



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106935815 B

(45)授权公告日 2019.08.02

(21)申请号 201710108845.6

H01M 4/38(2006.01)

(22)申请日 2017.02.27

H01M 4/587(2010.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

H01M 10/0525(2010.01)

申请公布号 CN 106935815 A

B82Y 30/00(2011.01)

(43)申请公布日 2017.07.07

(56)对比文件

(73)专利权人 陕西六元碳晶股份有限公司

CN 106064815 A,2016.11.02,

地址 710000 陕西省咸阳市秦都区渭阳西
路酉阳村高科大厦1号楼A-10-7号

CN 103904307 A,2014.07.02,

CN 101265571 A,2008.09.17,

(72)发明人 陈跃峰 朱振明 陈怡璇 杨辉
朱君宇

审查员 王臻

(74)专利代理机构 西安铭泽知识产权代理事务
所(普通合伙) 61223

代理人 潘宏伟

(51)Int.Cl.

H01M 4/36(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54)发明名称

一种硅碳复合材料的制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种硅碳复合材料的制备方法,涉及硅碳负极材料合成领域。该方法包括:将金属硅与石墨粉按照一定比例均匀混合;将混合均匀的金属硅与石墨粉置于石墨坩埚内后放入密闭炉窑中进行加热处理;当炉窑内温度升高至2200-2400℃后恒温保温20-60min,恒温保温过程中调整炉窑内压力,保持正压和负压在0.1MPa-100Pa之间进行周期性脉动变化,恒温保温处理后即得硅碳复合材料。本发明制备的硅碳复合材料,有效改善了石墨负极材料的容量和循环性能,同时通过硅填充率的控制,减小了充放电时硅膨胀的影响,有效的节省能源且减少了环境污染。

1. 一种硅碳复合材料的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

步骤1:将金属硅与石墨粉均匀混合,所述金属硅与所述石墨粉的摩尔比为0.1-5:100;

步骤2:将混合均匀的金属硅与石墨粉置于石墨坩埚内后放入密闭炉窑中进行加热处理;其中,所述密闭窑炉内充有氮气或氩气进行惰性气氛保护;

步骤3:当炉窑内温度升高至2200-2400℃后恒温保温20-60min,恒温保温过程中调整炉窑内压力,保持正压和负压在0.1MPa-100Pa之间进行周期性脉动变化,恒温保温处理后即得硅碳复合材料。

2. 根据权利要求1所述的硅碳复合材料的制备方法,其特征在于,所述石墨粉的纯度为3-5N,所述石墨粉的粒度为325-800目。

3. 根据权利要求1所述的硅碳复合材料的制备方法,其特征在于,所述金属硅的纯度为4-5N,所述金属硅的粒径为2-10 μm 。

4. 根据权利要求1所述的硅碳复合材料的制备方法,其特征在于,步骤3中,正压和负压脉动变化的周期为1-10min。

一种硅碳复合材料的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及硅碳负极材料合成领域,更具体的涉及一种硅碳复合材料的制备方法。

背景技术

[0002] 碳材料是目前锂离子电池负极应用最广泛的材料,它不仅应用工艺技术成熟,容量较高,而且还具有优良的循环性能、较高的库伦效率和稳定的放电电压平台,与溶剂相容性好,可为锂电池提供高且平稳的工作电压,较好的高低温性能和安全性能。硅材料的理论比容量很高,硅碳复合后能量密度可提高达200%以上,既能满足便携式大功率电源的容量要求,也能满足混合电动汽车对锂离子电池提出的高功率需要,并且碳材料还能缓解硅在循环过程中剧烈体积变化带来的内部张力导致电极极板材料粉化坍塌的现象。硅、碳经过特殊工艺复合成型后,在充放电过程中的绝对体积变化很小,具有良好的循环性能和较高的充放电效率,不仅性能较好而且相对稳定。

[0003] 目前硅碳复合材料的制备中主要存在由于硅膨胀影响充放电性能,循环性能较差,容量较差的问题。

发明内容

[0004] 本发明提供一种硅碳复合材料的制备方法,解决传统硅碳复合材料中由于硅膨胀影响充放电性能以及循环性能较差,容量较差的问题。

[0005] 具体的,本发明中硅碳复合材料的制备方法,包括以下步骤:

[0006] 步骤1:将金属硅与石墨粉均匀混合,所述金属硅与所述石墨粉的摩尔比为0.1-5:100;

[0007] 步骤2:将混合均匀的金属硅与石墨粉置于石墨坩埚内后放入密闭炉窑中进行加热处理;

[0008] 步骤3:当炉窑内温度升高至2200-2400℃后恒温保温20-60min,恒温保温过程中调整炉窑内压力,保持正压和负压在0.1MPa-100Pa之间进行周期性脉动变化,恒温保温处理后即得硅碳复合材料。

[0009] 优选的,所述石墨粉的纯度为3-5N,所述石墨粉的粒度为325-800目。

[0010] 优选的,所述金属硅的纯度为4-5N,所述金属硅的粒径为2-10 μ m。

[0011] 优选的,步骤2中,密闭窑炉内充有氮气或氩气进行惰性气氛保护。

[0012] 优选的,步骤3中,正压和负压脉动变化的周期为1-10min。

[0013] 本发明的有益效果为:

[0014] 本发明中硅碳复合材料的制备方法通过保温过程中正负压周期性脉动变化,不同压力改变了硅的蒸气压,使硅表现为气态和液态的周期性变化,提高了液态硅和气态硅的流动性,使金属硅最终以纳米硅线、纳米颗粒的形式沉积在石墨粉体内部空隙或外表面上,所制备的硅碳复合材料,有效改善了石墨负极材料的容量和循环性能,同时通过硅填充率

的控制,减小了充放电时硅膨胀的影响,有效的节省能源且减少了环境污染。

具体实施方式

[0015] 下面将结合本发明实施例,对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0016] 实施例1

[0017] 本发明实施例1提供的硅碳复合材料的制备方法,包括以下步骤:

[0018] 步骤1:将纯度为4N,粒径为2 μm 的金属硅与纯度为3N,粒度为325 目的石墨粉均匀混合,所述金属硅与所述石墨粉的摩尔比为0.1:100;

[0019] 步骤2:将混合均匀的金属硅与石墨粉置于石墨坩埚内后放入充有氮气气氛保护的密闭炉窑中进行加热处理;

[0020] 步骤3:当炉窑内温度升高至2200 $^{\circ}\text{C}$ 后恒温保温20min,恒温保温过程中调整炉窑内压力,保持正压和负压在0.1MPa-100Pa之间进行周期性脉动变化,正压和负压脉动变化的周期为5min,恒温保温处理后即得硅碳复合材料。

[0021] 由于不同压力改变了硅的蒸气压,使硅表现为气态和液态的周期性多次变化,提高了液态硅和气态硅的流动性,制得的硅碳复合材料为金属硅以纳米硅线或纳米颗粒形式沉积在石墨粉体内部空隙或外表面上,通过硅填充率的控制,有效减小充放电时硅膨胀的影响。

[0022] 实施例2

[0023] 本发明实施例2提供的硅碳复合材料的制备方法,包括以下步骤:

[0024] 步骤1:将纯度为5N粒径为5 μm 的金属硅与纯度为4N,粒度为600目的石墨粉均匀混合,所述金属硅与所述石墨粉的摩尔比为2:100;

[0025] 步骤2:将混合均匀的金属硅与石墨粉置于石墨坩埚内后放入充有氮气气氛保护的密闭炉窑中进行加热处理;

[0026] 步骤3:当炉窑内温度升高至2355 $^{\circ}\text{C}$ 后恒温保温40min,恒温保温过程中调整炉窑内压力,保持正压和负压在0.1MPa-100Pa之间进行周期性脉动变化,正压和负压脉动变化的周期为1min,恒温保温处理后即得硅碳复合材料。

[0027] 由于不同压力改变了硅的蒸气压,使硅表现为气态和液态的周期性多次变化,提高了液态硅和气态硅的流动性,制得的硅碳复合材料为金属硅以纳米硅线或纳米颗粒形式沉积在石墨粉体内部空隙或外表面上,通过硅填充率的控制,有效减小充放电时硅膨胀的影响。

[0028] 实施例3

[0029] 本发明实施例3提供的硅碳复合材料的制备方法,包括以下步骤:

[0030] 步骤1:将纯度为4N粒径为10 μm 的金属硅与纯度为5N,粒度为800目的石墨粉均匀混合,所述金属硅与所述石墨粉的摩尔比为5:100;

[0031] 步骤2:将混合均匀的金属硅与石墨粉置于石墨坩埚内后放入充有氮气气氛保护的密闭炉窑中进行加热处理;

[0032] 步骤3:当炉窑内温度升高至2400℃后恒温保温60min,恒温保温过程中调整炉窑内压力,保持正压和负压在0.1MPa-100Pa之间进行周期性脉动变化,正压和负压脉动变化的周期为10min,恒温保温处理后即得硅碳复合材料。

[0033] 由于不同压力改变了硅的蒸气压,使硅表现为气态和液态的周期性多次变化,提高了液态硅和气态硅的流动性,制得的硅碳复合材料为金属硅以纳米硅线或纳米颗粒形式沉积在石墨粉体内部空隙或外表面上,通过硅填充率的控制,有效减小充放电时硅膨胀的影响。

[0034] 尽管已描述了本发明的优选实施例,但本领域内的技术人员一旦得知了基本创造性概念,则可对这些实施例作出另外的变更和修改。所以,所附权利要求意欲解释为包括优选实施例以及落入本发明范围的所有变更和修改。

[0035] 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。