



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110918494 A

(43)申请公布日 2020.03.27

(21)申请号 201911157357.X

(22)申请日 2019.11.22

(71)申请人 昆山聚创新能源科技有限公司
地址 215333 江苏省苏州市昆山市昆山开
发区蓬溪中路1号

(72)发明人 朱琳 李奎

(74)专利代理机构 北京清亦华知识产权代理事
务所(普通合伙) 11201

代理人 肖阳

(51)Int.Cl.

B07C 5/34(2006.01)

B07C 5/344(2006.01)

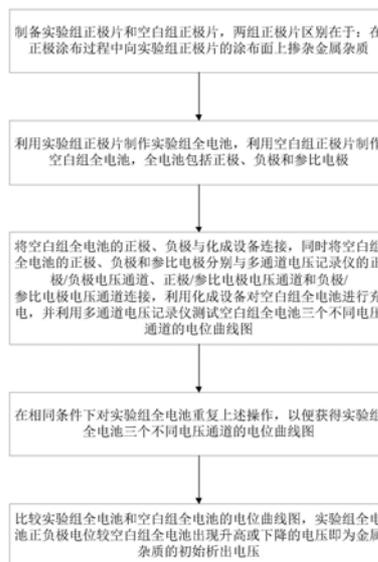
权利要求书1页 说明书8页 附图4页

(54)发明名称

测试电池中金属杂质析出电压的方法及其
应用

(57)摘要

本发明公开了测试电池中金属杂质析出电
压的方法及其应用,其中,测试方法包括:制备实
验组正极片和空白组正极片,实验组正极片涂布
面上掺杂有金属杂质;利用实验组正极片和空白
组正极片制作全电池;将全电池的正负极与化成
设备连接,并将全电池的正负极和参比电极与多
通道电压记录仪的正极/负极、正极/参比电极和
负极/参比电极三个电压通道连接,对全电池进
行充电并利用多通道电压记录仪测试全电池三
个不同电压通道的电位曲线图;比较全电池的
电位曲线图,实验组全电池正负极电位较空白组
全电池出现升高或下降的电压即为金属杂质
的初始析出电压。该测试方法可以快速监测出
不同组成的金属杂质的析出电位以及在不同倍
率下析出速度。



1. 一种测试电池中金属杂质析出电压的方法,其特征在于,包括:

(1) 制备实验组正极片和空白组正极片,两组正极片区别在于:在正极涂布过程中向所述实验组正极片的涂布面上掺杂金属杂质;

(2) 利用所述实验组正极片制作实验组全电池,利用所述空白组正极片制作空白组全电池,所述全电池包括正极、负极和参比电极;

(3) 将所述空白组全电池的正极、负极与化成设备连接,同时将所述空白组全电池的正极、负极和参比电极分别与多通道电压记录仪的正极/负极电压通道、正极/参比电极电压通道和负极/参比电极电压通道连接,利用所述化成设备对所述空白组全电池进行充电,并利用所述多通道电压记录仪测试所述空白组全电池三个不同电压通道的电位曲线图;

(4) 在相同条件下对所述实验组全电池重复步骤(3)的操作,以便获得所述实验组全电池三个不同电压通道的电位曲线图;

(5) 比较所述实验组全电池和所述空白组全电池的电位曲线图,所述实验组全电池正负极电位较所述空白组全电池出现升高或下降的电压即为金属杂质的初始析出电压。

2. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,步骤(1)中,所述金属杂质为单种金属或多种金属的混合物,

任选地,所述金属杂质为选自铁、铜、锌、镍和锡中的至少一种,

任选地,所述金属杂质的粒径为80~120 μm 。

3. 根据权利要求1或2所述的方法,其特征在于,步骤(1)中,将所述金属杂质涂撒于所述实验组正极片的涂布面上,或将所述金属杂质与正极材料混合后涂布于集流体表面上,

任选地,所述金属杂质与所述正极材料的质量比为(0.1~1):100。

4. 根据权利要求3所述的方法,其特征在于,步骤(2)中,所述参比电极为金属锂片,所述参比电极极耳为金属镍带。

5. 根据权利要求1或4所述的方法,其特征在于,步骤(3)~(4)中,对所述空白组/实验组全电池进行充电时,首次充电倍率为0.01~0.1C。

6. 根据权利要求5所述的方法,其特征在于,步骤(3)~(4)中,在不同充电倍率下对所述空白组/实验组全电池进行充电,以便比较所述金属杂质在不同充电倍率下的析出速度。

7. 权利要求1~6中任一项所述的方法在金属杂质导致的自放电电池筛选中的用途。

8. 一种使电池中的金属杂质快速析出的方法,其特征在于,包括:

(i) 基于权利要求1~6中任一项所述的方法获得电池中金属杂质的初始析出电压和/或析出速度;

(ii) 基于所述初始析出电压和/或析出速度,确定电池的化成条件并对所述电池进行化成和老化,以便使电池中的金属杂质快速析出。

9. 根据权利要求8所述的方法,其特征在于,步骤(ii)进一步包括:预先对所述电池进行化成,再对化成后的电池进行加压高温老化。

10. 根据权利要求9所述的方法,其特征在于,所述加压高温老化的加压压力为0.4~0.6Kg/cm²、温度为40~60 $^{\circ}\text{C}$ 、时间为3~5天。

测试电池中金属杂质析出电压的方法及其应用

技术领域

[0001] 本发明属于锂电池领域,具体而言,涉及测试电池中金属杂质析出电压的方法及其应用。

背景技术

[0002] 锂离子电池正极材料生产工序较多,制造过程中的每一个环节都会有金属异物引入的风险。当正极材料中存在铁(Fe)、铜(Cu)、锌(Zn)、镍(Ni)等金属杂质时,电池化成阶段的电压达到这些金属元素的氧化还原电位后,这些金属就会先在正极氧化再到负极还原,当负极处的金属单质累积到一定程度,就会刺穿隔膜,造成电池自放电。但是如果化成阶段电压未达到这些金属元素的氧化还原电位,不能保证金属杂质析出完全,会出现自放电池漏判风险。这些自放电池在后期的循环过程当中,金属异物随着充放电的进行逐渐析出,影响电池的安全性及循环寿命。为了让金属杂质在化成阶段开始逐渐溶解析出,需要研究每个金属的析出电位及析出速度。然而,目前的锂电池制造企业,并不会对金属杂质的析出电位进行深入研究并结合金属杂质析出电位来设计电池的化成流程,仅仅是依靠高温老化及常温老化进行自放电电芯的筛选。这种原始工艺的缺点是:1、生产周期长,成本高;2、不能保证在化成阶段有效析出金属杂质,增加后续生产过程风险性及自放电池漏判率。因此,如何快速筛选自放电电芯/电池仍有待研究。

发明内容

[0003] 本发明旨在至少在一定程度上解决相关技术中的技术问题之一。为此,本发明的一个目的在于提出测试电池中金属杂质析出电压的方法及其应用。该测试方法可以利用三电极体系快速监测出不同组成的金属杂质的析出电位以及在不同倍率下析出速度,由此可以以此制定或调整合理的化成流程,并进一步结合加压高温老化,从而显著提高金属杂质导致的自放电池的筛选效率。

[0004] 根据本发明的第一个方面,本发明提出了一种测试电池中金属杂质析出电压的方法。根据本发明的实施例,该方法包括:

[0005] (1) 制备实验组正极片和空白组正极片,两组正极片区别在于:在正极涂布过程中向所述实验组正极片的涂布面上掺杂金属杂质;

[0006] (2) 利用所述实验组正极片制作实验组全电池,利用所述空白组正极片制作空白组全电池,所述全电池包括正极、负极和参比电极;

[0007] (3) 将所述空白组全电池的正极、负极与化成设备连接,同时将所述空白组全电池的正极、负极和参比电极分别与多通道电压记录仪的正极/负极电压通道、正极/参比电极电压通道和负极/参比电极电压通道连接,利用所述化成设备对所述空白组全电池进行充电,并利用所述多通道电压记录仪测试所述空白组全电池三个不同电压通道的电位曲线图;

[0008] (4) 在相同条件下对所述实验组全电池重复步骤(3)的操作,以便获得所述实验组

全电池三个不同电压通道的电位曲线图；

[0009] (5) 比较所述实验组全电池和所述空白组全电池的电位曲线图，所述实验组全电池正负极电位较所述空白组全电池出现升高或下降的电压即为金属杂质的初始析出电压。

[0010] 本发明上述实施例的测试电池中金属杂质析出电压的方法至少具有以下优点：1、方案简单可行，可以研究不同组成的金属杂质的析出电位，并且通过进一步设置不同倍率的充电流程还可以研究具有特定组成的金属杂质在不同倍率下的析出速度；2、将该方法用于金属杂质导致的自放电电池的筛选时，可以基于金属杂质的析出电位以及在不同倍率下析出速度制定合理的化成流程，或根据不同的生产情况调整化成流程，保证金属杂质的快速析出，由此不仅可以缩短生产周期，降低生产成本，还可以显著提高金属杂质导致的自放电电池的筛选效率，并降低后续生产过程风险性及自放电电池漏判率。

[0011] 另外，根据本发明上述实施例的测试电池中金属杂质析出电压的方法还可以具有如下附加的技术特征：

[0012] 在本发明的一些实施例中，步骤(1)中，所述金属杂质为单种金属或多种金属的混合物。

[0013] 在本发明的一些实施例中，所述金属杂质为选自铁、铜、锌、镍和锡中的至少一种。

[0014] 在本发明的一些实施例中，所述金属杂质的粒径为80~120 μm 。

[0015] 在本发明的一些实施例中，步骤(1)中，将所述金属杂质涂撒于所述实验组正极片的涂布面上，或将所述金属杂质与正极材料混合后涂布于集流体表面上。

[0016] 在本发明的一些实施例中，所述金属杂质与所述正极材料的质量比为(0.1~1):100。

[0017] 在本发明的一些实施例中，步骤(2)中，所述参比电极为金属锂片，所述参比电极极耳为金属镍带。

[0018] 在本发明的一些实施例中，步骤(3)~(4)中，对所述空白组/实验组全电池进行充电时，首次充电倍率为0.01~0.1C。

[0019] 在本发明的一些实施例中，步骤(3)~(4)中，在不同充电倍率下对所述空白组/实验组全电池进行充电，以便比较所述金属杂质在不同充电倍率下的析出速度。

[0020] 根据本发明的第二个方面，本发明提出了上述测试电池中金属杂质析出电压的方法在金属杂质导致的自放电电池筛选中的用途。发明人发现，可以根据金属杂质的析出电位以及在不同倍率下析出速度制定合理的化成流程，或根据不同的生产情况调整化成流程，保证金属杂质的快速析出，由此不仅可以缩短生产周期，降低生产成本，还可以显著提高金属杂质导致的自放电电池的筛选效率，并降低后续生产过程风险性及自放电电池漏判率。

[0021] 根据本发明的第三个方面，本发明提出了一种使电池中的金属杂质快速析出的方法。根据本发明的实施例，该方法包括：

[0022] (i) 基于上述测试电池中金属杂质析出电压的方法获得电池中金属杂质的初始析出电压和/或析出速度；

[0023] (ii) 基于所述初始析出电压和/或析出速度，确定电池的化成条件并对所述电池进行化成和老化，以便使电池中的金属杂质快速析出。

[0024] 根据本发明上述实施例的使电池中的金属杂质快速析出的方法，可以基于金属杂

质的析出电位以及在不同倍率下析出速度制定合理的化成流程,或根据不同的生产情况调整化成流程,保证金属杂质的快速析出,进一步地,还可以结合加压高温老化的方式进一步提高金属杂质的析出速率。由此,采用该方法不仅可以缩短生产周期,降低生产成本,还可以显著提高金属杂质导致的自放电电池的筛选效率,并降低后续生产过程风险性及自放电电池漏判率。

[0025] 在本发明的一些实施例中,步骤(ii)中:预先对所述电池进行化成,再对化成后的电池进行加压高温老化。

[0026] 在本发明的一些实施例中,所述加压高温老化的加压压力为 $0.4\sim 0.6\text{Kg}/\text{cm}^2$ 、温度为 $40\sim 60^\circ\text{C}$ 、时间为 $3\sim 5$ 天。

[0027] 本发明的附加方面和优点将在下面的描述中部分给出,部分将从下面的描述中变得明显,或通过本发明的实践了解到。

附图说明

[0028] 本发明的上述和/或附加的方面和优点从结合下面附图对实施例的描述中将变得明显和容易理解,其中:

[0029] 图1是根据本发明一个实施例的测试电池中金属杂质析出电压的方法流程图。

[0030] 图2是根据本发明一个实施例的测试电池中金属杂质析出电压的方法中全电池与化成设备和多通道电压记录仪的连接方式。

[0031] 图3是根据本发明一个实施例的全电池的电极示意图。

[0032] 图4是根据本发明一个实施例的参比电极的极耳示意图。

[0033] 图5是根据本发明一个实施例的空白组全电池的电位曲线图。

[0034] 图6是根据本发明一个实施例的测试组与空白组全电池不同实验参数下的正极/参比电极电位曲线图。

[0035] 附图标记:10-化成设备;20-多通道电压记录仪;30-全电池。

具体实施方式

[0036] 下面详细描述本发明的实施例,所述实施例的示例在附图中示出,其中自始至终相同或类似的标号表示相同或类似的元件或具有相同或类似功能的元件。下面通过参考附图描述的实施例是示例性的,旨在用于解释本发明,而不能理解为对本发明的限制。

[0037] 发明人意外发现,当电池中的金属杂质开始析出时,电池的正负极电位较未掺杂金属杂质的电池相比会出现升高或下降,并且通过设计三电极体系可以有效监测并判定特定条件下金属杂质开始溶解析出时对应的正负极之间的电压。为此,本发明上述实施例的测试电池中金属杂质析出电压的方法中,通过将全电池三电极的正负极连接化成设备,并利用多通道电压记录仪持续监测正负极电位,来测试并对比正极片掺杂金属杂质的电池和正极片不掺杂金属杂质的电池的电位曲线图,从而获得电池中金属杂质的初始析出电压。

[0038] 为此,根据本发明的第一个方面,本发明提出了一种测试电池中金属杂质析出电压的方法。根据本发明的实施例,如图1所示,该方法包括:(1)制备实验组正极片和空白组正极片,两组正极片区别在于:在正极涂布过程中向实验组正极片的涂布面上掺杂金属杂质;(2)利用实验组正极片制作实验组全电池,利用空白组正极片制作空白组全电池,全电

池包括正极、负极和参比电极；(3) 如图2所示,将空白组全电池30的正极、负极与化成设备10连接,同时将空白组全电池的正极、负极和参比电极分别与多通道电压记录仪20的正极/负极电压通道、正极/参比电极电压通道和负极/参比电极电压通道连接,利用化成设备对空白组全电池进行充电,并利用多通道电压记录仪测试空白组全电池三个不同电压通道的电位曲线图；(4) 在相同条件下对实验组全电池30重复步骤(3)的操作,以便获得实验组全电池三个不同电压通道的电位曲线图；(5) 比较实验组全电池和空白组全电池的电位曲线图,实验组全电池正负极电位较空白组全电池出现升高或下降的电压即为金属杂质的初始析出电压。

[0039] 下面主要从两个部分对本发明上述实施例的测试电池中金属杂质析出电压的方法进行详细描述。

[0040] (一) 制备正极片和三电极全电池

[0041] 根据本发明的实施例,制备实验组正极片和空白组正极片,两组正极片区别在于:在正极涂布过程中向实验组正极片的涂布面上掺杂金属杂质;利用实验组正极片制作实验组全电池,利用空白组正极片制作空白组全电池,全电池包括正极、负极和参比电极。

[0042] 根据本发明的一个具体实施例,金属杂质可以为单种金属或多种金属的混合物,由此可以根据不同的需要测试每种单一金属在特定充电流程下的析出电压或多种金属混合物在特定充电流程下的析出电压。发明人发现,相较于单一金属杂质,多种金属杂质混合后其析出电压可能会发生变化,因此,在实际生产中,当正极材料中存在多种金属杂质时,优选将多种金属杂质混合后制备正极片和全电池,由此可以进一步提高测试结果的准确性。

[0043] 根据本发明的再一个具体实施例,本发明中金属杂质的种类并不受特别限制,本领域技术人员可以根据实际生产中电池内可能混入的金属杂质种类进行选择。例如,金属杂质可以为选自铁、铜、锌、镍和锡中的至少一种。

[0044] 根据本发明的又一个具体实施例,金属杂质的粒径可以为 $80\sim 120\mu\text{m}$,例如可以为 $80\mu\text{m}$ 、 $85\mu\text{m}$ 、 $90\mu\text{m}$ 、 $95\mu\text{m}$ 、 $100\mu\text{m}$ 、 $105\mu\text{m}$ 、 $110\mu\text{m}$ 、 $115\mu\text{m}$ 或 $120\mu\text{m}$,发明人发现,金属杂质的析出电压不受金属杂质粒径的影响,但若金属杂质的粒径过小,金属杂质的析出速度较快,而刺穿电池隔膜的力度却较小,影响电池正负极电位较空白组升高或下降的幅度,测试灵敏度较低,而若金属杂质的粒径过大,虽然可以提高金属杂质刺穿隔膜的力度,但金属杂质的析出速度又较慢,同样会影响测试的灵敏度,本发明中通过控制金属杂质为上述粒径,可以显著提高测试方法的灵敏度和准确度。根据本发明的又一个具体实施例,可以将金属杂质涂撒于实验组正极片的涂布面上,也可以将金属杂质与正极材料、导电材料和粘结剂混合后涂布于集流体表面上,由此可以使金属杂质均匀分散于正极片上。

[0045] 根据本发明的又一个具体实施例,金属杂质与正极材料的质量比可以为 $(0.1\sim 1):100$,发明人发现,当金属杂质的掺杂量较低时,金属杂质析出时,电池正负极电位较空白组升高或下降的幅度较小,测试灵敏度较低,而当金属杂质与正极材料的质量比过大时,又容易导致测试过程中快速发生短路,严重影响测试结果的准确性,本发明中通过控制金属杂质为上述掺杂量,不仅可以确保测试方法的灵敏度,还可以保证测试结果的准确性。

[0046] 根据本发明的又一个具体实施例,全电池可以为锂电池,全电池的参比电极可以为金属锂片,参比电极极耳可以为金属镍带,由此可以进一步提高测试结果的稳定性。具体

地,如图3所示,可以将金属锂片作为参比电极插入电芯内层间,并采用铝塑膜包覆电芯,热封正负极侧边和参比电极侧边,注液,抽真空,然后热封得到三电极全电池;如图4所示,参比电极极耳可以采用胶带和贯穿胶带的金属镍带组成,将金属锂片折叠包住参比电极极耳一端,碾压锂片,将锂片和参比电极极耳紧密贴合后用隔膜包裹。其中,本发明中金属锂片和金属镍带的尺寸并不受特别限制,本领域技术人员可以根据具体的电池型号选择合适尺寸的金属锂片和金属镍带,例如,金属锂片的尺寸可以为长8~10mm、宽5~8mm、厚0.5~1mm,金属镍带的尺寸可以为宽3~5mm,厚0.2~0.4mm。

[0047] (二) 测试并对比实验组全电池和空白组全电池的电位曲线图

[0048] 根据本发明的实施例,如图2所示,将空白组全电池30的正极、负极与化成设备10连接,同时将空白组全电池的正极、负极和参比电极分别与多通道电压记录仪20的正极/负极电压通道、正极/参比电极电压通道和负极/参比电极电压通道连接,利用化成设备对空白组全电池进行充电,并利用多通道电压记录仪测试空白组全电池三个不同电压通道的电位曲线图;在相同条件下对实验组全电池重复上述操作,以便获得实验组全电池三个不同电压通道的电位曲线图;比较实验组全电池和空白组全电池的电位曲线图,实验组全电池正负极电位较空白组全电池出现升高或下降的电压即为金属杂质的初始析出电压。由此,可以研究不同组成的金属杂质的析出电位,并且通过进一步设置不同倍率的充电流程还可以研究具有特定组成的金属杂质在不同倍率下的析出速度。

[0049] 根据本发明的一个具体实施例,对空白组/实验组全电池进行充电时,首次充电倍率可以为0.01~0.1C,本发明中通过采用小电流对电池进行首充,可以使形成的SEI膜的效果更好。

[0050] 根据本发明的再一个具体实施例,可以在不同充电倍率下对空白组/实验组全电池进行充电,例如可以分别在0.05C、0.1C、0.2C等充电倍率下对空白组/实验组全电池进行充电,由此可以根据正负极电位图的变化速率比较金属杂质在不同充电倍率下的析出速度,进而可以通过综合不同金属杂质的析出电压、析出速度,以及各金属对电芯性能的影响来确定更合理的电池化成流程。

[0051] 根据本发明的又一个具体实施例,每个空白组和每个实验组可以分别测试多次和/或采用多个相同的样品重复测试,以便进一步提高测试结果的准确度。

[0052] 综上所述,本发明上述实施例的测试电池中金属杂质析出电压的方法至少具有以下优点:1、方案简单可行,可以研究不同组成的金属杂质的析出电位,并且通过进一步设置不同倍率的充电流程还可以研究具有特定组成的金属杂质在不同倍率下的析出速度;2、将该方法用于金属杂质导致的自放电电池的筛选时,可以基于金属杂质的析出电位以及在不同倍率下析出速度制定合理的化成流程,或根据不同的生产情况调整化成流程,保证金属杂质的快速析出,由此不仅可以缩短生产周期,降低生产成本,还可以显著提高金属杂质导致的自放电电池的筛选效率,并降低后续生产过程风险性及自放电电池漏判率。

[0053] 根据本发明的第二个方面,本发明提出了上述测试电池中金属杂质析出电压的方法在金属杂质导致的自放电电池筛选中的用途。发明人发现,可以根据金属杂质的析出电位以及在不同倍率下析出速度制定合理的化成流程,或根据不同的生产情况调整化成流程,保证金属杂质的快速析出,进一步地,还可以结合加压高温老化的方式进一步提高金属杂质的析出速率。由此不仅可以缩短生产周期,降低生产成本,还可以显著提高金属杂质导

致的自放电电池的筛选效率,并降低后续生产过程风险性及自放电电池漏判率。

[0054] 根据本发明的第三个方面,本发明提出了一种使电池中的金属杂质快速析出的方法。根据本发明的实施例,该方法包括:(i)基于上述测试电池中金属杂质析出电压的方法获得电池中金属杂质的初始析出电压和/或析出速度;(ii)基于初始析出电压和/或析出速度,以及金属杂质对电池性能的影响,确定电池的化成条件并对电池进行化成和老化,以便使电池中的金属杂质快速析出。采用该方法不仅可以缩短电池生产周期,降低生产成本,还可以显著提高金属杂质导致的自放电电池的筛选效率,并降低后续生产过程风险性及自放电电池漏判率。

[0055] 根据本发明的一个具体实施例,可以预先对电池进行化成,再对化成后的电池进行加压高温老化,发明人发现,当金属杂质达到氧化还原电位,会先在正极氧化,再到负极还原,以单质形态附着在负极表面,而通过加压方式可以加速沉积金属刺穿隔膜,促进自放电发生,提高筛选效率,并且高温老化可以加速副反应发生,能促进电化学系统的稳定。由此,化成后采取加压高温老化方式可以进一步提高金属杂质的析出速度,从而能够进一步提高金属杂质导致的自放电电池的筛选效率和筛选速度。具体地,加压高温老化的加压压力可以为 $0.4\sim 0.6\text{Kg}/\text{cm}^2$ 、温度可以为 $40\sim 60^\circ\text{C}$ 、时间可以为 $3\sim 5$ 天,本发明中通过控制上述加压高温老化时间,可以进一步缩短电池的生产周期,降低生产成本。

[0056] 综上所述,本发明上述实施例的使电池中的金属杂质快速析出的方法,可以基于金属杂质的析出电位以及在不同倍率下析出速度制定合理的化成流程,或根据不同的生产情况调整化成流程,保证金属杂质的快速析出,进一步地,还可以结合加压高温老化的方式进一步提高金属杂质的析出速率。由此采用该方法不仅可以缩短生产周期,降低生产成本,还可以显著提高金属杂质导致的自放电电池的筛选效率,并降低后续生产过程风险性及自放电电池漏判率。需要说明的是,上述针对测试电池中金属杂质析出电压的方法所描述的特征和效果同样适用于该使电池中的金属杂质快速析出的方法,此处不再一一赘述。

[0057] 下面将结合实施例对本发明的方案进行解释。本领域技术人员将会理解,下面的实施例仅用于说明本发明,而不应视为限定本发明的范围。实施例中未注明具体技术或条件的,按照本领域内的文献所描述的技术或条件或者按照产品说明书进行。所用试剂或仪器未注明生产厂商者,均为可以通过市购获得的常规产品。

[0058] (一) 测试电池中金属杂质析出电压的方法

[0059] 一般方法

[0060] (1) 制备实验组正极片和空白组正极片,两组正极片区别在于:在正极涂布过程中向实验组正极片的涂布面上涂撒金属杂质;

[0061] (2) 利用实验组正极片制作实验组全电池,利用空白组正极片制作空白组全电池,全电池包括正极、负极和参比电极,其中,参比电极为金属锂片,参比电极极耳为金属镍带;

[0062] (3) 将空白组全电池的正极、负极与自动化成设备连接,同时将空白组全电池的正极、负极和参比电极分别与多通道电压记录仪的正极/负极电压通道、正极/参比电极电压通道和负极/参比电极电压通道连接,利用化成设备对空白组全电池进行充电,并利用多通道电压记录仪测试空白组全电池三个不同电压通道的电位曲线图;

[0063] (4) 在相同条件下对实验组全电池重复步骤(3)的操作,以便获得实验组全电池三个不同电压通道的电位曲线图;

[0064] (5) 比较实验组全电池和空白组全电池的电位曲线图, 实验组全电池正负极电位较空白组全电池出现升高或下降的电压即为金属杂质的初始析出电压。

[0065] 其中, 自动化成设备选用品牌为恒翼能的软包电池高温压力化成设备, 多通道电压记录仪选用型号为BY.9-YBJL-310的多通道电压采集记录仪。

[0066] 实施例1~4

[0067] 空白组和实施例1~4(即四个不同的实验组)的参数条件见表1, 测试结果见表2以及图5和图6。

[0068] 表1空白组和实施例1~4的参数条件

	金属杂质组成	金属杂质粒径	金属杂质与正极材料质量比	充电倍率
[0069] 空白组	/	/	/	0.05C
实施例 1	铁、铜	100 μ m	0.1:100	0.05C
实施例 2	铁、铜	100 μ m	0.1:100	0.2C
实施例 3	铁、铜	100 μ m	0.2:100	0.05C
实施例 4	铁、铜	100 μ m	0.2:100	0.2C

[0070] 表2实施例1~4中金属杂质的初始析出电压和在不同充电倍率下的析出速度

	金属杂质的析出电压 (mV)	金属杂质的析出速度 (min)
[0071] 空白组	/	/
实施例 1	3852	11
实施例 2	3850	6
实施例 3	3851	13
[0072] 实施例 4	3850	9

[0073] 结果与结论:

[0074] 图5为未掺杂金属三电极(空白组)在0.05C充电倍率下电位曲线图。从图中可以看出, 正极/参比电极电位随着充电过程逐渐增大, 大概从3100mV增大到4400mV并趋于平稳; 负极/参比电极电位则从3100mV逐渐降低到约200mV; 电池电压(正极/负极)为两者差值, 从0逐渐增大到4200mV并趋于平稳。

[0075] 图6为按照表1中参数进行的实施例结果对比, 主要比较正极/参比电极电位变化趋势。从图中可以看出, 掺杂金属电池正极电位在3850mV左右出现了明显的电压平台, 该平台为金属杂质铁和铜的溶解, 平台结束即为溶解过程结束。结合表2对比分析实施例1和实施例2, 充电倍率增加, 正极电位上升更快, 金属杂质溶解速度增加(实施例2:11min, 实施例3:6min); 对比分析实施例1和实施例3, 相同充电倍率, 金属杂质增加, 金属溶解速度减慢(实施例2为11min, 实施例4为13min)。

[0076] 综上所述: 金属杂质溶解电位与金属掺杂量及充电倍率无明显关系; 金属杂质溶

解速度随着金属掺杂量增大而变慢；金属杂质溶解速度电池充电倍率增大而变快。

[0077] (二)使电池中的金属杂质快速析出的方法

[0078] 一般方法：基于实施例2获得的电池中金属杂质的初始析出电压和析出速度对含有金属杂质铁和铜的电池进行化成和加压高温老化，其中化成条件为和加压高温老化条件见表3。

[0079] 实施例5~7

[0080] 参数条件见表3。

[0081] 表3实施例5~7的参数条件

	化成条件		加压高温老化条件		
	化成电压	充电倍率	加压压力	温度	时间
[0082] 实施例 5	3750V	0.2C	0.5Kg/cm ²	45℃	5 天
实施例 6	3750V	0.2C	0.5Kg/cm ²	45℃	4 天
实施例 7	3750V	0.2C	0.5Kg/cm ²	45℃	3 天

[0083] 结果与结论：

[0084] 电芯按照实施例5-7中的工艺参数进行化成及高温老化。自放电筛选效果如下：实施例5的漏判率为0.05%；实施例6的漏判率为0.08%；实施例7的漏判率为0.12%。数据表明，高温老化≥4天可将自放电漏判率有效控制在0.1%以内，减少了自放电电芯的流出。

[0085] 在本说明书的描述中，参考术语“一个实施例”、“一些实施例”、“示例”、“具体示例”、或“一些示例”等的描述意指结合该实施例或示例描述的具体特征、结构、材料或者特点包含于本发明的至少一个实施例或示例中。在本说明书中，对上述术语的示意性表述不必针对的是相同的实施例或示例。而且，描述的具体特征、结构、材料或者特点可以在任一个或多个实施例或示例中以合适的方式结合。此外，在不相互矛盾的情况下，本领域的技术人员可以将本说明书中描述的不同实施例或示例以及不同实施例或示例的特征进行结合和组合。

[0086] 尽管上面已经示出和描述了本发明的实施例，可以理解的是，上述实施例是示例性的，不能理解为对本发明的限制，本领域的普通技术人员在本发明的范围内可以对上述实施例进行变化、修改、替换和变型。

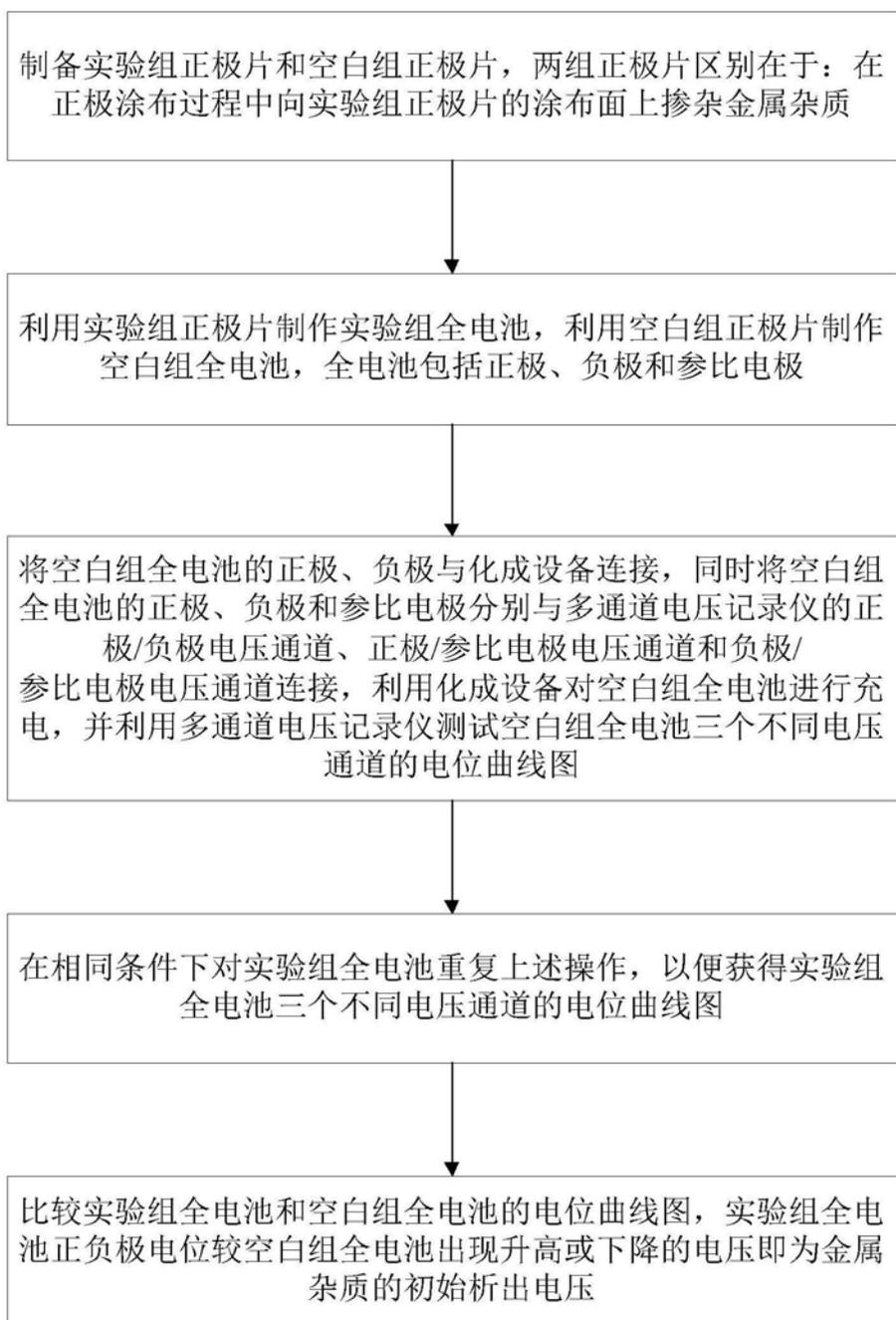


图1

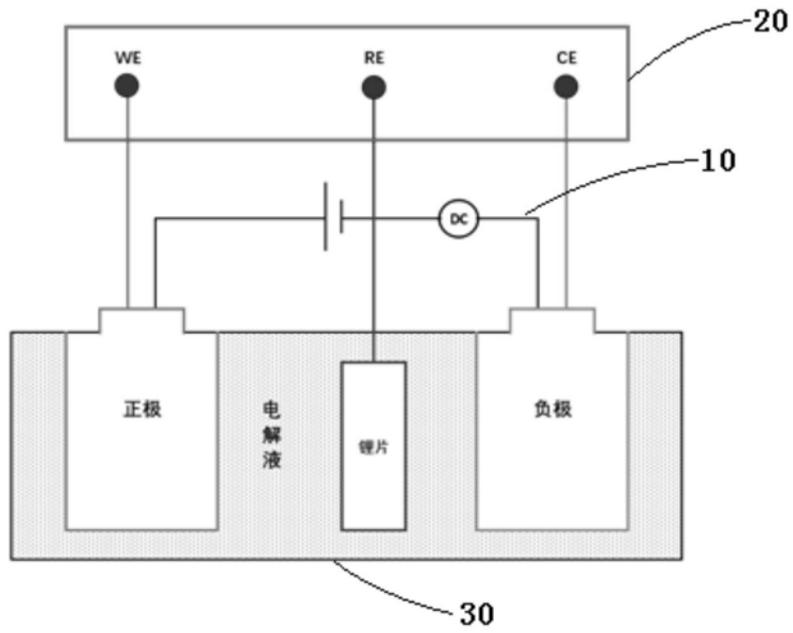


图2

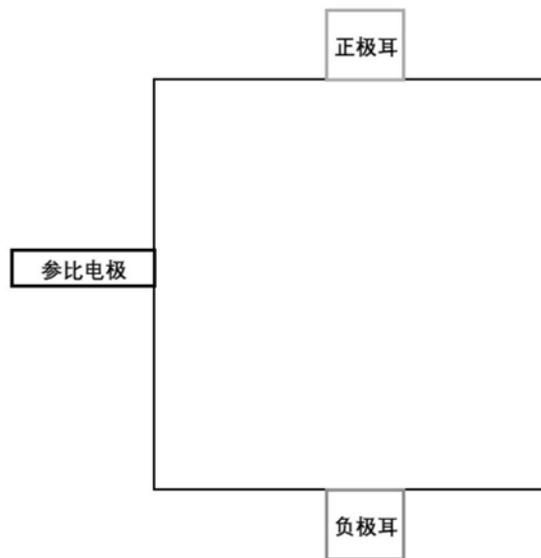


图3

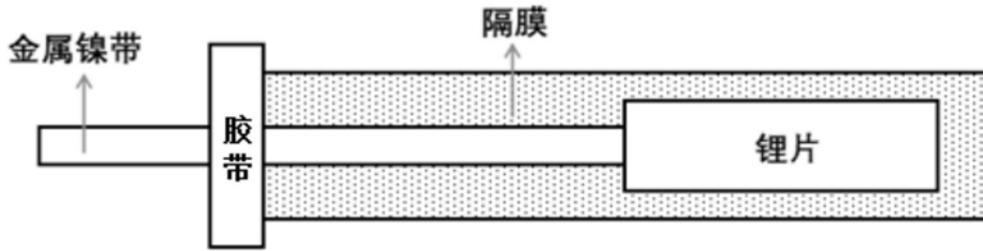


图4

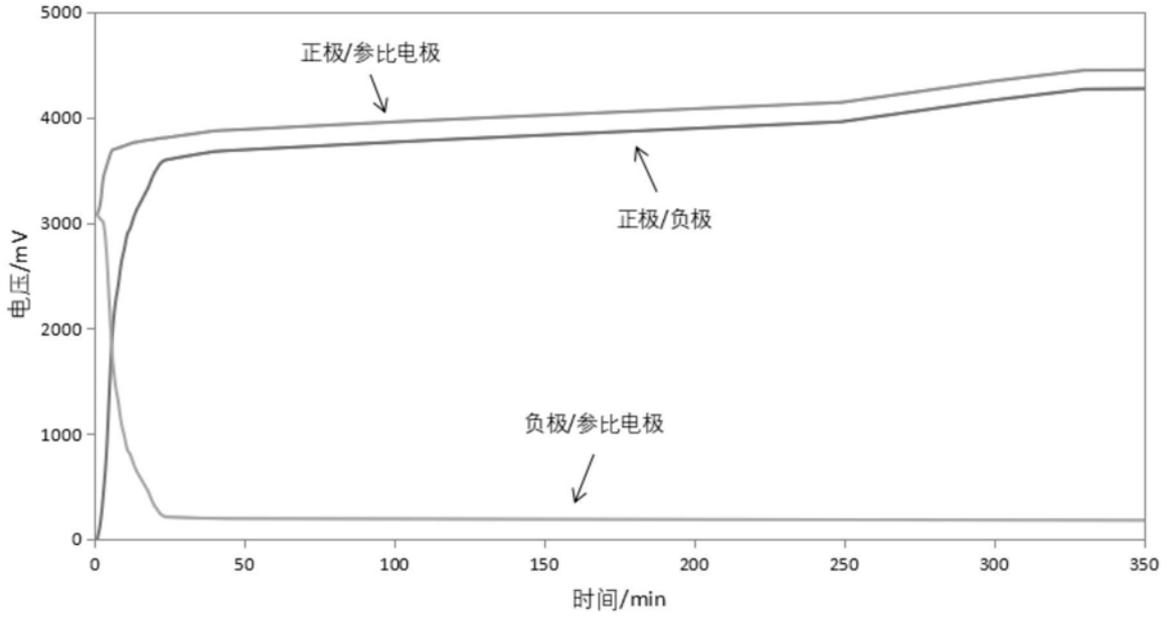


图5

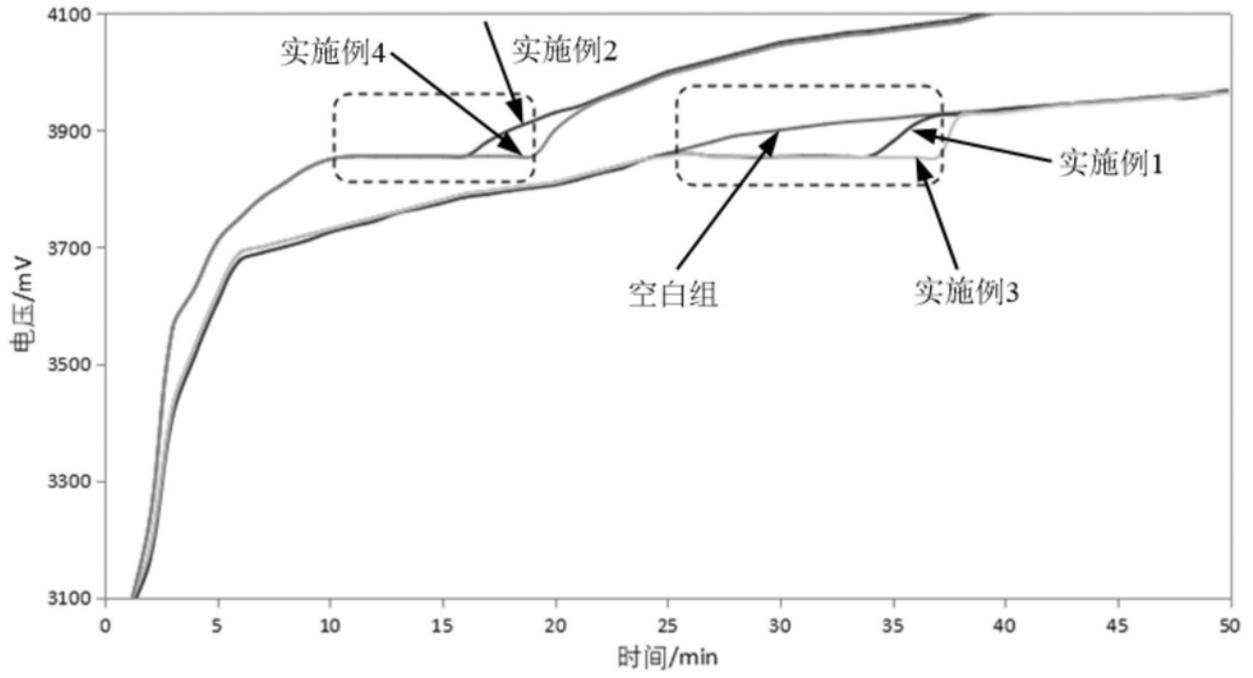


图6