YS

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **中华人民共和国工业和信息化部** | 发布 |  |

202×-××-××实施

202×-××-××发布

镍钴锰酸锂电化学性能测试 直流内阻测试方法

Electrochemical performance test of lithium nickel cobalt manganese oxide—DCIR test method

（讨论稿）

YS/T XX－XXXX

中华人民共和国有色金属行业标准

ICS 77.160

H 70

前  言

本标准是按GB/T 1.1-2009给出的规定起草的。

本文件按照/T1.1-2020 《标准化工作导则 第1部份：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件负责起草单位：中伟新材料有限公司

本文件主要起草人：XX

## 镍钴锰酸锂电化学性能测试 直流内阻测试方法

# 1 范围

本文件规定了锂离子电池正极活性物质镍钴锰酸锂的直流内阻(DCIR)测试方法。

本文件适用于锂离子电池用正极材料活性物质镍钴锰酸锂直流内阻的测试。

# 2 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

# 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

# 4 原理

通过对电池或电池组施加较大的电流，持续较短的时间充放电，在电池内部还没有达到完全极化的情况下，根据施加的电流及电压差，计算电池的直流内阻。

# 5 试验条件

## 5.1环境条件

本文件所规定的各项试验步骤，未作特别说明时，试验宜在环境温度为25±1℃、相对湿度≤70%的条件下进行。

## 5.2测量仪器、仪表

本文件检验测试的所有仪表、设备（包括监控和监视试验参数的试验设备和仪器）应按国家有关计量检定规程或有关标准经检定或计量合格，并在有效期内。所有测试仪表、设备应具有足够的精度和稳定度，其精度应高于被测指标精度一个数量级或误差小于被测参数允许误差的三分之一。

# 6 试剂和原料

6.1 正极活性物质：镍钴锰酸锂Li(NixCoyMnz)O2，其中x+y+z=1。

6.2 粘结剂：聚偏二氟乙烯(HSV900)，简称 PVDF ，电池级。

6.3 导电剂：导电炭黑(SP)，导电石墨(KS-15) (电池级)。

6.4 溶剂：N-甲基吡咯烷酮 ，简称NMP，电池级。

6.5 铝箔：厚度为10μm～25μm。

6.6 电池隔膜：聚丙烯微孔薄膜 (电池级)。

6.7 锂片；直径15.6\*0.56㎜

6.8 锂离子电池电解液：由六氟磷酸锂 (LiPF6)与混合碳酸脂基有机溶剂(碳酸乙烯酯 EC、碳酸二甲酯 DMC、碳酸甲乙酯 EMC体积比1：1：1)组成，水分≤0.002%，游离酸（HF）≤0.005%，导电率(25℃)≥7.0mS/cm。

6.9 不锈钢电池壳CR2032。CR2032电池组件:包含正极壳、负极壳、垫片（直径15.8×0.8mm）和弹片（直径15.4×1.2×0.3mm）

6.10 无水乙醇(C2H5OH)。

# 7 仪器设备

7.1 电子天平（两种规格0.1mg与0.01mg）。

7.2 匀浆机。

7.3 实验涂布机。

7.4 干燥箱。

7.5 对辊机

7.6 冲片机

7.7 刮刀

7.8 封口机

7.9 惰性气体手套箱 (H2O、O2含量小于等于0.1ppm)

7.10 蓝电测试柜（5V，5mA）

7.11 干燥器。

# 8 试验步骤

## 8.1试剂和材料预处理

8.1.1 正极活性物质（6.1）、导电剂（6.3）：放入干燥箱（7.4）内，温度110℃烘烤6小时以上，冷却至室温后置入干燥器（7.11）中。

8.1.2 粘结剂（6.2）：放入干燥箱(7.4)内，温度110℃烘烤1小时，冷却至室温后置入干燥器（7.11）中。

8.1.3 CR2032电池组件(6.9)：用无水乙醇（6.10）对CR2032电池组件进行超声清洗，超声1次，共10分钟，操作完毕后，取出电池组件放置于烘箱，在60℃条件下烘干12h，随后转移至手套箱(7.9)中存放。

## 8.2 正极极片的制备

### 8.2.1称量

正极活性物质（6.1）、导电剂（6.3）和粘结剂（6.2）按其之间的质量分数80-97%：1-10%：2-10%计算，用电子天平（7.1）称量；溶剂NMP（6.4）的量按固含量25%-65%的设计要求计算，用电子天平（7.1）称量。

### 8.2.2匀浆

将称量的NMP（6.4）和粘结剂（6.2）加入到匀浆机（7.2），搅拌直至完全溶解；取适量导电剂（6.3）加入到上述溶液中，搅拌均匀；再加入称量的正极活性物质（6.1），搅拌均匀；最后按设计的固含量补加NMP（6.4），搅拌均匀，完成匀浆工序。

注：本文件中固含量为正极活性物质、导电剂、粘结剂质量之和与正极活性物质、导电剂、粘结剂、溶剂质量之和的比值。

### 8.2.3涂布

用实验涂布机（7.3）将8.2.2中匀浆后的正极浆料均匀涂覆在铝箔（6.5）上，涂覆厚度为100μm-200μm，涂布完成后，将极片转移至干燥箱（7.4）中进行烘干处理，烘烤温度控制在90℃-150℃，烘烤时间为5h-10h。

### 8.2.4正极片制备

采用对辊机（7.5）将8.2.3中烘烤后的极片辊压至目标厚度，确保极片涂层厚度为40μm-160μm。使用冲片机（7.6）裁成直径为12 mm的极片，采用电子天平（7.1）称量极片的重量，并编号记录。将极片转移至干燥箱，90℃-150℃烘干12h-16h，随后转移至惰性气体手套箱（7.9）中。

## 8.3 CR 2032电池组装

电池组装在惰性气体手套箱（7.9）中实施。装配过程可按照负极壳、垫片、正极片、电解液、隔膜、电解液、隔膜、电解液、锂片、垫片、弹片、正极壳的顺序进行组装，最后利用封口机（7.8）对组装好的电池进行封口。

## 8.4 直流内阻测试

将组装的扣式半电池放入蓝电测试柜进行上柜测试，温度控制在25±1℃、相对湿度≤70%，将电池循环2周活化，记录第2周放电时间t；将第3周的放电时间分为10等分进行放电，每等分先后在0.1 C放电t/10和1 C放电5s，放电结束后静置5min。

步骤：

a) 静置8小时，0.1 C倍率充电，恒流恒压充电至4.3 V，恒压充电至电流≤0.005C；0.1 C倍率放电，循环2周活化，记录第2周放电时间t；

b) 静置6小时，在静置时间段内更改第三周0.1C倍率放电时间t/10；

c) 0.1 C倍率充电，4.3 V恒压充电，恒压充电至电流≤0.005C，然后0.1 C倍率放电时间t/10、1 C倍率放电5 s，循环9次，然后0.1 C放电结束；

d) 1 C充放电结束；

# 9 试验数据处理

9.1直流内阻

将试验电池按照直流内阻测试步骤进行测试，测试结束后，记录电池第3周10次放电的相关过程参数和电流数值，按式(1)(2)(3)计算电池的直流内阻R。

…………………………(1)

…………………………(2)

…………………………(3)

式中，

*R*——直流内阻，单位为欧姆(Ω)；

——第3周循环下，0.1 C与1 C放电的电压差值，单位为伏特(V)；

——0.1 C放电结束的瞬时电压，单位为伏特(V)；

——1 C开始放电时的瞬时电压，单位为伏特(V)；

——第3周0.1 C与1 C放电电流差值，单位为安(A)；

——0.1 C放电电流，单位为安(A)；

——1 C放电电流，单位为安(A)；

9.2 曲线绘制

将试验电池在第三周充满电时，视为100% SOC状态，以SOC为横坐标，直流内阻DCIR为纵坐标，绘制SOC-DCIR关系图，得到直流内阻随放电程度加深而有规律变化的关系图。

10 试验报告

检测报告应包括以下内容：

a) 样品名称及批次；

b) 检测结果；

c) 检测日期；

d) 本标准没有规定的或认为可以自定的各种操作；

e) 可能影响检测结果的情况；

f) 本标准编号。