



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106935853 B

(45)授权公告日 2020.08.11

(21)申请号 201710278025.1

H01M 4/62(2006.01)

(22)申请日 2017.04.25

H01M 10/0525(2010.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 106935853 A

(43)申请公布日 2017.07.07

(73)专利权人 湖北亿纬动力有限公司

地址 448000 湖北省荆门市荆门高新区管
委会办公大楼七楼湖北金泉新材料有
限责任公司

(56)对比文件

CN 101521271 A, 2009.09.02,

CN 104766948 A, 2015.07.08,

CN 102593423 A, 2012.07.18,

CN 101694872 A, 2010.04.14,

审查员 井二宝

(72)发明人 李光 龙猛 马成勇 吕正中

(74)专利代理机构 北京品源专利代理有限公司

11332

代理人 巩克栋

(51)Int.Cl.

H01M 4/58(2010.01)

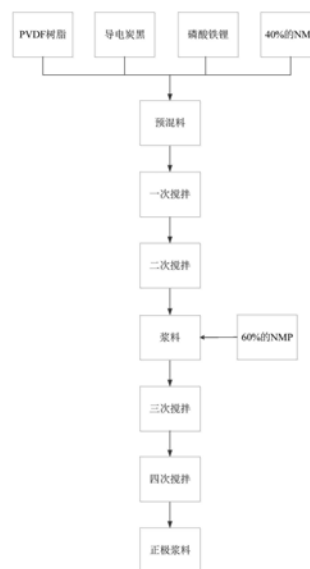
权利要求书2页 说明书5页 附图1页

(54)发明名称

一种正极浆料、其制备方法及应用

(57)摘要

本发明公开了一种正极浆料、其制备方法及应用,本发明的方法包括以下步骤:1)将粘结剂、导电剂、正极活性物质与一部分N-甲基吡咯烷酮NMP混合,得到预混料;2)对步骤1)得到的预混料进行捏合搅拌;3)加入余量的NMP,搅拌,得到正极浆料。采用本发明的方法可以缩短整体搅拌制浆时间至165~195min,而且,得到的正极浆料的固含量高,达 $56\pm 1\%$,可显著降低成本;采用本发明的正极浆料制备正极时,涂布生产效率升高25%,达到25~30m/min。



1. 一种正极浆料的制备方法,其特征在于,所述方法包括以下步骤:

(1) 将粘结剂、导电剂、正极活性物质与一部分N-甲基吡咯烷酮NMP混合,得到预混料,所述粘结剂、导电剂和正极活性物质的总质量与所述一部分NMP的质量比为60%~80%,以制备正极浆料使用的总溶剂量为100%计,所述一部分NMP的质量百分比为30%~50%;

(2) 对步骤(1)得到的预混料进行捏合搅拌;

(3) 加入余量的NMP,在公转20rpm~25rpm且自转1200rpm~1300rpm的条件下三次搅拌60min;

(4) 对步骤(3)得到的浆料在只开启10rpm公转,不开启自转的条件下搅拌30min,得到正极浆料;

其中,步骤(2)所述捏合搅拌为:先在公转10rpm~15rpm且自转500rpm~600rpm的条件下一次搅拌15min,然后在公转25rpm~30rpm且自转1000rpm~1100rpm的条件下二次搅拌90min;

所述正极浆料的搅拌制浆时间为165min~195min;

所述正极浆料的固含量为55~57%;

采用所述正极浆料制备正极,涂布生产效率达到25~30m/min。

2. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,以步骤(1)所述粘结剂、导电剂和正极活性物质的总质量为100%计,所述粘结剂、导电剂和正极活性物质的质量比为(2~3):(2~3):(94~96)%。

3. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,以制备正极浆料使用的总溶剂量为100%计,步骤(1)所述一部分NMP的质量百分比为40%。

4. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述粘结剂为聚偏二氟乙烯PVDF树脂。

5. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述导电剂为炭黑。

6. 根据权利要求4所述的方法,其特征在于,所述导电剂为导电炭黑。

7. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述正极活性物质为磷酸铁锂。

8. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,步骤(1)所述预混料的粘度为50000mpa.s~80000mpa.s。

9. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述一次搅拌的过程中,公转的速度为15rpm。

10. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述一次搅拌的过程中,自转的速度为500rpm。

11. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述二次搅拌的过程中,公转的速度为25rpm。

12. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述二次搅拌的过程中,自转的速度为1000rpm。

13. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述三次搅拌的过程中,公转的速度为25rpm。

14. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述三次搅拌的过程中,自转的速度为1200rpm。

15. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述方法包括以下步骤:

(1) 将PVDF树脂、导电炭黑、磷酸铁锂与40%的NMP混合,得到预混料,而且,PVDF树脂、炭黑和磷酸铁锂的总质量与所述40%的NMP的质量比为65%;

(2) 将步骤(1)得到的预混料先在公转15rpm且自转500rpm的条件下一次搅拌15min,然后在公转25rpm且自转1000rpm的条件下二次搅拌90min;

(3) 加入剩余的60%的NMP,在公转25rpm且自转1200rpm的条件下三次搅拌60min;

(4) 将步骤(3)得到的浆料在只开启10rpm公转,不开启自转的条件下四次搅拌30min,得到正极浆料。

16. 如权利要求1-15任一项所述方法制备得到的正极浆料。

17. 一种正极,其特征在于,所述正极的原料组分中包含权利要求16所述的正极浆料。

18. 如权利要求17所述的正极,其特征在于,所述正极通过如下方法制备得到:对权利要求16所述正极浆料过150目筛,然后将筛后产物涂布到集流体上,干燥得到正极。

19. 一种锂离子电池,其特征在于,所述锂离子电池包含权利要求17或18所述的正极。

一种正极浆料、其制备方法及用途

技术领域

[0001] 本发明涉及属于电化学材料技术领域,涉及一种浆料、其制备方法及用途,尤其涉及一种正极浆料、其制备方法以及在锂离子电池的用途。

背景技术

[0002] 锂离子电池由于具有比能量大、工作电压高、循环使用寿命长、无记忆效应、自放电小、无污染绿色环保等优点,已被广泛应用于便携移动电子设备、电动汽车及储能系统。随着锂离子电池的发展,对电池的一致性和自放电率提出了更高的要求,而浆料是否均一及稳定直接影响浆料涂布的质量,进而影响电池的一致性和最终性能。电极的匀浆工艺主要与搅拌的时间、温度和线速度相关,一般而言,搅拌时间越长,温度越高、线速度越快,浆料的分散效果越好。

[0003] 目前流行的锂离子电池正极匀浆方案采取,先制成均匀稳定胶液,在胶液中分步实现导电剂与活性物质的分散,最终达到浆料的均质化。采用此种搅拌方式,具有能准确知晓整个分散过程状态的特点,但由于属于分步分散,从而搅拌分散工作时间较长,且在分散过程中需确认分散效果,浆料固含量较低,相应溶剂量增加,整体材料成本较高。

[0004] CN 102738446 B公开了一种锂离子电池浆料的制备方法,包括:1)使用粘结剂制备浓度为3~7%的胶液;2)将活性物质和导电剂在三臂行星搅拌机中,低速下均匀混合形成粉体;3)在步骤2)的粉体中加入溶剂的总量的1~15%,在低速下据磨混合形成湿粉体;4)在步骤3)的湿粉体中加入胶液的20~50%和剩余的溶剂,在高速下均匀混合,所述低速为5~8rpm,高速为22~24rpm;5)加入剩余的胶液,先在低速下均匀搅拌5~10分钟,然后在高速下搅拌2~5小时,形成锂离子电池浆料。这种搅拌工艺虽然能够保证浆料的均一性,但搅拌时间长、工艺复杂,不适合生产操作。

发明内容

[0005] 针对现有技术存在的上述问题,本发明目的在于提供一种正极浆料、其制备方法及用途。解决了传统的搅拌时间长,以及浆料固含量低导致的成本较高的问题。

[0006] 为达上述目的,本发明采用以下技术方案:

[0007] 第一方面,本发明提供一种正极浆料的制备方法,所述方法包括以下步骤:

[0008] (1)将粘结剂、导电剂、正极活性物质与一部分N-甲基吡咯烷酮(N-Methyl pyrrolidone,NMP)混合,得到预混料;

[0009] (2)对步骤(1)得到的预混料进行捏合搅拌;

[0010] (3)加入余量的NMP,搅拌;

[0011] 其中,步骤(2)所述捏合搅拌为:先在公转10rpm~15rpm且自转500rpm~600rpm的条件下一次搅拌15min,然后在公转25rpm~30rpm且自转1000rpm~1100rpm的条件下二次搅拌。

[0012] 优选地,以步骤(1)所述粘结剂、导电剂和正极活性物质的总质量为100%计,所述

粘结剂、导电剂和正极活性物质的质量比为(2~3) % : (2~3) % : (94~96) % , 例如为2 % : 3 % : 95 %、3 % : 3 % : 94 %、2 % : 2 % : 96 %或2.5 % : 2.5 % : 95 %等。

[0013] 优选地, 步骤(1)所述粘结剂、导电剂和正极活性物质的总质量与步骤(1)所述一部分NMP的质量比为60 % ~ 80 % , 例如为60 %、63 %、65 %、70 %、72 %、74 %、76 %、78 %或80 %等。

[0014] 优选地, 以制备正极浆料使用的总NMP量(即步骤(1)所述一部分NMP与步骤(3)所述余量的NMP的总和)为100 %计, 步骤(1)所述一部分NMP的质量百分比为30 % ~ 50 % , 例如为30 %、32 %、35 %、36 %、38 %、40 %、41 %、43 %、45 %、47 %或50 %等, 优选为40 %。

[0015] 优选地, 所述粘结剂为聚偏二氟乙烯(polyvinylidene difluoride, PVDF)。

[0016] 优选地, 所述导电剂为炭黑, 优选为导电炭黑。

[0017] 优选地, 所述正极活性物质为磷酸铁锂。

[0018] 优选地, 步骤(1)所述预混料的粘度为50000mpa.s ~ 80000mpa.s , 例如为50000mpa.s、55000mpa.s、60000mpa.s、62500mpa.s、65000mpa.s、70000mpa.s、75000mpa.s或80000mpa.s等。

[0019] 优选地, 所述一次搅拌的过程中, 公转的速度为15rpm。

[0020] 优选地, 所述一次搅拌的过程中, 自转的速度为500rpm。

[0021] 优选地, 所述二次搅拌的过程中, 公转的速度为25rpm。

[0022] 优选地, 所述二次搅拌的过程中, 自转的速度为1000rpm。

[0023] 优选地, 步骤(3)所述搅拌为: 在公转20rpm ~ 25rpm且自转1200rpm ~ 1300rpm的条件下三次搅拌60min。

[0024] 优选地, 所述三次搅拌的过程中, 公转的速度为25rpm。

[0025] 优选地, 所述三次搅拌的过程中, 自转的速度为1200rpm。

[0026] 作为本发明所述方法的优选技术方案, 所述方法还包括在步骤(3)之后进行步骤(4): 对步骤(3)得到的浆料进行稳定搅拌。

[0027] 优选地, 步骤(4)所述稳定搅拌为: 在只开启公转, 不开启自转的条件下搅拌30min。

[0028] 优选地, 所述稳定搅拌的过程中, 公转的速率为10rpm。

[0029] 作为本发明所述方法的进一步优选技术方案, 所述方法包括以下步骤:

[0030] (1) 将PVDF树脂、导电炭黑、磷酸铁锂与40 %的N-甲基吡咯烷酮NMP混合, 得到预混料, 而且, PVDF树脂、炭黑和磷酸铁锂的总质量与所述40 %的NMP的质量比为65 %;

[0031] (2) 将步骤(1)得到的预混料先在公转15rpm且自转500rpm的条件下一次搅拌15min, 然后在公转25rpm且自转1000rpm的条件下二次搅拌90min;

[0032] (3) 加入剩余的60 %的NMP, 在公转25rpm且自转1200rpm的条件下三次搅拌60min;

[0033] (4) 将步骤(3)得到的浆料在只开启10rpm公转, 不开启自转的条件下四次搅拌30min, 得到正极浆料。

[0034] 第二方面, 本发明提供如第一方面所述方法制备得到的正极浆料。

[0035] 第三方面, 本发明提供一种正极, 所述正极的原料组分中包含第二方面所述的正极浆料。

[0036] 所述“正极的原料组分”指制备正极时采用的原料。

[0037] 优选地,所述正极通过如下方法制备得到:对第二方面所述的正极浆料过150目筛,然后将筛后产物涂布到集流体上,干燥得到正极。

[0038] 第四方面,本发明提供一种锂离子电池,所述锂离子电池包含第三方面所述的正极。

[0039] 与已有技术相比,本发明具有如下有益效果:

[0040] (1) 本发明通过使用NMP作为溶剂,并分两部分在第(1)和第(4)步骤加入,配合合适的搅拌工艺制备正极浆料,整体搅拌制浆时间可压缩至165min~195min,较常规减少200min。

[0041] (2) 本发明减少了挥发溶剂的用量,提高了烘烤效率,减短了烘烤有效时间,提高了涂布效率。

[0042] (3) 采用本发明的方法制备得到的正极浆料的固含量高,可达 $56\pm 1\%$,只需验证最后一步分散效果,整体固含量较常规湿法搅拌工艺高3~5个百分点。

[0043] (4) 采用本发明的正极浆料制备正极时,涂布生产效率升高25%,达到25~30m/min。

附图说明

[0044] 图1是本发明实施例1制备正极浆料的工艺流程图。

具体实施方式

[0045] 下面结合附图并通过具体实施方式来进一步说明本发明的技术方案。

[0046] 本发明中对重量单位不作限定,本发明中的“g”可替换成“kg”、“斤”或“公斤”等重量单位。

[0047] 实施例1

[0048] 本实施例提供了一种制备正极浆料的方法(其工艺流程图参见图1),包括以下步骤:

[0049] (1) 将2g PVDF树脂、3g导电炭黑和95g磷酸铁锂与21.54g的NMP(此处使用的NMP占总的NMP的40%)混合,得到预混料;

[0050] (2) 将步骤(1)得到的预混料先在公转15rpm且自转500rpm的条件下一次搅拌15min,然后在公转25rpm且自转1000rpm的条件下二次搅拌90min;

[0051] (3) 加入剩余的32.30g的NMP(此处使用的NMP占总的NMP的60%),在公转25rpm且自转1200rpm的条件下三次搅拌60min;

[0052] (4) 将步骤(3)得到的浆料在只开启10rpm公转,不开启自转的条件下四次搅拌30min,得到正极浆料。

[0053] 采用本实施例的正极浆料制备正极:先对正极浆料过150目筛,然后进行涂布,涂布生产效率升高25%,达到25~30m/min。

[0054] 实施例2

[0055] 本实施例提供了一种制备正极浆料的方法,包括以下步骤:

[0056] (1) 将3g PVDF树脂、3g导电炭黑和94g磷酸铁锂与18.85g的NMP(此处使用的NMP占总的NMP的35%)混合,得到预混料;

[0057] (2) 将步骤(1)得到的预混料先在公转12rpm且自转550rpm的条件下一次搅拌15min,然后在公转28rpm且自转1050rpm的条件下二次搅拌90min;

[0058] (3) 加入剩余的35g的NMP(此处使用的NMP占总的NMP的65%),在公转20rpm且自转1250rpm的条件下三次搅拌60min,得到正极浆料。

[0059] 采用本实施例的正极浆料制备正极:先对正极浆料过150目筛,然后进行涂布,涂布生产效率升高25%,达到25~30m/min。

[0060] 实施例3

[0061] 本实施例提供了一种制备正极浆料的方法,包括以下步骤:

[0062] (1) 将3g PVDF树脂、2.5g导电炭黑和94.5g磷酸铁锂与19.29g的NMP(此处使用的NMP占总的NMP的45%)混合,得到预混料;

[0063] (2) 将步骤(1)得到的预混料先在公转15rpm且自转600rpm的条件下一次搅拌15min,然后在公转30rpm且自转1000rpm的条件下二次搅拌90min;

[0064] (3) 加入剩余的23.57g的NMP(此处使用的NMP占总的NMP的55%),在公转22rpm且自转1280rpm的条件下三次搅拌60min;

[0065] (4) 将步骤(3)得到的浆料在只开启10rpm公转,不开启自转的条件下四次搅拌30min,得到正极浆料。

[0066] 采用本实施例的正极浆料制备正极:先对正极浆料过150目筛,然后进行涂布,涂布生产效率升高25%,达到25~30m/min。

[0067] 实施例4

[0068] 本实施例提供了一种制备正极浆料的方法,包括以下步骤:

[0069] (1) 将2g PVDF树脂、2.5g碳纳米管和95.5g钴酸锂与13.33g的NMP(此处使用的NMP占总的NMP的40%)混合,得到预混料;

[0070] (2) 将步骤(1)得到的预混料先在公转15rpm且自转550rpm的条件下一次搅拌15min,然后在公转27.5rpm且自转1000rpm的条件下二次搅拌90min;

[0071] (3) 加入剩余的20g的NMP(此处使用的NMP占总的NMP的60%),在公转20rpm且自转1275rpm的条件下三次搅拌60min;

[0072] (4) 将步骤(3)得到的浆料在只开启10rpm公转,不开启自转的条件下四次搅拌30min,得到正极浆料。

[0073] 采用本实施例的正极浆料制备正极:先对正极浆料过150目筛,然后进行涂布,涂布生产效率升高25%,达到25~30m/min。

[0074] 实施例5

[0075] 本实施例提供了一种制备正极浆料的方法,包括以下步骤:

[0076] (1) 将2g PVDF树脂、2.5g科琴黑和95.5g钴锰酸锂与14.00g的NMP(此处使用的NMP占总的NMP的42%)混合,得到预混料;

[0077] (2) 将步骤(1)得到的预混料先在公转15rpm且自转500rpm的条件下一次搅拌15min,然后在公转29rpm且自转1030rpm的条件下二次搅拌90min;

[0078] (3) 加入剩余的19.33g的NMP(此处使用的NMP占总的NMP的38%),在公转22.5rpm且自转1200rpm的条件下三次搅拌60min,得到正极浆料。

[0079] 采用本实施例的正极浆料制备正极:先对正极浆料过150目筛,然后进行涂布,涂

布生产效率升高25%，达到25～30m/min。

[0080] 申请人声明，本发明通过上述实施例来说明本发明的详细方法，但本发明并不局限于上述详细方法，即不意味着本发明必须依赖上述详细方法才能实施。所属技术领域的技术人员应该明了，对本发明的任何改进，对本发明产品各原料的等效替换及辅助成分的添加、具体方式的选择等，均落在本发明的保护范围和公开范围之内。

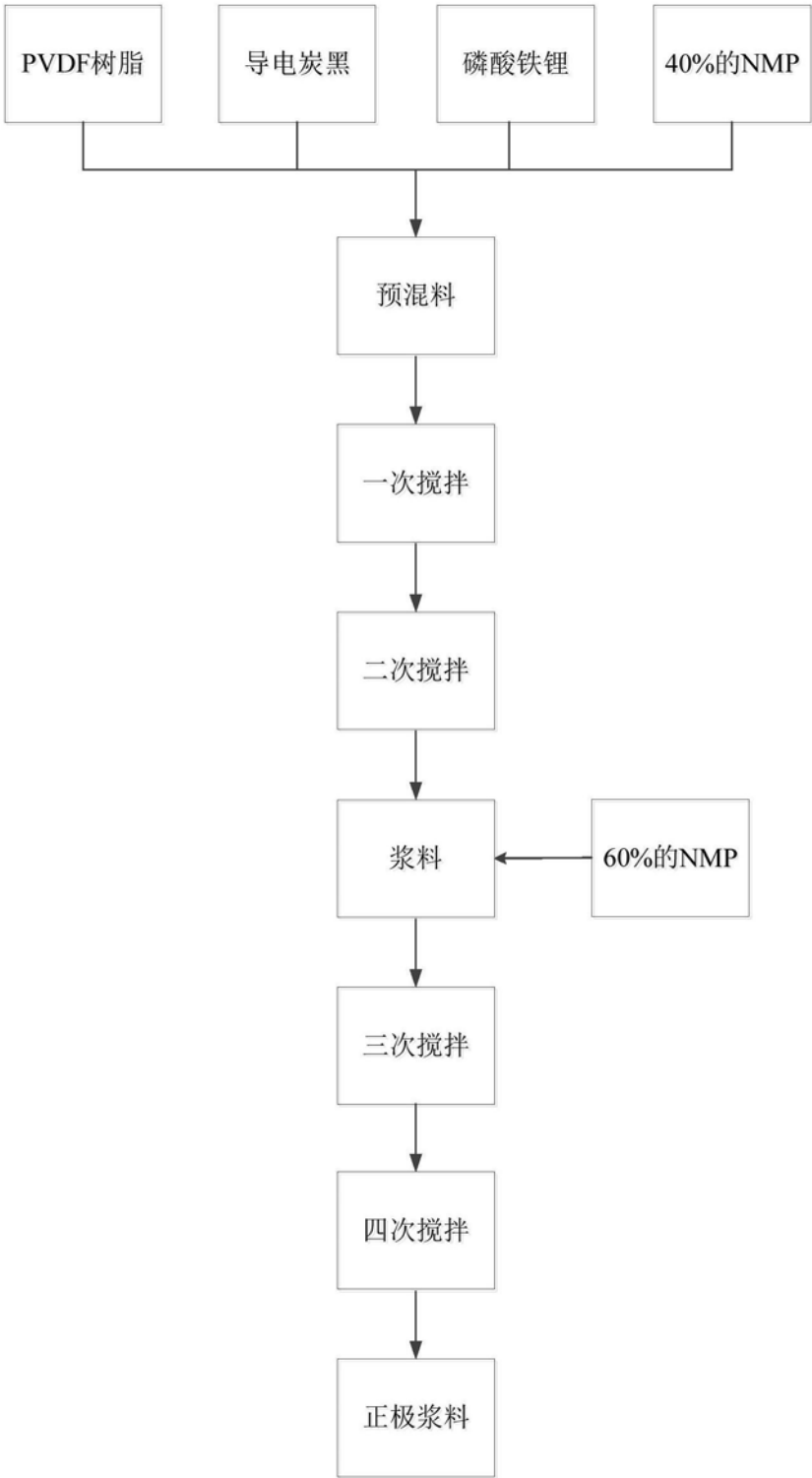


图1