

Bringen Sie Bewegung in die moderne Batterieforschung

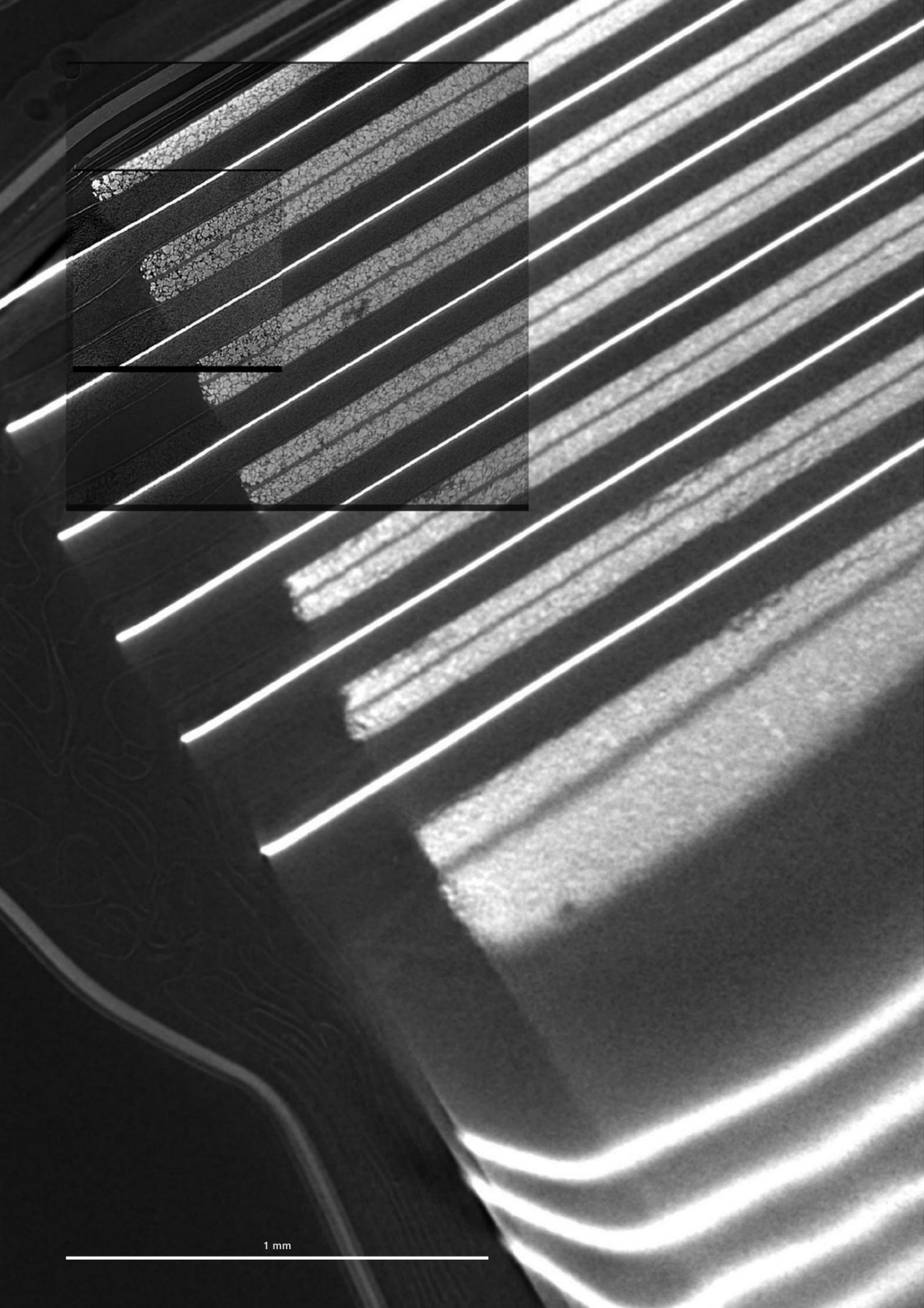


**ZEISS Mikroskopielösungen für neue Wege
in der Batterieforschung**



zeiss.com/energy-materials

Seeing beyond



Inhalt

Einführung	4
Materialien Synthese und Bewertung	6
Elektroden Struktur	8
Elektroden Degradation	10
Zellen Baugruppe und Degradation	12
Anwendungsbeispiel 4D-Studie einer Siliziumanode mittels Röntgenmikroskopie – Volumetrische Veränderungen in einer Knopfzelle	13
Korrelative Workflows Das Überbrücken von Längenskalen führt zu neuen Erkenntnissen	14
Mikroskopielösungen Maßgeschneidert für Ihren Erfolg	16

Einführung

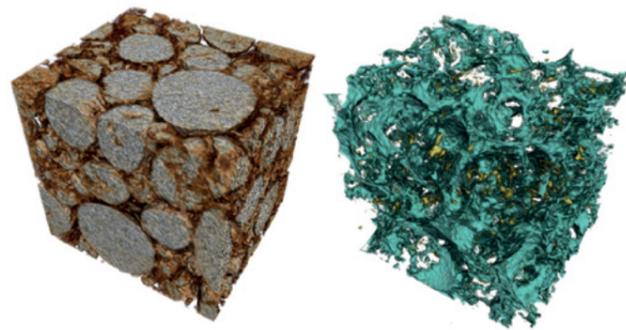
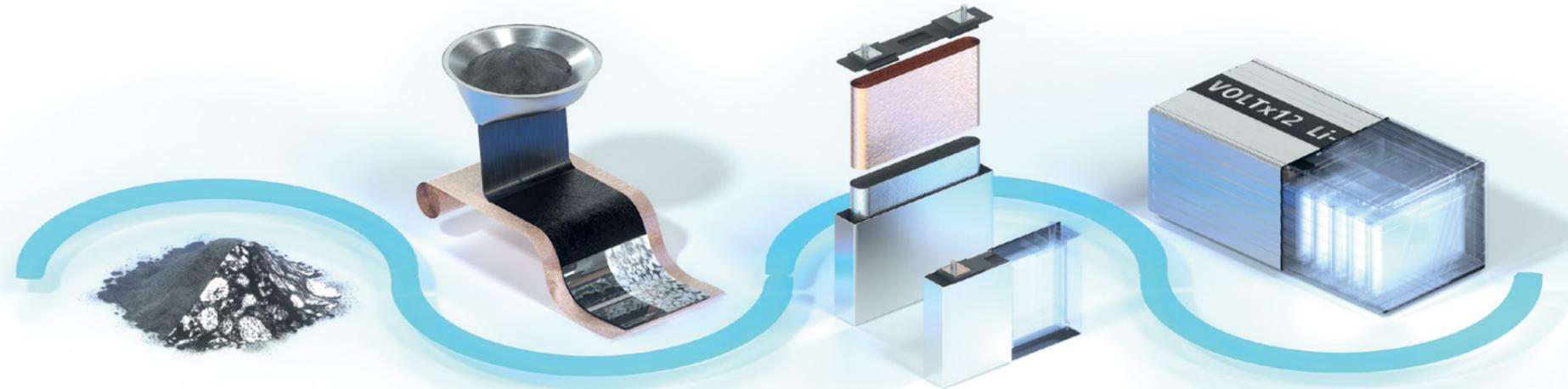


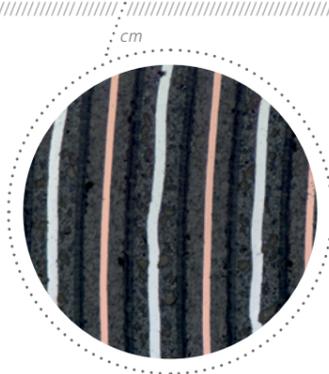
Abbildung 1: Röntgenmikroskopische 3D-Bilder im Nanobereich von Kathodenpartikeln einer kommerziellen Lithium-Ionen-Batterie (links) und dem Porennetzwerk, das die Partikel umgibt (rechts).

Während die Auswirkungen des Klimawandels zunehmend offensichtlicher und dramatischer werden, stehen Forscher vor neuen Herausforderungen, um Materialien und Geräte für eine saubere, kohlenstofffreie Energieproduktion und -speicherung zu entwickeln. Batterien spielen in diesem Zusammenhang eine bedeutende Rolle, denn sie gestalten die Transportwelt von morgen und haben das Potenzial, das Energiesystem zu revolutionieren, wenn sie zusammen mit sauberen und erneuerbaren Energiequellen verwendet werden. Das volle Potenzial dieser Technologie lässt sich jedoch nur erschließen, wenn es gelingt, die Leistungsfähigkeit von Batterien deutlich zu verbessern.

Die Leistung einer Batterie ist untrennbar mit Mikrostrukturen verbunden, die sich über viele Größenordnungen der Längenskala hinweg erstrecken. Forscher benötigen jedoch nicht nur umfassende Kenntnisse der Mikrostrukturen selbst, sondern auch der Veränderung der Mikrostrukturen in alternden Geräten und deren Verhalten im Betrieb. Da Batterien nicht unter Umgebungsbedingungen betrieben werden, spielen *In-situ*-Messungen der Mikrostrukturen eine wichtige Rolle bei der Beantwortung dieser Fragen. Lesen Sie weiter, um zu erfahren, wie Mikroskopielösungen von ZEISS Innovationen in der Batterieforschung und -entwicklung beschleunigen können.

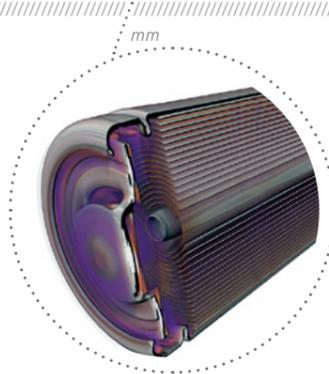
Geometrische Architektur

Auflösung



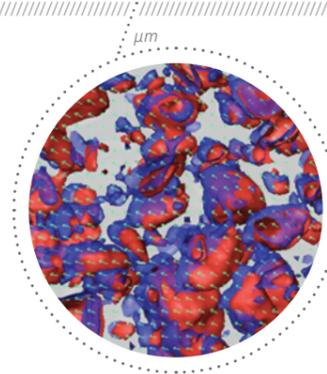
Makroskopische Untersuchung der Baugruppe

mm



Quantifizierung von Partikeln, Porengrößen, Tortuosität

μm



Chemische Zusammensetzung, Reaktivität

nm

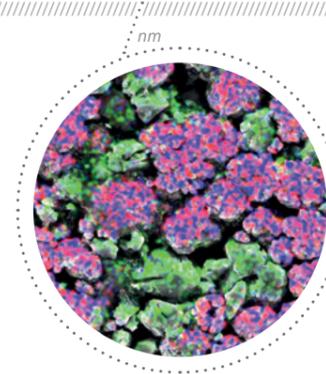
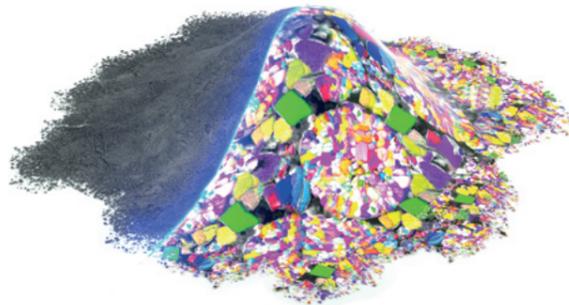


Abbildung 2: Charakterisierung relevanter Merkmale von Batterien oder ihren Komponenten über Längenskalen vom Zentimeter- bis zum Nanometerbereich mit unterschiedlichen Bildgebungs- und Analysetechniken. Von links nach rechts: Optisches Schlißbild eines polierten Querschnitts einer Batterie, röntgenmikroskopisches Bild einer intakten Batteriezelle, röntgenmikroskopisches Bild von Kathodenpartikeln einer Batterie und rasterelektronenmikroskopisches Bild mit Überlagerung einer energiedispersiven Spektroskopie-Aufnahme von Partikeln eines Kathoden-Komposits einer Batterie.

Materialien

Synthese und Bewertung



Um die Grenzen der Leistungsfähigkeit von Batterien neu zu definieren, entwickeln Wissenschaftler neue Materialien mit verbesserten Eigenschaften. Neue Materialien können beispielsweise mehr Lithium speichern, bieten eine höhere Zyklusstabilität, nutzen kostengünstigere oder in höheren Mengen verfügbare Rohstoffe oder ebnen den Weg für die Entwicklung ganz neuer Batteriearchitekturen – sie bilden die Grundlage für aktuelle und zukünftige Fortschritte bei der Entwicklung moderner, leistungsstarker Batterien. Um Entwicklungszyklen zu beschleunigen, müssen die Mikrostrukturen dieser neuen Materialien und ihre Rolle bei der Batterieleistung verstanden werden.

Ein genaues Verständnis hilft Wissenschaftlern, neue, intelligent gestaltete Materialien mit gezielt verbesserten Eigenschaften zu entwickeln und Innovationen zu beschleunigen. Moderne Mikroskopiemethoden tragen zum Verständnis der neuen Materialien bei, denn sie können wichtige Strukturen im Mikro- und Nanobereich sichtbar machen, und liefern schnelles Feedback, das Forscher bei der Entwicklung und Synthese neuerartiger Batteriematerialien unterstützt. Licht-, Elektronen- und Ionenmikroskope ermöglichen die Auflösung, den Kontrast und die analytischen Modalitäten, die erforderlich sind, um Einblicke in diesen wichtigen Bereich zu ermöglichen.

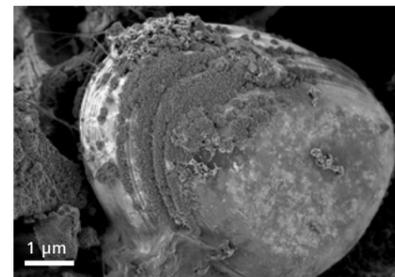
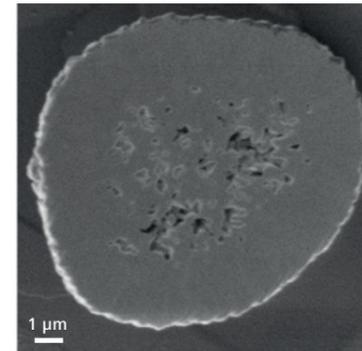
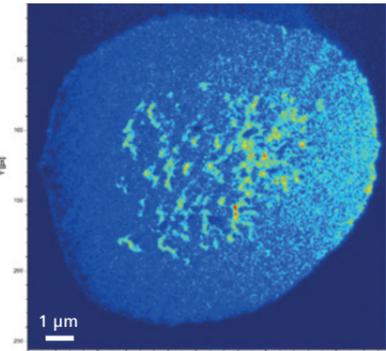


Abbildung 3: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme eines Kathodenpartikels einer LiCoO_2 -Batterie mit Oberflächenmorphologie, Polymerbinde- und leitfähigen Additiven. Aufgenommen bei extremer Niederspannung (600 V) mit GeminiSEM und Inlens-Sekundärelektronendetektor. Auf dem Partikel ist eine weiße Aluminiumoxidschicht sichtbar; Aluminiumoxid kann zur Steigerung der Oberflächenhärte der Kathode angewendet werden, um Rissbildung zu reduzieren und den Alterungsprozess zu verlangsamen.

Sekundärelektronen-Aufnahme



m/Q = 6 ($^6\text{Li}^+$)



m/Q = 7 ($^7\text{Li}^+$)

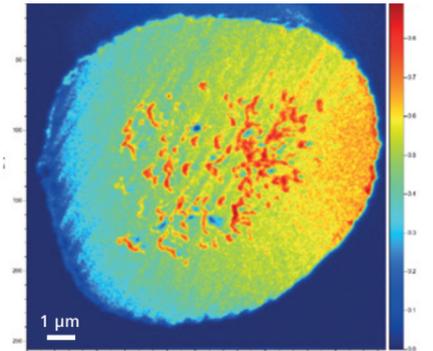


Abbildung 5: Flugzeit-Sekundären-Ionen-Massenspektrometrie (ToF-SIMS) der Lithiumisotopverteilung in einem Lithium-Nickel-Cobalt-Mangan(NMC)-Kathodenpartikel unter Verwendung eines Crossbeam FIB-SEM-Systems. ToF-SIMS kann nicht nur Lithium in all seinen Zuständen in Batteriematerialien sichtbar machen, sondern auch die verschiedenen atomaren Isotope des Elements unterscheiden, sodass Forscher mögliche Isotopeneffekte des Lithiumtransports in Batteriematerialien überwachen können.

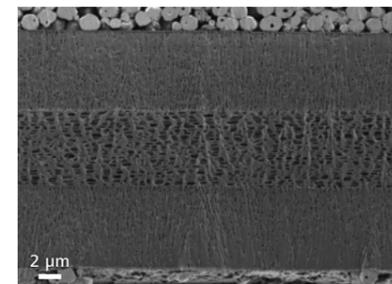


Abbildung 6: Querschnitt einer unbeschichteten Polymer-Separatormembran einer Lithium-Ionen-Batterie, aufgenommen bei 500 V mit GeminiSEM und Inlens-SE-Detektor. Die Probe wurde durch Anfertigung eines Querschliffs mittels Argon-Ionen unter kryogenen Bedingungen poliert, um die Morphologie der Separatormembran vor der Bildgebung zu erhalten. Empfindliche Materialien, wie diese Separatormembran, müssen mittels Niederspannungsbildgebung abgebildet werden, um eine Beschädigung des komplexen Gefüges zu verhindern.

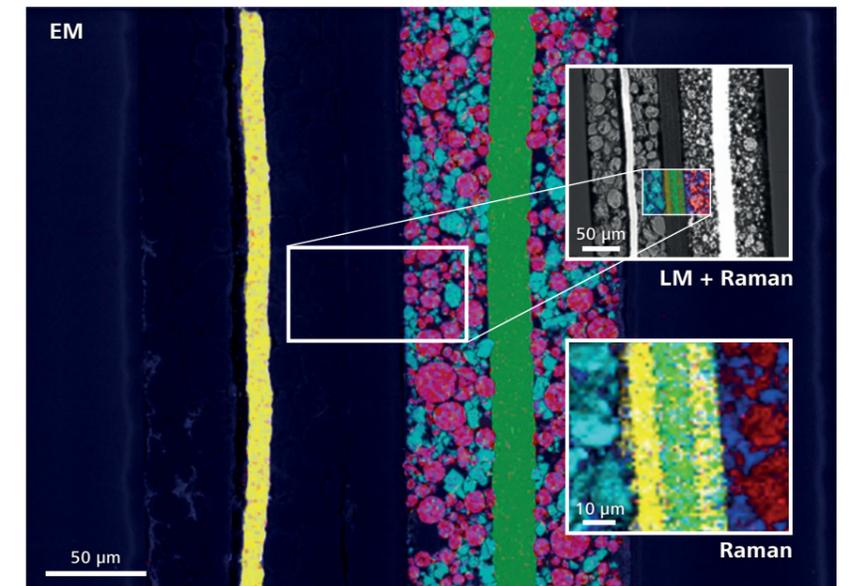


Abbildung 7: SEM-Bild mit EDX-Mapping eines Querschnitts einer Lithium-Ionen-Batterie; die Farben entsprechen Kupfer (gelb), Aluminium (grün), NMC (rosa) und LMO (hellblau). Der obere Ausschnitt zeigt ein lichtmikroskopisches Bild derselben Region mit einer Raman-Überlagerung in der hervorgehobenen Region. Der untere Ausschnitt zeigt das Raman-Mapping im Detail mit 2 verschiedenen Polymeren (Polypropylen (PP) und Polyethylen (PE)) in der Separatormembran (gelb und grün), Anoden-Graphitpartikel (hellblau), Kathodenpartikel (rot) und Kohlenstoffbinder (dunkelblau).

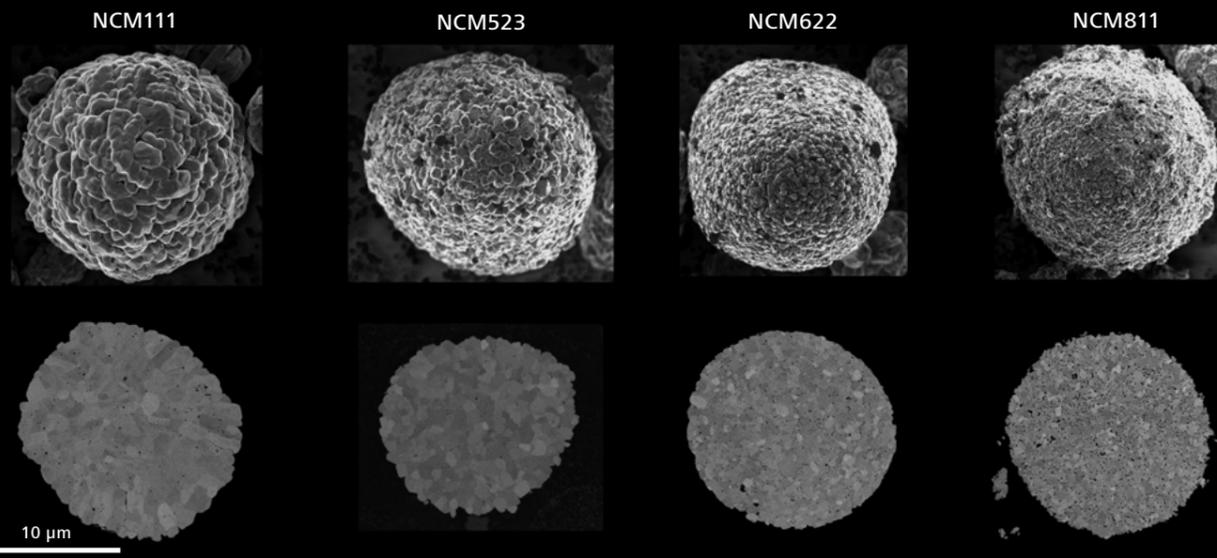


Abbildung 4: Lithium-Nickel-Cobalt-Mangan(NCM)-Kathodenpartikel in unterschiedlichen Verhältnissen (111, 523, 622, 811) Ni:Co:Mn – nickelhaltige Stoffe sind kostengünstiger, aber weitaus schwieriger in hochwertiger Qualität in großem Umfang herzustellen. Exzellenter Korn-/Kristallorientierungskontrast mit EsB-Detektor des GeminiSEM.

Elektroden Struktur

Batterien sind komplexe funktionale Komposite. Um zu verstehen, wie die Leistung einer Zelle ausfällt, muss man zunächst wissen, wie die einzelnen Materialien innerhalb der Elektrodenmikrostruktur mit der Ionenbewegung und dem Zellzyklus zusammenhängen.

Unterschiedliche Formulierungsprozesse für die Elektroden können sich auf die Mikrostruktur und somit auf die Leistungsfähigkeit der Zellen auswirken. Werden vorhandene Materialien durch neue Materialien ersetzt, kann sich das allgemeine Elektrodengefüge grundlegend verändern, was sich wiederum auf die Ladungs- und Entladungseigenschaften auswirkt.

Die FE-SEM- und FIB-SEM-Geräte von ZEISS bieten die erforderliche Auflösung und den Kontrast, um Mikrostrukturen auf Elektrodenoberfläche schnell und zuverlässig zu charakterisieren.

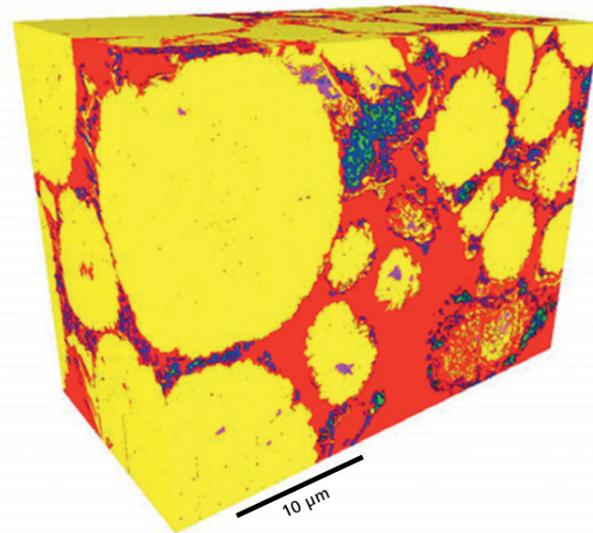


Abbildung 8: 3D-Rendering eines segmentierten FIB-SEM-Tomographiedatensatzes Kathode einer NMC-Batterie. Die Farben im abgebildeten Volumen entsprechen folgenden Merkmalen: Gelb – NMC-Partikel; Magenta – innere Poren und Risse in den NMC-Partikeln; Blau – Kohlenstoffbinder; Grün – Poren im Inneren des Kohlenstoffbinders; Rot – Massenporosität in der Elektrode. Daten erfasst mit Crossbeam FIB-SEM unter Verwendung von Atlas 3D.

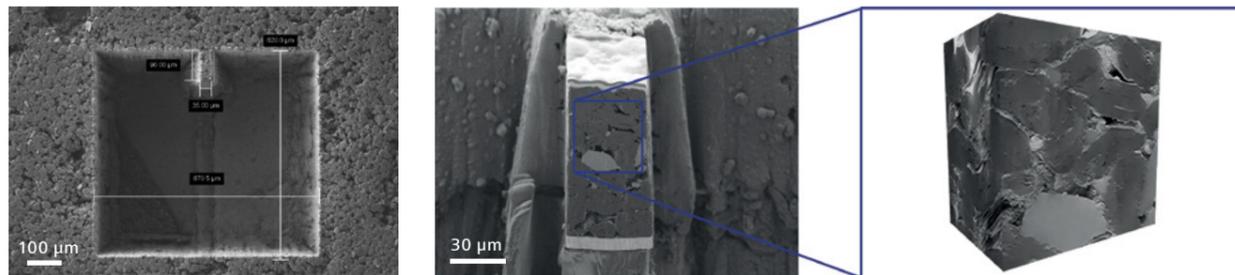


Abbildung 9: (Links) Mittels Laserfräsen angefertigter Spalt und Materialvorsprung zur Vorbereitung der Durchführung einer FIB-SEM-Tomographie des Graphit/Silikon-Komposits der Anode. Der Spalt hat eine Seitenlänge von über 600 µm, ist ca. 100 µm tief und wurde mittels Laserfräsen mit einer Gesamtdauer von 54 Sekunden angefertigt. (Mitte) Großaufnahme des SEM-Bilds des Materials nach FIB-Fräsen zur Vorbereitung der tomographischen Bildaufnahme. (Rechts) 3D-Rendering des finalen FIB-SEM-Tomographievolumens. Probe hergestellt und aufgenommen mit Crossbeam laser.

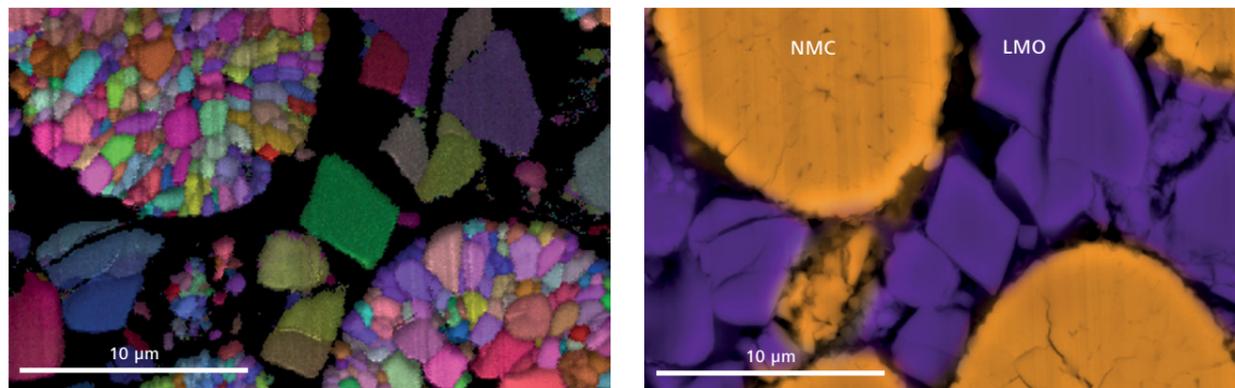


Abbildung 10: (Links) EBSD-Map eines NMC/LMO-Kathoden-Komposits nach Clean-up von Pseudosymmetrien und zusätzlichem Clean-up durch Kornvergrößerungsroutine; zeigt die kristallographische Orientierung der Körner und Subkörner für jeden Partikeltyp. (Rechts) EDS-Phasen-Map der beiden unterschiedlichen Phasen mit deutlicher Unterscheidung zwischen NMC- und LMO-Partikeln.

In der Entwicklung von Batterien und Materialien ist die computergestützte Materialmodellierung eine zunehmend wichtigere Methode, um Entwicklungszyklen zu beschleunigen. Mit dieser Methode können Architekturen und Materialien von Batterien anhand eines „digitalen Zwillings“ verändert, entworfen und getestet werden – so lassen sich große Parameterbereiche erforschen, die experimentell nicht realisierbar wären. Viele wesentliche strukturelle Merkmale wie die Porosität können nur in 3D vollständig analysiert werden.

ZEISS FIB-SEM-Geräte mit Atlas 3D oder ZEISS Xradia Röntgenmikroskope sind Beispiele für Lösungen, die eine echte und präzise 3D-Darstellung ermöglichen. Sie erzeugen 3D-Bilder aus isotropen Voxeln, die für eine zuverlässige Messung der Eigenschaften wie Tortuosität, Porengrößenverteilung und Porenkonnektivität über eine Vielzahl verschiedener Längenskalen hinweg erforderlich sind, und liefern Input für eine fortschrittliche Transport- und Diffusionsmodellierung.

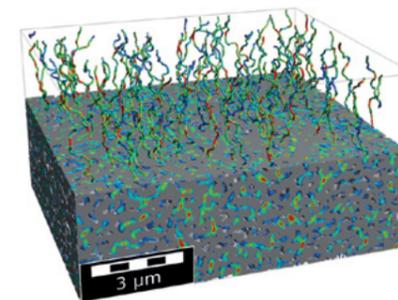


Abbildung 12: 3D-Röntgen-Nanotomographie-Bildgebung und digitale Materialsimulation für das Mapping des Diffusionsverhaltens in einer Kathode einer NMC-Lithium-Ionen-Batterie (rechts) und einer Polymer-Separatormembran (oben). Aufgenommen mit Röntgenmikroskop Xradia 810 Ultra im Nanobereich. Datenanalyse mit Batterieanalysemodell der Software GeoDict von Math2Market GmbH.

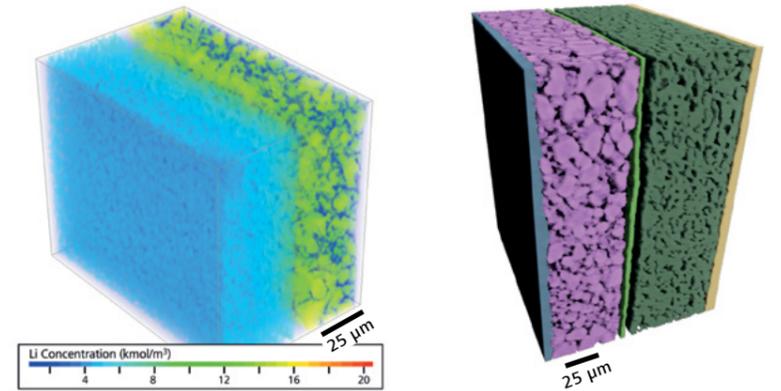
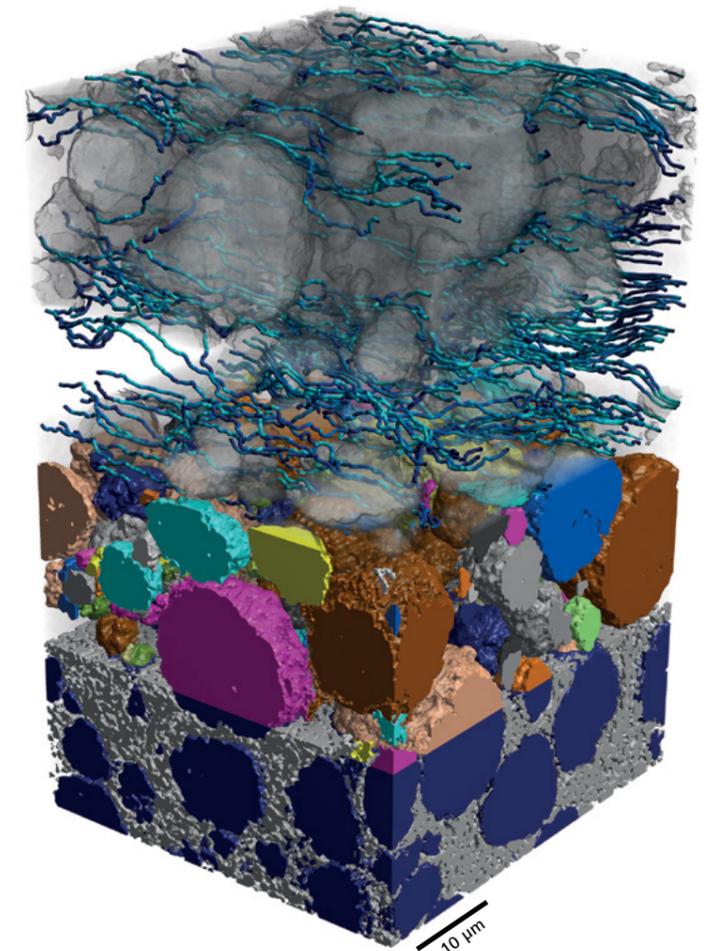


Abbildung 11: Für die Modellierung von Ladungs- und Transportphänomenen in Batterien und Batteriematerialien werden präzise Gefügedatensätze als Input für die Modellierungssoftware benötigt. 3D-Mikroskopielösungen wie FIB-SEM-Tomographie und Röntgenmikroskopie können präzise, hochauflösende 3D-Bilder von Batteriematerialien für Modellierungspakete liefern. (Rechts) Segmentierte Phasen eines Röntgenmikroskopie-Scans einer intakten, kommerziellen Pouchzelle. Blau – Kathoden-Stromableiterfolie; Magenta – Kathodenkomposit; Hellgrün – Polymer-Separatormembran; Dunkelgrün – Graphit-Anodenkomposit; Hellbraun – Anoden-Stromableiterfolie. Aufgenommen mit Xradia 620 Versa. (Links) Simulierte Lithiumkonzentrationen gemäß Batterieanalysemodul von GeoDict (Math2Market GmbH) in einer Batteriezelle unter Verwendung der segmentierten XRM-Daten als geometrischen Input.



Elektroden Degradation

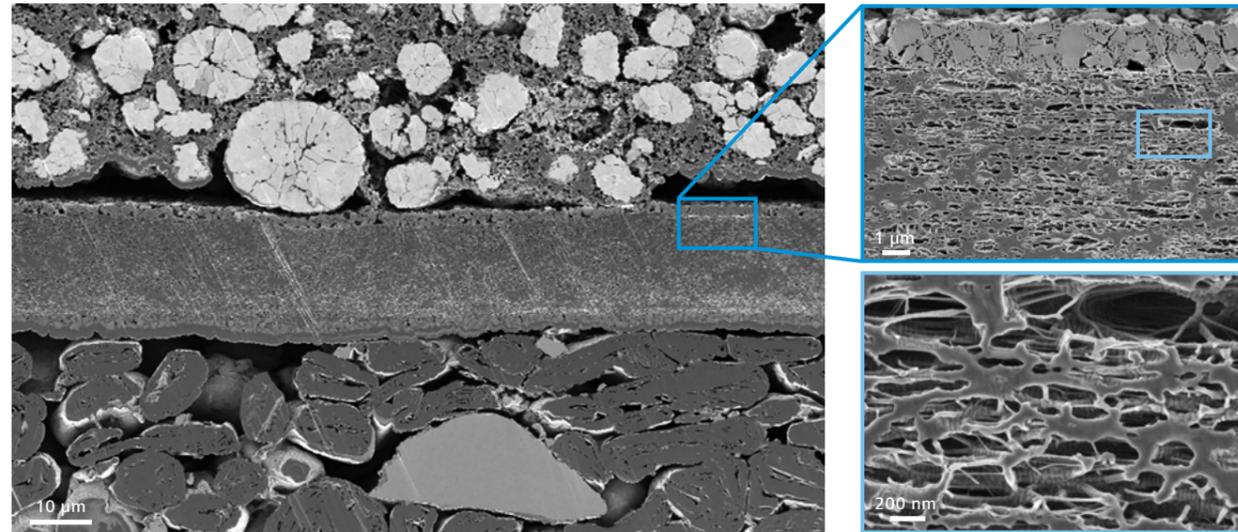


Abbildung 13: Polieren mit Argon-Ionen unter kryogenen Bedingungen und Probentransfer unter Luftausschluss ermöglichen die Betrachtung feiner Mikrostrukturen in Batterieelektroden in nativem Zustand mittels FE-SEM-Bildgebung. (Links) Querschnitt eines Elektroden-Stacks einer gealterten Lithium-Ionen-Batterie mit NMC-Kathodenpartikeln + Kohlenstoffbinder (oben), Polymer-Separatormembran mit Keramikbeschichtung (mittig) und Graphit-Silizium-Anode (unten). Die Abbildungen rechts zeigen Bilder der filigranen Polymer-Separatormembran in sukzessiver Vergrößerung; das Gefüge bleibt dank Bildgebungsbedingungen mit geringen kV-Werten intakt. Aufgenommen mit ZEISS GeminiSEM, 1 kV, Inlens-SE-Detektor.

Empfindliche, reaktive und filigrane Materialien, wie sie in Batteriekonstruktionen verwendet werden, erfordern eine sorgfältige Probenpräparation, um eine präzise und repräsentative Bildgebung und Analyse zu gewährleisten. Der Umgang mit Proben unter Luftausschluss in einer Inertgas-Glovebox und eine Probenübertragung unter Luftausschluss verhindern, dass reaktive Oberflächen kontaminiert werden oder korrodieren.

Kryogene Temperaturen während der Anfertigung der Schnitte und während des Polierens sorgen für eine minimale Probenschädigung und sorgen dafür, dass die erzielten Bilder die echte Mikrostruktur der Materialien und Elektroden wiedergeben. Die FE-SEM-Bildgebung mit Gemini-Optik liefert maximale Informationen und maximalen Kontrast der sorgfältig vorbereiteten Probenoberflächen, selbst bei niedrigen Elektronenenergien,

die zum Erhalt empfindlicher Gefügestrukturen und zur Erkennung verdeckter Kontraste erforderlich sind. Kryogene FE-SEM-Bildgebung und FIB-SEM-Tomographie bieten darüber hinaus detaillierte 2D- und 3D-Informationen und gewährleisten gleichzeitig ein Minimum an Probenschädigungen und -veränderungen durch Bildgebung und Ionenfräsen.

Abbildung 14: Polypropylen-Separatorfolie aufgenommen bei kryogenen Temperaturen, -160 °C. Die Probe ist bei Raumtemperatur sehr empfindlich gegenüber Elektronenstrahlen, sodass das Gefüge durch den Abbildungsstrahl erheblich modifiziert wird. Bei ultratiefen Temperaturen ist das Gefüge weitaus robuster und kann mehrere Minuten lang ohne Schädigung mit einem ZEISS FE-SEM und einem Kryo-Mikroskopisch betrachtet werden.

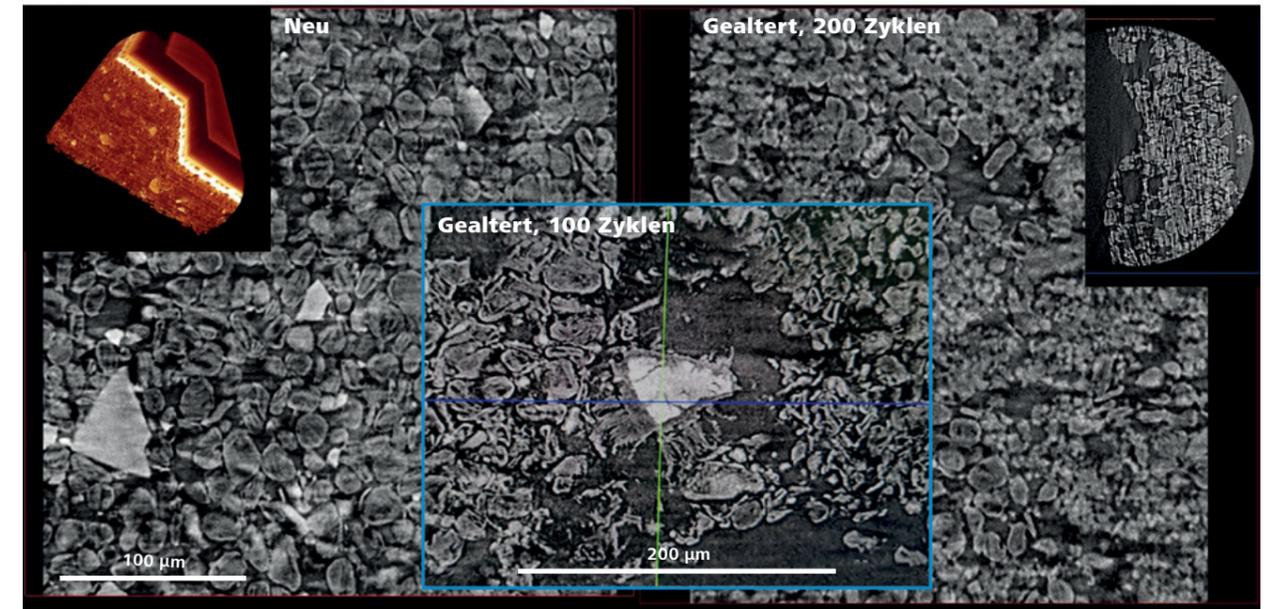
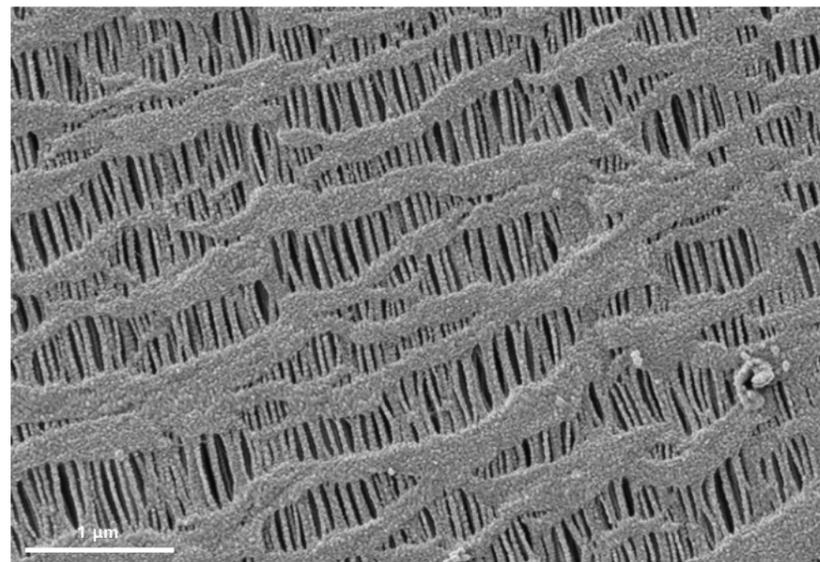


Abbildung 15: Röntgenmikroskopische Bilder eines Graphit-Silizium-Komposits einer Anode in einer Pouchzelle nach einer unterschiedlichen Anzahl an Ladungs-/Entladungszyklen. Sie zeigen saubere, vollständig intakte Siliziumpartikel (hellere Phase) gemischt mit den runderen Graphitpartikeln (dunklere Phase) in der neuen Batterie. In der mit 100 Zyklen gealterten Batterie ist zu sehen, dass die Siliziumpartikel Sekundärphasen bilden, die sich schnell ausbreiten und die Graphitpartikel verdrängen. In der mit 200 Zyklen gealterten Batterie wurden die Siliziumpartikel vollständig in kleinere Partikel pulverisiert und im Graphit verteilt.

Die durch Ladungs-/Entladungszyklen verursachte Alterung einer Batterie kann dazu führen, dass die Batteriekapazität und andere Leistungsindikatoren abnehmen. Gefügeveränderungen der Elektrodenarchitekturen und der Materialien, aus denen sie bestehen, spielen eine große Rolle bei der zyklusbedingten Verschlechterung der Batterieleistung. Um die nächste Generation von Batteriematerialien und -architekturen zu entwickeln – die länger halten, sich schneller aufladen und mehr Energie speichern – ist es wichtig, die Mechanismen zu verstehen, die an diesen Degradationserscheinungen mitwirken.

FE-SEM- und FIM-SEM-Geräte von ZEISS bieten leistungsstarke Plattformen für die Untersuchung der mikrostrukturellen und chemischen Veränderungen, die an diesen Prozessen beteiligt sind. Die Röntgenmikroskope von ZEISS ermöglichen darüber hinaus eine *In-situ*-Überwachung der Elektroden-degradation über viele Zyklen hinweg, ohne die Zelle öffnen zu müssen.

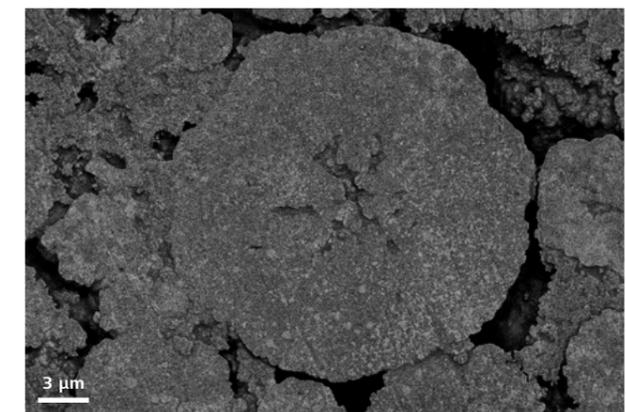
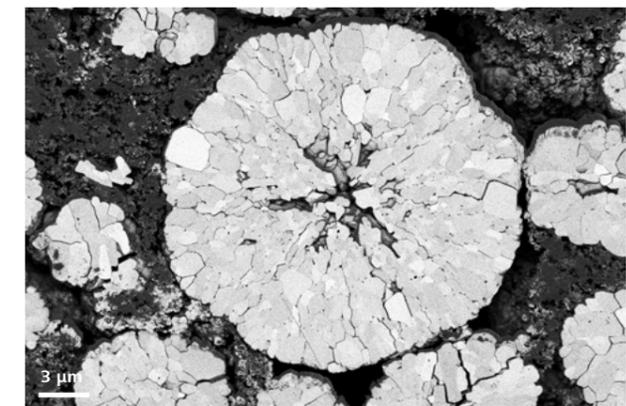


Abbildung 16: (Oben) FE-SEM-Bild eines polierten NMC-Kathodenpartikels in einer Lithium-Ionen-Batterieelektrode nach Probenhandhabung unter Luftausschluss. (Unten) Dasselbe Partikel nach Kontakt mit Luft. Details des Gefüges sind verdeckt und das Gefüge hat sich verändert.

Zellen

Baugruppe und Degradation

Kenntnisse der Komponentenordnung und der zyklusbedingten Veränderungen sind unentbehrlich, um die Leistungsfähigkeit von Zellen zu verstehen. Die Bildgebung des Innenlebens einer intakten Batterie gestaltet sich aufgrund ihrer geschlossenen Bauweise und der für zahlreiche Einsatzmaterialien erforderlichen Handhabung unter Luftausschluss als schwierig.

ZEISS Röntgenmikroskopie mit RaAD (Resolution at a Distance) ermöglicht einzigartige Bilder der Mikrostrukturen im Inneren vollständiger Batteriezellen mit branchenführender Auflösung und exzellentem Kontrast, ohne die Batterie öffnen zu müssen. Betrachten Sie Schichten, Partikelverteilung, Fremdpartikeleinschlüsse und inaktive Komponenten so, wie sie in funktionierenden Zellen vorliegen – ob Produktionszellen (z. B. zylindrische 18650er- oder 21700er-Zellen) oder Zellen für Forschungszwecke (z. B. Pouch- und Knopfzellen).

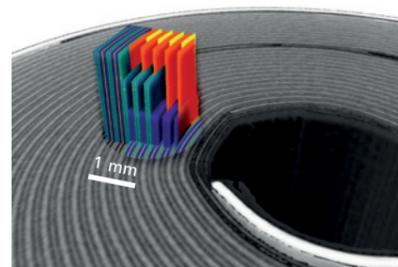
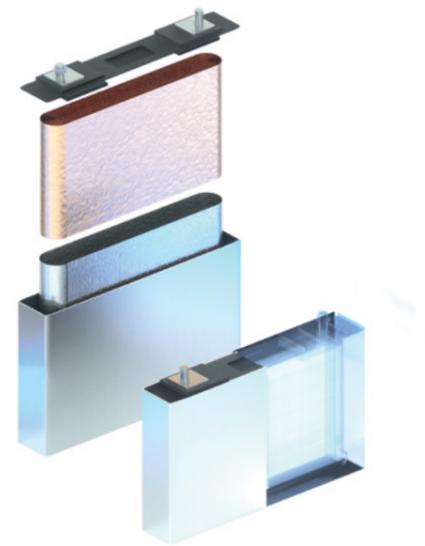


Abbildung 17: Röntgenmikroskopische Bilder einer kommerziellen Lithium-Ionen-Zelle in zylindrischer Form (18650er-Batterie) mit Übersicht (schwarz-weißer Hintergrund) und innerem Interessensbereich (farbiger Bereich in der Mitte). Defekte in den Schichten können in den mit 1,0 µm/Voxel aufgenommenen, hochauflösenden Bildern untersucht und visualisiert werden.

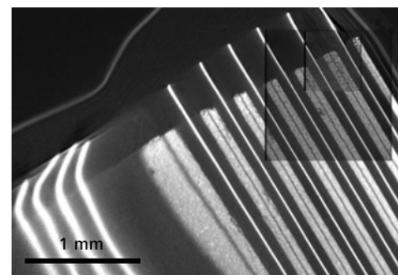


Abbildung 18: 2D-Schnitte aus 3D-Röntgenmikroskopie-Bildern einer kommerziellen Pouchzelle einer Smartwatch mit inneren Bereichen der Batterie in sukzessiver Vergrößerung. Bei geringeren Vergrößerungen können die Batterieelektroden und strukturellen Komponenten betrachtet und gemessen werden, einschließlich Materialien mit geringem Kontrast wie die Polymer-Separatormembran. Bei stärkeren Vergrößerungen sind die einzelnen Partikel der Anoden- und Kathodenelektroden sowie Elektrodendefekte sichtbar.

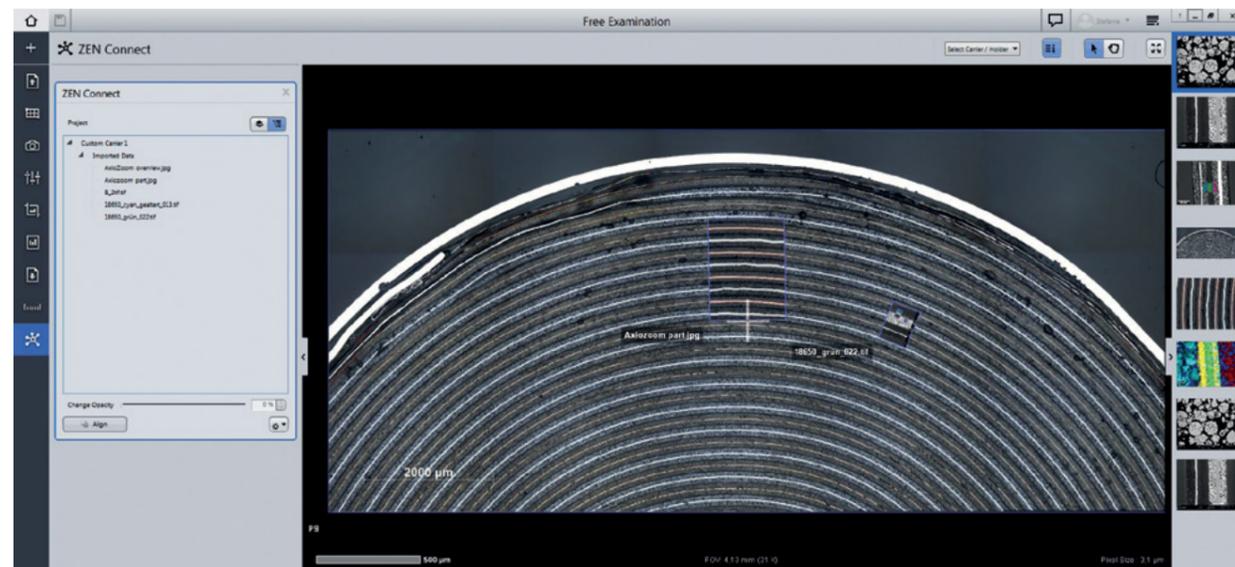


Abbildung 19: Bilder einer segmentierten, kommerziellen 18650er-Lithium-Ionen-Batterie, aufgenommen mit Licht-, Elektronen- und Raman-Mikroskopen, die in ZEN Connect zur Mehrskalen-Untersuchung und Analyse registriert und kombiniert wurden.

Anwendungsbeispiel

4D-Studie einer Siliziumanode mittels Röntgenmikroskopie – Volumetrische Veränderungen in einer Knopfzelle

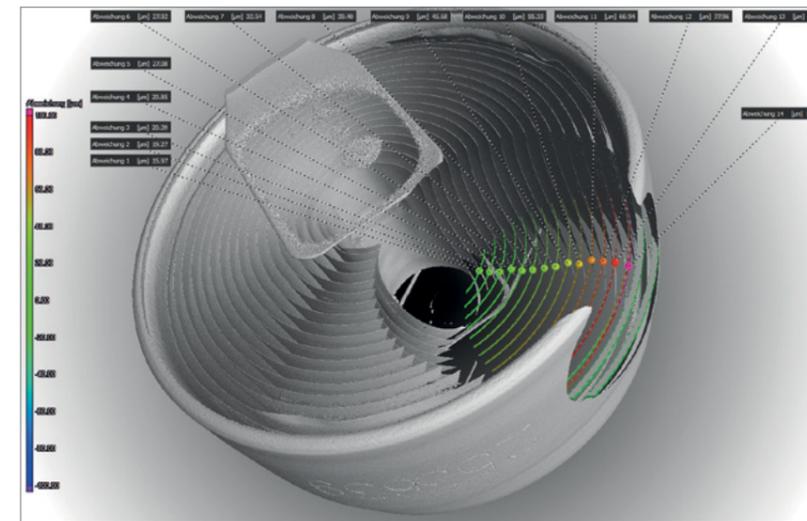
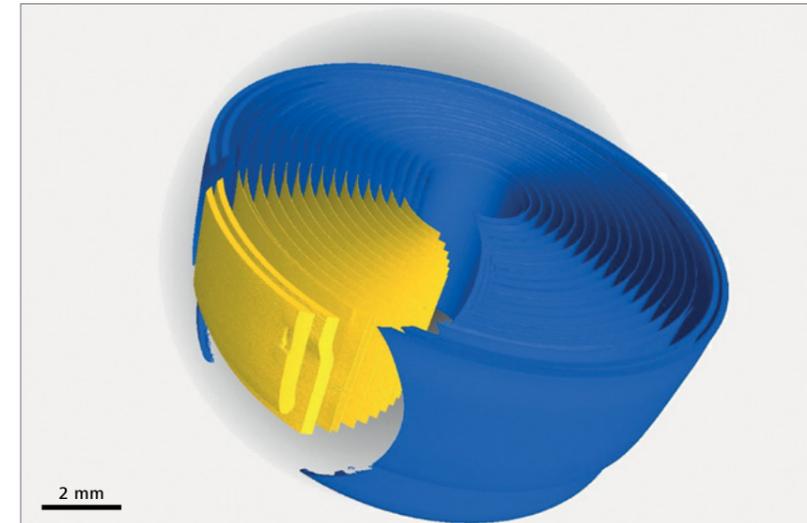


Abbildung 20: Untersuchung der Veränderungen des LIB-Volumens mit ZEISS Xradia Versa. (Oben) Volumen-Rendering von Scans des kompletten Sehfelds und des Interessensbereichs. (Unten) Displacement Map einer VARTA CoinPower® CP1254 Knopfzelle nach Erstladezustand, die so modifiziert wurde, dass Silizium als aktives Material in der Anode vorliegt. Die stärksten Verschiebungen sind rot dargestellt und treten in der Nähe der Außenseite der Batterie auf.

In der Entwicklung von Batterien ist die Kapazität ein zentraler Bereich. Die Ergebnisse dieser Forschung beeinflussen den Alltag jedes Einzelnen. Bislang haben sich Forscher hauptsächlich auf die elektrochemischen Aspekte konzentriert. Aber in dem Maße, in dem sich die Chemie und die Geometrie von Batterien verändern, richtet sich das Augenmerk zunehmend über die Elektrochemie hinaus auf das Verständnis der mikrostrukturellen Vorgänge.

Um Veränderungen der Mikrostruktur zu quantifizieren und die Wiederholgenauigkeit der Ladungs-/Entladungszyklen zu überwachen, müssen Forscher zuerst in der Lage sein, das Belastungsprofil der Batterie zu bestimmen. Diese Belastungen tragen zu Schäden am Material, vorzeitiger Alterung und zur Irreversibilität bei. Neue Elektrodenmaterialien wie Siliziumanoden können bis zu 10 Mal mehr Kapazität liefern als herkömmliche Graphitanoden. Gleichzeitig schaffen die neuen Materialien aber auch neue Herausforderungen hinsichtlich der Mikrostruktur, da sich diese beim Aufladen stark ausdehnen.

Mit einem XRM können Sie komplexe Prozesse in deren eigenen Umgebung beobachten. Die ZEISS Röntgenmikroskope geben *in-situ* Aufschluss über die Lage und Anordnung innerer Merkmale, zum Beispiel bei der Untersuchung kommerzieller Siliziumanoden-Knopfzellenbatterien. Damit können Sie die Batterie in verschiedenen Ladezuständen abbilden und Displacement Maps erstellen, in denen die Belastungsschwerpunkte erkennbar werden. Auf diese Weise können Sie Systeme entwickeln, in denen die neuen Materialien und ihre einzigartigen Eigenschaften zur Anwendung kommen.

Korrelative Workflows

Das Überbrücken von Längenskalen führt zu neuen Erkenntnissen

Die Längenskalen der Batteriekomponenten sind von entscheidender Bedeutung und erstrecken sich über mehrere Größenordnungen. Das Verständnis der Mikrostrukturen über verschiedene Größenbereiche und Kontrastmechanismen hinweg ist daher ausschlaggebend: Nur so lässt sich ein umfassendes Modell herausarbeiten, welches die Auswirkungen der Mikrostruktur auf die Materialeigenschaften und die Leistungsfähigkeit der Batterie beschreibt. Mit korrelativen Workflows lassen sich wichtige Eigenschaften wie Porosität, Partikelverbindungen und andere Merkmale der Mikrostruktur über verschiedene Längenskalen hinweg untersuchen.

Die zerstörungsfreie Röntgenmikroskopie spielt in diesen korrelativen Workflows eine entscheidende Rolle: Sie ermöglicht tiefere Untersuchungen anhand detaillierter dreidimensionaler Abbildungsdaten der internen Materialstrukturen. Neue technologische Möglichkeiten wie z. B. die Bearbeitung mit Femtosekundenlasern im Rahmen von FIB-SEM-Geräten eröffnen vollkommen neue Ansätze zur Analyse des Mikrogefüges.

Da das integrierte Laserabtragen in einer eigens dafür vorgesehenen Kammer erfolgt, können mit dem FIB-SEM gezielt Bereiche von Interesse angesteuert und auch tiefer liegende Strukturen schnell für Untersuchungen im Nanobereich zugänglich gemacht werden. Auf diese Weise bleibt die Hauptkammer des FIB-SEM-Gerätes sauber für Präzisionsanalysen wie 3D EDS, 3D EBSD, Tomographie und ToF-SIMS.

In der vernetzten, korrelativen Softwareumgebung können 3D-Daten über mehrere Geräte und Längenskalen hinweg verknüpft werden. Das ermöglicht das nahtlose Visualisieren von multimodalen, mehrskaligen Datensätzen, selbst wenn diese aus verschiedenen Quellen stammen, und schafft die Grundlage für deren Interpretation.

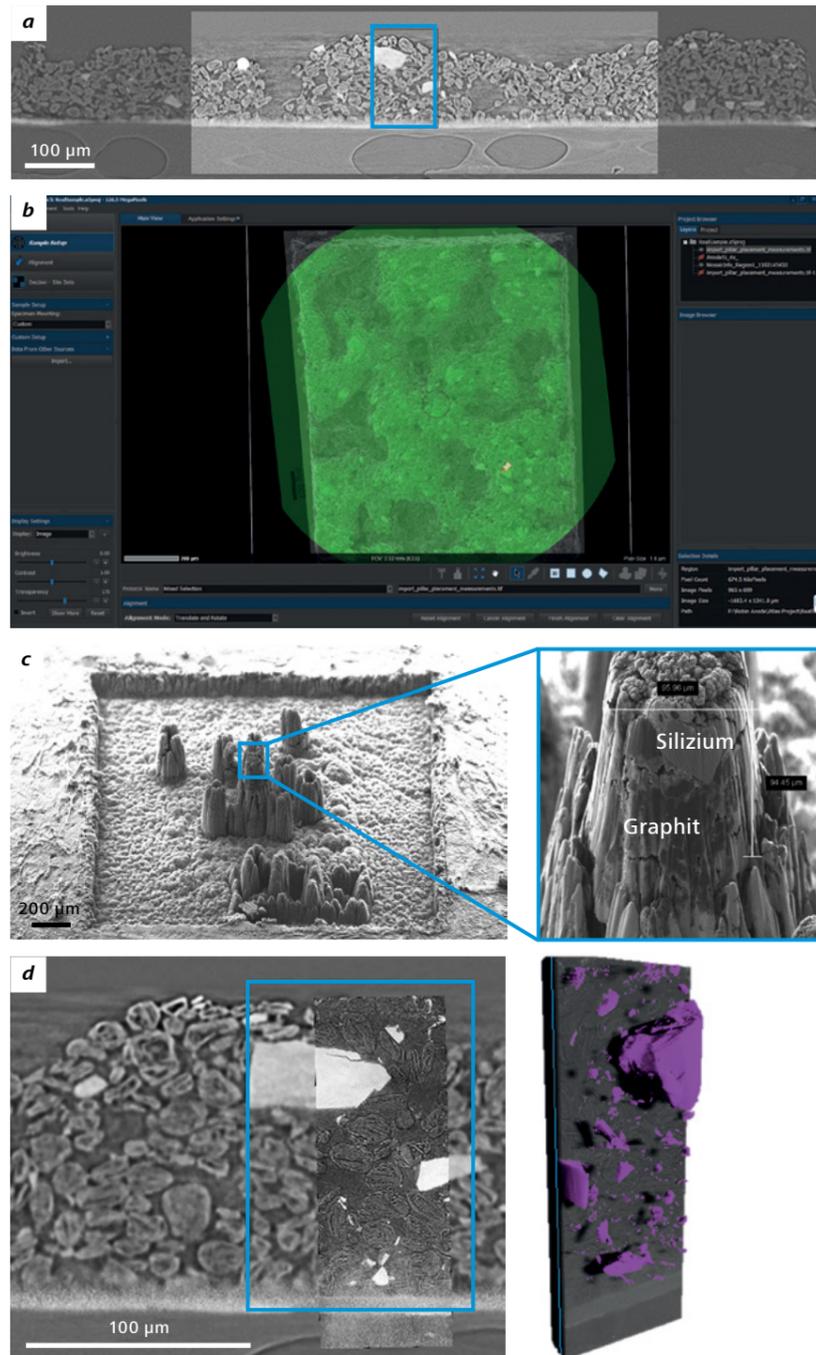


Abbildung 21: Korrelativer Workflow zur Untersuchung von Gefügedetails rund um verborgene Siliziumpartikel im Graphit-Silizium-Komposit einer Anode in einer Lithium-Ionen-Batterie. a) 3D-Röntgenmikroskopie im Mikrometerbereich macht das Gesamtgefüge des Anodenmaterials und die Lokalisierung verborgener Siliziumpartikel in mehreren Auflösungen sichtbar. Der blaue Rahmen markiert die Silizium-Zielpartikel, die für weitere 3D-Bildgebung mit höherer Auflösung ausgewählt wurden. b) Verwendung der Atlas 5-Schnittstelle zur Registrierung der XRM-Daten, der LaserFIB FIB-SEM-Geräteansichten und zur Auswahl eines Bereichs (Kreis in der Mitte) für die Abtragung mittels FS-Laser zur Herstellung einer Säule für röntgenmikroskopische Bildgebung im Nanobereich, deren Ergebnisse in c) gezeigt sind. d) Die röntgenmikroskopische Bildgebung im Nanobereich mittels Zernike-Phasenkontrast der vorbereiteten Säule macht die Details der Silizium- und Graphit-Partikelverbindungen sichtbar sowie die Lokalisierung kleinerer Siliziumpartikel, die bei geringeren Auflösungen nicht sichtbar waren.

Einschlüsse von Fremdpartikeln können sich negativ auf die Elektrodenleistung auswirken. Sie weisen auf Probleme in der Lieferkette hin bzw. auf Mängel bei der Handhabung der Materialien während der Produktion der Batterie und/oder Elektroden. Diese Fremdpartikel liegen jedoch häufig unter der Oberfläche und können somit mittels herkömmlichem SEM-Oberflächen-Imaging nicht sichtbar gemacht werden.

Die Röntgenmikroskope von ZEISS können Details unter der Oberfläche zerstörungsfrei und mit hoher räumlicher Auflösung sichtbar machen. Korrelative Softwareplattformen wie Atlas 5 ermöglichen weitere Untersuchungen mittels FIB-SEM-Imaging im Nanobereich und chemische Analysen – so gelangen Sie schnell und effizient an die benötigten Informationen.

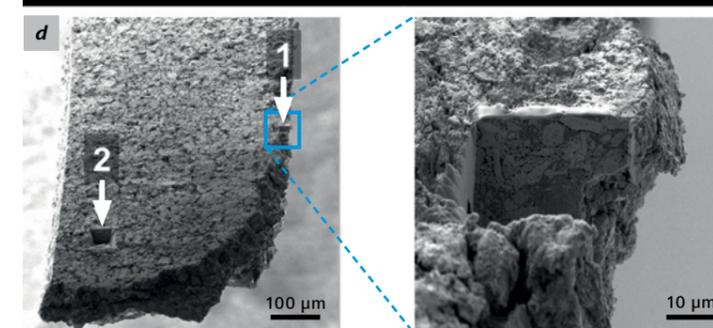
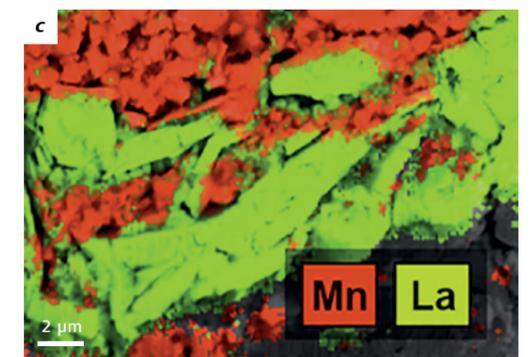
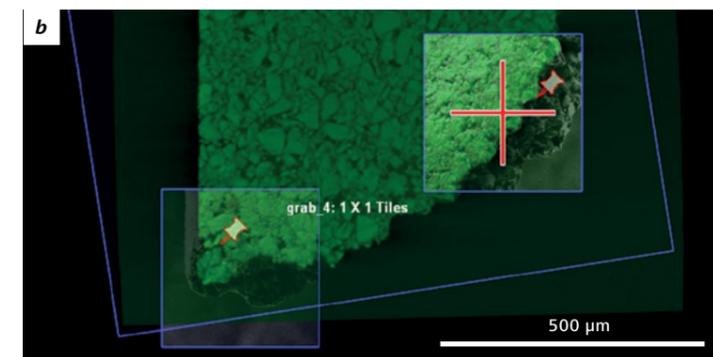
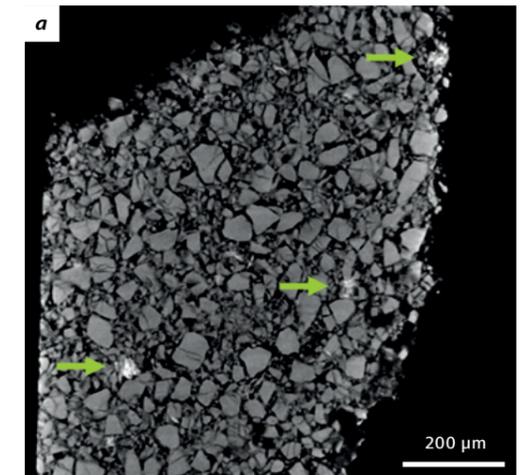


Abbildung 22: Verwendung von 3D-Korrelation zur Identifizierung und Untersuchung von Interessensbereichen unter der Oberfläche. Anomale Partikel im Inneren einer Batterieelektrode wurden mittels Röntgenmikroskopie identifiziert, a) die als Navigationshilfe verwendet wurde, b) um das Abtragen und die Bildgebung mittels FIB-SEM direkt c) am spezifischen Volumen unter der Oberfläche durchzuführen und d) eine EDX-Analyse vorzunehmen.

Mikroskopielösungen

Maßgeschneidert für Ihren Erfolg

ZEISS bietet Mikroskopielösungen für vielfältige Anwendungen mit exzellenten Licht-, Elektronen- und Röntgenmikroskopen und verschiedenen Imaging-Systemen. Von 2D- und 3D-Untersuchungsfunktionen bis hin zu fortschrittlichen Analysetechniken – ZEISS bietet kundenspezifische Lösungen als Antwort auf die zunehmende Nachfrage nach mikrostrukturellen Analysen von Energiematerialien wie Batterien und ihre Komponenten. Zu den Lösungen zählen:

ZEISS LSM 900 für Materialien



ZEISS LSM 900 für Materialien, das konfokale Laser-Scanning-Mikroskop (CLSM) von ZEISS, ist das ideale Gerät für Ihre Materialanalyse. Es ermöglicht Ihnen die Charakterisierung der Oberflächentopographie von 3D-Mikrostrukturen im Labor oder in Mehrbenutzerumgebungen. Nutzen Sie das ZEISS LSM 900 für Materialien für präzise dreidimensionale Bildgebung und die Analyse von Nanomaterialien, Metallen, Polymeren und Halbleitern.

ZEISS GeminiSEM



ZEISS GeminiSEM steht für müheloses Imaging mit Auflösungen im Subnanometerbereich. Dank der Innovationen in der Elektronenoptik und dem innovativen Design der Probenkammer profitieren Sie von besserer Bildqualität, einfacher Bedienbarkeit und hoher Flexibilität. Nehmen Sie Bilder im Subnanometerbereich unter 1 kV ganz ohne Immersionsobjektiv auf.

ZEISS Crossbeam laser



Ihr FIB-SEM für 3D-Analysen und Probenpräparation mit hohem Durchsatz. Verbinden Sie die Imaging- und Analyseleistung eines hochauflösenden Feldemissions-Rasterelektronenmikroskops (FE-SEM) mit den Bearbeitungsfunktionen eines fokussierten Ionenstrahls (FIB) der nächsten Generation. Erreichen Sie tief unter der Oberfläche liegende Strukturen und profitieren Sie von einer schnellen Materialabtragung mit dem FS-Laser.

ZEISS Xradia Versa



Dieses 3D-Röntgenmikroskop ermöglicht eine schnellere Bildgebung intakter Proben im Sub-Mikrometerbereich. Mit der branchenweit führenden Auflösung und exzellentem Kontrast erweitern die Xradia-Modelle 610 und 620 Versa von ZEISS Ihre Möglichkeiten in der zerstörungsfreien Bildgebung im Sub-Mikrometerbereich.

ZEISS Xradia Ultra



Röntgen-Imaging im Nanobereich, um mit dem Tempo der Wissenschaft Schritt zu halten. Stellen Sie sich vor, Sie hätten die Möglichkeiten eines Synchrotrons in Ihrem eigenen Labor. Die ZEISS Xradia Ultra Familie gibt Ihnen zerstörungsfreie 3D-Röntgenmikroskope (XRM) an die Hand, mit denen Sie Auflösungen im Nanobereich und in synchrotronähnlicher Qualität erzielen.

ZEISS Atlas 5



Meistern Sie die Herausforderungen der Multiskalierung und erstellen Sie umfassende multidimensionale, multimodale Bilder in einer probenorientierten, korrelativen Umgebung. Atlas 5 ist eine leistungsstarke und gleichzeitig intuitive Lösung, die die Funktionsmerkmale der ZEISS Rasterelektronenmikroskope (SEM) und SEMs mit fokussiertem Ionenstrahl (FIB-SEM) ergänzt. Navigieren und korrelieren Sie Bilder effizient aus beliebigen Quellen wie beispielsweise Licht- und Röntgenmikroskope.



Carl Zeiss Microscopy GmbH
07745 Jena, Deutschland
microscopy@zeiss.com
www.zeiss.com/energy-materials