

团体标准

T/CSAE xx—20xx

硫化物固体电解质空气稳定性测试方法

Test method for air stability of sulfide solid electrolyte

（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 模具电池制备 2

 6.2 暴露前离子电导率测试 2

 6.3 粉末试样暴露 2

 6.4 暴露后离子电导率测试 2

7 数据处理 2

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：

文件主要起草人：

硫化物固体电解质空气稳定性测试方法

1 范围

本文件描述了硫化物固体电解质空气稳定性测试的环境条件、仪器设备、试验步骤、数据处理、试验报告等内容。

本文件适用于硫化物固体电解质空气稳定性的测试。

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。

GB/T 20919 电子数显外径千分尺

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

硫化物固体电解质 sulfide solid electrolyte

通常由锂、硫等元素构成的无机固体电解质，其中阴离子以硫离子为主要成分。

3.3

离子电导率 ionic conductivity

固体电解质传导锂离子能力的量度。

3.4

空气稳定性 air stability

固体电解质暴露在空气中的性能保持不变的能力。

注：本文件中的固体电解质的性能主要是指离子电导率。

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%；

5 仪器设备

试验所用仪器设备应满足如下条件：

5.1 手动压片机：压力0 MPa~600 MPa；

5.2 模具：直径10 mm；

5.3 分析天平：精度0.0001 g；

5.4 千分尺：精度0.001 mm；

5.5 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；

5.6 电化学工作站：频率不低于1 MHz，建议频率为10 MHz。

6 试验步骤

6.1 模具电池制备

6.1.1 在手套箱中，称取150 mg粉末试样，将其放入内径为10 mm的模具。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60 s，压制成圆片。

6.1.2 卸压后，根据GB/T 20919 规定使用千分尺测量圆片厚度d。

6.1.3 将离子绝缘、电子导通的阻塞电极材料置于圆片两端，然后将其放入模具中加压，施加的压强按照6.1.1执行，制成模具电池。

6.2 暴露前离子电导率测试

在25℃±2℃条件下，使用电化学工作站测试模具电池的阻抗，测试频率0.01 Hz~1×10⁶ Hz，振幅10 mV，按照附录A选取阻抗值。

6.3 粉末试样暴露

称取300 mg粉末试样平铺于敞口玻璃瓶中（玻璃瓶宜为内径1.5 cm，高4.0 cm），放置在露点不大于-40℃的环境中进行暴露，暴露时间宜控制在4 h~24 h内。

6.4 暴露后离子电导率测试

将按照6.3处理后的粉末试样混合均匀，按6.1制成模具电池后，依照6.2方法测试其离子电导率。

7 数据处理

7.1 暴露前试样的离子电导率以 σ_0 计，按公式（1）计算：

$$\sigma_0 = \frac{d}{S \times R} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

σ_0 ——暴露前固体电解质的离子电导率，单位为西门子每厘米（S·cm⁻¹）；

- d ——暴露前固体电解质的圆片厚度，单位为厘米（cm）；
 S ——暴露前固体电解质的圆片面积，单位为平方厘米（cm²）；
 R ——测得的暴露前固体电解质的阻抗值，单位为欧姆（Ω）。

7.2 暴露后试样的离子电导率以 σ_{tn} 计，按公式（2）计算：

$$\sigma_{tn} = \frac{d}{S \times R} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中：

- σ_{tn} ——暴露n小时后固体电解质的离子电导率，单位为西门子每厘米（S·cm⁻¹）；
 d ——暴露后固体电解质的圆片厚度，单位为厘米（cm）；
 S ——暴露前固体电解质的圆片面积，单位为平方厘米（cm²）；
 R ——测得的暴露前固体电解质的阻抗值，单位为欧姆（Ω）。

7.3 空气稳定性以 λn 计，按公式（3）计算：

$$\lambda n = \frac{\sigma_{tn}}{\sigma_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中：

- λn —— n小时后固体电解质的空气稳定性，用百分数（%）表示；
 σ_{tn} ——暴露n小时后固体电解质的离子电导率，单位为西门子每厘米（S·cm⁻¹）。
 σ_0 ——暴露前固体电解质的离子电导率，单位为西门子每厘米（S·cm⁻¹）。

8 试验报告

试验报告应包括但不限于以下内容：

- 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；
- 试验条件：试样暴露时间、暴露环境露点；
- 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 R_1 和晶界电阻 R_2 之和。

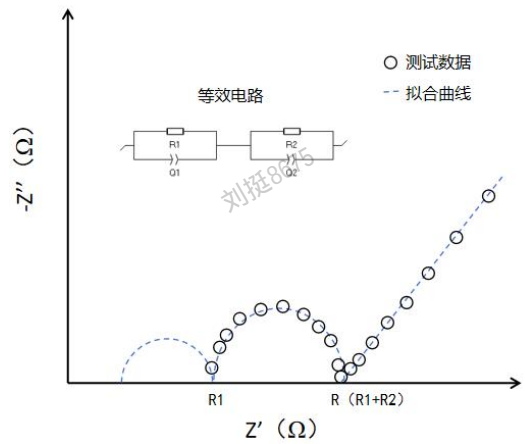


图 A.1 奈奎斯特图谱及等效电路拟合示意图

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。

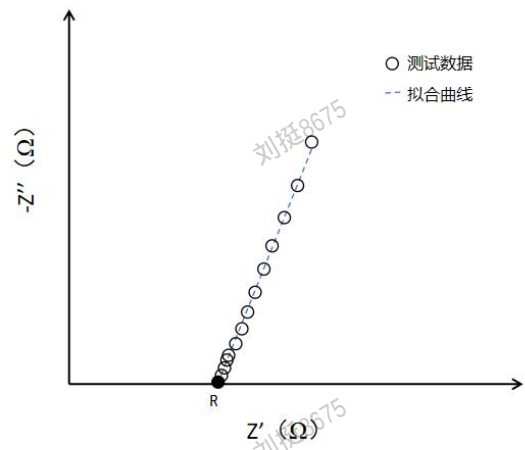


图 A.2 无半圆弧的奈奎斯特图谱及拟合示意图