

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

(送审稿)

(本稿完成日期：2026年8月20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：浙江锋锂新能源科技有限公司、宜春赣锋锂业有限公司、重庆天齐锂业有限责任公司、合肥国轩高科动力能源有限公司、中汽研新能源汽车检测中心（天津）有限公司、天津中能锂业有限公司、雅化锂业（雅安）有限公司、中国科学院长春应用化学研究所、四川盛威锂业有限公司、江西赣锋锂业集团股份有限公司、中南大学、天府绛溪实验室。

本文件主要起草人：林久、崔言明、钱瑶、李强、钟富裕、彭绍成、赵本常、王广、欧阳涛、朱星宝、张文强、王芳、韩策、陈强、黄银霞、唐佳华、高玉烟、张新波、刘通、周建、邢健雄、赖延清、王梦然、杨慧琳、刘冬雪、陈尧、张丽婷、黎菲。

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 12268-2025 危险货物品名表

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 617-2018 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

合金元素 alloying element

为使锂合金具有某些特性，加入基体金属或保留在该金属中的金属元素或非金属元素。

3.2

杂质 impurity

存在于锂及锂合金中的，但并非有意加入或保留的金属元素或非金属元素。

3.3**锂合金 lithium alloy**

以锂为基体金属（质量分数最高，且小于99.90%），与一种或多种合金元素及杂质共同组成的合金。

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

以金属锂或锂合金为活性物质的负极材料。

注：锂及锂合金负极材料在一定电化学体系下与正极材料协同作用，通过锂的沉积/溶出机制，或通过锂与合金元素之间的合金化/去合金化反应，实现电池的充放电功能。

4 分类及代号**4.1 代号组成**

产品代号按下列顺序依次排列组成：产品分类-成分组成-形状代号-尺寸。

4.2 产品分类

依据除锂元素外所有杂质及合金元素的质量分数，锂及锂合金负极产品可分为：

- a) 纯锂负极，锂元素总质量占比 $\geq 99.90\%$ ，用PL (Pure Lithium metal anode) 表示；
- b) 锂合金负极，锂元素总质量占比 $< 99.90\%$ ，用LA (Lithium alloy anode) 表示。

4.3 成分组成

a) 纯锂负极：仅标注锂的质量分数；

b) 锂合金负极：标注合金元素的质量分数，一种合金元素及其质量分数以XA表示，其中 X 为合金元素的质量百分数，A 为合金元素的元素符号。（注：含有多种合金元素的锂合金负极，其成分组成按合金元素质量分数由高到低依次标注。）

4.4 形状代号

St表示卷式带状 (Strip) 负极材料，R表示片式方形 (Rectangle) 负极材料，C表示片式圆片 (Circle) 负极材料，Sp表示异形 (Special-shaped) 负极材料。

4.5 尺寸

尺寸标记（单位为毫米，mm）应符合下列规定：

- a) 卷式带状负极材料：以厚度×宽度表示；
- b) 片式方形负极材料：以厚度×长度×宽度表示；
- c) 片式圆片负极材料：以厚度×直径表示；
- d) 异形材负极材料：尺寸由供需双方协商确定。

4.6 产品代号示例

示例1：

锂质量分数为99.90%，厚度为0.02mm，宽度为100mm的纯锂卷式带状负极材料，其产品代号为：PL-99.90-St-0.02×100。

示例2：

铟质量分数为3%，厚度为0.05mm，长度为50mm，宽度为50mm的低合金化类锂铟合金片式方形负极材料，其产品代号为：LA-3In-R-0.05×50×50。

示例3：

镁质量分数为8%，厚度为0.03mm，直径为20mm的锂镁合金片式圆片负极材料，其产品代号为：LA-8Mg-C-0.03×20。

示例4：

镁质量分数为15%，银质量分数为2%，厚度为0.03mm，直径为20mm的锂镁银合金片式圆片负极材料，其产品代号为：LA-15Mg2Ag-C-0.03×20。

5 技术要求

5.1 化学成分

5.1.1 为保证锂及合金产品成分的高度均匀性，卷式产品任意位置、片式产品任意单片的各合金元素含量与名义成分的偏差均应控制在±10%以内。

5.1.2 产品的杂质成分均须满足表1的规定。

表1 杂质元素含量限定值

元素	K	Na	Ca	Fe	Si	Al	Ni	Cu	Cl	N	Pb
----	---	----	----	----	----	----	----	----	----	---	----

含量, 不大于(质量分数, %)	0.005	0.02	0.02	0.005	0.008	0.005	0.003	0.004	0.01	0.006	0.003
注1: 合金元素不计入杂质元素, 锂含量为100%减去杂质与合金元素含量实测值总和。											
注2: 需方如对产品的成分有特殊要求时, 由供需双方协商确定。											

5.2 尺寸及允许偏差

5.2.1 任一锂及锂合金负极产品的厚度及允许偏差应符合表2规定

表2 锂及锂合金负极材料的尺寸及允许偏差

单位为毫米

厚度及允许偏差			
厚度	允许偏差	厚度	允许偏差
<0.020	± 0.002	$>0.10 \sim 0.30$	± 0.01
$>0.020 \sim 0.050$	± 0.003	$>0.30 \sim 0.60$	± 0.02
$>0.050 \sim 0.100$	± 0.005	$>0.60 \sim 1.00$	± 0.03

5.2.2 全部厚度规格的卷式产品宽度公差应控制在 $\pm 0.5 \text{ mm}$ 以内。

5.2.3 全部厚度规格的片式方形产品长度与宽度公差均应控制在 $\pm 0.3 \text{ mm}$ 以内。

5.2.4 全部厚度规格的片式圆形产品直径公差应控制在 $\pm 0.05 \text{ mm}$ 以内。

5.2.5 对于其他异形负极材料, 尺寸及其公差应由供需双方协商确定。

5.3 中凸度

产品的中凸度应符合表3规定

表3 锂及锂合金负极材料的中凸度标准

厚度/mm	中凸度/%
≤ 0.020	≤ 20
$>0.020 \sim 0.050$	≤ 15
>0.050	≤ 10

5.4 耐空气腐蚀性

产品在空气中暴露60s，表面无任何目视可辨识的颜色变化。（测试温度为 $25^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ，湿度为 $20\% \text{RH} \pm 2\% \text{RH}$ ，空气环境）。

5.5 耐溶液腐蚀性

产品于无水碳酸二乙酯(DEC)中浸泡6 h，溶液无肉眼可辨识的变色、浑浊或沉淀，且表面无腐蚀迹象。（ $(25 \pm 5)^{\circ}\text{C}$ ，氩气氛围手套箱中）。

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 2000 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 mA/cm^2 的情况下应小于 100 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/cm^2 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/cm^2 的情况下应大于 -100 mV 。

5.12 外观

5.12.1 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。

5.12.2 产品边缘齐整，无锯齿状裂口。

5.12.3 产品表面无氧化，不得出现发红、发黑、发白斑点。

5.12.4 卷式产品应连续、齐整，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

6.2.1 卷式产品的厚度用测厚仪(产品厚度 $<0.10\text{mm}$,精度 0.0002mm ;产品厚度 $\geq 0.10\text{mm}$,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宽度值。

6.2.2 片式产品的厚度用测厚仪(产品厚度 $<0.10\text{mm}$,精度 0.0002mm ;产品厚度 $\geq 0.10\text{mm}$,精度 0.001mm)检测,直径、长度和宽度采用游标卡尺(精度 0.01mm)检测。每批随机抽样3片,取算术平均值作为该批产品对应尺寸的检测结果。

6.3 中凸度

产品的中凸度用测厚仪(产品厚度 $<0.10\text{mm}$,精度 0.0002mm ;产品厚度 $\geq 0.10\text{mm}$,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 H_0 ,以及两边厚度平均值 H_1 与 H_2 ,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 耐空气腐蚀性

产品耐空气腐蚀性的测定按附录A的规定进行。

6.5 耐溶液腐蚀性

产品耐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。

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，见表4。

表4 检验项目

检验项目		出厂检验项目	型式检验项目
外观		✓	✓
化学成分		✓	✓
尺寸及其允许偏差		✓	✓
中凸度		✓	✓
耐腐蚀性	耐空气腐蚀性	×	✓
	耐溶液腐蚀性	✓	✓
力学性能	抗拉强度	✓	✓
	断后伸长率	×	✓
电化学性能	质量比容量	✓	✓
	锂溶出过电位	✓	✓
	形核过电位	×	✓
	电镀过电位	×	✓

注：表中“√”表示“必验项目”；“×”表示“非必验项目”。

7.3.2 出厂检验：每批产品应进行外观、化学成分、尺寸及其允许偏差（厚度、宽度）、中凸度、耐腐蚀性（耐空气腐蚀性、耐溶液腐蚀性）、力学性能（抗拉强度、断后延伸率）和电化学性能（质量比容量、锂溶出过电位、形核过电位、电镀过电位）的检验。

耐腐蚀性实验需方可对耐空气腐蚀性、耐溶液腐蚀性任选其一，未做特别说明时，进行耐溶液腐蚀性试验。当需方选择耐空气腐蚀性试验时，同时还要求耐溶液腐蚀性试验并在订货单中注明时，还应进行耐空气腐蚀性试验，但耐空气腐蚀性试验结果仅供参考；当需方选择耐溶液腐蚀性试验时，同时还要求耐空气腐蚀性试验并在订货单中注明时，还应进行耐空气腐蚀性，但耐空气腐蚀性结果仅供参考。

力学性能实验需方可对抗拉强度、断后延伸率任选其一，未做特别说明时，进行抗拉强度试验。当需方选择断后延伸率试验时，同时还要求抗拉强度试验并在订货单中注明时，还应进行抗拉强度试验，但抗拉强度试验结果仅供参考；当需方选择抗拉强度试验时，同时还要求断后延伸率试验并在订货单中注明时，还应进行断后延伸率实验，但断后延伸率实验结果仅供参考。

电化学性能实验需方可对质量比容量、锂溶出过电位、形核过电位和电镀过电位任选其二，未做特别说明时，进行质量比容量和锂溶出过电位试验。当需方选择形核过电位和电镀过电位试验时，同时还要求质量比容量和锂溶出过电位试验并在订货单中注明时，还应进行质量比容量和锂溶出过电位试验，但质量比容量和锂溶出过电位试验结果仅供参考；当需方选择质量比容量和锂溶出过电位试验时，同时还要求形核过电位和电镀过电位试验并在订货单中注明时，还应进行形核过电位和电镀过电位实验，但形核过电位和电镀过电位结果仅供参考。

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°C 的手套箱内或温度为 $(25\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 、露点不大于 -45°C 的干燥室内进行操作，产品的检验项目和抽样规定应符合表 5 的规定。

表5 取样方案与技术方案表

检验项目	取样规定		技术要求的章条号	试验方法的章节号
	卷式	片式		

化学成分	每批随机抽取一卷	每批随机取 3 片	5.1	6.1
尺寸及允许偏差		每批随机取 3 片	5.2	6.2
中凸度		从其母卷上取样	5.3	6.3
耐空气腐蚀性		每批随机取 3 片	5.4	6.4
耐溶液腐蚀性		每批随机取 3 片	5.5	6.5
抗拉强度		从其母卷上取样	5.6	6.6
断后伸长率		从其母卷上取样	5.7	6.6
质量比容量		每批随机取 6 片	5.8	6.7
锂溶出过电位		每批随机取 6 片	5.9	6.7
形核过电位		每批随机取 6 片	5.10	6.8
电镀过电位		每批随机取 6 片	5.11	6.8
外观		每批随机取 6 片	5.12	6.9

7.5 检验结果的判定

7.5.1 产品的化学成分、尺寸及其允许偏差（厚度、宽度）、中凸度、耐腐蚀性（耐空气腐蚀性、耐溶液腐蚀性）、力学性能（抗拉强度、断后延伸率）和电化学性能（质量比容量、锂溶出过电位、形核过电位、电镀过电位）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 规定的方法制备 6 颗试验电池，任取其中 3 支电池做锂溶出过电位和质量比容量的检验，若有 2 支性能都达不到本标准要求，判该批产品不合格；但允许另取三支电池做重复试验，若有 2 支性能都达到本标准要求，判该批产品合格。

7.5.3 按附录 D 规定的方法制备 6 颗试验电池，任取其中 3 支电池做形核过电位和电镀过电位的检验，若有 2 支性能都达不到本标准要求，判该批产品不合格；但允许另取三支电池做重复试验，若有 2 支性能都达到本标准要求，判该批产品合格。

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) 供方名称、商标；
- b) 产品名称；
- c) 产品代号；
- d) 产品规格；
- e) 产品净重；
- f) 包装日期；
- g) 产品批号；
- h) 其他标志；

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) 产品代号；
- d) 产品规格；
- e) 产品净重；
- f) 包装日期；
- g) 产品批号；
- h) 其他标志；

8.1.3 产品外包装应标明 GB 190—2009 的表 2 序号 4 中“遇水放出易燃气体的物质”标签图形、GB/T 191—2025 的表 5 序号 10 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 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 产品外包装桶应符合国家商检要求，采用 GB/T 325.1 中规定的直开口钢桶，桶内用软物塞紧。

8.2.5 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 12268-2025 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/T 617-2018 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，自产品包装完成日期起计算。

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) 产品名称和代号；
- 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）；
- h) 其他。

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耐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。将锂及锂合金负极试样置于一定温度和湿度的空气中，记录首次出现腐蚀现象的时间，时间越长代表产品的耐空气腐蚀性能越好，时间越短表明产品的耐空气腐蚀性越差。

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 在手套箱或干燥室环境中，采用直径不小于 $\Phi 10\text{mm}$ 的冲孔模具制取圆片试样，每件待测样品的有效试样数量不应少于 3 片。

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 。

$$\Delta t = t_e - t_i$$

A.5.2 测得 $\Delta t \geq 60\text{s}$ ，判定为合格；测得 $\Delta t < 60\text{s}$ 判定不合格。

附录 B

(规范性)

锂及锂合金负极材料耐溶液腐蚀性的测定

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耐溶液腐蚀性能越好，累计时间越短代表锂金属的耐溶液腐蚀性能越差。

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 透明容器：干燥 PP 小瓶（或玻璃瓶等其他透明容器）。

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.4.1 在手套箱或干燥室环境中，采用直径不小于 $\Phi 10\text{mm}$ 的冲孔模具制取圆片试样，每件待测样品的有效试样数量不应少于 3 片。

B.5 分析步骤

B.5.1 在手套箱中，将 10mL DEC 加入到透明容器。

B.5.2 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_i 。

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.6.1 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 。

$$\Delta t = t_e - t_i$$

B.6.2 测得表面出现腐蚀迹象时所经历的时间 $\Delta t \geq 6h$ ，判定产品合格。

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 ($\text{Li} - e^- \rightarrow \text{Li}^+$)，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 Φ 16mm，厚度为 60 μm 。

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 Φ 14mm。

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 μm ，长度为 10~15mm，宽度为 1~1.5mm，作为参比电极 (RE)。

C.2.4 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 15 μm ~45 μm 。

C.2.5 电解液:所用电解液为 1 mol/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.2.7 聚酰亚胺胶带，一种涂布有有机硅压敏胶的耐高温绝缘胶带。

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 0mA~10mA，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 10mm~16mm。

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 $\Phi 14\text{ mm}$ 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 $70 \pm 5\text{ }\mu\text{l}$ 。

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。聚酰亚胺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 的不锈钢用聚酰亚胺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 $(25 \pm 5)\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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 mA/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 计算结果保留整数。

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 $\Phi 16\text{mm}$,厚度为 $60\mu\text{m}$ 。

D.2.2 负极:以待测试样作为工作电极(WE),直径 $\Phi 14\text{mm}$ 。

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 $10\mu\text{m}$,长度为 $10\sim 15\text{mm}$,宽度为 $1\sim 1.5\text{mm}$,作为参比电极(RE)。

D.2.3 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 $5\mu\text{m}\sim 45\mu\text{m}$ 。

D.2.4 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)

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.2.7 聚酰亚胺胶带,一种涂布有有机硅压敏胶的耐高温绝缘胶带。

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 $0\text{mA}\sim 10\text{mA}$,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。聚酰亚胺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 的不锈钢用聚酰亚胺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（ $E_{p,\text{peak}}$ ）与电镀过电位（ E_p ）作为测得的形核过电位（ E_n ）： $E_n = E_{p,\text{peak}} - E_p$ 。