



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106450171 B

(45)授权公告日 2019.11.05

(21)申请号 201610983795.1

H01M 4/136(2010.01)

(22)申请日 2016.11.09

H01M 4/04(2006.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

H01M 10/0525(2010.01)

申请公布号 CN 106450171 A

(56)对比文件

(43)申请公布日 2017.02.22

CN 104681811 A, 2015.06.03,

(73)专利权人 深圳拓邦新能源技术有限公司

CN 102738446 A, 2012.10.17,

地址 518000 广东省深圳市宝安区石岩街道浪心社区梨园工业区拓邦工业园厂房2四层

CN 105261753 A, 2016.01.20,

审查员 林娟

(72)发明人 赖真龙 武永强

(74)专利代理机构 深圳市瑞方达知识产权事务

所(普通合伙) 44314

代理人 张约宗 王少虹

(51)Int.Cl.

H01M 4/1397(2010.01)

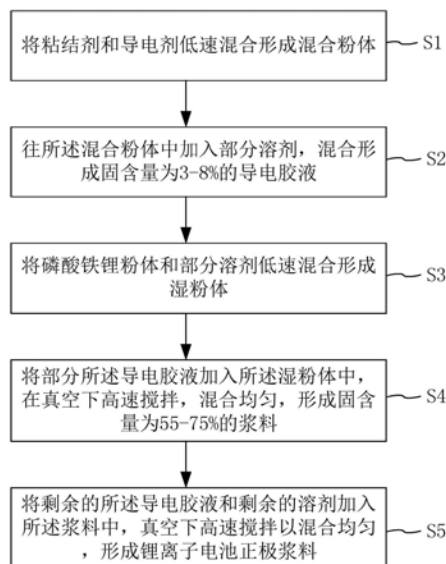
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54)发明名称

锂离子电池正极浆料及其制备方法、极片锂离子电池

(57)摘要

本发明公开了一种锂离子电池正极浆料及其制备方法、极片及锂离子电池,制备方法包括以下步骤:S1、将粘结剂和导电剂低速混合形成混合粉体;S2、往混合粉体中加入部分溶剂,混合形成导电胶液;S3、将磷酸铁锂粉体和部分溶剂低速混合形成湿粉体;S4、将部分导电胶液加入湿粉体中,在真空下高速搅拌,混合均匀,形成浆料;S5、将剩余的导电胶液和剩余的溶剂加入浆料中,真空下高速搅拌以混合均匀,形成磷酸铁锂锂离子电池正极浆料。本发明将导电剂和粘结剂预先进行粉体混合后再加溶剂分散,减少了粘结剂溶解时的团聚行为,增加其溶解速率,同时也将导电剂一起分散,减少了混合时间,提高了效率,使得制得的浆料质量得以提高。



1. 一种锂离子电池正极浆料的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:
  - S1、将粘结剂和导电剂低速混合形成混合粉体;  
混合时,先加入50%的粘结剂和全部的导电剂,先初步混合后再加入剩余50%的粘结剂;
  - S2、往所述混合粉体中加入部分溶剂,混合形成固含量为3-8%的导电胶液;
  - S3、将磷酸铁锂粉体和部分溶剂低速混合形成湿粉体;
  - S4、将部分所述导电胶液加入所述湿粉体中,在真空下高速搅拌,混合均匀,形成固含量为55-75%的浆料;
  - S5、将剩余的所述导电胶液和剩余的溶剂加入所述浆料中,真空下高速搅拌以混合均匀,形成锂离子电池正极浆料。
2. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,步骤S1中,所述粘结剂为聚偏氟乙烯、聚四氟乙烯、丙烯酸酯、聚氨酯中的一种或多种;所述导电剂为导电炭黑、导电石墨、碳纤维中的一种或多种。
3. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述溶剂为N-甲基吡咯烷酮。
4. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,步骤S1、S3中,所述低速为10-20rpm/min。
5. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,步骤S1中,混合时间为10-30分钟;步骤S3中,混合时间为30-60分钟。
6. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,步骤S4、S5中,所述高速为25-35rpm/min。
7. 根据权利要求1-6任一项所述的制备方法,其特征在于,步骤S1的混合粉体和步骤S3的湿粉体在不同的双行星搅拌机中混合形成。
8. 一种锂离子电池正极浆料,其特征在于,采用权利要求1-7任一项所述的制备方法制得。
9. 一种极片,其特征在于,由权利要求8所述的锂离子电池正极浆料制成。
10. 一种锂离子电池,其特征在于,包括权利要求9所述的极片。

## 锂离子电池正极浆料及其制备方法、极片锂离子电池

### 技术领域

[0001] 本发明涉及锂离子电池技术领域,尤其涉及一种锂离子电池正极浆料及其制备方法、极片及锂离子电池。

### 背景技术

[0002] 磷酸铁锂锂离子电池是目前市场上销量最好的汽车动力电池之一,前景十分广阔。磷酸铁锂电池制作的第一步就是浆料制备,这一步骤直接关系到整个电池的产品质量。而目前市场上主流的磷酸铁锂材料都是纳米级的,这种材料由于粒径小、表面积大、具有极大的表面能,生产和加工过程中极易形成团聚体,影响材料性能的发挥,导致电池性能下降。

[0003] 目前传统的混料方法有干法和湿法两种,干法是将磷酸铁锂、粘结剂、导电剂按照一定的比例混合后,再分步骤添加一定比例的溶剂,制成浆料。湿法是先先将粘结剂与溶剂按一定比例混合成胶液,再分步骤往胶液中添加导电剂和磷酸铁锂,制成浆料。

[0004] 然而,上述两种混料方法均存在明显缺陷。干法容易导致粘结剂溶解不完全,使得磷酸铁锂表面胶体包覆差,空间位阻作用小,导致团聚体增多;湿法虽然能避免粘结剂溶解不完全的现象,但其分散步骤多,时间长很多,设备利用率较低。

### 发明内容

[0005] 本发明要解决的技术问题在于,提供一种具有良好分散性和稳定性的锂离子电池正极浆料的制备方法及制得的正极浆料、正极浆料制成的极片及使用该极片的锂离子电池。

[0006] 本发明解决其技术问题所采用的技术方案是:提供一种锂离子电池正极浆料的制备方法,包括以下步骤:

[0007] S1、将粘结剂和导电剂低速混合形成混合粉体;

[0008] S2、往所述混合粉体中加入部分溶剂,混合形成固含量为3-8%的导电胶液;

[0009] S3、将磷酸铁锂粉体和部分溶剂低速混合形成湿粉体;

[0010] S4、将部分所述导电胶液加入所述湿粉体中,在真空下高速搅拌,混合均匀,形成固含量为55-75%的浆料;

[0011] S5、将剩余的所述导电胶液和剩余的溶剂加入所述浆料中,真空下高速搅拌以混合均匀,形成锂离子电池正极浆料。

[0012] 优选地,步骤S1中,所述粘结剂为聚偏氟乙烯、聚四氟乙烯、丙烯酸酯、聚氨酯中的一种或多种;所述导电剂为导电炭黑、导电石墨、碳纤维中的一种或多种。

[0013] 优选地,所述溶剂为N-甲基吡咯烷酮。

[0014] 优选地,步骤S1、S3中,所述低速为10-20rpm/min。

[0015] 优选地,步骤S1中,混合时间为10-30分钟;步骤S3中,混合时间为30-60分钟。

[0016] 优选地,步骤S4、S5中,所述高速为25-35rpm/min。

- [0017] 优选地,步骤S1的混合粉体和步骤S3的湿粉体在不同的双行星搅拌机中混合形成。
- [0018] 本发明还提供一种锂离子电池正极浆料,采用上述任一项所述的制备方法制得。
- [0019] 本发明还提供一种极片,由上述的锂离子电池正极浆料制成。
- [0020] 本发明还提供一种锂离子电池,包括上述的极片。
- [0021] 本发明的有益效果:将导电剂和粘结剂预先进行粉体混合后再加溶剂分散,减少了粘结剂溶解时的团聚行为,增加其溶解速率,同时也将导电剂一起分散,减少了混合时间,提高了效率,使得制得的浆料质量得以提高。

### 附图说明

- [0022] 下面将结合附图及实施例对本发明作进一步说明,附图中:
- [0023] 图1是本发明一实施例的锂离子电池正极浆料的制备方法流程示意图。

### 具体实施方式

- [0024] 如图1所示,本发明一实施例的锂离子电池正极浆料的制备方法,包括以下步骤:
- [0025] S1、将粘结剂和导电剂低速混合形成混合粉体。
- [0026] 其中,粘结剂和导电剂的混合优选在双行星搅拌机中进行。低速的转速为10-20rpm/min。混合时间可为10-30分钟。
- [0027] 粘结剂为聚偏氟乙烯、聚四氟乙烯、丙烯酸酯、聚氨酯中的一种或多种;导电剂为导电炭黑、导电石墨、碳纤维中的一种或多种。
- [0028] 为了在最短时间内将粘结剂粉体与导电剂粉体混合均匀,可在加入时,先加入50%(用量)的粘结剂,再加入100%(用量)的导电剂,先初步混合后再加入剩余50%的粘结剂。粘结剂与导电剂均匀混合,有利于粘结剂的均匀溶解,并同步进行导电剂分散。
- [0029] S2、往混合粉体中加入部分溶剂,混合形成固含量为3-8%的导电胶液。溶剂的用量根据固含量要求适当添加。
- [0030] 导电胶液的固含量为3-8%,不能太高,太高不利于粘结剂的溶解及导电剂的分散。
- [0031] 该步骤中,混合的搅拌速度为10-30rpm/min;分散速度可为300-1500rpm/min;混合时间240-360分钟,其中,最后120分钟抽真空,真空度-0.085Mpa至-0.095Mpa。
- [0032] S3、将磷酸铁锂粉体和部分溶剂低速混合形成湿粉体。
- [0033] 该步骤S3中,磷酸铁锂粉体和部分溶剂的混合优选在双行星搅拌机进行,与步骤S1的双行星搅拌机不为同一个。
- [0034] 磷酸铁锂粉体选用纳米级磷酸铁锂粉体,溶剂的用量可为在正极浆料中溶剂总量的1-5%;少量溶剂的加入,可润湿磷酸铁锂粉体表面,使表面张力降低,减少团聚体的形成。
- [0035] 低速的转速为10-20rpm/min。混合时间为30-60分钟。
- [0036] S4、将部分导电胶液加入湿粉体中,在真空下高速搅拌,混合均匀,形成固含量为55-75%的浆料。高速的转速为25-35rpm/min。
- [0037] 该步骤S4的搅拌混合可称为捏合,加入的导电胶液量要保证浆料的粘度不能太高

或太低,形成的浆料是非牛顿流体。导电胶液的加入量由粉体表面特性决定。

[0038] 该步骤混合的搅拌速度为25-35rpm/min;分散速度可为1000-2000rpm/min;混合时间60-180分钟,真空度-0.085Mpa至-0.095Mpa

[0039] S5、将剩余的导电胶液和剩余的溶剂加入浆料中,真空下高速搅拌以混合均匀,形成锂离子电池正极浆料。高速的转速为25-35rpm/min。

[0040] 该步骤S5的混合可称为分散。在步骤S4获得的浆料中加入所有剩余的导电胶液,并进行真空高速搅拌分散,使粉体被完全打散,制成分散均匀的浆料。该步骤搅拌速度为25-35rpm/min;分散速度可为1500-3000rpm/min;混合时间120-240分钟,真空度-0.085Mpa至-0.095Mpa。

[0041] 上述制备方法中,包括步骤S2、S3、S5所述的溶剂均为N-甲基吡咯烷酮。粘结剂、导电剂、磷酸铁锂粉体等原料用量根据正极浆料各原料配比称取,可采用现有技术中所设定配比实现。

[0042] 本发明的锂离子电池正极浆料,采用上述的制备方法制得。使用该锂离子电池正极浆料可制成极片(正极片),作为锂离子电池的极片。

[0043] 极片制作时,将上述制得的锂离子电池正极浆料涂覆在铝箔上,烘干后即得。

[0044] 将正极片与负极片、隔膜叠置后卷绕成卷芯,将卷芯放入铝壳中,注入电解液,封口,制得锂离子电池。

[0045] 下面将以具体实施例来对本发明进行说明。

[0046] 下述实施例和比较例均在DP-50型双行星搅拌机中进行。

[0047] 实施例1:

[0048] 设定以下每份代表1000g;

[0049] 取3份PVDF(聚偏氟乙烯)和2份Super-P(导电炭黑)、1份KS-6(导电石墨)在搅拌机中以10rpm转速下均匀混合20分钟形成混合粉体。加入69份N-甲基吡咯烷酮以20rpm搅拌、1000rpm分散的转速混合90分钟后,增加抽真空至-0.095Mpa继续混合120分钟,形成导电胶液。取94份磷酸铁锂粉体加入另一台搅拌机中,并加入3份N-甲基吡咯烷酮以10rpm转速下均匀混合20分钟形成湿粉体。加入42份导电胶液,以拌速度25rpm,分散速度1000rpm,真空度-0.095Mpa混合120分钟。继续添加剩余33份导电胶液和31份N-甲基吡咯烷酮,以搅拌速度为25rpm,分散速度2500rpm,真空度-0.095Mpa,混合时间60分钟成浆。

[0050] 实施例2:

[0051] 设定以下每份代表1000g;

[0052] 取3份PTFE(聚四氟乙烯)和3份导电炭黑在搅拌机中以10rpm转速下均匀混合20分钟形成混合粉体。加入69份N-甲基吡咯烷酮以20rpm搅拌、500rpm分散的转速混合90分钟后,增加抽真空至-0.095Mpa继续混合120分钟,形成导电胶液。取94份磷酸铁锂粉体加入另一台搅拌机中,并加入5份N-甲基吡咯烷酮以10rpm转速下均匀混合20分钟形成湿粉体。加入42份导电胶液,以拌速度25rpm,分散速度1000rpm,真空度-0.095Mpa混合120分钟。继续添加剩余33份导电胶液和31份N-甲基吡咯烷酮,以搅拌速度为25rpm,分散速度2500rpm,真空度-0.095Mpa,混合时间60分钟成浆。

[0053] 比较例1:

[0054] 设定以下每份代表1000g;

[0055] 取3份PVDF和34.5份N-甲基吡咯烷酮在搅拌机中以20rpm搅拌、1000rpm分散的转速混合120分钟后,增加抽真空至-0.095Mpa继续混合120分钟,形成胶液。取2份Super-P、1份KS-6加入胶液中,以10rpm搅拌低速混合10min后,以拌速度25rpm,分散速度1000rpm高速混合180分钟。取94份磷酸铁锂粉体、65.5份N-甲基吡咯烷酮加入上述浆料中,以10rpm搅拌低速混合10min后,以拌速度25rpm,分散速度3000rpm,真空度-0.095Mpa高速混合180分钟成浆。

[0056] 实施例1、2和比较例1的总时间统计和制得浆料测试结果如下表1。

[0057] 表1.总时间统计和制得浆料测试结果

[0058]

序号	总混合时间	浆料细度	48小时静置	过筛残余
实施例1	430min	5-6um	无沉降	很少 5
实施例2	430min	5-6um	无沉降	很少
比较例1	620min	7-8um	无沉降	较少

[0059] 从表1可知,实施例1、2的混料方法不仅总的混合时间段,而且浆料的分散性也优于传统(比较例1)的混料方式。

[0060] 以上所述仅为本发明的实施例,并非因此限制本发明的专利范围,凡是利用本发明说明书及附图内容所作的等效结构或等效流程变换,或直接或间接运用在其他相关的技术领域,均同理包括在本发明的专利保护范围内。

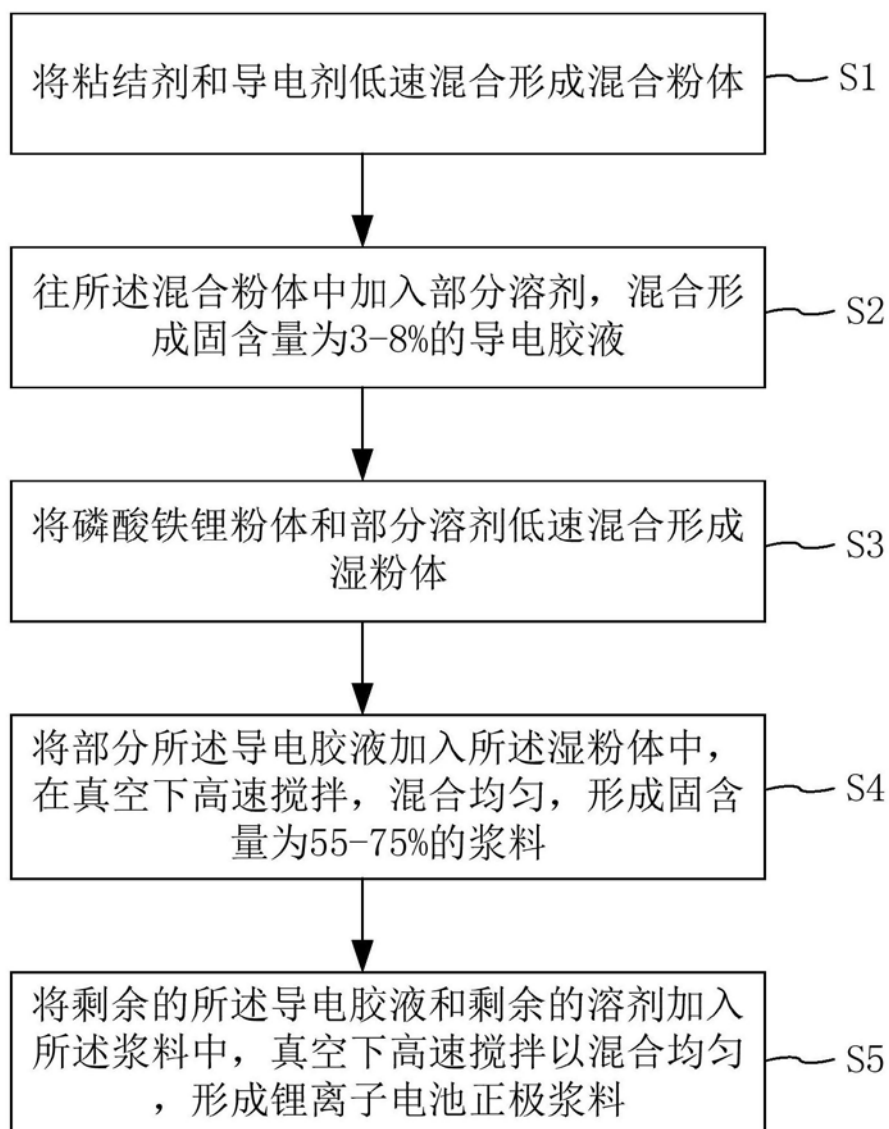


图1