

# Operando Analyse der Gasentwicklung in Lithiumionen Batterien

## Diplomarbeit

Empa, Swiss Federal Laboratories for Materials Science and Technology,  
Laboratory Materials for Energy Conversion, 8600 Dübendorf

Datum 02.03.2020

Diplomarbeit von Benjamin Kunz (benjamin.kunz@empa.ch)  
17E Abschlussjahr 2020

Betreuung:  
Dr. Corsin Battaglia (Empa)  
Roland Derrer (HFU)

# Diplomarbeit

1. Management-Summary	4
2. Einleitung	5
2.1 Ausgangslage, Zweck und Motivation	5
2.2 Aufgabenstellung	6
2.3 Einführung in die Technologie	6
3. Projektdurchführung	7
3.1 Terminplan	7
3.2 Vorgehen Projekt	8
4. Pflichtenhefte	9
4.1 Allgemeines	9
4.2 Technische Anforderungen	9
4.3 Budget	11
4.4 Wissensmanagement	13
4.5 Validierung mit Auftrag	13
5. Analyse Pflichtenheft	14
5.1 Zweck und Umfang der Analyse	14
5.2 Analyse der Teilaufgaben	14
5.3 Validierung mit dem Pflichtenheft	16
6. Konzept	17
6.1 Zweck und Umfang des Konzepts	17
6.2 Konzept	17
6.3 Validierung mit der Analyse	30
7. Realisation	33
7.1 Zweck und Umfang der Realisation	33
7.2 LabVIEW Aufbau	33
7.3 Swagelok Aufbau	36
7.4 Anleitung	38
7.5 Validierung mit dem Konzept	43
8. Test Phase	44
8.1 Zweck des Tests	44
8.2 Test Durchführung und Ergebnisse	44
8.3 Validierung mit Realisation	51
8.4 Fazit DA/ Ausblick	52
9. Danksagung	53
10. Anhang	54
10.1 Anhang Ausgedruckt	54
10.2 Anhang auf USB	58
11. Glossar und Verzeichnis	59
11.1 Glossar	59
11.2 Abbildungsverzeichnis	60
11.3 Tabellenverzeichnis	60
11.4 Quellenverzeichnis	61

# 1. Management-Summary

Batterien nehmen stark an Bedeutung zu und werden immer wichtiger für unsere Wirtschaft und unsere Gesellschaft. An der Empa wird an neuen nachhaltigen Batterien geforscht. Es geht darum, Batterien zu verbessern und neue Batterien zu entwickeln, um Lösungen für die Elektromobilität sowie zum Speichern von erneuerbaren Energien bereitzustellen. Essenziell für die Forschung an neuen Batterien, die den Markt revolutionieren sollen, ist die genaue Bestimmung ihrer elektrochemischen Eigenschaften, wofür an der Empa verschiedene elektrochemische Messmethoden zur Verfügung stehen. Eine noch nicht weitverbreitete Methode, Batterien unter einem anderen Blickwinkel zu erforschen, ist die Analyse der entstehenden Gase in der Batterie.<sup>1</sup>

Um die Batterieforschung an der Empa weiter zu verbessern, wurde zu den in der Vordiplomarbeit erstellten thermischen Charakterisierung der Batterie nun ein Messaufbau zur Gasanalyse der Batterien aufgebaut. Wie schon bei der thermischen Charakterisierung ist der Nutzen des Aufbaus für die Forschung an der Empa wichtig, um ein tieferes Verständnis der in der Batterie vorgehenden Prozesse zu erreichen. Zukünftige Doktoranden und Postdocs können diesen Messaufbau für ihre Forschung und ihren Arbeiten verwenden.

In dieser Diplomarbeit wurde erfolgreich ein OEMS<sup>2</sup> Testaufbau realisiert. Nun kann eine Batterie während sie zyklisiert, also geladen/entladen wird, auf deren entstehende Gase analysiert werden. Dabei konnte vor allem H<sub>2</sub> während des Ladezyklus festgestellt werden. Dies kommt bei wässrigen Batterien durch das Zersetzen von Wasser zustande.

---

<sup>1</sup> Einleitung (Allgemeinerteil) aus Vordiplomarbeit

<sup>2</sup> Online electrochemical mass spectrometry

## 2. Einleitung

### 2.1 Ausgangslage, Zweck und Motivation

#### 2.1.1 Ausgangslage

Für die Entwicklung und Charakterisierung von Batterien an der Empa werden verschiedene Messverfahren verwendet. Eine wichtige Messung, um die chemischen Reaktionen in der Batterie noch besser zu verstehen, ist die Gasentwicklung während den Lade und Entladezyklen.

Die folgenden Geräte sind bereits im Besitz der Empa und stehen der Diplomarbeit zur Verfügung:

Table 1 Übersicht über die zur Verfügung stehenden Mittel

Gerät	Inventar Nummer	Bemerkung
Pfeiffer Omnistar Massenspektrometer GSD 301	33099	Massenspektrometer (MS)
Mass Flow Controller EL FLOW 50 ml/min	S.N.M5207459G	F-201C-RAB-22-V
Computer mit NI LabVIEW	5574	Rechner für die ganze Abteilung
Diverse Swagelok Komponenten	N/A	
BioLogic Potentiostat		Innerhalb der Abteilung stehen drei verschiedene zur Verfügung

#### 2.1.2 Motivation

Diese Arbeit baut auf meinem Interesse an der Messtechnik auf und vernetzt die gelernten Fähigkeiten an der HFU mit meinen beruflichen Aktivitäten an der Empa. Mit dem Massenspektrometer lerne ich ein neues Gerät kennen, das ich zwar theoretisch aus meiner Ausbildung als Physiklaborant kenne, jedoch noch nie verwendet habe.

Ebenfalls leistet die Gasanalyse von Batterien einen wichtigen Beitrag an die Batterieforschung, um unsere Zukunft nachträglich zu verändern und alternative Energien zu fördern.

#### 2.1.3 Rahmenbedingungen

Innerhalb der Abteilung Material for Energy Conversion (Abteilung 501) werden verschiedenen Forschungen an Batterien betrieben. Mein Beitrag ist nun das Analysieren der entstehenden Gase.

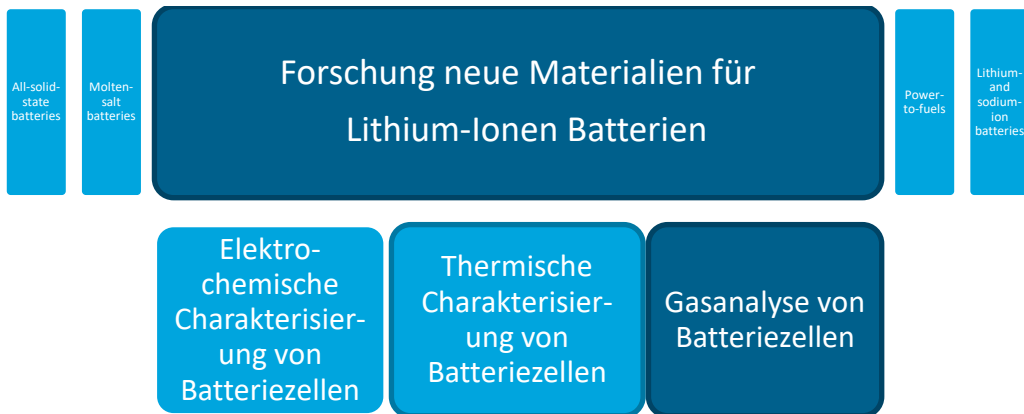


Figure 1 Darstellung der Messverfahren innerhalb der Abteilung (Es sind noch weitere Messverfahren an der Empa vorhanden)

Aufgrund der im Labor häufig verwendeten englischen Sprache wird der hier beschriebene Akku als Batterie bezeichnet. Der deutsche Wortschatz unterscheidet diese Begrifflichkeiten jedoch auch nicht konstant (Beispiel: Blei Akku oder Autobatterie)

## 2.2 Aufgabenstellung

Original Aufgabenstellung im Anhang.

Es soll ein Messgerät entwickelt werden, das es ermöglicht, die bei einer Batterie entstehenden Gase während des Lade- und Entladezyklus zu messen, da solche Geräte auf dem Markt nicht erwerblich sind. Die Messdaten sollen elektronisch erfasst und gespeichert werden. Eine kommerzielle Laborzelle soll für die Experimente verwendet werden, allerdings mit Elektroden, die an der Empa entwickelt werden. Für den ersten Funktionstest kann eine Elektrolyse von Wasser zur Erzeugung von Wasserstoff verwendet werden, da diese einfacher zu messen ist. Es soll die Basis für einen Aufbau geschaffen werden, der weiterentwickelt wird. Diese Art von Messaufbau wird unter anderem wie folgt bezeichnet:

- Differential electrochemical mass spectrometry (DEMS)
- Online electrochemical mass spectrometry (OEMS)

## 2.3 Einführung in die Technologie

Bei den elektrochemischen Prozessen kann es zu Nebenreaktionen führen, die den Elektrolyten zersetzen können. Diese Nebenreaktionen können die Laufzeit und die Kapazität der Batterie auf Dauer reduzieren. Ein Teil dieser Nebenreaktionen kann als Gas freigesetzt werden. Dieser wird hier mittels eines Massenspektrometers analysiert.

Das Massenspektrometer (MS) analysiert das vorhandene Gasgemisch, das anliegt.

Das anliegende Gasgemisch wird über eine Kapillare angezogen und in der Ionenquelle ionisiert. Dies geschieht im Vakuumbereich, damit sich die Ionen frei im MS bewegen können. Nun werden die Ionen anhand ihres Masse/Ladungsverhältnisses sortiert. Diese geschieht im Massenfilter, bei diesem Gerät ein sogenannter Quadrupol. Anschliessend werden die sortierten Ionen am Detektor gemessen.

In diesem Projekt wird Argon als Trägergas verwendet, welches die entstehenden Gase während der Zyklierung der Batterie zum Massenspektrometer führt. Das MS sieht also bei der Masse von Argon (40 amu) einen Peak (Signal). Dieser Peak kann als Referenz verwendet werden und gibt an, ob die Messung korrekt verläuft.

# 3. Projektdurchführung

## 3.1 Terminplan

Der Terminplan resultiert aus der vorhandenen Aufwandsabschätzung und wurde mittels der Vorlage der HFU angefertigt. Viele Arbeiten können parallel durchgeführt werden, da immer wieder Wartezeiten entstehen

### 3.1.1 Aufwandsabschätzung

Table 2 Aufwandsabschätzung gemäss Vorschlag

<b>Tätigkeit</b>	<b>Muss Ziele Aufwand [h]</b>	<b>Wunsch Ziele Aufwand [h]</b>	<b>PRIO</b>
<b>Pflichtenheft &amp; Zeitplan erstellen</b>	<b>10</b>	<b>5</b>	
<b>Budget erstellen</b>	<b>5</b>		<b>1</b>
<b>Anforderungsprofile</b>	<b>5</b>		<b>1</b>
<i>Wunschziele Anforderungen definieren</i>		<b>5</b>	<b>2</b>
<b>Pflichtenheft &amp; Zeitplan analysieren</b>	<b>10</b>	<b>5</b>	
<b>Analyse Budget erstellen</b>	<b>5</b>		<b>1</b>
<b>Analyse Anforderungsprofil</b>	<b>5</b>		<b>1</b>
<i>Analyse Anforderungen Wunschziele</i>		<b>5</b>	<b>2</b>
<b>Konzept</b>	<b>30</b>	<b>5</b>	
<b>Gesamtkonzept</b>	<b>5</b>		<b>1</b>
<b>Teilkonzept; Geräte; MS, MFC; E-Cell; Ventile und BioLogic</b>	<b>15</b>		<b>2</b>
<i>Teilkonzept; Synchronisation, Schnittstellen und Montage/Aufbau der Geräte.</i>	<b>10</b>		<b>2</b>
<i>Teilkonzept Kalibration der Gasflüsse</i>		<b>5</b>	<b>3</b>
<b>Realisation</b>	<b>55</b>	<b>10</b>	
<b>Programmieren der Geräte</b>	<b>40</b>		<b>1</b>
<b>Montage des Messaufbaus</b>	<b>5</b>		<b>1</b>
<b>Messen von Wasserstoff</b>	<b>5</b>		<b>2</b>
<b>Anleitung Erstellen</b>	<b>5</b>		<b>2</b>
<i>Kalibration der Gasflüsse</i>		<b>10</b>	<b>3</b>
<b>Test Phase</b>	<b>35</b>	<b>15</b>	
<b>Realisation mit Testkonzept überprüfen</b>	<b>30</b>		<b>1</b>

<b>Messen der Gasentwicklung einer Batterie</b>	<b>5</b>		<b>1</b>
<b>Korrelation der Ergebnisse mit den elektrochemischen Daten.</b>		<b>5</b>	<b>2</b>
<b>Quantitative Analyse der zeitaufgelösten Massenspektren</b>		<b>10</b>	<b>2</b>
<b>Dokumentation erstellen</b>	<b>45</b>	<b>10</b>	<b>1</b>
<b>Präsentation vorbereiten</b>	<b>15</b>	<b>5</b>	<b>1</b>
<b>Total</b>	<b>200</b>	<b>60</b>	

### 3.1.2 Projekt Zeitplan

Im Anhang

## 3.2 Vorgehen Projekt

Zuerst wird ein Lösungskonzept entwickelt, welches die Funktionen aus dem Pflichtenheft übernimmt. Die einzelnen Tätigkeiten innerhalb des Projekts wurden im Vorschlag (DA Vorschlag separates Dokument) in kleinere Aufgaben unterteilt. Anschließend werden gemäss Zeitplan die einzelnen Punkte abgearbeitet. Fallen Wartezeiten an, soll wenn möglich, an anderen Punkten wie zum Beispiel der Doku, LabVIEW oder dem Zeitplan gearbeitet werden. Wenn möglich können Wartezeiten effizient genutzt werden. Allfällige Änderungen werden an den DA Blöcken mit den Lehrpersonen ausgetauscht und besprochen.

Der Aufbau ist gemäss Figure 2.



Figure 2 Ablauf des Projektes nach dem Wasserfallprinzip<sup>3</sup> (Josef Gubelmann, Heiko Scherler, Clarisse Pfiko, Claus-J.Sommer, & Martin Sedlmayr, 20017)

<sup>3</sup> Projektmanagement IPMA(ICB4), ISB 987-3-7155-7335-9, Auflage 4 2017

## 4. Pflichtenhefte

### 4.1 Allgemeines

Das Pflichtenheft beschreibt die Anforderungen, resultierend aus dem DA Auftrag. Der Zeitplan wird im Anhang hinzugefügt. Die Aufwandsabschätzung wurde im vorhergehenden Kapitel 3 behandelt. Da diverse Schritte bereits bei der Erfassung des DA Vorschlages ausgeführt wurden, werden diese nicht nochmals kopiert, sondern auf diese verwiesen. Die Punkte sind aber erwähnt, da sie in einem Pflichtenheft gemäss Gelerntem vorhanden sein sollten.

#### 4.1.1 Ausgangslage

Siehe Ausgangslage 2.1.1

#### 4.1.2 Aufgabenstellung

Siehe Aufgabenstellung 2.2 (original im Anhang)

#### **Soll Ziele**

- S1. Gasleitungen zu den einzelnen Geräten mittels Swagelok aufbauen
- S2. Ansteuerung der Mass Flow Controller (MFC) und des Spektrometers mittel LabVIEW
- S3. Ansteuerung des Ventils für die Gasentnahme aus der Zelle mittel LabVIEW
- S4. Ansteuerung des BioLogic mittels LabVIEW
- S5. Synchronisation von allen Bausteinen
- S6. Messen von Wasserstoff bei kleinen Gasflüssen, der während der Elektrolyse von Wasser in der Zelle entsteht
- S7. Messen der Gasentwicklung, während des Ladens und Entladens einer Batterie
- S8. Speichern der gemessenen Daten des Massenspektrometers in txt. File
- S9. Anleitung zur Bedienung des OEMS/DEMS-Aufbaus.

#### **Wunsch Ziele:**

- Kalibration der Gasflüsse
- Quantitative Analyse der zeitaufgelösten Massenspektren
- Korrelation der Massenspektren mit den elektrochemischen Daten

### 4.2 Technische Anforderungen

#### 4.2.1 **Soll Ziele**

S1: Gasleitungen zu den einzelnen Geräten mittels Swagelok aufbauen.

- Verbindungen kurzhalten, um ein kompaktes System aufzubauen.
- Verwenden von Edelstahlkomponenten. Swagelok empfiehlt, nicht zwei verschiedene Verschraubungssysteme zu verwenden, ebenfalls sollen Vermischungen von verschiedenen Rohrverschraubungsmaterialien (Beispiel: Messing und Edelstahl) verhindert werden.
- Einhalten der gängigen Montageregeln von Swagelok
- Zur Verfügung steht bereits Rohrmaterial ¼ Zoll.

S2: Ansteuerung der Mass Flow Controller und des Spektrometers mittel LabVIEW

- Testmessung soll mittels LabVIEW durchgeführt werden, das Virtuelle Instrument (VI) kann später als Untergeordnetes VI (SubVI) für das Programm fungieren.



## Diplomarbeit

- Das Omnistar GSD 301 mittels LabVIEW auslesen und Werte plotten. Formiergas (95% Argon & 5% Wasserstoff) kann als Test verwendet werden.

S3: Ansteuerung des Ventils für die Gasentnahme aus der Zelle mittel LabVIEW

- Mittels Ventils die Gasmengen während der Zyklisierung der Batterie akkumulieren und dem Omnistar zur Verfügung stellen.
- Ventil ansteuern und tackten. Die Ansteuerung und Taktzeit ist so zu wählen, dass ein Signal, im MS gemessen werden kann. Das bedeutet, dass die Gasmenge, die entsteht, grob abgeschätzt werden muss und mit dem MS abgestimmt werden soll.

S4: Ansteuerung des BioLogic mittels LabVIEW

- Der BioLogic soll über das LabVIEW gesteuert werden. Eingabe der wichtigen Parameter Ladestrom, Ladezeit, maximale Spannung und minimale Spannung über LabVIEW. Auch allfällige Haltezeiten bei voller Ladung oder Pause nach dem Entladen sollen möglich sein.
- Ausgabe der Messwerte in LabVIEW.

S5: Synchronisation von allen Bausteinen

- Steuern der einzelnen Elemente mittels LabVIEW (BioLogic, MS, Ventile und MFC)

S6: Messen von Wasserstoff bei kleinen Gasflüssen, der während der Elektrolyse von Wasser in der Zelle entsteht

- Um das MS zu testen und Erfahrungen zu sammeln soll in einem Experiment die Elektrolyse von Wasser in Wasserstoff und Sauerstoff ausgeführt werden. Die dabei entstehenden Gase sollen mit dem MS gemessen werden. Bei dieser Messung werden höhere Gasvolumen erwartet, die leichter zu detektieren sind.
- Dokumentieren der Messung und deren Ergebnisse.

S7: Messen der Gasentwicklung während des Ladens und Entladens einer Batterie

- Abschätzen des zu erwarteten Gasvolumens.
- Durchführung einer Messung einer Lithium-Ionen-Batterie und detektieren der entstehenden Gase.
- Plotten der Messergebnisse und dokumentieren.

S8: Speichern der gemessenen Daten des Massenspektrometers in txt. File oder .csv

- Die Erfassten Messwerte sollen mittels LabVIEW in eine TXT File gespeichert werden.
- Datum, Zeitdauer der Messung und der Messwert angeben in txt. File

S9: Anleitung zur Bedienung des OEMS/DEMS Aufbaus

Die Anleitung soll das Durchführen einer Messung und somit die Bedienung des MS und des LabVIEW Programms erklären. Die Anleitung wird im Kapitel 7.4 dokumentiert.

Die Anleitung soll mittels Skizzen und Fotos visualisiert werden.

### 4.2.2 Wunsch Ziele

W1: Kalibration des Gasflusses

- Mittels Referenzmessung den MFC mit Argon kalibrieren.

W2: Quantitative Analyse der zeitaufgelösten Massenspektren

- Messen der Mengen der vorhandenen Produkte im Massenspektrometer während der Zyklisierung der Batterie.

W3: Korrelation der Massenspektren mit den elektrochemischen Daten

Inwiefern stimmen die im Massenspektrum gemessenen Daten mit den chemischen Prozessen in der Batterie überein? Sind unerwartete Produkte gemessen worden, und wenn ja, wie sind diese entstanden? Interpretation der Messungen.

### 4.2.3 Persönliche Ziele

Steht im Kapitel 2.1.3

## 4.3 Budget

Das Budget wurde in verschiedene Teile aufgeteilt. Eine Grosszahl der benötigten Mittel ist bereits im Besitz der Empa und kann für diese DA verwendet werden, dies reduziert die Kosten für das Projekt. Die Arbeit an dem Projekt wird nicht verrechnet.

### 4.3.1 Mechanische Komponenten des Aufbaus

Hier werden die EL-Cell sowie die Ventile und Swagelok Bauteile behandelt

Table 3 Budget für mechanische Komponenten

Wer	Was	Stk	Preis [Fr]	Bemerkung	Offerte
El Cell	PAT-Cell-GAS SP	1	5000	Teuerste Variante	ja
El Cell	PAT-Stand-1	1	721.41	Dockingstation	ja
El Cell	ECC1-01-0026-C	1	63.65	Upper plunger,	ja
El Cell	ECC1-01-0038-C_0	1	95.6	Lower plunger	ja
El Cell	CC1-01-0037-C_0	1	89,00	Lower plunger (AIR),	ja
El Cell	ECC1-00-0232-D/X	1	136.99	Dichtringe	ja
El Cell	PAT-Press-Box	1	1500	Drucksensor Zusatzmodul	ja
lesker/andere	Druckventile etc.	2	1000	Keine offizielle, Anfrage Abschätzung	Nein
Swagelok	Diverse Bauteile	N/A	500	Vieles vorhanden	Nein
Bronkhorst	Flow Controller	1	1000	Vorhanden	Nein
Reserve	Bauteile Zubehöre etc.	1	500		
	<b>TOTAL</b>		<b>9017.65</b>		

### 4.3.2 LabVIEW

Die Software ist bereits im Besitz der Empa. Für die Verbindungen können evtl. Einzelteile benötigt werden. Der Computer ist ebenfalls schon vorhanden.

Table 4 Kosten für LabVIEW & Zubehör

Wer	Was	Stk	Preis [Fr]	Bemerkung	Offerte
national Instrument	Software		N/A	Vorhanden	Nein
Conrad/Distrelec /etc.	Kabel USB/RS232		1000		Nein
IT	Computer		N/A	Vorhanden	Nein
	<b>Total</b>		<b>1000</b>		

### 4.3.3 MS Omnistar

Das MS, das verwendet wird, wurde 2016 komplett revidiert.

Table 5 Kosten für Massenspektrometer

Wer	Was	Fr./Stk	Stk	Preis [Fr]	Bemerkung	Offerte
Empa	Gerät (MS) Omnistar		1	N/A	Vorhanden	Nein
Reserve	Unerwartetes/ Kapillare defekt			1000	Unerwartetes	Nein
	<b>Total</b>			<b>1000</b>		

### 4.3.4 BioLogic

Table 6 Kosten für Massenspektrometer

Wer	Was	Fr./Stk	Stk	Preis [Fr]	Bemerkung	Offerte
Empa	VMP3 Mobile		1	N/A	Vorhanden	Nein
Reserve	Unerwartetes			500		Nein
	<b>Total</b>		<b>500</b>			

### 4.3.5 Gesamtbudget

Table 7 Budget Übersicht gesamtes Projekt

Bereich	Kosten	Bemerkung
Mechanische Komponenten des Aufbaus	9017.65	EI-Cell, Komponenten, Swagelok und MFC
LabVIEW	1000.00	benötigte Kabel & Schnittstellen
MS Omnistar	1000.00	Reserve für Reparaturen bei Unerwartetem
BioLogic	500.00	Reserve Unerwartetes
<b>Total</b>	<b>11'517.65</b>	Totale Kosten für das Projekt

#### 4.4 Wissensmanagement

- Das Erlernete wird innerhalb dieser Dokumentation zur DA festgehalten und gespeichert. Die fertige Arbeit wird im Archive der Abteilung 501 abgelegt.
- Wie im Ziel S9 erwähnt, soll eine Anleitung geschrieben werden, die ebenfalls in dieser Doku abgelegt wird.
- Alle benötigten Datenblätter und Unterlagen sollen im Anhang beigefügt werden.

#### 4.5 Validierung mit Auftrag

Table 8 Validierung der Ziele mit Auftrag

Was	Nr.	Status Pflichtenheft	Validiert	Bemerkung
Aufbau	S1	Erstellt	Ok	
Ansteuern MFC	S2	Erstellt	OK	
Gasentnahme	S3	Erstellt	OK	
BioLogic	S4	Erstellt	OK	
Synchronisation	S5	Erstellt	OK	
Test Messung H2	S6	Erstellt	OK	
Batterie Messung	S7	Erstellt	OK	
Speichern der Daten	S8	Erstellt	OK	
Anleitung	S9	Erstellt	OK	
			OK	
Kalibration	W1	Erstellt	OK	
Quantitative Messung	W2	Erstellt	OK	
Korrelation	W3	Erstellt	OK	
			OK	
Budget		Erstellt	Ok	Abgesprochen mit Abteilungsleiter.

## 5. Analyse Pflichtenheft

### 5.1 Zweck und Umfang der Analyse

Bei der Analyse des Pflichtenhefts sollen mögliche Probleme und Schwierigkeiten schon vor dem Konzept festgehalten werden.

### 5.2 Analyse der Teilaufgaben

#### 5.2.1 Soll Ziele

S1:

Die Verbindungen zum MS und dem MFC sind kompatibel mit Swagelok. Es muss jedoch überprüft werden, ob sich hier die Verbindung zur PAT-Cell  $\frac{1}{4}$  Zoll Rohrverbindungen eignen, evtl. sollten kleinere Rohre verwendet werden (z.B.  $\frac{1}{8}$  Zoll). Dies wird im Konzept Montage evaluiert.

S2:

Die jetzigen MFC, die innerhalb der Abteilung sind, verwenden eine veraltete Schnittstelle, die unter Windows 10 leider nicht mehr funktioniert. Bronkhorst (Firma die den MFC herstellt) bietet die Möglichkeit an, die Chipsätze der MFC zu wechseln. Alternativ kann gerade ein geeigneter MFC neu gekauft werden. Dieser kann im Konzept den genauen Strömungsgeschwindigkeiten angepasst werden. Evaluation im Konzept notwendig.

S3:

Das entstehende Gas muss genügend Lange akkumuliert werden, dazu müssen im Konzept die passenden Ventile evaluiert werden. Es gilt dabei die Gasmengen abzuschätzen. Dies ist auch wichtig für die Evaluation des Richtigen MFC.

S4:

Das Potentiostat wird direkt an der Batterie angeschlossen Es muss evaluiert und in der Abteilung abgesprochen werden, welches Potentiostat der DA zu Verfügung steht.

S5:

Um die einzelnen Geräte zu synchronisieren, müssen diese mittels LabVIEW angesprochen werden können. Das Massenspektrometer kann über DDE (Dynamic Data Exchange) Variablen mit LabVIEW teilen. So können Messwerte dem Programm übergeben werden.

Die MFC E-Flow Serie sind von Bronkhorst aus mit LabVIEW Treibern ausgestattet.

BioLogic bietet für seine Geräte ebenfalls LabVIEW Treiber. Damit sollte man die Parameter für die Zyklisierung über LabVIEW eingeben können und dem BioLogic übergeben.

S6:

Bei der Elektrolyse sind größere Mengen an Gas zu erwarten, deshalb können die Ventile dabei offengelassen werden. Die Mengen an Gas sollten gut messbar sein und Erfahrungen im Umgang mit dem MS bringen.

S7:

Batterie Messung

Da nur sehr geringe Mengen an Gasen erwartet werden, die während der Zyklisierung entstehen, ist es von Vorteil, wenn der Testaufbau eine Gasentnahmestation hat. Mittels dieser Station werden die Gase für andere Messgeräte zu Verfügung gestellt.

S8:

Das Speichern der Daten kann auch über TDMS<sup>4</sup>(LabVIEW) erfolgen, es gilt dies noch zu evaluieren.

S9:

Die Anleitung soll mit Bildern veranschaulicht werden.

Die Anleitung gilt auch als eigentliches Produkt der Realisation und ist essenziell.

## 5.2.2 Wunsch Ziel

W1:

Nach dem der MFC programmiert ist, kann er mit einem vorhanden Durchflussmesser getestet, und die eingestellten Werte mit den tatsächlichen verglichen werden. Wird ein neuer MFC bestellt, so ist eine Kalibrierung nicht mehr notwendig, da diese ab Werk kalibriert sind.

W2:

Für die Quantifizierung der Gasmengen muss das MS auf diese kalibriert werden. Da Argon als Trägergas fungiert, kann das MS damit kalibriert werden. Mittels einer Referenzmessung von Argon/Wasserstoff kann daraus das Verhältnis zwischen Argon und Wasserstoff berechnet werden. Dies müsste beim vorhandenen Testgas 95% Argon und 5 % Wasserstoff ergeben.

W3:

Um die Korrelation der entstandenen Gase mit den erwarteten zu vergleichen, müssen die zu erwarteten Gase zuerst evaluiert werden und anschliessend mit der in der Messung gesehenen Gase verglichen werden.

## 5.2.3 Kontrollen der Mittel.

Die MFC müssen eingeschickt oder in der Konzeptphase neu evaluiert werden da die Inbetriebnahme aufgrund der veralteten Technologie nicht Windows 10 fähig ist

Massenspektrometer:

Die erste Testmessung mit Argon lief schief, es konnte kein Argon Peak gemessen werden, was darauf hindeutet, dass der Kapillar des MS verstopft ist oder ein Leck am MS vorhanden ist. Gemäss Betriebsanleitung soll der Kapillare gekürzt werden um 10mm. Anschliessend wird eine weitere Testmessung durchgeführt. Leider konnte diese Messung erst in der Testphase durchgeführt werden, da Ersatzteile fehlten. Während der Reparatur soll nun die Kommunikationsschnittstelle auf RS232 umgestellt werden, und neu mit dem Windows 10 Rechner gesteuert werden. Offerte für Ersatzteile wurde angefordert.

Umrüsten auf RS232:

Gemäss Hersteller soll das mitgelieferte Kabel verwendet werden. Dieses Kabel ist aber nicht mehr vorhanden. Aus der Anleitung des MS ist zudem zu entnehmen, dass die Sende und Empfängerleitungen einmal gekreuzt werden müssen. Für einen ersten Versuch wurde ein solches Kabel selbst gefertigt. Anschliessend konnte das MS mittels RS232 Schnittstelle mit dem Rechner eine Verbindung herstellen. Dieser Erfolg ermöglicht ein späteres Einbinden des MS mit dem LabVIEW Rechner.

---

<sup>4</sup> Technical Data Management Streaming

### 5.3 Validierung mit dem Pflichtenheft

Table 9 Validierung der Ziele mit dem Pflichtenheft

Was	Nr.	Status Pflichtenheft	Bemerkung
Aufbau	S1	ok	Größen der Swagelok Verbindung überprüfen
Ansteuern MFC	S2	ok	Muss im Konzept evaluiert werden
Gasentnahme	S3	ok	Akkumulierzeit berechnen
BioLogic	S4	ok	Absprechen mit Abteilung, welches BioLogic verwendet werden kann.
Synchronisation	S5	ok	
Test Messung H2	S6	ok	
Batterie Messung	S7	ok	
Speichern der Daten	S8	ok	
Anleitung	S9	ok	
Kalibration	W1		Nur wenn alter MFC verwendet !
Quantitative Messung	W2		
Korrelation	W3		
Budget			

## 6. Konzept

### 6.1 Zweck und Umfang des Konzepts

Das Konzept ist für die planerische Darstellung und das Vorgehen in der Realisation relevant. Es werden Punkte behandelt, wie das Produkt getestet und umgesetzt werden soll, welche Grössen genau erwartet werden und wie diese zu handhaben sind.

### 6.2 Konzept

#### 6.2.1 Gesamtkonzept

Wie bereits im Vorschlag dargestellt, ist das Gesamtkonzept gemäss Figure 3 umzusetzen.

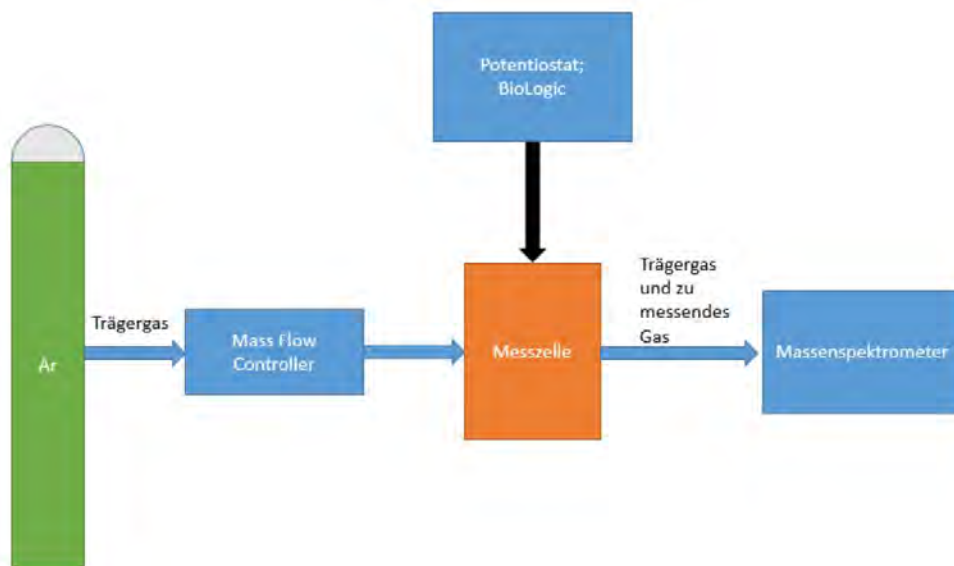


Figure 3 Grobkonzept; Darstellung des Messaufbaus

Im Prinzip soll das entstehende Gas mittels Argon aus der Zelle gespült und zu dem MS zugeführt werden. Dabei werden die Ventile in einem Takt gesteuert, so dass möglichst genug Signal beim MS entsteht. Da das Ganze abhängig ist von der Effizienz der Batterien, die in der PAT-Cell gebaut werden, muss experimentell getestet werden, wie diese Takte zu wählen sind.



## 6.2.2 Massenspektrometer

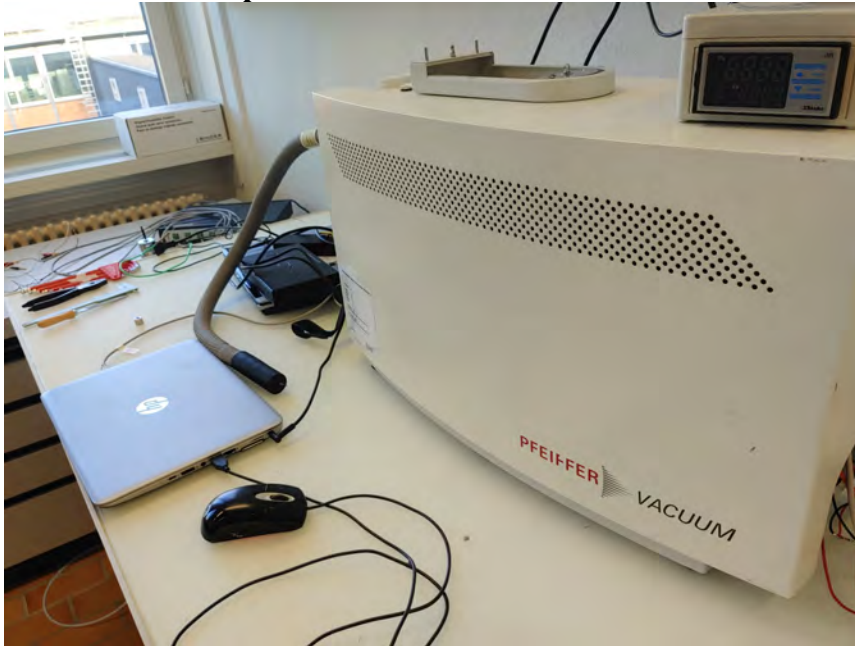


Figure 4 Massenspektrometer ohne Messaufbau

Das MS (Figure 4) wurde von der Abteilung zur Verfügung gestellt. Seit dem letzten Service im Jahr 2016 wurde das MS nicht mehr viel gebraucht. Bei den ersten Versuchen Argon, zu messen, sind noch Fehler aufgetaucht, da die Kapillare verstopft war. Dies sollte jedoch durch kürzen der Kapillare behoben werden.

Erwartete Gasmenge:

Die Batterien an der Empa werden mit einer typischen Ladungsflächendichte von  $1 \text{ mAh/cm}^2$  hergestellt und haben einen Ladungswirkungsgrad von mindestens 99%. Aus diesen Werten kann der Verlust bei einem Ladezyklus berechnet werden:

$$\frac{1 \text{ mAh}}{\text{cm}^2} * 0.01 = 10 \mu\text{Ah/cm}^2$$

Geht man von einer Fläche von  $1 \text{ cm}^2$  aus, sind das folglich  $10 \mu\text{Ah}$ . Und dies entspricht einer Ladungsmenge in Coulomb von:

$$10 \mu\text{Ah} = 10 \mu\text{A} * 3600\text{s} = 3.6 \times 10^{-2} \text{ C}$$

Diese  $36 \text{ mC}$  können nun mit Hilfer der Elementarladung  $e = 1,602 \ 176 \ 634 * 10^{-19} \text{ C}$  in die Anzahl Elektronen:

$$\frac{3.6 \times 10^{-2} \text{ C}}{1.602176634 \times 10^{-19}} = e = 2.2469 \times 10^{17} \text{ Elektronen}$$

Nehmen wir an, es benötigt für die Zersetzung eines Elektrolytmoleküls und der Bildung eines Gasmoleküls 10 Elektronen<sup>5</sup>, so entstehen während eines Zyklus der Batterie:

<sup>5</sup> Die Annahme ist ein Schätzwert.

$$\frac{2.2469 \times 10^{17}}{10} = 2.2469 \times 10^{16} \text{ Gasmoleküle}$$

Berechnen wir nun aus der Anzahl der Moleküle die Anzahl Mol ( $N_a = 6.02214076 \times 10^{23}$ ) pro Zyklus:

$$2.2469 \times 10^{16} / N_a = 3.7311 \times 10^{-7} \text{ Mol}$$

So entstehen also pro Zyklus 0.4  $\mu$ Mol Gas.

Geht man nun von einem idealen Gas aus, so sind in einem  $\text{m}^3$   $2.7 \times 10^{25}$  <sup>6</sup>Teile vorhanden. Rechnen wir die Anzahl Teile pro Liter, so sind dies  $2.7 \times 10^{22}$  Teile. Daraus lässt sich die Anzahl ppm pro Liter Gas berechnen.

$$\frac{2.7 \times 10^{22}}{2.2469 \times 10^{16}} * 10^6 = 7 \text{ ppm}$$

Um einen möglichst grossen Anteil an Gasvolumen zu bilden, das analysiert wird, sollten die Leitungen und somit das gesamte Gasvolumen zwischen Batterie und MS möglichst kurz und klein gehalten werden.

Um quantitative Messungen zu machen, muss das MS kalibriert werden.

---

<sup>6</sup> (Lindner, 2009)  $1 \text{ m}^3$  bei  $0^\circ\text{C}$  &  $1013.25 \text{ hPa}$  rund  $2.70 \times 10^{25}$  Teilchen

### 6.2.3 Mas Flow Controller

Die Reparatur und das Anpassen des MFC's auf Argon würde ca. folgendes. Kosten:

- Transportkosten: 34 CHF
- Handling: 190 CHF
- Spezielle Kalibrierung für den Flowbereich unter 5 ml/min: 620 CHF
- Flow Bus Platine: 240 CHF
- Platine: 525 CHF

Das ergibt total: 1609 Franken für die Reparatur. <sup>7</sup>

Variante 2:

Ein neuer MFC wird angepasst auf das Prozessgas, den Druckbereich und die Strömungsgeschwindigkeit Kostet 1945.4 Fr.

Table 10 Varianten MFC

Variante	Produkt Bezeichnung	Fr
1	Einsenden	1609
2	Neukauf	1945.4

Kriterien

Table 11 Bewertungskriterien für die Wahl des MFC

Kriterium	Wertebereich 1	Wertebereich 2	Gewichtung
Kosten	1945.4	1609	2
Flowbereich	Nicht abgestimmt	Abgestimmt	2
Garantie	Nein	Ja	1

Table 12 Bewertung der MFC Varianten und Auswertung

Kriterien	Variante 1	Variante 2
Kosten	4	2
Flowbereich	1	4
Garantie	1	2
Total	6	8

Es wird der neue MFC bestellt.

Der Strömungsbereich des MFC sollte mit 5ml/min ausreichen. Da eher kleinere Gasflüsse genutzt werden. Jedoch kann der Aufbau mit 5ml/min schneller ausgespült werden. Gemäss Hersteller ist der kleinste mögliche Gasfluss bei 0.1ml/min. Zudem muss der neue MFC nicht kalibriert werden, da dieser frisch vom Werk mit Kalibrierzertifikat geliefert wird.

<sup>7</sup> Angaben gemäss Offerte Bronkhorst.

6.2.4 PAT-Cell

Es sind vier verschiedenen Varianten der PAT-Cell (Figure 5) verfügbar

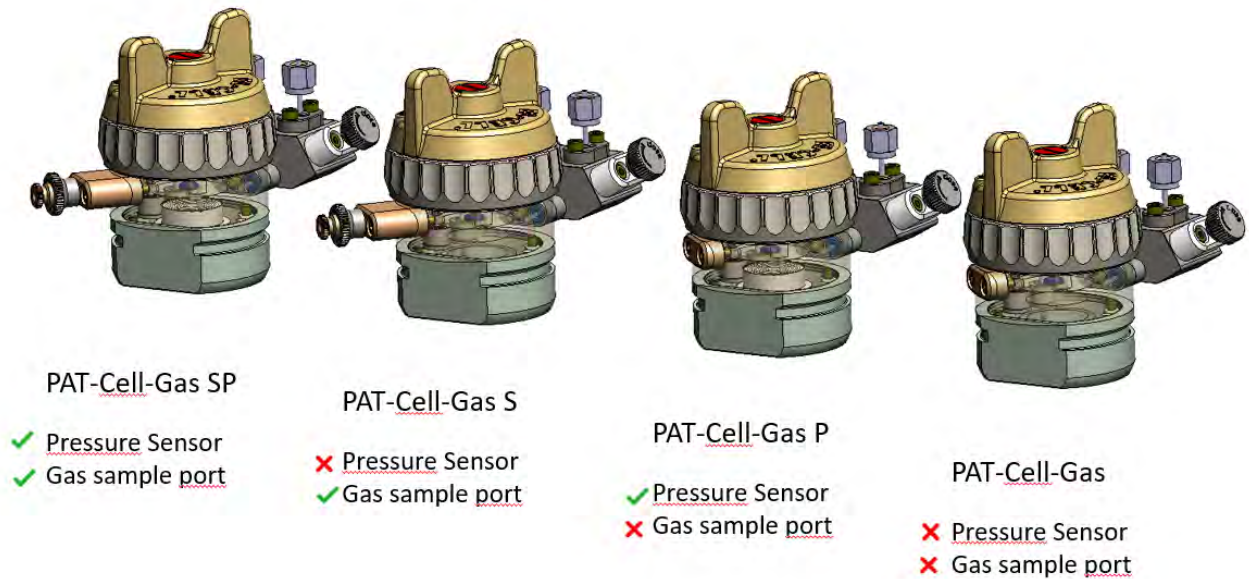


Figure 5 Visualisierung der möglichen PAT-Cell\* die zur Auswahl stehen

Table 13 Varianten Bildung PAT-Cell\*

Variante	Produkt Bezeichnung	Kosten Euro	Sample Port	Pressure Sensor	Zusatzkosten
1	Pat-Cell-Gas SP	4758.6	Ja	Ja	1500
2	Pat-Cell Gas S	3758.60	JA	Nein	Keine
3	Pat-Cell Gas P	4278.60	Nein	Ja	1500
4	Pat-Cell Gas	3278.60	Nein	Nein	Keine

Um den Drucksensor zu bedienen, wird eine spezielle Druckbox von EL-Cell verkauft, diese kostet zusätzlich noch 1500 Euro.

Kriterien für die Evaluation der PAT-Cell

Table 14 Bewertungskriterien für die Auswahl

Kriterium	Wertebereich 1	Wertebereich 2	Wertebereich 3	Gewichtung
Kosten	>5000Euro	3700-5000	<3700 Euro	3
Aufwand Initialisierung	Hoher Aufwand	Mittlere Aufwand	Kleiner Aufwand	2
Druckmessung	Nicht Vorhanden	Vorhanden	N/A	1
Gas Sample Port	Nicht Vorhanden	Vorhanden	N/A	1

Aufwand Initialisierung: Die Inbetriebnahme der PAT-Cell wird durch weitere Features und Möglichkeiten zeitintensiver. Innerhalb der DA ist die Zeit zu knapp, deshalb muss der Nutzen die Zeit aufwiegen können, um umgesetzt zu werden.

Die Druckmessung kann die Messung verbessern und zum triggern des Signals verwenden werden. Nachteil ist der Kalibrieraufwand und die Kosten für die Druckmessung.

Sample Port: ist ein nice to have. Eine Spielerei, um Gase hinzuzufügen. Ich sehe aber keinen Vorteil gegenüber den anderen Varianten.

Table 15 Bewertung der PAT-Cell\* Varianten und Auswertung

Kriterien	Variante 1	Variante 2	Variante 3	Variante 4
Kosten	3	6	3	9
Aufwand Initialisierung	4	4	4	6
Druckmessung	2	0	1	0
Gas Sample Port	2	1	0	0
Total	11	11	8	15

Nach Wertung der Kriterien fällt die Wahl auf die Variante 4, die am kostengünstigste ist. Die anderen Varianten können in einem Folgeprojekt wieder berücksichtigt werden, und allenfalls im System integriert werden.

### 6.2.5 BioLogic

Wird eine Messung ausgeführt, so müssen im BioLogic folgende Parameter eingestellt werden:

Als Erste muss überlegt werden, in welchen Spannungsbereich geladen und entladen wird, je nach Batterie variiert diese.

Als Nächstes muss die Entlade- und Ladezeit gewählt werden, diese ist direktproportional zur Kapazität (mAh) der Batterie. Lädt man mit die volle Ladung innerhalb einer Stunde entspricht das einer Laderate (C-Rate) von 1C. Vielfach werden verschiedene C-Raten nacheinander getestet. Das bedeutet, dass man zuerst 10 Zyklen mit C /10 macht (laden in 10 Stunden) und dann 5 Zyklen mit C/5 und so weiter. Es muss also möglich sein, im BioLogic Programm diese Einstellungen vorzunehmen.

Weiter können zusätzliche Funktionen, wie das konstante Halten einer Spannung über mehrere Stunden oder Pausen nach dem Entladen, für die Versuche interessant sein.

Der Diplomarbeit steht der BioLogic SP150 mit einem Messkanal für den Messaufbau zur Verfügung.

### 6.2.6 LabVIEW Konzept

Das LabVIEW Programm soll als State Machine aufgebaut werden. Innerhalb von LabVIEW gibt es für diese Realisierung zwei Varianten.<sup>8</sup>

"Normale" State Machine: Wird aus einem While Loop und einer Casestruktur gebildet. Mittels der Case Variabel kann der Zustand des Cases bei jeder Iteration der Schleife geändert werden. Die Case Variabel kann ein String oder Enum sein. Die normale State Machine eignet sich für einfache Abläufe, die klar nacheinander folgend sind. Es können auch über eine Eventstruktur Benutzereingaben abgefangen werden und so States gewechselt werden. Für diese DA wird diese einfach Version nicht reichen.

Queued Message Handler: Wird meistens aus zwei oder mehreren parallel geschalteten While loops aufgebaut, in denen ein While Loop auf Benutzereingaben mittels Eventstruktur reagiert und ein zweiter Loop, gleich aufgebaut wie die State Machine aus einem While Loop und einer Case Struktur besteht. Diese beiden Loops werden über eine Queue Synchronisiert und gesteuert. Als Übergabevariable eignen sich Typdef Enum oder Strings. Der Queued Message Handler eignet sich für komplexere Abläufe in LabVIEW und wird in dieser DA als Basis verwendet um die Geräte zu steuern.

State Diagramm & Flussdiagramm :

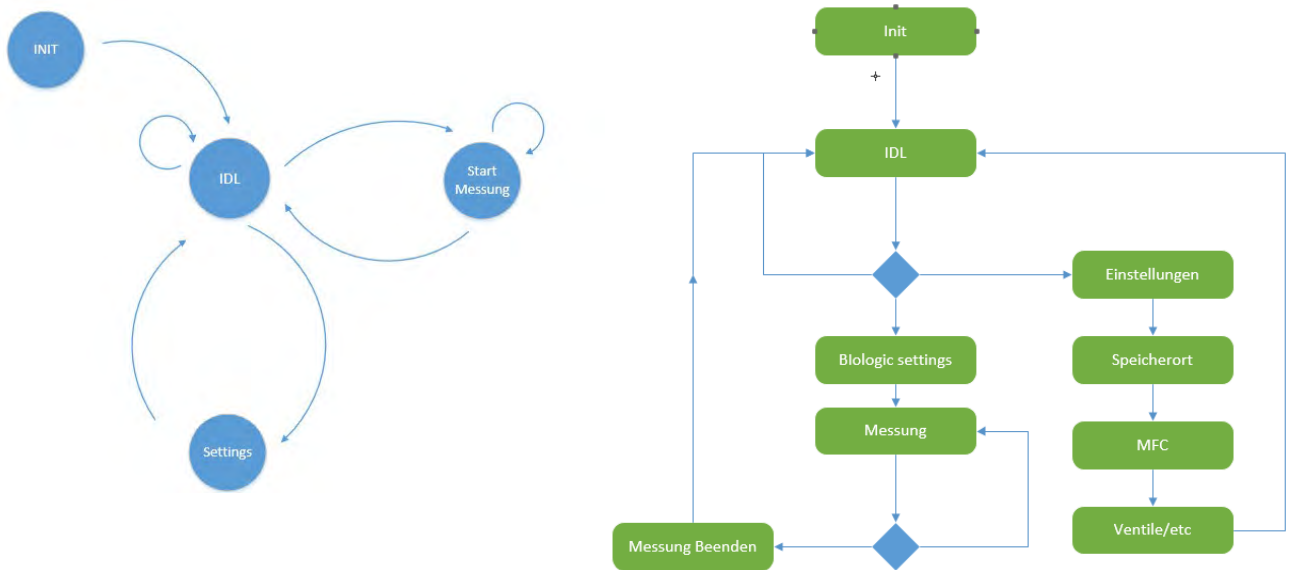


Figure 6 State Diagramm & Flussdiagramm des Programmkonzepts

**Init:**

In der Init State werden die Defaultwerte für MS, MFC und die Ventile eingestellt.

**IDL:**

Sofern keine Eingaben geschehen, bleibt der Zustand des Programms im IDL. Das Programm wartet auf weitere Eingaben vom Benutzer.

**Settings:**

Hier können die Werte für MFC, Ventile und Speicherort der Messdaten etc. verändert werden.

**Start Messung:**

Startet die Messung bis diese abgebrochen wird und kehrt anschliessend wieder in den IDL-Zustand zurück. Bevor die Messung gestartet wird, soll das Programm den Benutzer auffordern die

<sup>8</sup> (Krauer, 2018)

Einstellungen für die Zyklisierung der Batterie vorzunehmen. (Hier können keine Defaultwerte angenommen werden).

Bei der Realisation wird diese Konzept erweitert und abgeschlossen. Änderungen am Umfang sind erst durch Testen und während des Programmieren ersichtlich. Die hier gezeigten Diagramme gelten als Leitfaden. Abweichungen und Präzisierung folgen in der Realisation.

### 6.2.7 Synchronisation

Der Messaufbau umfasst diverse Geräte. Diese sollen mittels LabVIEW synchronisiert werden. Leider sind nicht alle Geräte mit LabVIEW Treibern ausgestattet. Das MS hat keine Treiber, aber es ist möglich über DDE auf Daten zuzugreifen. Es sollte auch gehen, das MS über die DDE oder über eine analoge Schnittstelle zu triggern. Es wäre auch möglich die Treiber für das MS komplett selber zu schreiben. Dies würde jedoch den Rahmen der DA sprengen. Allenfalls kann das für ein separates Projekt innerhalb der Abteilung durchgeführt werden.

Übersicht über die Geräte und die vorhandenen Treiber:

Table 16 Übersicht über die vorhanden LabVIEW Treiber/ Alternativen

Gerät	Ansteuerung	Bemerkung	Nr.
MS	DDE über LabVIEW	Keine LabVIEW	1
MFC	LabVIEW	Treiber vorhanden	2
BioLogic	LabVIEW	Treiber vorhanden	3
Ventile	NI9472 Steuerung LabVIEW	Treiber vorhanden	4

Um die Ventile zu schalten, kann der NI9472 von National Instruments benutzt werden. Er erlaubt ein Schalten von bis zu 30V. Als Spannungsquelle dient das Mean Well AC-DC Modul.

### 6.2.8 Montage Aufbau

Als Ventile wurden einfache 2-Weg-Magnetventile<sup>9</sup>, die direkt gesteuert werden können, ausgewählt.

Wie im Kapitel 6.2.2 ersichtlich, ist das Volumen des Messaufbaus relevant, um einen höheren Anteil an zu messenden Teilchen im Gasgemisch zu erhalten. Dieser erleichtert die Messung mit dem MS. Deshalb sollen 1/8" Edelstahlrohre von Swagelok für die Verbindungen gewählt werden.

Table 17 Unterschied von 1/4" zu 1/8"

Rohr		für 1m Edelstahlrohr
Zoll	mm	Gaskonzentration (ppm)
0.25	6.35	114.66
0.125	3.175	346.78 <sup>10</sup>

Gemäss den Berechnungen erreicht man eine 3-mal höhere Konzentration an dem zu messenden Gas. Die Rechnung geht von den Daten gemäss des Datenblatts von Swagelok aus. Zur Berechnung des Volumens wurde ein Meter Rohr angenommen.

<sup>9</sup> Technische Daten im Anhang

<sup>10</sup> Berechnungen Im Anhang Excel Sheet

**Messaufbau:**

Als Ventile dienen Magnetventile, die direkt angesteuert werden können.

**Variante 1:**

Die erste Variante (siehe Figure 7) besteht aus einem MFC mit zwei Steuerventilen und dazwischen die Messzelle. Über den MFC kann nun die Strömungsgeschwindigkeit des Trägergases eingestellt werden. Mittels den zwei Ventilen werden die Messphasen getaktet. V1&V2 werden gleichzeitig dafür geöffnet und nach x Sekunden wieder geschlossen. Dabei wird das entstandene Gas mittels Trägergas zum MS respektive in die Abluft gespült.

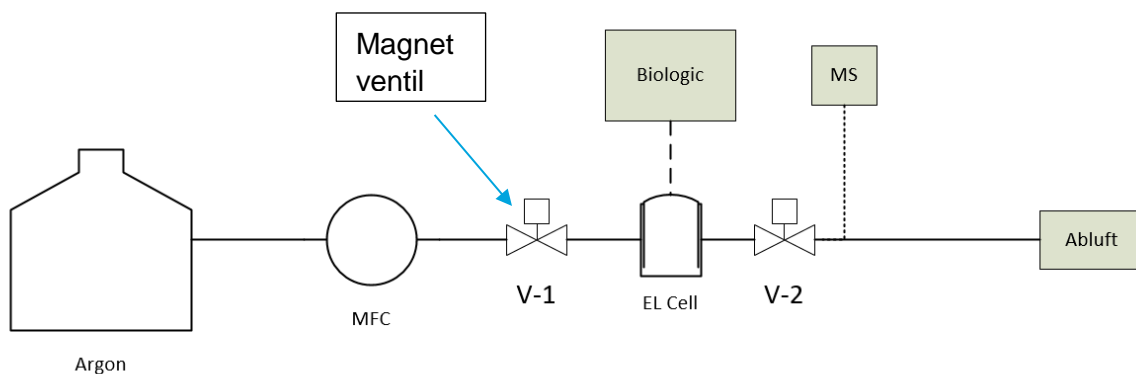


Figure 7 Montage Concept Variante 1

**Variante 2:**

Die zweite Variante (Figure 8) ist komplexer ausgebildet und verfügt über verschiedene Möglichkeiten, die auch für spätere Projekte auf dem Gebiet spannend sein können. Der Aufbau basiert auf demselben wie Variante 1 und kann auch so verwendet werden. Ebenfalls ist es möglich, die Anlage zu evakuieren und so sicherzustellen, dass nur das Trägergas vorhanden ist.

Das MS soll an zwei Stellen angeschlossen werden können, das ermöglicht weitere Variationen der Messung. So kann versucht werden die Gase zu Messen während sie direkt entstehen.

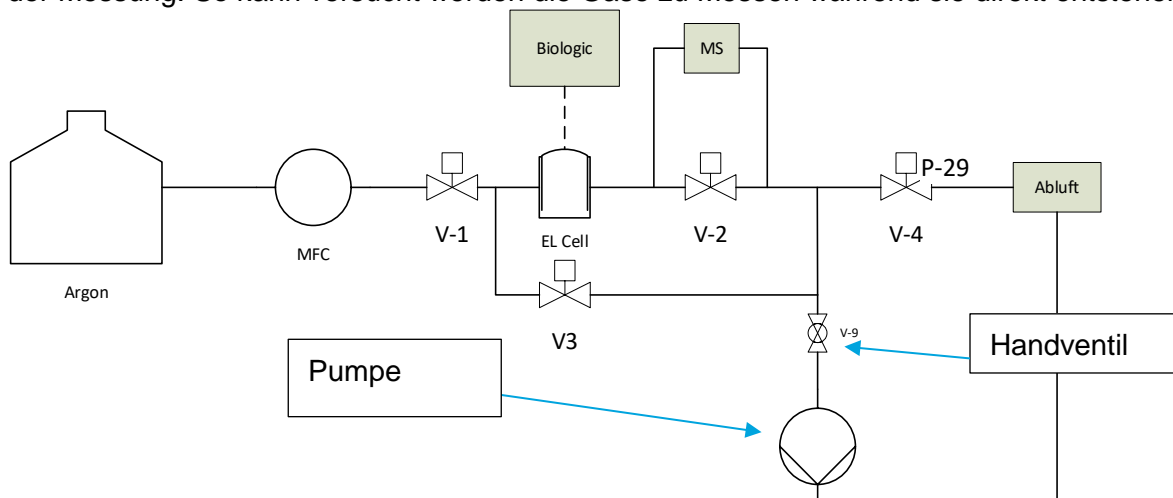


Figure 8 Montage Variante 2



Der Vorteil der zweiten Variante ist die Flexibilität, verschiedene Abläufe zu testen und zu analysieren. Des Weiteren kann der Aufbau auch für weiterführende Projekte genutzt werden. Allerdings wird der Aufbau komplexer und umfangreicher. Trotzdem überwiegen die Vorteile der Variante 2, weshalb ich diese Variante gewählt habe.

Benötigte Teile um Variante 2 Umzusetzen.

Table 18 Stückliste Variante 2

Was	Menge	Wo
Handventil	1 Stk	Lager
Ventile	4 Stk	bestellen
T-Stücke Swagelok	2 Stk	bestellen
2 Blindflansch Swagelok	2 Stk	bestellen
Druckminderer Argon	2 bar Ausgangsdruck zu Atmosphäre	Vorhanden
Vakuumpumpe	1 Stk	Vorhanden
Rohrmaterial Swagelok	2 Meter Rohr 1/8"	bestellen

### 6.2.9 Dateibezeichnung Konzept und Speicherung der Daten

LabVIEW bietet mehrere Möglichkeiten Daten zu speichern. Mittels TDMS können Daten in Gruppen gespeichert und geordnet werden. Das ermöglicht, die Messungen in SubVI's zu überführen und entsprechend zu gliedern. Die Zuordnung soll gemäss Figure 9 in diese Gruppen unterteilt werden.

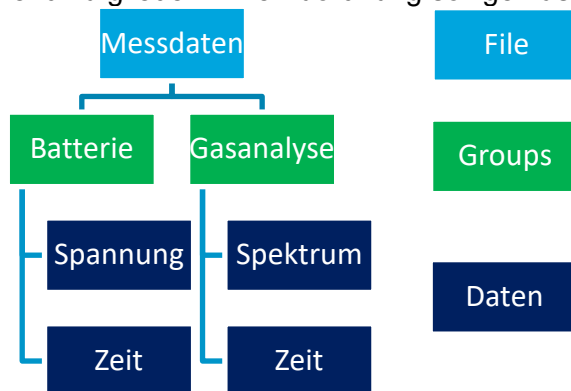


Figure 9 Dateispeicherungskonzept LabVIEW

### 6.2.10 Teilkonzept Schnittstellen

Im Blockdiagramm (Figure 10) ist ersichtlich, wie die einzelnen Geräte angesteuert werden und wie die Speisung realisiert wird. Die Ventile funktionieren mit einer 12 V Speisung. Die Ventile sind ohne Spannung geschlossen, und sobald 12 V anliegen öffnen sie. Die Kommunikation mit dem MS und MFC wird über den USB RS232 Adapter von MOXA gewährleistet.

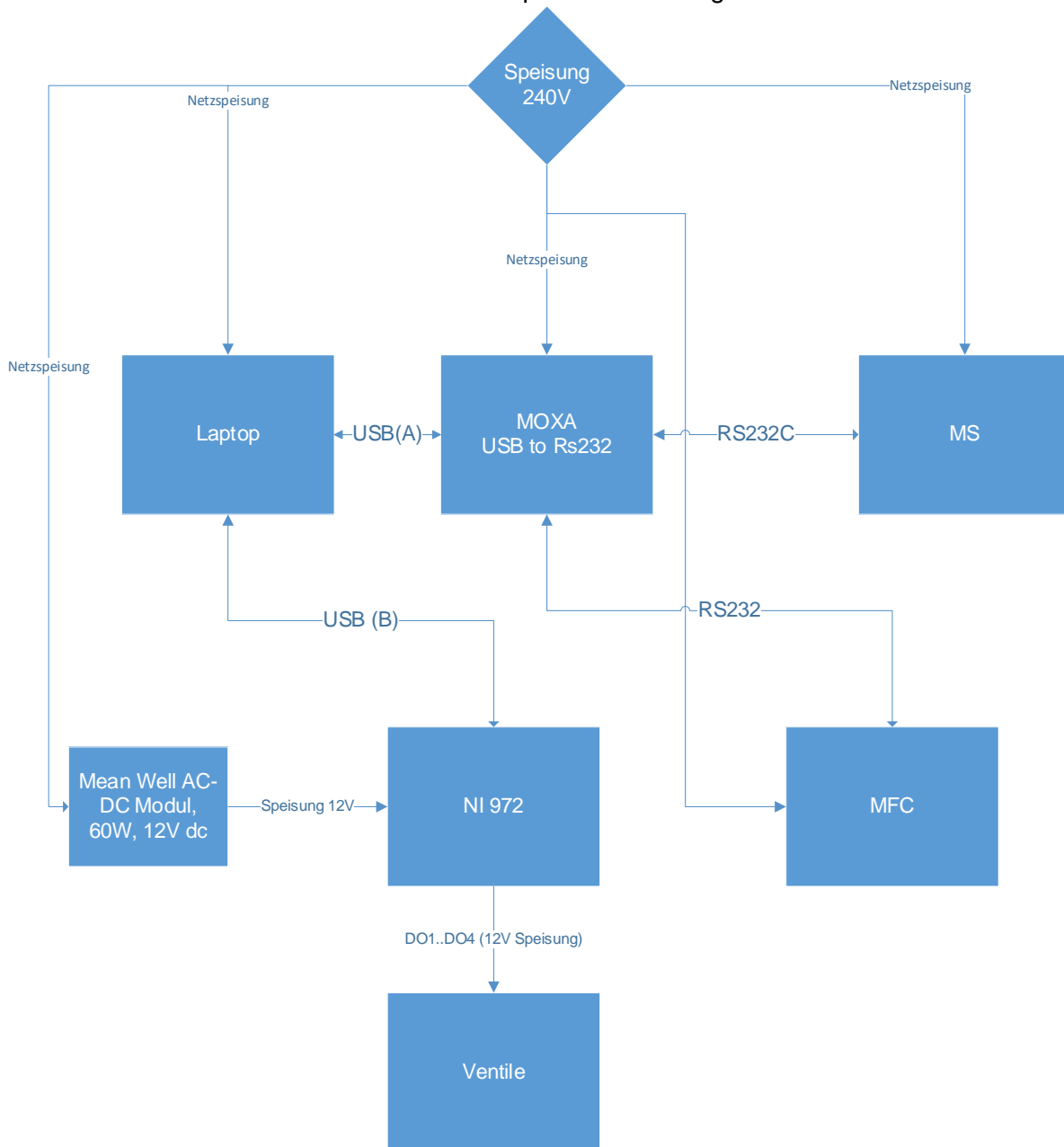


Figure 10 Blockdiagramm Pegel/Signale Konzept

Signal und Pegelplan

Table 19 Signal & Pegelplan Konzept

Inputs	Outputs	Bemerkung /Beschreibung
<b>Massenspektrum</b>		
230V		Speisung MS
	RS232C	Schnittstelle Laptop
<b>Laptop</b>		
230V		Speisung Laptop
	1xUSB(A)	Kommunikation MS und MFC via MOXA USB to RS232
	1XUSB (B)	Kommunikation NI9172 ( Steuerung Speisung MFC und Ventile)
<b>Moxa Uport 1450</b>		
240VAC		Speisung Adapter
	USB (A)	Kommunikation mit Laptop
	Rs232 c	Kommunikation mit MS
	Rs232	Kommunikation mit MFC
<b>NI9172</b>		
240VAC		Speisung Karte
+12V		Speisungsspannung für Ventile Mean Well AC-DC Modul, 60W, 12V dc)
	USB (B)	Kommunikation LabVIEW
		DO0 wird als Anzeige genutzt
	+12V	DO1..DO4 Speisung Ventile
	+12V	DO5..DO7 nicht gebraucht
<b>Mean Well AC-DC Modul, 60W, 12V dc</b>		
100-240V AC		Speisung
	+12V	Spannung die mit dem NI972 geschaltet wird DO0..DO7
	-12V	Nicht verwendet
<b>BioLogic</b>		
240VAC		Speisung
USB		Laptop Kommunikation
	Bananen Stecker	Anschluss EL-Cell
<b>EI Cell</b>		
Bananenbuchsen		Zyklisierung von BioLogic
<b>MFC &amp; Ventile</b>		
230V		MFC Speisespannung Netzteil
15V		Ventile
RS 232	RS 232	Kommunikation Laptop

### 6.2.11 Testkonzept

Folgende Tests sollen ausgeführt werden, um den Messaufbau zu testen:

Table 20 Testkonzept Übersicht

Test Nummer	Bezeichnung	Zweck	Bemerkung
1	Ventile Steuerung	Funktionstest	
2	BioLogic Steuerung	Funktionstest	
3	MS Test Messung/Argon Wasserstoff	Funktionstest	
4	MS mit DDE steuern	Funktionstest	
5	Wasserstoff Messung	Test Messung	
6	Messung einer Batterie	Final Test	

#### Test 1

Im Ventil Test sollen die Ventile mittels LabVIEW angesteuert und ein und ausgeschaltet werden. Dabei soll das für den Benutzer ersichtlich sein.

#### Test 2

Die Werte für die Zyklisierung einer Batterie sollen über LabVIEW eingestellt und mittels einer Testbatterie getestet werden. Als erfolgreich gilt der Test, wenn eine Batterie einen Zyklus Messwerte aufzeichnet.

#### Test 3

Das MS wird mittels Argon/Wasserstoff Gasgemisch getestet

#### Test 4

Daten können über DDE Funktion mit LabVIEW getriggert und ausgelesen werden. Dabei soll eine Simulation mittels Sauerstoff, wie sie schon vom Hersteller vorhanden ist ausgeführt werden.

#### Test 5

In dem Messaufbau wird anstelle einer Batterie eine Elektrolyse durchgeführt, dieser Test wird benötigt, um den gesamten Messaufbau zu testen.

#### Test 6

In diesem Test wird eine Batterie gebaut und ausgemessen, die gemessenen Gase werden in der Doku besprochen und analysiert.

### 6.2.12 Quantitative Analyse der zeitaufgelösten Massenspektren

Um die Massenspektren quantitativ zu analysieren muss das MS kalibriert werden. Dies geschieht nach Abschluss der Testphase. Sollte keine Zeit mehr vorhanden sein wird die Kalibrierung des MS im Folgeprojekt umgesetzt.

## 6.3 Validierung mit der Analyse

Table 21 Validierung mit der Analyse des Pflichtenhefts

Was	Nr.	Status Konzept	Beschreibung
Aufbau	S1	behandelt	Montage/ Aufbau Konzept
Ansteuern MFC	S2	behandelt	
Gasentnahme	S3	behandelt	Montage /Aufbau Konzept t& MFC Konzept
BioLogic	S4	behandelt	
Synchronisation	S5	behandelt	
Test Messung H2	S6	behandelt	Test Konzept
Batterie Messung	S7	behandelt	Test Konzept
Speichern der Daten	S8	behandelt	Speicher Konzept
Anleitung	S9	N/A	Wird gemäss Hausinternen regeln geschrieben.
Kalibration	W1	behandelt	Nicht notwendig da neuer Bestellt
Quantitative Messung	W2	behandelt	Test Konzept
Korrelation	W3	behandelt	Wird nach Testphase durchgeführt
Budget		behandelt	

### 6.3.1 Validierung mit dem Budget

Mit dem Abschluss des Konzepts wurden die nötigen Teile für die Realisierung bestellt. Deshalb wird an dieser Stelle auch das Budget verglichen (Ist & Soll).

### 6.3.2 Mechanische Komponenten des Aufbaus

Wie man sieht, wurden die Mechanischen Komponenten des Budgets mässig eingehalten, viel Reserven für die Realisation gibt es keine mehr.

Für zukünftige Projekte sollten die Preise für Teile wie Swagelok und Bronkhorst im Vorfeld angefragt werden, um das Ganze besser einzuschätzen.

Table 22 Ist/Soll Vergleich Budget für mechanische Komponenten

Wer	Was	Stk	Preis Soll [Fr]	Preis Ist [Fr]
El Cell	PAT-Cell-GAS SP	1	5000	3278.6
El Cell	PAT-Stand-1	1	721.41	721.41
El Cell	ECC1-01-0026-C	1	63.65	2086.76
El Cell	ECC1-01-0038-C_0	1	95.6	
El Cell	CC1-01-0037-C_0	1	89,00	
El Cell	ECC1-00-0232-D/X	1	136.99	
El Cell	PAT-Press-Box	1	1500	
El Cell	PAT-Press-Box	1	1500	
Lesker/andere	Druckventile etc.	2	1000	245.94
Swagelok	Diverse Bauteile	N/A	500	636.2
Bronkhorst	Flow Controller	1	1000	1945.4
Reserve	Bauteile Zubehöre etc.	1	500	
	<b>TOTAL</b>		<b>9017.65</b>	<b>8914.31</b>

### 6.3.3 LabVIEW

Table 23 Ist/Soll Vergleich Kosten für LabVIEW & Zubehör

Wer	Was	Stk	Preis Soll [Fr]	Preis Ist [Fr]
national Instrument	Software		N/A	0
Conrad/Distr elec /etc.	Kabel USB/RS232		1000	350
IT	Computer		N/A	0
	<b>Total</b>		<b>1000</b>	<b>350</b>

### 6.3.4 MS Omnistar

Table 24 Ist/Soll Vergleich Kosten für Massenspektrometer

Wer	Was	Stk	Preis Soll [Fr]	Preis Ist [Fr]
Empa	Gerät (MS) Omnistar			N/A
Reserve	Unerwartetes/ Kapillare defekt		1000	0
	<b>Total</b>		<b>1000</b>	<b>0</b>

### 6.3.5 BioLogic

Table 25 Ist/Soll Vergleich Kosten für BioLogic

Wer	Was	Fr./Stk	Stk	Preis Soll [Fr]	Preis Ist [Fr]
Empa	VMP3 Mobile		1	N/A	Vorhanden
Reserve	Unerwartetes			500	0
	<b>Total</b>		<b>500</b>		

### 6.3.6 Gesamtbudget

Table 26 Ist/Soll vergleich Budget Übersicht gesamtes Projekt

Bereich	Preis Soll [Fr]	Preis Ist ( Fr)
Mechanische Komponenten des Aufbaus	9017.65	<b>8914.31</b>
LabVIEW	1000.00	<b>350</b>
MS Omnistar	1000.00	0
BioLogic	500.00	0
<b>Total</b>	<b>11'517.65</b>	9264.31

Sieht man sich das Gesamtbudget an, so ist man im grünen Bereich mit einer kleinen Reserve für die Realisation.

# 7. Realisation

## 7.1 Zweck und Umfang der Realisation

In diesem Abschnitt wird dokumentiert, wie das Projekt umgesetzt wurde. Dafür werden die einzelnen Sparten, das Programmieren und das Zusammenbauen voneinander getrennt angeschaut. Des Weiteren ist das Produkt der Realisation eine Anleitung, die das Betreiben des OMES Systems aufzeigt.

## 7.2 LabVIEW Aufbau

### 7.2.1 SubVI's

Die Sub VI's sind kleinere Funktionen innerhalb des Programms, die das gesamte Programm übersichtlicher gestalten. Da hier verschieden Geräte programmiert wurden, sind diese unter sich aufgeteilt und je in einem dazugehörigen Sub VI programmiert. Diese Sub VI sind in Ordnern im LabVIEW Projekt organisiert. Im Einzelnen folgt nun eine kurze Erklärung der einzelnen Funktionen und welche Probleme sich während des Realisierens zugetragen haben. Auf die einzelne Sub VI's innerhalb der Sub VI's wird dabei nicht eingegangen.

### **BioLogic**

Das SubVI "GCPL<sup>11</sup>" ermöglicht das Zyklieren einer Batterie. Dazu wird ein konstanter Strom angelegt und eine Obere /Untere Spannungsgrenze definiert, bis zu der die Batterie geladen/entladen werden soll. Zudem wird eine maximale Lade-Entladezeit definiert.

Die Firma BioLogic bietet für den SP150 schon vorgefertigte SubVI's an, die einem das Programmieren vereinfachen sollten. Leider ist die Technik, die wir benötigen, für das Laden und Entladen einer Batterie nicht vorhanden. So musste dies Technik zuerst aus den Bausteinen heraus programmiert werden. Dabei bediente man sich an den Beispielprogrammen und baute sich aus diesen heraus eine GCPL Messung. Das grösste Problem dabei war, das die SubVI's von BioLogic auf eine DLL Bibliothek zugriffen. Durch diesen Zugriff entstand jedoch immer ein Error. Nach einiger Zeit versuchte man, das Ganze mit der 32 Bit Version von LabVIEW anzugehen. Dies funktionierte auch. Gemäss Datenblatt sollte es jedoch auch mit der 64 Bit Version gehen. Des Weiteren wurde BioLogic darüber informiert und angefragt, ob es eine Lösung für 64Bit gibt. Leider wurde die Frage nicht beantwortet. (geben gemäss Datenblatt kein Support auf die Entwicklungsumgebung mit LabVIEW)

### **MFC**

Das MFC SubVI stellt den Gasfluss zwischen 0-5ml/min ein. Dazu wird lediglich die gewünschte Strömungsgeschwindigkeit dem SubVI übergeben. Diese gibt nach Einstellen den aktualisierten Wert wieder aus.

Die zur Verfügung gestellten Treiber von Bronkhorst sind sehr gut ausprogrammiert und konnten direkt über NI heruntergeladen werden. Dies erleichterte den Aufwand ungemein. Im Vergleich zu den ersten Versuchen konnte mit dem neuen MFC von Beginn an eine Kommunikation aufgebaut werden.

### **NI9XX**

Über eine Boolesches Array werden die Zustände der Ausgänge an die NI-Karte übergeben. Als Rückmeldung sieht man die Zustände an den Indikatoren an der Karte, die LED's leuchten Grün.

---

<sup>11</sup> Galvanostatic Cycling with Potential Limitation



Bei der Programmierung fand der Measurement & Automation Explorer (MAX) von NI die Karte zuerst nicht und gab eine Fehlermeldung aus. Wie sich herausstellte, war der DaQmx Treiber von LabVIEW zu neu. Deshalb musste zuerst eine ältere Version des DaQmx installiert werden.

**MS**

Die Kommunikation über DDE ist leider nicht möglich, da LabVIEW 2017 die DDE Steuerung durch active X ersetzt hat. Deshalb muss das MS nun anders eingebunden werden. Als Notlösung wird nun versucht, mittels Triggersignal auf das MS zuzugreifen.

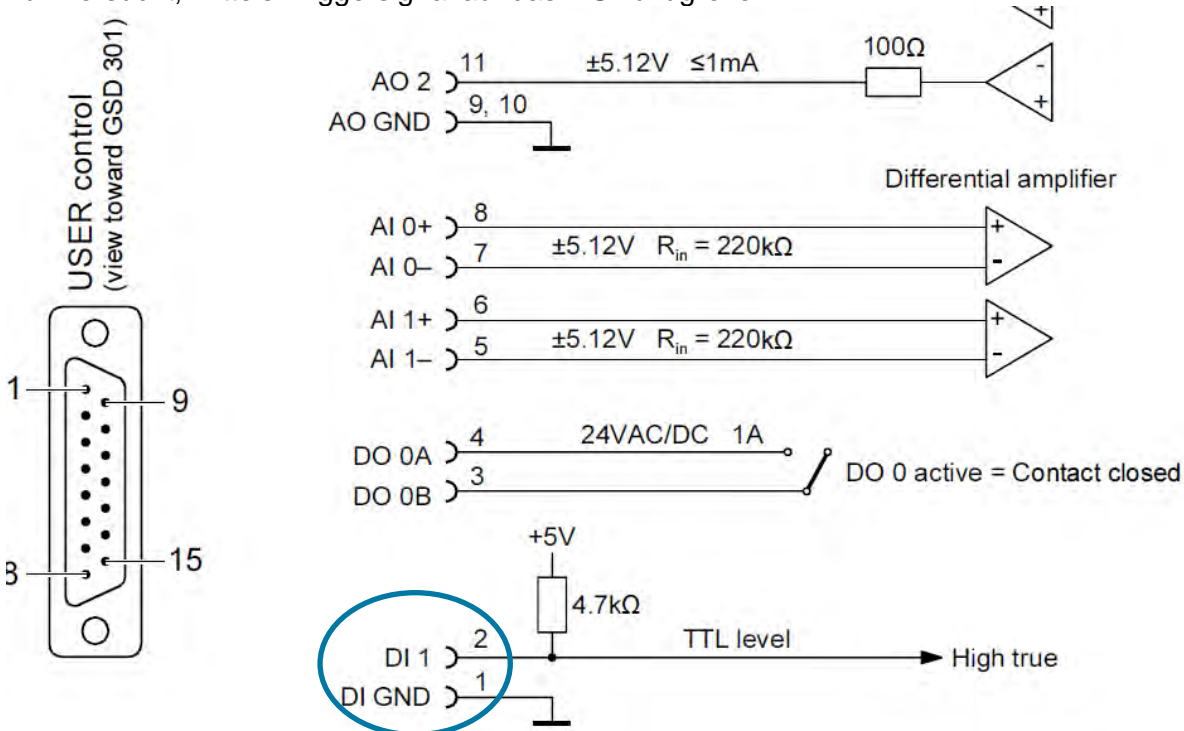


Figure 11 Pinbelegung User Control Auszug aus BA GSD301 D (MS Manuell)

Um detailliertere Informationen zu bekommen wurde der Hersteller des MS angefragt. Gemäss Information des Herstellers sollte es über die "USER Control"-Schnittstelle möglich sein, ein Triggersignal einzuspeisen. Dazu muss Pin 1&2 (Figure 11) mittels Relais potentialfrei geschaltet werden. Das Triggersignal um das Relais zu schalten wurde über die NI9172 Karte (12V Output) ausgegeben und mittels Zenerdiodenschaltung auf 5.1V runtergebrochen (Figure 12.A). Somit kann nun LabVIEW ein Triggersignal synchron zu den Messungen der Batterie und dem Öffnen der Ventile an das MS senden.

Die Software des MS bietet einen Sequenzeditor (Figure 12.B) an, mit dessen Hilfe das Triggersignal verarbeitet und die Messung in der Software gestartet und gespeichert wird.

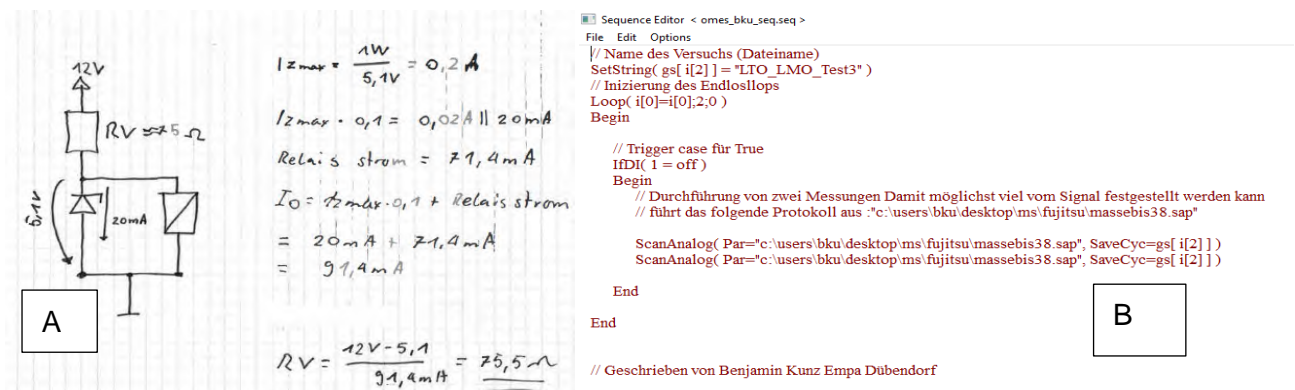


Figure 12.A Berechnung der Schaltung für Relais 12.B Texteditor Sequence

### 7.2.2 Flussdiagramm

Das Flussdiagramm wurde nur leicht angepasst der generelle Ablauf im Programm blieb bestehen.

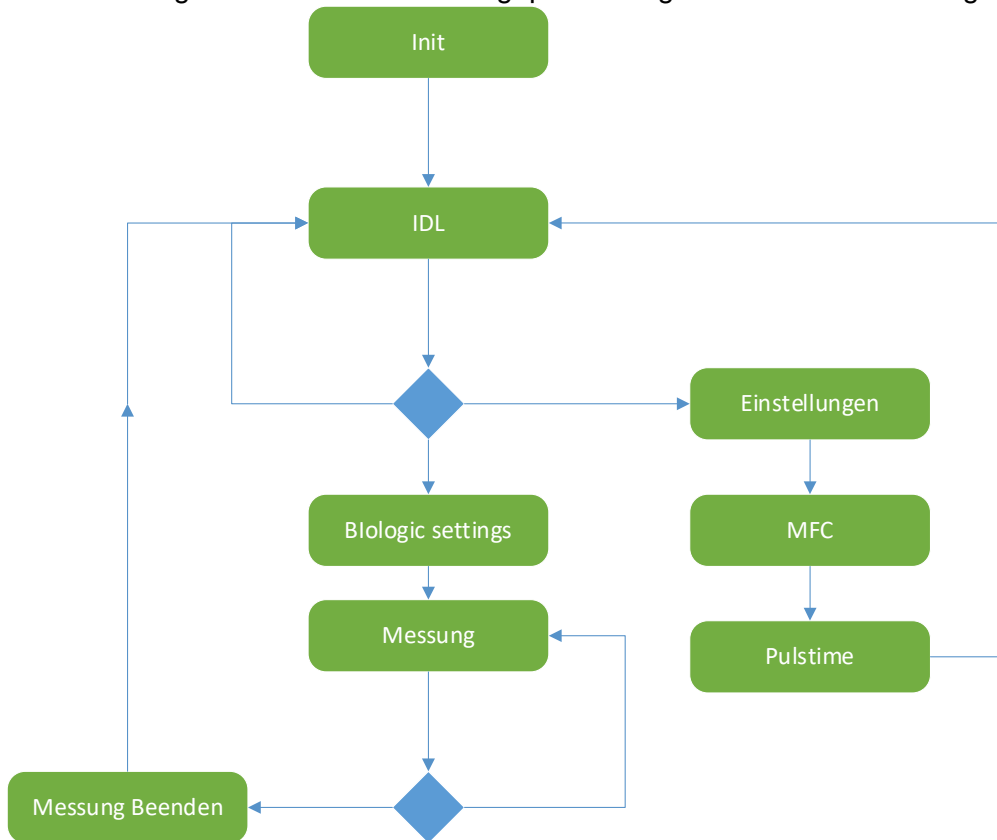


Figure 13 Flussdiagramm

### 7.2.3 State Maschine

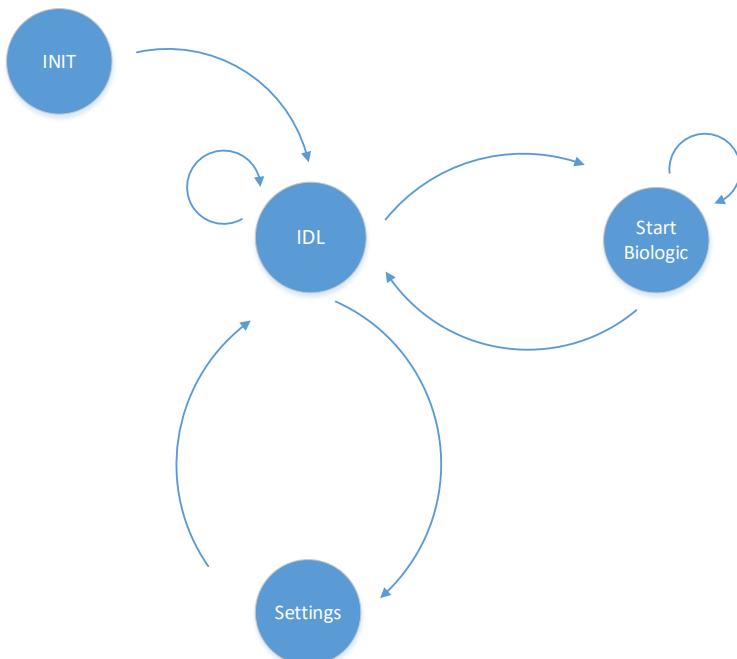


Figure 14 State Diagramm

Der Zustand: "Messung" wurde mit "Start BioLogic" ersetzt, in diesem werden die Einstellungen für die Zyklisierung und die anschließende Messung durchgeführt. Ebenfalls wird innerhalb des States BioLogic auch der MFC und die Pulstme SubVI's gestartet.

### 7.2.4 Datenspeicherung

Die Daten werden nun nur vom BioLogic über LabVIEW gespeichert. Deshalb wurde kein TDMS System aufgebaut. Die Daten werden mittels des "Write Delimited Spreadheet.Vi" direkt in ein .csv Datei geschrieben.

### 7.3 Swagelok Aufbau



Figure 15 Anschluss PAT-Cell

Die Bauteile wurden auf einer Kunststoffplatte montiert. Um die Batterie besser anzuschliessen, wurde die Platte mittels Aluminiumprofilen um 12cm angehoben, sodass die Batterie unter der Platte montiert werden konnte. Dies ermöglichte es auch, die Stromversorgung unterhalb der Platte zu montieren und zu verkabeln.

(Siehe Figure 15/16).

#### Probleme:

Bei der Montage ist die Schweißnaht der EL-Cell gebrochen. Diese verbindet die Kapillare mit dem Messaufbau. Das Teil wurde schnellstmöglich nach Hamburg geschickt, um repariert zu werden. Das reparierte Teil kam Ende der ersten Februarwoche an.

Das Anschliessen der EL-Cell ist nicht ganz einfach, deshalb sollte in einem Folgeprojekt die Anschlussmechanik verbessert werden. Eine Möglichkeit ist es, die Anschlüsse mit einer Schnellkupplung zu realisieren. Aus Zeitgründen wird diese nun noch nicht eingebaut.

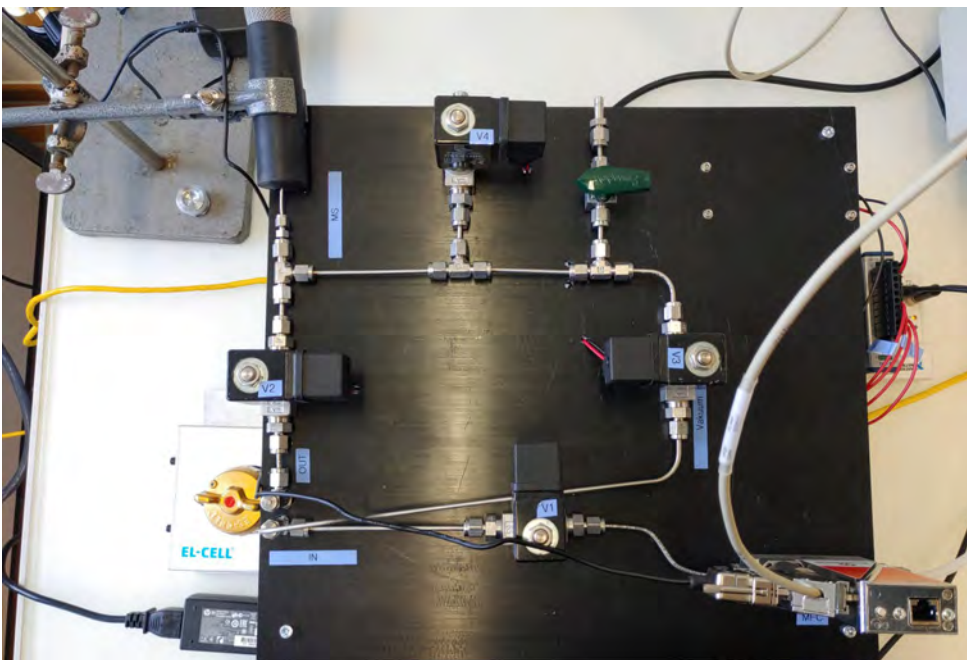


Figure 16 Montierter Messaufbau mit Verkabelung der Ventile, montierter Batterie und angeschlossenen MS

### 7.3.1 Schnittstellen

Im Vergleich zum Konzept gab es kleine Anpassungen an den Schnittstellen. So wird neu auch ein Relais mittels NI972 geschaltet. Ebenfalls wurde ein weiteres Kabel an der User Control Schnittstelle am MS angebracht (Figure 17).

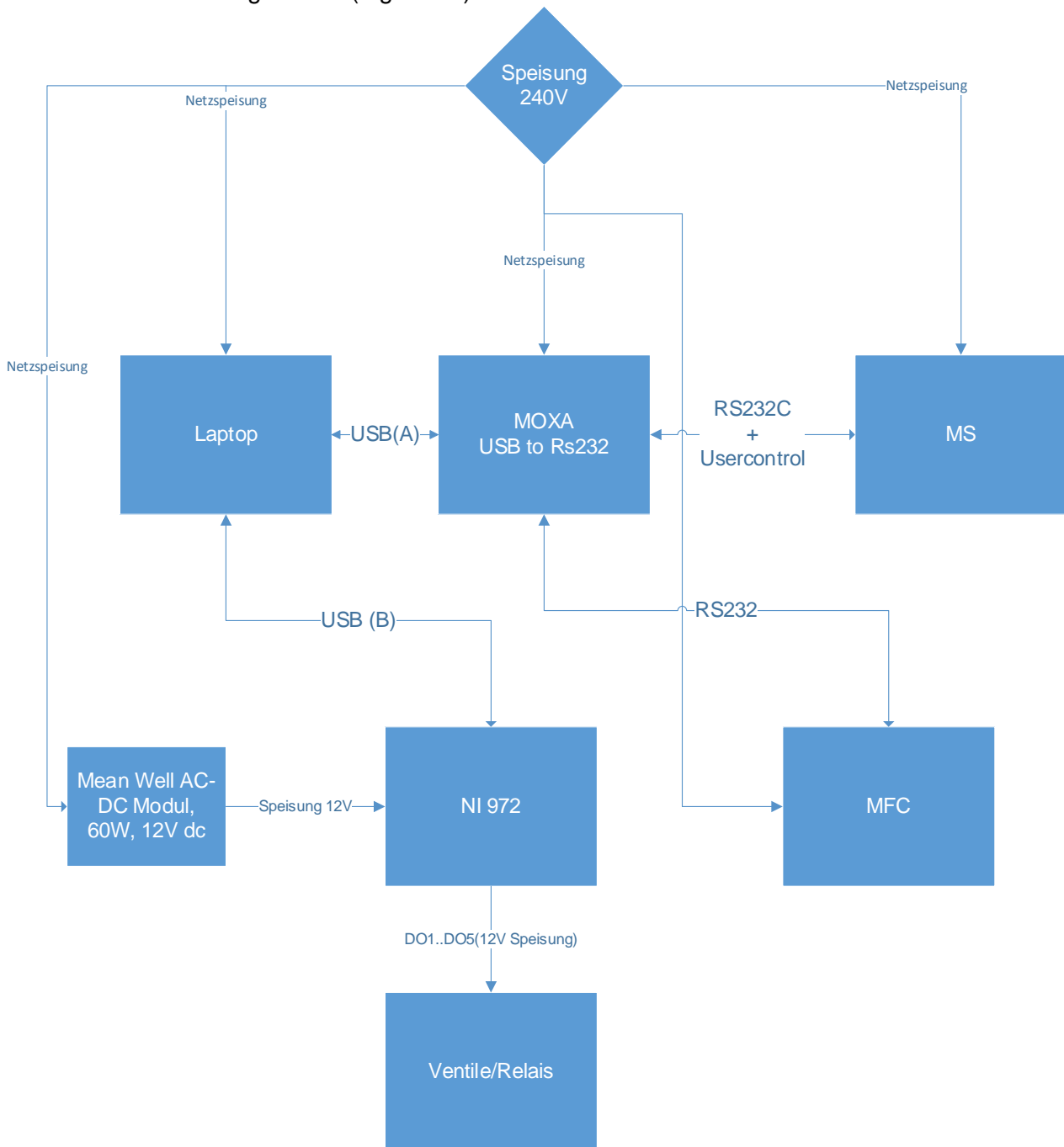


Figure 17 Blockdiagramm Pegel/Signale Ist-Zustand Realisierung

Der aktuelle Signal und Pegelplan wurde im Anhang hinzugefügt, die Anpassungen sind auch aus dem Blockdiagramm zu entnehmen.

## 7.4 Anleitung

### 7.4.1 Aufbau PAT-Cell

Als erster Schritt wird die Batterie gemäss Abbildung (Figure 19) zusammgebaut und in der PAT-Cell montiert. Wird die Batterie mit luftsensitiven Materialien betrieben, so muss der Zusammenbau in der Glovebox (Box die mit Argon gefüllt ist) erfolgen. Dabei muss darauf geachtet werden, dass die zwei Ventile der PAT-Cell geschlossen sind (Figure 18), damit bei der Montage der Pat-Cell kein Sauerstoff in die Batterie gelangt.



Figure 19 Aufbau einer Batterie in der PAT-Cell

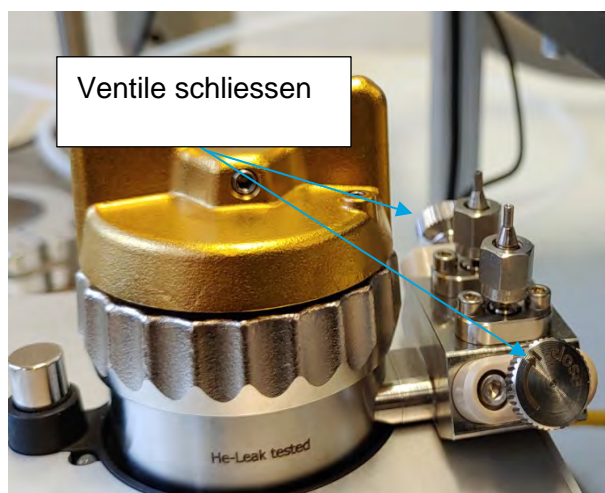


Figure 18 PAT-Cell in der Dockingstation/ Ventile geschlossen

Detaillierte Informationen zu den PAT-Cell inklusive Tutorial-Videos sind auf der Webseite von EL-Cell vorhanden und werden hier nicht explizit repetiert.

### 7.4.2 Anschluss am MS

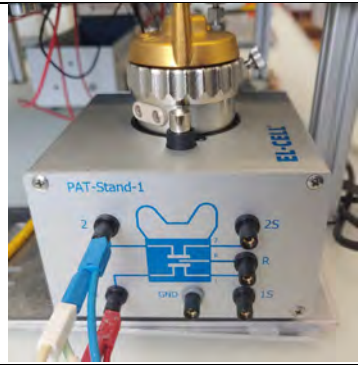
Table 27 Anleitung für den korrekten Anschluss am MS



Die EI Cell wird mittels zwei 1/16" Swagelok Verbindungen von unten an das MS angeschlossen. Dafür wird die Montageplatte leicht angehoben und die PAT-Cell ausgerichtet.




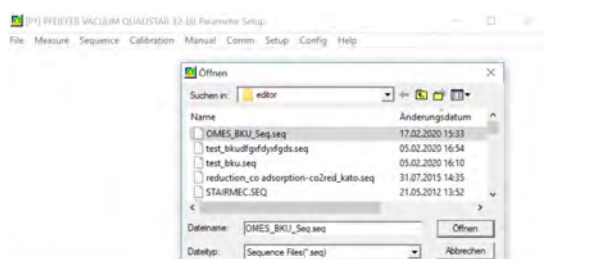

	<p>Die <math>\frac{1}{16}</math>" Swagelok Verbindungen werden von Hand fest angezogen. Geht dies mühsam und streng, so ist die PAT-Cell nicht korrekt ausgerichtet.</p>
	<p>Mittels zwei 8er Schraubenschlüsseln werden nun die Schrauben maximal <math>\frac{1}{4}</math> angezogen. Dies sollte reichen, um eine dichte Verbindung zwischen der PAT-Cell und dem Messaufbau zu gewährleisten.</p>
	<p>Achtung: ein Anziehen ohne Gegenhalten wie in der Abbildung kann dazu führen, dass die obere Verbindung ausgedreht wird. Deshalb soll immer gegengegriffen werden. Verwenden Sie also zwei 8er Schlüssel.</p>
 <p>Ventil öffnen!</p>	<p>Argon Druckminderer zwischen 1-2 Bar einstellen und kontrollieren, ob Ventil offen ist.</p>

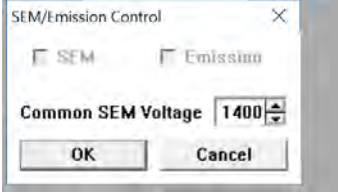
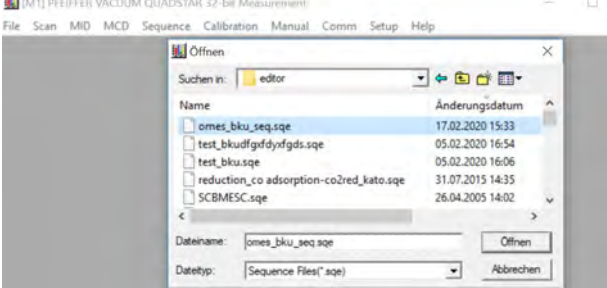
	<p>BioLogic gemäss Abbildung mit PAT-Cell verbinden.</p>
---	--

### 7.4.3 Einstellen des MS

Das MS ist im Normalfall bereits eingeschaltet und die Turbopumpe läuft bereits. Sollte diese nicht der Fall sein, befolgen sie bitte die Anleitung gemäss Pfeiffer Omnistar GSD301 (Anhang). Wie die Messbereiche und die einzelnen Channels im MS eingestellt und auf eine spezifische Messung angepasst werden könne ist ebenfalls in der Anleitung zur Software (Quadstar 32 DE) beschreiben. In diesem Beispiel wird eine Standardmessung durchgeführt.

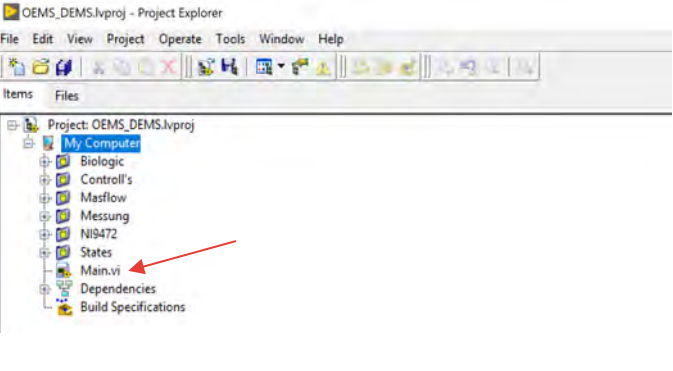

Table 28 Anleitung für die korrekten Einstellungen am MS

	<p>Öffnen Sie die Applikation "Parset"</p>
	<p>Öffnen Sie den Sequence Editor und passen sie den Namen des Programms im Editor an.</p>
<pre> Sequence Editor &lt; omes_bku_seq.seq &gt; File Edit Options // Name des Versuchs (Dateiname) SetString( gs[i[2]] = "TLO_LMO_Test3") // Inizierung des Endlossloops Loop( i[0]=i[0];2;0 ) Begin  // Trigger case für True HD[1 = off) Begin // Durchführung von zwei Messungen Damit möglichst viel vom Signal festgestellt werden kann // führt das folgende Protokoll aus "c:\users\bkü\desktop\ms\fujitsu\massebis38.sap"  ScanAnalog( Par="c:\users\bkü\desktop\ms\fujitsu\massebis38.sap", SaveCyc=gs[ i[2] ] ) ScanAnalog( Par="c:\users\bkü\desktop\ms\fujitsu\massebis38.sap", SaveCyc=gs[ i[2] ] )  End End     </pre>	<p>In der zweitobersten Zeile kann die Variable i[2] angepasst werden mit dem aktuellen Namen des Versuches. Dazu muss die Bezeichnung zwischen den Anführungszeichen " " verändert werden.</p> <p>Dieser Editor startet ein Beispielpogramm um die Massen von 0-38 zu analysieren. Das MS hat jedoch die Möglichkeit, spezifische Massen und Bereiche spezifisch abzutasten. So können Bereiche, die uninteressant sind, ausgelassen werden. Mehr dazu finden Sie in der Anleitung zum MS:</p>
	<p>Öffnen Sie die Applikation "Measure"</p>
<p>Schalten sie unter "Manual" das Ventil D01 ein.</p>	

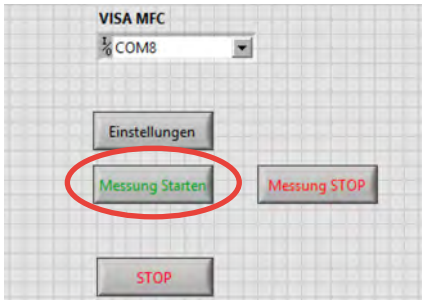
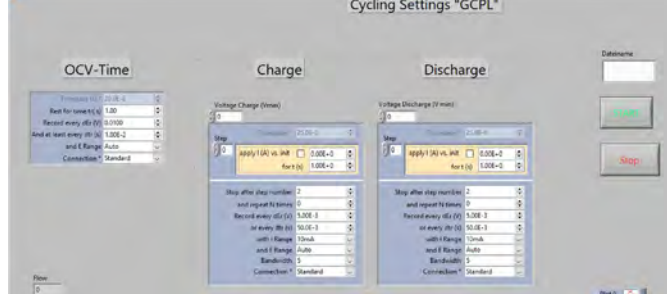
	<p>Setzen sie die Haken bei Emission unter "Setup-&gt; SEM/Emission Control".</p> <p>Falls Sie Anpassungen am Messbereich etc. vorgenommen haben und mittels SEM messen wollen, setzen sie zusätzlich den entsprechenden Haken.</p>
	<p>Führen sie nun die Sequenz durch "Sequence-&gt; Execute-&gt; (Auswahl der gewünschten Sequenz)"</p>
<p>sobald LabVIEW den Trigger an das MS senden startet die Messung. Es besteht die Möglichkeit, den Sequenzeditor anzupassen, um die Messung auf spezifische Batterien etc. einzustellen.</p>	

### 7.4.4 Start Messung

Table 29 Anleitung zum Starten des LabVIEW und der Messung

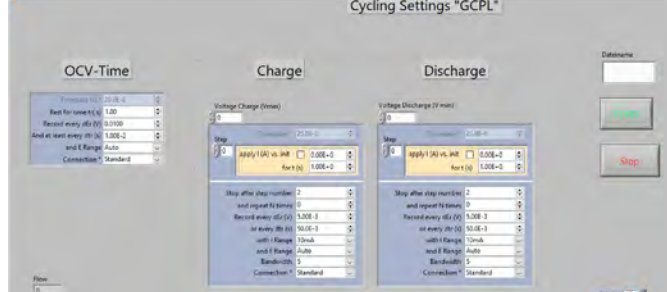
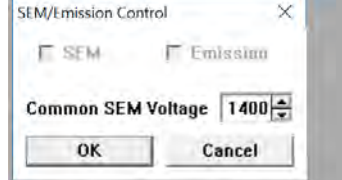
	<p>LabVIEW Main VI im OMES Project-Ordner öffnen und BioLogic einschalten.</p>
	<p>VI starten Über "Einstellungen" Pulszeiten &amp; Strömungsgeschwindigkeiten einstellen</p> <p>Mit apply bestätigen!</p> <p>Einstellungen verlassen</p>



	<p>Bevor die Messung gestartet wird, muss noch der entsprechende Dateinamen eingegeben werden.</p> <p>"Messung Starten" drücken Das BioLogic SubVI öffnet sich.</p>
	<p>Versuch/Experimenten Namen eingeben/ Parameter für die Zyklierung der Batterie wählen.</p> <p>Achtung: beim Discharge/Entladen muss der Strom mit einem Negativ - Vorzeichen ausgestattet sein, ansonsten wird die Batterie weiter geladen!</p>
<p>Messung starten mit Taste "START" Um die Messung zu stoppen Taste "STOP" drücken ( dadurch wird auch das Sub VI beendet !)</p>	

### 7.4.5 Abschalten

Table 30 Abschalten des Messaufbaus

	<p>SubVI GCPL beenden mit "Stop" Main VI beenden mit "Stop"</p>
<p>MS Ventil schliessen</p>	
	<p>Emission und/oder SEM abschalten, indem der entsprechende Haken unter "Setup-&gt; SEM/Emission Control" entfernt wird.</p>
<p>BioLogic ausschalten MFC vom Strom trennen Das MS wird laufen gelassen!</p>	

## 7.5 Validierung mit dem Konzept

Was	Nr.	Status Realisierung	Bemerkung
Aufbau	S1	ok	
Ansteuern MFC	S2	ok	
Gasentnahme	S3	ok	
BioLogic	S4	ok	
Synchronisation	S5	ok	
Test Messung H <sub>2</sub>	S6	ok	
Batterie Messung	S7	ok	
Speichern der Daten	S8	ok	
Anleitung	S9		
Kalibration	W1	Testphase	
Quantitative Messung	W2	No	Wird nach Testphase durchgeführt
Korrelation	W3	No	
Budget		Ok	

Table 31 Validierung mit dem Konzept

## 8. Test Phase

### 8.1 Zweck des Tests

In diesem Abschnitt wird das fertig realisierte Projekt getestet. Dazu werden Messungen mit dem MS gemacht. Es werden erste Fehler erkannt und falls möglich bereits behoben. Die notwendigen Tests wurden im Konzept Kapitel 6.2.11 behandelt. Ebenfalls wird ein Fazit am Ende gezogen sowie wie ein Ausblick gemacht, in dem die gesamte DA angeschaut wird und Neugelerntes dokumentiert wird.

### 8.2 Test Durchführung und Ergebnisse

#### 8.2.1 Test 1

Im Ventil-Test sollen die Ventile mittels LabVIEW angesteuert und ein und ausgeschaltet werden dabei soll das für den Benutzer ersichtlich sein.

Funktioniert (zusätzlich wird ein Relais geschaltet um das MS zu triggern). Die Darstellung erfolgt optisch über LED's der NI9472 Karte.

#### 8.2.2 Test 2

Die Werte für die Zyklen einer Batterie sollen über LabVIEW eingestellt werden und mittels einer Testbatterie getestet werden. Als erfolgreich gilt der Test, wenn eine Batterie einen Zyklus lang Messwerte aufzeichnet.

Für Test 2 wurde eine Lithium-Ionen Knopfbatterie 2032 von Conrad mit einem Lad/Entladestrom von 10mA zyklert. Die Einstellungen, Steuerung des BioLogic und die Speicherung der Daten erfolgte über LabVIEW. Gemäss Abbildung (Figure 20) sieht man die resultierenden Werte.

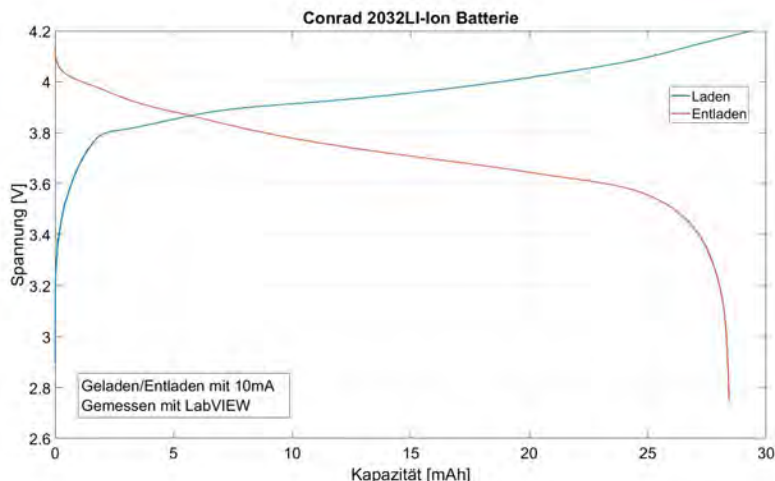


Figure 20 Conrad LI-Ion Knopfzelle 2032 mit 10mA geladen/entladen

### 8.2.3 Test 3

Das MS wird mittels Argon/Wasserstoff Gasgemisches getestet

Leider war zurzeit keine Argon/Wasserstoffflasche im Haus vorhanden, deshalb wurde eine 95% Stickstoff mit 5% Wasserstoffflasche als Ersatz verwendet. In der Abbildung (Figure 21) sieht man klar einen Peak von Stickstoff bei der Masse 28 ( $N_2^+$ ) und 14 ( $N^+$  und  $N_2^{2+}$ ). Bei der Masse 2 kann man gut den Wasserstoff ( $H_2$ ) Peak erkennen.

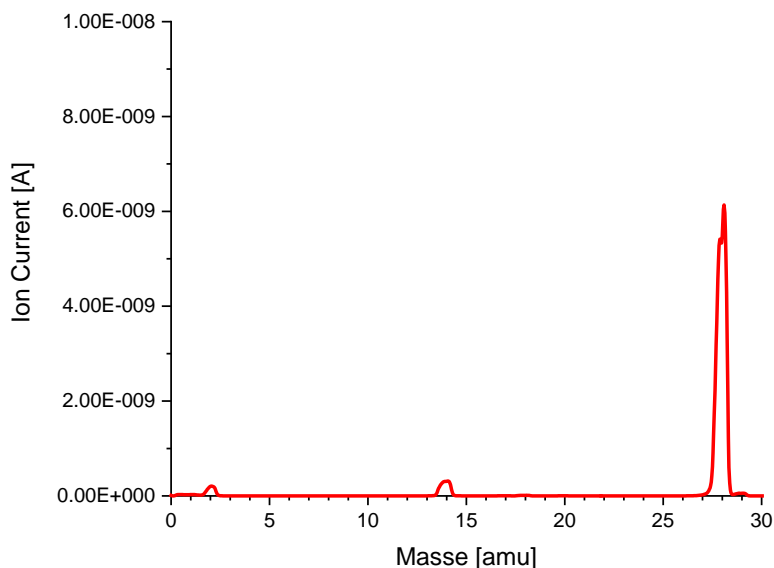


Figure 21 Referenzmessung mit Stickstoff (28, 14 amu) und Wasserstoff(2 amu)

### 8.2.4 Test 4

Daten können über DDE Funktion mit LabVIEW getriggert und ausgelesen werden. Dabei soll eine Simulation, (die sie schon vom Hersteller vorhanden ist) mittels Sauerstoff ausgeführt werden.

Die Anwendung der DDE Funktionen funktionierte leider nicht. Dafür wurde aber ein Trigger Signal erzeugt, mit welchem der Test durchgeführt werden konnte. Es ist also möglich, eine simulierte Luftmessung mittels Triggersignal zu starten und diese abzuspeichern.

### 8.2.5 Test 5

In dem Messaufbau wird anstelle einer Batterie eine Elektrolyse durchgeführt. Dieser Test wird benötigt um den gesamten Messaufbau zu testen.

Zwischen zwei Platinelektroden wurde eine Elektrolyse von Wasser durchgeführt. Dafür wurde über das BioLogic 1.5V Spannung angelegt. In der Abbildung (Figure 22) sieht man die entstehenden Gase  $H_2$  (Masse 2) und  $O_2$  (Masse 32). Die Peaks bei Masse 17 und 18 können Wasser zugeordnet werden. Der Peak bei Masse 20 gehört zu  $Ar^{2+}$  dem Trägergas in diesem Experiment. Über den zeitlichen Verlauf sieht man, wie die Intensitäten zuerst zunehmen und dann abflachen, was mit dem Zersetzen des Wassers übereinstimmt.

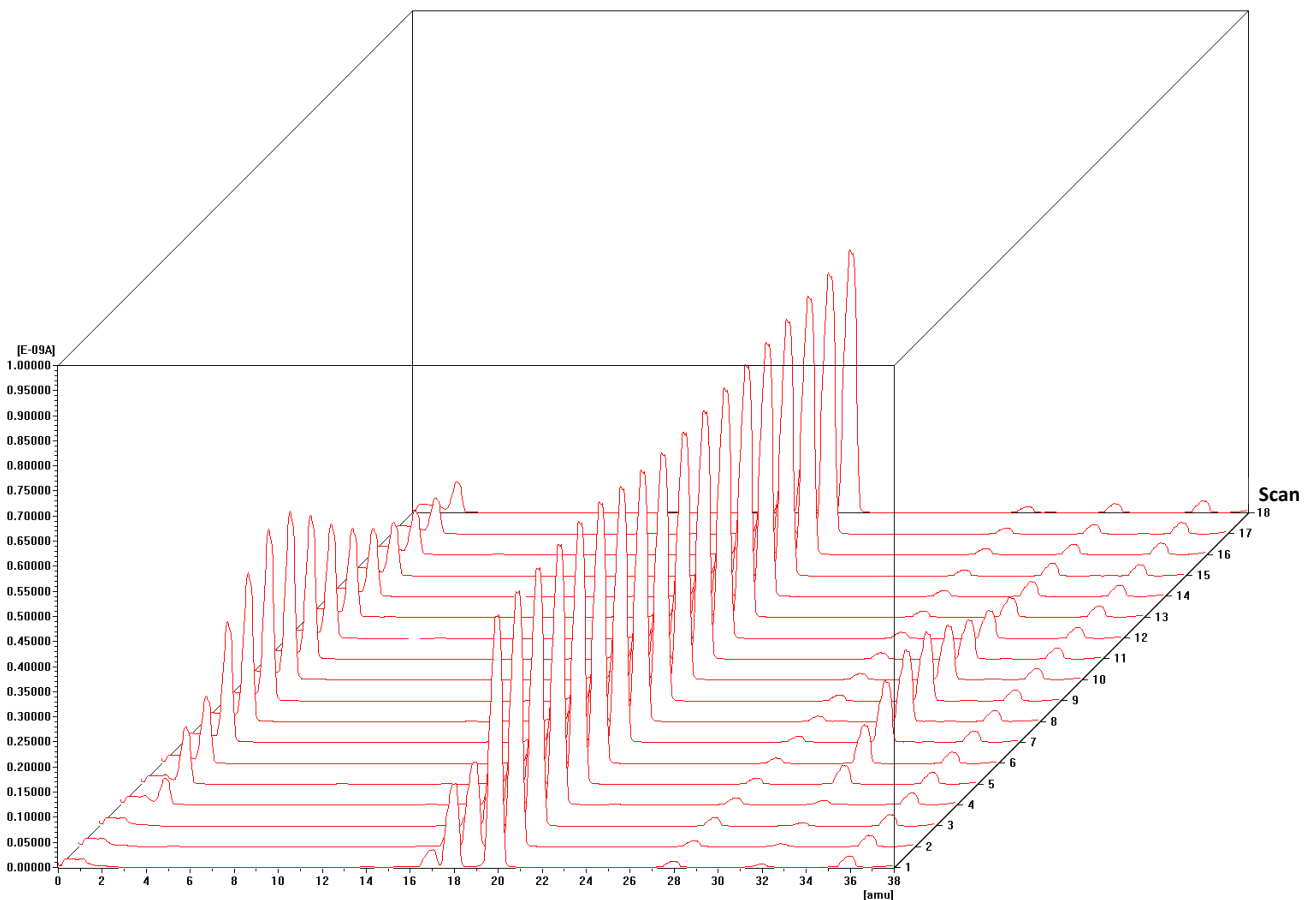


Figure 22 Messung einer Elektrolyse in der PAT Cell

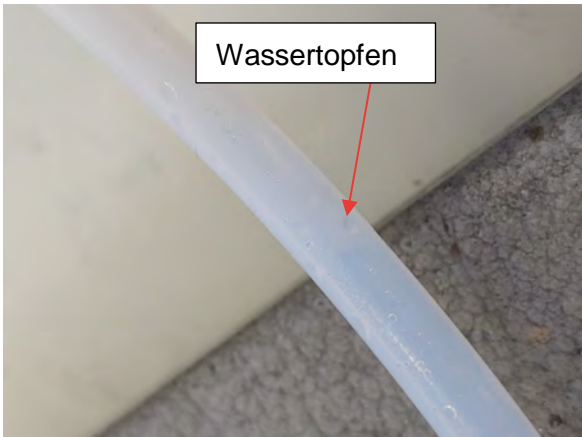
Der Test konnte erfolgreich durchgeführt werden. Alle Bestandteile des Setups funktionieren

### 8.2.6 Test 6

In diesem Test wird eine Batterie gebaut und ausgemessen die gemessenen Gase werden in der Doku besprochen und analysiert.

Versuch 1:

Beim Ausmessen der Batterie ist Wasser, vermutlich aus den vorhergehenden Experimenten, in der Anlage kondensiert. Man konnte sogar im Abluftschlauch Spuren von Wassertropfen finden (Figure 23). Dieses Wasser wird nun zuerst abgepumpt. Zusätzlich wurde die Schlauchheizung wieder in Betrieb genommen. Nach 24h ausheizen konnte immer noch kein Argonsignal am MS



gemessen werden. Deshalb musste das Kapillar entfernt und ersetzt werden. Nach dem Ersetzen des Kapillars konnte wieder eine Argon Peak gemessen werden. Anschliessend wurde der gesamte Aufbau über das Wochenende nochmals ausgeheizt, um alle Spuren von Wasser zu entfernen.

In der Abbildung (Figure 24) sieht man, wie sich der Wasserpeak gebildet hat.

Figure 23 Kondensiertes Wasser im Schlauch

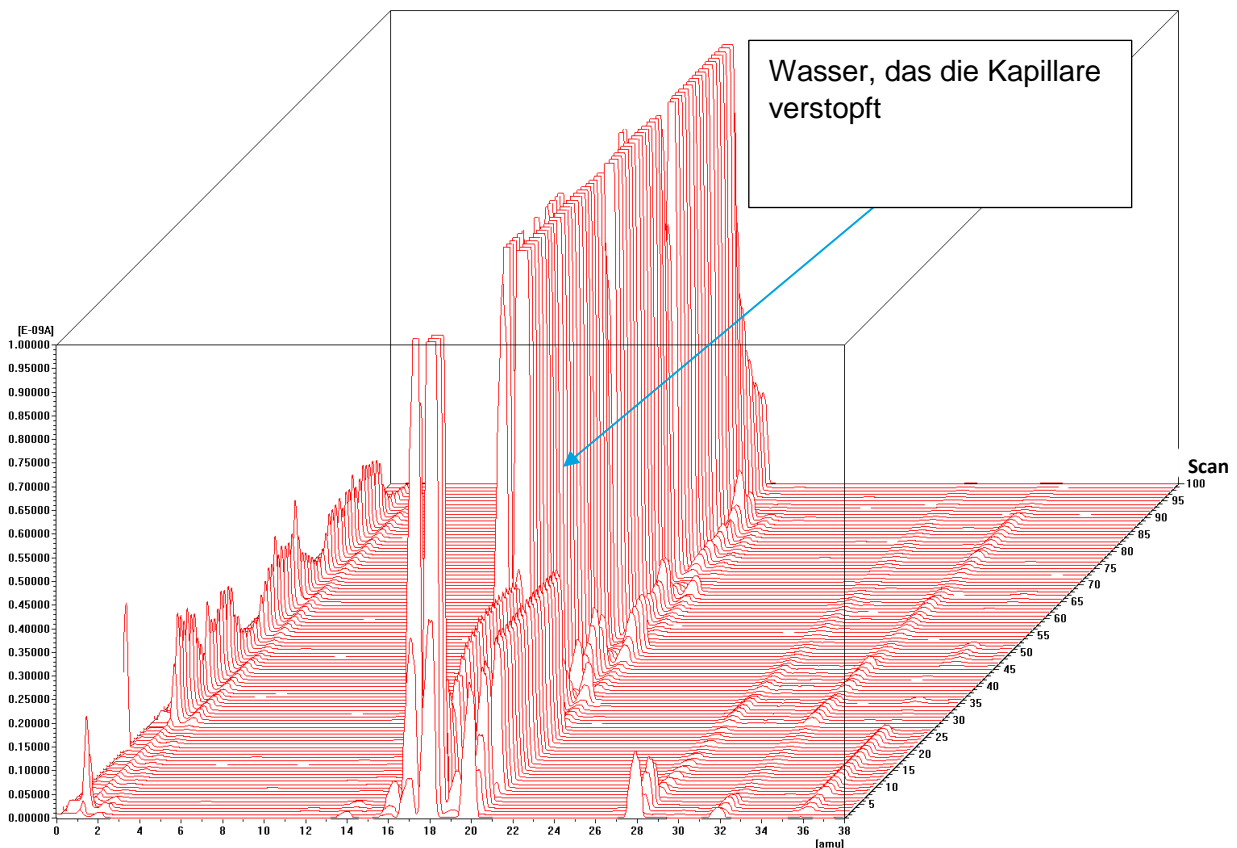


Figure 24 Versuch 1 die Gasentwicklung einer Batterie mit dem MS zu messen

Versuch 2

Im zweiten Versuch konnte über Nacht eine Batterie gemessen werden. Dabei lief das MS nach Abschluss der Messung weiter (Programmierfehler wurde behoben). Nach ca. 2h wurde wieder vermehrt Wasser angezogen (siehe Abbildung Figure 25 ab Scan 250). Anschliessend sieht man einen abrupten Rückgang des Argon Peaks (Scan 400). Durch das Salz, das im Wasser gelöst ist und als Elektrolyt in der Batterie dient, wurde die Kapillare wieder verstopft. Also musste die Kapillare wieder gekürzt werden. Als mögliche Lösung könnte eine gasdurchlässige Membrane als Filter vor das MS montiert werden. Im nächsten Versuch wird die Strömungsgeschwindigkeit angepasst (hier 5ml/min).

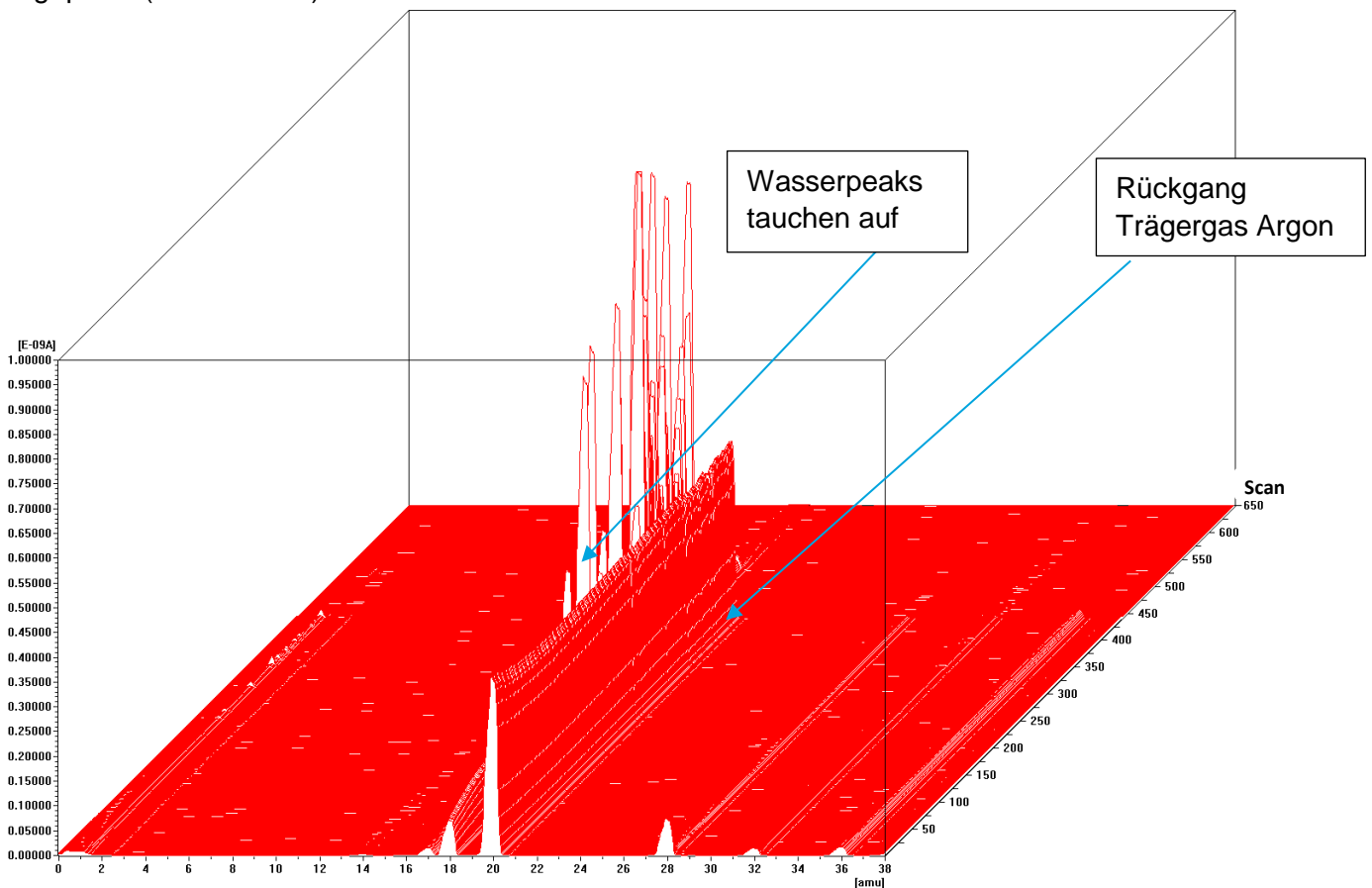


Figure 25 Versuch 2 die Gasentwicklung einer Batterie mit dem MS zu messen

Anschliessend wurde die Kapillare untersucht. Mittels eines Mikroskops wurden Aufnahmen der verstopften Seite gemacht und anschliessend mit DI-Wasser im Ultraschallbad für 10min gereinigt. Wie man erkennen kann ist die Verschmutzung gereinigt worden. Vermutlich handelte es sich um Salze, die im Elektrolyten waren.

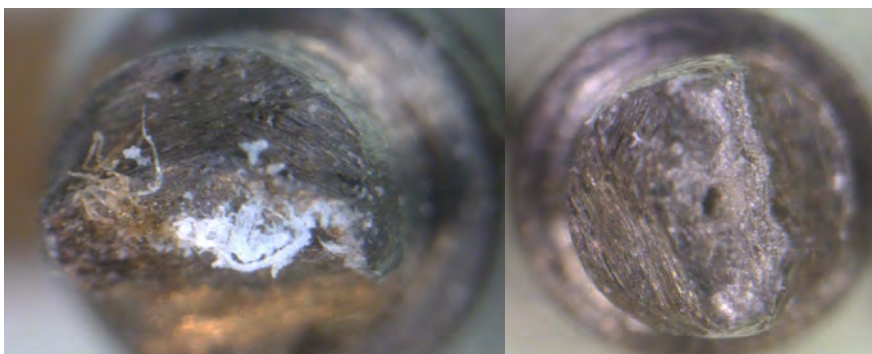


Figure 26 Verstopfte Kapillar (Links) Gereinigte (rechts)

Während der Messung (Figure 27) konnte die Batterie geladen werden (erste 100 Peaks). Leider konnten keine signifikanten Peaks festgemacht werden. Für die nächste Messung sollte aber der Bereich von Masse 0-14 hochauflösender angeschaut werden. Einzig der Wasserpeak ist wieder ersichtlich, am Anfang jedoch noch nicht so signifikant wie am Ende. Zudem wurde festgestellt, dass LabVIEW die Messdaten der Batterie im gesamten Zusammenspiel nicht korrekt aufgezeichnet hatte, weshalb diese leider nicht vorhanden sind.

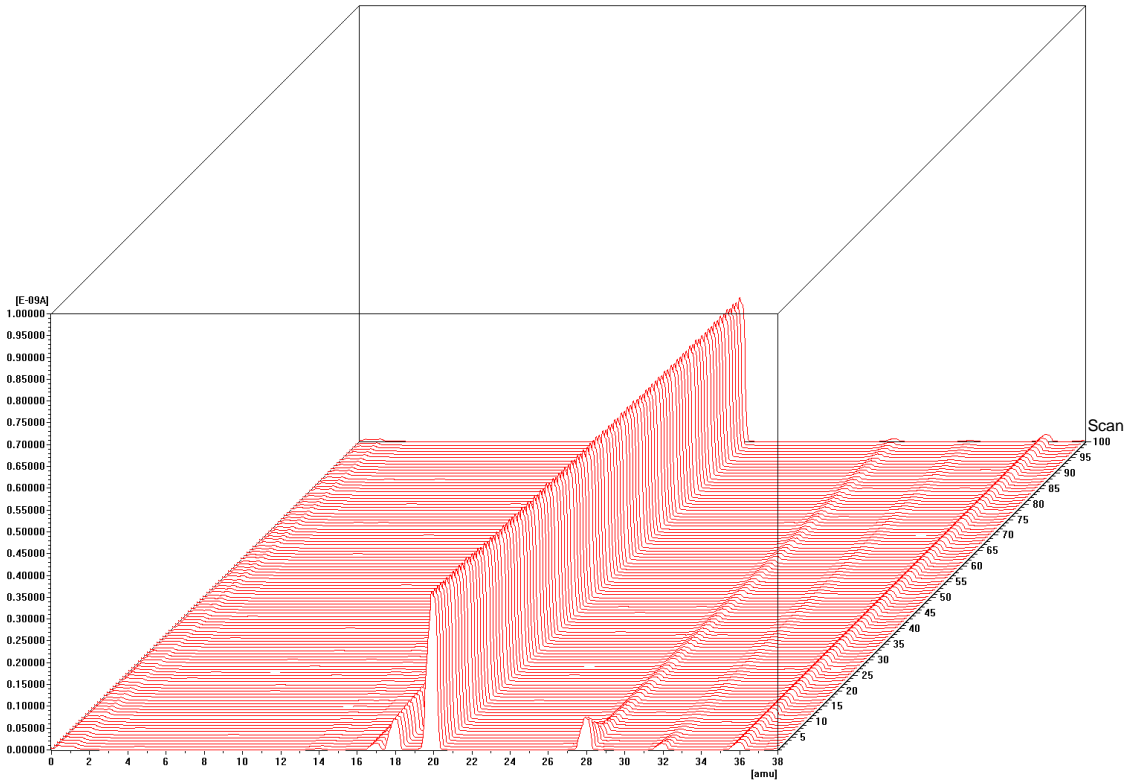


Figure 27 MS Daten während Laden/Entlade. Erste 100 Scans des zweiten Versuchs



Versuch 3

Um weitere Einflüsse durch den Elektrolyten zu verhindern, wurde die Strömungsgeschwindigkeit von 5ml/min auf 1ml/min gesenkt. Dadurch sollte weniger Wasser aus der Batterie entzogen werden. Zudem wurde der Fehler im LabVIEW Programm behoben, so dass ab nun die Messwerte wieder richtig aufgezeichnet werden (Figure 28).

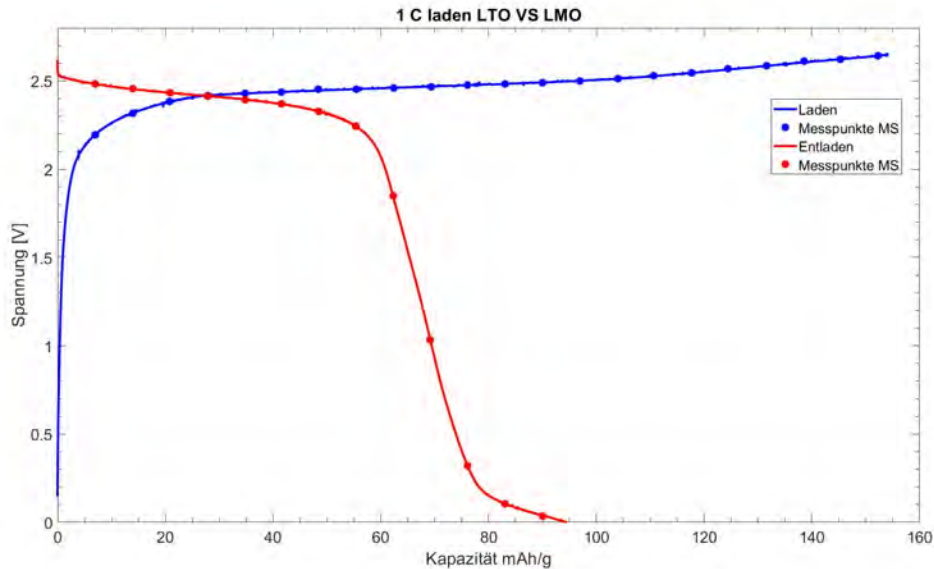


Figure 28 Laden/Entladen einer LTO VS LMO Batterie in der PAT-CELI Versuch3 (jeder punkt entspricht 2 Scans)

Der Versuch war erfolgreich es konnte ein Anstieg des Wasseroffs  $H_2$  (Figure 29) während des Ladezyklus der Batterie festgestellt werden. Somit ist es möglich, die entstehenden Gase zu messen. Als Pulszeit für die Ventile lag bei 72s

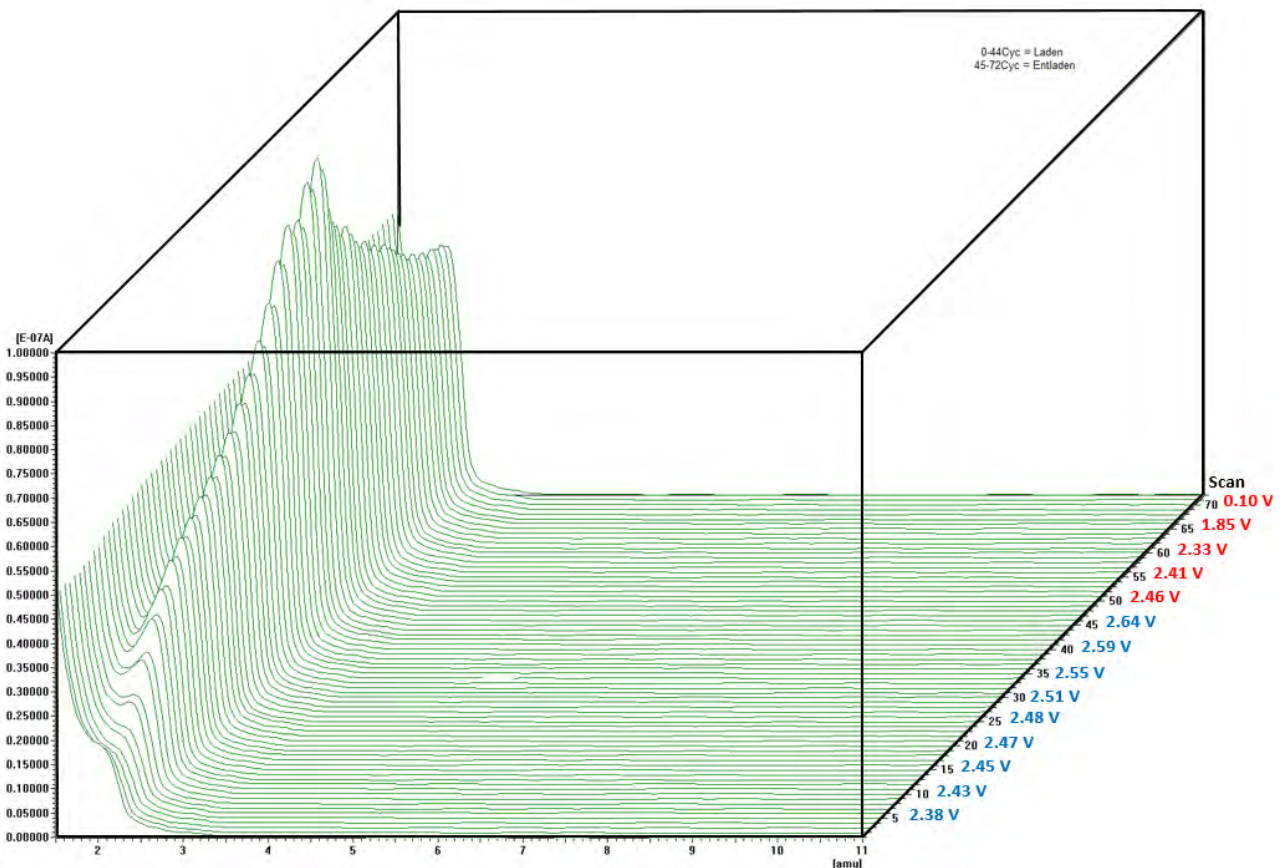


Figure 29 Analyse des Bereiches um Wasserstoff ( $H_2$ ) während eines Lade/Entladezyklus /Versuch

### 8.2.7 Test Übersicht

Table 32 Übersicht Testphase

Test Nummer	Bezeichnung	Zweck	Bemerkung
1	Ventile Steuerung	Funktionstest	bestanden
2	BioLogic Steuerung	Funktionstest	bestanden
3	MS Test Messung Argon Wasserstoff	Funktionstest	bestanden
4	MS mit DDE steuern	Funktionstest	Teilweise (DDE nicht)
5	Wasserstoff Messung	Test Messung	bestanden
6	Messung einer Batterie	Final Test	bestanden

Die Testphase wurde erfolgreich abgeschlossen es können noch Verbesserungen am Aufbau erfolgen, die durch die ersten Experimente/Messungen festgestellt wurden.

### 8.3 Validierung mit Realisation

Table 33 Validierung mit der Realisation

Was	Nr.	Status Realisierung	Bemerkung
Aufbau	S1	ok	Verbesserung beim Anschluss der PAT-Cell
Ansteuern MFC	S2	ok	
Gasentnahme	S3	ok	
BioLogic	S4	ok	
Synchronisation	S5	ok	Über Triggersignal möglich
Test Messung H2	S6	ok	
Batterie Messung	S7	ok	
Speichern der Daten	S8	ok	
Anleitung	S9	ok	
Kalibration	W1	Testphase	Nicht notwendig, da neu gekauft
Quantitative Messung	W2	No	Konnte mangels Zeit am Ende nicht mehr durchgeführt werden.
Korrelation	W3	No	Werte passen zum Zersetzen von Wasser
Budget		Ok	

## 8.4 Fazit DA/ Ausblick

### 8.4.1 Probleme

Programmiertechnisch hatte ich die grössten Probleme mit dem MS. Geplant wurde zuerst mittels der DDE auf die Daten des MS zuzugreifen. Als ich dann herausfand, dass dies nicht möglich ist, da diese Kommunikation Art in LabVIEW doch nicht unterstützt wurde, war ich kurz ratlos.

Nach dem das Massenspektrometer angesteuert werden konnte, gab es noch viele kleinere Probleme (Bugs) im Programm, sowie in den Einstellungen für die Messung. So mussten die Strömungsgeschwindigkeit und die Art der Speicherung der Daten nochmals angepasst werden. Ein paar Variablen in LabVIEW mussten früher definiert werden.

### 8.4.2 Persönliches

In dieser Diplomarbeit habe ich Vieles gelernt und konnte Vieles aus dem Studium anwenden. Allem voran ist mir noch nie so sehr aufgefallen, wie entscheidend ein Plan für die Durchführung ist. Zwar wusste ich aus der Vordiplomarbeit, dass es wichtig ist und auch aus dem Fach Projektmanagement. Aber erst als Probleme in der Durchführung der Diplomarbeit auftraten, wurde mir klar, wie gut es ist, sich auf einen Zeitplan zu verlassen. Auch wenn ich ein Arbeitspaket der Diplomarbeit in Angriff nahm, wusste ich genau wie dieses im Gesamten zusammenspielen funktionieren muss. Das half als Beispiele in der Programmierung der einzelnen SubVI's, da ich wusste was genau zu erledigen ist.

Auch im praktischen Anwenden von LabVIEW konnte ich Erlerntes umsetzen und von Grund auf ein Projekt programmieren. Dabei halfen die Module in LabVIEW sowie die Unterlagen, die ich von der HFU bekommen hatte.

### 8.4.3 Allgemein

Die Diplomarbeit wurde bis auf ein Wunschziel ausgeführt und alle Punkte erfüllt. Es gibt noch ein oder zwei Verbesserungen, die vorgenommen werden sollten. Diese werden sich auch mit der Zeit und Erfahrung mit dem Messsetup zeigen. Wichtig ist nun, dass Batterien getestet werden und das MS genau auf die Anforderungen eingestellt wird, dann sind nach einer entsprechenden Kalibration, auch quantitative Messungen möglich.

Aufgewendete Zeit für diese DA-Arbeit:

Im Schnitt habe ich 1-1<sup>1/2</sup> Tag pro Woche an der Arbeit verbracht. In den Letzen zwei Wochen der DA habe ich nochmals 2-3 Tage für die Arbeit aufgewendet, also ca. 250h investiert.

### 8.4.4 Ausblick

Weiter sollte das MS kalibriert und versucht werden quantitative Messungen durchzuführen. Dies wird im Folgeprojekt umgesetzt werden.

Zudem müssen kleine Änderungen im Programm vorgenommen werden, wie z.B. eine automatische Spülung des Messaufbaus.

Am Ausgang des MS sollte sichergestellt werden das kein Gas der Atmosphäre in den Messaufbau zurückströmt.

## 9. Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich bei all denjenigen bedanken, die mich während der Durchführung der Diplomarbeit unterstützt haben.

Zuerst gebührt mein Dank Dr. Corsin Battaglia, der meine Diplomarbeit im Betrieb ermöglicht und begutachtet hat. Für seine hilfreichen Anregungen und die konstruktive Kritik bei diesem Projekt möchte ich mich herzlich bedanken.

Ein weiter Danke gebührt meinem Betreuer von der HFU Roland Derrer. Er hat mich bei der Durchführung des Projekts von Seiten der HFU betreut und mir wertvolle Inputs gegeben.

Ebenfalls möchte ich mich bei Maximilian Becker und David Reber für ihre wertvollen Inputs während der Planung und Auswertungsphase des Projektes bedanken. Bedanken möchte ich mich für die Debatten und Ideen, die zur Lösungsfindung beitragen und für die Unterstützung im Batterie-Bau.

Ebenfalls möchte ich mich bei meiner Schwiegermutter Christiane Langhart bedanken, die meine Diplomarbeit Korrektur las und mir bei der Bildung des Glossars half.

Ein spezieller Dank gebührt meiner Familie, die mich stets unterstützte und für mich da war und mich motivierte. Ich will an dieser Stelle ganz speziell meiner Frau Joëlle Kunz Danke sagen, dass sie mir den Rücken freihielt, ermutigt, motiviert und an mich geglaubt hat.

Einen besonderen Dank gehört Dr. Arndt Remhof für seine Hilfe und den stetigen Rückhalt während des gesamten Projekts.

Für die Rücksichtnahme, Geduld und das Verständnis der gesamten Abteilung 501 möchte ich mich bedanken.

Benjamin Kunz

Dübendorf, 03.02.2020

# 10. Anhang

## 10.1 Anhang Ausgedruckt

### 10.1.1 **Eigenständigkeitserklärung**

# Eigenständigkeitserklärung

Die unterzeichnete Eigenständigkeitserklärung ist Bestandteil jeder während des Studiums verfassten Vordiplom- oder Diplomarbeit oder anderen Abschlussarbeit (auch der jeweils elektronischen Version).

Die Dozentinnen und Dozenten können auch für andere bei ihnen verfasste schriftliche Arbeiten eine Eigenständigkeitserklärung verlangen.

---

Ich bestätige, die vorliegende Arbeit selbständig und in eigenen Worten verfasst zu haben. Davon ausgenommen sind sprachliche und inhaltliche Korrekturvorschläge durch die Betreuer und Betreuerinnen der Arbeit.

Titel der Arbeit (in Druckschrift):

Operando Analyse der Gasentwicklung in Lithiumionen Batterien

Verfasst von (in Druckschrift):

Bei Gruppenarbeiten sind die Namen aller Verfasserinnen und Verfasser erforderlich.

Name(n):

Benjamin

Vorname(n):

Kunz

Ich bestätige mit meiner Unterschrift:

- Ich habe keine im „HFU Leitfaden schriftliche Arbeiten“ beschriebene Form des Plagiats begangen.
- Ich habe alle Methoden, Daten und Arbeitsabläufe wahrheitsgetreu dokumentiert.
- Ich habe keine Daten manipuliert.
- Ich habe alle Personen erwähnt, welche die Arbeit wesentlich unterstützt haben.
- nehme zur Kenntnis, dass die Arbeit mit elektronischen Hilfsmitteln auf Plagiate überprüft werden kann.

Ort, Datum

02.03.2020, Dübendorf

Unterschrift(en)

## 10.1.2 Aufgabenstellung

Berufsschulstrasse 1  
8610 Uster

Höhere Fachschule Uster, Berufsschulstrasse 1, 8610 Uster

Herr  
Benjamin Kunz  
Etzelstrasse 79  
8808 Pfäffikon SZ

8. Oktober 2019

### Diplomarbeit 2019/20

Sehr geehrter Herr Kunz

Sie erhalten folgende Diplomarbeit zugeteilt, welche Sie selbständig zu lösen haben.

### Operando Analyse der Gasentwicklung in Lithium-Ionen Batterien

#### Beschreibung

Für die Entwicklung und Charakterisierung von Batterien an der Empa werden verschiedenen Messverfahren verwendet. Eine wichtige Messung, um die chemischen Reaktionen in der Batterie noch besser zu verstehen, ist die Gasentwicklung während den Lade und Entladezyklen. Mit dieser Einrichtung sollen verschiedene Geräte miteinander verbunden werden können (Potentiostat, Ventile, Mass Flow Controller, Massenspektrometer, etc.) und dabei ebenfalls über LabVIEW gesteuert werden können. Die ganze Kommunikation und somit auch die Schnittstellen zwischen den Geräten müssen aufgebaut und programmiert werden.

Es werden kleine Gasmengen während der Lade/Entladezyklen der Lithiumionenbatterie erwartet, was die Messung erschwert. Die in der Zelle produzierten Gase müssen erst in der Zelle akkumuliert werden, bevor sie anschliessend aus der Zelle entnommen werden und mittels eines Trägergases dem Massenspektrometer für die Analyse zugeführt werden. Gasentwicklung in der Zelle während des Zyklirens, Gasentnahme aus der Zelle, Trägergasfluss, und Gasanalyse im Massenspektrometer müssen zeitlich aufeinander abgestimmt werden, um eine höchstmögliche Sensitivität zu erreichen. Gasflüsse müssen kalibriert werden, um quantitative Aussagen machen zu können. Zu den Programmieraufgaben in LabVIEW muss dementsprechend auch die Frage der mindestens benötigten Gasmenge und wie diese dem Massenspektrometer geliefert

#### Rahmenbedingungen

Innerhalb der Abteilung Material for Energy Conversion (Abteilung 501) werden verschiedenen Forschungen an Batterie betrieben. Mein Beitrag ist nun das Analysieren der entstehenden Gase.

#### Aufgabenstellung

Es soll ein Messgerät entwickelt werden, das es ermöglicht, die bei einer Batterie entstehenden Gase während des Lade und Entladezyklus zu messen, da solche Geräte auf dem Markt nicht erwerblich sind. Die Messdaten sollen elektronisch erfasst und gespeichert werden. Eine kommerzielle Laborzelle solle für die Experimente verwendet werden, allerdings mit Elektroden,

die an der Empa entwickelt werden. Für den ersten Funktionstest kann eine Elektrolyse von Wasser zur Erzeugung von Wasserstoff verwendet werden, da diese einfacher zu messen ist. Es soll die Basis für einen Aufbau gemacht werden, der weiterentwickelt wird. Diese Art von Messaufbau wird unter anderem wie folgt bezeichnet:

- Differential electrochemical mass spectrometry (DEMS)
- Online electrochemical mass spectrometry (OEMS)

### **Anforderungen**

Es muss möglich sein, Gase zu messen, die während dem Laden und Entladen einer Batterie entstehen. Als Zwischenschritt kann mittels Elektrolyse aus Wasser Wasserstoff produziert werden, welches anschliessend gemessen wird.

### **Folgende Anforderungen müssen erfüllt werden:**

- Gasleitungen zu den einzelnen Geräten mittels Swagelok aufbauen
- Ansteuerung der Mass Flow Controller und des Spektrometers mittel LabVIEW
- Ansteuerung des Pulsiventils für die Gasentnahme aus der Zelle mittel LabVIEW
- Ansteuerung des Biologic mittels LabVIEW
- Synchronisation von allen Bausteinen
- Messen von Wasserstoff bei kleinen Gasflüssen, der während der Elektrolyse von Wasser in der Zelle entsteht
- Messen der Gasentwicklung, während dem Laden und Entladen einer Batterie
- Speichern der gemessenen Daten des Massenspektrometers in txt. File.
- Anleitung zur Bedienung des OEMS/DEMS Aufbaus.

### **Optionale Anforderungen sind:**

- Kalibration der Gasflüsse
- Quantitative Analyse der zeitaufgelösten Massenspektren
- Korrelation der Massenspektren mit den elektrochemischen Daten.

### **Gliedern Sie dabei nach folgenden Teilaufgaben:**

- Projektplanung, Analyse Auftrag und Situation
- Erstellen Pflichtenheft
- Ausarbeiten von Konzeptvarianten / Auswahl
- HW-/SW-Design und mechanische Anpassungen
- Realisierung in Form eines Funktionsmusters/Prototyps
- Erstellen eines Testkonzeptes und Verifizierung
- Dokumentation aller Arbeitsschritte

**Versand der Aufgabenstellung 8. Oktober 2019**

**Abgabe der 2 Dokumentationen 2. März 2020**

Freundliche Grüsse  
Roland Derrer  
HFU

## 10.1.3 Pegelplan

Table 34 Aktualisierter Pegelplan der Realisierung

Inputs	Outputs	Bemerkung /Beschreibung
<b>Massenspektrum</b>		
230V		Speisung MS
	RS232C	Schnittstelle Laptop
Öffnen/Schlissen		Relais Triggersignal D05
<b>Laptop</b>		
230V		Speisung Laptop
	1xUSB(A)	Kommunikation MS und MFC via MOXA USB to RS232
	1XUSB (B)	Kommunikation NI9172 ( Steuerung Speisung MFC und Ventile)
<b>Moxa Uport 1450</b>		
240VAC		Speisung Adapter
	USB (A)	Kommunikation mit Laptop
	Rs232 c	Kommunikation mit MS
	Rs232	Kommunikation mit MFC
<b>NI9172</b>		
240VAC		Speisung Karte
+12V		Speisungsspannung für Ventile Mean Well AC-DC Modul, 60W, 12V dc)
	USB (B)	Kommunikation LabVIEW
		DO0 wird als anzeige genutzt
	+12V	DO1..DO4 Speisung Ventile
	+12V	D05 Speisung Relais
	+12V	DO6..DO7 nicht gebraucht
<b>Mean Well AC-DC Modul, 60W, 12V dc</b>		
100-240V AC		Speisung
	+12V	Spannung die mit dem NI972 geschaltet wird ( DO1..DO7
	-12V	Nicht verwendet
<b>Biologic</b>		
240VAC		Speisung
USB		Laptop Kommunikation
	Bananen-Stecker	Anschluss EL-Cell
<b>EI Cell</b>		
Bananenbuchsen		Zyklisierung von Biologic
<b>MFC &amp; Ventile</b>		
230V		MFC Speisespannung Netzteil
15V		Ventile



RS 232	RS 232	Kommunikation Laptop

## 10.2 Anhang auf USB

### 10.2.1 **Anleitung & Datenblätter Massenspektrometer**

### 10.2.2 **Anleitung & Datenblätter MFC**

### 10.2.3 **Anleitung & Datenblätter BioLogic**

### 10.2.4 **Anleitung & Datenblätter NI 9472**

### 10.2.5 **Komponenten**

- Ventile
- Swagelok
- Relais
- Zehnerdiode
- Spannungsversorgung

### 10.2.6 **Berechnungen Excel**

### 10.2.7 **Programm LabVIEW**

### 10.2.8 **Vorschlag DA**

### 10.2.9 **Zeitplan DA**

# 11. Glossar und Verzeichnis

## 11.1 Glossar

### LabVIEW

Programmiersprache zum Grafisch programmieren

### VI

Virtuelles Instrument das eine bestimmte Aufgabe erledigt.

### SubVI

Untergeordnete Funktion innerhalb des Programms

### TDMS

Technical Data Management Streaming

Ist eine Möglichkeit Daten in LabVIEW zu speichern mit dem Zusatz Möglichkeit diese zu sortieren und Informationen mitzugeben.

### String

Eine beliebig lange Zeichenkette aus ASCII Zeichen.

### Enum

Enumerationsdatentyp (Enum) ist eine Liste von Begriffen die einem Zahlenwert zugeordnet sind.

### Queued Message Handler

Grundprinzip für die Zustandsgesteuerte Programmierung von LabVIEW. Ermöglicht abfangen von Benutzereingaben.

### Boolesches Array

Eine Tabelle mit den Zuständen 1 oder 0

### BioLogic

Potentiostat um die Batterien zu Zyklieren unter konstantem Strom

### Swagelok

Hersteller von Rohrverbindungsmaterial wie Verschraubungen, Kreuzungen und Ventilen.

### Zenerdiode

Diode mit definierter Spannung in Sperrrichtung um eine konstante Ausgangs Spannung zu erzielen.

### Glovebox

Eine mit Argonatmosphäre gefüllte Box. In der unter Schutzatmosphäre gearbeitet werden kann.

### Peaks

Signal "spitzen" bei den verschiedenen Massezahlen der Elemente.

### Knopfatterie 2032

Kommerzielle Knopfzelle die unter der Bezeichnung 2032 normiert ist.

Argon++

Doppelionisiertes Argonelement das bei der Ionisierung des Trägergas entsteht.

## 11.2 Abbildungsverzeichnis

Figure 1 Darstellung der Messverfahren innerhalb der Abteilung(Es sind noch weiter Messverfahren an der Empa vorhanden) .....	6
Figure 2 Ablauf des Projektes nach dem Wasserfallprinzip (Josef Gubelmann, Heiko Scherler, Clarisse Pfiko, Claus-J.Sommer, & Martin Sedlmayr, 20017).....	8
Figure 3 Grobkonzept; Darstellung des Messaufbaus .....	17
Figure 4 Massenspektrometer ohne Messaufbau.....	18
Figure 5 Visualisierung der möglichen PAT-Cell* die zur Auswahl stehen .....	21
Figure 6 State Diagramm & Flussdiagramm des Programmkonzepts .....	23
Figure 7 Montage Concept Variante 1 .....	25
Figure 8 Montage Variante 2.....	25
Figure 9 Dateispeicherungskonzept LabVIEW .....	26
Figure 10 Blockdiagramm Pegel/Signale Konzept.....	27
Figure 11 Pinbelegung User Control Auszug aus BA GSD301 D (MS Manuell) .....	34
Figure 12.A Berechnung der Schaltung für Relais 12.B Teditor Sequence .....	34
Figure 13 Flussdiagramm .....	35
Figure 14 State Diagramm .....	35
Figure 15 Anschluss PAT-Cell .....	36
Figure 16 Montierter Messaufbau mit Verkabelung der Ventile, montierter Batterie und angeschlossenem MS.....	36
Figure 17 Blockdiagramm Pegel/Signale Ist-Zustand Realisierung .....	37
Figure 18 PAT-Cell in der Dockingstation/ Ventile geschlossen .....	38
Figure 19 Aufbau einer Batterie in der PAT-Cell .....	38
Figure 20 Conrad LI-Ion Knopfzelle 2032 mit 10mA geladen/entladen.....	44
Figure 21 Referenzmessung mit Stickstoff (28, 14 amu) und Wasserstoff(2 amu) .....	45
Figure 22 Messung einer Elektrolyse in der PAT Cell .....	46
Figure 23 Kondensiertes Wasser im Schlauch.....	47
Figure 24 Versuch 1 die Gasentwicklung einer Batterie mit dem MS zu messen .....	47
Figure 25 Versuch 2 die Gasentwicklung einer Batterie mit dem MS zu messen .....	48
Figure 26 Verstopfte Kapillar (Links) Gereinigte (rechts).....	48
Figure 27 MS Daten während Laden/Entlade. Erste 100 Scans des zweiten Versuchs .....	49
Figure 28 Laden/Entladen einer LTO VS LMO Batterie in der PAT-CELL Versuch3 (jeder punkt entspricht 2 Scans) .....	50
Figure 29 Analyse des Bereiches um Wasserstoff (H <sub>2</sub> ) während eines Lade/Entladezyklus /Versuch .....	50

## 11.3 Tabellenverzeichnis

Table 1 Übersicht über die zur Verfügung stehenden Mittel.....	5
Table 2 Aufwandsabschätzung gemäss Vorschlag .....	7
Table 3 Budget für mechanische Komponenten.....	11
Table 4 Kosten für LabVIEW & Zubehör .....	11
Table 5 Kosten für Massenspektrometer.....	12
Table 6 Kosten für Massenspektrometer.....	12
Table 7 Budget Übersicht gesamtes Projekt .....	12
Table 8 Validierung der Ziele mit Auftrag .....	13
Table 9 Validierung der Ziele mit dem Pflichtenheft .....	16

Table 10 Varianten MFC .....	20
Table 11 Bewertungskriterien für die Wahl des MFC .....	20
Table 12 Bewertung der MFC Varianten und Auswertung.....	20
Table 13 Varianten Bildung PAT-Cell* .....	21
Table 14 Bewertungskriterien für die Auswahl .....	21
Table 15 Bewertung der PAT-Cell* Varianten und Auswertung.....	22
Table 16 Übersicht über die vorhandenen LabVIEW Treiber/ Alternativen.....	24
Table 17 Unterschied von ¼" zu 1/8" .....	24
Table 18 Stückliste Variante 2.....	26
Table 19 Signal & Pegelplan Konzept.....	28
Table 20 Testkonzept Übersicht.....	29
Table 21 Validierung mit der Analyse des Pflichtenhefts.....	30
Table 22 Ist/Soll Vergleich Budget für mechanische Komponenten .....	31
Table 23 Ist/Soll Vergleich Kosten für LabVIEW & Zubehör .....	31
Table 24 Ist/Soll Vergleich Kosten für Massenspektrometer .....	31
Table 25 Ist/Soll Vergleich Kosten für BioLogic.....	32
Table 26 Ist/Soll vergleich Budget Übersicht gesamtes Projekt.....	32
Table 27 Anleitung für den korrekten Anschluss am MS .....	38
Table 28 Anleitung für die korrekten Einstellungen am MS .....	40
Table 29 Anleitung zum Starten des LabVIEW und der Messung .....	41
Table 30 Abschalten des Messaufbaus.....	42
Table 31 Validierung mit dem Konzept.....	43
Table 32 Übersicht Testphase .....	51
Table 33 Validierung mit der Realisation.....	51
Table 34 Aktualisierter Pegelplan der Realisierung .....	57

#### 11.4 Quellenverzeichnis

- Josef Gubelmann, Heiko Scherler, Clarisse Pfiko, Claus-J.Sommer, & Martin Sedlmayr. (20017). *Projektmanagement Zertifizierung nach IPMA(ICB4)-Ebenen D und C.*
- Krauer, N. (2018). *LabVIEW für Einsteiger.* Rappresiwl-Jona: Carl Hanser Verlag München.
- Lindner. (2009). *Physik für Ingenieure.* München: Carl hanser Verlag .
- Nau, M. (2007). *Elektrische Temperaturmessung.* Fulda: JUMO GmbH &Co.KG.

**Kontaktieren Sie uns. Wir beraten Sie gerne individuell  
zu Ihrer Ausbildung am Bildungszentrum Uster.**

Bildungszentrum Uster  
Höhere Berufsbildung Uster  
Krämerackerstrasse 15

8610 Uster

Ein Angebot der Berufsfachschule Uster und  
der Höheren Fachschule Uster

