

SALD-2300 湿法测定电池级碳酸锂的粒径分布

SALD-028

摘要：本文参考行业标准《电池级碳酸锂》（YS/T 582-2013）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 湿法测试电池级碳酸锂粉末的粒径大小和分布。本法使用微量样品池，以无水乙醇作为分散介质，在快速搅拌条件下进行测试，样品分散充分，测试速度快，数据稳定且重复性好，可满足电池级碳酸锂粉末粒度的测试要求。

关键词：激光粒度仪 电池级碳酸锂 微量样品池 粒径分布

技术特点：

- ❖ 使用微量样品池，相比流通池极大减少分散剂的消耗成本。
- ❖ 采用无水乙醇作为分散介质，结合快速搅拌，保证了样品分散充分和测试稳定性。

碳酸锂 (Li_2CO_3) 是一种无机化合物，性状为无色单斜晶系结晶体或白色粉末，广泛用于新能源、生物医药和新材料等领域。碳酸锂根据主含量碳酸锂的纯度可分为工业级碳酸锂和电池级碳酸锂，工业级碳酸锂合格品主含量 $\geq 99\%$ ，而电池级碳酸锂 $\geq 99.5\%$ 。电池级碳酸锂的纯度高，杂质少，性能好，是生产锂电池正极材料（主要有钴酸锂、锰酸锂、磷酸铁锂等）以及电解液的关键核心原料。

碳酸锂的粒度决定其性能和应用。标准《电池级碳酸锂》（YS/T 582-2013）中要求产品粒度的指标 $D_{10} \geq 1 \mu\text{m}$ ， $3 \mu\text{m} \leq D_{50} \leq 8 \mu\text{m}$ ， $9 \mu\text{m} \leq D_{90} \leq 15 \mu\text{m}$ 。因此，准确测定碳酸锂粉末的粒度对于改进生产工艺、提高产品质量、促进锂材料的发展具有重要意义。

碳酸锂粒度的测定通常选择湿法测定，即将碳酸锂粉末加入到合适的液体分散介质中再进行测定。

而碳酸锂具有微溶于水，溶于稀酸，不溶于醇及丙酮的性质，故选择不影响样品分布且毒害性更小的乙醇作为分散介质。市售激光衍射粒度仪的湿法循环流通式进样附件单次测定最小样品量（悬浮液量）需 100~250 mL，批量测试时将消耗大量乙醇试剂。岛津激光衍射粒度仪微量样品池附件 BC23 单次测定样品量（悬浮液量）仅为 12 mL，并可通过上下运动的搅拌棒进行搅拌，在保证分散性的同时，极大减少了成本消耗。

本文参考标准《电池级碳酸锂》（YS/T 582-2013）和《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 BC23 型微量样品池，以无水乙醇作为分散介质，在搅拌条件下测试电池级碳酸锂粉末的粒径大小和分布，结果满足电池级碳酸锂粉末粒度的测试要求。

实验部分

1.1 仪器

激光粒度仪 SALD-2300，微量样品池 SALD-BC23



图 1 岛津 SALD-2300 激光粒度仪



图 2 BC23 型微量样品池

1.2 分析条件

本次测试条件如下表 1 所示。

表 1 测试条件

仪器参数	设定值	仪器参数	设定值
进样单元	BC23 型微量样品池	分散介质	无水乙醇 (AR)
搅拌速度	快速	折射率设置	1.55-0.10i

■ 样品前处理

测试样品来自某锂电池生产企业，样品 A 与样品 B 为不同生产线产品，样品外观如图 3 和图 4。参考标准方法，取适量粉末加入无水乙醇后搅拌均匀，经外部超声分散后，滴加至微量样品池中进行测试。



图 3 碳酸锂粉末 A



图 4 碳酸锂粉末 B

■ 结果与讨论

3.1 粒径分布图

碳酸锂粉末样品 A 和 B 的粒径分布如图 5 和图 6 所示。

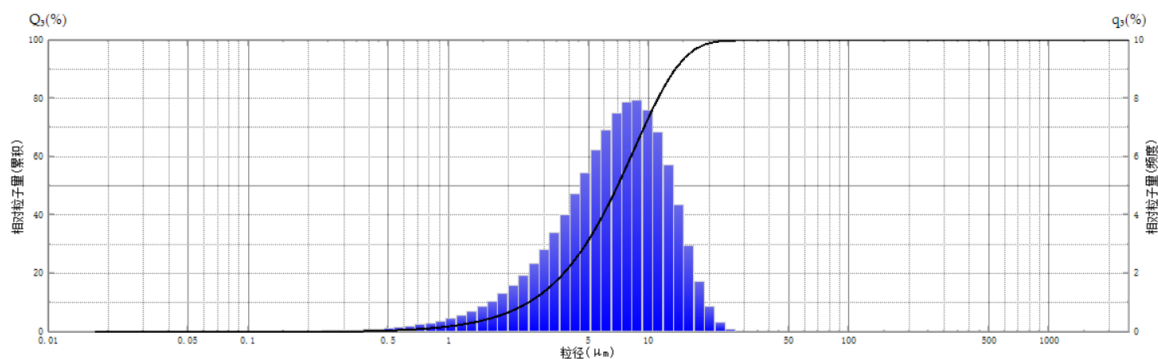


图 5 碳酸锂粉末 A 粒径分布图

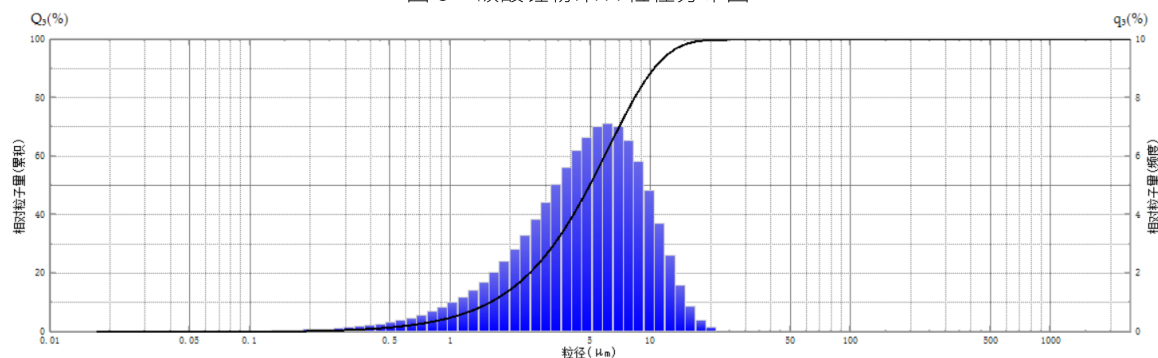


图 6 碳酸锂粉末 B 粒径分布图

碳酸锂粉末 A 和 B 的粒径分布对比如图 7 所示。

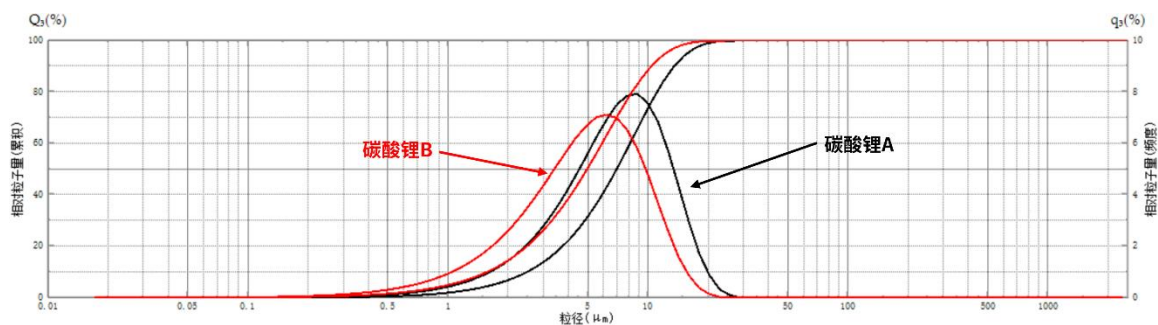
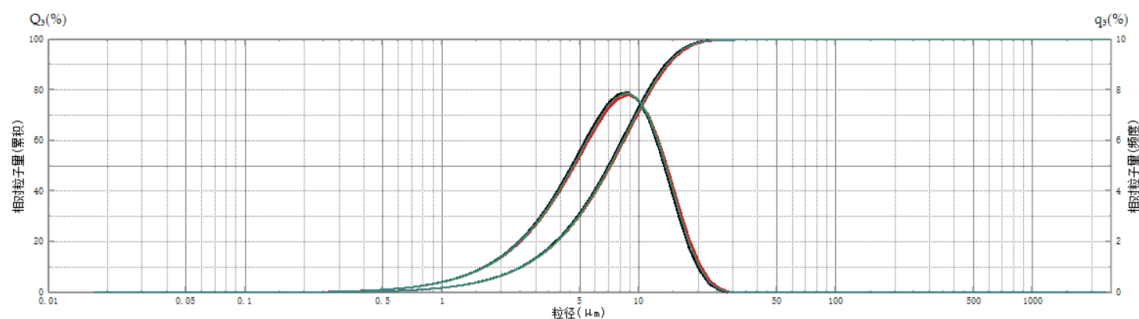


图 7 粒径分布对比图

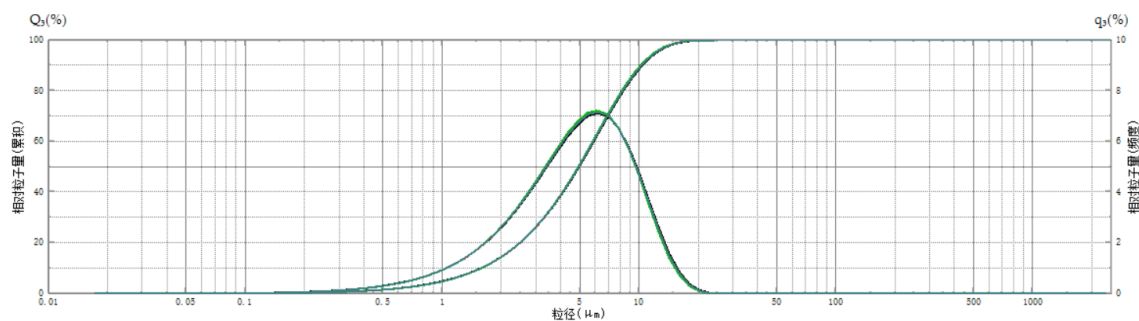
3.2 重复性实验

在相同的条件下对碳酸锂粉末 A 和 B 分别测量 3 次，重复性结果见下图 8 和图 9。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。



	文件名	吸光度	折射率	计算模式	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
1	碳酸锂A-1	0.117	1.55-0.10i	正常模式	6.907	8.913	6.173	0.307	2.454	6.907	13.593
2	碳酸锂A-2	0.083	1.55-0.10i	正常模式	7.122	8.913	6.355	0.312	2.495	7.122	14.190
3	碳酸锂A-3	0.085	1.55-0.10i	正常模式	7.054	8.913	6.302	0.309	2.501	7.054	13.951
4	平均值-碳酸锂A	0.000	1.55-0.10i	正常模式	7.026	8.913	6.276	0.309	2.483	7.026	13.916

图 8 碳酸锂粉末 A 重复性结果



	文件名	吸光度	折射率	计算模式	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
1	碳酸锂B-1	0.113	1.55-0.10i	正常模式	4.927	5.623	4.335	0.342	1.551	4.927	10.370
2	碳酸锂B-2	0.088	1.55-0.10i	正常模式	4.896	5.623	4.317	0.339	1.564	4.896	10.194
3	碳酸锂B-3	0.072	1.55-0.10i	正常模式	4.872	5.623	4.298	0.337	1.564	4.872	10.089
4	平均值-碳酸锂B	0.000	1.55-0.10i	正常模式	4.897	5.623	4.314	0.340	1.555	4.897	10.234

图 9 碳酸锂粉末 B 重复性结果

3.3 实验结果

碳酸锂粉末的粒度测试结果见下表 2 所示，两个样品粒径大小均符合标准《电池级碳酸锂》（YS/T 582-2013）中的要求。

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=3)	D50 (μm)	RSD (%, n=3)	D90 (μm)	RSD (%, n=3)
A	8.913	6.276	2.483	1.03	7.026	1.56	13.916	2.16
B	5.623	4.314	1.555	0.48	4.897	0.56	10.234	1.39

■ 结论

岛津激光粒度仪 SALD-2300 微量样品池可减少分散剂消耗，自带搅拌功能，配置有四氟化乙烯树脂制漏斗防撒落。仪器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。本文参考行业标准《电池级碳酸锂》（YS/T 582-2013）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 湿法测试电池级碳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，可满足碳酸锂粉末粒度的测试要求。

岛津应用云

