

# 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XX—XXXX

## 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—direct current internal resistance test method

(审定稿)

202×-××-××发布

202×-××-××实施

## 前 言

本文件按照GB/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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

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：湖南中伟新能源科技有限公司、湖南长远锂科新能源有限公司、巴斯夫杉杉电池材料有限公司、广东邦普循环科技有限公司、北京当升材料科技股份有限公司、中伟新材料股份有限公司、北京泰丰先行新能源科技有限公司、厦门厦钨新能源材料股份有限公司、成都巴莫科技有限责任公司、天津国安盟固利新材料科技股份有限公司、格林美（无锡）能源材料有限公司、国轩电池材料有限公司、湖北万润新能源科技股份有限公司、广西壮族自治区分析测试研究中心、西北有色金属研究院、宁波容百新能源科技股份有限公司

本文件主要起草人：

# 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材料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镍钴锰酸锂正极材料。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 19596-2017 电动汽车术语

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件

### 3.1

荷电状态 stage-of-charge

当前蓄电池中按照放电条件可以释放的容量占可用容量的百分比。

【来源：GB/T 19596-2017 电动汽车术语 3.3.3.2.5】

## 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

本文件所规定的各项试验步骤中，正极片制备需在环境温度为  $25^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ 、露点 $\leq -20^{\circ}\text{C}$ 的条件下进行，其他试验步骤宜在环境温度为  $25^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ 、相对湿度 $\leq 70\%$ 的条件下进行。

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。所有测试仪表、设备应具有足够的精度和稳定度。

## 6 试剂和材料

6.1 正极活性物质：镍钴锰酸锂  $\text{Li}(\text{Ni}_x\text{Co}_y\text{Mn}_z)\text{O}_2$ ，其中  $x+y+z=1$ 。

6.2 粘结剂：聚偏二氟乙烯，简称 PVDF，电池级。

6.3 导电剂：导电碳材料(电池级)。

6.4 溶剂：N-甲基吡咯烷酮，简称 NMP，电池级，纯度 $\geq 99.9\%$ ，水分 $\leq 0.02\%$ 。

6.5 铝箔：厚度为  $10\mu\text{m}\sim 25\mu\text{m}$ 。

6.6 电池隔膜：聚丙烯微孔薄膜 (电池级)，直径为  $16.0\text{ mm}\sim 19.0\text{ mm}$ ，厚度为  $9.0\mu\text{m}\sim 32.0\mu\text{m}$ 。

6.7 锂片：直径为  $10.0\text{ mm}\sim 18.0\text{ mm}$ ，厚度为  $0.35\text{ mm}\sim 0.80\text{ mm}$ 。

6.8 锂离子电池电解液：由六氟磷酸锂 ( $\text{LiPF}_6$ )与混合碳酸酯基有机溶剂(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 $\leq 0.002\%$ ，游离酸(HF) $\leq 0.005\%$ ，导电率( $25^{\circ}\text{C}$ ) $\geq 7.0\text{ mS/cm}$ 。

6.9 扣式电池组件：包含正极壳，负极壳，泡沫镍片(或垫片和弹片)，常用型号不锈钢电池壳 CR2032 或 CR2016 或 CR2025 或 CR2430。

6.10 无水乙醇( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ )。

6.11 纯水。

6.12 滴管。

6.13 无尘纸。

## 7 仪器设备

7.1 电子天平：精度 0.0001g。

7.2 电子天平：精度 0.00001g。

7.3 匀浆机。

7.4 涂布机。

7.5 干燥箱。

7.6 对辊机。

7.7 冲片机。

7.8 刮刀。

7.9 封口机。

7.10 惰性气体手套箱 ( $\text{H}_2\text{O}$  含量 $\leq 0.1\text{ppm}$ 、 $\text{O}_2$  含量 $\leq 0.1\text{ppm}$ )。

7.11 锂离子电池电化学性能测试仪：5 V/(1 mA~20mA)。

7.12 干燥器：内盛适当的干燥剂。

7.13 恒温箱。

7.14 绝缘镊子。

7.15 超声波清洗机。

## 8 试验步骤

### 8.1 试剂和材料预处理

8.1.1 正极活性物质预处理：将正极活性物质(6.1)放入干燥箱(7.5)内，烘烤温度为  $100^\circ\text{C}\sim 190^\circ\text{C}$ ，烘烤时间为 2h~6h，冷却至室温后置入干燥器(7.11)中。

8.1.2 粘结剂预处理：将粘结剂(6.2)放入干燥箱(7.5)内，烘烤温度为  $80^\circ\text{C}\sim 135^\circ\text{C}$ ，烘烤时间为 4h~12h，冷却至室温后置入干燥器(7.12)中。

8.1.3 导电剂预处理：将导电剂(6.3)放入干燥箱(7.5)内，烘烤温度为  $85^\circ\text{C}\sim 120^\circ\text{C}$ ，烘烤时间为 2h~12h，冷却至室温后置入干燥器(7.12)中。

8.1.4 扣式电池组件：用无水乙醇(6.10)或者纯水(6.11)对扣式电池组件(6.9)进行超声清洗，超声 1~3 次，每次 10min~50min，操作完毕后，取出电池组件放置于干燥箱(7.5)，烘烤温度为  $50^\circ\text{C}\sim 90^\circ\text{C}$ ，烘烤时间为 8h~12h，随后转移至惰性气体手套箱(7.10)中存放。

### 8.2 正积极片的制备

#### 8.2.1 称量

使用电子天平(7.1)称量预处理后的正极活性物质(8.1.1)、粘结剂(8.1.2)和导电剂(8.1.3)，其重量根据 90%~97%: 1.5%~5 %: 1.5%~5 %的质量比计算；用电子天平称量溶剂(6.4)，其重量按照浆料固含量 40%~70%计算。

#### 8.2.2 匀浆

将称量的溶剂(6.4)和粘结剂(8.1.2)加入到匀浆机(7.3)，搅拌直至完全溶解；取称量的导电剂(8.1.3)加入到上述溶液中，搅拌均匀；再加入称量的正极活性物质(8.1.1)，搅拌均匀；最后根据浆料黏稠度在浆料固含量 40%~70%范围内适量补加溶剂(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、粘结剂的质量占正极浆料的比值。

### 8.2.3 涂布

使用涂布机(7.4)将 8.2.2 中匀浆后的正极浆料均匀涂覆在铝箔(6.5)上，涂布完成后，将极片转移至干燥箱(7.5)中进行烘干处理，烘烤温度为 85°C ~150°C，烘烤时间为 3h~12h。

### 8.2.4 正极片制备

使用对辊机(7.6)将 8.2.3 中烘烤后的极片辊压至压实密度为  $2.5\text{g}/\text{cm}^3 \sim 3.7\text{g}/\text{cm}^3$ ，使用冲片机(7.7)将极片裁成直径为 12mm~14mm 的正极小圆片，并裁出同等大小的空白铝箔，采用电子天平（7.2）称量正极小圆片和空白铝箔的重量，并编号记录其重量。将小圆片转移至干燥箱，烘烤温度为 85°C~150°C，烘烤时间 2h~15h，随后转移至惰性气体手套箱（7.10）中。

## 8.3 电池组装

电池组装在惰性气体手套箱（7.10）中进行。扣式电池组装步骤可参考如下：

- 取扣式电池组件（6.9）负极壳开口向上，平整的置于水平台面上；
- 用绝缘镊子（7.14）夹取垫片置于负极壳内；
- 用绝缘镊子夹取锂片（6.7）置于垫片上，保持锂片与垫片对齐居中；
- 用滴管（6.12）将 20  $\mu\text{L}$  ~200  $\mu\text{L}$  锂离子电池电解液（6.8）滴加到锂片表面；
- 用绝缘镊子夹取一片隔膜（6.6），放置在锂片上，使隔膜完全覆盖锂片；
- 用滴管将 20  $\mu\text{L}$  ~200  $\mu\text{L}$  锂离子电池电解液滴加到隔膜表面；
- 用绝缘镊子将正极片（8.2.4）有铝箔的一面朝上，放置于锂离子电池隔膜正中间位置；
- 用绝缘镊子夹取泡沫镍片（或垫片和弹片）放置于正极片上，并确保泡沫镍片（或垫片和弹片）与正极片对齐居中；
- 用绝缘镊子夹取正极壳扣于负极壳上方，并手动按压扣紧；
- 将负极壳朝上，转移至封口机（7.9）上，扣压封装；
- 用无尘纸（6.13）擦拭封好口的扣式电池；
- 对组装的电池逐一编号并做记录。

注：其他电池组装方式由供需双方协商

## 8.4 直流内阻测试

### 8.4.1 直流内阻测试时间法

将组装好的电池放入恒温箱（7.13），按照顺序放入测试柜对应通道进行测试，测试步骤如下：

（a）静置 6h~12h，0.1C 倍率充电至 4.3V，4.3V 恒压充电至电流 $\leq 0.005\text{C}$ ，静置 1min~10min，0.1C 倍率放电至 3.0V；

（b）0.1C 倍率充电至 4.3V，4.3V 恒压充电至电流 $\leq 0.005\text{C}$ ，静置 1min~10min，0.1C

倍率放电至 3.0V，记录其 0.1C 倍率放电时间为  $t_0$ ；

(c) 静置不超过 6h，0.1C 倍率充电至 4.3V，4.3V 恒压充电至电流 $\leq 0.005C$ ，静置 1min~10min；

(d) 0.1C 倍率放电时间为  $t_0/10$ ，1C 倍率放电 5s；

(e) 重复进行 (d) 9 次，最后 0.1C 倍率放电至 3.0V，并记录第  $n$  次 0.1C 放电结束的瞬时电压  $U_{n1}$  和 1C 放电结束的瞬时电压  $U_{n2}$ 。

#### 8.4.2 直流内阻测试容量法

将组装好的电池放入恒温箱（7.13），按照顺序放入测试柜对应通道进行测试，测试步骤如下：

(a) 静置 6h~12h，0.1C 倍率充电至 4.3V，4.3V 恒压充电至电流 $\leq 0.005C$ ，静置 1min~10min，0.1C 倍率放电至 3.0V；

(b) 0.1C 倍率充电至 4.3V，4.3V 恒压充电至电流 $\leq 0.005C$ ，静置 1min~10min，0.1C 倍率放电至 3.0V，记录其 0.1C 倍率放电容量为  $c_0$ ；

(c) 静置不超过 6h，0.1C 倍率充电至 4.3V，4.3V 恒压充电至电流 $\leq 0.005C$ ，静置 1min~10min；

(d) 0.1C 倍率放电至容量为  $0.1c_0$ ，1C 倍率放电 5s；

(e) 依次以 0.1C 倍率放电至容量为  $0.2c_0$ 、 $0.3c_0$ 、 $0.4c_0$ 、 $0.5c_0$ 、 $0.6c_0$ 、 $0.7c_0$ 、 $0.8c_0$ 、 $0.9c_0$ ，最后 0.1C 倍率放电至 3.0V，并记录第  $n$  次 0.1C 放电结束的瞬时电压  $U_{n1}$  和 1C 放电结束的瞬时电压  $U_{n2}$ 。

### 9 试验数据处理

按式（1）计算得到不同 SOC 时的直流内阻值  $R_n$ 。

$$R_n = \frac{U_{n1} - U_{n2}}{I_2 - I_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$n$ ——放电次数；

$R$ ——直流内阻，单位为欧姆( $\Omega$ )；

$U_1$ ——0.1 C 放电结束的瞬时电压，单位为伏特(V)；

$U_2$ ——1 C 放电结束的瞬时电压，单位为伏特(V)；

$I_1$ ——0.1 C 放电电流，单位为安(A)；

$I_2$ ——1 C 放电电流，单位为安(A)；

计算结果保留小数点后两位。

### 10 允许差

直流内阻值  $R$ ：同一实验室同批次同 SOC 时的  $R$  值极差不超过  $5\Omega$ 。

### 11 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 样品名称及批次；
- b) 试验结果；
- c) 试验日期；

- d) 本文件未规定的或视为可选的各种操作；
- e) 可能影响试验结果的情况；
- f) 本文件编号。