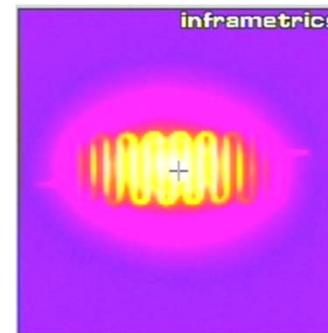
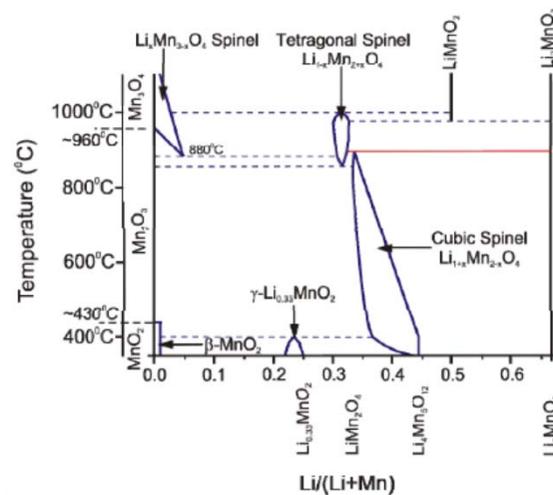


Status, Vorarbeiten und geplante Arbeiten des IAM-AWP in der Helmholtz-Energie-Allianz „Stationäre elektrochemische Feststoff-Speicher und -Wandler“

Y. Cui, C. Ziebert, M. Rohde, H.J. Seifert

INSTITUT FÜR ANGEWANDTE MATERIALIEN– ANGEWANDTE WERKSTOFFPHYSIK (IAM-AWP)



Geplante Arbeiten des IAM-AWP in der Helmholtz-Energie-Allianz „Stationäre elektrochemische Feststoff-Speicher und -Wandler“



Unterthema A.2 Hochtemperatur-Batterien

AP A.2.1: Herstellung und Charakterisierung von Festkörperelektrolyten (Rohde)

Ziele: Screening und Materialherstellung von LAGP, LVSO zur Leitfähigkeitserhöhung und Morphologieverbesserung

Methoden: Lasersintern, FAST-Verdichtung, kombinatorische HF-Magnetronzerstäubung

M1: Festkörperelektrolyte umfassend charakterisiert (Monat 24)

AP A.2.2: Auslagerung bei höheren Temperaturen

Ziele: Untersuchung und Optimierung der chemischen Stabilität und der Leitfähigkeiten bei 100-400 °C

Methoden: Impedanzspektroskopie, Thermodynamische Modellierung (CALPHAD)

M2: Auslagerungsexperimente ausgewertet (Monat 30)

AP A.2.3: Grenzflächenreaktionen bei höheren Temperaturen

Ziele: Untersuchung von Diffusionsprozessen und Optimierung der HT-Wechselwirkung mit Elektrodenmaterialien

Methoden: Thermophysikalische Messungen (DSC, TGA, DTA, STA, Dilatometrie, Laserflash)

M3: Wechselwirkungsexperimente ausgewertet (Monat 34)

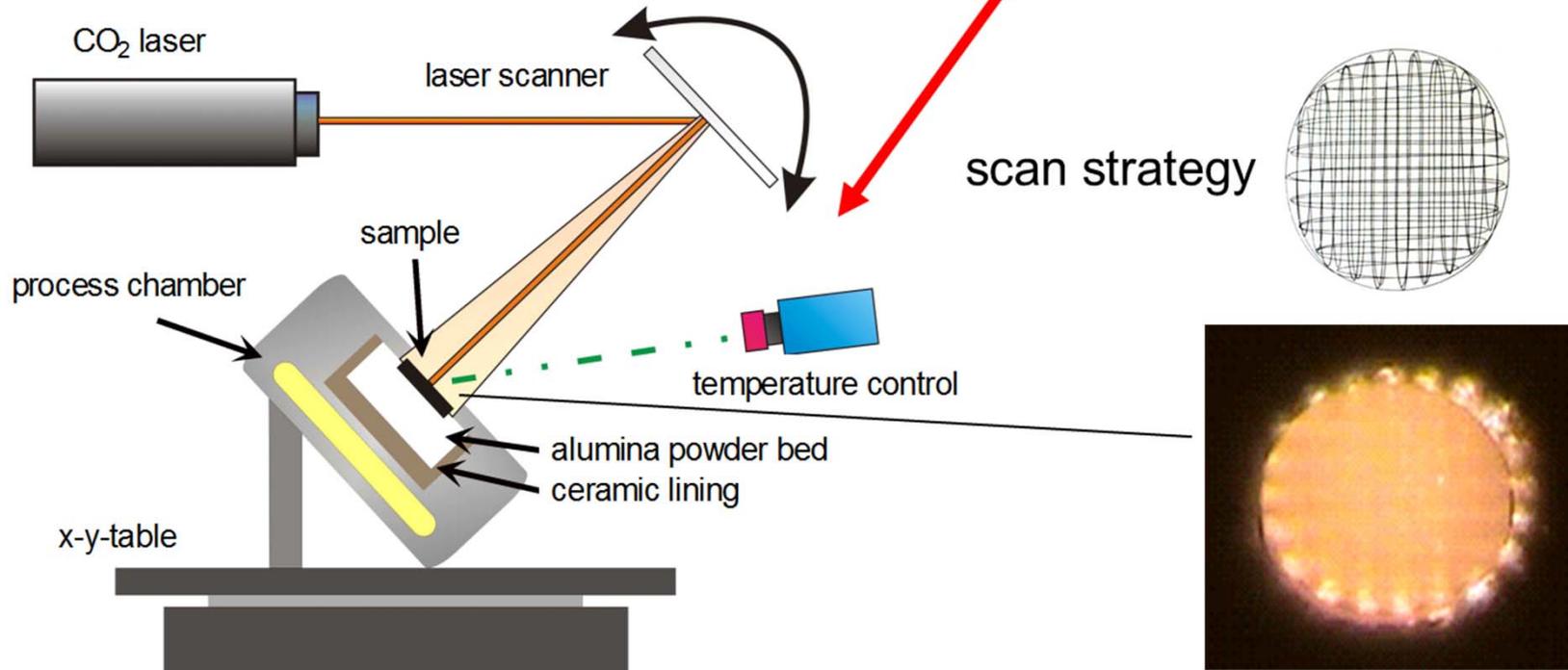
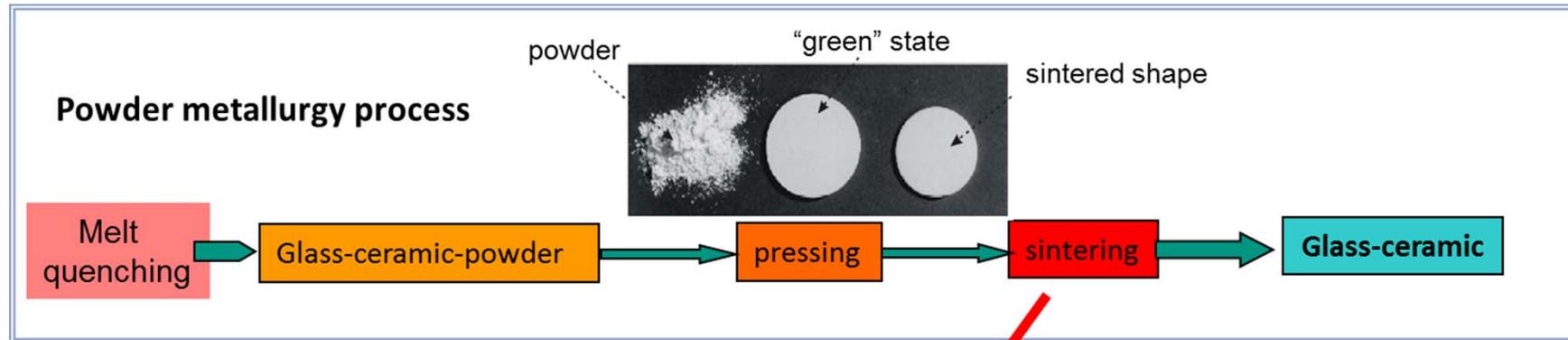
AP A.2.4: Elektrochem. und thermische Charakterisierung (Ziebert)

Ziele: Untersuchung und Optimierung von Kapazität, Zyklenstabilität, Lebensdauer und Sicherheit

Methoden: Batterietests, CV-Messungen, Batteriekalorimetrie

M4: Elektrochem. und thermische Charakterisierung ausgewertet (Monat 35)

1. Herstellungsmethode: Lasersintern



LAGP: Untersuchung des Einflusses von Li_4SiO_4 -Zusätzen und verschiedenen Sinterverfahren

a) Pulvereinwaage und Zusammensetzung der Pulvermischungen

Oxid	Masse [g]	Mol %
Li_2CO_3	3,39	18,2
Al_2O_3	1,60	6,1
GeO_2	9,83	37,3
P_2O_5	13,40	38,4

Oxid	Masse [g]	Mol %
Li_2O_2	1,90	23,7
Al_2O_3	1,63	6
GeO_2	9,81	34,9
P_2O_5	13,50	35,4

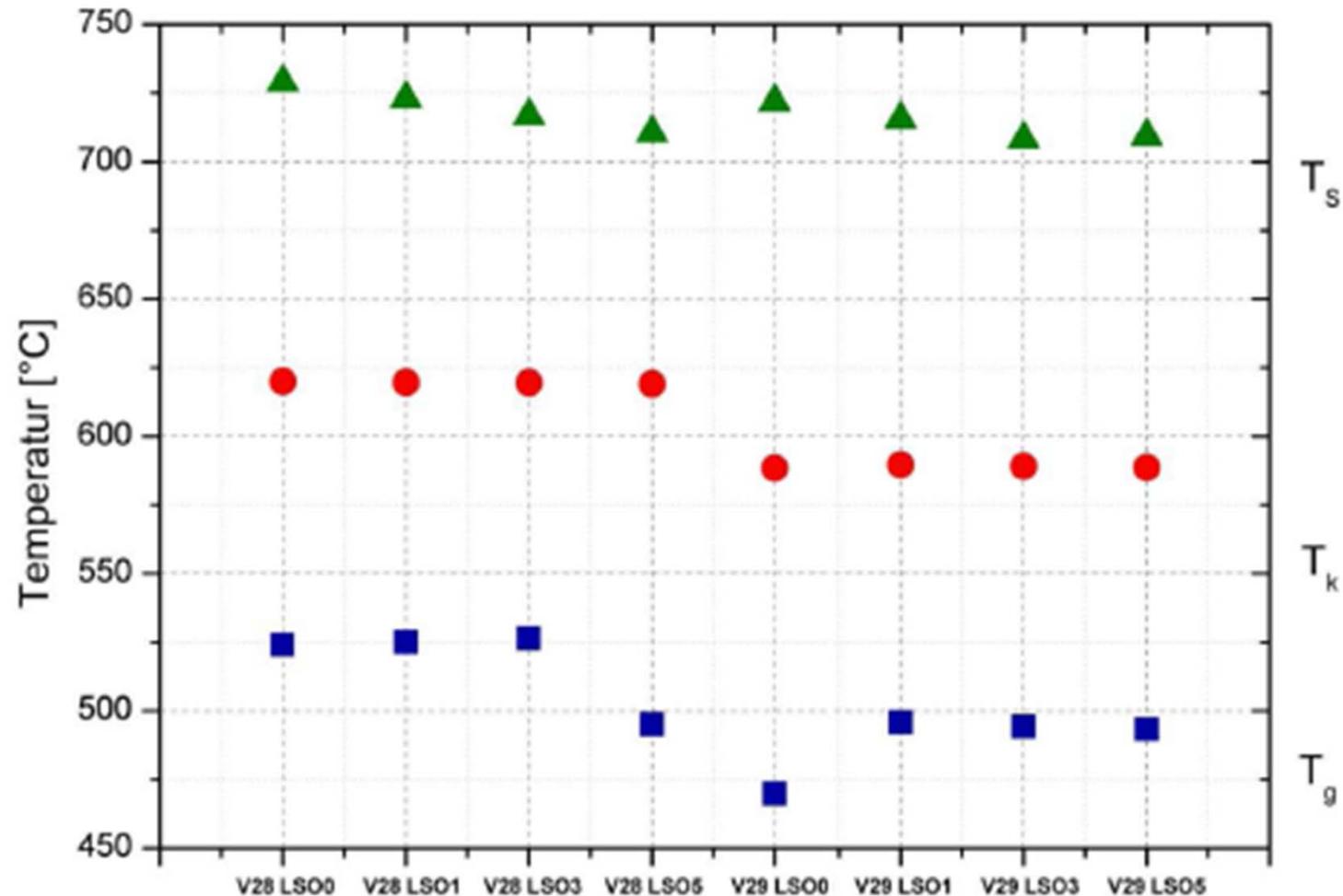
Zusammensetzung der Pulvermischung LAGP V28, hergestellt mit Lithiumcarbonat

Zusammensetzung der Pulvermischung LAGP V29, hergestellt mit Lithiumoxid

	LSOX	Masse an LAGP [g]	Masse an LSO [g]	Massenprozent [%]
LAGP V28	0	3	0	0
	1	3,0137	0,0342	1,1
	3	3,0121	0,0915	2,9
	5	3,0180	0,1504	4,7
LAGP V29	0	3	0	0
	1	3,0283	0,0315	1,03
	3	3,0007	0,0910	2,9
	5	3,0082	0,1498	4,7

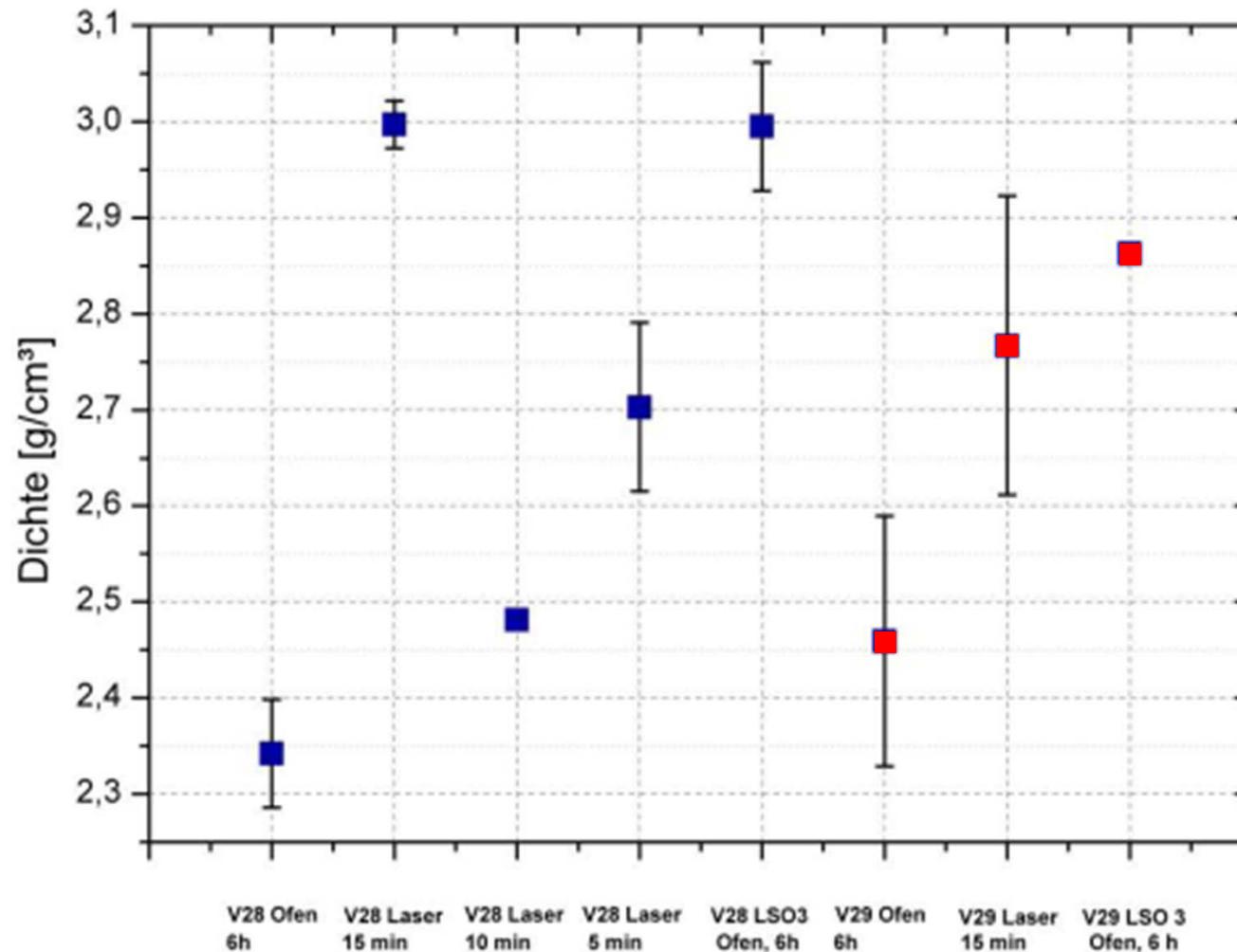
Tabellarische Zusammenfassung der unterschiedlichen Konzentrationen an Li_4SiO_4

b) Einfluss auf charakteristische Temperaturen



Grafische Darstellung der Glasübergangstemperatur (T_g), Kristallisierungstemperatur (T_c) und Schmelztemperatur (T_s) bei den unterschiedlichen Pulvermischungen.

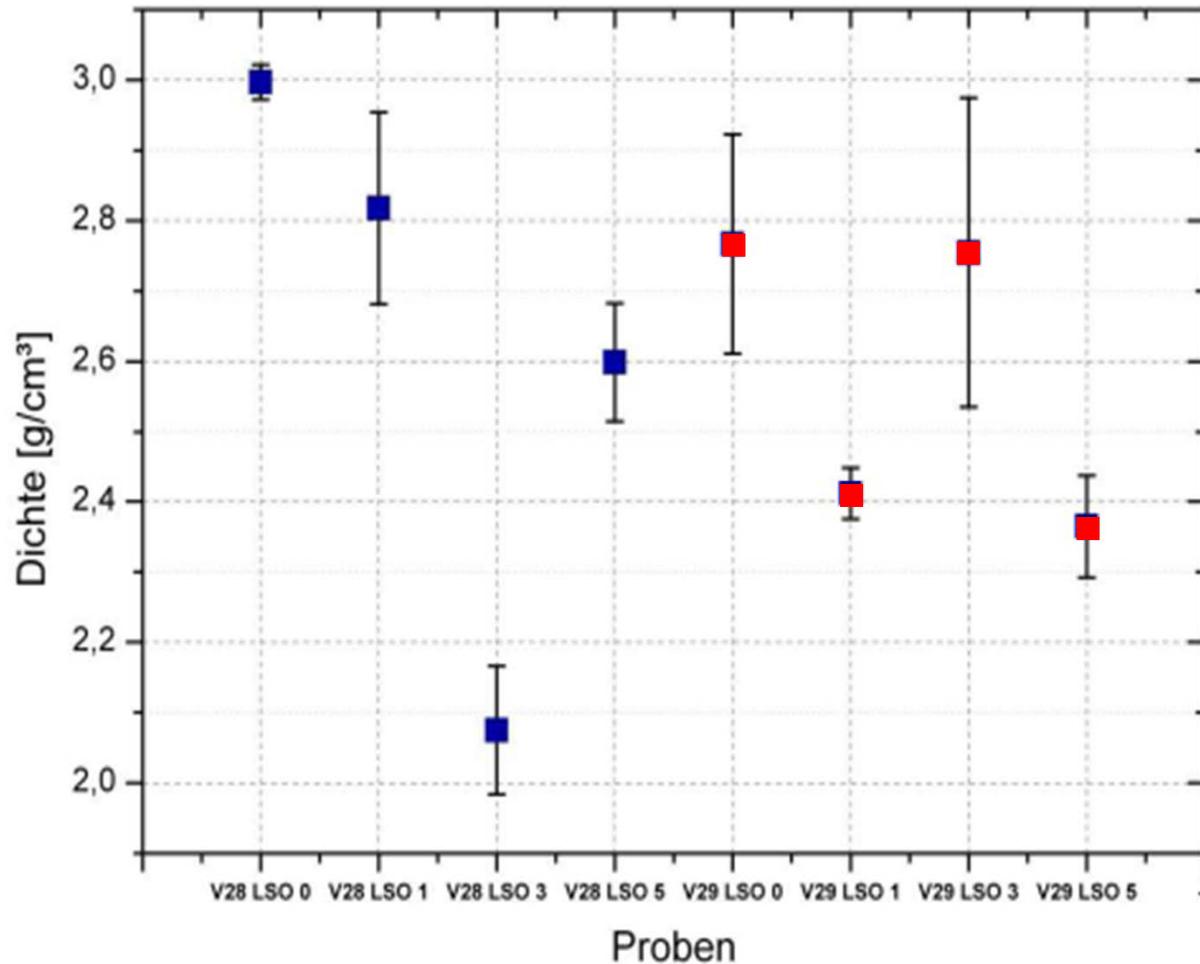
c) Einfluss auf Dichte



⇒ Optimale
Sinterzeit 15 min

Vergleich der Dichten der mit unterschiedlichen Methoden gesinterten Proben

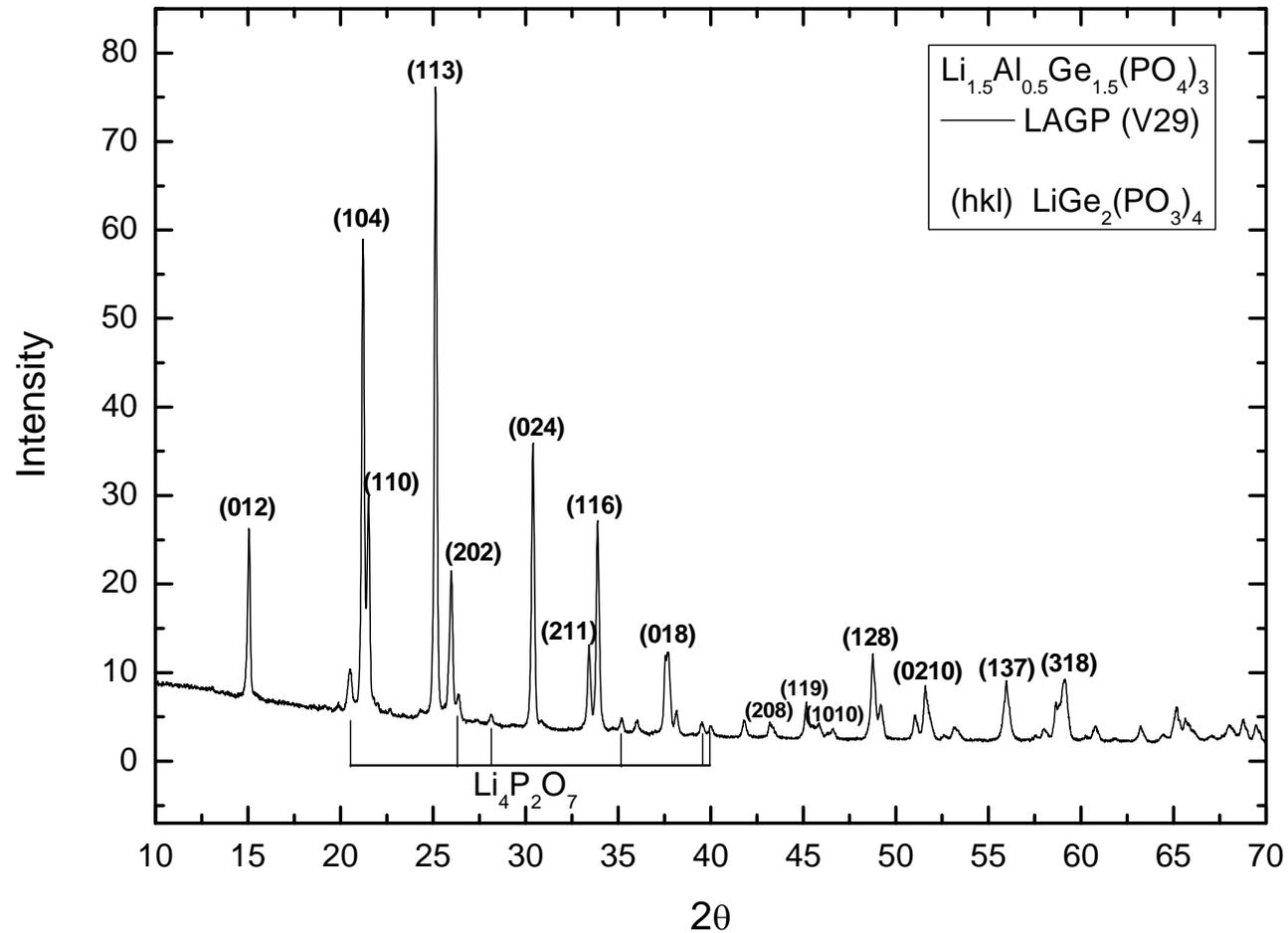
c) Einfluss auf Dichte



⇒ Abnahme der Dichte mit zunehmender LSO-Konzentration

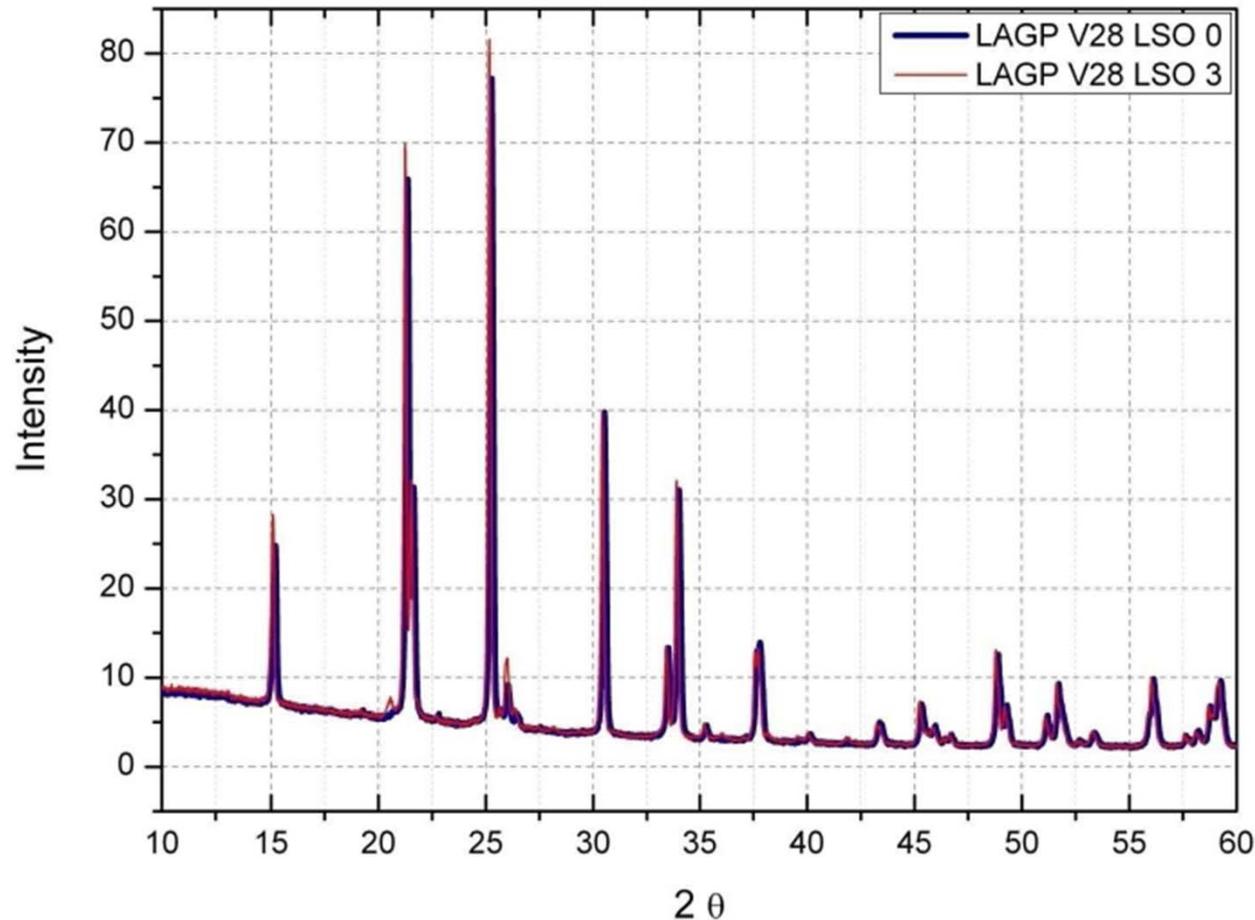
Vergleich der Dichten der mit 15 Minuten lasergesinterten LAGP Proben mit unterschiedlicher Konzentration an LSO.

d) Einfluss auf Kristallstruktur



Röntgendiffraktogramm von LAGP V29

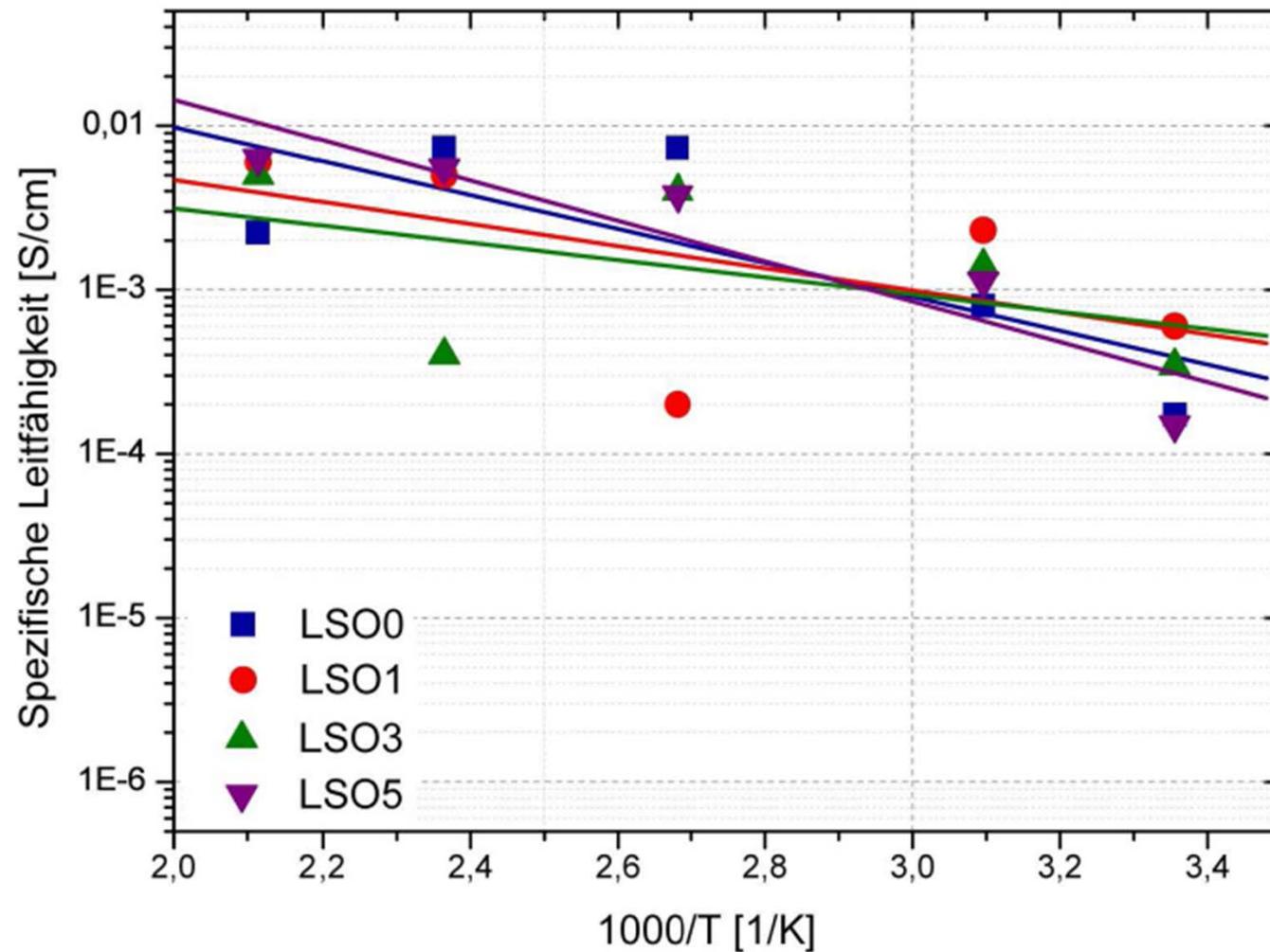
d) Einfluss auf Kristallstruktur



Vergleich der Röntgendiffraktogramme einer mit einer Sinterzeit von 15 Minuten laser-gesinterten reinen LAGP V28 Probe und einer LAGP V28 LSO3 Probe

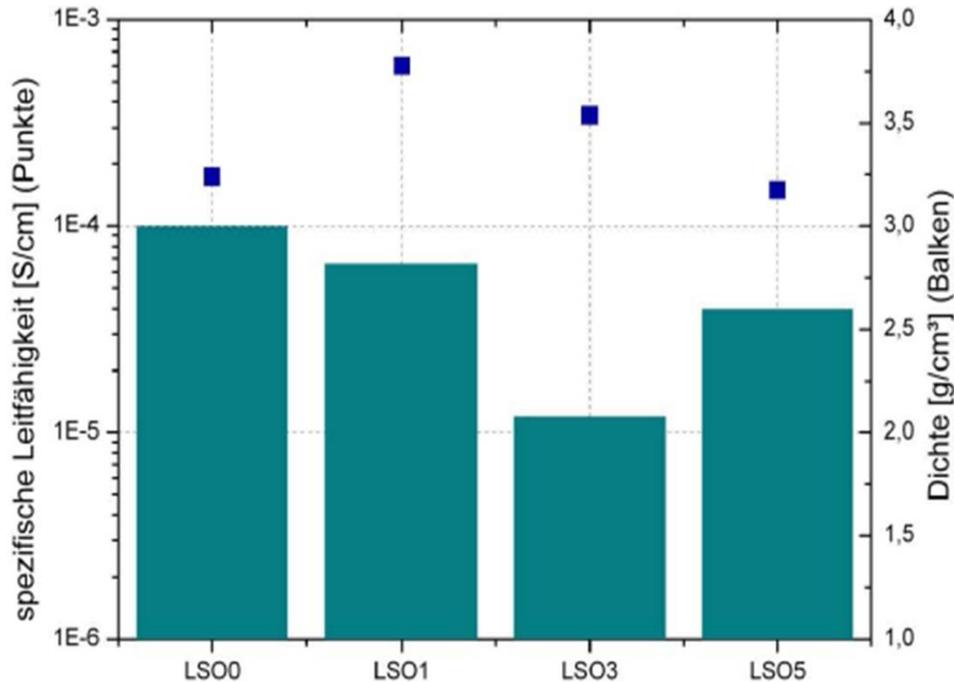
⇒ LAGP-Struktur unabhängig von Herstellungsrouten und LSO-Gehalt

e) Einfluss auf Ionenleitfähigkeit

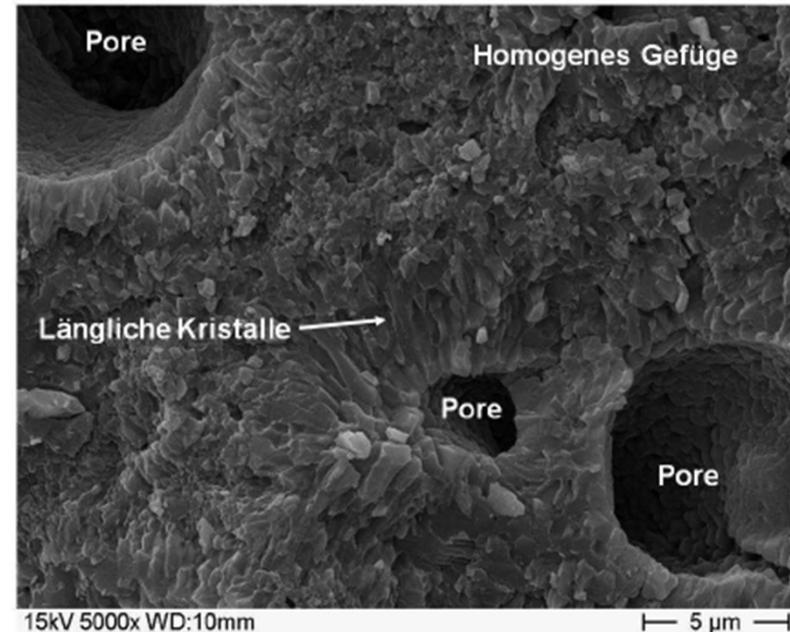


⇒ Zusatz von Li_4SiO_4 hat keinen Einfluss auf Ionenleitfähigkeit

e) Einfluss auf Ionenleitfähigkeit



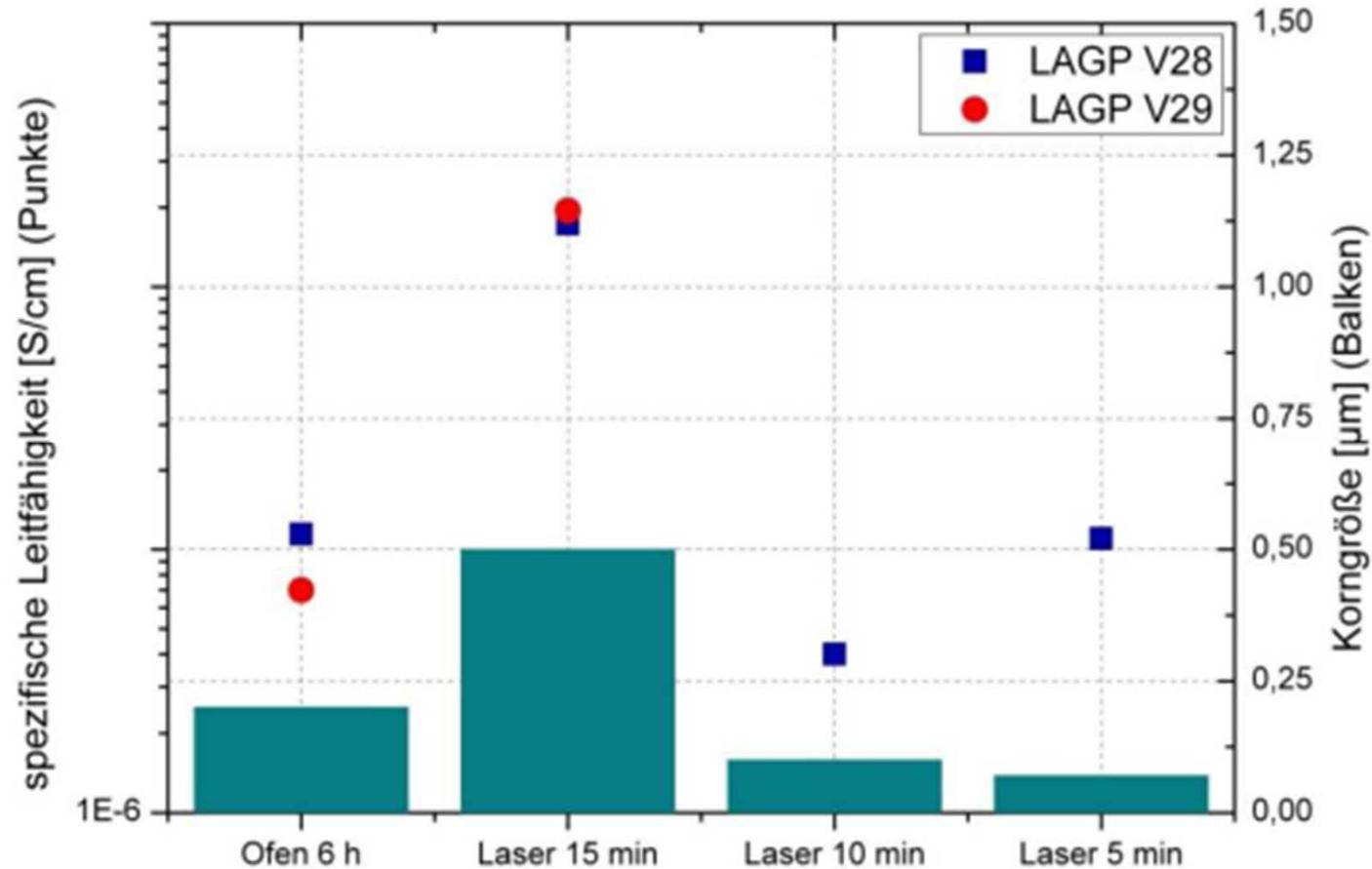
Dichte und Leitfähigkeit der mit einer Haltezeit von 15 Minuten lasergesinterten LAGP V28 Proben mit unterschiedlicher LSO- Konzentration.



REM- Aufnahme einer LAGP V28 LSO1 Probe.

⇒ keine Korrelation zwischen Dichte und Ionenleitfähigkeit

e) Einfluss auf Ionenleitfähigkeit



Ionenleitfähigkeit und Korngröße der durch unterschiedliche Sinterfahren hergestellten LAGP V28 LS00 und LAGP V29 LS00 Proben

⇒ Anstieg der Leitfähigkeit mit steigender Korngröße

e) Einfluss auf Ionenleitfähigkeit

Temperatur [°C]	Maximalwert aus dieser Arbeit		Literatur		
	Probe	Wert	Quelle	Probe	Wert [S/cm]
40	LAGP V28 LSO3 Laser 15	$7 \cdot 10^{-4}$	[20]	$\text{Li}_{1,4}\text{Ge}_{1,6}\text{Al}_{0,4}(\text{PO}_4)_3$	$2,7 \cdot 10^{-5}$
100	LAGP V28 LSO0 Laser 15	$8 \cdot 10^{-3}$	[22]	$\text{Li}_{1,2}\text{Ge}_{1,7}\text{Al}_{0,2}(\text{PO}_4)_3$	$1,03 \cdot 10^{-3}$

⇒ Deutliche Erhöhung der Leitfähigkeit gegenüber Literaturwerten

[20] C.J. Leo, B.V.R. Chowdari, G.V. Subba Rao, J.L. Souquet, *Materials Research Bulletin* 37 (2002) 1419-1430

[22] C.J. Leo, G.V. Subba Rao, B.V.R. Chowdari, *Solid State Ionics* 159 (2003) 357-367.

Projektstatus:

- 01.04.2012: Start der Projektarbeiten
- Literaturrecherche
- Materialauswahl, Laborvorbereitung, Vorauswahl zur Gerätebestellung
- Stellenausschreibung für Doktoranden durchgeführt (28 Bewerber, Gespräche abgeschlossen): Einstellung von Herrn Y. Cui zum 01.10. erfolgt
- zwei Trockenkammern bestellt:

Binder KB 23



Temperaturbereich: -5 bis 100 °C

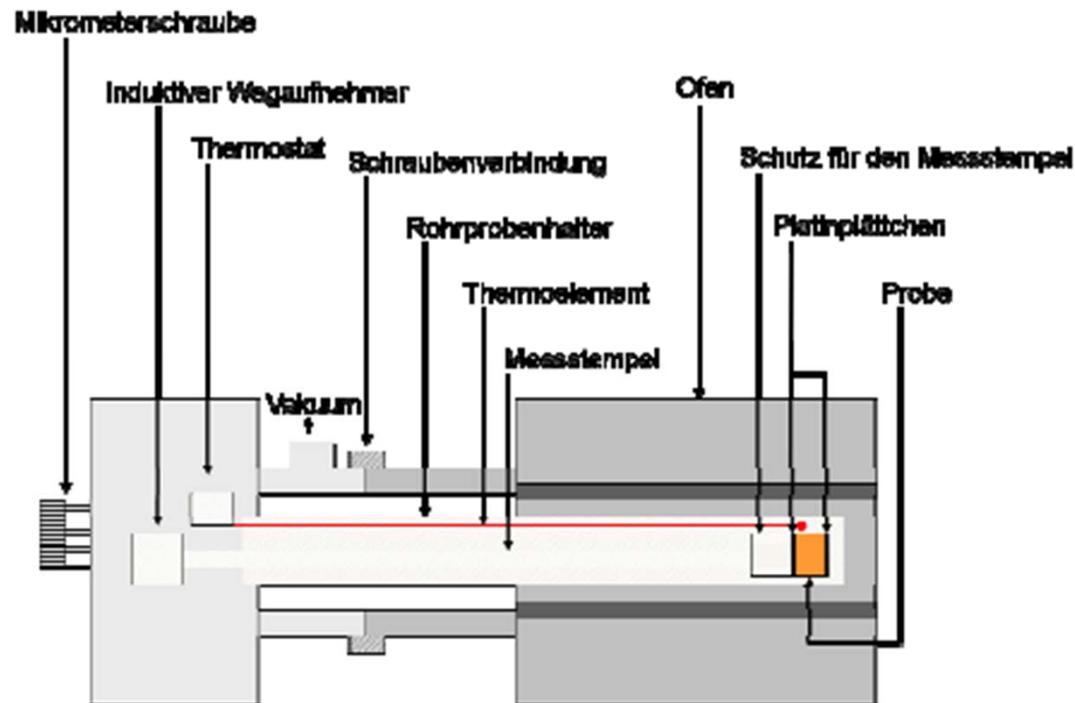
Carbolite HT5



Temperaturbereich: 80 bis 500 °C

Projektstatus:

- Erste Pulver und Keramiken hergestellt
- Sinterversuche mit dem HT-Dilatometer zum Screening von Sinterparametern



Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit