

## Materialcharakterisierung und Fehleranalyse bei der Herstellung von Lithium-Ionen-Batterien



Materialcharakterisierung und Fehleranalyse spielen eine wichtige Rolle bei der Optimierung des Herstellungsprozesses für Lithium-Ionen-Batterien (LIBs). LIBs werden aus Elektrodensätzen zusammengesetzt, die hergestellt werden, indem aktive Materialien mit Bindemitteln, Additiven und Lösungsmitteln gemischt werden, um eine Aufschlämmung zu bilden, die auf eine Stromabnehmerfolie aufgetragen und dann getrocknet wird, um poröse Elektroden zu erzeugen.

Vom Rohmaterial über die Elektrodenherstellung bis hin zur Montage liefert die Materialcharakterisierung kritische Kontrollparameter, die sicherstellen, dass die Leistung der Batterie den Erwartungen entspricht. Die Fehleranalyse kann verständlich machen, warum sich die Akkuleistung im Laufe der Zeit verschlechtert und wie der Batterieherstellungsprozess optimiert werden kann, um die Leistungsver schlechterung zu begrenzen. Dieser Artikel beschreibt die Analyse wichtiger Parameter für die Charakterisierung von Kenngrößen während der LIB-Herstellung und der Fehleranalyse und beschreibt die von Micromeritics angebotenen Analyselösungen.<sup>1,2</sup>

### Partikelgröße und -form

Die Größe und Form der Partikel in den Batterie-Rohstoffen beeinflusst die Packungsdichte, was wiederum die Elektrodendicke und damit die Energiedichte

beeinflusst. Partikel, die zu groß sind, können beim Batteriewechsel zu großen Volumenänderungen führen, was das Risiko von Brüchen erhöht und die Batterielebensdauer verkürzt. Es wurde auch bewiesen, dass die Partikelgrößenverteilung der Graphitanode ihre elektrochemische Leistung beeinflusst. Es ist daher wichtig sicherzustellen, dass die bei der Elektrodenherstellung verwendeten Rohstoffe die korrekte Partikelgröße haben.<sup>3,4,5</sup>

Mikrometrie bietet eine Reihe von Lösungen zur Messung der Partikelgröße. Der SubSave AutoSizer bietet Partikelgrößen im Bereich von 0,2-75 µm mit Luftdurchlässigkeit: Der Saturn DigiSizer II ist das erste kommerziell erhältliche Partikelmessgerät, das mit Hilfe von Lichtstreuung Partikelgrößenmessungen mit hoher Auflösung, Genauigkeit, Wiederholbarkeit, und Reproduzierbarkeit durchführt. Der Particle Insight bietet Partikelgrößenmessungen kombiniert mit einer Formanalyse mit dynamischer Bildanalyse für Partikel im Bereich von 3-300 µm.<sup>1</sup>

### Festkörperbestimmung

Kalandrieren ist ein Prozess, bei dem Elektrodenblätter durch Rollen geführt werden, um sie zu verdichten. Das Kalandrieren erhöht die Energiedichte durch Verringerung der Elektrodendicke und -porosität. Die Porenstruktur der Elektrode wird durch Kalandrieren verändert, was wiederum das Benetzungsverhalten des Elektrodenfilms durch den Elektrolyten beeinflusst. Das Kalandrieren ist ein wichtiger Schritt bei der Herstellung von Hochleistungselektroden. Die Porosität nimmt mit zunehmender Kalandrierung ab, und zu viel Kalandrierung kann daher zu einem Kapazitätsverlust, einer hohen Taktrate und einer schlechten Langlebigkeit in der Zyklusleistung der Endbatterie führen. Die Bestimmung des festen Anteils oder der relativen Dichte der Elektroden kann als Kontrollparameter verwendet werden, um die richtigen Einstellungen für eine optimale Kalandrierung zu bestimmen. Die Verwendung der festen Fraktion als Kontrollparameter gewährleistet eine konstante Kalandrierung und elektrochemische Leistung von Charge zu Charge.<sup>1,6,7</sup>

Der feste Anteil wird berechnet, indem die Hüllendichte der Elektrode durch die absolute Dichte dividiert wird. Die Analyse sowohl der Hüllendichte als auch der absoluten Dichte ist daher erforderlich. Das AccuPyc 1340 und GeoPyc 1365 Instrument Porosity Bundle von Micromeritics bietet die ideale Lösung für die Feststofffraktion. Der AccuPyc 1340 bestimmt die absolute Dichte unter Verwendung von Gaspyknometrie, während der GeoPyc1265 die Umschlagsdichte unter Verwendung einer quasi-flüssigen Verdrängung bestimmt.<sup>1</sup>

## Leistungsabfall

Die elektrochemische Leistung von LIBs verschlechtert sich im Laufe der Zeit. Dieser Leistungsabfall wird am bemerkenswertesten durch Kapazitätsverlustraten während der Lade- und Entladezyklen oder durch verringerte Lagerfähigkeit erkannt. Die Ursachen für Kapazitätsschwund und Impedanzsteigerung sind komplex, aber Beobachtungen im Rahmen der Materialcharakterisierung können das Verständnis und die Begrenzung der Leistungsverminderung unterstützen. Die Analyse kann verständlich machen, warum sich die Akkuleistung im Laufe der Zeit verschlechtert und wie der Batterieherstellungsprozess optimiert werden kann, um die Leistungsverminderung zu begrenzen.<sup>1,8</sup>

Ausdehnung und Kontraktion während des Batteriewechsels können zu Spannungen führen, welche die Leistung der Elektrode beeinflussen, was zu einer Änderung der Partikeldichte und der Porosität führt. Letztendlich kann eine Delaminierung und eine Verringerung des Kontakts zwischen dem Elektrodenmaterial und dem Stromabnehmer auftreten. Änderungen der Partikeldichte und der Porosität, die durch Volumenänderungen während des Batteriezyklus verursacht werden, können durch Vergleich der Materialeigenschaften von frischen und gealterten Materialien beobachtet werden.<sup>1,9,10 T</sup>

Micromeritics bietet mehrere wichtige Instrumentenlösungen für die physikalische Bewertung von neuen und degradierten Batteriematerialien. Die AccuPyc 1340 und GeoPyc 1365, TriStar II Plus und AutoPore V liefern Porengrößen- und Porositätsmessungen von frischen und gealterten Materialien, während Oberflächenmorphologie und Porengröße, Form und Tortuosität unter Verwendung eines Rasterelektronenmikroskops (SEM) wie der ProX Phenom Pro SEM bestimmt. <sup>1</sup>

## Schlussfolgerung

Die Materialcharakterisierung vor, während und nach der Batterieherstellung ist entscheidend, um sicherzustellen, dass der Herstellungsprozess optimal ist

und die Leistung der Batterie den Erwartungen entspricht. Micromeritics bietet eine Reihe von Lösungen, um die Analyseanforderungen der LIB-Hersteller zu erfüllen.

## Literatur

1. [http://www.micromeritics.com/Repository/Files/battery\\_brochure\\_2016\\_v2.pdf](http://www.micromeritics.com/Repository/Files/battery_brochure_2016_v2.pdf) Zugriff 14. August 2017.
2. Daniel C 'Lithium Ion Batteries and their Manufacturing Challenges' Available from <https://www.nae.edu/19582/Bridge/133842/134258.aspx> Zugriff 14. August, 2017.
3. Chung DW, Shearing PR, Brandon NP, Harris SJ, Garcia RE, "Particle Size Polydispersity in Li-Ion Batteries" Journal of the Electrochemical Society, 161(3):A422-A430, 2014.
4. Röder F, Sonntag S, Schröder D, Krewer U, "Simulating the Impact of Particle Size Distribution on the Performance of Graphite Electrodes in Lithium-Ion Batteries", Energy Technology, 4(12):1588-1597, 2016.
5. Magasinski A, Dixon P, Hertzberg B, Kvit A, Ayala J, Yushin G, "High-performance lithium-ion anodes using a hierarchical bottom-up approach" Nature Materials, 9:353:358, 2010.
6. <https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=13573> Zugriff 14. August, 2017.
7. Wolter M, Leiva D, Fritsch M, Borner S, 'Process development and optimization for Li-ion battery production' EVS27 International Battery, Hybrid and Fuel Cell Electric Vehicle Symposium, Barcelona Spain, 2013.
8. Cheng X, Pecht M, 'In Situ Stress Measurement Techniques on Li-ion Battery Electrodes: A Review' Energies, 10:591, 2017.
9. Agubra V, Fergus J, 'Lithium Ion Battery Anode Aging Mechanisms' Materials (Basel) 6(4):1310-1325, 2013.
10. Wang X, Sone Y, Segami G, Naito H, Yamada C, Kibe K 'Understanding Volume Change in Lithium-Ion Cells during Charging and Discharging Using In Situ Measurements' Journal of The Electrochemical Society 154(1):A12-A21, 2007.