

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

C01G 51/00

H01M 4/58 H01M 4/52



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200310123900.7

[43] 公开日 2004年12月22日

[11] 公开号 CN 1556043A

[22] 申请日 2003.12.31

[21] 申请号 200310123900.7

[71] 申请人 北京当升材料科技有限公司

地址 100044 北京市西直门外文兴街1号

[72] 发明人 白厚善 陈彦彬

[74] 专利代理机构 北京中博世达知识产权代理事务所

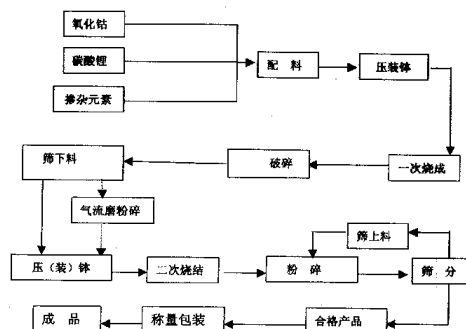
代理人 申海庆

权利要求书1页 说明书5页 附图1页

[54] 发明名称 钴酸锂材料的制备方法

[57] 摘要

本发明公开了一种钴酸锂材料的制备方法，解决了现有工艺中造粒必需使用有机溶剂，导致程序复杂污染环境的问题。包括：将碳酸锂 317.35 ~ 379.83 四氧化三钴 681.30 ~ 808.30 二氧化锆 1.9 均匀混合；用压钵机将上述混合料进行压实，压实密度 0.8 ~ 2.0g/cm³，再将压实混合料装入匣钵；将窑炉通电并调节窑炉高温区温度至 900 度后，将装钵后的上述匣钵摞好放在外推板架的推板上，进行一次烧结 16 ~ 22 小时；对一次烧结后的混合料进行粉碎；将上述粉碎后的混合料压实后，进行二次烧结 16 ~ 22 小时；然后进行粉碎，筛分，产出料粒度 D50 = 3 ~ 15um。本工艺安全环保，不仅解决了反应物之间的接触问题，而且提高了单位体积的装载量，从而提高了生产效率，同时操作简便。采用二次烧结工序，使反应物料氧化更充分，晶体生长更完善。



1、一种钴酸锂材料的制备方法，其特征在于所采用的步骤包括：

1) 将碳酸锂 317.35~379.83 四氧化三钴 681.30~808.30 二氧化锆

1.9 均匀混合；

2) 用压钵机将上述混合料进行压实，压实密度 $0.8\sim 2.0\text{g}/\text{cm}^3$ ，再将压实混合料装入匣钵；

3) 将窑炉通电并调节窑炉高温区温度至 900 度后，将装钵后的上述匣钵擦好放在外推板架的推板上，进行一次烧结 16~22 小时；

2、根据权利要求 1 所述的钴酸锂材料的制备方法，其特征在于采用如下步骤：

1) 对一次烧结后的所述压实混合料进行粉碎，产出料粒度为 $D_{50}=3\sim 15\mu\text{m}$ ；

2) 将上述粉碎后的混合料用压钵机进行压实后，装入匣钵；

3) 调节窑炉温度至 900°C ，将上述匣钵擦好放在外推板架的推板上，进行二次烧结 16~22 小时；

4) 将上述二次烧结后的混合料进行粉碎；

5) 用筛分系统将上述粉碎后的混合料进行筛分，产出料粒度 $D_{50}=3\sim 15\mu\text{m}$ 。

3、根据权利要求 1 所述的一种钴酸锂材料的制备方法，其特征在于所述步骤 4 可以采用气流粉碎系统对一次烧结后的所述压实混合料进行粉碎。

钴酸锂材料的制备方法

技术领域

本发明涉及一种锂离子电池正极材料的制备方法。

背景技术

锂离子电池具有高容量、高比能、长寿命、绿色环保等特点。锂离子电池的工业化生产和 10 多年的快速发展，不仅促进了便携式电器的发展，而且带动了电池材料产业在世界范围内的快速发展和激烈竞争。在与碳材料配对组成锂离子电池的 4V 级电极材料中 (LiCoO_2 、 LiNiO_2 和 LiMn_2O_4)， LiCoO_2 材料具有制备容易、容量较高、可循环性好、记忆效应小、使用寿命长和安全性高等特点，现已成为唯一被广泛商品化应用的锂离子电池正极材料，并在薄型、小型电池系列产品中处于难以替代的应用地位。

在钴酸锂材料的生产中，反应物通常采用松装，或以造粒形式装入高温烧结容器，进行烧结。松装有利于气氛的均一性，但反应物之间的接触不好，不利于产品的均匀反应和晶体生长。而在破碎工序通常采用粗碎、气流磨超细粉碎流程，存在破碎效率低，流程能耗大的问题。且多数工艺只有一次烧结；物料氧化不充分、晶体生长不完善。

中国知识产权局公布的公开号为 CN1361061 A，申请号为 00136974.1，名称为氧化钴锂材料的制备方法的专利中，采用将干粉混合料压块、造粒的方法解决了反应物料间接触不良问题，但是，该方法中在造粒前需将粉体物料与液体（或含有粘合剂）均匀混合，且大多采用有机溶剂或有机粘合剂，以

便使压块、造粒能够快速干燥，这一方面增加了液、固混合程序，同时有机物的使用带来安全的隐患，也存在回收或环保问题，因而增加了流程的长度和难度，增加了成本。

发明内容

针对上述不足，本发明提供一种使反应物之间接触良好，反应物料氧化充分，晶体生长更完善，但更安全、环保、工艺更加简单的钴酸锂材料的制备方法。

为达到上述目的，本发明采用以下技术方案：本发明一种钴酸锂材料的制备方法，其步骤包括：

1) 将碳酸锂 317.35~379.83 四氧化三钴 681.30~808.30 二氧化锆 1.9 均匀混合；

2) 用压钵机将上述混合料进行压实，压实密度 $0.8\sim 2.0\text{g}/\text{cm}^3$ ，再将压实混合料装入匣钵；

3) 将窑炉通电并调节窑炉高温区温度至 900°C 后，将装钵后的上述匣钵摆好放在外推板架的推板上，进行一次烧结 16~22 小时；

4) 对一次烧结后的所述压实混合料进行粉碎，产出料粒度为 $D_{50}=3\sim 15\mu\text{m}$ 。

本发明的目的也可以采用以下技术方案完成：

1) 将碳酸锂 317.35~379.83 四氧化三钴 681.30~808.30 二氧化锆 1.9 均匀混合；

2) 用压钵机将上述混合料进行压实，压实密度 $0.8\sim 2.0\text{g}/\text{cm}^3$ ，再将压实混合料装入匣钵；

3) 将窑炉通电并调节窑炉高温区温度至 900°C 后，将装钵后的上述匣钵摆好放在外推板架的推板上，进行一次烧结 16~22 小时；

- 4) 对一次烧结后的所述压实混合料进行粉碎, 产出料粒度为 $D_{50}=3\sim 15\mu\text{m}$;
- 5) 将上述粉碎后的混合料用压钵机进行压实后, 装入匣钵;
- 6) 调节窑炉温度至 900°C , 将上述匣钵擦好放在外推板架的推板上, 进行二次烧结 16~22 小时;
- 7) 将上述二次烧结后的混合料进行粉碎;
- 8) 用筛分系统将上述粉碎后的混合料进行筛分, 产出料粒度 $D_{50}=3\sim 15\mu\text{m}$ 。

本发明一种钴酸锂材料的制备方法, 所述步骤 4 可以采用气流粉碎系统对一次烧结后的所述压实混合料进行粉碎。

本发明中的压钵机是指一种模具, 在生产中, 首先将物料装入其中, 用压板进行压实。

由于采用以上技术方案, 本发明具有以下技术效果: 本发明中采用压钵机对混合料进行压实后再进行烧结, 避免了使用现有技术中造粒所必需的有机物和复杂的程序, 不仅避免了其安全隐患和环保问题, 而且提高了单位体积的装载量, 使操作更加简便, 从而提高了生产效率, 降价了成本。此外, 本发明中采用二次烧结工序, 使反应物料氧化更充分, 晶体生长更完善。

图 1 为本发明钴酸锂材料的制备方法的流程图;

具体实施方式

参照图 1 本发明一种钴酸锂材料的制备方法, 其步骤包括:

- 1) 将碳酸锂 317.35 克, 四氧化三钴 681.30 克、二氧化锆 1.9 克均匀混合;
- 2) 用压钵机将上述混合料进行压实, 压实密度 $0.8\sim 2.0\text{g}/\text{cm}^3$, 再将压实混合料装入匣钵;
- 3) 将窑炉通电并调节窑炉高温区温度至 900°C 后, 将装钵后的上述匣钵

摆好放在外推板架的推板上，进行一次烧结 16~22 小时；

4) 采用颚式破碎机、联合破碎系统，对一次烧结后的所述压实混合料进行粉碎，产出料粒度为 $D_{50}=3\sim 15\mu\text{m}$ ；

5) 将上述粉碎后的混合料用压钵机进行压实后，装入匣钵；

6) 调节窑炉温度至 900°C ，将上述匣钵摆好放在外推板架的推板上，进行二次烧结 16~22 小时；

7) 采用颚式破碎机、联合破碎将上述二次烧结后的混合料进行粉碎；

8) 用筛分系统将上述粉碎后的混合料进行筛分，产出料粒度 $D_{50}=3\sim 15\mu\text{m}$ 。

根据各批次产品要求量的不同，将一定重量的破碎后料进行混合后按客户要求要求进行包装并入库。

实施例一

将碳酸锂 317.35 克，四氧化三钴 681.30 克、二氧化锆 1.9 克均匀混合，用压钵机将上述混合料进行压实，再将压实混合料装入匣钵；在窑炉温度至 900°C 条件下恒温烧结 16 小时。经过破碎系统处理后，再在 900°C 条件下二次烧结 16 小时，经过破碎，产品中粒径 $7.09\mu\text{m}$ ，振实密度 $2.36\text{g}/\text{cm}^3$ 。

【实施例二】

将碳酸锂 373.15 克，与四氧化三钴 808.28 克均匀混合，用压钵机将上述混合料进行压实，再将压实混合料装入匣钵；在窑炉温度至 900°C 条件下恒温烧结 22 小时。经过联合破碎系统处理后，再在 900°C 条件下二次烧结 18 小时，经过破碎，产品中粒径 $7.78\mu\text{m}$ 振实密度 $2.51\text{g}/\text{cm}^3$ 。

【实施例三】

将碳酸锂 379.83 克，四氧化三钴 808.30 克、均匀混合，用压钵机将上述混合料进行压实，再将压实混合料装入匣钵；在窑炉温度至 900°C 条件下恒温

烧结 20 小时。经过联合破碎系统处理后,再在 900℃条件下二次烧结 24 小时,经过破碎,产品中粒径 10.88um 振实密度 2.52g/cm³。

【比较例】

将碳酸锂 317.35 克,与四氧化三钴 681.28 克均匀混合,物料松装,在 900℃条件下恒温烧结 18 小时。经过粉碎后,再在 900℃条件下二次烧结 16 小时,经过破碎,产品中粒径 6.98um 振实密度 2.22g/cm³。

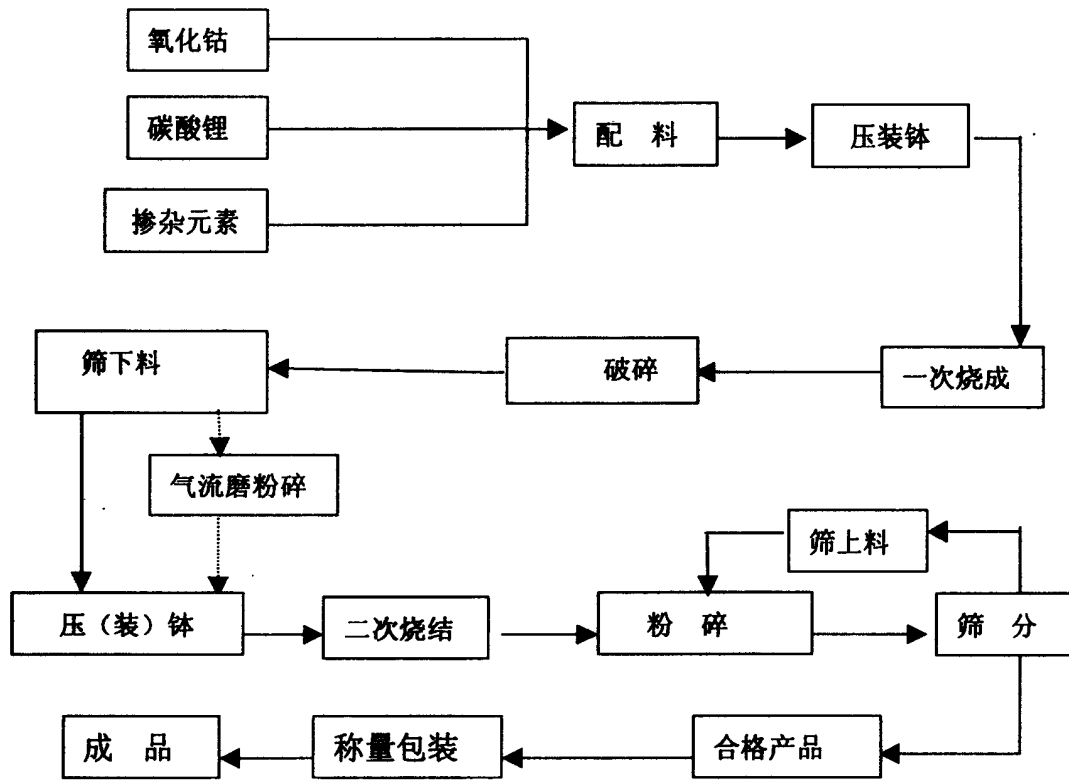


图 1