

# 锂离子电池正极材料性能分析方法

产品名称	锂离子电池正极材料性能分析方法
公司名称	深圳讯科标准技术服务有限公司业务部
价格	.00/件
规格参数	
公司地址	深圳市宝安区航城街道九围社区洲石路723号强荣东工业区E2栋二楼
联系电话	13684910979 13684910979

## 产品详情

锂离子电池正极材料的粒度、形貌、比表面积、振实密度、结构、成分等理化性能和电化学性能对锂离子电池正极材料的应用有着重要的影响。准确分析测定这些性能参数对锂离子电池正极材料研发者和使用者都有着重要的意义。

### 一、锂离子电池正极材料理化性能分析方法

锂离子电池正极材料需要分析的理化性能主要包括粒度、形貌、比表面积、振实密度、结构和成分。

#### 1、锂离子电池正极材料粒度分析

锂离子电池正极材料的粒度及粒度分布对电池的安全性能和极片的压实密度有较大影响，同时也对电池材料的电性能有影响。粒度分析方法主要有沉降法、筛分法、库尔特法、电镜统计观察法、电超声粒度分析法、激光衍射法、动态光散射法。锂离子电池正极材料的粒度分析应用多的是激光散射法，测试步骤主要参考标准GB/T19077-2016。

激光散射法的原理是：颗粒样品以合适的浓度分散于适宜的液体或气体中，使其通过单色光束，当光遇到颗粒后以不同角度散射，由多元探测器测量散射光。通过适当的光学模型和数学过程，转换这些量化的散射数据，得到一系列离散的粒径段上的颗粒体积相对于颗粒总体积的百分比，从而得出颗粒粒度体积分布。

激光散射法操作简单、测试快捷、适应广泛，重复性好。用激光散射法测量锂离子电池正极材料的粒度及粒度分布时，要确定好正极材料的折射率和吸收率，否则测量会出现误差。朱果等采用激光散射法原理的激光粒度仪对钴酸锂正极材料的粒度进行了测试，分析表明测试数据误差较小，重现性好。 2

#### 锂离子电池正极材料形貌分析

材料的形貌分析常用的手段是扫描电子显微镜(SEM)和透射电子显微镜(TEM)。有时根据材料形貌的特殊

要求，也用到扫描隧道显微镜(STM)和原子力显微镜(AFM)。

锂离子电池正极材料的形貌分析主要用到的是扫描电子显微镜和透射电子显微镜。SEM一般只能提供锂离子电池正极材料微米或亚微米的形貌信息。TEM分辨率更高，可以达到0.1nm~0.2nm，除了对样品进行形貌分析，还可以分析样品的晶体结构。栗智等采用TEM对锰酸锂的形貌进行了分析，分析结果如图2。从图中可以清晰的看到样品的形貌，同时也可以看出样品结晶度良好。

### 3 锂离子电池正极材料比表面积分析

锂离子电池正极材料的比表面积与材料的加工性能有关。因此比表面积分析也是锂离子电池正极材料理化性能分析中重要的一项。锂离子电池正极材料比表面积分析方法主要采BET法。BET法的原理是：将试样放入盛样器，然后置于液氮中，此条件下，试样表面将发生物理吸附。用压力计测量吸附达到平衡时的平衡吸附压力，容量法或色谱法测量样品吸附的气体体积。后将平衡吸附压力和吸附的气体体积带入BET方程式，计算求出试样的比表面积。BET测试方法和步骤参考GB/T13390-2008。

### 4 锂离子电池正极材料振实密度分析

锂离子电池正极材料的振实密度关系到电池制作过程中的压实密度，是材料能量密度的考核指标之一。锂离子电池正极材料的振实密度分析主要采用振动法，原理是：称取一定量的样品置于玻璃量筒中，通过振动装置使量筒里的粉末逐渐被振实，直至粉末的体积读数不再变化，记录此时的体积数。将先前称取粉末的质量数除以记录的体积数，就得到样品的振实密度。振实密度测试方法和步骤参考GB/T5162-2006。

### 5 锂离子电池正极材料结构分析

锂离子电池正极材料的结构决定了锂离子脱嵌路径方式的不同，对锂离子电池的电化学性能等产生明显影响。锂离子电池正极材料结构分析方法有X射线衍射(XRD)法、红外光谱法、拉曼光谱法等。X射线衍射法是常用的结构分析方法。利用XRD可以对材料进行物相定性分析、物相定量分析以及测定材料的结晶度。张利峰等对不同手段制备的磷酸铁锂用XRD对其结构进行了分析，分析图谱如图3。从图中可以看出，不同手段制备的磷酸铁锂样品，XRD图有一定的差异，说明XRD分析能很好的反应样品的结构变化。

红外光谱属于分子振动光谱，是由于分子振动能级跃迁和分子转动能级跃迁而形成的带光谱。红外光谱法是利用红外光谱对物质分子结构进行定性和定量分析的方法。在锂离子电池正极材料结构分析，广泛使用XRD和红外光谱相结合的方法。通过考察正极材料红外吸收峰的变化，分析正极材料晶体结构的变化。

拉曼光谱与红外光谱一样，均源于分子的振动和转动能级跃迁。通过拉曼光谱法可以直接获得物质的分子结构信息。拉曼光谱法分辨率高、重现性好。在锂离子电池正极材料的研究中，利用拉曼光谱可以研究锂离子电池正极材料充放电过程的结构变化。采用非原位拉曼光谱时，将锂离子电池正极材料停留在某个充电或放电状态时取出，测量其拉曼谱，得到正极材料此时的结构，然后跟充电或放电前的状态对比，可获得电池正极材料充放电前后的结构变化。而采用原位拉曼光谱，更是可以实时获得锂离子电池正极材料充放电过程的结构变化信息。

### 6 锂离子电池正极材料成分分析

锂离子电池正极材料成分分析主要分为主体元素成分分析和掺杂元素成分分析。掺杂元素成分分析因为掺杂元素含量较低，分析方法相对简单。根据掺杂元素的含量和种类可以采用吸光光度法、电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)、电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)、原子吸收光谱法(AAS)等。

主体元素成分分析因为元素含量高，如果采用常规的低含量杂质元素的分析方法，容易产生较大的误差

。所以主体元素分析通常采用滴定法。如陈平等研究了在大量干扰元素锰、钴存在的情况下，丁二酮肟沉淀-EDTA滴定法测定正极材料中镍的含量的方法。研究表明，该方法标准偏差小于0.054，变异系数小于0.20%，回收率在99.63%~100.5%之间。

GB/T30835-2014中规定磷酸铁锂中铁含量的分析采用\*\*酸钾标准溶液滴定法。磷含量的分析采用磷钼酸铵容量法。如果主体元素中个别元素含量相对较低，也可采用ICP-OES、AAS等。如刘英等研究建立了锂离子电池电极材料LiCoO<sub>2</sub>中Li的分析方法，确定采用AAS和ICP-AES，该测定方法准确、简便和。

## 二、锂离子电池正极材料电化学性能分析方法

锂离子电池正极材料的电化学性能主要包括放电比容量、充放电效率、放电平台容量比率、倍率性能、循环寿命等。

对于钴酸锂正极材料，GB/T23665-2009中规定了钴酸锂放电比容量及充放电效率的测试方法。采用半电池测试这两个参数，电池制作方法和测试过程标准中有详细介绍。GB/T23366-2009中规定了钴酸锂放电平台容量比率及循环寿命的测试方法。测试步骤标准中也有详细介绍。

对于镍钴锰酸锂正极材料，YS/T798-2012规定了镍钴锰酸锂放电比容量、充放电效率、平台容量比率及循环寿命的测试方法。标准中规定这些参数的测定参照钴酸锂的测试方法执行。对于磷酸铁锂正极材料，GB/T30835-2014中规定了磷酸铁锂库伦效率、可逆比容量、倍率性能的测定方法。测试步骤标准中也有详细规定。

除了以上手段对锂离子电池正极材料的电化学性能进行分析，还可以采用循环伏安法和电化学交流阻抗法对正极材料的动力学过程进行表征。吴建波等采用循环伏安法和电化学交流阻抗法对锰酸锂粉体及薄膜电极的动力学过程进行了分析，找出影响其电化学性能的主要动力学因素。其循环伏安图谱。通过图谱中的氧化还原电位差，可以反映电极材料的可逆性。

## 三、小结

材料理化性能和应用性能的分析方法很多，从中筛选和确定适合锂离子电池正极材料性能的分析方法，有助于锂离子电池正极材料工作者准确分析自己材料的性能，也有助于不同锂离子电池正极材料工作者相互之间数据的比较，对推动锂离子电池正极材料的发展有重要的意义。