**四川省地方标准**

**《锂电材料中磁性颗粒的测定 光学显微镜法》**

**编制说明**

**牵头编制单位：四川省产品质量监督检验检测院**

**时间：2024年5月**

**《****锂电材料中磁性颗粒的测定 光学显微镜法》标准编制说明**

1. **工作简况**

（一）任务来源

根据“四川省市场监督管理局《关于下达2023年度地方标准修订项目立项计划（第三批）的通知》（川市监函[2023]208号）的要求，《锂电材料中磁性颗粒的测定 光学显微镜法》列入四川省2023年度第三批地方标准计划。本计划由四川省经济和信息化厅提出和归口，由四川省产品质量监督检验检测院作为牵头单位，参与了本标准的起草并承担了主要的验证工作

（二）制定背景

四川省锂电产业的聚集和规模效应越来越明显，已成为得国内锂电上下游产业聚集区。锂盐、正极材料和负极材料在全国占比27.9%、11.8%和17%。锂电材料中的磁性异物来源主要是设备磨损、原料引入，为铁、铬、镍、锌的单质或化合物，磁性异物对电池性能影响很大，电极材料中残留的磁性异物尤其是直径在10μm及以上的大颗粒磁性异物，在电池中可能会刺穿隔膜，造成短路、自放电现象，严重降低电池的安全性，因此要严格控制锂电材料中磁性异物的含量。对于锂电材料中磁性颗粒分布情况的测试，目前不同企业采取了不同的取样、制样和不同的测试手段。在现有标准中仅规定了使用电感耦合等离子体发射光谱法及扫描电镜-能谱法测定磁性物质，但对于异物颗粒尺寸及数量不能进行统计学分析。目前各企业对磁性颗粒的检测方法、前处理流程、计算方式均未进行统一，因此制定相应标准对规范和引导行业良性发展具有重大意义。

（三）起草过程

在2023年5月接到四川省市场监督管理局关于下达2023年度地方标准修订项目立项计划（第三批）的通知》（川市监函[2023]208号）的正式文件后，随即开展了标准标制工作组的筹备工作。2023年6月10日，邀请了本标准相关各方进行了第一次工作会议。

* 1. 主要工作过程

自2023年5月起，在本标准获批立项后，牵头单位四川省产品质量监督检验检测院立即组建了标准编制组。编制组在2023年8-11月开展了标准验证实验工作，在12月完成了标准征求意见稿的编写工作。编制组采用线上与线下相结合的形式开展了多次内部的集中讨论，对标准内容进行了进一步的优化和完善，形成标准的征求意见稿。

1. **标准编制原则和主要内容**

2.1 标准制定原则

本标准得编制工作遵循“统一性、协调性、适用性、一致性、规范性”的原则，本着充分体现先进性、科学性、合理性和可操作性，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》给出的规则编写本标准提出通过光学显微镜法对锂离子电池材料中的磁性金属颗粒进行检测的方法，具有代表性和合理性。

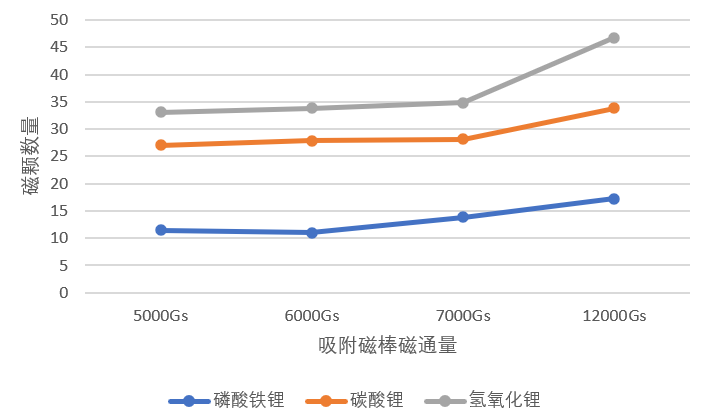
现有国际标准和国家标准中仅规定了使用电感耦合等离子体发射光谱法和扫描电子显微镜法测定锂电材料中磁性物质的含量及成分的方法。本标准适用范围扩展到锂离子电池用正负极材料、锂盐以及前驱体材料，并且规范了光学显微镜法测定磁性金属颗粒的前处理流程以及统计方法，给行业提供参考。

2.2标准主要内容

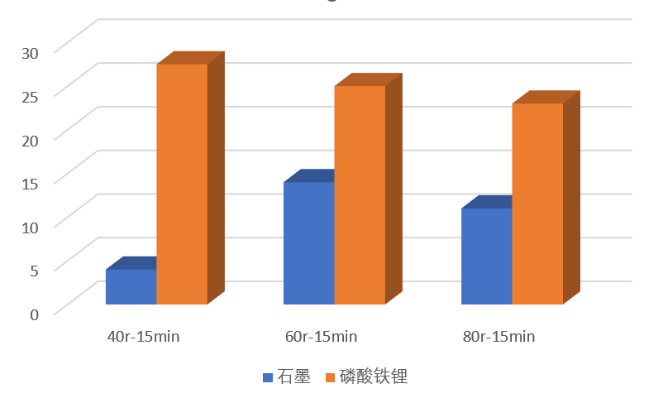
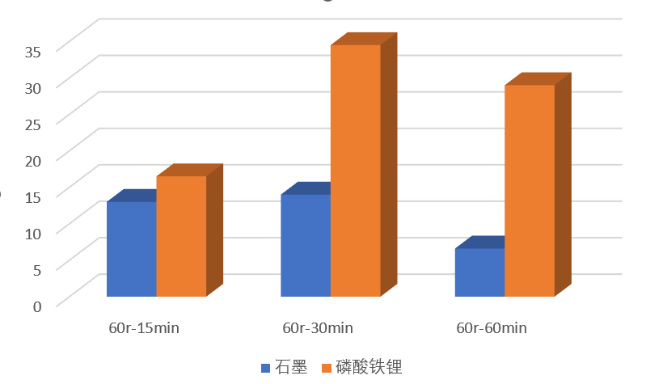
本标准适用于锂离子电池正极材料、负极材料、锂盐及前驱体材料，通过光学显微镜测定材料中25微米以上的磁性金属颗粒的数量及尺寸。在本标准中对于样品的前处理包含了：称样、磁棒塑封、滚筒吸附、磁性颗粒提取、酸洗等步骤，其中试验所用到的磁铁磁通量、滚动吸附条件、吸附的次数会对测试结果有重要影响，所以选择这几个条件进行条件摸索和验证。在标准起草过程中使用到的材料包括：磷酸铁锂、三元材料、石墨、氢氧化锂及碳酸锂，覆盖到了锂电正负极材料及其原材料。标准试验使用的材料均来自于国内锂电材料生产企业。

2.2.1 吸附磁铁磁通量

规定了吸附磁性金属颗粒过程中吸附磁铁的磁通量：在本部分选择了磷酸铁锂、碳酸锂及氢氧化锂三种材料进行了试验，设置了5000GS、6000GS、7000GS以及12000GS的磁通量进行吸附，通过对比试验可以得出，随着磁通量上升吸附的颗粒数逐步上升。但是在试验中发现，部分磷酸铁锂样品中含有部分弱磁性的磷化铁，在检测磷酸铁锂时，7000GS以上（含）的磁铁会将磷化铁吸附，影响后续清洗和过滤效果，所以在标准中我们选择使用6000Gs以上的磁铁，使用者可根据具体测试的材料类型来选择磁铁磁通量。

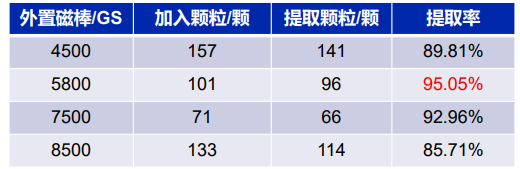


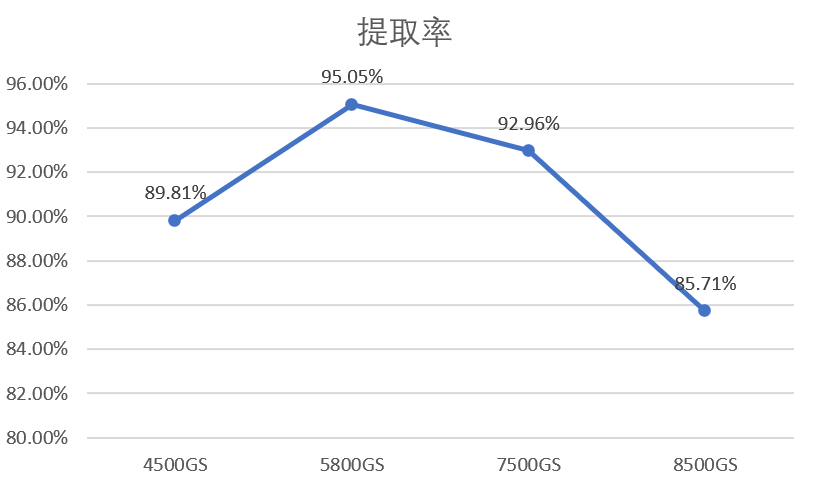
2.2.2 吸附滚动条件

规定了吸附磁性金属颗粒过程中辊机的滚动参数：选择石墨和磷酸铁锂两种材料，设置了筒速40r/min、60r/min和80r/min，滚动时间设置15min、30min、60min。通过对比试验可以得到，在筒速60r/min条件下滚动吸附效果最好。石墨样品吸附15min效果最好，磷酸铁锂随滚动时间越长，吸附量逐渐升高，然而在30min和60min条件下均因滚动时间过长产生了热缩管破损的情况，考虑到在测试中会多次吸附，所以选择筒速60r/min、时间15min。

2.2.3 外置磁铁磁通量

选择4500GS-8500GS范围的外置磁铁对样品进行颗粒提取，通过对比实验得出4500-7500GS范围磁棒均的达到较高提取率，故在标准中选取6000GS的磁铁作为外置磁铁。





2.2.4吸附次数及回收率检测

使用显微镜确定加入不锈钢颗粒数目，将颗粒加入到多次吸附干净的正极材料中。选择6000GS-12000GS范围内的磁棒进行吸附提取实验，6000GS磁棒提取范围在60-80%，一次提取率在80%以下，12000GS磁棒的一次提取率在90%以上。故在标准文本中规定重复提取，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%以上的材料，可不用重复提取。

1. **采用国际标准和国外先进标准情况**

无

1. **国际、国外标准对比情况**

在现行有效的国家标准、行业标准、四川省地方标准中，有3项锂电材料磁性异物相关的标准，分别为GB/T 41704-2022锂离子正极材料检测方法 磁性异物含量和残余碱含量的测定》、《GB/T 33827-2017 锂电池用纳米负极材料中磁性物质含量的测定方法》及《SJ/T 11795-2022 锂离电池电极材料中磁性异物含量测试方法》，现有标准规定了使用电感耦合等离子体发射光谱法及扫描电镜-能谱法测定磁性物质，不能对异物颗粒尺寸及数量进行统计学分析，与本标准的测试方法及前处理流程均有所区别。

1. **标准涉及的专利情况**

本标准中不涉及专利。

1. **预期达到的社会效益、对产业发展的作用**

编制单位四川省产品质量监督检验检测院对锂电行业进行了广泛调研。选取了磁性金属颗粒检测这一缺口进行标准化。制定本地方标准规范了锂电材料中磁性金属颗粒的质量检验依据，标准的制定将助力锂电池材料减少因磁性金属颗粒超标导致的电池性能下降、寿命缩短甚至安全隐患，从而提高锂电池的整体质量和安全性。通过制定统一的检测标准，可以避免不同企业采用不同的检测方法导致的结果差异，有利于市场的公平竞争和消费者的权益保护。

标准的制定将引导企业加强技术创新和研发投入，推动锂电池材料检测技术的不断进步和升级，提高检测效率和准确性。

1. **在标准体系中的位置，与现行相关法律、法规、规章及标准的协调性**

本标准属于汽车动力电池标准体系中的材料产品标准，与现行相关法律、法规及相关标准没有冲突或矛盾。

1. **重大分歧意见的处理经过和依据**

本标准制定过程中未出现重大分歧意见。

1. **实施标准的要求和措施建议**

建议本标准为推荐性地方标准颁布，供锂电相关企业和检测机构单位使用。

建议本标准的发布日期为2024年12月1日，实施日期为2025年7月1日。

1. **其他应予说明的事项**

无