

ICS 77.150.99

CCS H 64

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX—XXXX

锂及锂合金负极材料

Lithium and lithium alloy anode materials

(工作组讨论稿)

(本稿完成日期：2026年3月25日)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：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。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

锂及锂合金负极材料

1 范围

本文件规定了锂及锂合金负极材料的分类、代号、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存、随行文件和订货单内容。

本文件适用于以各种方法制备得到的锂及锂合金负极材料。

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 190 危险货物包装标志

GB/T 191 包装储运图形符号标志

GB/T 325.1-2018 包装容器 钢桶 第1部分：通用技术要求

GB/T 10785 开顶金属罐及金属盖规格系列

GB/T 20931（所有部分） 锂化学分析方法

GB/T 22638.11-2023 铝箔试验方法 第11部分：力学性能的测试

JT/T 617 危险货物道路运输规则

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 锂及锂合金负极材料 *lithium and lithium alloy anode materials*

以金属锂单质，或锂与一种及以上其他金属/非金属元素形成的合金为核心的负极材料。

3.2 针孔 *pinhole*

箔材表面迎光可见的不规则小孔，最大直径通常不大于 0.2 mm。

3.3 箔材 *foil*

横断面呈矩形，厚度均一并不大于 0.20 mm，且成卷交货的轧制或挤压产品。

3.4 中凸度 central crown

带材或箔材横截面中部厚度与边部厚度平均值的差值相对中部厚度的百分比。

3.5 形核过电位 nucleation overpotential

锂金属在锂及锂合金负极表面开始电沉积、形成初始锂核时，为克服成核能垒所需的额外电位。

3.6 电镀过电位 plating overpotential

锂金属在已形成的锂核上持续生长、稳定沉积过程中，维持电化学反应速率所需的过电位。

3.7 溶出过电位 stripping overpotential

锂金属负极在脱锂/溶出过程中，受电荷转移、界面扩散及固态锂剥离等动力学步骤阻力影响，其实际氧化电位高于 Li^+/Li 平衡电位 (0 V) 所产生的电位差值。

3.8 腐蚀电流密度 corrosion current density

锂金属负极在电解液液体系统中，单位电极面积上对应的自腐蚀净电流密度，是定量表征锂金属腐蚀速率、评判耐蚀性能的核心电化学指标，其数值越小代表耐腐蚀能力越强。

3.9 抗空气腐蚀性 atmospheric corrosion resistance

在空气氛围中抵抗水分、氧气、二氧化碳等活性组分的化学腐蚀，抑制活性锂不可逆损耗、表面腐蚀产物生成与界面结构劣化的固有属性，是评价锂金属环境稳定性、加工适配性与电池循环可靠性的重要指标。

3.10 抗溶液腐蚀性 solution corrosion resistance

锂金属电极抵抗溶液化学腐蚀，抑制基体溶解、活性锂不可逆损耗与结构劣化的固有属性，用以评价锂金属负极界面稳定性。

4 分类及标记

根据工艺及成分的不同，产品的分类可分为六类，类别及含义应符合表1的规定。

表1 产品标记及其表示的含义

标记	表示的含义
Li-E-T*W	挤压成形锂金属负极材料；“Li”代表纯锂；“E”代表挤压成形 (Extrusion)；“T*W”中的“T”为实际厚度，“W”为实际宽度。

Li-R-T*W	轧制成形锂金属负极材料；“Li”代表纯锂；“R”代表轧制成形（Rolling）；“T*W”中的“T”为实际厚度，“W”为实际宽度。
LiMX-E-T*W	挤压成形锂金属负极材料；“LiMX”代表锂合金，其中“M”为主要合金元素符号，“X”为合金元素的质量百分比；“E”代表挤压成形（Extrusion）；“T*W”中的“T”为实际厚度，“W”为实际宽度。
LiMX-R-T*W	轧制成形锂金属负极材料；“LiMX”代表锂合金，其中“M”为主要合金元素符号，“X”为合金元素的质量百分比；“R”代表轧制成形（Rolling）；“T*W”中的“T”为实际厚度，“W”为实际宽度。
LiMXNY-E-T*W	挤压成形锂金属负极材料；“LiMX”代表锂合金，其中“M”和“N”为主要合金元素符号，“X”和“Y”为对应合金元素的质量百分比，合金元素依据其质量分数从高到低排序，三元以及多元合金以此参照；“E”代表挤压成形（Extrusion）；“T*W”中的“T”为实际厚度，“W”为实际宽度。
LiMXNY-R-T*W	轧制成形锂金属负极材料；“LiMX”代表锂合金，其中“M”和“N”为主要合金元素符号，“X”和“Y”为对应合金元素的质量百分比，合金元素依据其质量分数从高到低排序，三元以及多元合金以此参照；“R”代表轧制成形（Rolling）；“T*W”中的“T”为实际厚度，“W”为实际宽度。

示例1：

Li-E-20*60为通过挤压成形工艺制备的纯锂负极，厚度为20 μ m，宽度为60mm。

示例2：

LiIn20-R-60*60为通过轧制成形工艺制备的Li-20In合金负极（In质量分数占比为20%的Li-In合金），厚度为60 μ m，宽度为60mm。

示例3：

LiMg5Al3-E-60*60为通过挤压成形工艺制备的Li-5Mg-3Al合金负极（Mg质量分数占比为5%，Al质量分数占比为3%），厚度为60 μ m，宽度为60mm。

5 技术要求

5.1 化学成分

产品的化学成分应符合GB/T 4369中Li-3及表2的规定。

表2 锂及锂合金负极材料化学成分

	元素	含量
主元素含量（质量分数），不小于，%	Li	99.90-合金元素总量
杂质含量（质量分数），不大于，%	K	0.005
	Na	0.020
	Ca	0.020
	Fe	0.005
	Al	0.005
	Ni	0.003
	Cu	0.004
	Mg	0.010
	Cl ⁻	0.006
	Pb	0.0030
注 1：锂质量分数为 100%减去微量元素和合金元素质量分数总和后的余量。		
注 2：合金元素不计入杂质元素，其公差范围为 $\pm 0.5 \text{ wt}\%$ 。		
注 3：需方如对产品的化学成分有特殊要求时，由供需双方协商确定。		

5.2 尺寸及允许偏差

产品的尺寸及允许偏差应符合表3规定

表 3 锂及锂合金负极材料的尺寸及允许偏差

单位为毫米

厚度	宽度	厚度及允许偏差		宽度及允许偏差	
		厚度	允许偏差	宽度	允许偏差
0.010~ 0.020	30~350	0.010~0.020	± 0.002	30~350	± 0.5
0.020~		>0.020~0.050	± 0.003		

0.050					
0.050~ 0.100		>0.050~0.100	±0.005		
0.10~ 4.00	4.0~350	0.10~0.20	±0.01	4.0~30	±0.2
		>0.20~0.60	±0.02	>30~75	±0.3
		>0.60~0.80	±0.03		
		>0.80~1.00	±0.04	>75~350	±0.4
		>1.00~4.00	±0.05		

5.3 中凸度

产品的中凸度应不大于8%。

5.4 抗空气腐蚀性

产品在空气中暴露600 s，表面无任何目视可辨识的颜色变化。（测试温度为 $25\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，湿度为 $20\%\text{RH}\pm 2\%\text{RH}$ ，空气环境）。

5.5 抗溶液腐蚀性

产品于无水碳酸二乙酯(DEC)中浸泡12h，溶液无肉眼可辨识的变色、浑浊或沉淀，且表面无腐蚀迹象。（ $(25\pm 5)\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，Ar手套箱中）。

5.6 抗拉强度

产品的抗拉强度应大于1.0 MPa。

5.7 断后伸长率

产品的断后伸长率应大于8%。

5.8 质量比容量

产品的质量比容量应大于3000 mAh/g。

5.9 锂溶出过电位

产品的锂溶出过电位在阴极电流密度为 $1\text{ mA}/\text{cm}^2$ 的情况下应小于75 mV。

5.10 形核过电位

产品的形核过电位在阴极电流密度为1 mA/cm²的情况下应大于-120 mV。

5.11 电镀过电位

产品的电镀过电位在阴极电流密度为1 mA/cm²的情况下应大于-75 mV。

5.12 外观

5.12.1 锂及锂合金负极产品表面应平直光滑，呈金属光泽，无明显油渍，无裂纹，无凹坑，无划痕，无褶皱，无破损，无异物。（注：挤压加工产品允许有轻微的加工条纹。）

5.12.2 产品材料厚度≥30 μm时，不允许出现针孔；厚度<30 μm时，允许出现针孔。

5.12.3 产品边缘齐整，无锯齿状裂口。

5.12.4 产品表面无氧化，不得出现发红、发黑、发白斑点。

5.12.5 产品应连续，不得有分层和夹杂。

6 试验方法

6.1 化学成分

产品化学成分的测定按GB/T 20931的规定进行，特殊要求的化学成分的检验按供需双方认可的方法进行。

6.2 尺寸及允许偏差

产品的厚度用测厚仪（产品厚度<0.10mm，精度0.0002mm；产品厚度≥0.10mm，精度0.001mm）检测，在该批产品任取一卷，随机截取一段测其厚度3次，取平均值作为该批产品的厚度值。宽度用游标卡尺（精度0.01mm）检测，在该批产品任取一卷，随机截取一段测其宽度3次，取平均值作为该批产品的厚度值。

6.3 中凸度

产品的中凸度用测厚仪（产品厚度<0.10mm，精度0.0002mm；产品厚度≥0.10mm，精度0.001mm）检测，沿平行于箔材宽度方向取三个直条形试样，通过测厚仪分别测量并计算箔材中部厚度平均值H₀，以及两边厚度平均值H₁与H₂，试样的中凸度H_c按公式（1）计算：

$$H_c = \frac{H_0 - (H_1 + H_2)/2}{H_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

6.4 抗空气腐蚀性

产品抗空气腐蚀性的测定按附录A的规定进行。

6.5 抗溶液腐蚀性

产品抗溶液腐蚀性的测定按附录B的规定进行。

6.6 抗拉强度和断后伸长率的测定方法

产品抗拉强度和断后伸长率的测定按GB/T 22638.11-2023的规定进行，各实验步骤应在充高纯氩气、露点不大于 -45°C 的手套箱内或温度为 $(25\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 、露点不大于 -45°C 的干燥室内进行。

6.7 质量比容量和锂溶出过电位

产品质量比容量和锂溶出过电位的测定按附录C的规定进行。

6.8 形核过电位和电镀过电位

产品形核过电位和电镀过电位的测定按附录D的规定进行。

6.9 外观

产品的外观质量采用目视法检查，针孔的测定按照附录E的规定进行。

6.10 需方对产品指标有特殊需求时，由供需双方协商确定。

7 检验规则

7.1 检验和验收

7.1.1 产品应由供方或第三方进行检验，保证产品质量符合本文件及订货单的规定。

7.1.2 需方可对收到的产品按本文件的规定进行检验。如检验结果与本文件及订货单的规定不符时，应在收到产品之日起30天内以书面的形式向供方提出，由供需双方协商解决。如需仲裁，应由供需双方在需方共同取样或协商确定。

7.2 组批

产品应成批提交验收，每批应由同一炉号、同一批次的锂或锂合金锭在同一加工条件下加工的材料组成。

7.3 检验项目

7.3.1 检验分类

检验分为出厂检验和型式检验。

7.3.2 出厂检验：每批产品应进行外观、厚度、宽度、中凸度、针孔、抗空气腐蚀性、抗溶液腐蚀性、质量比容量及化学成分项目的检验。

7.3.3 型式检验：对本标准中规定的技术要求全部进行检验，在有下列情况之一时进行型式检验。

- a) 原材料的型号、供货厂家等有变更时；
- b) 生产工艺流程有变化时；
- c) 生产设备停产半年以上，又开始生产时；

d) 客户有特殊要求时。

7.4 取样

产品应在氩气(体积分数不小于 99.999%)保护、露点不大于-45℃的手套箱内或温度为(25±5)℃、露点不大于-45℃的干燥室内进行操作,产品的检验项目和抽样规定应符合表 4 的规定。

检验项目	取样规定	技术要求的章条号	试验方法的章节号	检验类别
化学成分	每批随机抽取一卷	5.1	6.1	出厂检验
尺寸及允许偏差		5.2	6.2	出厂检验
中凸度		5.3	6.3	出厂检验
抗空气腐蚀性		5.4	6.4	出厂检验
抗溶液腐蚀性		5.5	6.5	出厂检验
抗拉强度		5.6	6.6	型式检验
断后伸长率		5.7	6.6	型式检验
质量比容量		5.8	6.7	型式检验
锂溶出过电位		5.9	6.7	型式检验
形核过电位		5.10	6.8	型式检验
电镀过电位		5.11	6.8	型式检验
外观		5.12	6.9	出厂检验

7.5 检验结果的判定

7.5.1 产品的化学成分、尺寸及允许偏差、中凸度、抗空气腐蚀性、抗溶液腐蚀性、抗拉强度、断后伸长率及质量比容量的检验有一项不合格(若有特殊要求由供需双方协商规定),判该批产品不合格,但允许从同批产品的取样袋中加倍取样对不合格项复检,复检全部合格判为合格,若有一项不合格判为不合格。

7.5.2 按附录 C 规定的方法制成 7 颗试验电池,去除极大值极小值或异常值后,取 5 颗测试正常的电池数据,对溶出过电位和质量比容量求平均值,若锂溶出过电位和质量比容量达不到本文件要求,判该批产品不合格;但允许另外重装 7 颗电池做重复试验,若电池的锂溶出过电位和质量比容量仍达不到本文件要求,判该批产品不合格。

7.5.3 按附录 D 规定的方法制成 7 颗试验电池，去除极大值极小值或异常值后，取 5 颗测试正常的电池数据，对形核过电位和电镀过电位求平均值，若形核过电位和电镀过电位达不到本文件要求，判该批产品不合格；但允许另外重装 7 颗电池做重复试验，若形核过电位和电镀过电位仍达不到本文件要求，判该批产品不合格。

7.5.4 产品的外观质量检验结果不合格时，判该批产品不合格。

8 标志、包装、运输、贮存和随行文件

8.1 标志

8.1.1 每件产品内包装外标签上应注明：

- a) 产品名称；
- b) 产品牌号；
- c) 产品规格；
- d) 产品净重；
- e) 产品批号；

8.1.2 每桶产品应附有标签或标牌，注明：

- a) 供方名称、商标；
- b) 产品名称；
- c) 产品牌号；
- d) 产品规格；
- e) 产品净重；
- f) 包装日期；
- g) 产品批号；

8.1.3 产品外包装上应标明 GB 190-2009 的中“遇湿易燃物品”标志、GB/T 191-2025 中“避免雨淋”标志。

8.2 包装

8.2.1 产品包装应使用经过完全干燥后的包装材料。

8.2.2 内包装为两层：

- a) 内层采用 GB/T 10785-1989 中规定的开顶金属圆罐系列中“9”字头各种规格圆罐或采用锂离子电池用铝塑复合膜袋充纯度为 99.999% 的干燥氩气密封，应保证产品在运输和贮存区间不致暴露外界空气、受潮、变形和损坏。
- b) 外层采用锂离子电池用铝塑复合膜袋充纯度为 99.999% 的干燥氩气密封，应保证产品在运输和贮存区间不致暴露外界空气、受潮、变形和损坏。

8.2.3 产品内包装内层为金属，或使用金属卷盘卷芯时，必须使用辅料（PP 或 PE 薄膜）把产品与金属件隔开。

8.2.4 外包装若采用 5 层以上瓦楞硬纸箱包装，箱内用软物塞紧以防窜动。

8.2.5 外包装若采用钢桶包装，钢桶应符合 GB/T 325.1-2018 的要求，桶内用软物塞紧。

8.2.6 需方对包装有特殊要求时，由供需双方另行协商。

8.3 运输和贮存

8.3.1 产品属于 GB 12268 中遇湿易燃物品。运输过程中应防火、防潮，严禁倒置，不得剧烈碰撞，搬运时不得桶身着地滚动。汽车运输应按 JT 617 的规定进行。

8.3.2 产品应存放在防雨、清洁、干燥、无腐蚀气氛，通风良好的环境中，严禁露天存放。

8.3.3 产品的贮存期为 6 个月。

8.4 随行文件

每批产品应附有随行文件，其上注明：

- a) 供方名称；
- b) 产品名称和牌号；
- c) 批号；
- d) 净重和件数；
- e) 分析检验结果和质量监督部门印记；
- f) 本文件编号；
- g) 出厂日期（或包装日期）。

9 订货单内容

本文件所列产品的订货单应包括下列内容：

- a) 产品名称；
- b) 产品牌号；

- c) 净重和件数；
- d) 包装要求；
- e) 本文件编号；
- f) 其他。

附录 A

(规范性)

锂及锂合金负极材料抗空气腐蚀性测试的方法

A.1 原理

锂金属具有极强的化学活性,其与空气接触是会自发地发生腐蚀反应,造成试样表面出现变色、发黑、点蚀等腐蚀损伤,上述宏观现象与材料的空气腐蚀进程直接相关。将锂或锂合金负极试样置于一定温度和湿度的空气中,记录腐蚀现象首次出现的所累计的时间,累计时间越长代表产品的抗空气腐蚀性能越好,累计时间越短表明产品的抗空气腐蚀性越差。

A.2 仪器与设备

A.2.1 极片冲片机:冲孔模具直径尺寸为 10mm~16mm。

A.2.2 恒温恒湿试验箱:温度波动度 $<2\text{ }^{\circ}\text{C}$,湿度波动度 $<2\%\text{RH}$ 。

A.3 试样的制备

A.3.1 在手套箱或干燥室内,用 $\Phi 14\text{mm}$ 直径的打孔器在大面积的待测样上的不同空间位置获取三片以上的圆片试样。

A.4 分析步骤

A.4.1 将待测圆片在恒温恒湿箱中搁置(测试温度为 $25\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$,湿度为 $20\%\text{RH}\pm 2\%\text{RH}$,空气环境),记录下圆片的初始状态以及时间 t_i 。

A.4.2 每 60s 记录圆片的状态,直至圆片表面出现任何目视可辨识的颜色变化,并记录试时间 t_e 。

A.5 结果计算与数据处理

A.5.1 计算试样自静置开始至表面出现任何目视可辨识的颜色变化所经历的时间 Δt 。

$$\Delta t = t_e - t_i$$

附录 B

(规范性)

锂及锂合金负极材料抗溶液腐蚀性的测定

B.1 原理

锂金属具有极强的化学活性，与绝大多数溶液接触时会自发发生腐蚀反应，反应副产物会导致溶液出现变色、浑浊、沉淀，同时造成锂金属试样表面出现腐蚀损伤，上述宏观现象与材料的腐蚀进程直接相关。本测试通过观测并记录溶液与试样的状态变化，以腐蚀相关异常现象首次出现所累计的时间为评价指标，累计时间越长代表锂金属的抗溶液腐蚀性能越好，累计时间越短代表锂金属的抗溶液腐蚀性能越差。

B.2 试剂及材料

B.2.1 溶液：无水碳酸二乙酯(DEC)。

B.2.2 负极：金属锂圆片或锂合金圆片，直径 $\Phi 14\text{mm}$ 。

B.2.3 容器：干燥 PP 小瓶。

B.3 仪器与设备

B.3.1 光学照相机。

B.3.2 极片冲片机：冲孔模具直径尺寸为 $10\text{mm}\sim 16\text{mm}$ 。

B.3.3 手套箱：Ar 气体氛围，水分含量、氧含量均不大于 0.0001%。

B.4 试样的制备

B.4.2 在手套箱或干燥室环境中，在待测锂带上的不同空间位置获取三片以上的 $\Phi 14\text{mm}$ 直径圆片。

B.5 分析步骤

B.5.1 在手套箱中，将 10mL DEC 加入到透明的 PP 小瓶中。

B.5.3 将各个锂圆片分别放入上述 PP 小瓶中，每个小瓶一片锂圆片，将小瓶放在 $(25\pm 5)^\circ\text{C}$ 手套箱中，记录圆片与溶液的初始状态以及时间 t_0 。

B.5.2 试验过程中每间隔 1 h 进行一次目视观测，记录圆片的表面形貌与溶液状态；当溶液出现肉

眼可辨识的变色、浑浊或沉淀，或圆片表面出现腐蚀迹象时，停止试验，记录对应状态与时间 t_e 。

B.6 结果计算与数据处理

B.6.2 计算试样自静置开始至溶液出现肉眼可辨识的变色、浑浊或沉淀，或圆片表面出现腐蚀迹象时所经历的时间 Δt 。

$$\Delta t = t_e - t_i$$

附录 C

(规范性)

锂及锂合金负极材料质量比容量与溶出过电位的测定

C.1 原理

锂及锂合金负极放电过程本质是活性锂发生氧化脱锂反应($\text{Li} - \text{e}^- \rightarrow \text{Li}^+$)，反应的电子转移量与参与反应的活性锂物质的量严格成正比。恒流放电时，反应总电量为电流与放电时间的积分值，将其换算为毫安时(mAh)单位后，除以负极的有效质量，即得质量比容量，该数值直接反映锂及锂合金负极材料首次脱锂过程可释放的有效活性锂总量。

锂溶出过电位是锂及锂合金负极在脱锂过程中，受电荷转移、界面扩散及固态锂剥离等动力学步骤阻力影响，其实际氧化电位高于 Li^+/Li 平衡电位(0 V)所产生的电位差值。在锂金属溶出过程的电压-时间(容量)曲线中，锂溶出过电位可定量表示为稳定溶出阶段的平坦电位平台与0 V(vs Li^+/Li)之间的差值。

C.2 试剂及材料

C.2.1 正极:以电池级纯锂箔为对电极，直径 $\Phi 16\text{mm}$ ，厚度为 $60\mu\text{m}$ 。

C.2.2 负极:以锂及锂合金负极材料待测试样为工作电极，直径 $\Phi 14\text{mm}$ 。

C.2.3 参比电极:在316不锈钢带尾端两侧复合金属锂，不锈钢带厚度为 $10\mu\text{m}$ ，长度为 $10\sim 15\text{mm}$ ，宽度为 $1\sim 1.5\text{mm}$ ，作为参比电极(RE)。

C.2.4 隔膜:聚烯烃多孔膜，孔隙率为 $30.0\%\sim 65.0\%$ ，透气率为 $200\text{s}/100\text{mL}\sim 800\text{s}/100\text{mL}$ ，厚度为 $15\mu\text{m}\sim 45\mu\text{m}$ 。

C.2.5 电解液:所用电解液为 1mol/L 的 LiPF_6 溶液，溶剂为体积比为体积比为1:1的氟代碳酸乙烯酯(FEC)/碳酸甲乙酯(EMC)混合液，水分含量不大于 0.002% ，氢氟酸含量不大于 0.005% 。(可以根据双方规定的其他电解液测试)

C.2.6 扣式电池壳及部件:正极壳、负极壳、泡沫镍(或垫片和弹片)，电池壳体材料推荐使用304不锈钢或者316不锈钢，推荐型号CR2025。

C.3 仪器与设备

C.3.1 电池测试仪:电压量程为5V,电流量程为 $0\text{mA}\sim 10\text{mA}$ ，电压和电流精度不小于量程的 0.1% 。

C.3.2 极片冲片机:冲孔模具直径尺寸为 $10\text{mm}\sim 16\text{mm}$ 。

C. 3.3 分析天平:精密度 0.0001 g。

C. 3.4 手套箱: Ar 气体氛围, 水分含量、氧含量均不大于 0.0001%。

C. 3.5 扣式电池封口机。

C. 4 纽扣电池组装与测试

C. 4.1 在手套箱或干燥室环境中, 使用分析天平对待测样进行测量, 对直径 $\Phi 14$ mm 的待测圆片试样进行质量测定; 每组试样设置不少于 7 个平行样。

C. 4.2 电池的组装: 组装应在手套箱中进行, 以负极壳 (推荐型号 CR2025), 负极、电解液、隔膜、正极、垫片、弹片和正极壳的自下而上顺序组装, 电池封口后静置 12 h, 使电解液充分浸润电池材料, 用锂离子电池电化学性能测试仪进行充放电测试, 其中电解液滴加量为 $70 \pm 5 \mu\text{l}$ 。

C. 4.3 将参比电极放置在纽扣电池内, 不锈钢条在垫片下方从电池侧伸出。Kapton 胶带和额外的隔膜分别用于将工作电极和对电极的触点与 RE 绝缘。在电池进行密封之前, 将从电池延伸的 RE 的不锈钢用 Kapton 胶带平折叠到电池表面防止按压时破裂。

C. 4.4 电池的测试: 制作完成的电池放置于 $(25 \pm 5) ^\circ\text{C}$ 的环境中, 使用电化学工作站测试, 可参考下述流程进行首次充放电测试:

a) 静置: 30 min;

b) 恒流放电: 以 $-1\text{mA}/\text{cm}^2$ 电流密度恒流放电至 -1.0 V (vs Li^+/Li);

C. 5 分析步骤

C. 5.1 根据放电容量与对应的质量计算质量比容量 (mAh/g)。

C. 5.2 根据放电容量中值对应的电位为溶出过电位 (mV)。

C. 5.3 若电压-时间 (容量) 曲线存在多个电压平台, 则应指出各个平台所对应的比容量以及溶出过电位。

C. 6 结果计算与数据处理

C. 6.1 质量比容量 (mAh/g) = 放电容量 / 质量。

C. 6.2 每批组装 7 颗电池进行测试, 去除极大值极小值或异常值, 取五颗测试正常的电池数据, 对质量比容量求平均值。

C. 6.3 每批组装 7 颗电池进行测试，去除极大值极小值或异常值，取五颗测试正常的电池数据，对溶出过电位求平均值。

附录 D

(规范性)

锂及锂合金负极材料形核过电位和电镀过电位的测定

D.1 原理

锂金属电镀沉积过程起始阶段时,可以观察到尖锐的电压降,随后是平坦的电压平台。在锂金属电镀的电压-时间曲线上,形核过电位表现为沉积起始阶段出现尖锐电压降,形核过电位由电压图最低点和较高平坦段之间的电压差表示。高形核过电位表明有一个高能量势垒需要克服才能发生锂金属成核。从电压-时间曲线看,电镀过电位由压-时间曲线上较高平坦段与0V(vs Li⁺/Li)之间的电压差表示,是衡量锂金属电镀难易与沉积稳定性的关键参数。

D.2 试剂及材料

D.2.1 正极:以电池级纯锂箔为对电极,直径 Φ 16mm,厚度为60 μ m。

D.2.2 负极:以待测试样作为工作电极(WE),直径 Φ 14mm。

D.2.3 参比电极:在316不锈钢带尾端两侧复合金属锂,不锈钢带厚度为10 μ m,长度为10~15mm,宽度为1~1.5mm,作为参比电极(RE)。

D.2.3 隔膜:聚烯烃多孔膜,孔隙率为30.0%~65.0%,透气率为200s/100mL~800s/100mL,厚度为5 μ m~45 μ m。

D.2.4 电解液:所用电解液为1 mol/L的LiPF₆溶液,溶剂为体积比为体积比为1:1的氟代碳酸乙烯酯(FEC)/碳酸甲乙酯(EMC)混合液,水分含量不大于0.002%,氢氟酸含量不大于0.005%。(可以根据双方规定的其他电解液测试)

D.2.5 扣式电池壳及部件:正极壳、负极壳、泡沫镍(或垫片和弹片),电池壳体材料推荐使用304不锈钢或者316不锈钢,推荐型号CR2025。

D.3 仪器与设备

D.3.1 电化学工作站:电压量程为5V,电流量程为0 mA~10 mA,电压和电流精度不小于量程的0.1%。

D.3.2 测厚仪:量程不小于2mm,精度0.001mm。

D.3.3 极片冲片机：冲孔模具直径尺寸为 10mm~16mm。

D.3.4 手套箱：Ar 气体氛围，水分含量、氧含量均不大于 0.0001%。

D.3.5 扣式电池封口机。

D.4 电池组装与测试

D.4.1 极片的制备：在手套箱或干燥室环境中，将铜箔冲成直径 16mm 的圆片作为正极，将待测试样冲成直径 14mm 的圆片作为负极。

D.4.2 电池的组装：组装应在手套箱中进行，以负极壳（推荐型号 CR2025），负极、电解液、隔膜、正极、垫片、弹片和正极壳的自下而上顺序组装，电池封口后静置 12 h，使电解液充分浸润电池材料，用锂离子电池电化学性能测试仪进行充放电测试，其中电解液滴加量为 $70 \pm 5 \mu\text{l}$ 。

D.4.3 将参比电极放置在纽扣电池内，不锈钢条在垫片下方从电池侧伸出。Kapton 胶带和额外的隔膜分别用于将工作电极和对电极的触点与 RE 绝缘。在电池进行密封之前，将从电池延伸的 RE 的不锈钢用 Kapton 胶带平折叠到电池表面防止按压时破裂。

D.4.3 制作的电池放置于 $(25 \pm 5)^\circ\text{C}$ 的环境中，假设参比电极的电势恒定，然后相对于参比电极测量工作电极 (WE) 的电势。电化学工作站参考下述流程进行测试：

a) 静置：30 min；

b) 以 $1\text{mA}/\text{cm}^2$ 电流密度恒流电镀沉积锂至 $3\text{mAh}/\text{cm}^2$ ；

D.5 结果与数据处理

D.5.1 根据电压-时间（容量）曲线，将锂金属电镀量达到 $1.5\text{mAh}/\text{cm}^2$ 时测得的电压作为测得的电镀过电位 (E_p)，将电压降最低点电压 (E_{peak}) 与电镀过电位 (E_p) 作为测得的形核过电位 (E_n)： $E_n = E_{\text{peak}} - E_p$ 。

附录 E

(规范性)

锂及锂合金负极材料中针孔的测定

E.1 原理

利用箔材针孔的透光性，在规定的环境及灯箱光源下检测针孔的数量及直径。

E.2 仪器与设备

显微镜：放大倍数 100~200 倍。

E.3 试样的制备

E.3.1 在手套箱或干燥室环境中，从箔卷上截取整宽幅的试样，试样面积不小于 100cm²。

E.3.2 试验表面平整，无起皱、压褶等现象。

E.3.3 针孔数量检测试样应大于或等于检测面尺寸。试样未能覆盖检测面时，应对未覆盖进行遮挡，以保证检测结果准确性。

E.3.4 针孔直径检测试样应大于读数显微镜物镜面积。

E.4 分析步骤

E.4.1 在手套箱或干燥室环境中，将待测试样平整地放在样品台；

E.4.2 先转动粗准焦螺旋，在转动细准焦螺旋，直到看清箔材表面；

E.4.3 以“从左到右”和“自上而下”的顺序观测箔材表面。

E.5 结果与数据处理

以 3 片试样的测试结果进行评估，锂及锂合金负极材料厚度 $\geq 30\mu\text{m}$ 时，不允许出现针孔；厚度 $< 30\mu\text{m}$ 时，允许出现针孔。