

SALD 测定磷酸铁锂的粒径分布

SALD-004

摘要: 本文介绍了使用湿法激光粒度仪 SALD-2101 分析磷酸铁锂的粒径分布的方法。试验结果表明,该方法快速准确,重现性好,对快速表征电池正极材料粒径具有重要意义。

关键词: SALD-2101 激光粒度 磷酸铁锂 粒径分布

随着手机、笔记本电脑、电动汽车产品的快速普及,充电电池尤其是锂离子电池市场也正在迅猛发展。

充电电池的功率或电流输送能力是评价电池性能的重要指标。而这取决于电极与电解液之间的反应速度。电极材料的粒度分布会决定产生反应的表面积,从而影响反应速度。一方面,减小电极材料的粒度可以增大表面积,并有助于提高最大电池功率;

而另一方面,如果电极材料的粒径太小,会减小电极颗粒之间空隙,而电解液数量会相应减少,从而影响

到电池容量,还会减小电极表面与电解液的接触面积,还可能降低电池内部的离子迁移率,并影响反应速度并降低电池功率。因此,电池材料的粒度通常要充分考虑兼顾电极的表面积和电池容量。

锂离子电池是一种高性能的主流充电电池。磷酸铁锂是锂电池常用的正极材料。本文介绍了使用无水乙醇作为分散剂,使用 SALD-2101 湿法激光粒度仪测定磷酸铁锂粒径范围的方法。

材料和方法

1.1 仪器及试剂

1.2 分析条件

Shimadzu SALD-2101 激光粒度仪湿法进样

进样方式:湿法循环进样

Shimadzu 循环进样器(具备超声、搅拌功能)

超声时间:1 min

分散剂:无水乙醇(分析纯)

1.3 分析方法

使用无水乙醇扣除背景空白后,将样品粉末在烧杯中预混匀,分几次缓慢加入循环进样器,并开启超声波,使样品其在分散剂中充分分散。样品量根据探测器采集到的光强分布图确定,一般在总光强设定为 2000 时,纵坐标在 40% ~ 60% 之间时即为适量。待数据稳定,采集数据。

结果与讨论

测定数据结果如下图 1, 2 所示。

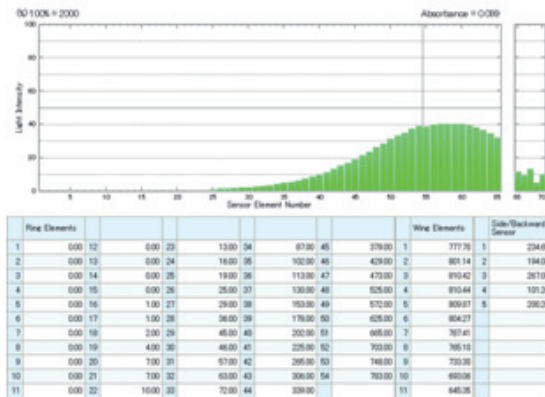


图 1 样品光强分布图

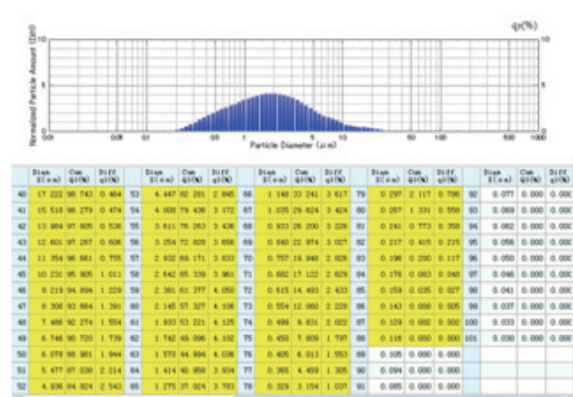


图 2 样品粒径范围图

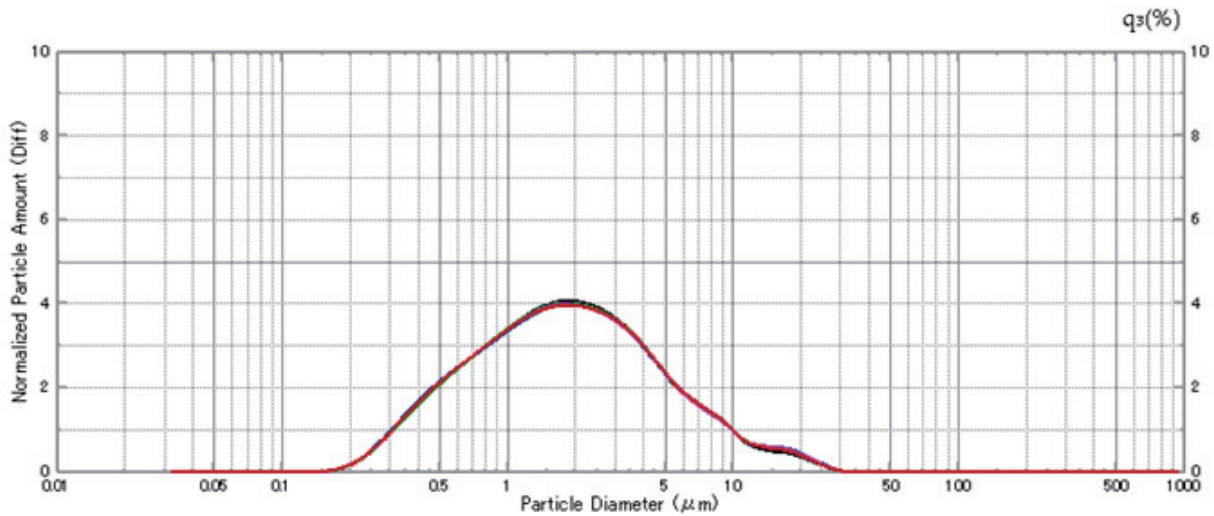


图 3 六次重复测量结果

软件根据光强结果图（如图 1 所示），利用米氏定律计算得到到样品粒径范围结果（如图 2 所示）。使用上述方法重复六次测定样品结果如下：

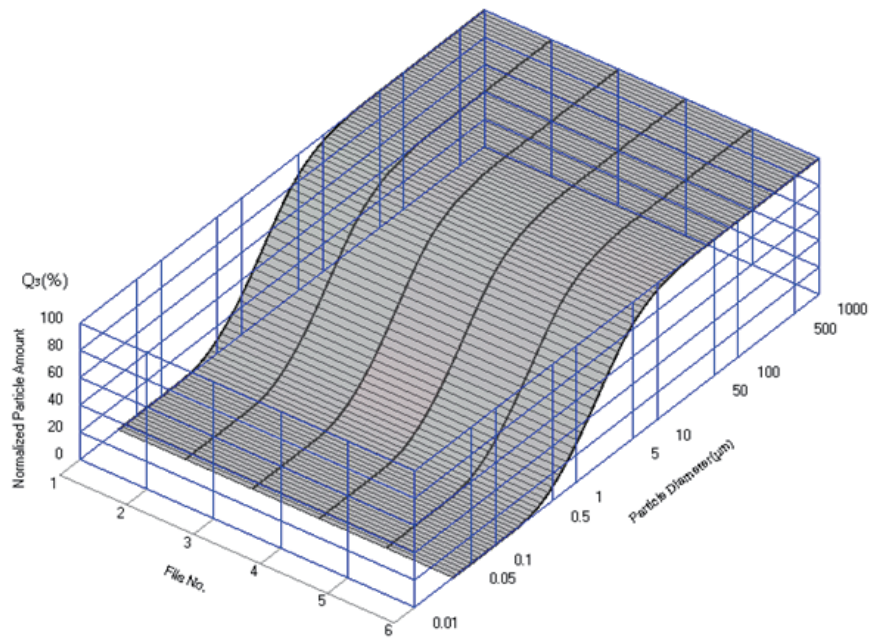


图 4 六次重复测量三维图谱结果

测得磷酸铁锂粒径数据如下：

表 1 磷酸铁锂粒径分布数据结果

次数	中值粒径 (µ m)	平均值 (µ m)	10%D	90%D
1	1.782	1.809	0.500	6.609
2	1.791	1.827	0.501	6.787
3	1.793	1.828	0.502	6.792
4	1.786	1.821	0.491	6.872
5	1.783	1.823	0.495	6.848
6	1.788	1.820	0.495	6.802
平均值	1.787	1.821	0.497	6.785

该磷酸铁锂样品的中值粒径平均值为 1.787 µm，根据上面公式计算六次重复标准偏差 SD 为 0.004 µm，由此计算得到相对标准偏差 RSD 为 0.24%。

■ 结论

锂离子电池中电极材料的粒度分布对于电池的性能至关重要。可通过调整电极材料的粒度分布优化电池容量和功率。为了达到较大的电池容量，电解液的体积必须最大化。但为了达到较高功率，电极的表面积更为重要。因此电池生产商必须能够快速测量电极材料的粒度分布。激光衍射技术非常适合表征这种材料，只需几分钟即可准确测量粒子粒径范围。

本文介绍了使用湿法激光粒度仪 SALD-2101 分析锂离子电池正极材料的粒径分布的方法。试验结果表明，该方法快速准确，重现性好，对表征磷酸铁锂的粒度具有重要意义。