



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran  
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۷۵۸-۴-۵

چاپ اول

۱۳۹۷

INSO  
19758-4-5  
1st Edition  
2019  
Identical with  
IEC TS  
62607-4-5:2017

فناوری نانو - نانو ساخت - مشخصات کنترلی

کلیدی - قسمت ۴-۵:

نانومواد کاتدی برای ذخیره سازی انرژی

الکتریکی نانوپدید - مشخصات

الکتروشیمیایی، روش سلول

۳ - الکترودی



دارای محتوای رنگی

Nanotechnology-Nanomanufacturing –  
Key control characteristics-

Part 4-5:

Cathode nanomaterials for nano-enabled  
electrical energy storage- Electrochemical  
characterization, 3-electrode cell method

ICS: 07.030;07.120

استاندارد ملی ایران شماره ۵-۴-۱۹۷۵۸ (چاپ اول): سال ۱۳۹۷

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: ۸۱۱۴۰۳۲۸ (۰۲۶)

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 ومقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنهامرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران رابه 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 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- نانوساخت- مشخصات کنترلی کلیدی- قسمت ۵-۴: نانومواد کاتدی برای ذخیره سازی انرژی الکتریکی نانوپدید- مشخصات الکتروشیمیایی، روش سلول ۳- الکترودی »

### رئیس:

مدیر TQM- شرکت صنعتی پارس خزر

نجدی، اردشیر

(کارشناسی ارشد مهندسی مکانیک)

### دبیر:

کارشناس مسئول- اداره کل استاندارد استان گیلان

نقوی جورشری، فسانه

(کارشناسی ارشد مهندسی برق)

### اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

کارشناس مسئول- ستاد ویژه توسعه فناوری نانو

اسلامی پور، الهه

(کارشناسی ارشد زیست)

کارشناس- ستاد ویژه توسعه فناوری نانو

باقریان، محمدعلی

(کارشناسی ارشد مهندسی مکانیک)

کارشناس- دیسپاچینگ توزیع برق گیلان

حسین زاده، سجاد

(کارشناسی ارشد مهندسی برق)

کارشناس- ستاد ویژه توسعه فناوری نانو

چوخانی زاده مقدم، امین

(کارشناسی ارشد نانو فناوری)

کارشناس- ستاد ویژه توسعه فناوری نانو

رجبی، شیما

(کارشناسی ارشد مهندسی برق)

کارشناس استاندارد و مدرس- دانشگاه احرار

رجبی، علی

(کارشناسی ارشد مهندسی صنایع)

**اعضاء:** (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

رجبی، حامد  
عضو مستقل  
(دکتری مهندسی مکانیک)

رضوی، سید فرخ  
کارشناسی ارشد مهندسی برق  
کارشناس - شرکت ارتباطات بارقه پردیس

صدیق ضیابری، سید علی  
عضو هیأت علمی - دانشگاه آزاد اسلامی رشت  
(دکتری مهندسی برق)

قاسم‌پور، رقیه  
عضو هیأت علمی - دانشگاه تهران  
(دکتری نانوفناوری)

کاوه‌وش، زهرا  
عضو هیأت علمی - دانشگاه صنعتی شریف  
(دکتری مهندسی برق)

**ویراستار:**

سیفی، مهوش  
نایب رئیس کمیته فنی متناظر - ستاد فناوری نانو  
(کارشناسی ارشد مدیریت دولتی)

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
۴	۲-۳ کوتاه‌نوشت‌ها
۵	۴ روش‌های آماده‌سازی نمونه
۵	۱-۴ کلیات
۵	۲-۴ واکنشگرها
۶	۳-۴ پیش‌آماده‌سازی مواد الکترودی
۸	۴-۴ آماده‌سازی سلول پیچی
۹	۵-۴ جداسازی سلول پیچی
۹	۵ اندازه‌گیری خواص الکتروشیمیایی
۹	۱-۵ کلیات
۱۰	۲-۵ پتانسیل مدار باز
۱۰	۳-۵ طیف‌سنجی امپدانس (ره‌بندی) الکتروشیمیایی پتانسیواستات (EIS)
۱۱	۴-۵ آزمون شارژ-تخلیه (جریان ثابت ولتاژ ثابت، CCCV/CC)
۱۳	۶ تجزیه و تحلیل داده/ تفسیر نتایج (به شکل الف-۷ مراجعه شود)
۱۳	۱-۶ پتانسیل مدار باز
۱۳	۲-۶ طیف‌سنجی امپدانس الکتروشیمیایی
۱۳	۳-۶ شارژ-تخلیه جریان ثابت ولتاژ ثابت (CC CV)
۱۵	پیوست الف (آگاهی دهنده) مطالعه موردی

## پیش‌گفتار

استاندارد «فناوری نانو- نانوساخت- مشخصات کنترلی کلیدی- قسمت ۴-۵: نانومواد کاتدی برای ذخیره- سازی انرژی الکتریکی نانوپدید- مشخصات الکتروشیمیایی، روش سلول ۳-الکترودی» 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 62607-4-5: 2017: Nanomanufacturing – Key control characteristics- Part 4-5: Cathode nanomaterials for nano-enabled electrical energy storage- Electrochemical characterization, 3-electrode cell method

## مقدمه

استفاده از فناوری‌های انرژی تجدیدپذیر در آینده به‌طور قابل توجهی بستگی به گسترش سامانه‌های کارآمد برای ذخیره انرژی دارد. رویکردهای متعارف موجود برای ذخیره انرژی الکتریکی از نیروگاه‌های ثابت برق در حال حاضر با ایده‌های بسیاری در رابطه با ظهور «شبکه هوشمند» تقویت می‌شود. تنها یک راه حل چشم‌گیر در مورد قابلیت حرکت برای حمل و نقل الکترونیکی انفرادی در آینده وجود دارد: یک باتری که بتواند به مقدار کافی انرژی ذخیره کند تا انتقال تماماً الکتریکی در پیمایش چندصد کیلومتر را انجام دهد. راه حل‌های فعلی موجود در بازار را فقط می‌توان به‌عنوان راه حل‌های موقت در نظر گرفت. از دیدگاه امروزی، باتری‌های لیتیم-یون و مفاهیم نوآورانه برگرفته از آن‌ها به‌عنوان امیدوارکننده ترین انتخاب در نظر گرفته شده‌اند. الکترودهای ساخته شده از چندسازه‌های<sup>۱</sup> نانومقیاس نقشی کلیدی در آینده ایفا می‌کنند. مواد نوآورانه توسعه خواهند یافت و مرتباً بهینه می‌شوند که مستلزم آزمونتعداد زیادی از مواد مختلف است.

مشخصه‌یابی خواص الکتروشیمیایی نانومواد کاتدی که در دستگاه‌های ذخیره‌سازی انرژی الکتریکی به‌کار می‌روند برای توسعه آن‌ها به‌صورت انطباق یافته با نیازها حائز اهمیت هستند. این متن یک روش استاندارد را برای مشخص کردن خواص الکتروشیمیایی نانومواد کاتدی جدید ارائه می‌دهد که در دستگاه‌های ذخیره‌سازی انرژی الکتریکی استفاده می‌شوند. استفاده از این استاندارد، مقایسه انواع مختلف نانومواد کاتدی و مقایسه نتایج حاصل از گروه‌های تحقیقاتی مختلف را ممکن می‌سازد.

این استاندارد یک روش سلول ۳ الکترودی را برای تعیین مشخصه‌یابی الکتروشیمیایی نانومواد کاتدی برای دستگاه‌های ذخیره‌سازی انرژی الکتریکی معرفی می‌کند.

این روش استاندارد شده برای مقایسه مشخصات نانومواد کاتدی که در مرحله توسعه هستند در نظر گرفته شده است، نه برای ارزیابی الکتروود در محصولات نهایی.

این روش برای نشان دادن عملکرد یا کارایی موادی است که فقط با فناوری نانو کاربرد دارد که تعمداً به مواد فعال اضافه می‌شوند و به‌طور قابل توجهی ظرفیت دستگاه‌های ذخیره‌سازی انرژی را تغییر می‌دهند.

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

بخش نانومواد در الکترودها، پوشش‌های الکتروود، جداسازها یا الکتروولیت ارتباطی به کاربرد این روش ندارد. این استاندارد، یک قسمت از مجموعه استانداردهای ایران شماره ۱۹۷۵۸ می‌باشد.



## فناوری نانو- نانوساخت- مشخصات کنترلی کلیدی- قسمت ۴-۵: نانومواد کاتدی برای ذخیره سازی انرژی الکتریکی نانوپدید- مشخصات الکتروشیمیایی، روش سلول ۳- الکترودی

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، ارائه روشی استاندارد برای تعیین خواص الکتروشیمیایی نانومواد کاتدی مانند لیتیم آهن فسفات (LFP) برای افزاره های ذخیره انرژی الکتریکی است. این روش صنعت را قادر خواهد ساخت که:

الف- تصمیم بگیرد که آیا یک نانوماده کاتدی قابل استفاده است یا خیر، و

ب- یک نانوماده کاتدی مناسب برای کاربرد موردنظر را انتخاب کند.

این استاندارد شامل موارد زیر است:

- توصیه هایی برای آماده سازی نمونه؛

- نمای کلی روش های تجربی استفاده شده برای اندازه گیری خواص نانوماده کاتدی؛

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

- مطالعات موردی.

**یادآوری** - هدف از این روش این است که مشخصات دقیق الکترودها به دست آید تا تأثیر انفرادی آند و کاتد بر روی کارکرد و تخریب قابل پیش بینی باشد. این روش می تواند برای مشخص کردن عملکرد الکترودها به عنوان کاتد و/یا آند به کار رود.

### 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 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<sup>۱</sup>

برای اهداف این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف تعیین شده در استاندارد ملی ایران - ایزو شماره ۱-۸۰۰۰۴ و موارد زیر به کار می‌رود.

##### ۱-۱-۳

#### نانوماده کاتد

##### **cathode nanomaterial**

ماده مورد استفاده در یک کاتد افزاره ذخیره‌سازی انرژی نانوپدید که حاوی کسری از نانوماده بوده و کارایی یا عملکردی از خود نشان می‌دهد که فقط با به‌کارگیری فناوری نانو ممکن می‌شود.

**یادآوری** - کاتد یک فویل چندلایه متشکل از (۱) یک جمع‌کننده جریان آلومینیومی، (۲) یک چسبنده انتخابی جهت ارتقاء لایه کربن (برای افزایش چسبندگی لایه کاتدی در صورت لزوم) و (۳) لایه کاتدی می‌باشد. این لایه کاتدی شامل فاز فعال (به‌عنوان مثال لیتیم حاوی اکسیدهای مخلوط شده یا فسفات، مانند LFP)، یک فاز رسانا (کربن سیاه) و یک گیرنده ارگانیک (PVDF) است.

##### ۲-۱-۳

#### ماده آند

##### **anode material**

ماده مورد استفاده به‌عنوان الکترود شمارنده (CE) برای مشخصات الکتروشیمیایی کاتدها در سلول ۳- الکترودی است.

**یادآوری** - آند می‌تواند یک الکترود گرافیتی نواری متشکل از (۱) یک فویل مسی جمع‌کننده جریان و (۲) لایه فعال متشکل از گرافیت، یک فاز رسانا (کربن سیاه) و گیرنده ارگانیک (PVDF, CMC) باشد. به‌صورت جایگزین، لیتیم فلزی می‌تواند به‌عنوان CE به کار رود. استفاده از لیتیم، ضرورت متعادل‌سازی ظرفیت کاتد و آند را کاهش می‌دهد. اگرچه، ثبات چرخه لیتیم در مقایسه با یک آند گرافیتی بسیار محدودتر است. بنابراین انتخاب شمارنده الکترود باید با هدف تحقیق مطابقت داشته باشد.

##### ۳-۱-۳

#### الکترود مرجع

##### **reference electrode**

##### **RE**

الکترودی که در واکنش‌های سلول باتری (شارژ، تخلیه) به‌طور فعال درگیر نیست.

---

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.

**یادآوری** - الکتروود مرجع در آرایش سلول قرار می‌گیرد تا قابلیت اندازه‌گیری پتانسیل الکتروود کاتد و آند را ممکن سازد. هر دو مقدار با توجه به پتانسیل RE تعیین می‌شوند. برای اطمینان از اندازه‌گیری مناسب، پتانسیل الکتروود مرجع باید ثابت نگه‌داشته شود. بنابراین، تماس بدون جریان این الکتروود برای جلوگیری از تشکیل پتانسیل بیش از حد انجام می‌شود. در تحقیق باتری لیتیم یون، رایج‌ترین ماده الکتروود مرجع، لیتیم فلزی است که در تماس با یک لیتیم یون حاوی الکتروولیت قرار دارد.

۴-۱-۳

### سلول پیچی ۳ الکتروودی

#### 3-electrode screw cell

سلولی که شرایط هندسی آرایش سه الکتروودی را فراهم می‌کند.

**یادآوری ۱-** بررسی الکتروشیمیایی مستقل از ماده کاتدی و آندی توسط سلول پیچی ۳ الکتروودی انجام می‌شود. این نظریه یک سلول را در آرایش ۳ الکتروودی توصیف می‌کند که شرایط هندسی شبه باتری کاتد و آند را فراهم می‌سازد. علاوه بر این، یک الکتروود مرجع لیتیومی را شامل شده‌است تا تعیین پتانسیل الکتروود تکی به جای تعیین ولتاژ کلی سلول را ممکن سازد. وضعیت سلول شامل فنرها و جمع‌کننده‌های فلزی جریان و مجموعه الکتروود شامل آند/جداکننده‌ها به علاوه الکتروولیت/کاتد می‌باشد. الکتروود مرجع بین آند و کاتد قرار می‌گیرد، توسط لایه‌هایی از این الکتروودها جدا می‌شود. برای این هدف، طرح‌های مختلف سلولی امکان‌پذیر است. مطالعه موردی در پیوست الف یک طرح سلولی مبتنی بر <sup>۱</sup> PFA Swagelok fitting نیم اینچی را نشان می‌دهد.

۵-۱-۳

### ولتاژ سلول

#### cell voltage

$U_{cell}$

اختلاف پتانسیل‌های الکتروشیمیایی بین کاتد و آند است.

۶-۱-۳

### پتانسیل الکتروود

#### electrode potential

اختلاف بین پتانسیل الکتروشیمیایی یک الکتروود در سلول ۳- الکتروودی و پتانسیل RE است.

**یادآوری ۱-** پتانسیل‌های الکتروود  $\phi_{WE}$  و  $\phi_{CE}$ ، اختلاف بین پتانسیل الکتروشیمیایی الکتروود موردنظر در سلول ۳- الکتروودی و پتانسیل الکتروود مرجع هستند. در مورد مواد الکتروود اینترکالیشن<sup>۲</sup>، اندازه‌گیری توسط حالت انعطاف‌پذیری مواد انجام می‌شود. علاوه بر این، پتانسیل بیش از حدی که از واکنش الکتروود موردنظر حاصل می‌شود، بر پتانسیل آن اثر می‌گذارد. در نتیجه این یک پارامتر

۱- PFA Swagelok fitting مثالی از یک محصول مناسب در دسترس تجاری است. این اطلاعات برای راحتی کاربران این استاندارد ارائه شده است و IEC از این محصول پشتیبانی نمی‌کند.

1-Intercalation

فیزیکی ارزشمند است که باید تعیین شود، زیرا اطلاعات قابل توجهی در مورد الکترودهای تکی و حالات واقعی آنها را شامل می-شود.

۷-۱-۳

### مقاومت سلول

#### cell resistance

$R_{el}$

مقاومت اهمی داخلی حاصل از آزمون سلول.

یادآوری -  $R_{el}$  مجموع مقاومت‌های اهمی داخل سلول می‌باشد (به‌عنوان مثال الکترولیت، مقاومت تماسی).

۸-۱-۳

### چرخه شارژ- تخلیه

#### charge- discharge cycle

روشی که شامل شارژ و تخلیه سلول در حال آزمون است.

یادآوری - سلول تازه هم‌گذاری<sup>۱</sup> شده به‌طور کامل تخلیه شده‌است. در طول شارژ، آند لیتیومی به‌صورت منفی بالاتر از جریان پتانسیل صفر سوگیری<sup>۲</sup> می‌شود، کاتیون‌های لیتیومی کاهش یافته و لیتیوم فلزی در سطح آند لیتیومی رسوب می‌کند. در طول تخلیه گالوانیک از طریق یک مدار خارجی (بار)، لیتیوم فلزی در آند اکسید می‌شود، که نشان‌دهنده یک پتانسیل منفی است در حالی که پتانسیل کاتدی مثبت است. حال لیتیوم فلزی به یون‌های لیتیومی اکسید و در الکترولیت حل می‌شود. یون‌های لیتیومی در شبکه بلوری مواد کاتدی قرار می‌گیرد. فرآیندهای شارژ/تخلیه در حدود معینی برگشت‌پذیر هستند.

### ۲-۳ کوتاه‌نوشت‌ها

LFP	Lithium iron phosphate, $LiFePO_4$	لیتیم آهن فسفات
C	Graphite (layered modification of carbon)	گرافیت (کربن اصلاح شده لایه لایه شده)
Li	Lithium	لیتیم
WE	Working electrode, as cathode	الکتروود کار، به‌عنوان مثال کاتد
CE	Counter electrode, as anode	شمارنده الکتروود، به‌عنوان مثال آند
RE	Reference electrode	الکتروود مرجع
PVDF	Polyvinylidene fluoride	پلی وینیلیدین فلوراید

2-Assembled

3-Bias

EC	Ethylene carbonate	اتیلن کربنات
DEC	Diethyl carbonate	دی اتیل کربنات
LiPF <sub>6</sub>	Lithiumhexafluorophosphate (common conductive salt of lithium ion battery electrolytes)	لیتیم هگزا فلئورو فسفات (نمک رسانا رایج در الکترولیت‌های باتری لیتیم- یون)
PE	Polyethylene	پلی اتیلن
PFA	Perfluoroalkoxy rubber	لاستیک پرفلوئورال کاکسی
PEEK	Polyether ether ketone rubber	لاستیک پلی اتر اتر کتون
OCV	Open circuit voltage	ولتاژ مدار باز
OCP	Open circuit potential	پتانسیل مدار باز
EIS	Electrochemical impedance spectroscopy	طیف‌سنجی امپدانس الکتروشیمیایی

#### ۴ روش‌های آماده‌سازی نمونه

##### ۱-۴ کلیات

برای مشخصه‌یابی الکتروشیمیایی نانوماده کاتدی، سلول‌های پیچی ۳- الکترودی استفاده می‌شوند. جنبه‌های اصلی برای آماده‌سازی این سلول‌های اندازه‌گیری عبارت است از:

الف- پیش آماده‌سازی الکترودها؛

ب- انتخاب جداکننده و برگزیدن یک الکترولیت/ حجم الکترولیت مناسب؛

پ- به‌کار بردن فشار مشخص و معتبر روی بسته‌بندی الکترودها/ جداکننده؛

ت- نصب الکترودها مرجع.

##### ۲-۴ واکنش‌گرها

##### ۱-۲-۴ فویل کاتد

فویل کاتد می‌تواند در یک دسیکاتور (خشک‌کننده) تحت رطوبت جوی پایین به مدت چندین روز تا هفته‌ها ذخیره شود. قبل از هم‌گذاری سلول، ماده کاتد خشک شده (به زیربند ۴-۳ مراجعه شود) و بلافاصله پس از آماده‌سازی، در یک جعبه دستکش مملو از گاز آرگون قرار داده می‌شود تا از تماس با رطوبت جوی جلوگیری شود.

#### ۴-۲-۲ فویل آند

آندهای گرافیتی همانند فویل‌های کاتد ذکر شده در زیربند ۴-۲-۱ آماده‌سازی می‌شوند. اگر لیتیوم فلزی به‌عنوان ماده آند استفاده شود، فویل لیتیومی ( $d=0.25 \text{ mm}$ ) به‌صورت بسته‌بندی نشده در یک جعبه دستکش مملو از گاز آرگون قرار داده می‌شود و سپس به‌همان‌صورت تحویل داده شده، مورد استفاده قرار می‌گیرد.

#### ۴-۲-۳ الکتروُد مرجع

لیتیوم فلزی به‌عنوان RE و به‌صورت بسته‌بندی نشده در یک جعبه دستکش مملو از گاز آرگون قرار گرفته و سپس همان‌طور که تحویل داده شده، استفاده می‌شود. ماده اولیه مورد استفاده در مطالعه موردی فویلی با ضخامت  $0.25 \text{ mm}$  بوده‌است. برای استفاده از آن به‌عنوان الکتروُد مرجع، ضخامتش باید حدود  $0.1 \text{ mm}$  باشد تا از تنش‌های مکانیکی WE و CE توسط الکتروُد مرجع جلوگیری شود. برای این هدف یک نوار لیتیومی در فویل پلی پروپیلن پیچیده و به‌صورت دستی لوله یا فشرده می‌شود تا به ضخامت ذکر شده برسد.

#### ۴-۲-۴ الکتروولیت و جداکننده

توصیه می‌شود آزمایش مواد در الکتروولیتی انجام شود که ترکیب آن با الکتروولیت‌های مورد استفاده در باتری‌های تجاری قابل مقایسه باشد. در واقع، این‌ها معمولاً محلول‌های مبتنی بر پایه کربنات آلی هستند که حاوی  $\text{LiPF}_6$  به‌عنوان نمک رسانا می‌باشند. برای بررسی الکتروولیت تجاری،  $1 \text{ M LiPF}_6$  در DEC EC: ۱:۱، با خلوص تعریف شده و مقدار آب کم‌تر از  $5 \mu\text{g/g}$  استفاده می‌شود. یک فیبر شیشه‌ای بافته نشده با ضخامت حدود  $0.2 \text{ mm}$  به‌عنوان ماده جداکننده استفاده می‌شود. این ماده قبل از استفاده در یک کوره خلاء خشک می‌شود.

$$(T=80^\circ\text{C}, p=1 \text{ mbar تا } 5 \text{ mbar}, t=12 \text{ h})$$

#### ۴-۳ پیش آماده‌سازی مواد الکتروودی

هر دو فویل الکتروودی در یک محفظه خشک‌کن، خشک می‌شوند تا مقادیر آب آن‌ها به کم‌تر از  $100 \mu\text{g/g}$  در ماده فعال برسد. به‌عنوان مثال شرایط خشک شدن عبارت است از:

$$t=12 \text{ h}, p=1 \text{ mbar تا } 5 \text{ mbar}, T=80^\circ\text{C}$$

پیشنهاد می‌شود مقدار آب کاتد با استفاده از خشک شدن و رسیدن به جرم ثابت کنترل شود. روش خشک کردن برای رسیدن به مقدار آب کم‌تر از  $100 \mu\text{g/g}$  باید به‌روش تیتراسیون کارل فیشر برای ۵ نمونه اول کاتد اثبات شود. پس از آن خشک کردن به جرم ثابت می‌تواند به‌عنوان یک استاندارد به‌کار رود.

الکترودهای مورد بررسی در سلول پیچی ۳- الکترودی، بخش جدا شده به وسیله سوراخ کردن یا برش لیزری از ماده فویل هستند. جرم الکترودها،  $m_{\text{electrode}}$ ، با جرمسنجی با استفاده از یک ترازوی دقیق آزمایشگاهی محاسبه می شود ( $m = 0.0001 \text{ g}$  دقت). جرم فاز فعال،  $m_{\text{active}}$ ، به وسیله تفریق از جرم فویل جمع کننده جریان،  $m_{\text{substrate}}$ ، و ضرب آن در جرم قسمت  $x$  ماده فعال در پوشش محاسبه می شود.

$$m_{\text{active}} = x \cdot (m_{\text{electrode}} - m_{\text{substrate}})$$

سپس ظرفیت تئوری به صورت زیر محاسبه می شود:

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

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

$$q_{\text{M}} = Q / m_{\text{electrode}} \quad [\text{mAh/g}] \quad \text{ظرفیت جرمسنجی الکترودها:}$$

$$q_{\text{A}} = Q / m_{\text{active}} \quad [\text{mAh/g}] \quad \text{ظرفیت تراکم ماده فعال:}$$

$$q_{\text{F}} = Q / A \quad [\text{mAh/cm}^2] \quad \text{ظرفیت ویژه الکترودها:}$$

برای این محاسبات، باید اطلاعات ماده به صورت ذیل داده شود:

الف- جرم الکترودها (جرم فویل پوشش دار)،  $m_{\text{electrode}}$ ؛

ب- جرم زیرلایه (جرم فویل بدون پوشش)،  $m_{\text{substrate}}$ ؛

پ- استوکیومتری / جرم مولار ماده فعال،  $M$  (می تواند توسط تجزیه و تحلیل شیمیایی اثبات شود، یعنی ICP-MS)؛

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

ث- سطح الکترودها،  $A$ .

#### ۴-۴ آماده‌سازی سلول پیچی

اجزاء سلولی (به شکل الف-۱ مراجعه شود) با اتانول و آب در یک حمام فراصوت<sup>۱</sup> تمیز و بعد از آن در یک محفظه محفظه خشک‌کن، خشک کنید.

اجزاء در محفظه خشک‌کن با دمای °C ۷۰ تا °C ۸۰ برای مدت حداقل ۳۰ min نگهداری کنید. در طول چنین آماده‌سازی گرمایی بر روی اجزاء سلول، آبی کهبه‌طور موردی جذب شده‌است، از سطح اجزاء حذف خواهد شد.

اجزاء گرم شده سلول (به شکل الف-۲ مراجعه شود) به همان شکلی که در مرحله اول پیوست الف نشان داده شده است (به شکل الف-۳ مراجعه شود)، نصب می‌شوند. پس از آن، در جعبه دستکش قرار داده می‌شوند تا الکتروود تحت تأثیر فضای جوی آرگون هم‌گذاری شود. همه مواد در این بخش باید تحت تأثیر فضای جوی آرگون در محفظه دستکش مورد رسیدگی قرار گیرند. در جعبه دستکش، حداکثر مقدار O<sub>2</sub>، ۵۰ µg/g و حداکثر میزان H<sub>2</sub>O، ۱۰ µg/g می‌باشد.

در ابتدا، کاتد در داخل بدنه سلول بر روی یک فاصله‌انداز آلومینیومی که نقش جمع‌کننده جریان را دارد، قرار داده می‌شود. کاتد توسط الکتروولیت آغشته می‌شود (۵ قطر، ۶۰ mg تا ۷۰ mg برای الکتروودی به مساحت ۱,۲۷ cm<sup>2</sup> و ضخامت کاتد ۵۰ µm) (به شکل الف-۳ مراجعه شود).

جداکننده با ضخامت ۱۵۰ µm، سوراخ شده و یک لایه از آن بر روی کاتد قرار داده می‌شود. سپس به الکتروولیت آغشته می‌شود (۳ قطر، حدود ۳۰ mg).

الکتروود مرجع لیتیومی با برش یک نوار نازک از ماده لیتیوم لوله شده تهیه می‌شود (طول ۱۰ mm تا ۱۲ mm، عرض حدود ۰,۵ mm). این ضخامت از الکتروود مرجع با فشرده‌سازی ۲۵۰ µm ماده لیتیوم اولیه شده به‌وسیله پرس دستی به حدود ۱۰۰ µm تنظیم می‌شود. این نوار فلزی از طریق شکاف عمودی به سمت محور سلول به داخل سلول وارد می‌شود و بر روی ساندویچ جداکننده<sup>۲</sup> قرار می‌گیرد.

یک جداکننده ثانویه بر روی ساندویچ متشکل از کاتد/ جداکننده/ الکتروود مرجع قرار گرفته و به سه قطر الکتروولیت آغشته می‌شود (حدود ۳۰ mg).

آند گرافیتی به الکتروولیت آغشته می‌شود (۵ قطر، ۶۰ mg تا ۷۰ mg) (برای الکتروودی به مساحت ۱,۲۷ cm<sup>2</sup> و ضخامت آند ۵۰ µm). متعاقباً، آند مرطوب شده در سلول، بالای چیدمان الکتروود- جداکننده سلول قرار داده می‌شود. این آند از سمت پشت با یک فاصله‌انداز استیل زنگ نزن، یک فنر (k= ۲,۸۷ N/mm) و جمع‌کننده جریان در تماس است. پس از آن، محور اصلی سلول حاوی اجزاء باتری با بستن ملایم کلاهیک پیچ ثابت می‌شود.

1-Ultrasonic  
2-Separator sandwich



فاصله‌انداز حلقوی شکل PEEK در دهانه الکتروود مرجع که بر محور اصلی سلول عمود است قرار می‌گیرد. نوار الکتروود مرجع از طریق فضای خالی فشرده می‌شود، سپس الکتروود مرجع به وسیله یک فاصله‌انداز استیل زنگ نزن در پشت حلقه PEEK در تماس قرار می‌گیرد. مسیر الکتروود مرجع با یک فنر ( $k= 2,87 \text{ N/mm}$ ) مجهز و به صورت دستی پیچانده می‌شود.

در نهایت، کلاهک‌های پیچ آند و کاتد تحت فشار دستی، محکم و یک آزمون عملکردی کوتاه انجام می‌شود تا اختلاف پتانسیل بین کاتد و الکتروود مرجع و بین آند و الکتروود مرجع توسط یک مولتی‌متر مشخص گردد.

اگر هم‌گذاری موفقیت آمیز باشد، با توجه به مواد الکتروود مورد استفاده، ولتاژهای بین الکتروودها به صورت پایدار مشاهده می‌گردد.

مثال: برای ترکیب LFP برای کاتد، گرافیت برای آند، و فلز لیتیوم برای الکتروود مرجع، شرایط زیر مهیا می‌شود:

ولتاژ WE نسبت به CE:  $\varphi_{WE} - \varphi_{CE} \approx 0,5 \text{ V}$  تا  $0,05 \text{ V}$

ولتاژ WE نسبت به RE:  $\varphi_{WE} \approx 2,8 \text{ V}$  تا  $3,1 \text{ V}$

ولتاژ CE نسبت به RE:  $\varphi_{CE} \approx 2,7 \text{ V}$  تا  $3,2 \text{ V}$

اگر هر یک از اختلاف پتانسیل‌های اندازه‌گیری شده دقیقاً صفر ولت شود، یک اتصال کوتاه بین الکتروودهای موردنظر اتفاق افتاده است. در این صورت سلول معیوب است و باید کاملاً از هم جدا و با الکتروودهای جدید ساخته شود.

#### ۵-۴ جداسازی سلول پیچی

جداسازی سلول باید تحت محیط آرگون انجام شود تا از تماس با محصولات تجزیه‌شده سمی مانند هیدروفلوئوریک اسید جلوگیری گردد.

اجزاء سلول استفاده شده باید با حفظ استانداردهای سلامت و ایمنی صنعتی ذخیره و دفع شوند.

#### ۵ اندازه‌گیری خواص الکتروشیمیایی

##### ۱-۵ کلیات

سلول برای اندازه‌گیری مشخصه‌های شارژ-تخلیه به شرح ذیل متصل می‌شود: الکتروود فعال (WE) پتانسیواستات/گالوانواستات به کاتد، و آند به پشت الکتروود شمارنده متصل می‌شود. الکتروود مرجع (RE) به رشته اتصالات

الکتروود مرجع پتانسیواستات متصل می‌شود. در طول شارژ کاتد، پتانسیل سوگیری مثبت (قطب) به کاتد و پتانسیل سوگیری منفی (قطب) به آند اعمال می‌گردد.

## ۲-۵ پتانسیل مدار باز

### ۱-۲-۵ تعریف روش

پتانسیل مدار باز یک الکتروود، پتانسیل اندازه‌گیری شده آن، در مقابل الکتروود مرجع در حالت بدون جریان می‌باشد. اختلاف OCPs بین کاتد و آند برابر است با ولتاژ سلول مدار باز که با اختلاف پتانسیل مستقیم اندازه‌گیری شده بین آند و کاتد مرتبط است. برای به‌دست آوردن مقادیر معتبر OCP و OCV، اندازه‌گیری باید پس از فراهم نمودن شرایط سلول انجام شود (به زیربند ۵-۳-۲ مراجعه شود).

### ۲-۲-۵ روش‌های تجربی و شرایط اندازه‌گیری

سلول به‌صورت الکتریکی به یک پتانسیواستات متصل می‌شود. اندازه‌گیری OCP و OCV باید به‌ترتیب انجام شود. برای اندازه‌گیری OCV، اتصالات الکتروود مرجع (RE) و الکتروود شمارنده (CE) اتصال کوتاه و به آند متصل می‌شوند، در حالی که اتصال به الکتروود فعال (WE) توسط ورقه آلومینیومی انجام می‌شود.

اندازه‌گیری OCP در تنظیمات ۳ الکتروودی انجام می‌شود. برای اینکه پتانسیواستات قادر به تشخیص هم‌زمان پتانسیل WE و CE باشد، اتصالات بدین‌گونه می‌باشد: کاتد- WE ، آند- CE ، الکتروود مرجع- RE. مدت زمان اندازه‌گیری OCP و OCV می‌تواند از ۵ دقیقه (آزمون عملکردی) تا دو ساعت (جمع‌آوری اطلاعات برای ارزیابی تحلیلی) باشد.

پس از شکل‌گیری سلول، محدوده‌های پتانسیل الکتروودها معمولاً به مواد الکتروود مورد استفاده بستگی دارد.

مثال: برای ترکیب LFP برای کاتد، گرافیت برای آند، و فلز لیتیوم برای الکتروود مرجع، شرایط زیر مشاهده می‌شود (به شکل الف-۴ مراجعه شود):

$$U_{\text{OCP, WE}} = \varphi_{\text{cathode}} \approx 3.8 \text{ V تا } 3.0 \text{ V} \quad \text{OCP مربوط به WE نسبت به RE:}$$

$$U_{\text{OCP, CE}} = \varphi_{\text{anode}} \approx 0 \text{ V تا } 1 \text{ V} \quad \text{OCP مربوط به CE نسبت به RE:}$$

$$U_{\text{OCV}} = \varphi_{\text{cathode}} \approx 2.5 \text{ V تا } 3.8 \text{ V} \quad \text{OCV مربوط به سلول:}$$



## ۴-۵ آزمون شارژ- تخلیه (جریان ثابت ولتاژ ثابت ، CCCV/CC)

### ۱-۴-۵ تعریف روش

روش جریان ثابت ولتاژ ثابت یک روش مورد استفاده معمول برای شارژ- تخلیه باتری است. در ابتدا، سلول تحت کنترل گالوانوستاتیک (CC) شارژ می‌شود تا یک پتانسیل بالا حاصل شود  $\phi_{limit}$ . پس از آن پتانسیل برای مدت زمان معینی (CV) نگه داشته می‌شود تا اثر ولتاژ بیش از حد در هنگام شارژ CC جبران شود. بدین ترتیب یک وضعیت ثابت لیتیومی از الکترودها در پایان شارژدهی تضمین می‌شود که مستقل از جریان اعمال شده در مرحله CC است.

تخلیه سلول مجدداً تحت کنترل گالوانوستاتیک (CC) انجام می‌شود.

از اطلاعات حاصله در طول آزمون‌های CCCV/CC (به شکل الف-۶ مراجعه شود)، خواص سلول‌های مختلف، به‌عنوان مثال ظرفیت سلول و بازده کولوم را می‌توان محاسبه نمود. علاوه بر این، مقاومت داخلی را می‌توان از طریق  $\delta_{IR}$  و IR-drop اندازه‌گیری کرد، و این زمانی اتفاق می‌افتد که سلول از حالت تحت بار به حالت بدون جریان تغییر می‌کند و بالعکس.

### ۲-۴-۵ روش‌های تجربی و شرایط اندازه‌گیری

سلول به یک پتانسیواستات با پیکربندی زیر متصل می‌شود:

cathode = WE , anode = CE , reference electrode = RE

قبل از شروع اندازه‌گیری CCCV، سلول باید (از لحاظ الکتروشیمیایی) در شرایط آماده‌سازی قرار گیرد تا اطلاعات معتبر از آزمون‌های بعدی را تضمین کند. این شرایط شامل تعادل سلول و آرایش الکتروشیمیایی است. اعتبار و قابلیت بازیابی داده حاصله در بند ۶ که تحت اعمال این شرایط و پارامترها تهیه شده‌است، قبل از اندازه‌گیری ترکیب خاصی از مواد الکتروود تأیید شود.

مثال: برای ترکیب LFP برای کاتد، گرافیت برای آند و فلز لیتیوم برای الکتروود مرجع، روش آماده‌سازی و پارامترهای زیر می‌تواند استفاده شود:

۱- تعادل: ۱۲ ساعت نگه‌داری در دمای اتاق، بدون بار الکتریکی

۲- شکل‌گیری: ۵ چرخه شارژ- تخلیه گالوانوستاتیک تحت بار کم (معمولاً  $I_t Ah$  ۰٫۱ ظرفیت نظری)

$$I_{charge} = 0,1 I_t A (Q/1 \cdot I_t Ah) \text{ مربوط به } 0,1 I_t Ah$$

$$\phi_{WE, upper limit} = 3,8 \text{ V}$$

$$\phi_{WE, lower limit} = 2,5 \text{ V}$$

محدوده‌های پتانسیل و جریان روش CCCV برای کاتدها به‌صورت زیر است:

$$I_{charge} = 0,2 I_t A (Q/5 Ah) \text{ مربوط به } 0,2 I_t Ah$$

$$t_{\text{potstat}} = 7200 \text{ s (2h)}$$

$$I_{\text{limit}} = 0.1 I_t \text{A (} I_{\text{charge}} \text{ \% 10)}$$

$$I_{\text{discharge}} = -0.2 I_t \text{A}$$

$$\varphi_{\text{WE, lower limit}} = 2.5 \text{ V}$$

۵۰ بار

## ۶ تجزیه و تحلیل داده / تفسیر نتایج (به شکل الف-۷ مراجعه شود)

### ۱-۶ پتانسیل مدار باز

الف- محاسبات: ندارد

ب- نمودار: ولتاژ سلول  $U_{\text{cell}}$  برابر با  $(U_{\text{OCV}})$  و پتانسیل‌های الکترود  $\varphi_{\text{anode}}$  و  $\varphi_{\text{cathode}}$  برابر با  $(U_{\text{OCP,CE}}$  و  $U_{\text{OCP,WE}}$ ) نسبت به زمان

پ- مقدار هدف: پتانسیل‌های الکترود کاتد و آند

### ۲-۶ طیف‌سنجی امپدانس الکتروشیمیایی

$$Z.A = Z_{\text{norm}} [\Omega \text{cm}^2]$$

الف- محاسبات:  $Z_{\text{real}}/Z_{\text{imag}}$  نرمالیزه شده:

ب- نمودار: منحنی نایکوئیست:  $-Z_{\text{imag,WE}}$  نسبت به  $Z_{\text{real,WE}}$

منحنی نایکوئیست:  $-Z_{\text{imag,CE}}$  نسبت به  $Z_{\text{real,CE}}$

پ- مقدار هدف: مقاومت داخلی ( $100 \text{ kHz}$ )  $R_{\text{el}} = Z_{\text{real}}$

### ۳-۶ شارژ- تخلیه جریان ثابت ولتاژ ثابت (CC CV)

$$i = I/A [\text{mA/cm}^2]$$

الف- محاسبات:  $I$  نرمالیزه شده:

$$q_{\text{ch}} = \int i_{\text{charge}} dt [\text{mAh/cm}^2]$$

ظرفیت مخصوص سلول در طول شارژ:

$$q_{\text{dis}} = \int i_{\text{discharge}} dt [\text{mAh/cm}^2]$$

ظرفیت مخصوص سلول در طول تخلیه:

برابر است با توانایی ماده فعال برای ذخیره انرژی

$$q_A = q_{\text{dis}}.A/m_{\text{active}} [\text{mAh/g}]$$

ظرفیت جرمی  $q_A$ :

$$\eta_{\text{CE}} = q_{\text{dis}}/q_{\text{ch}}.100 [\%]$$

بازده کلومب:

$$\delta_{\text{IR}} = U_{\text{OCVend},i=x} - U_{\text{OCVinit},i=0} \text{ IR}$$

ب- رسم: نمودار CC-CV:  $U$ ,  $\varphi_{\text{anode}}$  و  $\varphi_{\text{cathode}}$  نسبت به  $t$  و  $i$  نسبت به  $t$

توسعه ظرفیت:  $q_A$  براساس تعداد چرخه

$q_{dis}$  براساس تعداد چرخه

$\eta_{CE}$  براساس تعداد چرخه

$\delta_{IR}$  براساس تعداد چرخه

مقدار هدف: ظرفیت‌های مخصوص و جرمی  $q_A$  و  $q_{dis}$

بازده کلومب

افت IR ( $\delta_{IR}$ )

پیوست الف  
( آگاهی دهنده )  
مطالعه موردی

- الف-۱: آماده‌سازی نمونه  
اجزاء مورد نیاز (به شکل الف-۱ مراجعه شود):
- ۱- تعداد یک بدنه سلول،
  - ۲- تعداد سه کلاهک پیچی،
  - ۳- تعداد سه مهر آلومینیومی،
  - ۴- تعداد سه فنر،
  - ۵- تعداد سه واشر کوچک + سه واشر بزرگ،
  - ۶- فاصله‌انداز فلزی (دو عدد استیل زنگ نزن، یک عدد آلومینیومی)،
  - ۷- فاصله‌انداز PEEK.





الف - فاصله انداز آلومینیومی،

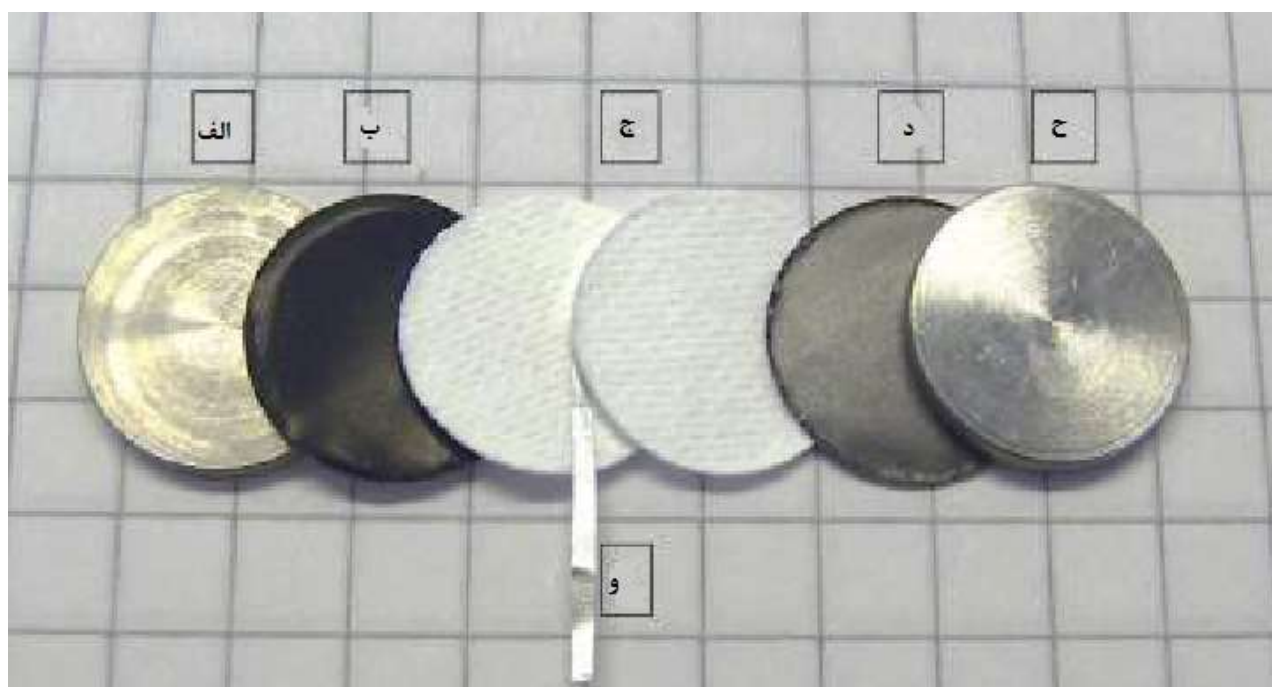
ب - کاتد،

ج - جداکننده + الکترولیت،

د - آند،



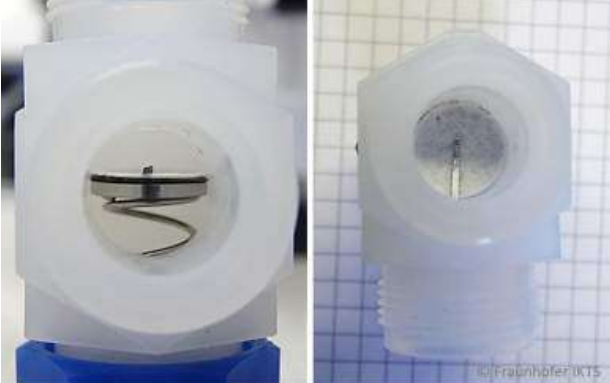
ح - فاصله انداز استیل زنگ نزن،

و - لیتیم RE.



شکل الف-۲ - اجزاء سلول الکتروشیمیایی مورد استفاده برای آزمون

برای هم گذاری بسته الکتروشیمیایی، اجزاء سلول در یک جعبه دستکش پر شده از آرگون قرار می گیرند. مراحل ساخت و ساز در شکل الف-۳ نشان داده شده است.

شرح	شکل	مرحله
<p>اجزاء سلول گرم طبق شکل از پیش هم‌گذاری شده‌اند. سپس کلاهک‌های پیچی بر روی قطعات آلومینیومی قرار گرفتند.</p> <p>پس از آن یک واشر کوچک و سپس یک واشر بزرگ روی هر مهر افزوده شدند.</p> <p>نهایتاً، یک سر بر روی بدنه سلول سوار می‌شود. قسمت‌های آماده شده و اجزاء اضافی به داخل جعبه دستکش منتقل شدند.</p>		۱
<p>برای آماده‌سازی الکتروود مرجع، یک نوار باریک (تقریباً به طول ۱ mm تا ۱٫۲ cm، عرض ۱ mm) از ماده لوله شده لیتیم بریده می‌شود. نوار تحت فشار دستی قرار گرفته و فشرده می‌شود تا به ضخامت حدود ۰٫۱ mm برسد، سپس به صورت دستی به عرض ۰٫۵ mm بریده می‌شود.</p>		۲
<p>مرحله الف: یک فنر و فاصله‌انداز آلومینیومی در بدنه سلول از پیش هم‌گذاری شده قرار داده می‌شوند.</p> <p>مرحله ب: کاتد (سوراخ شده و در خلاء خشک شده‌است) در فاصله‌انداز قرار داده و به ۵ قطره از الکتrolیت ۱ M از <math>\text{LiPF}_6</math> در <math>\text{EC:DEC}</math> ۱:۱ (برای مثال LP40) آغشته می‌شود.</p> <p>مرحله ج: یک لایه جداکننده الیاف شیشه‌ای، که قبلاً سوراخ و در خلاء خشک شده‌است، روی کاتد قرار داده و به ۳ قطره الکتrolیت آغشته می‌شود (LP40).</p>		۳
<p>الکتروود مرجع در بالای جداکننده قرار می‌گیرد. یک سر نوار از ابتدای عمود بر محور اصلی سلول بیرون آورده می‌شود.</p>		۳

شکل الف-۳- مراحل هم‌گذاری سلول پیچی ۳- الکتروودی

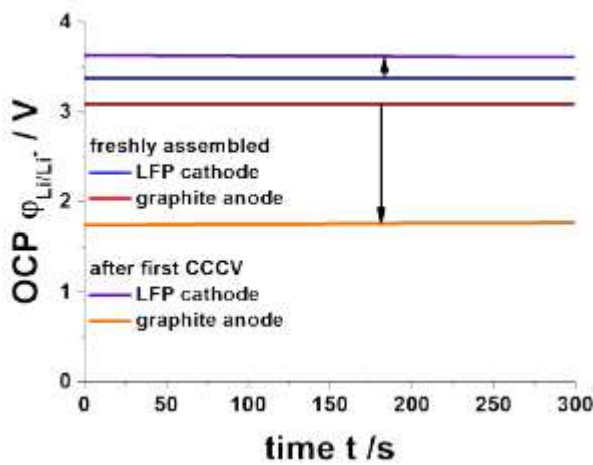
شرح	شکل	مرحله
<p><b>مرحله الف:</b> لایه دوم جداکننده الیاف شیشه‌ای در بالای بسته جاسازی شده و به ۳ قطره الکترولیت آغشته می‌شود (LP40).</p> <p><b>مرحله ب:</b> آند (سوراخ شده و در خلاء خشک شده‌است) در بیرون از سلول به ۵ قطره از الکترولیت (LP40) آغشته می‌شود.</p> <p><b>مرحله پ:</b> آند خیس شده بر روی جداکننده قرار داده می‌شود. بعد از آن یک فاصله‌انداز استیل زنگ نزن و یک فنر بالای آن قرار داده می‌شوند.</p>		۴
<p>سلول با کمی سفت کردن کلاهک‌های پیچی در دو سر محور اصلی سلول بسته می‌شود.</p>		۵
<p>فاصله‌انداز PEEK بر سر الکتروود مرجع قرار می‌گیرد. انتهای برآمده الکتروود مرجع از دهانه فاصله‌انداز PEEK عبور داده و کمی خم می‌شود.</p>		۶
<p><b>مرحله الف:</b> یک فاصله‌انداز استیل زنگ‌نزن روی فاصله‌انداز PEEK قرار داده می‌شود. با الکتروود مرجع که بین فاصله‌اندازها قرار دارد تماس می‌یابد. سپس یک فنر قرار داده می‌شود.</p> <p><b>مرحله ب:</b> سومین سر سلول توسط سفت کردن کلاهک پیچ بسته می‌شود. در نهایت، کلاهک‌های پیچ در انتهای کاتد و آند سفت می‌شوند. سلول در جعبه دستکش با یک مولتی‌متر آزمون می‌شود.</p>		۷

شکل الف-۳- مراحل هم‌گذاری سلول پیچی ۳- الکتروودی

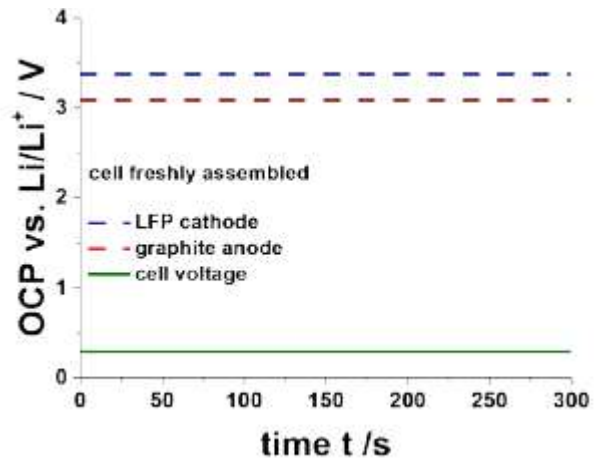
## الف-۲ نتایج برای الکتروود LFP

الف-۲-۱ پتانسیل / ولتاژ مدار باز (OCV/P)

به شکل الف-۴ مراجعه شود.



ب- شارژ پتانسیل مدار باز کاتد LFP و آند گرافیت بعد از اولین CCCV



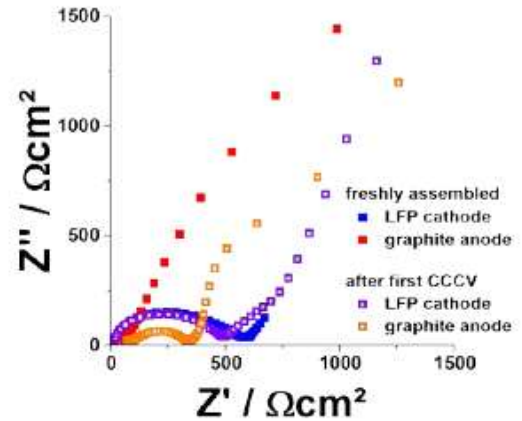
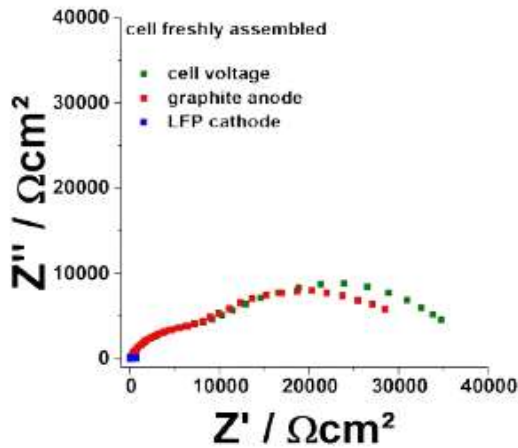
الف- پتانسیل مدار باز کاتد LFP و آند گرافیت برای سلول تازه هم‌گذاری شده

در طی اولین حالت لیتیوم‌زدایی قوی آند حاصل می‌شود، که سبب پتانسیل بالاتر غیر معمول آند در برابر الکتروود مرجع لیتیومی می‌گردد.

شکل الف-۴- پتانسیل / ولتاژ مدار باز (OCV/P)

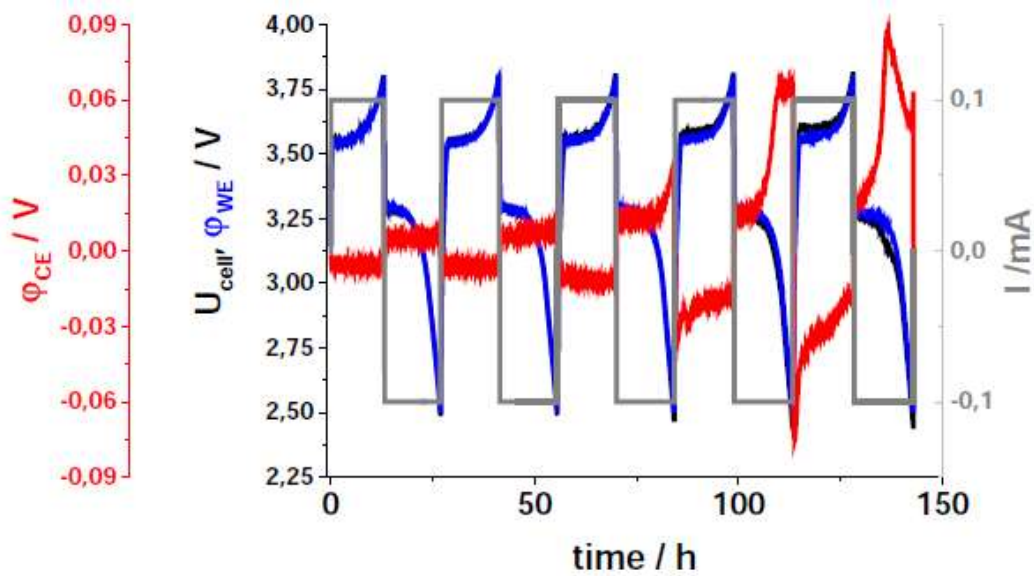
الف-۲-۲- طیف‌سنجی امپدانس الکتروشیمیایی (EIS)

به شکل الف-۵ مراجعه شود.



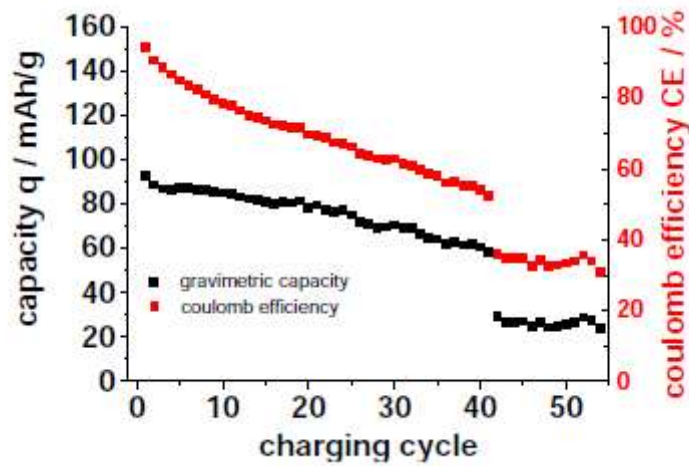
شکل الف-۵- طیف امپدانس الکتروشیمیایی

الف-۲-۳- شارژ- تخلیه ولتاژ ثابت جریان ثابت (CCCV/CC)  
 به شکل الف-۶ مراجعه شود.

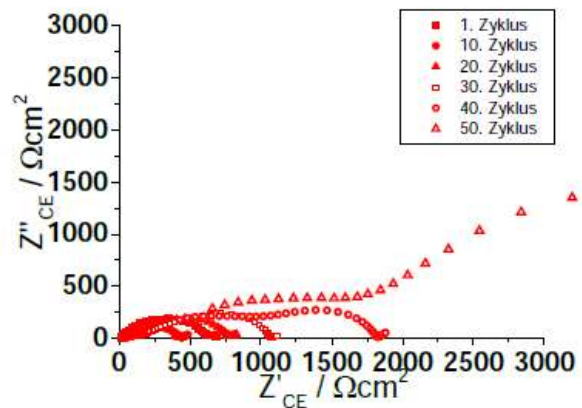
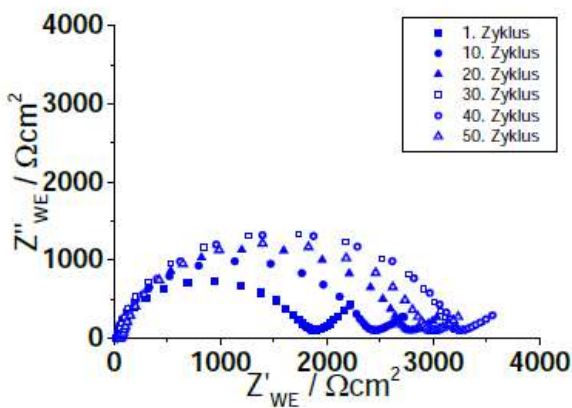
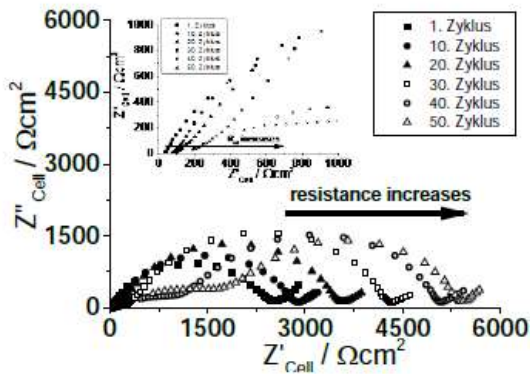
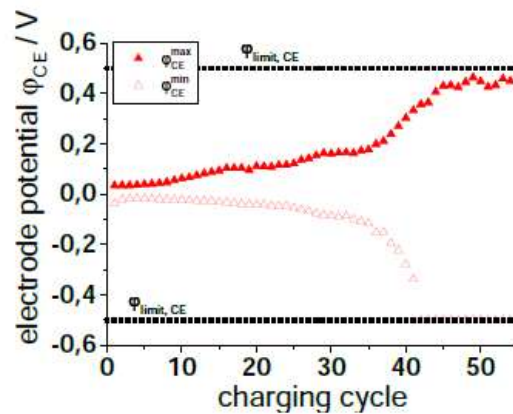
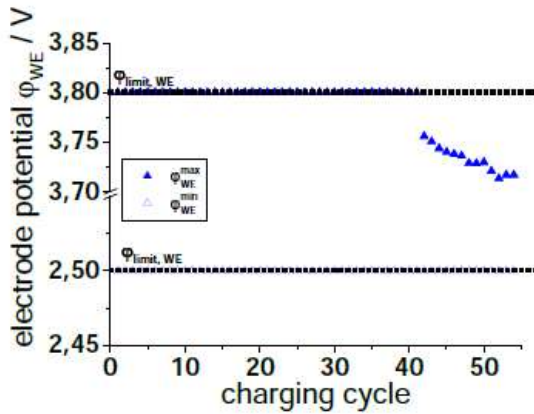
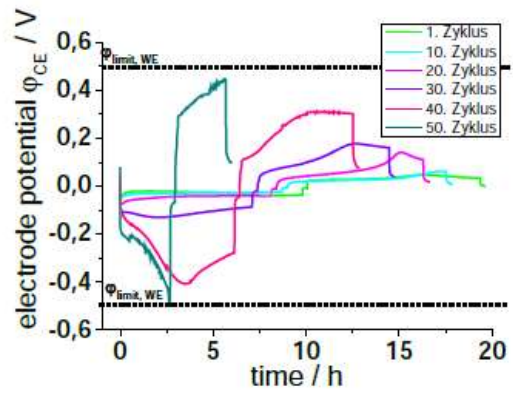
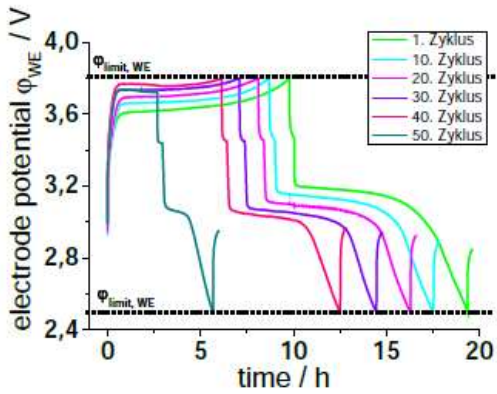


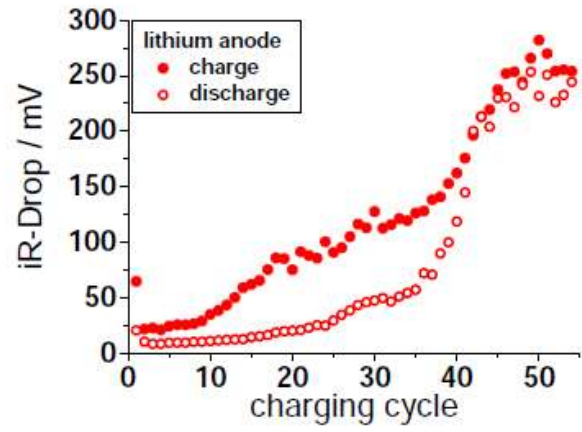
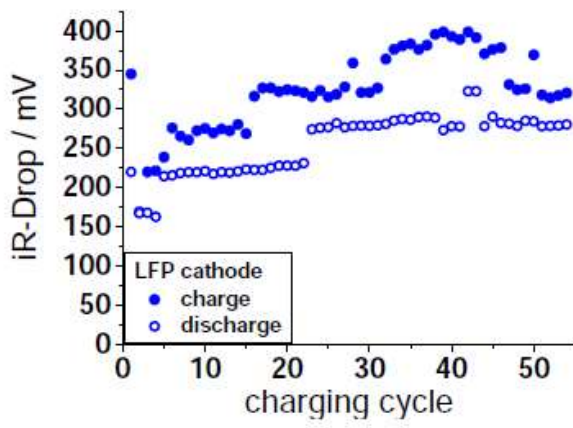
شکل الف-۶- شارژ- تخلیه ولتاژ ثابت جریان ثابت (CCCV/CC)

الف-۲-۴- آزمون های عمر  
 به شکل الف-۷ مراجعه شود.









یادآوری - «Zyklus» برابر است با چرخه.

شکل الف-۷- مقایسه نتایج آزمون‌های عمر سلول پیچی ۳ الکترو