

ICS 59.100.20

CCS H 80

团 体 标 准

T/CAQI XXX—2025

纳米硅碳负极多孔炭产品制备工艺规程

Preparation process of nano silicon carbon negative electrode
porous carbon product

(征求意见稿)

2025-XX-XX 发布

2025-XX-XX 实施

中国质量检验协会 发布

目 次

前 言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 工艺流程要求	1
4.1 制备工艺流程图	1
4.2 制备工艺流程	2
4.3 性能要求	3
5 试验方法	4
5.1 比表面积及孔径分布	4
5.2 振实密度测试	4
5.3 电化学性能测试	4
6 质量控制	4
6.1 批次检验	4
6.2 检验规则	4

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由北京通标国信技术服务有限公司提出。

本文件由中国质量检验协会归口。

本文件起草单位：南宁宸宇新能源科技有限公司、北京通标国信技术服务有限公司。

本文件起草人：乐志斌、夏卫彬。

纳米硅碳负极多孔炭产品制备工艺流程

1 范围

本文件规定了纳米硅碳负极多孔炭产品的工艺流程要求、试验方法、质量控制等内容。
本文件适用于纳米硅碳负极多孔炭产品的制备。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 5162 金属粉末振实密度测定方法

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 19587 气体吸附BET法测定固态物质比表面积

GB/T 24203 炭素材料体积密度、真密度、真气孔率、显气孔率的测定方法

GB/T 30873 耐火材料 抗热震性试验方法

3 术语和定义

GB/T 5162、GB/T 19587、GB/T 24203界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

纳米硅碳负极多孔炭 porous carbon for nano-silicon carbon cathode

以纳米硅粉和沥青基炭前驱体为主要原料，经球磨混合、喷雾造粒、高温炭化及化学活化等工艺制备而成的多孔碳基复合材料。

注：其孔径范围包括微孔、介孔和大孔。

3.2

振实密度 tap density

在规定条件下，将一定量的粉末或颗粒材料装入容器中，通过振动或敲击等方式使材料达到紧密堆积状态后所测得的单位容积的质量。

4 工艺流程要求

4.1 制备工艺流程图

纳米硅碳负极多孔炭产品的化学活化法工艺流程按照图1所示。

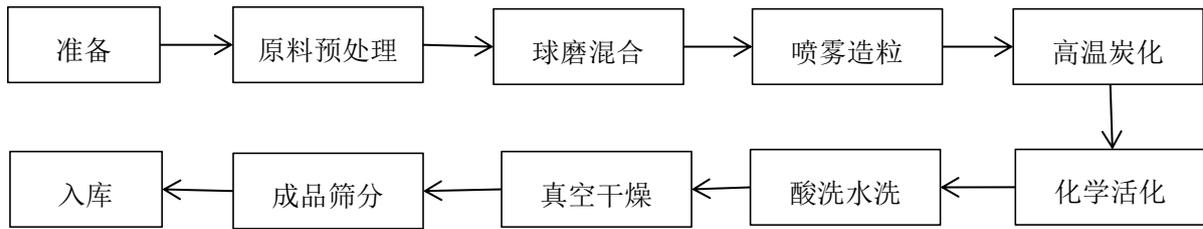


图1 化学活化法制备纳米硅碳负极多孔炭产品工艺流程图

4.2 制备工艺流程

4.2.1 原材料要求与预处理

4.2.1.1 原材料质量要求

纳米硅碳负极多孔炭产品原材料质量要求应符合表1的要求。

表1 纳米硅碳负极多孔炭产品原材料质量要求

原材料名称	质量要求
纳米硅粉	纯度不小于99.9%，粒径不大于50nm
沥青基炭前驱体	软化温度范围200℃~250℃，灰分不大于0.5%
活化剂（KOH）	纯度不小于95%，水分不大于0.5%

4.2.1.2 原料预处理工艺

原料预处理工艺应符合下列规定。

- 纳米硅粉：对纳米硅粉进行干燥处理，去除表面水分，含水率不大于0.1%。
- 沥青基炭前驱体：对沥青基炭前驱体进行预处理，去除杂质400目（38 μm）振动筛，过筛率不大于95%，挥发分含量不大于5%。
- 活化剂：对活化剂进行干燥处理，含水率不大于0.1%，粒径D50=10 μm~30 μm。

4.2.2 球磨混合

球磨混合工艺应符合下列规定。

- 设备选择：使用球磨机进行混合。
- 混合过程：将预处理后的纳米硅粉、沥青基炭前驱体和活化剂按设计比例加入球磨机中，球磨时间为3h~5h，球磨转速为300r/min~500r/min，确保材料混合均匀。

4.2.3 喷雾造粒

喷雾造粒工艺应符合下列规定。

- 设备选择：使用喷雾干燥机进行造粒。
- 造粒过程：将球磨混合后的浆料通过喷雾干燥机进行造粒，控制进风温度为180℃~200℃，出风温度为120℃~140℃，喷雾压为0.2MPa~0.4MPa，得到粒径分布均匀的颗粒。

4.2.4 高温炭化

高温炭化工艺应符合下列规定。

- 设备选择：使用高温炉进行炭化。

- b) 炭化过程: 将喷雾造粒后的颗粒放入高温炉中, 以 $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率升温至 $1000^{\circ}\text{C}\sim 1200^{\circ}\text{C}$, 保持 $2\text{h}\sim 4\text{h}$, 进行高温炭化。炭化过程中采用惰性气体保护, 防止材料氧化。

4.2.5 化学活化

化学活化工艺应符合下列规定。

- a) 设备选择: 使用活化炉进行活化。
b) 活化过程: 将炭化后的材料放入活化炉中, 以 $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率升温至 $800^{\circ}\text{C}\sim 900^{\circ}\text{C}$, 保持 $1\text{h}\sim 2\text{h}$ 进行化学活化。活化过程中, 活化剂与多孔炭发生化学反应, 进一步增加孔隙率。

4.2.6 酸洗水洗

酸洗水洗工艺应符合下列规定。

- a) 设备选择: 使用酸洗槽和水洗槽进行清洗。
b) 清洗过程: 将活化后的材料放入酸洗槽中, 用稀盐酸或稀硫酸溶液浸泡 $1\text{h}\sim 2\text{h}$, 去除残留的活化剂, 并用去离子水多次清洗, 直至pH值接近中性。

4.2.7 真空干燥

真空干燥工艺应符合下列规定。

- a) 设备选择: 使用真空干燥箱进行干燥。
b) 干燥过程: 将清洗后的材料放入真空干燥箱中, 控制温度为 $80^{\circ}\text{C}\sim 100^{\circ}\text{C}$, 真空度为 -0.1MPa , 干燥时间为 $12\text{h}\sim 24\text{h}$, 确保材料完全干燥。

4.2.8 成品筛分

成品筛分工艺应符合下列规定。

- a) 设备选择: 使用振动筛分机进行筛分。
b) 筛分过程: 将干燥后的材料通过振动筛分机进行筛分, 控制筛网孔径为 $15\mu\text{m}\sim 25\mu\text{m}$, 去除过大或过小的颗粒, 确保粒度分布符合要求; 筛分后的成品进行包装和储存。

4.3 性能要求

4.3.1 物理性能

纳米硅碳负极多孔炭产品物理性能应符合表2的要求。

表2 纳米硅碳负极多孔炭产品物理性能指标

指标	性能要求
比表面积	不小于 $1500\text{m}^2/\text{g}$
总孔比容	$1.2\text{cm}^3/\text{g}\sim 1.8\text{cm}^3/\text{g}$
振实密度	不小于 $0.6\text{g}/\text{cm}^3$
粒度分布 (D50)	$15\mu\text{m}\sim 25\mu\text{m}$

4.3.2 电化学性能

纳米硅碳负极多孔炭产品电化学性能应符合表3的要求。

表3 纳米硅碳负极多孔炭产品电化学性能指标

指标	性能要求
首次放电比容量	不小于 $1200\text{mAh}/\text{g}$

首次库仑效率	不小于85%
循环性能（500次）	容量保持率不小于90%

5 试验方法

5.1 比表面积及孔径分布

按GB/T 19587的测试方法，记录测试实验结果。

5.2 振实密度测试

按GB/T 5162的测试方法，记录体积并计算密度。

5.3 电化学性能测试

按GB/T 30873的测试方法，记录测试倍率性能及循环寿命。

6 质量控制

6.1 批次检验

每批次产品检验的抽样方法应按GB/T 6678中抽样规则进行抽样检验。

6.2 检验规则

经检测全部符合4.3中的所有指标，判定为合格；任一指标不达标，则整批次不合格，并做报废处理。