



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 109599552 B

(45) 授权公告日 2022.02.18

(21) 申请号 201811316861.5

(22) 申请日 2018.11.07

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 109599552 A

(43) 申请公布日 2019.04.09

(73) 专利权人 苏州宇量电池有限公司
地址 215000 江苏省苏州市常熟市常熟高
新技术产业开发区庐山路158号5幢

(72) 发明人 王丽 毛焕宇 唐其伟

(74) 专利代理机构 苏州瑞光知识产权代理事务
所(普通合伙) 32359

代理人 唐露

(51) Int.Cl.

H01M 4/38 (2006.01)

H01M 4/62 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 107768626 A, 2018.03.06

CN 108736007 A, 2018.11.02

CN 103647056 A, 2014.03.19

CN 103199254 A, 2013.07.10

CN 102891297 A, 2013.01.23

审查员 吕广珍

权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

一种硅碳负极材料的制备方法

(57) 摘要

本发明提供了一种硅碳负极材料的制备方法,包括以下步骤:1)将纳米硅粉末加入气相沉积管式炉中,在氩气保护下将管式炉升温,关闭氩气通入乙炔/氩气混合气体,持续通气后停止加热,关闭混合气体后继续通入氩气,自然降至室温得到前驱体;2)将前驱体与高温煤沥青加入材料融合装置中低速融合;3)将前驱体与高温煤沥青在材料融合装置中高速融合后得到固相包覆产物;4)将固相包覆产物放入管式炉中,在氮气保护下煅烧。该方法兼具气相包覆法和固相包覆法二者的优点,既可以得到表面碳层均匀的复合材料,提高材料的电化学性能;又可以降低加工成本,易于产业化。

1. 一种硅碳负极材料的制备方法,其特征在于,由以下制备步骤组成:

1) 称取所需质量的纳米硅粉末加入气相沉积管式炉中,在氩气保护下将管式炉以5℃/分钟的速度升温至900℃,随后关闭氩气通入乙炔/氩气混合气体,调节混合气体的流速在100ml/分钟,随后持续通气2小时后停止加热,关闭所述乙炔/氩气混合气体后继续通入氩气,自然降至室温后得到前驱体A;

2) 将所述前驱体A与高温煤沥青按照80:20的比例加入材料融合装置中,将所述材料融合装置的转速调节至300转/分钟,将所述前驱体A与所述高温煤沥青在所述材料融合装置中低速融合20分钟;

3) 开启加热,将所述材料融合装置的温度调至90℃,调节所述材料融合装置的转速至1000转/分钟,将所述前驱体A与所述高温煤沥青在所述材料融合装置中高速融合20分钟后得到固相包覆产物B;

4) 将所述固相包覆产物B放入管式炉中,在氮气保护下进行1000℃煅烧即可得到气-固二相包覆的纳米硅。

2. 根据权利要求1所述的一种硅碳负极材料的制备方法,其特征在于,所述材料融合装置为机械融合机。

一种硅碳负极材料的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及电池材料领域,具体涉及一种硅碳负极材料的制备方法。

背景技术

[0002] 目前的硅碳负极材料中,一般都是以气相法、液相法或固相法对纳米硅进行碳包覆。其中,气相法得到的材料包覆层厚度均匀一致性最高,复合物的性能最好,但气相法对设备及技术要求较高,因此成本较高;固相法易于操作,成本低廉,但包覆层的均匀一致性较低,材料性能较差。

发明内容

[0003] 鉴于此,本发明提供了一种兼具气相包覆法和固相包覆法二者优点的硅碳负极材料的制备方法。

[0004] 为此,本发明提供了一种硅碳负极材料的制备方法,其包括以下制备步骤:

[0005] 1) 称取所需质量的纳米硅粉末加入气相沉积管式炉中,在氩气保护下将管式炉以2-10℃/分钟的速度升温至600-1000℃,随后关闭氩气通入乙炔/氩气混合气体,调节混合气体的流速在50-100ml/分钟,随后持续通气2-10小时后停止加热,关闭乙炔/氩气混合气体后继续通入氩气,自然降至室温后得到前驱体;

[0006] 2) 将前驱体与高温煤沥青按照50:50-99:1的比例加入材料融合装置中,将材料融合装置的转速调节至100-500转/分钟,将前驱体与高温煤沥青在材料融合装置中低速融合20-60分钟;

[0007] 3) 开启加热,将材料融合装置的温度调至90-120℃,调节材料融合装置的转速至500-1500转/分钟,将前驱体与高温煤沥青在材料融合装置中高速融合10-30分钟后得到固相包覆产物;

[0008] 4) 将固相包覆产物放入管式炉中,在氮气保护下进行600-1000℃煅烧即可得到气-固二相包覆的纳米硅。

[0009] 进一步地,上述一种硅碳负极材料的制备方法包括以下制备步骤:

[0010] 1) 称取所需质量的纳米硅粉末加入气相沉积管式炉中,在氩气保护下将管式炉以3-9℃/分钟的速度升温至700-1000℃,随后关闭氩气通入乙炔/氩气混合气体,调节混合气体的流速在70-100ml/分钟,随后持续通气2-8小时后停止加热,关闭乙炔/氩气混合气体后继续通入氩气,自然降至室温后得到前驱体;

[0011] 2) 将前驱体与高温煤沥青按照60:40-90:10的比例加入材料融合装置中,将材料融合装置的转速调节至200-400转/分钟,将前驱体与高温煤沥青在材料融合装置中低速融合20-50分钟;

[0012] 3) 开启加热,将材料融合装置的温度调至90-110℃,调节材料融合装置的转速至800-1200转/分钟,将前驱体与高温煤沥青在材料融合装置中高速融合15-25分钟后得到固相包覆产物;

[0013] 4) 将固相包覆产物放入管式炉中,在氮气保护下进行800-1000℃煅烧即可得到气-固二相包覆的纳米硅。

[0014] 进一步地,上述一种硅碳负极材料的制备方法包括以下制备步骤:

[0015] 1) 称取所需质量的纳米硅粉末加入气相沉积管式炉中,在氩气保护下将管式炉以4-7℃/分钟的速度升温至800-1000℃,随后关闭氩气通入乙炔/氩气混合气体,调节混合气体的流速在90-100ml/分钟,随后持续通气2-4小时后停止加热,关闭乙炔/氩气混合气体后继续通入氩气,自然降至室温后得到前驱体;

[0016] 2) 将前驱体与高温煤沥青按照70:30-85:15的比例加入材料融合装置中,将材料融合装置的转速调节至250-350转/分钟,将前驱体与高温煤沥青在材料融合装置中低速融合20-40分钟;

[0017] 3) 开启加热,将材料融合装置的温度调至90-100℃,调节材料融合装置的转速至900-1100转/分钟,将前驱体与高温煤沥青在材料融合装置中高速融合15-20分钟后得到固相包覆产物;

[0018] 4) 将固相包覆产物放入管式炉中,在氮气保护下进行900-1000℃煅烧即可得到气-固二相包覆的纳米硅。

[0019] 进一步地,上述一种硅碳负极材料的制备方法包括以下制备步骤:

[0020] 1) 称取所需质量的纳米硅粉末加入气相沉积管式炉中,在氩气保护下将管式炉以5℃/分钟的速度升温至900℃,随后关闭氩气通入乙炔/氩气混合气体,调节混合气体的流速在100ml/分钟,随后持续通气2小时后停止加热,关闭乙炔/氩气混合气体后继续通入氩气,自然降至室温后得到前驱体;

[0021] 2) 将前驱体与高温煤沥青按照80:20的比例加入材料融合装置中,将材料融合装置的转速调节至300转/分钟,将前驱体与高温煤沥青在材料融合装置中低速融合20分钟;

[0022] 3) 开启加热,将材料融合装置的温度调至90℃,调节材料融合装置的转速至1000转/分钟,将前驱体与高温煤沥青在材料融合装置中高速融合20分钟后得到固相包覆产物;

[0023] 4) 将固相包覆产物放入管式炉中,在氮气保护下进行1000℃煅烧即可得到气-固二相包覆的纳米硅。

[0024] 进一步地,上述乙炔/氩气混合气体中,乙炔与氩气的比例为5:5-1:9。

[0025] 进一步地,上述材料融合装置为机械融合机。

[0026] 本发明所提供的一种硅碳负极材料的制备方法以气-固二相结合的方法对纳米硅进行碳包覆,先利用气相包覆法在纳米硅表面包覆第一碳层,得到前驱体;然后再利用固相包覆法在所述前驱体表面包覆第二碳层,完成对纳米硅的碳包覆;该方法兼具气相包覆法和固相包覆法二者的优点,既可以得到表面碳层均匀的复合材料,提高材料的电化学性能;又可以降低加工成本,易于产业化。

具体实施方式

[0027] 下面将更详细地描述本公开的示例性实施例。虽然显示了本公开的示例性实施例,然而应当理解,可以以各种形式实现本公开而不应被这里阐述的实施例所限制。相反,提供这些实施例是为了能够更透彻地理解本公开,并且能够将本公开的范围完整的传达给本领域的技术人员。

[0028] 实施例一(最优实施例)：

[0029] 本实施例提供一种硅碳负极材料的制备方法包括以下制备步骤：

[0030] 1) 称取10g的纳米硅粉末加入气相沉积管式炉中，在氩气保护下将管式炉以5℃/分钟的速度升温至900℃，随后关闭氩气通入乙炔/氩气混合气体，调节混合气体的流速在100ml/分钟，随后持续通气2小时后停止加热，关闭乙炔/氩气混合气体后继续通入氩气，自然降至室温后得到前驱体A；其中，乙炔与氩气的比例为1:9。

[0031] 2) 将前驱体A与高温煤沥青按照80:20的比例加入机械融合机中，将机械融合机的转速调节至300转/分钟，将前驱体A与高温煤沥青在机械融合机中低速融合20分钟；

[0032] 3) 开启加热，将机械融合机的温度调至90℃，机械融合机的转速至1000转/分钟，将前驱体A与高温煤沥青在机械融合机中高速融合20分钟后得到固相包覆产物B；

[0033] 4) 将固相包覆产物B放入管式炉中，在氮气保护下进行1000℃煅烧即可得到气-固二相包覆的纳米硅。

[0034] 实施例二：

[0035] 本实施例提供一种硅碳负极材料的制备方法包括以下制备步骤：

[0036] 1) 称取10g的纳米硅粉末加入气相沉积管式炉中，在氩气保护下将管式炉以2℃/分钟的速度升温至600℃，随后关闭氩气通入乙炔/氩气混合气体，调节混合气体的流速在50ml/分钟，随后持续通气10小时后停止加热，关闭乙炔/氩气混合气体后继续通入氩气，自然降至室温后得到前驱体A；其中，乙炔与氩气的比例为5:5。

[0037] 2) 将前驱体A与高温煤沥青按照50:50的比例加入机械融合机中，将机械融合机的转速调节至100转/分钟，将前驱体A与高温煤沥青在机械融合机中低速融合60分钟；

[0038] 3) 开启加热，将机械融合机的温度调至120℃，机械融合机的转速至500转/分钟，将前驱体A与高温煤沥青在机械融合机中高速融合15分钟后得到固相包覆产物B；

[0039] 4) 将固相包覆产物B放入管式炉中，在氮气保护下进行600℃煅烧即可得到气-固二相包覆的纳米硅。

[0040] 实施例三：

[0041] 本实施例提供一种硅碳负极材料的制备方法包括以下制备步骤：

[0042] 1) 称取10g的纳米硅粉末加入气相沉积管式炉中，在氩气保护下将管式炉以7℃/分钟的速度升温至800℃，随后关闭氩气通入乙炔/氩气混合气体，调节混合气体的流速在70ml/分钟，随后持续通气8小时后停止加热，关闭乙炔/氩气混合气体后继续通入氩气，自然降至室温后得到前驱体A；其中，乙炔与氩气的比例为8:2。

[0043] 2) 将前驱体A与高温煤沥青按照99:1的比例加入机械融合机中，将机械融合机的转速调节至400转/分钟，将前驱体A与高温煤沥青在机械融合机中低速融合40分钟；

[0044] 3) 开启加热，将机械融合机的温度调至100℃，机械融合机的转速至900转/分钟，将前驱体A与高温煤沥青在机械融合机中高速融合25分钟后得到固相包覆产物B；

[0045] 4) 将固相包覆产物B放入管式炉中，在氮气保护下进行800℃煅烧即可得到气-固二相包覆的纳米硅。

[0046] 对比例(现有技术)：

[0047] 1) 将纳米硅与高温煤沥青按照80:20的比例加入机械融合机中，将融合机转速调节在300转/分钟低速融合20分钟。

[0048] 2) 开启加热,将融合机温度调至90℃,调节融合机转速至1000转/分钟高速融合20min得到固相包覆产物。

[0049] 3) 将步骤2)中得到的产物放入管式炉中,在氮气保护下进行1000℃煅烧即可得到固相包覆的纳米硅。

[0050] 本实施例一至三与对比例的实验数据对比如下:

测试项目	首次充电容量 (mAh/g)	首次放电容量 (mAh/g)	首次效率 (%)
实施例1	3203.7	2835.3	88.5
实施例2	3009.3	2681.3	89.1
实施例3	2966.8	2685	90.5
对比例	3297.3	2074	62.9

[0052] 因此,本实施例所提供的一种硅碳负极材料的制备方法以气-固二相结合的方法对纳米硅进行碳包覆,先利用气相包覆法在纳米硅表面包覆第一碳层,得到前驱体;然后再利用固相包覆法在所述前驱体表面包覆第二碳层,完成对纳米硅的碳包覆;该方法兼具气相包覆法和固相包覆法二者的优点,既可以得到表面碳层均匀的复合材料,提高材料的电化学性能;又可以降低加工成本,易于产业化。

[0053] 显然,本领域的技术人员可以对本发明进行各种改动和变型而不脱离本发明的精神和范围。这样,倘若本发明的这些修改和变型属于本发明权利要求及其等同技术的范围之内,则本发明也意图包含这些改动和变型在内。