



(21) 申请号 202410584616.1

(22) 申请日 2024.05.12

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 118198570 A

(43) 申请公布日 2024.06.14

(73) 专利权人 深圳鑫茂新能源技术股份有限公司

地址 518000 广东省深圳市宝安区燕罗街道罗田社区象山大道174-1号A栋厂房整套

(72) 发明人 艾戊云 孔令超 袁海中 袁志强
欧金法 吴锡俊 陈飞 周丽荣

(74) 专利代理机构 广州博志知识产权代理有限公司 441111

专利代理师 戴晓丹

(51) Int.Cl.

H01M 10/54 (2006.01)

H01M 4/04 (2006.01)

H01M 4/36 (2006.01)

H01M 4/587 (2010.01)

H01M 4/62 (2006.01)

C01B 32/21 (2017.01)

C01B 32/205 (2017.01)

(56) 对比文件

CN 117476882 A, 2024.01.30

CN 116477615 A, 2023.07.25

审查员 钟健

权利要求书1页 说明书7页

(54) 发明名称

一种高倍率再生石墨负极材料及其制备方法和应用

(57) 摘要

本发明提供了一种高倍率再生石墨负极材料及其制备方法和应用,属于电池材料回收利用技术领域,包括以下步骤:(1)将废旧锂离子电池放电至低于2V,拆解出废旧石墨负极片,将废旧石墨负极片用碳酸二甲酯清洗,干燥,进行敲击使废弃石墨与铜箔分离,得到待回收石墨;(2)将待回收石墨进行中高温焙烧,获得纯化后的石墨;(3)将纯化后的石墨、改性酚醛树脂、非离子表面活性剂和乙醇混合,磁力搅拌3-5h,过滤,干燥至乙醇全部挥发,得到固体;(4)将固体在氮气氛围下,1000℃碳化9-10h,即得高倍率再生石墨负极材料。本发明制备的再生石墨负极材料,可提升由废旧电池中的石墨材料再生得到的负极材料缺陷,提升循环稳定性。

1. 一种高倍率再生石墨负极材料的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 将废旧锂离子电池放电至低于2V,拆解出废旧石墨负极片,将废旧石墨负极片用碳酸二甲酯清洗,干燥,进行敲击使废弃石墨与铜箔分离,得到待回收石墨;

(2) 首先以升温速率5-7°C/min升温至500-600°C,将待回收石墨焙烧1-2h,然后以升温速率2-4°C/min升温至800-900°C,焙烧5-10h,获得纯化后的石墨;

(3) 将质量比(50-55):1:(0.1-0.3):(120-150)的纯化后的石墨、改性酚醛树脂、非离子表面活性剂和乙醇混合,磁力搅拌3-5h,过滤,70-80°C干燥至乙醇全部挥发,得到固体;其中,所述改性酚醛树脂的制备方法为:将质量比为(48-52):(54-58):1:(3-6)的酚醛树脂、4-氯二苯氯甲烷、苯磺酸和改性高岭土混合,在氮气氛围下,95-110°C下反应4-6h,反应结束后,继续加入2-3倍酚醛树脂质量的丙酮,再加入50wt%氢氧化钠水溶液进行中和,得到有机层水洗3次,加热减压下去除丙酮,得到改性酚醛树脂;

(4) 将固体在氮气氛围下,1000°C碳化9-10h,即得高倍率再生石墨负极材料;

其中,所述改性高岭土的制备方法为:

(1) 将高岭土用浓度为13-15wt%的盐酸水溶液浸泡5-7h,再用去离子水洗涤至中性,烘干;

(2) 将烘干后的高岭土于400-500°C下煅烧6-7h,得到煅烧后的高岭土;

(3) 将100质量份煅烧后的高岭土分散于400-500质量份丙酮,继续加入1.8-2.2质量份的环氧硬脂酸丁酯和1.5-2.3质量份的丙烯酸十二酯,搅拌50-60分钟后,过滤,烘干,研磨成粉末,即得改性高岭土;

所述非离子表面活性剂是使用质量比为(1.2-1.6):1:(0.4-0.8)的吐温60、司盘80和自制表面活性剂混合得到;

所述自制表面活性剂的制备方法为:按质量份数计,在氮气氛围下,将35-45份辛基酚聚氧乙烯醚、40-50份六亚甲基二异氰酸酯和8-12份二苯基甲烷二胺混合,85°C反应4-6h,加入24-44份双十六烷基胺继续反应5-7h,加入8-12份二羟甲基二羟基乙烯脲树脂和0.2-0.4份有机铋催化剂,反应2-3h后即得。

2. 根据权利要求1所述的一种高倍率再生石墨负极材料的制备方法,其特征在于,所述步骤(2)还包括:将纯化后的石墨粉碎至7-10 μ m。

3. 根据权利要求1所述的一种高倍率再生石墨负极材料的制备方法,其特征在于,所述酚醛树脂的羟基当量为100-105g/当量。

4. 根据权利要求1所述的一种高倍率再生石墨负极材料的制备方法,其特征在于,所述粉末的粒径为5-10nm。

5. 根据权利要求1所述的一种高倍率再生石墨负极材料的制备方法,其特征在于,所述辛基酚聚氧乙烯醚的结构式为:
$$\text{H}_3(\text{CH}_2)_7-\text{C}_6\text{H}_4-\text{O}-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n-\text{H}$$
其中n为10-16的整数。

6. 一种权利要求1-5任一项所述的制备方法制得的高倍率再生石墨负极材料。

7. 一种权利要求6所述的高倍率再生石墨负极材料在制备锂电池中的应用。

一种高倍率再生石墨负极材料及其制备方法和应用

技术领域

[0001] 本发明属于电池材料回收利用技术领域,具体涉及一种高倍率再生石墨负极材料及其制备方法和应用。

背景技术

[0002] 石墨由于具有导电性好、结晶程度高、良好的层状结构等特点,非常适合锂离子在充放电过程中的嵌入与脱出,故此成为目前应用最广泛的负极材料。针对报废极片、电芯,以及退役电池中的石墨材料的回收再生与二次利用,已成为实现负极材料资源循环利用的最佳途径。

[0003] 现有废旧石墨材料回收方法存在步骤繁琐、回收效率低和能耗高等问题,并且废旧石墨颗粒在经历长期的充放电循环后,会产生大量的结构缺陷与体相杂质,大大影响电池的电化学性能与寿命,因此,针对废石墨负极的回收,不仅仅需要恢复石墨的高纯度,更重要的是需要对其结构进行修复和优化。目前工锂离子电池负极材料是石墨碳材料,其使用温度通常在室温25℃左右,但在使用温度较高或较低时,锂离子电池高低温放电能力不佳,手机容易出现了在过高或过低温度条件下自动关机的问题或者使锂电池胀气,容量迅速衰减,安全性大大降低。因此扩大锂离子电池的使用温度区间,开发耐温性能好的负极材料至关重要。

发明内容

[0004] 本发明的目的是提供一种高倍率再生石墨负极材料及其制备方法和应用,可以提升由废旧电池中的石墨材料再生得到的负极材料缺陷,提升循环稳定性和倍率性能。

[0005] 为了解决上述问题,本发明提供了以下技术方案:

[0006] 一种高倍率再生石墨负极材料的其制备方法,包括以下步骤:

[0007] (1)将废旧锂离子电池放电至低于2V,拆解出废旧石墨负极片,将废旧石墨负极片用碳酸二甲酯清洗,干燥,进行敲击使废弃石墨与铜箔分离,得到待回收石墨;

[0008] (2)首先以升温速率5-7℃/min升温至500-600℃,将待回收石墨焙烧1-2h,然后以升温速率2-4℃/min升温至800-900℃,焙烧5-10h,获得纯化后的石墨;

[0009] (3)将质量比(50-55):1:(0.1-0.3):(120-150)的纯化后的石墨、改性酚醛树脂、非离子表面活性剂和乙醇混合,磁力搅拌3-5h,过滤,70-80℃干燥至乙醇全部挥发,得到固体;

[0010] (4)将固体在氮气氛围下,1000℃碳化9-10h,即得高倍率再生石墨负极材料。

[0011] 进一步地,所述步骤(2)还包括将纯化后的石墨粉碎至7-10μm。

[0012] 进一步地,所述步骤(3)中改性酚醛树脂的制备方法为:将质量比为(48-52):(54-58):1:(3-6)的酚醛树脂、4-氯二苯氯甲烷(CAS:134-83-8)、苯磺酸和改性高岭土混合,在氮气氛围下,95-110℃下反应4-6h,反应结束后,继续加入2-3倍酚醛树脂质量的丙酮,再加入50wt%氢氧化钠水溶液进行中和,得到有机层水洗3次,加热减压下去除丙酮,得到改性

酚醛树脂。

[0013] 进一步地,所述酚醛树脂的羟基当量为100-105g/当量。购自济南圣泉集团股份有限公司。

[0014] 进一步地,50wt%氢氧化钠水溶液中氢氧化钠的摩尔量和苯磺酸的摩尔量相同。

[0015] 石墨作为负极材料时,在充电过程中锂离子插入石墨层间会使得层间距增大,而放电过程中锂离子脱出使得石墨层间距减小,多次循环后石墨的微观结构会出现崩坍。为改善石墨材料的这一性能,阻止石墨在充放电中的结构崩坍,通常使用酚醛树脂进行热解碳化包覆。但是石墨表面有呈惰性状态,与酚醛树脂的界面相容性差,导致包覆层致密度不佳,影响材料的充放电性能。本发明通过对酚醛树脂进行改性,有效地提高石墨烯和树脂的界面结合,提升了与石墨的相容性,改善了再生石墨负极材料制备的锂离子电池的充放电性能。

[0016] 所述改性高岭土的制备方法为:

[0017] (1) 将高岭土用浓度为13-15wt%的盐酸水溶液浸泡5-7h,再用去离子水洗涤至中性,烘干;

[0018] (2) 将烘干后的高岭土于400-500℃下煅烧6-7h,得到煅烧后的高岭土;

[0019] (3) 将100质量份煅烧后的高岭土分散于400-500质量份丙酮,继续加入1.8-2.2质量份的环氧硬脂酸丁酯(CAS:106-83-2)和1.5-2.3质量份的丙烯酸十二酯(CAS:2156-97-0),搅拌50-60分钟后,过滤,烘干,研磨成5-10nm的粉末,即得改性高岭土。

[0020] 所述高岭土购买自华创企信网络科技有限公司。

[0021] 为了调节酚醛树脂的粘度,以使其与石墨更好地包覆,本发明在制备改性酚醛树脂时,试图添加高岭土,但是在实验过程中发现,市售的高岭土可以调节酚醛树脂的粘度,使包覆更均匀,但是添加后会降低酚醛树脂和石墨的结合强度,致使产品的高温循环稳定性不佳。本发明通过对高岭土进行改性,可以使碳包覆层与石墨颗粒表面高强度的结合,形成了具有致密多孔的碳包覆层,多次循环后石墨的微观结构不会出现崩坍,提升了电池的高温循环稳定性。

[0022] 进一步地,所述非离子表面活性剂是使用质量比为(1.2-1.6):1:(0.4-0.8)的吐温60、司盘80和自制表面活性剂混合得到。

[0023] 进一步地,所述自制表面活性剂的制备方法为:按质量份数计,在氮气氛围下,将35-45份辛基酚聚氧乙烯醚、40-50份六亚甲基二异氰酸酯和8-12份二苯基甲烷二胺,85℃反应4-6h,加入24-44份双十六烷基胺(CAS:16724-63-3)继续反应5-7h,加入8-12份二羟甲基二羟基乙烯脲树脂(CAS:1854-26-8)和0.2-0.4份有机铋催化剂,反应2-3h后即得。

[0024] 进一步地,所述辛基酚聚氧乙烯醚的结构式为:

[0025]
$$\text{H}_3(\text{CH}_2)_7-\text{C}_6\text{H}_4-\text{O}-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n-\text{H}, \text{其中} n \text{ 为 } 10-16 \text{ 的整数。}$$

[0026] 由于石墨之间有相互作用力,容易产生聚集,致使包覆的不均匀,有的部位可能完全包覆不上,影响再生石墨负极材料的性能。本发明试图添加非离子表面活性剂用以阻止石墨之间的聚集,以及提升石墨与改性酚醛树脂的分散均匀性。但是发现使用市售的非离子表面活性剂,对石墨的聚集有改善,但是对石墨和改性酚醛树脂的分散均匀性效果一般,猜测是改性后的酚醛树脂上的基团与市售的非离子表面活性剂的相容性不佳。本发明通过

添加自制表面活性剂,先将辛基酚聚氧乙烯醚与六亚甲基二异氰酸酯反应,又在催化剂的作用下引入二羟甲基二羟基乙烯脲树脂,通过复配后的非离子表面活性剂,使石墨与改性酚醛树脂的分散均匀性更佳。发明人意外发现,添加非离子表面活性剂后,电池的高低温性能也得到改善。猜测是该条件制备的负极材料,可以降低材料在低温下的阻抗,改善吸液性能,进而改善材料的低温性能。

[0027] 所述有机铋催化剂购自上海德音化学有限公司。

[0028] 本发明还提供了一种高倍率再生石墨负极材料,由以上方法制得。

[0029] 本发明还提供了所述的高倍率再生石墨负极材料在制备锂电池中的应用。

[0030] 与现有技术相比,本发明的优点和有益效果为:

[0031] 1. 本发明提供了一种高倍率再生石墨负极材料,通过应用独创的物理法回收再生技术,对报废极片、电芯,以及退役电池进行回收、分类、拆解分离、除杂掺杂,中高温修复处理,实现负极石墨材料容量修复。对回收石墨原料进行粉碎整形、高温纯化、包覆炭化、混合、筛分、除磁等工艺处理,实现负极石墨材料效率修复,而后通过形貌修复,改善颗粒圆润度,实现石墨负极材料的回收再生。

[0032] 2. 本发明通过对酚醛树脂进行改性,有效地提高石墨烯和树脂的界面结合,提升了与石墨的相容性,改善了再生石墨负极材料制备的锂离子电池的充放电性能。通过对高岭土进行改性,可以使碳包覆层与石墨颗粒表面高强度地结合,形成了具有致密多孔的碳包覆层,多次循环后石墨的微观结构不会出现崩坍,提升了电池的高温循环稳定性。本发明通过添加自制表面活性剂,先将辛基酚聚氧乙烯醚与六亚甲基二异氰酸酯反应,又在催化剂的作用下引入二羟甲基二羟基乙烯脲树脂,通过复配后的非离子表面活性剂,使石墨与改性酚醛树脂的分散均匀性更佳。添加非离子表面活性剂后,电池的高低温性能也得到改善。

[0033] 3. 本发明的制备方法具有绿色环保、回收率高等优点,本技术填补了锂离子电池生产过程中所产生的石墨负极废料再生利用技术的空白,总体达到了国际先进水平。

[0034] 4. 本发明采用的对废旧锂离子电池负极材料进行全回收的工艺路线与现有技术相比具有明显的差异性,经检索未见国内外其他相同文献报道,为本发明负极石墨材料制备工艺技术在国内外同类产品中的创新优势提供了有力的背书。

[0035] 5. 本发明制得的石墨材料纯度高,具有较好的材料性能指标、加工性能,以及寿命、快充性能、低温性能等核心关键应用技术指标的提升。本发明制备的高倍率再生负极石墨,与传统工艺相比能耗大大降低,没有废气废渣产生,节能环保;本发明的成本低,回收率高,易于大规模的工业化生产;本发明的再生石墨负极材料纯度高,提高了回收石墨的循环稳定性,使再生石墨材料可再次作为负极材料用于电池。

具体实施方式

[0036] 下面将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作出创造性劳动前提下所获得的所有其它实施例,都属于本发明保护的范围。

[0037] 实施例1

[0038] 本实施例提供了一种高倍率再生石墨负极材料,其制备方法包括以下步骤:

[0039] (1)将废旧锂离子电池放电至低于2V,拆解出废旧石墨负极片,将废旧石墨负极片用碳酸二甲酯清洗,干燥,进行敲击使废弃石墨与铜箔分离,得到待回收石墨;

[0040] (2)首先以升温速率6°C/min升温至550°C,将待回收石墨焙烧1.5h,然后以升温速率3°C/min升温至850°C,焙烧7h,粉碎至 $9\pm 1\mu\text{m}$,获得纯化后的石墨;

[0041] (3)将质量比52:1:0.2:140的纯化后的石墨、改性酚醛树脂、非离子表面活性剂和乙醇混合,磁力搅拌4h,过滤,75°C干燥至乙醇全部挥发,得到固体;

[0042] (4)将固体在氮气氛围下,1000°C碳化9.5h,即得高倍率再生石墨负极材料。

[0043] 所述步骤(3)中改性酚醛树脂的制备方法为:将质量比为50:56:1:5的酚醛树脂、4-氯二苯氯甲烷、苯磺酸和改性高岭土混合,在氮气氛围下,105°C下反应5h,反应结束后,继续加入2.5倍酚醛树脂质量的丙酮,再加入50wt%氢氧化钠水溶液进行中和,得到有机层水洗3次,加热减压下去除丙酮,得到改性酚醛树脂。

[0044] 所述酚醛树脂的羟基当量为102g/当量。购自济南圣泉集团股份有限公司。

[0045] 50wt%氢氧化钠水溶液中氢氧化钠的摩尔量和苯磺酸的摩尔量相同。

[0046] 所述改性高岭土的制备方法为:

[0047] (1)将高岭土用浓度为14wt%的盐酸水溶液浸泡6h,再用去离子水洗涤至中性,烘干;

[0048] (2)将烘干后的高岭土于450°C下煅烧6.5h,得到煅烧后的高岭土;

[0049] (3)将100质量份煅烧后的高岭土分散于450质量份丙酮,继续加入2质量份的环氧硬脂酸丁酯和2质量份的丙烯酸十二酯,搅拌55分钟后,过滤,烘干,研磨成 $8\pm 2\text{nm}$ 的粉末,即得改性高岭土。

[0050] 所述非离子表面活性剂是使用质量比为1.4:1:0.6的吐温60、司盘80和自制表面活性剂混合得到。

[0051] 所述自制表面活性剂的制备方法为:按质量份数计,在氮气氛围下,将40份辛基酚聚氧乙烯醚、45份六亚甲基二异氰酸酯和10份二苯基甲烷二胺,85°C反应5h,加入35份双十六烷基胺继续反应6h,加入10份二羟甲基二羟基乙烯脲树脂和0.3份有机铋催化剂,反应2.5h后即得。

[0052] 所述辛基酚聚氧乙烯醚的结构式为:

[0053] $\text{H}_3(\text{CH}_2)_7-\text{C}_6\text{H}_4-\text{O}-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n-\text{H}$,其中n为10。购自宜兴市嘉腾化工有限公司,聚氧乙烯辛基苯酚醚-10。

司,聚氧乙烯辛基苯酚醚-10。

[0054] 所述有机铋催化剂购自上海德音化学有限公司。

[0055] 实施例2

[0056] 本实施例与实施例1的区别为:本实施例提供了一种高倍率再生石墨负极材料,其制备方法包括以下步骤:

[0057] (1)将废旧锂离子电池放电至低于2V,拆解出废旧石墨负极片,将废旧石墨负极片用碳酸二甲酯清洗,干燥,进行敲击使废弃石墨与铜箔分离,得到待回收石墨;

[0058] (2)首先以升温速率5°C/min升温至600°C,将待回收石墨焙烧1h,然后以升温速率2°C/min升温至800°C,焙烧10h,粉碎至 $9\pm 1\mu\text{m}$,获得纯化后的石墨;

[0059] (3) 将质量比50:1:0.3:130的纯化后的石墨、改性酚醛树脂、非离子表面活性剂和乙醇混合,磁力搅拌3h,过滤,80℃干燥至乙醇全部挥发,得到固体;

[0060] (4) 将固体在氮气氛围下,1000℃碳化9h,即得高倍率再生石墨负极材料。

[0061] 所述步骤(3)中改性酚醛树脂的制备方法为:将质量比为48:58:1:3的酚醛树脂、4-氯二苯氯甲烷、苯磺酸和改性高岭土混合,在氮气氛围下,95℃下反应6h,反应结束后,继续加入2倍酚醛树脂质量的丙酮,再加入50wt%氢氧化钠水溶液进行中和,得到有机层水洗3次,加热减压下去除丙酮,得到改性酚醛树脂。

[0062] 所述酚醛树脂的羟基当量为100g/当量。购自济南圣泉集团股份有限公司。

[0063] 50wt%氢氧化钠水溶液中氢氧化钠的摩尔量和苯磺酸的摩尔量相同。

[0064] 所述改性高岭土的制备方法为:

[0065] (1) 将高岭土用浓度为15wt%的盐酸水溶液浸泡5h,再用去离子水洗涤至中性,烘干;

[0066] (2) 将烘干后的高岭土于400℃下煅烧7h,得到煅烧后的高岭土;

[0067] (3) 将100质量份煅烧后的高岭土分散于400质量份丙酮,继续加入2.2质量份的环氧硬脂酸丁酯和1.5质量份的丙烯酸十二酯,搅拌60分钟后,过滤,烘干,研磨成 8 ± 2 nm的粉末,即得改性高岭土。

[0068] 所述非离子表面活性剂是使用质量比为1.4:1:0.7的吐温60、司盘80和自制表面活性剂复配。

[0069] 所述自制表面活性剂的制备方法为:按质量份数计,在氮气氛围下,将35份辛基酚聚氧乙烯醚、50份六亚甲基二异氰酸酯和8份二苯基甲烷二胺,85℃反应4h,加入44份双十六烷基胺继续反应5h,加入12份二羟甲基二羟基乙烯脲树脂和0.2份有机铋催化剂,反应2h后即得。

[0070] 所述辛基酚聚氧乙烯醚的结构式为:

[0071]
$$\text{H}_3(\text{CH}_2)_7-\text{C}_6\text{H}_4-\text{O}-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n-\text{H}$$
, 其中n为12。购自宜兴市嘉腾化工有限公司,聚氧乙烯辛基苯酚醚-12。

司,聚氧乙烯辛基苯酚醚-12。

[0072] 所述有机铋催化剂购自上海德音化学有限公司。

[0073] 对比例1

[0074] 本对比例与实施例1的区别为:酚醛树脂未改性。

[0075] 对比例2

[0076] 本对比例与实施例1的区别为:所述酚醛树脂的羟基当量为150g/当量。购自济南圣泉集团股份有限公司。

[0077] 对比例3

[0078] 本对比例与实施例1的区别为:所述步骤(3)中改性酚醛树脂的制备方法为:将质量比为50:56:1的酚醛树脂、4-氯二苯氯甲烷、苯磺酸混合,在氮气氛围下,105℃下反应5h,反应结束后,继续加入2.5倍酚醛树脂质量的丙酮,再加入50wt%氢氧化钠水溶液进行中和,得到有机层水洗3次,加热减压下去除丙酮,得到改性酚醛树脂。

[0079] 对比例4

[0080] 本对比例与实施例1的区别为:所述步骤(3)中改性酚醛树脂的制备方法为:将质

量比为55:30:1:9的酚醛树脂、4-氯二苯氯甲烷、苯磺酸和改性高岭土混合,在氮气氛围下,90℃下反应7h,反应结束后,继续加入2倍酚醛树脂质量的丙酮,再加入50wt%氢氧化钠水溶液进行中和,得到有机层水洗3次,加热减压下去除丙酮,得到改性酚醛树脂。

[0081] 对比例5

[0082] 本对比例与实施例1的区别为:将改性高岭土替换为市售未改性高岭土,购买自华创企信网络科技有限公司。

[0083] 对比例6

[0084] 本对比例与实施例1的区别为:所述高岭土使用硅烷偶联剂改性,具体为:按重量份数计,将100份高岭土、12份硅烷偶联剂KH550和500份乙醇混合,85℃,搅拌20min,过滤得到固体,烘干,得到改性高岭土。

[0085] 对比例7

[0086] 本对比例与实施例1的区别为:所述非离子表面活性剂是使用质量比为2:1:1的吐温60、司盘80和自制表面活性剂混合得到。

[0087] 对比例8

[0088] 本对比例与实施例1的区别为:所述非离子表面活性剂是使用质量比1.5:1:0.5的吐温60、司盘80和辛基酚聚氧乙烯醚-10混合得到。

[0089] 性能测试

[0090] 将实施例1-2和对比例1-8的再生石墨负极材料与导电剂(SP)、增稠剂(CMC)、粘接剂(SBR)按照质量比95.2:1:1.9:1.9均匀混合后打浆涂布辊压后,在铜网上形成负极极片,然后锂片作为对电极,制成扣式电池,参照GB/T24533-2019《锂离子电池石墨类负极材料》进行充放电测试,并以磷酸铁锂作为正极,进行全电池测试。

[0091] 表1性能测试结果

[0092]

	首次充电 比容量(毫 安·时/克)	首次放电比 容量(毫安·时 /克)	50℃、1C 循 环 4000 周容 量保持率 (%)	-20℃、1C 循 环 4000 周容 量保持率 (%)
实施例 1	370.2	380.4	91.45	95.26
实施例 2	365.9	378.2	90.25	93.56
对比例 1	310.5	321.7	74.67	77.89
对比例 2	340.2	350.4	83.52	85.45
对比例 3	317.7	326.9	68.23	70.34
对比例 4	319.6	328.4	70.25	71.39
对比例 5	321.5	333.1	68.23	72.34
对比例 6	323.3	336.7	70.01	72.60
对比例 7	330.1	341.7	72.89	71.78
对比例 8	328.9	339.2	71.52	70.34

[0093] 通过实施例1-2可知,本发明制备的再生石墨负极材料的充放电性能优异,高低温下循环稳定性保持率高。通过对比例1-8可知,改变制备的方法和材料,再生石墨负极材料均有下降。

[0094] 以上所述是本发明的优选实施方式,应当指出,对于本技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明所述原理的前提下,还可以做出若干改进和润饰,这些改进和润饰也应视为本发明的保护范围。