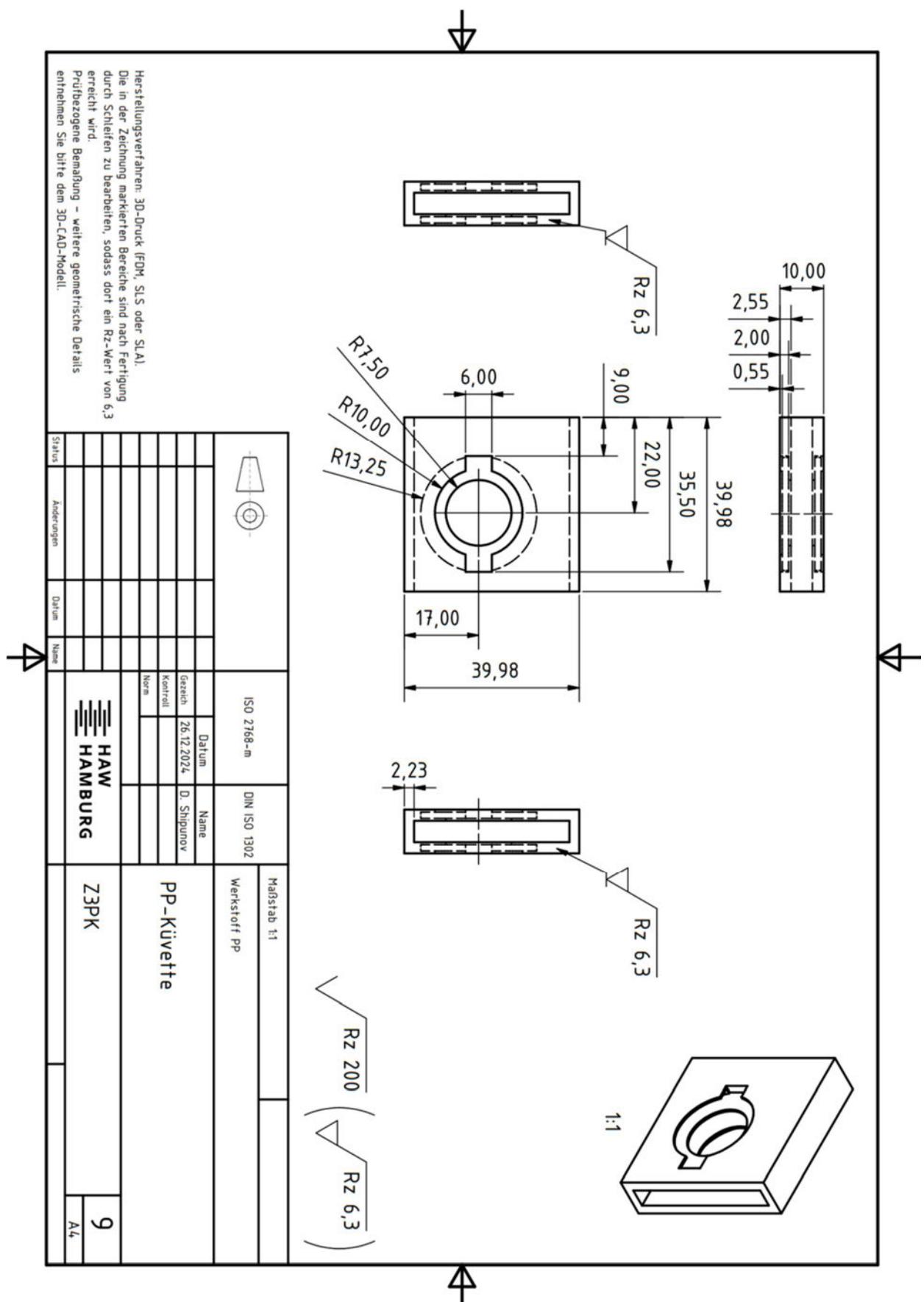












## 8.2 Zusätzliche Dokumentationen

### 8.2.1 3D-Druck von PP-Material: Einstellungen, Material und Software

#### Material

Filament: Fiberlogy PP Natur, 1,75 mm

Klebestift: Magigoo 3D Klebestift für PP, 50 ml

#### 3D-Drucker

Modell: Bambu Lab P1S

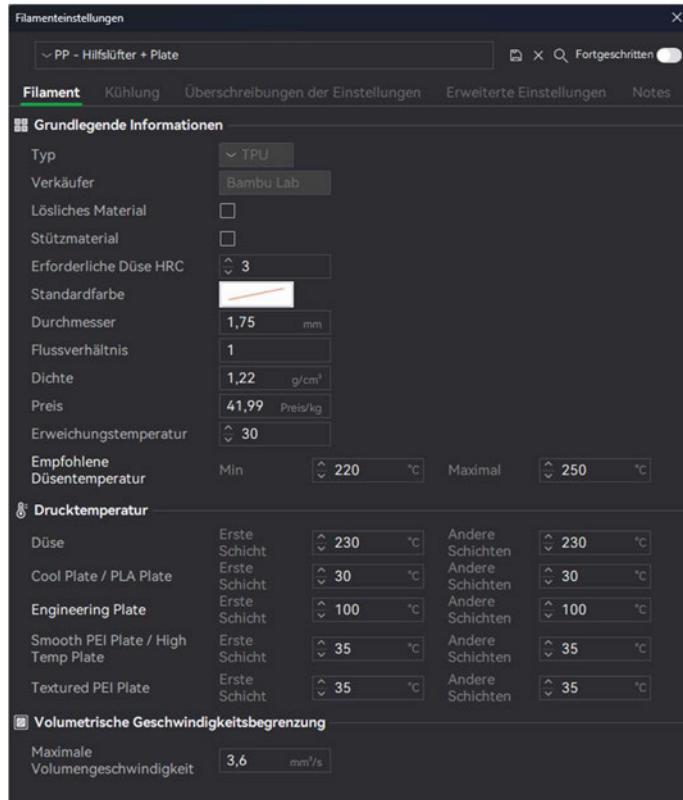
Druckbett: PEI-Engineering Plate für den Bambu Lab P1S

#### Software

CAD-Programm: Autodesk Inventor 2024 Professional

Slicer: Bambu Studio v. 1.9.1.67

#### Filamenteinstellungen



Filamenteinstellungen

PP - Hilfslüfter + Plate

Filament Kühlung Überschreibungen der Einstellungen Erweiterte Einstellungen Notes

**Rückzug**

- Länge: 0,4 mm
- Z-Hop beim Rückzug: N/A mm
- Z-Hop-Typ: N/A
- Rückzugsgeschwindigkeit: N/A mm/s
- Einzugsgeschwindigkeit: N/A mm/s
- Schwellenwert für die Fahrstrecke: N/A mm
- Zurückziehen beim Schichtwechsel: N/A
- Während des Rückzugs wischen: N/A
- Wischabstand: N/A mm
- Rückzugsmenge vor der Reinigung: N/A %
- Long retraction when cut (experimental): N/A

Filamenteinstellungen

PP - Hilfslüfter + Plate

Filament Kühlung Überschreibungen der Einstellungen Erweiterte Einstellungen Notes

**Kühlung für eine bestimmte Schicht**

Keine Kühlung für die erste 1 Schichten

**Bauteillüfter**

Minimale Lüftergeschwindigkeit	Lüftergeschwindigkeit: 5 %	Schichtdauer: 100 s
Schwellenwert für die maximale Lüftergeschwindigkeit	Lüftergeschwindigkeit: 10 %	Schichtdauer: 8 s
Lüfter ständig laufen lassen: <input checked="" type="checkbox"/>		
Verlangsamen für eine bessere Schichtkühlung: <input checked="" type="checkbox"/>		
Minimale Druckgeschwindigkeit	10 mm/s	
Zwangskühlung für Überhänge und Brücken: <input checked="" type="checkbox"/>		
Schwellenwert für die Kühlung von Überhängen: ~ 95%		
Lüftergeschwindigkeit für Überhänge: 100 %		

```

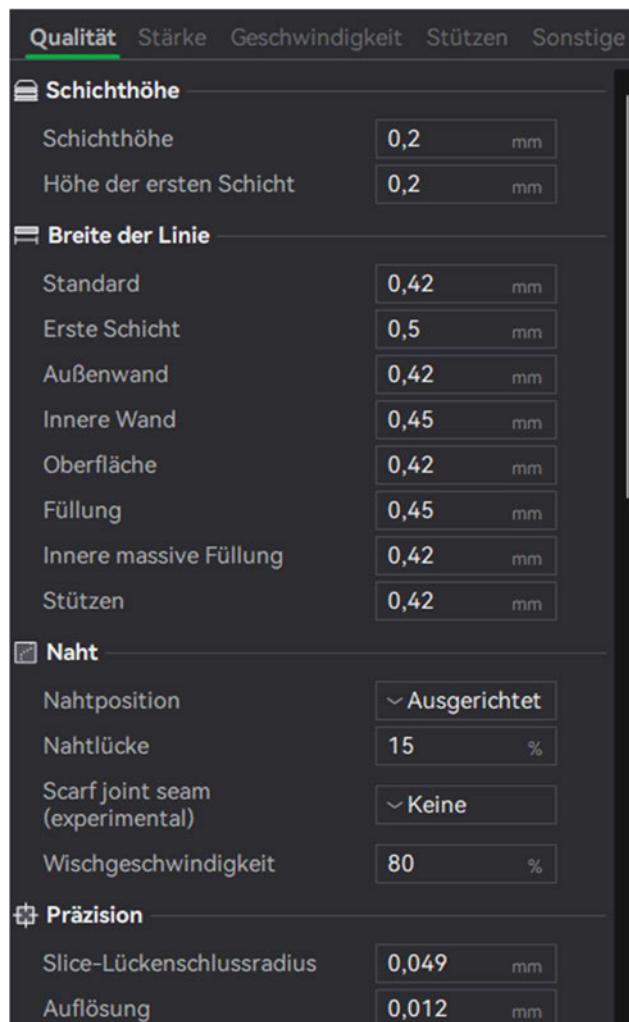
; filament start gcode
{if (bed_temperature[current_extruder] >35) ||(bed_temperature_initial_layer[current_extruder] >35))M106 P3 S130
{elseif(bed_temperature[current_extruder] >30) ||(bed_temperature_initial_layer[current_extruder] >30))M106 P3 S130
{endif}

{if activate_airfiltration[current_extruder] && support_airfiltration}
M106 P3 S{during_print_exhaust_fan_speed_num[current_extruder]}
{endif}

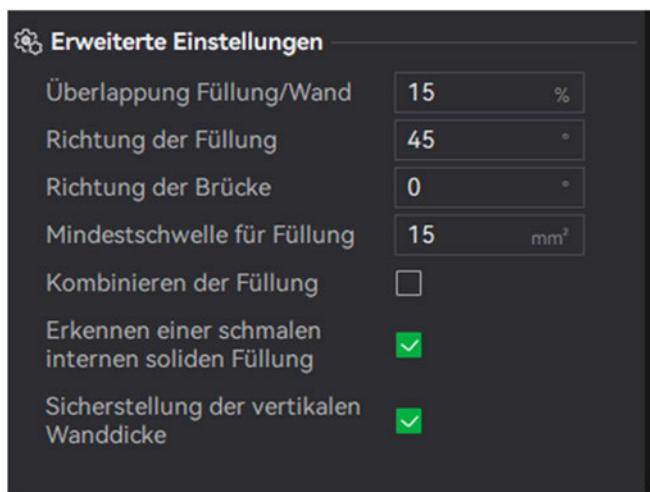
; filament end gcode
M106 P3 S0

```

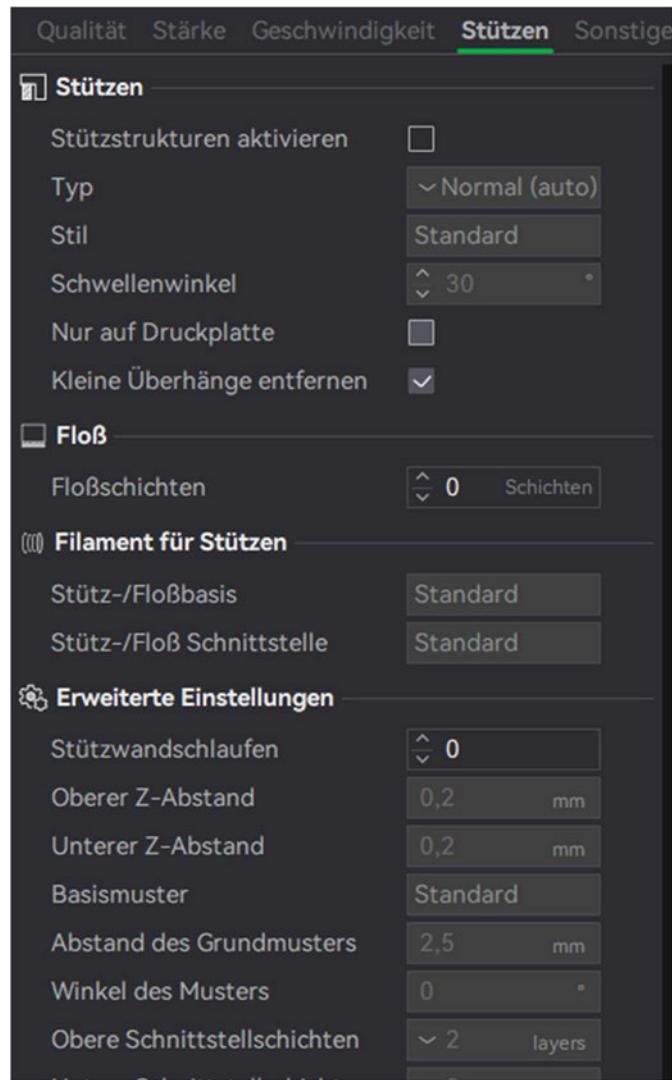
## Druckeinstellungen



<u>Qualität</u>		<u>Stärke</u>	<u>Geschwindigkeit</u>	<u>Stützen</u>	<u>Sonstige</u>
Auflösung	0,012	mm			
Bogenanpassung	<input checked="" type="checkbox"/>				
X-Y-Loch-Kompensation	0	mm			
X-Y-Konturkompensation	0	mm			
Elefantenfußkompensation	0,15	mm			
Precise Z height	<input type="checkbox"/>				
<b>Glätten</b>					
Glätten-Typ	<input type="button" value="▼ Kein Glätten"/>				
<b>Wandgenerator</b>					
Wandgenerator	<input type="button" value="▼ Klassisch"/>				
<b>Erweiterte Einstellungen</b>					
Reihenfolge der Wände	<input type="button" value="▼ innen/außen"/>				
Zuerst die Füllung drucken	<input type="checkbox"/>				
Brücken Flussrate	1				
Dicke Brücken	<input type="checkbox"/>				
Flussverhältnis der Oberfläche	1				
Flussverhältnis der ersten Schicht	1				
Nur eine Wand auf den oberen Flächen	<input type="button" value="▼ Alle Oberfläc..."/>				
Oberflächenschwellenwert	100 %				
Oberflächenschwellenwert	100 %				
Nur eine Wand auf der ersten Schicht	<input type="checkbox"/>				
Erkennen von Wandüberhängen	<input checked="" type="checkbox"/>				
Vermeiden von Wandüberquerungen	<input type="checkbox"/>				



Qualität	Stärke	Geschwindigkeit	Stützen	Sonstige								
<input checked="" type="radio"/> <b>Geschwindigkeit der ersten Schicht</b>												
Erste Schicht	40	mm/s										
Füllung der ersten Schicht	50	mm/s										
<input checked="" type="radio"/> <b>Geschwindigkeit der restlichen Schichten</b>												
Außenwand	50	mm/s										
Innere Wand	50	mm/s										
Kleine Wände	50%	mm/s oder %										
Schwellenwert für kleine Wände	0	mm										
Füllung	50	mm/s										
Innere massive Füllung	50	mm/s										
Oberfläche	50	mm/s										
Verlangsamen bei Überhängen	<input checked="" type="checkbox"/>		<table border="1"> <tr> <td>0 mm/s</td> <td>(10%, 25%)</td> </tr> <tr> <td>50 mm/s</td> <td>[25%, 50%)</td> </tr> <tr> <td>30 mm/s</td> <td>[50%, 75%)</td> </tr> <tr> <td>10 mm/s</td> <td>[75%, 100%)</td> </tr> </table>		0 mm/s	(10%, 25%)	50 mm/s	[25%, 50%)	30 mm/s	[50%, 75%)	10 mm/s	[75%, 100%)
0 mm/s	(10%, 25%)											
50 mm/s	[25%, 50%)											
30 mm/s	[50%, 75%)											
10 mm/s	[75%, 100%)											
Überhanggeschwindigkeit	0	mm/s										
Überbrückung	50	mm/s										
Lückenfüllung	70	mm/s										
<input checked="" type="radio"/> <b>Fahrgeschwindigkeit</b>												
Lückenfüllung	70	mm/s										
<input checked="" type="radio"/> <b>Fahrgeschwindigkeit</b>												
Eilgang	500	mm/s										
<input checked="" type="radio"/> <b>Beschleunigung</b>												
Normales Drucken	10000	mm/s <sup>2</sup>										
Erste Schicht	500	mm/s <sup>2</sup>										
Außenwand	5000	mm/s <sup>2</sup>										
Innere Wand	0	mm/s <sup>2</sup>										
Oberfläche	2000	mm/s <sup>2</sup>										
Füllung	100%	mm/s <sup>2</sup> or %										



Qualität Stärke Geschwindigkeit Stützen **Sonstige**

**Druckbetthaftung**

Schürzenschlaufen	<input type="text" value="0"/>
Schürzenhöhe	<input type="text" value="1"/> Schichten
Abstand der Schürze	<input type="text" value="2"/> mm
Randtyp	<input type="text" value="Keine Umran..."/>
Randbreite	<input type="text" value="5"/> mm
Lücke zwischen Rand und Objekt	<input type="text" value="0,1"/> mm

**Reinigungsturm**

Aktivieren	<input checked="" type="checkbox"/>
Breite	<input type="text" value="35"/> mm
Reinigungsvolumen	<input type="text" value="45"/> mm <sup>3</sup>
Randbreite	<input type="text" value="3"/> mm

**Optionen für die Düsenreinigung**

Düse in der Füllung des Objekts reinigen	<input type="checkbox"/>
Düse in der Stützstruktur des Objekts reinigen	<input checked="" type="checkbox"/>

**Spezialmodus**

Slicing-Modus	<input type="text" value="Regulär"/>
Druckreihenfolge	<input type="text" value="Nach Ebene"/>
Spiralvase	<input type="checkbox"/>

Qualität Stärke Geschwindigkeit Stützen **Sonstige**

Slicing-Modus	<input type="text" value="Regulär"/>
Druckreihenfolge	<input type="text" value="Nach Ebene"/>
Spiralvase	<input type="checkbox"/>
Zeitraffer	<input type="text" value="Traditionell"/>
Fuzzy Skin	<input type="text" value="Keine"/>

**Erweiterte Einstellungen**

Ineinandergreifungstiefe eines segmentierten Bereichs	<input type="text" value="0"/> mm
---	-----------------------------------

**G-Code-Ausgabe**

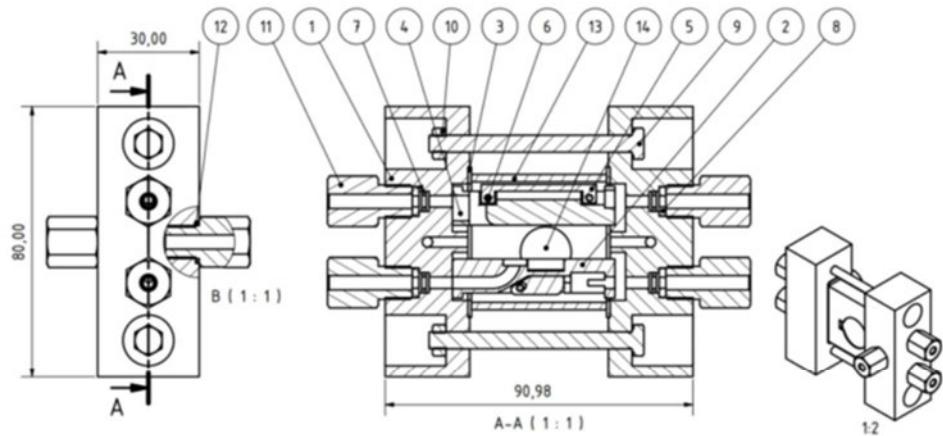
Rückzug bei der Füllung verringern	<input checked="" type="checkbox"/>
Liniennummer hinzufügen	<input type="checkbox"/>
Format des Dateinamens	<input type="text" value="{input_filename_b}"/>

**Nachbearbeitungsskripte**

**Notes**

## 8.2.2 Montageanleitung (Z2u und Z3)

### Montageanleitung (Z2u und Z3)



BAUTEILLISTE			
OBJEKT	ANZAHL	BENENNUNG	BESCHREIBUNG
1	2	Deckel RE + CE (GA + WE)	
2	1	Einsatz WE + RE	
3	2	Flachdichtung	FKM - 1 mm
4	1	Einsatz CE + GA	
5	1	Klammer	
6	3	Zylinderstift	Länge 4,9 mm - bitte entsprechend zuschneiden - PP-Filament (Fiberlogy Natural 1,75 mm)
7	4	O-Ring	3,2 x 1,6 mm - FKM 70
8	4	Distanzhülse	
9	2	Zylinderschraube	DIN 912 - M5 x 60
10	2	Sechskantmutter	DIN 934 - M5
11	6	Schlauchverschraubung	ISO 1/8" Gewinde - Innenbohrung 4 mm - PVDF
12	2	O-Ring	9 x 1,5 mm - FKM 70
13	1	PP-Küvette	
14	2	Fenster	Durchmesser 25 mm - Kapton - redox.me

## Schritt 1: Montage des Einsatzes WE + RE mit Referenzelektroden-Schlauch

Zunächst bereiten Sie den Einsatz für die Arbeits- und Referenzelektrode (WE + RE) vor. Da dieser Einsatz per 3D-Druck ohne Stützstrukturen hergestellt wurde, schneiden Sie die Kontaktstelle mit einem Skalpell ab, sodass ausreichend Material vorhanden ist, um später Ti-Vlies und Platindraht sicher einzuklemmen (Abbildung 1).

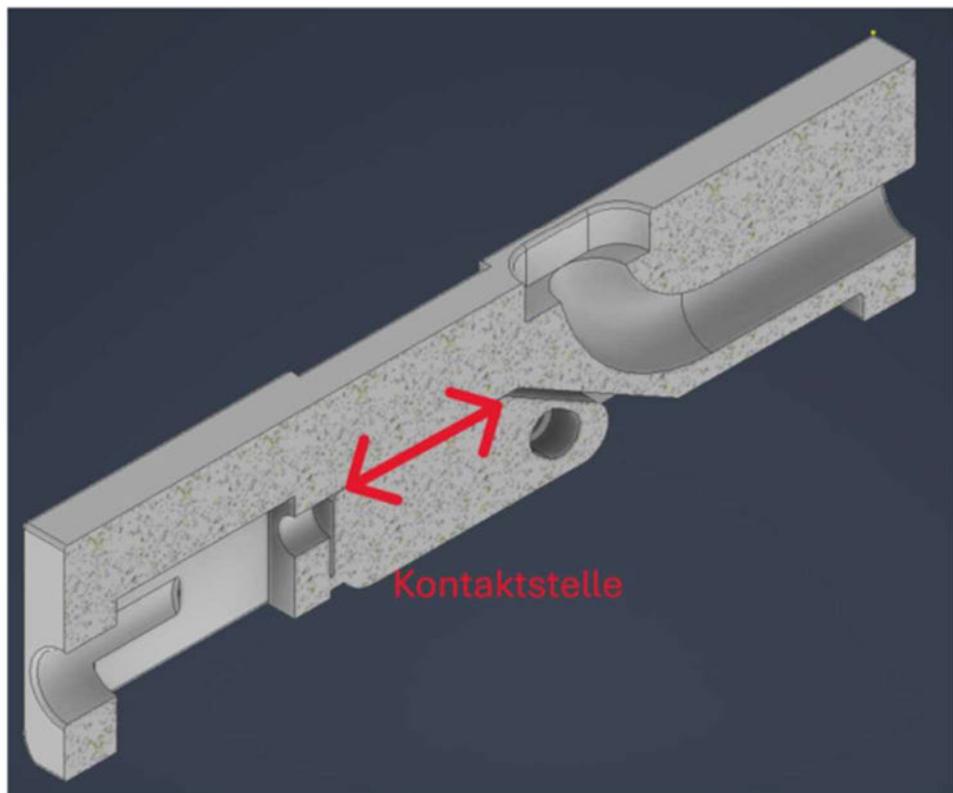


Abbildung 1

Anschließend schneiden Sie den Kapillarschlauch so zu, dass er an der Klebestelle (Abbildung 2) nur kurz ist und leicht übersteht, während an der gegenüberliegenden Seite genügend Länge verbleibt, um ihn später durch den Deckel führen und mit der Referenzelektrode verbinden zu können. Es empfiehlt sich, etwas Überlänge einzuplanen, da überschüssiger Schlauch bei Bedarf später abgeschnitten werden kann. Führen Sie den Kapillarschlauch anschließend durch die für die Referenzelektrode vorgesehene Bohrung im Einsatz und tragen Sie in die dafür vorgesehene Nut, in der die Reaktion stattfindet, Araldite oder einen anderen geeigneten Kleber auf. Wichtig ist, dass Sie den Kleber in der Trockenkammer 24 Stunden aushärten lassen, bevor Sie fortfahren.

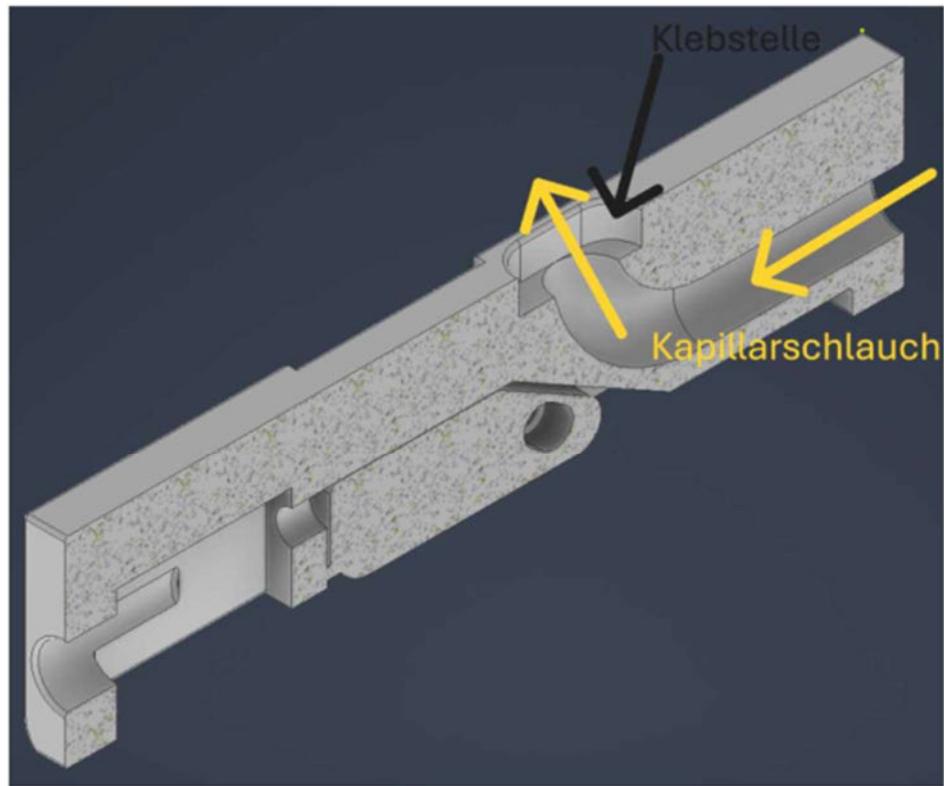


Abbildung 2

Nach vollständiger Aushärtung der Verklebung führen Sie den Platindraht bis zur Klemmstelle durch. Im nächsten Schrittwickeln Sie ein Ti-Vlies um den Einsatz (Abbildung 3). Anschließend klemmen Sie beide Enden des Ti-Vlieses an der Klemmstelle fest und sichern sie zusätzlich mit einem Zylinderstift aus PP-Filament. Danach führen Sie den Kapillarschlauch, in dem der Platindraht verläuft, bis in die speziell vorgesehene Tasche am Einsatz. Dort wird die Elektrode zu einem späteren Zeitpunkt erneut mit Kleber verklebt.

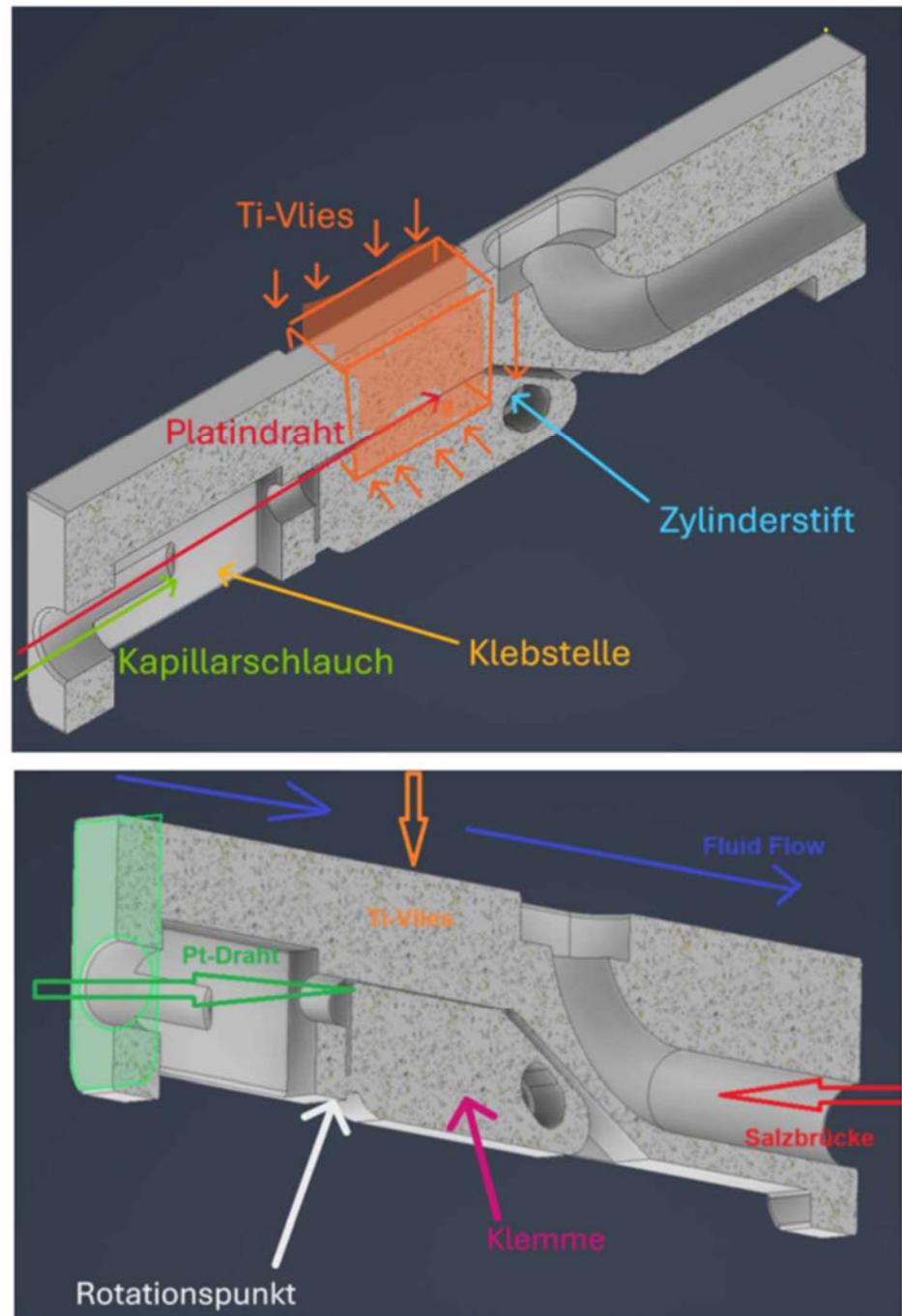
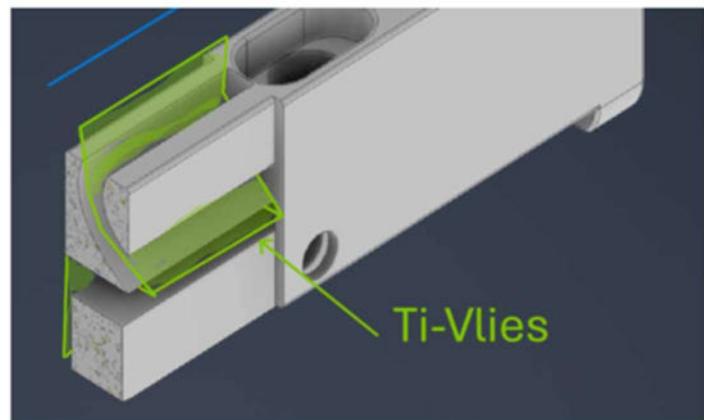


Abbildung 3

Für Zelle Z3 gilt folgendes Prinzip:



#### Schritt 2: Montage des Kapton-Fensters in der Küvette

*(Nur für Zelle Z3; ansonsten fahren Sie mit dem nächsten Schritt fort.)*

Falls Sie eine Zelle des Typs Z3 montieren, stellen Sie sicher, dass die Küvette gemäß der technischen Zeichnung fertig bearbeitet ist. Setzen Sie das Kapton-Fenster in die dafür vorgesehene Nut der Küvette ein, wobei sich das Fenster vorsichtig biegen lässt, sodass beide Enden des runden Fensters vollständig in die Nut greifen. Füllen Sie die Nut vollständig mit Kleber, damit das Fenster gleichmäßig verklebt wird und dennoch durchsichtig bleibt (Abbildung 4). Lassen Sie den Kleber wiederum 24 Stunden in dem Trockenkammer aushärten. Wiederholen Sie diesen Vorgang für ein zweites Fenster.

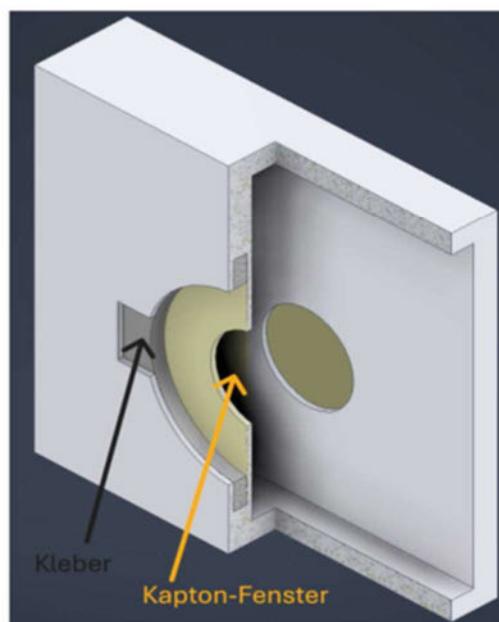


Abbildung 4

### Schritt 3: Montage des Einsatzes CE + GA (Gegenelektrode)

Hierbei klemmen Sie zunächst den Platindraht zusammen mit dem Platin-Gitter ein, sodass der Draht entlang des Randes des Gitters verläuft. Falten Sie die Enden des Platin-Gitters vorsichtig um den Platindraht, ohne das Gitter zu beschädigen, sodass das Ende des Platindrahts aus der Mitte des Gitters herausgeführt wird (Abbildung 5).

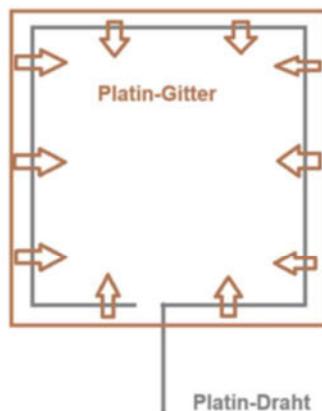


Abbildung 5

Führen Sie den Platindraht durch die für den Einsatz CE + GA vorgesehene Bohrung. Beachten Sie, dass diese Bohrung an einem Ende eine längliche Nut aufweist. Positionieren Sie das Platin-Gitter mittig auf der Einsatzfläche, wickeln Sie es um den Einsatz und klemmen Sie es mit der vorgesehenen Klammer ein. Abschließend befestigen Sie die Klammer mit Zylinderstiften (Abbildung 6).

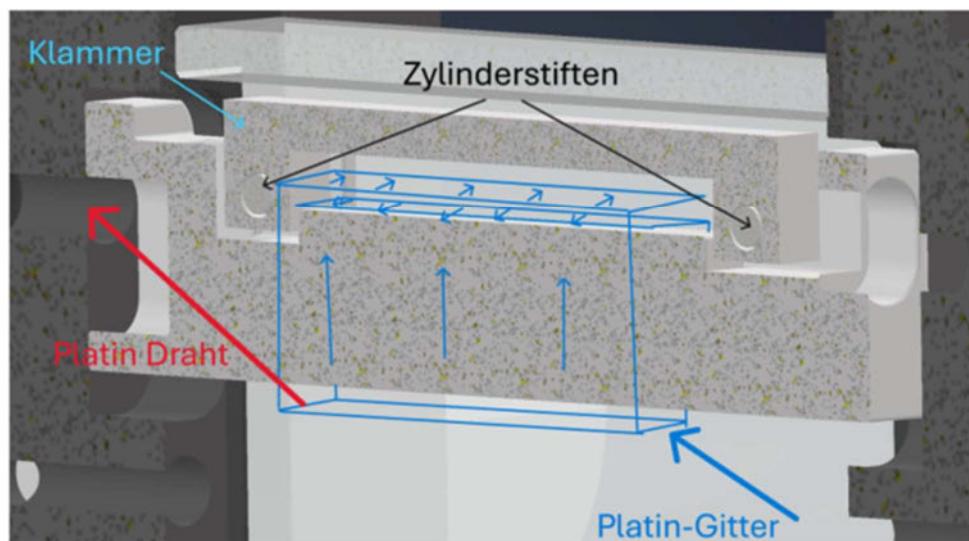


Abbildung 6

#### Schritt 4: Montage – Verschraubung und Zusammenbau

Im weiteren Verlauf setzen Sie zunächst die O-Ringe in die vorgesehenen Bohrungen der Deckel ein, bringen die Abstandshülsen an und setzen schließlich die Schlauchverschraubungen in den Deckeln ein. Legen Sie eine Flachdichtung auf die Seite, an der sich die Arbeitselektrode (RE) und der Gasableitungskanal (GA) befinden, und bauen Sie die vorbereiteten Einsätze in den Deckel für die Arbeitselektrode und die Gegenelektrode ein. Achten Sie darauf, dass die Seiten korrekt zugeordnet sind (Abbildung 7).

Setzen Sie nun die Küvette in die Baugruppe ein. **Bei Zelle des Typs Z3** ist darauf zu achten, die Küvette richtig einzusetzen, da sie nicht symmetrisch ist und die Arbeitselektrode sichtbar bleiben muss.

Wiederholen Sie diesen Vorgang für die gegenüberliegende Seite.

Prüfen Sie, ob die Flachdichtungen richtig sitzen und nicht verrutschen, und schrauben Sie anschließend die Zelle zusammen. Ziehen Sie dabei die Schrauben nicht zu fest an, idealerweise mithilfe der kurzen Seite eines Inbusschlüssels.

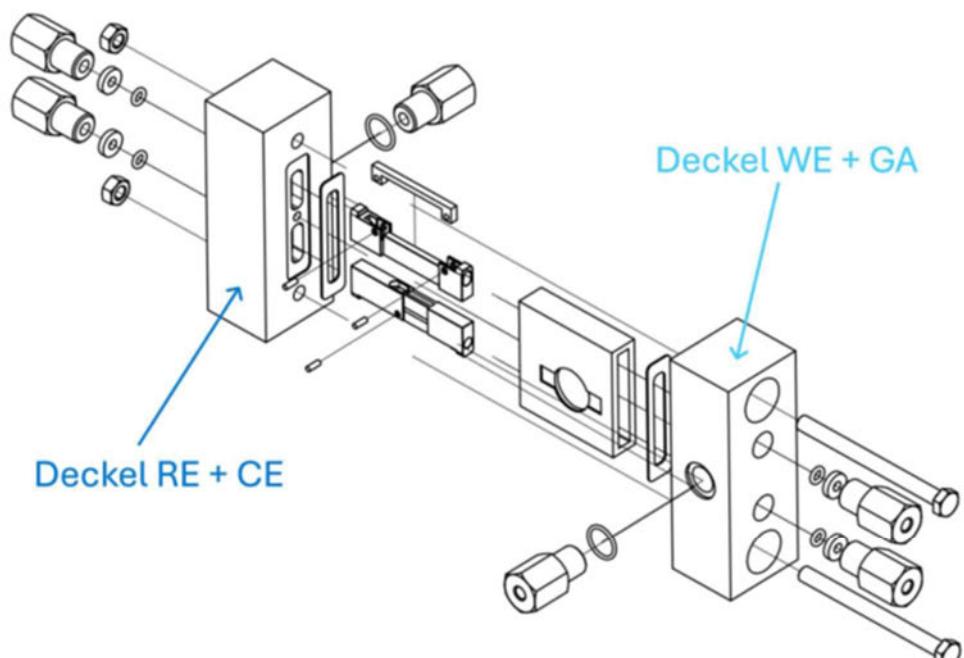


Abbildung 7

## Schritt 5: Nachschieben des Kapillarschlauchs bei Gasableitungskanal und Gegenelektrode

Nach dem Verschrauben fehlen noch die Kapillarschläuche im Bereich des Gasableitungskanals und der Gegenelektrode. Führen Sie den Kapillarschlauch bei der Gegenelektrode zunächst in die Elektrode hinein und anschließend durch Verschraubung, Abstandshülse, O-Ring und Deckel. Der Schlauch muss alle diese Bauteile durchlaufen, um die Dichtheit zu gewährleisten. Sollte der Schlauch am Übergang vom O-Ring zum Deckel steckenbleiben, drehen Sie ihn vorsichtig, bis er durch die Bohrung geführt werden kann. Der Kapillarschlauch soll dabei nicht vollständig bis zum Einsatz reichen, sondern nur durch den Deckel, wie es in der Abbildung 8 dargestellt ist.

Dieses Vorgehen gilt auch für den Gasableitungskanal.

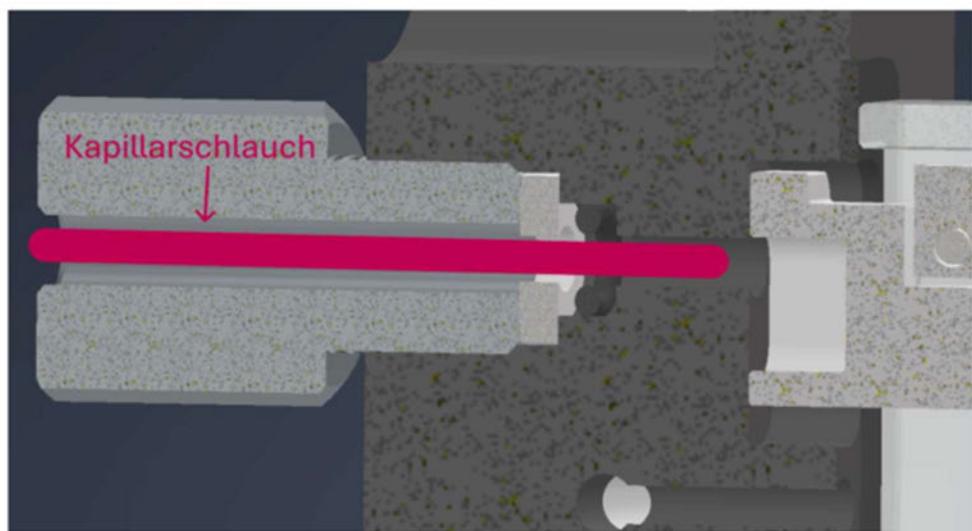


Abbildung 8

## Schritt 6: Endverklebung des Kapillarschlauchs an der Gegenelektrode

Zum Abschluss verkleben Sie den Kapillarschlauch an der Gegenelektrode (Abbildung 9). Achten Sie darauf, dass der Kleber tief in den Schlauch eindringt, und lassen Sie ihn erneut 24 Stunden in dem Trockenkammer aushärten. Nach dieser letzten Aushärtungsphase ist die Zelle betriebsbereit.



*Abbildung 9*



## **Erklärung zur selbstständigen Bearbeitung einer Abschlussarbeit**

Gemäß der Allgemeinen Prüfungs- und Studienordnung ist zusammen mit der Abschlussarbeit eine schriftliche Erklärung abzugeben, in der der Studierende bestätigt, dass die Abschlussarbeit „– bei einer Gruppenarbeit die entsprechend gekennzeichneten Teile der Arbeit [§ 18 Abs. 1 APSO-TI-BM bzw. § 21 Abs. 1 APSO-INGI] – ohne fremde Hilfe selbstständig verfasst und nur die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt wurden. Wörtlich oder dem Sinn nach aus anderen Werken entnommene Stellen sind unter Angabe der Quellen kenntlich zu machen.“

Quelle: § 16 Abs. 5 APSO-TI-BM bzw. § 15 Abs. 6 APSO-INGI

Dieses Blatt, mit der folgenden Erklärung, ist nach Fertigstellung der Abschlussarbeit durch den Studierenden auszufüllen und jeweils mit Originalunterschrift als letztes Blatt in das Prüfungsexemplar der Abschlussarbeit einzubinden.

Eine unrichtig abgegebene Erklärung kann -auch nachträglich- zur Ungültigkeit des Studienabschlusses führen.

## **Erklärung zur selbstständigen Bearbeitung der Arbeit**

Hiermit versichere ich,

Name: Shipunov

Vorname: Dmitry

## Entwicklung einer Testzelle zur optischen Beobachtung und Messung von Blasenbildungsprozessen der Wasser-Elektrolyse

ohne fremde Hilfe selbstständig verfasst und nur die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt habe. Wörtlich oder dem Sinn nach aus anderen Werken entnommene Stellen sind unter Angabe der Quellen kenntlich gemacht.

- die folgende Aussage ist bei Gruppenarbeiten auszufüllen und entfällt bei Einzelarbeiten -

Die Kennzeichnung der von mir erstellten und verantworteten Teile der -bitte auswählen- ist erfolgt durch:

---

Ort

---

## Datum

— — Unterschrift im Original — —

### Unterschrift im Original