



INSO  
19758-4-6  
1st Edition  
2019

جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran  
سازمان ملی استاندارد ایران

استاندارد ملی ایران

۱۹۷۵۸-۴-۶

چاپ اول

۱۳۹۷

Identical with  
IEC/ TS  
62607-4-6:  
2018

Iranian National Standardization Organization

فناوری نانو - نانوساخت -

مشخصات کنترلی کلیدی - قسمت ۴-۶:

ذخیره‌سازی انرژی الکتریکی نانوپدید -

تعیین محتوای کربن برای مواد الکتروود

نانوپدید، روش جذب فروسرخ

Nanotechnology-Nanomanufacturing –  
Key control characteristics Part 4-6:

Nano-enabled electrical energy storage-  
Determination of carbon content for nano-  
enabled electrode materials, infrared  
absorption method



دارای محتوای رنگی

ICS: 07.030;07.120

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- (۰۲۶)۳۲۸۰۶۰۳۱

دورنگار: (۰۲۶)۳۲۸۰۸۱۱۴

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

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

**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.gov.ir](mailto:standard@isiri.gov.ir)

Website: <http://www.isiri.gov.ir>

## به نام خدا

### آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بندیک 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 استاندارد 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 سامانه‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمونگاه‌ها 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 پایش 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 ۶-۴: ذخیره‌سازی انرژی الکتریکی نانوپدید- تعیین محتوای کربن برای مواد الکتروود نانوپدید، روش جذب فروسرخ»

### سمت و/یا محل اشتغال:

مدیر TQM- شرکت صنعتی پارس خزر

### رئیس:

نجدی، اردشیر

(کارشناسی ارشد مهندسی مکانیک)

### دبیر:

نقوی جورشری، فسانه

(کارشناسی ارشد مهندسی برق)

کارشناس مسئول- اداره کل استاندارد استان گیلان

### اعضا:

(اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اسلامی پور، الهه

(کارشناسی ارشد زیست شناسی)

کارشناس مسئول- ستاد ویژه توسعه فناوری نانو

باقریان، محمدعلی

(کارشناسی ارشد مهندسی مکانیک)

کارشناس- ستاد ویژه توسعه فناوری نانو

حسین زاده، سجاد

(کارشناسی ارشد مهندسی برق)

کارشناس- دیسپاچینگ توزیع برق گیلان

چوخانی زاده مقدم، امین

(کارشناسی ارشد نانو فناوری)

کارشناس- ستاد ویژه توسعه فناوری نانو

رجبی، شیمیا

(کارشناسی ارشد مهندسی برق)

کارشناس- ستاد ویژه توسعه فناوری نانو

رجبی، علی

کارشناس استاندارد و مدرس- دانشگاه احرار

(کارشناسی ارشد مهندسی صنایع)

**اعضا:** (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

رجبی، حامد

(دکتری مهندسی مکانیک)

عضو مستقل

رضوی، سید فرخ

(کارشناسی ارشد مهندسی برق)

کارشناس - شرکت ارتباطات بارقه پردیس

صدیق ضیابری، سید علی

(دکتری مهندسی برق)

عضو هیأت علمی - دانشگاه آزاد اسلامی رشت

قاسم‌پور، رقیه

(دکتری نانوفناوری)

عضو هیأت علمی - دانشگاه تهران

کاوه‌وش، زهرا

(دکتری مهندسی برق)

عضو هیأت علمی - دانشگاه صنعتی شریف

**ویراستار:**

سیفی، مهوش

(کارشناسی ارشد مدیریت دولتی)

نایب رئیس کمیته فنی متناظر - ستاد فناوری نانو

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ح	پیش‌گفتار
ط	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات، تعاریف و کوتاه‌نوشت‌ها
۲	۱-۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۲-۳ کوتاه‌نوشت‌ها
۲	۴ واکنش‌گرها و مواد
۲	۱-۴ گاز آنالیز
۲	۲-۴ گاز حامل
۲	۳-۴ شار
۳	۴-۴ مواد مرجع گواهی شده
۲	۵ دستگاه
۲	۱-۵ ترازوی دقیق آزمایشگاهی
۲	۲-۵ متراکم‌کننده پودر
۲	۳-۵ آنالیزکننده کربن / گوگرد با اشعه فرسرخ بسامد بالا
۴	۴-۵ کوره مافل
۴	۵-۵ بوته‌ها
۴	۶ روش‌های آزمون
۴	۱-۶ کلیات
۵	۲-۶ آماده‌سازی نمونه
۵	۳-۶ راه‌اندازی و پایش
۵	۴-۶ تعیین و تصدیق نمونه شاهد
۵	۵-۶ بررسی و کالیبراسیون

صفحه	عنوان
ح	پیش‌گفتار
ط	مقدمه
صفحه	عنوان
۶	۶-۶ آنالیز
۶	۶-۷ گزارش نتایج
۶	۷ صحنه‌گذاری اطلاعات
۶	۸ گزارش آزمون
۸	پیوست الف (آگاهی‌دهنده) مطالعه موردی
۱۳	کتاب‌نامه

## پیش‌گفتار

استاندارد «فناوری نانو- نانوساخت- مشخصات کنترلی کلیدی- قسمت ۶-۴: ذخیره‌سازی انرژی الکتریکی نانوپدید- تعیین محتوای کربن برای مواد الکتروود نانوپدید، روش جذب فروسرخ» 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 هفتاد و هفتمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فناوری نانو مورخ ۱۳۹۷/۱۲/۱۴ 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- 6: 2018, Nanomanufacturing– Key control characteristics- Part 4-6: Nano-enabled electrical energy storage- Determination of carbon content for nano- enabled electrode materials, infrared absorption method



## مقدمه

دستگاه‌های ذخیره‌سازی انرژی الکتریکی در خیلی از کاربردها مانند جابه‌جایی ادوات الکترونیکی قابل حمل، خودرو و هواپیمای الکتریکی مورد استفاده قرار می‌گیرد. توسعه سریع در این بازار تقاضای زیادی برای دستگاه‌های با کارایی بالا، که خواص اصلی توسط مواد الکتروود آنها تعیین می‌گردد را موجب شده‌است.

محتوای کربن تأثیر قابل توجهی در عملکرد و کیفیت مواد الکتروود دارد. کربن به‌عنوان یک عامل هدایت‌کننده بهبود عملکرد رسانایی بین ذرات را انجام می‌دهد، بنابراین مقداری مناسب از کربن مورد نیاز است. هنگامی که مقدار آن کافی نباشد ممکن است رسانایی به‌طور مؤثری بهبود نیافته و این موضوع موجب مقاومت داخلی بالا، تخلیه کم و یا ظرفیت کم می‌گردد، که می‌تواند سبب عملکرد ضعیف و طول عمر پایین آن شود. از سوی دیگر، محتوای بالای کربن تمایل به جمع شدن و انبوهه شدن دارد و جداسازی آن را مشکل می‌کند، که ممکن است سبب مشکلاتی در فرآیند تولید گردد. کربن بیش از حد می‌تواند چگالی توان باتری‌ها را تحت تأثیر قرار می‌دهد چون کربن ظرفیت مخصوص نسبتاً کمی دارد [1] [2].

هرچند پودر نانومقیاس می‌تواند به‌راحتی با جریان گاز در محفظه کوره جریان یابد، که بر تعیین مقدار کربن مؤثر بوده و ممکن است باعث آلودگی سامانه آزمون گردد.

این استاندارد روشی برای اندازه‌گیری محتوای کربن نانومواد الکتروودی که در دستگاه‌های ذخیره‌سازی انرژی الکتریکی استفاده می‌شود، و برای ارزیابی بهترین ترکیب مواد چندسازه‌ای<sup>۱</sup> در نانو الکتروودها را ارائه می‌نماید. استفاده از این روش، مقایسه نتایج حاصل از گروه‌های تحقیقاتی مختلف را فراهم می‌سازد.

این روش برای مقایسه محتوای کربن مواد چندسازه‌ای با الکتروودهای نانو مواد در مرحله مطالعه، و نه برای ارزیابی الکتروود در محصول نهایی، در نظر گرفته شده‌است.

این روش برای نانومواد که نمایش عملکرد یا کارکرد آنها فقط با فناوری نانو امکان‌پذیر است کاربرد دارد، که تعمداً به مواد چندسازه‌ای جهت بهبود عملکرد دستگاه‌های ذخیره‌سازی انرژی الکتریکی افزوده می‌شوند. این استاندارد، یک قسمت از مجموعه استانداردهای ایران شماره ۱۹۷۵۸ می‌باشد.

## فناوری نانو- نانوساخت- مشخصات کنترلی کلیدی- قسمت ۶-۴: ذخیره سازی انرژی الکتریکی نانوپدید- تعیین محتوای کربن برای مواد الکتروود نانوپدید، روش جذب فروسرخ

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، که یک مشخصات فنی است، فراهم سازی روشی برای تعیین محتوای کربن نانومواد الکتروودی به وسیله روش طیفسنجی جذب فروسرخ می باشد. این روش برای محتوای کربن از نسبت جرمی بین ۰/۰۰۱٪ و ۱۰۰٪ کاربرد دارد.

این روش مصرف کنندگان را قادر می سازد تا:

الف- تصمیم بگیرند که آیا یک نانوماده الکتروودی قابل استفاده است یا خیر، و

ب- یک نانوماده الکتروودی با محتوای جرم کربن مناسب برای کاربرد موردنظر را انتخاب کنند.

این استاندارد شامل موارد زیر است:

- توصیه هایی برای آماده سازی نمونه،

- نمای کلی روش های تجربی استفاده شده برای اندازه گیری خواص نانوماده الکتروودی،

- روش های تفسیر نتایج و بررسی تحلیل داده ها، و

- 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 آنها موردنظر است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۲-۴-۱۹۷۵۸: سال ۱۳۹۶: فناوری نانو- نانوساخت- مشخصات کنترل کلیدی- قسمت ۴-۲: ذخیره سازی انرژی الکتریکی نانوپدید- ویژگی های فیزیکی نانومواد کاتدی، اندازه گیری چگالی

۲-۲ 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<sup>۱</sup>

برای اهداف این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف تعیین‌شده در استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۱-۸۰۰۰۴ و موارد زیر کاربرد دارد.

#### ۱-۱-۳

#### نانو ماده الکتروود

#### electrode nanomaterial

ماده‌ای است در افزاره‌های ذخیره‌سازی انرژی نانوپدید مانند باتری‌های لیتیم- یون یا ابرخازن‌ها که حاوی کسری از نانوماده بوده و کارایی یا عملکردی از خود نشان می‌دهد که فقط با اعمال فناوری نانو ممکن می‌شود. [۳]

[منبع: زیربند ۱-۱-۳ از استاندارد ملی ایران شماره ۳-۴-۱۹۷۵۸: سال ۱۳۹۶]

یادآوری- در این متن، به پودرهای ماده خام (به‌عنوان مثال LCO، NCA، NCM، و LFP) بدون هیچ‌گونه افزودنی (به‌عنوان مثال نانومواد کربنی مثل CB، نانولوله‌ها یا الیاف کربن) یا یک چسباننده آلی (به‌عنوان مثال PVDF یا SBR) ارجاع داده شده‌است.

#### ۲-۳ کوتاه‌نوشت‌ها

IR	Infrared	فروسرخ
LCO	Lithium cobalt oxide, $\text{LiCoO}_2$	لیتیم کبالت اکسید
NCA	Lithium nickel cobalt aluminium oxide, $\text{Li}(\text{Ni}_x\text{Co}_y\text{Al}_{1-x-y})\text{O}_2$	لیتیم آلومینیوم کبالت نیکل اکسید
NCM	Lithium nickel cobalt manganese oxide, $\text{Li}(\text{Ni}_x\text{Co}_y\text{Mn}_{1-x-y})\text{O}_2$	لیتیم منگنز کبالت نیکل اکسید
LFP	Lithium iron phosphate, $\text{LiFePO}_4$	لیتیم آهن فسفات
CB	Carbon black	کربن سیاه
PVDF	Polyvinylidene difluorite	پلی وینیلیدن دی فلوراید
SBR	Styrene-butadiene rubber	لاستیک استایرن- بوتادیان

۱- اصطلاحات و تعاریف به‌کار رفته در استانداردهای ISO و IEC در وب‌گاه‌های <http://www.iso.org/obp> و <http://www.electropedia.org> در دسترس است.

## ۴ واکنشگرها و مواد

### ۱-۴ گاز آنالیز

اکسیژن ( $O_2$ )، از درجه تجاری بالاتر از ۹۹٫۵٪ خلوص در حجم ( $V_i/V_{tot}$ ).

یادآوری - گاز آنالیز برای اکسیداسیون کربن نمونه مورد استفاده قرار می‌گیرد.

### ۲-۴ گاز حامل

اکسیژن ( $O_2$ ) یا گاز خنثی ( $N_2, Ar$ )، از درجه تجاری بالاتر از ۹۹٫۵٪ خلوص در حجم ( $V_i/V_{tot}$ ).

یادآوری - گاز حامل برای حمل دی اکسید کربن به محیط آنالیز مورد استفاده قرار می‌گیرد. باتوجه به مدل تجهیزات، این گاز حامل می‌تواند همان گاز آنالیز یا غیر آن باشد.

### ۳-۴ شار

ذرات تنگستن (W)، ذرات قلع (Sn) و آهن خالص (Fe)، با مقدار مشخص کم کربن (کم‌تر از ۰٫۰۰۰۸٪ در جرم) هستند ( $m_i/m_{tot}$ ). اندازه ذره باید حدود  $420 \mu m$  تا  $840 \mu m$  باشد (۲۰ تا ۴۰ مش<sup>۱</sup>).

یادآوری - ذرات تنگستن ضروری هستند در حالی که دو عنصر دیگر، که به‌عنوان شتاب دهنده‌ها عمل می‌کنند، ضروری نیستند.

### ۴-۴ مواد مرجع گواهی شده

مواد مرجع گواهی شده شامل فولاد و آهن یا مواد مرجع گواهی شده ذغال است. مواد مرجع گواهی شده باید محتوای کربن مشابه یا بالاتر از نمونه داشته باشند.

## ۵ دستگاه

### ۱-۵ ترازوی دقیق آزمایشگاهی<sup>۲</sup>

ترازوی دقیق آزمایشگاهی مورد استفاده باید دارای دقت  $0.001 g$  باشد.

### ۲-۵ متراکم کننده پودر

متراکم کننده پودر شامل دو قسمت: (۱) قالب و (۲) متراکم کننده قالب باشد.

1-Mesh  
2-Analytical balance

### ۳-۵ آنالیزکننده کربن / گوگرد با اشعه فروسرخ بسامد بالا

آنالیزکننده معمولاً شامل سه قسمت می‌باشد، که محیط آنالیزی، ترازوی دقیق آزمایشگاهی و رایانه هستند. محیط آنالیزی شامل کوره القایی با بسامد بالا، سلول جذب گاز و سامانه تأمین گاز است. شرایط کاری پیشنهادی در جدول ۱ ذکر شده است.

جدول ۱- شرایط کاری پیشنهادی آنالیزکننده کربن و گوگرد با اشعه فروسرخ بسامد بالا

مقادیر پارامترها	شرایط ابزار عملیاتی
۹۹٫۵٪	گاز آنالیزکننده: اکسیژن (O <sub>2</sub> )
۰٫۳۵ MPa تا ۰٫۴۰ MPa	فشار اکسیژن ورودی
۹۹٫۵٪	گاز حامل: اکسیژن (O <sub>2</sub> ) یا گاز وارده (Ar/N <sub>2</sub> )
۰٫۳۰ MPa تا ۰٫۲۵ MPa	فشار گاز حامل ورودی
۳٫۰ l/min تا ۴٫۰ l/min	جریان گاز آنالیزکننده
۱٫۰ l/min تا ۲٫۰ l/min	جریان گاز حامل
۵ kVA	توان کوره القایی بسامد بالا
۳۰ s تا ۶۰ s	زمان آنالیز

### ۴-۵ کوره مافل

توصیه می‌شود کوره قادر به حفظ دمای  $(1200 \pm 50)^\circ\text{C}$  باشد.

### ۵-۵ بوتها

توصیه می‌شود بوتها از جنس سرامیک (برای مثال آلومینیوم و زیرکونیم)، پلاتین- تنگستن یا کوارتز- تنگستن کپسول شده، با محتوای کربن کم‌تر از ۰٫۰۲٪ باشند. قبل از هر آزمون، بوتها ابتدا در کوره مناسب به مدت ۸ ساعت در  $(1000 \pm 50)^\circ\text{C}$  خشک، سپس از کوره خارج و در یک خشک‌کننده قرار داده می‌شوند تا در یک فضای بدون رطوبت خنک شوند.

### ۶ روش‌های آزمون

#### ۱-۶ کلیات

نمونه قرص شده با عامل در حال شار، مخلوط و سپس در دمای بالاتر از  $1000^\circ\text{C}$  در یک کوره القایی بسامد بالا، تحت فضای اکسیژن خالص، برای تبدیل هر ترکیب کربن به گاز دی اکسید کربن محترق می‌شود. گاز دی اکسید کربن حاصله قبل از اندازه‌گیری IR، فیلتر و خشک می‌شود. طیف‌سنجی فروسرخ

برای اندازه‌گیری سیگنال دی اکسید کربن در  $4,26 \mu\text{m}$  استفاده می‌شود (نمودار مسیر گاز و نمودار مسیر نور را در پیوست الف ببینید). نتیجه به محتوای کربن (%) ماده تبدیل می‌شود.

#### ۲-۶ آماده‌سازی نمونه

##### ۱-۲-۶ خشک کردن

نمونه را در دمای  $105^\circ\text{C}$  برای مدت ۲ ساعت خشک کنید (برای نمونه‌های قابل اشتعال، و به‌منظور جلوگیری از آسیب باید مراقبت‌های ویژه‌ای اعمال و الزامات مربوطه ذیل دنبال شود). آن را در یک خشک‌کننده قرار دهید و تا دمای اتاق خنک کنید.

##### ۲-۲-۶ قرص سازی

حجم خاصی از نمونه را وزن کنید، از یک متراکم کننده پودر برای فشردن نمونه خشک شده استفاده کنید، اطمینان یابید که نمونه به یک قرص فشرده شده تبدیل شود و قرص با نگهداشتن توسط انبرک متلاشی نشود؛ به زیربند ۵-۱-۳ از استاندارد ملی ایران شماره ۲-۴-۱۹۷۵۸: سال ۱۳۹۷ مراجعه شود.

#### ۳-۶ راه‌اندازی و پایش

دستگاه باید راه‌اندازی و پایش شده و قبل از اندازه‌گیری‌ها با توجه به دستورالعمل‌های آن تثبیت شود.

#### ۴-۶ تعیین و تصدیق نمونه شاهد<sup>۱</sup>

قبل از تعیین، یک آزمون را بدون هیچ نمونه‌ای در بوته انجام دهید.

الف- با استفاده از قاشق اندازه‌گیری، مقدار مناسب ذرات تنگستن مذاب را با توجه به دستورالعمل‌های دستگاه (محدوده پیشنهادی  $1,5 \text{ g}$  تا  $2,0 \text{ g}$ ) در یک بوته کلسینه شده قرار دهید. بوته را در کوره القایی گذارده و اندازه‌گیری را انجام دهید.

ب- تعداد سه اندازه‌گیری با توضیحات ارائه شده در قسمت الف از زیربند ۴-۶ انجام دهید.

پ- بر اساس سه نتیجه، آنالیز را بر روی صفر تنظیم کنید و معیارهای پذیرش را برای تصدیق بدون نمونه محاسبه کنید.

مقدار به‌دست آمده باید مطابق با معیارهای پذیرش مشخص شده برای تصدیق بدون نمونه باشد؛ در غیر این صورت، تنظیمات مجدداً تنظیمات بدون نمونه انجام کنید.

#### ۵-۶ بررسی و کالیبراسیون

الف- مقدار  $g \ 0.1$  از مواد مرجع گواهی شده را وزن، و به یک بوته کلسینه شده منتقل کنید. مقدار مناسب ذرات تنگستن در حال شار را با توجه به دستورالعمل‌های دستگاه (محدوده پیشنهادی  $g \ 1.5$  تا  $g \ 2.0$ ) به بوته منتقل کنید. بعد از اینکه نمونه‌ها به خوبی مخلوط شد، بوته را در کوره قرار داده و اندازه‌گیری را انجام دهید.

ب- تعداد سه اندازه‌گیری با توضیحات ارائه شده در قسمت الف از زیربند ۶-۵ انجام دهید. مقدار به‌دست آمده باید مطابق با معیارهای پذیرش مشخص شده برای بررسی واسنجی باشد؛ در غیر این صورت، سامانه را مجدداً واسنجی کنید.

پ- بر اساس سه نتیجه، آنالیز را واسنجی کنید.

#### ۶-۶ آنالیز

الف- تقریباً مقدار  $g \ 0.1$  از نمونه قرص شده را وزن، و به یک بوته کلسینه شده منتقل کنید. مقدار مناسب ذرات تنگستن در حال شار را با توجه به دستورالعمل‌های دستگاه (محدوده پیشنهادی  $g \ 1.5$  تا  $g \ 2.0$ ) به بوته منتقل کنید.

ب- بعد از اینکه نمونه‌ها به خوبی مخلوط شد، بوته را در کوره قرار داده و اندازه‌گیری را انجام دهید.

پ- نتیجه آزمون را ثبت و اندازه‌گیری را برای دو بار دیگر تکرار کنید.

#### ۶-۷ گزارش نتایج

نتیجه نهایی میانگین مقدار اندازه‌گیری‌های انجام شده بر روی نمونه است. محتوای کربن باید به صورت درصد بیان شود (%).

#### ۷ صحه‌گذاری اطلاعات

تفاوت بین دو نتیجه مستقل، یافت شده در مواد آزمون یکسان، که به وسیله یک آنالیز با استفاده از همان دستگاه در یک فاصله زمانی کوتاه انجام شده از ۵٪ محتوای کربن بیش‌تر نباشد.

#### ۸ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل اطلاعات زیر باشد:

الف- روش استفاده شده و ارجاع به این استاندارد؛

ب- نتایج و فرمی که در آن بیان شده است؛

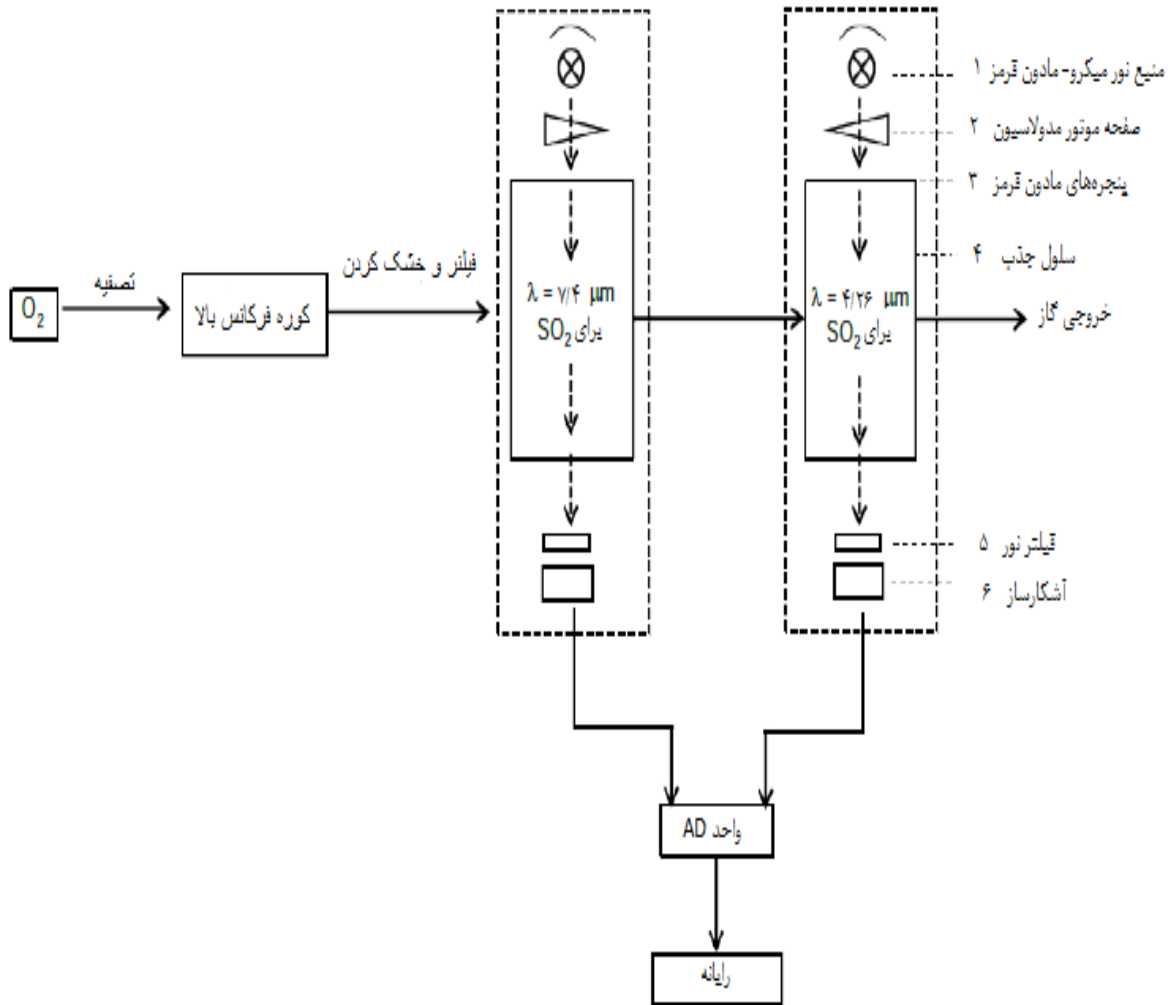
پ- هر نکته غیر معمول یادداشت شده در هنگام تصمیم‌گیری؛

ت - هر عملیاتی که در این استاندارد مشخص نشده است و ممکن است بر نتایج تأثیر بگذارد.



پیوست الف  
(آگاهی دهنده)  
مطالعه موردی

الف-۱: نمودار مسیر گاز و نمودار مسیر نور



شکل الف-۱ - نمودار مسیر گاز و نور (جعبه‌های خط چین شده)

کربن موجود در نمونه با مقادیر فراوان گاز O<sub>2</sub> به CO<sub>2</sub> تبدیل می‌شود. مخلوط گاز حاصل سپس به سلول IR منتقل، و جذب فروسرخ در ۴٫۲۶ μm دی اکسید کربن اندازه‌گیری می‌شود. (به شکل الف-۱ مراجعه شود)

جذب CO<sub>2</sub> قانون بیر<sup>۱</sup> را دنبال می‌کند.

$$I=I_0\exp(-aPL)$$

$I_0$  شدت موج تابشی است؛

$I$  شدت موج عبوری است؛

$a$  ضریب جذب با واحد  $\text{m}^{-1}.\text{Pa}^{-1}$  است؛

$P$  فشار جزئی گاز CO<sub>2</sub> با واحد Pa است؛

$L$  طول سلول جذب با واحد m است.

الف-۲: روش‌های آماده‌سازی نمونه و تعیین مقدار کربن

روش‌های آماده‌سازی نمونه و تعیین مقدار کربن در شکل الف-۲ نشان داده شده است.

شرح	شکل	مرحله
<p>از یک مجموعه متراکم‌کننده و قالب برای فشردن نمونه خشک شده استفاده کنید، اطمینان یابید که نمونه به یک قرص فشرده شده و این قرص با قرار گرفتن بین چنگک‌های انبرک ریزش نمی‌کند.</p>		الف
<p>حدود ۰/۱g از نمونه قرص را وزن و به یک بوته کلسینه شده منتقل کنید. مقدار مناسب ذرات تنگستن در حال شار را با توجه به دستورالعمل‌های دستگاه (محدوده پیشنهادی ۱/۵g تا ۲/۰g) را به بوته اضافه کنید.</p>		ب
<p>بعد از اینکه نمونه‌ها به خوبی مخلوط شد، بوته را در کوره قرار داده و اندازه‌گیری را انجام دهید. نتایج را ثبت کنید.</p>		پ

شکل الف-۲- مراحل الف، ب و پ روش‌های آماده‌سازی نمونه و تعیین مقدار کربن

الف-۳- تحلیل داده برای تعیین مقدار کربن

یک سری از نمونه‌های حاوی مقادیر کربن از ۱,۳۰٪ تا ۱۰۰٪ تحت شرایط تکرارپذیری، به معنای داشتن یک کارور، دستگاه مشابه، شرایط عملیاتی یکسان، کالیبراسیون مشابه، و حداقل دوره زمانی، انجام شد. هر نمونه سه محتوای کربن در هر سطح را تعیین می‌کند. نمونه‌های آزمون استفاده شده و نتایج حاصله در جدول الف-۱ ذکر شده است.

جدول الف-۱- ثبات روش اندازه‌گیری و نتایج اندازه‌گیری نمونه‌های مختلف در یک آزمایشگاه مشابه

نمونه	مقدار نمونه g	مقدار کربن در نمونه %	مقدار متوسط %	انحراف مطلق %	انحراف نسبی %	انحراف استاندارد %
الف-۱	۰,۱۱۸۴	۱,۳۰	۱,۳۰	۰	۰	۰,۰۰۵۷۷
	۰,۱۳۸۱	۱,۳۰		۰	۰	
	۰,۱۱۰۲	۱,۳۱		۰,۷۷	۰,۰۱	
الف-۲	۰,۰۹۶۶	۱۹,۵۳	۱۹/۵۰	۰,۰۳	۰,۱۵	۰,۰۶۰۸۳
	۰,۰۹۶۲	۱۹,۴۳		-۰,۳۶	-۰,۰۷	
	۰,۰۹۵۶	۱۹,۵۴		۰,۲۱	۰,۰۴	
الف-۳	۰,۰۵۸۲	۴۹,۶۰	۴۹,۶۶	-۰,۰۶	-۰,۱۲	۰,۱۰۳۹۲
	۰,۰۵۵۳	۴۹,۶۰		-۰,۱۲	-۰,۰۶	
	۰,۰۴۷۷	۴۹,۷۸		۰,۲۴	۰,۱۲	
الف-۴	۰,۰۲۷۵	۶۰,۱۰	۶۰,۰۱	۰,۰۹	۰,۱۵	۰,۳۸۷۳۴
	۰,۰۲۰۱	۶۰,۳۵		۰,۵۷	۰,۳۴	
	۰,۰۲۲۵	۵۹,۵۹		-۰,۷۰	-۰,۴۲	
الف-۵	۰,۰۲۱۳	۸۷,۹۷	۸۸,۷۹	-۰,۸۲	-۰,۹۲	۱,۳۳۷۷۰
	۰,۰۲۱۸	۹۰,۳۴		۱,۷۵	۱,۵۵	
	۰,۰۲۱۲	۸۸,۰۸		-۰,۸۰	-۰,۷۱	
الف-۶	۰,۰۲۱۲	۹۹,۷۴	۹۸,۷۵	۰,۹۹	۱,۰۰	۱,۳۶۷۲۲
	۰,۰۱۰۱	۹۷,۱۹		-۱,۵۸	-۱,۵۶	
	۰,۰۱۸۵	۹۹,۳۲		۰,۵۸	۰,۵۷	

آزمون تعیین مقدار کربن را سه بار انجام دهید و از مقدار متوسط به‌عنوان نتیجه نهایی استفاده کنید. نتایج جدول الف-۱ نشان می‌دهد که انحراف از مقدار کربن در همان آزمایشگاه کمتر از ۵٪ است. دو نمونه با مقدار کربن ۱,۲۰٪ و ۱۲,۸۰٪ در آزمایشگاه‌های مختلف تحت شرایط عملیاتی مشابه انجام شد. نمونه‌های آزمون و نتایج حاصله در جدول الف-۲ ذکر شده است.

جدول الف-۲- ثبات بین آزمایشگاهی و نتایج اندازه‌گیری نمونه یکسان

منابع داده	انحراف استاندارد %	انحراف نسبی %	انحراف مطلق %	مقدار متوسط %	مقدار کربن آزمایشی %	مقدار نمونه g	نمونه
آزمایشگاه ۱	۰٫۰۰۸۳۷	۰٫۴۱	۰٫۰۰	۱٫۲۱	۱٫۲۱	۰٫۱۰۳۷	۱-ب
		۰٫۴۱	۰٫۰۰		۱٫۲۱	۰٫۱۰۴۸	
		۰٫۴۱	۰٫۰۰		۱٫۲۱	۰٫۱۰۴۶	
آزمایشگاه ۲		-۱٫۲۴	-۰٫۰۲		۱٫۱۹	۰٫۱۰۳۵	
		-۰٫۴۱	-۰٫۰۱		۱٫۲۰	۰٫۱۰۱۴	
		۰٫۴۱	۰٫۰۰		۱٫۲۱	۰٫۱۰۲۸	
آزمایشگاه ۱	۰٫۰۲۸۸۱	۰٫۱۹	۰٫۰۲	۱۲٫۸۴	۱۲٫۸۶	۰٫۱۰۳۳	۲-ب
		۰٫۱۹	۰٫۰۲		۱۲٫۸۶	۰٫۱۰۰۹	
		۰٫۰۴	۰٫۰۰		۱۲٫۸۴	۰٫۱۰۳۲	
آزمایشگاه ۲		۰٫۱۲	۰٫۰۱		۱۲٫۸۵	۰٫۱۰۴۲	
		-۰٫۳۵	-۰٫۰۵		۱۲٫۷۹	۰٫۱۰۲۵	
		-۰٫۱۹	-۰٫۰۳		۱۲٫۸۱	۰٫۱۰۰۳	

نتایج جدول الف-۲ نشان می‌دهد که انحراف از مقدار کربن در آزمایشگاه‌های مختلف کمتر از ۵٪ است.

کتابنامه

- [1] Zhang S S. Sulfurized carbon: a class of cathode materials for high performance lithium/sulfur batteries[J]. Front. Energy Res, 2013, 1(10)
- [2] Lin N, Zhou J, Wang L, et al. Polyaniline-assisted synthesis of Si@ C/RGO as anode material for rechargeable lithium-ion batteries[J]. ACS applied materials & interfaces, 2014, 7(1): 409-414
- [۳] استاندارد ملی ایران شماره ۳-۴-۱۹۷۵۸: سال ۱۳۹۶: فناوری نانو- نانساخت- مشخصات کنترلی کلیدی- قسمت ۴-۳: ذخیره‌سازی انرژی الکتریکی نانوپدید- اندازه‌گیری‌های مقاومت تماسی و پوششی برای نانومواد