

使用激光粒度仪测试锂电池石墨类负极材料的粒度

SALD-023

摘要：本文参考标准《锂离子电池石墨类负极材料》（GB/T 24533-2019）中附录 A 方法，使用岛津激光粒度仪 SALD-2300 湿法测试石墨类负极材料的粒径大小和分布，为了解的负极材料的粒度信息提供参考。本法使用纯水为分散介质，可同时在搅拌和超声条件下进行测试，样品分散充分，测试速度快，数据稳定且重复性好，可满足锂电池石墨类负极材料粒度的测试要求。

关键词：激光粒度仪 锂电池 石墨类 负极材料

锂电池具有能量密度高、寿命长、自放电小、无记忆效应和环境友好等优点，被广泛应用在消费电子电器领域，是未来重要的绿色新能源之一。锂电池主要由正极、负极、电解液和隔膜等部分组成，其中负极材料的种类和性质直接关系到电池的性能。可用作锂电池负极的材料有金属锂、硅材料、钛酸锂和石墨等。石墨因具有较低且平稳的嵌锂电位、较高的理论比容量、廉价易得和环保等优势而占据了锂离子电池负极材料的主要市场。

国标《锂离子电池石墨类负极材料》（GB/T 24533-2019）将石墨分为天然石墨、人造石墨和复合石墨等，又根据电化学性能和材料的 D50 粒径分为不同级别和品种。锂电池负极材料的粒度分布直接影响电池的制浆工艺以及体积能量密度。据相关研究报道，

在相同的体积填充情况下，材料的粒径越大，粒度分布越宽，浆料的黏度越小，有利于提高固含量，减小涂布难度。另外，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，进而提高电池的体积能量密度。因此，准确测定石墨的粒度对于把控负极材料性能具有重要意义。

国标 GB/T 24533-2019 的附录 A 中规定使用激光粒度仪测量石墨材料粒度分布的方法。本文参考标准方法使用岛津激光粒度仪 SALD-2300 和 MS23 型循环流通池，以纯水为分散介质，在超声和搅拌条件下测试石墨负极材料的粒径大小和分布，满足锂电池石墨类负极材料粒度的测试要求。

■ 仪器

激光粒度仪 SALD-2300，循环流通池 MS23



图 1 激光粒度仪 SALD-2300+MS23 型循环流通池

■ 实验部分

2.1 石墨类负极材料样品



图 2 石墨材料 A



图 3 石墨材料 B

2.2 测试方法和条件

参考标准 GB/T 24533-2019 附录 A 的方法，以纯水为分散介质，使用 MS23 型循环流通池在超声和搅拌条件下进行测试。岛津激光粒度仪 SALD-2300 具有以下优势：

- ①循环流通池可实现纯水自动添加、超声和搅拌、自动清洗等功能；
- ②软件特有的光强分布再计算（LDR）功能，可自动计算物质的最佳折射率，获得可靠的粒径分布数据；
- ③测定速度快，数据稳定可靠。

本次测试条件如下表 1 所示。

表 1 SALD-2300 测试石墨类负极材料的条件

仪器参数	设定值	仪器参数	设定值
进样单位	MS23 型循环流通池	流通池泵速	10
超声功能	开启	折射率设置	1.70-0.10i

2.2.1 样品前处理

参考标准方法，取适量石墨类负极材料粉末用纯水搅拌均匀，经外部超声分散后，滴加至循环流通池中，同时添加少量表面活性剂（1% 家用洗涤剂），随后进行测试。

2.2.2 结果与讨论

(1) 粒径分布图

石墨类负极材料样品 A 和 B 的粒径分布见下图 4 和图 5 所示。

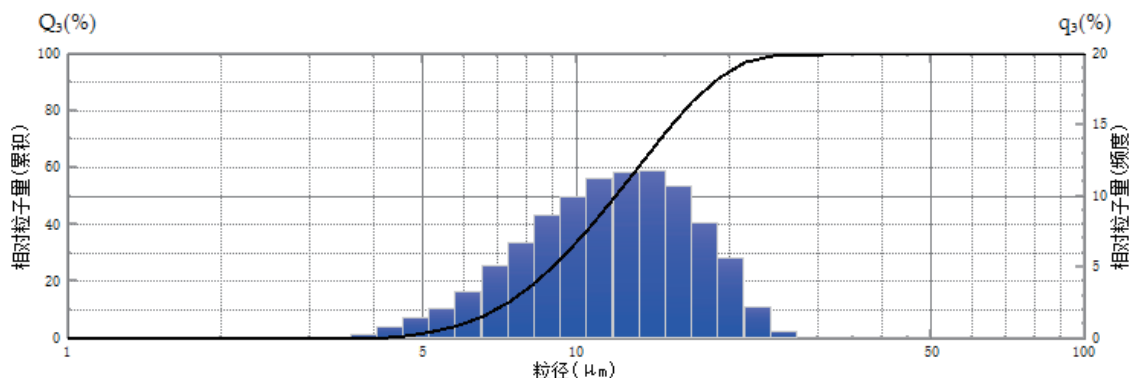


图 4 石墨 A 粒径分布图

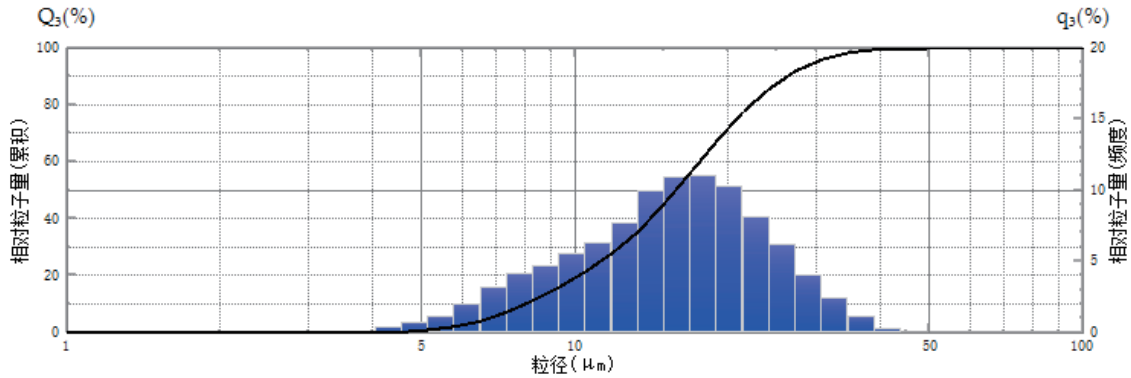


图5 石墨 B 粒径分布图

从上图可看到，石墨 A 和 B 的粒径分布存在明显差异。其中，石墨 A 样品的平均粒径小于石墨 B，两种石墨的粒径分布对比见下图 6 所示。

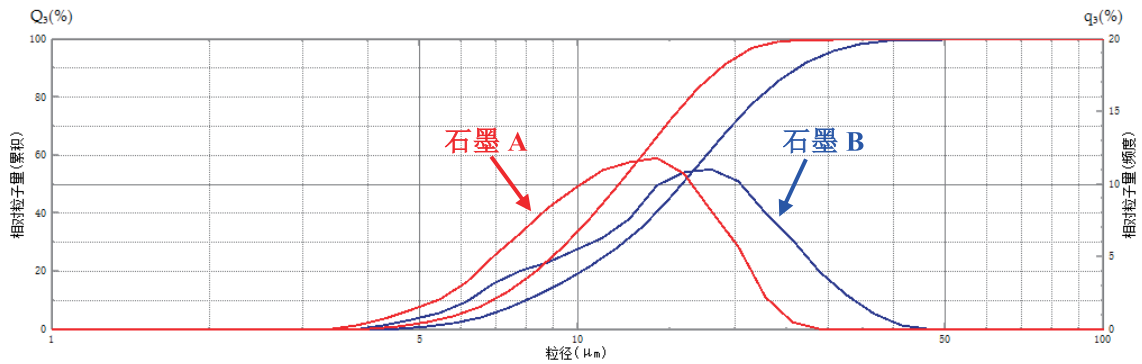
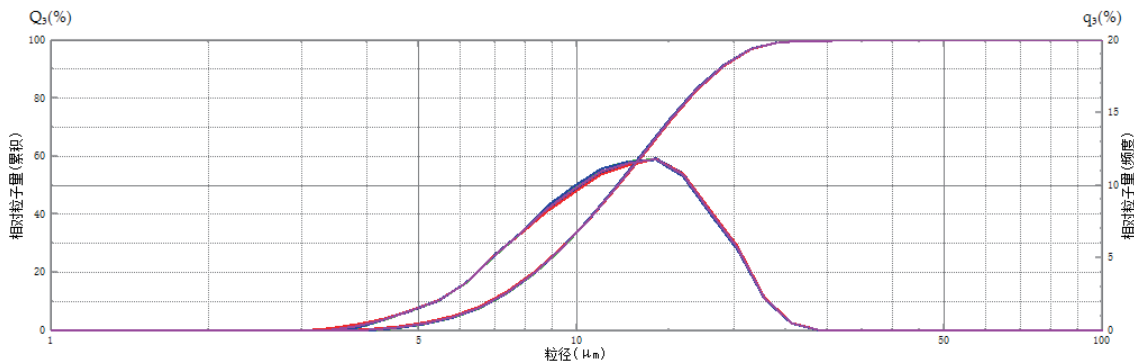


图6 石墨 A 和 B 粒径分布对比图

(2) 重复性测试

考察测试方法精密度，在同样的条件下对石墨 A 和 B 样品分别进样测试 4 次，重复性结果见下图 7 和图 8 所示。从图上可看到，测试的重复性良好，表明样品粉末混合均匀，在介质中分散充分，仪器稳定性良好。



	文件名	测定日期/时间	吸光度	折射率	中位粒径	众数粒径	平均值	标准偏差	10.000% 粒径	50.000% 粒径	90.000% 粒径	99.999% 粒径
1	A-1	2021/12/...	0.115	1.70-0.10i	11.942	14.994	11.563	0.169	6.777	11.942	19.010	34.351
2	A-2	2021/12/...	0.168	1.70-0.10i	11.941	14.994	11.541	0.171	6.735	11.941	19.040	34.360
3	A-3	2021/12/...	0.108	1.70-0.10i	11.887	11.819	11.563	0.166	6.822	11.887	18.919	34.334
4	A-4	2021/12/...	0.106	1.70-0.10i	11.858	11.819	11.538	0.166	6.809	11.858	18.893	34.333
5	[石墨A]-平均值	2021/12/...	0.000	1.70-0.10i	11.906	14.994	11.551	0.168	6.786	11.906	18.966	34.346

图7 石墨 A 样品 4 次重复测量结果

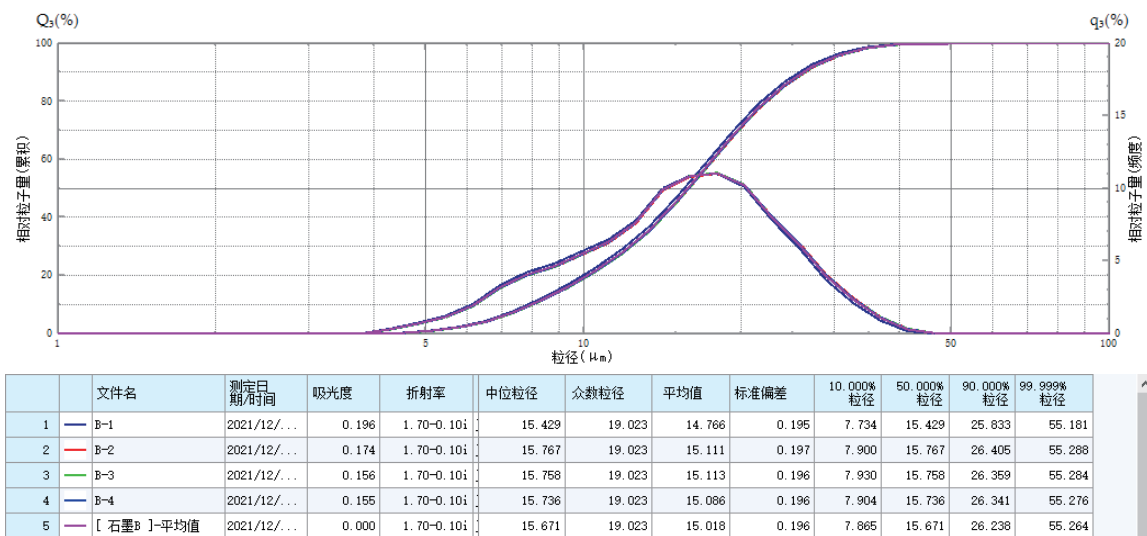


图 8 石墨 B 样品 4 次重复测量结果

(3) 结果汇总

石墨类负极材料样品的粒度测试结果汇总见下表 2 所示。

表 2 石墨类负极材料粒度测试结果

样品编号	D10 (μm)	RSD (%)	D50 (μm)	RSD (%)	D90 (μm)	RSD (%)	Dmax (μm)	分布宽度	众数粒径 (μm)	平均粒径 (μm)
石墨 A	6.786	0.57	11.906	0.35	18.966	0.07	34.346	1.02	14.994	11.551
石墨 B	7.865	1.14	15.671	1.04	26.238	1.03	55.264	1.17	19.023	15.018

注：①—RSD 为 4 次重复测试相对标准偏差；②—Dmax 指最大粒径，本软件中用 D99.999 表示；

③—分布宽度表示材料粒径分布的宽窄，计算式为 (D90-D10) / D50。

从表 2 可看到，石墨样品测试结果的重复性良好。标准 GB/T 24533-2019 中对重现性的要求和本次测试结果见下表 3 所示。数据表明，SALD-2300 测试石墨样品的重复性满足标准要求。

表 3 粒度测量重现性结果

粒径分布	D50	D10	D90
GB/T 24533-2019 要求	小于 2%	有一个不超过 3%	
SALD-2300 测量结果	≤ 1.04%	≤ 1.14%	≤ 1.03%

结论

粒度分布对石墨类负极材料的电化学性能有极大影响，激光粒度仪是获取粒度分布信息的可靠工具。本文参考国标《锂离子电池石墨类负极材料》(GB/T 24533-2019)，使用岛津激光粒度仪 SALD-2300 测试石墨类负极材料的粒度分布，简单易行，测试速度快，结果重复性好。智能化软件可自动完成数据分析，展示有关样品粒度的各种信息，为掌握石墨类负极材料的粒度提供参考。

岛津应用云

