



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103682272 B

(45) 授权公告日 2016. 02. 10

(21) 申请号 201310674754. 0

(22) 申请日 2013. 12. 11

(73) 专利权人 上海交通大学

地址 200240 上海市闵行区东川路 800 号

(72) 发明人 高濂 孙壮 宋雪峰 张鹏

(74) 专利代理机构 上海旭诚知识产权代理有限公司 31220

代理人 郑立

(51) Int. Cl.

H01M 4/36(2006. 01)

H01M 4/48(2010. 01)

H01M 4/62(2006. 01)

B82Y 30/00(2011. 01)

(56) 对比文件

CN 102153094 A, 2011. 08. 17, 说明书第 3-15 段, 22-51 段, 图 1-2.

CN 101318660 A, 2008. 12. 10, 全文.

CN 101289190 A, 2008. 10. 22, 全文.

CN 101559951 A, 2009. 10. 21, 全文.

CN 101623634 A, 2010. 01. 13, 全文.

CN 102019431 A, 2011. 04. 20, 全文.

CN 103111278 A, 2013. 05. 22, 全文.

CN 103193263 A, 2013. 07. 10, 说明书第 7-25 段, 图 1-4.

JP 特开平 6-45001 A, 1994. 02. 18, 全文.

JP 昭 55-131971 A, 1980. 10. 14, 全文.

Manickam Sasidharan et al. "Synthesis, characterization and application for lithium-ion rechargeable batteries of hollow silica nanospheres". 《Journal of Materials Chemistry》. 2011, 第 21 卷第 13881-13888 页.

审查员 樊金鹏

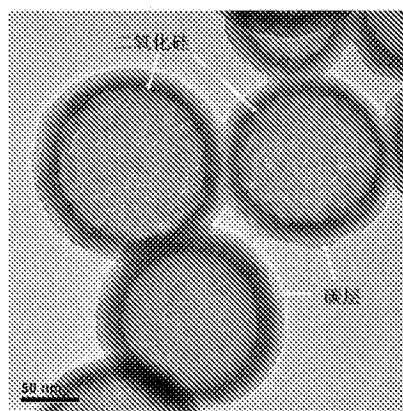
权利要求书1页 说明书5页 附图3页

(54) 发明名称

一种锂离子电池负极材料及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种锂离子电池负极材料及其制备方法,这种材料中,二氧化硅为球状空心结构,其表面被均匀的碳包覆,形成碳-二氧化硅双壳空心球。本发明以 3- 氨丙基三乙氧基硅烷和正硅酸乙酯为硅源,采用表面活性剂软模板法制备空心二氧化硅;然后通过热解有机碳源包覆二氧化硅空心球,在惰性气氛下高温碳化,即可得到本发明的材料。这种材料首次嵌锂容量为 1394mAh/g,比容量在 20 次反复充放电循环后仍可保持在 498mAh/g。本发明提供的制备方法工艺简单,环境友好,易于实现工业化生产。



1. 一种锂离子电池负极材料的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

步骤1:室温下,将十二烷基苯磺酸钠和十二烷基磺基甜菜碱作为表面活性剂加入去离子水中,磁力搅拌0.5~2小时,形成表面活性剂溶液;

步骤2:将所述表面活性剂溶液加热到40~50℃,再将3-氨丙基三乙氧基硅烷和正硅酸乙酯分别滴入,搅拌0.5~2小时,形成有机硅化合物与表面活性剂的混合溶液;

步骤3:将所述有机硅化合物与表面活性剂的混合溶液在油浴锅中加热到70~90℃并保温10~40小时,反应结束,得到反应产物;

步骤4:使用离心的方式收集所述反应产物,分别用乙醇和去离子水对所述反应产物进行洗涤、干燥,得到干燥的反应产物;

步骤5:将所述干燥的反应产物加入乙腈盐酸混合溶液中,搅拌4~8小时,后用去离子水再次清洗、干燥,得到空心球状二氧化硅;

步骤6:将所述空心球状二氧化硅加入到所述有机热解碳原料的水溶液中,搅拌0.5~2小时,得到混合液;

步骤7:将所述混合液倒入反应釜中,所述混合液的总体积占所述反应釜内容积的1/2~3/4,升温至170~200℃并保温2~8小时,得到水热反应产物;

步骤8:使用离心方式收集所述水热反应产物,分别用乙醇和去离子水洗涤,干燥,得到干燥产物;

步骤9:将所述干燥产物置于耐火容器中,在惰性气氛保护下升温至600~900℃煅烧,煅烧时间为2~10小时,得到碳-二氧化硅双壳空心状纳米复合材料。

2. 如权利要求1所述的一种锂离子电池负极材料的制备方法,其特征在于,所述步骤1中,所述十二烷基苯磺酸钠与所述十二烷基磺基甜菜碱按相等摩尔量称取,所述去离子水与所述表面活性剂总量的摩尔比为2000:1~15000:1。

3. 如权利要求1所述的一种锂离子电池负极材料的制备方法,其特征在于,所述步骤2中,加入的所述3-氨丙基三乙氧基硅烷与所述表面活性剂总量的摩尔比为2:1~2:5,加入的所述正硅酸乙酯与所述表面活性剂总量的摩尔比为2:1~10:1。

4. 如权利要求1所述的一种锂离子电池负极材料的制备方法,其特征在于,所述步骤5中,所述乙腈盐酸混合溶液由浓盐酸与乙腈以体积比为1:1~1:3配置而成,所述浓盐酸是指质量百分比为36%~38%的盐酸。

5. 如权利要求1所述的一种锂离子电池负极材料的制备方法,其特征在于,所述空心球状二氧化硅与所述有机热解碳原料的质量比为1:3~1:20;所述有机热解碳原料选自葡萄糖或者蔗糖;所述惰性气氛为氮气、氩气或者其他惰性气体。

6. 根据权利要求1所述的制备方法得到的一种锂离子电池负极材料,其特征在于,所述负极材料为碳-二氧化硅双壳空心状纳米复合材料,所述负极材料包括碳壳层和二氧化硅壳层,所述碳壳层位于所述二氧化硅壳层外部,所述二氧化硅壳层的内部为空心状。

7. 如权利要求6所述的一种锂离子电池负极材料,其特征在于,所述二氧化硅壳层的内部为空心球状,空心球直径为50~150nm,所述二氧化硅壳层的厚度为5~50nm,所述二氧化硅壳层为无定形二氧化硅。

8. 如权利要求6所述的一种锂离子电池负极材料,其特征在于,所述碳壳层的厚度为5~30nm,所述碳壳层为有机物经缩聚、碳化后形成的碳包覆层。

一种锂离子电池负极材料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于锂离子电池技术领域,具体涉及一种锂离子电池负极材料及其制备方法。

背景技术

[0002] 随着电动汽车和便携电子产品技术的发展需要,锂离子二次电池由于具有比能量高、工作电压高、能量密度高、循环寿命长、自放电小、无污染、重量轻、安全性好等优点,自1990年投入市场以来得到快速发展,目前已经占据了市场主流,应用越来越广泛。目前所用的高性能负极材料主要是石墨材料,其具有价格低廉、来源广、导电性好等优点。但由于石墨材料的理论容量仅为 372mAh/g(LiC_6),并且锂离子在石墨材料中的扩散系数低($10^{-7} \sim 10^{-10} \text{cm}^2 \text{s}^{-1}$),这些因素导致石墨材料的存储容量和倍率性能都偏差,严重影响其作为未来高性能锂离子电池负极材料的应用。

[0003] 为尝试解决这个问题,通过减小材料的尺寸和改变材料形貌作为目前最主要的途径。如:有序介孔碳材料(H. Zhou et al. *Advanced Materials* 15(2003)2107-2111),层状多孔块碳(Yong-sheng Hu et al. *Advanced Funcional Materials* 17(2007)1872-1878),空心碳纳米管(L. G. Bulusheva et al. *Carbon* 49(2011)4013-4023)等,研究发现这些材料均具有较好的储锂容量和良好的倍率性能。Kun Tang et al. *Chemsuschem* 5(2012)400-403报道了空心碳球负极材料,其在200次循环后可保持在310mAh/g,并且在高电流密度(5C)充放电时,仍可保持200mAh/g的比容量;这些优异的性能一方面是由于空心碳壁可更好的保证电子的连续传输;另一方面超薄($\sim 12\text{nm}$)的碳壳层可使锂离子传输距离变短,使得倍率性能得到提升。但是,这种碳材料的储锂容量依然偏低,还不能满足高性能锂离子电池的需要。

[0004] Bo Gao et al. *Advanced Materials* 13(2001)816-819首次报道了二氧化硅纳米颗粒在0-1V时,可与Li反应,具有一定的电化学活性。近年来,氧化硅负极材料被逐渐关注,如二氧化硅/碳复合材料(Pengpeng Lv et al. *Journal of Power Sources* 237(2013)291-294),二氧化硅薄膜材料(Qian Sun et al. *Applied Surface Science* 254(2008)3774-3779),氧化硅空心球(Manickam Sasidharan et al. *Journal of Materials Chemistry* 21(2011)1568-1574)。其中,空心氧化硅球由于具有较好的锂电性能,在500次循环后仍可保持在336mAh/g;这是由于氧化硅在第一次充放电时可与锂离子发生如下反应:

[0005] $\text{SiO}_x + 2x \text{Li}^+ + 2x \text{e}^- \rightarrow \text{Li}_2\text{O} + \text{Si}$

[0006] 反应产物 Li_2O 是一种很合适的非活性的基体材料,可有效容纳活性物质硅的体积变化,并且它是一种良好的锂离子导体材料。而另一种反应产物硅是一种优异的活性物质,其理论储锂容量为4200mAh/g,接近碳负极材料的十倍。同时,这种材料的中空结构能够缓解决体积变化带来的应力应变,有效改善电极的稳定性。但这种材料由于氧化硅本身导电性能差,极大的限制了氧化硅空心球作为电极负极材料的应用。

[0007] 因此,本领域的技术人员致力于开发一种导电性能佳、储锂容量大的电池负极材料。

发明内容

[0008] 有鉴于现有技术的上述缺陷,本发明所要解决的技术问题是提供一种纳米量级,粒径分布均匀,具有良好电化学性能的锂离子电池负极材料及其制备方法。

[0009] 为实现上述目的,本发明提供了一种锂离子电池负极材料,该负极材料为碳-二氧化硅双壳空心状纳米复合材料,包括碳壳层和二氧化硅壳层,碳壳层位于二氧化硅壳层外部,二氧化硅壳层的内部为空心状。

[0010] 优选地,二氧化硅壳层的内部为空心球状,空心球直径为 50 ~ 150nm,二氧化硅壳层的厚度为 5 ~ 50nm,二氧化硅壳层为无定形二氧化硅。

[0011] 优选地,碳壳层的厚度为 5 ~ 30nm,碳壳层为有机物经缩聚、碳化后形成的碳包覆层。

[0012] 本发明还提供了一种锂离子电池负极材料的制备方法,包括如下步骤:

[0013] 步骤 A:有机硅化合物在表面活性剂的水溶液中水解,得到空心球状二氧化硅;

[0014] 步骤 B:使空心球状二氧化硅表面附着有机热解碳原料,有机热解碳原料经水热反应后缩聚;

[0015] 步骤 C:缩聚的有机热解碳原料在惰性气氛保护下碳化后包覆在空心球状二氧化硅表面,得到碳-二氧化硅双壳空心状纳米复合材料。

[0016] 优选地,有机硅化合物为 3-氨丙基三乙氧基硅烷和正硅酸乙酯;表面活性剂为十二烷基苯磺酸钠和十二烷基磺基甜菜碱。

[0017] 更优选地,一种锂离子电池负极材料的制备方法包括以下具体步骤:

[0018] 步骤 1:室温下,将十二烷基苯磺酸钠和十二烷基磺基甜菜碱作为表面活性剂加入去离子水中,磁力搅拌 0.5 ~ 2 小时,形成表面活性剂溶液;

[0019] 步骤 2:将表面活性剂溶液加热到 40 ~ 50℃,再将 3-氨丙基三乙氧基硅烷和正硅酸乙酯分别滴入,搅拌 0.5 ~ 2 小时,形成有机硅化合物与表面活性剂的混合溶液;

[0020] 步骤 3:将有机硅化合物与表面活性剂的混合溶液在油浴锅中加热到 70 ~ 90℃并保温 10 ~ 40 小时,反应结束,得到反应产物;

[0021] 步骤 4:使用离心的方式收集上述反应产物,分别用乙醇和去离子水对所述反应产物进行洗涤、干燥,得到干燥的反应产物;

[0022] 步骤 5:将干燥的反应产物加入乙腈盐酸混合溶液中,搅拌 4 ~ 8 小时,后用去离子水再次清洗、干燥,得到所述空心球状二氧化硅;

[0023] 步骤 6:将空心球状二氧化硅加入到有机热解碳原料的水溶液中,搅拌 0.5 ~ 2 小时,得到混合液;

[0024] 步骤 7:将混合液倒入反应釜中,混合液的总体积占反应釜容积的 1/2 ~ 3/4,升温至 170 ~ 200℃并保温 2 ~ 8 小时,得到水热反应产物;

[0025] 步骤 8:使用离心方式收集水热反应产物,分别用乙醇和去离子水洗涤,干燥,得到干燥产物;

[0026] 步骤 9:将干燥产物置于耐火容器中,在惰性气氛保护下升温至 600 ~ 900℃煅烧,

煅烧时间为 2 ~ 10 小时,得到碳 - 二氧化硅双壳空心状纳米复合材料。

[0027] 更优选地,步骤 1 中,十二烷基苯磺酸钠与上述十二烷基磺基甜菜碱按相等摩尔量称取,去离子水与表面活性剂总量的摩尔比为 2000:1 ~ 15000:1。

[0028] 更优选地,步骤 2 中,加入的 3- 氨丙基三乙氧基硅烷与表面活性剂总量的摩尔比为 2:1 ~ 2:5,加入的正硅酸乙酯与表面活性剂总量的摩尔比为 2:1 ~ 10:1。

[0029] 更优选地,步骤 5 中,乙腈盐酸混合溶液由浓盐酸与乙腈以体积比为 1:1 ~ 1:3 配置而成,浓盐酸是指质量百分比为 36% ~ 38% 的盐酸。

[0030] 更优选地,空心球状二氧化硅与有机热解碳原料的质量比为 1:3 ~ 1:20 ;有机热解碳原料选自葡萄糖或者蔗糖 ;惰性气氛为氮气、氩气或者其他惰性气体。有机热解碳原料除了葡萄糖和蔗糖,也可选用其它能溶于水,并能在高温下碳化的有机物。

[0031] 在本发明的较佳实施方式中,所得产品的首次嵌锂容量为 1394mAh/g,可逆脱锂容量为 917mAh/g,首次库仑效率为 66%,20 次循环后可逆嵌锂容量为 498mAh/g。

[0032] 本发明的有益效果是 :一方面,最外层的碳壳可改善二氧化硅的导电性,并且限制其向外的体积膨胀 ;另一方面,内壳二氧化硅作为一种活性物质可提高材料的储锂能力,并且中空结构能够缓解体积变化带来的应力应变,可有效改善电极的稳定性 ;同时,超薄的外壳可有效减少锂离子和电子的迁移距离,可改善大电流充放电容量。并且本发明提供的制备这种材料的方法工艺简单,环境友好,易于实现工业化生产。

[0033] 以下将结合附图对本发明的构思、具体结构及产生的技术效果作进一步说明,以充分地了解本发明的目的、特征和效果。

附图说明

[0034] 图 1 为本发明的一个较佳实施例获得的负极材料的 X 射线衍射图 ;

[0035] 图 2 为图 1 中所示负极材料的高倍 TEM 电镜图 ;

[0036] 图 3 为图 1 中所示负极材料的低倍 TEM 电镜图 ;

[0037] 图 4 为图 1 中所示负极材料组装的锂离子电池前 3 次的充放电曲线图 ;

[0038] 图 5 为图 1 中所示负极材料组装的锂离子电池前 20 次循环的容量 - 循环次数曲线。

具体实施方式

[0039] 下面结合具体实施例,进一步阐述本发明。应理解,这些实施例仅用于说明本发明而并不用于限制本发明的范围。此外应理解,在阅读了本发明讲授的内容之后,本领域技术人员可以对本发明作各种改动或修改,这些等价形式同样落于本申请所附权利要求书所限定的范围。

[0040] 实施例 1

[0041] 负极材料的制备 :在室温下,将 0.088g 十二烷基苯磺酸钠与 0.087g 十二烷基磺基甜菜碱,加入 10ml 去离子水中,将此溶液在水浴环境中加热到 40℃,搅拌 1 小时 ;将 3- 氨丙基三乙氧基硅烷 55 μ l,正硅酸乙酯 400 μ l 分别滴入上述溶液,搅拌 2 小时 ;而后将混合溶液在油浴锅中加热到 70℃,保温 40 小时 ;反应结束后将产物用离心的方式收集,分别用乙醇和去离子水多次洗涤产物,干燥 ;然后将产物加入 50ml 浓盐酸(质量百分比 36%) 乙腈混

合溶液(盐酸乙腈体积比例为 1:3),搅拌 4 小时,再次用去离子水水洗,干燥,得到空心球状二氧化硅材料。将 0.1g 所得产物加入 10ml 纯净水中搅拌,加入 0.5g 葡萄糖,搅拌 1 小时,将溶液倒入 15ml 反应釜中,烘箱中 170℃ 保温 8 小时,反应结束后将产物用乙醇和去离子水多次洗涤,干燥。将干燥后的产物平铺在刚玉瓷舟中(可用其他耐火容器代替刚玉瓷舟),氩气气氛下 650℃ 烧结 8 小时,冷却后,即得到碳-二氧化硅双壳空心状纳米复合材料。

[0042] 图 1 是所得负极材料样品的 X 射线衍射图,从图 1 上可看出,样品在 23° 有一个宽峰,为无定形二氧化硅的衍射峰;碳-二氧化硅双壳空心状纳米复合材料除了 23° 有一个宽峰外,在 43° 还有个小的宽峰,为碳的衍射峰,这表明此种结构为无定型二氧化硅和碳组成,并无其他杂质。

[0043] 图 2 为所得负极材料样品的高倍 TEM 电镜图片,从图 2 中可明显看出这种材料为空心结构,壳层分别为二氧化硅和碳层,碳层厚度约为 10nm,二氧化硅壳层的厚度约为 15nm。图 3 为所得负极材料样品的低倍 TEM 电镜图片,图 3 中可看出,样品均为空心结构,分散性较好,且球的大小基本一致,约为 150nm。

[0044] 电极的制备:将所得产物与炭黑、聚偏二氟乙烯按照 7:2:1 的重量比混合,再与氮甲基吡咯烷酮溶液混合,用氮甲基吡咯烷酮调节浆料粘度,然后将浆料用刮刀均匀涂抹在经过酒精清洗的铜箔上,在 120℃ 下真空干燥 12 小时,然后经过压片,裁剪,制得研究电极。

[0045] 电极性能测试:在扣式锂离子电池中进行性能测试。电池组装方式如下:以锂片作为对电极,Celgard2300 作为隔膜,电解液采用浓度为 1mol/L 的 LiPF_6 的 EC-DEC-EMC (1:1:1) 溶液, LiPF_6 是六氟磷酸锂,EC 是碳酸乙烯酯,DEC 是碳酸二乙酯,EMC 是碳酸甲基乙基酯。测试时,温度为室温,采用恒流充放电,电流密度为 50mA/g,电压控制范围是 0 ~ 3V。

[0046] 图 4 为上述锂离子电池前 3 次的充放电曲线图,图 4 中显示,通过该过程实施,所得产品的首次嵌锂容量为 1394mAh/g,可逆脱锂容量为 917mAh/g,首次库仑效率为 66%;图 5 为锂离子电池前 20 次循环的容量-循环次数曲线,20 次循环后可逆嵌锂容量为 498mAh/g。

[0047] 本发明采用碳包覆空心二氧化硅,制备碳-二氧化硅双壳空心结构负极材料:一方面,可有效利用上述薄壁碳空心球的优势,并且碳层也可改善空心二氧化硅的导电性;另一方面,空心球状二氧化硅作为一种活性物质可提高材料的储锂能力,并可作为支撑碳壳层的材料,使之不易破碎;同时,这种材料的空心结构可缓解体积变化带来的应力应变,增大比表面积,并且可以减少锂离子和电子的扩散距离。因此,碳-二氧化硅双壳空心状纳米复合材料是一种很有潜力的锂离子电池负极材料。

[0048] 实施例 2

[0049] 负极材料的制备:在室温下,将 0.044g 十二烷基苯磺酸钠与 0.043g 十二烷基磺基甜菜碱,加入 20ml 去离子水中,将此溶液在水浴环境中加热到 40℃,搅拌 0.5 小时;将 3-氨丙基三乙氧基硅烷 60 μl ,正硅酸乙酯 600 μl 分别滴入上述溶液,搅拌 2 小时;而后将混合溶液在油浴锅中加热到 80℃,保温 20 小时;反应结束后将产物用离心的方式收集,分别用乙醇和去离子水多次洗涤产物,干燥;然后将产物加入 40ml 浓盐酸(质量百分比 38%) 乙腈混合溶液(盐酸乙腈体积比例为 1:1),搅拌 6 小时,再次用去离子水水洗,干燥,得到二氧化硅空心材料。将 0.2g 所得产物加入 10ml 纯净水中搅拌,加入 2g 蔗糖,搅拌 2 小时,将溶液倒入 15ml 反应釜中,烘箱中 180℃ 保温 4 小时,反应结束后将产物用乙醇和去离子水多次

洗涤,干燥。将干燥后的产物平铺在瓷舟中,氩气气氛下 800℃烧结 4 小时,冷却后,即得到碳-二氧化硅双壳空心状纳米复合材料。

[0050] 实施例 3

[0051] 负极材料的制备:在室温下,将 0.017g 十二烷基苯磺酸钠与 0.017g 十二烷基磺基甜菜碱,加入 30ml 去离子水中,将此溶液在水浴环境中加热到 50℃,搅拌 2 小时;将 3-氨丙基三乙氧基硅烷 50 μ l,正硅酸乙酯 300 μ l 分别滴入上述溶液,搅拌 0.5 小时;而后将混合溶液在油浴锅中加热到 90℃,保温 10 小时;反应结束后将产物用离心的方式收集,分别用乙醇和去离子水多次洗涤产物,干燥;然后将产物加入 30ml 浓盐酸(质量百分比 36%)乙腈混合溶液(盐酸乙腈体积比例为 1:2),搅拌 8 小时,再次用去离子水水洗,干燥,得到二氧化硅空心材料。将 0.08g 所得产物加入 8ml 纯净水中搅拌,加入 1.5g 葡萄糖,搅拌 2 小时,将溶液倒入 15ml 反应釜中,烘箱中 200℃保温 2 小时,反应结束后将产物用乙醇和去离子水多次洗涤,干燥。将干燥后的产物平铺在瓷舟中,氮气气氛下 900℃烧结 2 小时,冷却后,即得到碳-二氧化硅双壳空心状纳米复合材料。

[0052] 实施例 4

[0053] 负极材料的制备:在室温下,将 0.034g 十二烷基苯磺酸钠与 0.034g 十二烷基磺基甜菜碱,加入 20ml 去离子水中,将此溶液在水浴环境中加热到 40℃,搅拌 1 小时;将 3-氨丙基三乙氧基硅烷 50 μ l,正硅酸乙酯 900 μ l 分别滴入上述溶液,搅拌 2 小时;而后将混合溶液在油浴锅中加热到 70℃,保温 30 小时;反应结束后将产物用离心的方式收集,分别用乙醇和去离子水多次洗涤产物,干燥;然后将产物加入 30ml 浓盐酸(质量百分比 36%)乙腈混合溶液(盐酸乙腈体积比例为 1:2),搅拌 4 小时,再次用去离子水水洗,干燥,得到二氧化硅空心材料。将 0.2g 所得产物加入 15ml 纯净水中搅拌,加入 3g 葡萄糖,搅拌 2 小时,将溶液倒入 20ml 反应釜中,烘箱中 190℃保温 6 小时,反应结束后将产物用乙醇和去离子水多次洗涤,干燥。将干燥后的产物平铺在瓷舟中,氮气气氛下 700℃烧结 4 小时,冷却后,即得到碳-二氧化硅双壳空心状纳米复合材料。

[0054] 实施例 5

[0055] 负极材料的制备:在室温下,将 0.088g 十二烷基苯磺酸钠与 0.087g 十二烷基磺基甜菜碱,加入 20ml 去离子水中,将此溶液在水浴环境中加热到 50℃,搅拌 1 小时;将 3-氨丙基三乙氧基硅烷 105 μ l,正硅酸乙酯 600 μ l 分别滴入上述溶液,搅拌 2 小时;而后将混合溶液在油浴锅中加热到 80℃,保温 25 小时;反应结束后将产物用离心的方式收集,分别用乙醇和去离子水多次洗涤产物,干燥;然后将产物加入 50ml 浓盐酸(质量百分比 38%)乙腈混合溶液(盐酸乙腈体积比例为 1:3),搅拌 8 小时,再次用去离子水水洗,干燥,得到二氧化硅空心材料。将 0.3g 所得产物加入 20ml 纯净水中搅拌,加入 0.9g 葡萄糖,搅拌 0.5 小时,将溶液倒入 30ml 反应釜中,烘箱中 200℃保温 4 小时,反应结束后将产物用乙醇和去离子水多次洗涤,干燥。将干燥后的产物平铺在瓷舟中,氩气气氛下 600℃烧结 8 小时,冷却后,即得到碳-二氧化硅双壳空心状纳米复合材料。

[0056] 以上详细描述了本发明的较佳具体实施例。应当理解,本领域的普通技术人员无需创造性劳动就可以根据本发明的构思作出诸多修改和变化。因此,凡本技术领域技术人员依本发明的构思在现有技术的基础上通过逻辑分析、推理或者有限的实验可以得到的技术方案,皆应在由权利要求书所确定的保护范围内。

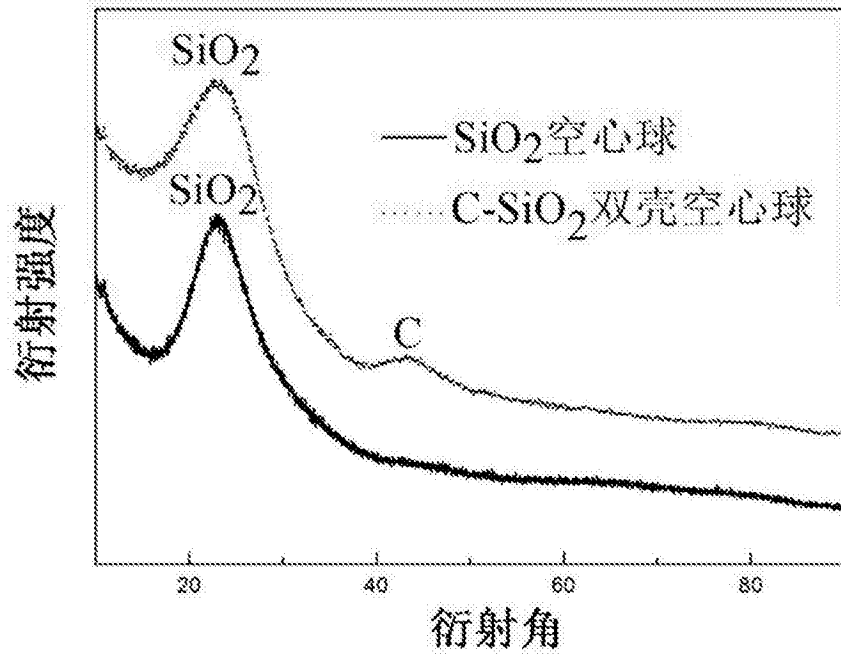


图 1

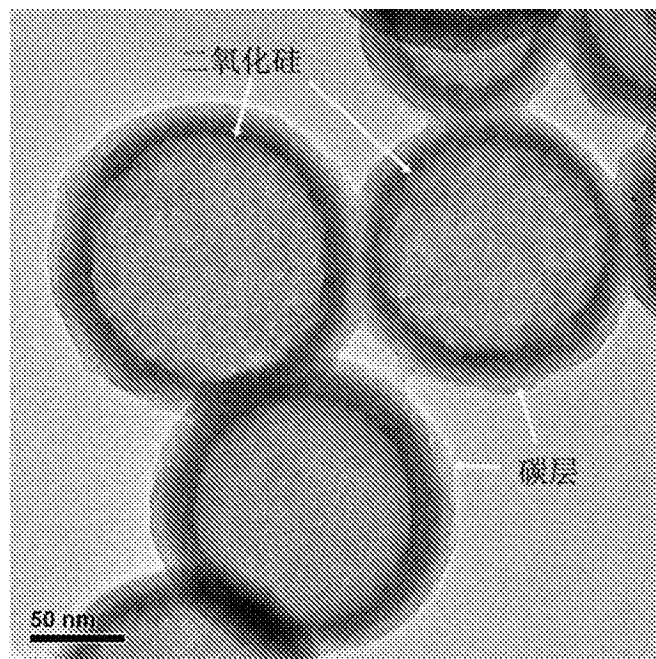


图 2

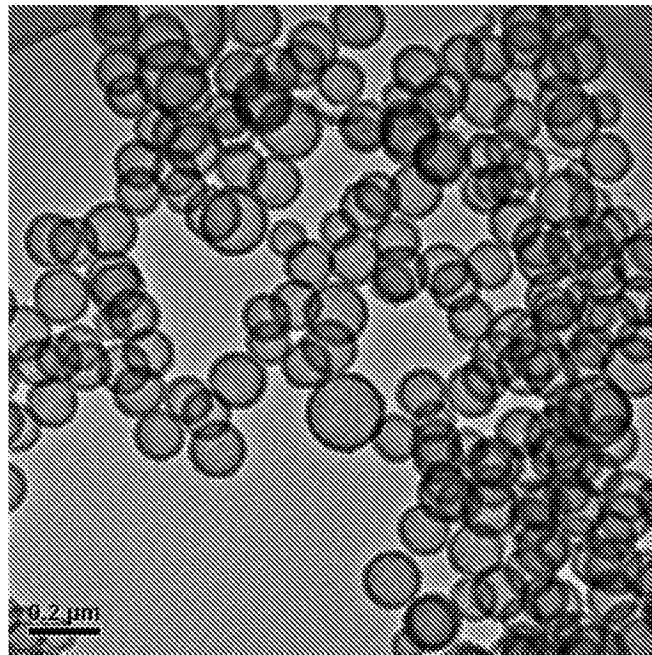


图 3

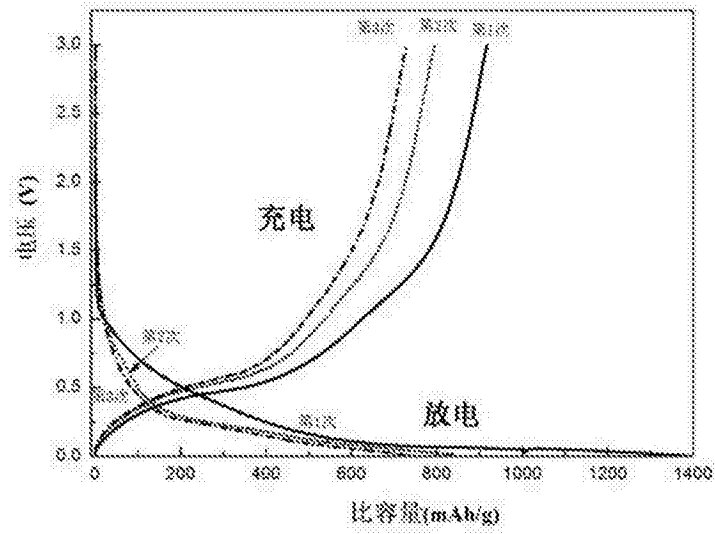


图 4

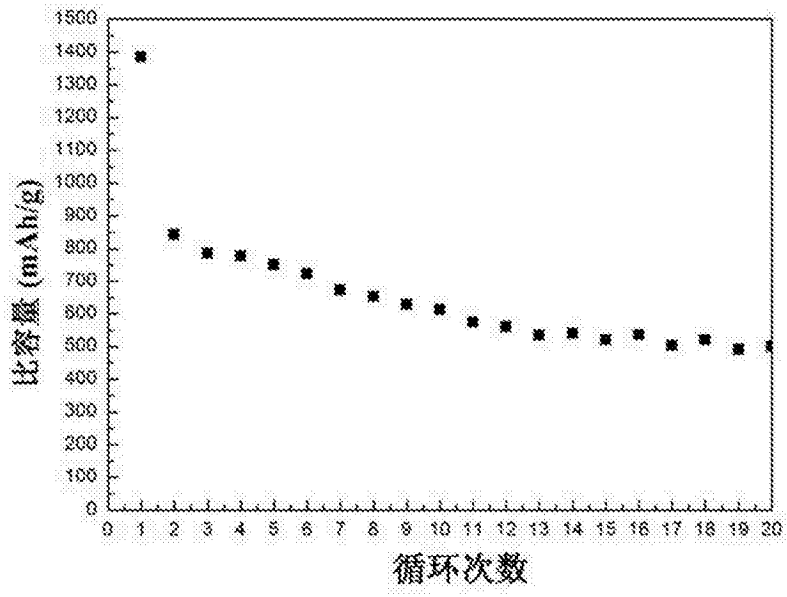


图 5