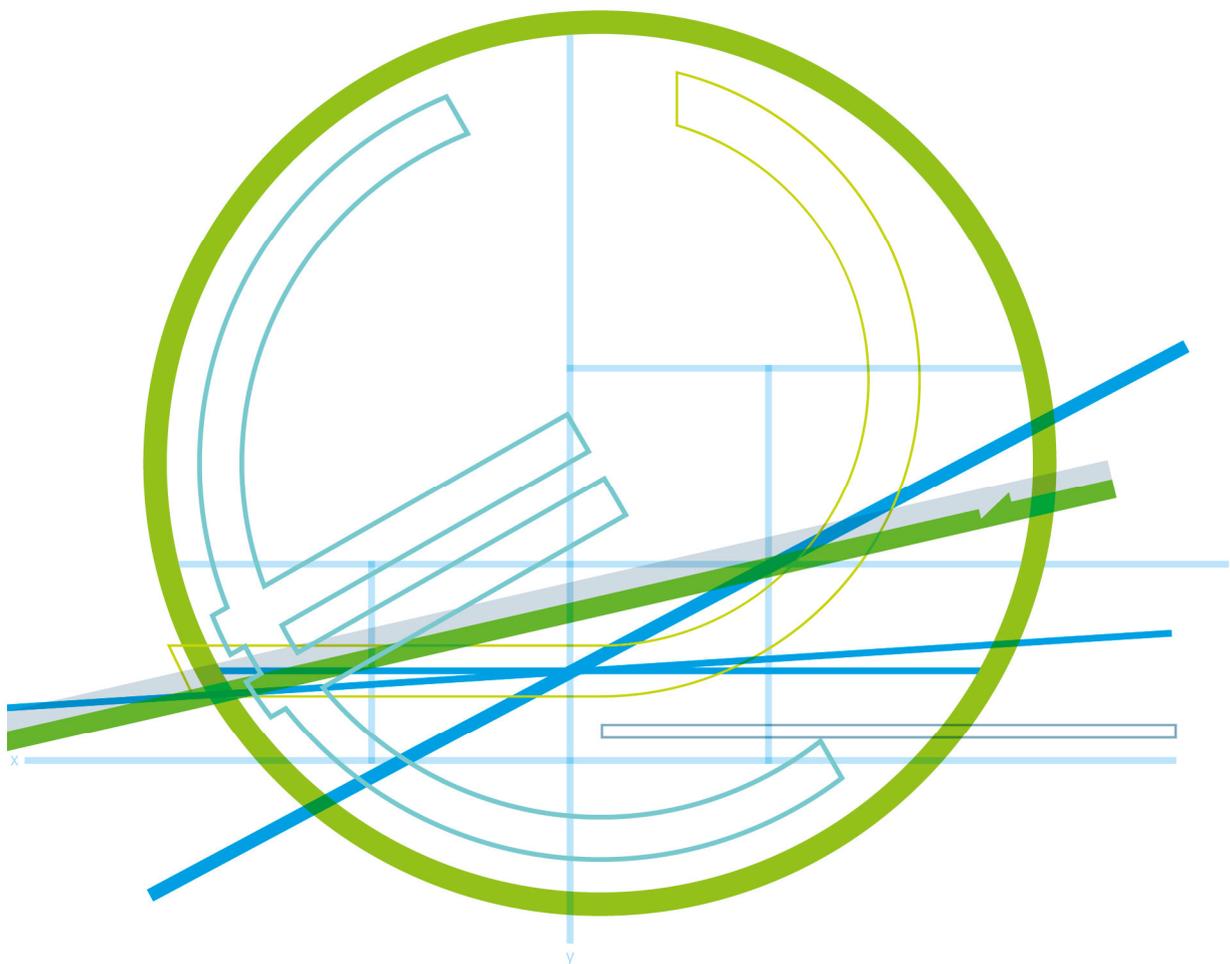


## H<sub>2</sub>desorb

H<sub>2</sub> Speicher aus Mikro- und Nanostrukturiertem Magnesium für optimale De- und Adsorption



## VORWORT

Die Publikationsreihe **BLUE GLOBE REPORT** macht die Kompetenz und Vielfalt, mit der die österreichische Industrie und Forschung für die Lösung der zentralen Zukunftsaufgaben arbeiten, sichtbar. Strategie des Klima- und Energiefonds ist, mit langfristig ausgerichteten Förderprogrammen gezielt Impulse zu setzen. Impulse, die heimischen Unternehmen und Institutionen im internationalen Wettbewerb eine ausgezeichnete Ausgangsposition verschaffen.

Jährlich stehen dem Klima- und Energiefonds bis zu 150 Mio. Euro für die Förderung von nachhaltigen Energie- und Verkehrsprojekten im Sinne des Klimaschutzes zur Verfügung. Mit diesem Geld unterstützt der Klima- und Energiefonds Ideen, Konzepte und Projekte in den Bereichen Forschung, Mobilität und Marktdurchdringung.

Mit dem **BLUE GLOBE REPORT** informiert der Klima- und Energiefonds über Projektergebnisse und unterstützt so die Anwendungen von Innovation in der Praxis. Neben technologischen Innovationen im Energie- und Verkehrsbereich werden gesellschaftliche Fragestellung und wissenschaftliche Grundlagen für politische Planungsprozesse präsentiert. Der **BLUE GLOBE REPORT** wird der interessierten Öffentlichkeit über die Homepage [www.klimafonds.gv.at](http://www.klimafonds.gv.at) zugänglich gemacht und lädt zur kritischen Diskussion ein.

Der vorliegende Bericht dokumentiert die Ergebnisse eines Projekts aus dem Forschungs- und Technologieprogramm „e!Mission.at“. Mit diesem Programm verfolgt der Klima- und Energiefonds das Ziel, durch Innovationen und technischen Fortschritt den Übergang zu einem nachhaltigen Energiesystem voranzutreiben.

Wer die nachhaltige Zukunft mitgestalten will, ist bei uns richtig: Der Klima- und Energiefonds fördert innovative Lösungen für die Zukunft!



Ingmar Höbarth  
Geschäftsführer, Klima- und Energiefonds



Theresia Vogel  
Geschäftsführerin, Klima- und Energiefonds

# H<sub>2</sub>desorb

H<sub>2</sub> Speicher aus Mikro- und Nanostrukturiertem Magnesium für optimale De- und Adsorption

**AutorInnen:**

Dr. Jürgen Danzberger (Profactor)

Prof. Kurt Hingerl (Johannes Kepler Universität)

Ao. Univ. Prof. Michael Zehetbauer (Universität Wien)

DI (FH) Alexander Schärfl (MSE)

Dr. Christian Krell (FRO)

DDI Wolfgang Hofer (OMV)

# 1. Inhaltsverzeichnis

1	Inhaltsverzeichnis .....	4
2	Einleitung .....	5
2.1	Aufgabenstellung .....	5
2.2	Schwerpunkte des Projektes .....	6
2.3	Einordnung in das Programm .....	7
2.4	Aufbau der Arbeit .....	7
2.5	Verwendete Methoden .....	8
3	Inhaltliche Darstellung .....	12
3.1	Simulationen Feldüberhöhung und Diffusion von H <sub>2</sub> .....	12
3.2	Nano- und Mikrostrukturierung von Mg-Materialien .....	13
3.3	Kinetik Messungen und Lebenszyklentests von H <sub>2</sub> Speicher .....	17
3.4	Graphen als Diffusionsbarriere für H <sub>2</sub> .....	20
3.5	Ökologische Bewertung der Technologien (LCA) .....	21
3.6	Konzeptentwicklung für Design und Produktion von H <sub>2</sub> Speicher .....	22
4	Ergebnisse und Schlussfolgerungen .....	24
5	Ausblick und Empfehlungen .....	26
6	Literaturverzeichnis .....	27
6.1	Abbildungsverzeichnis .....	27
6.2	Tabellenverzeichnis .....	27
7	Kontaktdaten .....	28

## 2. Einleitung

### 2.1. Aufgabenstellung

Wasserstoff ( $H_2$ ) kann in Form von Druckwasserstoff-, Flüssigwasserstoff- oder chemischen Speichern gespeichert werden, wobei alle drei Arten Vor- und Nachteile in ökonomischer und technischer Hinsicht offenbaren. Das größte Potential wird aber den chemischen Speichern zugeschrieben. Hier setzte auch H<sub>2</sub>desorb an, um diese Nachteile zu beseitigen oder zumindest zu vermindern.

Da das Speichern von elektrischer Energie sowohl in stationären (z.B.: Tankstelle, Photovoltaik) als auch mobilen Anwendungen (z.B.: Automobil) eine bis dato ungelöste Herausforderung darstellt, war die Motivation des H<sub>2</sub>desorb Projekts eine Verbesserung von chemischen  $H_2$ -Speichern unter Einbeziehung der Gesamtkette von Erzeugung, Speicherung und Nutzung. Grundsätzlich bietet eine Speicherung in Form von Wasserstoff in Magnesiumspeichern viele Vorteile gegenüber Akkumulatoren, die Technologie ist jedoch noch nicht ausgereift für ein breites Anwendungsspektrum. Als wesentliche technische Hindernisse für magnesiumbasierte chemische Speicher gelten:

- Kinetik: Lange Be- und Entladungszeiten
- Gewicht und Volumen: Speicherkapazität
- Sicherheit: Unkontrollierte heftigste Reaktionen mit Wasser unter Bildung von  $H_2$
- Zyklenlebenszeit: Versprödung von Magnesium (Mg)
- Energiebilanz: Wärmemanagement
- Kosten

Um die Ergebnisse der F&E-Aktivitäten im H<sub>2</sub>desorb Projekt vor allem für die beteiligten Firmenpartner verwertbar zu gestalten wurden diese auf drei unterschiedliche Szenarien, mit jeweils ähnlichen technischen Herausforderungen für chemische Speicher, ausgerichtet:

#### H<sub>2</sub>-Speicher für Tankstellen (MSE)

Tanklastzug bringt  $H_2$  an die Tankstelle und der stationäre Tank wird mit  $H_2$  gefüllt. Hierbei kommt es zur Freisetzung einer enormen Wärmemenge, die bislang ungenutzt ist.

#### Autonome Energiezelle mit H<sub>2</sub>-Speicher für Ein- und Mehrfamilienhäuser (FRO)

Stromüberschüsse durch die Photovoltaik sollen auf mehrere Arten genutzt werden, einerseits um Batterien zu laden (Energiebereitstellung in Abend- und Nachtstunden), andererseits um einen Elektrolyseur mit Stromüberschüsse aus den Sommermonaten zu versorgen. Dieser erzeugt  $H_2$ , der in einem externen, stationären Tank gespeichert werden soll.

#### H<sub>2</sub>-Speicher für Tankstellen (OMV)

Für die stündlich entstehenden 56000 m<sup>3</sup>  $H_2$  für die Verbesserung von Treibstoff fehlt ein Zwischenspeicher, der solche Mengen aufnehmen kann und preislich erschwinglich ist.

## 2.2. Schwerpunkte des Projektes

Im H<sub>2</sub>desorb Projekt wurden von den Firmenpartnern und den wissenschaftlichen Partnern im wesentlichen Schwerpunkte im Bereich der systemorientierten als auch physikalisch chemischen Lösung für eine effiziente H<sub>2</sub>-Speicherung verfolgt. Der Innovationsgehalt in H<sub>2</sub>desorb lag in den einzelnen Komponenten der angestrebten H<sub>2</sub> Speicherung:

### Mikro- und Nanostrukturierung von Magnesium:

Die angestrebte Strukturierung sollte einerseits der Vergrößerung der inneren Oberfläche und damit einer Verbesserung der H<sub>2</sub> Be- und Entladungskinetik dienen und andererseits könnte man, nach unserem Wissen zum Zeitpunkt der Antragsstellung, die Kinetik erhöhen, indem Spitzen an der Oberfläche angebracht und diese mit elektrischer Spannung beaufschlagt werden. Falls H<sub>2</sub>-Desorption durch ein aufgebracht elektrisches Feld möglich ist, wozu es bis dato keine wissenschaftlichen Arbeiten gab, kann die Energiebilanz beim Entleeren der Speicherzelle verbessert werden.

### Gezielte Ansteuerung der Ab/Desorption:

Zusätzlich sollte eine Schaltung entwickelt werden um mit ohmscher Wärme nur lokal einzelne Bereiche beheizen zu können und nicht den gesamten Speicher erwärmen zu müssen.

### Einbettung der Mikro- und Nanostrukturen:

Das mikro- und nanostrukturierte Magnesium sollte zuerst in einem gut wärmeleitfähigen Material eingebettet und dieses Konstrukt danach in ein schlecht wärmeleitendes Material eingebettet werden um das Wärmemanagement zu verbessern.

### Optimierung der Korngrößen und Versetzungsdichten von Mg:

Ein bestreben im Projekt war die Verkleinerung der Korngrößen im Magnesium mittels des neuartigen SPD- Verfahren (Severe Plastic Deformation), genauer gesagt mit der Methode des HPT (High Pressure Torsion). Ziel war es hier die Korngrößen im massiven Mg-Material zu verkleinern und somit die Diffusion zu erhöhen. Angedacht war ebenfalls bereits hydriertes Mg zu prozessieren um auch hier für eine Verkleinerung der Korngrößen und einer damit verbundenen Erhöhung der H<sub>2</sub> Diffusion zu sorgen.

### Aufbau zu einem H<sub>2</sub> Test Speicher:

Hierfür sollten die einzelnen prozessierten Mg-Elemente mit einer speziellen Technik übereinandergestapelt und die Absorption und Desorption gemessen werden.

### Graphen Schicht als H<sub>2</sub> Barriere:

CVD (Chemical Vapour Deposition) synthetisiertes Graphen wurde als Barrierschicht gegen H<sub>2</sub> getestet. Es gibt nur wenige Studien zur Gasdurchlässigkeit von CVD Graphen und nur eine zur H<sub>2</sub> Durchlässigkeit. Die Verwendung von Graphen an den Speicherwänden eines Tanks soll zu Gewichts- und Kostenreduktion führen.

### Logistikkonzepte:

Die H<sub>2</sub> Speicherung wurde innerhalb des Projekts für drei stationäre Systeme betrachtet. Zum einen in Kombination mit Solarzelle und Brennstoffzelle in privaten Haushalten, zum anderen zur Be- und Entladung an Tankstellen, sowie zur H<sub>2</sub> Speicherung in der Reformierung von Erdöl. Diese Konzepte sind zwar unterschiedlich, deren Anforderungen jedoch sehr ähnlich und daher wird jede Anwendung ihren Nutzen aus den Forschungsergebnissen ziehen.

## 2.3. Einordnung in das Programm

Das Projekt H2desorb behandelte primär das Thema Chemische Speicher (Subschwerpunkt 4.1) von e!MISSION.at – 1. Ausschreibung.

Das Projekt setzte an folgenden Zielen der Ausschreibung an:

### **Ziel 1: Beitrag zur Erfüllung der energie-, klima- und technologiepolitischen Vorgaben der österreichischen Bundesregierung**

Durch die Verbesserung und Optimierung eines H<sub>2</sub> Speichers wird es in Zukunft möglich gemacht, H<sub>2</sub> Speicher mit den nötigen Eigenschaften zu produzieren, so dass vor allem erneuerbare Energien verstärkt am Markt auftreten können.

Die Zielwerte für H<sub>2</sub> Speicherung innerhalb des H2desorb Projektes entsprechen den Vorgaben der DOE 2015 Targets. Diese Werte sind DIE Zielvorgaben nicht nur für USA sondern weltweit.

### **Ziel 2: Erhöhung der Leistbarkeit von nachhaltiger Energie und innovativen Energietechnologien**

Trotz der innovativen Lösungsansätze innerhalb des H2desorb Projektes wurden die Kosten nicht außer Acht gelassen. Daher wurde günstiges Magnesium als Ausgangsmaterial verwendet und teure Komponenten ersetzt. Auch die Verfahren, die verwendet wurden eignen sich zur Massenproduktion und wurden innerhalb des Projektes optimiert. Die Anwendungen innerhalb des Projektes zielten auf Verwendung von nachhaltiger Energien ab, die bislang das Problem eines „zu teuren Wasserstoff Speichers“ bergen.

### **Ziel 3: Aufbau und Absicherung der Technologieführerschaft bzw. Stärkung der internationalen Wettbewerbsfähigkeit**

Innerhalb des H2desorb Projektes arbeiteten an dieser wichtigen Wasserstoffproblematik weltweit führende österreichische hochinteressierte Leitfirmen: Fronius, Magna Steyr und OMV. Auch die Universität Wien hat bereits zum Thema Wasserstoff sehr viel geforscht, weiters auch PROFACTOR mit Herstellung von H<sub>2</sub> aus biogenen Rohstoffen und JKU gilt als Experte in Material Charakterisierung. Durch das H2desorb Projekt ergab sich Möglichkeit zur Zusammenarbeit von Firmen und Universitäten mit Renommee im H<sub>2</sub> Bereich und mit der Fähigkeit durch ihre Forschungsergebnisse die internationale Klimaschutzpolitik Österreichs zu unterstützen.

## 2.4. Aufbau der Arbeit

Am Beginn von H2desorb standen Simulationen zur Feldüberhöhung an Magnesiumstrukturen an. Von Metallen weiß man, dass solche Feldüberhöhungen an Spitzen am stärksten sind. Diese Simulationen dienten als Input und Grundlage für die Mikrostrukturierung von Mg-Materialien mittels NIL (Nanoimprint Lithographie). Thermodynamische Betrachtungen zu Diffusion und Absorption von H<sub>2</sub>, die ebenfalls am Anfang von H2desorb durchgeführt wurden, nützten dem Verständnis, wie die Bindungsenergie mit den Parametern des Phasenübergangs (Druck und Temperatur) zusammenhängt.

In einer weiteren Phase des Projekts wurden Konzepte entwickelt, wie eine elektrische Ansteuerung der hergestellten Mikrostrukturen funktionieren sollte, um den, Effekt der Feldüberhöhung, wenn vorhanden, für eine effektivere Be- und Entladekinetik auszunützen. Im Projektverlauf stellte sich jedoch heraus, dass das Anlegen eines elektrischen Feldes einen nur sehr geringen Einfluss auf die Gleichgewichtsthermodynamik hat und maximal einen katalytischen Effekt auf die Kinetik aufweist.

Zusätzlich ist dieser Effekt nur sehr schwer theoretisch erfassbar, daher hat das Projektkonsortium beschlossen, die elektrische Ansteuerung nicht weiter zu verfolgen und sich vermehrt auf die Mikrostrukturierung zu konzentrieren.

Die Methode der Herstellung von Defektstellen im Magnesium-Gitter und kleinen Korngrößen wurde durch das SPD Verfahren (Severe Plastic Deformation) realisiert. Dieses Verfahren beschreibt eine Gruppe von Metallbearbeitungstechniken die eine hohe Formänderung durch das Aufbringen großer Drücke bzw. Scherkräfte herbeiführen.

Für die Fabrikation der Oberflächen-Mikrostrukturen kamen sowohl direkte Strukturierungsversuche mittels Nanoimprint Lithographie, als auch Routen der Einmischung von MgH<sub>2</sub> in Imprintmaterialien und temperaturfesten Silikonen zum Einsatz. Eine Optimierung- und Charakterisierungsphase begleitete die beiden Strukturierungsarten. Letztendlich wurde ein Testaufbau mit gestapelten, strukturierten Probenplättchen realisiert und mit einem Sieverts Apparat in Punkto Kinetik und Lebenszyklen Tests durchgemessen.

Ein Teil des H<sub>2</sub>desorb Projekts beschäftigte sich mit der Messung von Graphen als Diffusionsbarriere gegen H<sub>2</sub> und dessen Einsatz als Auskleidung von Wasserstoff-Tank Innenauskleidung. Hierfür führte das Konsortium Versuche mit CVD Graphen (Chemical Vapour Deposition) und Graphenpasten (Graphit in Cyclohexan) durch.

Die Evaluierung und Konzeptentwicklung für die Produktion von H<sub>2</sub>-Speichern im Projekt beschäftigte sich mit der Patentrecherche zum Schutz etwaiger patentierbarer Ideen, sowie der Betrachtung des Gesamtsystems: H<sub>2</sub> Produktion, H<sub>2</sub> Speicher, Tanken, Entleeren anhand der DOE Targets (Department of Energy) für Wasserstoffspeicher.

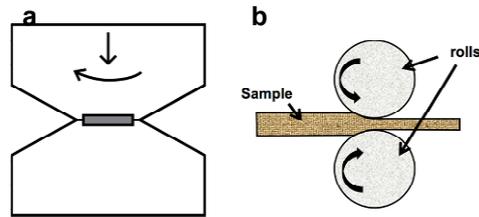
Ein LCA (Life Cycle Assessment) mithilfe einer ökologischen Bewertung der Technologien und die Konzeptentwicklung für die Produktion von H<sub>2</sub>-Speichern rundeten das Projekt H<sub>2</sub>desorb ab.

### **2.5. Verwendete Methoden**

Die im Projekt verwendete Simulationsmethode zur Berechnung der der Feldüberhöhungen an den Spitzen, sowie des optimalen Öffnungswinkels der Mikrostrukturen Finite Element Method Magnetics Software (FEMM).

Simulationen bezüglich Diffusion, Ab- und Desorption wurden mittels Dichtefunktionaltheorie (DFT) durchgeführt und dabei das Programm VASP der Gruppe von Georg Kresse verwendet.

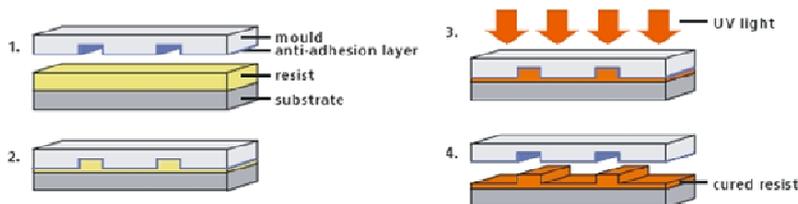
Die in H<sub>2</sub>desorb verwendete Methode der Nanostrukturierung im Gefüge von Mg-Materialien und somit der Erzeugung von Defektstellen im Gitter und kleinen Korngrößen war das SPD Verfahren (Severe Plastic Deformation). Dieses Verfahren beschreibt eine Gruppe von Metallbearbeitungstechniken die eine hohe Formänderung durch das Aufbringen großer Drücke bzw. Scherkräfte herbeiführen. In H<sub>2</sub>desorb wurden die zwei Techniken HPT (High Pressure Torsion, Abbildung 1a) und CR (Cold Rolling, Abbildung 1b) angewandt.



**Abbildung 1: SPD Verfahren zur Herstellung von nanostrukturierten Mg-Pellets**  
HPT (High Pressure Torsion) Verfahren; b) CR (Cold Rolling) Verfahren

Bei HPT wird eine Scheibe des zu prozessierenden Materials zwischen zwei Ambossen platziert. Während eine hohe Druckspannung angelegt wird (typischerweise mehrere GPa), dreht sich einer der Ambosse um am Material eine Torsionskraft aufzubringen. Bei CR wird das Material (meist bei Raumtemperatur) zwischen zwei sich gegenseitig drehenden Walzen durchgezogen, wobei der Abstand der beiden Walzen zueinander kleiner als die Dicke des Materials ist. Dadurch wird ein hoher Druck auf das Material ausgeübt und führt zu einer Verkleinerung der Korngrößen und Erhöhung der Gitterdefekte. Dieser Ablauf kann man nach einem Falten des Materials und Veränderung des Walzenabstands wiederholen.

Für die Oberflächenstrukturierung der Mg-Materialien wurde die Methode der Nanoimprint Lithographie (NIL) (Abbildung 2) angewandt. Hierbei wird zuerst auf das zu strukturierende Substrat (Magnesium) ein flüssig-viskoser Imprintlack (Polymer) aufgetragen und anschließend mit einem Stempel, der die geforderten Strukturen enthält, in Kontakt gebracht. Der Aushärteschritt erfolgt mittels UV-Licht und nach dem Trennvorgang sind die Strukturen in das Polymer und somit auf das Substrat übertragen worden. Diese strukturierte Schicht dient nun als Maske für den nachfolgenden nasschemischen oder physikalischen Ätzprozess, um die Strukturen in das Substrat übertragen zu können.



**Abbildung 2: Schematische Darstellung Nanoimprint Lithographie**

Im Projektverlauf stellte sich heraus, dass eine Nasschemische Strukturierung, unter Zuhilfenahme von verdünnter Salzsäure bzw. Salpetersäure für den Strukturübertrag in das Mg-Material nicht zielführend war. Da es sich bei Magnesiummaterialien um eher „weiche Werkstoffe“ handelt, entwickelten wir einen Prozess zur direkten Strukturierung. Mittels NIL wurden Prismenstrukturen auf Folie hergestellt und dann erfolgreich durch hydraulisches Pressen in die Magnesiummaterialien (Mg-Drähte und  $MgH_2$  Pulver) übertragen. Das Ergebnis waren verpresste, strukturierte Plättchen.

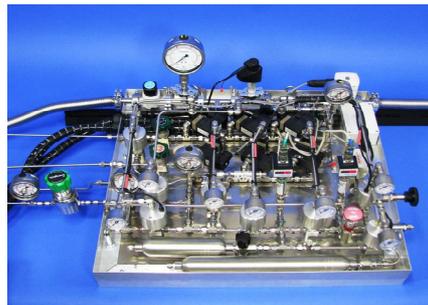
Als Zusätzliche Route hinsichtlich der Verhinderung der Oxidation von  $MgH_2$  wurden Versuche unternommen  $MgH_2$  Pulver direkt in Imprintmaterialien und temperaturfesten Silikonen (QSIL) einzubauen und zu strukturieren. Die Idee hierbei, vor allem beim QSIL, ist homogen vermisches und strukturiertes  $MgH_2$  in einer temperaturstabilen Matrix vorliegen zu haben, da für die Be- und Entladung von  $H_2$  das Material auf bis zu  $350^\circ C$  erhitzt werden muss.

Da der Öffnungswinkel der Strukturen eine gewisse Rolle spielt, wurden mit Hilfe einer eigens für  $H_2$ desorb designten Photomaske in Kombination mit der Technik der verkippten Belichtung Versuche unternommen den Öffnungswinkel der Strukturen einstellen zu können.

Dier Untersuchung der hergestellten strukturierten Mg-Proben erfolgte sowohl an deren Oberfläche als auch im Volumen nahe der Oberfläche. Hierfür wurden unter anderen Auger Elektronen Spektroskopie für die chemische Zusammensetzung nahe der Oberfläche, sowie Vergleichsmessungen mittels X-Ray Photoelektronen Spektroskopie durchgeführt. Für einen tiefenaufgelösten Nachweise von Wasserstoff wurde die Gdoes Methode (Glow discharge optical emission spectroscopy) angewandt und mittels Ellipsometrie die Dicken der Oxidschichten auf den Mg Proben gemessen.

Die Oberflächencharakterisierung der strukturierten Mg Proben erfolgten mittels Atomkraftmikroskopie und Profilometrie. In beiden Fällen wird eine Spitze zeilenweise über die Oberfläche gerastert und die Auslenkung bzw. Verbiegung der Spitze detektiert und als Topographiebild wiedergegeben. Optische Mikroskopie fand zusätzlich Anwendung für die Charakterisierung der Strukturübertragung und homogenen Vermischung von  $MgH_2$  in Imprintmaterialien und temperaturfesten Silikonen.

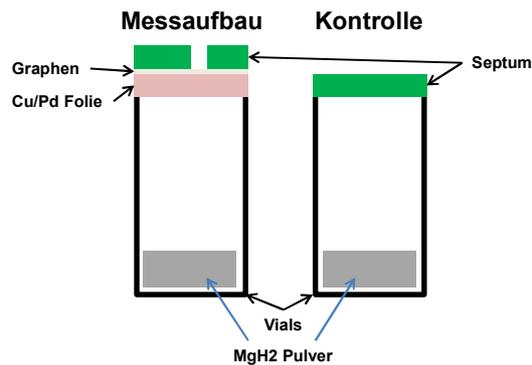
Die prozessierten und strukturierten einzelnen Proben (ARB, HPT und NIL), sowie die Kinetik-Untersuchungen an den gestapelten Proben wurde alle in einem sogenannten Sieverts Apparat durchgeführt (Abbildung 3).



**Abbildung 3: Aufbau Sieverts Apparat**

Mit diesem Apparat können Volumen bzw. Volumenunterschiede detektiert werden. Genauer gesagt kann man mit dieser Methode die Sorption aufgrund der Druckunterschiede hervorgerufen durch induzierte Druckunterschiede in kalibrierten Volumen messen. Der Aufbau wurde seitens der Uni Wien in Eigenregie konstruiert und aufgebaut.

Beim Einsatz von Graphen in  $H_2$ -Speichern lag die grundsätzliche Idee dahinter, derzeit in Tanks eingesetzte sehr teure  $H_2$  Barrierschichten durch günstigeres Graphen zu ersetzen. Zu diesem Zweck wurde bei PRO ein Versuchsaufbau hergestellt um CVD Graphen (Chemical Vapour Deposition) und Graphenpasten hinsichtlich deren Dichtheit gegenüber  $H_2$  zu testen. Der Aufbau bestand aus einem 20 ml Vial, das mit einem  $H_2$  dichten Septum verschlossen war. Zwischen Vial und Septum fixierten wir die Graphenfolien. Als Trägermaterial dienten Cu- bzw. Palladiumfolien (Abbildung 4). Der Transfer des CVD-Graphens auf die Zielfolien erfolgte mit einem eigens entwickelten Transferprozess. Die Bildung einer Graphenschicht mittels Graphenpaste (zermahlener Graphit in Cyclohexan) erfolgte nach Auftrag durch Verdampfen des Lösungsmittels.



**Abbildung 4: Schematischer Aufbau Graphendichtheitsmessungen**

Um die reine Permeabilität von Graphen gegenüber  $H_2$  zu testen, wurden Ausnehmungen in das Septum eingearbeitet. Für die Kontrollmessungen diente ein Vial mit intaktem Septum. Als zu analysierende Proben dienten  $MgH_2$  Pulver mit überlagertem Argon (Schutz vor Oxidation) Die Analyse der Proben erfolgte mittels Gaschromatographie.

Parallel zu den Forschungstasks fand eine Patentrecherche zum Schutz etwaiger patentierbarer Ideen über die Patentdatenbanken Delphion und ESPACENET statt.

Im Projekt  $H_2$ desorb wurde ein LCA (Life Cycle Assessment) anhand einer ökologischen Bewertung der Technologien abgehandelt. Dies ist eine Methode zur Abschätzung, der mit einem Produkt verbundenen, Umweltaspekte und produktionsspezifischen potentiellen Umweltauswirkungen. Die Vorgehensweise bei der Erstellung einer solchen Bewertung ist in den Normen DIN EN ISO 14040, DIN EN ISO 14041, DIN EN ISO 14042, DIN EN ISO 14043 geregelt.

Der finale Bestandteil im Projekt  $H_2$ desorb war die Konzeptentwicklung eines serienfertigen  $MgH_2$  Speichers für den automotiven Einsatz. Da es für einen automotiven  $MgH_2$ -Speicher die größte Herausforderung darstellt die geforderte gravimetrische Speicherdichte in Kombination mit dem hohen erforderlichen Temperaturniveau für die Adsorption/Desorption zu realisieren, wurde der Fokus beim Produktionskonzept auf die Bauform und Herstellbarkeit des Speicherkörpers selbst gelegt (Materialien, Herstellprozess).

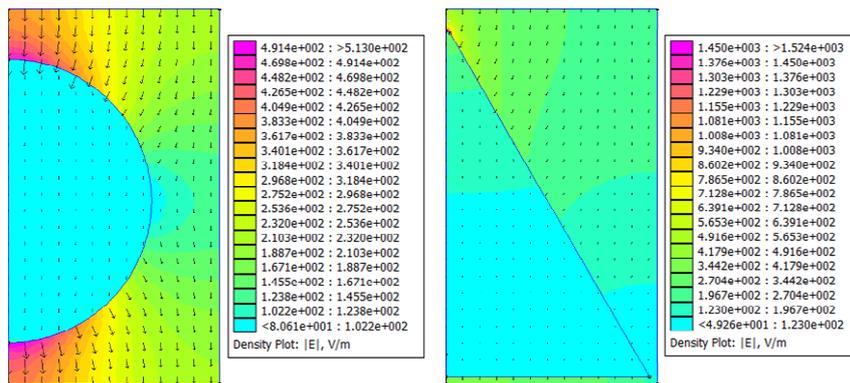
### 3. Inhaltliche Darstellung

#### 3.1. Simulationen Feldüberhöhung und Diffusion von H2

Es ist allgemein bekannt, dass es an Kanten bzw. Spitzen eines elektrischen Leiters zu Feldüberhöhungen kommt. Für Kanten gibt es einen einfachen analytischen Ausdruck dafür

$E_r \sim r^{\frac{\pi}{\beta}-1}$  (Jackson).  $\beta$  bezeichnet hier  $2\pi$ -Öffnungswinkel, d.h. für spitze Kanten geht  $\beta \rightarrow 2\pi$  und das Elektrische Feld divergiert am stärksten an der Spitze. Für Metalle ist somit die Feldüberhöhung am größten für scharfe Spitzen. Für ein Dielektrikum, wie  $MgH_2$ , war es nicht von vornherein klar wie groß der Optimale Öffnungswinkel ist. Daher wurde hier das freie Finite Elemente (FE) Programm FEMM verwendet um den Öffnungswinkel zu bestimmen (Abbildung 5).

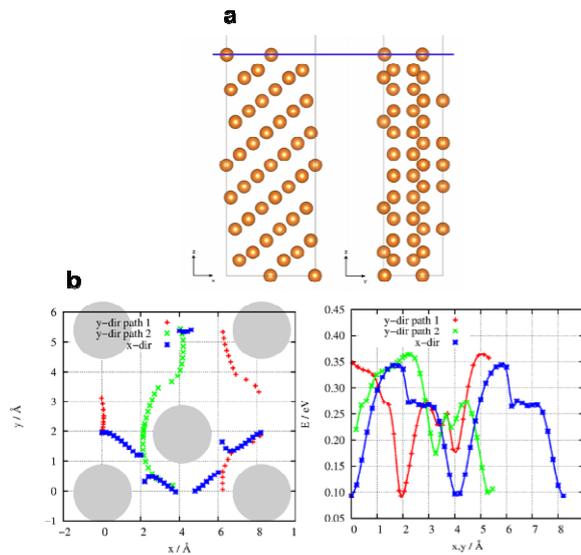
Die Simulationsergebnisse zeigten, dass die Feldstärke bei spitzen Strukturen etwa doppelt so hoch ist als bei runden Strukturen. Der optimale Öffnungswinkel liegt bei  $90^\circ$ , das Maximum ist jedoch breit verteilt, da die Feldüberhöhung zwischen  $70^\circ$  und  $110^\circ$  nur um 5% abnimmt.



**Abbildung 5: FE Simulationen für optimalen Öffnungswinkel H<sub>2</sub> Be- und Entladung**

Die Feldstärke an den Spitzen ist etwa doppelt so hoch als bei einer kugelförmigen Struktur und der optimale Öffnungswinkel liegt bei ungefähr  $90^\circ$ .

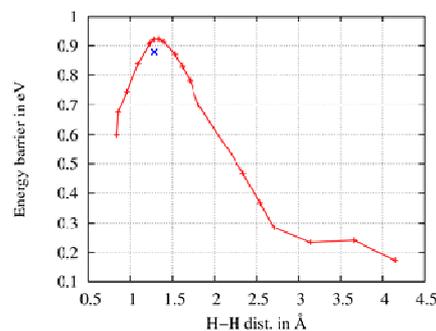
Erste Simulationsergebnisse zur Diffusion von Wasserstoff im Bulk-Material (Mg,  $MgH_2$ ) stimmten gut mit Werten aus der Literatur überein. Da SPD verformtes Material ähnlich gute Kinetik zeigte wie ein mit High Energy Ball Milling (HEBM) verformtes Pulver (Partikelgröße ca. 100 nm), lag der Schluss nahe, dass Korngrenzen einen bedeutenden Einfluss auf die Kinetik haben. Simuliert wurde daher Diffusion von Wasserstoff entlang und normal zu einer Gleichgewichtskorngrenze (11-24) (Abbildung 6) ([1]).



**Abbildung 6: Simulierte Korngrenzen und Diffusionspfade**

Simulierte Korngrenzen entlang und normal zu Gleichgewichtskorngrenze. Die blaue Linie stellt die Spiegelebene der Einheitszelle dar. b) Diffusionspfade und Barrieren in der Korngrenze.

Aus diesen Ergebnissen ist herauszulesen, dass die Diffusionsbarriere nur marginal kleiner als jene im Magnesium-Bulk Material ist. Wir vermuten, dass die Korngrenze einen Einfluss auf die Dissoziation von Wasserstoff hat, dies kann ein weiterer limitierender Faktor für die Kinetik sein. Hauptergebnis der Simulationen ist die Dissoziationsbarriere für  $\text{H}_2$  in der Korngrenze (Abbildung 7). Diese resultiert in einer, um einen Faktor 25, erhöhten Dissoziationsrate.



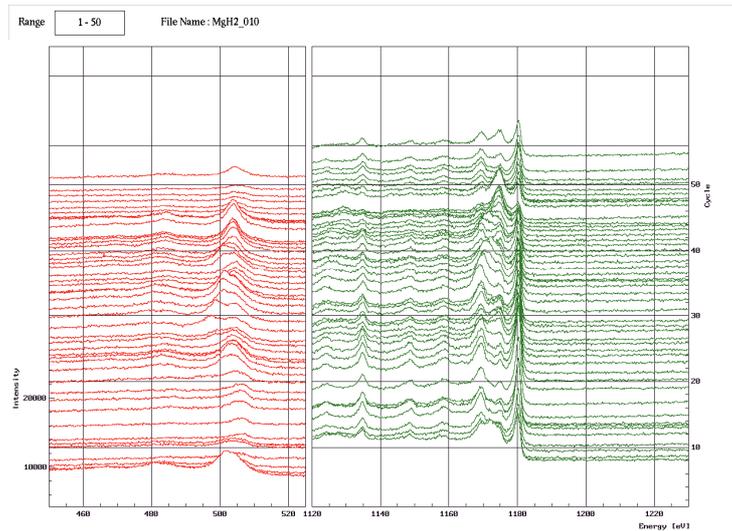
**Abbildung 7: Dissoziationsbarriere für  $\text{H}_2$  in der Korngrenze**

### 3.2. Nano- und Mikrostrukturierung von Mg-Materialien

Noch im Vorfeld zu der Strukturierung von Mg-Materialien wurde mittels AES (Auger Elektron Spektroskopie) versucht Wasserstoff im Volumen nahe der Oberfläche zu messen und somit den Ladezustand zu bestimmen. AES ist eine etablierte Methode um die chemische Zusammensetzung sehr nahe der Oberfläche mit einigen Nanometern Auflösung zu bestimmen. Der Nachteil dieser Methode ist, dass Wasserstoff keine Auger Anregungen besitzt und somit nur indirekt, über die chemische Verschiebung der Auger-Linien in Mg nachgewiesen werden kann.

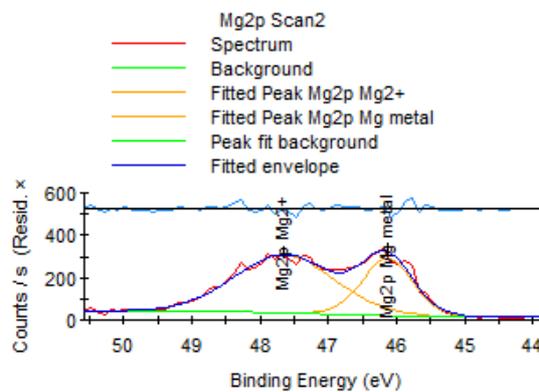
Zu Beginn wurde Mg bzw. ZK60 im AES untersucht. Um eine Mg Referenz Messung zu erhalten musste die Oxidschicht, die sich bei Sauerstoffkontakt bildet, entfernt werden.

Dies wurde durch Argon-Sputtern erreicht. Dieselbe Methode wendeten wir auch auf MgH<sub>2</sub> an. Es stellte sich jedoch heraus, dass der Wasserstoff nahe der Oberfläche sehr leicht, z.B. durch den Elektronstrahl oder durch Argon-Sputtern entfernt werden kann und somit nur mehr metallisches Mg gemessen wird. Durch kühlen der Probe mit flüssigem Stickstoff konnte dieses ungewollte Desorbieren zum Teil verhindert werden (Abbildung 8).



**Abbildung 8: Zeitliche Entwicklung des AES Spektrums von, mit Stickstoff gekühlten, MgH<sub>2</sub>**  
 Links: Sauerstoff-Peaks (KVV); rechts: Magnesium-Peaks (KLL)

Die Ergebnisse waren jedoch noch nicht vollkommen schlüssig. Zum Vergleich wurden ähnliche Messungen mit dem XPS (X-Ray Photoelektron Spektrometer) durchgeführt. Damit konnte gezeigt werden, dass zumindest ein Teil der Oberfläche MgH<sub>2</sub> ist (Abbildung 9)



**Abbildung 9: XPS Scan des Magnesium 2p Peak**

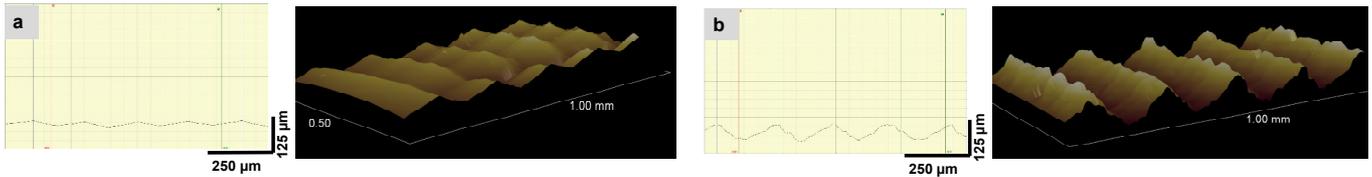
Der Rest ist eine Mischung aus Mg, Mg(OH)<sub>2</sub> und MgO.

In einem zusätzlichen Experiment wurde Wasserstoff in Mg implantiert und danach versucht, diesen mittels Gdoes (Glow discharge optical emission spectroscopy) tiefenaufgelöst nachzuweisen. In den Messergebnissen fand sich jedoch kein Hinweis auf eine Wasserstoffanreicherung, verglichen mit den Referenzproben.

Um den Effekt einer Wasserstoff-Plasmabehandlung auf Mg zu messen in situ Ellipsometrie Messungen durchgeführt. Mit dieser Methode misst man optische Eigenschaften reflektierender Proben und kann so die Dicke der Oxidschicht auf Mg bestimmen.

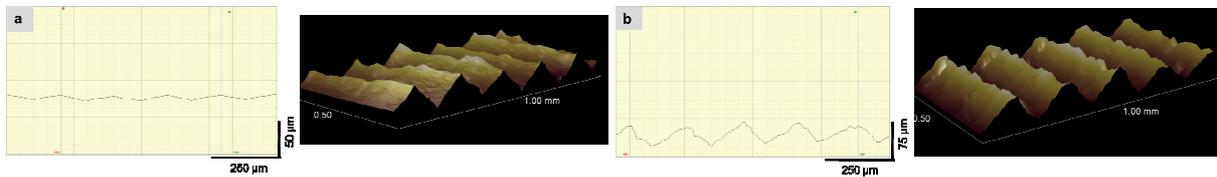
Wie zu erwarten, wurde durch die Plasmabehandlung die Oxidschicht reduziert, jedoch keine deutlich messbare Hydridisierung erreicht. Eine Raman-Spektroskopie dieser Proben zeigte aber, dass sich einige MgH<sub>2</sub> Körner an der Oberfläche bildeten.

Bei der Methode der direkten Strukturierung der Oberflächen von Mg Materialien durch hydraulisches Pressen auf Mg-Drähten und MgH<sub>2</sub> Pulver konnten in ersten Versuchen prismenartige Strukturen übertragen lassen. In Abbildung 10a sind die übertragenen Strukturen in Mg-Draht zu erkennen. Diese besitzen eine Spitzenhöhe von 14 µm, mit einem Öffnungswinkel von 163°. Bei MgH<sub>2</sub> funktionierte die Strukturierung besser mit Strukturen mit einer Spitzenhöhe von 55 µm bei einem Öffnungswinkel von 126° (Abbildung 10b).



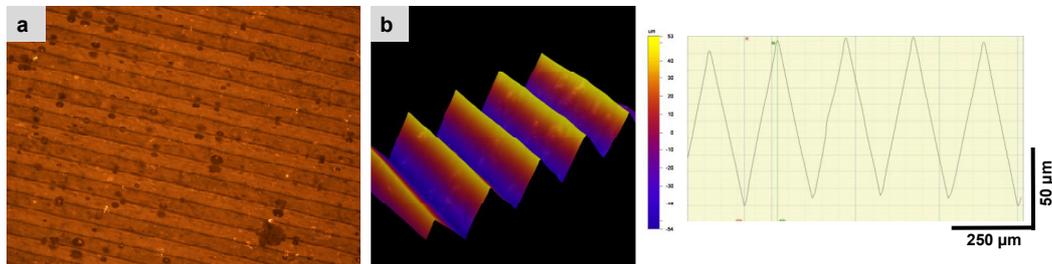
**Abbildung 10: Profilometermessungen direkt strukturierter Mg-Draht und MgH<sub>2</sub>-Pulver**

Im Zuge der Optimierungsphase der direkten Strukturierung konnte durch die Veränderung des angelegten Drucks während des Pressvorgangs der Übertrag deutlich verbessert werden. Der optimale angelegte Druck lag bei 200 bar. So ließen sich im Mg Draht Strukturen von 20 µm Höhe und einem Winkel von 148° erzielen (Abbildung 11a). Auch hier funktionierte die Strukturierung bei MgH<sub>2</sub> besser mit finalen Strukturen von 61 µm Höhe und einem Öffnungswinkel von 114° (Abbildung 11b).



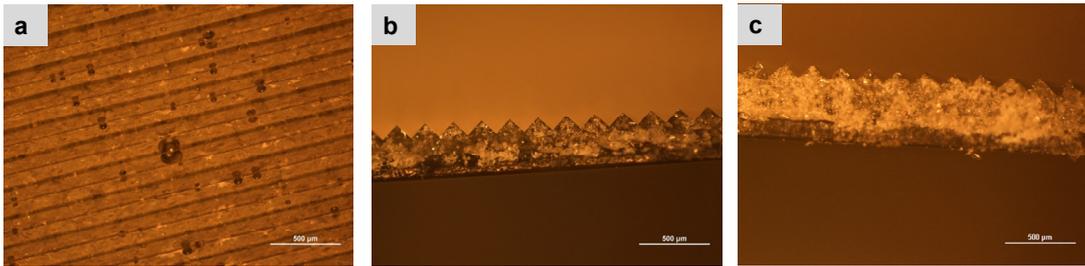
**Abbildung 11: Optimierte Strukturen der direkten Strukturierung**

Als zusätzliche Route der Strukturierung von Mg Materialien wurden Versuche angestrebt MgH<sub>2</sub> Pulver in Imprintmaterialien und temperaturfesten Silikonen einzumischen. Erste Versuche mit 25 mg MgH<sub>2</sub> in 100 µl Ormostamp zeigten, dass sich die Prismenstrukturen Strukturgetrau replizieren ließen. Jedoch ist eine erhöhte Anzahl an Lufteinschlüssen zu erkennen (Abbildung 12).



**Abbildung 12: MgH<sub>2</sub> Pulver in Ormostamp**

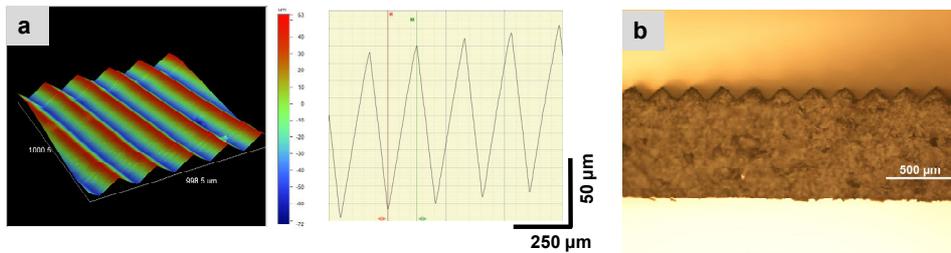
In der Optimierungsphase konnten durch Ultraschallbehandlung des fertigen MgH<sub>2</sub> – Ormostamp Gemisches vor dem Aushärtvorgang und eines effektiveren Einmischvorgangs die Lufteinschlüsse reduziert, die Konzentration von MgH<sub>2</sub> erhöht, sowie eine homogenere Verteilung des MgH<sub>2</sub> in Ormostamp realisiert werden. Die höchstmögliche aushärtbare Konzentration lag bei 50 mg MgH<sub>2</sub> in 100 µl Ormostamp (Abbildung 13).



**Abbildung 13: Mikroskopieaufnahmen strukturiertes MgH<sub>2</sub> in Ormostamp**

- a) Mikroskopieaufnahme von Ultraschall-behandeltem MgH<sub>2</sub> in Ormostamp nach Strukturierung und UV-Belichtung. b) Profilaufnahme MgH<sub>2</sub> (25 mg) in Ormostamp (100 µl), keine homogene Durchmischung. c) Profilaufnahme MgH<sub>2</sub> (50 mg) in Ormostamp (100 µl), homogene Verteilung und gute Replizierbarkeit.

Bei der Strukturierung von MgH<sub>2</sub> im thermostabilen QSIL erfolgte das Aushärten thermisch bei 100° C. Hier wurden in den ersten Versuchen Proben mit 14% MgH<sub>2</sub> hergestellt. Wir konnten auch hier zeigen, dass sich dieses Materialgemisch gut replizieren ließ und zu einer strukturtreuen Abformung führte (Abbildung 14a).



**Abbildung 14: a) Profilmeterdaten MgH<sub>2</sub> in QSIL; b) Profilaufnahme MgH<sub>2</sub> in QSIL mit 26% MgH<sub>2</sub>**

Im Laufe des Optimierungsschritts konnten bei dieser Materialkombination ebenso durch effektiveres Einmischen des MgH<sub>2</sub> sowohl die Konzentration (auf 26%) erhöht als auch eine homogenere Verteilung erzielt werden (Abbildung 14b).

Nach den Erkenntnissen gegen Ende des Projekts fertigten wir einen eher einfachen Aufbau der gestapelten MgH<sub>2</sub> Plättchen an, um H<sub>2</sub> Be- und Entladungsmessungen durchzuführen. Zu diesem Zweck wurde ein Stack aus 10 hydraulisch strukturierten MgH<sub>2</sub> Plättchen (ca. 1 cm Durchmesser, direkte Strukturierung) aufgebaut (vereinfachter Aufbau siehe Abbildung 15). Als Trennschicht zwischen den einzelnen Pellets fungierte Kupfer. Die Ummantelung des Probenstacks wurde ebenfalls aus Kupfer angefertigt. Die Messungen dieser Proben ergab jedoch, gegenüber Vergleichsmessungen mit herkömmlichem MgH<sub>2</sub> Pulver keinen signifikanten Unterschied. Außerdem war zu beobachten, dass die Plättchen während der Be- und Entladezyklen aufgrund der Volumenänderung zerfielen. Daher ist für einen Dauerbetrieb ein Trägermaterial nötig. Hierfür verwendeten wir Ormostamp. Vor dem Einmischen und der Strukturierung des MgH<sub>2</sub> in Ormostamp erfolgte noch ein Aktivierungsschritt (Behandlung des MgH<sub>2</sub> mit hohem H<sub>2</sub> Partialdruck und Temperatur). Um eine vorzeitige Oxidation des MgH<sub>2</sub> zu verhindern führten wir das Einmischen in Ormostamp unter Schutzatmosphäre durch. Der fertige Stack wurde auf seine Temperaturbeständigkeit hin getestet. Die Ergebnisse zeigten, dass sich ab Temperaturen von 250°C ein strenger Geruch entwickelte. Um keine Schäden an der Be- und Entladestation der Uni Wien hervorzurufen, wurden keine Versuche bei diesen hohen Temperaturen durchgeführt.

### 3.3. Kinetik Messungen und Lebenszyklentests von H<sub>2</sub> Speicher

Sowohl die prozessierten und strukturierten einzelnen Proben (ARB, HPT und NIL), als auch die Kinetik-Untersuchungen an den gestapelten Proben (vereinfachter Testaufbau, Abbildung 15) wurden alle an einem Sieverts Apparat durchgeführt.



Abbildung 15: Gestapelte MgH<sub>2</sub> Plättchen ohne Cu-Folie als Trägerschicht

Eine Oberflächencharakterisierung von reinen ZK60 Proben und mittels NIL strukturierten ZK60 Proben erfolgte durch SEM Messungen, mit anschließenden H<sub>2</sub> Be- und Entladeversuchen. Es zeigte sich, dass die oberflächen-modifizierten HPT Proben zwar etwas mehr H<sub>2</sub> als die unbehandelten HPT Proben aufnahmen, doch diese sich mit maximal 0.16wt% gegenüber der Vollbeladung von 6.6wt% – 7.7wt% bei gespannten Proben sehr in Grenzen hielt. Eine grobe Abschätzung des Oberflächengewinns bei den genannten Modifikationen der Oberfläche zeigte, dass das Verhältnis Oberfläche/Volumen recht genau diese signifikanten Unterschiede in der Kinetik wiedergibt. Die Zerspanung und insbesondere die durch wiederholte Hydrierung/Dehydrierung erzeugte Porosität der Probe ist mit mehreren 100% Oberflächengewinn verbunden und erklärt, warum die massiven Proben nach Aktivierung schnell be- und entladbar waren.

Auch an MgH<sub>2</sub> Proben wurden H<sub>2</sub>-Speicherungstests ohne und mit SPD-Prozessierung als auch mit unterschiedlichen Oberflächenstrukturen und eingelegten Cu-Schichten durchgeführt (Testaufbau). Nicht zuletzt weil MgH<sub>2</sub> gegen Oxidierung deutlich resistenter ist als ZK60 oder Rein-Mg. Die Erstentladung funktionierte mit den oberflächenstrukturierten Proben besser als mit dem pulverförmigen, am schnellsten aber mit dem SPD prozessierten Material (Abbildung 16).

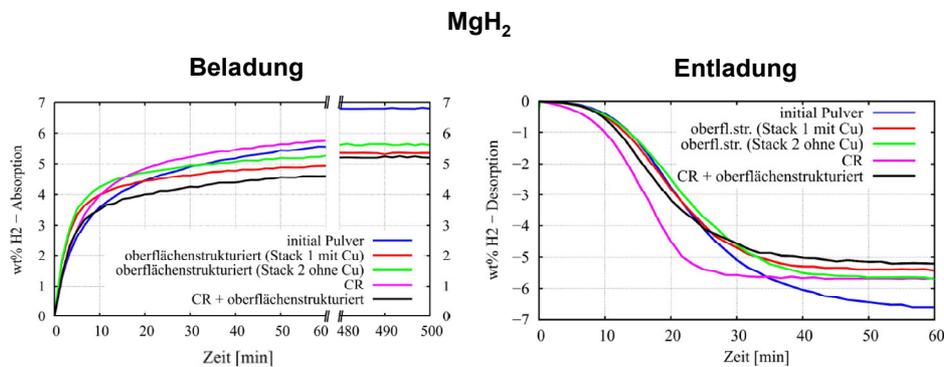


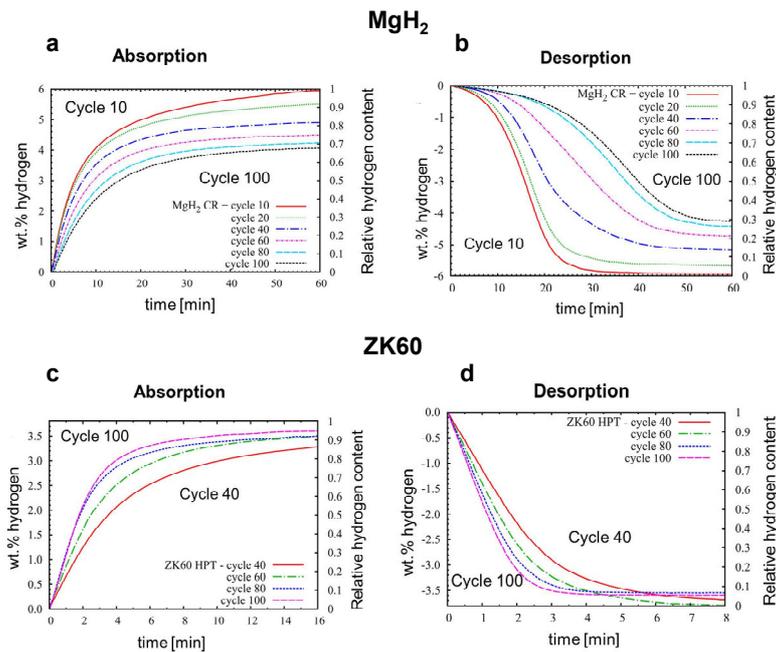
Abbildung 16: Be- und Entladekurven MgH<sub>2</sub>

Nach mehrmaligem Zykeln ergaben sich für alle Proben sehr ähnliche Be- und Entladecharakteristiken, mit dem gemeinsamen Trend zu Verlangsamung der Kinetik und der Speicherkapazität mit erhöhter Zyklenzahl.

Zusätzlich zu den Charakterisierungen der Oberfläche wurden regelmäßig Untersuchungen der Kristallitgröße bzw. -verteilung durchgeführt. Die anfänglich bei den SPD prozessierten ZK60 Proben gemessene Kristallitgröße bewegte sich zwischen ca. 400 nm (ECAP) bis zu etwa 250 nm (HPT), die der  $MgH_2$  Proben deutlich darunter. Allerdings nimmt diese Kristallitgröße schon während der ersten Be- und Entladezyklen nicht zuletzt aufgrund der relativ hohen Be-Entladetemperatur von  $350^\circ C$  stark zu (bis in die Größenordnung 1000nm und mehr), weswegen Korngrenzendiffusion als die, die Kinetik bestimmende Größe, ausgeschlossen werden kann. Relevant scheint da eher die oben erwähnte Porosität bzw. die die  $MgH_2$  Pulver-Proben charakterisierende Partikelgröße, die während der Beladungszyklen von etwa  $40\mu m$  auf etwa  $5\mu m$  abnahm.

Am Beispiel der ZK60 Mg-Legierung wurde anhand von Kinetikmessungen untersucht, inwieweit sich die Wahl der SPD Prozessierungsmethode aufgrund der resultierenden unterschiedlichen Nanostrukturen auf die  $H_2$  Be- und Entladekinetik auswirkt. Die nach HPT Prozessierung erhaltenen Be- und Entladekurven zeigten dabei kaum Unterschiede zu den zu Projektbeginn bereits vorliegenden ECAP Speicher-Charakteristiken. Dies gilt sowohl für die Kinetik der ersten Be- und Entladezyklen als auch für diejenigen nach Langzeit-Zyklen, womit anhand einer weiteren SPD-Prozessierungsmethode eindeutig der Befund der ECAP Ergebnisse bestätigt wurde, dass im Gegensatz zu den traditionell mit Pulvermahlung hergestellten Nanomaterialien die SPD-prozessierten Materialien eine voll reproduzierbare  $H_2$ -Be- und Entladung erlauben ohne Einschränkung der Beladepkapazität.

Die in  $H_2$ desorb durchgeführten Zyklen tests wurden mithilfe des Sieverts Apparat durchgeführt und zeigten, dass sich die Be- und Entladekurven von SPD nanokristallisierten und verspannten  $MgH_2$  und ZK60 Proben bereits in den ersten Zyklen deutlich voneinander unterscheiden (Abbildung 17). Während die ZK60 Entladekurven einen unmittelbaren Abfall in der  $H_2$  Konzentration zeigen (Abbildung 17d), ist die Entladecharakteristik in den  $MgH_2$  Proben in sigmoidaler Weise zuerst langsam; erst danach zeigt sie zunehmend das Verhalten der ZK60 Proben (Abbildung 17b). Mit zunehmender Zyklenzahl werden die Unterschiede drastischer: Die Kinetik in den  $MgH_2$  Proben wird zunehmend schlechter und führt bei den höchsten Zyklenzahlen auch zu einer Abnahme der Speicherkapazität von bloß 70% des Ausgangswerts, im Gegensatz zu den ZK60 Beladezyklen, die – wie oben berichtet – immer dieselbe Be-Entladekinetik mit konstant voller Speicherkapazität zeigen.



**Abbildung 17: Be- und Entladekurven MgH<sub>2</sub> und ZK60**

Diese Unterschiede veranlassten uns, die Be- und Entladekurven mathematischen Fits mit dem Kinetik-Modell von Johnson-Mehl-Avrami für Phasenumwandlungen zu unterziehen, mit dem Ziel die Nukleierungs- bzw. Wachstumsprozesse der entsprechenden Hydrid-Phasen (Beladung) bzw. deren Mutterphasen (Entladung) zu analysieren. Es ergab sich, dass die Be- und Entladekurven der SPD prozessierten MgH<sub>2</sub> Proben sowohl von Nukleierungs- als auch Wachstumsprozessen der Hydridphase bzw. Mutterphase gekennzeichnet sind, während die Be- und Entladekurven der SPD prozessierten ZK60 Proben ausschließlich den Ablauf von Nukleierungsprozessen anzeigt. Damit können die mit wachsender Zyklenzahl fortschreitenden Einschränkungen der Speicherkinetik und –kapazität in MgH<sub>2</sub> zwanglos erklärt werden: Diese rühren von der mit dem uneingeschränkten Wachstum der Hydridphase zwingend einhergehende drastischen Verlangsamung der Diffusion des H<sub>2</sub>. In den SPD prozessierten ZK60 Proben bildet sich die neue Phase bei H<sub>2</sub> Be- bzw. Entladung ausschließlich über Nukleationsprozesse, d.h. es kommt zur Bildung von H<sub>2</sub>-Nuklei (Keimen) mit einer gewissen Maximalgröße, die nicht weiter wachsen.

Offensichtlich gibt es in den SPD ZK60 Proben wesentlich mehr dauerhafte (=thermisch stabile) Keimbildungszentren als im MgH<sub>2</sub>. Dies erklärt sich überzeugend aus der – mindestens im Vergleich zu reinem MgH<sub>2</sub> - hohen Zahl der Legierungsatome bzw. Ausscheidungen, an denen die SPD induzierten Gitterdefekte haften und die als eigentliche Keimbildungszentren für die H<sub>2</sub>-Phase agieren, dank der hohen Attraktion von H<sub>2</sub> mit Defekten mit großem freien Atomvolumen. In SPD-MgH<sub>2</sub> werden zwar genauso viele Gitterdefekte induziert, die sind aber aufgrund der fehlenden Legierungsatome bzw. Ausscheidungen allein nicht thermisch stabil, heilen während der folgenden Be- bzw. Entladezyklen großteils aus und stehen für eine derart dichte H<sub>2</sub>-Nukleierung wie in SPD-60 nicht zur Verfügung.

Versuche anderer Gruppen, dass HPT Prozessierung von FeTi die Hochdruck – bzw. Hochtemperatur-Aktivierung ersetzen kann, konnten von uns in keiner Weise reproduziert werden, einzig ließ sich nur das grobkristalline Ausgangsmaterial in Pulverform bis etwa die halbe Beladepazität mit H<sub>2</sub> beladen. Vermied man dabei die Oxidation, gelang die volle Beladbarkeit bei Raumtemperatur ohne Aktivierung (Abbildung 18).

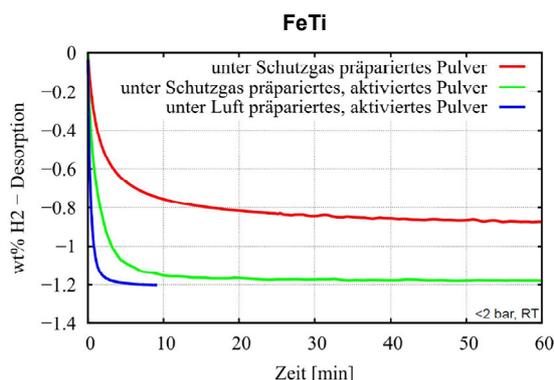


Abbildung 18: Entladungskurven FeTi

In neuesten Experimenten an HPT-prozessierten Proben ergaben sich auch Hinweise, dass man mit thermischer Behandlung (Tempern des HPT-prozessierten massiven Materials bei 450°C und darunter) die volle Speicherkapazität des massiven Materials ohne Aktivierung erreichen kann. Zukünftige Experimente bzw. Untersuchungen müssen klären, ob dies mit der Reduktion des Oberflächenoxids oder mit intrinsischen Veränderungen der SPD induzierten Gitterdefekte zusammenhängt.

### 3.4. Graphen als Diffusionsbarriere für H2

Mit dem in Abbildung 4 beschriebenen Messaufbau erfolgten Graphendichtheitsmessungen mittels Gaschromatographie (GC) anhand von CVD Graphen und Graphenpaste auf verschiedenen Trägerfolien.

Bei den ersten Versuchen mit CVD Graphen auf Kupferfolie konnte bei den GC-Messungen ein H<sub>2</sub> Gehalt von bis zu 5.3 % bei der Verwendung von reiner Cu-Folie nachgewiesen werden, bei den Messungen mit einer Lage Graphen war ein H<sub>2</sub> Gehalt von bis zu 8.4% detektierbar. Die Kontrollprobe zeigte hingegen nur einen Gehalt von 7.9% (Tabelle 1).

Versuch	Probe	Menge MgH <sub>2</sub>	% H <sub>2</sub>
1	Nur Septum	102 mg	7,9
2	Cu-Folie	101 mg	2,9
3	Cu-Folie	101 mg	5,3
4	Cu-Folie 1 Schicht Graphen	100 mg	5,2
5	Cu-Folie 1 Schicht Graphen	100 mg	8,4

Tabelle 1: Ergebnisse 1. Versuchsmessungen Graphen auf Cu-Folie

Versuch	Probe	Menge MgH <sub>2</sub>	% H <sub>2</sub>
1	Nur Septum	100 mg	7,8
2	Pd/Ag-Folie ohne Graphen	100 mg	0,07
3	Pd/AgFolie 2 Schichten Graphen	100 mg	0,55
4	Pd/AgFolie 3 Schichten Graphen	100 mg	0,6

Tabelle 2: Ergebnisse 2. Versuchsmessungen Graphen auf Pd-Folie

Grundsätzlich waren diese Ergebnisse ein Indiz, dass Graphen als H<sub>2</sub> Barriere in Frage komme. Um Messfehler durch die Cu-Folie ausschließen zu können transferierten wir in weiteren Versuchen das Graphen auf Palladium Folie (enorm H<sub>2</sub> permeabel). Bei diesen Versuchen zeigte sich ein anderes Bild.

Bei der Kontrollprobe war ein H<sub>2</sub> Gehalt von 7.8% messbar, in den mit Graphen versehenen Proben (bis zu 3 Lagen Graphen) gerade einmal bis zu 0.6% ( Tabelle 2).

Hier konnte man bereits erahnen, dass es sich bei der vorherigen Messung offenbar um Fehler, verursacht durch die Cu-Folie handelte.

Um ebenso Fehler durch das eventuell bereits oxidierte MgH<sub>2</sub> auszuschließen, erfolgten weitere Messungen mit neu geordnetem MgH<sub>2</sub> Pulver.

Aber auch hier deuten die Ergebnisse darauf hin, dass Graphen nicht als Barriere gegen H<sub>2</sub> geeignet ist. Bei der Kontrollprobe konnte ein H<sub>2</sub> Gehalt von 3.6% gemessen werden, bei den mit Graphen versehenen Proben hingegen höchstens 0.04% (Tabelle 3).

Versuch	Probe	Menge MgH <sub>2</sub>	% H <sub>2</sub>
1	Nur Septum	100 mg	3,6
2	Pd/Ag-Folie ohne Graphen	100 mg	0,02
3	Pd/AgFolie 2 Schichten Graphen	100 mg	0,04
4	Pd/AgFolie 3 Schichten Graphen	100 mg	0

**Tabelle 3: Ergebnisse 3. Versuchsmessungen Graphen auf Pd-Folie mit MgH<sub>2</sub> Pulver**

Versuch	Probe	Menge MgH <sub>2</sub>	% H <sub>2</sub>
1	Nur Septum	100 mg	8,2
2	Nur Septum	100 mg	8,3
3	Pd/Ag-Folie Graphen Paste	100 mg	0,06
4	Pd/Ag-Folie Graphen Paste	100 mg	0,06

**Tabelle 4: Ergebnisse 4. Versuchsmessungen Graphenpaste auf Pd-Folie**

Sehr ähnliche Ergebnisse zeigten auch die Versuche mit Graphenpaste. Hier war bei den Kontrollproben ein H<sub>2</sub> Gehalt von bis zu 8.3% detektierbar, bei den mit der Graphenpaste versehenen Proben hingegen nur bis zu 0.06% ( Tabelle 4).

Anhand dieser Ergebnisse ist davon auszugehen, dass sich weder derzeit herstellbares CVD Graphen, noch Graphenpasten als Barriere für H<sub>2</sub> eignen. Einige in der Literatur recherchierte Veröffentlichungen untermauern unsere Messungen und Schlussfolgerungen ([2]–[5]).

### 3.5. Ökologische Bewertung der Technologien (LCA)

Die LCA wurde in H<sub>2</sub>desorb anhand einer ökologischen Bewertung der Technologien erstellt. Für die Festlegung und das Ziel des Untersuchungsrahmens definierten wir als funktionale Einheit 1 kg gespeicherten Wasserstoff. Des Weiteren wurden 2 verschiedene Gesamtsysteme behandelt. Einerseits das System Solarzelle-Brennstoffzelle-H<sub>2</sub>-Speicher (FRO Anwendung) und andererseits eine Tankstellenanwendung (MSE und OMV). Bei der FRO Anwendung legten wir die Systemgrenzen Erzeugung des Stroms für die Wasserstoffbereitstellung bis zur Wasserstoffnutzung in der Brennstoffzelle fest, mit der Referenz eines 163 bar Druckspeichers. Bei der MSE und OMV Anwendung waren die Systemgrenzen Produktion von Wasserstoff bis zur Wasserstoffspeicherung bei Tankstellenanwendung, mit der Referenz eines 700 bar Druckspeichers.

Daten für die Sachbilanzen der FRO Anwendung kam von einem Modellprojekt und wurden mit den Daten der Speichertechnologie mit ZK60 verglichen.

Bei der Strombereitstellung erfolgte eine Gegenüberstellung zwischen einer 6000 kWh PV Anlage und dem konventionellem Strommix in Österreich, die H<sub>2</sub> Erzeugung erfolgte durch die Fronius Brennstoffzelle. Als Referenz diente ein versenkter H<sub>2</sub> Tank komprimiert auf 163 bar. Bei der Sachbilanz der Tankstellenanwendung wurden 3 Prozesse betrachtet: Zentrale Erdgasreformierung, lokale Elektrolyse und lokale Biomethanreformierung. Hier verglichen wir die zwei Speichertechnologien ZK60 und reines Mg miteinander und der Bedingung von 8000 Ladezyklen.

Die Ergebnisse der Fronius Anwendung ergaben, dass die Stromerzeugung mittels Photovoltaik (PV) einen erheblich geringeren Einfluss im Bereich fossiler Treibstoffe und Klimaveränderung hat als die Strombereitstellung durch den konventionellen Strommix. Generell ist der gesamtökologische Einfluss von PV geringer als jener des Strommixes, auch bei der Betrachtung des Treibhausgaspotentials liegt die Belastung nur bei rund 1/3 verglichen mit dem Strommix. Beim Vergleich der verschiedenen Speichertechnologien war zu erkennen, dass sowohl die H<sub>2</sub> Erzeugung, als auch Speicherung mittels PV das günstigste Umweltspektrum aufweist. Interessant hierbei ist, dass der ökologische Einfluss bei der H<sub>2</sub> Herstellung wesentlich höher ist als jener der H<sub>2</sub> Speicherung. Beim Vergleich der verschiedenen Speichertechnologien war zu erkennen, dass die Druckspeicherung und ZK60 Speicherung ökologisch gleichzusetzen sind.

Im Zuge der LCA für die Tankstellen Anwendung stellte sich heraus, dass die lokale Biogasreformierung einen geringeren ökologischen Einfluss als die beiden anderen Varianten hat. Auch im Bereich des Treibhausgaspotentials liegt der Vorteil bei der lokalen Biogasreformierung. Der Vergleich der Speicherarten zeigte, dass ZK60 reinem Mg vorzuziehen ist. Gesamtökologisch gesehen bietet ZK60 Speicherung hier leichte Vorteile gegenüber reiner Druckspeicherung. Auch in Bezug zum kumulierten Energieaufwand bietet ZK60 Vorteile und hat ökologisch gesehen einen geringeren Einfluss als die Druckspeicherung.

### **3.6. Konzeptentwicklung für Design und Produktion von H<sub>2</sub> Speicher**

Zur Konzepterstellung für das Design von H<sub>2</sub> Speichern wurden ein Zielwertkatalog und Lastenheft eines MgH<sub>2</sub>-Speichers für Automobile Anwendungen definiert. Der Zielwertkatalog stellt die Kennzahlen und technischen Spezifikationswerte den Anforderungen und Zielen zukünftiger (Department of Energy Targets) und konkurrierender H<sub>2</sub>-Speichersysteme/Technologien (Druckspeicherung, kryogene Speicherung, Cryo-Compressed) gegenüber. Die Lastenhefte beinhalten unter anderem die detaillierte Definition von:

- Betriebsmedium (Art, Qualität,...)
- Betriebsbedingungen (Temperaturen, Drücke, Betriebszyklen, Umgebungsfeuchtigkeit, Erschütterungen / Vibration, ...)
- Zielmärkte und deren besondere Anforderungen
- Anforderungen an Materialien (Medienverträglichkeit, Recycling, Stoff-Verbote,...)
- Befüll- / Entnahmeraten
- Energieaufnahme im Betrieb
- Dichtheitsanforderungen
- Erforderliche Sicherheitseinrichtungen

Die Untersuchungen, Simulationen und Berechnungen der Projektpartner zeigten, dass der optimale Betriebsbereich für die Desorption/Absorption im Bereich von 300 – 350°C liegt. Dementsprechend muss der gesamte Speicher für dieses Temperaturniveau ausgelegt werden, aber auch Betriebsdrücke bis 5 bar (Berstdruck > 15 bar) standhalten. Daraus ergibt sich die Forderung, dass der Tank ein temperaturbeständiger Druckspeicher samt thermischer Isolierung sein muss. Mit Hilfe von Literaturrecherchen und Lieferantenanfragen identifizierten wir Materialien, für die aus Gewichtsgründen angestrebte Bauweise in Faserverbundbauweise, die diesen Anforderungen entsprechen. In weiterer Folge wurde die erforderliche Peripherie für thermisches Management (Beheizung, Kühlung), Betankung, Füllsandserfassung und die benötigten Sicherheitseinrichtungen definiert.

Dieses Konzept wurde hinsichtlich Eignung für eine Serienfertigung verfeinert und bewertet. Auf Grund der hohen Temperaturanforderung an den Speicher, können die sonst üblichen Faserverbundmaterialien für Druckspeicher nicht verwendet werden, da deren Dauergebrauchstemperatur < 200 °C beträgt.

Deshalb kommen hierfür nur spezielle Polymere und keramische Verbunde in Frage, welche Carbon oder Glas als Endlos- oder Langfaser eingebettet haben. Als Stützkörper für die lasttragende Struktur bzw. als Gasbarriere und Schnittstelle für Ventile usw. dient ein dünner Liner aus austenitischem Edelstahl mit entsprechender Wasserstoffreinigung.

Das Design des Speichers bzw. die Fertigungsmethode und Reihenfolge muss so gestaltet sein, dass das Speichermedium selbst bzw. die benötigte Peripherie wie Wärmetauscher oder ähnliches in den Speicher eingebracht werden kann. Dies kann vor Aufbringen der Lasttragenden Struktur durch eine Teilung des Innen-Liners (Stützkörper) erfolgen oder nachträglich über eine entsprechend groß ausgeführte Öffnung. Bei Einbringung vor dem Aushärtvorgang der lasttragenden Struktur, müssen die Komponenten und Abdichtungen die vorherrschenden Temperaturen während des Aushärtens unbeschadet überstehen.

Nach der Fertigung des Speichersystems ist dieses einem End-of-Line Test zu unterziehen, hier wird es folgenden Tests unterzogen:

- Festigkeitsprüfung durch Beaufschlagung mit Prüfdruck (1,5-faches des Arbeitsdruckes)
- Dichtheitsprüfung bei max. Arbeitsdruck (Integralprüfung in Vakuumkammer)
- Funktionsprüfung bei min. und max. Arbeitsdruck

## 4. Ergebnisse und Schlussfolgerungen

Die im H<sub>2</sub>desorb Projekt gewonnenen Erkenntnisse, vor allem in den Bereichen der Simulationen von Diffusion und Kinetik anhand von Wasserstoff in Mg-Materialien, Prozessierung und Strukturierung von Mg-Materialien sowie zukünftige H<sub>2</sub> Tanksysteme und –designs, sind für alle Projektpartner wertvoll in Richtung zukünftiger Forschungsarbeiten im Feld der Energiespeicherung.

Durch die im Projekt durchgeführten Simulationen konnte ein besseres quantitatives Verständnis für die thermodynamischen Größen, die die Parameter der Ab- und Desorption beeinflussen, entwickelt werden. Eines der Hauptergebnisse war die Erkenntnis, dass die Dissoziationsrate von H<sub>2</sub> in Korngrenzen (erzeugt durch SPD (Severe Plastic Deformation) am Magnesium) um den Faktor 25 höher ist als jener in unbehandelten Materialien. Die entwickelten Simulationsmethoden werden in Zukunft auch für andere Fragestellungen interessant sein (z.B. TiO<sub>2</sub> Diffusion in neuartigen Batteriesystemen).

Die Detektion von Wasserstoff mittels Auger Elektronen Spektroskopie stellte sich anfänglich als schwierig heraus, konnte aber durch einen indirekten Nachweis über die chemische Verschiebung der Auger-Linien im Spektrum realisiert werden.

Im Bereich der Oberflächenstrukturierung von Mg-Materialien stellte sich heraus, dass nasschemische Ansätze aufgrund ihrer annähernd gleichen vertikalen und horizontalen Ätzraten und merklichen Erhöhung der Oberflächenrauheit nicht für eine Strukturierung im Nano- und Mikrometerbereich geeignet sind. Mit der Methode der direkten Strukturierung konnten Mg-Drähte und MgH<sub>2</sub> Pulver verpresst und strukturiert werden. Vor allem beim MgH<sub>2</sub> Pulver war es möglich strukturierte Plättchen herzustellen und mit diesen einen gestapelten Testaufbau zu konstruieren. Interessant bei dieser Methode war, dass die zum Strukturieren verwendeten NIL-Stempel (Nanoimprint Lithographie) den hydraulischen Pressvorgang nahezu unbeschadet überstanden haben. Dies ist ein wertvoller Aufschluss für künftige NIL Applikationen.

In der Route des Einmischen von MgH<sub>2</sub> Pulver in Imprintmaterialien und Silikonen konnten wir zeigen, dass sich durch Optimierung der einzelnen Prozessschritte sehr gute strukturtreue Proben mit homogen verteiltem MgH<sub>2</sub> Pulver herstellen ließen. Die Erkenntnisse aus dieser Route lieferte aufschlussreiche Informationen für künftige Optimierung und Verwendung von Imprintmaterialien.

Die Versuche der zyklischen Be- und Entladung an gestapelten und strukturierten Mg-Plättchen zeigten jedoch keine merkliche Verbesserung in der Kinetik gegenüber herkömmlichen MgH<sub>2</sub> Pulver. Interessant bei den zyklischen Messungen war jedoch, dass sich Mg-Bulkmaterial (wie z.B. ZK60) nicht mit H<sub>2</sub> beladen ließ, seine zerspannte und SPD prozessierte Form jedoch sehr gut mit H<sub>2</sub> zu beladen war. Gründe hierfür dürften einerseits die Oberflächenvergrößerung durch den Zerspannungsvorgang und andererseits die Verkleinerung der Partikelgröße und somit einer Erzeugung von Korngrenzen sein.

Bei den Versuchen Graphen als Diffusionsbarriere für Wasserstoff in Tanks einzusetzen, stellte sich heraus, dass es mit den derzeitigen Methoden CVD-Graphen und Graphenpasten nicht möglich ist, eine vernünftige Barrierschicht, vor allem hinsichtlich wirtschaftlicher Aspekte, herzustellen. Das größte Problem scheint die defektfreie Herstellung von großflächigen Graphenschichten.

Im Rahmen der LCA (Life Cycle Assessment) untersuchten wir zwei verschiedene Anwendungen, einerseits die Fronius Anwendung mit dem System Solarzelle-Brennstoffzelle-H<sub>2</sub>-Speicher, andererseits eine Tankstellenanwendung (MSE und OMV).

Die Analyse der Fronius Anwendung ergab, dass die Stromerzeugung mittels Photovoltaik ökologisch günstiger ist als die Verwendung des konventionellen Strommixes in Österreich. Interessant war auch die Erkenntnis, dass gesamtökologisch die H<sub>2</sub> Herstellung einen höheren Einfluss hat als die H<sub>2</sub> Speicherung. Im Vergleich der verschiedenen Speichertechnologien kam heraus, dass vom ökologischen Standpunkt her die Druckspeicherung und ZK60 Speicherung gleichzusetzen sind. Die Auswertung der Tankstellen Anwendung ergab, dass gesamtökologisch und in Bezug auf das Treibhausgaspotential die Vorteile bei der Biogasreformierung zu Herstellung von H<sub>2</sub> liegen. Im Vergleich der Speichertechnologien ist ZK60 reinem Mg vorzuziehen und bietet auch gesamtökologisch und hinsichtlich kumulierten Energieaufwand betrachtet leichte Vorteile gegenüber der Druckspeicherung.

Beim Einsatz von Mg-Speichern im automotiven Einsatz spielt vor allem das hohe Temperaturniveau für die Be- und Entladung eine große Rolle. Daraus resultierende Schwierigkeiten wie etwa das Halten des Temperaturniveaus für schnelles Startverhalten, Zeit zum Hochfahren/Erwärmen des Systems und die hohen Anforderungen an das Material sind dabei besonders zu berücksichtigen.

Die derzeitigen Anforderungen für den automotiven Bereich sind gegenwertig nur unzureichend erfüllt, für stationäre Anwendungen sind die Nachteile der Speichermethode aber nicht zwingend ein K.O.-Kriterium.

Bei den Anwendungsgebieten im stationären Bereich spielen Kennzahlen wie Betankungsdauer und gravimetrische Speicherdichte eine untergeordnete Rolle, hier sind eher Speicherverluste (durch Entladung) von Relevanz. Basierend auf den Vorgaben und Zielwerten des Departments of Energy (DOE) macht es durchaus Sinn, weiterführende materialtechnologische Untersuchungen breiter anzulegen, um daraus Speichermaterialien zu entwickeln und für den jeweiligen Einsatzzweck zu optimieren. Im intralogistischen Bereich hätten Feststoffspeicher einige Vorzüge, bei stationären Speichern steht diese in starker Konkurrenz zur Druckspeicherung. Da man eine stationäre Anlage aber als Gesamtsystem betrachten muss, sollte man hier die Möglichkeit einer Feststoffspeicherung im Auge behalten. Darüber hinaus sollten bei solchen Systemen in weiterer Folge auch rechtliche und sicherheitstechnische Vorgaben geprüft werden.

## 5. Ausblick und Empfehlungen

Wasserstoff ist potentiell sicherlich ein Energieträger für zukünftige Anwendungen im Bereich mittel bis langfristigen Speicherung von Energie. Im Projekt H2desorb zeigte sich jedoch, dass im Feld der chemischen Speicherung mit Magnesium Materialien vor allem die mikroskopischen Prozesse, theoretisch und physikalisch, noch besser Verstanden werden müssen. Hier stellen sich in erster Linie die Fragen, wie sehr die Be- und Entladekinetik mittels SPD Prozessierung noch gesteigert werden können und in welcher Weise hier vorstrukturierte Materialien einen Beitrag leisten können. Zusätzlich öffnete man Türen für weiterführende Forschungen in der Herstellung von Hybridmaterialien durch das Einmengen von Mg Materialien in Imprintpolymere und Silikone, als Schutz vor Oxidation bei gleichzeitiger Strukturierungsmöglichkeit. Ein interessantes Gebiet ist hier die Verwendung von alternativen zukunftssträchtigen Speichermaterialien (wie etwa FeTi), deren Be- und Entladekinetik bereits bei Temperaturen unter 300°C effektiv ablaufen. Durch die Erniedrigung der Temperatur würde sich wahrscheinlich ein breiteres Spektrum an verwendbaren Matrixmaterialien eröffnen.

Im Bereich der Verwendung von Graphen als Diffusionsbarriere ist die Herstellung von defektfreien großflächigen Schichten mit den derzeit möglichen Methoden nicht zu bewerkstelligen. Durch die Optimierung der Herstellungsprozesse bzw. der Transfer- und Auftragmethoden in Verbindung mit der Senkung der Be- und Entladetemperatur könnten aber auch hier Verbesserungen erzielt werden.

Im automotiven Bereich besteht auch Interesse an einer weiteren Erforschung von Speichermaterialien deren Kinetik bereits bei tieferen Temperaturen als 300°C effektiv abläuft. Hier wird die Feststoffspeicherung von Wasserstoff weiterhin in Betracht gezogen, um die Nachteile von Hochdruck- oder Kryospeicherung zu eliminieren. Das Speichermaterial sollte vor allem eine gute volumetrische und gravimetrische Speicherdichte aufweisen, bei einem Temperaturniveau für die De- und Adsorption im Bereich von 80 – 120 °C mit entsprechender Kinetik.

Generell muss bei weiterführenden Forschungstätigkeiten der Fokus vor allem auf die Lebensdauer und Zyklenfestigkeit eines Feststoffspeichers gelegt werden. Eine Verbesserung dieser Punkte wäre auch in Hinblick auf eine zukünftige Serienproduktion wünschenswert.

Auch das Thema der Speicherverluste darf nicht vernachlässigt werden, da gerade die H<sub>2</sub> Speicherung gegenüber elektrischer Speicherung über Akkus den Vorteil einer langfristigen Speicherung bieten sollte. Bezüglich Wirkungsgrad ist die Feststoffspeicherung immer als Teil eines Gesamtsystems zu betrachten, d.h. Ab- und Desorptionstemperatur müssen immer in Relation mit der Brennstoffzelle gesehen werden.

Zwar sind sicherheitsrelevante Aspekte, z.B. eventuelle Gefährdung von Personen und Umwelt bei Defekten bzw. Eintreten von Unfällen, zur Zeit noch ein Randthema, sollte aber bei zukünftigen Forschungs- und Entwicklungsarbeiten auch miteinbezogen werden.

Vor allem im Feld der mittel- bis langfristigen Energiespeicherung in unseren Breiten wird die Wasserstoffspeicherung eine sehr interessante Methode darstellen. Jedoch muss noch ein intensiver Forschungsaufwand in der Entwicklung von „verlustfreien“ Speichern und deren Einsatz im Bereich von privaten Ein- und Mehrfamilienhäusern vorangetrieben werden, für eine effiziente Energiespeicherung im Sommer und deren Abgabe und Nutzung im Winter.

## 6. Literaturverzeichnis

- [1] M. Panholzer, M. Obermayer, I. Bergmair, and K. Hingerl, 'Catalytic effects of magnesium grain boundaries on H<sub>2</sub> dissociation', *Int. J. Hydrog. Energy*, vol. 40, no. 16, pp. 5683–5688, May 2015.
- [2] M. Miao, M. B. Nardelli, Q. Wang, and Y. Liu, 'First principles study of the permeability of graphene to hydrogen atoms', *Phys. Chem. Chem. Phys.*, vol. 15, no. 38, p. 16132, 2013.
- [3] T.-H. Nam, J.-H. Lee, S.-R. Choi, J.-B. Yoo, and J.-G. Kim, 'Graphene coating as a protective barrier against hydrogen embrittlement', *Int. J. Hydrog. Energy*, vol. 39, no. 22, pp. 11810–11817, Jul. 2014.
- [4] Z. Ao and S. Li, 'Hydrogenation of graphene and hydrogen diffusion behavior on graphene/graphene interface', *Graphene Simul.*, p. 53, 2011.
- [5] D. H. Chung, H. Guk, D. Kim, S. S. Han, N. Park, K. Choi, and S.-H. Choi, 'The effect of the stacking fault on the diffusion of chemisorbed hydrogen atoms inside few-layered graphene', *RSC Adv.*, vol. 4, no. 18, p. 9223, 2014.

### 6.1. Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: SPD Verfahren zur Herstellung von nanostrukturierten Mg-Pellets .....	9
Abbildung 2: Schematische Darstellung Nanoimprint Lithographie .....	9
Abbildung 3: Aufbau Sieverts Apparat .....	10
Abbildung 4: Schematischer Aufbau Graphendichtheitsmessungen .....	11
Abbildung 5: FE Simulationen für optimalen Öffnungswinkel H <sub>2</sub> Be- und Entladung .....	12
Abbildung 6: Simulierte Korngrenzen und Diffusionspfade .....	13
Abbildung 7: Dissoziationsbarriere für H <sub>2</sub> in der Korngrenze .....	13
Abbildung 8: Zeitliche Entwicklung des AES Spektrums von, mit Stickstoff gekühlten, MgH <sub>2</sub> .....	14
Abbildung 9: XPS Scan des Magnesium 2p Peak .....	14
Abbildung 10: Profilometermessungen direkt strukturierter Mg-Draht und MgH <sub>2</sub> -Pulver .....	15
Abbildung 11: Optimierte Strukturen der direkten Strukturierung .....	15
Abbildung 12: MgH <sub>2</sub> Pulver in Ormostamp.....	15
Abbildung 13: Mikroskopieaufnahmen strukturiertes MgH <sub>2</sub> in Ormostamp.....	16
Abbildung 14: a) Profilometerdaten MgH <sub>2</sub> in QSIL; b) Profilaufnahme MgH <sub>2</sub> in QSIL mit 26% MgH <sub>2</sub> .....	16
Abbildung 15: Gestapelte MgH <sub>2</sub> Plättchen ohne Cu-Folie als Trägerschicht .....	17
Abbildung 16: Be- und Entladekurven MgH <sub>2</sub> .....	17
Abbildung 17: Be- und Entladekurven MgH <sub>2</sub> und ZK60.....	19
Abbildung 18: Entladungskurven FeTi .....	20

### 6.2. Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Ergebnisse 1. Versuchsmessungen .....	20
Tabelle 2: Ergebnisse 2. Versuchsmessungen.....	20
Tabelle 3: Ergebnisse 3. Versuchsmessungen .....	21
Tabelle 4: Ergebnisse 4. Versuchsmessungen.....	21

## **7. Kontaktdaten**

Projektleiter:

Dr. Jürgen Danzberger

Unternehmen:

Profactor GmbH

Im Stadtgut A2, 4407 Steyr-Gleink, Tel.: +43 (0) 7252 885-429, Fax: +43 (0) 7252 885-101

[www.Profactor.at](http://www.Profactor.at)

Projektpartner:

Zentrum für Oberflächen- und Nanoanalytik (ZONA) an der Johannes Kepler Universität Linz (JKU)

Universität Wien – Forschungsgruppen ‚Physik Nanostrukturierter Materialien‘ und ‚Physik Funktioneller Materialien

MAGNA STEYR Engineering AG & Co KG

Fronius International GmbH

OMV Refining & Marketing GmbH

## IMPRESSUM

### **Verfasser**

Projektleiter: Jürgen Danzberger  
Profactor GmbH  
Im Stadtgut A2, 4407 Steyr-Gleink  
Tel.: +43 (0) 7252 885-429  
Fax: +43 (0) 7252 885-101  
Web: [www.Profactor.at](http://www.Profactor.at)

### **Projektpartner**

Zentrum für Oberflächen- und Nanoanalytik  
(ZONA) an der Johannes Kepler  
Universität Linz (JKU)

Universität Wien – Forschungsgruppen  
Physik Nanostrukturierter Materialien<sup>1</sup>  
und Physik Funktioneller Materialien

MAGNA STEYR Engineering AG & Co KG

Fronius International GmbH

OMV Refining & Marketing GmbH

### **AutorInnen**

Jürgen Danzberger (Profactor)  
Kurt Hingerl (Johannes Kepler Universität)  
Michael Zehetbauer (Universität Wien)  
Alexander Schärfl (MSE)  
Christian Krell (FRO)  
Wolfgang Hofer (OMV)

### **Eigentümer, Herausgeber und Medieninhaber**

Klima- und Energiefonds  
Gumpendorfer Straße 5/22  
1060 Wien  
E-Mail: [office@klimafonds.gv.at](mailto:office@klimafonds.gv.at)  
Web: [www.klimafonds.gv.at](http://www.klimafonds.gv.at)

### **Disclaimer**

Die Autoren tragen die alleinige  
Verantwortung für den Inhalt dieses  
Berichts. Er spiegelt nicht notwendigerweise  
die Meinung des Klima- und Energiefonds  
wider.

Weder der Klima- und Energiefonds noch  
die Forschungsförderungsgesellschaft  
(FFG) sind für die Weiternutzung der hier  
enthaltenen Informationen verantwortlich.

### **Gestaltung des Deckblattes**

ZS communication + art GmbH