

SALD-2300 测定四氧化三钴粉末样品的粒径分布

SALD-025

摘要：本文参考标准《四氧化三钴》（YS/T 633-2015）中试验方法与标准《粒度分析 激光衍射法》（GB/T 19077-2016），使用岛津激光粒度仪 SALD-2300 湿法测试四氧化三钴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，可满足四氧化三钴粉末粒度的测试要求。

关键词：激光粒度仪 四氧化三钴 粒径分布 流通池

过渡金属氧化物具有金属氧化物丰富的价态，在许多领域有着重要的应用。其中，四氧化三钴（ Co_3O_4 ）为典型半导体，具有成本低、来源广、稳定性好和催化活性高等优点。四氧化三钴的应用范围较广，一般可作为原材料来制备钴盐，或者与碳酸锂一起生产钴酸锂用于锂离子电池的正极材料。

随着锂离子二次电池需求量的不断增加，四氧化三钴粉末的市场需求量也在成倍增长。电池用四氧化三钴与传统工业用的四氧化三钴区别在于其纯度要求更高，对粉末的物理性能（如颗粒粒径分布）、电化学性能、热稳定性等都有很高的要求。研究表明，四氧化三钴粒径大小与采用的合成方法有关，而其粒

径大小与分散性对制备电极材料产品的循环寿命与充放电效率有直接影响。标准《四氧化三钴》（YS/T 633-2015）中要求产品的中位径（ D_{50} ）为 $2\ \mu\text{m}$ - $25\ \mu\text{m}$ 。因此，准确测定四氧化三钴粉末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《四氧化三钴》（YS/T 633-2015）中试验方法与标准《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四氧化三钴粉末的粒径大小和分布，结果满足四氧化三钴粉末粒度的测试要求。

■ 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 测试四氧化三钴粉末条件

| 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 |
| 流通池流速 | 10 | 超声功能 | 开启 |
| 累积分布 | 筛下 | 折射率设置 | 1.75-1.00 i |

■ 样品前处理

测试样品来自某钴材料生产企业，样品 A 与样品 B 为不同生产线产品，样品外观如图 2、图 3。参考标准方法，取适量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进行测试。

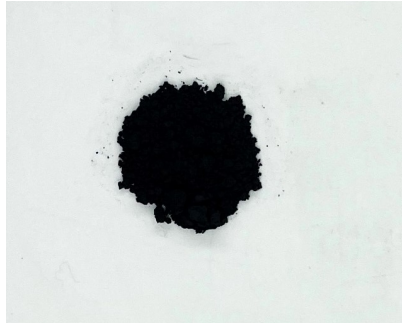


图 2 四氧化三钴粉末 A

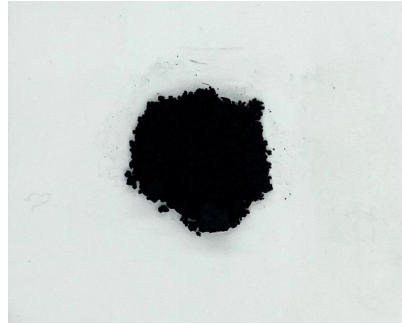


图 3 四氧化三钴粉末 B

■ 结果与讨论

3.1 粒径分布图

四氧化三钴粉末样品 A 和 B 的粒径分布如图 4 和图 5 所示。

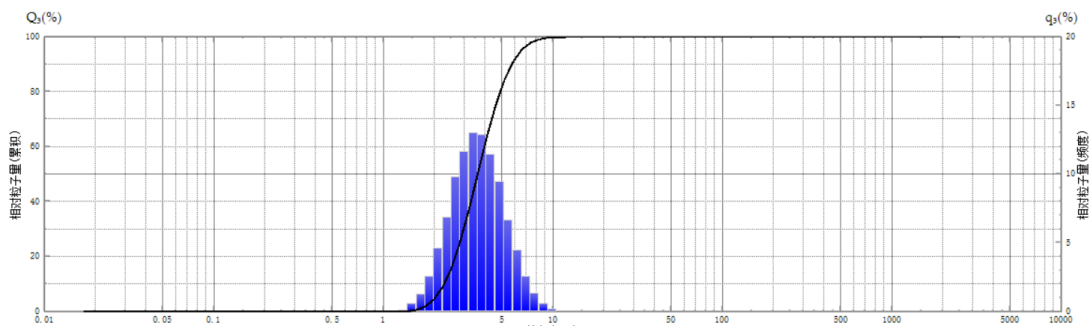


图 4 四氧化三钴粉末 A 粒径分布图

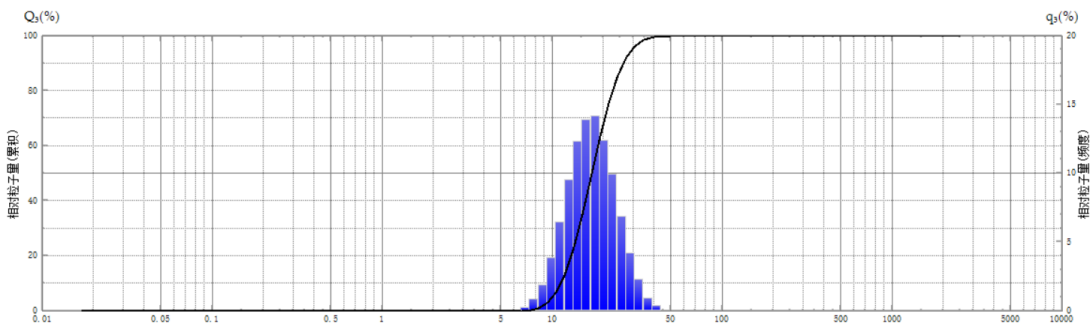


图 5 四氧化三钴粉末 B 粒径分布图

从图 4、图 5 可看出，四氧化三钴粉末 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。

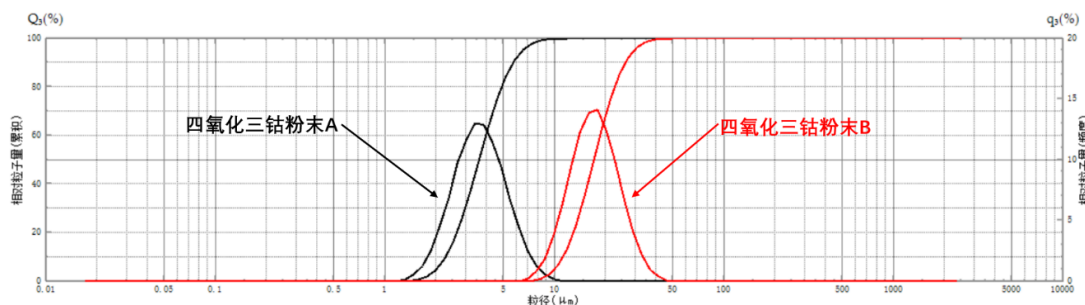
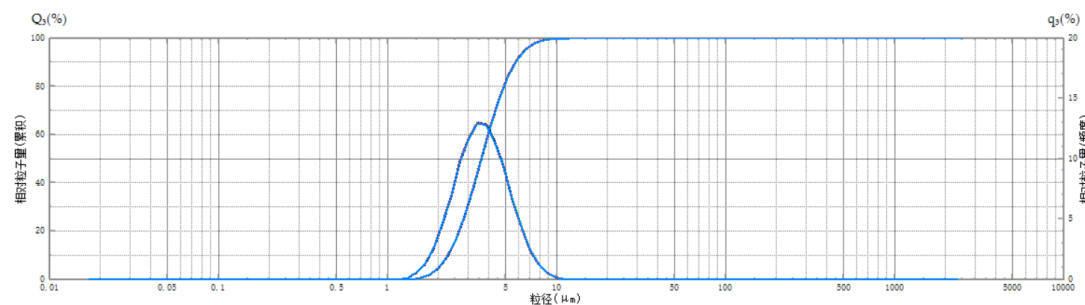


图 6 粒径分布对比图

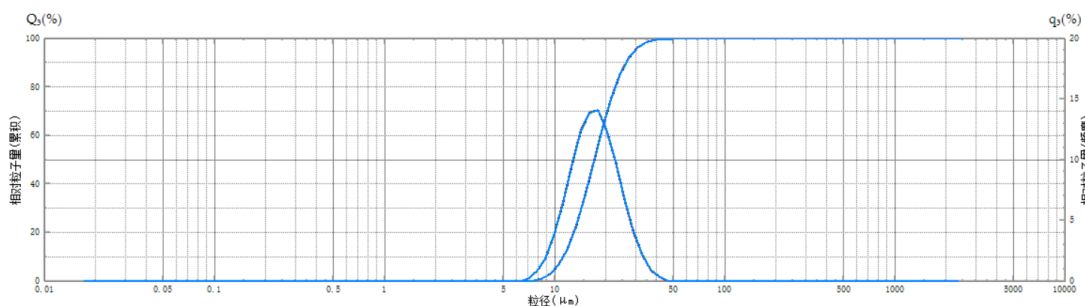
3.2 重复性实验

在相同的条件下对四氧化三钴粉末 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。



| 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 | 10.000μ粒径 | 50.000μ粒径 | 90.000μ粒径 |
|--------------|-------|------------|------|-------|-------|-------|-------|-----------|-----------|-----------|
| 四氧化三钴粉末A-1 | 0.063 | 1.75-1.00i | 正常模式 | 3.581 | 3.548 | 3.588 | 0.156 | 2.224 | 3.581 | 5.795 |
| 四氧化三钴粉末A-2 | 0.138 | 1.75-1.00i | 正常模式 | 3.575 | 3.548 | 3.583 | 0.156 | 2.217 | 3.575 | 5.802 |
| 四氧化三钴粉末A-3 | 0.136 | 1.75-1.00i | 正常模式 | 3.573 | 3.548 | 3.581 | 0.156 | 2.216 | 3.573 | 5.799 |
| 四氧化三钴粉末A-4 | 0.168 | 1.75-1.00i | 正常模式 | 3.569 | 3.548 | 3.577 | 0.156 | 2.213 | 3.569 | 5.793 |
| 四氧化三钴粉末A-5 | 0.166 | 1.75-1.00i | 正常模式 | 3.568 | 3.548 | 3.576 | 0.156 | 2.213 | 3.568 | 5.787 |
| 四氧化三钴粉末A-6 | 0.161 | 1.75-1.00i | 正常模式 | 3.558 | 3.548 | 3.564 | 0.155 | 2.210 | 3.558 | 5.759 |
| 四氧化三钴粉末A-平均值 | 0.000 | 1.75-1.00i | 正常模式 | 3.571 | 3.548 | 3.578 | 0.156 | 2.216 | 3.571 | 5.789 |

图 7 四氧化三钴粉末 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 | 10.000μ粒径 | 50.000μ粒径 | 90.000μ粒径 |
|--------------|-------|------------|------|--------|--------|--------|-------|-----------|-----------|-----------|
| 四氧化三钴粉末B-1 | 0.108 | 1.75-1.00i | 正常模式 | 17.068 | 17.783 | 17.069 | 0.143 | 10.966 | 17.068 | 26.377 |
| 四氧化三钴粉末B-2 | 0.120 | 1.75-1.00i | 正常模式 | 17.049 | 17.783 | 17.051 | 0.143 | 10.957 | 17.049 | 26.333 |
| 四氧化三钴粉末B-3 | 0.199 | 1.75-1.00i | 正常模式 | 17.058 | 17.783 | 17.059 | 0.143 | 10.961 | 17.058 | 26.354 |
| 四氧化三钴粉末B-4 | 0.225 | 1.75-1.00i | 正常模式 | 17.022 | 17.783 | 17.023 | 0.143 | 10.944 | 17.022 | 26.267 |
| 四氧化三钴粉末B-5 | 0.185 | 1.75-1.00i | 正常模式 | 16.999 | 17.783 | 17.000 | 0.143 | 10.933 | 16.999 | 26.209 |
| 四氧化三钴粉末B-6 | 0.181 | 1.75-1.00i | 正常模式 | 16.987 | 17.783 | 16.989 | 0.143 | 10.927 | 16.987 | 26.180 |
| 四氧化三钴粉末B-平均值 | 0.000 | 1.75-1.00i | 正常模式 | 17.030 | 17.783 | 17.032 | 0.143 | 10.948 | 17.030 | 26.287 |

图 8 四氧化三钴粉末 B 重复性结果

3.3 实验结果

四氧化三钴粉末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=6) | D50 (μm) | RSD (% ,n=6) | D90 (μm) | RSD (% ,n=6) | 离散度 |
|------|-----------|-----------|----------|--------------|----------|--------------|----------|--------------|------|
| A | 3.548 | 3.578 | 2.216 | 0.22 | 3.571 | 0.22 | 5.789 | 0.27 | 1.00 |
| B | 17.783 | 17.032 | 10.948 | 0.14 | 17.030 | 0.19 | 26.287 | 0.31 | 0.90 |

注：离散度用来描述粒度分布的相对宽度或不均匀程度，计算公式为：离散度 $= (D90 - D10) / D50$ 。

■ 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《四氧化三钴》（YS/T 633-2015）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 湿法测试四氧化三钴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，可满足四氧化三钴粉末粒度的测试要求。

岛津应用云

