(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109020546 A
(43)申请公布日 2018.12.18

(21)申请号 201811084134.0

(22)申请日 2018.09.18

(71)申请人 平顶山东方碳素股份有限公司
地址 467000 河南省平顶山市石龙区兴龙路19号

(72)发明人 杨文国 杨遂运

(74)专利代理机构 郑州隆盛专利代理事务所（普通合伙）41143
代理人 鲍立阳

(51)Int.Cl.
C04B 35/52(2006.01)
C04B 35/622(2006.01)
C04B 35/626(2006.01)

权利要求书1页 说明书4页

(54)发明名称

利用废弃碳素原料制备高强度碳素材料的方法

(57)摘要

本发明涉及碳素材料制备领域，尤其涉及一种利用废弃碳素原料制备高强度碳素材料的方法，包括以下步骤，刮取沥青焦磨粉除尘器上聚集的细粉、收集锂电池负极材料微粉、选取碳纤维，依次逐层向混捏锅内加入细粉、微粉和碳纤维，启动混捏锅混捏，关停混捏锅，向混捏锅内洒水至混捏锅内物料湿润，开启混捏锅混捏并加热，向混捏锅内加入粘结剂，升温，混捏，得到糊料，将糊料经过4次轧制，得到轧片，将轧片磨粉至粒径为D50 5-8um，得到二次粉，将二次粉经过150-180Mpa等静压成型，得到生坯，设置升温曲线，对生坯进行焙烧，然后进行石墨化，得到成品高强度碳素材料，能够有效的利用资源、制得的碳素产品性能高。

CN 109020546 A

1.一种利用废弃碳素原料制备高强度碳素材料的方法，其特征在于，包括以下步骤：

步骤一，刮取沥青焦磨粉除尘器上聚集的细粉、收集锂电池负极材料微粉、选取碳纤维；

步骤二，依次逐层向混捏锅内加入步骤一得到的细粉、微粉和碳纤维，启动混捏锅混捏8-10min，关停混捏锅，向混捏锅内洒水至混捏锅内物料湿润，开启混捏锅混捏80-100min并加热至130-140℃；

步骤三，向步骤二中加热后的混捏锅内加入粘结剂，升温至160-170℃，混捏40-45min，得到糊料；

步骤四，将糊料经过4次轧制，得到轧片；

步骤五，将轧片磨粉至粒径为D50 5-8um，得到二次粉；

步骤六，将二次粉经过150-180Mpa等静压成型，得到生坯；

步骤七，设置升温曲线，升温上限为900℃，对生坯进行焙烧，然后进行石墨化，得到成品高强度碳素材料，

细粉、微粉、粘结剂三种物料之间的重量比为68:15:17，细粉、微粉、粘结剂三种物料的总重量与碳纤维的重量之比为100:3。

2.根据权利要求1所述的利用废弃碳素原料制备高强度碳素材料的方法，其特征在于，步骤一中细粉的粒径为D10 0.98um、D50 5.52um、D90 15.68um，细粉含灰分不高于0.35wt%、含硫不高于0.30wt%，微粉的粒径为D10 0.98um、D50 5.52um、D90 15.68um，微粉含灰分不高于0.1 wt %、含硫不高于0.22 wt %，碳纤维含碳量高于95wt%。

3.根据权利要求1所述的利用废弃碳素原料制备高强度碳素材料的方法，其特征在于，所述粘结剂为高温改制沥青。

4.根据权利要求1所述的利用废弃碳素原料制备高强度碳素材料的方法，其特征在于，步骤四中4次轧制的厚度依次为3-3.2mm、1.8-2mm、1mm、0.8mm，其中轧制辊的温度为120-130℃。

5.根据权利要求1所述的利用废弃碳素原料制备高强度碳素材料的方法，其特征在于，步骤七中的焙烧包括以下步骤：

A，将生坯间隔放置在钢制盒体内，相邻两个生坯之间的间距为2-6mm；

B，将钢制盒体放置在焙烧炉中，设置升温曲线进行焙烧。

6.根据权利要求5所述的利用废弃碳素原料制备高强度碳素材料的方法，其特征在于，升温曲线包括以下阶段：

第一阶段，将温度由常温均匀升温至300℃；

第二阶段，将温度由300℃均匀升温至650℃；

第三阶段，将温度由650℃均匀升温至900℃。

利用废弃碳素原料制备高强度碳素材料的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及碳素材料制备领域，尤其涉及一种利用废弃碳素原料制备高强度碳素材料的方法。

背景技术

[0002] 在沥青焦加工过程中需要进行磨粉，磨粉机连接有除尘器，在磨粉的过程中进行除尘，除尘器上富集的细粉需要定时清理，此材料现大多公司都低价处理掉了，目前市场大概价格在1500元/吨左右，造成浪费。

[0003] 锂电池负极材料要求十分严格，负极材料一般采用石油焦、针状焦、中间相碳微球，这些同属于低灰低硫材料，并且对石墨化要求也十分高。负极材料经过磨粉、包覆、石墨化、筛分等工序。在筛分工序分为三种粒度：如某厂家需要大于200目小于300目的粒径。石墨化负极材料在筛分过程中大于200目的材料还可重新磨粉使用，小于200目大于300目的材料，就是锂电池负极材料的产品，小于200目的材料属于微粉，因为粒度太细，不能制作锂电池负极材料，微粉通常会低价卖给做增碳剂的厂家，目前市场价1800元/吨左右，造成浪费。

发明内容

[0004] 本发明的目的在于克服现有技术中的不足，提供一种能够有效的利用资源、制得的碳素产品性能高的利用废弃碳素原料制备高强度碳素材料的方法。

[0005] 本发明是通过以下技术方案实现的：一种利用废弃碳素原料制备高强度碳素材料的方法，其特征在于，包括以下步骤：

步骤一，刮取沥青焦磨粉除尘器上聚集的细粉、收集锂电池负极材料微粉、选取碳纤维；

步骤二，依次逐层向混捏锅内加入步骤一得到的细粉、微粉和碳纤维，启动混捏锅混捏8-10min，关停混捏锅，向混捏锅内洒水至混捏锅内物料湿润，开启混捏锅混捏80-100min并加热至130-140℃；

步骤三，向步骤二中加热后的混捏锅内加入粘结剂，升温至160-170℃，混捏40-45min，得到糊料；

步骤四，将糊料经过4次轧制，得到轧片；

步骤五，将轧片磨粉至粒径为D50 5-8um，得到二次粉；

步骤六，将二次粉经过150-180Mpa等静压成型，得到生坯；

步骤七，设置升温曲线，升温上限为900℃，对生坯进行焙烧，然后进行石墨化，得到成品高强度碳素材料，

细粉、微粉、粘结剂三种物料之间的重量比为68:15:17，请说明碳纤维与细粉、微粉、粘结剂三种物料的总重量之比为。

[0006] 进一步地，步骤一中细粉的粒径为D10 0.98um、D50 5.52um、D90 15.68um，细粉含

灰分不高于0.35wt%、含硫不高于0.30wt%，微粉的粒径为D10 0.98um、D50 5.52um、D90 15.68um，微粉含灰分不高于0.1 wt %、含硫不高于0.22 wt %，碳纤维含碳量高于95wt%。

[0007] 进一步地，所述粘结剂为高温改制沥青。

[0008] 进一步地，步骤四中4次轧制的厚度依次为3-3.2mm、1.8-2mm、1mm、0.8mm，其中轧制辊的温度为120-130℃。

[0009] 进一步地，步骤七中的焙烧包括以下步骤：

A，将生坯间隔放置在钢制盒体内，相邻两个生坯之间的间距为2-6mm；

B，将钢制盒体放置在焙烧炉中，设置升温曲线进行焙烧。

[0010] 进一步地，升温曲线包括以下阶段：

第一阶段，将温度由常温均匀升温至300℃；

第二阶段，将温度由300℃均匀升温至650℃；

第三阶段，将温度由650℃均匀升温至900℃。

[0011] 本发明的有益效果在于：沥青焦细粉、负极材料微粉市场容易采购且价格低廉，用于生产时，能够直接得到粒径极小的原料，有效的降低了生产成本，提高生产效率，沥青焦细粉、负极材料微粉都属低灰低硫的，原材料指标稳定。更重要的是两种材料的粒径极为接近，且达到了做超细结构产品的独有的优势，沥青焦不易石墨化，用高石墨化度的负极材料来弥补该缺陷，成品率高。

具体实施方式

[0012] 以下各实施例中沥青焦细粉为磨粉平顶山东方碳素股份有限公司生产的沥青焦过程中收集的细粉，细粉化验指标，灰分0.33wt%，挥发份 0.35 wt %，硫 0.30 wt %，粒径为 D10 0.98um、D50 5.52um、D90 15.68um；锂电池负极材料微粉选用新乡市华鑫电源材料有限公司生产负极材料剔除的微粉，微粉化验指标，灰分 0.1 wt %，挥发份 0.18 wt %，硫 0.22 wt %，粉末电阻率80Ωm，粒径为D10 0.98um、D50 5.52um、D90 15.68um；碳纤维含碳量高于95wt%；剂选用高温改性沥青，具体为选用南京梅山化工总厂有限公司的高温改性沥青，此高温改性沥青结焦值为58-60%、软化为110℃、灰分含量为0.2wt%；4次轧制的厚度依次为3-3.2mm、1.8-2mm、1mm、0.8mm，其中轧制辊的温度为120-130℃，能够增加料片的强度，提高密度，彻底的排出糊料中的气孔，焙烧包括以下步骤：A，将生坯间隔放置在钢制盒体内，相邻两个生坯之间的间距为2-6mm，B，将钢制盒体放置在焙烧炉中，设置升温曲线进行焙烧；升温曲线包括以下阶段：第一阶段，经过120min，将温度由常温均匀升温至300℃，能够将生坯软化，第二阶段，再经过150min，将温度由300℃均匀升温至650℃，能够使生坯中的挥发性成分挥发，第三阶段，再经过120min，将温度由650℃均匀升温至900℃，通过焙烧能够提高制品成品率至92%，升温曲线的总时长为620h，细粉、微粉、粘结剂三种物料之间的重量比为68:15:17，细粉、微粉、粘结剂三种物料的总重量与碳纤维的重量之比为100:3。

[0013] 以下各实施例中，步骤二中，洒水的方式是通过花洒向混捏锅内洒水，洒水量为0.8-1kg，致使混捏锅内无明显悬浮颗粒。

[0014] 以下各实施例中，步骤七中，焙烧热源温度上限为1150-1160℃，进而使生坯自身温度能够达到900℃，保存其收缩性，同时能够保留大分子灰分，石墨化温度为2900-3000℃。

[0015] 实施例1

一种利用废弃碳素原料制备高强度碳素材料的方法，包括以下步骤：

步骤一，刮取沥青焦磨粉除尘器上聚集的细粉、收集锂电池负极材料微粉、选取碳纤维；

步骤二，依次逐层向混捏锅内加入步骤一得到的细粉、微粉和碳纤维，启动混捏锅混捏8min，关停混捏锅，向混捏锅内洒水至混捏锅内物料湿润，开启混捏锅混捏80min并加热至130℃，其中细粉68kg、微粉15kg、碳纤维3kg；

步骤三，向步骤二中加热后的混捏锅内加入粘结剂17kg，升温至160℃，混捏40min，得到糊料；

步骤四，将糊料经过4次轧制，得到轧片；

步骤五，将轧片磨粉至粒径为D50 5um，得到二次粉；

步骤六，将二次粉经过160Mpa等静压成型，得到生坯；

步骤七，设置升温曲线，升温上限为900℃，对生坯进行焙烧，然后进行石墨化，得到成品高强度碳素材料。

[0016] 本实施例得到的成品高强度碳素材料，检测结果见附表1。

[0017] 实施例2

一种利用废弃碳素原料制备高强度碳素材料的方法，包括以下步骤：

步骤一，刮取沥青焦磨粉除尘器上聚集的细粉、收集锂电池负极材料微粉、选取碳纤维；

步骤二，依次逐层向混捏锅内加入步骤一得到的细粉、微粉和碳纤维，启动混捏锅混捏10min，关停混捏锅，向混捏锅内洒水至混捏锅内物料湿润，开启混捏锅混捏100min并加热至125℃，其中细粉68kg、微粉15kg、碳纤维3kg；

步骤三，向步骤二中加热后的混捏锅内加入粘结剂17kg，升温至170℃，混捏40min，得到糊料；

步骤四，将糊料经过4次轧制，得到轧片；

步骤五，将轧片磨粉至粒径为D50 8um，得到二次粉；

步骤六，将二次粉经过180Mpa等静压成型，得到生坯；

步骤七，设置升温曲线，升温上限为900℃，对生坯进行焙烧，然后进行石墨化，得到成品高强度碳素材料。

[0018] 本实施例得到的成品高强度碳素材料，检测结果见附表1。

[0019] 实施例3

一种利用废弃碳素原料制备高强度碳素材料的方法，包括以下步骤：

步骤一，刮取沥青焦磨粉除尘器上聚集的细粉、收集锂电池负极材料微粉、选取碳纤维；

步骤二，依次逐层向混捏锅内加入步骤一得到的细粉、微粉和碳纤维，启动混捏锅混捏10min，关停混捏锅，向混捏锅内洒水至混捏锅内物料湿润，开启混捏锅混捏100min并加热至128℃，其中细粉68kg、微粉15kg、碳纤维3kg；

步骤三，向步骤二中加热后的混捏锅内加入粘结剂17kg，升温至165℃，混捏40min，得到糊料；

步骤四，将糊料经过4次轧制，得到轧片；

步骤五，将轧片磨粉至粒径为D50 6um，得到二次粉；

步骤六，将二次粉经过150Mpa等静压成型，得到生坯；

步骤七，设置升温曲线，升温上限为900℃，对生坯进行焙烧，然后进行石墨化，得到成品高强度碳素材料。

[0020] 本实施例得到的成品高强度碳素材料，检测结果见附表1。

[0021] 附表1

项目	真密度 /g/cm^3	抗压强度 /kg/cm^2	抗折强度 /Mpa	电阻率 /Ω-m	硬度 /HD	灰分 /wt%
对比例	1.8	78	35	10.2	48	0.09
实施例1	1.73	92	43	11.6	70	0.08
实施例2	1.71	90	41	12.1	69	0.08
实施例3	1.73	92	41	11.8	71	0.07

由于本发明中，细粉和微粉均是粒度微小的粉料，且是经过结焦的原料，在制备碳素材料的过程中，省去了多次结焦的过程，能够将生产周期降低至4个月，且能够很好的将废料回收，细粉结构分布粒度均匀，整体看颗粒于颗粒相互黏合牢固，再加上掺入碳纤维与负极微粉，克服了不同材料的缺陷实现互补，从而达到了利用低价值的碳粉生产出超细高强度的产品，填补了国内碳素行业的空白，制得的高强度碳素材料真密度小、抗压强度和抗折强度高、硬度大，适用于电火花行业和高精端领域。

[0022] 最后应说明的是：以上所述仅为本发明的优选实施例而已，并不用于限制本发明，尽管参照前述实施例对本发明进行了详细的说明，对于本领域的技术人员来说，其依然可以对前述各实施例所记载的技术方案进行修改，或者对其中部分技术特征进行等同替换，凡在本发明的精神和原则之内，所作的任何修改、等同替换、改进等，均应包含在本发明的保护范围之内。