

ICS 83.080.20
CCS G 32

C I E S C

团 体 标 准

T/CIESC 91-2025

锂离子电池用聚偏氟乙烯树脂

Polyvinylidene fluoride for lithium-ion batteries

中国化工学会

IEESC

2025-08-28 发布

2025-10-15 实施

中国化工学会 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。

本文件由中国化工学会提出并归口。

本文件起草单位：浙江孚诺林化工新材料有限公司、上海华谊三爱富新材料有限公司、中昊晨光化工研究院有限公司、浙江巨化股份有限公司电化厂、山东华安新材料有限公司、赣州立昌新材料股份有限公司、泰兴梅兰新材料有限公司、宁夏天霖新材料科技有限公司、宁夏氟峰新材料科技有限公司、国家市场监督管理总局国家标准技术审评中心、中国化工情报信息协会、北京中企标服国际信息技术研究院、中国化工学会。

本文件主要起草人：江晟、孙培峰、孙佩、朱世炜、黄淑良、阮晔、唐颖、叶飞扬、吴志刚、祝龙信、李萍、冯兴文、钱厚琴、熊菊华、潘大军、黄辉、张忠明、王世川、张自航、徐辉丽、刘宇、高维、付登、张长安、蒋春怡、姚建国、胡海燕。



锂离子电池用聚偏氟乙烯树脂

警示——本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了锂离子电池用聚偏氟乙烯树脂的分类与命名、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于以偏氟乙烯单体为原料经乳液聚合法或悬浮聚合法制得的锂离子电池用聚偏氟乙烯树脂。

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 191 包装储运图示标志
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 1844.1 塑料 符号和缩略语 第1部分：基础聚合物及其特征性能
- GB/T 2547 塑料 取样方法
- GB/T 2914 氯乙烯均聚和共聚树脂 挥发物(包括水)的测定
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 10247-2008 粘度测量方法
- GB/T 19466.3 塑料 差示扫描量热法(DSC) 第3部分：熔融和结晶温度及热焓的测定
- GB/T 21864-2008 聚苯乙烯的平均分子量和分子量分布的检测标准方法 高效体积排阻色谱法
- GB/T 40401 骨架密度的测量 气体体积置换法
- HG/T 2901 聚四氟乙烯树脂粒径试验方法
- VDA 19.1 技术清洁度检测 功能相关汽车部件的颗粒污染

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

二次熔融峰温范围 range of secondary melting peak temperature

在差示扫描量热法测试中，聚合物材料经过第一次加热-冷却循环后，在第二次加热过程中观察到的熔融吸热峰对应的温度区间。

4 分类与命名

4.1 固定名称

按照 GB/T 1844.1 中的规定，聚偏氟乙烯树脂的缩写代号以 PVDF 表示。

4.2 命名规则

锂离子电池用聚偏氟乙烯树脂的命名由下列五项内容组成,具体内容见表1。固定名称、聚合工艺、聚合方式、应用的代码用空格分开,二次熔融峰温范围和旋转黏度范围的代码用短横线“-”分开。

聚偏氟乙烯树脂牌号格式如下:

PVDF X X X X-X



4.3 项目代码

锂离子电池用聚偏氟乙烯树脂命名中各项目对应的代码见表1。

表1 锂离子电池用聚偏氟乙烯树脂命名中各项目对应的代码

聚合工艺		聚合方式		用途		特征性能			
代码	工艺	代码	方式	代码	应用	二次熔融峰温范围		7%旋转黏度	
						代码	℃	代码	mPa·s
S	悬浮工艺	H	均聚	0	粘结剂	0	136~141	0	≤1000
E	乳液工艺	C	共聚	1	隔膜	1	141~146	1	≤2000
				2	其他	2	146~151	2	≤3000
						3	151~156	3	≤4000
						4	156~161	4	≤5000
						5	161~166	5	≤6000
						6	166~171	6	≤7000
						7	171~176	7	≤8000
						8	176~181	8	≤9000
						9	其他	9	其他

4.4 命名示例

PVDFEH05-3: 聚偏氟乙烯,聚合工艺为“乳液工艺”,聚合方式为“均聚”,用途为“粘结剂”,二次熔融峰温度范围为“161-166”,旋转黏度范围为“≤4000”。

5 技术要求

锂离子电池用聚偏氟乙烯树脂技术要求应符合表2的规定。

表2 锂离子电池用聚偏氟乙烯树脂技术要求

项目	要求					
	悬浮均聚	悬浮共聚	乳液均聚	乳液共聚	悬浮共聚	乳液共聚
	粘结剂			隔膜		
外观	白色粉末,无结块和团聚,无肉眼可见杂质。					
挥发份, w/%	≤0.10					
重均分子量/Da	1300000 ~2100000	1000000 ~1800000	700000 ~1600000	400000 ~1300000	1000000 ~1800000	400000 ~1300000
平均粒径/μm	60~110	60~110	5~35	5~35	30~90	1~15
相对密度/(g/cm ³)	1.75~1.77	1.77~1.79	1.75~1.77	1.77~1.79	1.77~1.79	1.77~1.79

表2 锂离子电池用聚偏氟乙烯树脂技术要求（续）

项 目		要 求					
		悬浮均聚	悬浮共聚	乳液均聚	乳液共聚	悬浮共聚	乳液共聚
		粘结剂				隔膜	
金属离子/ (mg/kg)	Zn	≤					10
	Ni	≤					10
	Fe	≤					10
	Cu	≤					10
	Cr	≤					10
	Co	≤					10
磁性颗粒 (≥25 μm) / (颗/千克)		≤					80

6 试验方法

警示——试验方法规定的一些过程可能导致危险情况。操作者应采取适当的安全和防护措施。

6.1 一般规定

本文件除另有规定，所用试剂均为分析纯试剂；杂质测定用标准溶液按 GB/T 602 的规定制备；试验用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规定。

6.2 外观

取适量试样，置于称量纸上，在自然光或日光灯下目测。

6.3 二次熔融峰温范围

按照 GB/T 19466.3 规定进行测定。升/降温速率为 10 °C/min。

6.4 挥发份

6.4.1 按 GB/T 2914 规定进行测定。

6.4.2 取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次测定结果的绝对差值与算术平均值之比应不大于 10%。

6.5 7%旋转黏度

6.5.1 试样溶液配制

试样溶液配比为 PVDF:NMP（电子级 *N*-甲基吡咯烷酮）=1g:13.3g。

6.5.2 测定步骤

按照 GB/T 10247-2008 中第 4 章“旋转法”规定进行测定。将配制好的试样溶液倒入 100 mL 高型烧杯中，将烧杯置于 25 °C 的恒温水槽中，恒温 1 h。使用同轴圆筒型旋转黏度计，使用合适的转子，转速调节速度至轴距 30%~90%，于 25 °C ± 0.5 °C 条件下测定试样溶液的黏度。

6.6 重均分子量

按照 GB/T 21864-2008 中第 14 章和第 15 章的规定进行测定。流动相为 *N,N*-二甲基甲酰胺，色谱柱柱温为 35 °C，检测器和进样器温度为 35 °C。

6.7 平均粒径

按照 HG/T 2901 规定进行测定。分散剂为无水乙醇。

6.8 相对密度

按照 GB/T 40401 规定进行测定。在氮气的环境下，试样在 90 °C 烘 1 h 后再使用。

6.9 金属离子

按附录 A 的规定进行测定。

6.10 磁性颗粒 ($\geq 25 \mu\text{m}$)

按 VDA 19.1 的规定进行测定，具体操作见附录 B。

7 检验规则

7.1 检验分类

7.1.1 出厂检验

本文件表 2 中外观、挥发份，表 1 中二次熔融峰温范围、黏度为出厂检验项目，应逐批进行检验。

7.1.2 型式检验

本文件表 2 中规定的检测项目均为型式检验项目，正常情况下每年至少进行一次型式检验。有下列情况之一，应立即进行型式检验：

- 产品异地生产时；
- 生产配方、工艺及原料有较大改变时；
- 生产停产（30 天以上）又恢复生产时；
- 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；
- 监管机构要求进行型式检验时；
- 合同约定。

7.2 组批

产品以每釜在同一工艺条件下生产或同样条件下混合处理为一批。

7.3 取样

取样单元以包装箱计，按 GB/T 2547 的规定在每批产品中抽选 3 箱。取样时用取样勺从各包装内的不同部位等量抽取 1000 g 样品。将上述抽取的样品充分混合均匀，分别放入两个清洁干燥的取样袋内，密封，粘贴标签，注明名称、批号、取样日期和取样人等信息。一份作为检验用样品，另一份样品保存备查。

取样应保持清洁、干燥，防止水汽、尘土等杂质引入。允许在生产线或包装线上抽取均匀的有代表性的样品。

7.4 判定

检验结果的判定按 GB/T 8170 规定的修约值比较法进行。检验结果全部符合本文件的技术要求时，则判定该批产品合格。检验结果中，如有一项指标不符合本文件要求时，应重新自两倍量的包装单元中取样或重新加倍取样进行复验。复验结果即使只有一项指标不符合本文件的要求，则判该批产品为不合格。

7.5 仲裁流程

当供需双方对检验结果有争议时，应将封存样品提交至双方认可的具有 CMA/CNAS 资质的第三方检测机构进行仲裁检验，仲裁结果为最终依据。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 标志

产品包装外应有牢固的标志，内容包括：生产厂家名称、厂址、产品名称、等级、批号、净含量、本文件编号等内容，并符合 GB/T 191 的规定。

8.2 包装

产品应包装在聚乙烯塑料袋内，然后装在硬质纸桶或包装箱（袋）内，也可采用双层加强塑料袋包装。每箱净含量为 $(25/20 \pm 0.1)$ kg。也可按用户要求进行包装。

8.3 运输

运输过程中应确保容器不泄露、不倒塌、不坠落、不损坏。桶装产品搬运时应轻装轻卸，防止包装容器损坏，并禁止与强氧化剂、强酸等腐蚀性物品混装。运输过程中应防止阳光直晒、雨淋，防火和防止静电产生火花，远离高温区域。

8.4 贮存

产品应贮存于清洁、阴凉、通风、干燥的库房内，防止雨淋、日晒，避免水汽、尘土等杂质混入。



附录 A (规范性) 金属离子的测定

A.1 方法提要

试样经高温灼烧并用硝酸消解后,使用电感耦合等离子体原子发射光谱仪,采用工作曲线法测定试样中各金属离子的含量。

A.2 试剂和材料

A.2.1 浓硝酸:优级纯。

A.2.2 5%稀硝酸:在100 mL容量瓶中加入50 mL试验用水,然后加入5.0 mL浓硝酸(A.2.1),待溶液冷却至室温后,用水定容至刻度,摇匀备用。

A.2.3 多元素标准溶液[铁(Fe)、钴(Co)、镍(Ni)、铜(Cu)、锌(Zn)、铬(Cr)]:根据元素间相互干扰的情况和标准溶液的性质分组配制,也可直接使用有证标准物质,单个元素的质量浓度为100 mg/L。

A.3 仪器和设备

A.3.1 电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)。

A.3.2 石墨加热板。

A.3.3 分析天平:感量0.01 g。

A.4 分析步骤

A.4.1 试样溶液的制备

称取约2.5 g试样,精确至0.01 g,置于石英坩埚内。将石英坩埚放入马弗炉内,马弗炉升温至800 °C,恒温40 min。将石英坩埚从马弗炉中移出,使其冷却至室温。向坩埚中加入少量超纯水,浸润坩埚内灼烧残渣。用玻璃棒将残渣刮下、转移至100 mL烧杯中,用少量的5%稀硝酸溶液清洗石英坩埚3遍~4遍,将冲洗液倒入烧杯中,加入浓硝酸(A.2.1)至30 mL刻度后,将烧杯放在石墨加热板上,180 °C消解,在消解过程中,反复加超纯水2次~3次,烧至溶液剩15 mL左右;对上述酸溶液进行过滤、静置、冷却至室温,并多次加超纯水冲洗烧杯至过滤漏斗中(至少冲洗3次),过滤至50 mL容量瓶内,用超纯水稀释至刻度。

A.4.2 工作曲线溶液的制备

用移液管移取0.00 mL、0.1 mL、0.4 mL、1.0 mL、4.0 mL、10 mL标准溶液(A.2.3),分别置于6个100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,分别配制成单个元素浓度为0 mg/L、0.1 mg/L、0.4 mg/L、1.0 mg/L、4.0 mg/L、10.0 mg/L的多元素标准溶液。

A.4.3 工作曲线的绘制

按电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)操作规程打开仪器,待仪器处于稳定状态后,以水为空白,对工作曲线溶液(A.4.2)进行测定,以工作曲线溶液中各金属离子浓度为横坐标(mg/L),对应的响应值为纵坐标绘制工作曲线。

A.4.4 试样的测定

按照与测定工作曲线溶液相同的操作条件,对试样溶液进行测定。根据所测试样溶液的响应值,在工作曲线上查得待测金属离子的浓度(mg/L)。如样品中待测元素浓度超出曲线范围,需经稀释后重新测定。

A.4.5 结果计算

金属离子的含量 X_i ，以 mg/kg 表示，按式 A.1 计算：

$$X_i = \frac{(C_1 - C_0) \times V}{m} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

C_1 ——从曲线查出的与所测试料光谱强度对应的金属离子质量的浓度，单位为毫克每升 (mg/L)；

C_0 ——从曲线查出的与所测空白光谱强度对应的金属离子质量的数值，单位为毫克每升 (mg/L)；

V ——定容的体积量，单位为升 (L)；

m ——试样质量，单位为千克 (kg)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次测定结果的绝对偏差与其算术平均值之比应不大于 10%。



附 录 B

(规范性)

磁性颗粒 ($\geq 25 \mu\text{m}$) 的测定

B.1 方法提要

用乙醇和去离子水的混合液,溶解分散适量的试样,经过磁棒吸取磁性颗粒,从中分离出磁性颗粒,把过滤出来的颗粒抽滤,使用颗粒清洁度分析仪进行检测。

B.2 试剂和材料

- B.2.1 无水乙醇。
- B.2.2 去离子水。
- B.2.3 盐酸: 1+1。

B.3 仪器和设备

- B.3.1 颗粒清洁度分析仪。
- B.3.2 剥离抽滤装置。
- B.3.3 滤膜: $5 \mu\text{m}$ 孔径。
- B.3.4 球磨机。
- B.3.5 磁棒: 高斯 12000 GS。

B.4 分析步骤

B.4.1 测定流程

磁性颗粒测定流程如图 B.1 所示。

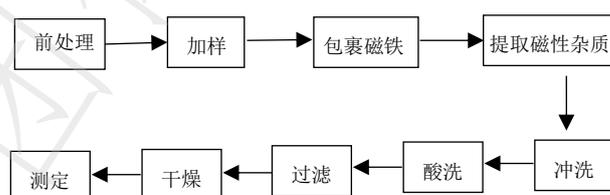


图 B.1 磁性颗粒测定流程

B.4.2 前处理

准备三个球磨机搅拌桶,编号 1 号、2 号、3 号,均用去离子水清洗干净。每个搅拌桶内加入 1500 mL 无水乙醇和 4.5 L (± 0.2 L) 去离子水后放入磁棒,密封搅拌桶。分别放入球磨机中,设置转速 60 r/min,搅拌 5 min 后取出磁棒,备用。整个试验过程需全程佩戴一次性手套。

B.4.3 试验

B.4.3.1 加样

将试样用除磁块 (6000GS 以上) 除磁后,从试样袋中取出,称取 (1 ± 0.05) kg 试样加入到 1 号搅拌桶中,用玻璃棒搅拌 2 min ~3 min,确保试样搅拌过程中不洒出。

B.4.3.2 包裹磁棒

磁棒两头(12000GS 以上)用皱纹胶封三圈后,将除磁后的热缩管套在磁棒上,将热封机调节至 4~5 档,对热塑管的两端封口。热缩管两端各需要封口 3 次,每次加热封口 3 s~5 s。封口后的磁棒立即放入 1 号搅拌桶,密封搅拌桶。

B.4.3.3 提取磁性杂质

将装有试样的 1 号搅拌桶放入球磨机中,设置转速 60 r/min,搅拌 20 min。旋开搅拌桶压杆,将压杆放在干净台面上。戴一次性手套,用除磁块吸附手套表面的磁性颗粒,打开 1 号桶盖,取出磁棒,放入未加入试样的 2 号搅拌桶内,继续搅拌,重复以上搅拌和取出磁棒的步骤,直至未加入试样的 3 号搅拌桶搅拌完。

B.4.3.4 冲洗

旋开 3 号搅拌桶压杆,将压杆放入干净的台面上,打开 3 号搅拌桶,取出磁棒,放到干净的 500 mL 烧杯内,用装有去离子水的洗瓶冲洗磁棒表面。取出烧杯中的磁棒,用陶瓷剪刀把热缩管的一头剪开,把热缩管上边缘部分翻折,取出磁棒。用去离子水将热缩管及烧杯壁上的磁性物质全部冲洗到烧杯中。烧杯底部外用磁块将磁性物质吸附聚集,用去离子水漂洗烧杯 2 次~3 次,直到烧杯内液体澄清。

B.4.3.5 酸洗

移取 20 mL (B.2.3) 盐酸溶液,缓慢倒入至上述烧杯中,用去磁后的保鲜膜封口后,放置在超声仪上超声 2 min 后,烧杯底部外用磁块将吸附烧杯底部,用去离子水漂洗烧杯 3 次~5 次,降低盐酸溶液浓度,清洗掉超声出的非磁性颗粒。保留 50 mL~100 mL 液体待抽滤。

B.4.3.6 过滤

使用除磁过的去离子水对玻璃漏斗抽滤 2 遍,在砂芯过滤器上放置专用滤膜,并组装好砂芯过滤装置。将烧杯中的液体 (B.4.2.5) 倒入玻璃漏斗内,并同时用去离子水冲洗烧杯壁,保证提取的磁性物质全部分散在滤纸上。

B.4.3.7 干燥

将抽滤后的滤膜放至干净除磁过的表面皿中,其表面附有磁性颗粒,用表面皿遮盖并放入烘箱内,80 °C 干燥 (12±2) min 后取出冷却至室温。

B.4.3.8 测定

将干燥后滤膜平移至专用塑料载物片内的白色纸垫上,用透明载物片盖实。使用颗粒清洁度分析仪进行测试,焦距调至最大值,调节仪器倍率至 2.5 倍。

B.4.4 结果计算

测试完成后需对 25 μm 以上的磁性颗粒和非磁性颗粒进行人工复核,排除设备误判。磁性颗粒数 T,以颗/千克表示,按式 B.1 计算。

$$T = \frac{C_1 \times 1/2 + C_2}{m} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

C_1 ——25 μm~100 μm 的颗粒数,单位为颗;

C_2 ——100 μm 以上的颗粒数(包括 100 μm),单位为颗;

m ——试样质量,单位为千克(kg)。

本标准版权归中国化工学会所有。除了用于国家法律或事先得到中国化工学会文字上的许可外，不许以任何形式复制该标准。
中国化工学会地址：北京市朝阳区安定路 33 号化信大厦 B 座 7 层
邮政编码：100029 电话：010-64455951 传真：010-64411194
网址：www.ciesc.cn

