

ICS 29.050

CCS Q 52

T

团体标准

T/CEATEC XXX—2026

煤基硬炭材料电化学性能测试方法

Test method for electrochemical properties of coal-based hard carbon
materials

(征求意见稿)

2026-X-XX 发布

2026-X-XX 实施

中国欧洲经济技术合作协会 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 仪器设备 2

 4.1 一般要求 2

 4.2 主要仪器设备及技术参数 2

5 样品制备 2

 5.1 样品预处理 2

 5.2 极片制备 3

 5.3 扣式电池组装 3

6 测试步骤 3

 6.1 恒流充放电测试 3

 6.2 循环伏安（CV）测试 4

 6.3 电化学阻抗谱（EIS）测试 4

 6.4 恒电流间歇滴定（GITT）测试 4

7 数据处理 5

 7.1 首次充放电性能 5

 7.2 倍率性能 5

 7.3 循环稳定性 6

 7.4 CV 曲线分析 6

 7.5 EIS 数据拟合 6

 7.6 GITT 扩散系数计算 6

 7.7 数据结果表示 6

8 精密度 6

 8.1 重复性 6

 8.2 再现性 7

9 试验报告 7

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。

本文件由中国欧洲经济技术合作协会提出并归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

本文件为首次编制。

煤基硬炭材料电化学性能测试方法

1 范围

本文件规定了煤基硬炭材料电化学性能测试的仪器设备、样品制备、测试步骤、数据处理、精密度、试验报告。

本文件适用于以褐煤、烟煤、无烟煤等煤炭为主要原料，经炭化、活化等工艺制备的硬炭材料的电化学性能测试。

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 2900.41 电工术语 原电池和蓄电池
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 43114 硬炭

3 术语和定义

GB/T 2900.41、GB/T 43114界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

首次放电比容量 initial discharge specific capacity

电池在规定条件下首次放电时，单位质量煤基硬炭负极材料释放的电量，单位为毫安时每克（mAh/g）。

3.2

首次充放电效率 initial charge-discharge efficiency

电池首次放电比容量与首次充电比容量的比值，以百分数（%）表示。

3.3

倍率性能 rate capability

煤基硬炭材料在不同充放电电流密度下的比容量保持能力，通常以某倍率下比容量与 0.1C 倍率下比容量的比值表示。

3.4

循环稳定性 cycle stability

煤基硬炭材料在规定充放电条件下，经多次循环后比容量的保持率，以百分数（%）表示。

3.5

电化学阻抗谱 electrochemical impedance spectroscopy

通过向电化学系统施加不同频率的小幅正弦交流信号，测量系统阻抗随频率的变化，分析电极界面特性、电荷转移及离子扩散过程的方法。

4 仪器设备

4.1 一般要求

所有仪器设备应经校准或检定合格，精度满足测试要求，测试环境应洁净、干燥、无振动、无强电磁干扰，环境温度 $25^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度 $\leq 40\%$ 。

4.2 主要仪器设备技术参数

4.2.1 电池测试系统

应符合下列规定：

- a) 电压量程：0V~5V，精度 $\pm 0.01\%$ F.S.；
- b) 电流量程：0mA~100mA，精度 $\pm 0.01\%$ F.S.；
- c) 充放电模式：恒流（CC）、恒压（CV）、恒流恒压（CC-CV）；
- d) 数据采集频率： $\geq 1\text{Hz}$ ；
- e) 适用电池类型：CR2032、CR2025 型扣式半电池。

4.2.2 电化学工作站

应具备循环伏安（CV）、电化学阻抗谱（EIS）、恒电流间歇滴定（GITT）测试功能，符合下列规定：

- a) 频率范围： $10^{-6}\text{Hz} \sim 10^6\text{Hz}$ ；
- b) 阻抗测量范围： $10^{-6}\Omega \sim 10^{12}\Omega$ ；
- c) 电位精度： $\pm 0.1\text{mV}$ ；
- d) 电流精度： $\pm 10\text{pA}$ 。

4.2.3 真空手套箱

应配备过渡舱、气体净化系统（氩气氛围，纯度 $\geq 99.999\%$ ），符合下列规定：

- a) 水含量： $\leq 0.1\text{ppm}$ ；
- b) 氧含量： $\leq 0.1\text{ppm}$ ；
- c) 工作腔尺寸： $\geq 300\text{mm} \times 300\text{mm} \times 300\text{mm}$ 。

4.2.4 极片制备设备

应符合下列规定：

- a) 激光粒度仪：测量范围 $0.1\mu\text{m} \sim 1000\mu\text{m}$ ，精度 $\pm 1\%$ ；
- b) 真空干燥箱：控温范围室温~ 200°C ，控温精度 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ ，真空度 $\leq -0.08\text{MPa}$ ；
- c) 高速搅拌机：转速 $0\text{r/min} \sim 3000\text{r/min}$ ，可调；
- d) 涂膜涂布器：涂布宽度 $\geq 100\text{mm}$ ，厚度可调（ $50\mu\text{m} \sim 500\mu\text{m}$ ）；
- e) 冲片机：冲片直径 $12\text{mm} \pm 0.1\text{mm}$ ；
- f) 电子天平：精度 0.1mg ，量程 $0\text{g} \sim 200\text{g}$ 。

4.2.5 辅助设备

应符合下列规定：

- a) 超声波清洗机：功率 $\geq 100\text{W}$ ，频率 40kHz ；
- b) 隔膜：聚丙烯（PP）/聚乙烯（PE）复合隔膜，厚度 $20\mu\text{m} \sim 25\mu\text{m}$ ；
- c) 电解液：锂离子电池电解液（ 1mol/L LiPF_6 ，溶剂为碳酸乙烯酯/碳酸二甲酯/碳酸甲乙酯=1:1:1，体积比）；钠离子电池电解液（ 1mol/L NaPF_6 ，溶剂为碳酸乙烯酯/碳酸二甲酯=1:1，体积比）；
- d) 对电极：金属锂片（纯度 $\geq 99.9\%$ ）、金属钠片（纯度 $\geq 99.9\%$ ），直径 $14\text{mm} \pm 0.1\text{mm}$ ，厚度 $0.5\text{mm} \pm 0.05\text{mm}$ ；
- e) 集流体：铜箔（厚度 $10\mu\text{m} \pm 1\mu\text{m}$ ，纯度 $\geq 99.9\%$ ）。

5 样品制备

5.1 样品预处理

5.1.1 取样

从同一批次煤基硬炭产品中随机抽取不少于 500g 样品，混合均匀后采用四分法缩分至 100g，置于密封袋中保存，避免受潮、氧化。

5.1.2 干燥

将缩分后的样品置于真空干燥箱中，在 $120^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 、真空度 $\leq -0.08\text{MPa}$ 条件下干燥 12h~24h，去除水分及表面吸附杂质；干燥后取出置于干燥器中冷却至室温，备用。

5.1.3 粒度调控

取干燥后样品，采用激光粒度仪测试粒度分布，若 D_{50} 不在 $5\text{ }\mu\text{m} \sim 20\text{ }\mu\text{m}$ 范围内，应用球磨机研磨，研磨后再次干燥（ 105°C ，6h），确保粒度符合要求。

5.2 极片制备

5.2.1 浆料配制（质量比）

应按照下列规定进行：

a) 原料配比：

——煤基硬炭活性物质：90.0%；

——导电剂（乙炔黑，纯度不低于 99.5%）：5.0%；

——粘结剂（羧甲基纤维素钠 CMC+丁苯橡胶 SBR，CMC:SBR=1:2，质量比）：5.0%；

b) 配料称量：按上述比例，称取总质量 5.0000g 的物料（精确至 0.0001g）；

c) 搅拌制备：向物料中加入 25mL 去离子水（符合 GB/T 6682 二级水要求），放入高速搅拌机，以 2000r/min 转速搅拌 30min，制得均匀无颗粒、无气泡的浆料，浆料固含量控制在 35%~45%。

5.2.2 涂布

应按照下列规定进行：

a) 将铜箔集流体平整固定于涂布机工作台；

b) 用涂膜涂布器将浆料均匀涂覆于铜箔毛面，湿膜厚度 $200\text{ }\mu\text{m} \pm 10\text{ }\mu\text{m}$ ；

c) 涂布后将极片置于鼓风干燥箱中， 65°C 预干燥 2h，再升温至 110°C 干燥 4h，去除水分及残留溶剂。

5.2.3 极片后处理

应按照下列规定进行：

a) 干燥后极片转移至真空干燥箱，在 120°C 、真空度 $\leq -0.08\text{MPa}$ 条件下干燥 12h，去除水分；

b) 冷却后用冲片机冲成直径 12mm 的圆形极片，用电子天平称重，记录极片质量 (m_1)，同时测试空白铜箔质量 (m_2)，计算活性物质质量 ($m = m_1 - m_2$)；

c) 活性物质面密度控制在 $1.0\text{mg}/\text{cm}^2 \sim 1.5\text{mg}/\text{cm}^2$ 。

5.3 扣式电池组装

组装全过程在真空手套箱（氩气氛围，水、氧含量均 $\leq 0.1\text{ppm}$ ）内进行，采用 CR2032 型扣式半电池，组装顺序如下：

a) 正极壳放置于干净工作台；

b) 滴加 1 滴（约 $5\text{ }\mu\text{L}$ ）电解液于正极壳底部；

c) 将制备好的煤基硬炭极片（工作电极）平整放入正极壳，活性面朝上；

d) 滴加 2 滴（约 $10\text{ }\mu\text{L}$ ）电解液于极片表面；

e) 放置隔膜（直径 16mm），完全覆盖极片，避免气泡；

f) 滴加 2 滴（约 $10\text{ }\mu\text{L}$ ）电解液于隔膜表面；

g) 放入对电极（金属锂片/钠片，直径 14mm），平整覆盖隔膜；

h) 放置不锈钢垫片（直径 14mm）、弹片；

i) 盖上负极壳，用液压封装机以 85MPa 压力封装；

j) 封装后电池静置 4h，待电解液充分浸润极片，备用。

6 测试步骤

6.1 恒流充放电测试

6.1.1 测试条件

应在下列条件下进行：

- a) 环境温度：25℃±2℃；
- b) 电压窗口：锂离子电池 0.01V~3.0V (vs. Li/Li⁺)，钠离子电池 0.01V~2.5V (vs. Na/Na⁺)；
- c) 充放电模式：恒流充放电 (CC)；
- d) 电流密度：
 - 首次性能：0.1C (1C=300mA/g，基于硬炭理论容量 300mAh/g)；
 - 倍率性能：0.1C、0.2C、0.5C、1.0C、2.0C、5.0C，每个倍率循环 5 圈；
 - 循环稳定性：0.5C，循环 500 圈。

6.1.2 测试流程

应按照下列规定进行：

- a) 系统连接：将静置后的扣式电池接入测试系统，静置 30min 并记录开路电压 (OCV)；
- b) 首次充电：以 0.1C 恒流充至截止电压，静置 10min，记录首次充电比容量；
- c) 首次放电：以 0.1C 恒流放至截止电压，静置 10min，记录首次放电比容量；
- d) 倍率测试：依次以 0.2C、0.5C、1.0C、2.0C、5.0C 恒流充放电，各倍率循环 5 圈，记录放电比容量；
- e) 循环测试：以 0.5C 恒流充放电循环 500 圈，每 10 圈记录放电比容量，计算容量保持率；
- f) 测试收尾：电池静置 1h，记录开路电压，拆解电池并整理试验数据。

6.2 循环伏安 (CV) 测试

6.2.1 测试条件

应在下列条件下进行：

- a) 电化学工作站：三电极体系 (工作电极：煤基硬炭极片；参比电极：Li/Li⁺或 Na/Na⁺；对电极：金属锂片/钠片)；
- b) 电压扫描范围：锂离子电池 0V~3.0V，钠离子电池 0V~2.5V；
- c) 扫描速率：0.1mV/s、0.2mV/s、0.5mV/s、1.0mV/s；
- d) 扫描圈数：3 圈。

6.2.2 测试流程

应按照下列流程进行：

- a) 将组装好的扣式电池 (或三电极电解池) 连接至电化学工作站，静置 30min，记录开路电压；
- b) 设置 CV 测试参数，从开路电压开始，以 0.1mV/s 速率扫描至上限电压，再反向扫描至下限电压，完成 3 圈循环；
- c) 依次改变扫描速率 (0.2mV/s、0.5mV/s、1.0mV/s)，重复测试；
- d) 测试结束后，保存电流-电压 (I-V) 曲线，分析氧化峰、还原峰位置及峰电流变化。

6.3 电化学阻抗谱 (EIS) 测试

6.3.1 测试条件

应在下列条件下进行：

- a) 频率范围：10⁻²Hz~10⁵Hz；
- b) 交流振幅：5mV；
- c) 测试电位：开路电压 (OCV)；
- d) 数据采集点数：50 个。

6.3.2 测试流程

应按照下列流程进行：

- a) 电池静置至开路电压稳定 (波动≤1mV/h)，连接电化学工作站；
- b) 设置 EIS 测试参数，开始测试，采集阻抗数据；
- c) 测试结束后，保存奈奎斯特 (Nyquist) 图、波特 (Bode) 图，采用等效电路模型拟合数据，分析溶液电阻 (R_s)、电荷转移电阻 (R_n)、离子扩散阻抗等参数。

6.4 恒电流间歇滴定 (GITT) 测试

6.4.1 测试条件

应在下列条件下进行：

- a) 电流密度：0.1C；
- b) 脉冲时间：10min；
- c) 静置时间：30min；
- d) 电压范围：0.01V~3.0V（锂离子电池）。

6.4.2 测试流程

应按照下列流程进行：

- a) 电池静置至开路电压稳定，连接电池测试系统；
- b) 以 0.1C 恒流脉冲充电 10min，静置 30min，记录电压变化；
- c) 重复上述步骤至充电截止电压，再以相同参数脉冲放电至放电截止电压；
- d) 测试结束后，根据电压-时间曲线计算锂离子/钠离子扩散系数，分析离子扩散动力学特性。

7 数据处理

7.1 首次充放电性能

7.1.1 首次充电比容量（ C_n ）

计算公式见式（1）：

$$C_n = \frac{I \times t_n}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：
 C_n ——首次充电比容量，mAh/g；
 I ——充电电流，mA；
 t_n ——充电时间，h；
 m ——极片活性物质质量，g。

7.1.2 首次放电比容量（ C_d ）

计算公式见式（2）：

$$C_d = \frac{I \times t_d}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中：
 C_d ——首次放电比容量，mAh/g；
 I ——放电电流，mA；
 t_d ——放电时间，h；
 m ——极片活性物质质量，g。

7.1.3 首次充放电效率（ η ）

计算公式见式（3）：

$$\eta = \frac{C_d}{C_n} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：
 η ——首次充放电效率，%；
 C_d ——首次放电比容量，mAh/g；
 C_n ——首次充电比容量，mAh/g。

7.2 倍率性能

某倍率下比容量保持率（ η_x ）的计算公式见式（4）：

$$\eta_x = \frac{C_x}{C_{0.1C}} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：
 η_x ——x 倍率下比容量保持率，%；
 C_x ——x 倍率下平均放电比容量（取第 3~5 圈平均值），mAh/g；

$C_{0.1C}$ ——0.1C 倍率下平均放电比容量（取第 3~5 圈平均值），mAh/g。

7.3 循环稳定性

循环 n 圈后容量保持率（ η_n ）的计算公式见式（5）：

$$\eta_n = \frac{C_n}{C_1} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中：
 η_n ——循环 n 圈后容量保持率，%；
 C_n ——第 n 圈放电比容量，mAh/g；
 C_1 ——第 1 圈放电比容量，mAh/g。

7.4 CV 曲线分析

从 CV 曲线中读取氧化峰电位（ E_{ox} ）、还原峰电位（ E_{red} ）及对应峰电流（ I_{ox} 、 I_{red} ），计算峰电位差（ $\Delta E = E_{ox} - E_{red}$ ）， ΔE 越小，材料氧化还原可逆性越好；峰电流与扫描速率平方根（ $v^{1/2}$ ）呈线性关系，表明电极过程为扩散控制。

7.5 EIS 数据拟合

采用等效电路拟合 EIS 数据，计算公式见式（6）：

$$R_s = (R_n || CPE) - Z_w \dots\dots\dots (6)$$

式中：
 R_s ——溶液电阻， Ω ；
 R_n ——电荷转移电阻， Ω ；
 CPE ——常相位元件，表征电极界面双电层电容；
 Z_w ——韦伯阻抗，表征离子扩散阻抗。
注：拟合后分析各电阻参数变化，评估电极界面稳定性及电荷转移难易程度。

7.6 GITT 扩散系数计算

根据 GITT 曲线，离子扩散系数（ D ）计算公式见式（7）：

$$D = \frac{4}{\pi \tau} \times \left(\frac{m \cdot V_m}{M \cdot S} \right)^2 \times \left(\frac{\Delta E_s}{\Delta E_t} \right)^2 \dots\dots\dots (7)$$

式中：
 D ——离子扩散系数， cm^2/s ；
 τ ——脉冲时间，s；
 m ——活性物质质量，g；
 V_m ——硬炭摩尔体积， cm^3/mol ；
 M ——硬炭摩尔质量，g/mol；
 S ——极片表面积， cm^2 ；
 ΔE_s ——静置后电压变化，V；
 ΔE_t ——脉冲期间电压变化，V。

7.7 数据结果表示

所有测试数据均以 3 次平行测试的平均值±标准偏差表示，保留 1 位小数；平行测试相对标准偏差（RSD）应≤5%，否则重新测试。

8 精密度

8.1 重复性

在同一实验室，由同一操作人员使用同一台仪器，对同一煤基硬炭样品进行 6 次平行测试，各电化学性能指标的重复性限（ r ）应满足：

- a) 首次放电比容量： $r \leq 5mAh/g$ ；

- b) 首次充放电效率: $r \leq 2\%$;
- c) 0.5C 循环 500 圈容量保持率: $r \leq 3\%$ 。

8.2 再现性

在不同实验室, 由不同操作人员使用不同仪器, 对同一煤基硬炭样品进行测试, 各电化学性能指标的再现性限 (R) 应满足:

- a) 首次放电比容量: $R \leq 8\text{mAh/g}$;
- b) 首次充放电效率: $R \leq 3\%$;
- c) 0.5C 循环 500 圈容量保持率: $R \leq 5\%$ 。

9 试验报告

试验报告应包含以下内容:

- a) 样品信息: 名称、批号、来源、预处理情况;
 - b) 测试环境: 温度、湿度、仪器型号及校准信息;
 - c) 测试参数: 极片配比、电解液类型、电压窗口、充放电电流密度;
 - d) 测试结果: 首次充放电比容量及效率、不同倍率下比容量及保持率、循环稳定性 (500 圈容量保持率)、CV 曲线特征参数 (峰电位、峰电流)、EIS 拟合参数 (R_s 、 R_n)、GITT 离子扩散系数;
 - e) 测试方法: 数据处理方法及精密度;
 - f) 测试记录: 试验日期、操作人员、审核人员、异常情况说明及结论。
-