

动态颗粒图像分析系统 iSpect DIA-10 测试石墨负极材料的粒度、粒形和颗粒圆度

DIA-009

摘要： 本文使用岛津动态颗粒图像分析系统 iSpect DIA-10 建立了测试石墨负极材料粒度、粒形和圆度的方法。实验结果表明，使用 iSpect DIA-10 在获取颗粒粒度的同时，还可直接观察颗粒的形状及圆度特征，并获得颗粒物的数量浓度，仪器操作简便，数据稳定，可快速测定石墨负极材料的颗粒信息。

关键词： 石墨负极材料 动态图像 粒度 粒形 颗粒数量

技术特点：

- ❖ iSpect DIA-10 可同时获得颗粒粒度、形状及圆度特征和数量浓度。
- ❖ 样品无需复杂前处理，仪器操作简便，数据稳定。

石墨是锂离子电池最常用的负极材料之一，主要作用是储存锂离子。石墨负极材料具有导电性好、比容量高、成本低等优点，是目前锂离子电池负极的主流材料。

负极材料的粒度分布会直接影响电池的制浆工艺以及体积能量密度。在相同的体积填充份数情况下，材料的粒径越大，粒度分布越宽，浆料的黏度就越小，这有利于提高固含量，减小涂布难度。材料的粒度分

布较宽时，体系中的小颗粒能够填充在大颗粒的空隙中，有助于增加极片的压实密度，提高电池的体积能量密度。另外，颗粒的形貌对倍率、低温性能等也有较大影响。所以，对石墨的微观粒形与粒度分布进行检测就十分重要。

本文采用岛津动态颗粒图像分析系统 iSpect DIA-10 对石墨负极材料样品进行测试，样品消耗量少，仪器简单易用，结果直观可靠。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津动态颗粒图像分析系统 iSpect DIA-10



图 1 动态颗粒图像分析系统 iSpect DIA-10

1.2 实验器皿

1 mL 移液枪及枪头，50 mL 容量瓶。

■ 样品前处理

称取石墨负极材料样品 25 mg 于 50 mL 容量瓶中，超纯水定容至刻度线，摇匀。再取上述溶液 0.1 mL 用超纯水稀释定容至 50 mL 容量瓶中，摇匀，待测。

■ 样品测试

使用移液枪直接吸取样品，插入仪器进样口后自动测试，测定条件如下：

表 1 iSpect DIA-10 分析条件

参数	参数设定
帧速率	10 fps
进样体积	200 μ L
成像阈值	110
泵速	0.1 mL/min

■ 结果与讨论

4.1 粒形、粒径大小和分布

iSpect DIA-10 软件可以给出每个样品颗粒的粒径，并可按照多种条件进行筛选排列，如面积等效直径、费雷德 (Feret) 直径、周长、长宽比、圆度、最大长度等。使用岛津动态颗粒图像分析系统 iSpect DIA-10 对石墨负极样品颗粒的形状和颗粒数浓度进行分析，按面积等效直径从大到小对颗粒进行筛选排列，部分粒形图如图 2~ 图 7 所示。

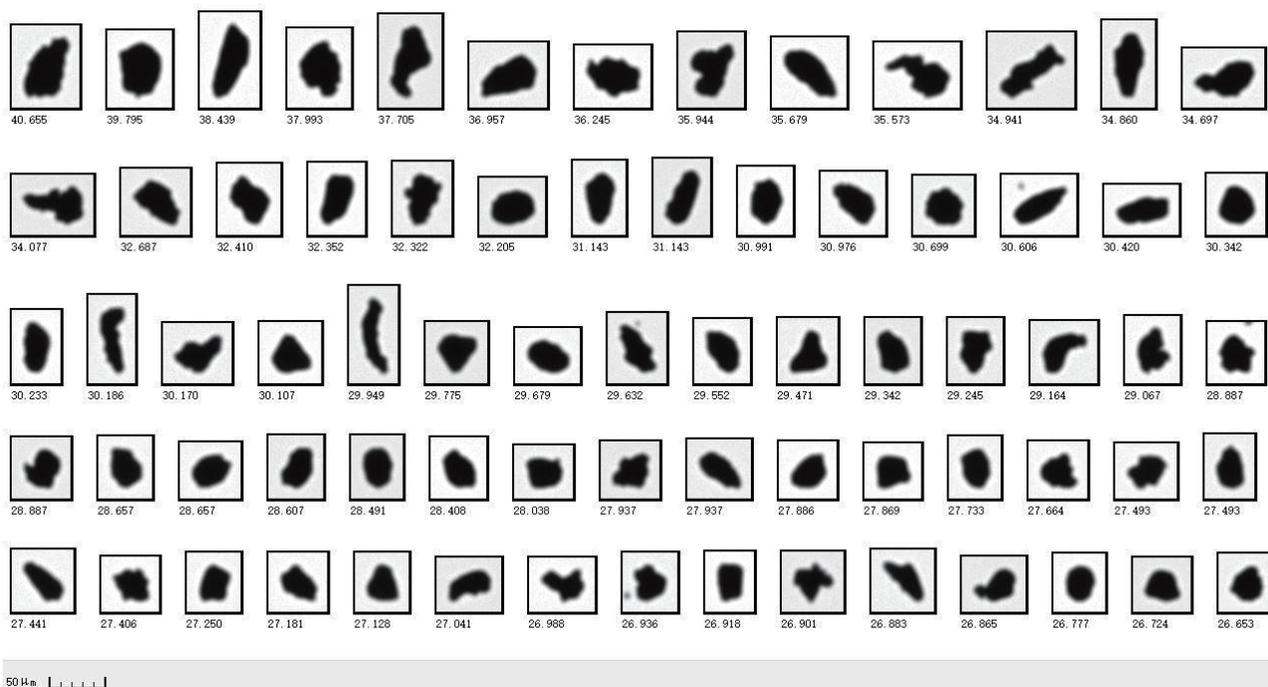


图 2 石墨负极材料粒形图

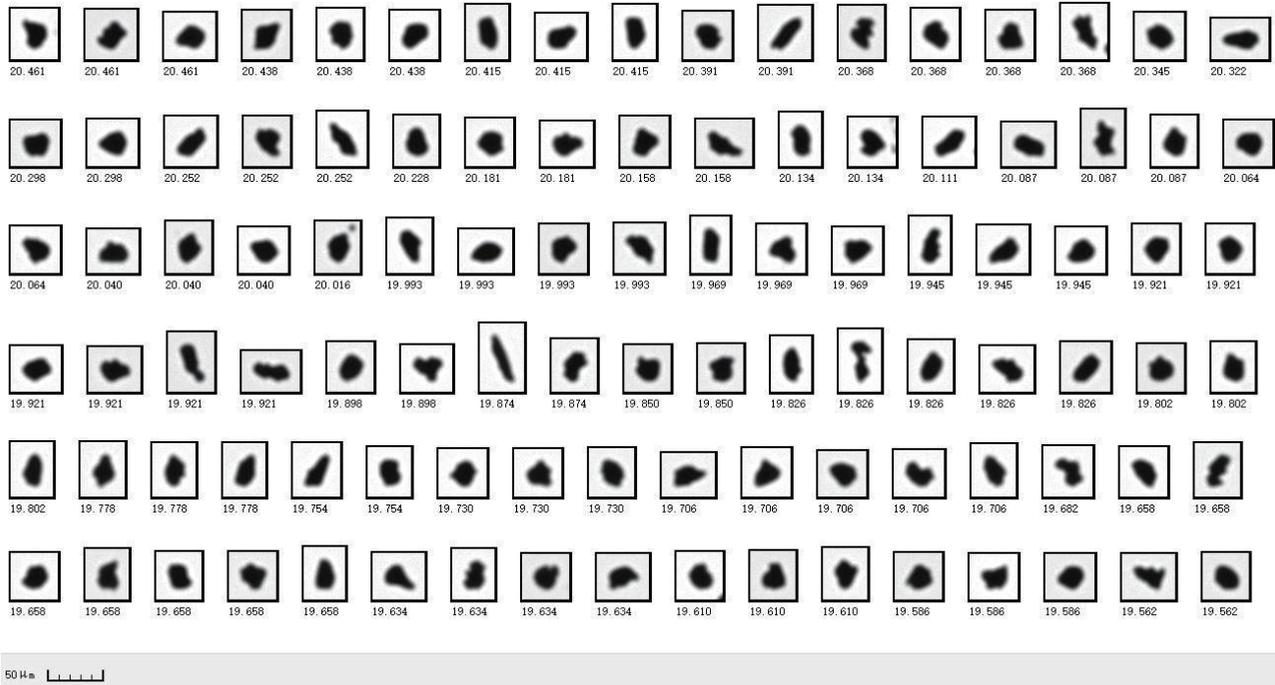


图 3 石墨负极材料粒形图

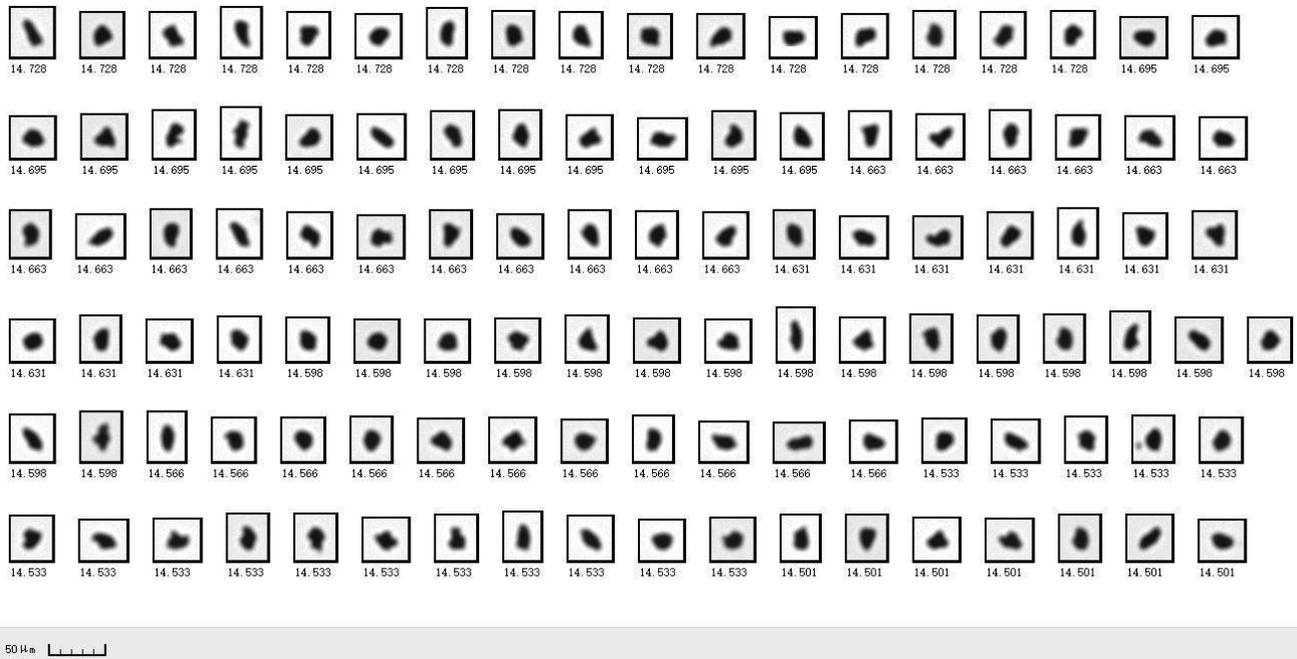
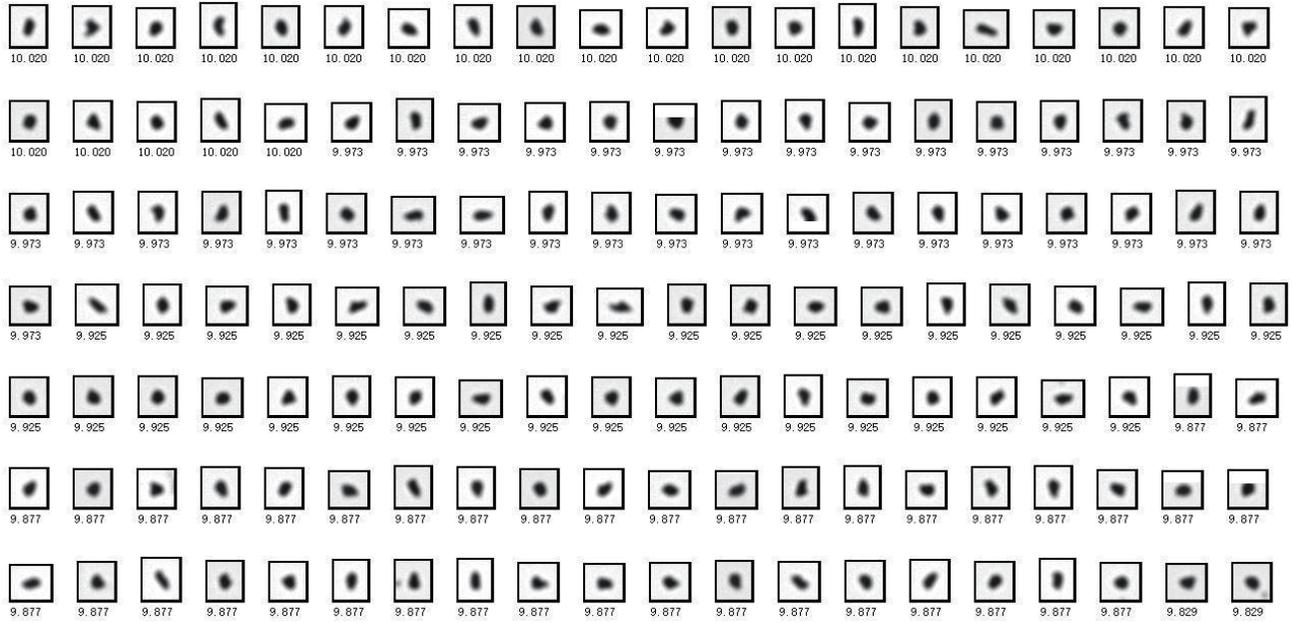
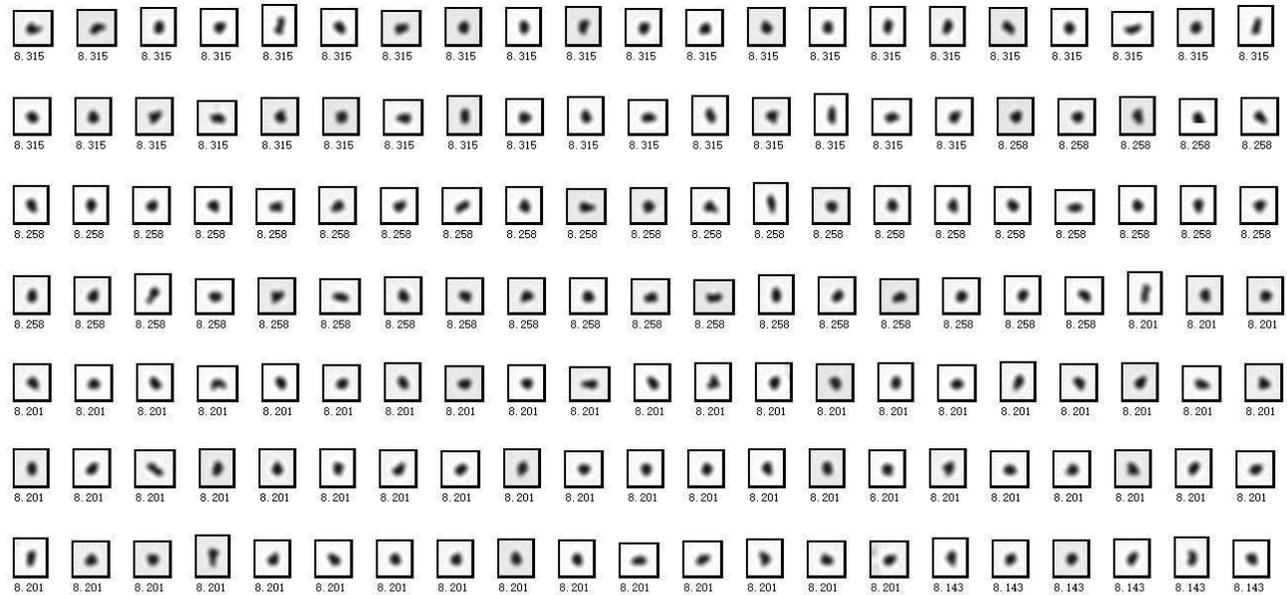


图 4 石墨负极材料粒形图



50 μm

图 5 石墨负极材料粒形图



50 μm

图 6 石墨负极材料粒形图

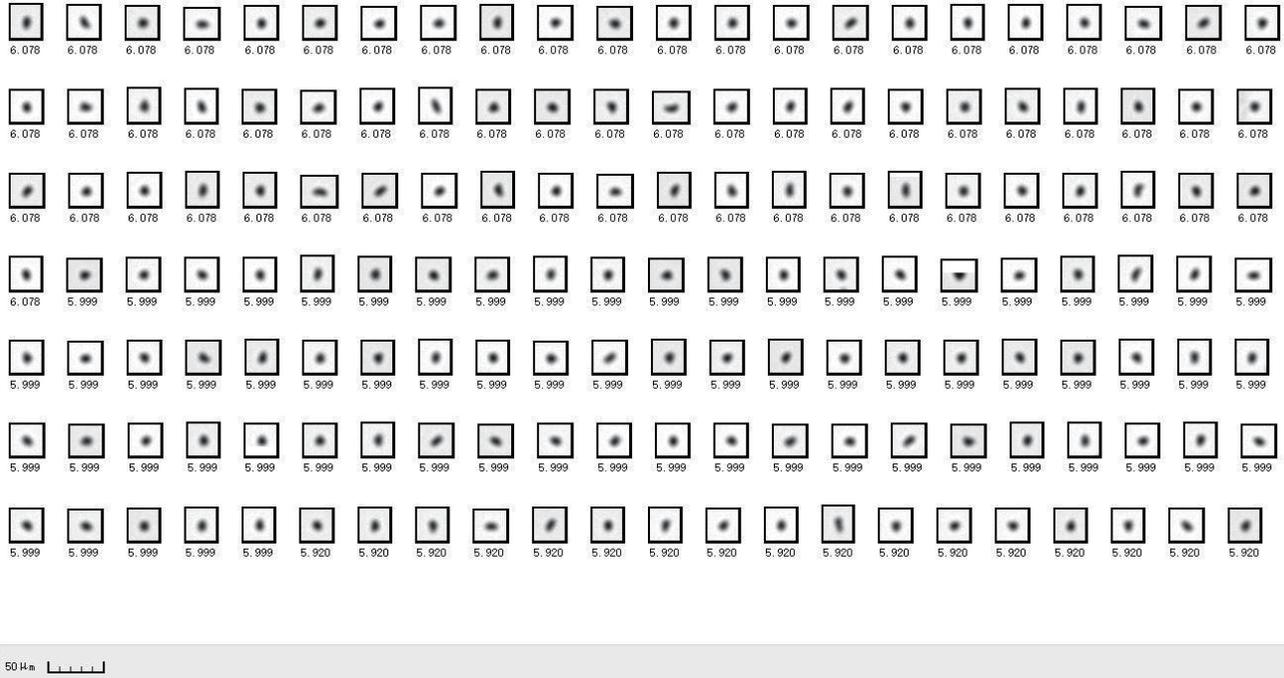


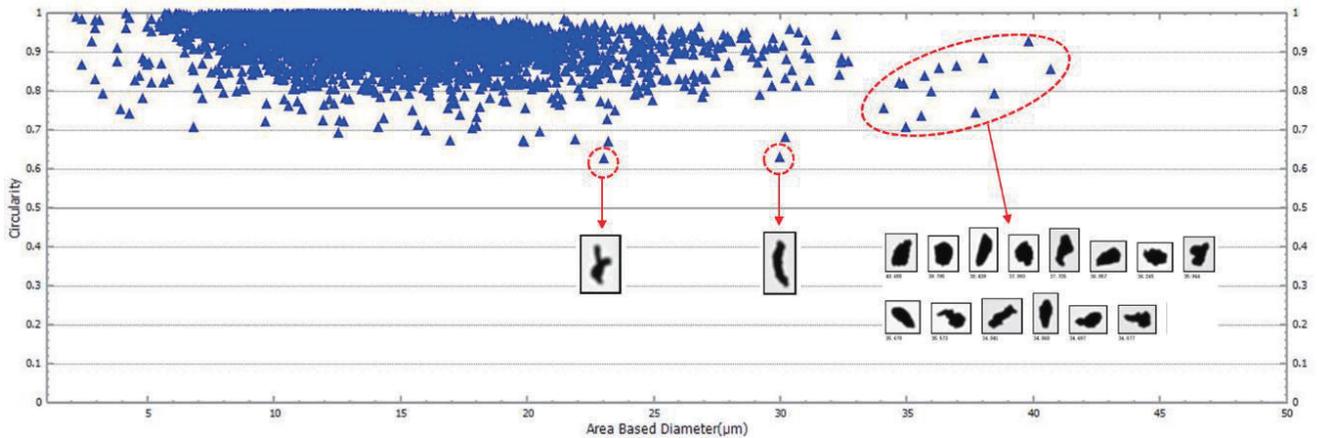
图 7 石墨负极材料粒形图

实验结果显示，样品颗粒形状大部分均为圆形，同时存在少量粒径较大且形状不规则的颗粒，样品的颗粒数浓度为 12934 个 /mL。可以使用软件的计算功能统计不同粒径范围颗粒的比例，颗粒粒度数据统计如表 2 所示。

表 2 粒度测试结果

样品名称	众数粒径 (μm)	中值粒径 (μm)	平均粒径 (μm)	D10(μm)	D5(μm)	D90(μm)
石墨负极材料	7.370	8.157	9.013	3.086	8.157	15.909

4.2 颗粒圆度分析



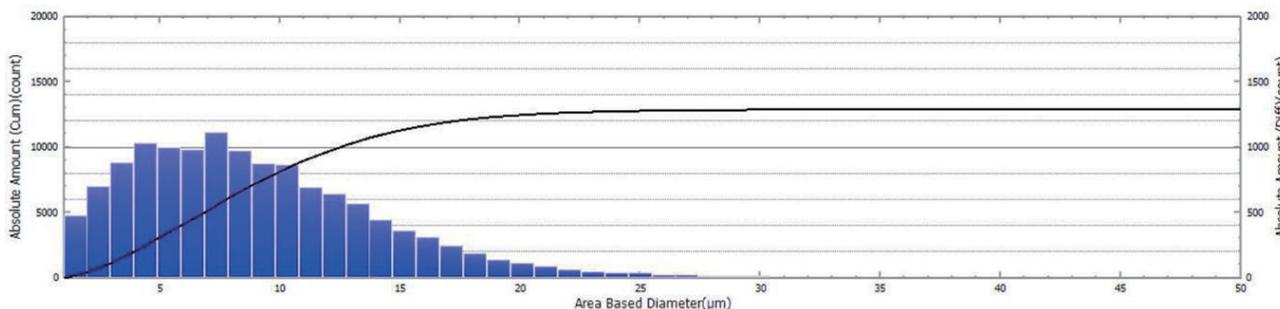


图 8 石墨负极材料颗粒圆度 - 面积等效直径分布图（上图）和颗粒个数 - 面积等效直径分布图（下图）

图 8 为三元正极材料中颗粒的圆度 - 面积等效直径分布图和粒径分布图。其中，圆度 - 面积等效直径分布图的纵坐标圆度（Circularity）表示颗粒圆形的程度，圆度越接近 1 表示颗粒越圆，横坐标为颗粒的面积等效直径。上图红色椭圆框中的点表示材料中存在少量直径较大的颗粒，经软件统计分析，可以一一对应找到具体的颗粒并进行粒形观察。测试软件可以实现对特定范围条件下颗粒个数、比例和圆度等的自动统计分析。这里举例如下：圆度在 0.8~1.2 以外（即形状不够圆）的颗粒通过软件自动计算，其比例如下表 3 所示。

表 3 锂电池正极材料颗粒圆度统计表

统计条件	颗粒数（个）	百分比（%）
$X < 0.8$	83	0.64
$0.8 \leq X < 1.0$	12851	99.36
$1.0 \leq X < 1.2$	0	0
$X \geq 1.2$	0	0

注：X 代表圆度。

■ 结论

本文使用岛津动态颗粒图像分析系统 iSpect DIA-10 对石墨负极材料进行分析，同时获知了颗粒的粒度、粒形和颗粒圆度等信息。实验结果表明，样品中的颗粒形状比较规则，大部分均为圆形，同时存在少量粒径较大且形状不规则的颗粒，样品颗粒圆度分布在 0.8~1.0 之间的颗粒百分比为 99.36%。使用动态颗粒图像分析系统 iSpect DIA-10 对可获得样品颗粒粒度、粒形和圆度等更加全面的信息，可为石墨材料生产和工艺改进提供参考和依据。

岛津应用云

