



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 114096691 A

(43) 申请公布日 2022. 02. 25

(21) 申请号 202080050554.6

(74) 专利代理机构 永新专利商标代理有限公司
72002

(22) 申请日 2020.07.22

代理人 李振东 过晓东

(30) 优先权数据

62/879,308 2019.07.26 US

16/933,312 2020.07.20 US

(51) Int.Cl.

G22C 24/00 (2006.01)

G22C 1/03 (2006.01)

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2022.01.11

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/US2020/043019 2020.07.22

(87) PCT国际申请的公布数据

W02021/021510 EN 2021.02.04

(71) 申请人 利文特美国公司

地址 美国宾夕法尼亚

(72) 发明人 Y·西纳 W·A·格里特

B·麦乔治

权利要求书2页 说明书5页

(54) 发明名称

制备锂铝合金的方法

(57) 摘要

本发明提供了用于生产锂铝锭的方法。在一个实施方案中,所述方法包括:制备包含约70重量%至90重量%的锂和10重量%至30重量%的铝的母合金;及在约230℃至330℃的温度下使该母合金在锂中溶解以提供具有按重量计约1500ppm至2500ppm的铝的锂铝锭。在另一个实施方案中,所述方法可生产具有约0.001%至约1.0%的铝的锂铝锭。

1. 制备多个锂铝锭的方法,其包括:
 - (a) 制备包含约70重量%至90重量%的锂和10重量%至30重量%的铝的母合金,及
 - (b) 在约230℃至360℃的温度下使步骤(a)的母合金在锂中溶解,以提供均匀的合金组合物,
 - (c) 由所述均匀的合金组合物生产多个锂铝锭,其中每个锂铝锭具有按重量计约1500ppm至2500ppm的铝。
2. 根据权利要求1所述的方法,其中制备所述母合金包括:熔化铝和添加锂。
3. 根据权利要求2所述的方法,其进一步包括混合锂和铝以产生均匀的混合物。
3. 根据权利要求1所述的方法,其中步骤(a)的母合金具有约185℃至约330℃的熔点温度。
4. 根据权利要求3所述的方法,其中步骤(a)的母合金具有约200℃至约300℃的熔点温度。
5. 根据权利要求4所述的方法,其中步骤(a)的母合金具有约240℃至约260℃的熔点温度。
6. 根据权利要求1所述的方法,其中步骤(c)的锂铝锭是均匀的。
7. 根据权利要求6所述的方法,其中使步骤(a)的母合金在锂中溶解进一步包括:以所选择的速率冷却所述母合金和锂以形成所述均匀的合金组合物。
8. 根据权利要求7所述的方法,其中以约1℃/分钟至100℃/分钟的速率冷却所述母合金和锂。
9. 根据权利要求6所述的方法,其进一步包括:搅拌在锂中的步骤(a)的母合金以形成均匀的合金组合物。
10. 根据权利要求1所述的方法,其中使步骤(a)的母合金在锂中溶解包括:在约230℃至330℃的温度下加热在锂中的所述母合金约0.5小时至约8小时的时间。
11. 根据权利要求1所述的方法,其中使所述母合金在锂中溶解包括:以至少约1克/分钟的速率将所述母合金添加到锂中。
12. 根据权利要求1所述的方法,其中来自所述多个锂铝锭的每个锂铝锭具有按重量计约1900ppm至2100ppm的铝。
13. 根据权利要求12所述的方法,其中来自所述多个锂铝锭的每个锂铝锭具有按重量计约1950ppm至2050ppm的铝。
14. 根据权利要求1所述的方法,其中所述多个锂铝锭具有在每个锂铝锭之间约20%或更小的铝含量的偏差。
15. 根据权利要求13所述的方法,其中所述多个锂铝锭具有在每个锂铝锭之间约5%或更小的铝含量的偏差。
12. 制备具有约0.001重量%至1.0重量%的铝含量的锂铝锭的方法,其包括:
 - (a) 制备包含约70重量%至90重量%的锂和10重量%至30重量%的铝的母合金,及
 - (b) 在约230℃至330℃的温度下使步骤(a)的母合金在锂中溶解,以提供具有约0.001%至约1.0%的铝的锂铝锭。
13. 根据权利要求12所述的方法,其中制备所述母合金包括:熔化铝和添加锂。
14. 根据权利要求13所述的方法,其进一步包括:混合锂和铝以产生均匀的混合物。

15. 根据权利要求12所述的方法, 其中步骤(a)的母合金具有约185°C至约330°C的熔点温度。

16. 根据权利要求15所述的方法, 其中步骤(a)的母合金具有约200°C至约300°C的熔点温度。

17. 根据权利要求16所述的方法, 其中步骤(a)的母合金具有约240°C至约260°C的熔点温度。

18. 根据权利要求12所述的方法, 其中步骤(b)的锂铝锭具有均匀的组成。

19. 根据权利要求18所述的方法, 其中使步骤(a)的母合金在锂中溶解进一步包括: 以所选择的速率冷却所述母合金和锂以形成均匀的合金组合物。

20. 根据权利要求19所述的方法, 其中以约1°C/分钟至100°C/分钟的速率冷却所述母合金和锂。

21. 根据权利要求18所述的方法, 其进一步包括: 搅拌在锂中的步骤(a)的母合金以形成所述均匀的合金组合物。

22. 根据权利要求12所述的方法, 其中使步骤(a)的母合金在锂中溶解包括: 在约230°C至330°C的温度下加热在锂中的所述母合金约0.5小时至约8小时的时间。

23. 根据权利要求12所述的方法, 其中使所述母合金在锂中溶解包括: 以至少约1克/分钟的速率将所述母合金添加到锂中。

制备锂铝合金的方法

[0001] 相关申请

[0002] 以下申请要求2020年7月20日提交的第16/933,312号美国申请和2019年7月26日提交的第62/879,308号美国临时申请的优先权,将其公开的全部内容引入本文。

技术领域

[0003] 本发明涉及用于生产具有改进的一致性和增加的均匀性的锂铝合金的方法。

背景技术

[0004] 锂铝合金可用于各种应用,包括客机部件的生产和电池中负极的形成。具体而言,由锂铝合金制成的负极为电池提供高电流和容量密度以及长循环寿命。模具可用于将锂铝合金铸造成各种产品,例如锂铝锭,以进行进一步加工。

[0005] 然而,用于生产锂铝合金和锭材的现行方法存在若干缺点。铝的熔点(660℃)明显高于锂的熔点(180℃),因此在熔融锂中溶解铝需要高温以及长的搅拌和沉降时间。由于在该合金中缺乏均匀性,在所生产的锭材中高的可变性是另一个问题。因为铝的密度高于锂,在反应罐中铝金属倾向于向罐的底部沉降。因此,向着罐顶部,使用常规的锂铝合金化技术生产的锭材经常具有低于期望的铝浓度。类似地,在罐底部附近,使用常规的锂铝合金化技术生产的锭材经常具有高于预期的铝浓度。例如,用于生产具有约2000ppm的所期望的铝浓度的锭材的锂铝合金经常从罐底部产生约8000ppm的锭材。还必须经常清洁反应罐,以去除在底部积聚的铝金属。

[0006] 必须熔化和再加工不符合期望规格的个别锭材,这导致增加的生产时间和费用。在试图生产具有低铝值的锂铝锭时,缺乏合金中的均匀性成为一个更大的问题,因为少量的铝可能导致在锭材中更大的可变性(例如700%的铝浓度偏差)和在锭材自身内更低的均匀性。均匀性差的锭材可能具有铝浓度更高的区域,其表现为起泡。这些锭材还可能在具有低于期望的铝浓度的区域内具有空隙。

[0007] 因此,需要用于生产具有在单个锭材中减小的可变性的锂铝锭的改进方法,更特别地,用于生产具有低铝浓度的锂铝锭的方法。

发明内容

[0008] 为此,本发明提供用于生产锂铝锭的方法;特别是用于生产具有增加的均匀性的锭材。所述制备锂铝锭的方法包括:制备包含约70重量%至90重量%的锂和10重量%至30重量%的铝的母合金,及在约230℃至360℃的温度下使所述母合金在锂中溶解以形成所述锂铝锭。在一个实施方案中,所述锂铝锭包含按重量计约1500ppm至2500ppm的铝。在另一个实施方案中,所述锂铝锭包含约0.001重量%至1.0重量%的铝。该方法生产具有在锂铝锭之间改进的均匀性和减小的可变性的锂金属合金;例如,所述锭材的铝浓度可变化约50%或更小。

具体实施方式

[0009] 现在更详细地描述本发明关于本文中提供的描述和方法的前述方面和其他方面。应当理解,可以以不同的形式实施本发明并且不应将本发明解释为限于本文中所陈述的实施方案。更确切地说,提供了这些实施方案从而本公开将是全面的和完整的,并将本发明的范围充分传达给本领域技术人员。

[0010] 本文中本发明的描述中所使用的术语只是为了描述特定实施方案的目的,并不旨在限制本发明。除非上下文另有明确指示,否则如在本发明的实施方案和在所附权利要求的描述中所使用的单数形式“一”、“一个”和“所述”也旨在包括其复数形式。此外,如本文中所用的“和/或”是指并且涵盖了一个或多个相关联的所列项目的任意和所有可能的组合。

[0011] 当提及可测量值如化合物的量、剂量、时间、温度和诸如此类时,如本文中所用的术语“约”是意在涵盖所指定量的20%、10%、5%、1%、0.5%或甚至0.1%的偏差。除非另有定义,否则所有术语,包括用于所述描述中的技术和科学术语,与本发明所属领域的普通技术人员通常所理解的含义相同。

[0012] 如本文中所用的术语“包含”、“含有”和“包括”指定了所述特征、整数、步骤、操作、元素和/或组分的存在,但不排除一个或多个其他特征、整数、步骤、操作、元素、组分和/或它们的组的存在或添加。

[0013] 如本文中所用的术语“基本上由……组成”(和它的语法变体),当应用于本发明的组合物和方法时,是指只要额外的组分不会实质上改变该组成物/方法,所述组合物/方法可以含有该额外的组分。术语“实质上改变”,当应用于组合物/方法时,是指至少约20%或更多的该组合物/方法有效性的增加或减少。

[0014] 本文中提及的所有专利、专利申请和公开均通过整体引用而并入本文。在术语冲突的情况下,以本说明书为准。

[0015] 根据本发明,提供生产锂铝锭的方法。由均匀的锂铝合金组合物生产所述锂铝锭,其中由所述合金组合物形成的锭材具有在单个锭材之间少于50%的偏差。在一些实施方案中,由所述合金组合物形成的锭材具有在单个锭材之间约20%或更少的偏差。例如,由均匀的合金组合物生产的每个锂铝锭可具有按重量计约1500ppm至2500ppm的铝。在进一步的实施方案中,由该合金组合物形成的锭材可具有在单个锭材之间约5%或更小的偏差。所述均匀的锂铝合金组合物是通过在熔融锂中溶解母合金而形成的。

[0016] 锂金属容易与氧、氮、湿气、氢、二氧化碳和其他元素反应,这会导致锂损失到这些副反应,这在锂与更高熔点的元素如铝进行合金化时由于在较高温度下操作熔化过程所以更容易发生。如本文所述使用母合金,通过降低组分之一的熔化温度和减少在熔化室中暴露的时间而使锂的损失最小化,节省了能量和生产时间。

[0017] 此外,由于密度的显著差异,母合金还减小了元素偏析的风险。所述母合金中铝的均匀性防止铝在反应罐底部沉降,减小了罐清理以从罐底部去除泥污的频率。此外,均匀性防止在罐底部由所述合金形成的锭材具有不期望的较高的铝浓度,并且不需要回收铝浓度超出所期望的参数的锭材。

[0018] 在一些实施方案中,所述母合金包含约70重量%至90重量%的锂和约10重量%至30重量%的铝。铝含量为30重量%的母合金的熔点为约330℃,这是临界温度,因为高于此温度则发生显著的锂反应。在一个实施方案中,所述母合金是通过将铝添加到熔融锂中以

在没有显著的锂反应的情况下产生均匀的混合物而制备的。用于熔化锂的过程可以在保护性惰性气体如氩气中进行。可以通过以较低温度开始将铝逐渐添加到熔融锂中来混合熔融的铝和锂。例如,可以约1克/分钟或更高的速率将铝添加到熔融锂中。当铝含量增加时,温度相对于Li-Al相图相应地增加。当温度接近该母合金的液相线温度以上约30℃时,可以停止加热过程以防止锂蒸发。

[0019] 在另一个实施方案中,铝和锂可以分别熔化,然后组合。所述母合金也可以通过将固体或液体形式的锂金属添加到熔融铝池中来制备。需要661℃以上的温度使铝保持在其液体状态。因此,需要迅速添加锂和受控制的气氛以使所述反应和熔融铝中锂的蒸发最小化。

[0020] 所述母合金可具有约185℃至约330℃的熔化温度,这取决于存在于该母合金中的铝的百分比。在一个实施方案中,所述母合金的熔化温度为约200℃至约300℃。例如,所述母合金可具有约240℃至约260℃的熔化温度。相对于纯铝的熔化温度(660℃)时,所述母合金的较低的熔化温度,通过允许在搅拌期间铝在整个熔融锂中更好的分散,提高了在产品合金中铝的均匀性,从而能够生产具有均匀的或均匀性显著改善的合金组成的锂铝锭。

[0021] 一旦制备母合金,就将其添加到约230℃至约330℃的温度下的锂中。可以混合锂和熔融合金以形成均匀的混合物。可以加热所述母合金和锂约30分钟至约8小时的时间。稀有材料如Nb、Ta、W和Mo以及较便宜的材料如低碳不锈钢,可以用作所述锂铝合金化过程中合适的构成坩埚的材料。在一个实施方案中,然后以约1℃/分钟至100℃/分钟的速率冷却所述母合金和锂,这取决于所期望的晶粒尺寸,以形成均匀的合金组合物。在一些实施方案中,所述母合金和锂可以在加热后约4至5小时内沉降。与此不同,在没有母合金的情况下,在熔融锂中溶解铝需要长达约7至9小时的沉降时间。因此,使用母合金以形成所述锂合金组合物,使所述混合物沉降所需的时间值减少了约三分之一。

[0022] 在由所述母合金和熔融锂形成所述合金组合物之后,可以将其在具有期望的形状因数的模具中铸造。可以在垂直或水平/连续铸造系统中实施铸造/固化。可以根据锭材的尺寸和其他机械性能来确定固化速率。由均匀或基本上均匀的合金组合物形成的锭材具有在锭材中50%或更小的偏差率。

[0023] 以下实施例仅是对本发明的举例说明,而不是对本发明的限制。

[0024] 实施例

[0025] 实施例1:80%锂/20%铝的母合金的制备

[0026] 将4kg锂金属熔化在衬有钽的坩埚中,并加热至略高于其熔点,例如200℃。该熔化过程是在保护性惰性气体例如氩气中,以防止任何不期望的反应。将1kg铝金属以小块添加到熔体中。逐渐增加该过程温度,直到所有所添加的铝金属溶解在熔融锂中。当合金化的温度达到高于该母合金的熔化温度约30℃时(例如275℃),停止加热过程以防止锂蒸发。然后搅拌该母合金以产生更均匀的合金。然后将该母合金快速固化,密封,并保存在干燥室中以备进一步使用。该母合金具有5kg的最终重量以及80%锂和20%铝的最终组成。

[0027] 实施例2:锂铝合金的形成

[0028] 将实施例1中的母合金添加到在封闭的搅拌容器中的熔融锂中以形成铝浓度小于1%的锂铝合金。保持容器温度低,并且恒定在略高于锂的熔点,例如182-200℃。

[0029] 实施例3:70%锂/30%铝的母合金的制备

[0030] 将3.5kg锂金属在钽坩埚中熔化,并加热至略高于其熔点,例如200℃。该熔化过程在氩气作为保护性惰性气体下进行,以防止任何不期望的反应。将1.5kg铝金属添加到该熔体中。逐渐增加该过程温度,直到所有所添加的铝金属溶解在熔融锂中。当合金化的温度达到高于该母合金的液相线温度约30℃时(例如360℃),停止加热过程以防止任何不利的锂反应。然后搅拌该母合金以产生更均匀的合金。然后将该母合金快速固化,密封,并保存在干燥室中以备进一步使用。所述合金化和固化步骤也在氩气中进行。该母合金具有5kg的最终重量以及70%锂和30%铝的最终组成。

[0031] 使用母合金生产的锂铝锭的铝浓度

[0032] 表1和2给出了在由使用70%锂/30%铝的母合金形成的锂铝合金组合物生产的多个锂铝锭中铝含量的概况。针对每次生产运行,提供第1个、第10个和最后1个锭材的铝浓度。

[0033] 表1:生产A锂铝锭的铝含量

[0034]	锭材	铝含量 (ppm)
	第1个	1977
	第10个	2027
	最后一个	2038

[0035] 表2:生产B锂铝锭的铝含量

[0036]	锭材	铝含量 (ppm)
	第1个	2008
	第10个	2055
	最后一个	1893

[0037] 锂铝锭通常在生产运行期间具有在单个锭材之间大于700%的偏差。如表1和2所示,使用本文中所述的母合金生产锂铝锭,获得所生产的锭材中显著较低的偏差。表1的锭材具有约2%的偏差,其中铝含量为约 2000 ± 40 ppm。表2的锭材具有约2.7%的偏差,其中铝含量为约 2000 ± 55 ppm。

[0038] 表3:生产C锂铝锭的铝含量

[0039]	锭材 (在总共13个当中)	铝含量 (ppm)
	第11个	1967
	第12个	1978
	第13个	1998

[0040] 表3给出了使用留在反应罐底部附近的锂合金组合物产生的锂铝锭的铝浓度。生产C中的锂铝锭具有约2000ppm的期望铝含量。如表3所示,尽管使用了在罐底部附近的合金组合物,锂铝锭仍保持所期望的铝含量。这些结果表明所述锂铝合金组合物的均匀性和由该合金组合物产生的锂铝锭的低的偏差。因此,由所述合金组合物产生的锂铝锭在整个生产中具有在所有单个锭材中均匀的铝浓度。

[0041] 虽然本方法在参考优选的实施方案和它们的特定实施例的情况下在本文中进行了说明和描述,但是对于本领域的普通技术人员清楚的是,其他实施方案和实例可以执行类似的功能和/或实现类似的结果。所有这样的等效实施方案和实例都在本方法的精神和

范围内。