

SALD-2300 测定三元正极材料镍钴锰酸锂的粒径分布

SALD-032

摘要： 本文参考标准《镍钴锰酸锂》(YS/T 798-2012) 与标准《粒度分析 激光衍射法》(GB/T 19077-2016)，使用岛津激光粒度仪 SALD-2300 湿法测试三元正极材料镍钴锰酸锂粉末的粒径大小和分布。本法使用循环流通池，以纯水作为分散介质，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，可满足三元材料镍钴锰酸锂粒度的测试要求。

关键词： 激光粒度仪 镍钴锰酸锂 粒径分布 循环流通池

技术特点：

- ❖ 循环流通池可同时对样品进行搅拌和超声。
- ❖ 采用 2% 六偏磷酸钠溶液对样品进行超声预分散，保证了样品分散充分和测试稳定性。

锂电正极材料是锂电池电化学性能的决定性因素，直接决定电池的能量密度及安全性，进而影响电池的综合性能。正极材料主要包括钴酸锂、锰酸锂、磷酸铁锂和三元材料（包括镍钴锰酸锂 NCM 和镍钴铝酸锂 NCA）四种。三元材料三种元素的不同配比使得三元正极材料存在明显的三元协同效应，产生不同的性能，满足多样化的应用需求。相较于磷酸铁锂等正极材料，三元材料具有能量密度高、循环性能好、寿命长的优点，主要应用于 3C 电子产品、电动工具、新能源汽车及储能等领域。

三元材料重要的质量指标之一是粒度及粒度分布，粒度及粒度分布会影响三元材料的比表面积、振实密度、压实密度、加工性能及电化学性能。所以锂

离子电池用三元材料需严格控制粒度及粒度分布。标准《镍钴锰酸锂》(YS/T 798-2012) 中要求产品的 D10 应不小于 2.0 μm ，D50 应在 5.0 μm ~15.0 μm 范围内，D90 应不大于 30.0 μm 。因此，准确测定三元材料的粒度对于控制产品质量、提高材料性能具有重要意义。

本文参考标准《镍钴锰酸锂》(YS/T 798-2012) 与标准《粒度分析 激光衍射法》(GB/T 19077-2016)，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三元正极材料镍钴锰酸锂粉末的粒径大小和分布，结果满足三元材料镍钴锰酸锂粒度的测试要求。

■ 实验部分

1.1 仪器

激光粒度仪 SALD-2300，循环流通池 MS23



图 1 岛津 SALD-2300 激光粒度仪 +MS23 型循环流通池

1.2 分析条件

本次测试条件如下表 1 所示。

表 1 SALD-2300 测试镍钴锰酸锂条件

仪器参数	设定值	仪器参数	设定值
进样单元	MS23 型循环流通池	分散介质	纯水
流通池泵速	10	超声功能	开启
累积分布	筛下	折射率设置	2.50-1.00i

■ 样品前处理

测试样品来自某动力锂电池生产企业，样品 A 与样品 B 为 NCM622 型三元材料不同生产线产品，样品外观如图 2、图 3。取适量粉末置于 2% 六偏磷酸钠溶液中，经外部超声分散后，滴加至循环流通池中进行测试。



图 2 镍钴锰酸锂 A



图 3 镍钴锰酸锂 B

■ 结果与讨论

3.1 粒径分布图

镍钴锰酸锂样品 A 和 B 的粒径分布如图 4 和图 5 所示。

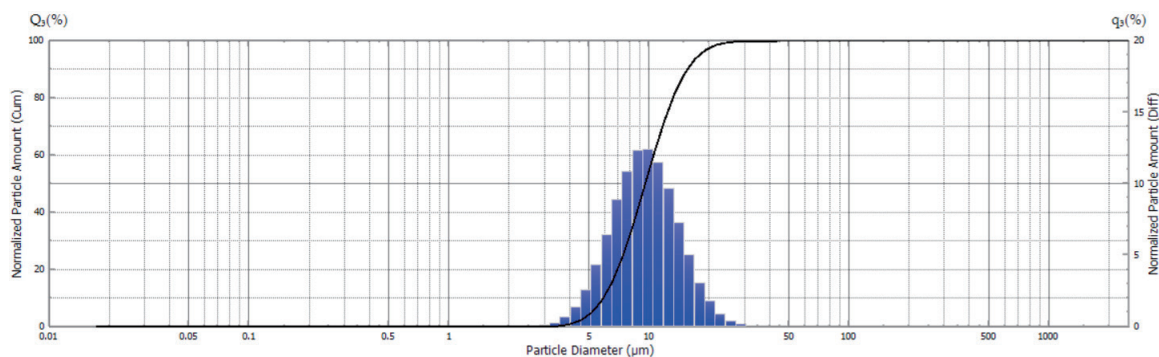


图 4 镍钴锰酸锂 A 粒径分布图

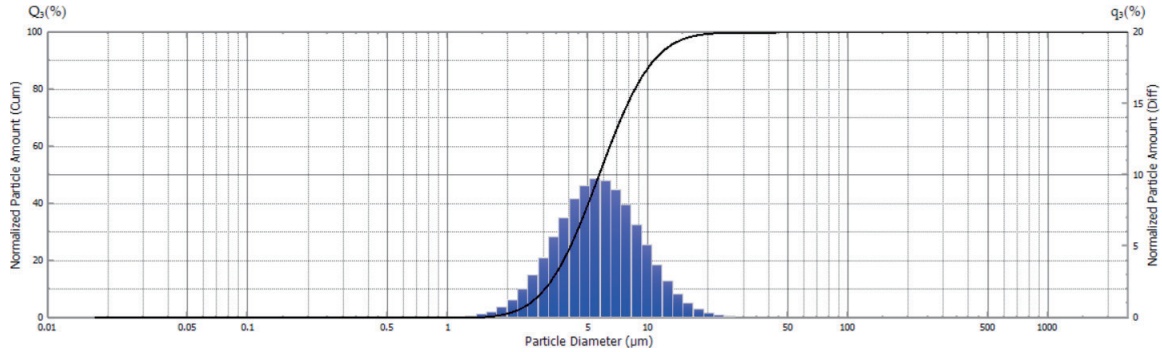


图 5 镍钴锰酸锂 B 粒径分布图

从图 4、图 5 可看出，镍钴锰酸锂 A 和 B 的粒径虽然都呈正态分布，但存在明显差异，粒径分布对比如图 6 所示。

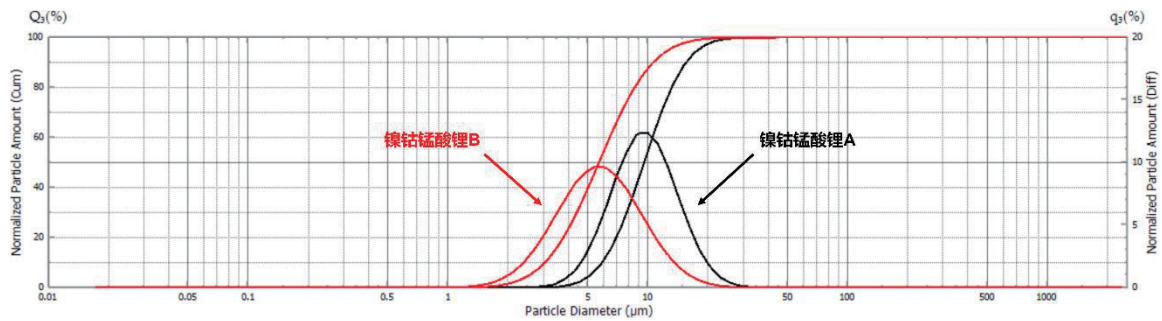
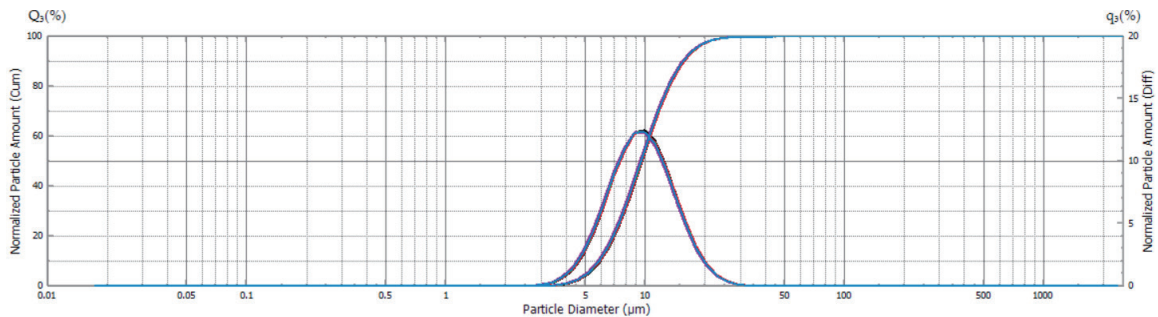


图 6 粒径分布对比图

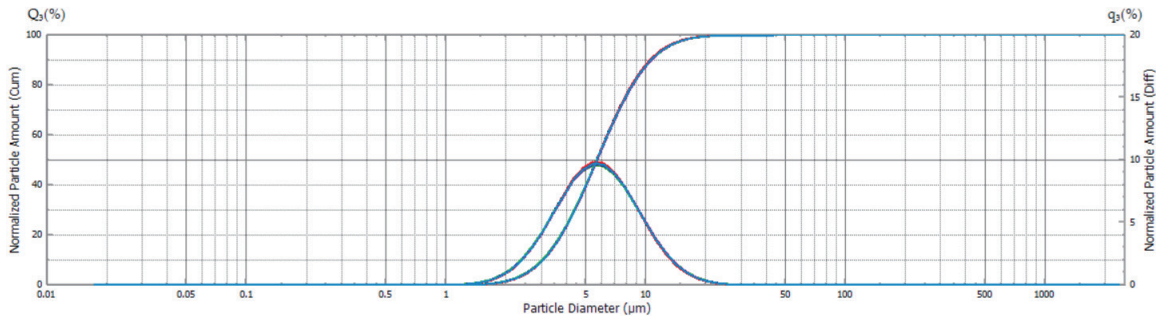
3.2 重复性实验

在相同的条件下对镍钴锰酸锂 A 和 B 分别测量 6 次，重复性结果见下图 7、图 8。从图中可看出，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。



	File Name	Absorbance	Ref Index	Calculation Mode	Median Diameter	Modal Diameter	Mean Value	Standard Deviation	10.000%D	50.000%D	90.000%D
1	镍钴锰酸锂 A-1	0.092	2.50-1.001	Normal Mode	9.573	8.913	9.586	0.164	5.831	9.573	15.562
2	镍钴锰酸锂 A-2	0.123	2.50-1.001	Normal Mode	9.556	8.913	9.569	0.166	5.786	9.556	15.601
3	镍钴锰酸锂 A-3	0.125	2.50-1.001	Normal Mode	9.456	8.913	9.469	0.166	5.723	9.456	15.470
4	镍钴锰酸锂 A-4	0.115	2.50-1.001	Normal Mode	9.369	8.913	9.381	0.166	5.657	9.369	15.380
5	镍钴锰酸锂 A-5	0.115	2.50-1.001	Normal Mode	9.320	8.913	9.331	0.166	5.625	9.320	15.317
6	镍钴锰酸锂 A-平均值	0.000	2.50-1.001	Normal Mode	9.454	8.913	9.467	0.166	5.721	9.454	15.469

图 7 镍钴锰酸锂 A 重复性结果



	File Name	Absorbance	Ref Index	Calculation Mode	Median Diameter	Modal Diameter	Mean Value	Standard Deviation	10.000%D	50.000%D	90.000%D
1	镍钴锰酸锂B-1	0.144	2.50-1.00i	Normal Mode	5.626	5.623	5.626	0.209	3.018	5.626	10.492
2	镍钴锰酸锂B-2	0.132	2.50-1.00i	Normal Mode	5.632	5.623	5.633	0.209	3.028	5.632	10.484
3	镍钴锰酸锂B-3	0.151	2.50-1.00i	Normal Mode	5.640	5.623	5.640	0.215	2.968	5.640	10.726
4	镍钴锰酸锂B-4	0.140	2.50-1.00i	Normal Mode	5.658	5.623	5.658	0.214	2.993	5.658	10.719
5	镍钴锰酸锂B-5	0.131	2.50-1.00i	Normal Mode	5.676	5.623	5.677	0.212	3.018	5.676	10.716
6	镍钴锰酸锂B-平均值	0.000	2.50-1.00i	Normal Mode	5.646	5.623	5.647	0.212	3.005	5.646	10.629

图 8 镍钴锰酸锂 B 重复性结果

3.3 实验结果

镍钴锰酸锂的粒度测试结果见下表 2 所示。

表 2 粒度测试结果

样品编号	众数粒径 (μm)	平均粒径 (μm)	D10(μm)	RSD(% ,n=5)	D50(μm)	RSD(% ,n=5)	D90(μm)	RSD(% ,n=5)
A	8.913	9.467	5.721	1.50	9.454	1.18	15.469	0.77
B	5.623	5.647	3.005	0.81	5.646	0.36	10.629	1.20

■ 结论

岛津激光粒度仪 SALD-2300 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，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。本文参考标准《镍钴锰酸锂》(YS/T 798-2012) 与标准《粒度分析 激光衍射法》(GB/T 19077-2016)，使用岛津激光粒度仪 SALD-2300 湿法测试三元正极材料镍钴锰酸锂粉末的粒径大小和分布。方法简单易行，测试速度快，数据稳定且重复性好，可满足三元材料镍钴锰酸锂粒度的测试要求。

岛津应用云

