

(19) 中华人民共和国国家知识产权局



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101692064 B

(45) 授权公告日 2012.09.05

(21) 申请号 200910024189.7

审查员 崔英颖

(22) 申请日 2009.09.30

(73) 专利权人 彩虹集团电子股份有限公司

地址 712021 陕西省咸阳市彩虹路一号

(72) 发明人 樊波 赵翔

(74) 专利代理机构 西安智大知识产权代理事务所 61215

代理人 贺建斌

(51) Int. Cl.

G01N 27/30 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 101232091 A, 2008.07.30, 说明书第3页  
第1-5、10段, 第5页第3-4段, 第6页第2段至第  
7页第1段.

EP 1193783 A2, 2002.04.03, 全文.

CN 101425576 A, 2009.05.06, 全文.

US 2009/0220858 A1, 2009.09.03, 全文.

CN 101436654 A, 2009.05.20, 全文.

权利要求书 1 页 说明书 5 页

(54) 发明名称

一种磷酸亚铁锂检测用正极极片及其制作方  
法

(57) 摘要

一种磷酸亚铁锂检测用正极极片, 其原料组  
成包括浆料、溶剂和集流体, 其制备方法是先制备  
粘结剂, 其次再制备浆料, 最后进行涂布并辊压制  
成成品, 依该方法制作的正极极片制作质量高, 正  
极极片的一致性高, 可满足材料生产厂家和电芯  
生产厂家对半电池检测用正极极片制作要求。

1. 一种磷酸亚铁锂检测用正极极片的制作方法,其特征在于,包含以下步骤:

第一步,先用机械搅拌机对占质量百分比为 95% 的 N- 甲基吡咯烷酮以 300 ~ 600rpm 转速进行低速搅拌,并缓慢地将占质量百分比为 5% 的聚偏氟乙烯粉末均等分成 5 份,每隔 5 分钟加一份,搅拌时间大于 12 小时;然后,再用搅拌机以 600 ~ 1200rpm 转速进行高速搅拌,直至制成性质均一的透明粘接剂溶液,即质量浓度为 5% 的聚偏氟乙烯溶液,

第二步,将浆料原料和溶剂加入到不锈钢罐中,溶剂加入量为调整浆料固含量至 30 ~ 45% 所需的溶剂,将球磨球放进不锈钢罐中,将不锈钢罐放到球磨机进行球磨,球磨球采用不锈钢球,直径为 Φ10 和 Φ6 的混合球,其中,Φ10 不锈钢球 1 个,Φ6 不锈钢球 6 个,球磨时先采用转速为 200 ~ 500rpm 的低速球磨,时间为 0.5 ~ 2 小时,再采用转速为 500 ~ 900rpm 的高速球磨,时间为 0.5 ~ 3 小时,将不锈钢罐中原料制成浆料,

所述的浆料原料中各组分的重量百分比是:磷酸亚铁锂为 85 ~ 92%;导电剂为 2 ~ 9%;粘接剂为 3 ~ 8%,所述的磷酸亚铁锂为中心粒度分布在 0.5 μm ~ 6 μm 之间,比表面积在 5~45m<sup>2</sup>/g 之间;所述的导电剂为导电碳黑、超级导电碳黑、乙炔黑、导电石墨中的一种或两种及以上的混合物,当导电剂采用两种或两种以上的混合物时,其相互间的比例没有限定;所述的粘接剂是第一步制成的质量浓度为 5% 的聚偏氟乙烯溶液,

所述的溶剂为分析纯的 N- 甲基吡咯烷酮溶剂,

第三步,将第二步制成的浆料单面涂布在集流体铝箔的粗糙面上,自然干燥 2 小时后,在 120℃ 的烘箱中烘干 2 ~ 5 小时,最后在辊压机上辊压得到厚度为 50 ~ 90 μm 的正极极片。

## 一种磷酸亚铁锂检测用正极极片及其制作方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及锂离子电池的极片制作领域,特别涉及了一种磷酸亚铁锂检测用正极极片及其制作方法。

### 背景技术

[0002] 磷酸亚铁锂,以其原料价格低廉丰富、放电电压适中、放电比容量高、放电功率高、循环寿命长、稳定性高、环境友好等特点,自 90 年代被发现后,成为了引发锂离子电池革命的新一代电池正极材料。

[0003] 目前,国内磷酸亚铁锂材料生产厂家、电芯生产厂家,以及科研院校等单位,对材料的入厂检测、出厂检测、电性能研究评判等,大多采用半电池进行,所制作的极片活性物质用量少,随着制作质量和一致性要求的提高,在极片制作活性物质用量少的前提下,半电池检测用极片的制作质量高低及一致性好坏,直接影响着磷酸亚铁锂材料放电比容量、放电电压等电性能,极大地影响了对该材料品质的评价,而目前检测用正极极片制作质量低,正极极片的一致性低,不能满足材料生产厂家和电芯生产厂家对半电池检测用正极极片制作的要求。

### 发明内容

[0004] 为了克服上述现有技术的缺点,本发明的目的在于提供了一种磷酸亚铁锂检测用正极极片及其制作方法,依该方法制作的正极极片制作质量高,正极极片的一致性高,可满足材料生产厂家和电芯生产厂家对半电池检测用正极极片制作的要求。

[0005] 为了达到上述目的,本发明采用的技术方案为:

[0006] 一种磷酸亚铁锂检测用正极极片,包括集流体及单面涂布在集流体粗糙面上的浆料和溶剂,

[0007] 所述的浆料原料中各组分的重量百分比是:磷酸亚铁锂为 85 ~ 92%;导电剂为 2 ~ 9%;粘接剂为 3 ~ 8%;所述的磷酸亚铁锂中心粒度分布在 0.5 μm ~ 6 μm 之间,比表面积在 5 ~ 45 m<sup>2</sup>/g 之间;所述的导电剂为导电碳黑、超级导电碳黑、乙炔黑、导电石墨中的一种或两种及以上的混合物,当导电剂采用两种或两种以上的混合物时,其相互间没有比例限定;所述的粘接剂是质量浓度为 5% 的聚偏氟乙烯溶液,

[0008] 所述的溶剂为分析纯的 N- 甲基吡咯烷酮溶剂,

[0009] 所述的集流体厚度为 20 μm,采用一面光铝箔,其光面为镜面光,粗糙面的表面粗糙度 Ra 为 0.23 μm。

[0010] 一种磷酸亚铁锂检测用正极极片,其成品极片厚度为 50 ~ 90 μm。

[0011] 一种磷酸亚铁锂检测用正极极片的制作方法,包含以下步骤:

[0012] 第一步,先用搅拌机对占质量百分比为 95% 的 N- 甲基吡咯烷酮以 300 ~ 600 rpm 转速进行搅拌,并将占质量百分比为 5% 的聚偏氟乙烯粉末均等分为 5 份,每隔 5 分钟加一份,搅拌时间大于 12 小时;然后,再用搅拌机以 600 ~ 1200 rpm 转速进行搅拌,直至制成性

质均一的透明粘接剂溶液,即质量浓度为 5% 的聚偏氟乙烯溶液,

[0013] 第二步,将浆料原料和溶剂加入到不锈钢罐中,溶剂加入量为调整浆料固含量至 30 ~ 45% 所需的溶剂,将球磨球放进不锈钢罐中,将不锈钢罐放到球磨机进行球磨,球磨球采用不锈钢球,直径为 Φ10 和 Φ6 的混合球,其中,Φ10 不锈钢球 1 个,Φ6 不锈钢球 6 个,球磨时先采用转速为 200 ~ 500rpm 的低速球磨,时间为 0.5 ~ 2 小时,再采用转速为 500 ~ 900rpm 的高速球磨,时间为 0.5 ~ 3 小时,将不锈钢罐中原料制成浆料,

[0014] 所述的浆料原料中各组分的重量百分比是:磷酸亚铁锂为 85 ~ 92%;导电剂为 2 ~ 9%;粘接剂为 3 ~ 8%,所述的磷酸亚铁锂为中心粒度分布在 0.5 μm ~ 6 μm 之间,比表面积在 5 ~ 45m<sup>2</sup>/g 之间;所述的导电剂为导电碳黑、超级导电碳黑、乙炔黑、导电石墨中的一种或两种及以上的混合物,当导电剂采用两种或两种以上的混合物时,其相互间的比例没有限定;所述的粘接剂是第一步制成的质量浓度为 5% 的聚偏氟乙烯溶液,

[0015] 所述的溶剂为分析纯的 N- 甲基吡咯烷酮溶剂,

[0016] 第三步,将第二步制成的浆料单面涂布在集流体铝箔的粗糙面上,自然干燥 2 小时后,在 120℃ 的烘箱中烘干 2 ~ 5 小时,最后在辊压机上辊压得到厚度为 50 ~ 90 μm 的正极极片。

[0017] 由于粘接剂添加形式为低浓度溶液;浆料混合方式采用不同直径混合的球磨球;球磨机采用两段式提速的方式,解决了磷酸亚铁锂粒度小、比表面积大,浆料制程难以混合均匀等缺点,故而磷酸亚铁锂检测用正极极片制作质量高,正极极片的一致性高。

## 具体实施方式

[0018] 下面将结合具体实施例对本发明作进一步描述。

[0019] 实施例一

[0020] 一种磷酸亚铁锂检测用正极极片,包括集流体及单面涂布在集流体粗糙面上的浆料和溶剂,

[0021] 所述的浆料原料中各组分的重量百分比是:磷酸亚铁锂为 87%;导电剂为 6%;粘接剂为 7%;所述的磷酸亚铁锂为中心粒度分布在 0.5 μm ~ 6 μm 之间,比表面积在 5 ~ 45m<sup>2</sup>/g 之间;所述的导电剂为 Super-P 和 KS6;所述的粘接剂是质量浓度为 5% 的聚偏氟乙烯溶液,

[0022] 所述的溶剂为分析纯的 N- 甲基吡咯烷酮溶剂,

[0023] 所述的集流体厚度为 20 μm,采用一面光铝箔,其光面为镜面光,粗糙面的表面粗糙度 Ra 为 0.23 μm。

[0024] 一种磷酸亚铁锂检测用正极极片,其成品极片厚度为 50 ~ 90 μm。

[0025] 一种磷酸亚铁锂检测用正极极片的制作方法,包含以下步骤:

[0026] 第一步,先用数显式机械搅拌机对占质量百分比为 95% 的 N- 甲基吡咯烷酮以 500rpm 转速进行搅拌,并缓慢地将占质量百分比为 5% 的聚偏氟乙烯粉末均等分成 5 份,每隔 5 分钟加一份,搅拌时间大于 12 小时;然后,再用搅拌机以 1200rpm 转速进行搅拌,直至制成性质均一的透明粘接剂溶液,即质量浓度为 5% 的聚偏氟乙烯溶液,

[0027] 第二步,将浆料原料和溶剂加入到不锈钢罐中,溶剂加入量为调整浆料固含量至 35% 所需的溶剂量即 1.58g,将球磨球放进不锈钢罐中,将不锈钢罐放到球磨机进行球磨,

球磨球采用不锈钢球,直径为Φ10和Φ6的混合球,其中,Φ10不锈钢球1个,Φ6不锈钢球6个,球磨时先采用转速为400rpm的低速球磨,时间为1.5小时,再采用转速为700rpm的高速球磨,时间为1.5小时,将不锈钢罐中原料制成浆料,

[0028] 所述的浆料原料中各组分的重量百分比是:磷酸亚铁锂为87%,即2.60g;总导电剂为6%,5%的导电剂Super-P,即0.15g,1%的导电剂KS6,即0.03g;粘接剂为7%,即聚偏氟乙烯5%的溶液4.18g,所述的磷酸亚铁锂为中心粒度分布在0.5μm~6μm之间,比表面积在5~45m<sup>2</sup>/g之间;所述的导电剂为Super-P和KS6;所述的粘接剂是第一步制成的质量浓度为5%的聚偏氟乙烯溶液,

[0029] 所述的溶剂为分析纯的N-甲基吡咯烷酮溶剂,

[0030] 第三步,将第二步制成的浆料单面涂布在集流体铝箔的糙面上,自然干燥2小时后,在120℃的烘箱中烘干3小时,最后在辊压机上辊压得到厚度为85μm的正极极片。

[0031] 实施例二

[0032] 一种磷酸亚铁锂检测用正极极片,包括集流体及单面涂布在集流体粗糙面上的浆料和溶剂,

[0033] 所述的浆料原料中各组分的重量百分比是:磷酸亚铁锂为90%;导电剂为4%,粘接剂为6%,所述的磷酸亚铁锂为中心粒度分布在0.5μm~6μm之间,比表面积在5~45m<sup>2</sup>/g之间;所述的导电剂为超级导电剂E350G和KS6;所述的粘接剂是质量浓度为5%的聚偏氟乙烯,

[0034] 所述的溶剂为分析纯的N-甲基吡咯烷酮溶剂,

[0035] 所述的集流体厚度为20μm,采用一面光铝箔,其光面为镜面光,粗糙面的表面粗糙度Ra为0.23μm。

[0036] 一种磷酸亚铁锂检测用正极极片,其成品极片厚度为50~90μm。

[0037] 一种磷酸亚铁锂检测用正极极片的制作方法,包含以下步骤:

[0038] 第一步,先用数显式机械搅拌机对占质量百分比为95%的N-甲基吡咯烷酮以500rpm转速进行低速搅拌,并缓慢地将占质量百分比5%的聚偏氟乙烯粉末均等分成5份,每隔5分钟加一份,搅拌时间大于12小时;然后,再用搅拌机以1200rpm转速进行高速搅拌,直至制成性质均一的透明粘接剂溶液,即质量浓度为5%的聚偏氟乙烯溶液,

[0039] 第二步,将浆料原料和溶剂加入到不锈钢罐中,溶剂加入量为调整浆料固含量至30%所需的溶剂量即7.16g,将不锈钢罐放到球磨机进行球磨,球磨球采用不锈钢球,直径为Φ10和Φ6的混合球,其中,Φ10不锈钢球1个,Φ6不锈钢球6个,球磨时先采用转速为300rpm的低速球磨,时间为2小时,再采用转速为600rpm的高速球磨,时间为2小时,将不锈钢罐中原料制成浆料,

[0040] 所述的浆料原料中各组分的重量百分比是:磷酸亚铁锂为90%,即5.40g;总导电剂量为4%,其中3.5%的导电剂E350G,即0.21g,0.5%的导电剂KS6,即0.03g;粘接剂为6%,即聚偏氟乙烯溶液7.20g,所述的磷酸亚铁锂为中心粒度分布在0.5μm~6μm之间,比表面积在5~45m<sup>2</sup>/g之间;所述的导电剂为超级导电剂E350G和KS6;所述的粘接剂是第一步制成的质量浓度为5%的聚偏氟乙烯溶液,

[0041] 所述的溶剂为分析纯的N-甲基吡咯烷酮溶剂,

[0042] 第三步,将第二步制成的浆料单面涂布在集流体铝箔的糙面上,自然干燥2小时

后,在 120℃的烘箱中烘干 3 小时,最后在辊压机上辊压得到厚度为 85 μ m 的正极极片。

[0043] 实施例三

[0044] 一种磷酸亚铁锂检测用正极极片,包括集流体及单面涂布在集流体粗糙面上的浆料和溶剂,

[0045] 所述的浆料原料中各组分的重量百分比是:磷酸亚铁锂为 88%;导电剂为 5%;粘接剂为 7%,所述的磷酸亚铁锂为中心粒度分布在 0.5 μ m ~ 6 μ m 之间,比表面积在 5 ~ 45m<sup>2</sup>/g 之间;所述的导电剂为导电碳管 VGCF,长度为 7 μ m;所述的粘接剂是质量浓度为 5% 的聚偏氟乙烯,

[0046] 所述的溶剂为分析纯的 N- 甲基吡咯烷酮溶剂,

[0047] 所述的集流体厚度为 20 μ m,采用一面光铝箔,其光面为镜面光,粗糙面的表面粗糙度 Ra 为 0.23 μ m。

[0048] 一种磷酸亚铁锂检测用正极极片,其成品极片厚度为 50 ~ 90 μ m。

[0049] 一种磷酸亚铁锂检测用正极极片的制作方法,包含以下步骤:

[0050] 第一步,先用数显式机械搅拌机对占质量百分比为 95% 的 N- 甲基吡咯烷酮以 500rpm 转速进行低速搅拌,并缓慢地将占质量百分比 5% 的聚偏氟乙烯粉末均等分成 5 份,每隔 5 分钟加一份,搅拌时间大于 12 小时;然后,再用搅拌机以 1200rpm 转速进行高速搅拌,直至制成性质均一的透明粘接剂溶液,即质量浓度为 5% 的聚偏氟乙烯溶液,

[0051] 第二步,将浆料原料和溶剂加入到不锈钢罐中,溶剂加入量为调整浆料固含量至 35% 所需的溶剂量即 2.64g,将不锈钢罐放到球磨机进行球磨,球磨球采用不锈钢球,直径为 Φ10 和 Φ6 的混合球,其中,Φ10 不锈钢球 1 个,Φ6 不锈钢球 6 个,球磨时先采用转速为 300rpm 的低速球磨,时间为 2 小时,再采用转速为 600rpm 的高速球磨,时间为 2 小时,将不锈钢罐中原料制成浆料,

[0052] 所述的浆料原料中各组分的重量百分比是:磷酸亚铁锂为 88%,即 4.40g;导电剂为导电碳管 VGCF 为 5%,即 0.25g;粘接剂为 7%,即聚偏氟乙烯溶液 7.00g,所述的磷酸亚铁锂为中心粒度分布在 0.5 μ m ~ 6 μ m 之间,比表面积在 5 ~ 45m<sup>2</sup>/g 之间;所述的导电剂为导电碳管 VGCF,长度为 7 μ m;所述的粘接剂是第一步制成的质量浓度为 5% 的聚偏氟乙烯溶液,

[0053] 所述的溶剂为分析纯的 N- 甲基吡咯烷酮溶剂,

[0054] 第三步,将第二步制成的浆料单面涂布在集流体铝箔的糙面上,自然干燥 2 小时后,在 120℃的烘箱中烘干 3 小时,最后在辊压机上辊压得到厚度为 85 μ m 的正极极片。

[0055] 实施例四

[0056] 一种磷酸亚铁锂检测用正极极片,包括集流体及单面涂布在集流体粗糙面上的浆料和溶剂,

[0057] 所述的浆料原料中各组分的重量百分比是:磷酸亚铁锂为 84%;导电剂为 9%;粘接剂为 7%,所述的磷酸亚铁锂为中心粒度分布在 0.5 μ m ~ 6 μ m 之间,比表面积在 5 ~ 45m<sup>2</sup>/g 之间;所述的导电剂为乙炔炭黑;所述的粘接剂是质量浓度为 5% 的聚偏氟乙烯,

[0058] 所述的溶剂为分析纯的 N- 甲基吡咯烷酮溶剂,

[0059] 所述的集流体厚度为 20 μ m,采用一面光铝箔,其光面为镜面光,粗糙面的表面粗糙度 Ra 为 0.23 μ m。

- [0060] 一种磷酸亚铁锂检测用正极极片,其成品极片厚度为  $50 \sim 90 \mu\text{m}$ 。
- [0061] 一种磷酸亚铁锂检测用正极极片的制作方法,包含以下步骤:
- [0062] 第一步,先用数显式机械搅拌机对占质量百分比为 95% 的 N- 甲基吡咯烷酮以 500rpm 转速进行低速搅拌,并缓慢地将占质量百分比 5% 的聚偏氟乙烯粉末均等分成 5 份,每隔 5 分钟加一份,搅拌时间大于 12 小时;然后,再用搅拌机以 1200rpm 转速进行高速搅拌,直至制成性质均一的透明粘接剂溶液,即质量浓度为 5% 的聚偏氟乙烯溶液,
- [0063] 第二步,将浆料原料和溶剂加入到不锈钢罐中,溶剂加入量为调整浆料固含量至 38% 所需的溶剂量即 2.41g,将不锈钢罐放到球磨机进行球磨,球磨球采用不锈钢球,直径为  $\Phi 10$  和  $\Phi 6$  的混合球,其中,  $\Phi 10$  不锈钢球 1 个,  $\Phi 6$  不锈钢球 6 个,球磨时先采用转速为 300rpm 的低速球磨,时间为 2 小时,再采用转速为 800rpm 的高速球磨,时间为 2 小时,将不锈钢罐中原料制成浆料,
- [0064] 所述的浆料原料中各组分的重量百分比是:磷酸亚铁锂为 84%,即 6.72g;导电剂乙炔炭黑量为 9%,即 0.72g;粘接剂为 7%,即聚偏氟乙烯溶液 11.20g,所述的磷酸亚铁锂为中心粒度分布在  $0.5 \mu\text{m} \sim 6 \mu\text{m}$  之间,比表面积在  $5 \sim 45 \text{m}^2/\text{g}$  之间;所述的导电剂为乙炔炭黑;所述的粘接剂是第一步制成的质量浓度为 5% 的聚偏氟乙烯溶液,
- [0065] 所述的溶剂为分析纯的 N- 甲基吡咯烷酮溶剂,
- [0066] 第三步,将第二步制成的浆料单面涂布在集流体铝箔的糙面上,自然干燥 2 小时后,在 120℃ 的烘箱中烘干 3 小时,最后在辊压机上辊压得到厚度为  $85 \mu\text{m}$  的正极极片。