



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106099070 A

(43)申请公布日 2016.11.09

(21)申请号 201610686078.2

(22)申请日 2016.08.18

(71)申请人 周新风

地址 330006 江西省南昌市青山湖区南京
东路235号南昌大学

(72)发明人 周新风

(74)专利代理机构 北京华仲龙腾专利代理事务
所(普通合伙) 11548

代理人 姜庆梅

(51)Int.Cl.

H01M 4/36(2006.01)

H01M 4/58(2010.01)

H01M 10/0525(2010.01)

权利要求书1页 说明书5页

(54)发明名称

一种改性磷酸铁锂电正极材料及其制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种改性磷酸铁锂电正极材料及其制备方法,所述改性磷酸铁锂电正极材料,按照重量份的主要原料为:改性磷酸铁锂35-45份、醋酸锂10-18份、四氢呋喃8-10份、聚硫化再酸2-6份、三羟甲基氨基甲烷2-6份、纳米柠檬酸钠0.5-1.4份;所述改性磷酸铁锂的制备方法为:将磷酸铁锂与乙烯基三甲氧基硅烷、乳酸钙、二氧化锡、聚糠醛混合,702℃下煅烧1h,真空干燥即得。所制备的锂离子电池具有优异的循环性能,常温下1C充放循环2000次容量保持在90%以上;6C倍率下放电是1C容量的98%以上;3C/10V过充测试电池不起火不爆炸;高温循环优异,60℃下1C充放循环1000次容量保持在88%以上;具有良好的安全性能,针刺、挤压、过充、过放等测试不爆炸、不起火。

1. 一种改性磷酸铁锂电正极材料,其特征在于,按照重量份的主要原料为:改性磷酸铁锂35-45份、醋酸锂10-18份、四氢呋喃8-10份、聚硫化冉酸2-6份、三羟甲基氨基甲烷2-6份、纳米柠檬酸钠0.5-1.4份;所述改性磷酸铁锂的制备方法为:将磷酸铁锂与乙烯基三甲氧基硅烷、乳酸钙、二氧化锡、聚糠醛混合,702℃下煅烧1h,真空干燥即得。

2. 根据权利要求1所述的改性磷酸铁锂电正极材料,其特征在于,所述改性磷酸铁锂电正极材料,按照重量份的主要原料为:改性磷酸铁锂38-42份、醋酸锂14-17份、四氢呋喃8-10份、聚硫化冉酸2-6份、三羟甲基氨基甲烷2-6份、纳米柠檬酸钠0.8-1.1份;所述改性磷酸铁锂的制备方法为:将磷酸铁锂与乙烯基三甲氧基硅烷、乳酸钙、二氧化锡、聚糠醛混合,702℃下煅烧1h,真空干燥即得。

3. 根据权利要求1或2所述的改性磷酸铁锂电正极材料,其特征在于,所述改性磷酸铁锂电正极材料,按照重量份的主要原料为:改性磷酸铁锂40份、醋酸锂16份、四氢呋喃9份、聚硫化冉酸4份、三羟甲基氨基甲烷5份、纳米柠檬酸钠0.9份;所述改性磷酸铁锂的制备方法为:将磷酸铁锂与乙烯基三甲氧基硅烷、乳酸钙、二氧化锡、聚糠醛混合,702℃下煅烧1h,真空干燥即得。

4. 根据权利要求3所述的改性磷酸铁锂电正极材料,其特征在于,所述磷酸铁锂的纯度为99.9%以上。

5. 根据权利要求4所述的改性磷酸铁锂电正极材料,其特征在于,所述三羟甲基氨基甲烷的目数为1200目。

6. 根据权利要求5所述的改性磷酸铁锂电正极材料,其特征在于,所述乳酸钙的目数为1200目。

7. 一种如权利要求1-6任一所述的改性磷酸铁锂电正极材料的制备方法,其特征在于,具体步骤为:

(1)首先,将改性磷酸铁锂与醋酸锂混匀,随后在氮气保护下,加热至700℃-800℃并搅拌60min-90min,制成半成品;

(2)最后,将半成品与四氢呋喃、聚硫化冉酸、三羟甲基氨基甲烷、纳米柠檬酸钠进行混匀搅拌,搅拌转速为400r/min,搅拌时间为45min,随后于1200℃进行焙烧,真空干燥即得。

8. 根据权利要求7所述的改性磷酸铁锂电正极材料的制备方法,其特征在于,步骤(1)中加热至750℃并搅拌75min。

一种改性磷酸铁锂电正极材料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种锂电技术领域,具体是一种改性磷酸铁锂电正极材料及其制备方法。

背景技术

[0002] 锂离子电池具有工作电压高、比能量高、循环寿命长、重量轻、自放电少、无记忆效应与性价比高等优点,已成为高功率电动车辆、人造卫星、航空航天灯领域可充式电源的主要选择对象。另外,正负极材料组成的体系有个共同的特点就是放电后期,尤其是在放电结束时,电压下降非常快,也就是在这个电压区间里面,锂离子电池的容量几乎没有了。

发明内容

[0003] 本发明的目的在于提供一种改性磷酸铁锂电正极材料及其制备方法,以解决上述背景技术中提出的问题。

[0004] 为实现上述目的,本发明提供如下技术方案:

[0005] 一种改性磷酸铁锂电正极材料,按照重量份的主要原料为:改性磷酸铁锂35-45份、醋酸锂10-18份、四氢呋喃8-10份、聚硫化冉酸2-6份、三羟甲基氨基甲烷2-6份、纳米柠檬酸钠0.5-1.4份;所述改性磷酸铁锂的制备方法为:将磷酸铁锂与乙烯基三甲氧基硅烷、乳酸钙、二氧化锡、聚糠醛混合,702℃下煅烧1h,真空干燥即得。

[0006] 作为本发明进一步的方案:所述改性磷酸铁锂电正极材料,按照重量份的主要原料为:改性磷酸铁锂38-42份、醋酸锂14-17份、四氢呋喃8-10份、聚硫化冉酸2-6份、三羟甲基氨基甲烷2-6份、纳米柠檬酸钠0.8-1.1份;所述改性磷酸铁锂的制备方法为:将磷酸铁锂与乙烯基三甲氧基硅烷、乳酸钙、二氧化锡、聚糠醛混合,702℃下煅烧1h,真空干燥即得。

[0007] 作为本发明进一步的方案:所述改性磷酸铁锂电正极材料,按照重量份的主要原料为:改性磷酸铁锂40份、醋酸锂16份、四氢呋喃9份、聚硫化冉酸4份、三羟甲基氨基甲烷5份、纳米柠檬酸钠0.9份;所述改性磷酸铁锂的制备方法为:将磷酸铁锂与乙烯基三甲氧基硅烷、乳酸钙、二氧化锡、聚糠醛混合,702℃下煅烧1h,真空干燥即得。

[0008] 作为本发明进一步的方案:所述磷酸铁锂的纯度为99.9%以上。

[0009] 作为本发明进一步的方案:所述三羟甲基氨基甲烷的目数为1200目。

[0010] 作为本发明进一步的方案:所述乳酸钙的目数为1200目。

[0011] 一种改性磷酸铁锂电正极材料的制备方法,具体步骤为:

[0012] (1)首先,将改性磷酸铁锂与醋酸锂混匀,随后在氮气保护下,加热至700℃-800℃并搅拌60min-90min,制成半成品;

[0013] (2)最后,将半成品与四氢呋喃、聚硫化冉酸、三羟甲基氨基甲烷、纳米柠檬酸钠进行混匀搅拌,搅拌转速为400r/min,搅拌时间为45min,随后于1200℃进行焙烧,真空干燥即得。

[0014] 作为本发明进一步的方案:步骤(1)中加热至750℃并搅拌75min。

[0015] 与现有技术相比,本发明的有益效果是:

[0016] 所制备的锂离子电池具有优异的循环性能,常温下1C充放循环2000次容量保持在90%以上;6C倍率下放电是1C容量的98%以上;3C/10V过充测试电池不起火不爆炸;高温循环优异,60℃下1C充放循环1000次容量保持在88%以上;具有良好的安全性能,针刺、挤压、过充、过放等测试不爆炸、不起火。

具体实施方式

[0017] 下面将结合本发明实施例,对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0018] 实施例1

[0019] 一种改性磷酸铁锂电正极材料,按照重量份的主要原料为:改性磷酸铁锂35份、醋酸锂10份、四氢呋喃8份、聚硫化冉酸2份、三羟甲基氨基甲烷2份、纳米柠檬酸钠0.5份;所述改性磷酸铁锂的制备方法为:将磷酸铁锂与乙烯基三甲氧基硅烷、乳酸钙、二氧化锡、聚糠醛混合,702℃下煅烧1h,真空干燥即得;所述磷酸铁锂的纯度为99.9%以上;所述三羟甲基氨基甲烷的目数为1200目;所述乳酸钙的目数为1200目。

[0020] 一种改性磷酸铁锂电正极材料的制备方法,具体步骤为:

[0021] (1)首先,将改性磷酸铁锂与醋酸锂混匀,随后在氮气保护下,加热至700℃并搅拌60min,制成半成品;

[0022] (2)最后,将半成品与四氢呋喃、聚硫化冉酸、三羟甲基氨基甲烷、纳米柠檬酸钠进行混匀搅拌,搅拌转速为400r/min,搅拌时间为45min,随后于1200℃进行焙烧,真空干燥即得。

[0023] 实施例2

[0024] 一种改性磷酸铁锂电正极材料,按照重量份的主要原料为:改性磷酸铁锂38份、醋酸锂14份、四氢呋喃8份、聚硫化冉酸2份、三羟甲基氨基甲烷2份、纳米柠檬酸钠0.8份;所述改性磷酸铁锂的制备方法为:将磷酸铁锂与乙烯基三甲氧基硅烷、乳酸钙、二氧化锡、聚糠醛混合,702℃下煅烧1h,真空干燥即得;所述磷酸铁锂的纯度为99.9%以上;所述三羟甲基氨基甲烷的目数为1200目;所述乳酸钙的目数为1200目。

[0025] 一种改性磷酸铁锂电正极材料的制备方法,具体步骤为:

[0026] (1)首先,将改性磷酸铁锂与醋酸锂混匀,随后在氮气保护下,加热至700℃并搅拌60min,制成半成品;

[0027] (2)最后,将半成品与四氢呋喃、聚硫化冉酸、三羟甲基氨基甲烷、纳米柠檬酸钠进行混匀搅拌,搅拌转速为400r/min,搅拌时间为45min,随后于1200℃进行焙烧,真空干燥即得。

[0028] 实施例3

[0029] 一种改性磷酸铁锂电正极材料,按照重量份的主要原料为:改性磷酸铁锂40份、醋酸锂16份、四氢呋喃9份、聚硫化冉酸4份、三羟甲基氨基甲烷5份、纳米柠檬酸钠0.9份;所述改性磷酸铁锂的制备方法为:将磷酸铁锂与乙烯基三甲氧基硅烷、乳酸钙、二氧化锡、聚糠

醛混合,702℃下煅烧1h,真空干燥即得;所述磷酸铁锂的纯度为99.9%以上;所述三羟甲基氨基甲烷的目数为1200目;所述乳酸钙的目数为1200目。

[0030] 一种改性磷酸铁锂电正极材料的制备方法,具体步骤为:

[0031] (1)首先,将改性磷酸铁锂与醋酸锂混匀,随后在氮气保护下,加热至750℃并搅拌75min,制成半成品;

[0032] (2)最后,将半成品与四氢呋喃、聚硫化冉酸、三羟甲基氨基甲烷、纳米柠檬酸钠进行混匀搅拌,搅拌转速为400r/min,搅拌时间为45min,随后于1200℃进行焙烧,真空干燥即得。

[0033] 实施例4

[0034] 一种改性磷酸铁锂电正极材料,按照重量份的主要原料为:改性磷酸铁锂42份、醋酸锂17份、四氢呋喃10份、聚硫化冉酸6份、三羟甲基氨基甲烷6份、纳米柠檬酸钠1.1份;所述改性磷酸铁锂的制备方法为:将磷酸铁锂与乙烯基三甲氧基硅烷、乳酸钙、二氧化锡、聚糠醛混合,702℃下煅烧1h,真空干燥即得;所述磷酸铁锂的纯度为99.9%以上;所述三羟甲基氨基甲烷的目数为1200目;所述乳酸钙的目数为1200目。

[0035] 一种改性磷酸铁锂电正极材料的制备方法,具体步骤为:

[0036] (1)首先,将改性磷酸铁锂与醋酸锂混匀,随后在氮气保护下,加热至800℃并搅拌90min,制成半成品;

[0037] (2)最后,将半成品与四氢呋喃、聚硫化冉酸、三羟甲基氨基甲烷、纳米柠檬酸钠进行混匀搅拌,搅拌转速为400r/min,搅拌时间为45min,随后于1200℃进行焙烧,真空干燥即得。

[0038] 实施例5

[0039] 一种改性磷酸铁锂电正极材料,按照重量份的主要原料为:改性磷酸铁锂45份、醋酸锂18份、四氢呋喃10份、聚硫化冉酸6份、三羟甲基氨基甲烷6份、纳米柠檬酸钠1.4份;所述改性磷酸铁锂的制备方法为:将磷酸铁锂与乙烯基三甲氧基硅烷、乳酸钙、二氧化锡、聚糠醛混合,702℃下煅烧1h,真空干燥即得;所述磷酸铁锂的纯度为99.9%以上;所述三羟甲基氨基甲烷的目数为1200目;所述乳酸钙的目数为1200目。

[0040] 一种改性磷酸铁锂电正极材料的制备方法,具体步骤为:

[0041] (1)首先,将改性磷酸铁锂与醋酸锂混匀,随后在氮气保护下,加热至800℃并搅拌90min,制成半成品;

[0042] (2)最后,将半成品与四氢呋喃、聚硫化冉酸、三羟甲基氨基甲烷、纳米柠檬酸钠进行混匀搅拌,搅拌转速为400r/min,搅拌时间为45min,随后于1200℃进行焙烧,真空干燥即得。

[0043] 对比例1

[0044] 一种磷酸铁锂电正极材料,按照重量份的主要原料为:磷酸铁锂40份、醋酸锂16份、四氢呋喃9份、三羟甲基氨基甲烷5份、纳米柠檬酸钠0.9份;所述磷酸铁锂的纯度为99.9%以上;所述三羟甲基氨基甲烷的目数为1200目。

[0045] 一种磷酸铁锂电正极材料的制备方法,具体步骤为:

[0046] (1)首先,将磷酸铁锂与醋酸锂混匀,随后在氮气保护下,加热至750℃并搅拌75min,制成半成品;

[0047] (2)最后,将半成品与四氢呋喃、三羟甲基氨基甲烷、纳米柠檬酸钠进行混匀搅拌,搅拌转速为400r/min,搅拌时间为45min,随后于1200℃进行焙烧,干燥即得。

[0048] 对比例2

[0049] 一种磷酸铁锂电正极材料,按照重量份的主要原料为:磷酸铁锂40份、醋酸锂16份、四氢呋喃9份;所述磷酸铁锂的纯度为99.9%以上。

[0050] 一种磷酸铁锂电正极材料的制备方法,具体步骤为:

[0051] (1)首先,将磷酸铁锂与醋酸锂混匀,随后在氮气保护下,加热至750℃并搅拌75min,制成半成品;

[0052] (2)最后,将半成品与四氢呋喃进行混匀搅拌,搅拌转速为400r/min,搅拌时间为45min,随后于1200℃进行焙烧,干燥即得。

[0053] 对比例3

[0054] 一种改性磷酸铁锂电正极材料,按照重量份的主要原料为:改性磷酸铁锂40份、醋酸锂16份、四氢呋喃9份、三羟甲基氨基甲烷5份、纳米柠檬酸钠0.9份;所述改性磷酸铁锂的制备方法为:将磷酸铁锂与乙烯基三甲氧基硅烷、乳酸钙、二氧化锡、聚糠醛混合,702℃下煅烧1h,真空干燥即得;所述磷酸铁锂的纯度为99.9%以上;所述三羟甲基氨基甲烷的目数为1200目;所述乳酸钙的目数为1200目。

[0055] 一种改性磷酸铁锂电正极材料的制备方法,具体步骤为:

[0056] (1)首先,将改性磷酸铁锂与醋酸锂混匀,随后在氮气保护下,加热至750℃并搅拌75min,制成半成品;

[0057] (2)最后,将半成品与四氢呋喃、三羟甲基氨基甲烷、纳米柠檬酸钠进行混匀搅拌,搅拌转速为400r/min,搅拌时间为45min,随后于1200℃进行焙烧,干燥即得。

[0058] 检测实验

[0059] 将实施例1-5及对比例1-3制备的锂电正极材料制备成1665132型号锂离子动力电池(型号H16*W65*L132mm的叠片软包电池),压实密度在3.0g/cm³以上,体积能量密度在450Wh/L以上;电芯在3.0V-4.2V电压下,1C放电克容量发挥120mAh/g以上。

[0060] 所制备的锂离子电池具有优异的循环性能,常温下1C充放循环2000次容量保持在90%以上;6C倍率下放电是1C容量的98%以上;3C/10V过充测试电池不起火不爆炸;高温循环优异,60℃下1C充放循环1000次容量保持在88%以上;具有良好的安全性能,针刺、挤压、过充、过放等测试不爆炸、不起火。具体测试结果见表1所示:

[0061] 表1

[0062]

项目	1C/2000 次 (%)	6C 倍率 (%)	3C/10V 过充测试	60℃/1C/1000 次 (%)
实施例 1	92.48	98.37	不起火不爆炸	88.36
实施例 2	94.64	98.92	不起火不爆炸	88.55
实施例 3	98.75	99.57	不起火不爆炸	89.01
实施例 4	97.31	99.64	不起火不爆炸	89.48
实施例 5	95.79	99.60	不起火不爆炸	89.40

[0063]

对比例 1	68.41	71.65	起火不爆炸	54.62
对比例 2	50.74	43.95	起火爆炸	38.11
对比例 3	80.26	84.50	不起火不爆炸	79.68

[0064] 对于本领域技术人员而言,显然本发明不限于上述示范性实施例的细节,而且在不背离本发明的精神或基本特征的情况下,能够以其他的具体形式实现本发明。因此,无论从哪一点来看,均应将实施例看作是示范性的,而且是非限制性的,本发明的范围由所附权利要求而不是上述说明限定,因此旨在将落在权利要求的等同要件的含义和范围内的所有变化囊括在本发明内。

[0065] 此外,应当理解,虽然本说明书按照实施方式加以描述,但并非每个实施方式仅包含一个独立的技术方案,说明书的这种叙述方式仅仅是为清楚起见,本领域技术人员应当将说明书作为一个整体,各实施例中的技术方案也可以经适当组合,形成本领域技术人员可以理解的其他实施方式。