|  |  |
| --- | --- |
| ICS | 77.160 |
| CCS | H 16 |

|  |
| --- |
| 51 |

四川省地方标准

DBXX/TXXXX—XXXX

锂电材料中磁性颗粒的测定 光学显微镜法

Determination of magnetic particles in lithium battery materials - Optical microscopy method

XXXX-XX-XX发布

XXXX-XX-XX实施

四川省市场监督管理局  发布

前言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由四川省经济与信息化厅提出、归口并解释。

本文件起草单位：××××、××××。

本文件主要起草人：××××、××××。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

1. 本次为首次发布。

锂电材料中磁性颗粒的测定 光学显微镜法

* 1. 范围

本标准规定了锂电材料中磁性颗粒的测定方法，通过光学显微镜法测定锂电材料中金属磁性颗粒数量及尺寸的原理、试剂、和仪器、测试步骤、结果分析与计算以及测试报告内容等。

本标准适用于锂盐、正极材料（含前驱体）及负极材料。其他材料也可参照使用。不适用于隔膜、集流体材料。

* 1. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 6678 化工产品采样总则

* 1. 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

锂电材料

是指锂离子电池制造产业链中涉及的锂盐、正极材料（含前驱体）、负极材料。

磁性颗粒

是指锂电材料中可以被（6000Gs）磁铁吸附的，直径25μm以上的金属颗粒。

* 1. 测试原理

将锂电材料分散于合适的溶剂中，采用磁棒对一定量样品中的磁性颗粒进行收集，在去除物料后，将收集到的磁性颗粒过滤于滤膜上，采用带偏振器的光学显微镜对样品进行扫描，通过软件区分金属与非金属颗粒，以金属磁性颗粒在滤膜上占据的最长尺寸来统计颗粒的尺寸，并进行计数。

* 1. 仪器和器具
     1. 光学显微镜

带偏振器；带颗粒计数软件；推荐放大倍数为25倍

* + 1. 电子天平

精度不低于为0.01g。

* + 1. 电子台秤

精度不低于为0.1g。

* + 1. 卧式球磨机

转动速度可设置范围：0 rap/min-100 rap/min。

* + 1. 真空抽滤装置
    2. 烘箱

使用温度范围为室温～110℃。

* + 1. 清洁磁棒

最强磁力强度12000GS(允许偏差10%以内)。

* + 1. 吸附磁棒

直径24mm±1mm，长度250mm，最强磁力强度6000GS以上。

* + 1. 聚四氟乙烯磁棒

磁场强度：大于6000GS，选取直径：15mm～20mm，长度45mm～55mm，外表为聚四氟乙烯材料，耐强酸强碱。

* + 1. 外部磁块

直径24mm±1mm，高度与直径1:1,最强磁力强度为7000GS±1000GS。

* + 1. 热缩管

直径20mm、25mm。

* + 1. 样品罐

5.12.1 容积10L，塑料材质，推荐使用斜角罐肩，见附录。

5.12.2 容积为500mL，塑料材质广口瓶，带内外盖，密封性好。

* + 1. 滤膜

直径47mm或50mm，孔径5μm。

* 1. 试剂

除非另有说明，本部分所用试剂均为优级纯试剂和符合国标GB/T 6682规定的一级水。

* + 1. 盐酸

质量分数不低于36%。

* + 1. 无水乙醇

质量分数不低于99.7%。

* + 1. （1+1）盐酸

盐酸与水体积比为1:1。量取盐酸（6.1）50mL，缓缓倾入50mL水中，边加边搅拌得到（1+1）盐酸溶液。

* 1. 取样

按照GB/T 6678-2003中7.6的规定，采用塑料取样管，取样管沿袋中心插至袋2/3处，所取样品混匀。负极材料用四分法混匀后缩分至250g，重复取3份样。其他材料用四分法混匀后缩分至1kg，重复取3份样。

当发生争议时，使用取样器取样，取样器应使用塑料材质，长度能从容器各个深度取出粉末为宜。可从散装罐或包装袋中抽取，应从一个取样单元的多个位置抽取样品，混合均匀，包装并贴标签，样品量应满足试验的需要。

* 1. 试验步骤
     1. 除磁

8.1.1 环境除磁

在每一操作步骤前都应使用磁棒对操作人员、试验台面、耗材（烧杯、热缩管、样品罐等）进行除磁。

8.1.2 溶剂除磁

准备一个洁净的10L样品罐（5.12.1），在样品罐中加入溶剂。将清洁磁棒（5.5）放入样品罐中加盖密封，放置在卧式球磨机上搅拌除磁5min。计时停止后开盖取出清洁磁棒。

注：负极材料测试使用500mL样品罐（5.12.2），及聚四氟乙烯磁棒（5.9）除磁。

* + 1. 称样

称取样品置于8.1.2中除磁完毕的样品罐中。加盖密封后手动摇匀试样，使试料与分散溶剂混合均匀。

1. 不同材料使用的溶剂类型及体积

| **材料类型** | **称样量** | **溶剂类型** | **溶剂体积** |
| --- | --- | --- | --- |
| 正极材料  （含前驱体材料） | 1000g±10g | 纯水 | 5L |
| 石墨 | 200g±10g | 无水乙醇 | 500mL |
| 碳酸锂 | 1000g±10g | 无水乙醇 | 5L |
| 单水氢氧化锂 | 1000g±10g | 纯水 | 5L |

* + 1. 磁棒塑封

在吸附磁棒（5.8）外面套上热缩管，并用封口机将热缩管两端封口。

注：负极材料测试对聚四氟乙烯磁棒（5.9）进行塑封。

* + 1. 滚筒吸附

将塑封好磁棒放入样品罐加盖密封，将样品罐置于卧式球磨机上，以筒速（60±5）rap/min的速度混合15min。

注：负极材料筒速可放宽条件控制在55 rap/min-80 rap/min。

* + 1. 磁性颗粒提取

打开样品罐，用塑料镊子取出塑封后的磁棒放置在一个500mL的洁净烧杯中，用装有纯水的冲洗瓶冲洗塑封后的磁棒外部。用陶瓷剪刀剪开热缩管，取出磁棒后继续冲洗热缩管，将热缩管上所有颗粒收集到烧杯中。重复步骤8.3至8.5两次到三次。

注： 对同一产线、同批次材料，经验证/评估一次提取的磁性颗粒数量达到三次提取总量的85%以上，可不用重复提取。

* + 1. 清洗

外部磁块（5.10）紧贴烧杯外表面缓慢移动至底部后，保持外部磁块紧贴烧杯底部状态下用纯水清洗多次，直至烧杯中液体澄清。

* + 1. 酸洗

在烧杯中加入15mL(1+1)盐酸溶液，超声波清洗2分钟。保持外部磁块（5.10）紧贴烧杯底部状态下，将盐酸溶液倒掉，向杯内注入纯水并清洗2次，最后向烧杯内注入100mL～150mL纯水待抽滤。

* + 1. 抽滤

将洁净的滤膜（5.12）固定在抽滤装置上，移除外部磁块，将烧杯中的液体倒入抽滤装置，用纯水冲洗烧杯壁三次分别倒入抽滤装置。

* + 1. 烘干

将抽滤完毕后的滤膜用塑料镊子放入洁净的培养皿并加盖，放入烘箱，在45℃±2℃烘干。

* + 1. 空白样品制备

随同样品进行空白试验。空白水平不能超过样品预期磁性颗粒数量值的10%。

* + 1. 测量

使用光学显微镜（5.1）测量烘干后的滤膜上的磁性颗粒数量。

* + 1. 试验数据处理

对软件识别出的金属颗粒数目进行统计。对于尺寸在25μm~100μm的颗粒，每颗计0.5颗；尺寸在100μm以上的颗粒，每颗计1颗，25μm以下的颗粒不计入统计；最后统计出25μm以上颗粒总数。

()

式中：

S——磁性金属颗粒数目

A——软件识别出尺寸大于等于25μm且小于等于100μm的金属颗粒

B——软件识别出尺寸大于100μm的金属颗粒。

* 1. 试验报告

试验报告应包括以下内容：

——试验对象；

——所使用的标准；

——所使用的方法；

——分析结果及其表示

——观测到的异常现象；

——试验日期。

2. （资料性）  
   样品罐
   1. 样品罐

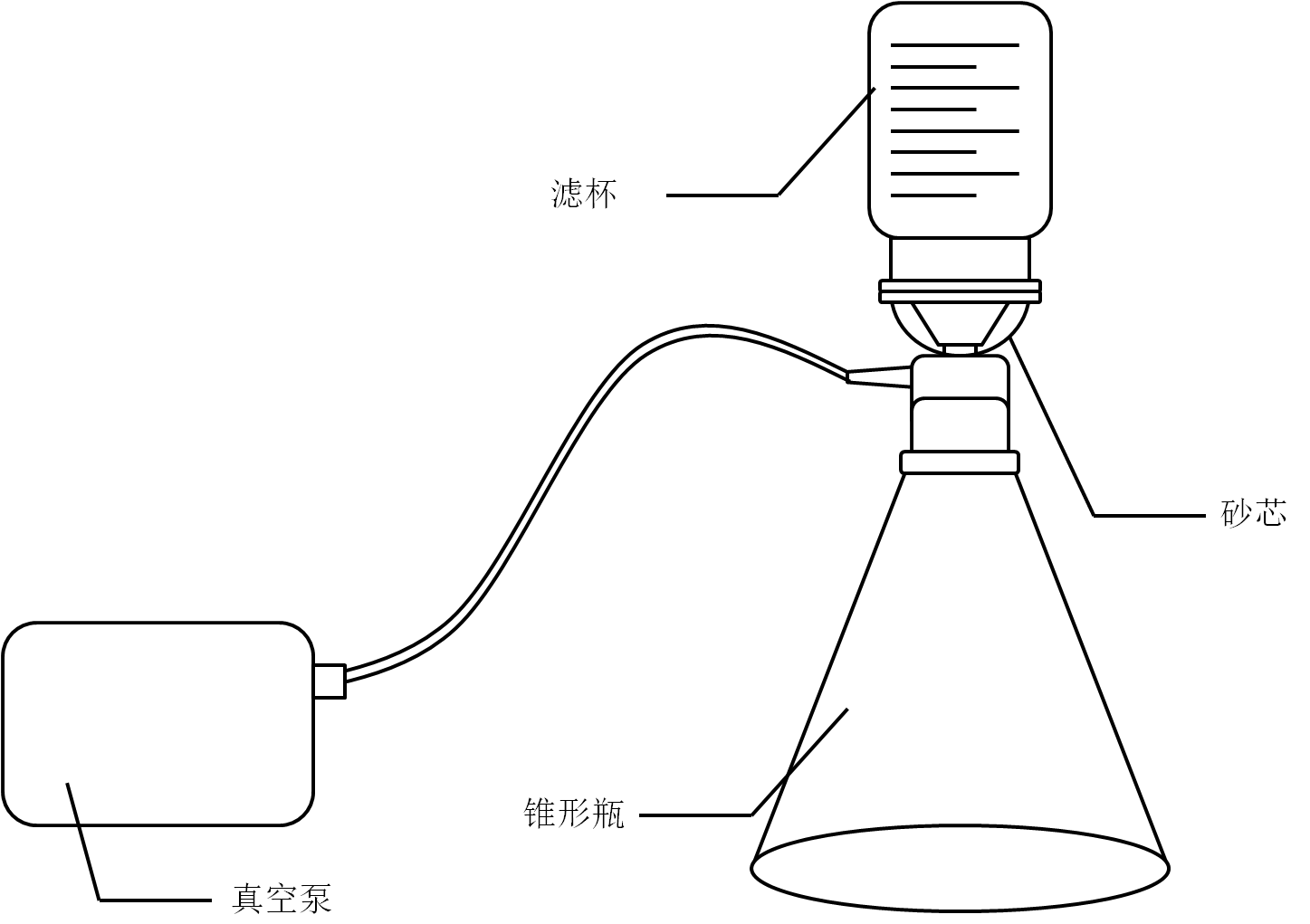
容量为10L的样品罐示意图见图A.1。



* 1. 样品罐示意图

1. （资料性）  
   真空抽滤装置
   1. 真空抽滤装置

真空抽滤装置示意图见图B.1



* 1. 真空抽滤装置