

团 体 标 准

T/CSAE xx—20xx

固体电解质离子迁移数测试方法

直流极化法

Testing method for ion migration number of sulfide solid electrolytes—

DC polarization method

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

20xx-xx-xx 发布

20xx-xx-xx 实施

中国汽车工程学会 发布

目次

前 言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 环境条件 1

5 仪器设备 2

6 试验步骤 2

 6.1 试样制备 2

 6.2 试样测试（直流极化法） 2

7 数据处理 3

8 试验报告 3

附 录 A（资料性）阻抗值选取 4

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。

本文件由电动汽车产业技术创新战略联盟提出。

本文件由中国汽车工程学会标准化工作委员会归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

固体电解质离子迁移数测试方法 直流极化法

1 范围

本文件描述了固体电解质离子迁移数测试的环境条件、仪器设备、试验步骤、数据处理、试验报告等内容。

本文件适用于固体电解质离子迁移数的测试。

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。

T/CSAE 434-2025 全固态电池判定方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

固体电解质 solid-state electrolyte

含有可移动离子并具有离子导电性的固体物质。

[来源：T/CSAE 434-2025，3.1]

3.2

离子迁移数 transference numbers of ion

某种离子传递的电荷数与总的移动电荷数之比。

3.3

直流极化法 DC polarization method

通过在电解质两端施加一个恒定的直流电压，使电解质中的离子在电场作用下发生迁移，当电极与电解质界面处的极化达到稳定状态时，测量稳态电流的方法。

4 环境条件

除另有规定外，各项试验应在下列条件下进行：

——温度：25℃±2℃；

——相对湿度：10%～90%。

注：硫化物、卤化物固体电解质等对环境要求敏感的材料，应在不与试验环境发生反应的条件下进行测试，如水氧含量可控的手套箱或露点不大于-40℃的干燥间（具体条件需依据材料自身性能）等。

5 仪器设备

测量仪器、仪表精度应满足以下要求：

- 5.1 手动压片机：0 MPa~600 MPa。
- 5.2 手套箱：标准大气压，99.999 %的惰性气体，水含量不大于 0.1 mL/m³，氧含量不大于 0.1 mL/m³或相同类型手套箱。
- 5.3 模具：直径 10 mm。
- 5.4 分析天平：精度 0.0001 g。
- 5.5 真空干燥箱：真空度小于 100 Pa，温度范围 50 °C~250 °C。
- 5.6 鼓风干燥箱：25 °C~250 °C。
- 5.7 马弗炉：25 °C~1300 °C或相同类型高温炉。
- 5.8 电化学工作站：电流精度不低于 0.1 %FS，电压精度不低于 0.1 %FS。

6 试验步骤

6.1 试样制备

6.1.1 硫化物和卤化物固体电解质模具电池制备

按以下步骤进行制备：

- a) 在手套箱中，称取150 mg粉末试样，将其装入内径为10 mm的模具；
- b) 用手动压片机对模具施加200 MPa~400 MPa的压强，保压时间不少于30 s，压制成药片；
- c) 将制备好的圆片与锂或锂合金组成对称电极，将其放入模具中，施加1 MPa~25 MPa的压强，保压时间不少于10 s，形成模具电池。

6.1.2 氧化物固体电解质模具电池制备

按以下步骤进行制备：

- a) 在室温环境下，称取150 mg粉末试样，将其装入内径为10 mm的模具；
- b) 用手动压片机对模具施加200 MPa~400 MPa的压强，保压时间不少于30 s，压制成药片；
- c) 压片后试样应在手套箱中保存，避免暴露在空气中。按照企业规定的烧结方式进行处理，制备成电解质陶瓷片样品；
- d) 将制备好的圆片与锂或锂合金组成对称电极，将其放入模具中，施加1 MPa~25 MPa的压强，保压时间不少于10 s，形成模具电池。

6.1.3 聚合物固体电解质扣式电池制备

按以下步骤进行制备：

- a) 用直径不大于18 mm冲片机对试样进行冲片，将冲好的圆片以及CR2032型扣式电池组装部件（负极壳、垫片、弹簧片、正极壳）放入60 °C真空烘箱干燥，时间不少于8 h；
- b) 在手套箱中完成锂对称扣式电池的组装。

6.2 试样测试（直流极化法）

试样测试方法采用直流极化法，具体测试步骤如下：

a) 将扣式电池/模具电池与电化学工作站连接, 设置频率0.01 Hz~10⁶ Hz, 激励电压10 mV, 进行极化前阻抗测试, 阻抗值的选取参考附录A;

b) 设置极化电压范围为10 mV~50 mV, 极化时间大于8000 s, 进行电流极化测试, 记录极化前电流(初始电流)和极化后电流(稳态电流), 极化后电流取值依据为当电流值在连续时间段(极化结束前100 s)内波动幅度小于5 %;

c) 极化测试之后, 设置频率0.01 Hz~10⁶ Hz, 激励电压10 mV, 进行极化后阻抗测试。

7 数据处理

试样的离子迁移数 t_+ 按公式(1)计算:

$$t_+ = \frac{I_s(\Delta V - I_0 R_0)}{I_0(\Delta V - I_s R_s)} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

t_+ ——试样的离子迁移数;

I_s ——测试时稳态电流, 单位安培(A);

ΔV ——激励电压, 单位伏特(V);

I_0 ——测试时初始电流, 单位安培(A);

R_0 ——极化前阻抗, 单位欧姆(Ω);

R_s ——极化后阻抗, 单位欧姆(Ω)。

8 试验报告

试验报告应包括下列内容:

——样品名称及批次;

——试验结果;

——试验日期;

——本文件未规定的或视为可选的各种操作;

——可能影响试验结果的情况: 如阻塞电极的类型、施加的压强等;

——本文件编号。

附录 A
(资料性)
阻抗值选取

A.1 典型的奈奎斯特图谱

典型的奈奎斯特图谱包括了一个起始点非原点的半圆弧和一个线性尾部，分别反映了晶界阻抗和离子在电极界面上的扩散行为，如图A.1所示。通过对图谱进行等效电路拟合，得到被测样品的阻抗R值，即体相电阻R1和晶界电阻R2之和。

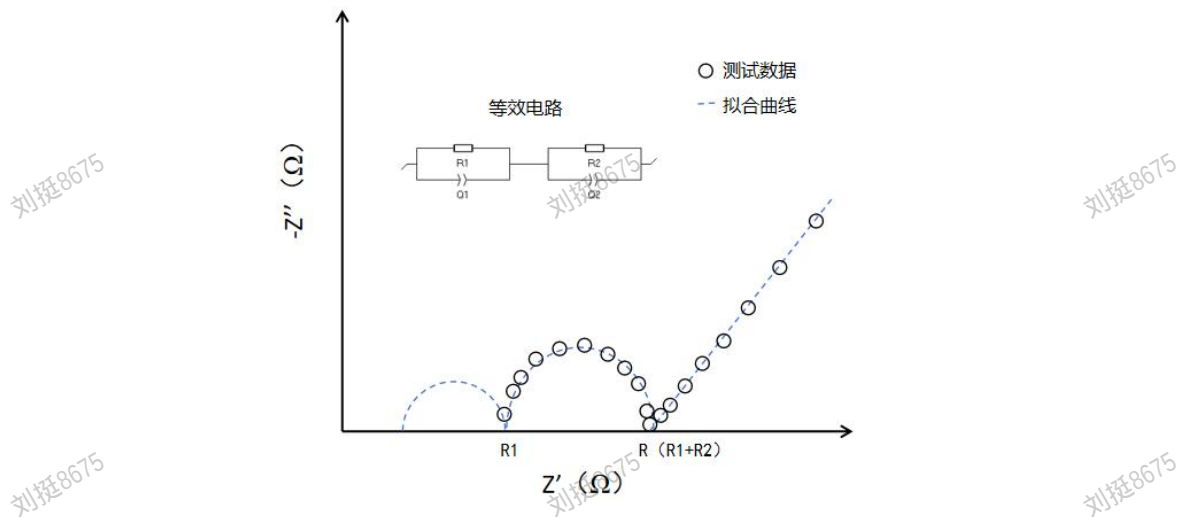


图 A.1 奈奎斯特图谱及等效电路拟合示意图

A.2 非典型的奈奎斯特图谱

当晶界阻抗不明显，晶界半圆弧消失，仅能观察到线性尾部，如图 A.2 所示。对图谱进线性拟合，被测样品的阻抗 R 值以拟合曲线与实轴交点的值为准。

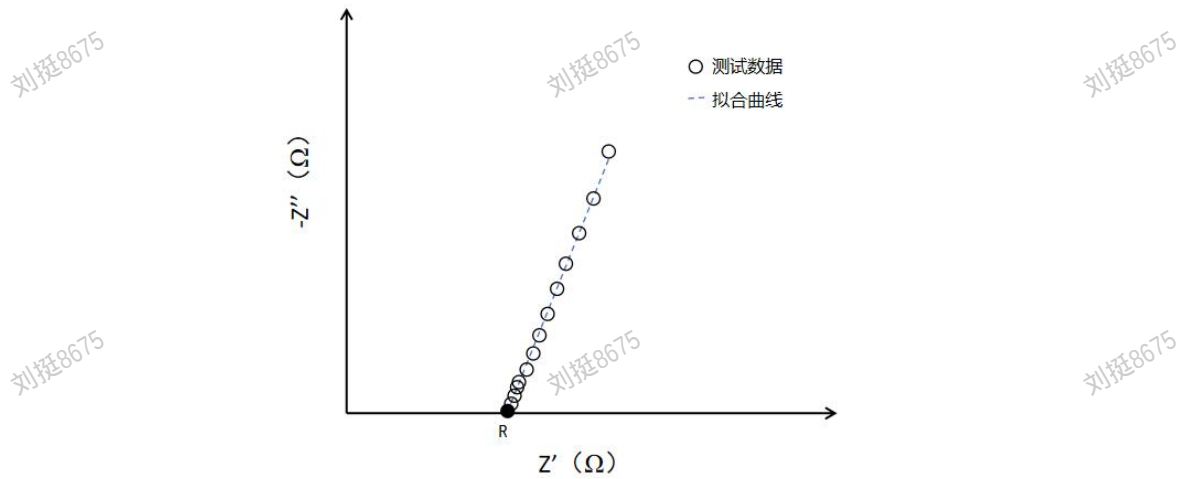


图 A.2 无半圆弧的奈奎斯特图谱及拟合示意图