



团 体 标 准

T/GAAMTB XXXX—2023

锂离子电池全生命周期关键材料- 极片中正极材料热稳定性测试方法

Materials of lithium-ion battery full life cycle-
Test method for thermal stability of cathode materials in pole pieces

(征求意见稿)

2023 - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中国汽车工业协会 发布

目 次

目 次.....	II
前 言.....	错误! 未定义书签。
锂离子电池全生命周期关键材料—极片中正极材料热稳定性测试方法.....	1
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 方法提要.....	2
5 仪器和材料.....	2
6 样品.....	2
7 试验步骤.....	3
8 试验报告.....	3

前 言

本标准根据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。

本标准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。

本标准主要起草单位：国联汽车动力电池研究院有限责任公司、深圳市新能源技术研究院有限公司、宁波吉利罗佑发动机零部件有限公司、天津市捷威动力工业有限公司、星恒电源股份有限公司、蜂巢能源科技股份有限公司、有研（广东）新材料技术研究院、上海机动车检测认证技术研究中心有限公司、中国科学院物理研究所。

本标准主要起草人：

锂离子电池全生命周期关键材料—极片中正极材料热稳定性 测试方法

1. 范围

本标准规定了锂离子电池全生命周期内正极极片热稳定性的方法，采用差式扫描量热法。
本标准适用于在一定压力下的惰性气氛或反应性气氛中，在25-500℃的温度范围内有焓变的正极极片。

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 6425—2008 术语

GB/T 13464—2008 物质热稳定性的热分析试验方法

GB/T 22232—2008 化学物质的热稳定测定 差示扫描量热法

3. 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

差示扫描量热法 (DSC) differential scanning calorimetry(DSC)

物质随温度的变化其热量与反应焓变的变化。

3.2

物质热稳定性 thermal stability of material

在一定的条件下，物质不发生焓变。

3.3

焓变 exotherm or endotherm

物质发生吸热或放热的任何变化。

3.4

反应焓 reaction enthalpy

差示扫描量热 (DSC) 曲线上反应峰的峰面积 (函数对时间的积分) 指特征物质的单位质量反应热，单位为毫焦每毫克 (ml/mg) 或焦每克 (J/g)。

3.5

起始温度 initial temperature

记录曲线开始偏离基线时对应的温度。

3.6

峰温 temperature of the peak

放热峰或吸热峰峰顶对应的温度。

3.7

外推起始温度 temperature of the extrapolated onset
峰前缘上斜率最大的一点作切线与外延基线的交点对应的温度。

3.8

升温速率 heating rate
相应于温度程序的温度升高速率。

3.9

参比样 reference specimen
在一定温度和时间范围内，具有热稳定性的已知样品。
注：通常，使用和装试样的坩埚相同的空坩埚作为参比样。

4. 方法提要

在惰性环境下，采用合适方式处理正极极片，然后用陶瓷刀刮取一定量的试样，放入密封坩埚。将坩埚放入差示扫描量热仪进行热稳定性测试。

5. 仪器和材料

差示扫描量热仪：控温精度 $\geq\pm 0.1^{\circ}\text{C}$
密封坩埚
惰性环境
陶瓷刀
碳酸二甲酯(DMC)：纯度 $\geq 99\%$
高纯氮气：纯度 $\geq 99.9\%$
分析天平：精度 $\geq 0.00001\text{g}$

6. 样品

6.1 试样前处理

6.1.1 未清洗试样前处理

在惰性环境拆解锂离子电池并分离得到正极极片，然后从正极极片上剥离正极材料，留样待测。

6.1.2 清洗试样前处理

在惰性环境拆解锂离子电池并分离得到正极极片，用 DMC 溶剂清洗正极极片至少 30min，然后自然干燥 30min 以上确保 DMC 溶剂彻底挥发。最后从正极极片上剥离正极材料，留样待测。

6.1.3 清洗后添加电解液试样前处理

在惰性环境拆解锂离子电池并分离得到正极极片，用 DMC 溶剂清洗正极极片至少 30min，然后自然干燥 30min 以上确保 DMC 溶剂彻底挥发。最后从正极极片上剥离正极材料，并添加一定量的电解液，留样待测。

6.2 试样量

因被测试样的焓变及升温速率等因素，建议试样质量 1-5mg，最大用量不超过 50mg，如果试样有突然释放大量潜能的可能性，应适当减少试样量。

7. 试验步骤

在惰性环境下，将 6.1 中获取的试样放置密封坩埚中，用分析天平称取坩埚和试样的总质量。随后将盛有试样的坩埚转移至差示扫描量热仪中，通入惰性气体，建议测试温度范围 25-450℃，升温速率 2-3℃/min 与 5℃/min，进行热稳定性测试，最后仪器自动计算试样的起始温度、峰值温度、反应焓变等。

8. 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 试验对象；
- b) 本标准号；
- c) 试验日期；
- d) 试验方法；
- e) 试验结果；
- f) 本文件中未包括但会影响分析结果的其他内容。