

Energieforschungsprogramm

Publizierbarer Endbericht

Programmsteuerung:

Klima- und Energiefonds

Programmabwicklung:

Österreichische Forschungsförderungsgesellschaft mbH (FFG)

Endbericht

erstellt am

27/06/2019

**Projekttitle: Entwicklung eines inline
Qualitätssicherungs-/Messsystems einer Rolle-
zu-Rolle Pilotanlage für die Herstellung von
flexiblen Photovoltaikmodulen**

Projektnummer: 858830

Energieforschungsprogramm - 3. Ausschreibung

Klima- und Energiefonds des Bundes – Abwicklung durch die Österreichische Forschungsförderungsgesellschaft FFG

Ausschreibung	3. Ausschreibung Energieforschungsprogramm
Projektstart	1.4.2017
Projektende	31.5.2019
Gesamtprojektdauer (in Monaten)	24+2 Monate
ProjektnehmerIn (Institution)	crystalsol GmbH
AnsprechpartnerIn	Christoph Glatz
Postadresse	Am Kanal 27, 1110 Wien
Telefon	01 89018790
Fax	01 890187999
E-mail	christoph.glatz@crystalsol.com
Website	www.crystalsol.com

Entwicklung eines inline Qualitätssicherungs- /Messsystems einer Rolle-zu-Rolle Pilotanlage für die Herstellung von flexiblen Photovoltaikmodulen

QualiFlexPV

AutorInnen:

Lukas Plessing/ crystalsol

Amaury Martin / crystalsol

Armin Zechmeister / crystalsol

Martin Vetter / crystalsol

Stefan Gahr / crystalsol

Bernhard Lamprecht / JR

Alfred Rinnhofer / JR

Malte Jaschik / JR

Gerhard Jakob / JR

Michael Schneeberger / JR

1 Inhaltsverzeichnis

1	Inhaltsverzeichnis	4
2	Einleitung	5
3	Inhaltliche Darstellung	6
4	Ergebnisse und Schlussfolgerungen	9
5	Ausblick und Empfehlungen	39
6	Anhang	40
7	Kontaktdaten	42

2 Einleitung

Aufgabenstellung:

crystalsol (cs) beschäftigt sich mit der Entwicklung einer vollkommen neuen Art von flexiblen Photovoltaikfolien mit signifikanten Anwendungsvorteilen und deutlich niedrigeren Herstellungskosten im Vergleich zu allen derzeit existierenden Photovoltaiktechnologien (PV). Die aktive Schicht besteht aus einem monokristallinen Halbleiterpulver, welches im Zuge eines Rolle-zu-Rolle (R2R) Produktionsverfahrens direkt in die flexible Photovoltaikfolie eingebracht und mithilfe einer Polymerschicht fixiert wird.

Der Produktionsprozess gliedert sich in 8 getrennte Prozessschritte. Am Standort in Wien Simmering arbeitet man daran, den Produktionsprozess dieser neuen innovativen Technologie praktisch umzusetzen. Eine erste Pilotanlage, welche die Herstellung von Modulen in der Größe von max. 20 x 20 cm² ermöglicht, wurde bereits entwickelt und realisiert.

Während des Projektes wurden die Qualitätsparameter und Charakterisierungstechniken für jeden Produktionsschritt definiert.

3 Inhaltliche Darstellung

Ziel des Projektes war es, für einzelne Produktionsschritte im Herstellungsprozess von crystalsols neuartigen flexiblen Photovoltaikfolien, inline Qualitätssicherungs-/Messsysteme zu entwickeln, die den Anforderungen dieser neuartigen Technologie entsprechen.

Die Allgemeinen Ziele des Projektes können nachfolgend zusammengefasst werden:

- Steigerung der Effizienz durch den optimierten Produktionsprozess
- Reduktion der Fehleranfälligkeit des Produktionsprozesses
- Einhaltung/Kontrolle diverser Produktionsparameter während laufender Produktion
- Inline-Regelung der Prozessparameter innerhalb eines optimalen Qualitätsfensters
- Erhöhung der Produktionskapazitäten, des Durchsatzes u. Automatisierungsgrades
- Erhöhung der Ausbeute / Qualität und der Produktionsgenauigkeit
- Verringerung der Produktionszeit um 30% an der Pilotanlage

Schwerpunkte des Projektes und verwendete Methoden:

Wie bereits oben beschrieben war das erste Ziel, alle Qualitätsparameter zu identifizieren, die die Kontrolle jedes einzelnen Prozessschrittes ermöglichen. Diese Aufgabe ist erfüllt und jeder Prozessschritt ist mit einem oder mehreren der Qualitätsparameter verknüpft worden.

Das Forschungsinstitut JOANNEUM RESEARCH war am ersten Prozessschritte zur Qualifizierung der zusammenhängenden Qualitätsparametern tätig. Mittels einer höchstauflösenden Zeilenkamera und speziell programmierten Algorithmen, wurden alle zuvor definierten Qualitätsparameter (Zell-Anordnung, CZTS Korngröße, Dichte der Körner, Kornsorte) off-line gemessen. Alle nachfolgenden Schritte wurden erfolgreich mit unterschiedlichen Charakterisierungstechniken off-line getestet: mit dem Induktionsschichtwiderstandsmesssystem, mit einem Fourier-Transformationsinfrarotspektrometer, mit einer Mikroskopkamera und mit einem Induktionsdickenmesssensor. All diese Geräte haben gezeigt, dass sie ausreichend genau messen, um die benötigten Qualitätsparameter zu bestimmen.

Die Messung des Aushärtungsgrades der Polymerschicht ist erfolgreich mit dem FTIR-Spektrometer on-line getestet worden. Die hochauflösende Kamera, die von JR ursprünglich für off-line Tests benutzt wurde, ist für eine Integration in eine Produktionsanlage wegen deren Größe- und wegen Vibrationsproblemen in der Versuchsanlage nicht eine geeignete Lösung. Daher ist ein anderes Aufnahmeverfahren mittels CIS Sensor mit reduzierter Auflösung integriert und für die Pilotanlage adaptiert worden. On-line Tests haben erfolgreich gezeigt, dass dieses System die Zell-Anordnung messen kann. Leider waren Korngröße und Korndichte mit der reduzierten Auflösung nicht mehr messbar. Auf der anderen Seite ist das Frontkontakt-Schichtwiderstandsmesssystem, das ursprünglich nicht für on-line Messungen vorgesehen war, tatsächlich in die Pilotanlage installiert worden und zeigte bei on-line Messungen erfolgreich eine Änderung des Schichtwiderstands an.

Zusätzlich zur Definition, Kalibrierung und Prüfung aller Charakterisierungswerkzeuge für die verschiedenen Prozessschritte ist bei crystalsol eine interne Datenbank geschaffen worden, um alle Qualitätsparameter der in der Produktionsanlage getesteten Werkzeuge zu speichern. Mehrere Analysewerkzeuge wurden in der Programmiersprache „R“ entwickelt, um Daten aus der Datenbank zu extrahieren, miteinander zu korrelieren und um die Produktion zu optimieren. Es wurden mehrere Programme geschrieben, um die Qualität des Halbleiters, der Zellen und des Modules zu analysieren.

Energieforschungsprogramm - 3. Ausschreibung

Klima- und Energiefonds des Bundes – Abwicklung durch die Österreichische Forschungsförderungsgesellschaft FFG

Einordnung in das Programm:

Schwerpunkt: Erneuerbare Energien

Subschwerpunkt: Photovoltaik

Ausschreibungsziele:

Ziel 2: Erhöhung der Leistbarkeit von nachhaltiger Energie und innovativen Energie- und Mobilitätstechnologien, Kostensenkung bei hochinnovativen Technologien und die Entwicklung innovativer Geschäftsmodelle sind der Schlüssel für die Beschleunigung der Marktdurchdringung.

Ziel 1: Beitrag zur Erfüllung der energie-, klima- und technologiepolitischen Vorgabe der Österreichischen Bundesregierung.

Ziel 3: Aufbau und Absicherung der Technologieführerschaft bzw. Stärkung der internationalen Wettbewerbsfähigkeit österreichischer Unternehmen und Forschungsinstitute auf dem Gebiet innovativer Energie- und Mobilitätstechnologien. Durch die Stärkung der Technologiekompetenz und Wettbewerbsfähigkeit wird der Wirtschafts- und Innovationsstandort Österreich gestärkt und es ergeben sich neue Möglichkeiten, die internationale Klimaschutzpolitik Österreichs zu unterstützen.

Aufbau der Arbeit:

Tabelle 1: Arbeitspakete

AP Nr	Arbeitspaket Bezeichnung	Erreichte Ergebnisse / Abweichungen
1	Projektmanagement	Zwischenbericht, Endbericht, Kosten/Termineinhaltung
2	Identifikation inline Qualitätsparameter	Zerstörungsfrei messbare Qualitätsparameter definiert
3	Definition geeigneter Mess- und Qualitätssicherungssysteme	Messsysteme entwickelt/untersucht
4	Bestimmen der Prozessfenster	Messsysteme kalibriert und offline evaluiert, Prozessfenster definiert,
5	Definition der QS-Maßnahmen, Inline Qualitätssicherung	Relevante Kontrollmöglichkeiten identifiziert, In-situ qualitätskontrollierte R2R Produktion

Tabelle 2: Meilensteine

Meilenstein	Meilenstein	Anmerkungen und Ergebnisse
1	Inline Qualitätsparameter definiert	Für jeden Prozessschritt ist mindestens ein inline, messbarer Parameter identifiziert
2	Inline Messsysteme definiert	Für jeden Prozessschritt ist mindestens 1 Messsystem gefunden das die Qualitätsparameter hinreichend genau misst
3	Messsysteme angepasst und kalibriert	Messsysteme bezüglich Auflösung und Fehler evaluiert

Energieforschungsprogramm - 3. Ausschreibung

Klima- und Energiefonds des Bundes – Abwicklung durch die Österreichische Forschungsförderungsgesellschaft FFG

4	Prozessfenster definiert	GOOD/FAIL Prozessfenster für die Schritte 1 bis 7 festgelegt
5	Integration der Messsysteme abgeschlossen (1-3 inline, 4-7 offline)	Qualitätsdaten werden für die Membranproduktion (Prozessschritt 1-3) inline an der R2R gesammelt. Für die Prozessschritte 4-7 werden die Qualitätsdaten offline gesammelt.
6	QS-Maßnahmen definiert	Prozessflussdiagramm mit Qualitätssicherungsmaßnahmen bei Verlassen des Prozessfensters für die einzelnen Prozessschritte definiert

4 Ergebnisse und Schlussfolgerungen

AP2: Inline-Qualitätsparameter Bestimmung

Festlegung der Qualitäts und Produktionsparameter

Als Vorarbeit dieses Arbeitspakets wird auf den bestehenden Pilot-Produktionsprozess von cs-PV-Modulen zurückgegriffen. Dieser ist in 8-Arbeitsschritte unterteilt, die in der folgenden Abbildung dargestellt sind:

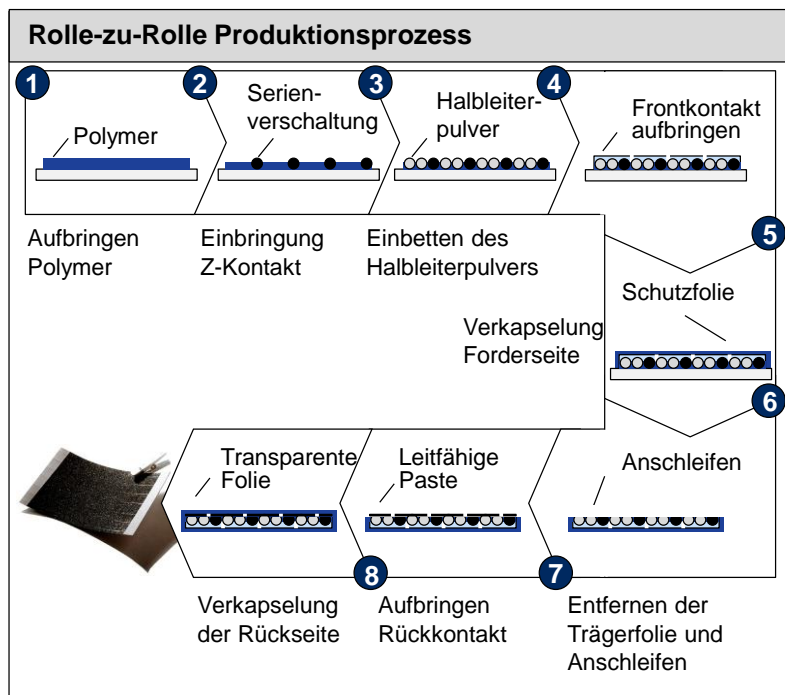


Abbildung 1 – Darstellung von crystalsols proprietärem Herstellungsprozess

Aufgrund der Einzigartigkeit der Technologie kann cs ein Halbprodukt vermarkten, welches an Drittunternehmen verkauft werden kann, ohne die endgültige Gestaltung festzulegen. Im Produktionsschritt 8 ist die VerkapSELUNG vom Halbprodukt zum Endprodukt dargestellt. Diese wurde aber im daliegenden Projekt nicht behandelt.

Monograin-Klassifikation

Die Produktionsparameter der Solarzellen hängen stark vom verwendeten kristallinen Material ab (Monograins). Die CZTS-Kristalle werden von crystalsol OÜ in einer Salzschnelze produziert und wachsen abhängig von Zeit und Temperatur unterschiedlich verteilt. Bevor sie der Modulproduktion zugeführt werden, werden die durch Sieben in verschiedene Größenklassen aufgetrennt.

Es gibt für jede Fraktion die Notwendigkeit, die Schichtdicke des Polymers (Produktionsschritt 1) anzupassen. Das Siebverfahren ist jedoch nicht vollständig ausreichend um die Polymerschichtdicke zu definieren. Weitere Parameter wie Form und statistische Verteilung sind entscheidend um die Produktion hinsichtlich Ihrer Qualität zu optimieren.

Energieforschungsprogramm - 3. Ausschreibung

Klima- und Energiefonds des Bundes – Abwicklung durch die Österreichische Forschungsförderungsgesellschaft FFG

Joanneum Research entwickelt eine zerstörungsfreie Methode, um die Geometrie und Verteilung der Körner inline zu erfassen und somit die optimalen Produktionsparameter zu bestimmen.

Für den Versuchsaufbau der Kameraerfassung wurden 2 verschiedene Beleuchtungsvarianten aufgebaut und getestet, wie in der folgenden Darstellung gezeigt.

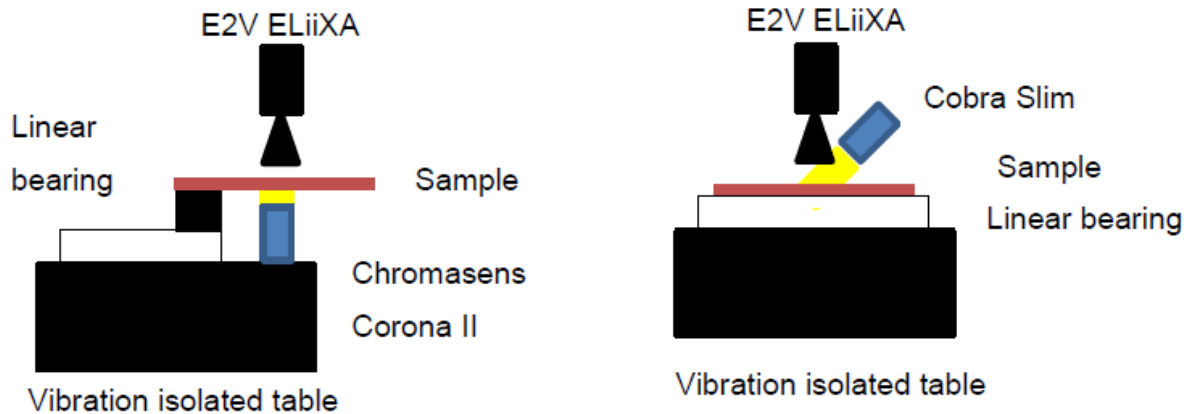


Abbildung 2 – Schematische Darstellung beider Testaufbauten. Links Durchlicht, Rechts Auflicht.

Die unterschiedlichen Beleuchtungsvarianten mit Durchlicht (Chromasens Corona II LED) und Auflicht (ProPhotonix Cobra Slim LED) wurden mit einer monochromen Zeilenkamera und einem LINOS Vergrößerungsobjektiv aufgebaut.

Die Line-scan Kamera verfügt über eine Pixelgröße von $5 \times 5 \mu\text{m}^2$ mit 16.384 Pixeln in einer Zeile, welche die X Richtung in den Bildern vorgibt. Bei einer 1:1 Abbildung kann somit ein 8 cm Streifen mit $5 \mu\text{m}$ Auflösung aufgenommen werden, bei einer fünffachen Vergrößerung ein Streifen mit 16 mm Breite mit einer Auflösung von $1 \mu\text{m}$.

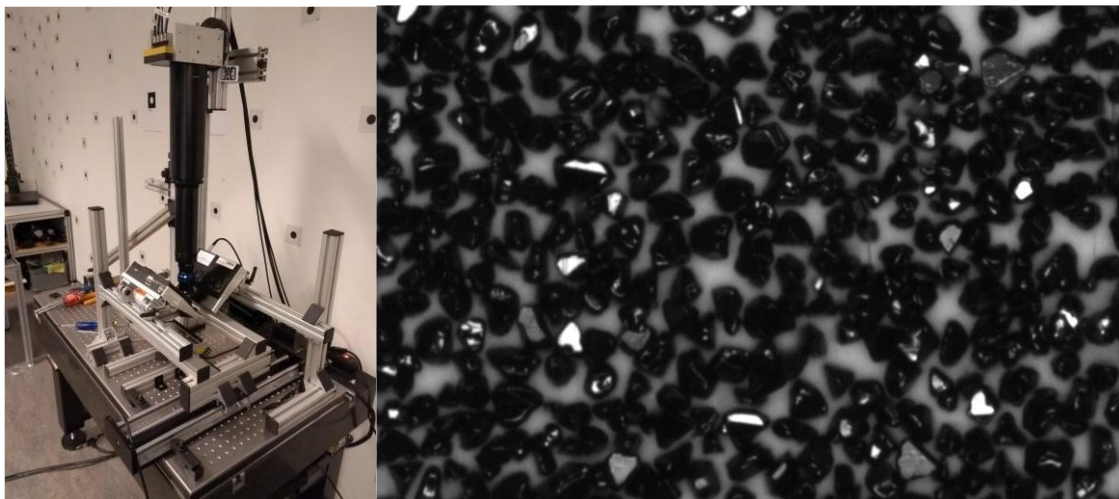


Abbildung 3 – Aufbau zur Korn-Klassifizierung (links), Beispielbild der Körner (rechts).

Für die Implementierung einer kameragestützten Qualitätskontrolle von crystalsols Monograinlayer (MGL) -Membran wurden Proben mit unterschiedlichen Qualitäten hergestellt. Dazu wurde jeweils ein Produktionslauf mit einem veränderten Parameter durchgeführt.

Variiert wurden:

- Der Druck beim Einpressen >> Hier wird die Einpresstiefe der MG verändert

Energieforschungsprogramm - 3. Ausschreibung

Klima- und Energiefonds des Bundes – Abwicklung durch die Österreichische Forschungsförderungsgesellschaft FFG

-Die Slot-Höhe bei der Pulveraufbringung (variiert) >> Hier wird die Dichte der MG verändert (unkontrolliert und teilweise unbrauchbar wenn Slot zu tief)

- Die Aushärtetemperatur des Polymers >> Hier wird Einpresstiefe und Anschlusswinkel Polymer/Grain verändert

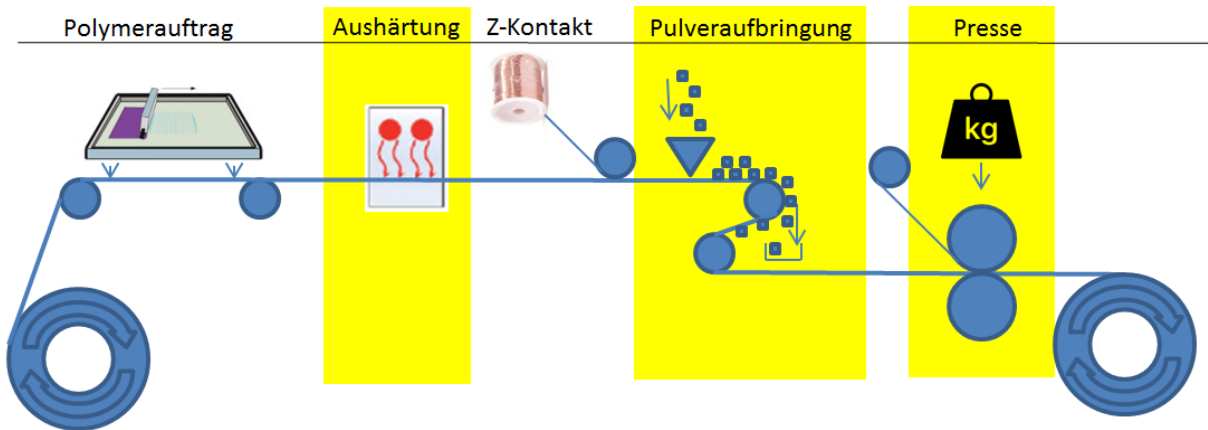
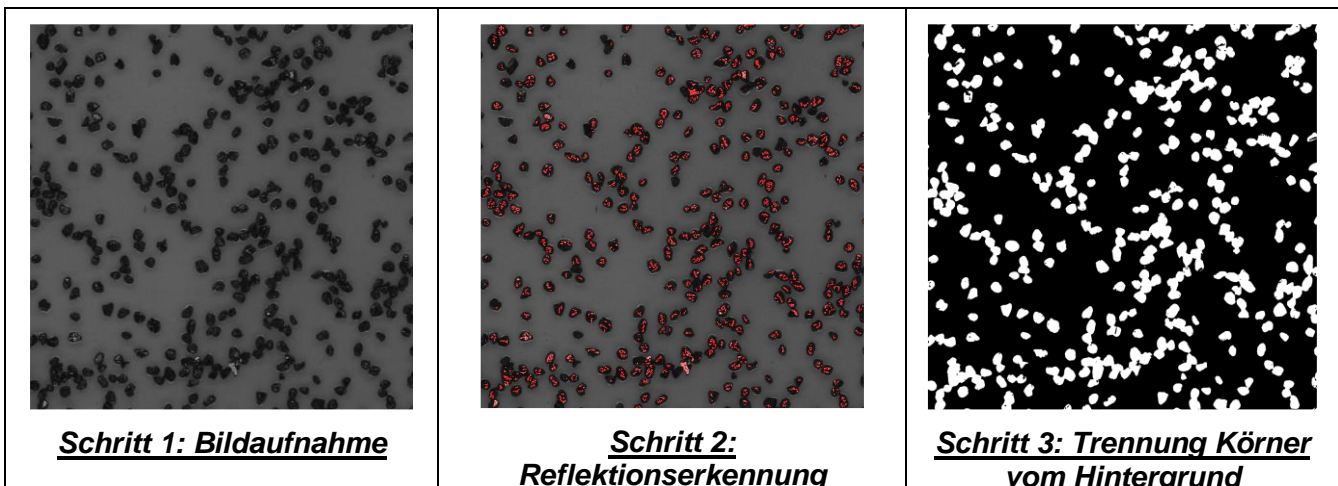


Abbildung 4 – Schematische Darstellung der variierten Parameter in gelb

Außerdem wurden verschiedene Kornformen verwendet, wobei hier das Hauptunterscheidungsmerkmal die Grundform der Kristalle ist. Hier wird zwischen milled und non-milled unterschieden, also ob es sich um eine kantige Kristallform handelt, oder um eine abgerundete Kristallform, für die in einem Mahlprozess die Kanten abgerundet wurden.

In Abbildung 5 sind die einzelnen Analyseschritte der Kornerkennung dargestellt. Die Bildaufnahme (Schritt 1) wurde mit den Beleuchtungsmethoden aus Abbildung 2 durchgeführt, Bei der Auflichtmethode (Bildaufnahme mit der Cobra Slim-Beleuchtung) werden auftretende Reflektionen auf den Körnern erkannt und unterdrückt (Schritt 2). Die Reflektionen können zwar in einem weiteren Detektionsschritt für die Identifikation des Korntyps (Milled/Non-Milled) verwendet werden, führen ohne entsprechende Korrekturmaßnahmen aber für die Bestimmung der Größen und Verteilungen zu Fehlern. In einem dritten Schritt wird das aufgenommene Bild binarisiert um die Körner vom Hintergrund zu trennen, sodass ein binäres Bild entsteht. Eine nachfolgende Distanztransformation (Schritt 4) erkennt die Kanten der Körner und erstellt einen Datensatz, der später zur Korngrößen Berechnung benutzt wird. Die letzten Schritte sind eine Wasserscheidentransformation (Watershed-Transformation, Schritt 5) und die Körnertrennung in Schritt 6. Mit diesen Einzelschritten ist es möglich, sowohl das Zentrum jedes Kornes zu bestimmen als auch aneinander liegende Körner zu trennen..



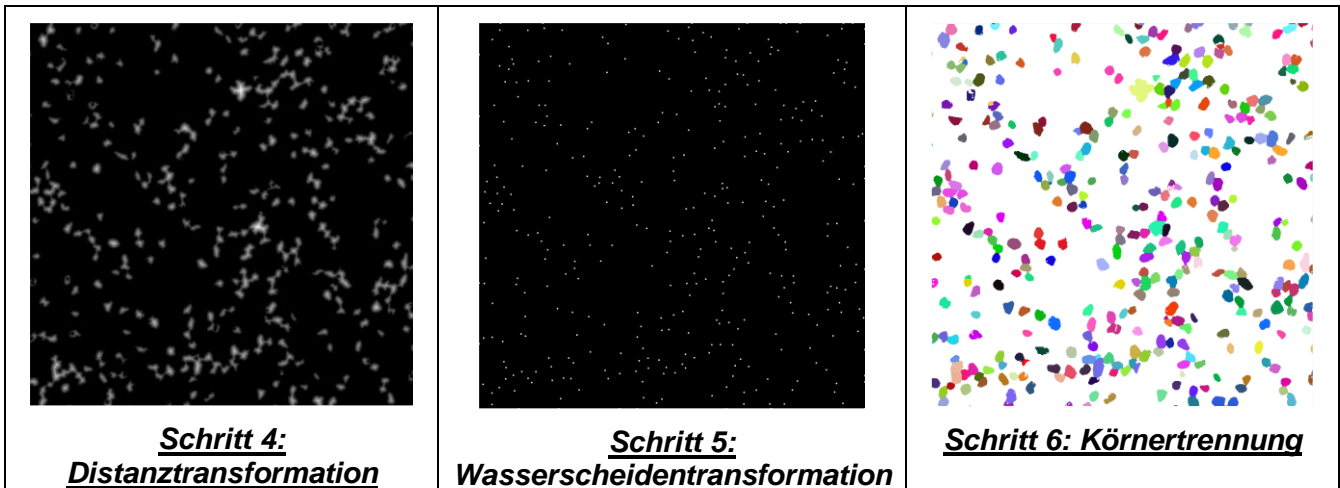


Abbildung 5 – Bildanalyse derselben CZTS Körner Membran mit allen 6 Zwischenschritten.

Das Ergebnis der Bildanalyse liefert die Verteilung der Größe der CZTS Körner. Eine Gegenüberstellung der automatisierten mit der händischen Auswertung ergibt gut vergleichbare Ergebnisse.

Die Beurteilung der Körnerform wird in den nächsten Schritten des Projektes näher betrachtet.

AP3: Definition geeigneter Mess- und Qualitätssicherungssysteme

Membranpolymer

Die Überwachung der Aushärtung des Membranpolymers ist einer der zentralen Kriterien bei der MGL-Membran Produktion. Mängel bei der Aushärtung des Polymers führen zu Produktionsausschuss. Die Teilhärtung des Polymers ist einerseits von der Topfzeit des 2k Polymers abhängig, andererseits von der Aushärtetemperatur und –dauer. Manuell kann lediglich die Klebrigkeit des Films kontrolliert werden, wobei dies äußerst ungenau ist. Im Rahmen des QualiFlex-Projektes wurde die automatisierte Überwachung untersucht.

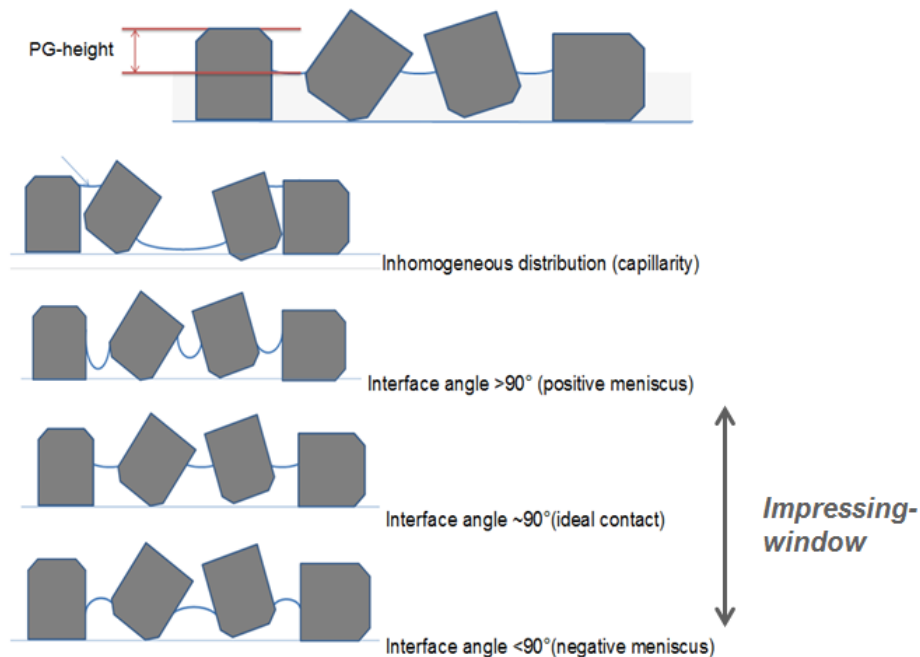


Abbildung 6 – Schematische Darstellung des Einflusses des Polymerhärtegrades beim Einpressen der MG

Eine geeignete Methode wurde mit der Fourier-transformationen-Infrarot-Messung (FTIR) gefunden und in Kooperation mit dem Instrumentenhersteller Bruker getestet. Hier werden die OH-Gruppen der Polymerisation per Infrarot gemessen und mathematisch aufbereitet. Somit kann der Prozess der Polyaddition genau überwacht werden.

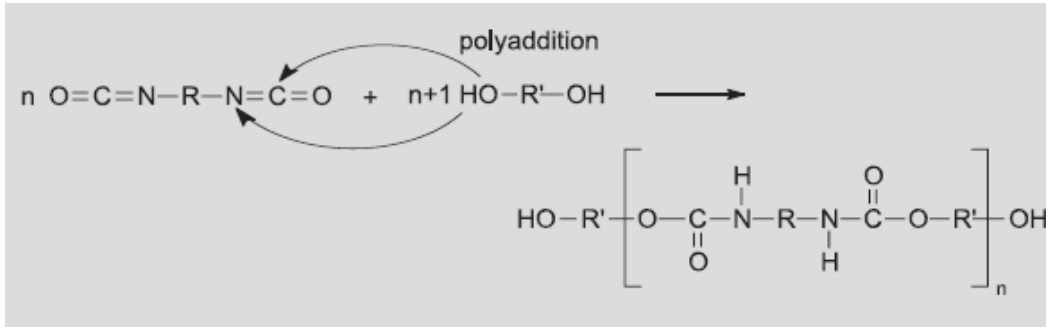


Abbildung 7 – Reaktionsgleichung einer Polyaddition mit charakteristischer OH Gruppe

FTIR inline Prozessüberwachung

Ziel: FTIR inline Prozessüberwachung des Aushärteverhaltens einer 20 µm dicken Polymerschicht

Beschreibung: Die Komponenten des Polymers werden gemischt und dann mit einer Rolle-zu-Rolle-Anlage (R2R) kontinuierlich auf eine PET-Folie aufgetragen. Die Polymerschicht wird über einer Heizplatte vorausgehärtet, danach wird das Halbleiterpulver eingebettet. Die Aushärtung des Polymers ist bestimmt durch die Temperatur der Heizplatte und die zusätzliche überlagerte Aushärtung bei Raumtemperatur. Der Aushärtegrad des Polymers beim Einbringen der Halbleiterkörner bestimmt unter anderem die Eigenschaften der PV-Folie.

Testzenario: Der Test kann als positiv betrachtet werden, wenn die überlagerte Aushärtung bei Raumtemperatur mit einer Genauigkeit gemessen werden kann, die erlaubt, dass mind. alle 0,5 m ein signifikanter, reproduzierbarer Unterscheid im Messsignal erfasst werden kann. Dieser Unterschied soll sich dann auch in den Kennzahlen der PV-Module widerspiegeln.

1. Auflösungstest: Anmischen einer größeren Menge Harz + Härter und kontinuierlicher Auftrag in R2R, Aufnehmen des Signals über das komplette Prozessfenster, Messung der überlagerten Aushärtung bei Raumtemperatur -> Bestimmung der Auflösung

Energieforschungsprogramm - 3. Ausschreibung

Klima- und Energiefonds des Bundes – Abwicklung durch die Österreichische Forschungsförderungsgesellschaft FFG



Abbildung 8 - FTIR Spectrometer von Bruker – (rechts) Testaufbau Auflösungstest

Gerät/Konfiguration:

- ALPHA FTIR-Spektrometer
- Front-Reflexions-Modul (30° Einstrahlwinkel)
- Messabstand ca. 1.5 mm
- 12 Scans/Spektrum (ca. 10 Sek.)
- Auflösung 4cm⁻¹

Dieser Aufbau ermöglichte eine Endpunktbestimmung über Kalibration, da bei vollständiger Aushärtung die relevanten OH-Banden keine Veränderungen mehr zeigen. Es konnte eindeutig gezeigt werden, dass die Messung des Härtegrades des MGL-Polymerfilms in der 20 µm-Schicht auf PET-Substrat gemessen werden kann.

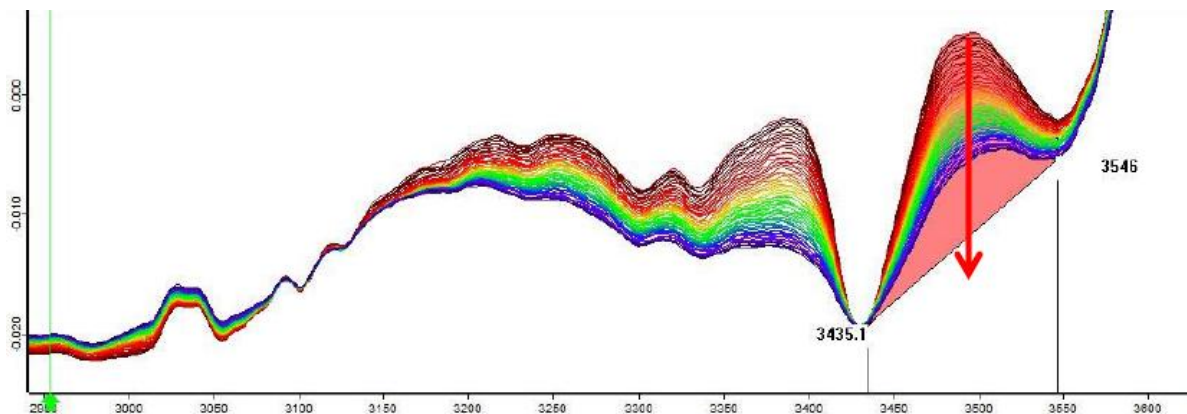


Abbildung 9 - FTIR Spectrometer Auflösungstest über 11 Minuten bei 74°C mit guter Reaktion des markierten Bereichs (3150-3550 cm⁻¹)

Die chemometrische Kalibration zeigt eine sehr gute Korrelation zwischen Aushärtungsgrad und OH-Banden-Absorption (-R2 = 99.94 (Gütefaktor, max. 100); -RMSECV = ±0.78% (statistischer Fehler)). Die Abschätzung der zeitlichen Genauigkeit zeigt, dass die Aushärtung zeitlich näherungsweise linear verläuft (±1% Abweichung entspricht). Diese Genauigkeit ist bei einem Einpressfenster von ca. 2min. eindeutig ausreichend. Sie ist auch bei einer Beschleunigung des Reaktionsprozesses ausreichend,

solange das Einpressfenster entsprechend länger ist. Die Grenzen wurden nicht näher untersucht, sondern die R2R-Implementierung im Weiteren verfolgt.

2. Schichtdickenmessung

Ein weiteres Feature das die FTIR Messung möglich macht, ist eine exakte Schichtdickenbestimmung. Hierfür werden Interferenz-„Fringes“ genutzt, um mit der Software und einem Datenbankabgleich die Schichtdicke des Coatings zu bestimmen. Dies funktionierte auf Anhieb ohne Probleme. Hier die Auswertung einer 20 µm-Schicht mit Visualisierung der Fringes:

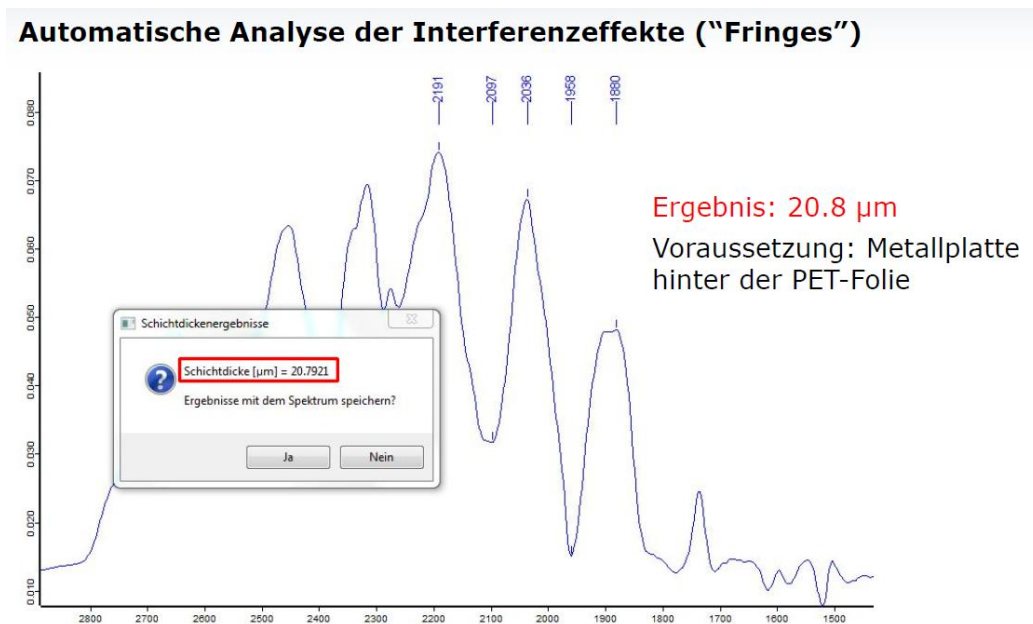


Abbildung 10 – Schichtdickenmessung über die Automatische Analyse der Interferenz

Die Kontrolle erfolgte über eine manuelle Messung mit dem Dualscope von Fischer und ergab 20 µm (+/-1 µm Genauigkeit).

Diese Methode kann auch direkt angewandt werden, um bei der „Verkapselung der Frontseite“ die Dicke der Verkapselung zu messen. Da dies eine vorgefertigte Standardmethode zur Dickenmessung ist, die etabliert ist, wurden keine ausführlichen Tests veranlasst und die Methode als verlässlich und mehr als ausreichend genau bewertet (+/-0,01 µm).

Monolithische Verschaltung

Die monolithische Verschaltung der einzelnen Zellen wird durch sogenannte Z-Kontakte erreicht, welche als leitende Drähte die aktiven Bereiche unterbrechen. Bei crystalsol's Pilotanlage wird ein 100 µm dicker Kupferdraht mit einem 120 µm dicken isolierenden Faden nebeneinander in das Polymer eingebracht (siehe Abbildung 11 links).

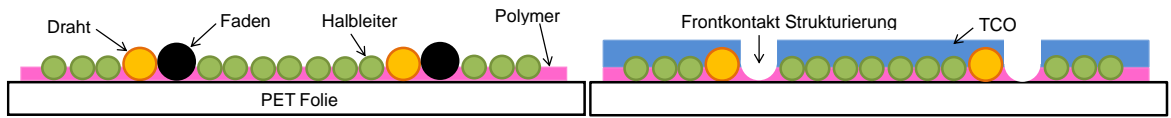


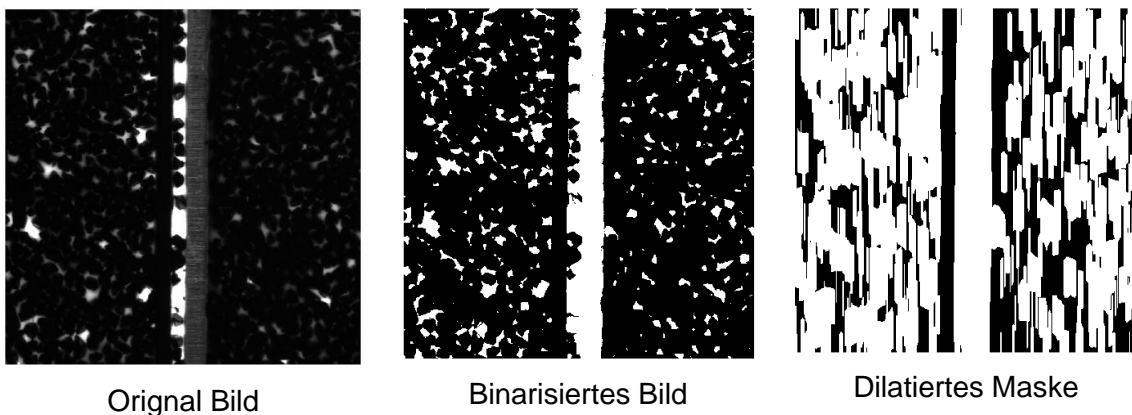
Abbildung 11 – Anfangs Membrane (links) nach Frontkontakt Strukturierung (rechts)

Der isolierende Faden wird nach dem Aufbringen des Frontkontaktes im nachfolgenden Produktionsschritt wieder entfernt, sodass der Frontkontakt unterbrochen wird (siehe Abbildung 11 rechts). Um die aktive Fläche zu maximieren ist es daher notwendig, dass der Draht und der Faden nicht verdreht und korrekt positioniert eingebracht werden.

JR hat mit den gleichen Aufnahmesystemen die in AP2 beschrieben wurden, versucht, ein System im Labor zu entwickeln, welches Bilder von Photovoltaik-Proben mit aufgebracht Körner, Z-Kontakten und isolierenden Fäden aufnehmen kann. Dafür wurde sowohl Durchlicht als auch Auflicht getestet, wie dies in Abbildung 2 dargestellt ist.

In den Laborversuchen wurde festgestellt, dass es keinen signifikanten Unterschied zwischen den milled und non-milled Körnern bei der Erkennung des Z-Kontaktes und des isolierenden Fadens gibt. Mit dem beschriebenen Aufbau ist eine Detektion mit einer Auflichtbeleuchtung sowohl auf der Frontseite als auf der Rückseite des Polymers durch sehr starke Reflexionen schwierig bis unmöglich. Jedoch eignet sich eine Aufnahme der Frontseite mit dem Durchlichtansatz.

Um die Z-Kontakte und die Isolationsfäden zu erkennen, ist es zunächst nötig, diese von dem Hintergrund zu trennen. In Abbildung 12 sind die Zwischenschritte der Z-Kontakt Detektion dargestellt. Zunächst wird das Bild der Frontseite mit Durchlicht aufgenommen (Original Bild) und mit der Otsu Methode binarisiert (binarisiertes Bild). Im nächsten Schritt wird mit einem länglichen Kernel das binarisierte Bild dilatiert (dilatierte Maske). Auf diesem werden Summenprofile erstellt, mithilfe derer die Drähte erkannt werden (Summeprofil und Drahterkennung). Der Z-Kontakt wird in den Profilen segmentiert (Maske vom erkannten Draht) und kann visuell dargestellt werden (detektierter Z-Kontakt)



Energieforschungsprogramm - 3. Ausschreibung

Klima- und Energiefonds des Bundes – Abwicklung durch die Österreichische Forschungsförderungsgesellschaft FFG



Abbildung 12 Zwischenergebnisbilder der Z-Kontakterkennung

Nach der Z-Kontakt-Erkennung wird der Isolationsfaden erkannt. Um Berechnungszeit zu sparen, wird eine Suchregion rechts neben dem Z-Kontakt definiert, in der der Isolationsfaden liegen sollte. Die Helligkeit des Isolationsfadens ist sehr homogen, sodass eine Binarisierung mit Hilfe zweier Schwellwerte zu einer sehr guten Detektion führt. Mit einem morphologischen Opening und dem Auffüllen von dunklen Flecken wird eine Isolationsfadenmaske erstellt. Wie bei dem Z-Kontakt wird ein Summenprofil erstellt, um die korrekte Position des Isolationsfadens zu bestimmen. Die Ergebnisse dieser Prozessierungsschritte sind in Abbildung 13 dargestellt.

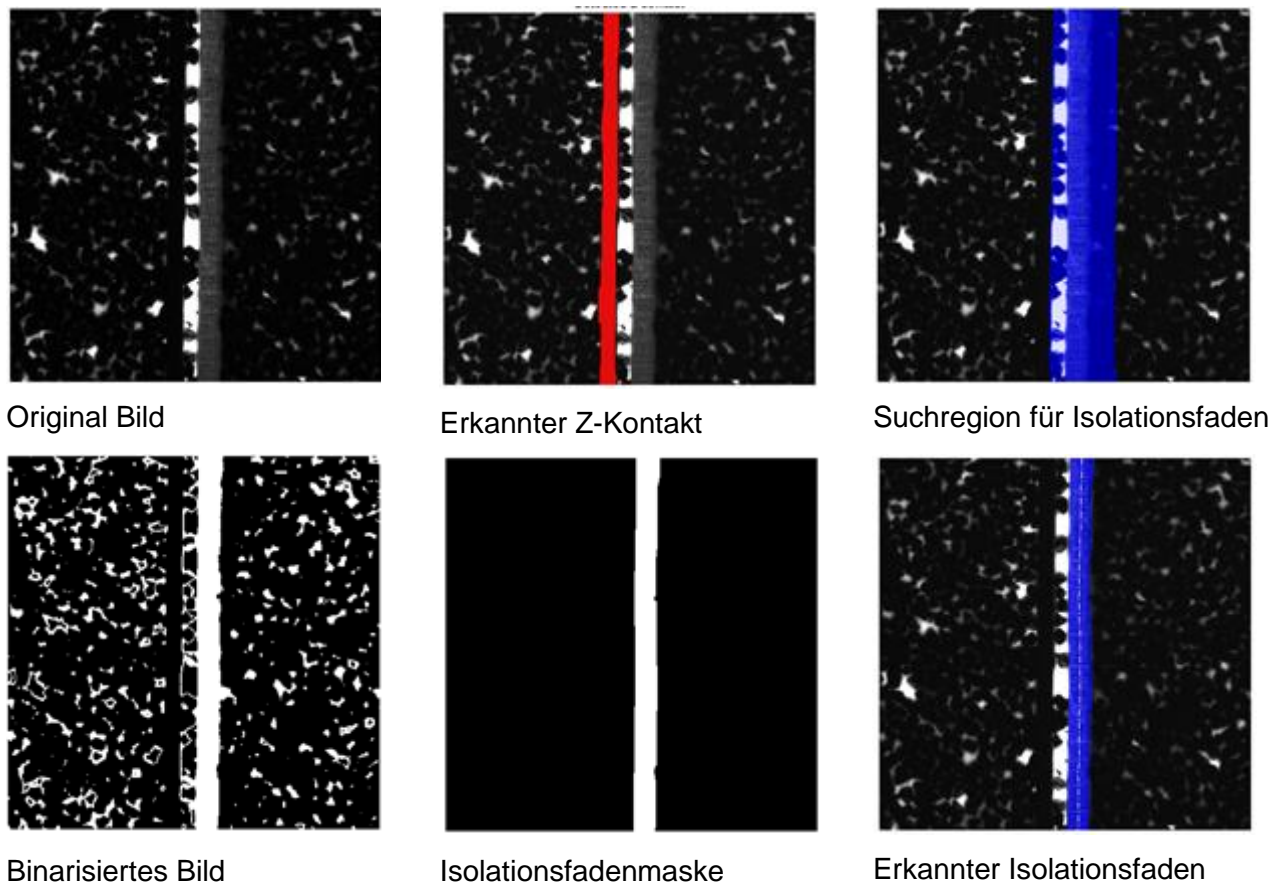


Abbildung 13 Zwischenergebnisbilder der Isolationsfadenerkennung

Ein weiterer Test wurde mit einer verringerten Auflösung durchgeführt. Bei der für die Kornklassifikation verwendeten Auflösung von $1\ \mu\text{m}/\text{px}$, kann nur ein sehr kleiner Bereich (ein Streifen mit 16 mm Breite) des Photovoltaik-Dünnsfilms aufgenommen werden. Bei einer Verringerung der Auflösung auf $7\ \mu\text{m}/\text{px}$ (durch Verwendung eines anderen Objektivs) ist es möglich, 18 der 32 Bahnen der Photovoltaik Module aufzunehmen.

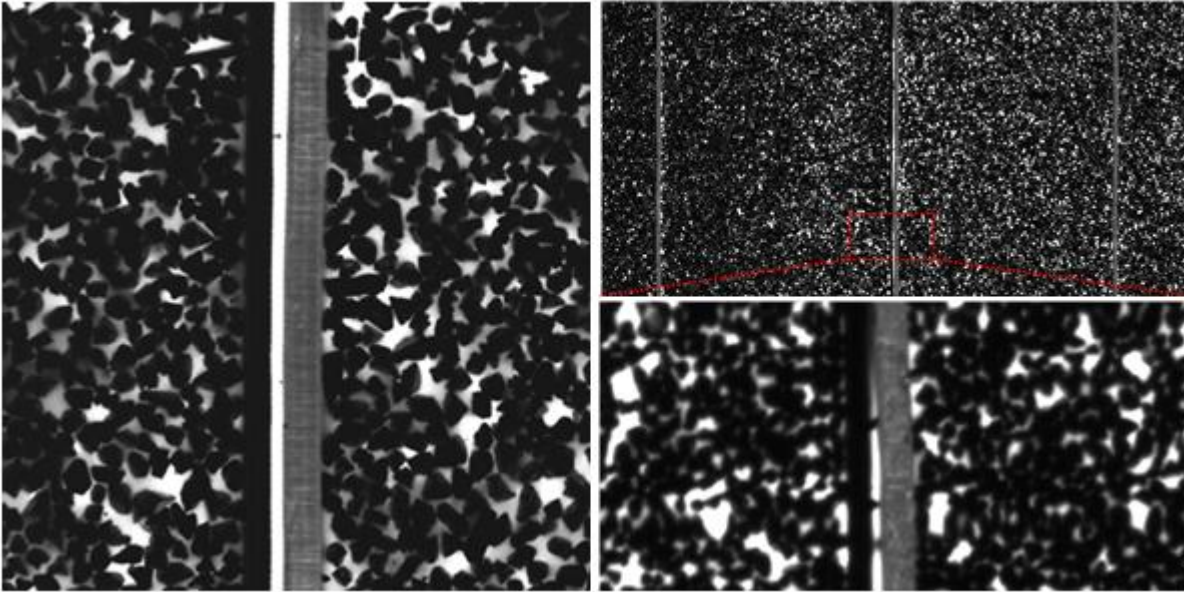


Abbildung 14 Vergleich verschiedener Kameraauflösungen. Das linke Bild zeigt eine Beispielaufnahme mit $1\ \mu\text{m}/\text{px}$ Auflösung in x- und y-Richtung, das rechte den selben Ausschnitt mit einer Auflösung von $7\ \mu\text{m}/\text{px}$

In Abbildung 14 ist ein Vergleich zwischen der $1\ \mu\text{m}/\text{px}$ - und der $7\ \mu\text{m}/\text{px}$ -Auflösung dargestellt. Mit kleinen Anpassungen in den Detektionsparametern ist es möglich, sowohl die gewünschte Draht- als auch Faden-Detektion auch bei verringerter Auflösung durchzuführen.

Monograins Analyse

Wie oben beschrieben konnte im Labor bei JR gezeigt werden, dass eine Erkennung der Körner auf Proben mit verringerter Körnerdichte mit guten Ergebnissen funktioniert, wie aus *Abbildung 5* hervorgeht.

Bei Betrachtung der vollständig besetzten Proben wird deutlich, dass selbst ein geschulter Mensch oftmals nicht in der Lage ist, einzelne Körner zu unterscheiden. Diese liegen zum Teil sehr eng oder sogar überlappend beieinander. Eine automatische Trennung ist daher nicht immer möglich, sodass eine statistisch genaue Auswertung der Charakteristika nicht durchführbar ist. Durch Herausrechnen der Reflexionen auf den Körnern kann jedoch die Bedeckungsrate auf dem Substrat bestimmt werden, um etwa Flächen mit geringerer Substratbedeckung zu detektieren.

Frontkontakt

Die In-Line Messung des transparenten Frontkontaktes und dessen Leitfähigkeit ist Gegenstand dieses Abschnitts. Die Leitfähigkeit wurde bisher offline mit einem Sourcemeter Messgerät und der sogenannten 4-Punkt Messung gemessen. Dabei wird eine Elektrode mit 4 Messpins (welche Federbelastet sind) leicht auf die raue Oberfläche der MGL gedrückt. Vorteil dieser Methode ist, dass immer im gleichen Abstand zum Z-Kontakt Draht gemessen werden kann und so dessen Einfluss vernachlässigbar ist. Nachteil ist, dass bei zu starkem Druck oder zu häufigen Messungen es zur

Beschädigungen der CdS Schicht (n-junction) am Korn kommt und somit der Diode beschädigt ist. Eine Automatisierung dieses Verfahrens ist keine Option

Bei der Suche nach In-Line Lösungen fand sich die „**eddy currents technology**“. Es gibt hier verschiedene kommerzielle Anbieter deren Systeme alle auf demselben Prinzip basieren:

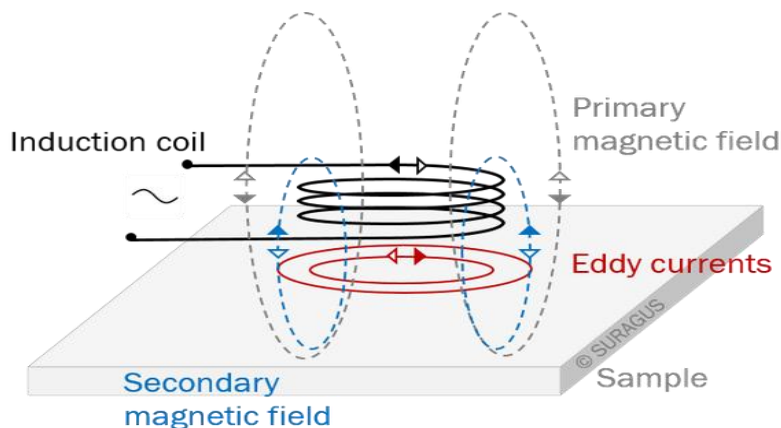


Abbildung 15 – Prinzip der Eddy current technology.

Das Messgerät **20J3** von Delcom verwendet wurde verwendet, welches für die Applikation in einer In-Line Messung empfohlen wurde. Dieses kann bis zu 25 Messungen pro Sekunde aufzeichnen, und ist somit für eine zukünftige Produktion mit höheren Bandgeschwindigkeiten geeignet

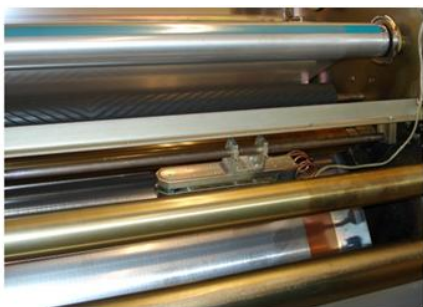


Abbildung 16 - 20J3 Sensor von DELCOM instruments.

Die größte Herausforderung beim MGL-Moduldesign ist die Abgrenzung der Leitfähigkeit des TCO (transparent conductive oxide), der Silber Nano-wires (Cambrios) und der Z-Kontak-Drähte. Der Messbereich der „Wirbelstrom Messung“ entspricht einem Durchmesser von ca. 2,5cm. Bei einer Zellbreite von 6mm sind somit mehrere sehr gut leitende Z-Kontakte (Silber-Kupfer-Drähte) inkludiert sind.

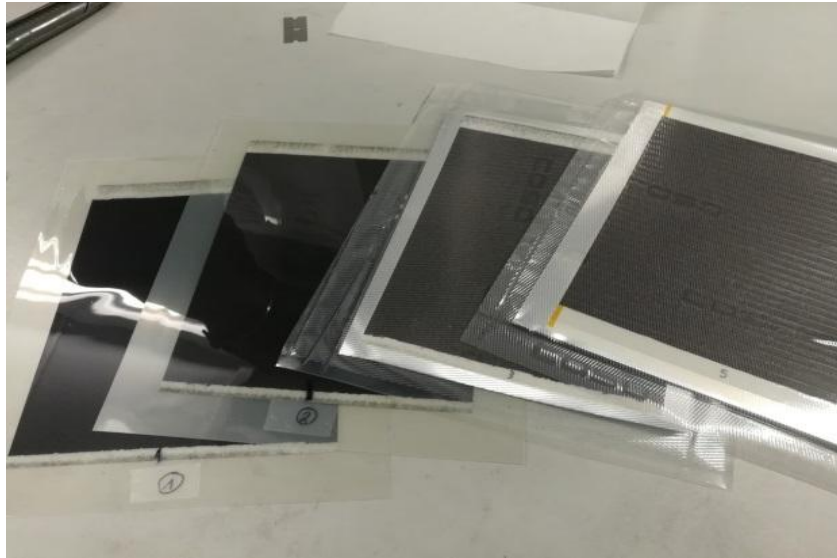


Abbildung 17 - An DELCOM. Verschickte Proben

Die Messung erfolgte in den USA, wo Techniker jeweils 6 Messungen an verschiedenen Punkten für jedes Sample durchführten.

Der Vergleich der Messungen zeigt, dass die von Delcom gemessenen Werte durchgängig deutlich höher sind, jedoch gut vergleichbare Unterschiede zwischen den Aufbauten zeigen. Gerade die Anzahl der Cambrios-layer, und somit die Querleitfähigkeit zum Draht kann gut unterschieden werden. Sample 5, welches Drähte und Fäden enthält, zeigt den höchsten Wert. Dies ist zu erklären mit der Tatsache, dass der Frontkontakt hier alle 6 mm Draht enthält und somit durch das große Messfeld die Gesamtleitfähigkeit höher ist.

Eine Miete des Sensors wurde vereinbart, um Tests auf crystalsols Produktionsanlage durchführen zu können.

„Verkapselung“ der Frontseite

Neben der „Fringes“-Methode wird in diesem Arbeitspaket eine Methode untersucht um die Dicke der Stabilisierung der Vorderseite (FSS – FrontSideStabilization) zu messen. Bei diesem Schritt wird die MGL-Membran mit einem Reaktionsharz, einer Lage Glasfaser und einer Folie zusammenkaschiert. Dieser Prozessschritt gewährleistet die mechanische Stabilität des Produkts während der weiteren Prozessschritte und der Verkapselung. Daher ist die Schichtdicke entscheidend für die mechanische Stabilität, aber auch die Flexibilität, da die eingesetzten Reaktionsharze eine Shore Härte von 100A haben und bei zu hoher Schichtdicke zur Sprödeheit des Produkts führen.

Eine Möglichkeit der Schichtdickenmessung ohne vom Polymertyp abhängig zu sein ist die induktive Dickenmessung. Hier wird mit einem magnetischen Feld der Abstand zu einer Metallplatte über die Feldstärke gemessen.

Energieforschungsprogramm - 3. Ausschreibung

Klima- und Energiefonds des Bundes – Abwicklung durch die Österreichische Forschungsförderungsgesellschaft FFG

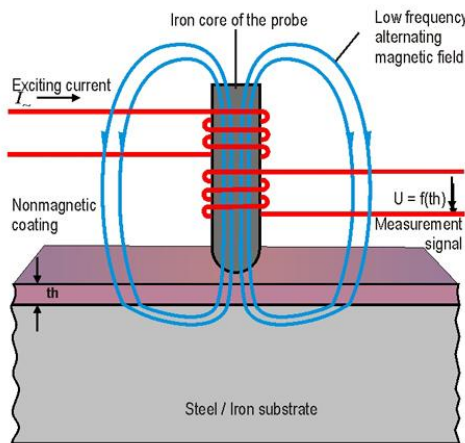


Abbildung 18 – Konzept der induktiven Schichtdickenmessung (links) – Messgerät Fischer (rechts)

Mit dieser Methode wurden einzelne 20x20 cm² große Proben untersucht um die Variation eines typischen Produkts zu erfassen und um die Methode zu evaluieren.

Diese Methode zeigt, dass die Dickenänderungen eher lokal auftreten. Die Methode funktioniert, ist aber mit diesem Gerät für eine R2R-Implementierung und einer Messung über die ganze Breite nicht geeignet. Aufgrund der relativ geringen Anforderung an die Genauigkeit des Endprodukts von +/-100μm ist jedoch eine Stichprobenkontrolle ausreichend.

Für diesen, meist unproblematischen, Prozessschritt liegt es nahe, entweder die vorhandene Messtechnik zu implementieren (FTIR) oder eine Stichprobenkontrolle durchzuführen um den Aufwand in Grenzen zu halten.

Rückseitenabtrag

Die Öffnung der Rückseite durch Abtragen einiger μm der Polymer/Keramik-Matrix, ist ein besonders heikler Schritt. Hier werden die CZTS-Monograins geöffnet und für eine Kontaktierung vorbereitet. Zu wenig Abtrag bedeutet, dass die nicht kontaktierten Körner keinen Strom liefern. Umgekehrt ist zu tiefes Schleifen für Shunts verantwortlich, also kleine Kurzschlüsse die die Lebensdauer und Funktion beeinträchtigen.

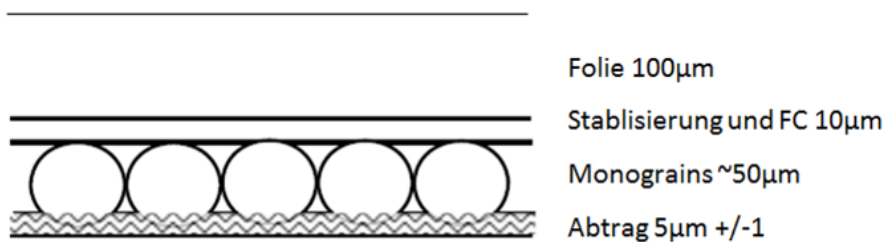


Abbildung 19: Skizze des Querschnittes (Schleifen an der Unterseite des Moduls)

Eine Methode die Abtragtiefe zu bestimmen, besteht in der Bestimmung eines Grauwertes, also des Verhältnisses der Fläche der geöffneten Körner (schwarz) zu der des weißen Polymers. Für erste Versuche wurde eine spezielle USB Kamera mit 140-facher Vergrößerung verwendet. Mit dieser Kamera kann ein Bildausschnitt von 5 x 5 mm² aufgenommen werden.



Abbildung 20 – typisches Einpressbild vor dem Schleifen der MG

Um diese Methode anwenden zu können, ist es wichtig zwischen angeschliffenen (schwarzen) und durchscheinenden (grauen) Körnern zu unterscheiden. Diese durchscheinenden Körner sind zwar schon erkennbar, aber elektrisch noch isoliert. Daher wird mit einer eigens dafür entwickelten Software das Bild bereinigt und der Schwarzwert ausgegeben.

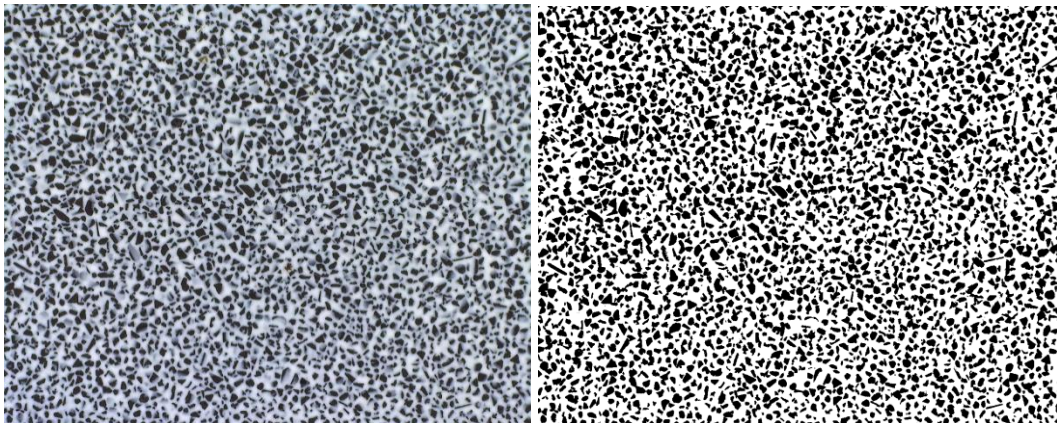


Abbildung 21 – Originalbild (links) und bereinigtes Bild (rechts)

Diese Methode wurde erfolgreich angewandt, sowohl um das Einpressen der Körner als auch den Rückseitenabtrag zu quantifizieren.

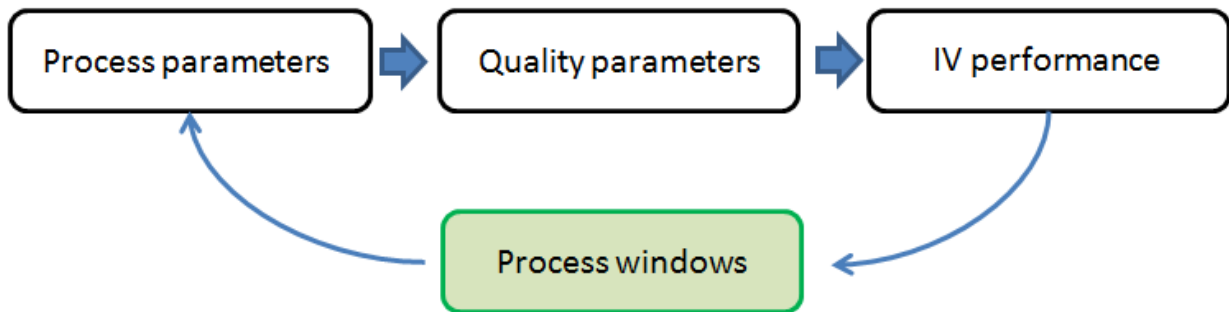
Rückkontakt

Der Rückkontakt besteht aus einer Kombination aus Graphit- und Silberleitpaste. Für die Beurteilung der Leitfähigkeit des Rückkontakts kann die Wirbelstrommethode angewandt werden. Die Wirbelstrommethode misst zwar den Verbund aller Materialien, jedoch hat die verwendete Silberleitpaste eine viel bessere Leitfähigkeit als die im Frontkontakt verwendeten Silber-Nanodrähte. Weshalb diese Methode gute Ergebnisse zeigt.

AP 4 – Bestimmen der Prozessfenster

In diesem Arbeitspaket wurden die im AP3 für jeden Prozessschritt identifizierten verschiedenen Messsysteme und -methoden für die Messung der Qualitätsparameter, wie sie im AP2 definiert wurden, kalibriert und verwendet um die Qualitätsparameter der Modulproduktion zu sammeln. Die Änderungen der Prozessparameter, die auch im AP2 definiert werden, sind entweder zufällige Variationen der Standardproduktion oder absichtliche Variationen mit dem Ziel, deren Auswirkungen auf die

Qualitätsparameter zu analysieren. Die Korrelation der Qualitätsparameter zum elektrischen Verhalten der PV-Module sollte dabei helfen, das richtige Zeitfenster für jeden Schritt zu definieren.



Produktion von Modulen/Mustern mit Prozessvariationen

Um die Sammlung von Prozess- und Qualitätsparameter der erzeugten Module zu vereinfachen, wurde eine Excel Tabelle mit den Ergebnissen der elektrischen Charakterisierungen aller Module erstellt. Hier folgt die Auflistung der aufgenommenen Parameter, unterteilt nach den Produktionsschritten. Die Qualitätskriterien werden in den folgenden Unterpunkten im Detail behandelt:

Polymerschichtdicke

Gemeint ist hier die auf das Substrat aufgebrachte Polymerschicht, die im ersten Produktionsschritt der MGL-Membran-Herstellung aufgebracht wird. In diese Schicht werden die aktiven CZTS-monograins eingebettet.

Wie im Kapitel 3 dargestellt ist, wird die Schichtdicke mittels Induktionsmessung ermittelt. Dies geschieht an 2 Referenzpunkten, einmal auf der linken, einmal auf der rechten Seite der produzierten Bahn. Durch die verwendete Beschichtungstechnik, das Rakeln, kann die Schicht nur schief oder gerade aufgetragen werden, un stetige Schwankungen sind nicht zu erwarten.

Die optimale Dicke der Polymerschicht korreliert mit der Korngröße der CZTS-Monograins. Um die elektrische Kontaktierung des Halbleiters zu gewährleisten, muss die Kornoberfläche auf der Vorderseite (cf. Polymer-Kornhöhe) frei bleibt, und darf nicht von Polymer bedeckt sein. Für jede Korngröße wurde durch statistische Auswertung der Modulmessdaten die ideale Schichtdicke ermittelt.

Polymer Aushärtungsgrad

Wie im AP3 beschrieben, wird der Aushärtungsgrad / Vernetzungsgrad des Polymers in dem die CZTS-Körner später eingebettet werden, mit einem FTIR Spektrometer gemessen.

Kalibrierung des FTIR Spektrometers

Wie in AP3 beschrieben erfolgte zunächst eine Kalibrierung des FTIR Spektrometers bei crystalsol.

Das Spektrometer wurde, wie in *Abbildung 8* zu sehen, vor die Polymerschicht gestellt, welche auf einer Heizplatte platziert war. Die Änderung der Absorption des Harzes im roten Teil des Spektrums ($3150-3550\text{ cm}^{-1}$) indiziert den Aushärtungsgrad der Epoxidschicht. Es wurde das IR-Absorptionsband der Epoxidschicht bei zwei unterschiedlichen Temperaturen gemessen, damit man dessen Variationen bei verschiedenen Geschwindigkeiten evaluieren kann. Diese gemessenen Variationen werden mit der theoretischen Aushärtung eines solchen Polymers bei der erwähnten Temperatur (*Abbildung 22*) verglichen.

Energieforschungsprogramm - 3. Ausschreibung

Klima- und Energiefonds des Bundes – Abwicklung durch die Österreichische Forschungsförderungsgesellschaft FFG

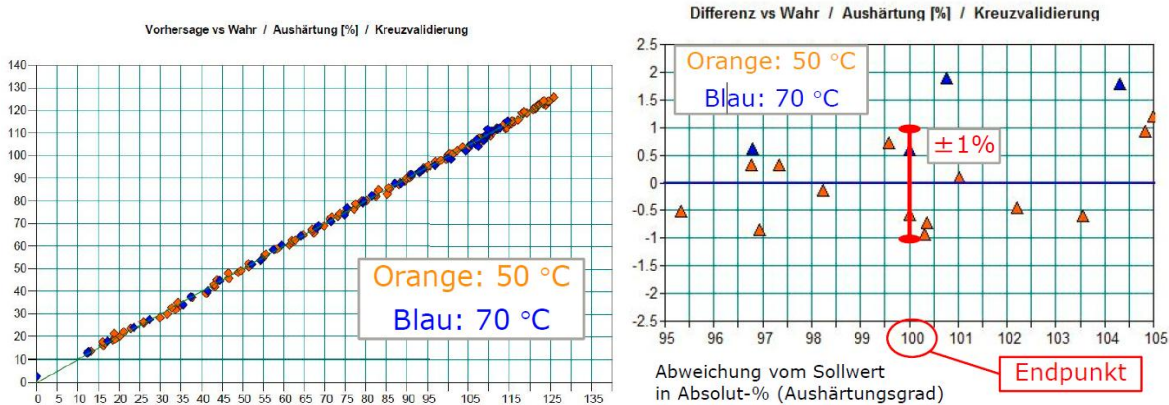


Abbildung 22 - Vergleich der gemessenen Variation des IR Absorptionsbandes zum theoretischen Wert.

Das Ergebnis dieser Vergleiche hatte einen Korrelationsfaktor von 99,93 (100 für eine perfekte Korrelation) zwischen den gemessenen und den theoretischen Werten gebracht.

Korrelation des Polymer-Aushärtegrades mit der Moduleffizienz

Das in der Standardproduktion verwendete Polymer (2k Epoxidharz) ist ein thermisch aushärtendes Polymer, dessen Aushärtegeschwindigkeit abhängig von der Härtetemperatur ist. Bei Erhöhung der Aushärtetemperatur um 10°C erfolgt eine etwa doppelt so schnelle Aushärtung des Polymers. Dies bedeutet, dass die Bandgeschwindigkeit und die Temperatur den Aushärtegrad des Polymers beim Einbetten bestimmen. Die Vorschubgeschwindigkeit, und somit die Zeit auf der Heizplatte, kann sehr exakt konstant gehalten werden. Für die Temperatur wird eine Genauigkeit von +/-1°C angestrebt, aber durch Umgebungstemperatur, Inhomogenität der Heizplatte, Regelungsschwankungen und zuletzt auch durch Abhebung des Substrates von der Heizplatte kommt es zu Unregelmäßigkeiten im Wärmeeintrag, welche die Aushärtungsgeschwindigkeit des Polymers beeinflussen.

Tests mit dem IR-Spektrometer zeigen ansatzweise eine Korrelation zwischen erhöhtem Aushärtegrad, Temperatureinwirkung, und schlechterem Einpressbild zur Anzahl von gemessenen Zellen mit verminderter Leistung.

Die schwache Korrelation kann durch die Möglichkeit der „Korrektur“ der Membrane in den nächsten Prozessschritten der Modulproduktion erklärt werden. Eine direkte Korrelation der Modulperformance mit dem Aushärtungsgrad ist ob der vielen Einflussparameter schwer herzustellen. Im Unterpunkt Einpressqualität wird dieser Punkt der Aushärtung nochmals aufgegriffen.

Korndichte, Drahtausrichtung

Wie bereits in AP2 dargestellt ist, werden die Körner vom Hintergrund segmentiert (binarisiert). Um beste Ergebnisse zu erhalten ist es bei der Auflichtmethode nötig, Reflexionen herauszurechnen. Bei Durchlichtaufnahmen kann dieser Schritt entfallen.

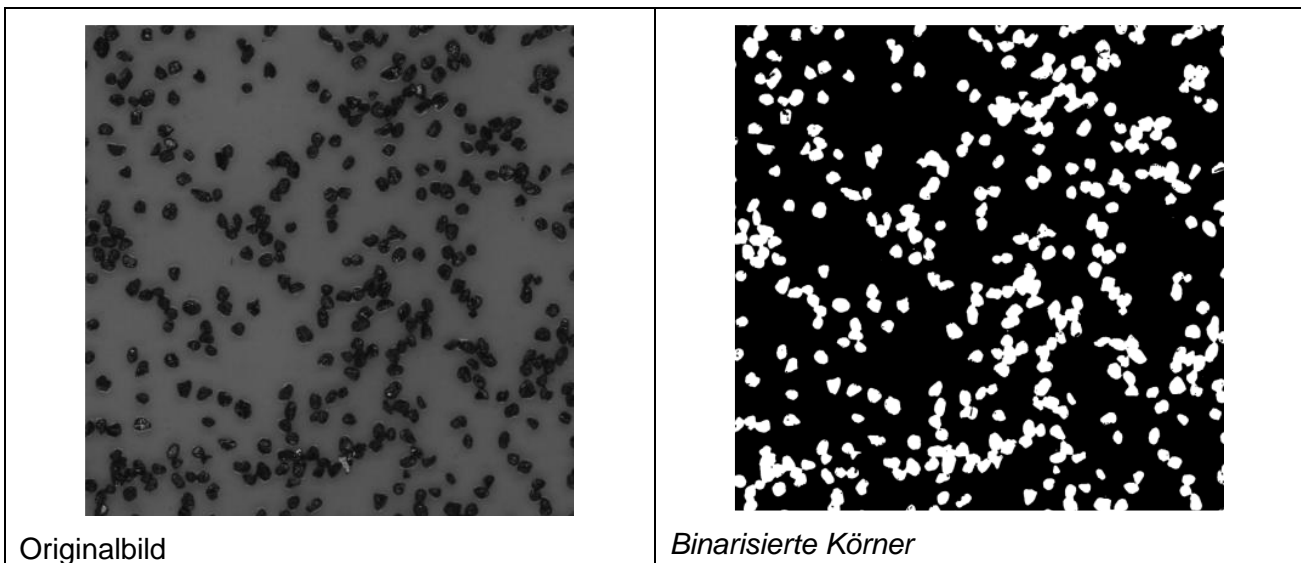


Abbildung 23 Beispielhafte Trennung der Körner vom Hintergrund

In Abbildung 23 ist das Originalbild mit resultierendem Maskenbild dargestellt. Die Körner werden dabei mit der Otsu Methode binarisiert, um evtl. Helligkeitsschwankungen berücksichtigen zu können. Betrachtet man das Verhältnis der binarisierten Körner zum Hintergrund so erhält man die Korndichte auf dem betrachteten Ausschnitt des Polymers.

Mit der Z-Kontakt und Isolationsfadenerkennung aus AP3 ist es möglich die Ausrichtungen der Zellen über dem gesamten Polymer zu detektieren. Bei einer Auflösung von ungefähr $7.5\mu\text{m}/\text{px}$ ist es möglich 18 der 32 Bahnen vollständig zu überprüfen, siehe Abbildung 24.

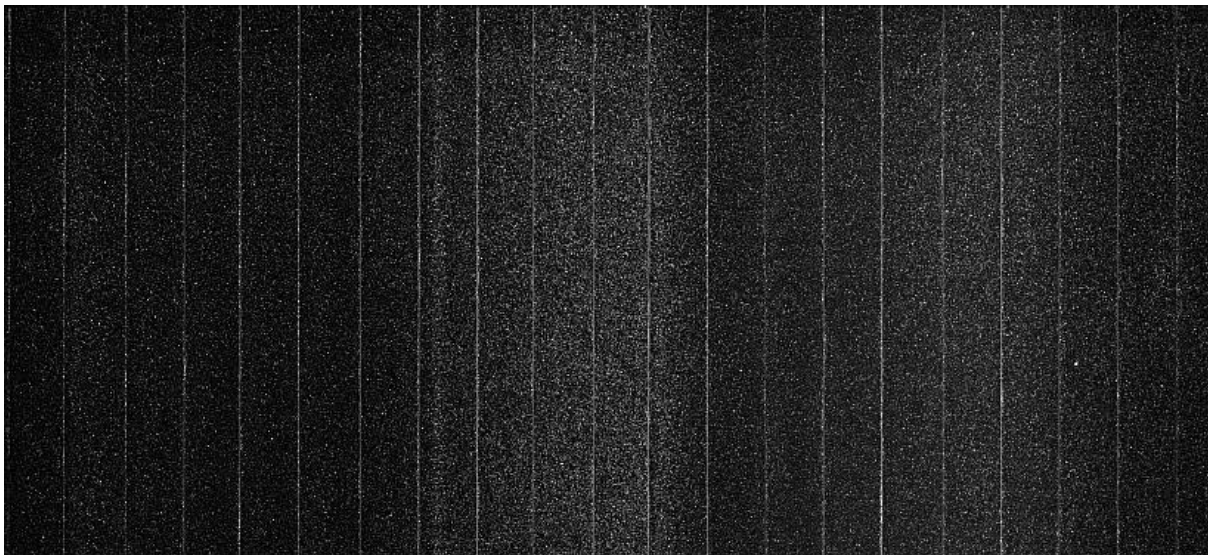


Abbildung 24 Testbild der Frontseite einer Membran, aufgenommen mit Durchlicht. Es können fast 21 Bahnen erkannt werden. Die gesamte Breite beträgt 32 Bahnen.

In Abbildung 25 sind die berechneten Positionen der Z-Kontakte (rote Linien), die erwartete Position (rot gepunktete Linien) sowie die Position der Isolationsfäden (blaue Linien) dargestellt. Rote Dreiecke bedeuten, dass der Z-Kontakt nicht erkannt worden ist oder fehlt. Die grünen Nummern sind die IDs der Linien auf dem Polymer. Zu beachten ist, dass bei dieser Probe nur ein Z-Kontakt bei Bahn 13 existiert. Dieser ist in Abbildung 26 vergrößert dargestellt.

Energieforschungsprogramm - 3. Ausschreibung

Klima- und Energiefonds des Bundes – Abwicklung durch die Österreichische Forschungsförderungsgesellschaft FFG

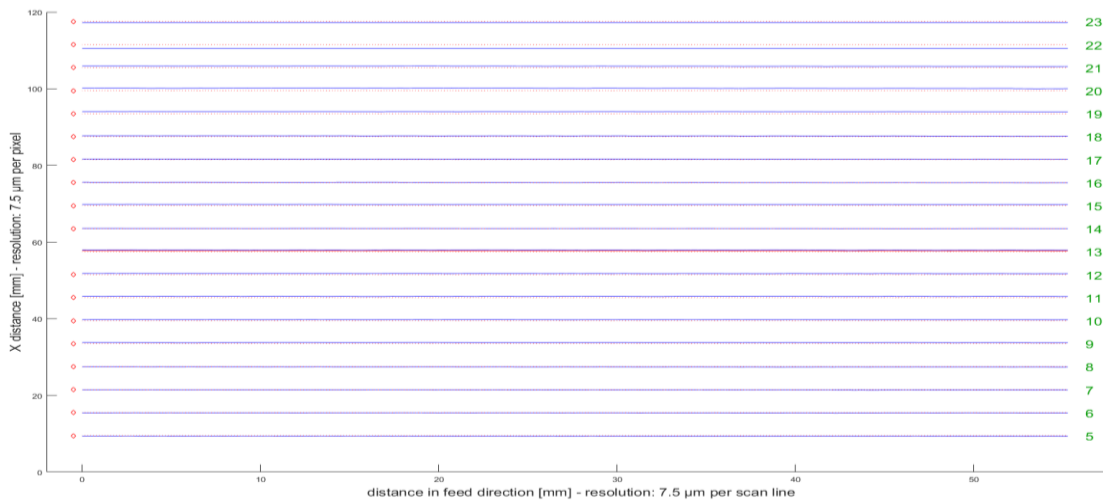


Abbildung 25 Positionen der detektierten Z-Kontakte (rote Linie: erkannte Position, rot gepunktete Linie: Sollposition) und der Isolationen (blau) auf dem getesteten Polymer. Die roten Dreiecke zeigen einen fehlenden Z-Kontakt.

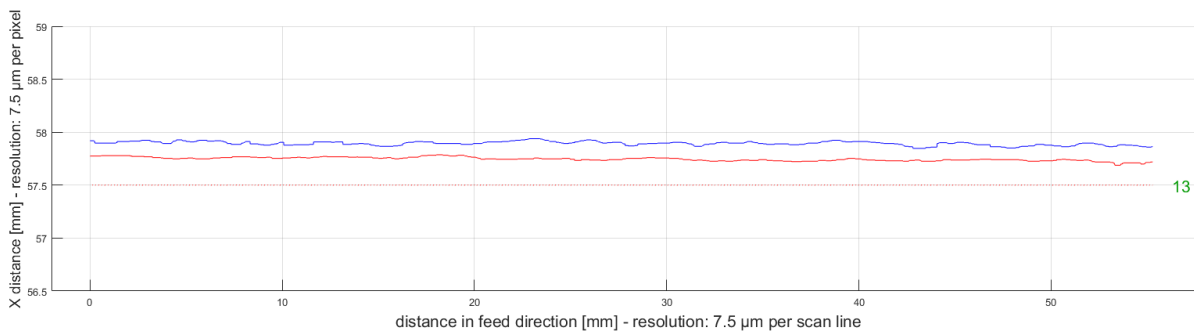


Abbildung 26 Detailansicht der 13. Bahn (aus Abbildung 25). Die Position des detektierten Z-Kontaktes (rote Linie: erkannte Position, rot gepunktete Linie: Sollwert) und des Isolationensfadens (blaue Linie) sind dargestellt.

Mit dieser Methode ist eine automatische Erkennung der Z-Kontakte und der Isolationen während des Herstellungsprozesses möglich. In weiterer Folge ist es einfach möglich, fehlende Z-Kontakte, Isolationen und deren falsche Positionen oder Verdrehungen zu detektieren.

Einpressqualität

Der Einpress-Schwarzwert gibt an, wie viele CZTS Körner beim Einpressdurchgang vollständig oder annähernd vollständig durch das Membranpolymer gedrückt wurden. Dies ist der Hauptindikator dafür, wie gut die Körner eingebettet sind. Der Einpress-Schwarzwert wird folgendermaßen ermittelt: Auf der Membranrückseite wird mit Hilfe einer Mikroskop-Kamera ein Bild aufgenommen und in ein Schwarz-Weiß-Bild umgerechnet. Dieses wird umgerechnet in einen prozentuellen Schwarzwert.

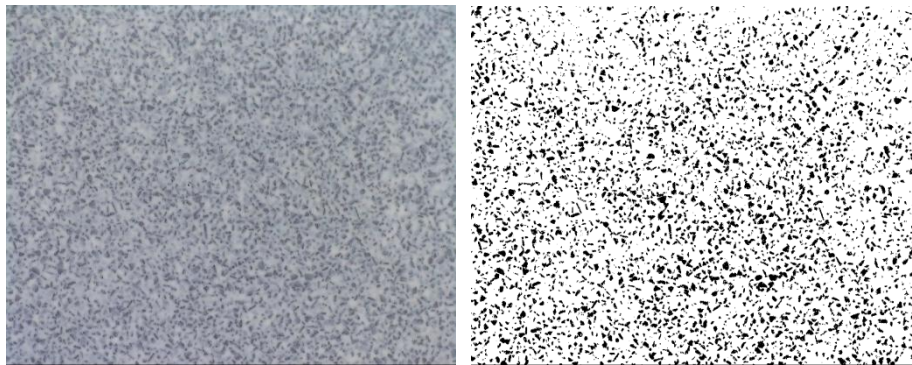


Abbildung 27 Mikroskop-Bild der Rückseite (links) und umgerechnetes Schwarz-weiß Bild (rechts)

Die zwei Haupteinflussfaktoren der Einpressqualität sind Aushärtegrad des Polymers, bestimmt durch die Heizplattentemperatur, und der Pressdruck. Um die Einpressqualität zu bewerten wurden diese Parameter separat untersucht.

Korrelation zwischen der Heizplattentemperatur und dem Einpress-Schwarzwert

Bei der Ermittlung des Einflusses der Heizplattentemperatur auf den Einpress-Schwarzwert wurde ein fester Pressdruck eingestellt. Die Temperatur der Heizplatte zum Aushärten des Polymers wurde variiert. Der Temperaturbereich wurde so gewählt, dass bei niedrigeren Temperaturen die Körner komplett mit Polymer bedeckt werden (keine elektrische Kontaktierung mehr möglich) und bei höheren Temperaturen das Polymer zu sehr ausgehärtet ist, so dass die Körner kaum noch am Polymer haften (es kommt keine Membran zustande). Untersucht wurde auch der Einfluss der Kornform. Dieser Unterschied spielt insofern eine Rolle, da beim Einpressen die Form für die Eindringtiefe maßgebend ist.

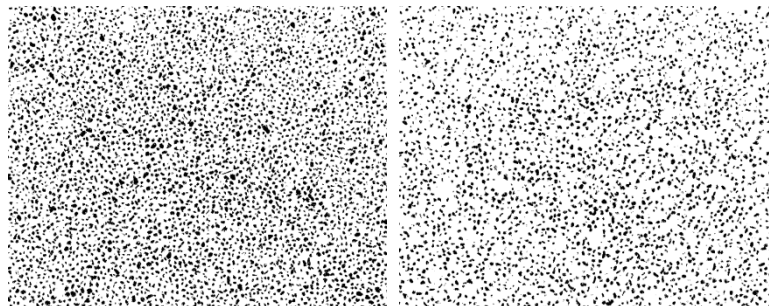


Abbildung 28 Schwarz-weiß Bild von gut (links) und schlecht (rechts) eingepressten Körnern

Korrelation zwischen dem Einpressdruck und dem Einpress-Schwarzwert

Bei der Ermittlung des Einflusses des Einpressdruckes auf den Einpress-Schwarzwert wurde die Heizplattentemperatur als fixer Parameter eingestellt. Der Einfluss des Druckes beim Einpressen der CZTS-Körner in das Polymer wurde variiert.

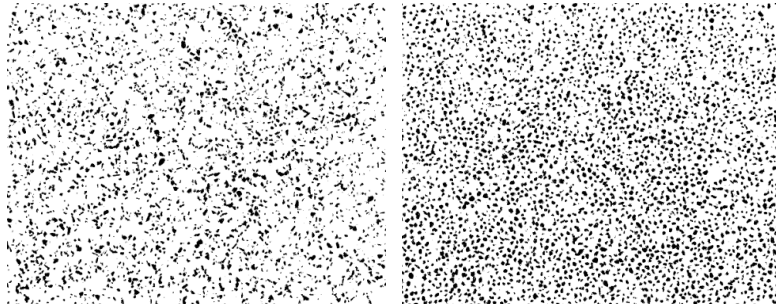


Abbildung 29: Schwarz-weiß Bild der eingepressten Körner, schlecht (links) und gut (rechts) eingepresst

Die Erfahrungen bei der Modulproduktion haben gezeigt, dass ein höherer Einpress-Schwarzwert zu einem leichteren Schleifprozessschritt führt. Obwohl der Schleifprozess die mangelhafte Einbettung der Körner korrigieren kann, dauert er länger und erfordert eine sorgfältigere Behandlung des Moduls während des Schleifprozesses, wenn der Einbettungs-schwarzwert niedrig ist. Demzufolge kann schlussgefolgert werden, dass die Heizplattentemperatur und damit der Polymeraushärtungsgrad einen direkten Einfluss auf den Produktionsausschuss, und einen indirekten Einfluss auf die Modulleistung, haben.

Frontkontakt Schichtwiderstand

Wie bereits im AP3 definiert, wird der Schichtwiderstand des Frontkontaktes offline mithilfe eines Wirbelstromsensors der Firma DELCOM gemessen.

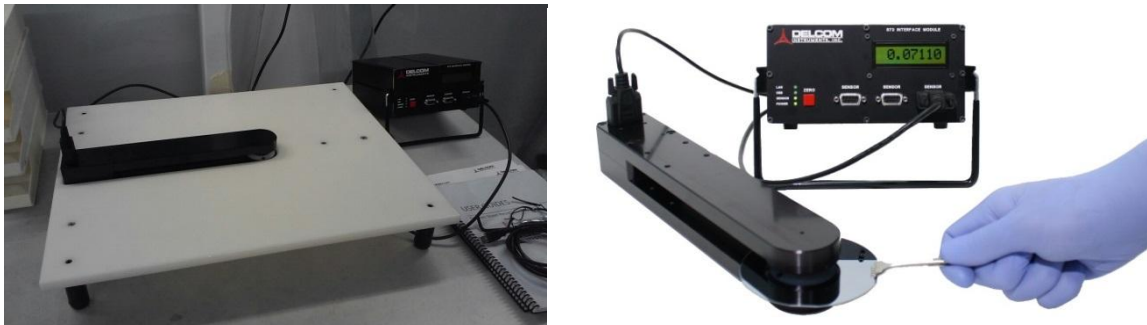


Abbildung 30 - Bild des Wirbelstromsensors von DELCOM

Kalibrierung des DELCOM-Sensors

Um den Wirbelstromsensor für die Messung des Schichtwiderstands des Frontkontaktes zu kalibrieren, sind Membranmuster mit Silbernanodrähten mehrmals beschichtet worden. Um die Auswirkung der Drähte und Faden in der Messung zu verstehen, sind alle Membranmuster ohne Draht und Faden, mit Draht und Faden, sowie nur mit Faden produziert worden.

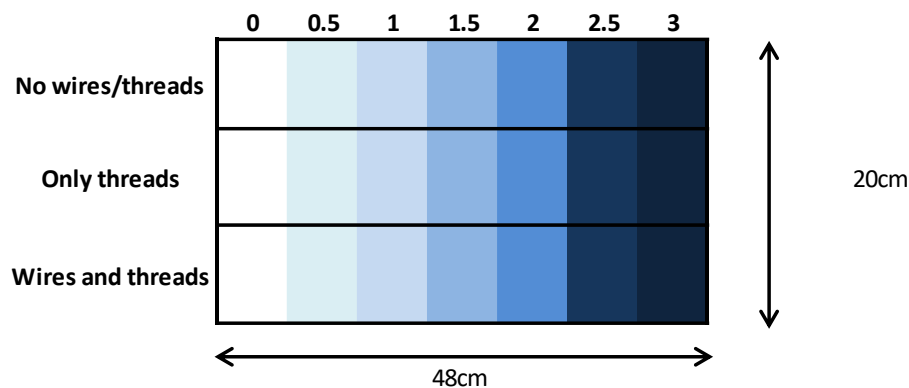


Abbildung 31 - Schematische Darstellung der Silberdrahtschichtdicke - Variation

Korrelation der 4-Punkt und Wirbelstrom Messmethode und Korrektur

Die Korrelation des Schichtwiderstands, wie auf den bereits hergestellten Mustern mit der 4-Punkt-Methode (Multimeter Typ Keithley 2020) und der Wirbelstrommethode (Delcom) gemessen, ermöglicht, dass der Wirbelstromsensor ordnungsgemäß kalibriert werden kann. Ein Unterschied in der Größe vom Faktor 10 ist zwischen den 2 Methoden gemessen worden. Mittels der Muster, die eine bekannte gesputterte AZO Schichtdicke haben, wurde gezeigt, dass die 4-Punkt-Methode den korrekten Wert liefert.

Einfluss der Drähte und Fäden

Durch die Montage des Sensors auf der Pilotanlage, wird die Schichtwiderstandsmessung auf den Membranen mit Drähten und Fäden möglich. Da die Drähte leitfähig und die Fäden dicker als die durchschnittliche Kornhöhe sind, haben sie beide einen Einfluss auf die Messwerte. Der Vergleich der drei Konfigurationen der Kalibrierungsmuster bestätigt dies.

Um einen realistischen Wert des Schichtwiderstandes des Frontkontaktes zu bekommen, muss der Einfluss der Drähte auf die Messung berücksichtigt werden. Durch den Vergleich der Messungen verschiedener Konfigurationen mit und ohne Draht wurden die notwendigen Korrekturfaktoren bestimmt.

Zuletzt wurde untersucht wie sich die Dosierung der Silbernanodrähte (Schichtdicke) auf die Leitfähigkeit auswirkt um entsprechende Kontrollparameter zu bestimmen.

Frontseiten Stabilisierung

Wie im AP3 definiert ist, wird die Messung der Dicke des FSS mittels eines Dickenmessensors der Firma Fischer durchgeführt. Um das beste Prozessfenster festzustellen, ist eine Variation von 4 unterschiedlichen FSS-Dicken auf den Modulen getestet worden. Die FSS-Schichtdicke wird durch Anpassung der Abstandhalter zwischen 2 Rollen kontrolliert.

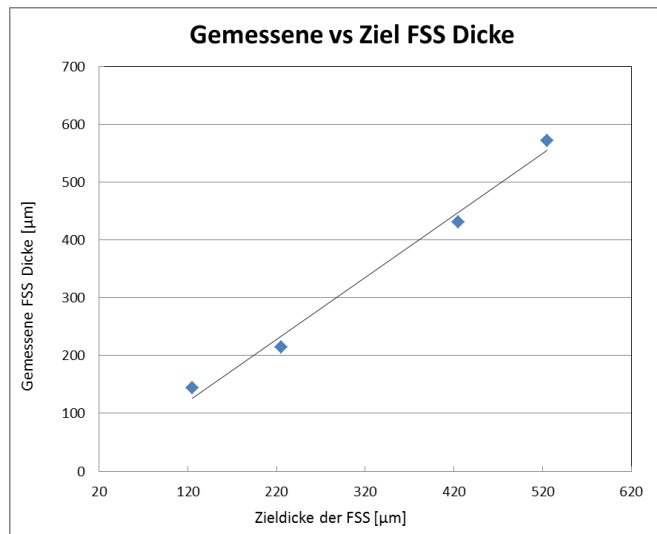


Abbildung 32 - Gemessene vs Ziel Dicke der FSS

Das Diagramm zeigt eine sehr gute Korrelation zwischen der Ziel- und der tatsächlichen Dicke der FSS. In diesem Zusammenhang ist anzumerken, dass das FSS eine transparente Polymerschicht auf der Vorderseite des Moduls ist, deshalb keinerlei Einfluss auf die elektrische Leistung des Endmoduls, sondern nur auf seine mechanischen Eigenschaften und seine Stabilität hat. Daher gibt es keinerlei Korrelation zwischen diesem Qualitätsparameter (FSS Dicke) und den IV Messwerten der Module.

Schleiftiefe

Wie im AP3 definiert ist, wird die Schleiftiefe mittels einer Mikroskop-Kamera gemessen, wobei man die geöffneten Module von der Rückseite aus fotografiert. Das Verhältnis der geöffneten CZTS-Körner zur Polymerfläche, gemessen als schwarz/ weiß-Verhältnis des Bildes, ergibt einen Prozentsatz der geöffneten Kornflächen, der mit der Schleiftiefe korreliert. Um den tatsächlichen Wert der Schleiftiefe zu ermitteln wird die Breite des Drahts nach dem Schleifen, unter Verwendung eines Mikroskops und dazugehöriger Software gemessen. Wenn man den Durchmesser des Drahtes kennt, angenommen dass die Drähte richtig im Polymer eingebettet sind, kann die Tiefe direkt berechnet werden. Die Schleiftiefe korreliert direkt mit den gemessenen IV-Parametern der Module.

Je höher die Schleiftiefe, desto höher die Moduleffizienz. Jedoch ist zu beachten, dass wenn die Schleiftiefe zu groß ist die als Isolator wirkende Polymerschicht durchlöchert wird. Es kommt dann zu Kurzschlüssen (Verschlechterung des Parallelwiderstandes R_p). Dieses Extrem ist in den Daten nicht abgebildet, da der Schleifprozess nicht weiter fortgesetzt wird, wenn die ersten Löcher im Polymer zu sehen sind. Eine Änderung der Effizienz erfolgt nur durch die Stromänderungen. Dies kann dadurch erklärt werden, dass eine höhere Schleiftiefe die Anzahl der geöffneten und später auf der Rückseite kontaktierten CZTS-Körner erhöht. Oder andersherum die Zahl der „verlorenen“ Körner reduziert. Die Schleiftiefe steigert somit direkt die Aktivfläche des Moduls und deshalb die Stromdichte der Solarzelle.

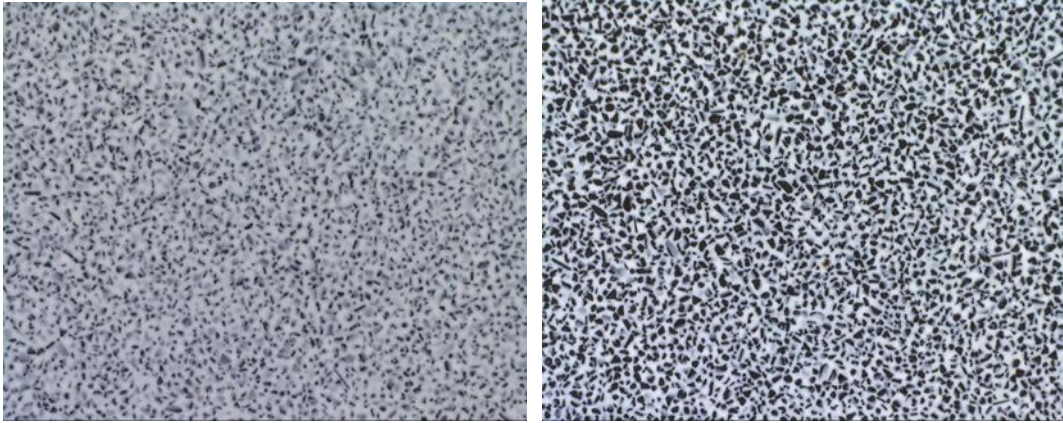


Abbildung 33 - Bild der offenen Rückseite des Moduls mit geringer Schleiftiefe (links) und hohe Schleiftiefe (rechts)

AP5: Definition der QS-Maßnahmen, Inline Qualitätssicherung

FTIR-Inline Messung

Reproduzierbarkeit der Messung: Implementierung der FTIR Messung auf der R2R-anlage um kontinuierlich den Aushärtegrad des Polymers zu bestimmen. Variation durch:

-Topfzeit: Durch zeitlich versetztes (ca.10min) Anmischen (Harz + Härter) und Beschichten des Substrates wird die Topfzeit des Epoxidharzes während dem Aushärten eruiert.

-Aushärtetemperatur: Im Produktionsverlauf wird gezielt die Aushärtetemperatur verändert um einen Fehler zu simulieren. Eine Analyse des Signals bezüglich Erkennung des Fehlers, Verlauf der Fehlerentstehung sowie Erkennung des Sollzustandes bei Rückkehr zur Standardprozessstemperatur wird durchgeführt.

Das FTIR-Messgerät wurde nach erfolgreichen statischen Messen des Aushärteverlaufs in die R2R-Produktionsanlage integriert. Hierzu musste eine starre Gegenwalze unter dem Substrat als Höhenfixierung montiert werden (siehe *Abbildung 34 - FTIR Spectrometer Montage auf der R2R-Produktionsanlage*)

Energieforschungsprogramm - 3. Ausschreibung

Klima- und Energiefonds des Bundes – Abwicklung durch die Österreichische Forschungsförderungsgesellschaft FFG

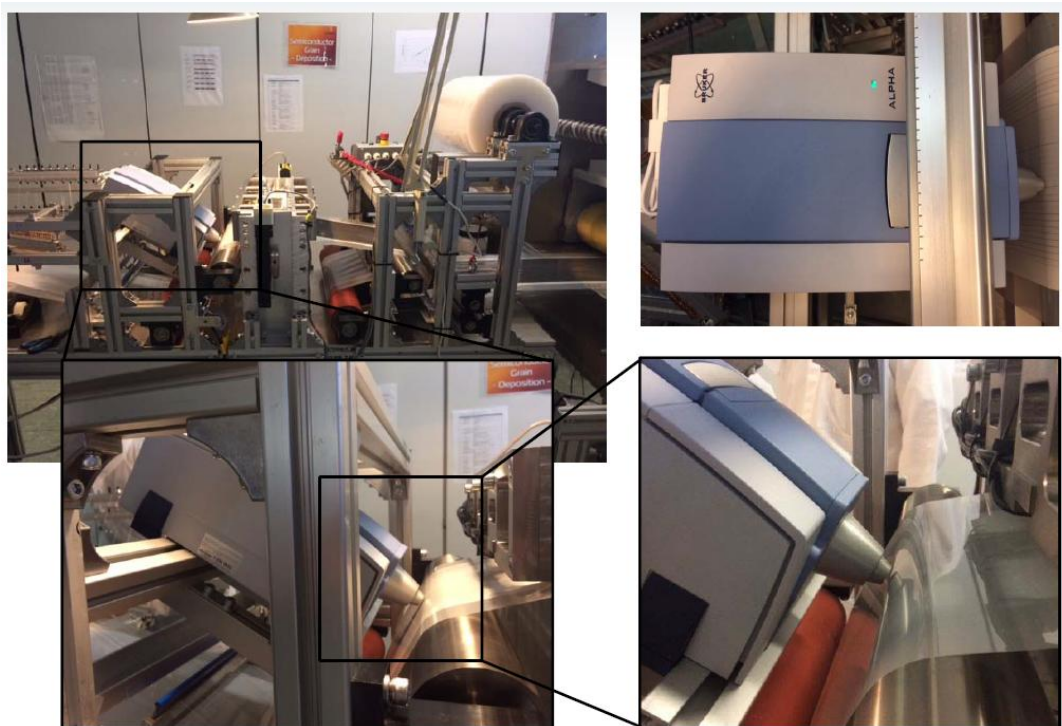


Abbildung 34 - FTIR Spectrometer Montage auf der R2R-Produktionsanlage



Abbildung 35 - FTIR Spektrometer Montage: Detailaufnahme und Skizze der Einbausituation

Die Online Messung wurde mit den gezielten Aushärtetemperatur Änderungen überwacht und zeigt gute Messergebnisse.

Die Änderung der Absorption der OH-Banden ist eindeutig erkennbar. Durch Integrieren der Veränderung können mit beiden erstellten Modellen selbst kleine Temperaturänderungen eindeutig zugeordnet werden. Diese Methode deckt alle Anforderungen an diesen Schritt ab. Einziges Limit ist, dass nur eine Linie und nicht die Breite gemessen wird. Dies ist aber durch entsprechende Hardware wie etwa einen Umluftofen zu kompensieren um Homogenität zu gewährleisten.

Monolythische Verschaltung Inline Messung

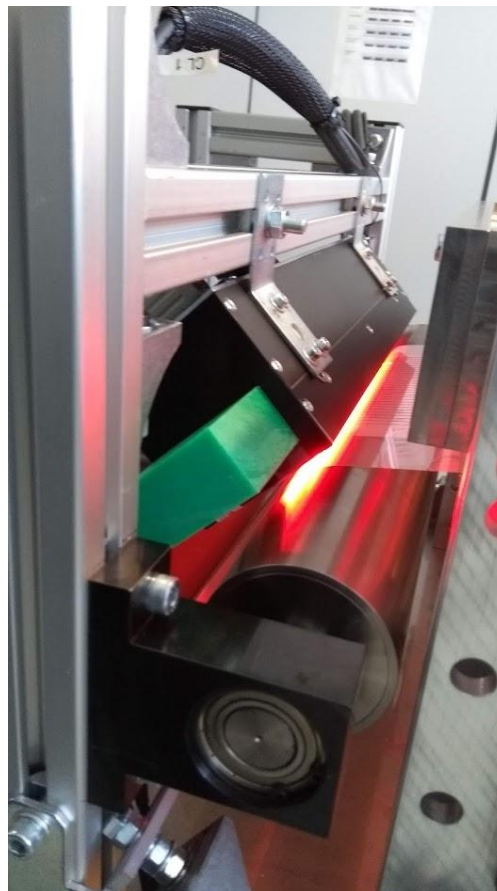


Abbildung 36 – Einbausituation der Zeilenkamera

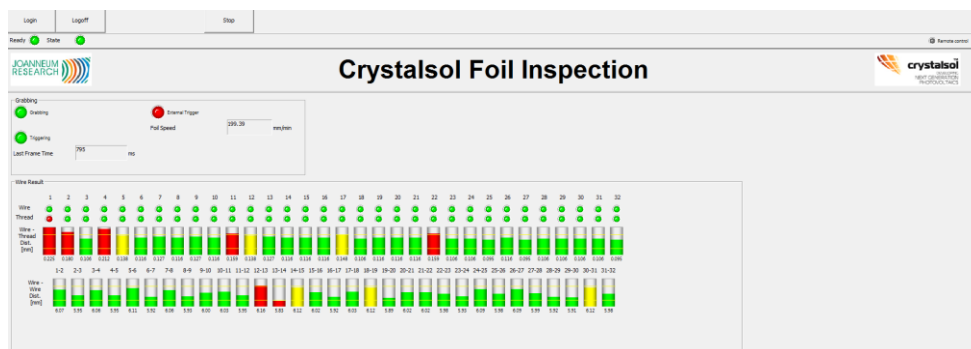


Abbildung 37 – Auswertungssoftware der Monolythischen Verschaltung

Da ein Einbau der e2v 16k Pixel Zeilenkamera, die bei den Laborversuche verwendeten wurde, aus Platzgründen und Aufgrund der Vibrationen in der Pilotanlage nicht möglich war, wurde als Alternative eine Kamera mit CIS (Contact Image Sensor) verwendet. Dieser Kameratyp bietet die Vorteile einer hohen Auflösung, selbst bei großer Scanbreite, einen sehr kurzen Arbeitsabstand und damit sehr geringem erforderlichen Bauraum und weniger Probleme Aufgrund begrenzter Tiefenschärfe. Daher wurde ein solcher Sensor in die Anlage integriert, wie in Abbildung 36 zu sehen.

Mit der speziell dafür entwickelten Software für Bildaufnahme und Auswertung (siehe *Abbildung 37*) können alle Draht- und Fadenpositionen zuverlässig auch unter den Produktionsbedingungen in der

Energieforschungsprogramm - 3. Ausschreibung

Klima- und Energiefonds des Bundes – Abwicklung durch die Österreichische Forschungsförderungsgesellschaft FFG

Pilotanlage erkannt und unter Einbeziehung unterschiedlicher Statistiken ausgewertet werden. Schließlich konnte die Kamera mit der Software einwandfrei alle Drähte und Fäden erkennen und die Position exakt zuordnen.

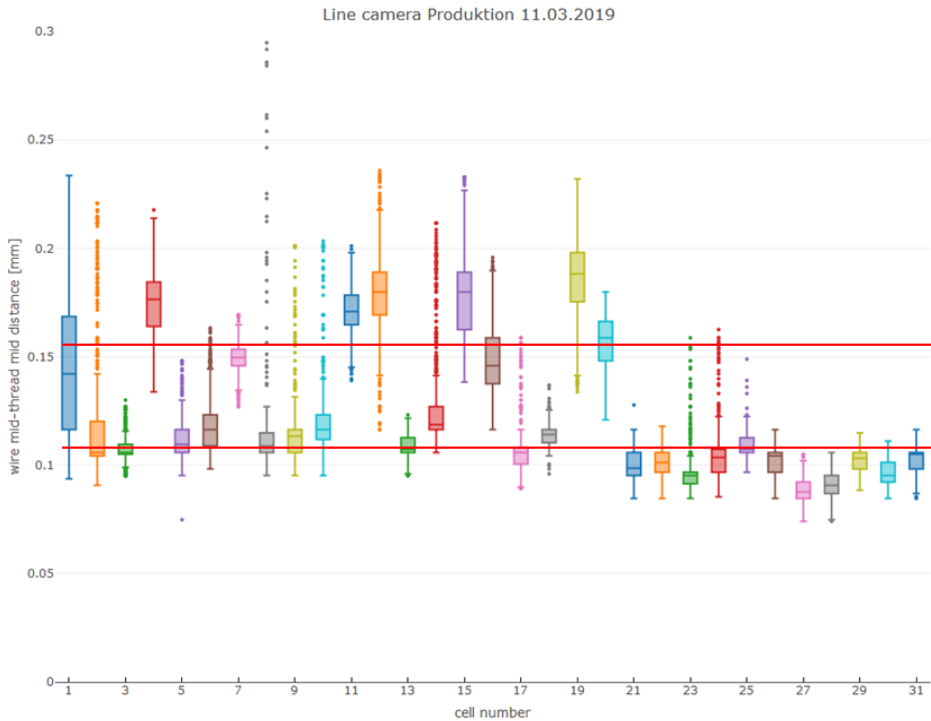


Abbildung 38: Darstellung der Messwerte für Draht-Fadenabstand im Produktionsverlauf (hier mit starken Ausreißern– Spannung der Spulen nicht korrekt)

Die Auswertung der Messungen mit der CIS Kamera zeigt eine exakte Detektion von Draht und Faden über die volle Folienbreite in der Produktion. Es wurden zahlreiche Tests durchgeführt. Hier exemplarisch ein Probelauf nach Neubestückung des Draht/Faden-Stacks, wo typischerweise die Spannungen nicht ideal sind und daher Fehler gehäuft auftreten. Die Sollgrenzen sind in Abbildung 38 als rote Linien eingezeichnet.

Nach der Einstellung der Spannung zeigte die nächste Messung (Abbildung 39), dass sich die Positionen der Mehrzahl der Fäden und Kontaktdrähte innerhalb der Toleranzen befinden. Die Software weist dabei eine fein adjustierbare Alarmfunktion auf, die eine vollständig automatische und zuverlässige Überwachung dieser Prozessschritte erlaubt. Somit kann die Produktion bei Fehlern gestoppt, bzw. der Zulauf von Halbleiterpulver gestoppt werden und die Produktion von Ausschuss präventiv verhindert werden.

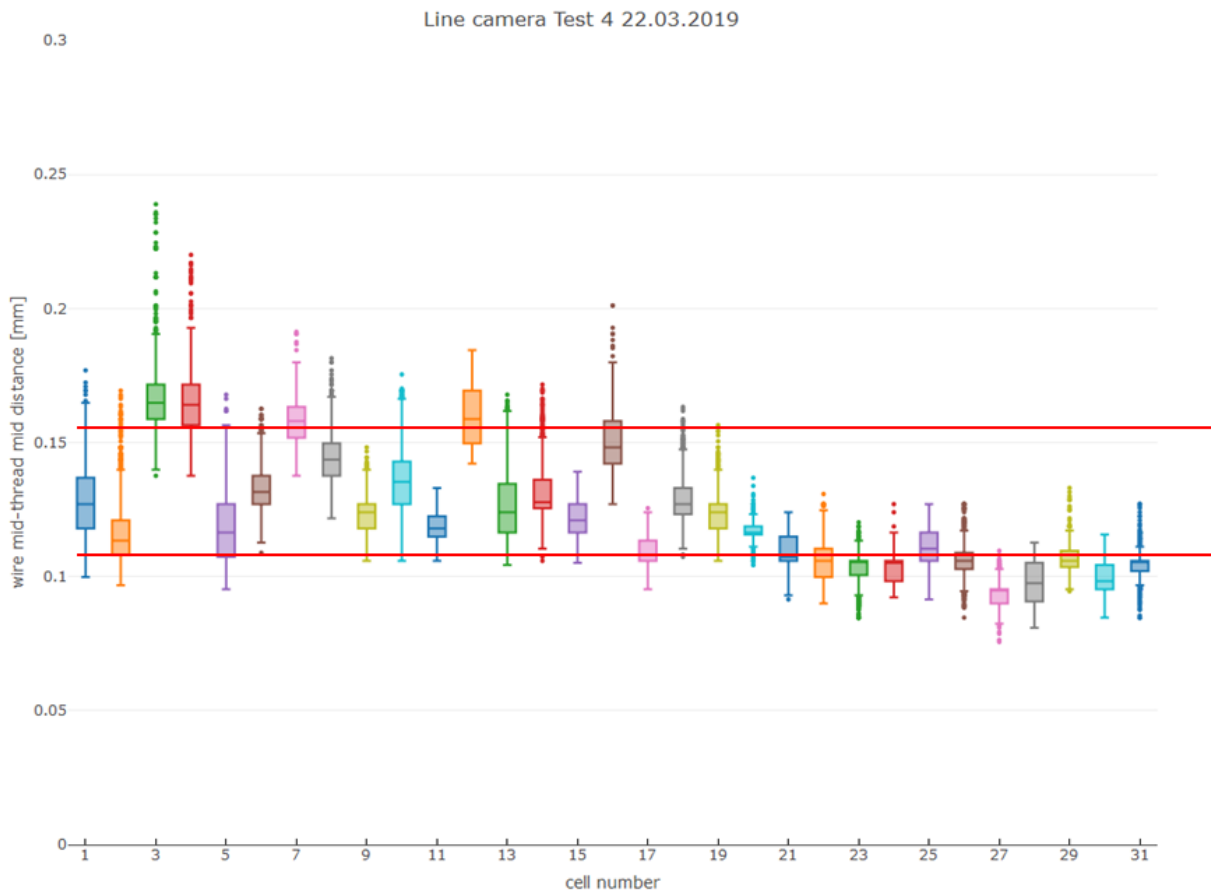


Abbildung 39: Darstellung der Messwerte für Draht-Fadenabstand im Produktionsverlauf (hier nach erster Einstellung der Spannung der Spulen mit verbesserten Werten)

Identifikation möglicher Regelparameter/Korrekturmaßnahmen

Um umfangreiche Datenanalysen der Prozess- und Qualitäts- und Produktdaten und deren Korrelation überhaupt zu ermöglichen, wurde bei crystalsol eine umfassende Datenbank konzipiert, designt und aufgesetzt. Zur technischen Unterstützung bei der Umsetzung wurden hier externe IT Dienstleister herangezogen.

crystalsols Weiterentwicklung über die Laufzeit dieses Projekts ließ leider noch kein maßgebliches Upscaling der hausinternen Pilotproduktionsanlage zu, da für einige der Prozessschritte noch mehrere Varianten zur Verfügung stehen, die jeweils evaluiert, optimiert und zur Serienreife weiterentwickelt werden müssen. Dadurch ergeben sich in der Praxis wechselnde Produktionssituationen mit unterschiedlichen Prozessen, die eine in fixem Rahmen festgelegte Datenerfassung und darauf aufbauender Regelalgorithmen schwierig machen, bzw. in Anbetracht der sich noch ändernden Prozesse wenig sinnvoll sind. Aus diesem Grund wurde auch darauf verzichtet, im Zuge dieses Projekts die Firma PROFACTOR damit zu beauftragen.

In Zusammenarbeit mit oben angesprochenen externen Dienstleistern konnten statt dessen Datenbankarchitektur und –design so umgesetzt werden, dass nicht nur alle bestehenden Produktions-, Verarbeitungs- und Regelungsschritte abgebildet werden können, sondern auch Weiterentwicklungen und Veränderungen an aktuellen Prozessen flexibel und lückenlos aufgezeichnet werden können. Dadurch werden tiefere und prozessübergreifende Analysen ermöglicht und ein längerfristiger Nutzen des hier entwickelten Systems gewährleistet.

Energieforschungsprogramm - 3. Ausschreibung

Klima- und Energiefonds des Bundes – Abwicklung durch die Österreichische Forschungsförderungsgesellschaft FFG

Dabei wurde von Anfang an ein Schwerpunkt auf die Auswertung der Daten, insbesondere die Qualifizierung der Module durch elektrische Charakterisierung gelegt, wobei schrittweise mehrere Parameter der Qualitätskontrolle integriert werden.

Um einen möglichst kurzfristigen Benefit aus dem Aufsetzen der Datenbank zu ziehen, und die Akzeptanz zur aktiven Verwendung innerhalb des Development Teams auch über das Projekt hinaus zu fördern wurde beschlossen, das System „top-down“ aufzubauen, und mit der Auswertung der elektrischen Charakterisierung der fertigen Module (jV-Kurven) zu beginnen.

So lassen sich etwa sofort direkte Rückschlüsse von den in der Produktion vorgenommenen Änderungen und Variationen auf deren Auswirkung auf die fertigen PV Module ziehen.

Für den Anwender (Development Engineer) wurden umfangreiche User-Interfaces und Tools geschaffen um Messdaten hochzuladen, interaktiv zuzuordnen und zu verknüpfen, automatisiert auszuwerten, zu visualisieren und zu vergleichen.

Übersicht über die erstellten Tools:

Web-based multi-purpose User Interface:

Ein web-basiertes User Interface zur umfangreichen Nutzung der Datenbank wurde erstellt, es gliedert sich in unterschiedliche Abschnitte mit verschiedenen Funktionen.

Die Basis ist dabei der Messdaten-Import: Hier werden die aufgenommenen Strom-Spannungskennlinien der fertigen Module in die Datenbank gespielt, Messparameter, Produktvariationen, Vorbehandlungen und Verknüpfung mit Experimenten, etc. erfasst. Die Maske ist dabei so gestaltet, dass ein möglichst großer Teil der Informationen und Verknüpfungen automatisch erfasst, aus den Messdaten generiert oder aus vorher spezifizierten Grundeinstellungen geladen wird und für den Anwender der Eingabeaufwand minimiert wird.

Beim Hochladen der Files (IV Messdaten) werden über Serverskripte automatisiert eine Reihe charakteristischer Daten zu jeder Messung berechnet und in der Datenbank gespeichert. Über einen Validierungsschritt werden die Daten sofort visualisiert und können in der Folge vom User bestätigt werden.

Energieforschungsprogramm - 3. Ausschreibung

Klima- und Energiefonds des Bundes – Abwicklung durch die Österreichische Forschungsförderungsgesellschaft FFG

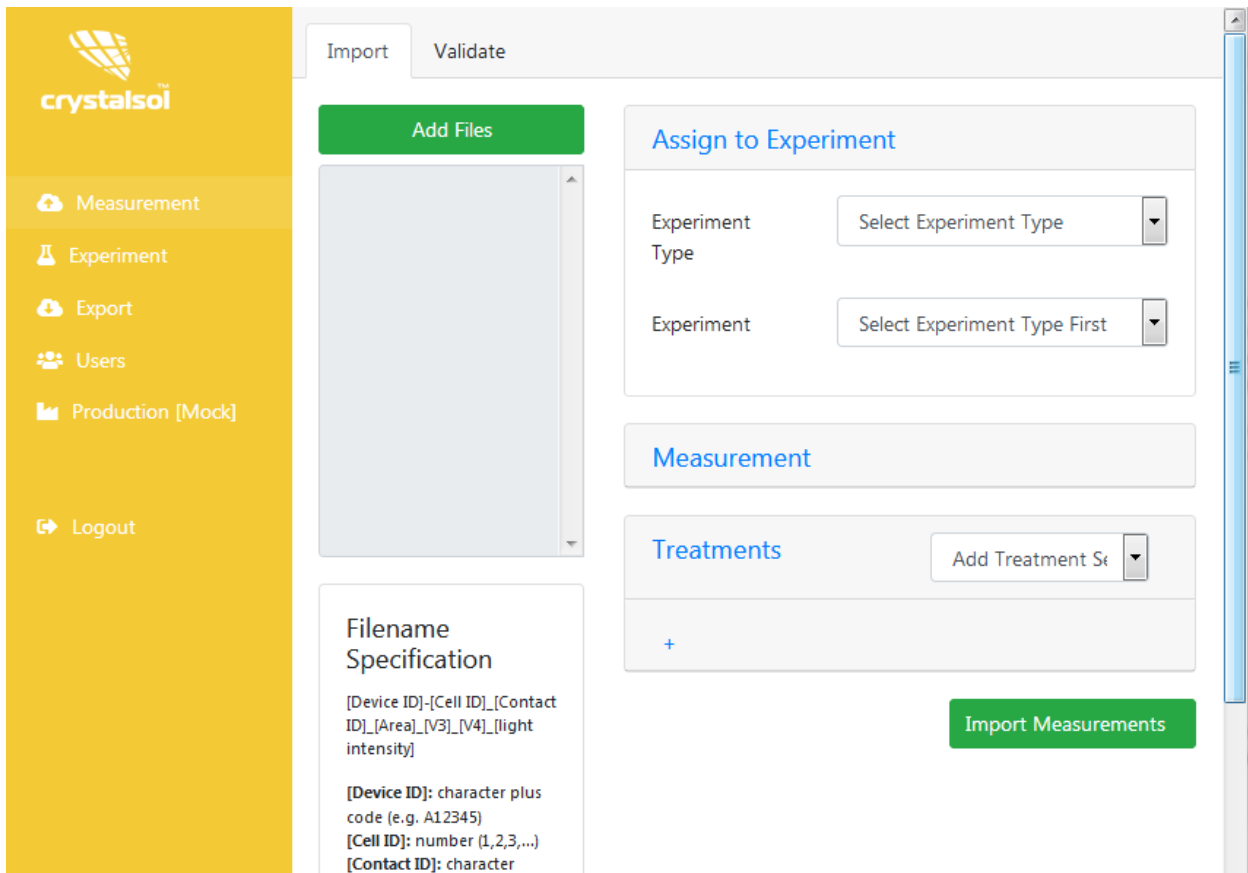


Abbildung 58: Import-Tool

In der Section „Experiment“ können Experimente definiert werden, über die Messungen miteinander verknüpft werden und Voreinstellungen für Uploads festgelegt werden können. So können mit minimalem Eingabeaufwand umfassende und vernetzte Informationen in die Datenbank gespielt werden.

In der Section „Export“ kann über kombinierte Filter sehr einfach auf die Daten in der Datenbank zugegriffen werden. Dabei werden gesuchte Daten automatisch angezeigt und Messkurven visualisiert. Über eine „Download“ Funktion können die Daten ins Excel-Format konvertiert und heruntergeladen werden, was intern auch die Kompatibilität zu früheren Datenauswertungen und –tools gewährleistet.

Desweiteren wurden zwei Tools auf der Basis der Opensource Statistiksoftware R entwickelt:

Einerseits der „Powder-Explorer“, mit dem sich in wenigen Mausklicks erstmals sämtliche vorhandenen Messdaten zu verschiedenen Variationen in der Produktion des CZTS Monograin Pulvers statistisch auswerten und überblicksmäßig darstellen lassen. So wird ein Überblick etwa über erreichbare Effizienzen, Historie des Materials und Langzeitstabilität gegeben. Interaktiv lassen sich Details näher erforschen. Das dient in weiterer Folge zum Beispiel wieder in der Modulproduktion dazu geeignete Materialwahlen und Prozesse in Hinblick auf angestrebte Experimente zu treffen.

Zum Anderen steht das Tool „Experiment Explorer“ den Mitarbeitern zur Verfügung, mit dem sich in der Datenbank hinterlegte Daten, die über Experimente verknüpft sind, individuell darstellen lassen und interaktive Visualisierungen ein Erkunden der Daten unter verschiedenen Gesichtspunkten ermöglichen.

Energieforschungsprogramm - 3. Ausschreibung

Klima- und Energiefonds des Bundes – Abwicklung durch die Österreichische Forschungsförderungsgesellschaft FFG

Beispielsweise lassen sich Achsen interaktiv konfigurieren und belegen und Daten nach unterschiedlichen Eigenschaften gruppieren, was spontan und intuitiv neue Insights in die Daten ermöglicht.

Mit den bis hier vorgestellten Möglichkeiten zur Dateneingabe lassen sich alle bereits erfassten Variationen in der Produktion und bei Prozessen mit den Messdaten verknüpfen und unter verschiedenen Aspekten schnell und einfach auswerten.

Über direkten Zugriff auf die Datenbank mittels Programmen wie R/RStudio können außerdem erstmals noch viel tiefergehende oder auch experimentübergreifende statistische Auswertungen und Analysen gemacht werden.

Um über die bewussten Variationen hinaus Einflüsse und Korrelationen von Produktionsparametern und Qualitätskontrollparametern zu ermöglichen wird über das gegenständliche Projekt hinaus weiterhin an der Erweiterung des Dateninputs mit live-Produktionsparametern gearbeitet. Dabei soll sowohl manuelle als auch automatische Datenerfassung berücksichtigt werden.

Die Pilotproduktionsanlage lässt zu diesem Zeitpunkt zwar noch keine automatischen Regelmechanismen zu, jedoch kann durch die Erkenntnisse aus der nun sehr viel umfangreicheren Datenanalyse effektiver aus den Produktionsvariationen gelernt werden und bewusst mit manueller Regelung in die Produktion eingegriffen werden um die Qualität zu optimieren.

5 Ausblick und Empfehlungen

Die neu entwickelten Prozesse/Verfahren und Messsysteme werden direkt in der unternehmenseigenen Rolle-zu-Rolle Pilot-Produktionsanlage verwertet, indem PV-Module (Funktionsmuster) schneller, kostengünstiger, ressourcenschonend und vor allem in der geforderten Qualität hergestellt werden. Sind die gesamten Prozesse zur Herstellung der flexiblen Folien soweit optimiert, dass sie reproduzierbare Ergebnisse liefern, können die nächsten Schritte Richtung Hochskalierung getätigt werden. Es macht nur Sinn den Produktionsprozess hochzuskalieren, wenn dieser in der Pilotanlage einwandfrei funktioniert und auch verstanden wird. Hierbei war das gegenständliche Projekt ein wichtiger Meilenstein in der Entwicklung von crystalsol's Technologie.

Aber nicht nur in der hauseigenen Pilotanlage werden die Forschungsergebnisse verwertet. Auch bei unserem Produktionspartner Forster Verkehrs und Werbetechnik GmbH werden die neuen, innovativen Inline Mess/Qualitätssicherungssysteme in den bestehenden Druckprozess der Photovoltaikmodule integriert und angewendet. Dies verkürzt die Entwicklungszeit enorm und sichert crystalsol einen entscheidenden Vorsprung am schnell wachsenden Photovoltaikmarkt.

Die angelegte Datenbank wird laufend erweitert Prozessdaten geordnet abzulegen. Geplant ist die vollständige Abbildung des Herstellungsprozesses der crystalsol PV-Membranen auf Basis der im Projekt definierten Parameter. Die bereits umgesetzten und geplanten Erweiterungen der Datenbank und die Programmierung gezielter Abfragen machen die Prozessdatenbank zunehmend zu einem zentralen Werkzeug für die weitere Optimierung der Pilotanlage und Prozessentwicklung.

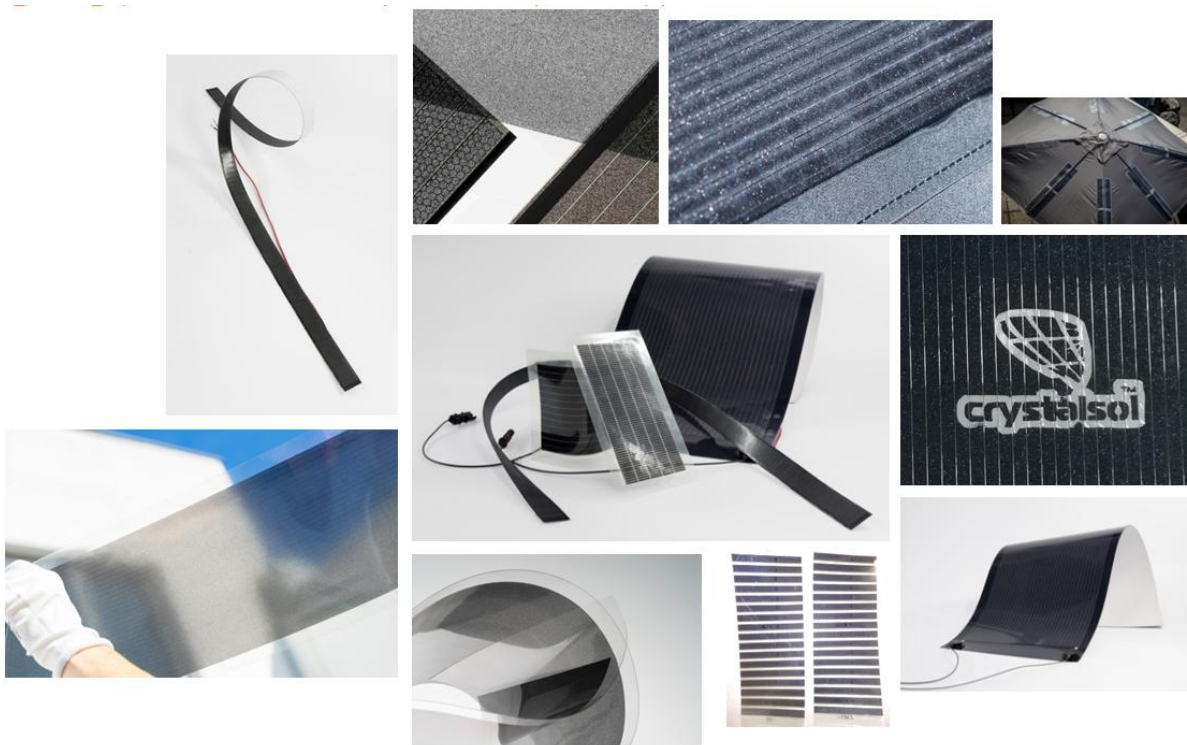
6 Anhang

Durch die genaue Erfassung der Produktionsparameter und verbesserte Prozesskontrolle konnten zahlreiche Demonstratoren realisiert werden. Dazu im Anhang einige Bilder:



Energieforschungsprogramm - 3. Ausschreibung

Klima- und Energiefonds des Bundes – Abwicklung durch die Österreichische Forschungsförderungsgesellschaft FFG



7 Kontaktdaten

Projektleiter:

Amaury Martin

crystalsol GmbH (cs)

Kontaktadresse:

Am Kanal 27, 1110 Wien

+43 1 89018790

info@crystalsol.com

www.crystalsol.com

Auflistung der weiteren Projekt- bzw. KooperationspartnerInnen:

Alfred Rinnhofer / JOANNEUM RESEARCH Forschungsgesellschaft mbH (JR)