

特点描述

- ◆ 通过对负极材料逐粒进行压缩试验，计算出压缩强度。
- ◆ 本试验机为正确分析微粒材料的物理性质提供了一种有用的方法，不受分析人员经验的影响。
- ◆ 为评价强度和开发新的负极材料提供了指标。

简介

锂离子电池是一种可充电电池，其通过从活性材料结构中脱嵌 / 嵌入锂离子 (Li⁺) 来充电 / 放电。近年来，锂离子电池的应用剧增，人们正在积极研究如何提高其容量、延长其寿命、降低其成本并增强其安全性。锂离子电池的主要材料包括正极、负极、隔膜和电解液，其中构成电极的主要材料—活性物质，是提高性能的关键。

近年来，对使用硅和金属氧化物作为负极材料进行了研究。与传统的负极材料碳相比，硅的理论容量更高，因此有望促成更高容量的锂离子电池。另一方面，充放电容易伴随着体积扩张和收缩，因此与碳负极材料相比，存在电池本身老化更快的问题。

因此，为提高负极材料的性能，需要对新材料的性质进行评价。本文介绍了压缩试验中压缩强度^{*1}的测量，作为物理性质定量评价的例子。MCT-510 微压缩试验机用于对微样品进行压缩试验，可用于柔性负极材料。通过对位移和载荷的高精度测量，对压缩强度进行定量评价。

*1 压缩强度

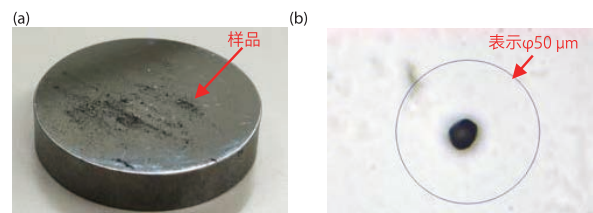
JIS Z 8844 (细颗粒断裂和压缩强度试验方法) 定义的强度通过公式 (1) 计算得出。

试样

表 1 列出了本试验所用试样的相关信息，图 1 为试样的图像。如图 1 (b) 所示，用勺子将负极材料分散在试样架上后，用仪器的显微镜可以观察到每个颗粒。

表 1 试样信息

样品	: 三种负极材料 (负极材料 a、负极材料 b、负极材料 c)
材料	: 碳 (石墨)
粒径	: 10-15 μm



来源: Dainen Material Co., Ltd.

图 1 试样

- (a) 在下压缩板上
(b) 400 倍显微镜观察到的颗粒

试验条件

图 2 为仪器的视图和试验示意图，表 2 给出了试验条件。使用 MCT-510 可以对单个颗粒进行压缩试验，并使用侧面观察套件通过视频查看压缩情况。

本例使用的负极材料是石墨，比较软，对于这种样品，很难正确确定接触颗粒时压缩试验的开始时间。为了解决这个问题，使用了软材料测量模式^{*2}。下式为压缩强度的计算公式。

$$\sigma_{10\%} = \frac{F_{10\%}}{A} \quad \dots(1)$$

$$A = \frac{\pi d^2}{4}$$

$\sigma_{10\%}$: 粒径 10% 压缩位移时的压缩强度 [Pa]

$F_{10\%}$: 粒径 10% 压缩位移时的载荷 [N]

A : 代表面积 [m²]

(相当于一个圆的面积，根据压缩前测量的粒径得出)

d : 粒径 [m]

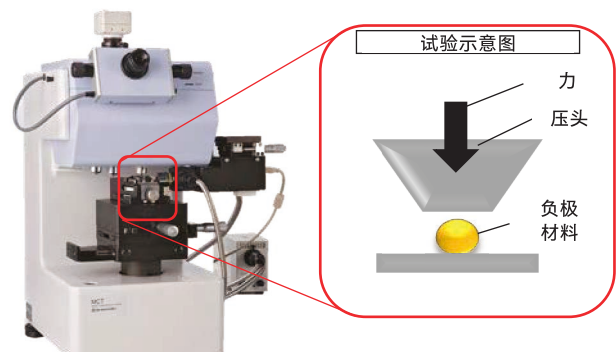


图 2 试验装置和试验示意图

表 2 试验条件

试验机	MCT-510 微压缩试验机、侧面观察套件和长度测量套件
平压头 (μm)	φ50
试验模式	软材料测量模式
试验力 (mN)	10
加荷速度 (mN/sec)	0.2231
测量次数 (次)	10

*2 软材料测量模式

在标准测量模式下，会自动识别压头接触试样的时间，从而开始压缩试验并进行测量。然而，对于软质样品，很难正确检测到接触样品的时间。在软材料测量模式下，从接触试样之前开始收集所有位移 - 载荷数据，直至达到设定的载荷。因此，即使压缩开始的时间点不明确，也能正确获取试验过程中的位移 - 载荷数据。

■ 结果

表 3 列出了试验结果 (平均值)，图 3 为试验结果 (5 个点的压缩强度)，图 4 为载荷 - 位移图。在这些试验中，选择了较圆的颗粒，在对每种材料的每 10 个颗粒进行测量后，选择了最接近中心值的 5 个点。从图 4 中无法检测到明显的失效点，因此根据压缩量为粒径 10% 时的载荷计算出压缩强度 $\sigma_{10\%}$ ，并将其作为比较的参考。每种材料的压缩强度值排序如下，试样间存在明显差异。

负极材料 c > 负极材料 a > 负极材料 b 每个试样的表面情况不同；负极材料 c 有碳涂层，而负极材料 b 没有涂层，因此压缩强度存在差异，并且每个试样都有其特性。

图 5 为试验过程中的负极材料 a 以及相应的载荷 - 位移图。使用侧面观察套件时，可以将载荷 - 位移图上各点的运动与压缩试验期间拍摄的视频联系起来。每张照片取自侧面观察套件拍摄的视频，载荷 - 位移图上的红点表示每张照片上的载荷和位移。照片 (1) 至 (4) 为时间序列的颗粒压缩图像，可以看出，在大约 0.84 至 3.63 N 时，颗粒明显变形。

表 3 试验结果 (平均值)

样品	负极材料 a	负极材料 b	负极材料 c
平均直径 [μm]	13.32	12.54	13.11
压缩强度 $\sigma_{10\%}$ [MPa]	7.29	3.04	13.66

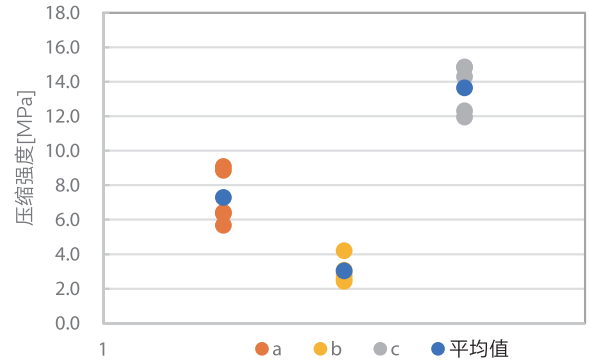


图 3 试验结果 (5 个点的压缩强度)

■ 结论

本文介绍了利用压缩强度对负极材料进行定量评价的实例，压缩强度是力学评价项目之一。有在容器中放入一定量的粉末，对粉粒整体压缩进行压缩试验的方法。然而，本法是对单个颗粒进行压缩，因此可以清楚地看到颗粒之间的强度差异。在本例中，使用 MCT-510 进行了压缩试验，可以获得以一个颗粒为单位的负极材料导致的强度差异，因此预期将来可用于提高负极材料的质量。MCT-510 微压缩试验机不仅适用于评价负极材料的微颗粒，也适用于评价正极材料的微颗粒等。

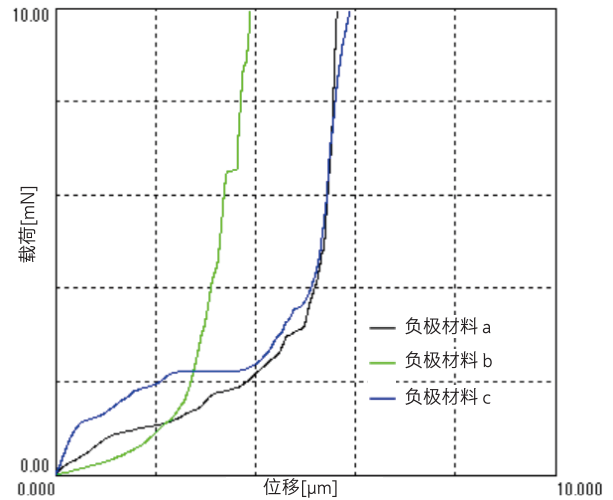


图 4 载荷 - 位移图

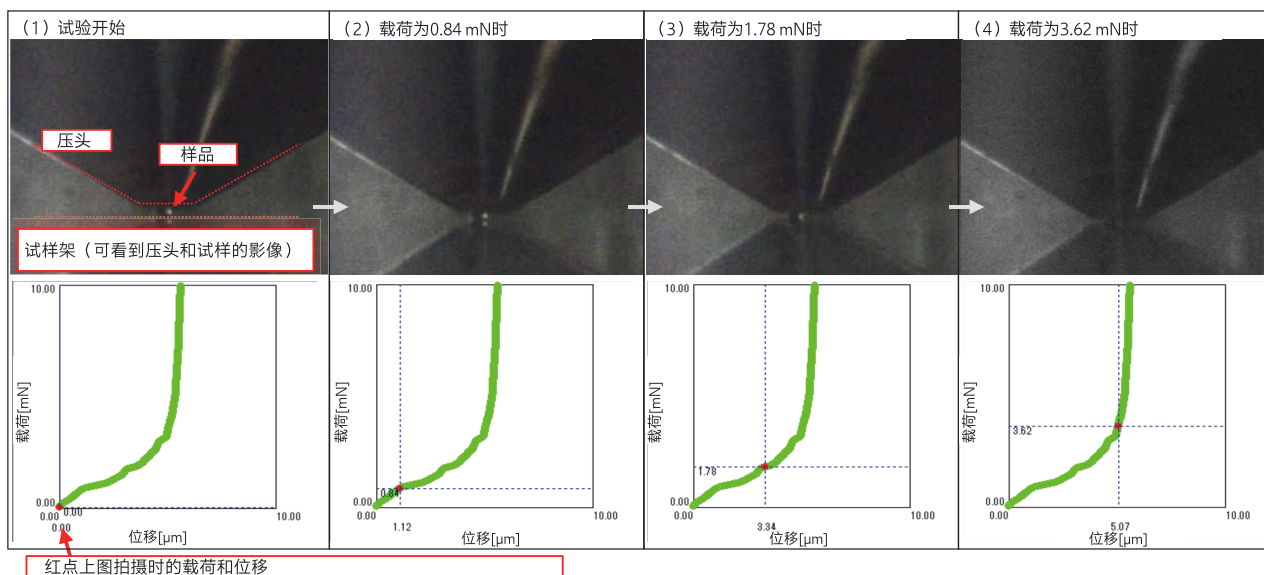


图 5 试验过程中的负极材料 a 以及相应的载荷 - 位移图

岛津应用云



MCT 是岛津制作所在日本和其他国家的商标。



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：2021 年 12 月