

DB51

四川省地方标准

DB51/T 3235—2024

锂电材料中磁性颗粒的测定 光学显微镜法

2024-12-18 发布

2025-01-18 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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。本文件由四川省经济和信息化厅提出、归口、解释并组织实施。

本文件起草单位：四川省产品质量监督检验检测院、天齐锂业股份有限公司、宁德时代新能源科技股份有限公司、四川富临新能源科技有限公司、成都巴莫科技有限责任公司、蜂巢能源科技（遂宁）有限公司、四川新能源汽车创新中心有限公司、北京普瑞赛司仪器有限公司、成都爱敏特新能源技术有限公司、雅化锂业（雅安）有限公司、四川天华时代锂能有限公司、宜宾市天宜锂业科创有限公司、中国测试技术研究院、四川省标准化研究院、成都市产品质量监督检验研究院、成都产品质量检验研究院有限责任公司、四川赛科检测技术有限公司、电子科技大学、成都工业学院、华鼎国联四川电池材料有限公司、易钠能新能源科技有限公司。

本文件主要起草人：艾劼、宋姣姣、杜婉莹、殷思艺、杨洲、岳云飞、田霞、李华锋、何兰、皮晓磊、代建国、高川、董兴旺、周宇、贾旭勇、李兴兴、芦燕、靳娜、卿辉、张喜翠、孙玉坤、孙平、吴孟强、胡书春、杨允杰、朱亮亮。

锂电材料中磁性颗粒的测定 光学显微镜法

1 范围

本文件规定了锂电材料中磁性颗粒的测定方法，通过采用带偏振器的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、仪器、测试步骤、结果分析以及试验报告内容等。

本文件适用于锂盐、正极材料（含前驱体）及负极材料。其他材料也可参照使用。

2 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

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 3.1

锂电材料 lithium ion battery material

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。

3.2 3.2

磁性颗粒 magnetic particles

锂电材料中可以被磁铁吸附的金属颗粒。

4 测试原理

本方法利用金属反射光线通过两片平行/垂直的偏振片，呈现出亮色/黑色的现象对比图片，通过在不含磁性颗粒的洁净环境中，用磁棒对样品中的磁性颗粒进行收集并过滤于滤膜上，使用带偏振器的光学显微镜对滤膜扫描，并使用软件识别出金属颗粒，按照磁性颗粒的最长尺寸统计颗粒数量。

5 仪器和器具

5.1 光学显微镜：带偏振器，带颗粒计数软件，放大倍数不小于 25 倍。

5.2 电子天平：精度不低于 0.01 g。

5.3 电子台秤：精度不低于 0.1 g。

5.4 对辊机：转动速度可设置范围：0 rap/min-100 rap/min。

5.5 真空抽滤装置：抽滤瓶 2000 mL

5.6 干燥箱：≥40 °C，控温精度±2 °C。

5.7 吸附磁棒：直径 24 mm±1 mm，长度 250 mm，最强磁力强度 6000 Gs 以上。

- 5.8 聚四氟乙烯磁棒：磁场强度大于 6000 Gs，选取直径：15 mm~20 mm，长度 45 mm~55 mm，外表为聚四氟乙烯材料，耐强酸强碱。
- 5.9 外部磁块：直径 24 mm±1 mm，高度与直径 1:1,最强磁力强度为 7000 Gs±1000 Gs。
- 5.10 热缩管：直径 20 mm、25 mm。壁厚≤0.35 mm。
- 5.11 样品罐应符合以下要求：
- 容积 10 L，尼龙材质，推荐使用斜角罐肩，见附录A；
 - 容积 1000 mL，塑料材质广口瓶，带内外盖，密封性好；
 - 滤膜：水系滤膜，直径 47 mm 或 50 mm，孔径≤5 μm。

6 试剂

- 6.1 除磁水：符合GB/T 6682 规定的一级水，用磁棒（最强磁力强度≥12000 Gs）吸附 5 min。
- 6.2 盐酸（HCl）：ρ=1.18 g/ml，分析纯。
- 6.3 无水乙醇：分析纯。
- 6.4 （1+1）盐酸（V/V）：盐酸和水按 1：1 体积比混合。

7 试验步骤

7.1 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、器具（烧杯、热缩管、样品罐等）进行除磁。

7.2 称样

取一个洁净的样品罐，按照表1量取相应溶剂加入罐中，再称取试料缓慢加入。加盖密封后手动摇匀试样，使试料与分散溶剂混合均匀。

表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	样品罐容积	磁棒类型
正极材料 (含前驱体材料)	1000 g±10 g	除磁水	5 L	10 L	吸附磁棒
负极材料	200 g±10 g	无水乙醇	500 mL	1000 mL	聚四氟乙烯磁棒
锂盐	1000 g±10 g	除磁水	5 L	10 L	吸附磁棒

7.3 空白试验

随同试料做空白试验，空白试验结果不能超过样品预期磁性颗粒数量值的10%。

7.4 磁棒塑封

根据被测样品类型按照表1选择不同磁棒类型，在吸附磁棒外面套上热缩管，并用封口机将热缩管两端封口。

7.5 滚筒吸附

将塑封好的磁棒放入样品罐中，加盖密封，将样品罐置于对辊机上，以筒速（60±5）rap/min的速度混合15 min。

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

7.6 磁性颗粒提取

打开样品罐，取出塑封后的磁棒放置在一个500 mL的洁净烧杯中，用除磁水冲洗热缩管外部。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7.4至7.6三次，对试料进行多次提取。

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。

7.7 清洗

外部磁块紧贴烧杯底部缓慢移动，使溶液中磁性颗粒吸附于烧杯底部中心，保持外部磁块紧贴烧杯底部并缓慢将烧杯中溶液倒出，用50 mL除磁水反复清洗5次，直至烧杯中液体澄清，将上层清液倒出，完成清洗。

清洗过程中一直保持外部磁块紧贴烧杯底部。

7.8 酸洗

移除外部磁铁，向7.7清洗完含有磁性颗粒的烧杯中加入15 mL (1+1) 盐酸溶液，超声波清洗2分钟。超声完成后在烧杯底部用外部磁块吸附住磁性颗粒，将盐酸溶液倒掉，向烧杯内注入除磁水并按照7.7进行2次清洗。

清洗结束后，移除外部磁块。然后向烧杯内注入100 mL~150 mL除磁水待抽滤。

7.9 抽滤

将洁净的滤膜固定在抽滤装置上，将烧杯中的液体倒入抽滤装置进行抽滤，用除磁水冲洗烧杯壁三次，分别倒入抽滤装置。

7.10 烘干

将抽滤完毕后的滤膜用塑料镊子放入洁净的培养皿中并加盖，放入干燥箱内，45 °C±2 °C烘干15 min±2 min。

7.11 测量

使用光学显微镜测量烘干后的滤膜上的磁性颗粒数量。如果滤膜上出现多处、大面积的颗粒堆积，应减少称样量重新试验。

7.12 试验结果

对软件识别出的磁性金属颗粒数目按照粒度范围分别进行统计。

表2 磁性金属颗粒粒度范围分区

粒度范围 (μm)	测定值 (Pcs/kg)
<25	n ₀
≥25~100	n ₁

≥ 100	n_2
------------	-------

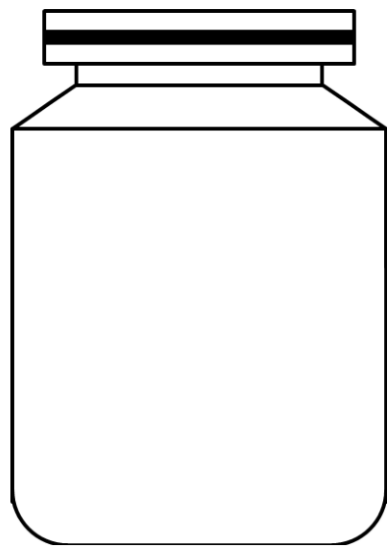
8 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- 试验对象；
- 所使用的标准；
- 结果及其表示
- 观测到的异常现象；
- 试验日期。

附 录 A
(资料性)
样品罐

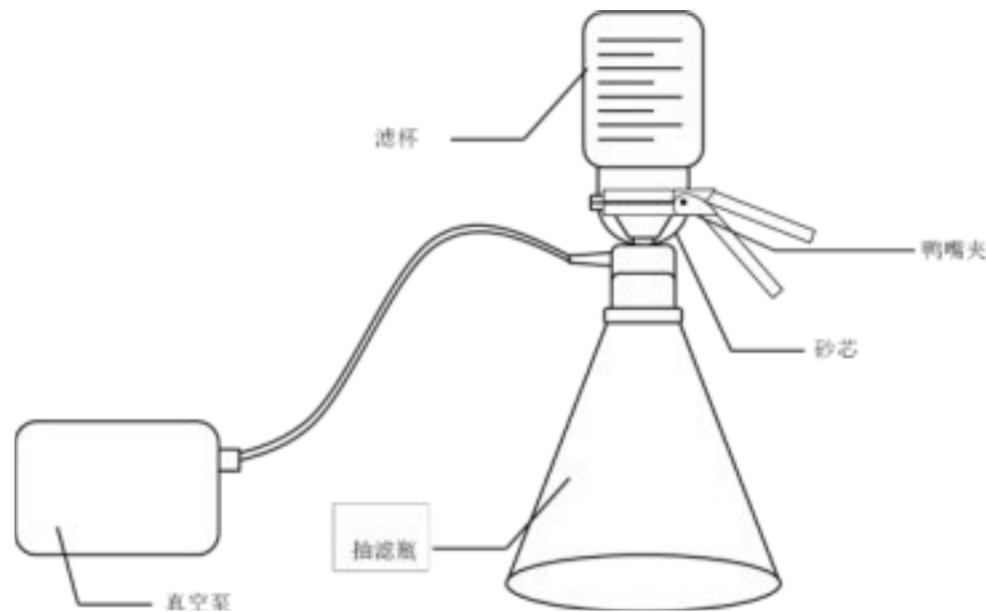
容量为10 L的样品罐示意图见图A. 1。



图A. 1 样品罐示意图

附 录 B
(资料性)
真空抽滤装置

真空抽滤装置示意图见图B. 1



图B. 1 真空抽滤装置