

T/HNSDCHY

团 体 标 准

T/HNSDCHYXH 002—2025

钠离子电池用竹基生物质硬炭负极材料 工艺规范

Process Specification for Bamboo-based Biomass Hard Carbon Anode Materials for
Sodium-ion Batteries

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

湖南省电池行业协会 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 技术要求	1
4.1 原材料要求	1
4.2 工艺要求	1
5 工艺流程及参数要求	1
5.1 预处理	1
5.2 预碳化	3
5.3 磨粉	4
5.4 酸洗纯化	5
5.5 表面处理	6
5.6 高温碳化	7
5.7 成品工艺	9
6 检验方法	10
6.1 竹基原料三素检测	10
6.2 水分检测	10
6.3 pH 检测	10
6.4 挥发份检测	10
6.5 灰分检测	10
6.6 粒度分布检测	10
6.7 比表面积检测	10
6.8 振实密度检测	10
6.9 磁性物质检测	10
6.10 扣电测试	11
7 标志、包装、运输及贮存	11
7.1 标志	11
7.2 包装	11
7.3 运输	11
7.4 贮存	11
8 环境、健康和安全要求	11
8.1 环境保护	11
8.2 职业健康	11
8.3 安全生产	11

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。

文件由湖南宸宇富基新能源科技有限公司提出。

本文件由湖南省电池行业协会归口。

本文件起草单位：湖南宸宇富基新能源科技有限公司、湖南钠源新材料有限公司、广西宸宇新材料有限公司、大理宸宇储能新材料有限公司、南宁宸宇新能源科技有限公司、湖南烯富环保科技有限公司、湖南极电特能科技有限公司、中南大学、湘潭大学

本文件主要起草人：周向阳、杨娟、唐晶晶、周成坤、陈松、周其杰、文康、黄明慧、万里、舒洪波

钠离子电池用竹基生物质硬炭负极材料 工艺规范

1 范围

本文件规定了钠离子电池用竹基生物质硬炭负极材料的技术要求、工艺流程及参数要求、检测方法，本文件适用于钠离子电池用竹基生物质硬炭负极材料的加工工艺。

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 19077	《粒度分析 激光衍射法》
GB/T 19587	《气体吸附BET法测定固态物质比表面积》
GB/T 24533	《锂离子电池石墨类负极材料》
GB/T 3521	《石墨化学分析方法》
GB/T 5162	《金属粉末振实密度的测定》
NY/T 3494	《农业生物质原料纤维素、半纤维素、木质素测定》
T/CIET 758	《钠离子电池负极用硬炭技术规范》

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件

竹基生物质（Bamboo-based Biomass）：以竹子为初级原料的有机物质包括生竹料、竹材、竹材衍生物、竹材加工残余物。

4 技术要求

4.1 原材料要求

钠离子电池用竹基生物质硬炭负极材料的原材料包括生竹料（竹子的地上茎（秆）、地下茎（根状茎）、枝、叶、笋壳等），竹材（包括竹板、竹块等）、竹材衍生物以及其加工残余物（如竹屑、竹粉、竹纤维等）。

4.2 工艺要求

本文件涉及的竹基生物质硬炭材料加工工艺包括预处理、预碳化、磨粉、酸洗纯化、表面处理、碳化、成品制备等。

不同等级的硬炭材料工艺流程可以根据实际要求进行选择。

5 工艺流程及参数要求

5.1 预处理

5.1.1 目的

根据产品性能需要，预处理的目标为调整原料三素比例（纤维素、半纤维素、木质素）、降低原料杂质含量、降低原料中焦油及脂类等物质含量。

5.1.2 工艺步骤

- 5.1.2.1 应按照一定比例配制复合浆液。
- 5.1.2.2 将竹原料与浆液按照一定液固比进行搅拌混合。
- 5.1.2.3 浆料搅拌均匀后浸泡一定时间后，烘干，详见工艺流程图 1。

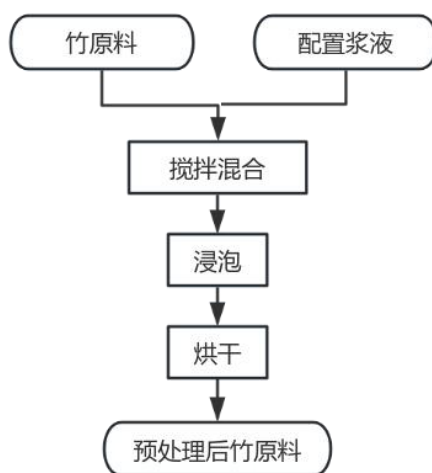


图 1 预处理流程图

5.1.3 工艺参数

表 1 预处理工艺参数

工艺	项目	工艺参数
配液	类别	根据工艺需要可分为： ①酸：工业浓盐酸、工业浓硝酸、工业浓硫酸、工业氢氟酸的一种或多种组合。 ②碱：氢氧化钠、氢氧化钾、氨水等的一种或多种组合 ③盐：碳酸钠、碳酸氢钠、碳酸钾、氯化铵等的一种或多种组合。 注：酸、碱、盐用来调节三素比例，酸主要用来调节半纤维素与纤维素，碱主要用来调节木质素，盐主要用来脱脂。
	用量	根据不同添加剂的种类和目标确定
制浆	液固比	以完全浸泡固体物为宜
浸泡	温度	常温：20~30℃ 加热：85~95℃ （一般在常温下进行，如要进行脱脂处理可以采用加热方式进行）
	时间	6~14 h
干燥	温度	80~150℃（以水分达到要求为宜）

5.1.4 技术参数

预处理后得到的物料技术参数见下表2。

表 2 预处理后竹基原材料技术参数

测试项目	技术参数
三素比例	各单位根据内部产品要求确定
水分	<5%
pH	酸处理>3 碱处理<11 盐处理5~9

5.1.5 设备要求

5.1.5.1 混合搅拌设备为可加热反应釜，材质为聚丙烯等耐酸耐碱材料。

5.1.5.2 烘干设备为烘箱、带式干燥设备或流化床干燥设备等。

5.2 预碳化

5.2.1 目的

将预处理后竹原料置于低氧浓度的气氛环境下，通过一定的高温处理，脱除可挥发的气氛和液相组份，得到生物质炭。

5.2.2 工艺步骤

5.2.2.1 将预处理后竹原料装入预碳化炉中，通入保护气体，保证炉内环境。

5.2.2.2 升温至设定温度，保温一段时间后，降至室温，出炉得竹炭前驱体，详见工艺流程图 2。

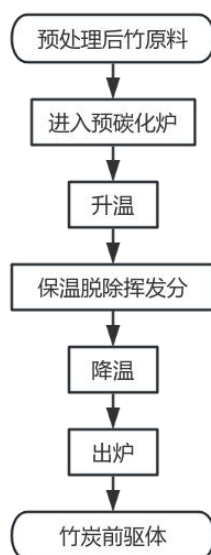


图 2 预碳化流程图

5.2.3 工艺参数

使用回转炉、隧道炉、箱式炉、焖烧炉等加热设备进行预碳化处理，工艺参数见下表3

表 3 预碳化工艺参数

工艺	项目	工艺参数
预碳化	炉内环境	通入氮气或氩气等保护气氛 氧含量≤ 100 ppm
	保温温度	550~650 °C
	保温时间	回转炉、隧道炉、箱式炉等：4~6h 焖烧炉：12~16h

5.2.4 技术参数

表 4 预碳化技术参数

测试项目	技术参数
挥发分	<10%
水分	<1%
灰分	<5%
含碳量	>85%

5.2.5 设备要求

预碳化设备为回转炉、隧道炉、箱式炉、焖烧炉等，设备需具有一定气密性保障低氧含量，并且有一定的尾气排放和处理功能，满足预碳化过程的排焦要求。

5.3 磨粉

5.3.1 目的

将块状炭原料粗破成为小颗粒，再通过精细磨粉设备磨粉至所需粒度。

5.3.2 工艺步骤

- 5.3.2.1 将块状竹炭前驱体送入粗破机破碎成小颗粒炭。
- 5.3.2.2 小颗粒炭进行磨粉至合适粒度，得竹炭粉前驱体，详见工艺流程图 3。

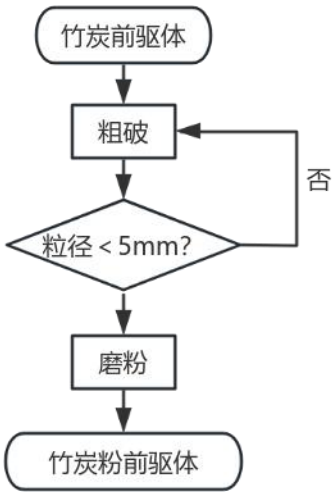


图 3 磨粉流程图

5.3.3 技术参数

- 5.3.3.1 粗破：将块状竹炭前驱体粗破至<5mm 的炭颗粒。

5.3.3.2 磨粉：将小颗粒炭磨粉至微米级，粒度分布如下见表 5。

表 5 磨粉技术参数

测试项目	技术参数
D10	$>1\ \mu\text{m}$
D50	$5\sim 8\ \mu\text{m}$
D90	$15\sim 30\ \mu\text{m}$
Dmax	$<50\ \mu\text{m}$

5.3.4 设备要求

5.3.4.1 粗破设备为鄂破机、对辊破碎机、锤破等，与物料接触的核心部位材质为不锈钢材料。

5.3.4.2 磨粉设备为机械磨、辊压磨、气流磨等，与物料接触的核心部位材质为不锈钢材料。

5.4 酸洗纯化

5.4.1 目的

通过酸处理，降低竹基生物质炭粉中除碳元素以外的灰分含量，提高碳元素的比例。

5.4.2 工艺步骤

5.4.2.1 按照一定比例配制复合酸。

5.4.2.2 将竹炭粉前驱体与复合酸按照一定液固比进行制浆。

5.4.2.3 浆液搅拌均匀后，升温至设定温度，并保温一段时间，进行酸洗纯化反应。

5.4.2.4 酸洗纯化结束后的浆料进行过滤，同时用纯水对滤饼进行水洗，至滤液 pH >3 为止，最后经过干燥得到纯化后竹炭粉，详见工艺流程图 4。

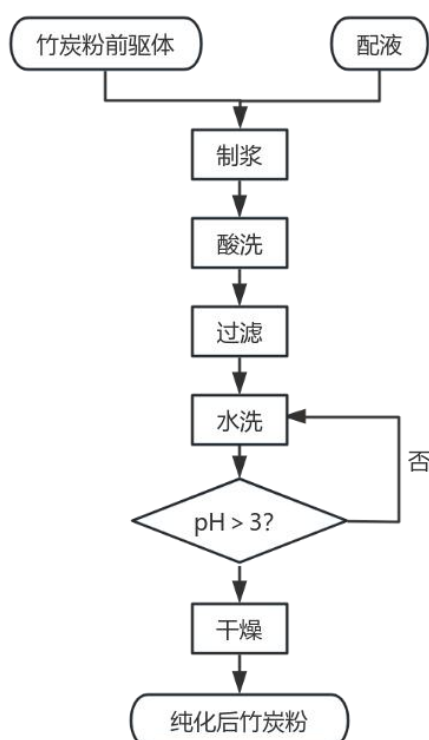


图 4 酸洗纯化流程图

5.4.3 工艺参数

酸洗纯化工艺参数见表6。

表6 酸洗纯化工艺参数

工艺	项目	工艺参数
配酸	类别	工业浓盐酸、工业浓硝酸、工业氢氟酸
	用量	盐酸<800 kg/t、硝酸<100 kg/t、氢氟酸<100 kg/t
制浆	液固比	(3~5) : 1
酸洗	温度	①常温: 25~35 °C ②加热: 70~80 °C
	时间	6~14 h
水洗过滤	滤液pH	>3
	滤饼含水率	15~30%
干燥	温度	80~150 °C (以水分达到要求为宜)

5.4.4 技术参数

酸洗纯化技术参数见表7。

表7 酸洗纯化技术参数表

测试项目	技术参数
挥发分	<10%
水分	<2%
灰分	根据产品要求划分三个等级: 等级I<0.3% 等级II<0.5% 等级III<2%
pH	>3

5.4.5 设备要求

5.4.5.1 酸洗纯化反应设备为反应釜，材质为聚丙烯等耐酸材料。

5.4.5.2 过滤和水洗设备为压滤机、离心机或二者的组合，其中滤袋目数应大于 1000 目，滤袋材质为聚丙烯纤维布等耐酸材料。

5.4.5.3 干燥设备为闪蒸干燥设备、带式干燥设备或流化床干燥设备等。

5.4.5.4 酸洗纯化包含废酸处理设施，确保滤液处理达标后排放或通过蒸发结晶的方式处理。

5.5 表面处理

5.5.1 目的

调节纯化后竹炭粉孔径、比表面积等参数。

5.5.2 工艺步骤

5.5.2.1 将纯化后的竹炭粉按一定比例与活化剂混合均匀。

5.5.2.2 按要求装入活化炉中，通入保护气体，保证炉内环境。

5.5.2.3 升温至设定温度，保温一段时间后，降至室温，出炉得活化后竹炭粉，详见工艺流程图 5。

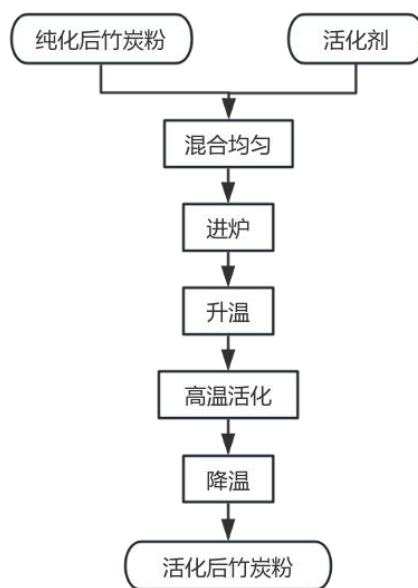


图5 表面处理流程图

5.5.3 工艺参数

表面处理的各工艺参数见表8。

表8 表面处理各工艺参数

工艺	项目	工艺参数
表面处理	活化剂	碱：氢氧化钾、氢氧化钠、氢氧化钙等一种或多种 盐：氯化物、氟化物等
	用量	活化剂：纯化后的竹炭粉质量比为（0.5%~5%）：1
	处理温度	600~800 °C
	保温时间	2~4 h

5.5.4 技术指标

针对不同的表面处理工艺和目标,验证工艺可行性的技术参数标准不同,因此本标准不做明确要求,建议对表面处理后的样品进行比表面积、微孔及介孔比例、振实密度、表面处理后的灰分等测试。

5.5.5 设备要求

5.5.5.1 混合设备为VC混合机、螺带混合机、行星式混合机等,与物料接触的核心部位材质为不锈钢材料。

5.5.5.2 高温活化设备为用回转炉、真空炉、推板窑、辊道窑、隧道窑等,炉体需要保证一定气密性,炉膛内部材料需要耐碱。

5.6 高温碳化

5.6.1 目的

通过一定高温将竹基生物质炭的挥发物质进一步脱除,形成短程有序、长程无序的具有足够碳层间距的钠离子电池用硬炭负极材料。

5.6.2 工艺步骤

5.6.2.1 将竹炭粉（根据产品需要可选用活化后的竹炭粉）按一定比例与包覆剂混合均匀。

5.6.2.2 按要求装入高温炉中，通入保护气体，保证炉内环境。

5.6.2.3 升温至设定温度，保温一段时间后，降至室温，出炉得硬炭半成品，详见工艺流程图 6(按导则)。

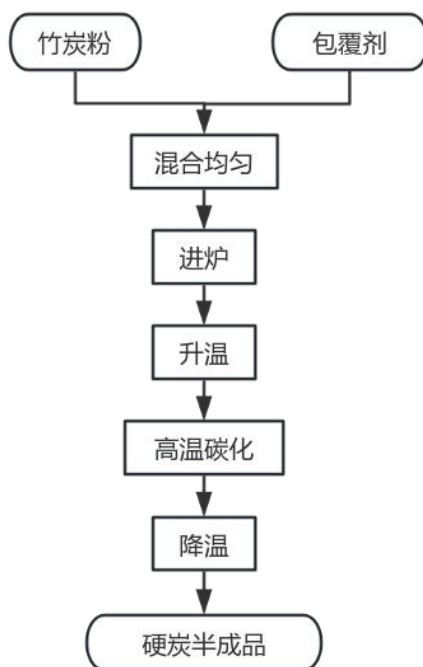


图 6 高温碳化流程图

5.6.3 工艺参数

竹基生物质硬炭材料的高温碳化工艺参数如表9。

表 9 高温碳化工艺参数

工艺	项目	工艺参数
混料	包覆剂	焦油、沥青、树脂等
	混合比例	0.5~5%
高温碳化	炉内环境	可通入氮气或氩气等保护气氛， 氧含量≤50 ppm
	保温温度	1200~1400 °C
	保温时间	3~5 h

5.6.4 技术指标

竹基生物质硬炭材料的高温碳化技术指标如表10。

表 10 高温碳化后的产品参数技术指标

测试项目	技术参数
挥发分	<2%
水分	<0.5%
灰分	根据产品要求划分三个等级： 等级I<0.3% 等级II<0.5% 等级III<2%

pH	<11
可逆比容量（扣电）	根据产品要求划分三个等级： 等级I>330 mAh/g 等级II>300 mAh/g 等级III>280 mAh/g
首次库仑效率（扣电）	根据产品要求划分三个等级： 等级I>92% 等级II>90% 等级III>87%
振实密度	>0.6 g/cm ³

5.6.5 设备要求

5.6.5.1 混合设备为VC混合机、螺带混合机、行星式混合机等，与物料接触的核心部位材质为不锈钢材料。

5.6.5.2 高温碳化设备为用回转炉、真空炉、推板窑、辊道窑、隧道窑等，设备需具有一定气密性保障低氧含量，并且有一定的尾气排放和处理功能，满足碳化过程的排除挥发分物质的需求。

5.7 成品工艺

5.7.1 目的

将碳化后的物料解聚，除去较大颗粒，除去磁性物质，用包装袋打包产品，方便储存运输。

5.7.2 工艺步骤

高温碳化处理后的半成品，采用过筛去除过程引入的大颗粒和异物，经过电磁除磁机去除磁性杂质，再经过包装得到最终的成品，详见工艺流程图7。

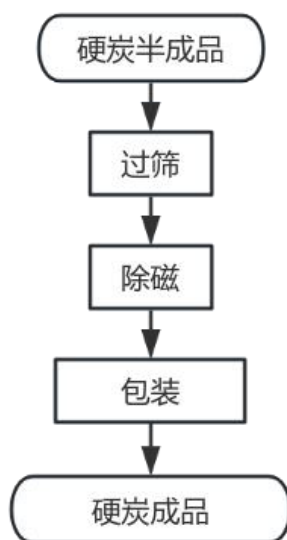


图7 成品工艺流程图

5.7.3 工艺参数

竹基生物质硬炭材料的成品工艺参数如表11。

表 11 高温碳化工艺参数

工艺	项目	工艺参数
过筛	筛网目数	200~325目
除磁	磁场强度	8000~12000 Gs
包装	包装规格	按照客户要求

5.7.4 技术指标

竹基生物质硬炭材料的成品工艺技术指标如表12。

表 12 成品技术指标

测试项目	技术参数
D10	$> 1 \mu\text{m}$
D50	$5 \sim 8 \mu\text{m}$
D90	$15 \sim 30 \mu\text{m}$
Dmax	$< 50 \mu\text{m}$
磁性物质	根据产品要求划分三个等级： 等级I $< 0.5 \text{ ppm}$ 等级II $< 2 \text{ ppm}$ 等级III $< 10 \text{ ppm}$

5.7.5 设备要求

过筛设备为振动筛，材质为316不锈钢材料。

除磁设备为永磁除磁机、电磁除磁机等。

包装设备为粉体打包机。

6 检验方法

6.1 竹基原料三素检测

按NY/T 3494的规定进行。

6.2 水分检测

按GB/T 3521的规定进行。

6.3 pH 检测

按GB/T 24533的规定进行。

6.4 挥发份检测

按GB/T3521的规定进行。

6.5 灰分检测

按GB/T 3521的规定进行。

6.6 粒度分布检测

按GB/T 19077的规定进行。

6.7 比表面积检测

按GB/T 19587的规定进行。

6.8 振实密度检测

按GB/T 516的规定进行。

6.9 磁性物质检测

按GB/T 24533的规定进行。

6.10 扣电测试

6.10.1 首次可逆比容量（扣电）

按GB/T 24533的规定进行。

6.10.2 首次库伦效率（扣电）

按GB/T 24533的规定进行。

7 标志、包装、运输及贮存

7.1 标志

产品的每个包装袋正面应有醒目的标志，标志包括但不限于以下内容：产品名称、产品代号及规格、本标准代号、净重、生产厂名、生产批号、制造日期或出厂日期、编号、警示说明、其他标识。

用于出口的产品按照出口要求进行标志。

也可根据客户需求进行标识。

7.2 包装

包装应在干燥环境条件下进行，先将产品装入聚乙烯塑料包装袋内，真空封口后再装入同规格的聚乙烯塑料包装袋中封口。包装好的产品再用镀锌桶包装，每桶净重 $50\text{kg}\pm 0.1\text{kg}$ 。

可根据用户需求并经双方协商，采用其他形式包装。

7.3 运输

运输过程中应保证产品的包装完整、清洁和不破损，凡漏出包外的产品，不得返入包内。不得与可使产品变质或使包装袋损坏的物品混运。运输中应防雨淋、积雪、冰冻等，如系软包装不得用铁钩拖运。

7.4 贮存

产品应贮存在通风、干燥的仓库中。产品应堆放整齐、清洁，生产批号、生产日期、厂名等标志应清晰可辨。不得与可使产品变质或使包装袋损坏的物品混存。

8 环境、健康和安全要求

8.1 环境保护

提纯工艺应符合国家和地方环保要求，确保废气、废水和噪声等符合相关标准（GB16297、GB9078、GB8978和GB12348）。

8.2 职业健康

操作人员应佩戴防护装备，避免接触有害化学物质。

8.3 安全生产

定期进行设备维护和检查，确保生产过程符合安全生产相关法规。

本标准自发布之日起实施。

由湖南宸宇富基新能源科技有限公司负责解释和监督执行。

湖南省电池行业协会负责解释。