

Lichtmikroskopische Qualitätsüberprüfung großformatiger prismatischer Lithium-Ionen-Akkumulatoren

ZEISS Axio Imager.Z2 Vario

Lichtmikroskopische Qualitätsüberprüfung großformatiger prismatischer Lithium-Ionen-Akkumulatoren

ZEISS Axio Imager.Z2 Vario

Autoren: Pius Schirle, Andreas Jansche, Andreas Kopp,
Florian Trier, Christian Weisenberger,
Dr. Timo Bernthaler, Prof. Dr. Gerhard Schneider
Hochschule Aalen, Institut für Materialforschung

Datum: Januar 2016

Die Kombination aus Lichtmikroskopie und digitaler Bilderverarbeitung ist ein aussagekräftiges Verfahren für die feingeometrische Qualitätsbeurteilung des inneren funktionalen Aufbaus von Akkumulatoren. Am Beispiel von großformatigen Lithium-Ionen-Akkumulatoren für die Automobilindustrie verdeutlicht dieser Artikel die Relevanz der Lichtmikroskopie für das großflächige Scannen und Abbilden von Probenoberflächen zur fertigungsbegleitenden Erfassung von Fertigungsungängen für die Qualitätskontrolle von prismatischen Zellen für automobile und stationäre Anwendungen.

Einleitung

Lithium-Ionen-Akkumulatoren sind für die nachhaltige Mobilität und stationäre Energiespeicher eine Schlüsseltechnologie. Dem Einsatz von Akkumulatoren in der automobilen Anwendung folgt eine, gegenüber dem Bereich der Consumer Electronics, deutliche Steigerung der Qualitäts-, Leistungs- und Lebensdaueransprüche. Maßgebliche Funktionseigenschaften und die Qualität, respektive Lebensdauer der Akkumulatoren hängen vom Gefügebau, von feingeometrischen Merkmalen und Fertigungsungängen ab und können aufgrund der Feinheit der inneren geometrischen Strukturen und eingesetzten Materialien teilweise nur über mikroskopische Verfahren erfasst werden. Dabei auftretende Zellquerschnitte von circa 150 × 25 mm bei prismatischen Zellen (PHEV), gegenüber einem gängigen Rundzellendurchmesser von 18-26 mm (Zelltypen 18650 oder 26650), setzen bei der mikroskopischen Bildaufnahme und der software-technischen Bildanalyse neue Maßstäbe.

Grundlagen Batterietechnologien

Batterien sind elektrochemische Energiespeicher und werden in Primär- und Sekundärzellen unterschieden. Primärzellen sind Stromquellen, bei denen der Entladevorgang die enthaltenen Reaktionsstoffe irreversibel verbraucht. Sekundärzellen, auch Akkumulatoren genannt, sind Energiespeicher die ihre enthaltenden Reaktionsstoffe bei der Entladung reversibel verbrauchen. Die zugeführte elektrische Energie wird beim Laden in chemische Energie umgewandelt.

Bei der Entladung wird dieser Vorgang umgekehrt. Ein vollständiger Lade- und Entladevorgang wird Zyklus genannt. Mit der Zyklenanzahl wird in den meisten Fällen auch die Lebensdauer von Akkumulatoren angegeben.

Batterien bestehen aus Elektroden, welche durch einen ionenleitenden Elektrolyten miteinander verbunden sind. Eine für Ionen permeable Separator-Membran sorgt für die elektronische Trennung der positiven Elektrode (Kathode) von der negativen Elektrode (Anode). Die Lithium-Ionen-Akkumulatoren gelten dabei als zukunftsweisende Speichertechnologie im mobilen als auch stationären Einsatzbereich. Die Kathodenbeschichtung von Lithium-Ionen-Akkumulatoren besteht überwiegend aus Lithium-Übergangsmetall-oxiden auf Basis von Kobalt, Nickel und Mangan. Die gängigsten Varianten an Zellchemien sind LiCoO_2 (LCO), $\text{Li}(\text{NixCoyAlz})\text{O}_2$ (NCA), $\text{Li}(\text{NixCoyMnz})\text{O}_2$ (NMC), LiMn_2O_2 (LMO) und LiFePO_2 (LFP). Bei der Anode besteht die Beschichtung überwiegend aus Graphit. Der sich wiederholend geschichtete Aufbau eines Akkumulators ist in Abbildung 1 dargestellt.

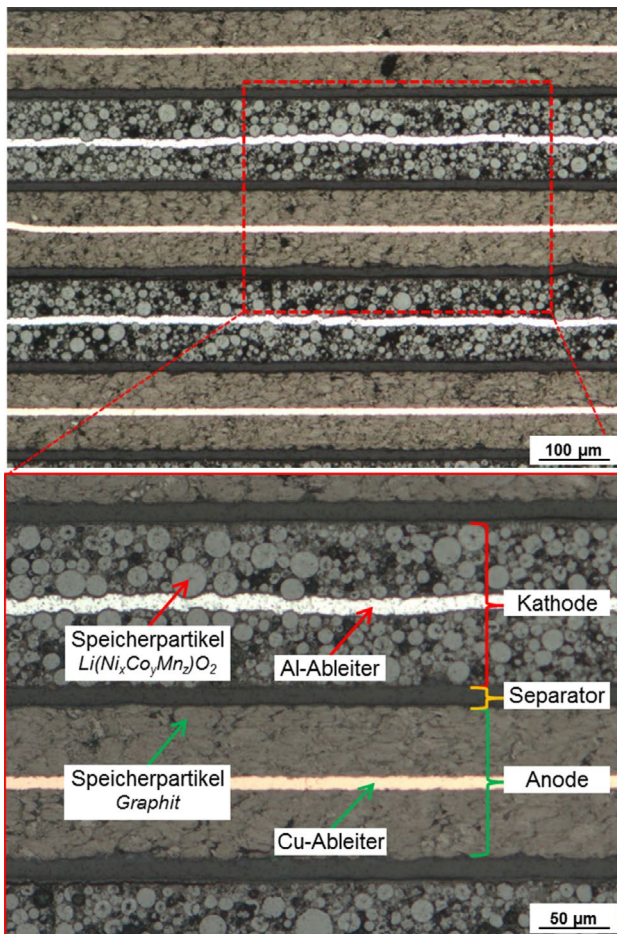


Abbildung 1 Lichtmikroskopische Detailaufnahme eines materialographischen Anschliffes eines Lithium-Ionen-Akkumulators zeigt den Zellaufbau aus Anode mit Kupferableiter, Kathode mit Aluminiumableiter und Separator

Großflächig automatisierte lichtmikroskopische Bildaufnahme

Zur automatisierten Erfassung von Fertigungsungängen, wie zum Beispiel Schichtdickenschwankungen, Risse, Partikelinhomogenitäten, ist es notwendig, ein Übersichtsbild der gesamten Probenoberfläche bei 50- bis 100facher Vergrößerung abzuscanen und abzubilden. Für die detaillierte Bewertung der detektierten Ungängen sind größere Bereiche, die eine Auflösung von mindestens 2 µm gewährleisten, relevant. Mit einem motorisierten Tisch-Verfahrweg von 300 × 300 mm, einer Probenraumhöhe von 112 mm und einer sehr stabilen Stativsäulenbauweise eignet sich das Lichtmikroskop ZEISS Axio Imager.Z2 Vario hervorragend, sowohl für die automatisierte Bildaufnahme großflächiger Übersichtsbilder (siehe Abbildung 2), als auch für höher vergrößerte Detailaufnahmen bei zum Beispiel 500- oder 1000facher Vergrößerung. Für klassische Auflichtmikroskope ohne seitlich angebrachte Stativsäule stellen derartig

große prismatische Zellen aufgrund der Höhe (inkl. Halter) und lateralem Verfahrweg eine große Herausforderung dar. Mit dem Lichtmikroskop ZEISS Axio Imager.Z2 Vario können diese Hindernisse bestens überwunden und mikroskopische Analysen hervorragend angewandt werden.

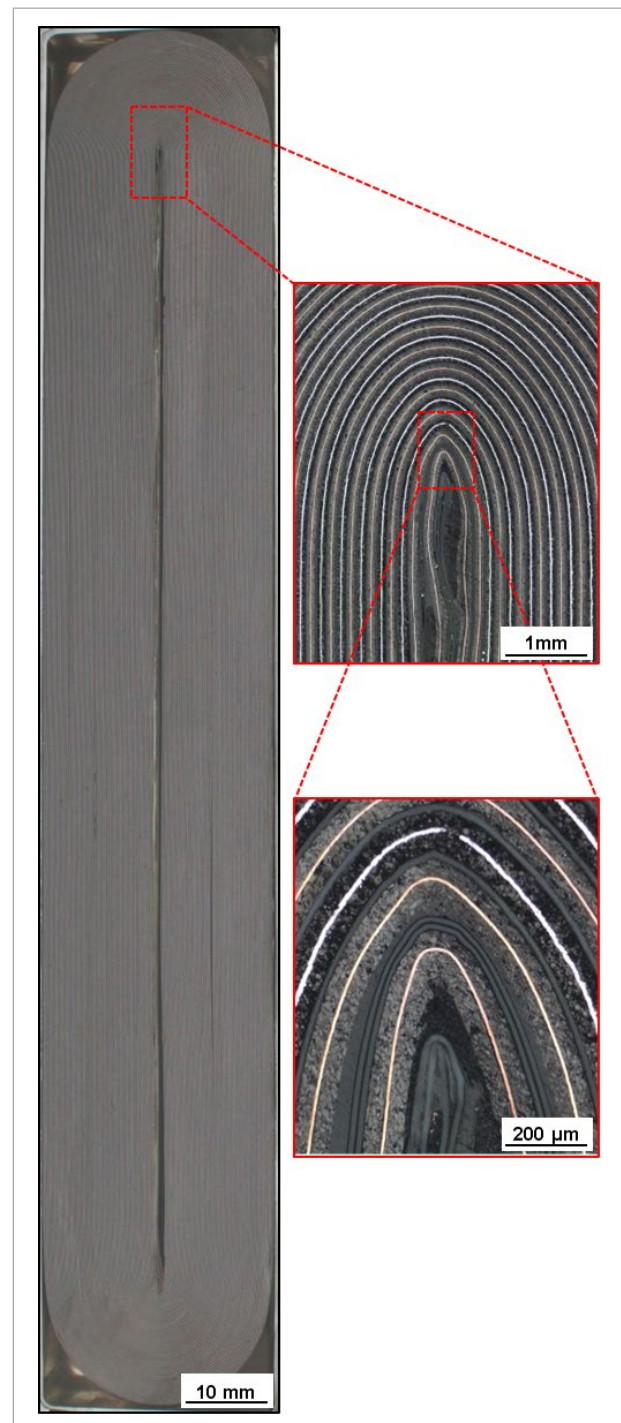


Abbildung 2 Übersichtsbild eines prismatischen Lithium-Ionen-Akkumulators bei 100facher Vergrößerung mit variablen Zoomstufen

Der Tisch-Verfahrweg in Kombination mit der verfügbaren Probenraumhöhe ermöglicht zudem eine sehr effiziente lichtmikroskopische Überprüfung der Poliergüte von großflächigen prismatischen Zellen während der Präparation (siehe Abbildung 3). Das Aus- und Einspannen der Proben aus der Präparationsvorrichtung, welche in Kooperation mit der Firma Struers ApS (Dänemark) speziell für die Aufnahme von prismatischen Lithium-Ionen-Akkumulatoren entwickelt wurde, zwischen den einzelnen Polierschritten entfällt. Zudem können gleichzeitig 2 prismatische Zellen lichtmikroskopisch untersucht werden.

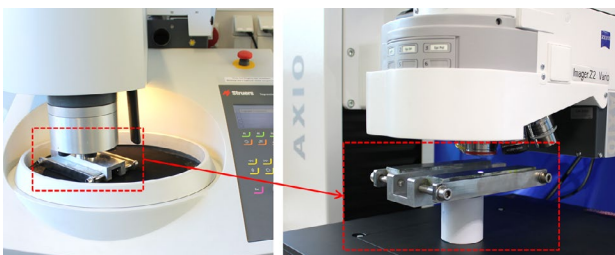


Abbildung 3 ZEISS Axio Imager.Z2 Vario (rechts) mit variabler Probenraumhöhe für eine effiziente präparationsbegleitende Qualitätskontrolle der Poliergüte von großflächigen Lithium-Ionen-Akkumulatoren in der, von der Firma Struers ApS entwickelten, Präparationsvorrichtung (roter Rahmen)

In Kombination mit der Software ZEISS ZEN 2 core sind Übersichtsaufnahmen von prismatischen Lithium-Ionen-Akkumulatoren, mit einer Kantenlänge von 150×25 mm, bei 100-facher Vergrößerung realisierbar. Die daraus resultierenden Bilder besitzen eine Dateigröße von mehr als 200 Gigabyte im Farbbildmodus. Die Abläufe zur Erstellung von großflächigen Bildaufnahmen, dem sogenannten Kacheln, sind mit der Software ZEISS ZEN 2 core sehr bedienerfreundlich und schnell (siehe Abbildung 4). Das Einrichten der Bildkacheln erfolgt durch das Anfahren der einzelnen Eckpunkte und dem Bestätigen der Position (siehe Abbildung 5). Für einen möglichst effizienten Workflow können in der Software ZEN 2 core spezifische Workbenches für den Benutzer zur Einrichtung des Mikroskops und Umsetzung der Untersuchungsaufgabe eingerichtet werden. Dies ermöglicht eine effiziente und reproduzierbare Untersuchung.

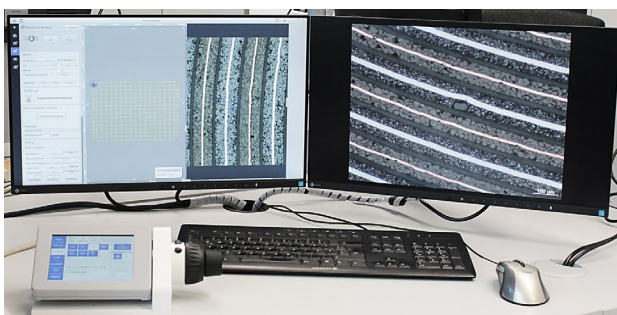


Abbildung 4 Arbeitsplatz ZEISS Axio Imager.Z2 Vario mit Mikroskopsteuerung im Vordergrund

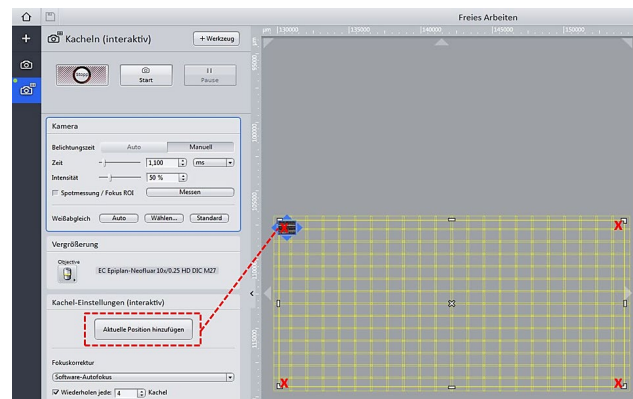


Abbildung 5 Bedienerfreundliches Einrichten der Kacheln, via Workbench, in der Software ZEISS ZEN 2 core

Ermittlung qualitätsrelevanter Merkmale bei Lithium-Ionen-Akkumulatoren

Bei der Fertigung werden Defekte eingebracht, die in starkem Maße die Zellqualität beeinträchtigen. Solche Defekte können als Abweichungen von definierten Soll-Vorgaben automatisch erkannt werden. Hierzu gehören beispielsweise die Ungleichverteilung der Volumina von Speichermaterialien in den Elektrodenaktivmassen (siehe Abbildung 6), Schichtdickenschwankungen der Elektrodenableiter (siehe Abbildung 7), Risse in den Aktivmassen (siehe Abbildung 8) und Fremdpartikel (siehe Abbildung 9). Diese Defekte gilt es in dem aufgenommenen Bildmaterial, mit Hilfe der digitalen Bildverarbeitung, zu detektieren, klassifizieren und zu charakterisieren.

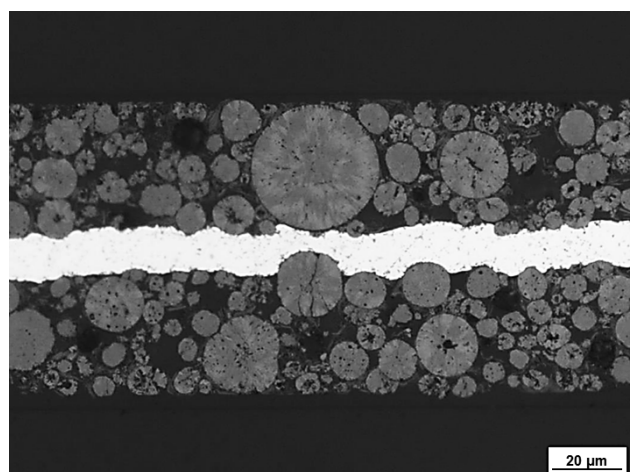


Abbildung 6 Inhomogenität der Speichermaterialien in Form unterschiedlich großer Partikel

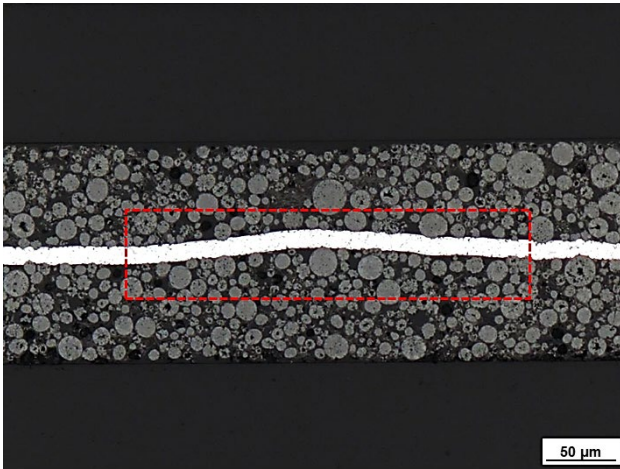


Abbildung 7 Schichtdickenschwankungen der Elektrodenableiter

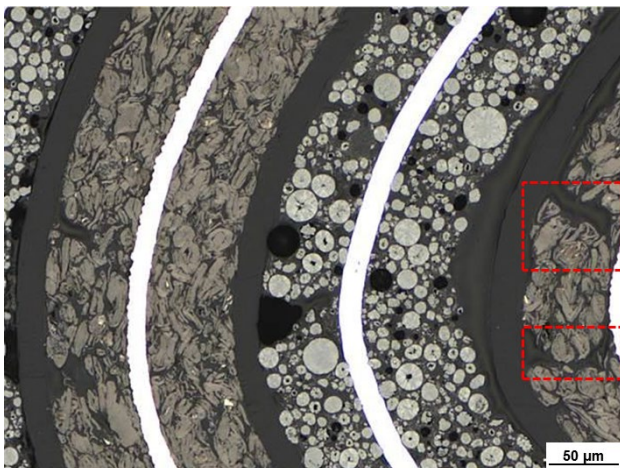


Abbildung 8 Risse in der Aktivmasse

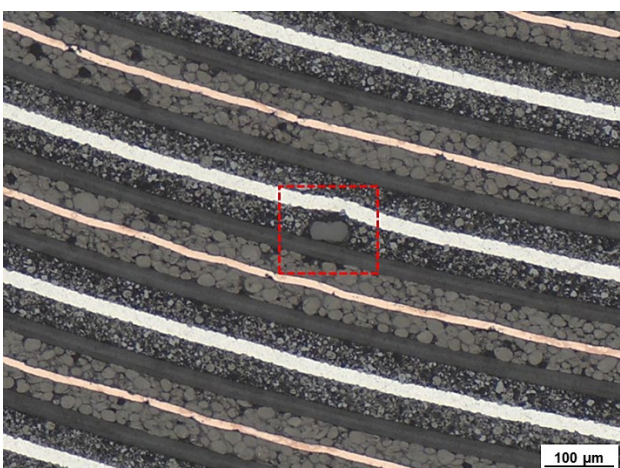


Abbildung 9: Fremdpartikel im Zellaufbau

Neue Ansätze der digitalen Bildverarbeitung zur automatischen Bildauswertung von Akkumulatorstrukturen

Die Größe der akquirierten Bilddaten ist für die Analyse der Strukturen mittels digitaler Bildverarbeitung und höchstmöglichem Automatisierungsgrad sehr herausfordernd. Hinzu kommt die Komplexität der vorliegenden Strukturen für die qualitative und quantitative Auswertung. Um eine automatische Auswertung zu ermöglichen kommen neben klassischen Verfahren auch Methoden aus dem Bereich der künstlichen Intelligenz zum Einsatz. Diese dienen zum Beispiel der Klassifikation der einzelnen Elektrodenbestandteile, um anschließend ohne Nutzerinteraktion eigenschaftsrelevante Gefügemerkmale messen zu können (siehe Abbildung 10). Ziel dieser Methoden ist das automatische Erkennen von herstellungsbedingten Defekten in den Zellen.

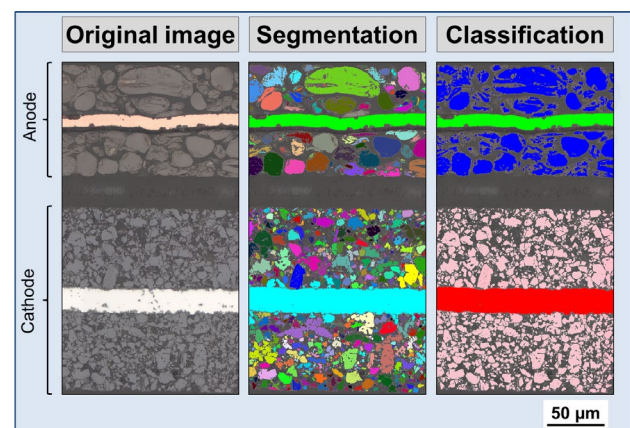


Abbildung 10

Links: Lichtmikroskopische Hellfeld Originalaufnahme mit 500facher Vergrößerung

Mitte: Ergebnis der Segmentierung;

Rechts: Ergebnisse einer Klassifikation der einzelnen Komponenten mit einem neuronalen Netz zum automatisierten Messen eigenschaftsrelevanter Gefügemerkmale

Für die Verarbeitung und Analyse der Aufnahmen in verschiedenen Auflösungsstufen, kommen Ansätze des Bildpyramidenprinzips zum Einsatz. Diese ermöglichen einen effizienten und schrittweisen Zugriff im Top-Down-Ansatz. Also beispielsweise vom Analysieren des Übersichtsbilds mit geringer Vergrößerung zur Auffindung von Unregelmäßigkeiten, bis hin zum Abrastern der gesamten Probe anhand von Ausschnitten in höherer Auflösung zur Charakterisierung von feingeometrischen Merkmalen. Ziel ist, die in Abschnitt 4 dargestellten Ungängen zukünftig automatisch zu erkennen und in Form einer „worst picture gallery“ (Galerie von Abweichungen vom Normalzustand) auszugeben.

Die Autoren bedanken sich bei der
VW-VM Forschungsgesellschaft mbh & Co. KG
für die Bereitstellung des Probenmaterials.



Carl Zeiss Microscopy GmbH
07745 Jena, Germany
microscopy@zeiss.com
www.zeiss.com/microscopy



Nicht für therapeutische Zwecke, Behandlungen oder medizinische Diagnosen. Nicht alle Produkte sind in jedem Land erhältlich. Nähere Informationen erhalten Sie bei Ihrem ZEISS Vertriebsmitarbeiter.
DE_42_013_194 | CZ 01-2016 | Design, Lieferumfang und technische Weiterentwicklung können jederzeit ohne Ankündigung geändert werden. | © Carl Zeiss Microscopy GmbH