锂离子电池材料粉末压实密度的测定

编制说明

（初稿）

锂离子电池材料粉末压实密度的测定

国家标准编制说明 （初稿）

1. 工作简况

1.1 任务来源

国家标准计划《锂离子电池材料 粉末压实密度的测定》由 [TC243](https://std.samr.gov.cn/gb/search/gbDetailed?id=B8EAB4C670BA76EDE05397BE0A0AF215" \t "_blank)（全国有色金属标准化技术委员会）归口，[TC243SC4](https://std.samr.gov.cn/gb/search/gbDetailed?id=B8EAB4C670BA76EDE05397BE0A0AF215" \t "_blank)（全国有色金属标准化技术委员会粉末冶金分会）执行 ，主管部门为[中国有色金属工业协会](https://std.samr.gov.cn/gb/search/gbDetailed?id=B8EAB4C670BA76EDE05397BE0A0AF215" \t "_blank)。，主要起草单位 厦门厦钨新能源材料股份有限公司 、宁德时代新能源科技股份有限公司 、元能科技（厦门）有限公司。该项目计划编号为 （2021）41号20214500-T-610，项目计划完成时间2023 年 12 月。
1.2 本标准涉及产品及市场介绍
 锂电行业的飞速发展和壮大势必推动标准化工作的加速开展以此促进行业的规范和健康运行。由于市场对锂离子电池能量密度的要求越来越高，系统能量密度一直是大家关注的焦点，电池比容量是重要的影响因素之一。锂离子电池正负极极片的压实密度对制成后电池的比能量、内阻、循环性能、电解液浸润性等一系列参数有直接的影响，而正负极粉末的压实密度直接影响电池极片的压实密度，因此正负极粉末压实密度是一个必要的检测参数。随着用户对锂离子电池体系能量密度的要求越来越高，即对单体电池的比容量要求越来越高，也使市场对正负极粉末压实密度提出更高要求。当前锂电行业相关标准主要集中在电芯、材料制造和工艺等方面，针对锂电材料测试表征的标准极少，有必要进行补充和完善。目前正负极粉末压实密度的测试方法不统一，相关的测试标准较少，在GB/T 24533附录L中的对石墨类负极材料测试方法的描述中，测试过程中会存在较多的人为参与，存在例如加料后无预处理-粉末在治具中的堆积状态不一致、手动加压-加压速率不易控制、转移测厚-加压与测厚分离引入测试误差等问题，导致测试结果误差较大，无法起到标准对标的作用；在GB/T1481-2012《金属粉末（不包括硬质合金粉末）在单轴压制中压缩性的测定》标准中，规定对粉末施加一定的压力后，将压坯取出后测量厚度来计算压实密度，该方法同样存在转移过程时易破坏压坯形状导致测厚不准确的问题；目前国内多数公司在测试时使用的压强较低，在低测试压强下，粉末间存在较多空隙，材料接触不充分，会导致测试误差较大，数据可靠性较低。国外有锂电企业表征正负极材料密度采用振实/堆积密度方法，但该方法依旧存在颗粒空隙较大导致的接触不充分，无法真实表征颗粒在极片中的受压状态。因此现有的粉末压实密度测试方法并不完全适用于锂电正负极粉末压实密度测试。

1.3 承担单位情况

1.3.1厦门厦钨新能源材料股份有限公司

厦门厦钨新能源材料股份有限公司是世界钨行业领军企业——厦门钨业股份有限公司的全资子公司。公司产品涵盖钴酸锂、三元材料、前驱体、锰酸锂、磷酸铁锂、高镍材料、NCA等全系列能源新材料产品，积极进行富锂锰基、5V高电压等下一代能源新材料产品开发，广泛服务于松下、三星、ATL、BYD等国内外知名电池客户，市场占有率在同行业中名列前茅，铸就了卓越的厦钨新能源材料品牌。

1.3.2 宁德时代新能源科技股份有限公司

宁德时代新能源科技股份有限公司成立于2011年，其专注于新能源汽车动力电池系统、储能系统的研发、生产和销售，致力于为全球新能源应用提供一流解决方案。核心技术为动力和储能电池领域，材 料、电芯、电池系统、电池回收二次利用等全产业链的研发及制造能力，公司于2018年在深交所创业板上市。

1.3.3 元能科技（厦门）有限公司

元能科技是一家专业从事锂离子电池检测仪器研发和生产的高科技企业。公司侧重技术的研究和储备，保持大额度研发投入，创建了一支由博士、硕士和行业专家等组成的经验丰富、技术精湛的研发团队，在仪器检测与分析技术领域开展了卓有成效的研究开发工作，申请了多项发明专利和实用新型专利。元能科技与厦门大学、中国科学院、宁德时代新能源科技股份有限公司(CATL)等多个单位或企业展开科技成果项目的技术合作与产业化。

1.4 主要参加单位和工作组成员及其工作

本文件起草单位有：厦门厦钨新能源材料股份有限公司、宁德时代新能源科技股份有限公司、元能科技 （厦门）有限公司、宁德新能源科技有限公司、成都巴莫科技有限公司、北京当升材料科技股份有限公司、四川锂源新材料有限公司、福建紫金锂元材料科技有限公司、宁波容百新能源科技有限公司、格林美（无锡）能源材料有限公司、湖北万润新能源科技股份有限公司、巴斯夫杉杉电池材料有限公司等

本文件主要起草人：魏丽英、杨凡、齐琼琼、王益、杨晓璐、罗东升、郭静静、王玉娇、刘玮、吴姗姗、田桂英、魏琼、宾霜霜

各起草人在本文件编制过程中的工作职责见表 1 所示：

表1 各起草人及工作职责

|  |  |
| --- | --- |
| **起草人姓名** | **工作职责** |
| 魏丽英、杨凡 | 样品收集、起草试验研究，数据处理；标准文本、试验报告和编制说明的撰写。 |
| 齐琼琼、王益、杨晓璐、罗东升 | 试验方案和试验条件的验证； 提供压实密度测定数据；对标准文本提出修改意见 |
| 郭静静、王玉娇、刘玮、吴姗姗、田桂英、魏琼、宾霜霜 | 提供压实密度测试数据数据； 对标准文本提出修改意见 |

1.5 主要工作过程

1.5.1 起草阶段

厦门厦钨新能源材料股份有限公司接到《锂离子电池材料的粉末压实密度测定》的制订任务后，立即组织相关技术人员成立了标准编制组，明确了成员的任务，制定了工作计划及进度安排。标准编制组对国际和国外标准进行了查新，收集、分析，研究了相关技术资料，对该测定方法进行了多次验证实验，在此基础上，于 2020 年 11月形成了草稿。随后标准编制组对锂离子电池材料的粉末压实密度测定方法进行了充分讨论和分析，对草稿进行了修改和完善。

1.5.2 征求意见阶段

 2021年1月5日申报，2021年5月18日，全国有色金属标准化技术委员会将征求意见资料在国家标准化管理委员会的“全国标准信息公共服务平台”上挂网，向社会公开征求意见。同时，全国有色金属标准化技术委员会通过工作群、邮件向委员单位征求意见。征求意见的单位包括材料生产、材料使用、科研院校、检验等单位，征求意见单位广泛且具有代表性，征求意见时间大于2个月。

 2022年5月7日，全国有色金属标准化技术委员会召开有色金属标准网络工作会议，会议对标准项目进行任务落实与讨论。会上收集了其他参与起草、验证单位的相关信息。

1.5.3 审查阶段

1.5.4 报批阶段

二、标准的编制原则、标准的主要内容与论据
2.1 标准编制原则
1）符合性

a）以满足国内锂离子电池正负极材料的实际生产、使用需要为原则，提高标准的适用性。

b）完全按照 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。
2）先进性

锂电池正负极粉末压实密度测试方法标准的缺失和不足，导致相关上下游企业对粉末压实密度的测试手段与方法不统一，各家企业测得的数据结果不一致，极大地增加了相关企业的品质监控和来料检验的难度。由于测试方法间的误差导致部分粉末压实密度异常的材料流入正常电池制作流程，造成制成的极片异常，极大地影响电池性能，增加生产周期及不良率，导致运营成本增加。综上所述，随着市场对锂离子电池需求的快速增长，势必要建立更多标准以促进行业的规范发展、健康壮大。因此锂离子电池粉末压实密度测定方法的标准化是必要且紧迫的。

本标准提出了一种测量锂电正负极材料压实密度的方法，包括规定粉末预振实、自动施加压力、在线测厚等步骤来减小测试误差，提高数据准确性和稳定性。本标准的建立会使得锂电行业对粉末压实密的测试方法形成统一的标准，进而提高测试结果的可靠性，极大的减少了由于企业间对标而产生的时间及金钱的浪费，减少了因数据偏差而导致的争端。

2.2 标准制定的主要内容与论据

2.2.1 标准主要内容的依据

GB/T 24533-2019《锂离子电池石墨类负极材料》国家标准于2019年3月 25日发布，2020年2月1日实施，该文件中规定了石墨类负极材料压实密度测定的基本要求， 该文件的5.2理化指标中针对石墨负极材料提出了压实密度的技术指标要求；文件中的 6.1.6针对压实密度技术指标要求提出了试验方法。 相较于标准 GB/T 24533-2019，本文件的测试方法针对相对全面的锂离子电池正负极材料粉末，科学地引入了标准压力、压强、加压压实密度、卸压压实密度等几个重要参数。

2.2.2 标准主要内容说明

本文件正文部分共分为 10 章，其中第 1、 2、 3 章为规范性一般要素，包括范围、规范性引用文件、术语和定义，第 4、 5、 6、 7、 8、 9 、10章为规范性技术要素。第 1 章范围： 本标准规定了镍钴锰酸锂、镍锰酸锂、磷酸铁锂、磷酸锰铁锂、钴酸锂、锰酸锂、富锂、石墨、硅、钛酸锂、铌酸钛等锂离子正负极材料的粉末压实密度测定方法，适用于镍钴锰酸锂、镍锰酸锂、磷酸铁锂、磷酸锰铁锂、钴酸锂、锰酸锂、富锂、石墨、硅、钛酸锂、铌酸钛等锂离子正负极材料压实密度的测定。

第2、3章分别为规范性引用文件、术语和定义，按照最新修订的 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》的要求，保留了相关章节。

第4章 测试条件，规定了本文件中第9章测试内容及步骤的环境条件要求，避免了在试验步骤章节反复阐述各个测试步骤的共性条件要求， 使文件的结构更加简洁，逻辑上更为清晰合理。

第5章 方法原理，规定了本文中第9章测试过程的方法 ，明确测试原理及相关计算要求，进一步明确了测试过程的关键影响因子。

第6章 试剂、耗材及配件，规定了本文件第9章节需要用到的各种试剂、耗材及配件清单。对于试剂或耗材只给出了潜在影响实际试验效果的关键参数的要求，对于可商品化采购的标准件，不再阐述各个部件的具体细节及参数，对于需要经加工或预处理后方可使用的原料或试剂， 相关操作均放在第9章9.2样品预处理小节，使文件的章标题与其内容更加契合。

第7章 测试设备与装置，规定了本文件第9章测试内容及步骤章节需要用到的关键设备和装置清单，所述设备和装置本文件中出现的先后顺序列出，便于前后对照。 本章节只列出了设计测试内容和步骤的关键设备，确保标准的适用性。

第8章 测试参数与数据输出，规定了本文件中压实密度测定的关键测试参数与数据要求，本章节是按照前期验证结果的普适性进行规定与明确，重点关注测试参数的合理性，数据的全面性。

第9章 测试内容及步骤，是本文件中核心章节，本章节内容包含9.1测量设备及装置校准，明确了测试前设备准确性评估工作，可有效保证测量过程的准确高效进行；9.2明确了样品预处理的相关备注说明，确保不同样品测试结果的准确性及改标准的适用性；9.3按照时间序和操作流程序的方式进行编排，包含数据存储与分析环节，重点关注试验步骤的科学性、规范性、可操作性，对于可能引起重大分歧不宜给出特别具体的参数要求的步骤条款，本章节以给出范围和规定过程要求进行处理。

第10章 试验报告，规定了报告所包含的必备要求内容，包括样品生产批号、日期、时间、测试地点、测试人员、试验使用仪器型号、分析结果与表示方法在测定中观察到的异常现象及任何不包括在本标准中的操作或是自由选择的试验条件。

三、主要试验（或验证）情况分析

3.1 试样的选择与影响

锂离子电池正负极材料粉末产品种类有很多，目前正极类包含镍钴锰酸锂、镍锰酸锂、磷酸铁锂、磷酸锰铁锂、钴酸锂、锰酸锂、富锂、钛酸锂、铌酸钛等等，负极主要包含石墨、硅碳等，其中每一种又可以按照元素比例、粒度、比表面积、形貌、振实密度、容量、循环寿命等参数进行分类，不同特性参数的产品适用于不同的领域。譬如磷酸铁锂以粒度比例为分类指标，通常 D50 较小的磷酸铁锂产品多用于电容器或有高功率需求领域，中等粒度的磷酸铁锂产品主要用于小动力、数码及电动自行车，大颗粒或者级配产品主要用于有高能量密度需求的领域，如电动汽车、储能等；又如镍钴锰酸锂材料以元素比例分，可含有1：1:1系列、5:2:3系列、8:1:1系列等等。样品类型会影响测试参数的选择，因此在验证阶段的选样要综合考虑样品的代表性。。



3.2 主要指标测试

3.3 本测试方法适用范围说明

本标准适用于镍钴锰酸锂、镍锰酸锂、磷酸铁锂、磷酸锰铁锂、钴酸锂、锰酸锂、富锂、石墨、硅、钛酸锂、铌酸钛等锂离子正负极材料压实密度的测定。