



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران
Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی
ایران
۱۹۷۵۸-۴-۳

چاپ اول
۱۳۹۶

INSO
19785-4-3

1st.Edition
2018

Identical with
IEC/TS
62607-4-3:
2015

فناوری نانو- نانوساخت - مشخصات کنترلی
کلیدی -

قسمت ۳-۴: ذخیره سازی انرژی الکتریکی
نانوپدید- اندازه گیری های مقاومت تماسی و
پوششی برای نانومواد



دارای محتوای رنگی

**Nanomanufacturing – Key control
characteristics-**

**Part 4-3: Nano-enabled electrical energy
storage- Contact and coating resistivity
measurements for nanomaterials**

ICS: 07.030; 07.120

سازمان ملی استاندارد ایران

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- (۰۲۶)۳۲۸۰۶۰۳۱

دورنگار: (۰۲۶)۳۲۸۰۸۱۱۴

رایانامه: standard@isiri.org.ir

وبگاه: <http://www.isiri.org>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No. ۲۵۹۲ 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

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

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بندیک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین ومقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنهامجع رسمی کشوراست که وظیفه تعیین، تدوین و نشراستانداردهای ملی (رسمی) ایران رابه عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزههای مختلف در کمیسیونهای فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود 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، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیردولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های مربوط ارسال می شود 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 می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایرانچاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی 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 می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان قسمتیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سامانه های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آنها اعطا و بر عملکرد آنها پایش میکند. ترویج افزاره بین المللی 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

«نانوساخت - مشخصات کنترلی کلیدی - قسمت ۴-۳: ذخیره‌سازی انرژی الکتریکی نانوپدید - اندازه‌گیری‌های مقاومت تماسی و پوششی برای نانوموادها»

رئیس:

نجدی، اردشیر

(کارشناسی ارشد مهندسی مکانیک)

دبیر:

نقوی جورشری، فسانه

(کارشناسی ارشد مهندسی برق - الکترونیک)

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اسکوئیان - قاسم

(دکتری شیمی)

حاج میرزا حیدرعلی، محمدرضا

(دکتری مهندسی برق - الکترونیک)

حسین‌زاده، سجاد

(کارشناسی ارشد مهندسی برق - الکترونیک)

رجبی، علی

(کارشناسی ارشد مهندسی صنایع - مدیریت سیستم و بهره‌وری)

رجبی، حامد

(دکتری مهندسی مکانیک)

صدیق ضیابری، سید علی

(دکتری مهندسی برق - الکترونیک)

رضوی، سید فرخ

(کارشناسی ارشد مهندسی برق - الکترونیک)

سمت و / یا محل اشتغال:

مدیریت TQM - شرکت صنعتی پارس خزر

کارشناس مسئول - اداره کل استاندارد استان گیلان

پژوهش‌یار - شرکت توسعه دانشگاهی داتفام

پژوهش‌گر حوزه نانوالکترونیک

کارشناس تجزیه و تحلیل - دیسپاچینگ توزیع برق شرق گیلان

کارشناس استاندارد و مدرس - دانشگاه غیرانتفاعی احرار

عضو مستقل

عضو هیأت علمی - دانشگاه آزاد اسلامی

کارشناس توسعه سخت افزار - شرکت ارتباطات بارقه پردیس

ویراستار:

سیفی، مهوش
(کارشناسی ارشد مدیریت دولتی)

کارشناس استاندارد- نایب رئیس کمیته فنی متناظر فناوری نانو

فهرست مندرجات

| صفحه | عنوان |
|------|---|
| ب | آشنایی با سازمان ملی استاندارد |
| ج | کمیسیون فنی تدوین استاندارد |
| ز | پیش‌گفتار |
| ح | مقدمه |
| ۱ | ۱ هدف و دامنه کاربرد |
| ۱ | ۲ مراجع الزامی |
| ۲ | ۳ تعاریف، اصطلاحات، سرنام‌ها و کوتاه‌نوشت‌ها |
| ۲ | ۱-۳ اصطلاحات و تعاریف |
| ۳ | ۲-۳ سرنام‌ها و کوتاه‌نوشت‌ها |
| ۴ | ۴ روش‌های آماده‌سازی نمونه |
| ۴ | ۱-۴ کلیات |
| ۴ | ۲-۴ واکنش‌دهنده‌ها |
| ۵ | ۳-۴ آماده‌سازی الکتروود نمونه‌های آزمایشی نانو مواد |
| ۶ | ۵ اندازه‌گیری خواص الکتریکی |
| ۶ | ۱-۵ کلیات |
| ۶ | ۲-۵ مقاومت پوششی |
| ۷ | ۳-۵ مقاومت تماسی |
| ۸ | ۶ تجزیه و تحلیل داده‌ها/ تفسیر نتایج |
| ۸ | ۱-۶ مقاومت ویژه پوششی |
| ۹ | ۲-۶ مقاومت تماسی |
| ۱۰ | پیوست الف (اطلاعاتی) |
| ۱۶ | کتاب‌نامه |

پیش‌گفتار

استاندارد «نانوساخت- مشخصات کنترلی کلیدی- قسمت ۴-۳: ذخیره‌سازی انرژی الکتریکی نانوپدید - اندازه‌گیری‌های مقاومت تماسی و پوششی برای نانوموادها» 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 شماره ۵ تهیه و تدوین شده، در پنجاه و پنجمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فناوری نانو مورخ ۱۳۹۶/۱۲/۸ 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 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 مزبور است:

IEC/TS 62607-4-3: 2015, Nanomanufacturing – Key control characteristics- Part 4-3:
Nano-enabled electrical energy storage- Contact and coating resistivity measurements for
nanomaterials

مقدمه

استفاده از فناوری‌های انرژی تجدیدپذیر در آینده شامل جابه‌جایی الکترونیکی فردی به‌طور قابل توجهی به گسترش کارآمد برای ذخیره انرژی دارد. از دیدگاه امروزی، باتری‌های لیتیم-یون، ابرخازن‌ها و مفاهیم مشتق شده از آن‌ها به‌عنوان امیدوارکننده‌ترین کاندیدهای نوآوری و خلاقیت در نظر گرفته شده‌است.

چگالی انرژی بالا برای منبع مورد نظر و طول عمر طولانی (ویژگی‌های شارژ) دو معیار مهم برای مواد الکترونیکی می‌باشند. زیرا بسیاری از مواد فعال الکتروشیمیایی مانند اکسیدهای فلزی هدایت ناکافی و ذاتاً پایین تری را برای انتقال الکترون نشان می‌دهند، مواد کامپوزیتی حاوی نانومواد کربن برای بهینه‌سازی جریان جاری در الکترودهای باتری مورد استفاده قرار می‌گیرند. واکنش‌های الکتروشیمیایی و چگالی انرژی منتج از سلول‌های باتری توسط حرکت الکترون‌ها در کامپوزیت جاری می‌شود. علاوه بر این، مقاومت الکتریکی تماسی بین ماده الکترونیکی و جمع‌کننده فلز برای تحقق یک مقاومت اهمی داخلی باتری یا وسیله ذخیره‌کننده از اهمیت بسیاری برخوردار است.

این بخش از مجموعه استانداردهای ملی ۱۹۷۵۸ روش‌های آزمون برای اندازه‌گیری مقاومت پوششی و تماسی مواد الکترونیکی نانوپدید و دستورالعمل‌های مواد و فناوری‌های ساخت برای سنجیدن بهترین ترکیبات چندان‌ساز برای پوشش‌های حاوی کربن مانند الکترودهای نانوپدید را فراهم می‌سازد. استفاده از این استاندارد مقایسه نتایج حاصل از گروه‌های تحقیقاتی مختلف را ممکن می‌سازد.

این روش استاندارد برای مقایسه مقاومت تماسی و پوششی مواد کامپوزیتی با محتوای نانوماده کربن در مرحله مطالعه می‌باشد، نه برای سنجش الکترونیکی در محصولات نهایی.

این روش برای نمایش عملکرد مواد نانوپدید یا فقط عملکرد با فناوری نانو، عمده‌اً اضافه‌شده به مواد کامپوزیتی برای قابلیت اندازه‌گیری و بهبود قابل توجه در جریان جاری در الکترودهای دستگاه‌های ذخیره انرژی الکتریکی مناسب است.

در این زمینه مهم است توجه شود که درصد نانومواد دستگاه مورد نظر رابطه مستقیمی با کاربرد این بخش از سری استاندارد ۱۹۷۵۸ ندارد، زیرا اغلب مقادیر ناچیزی از نانوماده برای بهبود عملکرد به‌طور قابل توجهی کافی می‌باشد.

ذره‌ای از نانومواد در الکترودها، پوشش‌های الکترونیکی، جداسازها یا الکترولیت ارتباطی به کاربرد این روش ندارد.

نانوساخت - مشخصات کنترلی کلیدی - قسمت ۴-۳: ذخیره‌سازی انرژی الکتریکی نانو پدید - اندازه‌گیری‌های مقاومت تماسی و پوششی برای نانو مواده‌ها

۱ هدف و دامنه کاربرد

این قسمت از مجموعه استانداردهای ملی ۱۹۷۵۸، یک روش آزمون استاندارد شده برای اندازه‌گیری مقاومت تماسی و پوششی مواد الکترو نانو پدید را ارائه می‌دهد. این روش مشتری را قادر می‌سازد تا:

- الف - تصمیم بگیرد که آیا یک ماده پوشش مرکب قابل استفاده است یا نه، و
 - ب - بهترین ترکیب از ماده مرکب پوششی با فناوری‌های ساخت متناسب با کاربردها را انتخاب کند.
- این استاندارد شامل موارد زیر است:

- تعاریف واژگان استفاده شده در این قسمت از استاندارد سری ۱۹۷۵۸؛
- توصیه‌هایی برای آماده‌سازی نمونه؛
- نمای کلی روش‌های تجربی استفاده شده برای اندازه‌گیری و محاسبه مقاومت تماس و پوشش؛
- روش‌های تفسیر نتایج و بررسی تحلیل داده‌ها، و
- یک مطالعه 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 می‌شوند. در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است.

استفاده از مرجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران - ایزو شماره ۱-۸۰۰۰۴ : سال ۱۳۹۵: فناوری نانو - واژه نامه - اصطلاحات اصلی

۳ اصطلاحات، تعاریف و کوتاه‌نوشت‌ها

۱-۳ اصطلاحات و تعاریف

برای اهداف این استاندارد، علاوه بر اصطلاحات و تعاریف تعیین‌شده در استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۸۰۰۰۴-۱، موارد زیر نیز به کار می‌رود.

۱-۱-۳

نانوماده الکترودی

electrode nanomaterial

ماده‌ای است در تجهیزات ذخیره‌سازی انرژی نانو پدید مانند باتری‌های لیتیم- یون یا ابرخازن‌ها که حاوی حداقل کسری از نانوماده بوده و کارایی یا عملکردی از خود نشان می‌دهد که فقط با اعمال فناوری نانو ممکن می‌شود.

یادآوری ۱- الکترودهای مورد استفاده در باتری‌های لیتیم- یون یا ابر خازن‌ها شامل پودرهای مواد خام مخلوط شده (به‌عنوان مثال پودرهای مواد فعال الکتروشیمیایی و نانومواد بر پایه کربن) در یک حلال و مواد چسبنده است که یک دوغاب ریخته‌گری^۱ را تشکیل می‌دهند. این دوغاب‌ها با استفاده از فرآیند دکتر بلید روی فویل نازک فلزی پوشش داده شده، خشک و متعاقباً تحت نورد، فشرده شده و به الکترودهای نهایی تبدیل می‌شوند. الکترودهای طرحی چند لایه را نشان می‌دهد که از (۱) یک جمع‌کننده جریان آلومینیومی یا مسی و (۲) یک لایه مواد الکترودی تشکیل شده‌است. این لایه مواد شامل فاز فعال (کاتد- لیتیم حاوی مخلوط اکسیدها یا فسفات، مثل LCO، NCA، NCM، و LPF؛ آند مثل گرافیت و ابرخازن با کربن فعال)، یک فاز هدایت (مانند نانومواد کربنی مثل CB^۲، نانو لوله‌ها یا الیاف کربن و یک چسباننده آلی (به‌عنوان مثال PVDF یا SBR) می‌باشد.

۲-۱-۳

مقاومت پوششی

coating resistivity

مقاومت در برابر عبور یک جریان الکتریکی از طریق لایه مواد الکترودی است.

یادآوری ۱- این به‌عنوان مقاومت الکتریکی بیان شده است.

یادآوری ۲- مقاومت الکتریکی لایه مواد الکترودی بستگی به عوامل متعددی مانند مواد خام، مرحله آماده‌سازی دوغاب و فناوری ساخت الکترودهای نهایی بستگی دارد. تفاوت در مقدار نانومواد کربن، تکنولوژی ساخت و چگالی یا تخلخل لایه می‌تواند به‌طور قابل ملاحظه‌ای بر میزان مقاومت آن تأثیر بگذارد. بررسی مقاومت به‌وسیله آماده‌سازی یک پوشش نازک از مواد الکترودی بر روی یک بستر نارسا امکان‌پذیر است. در مطالعه موردی پیوست، یک نمونه طراحی شده بر پایه بسترهای سرامیک 5 cm^2 نشان داده شده‌است.

1- Casting slurry

2- Carbon black

مقاومت تماسی

contact resistivity

مقاومت اتصال الکتریکی بین جمع‌کننده جریان فلزی و لایه مواد الکترودی برای یک سطح تماس 1 cm^2 است

یادآوری ۱- در طول عمر یک باتری، مقاومت تماس، تنزل پایداری (مثلاً با افزایش مقاومت داخلی ناشی از لایه‌لایه شدن)، کاهش ظرفیت در طول چرخه یا گرم شدن و افزایش دمای داخلی سلول را تحت تأثیر قرار می‌دهد. مقاومت تماس به ساختار میکروسکوپی (ریزساختارهای) خط اتصال بین فلز جمع‌کننده و لایه مواد الکتروود، بستگی دارد. مواد و مراحل ساخت الکتروود مانند انتخاب و پیش آماده‌سازی فلز جمع‌کننده یا فرآیند نورد، تأثیر مهمی در مقاومت تماسی دارد. برای بررسی مقاومت تماسی، آماده‌سازی یک پوشش نازک از مواد الکتروود بر روی بستر نارسا امکان‌پذیر است. در روش مذکور از «روش خط انتقال» مورد استفاده برای مشخص کردن مقاومت تماسی سطح مشترک فلز- نیمه رسانا مربوط به زمینه سلول خورشیدی استفاده شده‌است. در خصوص مطالعه موردی پیوست، یک نمونه طراحی شده بر اساس بر پایه بسترهای سرامیک 5 cm^2 نشان داده شده‌است. اندازه‌گیری مقاومت پوشش با استفاده از یک پروب ۴ نقطه‌ای انجام شده است.

نورد

calendaring

فرآیندی است که در آن فویل الکتروود از نوردهایی با فشار بالا عبور داده می‌شود

یادآوری ۱- نورد، یک مرحله مهم در طی فرآیند ساخت الکتروود است، زیرا با این روش ساختار میکروسکوپی نهایی الکتروود و ضخامت آن شکل می‌گیرد. روش‌هایی مانند نورد یا لایه لایه سازی^۱ برای رسیدن لایه مواد الکتروود به درجه مطلوب از ضخامت و تخلخل استفاده شده‌است.

۲-۳ کوتاه‌نوشت‌ها

| | | |
|-----|---|--------------------------------------|
| LCO | LiCoO_2 | لیتیم کبالت اکسید |
| NCA | $\text{Li}(\text{Ni}, \text{Co}, \text{Al})\text{O}_2$ | لیتیم (آلومینیوم، کبالت، نیکل) اکسید |
| NCM | $\text{LiNi}_{1/3}\text{Co}_{1/3}\text{Mn}_{1/3}\text{O}_{1/3}$ | لیتیم (نیکل، کبالت، منگنز) اکسید |
| LFP | LiFePO_4 | لیتیم آهن فسفات |

| | | |
|------|------------------------------------|---------------------------|
| CB | carbon black | کربن سیاه |
| PVDF | polyvinylidene difluorite | پلی وینیلیدن فلوراید |
| SBR | styrene-butadiene rubber | لاستیک استایرن- بوتادیان |
| EDLC | electrical double- layer capacitor | خازن لایه دوگانه الکتریکی |
| TLM | transmission line method | روش خط انتقال |

یادآوری- نورد، یک مرحله مهم در طی فرآیند ساخت الکتروود است، زیرا با این روش ساختار میکروسکوپی نهایی الکتروود و ضخامت آن شکل می‌گیرد. روش‌هایی مانند نورد یا لایه لایه سازی^۱ برای متراکم سازی مواد الکتروودی استفاده می‌شود تا درجه دلخواهی از ضخامت و تخلخل به دست آید.

۴ روش‌های آماده‌سازی نمونه

۱-۴ کلیات

آماده سازی نمونه‌های الکتروودهای نانومواد شامل مراحل زیر است:

الف- مخلوط کردن دوغاب ریخته‌گری؛

ب- مونتاژ نوارهای فلز جمع‌کننده بر روی بسترهای حامل نارسانا؛

پ- ریخته‌گری دوغاب بر روی بستر حامل؛ و

ت- خشک کردن و متراکم کردن نمونه‌ها.

۲-۴ واکنش‌گرها

۱-۲-۴ دوغاب ریخته‌گری

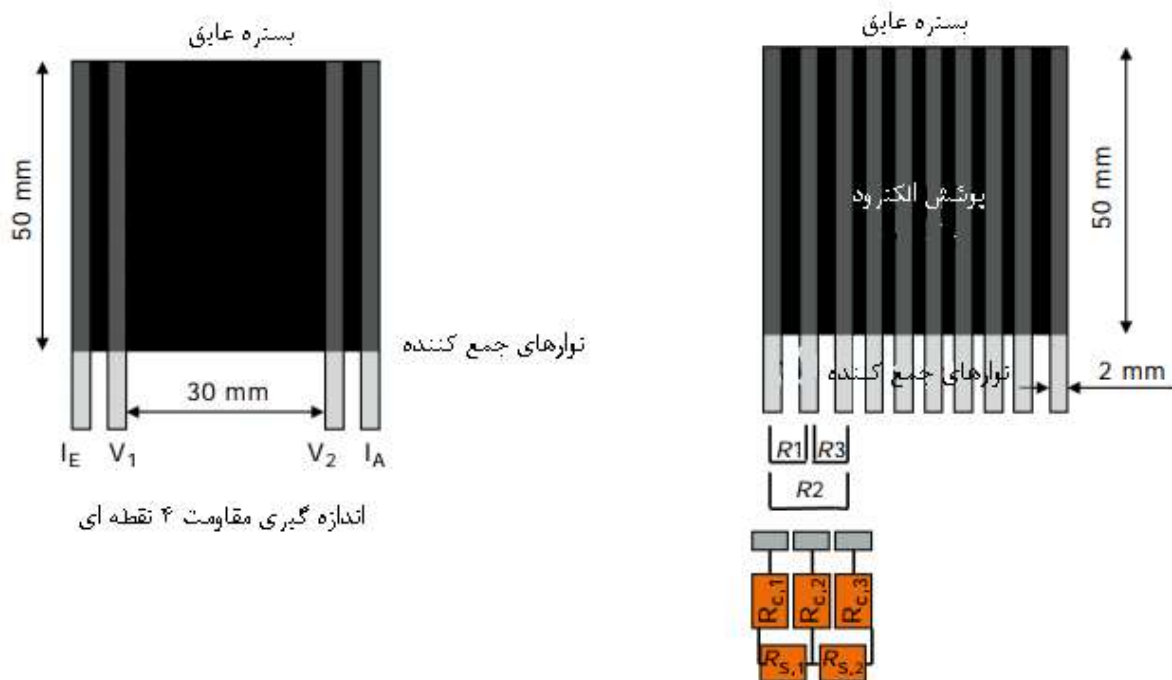
دوغاب ریخته‌گری الکتروود در مراحل به‌وسیله توزیع و مخلوط کردن پودرهای مختلف با حلال و مواد چسباننده تهیه می‌شود. انتخاب دستورالعمل مواد و روش آماده‌سازی دوغاب، بستگی به کاربرد دارد و می‌تواند به‌صورت مشابه با فرآیندهای صنعتی انجام شود. گرانیروی دوغاب فیلم‌کشی باید در محدوده $0.5 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ تا $6 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ (در نرخ برشی کم $1/20 \text{ s}$) باشد. به این ترتیب، دوغاب می‌تواند با روش دکتر بلید ریخته‌گری شود.

۲-۲-۴ بسترهای نارسانا

یک بستر نارسانا به عنوان حامل پوشش الکتروود به کار می‌رود. بستر باید نارسانا باشد، دقت بالا در یکنواختی ضخامت و مسطح بودن، زبری کم و رطوبت پذیری مناسب با دوغاب ریخته‌گری را نشان می‌دهد. بسترهای فیلم ضخیم بر پایه سرامیک مانند آلومینا با ضخامت (650 ± 5) mm، صافی کمتر از ۱۰ mm بر نمونه (سطح زیر لایه 50×50 mm) و زبری $Ra < 1 \mu m$ توصیه می‌شود.

۳-۲-۴ نوارهای فلز جمع‌کننده و طرح نمونه

نوارهای فلزی از ورق جمع‌کننده جریان اصلی با ابعاد عرض ۲ mm و طول ۷۰ mm برش داده می‌شود. برای اندازه‌گیری مقاومت پوششی، چهار نوار با چسبی بر پایه سیانواکریلات با شکل هندسی چهار میله (فاصله داخلی بین نوارهای فلز حدود ۳۰ mm است) بر روی بستر نارسانا به هم متصل می‌شوند. برای اندازه‌گیری مقاومت تماسی ۱۰ نوار در فاصله مساوی (۳ mm) از یکدیگر وصل می‌شوند. شکل ۱ طرح‌های نمونه را نشان می‌دهد. انتخاب مواد جمع‌کننده جریان به کاربر بستگی دارد و می‌تواند مشابه فرآیندهای صنعتی باشد. ضخامت‌های نمونه‌های عادی در محدوده ۹ mm تا ۴۰ mm برای آلومینیوم و ۱۰ mm تا ۲۰ mm برای جمع‌کننده‌های جریان مس می‌باشد.



شکل ۱- طرح اندازه‌گیری مقاومت پوشش (چپ) و تماسی (راست)

۳-۴ آماده‌سازی نمونه‌های آزمایشی نانوماده الکترودی

دو غاب به‌وسیله یک فیلم اپلیکاتور^۱ (دکتر بلید) بر روی بسترهای نارسانا توسط دست، ریخته‌گری شده و پس از خشک شدن، لایه الکتروود شکل می‌گیرد. برای تنظیم ضخامت دقیق لایه، بسترها بر روی یک صفحه حامل آلومینیومی با حفره‌های نمونه به اندازه $50 \text{ mm} \times 50 \text{ mm}$ ثابت می‌شود. یک تیغه دکتر بلید با شیار $500 \mu\text{m}$ استفاده می‌شود. برای آماده‌سازی یک سری نمونه‌ها از یک نوع و کیفیت، می‌توان بسترهای مختلف را بر روی حامل مرتب کرد و آن‌ها را با یک مرحله پوشش، پوشاند.

خشک کردن نمونه‌ها می‌تواند در دمای اتاق یا در دمای بالا، با دما و زمان سفارش داده شده در یک آون خشک‌کن انجام شود. پس از آن، نمونه‌ها برای تعیین اولین مشخصات الکترونیکی حالت الکتروود «به‌عنوان قالب» آماده هستند.

ضخامت نمونه با استفاده از یک ضخامت‌سنج لیزری یا یک اندازه‌گیر میکرومتر، اندازه‌گیری می‌شود (برای توضیحات بیشتر به زیربند ۲-۲-۵ مراجعه شود).

برای مشخص کردن تراکم الکتروود مانند فرآیند نورد، می‌توان نمونه‌ها را با لایه لایه سازی تحت فشار و دما فشرده نمود. برای ورقه ورقه سازی ایزو استاتیک، نمونه‌ها در کیسه‌های ورقه ورقه سازی مهر و موم شده و به‌عنوان مثال در 150 bar ، 40°C برای 10 min لایه لایه می‌شوند. در طول این روش ضخامت پوشش کاهش می‌یابد و لایه متراکم می‌شود (حالت «متراکم شده» الکتروود) و برای تعیین مشخصات الکترونیکی بعدی آماده می‌شود.

برای متعادل کردن مقادیر انقباض و تخلخل نمونه‌ها با الکترودهای صنعتی فرآوری شده با نورد، توصیه می‌شود پارامترهای ورقه ورقه سازی در سامانه مواد هر الکتروود با اندازه‌گیری تغییرات ضخامت در طول متراکم‌سازی تنظیم شود. بسته به دستورالعمل مواد و آماده‌سازی نمونه، نتیجه تغییر ضخامت الکتروود در محدوده ۱۰٪ تا ۵۰٪ است.

۵ اندازه‌گیری خواص الکتریکی

۱-۵ کلیات

بسته به علاقه کاربران، ممکن است نمونه‌های آماده شده در حالت‌های «ریخته‌گری» و «تراکم» تعیین شود. روش اندازه‌گیری مقاومت پوششی و تماسی نمونه‌ها در زیربندهای ۲-۵ و ۳-۵ شرح داده شده است و همیشه یکسان است.

یادآوری - در حالت «ریخته‌گری» لایه از قبل خشک شده است.

1- Film applicator

۲-۵ مقاومت پوششی

۱-۲-۵ روش علامت گذاری

مقاومت پوششی لایه مواد الکترودی، رفتار اهمی خالصی (نمودار خطی بین ولتاژ و جریان) را نشان می‌دهد. شکل هندسی اتصال الکتریکی طرح نمونه به شار جریان یکنواخت در پوشش الکتروود منجر می‌شود (به شکل الف-۳ مراجعه شود).

۲-۲-۵ اندازه‌گیری ضخامت نمونه

برای محاسبه یک مقاومت الکتریکی، مهم است که اندازه‌گیری ضخامت بستر و الکتروود به درستی انجام شود. قبل از پوشش، بستر عایق با استفاده از میکرومتر اندازه‌گیری می‌شود. نمونه پوشش شده در حالت «ریخته‌گری» و «تراکم» با یک ضخامت‌سنج لیزری اندازه‌گیری می‌شود. برای محاسبه ضخامت میانگین پوشش الکتروود، توصیه می‌شود حداقل سه توپوگرافی در سراسر نمونه اندازه‌گیری شود. انحراف استاندارد این ضخامت باید زیر ۱۰٪ نسبت به ضخامت متوسط باشد.

۳-۲-۵ روش‌های تجربی و شرایط اندازه‌گیری

نمونه به یک منبع تغذیه DC متصل شده و یک جریان ثابت $100 \mu A$ بین نوارهای تماس بیرونی تر ($I_E - I_A$) برقرار می‌شود و افت ولتاژ حاصله بین نوارهای اتصال داخلی تر ($V_1 - V_2$) به وسیله دستگاه اندازه‌گیری ولتاژ اندازه‌گیری می‌شود (شکل الف-۳). نوارهای تماس جمع‌کننده به وسیله دست با استفاده از میله‌های آزمون سوزنی و اتصال‌دهنده‌های موزی^۱ به دستگاه‌های الکتریکی متصل می‌شوند. با توجه به تغییرات کیفیت نمونه (ضخامت الکتروود، مقدار نقص پوشش) توصیه می‌شود حداقل ۱۰ نمونه از یک نوع مورد آزمون قرار گیرد. مقاومت پوششی یک مقدار میانگین از این ۱۰ نمونه است که انحراف استاندارد مقاومت باید کم‌تر از ۱۰٪ مقدار مقاومت متوسط باشد.

۳-۵ مقاومت تماسی

۱-۳-۵ روش علامت گذاری

اندازه‌گیری مقاومت تماسی که بر پایه روش خط انتقال (TLM) عمل می‌کند برای سنجش مقاومت تماسی فلز برای اتصالات نیمه رسانا استفاده می‌شود.

۲-۳-۵ روش‌های تجربی و شرایط اندازه‌گیری

نمونه به یک منبع تغذیه DC متصل شده و یک جریان ثابت $100 \mu A$ بین نوارهای اتصال متناوب برقرار شده و افت ولتاژ حاصله بین این نوارهای تماس به وسیله دستگاه اندازه‌گیری ولتاژ اندازه‌گیری می‌شود.

1- Banana plugs

نوارهای تماس به وسیله دست با استفاده از میله‌های آزمون سوزنی و اتصال دهنده‌های موزی به دستگاه‌های الکتریکی متصل می‌شوند. به تدریج مقاومت‌های بین نقاط متناوب هر یک از ۱۰ نوار اتصال به ترتیب $R1(n \text{ to } n + 1)$ ، $R2(n \text{ to } n + 2)$ و $R3(n + 1 \text{ to } n + 2)$ با n برابر با ۱ تا ۸ اندازه‌گیری می‌شود.

معادلات زیر مثالی از طرح کلی برای سنجش مقاومت تماسی نوار فلز شماره ۲ نمونه را نشان می‌دهد (به شکل الف-۴ مراجعه شود):

$$R1 = R_{c,1} + R_{s,1} + R_{c,2}$$

$$R2 = R_{c,1} + R_{s,1} + R_{s,2} + R_{c,3}$$

$$R3 = R_{c,2} + R_{s,2} + R_{c,3}$$

$$R_{c,2} = (R1 + R3 - R2) / 2 \quad (\text{مقاومت تماسی مطلق نوار فلز شماره ۲ بر حسب اهم})$$

که در آن:

R_c مقاومت تماسی هر قسمت منحصر به فرد از (جداگانه در) نمونه است؛

R_s مقاومت پوشش هر قسمت منحصر به فرد از نمونه (جداگانه در) است؛

$R1$ تا $R3$ مقاومت‌های اهمی (Ω) محاسبه شده با $R = \frac{U}{I}$ می‌باشد.

با توجه به تغییرات کیفیت نمونه (ضخامت الکتروود، مقدار نواقص پوشش و دقت در شکل هندسی نمونه) توصیه می‌شود حداقل پنج نمونه از یک نوع مورد آزمون قرار گیرد. محاسبه مقاومت تماسی با استفاده از مجموع مقاومت‌های مختلف است که به مقاومت تماسی یکی از ۱۰ نوار جمع کننده منجر می‌شود. برای هر نمونه، تا هشت مقدار اندازه‌گیری می‌تواند به‌طور موفقیت‌آمیز انجام شود.

۶ تجزیه و تحلیل داده‌ها / تفسیر نتایج

۱-۶ مقاومت ویژه پوشش

محاسبه:

$$\rho [\Omega \cdot cm] = R_{Meas} [\Omega] \times y [mm] \times S_d [\mu m] / (x [mm] \times 10^4)$$

که در آن

$$R_{Meas} = U / I_i$$

ρ مقاومت ویژه پوشش است؛

R_{meas} مقاومت پوشش است؛

I جریان موجود ($100 \mu A$)؛
 U ولتاژ اندازه‌گیری شده بین دو نوار تماس داخلی است (در شکل الف-۳ ولتاژ بین V_1 و V_2)؛
 S_d ضخامت پوشش است؛
 y طول نمونه است (50 mm)؛
 x عرض نمونه بین دو نوار اتصال داخلی است (30 mm).
 محاسبه مقدار میانگین ده نمونه توصیه می‌شود. انحراف استاندارد باید از 10% کم‌تر باشد.
 نمودار: مقاومت ویژه پوششی بر حسب ضخامت نمونه (به شکل الف-۲ مراجعه شود).
 مقدار هدف: مقاومت ویژه پوششی.

۲-۶ مقاومت تماسی

محاسبه:

$$r_c [\Omega \cdot \text{cm}^2] = R_c c [\Omega] \times z [\text{cm}] \times y [\text{cm}]$$

که در آن:

$$R_c = (R_{n \text{ to } n+1} + 1 + R_{n \text{ to } n+2} + 2 - R_{n+1 \text{ to } n+2}) / 2$$

$R = U / I$ از اندازه‌گیری جداگانه؛

r_c مقاومت ویژه تماس است؛

n تعداد نوارهای جمع‌کننده فلزی است ($n=1, \dots, 8$)؛

R_c مقاومت تماسی است؛

I جریان موجود بین دو نوار تماس است ($100 \mu A$)؛

U ولتاژ اندازه‌گیری شده بین دو نوار تماس است؛

z عرض نوار تماس است (0.2 cm)؛

y طول نوار تماس است (برابر با طول نمونه 5 cm).

از هر نمونه با ده نوار تماس فلز هشت نتیجه از مقاومت تماسی به دست می‌آید. محاسبه مقدار میانگین حداقل ۵ نمونه توصیه می‌شود (40 اندازه‌گیری جداگانه از مقاومت تماسی). انحراف معیار استاندارد باید از 50% کم‌تر باشد.

نمودار: مقاومت ویژه پوششی بر حسب ضخامت نمونه (به شکل‌های الف-۴ تا الف-۷ مراجعه شود).
 مقدار هدف: مقاومت تماسی.

پیوست الف
(اطلاعاتی)
مطالعه موردی

الف-۱- آماده‌سازی نمونه
به شکل الف-۱ مراجعه شود.



ب- بستر آلومینا با نوارهای اتصال فلزی

الف- دوغاب ریخته‌گری الکتروود



پ- صفحه حامل آلومینیوم با حفره‌های اندازه نمونه

شکل الف-۱- آماده‌سازی نمونه

اجزایی که مورد نیاز است:

۱- دوغاب ریخته‌گری الکتروود؛

۲- بسترهای نارسانا (۵ cm × ۵ cm)؛

۳- نوارهای جمع‌کننده فلزی (هر ۲ mm عرض و ۷۰ mm طول)؛

۴- صفحه حامل آلومینیومی با حفره‌های بستر.

دوغاب ریخته‌گری الکتروود در حدود ۱۰۰ ml تهیه می‌شود. ورق جمع‌کننده به نوارهای فلزی نازک بریده می‌شود. این نوارها با چسب‌های فوق‌العاده قوی روی بسترهای نارسانا با یک طرح ویژه و مشخص برای اندازه‌گیری مقاومت پوششی و تماسی قرار می‌گیرند. مراحل ساخت در شکل الف-۲ نشان و شرح داده شده است.

| | مرحله |
|--|-------|
|  | الف |
| <p>سطح بستر و صفحه حامل بعد آن، از نظر ارتفاع برابر هستند. دوغاب ریخته‌گری الکتروود در فیلم اپلیکاتور دکتر بلید قرار داده می‌شود. این فیلم اپلیکاتور در امتداد صفحه حامل بالای بستر نارسانا حرکت کرده و در نتیجه ریخته‌گری انجام می‌شود. بستر پوشش‌دهی شده، رها می‌شود تا در دمای اتاق خشک شده و یا در داخل خشک‌کن قرار داده می‌شود.</p> | |
|  | ب |
| <p>ضخامت نمونه در سه موقعیت مختلف با ضخامت‌سنج لیزری (خط اسکن وسط نمونه) اندازه‌گیری می‌شود. با اندازه‌گیری ضخامت اولیه بستر (بدون پوشش) می‌توان ضخامت نهایی پوشش الکتروود را محاسبه نمود.</p> | |

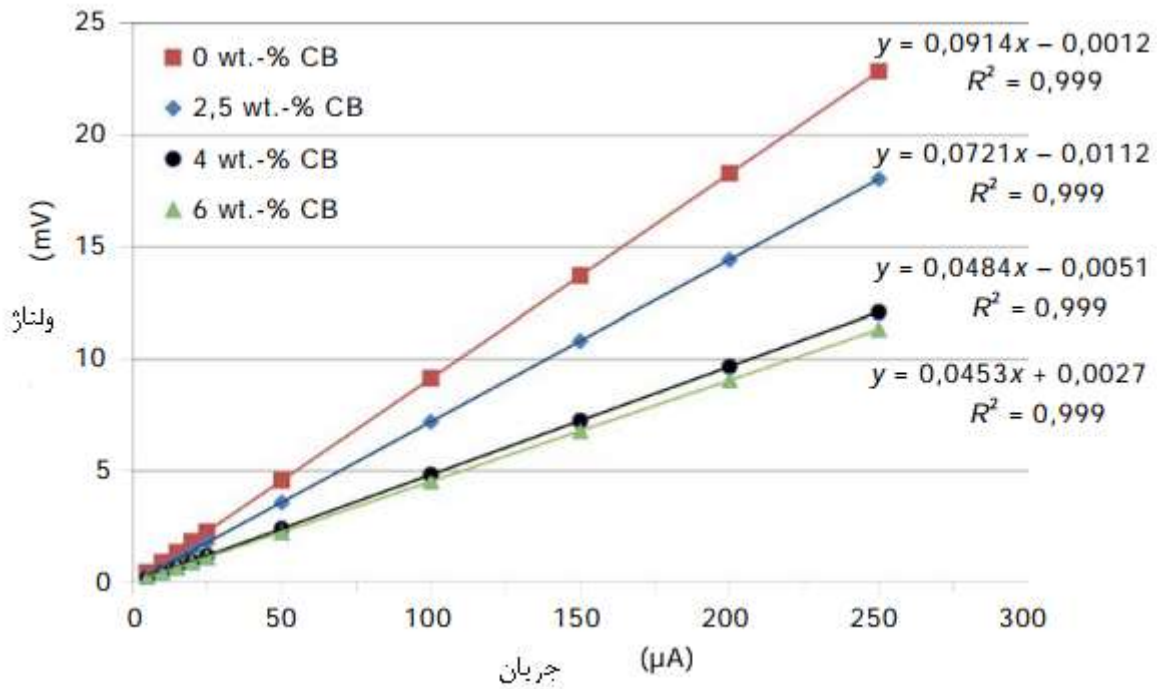
| | | |
|---|---|----------|
|  |  | <p>پ</p> |
| <p>فشرده‌سازی الکتروود در لایه‌ساز ایزواستاتیک انجام شده است. بسترها در یک کیسه ورقه‌ای مهر و موم شده‌اند. سپس در لایه‌ساز تحت فشار و حرارت قرار داده می‌شوند (به‌عنوان مثال ۱۵۰ bar، ۴۰ °C، ۱۰ min)</p> | | |
|  |  | <p>ت</p> |
| <p>نمونه‌ها از لحاظ الکتریکی با استفاده از منبع تغذیه d.c و یک سامانه اندازه‌گیری ولتاژ، به صورت «ریخته‌گری» و «متراکم شده» مورد بررسی قرار می‌گیرند. نوارهای تماسی نمونه‌ها از طریق میله‌های آزمون سوزنی و اتصالات موزی به دستگاه‌های الکتریکی متصل می‌شوند.</p> | | |

شکل الف-۲- مراحل ساخت

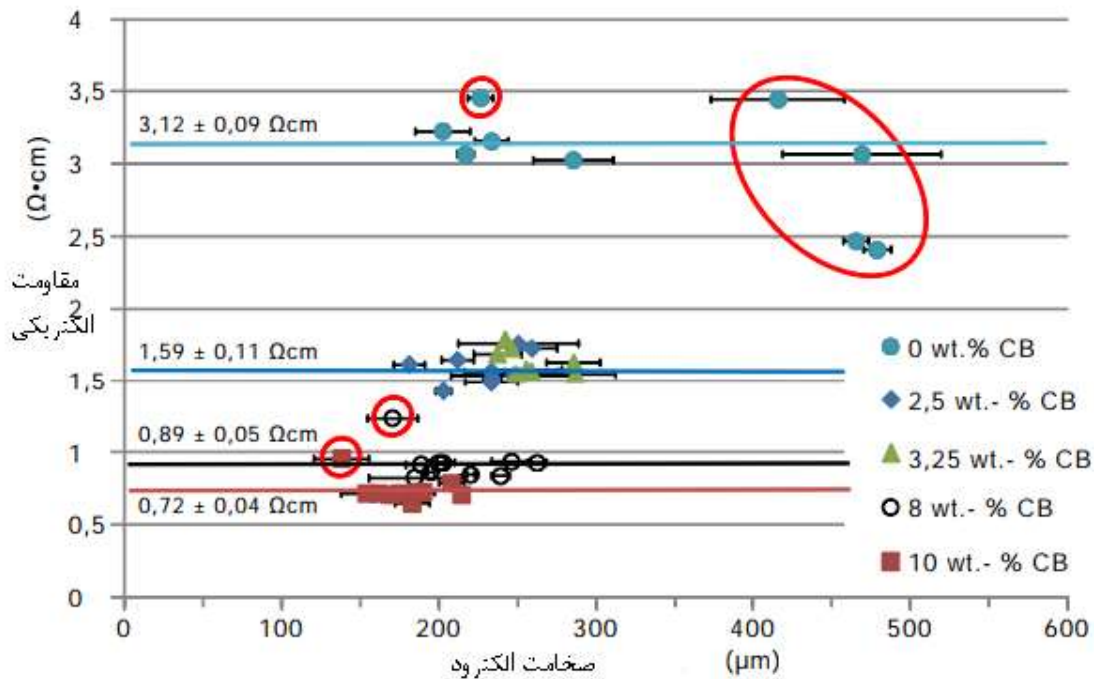
الف-۲- نتایج برای یک الکتروود ابرخازن EDLC و باتری لیتیم- یون با کاتد NMC

الف-۲-۱: نمودار خطی بین جریان و ولتاژ مقاومت پوششی الکتروود ابرخازن (رفتاراهمی)

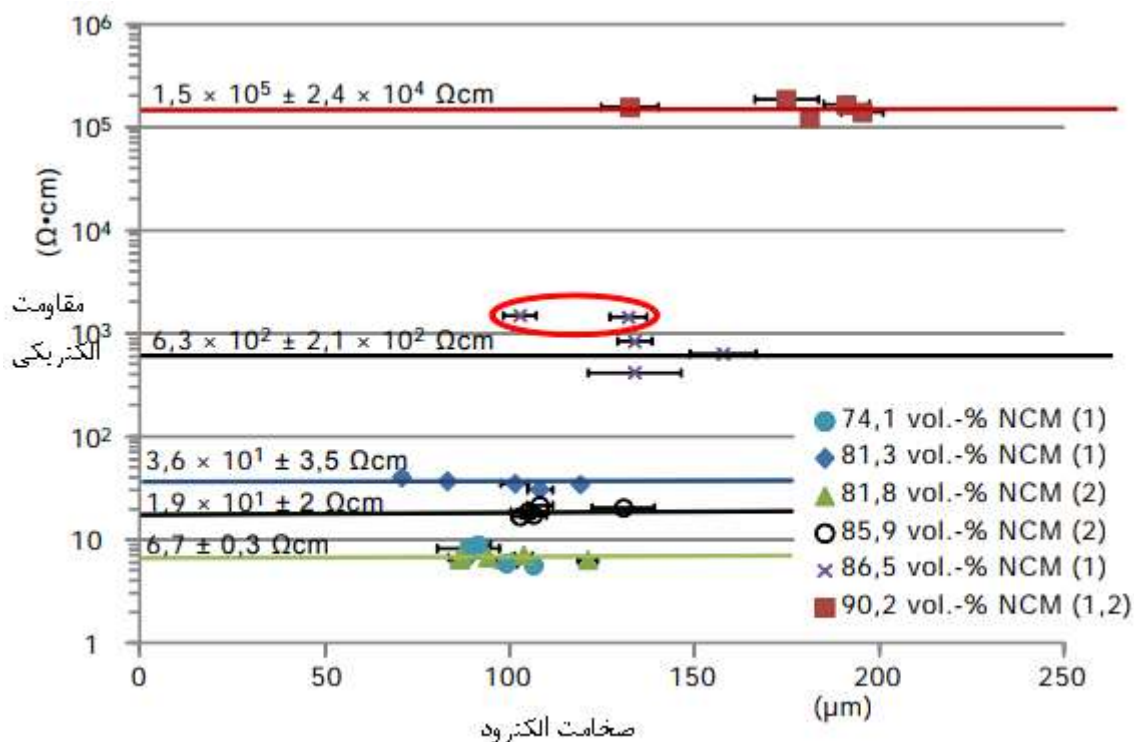
به شکل الف-۳ مراجعه کنید.



شکل الف-۳- نمودار بین جریان و ولتاژ مقاومت پوششی الکترودهای ابرخازن EDLC مختلف (تغییر در مقدار افزودنی کربن سیاه در دستور ساخت الکتروده)

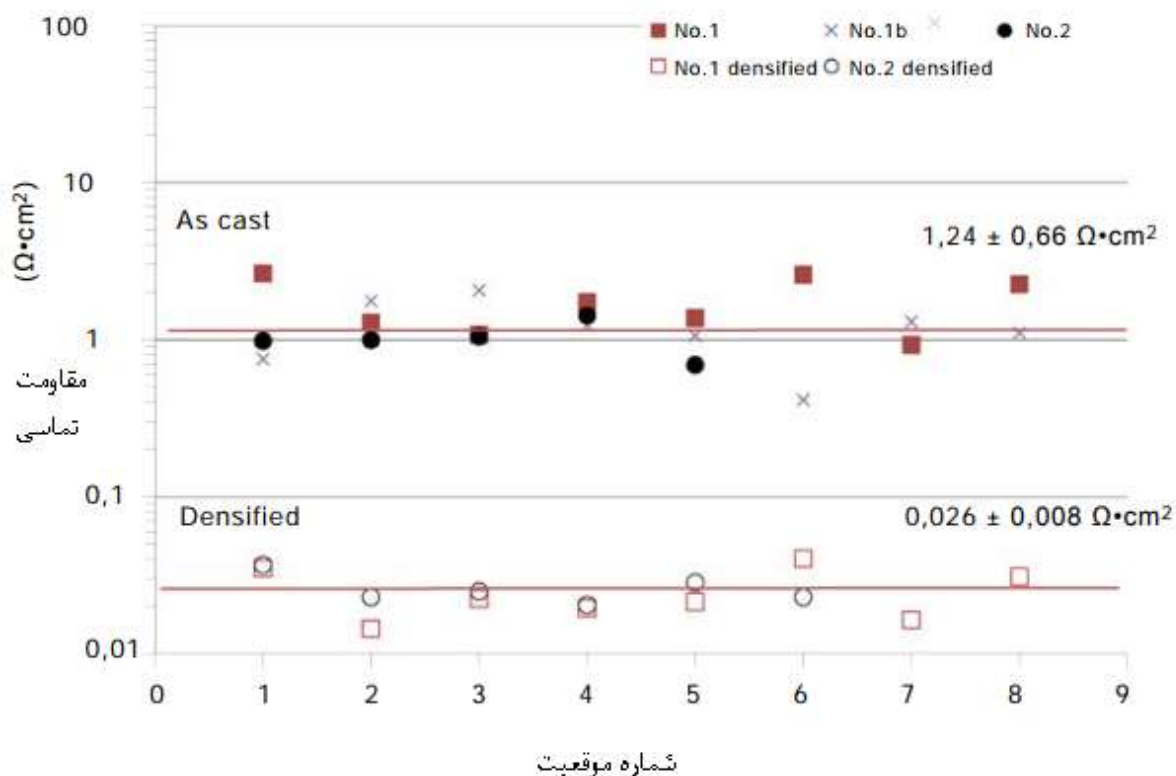


شکل الف-۴- مقاومت الکتروده ابرخازن با تغییرات در مقدار کربن سیاه با دستورالعمل کامپوزیت الکتروده ضخامت نمونه

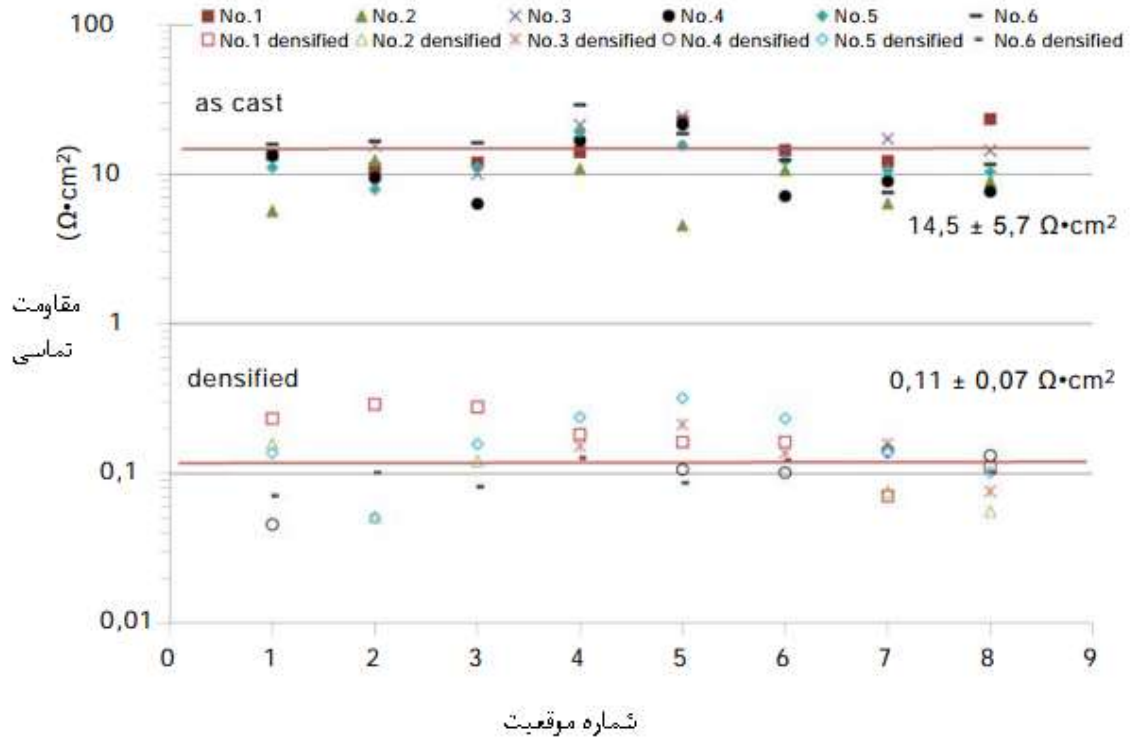


شکل الف-۵- مقاومت پوششی باتری لیتیم- یون مبتنی بر کاند NCM با تغییرات در مقدار NCM، و چسباننده نسبت به مقادیر کربن سیاه و ضخامت نمونه

الف-۲-۳- نتایج اندازه گیری مقاومت تماسی



شکل الف-۶- مقاومت تماسی الکترود ابرخازن در حالت «ریخته‌گری» و «متراکم شده»



شکل الف-۷- مقاومت تماسی باتری لیتیم- یون مبتنی بر کاتد NCM (۸۱.۴ vol% NCM) در حالت «ریخته‌گری» و «متراکم شده»

کتابنامه

[1] KONTERMANN, S, et al., Spatially resolved contact-resistance measurements on crystalline silicon solar cells, Phys.Status Solidi A, 2009, vol. 206, no.12, p.2866-2871