



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 108169057 B

(45)授权公告日 2020.05.22

(21)申请号 201711287693.7

(22)申请日 2017.12.07

(65)同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 108169057 A

(43)申请公布日 2018.06.15

(73)专利权人 惠州拓邦电气技术有限公司  
地址 516000 广东省惠州市仲恺高新区东江高新科技产业园东兴片区东新大道113号

(72)发明人 赖真龙 李双喜 周金星

(74)专利代理机构 深圳市瑞方达知识产权事务所(普通合伙) 44314  
代理人 王少虹 纪媛媛

(51)Int.Cl.  
G01N 5/04(2006.01)

(56)对比文件

CN 101382489 A,2009.03.11,  
CN 104880384 A,2015.09.02,  
CN 204287100 U,2015.04.22,  
CN 102232008 A,2011.11.02,  
CN 203750692 U,2014.08.06,  
CN 102854083 A,2013.01.02,  
CN 105047854 A,2015.11.11,  
CN 104990829 A,2015.10.21,  
CN 107271386 A,2017.10.20,  
CN 102854084 A,2013.01.02,  
JP 2013096888 A,2013.05.20,  
杜亚男等.氧化镁稳定氧化锆浆料的流动性和稳定性.《机械工程材料》.2017,第41卷(第2期),  
张沿江.锂离子电池浆料稳定性研究.《无机盐工业》.2015,第47卷(第5期),

审查员 詹雪

权利要求书2页 说明书5页 附图1页

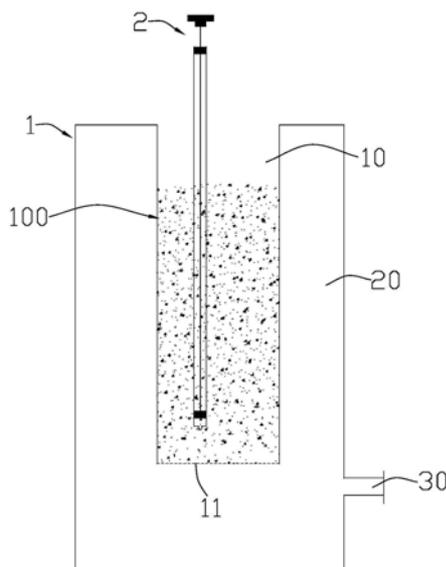
(54)发明名称

锂离子电池浆料稳定性测试方法及装置

(57)摘要

本发明公开了一种锂离子电池浆料稳定性测试方法及装置,测试方法包括:S1、将锂离子电池浆料置于具有密闭夹层的装样容器的容置腔内;容置腔底部设有连通容置腔和密闭夹层的微孔,装样容器外壁设有连通密闭夹层的接口;S2、抽真空装置连接接口,对密闭夹层进行抽真空,使密闭夹层内的真空度达到设定值;S3、用取样器分别吸取容置腔内锂离子电池浆料的上层、中层和下层的浆料,测量各层浆料的固含量;S4、根据各层浆料的固含量之间的差异,判断锂离子电池浆料的稳定性。本发明采用抽真空的方式加速锂离子电池浆料颗粒的沉降速度,通过对比不同位置浆料固含量的差异判断锂离子电池浆料的稳定性,为检测浆料品质、判定搅拌工艺效果提供有效的依据。

CN 108169057 B



1. 一种锂离子电池浆料稳定性测试方法,其特征在于,包括以下步骤:

S1、将锂离子电池浆料置于具有密闭夹层的装样容器的容置腔内;所述容置腔的底部设有连通容置腔和密闭夹层的微孔,所述微孔用于空气通过,锂离子电池浆料不通过;所述装样容器外壁设有连通所述密闭夹层的接口;

S2、抽真空装置连接所述接口,对所述密闭夹层进行抽真空,使所述密闭夹层内的真空度达到设定值;

S3、用取样器分别吸取所述容置腔内锂离子电池浆料的上层、中层和下层的浆料,测量各层浆料的固含量;

S4、根据各层浆料的固含量之间的差异,判断所述锂离子电池浆料的稳定性。

2. 根据权利要求1所述的锂离子电池浆料稳定性测试方法,其特征在于,在所述装样容器中,所述微孔的孔径为25 $\mu$ m-75 $\mu$ m。

3. 根据权利要求1所述的锂离子电池浆料稳定性测试方法,其特征在于,步骤S2中,所述真空度的设定值为-80kPa至-100kPa。

4. 根据权利要求1所述的锂离子电池浆料稳定性测试方法,其特征在于,步骤S2中,所述真空度达到设定值后保持0.5min-5min。

5. 根据权利要求1所述的锂离子电池浆料稳定性测试方法,其特征在于,步骤S3中,各层浆料固含量的测量包括:

S3.1、称量盛载片;

S3.2、分别将取出的上层浆料、中层浆料和下层浆料滴在所述盛载片上,称重,将称得的重量作为湿料重;

S3.3、分别将盛载有上层浆料、中层浆料和下层浆料的盛载片进行烘干处理,称重,将称得的重量作为干料重;

S3.4、根据以下公式计算各层浆料的固含量 $\xi$ :

$$\xi = \frac{\text{干料重} - \text{盛载片重量}}{\text{湿料重} - \text{盛载片重量}} * 100\%。$$

6. 根据权利要求5所述的锂离子电池浆料稳定性测试方法,其特征在于,所述盛载片采用铝箔片。

7. 根据权利要求5所述的锂离子电池浆料稳定性测试方法,其特征在于,步骤S3.2中,取出的所述上层浆料、中层浆料和下层浆料的重量分别为所述盛载片重量的10-50倍。

8. 根据权利要求5所述的锂离子电池浆料稳定性测试方法,其特征在于,步骤S3.3中,所述烘干的温度为60 $^{\circ}$ C-130 $^{\circ}$ C,烘干时间为1min-60min。

9. 根据权利要求1-8任一项所述的锂离子电池浆料稳定性测试方法,其特征在于,步骤S4中,各层浆料的固含量之间的差异包括上层浆料固含量和中层浆料固含量之间的差异、中层浆料固含量和上层浆料固含量之间的差异。

10. 一种锂离子电池浆料稳定性测试装置,其特征在于,用于权利要求1-9任一项所述的锂离子电池浆料稳定性测试方法;所述锂离子电池浆料稳定性测试装置包括具有密闭夹层的装样容器;所述装样容器上设有容置锂离子电池浆料的容置腔,所述容置腔的底部设有连通容置腔和密闭夹层的微孔;所述装样容器外壁设有用于连接抽真空装置的接口,所

述接口连通所述密闭夹层。

## 锂离子电池浆料稳定性测试方法及装置

### 技术领域

[0001] 本发明涉及锂离子电池技术领域,尤其涉及一种锂离子电池浆料稳定性测试方法及锂离子电池浆料稳定性测试装置。

### 背景技术

[0002] 锂离子二次电池具有能量密度高、环境污染小、功率密度大、使用寿命长、适应范围广、自放电系数小等突出的优点,是现今世界上应用最为广泛的电池之一,也是新能源发展的重要组成部分。

[0003] 锂离子电池由正、负极片和隔离膜组成电芯后,装入壳体,充入电解液后得到的。其中,正、负极片是由活性物质、导电剂、粘结剂溶解分散于溶剂中制成浆料,然后涂敷到基材表面,经过干燥后得到的。由于活性物质和导电剂存在颗粒小、易团聚的特点,分散在溶剂中后,需要保持一定的悬浮能力和稳定性,才能保证在后续涂布加工过程质量的稳定性。

[0004] 目前判定浆料稳定性能的方法需要长时间静置,效率太低,不利于实际应用,因此有必要需开发一种快速有效的测量浆料稳定性的方法。

### 发明内容

[0005] 本发明要解决的技术问题在于,提供一种快速有效的锂离子电池浆料稳定性测试方法及锂离子电池浆料稳定性测试装置。

[0006] 本发明解决其技术问题所采用的技术方案是:提供一种锂离子电池浆料稳定性测试方法,包括以下步骤:

[0007] S1、将锂离子电池浆料置于具有密闭夹层的装样容器的容置腔内;所述容置腔的底部设有连通容置腔和密闭夹层的微孔,所述装样容器外壁设有连通所述密闭夹层的接口;

[0008] S2、抽真空装置连接所述接口,对所述密闭夹层进行抽真空,使所述密闭夹层内的真空度达到设定值;

[0009] S3、用取样器分别吸取所述容置腔内锂离子电池浆料的上层、中层和下层的浆料,测量各层浆料的固含量;

[0010] S4、根据各层浆料的固含量之间的差异,判断所述锂离子电池浆料的稳定性。

[0011] 优选地,在所述装样容器中,所述微孔的孔径为 $25\mu\text{m}$ – $75\mu\text{m}$ 。

[0012] 优选地,步骤S2中,所述真空度的设定值为 $-80\text{kPa}$ 至 $-100\text{kPa}$ 。

[0013] 优选地,步骤S2中,所述真空度达到设定值后保持 $0.5\text{min}$ – $5\text{min}$ 。

[0014] 优选地,步骤S3中,各层浆料固含量的测量包括:

[0015] S3.1、称量盛载片;

[0016] S3.2、分别将取出的上层浆料、中层浆料和下层浆料滴在所述盛载片上,称重,将称得的重量作为湿料重;

[0017] S3.3、分别将盛载有上层浆料、中层浆料和下层浆料的盛载片进行烘干处理,称

重,将称得的重量作为干料重;

[0018] S3.4、根据以下公式计算各层浆料的固含量 $\xi$ :

$$[0019] \quad \xi = \frac{\text{干料重}-\text{盛载片重量}}{\text{湿料重}-\text{盛载片重量}} * 100\%。$$

[0020] 优选地,所述盛载片采用铝箔片。

[0021] 优选地,步骤S3.2中,取出的所述上层浆料、中层浆料和下层浆料的重量分别为所述盛载片重量的10-50倍。

[0022] 优选地,步骤S3.3中,所述烘干的温度为60℃-130℃,烘干时间为1min-60min。

[0023] 优选地,步骤S4中,各层浆料的固含量之间的差异包括上层浆料固含量和上层浆料固含量之间的差异、中层浆料固含量和上层浆料固含量之间的差异。

[0024] 本发明还提供一种锂离子电池浆料稳定性测试装置,包括具有密闭夹层的装样容器;所述装样容器上设有容置锂离子电池浆料的容置腔,所述容置腔的底部设有连通容置腔和密闭夹层的微孔;所述装样容器外壁设有用于连接抽真空装置的接口,所述接口连通所述密闭夹层。

[0025] 本发明的有益效果:采用抽真空的方式加速锂离子电池浆料颗粒的沉降速度,通过对比不同位置浆料固含量的差异来判断锂离子电池浆料的稳定性,为检测浆料品质、判定搅拌工艺效果提供有效的依据;快速有效。

## 附图说明

[0026] 下面将结合附图及实施例对本发明作进一步说明,附图中:

[0027] 图1是本发明一实施例的锂离子电池浆料稳定性测试装置的结构示意图。

## 具体实施方式

[0028] 参考图1,本发明的锂离子电池浆料稳定性测试方法,可包括以下步骤:

[0029] S1、将锂离子电池浆料100置于装样容器1的容置腔10内。

[0030] 其中,锂离子电池浆料100为正极浆料或负极浆料,根据需要对正极浆料或负极浆料稳定性进行测试。

[0031] 装样容器1具有密闭夹层20,该密闭夹层20位于装样容器1的内壁和外壁之间。容置腔10的顶部开放,利于取放浆料,还利于后续取样器对浆料进行取样。容置腔10的底部设有微孔11,微孔11连通容置腔10和密闭夹层20,使得可容置腔10和密闭夹层20通过微孔11相通,微孔11的设置主要用于空气通过,浆料不通过,因此微孔11的孔径为25 $\mu\text{m}$ -75 $\mu\text{m}$ ,可优选50 $\mu\text{m}$ 。

[0032] 另外,装样容器1外壁设有连通密闭夹层20的接口30,该接口30用于连接抽真空装置,以对密闭夹层20进行抽真空,从而通过微孔11加速容置腔10内浆料的沉降速度。微孔11优选多个均匀分布在容置腔10的底部。

[0033] 优选地,容置腔10为直筒状。容置腔10内壁上端可设有刻度线作为浆料装量线。

[0034] S2、抽真空装置连接接口30,对密闭夹层20进行抽真空,使密闭夹层20内的真空度达到设定值。

[0035] 真空度的设定值为-80kPa至-100kPa,优选-95kPa。真空度达到设定值后保持一段

时间,如0.5min-5min,优选2min。

[0036] S3、用取样器2分别吸取容置腔10内锂离子电池浆料100的上层、中层和下层的浆料,测量各层浆料的固含量。

[0037] 取样器2上可带有三个刻度线,分别对应浆料的上层、中层和下层位置,利于浆料取样。

[0038] 其中,对各层浆料固含量的测量可包括:

[0039] S3.1、称量盛载片,记下盛载片的重量。

[0040] 盛载片用于盛载取样器2取出的上层浆料、中层浆料和下层浆料;为避免盛载片在后续工序对浆料的影响,优选采用铝箔片。

[0041] S3.2、分别将取出的上层浆料、中层浆料和下层浆料滴在盛载片上,称重,将称得的重量作为湿料重。上层浆料、中层浆料和下层浆料分别对应有一个湿料重。

[0042] 优选地,分别盛载上层浆料、中层浆料和下层浆料的盛载片重量一致,取出的上层浆料、中层浆料和下层浆料的量也一致。

[0043] 取出的上层浆料、中层浆料和下层浆料的重量分别为对应的盛载片重量的10-50倍。

[0044] S3.3、分别将盛载有上层浆料、中层浆料和下层浆料的盛载片进行烘干处理,称重,将称得的重量作为干料重。上层浆料、中层浆料和下层浆料分别对应有一个干料重。

[0045] 烘干处理可在烤箱中进行。烘干的温度为60℃-130℃,优选120℃。烘干时间为1min-60min,优选20min。

[0046] S3.4、根据以下公式计算各层浆料的固含量 $\xi$ :

$$[0047] \quad \xi = \frac{\text{干料重}-\text{盛载片重量}}{\text{湿料重}-\text{盛载片重量}} * 100\%。$$

[0048] 步骤S 3.4后,分别获得了上层浆料固含量、中层浆料固含量和下层浆料固含量。

[0049] S4、根据各层浆料的固含量之间的差异,判断锂离子电池浆料的稳定性。

[0050] 其中,各层浆料的固含量之间的差异包括上层浆料固含量和中层浆料固含量之间的差异、中层浆料固含量和下层浆料固含量之间的差异。

[0051] 锂离子电池浆料的稳定性参考标准可如下:在上层浆料固含量和中层浆料固含量之间的差异 $\leq 0.5\%$ 且中层浆料固含量和下层浆料固含量之间的差异 $\leq 0.5\%$ 时,锂离子电池浆料的稳定性较好。

[0052] 在上层浆料固含量和中层浆料固含量之间的差异 $\leq 0.5\%$ 且中层浆料固含量和下层浆料固含量之间的差异 $\geq 0.5\%$ 时,锂离子电池浆料的稳定性中等。

[0053] 在上层浆料固含量和中层浆料固含量之间的差异 $\geq 0.5\%$ 且中层浆料固含量和下层浆料固含量之间的差异 $\geq 0.5\%$ 时,锂离子电池浆料的稳定性较差。

[0054] 如图1所示,本发明一实施例的锂离子电池浆料稳定性测试装置,包括具有密闭夹层20的装样容器1。

[0055] 装样容器1上设有容置锂离子电池浆料100的容置腔10,容置腔10的顶部开放,利于取放浆料,还利于取样器对浆料进行取样。容置腔10与密闭夹层20相隔绝,容置腔10的底部设有微孔11以连通容置腔10和密闭夹层20。微孔11的设置主要用于空气通过,浆料不通过,因此微孔11的孔径为25 $\mu\text{m}$ -75 $\mu\text{m}$ ,可优选50 $\mu\text{m}$ 。多个微孔11均匀分布在容置腔10的底部。

[0056] 装样容器1外壁设有接口30,接口30连通密闭夹层20,用于连接抽真空装置以对密闭夹层20进行抽真空。

[0057] 根据选择,本发明的锂离子电池浆料稳定性测试装置还可包括取样器2,用于对容置腔10内的锂离子电池浆料100进行取样,实现上述的测试方法。

[0058] 下面将以具体实施例进一步对本发明进行说明。

[0059] 实施例1

[0060] 锂离子电池负极浆料由人造石墨:导电炭黑:分散剂:粘结剂:溶剂去离子水按比例94:1.5:1.5:2.5:100在双行星高速分散机中以搅拌35rpm/min、分散2700rpm/min分散4h形成;取制成的浆料样品置于装样容器的容置腔中,从接口抽真空至-95kPa,并保持3min;用取样器在浆料样品下层取样2-3g,测量固含量;用同样的方式在浆料样品中层取样和浆料样品上层取样,并分别测量固含量,对比其差异。

[0061] 实施例2

[0062] 锂离子电池负极浆料由人造石墨:导电炭黑:分散剂:粘结剂:溶剂去离子水按比例94.5:1.5:1.0:2.5:100在双行星高速分散机中以搅拌35rpm/min、分散2700rpm/min分散3h形成;取制成的浆料样品置于装样容器的容置腔中,从接口抽真空至-95kPa,并保持3min;用取样器在浆料样品下层取样2-3g,测量固含量;用同样的方式在浆料样品中层取样和浆料样品上层取样,并分别测量固含量,对比其差异。

[0063] 实施例3

[0064] 锂离子电池负极浆料由人造石墨:导电炭黑:分散剂:粘结剂:溶剂去离子水按比例95:1.5:0.5:2.5:100在双行星高速分散机中以搅拌35rpm/min、分散2700rpm/min分散2h形成;取制成的浆料样品置于装样容器的容置腔中,从接口抽真空至-95kPa,并保持3min;用取样器在浆料样品下层取样2-3g,测量固含量;用同样的方式在浆料样品中层取样和浆料样品上层取样,并分别测量固含量,对比其差异。

[0065] 实施例4

[0066] 锂离子电池正极浆料由磷酸铁锂:导电炭黑:导电石墨:分散剂:溶剂N-甲基吡咯烷酮按比例94:2:1:3:100在双行星高速分散机中以搅拌35rpm/min、分散2700rpm/min分散3h形成;取制成的浆料样品置于装样容器的容置腔中,从接口抽真空至-95kPa,并保持3min;用取样器在浆料样品下层取样2-3g,测量固含量;用同样的方式在浆料样品中层取样和浆料样品上层取样,并分别测量固含量,对比其差异。

[0067] 实施例5

[0068] 锂离子电池正极浆料由磷酸铁锂:导电炭黑:导电石墨:分散剂:溶剂N-甲基吡咯烷酮按比例94:2:1:3:100在双行星高速分散机中以搅拌35rpm/min、分散2700rpm/min分散6h形成;取制成的浆料样品置于装样容器的容置腔中,从接口抽真空至-95kPa,并保持3min;用取样器在浆料样品下层取样2-3g,测量固含量;用同样的方式在浆料样品中层取样和浆料样品上层取样,并分别测量固含量,对比其差异。

[0069] 实施例6

[0070] 锂离子电池正极浆料由磷酸铁锂:导电炭黑:导电石墨:分散剂:溶剂N-甲基吡咯烷酮按比例94:2:1:3:100在双行星高速分散机中以搅拌35rpm/min、分散2700rpm/min分散7h形成;取制成的浆料样品置于装样容器的容置腔中,从接口抽真空至-95kPa,并保持

3min;用取样器在浆料样品下层取样2-3g,测量固含量;用同样的方式在浆料样品中层取样和浆料样品上层取样,并分别测量固含量,对比其差异。

[0071] 实施例1-6的浆料配方、工艺及稳定性测试结果汇总如下表1。

[0072] 表1

实施例	分散剂比例	分散工艺时间	上层固含量	中层固含量	上中层固含量差异	下层固含量	中下层固含量差异
实施例 1	1.5	4h	50.8%	50.8%	0.0%	51.0%	0.2%
实施例 2	1.0	3h	49.3%	51.3%	1.0%	52.1%	0.8%
实施例 3	0.5	2h	48.1%	51.2%	3.1%	53.9%	2.7%
实施例 4	3.0	3h	49.1%	50.5%	1.4%	52.1%	1.6%
实施例 5	3.0	6h	50.3%	50.5%	0.2%	50.8%	0.3%
实施例 6	3.0	7h	50.2%	50.6%	0.4%	50.9%	0.3%

[0073] 从表1数据可知,由于分散剂的比例直接影响浆料的沉降性能,同时分散时间的长短也有一定影响,长时间的分散有利于浆料的稳定。从实施例的对比来看,实施例1-3的分散剂比例情况实施例1>实施例2>实施例3,同时分散时间上也是实施例1>实施例2>实施例3,分析的沉降速率是实施例1<实施例2<实施例3,与固含量差异对比吻合。实施例4-6的分散剂比例一致,分散时间实施例4<实施例5<实施例6,其中实施例4与实施例5、实施例6的时间差异较大,时间短,沉降较快,实施例5与实施例6的时间相差小,沉降速度差异小,说明浆料已趋于稳定。

[0075] 以上所述仅为本发明的实施例,并非因此限制本发明的专利范围,凡是利用本发明说明书及附图内容所作的等效结构或等效流程变换,或直接或间接运用在其他相关的技术领域,均同理包括在本发明的专利保护范围内。

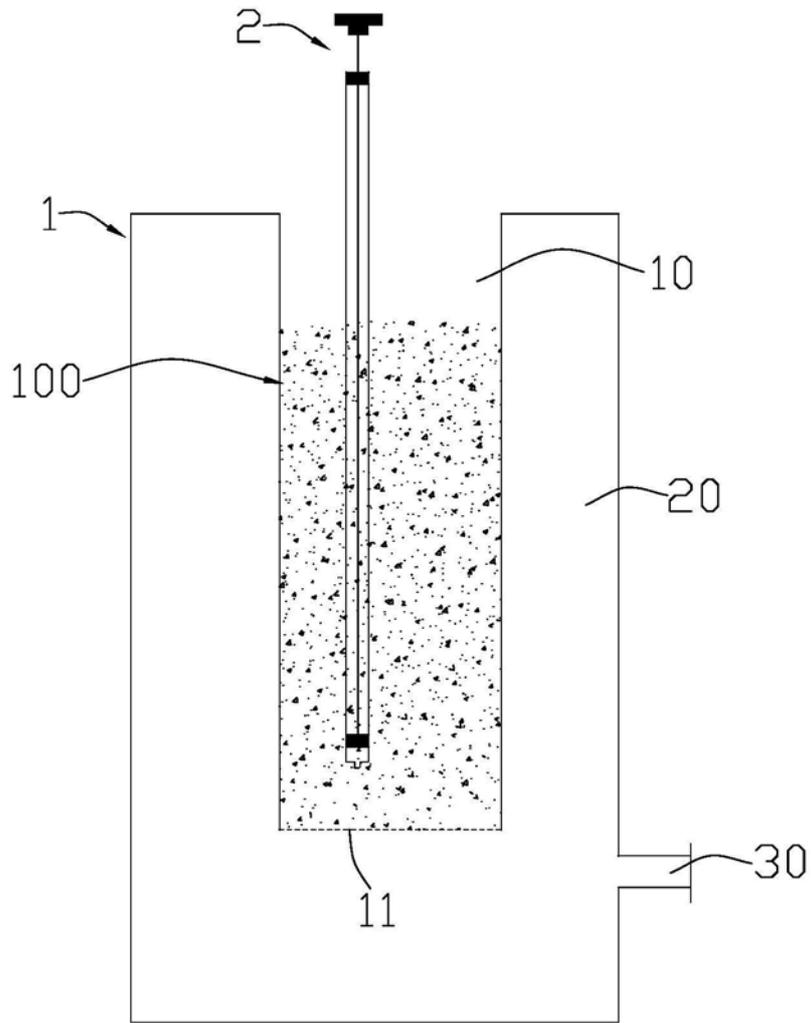


图1