

锂离子电池用负极材料的粉体特性评价 - 粒度分布、颗粒形状

01-00492-CN

洲本 高志、小河 美纱都

特点描述

- ◆ 可以简便地评价旨在实现电池的目标性能和质量的电池材料粉体特性（粒度分布、颗粒形状）。
- ◆ SALD-2300 可短时间掌握粒度分布。
- ◆ 除粒度分布之外，iSpect DIA-10 还可以测定颗粒形状，颗粒图像也可以作为有用的信息使用。

■ 引言

锂离子电池 (LiB) 是通过锂离子在正极和负极之间移动进行充电和放电的充电电池。近年来，锂离子电池被广泛应用于智能手机和汽车等领域，在提高电池容量、延长使用寿命、降低成本和提高安全性方面开展了大量研究。电池的主要材料是正极、负极、隔膜和电解液。在构成材料中，粉体特性（粒度、颗粒形状、密度、比表面积、细孔分布等）会对电池性能造成影响，因此，需要优化各特性值。

本报告为您介绍通过激光衍射式粒度分析仪和动态颗粒图像分析系统评估负极材料的案例。除本报告之外，还对比表面积和颗粒密度进行了评价。关于分析条件和结果的详情，请查阅应用新闻《锂离子电池用负极材料的粉体特性评价 - 比表面积、颗粒密度》。

■ 样品

本报告的样品是由株式会社 DAINEN MATERIAL 提供的 5 种天然球形石墨负极材料。表 1 所示为本报告中使用的样品详细信息。A-2、B-2 分别是 A-1、B-1 的碳包覆型。

表 1 样品信息

样品名称	商品名称	包覆	特点	用途例	粒度
A-1	DG10-095	-	重视输出	HV	10~11 μm
A-2	DG-B10M1	有	-	-	
B-1	DG15-097	-	重视平衡	EV	15~16 μm
B-2	DG-B15M1	有	-	-	
C-1	DG22-098	-	重视效率 (寿命)	游戏机	22~23 μm

■ 测定仪器和测定条件

粒度分布测定使用的是激光衍射式粒度分析仪 SALD-2300 (图 1)。颗粒形状评价使用的是动态颗粒图像分析系统 iSpect DIA-10 (图 2)。测定条件分别如表 2、表 3 所示。



图 1 激光衍射式粒度分析仪 SALD™-2300

表 2 粒度分布测定条件

分析仪器	: 激光衍射式粒度分析仪 SALD-2300
使用组件	: 多功能进样器 SALD-MS23
分散介质	: 纯水
分散剂	: 表面活性剂 (TWEEN20)
分散方法	: 仅循环
折射率	: 2.00-0.05i



图 2 动态颗粒图像分析系统 iSpect DIA™-10

表 3 颗粒形状评价测定条件

分析仪器	: 动态颗粒图像分析系统 iSpect DIA-10
分散介质	: 纯水
分散剂	: 表面活性剂 (TWEEN20)
分散方法	: 仅搅拌
帧率	: 8 fps
拍摄效率	: 97%
二值化处理值	: 110
流量	: 0.1 mL/min
测定液量	: 50 μL
测定浓度	: 0.05 wt%(C-1)、0.01 wt%(A-1·A-2·B-1·B-2)

■ 未包覆天然球形石墨的测定结果

通过 SALD-2300 获得的未进行碳包覆处理的样品 A-1、B-1、C-1 的粒度分布测定结果如图 3 所示。各样品均为单分散，并观察到粒度差异。另外，粒度越大的样品，粒度分布范围越宽。

通过 iSpect DIA-10 获得的面积当量直径和圆度散点图以及部分颗粒图像如图 4 所示。表 4 表示汇总结果。

表 4 未碳包覆样品的粒度分布和颗粒形状测定结果

	A-1	B-1	C-1
中位直径 (μm)	10.174	16.035	22.187
圆度	平均值	0.972	0.952
	标准偏差	0.037	0.044

SALD-2300 的中位直径测定结果和 iSpect DIA-10 的圆度测定结果

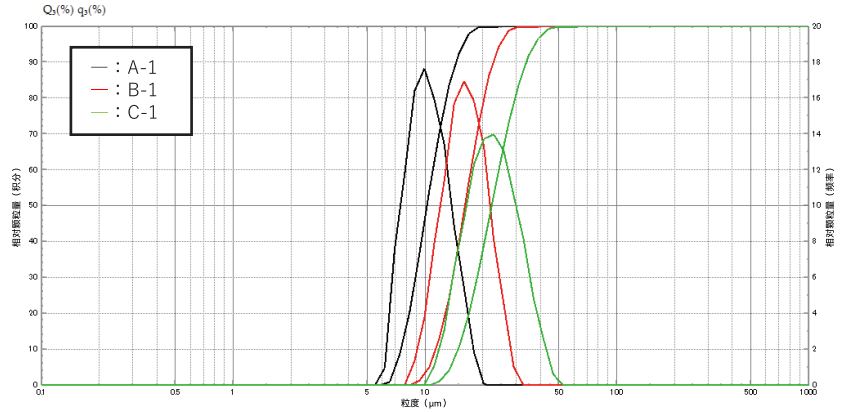


图3 SALD-2300的未碳包覆样品粒度分布测定结果

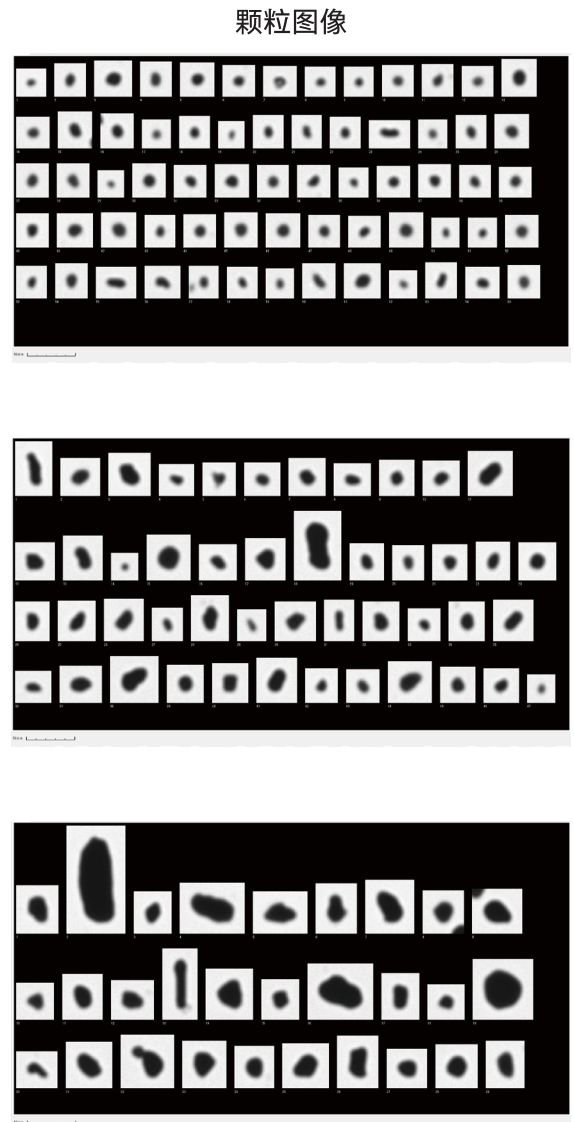
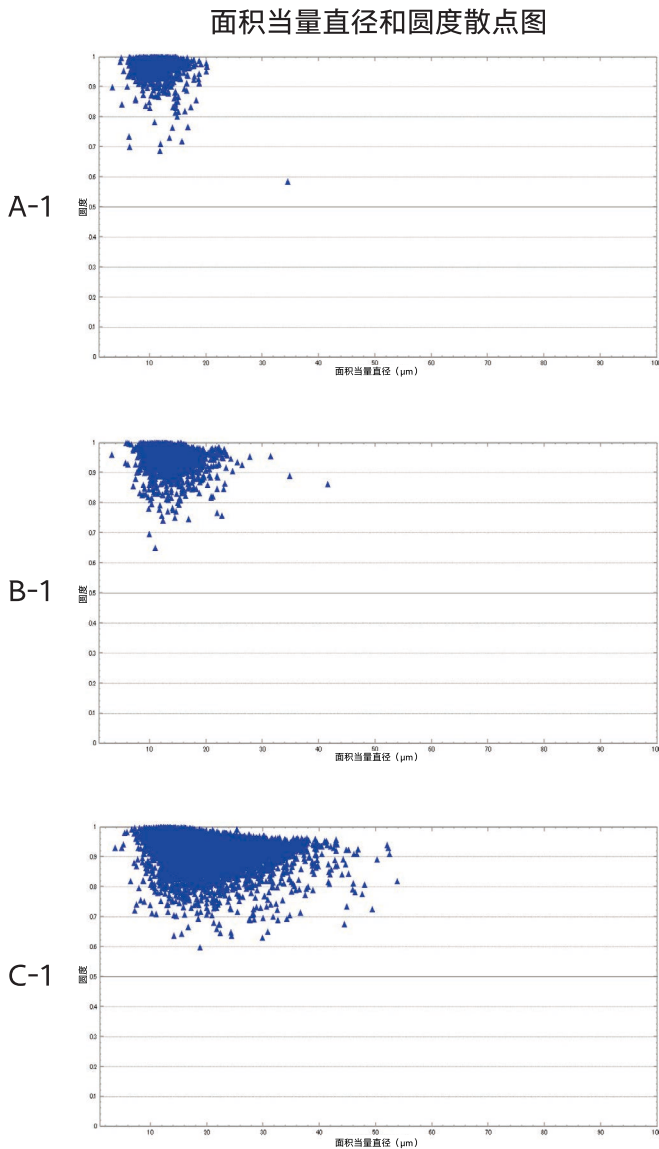


图4 iSpect DIA-10的未碳包覆样品颗粒形状评价
左：面积当量直径和圆度散点图 右：部分颗粒图像（拍摄顺序）

■ 包覆天然球形石墨的测定结果

对碳包覆样品和未包覆样品的粒度分布和颗粒形状进行比较评价。

图5表示通过SALD-2300获得的粒度分布测定结果。B-1、B-2的粒度分布几乎未见差异，但与A-1相比，A-2的大颗粒分布较多。从中位直径也可以看出，A-2的粒度更大（表5）。

图6、图7分别表示通过iSpect DIA-10获得的A-1与A-2、B-1与B-2的颗粒形状测定结果。通过散点图可知，与A-1相比，A-2的20 μm以上大颗粒数量较多，特别是圆度低的颗粒数量增加。

另一方面，在B-1与B-2之间未发现A-1与A-2之间那样的明显差异。颗粒图像是按部分颗粒的面积当量直径大小排列的。A-2、B-2中均观察到多个颗粒相连的形状，表明是通过包覆进行的造粒。

A-1与A-2、B-1与B-2的iSpect DIA-10的测定结果趋势均与SALD-2300的测量结果趋势一致。推测通过SALD-2300看到的A-2特有的大颗粒侧的分布就是通过iSpect DIA-10看到的20 μm以上的大颗粒。

表5 碳包覆处理前后的粒度分布和颗粒形状测定结果

		A-1	A-2	B-1	B-2
中位直径 (μm)		10.174	12.307	16.035	16.122
	平均值	0.972	0.952	0.952	0.944
圆度	标准偏差	0.037	0.054	0.044	0.050

SALD-2300的中位直径测定结果和iSpect DIA-10的圆度测定结果

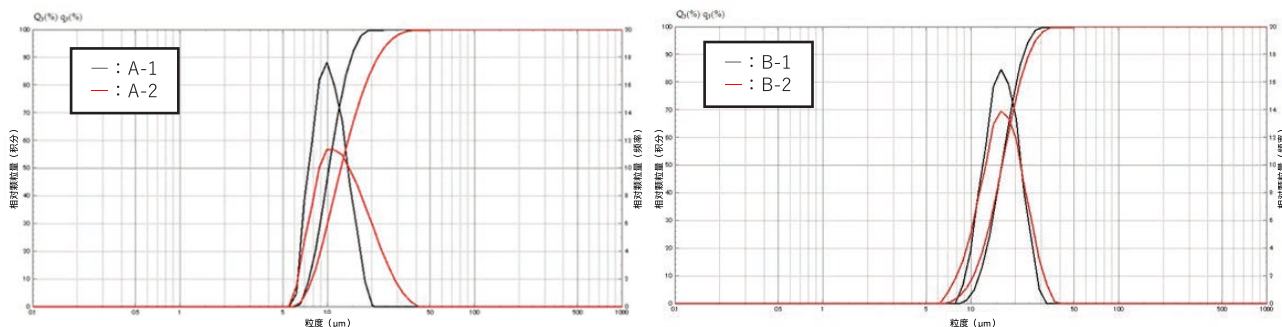


图5 SALD-2300的碳包覆处理前后的粒度分布测定结果

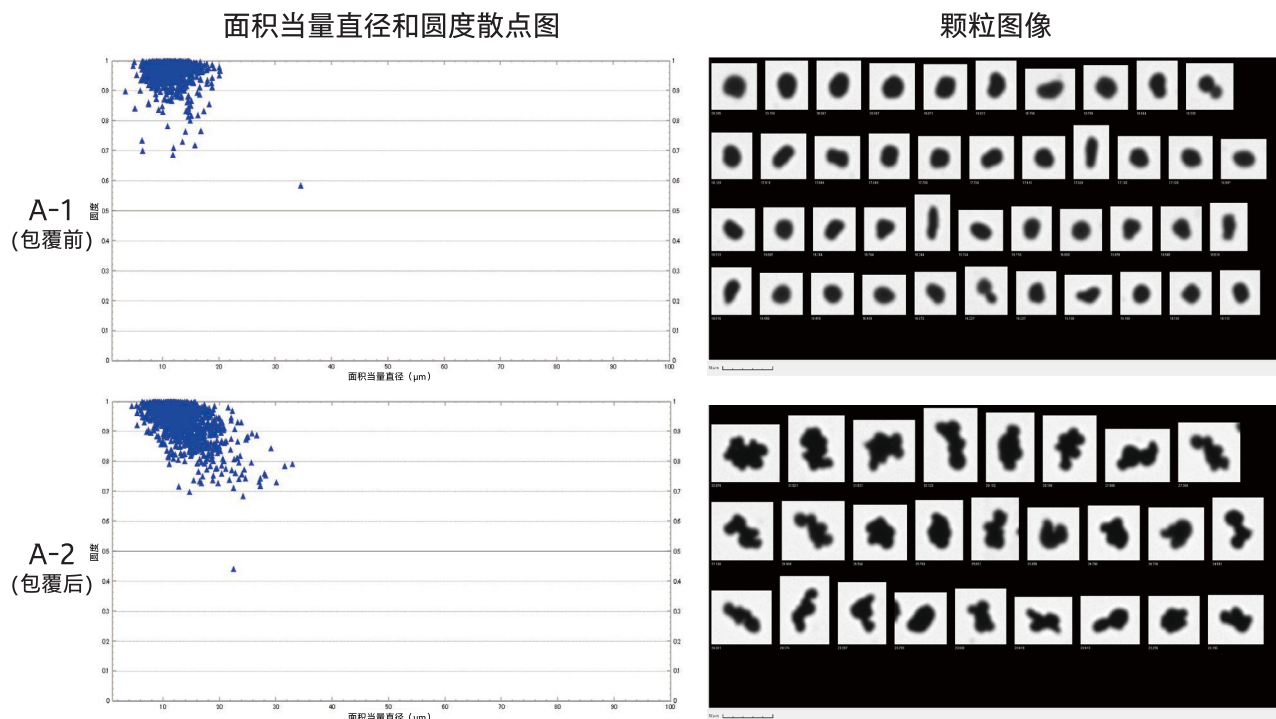


图6 iSpect DIA-10的样品A-1、A-2颗粒形状评价
左：面积当量直径和圆度散点图 右：部分颗粒图像（面积当量直径降序）

面积当量直径和圆度散点图

颗粒图像

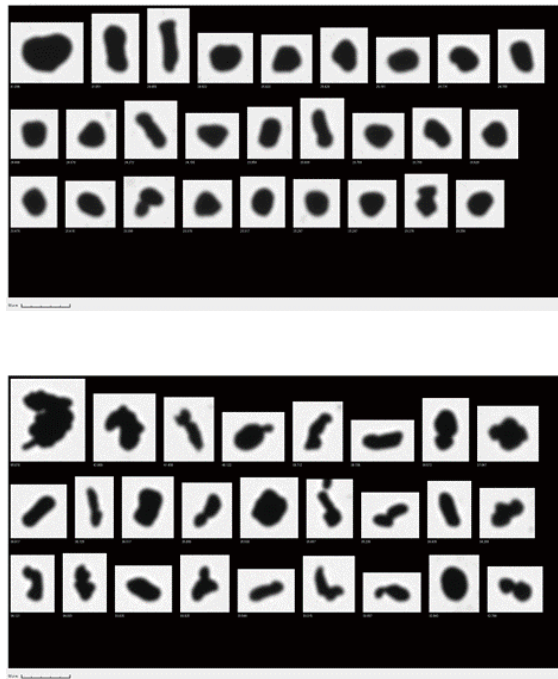
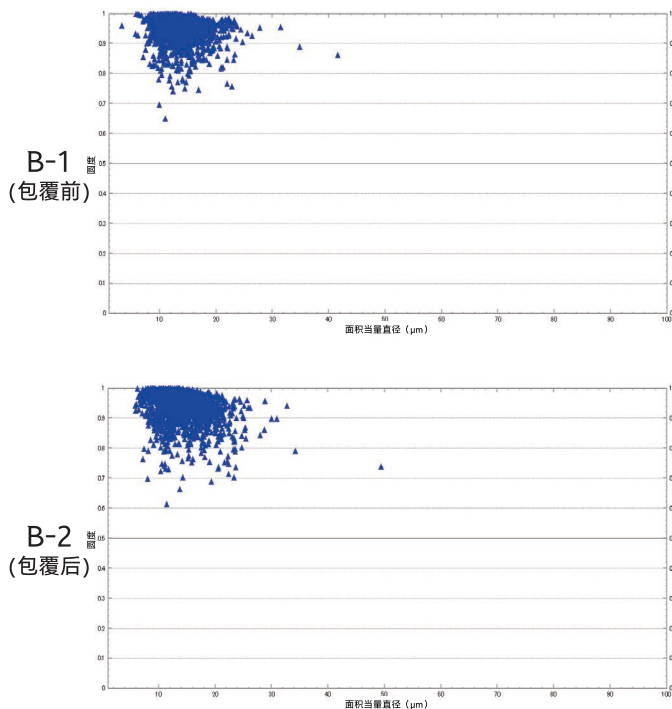


图7 iSpect DIA-10的样品B-1、B-2颗粒形状评价
左：面积当量直径和圆度散点图 右：部分颗粒图像（面积当量直径降序）

结论

本报告中介绍的粒度和圆度结果、以及在另外的报告中介绍的比表面积和颗粒密度结果汇总于表6中。本报告实现了对负极材料的粒度分布和颗粒形状的测定。另外，还观察到了包覆处理带来的粒度分布、颗粒形状变化。

通过结合本报告的结果和对比表面积和颗粒密度的评价，可以对电池材料进行多元性粉体特性评价。有望对实现电池所需的大功率、长寿命等性能，保持和提高电池材料的质量做出贡献。

< 相关应用 >

锂离子电池用负极材料的粉体特性评价 - 比表面积、颗粒密度 - (01-00457-JP)

< 致谢 >

向为我们提供样品的株式会社 DAINEN MATERIAL 深表谢意。

表6 负极材料的测定结果

样品名称	A-1 (DG10-095)	A-2 (DG-B10M1)	B-1 (DG15-097)	B-2 (DG-B15M1)	C-1 (DG22-098)
中位直径 (μm)	10.174	12.307	16.035	16.122	22.187
圆度 (平均值)	0.972	0.952	0.952	0.944	0.927
比表面积 (m ² /g)	9.82	4.32	6.23	2.79	4.92
颗粒密度 (g/cm ³)	2.3856	2.3058	2.3493	2.2777	2.3421

岛津应用云



SALD、iSpect 是岛津制作所株式会社在日本及其他国家的商标。



岛津企业管理（中国）有限公司
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话： 800-810-0439
400-650-0439

免责声明：

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；
* 本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。
如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2023年3月