



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103199227 B

(45) 授权公告日 2015. 06. 03

(21) 申请号 201310149926. 2

9-12 段.

(22) 申请日 2013. 04. 26

CN 102447112 A, 2012. 05. 09, 全文.

CN 101752547 A, 2010. 06. 23, 全文.

(73) 专利权人 中国东方电气集团有限公司

地址 610036 四川省成都市金牛区蜀汉路
333 号

审查员 姜峰

(72) 发明人 王璿 王增竹 廖小东 蒋正伟

(74) 专利代理机构 成都天嘉专利事务所(普通
合伙) 51211

代理人 赵丽

(51) Int. Cl.

H01M 4/38(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 101752547 A, 2010. 06. 23, 说明书第
5-15 段.

CN 102447112 A, 2012. 05. 09, 说明书第

权利要求书1页 说明书7页

(54) 发明名称

一种锂离子电池纳米炭硅复合负极材料及其
制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种锂离子电池纳米炭硅复合
负极材料及其制备方法,属于锂离子电池负极材
料技术。所述的纳米炭硅复合负极材料是粒径
为 20-50nm 的纳米颗粒;硅部分为由一氧化硅制
备而成的硅与二氧化硅的复合结构;炭部分为由
两亲性炭材料制备而成;所述的炭部分包覆于硅
部分表面,形成炭、二氧化硅和硅的三重复合结
构;所述的两亲性炭材料与一氧化硅的质量比为
20:1-5:1;本发明的锂离子电池纳米炭硅复合负
极材料将 Si/SiO₂复合材料与由两亲性炭材料制
成的纳米炭微球进行复合,极大地改善了 Si/SiO₂
复合材料的电导率,降低导电剂用量,同时也利用
Si/SiO₂复合材料的高稳定性使得负极循环稳定
性比传统模式大大提高。

CN 103199227 B

1. 一种锂离子电池纳米炭硅复合负极材料的制备方法,其特征在于:包括以下工艺步骤:

A、将两亲性炭材料加入到去离子水中,配制成两亲性炭材料溶液,然后调节两亲性炭材料溶液为碱性,得到碱性两亲性炭材料溶液;所述的两亲性炭材料溶液的质量浓度为5-10%;

B、按两亲性炭材料与一氧化硅的质量比 20:1-5:1 称取一氧化硅粉末,将一氧化硅粉末加入至步骤 A 中得到的碱性两亲性炭材料溶液中,在转速为 800-1500r/min 的搅拌情况下分散 0.5-5h,得到混合液;

C、在搅拌的情况下,滴加酸调节步骤 B 得到的混合液的 pH 值,使得该混合液的 pH 值低于 6,停止搅拌,静置 1-10h,液体分层,上层含酸性水溶液,下层含两亲性炭材料与一氧化硅混合物微粒;

D、将步骤 C 得到的上层与下层分离,并使用去离子水清洗下层得到的两亲性炭材料与一氧化硅混合物微粒;

E、将经过步骤 D 分离得到的两亲性炭材料与一氧化硅混合物微粒喷雾干燥,得到黑灰色粉末;

F、在加热炉中在惰性气氛下将黑灰色粉末以 0.5-5 °C /min 的升温速率升至 800-1300 °C 进行热处理 0.5-2h,一氧化硅发生歧化反应,得到二氧化硅和硅的复合物,然后自然冷却至室温,获得纳米颗粒,即锂离子电池纳米炭硅复合负极材料。

2. 根据权利要求 1 所述的一种锂离子电池纳米炭硅复合负极材料的制备方法,其特征在于:所述的两亲性炭材料为煤沥青基两亲性炭材料、石油沥青基两亲性炭材料、中间相沥青基两亲性炭材料、石油焦基两亲性炭材料、针状焦基两亲性炭材料和沥青焦基两亲性炭材料中的一种或多种的任意比例混合物。

3. 根据权利要求 1 所述的一种锂离子电池纳米炭硅复合负极材料的制备方法,其特征在于:在步骤 A 中,所述的调节两亲性炭材料溶液为碱性具体为用水溶性碱调节 pH 值为 10-14。

4. 根据权利要求 1 所述的一种锂离子电池纳米炭硅复合负极材料的制备方法,其特征在于:在步骤 C 中,所述的搅拌的转速为 800-1500r/min。

5. 根据权利要求 1 所述的一种锂离子电池纳米炭硅复合负极材料的制备方法,其特征在于:在步骤 C 中,所述的酸为硫酸、盐酸、硝酸、醋酸、柠檬酸、甲酸或者磷酸。

6. 根据权利要求 1 所述的一种锂离子电池纳米炭硅复合负极材料的制备方法,其特征在于:在步骤 F 中,所述的惰性气氛为氮气、氦气与氢气的混合气、氩气与氢气的混合气或者氩气与氢的混合气。

7. 根据权利要求 1 所述的一种锂离子电池纳米炭硅复合负极材料的制备方法,其特征在于:在步骤 F 中,所述的热处理使用管式炉、箱式炉或者回转炉。

一种锂离子电池纳米炭硅复合负极材料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种用于制备锂离子电池负极的材料及其制备方法,更具体地说,本发明涉及一种锂离子电池纳米炭硅复合负极材料及其制备方法,属于锂离子电池负极材料技术。

背景技术

[0002] 锂离子二次电池能量密度大、工作电压高、循环寿命长、无污染、安全性能好,使其在便携式电子设备、电动汽车、大规模储能、空间技术、国防工业等多方面具有广泛的应用前景,成为“十二五”期间的研究热点。

[0003] 商品化的锂离子电池的结构通常包括:正极、负极、隔膜、电解液、中心端子、正极引线、电池外壳、负极引线、绝缘材料、安全阀、温度控制端子等。其中,负极材料的研究是锂离子电池的关键技术之一。炭电极材料以其高度的结构稳定性和良好的循环性能引起世界范围内的广泛研究与开发,成为目前已经实现商业化应用的锂离子电池负极材料。

[0004] 国家知识产权局于 2012. 2. 15 公开了一件公开号为 CN102351163A, 名称为“一种锂离子电池纳米炭微球负极材料及其制备方法”的发明专利,该专利中公开了一种锂离子电池纳米炭微球负极材料及其制备方法,属于锂离子电池负极材料技术。该发明所述的锂离子电池纳米炭微球负极材料由煤沥青基两亲性炭材料、石油沥青基两亲性炭材料、中间相沥青基两亲性炭材料、石油焦基两亲性炭材料、针状焦基两亲性炭材料和沥青焦基两亲性炭材料之中的一种经过配制溶液、搅拌以及精馏分离等步骤制成,本发明制备的纳米炭微球由两亲性炭材料在表面张力的约束下自组装形成,因此球粒径均匀,球形度好,作为锂离子电池负极材料具有高的可逆容量和优良的循环性能。但是上述材料为单一的炭负极材料,由于炭材料的容量瓶颈,限制了材料比容量的进一步提高。

[0005] 与目前市场化的石墨相比,硅负极理论上比容量可提高约 10 倍,约为 4000mAh/g 左右。但由于硅体积受充放电影响的变化较大,电极构造会受到破坏,因此充放电循环寿命较短,单独使用很难实现实用化。为了缓解锂离子嵌入脱嵌过程中硅负极的破坏,使用其他材料对晶体硅进行包覆是一种有效的方式。日立麦克赛尔开发出了以二氧化硅和炭包覆晶体硅的复合负极材料,通过负极采用硅类材料,使新款电池容量可比该公司原产品提高 10%。从负极材料的稳定性以及低成本的要求考虑,使用炭材料来包覆纳米硅颗粒是一种可行的方法。炭硅复合负极材料的制备方法主要包括热分解法、溶胶-凝胶法、高能机械球磨法以及化学气相沉积法等。

[0006] 国家知识产权局于 2012. 10. 3 公开了一件公开号为 CN102709532A, 名称为“一种用于制备锂离子电池的炭硅复合负极材料及其制备方法”的专利,该专利公开了一种炭硅复合材料的制备方法,该专利使用晶体硅与两亲性炭材料进行混合、搅拌、沉淀、冷冻干燥以及炭化处理,最终得到了高比容量的炭硅复合材料。但是该发明中的复合材料是用炭材料将晶体硅包覆起来,炭-硅的接触界面不是特别稳定,在充放电过程中硅的膨胀系数较大,有可能会破坏硅-炭的接触界面,从而导致电极材料性能下降。

[0007] 国家知识产权局于 2012. 6. 27 公开了一件公开号为 CN102522534A, 名称为“一种高比容量硅碳复合材料及其制备方法、锂离子电池负极材料及锂离子电池”的专利, 该专利公开了一种锂离子电池用硅碳复合材料及其制备方法及使用该材料制备的锂离子电池负极材料和锂离子电池, 该硅碳复合材料包括具有孔隙的多孔性碳基体材料和复合在这些多孔性碳基体材料孔隙间的纳米硅粒子, 且硅碳复合材料中纳米硅颗粒的粒径为 5-100nm, 其中纳米硅含量为 10-90wt%, 该硅碳复合材料制作工艺简单, 明显降低含硅活性物质脱嵌锂时的体积效应, 改善锂在活性材料中的扩散行为, 提高锂离子电池的比容量, 由该复合材料制备的电池负极材料导电性能好, 制备的锂电池循环性能好。

[0008] 上述方法在制备过程中需要使用氢氟酸除去二氧化硅, 由于氢氟酸的剧毒性以及强腐蚀性, 会很大地限制该材料的规模化生产与应用。另外, 一氧化硅热解产生的二氧化硅与硅是一种均匀紧密结合的结构, 其中的二氧化硅可以限制和缓解一氧化硅的体积膨胀效应。该发明除去了二氧化硅, 也就意味着失去了二氧化硅缓解体积效应的功效。在碳源的选择上, 该专利选择了石墨烯、碳纳米管、碳纤维、乙炔黑、膨胀石墨等碳源, 然后与硅颗粒超声振荡混合。这种复合是使用物理方法使硅颗粒嵌入到炭材料的孔隙中, 是一种简单的物理结合, 结合强度很小, 因此对缓解硅的体积效应效果有限。

发明内容

[0009] 本发明旨在解决现有技术中的问题, 提供一种满足市场对锂离子电池高比容量长寿命的需求, 提升锂电池的整体性能, 开发成本低廉, 适于量产的纳米炭硅复合负极材料。

[0010] 本发明的另一个目的为提供上述复合负极材料的优化制备方法, 达到复合材料结合度高、工艺简单廉价、易于量产的目的。

[0011] 为了实现上述发明目的, 其具体的技术方案如下:

[0012] 一种锂离子电池纳米炭硅复合负极材料, 其特征在于: 所述的纳米炭硅复合负极材料是粒径为 20-50nm 的纳米颗粒; 硅部分为由一氧化硅制备而成的硅与二氧化硅的复合结构; 炭部分为由两亲性炭材料制备而成; 所述的炭部分包覆于硅部分表面, 形成炭、二氧化硅和硅的三重复合结构; 所述的两亲性炭材料与一氧化硅的质量比为 20:1-5:1。

[0013] 上述材料 1C 放电首次容量达到 820mAh/g, 且 8C 倍率放电情况下容量不低于 670mAh/g。

[0014] 优选的, 本发明所述的两亲性炭材料为煤沥青基两亲性炭材料、石油沥青基两亲性炭材料、中间相沥青基两亲性炭材料、石油焦基两亲性炭材料、针状焦基两亲性炭材料和沥青焦基两亲性炭材料中的一种或多种的任意比例混合物。

[0015] 优选的, 一种锂离子电池纳米炭硅复合负极材料的制备方法, 其特征在于: 包括以下工艺步骤:

[0016] A、将两亲性炭材料加入到去离子水中, 配制成两亲性炭材料溶液, 然后调节两亲性炭材料溶液为碱性, 得到碱性两亲性炭材料溶液;

[0017] B、按两亲性炭材料与一氧化硅的质量比 20:1-5:1 称取一氧化硅粉末, 将一氧化硅粉末加入至步骤 A 中得到的碱性两亲性炭材料溶液中, 在转速为 800-1500r/min 的搅拌情况下分散 0.5-5h, 得到混合液;

[0018] C、在搅拌的情况下, 滴加酸调节步骤 B 得到的混合液的 pH 值, 使得该混合液的 pH

值低于 6, 停止搅拌, 静置 1-10h, 液体分层, 上层含酸性水溶液, 下层含两亲性炭材料与一氧化硅混合物微粒;

[0019] D、将步骤 C 得到的上层与下层分离, 并使用去离子水清洗下层得到的两亲性炭材料与一氧化硅混合物微粒;

[0020] E、将经过步骤 D 分离得到的两亲性炭材料与一氧化硅混合物微粒喷雾干燥, 得到黑灰色粉末;

[0021] F、在加热炉中在惰性气氛下将黑灰色粉末以 0.5-5 °C /min 的升温速率升至 800-1300 °C 进行热处理 0.5-2h, 一氧化硅发生歧化反应, 得到二氧化硅和硅的复合物, 然后自然冷却至室温, 获得纳米颗粒, 即锂离子电池纳米炭硅复合负极材料。

[0022] 优选的, 本发明在步骤 A 中, 所述的两亲性炭材料溶液的质量浓度为 5-10%。

[0023] 优选的, 本发明在步骤 A 中, 所述的调节两亲性炭材料溶液为碱性具体为用水溶性碱调节 pH 值为 10-14。

[0024] 优选的, 本发明在步骤 C 中, 所述的搅拌的转速为 800-1500r/min。

[0025] 优选的, 本发明在步骤 C 中, 所述的酸为硫酸、盐酸、硝酸、醋酸、柠檬酸、甲酸或者磷酸。

[0026] 优选的, 本发明在步骤 F 中, 所述的惰性气氛为氮气、氦气与氢气的混合气、氩气与氢气的混合气或者氩气与氢的混合气。

[0027] 优选的, 本发明在步骤 F 中, 所述的热处理使用管式炉、箱式炉或者回转炉。

[0028] 本发明带来的有益技术效果:

[0029] 1、本发明的锂离子电池纳米炭硅复合负极材料将 Si/SiO₂ 复合材料与由两亲性炭材料制成的纳米炭微球进行复合, 极大地改善了 Si/SiO₂ 复合材料的电导率, 降低导电剂用量, 同时也利用 Si/SiO₂ 复合材料的高稳定性使得负极循环稳定性比传统的“炭包硅”模式大大提高; 二氧化硅作为碳与硅的界面过渡, 这将极大地提高几种物质的结合强度, 更大程度地缓解硅在脱嵌锂过程中的体积效应; 本发明用到的沥青、石油焦等初始原料价格低廉, 来源丰富, 易于实现规模化工业生产;

[0030] 2、本发明制备的锂离子电池纳米炭硅复合负极材料比容量高, 循环稳定性优良, 倍率性能好, 经测试该材料 1C 放电首次容量达到 820mAh/g, 且 8C 大倍率放电情况下容量仍不低于 670mAh/g, 首次效率不低于 85%, 经过 200 次循环容量保持率 85% 以上;

[0031] 3、本发明的优选合成工艺以及使用设备简单, 比起传统纳米硅与纳米炭的合成方法如水热法, 模板法等, 生产成本更为低廉; 本发明采取的是碳源与硅源共同烧结复合而成, 并非背景技术中的简单物理结合, 并且有二氧化硅作为碳与硅的界面过渡, 这将极大地提高几种物质的结合强度, 更大程度地缓解硅在脱嵌锂过程中的体积效应;

[0032] 4、背景技术中的专利通过有机溶剂加入使得两亲性炭材料沉淀成凝聚, 让溶液分层, 本发明使用调节 pH 达到这一效果, 避免了有机溶剂的使用; 背景技术中的专利使用溶剂置换再干燥的方法保证纳米颗粒不团聚, 本发明使用喷雾干燥的方法达到这一效果, 简化了工艺, 节约了成本, 缩短了合成时间。

具体实施方式

[0033] 实施例 1

[0034] 一种锂离子电池纳米炭硅复合负极材料,所述的纳米炭硅复合负极材料是粒径为20nm的纳米颗粒;硅部分为由一氧化硅制备而成的硅与二氧化硅的复合结构;炭部分为由两亲性炭材料制备而成;所述的炭部分包覆于硅部分表面,形成炭、二氧化硅和硅的三重复合结构;所述的两亲性炭材料与一氧化硅的质量比为5:1。

[0035] 上述材料1C放电首次容量达到820mAh/g,且8C倍率放电情况下容量不低于670mAh/g。

[0036] 实施例2

[0037] 一种锂离子电池纳米炭硅复合负极材料,所述的纳米炭硅复合负极材料是粒径为50nm的纳米颗粒;硅部分为由一氧化硅制备而成的硅与二氧化硅的复合结构;炭部分为由两亲性炭材料制备而成;所述的炭部分包覆于硅部分表面,形成炭、二氧化硅和硅的三重复合结构;所述的两亲性炭材料与一氧化硅的质量比为20:1。

[0038] 上述材料1C放电首次容量达到820mAh/g,且8C倍率放电情况下容量不低于670mAh/g。

[0039] 实施例3

[0040] 一种锂离子电池纳米炭硅复合负极材料,所述的纳米炭硅复合负极材料是粒径为35nm的纳米颗粒;硅部分为由一氧化硅制备而成的硅与二氧化硅的复合结构;炭部分为由两亲性炭材料制备而成;所述的炭部分包覆于硅部分表面,形成炭、二氧化硅和硅的三重复合结构;所述的两亲性炭材料与一氧化硅的质量比为13:1。

[0041] 上述材料1C放电首次容量达到820mAh/g,且8C倍率放电情况下容量不低于670mAh/g。

[0042] 实施例4

[0043] 一种锂离子电池纳米炭硅复合负极材料,所述的纳米炭硅复合负极材料是粒径为45nm的纳米颗粒;硅部分为由一氧化硅制备而成的硅与二氧化硅的复合结构;炭部分为由两亲性炭材料制备而成;所述的炭部分包覆于硅部分表面,形成炭、二氧化硅和硅的三重复合结构;所述的两亲性炭材料与一氧化硅的质量比为10:1。

[0044] 上述材料1C放电首次容量达到820mAh/g,且8C倍率放电情况下容量不低于670mAh/g。

[0045] 实施例5

[0046] 在实施例1-4的基础上:

[0047] 优选的,所述的两亲性炭材料为煤沥青基两亲性炭材料、石油沥青基两亲性炭材料、中间相沥青基两亲性炭材料、石油焦基两亲性炭材料、针状焦基两亲性炭材料和沥青焦基两亲性炭材料中的一种或多种的任意比例混合物。

[0048] 实施例6

[0049] 本发明一种锂离子电池纳米炭硅复合负极材料的优化制备方法:

[0050] A、将两亲性炭材料加入到去离子水中,配制成两亲性炭材料溶液,然后调节两亲性炭材料溶液为碱性,得到碱性两亲性炭材料溶液;

[0051] B、按两亲性炭材料与一氧化硅的质量比5:1称取一氧化硅粉末,将一氧化硅粉末加入至步骤A中得到的碱性两亲性炭材料溶液中,在转速为800r/min的搅拌情况下分散0.5h,得到混合液;

[0052] C、在搅拌的情况下,滴加酸调节步骤 B 得到的混合液的 pH 值,使得该混合液的 pH 值为 2,停止搅拌,静置 1h,液体分层,上层含酸性水溶液,下层含两亲性炭材料与一氧化硅混合物微粒;

[0053] D、将步骤 C 得到的上层与下层分离,并使用去离子水清洗下层得到的两亲性炭材料与一氧化硅混合物微粒;

[0054] E、将经过步骤 D 分离得到的两亲性炭材料与一氧化硅混合物微粒喷雾干燥,得到黑灰色粉末;

[0055] F、在加热炉中在惰性气氛下将黑灰色粉末以 $0.5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率升至 800°C 进行热处理 0.5h,一氧化硅发生歧化反应,得到二氧化硅和硅的复合物,然后自然冷却至室温,获得纳米颗粒,即锂离子电池纳米炭硅复合负极材料。

[0056] 实施例 7

[0057] 本发明一种锂离子电池纳米炭硅复合负极材料的优化制备方法:

[0058] A、将两亲性炭材料加入到去离子水中,配制成两亲性炭材料溶液,然后调节两亲性炭材料溶液为碱性,得到碱性两亲性炭材料溶液;

[0059] B、按两亲性炭材料与一氧化硅的质量比 20:1 称取一氧化硅粉末,将一氧化硅粉末加入至步骤 A 中得到的碱性两亲性炭材料溶液中,在转速为 $1500\text{r}/\text{min}$ 的搅拌情况下分散 5h,得到混合液;

[0060] C、在搅拌的情况下,滴加酸调节步骤 B 得到的混合液的 pH 值,使得该混合液的 pH 值为 5,停止搅拌,静置 10h,液体分层,上层含酸性水溶液,下层含两亲性炭材料与一氧化硅混合物微粒;

[0061] D、将步骤 C 得到的上层与下层分离,并使用去离子水清洗下层得到的两亲性炭材料与一氧化硅混合物微粒;

[0062] E、将经过步骤 D 分离得到的两亲性炭材料与一氧化硅混合物微粒喷雾干燥,得到黑灰色粉末;

[0063] F、在加热炉中在惰性气氛下将黑灰色粉末以 $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率升至 1300°C 进行热处理 2h,一氧化硅发生歧化反应,得到二氧化硅和硅的复合物,然后自然冷却至室温,获得纳米颗粒,即锂离子电池纳米炭硅复合负极材料。

[0064] 实施例 8

[0065] 本发明一种锂离子电池纳米炭硅复合负极材料的优化制备方法:

[0066] A、将两亲性炭材料加入到去离子水中,配制成两亲性炭材料溶液,然后调节两亲性炭材料溶液为碱性,得到碱性两亲性炭材料溶液;

[0067] B、按两亲性炭材料与一氧化硅的质量比 13:1 称取一氧化硅粉末,将一氧化硅粉末加入至步骤 A 中得到的碱性两亲性炭材料溶液中,在转速为 $1150\text{r}/\text{min}$ 的搅拌情况下分散 2.75h,得到混合液;

[0068] C、在搅拌的情况下,滴加酸调节步骤 B 得到的混合液的 pH 值,使得该混合液的 pH 值为 3,停止搅拌,静置 5.5h,液体分层,上层含酸性水溶液,下层含两亲性炭材料与一氧化硅混合物微粒;

[0069] D、将步骤 C 得到的上层与下层分离,并使用去离子水清洗下层得到的两亲性炭材料与一氧化硅混合物微粒;

[0070] E、将经过步骤 D 分离得到的两亲性炭材料与一氧化硅混合物微粒喷雾干燥,得到黑灰色粉末;

[0071] F、在加热炉中在惰性气氛下将黑灰色粉末以 2.75°C/min 的升温速率升至 1050°C 进行热处理 1.25h,一氧化硅发生歧化反应,得到二氧化硅和硅的复合物,然后自然冷却至室温,获得纳米颗粒,即锂离子电池纳米炭硅复合负极材料。

[0072] 实施例 9

[0073] 本发明一种锂离子电池纳米炭硅复合负极材料的优化制备方法:

[0074] A、将两亲性炭材料加入到去离子水中,配制成两亲性炭材料溶液,然后调节两亲性炭材料溶液为碱性,得到碱性两亲性炭材料溶液;

[0075] B、按两亲性炭材料与一氧化硅的质量比 18:1 称取一氧化硅粉末,将一氧化硅粉末加入至步骤 A 中得到的碱性两亲性炭材料溶液中,在转速为 1200r/min 的搅拌情况下分散 4h,得到混合液;

[0076] C、在搅拌的情况下,滴加酸调节步骤 B 得到的混合液的 pH 值,使得该混合液的 pH 值为 4,停止搅拌,静置 8h,液体分层,上层含酸性水溶液,下层含两亲性炭材料与一氧化硅混合物微粒;

[0077] D、将步骤 C 得到的上层与下层分离,并使用去离子水清洗下层得到的两亲性炭材料与一氧化硅混合物微粒;

[0078] E、将经过步骤 D 分离得到的两亲性炭材料与一氧化硅混合物微粒喷雾干燥,得到黑灰色粉末;

[0079] F、在加热炉中在惰性气氛下将黑灰色粉末以 1°C/min 的升温速率升至 900°C 进行热处理 1.75h,一氧化硅发生歧化反应,得到二氧化硅和硅的复合物,然后自然冷却至室温,获得纳米颗粒,即锂离子电池纳米炭硅复合负极材料。

[0080] 实施例 10

[0081] 在实施例 6-9 的基础上,优选的:

[0082] 在步骤 A 中,所述的两亲性炭材料溶液的质量浓度为 5%。

[0083] 在步骤 A 中,所述的调节两亲性炭材料溶液为碱性具体为用水溶性碱调节 pH 值为 10。

[0084] 在步骤 C 中,所述的搅拌的转速为 800r/min。

[0085] 在步骤 C 中,所述的酸为硫酸、盐酸、硝酸、醋酸、柠檬酸、甲酸或者磷酸。

[0086] 在步骤 F 中,所述的惰性气氛为氮气、氦气与氢气的混合气、氩气与氢气的混合气或者氙气与氢的混合气。

[0087] 在步骤 F 中,所述的热处理使用管式炉、箱式炉或者回转炉。

[0088] 实施例 11

[0089] 在实施例 6-9 的基础上,优选的:

[0090] 在步骤 A 中,所述的两亲性炭材料溶液的质量浓度为 10%。

[0091] 在步骤 A 中,所述的调节两亲性炭材料溶液为碱性具体为用水溶性碱调节 pH 值为 14。

[0092] 在步骤 C 中,所述的搅拌的转速为 1500r/min。

[0093] 在步骤 C 中,所述的酸为硫酸、盐酸、硝酸、醋酸、柠檬酸、甲酸或者磷酸。

- [0094] 在步骤 F 中,所述的惰性气氛为氮气、氦气与氢气的混合气、氩气与氢气的混合气或者氩气与氢的混合气。
- [0095] 在步骤 F 中,所述的热处理使用管式炉、箱式炉或者回转炉。
- [0096] 实施例 12
- [0097] 在实施例 6-9 的基础上,优选的:
- [0098] 在步骤 A 中,所述的两亲性炭材料溶液的质量浓度为 7.5%。
- [0099] 在步骤 A 中,所述的调节两亲性炭材料溶液为碱性具体为用水溶性碱调节 pH 值为 12。
- [0100] 在步骤 C 中,所述的搅拌的转速为 1150r/min。
- [0101] 在步骤 C 中,所述的酸为硫酸、盐酸、硝酸、醋酸、柠檬酸、甲酸或者磷酸。
- [0102] 在步骤 F 中,所述的惰性气氛为氮气、氦气与氢气的混合气、氩气与氢气的混合气或者氩气与氢的混合气。
- [0103] 在步骤 F 中,所述的热处理使用管式炉、箱式炉或者回转炉。
- [0104] 实施例 13
- [0105] 在实施例 6-9 的基础上,优选的:
- [0106] 在步骤 A 中,所述的两亲性炭材料溶液的质量浓度为 8%。
- [0107] 在步骤 A 中,所述的调节两亲性炭材料溶液为碱性具体为用水溶性碱调节 pH 值为 13。
- [0108] 在步骤 C 中,所述的搅拌的转速为 1000r/min。
- [0109] 在步骤 C 中,所述的酸为硫酸、盐酸、硝酸、醋酸、柠檬酸、甲酸或者磷酸。
- [0110] 在步骤 F 中,所述的惰性气氛为氮气、氦气与氢气的混合气、氩气与氢气的混合气或者氩气与氢的混合气。
- [0111] 在步骤 F 中,所述的热处理使用管式炉、箱式炉或者回转炉。