

动态颗粒图像分析系统 iSpect DIA-10 测试锂电池正极材料颗粒的粒度、粒形 和颗粒圆度

DIA-004

摘要：本文使用岛津动态颗粒图像分析系统 iSpect DIA-10 建立了测试锂电池正极材料颗粒粒度、粒形和圆度的方法。实验结果表明，使用 iSpect DIA-10 在获取锂电池正极材料中颗粒粒度的同时，还可直接观察颗粒的形状及圆度特征，仪器操作简便，数据稳定，可快速测定锂电池正极材料的颗粒信息。

关键词：锂电池正极材料 动态图像 粒度 粒形 颗粒数量

近年来，随着科学的不断进步和技术的日臻成熟，锂电池行业快速发展。锂电池作为储能设备被广泛应用于电子电器，新能源汽车和太阳能及风能发电等。锂电池主要由正极材料、负极材料、隔膜和电解液等构成，正极材料在锂电池的总成本中占据 40% 以上的比例，并且正极材料的性能直接影响了锂电池的各项性能指标，伴随着锂电池的需求量越来越大的同时，市场对锂电池的安全性能、充电效率和锂电池容量也提出了更高要求。

对于锂电池而言，正极材料粒径分布过宽，锂电池的均一性会受到影响；小粒径颗粒过多，会造成首次不可逆放电容量增加，并可能与电解液反应造成安全问题；大粒径颗粒不利于极片加工，造成异常突起，

比表面积降低等。电极材料的粒度分布会决定产生反应的表面积，从而影响反应速度。一方面，减小电极材料的粒度可以增大表面积，并有助于提高最大锂电池功率；而另一方面，如果电极材料的粒径太小，会减小电极颗粒之间空隙，而电解液数量会相应减少，从而影响到锂电池容量，还会减小电极表面与电解液的接触面积，可能降低锂电池内部的离子迁移率影响反应速度和降低锂电池功率。因此，锂电池材料的粒度通常要充分考虑兼顾电极的表面积和锂电池容量。所以有必要对锂电池材料的粒形和粒度分布进行分析。

本文采用岛津动态颗粒图像分析系统 iSpect DIA-10 测试锂电池正极材料颗粒物的粒度和粒形，样品消耗量少，仪器简单易用，结果直观可靠。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津动态颗粒图像分析系统 iSpect DIA-10



图 1 动态颗粒图像分析系统 iSpect DIA-10

1.2 实验器皿及试剂

1 mL 移液枪及枪头，100 μ L 移液枪及枪头，50 mL 容量瓶，10 mL 容量瓶。

■ 样品的前处理

称取某品牌锂电池正极材料 25 mg 样品于 50 mL 容量瓶中，超纯水定容至刻度线，摇匀。再取 0.1 mL 于 10 mL 容量瓶中，用超纯水定容至刻线，摇匀，待测。

■ 样品测试

使用移液枪直接吸取样品，插入仪器进样口后自动测试，测定条件如下：

表 1 iSpect DIA-10 分析条件

参数	参数设定
帧速率	10 fps
进样体积	500 μ L
成像阈值	110
泵速	0.1 mL/min

■ 结果与讨论

4.1 粒径大小和分布

iSpect DIA-10 软件数据处理可按照多种条件进行筛选排列颗粒测定结果，如面积等效直径、费雷德（Feret）直径、周长、长宽比、圆度、最大长度等。此处，我们选择按面积等效直径从小到大对颗粒进行筛选排列，锂电池正极材料的部分粒形特征如图 2~ 图 7 所示，图 6 和图 7 为部分颗粒放大后的粒形图，可更加直观清晰的观察颗粒的粒形和尺寸。

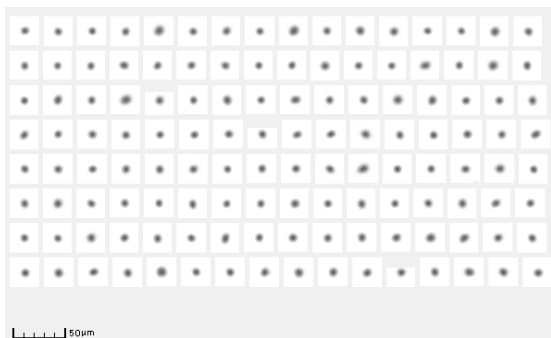


图 2 锂电池正极材料粒形图 (a)

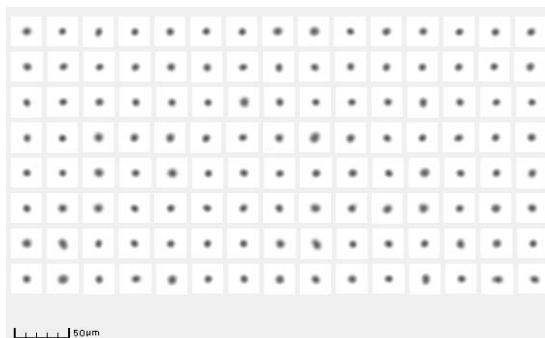


图 3 锂电池正极材料粒形图 (b)

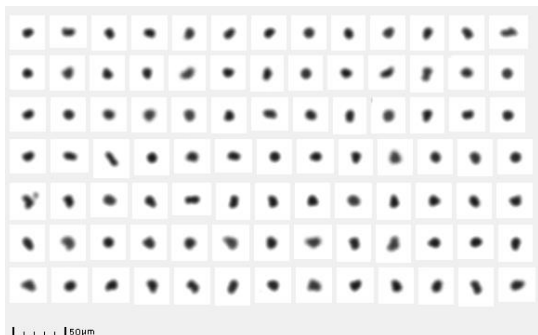


图 4 锂电池正极材料粒形图 (c)

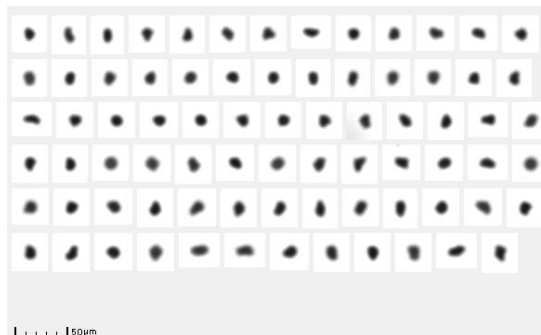


图 5 锂电池正极材料粒形图 (d)

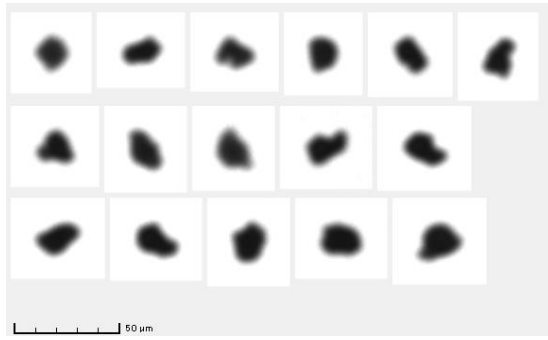


图 6 锂电池正极材料粒形图 (e)

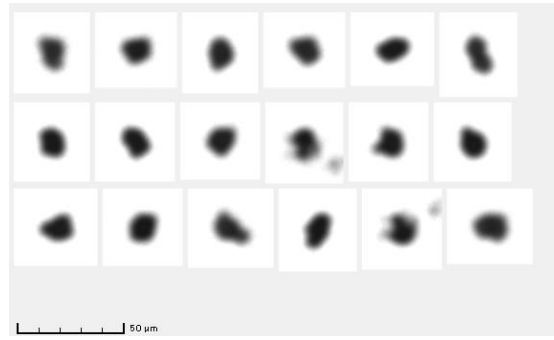


图 7 锂电池正极材料粒形图 (f)

实验结果显示，该锂电池正极材料中的颗粒形状比较规则，大部分均为圆形，同时存在少量粒径较大且形状不规则的颗粒，可以使用软件的计算功能统计不同粒径范围颗粒的比例，不同粒径范围群颗粒数据统计如表 2 所示。

表 2 锂电池正极材料颗粒粒径统计表

统计条件	颗粒数 (个)	百分比 (%)
$X < 5 \mu\text{m}$	1958	69.5
$5 \mu\text{m} \leq X \leq 10 \mu\text{m}$	795	28.3
$10 \mu\text{m} < X \leq 15 \mu\text{m}$	59	2.1
$X > 15 \mu\text{m}$	4	0.1

注：X 代表面积等效直径。

4.2 颗粒圆度分析

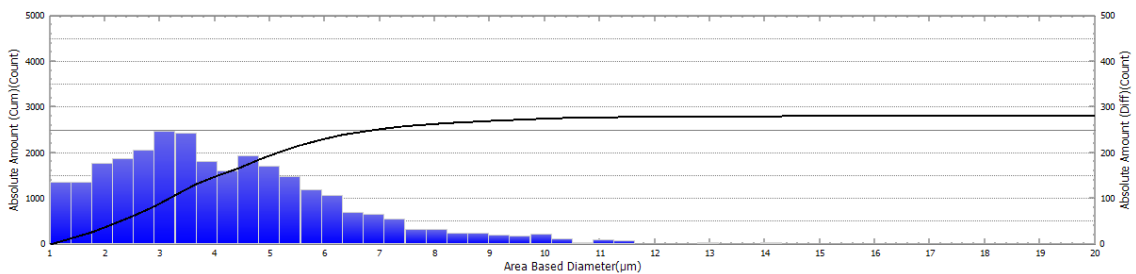
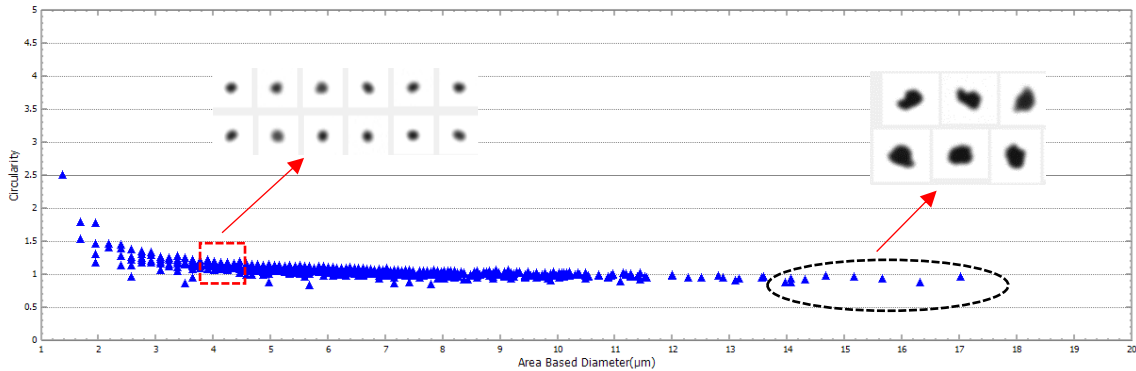


图 8 锂电池正极材料颗粒圆度 - 面积等效直径分布图 (上图) 和粒径分布图 (下图)

图 8 为锂电池正极材料中颗粒的圆度 - 面积等效直径分布图粒径分布图。圆度 - 面积等效直径分布图中纵坐标圆度 (Circularity) 表示颗粒圆形的程度。圆度越接近 1 表示颗粒越圆, 横坐标为颗粒的面积等效直径。上图黑色椭圆框中的点表示材料中存在少量直径较大的颗粒, 经软件统计分析, 可以一一对应找到具体的颗粒并进行粒形观察。测试软件可以实现对特定范围条件下颗粒个数、比例和圆度等的自动统计分析。这里举例如下: 圆度在 0.8~1.2 以外 (即形状不够圆) 的颗粒通过软件自动计算, 其比例如下表 3 所示。

表 3 锂电池正极材料颗粒圆度统计表

统计条件	颗粒数 (个)	百分比 (%)
$0.8 \leq Y < 1.0$	140	5.0
$1.0 \leq Y < 1.2$	1426	50.6
$Y \geq 1.2$	1250	44.4
$Y < 0.8$	0	0

注: Y 代表圆度

■ 结论

本文使用岛津动态颗粒图像分析系统 iSpect DIA-10 对锂电池正极材料进行分析, 同时获知了锂电池正极材料颗粒的粒度、粒形和颗粒圆度等信息。实验结果表明, 该锂电池正极材料中的颗粒形状比较规则, 大部分均为圆形, 同时存在少量粒径较大且形状不规则的颗粒, 样品颗粒圆度分布在 0.8~1.0 之间的颗粒百分比为 5.0%, 样品颗粒圆度分布在 1.0~1.2 之间的颗粒百分比为 50.6%。使用动态颗粒图像分析系统 iSpect DIA-10 对可获得样品颗粒粒度、粒形和圆度等更加全面的信息, 可为锂电池材料生产和工艺改进提供参考和依据。

岛津应用云

