

# 团 体 标 准

T/CSAE xx—20xx

## 固体电解质离子电导率测试方法 交流阻抗法

Test methods of ionic conductivity of solid electrolytes AC impedance 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

刘挺8675

# 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 测试条件 .....	1
4.1 一般条件 .....	1
4.2 仪器、仪表准确度 .....	2
5 预处理 .....	2
5.1 硫化物、卤化物电解质粉体 .....	2
5.2 氧化物电解质粉体 .....	2
5.3 聚合物基电解质膜 .....	2
5.4 硫化物、卤化物电解质膜 .....	3
6 测试方法 .....	3
6.1 测试过程 .....	3
6.2 数据处理 .....	4
7 试验报告 .....	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：

# 固体电解质离子电导率测试方法 交流阻抗法

## 1 范围

本文件描述了固体电解质离子电导率测试的测试条件、预处理、测试方法及试验报告。  
本文件适用于氧化物、硫化物、卤化物电解质粉体及聚合物基、硫化物、卤化物电解质膜。

## 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 6672-2001 塑料薄膜与薄片厚度的测定机械测量法

GB/T 6673-2001 塑料薄膜与薄片长度和宽度的测定

## 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。

### 3.2

**离子电导率** ionic conductivity

表示固体电解质中离子传导能力的物理量。通常用西门子每米（S/m）作为单位。

## 4 测试条件

### 4.1 一般条件

除另有规定外，各项试验应在下列环境条件下进行：

——温度：25°C±2°C；

——相对湿度：小于45%；

——气压：86kPa~106kPa。

——硫化物、卤化物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，尤其对于长期循环测试类项目，宜在水氧含量可控的手套箱（水含量小于0.1ppm，氧含量小于0.1ppm）内进行测试。

注：1 ppm=1 mL/m<sup>3</sup>

## 4.2 仪器、仪表准确度

仪器、仪表准确度应不低于以下要求：

- 质量测量装置：±0.1% FS；
- 尺寸测量装置：±0.1% FS；
- 施压装置：最大压强不小于600MPa，±1%；
- 温度测量装置：±1℃；
- 湿度测量装置：±2%（相对湿度）；
- 电压测量装置：±0.5% FS；
- 电流测量装置：±0.5% FS；
- 时间测量装置：±0.1S。

## 5 预处理

### 5.1 硫化物、卤化物电解质粉体

具体预处理步骤如下：

- a) 取适量制造商提供的电解质粉体，如需烘烤，在 80℃±2℃烘箱中真空干燥 1h~3h；
- b) 取一片 φ10mm 的阻塞电极放入模具电池套筒内；
- c) 称取 100mg~200mg 电解质粉体，置于 b) 步骤的套筒内，采用振动等方式使其分布均匀；
- d) 取一片 φ10mm 的阻塞电极于 c) 步骤的粉末上方；
- e) 将上模芯压入套筒内，利用压力设备将固体电解质粉体压制成型，施加的成型压强为 200MPa~400MPa，保压时间不少于 30s；
- f) 测试压强与 e) 步骤中成型压强保持一致或根据制造商要求施加；
- g) 静置时间不少于 1h。

### 5.2 氧化物电解质粉体

具体预处理步骤如下：

- a) 取适量制造商提供的电解质粉体，如需烘烤，在 80℃±2℃烘箱中真空干燥 1h~3h；
- b) 称取 100mg~200mg 电解质粉体，置于压力模具内，采用振动等方式使其均匀分布；使用加压设备对压力模具缓慢施加 200MPa~400MPa 压强，保压时间不少于 30s，使粉末压片成型，取出压制好的样片；
- c) 按照制造商规定的烧结方式进行处理，制备成电解质陶瓷片样品；
- d) 将烧结得到的陶瓷片样品，依次采用 500 目、1500 目、3000 目砂纸打磨光滑，且 3000 目砂纸打磨后目测均匀光滑，无不均匀区域，依据 GB/T 6672-2001 和 GB/T 6673-2001 测试并记录厚度、直径，并根据直径计算陶瓷片样品面积；
- e) 采用离子溅射装置对陶瓷圆片两个表面进行喷金处理，使喷金层均匀且致密，采用万用表欧姆档验证圆片任意两点间导通性；
- f) 将圆片侧面的喷金层用砂纸小心打磨干净，以防止两侧电子导通。

### 5.3 聚合物基电解质膜

具体预处理步骤如下：

- a) 选取直径不大于18mm的膜类样品，并记录样品直径；
- b) 将CR2032型扣电零部件（上下盖、垫片、弹片）放入真空烘箱内 $80^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 烘烤，时间不少于8h，后冷却至室温备用；
- c) 在露点不低于 $-40^{\circ}\text{C}$ 干燥间完成扣式电池（标准不锈钢垫片/固体电解质/标准不锈钢垫片/弹片）的装配。扣式电池的封装压力宜为5MPa。

#### 5.4 硫化物、卤化物电解质膜

具体预处理步骤如下：

- a) 选取 $\phi 10\text{mm}$ 的电解质膜样品及 $\phi 10\text{mm}$ 的阻塞电极（如涂碳箔材、不锈钢等）；
- b) 将阻塞电极/电解质样片/阻塞电极放入模具电池压力套筒内，通过施加压强使得阻塞电极与固体电解质膜接触良好，施加成型压强为200MPa~400MPa，或根据制造商提供的技术条件施加，且保压时间不少于30s；
- c) 测试压强与b)步骤中成型压强保持一致或根据制造商要求施加；
- d) 静置时间不少于1h。

## 6 测试方法

### 6.1 测试过程

按以下步骤测试：

- a) 打开电化学工作站；
- b) 将按照第5章完成预处理的样品或模具电池的引出端子与电化学工作站的夹具相连；
- c) 进入电化学工作站交流阻抗图（EIS）测试模式，设置参数为振幅10mV，频率设置为1Hz~1MHz（硫化物电解质设置为1Hz~10MHz），从高频开始测试EIS阻抗谱，并记录测试温度、阻抗；
- d) 选取如图1所示电路模型，对EIS阻抗谱进行拟合，读取阻抗R（即模型中R2）；

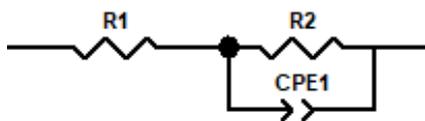


图1 交流阻抗拟合电路示意图

- e) 对于不符合典型阻抗谱（见图2）的测试曲线，如硫化物体系，可选取曲线与横轴的交点作为阻抗R，如无交点，则选取最低点投影对应的X轴数值作为阻抗R；

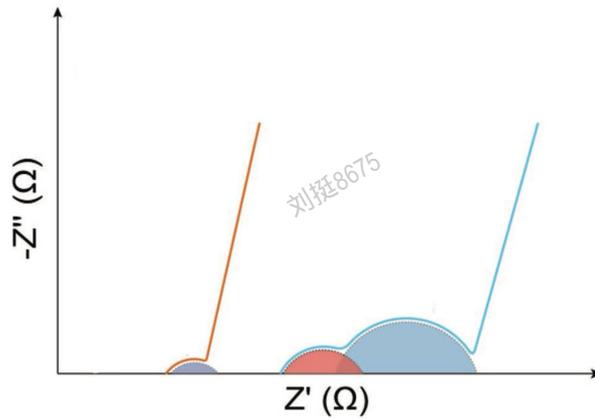


图2 电解质典型阻抗谱示意图

f) 采用模具电池测试的样品，测试完成后拆解模具电池，取出圆片，测量其厚度。采用扣式电池测试的样品，测试完成后拆解扣式电池，参考 GB/T 6672 的厚度测试方法测量无机聚合物复合电解质膜与两侧不锈钢垫片的总厚度 $L_1$ 、两个垫片的厚度 $L_2$ ，则 $L=L_1-L_2$ 为无机聚合物复合电解质膜的厚度，将使用的标准不锈钢垫片的面积记为 $S$ 。

## 6.2 数据处理

按照公式（1）计算被测样品室温离子电导率：

$$\sigma = \frac{L}{R \times S} \quad (1)$$

式中：

$\sigma$ ——被测样品离子电导率，单位为西门子每厘米（S/cm）；

$L$ ——被测样品厚度，单位为厘米（cm）；

$R$ ——被测样品阻抗值，单位为欧（ $\Omega$ ）；

$S$ ——被测样品横截面积，单位为平方厘米（ $\text{cm}^2$ ）

测试结果应保留到小数点后两位有效数字。

## 7 试验报告

试验报告应包括下列内容：

——试样（尺寸、状态描述、送样日期等）；

——测试环境（温度、湿度）；

——仪器设备（编号、有效期）；

——使用的标准（包括发布或出版年号）；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。