

■ XPS-Untersuchungen zur Beschaffenheit einer Brennstoffzellen-Membranoberfläche

TAS-AN-X2

Brennstoffzellen gelten als effiziente und saubere Konverter zur Umsetzung chemisch gebundener Energie in elektrischen Strom. Der Technik wird ein enormes Potential prognostiziert, so dass heute eine Vielzahl unterschiedlicher Zelltypen wie etwa die Festoxidbrennstoffzellen¹ oder die Polymerelektrolytbrennstoffzellen² intensiv erforscht werden.

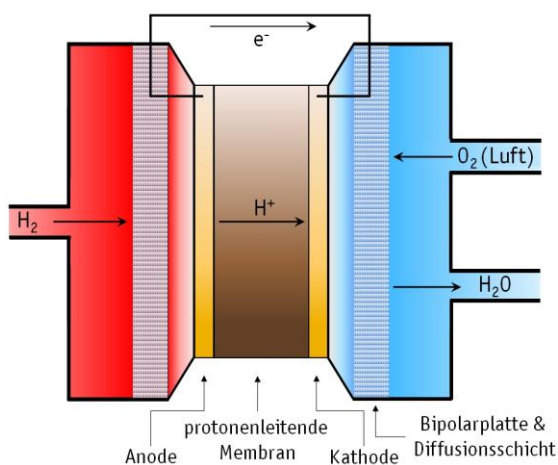


Abbildung 1: Schematischer Aufbau einer Polymerelektrolytbrennstoffzelle (PEFC)

In PEFC-Brennstoffzellen werden Polymermembranen als Elektrolyt, d.h. als Transportmedium für katalytisch erzeugte Protonen, eingesetzt. Neben Nafion hat sich sulfoniertes Polyetheretherketon (sPEEK, Struktur vgl. Abb. 2 oben) als besonders geeignetes Ionomer zur Membranherstellung

erwiesen. Bei Versuchsreihen zur Optimierung von PEFC's wurden starke Schwankungen der elektrolytischen sPEEK-Membraneigenschaften beobachtet. Mit Hilfe der Photoelektronenspektroskopie (XPS, ESCA)³ sollte der Grund für die mangelnde Protonenleitfähigkeit des Ionomers ermittelt werden.

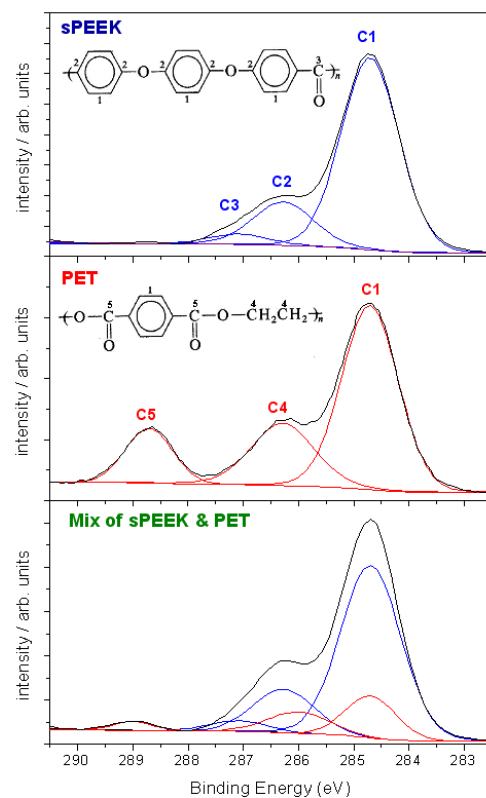


Abbildung 2: C1s Photoelektronenspektren einer sPEEK- (oben) und PET-Referenz (Mitte) sowie einer mit PET kontaminierten sPEEK-Brennstoffzellmembran (unten).

Abbildung 2 (oben) zeigt das C1s Signal einer sPEEK Referenz. Entsprechend der chemischen Struktur des sPEEK werden drei verschiedene

¹ engl.: Solid Oxide Fuel Cell (SOFC)

² engl. Polymer Electrolyte Fuel Cell (PEFC)

Synonyme:

- Protonenaustauschmembran-Brennstoffzelle
engl. Proton Exchange Membrane Fuel Cell (PEMFC)
- Feststoffpolymer-Brennstoffzelle,
engl. Solid Polymer Fuel Cell (SPFC)

³ XPS: X-ray Photoelectron Spectroscopy

ESCA: Electron Spectroscopy for Chemical Analysis

C1s-Bindungszustände nachgewiesen. Ein Vergleich dieser Fit-Daten mit dem C1s Signal der fehlerhaften Membran (Abb. 2 unten) zeigt gut erkennbare Unterschiede in der Peakform. Dies war der entscheidende Hinweis auf eine Verschmutzung der Membranoberfläche mit organischem Material. Zur genaueren Identifizierung der Kontamination wurden daher verschiedene Materialien analysiert, die bei der Herstellung und Lagerung der Membran genutzt werden. Die Daten einer als Träger-substrat verwendeten Polyethylenterephthalat-folie zeigten dann ein auffälliges Signal (C5), das auf die COO-Bindung des PET zurückzuführen ist (vgl. Abb. 2 Mitte). Dieses Signal wurde auch auf der fehlerhaften nicht aber auf der Referenzmembran nachgewiesen. Ein genauer Fit der PET und sPEEK Referenzdaten lieferte eine perfekte Übereinstimmung mit dem C1s Spektrum der kontaminierten Membran. Anhand dieses Fits konnte eine PET-Belegung der Membran von rund 10% ermittelt werden.

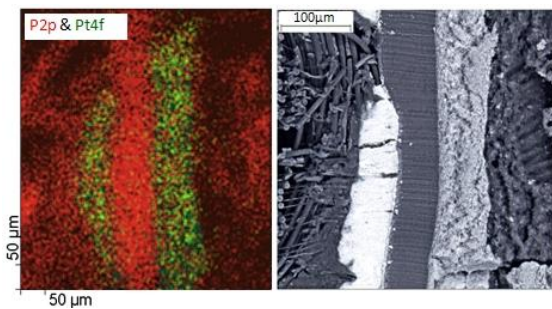


Abbildung 3: Querschnitt einer Brennstoffzellmembran (links: XPS-Overlay von P (rot) und Pt (grün); rechts: REM-Bild)

Ein weiteres Beispiel für die Analyse von PEFC's findet sich in Abbildung 3. In diesem Fall sollte die genaue Zusammensetzung der auf der phosphorhaltigen Membran aufgetragenen katalytisch aktiven Pt-Elektroden analysiert werden. Diese Analysen wurden vergleichend sowohl mit Hilfe der REM-EDX als auch mit der XPS durchgeführt. Die Analysetechniken wurden aufgrund ihrer unterschiedlichen Informationstiefen parallel eingesetzt. Schon

anhand des Materialkontrasts im REM-Bild (Abb. 3 rechts) ist erkennbar, dass die linke Pt-Elektrode einen höheren Anteil an schweren Elementen aufweist. Dieser qualitative Hinweis konnte durch genauere Auswertungen der XPS und EDX-Daten auch quantitativ belegt werden.

Weitere analytische Optionen:

- XPS-Linescan zur Verfolgung der quantitativen Zusammensetzung als Funktion der Position
- ToF-SIMS Charakterisierung von Membranschichten – Bestimmung des Polymertyps und der Additivzusammensetzung
- Identifizierung und Quantifizierung von katalytisch aktiven Substanzen (z.B. Pt) in der obersten Atomlage (LEIS)
- Stöchiometrie, Verunreinigungen und katalytisch wirksame Bestandteile von Metalloxidmembranen in Festoxidbrennstoffzellen (XPS)
- Lokalisierung von Kontaminationen auf metallischen Oberflächen (LEIS)
- Analyse der Diffusion entlang der Korngrenzen von Metalloxidmembranen (ToF-SIMS)