UNIVERSITÀ POLITECNICA DELLE MARCHE

FACOLTÀ DI INGEGNERIA

Corso di Laurea in Ingegneria Meccanica

DIPARTIMENTO DI INGEGNERIA INDUSTRIALE E SCIENZE MATEMATICHE

Tesi Di Laurea

Analisi delle deformazioni in prove di schiacciamento di batterie agli ioni di litio tramite tecnica DIC.

Analysis of deformations in crushing tests of lithium ion batteries through DIC technique

Relatore:

Prof. Ing. Marco SASSO

Laureando:

Giuseppe DE LISI

Correlatore:

Dr. Attilio LATTANZI

Anno accademico 2018-2019

A mio Padre e mia Madre

Indice generale

Sommario **7**

Abstract **9**

Introduzione **11**

1. La Batteria **13**

1.1 Batteria agli ioni di litio (Lithium-ion battery) 14

1.1.1 Come funziona la batteria agli ioni di litio e la sua composizione 15

1.2 Differenti chimiche di batterie 17

1.3 Nuove tecnologie 23

1.4 Effetti di Voltaggio, Temperatura e Sollecitazione Meccanica sulle celle agli ioni di litio 25

1.4.1 Effetti dovuti al voltaggio 25

1.4.2 Effetti dovuti alla temperatura 26

1.4.3 Effetti dovuti alle sollecitazioni meccaniche 27

1.5 Batteria usata per il test 31

2. Set-up per l'analisi DIC **35**

2.1 Preparazioni Superfici 41

3. MatchID 2D **45**

3.1 Regolazioni scelte per le opzioni di processo in MatchID 2D 46

3.1.1 Correlation 46

3.1.2 Interpolation 48

3.1.3 Shape Function 48

3.1.4 Theresholds 49

3.1.5 Estimates 49

3.1.6 Image 50

3.2 Subset size e Step size 50

3.3 Calcolo della deformazione 52

4. Analisi svolte 54

5. Algoritmi sviluppati con Matlab 61

5.1 Script selezione immagini 61

5.2 Codice per processare i file sperimentali ottenuti dalle prove DIC 63

5.3 Plot per la creazione grafici sperimentali 66

6. Risultati ottenuti e confronti 69

6.1 Test 1 (SB 65 - SS 30) 69

6.2 Test 2 (SB 55 - SS 7) 72

6.3 Confronto tra Test 1 e Test 2 74

6.4 Confronto Test 2 con le analisi precedentemente condotte 76

6.4.1 Confronto con analisi DIC 77

6.4.2 Confronto con diagramma MTS 78

Conclusioni 80

Bibliografia 81

Sommario

Oggetto di questa tesi è l'analisi di campi di spostamento e deformazione attraverso una tecnica di misura senza contatto chiamata "Digital Image Correlation" (DIC). L'intero lavoro è nato sulla base delle problematiche insorte nella deformazione meccanica delle batterie agli ioni di Litio (Li-ion battery), e nello specifico si è incentrato sull'affinamento della tecnica DIC con lo scopo di renderla più affidabile e precisa per il caso in esame.

Possiamo suddividere tale lavoro in due parti:

nella prima parte ci si è concentrati sulla corretta ricerca delle impostazioni per svolgere le analisi DIC nel modo più corretto e ottimizzato possibile;

nella seconda parte lo studio si è focalizzato sullo sviluppo di algoritmi per trasformare i dati ottenuti dalle analisi DIC in risultati sperimentali.

Abstract

The subject of this thesis is the analysis of displacement and deformation fields through a non-contact measurement technique called "Digital Image Correlation" (DIC). The entire work was born on the basis of the problems arising in the mechanical deformation of lithium-ion batteries (Li-ion battery), and specifically focused on refining the DIC technique with the aim of making it more reliable and precise for the case in question.

We can divide this work into two parts:

in the first part we focused on the correct search for the settings to carry out the DIC analyzes in the most correct and optimized way possible;

in the second part the study focused on the development of algorithms to transform the data obtained from DIC analyzes into experimental results.

Introduzione

Negli ultimi anni sono state condotte ricerche significative per l'impiego di batterie avanzate come dispositivo di accumulo di energia per il trasporto a base elettrica. La necessità di comprendere il comportamento della cella della batteria agli ioni di litio durante i danni meccanici può aumentare in modo significativo l'utilizzo delle stesse sui veicoli elettrici.

Nell'applicazione automobilistica, è impossibile garantire una deformazione nulla delle celle della batteria durante un grave incidente, nonostante la quantità di protezione attorno al pacco batteria. C'è una quantità limitata di ricerche disponibili che riguardano le proprietà meccaniche delle celle agli ioni di litio e sulle cause derivanti dalla loro deformazione.

Questo lavoro è incentrato interamente sulla tecnica nota per lo più con il nome Digital Image Correlation (DIC), e sull'affinamento della stessa sulla superficie di nostro interesse.

La DIC è una tecnica di misura senza contatto utile alla stima degli spostamenti e delle deformazioni che basa il suo funzionamento sull'elaborazione di immagini digitali acquisite contraendo o ritraendo l'oggetto da esaminare nelle diverse condizioni di sollecitazione interessate. I punti di forza principali della DIC risiedono, oltre che nella relativa semplicità dell'acquisizione dei dati, nella sua capacita di fornire una misurazione particolarmente densa e nella possibilità di analizzare campi di spostamenti/deformazioni anche ingenti se comparati con i tradizionali metodi di misura.

I test da noi eseguiti sono stati fatti su un tipo particolare di superficie che prende il nome di Speckle. Un pattern Speckle corrisponde ad una superficie verniciata sulla quale sono stati inseriti una nuvola di puntini in modo da rendere la correlazione dell'immagine più semplice, in quanto si viene a creare una combinazione univoca di livelli di grigi.

Il primo capitolo viene interamente dedicato alla descrizione delle batterie agli ioni di litio utilizzate nei nostri test, in particolare viene illustrato il funzionamento, le differenti chimiche esistenti e i differenti effetti che producono le sollecitazioni esterne sulle stesse.

Svolta la discussione in modo sufficientemente dettagliato riguardo le Li-ion battery, nel secondo e terzo capitolo, ci siamo concentrati sul set-up e sul processo di ottimizzazione delle impostazioni del software per l'analisi DIC da noi condotta su superficie speckle.

Il quarto capitolo tratta la descrizione dettagliata sulle analisi DIC svolte e in particolare descrive le prove che poi sono state scelte come punto di riferimento per l'analisi cinematica delle deformazioni interne.

Tutto quello descritto fin ora servirà come base di introduzione per il quinto capitolo, che rappresenta il fulcro del lavoro proposto in questa tesi, qui ci siamo occupati della descrizione dei codici Matlab scritti appositamente per questa tipologia di test; ci hanno permesso di trarre importanti conclusioni sulle deformazioni interne delle celle agli ioni di litio e sui grandi vantaggi dovuti al giusto set-up di impostazioni rispetto alle analisi precedentemente effettuate con approccio globale. Quanto appena detto è stato descritto nel sesto capitolo.

1. La Batteria

Una batteria elettrica è un dispositivo costituito da una o più celle elettrochimiche con connessioni esterne che servono per alimentare dispositivi elettrici come torce, smartphone e auto elettriche. Sostanzialmente è un dispositivo atto a convertire l'energia chimica contenuta all'interno dei suoi materiali attivi direttamente in energia elettrica, tramite una reazione Redox. Quando una batteria fornisce energia elettrica, il suo terminale positivo è il catodo e il suo terminale negativo è l'anodo. Il terminale contrassegnato come negativo è la fonte di elettroni che, quando collegati a un circuito esterno, fluiranno e forniranno energia a un dispositivo esterno.

Figura 1 Simbolo usato per indicare la batteria

Quando una batteria è collegata a un circuito esterno, gli elettroliti possono muoversi come ioni all'interno, consentendo il completamento delle reazioni chimiche ai terminali separati e quindi fornire energia al circuito esterno. È il movimento di quegli ioni all'interno della batteria che consente alla corrente di fuoriuscire dalla batteria per essere utilizzata.

Volta scoprì nel 1799 che alcuni materiali combinati insieme avrebbero generato un flusso continuo di energia elettrica. Questa scoperta ha portato all'invenzione della

prima cella voltaica, più comunemente nota come batteria. Inoltre Volta apprese che la tensione aumenta quando le celle voltaiche vengono impilate una sopra l'altra [1].

1.1 Batteria agli ioni di litio (Lithium-ion battery)

Il lavoro per la realizzazione della batteria agli ioni di litio iniziò nel 1912 sotto Gilbert N. Lewis, ma è stato solo nei primi anni '70 che le prime batterie al litio non ricaricabili sono diventate disponibili in commercio. I tentativi di sviluppare batterie al litio ricaricabili seguirono negli anni '80 ma fallirono a causa dell'instabilità del litio metallico usato come materiale anodico. (La batteria metallo-litio utilizza litio come anodo; Li-ion utilizza grafite come anodo e materiali attivi nel catodo) [2].

Nel 1991 Akira Yoshino ha inventato la prima batteria che utilizza questa tecnologia, la batteria agli ioni di litio. Le aziende che hanno supportato il suo progetto sono state Sony e Asahi Kasei, entrambe giapponesi, sono state le prime aziende a vendere questo tipo di batterie.

Nel tempo le batterie al litio hanno preso il posto delle batterie al Nichel-Cadmio grazie a un processo di produzione più semplice ed economico, oltre al vantaggio di non subire l'effetto memoria. L'effetto memoria si verifica quando la batteria è carica creando un falso sfondo (ad esempio quando la batteria segna il 15% ma in verità è completamente scarica).

Il litio è il più leggero di tutti i metalli, ha il più grande potenziale elettrochimico e fornisce la più grande energia specifica per peso. Le batterie ricaricabili con litio metallico sull'anodo potrebbero fornire densità di energia straordinariamente

elevate; tuttavia, fu scoperto a metà degli anni '80 che il ciclo di ricarica produceva dendriti indesiderati sull'anodo. Queste particelle in crescita penetrano nel separatore e causano un cortocircuito elettrico. La temperatura della cella aumenterebbe rapidamente e si avvicinerebbe al punto di fusione del litio, causando una fuga termica, nota anche come "sfogo di fiamma".

1.1.1 Come funziona la batteria agli ioni di litio e la sua composizione

Il materiale più comunemente usato per l'Anodo è la Grafite mentre per il Catodo vengono utilizzati ossidi metallici. Durante il funzionamento delle celle, gli ioni di litio si spostano avanti e indietro tra i due elettrodi. Durante la scarica, gli ioni di litio e gli elettroni vengono estratti dall'anodo (ossidazione). Gli ioni attraversano l'elettrolita conduttore di ioni (che non è acquoso poiché il litio è estremamente reattivo), attraverso il separatore, prima di finire (iniziare a inserirsi) nel catodo, mentre gli elettroni scorrono nel circuito esterno e sono responsabili del lavoro fatto. La procedura inclusa è nota come intercalazione che allude all'aggiunta e all'estrazione di una particella da due atomi diversi. Il componente si gira durante la fase di carica.

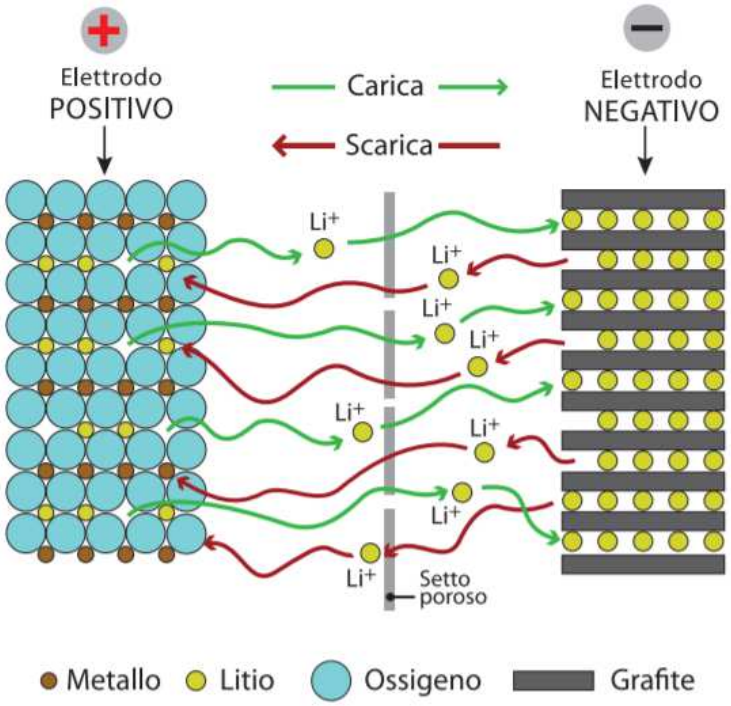


Figura 2 Meccanismo di lavoro della batteria agli ioni di litio

In particolare i componenti che troviamo nel sistema sono:

- L'anodo, polo negativo, che durante la scarica fornisce elettroni al circuito esterno. Il litio si ossida. In genere, è costituito principalmente da grafite, come abbiamo detto.

- Il catodo, polo positivo, che durante la scarica accetta elettroni dal circuito esterno. Il litio è soggetto alla reazione di riduzione che produce ossido di litio. L'intera tipologia cellulare prende il nome dal materiale utilizzato per il catodo.

- L'elettrolita è un conduttore di ioni (particella carica), ma anche un isolante per elettroni. Separa i due elettrodi e fornisce il mezzo di trasferimento degli ioni tra anodo e catodo. Nelle batterie al litio l'elettrolita è un solvente inorganico contenente sali di litio. Un setto poroso separa elettricamente i due elettrodi ma consente il passaggio di ioni da un elettrodo all'altro.

Durante la carica l'elettrodo positivo viene ossidato. Gli ioni Li + vengono sottratti dall'ossido di litio, passano attraverso l'elettrolita e la membrana e vengono posizionati tra gli strati di grafite dell'elettrodo negativo con la reazione di riduzione di quest'ultimo (figura 2).

Durante la fase di scarica, si verifica un'ossidazione dell'elettrodo negativo. Gli ioni Li+ vengono strappati da questo e migrano attraverso l'elettrolita, per installarsi nell'elettrodo positivo. Un numero equivalente di elettroni viaggia attraverso il circuito esterno producendo energia.

1.2 Differenti chimiche di batterie

Le batterie agli ioni di litio sono disponibili in molteplici varianti, ma tutte hanno in comune la parola "agli ioni di litio".

Quelle più usate sono le batterie agli ioni di litio (LiB, Lithium-ion battery) per via della loro elevata densità energetica; queste batterie adottano diversi tipi di composizioni chimiche che impiegano svariate combinazioni di materiali per l'anodo e il catodo. Attualmente le sei tecnologie più avanzate usate per il catodo delle LiB sono le seguenti: **litio-ossido di cobalto (LCO), litio-ossido di manganese (LMO), nichel-cobalto-alluminio (NCA), nichel-manganese-cobalto (NMC), litio-ferro-fosfato (LFP) e Litio-ossido di titanio (LTO).**

Alcune di queste tecnologie, come l'NCA e l'NMC, sono anche tra quelle più ampiamente riconosciute, come si vede dalla seguente figura:

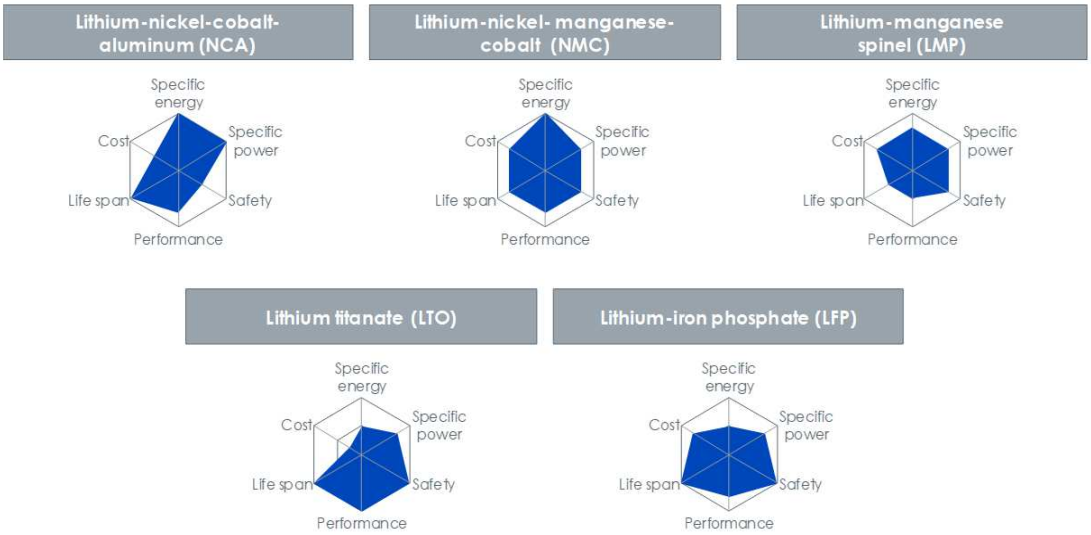


Figura 3 Varie chimiche di LiB [fonte: Boston Consulting Group (BCG) a dicembre 2018]

Ciascuna delle suddette tecnologie agli ioni di litio può essere confrontata con le altre sulla base di sei parametri: sicurezza, durata di vita, prestazioni, energia specifica, potenza specifica e costo. La sicurezza è di gran lunga il criterio più importante per le LiB. L'NCA vanta elevate prestazioni ma pone problemi di sicurezza, mentre la LFP è estremamente sicura ma possiede un'energia specifica inferiore [3].

Adesso andiamo ad analizzare brevemente queste cinque differenti chimiche di LiB:

- **Litio-ossido di Cobalto (Li-CoO2, LCO)**
  Gli accumulatori al LCO rappresentano attualmente una delle fonti di energia autonoma ricaricabile con la maggiore densità di energia. Le batterie LCO hanno una struttura a strati di ossido di Cobalto come "catodo" (60% Co) e un "anodo" in carbonio sotto forma di grafite. Avendo un'alta tensione della cella e quindi un'elevata energia specifica lo rendono in grado di alimentare apparecchi elettronici in un package compatto, ad esempio come cellulari, laptop o camere digitali. D'altra parte, però, le batterie all'ossido di

Cobalto di Litio sono caratterizzate da potenza specifica, durata e sicurezza moderate, infatti per motivi di sicurezza non superano i 2,8-3 Ah. Inoltre, essendo il Cobalto costoso, il costo della cella è elevato, sebbene vengano introdotti nuovi elementi chimici come additivi con dosi di Nichel, Alluminio e Manganese.

- **Litio-Ossido di Manganese (Li-MnO2, LMO)**
  Queste celle chimiche sono caratterizzate da catodi di ossido di Manganese e anodi di Grafite. Questo tipo di batterie possiedono un'elevata stabilità termica e sono utilizzate principalmente in utensili elettrici, apparecchiature mediche e veicoli elettrici. Le batterie LMO hanno una capacità inferiore di un terzo rispetto alle batterie LCO.

Figura 4 Grafico a ragno dell'LMO

- **Litio-Ossidi di Nickel Cobalto Alluminio (NCA)**

  In queste batterie l'aggiunta di Alluminio conferisce maggiore stabilità alla batteria. Il catodo è formato da Litio-Ossido di Nickel Cobalto Alluminio. Gli elementi che caratterizzano questo tipo di batteria sono un'alta energia, densità di potenza elevata ed una migliore durata della stessa. Inoltre l'NCA hanno un costo leggermente superiore e allo stesso tempo una minore sicurezza.

Figura 5 Grafico a ragno dell'NCA

- **Litio-Ossido di Nickel Manganese Cobalto (NMC)**

  Alcuni dei problemi che si avevano con gli accumulatori all'LCO erano i costi elevati e la scarsa sicurezza. Come risposta a questi, il mix catodico di Nickel, Cobalto e Manganese nelle proporzioni 1:1:1 si è rivelata la soluzione LiB prevalente. Essi possono essere mixati per ottenere il potere richiesto dall'applicazione, infatti, possono essere limitati ed hanno una potenza elevata. La loro applicazione ricopre i campi che vanno dai strumenti di controllo, ai veicoli elettrici, all'accumulo di energia e così via.

Figura 6 Grafico a ragno dell'NMC

- **Litio-Ferro-Fosfato (LFP)**

  Questo tipo di accumulatore ha come materiale catodico il Litio-Ferro e come materiale anodico la grafite. La sua bassa tensione di cella (circa 3,2 V) pone la sua capacità al di sotto delle celle all'ossido di litio cobalto. Gli LFP possono tollerare il sovraccarico meglio rispetto alle altre architetture al litio e mostrano una curva di scarica più bassa. Viene utilizzata al posto delle batterie al piombo acido nell'avviamento delle automobili e per alimentare veicoli elettrici e ibridi.

Figura 7 Grafico a ragno dell'LFP

- **Titanio di litio (LTO)**

  Le batterie al litio titanio hanno ossido di titanio che sostituisce la grafite come anodo. Il catodo è LMO o NMC. Ha una bassa tensione di cella (2,4 V), ma compensa con una corrente di scarica più elevata e una buona stabilità termica. Questo tipo di cella è costosa ed ha una scarsa energia specifica. Questo tipo di soluzione è utilizzata in applicazioni automobilistiche, sistemi UPS, illuminazione solare.

Figura 8 Grafico a ragno dell'LTO

1.3 Nuove tecnologie

Alcuni ricercatori hanno scoperto di poter raddoppiare la capacità di ricarica delle normali batterie agli ioni di litio, aumentando anche la velocità di ricarica, semplicemente sostituendo la grafite con un elettrodo di nuova generazione, che ospita una struttura a rete realizzata in antimonio, chiamata “nanochain”. Utilizzando questa nano-rete realizzata in antimonio, un semi-metallo già noto per la capacità di migliorare la capacità di carica degli ioni di litio nelle batterie, si riesce a raggiungere una capacità doppia rispetto a quella delle normali batterie agli ioni di litio, e in soli 30 minuti.

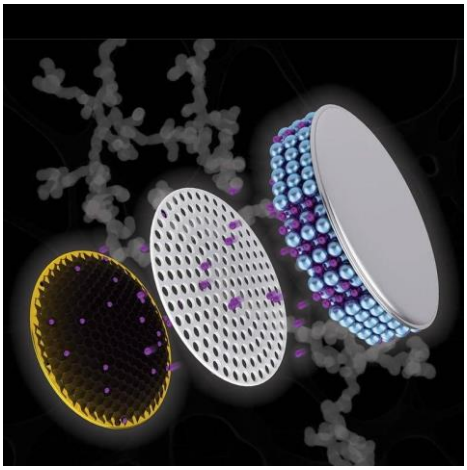


Figura 9 Fonte: Purdue University illustration/Henry Hamann (nanochain)

In realtà materiali simili sono già stati utilizzati in passato, ma sempre abbandonati perché tendevano ad espandersi fino anche a tre volte rispetto alle dimensioni iniziali, rendendoli pericolosi e non utilizzabili nelle batterie normali. Questa volta invece è stata utilizzata una struttura porosa e diversi composti chimici tra cui un agente di riduzione e un agente nucleare, al fine di consentire l'espansione del materiale senza trasformarlo in un problema.

Durante la fase di test, la capacità di carica è rimasta inalterata per 100 cicli. Ora il passo successivo per i ricercatori sarà quello di provare a scalare il design alle dimensioni di una batteria per smartphone [4].

1.4 Effetti di Voltaggio, Temperatura e Sollecitazione Meccanica sulle celle agli ioni di litio

Uno dei parametri chiave che viene preso in considerazione, come detto in precedenza, durante lo sviluppo di una batteria agli ioni di litio è la sicurezza.

Le prestazioni di una batteria agli ioni di litio si basano sul tipo di chimica che utilizziamo. In generale, prima che una batteria agli ioni di litio venga messa in commercio va effettuato un attento studio sugli effetti provocati dai singoli componenti. I guasti delle LiB possono essere classificati in effetti dovuti alla tensione ed effetti dovuti alla temperatura, ma è doveroso ampliare il discorso anche agli effetti che si hanno durante una sollecitazione meccanica (che possono essere molto dannosi).

1.4.1 Effetti dovuti al voltaggio

Sovratensione:

se durante la carica, la tensione della cella supera la tensione prescritta, si verifica una corrente in eccesso che porta ai seguenti problemi:

Lithium plating: a causa della corrente alta, gli ioni di litio non possono essere sistemati abbastanza rapidamente tra gli strati di intercalazione dell'anodo. Questi ioni si accumulano sulla superficie dell'anodo e diventano depositi metallici di litio. Questo fenomeno si chiama Lithium plating e provoca una perdita di ioni di litio liberi, riducendo così la capacità. Poiché la deposizione di metallo non è omogenea, potrebbe portare alla formazione di dendriti che potrebbero inoltre causare un corto circuito interno tra gli elettrodi. La corrente in eccesso, inoltre, può anche portare al riscaldamento della cella che aumenta la propria temperatura.

Sotto tensione:

la scarica della cella al di sotto dei 2V provocherà la rottura dei materiali degli elettrodi, portando ad altri problemi che vedremo qui di seguito.

1.4.2 Effetti dovuti alla temperatura

Bassa temperatura:

il funzionamento della cella a basse temperature determina una riduzione della velocità di reazione della cella. Ciò si traduce in un declino della capacità di gestione della potenza delle celle. Inoltre, a temperature più basse, gli elettrodi potrebbero contrarsi, portando a una resistenza all'intercalizzazione degli ioni di litio, causando così il Lithium plating sull'anodo [5].

Alta temperatura:

Anodo: quando viene scaricato eccessivamente, il collettore di corrente in rame si dissolve nell'elettrolita, causando un aumento della velocità di autoscarica. Con il successivo aumento della tensione della cella, gli ioni rame vengono fatti precipitare come rame metallico (questo evento potrebbe portare a un cortocircuito interno).

Catodo: lasciare che la cella rimanga al di sotto dei 2V per un certo periodo può causare la rottura del materiale catodico nel corso di alcuni cicli. Ciò rilascerà l'ossigeno presente sotto forma di ossido nel catodo, il che significherebbe una perdita di capacità.

Il funzionamento delle celle a temperature elevate crea una serie diversa di problemi. Con l'aumento della temperatura della cella, lo strato passivante di Elettrolita Solido Interfase (SEI: Solid Electrolyte Interphase) si rompe portando a successive reazioni esotermiche dell'elettrolita con gli elettrodi: prima l'anodo e poi il catodo. Questo sarà seguito da una fuga termica. Quindi a temperature elevate le LiB si degradano molto più rapidamente.

Per un corretto funzionamento la batteria agli ioni di litio deve lavorare ad una temperatura compresa tra 0 e 25 °C.

1.4.3 Effetti dovuti alle sollecitazioni meccaniche

Già come accennato in precedenza uno dei parametri chiave per la costruzione di una batteria è la sicurezza; ma sorge spontaneo chiedersi come esse possono resistere alle sollecitazioni interne ed esterne a cui sono sottoposte ogni giorno.

Oggi le batterie agli ioni di litio sono le più diffuse sul mercato, infatti, esse vengono utilizzate praticamente in tutta l'odierna tecnologia, dagli smartphone fino ai veicoli elettrici di ultima generazione.

Per tali ragioni, siccome questi apparati sono costantemente nelle nostre mani, un altro parametro che va considerato per la sicurezza è quello della sollecitazione meccanica, cioè capire cosa può accadere se una cella agli ioni di litio viene deformata.

Quello che si è appreso nel tempo e nei molteplici test condotti è che una batteria agli ioni di litio sotto determinate condizioni può esplodere.

Quella che tutti definiscono come una normale esplosione in gergo tecnico viene chiamato "Thermal Runaway", un termine che si riferisce ad una situazione dove si crea all'interno di un componente uno squilibrio che porta ad un aumento incontrollato ed inarrestabile della temperatura.

Una reazione a catena, che nel peggiore dei casi porta prima alla combustione e poi, in assenza di sfogo, ad uno scoppio.

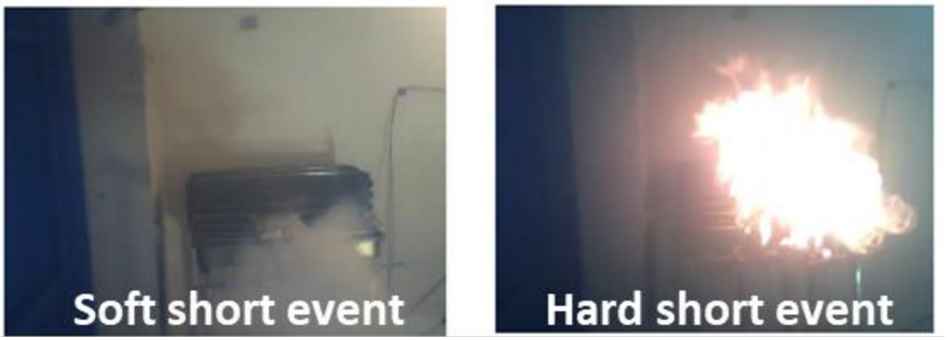


Figura 10 Soft and Hard short event

Come già detto, una batteria agli ioni di litio funziona grazie ad un processo chimico che ruota attorno a due elementi, l'anodo e il catodo. Durante le fasi di carica e scarica gli ioni passano dall'anodo al catodo e viceversa; per facilitare il passaggio degli ioni questi vengono dissolti nell'elettrolita.

Il punto di Thermal Runaway è un valore fondamentale per la stabilità della cella al litio (se la temperatura sorpassa questo punto critico il processo di surriscaldamento è inarrestabile e porta rapidamente alla combustione o all'esplosione), nelle LiB per dispositivi consumer è di circa 150 °C.

Durante la normale carica certe temperature non vengono mai raggiunte, quindi per arrivare alla temperatura che innesca il Thermal Runaway serve un evento esterno e questo evento esterno è il "contatto" accidentale tra anodo e catodo.

In una batteria al litio anodo e catodo non dovrebbero mai toccarsi, anche perché esiste un dispositivo di sicurezza che separa i due elementi, chiamato appunto separatore.

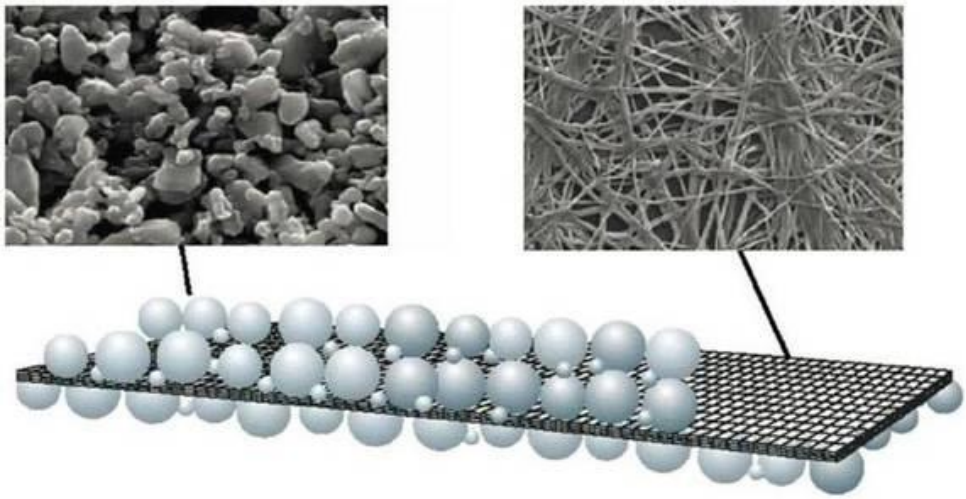


Figura 11 Separatore (membrana porosa). Fonte: dday, batterie al litio, deformazione. [Online]

Questa membrana porosa assorbe l'elettrolito e quindi non blocca lo scambio di ioni, ma impedisce il contatto fisico tra i due elementi dell'anodo e del catodo anche in situazioni critiche. La produzione di batterie è un processo tutt'altro che perfetto: l'elettrolita dovrebbe essere privo di impurità, ma con le tecniche produttive attuali è impossibile evitare che al suo interno restino disciolti un numero imprecisato di piccoli frammenti metallici. L'importante è che siano piccoli e siano pochi.

Questi frammenti soprattutto, soprattutto durante la fase di carica, si potrebbero allineare lungo l'asse anodo-catodo e formare una sorta di "filamento" metallico che, nel caso di continuità elettrica, da inizio al cortocircuito che scatena l'irreversibile processo. Quindi il rischio di cortocircuito è incrementato da queste dendriti che si formano con il tempo.

Uno dei test più noti per provare la sicurezza di una batteria è il **Nail/Penetration test**, ma vengono effettuati anche altri test come il **Schock test, Drop test, Vibration test, Rotation test** e il **Crushing test.**

-Nail/Penetration test:

il nail penetration test è un tipo di test di sicurezza eseguito per simulare i cortocircuiti interni nelle batterie agli ioni di litio. La batteria campione (carica) viene penetrata con un chiodo metallico per simulare un cortocircuito interno e verificare che essa non preda fuoco o scoppi. Il chiodo serve a trapassare i vari strati della cella agli ioni di litio permettendo il contatto tra anodo e catodo. Inoltre, tale test si può ritenere soddisfatto se dopo la penetrazione la batteria non ha prodotto nessun effetto [6].

Come attrezzatura di prova viene utilizzata una macchina MTS (macchina di prova servoidraulica), un punzone conico metallico e varie apparecchiature per il monitoraggio della batteria in esame.

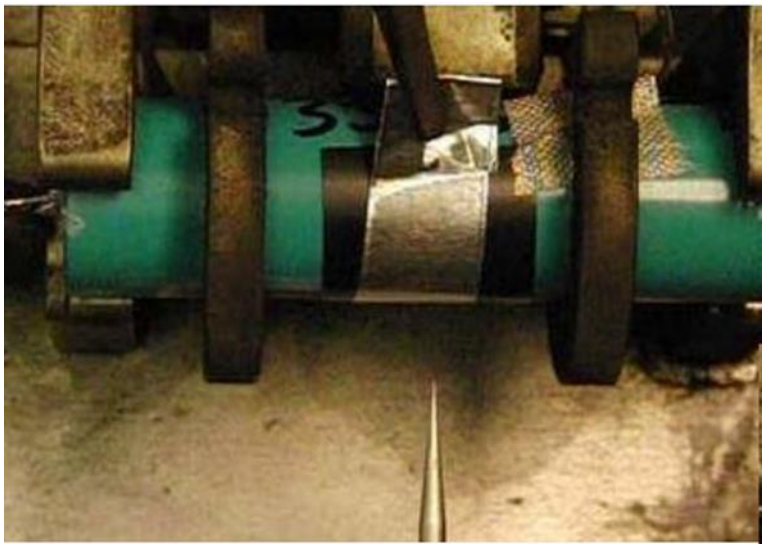


Figura 12 Nail penetration test

Figura 13 Differenti reazioni al nail test

Questi test, inoltre, seguono una normativa che li conforma, l'UNECE R100.

Tuttavia il nail penetration non rappresenta la reale situazione sul campo. Per questo motivo sono stati sviluppati vari test alternativi per rappresentare uno scenario più realistico.

1.5 Batteria usata per il test

La batteria utilizzata per il test è una piccola batteria Litio-Polimero (LiPo) con una tensione nominale di 3,7 V e una capacità nominale di 100 mAh. Lo spessore della batteria è di 7 mm con una larghezza di 17 mm ed una lunghezza di 24 mm.

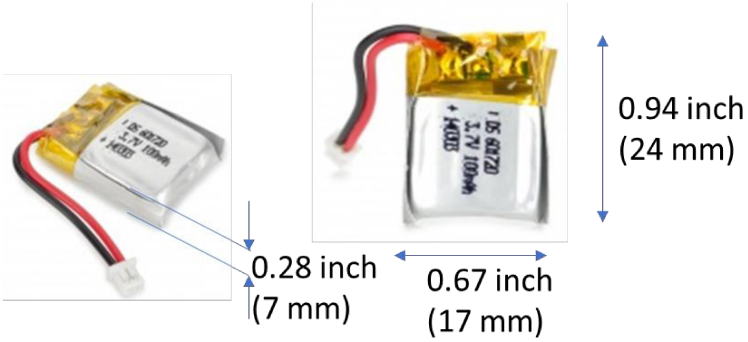


Figura 14 Batteria usata per il test

Chimica: LiPo	$LiCoO_2$/Grafite
Elettrolita	Gel polimerico PVDF
Tensione Nominale	3.7 V
Capacità Nominale	100 mAh

Tabella 1 Caratteristiche batteria in esame

Per vedere come era fatta al suo interno e capire come stava posizionata la struttura a strati, tale batteria è stata tagliata come mostrato nella *Figura 15*. Come si può notare ci sono diversi strati, circa 30, divisi in strati alternati di alluminio e rame. Entrambi sono avvolti con il rispettivo elettrodo nei rispettivi strati attivi e quindi impilati uno sopra l'altro. Gli strati di separazione sono inseriti tra l'anodo e il catodo per prevenire i cortocircuiti ma allo stesso tempo consente il trasferimento di ioni litio tra l'anodo e il catodo.

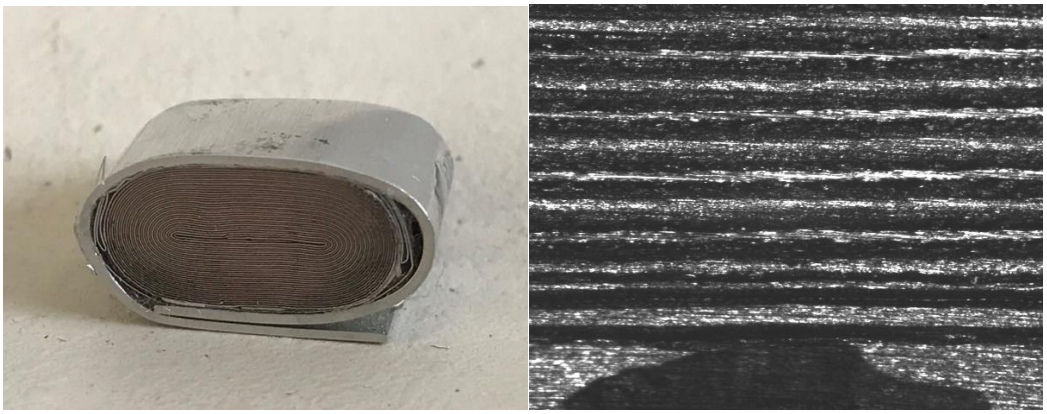


Figura 15 Batteria sezionata

Queste batterie testate utilizzano ossido di litio cobalto (LCO: $LiCoO_2$) per il catodo e la grafite per l'anodo. Attraverso un microscopio elettronico si è riusciti a misurare lo spessore di ogni strato, l'alluminio ha uno spessore di 0.055 mm e il rame ha uno spessore di 0.045 mm. Gli strati attivi hanno lo stesso spessore sia per l'alluminio che per il rame; l'ossido di litio cobalto ha uno spessore di 0.030 mm per la parte catodica e la grafite ha lo stesso spessore per la parte anodica in rame.

Nell'immagine, inoltre, si può vedere come ogni gruppo composto da "strato attivo / metallo / strato attivo" viene interrotto da un separatore di 0.008 mm.

I produttori di batterie prendono il materiale attivo dell'elettrodo in polvere e lo mixano con una soluzione legante per creare un film, che poi servirà per rivestire con uno spessore uniforme una lamina metallica che, una volta essiccato, formerà l'elettrodo. Le soluzioni leganti sono create combinando alcuni polimeri come PVdF in solventi polari. PVdF è il legante comunemente usato nel processo di produzione di batterie agli ioni di litio poiché si trova chimicamente inerte nel range potenziale e non interagisce né con l'elettrolita né con gli elettrodi. Il PVdF subisce un fenomeno noto come "deidrofluorurazione in mezzo alcalino".

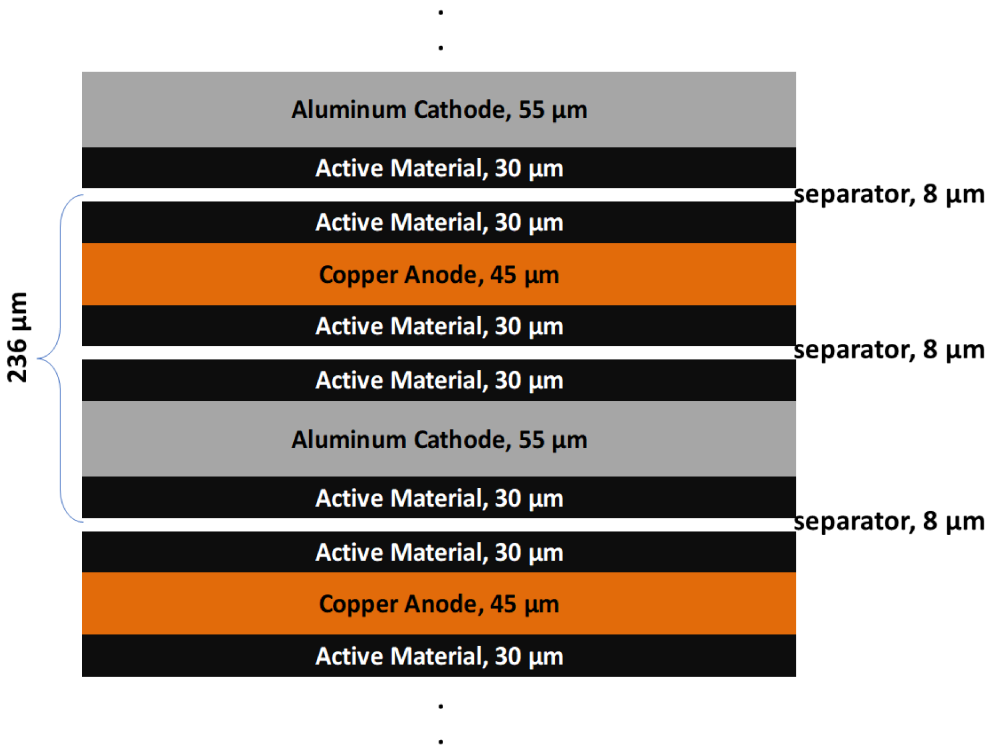


Figura 16 Spessore dei vari strati della batteria

2. Set-up per l'analisi DIC

L'obbiettivo di questo lavoro è utilizzare questa particolare tecnica (la DIC: Digital Image Correlation) per rilevare la deformazione della batteria in questione. In particolare la deformazione degli strati all'interno della batteria. In laboratorio sono stati condotti numerosi test statici con una macchina MTS per la prova di compressione.

Di solito vengono eseguiti test su campioni, ma questa volta sono stati eseguiti direttamente sulla batteria interessata. Quindi la batteria è stata sottoposta ad un carico monoassiale che inizialmente era zero e poi è stato progressivamente aumentato con l'aumentare dello spostamento.

Siccome lo scopo principale è stato quello di verificare la tensione degli strati della batteria, è stato utilizzato un particolare set-up per la prova, come mostrato nella *Figura 17*.

Figura 17 Set-up 1

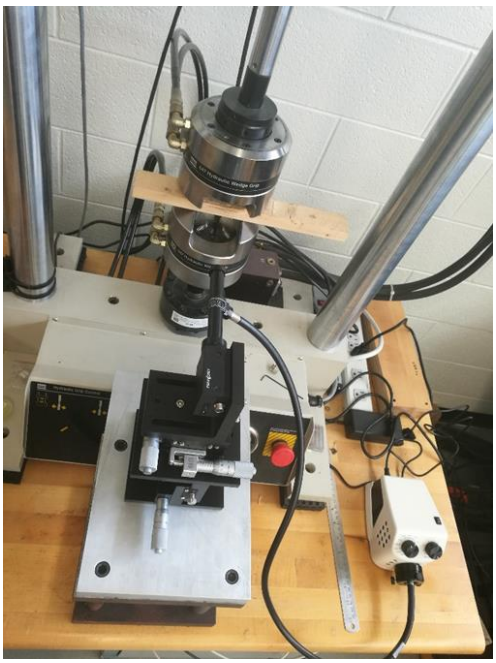


Figura 17 Set-up 2

La macchina utilizzata come già detto è una macchina standard MTS-858, perché non abbiamo bisogno di grandi carichi quindi questa è più che sufficiente. Per quanto riguarda il resto della componentistica, invece, c'è stato bisogno di adoperare sistemi con specifiche ben precise, che adesso andiamo ad analizzare.

- **Sistema di acquisizione immagine (sensore e obiettivo):**
  per catturare i fotogrammi è stato necessario adoperare un sensore ad alte prestazioni, quindi è stato usato un sensore "Grasshopper Point Grey" dotato di un "obbiettivo telecentrico". È stato utilizzato un obiettivo telecentrico perché riesce a far apparire gli oggetti della stessa dimensione indipendentemente dalla loro posizione nello spazio, infatti, essi rimuovono l'errore di prospettiva o di parallasse che fa apparire gli oggetti più grandi e più vicini rispetto a quelli più lontani dall'obiettivo (rispetto ai convenzionali obiettivi essi aumentano la qualità dell'immagine).
  Questo tipo di obiettivo (figura 18) ha una distanza di lavro di circa 65 mm con uno zoom di 6X e un campo visivo di 1,8 mm. Il campo visivo (FOV) è l'area dell'oggetto che verrà ripreso.

Figura 18 Obiettivo telecentrico

Per quanto riguarda il sensore è stato utilizzato un “GS3-U3-28S5M-C” con una risoluzione di 2,8 MP. Le fotocamere USB 3.0 ad alte prestazioni FLIR Grasshopper®3 sono fotocamere per imaging a 14 bit ad alta velocità progettate per applicazioni di visione artificiale complesse, tra cui metrologia, misurazione o ispezione. Le fotocamere USB 3.0 ad alte prestazioni FLIR Grasshopper®3 dispongono di un buffer di immagine da 128 MB con 2 MB di memoria flash (*Figura 19*) [7].

Figura 19 Sensore Grasshopper Point Grey

Questo tipo di fotocamera permette di scattare solo su scala di grigi, questo significa che non c’è nessun filtro davanti al sensore tale da modificare la cattura della scena. Diversamente dalle fotocamere per uso generico, non presenta comandi o memorie per riprese a lungo termine, infatti, tale sensore funziona attraverso un laptop con il quale è possibile modificare tutte le impostazioni della fotocamera, in modo da ottenere migliori fotogrammi.

Resolution	1920 x 1440
Frame Rate	26 FPS
Megapixels	2.8 MP
Chroma	Mono
Sensor Name	Sony ICX674
Sensor Type	CCD
Readout Method	Global shutter
Sensor Format	2/3"
Pixel Size	4.54 µm
Lens Mount	C-mount

Tabella 2 specifiche tecniche relative al sensore

- **Illuminazione:**

  per quanto riguarda l'illuminazione è stata utilizzata una luce artificiale a fibra ottica, in modo da illuminare meglio l'area interessata dall'analisi DIC. È stata scelta questa tecnologia perché fornisce un'illuminazione fredda e intensa (ottima per le applicazioni di imaging).

  Il sistema consiste in un illuminatore a fibra ottica ScopeLED ™, sono un tipo di illuminatori intuitivi dotati di controllo strobo, intensità e regolazione della luce opzionale e una guida di luce a fibra ottica flessibile.

  Questo sistema garantisce una buona illuminazione artificiale, utile per garantire la massima separazione in termini di livello di grigi senza raggiungere la saturazione.

Figura 20 Illuminatori a fibra ottica

- **Stage System:**

  siccome è impossibile evitare movimenti lungo gli assi X, Y e Z, è stato utilizzato un supposto che permettesse di seguire la deformazione del campione.

  Questo tipo di supporto è stato indispensabile per la regolazione della messa a fuoco e per il posizionamento della fotocamera, perché può essere posizionata in tutte le direzioni in modo semplice.

Figura 20 Stage System

2.1 Preparazioni Superfici

Per svolgere questo tipo di prove, è stata operata una preparazione specifica per le superfici in esame. Non è stata semplice la preparazione iniziale delle superfici perché si sono verificate varie problematiche;

dai primi test eseguiti si è visto subito che comprimendo la batteria alcuni materiali sono fuoriusciti da essa rendendo illeggibili le foto acquisite.

Quindi in seguito a questo avvenimento si è eseguita la seguente procedura:

per iniziare è stata avvolta la batteria in un foglio di alluminio, che ha aiutato a mantenere uniti i vari strati durante il taglio (il foglio di alluminio è stato fissato con colla epossidica);

successivamente, la batteria è stata tagliata nella parte anteriore, perché si è visto che qui la deformazione è più omogenea, per poi essere lucidata e pulita con una levigatrice (Lappatura) [*Figura 21*]. Una volta eseguite queste operazioni è stata lasciata riposare per una settimana, in modo che tutti i materiali attivi al suo interno potessero asciugarsi completamente, evitando il problema dell'alterazione nell'acquisizione delle immagini durate il test.

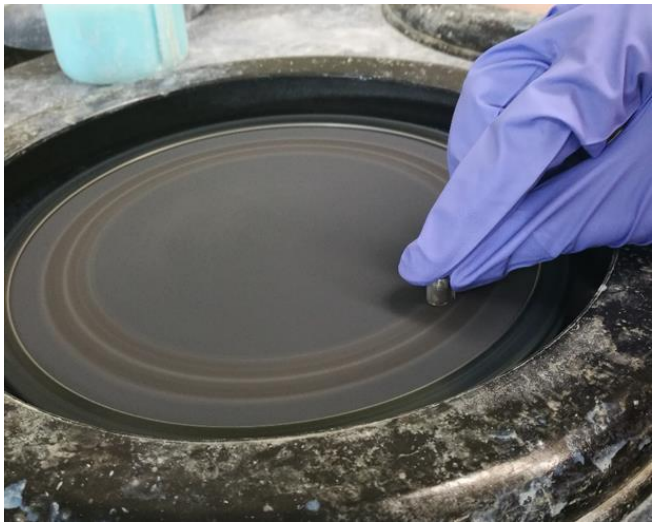


Figura 21 Lucidatura superficie batteria con lappatrice

Dopo questa procedura preliminare di preparazione la superfice risulta essere come quella riportata in *Figura 15*.

Dai primi test svolti in laboratorio sulla superficie invecchiata ottenuta si è riscontrata subito una problematica, infatti, durate la prova quando si è arrivati allo spostamento del punzone di 1 mm, dalla batteria è iniziato ad uscire il materiale attivo (Grafite) che ha portato alla perdita del contrasto dell'immagine. Le conseguenti immagini dopo la fuoriuscita appaiono annerite e sfogate rendendo difficile la leggibilità delle stesse da parte del software DIC (*Figura 22*).

Figura 22 Superfice batteria durante la prova

Per ovviare a questo problema sulla superficie da analizzare è stato creato un pattern Speckle (superficie a puntini) che ha delle caratteristiche uniche per le esigenze della prova. Grazie alla speckled surface si è riusciti a implementare e facilitare il calcolo con la DIC, infatti, grazie ad esso si possono realizzare subset molto diversi tra di loro ed inoltre si ha una combinazione univoca dei livelli di grigio; un altro vantaggio considerevole è quello che dalla superficie non fuoriesce la grafite, in quanto su essa è come se ci sia un film protettivo, e quindi si riesce ad ottenere una deformazione molto più considerevole rispetto alla prova precedente.

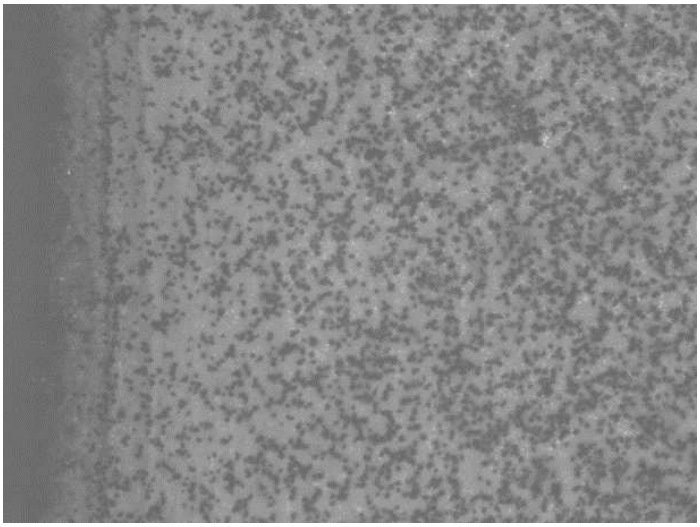


Figura 23 Superficie speckle

La superficie speckle viene preparata utilizzando una bomboletta spray bianca e la polvere di un toner per stampanti. Per prima cosa è stata verniciata la superficie di bianco, per dare il fondo, e poi attraverso la polvere del toner è stato creato il pattern di puntini neri; è stata utilizzata questa polvere perché si è dimostrata l'unica in grado di creare questi puntini neri su una superficie così piccola.

3. MatchID 2D

Per analizzare la deformazione degli strati della batteria è stata utilizzata questa particolare tecnica, la DIC (Digital Image Correlation).

Il software che è stato adoperato per l'analisi DIC in questione è "MatchID", per essere più precisi "MatchID 2D".

MatchID non è solo una piattaforma DIC ma uno strumento metrologico a tutto campo che si concentra su:

- Accuratezza e precisione;
- Previsione di margini di confidenza accurati;
- Quantificazione della risoluzione e risoluzione spaziale;
- Perfetta integrazione con Virtual Fields Method (VFM) per l'identificazione dei materiali;
- Quantificazione di errori / Impostazioni DIC sulle proprietà meccaniche identificate;
- Ottimizzazione delle impostazioni di prova [8].

Questo software si è rivelato utile alle nostre esigenze perché permette di usufruire di molte impostazioni che, combinate nel modo giusto tra loro, permettono di cucire il programma sulla prova in esame.

Nel nostro caso la prova che abbiamo preso in considerazione è stata quella con la superficie del campione di tipo Speckle (Test DIC Speckle 09-10-2017), perché permette una migliore correlazione tra le immagini e consente di realizzare subset size molto diversi tra loro per via della combinazione univoca dei livelli di grigio.

Dopo una serie di test condotti con vari mix di opzioni di processo sono riuscito a trovare il giusto compromesso per ottenere una buona correlazione.

3.1 Regolazioni scelte per le opzioni di processo in MatchID 2D

Ora andiamo ad analizzare il mix di opzioni precedentemente citato nello specifico.

Figura 24 Pannello di Processing Options [Fonte: matchid.eu]

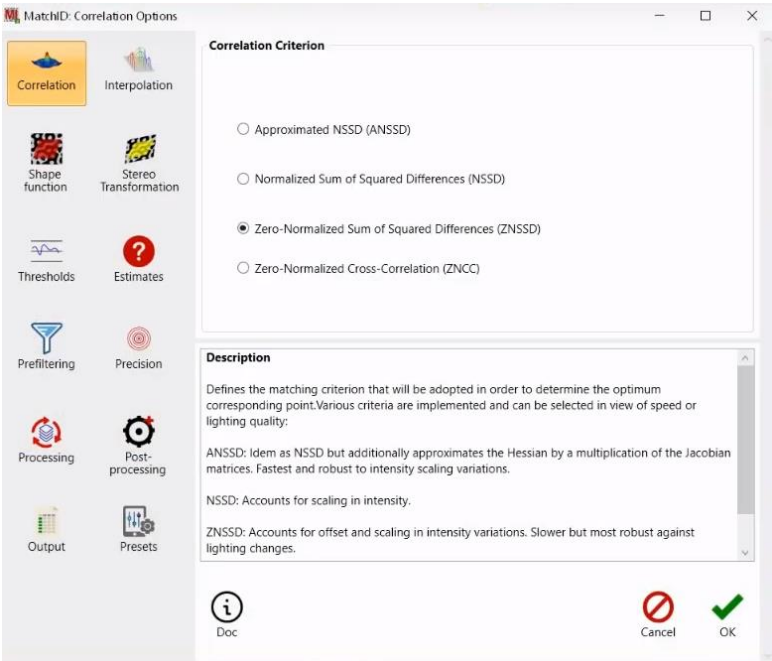


Figura 25 Pannello opzioni di correlazione

3.1.1 Correlation

Scopo della correlazione dell'immagine è determinare il vettore del parametro S con la massima accuratezza e precisione. Esistono due famiglie principali per i criteri

di correlazione: criteri di correlazione incrociata e criteri basati sulle differenze dei quadrati di somma.

Quello scelto per il nostro scopo appartiene al secondo gruppo citato ed è “la somma zero normalizzata del criterio della differenza quadrata” (ZNSSD):

$$C_{ZNSSD} = \sum_{i}^{N}\sum_{j}^{N}\left[\frac{f(x_i, y_j) - f_m}{\Delta f} - \frac{g(x_i', y_j') - g_m}{\Delta g}\right]^2$$

Dove,

$$\Delta f = \sqrt{\sum_{i}^{N}\sum_{j}^{N}\left[f(x_i, y_j) - f_m\right]^2}$$

$$\Delta g = \sqrt{\sum_{i}^{N}\sum_{j}^{N}\left[g(x_i, y_j) - g_m\right]^2}$$

f_m e g_m sono i valori medi di grigio del sottoinsieme di riferimento e del sottoinsieme di destinazione. Questo tipo di formulazione consente al criterio di essere insensibile sia ai cambiamenti di scala che all'offset di luminosità.

Questo rappresenta il criterio più robusto e dal quale si dovrebbero ottenere i risultati migliori [9].

3.1.2 Interpolation

Il tipo di interpolazione scelta è la "Bicubic Spline Interpolation".

Una spline bicubica è un caso speciale di interpolazione bicubica che utilizza una funzione di interpolazione della forma. Ciò garantisce la minima distorsione di interpolazione con la massima precisione.

Unico inconveniente venuto fuori nelle prove è la velocità di esecuzione e l'elevato consumo di memoria.

3.1.3 Shape Function

Per garantire una corrispondenza corretta, il sottoinsieme deve contenere sufficienti informazioni sullo speckle. Di conseguenza, il sottoinsieme deve essere scelto abbastanza grande. Tuttavia, quando le deformazioni sono grandi, il sottoinsieme grande potrebbe non essere sostanzialmente flessibile e potrebbe non descrivere correttamente i campi di deformazione sottostanti. Sono definiti quattro diversi tipi di funzioni di forma ma nel nostro caso quello che abbiamo scelto è il **Quadratico** che consente la completa flessione del sottoinsieme (coinvolge dodici parametri).

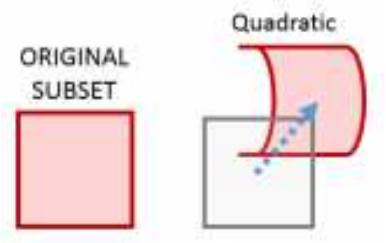


Figura 26 Shape Function Quadratic

Una funzione di forma quadratica in genere viene utilizzata per un campo di deformazioni ad alta frequenza [10].

3.1.4 Theresholds

DIC è un processo di ottimizzazione. Di conseguenza, è necessario definire quali impostazioni di convergenza sono adottate. Nel nostro caso quelle che sono andato a selezionare sono:

- **Precision: 0.001** (quando la variazione relativa di tutti i parametri è inferiore a questo valore viene raggiunta la convergenza).
- **Maximum interpolation: 30**
- **Correlation: 0.87** (rappresenta il valore di correlazione minimo che deve avere una corrispondenza prima di essere considerata corretta).
- **Missing data compensation** (come risultato dell'algoritmo basato su un sottoinsieme, l'ultimo punto di dati è generalmente la metà minima del sottoinsieme dal bordo del ROI. In base alle funzioni di forma del sottoinsieme, tuttavia, è possibile ricostruire il campo di deformazione sul bordo).

3.1.5 Estimates

Come stime sulla deformazione ho scelto I seguenti parametri:

- **Absolute value: 500px**
- **Deformation: LARGE** (perché ci si apsetta che le deformazioni siano grandi. Ciò rallenterà la velocità di calcolo, ma aumenterà le possibilità di una correlazione corretta)
- **Processing History: spatial + uptade reference** (ovvero correlazione incrementale: ogni volta che l'immagine di riferimento viene aggiornata con quella corrente. Invece di correlare l'immagine 1 con l'immagine 2, 3 e 4, ad esempio si correla 1 con 2, 2 con 3 e 3 con 4. Ciò può essere importante per deformazioni molto elevate in cui l'algoritmo di correlazione potrebbe perdere traccia. Di conseguenza, la deformazione tra due immagini consecutive è ridotta [11])
- **Optimizate**

3.1.6 Image

In questa scheda ci sono diverse opzioni su come gestire il rumore di acquisizione dell'immagine prima che inizi la routine di correlazione. Questo filtro può aitare a ridurre l'effetto di spigoli vivi (sfocature) e aliasing. Come tale, dà più forza all'interpolazione per ricostruire il segnale continuo.

Quello che ho scelto per la nostra analisi è il **"Gaussian: 5"**. Questa è l'opzione migliore, poiché qui viene presa in considerazione la distanza relativa al pixel.

3.2 Subset size e Step size

Il Subset size e lo Step size sono due dei principali parametri di regolarizzazione DIC, importanti in una metodologia DIC basata su sottoinsieme.

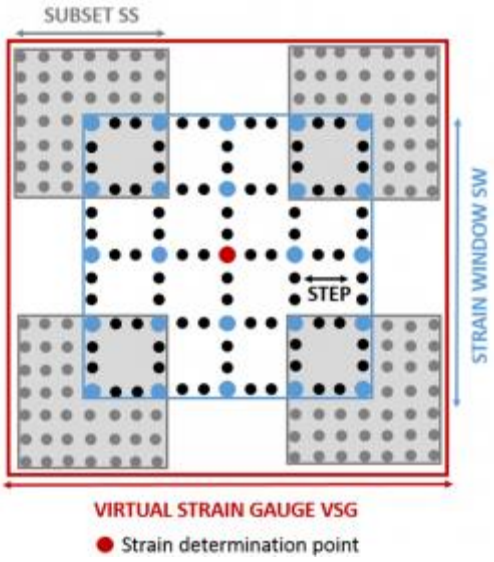


Figura 27 Subset schematic representation

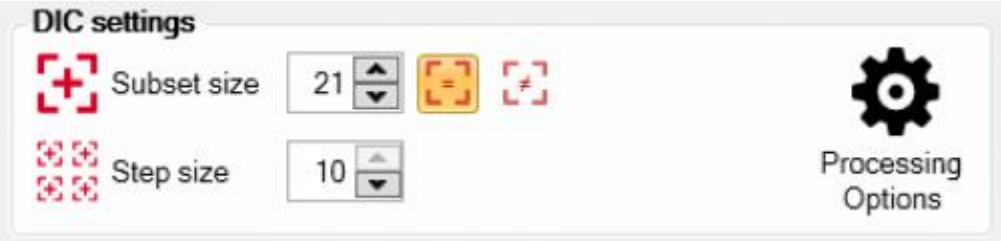


Figura 28 Pannello di regolazione del Subset e Step size

Nella *figura 28* sono riportate le impostazioni predefinite di subset = 21 e step = 10 pixel. È possibile modificare il valore di tali parametri a proprio piacimento, di conseguenza il quadrato rosso della regione di interesse aumenterà o diminuirà. Questo quadrato rosso è il sottoinsieme iniziale, ovvero il primo sottoinsieme che verrà tracciato. Tutti gli altri punti riceveranno informazioni da questo [12].

Nei test di prova condotti ho notato che se si prende uno step size molto piccolo e un subset ugualmente piccolo si creano delle vacanze (il programma ha grosse difficoltà di correlazione).

Dalle prove è venuto fuori che per avere una giusta correlazione dell'immagine il subset deve essere all'incirca più del doppio dello step size, inoltre, il subset per funzionare correttamente deve contenere almeno cinque features.

Un altro punto fondamentale è il posizionamento del subset, esso deve essere posizionato su un punto che è piuttosto facile da riconoscere e preferibilmente in una regione con bassa deformazione. Come vedremo di seguito il sbuset e lo step size, insieme alle altre impostazioni già sopra citate, saranno i parametri principali sui quali mi sono basato per riuscire ad ottenere il risultato migliore dalla tecnica DIC.

3.3 Calcolo della deformazione

Una volta eseguiti i calcoli di spostamento, è possibile indicare come devono essere calcolati i campi di deformazione. Il tensore della deformazione che ho adottato per la prova in esame è quello di **Hencky**:

$$\varepsilon(t) = \ln[L\,(t)/L_0]$$

tensore logaritmico (come ben noto è una misura adimensionale).

Con tale tensore il programma calcola le deformazioni lungo: εxx, εyy, εxy, εvm.

4. Analisi svolte

Tutte le analisi sono state condotte, come detto nel precedente capitolo, sulla superficie Speckle, più precisamente sul “Test DIC Speckle 09-10-2017” proveniente dalle prove DIC Univpm. Tale prova è comprensiva di un pacchetto di 4944 file in formato immagine che riassumo frame dopo frame tutta la deformazione della batteria agli ioni di litio in esame. L’obbiettivo come precedentemente detto è quello di analizzare la deformazione attraverso l’analisi DIC di questi frame correlandoli tra loro rispetto un’immagine di partenza.

Di questi file, gli ultimi 900 sono stati scartati per via della perdita di fuoco della camera, infatti, ad un certo punto della prova, dalla superficie fuoriesce del materiale (grafite), che ha portato inevitabilmente alla perdita di fuoco della camera.

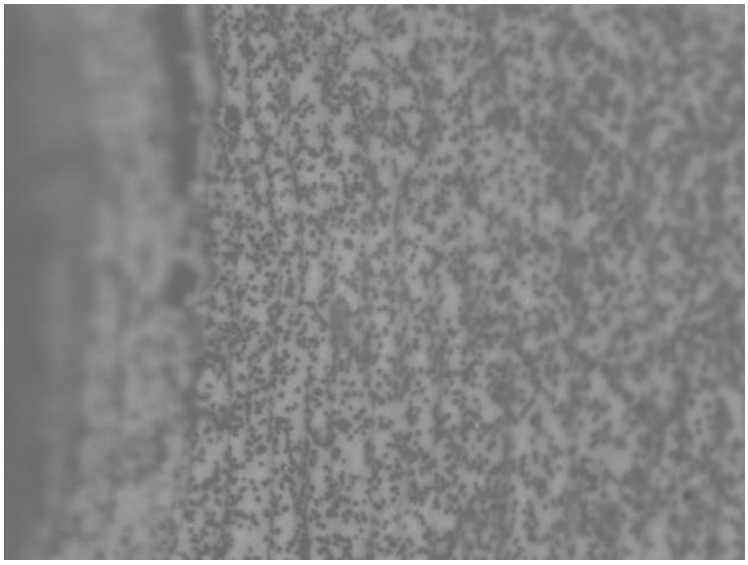


Figura 29 Perdita di fuoco della camera

Quindi per le analisi condotte si è lavorato su circa 4000 immagini, delle quali si è resa necessaria una cernita perché il software impiega molto tempo ad analizzare così tante immagini. Per fare questa cernita è stato creato uno script con Matlab (indicato nel paragrafo 5.1), grazie al quale il numero di foto da analizzare si è ridotto a 136.

In totale sono stati condotti sedici test per trovare le impostazioni limite della prova in esame e per vedere fino a che punto della deformazione si riesce a correlare.

I parametri su cui si è fatto leva per il calcolo della deformazione sono stati quelli del subset size (SB) e dello step size (SS), mantenendo fisse le opzioni di processo indicate nel capito precedente.

Variando le grandezze di SB e SS si è riusciti a mettere in evidenza i limiti della tecnica DIC per il calcolo della deformazione.

Si è visto che se prendiamo un SB e uno SS della stessa grandezza il software ha serie difficoltà di correlazione, infatti, facendo partire un test con tali dimensioni impostate, il grafico finale delle deformazioni lungo x risulta pieno di vacanze (come dei vuoti in cui non si riesce ad avere correlazione di immagine).

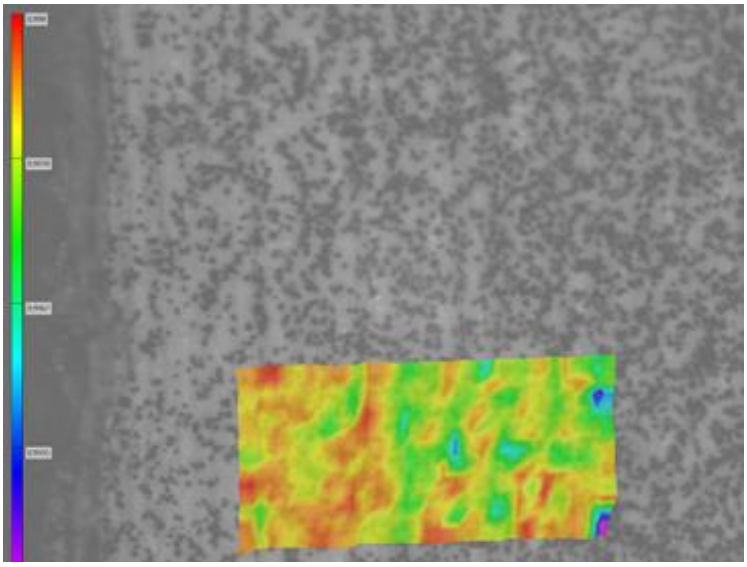


Figura 30 deformazione lungo x con SB 9 e SS 9

Per aggirare questo problema si è arrivati alla conclusione che il SB deve essere più del doppio dello SS.

Mantenendoci con le dimensioni larghe si ha un'ottima correlazione dell'immagine, ma non si riesce a correlare tutti i frame selezionati per la prova, infatti, ad un certo punto della prova il grafico di correlazione sparisce, inoltre la mappa di deformazione che viene creata è poco chiara, non rendendo comprensibile cosa accade nei vari strati della batteria durante lo schiacciamento (tra anodo e catodo), come si può vedere nella *Figura 31.*

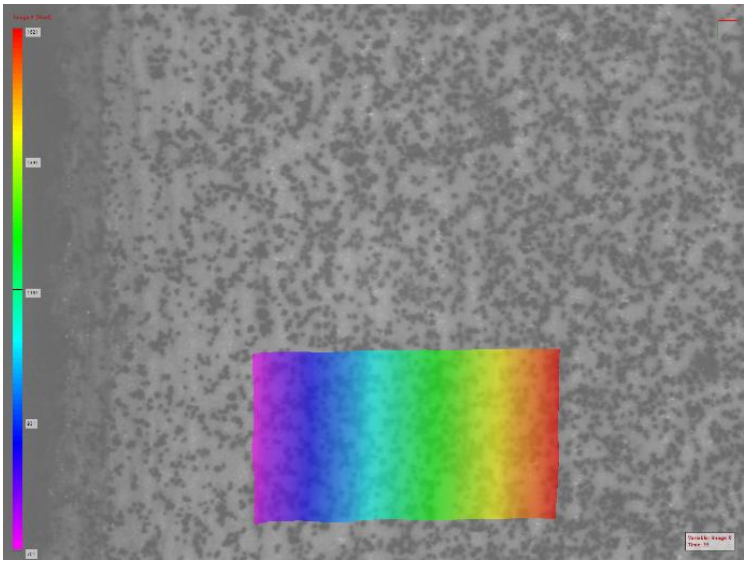


Figura 31 Test con SB 87 e SS 40

Dopo aver riscontrato questo problema l'obbiettivo è stato quello di riuscire a trovare il set di impostazioni corrette che ci portassero fino ad un livello di correlazione tale da comprendere anche l'ultimo frame (136esimo nel nostro caso). Questo è stato possibile agendo sulle dimensioni di subset size e step size e sulle dimensioni della griglia di partenza, infatti, un altro problema riscontrato nella prova è stato quello della griglia di partenza. Purtroppo quando è stata condotta la prova in laboratorio non si è riusciti ad evitare lo scorrimento del materiale che, mentre la batteria viene schiacciata, scorre verso l'alto;

quindi quando andiamo a fissare la griglia anche questa si sposterà verso l'alto insieme al materiale, e ciò mi ha costretto a circoscrivere tale griglia alla zona bassa dell'immagine, altrimenti, quando il materiale inizierà a scorrere, non appena impatterà nella parte superiore sparirà perdendo la correlazione.

Dopo aver appreso queste problematiche sono stati condotti tutta una serie di test con varie dimensioni di SB e SS, stringendo di volta in volta tali dimensioni per vedere fino a che punto il software riusciva a mantenere la correlazione.

I risultati migliori sono stati ottenuti per i seguenti test:

- **Test con Subset size: 65 ; Step size: 30**

  Con queste dimensioni si riesce a correlare fino all'ultimo frame selezionato, coprendo "quasi" tutta la corsa del punzone nella prova di compressione (naturalmente escludendo gli ultimi 900 frame tolti per le ragioni già sopra indicate). Un altro fenomeno interessante che si può notare è che man mano che il test avanza si riescono a intravedere i vari strati della batteria che vengono compressi, come si può notare nella *Figura 32.*

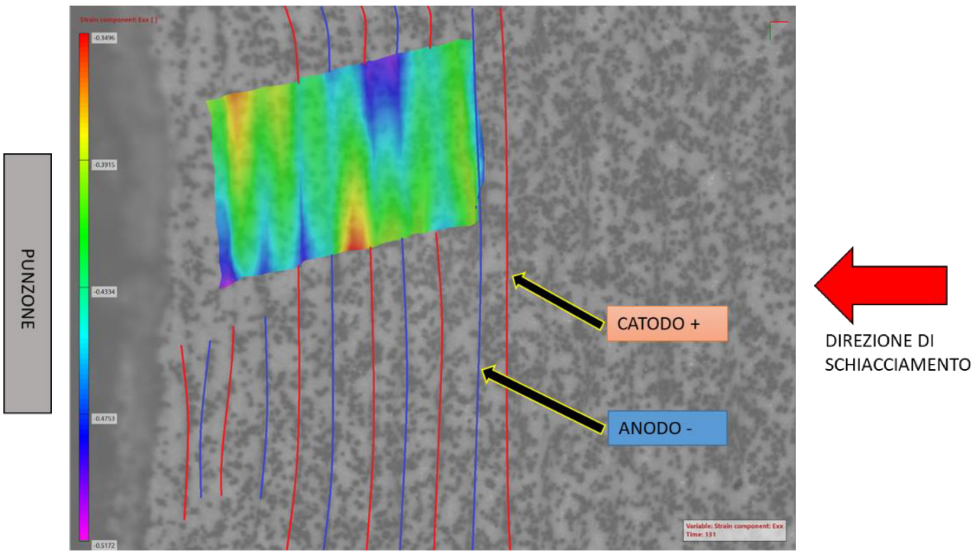


Figura 32 Deformazione εxx con SB 65 e SS 30

La mappa di deformazione in questo caso risulta essere abbastanza leggibile, ma non riesce ad evidenziare nello specifico cosa accade, infatti, essendo le dimensioni di SB e SS abbastanza larghe, la mappa tende ad amalgamarsi.

- **Test con Subset size: 55 ; Step size: 7**

  Il limite massimo è rappresentato da queste dimensioni di SB e SS, al di sotto delle quali il software non riesce a correlare (se si prova a diminuire ulteriormente, il grafico sparisce del tutto, ed inoltre emergono dei problemi di NaN nei file matriciali).

  Qui la mappa di deformazione è decisamente più leggibile rispetto al precedente test, come si può notare nella *Figura 33*.

  Osservando il grafico si può subito intuire che nelle zone verdi la deformazione è quasi nulla, infatti quelle zone corrispondono all'anodo e al catodo che essendo delle lamine sono molto più difficili da deformare rispetto al materiale attivo che si trova nel mezzo (nella mappa di deformazione ha un colore tendente al rosso/arancione).

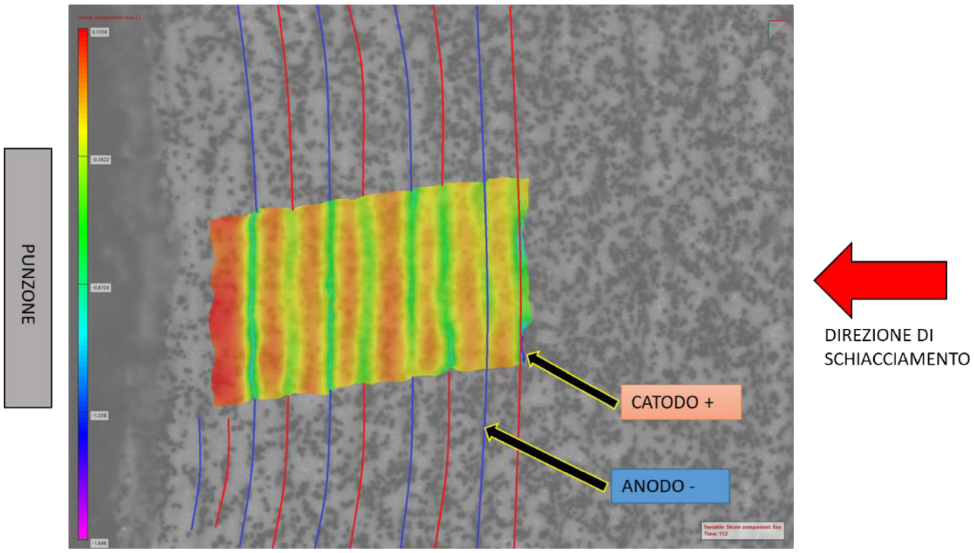


Figura 33 Deformazione εxx con SB 55 e SS 7

Una volta eseguiti questi test attraverso la tecnica DIC, il software produrrà dei dati che dovranno essere analizzati. Tali dati sono composti da delle matrici (una per

ogni frame analizzato) che rappresentano una mappa in forma numerica della griglia impostata, cioè, ad ogni numero appartiene un pixel colorato.

Da queste matrici è stato possibile, attraverso vari pattern creati con Matlab, ottenere dei grafici che riassumono la deformazione media per tutto l'arco del test.

5. Algoritmi sviluppati con Matlab

Nell'arco delle analisi ci sono state diverse problematiche da affrontare che hanno portato alla necessità di trovare delle soluzioni adeguate per poter ottenere dei risultati attendibili dalle prove. Lo strumento che ci ha permesso di aggirare queste problematiche è stato Matlab.

Matlab è un potente strumento che combina un ambiente desktop ottimizzato per l'analisi interattiva e i processi di progettazione con un linguaggio di programmazione che esprime le operazioni matematiche con matrici e arrey in modo diretto. Esso ci permette di analizzare dati, sviluppare algoritmi o creare modelli per un vasto campo di applicazioni [13].

Nel nostro caso è servito sostanzialmente per selezionare, analizzare e processare i dati raccolti dalle prove. In una prima fase è stato creato uno script per selezionare i file da sottoporre ad analisi, mentre in una seconda fase sono stati sviluppati diversi algoritmi per analizzare i dati ottenuti.

Ora andremo a vedere nello specifico questi algoritmi ed il loro funzionamento.

5.1 Script selezione immagini

Durante la selezione delle immagini da processare nei test si è reso necessario fare una cernita di tali immagini. Come precedentemente detto, i frame della prova messi a disposizione erano 4944 di cui gli ultimi 900 sono stati scartati per via della fuoriuscita di materiale dalla batteria. Quelli rimanenti (4020) rappresentavano un

numero troppo elevato per essere processati con MatchID, allora si è cercato un compromesso che consentisse una buona correlazione con un numero nettamente inferiore di file.

Questo compromesso lo si è raggiunto prendendo 1 frame ogni 30, ottenendo così 136 frame (dove il 136esimo corrisponde all'immagine 4020).

Per fare questa cernita è stato creato uno script di selezione con Matlab (*Figura 34*).

```
4 -   folder='D:\\università\\TIROCINIO\\Detroit\\Test DIC Speckle 09-10-2017';
5
6 -   A=dir(fullfile(folder,'*.BMP'));
7 -   imgName=sort({A.name});
8 -   Nstep=numel(A)/2;
9
10    % Import Force data:
11 -  Force=csvread([folder 'img.csv'],1,30,[1,30,Nstep,30]);
12 -  Force=(Force(1:end)-Force(1))'; %[bar]
13
14    % Selection
15 -   selARR1=1:30;
16     selARR2=round(linspace(30,Nstep,round((Nstep-30)));
17 -   selARR=horzcat(selARR1,selARR2);
18
19 -  for jj=1:length(selARR)
20 -      ii=selARR(jj);
21 -      ForceSel(jj)=Force(ii);
22
23 -      clear imgR0 imgR1
24 -      imgR0=imread([folder imgName{2*ii-1}]);
25 -      imgR1=imread([folder imgName{2*ii}]);
26
27 -      imwrite(imgR0,[folder 'selection/' imgName{2*ii-1}]);
28 -      imwrite(imgR1,[folder 'selection/' imgName{2*ii}]);
29
30 -  end
31
32
33 -  save([folder 'selection/Force.mat'],'ForceSel')
```

Figura 34 Matlab code: script selezione immagini

Questo codice funziona in modo molto semplice, prende tutti i file in formato ".BMP" presenti nella cartella di prova e li salva (in formato "img.csv") in un'altra cartella, prendendo 1 file ogni 30 di quelli disponibili.

Questa selezione avviene nelle righe 15 e 16 dove, volendo, può essere anche modificata per cambiare la cernita.

I vantaggi che si ottengono da questa selezione sono: facilità nella gestione dei file, maggiore velocità nell'elaborazione e buona correlazione tra i frame.

5.2 Codice per processare i file sperimentali ottenuti dalle prove DIC

Una volta effettuate le analisi quello che il software ci restituisce sono tutta una serie di file sotto forma matriciale che rappresentano una mappa della griglia presa in considerazione durante tutto l'arco della prova. Di queste matrici c'è ne sarà una per ogni frame analizzato e saranno divise per cartelle, una per ogni tipo di deformazione calcolata (εxx, εyy, εxy, ecc…).

Questo algoritmo si basa sui file matriciali appena citati e ci permette, per ognuno di essi, di mostrare la corrispondente mappa di colore associata ad ogni valore (come si può vedere in *Figura 37*).

All'inizio bisogna impostare il folder, che sarà la cartella dove sono contenuti tutti i file matriciali della prova che vogliamo andare ad analizzare (riga 5 della *Figura 35*);

poi attraverso la riga 60 (*Figura 36*) si può scegliere il tipo di deformazione (ad esempio εxx) e il frame che si vuole visualizzare (nell'esempio della *Figura 36* è riportato il frame 80).

```
clear
close all

folderRES='D:\\università\\TIROCINIO\\RISULTATI PROVA MACTCHID\\De Lisi MatchID\\test 11 ok\\file matriciali giusti\\';

fileX=dir(fullfile([folderRES 'X[Pixels]\\'],'*.csv'));
csvNameX=sort({fileX.name});

fileY=dir(fullfile([folderRES 'Y[Pixels]\\'],'*.csv'));
csvNameY=sort({fileY.name});

fileUX=dir(fullfile([folderRES 'U\\'],'*.csv'));
csvNameUX=sort({fileUX.name});
Nfiles=numel(fileUX);

fileUY=dir(fullfile([folderRES 'V\\'],'*.csv'));
csvNameUY=sort({fileUY.name});

fileExx=dir(fullfile([folderRES 'Exx\\'],'*.csv'));
csvNameExx=sort({fileExx.name});

fileEyy=dir(fullfile([folderRES 'Eyy\\'],'*.csv'));
csvNameEyy=sort({fileEyy.name});

fileExy=dir(fullfile([folderRES 'Exy\\'],'*.csv'));
csvNameExy=sort({fileExy.name});

fileEvm=dir(fullfile([folderRES 'VonMises\\'],'*.csv'));
csvNameEvm=sort({fileEvm.name});
```

Figura 35 Matlab code 1

```
fileE1=dir(fullfile([folderRES 'E1\\'],'*.csv'));
csvNameE1=sort({fileE1.name});

fileE2=dir(fullfile([folderRES 'E2\\'],'*.csv'));
csvNameE2=sort({fileE2.name});


for ii=1:Nfiles

    clear tempdata index

    X(:,:,ii)=importdata([folderRES 'X[Pixels]\\' csvNameX{ii}],';');
    Y(:,:,ii)=importdata([folderRES 'Y[Pixels]\\' csvNameY{ii}],';');

    UX(:,:,ii)=importdata([folderRES 'U\\' csvNameUX{ii}],';');
    UY(:,:,ii)=importdata([folderRES 'V\\' csvNameUY{ii}],';');

    Exx(:,:,ii)=importdata([folderRES 'Exx\\' csvNameExx{ii}],';');
    Eyy(:,:,ii)=importdata([folderRES 'Eyy\\' csvNameEyy{ii}],';');
    Exy(:,:,ii)=importdata([folderRES 'Exy\\' csvNameExy{ii}],';');
    Evm(:,:,ii)=importdata([folderRES 'VonMises\\' csvNameEvm{ii}],';');

    E1(:,:,ii)=importdata([folderRES 'E1\\' csvNameE1{ii}],';');
    E2(:,:,ii)=importdata([folderRES 'E2\\' csvNameE2{ii}],';');

end

figure;
imagesc(UX(:,:,80));
axis equal;
colorbar;
```

Figura 36 Matlab code 2

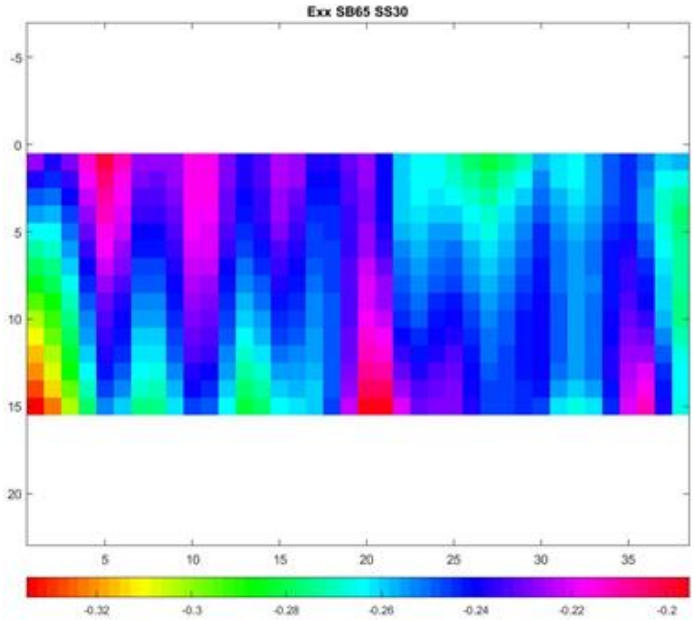


Figura 37 Esempio grafico ottenuto dal codice Matlab (test: SB 65 e SS 30) al frame 80

Come si può vedere dalla *Figura 37* il grafico derivante dall'algoritmo appena indicato risulta essere non tanto chiaro e presenta grandi quadretti con colori diversi, questo è dovuto al fatto che quello che stiamo osservando è un'immagine statica della prova; infatti, se osserviamo lo stesso frame nella mappa deformativa sviluppata da MatchID il diagramma risulta essere tutto traslato, mentre Matlab lo riporta uniforme. Questo passaggio comprime i file matriciali che vengono riportati in questo modo.

5.3 Plot per la creazione grafici sperimentali

Questo plot (*Figura 38*) che è stato creato, è servito per tirar fuori dai file matriciali i grafici di deformazione con le indicazioni di Massimi, Medi e Minimi di deformazione.

Questo codice funziona in parallelo con quello indicato nel paragrafo 5.2, infatti, tramite esso è possibile salvare un file di tipo ".mat" che è comprensivo di tutti i pacchetti matriciali della prova che ci interessa come mostrato in *Figura 39* (questo file includerà tutte le matrici generate da MatchID).

Quindi il plot prende questi file e li combina creando una media della deformazione, dopo di che da questa ne estrapolerà i valori di Massimi, Medi e Minimi.

```
close
clear all

load test_sb55_ss7.mat
mediap2=mean(Exx,[1 2]);
mediap2=squeeze(mediap2);
plot(mediap2)
maxp2=squeeze(max(Exx,[],[1 2]));
hold on
plot(maxp2)
minp2=squeeze(min(Exx,[],[1 2]));
plot(minp2)
```

Figura 38 Plot matlab per creazione grafici

```
    clear tempdata index

%     X0(:,:,ii)=importdata([folderRES 'Xref[mm]\\' csvNameX0(i
%     Y0(:,:,ii)=importdata([folderRES 'Yref[mm]\\' csvNameY0(i

    X(:,:,ii)=importdata([folderRES 'X[Pixels]\\' csvNameX(ii)]
    Y(:,:,ii)=importdata([folderRES 'Y[Pixels]\\' csvNameY(ii)]

    UX(:,:,ii)=importdata([folderRES 'u\\' csvNameUX(ii)],';');
    UY(:,:,ii)=importdata([folderRES 'v\\' csvNameUY(ii)],';');

    Exx(:,:,ii)=importdata([folderRES 'exx\\' csvNameExx(ii)],'
    Eyy(:,:,ii)=importdata([folderRES 'eyy\\' csvNameEyy(ii)],'
    Exy(:,:,ii)=importdata([folderRES 'exy\\' csvNameExy(ii)],'
    Evm(:,:,ii)=importdata([folderRES 'VonMises\\' csvNameEvm(i

    E1(:,:,ii)=importdata([folderRES 'E1\\' csvNameE1(ii)],';')
    E2(:,:,ii)=importdata([folderRES 'E2\\' csvNameE2(ii)],';')

end

figure;
imagesc(Exx(:,:,60));
axis equal;
colorbar;
```

```
>> importMatchID_matrixformat
>> importMatchID_matrixformat
>> importMatchID_matrixformat
>> save test_sb55_ss7.mat UX UY Exx Eyy Exy E1 E2
>> save test_sb55_ss7.mat UX UY Exx Eyy Exy E1 E2 Evm
>> doc mean
>> mediap=mean(Exx,[1 2]);
>> mediap=squeeze(mediap);
>> plot(mediap)
>> maxp=squeeze(max(Exx,[1 2]));
Array dimensions must match for binary array op.

>> doc max
>> maxp=squeeze(max(Exx,[],[1 2]));
>> hold on
>> plot(maxp)
>> minp=squeeze(min(Exx,[],[1 2]));
>> plot(minp)
>>
>> save test_sb55_ss20.mat UX UY Exx Eyy Exy E1 E2 Evm
>> mediap=mean(Exx,[1 2]);
>> mediap=squeeze(mediap);
>> plot(mediap)
>>  maxp=squeeze(max(Exx,[],[1 2]));
>> hold on
>> plot(maxp)
minp=squeeze(min(Exx,[],[1 2]));
plot(minp)
```

Figura 39 Salvataggio file ".mat"

Questo procedimento lo possiamo applicare a qualsiasi test effettuato facendo di volta in volta le stesse operazioni e possiamo impostarlo in modo da conoscere la deformazione nelle direzioni che vogliamo, ma la deformazione che principalmente ci interessa conoscere è quella lungo la direzione in cui la batteria viene compressa (εxx).

Quello che otterremo da tale codice è un grafico come quello mostrato nella *Figura 40*, dove in ascissa abbiamo i frame analizzati e in ordinata la deformazione subita.

Le tre linee colorate rappresentano la deformazione della prova in esame e, come riportato nella leggenda, indicano i Massimi, i Minimi e i Medi di deformazione durante tutto l'arco del test.

Una volta ottenuti questi grafici, attraverso il Property Inspector di Matlab è possibile modificare la risoluzione degl'assi, il tipo di scala da attribuire alle ascisse e alle ordinate e i colori; ed inoltre è possibile individuare un punto preciso di nostro interesse nel grafico.

Un'altra cosa che possiamo notare è che la prova restituisce valori negativi trattandosi appunto di una prova di compressione e non di trazione.

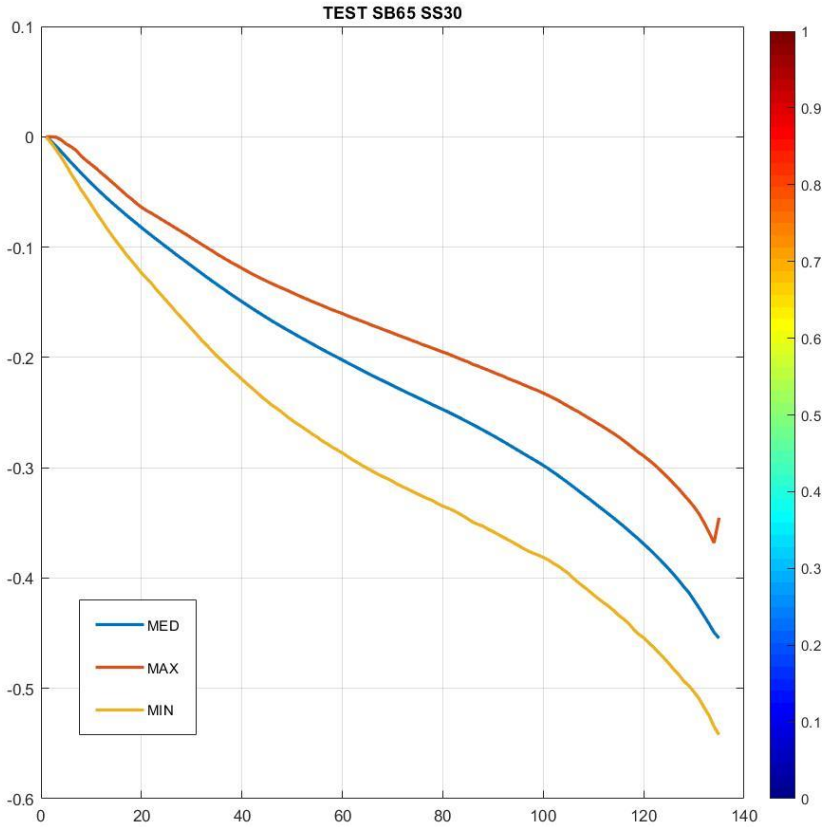


Figura 40 Grafico di deformazione del test con SB 65 e SS 30 ottenuto dal plot Matlab

6. Risultati ottenuti e confronti

Le prove prese come riferimento, come già indicato nel capitolo 4, sono quelle con il **SB 65 - SS 30** e **SB 55 - SS 7**, che per semplicità da adesso le indicheremo come **Test 1** e **Test 2** rispettivamente.

Nel capitolo 4 si è visto come modificando le dimensioni di subset size e step size e modificando la griglia, emergano fuori risultati differenti. Ora andremo a vedere effettivamente quanto sono differenti questi risultati applicando gli algoritmi visti nel capitolo 5.

6.1 Test 1 (SB 65 - SS 30)

Con il Test 1 ci siamo mantenuti molto larghi con le impostazioni riguardanti il SB e lo SS, in questo modo tenendo conto di tutte le opzioni di processo, dello scorrimento del materiale e delle dimensioni della griglia, siamo riusciti a correlare tutti e 136 i frame nel modo corretto.

Come suggerisce il manuale di "MatchID" per avere una correlazione corretta bisogna avere una dimensione del SB che corrisponda circa al doppio rispetto allo SS, in questo modo si è andati sul sicuro perché il risultato di questo set-up è attendibile e stabile.

Come già detto la deformazione sulla quale ci interessa lavorare è quella lungo la direzione di compressione (εxx); in realtà siccome il materiale durante la prova scorre verso l'alto sarebbe più corretto prendere la deformazione εxy, ma, facendo

un’analisi oggettiva della prova, quando il materiale inizia a scorrere lo spessore dei vari strati compressi non varia e quindi la deformazione εxx va più che bene per i nostri scopi.

Ora concentriamoci su un frame ben preciso, ad esempio prendiamo il frame 112 (*Figura 41*) della prova ed andiamo a vedere cosa accade in questo instante di tempo.

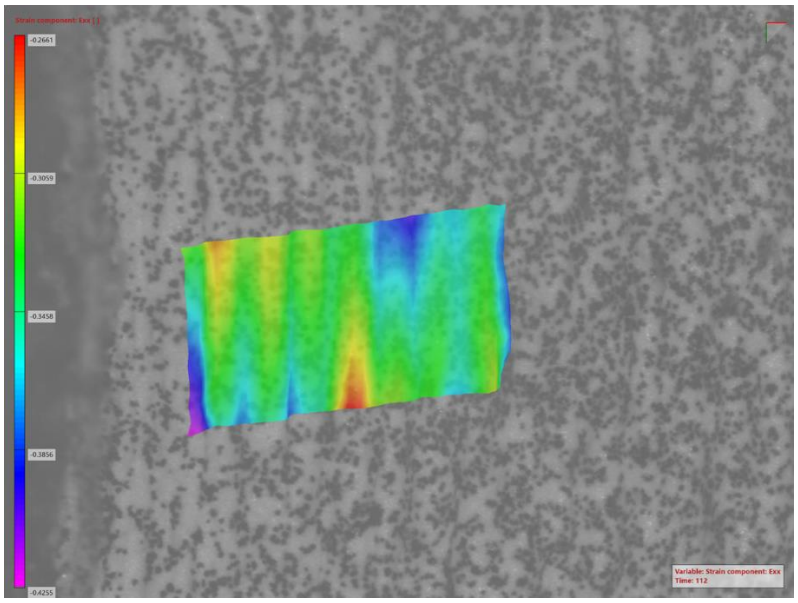


Figura 41 Frame 112 (immagine 3360) del Test 1

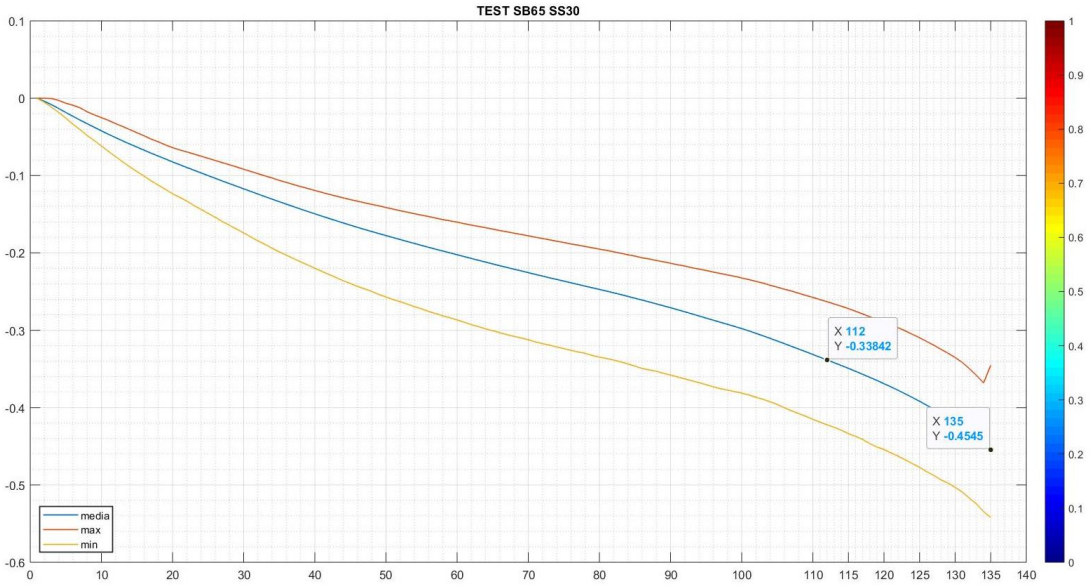
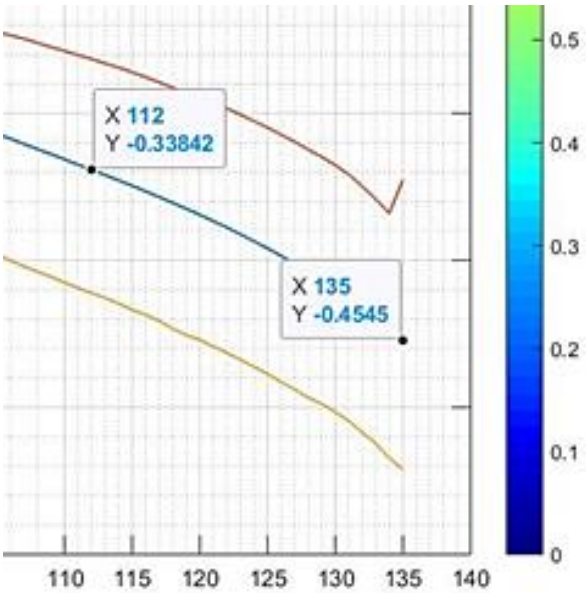


Figura 42 Grafico ottenuto dal plot Matlab per Test 1



Ingrandimento sezione di interesse *Figura 42*

Come possiamo vedere all'instante di tempo che corrisponde al frame 112 si ha una deformazione media del "AVG εxx = 33,84%" fino ad arrivare ad un massimo di

deformazione media del “AVG εxx = 45,45%”, quest’ultima potrebbe essere ancora più alta se considerassimo anche i 900 frame mancanti (anche se la differenza sarebbe minima).

6.2 Test 2 (SB 55 - SS 7)

Con il Test 2 quello che si è voluto mettere in evidenza è fino a che punto si poteva agire sulle grandezze di SB e SS in modo da ottenere risultati più precisi e attendibili.

Quello che ne è venuto fuori è molto interessante perché si nota un netto miglioramento della mappa di deformazione, a parità di frame, ma un andamento molto irregolare dei minimi nella parte finale del test (come si può notare in *Figura 44*).

Come nel Test 1 prendiamo come riferimento il frame 112 (*Figura 43*).

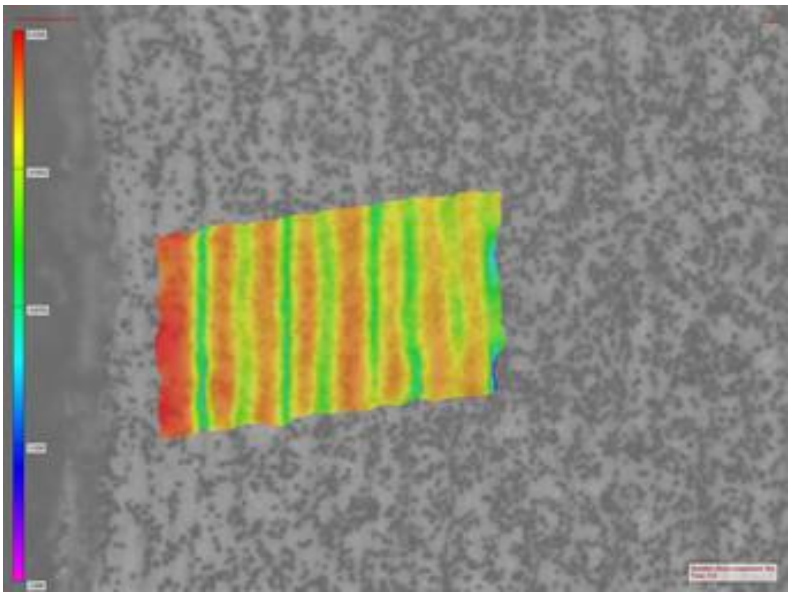


Figura 43 Frame 112 (immagine 3360) del Test 2

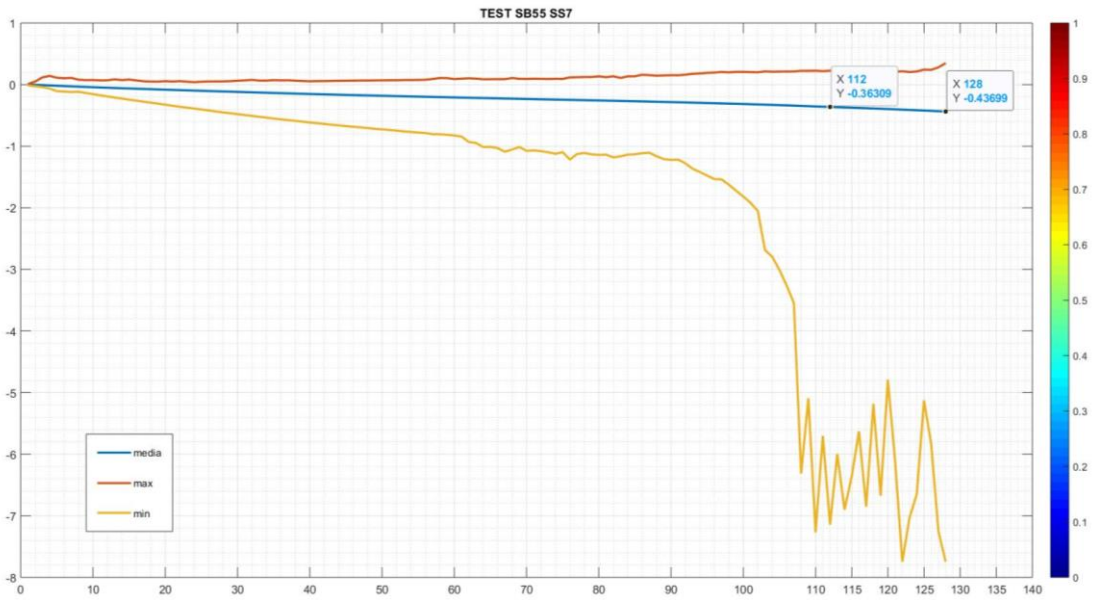
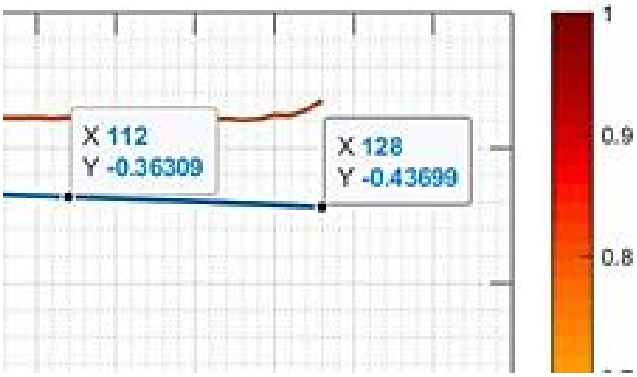


Figura 44 Grafico ottenuto dal plot Matlab per Test 2



Ingrandimento sezione di interesse *Figura 44*

Come si può osservare dalla *Figura 44* all'instante di tempo corrispondente al frame 112 questa volta abbiamo una deformazione media del "AVG εxx = 36,31 %" fino ad arrivare ad un massimo di tale deformazione del "AVG εxx = 43,7%".

Rispetto al caso precedente questa volta la deformazione media massima è minore perché durante l'analisi DIC quando si arriva verso la fine dell'analisi, il software non è riuscito a correlare gli ultimi 8 frame, interrompendo la prova al frame 128.

Ma quello che a noi interessa è la deformazione media ad un dato instante di tempo, per questo che gli ultimi frame sono stati persi non è così importante.

6.3 Confronto tra Test 1 e Test 2

Mettendo a paragone i due test scelti come riferimento possiamo notare come la corretta implementazione e ottimizzazione della tecnica DIC dia dei risultati migliori. Concentriamoci sul frame 112, questo è stato scelto per un motivo ben preciso,

infatti, se prendiamo le prove fatte in precedenza possiamo notare che queste sì interrompono proprio in questo instante di tempo; quindi per fare un paragone si è preso come riferimento questo instante.

Andando ad osservare la deformazione media all'instante 112 nei due test possiamo vedere come la precisione nel Test 2 sia migliorata del 2,47% rispetto al Test 1 (*Figura 45*).

Questo miglioramento è dovuto principalmente alla dimensione del SB e dello SS che sono nettamente diverse. Nel Test 2 si è optato per un subset size maggiore di circa otto volte rispetto allo step size; queste dimensioni hanno portato ad una maggiore accuratezza e precisione nella correlazione dell'immagine.

Sono stati condotti anche dei test con dimensioni ancora più piccole, rispetto a quelle del test 2, senza però ottenere risultati soddisfacenti, per questo motivo si è arrivati alla conclusione che queste dimensioni rappresentano il limite massimo di precisione al di sopra del quale non si riesce a salire.

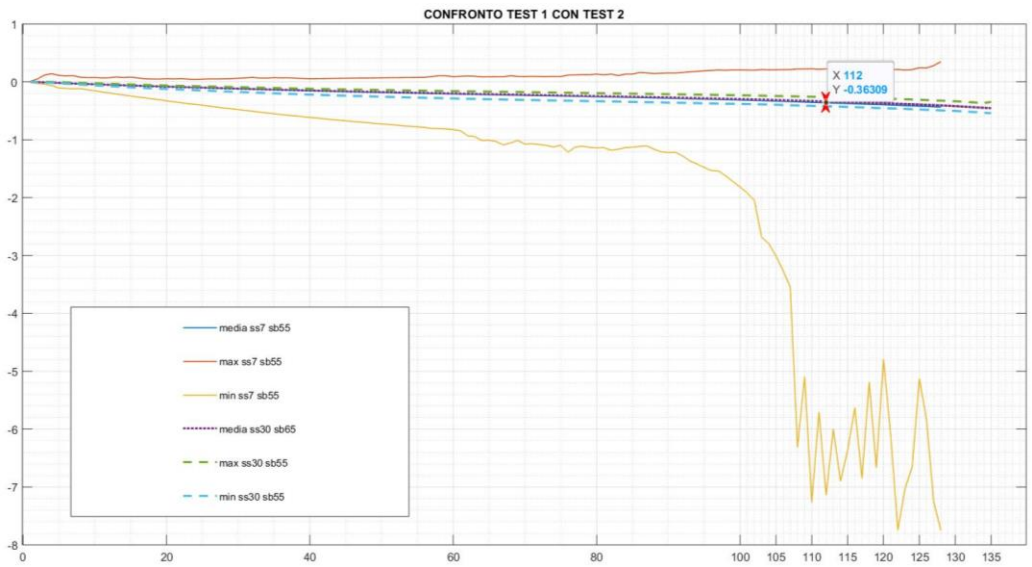
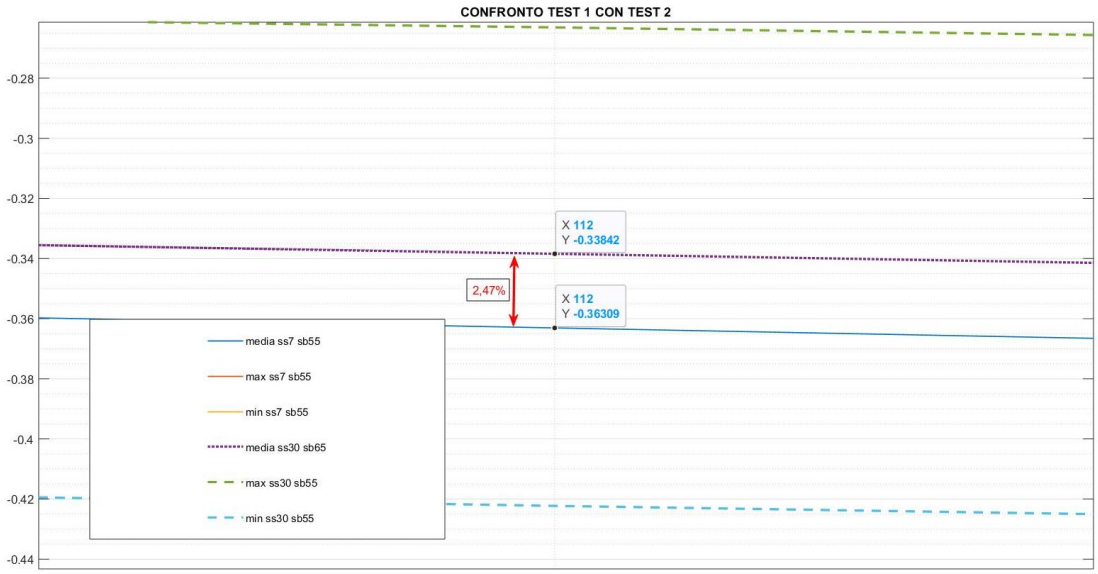


Figura 45 Grafico di confronto Test 1 con Test 2



Ingrandimento grafico Figura 45

Quindi il Test 2 è riuscito a percepire una maggiore deformazione rispetto alle altre prove fatte a parità di opzioni di processo, ed è per questo che lo prenderemo come modello di riferimento da confrontare con tutte le altre analisi. Inoltre su di esso faremo affidamento per calcolare lo spostamento del punzone della macchina MTS durante la prova in laboratorio.

6.4 Confronto Test 2 con le analisi precedentemente condotte

Sono state già condotte numerose analisi con la tecnica DIC in passato dalle quali sono stati ottenuti risultati abbastanza attendibili ma non del tutto affidabili.

Adesso andremo a fare un confronto con la migliore analisi precedentemente condotta e la migliore ottenuta nella nostra applicazione, andando a valutare i miglioramenti derivati dall'affinamento della tecnica.

6.4.1 Confronto con analisi DIC

Il miglior test condotto in precedenza su superficie speckle è stato quello con la griglia imposta a 64 x 64 con approccio globale; con questa prova erano riusciti a correlare fino al frame 3852, il che va più che bene. Ma quello che davvero ci interessa è la deformazione media, e nella fattispecie quella al frame 112 (che corrisponde all'immagine 3370). Nella *Figura 46* si può osservare, in alto a destra, che all'istante di tempo corrispondente al fotogramma 3370 la deformazione media lungo x è del "AVG εxx = 32,63%".

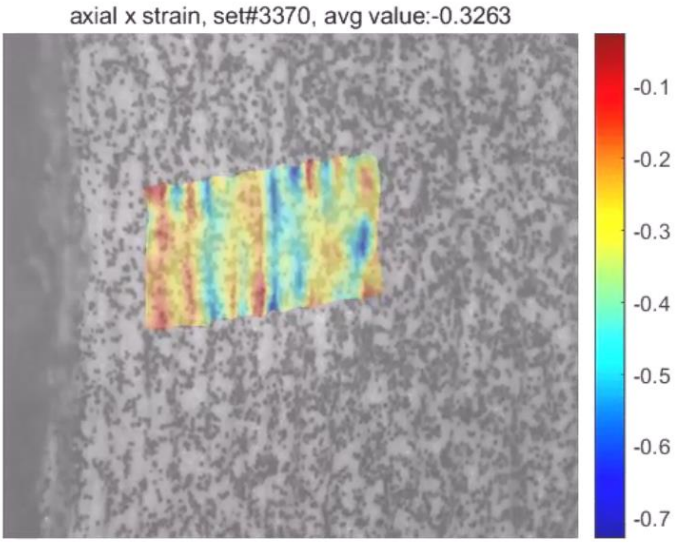


Figura 46 Test DIC speckle 64x64 condotto in precedenza. Fonte: prove DIC Univpm

Facendo un breve confronto con il Test 2 del paragrafo 6.2 è immediato vedere che tra i due test c'è una differenza del 3,68%.

Questo vuol dire che l'errore che prima commettevano era abbastanza evidente e questo lo si noterà meglio facendo il paragone con il diagramma Forza-Spostamento ottenuto dalla prova di compressione con la macchina MTS.

6.4.2 Confronto con diagramma MTS

Per quanto riguarda la prova con griglia 64x64 il calcolo della deformazione tramite tecnica DIC è arrivato fino ad uno spostamento del punzone di 2,04 mm e 2000 N di forza massima, come si può osservare in *Figura 47.*

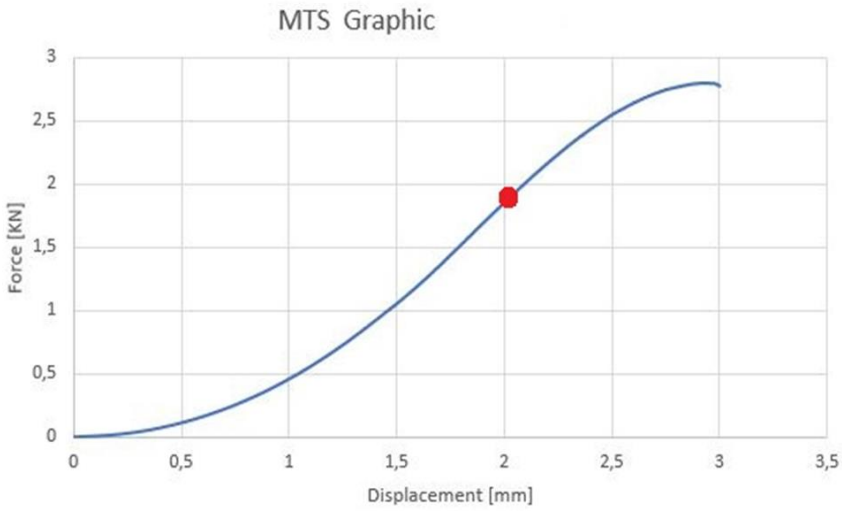


Figura 47 Grafico MTS per l'analisi 64x64

Dal Test 2, invece, viene fuori che in realtà il punzone compie uno spostamento di 2,12 mm con una forza di poco più superiore ai 2000 N, come mostrato in *Figura 48.*

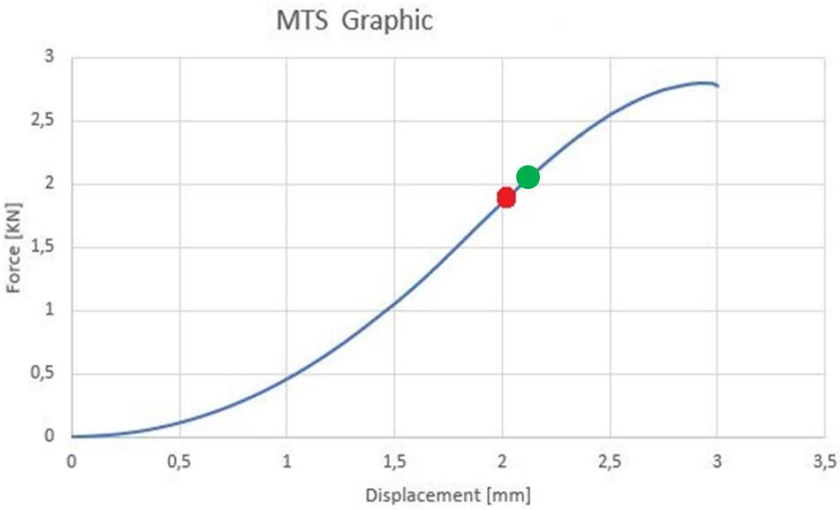


Figura 48 Grafico MTS per Test 2

Quindi come si può osservare con l'ottimizzazione si è riusciti a migliorare, seppur di poco, l'affidabilità della tecnica DIC.

La macchina MTS registra in totale uno spostamento del punzone di 3 mm con un picco di forza massima a 2750 N. Il fatto che la tecnica DIC si sia fermata a 2,12 mm è dipeso dalla perdita di fuoco della camera per via della fuoriuscita della grafite, questo spiga perché mancano quei 9 decimi di millimetro per arrivate a 3 mm.

Infatti uno dei limiti maggiori della tecnica DIC è dato dal fatto che essendo una prova grafica deve essere svolta in un ambiente molto pulito in cui non ci sono fattori che possono compromettere l'esecuzione della prova, inoltre i provini che vengono utilizzati non dovrebbero cacciare del materiale altrimenti la prova può essere compromessa.

Conclusioni

Lo scopo di questo lavoro era applicare una nuova tecnica per il calcolo della deformazione delle celle agli ioni di litio della batteria usando il DIC.

In precedenza sono stai già condotti diversi test per capire come misurare per ottenere i dati migliori, ma questi hanno prodotto risultati non tanto precisi e poco affidabili.

Il lavoro svolto per tutto l'arco delle prove è stato quello di ottimizzare il processo di analisi DIC cercando il giusto set-up di impostazioni.

Il test più veritiero sul quale sono state condotte le analisi è risultato quello indicato nel paragrafo 6.2 (sulla superficie Speckl che ci ha permesso di seguire la correlazione delle immagini in modo più semplice).

Per analizzare e ampliare la conoscenza della cinematica interna, sono stati scritti dei codici MATLAB che con i test di riferimento hanno dato risultati eccellenti.

Con il lavoro svolto su questi codici si è arrivati ad un buon livello di automatizzazione, anche se bisognerebbe ottimizzarli ulteriormente per non dover inserire i file manualmente nella prima fase.

Come si può notare nel capitolo 6 i risultati ottenuti hanno portato ottimi risultati rendendo la tecnica DIC per il nostro caso più forte e veritiera.

Ulteriori sviluppi si avranno quando verrà implementata in modo migliore l'analisi FEM che ci permetterà di capire con esattezza se tutti i test condotti con la DIC si possono ritenere attendibili.

Bibliografia

[1] “La Pila”, 22 5 2018. Fonte: it.wikipedia.org/wiki/Pila_(elettrotecnica)

[2] "BU-204: How do Lithium Batteries Work?," Battery University. [Online]. [Accessed 2019].

[3] Fonte: Boston Consulting Group (BCG) a dicembre 2018.

[4] Fonte: Purdue University. [Online]

[5] "Lithium Battery Failures," Electropaedia. [Online].

[6] espec.co, products, trustee, “nail test”, 2015. [Online].

[7] “Groupgets manufacturers flir”. [Online].

[8] matchid.eu, documentation, 2012. [Online]

[9] O. S. Sutton, Image correlation for Shape, Motion and Deformation Measurements, Springer, 2009.

[10] matchid.eu, documentation, opzioni matched, Subset Shape Function, 2012. [Online]

[11] matchid.eu, documentation, opzioni matched, Estimates, 2012. [online]

[12] matched.eu, documentation, sottoinsieme e dimensione del passo, 2012. [Online]

[13] The MathWorks, Inc, products, matlab. [Online].