

# 团 体 标 准

T/CAAMTB XX—20XX

## 锂二次电池用锂磷硫氯固态电解质

Li-P-S-Cl Li-argyrodite solid electrolyte for secondary lithium battery

(征求意见稿)

20XX - XX - XX 发布

20XX - XX - XX 实施

中国汽车工业协会 发布



## 目 次

前 言.....	I
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 技术要求.....	1
5 试验方法.....	2
6 检验规则.....	3
7 标志和包装.....	4
8 贮存与运输.....	4



## 前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020给出的规则起草。

本文件某些内容可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由中国汽车动力电池产业创新联盟提出。

本文件由中国汽车工业协会归口。

本文件起草单位：国联汽车动力电池研究院有限责任公司、加拿大西安大略大学（The University of Western Ontario）、加拿大国联固态电池公司（GLABAT Solid-State Battery Inc.）、中国第一汽车股份有限公司、北京科技大学、中国科学院物理研究所、中汽创智科技有限公司、厦门大学、北京理工大学、中汽研新能源汽车检验中心(天津)有限公司、蜂巢能源科技(无锡)有限公司。

本文件主要起草人：王建涛、赵尚骞、杨容、唐玲、云凤玲、孙学良、黄欢、姜涛、翟喜民、范丽珍、王其钰、黄祯、周剑光、张忠如、吴川、马天翼、陈少杰。

本文件为首次发布。

# 锂二次电池用锂磷硫氯固态电解质

## 1 范围

本文件规定了锂二次电池用磷硫氯固态电解质材料的术语和定义、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、贮存和运输等内容。

本文件适用于锂二次电池用锂磷硫氯固态电解质产品。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 1480 金属粉末粒度组成的测定 干筛分法

GB/T 6283 化工产品中水分含量的测试

GB/T 6388 运输包装收发货标志

GB/T 13732 粒度均匀散料抽样检验通则

GB/T 19596-2017 电动汽车术语

GB/T 24533 锂离子电池石墨类负极材料

GB/T 2900.41 电工术语 原电池和蓄电池

JCPDS (34-0688) 硫银锗矿型锂磷硫 X 射线衍射标准图谱

## 3 术语和定义

GB/T 2900.41、GB/T 19596-2017中界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

#### 离子电导 **ionic conductivity**

电场中由于离子迁移产生的导电现象。

### 3.2

#### 电子电导 **electronic conductivity**

电场中由于电子迁移产生的导电现象。

## 4 技术要求

### 4.1 外观质量

产品外观应为灰褐色粉末，颜色均一，无结块。

### 4.2 化学成分

化学成分应符合表1的规定。

表 1 空气稳定型锂磷硫氯固态电解质化学成分

化学成分		含量（质量分数）/%
主元素	Li	9.0~12.9
	P	26.8~33.0
	S	28.7~50.0
	Cl	5.0~17.4
杂质元素	K	≤0.05
	Na	≤0.05
	Ca	≤0.05
	Fe	≤0.05
	Cu	≤0.05
	Al	≤0.05

#### 4.3 水分含量

产品中的水分含量应不大于 0.01%。

#### 4.4 磁性异物

产品的磁性异物含量应不大于 0.0005%。

#### 4.5 粒度

产品的颗粒尺寸小于 20 μm 行。

#### 4.6 晶体结构

产品的晶体结构应符合 JCPDS（34-0688）。

#### 4.7 离子电导

产品的离子电导率应不小于  $2 \times 10^{-3} \text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。

#### 4.8 电子电导

产品的电子电导率应不大于  $1 \times 10^{-8} \text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。

#### 4.9 空气稳定性

产品在 30% 相对湿度下室温（ $25 \pm 5^\circ\text{C}$ ）暴露 24 小时后的离子电导保持率不低于 10%；产品在 1.0% 相对湿度干燥环境下室温（ $25 \pm 5^\circ\text{C}$ ）暴露 24 小时后的离子电导保持率不低于 90%。

### 5 试验方法

### 5.1 外观质量

产品外观质量通过目视检查。

### 5.2 化学成分

产品化学成分的检测按供需双方认可的方法进行。

### 5.3 水分含量

产品水分含量的测定按 GB/T 6283 的规定进行。

### 5.4 磁性异物

产品磁性异物含量的测定按 GB/T24533 中附录 K 的规定进行。

### 5.5 粒度

产品的粒度按照 GB/T 1480 中的方法测定。

### 5.6 晶体结构

产品的晶体结构用 X 射线衍射仪检测。

### 5.7 离子电导率

按照附录 A 中规定的测试方法进行测定。

### 5.8 电子电导率

按照附录 B 中规定的测试方法进行测定。

### 5.9 空气稳定行

按照附录 B 中规定的测试方法进行测定。

## 6 检验规则

### 6.1 检查与验收

#### 6.1.1 检查

产品应由供方进行检测，保证产品质量符合本标准及订货单（或合同）的规定，并填写质量证明书。

#### 6.1.2 验收

需方应对收到的产品按照本标准及订货单（或合同）的规定进行检验。如检验结果与本标准及订货单（或合同）的规定不符时，应在收到产品之日起 3 个月内向供方提出。由供需双方协商解决。如需仲裁，仲裁取样由供需双方共同进行。

### 6.2 组批

产品应成批提交验收，每批应由同一混合料组成，每批质量不超过 5t。需方有特殊要求时，可供需双方协商确定。

### 6.3 取样



袋装空气稳定锂磷硫氯材料按 GB/T 13732 进行取样，取样过程在干燥环境中进行。

#### 6.4 检验结果与判定

对每批次产品的外观质量、成分、水含量、磁性异物、晶体结构及离子电导等指标进行检验，以上指标有一项不合格，判定该批产品不合格。

### 7 标志和包装

#### 7.1 标志

产品外包装上应贴有标签，其上标明：

- a) 供方名称；
- b) 产品名称；
- c) 型号及规格；
- d) 批号；
- e) 净重；
- f) 出厂日期；
- g) 警示说明标志；
- h) 所执行标准的编号。

#### 7.2 包装

产品按 25kg 的净重进行包装，包装在干燥环境中进行，内包装用复合铝塑袋包装，热塑密封后装入外包装桶中。特殊的包装要求，可由供需双方商定。

### 8 贮存与运输

#### 8.1

产品应贮存在干燥、通风的仓库内。

#### 8.2

产品堆放应保持整齐、清洁，生产批号、生产日期等标志应清晰易辨认。

#### 8.3

贮存和运输过程中，应保证产品的外包装清洁无破损，避免与可使产品变质或使包装损坏的物品混存、混运。

#### 8.4

产品运输标识应符合 GB/T 6388 中的运输包装收发货标志的规定。

附录 A  
(资料性附录)  
离子电导率的测定方法

#### A.1 适用范围

本附录适用于交流阻抗法测定试样中的离子电导率。

#### A.2 方法提要

采用交流阻抗的方法测试材料的离子电导率

#### A.3 试剂与材料

##### A.3.1 多壁碳纳米管（高纯）

#### A.4 仪器与设备

A.4.1 粉末压片机：压力 0~20t。

A.4.2 加压模具：模具内径 10mm。

A.4.3 电化学工作站：交流阻抗测试模块，频率 0.01~10<sup>6</sup>Hz。

#### A.5 分析步骤

A.5.1 称取 150mg 的粉末试样装入加压测试模具，对其施加 350MPa 的压力保压 2 分钟，压片成圆片，直径为 10mm，测试圆片厚度。

A.5.2 在试样圆片上下表面加入离子绝缘、电子导通的多壁碳纳米管（或者在上下表面进行喷金处理），组装对称电池，在室温(25℃)，开路电压下测试对称电池的阻抗，测试频率 0.01~10<sup>6</sup>Hz，振幅 5mV。

#### A.6 计算结果和数据处理

根据测试的阻抗数据计算离子电导率，计算公式见式 (A.1)：

$$\sigma = \frac{d}{S \times R} \quad (\text{A.1})$$

式中 $\sigma$ 为电导率， $d$ 为压片厚度， $R$ 为测得的交流阻抗值， $S$ 为压片面积。

**附录 B**  
**(资料性附录)**  
**电子电导率的测定方法**

**B.1 适用范围**

本附录适用于恒电压法测定试样中的电子电导率。

**B.2 方法提要**

采用阻塞电极恒电压法测试材料的电子电导率

**B.3 仪器与设备**

**B.3.1 粉末压片机：**压力 0~20t。

**B.3.2 加压模具：**内径 10mm。

**B.3.3 电化学工作站：**恒电位仪，最小电流分辨率不超过 1pA。

**B.4 分析步骤**

**B.4.1** 称取 150mg 的粉末试样装入加压测试模具，对其施加 350MPa 的压力保压 2 分钟，压片成圆片，直径为 10mm，测试圆片厚度。

**B.4.2** 在试样圆片上下表面与不锈钢电极接触形成阻塞电极，在室温(25°C)下施加 0.5V 的直流电压 1 小时后，测试电流大小。

**B.5 计算结果和数据处理**

根据测试的电流数据计算电子电导率，计算公式见式 (B.1)：

$$\sigma = \frac{d \times I}{S \times U} \quad (\text{B.1})$$

式中 $\sigma$ 为电导率， $d$ 为压片厚度， $U$ 为施加的直流电压 (1V)， $I$ 为测得的电流值， $S$ 为压片面积。

附录 C  
(资料性附录)  
空气稳定性的测定方法

C.1 适用范围

本附录适用于固态电解质的空气稳定性测定。

C.2 方法提要

将电解质材料在恒定湿度的环境下暴露 24 小时，测试材料暴露前后的离子电导率变化。

C.3 仪器与设备

C.3.1 环境测试箱：相对湿度 10~98%RH。

C.3.2 电化学工作站：交流阻抗测试模块，频率 0.01~10<sup>6</sup>Hz。

C.4 分析步骤

C.4.1 按附录 A 的规定测定暴露前样品的离子电导率。

C.4.2 称取 300mg 试样平铺于内径 25mm 高 50mm 的玻璃瓶中，放置在恒温恒湿环境箱中（25℃，相对湿度 30%）暴露 24 小时。

C.4.3 按附录 A 的规定测定暴露后样品的离子电导率。

C.5 计算结果和数据处理

根据测试的暴露前后离子电导率数据计算电离子电导保持率，计算公式见式（C.1）：

$$\mu = \frac{\sigma_t}{\sigma_0} \quad (\text{C.1})$$

式中 $\mu$ 为离子电导保持率， $\sigma_0$ 为暴露前的离子电导率， $\sigma_t$ 为暴露后的离子电导率。