

Hochauflösende Charakterisierung von beschichteten Batteriepulvern

Dr. Sören Höhn, Dipl.-Ing. Kerstin Gnauck,
Dr. Mandy Höhn, M.Sc. Jean Philippe Beaupain

Die Entwicklung und Fertigung zuverlässiger und langlebiger Batterien sind für den Erfolg der Elektromobilität unerlässlich. Am Fraunhofer IKTS werden Materialien und Technologien entwickelt, die höchsten Anforderungen an Energie- und Leistungsdichten von Batterien gerecht werden. Die Beschichtung von Aktivmaterialien mittels Atomlagenabscheidung (ALD) und Sprühtrocknung ist ein Schlüsselschritt zur Erweiterung der Langlebigkeit und Energiedichte von Batterien. Wenige Nanometer dünne Schutzschichten, bspw. aus Al_2O_3 oder LiTaO_3 , verbessern die Grenzflächeneigenschaften der Aktivmaterialien, indem ungewollte Zersetzungsreaktionen zwischen den Batteriekomponenten minimiert werden. Zur Präparation und Charakterisierung dieser dünnen Schichten wird ein am Fraunhofer IKTS entwickelter Workflow genutzt, der inerten Bedingungen für den kompletten Analyseprozess garantiert (Bild 1).

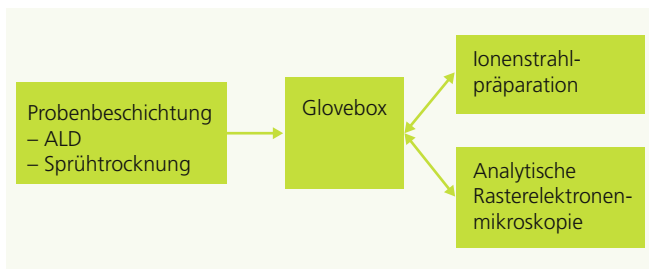


Bild 1: Workflow zur Probenherstellung und Charakterisierung unter inerten Bedingungen.

Mit am Fraunhofer IKTS etablierten ionenstrahlbasierten Präparationsmethoden werden großflächige Gefügebereiche artefaktfrei als Querschnitt präpariert. Dabei verhindert die In-situ-Probenkühlung mit flüssigem Stickstoff das Erwärmen der Proben.

Die präzise geschnittenen Batteriepulverpartikel werden im Feldemissions-Rasterelektronenmikroskop (FE-SEM) abgebildet und charakterisiert. Bild 2 zeigt Lithium-Nickel-Mangan-Cobalt-Oxid (NMC)-Pulverpartikel, die mit einer ca. 40 nm dünnen Al_2O_3 -Schicht im ALD-Verfahren beschichtet wurden. Um ultradünne Schichten im FE-SEM kantenscharf und oberflächensensitiv abzubilden und zu charakterisieren, muss bei niedrigen Beschleunigungsspannungen gearbeitet werden. Damit ist das

Wechselwirkungsvolumen der Primärelektronen mit der Probe so gering, dass Partikel und Beschichtung zuverlässig analysiert werden können.

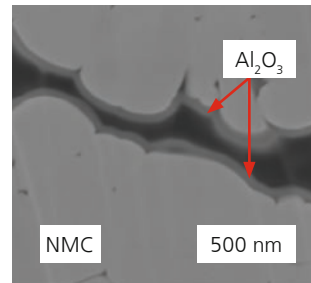


Bild 2: FE-SEM-Aufnahme von mittels ALD mit Al_2O_3 beschichteten NMC-Granalien.

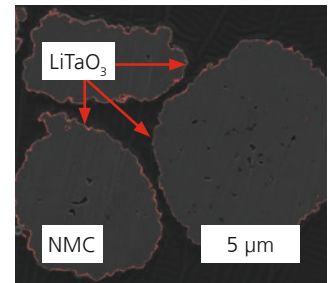


Bild 3: FE-SEM-Aufnahme mit überlagertem EDX-Tantal-Signal von mittels nass-chemischer Sprühtrocknung LiTaO_3 beschichteten NMC-Partikeln.

Für die Charakterisierung mittels energiedispersiver Röntgenanalyse (EDX) kommt bei der Niederspannungsmikroskopie ein fensterloser SDD-Detektor zum Einsatz. Dieser zeichnet sich durch hohe Signalintensitäten und hohe Sensitivität aus. Damit ist es beispielsweise möglich, die homogene Verteilung einer wenige Nanometer dünnen LiTaO_3 -Schicht auf NMC-Partikeln mittels EDX-Mapping abzubilden (Bild 3).

Für weiterführende Schichtanalysen (z. B. Schichthftung, atomarer Aufbau) steht am Fraunhofer IKTS zudem ein hochauflösendes Transmissionselektronenmikroskop (HR-TEM) zur Verfügung. Durch die Anwendung hochentwickelter Analysemethoden trägt das Fraunhofer IKTS entscheidend dazu bei, die Herausforderungen bei der Materialentwicklung für langlebige und leistungsstärkere Batterien zu meistern.

Leistungs- und Kooperationsangebot

- Pulverbeschichtung mittels Atomlagenabscheidung (ALD) und Sprühtrocknung
- Artefaktfreie Gefügepräparation von Batteriematerialien und wasserempfindlichen Proben unter inerten Bedingungen
- Hochauflösende analytische Rasterelektronenmikroskopie (FE-SEM) und Transmissionselektronenmikroskopie (HR-TEM)

Diese Arbeit wurde finanziell gefördert durch das AiF Forschungsnetzwerk Mittelstand (IGF-Vorhaben 22233 BR).