



Høgskulen
på Vestlandet

BACHELOROPPGAVE

Ioniske væsker for ny batteriteknologi utvikling

Ionic liquids for new battery technology development

Quyen Lily Dinh

Mette Solheim Totland

Bachelor i kjemiingeniør

Fakultet for ingeniør- og naturvitenskap/Institutt for sikkerhet, kjemi- og bioingeniørfag/Kjemiingeniør/Studieretning prosestetnologi

29.05.2020

Vi bekrefter at arbeidet er selvstendig utarbeidet, og at referanser/kildehenvisninger til alle kilder som er brukt i arbeidet er oppgitt, jf. Forskrift om studium og eksamen ved Høgskulen på Vestlandet (HVL), § 10.

Forord

Denne oppgaven er skrevet som en del av emnet KJE150 Bacheloroppgave – Kjemi. Dette emnet utgjør den avsluttende delen av kjemiingeniør-utdanningen ved fakultetet for ingeniør- og naturvitenskap ved Høgskulen på Vestlandet (HVL), avdeling Bergen. Alt eksperimentelt arbeid ble utført internt ved HVL.

Vi ønsker å rette en stor takk til veilederen våres Yansong Zhao for hans eksepsjonelle arbeid innenfor dette fagfeltet, og for all hjelp vi har fått når det kommer til planlegging og utførelse av prosjektet.

Vi ønsker også å takke doktorgradsstudenten Liyuan Li for hennes veiledning gjennom prosjektet, og gjesteforsker Huishuang Zhao for hennes hjelp med tillaging av ioniske væsker. Deretter vil vi takke vår medstudent Carmen Bolufer Cruanes for et godt samarbeid på laboratoriet.



Quyên Lily Dinh



Mette Solheim Totland

29.mai 2020, Bergen

Forkortelser

Forkortelse	Definisjon
Fe	Jern
BTS	Batteri Testing System
Li	Litium
Mg	Magnesium
Na	Natrium
BmimFeCl ₄	1-butyl-3-metylimidazolium tetrakloridferrate
NaCl	Natriumklorid
DMC	Dimetyl karbonat
EC	Etylen karbonat
BF ₄ ⁻	Tetrafluorborat
TFSI ⁻	Bistriflimide
OmimFeCl ₄	1-methyl-3-octylimidazolium tetrakloridferrate
BmimCl	1-butyl-3-metylimidazolium klorid
FeCl ₃ • 6H ₂ O	Jern (III) klorid heksahydrat
F	Fluor
Cl	Klor
Br	Brom
Al	Aluminium
Ni	Nikkel
Cu	Kobber
C-Fe NPs katode	Karbonbelagt katode med Fe-nanopartikler
CV	Cyclic voltammetry

OCPT	Open circuit potential - time
CMC	Karboksymetylcellulose
FeCH ₃ COO	Jern (III) acetat
FePO ₄	Jern (III) fosfat
CaCl ₂	Kalsiumklorid
FTIR	Infrarød spektroskopi
NMR	Kjernemagnetisk resonans
GC-MS	Gasskromatografi-massespektrometri
UV-Vis	Ultrafiolett-synlig spektroskopi

Sammendrag

I dette arbeidet ble det undersøkt om det er mulig å benytte ioniske væsker som inneholder jern (Fe)-ion som elektrolyttløsning for ny batteriteknologi utvikling. Målet er å utvikle et mer stabilt og bærekraftig batteri som på lang sikt kan erstatte nåværende batterier. Dermed er jern et godt alternativ å benytte seg av, da det har mange ønskelige egenskaper som kan fungere godt i et batteri. Jern er blant annet det grunnstoffet som det finnes mest av på jorden, samt et billig metall.

For å løse problemstillingen ble det utført en rekke ulike tester for å undersøke egenskapene til ionisk væske benyttet som elektrolytt, og egenskapene til de tillagede Fe-ion-batteriene. Det ble testet konduktivitet, viskositet og tetthet til elektrolyttløsningene for å finne ut hvilken elektrolytt som er mest gunstig i et Fe-ion-batteri. Den elektrolytten som ga høy konduktivitet og høy tetthet, samt lav viskositet ble funnet til å være 30 % BmimFeCl₄ i EC + DMC.

CH Instrument ble benyttet for å undersøke batterienes stabilitet. Resultatene for de ulike batteriene presentert viser lite stabilitet, men en mulighet for forbedring. For testing av batteri ble ulike Fe-ion batterier undersøkt ved bruk av LAHNE Batteri Testing System (BTS). LAHNE BTS ble benyttet for å teste ladning/utladning av batteriet, og de ulike batteriene ble testet ved ulike metoder. Metoden som i gjennomsnitt ga best resultat i forhold til høy kapasitet og høy effektivitet blant de fire presenterte batteriene, ble funnet til å være metode 3. Metode 3 hadde en konstant spenning på 2,5 V og en C-rate på 12,9 C.

Det er imidlertid for tidlig å si noe om Fe-ion batterier kan erstatte litium (Li)-ion batterier, da det er nødvendig med videre forskning innenfor dette fagfeltet. Fe-ion batterier viser derimot stort potensial for videre utvikling.

Nøkkelord: Ionisk væske, Fe-ion-batteri, elektrolytt, grønn kjemi, energiteknologi.

Abstract

In this project it was investigated whether it is possible to utilize ionic liquids containing Fe-ions as electrolyte additives for new battery technology development. The goal is to develop a more stable and sustainable battery that can replace existing batteries that are utilized in today's society. Therefore, Fe is a good alternative to utilize because of its many attractive properties that can work well in a battery.

A variety of tests were conducted to determine which ionic liquid would give the best performing battery. The properties tested were conductivity, viscosity and density. The electrolyte that gave the best results were found to be 30 % BmimFeCl₄ in EC + DMC. This electrolyte had high conductivity and high density, as well as low viscosity.

The CH Instrument was utilized to check the stability of the batteries. The results for the various batteries presented in this thesis showed low stability, but an opportunity for improvement. For battery testing, various Fe-ion batteries were examined using the LAHNE BTS. LAHNE BTS was used to test the charge/discharge of the battery, and the different batteries were tested by different methods. The method that gave the best results in terms of high capacity and high efficiency among the four batteries presented was found to be method 3. Method 3 had a constant voltage of 2,5 V and a C-rate of 12,9 C.

It is still early to determine whether Fe-ion batteries can replace Li-ion batteries just yet, as further research in this field is needed. Fe-ion batteries does however show great potential for further development.

Key words: Ionic liquid, Fe-ion-battery, electrolyte, green chemistry, energy technology.

Innholdsliste

Forord	2
Forkortelser	3
Sammendrag	5
Abstract	6
1. Introduksjon	9
1.1 Bakgrunn	9
1.2 Problemstilling og mål	10
2. Teori	11
2.1 Hva er ioniske væsker	11
2.2 Bruk av ioniske væsker	13
2.3 Fysiske egenskaper til ioniske væsker	13
2.4 Miljøpåvirkning av ioniske væsker	16
2.5 Batteri.....	18
2.6 Fe-ion batteri.....	19
2.7 CH Instrument og LAHNE Batteri Testing System	22
3. Material og metode	25
3.1 Material	25
3.1.1 Instrument	25
3.1.2 Utstyr	25
3.1.3 Kjemikalier	26
3.1.4 Løsninger	26
3.2 Detaljer for kjemikaliene	27
3.3 Metode	30
4. Resultat og diskusjon	36
4.1 Ioniske væsker	36
4.1.1 Korrosjonstest	36
4.1.2 Konduktivitet	40
4.1.3 Tetthet	43
4.1.4 Viskositet	45
4.1.5 Oppsummering av diskusjon: del 1	47
4.2 Batteri.....	48
4.2.2 CH Instrument.....	49
4.2.3 LAHNE Batteri Testing System	51
4.2.2 Oppsummering av diskusjon: del 2.....	64
4.3 Feilkilder og begrensninger i forskningen.....	65

5. Konklusjon	66
6. Referanser	67
7. Vedlegg	71

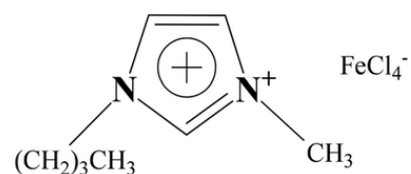
1. Introduksjon

1.1 Bakgrunn

I dagens moderne samfunn er det et stadig økende energibehov som stammer fra den økende miljøforurensningen og mangel på fossile brensler. Dette gjør det nødvendig å utvikle nye lagringsenheter for elektrisk energi som batterier med materialer som er egnet for høy ytelse, og som samtidig er bærekraftige (1). I de siste tiårene har Li-ion batteri dominert markedet da det har høy energitetthet og lang levetid, men selv om Li-ion batteri har vært det mest brukte batteriet har det fortsatt sine ulemper. Det er for eksempel ikke nok litium til å dekke det totale energibehovet som finnes i dag i fremtiden og det har høye kostnader. Det finnes også en sjanse for lekkasje av elektrolytten, som kan føre til sikkerhetsproblemer knyttet til batteriet (2). Det er dermed av stor interesse å forske innen dette fagfeltet, slik at man kan forbedre batteriteknologiutviklingen, samt løse verdens behov for bærbar energilagring.

Det er blitt gjort mye forskning innenfor dette fagfeltet, hvorav de mest ettertraktede erstatte for Li-ion batteriet er magnesium (Mg)-ion batteri og natrium (Na)-ion batteri. Disse batteriene har flere fordeler ved seg, men har fremdeles for høye kostnader til at det skal lønne seg i lengden. En mulighet kan være å benytte Fe-ion, da det finnes rikelig av jern på jorda, samtidig som det er det billigste metallet. Det finnes ca. 230 milliarder tonn jern på jorda, som utgjør 15 000 ganger mer enn mengden litium som finnes. Det er dermed mulig å benytte seg av jern i ca. 1 million år fremover dersom alle Li-ion-batteri hadde blitt erstattet med Fe-ion batteri og forbruket er det samme (3).

En ionisk væske er en type salt som vanligvis er flytende ved temperaturer under 100 °C eller ved romtemperatur, og består som regel av et organisk kation og et komplekst uorganisk anion. Ioniske væsker blir foretrukket som elektrolytt fordi det blir betraktet som et grønt løsemiddel og har flere fordeler ved seg (4).



Figur 1: Ionisk væske BmimFeCl₄ (5).

Figur 1 viser den ioniske væsken 1-butyl-3-metylimidazolium tetrakloridferrat (BmimFeCl₄). BmimFeCl₄ er en ionisk væske dannet av et kation (Bmim⁺) og et anion (FeCl₄⁻).

1.2 Problemstilling og mål

Det er tidligere ikke gjort mye forskning på Fe-ion batterier, og det er dermed lite informasjon å hente fra tidligere forskning og vitenskapelige artikler. Likevel har jern fått oppmerksomhet for sine flere fordeler som viser at Fe-ion batteri har stort potensial til å erstatte Li-ion batteri (3). I denne bacheloroppgaven vil det bli undersøkt om ioniske væsker kan bli benyttet som elektrolytt tilsetningsstoff for ny batteriteknologiutvikling. Mer spesifikt skal det bli undersøkt om det er mulig å forbedre batteriteknologiutviklingen ved å tilsette Fe-ion i elektrolytten.

Målet med bacheloroppgaven er å produsere Fe-ion-batteri som på lang sikt kan erstatte Li-ion batterier. Ønskelige egenskaper til Fe-ion batteriet er at det skal ha økt utnyttelsesgrad, være miljøvennlig, ha høy sikkerhet, og kunne bli benyttet som bærbar energilagring. Det er også et mål å produsere en ionisk væske med lav viskositet og høy konduktivitet som kan fungere som et mer stabilt og grønnere elektrolyttalternativ. I tillegg til dette vil det bli produsert anoder og katoder fra magnetisk film.

For å karakterisere de kjemiske og fysiske egenskapene til elektrolytten og elektrodene skal man utføre både kvalitative og kvantitative forsøk. De ulike instrumentene som vil bli brukt er densitometer, viskosimeter, konduktivitetsmåler og elektrokjemisk instrument.

2. Teori

2.1 Hva er ioniske væsker

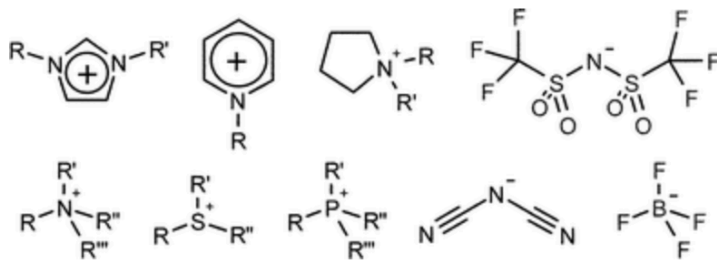
En ionisk væske blir ofte definert som et salt med et smeltepunkt under 100 °C, og er som oftest på væskeform ved romtemperatur (5). Til sammenligning er smeltepunktet til vanlig bordsalt, natriumklorid (NaCl), 801 °C. Enkelte ioniske væsker er også i væskeform ved temperaturer ned til -60 °C og kan dermed benyttes i svært kalde områder (3). Ioniske væsker har flere fordeler ved seg, listet nedenfor.

Fordeler med ioniske væsker (3, 6):

- Miljøvennlige
- Høy termisk stabilitet
- Ikke flyktige
- Ikke brennbare eller har brannhemmende egenskaper
- Lavt damptrykk
- Lavt smeltepunkt
- Lav viskositet
- Utmerket løselighet og elektrokjemiske egenskaper
- Ionisk konduktivitet
- Høy nedbrytningsspenning
- Håndterbare i luft

En lav viskositet gjør at ioner kan transporteres raskere i væsken (3). For å senke viskositeten og smeltepunktet til elektrolytten kan det tilsettes organiske løsemiddel som dimetyl karbonat (DMC) eller etylen karbonat (EC).

Ioniske væsker er fullt ionisert og dermed polare væsker, og er som oftest sammensatt av et organisk kation og et uorganisk eller organisk anion. Det finnes mange forskjellige typer kation/anion kombinasjoner, og dermed et stort antall typer ioniske væsker med mange forskjellige bruksområder. Anionene og kationene kan velges uavhengig av hverandre og gi den ioniske væsken ønsket kjemiske egenskaper og spesifikke funksjoner (7). Figur 2 under viser typiske kation og anion som brukes til å fremstille ioniske væsker, som imadazolium, pyrrolidinium, BF_4^- og TFSI $^-$.

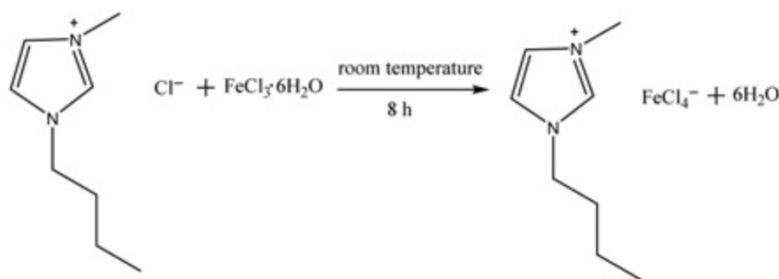


Figur 2: Typiske kation og anion som brukes til å fremstille ioniske væsker (7).

Magnetiske ioniske væsker

En ionisk væske som elektrolytt med magnetiske egenskaper, heretter kalt magnetisk ionisk væske, er ioniske væsker som endrer egenskaper og oppførsel i nærheten av en ytre magnetisk kraft (3). De magnetiske ioniske væskene deler de samme fordelene som ioniske væsker, i tillegg til å ha magnetiske egenskaper. Eksempel på magnetiske ioniske væsker kan være BmimFeCl₄ og OmimFeCl₄, som får magnetiske egenskaper grunnet tilstedeværelsen av Fe-ioner (3).

Syntese av BmimFeCl₄ skjer ved å la 1-butyl-3-metylimidazolium klorid (BmimCl) reagere med jern (III) klorid heksahydrat (FeCl₃ • 6H₂O) ved romtemperatur (8). Den kjemiske reaksjonen for syntese av BmimFeCl₄ er vist i figur 3.



Figur 3: Kjemisk reaksjon for å lage magnetisk ionisk væske BmimFeCl₄ (8).

2.2 Bruk av ioniske væsker

Det finnes et stort antall ulike ioniske væsker, og dermed inngår de også i flere bruksområder. Blant annet blir ioniske væsker brukt i CO₂-fangst og -oppbevaring, utvinnings- og separasjonsprosesser, solenergi, medisin, katalyse, nanoteknologi, petroleumsvitenskap, cellulosevitenskap og bioteknologi (3).

Bruk av ioniske væsker i batterier

I løpet av de siste to tiårene har ioniske væsker blitt mye studert som potensielle elektrolytter i elektrokjemiske enheter. Batterier med ioniske væsker som elektrolytter inneholder ikke flyktige komponenter, og er dermed ikke brannfarlige (9). Dette er en fordelaktig egenskap i et batteri. I tillegg viser romtempererte ioniske væsker et bredt elektrokjemisk stabilitetsvindu, generelt større enn 4 V som er nødvendig i batteri med høyenergikatoder (9). Det er oppnådd flere resultat som indikerer at ioniske væsker kan benyttes som en mer miljøvennlig elektrolytt i batterier, i tillegg til å gi økt sikkerhet og ytelse i batteriet (10).

2.3 Fysiske egenskaper til ioniske væsker

Konduktivitet

Konduktivitet, også kalt spesifikk ledningsevne, er en fysisk størrelse som viser et stoffs evne til å lede elektrisk strøm (11). Ved ionisk konduktivitet er det ionenes bevegelse som skaper elektrisk ledningsevne, når positive og negative ladet ioner beveger seg fra side til side.

For å måle den ioniske konduktiviteten blir instrumentet Mettler Toledo S230 SevenCompact Conductivity Meter benyttet, illustrert i figur 4.



Figur 4: Illustrasjon av Mettler Toledo S230 SevenCompact Conductivity Meter (12).

Viskositet

Viskositeten til en væske forteller noe om seigheten til væsken. En væske med lav viskositet flyter lettere enn en væske med høy viskositet. Generelt sett er det van der Waalske krefter og hydrogenbindinger i den ioniske væsken som bestemmer viskositeten til væsken (6).

Definisjonen på viskositet forklares ved at væsken motsetter seg at ulike lag i væsken beveger seg med forskjellige hastigheter, som er en form for friksjon (13). Friksjonen eller motstanden blir en spenning i strømretning som kalles skjærspenning. Dynamisk viskositet er forholdet mellom denne skjærspenningen og hastighetsforandring per lengdeenhet på tvers av strømretningen. Dynamisk viskositet måles her i $\text{mPa} \cdot \text{s}$. Kinematisk viskositet er dynamisk viskositet dividert med tettheten til fluidet, og måles i m^2/s (13).

For å måle viskositeten til tillagede ioniske løsninger benyttes et kombinert viskosimeter og densitometer, Anton Paar Lovis 2000 ME Microviscometer / DMA 4100 M Densitometer (14). Instrumentet måler viskositeten og tettheten til løsningene samtidig. Figur 5 under viser en illustrasjon av Anton Paar Lovis 2000 ME Microviscometer som er den delen av instrumentet som måler viskositeten.



Figur 5: Illustrasjon av Anton Paar Lovis 2000 ME Microviscometer (14).

Tetthet

Tetthet beskriver hvor mye av en fysisk størrelse som finnes innen et angitt volum, areal eller lengde (15). Tettheten til en ionisk væske er avhengig av lengden og typen substitutter som finnes i kationet, og hvilket anion som er valgt (6). Det er ønskelig med høy tetthet i den ioniske væsken, og det finnes flere måter å øke tettheten. Ved å erstatte for eksempel hydrogen-atomer med tyngre elementer som fluor (F), klor (Cl) eller brom (Br), vil tettheten til den ioniske væsken øke (6). Tettheten til ioniske væsker er også temperaturavhengig, og ved økende temperatur vil tettheten synke.

I bacheloroppgaven blir massetetthet målt, også kalt densitet. Massetetthet er massen av en mengde stoff dividert på volumet av stoffmengden, her målt i g/cm^3 . Tettheten til tillagede løsninger blir målt med et kombinert viskosimeter og densitometer, Anton Paar Lovis 2000 ME Microviscometer / DMA 4100 M Densitometer. Figur 6 viser delen som måler tettheten, DMA 4100 M Densitometer (16).



Figur 6: Illustrasjon av DMA 4100 M Densitometer (16).

2.4 Miljøpåvirkning av ioniske væsker

Det blir stadig satt mer fokus på miljøvennlige løsninger i dagens samfunn, som resulterer i at det blir mye forsket på hvordan man kan forbedre batteriteknologien på en bærekraftig og økonomisk måte. Det gjør at ionisk væske som elektrolytt blir mer attraktivt, da det har mange fordeler ved seg som gir tryggere og mer miljøvennlige batterier (17). Blant annet har ioniske væsker lavt damptrykk og er ikke brennbare. Syntese av ionisk væsker er derimot dyrere enn andre løsningsmidler, men vil lønne seg i lengden da det vanligvis blir benyttet i små mengder og kan tilberedes ved lavere temperaturer.

Ioniske væsker i et grønt kjemi perspektiv

Som nevnt tidligere har ioniske væsker flere attraktive egenskaper ved seg, hvor blant annet en av egenskapene er at de er et miljøvennlig alternativ som elektrolytt tilsetningsstoff i et batteri. Nedenfor er det listet flere grunner til hvorfor ioniske væsker skiller seg ut i et grønt kjemi perspektiv (18):

- Ioniske væsker har høy termisk, kjemisk og elektrokjemisk stabilitet, og kan holdes kjemisk stabil over et bredt temperaturområde på grunn av dets evne til å tåle veldig høye temperaturer.
- Ioniske væsker er justerbare for polaritet og er løsemiddelblandbare på grunn av dets molekylære egenskaper hos deres konstitutive ioner. Samtidig er det også mulig å gjøre ioniske væsker heterogene i vann og/eller organiske løsningsmidler dersom ønskelig.
- Ioniske væsker har lavt damptrykk, er ikke brennbare og er håndterbart i luft, noe som gjør ioniske væsker et trygt alternativ å benytte seg av. Lave damptrykk forhindrer blant annet trykk- og funksjonsfeil i batterier som vanligvis kan føre til forbrenning og/eller eksplosive reaksjoner.

Begrepet «grønn kjemi» ble først introdusert av forskeren Paul Anastas på 1900-tallet, og sammen med John Warner publiserte de et sett med prinsipper på hvordan man skal praktisere grønn kjemi, også kalt bærekraftig kjemi. Det finnes til sammen 12 prinsipper av grønn kjemi, hvor prinsippene skal dekke konsepter som blant annet at kjemiske prosesser skal være atom-

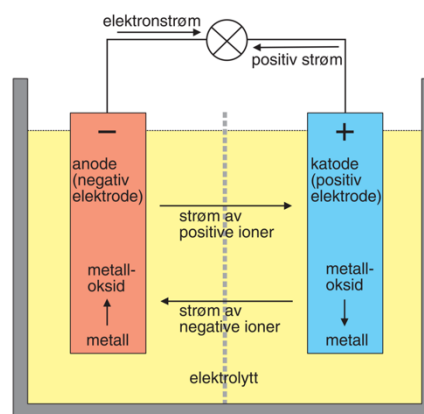
og energieffektive, å benytte seg av fornybare råvarer, unngå bruk av toksiske og farlige kjemikaler og at de kjemiske produktene skal være nedbrytbare i miljøet (19).

12 prinsipper for grønn kjemi (20)

1. Forebygging – å forhindre avfall er bedre enn å behandle eller rydde opp i avfallet etter at det er opprettet.
2. Atomøkonomi – syntetiske metoder bør utformes for å maksimere omfanget av alle materialer som benyttes i prosessen i det endelige og ønskede produktet. Dette betyr at mindre avfall blir generert som sluttresultat.
3. Mindre farlige kjemiske synteser – syntetiske metoder bør utformes slik at man kan bruke og generere stoffer som har liten eller ingen giftighet for mennesker eller miljø.
4. Lage tryggere kjemikalier – kjemiske produkter skal utformes for å oppnå ønsket funksjon samtidig som de reduserer giftigheten.
5. Sikrere løsningsmidler og hjelpestoffer – bruk av hjelpestoffer, som for eksempel løsemidler eller separasjonsmidler, bør ikke benyttes dersom det er mulig å unngå det.
6. Design for energieffektivitet – energikrav for kjemiske prosesser bør anerkjennes for deres miljømessige og økonomiske virkninger og bør minimeres. Dersom det er mulig bør syntetiske metoder utføres ved omgivelsestemperatur og trykk.
7. Bruk av fornybart råstoff – når det er praktisk mulig er fornybare råstoffer å foretrekke fremfor ikke-fornybare råstoffer.
8. Redusere derivater – unødvendig bruk av derivater bør minimeres eller unngås om mulig fordi slike trinn krever ytterligere reagenser og kan generere ytterligere avfall.
9. Katalyse – katalytiske reagenser som kan brukes i små mengder for å gjenta en reaksjon, er overlegne støkiometriske reagenser.
10. Design for degradering – kjemiske produkter skal utformes slik at de på slutten av sin funksjon brytes ned i ikke-skadelige nedbrytningsprodukter.
11. Sanntidsanalyse for forebygging av forurensning – analysemetoder må videreutvikles for å muliggjøre overvåkning og kontroll i prosessen før det dannes farlige stoffer.
12. Tryggere kjemi for forebygging av ulykker – stoffer og formen til et stoff som brukes i en kjemisk prosess bør velges for å minimere risikoen for kjemiske ulykker, inkludert utslipp, eksplosjoner og branner.

2.5 Batteri

Et batteri består av én eller flere elektrokjemiske celler som omdanner kjemisk energi til elektrisk energi. Hver celle består av en positiv elektrode (katode) som har et overskudd av protoner, en negativ elektrode (anode) som består av et overskudd av elektroner og en elektrolytt (21). En elektrolytt er et stoff som enten i oppløsning eller ren tilstand vil lede en elektrisk strøm ved hjelp av ioner (22), i dette tilfellet når det interagerer med anoden og katoden. Når cellen avgir elektrisk strøm, skjer det en oksidasjon ved anoden hvor det blir frigitt elektroner, til katoden hvor elektronene blir tatt opp ved en kjemisk reduksjon. Redoksreaksjonen som oppstår, vil føre til at elektronene vil strømme gjennom kretsløpet og mot katoden der en ny elektronoverføring vil finne sted (23). I noen batterier blir det brukt en referanseelektrode, som er en elektrode med konstant potensiale uavhengig av de kjemiske reaksjonene som skjer i løsningen (24). En referanseelektrode gjør det mulig å forstå kinetikken til en katode uten å se på påvirkningene som stammer fra anoden. Figur 7 viser oppbygningen av en elektrokjemisk celle bestående av anode, katode og elektrolytt

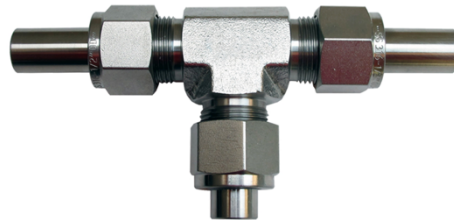


Figur 7: Enkel oppbygging av en elektrokjemisk celle (21).

Et hvert batteri kan lagre en viss mengde energi, ut fra dets elektrodemateriale. Når denne energien er oppbrukt, vil det ikke lenger gi strøm og batteriet er utladet. Produktet av batteriets spenning, utladestrøm og utladetid angir den elektriske energien som er lagret i batteriet. Batterier blir delt opp i to hovedkategorier: primærbatteri og sekundærbatteri (25). Et primærbatteri inneholder en fast mengde lagret energi når det blir produsert, og kan ikke lades opp etter bruk. Den elektriske energiomformingen til et primærbatteri foregår dermed ved en ikke-reversibel prosess. Et sekundærbatteri kan lades opp gjentatte ganger etter utladning. Dette skjer ved en reversibel prosess hvor det blir ført strøm gjennom kretsløpet i motsatt retning av strømmen under utladning (26).

Tre-elektrode-batteri

Batteriet som blir benyttet i denne bacheloroppgaven er et tre-elektrode-batteri av merket Swagelok. Et tre-elektrode-batteri inneholder en anode, en katode og referanseelektrode. Ved å benytte seg av en referanseelektrode vil man få muligheten til å analysere den elektrokjemiske stabiliteten til batteriet ved bruk av elektrokjemiske instrumenter. For å kunne studere atferden til en elektrode, kreves det at både potensial og strøm overvåkes. Dette kan gjøres ved å polarisere elektroden ved å påføre potensial eller strøm på katoden. Det blir da benyttet referanseelektrode for å gjøre akkurat dette, da referanseelektroden har konstant potensial. Referanseelektrode blir også benyttet dersom man ønsker å studere reaksjonsmekanismen til katoden under ladnings- og utladningsprosessen (27). Figur 8 viser en skisse av et tre-elektrode-batteri av merket Swagelok.



Figur 8: Skisse av et tre-elektrode-batteri av merket Swagelok (28).

2.6 Fe-ion batteri

Jern antas å være det grunnstoffet det finnes mest av på jorden, og er dermed et økonomisk metall å benytte seg av da det forekommer rikelig med jern i naturen, både på jorden og i resten av universet (29). Det betyr at det finnes mer enn nok jern for fremstilling av Fe-ion batterier. Dersom man antar at forbruket av Fe-mengden er den samme som Li-mengden ved fremstilling av batterier, kan man gå ut ifra at det er mulig å benytte seg av Fe-ion batterier i ca. 1 million år fremover hvis Fe-ion batterier erstatter Li-ion batterier (3).

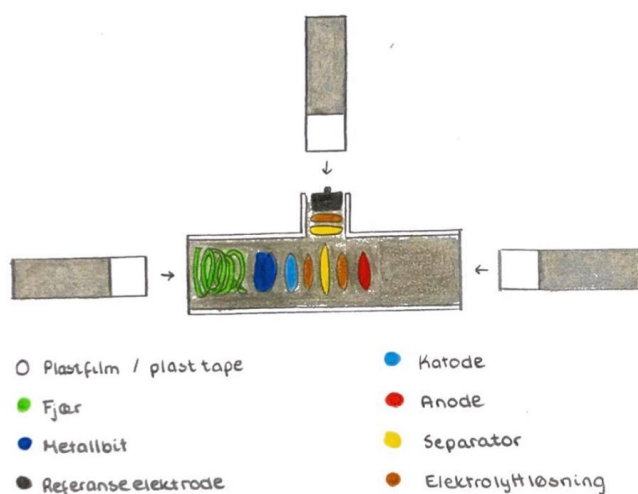
I tillegg til at det finnes rikelig med jern på jorda samtidig som det er et billig metall, så har også Fe-ion batteriet høyere sikkerhet enn Li-batteriet. Dette er på grunn av Fe-ion batteriets manglende evne til å produsere dendritter under ladeprosessen, som gjør at det ikke vil oppstå kortslutning av batteriene (30). Fe-ion batteri har flere bruksområder, blant annet kan det bli brukt som stasjonær lagringsenhet for energi i bygninger, i jernbaner/veier og lagringssystemer for fornybar energi. Dersom Fe-ion batteriet har en spesifikk lade- og utladningskapasitet høyere enn 200 mAh/g, kan batteriet også bli benyttet i elbiler, elektriske skip, mobile enheter og romteknologi (3).

På samme måte som andre typer batterier, består også Fe-ion batteriet av en anode, en katode og en elektrolytt. Fe-ion batteriet inneholder en jernholdig elektrolytt, hvorav Fe-ionet kommer fra selve elektrolytten. Det er også mulig at anoden eller katoden inneholder jern. For at batteriet skal være så miljøvennlig som mulig, er det ønskelig å benytte seg av anoder og katoder laget av materialer som ikke er oksygen- eller vannsensitive, samt av materialer det finnes rikelig av på jorda. Fe-batteriet som blir produsert i denne bacheloroppgaven benytter seg av en grafitt-anode og en karbonbelagt katode med Fe-nanopartikler (C-Fe NPs katode).

For å oppnå ønskelig kapasitet for batteriet blir det også tatt i bruk en strømavtaker. En strømavtaker har i oppgave å gi en ledende vei for å minimere motstanden til batteriet (31). Den gir også fysisk støtte for anodematerialet som ofte er av sprø struktur. Det er likevel en risiko for at strømavtakeren kan komme i kontakt med elektrolytten, og det vil derfor være nødvendig å benytte seg av materialer som er elektrokjemisk stabile og som ikke vil reagere betydelig med elektrolytten. Dette er nødvendig for å unngå destruksjon av den elektrokjemiske cellen dersom strømavtakeren ville kommet i kontakt med elektrolytten. Materialene som blir benyttet er som regel en type metallfolie, gjerne av aluminium (Al), nikkell (Ni) eller kobber (Cu) (3).

Fe-ion-battericelle

En Fe-ion-battericelle består av en fjær, en metallbit, en katode, en separator, elektrolyttløsning og en anode. I tillegg til dette er det også plassert en plastfilm langs veggene inne i batteriet, samt plast-tape rundt metallstengene for å forhindre kortslutning. En illustrasjon av hvordan en Fe-ion-battericelle kan se ut er vist i figur 9 under.



Figur 9: Illustrasjonstegning av Fe-ion batteriets oppbygning.

Elektrolytt

Det er ønskelig at elektrolyttløsningene som blir benyttet i Fe-ion battericellene skal inneholde Fe-ioner, slik at disse ionene kan transporteres fritt mellom anoden og katoden. Elektrolyttløsningene som benyttes er ioniske væsker.

Elektroder

En elektrode er en metallisk leder i fast form. Ved elektroden foregår det en elektrodereaksjon mellom elektroden og elektrolytten. I et batteri finner man to elektroder: anoden og katoden, hvor anoden er negativ og katoden er positiv under utladning (32). Elektrodene som blir benyttet i Fe-ion battericellen er en grafitt anode og en C-Fe NPs-katode.

Strømvaktaker

En strømvaktaker har i oppgave å gi en ledende vei for å minimere motstanden til batteriet. Dette gjør den ved å samle elektroner på den negative siden (anoden) og fordele de på den positive siden (katoden) (22). For å finne ut hvilke materialer som ville utmerket seg mest som strømvaktaker kan metalliske folier bli undersøkt ved å for eksempel utføre en korrosjonstest. Jo mindre materialet korroderer i elektrolyttløsning, desto bedre vil materialet fungere som strømvaktaker.

Separator

En separator er en porøs membran som blir brukt som elektrisk isolasjon, og formålet med en separator er å forhindre fysisk kontakt mellom de positive og negative elektrodene. I tillegg til dette gjør separatoren det mulig for ionene å transportere mellom elektrodene (33). Separatoren som blir benyttet i Fe-ion battericellen er laget av glassfiber. Glassfiber er tynne fibrer som er blitt fremstilt fra smeltet glass. Glass er et stivt materiale, men også svært elastisk frem til det når sitt bristepunkt (34).

Symmetrisk og ikke-symmetrisk battericeller

I denne bacheloroppgaven blir det bygget ulike typer battericeller, slik at både symmetriske og ikke-symmetriske battericeller blir testet. En symmetrisk battericelle består av en anode og en katode av samme materiale. I en symmetrisk battericelle er det kun mulig å teste potensialet til elektroden som er tilstede i cellen (35). En ikke-symmetrisk battericelle, også kalt et full-celle batteri, består av en anode og en katode av ulikt materiale.

2.7 CH Instrument og LAHNE Batteri Testing System

CH Instrument modell 600E

CH Instrument modell 600E er designet for generelle elektrokjemiske målinger (36).

Instrumentet kan blant annet brukes til å måle cyclic voltammetry (CV) og open circuit potential - time. (OCPT). CV er et grunnleggende elektrokjemisk verktøy, og blir brukt til å beskrive de elektrokjemiske prosessene i batteriet, samt undersøke reaksjonskinetikken.

OCPT er en metode som benyttes for å undersøke om det elektrokjemiske systemet i et batteri er stabilt eller ikke over tid (37).

Det potensielle kontrollområdet til CH Instrument er ± 10 V og strømområdet er ± 250 mA, og instrumentet er i stand til å måle strøm ned til pico-ampere. CH instrumentet har en kanal med fire ledninger koblet til; en grønn, en hvit, en rød og en svart. Disse ledningene blir koblet til katoden, anoden og referanseelektroden. Figur 10 nedenfor viser CH Instrument.



Figur 10: CH Instrument (36).

LAHNE Batteri Testing System

LAHNE BTS er designet for forskning på energilagringmateriale og ulike typer batteritesting. I denne bacheloroppgaven ble LAHNE BTS benyttet til å teste ladning og utladning av batteriet. Instrumentet kan programmeres til å kjøre automatisk ladning- og utladningstest, samt teste levetiden til batteriets syklus. Instrumentet gir presise ladning- og utladningstester da det har en spesialtilpasset strøm/spenning, hvor strømmen varierer fra 1 mA til 5 A og spenningen varierer fra 5 V til 15 V (38).

Instrumentet har flere egenskaper, blant annet at det har åtte uavhengige kanaler og kan dermed teste åtte batterier samtidig. Hver kanal har høy presisjon, en uavhengig strømkilde og spenningskontroll for hver kanal som gir effektivt og pålitelig resultat. Hver kanal har to røde og to svarte klyper som blir koblet til katoden, anoden og en eventuell referanseelektrode. Figur 11 nedenfor viser instrumentet LAHNE Batteri Testing System.



Figur 11: LAHNE Batteri Testing System (38).

Ved bruk av LAHNE BTS blir flere parametere i batteriet målt, blant annet kapasitet, C-rate, syklusnummer, strømverdi og spenning. Dette gir en indikasjon på hvor godt batteriet fungerer.

Kapasitet

Kapasitet er evnen til å ta opp, lagre, produsere eller yte. I et batteri er det snakk om ladningskapasitet. Ladningskapasitet vil si den maksimale elektriske ladningen som kan leveres fra et batteri (39). Batteriets kapasitet sier noe om hvor lenge batteriet kan gi spenning (40).

C-rate

C-rate er utledet fra Coulomb's lov, og styrer hvilken strøm et batteri lades eller utlades ved. Det kan brukes som en rangering på batterier for å indikere den maksimale strømmen et batteri trygt kan levere i en krets. Batteriets kapasitet er vanligvis rangert til 1 C, noe som betyr at et fulladet batteri ved 1 Ah skal gi 1 A i en time.

Tabell 1: C-rate og tid ved ladning og utladning på batterier på 1 Ah (41).

C-rate	Tid
2 C	30 min
1 C	1 time
0,8 C	1,25 timer
0,6 C	1,67 timer
0,4 C	2,5 timer
0,2 C	5 timer
0,1 C	10 timer

C-raten blir korrigert i forhold til hvor høy kapasitet batteriene gir eksperimentelt. Formel 1 blir da benyttet:

$$\text{Korrigert } C - \text{rate} = \frac{\text{Konstant strømstyrke (mAh)}}{\text{Høyest kapasitet (mAh)}} \quad (1)$$

Sykluslevetid

Batteriets sykluslevetid er definert som antall komplette ladning- og utlandssykluser et batteri kan utføre før kapasiteten faller under 80 % av den opprinnelige kapasiteten. Sentrale faktorer som påvirker syklusens levetid er tid og antall ladnings/utladnings-sykluser fullført (42).

Strømstyrke

Elektrisk strøm defineres som bevegelsesretningen for positive ladninger, og beveger seg gjennom en leder og frakter energi fra ett sted til et annet. Enheten for elektrisk strømstyrke er ampere (43).

Spenning

Spenning er definert som den energimengden som må til for å bevege en ladningsenhet mellom to punkt i en krets. Spenningen i et batteri sier noe om hvor mye elektromotorisk spenning det er tilgjengelig for at elektronene skal kunne strømme rundt i kretsen. Batterier kan levere strøm med tilnærmet konstant spenning over lang tid (44).

3. Material og metode

3.1 Material

3.1.1 Instrument

- Analysevekt – Mettler Toledo XSE204
- Rotavapor – BioNordika R-215/BÜCHI
- Viskosimeter – Anton Paar Lovis 2000 ME Microviscometer
- Densitometer – DMA 4100 M Densitometer
- Konduktivitetssensor – Mettler Toledo Seven Compact S230 Conductivity meter
- CH instrument modell 600E
- LAHNE Batteri Testing System

3.1.2 Utstyr

- Hansker – Kimtech Purple Nitrile Gloves
- Destillert vann
- Automatpipetter
- Engangspipetter
- Magnetrører
- Drammeglass
- Parafilm
- Reagensrør
- Plastfilm
- Plast-tape
- Batteri – Swagelok tre-elektrode celle
- Grafitt anode
- C-Fe NPs-katode
- Glassfiber separator
- Ni-folie
- Al-folie
- Cu-folie
- Doctor blade

3.1.3 Kjemikalier

- CMC (karboksymetylcellulose).
- DMC, $C_3H_6O_3$. Mm = 90,078 g/mol
- EC, $C_3H_4O_3$. Mm = 88,062 g/mol
- Karbon 45
- BmimFeCl₄, $C_8H_{15}Cl_4FeN_2$. Mm = 336,87 g/mol
- BmimCl, $C_8H_{15}ClN_2$. Mm = 174,67 g/mol
- FeCl₃ • 6H₂O. Mm = 270,30 g/mol
- FePO₄ (jern (III) fosfat). Mm = 150,82 g/mol
- CaCl₂ (kalsiumklorid). Mm = 110,98 g/mol
- Etanol for rensing
- Mettler Toledo 1413 μ S/cm standardløsning for konduktivitetmåling

3.1.4 Løsninger

- 5 %, 10 %, 15 %, 20 %, 30 %, 40 %, 50 % og 60 % BmimFeCl₄ i DMC
- 5 %, 10 %, 15 %, 20 %, 30 %, 40 %, 50 % og 60 % BmimFeCl₄ i DMC + EC
- FeCl₃ i EC + DMC
- FePO₄ i EC + DMC

3.2 Detaljer for kjemikaliene

I dette avsnittet finner man informasjon om de ulike kjemikaliene som ble benyttet i bacheloroppgaven. Kjemikalienes sikkerhetsdatablad hvor man finner detaljer om faretegn, faresetninger og sikkerhetssetninger er vist i vedlegg 1.

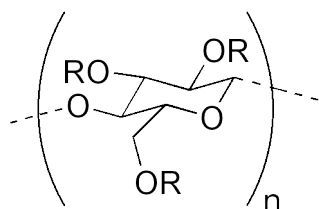
CMC

Navn: Karboksymetylcellulose

Kjemisk formel: varierende

Molarmasse: varierende

Strukturformel (45):



Figur 12: Strukturformelen til CMC.

CMC er et cellulosederivat med karboksylmetylgrupper bundet til noen av hydroksylgruppene. CMC blir også kalt cellulosegummi, og benyttes ofte i natriumsalt (46).

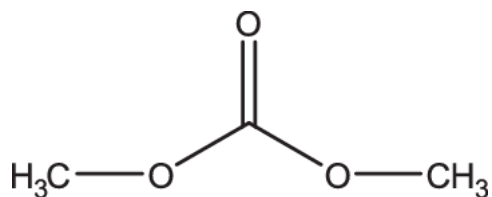
DMC

Navn: Dimetyl karbonat

Kjemisk formel: $C_3H_6O_3$

Molarmasse: 90,078 g/mol

Strukturformel (47):



Figur 13: Strukturformelen til DMC.

DMC er en fargeløs, brennbar væske som klassifiseres som en karbonester. DMC er betraktet til å være et grønt reagens.

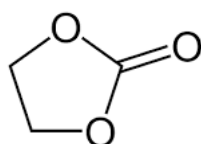
EC

Navn: Etylen karbonat

Kjemisk formel: $C_3H_4O_3$

Molarmasse: 88,062 g/mol

Strukturformel (48):



Figur 14: Strukturformelen til EC.

EC er et gjennomsiktig krystallinsk fast stoff ved romtemperatur, som er luktfritt og fargeløst. Det er noe løselig i vann og klassifisert som karbonatester av etylenglykol og kullsyre.

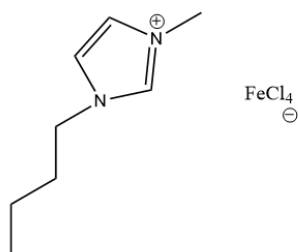
BmimFeCl₄

Navn: 1-butyl-3-metylimidazolium tetrakloroferrat

Kjemisk formel: $C_8H_{15}Cl_4FeN_2$

Molarmasse: 336,87 g/mol

Strukturformel (49):



Figur 15: Strukturformelen til BmimFeCl₄.

BmimFeCl₄ er en magnetisk ionisk væske. Den blir også betraktet som en hydrofob ionisk væske på grunn av dens lave oppløselighet.

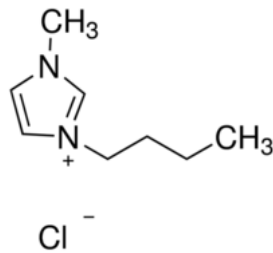
BmimCl

Navn: 1-butyl-metylimidazolium klorid

Kjemisk formel: $C_8H_{15}ClN_2$

Molarmasse: 174,67 g/mol

Strukturformel (50):



Figur 16: Strukturformelen til BmimCl.

BmimCl er en ionisk væske med høy renhet og lavt vanninnhold. Den har også høy celluloseoppløsningsevne.

$FeCl_3 \cdot 6H_2O$

Navn: jern (III) klorid heksahydrat

Kjemisk formel: $FeCl_3 \cdot 6H_2O$

Molarmasse: 270,30 g/mol

$FePO_4$

Navn: jern (III) fosfat

Kjemisk formel: $FePO_4$

Molarmasse: 150,82 g/mol

$CaCl_2$

Navn: kalsiumklorid

Kjemisk formel: $CaCl_2$

Molarmasse: 110,98 g/mol

Karbon 45

Kjemisk formel: C

Molarmasse: 12,01 g/mol

3.3 Metode

I denne bacheloroppgaven ble det benyttet flere metoder for å utføre og teste ulike aspekter. Metodene som er blitt benyttet er listet nedenfor:

- Metode for tillaging av anode
- Metode for tillaging av katode
- Metode for tillaging av ioniske væsker
- Metode for korrosjonstest
- Metode for måling av konduktivitet
- Metode for måling av tetthet og viskositet
- Metode for oppbygging av Fe-ion batterier
- Metode for testing av batteri

Metode for tillaging av anode

Framgangsmåte for tillaging av anoden var som følger:

1. CMC ble oppløst i vann, og deretter rørt i minst 2 timer ved bruk av en magnetrører til prøven er blitt geléaktig.
2. Etter ca. 2 timer ble det tilført grafitt og karbon 45 til prøven, og videre rørt i minst 12 timer.
3. Prøven ble overført til den valgte strømvaktakeren (i dette tilfellet Ni-folie) og spredd utover som en film ved bruk av en doctor blade.
4. Videre ble Ni-folien med grafittfilmen satt inn i en ovn ved 80 °C i minst 12 timer slik at vannet ble fjernet.
5. Til slutt ble Ni-folien med grafittfilmen kuttet ut i små firkanter (1 x 1 cm) og var klart til å bruke som anode.

Metode for tillaging av katode

Framgangsmåte for tillaging av katoden var som følger:

1. CMC ble oppløst i vann, og deretter rørt i minst 2 timer ved bruk av en magnetrører til prøven er blitt geléaktig.
2. Etter ca. 2 timer ble det tilført karbonbelagt Fe-nanopartikler og karbon 45 til prøven, og videre rørt i minst 12 timer.
3. Prøven ble overført til den valgte strømvaktakeren (i dette tilfellet Ni-folie) og spredd utover som en film ved bruk av en doctor blade.
4. Videre ble Ni-folien med grafittfilmen satt inn i en ovn ved 80 °C i minst 12 timer slik at vannet ble fjernet.
5. Til slutt ble Ni-folien med grafittfilmen kuttet ut i små firkanter (1 x 1 cm) og var klart til å bruke som anode.

Metode for tillaging av ioniske væsker

Syntese av BmimFeCl₄

BmimFeCl₄ ble fremstilt ved å blande BmimCl og FeCl₃ • 6H₂O i en trehalskolbe ved romtemperatur. Over trehalskolben ble en liebigkjøler med kaldt vann rennende gjennom plassert, og de to resterende hullene ble tett igjen. Trehalskolben ble deretter plassert over en magnetrører hvor løsningen ble rørt i minst 4 timer. Til slutt ble løsningen rotert i en rotavapor i omtrent 2 timer for å fjerne vannrester.

BmimFeCl₄ i DMC

BmimFeCl₄ ble tynnet i DMC ved forskjellige konsentrasjoner. Det ble laget 5 %, 10 %, 15 %, 20 %, 30 %, 40 %, 50 % og 60 % løsninger av BmimFeCl₄ i DMC. Det ble laget totalt 10 mL av hver løsning.

BmimFeCl₄ i EC + DMC

BmimFeCl₄ ble tynnet i EC + DMC ved forskjellige konsentrasjoner. EC og DMC ble blandet med forholdet 1:1. Deretter ble det laget 5 %, 10 %, 15 %, 20 %, 30 %, 40 %, 50 % og 60 % løsninger av BmimFeCl₄ i EC + DMC. Det ble laget totalt 10 mL av hver løsning.

FeCl₃ i EC + DMC

0,54066 g FeCl₃ • 6H₂O ble løst opp i 2 mL EC + DMC. EC og DMC ble blandet med forholdet 1:1. Det ble deretter filtrert 0,5056 g CaCl₂ i løsningen for å fjerne H₂O.

FePO₄ i EC + DMC

0,30164 g FePO₄ ble løst opp i 2 mL EC + DMC. EC og DMC ble blandet med forholdet 1:1.

Metode for korrosjonstest

Det ble utført korrosjonstest på Al-, Ni- og Cu-folie for å finne ut hvilken folie som ville fungere best som strømavtaker. Det ble klippet 1 x 1 cm av hver folie som deretter ble lagt i et lite drammeglass med 0,2 mL elektrolyttløsning. Elektrolyttløsningen besto av ulike konsentrasjoner av BmimFeCl₄ i DMC, og ulike konsentrasjoner av BmimFeCl₄ i DMC + EC. Korrosjonstesten ble sjekket etter 3 døgn.

Metode for måling av konduktivitet

For å måle konduktiviteten av elektrolyttløsningen ble instrumentet Mettler Toledo SevenCompact S230 Conductivity Meter benyttet. For å sikre seg om at elektrodene til instrumentet var ved standard potensial, ble elektrodene kalibrert med Mettler Toledo 1413 µS/cm konduktivitetsstandard. Elektrodene ble senket ned i et reagensrør fylt med elektrolyttløsning til signalet stabiliserte seg. Etter stabiliseringen ble konduktivitetmålingen lest og notert. Deretter ble elektrodene vasket med etanol.

Metode for måling av viskositet og tetthet

Det ble målt tetthet og viskositet til alle de tillagede konsentrasjonene av BmimFeCl₄ i DMC og BmimFeCl₄ i DMC + EC ved bruk av et kombinert viskosimeter og densitometer, Anton Paar Lovis 2000 ME Microviscometer / DMA 4100 M Densitometer. Løsningene ble en og en plassert ved instrumentet, hvor et lite rør ble plassert i løsningen. Instrumentet ble satt til en bestemt metode kalt Y2Z og deretter startet. Denne metoden målte tetthet og viskositet ved temperaturer fra 20 °C til 60 °C med 5 °C temperaturintervall. Mellom hver løsning ble instrumentet vasket med ionefritt og degasset vann og etanol. Etter at alle løsningene var testet ble informasjonen hentet ut.

Metode for oppbygging av Fe-ion batterier

Ved oppbygging av Fe-ion batterier ble det benyttet en tre-elektrode batteri av merket Swagelok. Swagelok-batterier består av en tre-elektrode-hals, tre metallstenger som skrues inn i hver ende og tre skruer som holder metallstengene på plass. Fremgangsmåten for å bygge batteriet var som følger:

1. En plastfilm ble ført inn langs veggene inni batteriet.
2. En liten metallbit ble plassert midt inni batteriet.
3. Det ble satt inn en katode, og deretter en separator.
4. Det ble tilført elektrolyttløsning (omtrent 20-30 μL) på separatorene.
5. Deretter ble det satt inn en anode.
6. Ved katode-siden ble det også tilsatt en fjær.
7. Alle metallstengene ble dekket med plast-tape før de ble skrudd på batteriet.
8. Stram batteriet.

Noen av batteriene som ble testet benyttet seg også av en referanseelektrode. Da ble veggene på toppen av batteriet også dekket av plastfilm. Deretter ble det tilsatt en separator med elektrolyttløsning, og til slutt referanseelektroden.

Metode for testing av batteri

Batteriene ble testet ved å benytte to instrument; CH Instrument og LAHNE BTS. Ved test av batteri med CH Instrument ble den hvite klypen koblet til referanseelektroden dersom batteriet benyttet seg av det, den grønne klypen ble koblet til katoden og den røde klypen ble koblet til anoden. Programmet ble startet på tilkoblet datamaskin, og batteriet fikk stå i 24 timer før resultatet ble sjekket.

Ved ladning- og utladnings-test av batteriet ble det benyttet LAHNE BTS. Her ble den store røde klypen og den lille røde klypen koblet til katoden, og den store svarte klypen koblet til anoden. Den lille svarte klypen ble koblet til referanseelektroden dersom batteriet hadde en, hvis ikke ble den koblet til anoden. I tilhørende program på datamaskin ble programmet startet og batteriet fikk stå minst 24 timer før resultatet ble sjekket. Batteriene ble testet ved ulike metoder beskrevet nedenfor. Korrigering av C-rate er vist i avsnitt 4.2.1.

Metode 1: 1 mA – 2,5 V – 0,2 C

Korrigert C-rate: 3,4 C

Syklusnummer: 100

Steg 1: Ladningsprosess – Konstant strømstyrke ved 0,82 mA. Steg 1 avsluttes når spenningen er høyere eller lik 2,5 V.

Steg 2: Ladningsprosess – Konstant spenningsverdi ved 2,5 V. Steg 2 avsluttes når strømstyrken er mindre eller lik 0,05 mA.

Steg 3: Utladningsprosess – Konstant strømstyrke ved 0,13 mA. Steg 3 avsluttes når spenningen er høyere eller lik 0,1 V.

Steg 4: Syklusen gjentas 100 ganger.

Metode 2: 1 mA – 2,5 V – 0,4 C

Korrigert C-rate: 9,6 C

Syklusnummer: 100

Steg 1: Ladningsprosess – Konstant strømstyrke ved 1,64 mA. Steg 1 avsluttes når spenningen er høyere eller lik 2,5 V.

Steg 2: Ladningsprosess – Konstant spenningsverdi ved 2,5 V. Steg 2 avsluttes når strømstyrken er mindre eller lik 0,05 mA.

Steg 3: Utladningsprosess – Konstant strømstyrke ved 0,26 mA. Steg 3 avsluttes når spenningen er høyere eller lik 0,1 V.

Steg 4: Syklusen gjentas 100 ganger.

Metode 3: 1 mA – 2,5 V – 0,6 C

Korrigert C-rate: 12,9 C

Syklusnummer: 100

Steg 1: Ladningsprosess – Konstant strømstyrke ved 2,46 mA. Steg 1 avsluttes når spenningen er høyere eller lik 2,5 V.

Steg 2: Ladningsprosess – Konstant spenningsverdi ved 2,5 V. Steg 2 avsluttes når strømstyrken er mindre eller lik 0,05 mA.

Steg 3: Utladningsprosess – Konstant strømstyrken ved 0,39 mA. Steg 3 avsluttes når spenningen er høyere eller lik 0,1 V.

Steg 4: Syklusen gjentas 100 ganger.

Metode 4: 1 mA – 2,5 V – 0,8 C

Korrigert C-rate: 17,3 C

Syklusnummer: 100

Steg 1: Ladningsprosess – Konstant strømstyrke ved 3,28 mA. Steg 1 avsluttes når spenningen er høyere eller lik 2,5 V.

Steg 2: Ladningsprosess – Konstant spenningsverdi ved 2,5 V. Steg 2 avsluttes når strømstyrke er mindre eller lik 0,05 mA.

Steg 3: Utladningsprosess – Konstant strømstyrke ved 0,52 mA. Steg 3 avsluttes når spenningen er høyere eller lik 0,1 V.

Steg 4: Syklusen gjentas 100 ganger.

Metode 5: 1 mA – 2,5 V – 1 C

Korrigert C-rate: 21,6 C

Syklusnummer: 100

Steg 1: Ladningsprosess – Konstant strømstyrke ved 4,1 mA. Steg 1 avsluttes når spenningen er høyere eller lik 2,5 V.

Steg 2: Ladningsprosess – Konstant spenningsverdi ved 2,5 V. Steg 2 avsluttes når strømstyrken er mindre eller lik 0,05 mA.

Steg 3: Utladningsprosess – Konstant strømstyrke ved 0,65 mA. Steg 3 avsluttes når spenningen er høyere eller lik 0,1 V.

Steg 4: Syklusen gjentas 100 ganger.

4. Resultat og diskusjon

I denne delen av bacheloroppgaven blir resultatene presentert og deretter diskutert. Resultatene blir delt opp i to deler. I den første delen blir resultatene for målingene utført med ioniske væsker lagt fram og diskutert, og i den andre delen blir resultatene for batteritestingen lagt fram og diskutert.

4.1 Ioniske væsker

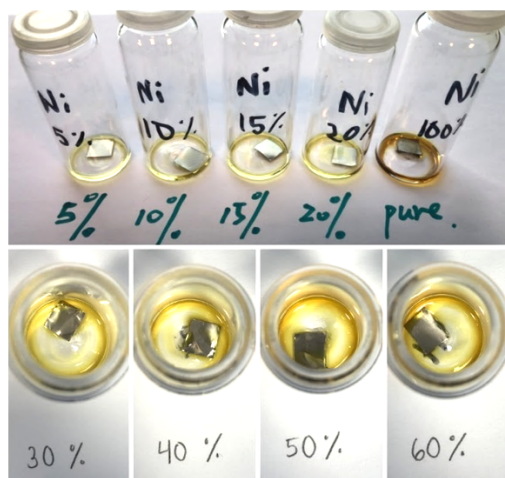
For å finne ut hvilken ioniske væsker som egner seg best som elektrolytt tilsetningsstoff i et Fe-ion-batteri ble flere kjemiske og fysiske egenskaper ved de ioniske væskene målt. Egenskapene som ble undersøkt var konduktivitet, tetthet og viskositet. Det ble også utført en korrosjonstest for å finne ut hvilket metall som egner seg best som strømavtaker i batteriet.

4.1.1 Korrosjonstest

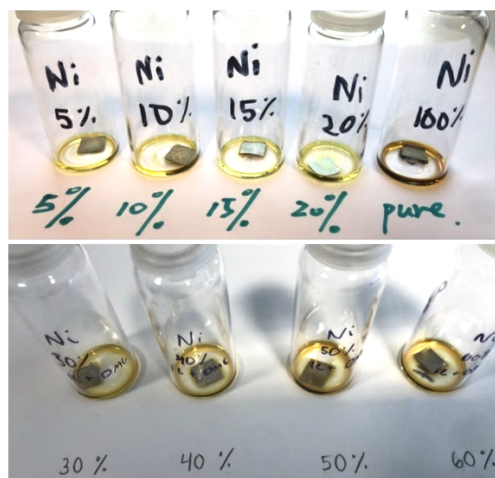
Det ble utført en korrosjonstest for å finne ut hvilket metall av Ni-, Cu- og Al-folie som ville egne seg best som strømavtaker. De ulike metallfoliene ble lagt i flere løsninger av ulike konsentrasjoner av BmimFeCl₄ i DMC og i EC + DMC. Grunnet EC sin høye viskositet og høye smeltetemperatur kan det ikke bli brukt som det eneste løsemiddelet. Det ble derfor laget EC + DMC med forholdet 1:1, siden DMC har lav viskositet.

Korrosjonstest av Ni-folie

Ni-folie i DMC

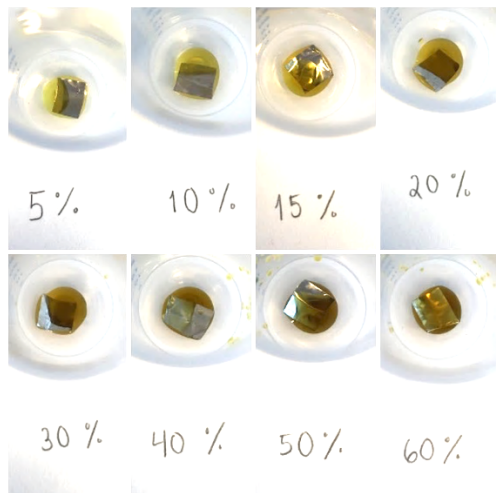


Figur 17: Fersk Ni-folie i fersk DMC.

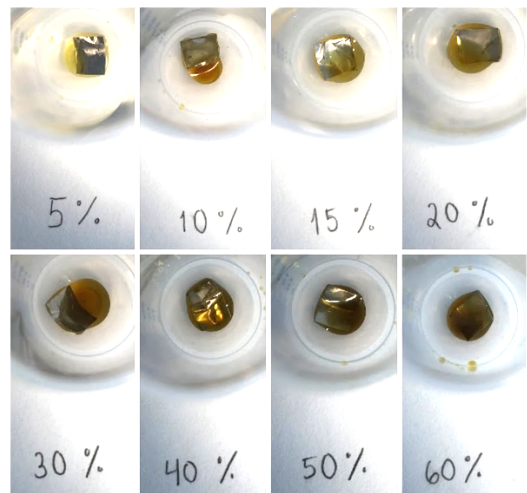


Figur 18: Ni-folie i DMC etter 3 døgn.

Ni-folie i EC + DMC



Figur 19: Fersk Ni-folie i fersk EC + DMC.

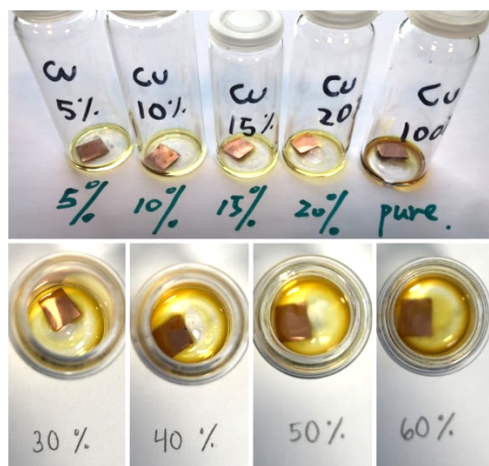


Figur 20: Ni-folie i EC + DMC etter 3 døgn.

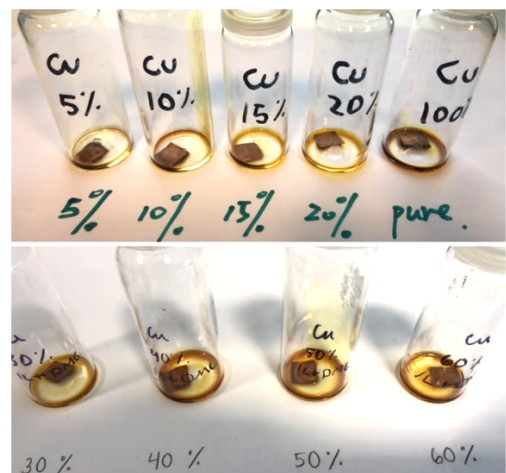
Korrosjonstest av Ni-folie i DMC viser at Ni-folie korroderer i de fleste konsentrasjonene av BmimFeCl₄ i DMC. Den mest lovende prøven er 20 % BmimFeCl₄ i DMC, hvor Ni-folien ikke viser tegn til korrodering etter 3 døgn, vist i figur 18. Ved ulike konsentrasjoner av BmimFeCl₄ i EC + DMC viser alle testene av Ni-folie lite eller ingen tegn til korrodering etter 3 døgn, vist i figur 20.

Korrosjonstest av Cu-folie

Cu-folie i DMC

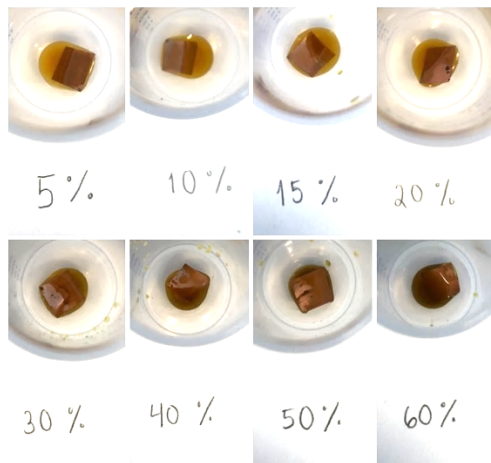


Figur 21: Fersk Cu-folie i fersk DMC.

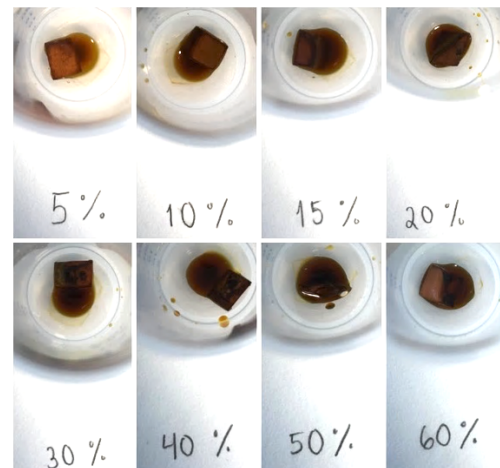


Figur 22: Cu-folie i DMC etter 3 døgn.

Cu-folie i EC + DMC



Figur 23: Fersk Cu-folie i fersk EC + DMC.

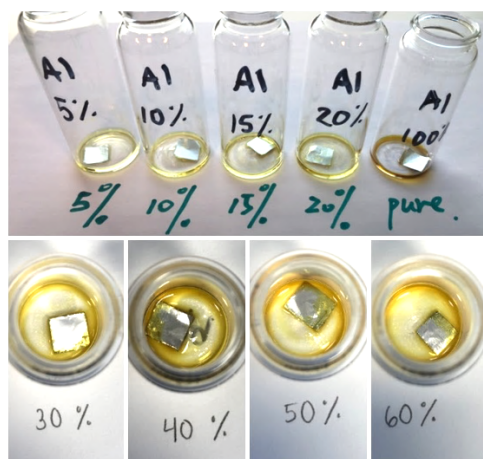


Figur 24: Cu-folie i EC + DMC etter 3 døgn.

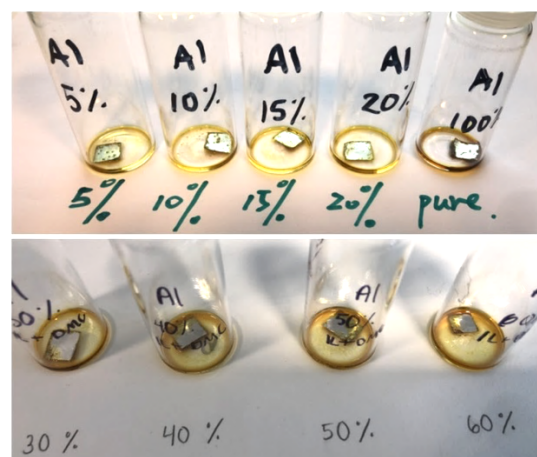
Korrosjonstest av Cu-folie i ulike konsentrasjoner av BmimFeCl₄ i DMC viser at flere av Cu-foliene har korrodert. Det er derimot to prøver som skiller seg ut; Cu-folie i 15 % BmimFeCl₄ i DMC og 20 % BmimFeCl₄ i DMC, da disse prøvene viser lite tegn til korrosjon, som kan observeres i figur 22. Korrosjonstest av Cu-folie i ulike konsentrasjoner av BmimFeCl₄ i EC + DMC viser at Cu-foliene korroderer i alle løsningene, vist i figur 24.

Korrosjonstest av Al-folie

Al-folie i DMC

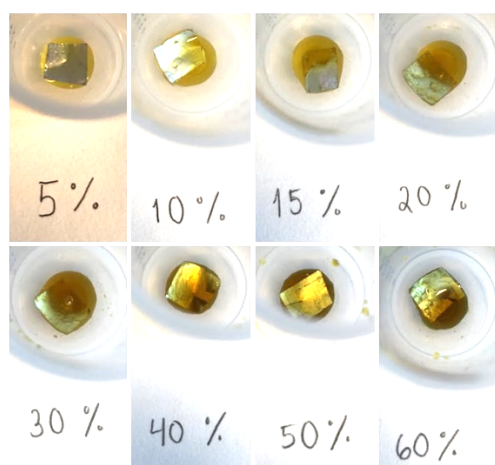


Figur 25: Fersk Al-folie i fersk DMC.

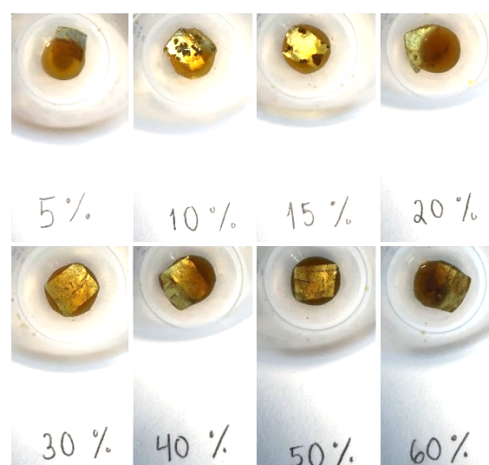


Figur 26: Al-folie i DMC etter 3 døgn.

A-folie i EC + DMC



Figur 27: Fersk Al-folie i fersk EC + DMC.



Figur 28: Al-folie i EC + DMC etter 3 døgn.

Korrosjonstest av Al-folie i ulike konsentrasjoner av BmimFeCl₄ i både DMC og EC + DMC viser at alle testene har korrodert etter 3 døgn, som figur 26 og 28 viser.

Oppsummering av korrosjonstest

Tabell 2 viser en oppsummering på korrosjonsevnen til metallene i ulike konsentrasjoner av BmimFeCl₄ i DMC og i EC + DMC, hvor metallene som ikke korroderer og dermed kan benyttes som strømavtaker er merket med x.

Tabell 2: Oppsummering av korrosjonstest.

Korrosjonstest																
	BmimFeCl ₄ i DMC								BmimFeCl ₄ i EC + DMC							
	5%	10%	15%	20%	30%	40%	50%	60%	5%	10%	15%	20%	30%	40%	50%	60%
Ni-folie				x					x	x	x	x	x	x	x	x
Al-folie																
Cu-folie			x	x												

Totalt viser korrosjonstesten at Ni-folie kommer best ut av de tre testede metallene. Ni-folie viser lite eller ingen tegn til korrosjon ved 20% BmimFeCl₄ i DMC, og ved flere konsentrasjoner under 60% BmimFeCl₄ i EC + DMC. En mulig grunn for at det ikke oppsto korrosjon ved

testene for Ni-folie i BmimFeCl₄ i EC + DMC kan være fordi testene ble observert for tidlig. Ved lengre tidsintervall kunne det muligens oppstått korrosjon.

Cu-folie har noen prøver som skiller seg ut, for eksempel i 15 % og 20 % BmimFeCl₄ i DMC. Disse prøvene kan være mulig å benytte som elektrolyttløsning grunnet lite korrosjon. Ved ulike konsentrasjoner av BmimFeCl₄ i EC + DMC kunne man observere at all Cu-folie var blitt korrodert. Cu-folie kan dermed være et alternativ å benytte som strømvaktaker, men da ikke sammen med en elektrolytt av ulike konsentrasjoner av BmimFeCl₄ i EC + DMC. Dersom Cu-folie viser seg til å fungere som strømvaktaker i batteri kan det være bedre å benytte Cu-folie fremfor Ni-folie. Dette er fordi Cu er stabilt, lite reaktivt og har god elektrisk ledningsevne (51). I tillegg til dette er Cu også billigere enn Ni.

Al-folie i ulike konsentrasjoner av BmimFeCl₄ i både DMC og EC + DMC viser at Al-folien vil korrodere i alle løsninger som ble testet. Konklusjonen trukket fra korrosjonstestene av Al-folie i ulike elektrolytter er at Al-folie ikke er et godt metall å benytte som strømvaktaker i et Fe-ion-batteri.

4.1.2 Konduktivitet

Konduktivitet for BmimFeCl₄ i DMC

Tabell 3: konduktivitetmålinger for BmimFeCl₄ i DMC.

Prosent BmimFeCl ₄ i DMC	Konduktivitet (mS/cm)
5 %	0,413
10 %	1,942
15 %	3,66
20 %	5,57
30 %	12,94
40 %	17,31
50 %	19,69
60 %	19,31
100 % BmimFeCl ₄	7,80

Ved måling av ionisk konduktivitet kan man se en sammenheng mellom høy konsentrasjon av BmimFeCl₄ i DMC og stigende konduktivitet. Den høyeste ioniske konduktiviteten ble målt til 19,69 mS/cm for 50 % BmimFeCl₄ i DMC. Ved 60 % BmimFeCl₄ i DMC minker konduktiviteten. Konduktiviteten til ren BmimFeCl₄ ble målt til 7,80 mS/cm.

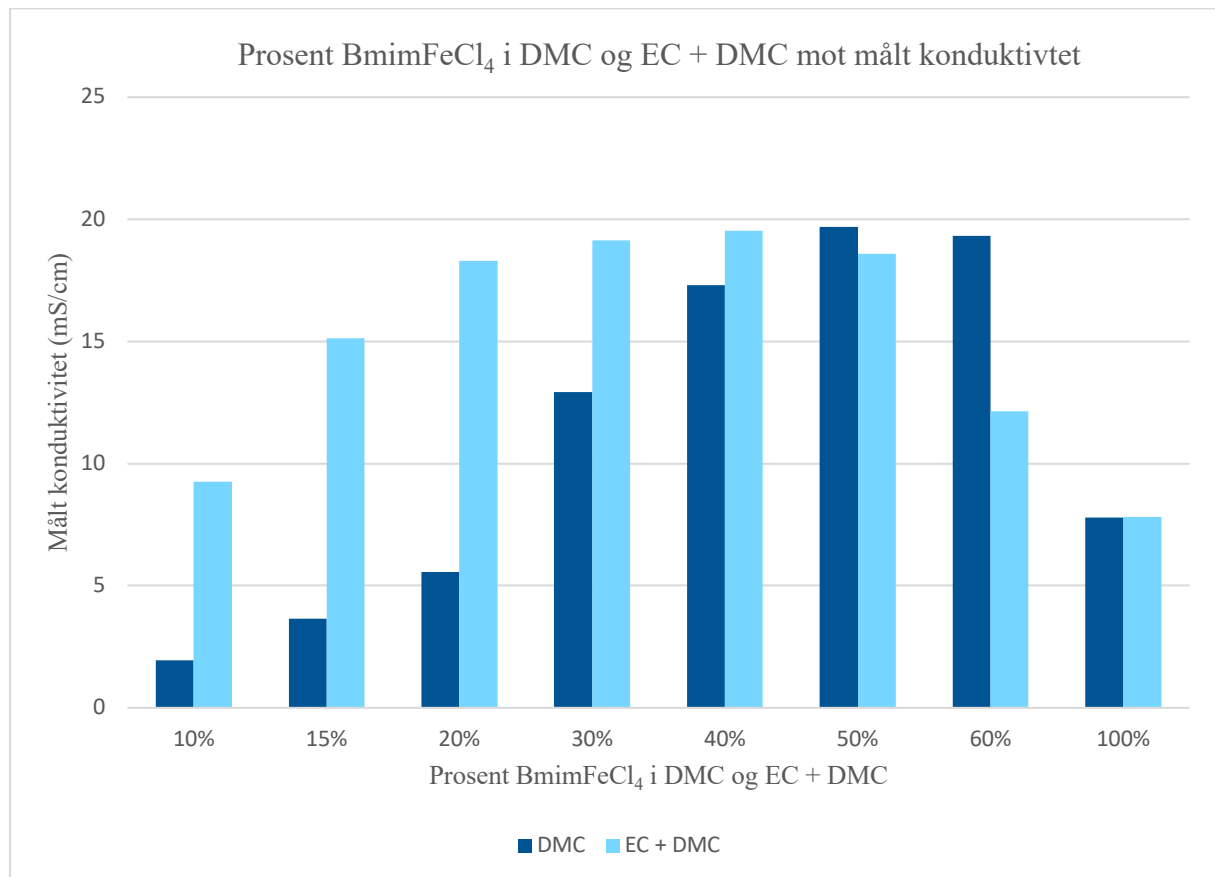
Konduktivitet for BmimFeCl₄ i EC + DMC

Tabell 4: konduktivitetmålinger for BmimFeCl₄ i EC + DMC.

Prosent BmimFeCl ₄ i EC + DMC	Konduktivitet (mS/cm)
5 %	5,18
10 %	9,26
15 %	15,14
20 %	18,29
30 %	19,15
40 %	19,54
50 %	18,60
60 %	12,14
100 % BmimFeCl ₄	7,81

På samme måte som for BmimFeCl₄ i DMC, er det også en sammenheng mellom høy konsentrasjon av BmimFeCl₄ i EC + DMC og stigende konduktivitet. Tabell 4 viser at 40 % BmimFeCl₄ gir høyest konduktivitet på 19,54 mS/cm. Ved konsentrasjoner høyere enn 40 % minker den ioniske konduktiviteten. Det ble målt to paralleller av konduktiviteten til ren BmimFeCl₄. Parallell nummer 2 viser en konduktivitet på 7,81 mS/cm.

Sammenligning av målt konduktivitet av BmimFeCl₄ i DMC og EC + DMC



Figur 29: Prosent BmimFeCl₄ i DMC og EC + DMC mot målt konduktivitet.

For ulike konsentrasjoner av BmimFeCl₄ i DMC er det 50 % og 60 % løsningene som har høyest ionisk konduktivitet, hvor de henholdsvis viser 19,69 mS/cm og 19,31 mS/cm. Dersom det skulle bli benyttet en elektrolytt kun med hensyn på konduktivitetmålingene, hadde 50 % og 60 % av BmimFeCl₄ i DMC vært gode alternativer som elektrolyttløsning. For ulike konsentrasjoner av BmimFeCl₄ i EC + DMC er det 30 % og 40 % løsningene som virker mest lovende som elektrolytt basert på konduktivitetmålingene, som viser henholdsvis 19,15 mS/cm og 19,54 mS/cm.

Ut fra figur 29 kan man observere at elektrolytter av ulike konsentrasjoner av BmimFeCl₄ i EC + DMC har høyere konduktivitet enn når BmimFeCl₄ kun var løst opp i DMC. Dette tilsier at dersom det skulle blitt valgt en elektrolytt kun basert på konduktivitetmålinger, ville elektrolytter av ulike konsentrasjoner av BmimFeCl₄ i EC + DMC være mer attraktivt enn ulike konsentrasjoner av BmimFeCl₄ i kun DMC.

Det er ønskelig med en elektrolyttløsning med høy konduktivitet fordi det gir bedre ledningsevne da ionene vil bevege seg fritt og bevege seg raskere mellom elektrodene. Dette gir en raskere og bedre overgang fra ladning/utladning. De lave konsentrasjonene av BmimFeCl₄ i både DMC og EC + DMC har mindre ioner tilsatt enn de høye konsentrasjonene og derfor en lavere elektrisk ledningsevne. 100 % BmimFeCl₄ har en relativt lav ionisk konduktivitet uten tilsatt DMC eller EC + DMC. En årsak til dette kan være den høye tettheten og viskositeten til BmimFeCl₄, som gir lite bevegelsesrom for ionene til å skape høy elektrisk ledningsevne. Dette kan forklare hvorfor konduktiviteten minker ved høyere konsentrasjoner tilsatt enn 50 % BmimFeCl₄.

4.1.3 Tetthet

Tetthet for BmimFeCl₄ i DMC

Tabell 5: Tetthet for ulike konsentrasjoner av BmimFeCl₄ i DMC ved ulike temperaturer. Tettheten er målt i (g/cm³).

Prosent BmimFeCl ₄ i DMC										
Temperatur (Celsius)	5 %	10 %	15 %	20 %	30 %	40 %	50 %	60 %	100 % BmimFeCl ₄	100 % DMC
20	1,0838	1,0975	1,1117	1,1262	1,1463	1,1844	1,2121	1,2432	1,3679	1,0698
25	1,0775	1,0913	1,1057	1,1203	1,1403	1,1791	1,2070	1,2384	1,3637	1,0633
30	1,0711	1,0851	1,0996	1,1143	1,1336	1,1738	1,2018	1,2335	1,3596	1,0567
35	1,0646	1,0787	1,0934	1,1084	1,1270	1,1684	1,1967	1,2286	1,3554	1,05
40	1,0581	1,0724	1,0873	1,1024	1,1193	1,1630	1,1915	1,2238	1,3513	1,0433
45	1,0516	1,066	1,0811	1,0964	1,1103	1,1576	1,1863	1,2189	1,3472	1,0366
50	1,045	1,0597	1,0749	1,0903	1,0973	1,1523	1,1812	1,2141	1,3432	1,0299
55	1,0384	1,0533	1,0687	1,0843	1,0849	1,1469	1,1761	1,2092	1,3391	1,0231
60	1,0318	1,0468	1,0625	1,0782	1,0734	1,1415	1,1709	1,2044	1,3351	1,0163

Tabell 5 viser at alle tetthetene stiger ved høy konsentrasjon av BmimFeCl₄ i DMC. Ved stigende temperatur, vil tettheten derimot synke.

Tetthet for BmimFeCl₄ i EC + DMC

Tabell 6: Tetthet for ulike konsentrasjoner av BmimFeCl₄ i EC + DMC ved ulike temperaturer. Tettheten er målt i (g/cm³).

Prosent BmimFeCl ₄ i EC + DMC										
Temperatur (Celsius)	5 %	10 %	15 %	20 %	30 %	40 %	50 %	60 %	100 % BmimFeCl ₄	100 % EC + DMC
20	1,2103	1,2179	1,2260	1,2339	1,2494	1,2654	1,2821	1,2985	1,3679	1,2042
25	1,2044	1,2122	1,2204	1,2284	1,2441	1,2603	1,2772	1,2938	1,3637	1,1983
30	1,1986	1,2065	1,2148	1,2228	1,2388	1,2551	1,2722	1,2890	1,3596	1,1923
35	1,1927	1,2007	1,2091	1,2173	1,2334	1,2500	1,2672	1,2842	1,3554	1,1863
40	1,1868	1,1949	1,2034	1,2117	1,2281	1,2448	1,2623	1,2794	1,3513	1,1804
45	1,1809	1,1892	1,1978	1,2062	1,2227	1,2397	1,2573	1,2747	1,3472	1,1744
50	1,1750	1,1834	1,1921	1,2006	1,2174	1,2346	1,2524	1,2699	1,3432	1,1684
55	1,1691	1,1776	1,1864	1,1951	1,2121	1,2294	1,2475	1,2652	1,3391	1,1623
60	1,1632	1,1718	1,1808	1,1895	1,2067	1,2243	1,2425	1,2605	1,3351	1,1563

Tabell 6 viser at alle tetthetene stiger ved høy konsentrasjon av BmimFeCl₄ i EC + DMC. Også her synker tettheten ved stigende temperatur.

For ulike konsentrasjoner av BmimFeCl₄ i DMC og EC + DMC vil tettheten øke ved høyere konsentrasjoner av BmimFeCl₄. I tillegg til dette vil alle tetthetene synke ved stigende temperatur. En fordel med å jobbe ved lavere temperaturer er at det vil være mer miljøvennlig. Ved valg av elektrolyttløsning er det ønskelig at elektrolytten har høy tetthet, og det er dermed løsningene med høy konsentrasjon av BmimFeCl₄ i DMC og EC + DMC er mest lovende som elektrolyttløsninger dersom man kun tar hensyn til tettheten.

4.1.4 Viskositet

Viskositet for BmimFeCl₄ i DMC

Tabell 7: Viskositet for ulike konsentrasjoner av BmimFeCl₄ i DMC ved ulike temperaturer.

Viskositeten er målt i (mPa * s).

Prosent BmimFeCl ₄ i DMC									
Temperatur (Celsius)	5 %	10 %	15 %	20 %	30 %	40 %	50 %	60 %	100 % DMC
20	0,98	1,166	1,309	1,498	2,195	2,815	4,540	6,026	0,803
25	0,9	1,054	1,217	1,387	1,898	2,557	3,727	5,354	0,754
30	0,837	0,974	1,132	1,291	1,759	2,345	3,380	4,829	0,71
35	0,786	0,91	1,058	1,204	1,636	2,156	3,104	4,349	0,67
40	0,741	0,855	0,991	1,128	1,523	1,997	2,827	3,953	0,634
45	0,7	0,805	0,933	1,06	1,427	1,886	2,607	3,608	0,601
50	0,663	0,761	0,879	0,996	1,338	1,761	2,425	3,291	0,572
55	0,628	0,72	0,83	0,94	1,261	1,646	2,255	3,044	0,544
60	0,598	0,681	0,786	0,89	1,189	1,541	2,095	2,827	0,519

Fra tabell 7 kan man observere at viskositeten til ulike konsentrasjoner av BmimFeCl₄ i DMC øker ved økende konsentrasjon av BmimFeCl₄, og minker ved stigende temperatur.

Viskositet for BmimFeCl₄ i EC + DMC

Tabell 8: Viskositet for ulike konsentrasjoner av BmimFeCl₄ i EC + DMC ved ulike temperaturer.

Viskositeten er målt i (mPa·s).

Prosent BmimFeCl ₄ i EC + DMC									
Temperatur (Celsius)	5 %	10 %	15 %	20 %	30 %	40 %	50 %	60 %	100 % EC + DMC
20	1,895	2,274	2,546	2,754	3,182	4,119	5,338	---	1,725
25	1,747	1,911	2,104	2,302	2,919	3,703	4,773	6,419	1,585
30	1,625	1,753	1,954	2,106	2,925	3,346	4,363	5,766	1,467
35	1,510	1,627	1,810	1,961	2,758	3,245	3,838	5,196	1,365
40	1,405	1,514	1,682	1,817	2,243	2,792	3,499	4,707	1,277
45	1,321	1,416	1,569	1,693	2,061	2,572	3,127	4,284	1,197
50	1,244	1,325	1,467	1,581	1,951	2,379	2,911	3,923	1,128
55	1,162	1,246	1,375	1,484	1,822	2,210	2,721	3,611	1,064
60	1,102	1,176	1,294	1,396	1,711	2,059	2,546	3,323	1,007

På samme måte som ved ulike konsentrasjoner av BmimFeCl₄ i DMC, er det også en sammenheng mellom økende viskositet og økende konsentrasjon av BmimFeCl₄ i EC + DMC. Her minker viskositeten med stigende temperatur. Viskositeten til de ulike konsentrasjonene av BmimFeCl₄ i EC + DMC er noe høyere enn for de ulike konsentrasjonene av BmimFeCl₄ i DMC.

Ved valg av elektrolytt ønsker man en elektrolytt med lav viskositet. Dette er fordi høy viskositet gjør det vanskeligere for ioner å bevege seg mellom elektrodene, som igjen fører til saktere diffusjon og lavere potensiell syklusevne. Man vil derfor benytte seg av de lavere konsentrasjonene av BmimFeCl₄ i DMC som elektrolytt dersom det kun tas hensyn til viskositet.

4.1.5 Oppsummering av diskusjon: del 1

Ut fra de fysiske testene gjennomført er det konsentrasjoner av BmimFeCl₄ i en blanding av de organiske løsemidlene EC + DMC som kommer best ut. Ved ulike konsentrasjoner av BmimFeCl₄ i EC + DMC korroderer ingen av korrosjonstestene med Ni-folie. I tillegg til dette er det i EC + DMC man får høyest konduktivitet, da spesielt for 30 % og 40 % BmimFeCl₄ i EC + DMC som viser en konduktivitet på henholdsvis 19,15 mS/cm og 19,54 mS/cm.

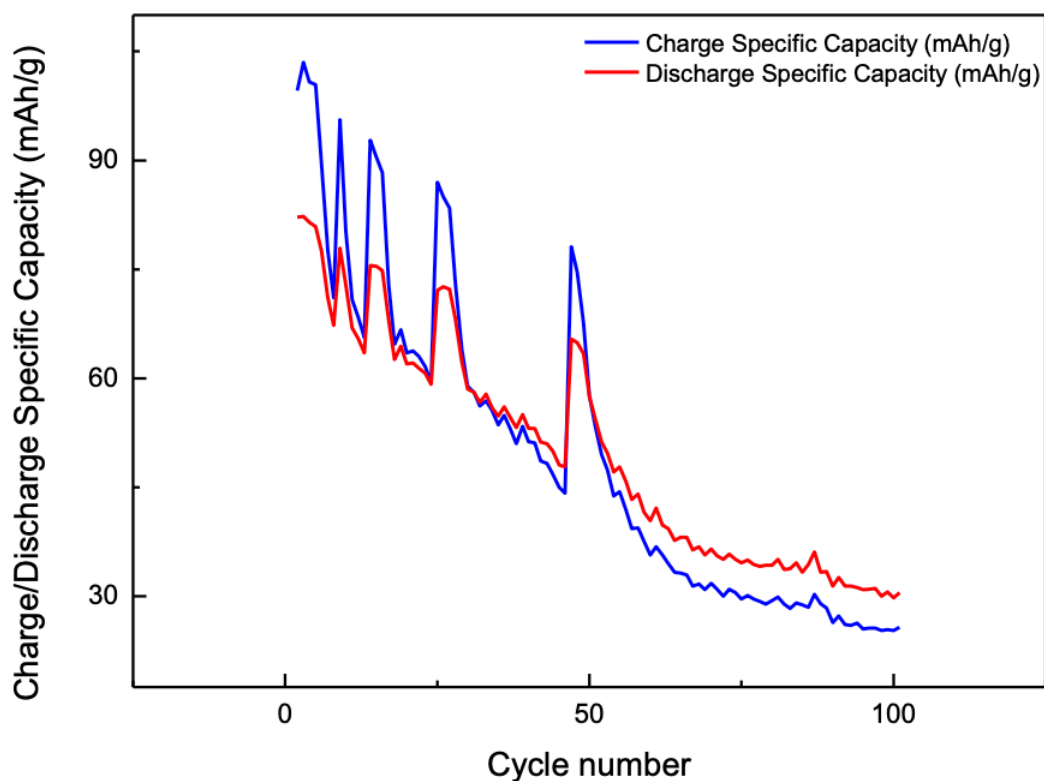
Ved valg av elektrolyttløsning blir det problematisk når man ønsker en elektrolytt med høy tetthet og lav viskositet, da høy tetthet gir høyere viskositet. Man må dermed finne en elektrolyttløsning som kan balansere ut disse fysiske egenskapene. For å senke viskositeten til ioniske væsker ble det tilsatt to organiske løsemiddel, først kun DMC og deretter EC + DMC. Jo mer løsemiddel tilsatt, desto mer minker både tettheten og viskositeten, som tabell 5 og tabell 6 for målt tetthet viser, og tabell 7 og tabell 8 for målt viskositet viser. Elektrolyttløsningene med høyt prosentinnhold av ionisk væske vil gi høy tetthet, men også høy viskositet. På samme måte vil elektrolyttløsningene med lavt prosentinnhold av ionisk væske gi lav viskositet, men også lav tetthet. Det er derfor gunstig å velge en elektrolyttløsning som ligger midt mellom for høy og for lav tetthet og viskositet. Siden det var en blanding av de organiske løsningsmidlene EC + DMC som kom best ut både for korrosjonstesten og konduktivitetmålingen, er det derfor ønskelig å benytte 30% BmimFeCl₄ i EC + DMC som elektrolyttløsning. 30% BmimFeCl₄ i EC + DMC gir ingen korrosjon ved bruk at metallet Ni, har nokså høy konduktivitet, samt en balanse mellom høy tetthet og lav viskositet.

4.2 Batteri

For å undersøke batteriets stabilitet ble det benyttet CH Instrument for å måle batterienes OCPT. Det ble også utført ladning- og utladningstest på ulike batterier ved bruk av LAHNE BTS. Metodene benyttet er beskrevet i avsnitt 3.3. Metode.

Det ble laget femten Fe-ion-batterier, hvor batteri 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 og 11 benyttet seg av ren ionisk væske, BmimFeCl_4 , som elektrolyttløsning. Batteri 12 benyttet 5 % BmimFeCl_4 i EC + DMC, mens batteri 13 benyttet 40 % BmimFeCl_4 i EC + DMC som elektrolyttløsning. Batteri 14 og 15 benyttet FeCl_3 i EC + DMC som elektrolyttløsning. Alle batteriene inneholdt en grafitt anode og en C-Fe NPs-katode. Massen til anodene og katodene benyttet er gitt i vedlegg 2. Av disse femten batteriene var det batteri 1, 3, 4, og 5 som ga best resultater og blir dermed presentert i bacheloroppgaven. Ingen av batteriene presentert har benyttet en referanseelektrode.

4.2.1 Korrigering av C-rate



Figur 30: Syklusnummer mot ladning/utladning spesifikk kapasitet (mAh/g) for batteri 1 metode 5.

Figur 30 viser syklusnummer mot spesifikk kapasitet for ladning og utladning for batteri 1 metode 5. Den høyeste spesifikke ladingkapasiteten ble funnet til å være 103,5 mAh/g. Ved korrigering av eksperimentell C-rate ble det tatt utgangspunkt i den høyeste verdien for ladingkapasitet for batteri 1 metode 5. Den høyeste ladingkapasiteten ble funnet til å være 0,19 mAh. Omregning fra 103,5 mAh/g til 0,19 mAh er vist i vedlegg 3. Ny C-rate ble beregnet ved bruk av formel 1. Under er det vist en utregning for korrigert C-rate for metode 5.

$$\text{Metode 5: Korrigert C - rate} = \frac{\text{Konstant strømstyrke (mAh)}}{\text{Høyest kapasitet (mAh)}} = \frac{4,1 \text{ mAh}}{0,19 \text{ mAh}} = 21,6 \text{ C}$$

Metode 4: Konstant strømstyrke: 3,28 mAh → Korrigert C-rate: 17,3 C

Metode 3: Konstant strømstyrke: 2,46 mAh → Korrigert C-rate: 12,9 C

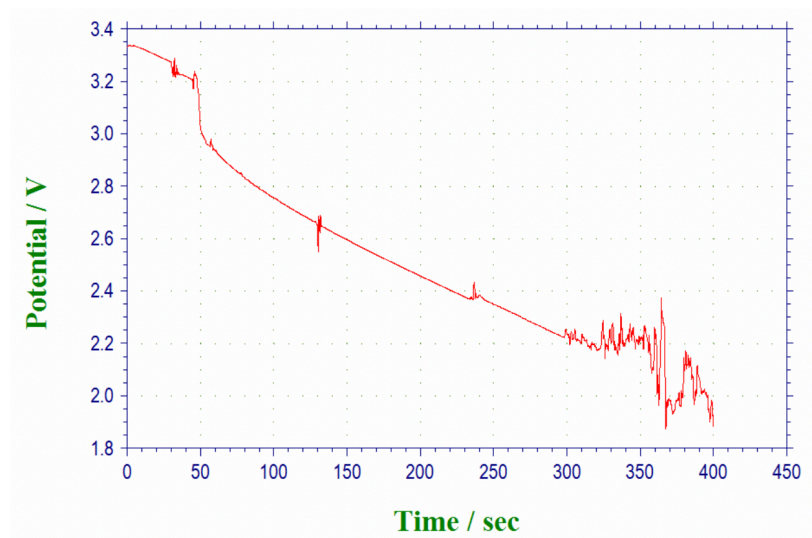
Metode 2: Konstant strømstyrke: 1,82 mAh → Korrigert C-rate: 9,6 C

Metode 1: Konstant strømstyrke: 0,64 mAh → Korrigert C-rate: 3,4 C

4.2.2 CH Instrument

For å undersøke batterienes stabilitet ble CH Instrument benyttet. I dette avsnittet blir batteri 3, 4 og 5 presentert.

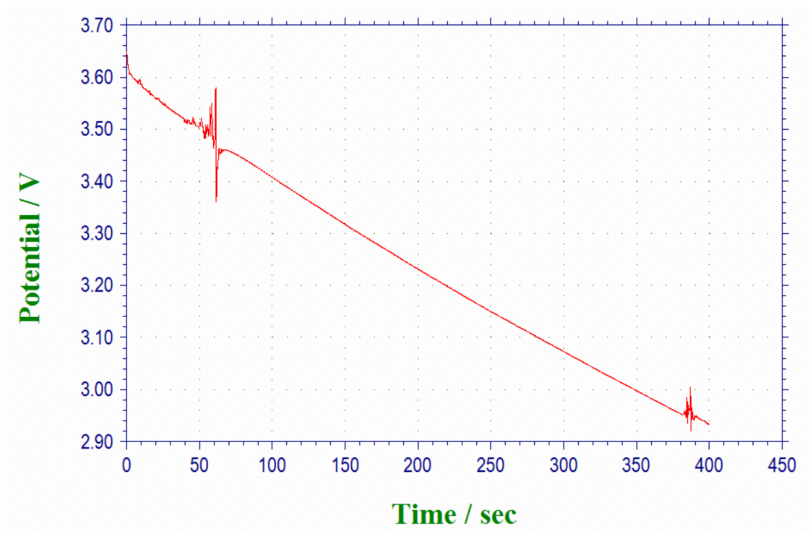
Batteri 3



Figur 31: OCPT-kurve for batteri 3.

Ut ifra figur 31 av OCPT-kurven for batteri 3 kan man observere at kurven synker noe ujevnt.

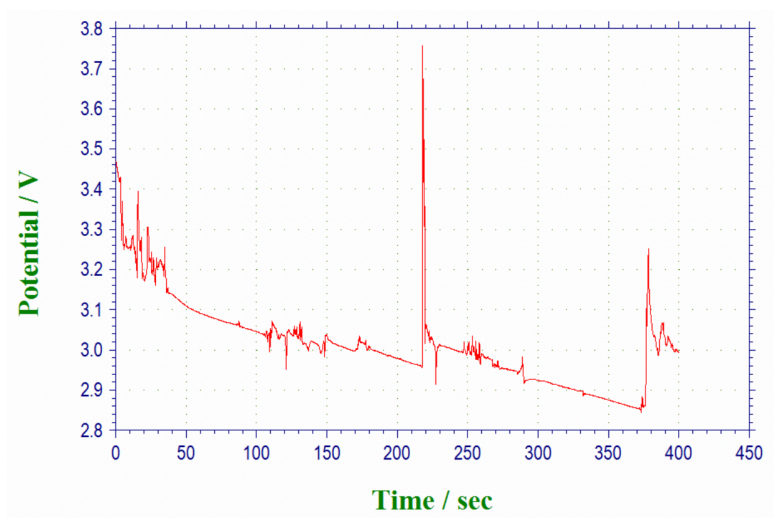
Batteri 4



Figur 32: OCPT-kurve for batteri 4.

Ut ifra figur 32 av OCPT-kurven for batteri 4 kan man observere at kurven synker jevnt.

Batteri 5



Figur 33: OCPT-kurve for batteri 5.

Ut ifra figur 33 for OCPT-kurven for batteri 5 kan man observere at kurven synker med en svak helling. Etter 200 sekunder viser kurven en stor stigning, før den synker igjen. Etter 380 sekunder viser kurven en liten stigning, før den mot slutten synker noe.

Ved undersøkelse av batterienes stabilitet ble det funnet at verken batteri 3, 4 eller 5 viser god stabilitet. Dette kan man observere ut ifra figur 31, 32 og 33 av OCPT-kurvene. Kurvene viser enten mye eller noe helling, som indikerer på at kurvene er ustabile. Det hadde gitt større analytisk sikkerhet i målingene dersom kurvene hadde vist en flat grunnlinje i forhold til en skrånet grunnlinje, spesielt hvis den skrånede grunnlinjen ikke er konstant som vist i figur 31 og 33. En mulig grunn til at kurvene viser ustabilitet kan være fordi det ikke ble benyttet en referanseelektrode. En referanseelektrode ville gitt konstant potensial over katoden som muligens kunne gitt en flatere grunnlinje.

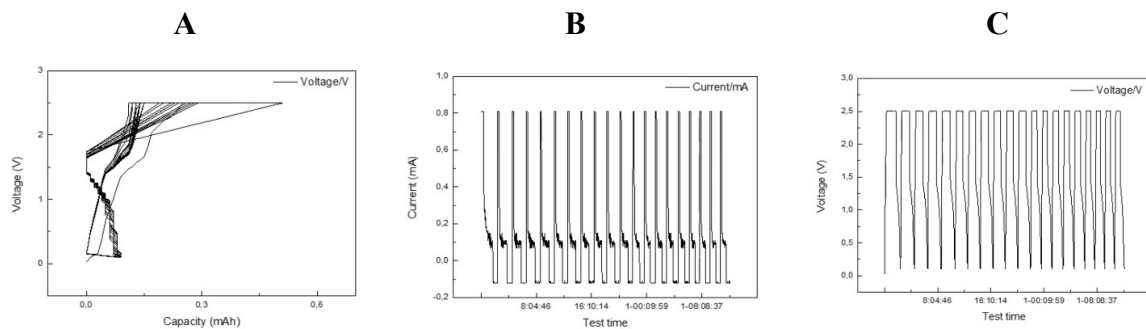
4.2.3 LAHNE Batteri Testing System

For ladning/utladningstest ga batteri 1, 3, 4 og 5 best resultater og blir dermed presentert i bacheloroppgaven.

Batteri 1

Batteri 1 inneholder katode K-1 og anode A-1. Batteri 1 benytter seg av ren ionisk væske, BmimFeCl₄, som elektrolytt.

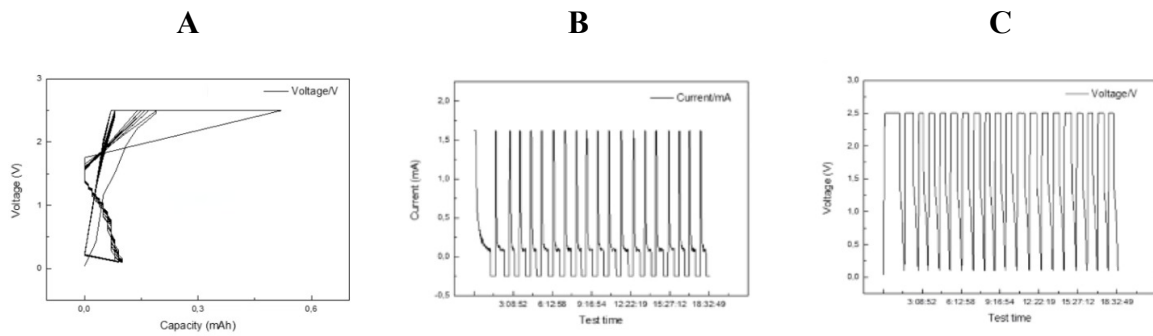
Metode 1: 1 mA – 2,5 V – 3,4 C



Figur 34: A. Kapasitet (mAh) mot spenning (V) B. Tid mot strømstyrke (mA) C. Tid mot spenning (V) – for batteri 1 ved bruk av metode 1.

Ut ifra figur 34 kan man observere at metoden fungerer slik den skal. Diagram A viser kapasitet mot spenning. Metode 1 benytter en konstant spenning på 2,5 V, som gir lav kapasitet. Diagram B viser konstant strømverdi opptil 0,82 mA. Diagram C viser konstant spenningsverdi opptil 2,5 V.

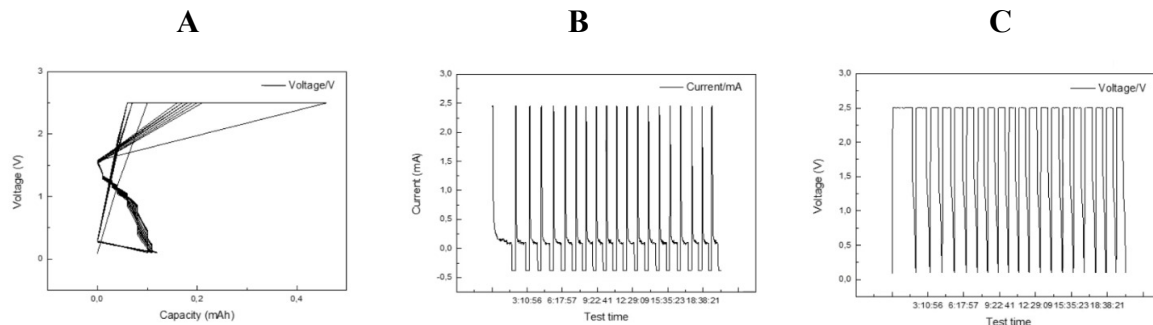
Metode 2: 1 mA – 2,5 V – 9,6 C



Figur 35: A. Kapasitet (mAh) mot spenning (V) B. Tid mot strømstyrke (mA) C. Tid mot spenning (V) – for batteri 1 ved bruk av metode 2.

Ut ifra figur 35 kan man observere at metoden fungerer slik den skal. Diagram A viser kapasitet mot spenning. Metode 2 benytter en konstant spenning på 2,5 V, som gir lav kapasitet i likhet med metode 1. Diagram B viser konstant strømverdi opptil 1,64 mA. Diagram C viser konstant spenningsverdi opptil 2,5 V.

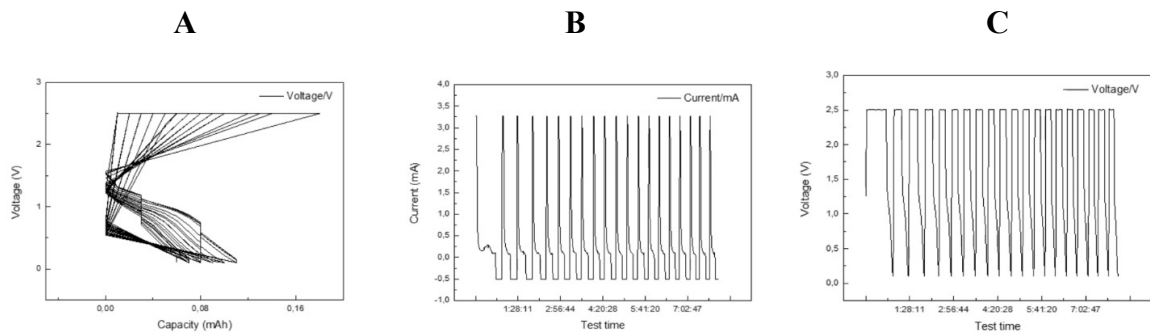
Metode 3: 1 mA – 2,5 V – 12,9 C



Figur 36: A. Kapasitet (mAh) mot spenning (V) B. Tid mot strømstyrke (mA) C. Tid mot spenning (V) – for batteri 1 ved bruk av metode 3.

Ut ifra figur 36 kan man observere at metoden fungerer slik den skal. Diagram A viser kapasitet mot spenning. Metode 3 benytter en konstant spenning på 2,5 V, som gir lav kapasitet i likhet med metode 1 og 2. Diagram B viser konstant strømverdi opptil 2,46 mA. Diagram C viser konstant spenningsverdi opptil 2,5 V.

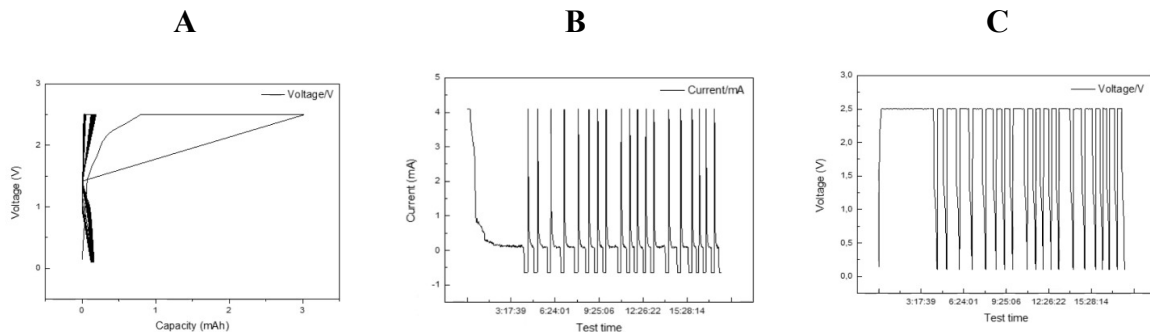
Metode 4: 1 mA – 2,5 V – 17,3 C



Figur 37: A. Kapasitet (mAh) mot spenning (V) B. Tid mot strømstyrke (mA) C. Tid mot spenning (V) – for batteri 1 ved bruk av metode 4.

Ut ifra figur 37 kan man observere at metoden fungerer slik den skal. Diagram A viser kapasitet mot spenning. I likhet med de andre metodene, benyttet metode 4 også en spenning på 2,5 V. Kapasiteten her ble derimot enda lavere enn for metode 1, 2 og 3. Diagram B viser konstant strømverdi opptil 3,28 mA. Diagram C viser konstant spenningsverdi opptil 2,5 V.

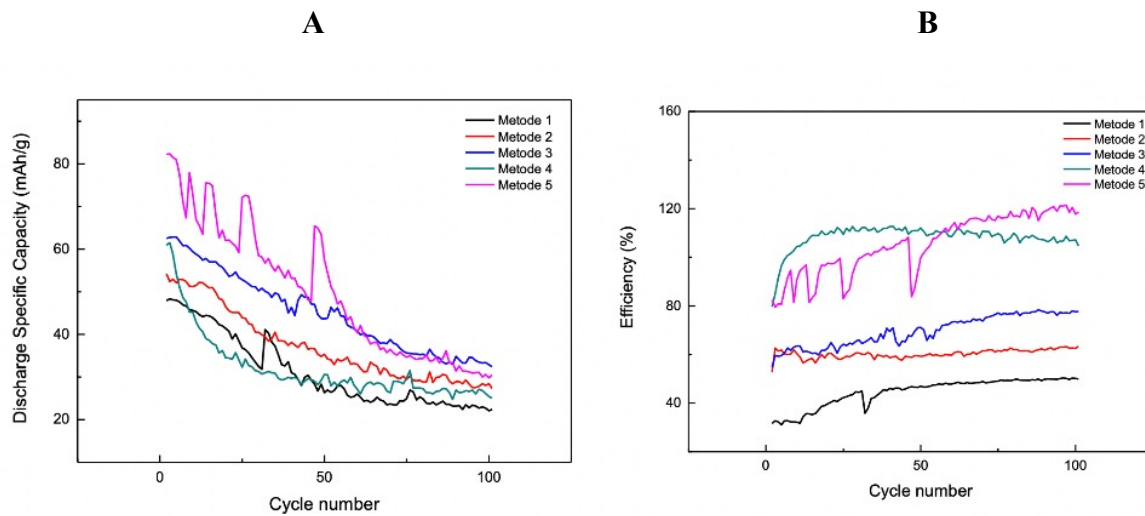
Metode 5: 1 mA – 2,5 V – 21,6 C



Figur 38: A. Kapasitet (mAh) mot spenning (V) B. Tid mot strømstyrke (mA) C. Tid mot spenning (V) – for batteri 1 ved bruk av metode 5.

Ut ifra figur 38 kan man observere at metoden fungerer slik den skal. Diagram A viser kapasitet mot spenning. Metode 5 benytter i likhet med de andre metodene en konstant spenning på 2,5 V, men gir relativt høyere kapasitet sammenlignet med metode 1, 2, 3 og 4 for batteri 1. Diagram B viser konstant strømverdi opptil 4,1 mA. Diagram C viser konstant spenningsverdi opptil 2,5 V.

Spesifikk kapasitet og effektivitet



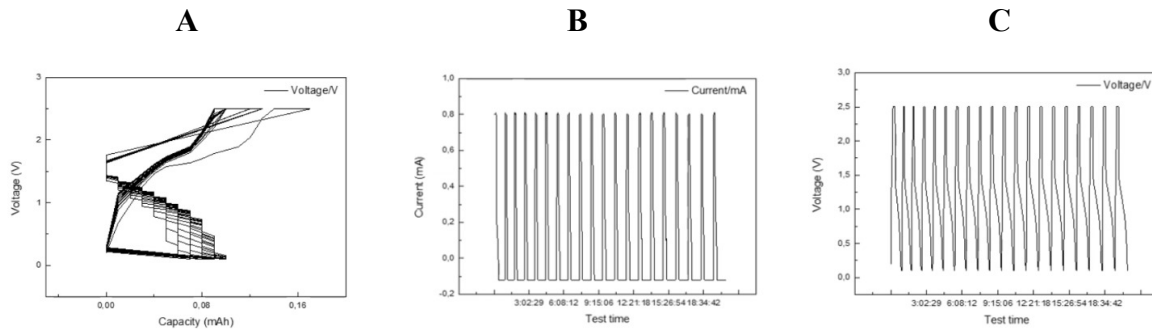
Figur 39: *A. Spesifikk kapasitet (mAh/g) mot syklusnummer B. Effektivitet (%) mot syklusnummer – for batteri 1 ved bruk av de ulike metodene.*

Metode 1 benytter en C-rate på 3,4 C. En lav C-rate skal i teorien gi en høyere spesifikk kapasitet enn ved høy C-rate. Figur 39 diagram A viser at metode 5 har høyest spesifikk kapasitet, mens metode 1 har lavest spesifikk kapasitet. Dette tilsier at det kan ha skjedd et avvik i instrumentet. Den metoden som ga best resultater i forhold til høy spesifikk kapasitet og høy effektivitet er ut ifra diagram A og B funnet til å være metode 3, med en spesifikk kapasitet på 62,8 mAh/g og en effektivitet på 77,93 %.

Batteri 3

Batteri 3 inneholder katode K-3 og anode A-3. Batteri 3 benytter seg av ren ionisk væske, BmimFeCl₄, som elektrolytt.

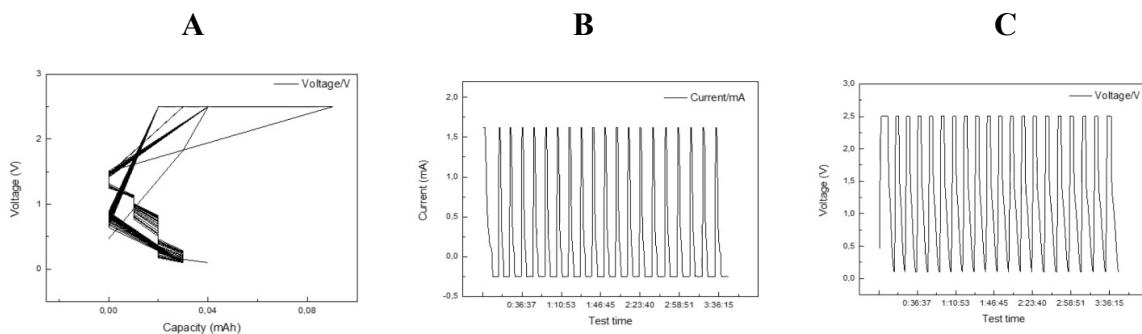
Metode 1: 1 mA – 2,5 V – 3,4 C



Figur 40: A. Kapasitet (mAh) mot spenning (V) B. Tid mot strømstyrke (mA) C. Tid mot spenning (V) – for batteri 3 ved bruk av metode 1.

Ut ifra figur 40 kan man observere at metoden fungerer slik den skal. Diagram A viser kapasitet mot spenning. Metode 1 benytter en konstant spenning på 2,5 V, som gir lav kapasitet. Diagram B viser konstant strømverdi opptil 0,82 mA. Diagram C viser konstant spenningsverdi opptil 2,5 V.

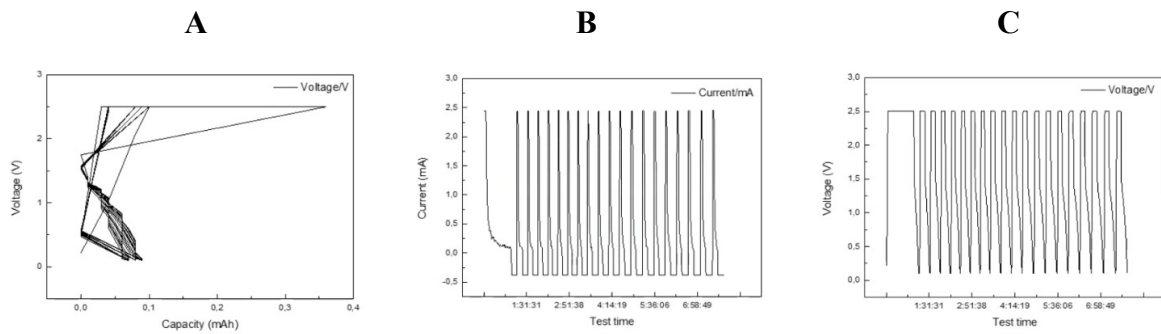
Metode 2: 1 mA – 2,5 V – 9,6 C



Figur 41: A. Kapasitet (mAh) mot spenning (V) B. Tid mot strømstyrke (mA) C. Tid mot spenning (V) – for batteri 3 ved bruk av metode 2.

Ut ifra figur 41 kan man observere at metoden fungerer slik den skal. Diagram A viser kapasitet mot spenning. Metode 3 benytter en konstant spenning på 2,5 V, som i likhet med metode 1 gir en relativ lav kapasitet. Diagram B viser konstant strømverdi opptil 1,64 mA. Diagram C viser konstant spenningsverdi opptil 2,5 V.

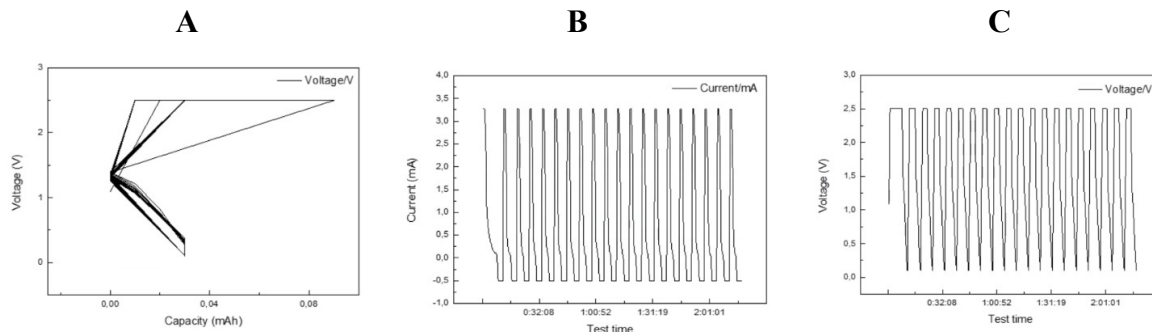
Metode 3: 1 mA – 2,5 V – 12,9 C



Figur 42: A. Kapasitet (mAh) mot spenning (V) B. Tid mot strømstyrke (mA) C. Tid mot spenning (V) – for batteri 3 ved bruk av metode 3.

Ut ifra figur 42 kan man observere at metoden fungerer slik den skal. Diagram A viser kapasitet mot spenning. Metode 3 benytter en konstant spenning på 2,5 V, som gir en lav kapasitet, men noe høyere enn for metode 1 og 2 for samme batteri. Diagram B viser konstant strømverdi opptil 2,46 mA. Diagram C viser konstant spenningsverdi opptil 2,5 V.

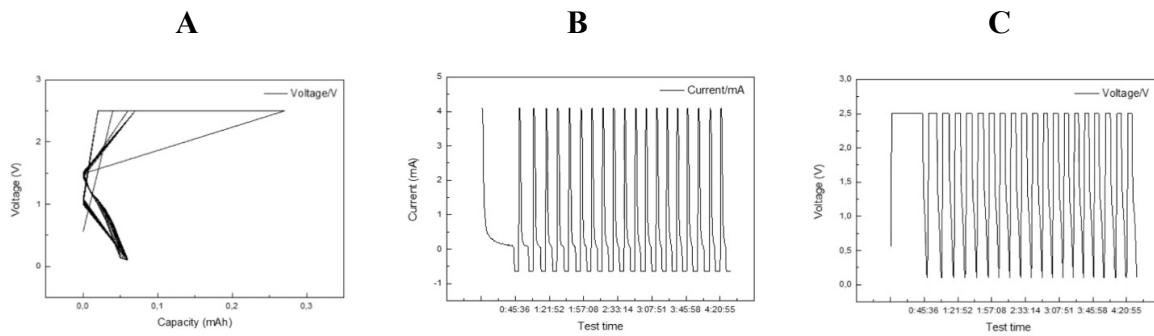
Metode 4: 1 mA – 2,5 V – 17,3 C



Figur 43: A. Kapasitet (mAh) mot spenning (V) B. Tid mot strømstyrke (mA) C. Tid mot spenning (V) – for batteri 3 ved bruk av metode 4.

Ut ifra figur 43 kan man observere at metoden fungerer slik den skal. Diagram A viser kapasitet mot spenning. Metode 4 benytter konstant spenning på 2,5 V, som gir en lav kapasitet i likhet med resten av metodene for det samme batteriet. Diagram B viser konstant strømverdi opptil 3,28 mA. Diagram C viser konstant spenningsverdi opptil 2,5 V.

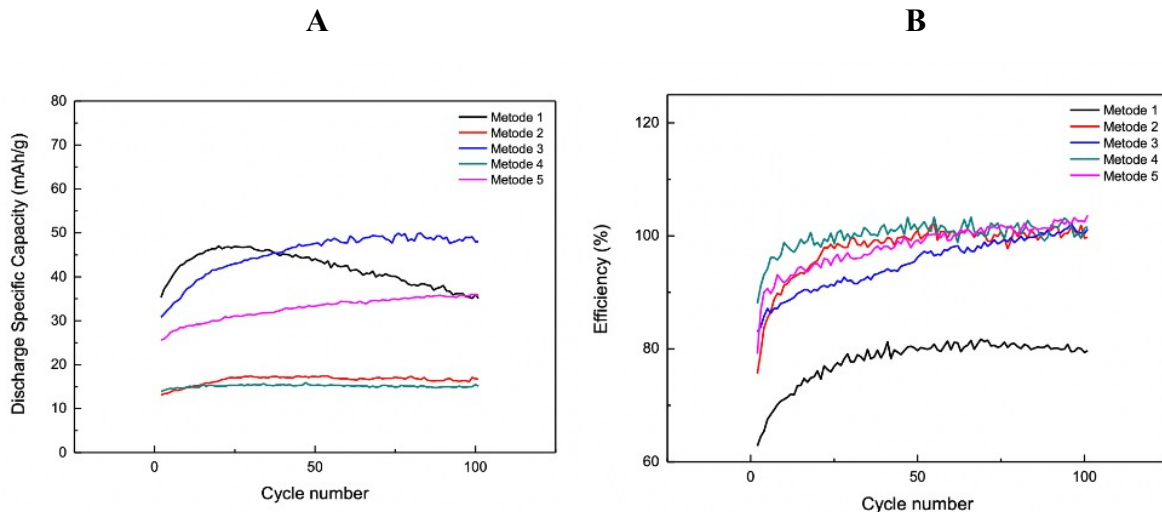
Metode 5: 1 mA – 2,5 V – 21,6 C



Figur 44: A. Kapasitet (mAh) mot spenning (V) B. Tid mot strømstyrke (mA) C. Tid mot spenning (V) – for batteri 3 ved bruk av metode 5.

Ut ifra figur 44 kan man observere at metoden fungerer slik den skal. Diagram A viser kapasitet mot spenning, også her blir det benyttet en konstant spenning på 2,5 V og kapasiteten sett ut ifra diagrammet er lav. Diagram B viser konstant strømverdi opptil 4,1 mA. Diagram C viser konstant spenningsverdi opptil 2,5 V.

Spesifikk kapasitet og effektivitet



Figur 45: A. Syklusnummer mot spesifikk kapasitet (mAh/g) B. Syklusnummer mot effektivitet (%) – for batteri 3 ved bruk av de ulike metodene.

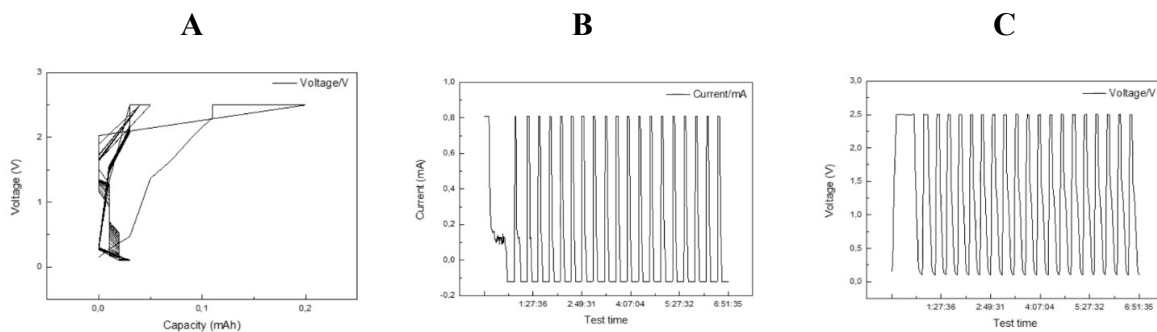
Ut ifra figur 45 diagram A kan man observere at metode 3 gir høyest spesifikk kapasitet etter 75 sykluser, hvor den spesifikke kapasiteten er 49,9 mAh/g. Diagram B viser at metode 4 gir en effektivitet på 103,28 % på det høyeste. Metode 4 gir derimot lav spesifikk kapasitet, noe som ikke er gunstig i et batteri. Det er ønskelig å finne en metode som gir både høy spesifikk

kapasitet og høy effektivitet. Metode 3 gir dermed gode resultater både for spesifikk kapasitet og effektivitet, på henholdsvis 49,9 mAh/g og 100,64 % på det høyeste.

Batteri 4

Batteri 4 inneholder katode K-4 og anode A-4. Batteri 4 benytter seg av ren ionisk væske, BmimFeCl₄, som elektrolytt.

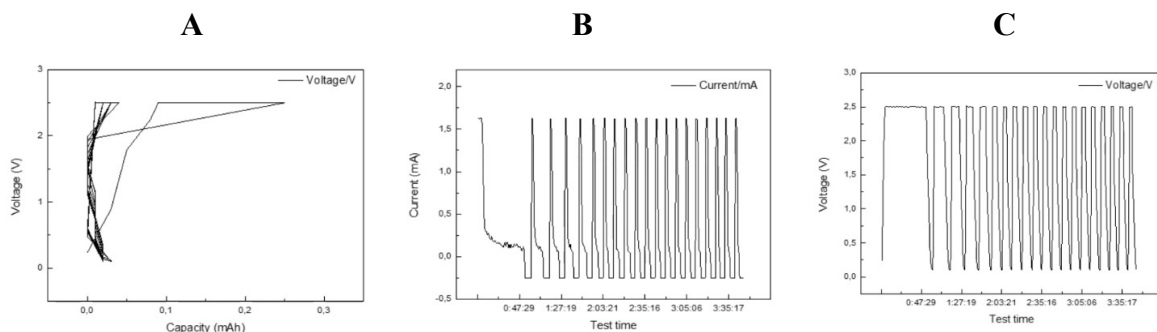
Metode 1: 1 mA – 2,5 V – 3,4 C



Figur 46: A. Kapasitet (mAh) mot spenning (V) B. Tid mot strømstyrke (mA) C. Tid mot spenning (V) – for batteri 4 ved bruk av metode 1.

Ut ifra figur 46 kan man observere at metoden fungerer slik den skal. Diagram A viser kapasitet mot spenning. Metode 1 benytter en konstant spenning på 2,5 V som gir en lav kapasitet. Diagram B viser konstant strømverdi opptil 0,82 mA. Diagram C viser konstant spenningsverdi opptil 2,5 V.

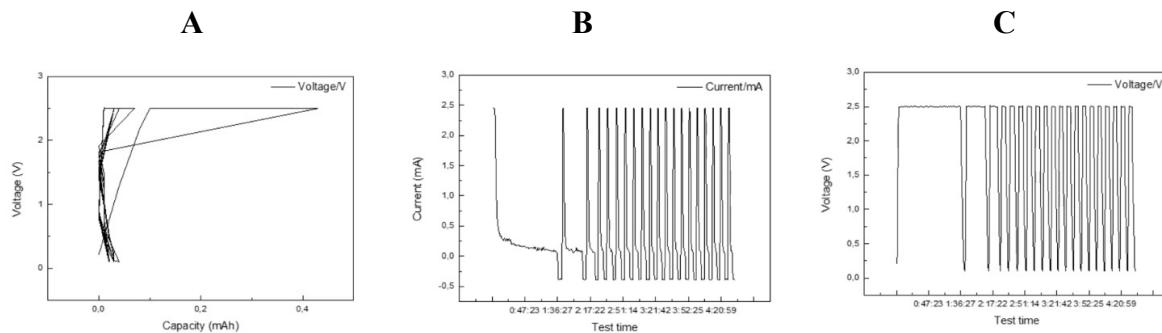
Metode 2: 1 mA – 2,5 V – 9,6 C



Figur 47: A. Kapasitet (mAh) mot spenning (V) B. Tid mot strømstyrke (mA) C. Tid mot spenning (V) – for batteri 4 ved bruk av metode 2.

Ut ifra figur 47 kan man observere at metoden fungerer slik den skal. Diagram A viser kapasitet mot spenning. Metode 2 benytter en konstant spenning på 2,5 V som også her gir en lav kapasitet. Diagram B viser konstant strømverdi opptil 1,64 mA. Diagram C viser konstant spenningsverdi opptil 2,5 V.

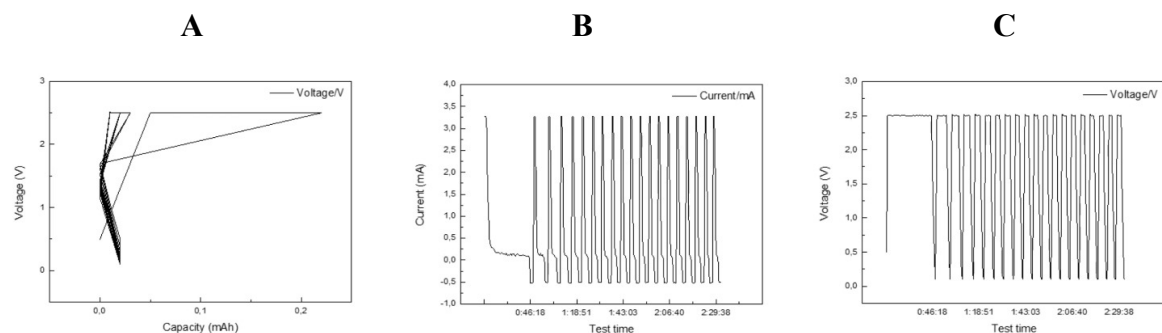
Metode 3: 1 mA – 2,5 V – 12,9 C



Figur 48: A. Kapasitet (mAh) mot spenning (V) B. Tid mot strømstyrke (mA) C. Tid mot spenning (V) – for batteri 4 ved bruk av metode 3.

Ut ifra figur 48 kan man observere at metoden fungerer slik den skal. Diagram A viser kapasitet mot spenning. Metode 3 benytter en konstant spenning på 2,5 V som gir en lav kapasitet. Diagram B viser konstant strømverdi opptil 2,46 mA. Diagram C viser konstant spenningsverdi opptil 2,5 V.

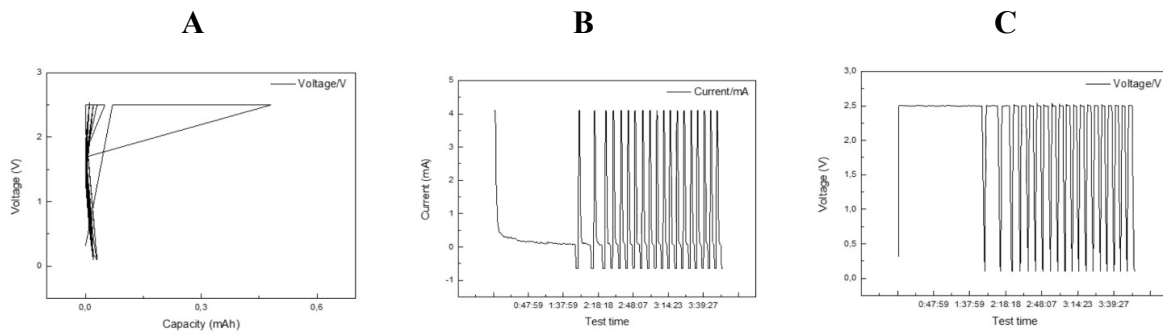
Metode 4: 1 mA – 2,5 V – 17,3 C



Figur 49: A. Kapasitet (mAh) mot spenning (V) B. Tid mot strømstyrke (mA) C. Tid mot spenning (V) – for batteri 4 ved bruk av metode 4.

Ut ifra figur 49 kan man observere at metoden fungerer slik den skal. Diagram A viser kapasitet mot spenning. Metode 4 benytter en konstant spenning på 2,5 V som gir en lav kapasitet. Diagram B viser konstant strømverdi opptil 3,28 mA. Diagram C viser konstant spenningsverdi opptil 2,5 V.

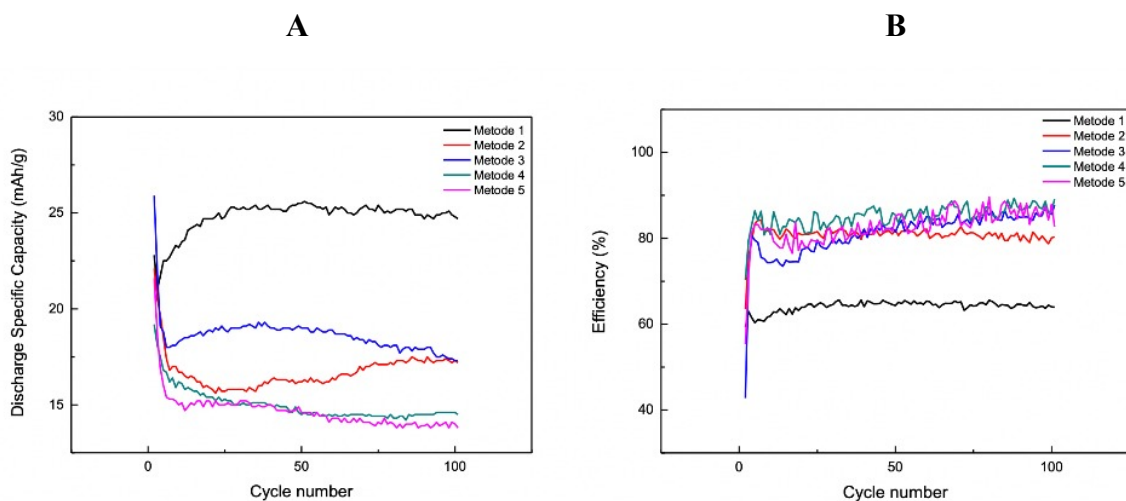
Metode 5: 1 mA – 2,5 V – 21,6 C



Figur 50: A. Kapasitet (mAh) mot spenning (V) B. Tid mot strømstyrke (mA) C. Tid mot spenning (V) – for batteri 4 ved bruk av metode 5.

Ut ifra figur 50 kan man observere at metoden fungerer slik den skal. Diagram A viser kapasitet mot spenning. Metode 5 benytter en konstant spenning på 2,5 V som igjen gir en lav kapasitet. Diagram B viser konstant strømverdi opptil 4,1 mA. Diagram C viser konstant spenningsverdi opptil 2,5 V.

Spesifikk kapasitet og effektivitet



Figur 51: A. Syklusnummer mot spesifikk kapasitet (mAh/g) B. Syklusnummer mot effektivitet (%) – for batteri 4 ved bruk av de ulike metodene.

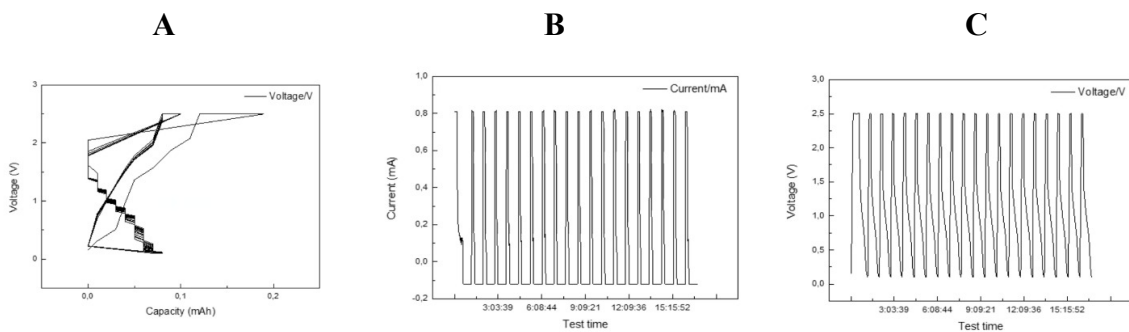
Ut ifra figur 51 diagram A kan man observere at det er metode 1 som i gjennomsnitt gir høyest spesifikk kapasitet, men lavest effektivitet ut ifra diagram B. I likhet med batteri 3 gir metode 4 lav spesifikk kapasitet, men høyest effektivitet ut ifra diagram A og B. Den metoden som gir relativ høy spesifikk kapasitet, samt høy effektivitet er metode 3 som gir henholdsvis en

spesifikk kapasitet på 25,9 mAh/g etter andre syklus og en effektivitet på 87,74 % på det høyeste.

Batteri 5

Batteri 5 inneholder katode K-5 og anode A-5. Batteri 5 benytter seg av ren ionisk væske, BmimFeCl₄, som elektrolytt.

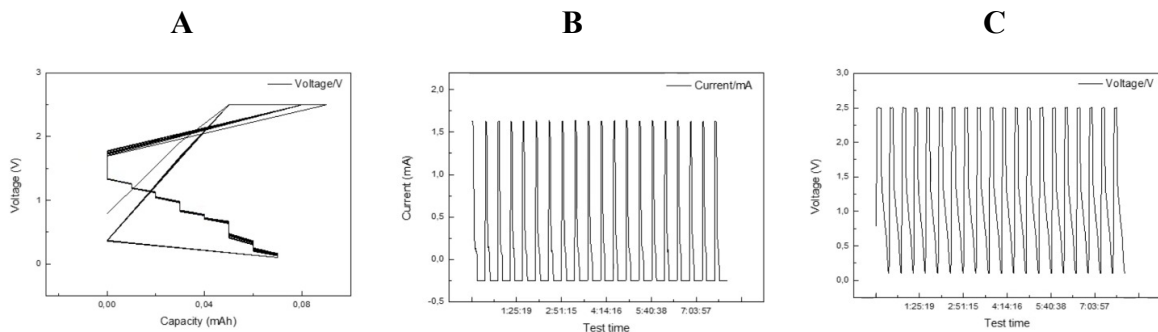
Metode 1: 1 mA – 2,5 V – 3,4 C



Figur 52: A. Kapasitet (mAh) mot spenning (V) B. Tid mot strømstyrke (mA) C. Tid mot spenning (V) – for batteri 5 ved bruk av metode 1.

Ut ifra figur 52 kan man observere at metoden fungerer slik den skal. Diagram A viser kapasitet mot spenning. Metode 1 benytter en konstant spenning på 2,5 V som gir en lav kapasitet. Diagram B viser konstant strømverdi opptil 0,82 mA. Diagram C viser konstant spenningsverdi opptil 2,5 V.

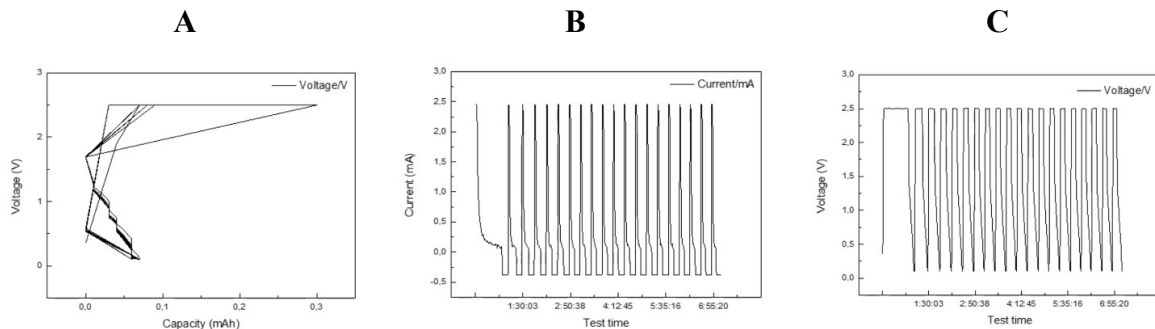
Metode 2: 1 mA – 2,5 V – 9,6 C



Figur 53: A. Kapasitet (mAh) mot spenning (V) B. Tid mot strømstyrke (mA) C. Tid mot spenning (V) – for batteri 5 ved bruk av metode 2.

Ut ifra figur 53 kan man observere at metoden fungerer slik den skal. Diagram A viser kapasitet mot spenning. Metode 2 benytter en konstant spenning på 2,5 V som gir en noe lavere kapasitet enn for metode 1 for samme batteri. Diagram B viser konstant strømverdi opptil 1,64 mA. Diagram C viser konstant spenningsverdi opptil 2,5 V.

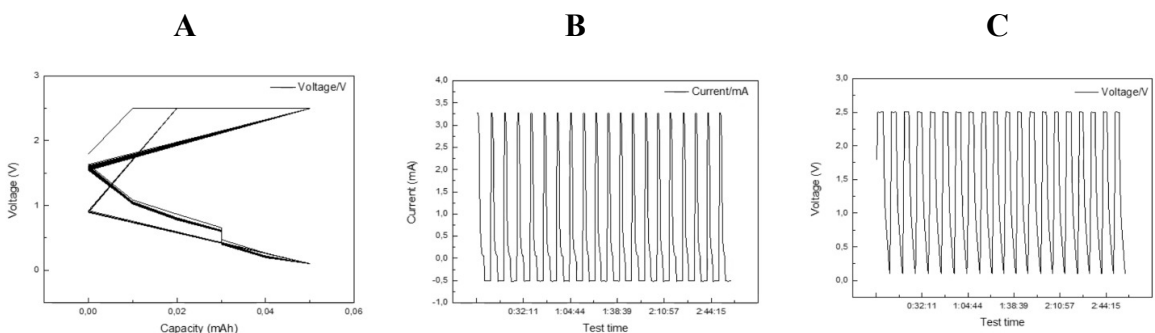
Metode 3: 1 mA – 2,5 V – 12,9 C



Figur 54: A. Kapasitet (mAh) mot spenning (V) B. Tid mot strømstyrke (mA) C. Tid mot spenning (V) – for batteri 5 ved bruk av metode 3.

Ut ifra figur 54 kan man observere at metoden fungerer slik den skal. Diagram A viser kapasitet mot spenning. Metode 3 benytter en konstant spenning på 2,5 V som gir en lav kapasitet, men høyere enn for metode 2. Diagram B viser konstant strømverdi opptil 2,46 mA. Diagram C viser konstant spenningsverdi opptil 2,5 V.

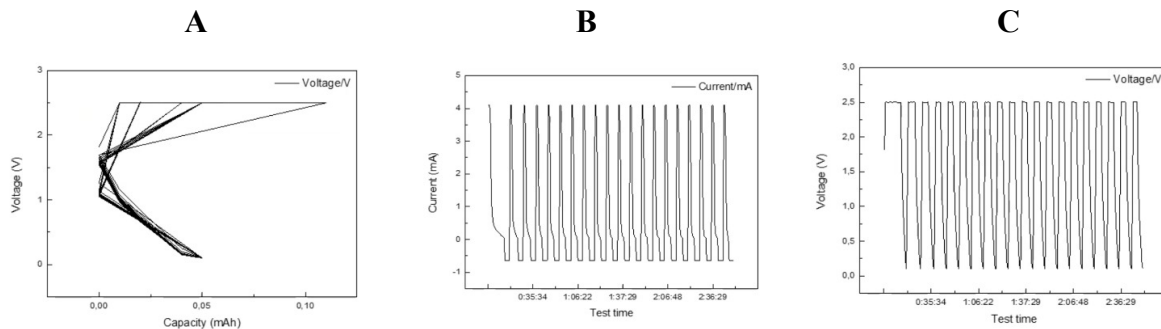
Metode 4: 1 mA – 2,5 V – 17,3 C



Figur 55: A. Kapasitet (mAh) mot spenning (V) B. Tid mot strømstyrke (mA) C. Tid mot spenning (V) – for batteri 5 ved bruk av metode 4.

Ut ifra figur 55 kan man observere at metoden fungerer slik den skal. Diagram A viser kapasitet mot spenning. Metode 4 benytter en konstant spenning på 2,5 V som gir en den laveste kapasiteten hittil sammenlignet med de andre metodene for batteri 5. Diagram B viser konstant strømverdi opptil 3,28 mA. Diagram C viser konstant spenningsverdi opptil 2,5 V.

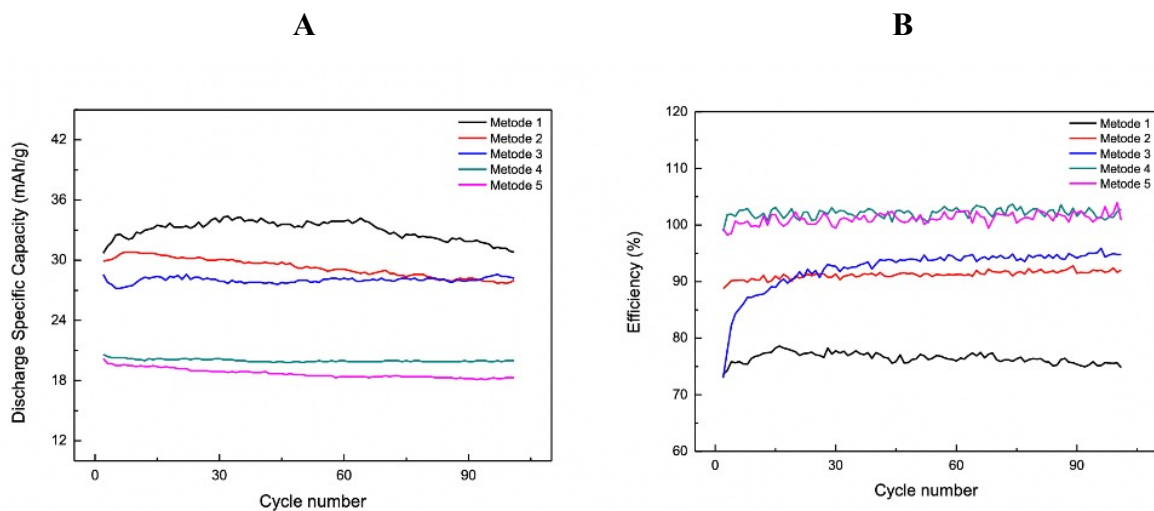
Metode 5: 1 mA – 2,5 V – 21,6 C



Figur 56: A. Kapasitet (mAh) mot spenning (V) B. Tid mot strømstyrke (mA) C. Tid mot spenning (V) – for batteri 5 ved bruk av metode 5.

Ut ifra figur 56 kan man observere at metoden fungerer slik den skal. Diagram A viser kapasitet mot spenning. Metode 5 benytter en konstant spenning på 2,5 V som også her gir en lav kapasitet. Diagram B viser konstant strømverdi opptil 4,1 mA. Diagram C viser konstant spenningsverdi opptil 2,5 V.

Spesifikk kapasitet og effektivitet



Figur 57: A. Syklusnummer mot spesifikk kapasitet (mAh/g) B. Syklusnummer mot effektivitet (%) – for batteri 5 ved bruk av de ulike metodene.

Ut ifra figur 57 viser diagram A høyest spesifikk kapasitet ved metode 1 hvor den høyeste spesifikke kapasiteten er på 34,4 mAh/g etter 31 sykluser. Diagram B viser høyest effektivitet ved metode 4 hvor den høyeste effektiviteten er på 103,67 %. I likhet med batteri 3 og 4, har metode 4 lav spesifikk kapasitet, og man må dermed finne en balanse mellom den spesifikke kapasiteten og effektiviteten. Da er det igjen metode 3 som gir gode resultater, men også metode 2. Metode 3 gir en spesifikk kapasitet på 28,6 mAh/g og en effektivitet på 95,89 %. Metode 2 gir en spesifikk kapasitet på 30,8 mAh/g og en effektivitet på 92,42 %.

4.2.2 Oppsummering av diskusjon: del 2

Ved undersøkelse av batterienes stabilitet ble det funnet at verken batteri 3, 4 eller 5 viser god stabilitet. Kurvene viser enten mye eller noe helling, som indikerer på at kurvene er ustabile. Som nevnt, kan batterienes ustabilitet muligens være fordi batteriene ikke benyttet en referanseelektrode. Referanseelektroden kunne påført konstant potensial på katoden som igjen kunne gitt mulighet for en flatere grunnlinje.

Ut ifra batteritestene ved bruk av LAHNE BTS kan man observere at alle metodene fungerte slik de skulle. Diagrammene for kapasitet mot spenning, tid mot strømstyrke og tid mot spenning for de ulike metodene og batteriene gir relativt like resultater, da alle metodene benyttet seg av samme konstante spenning. Den konstante strømverdien varierte ut ifra hvilken metode som ble brukt. Diagrammene for kapasitet mot spenning viste lav kapasitet for alle metoder. Den konstante spenningen påført er relativt lav, og vil dermed ikke resultere i høy kapasitet.

En lav C-rate skal i utgangspunkt gi høy spesifikk kapasitet. For batteri 3, 4 og 5 viser metode 1 høyest spesifikk kapasitet, men lav effektivitet. Batteri 1 er et unntak da metode 1 viser lavest spesifikk kapasitet og metode 5 høyest spesifikk kapasitet. En mulig grunn til at batteri 1 viste misledende resultater kan være på grunn av avvik i instrumentet. Siden det er ønskelig med både høy spesifikk kapasitet og høy effektivitet, ble den best vurderte metoden funnet til å være metode 3 som benytter en C-rate på 12,9 C.

4.3 Feilkilder og begrensninger i forskningen

Ved utføring av de ulike testene for fysiske egenskaper til ioniske væsker, kan det ha oppstått flere mulige feilkilder som har ført til unøyaktige resultater. Det ble utført korrosjonstest for å finne ut hvilket metall som ville korrodere minst i elektrolyttløsningene, hvor flere av metallene viste lite eller ingen tegn til korrosjon. Her kunne det oppstått korrosjon dersom korrosjonstestene hadde blitt observert over lenger tid. Andre mulige feilkilder som kan spille inn på resultatene er syntetiseringen av ioniske væsker. Noen av elektrolyttløsningene inneholdt ionisk væske syntetisert av gjesteforsker Huishuang Zhao, mens de resterende elektrolyttløsningene inneholdt ionisk væske syntetisert av undertegnede. Dette kan føre til usikkerhet blant de samlede resultatene som kunne vært unngått dersom all ionisk væske hadde blitt syntetisert i samme parti.

Det oppsto en uforutsett situasjon med Covid-19 som førte til at majoriteten av det eksperimentelle arbeidet måtte bli utført hjemmefra. Det var planlagt å gjøre flere kjemiske og fysiske tester på ren BmimFeCl₄, samt å benytte seg av andre ioniske væsker enn BmimFeCl₄ som elektrolytt. Ulike konsentrasjoner av BmimFeCl₄ i både DMC og EC + DMC ble tillaget for å benyttes som elektrolytt i batteriene, hvor kun 5 % og 40 % BmimFeCl₄ i EC + DMC ble testet. I tillegg til dette skulle også FePO₄ i EC + DMC bli benyttet som elektrolytt, men de overnevnte testene kunne ikke gjennomføres.

For testing av batteri var det begrensninger i forhold til hva som kunne bli utført hjemmefra, og mange planlagte tester kunne dermed ikke gjennomføres. Dette inkluderer infrarød spektroskopi (FTIR), kjernemagnetisk resonans (NMR), gasskromatografi-massespektrometri (GC-MS) og ultrafiolett-synlig spektroskopi (UV-Vis).

En mulig feilkilde for at batteriene ikke ga maksimal ytelse og ved noen metoder ga upålitelige resultater i forhold til spesifikk kapasitet og effektivitet, kan være på grunn av konstruksjonen av Swagelok-batteriene. Disse var i utgangspunktet for små, og måtte dermed files for hånd innvendig for å få større diameter. Dette kan føre til unøyaktig konstruksjon og uregelmessigheter i resultatene. I tillegg til dette var det kun 12 mulige Swagelok-batterier å benytte samtidig, som kunne føre til forurensinger i utstyret da de måtte gjenbrukes.

Når man reflekterer tilbake på prosjektet så satte den utforsatte situasjonen med Covid-19 store begrensninger i forhold til utførelse av eksperimentelt arbeid. Det som likevel kunne blitt gjort annerledes var å bruke flere variabler ved testing av batteri hjemmefra. Det inkluderer å variere strømstyrke og spenning påført de ulike batteriene ved bruk av LAHNE BTS.

5. Konklusjon

Ved utførelse av denne bacheloroppgaven ble magnetisk ionisk væske BmimFeCl_4 undersøkt som elektrolytt tilsetningsstoff i Fe-ion batterier, som ren ionisk væske og tilsatt i ulike konsentrasjoner i DMC og EC + DMC. Ved karakterisering av de kjemiske og fysiske egenskapene til BmimFeCl_4 skiller 30 % og 40 % BmimFeCl_4 i EC + DMC seg ut. Disse konsentrasjonene ga høy ionisk konduktivitet ved henholdsvis 19,15 mS/cm og 19,54 mS/cm, og har en akseptabel balanse mellom høy tetthet og lav viskositet. Ved 30 % og 40 % BmimFeCl_4 i EC + DMC kommer Ni-folie best ut som strømtaker av de tre metalliske foliene testet.

Ved undersøkelse av batterienes stabilitet viser resultatene fra CH Instrument at batteriene ikke hadde god stabilitet, men at det er mulighet for forbedring. Resultatene for ladning/utladningstest ved bruk av LAHNE BTS viser at en ionisk væske som inneholder Fe-ion er mulig å benytte som elektrolyttløsning for ny batteriteknologi utvikling. Det ble i dette arbeidet utviklet flere batterier, hvor fire av dem ga gode resultater. Disse ble testet ved ulike metoder ved konstant spenning på 2,5 V og ulike C-rater. Ved utregning av spesifikk kapasitet og effektivitet ble det funnet at metode 3 fungerte best med tanke på både høy spesifikk kapasitet og høy effektivitet.

En utfordring er å finne en sammensetning av et batteri som gir høy nok kapasitet og effektivitet til at det kan erstatte nåværende Li-ion batterier. Batteriene laget i dette arbeidet gjør ikke det, men viser lovende resultater og gode muligheter for videre utvikling i fremtiden. Det er dermed nødvendig med videre forskning innen dette fagfeltet da det viser stort potensial.

6. Referanser

1. Gebresilassie Eshetu G, Armand M, Scrosati B, Passerini S. Energy Storage Materials Synthesized from Ionic Liquids. *Angew Chem Int Ed Engl.* 2014. p. 13342-59.
2. Kim JG, Son B, Mukherjee S, Schuppert N, Bates A, Kwon O, et al. A review of lithium and non-lithium based solid state batteries. *J Power Sources.* 2015;282:299-322.
3. Zhao Y, Zhen Y, Boström T, Passerini S, Bresser D, Moretti A, inventors Rechargeable iron-ion battery. Norway patent 20180939. 03.07.2018.
4. Liu H, Yu H. Ionic liquids for electrochemical energy storage devices applications. *J Mater Sci Technol.* 2019;35(4):674-86.
5. Uggerud E. Ioniske væsker [Internett] Oslo: Store Norske Leksikon; [hentet 2020.02.22] [Available from: https://snl.no/ioniske_v%C3%A6sker].
6. Zhao H. Current studies on some physical properties of ionic liquids. *Phys Chem Liquids.* 2003;41(6):545-57.
7. Wishart JF. Energy applications of ionic liquids. *RSC Med Chem.* 2009;2:956-61.
8. Zhao YS, Hansen JH, Bostrom T. Extraction of magnetic nanoparticles using magnetic ionic liquids. *Micro Nano Lett.* 2016;11(5):244-7.
9. Lewandowski A, Świdarska-Mocek A. Ionic liquids as electrolytes for Li-ion batteries—An overview of electrochemical studies. *J Power Sources.* 2009;194(2):601-9.
10. Balducci A, Jeong SS, Kim GT, Passerini S, Winter M, Schmuck M, et al. Development of safe, green and high performance ionic liquids-based batteries (ILLIBATT project). *J Power Sources.* 2011;196(22):9719-30.
11. Hofstad K. Konduktivitet [Internett]: Store Norske Leksikon; [hentet 2020.04.13] [Available from: <https://snl.no/konduktivitet>].
12. Toledo M. Conductivity Meters and Sensors for Laboratory and Process Applications [Internett]: Mettler Toledo; [hentet 2020.04.13] [Available from: <https://www.mt.com/my/en/home/perm-lp/product-organizations/pro/Conductivity-Meters-Sensors.html>].
13. Holtebekk T. Viskositet [Internett] Oslo: Store Norske Leksikon; [hentet 2020.04.13] [Available from: <https://snl.no/viskositet>].
14. Paar A. Rolling-ball viscometer Lovis 2000 M/ME [Internett]: Anton Paar; [hentet 2020.04.13] [Available from: <https://www.anton-paar.com/corp-en/products/details/rolling-ball-viscometer-lovis-2000-mme/>].
15. Hofstad K. Tetthet [Internett]: Store Norske Leksikon; [hentet 2020.04.13] [Available from: <https://snl.no/tetthet>].
16. Paar A. Density meter: DMA 4100 M [Internett]: Anton Paar; [hentet 2020.04.13] [Available from: <https://www.anton-paar.com/corp-en/products/details/density-meter-dmatm-4100-m/>].
17. Monti D, Jonsson E, Palacin MR, Johansson P. Ionic liquid based electrolytes for sodium-ion batteries: Na^{sup.}+ solvation and ionic conductivity. *J Power Sources.* 2014;245:630.
18. Anwer MK, Mohammad M, Khalil NY, Imam F, Ansari MJ, Aldawsari MF, et al. Solubility, thermodynamics and molecular interaction studies of delafloxacin in environmental friendly ionic liquids. *J Mol Liq.* 2020;305.

19. Uggerud E. Grønn kjemi [Internett] Oslo: Store Norske Leksikon; [hentet 2020.03.07] [Available from: https://snl.no/gr%C3%B8nn_kjemi].
20. Lancaster M. Green chemistry an introductory text. Cambridge, England: Royal Society of Chemistry 2002.
21. Gunvaldsen I, Mathiesen S, Rosvold KA. Batteri [Internett]: Store Norske Leksikon; [hentet 2020.02.22] [Available from: <https://snl.no/batteri>].
22. Cleveland CJ, Morris CG. Dictionary of Energy. Oxford, England: Elsevier 2014.
23. Rahn CD, Wang C-Y. Battery Systems Engineering. John Wiley & Sons.
24. Jacobsen E. Referanseelektrode [Internett]: Store Norske Leksikon; [hentet 2020.03.04] [Available from: <https://snl.no/referanseelektrode>].
25. Nilsen O. Hvordan fungerer et batteri? [Internett] Oslo: UiO; [hentet 2020.03.07] [Available from: <https://www.mn.uio.no/kjemi/forskning/tema/batterier/artikler/batteriprinsipp.html>].
26. Brain M, Bryant CW, Pumphrey C. How batteries work [Internett]: How Stuff Works; [hentet 2020.03.10] [Available from: <https://electronics.howstuffworks.com/everyday-tech/battery.htm>].
27. Chang GH, Choi HU, Kang S, Park J-Y, Lim H-T. Characterization of limiting factors of an all-solid-state Li-ion battery using an embedded indium reference electrode. Ionics. 2019.
28. Micro Plas Mouldings Ltd. Lithium - Ion Battery Test Cells [Internett] [hentet 2020.03.14] [Available from: <https://microplasmouldings.com/mpm-brands/battery-test-cells/>].
29. Haraldsen H, Kofstad PK, Pedersen B. Jern [Internett]: Store Norske Leksikonet; [hentet 2020.03.01] [Available from: <https://snl.no/jern>].
30. Han X, Gong Y, Fu K, He X, Hitz GT, Dai J, et al. Negating interfacial impedance in garnet-based solid-state Li metal batteries. Nature Materials. 2017;16(5):572-9.
31. Wang M, Le AV, Noelle DJ, Shi Y, Meng YS, Qiao Y. Internal-short-mitigating current collector for lithium-ion battery. J Power Sources. 2017;349(C):84-93.
32. Haarberg GM, Sandstad J. Elektrode [Internett] Trondheim: Store Norske Leksikon; [hentet 2020.05.09] [Available from: <https://snl.no/elektrode>].
33. Sheidaei A, Xiao X, Huang X, Hitt J. Mechanical behavior of a battery separator in electrolyte solutions. J Power Sources. 2011;196(20):8728-34.
34. Årtun T. Glassfiber [Internett]: Store Norske Leksikon; [hentet 2020.03.18] [Available from: <http://snl.no/glassfiber>].
35. Zhang L, Dou SX, Liu HK, Huang Y, Hu X. Symmetric Electrodes for Electrochemical Energy-Storage Devices. Advanced Science. 2016;3(12):n/a-n/a.
36. CH Instruments, Inc. Electrochemical Instrumentation [Internett] USA: CH instruments, Inc. ; [hentet 2020.05.04] [Available from: <http://www.qrins.com/ckseo/chi/ctlg/CHI.pdf>].
37. Pine Research. Open Circuit Potential [Internett]: Pine Research Instrumentation; [hentet 2020.05.28] [Available from: <https://pineresearch.com/shop/kb/software/methods-and-techniques/basic-methods/open-circuit-potential-ocp/>].

38. LANDT Instruments. Battery Test Systems for Energy Materials Research [Internett]: LANDT Instruments; [hentet 2020.05.04] [Available from: <https://landtinst.com/battery-test-systems-for-energy-materials-research/>].
39. Ladningskapasitet - bilbatterier [Internett]: Store Norske Leksikon; [hentet 2020.05.07] [Available from: https://snl.no/ladningskapasitet_-_bilbatterier].
40. Litherland N. How Does Battery Voltage Relate to Battery Capacity? [Internett]: Classroom; [hentet 2020.05.23] [Available from: <https://classroom.synonym.com/how-does-battery-voltage-relate-to-battery-capacity-12079849.html>].
41. Battery University. What is C-rate? [Internett]: Battery University; [hentet 2020.05.07] [Available from: https://batteryuniversity.com/learn/article/what_is_the_c_rate].
42. Battery Life (and Death) [Internett]: Electropaedia; [hentet 2020.05.07] [Available from: <https://www.mpoweruk.com/life.htm>].
43. Grøn Ø. Elektrisk strøm [Internett Oslo: Store Norske Leksikon; [hentet 2020.05.07] [Available from: https://snl.no/elektrisk_str%C3%B8m].
44. Grøn Ø. Elektrisk spenning [Internett] Oslo: Store Norske Leksikon; [hentet 2020.05.07] [Available from: https://snl.no/elektrisk_spenning].
45. ResearchGate. Biopolymer Electrolyte Based on Derivatives of Cellulose from Kenaf Bast Fiber [Internett] [hentet 2020.04.14] [Available from: https://www.researchgate.net/figure/The-molecular-structure-of-carboxymethyl-cellulose-CMC_fig8_273442378].
46. Morrow S. What are the benefits and risks of cellulose gum? [Internett]: Healthline; [hentet 2020.04.14] [Available from: <https://www.healthline.com/health/food-nutrition/cellulose-gum#1>].
47. ResearchGate. Experiment and simulation study of CO₂ solubility in dimethyl carbonate, 1-octyl-3-methylimidazolium tetrafluoroborate and their mixtures [Internett] [hentet 2020.04.14] [Available from: https://www.researchgate.net/figure/The-chemical-structure-of-dimethyl-carbonate-DMC_fig1_322177949].
48. Sigma Aaldrich. Ethylene carbonate [Internett]: Merck; [hentet 2020.04.21] [Available from: https://www.merckmillipore.com/NO/en/product/Ethylene-carbonate,MDA_CHEM-844011].
49. PubChem. 1-Butyl-3-methylimidazolium tetrachloroferrate [Internett] PubChem; [hentet 2020.04.28] [Available from: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/1-Butyl-3-methylimidazolium-Tetrachloroferrate>].
50. Sigma Aldrich. 1-Butyl-3-methylimidazolium chloride [Internett]: Sigma Aldrich; [hentet 2020.04.14] [Available from: <https://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldrich/94128?lang=en®ion=NO>].
51. Pedersen B. Kobber [Internett] Oslo: Store Norske Leksikon; [hentet 2020.04.21] [Available from: <https://snl.no/kobber>].
52. Sigma Aaldrich. Dimethyl carbonate [Internett]: Merck; [hentet 2020.04.28] [Available from: <https://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/mm/803525?lang=en®ion=NO>].
53. Sigma Aaldrich. Safety Data Sheet: Iron (III) chloride hexahydrate [Internett]: Merck; [hentet 2020.04.28] [Available from: <https://www.sigmaaldrich.com/MSDS/MSDS/DisplayMSDSPage.do?country=NO&language>

[=no&productNumber=236489&brand=SIGALD&PageToGoToURL=https%3A%2F%2Fwww.sigmaaldrich.com%2Fcatalog%2Fproduct%2Fsigald%2F236489%3Fflang%3Den](https://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sigald/236489?Flang=Den)].

54. PubChem. Ferric phosphate [Internett]: PubChem; [hentet 2020.05.07] [Available from: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Ferric-phosphate#datasheet=LCSS>].

55. PubChem. Calcium chloride [Internett]: PubChem; [hentet 2020.05.07] [Available from: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/5284359#datasheet=LCSS>].

56. Sigma Aldrich. Safety Data Sheet: Carbon [Internett]: Merck; [hentet 2020.04.28] [Available from:

<https://www.sigmaaldrich.com/MSDS/MSDS/DisplayMSDSPage.do?country=NO&language=no&productNumber=633100&brand=ALDRICH&PageToGoToURL=https%3A%2F%2Fwww.sigmaaldrich.com%2Fcatalog%2Fproduct%2Faldrich%2F633100%3Fflang%3Den>].

7. Vedlegg

Vedlegg 1: Detaljer for kjemikaliene benyttet i bacheloroppgaven

Vedlegg for kjemikalienes sikkerhetsdatablad.

DMC: Dimetyl karbonat

Kjemisk formel: $C_3H_6O_3$

Molarmasse: 90,078 g/mol

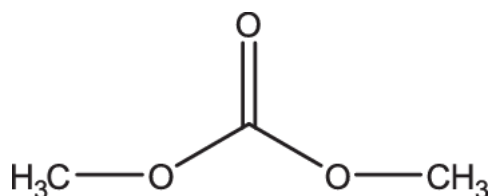
Tetthet: 1,07 g/cm³ (ved 20 °C)

Smeltepunkt: 2-4 °C

Kokepunkt: 90 °C

Flammepunkt: 16,7 °C

Strukturformel (47):



Faresymbol (52):



Brannfarlig

Faresetninger (52):

H225 – Meget brannfarlig væske og damp

Sikkerhetssetninger (52):

P210 – Holdes vekk fra varme/gnister/åpen ild/varme overflater. Røyking forbudt.

P403 + P233 – Oppbevares på et godt ventilert sted. Hold beholderen tett lukket.

EC: Etylen karbonat

Kjemisk formel: $C_3H_4O_3$

Molarmasse: 88,062 g/mol

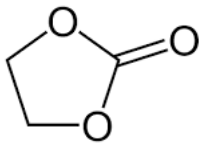
Tetthet: 1,32 g/cm³ (ved 40 °C)

Smeltepunkt: 34-37 °C

Kokepunkt: 248 °C

Flammepunkt: 143 °C

Strukturformel (48):



Faresymbol (48):



Etsende

Faresetninger (48):

H318 – Forårsaker alvorlig øyeskader.

Sikkerhetssetninger (48):

P280 – Bruk vernehansker/verneklær/øyevern/ansiktsbeskyttelse.

P305 + P351 + P338 – Hvis øyekontakt: Skyll forsiktig med vann i flere i flere minutter. Fjern eventuelle kontaktlinser dersom dette enkelt lar seg gjøre. Fortsett skyllingen.

P313 – Få medisinsk råd/hjelp.

BmimFeCl₄: 1-butyl-3-metylimidazolium tetrakloroferrate

Kjemisk formel: C₈H₁₅Cl₄FeN₂

Molarmasse: 336,87 g/mol

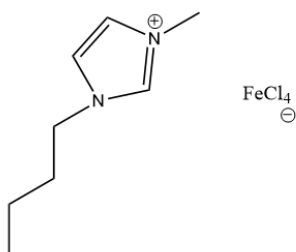
Tetthet: 1,37 g/cm³ (ved 25 °C)

Smeltepunkt: -11 °C

Kokepunkt:

Flammepunkt:

Strukturformel (49):



Faresymbol (49):



Helsefarlig

Faresetninger (49):

H315 – Forårsaker hudirritasjon.

H319 – Forårsaker alvorlig øyeirritasjon.

Sikkerhetssetninger (49):

P264 – Vask alt utstyr grundig etter bruk.

P280 - Bruk vernehansker/verneklær/øyevern/ansiktsbeskyttelse.

P302 + P352 – Ved hudkontakt: vask med mye vann.

P305 + P351 + P338 – Hvis øyekontakt: Skyll forsiktig med vann i flere i flere minutter. Fjern eventuelle kontaktlinser dersom dette enkelt lar seg gjøre. Fortsett skyllingen.

P332 + P313 – Ved hudirritasjon: få medisinsk råd/hjelp.

P337 + P313 – Ved øyeirritasjon: får medisinsk råd/hjelp.

P362 - Ta av forurensede klær.

BmimCl: 1-butyl-metylimidazolium klorid

Kjemisk formel: C₈H₁₅ClN₂

Molarmasse: 174,67 g/mol

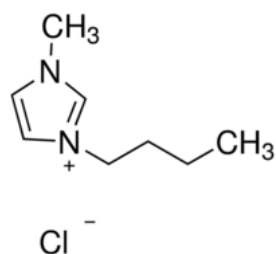
Tetthet: 1,086 g/cm³ (ved 20 °C)

Smeltepunkt: 55-69 °C

Kokepunkt: Ingen data tilgjengelig.

Flammepunkt: 192 °C

Strukturformel (50):



Faresymbol (50):



Akutt giftig, miljøfare

Faresetninger (50):

H301 – Giftig ved svelging.

H315 – Forårsaker hudirritasjon.

H319 – Forårsaker alvorlig øyeirritasjon.

H411 – Giftig, med langtidsvirkning, for liv i vann.

Sikkerhetssetninger (50):

P273 – Unngå utslipp til miljøet.

P301 + P310 + P330 – Ved svelging: kontakt umiddelbart et giftinformasjonssenter/en lege.
Skyll munnen.

P302 + P352 – Ved hudkontakt: vask med mye vann.

P305 + P351 + P338 – Ved kontakt med øynene: skylt forsiktig med vann i flere minutter. Fjern eventuelle kontaktlinser dersom dette enkelt lar seg gjøre. Fortsett skyllingen.

FeCl₃ • 6H₂O: jern (III) klorid heksahydrat

Kjemisk formel: FeCl₃ • 6H₂O

Molarmasse: 270,30 g/mol

Tetthet: 1,82 g/cm³

Smeltepunkt: 37 °C

Kokepunkt: 280-285 °C

Flammepunkt: Gjelder ikke

Faresymbol (53):



Etsende, helsefarlig

Faresetninger (53):

H290 – Kan være etsende for metaller.

H302 – Farlig ved svelging.

H315 – Forårsaker hudirritasjon.

H318 – Gir alvorlig øyeskader.

Sikkerhetssetninger (53):

P280 – Bruk vernehansker/verneklær/øyevern/ansiktsbeskyttelse.

P301 + P312 + P330 – Ved svelging: kontakt et giftinformasjonssenter/en lege ved ubehag. Skylt munnen.

P302 + P352 – Ved hudkontakt: vask med mye vann.

P305 + P351 + P338 + P310 – Ved kontakt med øynene: skylt forsiktig med vann i flere minutter. Fjern eventuelle kontaktlinser dersom dette enkelt lar seg gjøre. Fortsett skyllingen. Kontakt umiddelbart et giftinformasjonssenter/en lege.

FePO₄: jern (III) fosfat

Kjemisk formel: FePO₄

Molarmasse: 150,82 g/mol

Tetthet: 3,056 g/cm³

Smeltepunkt: 250 °C

Kokepunkt: Ingen data tilgjengelig.

Flammepunkt: Ingen data tilgjengelig.

Faresymbol (54):



Helsefarlig

Faresetninger (54):

H315 – Forårsaker hudirritasjon.

H319 - Forårsaker alvorlig øyeirritasjon.

H335 – Kan forårsake irritasjon av luftveiene.

Sikkerhetssetninger (54):

P261 – Unngå å pust inn støv/røyk/gass/damp/aerosoler.

P264 – Vask alt utstyr grundig etter bruk.

P271 – Bruk bare utendørs eller i et godt ventilert område.

P280 – Bruk vernehansker/verneklær/øyevern/ansiktsbeskyttelse.

P302 + 352 – Ved hudkontakt: vask med mye vann.

P304 + P340 – Ved innånding: Ta personen ut i frisk luft og fri luftveiene.

P305 + P351 + P338 – Hvis øyekontakt: Skyll forsiktig med vann i flere i flere minutter. Fjern eventuelle kontaktlinser dersom dette enkelt lar seg gjøre. Fortsett skyllingen.

P312 – Kontakt et giftinformasjonssenter/en lege ved ubehag.

P332 + P313 – Ved hudirritasjon: Få medisinsk råd/hjelp.

P337 + P313 – Ved øyeirritasjon: får medisinsk råd/hjelp.

P362 – Ta av forurensede klær.

P403 + P233 – Oppbevar på en godt ventilert plass. Hold beholderen tett lukket.

P405 – Oppbevares innelåst.

CaCl₂: kalsiumklorid

Kjemisk formel: CaCl₂

Molarmasse: 110,98 g/mol

Tetthet: 2,15 g/cm³

Smeltepunkt: 772-775 °C

Kokepunkt: 1935 °C

Flammepunkt: Ingen data tilgjengelig

Faresymbol (55):



Helsefarlig

Faresetninger (55):

H319 – Forårsaker alvorlig øyeirritasjon.

Sikkerhetsetninger (55):

P264 – Vask alt utstyr grundig etter bruk.

P280 – Bruk vernehansker/verneklær/øyevern/ansiktsbeskyttelse.

P305 + P351 + P338 – Hvis øyekontakt: Skyll forsiktig med vann i flere i flere minutter. Fjern eventuelle kontaktlinser dersom dette enkelt lar seg gjøre. Fortsett skyllingen.

P337 + P313 – Ved øyeirritasjon: får medisinsk råd/hjelp.

Karbon 45

Kjemisk formel: C

Molarmasse: 12,01 g/mol

Relativ tetthet: 1,8-2,1 g/cm³

Smeltepunkt: 3.550 °C

Kokepunkt: Ingen data tilgjengelig

Flammepunkt: Ingen data tilgjengelig

Faresetninger (56):

Ved innånding – Ved innånding, fjern personen til frisk luft. Hvis den forulykkende ikke puster, gi kunstig åndedrett.

Ved hudkontakt – Vask med såpe og mye vann.

Ved øyekontakt – Skyll øynene med vann for sikkerhets skyld.

Sikkerhetssetninger (56):

Øyen-/ansiktsvern – Bruk øyevernsutstyr.

Hudvern – Håndteres med vernehansker.

Vedlegg 2: Massen til anoder og katoder

Tabell 9: massen til anodene benyttet i de ulike batteriene som er blitt testet.

Anode	Masse (g)
A-1	0,0232
A-2	0,0237
A-3	0,0235
A-4	0,0234
A-5	0,0233
A-6	0,0228
A-7	0,0230
A-8	0,0235
A-9	0,0235
A-10	0,0222
A-11	0,0237
A-12	0,0233
A-13	0,0228
A-14	0,0226
A-15	0,0230

Tabell 10: massen til katodene benyttet i de ulike batteriene som er blitt testet.

Katode	Masse (g)
K-1	0,0204
K-2	0,0211
K-3	0,0207
K-4	0,0197
K-5	0,0209
K-6	0,0203
K-7	0,0207
K-8	0,0195
K-9	0,0202
K-10	0,0192
K-11	0,0209
K-12	0,0201
K-13	0,0204
K-14	0,0191
K-15	0,0220

Vedlegg 3: Omregning fra spesifikk kapasitet til kapasitet

Formel 2:

$$Kapasitet (mAh) = \text{Spesifikk kapasitet} \left(\frac{mAh}{g} \right) * (m_{\text{Katode}} - m_{\text{Strømtaker}}) \quad (2)$$

Spesifikk kapasitet: 103,5 mAh/g

$$m_{\text{katode 1}} = 0,0204 \text{ g}$$

$$m_{\text{Ni-folie}} = 0,018539 \text{ g}$$

Omregning fra spesifikk kapasitet til kapasitet for batteri 1 metode 5 ved bruk av formel 2:

$$Kapasitet (mAh) = 103,5 \left(\frac{mAh}{g} \right) * (0,0204 - 0,018529)g = 0,19 \text{ mAh}$$