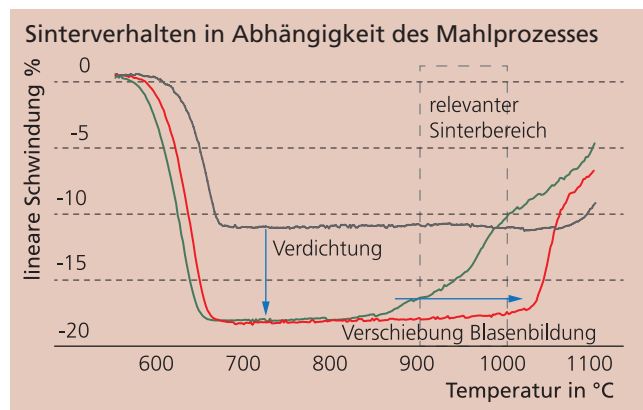


ENERGIE

## OPTIMIERUNG NATRIUMIONENLEITENDER GLASKERAMIKEN FÜR FESTELEKTROLYTE

Dr. Jochen Schilm, Dr. Axel Rost, Dipl.-Ing. Dörte Wagner, Dr. Katja Wätzig, Dr. Marco Fritsch

Die Sinterung Natriumionen leitender Festelektrolyte (z. B. NASICON,  $\text{Na-}\beta\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) ist aufgrund hoher Sintertemperaturen (z. T.  $> 1600\text{ }^\circ\text{C}$ ) und der Abdampfung von Natrium bzw. der Ausbildung mehrphasiger Gefüge mit großen Herausforderungen verbunden. Glaskeramiken im System  $\text{Na}_2\text{O-Y}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$  stellen eine Alternative dar, die Sinterprozesse unterhalb  $1000\text{ }^\circ\text{C}$  mit vergleichbaren Leitfähigkeiten ermöglichen. Ziel ist die Entwicklung von dichten, monolithischen Membranen mit Schichtdicken unter  $200\text{ }\mu\text{m}$  über das Foliengießen in Verbindung mit druckloser Sinterung an Luft. Basis dieser Arbeiten sind Ergebnisse zur Entwicklung sinteraktiver, glasiger Ausgangsmaterialien, mit denen nach der Sinterung Na-Ionenleitfähigkeiten vergleichbar zu  $\text{Na-}\beta\text{-Al}_2\text{O}_3$  und NASICON erzielt werden können. Hieran schließen sich Aktivitäten zur Optimierung des Sinterprozesses an, um mit Sicht auf das Foliengießen eine geeignete Prozessführung ermöglichen zu können. Eine Schwierigkeit bei der Gefügeausbildung dieser Werkstoffe stellt die Bildung poröser Strukturen durch Ausgasung gasförmiger Spezies ( $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CO}_2$ ) in der hochviskosen Glasschmelze oberhalb von  $800\text{ }^\circ\text{C}$  dar (Diagramm). Hierdurch wird die Ausbildung der gewünschten leitfähigen Kristallphase vom Typ  $\text{Na}_5\text{YSi}_4\text{O}_{12}$  im Gegensatz zu den weniger leitfähigen Phasen  $\text{Na}_3\text{YSi}_3\text{O}_9$  und  $\text{Na}_9\text{YSi}_6\text{O}_{18}$  unter Erhalt eines dichten Gefüges verhindert. Durch eine optimierte Aufbereitung der synthetisierten Ausgangsmaterialien in Form einer Kombination aus Mahlverfahren und Vorkristallisation konnte dieses Phänomen in einen unkritischen Temperaturbereich verschoben werden. Die mittlere Partikelgröße geeigneter Pulver konnte zudem auf unter  $2\text{ }\mu\text{m}$  reduziert werden, was als eine Voraussetzung für Substrate mit Dicken von  $< 100\text{ }\mu\text{m}$  angesehen wird (Bild 1). So können glaskeramische Gefüge mit Ionenleitfähigkeiten bis zu  $1,4 \cdot 10^{-3}\text{ S cm}^{-1}$  bei  $25\text{ }^\circ\text{C}$  und einer Steigerung der



Sinterdichte von 85–90 % auf 97 % der theoretischen Dichte realisiert werden (Bild 2). Die Verarbeitung der Pulver zu planaren Substraten erfolgt über das Foliengießen nach dem Doctor-Blade-Verfahren. Durch geeignete Sinterunterlagen und angepasste Sinterbedingungen können Anhaftungen des Glases verhindert und freistehende Folien mit einer Dicke von  $90\text{ }\mu\text{m}$  mit höchster Dichte erreicht werden. Die maximal realisierbare Kantenlänge beträgt derzeit  $50\text{ mm}$ .

### Leistungs- und Kooperationsangebot

- Materialentwicklung/Optimierung leitfähiger Glaskeramiken
- Formgebungs- und Sinterverfahren für Festkörperelektrolyte
- Werkstoffwissenschaftliche und elektrochemische Material- und Komponentencharakterisierung
- Untersuchungen auf Zellebene

1 Querschliff.

2 Natriumionen leitfähige glaskeramische Substrate.