



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH TECHNOLOGIÍ

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION

ÚSTAV ELEKTROTECHNOLOGIE

DEPARTMENT OF ELECTRICAL AND ELECTRONIC TECHNOLOGY

NOVÉ GELOVÉ ELEKTROLYTY NA BÁZI KOPOLYMERŮ PRO ELEKTROCHEMICKÉ ZDROJE PROUDU

NEW GEL ELECTROLYTES BASED ON COPOLYMERS FOR ELECTROCHEMICAL POWER SOURCES

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Soňa Peterová

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Iuliia Veselkova

BRNO 2020

Diplomová práce

magisterský navazující studijní obor **Elektrotechnická výroba a materiálové inženýrství**

Ústav elektrotechnologie

Studentka: Bc. Soňa Peterová

ID: 174519

Ročník: 2

Akademický rok: 2019/20

NÁZEV TÉMATU:

Nové gelové elektrolyty na bázi kopolymerů pro elektrochemické zdroje proudu

POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

Prostudujte literaturu zabývající se problematikou gelových polymerních elektrolytů se zaměřením na již používané kopolymery vhodné pro tyto elektrolyty.

Připravte gelové polymerní elektrolyty s různými kopolymery na bázi akrylátu.

Proměřte elektrochemické vlastnosti připravených vzorků a výsledky porovnejte.

Připravte gelový polymerní elektrolyt se zápornou elektrodou, změřte elektrické vlastnosti, vyhodnoťte a přihlédněte vhodnost použití tohoto elektrolytu pro lithno-iontové akumulátory.

DOPORUČENÁ LITERATURA:

Podle doporučení vedoucí práce.

Termín zadání: 3.2.2020

Termín odevzdání: 19.5.2020

Vedoucí práce: Ing. Iuliia Veselkova

doc. Ing. Petr Bača, Ph.D.
předseda oborové rady

UPOZORNĚNÍ:

Autor diplomové práce nesmí při vytváření diplomové práce porušit autorská práva třetích osob, zejména nesmí zasahovat nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a musí si být plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku č.40/2009 Sb.

ABSTRAKT

Tato práce se zabývá popisem přípravy a použití monomerů a kopolymerů pro gelové polymerní elektrolyty využitelné v elektrochemických zdrojích proudu. Diplomová práce je rozdělena na část teoretickou a experimentální. V teoretické části jsou popsány elektrolyty se zaměřením na gelové polymerní elektrolyty, měřicí metody a materiály použité při experimentech. Druhá část diplomové práce je věnována postupu výpočtu složení gelových polymerních elektrolytů, způsobu přípravy a vyhodnocení naměřených výsledků. Dále je zde popsána metoda nanášení GPE na zápornou elektrodu LTO, kladnou elektrodu NMC a vyhodnocení provedených měření. Pro měření vlastností byla zvolena metoda lineární voltametrie (LSV), potenciostatická elektrochemická impedanční spektroskopie (PEIS), cyklická voltametrie (CV) a galvanické cyklování s omezením potenciálu (GCPL).

KLÍČOVÁ SLOVA

Gelové polymerní elektrolyty, monomery, kopolymery, LTO, NMC

ABSTRACT

This thesis deals with description of preparation and use of monomers and copolymers for gel polymer electrolytes usable in electrochemical power sources. This thesis is divided in theoretical and experimental part. The theoretical part describes electrolytes focused on gel polymer electrolytes, measuring methods and materials used for experiments. The experimental part deals with calculation of composition of polymer electrolytes, method of preparation and evaluation of measured results. The method of applying GPE to a negative LTO electrode and a positive NMC electrode is described too. Linear Sweep Voltammetry (LSV) and Potentiostatic Electrochemical Impedance Spectroscopy (PEIS), Cyclic Voltammetry (CV) and Galvanostatic Cycling with Potential Limitation (GCPL) were chosen for measurement of properties.

KEYWORDS

Gel polymer electrolytes, monomers, copolymers, LTO, NMC

PETEROVÁ, Soňa. *Nové gelové elektrolyty na bázi kopolymerů pro elektrochemické zdroje proudu*. Brno, 2020. Dostupné také z: <https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/127434>. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, Ústav elektrotechnologie. Vedoucí práce Iuliia Veselkova.

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že svou diplomovou práci na téma Nové gelové elektrolyty na bázi kopolymerů pro elektrochemické zdroje proudu jsem vypracovala samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce.

Jako autor uvedené diplomové práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této diplomové práce jsem neporušila autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhla nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a/nebo majetkových a jsem si plně vědoma následků porušení ustanovení § 11 a následujících zákona č. 121/2000 Sb., o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon), ve znění pozdějších předpisů, včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku č. 40/2009 Sb.

V Brně dne

.....

(podpis autora)

PODĚKOVÁNÍ

Děkuji vedoucí diplomové práce Ing. Iulii Veselkove za účinnou metodickou, pedagogickou a odbornou pomoc.

V Brně dne

.....

(podpis autora)

OBSAH

Seznam obrázků	ix
Seznam tabulek	xii
Úvod	1
1 Elektrolyty	2
1.1 Kapaln� elektrolyty	2
1.2 Pevn� elektrolyty	2
1.3 Gelov� elektrolyty	3
2 Gelov� polymern� elektrolyty	3
2.1 P�ehled v�voje gelov�ch polymern�ch elektrolyt�	4
2.2 Metody p�r�pravy gelov�ch polymern�ch elektrolyt�	4
2.3 V�hody gelov�ch polymern�ch elektrolyt� oproti kapaln�m	5
2.4 Využit� GPE	5
3 M�r�c� metody	6
3.1 Line�rn� voltametrie	6
3.2 Cyklick� voltametrie	6
3.3 Potenciostatick� elektrochemick� impedan�n� spektroskopie	7
3.4 Galvanostatick� cyklov�n� s omezen�m potenci�lu	7
4 Monomery a kopolymery	8
4.1 Popis vybran�ch monomer�	8
4.2 Kopolymery	11
5 Materi�ly použit� v experiment�ln� části	13
6 Experiment�ln� část	17

6.1	Postup přípravy vzorků gelových polymerních elektrolytů.....	17
6.2	Použité přístroje a měřicí metody	18
6.3	Výpočet složení gelu.....	19
6.4	Vyhodnocení měření monomerů	23
6.5	Vyhodnocení měření kopolymerů	35
6.6	Příprava a složení elektrochemických článků.....	61
6.7	Vyhodnocení měření s elektrodou LTO	62
6.8	Vyhodnocení měření s elektrodou NMC	65
7	Závěr	68
	Literatura	69
	Seznam symbolů, veličin a zkratk	72

SEZNAM OBRÁZKŮ

Obrázek 1: Voltamogram.....	6
Obrázek 2: Struktura ethyl methakrylátu [5]	8
Obrázek 3: Struktura lauryl methakrylátu [5].....	9
Obrázek 4: Struktura trimetoxysilylpropyl methakrylátu [5]	9
Obrázek 5: Struktura etoxyethyl methakrylátu [5]	10
Obrázek 6: Struktura buthyl methakrylátu [5]	10
Obrázek 7: Struktura isobuthyl methakrylátu [5]	11
Obrázek 8: Struktura methyl methakrylátu [5].....	11
Obrázek 9: Struktura soli LiPF_6 [4]	13
Obrázek 10: Struktura rozpouštědla EC a DEC [5].....	14
Obrázek 11: Struktura iniciátoru polymerace benzoin ethyl eteru [5].....	14
Obrázek 12: Struktura ethylenglykol dimethakrylátu [5].....	14
Obrázek 13: Vyrobený elektrochemický článek s elektrodou LTO v měřící cele.....	15
Obrázek 14: Složená a rozložená měřící cela	19
Obrázek 15: Složená forma a rukavicový box Jacomex.....	19
Obrázek 16: Graf závislosti molárního podílu monomeru na vodivosti GPE	31
Obrázek 17: Graf potenciálového okna GPE obsahující monomer EMA	32
Obrázek 18: Graf potenciálového okna GPE obsahující monomer BMA.....	32
Obrázek 19: Graf potenciálového okna GPE obsahující monomer IBMA	33
Obrázek 20: Graf potenciálového okna GPE obsahující monomer LMA	33
Obrázek 21: Graf potenciálového okna GPE obsahující monomer TSPMA.....	34
Obrázek 22: Graf potenciálového okna GPE obsahující monomer EOEMA.....	34
Obrázek 23: Graf potenciálového okna GPE obsahující monomer MMA.....	35

Obrázek 24: Graf závislosti vodivosti na molárním podílu EMA v GPE s kopolymerem EMA, MMA.....	49
Obrázek 25: Graf závislosti vodivosti na molárním podílu BMA v GPE s kopolymerem BMA, MMA	50
Obrázek 26: Graf závislosti vodivosti na molárním podílu IBMA v GPE s kopolymerem IBMA, MMA	50
Obrázek 27: Graf závislosti vodivosti na molárním podílu LMA v GPE s kopolymerem LMA, MMA.....	51
Obrázek 28: Graf závislosti vodivosti na molárním podílu TSPMA v GPE s kopolymerem TSPMA, MMA	51
Obrázek 29: Graf závislosti vodivosti na molárním podílu EOEMA v GPE s kopolymerem EOEMA, MMA.....	52
Obrázek 30: Graf potenciálového okna GPE s kopolymerem EMA, MMA část I	53
Obrázek 31: Graf potenciálového okna GPE s kopolymerem EMA, MMA část II.....	53
Obrázek 32: Graf potenciálového okna GPE s kopolymerem BMA, MMA část I	54
Obrázek 33: Graf potenciálového okna GPE s kopolymerem BMA, MMA část II.....	54
Obrázek 34: Graf potenciálového okna GPE s kopolymerem IBMA, MMA část I.....	55
Obrázek 35: Graf potenciálového okna GPE s kopolymerem IBMA, MMA část II.....	55
Obrázek 36: Graf potenciálového okna GPE s kopolymerem TSPMA, MMA část I....	56
Obrázek 37: Graf potenciálového okna GPE s kopolymerem TSPMA, MMA část II... 56	
Obrázek 38: Graf potenciálového okna GPE s kopolymerem LMA, MMA	57
Obrázek 39: Graf potenciálového okna GPE s kopolymerem EOEMA, MMA část I... 57	
Obrázek 40: Graf potenciálového okna GPE s kopolymerem EOEMA, MMA část II.. 58	
Obrázek 41: Graf porovnávací výsledek kontrolního měření s původním měřením GPE s kopolymerem EMA, MMA.....	61
Obrázek 42: Průběh PEIS pro elektrodu LTO s naneseným GPE obsahující kopolymer EMA, MMA.....	62

Obrázek 43: Voltamogram elektrody LTO s GPE obsahující kopolymer EMA, MMA	63
Obrázek 44: 10 cyklů nabíjení a vybíjení proudem 0,05 C do 1,2 V na elektrodě LTO s GPE obsahující kopolymer EMA, MMA	64
Obrázek 45: Průběh PEIS pro elektrodu NMC s naneseným GPE obsahující kopolymer EMA, MMA.....	65
Obrázek 46: Voltamogram elektrody NMC s GPE obsahující kopolymer EMA, MMA	66
Obrázek 47: 10 cyklů nabíjení a vybíjení proudem 0,05 C do 1,2 V na elektrodě NMC s GPE obsahující kopolymer EMA, MMA	67

SEZNAM TABULEK

Tabulka 1: Hodnoty pro výpočet množství soli a rozpouštědla.....	19
Tabulka 2: Hodnoty pro výpočet polymerních složek.....	20
Tabulka 3: Přehled výsledků výpočtu složení GPE s 20 mol% MMA.....	22
Tabulka 4: Výsledky měření GPE s monomerem EMA.....	23
Tabulka 5: Výsledky měření GPE s monomerem BMA	24
Tabulka 6: Výsledky měření GPE s monomerem IBMA.....	25
Tabulka 7: Výsledky měření GPE s monomerem LMA.....	26
Tabulka 8: Výsledky měření GPE s monomerem TSPMA	27
Tabulka 9: Výsledky měření GPE s monomerem EOEMA	28
Tabulka 10: Výsledky měření GPE s monomerem MMA	29
Tabulka 11: Výsledky měření GPE s kopolymerem EMA, MMA.....	35
Tabulka 12: Výsledky měření GPE s kopolymerem BMA, MMA	38
Tabulka 13: Výsledky měření GPE s kopolymerem IBMA, MMA.....	40
Tabulka 14: Výsledky měření GPE s kopolymerem LMA, MMA.....	42
Tabulka 15: Výsledky měření GPE s kopolymerem TSPMA, MMA	44
Tabulka 16: Výsledky měření GPE s kopolymerem EOEMA, MMA	46
Tabulka 17: Kontrolní měření GPE s kopolymerem EMA, MMA	58

ÚVOD

V dnešní době, kdy si už život bez většiny zařízení využívající baterie nebo akumulátory nedokážeme představit, je velmi důležité zamyslet se nad zdroji elektrického proudu využívaných v našich přístrojích. Jedním z impulzů pro vývoj a zdokonalování zdrojů elektrického proudu byl rozvoj elektromobility a hybridních vozů v automobilovém průmyslu, kde jsou kladeny vysoké nároky na zdroje elektrické energie. V případě elektrochemických zdrojů proudu hledáme optimální poměr kvalita a cena. Dlouhodobě je cílem vyvinout zdroje, které by vynikaly svojí spolehlivostí v různých aplikacích, dostupností, samozřejmě také bezpečností a v neposlední řadě očekáváme také ekologicky přívětivé materiály použité při výrobě.

Právě v oblasti elektrochemických zdrojů proudu jsou v posledních několika letech diskutovány gelové polymerní elektrolyty. Tyto elektrolyty se skládají z polymeru, anorganické soli a organické kapaliny. Polymerní síť zabraňuje úniku kapalně části z matrice a dává gelu vlastnosti pevné látky. Organická kapalina slouží jako plastifikátor a dává matrici vlastnosti kapaliny. Základními požadavky na tyto elektrolyty jsou vysoká iontová vodivost v širokém rozsahu tepla, dobré mechanické vlastnosti, teplotní a elektrochemická stabilita a vysoká životnost. Vodivost těchto elektrolytů je v řádu jednotek mS/cm.

1 ELEKTROLYTY

Pojmem elektrolyt se označují látky, které obsahují pohyblivé ionty s kladným nábojem (kationty) a ionty se záporným nábojem (anionty). Kationty a anionty jsou příčinou iontové vodivosti a umožňují vedení elektrického proudu v elektrochemickém článku. V elektrolytu probíhá migrace iontů mezi kladným a záporným pólem elektrody při procesu nabíjení a vybíjení baterie.

U elektrolytů se primárně posuzuje jejich vodivost. Elektrická vodivost se značí písmenem G a jedná se o převrácenou hodnotu elektrického odporu R ($G=1/R$). Jednotkou této veličiny je Ω^{-1} neboli Siemens [S]. Existuje také měrná elektrická vodivost γ , kdy se opět jedná o převrácenou hodnotu měrného elektrického odporu [$\Omega \cdot m$] a jednotkou je $S \cdot m^{-1}$. [1]

1.1 Kapalné elektrolyty

Aktuálně se v elektrochemických zdrojích proudu používají hlavně kapalné elektrolyty. Mezi nejpoužívanější kapalné elektrolyty se řadí zředěná H_2SO_4 v olověných akumulátorech a roztoky hydroxidů např. hydroxidu draselného v alkalických akumulátorech.

Vodivost kapalných elektrolytů je závislá na jejich koncentraci. Při nízkých koncentracích ve většině případů platí, že jsou elektrolyty méně vodivé. Důvodem je to, že se v těchto elektrolytech nachází malé množství iontů, které umožňují přenos menšího množství náboje. Při vyšších koncentracích rozlišujeme silné a slabé elektrolyty, které se liší obsahem disociovaných a nedisociovaných iontů. [2] [25]

1.2 Pevné elektrolyty

V roce 2017 začali vědci v Jižní Koreji vyvíjet pevné elektrolyty pro lithiové baterie. Tyto elektrolyty mají několik výhod, a to vysokou objemovou vodivost při pokojové teplotě, vysokou odolnost vůči vlivům vnějšího prostředí (stabilita na vzduchu

a odolnost vůči vlhkosti) a také vhodnou kapacitu. Sloučenina označována jako LAPT obsahuje lithium, hliník, titan a vhodný vodič sodíkových iontů se strukturou oxidu bismutitého. Nevýhodou je nízká celková vodivost. [24]

1.3 Gelové elektrolyty

Jedním z problémů u baterií s kapalným elektrolytem je ten, že při mechanickém poškození obalu baterie dojde k úniku elektrolytu, popř. zkratu baterie. Snaha o vyřešení tohoto problému přivedla vědce k vývoji gelových elektrolytů, které by mohly být náhradou kapalných elektrolytů. Důvodem je hlavně vhodná kombinace iontové vodivosti kapalné fáze a mechanických vlastností gelu. Tyto elektrolyty převážně tvoří polymer, rozpouštědlo a sůl. Gelové elektrolyty se klasifikují podle složení, způsobu přípravy nebo elektrochemické mobility iontů. Více informací o složení a vlastnostech gelových polymerních elektrolytů se nachází v následující kapitole. [29]

2 GELOVÉ POLYMERNÍ ELEKTROLYTY

V současnosti se nejvíce používají lithno-iontové baterie s kapalným elektrolytem (lithiová sůl v organickém rozpouštědle), které ovšem skýtají několik problémů. V těchto bateriích jsou využité látky, které jsou drahé, těkavé, hořlavé a za určitých podmínek se mohou rozkládat. Dalším problémem je také změna objemu elektrod při nabíjení a vybíjení. Proto je snahou vyvinout elektrolyty, které by byly bezpečnější, levnější, nehořlavé a netoxické. Jako vhodnou náhradou by mohly být gelové polymerní elektrolyty, jejichž vývoj sahá do 70. let 20. století.

Gelové polymerní elektrolyty lze jednoduše popsat jako roztok elektrolytu v aprotickém rozpouštědle¹ zakotvený ve struktuře polymeru. V elektrolytu se tedy vyskytují kladně nabitě částice (kationty) a záporně nabitě částice (anionty). [14] [15]

¹ Aprotická rozpouštědla = patří do skupiny polárních rozpouštědel, které mají silné vodíkové vazby, a proto se z nich nemůže odštěpit atom vodíku (nechovají se ani jako kyselina ani jako zásada)

2.1 Přehled vývoje gelových polymerních elektrolytů

První generace těchto elektrolytů byly na bázi poly(ethylenoxidu) obsahující chloristan lithný. Tyto elektrolyty vypadaly jako tenké fólie o tloušťce desítek až stovek mikrometrů. Problémem těchto gelů byla velmi nízká vodivost, která byla lehce zvýšena v druhé generaci přidáním poly(ethylenglykoldimethyletheru) ovšem pouze v oblasti nízkých teplot (pod 0 °C). Od té doby vzniklo velké množství systémů s různými polymery. Neměnilo se ovšem pouze použité polymery, ale také různé přidané organické a anorganické látky. Nejvíce jsou prozkoumány elektrolyty s přidanými látkami jako anorganická sůl, iontové kapaliny, enzymy a nanočástice.

V dnešní době se už pracuje se 3. generací GPE. Jedná se o roztok elektrolytu v aprotickém rozpouštědle ukotvený ve struktuře polymeru. Hlavně aprotická rozpouštědla významným podílem ovlivnila vodivost elektrolytů již při běžné laboratorní teplotě. Důležitá je také vysoká chemická stabilita této generace polymerních elektrolytů. [14] [15] [16]

Cílem současného výzkumu je zlepšit hlavně tyto parametry GPE:

- zvýšení iontové vodivosti
- zlepšení dlouhodobé elektrochemické a chemické stability
- šetrnost k životnímu prostředí
- cenová dostupnost

2.2 Metody přípravy gelových polymerních elektrolytů

Pro přípravu gelových polymerních elektrolytů se používají dva způsoby výroby. První metodou je takzvaná casting metoda. Proces přípravy začíná rozpuštěním polymeru v roztoku anorganické soli ve směsi aprotického rozpouštědla. Takto vzniklý roztok je následně odlit na teflonovou desku a ve vakuu se odpaří těkavé rozpouštědlo. Problémem je, že výsledný gel je značně nehomogenní.

Druhá metoda výroby je založena na smíchání monomeru s roztokem soli, iniciátoru polymerizace a síťovadla v aprotickém rozpouštědle. Veškerá manipulace s gelem probíhá v prostředí vakua. Následně je zapotřebí vyvolat polymeraci, kdy

spouštěčem je tepelné nebo ultrafialové záření. Při tomto postupu je výhoda ve výrazném zkrácení doby přípravy gelového polymeru. Tento typ výroby byl použit k vytvoření GPE v této diplomové práci. [16]

2.3 Výhody gelových polymerních elektrolytů oproti kapalným

Mezi hlavní výhody gelových polymerních elektrolytů patří:

- vyšší bezpečnost (nepoužívají se jedovatá organická rozpouštědla)
- vysoká tvarová flexibilita (lze vyrobit velmi tenké baterie)
- odolnost vůči vyšším teplotám a tlakům
- nízká hustota elektrolytu (snížení hmotnosti baterie)

Během procesu vybíjení a nabíjení u kapalných elektrolytů lze pozorovat nepříznivý jev, a to objemové změny elektrod. Tento jev se však u gelových polymerních elektrolytů nevyskytuje. Oproti kapalným elektrolytům mají gelové polymerní elektrolyty také lepší přilnavost k povrchu elektrody, což brání vytváření nepravidelných struktur na elektrodovém povrchu, které vedou ke snižování kapacity baterie. Další výhoda spojená s vyšší přilnavostí k povrchu elektrody je také ochrana proti vnitřnímu zkratování baterie. [16]

2.4 Využití GPE

Hlavní využití polymerních elektrolytů se předpokládá v elektrochemických zdrojích proudu. Další možností využití jsou tzv. chytrá okna. Princip této aplikace spočívá ve dvou sklech pokrytých elektrochromním materiálem a spojených tenkou vrstvou gelového elektrolytu. Při připojení elektrického napětí na článek nastane zmodrání jednoho ze skel, při přepólování dojde opět k odbarvení. Velmi výhodné by bylo použití těchto chytrých oken u prosklených budov, kde by zatmavená skla na vnějším plášti mohla zabránit přehřívání budov. S dalším využitím přišly japonské automobilky, které zatmavování aplikovali u zpětných zrcátek. Využití GPE v těchto aplikacích se nadále zkoumá. [14] [15]

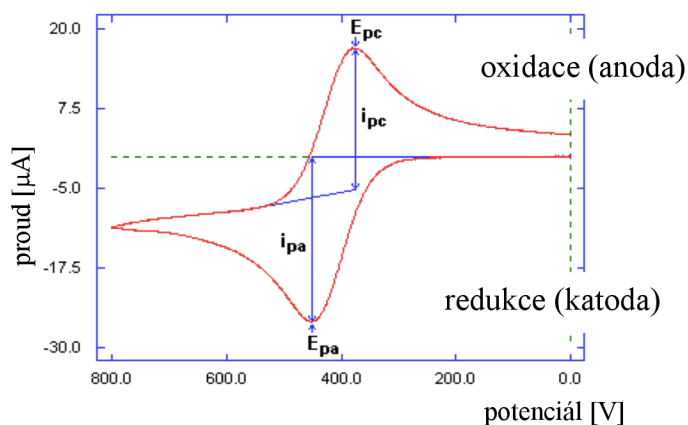
3 MĚŘÍCÍ METODY

3.1 Lineární voltametrie

Pro lineární voltametrii se používá zkratka LSV z anglického Linear Sweep Voltammetry. Jedná se o elektroanalytickou metodu, při níž se sleduje závislost procházejícího proudu na potenciálu pracovní elektrody při elektrolýze vzorku. Při měření se potenciál pracovní elektrody mění s časem podle určité matematické funkce. Druhá elektroda má konstantní potenciál a slouží jako srovnávací (kalomelová elektroda). Výsledný záznam závislosti se nazývá polarizační křivka. [8] [26]

3.2 Cyklická voltametrie

Pro cyklickou voltametrii se používá zkratka CV z anglického Cyclic Voltammetry. Cyklická voltametrie je měřicí metoda, při které přes zkoumanou soustavu prochází cyklicky elektrický proud v několika fázích. V první fázi je potenciál lineárně zvyšován až do vrcholového potenciálu. Tuto fázi označujeme jako dopředný scan. Následuje zpětný scan, kdy dochází ke snižování potenciálu. Zpravidla je počáteční potenciál shodný s konečným potenciálem a je uzavřen jeden cyklus. Podle potřeby daného experimentu se provede odpovídající počet cyklů. Výstupem cyklické voltametrie je voltamogram, který zobrazuje závislost proudu protékajícího soustavou na vloženém napětí. Příklad voltamogramu je na obrázku č.1. Označení i_{pa} a i_{pc} je pro anodický a katodický proud. E_{pa} a E_{pc} označuje anodický a katodický potenciál. [32]



Obrázek 1: Voltamogram

3.3 Potenciostatická elektrochemická impedanční spektroskopie

Potenciostatická elektrochemická impedanční spektroskopie se označuje zkratkou PEIS podle anglického Potentiostatic Electrochemical Impedance Spectroscopy. Elektrochemická impedanční spektroskopie je experimentální metoda, pomocí které lze určit elektrické vlastnosti zkoumaných vzorků. Tato metoda využívá průchodu sinusového signálu s nízkou amplitudou přes studovaný vzorek. Během měření je vyhodnocena komplexní impedance Z v závislosti na frekvenci. Výstupem měření je impedanční spektrum. Grafické vyjádření měření impedančního spektra je buď v komplexní rovině tzv. Nyquistův diagram nebo v semilogaritmickém zobrazení tzv. Bodeho diagram. Experiment PEIS provádí měření impedance v potenciostatickém režimu, tím že aplikuje funkci sinus kolem potenciálu E , který je nastaven na pevnou hodnotu. [6] [7]

3.4 Galvanostatické cyklování s omezením potenciálu

Označení této metody je GCPL tedy Galvanostatic Cycling with Potential Limitation. Tato metoda umožňuje cyklické nabíjení a vybíjení v mezích požadovaného nastaveného napětí. Proud se nastavuje jako podíl vybíjecí kapacity elektrody, označuje se například 0,5 C. Tato metoda je využívána pro měření nabíjecí a vybíjecí kapacity, z kterých potom můžeme určit ztrátu kapacity a elektrochemickou stabilitu. GCPL se využívá také při zkoumání kapacity elektrochemických článků při teplotách vyšších, než je teplota pokojová. [37]

4 MONOMERY A KOPOLYMERY

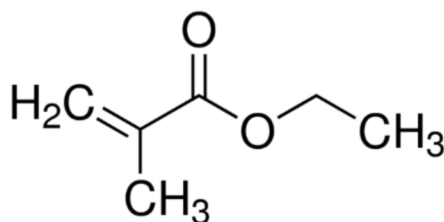
Monomerem se obecně nazývá základní jednotka opakující se v makromolekulární látce. Řetězec monomerů se nazývá polymer. Hodnota, která udává počet monomerů v řetězci se nazývá polymerační stupeň. Dále se ve strukturách polymerů rozlišují homopolymery a kopolymery. [17]

- Homopolymer = polymer, jehož skelet se skládá pouze ze stavebních jednotek stejného typu
- Kopolymer = polymer, jehož skelet se skládá z odlišných stavebních jednotek

4.1 Popis vybraných monomerů

- **Ethyl methakrylát (EMA)**

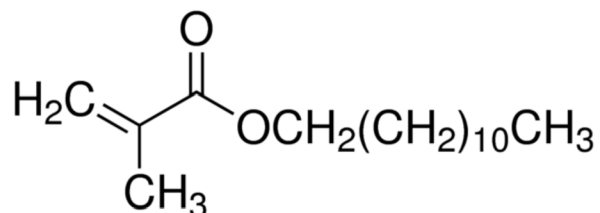
EMA je bezbarvá středně toxická tekutina patřící do skupiny syntetických pryskyřic typu methakrylátů. Sumární vzorec této látky je $C_6H_{10}O_2$. Tato chemická látka je prakticky nerozpustná ve vodě a má menší hustotu než voda. Bod varu $117^\circ C$ a bod, při kterém látka tuhne $-75^\circ C$. Molární hmotnost je $114,14 \text{ g/mol}$ a hustota $0,917 \text{ g/cm}^3$. Používá se hlavně k výrobě polymerů a dalších chemikálií. Jedná se o základní materiál akrylových barev a lepidel. Další využití má EMA například v nátěrových hmotách, rozpouštědlech a je široce používán v kosmetice při výrobě a aplikaci umělých nehtů. Široké využití ethyl methakrylátu dokládá také využití v zubním lékařství (výroba umělého chrupu) a medicíně (výroba kostního cementu). Struktura této látky je na obrázku č. 2. [9] [10] [19]



Obrázek 2: Struktura ethyl methakrylátu [5]

- **Lauryl methakrylát (LMA)**

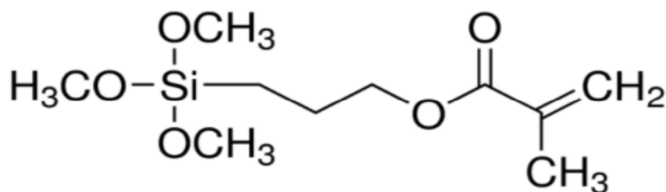
Lauryl methakrylát je bezbarvá kapalná látka. Její sumární vzorec je $C_{16}H_{30}O_2$. Bod varu je $142\text{ }^\circ\text{C}$. Bod tuhnutí je $-20\text{ }^\circ\text{C}$. Je to látka rozpustná ve vodě. Molární hmotnost $254,41\text{ g/mol}$ a hustota $0,868\text{ g/cm}^3$. Tento monomer polymeruje mnohem obtížněji než ostatní akryláty. Tato látka se také objevuje pod názvem dodecyl methakrylát. Struktura látky je na obrázku č. 3. [18]



Obrázek 3: Struktura lauryl methakrylátu [5]

- **Trimetoxysilylpropyl methakrylát (TSPMA)**

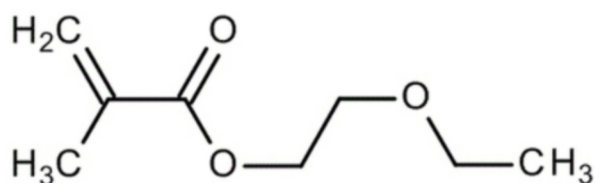
Trimetoxysilylpropyl methakrylát je bezbarvá kapalná látka. Bod varu je $190\text{ }^\circ\text{C}$. Sumární vzorec $C_{10}H_{20}O_5Si$. Molární hmotnost látky je $248,35\text{ g/mol}$ a hustota látky $1,045\text{ g/cm}^3$. Rozpouští se v acetonu, benzenu a ve vodě. Struktura látky je vyobrazena na obrázku č.4. [20]



Obrázek 4: Struktura trimetoxysilylpropyl methakrylátu [5]

- **Etoxyethyl methakrylát (EOEMA)**

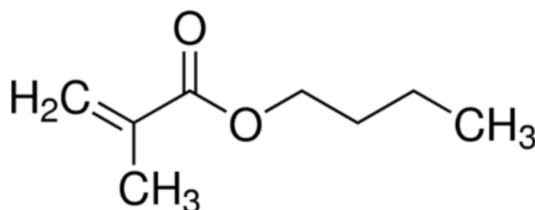
Etoxyethyl methakrylát je organická bezbarvá kapalina. Sumární vzorec $C_8H_{14}O_3$. Struktura na obrázku 5. Molární hmotnost látky je $158,19\text{ g/mol}$. Hustota látky $0,964\text{ g/cm}^3$. [23]



Obrázek 5: Struktura etoxyethyl methakrylátu [5]

- **Buthyl methakrylát (BMA)**

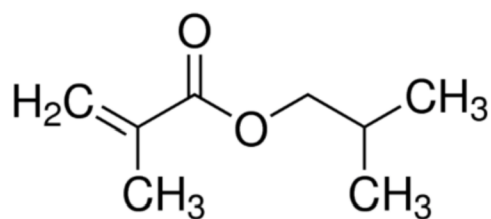
Buthyl methakrylát je čirá tekutina. Jiným názvem také kyselina propenová. Sumární vzorec $C_8H_{14}O_2$. Bod varu $160^\circ C$ a bod tuhnutí $-50^\circ C$. Molární hmotnost látky je $142,2 \text{ g/mol}$ a hustota $0,894 \text{ g/cm}^3$. Látka rozpustná v etanolu. Využívá se k výrobě lepidel. Struktura látky je na obrázku č. 6. [21]



Obrázek 6: Struktura buthyl methakrylátu [5]

- **Isobuthyl methakrylát (IBMA)**

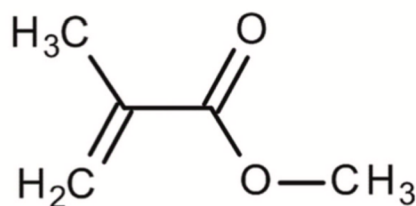
Isobuthyl methakrylát je bezbarvá kapalina. Sumární vzorec je stejný jako BMA $C_8H_{14}O_2$. Bod varu je $155^\circ C$ a bod tuhnutí $-61^\circ C$. Látka nerozpustná ve vodě. IBMA má stejnou molární hmotnost jako BMA tedy $142,2 \text{ g/mol}$ a hustotu $0,886 \text{ g/cm}^3$. Při špatném skladování může dojít k exotermní polymeraci. Páry této látky mohou dráždit oči a pokožku. Používá se při výrobě akrylových pryskyřic. Struktura látky je na obrázku č. 7. [22]



Obrázek 7: Struktura isobuthyl methakrylátu [5]

- **Methyl methakrylát (MMA)**

Jedná se o organickou sloučeninu se sumárním vzorcem $C_5H_8O_2$. Bod varu $100,5^{\circ}C$ a bod tuhnutí $-48^{\circ}C$. Látka je čirá, bezbarvá a mírně rozpustná ve vodě. Páry MMA dráždí oči a dýchací systém. Molární hmotnost je $100,12 \text{ g/mol}$ a hustota $0,9337 \text{ g/cm}^3$. Tento monomer se vyrábí ve velkém množství a dále se používá pro polymerizaci na polymethylmethakrylát (např. plexisklo). Struktura látky je na obrázku č. 8 [30] [31]



Obrázek 8: Struktura methyl methakrylátu [5]

4.2 Kopolymery

Kopolymer neboli heteropolymer se skládá z dvou a více druhů monomeru. Od homopolymeru se liší tím, že má různé uspořádání. Např.:

- *střídavé* – pravidelně se střídající monomery
- *statické* – nahodile se střídající monomery
- *blokové* – monomery se vzájemně střídají v blocích (dvoublokové, třiblokové kopolymery)
- *roubované* – řetězec jiného druhu monomeru je připojen jako postranní řetězec k hlavnímu řetězci monomeru
- *gradientní* – složení monomerů se v řetězci postupně mění
- *periodické* – monomery se pravidelně střídají v sekvenci ale s různým

počtem jednotek obou monomerů, např. (A-B-A-A-B-B-A-A-A)

Další způsob dělení je podle tvaru makromolekul

- *lineární* – lineární tvar molekul bez postranních řetězců
- *rozvětvené* – molekula s postranními řetězci
- *zesíťované* – makromolekuly vzájemně zesíťované [28]

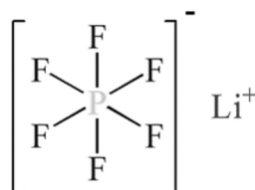
V současné době se pro výzkum gelových polymerních elektrolytů využívá velké množství kopolymerů. Jeden z výzkumů se například zaměřil na vytváření kopolymerů z poly (vinyl chloridu) (PVC) a poly (ethyl methakrylátu) (PEMA). V největší míře se využívají monomery na bázi methakrylátů. Kopolymery na bázi poly(methyl methakrylátů) mohou být například poly(methyl methakrylát-co-n-buthylakrylát) pod označením P(MMA-co-nBU) nebo poly(methyl methakrylát-co-n-benzyl methakrylát) označován jako P(MMA-co-BzMA). Další skupinou používaných kopolymerů jsou estery kyseliny akrylové např. methyl akrylát, ethyl akrylát, buthyl akrylát a další.

Kromě gelových polymerních elektrolytů jsou zkoumány i vlastnosti pevných polymerních elektrolytů (SPE – solid polymer electrolytes). Tyto elektrolyty využívají například kopolymery jako je styren (St), vinylanisol (VA) a poly(ethylenglykol) monomethyl ether methakrylát (PEGMA). Tyto SPE byly zkoumány například metodami infračervené spektroskopie s Fourierovou transformací nebo nukleární magnetickou rezonancí. Morfologii lze analyzovat mikroskopií atomárních sil nebo skenovací elektronovou mikroskopií. [35]

5 MATERIÁLY POUŽITÉ V EXPERIMENTÁLNÍ ČÁSTI

- **Sůl lithium hexafluorofosfát (LiPF₆)**

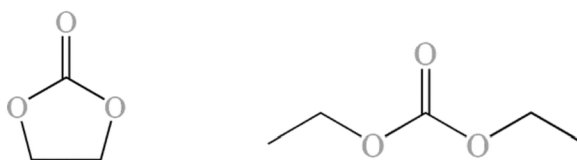
LiPF₆ je jedna z nejpoužívanějších lithiových solí při přípravě GPE z důvodu vyvážených nároků kladených na sůl elektrolytu. Lithium hexafluorofosfát je významná sůl z hlediska velmi dobré iontové vodivosti (9,3 mS/cm měřeno při 25 °C). Již nepatrné množství vody vede k hydrolyze této velmi hygroscopické látky. Při rozpouštění se hexafluorofosfát rozloží na LiF a PF₅, který následně uvolní fluorovodík. Uvolněný fluorovodík má negativní účinky na ostatní komponenty baterie a nevýhodou je i termická nestabilita, která se projevuje již při teplotě 85 °C. I přes tyto problémy je tato sůl stále nejpoužívanější solí v kapalných elektrolytech. Molární hmotnost soli je 151,91 g/mol a hustota 1,5 g/cm³. Na obrázku č. 9 je zobrazena struktura soli. [3]



Obrázek 9: Struktura soli LiPF₆ [4]

- **Rozpouštědlo diethyl karbonát a ethyl karbonát (EC/DEC)**

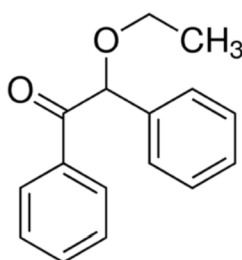
Diethyl karbonát a ethyl karbonát jsou aprotická rozpouštědla. Tato rozpouštědla patří mezi rozpouštědla polární. Jejich vlastností je to, že neodštěpují protony. Struktura rozpouštědel EC a DEC je na obrázku č. 10. Hlavní nevýhodou rozpouštědla DEC je jeho nižší permitivita proto se používá v kombinaci s rozpouštědlem EC, které má permitivitu mnohonásobně vyšší. Molární hmotnost EC je 88,06 g/mol a DEC 118,13 g/mol. Hustota rozpouštědel EC je 0,32 g/cm³ a DEC 0,975 g/cm³. V diplomové práci bylo rozpouštědlo EC a DEC smícháno v poměru 1:1. [11] [27]



Obrázek 10: Struktura rozpouštědla EC a DEC [5]

- **Iniciátor polymerace benzoin ethyl ether (BEE)**

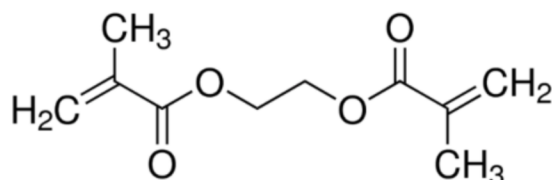
Iniciátory polymerace jsou látky, které se snadno rozpadají na volné radikály reagující s monomerem a vyvolávají řetězovou reakci. Typickým zástupcem této skupiny jsou peroxidy. Molární hmotnost iniciátoru BEE je 240,3 g/mol a hustota se rovná 1,083 g/cm³. Struktura iniciátoru je vyobrazena na obrázku č. 11.



Obrázek 11: Struktura iniciátoru polymerace benzoin ethyl eteru [5]

- **Síťovací činidlo ethylenglykol dimethakrylát (EDMA)**

Pod pojmem síťovací činidlo se rozumí přísada reagující s makromolekulárními řetězci lineárního nebo rozvětveného polymeru za vzniku příčných vazeb kterými řetězce spojuje do prostorové sítě. Tato látka vyvolává, urychluje nebo reguluje vznik kovalentních nebo iontových vazeb. Síťování také může být vyvoláno ozářením nebo oxidací. Pojem síťovací činidlo se používá také pro tvrdidlo a vytvrzovací činidlo. Molární hmotnost EDMA 192,22 g/mol a hustota 1,051 g/cm³. Na obrázku č. 12 je vyobrazena struktura použitého ethylenglykol dimethakrylátu. [12] [13]



Obrázek 12: Struktura ethylenglykol dimethakrylátu [5]

- **Lithium (Li)**

Jedná se o kovový prvek stříbrné barvy z řady alkalických kovů. Je velmi lehký, měkký a lze ho krájet nožem. Lithium je lehčí než voda a má nejmenší hustotu z prvků pevného skupenství. Velmi dobře vede teplo a elektrický proud. Tento prvek rychle reaguje s kyslíkem i vodou, proto se s ním v přírodě lze setkat pouze ve formě sloučenin. Největší naleziště lithia mají státy Jižní Ameriky, hlavně Argentina, Bolívie a Chile. V současné době se lithium diskutuje hlavně v souvislosti lithiovými akumulátory. Výhodou lithiových baterií je vysoká životnost, nízké samovybíjení, a vysoká kapacita. Naopak problémem je cena, možné přehřátí a explodování v případě zkratu a také jsou zde vyšší nároky na patřičné zacházení s akumulátorem. [36]

- **Lithium-titan-oxid (LTO)**

$\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ neboli LTO je upravenou verzí lithium-iontového článku. Jedná se o materiál na záporné elektrodě, který obsahuje oxid lithný a oxid titaničitý. Oxid titaničitý nahrazuje tradičně používaný grafit. Jmenovité napětí článku 2,4 V, což je menší než u článku na bázi grafitu. Pracovní potenciál této elektrody oproti Li/Li^+ je 1,55 V. Tepelná stabilita při vysokých teplotách je lepší než u ostatních Li-on baterií. Výhodami jsou dlouhá životnost, bezpečnost, rychlé nabíjení a široký rozsah teplot. Nevýhodou LTO je hlavně cena a nízká specifická energie. Typickými způsoby využití jsou elektrické pohony (Mitsubishi-MiEV, Honda Fit EV) a solární osvětlení. Na obrázku č. 13 je vyobrazen vyrobený elektrochemický článek v měřicí cele s elektrodou LTO. [33] [34]



Obrázek 13: Vyrobený elektrochemický článek s elektrodou LTO v měřicí cele

- **Lithium-nikl-mangan-kobalt-oxid (NMC)**

Elektrody na bázi NMC ($\text{LiMn}_{1/3}\text{Ni}_{1/3}\text{Co}_{1/3}\text{O}_2$) vhodně kombinují vlastnosti niklu a manganu. Nikl má vysokou specifickou energii ale špatnou stabilitu. Mangan má velmi nízký vnitřní odpor ale nízkou specifickou energii. Využívá se jako materiál pro kladnou elektrodu. Akumulátory s NMC elektrodou se využívají pro elektrické nářadí, elektrická kola a další elektrické pohony. Výhodami je bezpečnost, vysoká životnost a také poskytují vysoký výkon a kapacitu. V poslední době se zvyšuje podíl na trhu. [34]

6 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Praktickou částí diplomové práce bylo vytvoření gelových polymerních elektrolytů, následně vybrat kopolymer s nejvyšší vodivostí, ten nanést na elektrodu a proměřit výsledné vlastnosti. V první části byly vytvořeny elektrolyty, které se skládaly ze soli, rozpouštědla, iniciátoru polymerace, síťovacího činidla a různých druhů monomerů. U vybraných monomerů se měnil podíl ku vodivostní složce v hodnotách 5, 10, 15, 20, 25, 30 molárních procent. Z těchto měření byl vybrán monomer MMA z důvodu nejvyšší vodivosti vytvořených vzorků, který se dále používal jako jeden z kopolymerů v následujících měřeních. Monomer MMA se kombinoval s EMA, BMA, IBMA, LMA, TSPMA a EOEMA v podílu 20 molárních procent ku vodivostní složce. Tento poměr byl opět vybrán z důvodu nejlepší vodivosti. GPE s kopolymery byly připravovány tak, že jedním z monomerů byl vždy MMA a druhý monomer byl jeden z výše uvedených, kdy byl měněn jejich poměr zastoupení v rozmezí 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90 a 95%. Konkrétní příklad: 5% MMA a 95% EMA až 95% MMA a 5% EMA. Z těchto měření byl vybrán elektrolyt s nejvyšší vodivostí a ten byl následně použit pro vytvoření elektrochemického článku, který se skládal z lithia, příslušného GPE a elektrodou LTO a NMC. Po vytvoření elektrochemického článku proběhlo měření PEIS, CV, GCPL.

6.1 Postup přípravy vzorků gelových polymerních elektrolytů

Proces výroby gelového polymerního elektrolytu se skládá ze tří hlavních částí. V první části je zapotřebí přesného odměření a odvážení všech použitých chemikálií. Po odvážení jsou vzorky přemístěny na půl hodiny na magnetickou míchačku, kde se všechny látky smísí. Poté je nutná také vizuální kontrola zkumavky, zda jsou přísady rozpuštěné. Celý tento proces probíhá v rukavicovém boxu napuštěném argonovou atmosférou.

Druhá část spočívá v přípravě skleněných forem pro výrobu gelových elektrolytů. V této části bylo důležité formy důkladně vyčistit a složit. Komponenty, ze kterých se forma skládá se očistí isopropylalkoholem, aby při polymeraci UV světlem

nedošlo k nedokonalému zpolymerování z důvodu nečistot na skle. Kompletní forma se skládá ze čtyř částí – sklo, teflonová destička, silikonová fólie a druhé sklo. Takto připravené formy se přemístí do rukavicového boxu, kde se naplní připravenými promíchanými vzorky. Naplněné formy jsou dále přemístěny pod UV lampu, kde se polymerují po dobu 60 minut.

Poslední část zahrnuje vyseknutí gelu ve vakuovém boxu, protože vytvořené gelové polymerní elektrolyty na vzduchu rychle degradují. Po vyseknutí je část gelu přesunuta do vyčištěné cely. Cella se připojí k měřicímu přístroji Potenciostat BioLogic VSP a nastaví se požadované parametry a měřící metody v softwaru EC LAB. Z výsledků měření se vypočítají hodnoty vodivosti a odečtou se hodnoty napětí, které se použijí k analýze elektrochemické stability.

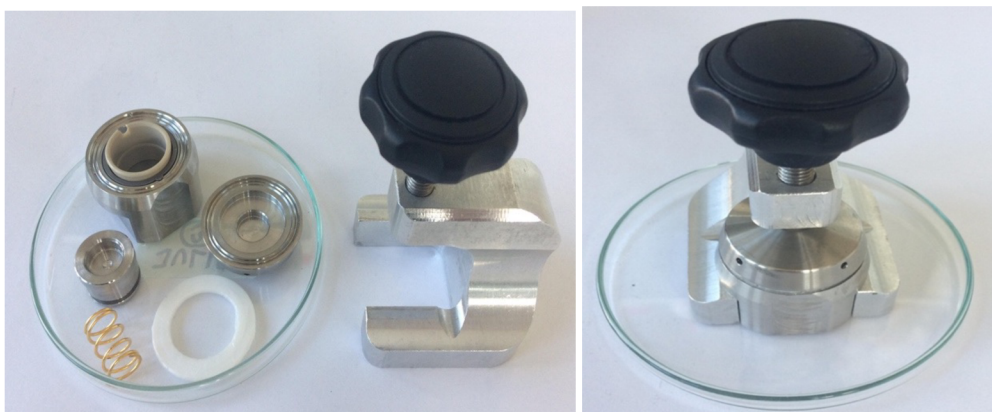
6.2 Použité přístroje a měřící metody

Při přípravě gelových polymerních elektrolytů byly využity následující přístroje a měřící metody:

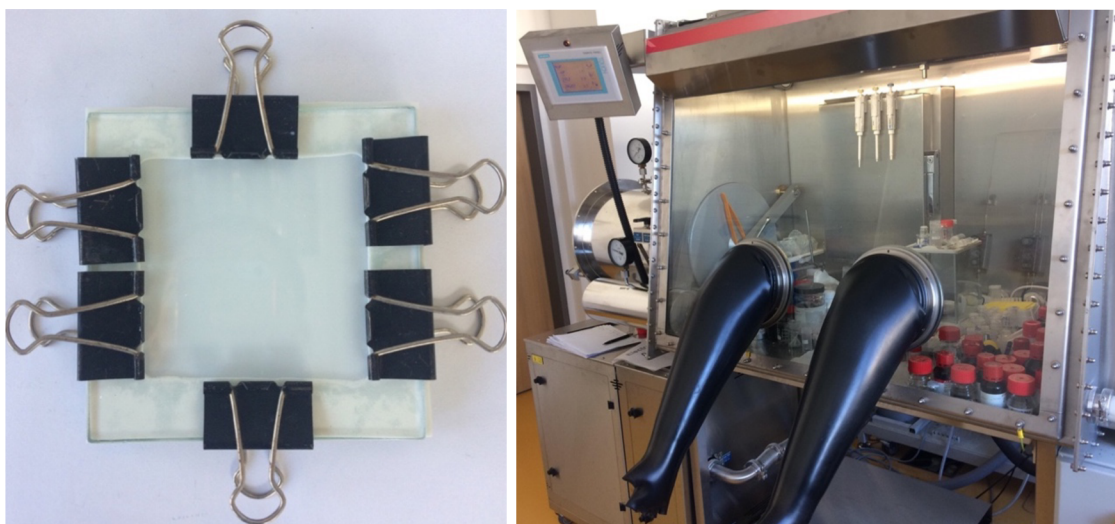
- použité měřící přístroje a nástroje:

- Rukavicový box Jacomex (viz obr. 15)
- Analytické váhy s krytím proti proudění vzduchu
- Pipety a mikropipety
- Laboratorní míchačka s magnetickými míchátky
- Injekční stříkačky pro plnění forem
- Formy skládané z teflonu, skla, silikonu a fólie (viz obr. 15)
- Polymerizační skříň s UV zářením
- Dvouelektroková měřící cely ECC-Std (viz obr. 14)
- PC se softwarem EC-LAB
- Potenciostat BioLogic VSP

- použité měřící metody: LSV, PEIS, CV, GCPL



Obrázek 14: Složená a rozložená měřicí cela



Obrázek 15: Složená forma a rukavicový box Jacomex

6.3 Výpočet složení gelu

Výpočet množství soli a rozpouštědla

Tabulka 1: Hodnoty pro výpočet množství soli a rozpouštědla

	M [g/mol]	ρ [g/cm ³]
Sůl LiPF ₆	151,91	1,5
EC	88,06	1,320
DEC	118,13	0,975

Koncentrace soli $c = 0,5 \text{ M (mol/l)}$, množství rozpouštědla $V = 2 \text{ ml}$,
objem V_{EC} si určují

1) Hmotnost soli: $m_{\text{sůl}} = M \cdot c \cdot V = 151,91 \cdot 0,5 \cdot 0,002 = \mathbf{0,1519 \text{ g}}$

2) Objem soli:

$$V_{\text{sůl}} = \frac{m}{\rho} = \frac{0,1519}{1,5} = 0,101 \text{ ml}$$

3) Objem rozpouštědla:

$$V_{\text{roz}} = V_{\text{celk}} - V_{\text{sůl}} = 2 - 0,101 = \mathbf{1,899 \text{ ml}}$$

$$m_{\text{EC}} = \rho_{\text{EC}} \cdot V_{\text{EC}} = 1,320 \cdot 40 = 52,8 \text{ g} \quad m_{\text{DEC}} = m_{\text{EC}} = 52,8 \text{ g}$$

$$V_{\text{DEC}} = \frac{m_{\text{DEC}}}{\rho_{\text{DEC}}} = \frac{52,8}{0,975} = 54,15 \text{ ml} \quad V_{\text{EC}} + V_{\text{DEC}} = 40 + 54,15 = 94,15 \text{ ml}$$

$$V_{\text{EC}} = \frac{V_{\text{roz}}}{V_{\text{EC+DEC}}} \cdot V_{\text{EC}} = \frac{1,899}{94,15} \cdot 40 = \mathbf{0,807 \text{ ml}}$$

$$V_{\text{DEC}} = \frac{V_{\text{roz}}}{V_{\text{EC+DEC}}} \cdot V_{\text{DEC}} = \frac{1,899}{94,15} \cdot 54,15 = \mathbf{1,092 \text{ ml}}$$

4) Látkové množství:

$$n_{\text{sůl}} = \frac{m_{\text{sůl}}}{M_{\text{sůl}}} = \frac{0,1519}{151,91} = 0,001 \text{ mol}$$

$$m_{\text{EC}} = V_{\text{EC}} \cdot \rho_{\text{EC}} = 0,807 \cdot 1,320 = 1,065 \text{ g} \quad n_{\text{EC}} = \frac{m_{\text{EC}}}{M_{\text{EC}}} = \frac{1,065}{88,06} = 0,0121 \text{ mol}$$

$$m_{\text{DEC}} = V_{\text{DEC}} \cdot \rho_{\text{DEC}} = 1,092 \cdot 0,975 = 1,065 \text{ g} \quad n_{\text{DEC}} = \frac{m_{\text{DEC}}}{M_{\text{DEC}}} = \frac{1,065}{118,13} = 0,009 \text{ mol}$$

Výpočet polymerních složek

Tabulka 2: Hodnoty pro výpočet polymerních složek

	M [g/mol]	ρ [g/cm ³]	n[mol]
MMA	100,12	0,940	$2,76 \cdot 10^{-4}$
EDMA	198,22	1,051	$2,023 \cdot 10^{-4}$
BEE	240,30	1,083	$5,78 \cdot 10^{-5}$

- **Výpočet chemického složení monomeru**

1) Molární podíl MMA 20% ku vodivostní složce

$$100\% = 20\% + 80\%$$

20% = monomer MMA 80% = vodivostní složka (sůl, rozpouštědlo)

$$n_{\text{MMA}} = n_{\text{MMA}_1} \cdot 20 = 2,76 \cdot 10^{-4} \cdot 20 = 5,52 \cdot 10^{-3} \text{ mol}$$

2) Hmotnost a objem MMA

$$m_{\text{MMA}} = M_{\text{MMA}} \cdot n_{\text{MMA}} = 100,12 \cdot 5,52 \cdot 10^{-3} = 0,5526 \text{ g}$$

$$V_{\text{MMA}} = \frac{m_{\text{MMA}}}{\rho_{\text{MMA}}} = \frac{0,5526}{0,940} = 0,588 \text{ ml} = \mathbf{588 \mu\text{l}}$$

3) Množství iniciátoru a síťovadla

Molární podíl síťovacího činidla a molární podíl iniciátoru jsou staženy ku monomeru.

$$100\% = 3,5\% + 1\% + 95,5\%$$

3,5% = síťovadlo EDMA 1% = iniciátor BEE 95,5% = monomer MMA

$$n_{\text{MMA}_{95,5}} = n_{\text{MMA}} : 95,5 = 5,52 \cdot 10^{-3} : 95,5 = 5,79 \cdot 10^{-5} \text{ mol}$$

4) Hmotnost a objem síťovadla a iniciátoru

$$m_{\text{EDMA}} = M_{\text{EDMA}} \cdot n_{\text{EDMA}_{3,5}} = 2,023 \cdot 10^{-4} \cdot 198,22 = 0,0401 \text{ g}$$

$$V_{\text{EDMA}} = \frac{m_{\text{EDMA}}}{\rho_{\text{EDMA}}} = \frac{0,0401}{1,051} = 0,0382 \text{ ml} = \mathbf{38,2 \mu\text{l}}$$

$$m_{\text{BEE}} = M_{\text{BEE}} \cdot n_{\text{BEE}} = 5,78 \cdot 10^{-5} \cdot 240,30 = 0,0139 \text{ g} = \mathbf{13,9 \text{ mg}}$$

Tabulka 3: Přehled výsledků výpočtu složení GPE s 20 mol% MMA

Látka	Množství
Sůl LiPF ₆	0,1519 g
Rozpouštědlo EC/DEC	1,899 ml
Monomer	588 μl
Iniciátor polymerace BEE	13,9 mg
Síťovací činidlo EDMA	38,2 μl

- **Výpočet chemického složení kopolymeru**

- koncentrace soli 0,5 M, množství rozpouštědla 2 ml
- molární podíl kopolymeru ku vodivostní složce 20%
- $n_{\text{sůl}} = 0,001 \text{ mol}$, $n_{\text{EC}} = 0,0121 \text{ mol}$, $n_{\text{DEC}} = 0,009 \text{ mol}$

celkové látkové množství vodivostní složky $n_{\text{celkové}} = 0,0221 \text{ mol}$

$$100 = 20 + 80 \rightarrow 0,0221 : 80 = 2,7625 \cdot 10^{-4}$$

$$n_{\text{kopolymer}} = 2,7625 \cdot 10^{-4} \cdot 20 = 5,525 \cdot 10^{-3} \text{ mol}$$

Příklad výpočtu pro 95% MMA a 5% EMA

$$n_{95 \text{ MMA}} = \frac{n_{\text{MMA}} \cdot 95}{100} = \frac{5,525 \cdot 10^{-3} \cdot 95}{100} = 5,249 \cdot 10^{-3} \text{ mol}$$

$$m_{95 \text{ MMA}} = M_{\text{MMA}} \cdot n_{95 \text{ MMA}} = 100,12 \cdot 5,249 \cdot 10^{-3} = 0,525 \text{ g}$$

$$V_{95 \text{ MMA}} = \frac{m_{\text{MMA}}}{\rho_{\text{MMA}}} = \frac{0,525}{0,940} = 0,559 \text{ ml} = \mathbf{559 \mu l}$$

$$n_{5 \text{ EMA}} = \frac{n_{\text{EMA}} \cdot 5}{100} = \frac{5,525 \cdot 10^{-3} \cdot 5}{100} = 2,765 \cdot 10^{-3} \text{ mol}$$

$$m_{5 \text{ EMA}} = M_{\text{EMA}} \cdot n_{5 \text{ EMA}} = 114,14 \cdot 2,765 \cdot 10^{-3} = 0,3156 \text{ g}$$

$$V_{5 \text{ EMA}} = \frac{m_{\text{EMA}}}{\rho_{\text{EMA}}} = \frac{0,3156}{0,917} = 0,344 \text{ ml} = \mathbf{344 \mu l}$$

6.4 Vyhodnocení měření monomerů

V následujících tabulkách č. 4 až 10 jsou zaznamenány informace o chemickém složení GPE, jejich vlastnostech, vodivosti a napětí při 5 a 10 μA . Dále jsou data o vodivosti a potenciálová okna vyobrazena v grafech dále pod tabulkami.

Tabulka 4: Výsledky měření GPE s monomerem EMA

monomer	látka	množství	vlastnosti	γ [mS/cm]	Potenciálové okno	
					5 μA [V]	10 μA [V]
EMA 5 mol%	LiPF ₆	0,1519g	nezipolymeroval, málo monomeru	-	-	-
	EC/DEC	1,899 ml				
	EMA	0,145 ml				
	BEE	0,0029 g				
	EDMA	8 μl				
EMA 10 mol%	LiPF ₆	0,1519g	nezipolymeroval, málo monomeru	-	-	-
	EC/DEC	1,899 ml				
	EMA	0,306 ml				
	BEE	0,0062 g				
	EDMA	17 μl				
EMA 15 mol%	LiPF ₆	0,1519g	čirý, průhledný. hodně elastický, vlhký, měkký, neadhezivní	5,83	3,17	4,21
	EC/DEC	1,899 ml				
	EMA	0,486 ml				
	BEE	0,0098 g				
	EDMA	27 μl				
EMA 20 mol%	LiPF ₆	0,1519g	průhledný, čirý, mírně vlhký, mírně lepkavý, měkký, pružný, dobré elastické vlastnosti	3,07	3,64	4,56
	EC/DEC	1,899 ml				
	EMA	0,688 ml				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μl				
EMA 25 mol%	LiPF ₆	0,1519g	průhledný, čirý, elastický,	1,74	4,30	4,93
	EC/DEC	1,899 ml				

	EMA	0,917ml	neadhezivní			
	BEE	0,0185 g				
	EDMA	50,9 μ l				
EMA 30 mol%	LiPF6	0,1519g	průhledný, čirý, neadhezivní, dobré elastické vlastnosti, dobrá manipulace	0,99	4,07	4,89
	EC/DEC	1,899 ml				
	EMA	1,179 ml				
	BEE	0,0238 g				
	EDMA	65,5 μ l				

Tabulka 5: Výsledky měření GPE s monomerem BMA

monomer	látka	množství	vlastnosti	γ [mS/cm]	Potenciálové okno	
					5 μ A [V]	10 μ A [V]
BMA 5 mol%	LiPF6	0,1519g	nezpolymeroval, málo monomeru	-	-	-
	EC/DEC	1,899 ml				
	BMA	0,185 ml				
	BEE	0,0029 g				
	EDMA	8 μ l				
BMA 10 mol%	LiPF6	0,1519g	nezpolymeroval, málo monomeru	-	-	-
	EC/DEC	1,899 ml				
	BMA	0,391 ml				
	BEE	0,0062 g				
	EDMA	17 μ l				
BMA 15 mol%	LiPF6	0,1519g	vlhký, matný, elastický, nelámavý, tenký	0,04	4,14	4,89
	EC/DEC	1,899 ml				
	BMA	0,621 ml				
	BEE	0,0098 g				
	EDMA	27 μ l				
BMA 20 mol%	LiPF6	0,1519g	vlhký, matný, elastický, nelámavý, tenký	0,05	3,92	4,66
	EC/DEC	1,899 ml				
	BMA	0,879 ml				
	BEE	0,0139 g				

	EDMA	38,2 μ l				
BMA 25 mol%	LiPF6	0,1519g	matný, mírně vlhký, neadhezivní, málo elastický, měkký	0,07	3,22	4,09
	EC/DEC	1,899 ml				
	BMA	1,072ml				
	BEE	0,0185 g				
	EDMA	50,9 μ l				
BMA 30 mol%	LiPF6	0,1519g	matný, mírně vlhký, neadhezivní, málo elastický, měkký	0,01	3,38	4,41
	EC/DEC	1,899 ml				
	BMA	1,507 ml				
	BEE	0,0238 g				
	EDMA	65,5 μ l				

Tabulka 6: Výsledky měření GPE s monomerem IBMA

monomer	látka	množství	vlastnosti	γ [mS/cm]	Potenciálové okno	
					5 μ A [V]	10 μ A [V]
IBMA 5 mol%	LiPF6	0,1519 g	nezpolymeroval, málo monomeru	-	-	-
	EC/DEC	1,899 ml				
	IBMA	0,187 ml				
	BEE	0,0029 g				
	EDMA	8 μ l				
IBMA 10 mol%	LiPF6	0,1519g	částečně zpolymeroval, málo monomeru	-	-	-
	EC/DEC	1,899 ml				
	IBMA	0,394 ml				
	BEE	0,0062 g				
	EDMA	17 μ l				
IBMA 15 mol%	LiPF6	0,1519g	hodně vlhký, zbarven do bíla, elastický, nelepkavý	0,05	2,50	3,30
	EC/DEC	1,899 ml				
	IBMA	0,626 ml				
	BEE	0,0098 g				
	EDMA	27 μ l				
IBMA	LiPF6	0,1519g	tvrdší, pevný,	$8,45 \cdot 10^{-3}$	3,97	4,91

20 mol%	EC/DEC	1,899 ml	pružný, matný, spíše suchý			
	IBMA	0,887 ml				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
IBMA 25 mol%	LiPF6	0,1519g	dobrá manipulace, tvrdší, matný, pevný, pružný, spíše suchý	$7,12 \cdot 10^{-3}$	4,12	4,95
	EC/DEC	1,899 ml				
	IBMA	1,183ml				
	BEE	0,0185 g				
IBMA 30 mol%	EDMA	50,9 μ l	tvrdý, matný, méně elastický, dobrá manipulace, suchý	$2,23 \cdot 10^{-3}$	4,38	> 5,10
	LiPF6	0,1519g				
	EC/DEC	1,899 ml				
	IBMA	1,507 ml				
	BEE	0,0238 g				
EDMA	65,5 μ l					

Tabulka 7: Výsledky měření GPE s monomerem LMA

monomer	látka	množství	vlastnosti	γ [mS/cm]	Potenciálové okno	
					5 μ A [V]	10 μ A [V]
LMA 5 mol%	LiPF6	0,1519 g	nezpolymeroval, málo monomeru	-	-	-
	EC/DEC	1,899 ml				
	LMA	0,341 ml				
	BEE	0,0029 g				
	EDMA	8 μ l				
LMA 10 mol%	LiPF6	0,1519g	nezpolymeroval, málo monomeru	-	-	-
	EC/DEC	1,899 ml				
	LMA	0,720 ml				
	BEE	0,0062 g				
	EDMA	17 μ l				
LMA 15 mol%	LiPF6	0,1519g	nezpolymeroval, málo monomeru	-	-	-
	EC/DEC	1,899 ml				
	LMA	1,144 ml				

	BEE	0,0098 g				
	EDMA	27 μ l				
LMA 20 mol%	LiPF6	0,1519g	velmi lepkavý, lehce matný, vlhký, elastický	$2,17 \cdot 10^{-3}$	1,53	4,25
	EC/DEC	1,899 ml				
	LMA	0,879 ml				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
LMA 25 mol%	LiPF6	0,1519g	lehce matný, mírně elastický, velmi lepkavý, vlhký	nelze odečíst	2,97	4,74
	EC/DEC	1,899 ml				
	LMA	1,072ml				
	BEE	0,0185 g				
	EDMA	50,9 μ l				
LMA 30 mol%	LiPF6	0,1519g	málo vlhký, málo elastický, matný, tvrdý	nelze odečíst	2,56	> 5
	EC/DEC	1,899 ml				
	LMA	1,507 ml				
	BEE	0,0238 g				
	EDMA	65,5 μ l				

Tabulka 8: Výsledky měření GPE s monomerem TSPMA

monomer	látka	množství	vlastnosti	γ [mS/cm]	Potenciálové okno	
					5 μ A	10 μ A
TSPMA 5 mol%	LiPF6	0,1519g	nezpolymeroval, málo monomeru	-	-	-
	EC/DEC	1,899 ml				
	TSPMA	0,277 ml				
	BEE	0,0029 g				
	EDMA	8 μ l				
TSPMA 10 mol%	LiPF6	0,1519g	nezpolymeroval, málo monomeru	-	-	-
	EC/DEC	1,899 ml				
	TSPMA	0,584 ml				
	BEE	0,0062 g				
	EDMA	17 μ l				

TSPMA 15 mol%	LiPF6	0,1519g	velmi dobrá manipulace, lehce matný, elastický, málo lepkavý, vlhký	5,57	3,07	3,60
	EC/DEC	1,899 ml				
	TSPMA	0,927 ml				
	BEE	0,0098 g				
	EDMA	27 μ l				
TSPMA 20 mol%	LiPF6	0,1519g	čirý, průhledný, nelepkavý, křehký, dobrá manipulace	1,23	3,63	4,09
	EC/DEC	1,899 ml				
	TSPMA	1,314 ml				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
TSPMA 25 mol%	LiPF6	0,1519g	čirý, průhledný, nelepkavý, křehký - drolí se, dobrá manipulace	0,89	2,48	2,59
	EC/DEC	1,899 ml				
	TSPMA	1,751 ml				
	BEE	0,0185 g				
	EDMA	50,9 μ l				
TSPMA 30 mol%	LiPF6	0,1519g	čirý, průhledný, nelepkavý, křehký - drolí se, dobrá manipulace	0,51	3,31	4,27
	EC/DEC	1,899 ml				
	TSPMA	2,252 ml				
	BEE	0,0238 g				
	EDMA	65,5 μ l				

Tabulka 9: Výsledky měření GPE s monomerem EOEMA

monomer	látka	množství	vlastnosti	γ [mS/cm]	Potenciálové okno	
					5 μ A [V]	10 μ A [V]
EOEMA 5 mol%	LiPF6	0,1519 g	nezipolymeroval, málo monomeru	-	-	-
	EC/DEC	1,899 ml				
	EOEMA	0,191 ml				
	BEE	0,0029 g				
	EDMA	8 μ l				

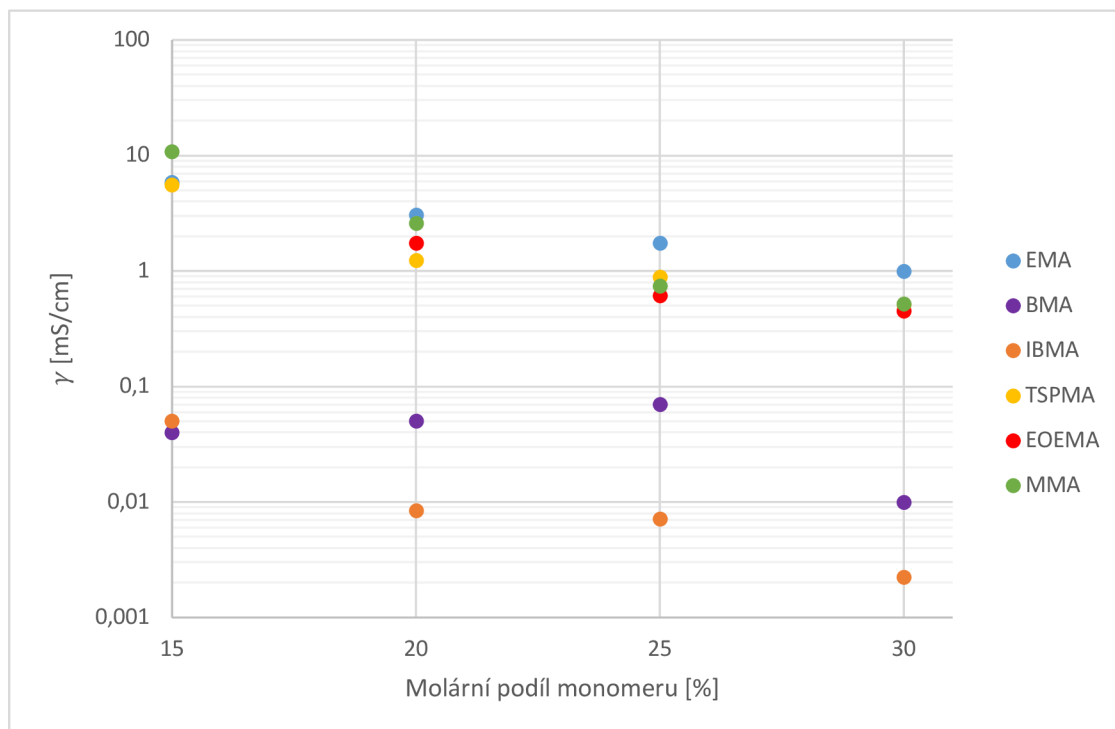
EOEMA 10 mol%	LiPF6	0,1519g	nezipolymeroval, málo monomeru	-	-	-
	EC/DEC	1,899 ml				
	EOEMA	0,403 ml				
	BEE	0,0062 g				
	EDMA	17 μ l				
EOEMA 15 mol%	LiPF6	0,1519g	nezipolymeroval, málo monomeru	-	-	-
	EC/DEC	1,899 ml				
	EOEMA	0,640 ml				
	BEE	0,0098 g				
	EDMA	27 μ l				
EOEMA 20 mol%	LiPF6	0,1519g	čirý gel, vysoce drolivý, špatná manipulace, vysoce lámavý	1,74	4,99	>5,10
	EC/DEC	1,899 ml				
	EOEMA	0,907 ml				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
EOEMA 25 mol%	LiPF6	0,1519g	čirý gel, vysoce drolivý, špatná manipulace, vysoce lámavý	0,61	4,81	> 5,10
	EC/DEC	1,899 ml				
	EOEMA	1,209ml				
	BEE	0,0185 g				
	EDMA	50,9 μ l				
EOEMA 30 mol%	LiPF6	0,1519g	čirý gel, vysoce drolivý, špatná manipulace, vysoce lámavý, pevný	0,45	4,90	> 5,10
	EC/DEC	1,899 ml				
	EOEMA	1,507 ml				
	BEE	0,0238 g				
	EDMA	65,5 μ l				

Tabulka 10: Výsledky měření GPE s monomerem MMA

monomer	látka	množství	vlastnosti	γ [mS/cm]	Potenciálové okno	
					5 μ A [V]	10 μ A [V]
MMA 5 mol%	LiPF6	0,1519g	nezipolymeroval, málo monomeru	-	-	-
	EC/DEC	1,899 ml				

	MMA	124 μ l				
	BEE	0,0029 g				
	EDMA	8 μ l				
MMA 10 mol%	LiPF6	0,1519g	nezpolymeroval, málo monomeru	-	-	-
	EC/DEC	1,899 ml				
	MMA	262 μ l				
	BEE	0,0062 g				
	EDMA	17 μ l				
MMA 15 mol%	LiPF6	0,1519g	nezpolymeroval dokonale, velice měkký vlhký	10,75	3,78	4,38
	EC/DEC	1,899 ml				
	MMA	415 μ l				
	BEE	0,0098 g				
	EDMA	27 μ l				
MMA 20 mol%	LiPF6	0,1519g	čirý, lepidlý, suchý, drolivý, špatná manipulace	2,58	4,23	5,10
	EC/DEC	1,899 ml				
	MMA	588 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
MMA 25 mol%	LiPF6	0,1519g	suchý, lepidlý, špatná manipulace, drolivý	0,74	3,45	4,30
	EC/DEC	1,899 ml				
	MMA	789 μ l				
	BEE	0,0185 g				
	EDMA	50,9 μ l				
MMA 30 mol%	LiPF6	0,1519g	suchý, lepidlý, špatná manipulace, drolivý	0,52	2,84	3,17
	EC/DEC	1,899 ml				
	MMA	1,009 ml				
	BEE	0,0238 g				
	EDMA	65,5 μ l				

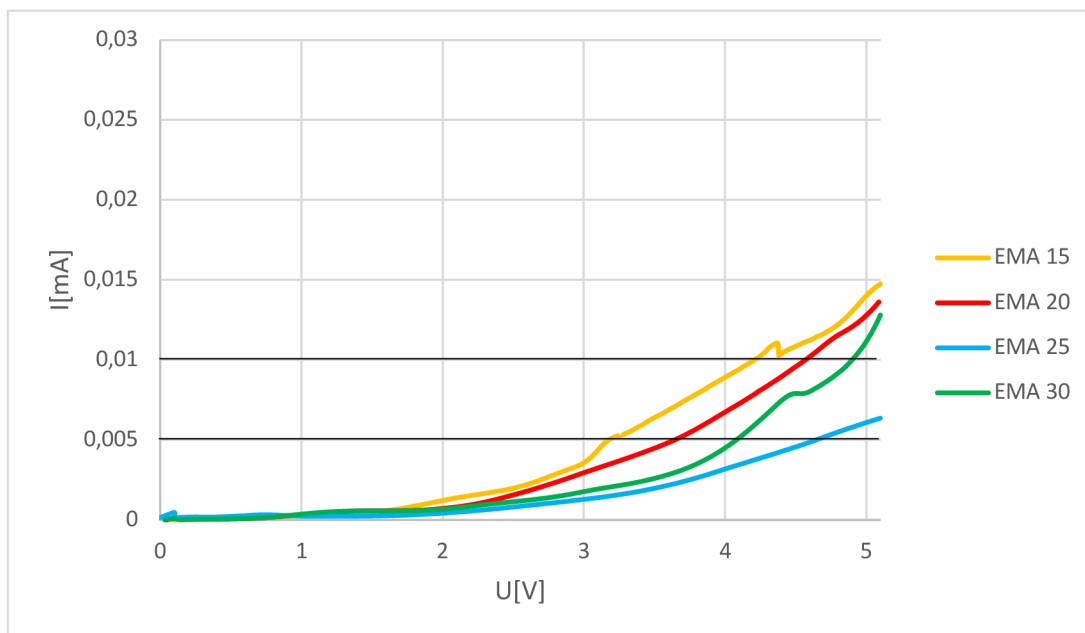
Na obrázku č. 16 je zobrazena závislost molárního podílu monomeru na vodivosti. Bylo zvoleno logaritmické měřítko na svislé ose pro lepší čtení nízkých hodnot vodivosti. Z grafu vidíme, že vodivost klesá s molárním podílem monomeru. Tato závislost se blíží exponenciální. Výjimku tvoří monomer BMA, zde dochází nejdříve k nárůstu vodivosti a poté opět k poklesu. Z grafu vidíme, že nejvyšší vodivosti dosáhly GPE s obsahem monomeru MMA, EMA a TSPMA. Naopak nejnižší vodivosti mají GPE obsahující monomer LMA, BMA a IBMA. V grafu jsou pouze vyhodnoceny molární podíly 15%, 20%, 25% a 30 %, protože gely s molárním podílem 5 a 10 mol% nezpolymerovaly z důvodu nedostatečného množství monomeru ve směsi. Křivka pro LMA nebyla vytvořena, protože byla naměřena jen jedna hodnota vodivosti. Důvodem je neúplná polymerace elektrolytu a celkově obtížná manipulace s elektrolytem.



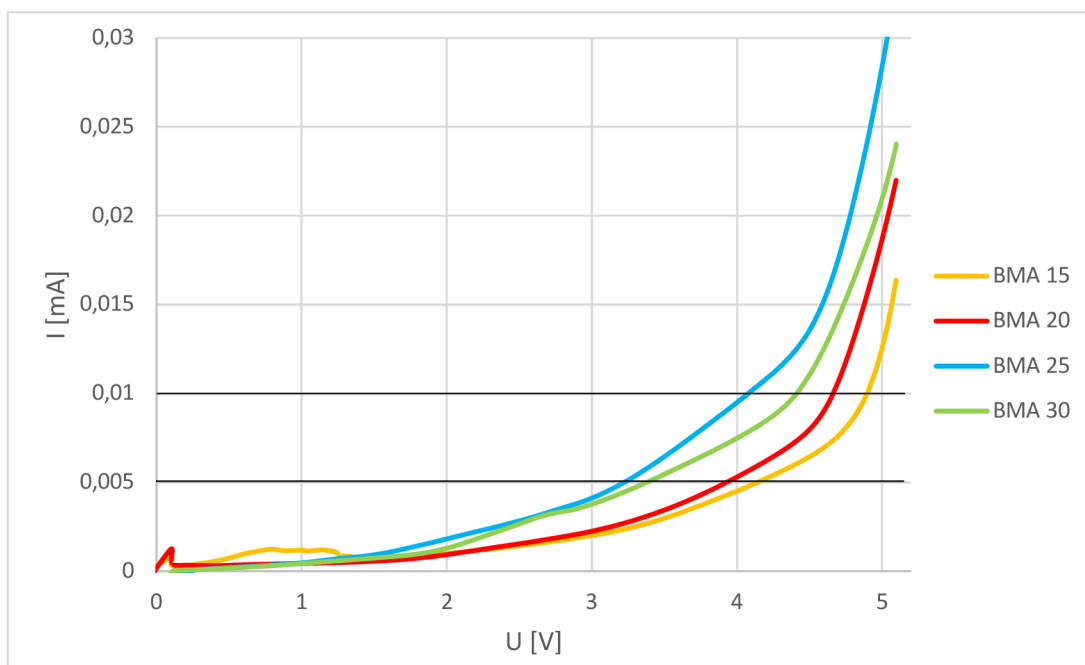
Obrázek 16: Graf závislosti molárního podílu monomeru na vodivosti GPE

Na následujících obrázcích č. 17 až 23 jsou znázorněny průběhy potenciálových oken jednotlivých GPE. Černé čáry vyznačené v grafech značí hranici 5 μA a 10 μA . Z grafů lze vyčíst, že nejvíce stabilní jsou GPE s LMA a EOEMA. Obecně lze říci, že stabilnější jsou vzorky s vyšším molárním podílem monomeru, které ovšem naopak

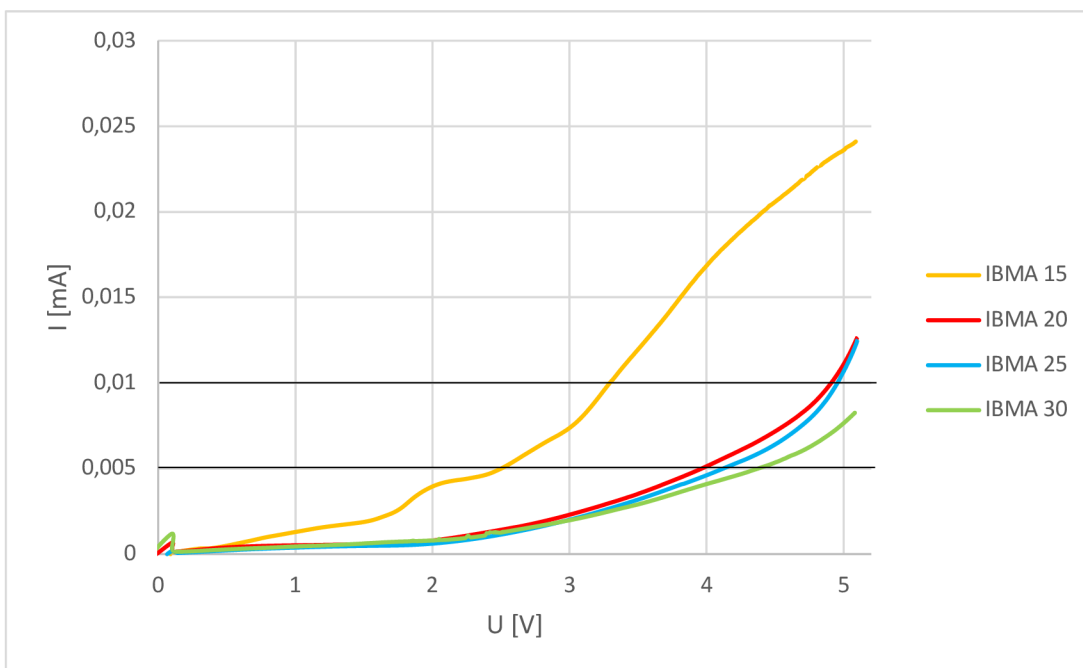
mají nižší vodivost. Nejhorší stability dosáhl GPE s TSPMA, kde není přítomen ani vyhlazený průběh jako je tomu u ostatních vzorků. To značí nestabilitu a probíhající dílčí chemické reakce při přivedení napětí na vzorek.



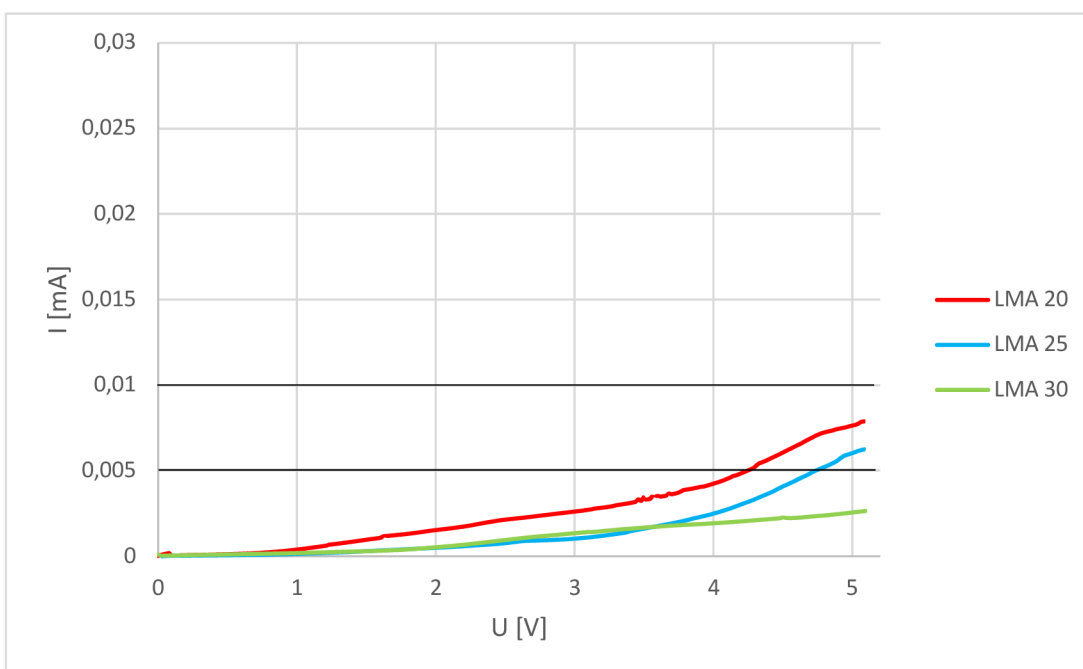
Obrázek 17: Graf potenciálového okna GPE obsahující monomer EMA



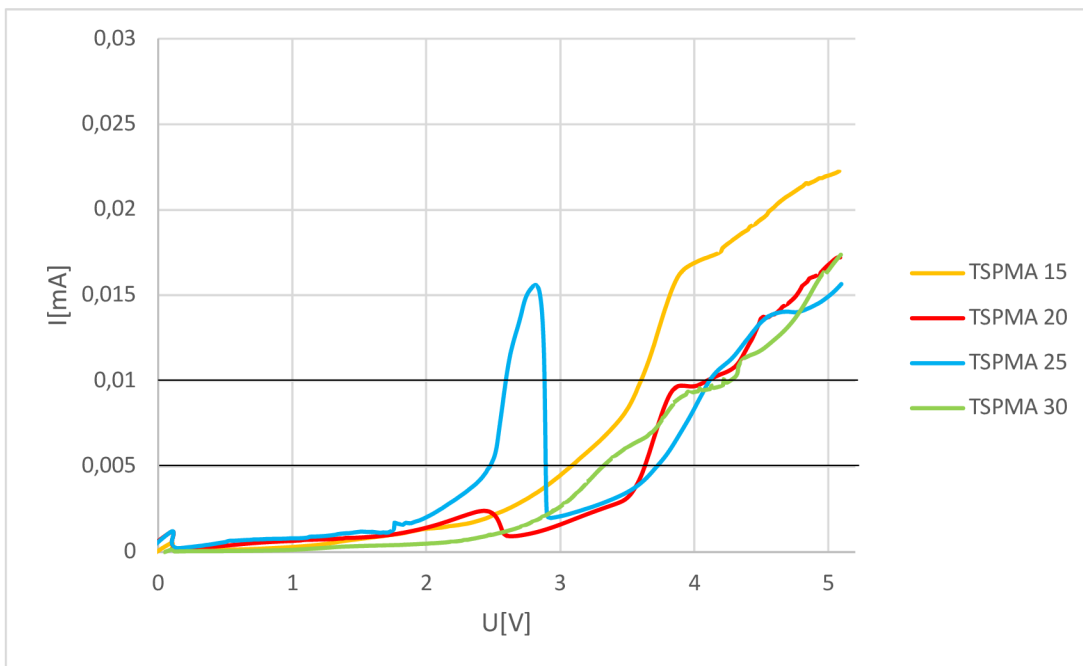
Obrázek 18: Graf potenciálového okna GPE obsahující monomer BMA



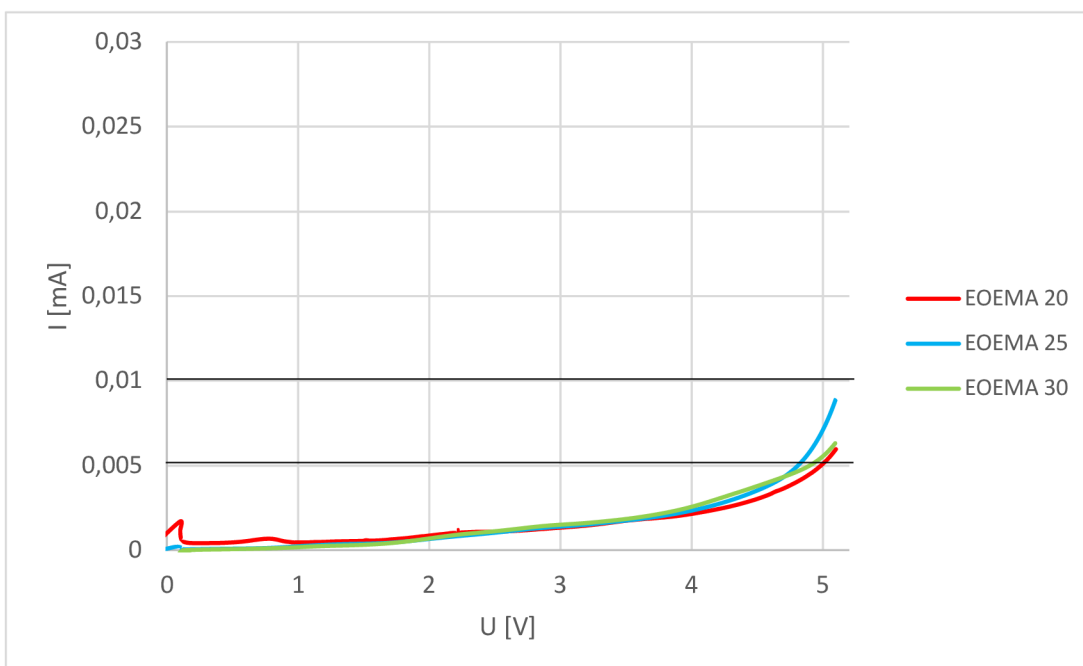
Obrázek 19: Graf potenciálového okna GPE obsahující monomer IBMA



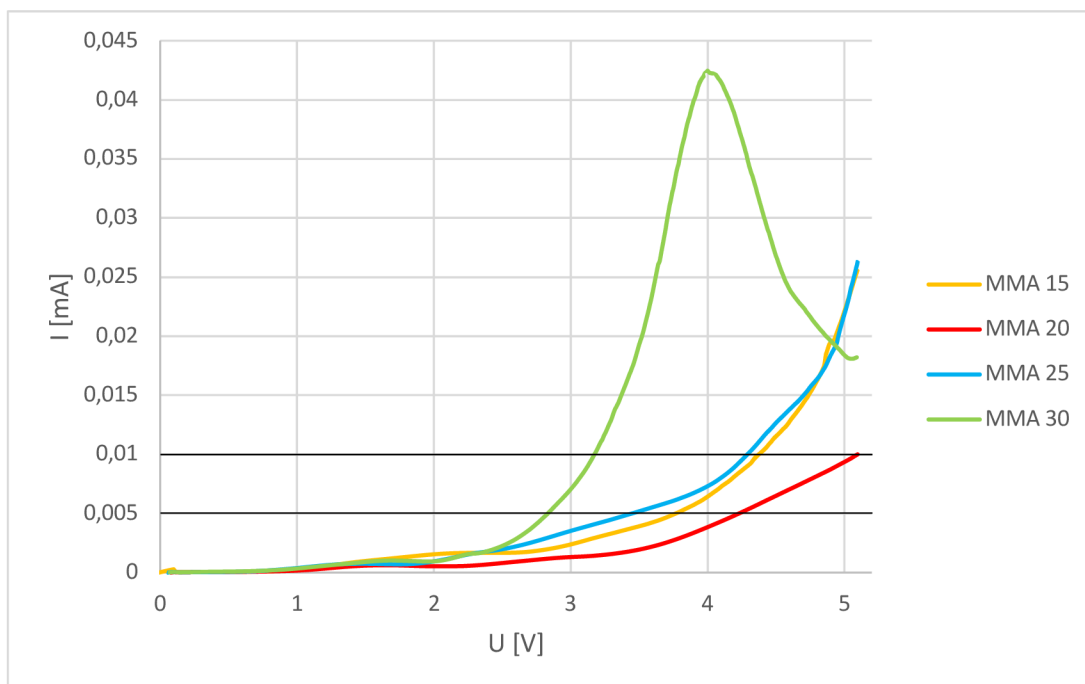
Obrázek 20: Graf potenciálového okna GPE obsahující monomer LMA



Obrázek 21: Graf potenciálového okna GPE obsahující monomer TSPMA



Obrázek 22: Graf potenciálového okna GPE obsahující monomer EOEMA



Obrázek 23: Graf potenciálového okna GPE obsahující monomer MMA

6.5 Vyhodnocení měření kopolymerů

V následujících tabulkách č. 11 až 16 jsou zpracovány výsledky měření gelových polymerních elektrolytů obsahující kopolymery. Jsou zde opět zaznamenány informace o chemickém složení GPE, jejich vlastnostech, vodivosti a napětí při 5 a 10 μA . Níže v textu jsou data o vodivosti a potenciálová okna vyobrazena v grafech.

Tabulka 11: Výsledky měření GPE s kopolymerem EMA, MMA

kopolymer	látka	množství	vlastnosti	γ [mS/cm]	Potenciálové okno	
					5 μA [V]	10 μA [V]
EMA 5 mol% MMA 95 mol%	LiPF ₆	0,1519g	lepivý, drolivý, křehký, málo, elastický, lehce vlhký	3,32	2,5	2,95
	EC/DEC	1,899 ml				
	EMA	34,39 μl				
	MMA	559,05 μl				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μl				

EMA 10 mol% MMA 90 mol%	LiPF6	0,1519g	lepivý, málo elastický, křehký, drolivý, málo vlhký	4,07	3,52	4,34
	EC/DEC	1,899 ml				
	EMA	68,77 μ l				
	MMA	529,62 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
EMA 20 mol% MMA 80 mol%	LiPF6	0,1519g	elastický, dobrá manipulace, lehce vlhký, mírně lepivý	5,52	3,23	3,69
	EC/DEC	1,899 ml				
	EMA	137,54 μ l				
	MMA	470,78 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
EMA 30 mol% MMA 70 mol%	LiPF6	0,1519g	drolivý, lehce vlhký, málo elastický, čirý	2,17	3,09	3,92
	EC/DEC	1,899 ml				
	EMA	206,31 μ l				
	MMA	411,93 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
EMA 40 mol% MMA 60 mol%	LiPF6	0,1519g	velmi lepivý, drolivý, lehce vlhký, čirý, málo elastický	3,30	2,67	3,44
	EC/DEC	1,899 ml				
	EMA	275,08 μ l				
	MMA	353,08 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
EMA 50 mol% MMA 50 mol%	LiPF6	0,1519g	velmi lepivý, málo vlhký, drolivý, čirý	2,20	1,39	2,79
	EC/DEC	1,899 ml				
	EMA	343,85 μ l				
	MMA	294,24 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
EMA 60 mol% MMA	LiPF6	0,1519g	vlhký, čirý, lehce elastický, lehce lepivý, sušší	4,53	3,48	4,44
	EC/DEC	1,899 ml				
	EMA	412,62 μ l				

40 mol%	MMA	235,39 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
EMA 70 mol% MMA 30 mol%	LiPF6	0,1519g	lepivý, málo elastický, čirý, sušší	3,06	2,62	3,65
	EC/DEC	1,899 ml				
	EMA	481,39 μ l				
	MMA	176,54 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
EMA 80 mol% MMA 20 mol%	LiPF6	0,1519g	čirý, sušší, málo adhezivní, drolivý	3,11	3,7	4,39
	EC/DEC	1,899 ml				
	EMA	550,16 μ l				
	MMA	117,69 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
EMA 90 mol% MMA 10 mol%	LiPF6	0,1519g	čirý, sušší, elastický, adhezivní	2,76	2,54	3,13
	EC/DEC	1,899 ml				
	EMA	618,93 μ l				
	MMA	58,85 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
EMA 95 mol% MMA 5 mol%	LiPF6	0,1519g	čirý, sušší, elastický, adhezivní	1,64	4,37	4,75
	EC/DEC	1,899 ml				
	EMA	653,32 μ l				
	MMA	29,42 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				

Tabulka 12: Výsledky měření GPE s kopolymerem BMA, MMA

kopolymer	látka	množství	vlastnosti	γ [mS/cm]	Potenciálové okno	
					5 μ A [V]	10 μ A [V]
BMA 5 mol% MMA 95 mol%	LiPF6	0,1519g	čirý, lehce drolivý, mírně adhezivní, vlhký	2,67	4,54	4,96
	EC/DEC	1,899 ml				
	BMA	43,94 μ l				
	MMA	559,05 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
BMA 10 mol% MMA 90 mol%	LiPF6	0,1519g	elastický, čirý, dobrá manipulace, mírně vlhký	2,10	3,36	> 5
	EC/DEC	1,899 ml				
	BMA	87,88 μ l				
	MMA	529,62 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
BMA 20 mol% MMA 80 mol%	LiPF6	0,1519g	mírně matný, elastický, dobrá manipulace, mírně adhezivní	1,60	1,99	3,77
	EC/DEC	1,899 ml				
	BMA	175,76 μ l				
	MMA	470,78 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
BMA 30 mol% MMA 70 mol%	LiPF6	0,1519g	vlhký, neadhezivní, čirý, elastický, dobrá manipulace	3,67	2,35	3,10
	EC/DEC	1,899 ml				
	BMA	263,64 μ l				
	MMA	411,93 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
BMA 40 mol% MMA 60 mol%	LiPF6	0,1519g	vlhký, nelepivý mírně matný, elastický, dobrá manipulace	3,91	3,02	3,33
	EC/DEC	1,899 ml				
	BMA	351,52 μ l				
	MMA	353,08 μ l				

	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 µl				
BMA 50 mol% MMA 50 mol%	LiPF6	0,1519g	velmi elastický, dobrá manipulace, lehce matný, mírně vlhký	3,17	3,56	4,16
	EC/DEC	1,899 ml				
	BMA	439,40 µl				
	MMA	294,24 µl				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 µl				
BMA 60 mol% MMA 40 mol%	LiPF6	0,1519g	matný, lehce vlhký, elastický, dobrá manipulace	2,04	3,88	4,86
	EC/DEC	1,899 ml				
	BMA	527,29 µl				
	MMA	235,39 µl				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 µl				
BMA 70 mol% MMA 30 mol%	LiPF6	0,1519g	matný, vlhký, elastický, dobrá manipulace	2,69	2,56	3,62
	EC/DEC	1,899 ml				
	BMA	615,17 µl				
	MMA	176,54 µl				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 µl				
BMA 80 mol% MMA 20 mol%	LiPF6	0,1519g	velmi elastický, vlhký, matný, dobrá manipulace	0,41	2,35	3,22
	EC/DEC	1,899 ml				
	BMA	703,05 µl				
	MMA	117,69 µl				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 µl				
BMA 90 mol% MMA 10 mol%	LiPF6	0,1519g	matný, sušší, elastický, dobrá manipulace	0,10	2,59	3,16
	EC/DEC	1,899 ml				
	BMA	790,93 µl				
	MMA	58,85 µl				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 µl				
BMA	LiPF6	0,1519g	matný, elastický			

95 mol% MMA 5 mol%	EC/DEC	1,899 ml	sušší, dobrá manipulace	0,008	2,83	3,25
	BMA	834,87 μ l				
	MMA	29,42 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				

Tabulka 13: Výsledky měření GPE s kopolymerem IBMA, MMA

kopolymer	látka	množství	vlastnosti	γ [mS/cm]	Potenciálové okno	
					5 μ A [V]	10 μ A [V]
IBMA 5 mol% MMA 95 mol%	LiPF6	0,1519g	čirý, dobrá manipulace, sušší, mírně elastický	2,83	3,62	4,55
	EC/DEC	1,899 ml				
	IBMA	44,34 μ l				
	MMA	559,05 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
IBMA 10 mol% MMA 90 mol%	LiPF6	0,1519g	čirý, sušší, drolivý	2,23	4,17	5,05
	EC/DEC	1,899 ml				
	IBMA	88,67 μ l				
	MMA	529,62 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
IBMA 20 mol% MMA 80 mol%	LiPF6	0,1519g	sušší, čirý, drolivý, špatná manipulace	2,56	4,45	4,96
	EC/DEC	1,899 ml				
	IBMA	177,35 μ l				
	MMA	470,78 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
IBMA 30 mol% MMA 70 mol%	LiPF6	0,1519g	mírně vlhký, elastický, čirý	2,18	2,69	3,21
	EC/DEC	1,899 ml				
	IBMA	266,02 μ l				
	MMA	411,93 μ l				

	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
IBMA 40 mol% MMA 60 mol%	LiPF6	0,1519g	vlhký, elastický, dobrá manipulace, neadhezivní	2,17	3,63	4,42
	EC/DEC	1,899 ml				
	IBMA	354,70 μ l				
	MMA	353,08 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
IBMA 50 mol% MMA 50 mol%	LiPF6	0,1519g	elastický, dobrá manipulace, vlhký, mírně matný	2,56	3,91	4,70
	EC/DEC	1,899 ml				
	IBMA	443,37 μ l				
	MMA	294,24 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
IBMA 60 mol% MMA 40 mol%	LiPF6	0,1519g	vlhký, mírně matný, dobrá manipulace, elastický	3,01	3,32	4,14
	EC/DEC	1,899 ml				
	IBMA	532,05 μ l				
	MMA	235,39 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
IBMA 70 mol% MMA 30 mol%	LiPF6	0,1519g	matný, velmi elastický, vlhký, dobrá manipulace	1,67	4,19	5,00
	EC/DEC	1,899 ml				
	IBMA	620,72 μ l				
	MMA	176,54 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
IBMA 80 mol% MMA 20 mol%	LiPF6	0,1519g	elastický, vlhký, dobrá manipulace, matný	0,66	3,04	4,29
	EC/DEC	1,899 ml				
	IBMA	709,40 μ l				
	MMA	117,69 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
IBMA	LiPF6	0,1519g	matný, tvrdý,	0,99	4,22	4,73

90 mol% MMA 10 mol%	EC/DEC	1,899 ml	málo elastický			
	IBMA	798,07 μ l				
	MMA	58,85 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
IBMA 95 mol% MMA 5 mol%	LiPF6	0,1519g	tvrdý, suchý, málo elastický, matný	0,017	3,65	4,60
	EC/DEC	1,899 ml				
	IBMA	842,41 μ l				
	MMA	29,42 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				

Tabulka 14: Výsledky měření GPE s kopolymerem LMA, MMA

kopolymer	látka	množství	vlastnosti	γ [mS/cm]	Potenciálové okno	
					5 μ A [V]	10 μ A [V]
LMA 5 mol% MMA 95 mol%	LiPF6	0,1519g	dobrá manipulace, neadhezivní, elastický	3,51	3,92	4,88
	EC/DEC	1,899 ml				
	LMA	80,97 μ l				
	MMA	559,05 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
LMA 10 mol% MMA 90 mol%	LiPF6	0,1519g	vlhký, čirý, velmi elastický, málo adhezivní	2,79	3,11	3,92
	EC/DEC	1,899 ml				
	LMA	161,94 μ l				
	MMA	529,62 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
LMA 20 mol% MMA 80 mol%	LiPF6	0,1519g	málo elastický, lehce matný, drolivý, měkký, obtížná	1,20	2,22	3,41
	EC/DEC	1,899 ml				
	LMA	323,87 μ l				
	MMA	470,78 μ l				

	BEE	0,0139 g	manipulace			
	EDMA	38,2 μ l				
LMA 30 mol% MMA 70 mol%	LiPF6	0,1519g	vlhký, lehce matný, drolivý, málo elastický	0,58	2,74	3,87
	EC/DEC	1,899 ml				
	LMA	485,81 μ l				
	MMA	411,93 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
LMA 40 mol% MMA 60 mol%	LiPF6	0,1519g	velmi vlhký, lehce matný, obtížná manipulace	0,47	4,82	>5
	EC/DEC	1,899 ml				
	LMA	647,75 μ l				
	MMA	353,08 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
LMA 50 mol% MMA 50 mol%	LiPF6	0,1519g	velmi vlhký, obtížná manipulace, elastický, měkký	nelze odečíst	4,96	>5
	EC/DEC	1,899 ml				
	LMA	809,69 μ l				
	MMA	294,24 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
LMA 60 mol% MMA 40 mol%	LiPF6	0,1519g	velmi vlhký, elastický, měkký, obtížná manipulace	nelze odečíst	>5	>5
	EC/DEC	1,899 ml				
	LMA	971,62 μ l				
	MMA	235,39 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
LMA 70 mol% MMA 30 mol%	LiPF6	0,1519g	vlhký, lehce matný, adhezivní, elastický	nelze odečíst	>5	>5
	EC/DEC	1,899 ml				
	LMA	1133,56 μ l				
	MMA	176,54 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
LMA	LiPF6	0,1519g	lehce matný,	nelze	>5	>5

80 mol% MMA 20 mol%	EC/DEC	1,899 ml	vlhký, mírně adhezivní, elastický	odečíst		
	LMA	1295,50 μ l				
	MMA	117,69 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
LMA 90 mol% MMA 10 mol%	LiPF6	0,1519g	elastický, adhezivní, dobrá manipulace, lehce matný	nelze odečíst	>5	>5
	EC/DEC	1,899 ml				
	LMA	1457,44 μ l				
	MMA	58,85 μ l				
	BEE	0,0139 g				
LMA 95 mol% MMA 5 mol%	LiPF6	0,1519g	elastický, lehce matný, mírně adhezivní, dobrá manipulace	nelze odečíst	>5	>5
	EC/DEC	1,899 ml				
	LMA	1538,40 μ l				
	MMA	29,42 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				

Tabulka 15: Výsledky měření GPE s kopolymerem TSPMA, MMA

kopolymer	látka	množství	vlastnosti	γ [mS/cm]	Potenciálové okno	
					5 μ A [V]	10 μ A [V]
TSPMA 5 mol% MMA 95 mol%	LiPF6	0,1519g	adhezivní, čirý, drolivý, suchý	2,47	3,16	3,98
	EC/DEC	1,899 ml				
	TSPMA	65,65 μ l				
	MMA	559,05 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
TSPMA 10 mol% MMA 90 mol%	LiPF6	0,1519g	čirý, adhezivní, drolivý, suchý	2,17	2,87	4,04
	EC/DEC	1,899 ml				
	TSPMA	131,30 μ l				
	MMA	529,62 μ l				

	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 µl				
TSPMA 20 mol% MMA 80 mol%	LiPF6	0,1519g	adhezivní, drolivý, suchý, čirý	1,71	5,1	>5
	EC/DEC	1,899 ml				
	TSPMA	262,61 µl				
	MMA	470,78µl				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 µl				
TSPMA 30 mol% MMA 70 mol%	LiPF6	0,1519g	adhezivní, drolivý, suchý, čirý	1,53	4,73	>5
	EC/DEC	1,899 ml				
	TSPMA	393,91 µl				
	MMA	411,93 µl				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 µl				
TSPMA 40 mol% MMA 60 mol%	LiPF6	0,1519g	adhezivní, drolivý, suchý, čirý	1,70	3,76	4,65
	EC/DEC	1,899 ml				
	TSPMA	525,22 µl				
	MMA	353,08 µl				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 µl				
TSPMA 50 mol% MMA 50 mol%	LiPF6	0,1519g	vlhký, čirý, lehce adhezivní, dobrá manipulace, elastický	2,00	3,20	3,80
	EC/DEC	1,899 ml				
	TSPMA	656,52 µl				
	MMA	294,24 µl				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 µl				
TSPMA 60 mol% MMA 40 mol%	LiPF6	0,1519g	vlhký, čirý, lehce adhezivní, dobrá manipulace, elastický	1,44	3,39	3,93
	EC/DEC	1,899 ml				
	TSPMA	787,83 µl				
	MMA	235,39 µl				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 µl				
TSPMA	LiPF6	0,1519g	vlhký, čirý, lehce	1,87	3,36	3,94

70 mol% MMA 30 mol%	EC/DEC	1,899 ml	adhezivní, dobrá manipulace, elastický			
	TSPMA	919,13 μ l				
	MMA	176,54 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
TSPMA 80 mol% MMA 20 mol%	LiPF6	0,1519g	elastický, vlhký, dobrá manipulace, vlhký, neadhezivní, čirý	1,09	3,4	4,77
	EC/DEC	1,899 ml				
	TSPMA	1050,44 μ l				
	MMA	117,69 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
TSPMA 90 mol% MMA 10 mol%	LiPF6	0,1519g	elastický, vlhký, dobrá manipulace, vlhký, neadhezivní, čirý	1,42	3,57	3,87
	EC/DEC	1,899 ml				
	TSPMA	1181,74 μ l				
	MMA	58,85 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
TSPMA 95 mol% MMA 5 mol%	LiPF6	0,1519g	elastický, vlhký, dobrá manipulace, vlhký, neadhezivní, čirý	1,50	3,42	3,67
	EC/DEC	1,899 ml				
	TSPMA	1247,38 μ l				
	MMA	29,42 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				

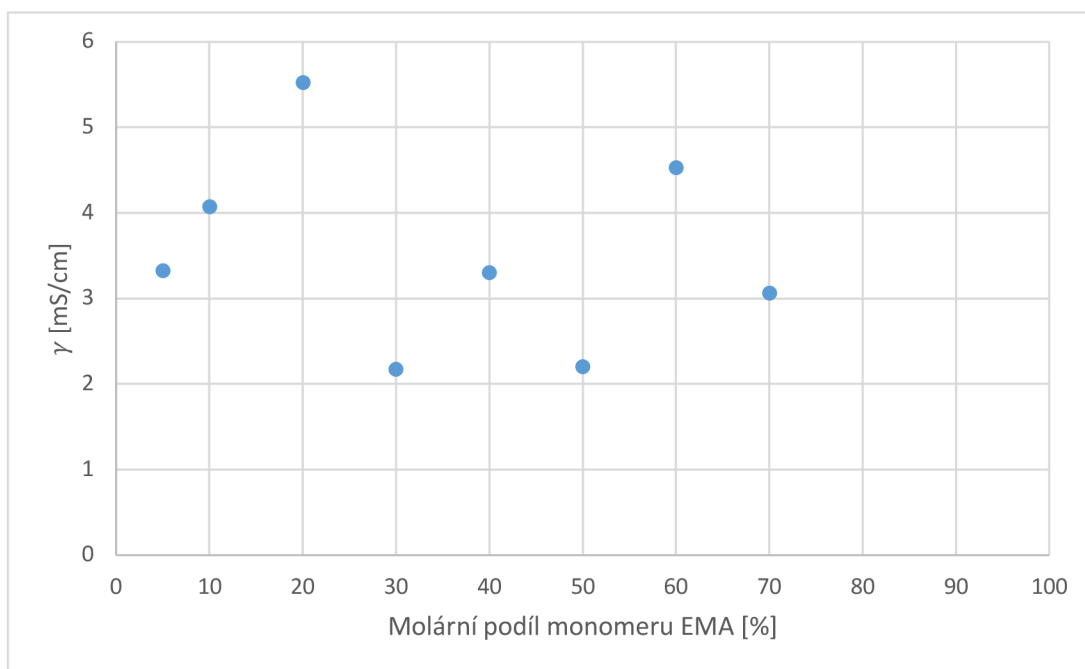
Tabulka 16: Výsledky měření GPE s kopolymerem EOEMA, MMA

kopolymer	látka	množství	vlastnosti	γ [mS/cm]	Potenciálové okno	
					5 μ A [V]	10 μ A [V]
EOEMA 5 mol%	LiPF6	0,1519g	suchý, adhezivní, čirý, málo	2,18	4,22	4,78
	EC/DEC	1,899 ml				

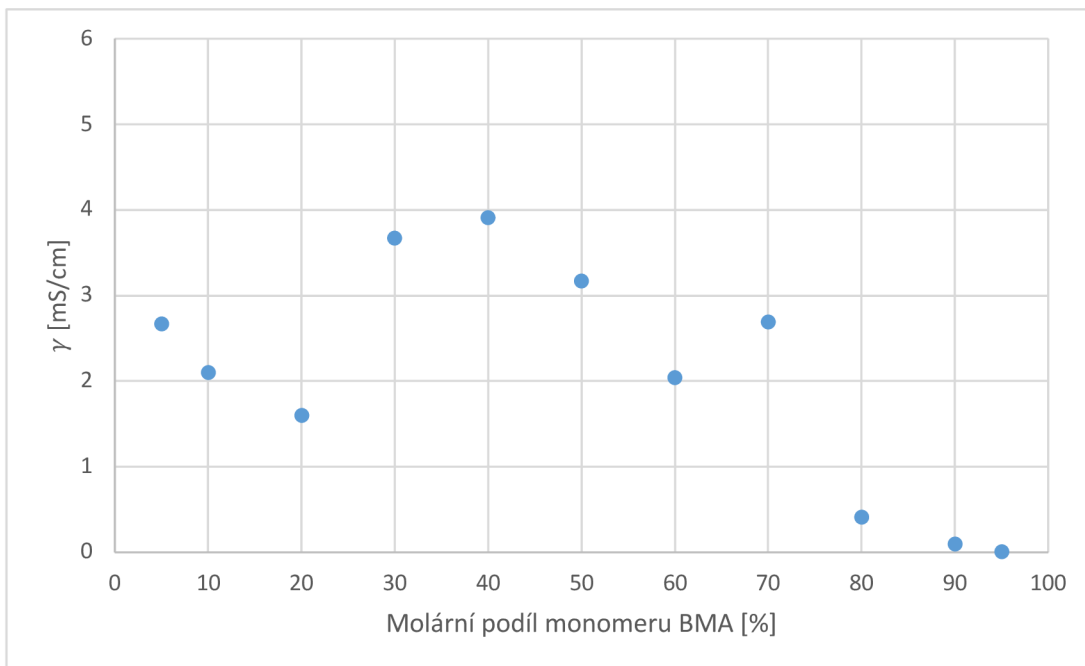
MMA 95 mol%	EOEMA	45,33 μ l	elastický, drolivý			
	MMA	559,05 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
EOEMA 10 mol% MMA 90 mol%	LiPF6	0,1519g	suchý, adhezivní, čirý, málo elastický, drolivý	3,21	3,47	4,44
	EC/DEC	1,899 ml				
	EOEMA	90,66 μ l				
	MMA	529,62 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
EOEMA 20 mol% MMA 80 mol%	LiPF6	0,1519g	suchý, adhezivní, čirý, málo elastický, drolivý	3,37	2,44	3,47
	EC/DEC	1,899 ml				
	EOEMA	181,33 μ l				
	MMA	470,78 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
EOEMA 30 mol% MMA 70 mol%	LiPF6	0,1519g	suchý, adhezivní, čirý, málo elastický, drolivý	2,44	4,65	>5
	EC/DEC	1,899 ml				
	EOEMA	271,99 μ l				
	MMA	411,93 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
EOEMA 40 mol% MMA 60 mol%	LiPF6	0,1519g	suchý, adhezivní, čirý, málo elastický, drolivý	2,01	4,56	>5
	EC/DEC	1,899 ml				
	EOEMA	362,66 μ l				
	MMA	353,08 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
EOEMA 50 mol% MMA 50 mol%	LiPF6	0,1519g	suchý, adhezivní, čirý, málo elastický, drolivý	1,94	4,58	4,91
	EC/DEC	1,899 ml				
	EOEMA	453,32 μ l				
	MMA	294,24 μ l				
	BEE	0,0139 g				

	EDMA	38,2 µl				
EOEMA 60 mol% MMA 40 mol%	LiPF6	0,1519g	suchý, dobrá manipulace, čirý, elastický, adhezivní	1,59	4,08	4,98
	EC/DEC	1,899 ml				
	EOEMA	543,98 µl				
	MMA	235,39 µl				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 µl				
EOEMA 70 mol% MMA 30 mol%	LiPF6	0,1519g	suchý, dobrá manipulace, čirý, elastický, adhezivní	1,49	3,24	3,82
	EC/DEC	1,899 ml				
	EOEMA	634,65 µl				
	MMA	176,54 µl				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 µl				
EOEMA 80 mol% MMA 20 mol%	LiPF6	0,1519g	suchý, dobrá manipulace, čirý, elastický, adhezivní	1,58	4,28	>5
	EC/DEC	1,899 ml				
	EOEMA	725,31 µl				
	MMA	117,69 µl				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 µl				
EOEMA 90 mol% MMA 10 mol%	LiPF6	0,1519g	dobrá manipulace, čirý, málo adhezivní, elastický, sušší	1,48	4,59	5,00
	EC/DEC	1,899 ml				
	EOEMA	815,97 µl				
	MMA	58,85 µl				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 µl				
EOEMA 95 mol% MMA 5 mol%	LiPF6	0,1519g	dobrá manipulace, čirý, málo adhezivní, elastický, sušší	1,33	4,59	4,89
	EC/DEC	1,899 ml				
	EOEMA	861,30 µl				
	MMA	29,42 µl				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 µl				

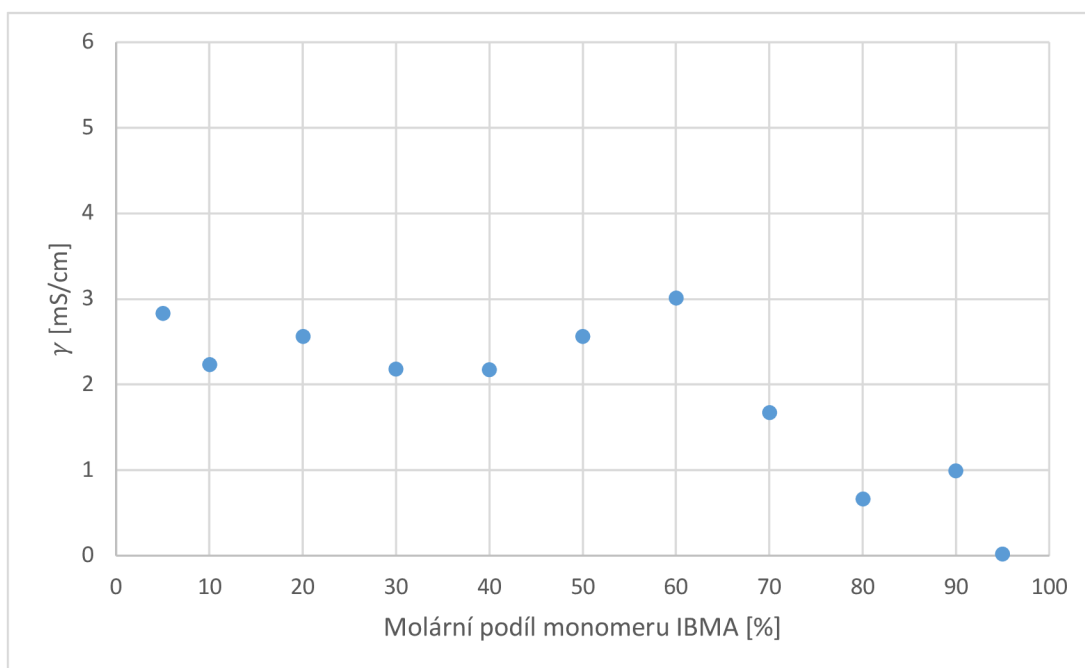
Výsledky měření závislosti vodivosti na molárním podílu monomeru v kopolymeru jsou na obrázcích č. 24 až 29. Nejvyšších hodnot vodivosti dosáhl GPE obsahující kopolymer EMA a MMA. Elektrolyt se složením 20% EMA a 80% MMA má nejvyšší vodivost, proto je dále používán při měření s kladnou a zápornou elektrodou. Obecně lze říci, že hodnoty vodivosti kopolymerů jsou vyšší než vodivosti samostatných monomerů.



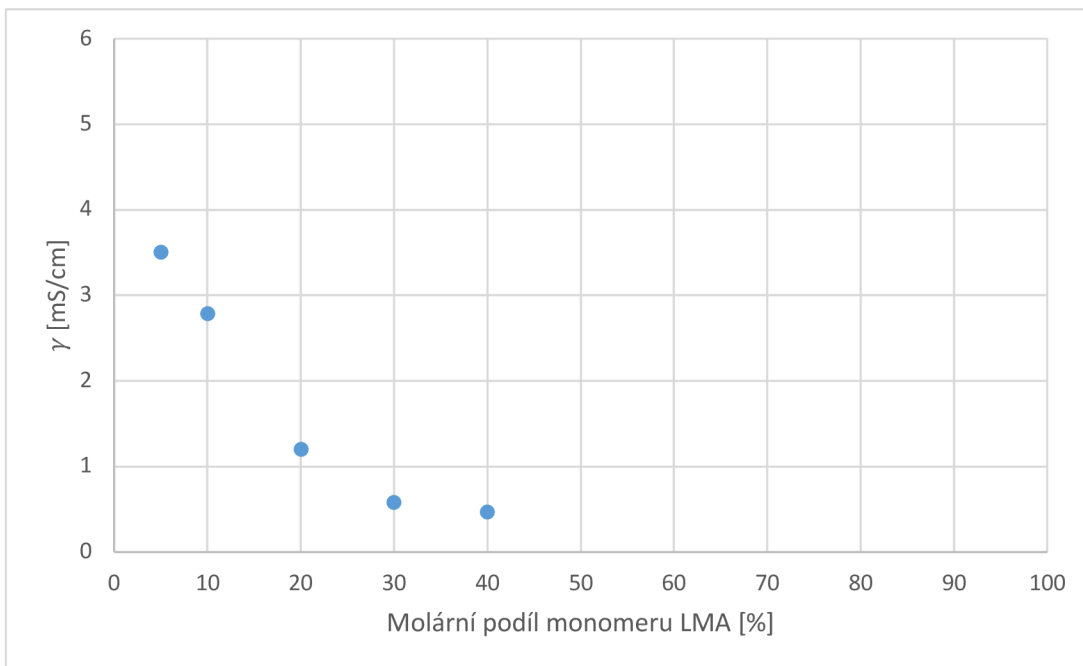
Obrázek 24: Graf závislosti vodivosti na molárním podílu EMA v GPE s kopolymerem EMA, MMA



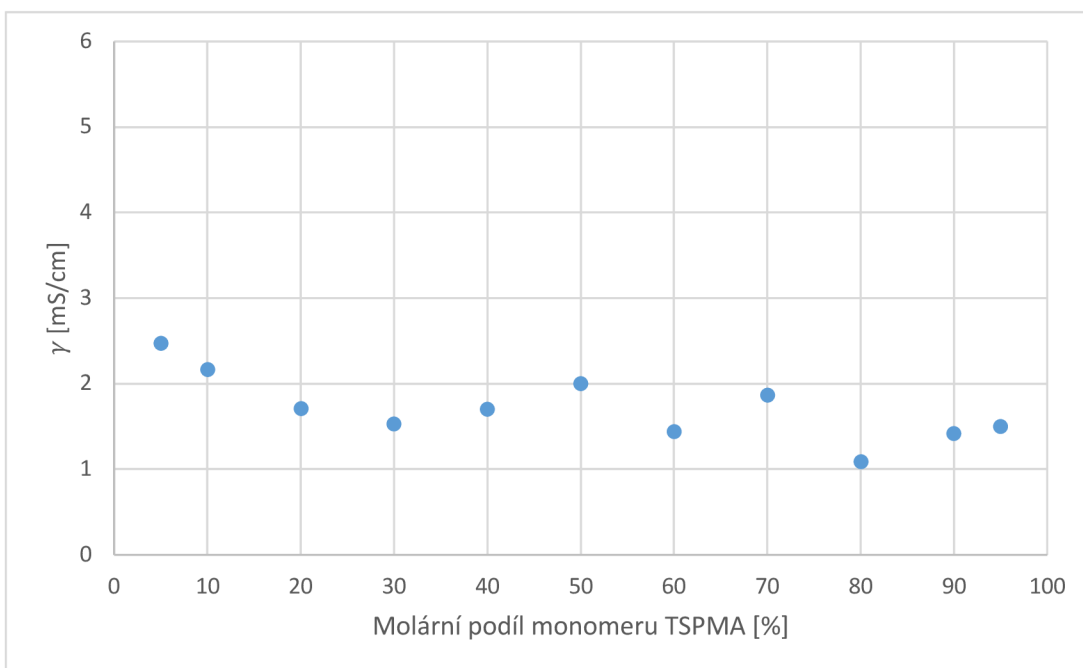
Obrázek 25: Graf závislosti vodivosti na molárním podílu BMA v GPE s kopolymerem BMA, MMA



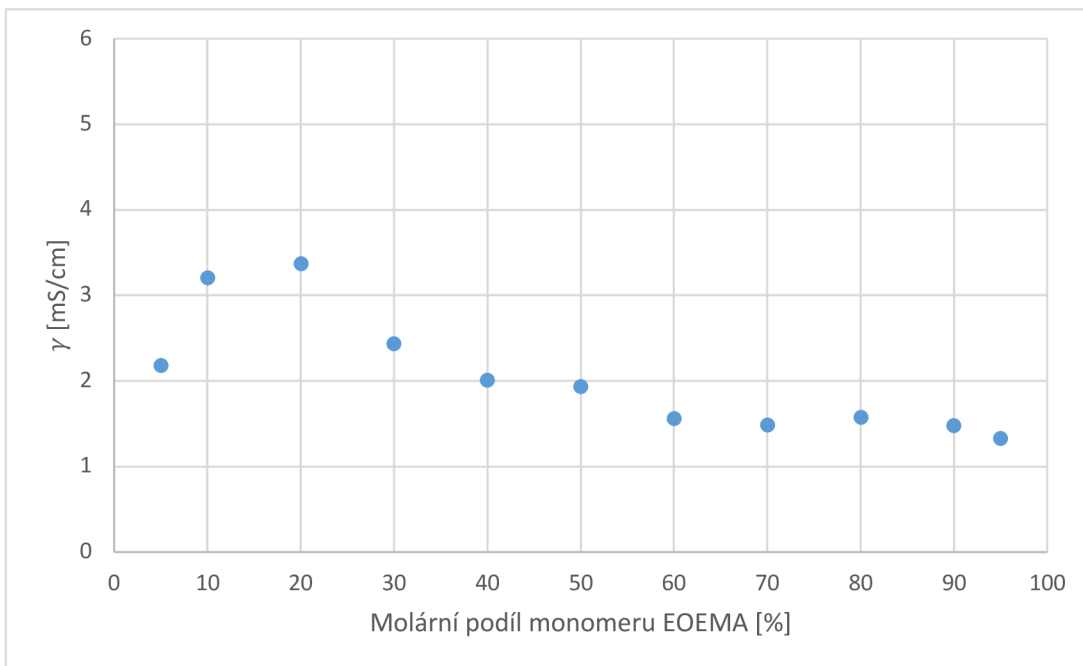
Obrázek 26: Graf závislosti vodivosti na molárním podílu IBMA v GPE s kopolymerem IBMA, MMA



Obrázek 27: Graf závislosti vodivosti na molárním podílu LMA v GPE s kopolymerem LMA, MMA

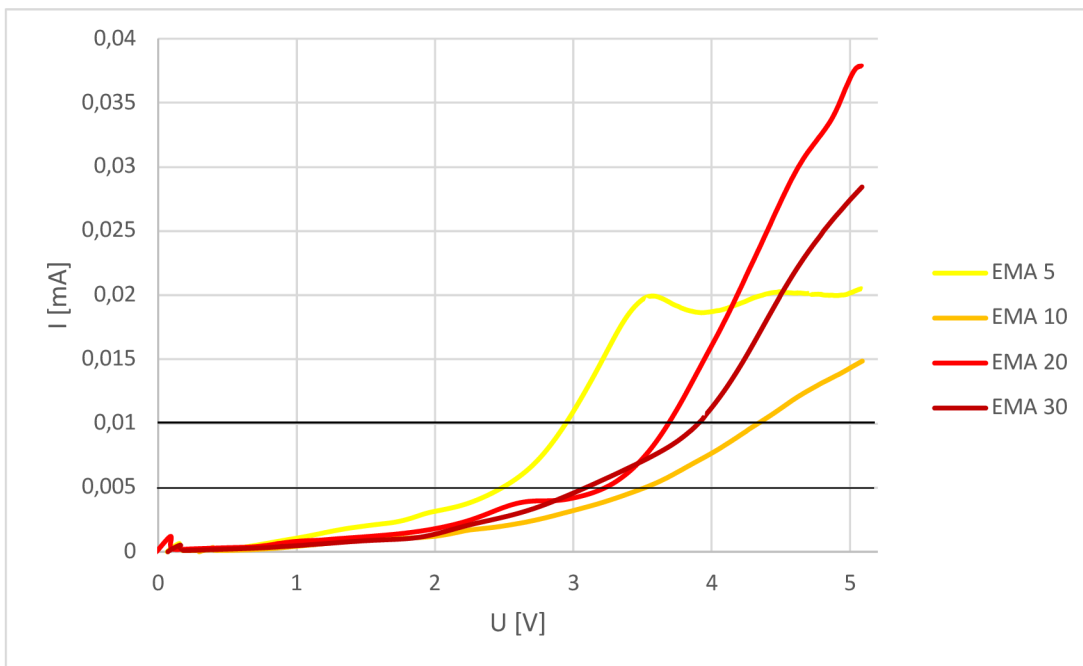


Obrázek 28: Graf závislosti vodivosti na molárním podílu TSPMA v GPE s kopolymerem TSPMA, MMA

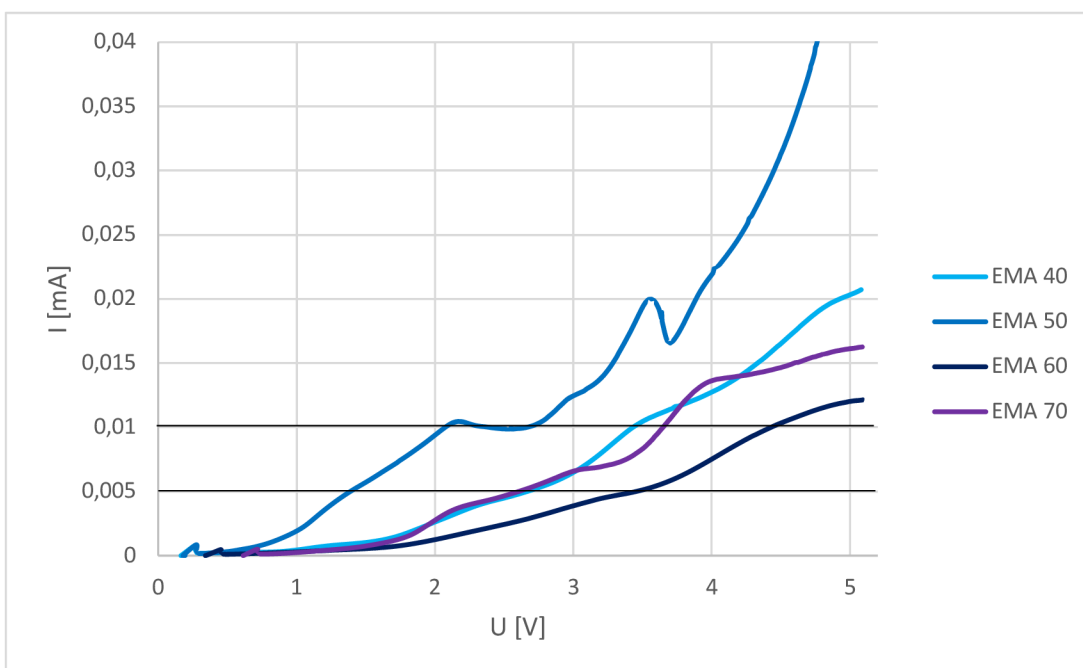


Obrázek 29: Graf závislosti vodivosti na molárním podílu EOEMA v GPE s kopolymerem EOEMA, MMA

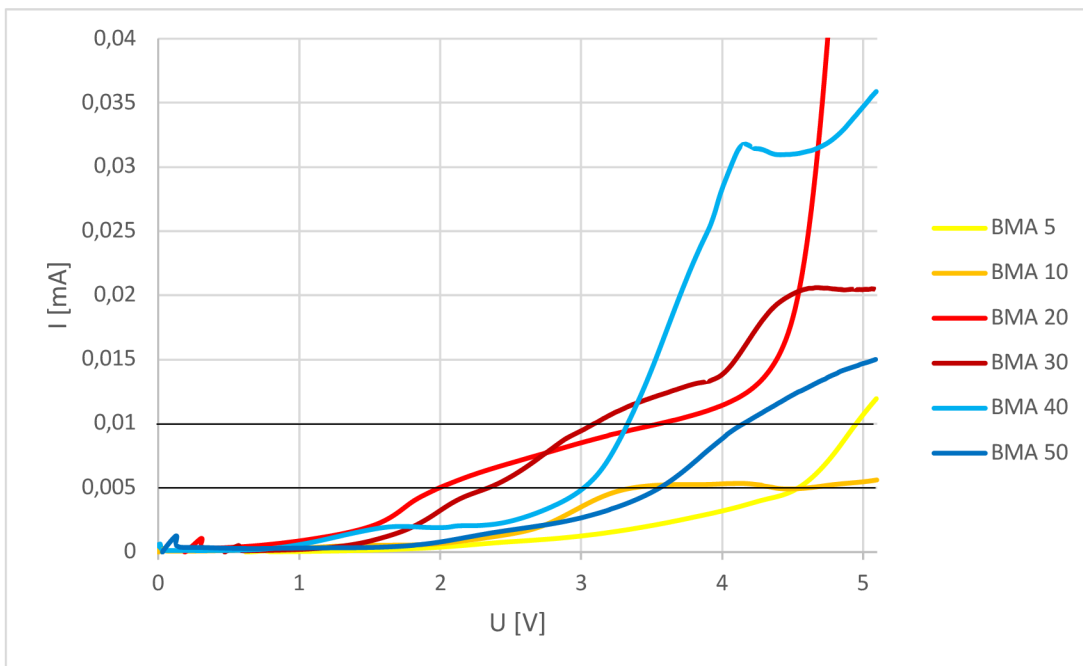
Na následujících obrázcích č. 30 až 40 jsou znázorněny průběhy potenciálových oken jednotlivých GPE. Pro větší přehlednost byly grafy potenciálových oken rozděleny do dvou částí. Z grafů lze vyčíst, že hodnoty elektrochemické stability jsou horší než u monomerů. Platí, že pomaleji stoupající křivka značí lepší elektrochemickou stabilitu. Pro porovnání lze říct, že většina monomerů dosáhla hranice 5 μ A až po překročení napětí 3 V. Ovšem u kopolymerů k překročení této hranice dochází většinou již při napětí 2 V. Vzorek 20% EMA s 80% MMA, který je dále využíván pro nanášení na elektrody dosahuje přibližně stejné stability jako u monomerů v oblasti nižších napětí. Při napětí nad 3,5 V již proud rychle narůstá. To je ovšem trend i u jiných GPE s kopolymerem. Dobrých výsledků v oblasti elektrochemické stability dosáhly GPE s kopolymerem EOEMA a LMA ovšem vzhledem k nižší vodivosti nebudou dále používány pro nanášení na elektrody.



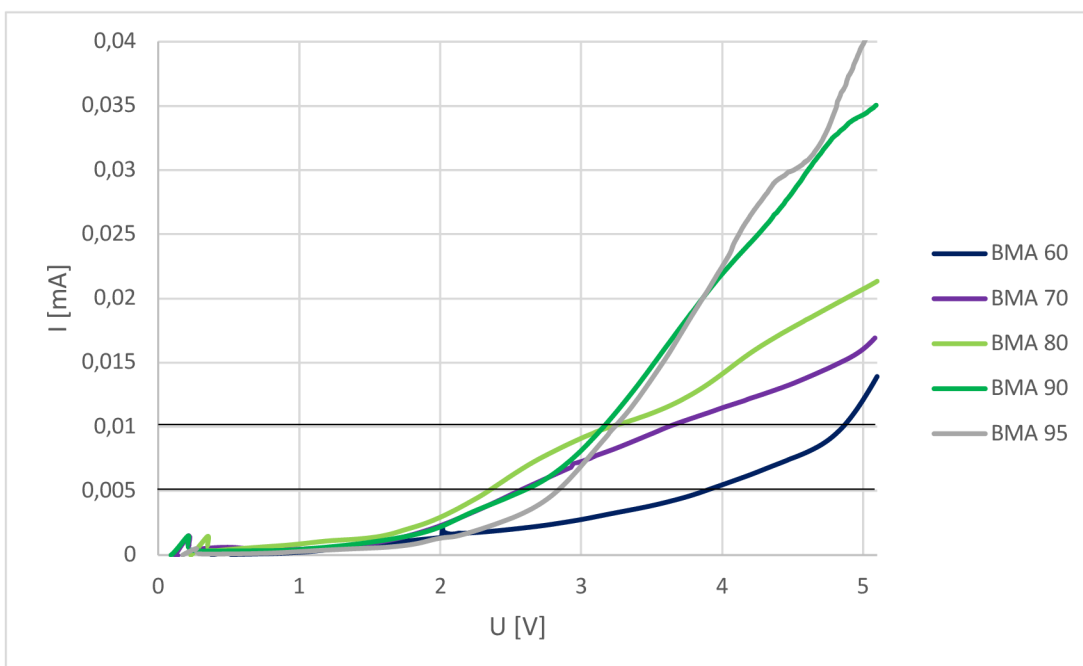
Obrázek 30: Graf potenciálového okna GPE s kopolymerem EMA, MMA část I



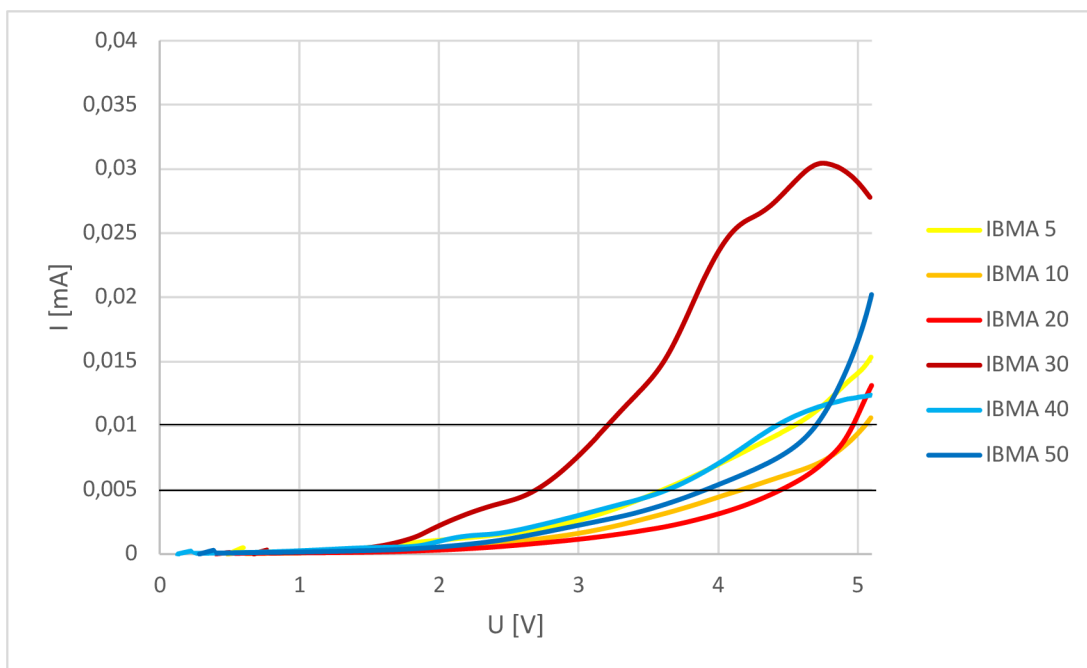
Obrázek 31: Graf potenciálového okna GPE s kopolymerem EMA, MMA část II



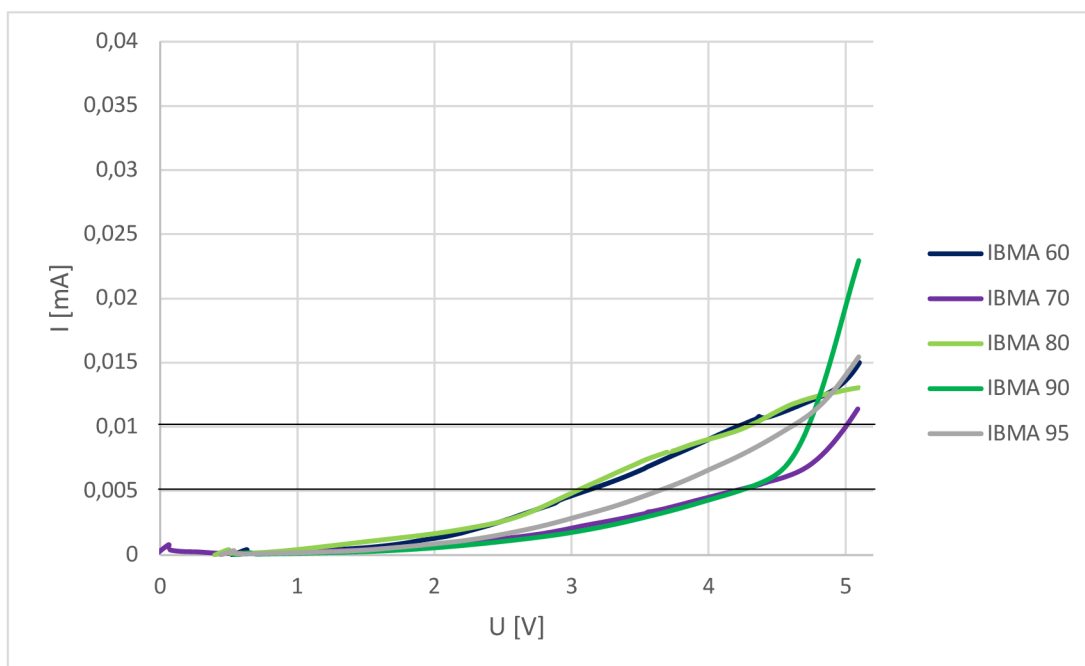
Obrázek 32: Graf potenciálového okna GPE s kopolymerem BMA, MMA část I



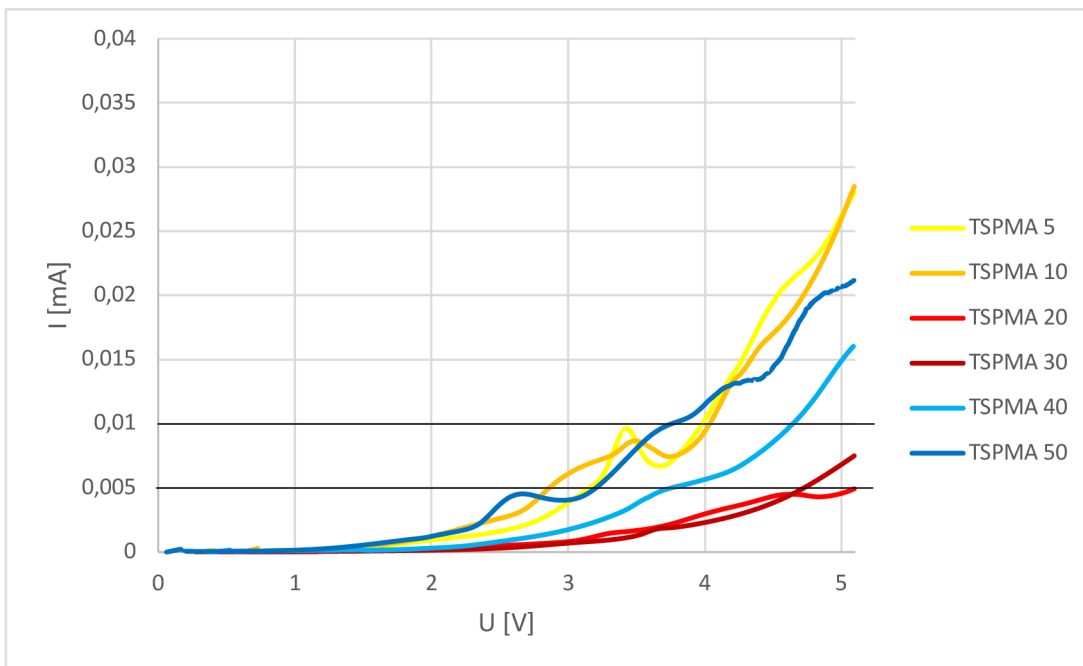
Obrázek 33: Graf potenciálového okna GPE s kopolymerem BMA, MMA část II



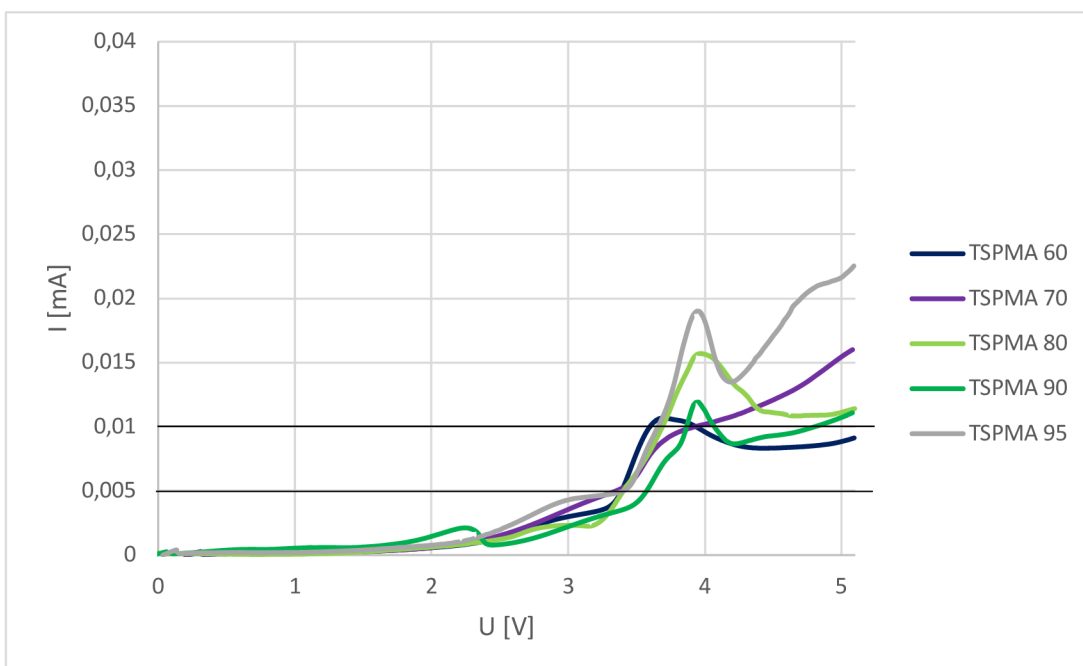
Obrázek 34: Graf potenciálového okna GPE s kopolymerem IBMA, MMA část I



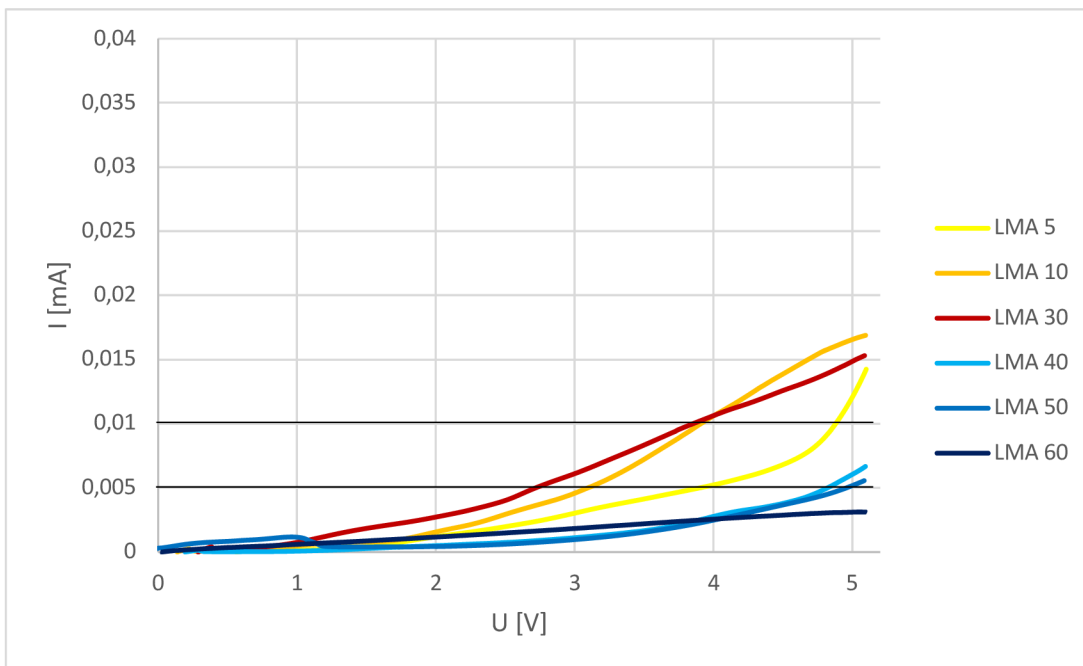
Obrázek 35: Graf potenciálového okna GPE s kopolymerem IBMA, MMA část II



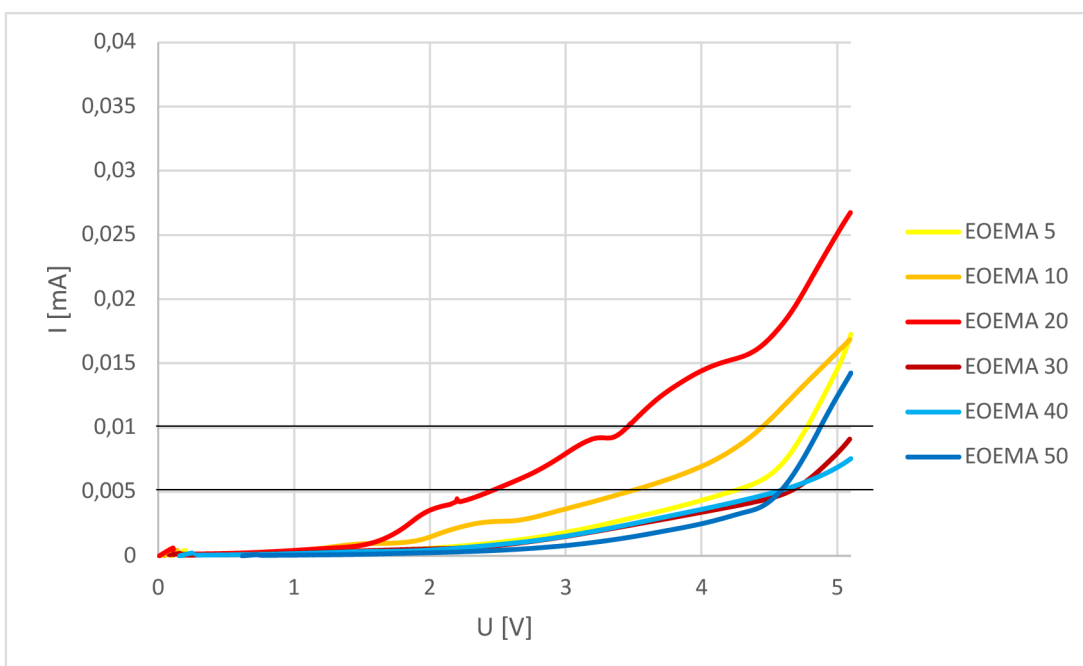
Obrázek 36: Graf potenciálového okna GPE s kopolymerem TSPMA, MMA část I



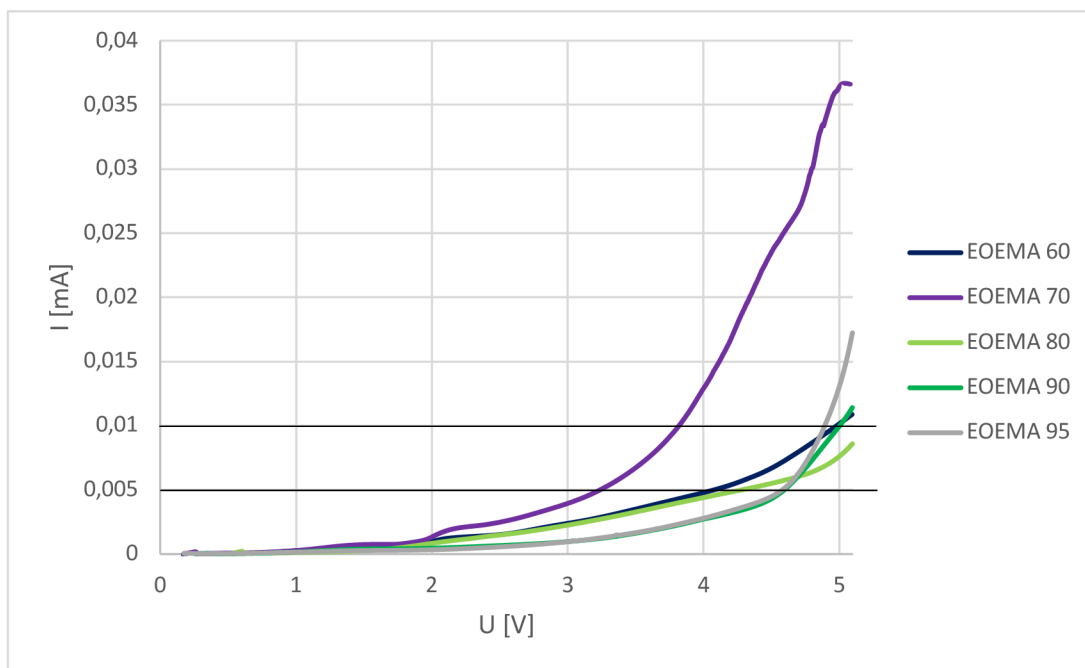
Obrázek 37: Graf potenciálového okna GPE s kopolymerem TSPMA, MMA část II



Obrázek 38: Graf potenciálového okna GPE s kopolymerem LMA, MMA



Obrázek 39: Graf potenciálového okna GPE s kopolymerem EOEMA, MMA část I



Obrázek 40: Graf potenciálového okna GPE s kopolymerem EOEMA, MMA část II

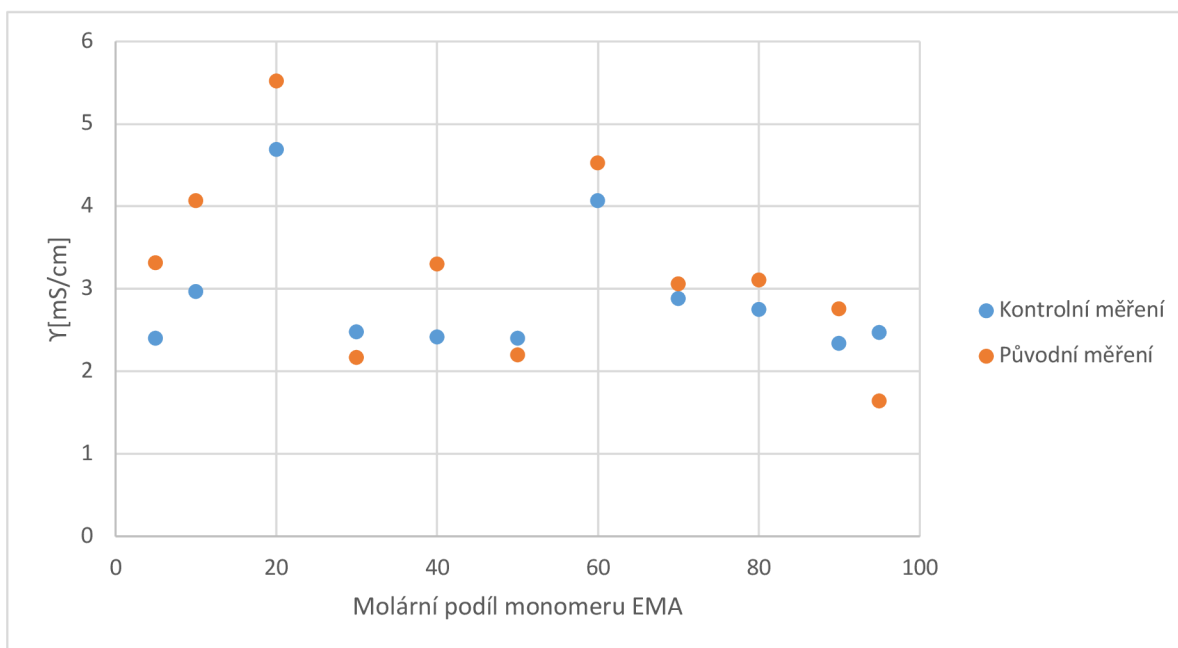
Pro ověření výsledků bylo provedeno kontrolní měření pro kopolymer s EMA a MMA ve všech molárních poměrech. Výsledky měření jsou zaznamenány v tabulce č. 17 a poté graficky porovnány v obrázku č. 41. Z grafu lze vyčíst, že naměřené hodnoty se mírně liší ale stoupající a klesající tendence hodnot vodivosti s rostoucím molární podílem jsou stejné až na 2 body označující molární podíl 40% EMA a 95% EMA, kdy jsou tendence opačné. Celkově se kontrolní a původní měření všech hodnot liší v průměru o 17%.

Tabulka 17: Kontrolní měření GPE s kopolymerem EMA, MMA

kopolymer	látka	množství	vlastnosti	γ [mS/cm]	Potenciálové okno	
					5 μ A [V]	10 μ A [V]
EMA 5 mol% MMA 95 mol%	LiPF6	0,1519g	lepivý, drolivý, křehký, málo elastický, sušší	2,40	4,59	4,85
	EC/DEC	1,899 ml				
	EMA	34,39 μ l				
	MMA	559,05 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				

EMA 10 mol% MMA 90 mol%	LiPF6	0,1519g	lepivý, málo elastický, křehký, drolivý, málo vlhký	2,97	2,59	4,22
	EC/DEC	1,899 ml				
	EMA	68,77 μ l				
	MMA	529,62 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
EMA 20 mol% MMA 80 mol%	LiPF6	0,1519g	mírně elastický, lehce vlhký, mírně lepivý	4,69	4,05	>5
	EC/DEC	1,899 ml				
	EMA	137,54 μ l				
	MMA	470,78 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
EMA 30 mol% MMA 70 mol%	LiPF6	0,1519g	čirý, lepivý, vlhký, elastický	2,48	4,52	5,06
	EC/DEC	1,899 ml				
	EMA	206,31 μ l				
	MMA	411,93 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
EMA 40 mol% MMA 60 mol%	LiPF6	0,1519g	čirý, lepivý, vlhký, elastický	2,42	2,88	4,03
	EC/DEC	1,899 ml				
	EMA	275,08 μ l				
	MMA	353,08 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
EMA 50 mol% MMA 50 mol%	LiPF6	0,1519g	čirý, lepivý, vlhký, elastický	2,40	3,74	5,06
	EC/DEC	1,899 ml				
	EMA	343,85 μ l				
	MMA	294,24 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
EMA 60 mol% MMA	LiPF6	0,1519g	vlhký, čirý, elastický, dobrá manipulace	4,07	5,05	>5
	EC/DEC	1,899 ml				
	EMA	412,62 μ l				

40 mol%	MMA	235,39 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
EMA 70 mol% MMA 30 mol%	LiPF6	0,1519g	vlhký, čirý, elastický, dobrá manipulace	2,88	4,42	5,06
	EC/DEC	1,899 ml				
	EMA	481,39 μ l				
	MMA	176,54 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
EMA 80 mol% MMA 20 mol%	LiPF6	0,1519g	vlhký, čirý, elastický, dobrá manipulace	2,75	4,67	>5
	EC/DEC	1,899 ml				
	EMA	550,16 μ l				
	MMA	117,69 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
EMA 90 mol% MMA 10 mol%	LiPF6	0,1519g	čirý, málo adhezivní, elastický, sušší	2,34	2,5	3,13
	EC/DEC	1,899 ml				
	EMA	618,93 μ l				
	MMA	58,85 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				
EMA 95 mol% MMA 5 mol%	LiPF6	0,1519g	čirý, málo adhezivní, elastický, sušší	2,47	3,2	4,12
	EC/DEC	1,899 ml				
	EMA	653,32 μ l				
	MMA	29,42 μ l				
	BEE	0,0139 g				
	EDMA	38,2 μ l				



Obrázek 41: Graf porovnávající výsledek kontrolního měření s původním měřením GPE s kopolymerem EMA, MMA

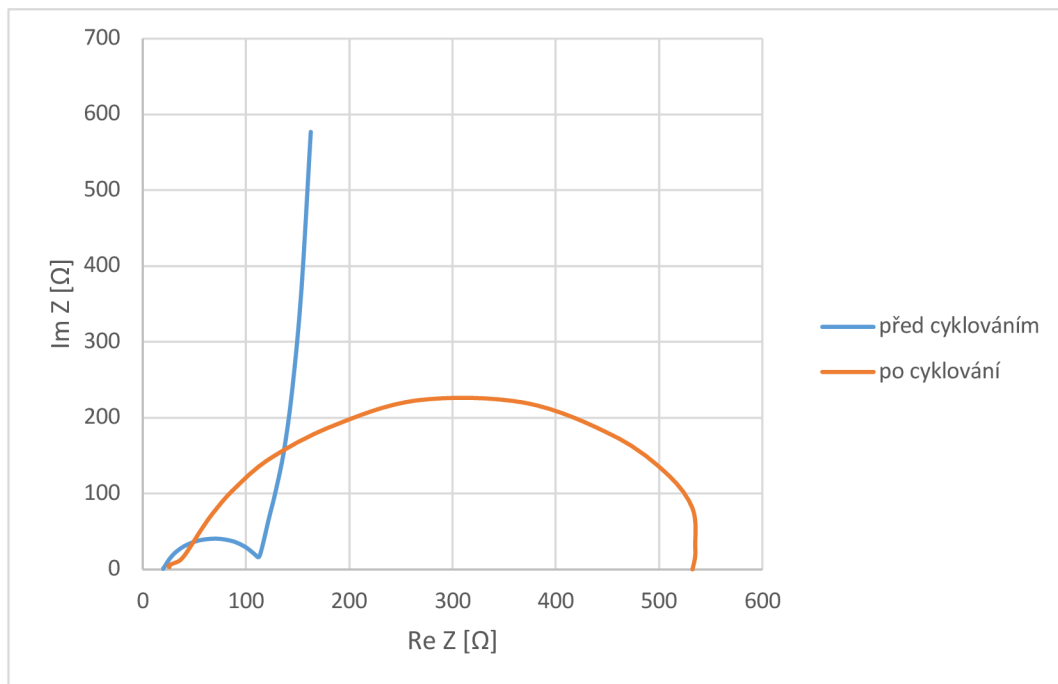
6.6 Příprava a složení elektrochemických článků

Pro měření elektrochemických článků byl vybrán GPE s nejvyšší vodivostí. Nejvyšší vodivosti dosáhl GPE s monomery EMA 20 mol% a MMA 80 mol% a to 5,52 mS/cm. Postup skládání elektrochemického článku je následující:

- 1) příprava GPE s kopolymerem EMA, MMA
- 2) naplnění formy připraveným GPE a polymerace 60 minut
- 3) mechanické očištění plátu lithia od oxidů na povrchu a vložení lithia do cely
- 4) vyseknutí GPE o určité velikosti a přenesení na lithium
- 5) přidání elektrody LTO nebo NMC na GPE
- 6) měření – PEIS, CV, GCPL

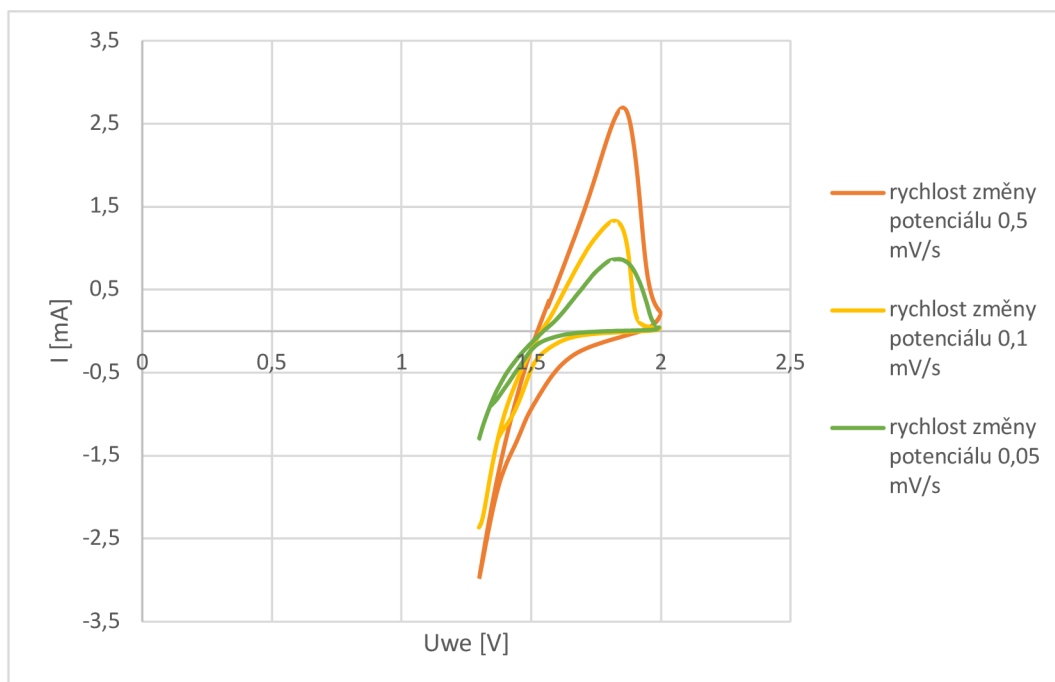
6.7 Vyhodnocení měření s elektrodou LTO

Pro vyhodnocení vlastností elektrody LTO s naneseným elektrolytem byla použita metoda potenciostatické elektrochemické impedanční spektroskopie, cyklické voltametrie a galvanického cyklování. Výsledky měření jsou na obrázku č. 42, 43 a 44.



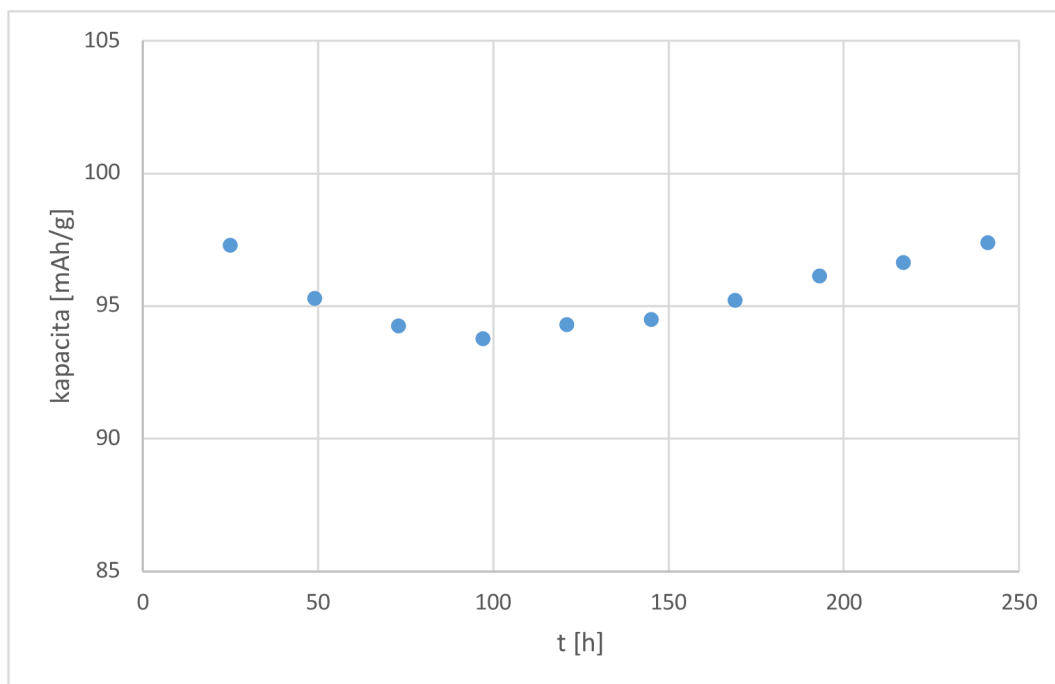
Obrázek 42: Průběh PEIS pro elektrodu LTO s naneseným GPE obsahující kopolymer EMA, MMA

Metoda PEIS byla použita na začátku měření a také po měření cyklickou voltametrií a galvanostatickým cyklování. Díky tomuto měření lze vidět rozdíl impedance při počátku a konci měření vykreslený na obrázku č. 42. Z grafu lze vyčíst, že hodnota reálné složky impedance při začátku měření byla 112 Ω a na konci 532 Ω. Z těchto údajů vychází nárůst impedance o 475 %, což znamená významný pokles vodivosti.



Obrázek 43: Voltamogram elektrody LTO s GPE obsahující kopolymer EMA, MMA

Na obrázku č. 43 je voltamogram se 3 cykly. Při prvním cyklu byla nastavena rychlost změny potenciálu na 0,5 mV/s. Z grafu vidíme rychlý nárůst oxidačního procesu až do maxima anodického proudu 2,7 mA. Poté nastává redoxní děj, který už má pozvolnější nástup s maximem katodického proudu v -2,9 mA. Při druhém cyklu byla nastavena rychlost změny potenciálu 0,1 mV/s. Zde je opět vidět rychlý oxidační proces a poté mírnější nástup redukčního procesu. Je také patrný větší rozdíl mezi maximálním katodickým a anodickým proudem. Při cyklu číslo tři byla rychlost změny potenciálu nastavena na 0,05 mV/s. Lze vidět, že nárůst anodického proudu již není tak rychlý jako u ostatních průběhů. Obecně lze říci, že redukce probíhá pomaleji než oxidace. Dohromady bylo naměřeno celkem 9 cyklů CV (3x pro každou rychlost změny potenciálu) pro přehlednost je uváděn vždy pouze první cyklus z každého měření.

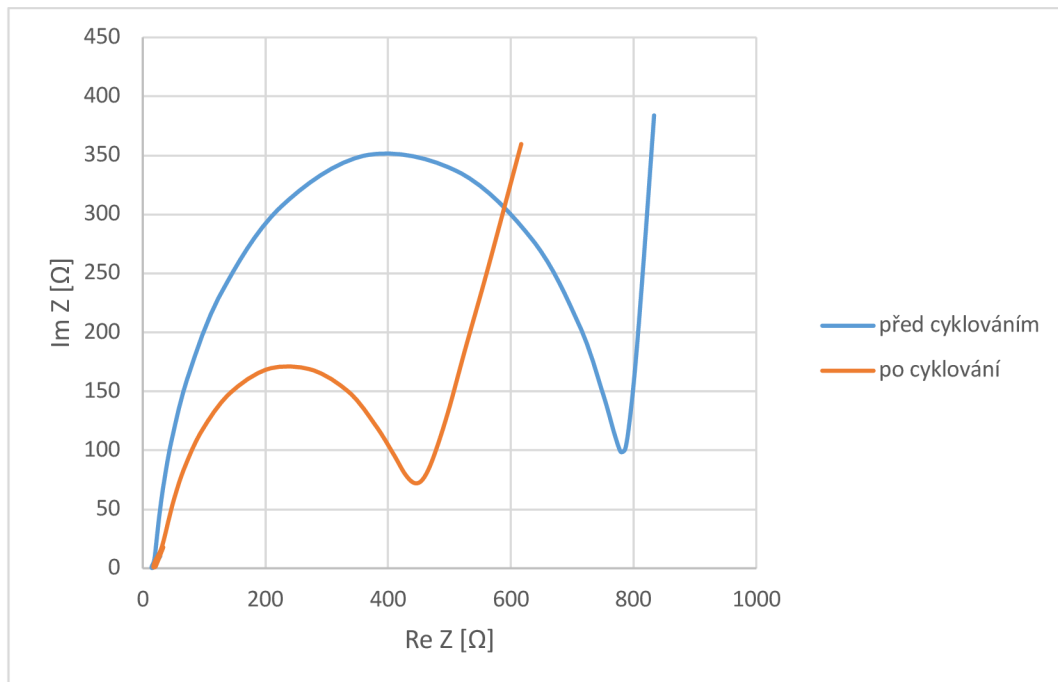


Obrázek 44: 10 cyklů nabíjení a vybíjení proudem 0,05 C do 1,2 V na elektrodě LTO s GPE obsahující kopolymer EMA, MMA

Na obrázku č. 44 je vyobrazen graf zachycující závislost kapacity na čase. Elektrodou LTO s naneseným GPE procházel proud 0,05 C do napětí 1,2 V. Počáteční kapacita je 97,31 mAh/g, s počtem nabití a vybití se hodnota postupně snižuje na 93,77 mAh/g a poté opět roste k hodnotě 97,4 mAh/g. Lze předpokládat, že po dalších cyklech nabíjení a vybíjení by kapacita opět klesla. Z tohoto měření lze usoudit, že elektrochemický článek je stabilní. Teoretická hodnota kapacity elektrody je 175 mAh/g a průměrná hodnota kapacity během 10 měřených cyklů je 95,5 mAh/g. Rozdíl teoretické a naměřené kapacity je 55%.

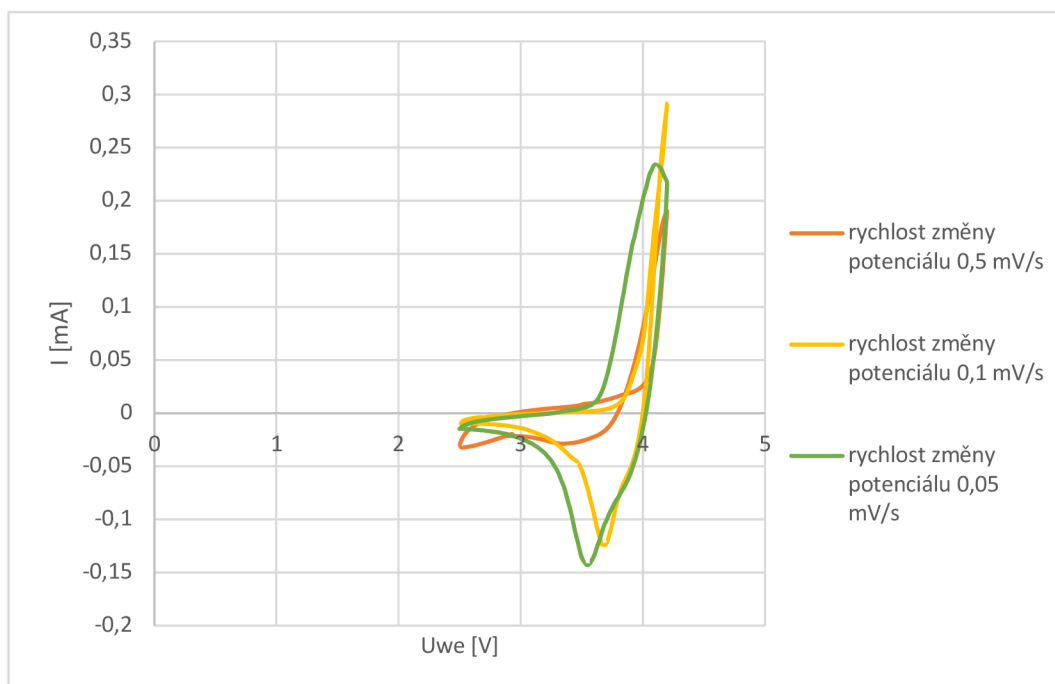
6.8 Vyhodnocení měření s elektrodou NMC

Stejnými metodami byla vyhodnocena i elektroda NMC s naneseným elektrolytem. Výsledky měření s komentáři jsou na obrázcích č. 45, 46 a 47.



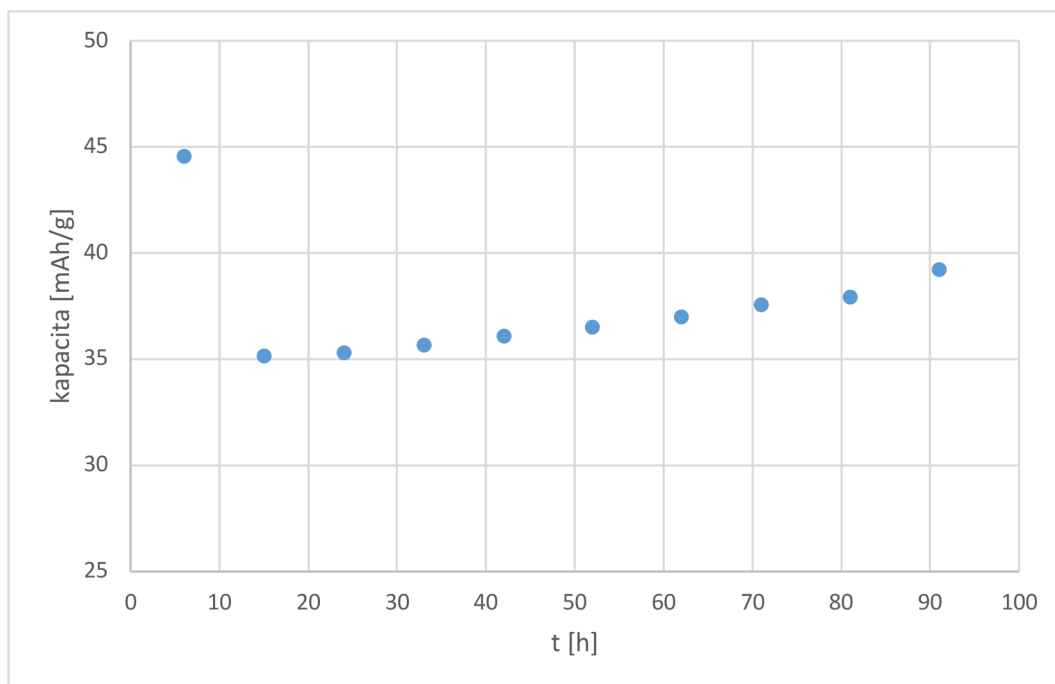
Obrázek 45: Průběh PEIS pro elektrodu NMC s naneseným GPE obsahující kopolymer EMA, MMA

Metoda PEIS byla i v tomto případě použita na začátku i na konci měření elektrody NMC s naneseným gelovým polymerním elektrolytem. Výsledky měření jsou vyobrazeny v grafu č. 45. Na začátku měření hodnota reálné složky impedance dosahovala hodnoty 779 Ω a po ukončení měření 453 Ω . Tuto změnu lze procentuálně vyhodnotit jako pokles impedance o 58 %.



Obrázek 46: Voltamogram elektrody NMC s GPE obsahující kopolymer EMA, MMA

Na obrázku č. 46 lze vidět voltamogram naměřený s elektrodou NMC. Při měření s elektrodou NMC byla opět použita metoda cyklické voltametrie pro porovnání oxidačních a redukčních procesů. Byly aplikovány i stejné rychlosti změny potenciálu jako u elektrody LTO. Při těchto měření vidíme u všech křivek postupný nárůst anodického proudu, kdy při vyčerpání oxidované formy dochází k rychlému redoxnímu ději.



Obrázek 47: 10 cyklů nabíjení a vybíjení proudem 0,05 C do 1,2 V na elektrodě NMC s GPE obsahující kopolymer EMA, MMA

Na obrázku č. 47 je vyobrazena závislost kapacity na čase. Během měření proběhlo 10 cyklů nabíjení a vybíjení proudem 0,05 C do hodnoty 1,2V. Na počátku měření je hodnota kapacity 44,58 mAh/g, která při druhém cyklu klesla na 35,15 mAh/g. Od třetího cyklu kapacita opět pomalu stoupá k hodnotě 39,22 mAh/g. Z naměřených hodnot lze vypočítat, že pokles kapacity je 13,6 %. Průměrná hodnota kapacity je 37,51 mAh/g, přičemž teoretická hodnota kapacity elektrody NMC je 160 mAh/g. Z výsledných měření lze usoudit, že elektrochemický článek je stabilní.

7 ZÁVĚR

Cílem diplomové práce bylo prostudovat literaturu zabývající se problematikou gelových polymerních elektrolytů a zaměřit se na již používané kopolymery, seznámit se s přípravou gelových polymerních elektrolytů s různými monomery na bázi akrylátu, změřit jejich elektrochemické vlastnosti a porovnat výsledky měření. Dalším krokem bylo sestavit elektrochemický článek s gelovým polymerním elektrolytem a zápornou elektrodou, změřit jeho vlastnosti a přihlédnout k vhodnosti použití tohoto elektrolytu pro lithno-iontové akumulátory.

Na začátku bylo měřeno sedm monomerů s různým podílem vodivostní složky ku monomeru. Z těchto 42 měření byl získán vhodný podíl monomeru a vodivostní složky, se kterým bylo dále pracováno v měření s kopolymery. Tento podíl byl ustanoven na 20 mol% monomeru ku vodivostní složce, což je kompromis dobré elektrochemické stability, vodivosti a dobré manipulace s vytvořenými GPE.

Následovalo měření vlastností gelových polymerních elektrolytů obsahující kopolymery. Cílem bylo vybrat ze 66 měření GPE s nejvyšší vodivostí, který by se dále použil k sestavení elektrochemického článku se zápornou elektrodou. Z měření byl vybrán GPE s 20 mol% EMA a 80 mol% MMA s vodivostí 5,52 mS/cm. S tímto gelovým polymerním elektrolytem jsme sestavili elektrochemický článek nejdříve se zápornou elektrodou NMC. Pro zajímavost bylo vyzkoušeno chování vytvořeného GPE i na kladné elektrodě LTO.

Dle naměřených výsledků vytvořený GPE obsahující kopolymer EMA, MMA a nanosený příslušnou metodou na elektrodu není vhodný k využití v Li-on akumulátorech. Hlavním důvodem je nedostatečná vodivost. Ovšem jsou i jiné metody nanášení GPE na elektrodu. Například nanášení gelových polymerních elektrolytů v tenkých vrstvách. Při této metodě se využívá poznatku, že GPE mají sice nižší vodivost, ale pokud jsou nanoseny v tenkých vrstvách dosahují vyšší vodivosti vztažené na objem. Nanášení GPE v tenkých vrstvách může být předmětem navazujícího výzkumu.

LITERATURA

- [1] Akumulátory – od principu k praxi. *Elektro: časopis pro elektrotechniku*. FCC Public, 10/2016, <http://www.odbornecasopisy.cz/elektro/casopis/tema/co-je-to-elektrochemicky-zdroj--12911>
- [2] Elektrolyt. In: *Wikipedia: the free encyclopedia* [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001- [cit. 2018-12-03]. Dostupné z: <https://cs.wikipedia.org/wiki/Elektrolyt>
- [3] PAVLOVEC, Lukáš, Jan ŽITKA a Zbyněk PIENKA. *CHEMICKÝ POHLED NA LITHIUM-IONTOVÉ BATERIE*. Ústav makromolekulární chemie AV ČR, 2018.
- [4] Cuiping Han, Yan-Bing He, Ming Liu, Baohua Li, Quan-Hong Yang, Ching-Ping Wong a Feiyu Kang. A review of gassing behavior in Li₄Ti₅O₁₂-based lithium ion batteries. *The Royal Society of Chemistry 2017*. 2017. DOI: 10.1039/C7TA00303J.
- [5] *Sigma - Aldrich* [online]. [cit. 2018-12-04]. Dostupné z: <https://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldrich/234893?lang=en@ion=CZ>
- [6] *EC-Lab: Software: Techniques and Applications* [online]. BioLogic Science Instruments, 2014 [cit. 2018-12-03]. Dostupné z: <http://mmrc.caltech.edu/BioLogic%20Echem/ECLab%20Manuals/EC-Lab%20software%20Techniques%20and%20Applications%20manual.pdf>
- [7] Elektrochemická impedanční spektroskopie. *Enpedie* [online]. 11. 12. 2012 [cit. 2018-12-03]. Dostupné z: http://enpedie.cz/wiki/Elektrochemická_impedančn%C3%AD_spektroskopie
- [8] *Lineární voltametrie* [online]. Univerzita Palackého v Olomouci: Katedra analytické chemie [cit. 2018-12-03]. Dostupné z: <http://ach.upol.cz/user-files/files/eam-linvoltametrie1.pdf>
- [9] *Ethyl methacrylate* [online]. Im-Bio-Pharm Consult [cit. 2018-12-03]. Dostupné z: <http://www.epitesty.cz/pasports/E%20012.pdf>
- [10] Ethyl Methacrylate. *PubChem: Open Chemistry Database* [online]. National Center for Biotechnology Information [cit. 2018-12-03]. Dostupné z: https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Ethyl_methacrylate#section=Top
- [11] Rozpouštědlo. In: *Wikipedia: the free encyclopedia* [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001- [cit. 2018-12-03]. Dostupné z: <https://cs.wikipedia.org/wiki/Rozpouštědlo>
- [12] Činidlo síťovací. *E-learning* [online]. VŠCHT, Praha [cit. 2018-12-03]. Dostupné z: https://e-learning.vscht.cz/knihy/uid_es-003/hesla/cinidlo_sitovaci.zakladni-pojmy.html
- [13] Lepidla: Termíny a definice. *ČSN EN 923+A1* [online]. 2008-11-01 [cit. 2018-12-03]. Dostupné z: <https://www.nfnorm.cz/terminologicky-slovník/17643>
- [14] RIETER, Jakub, Jiří MICHÁLEK, Martin PŘÁDNÝ, Dana CHMELÍKOVÁ a Jakub ŠIRC. *Li+ A H+ VODIVÉ POLYMERNÍ ELEKTROLYTY S KOVALENTNĚ VÁZANÝMI ANIONTY* [online]. Chem. Listy 103: Ústav anorganické chemie AV ČR, 2009 [cit. 2018-12-03]. Dostupné z: http://w.chemicke-listy.cz/docs/full/2009_10_832-838.pdf

- [15] KÖPPLOVÁ, Petra. "Snažíme se nahradit kapalný elektrolyt gelovým", říká Jakub Reiter, vítěz 10. ročníku Ceny ČEZ v kategorii doktorandských prací. *IForum: Online magazín Univerzity Karlovy* [online]. 23. června 2008 [cit. 2018-12-03] Dostupné z: <https://iforum.cuni.cz/IFORUM-5887.html>.
- [16] REITER, Jakub. Nové materiály pro moderní zdroje elektřiny - palivové články a lithniontové baterie. *Envi Web: zpravodajství životního prostředí již od roku 1999* [online]. 27.02.2007 [cit. 2018-12-03]. Dostupné z: <http://www.enviweb.cz/62484>
- [17] *Organická chemie: Makromolekulární látky* [online]. 19.6. 2012 [cit. 2018-12-03]. Dostupné z: http://www.mojchemie.cz/Organická_Chemie:Makromolekulárn%C3%AD_látky
- [18] Dodecyl Methacrylate. *PubChem: Open Chemistry Database* [online]. National Center for Biotechnology Information [cit. 2018-12-03]. Dostupné z: https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Dodecyl_methacrylate#section=Names-and-Identifiers
- [19] Ethyl Methacrylate. *PubChem: Open Chemistry Database* [online]. National Center for Biotechnology Information [cit. 2018-12-03]. Dostupné z: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/7343#section=ICSC-Number>
- [20] Trimethoxysilylpropyl Methacrylate. *PubChem: Open Chemistry Database* [online]. National Center for Biotechnology Information [cit. 2018-12-03]. Dostupné z: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/17318#section=Top>
- [21] Butyl Methacrylate. *PubChem: Open Chemistry Database* [online]. National Center for Biotechnology Information [cit. 2018-12-03]. Dostupné z: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/7354#section=Top>
- [22] Isobutyl Methacrylate. *PubChem: Open Chemistry Database* [online]. National Center for Biotechnology Information [cit. 2018-12-03]. Dostupné z: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/7352>
- [23] Ethoxyethyl Methacrylate. *PubChem: Open Chemistry Database* [online]. National Center for Biotechnology Information [cit. 2018-12-03]. Dostupné z: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/71404#section=Top>
- [24] VEJROSTA, Jiří. Nový vysoce vodivý pevný elektrolyt pro lithiové baterie v pevném skupenství. *OENERGETICE.CZ* [online]. 22. března 2017 [cit. 2018-12-03]. Dostupné z: <http://oenergetice.cz/elektrina/novy-vysoce-vodivy-pevny-elektrolyt-lithiove-baterie-pevnem-skupenstvi/>
- [25] Přeměna chemické energie na elektrickou energii – GALVANICKÝ ČLÁNEK. *Projekt: Inovace oboru Mechatronik pro Zlínský kraj Registrační číslo: CZ.1.07/1.1.08/03.0009* [online]. [cit. 2018-12-03]. Dostupné z: <https://coptkm.cz/portal/reposit.php?action=0&id=30851&revision=-1&instance=2>
- [26] *Voltametrie* [online]. Mendelova univerzita v Brně [cit. 2018-12-03]. Dostupné z: https://is.mendelu.cz/eknihovna/opory/zobraz_cast.pl?cast=52963

- [27] SEDLAŘÍKOVÁ, Marie, Martin FRK a Josef MÁCA. *Teplotní závislosti měrné vodivosti aprotických elektrolytů* [online]. Centrum výzkumu a využití obnovitelných zdrojů energie (CVVOZE), Ústav elektrotechnologie, VUT v Brně, 2014 [cit. 2018-12-03]. Dostupné z: <https://dspace5.zcu.cz/bitstream/11025/11810/1/Maca.pdf>
- [28] Copolymer. In: *Wikipedia: the free encyclopedia* [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001 [cit. 2018-12-06]. Dostupné z: <https://en.wikipedia.org/wiki/Copolymer>
- [29] Kolík, L., 2014: Strukturní analýza gelových polyelektrolytů pomocí NMR vysokého rozlišení. 52 p., Faculty of Science, University of South Bohemia, České Budějovice, Czech Republic
- [30] Methyl-methakrylát. In: *Wikipedia: the free encyclopedia* [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001- [cit. 2019-12-16]. Dostupné z: [30] <https://cs.wikipedia.org/wiki/Methyl-methakrylát>
- [31] Methyl Methacrylate. *PubChem: Open Chemistry Database* [online]. National Center for Biotechnology Information [cit. 2019-12-16]. Dostupné z: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Methyl-methacrylate#section=Computed-Properties>
- [32] *Cyklická voltametrie* [online]. [cit. 2020-03-23]. Dostupné z: https://fch.upol.cz/skripta/pok1/Cyklicka_voltametrie.pdf. Skripta. Univerzita Palackého v Olomouci
- [33] DIOPAN, Václav. Lithium-titanátové baterie: opomíjená technologie s velkým potenciálem? *Hybrid.cz* [online]. 18 Červen 2018 [cit. 2020-03-23]. Dostupné z: <http://www.hybrid.cz/lithium-titanatove-baterie-opomijena-technologie-s-velkym-potencialem>
- [34] Typy lithium-iontů. *DS New Energy* [online]. Feb 21, 2019 [cit. 2020-03-23]. Dostupné z: <http://cz.dsnsolar.com/info/types-of-lithium-ion-32657770.html>
- [35] DAIGLE, Jean-Christophe, Ashok Vijh, Pierre Hovington, Catherine Gagnon, Julie. Hamel-Paquet, Serge Verreault, Nancy Turcotte, Daniel Clement, Abdelbast Guerfi, Karim Zaghbi. *Lithium battery with solid polymer electrolyte based on comb-like copolymers* [online]. [cit. 2020-03-23]. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0378775314020898>
- [36] Lithium. In: *Wikipedia: the free encyclopedia* [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001- [cit. 2020-03-23]. Dostupné z: <https://cs.wikipedia.org/wiki/Lithium>
- [37] *EC-Lab Software: Techniques and Applications* [online]. February 2011, , 214 [cit. 2020-03-23]. Dostupné z: <https://www.egr.msu.edu/~scb-group-web/blog/wp-content/uploads/2012/07/EC-Lab-software-Techniques-and-Applications-manual.pdf>

SEZNAM SYMBOLŮ, VELIČIN A ZKRATEK

U	napětí
I	proud
γ	vodivost
A	ampér
mA	miliampér
μ A	mikroampér
V	volt
S	Siemens
Ω	Ohm
g	gram
mg	miligram
GPE	gelový polymerní elektrolyt
LiPF ₆	lithium hexafluorofosfát
EC	ethyl karbonát
DEC	diethyl karbonát
EMA	ethyl methakrylát
LMA	lauryl methakrylát
TSPMA	trimethoxysilylpropyl methakrylát
EOEMA	ethoxyethyl methakrylát
BMA	buthyl methakrylát
MMA	methyl mettakrylát
IBMA	isobuthyl methakrylát
BEE	benzoin ethyl ether
EDMA	ethylenglykol dimethakrylát
ρ	hustota
V	objem
M	molární hmotnost
n	látkové množství
CV	cyklická voltametrie
LV	lineární voltametrie
PEIS	potenciostatická elektrochemická impedanční spektroskopie
GCPL	galvanické cyklování
mAh/g	kapacita vztažená na lg
Z	impedance
ImZ	imaginární část Z
ReZ	reálná část Z
t	čas
h	hodina
mol%	molární procenta
μ l	mikrolitr
ml	mililitr
cm	centimetr