**锂离子电池正极材料检测方法**

**浆料粘度的测定**

**编**

**制**

**说**

**明**

（征求意见稿）

**2025年2月**

锂离子电池正极材料检测方法 浆料粘度的测定

**（编制说明）**

**一、工作简况**

**1.1 任务来源**

根据国家标准化管理委员会《国家标准化管理委员会关于下达2024年第二批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》（国标委发[2024]18号）的文件精神，国家标准《锂离子电池正极材料检测方法 浆料粘度的测定》由全国有色金属标准化技术委员会负责归口，由全国有色金属标准化技术委员会粉末冶金分会执行，由湖南长远锂科新能源有限公司牵头起草。项目计划编号为20240765-T-610，项目计划完成时间为2025年10月。

**1.2 主起草单位简介**

湖南长远锂科新能源有限公司成立于2019年，是世界500强企业中国五矿集团有限公司旗下直管企业——五矿新能源材料（湖南）股份有限公司（简称：五矿新能，股票代码：688779）的全资子公司，注册资本100,000万元。公司专注于高效电池材料的研究与生产，主要产品包括多元正极材料、磷酸铁锂、钴酸锂等锂电正极材料，拥有多元锂电正极材料完整产品体系，在动力三元材料市场占有率行业领先。公司总部位于长沙高新开发区，下辖高新、麓谷两个生产基地，具备年产9万吨三元正极材料、6万吨磷酸铁锂材料产能。

公司投资近90亿元，在高新基地建设车用锂电池正极材料扩产项目。项目分两期建设，年产能4万吨的车用锂电池正极材料扩产一期项目于2021年底投产、2022年达产达效，获评中国有色金属工业协会“2022-2023年度第一批有色金属工业优质工程”；二期项目建有4万吨/年三元正极材料和6万吨/年磷酸铁锂正极材料生产线，2023年4月份全面建成投产。

**1.3 主要起草单位和工作组成员及其工作**

本文件起草单位有：湖南长远锂科新能源有限公司、金驰能源材料有限公司、中伟新材料股份有限公司、厦门厦钨新能源材料股份有限公司、广东邦普循环科技有限公司、天津国安盟固利新材料科技股份有限公司、北京当升材料科技股份有限公司、华友新能源科技（衢州）有限公司、格林美股份有限公司、湖北万润新能源科技股份有限公司、广东佳纳能源科技有限公司、元能科技（厦门）有限公司、蜂巢能源科技有限公司、 中冶瑞木新能源科技有限公司、深圳市德方纳米科技股份有限公司、合肥国轩高科动力能源有限公司、深圳市德方创域新能源科技有限公司等。

湖南长远锂科新能源材料有限公司，作为标准牵头编制单位，负责组织开展标准的研制工作，包括前期调研、文献查询、框架内容调整、技术分析、样品收集和试验验证等工作。湖南长远锂科新能源有限公司、金驰能源材料有限公司、中伟新材料股份有限公司、厦门厦钨新能源材料股份有限公司、广东邦普循环科技有限公司、天津国安盟固利新材料科技股份有限公司、北京当升材料科技股份有限公司、华友新能源科技（衢州）有限公司、格林美股份有限公司、湖北万润新能源科技股份有限公司、广东佳纳能源科技有限公司、元能科技（厦门）有限公司、蜂巢能源科技有限公司、 中冶瑞木新能源科技有限公司、深圳市德方纳米科技股份有限公司、合肥国轩高科动力能源有限公司、深圳市德方创域新能源科技有限公司等单位均为锂离子正极材料相关产品的生产、使用及研究企业，在标准编制过程中，积极参与标准的调研工作，为标准编制提供了大量的实测数据。同时，针对标准的讨论稿和征求意见稿提出修改意见，确保产品的指标能满足生产、使用要求，确保产品的检测方法能实际应用于企业。

本文件主要起草人有：……。

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 各起草人及其工作职责

|  |  |
| --- | --- |
| 起草人姓名 | 工作职责 |
|  | 负责样品收集、标准文本起草、标准编制说明撰写，意见汇总处理，参加标准讨论和审定会议 |
|  | 负责对试验方案和试验条件进行验证，对标准技术内容进行审核，参加标准工作会议等 |
|  | 提供测试数据；对标准文本提出修改意见 |

**1.4 主要工作过程**

湖南长远锂科新能源有限公司在接到本文件制订任务后，立即组织骨干人员成立了标准编制组，制定了该标准的研究内容、技术路线、任务分工和进度安排。主要工作过程经历以下阶段：

**1.4.1立项阶段**

2022年11月，湖南长远锂科新能源有限公司向全国有色金属标准化技术委员会粉末冶金分会(SAC/TC243/SC4)提交国家标准《锂离子电池正极材料检测方法 浆料粘度的测定》项目建议书。

2024年4月25日，国家标准化管理委员会印发《国家标准化管理委员会关于下达2024年第二批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》（国标委发[2024]18号），国家标准《锂离子电池正极材料检测方法 浆料粘度的测定》立项成功。

**1.4.2 起草阶段**

2025年3月5日，全国有色金属标准化技术委员会将在安徽省合肥市组织召开了有色标准工作会议，湖南长远锂科新能源有限公司、金驰能源材料有限公司、中伟新材料股份有限公司、厦门厦钨新能源材料股份有限公司、广东邦普循环科技有限公司、天津国安盟固利新材料科技股份有限公司、北京当升材料科技股份有限公司、华友新能源科技（衢州）有限公司、格林美股份有限公司、湖北万润新能源科技股份有限公司、广东佳纳能源科技有限公司、元能科技（厦门）有限公司、蜂巢能源科技有限公司、 中冶瑞木新能源科技有限公司、深圳市德方纳米科技股份有限公司、合肥国轩高科动力能源有限公司、深圳市德方创域新能源科技有限公司等单位参加了会议，会议对《锂离子电池正极材料检测方法 浆料粘度的测定》进行了讨论。会上同时确定了样品提供单位、一验、二验参与单位以及工作计划、时间节点等事项，并形成了任务落实的会议纪要。

**1.4.3 征求意见阶段**

2025年5月15日，全国有色金属标准化技术委员会在山西省运城市组织召开了有色标准工作会议。

**1.4.4 审查阶段**

……。

**1.4.5 报批阶段**

……。

**二、标准编制原则**

1、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。

2、本文件的试验方法以满足国内锂离子电池正极材料的实际生产、使用需要为原则，提高标准的普适性。

**三、确定标准主要内容的依据**

**3.1**  **标准主要内容说明**

本文件正文部分共分为 8 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章为规范性技术要素。

第 1 章范围：本文件规定了锂离子电池正极材料浆料粘度的测定方法。本文件适用于锂离子电池正极材料如镍钴锰酸锂、镍钴铝酸锂、钴酸锂、磷酸铁锂、锰酸锂等的浆料粘度测定。文件描述了锂离子电池正极材料粉末电阻率的测定方法。

第2、3章分别为规范性引用文件、术语和定义，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，保留了相关章节。

第4章 方法原理，明确方法原理。

第5章 试剂和材料，规定了本文件第7章节需要用到的各种试剂和材料。

第6章 仪器设备，规定了本文件第7章测试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。本章节只列出了涉及测试内容和步骤的关键设备，确保标准的适用性。

第7章 测试步骤，规定了本文件中粉末电阻率测定的方法以及关键测试参数的设置、测试流程及关键点，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。是本文件中核心章节，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8章 试验报告，规定了报告所包含的必备要求内容，包括样品名称、测试日期、测试人员、试验条件、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文件中的操作或是自由选择的试验条件。

**3.2 主要试验验证情况**

**3.3.1 标准调研**

2025年4月，标准编制工作组对浆料粘度测试设备和测试环境的调研数据进行汇总，结合产品特性，确定了浆料粘度测试设备，形成标准的征求意见稿及编制说明。

**3.3.2 试样选取**

锂离子电池材料粉末产品种类有很多，包含镍钴锰酸锂、镍钴铝酸锂、钴酸锂、磷酸铁锂等，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。本标准选取了其中具有代表性的中镍三元材料、高镍三元材料、镍钴铝酸锂、钴酸锂和磷酸铁锂材料进行测试。

**3.3.3 试验方案**

按照以下实验步骤进行方法验证

1.锂离子电池正极材料、导电剂：放入真空烘箱内，烘干时抽真空，温度100 ℃～150℃烘烤2 h-4 h进行干燥。聚偏二氟乙烯：放入真空烘箱内，烘干时抽真空，温度70℃～90℃烘烤4 h～6 h进行干燥。

2.锂离子电池正极材料、导电剂、聚偏二氟乙烯按其之间的重量配比90-98：1-5：1-5计算,用电子天平称量。NMP的量按固含量50%～60%的设计要求计算，用电子天平称量。

3.将称量的NMP加入到行星分散搅拌器的搅拌罐中，逐步加入称量的聚偏二氟乙烯，分散搅拌直至完全溶解，配成透明胶液；取称量导电剂、导电剂加入到上述透明胶液中，抽真空分散搅拌均匀；再逐步分次加入称量的锂离子电池正极材料，抽真空分散搅拌均匀；完成制浆，制备好的浆液进行抽真空过滤，过滤完测试。

4.取适量制得的浆料过筛网后，装入流变仪中样品容器至内部刻度线处，浆料应不超过容器内的划线处。

5.用粘度计或者流变仪进行测试。若为粘度计，打开设备电源，取下保护红色帽及转子，点击下一步自动校零，直到校零完成回到主界面。打开纯水循环冷却恒温箱。将制得的浆料倒入容器（约16ml），并旋转锁死。选择对应的转子，点击运行等待测试结果。若为流变仪，则取适量制得的浆料装入流变仪中样品容器至内部刻度线处，浆料应不超过容器内的划线处。打开流变仪，预热1h。装上转子后移动测量头直至转子完全浸没在样品中。设置温度设定25℃，剪切速率从1S-1到100S-1。选用黏度和流动曲线模板，按照预设的剪切速率（对数方式）测试粘度。

6. 记录粘度计或流变仪上对应的粘度值。

**3.3.4数据分析**

 本标准测试浆料粘度选取的条件如下：

1.锂离子电池正极材料、导电剂：放入真空烘箱内，烘干时抽真空，温度135 ℃烘烤2 h进行干燥。聚偏二氟乙烯：放入真空烘箱内，烘干时抽真空，温度70℃烘烤4 h进行干燥。

2. 中镍三元材料、高镍三元材料、镍钴铝酸锂、钴酸锂材料

锂离子电池正极材料、导电剂、聚偏二氟乙烯按其之间的重量配比97：1.5：1.5计算,用电子天平称量。NMP的量按固含量70.04%的设计计算，添加40.7%的溶剂NMP，用电子天平称量。制浆搅拌工艺如下表2所示：

表2配料搅拌工艺卡1

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **序号** | **配料步骤** | **加入量/g** | **公转** | **自转** | **搅拌时间/min** |
| 1 | 溶剂NMP | 840.0  | 　 | 　 | 　 |
| 2 | PVDF900 | 30.9  | 　 | 　 | 　 |
| 3 | 搅拌 | 　 | 25 | 2500 | 90 |
| 4 | SP | 30.93  | 　 | 　 | 　 |
| 5 | 搅拌 | 　 | 15 | 0 | 5 |
| 6 | 搅拌 | 　 | 25 | 2500 | 30 |
| 7 | NCM/LCO | 2000.0  | 　 | 　 | 　 |
| 8 | 搅拌 | 　 | 15 | 300 | 5 |
| 9 | 搅拌 | 　 | 25 | 3500 | 180 |

3. 磷酸铁锂材料

锂离子电池正极材料、导电剂、聚偏二氟乙烯按其之间的重量配比96.5：1.5：2.0计算,用电子天平称量。NMP的量按固含量63.02%的设计计算，添加55.6%的溶剂NMP，用电子天平称量。制浆搅拌工艺如下表3所示：

表3配料搅拌工艺卡2

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **序号** | **配料步骤** | **加入量/g** | **公转** | **自转** | **搅拌时间/min** |
| 1 | 溶剂NMP | 865.0  | 　 | 　 | 　 |
| 2 | PVDF900 | 31.1  | 　 | 　 | 　 |
| 3 | 搅拌 | 　 | 25 | 2500 | 90 |
| 2 | SP | 23.32  | 　 | 　 | 　 |
| 4 | 搅拌 | 　 | 15 | 0 | 5 |
| 5 | 搅拌 | 　 | 25 | 2500 | 30 |
| 8 | 第一次加LFP | 750 | 　 | 　 | 　 |
| 9 | 搅拌 | 　 | 15 | 300 | 5 |
| 10 | 搅拌 | 　 | 25 | 3500 | 30 |
| 11 | 第二次加LFP | 750 | 　 | 　 | 　 |
| 12 | 搅拌 | 　 | 15 | 300 | 5 |
| 13 | 搅拌 | 　 | 25 | 3500 | 180 |

**3.3.5分析结论**

……。

**四、标准中涉及的专利情况**

本文件不涉及专利问题。

**五、标准预期达到的社会效益等情况**

**5.1 标准编写的目的和意义**

新能源材料是我国的战略型新型产业，锂离子电池作为新型清洁能源的发展方向越来越受到各国政府和科学家的重视，不断地致力于开发研究更加实用高效的锂离子电池。电池电极的制备是将电活性粉体、粘合剂、导电剂混合均匀研磨为浆料，再将浆料涂布于金属薄箔上，经过干燥、碾压等工艺制备而成。在锂离子电池的制备过程中，浆料的质量占有至关重要的地位，粘度优异决定着电池的流浆液的存储、涂布和加工稳定性等，直接影响电池的使用性能，如容量、循环寿命、充放电倍率等。同时，浆料粘度指标差异可以直接作为正极材料产品性能评测的手段，提高生产及应用企业检测能力，加快产品研发与进步。

推动锂离子电池行业的高质量发展，加快锂离子电池正负极材料等关键技术的研究与开发外，必须要不断强化材料检测的能力。浆料粘度是电池制作过程中重要指标，直接决定这电池性能的发挥，然而目前尚未建立统一、规范的锂离子电池正极材料浆料粘度的测定方法，现制定相关标准，旨在完善电池材料评价手段，推动锂离子电池关键技术的研发，打造出满足市场需求的新能源材料。

目前尚未制定锂离子电池正极材料的浆料粘度测定相关标准。浆料粘度作为电池极片制作的关键性指标，直接影响着锂离子电池电化学性能的发挥，因此现拟制定相关标准，规范锂离子电池正极材料浆料粘度的测定方法，为锂离子电池性能测评提供重要的评价依据，有利于推动新能源电池材料的发展与进步。

**5.2 标准预期的作用和效益**

本文件充分考虑了目前国内锂离子电池材料生产、研发、应用和检测的实际技术水平。本文件颁布执行后，将在国内形成对锂电材料的粉末电阻率的统一的分析测试标准，能够加强企业和各研究机构测试之间的可靠性和可比性，助力我国锂离子电池产业的发展，提高国内企业在国际市场发展力和竞争力。

**六、采用国际标准和国外先进标准的情况**

经查询，本文件与国内外现行标准及制定中的标准无重复交叉情况。

**七、与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准协调配套情况**

本文件与有关的现行法律、法规和强制性国家标准没有冲突。

**八、重大分歧意见的处理经过和依据**

无。

**九、标准作为强制性或推荐性标准的建议**

建议本文件为推荐性国家标准，供相关组织参考采用。

**十、贯彻标准的要求和措施建议**

建议向锂电材料及电池研发、生产、销售、检测的相关企业和单位积极贯彻本文件的内容。

**十一、废止现行有关标准的建议**

无。

**十二、其他应予说明的事项**

无。

《锂离子电池正极材料检测方法 浆料粘度的测定》标准编制组

 2025年02月21日