

团 体 标 准

T

T/TMAC ×××—202X

硅碳负极用复合铜箔制备技术规范

Technical specification for preparation of composite
copper foil for silicon-carbon anode

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

已授权的专利证明材料为专利证书复印件或扉页，已公开但尚未授权的专利申请证明材料为专利公开通知书复印件或扉页，未公开的专利申请的证明材料为专利申请号和申请日期。

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中国技术市场协会 发布

中国技术市场协会（TMAC）是科技领域内国家一级社团，以宣传和促进科技创新，推动科技成果转移转化，规范交易行为，维护技术市场运行秩序为使命。为满足市场需要，做大做强科技服务业，依据《中华人民共和国标准化法》《团体标准管理规定》，中国技术市场协会有序开展标准化工作。本团体成员和相关领域组织及个人，均可提出修订 TMAC 标准的建议并参与有关工作。TMAC 标准按《中国技术市场协会团体标准管理办法》《中国技术市场协会团体标准工作程序》制定和管理。TMAC 标准草案经向社会公开征求意见，并得到参加审定会议多数专家、成员的同意，方可予以发布。

在本文件实施过程中，如发现需要修改或补充之处，请将意见和有关资料反馈至中国技术市场协会，以便修订时参考。

本作品著作权归中国技术市场协会所有。除了用于国家法律或事先得到中国技术市场协会正式授权或许可外，不许以任何形式复制本文件。第三方机构依据本文件开展认证、评价业务，须向中国技术市场协会提出申请并取得授权。

中国技术市场协会地址：北京市海淀区复兴路甲 23 号城乡华懋大厦 12 层 1217。

邮政编码：100036 电话：010-68270447 传真：010-68270453

网址：www.ctm.org.cn 电子信箱：136162004@qq.com

目 次

前 言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 工作要求	1
4.1 原辅料要求	1
4.2 环境要求	2
4.3 安全要求	2
5 制备流程与系统组成	2
5.1 制备流程	2
5.2 系统组成	2
6 控制要求	3
7 试验方法	3

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。

本文件由中国技术市场协会提出并归口。

本文件起草单位：四川铭丰电子材料科技有限公司、江苏洪田科技股份有限公司、长三角先进材料研究院、河海大学、浙江纳狮复合集流体有限公司、北京中研博采技术服务有限公司。

本文件主要起草人：王鹏举、朱开星、李华清、罗红梅、黄磊、明智耀、贲素东、乐志斌、夏卫彬。

硅碳负极用复合铜箔制备技术规范

1 范围

本文件规定了硅碳负极用复合铜箔制备的工作要求、制备流程与系统组成、控制要求、验证方法等内容。

本文件适用于以高分子聚合物薄膜为基材，通过电解沉积在两侧形成铜层的复合铜箔制备过程，用于锂离子电池硅碳负极集流体的复合铜箔的生产过程控制、检验。

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 1552 硅单晶电阻率的测定 直排四探针法和直流两探针法
- GB/T 2790 胶粘剂180°剥离强度试验方法 挠性材料对刚性材料
- GB/T 5230 印制板用电解铜箔
- GB/T 6040 红外光谱分析方法通则
- GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 11337 平面度误差检测
- GB/T 13298 金属显微组织检验方法
- GB 16297 大气污染物综合排放标准
- GB/T 25915.1 洁净室及相关受控环境 第1部分：按粒子浓度划分空气洁净度等级
- GB/T 30709 层压复合垫片材料压缩率和回弹率试验方法
- GB/T 31197 无机化工产品 杂质阴离子的测定 离子色谱法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

硅碳负极用复合铜箔 composite copper foil for silicon-carbon anode

由铜箔基底与硅碳复合材料层通过特定方法复合而成，用于锂离子电池硅碳负极的集流体材料。

4 工作要求

4.1 原辅料要求

硅碳负极用复合铜箔制备原辅料一般要求应满足以下内容：

- a) 高分子基膜：厚度公差 $\leq \pm 0.5 \mu\text{m}$ ，表面无划伤、异物、针孔；
- b) 电解用硫酸铜：纯度 $\geq 99.0\%$ ，重金属杂质总量 $\leq 50 \text{ ppm}$ ；
- c) 硫酸：工业级及以上，浓度 $\geq 98\%$ ；
- d) 去离子水：符合GB/T 6682规定的二级水标准。

4.2 环境要求

环境要求应满足以下内容：

- 生产车间洁净度不低于GB/T 25915.1规定的ISO 8级要求，温度控制为 $23\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度 $\leq 60\%$ ；
- 过程中废气排放满足GB 16297的二级限值，粉尘浓度 $\leq 1\text{mg}/\text{m}^3$ ；
- 噪声声压级 $\leq 70\text{dB(A)}$ 。

温湿度控制

环境温度通常控制在 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ - $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，湿度低于40%，以避免铜箔氧化、镀层不均；

防静电与无尘

工艺中使用高精度设备，需配备防静电设施和高效的空气过滤系统，确保铜箔表面平整、无缺陷。

4.3 人员与防护要求

人员与防护要求应满足以下内容：

- 作业人员持有电工作业特种作业证书，并掌握电解液应急处理能力；
- 作业现场应配备A级防化服、自给式呼吸装备。

5 制备流程与系统组成

5.1 制备流程

制备复合铜箔的典型制备流程如图1所示。

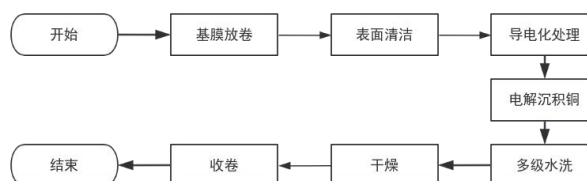


图1 复合铜箔制备流程图

5.2 系统组成

硅碳负极用复合铜箔制备单元应包含表1规定的功能。

表1 硅碳负极用复合铜箔制备单元功能要求

单元	功能要求
放卷/收卷系统	具备恒张力控制（张力波动 $\leq \pm 2\%$ ），线速度可调范围 $0.5\text{ m}/\text{min}\sim 10\text{ m}/\text{min}$
表面清洁单元	采用无纺布辊刷+去离子水喷淋或等离子清洗，去除基膜表面颗粒与有机污染物
导电化处理单元	如磁控溅射设备，应能稳定制备连续、均匀的导电层
电解沉积槽	配置可溶性铜阳极或惰性阳极，电解液循环过滤（精度 $\leq 5\text{ }\mu\text{m}$ ），温度控制精度 $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$
整流电源	输出直流电流，纹波系数 $\leq 5\%$ ，具备电流/电压实时监控与记录功能
水洗系统	至少三级逆流去离子水喷淋，末级水洗电导率 $\leq 10\text{ }\mu\text{S}/\text{cm}$
干燥系统	热风或红外干燥，出口箔材表面水分残留 $\leq 50\text{ mg}/\text{m}^2$
在线监测系统	实时采集并存储电流密度、电解液温度、pH、线速度等关键参数

6 控制要求

硅碳负极用复合铜箔制备控制要求应符合表2的规定。

表2 硅碳负极用复合铜箔制备控制要求

单元	控制要求
基膜放卷	1. 放卷张力控制在50N~200N, 张力波动 $\leq \pm 2\%$, 符合5.2条放卷/收卷系统要求; 2. 放卷速度在0.5m/min~10m/min可调范围内, 与后续工序速度匹配, 无明显速度波动; 3. 放卷过程中基膜无拉伸变形、起皱、撕裂等缺陷, 边缘对齐偏差 $\leq \pm 0.5\text{mm}$
表面清洁	1. 采用无纺布辊刷+去离子水喷淋或等离子清洗, 符合5.2条表面清洁单元要求; 2. 清洁后基膜表面粒径 $\geq 5\mu\text{m}$ 的杂质数量 ≤ 3 个/ m^2 , 有机污染物残留量 $\leq 10\text{mg}/\text{m}^2$; 3. 清洁后基膜无新增划伤、针孔、破损等问题
导电化处理	1. 导电层厚度为50nm~200nm, 厚度均匀性偏差 $\leq \pm 10\%$; 2. 导电层方阻 $\leq 5\Omega/\square$, 连续无断点, 方阻波动 $\leq \pm 15\%$; 3. 导电层与基膜结合牢固, 采用胶带粘贴撕离试验无脱落现象; 4. 连续生产过程中, 导电层性能波动幅度 $\leq \pm 10\%$
电解沉积铜	1. 电解液参数: 硫酸铜浓度180g/L~220g/L, 硫酸浓度60g/L~100g/L, 温度 $23^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$, pH值0.5~1.5; 电解液循环过滤精度 $\leq 5\mu\text{m}$, 槽内杂质含量 $\leq 10\text{mg}/\text{L}$; 2. 电源参数: 输出直流电流, 纹波系数 $\leq 5\%$, 电流稳定性偏差 $\leq \pm 5\%$, 符合5.2条整流电源要求; 3. 电流密度控制在 $1\text{A}/\text{dm}^2 \sim 5\text{A}/\text{dm}^2$, 根据目标铜层厚度精准调控; 4. 铜层质量: 总铜层厚度 $1\mu\text{m} \sim 5\mu\text{m}$ (单侧 $0.5\mu\text{m} \sim 2.5\mu\text{m}$), 厚度均匀性偏差 $\leq \pm 8\%$; 铜层与基膜剥离强度 $\geq 0.5\text{N}/\text{mm}$; 铜层表面无夹杂、气孔、起鼓等缺陷
多级水洗	1. 采用至少三级逆流去离子水喷淋, 符合5.2条水洗系统要求; 2. 末级水洗电导率 $\leq 10\mu\text{S}/\text{cm}$; 3. 水洗后复合铜箔表面残留硫酸根离子含量 $\leq 50\text{ppm}$, 无明显水渍、污渍残留
干燥	1. 采用热风或红外干燥, 符合5.2条干燥系统要求; 2. 出口箔材表面水分残留 $\leq 50\text{mg}/\text{m}^2$; 3. 干燥后箔材无翘曲、变形, 平整度偏差 $\leq 2\text{mm}/\text{m}$
收卷	1. 收卷张力控制在80N~250N, 张力波动 $\leq \pm 2\%$, 符合5.2条放卷/收卷系统要求; 2. 收卷速度与前序工序速度匹配, 在0.5m/min~10m/min可调范围内; 3. 收卷后卷径偏差 $\leq \pm 5\text{mm}$, 卷芯无偏移、松散现象; 箔材边缘整齐度偏差 $\leq \pm 0.5\text{mm}/\text{m}$, 无毛刺、撕裂缺陷

7 试验方法

硅碳负极用复合铜箔制备控制试验方法按照表3的执行。

表3 硅碳负极用复合铜箔制备控制试验方法

单元	验证方法	执行标准
基膜放卷	1. 采用张力传感器实时采集放卷张力数据, 连续采集30min, 5次/s, 计算张力波动值; 2. 采用激光测速仪测量放卷速度, 每5min记录1次, 连续记录10次; 3. 状态调节后, 目测观察基膜表面及边缘, 采用精度0.01mm的游标卡尺测量边缘对齐偏差	GB/T 30709

表面清洁	<ol style="list-style-type: none"> 1. 采用高精度表面缺陷检测仪（检测精度$\geq 1\mu\text{m}$）全幅面扫描，统计$\geq 5\mu\text{m}$杂质数量；采用红外光谱分析仪检测有机污染物残留量； 2. 根据GB/T 16276规定的标准环境，以1m/min速度目测观察，或采用表面缺陷检测仪扫描，确认基膜无新增划伤、针孔 	GB/T 6040
导电化处理	<ol style="list-style-type: none"> 1. 采用透射电子显微镜（TEM）在导电层不同位置（至少5个点）测量厚度，计算均匀性偏差； 2. 采用四探针测试仪，在导电层表面均匀选取10个测试点，每个点测试3次，取平均值，计算方阻波动值； 3. 采用3M胶带粘贴导电层表面，快速撕离后观察导电层是否脱落； 4. 连续生产过程中，每1h取样1次，共取5次，按上述对应标准方法检测导电层厚度和方阻，计算波动幅度 	GB/T 1551
电解沉积铜	<ol style="list-style-type: none"> 1. 电解液参数检测：采用重量法测定硫酸铜浓度，酸碱滴定法测定硫酸浓度；采用精密温度计测量温度（精度$\pm 0.1^\circ\text{C}$），pH计（精度± 0.01）测量pH值；采用激光粒度仪检测电解液过滤精度，重量法测定槽内杂质含量，每30min记录1次数据，连续记录10次； 2. 电源参数检测：采用示波器测量输出电流纹波系数，直流电源分析仪监测电流稳定性，连续测试1h，每5min记录1次； 3. 电流密度校准：采用电流传感器结合箔材有效沉积面积计算实际电流密度，每1h校准1次； 4. 铜层质量检测：采用X射线测厚仪在箔材不同位置（至少10个点）测量铜层厚度，计算均匀性偏差；按GB/T 2790规定的方法测试铜层与基膜剥离强度；采用GB/T 13298规定的金相显微镜观察铜层表面及截面，检查是否存在夹杂、气孔、起鼓等缺陷 	GB/T 2790 GB/T 5230 GB/T 13298
多级水洗	<ol style="list-style-type: none"> 1. 采用GB/T 6682规定的方法，在末级水洗出口处测量，每2min记录1次，连续记录10次，取平均值； 2. 采用离子色谱仪检测表面硫酸根离子含量； 3. 自然光下目测观察表面是否有水渍、污渍，采用白绸布擦拭表面，检查绸布是否有污染物 	GB/T 6682 GB/T 31197
干燥	<ol style="list-style-type: none"> 1. 采用GB/T 6283规定的卡尔·费休法，选取3个10cm\times10cm的代表性样品，测定表面水分含量，取平均值； 2. 采用GB/T 11337固定测量箔材平整度偏差； 3. 目测观察箔材表面是否有翘曲、变形、氧化痕迹 	GB/T 6283 GB/T 11337
收卷	<ol style="list-style-type: none"> 1. 采用张力传感器实时采集收卷张力数据，连续采集30min，每1min记录1次，计算张力波动值； 2. 采用激光测速仪测量收卷速度，每5min记录1次，连续记录10次； 3. 采用卷尺测量卷径，计算偏差值；采用游标卡尺测量箔材边缘整齐度，每1m测量1次，连续测量5次；目测观察卷芯是否偏移、松散，箔材是否有毛刺、撕裂 	GB/T 30709