



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 112110444 A

(43) 申请公布日 2020.12.22

(21) 申请号 202010968682.0

(22) 申请日 2020.09.15

(71) 申请人 广东东岛新能源股份有限公司

地址 524232 广东省湛江市奋勇高新区东
盟产业园文莱路1号

申请人 湛江市聚鑫新能源有限公司

(72) 发明人 叶雨佐 吴其修 王宪

(74) 专利代理机构 广州市华学知识产权代理有
限公司 44245

代理人 高宁馨

(51) Int. Cl.

C01B 32/21 (2017.01)

H01M 4/583 (2010.01)

H01M 10/0525 (2010.01)

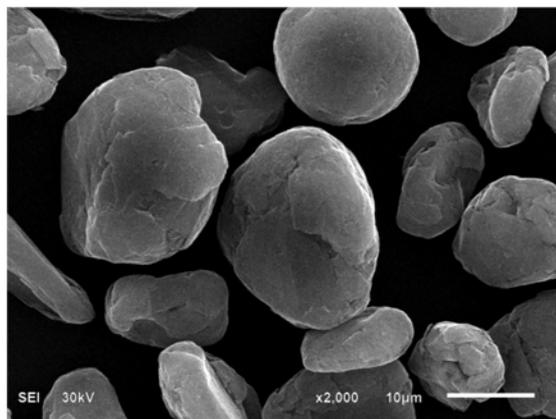
权利要求书2页 说明书6页 附图3页

(54) 发明名称

一种球形石墨生产工艺流程及其生产系统

(57) 摘要

本发明公开了一种球形石墨生产工艺流程及其生产系统,包括步骤一:球形化:将天然石墨送入一台粉碎整形一体机内,进行粉碎整形,合格粒径的颗粒自动流入分级机;步骤二:分级:将步骤一得到的合格粒径石墨粉在分级机中进行分级,粒度小于60 μm规格粉料流向分级机物料排出口排到旋风集料器收集,粗颗粒粉料从分级机返料口排出,然后返回进入粉碎整形一体机内继续进行球形化处理;本发明的有益效果是,采用一台粉碎整形一体机来代替多台串联连续粉碎整形工艺,避免粉末内部存在大量的纳米级和亚纳米石墨的细微粒子,提高了产品收率,产品收率在90%以上。



1. 一种球形石墨生产系统,其特征在于,包括以下步骤:

步骤一:球形化:将天然石墨送入一台粉碎整形一体机内,进行粉碎整形,合格粒径的颗粒自动流入分级机;

步骤二:分级:将步骤一得到的合格粒径石墨粉在分级机中进行分级,粒度小于 $60\mu\text{m}$ 规格粉料流向分级机物料排出口排到旋风集料器收集,粗颗粒粉料从分级机返料口排出,然后返回进入粉碎整形一体机内继续进行球形化处理;

步骤三:成品收集和除尘:粒度大于 $3\mu\text{m}$ 的规格粉料从步骤二旋风集料器出料口排除进入成品料仓,得到球形石墨,粒度小于 $3\mu\text{m}$ 的石墨粉从旋风集料器除尘口进入除尘设备。

2. 如权利要求书1所述的一种球形石墨生产系统,其特征在于,在步骤一中,所述石墨选自天然鳞片石墨或人造石墨,在步骤一中,所述石墨原料的粒径为32目~325目,含碳量60%以上。

3. 如权利要求书1所述的一种球形石墨生产系统,其特征在于,在步骤一中,所述石墨通过密闭料仓送入粉碎整形一体机内,所述石墨经压力为 $0.3\sim 0.6\text{MPa}$ 的高压密封管道送入密闭料仓,所述密闭料仓上的加料系统采用螺杆加料方式,由变频控制电机转速,从而实现定量喂料,所述粉碎整形一体机是由多个独立的粉碎腔体组成,粉碎腔体个数为奇数,每个粉碎腔体是通过焊接连接而成且内部连通,以保证物料在腔体中流动,所述粉碎腔体个数至少3个,优选3个,其数量根据产品球形度进行合理选择。

4. 如权利要求书1所述的一种球形石墨生产系统,其特征在于,所述粉碎整形一体机每个粉碎腔体都自带一台电机,每个粉碎腔体内部有一根主轴,多个锤片均匀分布在主轴上,且通过螺栓固定在主轴上,电机带动主轴运动;多个圆柱形磨块均匀分布在粉碎腔内壁,且通过螺丝固定在粉碎腔机壳上,所述的锤片是由耐磨钢制成,磨块都是由耐磨陶瓷制成。

5. 如权利要求书1所述的一种球形石墨生产系统,其特征在于,所述粉碎整形一体机每个腔体的主轴转速为 $500\sim 2500\text{rpm}/\text{min}$,物料在粉碎整形一体机处理时间为 $20\sim 80$ 分钟。

6. 如权利要求书1所述的一种球形石墨生产系统,其特征在于,调节粉碎整形一体机每个腔体的主轴转速,可以生产出不同粒度要求的产品,粒度调整范围为 $3\sim 65\mu\text{m}$,所述分级机为气流分级机、射流式分级机、亚微米分级机或超微米气流分级机,步骤一中,同时打开粉碎整形一体机多个独立的粉碎腔体的电机,通过电机调节每个粉碎腔体的主轴转速,每个粉碎腔体的主轴转速可以相同,也可以不同,物料依次在每个粉碎腔体内不断修磨整形,直至符合要求为止。石墨球形化结束后,流入分级机,在步骤三中,所述的除尘设备与引风机连接,所述的除尘设备分离尾料和粉尘,尾料利用引风机的负压装置采用脉冲反冲排除,经废气送料密封管道集中送入尾料循环利用生产车间,循环使用。经过过滤后清洁空气通过引风机排出。引风机为整个系统提供合适的负压,确保物料的正常流动,同时也使得整个系统没有粉尘外溢,本发明的旋风集料器、脉冲袋式除尘器和引风机采用现有技术的旋风集料器、脉冲袋式除尘器和引风机。

7. 一种球形石墨生产工艺流程,具体包括如下步骤:

步骤一:将粒径为32目~325目、含碳量60%以上的天然鳞片石墨或人造石墨,经压力为 $0.3\sim 0.6\text{MPa}$ 的高压密封管道送入密闭料仓,通过密闭料仓上的自动定量喂料系统将物料送入一台带有3个独立粉碎腔体的粉碎整形一体机内,每个腔体主轴转速为 $500\sim 2500\text{rpm}/\text{min}$,球化时间为 $20\sim 80$ 分钟。在引风机负压作用下,合格粒径的颗粒自动流入分

级机；

步骤二：将步骤一得到的合格粒径石墨粉在分级机中进行分级，粒度小于60 μm 规格粉料流向分级机物料排出口，在引风机负压作用下，送料管道将分级机物料排出口的物料送入旋风集料器收集，粗颗粒粉料从分级机返料口排出，在引风机负压作用下，送料管道将分级机返料口排出的物料再送入粉碎整形一体机内继续进行球形化处理；

步骤三：粒度大于3 μm 的规格粉料从步骤二旋风集料器中出料口排除进入成品料仓，得到球形石墨，粒度小于3 μm 的石墨粉从旋风集料器除尘口进入除尘设备。由脉冲袋式除尘器分离尾料和粉尘，尾料利用高压离心风机的负压装置采用脉冲反冲排除，经废气送料密封管道集中送入尾料循环利用生产车间，循环使用。经过过滤后清洁空气通过引风机排出；

得到的用于锂离子电池负极材料的球形石墨，其颗粒形状为球形、近似球形、卵圆形、土豆形，其颗粒粒度分布在5~60 μm ，振实密度为1.0~1.3 $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ ，比表面积3.0~8.0 $\text{m}^2\cdot\text{g}^{-1}$ ，长短径比在1~2.5之间。

8. 一种锂离子电池负极材料用的球形石墨生产成套系统，其特征在于，所述系统包括：粉碎整形一体机、分级机、旋风集料器和除尘设备系统，其中，所述粉碎整形一体机与分级机相连，分级机与旋风集料器相连，旋风集料器与除尘设备相连。

9. 如权利要求书8所述的一种锂离子电池负极材料用的球形石墨生产成套系统，其特征在于，采用西门子STMATI C 57-400H型控制系统控制，使操作人员可以在操作终端上直接对生产设备进行集中操作、诊断，提高了生产设备的自动化程度，进而提高生产效率。

10. 如权利要求书8所述的一种锂离子电池负极材料用的球形石墨生产成套系统，其特征在于，所述引风机为整个系统提供合适的负压，确保物料的正常流动，同时也使得整个系统没有粉尘外溢。所述含尘气体进入电脉冲除尘器过滤后通过引风机排除；

所述粉碎整形一体机每个腔体的主轴转速为500—2500rpm/min，物料在粉碎整形一体机整形时间为20~80分钟；

通过PLC程序调节粉碎整形一体机每个腔体的主轴转速，可以生产出不同粒度要求的产品，粒度调整范围优选为3-65 μm ，更优选为5-45 μm ；

所述成套系统通过电柜集中控制。所述系统为自动化系统，工艺流程为全自动微电脑监控。

一种球形石墨生产工艺流程及其生产系统

技术领域

[0001] 本发明涉及一种球形石墨制备方法领域,具体地说涉及锂离子电池负极材料用的球形石墨的加工方法和设备。

背景技术

[0002] 锂离子电池因其工作电压高、能量密度大、循环寿命长、自放电小、无记忆效应等优点,成为上世纪九十年代以来继镍氢电池之后的新一代二次电池。在锂离子电池技术开发过程中,电池品质不断得到提高,生产成本不断下降。在对锂离子电池技术进步的贡献中负极材料起了很大作用。目前商品化锂离子电池的负极材料仍然是石墨类材料占主导地位,其中天然石墨因其高的充放电容量、良好的充放电平台、来源广泛、成本低而得到广泛应用。但天然石墨首次不可逆容量损失大和循环过程中容量衰减快是其致命缺点。为了改善天然石墨的电化学性能,需要对天然石墨材料表面进行改性处理,各种改性石墨首先要将天然鳞片石墨进行粉碎并分级加工成球形颗粒,提高振实密度。中国专利申请CN101976735A把天然石墨经过多次低速、高速粉碎和打磨制成球形颗粒;中国专利申请CN1558458A把天然石墨经过高速、低速粉碎和打磨制成球形颗粒;中国专利申请CN101905883A采用把多台气流粉碎机连接起来制备球形石墨;中国专利申请CN101367518A将天然鳞片石墨在机械粉碎机内对石墨进行初级粉碎,再连接到多台串联整形分级机进行循环研磨整形及分级制备出球形石墨;中国专利申请CN101850965A将天然鳞片石墨经过5台串联气流粉碎机组和14台串联球化机组处理后,制备出球形石墨。

[0003] 上述发明有一个共性,即天然石墨往往需要经过多次粉碎、球化整形、分级等工序处理,才能制备出球形石墨。在粉碎、球化整形过程中天然鳞片石墨要经过上万次的碰撞及切削摩擦,这样会造成粉末内部存在大量的纳米级和亚纳米石墨的细微粒子,粉末粒径分布范围宽,使其比表面积增加。物料在多台整形机之间的流动速度不均匀,会造成石墨颗粒球形度也不均匀,就会产生大长径比的片状颗粒或棒状不规则的颗粒,从而导致首次不可逆容量和内阻增加。另外整形时间和次数增加,使产品收率下降,耗电量增加,使生产成本大幅提高。

发明内容

[0004] 本发明的目的是为了克服现有的球形石墨制备工艺复杂且产品质量不均匀、成品收率低、耗电量大、生产成本高的缺陷,提出了采用一台粉碎整形一体机代替多台粉碎机和整形机,简化了球形石墨的加工次数,工艺简单,制得的天然球形石墨粉质量稳定。设备紧凑,占地面积小,是国内同等产量下最短的生产线。能耗低且产品生产率高,不会对环境造成污染。

[0005] 本发明通过如下技术方案实现:

[0006] 一种球形石墨生产工艺流程及其生产系统,其特征在于,所述方法包括以下步骤:

[0007] 步骤一:球形化:将天然石墨送入一台粉碎整形一体机内,进行粉碎整形,合格粒

径的颗粒自动流入分级机；

[0008] 步骤二：分级：将步骤一得到的合格粒径石墨粉在分级机中进行分级，粒度小于60 μm 规格粉料流向分级机物料排出口排到旋风集料器收集，粗颗粒粉料从分级机返料口排出，然后返回进入粉碎整形一体机内继续进行球形化处理；

[0009] 步骤三：成品收集和除尘：粒度大于3 μm 的规格粉料从步骤二旋风集料器出料口排除进入成品料仓，得到球形石墨，粒度小于3 μm 的石墨粉从旋风集料器除尘口进入除尘设备。

[0010] 根据本发明，在步骤一中，所述石墨选自天然鳞片石墨或人造石墨。

[0011] 根据本发明，在步骤一中，所述石墨原料的粒径为32目~325目，含碳量60%以上。

[0012] 根据本发明，在步骤一中，所述石墨通过密闭料仓送入粉碎整形一体机内。优选所述石墨经压力为0.3~0.6MPa的高压密封管道送入密闭料仓。

[0013] 根据本发明，所述密闭料仓上的加料系统采用螺杆加料方式，由变频控制电机转速，从而实现定量喂料。

[0014] 根据本发明，所述粉碎整形一体机是由多个独立的粉碎腔体组成，粉碎腔体个数为奇数，腔体排列方式如图4所示。每个粉碎腔体是通过焊接连接而成且内部连通，以保证物料在腔体中流动。

[0015] 优选地，所述粉碎腔体个数至少3个，优选3个，还优选5个以上，其数量根据产品球形度进行合理选择。

[0016] 根据本发明，所述粉碎整形一体机每个粉碎腔体都自带一台电机，每个粉碎腔体内部有一根主轴，多个锤片均匀分布在主轴上，且通过螺栓固定在主轴上，如图5所示，电机带动主轴运动；多个圆柱形磨块均匀分布在粉碎腔内壁，且通过螺丝固定在粉碎腔机壳上，如图6所示。

[0017] 根据本发明，所述的锤片是由耐磨钢制成，磨块都是由耐磨陶瓷制成。

[0018] 根据本发明，所述粉碎整形一体机每个腔体的主轴转速为500—2500rpm/min，物料在粉碎整形一体机处理时间为20~80分钟。

[0019] 根据本发明，调节粉碎整形一体机每个腔体的主轴转速，可以生产出不同粒度要求的产品，粒度调整范围优选为3-65 μm ，更优选为5-45 μm 。

[0020] 根据本发明，所述分级机没有特定限定，可以选用本领域已知设备，例如可以为气流分级机、射流式分级机、亚微米分级机或超微米气流分级机。

[0021] 根据本发明，所述步骤一中，同时打开粉碎整形一体机多个独立的粉碎腔体的电机，通过电机调节每个粉碎腔体的主轴转速，每个粉碎腔体的主轴转速可以相同，也可以不同，物料依次在每个粉碎腔体内不断修磨整形，直至符合要求为止。石墨球形化结束后，流入分级机。

[0022] 根据本发明，在步骤三中，所述的除尘设备与引风机连接。

[0023] 根据本发明，所述的除尘设备分离尾料和粉尘，尾料利用引风机的负压装置采用脉冲反冲排除，经废气送料密封管道集中送入尾料循环利用生产车间，循环使用。经过过滤后清洁空气通过引风机排出。引风机为整个系统提供合适的负压，确保物料的正常流动，同时也使得整个系统没有粉尘外溢。

[0024] 根据本发明，本发明的旋风集料器、脉冲袋式除尘器和引风机采用现有技术的旋

风集料器、脉冲袋式除尘器和引风机。

[0025] 本发明中,采用多个独立的粉碎腔体组成的粉碎整形一体机,其目的在于代替目前多台的粉碎机和整形机,大大缩短整形时间,加快处理时间。

[0026] 根据本发明,所述方法具体包括如下步骤:

[0027] 步骤一:将粒径为32目~325目、含碳量60%以上的天然鳞片石墨或人造石墨,经压力为0.3~0.6MPa的高压密封管道送入密闭料仓,通过密闭料仓上的自动定量喂料系统将物料送入一台带有3个独立粉碎腔体的粉碎整形一体机内,每个腔体主轴转速为500—2500rpm/min,球化时间为20~80分钟。在引风机负压作用下,合格粒径的颗粒自动流入分级机。

[0028] 步骤二:将步骤一得到的合格粒径石墨粉在分级机中进行分级,粒度小于60 μm 规格粉料流向分级机物料排出口,在引风机负压作用下,送料管道将分级机物料排出口的物料送入旋风集料器收集,粗颗粒粉料从分级机返料口排出,在引风机负压作用下,送料管道将分级机返料口排出的物料再送入粉碎整形一体机内继续进行球形化处理。

[0029] 步骤三:粒度大于3 μm 的规格粉料从步骤二旋风集料器中出料口排除进入成品料仓,得到球形石墨,粒度小于3 μm 的石墨粉从旋风集料器除尘口进入除尘设备。由脉冲袋式除尘器分离尾料和粉尘,尾料利用高压离心风机的负压装置采用脉冲反冲排除,经废气送料密封管道集中送入尾料循环利用生产车间,循环使用。经过过滤后清洁空气通过引风机排出。

[0030] 由本发明方法制备得到的用于锂离子电池负极材料的球形石墨,其颗粒形状为球形、近似球形、卵圆形、土豆形,其颗粒粒度分布在5~60 μm ,振实密度为1.0~1.3 $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$,比表面积3.0~8.0 $\text{m}^2\cdot\text{g}^{-1}$,长短径比在1~2.5之间。

[0031] 本发明还提供一种锂离子电池负极材料用的球形石墨生产成套系统,其特征在于,所述系统包括:粉碎整形一体机、分级机、旋风集料器和除尘设备系统,其中,所述粉碎整形一体机与分级机相连,分级机与旋风集料器相连,旋风集料器与除尘设备相连。

[0032] 本发明中,采用西门子STMATI C 57-400H型控制系统控制,使操作人员可以在操作终端上直接对生产设备进行集中操作、诊断,提高了生产设备的自动化程度,进而提高生产效率。

[0033] 根据本发明,所述引风机为整个系统提供合适的负压,确保物料的正常流动,同时也使得整个系统没有粉尘外溢。所述含尘气体进入电脉冲除尘器过滤后通过引风机排除。

[0034] 根据本发明,所述粉碎整形一体机每个腔体的主轴转速为500—2500rpm/min,物料在粉碎整形一体机整形时间为20~80分钟。

[0035] 根据本发明,通过PLC程序调节粉碎整形一体机每个腔体的主轴转速,可以生产出不同粒度要求的产品,粒度调整范围优选为3-65 μm ,更优选为5-45 μm 。

[0036] 根据本发明,所述成套系统通过电柜集中控制。所述系统为自动化系统,工艺流程为全自动微电脑监控。

[0037] 本发明人发现,当使用了粉碎整形一体机对石墨进行粉碎球化时,即可获得形态规整的石墨。

[0038] 本发明所采用的粉碎整形一体机是一种可以对石墨颗粒同时进行粉碎和整形的设备,可以将石墨微粉圆整形成球形,成品得率较高。该设备的整形原理包括冲击整形和摩

擦整形两种,冲击和摩擦整形的强度可以通过调节主机转速和锤片与磨块的间距来控制。

[0039] 目前国内外广泛采用的球形化石墨装置为多台粉碎整形机的联机方式,反复多遍才能产出合格的产品,系统复杂,劳动强度大,废品率高。本发明中优选所用的粉碎整形一体机,可对石墨进行一次处理就能产出合格产品,而不必经过多台粉碎和整形加工,球化收率高,其球形石墨粉的球形度、粒度分布、振实密度、松装密度、真密度、比外表积等目标均可操控在事前设定值的范围内,质量稳定。

[0040] 采用本发明制备的锂离子电池负极材料球形石墨与传统的多台串联连续粉碎整形工艺所制备的锂离子电池负极材料石墨相比,粒度均匀,表面光洁,长径比降低,球形度提高幅度增加,其颗粒形状为球形、近似球形、卵圆形、土豆形。

[0041] 本发明与现有技术相比较,具有以下优点:

[0042] 1) 采用一台粉碎整形一体机来代替多台串联连续粉碎整形工艺,避免粉末内部存在大量的纳米级和亚纳米石墨的细微粒子,提高了产品收率,产品收率在90%以上。

[0043] 2) 与现有的生产锂离子电池负极材料球形石墨行业内普遍采用多级粉碎整形的联机方式相比,本发明工艺设备结构紧凑,配套设备少,占地面积小,一次性投资小,是国内同等产量下最短的生产线,工艺设备节能60%以上,能耗下降45%以上,产品收率提高20%以上。

[0044] 3) 制备本发明的整形石墨装置采用全封闭式结构,能够同时完成整形石墨粉体材料的粉碎、整形和分级,粉碎整形一体机、分级机、旋风集料器、除尘设备各台设备首尾相连,中间设管道运输,整套装置全密封,含尘气体进入电脉冲除尘器过滤后通过引风机排除,整条生产线在负压状态下运行,无粉尘外泄,工作环境优良,达到无污染排放。整套设备电气控制在一台电柜集中控制,自动化高。工艺流程为全自动微电脑监控,操作简单,只需输入每批次成品质量指标和产量,通过微电脑中央处理器处理后自动调节给料速度和粉碎转速及时间,气流分级机控制产品球形度及粒度,经检验合格后输出产品,达到设计的质量标准。

附图说明

[0045] 图1为比较例1的6台串联粉碎机和6台串联气流整形生产的天然球形石墨的形态。

[0046] 图2为实施例1的粉碎整形一体机处理的天然球形石墨的形态。

[0047] 图3为本发明的球形石墨生产工艺成套系统。

[0048] 图4为本发明的粉碎整形一体机腔体排列方式。

[0049] 图5为本发明的粉碎整形一体机主轴上锤片分布方式。

[0050] 图6为本发明的粉碎整形一体机圆柱形磨块在粉碎腔内壁分布方式。

[0051] 其中,各附图标记的含义如下:

[0052] 1、粉碎整形一体机;2、分级机;3、旋风集料器收集;4、除尘设备;5、引风机;6、成品料仓;7、尾料循环利用生产车间。

具体实施方式

[0053] 通过如下实施例和比较例对本发明进行详细说明。但本领域技术人员了解,下述实施例不是对本发明保护范围的限制,任何在本发明基础上做出的改进和变化,都在本发

明的保护范围之内。

[0054] 实施例1

[0055] 将粒径为100目、含碳量80%以上的天然鳞片石墨,经压力为0.5MPa的高压密封管道送入的密闭料仓,通过自动定量喂料系统将密闭料仓内的石墨送入一台粉碎整形一体机(3个独立粉碎腔体)内粉碎整形,第一个粉碎腔体的主轴转速主机转速均为2500rpm/min,第二个粉碎腔体的主轴转速主机转速均为2000rpm/min,第三个粉碎腔体的主轴转速主机转速均为1500rpm/min,在粉碎整形一体机处理时间为50分钟。在引风机负压作用下,合格粒径的颗粒流入分级机进行分级,粒度小于60 μ m规格粉料流向分级机物料排出口,在引风机负压作用下,送料管道将分级机物料排出口的物料送入旋风集料器收集,粗颗粒粉料从分级机返料口排出,在引风机负压作用下,送料管道将分级机返料口排出的物料再送入粉碎整形一体机内继续进行球形化处理。粒度大于12 μ m的规格粉料从旋风集料器出料口排除进入成品料仓,得到球形石墨,粒度小于12 μ m的石墨粉从旋风集料器除尘口进入除尘设备。粉尘经过脉冲袋式除尘器分离尾料和粉尘,尾料利用高压离心风机的负压装置采用脉冲反冲排除,经废气送料密封管道集中送入尾料循环利用生产车间,循环使用。经过过滤后清洁空气通过引风机排出。

[0056] 实施例2

[0057] 将粒径为120目、含碳量90%以上的天然鳞片石墨,经压力为0.6MPa的高压密封管道送入的密闭料仓,通过自动定量喂料系统将密闭料仓内的石墨送入一台粉碎整形一体机(3个独立粉碎腔体)内粉碎整形,每个粉碎腔体的主轴转速主机转速均为1500rpm/min,在粉碎整形一体机处理时间为40分钟。在引风机负压作用下,合格粒径的颗粒流入分级机进行分级,粒度小于45 μ m规格粉料流向分级机物料排出口,在引风机负压作用下,送料管道将分级机物料排出口的物料送入旋风集料器收集,粗颗粒粉料从分级机返料口排出,在引风机负压作用下,送料管道将分级机返料口排出的物料再送入粉碎整形一体机内继续进行球形化处理。粒度大于10 μ m的规格粉料从旋风集料器出料口排除进入成品料仓,得到球形石墨,粒度小于10 μ m的石墨粉从旋风集料器除尘口进入除尘设备。粉尘经过脉冲袋式除尘器分离尾料和粉尘,尾料利用高压离心风机的负压装置采用脉冲反冲排除,经废气送料密封管道集中送入尾料循环利用生产车间,循环使用。经过过滤后清洁空气通过引风机排出。处理后获得的球形化石墨形态如图2所示。

[0058] 实施例3

[0059] 将粒径为300目、含碳量90%以上的天然鳞片石墨,经压力为0.3MPa的高压密封管道送入的密闭料仓,通过自动定量喂料系统将密闭料仓内的石墨送入一台粉碎整形一体机(3个独立粉碎腔体)内粉碎整形,每个粉碎腔体的主轴转速主机转速均为1200rpm/min,在粉碎整形一体机处理时间为80分钟。在引风机负压作用下,合格粒径的颗粒流入分级机进行分级,粒度小于25 μ m规格粉料流向分级机物料排出口,在引风机负压作用下,送料管道将分级机物料排出口的物料送入旋风集料器收集,粗颗粒粉料从分级机返料口排出,在引风机负压作用下,送料管道将分级机返料口排出的物料再送入粉碎整形一体机内继续进行球形化处理。粒度大于3 μ m的规格粉料从旋风集料器出料口排除进入成品料仓,得到球形石墨,粒度小于3 μ m的石墨粉从旋风集料器除尘口进入除尘设备。粉尘经过脉冲袋式除尘器分离尾料和粉尘,尾料利用高压离心风机的负压装置采用脉冲反冲排除,经废气送料密封管

道集中送入尾料循环利用生产车间,循环使用。经过过滤后清洁空气通过引风机排出。

[0060] 比较例1:

[0061] 传统的6台串联粉碎机ACM60和6台串联整形ACM30生产的天然球形石墨,粉碎时间20分钟,整形时间60分钟,获得锂离子电池负极材料(见附图1)。

[0062] 通过图1和图2可以看出,本发明中,仅仅需要通过一台粉碎整形一体机,就可以获得本发明图2所示形状规整的形态。而对比例中,使用常规的串联粉碎生产工艺,其获得的石墨粒径差异非常大,使用6台整形机经过长时间处理才获得球形石墨,而且,其形状不规整。

[0063] 对上述实施例1-3和对比例1的球形石墨的理化指标进行测试,具体如下所述:采用图像颗粒法分析仪测样品的球形度;采用激光粒度仪测试样品的粒度分布;采用Quantachrome Auto Tap振实密度仪测其振实密度;采用氮气吸附的BET法测比表面积;采用扫描电镜测试样品的微观形貌;测试结果列于表1。

[0064] 电化学性能测试:

[0065] 分别将上述实验制得的天然球形石墨经过包覆改性后作为锂离子电池负极材料,和水溶性粘结剂LA133、导电剂按照96:3:1的质量比混合制浆,涂于铜箔电极上,真空干燥后作为负极;以锂为对电极,电解液使用1MLiPF₆的碳酸乙烯酯(EC)、碳酸二甲酯(DMC)和碳酸甲乙酯(EMC)的混合液,其中三组分质量比=1:1:1,隔膜为PE/PP/PE复合膜,组装成模拟电池,以0.5mA/cm²(0.2C)的电流密度进行恒流充放电实验,充电电压限制在0.005-2.0伏,测试改性石墨负极材料的首次放电比容量和首次库仑效率。

[0066] 测试结果列于表1。

[0067] 表1. 实施例和对比例的球形石墨的测试数据

实施 例	球 形 度	粒 度 范 围/ μm	D ₁₀ / μm	D ₅₀ / μm	D ₉₀ / μm	振 实 密 度 / (g/cm ³)	比 表 面 积 / (m ² /g)	产 品 收 率%	单 位 产 品 电 耗 (元/ 吨)	首 次 放 电 比 容 量 mAh/g	首 次 库 仑 效 率%
[0068] 实施 例1	0.9	12.0 - 60	12	23	60	1.2	5.6	95	1238	365.8	95.1
实施 例2	0.9	10.0 - 45	10	17	45	1.08	6.0	92	1246	365.3	94.8
实施 例3	0.9	3.0 - 25	4	8	25	0.85	9.5	90	1263	364.4	94.7
对 比 例1	0.8	6.5 - 60	8	17	60	0.92	5.4	55	3264	358.3	91.3

[0069] 从测试结果可知,采用本发明制备的球形石墨球形度高,产品粒度分布窄,收率高,耗能低,作为锂离子电池负极材料,具有良好的综合电化学性能,其首次放电比容量和首次库仑效率都比多台串联粉碎整形生产的天然球形石墨高2~3%,而传统的多台串联粉碎整形生产的天然石墨负极材料,其电化学性能较差,表现首次不可逆容量损失较大,循环性能较差。

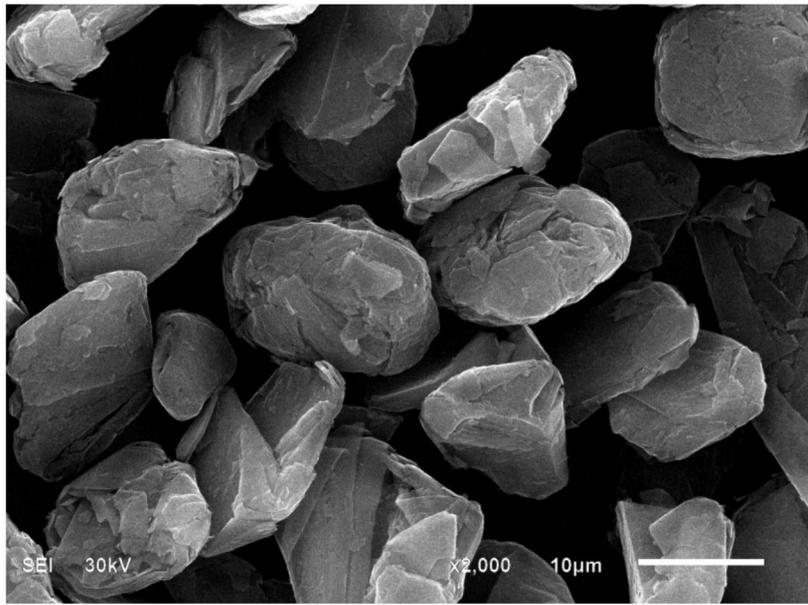


图1

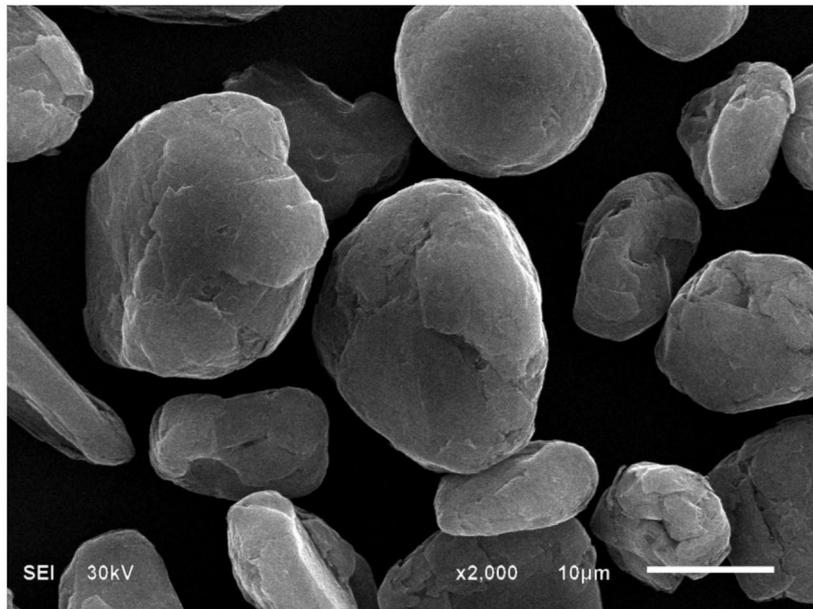


图2

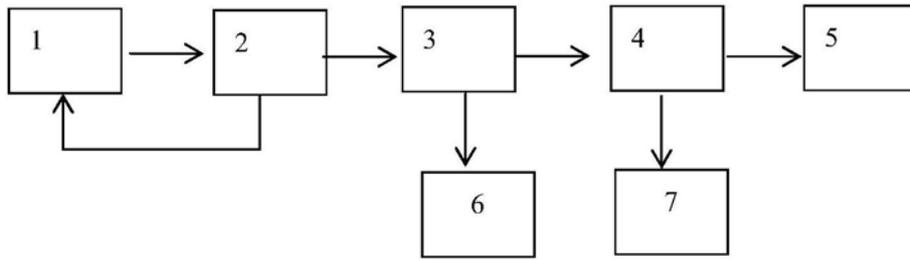


图3

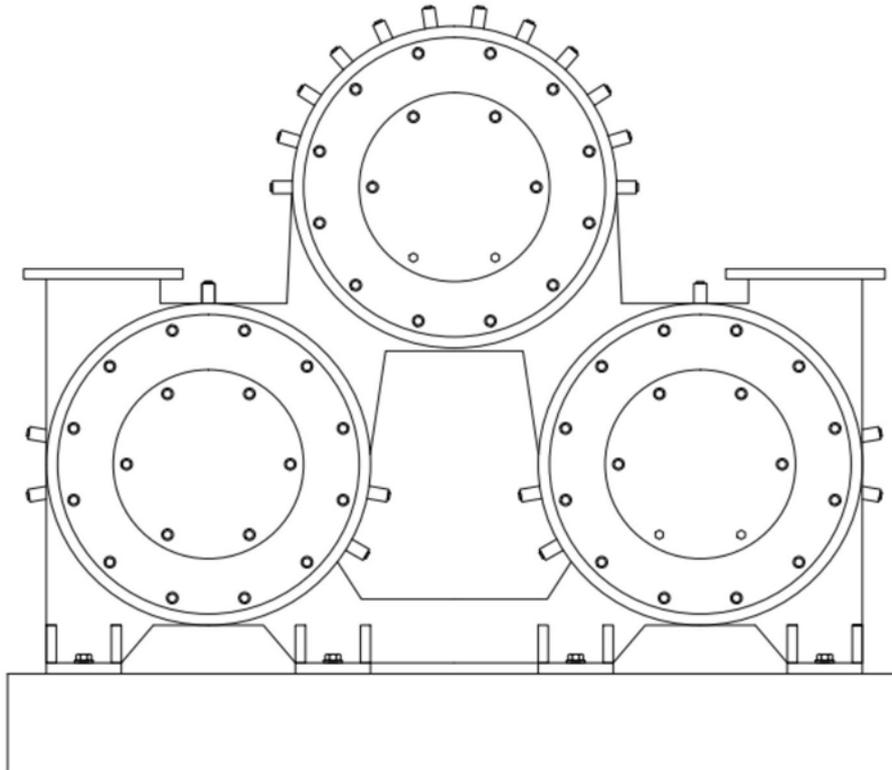


图4

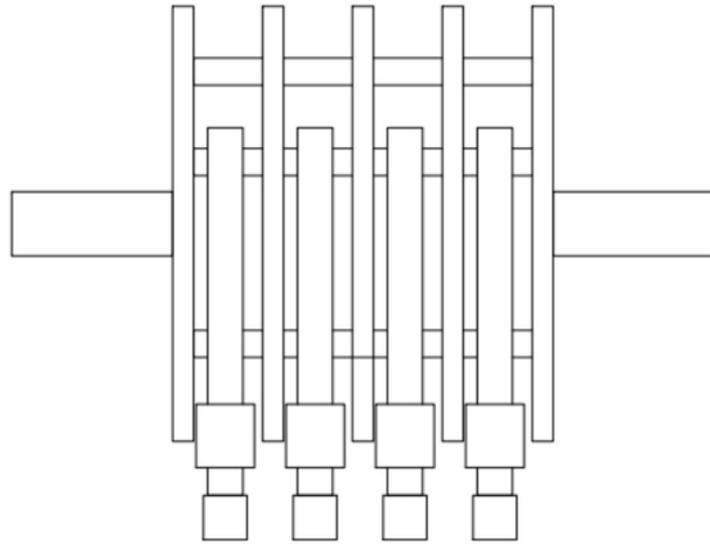


图5

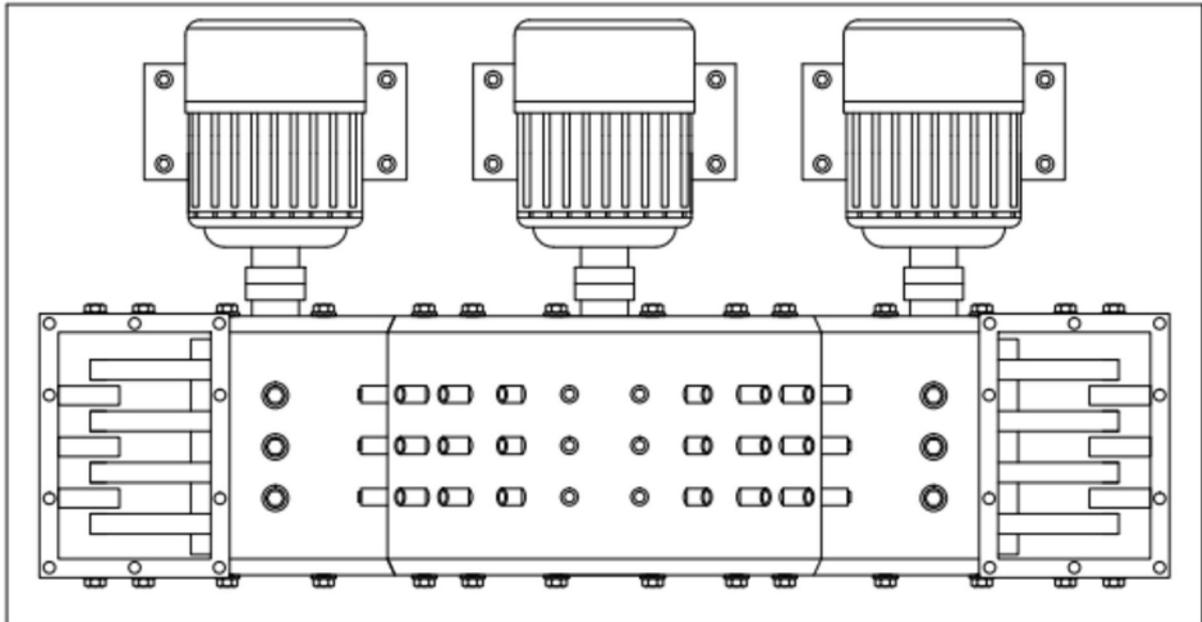


图6