



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran  
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۷۵۸-۴-۱

چاپ اول

۱۳۹۶

INSO  
19758-4-1  
1st Edition  
2017

Identical with  
IEC/TS  
62607-4-1:  
2015

فناوری نانو- نانوساخت- مشخصات  
کنترلی کلیدی-  
قسمت ۴-۱: نانومواد کاتدی برای  
ذخیره سازی نانوپدید انرژی الکتریکی-  
مشخصه یابی الکتروشیمیایی، روش  
پیل دو الکترودی

Nanomanufacturing –  
Nanomanufacturing – Key control  
characteristics –  
Part 4-1: Cathode nanomaterials for  
nano-enabled electrical energy storage  
– Electrochemical characterization, 2-  
electrode cell method

ICS:07.120 ;07.130

استاندارد ملی ایران شماره ۱۵-۴-۱۹۷۵۸ (چاپ اول): سال ۱۳۹۶

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران- ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج- ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۸۱۱۴-۳۲۸۰ (۰۲۶)

رایانامه: [standard@isiri.org.ir](mailto:standard@isiri.org.ir)

وبگاه: <http://www.isiri.org>

**Iranian National Standardization Organization (INSO)**

No.2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: [standard@isiri.org.ir](mailto:standard@isiri.org.ir)

Website: <http://www.isiri.org>

## به نام خدا

### آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)<sup>۱</sup>، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)<sup>۲</sup> و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)<sup>۳</sup> است و به عنوان تنها رابط<sup>۴</sup> کمیسیون کدکس غذایی (CAC)<sup>۵</sup> در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، واسنجی وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2- International Electrotechnical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4-Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

## کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«فناوری نانو- نانساخت- مشخصات کنترلی کلیدی- قسمت ۴-۱: نانومواد کاتدی برای ذخیره-

سازی نانوپدید انرژی الکتریکی- مشخصه یابی الکتروشیمیایی، روش پیل دوالکترودی»

### رئیس: سمت و/یا محل اشتغال:

عضو هیئت علمی دانشگاه علم و صنعت ایران

موسوی خوشدل، سید مرتضی

(دکترای شیمی فیزیک)

### دبیر:

عضو مستقل

دارابی، عادل

(کارشناسی ارشد فیزیک)

### اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

پژوهشیار شرکت توسعه دانشگاهی داتفام

اسکوئیان، قاسم

(دکترای شیمی)

کارشناس مسئول آزمایشگاه دانشگاه علوم پزشکی تهران

بایرامی اردی، زهرا

(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

عضو هیئت علمی دانشگاه علم و صنعت ایران

غفاری نژاد، علی

(دکترای شیمی تجزیه)

کارشناس کمیته استاندارد ستاد فناوری نانو

گل زردی، سمیرا

(کارشناسی ارشد نانومواد)

### ویراستار:

کارشناس استاندارد- نایب رئیس کمیته فنی متناظر فناوری نانو

سیفی، مهوش

(کارشناسی ارشد مدیریت دولتی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش‌گفتار
ح	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف، سرنام‌ها و کوتاه‌نوشت‌ها
۲	۳-۱ اصطلاحات و تعاریف
۳	۳-۲ سرنام‌ها و کوتاه‌نوشت‌ها
۳	۴ روش‌های آماده‌سازی نمونه
۳	۴-۱ کلیات
۴	۴-۲ واکنشگرها
۴	۴-۲-۱ ورق کاتدی
۴	۴-۲-۲ آند
۴	۴-۲-۳ حلال‌ها و جداکننده
۵	۴-۳ پیش‌عمل‌آوری نانوماده کاتدی
۵	۴-۴ آماده‌سازی پیل پیچی
۷	۴-۵ باز کردن پیل پیچی
۷	۵ اندازه‌گیری ویژگی‌های الکتروشیمیایی
۷	۵-۱ کلیات
۷	۵-۲ ولتاژ مدار باز OCV
۷	۵-۲-۱ محدودیت روش
۷	۵-۲-۲ روش کار تجربی و شرایط اندازه‌گیری
۷	۵-۳ طیف‌سنجی رهنبدی (امپدانس) الکتروشیمیایی (EIS) در پتانسیل ثابت
۷	۵-۳-۱ محدودیت روش
۸	۵-۳-۲ روش کار تجربی و شرایط اندازه‌گیری
۸	۵-۴ آزمایش پر و خالی شدن (جریان ثابت ولتاژ ثابت، CCCV)
۸	۵-۴-۱ محدودیت روش
۸	۵-۴-۲ روش کار تجربی و شرایط اندازه‌گیری
۹	۶ تحلیل داده / تفسیر نتایج
۹	۶-۱ پتانسیل مدار باز

صفحه	عنوان
۹	۲-۶ طیف‌سنجی رهنبدی (امپدانس) الکتروشیمیایی
۹	۳-۶ پر و خالی شدن جریان ثابت ولتاژ ثابت (CCCV)
۱۰	پیوست الف (آگاهی‌دهنده) مطالعه موردی
۱۰	شکل الف-۱ اجزای پیل
۱۳	شکل الف-۲ مراحل ساخت الف تا چ
۱۴	شکل الف-۳ نمودار ولتاژ (پتانسیل) مدار باز بر حسب زمان
۱۴	شکل الف-۴ نمودار رهنبدی (امپدانس) الکتروشیمیایی
۱۵	شکل الف-۵ چرخه پر و خالی شدن - جریان ثابت/ ولتاژ ثابت
۱۵	شکل الف-۶ ظرفیت به ازای چرخه
۶	جدول ۱ فشار و نیروی فنر

## پیش‌گفتار

استاندارد « فناوری نانو- نانساخت- مشخصات کنترلی کلیدی- قسمت ۴-۱: نانومواد کاتدی برای ذخیره‌سازی نانوپدید انرژی الکتریکی- مشخصه‌یابی الکتروشیمیایی، روش پیل دوالکترودی» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی به عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی ایران شماره ۵ تهیه و تدوین شده، در پنجاه و دومین اجلاس کمیته ملی استاندارد فناوری نانو مورخ ۱۳۹۶/۱۰/۰۵ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها ارائه شود، در هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط، مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد ملی بر مبنای پذیرش استاندارد بین‌المللی زیر به روش «معادل یکسان» تهیه و تدوین شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی می‌باشد و معادل یکسان استاندارد بین‌المللی/منطقه‌ای مزبور است:

منبع و مأخذی که برای تهیه و تدوین این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

IEC/TS 62607-4-1: 2015, Nanomanufacturing – Key control characteristics –Part 4-1: Cathode nanomaterials for nano-enabled electrical energy storage –Electrochemical characterisation, 2-electrode cell method

## مقدمه

استفاده از فناوری‌های انرژی تجدیدپذیر در آینده تا حد زیادی به توسعه سامانه‌های کارآمد ذخیره‌سازی انرژی وابسته است. برای ذخیره‌سازی انرژی الکتریکی از نیروگاه‌های ثابت، رهیافت‌های مرسوم وجود دارند که در حال حاضر با ایده‌های جدید مرتبط با «شبکه هوشمند» نوپدید تغذیه می‌شوند. الکتروجابه‌جایی<sup>۱</sup> در حمل و نقل فردی در آینده، فقط یک راه حل جذاب دارد: یک باتری که بتواند انرژی کافی برای رانندگی تماماً الکتریکی به طول چند صد کیلومتر را ذخیره کند. راه حل‌های کنونی موجود در بازار را فقط می‌توان راه حل‌های موقت به حساب آورد. از چشم‌انداز امروز، باتری‌های یون لیتیم و مفاهیم نوآورانه مشتق از آن‌ها نویدبخش‌ترین گزینه‌ها هستند. الکترودهای ساخته شده از چندسازه (کامپوزیت) های نانومقیاس نقشی کلیدی در آینده خواهند داشت. مواد متنوع بسیاری آزموده می‌شوند و در نتیجه آن، ماده‌های جدید توسعه پیدا کرده، به شیوه‌ای سامانمند بهینه می‌شوند.

مشخصه‌یابی ویژگی‌های الکتروشیمیایی نانومواد کاتدی به کار رفته در وسایل ذخیره‌سازی انرژی الکتریکی، برای توسعه و گسترش آن‌ها، بر اساس ویژگی‌ها و کارکردهای دلخواه و مورد نیاز، اهمیت دارد. این استاندارد یک روش‌شناسی استاندارد ارائه می‌کند که می‌توان از آن برای مشخصه‌یابی ویژگی‌های الکتروشیمیایی نانومواد کاتدی جدید قابل استفاده در وسایل ذخیره‌سازی انرژی الکتریکی استفاده کرد. با بهره‌گیری از این روش، مقایسه انواع مختلف نانومواد کاتدی و مقایسه نتایج گروه‌های مختلف تحقیقاتی ممکن می‌شود.

این استاندارد روش پیل دوالکترودی را برای مشخصه‌یابی مواد کاتدی نانوپدید وسایل ذخیره‌سازی انرژی الکتریکی معرفی می‌کند.

هدف از به‌کارگیری این روش استانداردسازی شده، مقایسه مشخصات نانومواد کاتدی در مرحله مطالعاتی است و نه ارزیابی الکتروود در محصولات نهایی.

این روش در مورد موادی کاربرد دارد که کارایی یا عملکردیاز خود نشان می‌دهند که فقط با فناوری نانو ممکن است و آگاهانه، برای ایجاد تغییرات قابل اندازه‌گیری و قابل‌ملاحظه در ظرفیت وسایل ذخیره‌سازی انرژی الکتریکی به مواد فعال افزوده شده‌اند.



در این زمینه T توجه به این نکته مهم است که میزان درصد ماده در وسیله مربوطه رابطه مستقیمی با قابلیت کاربرد این استاندارد ندارد؛ زیرا معمولا مقدار اندکی از نانوماده برای بهبود قابل توجه عملکرد کافی است.

نسبت نانومواد در الکترودها، پوشش‌های الکترودی، جداکننده‌ها و یا الکترولیت مشمول استفاده از این روش نمی‌شود.

# فناوری نانو- نانساخت - مشخصات کنترلی کلیدی - قسمت ۴-۱: نانومواد کاتدی برای ذخیره سازی نانوپدید انرژی الکتریکی - مشخصه یابی الکتروشیمیایی، روش پیل دوالکترودی

## ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، ارائه یک روش استاندارد شده برای تعیین ویژگی های الکتروشیمیایی نانومواد کاتدی، به عنوان مثال، در باتری های یون لیتیم با استفاده از لیتیم آهن فسفات است. این استاندارد برای موارد زیر کاربرد دارد:

الف- تصمیم گیری در مورد قابل استفاده بودن یا نبودن یک نانوماده کاتدی؛

ب- انتخاب نانوماده کاتدی مناسب برای کاربرد مورد نظر.

این استاندارد شامل موارد زیر است:

- تعریف عبارتهای به کار رفته در این استاندارد؛

- توصیه هایی برای آماده سازی نمونه؛

- طرح کلی روش کارهای تجربی مورد استفاده در اندازه گیری ویژگی های نانومواد کاتدی؛

- روش های تفسیر نتایج و بحث روی تحلیل داده؛

- مطالعات موردی.

## ۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آنها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آنها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه های بعدی برای این استاندارد الزام آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران - ایزو ۱-۸۰۰۰۴، فناوری نانو- واژه نامه - اصطلاحات اصلی

### ۳ اصطلاحات و تعاریف، سرنام‌ها و کوتاه‌نوشت‌ها

#### ۱-۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، علاوه بر اصطلاحات و تعاریف ارائه شده در استاندارد ملی ایران - ایزو ۱-۸۰۰۰۴، اصطلاحات و تعاریف زیر نیز به کار می‌رود:

#### ۱-۱-۳

#### نانوماده کاتدی

##### **cathode nanomaterial**

ماده‌ای است که در وسایل نانوپدید ذخیره‌سازی انرژی الکتریکی به عنوان کاتد به کار می‌رود و حاوی حداقل کسری از نانوماده بوده و کارآیی یا عملکردی از خود نشان می‌دهد که فقط با اعمال فناوری نانو ممکن می‌شود.

**یادآوری-** کاتد یک ورق چند لایه متشکل از (۱) یک جمع‌کننده جریان آلومینیومی، (۲) یک لایه کربنی افزاینده چسبندگی (برای افزایش چسبندگی لایه کاتدی در صورت نیاز) و (۳) لایه کاتدی است. این لایه کاتدی از فاز فعال (به‌عنوان مثال اکسیدهای مختلط یا فسفات حاوی لیتیم، به‌عنوان LFP)، یک فاز رسانا (کربن سیاه<sup>۱</sup>) و یک چسباننده<sup>۲</sup> آلی (PVDF) تشکیل شده است.

#### ۲-۱-۳

#### پیل پیچی

##### **screw cell**

پیلی که شرایط هندسی چیدمان دو الکترودی را میسر می‌سازد.

**یادآوری-** این مشخصه‌یابی الکتروشیمیایی نانوماده کاتدی، در پیل‌های پیچی انجام می‌شود. مجموعه اجزای پیل شامل چند فنر، فاصله‌گذارهای فلزی، مجموعه الکترودیبه همراه آند، جداکننده آغشته به الکترولیت و کاتد است. به این منظور، طرح‌های متنوعی برای پیل امکان‌پذیر است. مطالعه موردی پیوست الف، پیلی را نشان می‌دهد که بر پایه یک نوع چیدمان نیم‌اینچی<sup>۳</sup> PFA طراحی شده است.

#### ۳-۱-۳

#### ولتاژ پیل

##### **cell voltage**

$U_{cell}$

- 
- 1-Black carbon
  - 2-Binder
  - 3-Perfluoroalkoxy

اختلاف پتانسیل الکتروشیمیایی کاتد و آند است.

۴-۱-۳

افت اهمی پیل

cell ohmic loss

$R_{el}$

افت‌های اهمی ناشی از مقاومت الکترولیت و اتصالات<sup>۱</sup> است.

یادآوری-  $R_{el}$  مجموع مقاومت‌های اهمی (به‌عنوان مثال مقاومت اتصالات، الکترولیت) درون پیل است.

۵-۱-۳

چرخه پر و خالی شدن

charge-discharge cycle

فرآیندی شامل پر و خالی شدن پیل مورد آزمون است.

یادآوری- پیل تازه سرهم‌شده به‌طور کامل خالی است. به‌هنگام پر شدن، آند لیتیومی تحت بایاس منفی بالاتر از پتانسیل جریان صفر قرار می‌گیرد؛ کاتیون‌های لیتیوم کاهیده می‌شوند و لیتیوم فلزی روی سطح آند لیتیومی می‌نشیند. به‌هنگام خالی شدن گالوانی از طریق یک مدار خارجی، لیتیوم فلزی در آند اکسید می‌شود. آند پتانسیل منفی و کاتد پتانسیل مثبت نشان می‌دهد. در این حالت لیتیوم فلزی به یون لیتیوم اکسید شده، در الکترولیت حل می‌شود. یون‌های لیتیوم درون شبکه بلور ماده کاتدی جای می‌گیرند. فرآیند پر و خالی شدن با در نظر گرفتن برخی محدودیت‌ها، برگشت‌پذیر است.

۲-۳ سرنام‌ها و کوتاه‌نوشت‌ها

LFP	lithium iron phosphate, $\text{LiFePO}_4$	لیتیم آهن فسفات
PVDF	polyvinylidene fluoride	پلی‌وینیلیدن فلوراید
EC	ethylene carbonate	اتیلن کربنات
DEC	diethyl carbonate	دی‌اتیل کربنات
PE	polyethylene	پلی‌اتیلن
OCV	open circuit voltage	ولتاژ مدار باز

## ۴ روش‌های آماده‌سازی نمونه

### ۱-۴ کلیات

برای مشخصه‌یابی الکتروشیمیایی کاتد، از پیل‌های نانوماده‌ای پیچی استفاده می‌شود. وجوه اصلی آماده‌سازی این پیل‌های اندازه‌گیری شامل موارد زیر هستند:

الف- پیش‌عمل‌آوری الکترودها؛

ب- انتخاب نوع و حجم مناسب الکترولیت؛

پ- اعمال یک فشار مشخص و مناسب بر روی مجموعه الکترودی.

### ۲-۴ واکنشگرها

#### ۱-۲-۴ ورق کاتدی

به‌منظور جلوگیری از تماس با رطوبت هوا، ماده کاتدی بلافاصله پس از آماده‌سازی یا دریافت، درون اتاقک دستکش<sup>۱</sup> پر شده با گاز آرگون قرار می‌گیرد.

#### ۲-۲-۴ آند

لیتیم فلزی به‌عنوان ماده آندی به‌کار می‌رود. توصیه می‌شود ورق لیتیم (به ضخامت (d) ۰٫۲۵ میلی‌متر) بلافاصله پس از تحویل در یک اتاقک دستکش پر شده از گاز آرگون، باز شده و مورد استفاده قرار گیرد.

#### ۳-۲-۴ حلال‌ها و جداکننده

توصیه می‌شود آزمون ماده در الکترولیتی با ترکیب قابل‌مقایسه انجام شود. در حال حاضر در باتری‌های تجاری معمولاً از الکترولیت‌های حاوی  $\text{LiPF}_6$  استفاده می‌شود. برای انجام تحقیقات، الکترولیت تجاری از نوع LP40 (یک مولار  $\text{LiPF}_6$  در نسبت یک به یک اتیلن کربنات به دی‌اتیل کربنات) با خلوص مشخص و محتوای آب کمتر از  $5 \mu\text{g/g}$  یا معادل آن توصیه می‌شود. می‌توان از الکترولیت جایگزین دیگری هم استفاده کرد؛ هرچند در این مورد ترشوندگی جداکننده و ماده الکتروود با الکترولیت جایگزین باید در آزمون‌های جداگانه‌ای ثابت شود. یک محصول مناسب که یک منسوج نفاخته PE است، به‌عنوان ماده جداکننده انتخاب شده است. از مواد دیگری نیز می‌توان به‌عنوان جداکننده استفاده کرد؛ هرچند در این موارد، ترشوندگی جداکننده در الکترولیت باید در آزمون‌های جداگانه‌ای ثابت شود. اگر نمونه جداکننده در مدت زمانی مشخص، مثلاً در مدت دو تا سه ثانیه به طور کامل با الکترولیت تر شود، می‌توان گفت که جداکننده، ویژگی ترشوندگی خوبی دارد.

1-Glove box

### ۳-۴ پیش عمل آوری نانوماده کاتدی

ورق کاتدی در آن خلاء خشک می شود تا محتوای آب آن در ماده فعال به کمتر از  $100 \mu\text{g/g}$  برسد. مثالی از شرایط خشک کردن به صورت  $T = 120^\circ\text{C}$ ،  $p = 1 \text{ mbar} - 5 \text{ mbar}$ ،  $t = 12 \text{ h}$  است.

پیشنهاد می شود محتوای آب کاتد با استفاده از روش خشک کردن تا جرم ثابت کنترل شود. با انجام تیتر کارل- فیشر برای پنج نمونه اول باید ثابت شود که در فرآیند خشک کردن، محتوای آب به میزان کمتر از  $100 \mu\text{g/g}$  می رسد. پس از آن، خشک کردن تا جرم ثابت را می توان به عنوان استاندارد به کار برد.

الکترودهای مورد استفاده در پیلاز ورق پوشش داده شده با لایه کاتدی، پانچ می شوند یا با لیزر برش داده می شوند.

به روش زیر می توان ظرفیت نظری،  $Q$  را بر اساس جرم الکترودها تخمین زد:

$$m_{\text{Activ}} = X \times (m_{\text{Electrode}} - m_{\text{Substrate}})$$

$$n_{\text{Li}} = m_{\text{Activ}} / M_{\text{Activ}} \quad [\text{mmol}]$$

$$Q = n_{\text{Li}} \times F \times Z / 3600 \quad [\text{mAh}] \quad (z = 1, F = 96485 \text{ C/mol})$$

$$q_M = Q / m_{\text{Electrode}} \quad [\text{mAh/g}]$$

$$q_A = Q / m_{\text{Activ}} \quad [\text{mAh/g}]$$

$$q_F = Q / A \quad [\text{mAh/cm}^2]$$

برای محاسبات بالا، داده های زیر باید ارائه شوند:

الف- جرم الکترودها (جرم ورق پوشش دار)،  $m_{\text{Electrode}}$

ب- جرم بستر (جرم ورق بدون پوشش)،  $m_{\text{Substrate}}$

پ- استوکیومتری/جرم مولی ماده فعال،  $M$  (به وسیله آنالیز شیمیایی، به عنوان نمونه آنالیز طیفسنجی جرمی پلاسمای جفت شده القایی ( $\text{ICP-MS}^1$ ) بدست می آید)؛

ت- کسر جرمی ماده فعال در الکترودها،  $X$ ؛

ث- مساحت الکترودها،  $A$ .

### ۴-۴ آماده سازی پیل پیچی

اجزای پیل را در حمام فراصوتی با آب و اتانول شسته، پس از آن در خشک کن کابینی خشک کنید. اجزای پیل را برای مدت دست کم سی دقیقه در دمای  $70^\circ\text{C}$  تا  $80^\circ\text{C}$  در خشک کن قرار دهید. در طول چنین عملیات گرمایی، آبی که احیاناً جذب سطح آن ها شده است، خارج می شود.

1-Inductively coupled plasma mass spectrometry

اجزای گرم شده پیل را همان طور که در شکل الف-۱ نشان داده شده است، کنار هم قرار دهید؛ و پس از انتقال به اتاقک دستکش تحت جو آرگون به صورت مجموعه الکتروشیمیایی بر روی هم سوار کنید. کار بر روی تمامی مواد این بخش باید تحت جو آرگون در یک اتاقک دستکش انجام شود. بیشینه محتوای  $O_2$  و  $H_2O$  در اتاقک دستکش به ترتیب برابر با  $50 \mu g/g$  و  $10 \mu g/g$  است.

کاتد را درون پیل قرار داده و به الکترولیت LP40 آغشته کنید (پنج قطره به ازای مساحت  $1,27 \text{ cm}^2$  پیل و ضخامت  $50 \mu m$  کاتد).

جداکننده را به ضخامت  $190 \mu m$  پانچ کنید و دو لایه از آن را روی کاتد قرار دهید. میزان مشخصی از الکترولیت LP40 ( $300 \text{ mg}$ ) یا پنج قطره با استفاده از میکروپپیت به ازای هر لایه جداکننده را روی جداکننده بریزید.

آند لیتیومی را پانچ کنید و برای کم کردن مقاومت تماسی، به طور مکانیکی روی یک فاصله‌گذار از جنس تیتانیوم یا فولاد زنگ‌نزن پرس کنید. سپس روی جداکننده قرار داده دهید. در صورت استفاده از فاصله‌گذار از جنس فولاد زنگ‌نزن، پس از باز کردن پیل باید ثابت شود که عملکرد فاصله‌گذار بدون خوردگی بوده است. در صورت مشاهده خوردگی، فاصله‌گذارهای فولاد زنگ‌نزن باید با فاصله‌گذارهای تیتانیومی جایگزین شوند.

در آخر، بدنه پیل را به فنری از جنس فولاد زنگ‌نزن ( $k = 2,87 \text{ N/mm}$ ) و تعداد مناسبی فاصله‌گذار از جنس فولاد زنگ‌نزن مجهز کنید (به جدول ۱ مراجعه شود). سپس پیل را تحت فشار، پیچ کنید.

جدول ۱- فشار و نیروی فنر

فنر + سه فاصله‌گذار	فنر + دو فاصله‌گذار	فنر + یک فاصله‌گذار	فنر	
۲۷,۹۵	۲۳,۵۹	۱۹,۲۳	۱۴,۸۷	نیروی فنر ، N
۲۲۰	۱۸۶	۱۵۱	۱۱۷	فشار ، $\text{kNm}^{-2}$

با استفاده از یک چندسنج<sup>۱</sup> و تعیین ولتاژ پیل، یک آزمون سریع کارکرد انجام می‌شود:

درست  $\rightarrow$  مقدار ویژه برای مواد به کاررفته  $U = (3 \pm 0,5) \text{ V}$

اشتباه  $\rightarrow$   $U < 1,6 \text{ V}$

در صورتی که ولتاژ مدار باز پیل‌هایی با همین نوع کاتد بین ۱٫۶ V تا ۲٫۵ V باشد، می‌توان آن‌ها را برای پنج تا ده بار پر و خالی کرد. اگر ظرفیت تخلیه الکتروود کمتر از ۸۰٪ ظرفیت نظری Q (کوچک‌تر از مقدار  $0.8 \times Q$ ، به زیربند ۳-۴ مراجعه شود) باشد یا افت شدید ظرفیت (بیشتر از ۵۰٪ پس از ده چرخه یا بیشتر از ۱۰٪ به‌ازای هر چرخه پس از سومین چرخه) مشاهده شود، باید از نتایج صرف‌نظر کرد و نمونه بهتری آماده کرد.

#### ۵-۴ باز کردن پیل پیچی

برای جلوگیری از هرگونه تماس با مواد سمی حاصل از تجزیه مانند هیدروفلوریک اسید، باید اجزای پیل تحت جو آرگون از هم باز شوند.

اجزای استفاده شده پیل باید با رعایت استانداردهای ایمنی و بهداشت صنعتی، نگهداری و سپس دفع شوند.

### ۵ اندازه‌گیری ویژگی‌های الکتروشیمیایی

#### ۱-۵ کلیات

اتصالات برای اندازه‌گیری مشخصه‌های پر و خالی شدن بدین قرار است: الکتروود کار (WE) پتانسیل پا<sup>۱</sup>/گالوانی پا<sup>۲</sup> به کاتد وصل می‌شود و آند همزمان به هر دو الکتروود شمارنده و مرجع متصل می‌شود. در مدتی که کاتد پیل پر می‌شود، پتانسیل پیش‌فرض<sup>۳</sup> مثبت (قطب) به کاتد و پتانسیل پیش‌فرض منفی (قطب) به آند اعمال می‌شود.

#### ۲-۵ ولتاژ مدار باز (OCV)

#### ۱-۲-۵ محدودیت روش

در یک پیل دو الکتروودی الکتروشیمیایی، OCV، پتانسیل اندازه‌گیری شده در حالت بدون جریان است؛ و می‌توان آن را معادل پتانسیل پیل باز در نظر گرفت.

---

1-Potentiostat  
2-Galvanostat  
3-Bias



### ۵-۲-۲ روش کار تجربی و شرایط اندازه‌گیری

پیل با اتصال موزی<sup>۱</sup> به یک پتانسیل‌پا وصل می‌شود. ولتاژ مدار باز پس از گذشت بیش از پنج دقیقه و پس از به پایداری رسیدن مقدار آن، اندازه‌گیری می‌شود. این مقدار برای مواد کاتدی رایج در گستره  $V (0.5 \pm 3)$  قرار دارد (به زیربند ۴-۳ مراجعه شود).

### ۵-۳ طیف‌سنجی رهنبدی (امپدانس) الکتروشیمیایی (EIS<sup>۲</sup>) در پتانسیل ثابت

#### ۵-۳-۱ محدودیت روش

طیف‌سنجی رهنبدی (امپدانس) الکتروشیمیایی، روش اندازه‌گیری رهنبدی (امپدانس) مختلط پیل با استفاده از ولتاژ نوسانی متناوب برای مشخص کردن سهم افت‌های قطبشی در الکترودها، افت اهمی ناشی از مقاومت الکتروولیت و افت اهمی اتصالات است.

### ۵-۳-۲ روش کار تجربی و شرایط اندازه‌گیری

پیل با اتصالات موزی به پتانسیل‌پایی مجهز به تجزیه‌گر پاسخ فرکانس وصل می‌شود. اندازه‌گیری EIS تحت شرایط زیر انجام می‌گیرد:

$$DC = OCV$$

$$AC = 10 \text{ mV}$$

$$f = 100 \text{ kHz} - 0,01 \text{ Hz}$$

افت اهمی پیل،  $R_{el}$  متناظر با بخش حقیقی رهنبدی (امپدانس) در بالاترین فرکانس یعنی  $R_{real}(100 \text{ kHz})$  است. اگر  $R_{real}(100 \text{ kHz})$  کمتر از  $20 \Omega$  باشد، پیل برای انجام آزمایش‌های پر و خالی شدن مناسب است. درغیراین صورت باید پیل جدیدی ساخته شود.

### ۵-۴ آزمایش پر و خالی شدن (جریان ثابت ولتاژ ثابت، CCCV)

#### ۵-۴-۱ محدودیت روش

روش جریان ثابت ولتاژ ثابت روشی برای پر و خالی شدن باتری است که در آن ابتدا کنترل جریان ثابت پیل (CC) انجام می‌گیرد و در آخر کنترل پتانسیل ثابت پیل (CV) برای پر و خالی کردن به کار می‌رود.

---

1-Banana jack

2- Electrochemical impedance spectroscopy

### ۲-۴-۵ روش کار تجربی و شرایط اندازه‌گیری

پیل همان‌گونه که در بند ۵ توضیح داده شده است، به یک پتانسیل‌پا متصل می‌شود. مقادیر حدی جریان و پتانسیل فرآیند CCCV به ماده کاتدی بستگی خواهد داشت. مقادیر مناسب برای کاتدهای LFP به شرح زیرند:

الف- جریان پر شدن،  $I_{\text{charge}} = 0,1 C$  ( $0,1 C = Q/10$ ) (ظرفیت تخلیه الکتروود : C)؛

ب- حد بالای ولتاژ،  $U_{\text{upper limit}} = 3,8 V$ ؛

پ- زمان اعمال پتانسیل ثابت،  $t_{\text{potstat}} = 3\ 600\ s$  (1 h)؛

ت- حد جریان،  $I_{\text{limit}} = 0,01 C$  (٪ ۱۰ جریان پر شدن،  $I_{\text{charge}}$ )؛

ث- جریان تخلیه،  $I_{\text{discharge}} = -0,1 C$ ؛

ج- حد پتانسیل،  $U_{\text{limit}} = 2,5 V$ ؛

چ- ۱۰ چرخه.

### ۶ تحلیل داده / تفسیر نتایج

#### ۱-۶ پتانسیل مدار باز

الف- محاسبات: ندارد

ب- نمودار: ولتاژ بر حسب زمان (به شکل الف- ۴ مراجعه شود)

پ- مقدار هدف: ولتاژ پیل = پتانسیل پایدار مدار باز

#### ۲-۶ طیف‌سنجی رهبنندی (امپدانس) الکتروشیمیایی

الف- محاسبات:  $Z \times A = Z_{\text{norm}} [\Omega \text{cm}^2]$  ،  $Z_{\text{real}}^1$  ،  $Z_{\text{imag}}^2$  نرمال‌شده

ب- نمودار: نمودار نایکوئیست  $Z_{\text{imag}}^{-3}$  بر حسب  $Z_{\text{real}}$  (به شکل الف- ۵ مراجعه شود)

پ- مقدار هدف:  $R_{\text{el}} = Z_{\text{real}}(100\ \text{kHz})$  (در  $R_{\text{el}} = Z_{\text{real}}$  مقاومت داخلی (به شکل الف- ۶ مراجعه شود))

۱- رهبنندی (امپدانس) حقیقی

۲- رهبنندی (امپدانس) موهومی

۳-۶ پر و خالی شدن جریان ثابت ولتاژ ثابت (CCCV)

الف- محاسبات:  $i = I / A$  [mA/cm<sup>2</sup>]  $I$  نرمال شده

مجموع زمان‌های اندازه‌گیری:  $t_{ges} = t_{step1} + t_{step2} + \dots + t_{stepN}$  [S]

$q_F = \int i dt$ : ظرفیت  $q_F$

$q_A = q_F \times A / m_{Activ}$  [mAh/g]: ظرفیت جرمی  $q_A$

ب- نمودار: نمودار CCCV:  $U$  بر حسب  $t$  و  $i$  بر حسب  $t$  (به بند الف- ۲ مراجعه شود)

تغییرات ظرفیت:  $q_A$  یا  $q_F$  بر حسب تعداد چرخه

پ- مقدار هدف: ظرفیت‌های تخلیه  $q_F$  و  $q_A$

افت اهمی  $\Delta U$

افت اهمی به صورت تغییر ولتاژ ( $\Delta U$ ) هنگام تغییر از حالت پر شدن ( $I \neq 0$  mA) به حالت تخلیه (مقدار OCV در  $I = 0$  mA) حین فرآیند CCCV تعریف می‌شود.

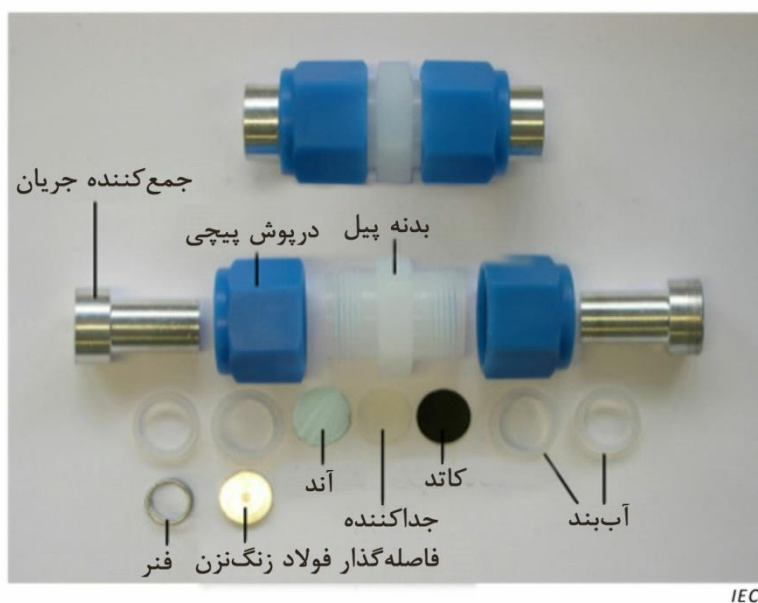
## پیوست الف

(آگاهی دهنده)

مطالعه موردی

### الف-۱ آماده سازی نمونه

اجزای پیل در شکل الف-۱ نشان داده شده اند.



شکل الف-۱ اجزای پیل

اجزای مورد نیاز به قرار زیرند:

- یک عدد بدنه پیل (قطر داخلی ۱,۲۷ سانتی متر، قطر خارجی ۲,۵۳ سانتی متر)؛
- دو عدد جمع کننده جریان از جنس آلومینیوم؛
- دو عدد درپوش پیچی؛
- دو عدد آب بند<sup>۱</sup> پایین؛
- دو عدد آب بند بالا؛
- دو عدد فصله گذار از جنس فولاد زنگ نزن؛

- یک عدد کاتد؛

- دو عدد جداکننده؛

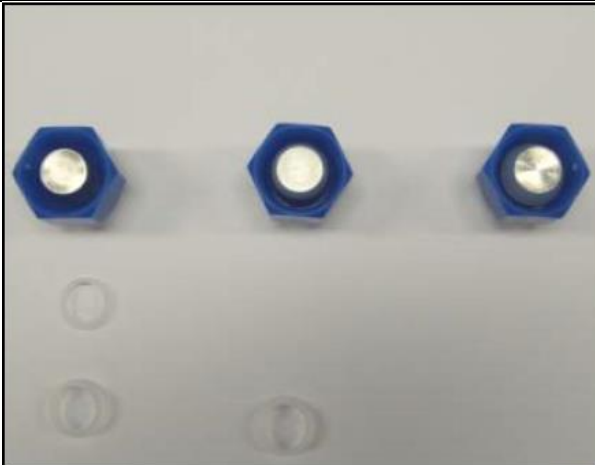
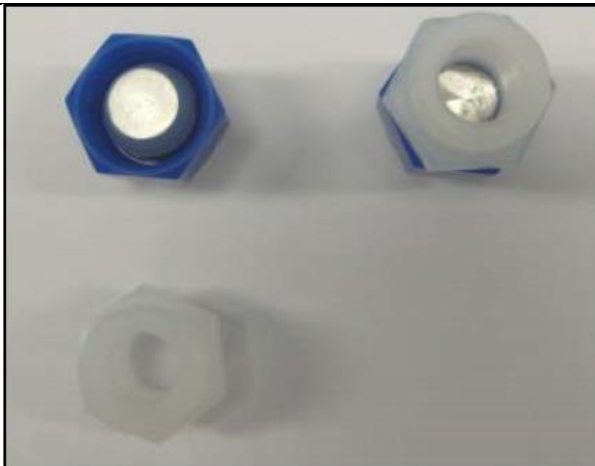
- یک عدد آند؛

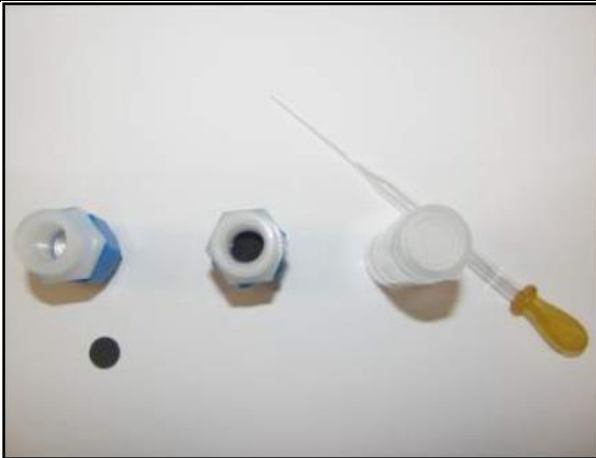


- یک عدد فنر؛

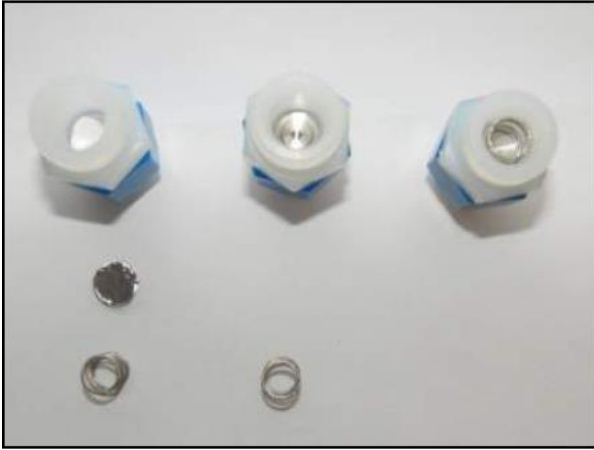

- الکترولیت.

اجزای گرم شده پیل برای سوار کردن مجموعه الکتروشیمیایی تحت جو آرگون درون یک اتاقک دستکش قرار می گیرند.

مراحل ساخت در شکل الف-۲ نشان داده شده اند.

توضیحات	شکل	مرحله
<p>درپوش پیچی روی جمع کننده جریان قرار داده می شود. پس از آن ابتدا آب بند پایین و سپس آب بند بالا روی جمع کننده جریان گذاشته می شوند.</p>	 <p style="text-align: right; font-size: small;">IEC</p>	<p>الف</p>
<p>بدنه پیل روی درپوش پیچی، پیچ می شود.</p>	 <p style="text-align: right; font-size: small;">IEC</p>	<p>ب</p>

توضیحات	شکل	مرحله
<p>کاتد به مساحت ۱/۲۷ سانتی متر مربع پانچ شده و روی جمع کننده جریان قرار می گیرد. کاتد با ضخامت ۵۰ میکرومتر به میزان مشخصی از الکترولیت LP40 (۳۰۰ میلی گرم یا ۵ قطره با استفاده از میکروپیپت) آغشته می شود.</p>	 <p style="text-align: right;">IEC</p>	پ
<p>دو جداکننده به ضخامت ۱۹۰ میکرومتر روی کاتد قرار می گیرند و به ۱۰ قطره الکترولیت آغشته می شوند.</p>	 <p style="text-align: right;">IEC</p>	ت
<p>ورق لیتیم فلزی به عنوان آند، پانچ می شود و برای کم شدن مقاومت تماسی روی یک فاصله-گذار از جنس فولاد زنگ نزن پرس می شود.</p>	 <p style="text-align: right;">IEC</p>	ث

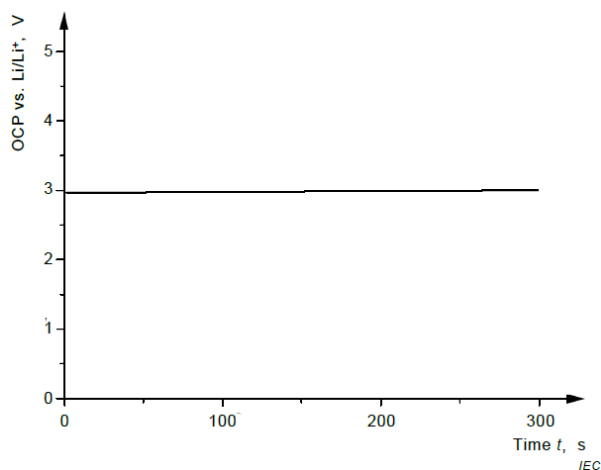
توضیحات	شکل	مرحله
<p>آند لیتیومی درون بدنه پیل، روی جداکننده قرار می‌گیرد. سپس فنر وارد بدنه می‌شود.</p>	 <p style="text-align: right;">IEC</p>	ج
<p>فاصله‌گذار فولادی دوم روی فنر قرار می‌گیرد و درپوش پیچی روی بدنه پیل پیچ می‌شود.</p>	 <p style="text-align: right;">IEC</p>	چ

شکل الف-۲ مراحل ساخت الف تا چ

### الف-۲ نتایج الکتروود LFP

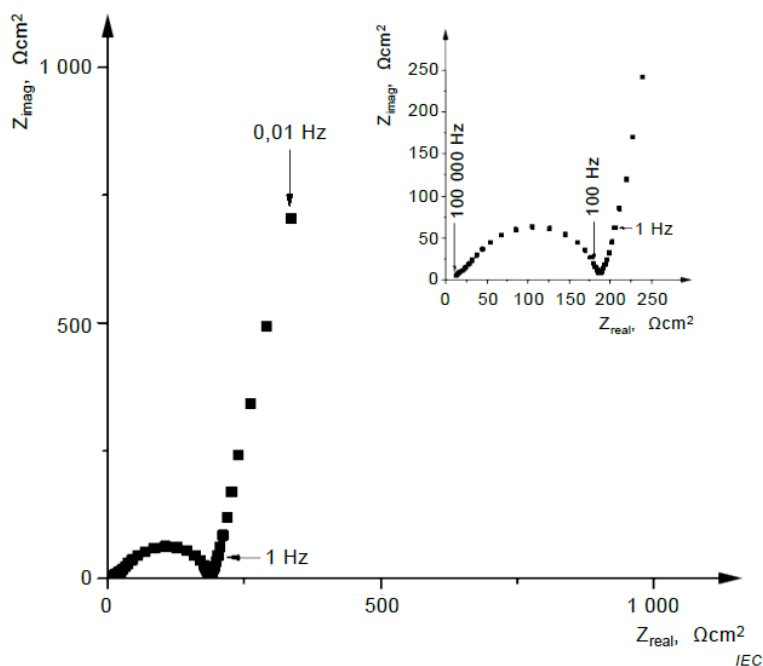
نتایج مربوط به الکتروود LFP در شکل‌های الف-۳ تا الف-۶ نشان داده شده‌اند.

شکل الف-۳ نتایج ولتاژ (پتانسیل) مدار باز (OCV/P) را نشان می‌دهد.



شکل الف-۳ نمودار ولتاژ (پتانسیل) مدار باز بر حسب زمان

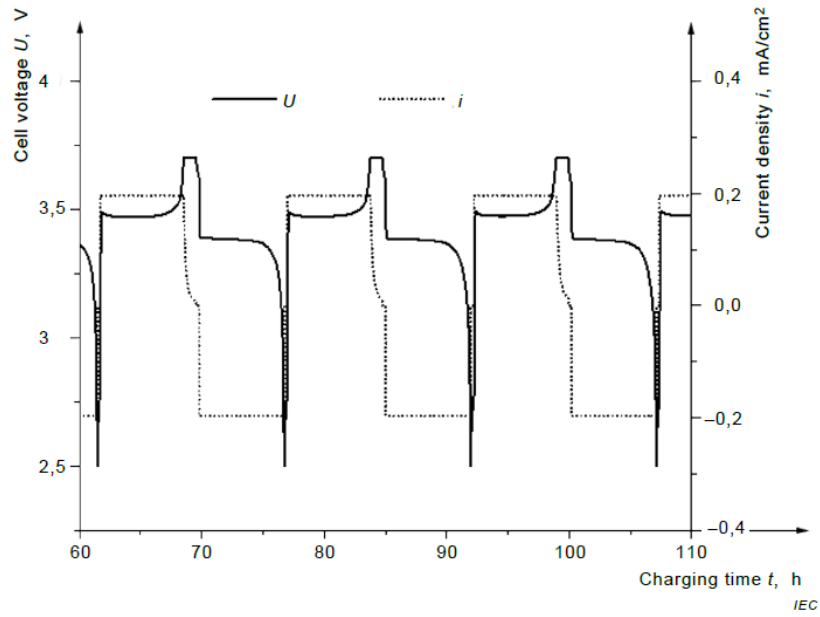
شکل الف-۴ نتایج طیف‌سنجی رهبندهی (امپدانس) الکتروشیمیایی (EIS) را نشان می‌دهد.



شکل الف-۴ نمودار رهبندهی (امپدانس) الکتروشیمیایی

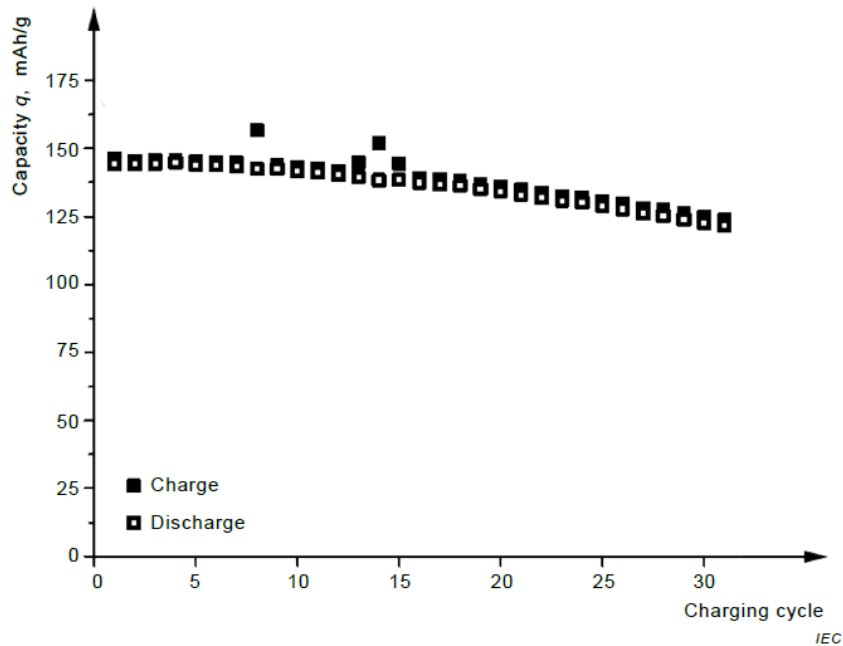
شکل الف-۵ نتایج پر و خالی شدن جریان ثابت ولتاژ ثابت (CCCV) را نشان می‌دهد.





شکل الف-۵ چرخه پر و خالی شدن-جریان ثابت / ولتاژ ثابت

شکل الف-۶ ظرفیت به ازای هر چرخه را نمایش می‌دهد. در شکل نتایج پر و خالی شدن جریان ثابت ولتاژ ثابت (CCCV) در  $C_{0.1}$  نشان داده شده است.



شکل الف-۶ ظرفیت به ازای چرخه