



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0043108

(51)^{2020.01} H01M 4/36

(13) B

(21) 1-2021-01746

(22) 17/12/2019

(86) PCT/CN2019/125945 17/12/2019

(87) WO 2020/125621 25/06/2020

(30) 201811541619.8 17/12/2018 CN

(45) 25/02/2025 443

(43) 26/07/2021 400

(73) NINGDE AMPEREX TECHNOLOGY LIMITED (CN)

No. 1, XinGang Road, ZhangWan Town, JiaoCheng District, Ningde City, Fujian
352100, China

(72) JIANG, Daoyi (CN); CUI, Hang (CN); XIE, Yuansen (CN).

(74) Công ty Luật TNHH ADMC (ADMC)

(54) VẬT LIỆU LÀM ANOT, THIẾT BỊ ĐIỆN HÓA VÀ THIẾT BỊ ĐIỆN TỬ SỬ
DỤNG VẬT LIỆU, THIẾT BỊ NÀY

(21) 1-2021-01746

(57) Sáng chế đề cập đến vật liệu làm anốt và thiết bị điện hóa và thiết bị điện tử sử dụng vật liệu, thiết bị này. Vật liệu làm anốt theo sáng chế gồm hợp chất silic SiO_x , trong đó x vào khoảng 0,5-1,5; lớp ôxit MeO_y , lớp MeO_y này phủ lên hợp chất SiO_x , trong đó Me gồm ít nhất một trong các chất Al, Si, Ti, Mn, V, Cr, Co, và Zr, trong đó y vào khoảng 0,5-3; và lớp cacbon, trong đó lớp cacbon này phủ lên lớp MeO_y ; trong đó bề mặt lớp MeO_y tiếp xúc với lớp cacbon có cấu trúc khoang rỗng mở, và ít nhất một phần của cấu trúc khoang rỗng mở này chứa lớp cacbon. Vật liệu làm anốt có thể cải thiện rõ ràng vòng đời hoạt động của thiết bị điện hóa và giảm đáng kể trở kháng của thiết bị điện hóa.

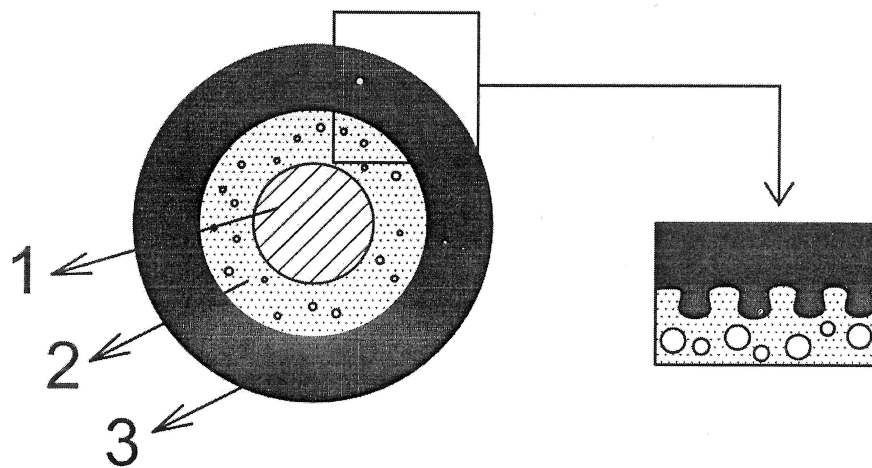


FIG. 1

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế liên quan đến lĩnh vực lưu giữ năng lượng mà cụ thể là vật liệu làm anốt và thiết bị điện hóa và thiết bị điện tử sử dụng thiết bị này, và cụ thể hơn là pin lithi ion.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các thiết bị điện hóa (ví dụ như pin lithi ion) có mặt trong cuộc sống thường ngày của con người cùng với các tiến bộ về công nghệ và bảo vệ môi trường. Trong những năm gần đây, silic được xem là vật liệu làm anốt của pin lithi ion vốn được sử dụng ở mức độ rộng rãi phần lớn do điện dung đảo ngược của silic lên đến 4.200 mAh/g. Tuy nhiên, mức dẫn nổ thể tích của silic là vào khoảng 400% trong quá trình sạc và xả. Việc dẫn nổ thể tích cực cao sẽ làm phá hủy màng mặt tiếp xúc điện ly rắn (SEI), và các bề mặt mới của vật liệu bị tiếp xúc liên tục, theo cách này dung dịch điện ly bị tiêu hao liên tục và dẫn đến việc SEI được tạo ra liên tục. Mặc dù vật liệu silic ôxit có mức giảm điện dung nhất định so với silic nguyên chất, vật liệu silic ôxit có thể làm giảm đáng kể mức dẫn nổ thể tích ở mức độ nào đó. Dẫn nổ thể tích có thể được kiểm soát chỉ ở mức 120-160% bằng cách thiết kế hợp lý tỷ lệ silic ôxit và kích thước hạt do đó làm tối ưu hóa quá trình làm pin. Tuy nhiên, yêu cầu hiện tại đối với số lượng chu kỳ cao của pin lithi ion chưa thể được đáp ứng.

Trong điều kiện này, để đáp ứng yêu cầu số lượng chu kỳ cao, cần thiết phải hoàn chỉnh và nâng cao cấu trúc vật liệu làm anốt.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Các phương án theo sáng chế đề cập đến vật liệu làm anốt và phương pháp làm vật liệu này nhằm giải quyết ít nhất ở một mức độ nào đó một trong các vấn đề trong tình trạng kỹ thuật. Các phương án theo sáng chế cũng đề cập đến anốt, thiết bị điện hóa và thiết bị điện tử sử dụng vật liệu làm anốt này.

Theo một phương án, sáng chế đề cập đến vật liệu làm anốt gồm:

hợp chất silic SiO_x , trong đó x vào khoảng 0,5-1,5;

lớp ôxit MeO_y , trong đó lớp MeO_y này phủ lên hợp chất SiO_x , trong đó Me gồm ít nhất một trong các chất Al, Si, Ti, Mn, V, Cr, Co, và Zr, trong đó y vào khoảng 0,5-3; và

lớp cacbon, trong đó lớp cacbon này phủ lên lớp MeO_y ;

trong đó bề mặt lớp MeO_y tiếp xúc với lớp cacbon có cấu trúc khoang rỗng mở, và ít nhất một phần của cấu trúc khoang rỗng mở này chứa lớp cacbon.

Theo một phương án khác, sáng chế đề cập đến phương pháp làm vật liệu làm anốt, trong đó phương pháp này gồm:

(1) tạo một hỗn hợp dung dịch gồm bột SiO_x , chất tạo khoang rỗng và tiền chất ôxit MeX_n trong dung môi hữu cơ và nước khử ion;

làm khô hỗn hợp dung dịch để thu được bột; và

nung kết bột tại nhiệt độ vào khoảng 250-900°C trong 0,5-24h để thu được các hạt hợp chất silic SiO_x được phủ một lớp ôxit MeO_y ; và

(2) trộn các hạt hợp chất silic SiO_x được phủ lớp MeO_y , dung môi hữu cơ và tiền chất cacbon để tạo thành một hỗn hợp dung dịch;

làm khô hỗn hợp dung dịch để thu được bột; và

nung kết bột tại nhiệt độ vào khoảng 700-1400°C trong 0,5-24h để thu được vật liệu làm anốt;

trong đó x vào khoảng 0,5-1,5 và y vào khoảng 0,5-3,

trong đó Me gồm ít nhất một trong các chất Al, Si, Ti, Mn, V, Cr, Co, và Zr,

trong đó X gồm ít nhất một trong các nhóm metoxy, nhóm etoxy, nhóm isopropoxy, nhóm halogen, và

trong đó n là 1,2,3 hoặc 4.

Theo một phương án khác, sáng chế đề cập đến một anốt chứa vật liệu làm anốt theo sáng chế.

Theo một phương án khác, sáng chế đề cập đến thiết bị điện hóa có anốt theo sáng

chế.

Theo một phương án khác, sáng chế đề cập đến thiết bị điện tử có thiết bị điện hóa theo sáng chế.

Do vật liệu có thể bị giãn nở hoặc co rút trong khi sạc và xả, một cấu trúc phủ chặt có thể làm giảm nhẹ một cách hiệu quả các hư hại về cấu trúc trong quá trình này. Mặt khác, hư hại về cấu trúc này sẽ sinh ra mặt tiếp xúc mới, và một lượng lớn sản phẩm phụ SEI sẽ được tạo ra sau nhiều chu kỳ. Khi mặt tiếp xúc không được liên kết một cách chặt chẽ hoặc vững chắc, lớp dày các sản phẩm phụ này sẽ thúc đẩy và làm gia tăng việc bong lớp cacbon, điều này đẩy nhanh mức hao hụt và hư hỏng của vật liệu.

Các phương pháp chính để cải thiện khả năng thực hiện theo chu kỳ của vật liệu silic ôxit gồm: phủ vật liệu silic ôxit bằng cacbon, đặt một lớp giữa trống ở giữa vật liệu silic ôxit được phủ cacbon, giảm kích thước vật liệu silic ôxit, phủ vật liệu silic ôxit bằng polime, và các phương pháp khác. Trong các phương pháp phủ này, vật liệu được phủ cacbon có khả năng dẫn điện tốt hơn và độ ổn định cao hơn. Tuy nhiên, vật liệu silic ôxit được phủ cacbon có nhiều khả năng bị khử cacbon do các lực trượt được lặp đi lặp lại trong quá trình điện cực pin hoạt động, và do đó hiệu suất dòng bị ảnh hưởng. Việc tạo màng SEI làm tiêu hao dung dịch điện ly. Mặt khác, việc giãn nở và co rút và nứt vỡ của silic trong nhiều chu kỳ làm cho lớp cacbon dễ bị bong khỏi phần nền, và bị bọc trong các sản phẩm phụ với SEI được tạo ra, điều này làm tăng rất cao trở kháng điện hóa và sự phân cực, và ảnh hưởng đến số lượng chu kỳ. Do đó, việc nâng cao khả năng thực hiện liên kết mặt tiếp xúc giữa lớp cacbon và vật liệu silic ôxit là rất quan trọng để nâng cao số lượng chu kỳ và nâng cao độ ổn định của cấu trúc chu kỳ.

Trong vật liệu làm anốt theo sáng chế, lớp ôxit MeO_y có cấu trúc vô định hình và bên trong có cấu trúc khoang rỗng. Một mặt, các cấu trúc khoang rỗng này có thể làm tăng khả năng truyền dẫn của các ion liti trong vật liệu và làm giảm điện trở trong của việc phân cực. Mặt khác, bề mặt lớp ôxit MeO_y tiếp xúc với lớp cacbon cũng có cấu trúc khoang rỗng mở, và tiền chất cacbon có thể xâm nhập vào các cấu trúc khoảng mở này sao cho lớp cacbon được nung kết có liên kết chặt hơn với lớp ôxit MeO_y . Hiệu ứng móc giữ lẫn nhau được tạo ra, bằng cách này nâng cao một cách hiệu quả lực liên kết mặt tiếp xúc giữa lớp cacbon và phần nền. Hơn thế, lớp ôxit MeO_y và phần nền vật liệu silic ôxit có thể tạo được một kết nối tốt bằng các liên kết hóa học “Me-O-Si” Do

đó, thiết kế cấu trúc này có thể nâng cao đáng kể độ ổn định cấu trúc của vật liệu trong chu kỳ, làm cho số lượng chu kỳ được tăng lên đáng kể.

Các khía cạnh và tiến bộ khác của các phương án theo sáng chế sẽ được mô tả và thể hiện một phần trong phần mô tả sau đây hay được đưa ra trong phần thực hiện các phương án theo sáng chế.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Các hình vẽ cần thiết để mô tả các ví dụ thực hiện sáng chế hoặc tình trạng kỹ thuật sẽ được mô tả vắn tắt sau đây để hỗ trợ phần mô tả các ví dụ thực hiện sáng chế. Các hình vẽ trong phần mô tả sau đây hiển nhiên chỉ là một phần của các ví dụ thực hiện sáng chế. Người có trình độ kỹ thuật trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật liên quan có thể có được các hình vẽ của các ví dụ thực hiện sáng chế khác theo các cấu trúc được minh họa trong các hình vẽ này mà không cần thực hiện hoạt động có tính sáng tạo.

FIG. 1 thể hiện sơ đồ cấu trúc của vật liệu làm anốt theo sáng chế.

Phần A trên FIG. 2 thể hiện hình ảnh từ kính hiển vi quét điện tử (SEM) của bề mặt vật liệu silic monoxit chưa được phủ; phần B trên FIG. 2 thể hiện hình ảnh từ SEM của bề mặt vật liệu silic monoxit được phủ bằng lớp ôxit khoáng rỗng; phần C trên FIG. 2 thể hiện hình ảnh từ SEM của bề mặt vật liệu làm anốt theo Ví dụ 2 của sáng chế; và phần D trên FIG. 2 thể hiện hình ảnh mặt cắt từ SEM của vật liệu làm anốt theo Ví dụ 2 của sáng chế.

FIG. 3 thể hiện đường biểu thị sự suy giảm số lượng chu kỳ của pin lithi ion theo Ví dụ 2 và Ví dụ So sánh 4 theo sáng chế.

Phần bên trái trên FIG. 4 thể hiện hình ảnh từ SEM của mặt cắt anốt sau 200 chu kỳ của pin theo Ví dụ So sánh 4 theo sáng chế; và phần bên phải của FIG. 4 thể hiện hình ảnh từ SEM của mặt cắt của anốt sau 200 chu kỳ của pin theo Ví dụ 2 theo sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Các ví dụ thực hiện của sáng chế sẽ được mô tả chi tiết dưới đây. Các ví dụ thực hiện của sáng chế không được giải thích để làm giới hạn phạm vi của sáng chế.

Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ ‘khoảng’ mô tả và giải thích một mức biến thiên nhỏ. Khi được sử dụng liên quan đến một hoạt động hay một tình huống, thuật ngữ này có thể diễn tả ví dụ trong đó hoạt động hay tình huống xảy ra chính xác và ví dụ trong đó hoạt động hoặc tình huống xảy ra một cách xấp xỉ. Ví dụ, khi được sử dụng liên quan đến giá trị, thuật ngữ này có thể diễn tả một khoảng biến thiên nhỏ hơn hoặc bằng $\pm 10\%$ của giá trị đó, ví dụ, nhỏ hơn hoặc bằng $\pm 5\%$, nhỏ hơn hoặc bằng $\pm 4\%$, nhỏ hơn hoặc bằng $\pm 3\%$, nhỏ hơn hoặc bằng $\pm 2\%$, nhỏ hơn hoặc bằng $\pm 1\%$, nhỏ hơn hoặc bằng $\pm 0,5\%$, nhỏ hơn hoặc bằng $\pm 0,1\%$, nhỏ hơn hoặc bằng $\pm 0,05\%$, v.v... Thêm vào đó, các định lượng, các tỷ lệ và các giá trị khác đôi khi được thể hiện ở dạng một khoảng trong sáng chế. Cần hiểu rằng dạng khoảng là để tiện lợi và ngắn gọn và cần được hiểu một cách linh hoạt. Không chỉ các giá trị được giới hạn một cách cụ thể trong một khoảng bao hàm các giá trị này, mà tất cả các giá trị riêng lẻ hay các khoảng con nằm trong khoảng cũng được bao hàm như từng giá trị và từng khoảng con được xác định một cách cụ thể.

I. Vật liệu làm anốt

Các ví dụ thực hiện sáng chế đề cập vật liệu làm anốt, vật liệu làm anốt này gồm:

hợp chất silic SiO_x , trong đó x vào khoảng 0,5-1,5

lớp ôxit MeO_y , trong đó lớp MeO_y này phủ lên hợp chất SiO_x , trong đó Me gồm ít nhất một trong các chất Al, Si, Ti, Mn, V, Cr, Co, và Zr, trong đó y vào khoảng 0,5-3; và

lớp cacbon, trong đó lớp cacbon này phủ lên lớp MeO_y ;

trong đó bề mặt lớp MeO_y tiếp xúc với lớp cacbon có cấu trúc khoang rỗng mở, và ít nhất một phần của cấu trúc khoang rỗng mở này chứa lớp cacbon.

Theo một số ví dụ, lớp MeO_y có cấu trúc khoang rỗng không mở.

Theo một số ví dụ, hợp chất silic SiO_x chứa SiO , SiO_2 , hoặc sự kết hợp của các chất này.

Theo một số ví dụ, lớp MeO_y chứa TiO_2 , Al_2O_3 , hoặc sự kết hợp của các chất này.

Theo một số ví dụ, lớp MeO_y chứa cacbon, trong đó, tính trên tổng khối lượng của hợp chất silic SiO_x và lớp MeO_y , lượng cacbon trong lớp MeO_y vào khoảng 0,1% khối

lượng-1% khối lượng.

Theo một số ví dụ, lớp MeO_y chứa cacbon, trong đó, tính trên tổng khối lượng của hợp chất silic SiO_x và lớp MeO_y , lượng cacbon trong lớp MeO_y vào khoảng 0,2% khối lượng-0.8% khối lượng.

Theo một số ví dụ, lớp MeO_y chứa cacbon, trong đó, tính trên tổng khối lượng của hợp chất silic SiO_x và lớp MeO_y , lượng cacbon trong lớp MeO_y vào khoảng 0,2% khối lượng-0.6% khối lượng.

Theo một số ví dụ, lớp MeO_y chứa cacbon, trong đó, tính trên tổng khối lượng của hợp chất silic SiO_x và lớp MeO_y , lượng cacbon trong lớp MeO_y vào khoảng 0,2% khối lượng-0.4% khối lượng.

Theo một số ví dụ, đường kính hạt trung bình của hợp chất silic SiO_x vào khoảng 500 nm đến 30 μm . Theo một số phương án, đường kính hạt trung bình của hợp chất silic SiO_x vào khoảng từ 1 μm đến 30 μm . Theo một số ví dụ, đường kính hạt trung bình của hợp chất silic SiO_x vào khoảng 3 μm đến 8 μm .

Theo một số ví dụ, độ dày của lớp MeO_y vào khoảng 2 nm-1000 nm. Theo một số ví dụ, độ dày của lớp MeO_y vào khoảng 10 nm-500 nm. Theo một số ví dụ, độ dày của lớp MeO_y vào khoảng 10 nm-50 nm. Theo một số ví dụ, độ dày của lớp MeO_y vào khoảng 5 nm-50 nm.

Theo một số ví dụ, độ dày của lớp cacbon vào khoảng 2 nm-1000 nm. Theo một số ví dụ, độ dày của lớp cacbon vào khoảng 10 nm-100 nm. Theo một số ví dụ, độ dày của lớp cacbon vào khoảng 10 nm-50 nm.

Theo một số ví dụ, lượng cacbon trong vật liệu làm anốt vào khoảng 1% khối lượng -10% khối lượng tính trên tổng khối lượng của vật liệu làm anốt.

Theo một số ví dụ, lượng cacbon trong vật liệu làm anốt vào khoảng 1% khối lượng -8% khối lượng tính trên tổng khối lượng của vật liệu làm anốt.

Theo một số ví dụ, lượng cacbon trong vật liệu làm anốt vào khoảng 1% khối lượng -6% khối lượng tính trên tổng khối lượng của vật liệu làm anốt.

Theo một số ví dụ, lượng cacbon trong vật liệu làm anốt vào khoảng 2% khối lượng -5% khối lượng tính trên tổng khối lượng của vật liệu làm anốt.

Theo một số ví dụ, diện tích bề mặt riêng của vật liệu làm anốt vào khoảng 2-20 cm²/g. Theo một số ví dụ, diện tích bề mặt riêng của vật liệu làm anốt vào khoảng 5-20 cm²/g. Theo một số ví dụ, diện tích bề mặt riêng của vật liệu làm anốt vào khoảng 5-10 cm²/g.

II. Phương pháp làm vật liệu làm anốt

Các ví dụ thực hiện sáng chế đề cập đến phương pháp làm vật liệu làm anốt nêu trên gồm các bước:

(1) tạo một hỗn hợp dung dịch gồm bột SiO_x, chất tạo khoang rỗng và tiền chất ôxit MeX_n trong dung môi hữu cơ và nước khử ion;

làm khô hỗn hợp dung dịch để thu được bột; và

nung kết bột tại nhiệt độ vào khoảng 250-900°C trong khoảng 0,5-24 h để thu được các hạt hợp chất silic SiO_x được phủ một lớp ôxit MeO_y;

(2) trộn các hạt hợp chất silic SiO_x được phủ lớp MeO_y, dung môi hữu cơ và tiền chất cacbon để tạo thành một hỗn hợp dung dịch;

làm khô hỗn hợp dung dịch để thu được bột; và

nung kết bột tại nhiệt độ vào khoảng 400-1000°C trong khoảng 0,5-24 h để thu được vật liệu làm anốt;

trong đó x vào khoảng 0,5-1,5 và y vào khoảng 0,5-3,

trong đó Me gồm ít nhất một trong các chất Al, Si, Ti, Mn, Cr, V, Co, và Zr,

trong đó X gồm ít nhất một trong các nhóm metoxy, nhóm etoxy, nhóm isopropoxy, nhóm halogen, và

trong đó n là 1,2,3 hoặc 4.

Theo một số ví dụ thực hiện của sáng chế, chất tạo khoang rỗng gồm ít nhất một trong các hợp chất sau: polyvinylpyrrolidon, chất đồng trùng hợp ba khối polyetylen oxit-polypropylen oxit-polyetylen ôxit, hexadecyl trimetyl ammoni bromua, và octadecyl trimetyl ammoni bromua.

Theo một số ví dụ thực hiện của sáng chế, tiền chất cacbon là hỗn hợp của nhựa

phênolic và hexametylenetetramin, trong đó tỷ lệ khối lượng giữa nhựa phênolic và hexametylenetetramin vào khoảng 12:1 đến 6:1. Theo một số ví dụ thực hiện của sáng chế, tỷ lệ khối lượng giữa nhựa phênolic và hexametylenetetramin vào khoảng 10:1 đến 8:1. Theo một số ví dụ thực hiện của sáng chế, tỷ lệ khối lượng giữa nhựa phênolic và hexametylenetetramin vào khoảng 9:1.

Theo một số ví dụ thực hiện của sáng chế, tiền chất ôxit MeX_n chứa isopropyl titanat, isopropoxit nhôm hoặc sự kết hợp của các chất này.

Theo một số ví dụ thực hiện của sáng chế, dung môi hữu cơ chứa ít nhất một trong các dung môi sau: etanol, metanol, n-hexan, N,N-dimetylformamit, pyrrolidon, axeton, toluen, isopropanol, và và rượu n-propyl. Theo một số ví dụ thực hiện của sáng chế, dung môi hữu cơ là etanol.

Theo một số ví dụ thực hiện của sáng chế, nhiệt độ nung kết trong bước (1) vào khoảng 300-800°C. Theo một số ví dụ thực hiện của sáng chế, nhiệt độ nung kết trong bước (1) vào khoảng 400-700°C. Theo một số ví dụ thực hiện của sáng chế, nhiệt độ nung kết trong bước (1) vào khoảng 400-650°C.

Theo một số ví dụ thực hiện của sáng chế, thời gian nung kết trong bước (1) vào khoảng 1-20 h. Theo một số ví dụ thực hiện của sáng chế, thời gian nung kết trong bước (1) vào khoảng 1-15 h. Theo một số ví dụ thực hiện của sáng chế, thời gian nung kết trong bước (1) vào khoảng 1-10 h. Theo một số ví dụ thực hiện của sáng chế, thời gian nung kết trong bước (1) vào khoảng 1.5-5 h.

Theo một số ví dụ thực hiện của sáng chế, nhiệt độ nung kết trong bước (2) vào khoảng 700-1300°C. Theo một số ví dụ thực hiện của sáng chế, nhiệt độ nung kết trong bước (2) vào khoảng 700-1200°C. Theo một số ví dụ thực hiện của sáng chế, nhiệt độ nung kết trong bước (2) vào khoảng 800-1100°C.

Theo một số ví dụ thực hiện của sáng chế, thời gian nung kết trong bước (2) vào khoảng 1-20 h. Theo một số ví dụ thực hiện của sáng chế, thời gian nung kết trong bước (2) vào khoảng 1-15 h. Theo một số ví dụ thực hiện của sáng chế, thời gian nung kết trong bước (2) vào khoảng 1-10 h. Theo một số ví dụ thực hiện của sáng chế, thời gian nung kết trong bước (2) vào khoảng 1,5-5 h.

Theo một số ví dụ thực hiện của sáng chế, việc nung kết trong bước (1) và bước (2) được thực hiện trong sự bảo vệ của khí trơ. Theo một số ví dụ thực hiện của sáng

chế, khí trợ gồm nitrogen, argon hoặc sự kết hợp của các chất này.

Theo một số ví dụ thực hiện của sáng chế, việc làm khô trong bước (1) và bước (2) là sấy phun sương và nhiệt độ sấy vào khoảng 100-300°C.

Trong quá trình làm vật liệu làm anốt theo sáng chế, chất tạo khoang rỗng được sử dụng khi làm vật liệu làm anốt theo sáng chế. Do chất tạo khoang rỗng được sử dụng theo sáng chế là polime hữu cơ, chất tạo khoang rỗng sẽ tạo ra các cacbon dư trong lớp ôxit MeO_y sau nung kết. Các cacbon dư này có ích do làm tăng khả năng dẫn điện của lớp ôxit MeO_y , bằng cách này làm tăng khả năng dẫn điện của vật liệu làm anốt.

Như đã mô tả ở trên, tính trên tổng khối lượng của hợp chất silic SiO_x và lớp ôxit MeO_y , lượng các cacbon dư trong lớp MeO_y vào khoảng 0,1% khối lượng-1% khối lượng, khoảng 0,2% khối lượng-0,8% khối lượng, khoảng 0,2% khối lượng-0,6% khối lượng, khoảng 0,2% khối lượng-0,4% khối lượng.

Mặt khác, lớp ôxit MeO_y thu được có các cấu trúc khoang rỗng do việc sử dụng chất tạo khoang rỗng. Bề mặt lớp MeO_y tiếp xúc với lớp cacbon có các cấu trúc khoang rỗng mở, và tiền chất cacbon có thể xâm nhập vào ít nhất một phần các cấu trúc khoang rỗng mở này, sao cho các cấu trúc khoang rỗng mở này chứa lớp cacbon có được sau nung kết. Do đó, lớp cacbon được liên kết chặt chẽ hơn với lớp ôxit MeO_y , và hiệu ứng móc giữ lẫn nhau được tạo ra, bằng cách này nâng cao một cách hiệu quả lực liên kết mặt tiếp xúc giữa cacbon và phần nền.

FIG. 1 thể hiện sơ đồ cấu trúc của vật liệu làm anốt theo sáng chế. Lớp trong 1 là vật liệu silic ôxit, lớp giữa 2 là lớp ôxit khoang rỗng, và lớp ngoài 3 là lớp cacbon. Thêm vào đó, FIG. 1 thể hiện phần hình vẽ được phóng to của mặt tiếp xúc giữa lớp giữa 2 và lớp ngoài 3. Có thể thấy trên phần hình vẽ được phóng to, lớp giữa 2 có các cấu trúc khoang rỗng, và bề mặt của lớp ôxit tiếp xúc với lớp cacbon cũng có các cấu trúc khoang rỗng mở, và ít nhất một phần các cấu trúc khoang rỗng này chứa lớp cacbon.

III. Anốt

Các ví dụ thực hiện sáng chế đề cập đến một anốt. Anốt này gồm bộ gom dòng và lớp vật liệu hoạt tính anốt phủ trên bộ gom dòng. Lớp vật liệu hoạt tính anốt gồm vật liệu làm anốt theo các ví dụ của sáng chế.

Theo một số ví dụ thực hiện, lớp vật liệu hoạt tính anot gồm chất liên kết. Theo một số ví dụ thực hiện, chất liên kết gồm, nhưng không giới hạn ở rượu polyvinyl, cacboxymetyl xenluloza, hydroxypropyl xenluloza, diacetyl xenluloza, polivinyl clorua, polyvinyl clorua cacboxyl hóa, polyvinyl florua, polyme chứa etoxy, polyvinylpyrrolidon, poliuretan, polytetrafloetylen, polyvinyliden florua, polyetylen, polipropilen, cao su styren butadien, cao su styren butadien (ete hóa) axit acrylic, epoxy, và nilon.

Theo một số ví dụ thực hiện, lớp vật liệu hoạt tính anot có vật liệu dẫn điện. Theo một số ví dụ thực hiện, vật liệu dẫn điện gồm, nhưng không giới hạn ở grafit tự nhiên, grafit nhân tạo, muối than, muối axetilen, muối ketjen, sợi cacbon, bột kim loại, sợi kim loại, đồng, niken, nhôm, bạc, và các polyphenylen phái sinh.

Theo một số ví dụ thực hiện, bộ gom dòng gồm, nhưng không giới hạn ở lá đồng, lá niken, lá thép không gỉ, lá titan, xốp niken, xốp đồng, hay phân nền polime được phủ kim loại dẫn điện.

Theo một số ví dụ thực hiện, anot có thể được làm bằng phương pháp sau: trộn vật liệu hoạt tính, vật liệu dẫn điện, và chất liên kết trong dung môi để làm chất tổng hợp vật liệu hoạt tính, và phủ chất tổng hợp vật liệu hoạt tính này lên bộ gom dòng.

Theo một số ví dụ thực hiện, dung môi có thể gồm N-metylpyrrolidon hoặc chất tương tự, nhưng không giới hạn ở chất này.

IV.Catốt

Các vật liệu, các chất tổng hợp, và các phương pháp sản xuất có khả năng được sử dụng đối với catốt trong các ví dụ thực hiện theo sáng chế gồm bất kỳ công nghệ nào được bộ lộ trong tình trạng kỹ thuật. Theo một số ví dụ thực hiện, catốt là catốt được mô tả trong đơn sáng chế US9812739B, toàn bộ đơn này được đưa vào mô tả này bằng dẫn chiếu.

Theo một số ví dụ thực hiện, catốt gồm bộ gom dòng và lớp vật liệu hoạt tính catốt phủ trên bộ gom dòng.

Theo một số ví dụ thực hiện, vật liệu hoạt tính catốt gồm, nhưng không giới hạn ở liti coban ôxit (LiCoO_2), vật liệu ba thành phần litiu nicken coban mangan (NCM), liti sắt photphat (LiFePO_4), và liti manganat (LiMn_2O_4).

Theo một số ví dụ thực hiện, lớp vật liệu hoạt tính catốt có thêm chất liên kết, và một cách tùy chọn có vật liệu dẫn điện. Chất liên kết làm tăng cường liên kết giữa các hạt trong vật liệu hoạt tính catốt, và cũng nâng cao liên kết giữa vật liệu hoạt tính catốt và bộ gom dòng.

Theo một số ví dụ thực hiện, chất liên kết gồm, không giới hạn ở rượu polyvinyl, hydroxypropyl xenluloza, diacetyl xenluloza, polivinyl clorua, polyvinyl clorua cacboxyl hóa, polyvinyl florua, polymer chứa etoxy, polyvinylpyrrolidon, poliuretan, polytetrafloetylen, polyvinyliden florua, polyetylen, polipropilen, cao su styren butadien, cao su styren butadien (ete hóa) axit acrylic, nhựa epoxy, nylon, v.v...

Theo một số ví dụ thực hiện, chất dẫn điện gồm, không giới hạn ở, vật liệu dựa trên cơ sở cacbon, vật liệu dựa trên cơ sở kim loại, polime dẫn điện, và sự kết hợp của các chất này. Theo một số ví dụ thực hiện, vật liệu dựa trên cơ sở cacbon được lựa chọn từ grafit tự nhiên, grafit nhân tạo, muội than, muội axetilen, muội ketjen, sợi cacbon, hoặc từ bất kỳ kết hợp nào của các chất này. Theo một số ví dụ thực hiện, vật liệu dựa trên cơ sở kim loại được lựa chọn từ bột kim loại, sợi kim loại, đồng, niken, nhôm, và bạc. Theo một số ví dụ thực hiện, polime dẫn điện là polyphenylen phái sinh.

Theo một số ví dụ thực hiện, bộ gom dòng có thể làm từ nhôm, nhưng không bị giới hạn ở vật liệu này.

Catốt có thể được làm bằng phương pháp đã biết rộng rãi trong tình trạng kỹ thuật. Ví dụ, catốt có thể được làm bằng phương pháp sau: trộn vật liệu hoạt tính, vật liệu dẫn điện, và chất liên kết trong dung môi để làm chất tổng hợp vật liệu hoạt tính, và phủ chất tổng hợp vật liệu hoạt tính này lên bộ gom dòng. Theo một số ví dụ thực hiện, dung môi có thể gồm N-metylpyrrolidon hoặc chất tương tự, nhưng không giới hạn ở chất này.

V. Dung dịch điện ly

Dung dịch điện ly được sử dụng trong các ví dụ thực hiện sáng chế có thể là các dung dịch điện ly đã biết trong tình trạng kỹ thuật.

Theo một số ví dụ thực hiện sáng chế, dung dịch điện ly gồm dung môi hữu cơ, muối liti, và chất phụ gia. Dung môi hữu cơ của dung dịch điện ly theo sáng chế có thể là dung môi hữu cơ đã biết trong tình trạng kỹ thuật là được dùng làm dung môi cho dung dịch điện ly. Chất điện ly được dùng trong dung dịch điện ly theo sáng chế

không được giới hạn cụ thể mà có thể là bất kỳ chất điện ly nào đã biết trong tình trạng kỹ thuật. Chất phụ gia trong dung dịch điện ly theo sáng chế có thể là bất kỳ chất phụ gia nào đã biết trong tình trạng kỹ thuật là được dùng làm chất phụ gia cho dung dịch điện ly.

Theo một số ví dụ thực hiện sáng chế, dung môi hữu cơ gồm, nhưng không giới hạn ở etylen cacbonat (EC), propylen cacbonat (PC), dietyl cacbonat (DEC), etyl methyl cacbonat (EMC), dimetyl cacbonat (DMC), propylen cacbonat và etyl propionat.

Theo một số ví dụ thực hiện sáng chế, muối liti gồm ít nhất một muối liti hữu cơ hoặc muối liti vô cơ.

Theo một số ví dụ thực hiện sáng chế, muối liti gồm, nhưng không giới hạn ở liti hexafluorophosphat (LiPF_6), liti tetrafluoroborat (LiBF_4), liti difluorophosphat (LiPO_2F_2), liti bistrifluorometansulfonat $\text{LiN}(\text{CF}_3\text{SO}_2)_2(\text{LiTFSI})$, litium bis(fluorosulfonyl)imit $\text{Li}(\text{N}(\text{SO}_2\text{F})_2)(\text{LiFSI})$, liti bis(oxalat)borat $\text{LiB}(\text{C}_2\text{O}_4)_2(\text{LiBOB})$, và liti difluorooxalat borat $\text{LiBF}_2(\text{C}_2\text{O}_4)(\text{LiDFOB})$.

Theo một số ví dụ thực hiện sáng chế, nồng độ của muối liti trong dung dịch điện ly là: khoảng 0,5-3 mol/L, khoảng 0,5-2 mol/L, hoặc vào khoảng 0,8-1,5 mol/L.

VI. Lớp ngăn

Theo một số ví dụ thực hiện sáng chế, lớp ngăn được đặt giữa catốt và anốt để ngăn việc đoản mạch. Vật liệu và hình dáng của lớp ngăn được dùng trong các ví dụ thực hiện sáng chế không được giới hạn cụ thể và có thể là bất kỳ công nghệ nào đã được bộ lộ trong tình trạng kỹ thuật. Theo một số ví dụ thực hiện sáng chế, lớp ngăn gồm polime, vật liệu vô cơ hoặc chất tương tự được làm từ vật liệu ổn định trong dung dịch điện ly theo sáng chế.

Ví dụ, lớp ngăn có thể gồm lớp nền và lớp xử lý bề mặt. Lớp nền là vải không dệt, màng hoặc màng tổng hợp có cấu trúc khoang rỗng, và vật liệu lớp nền được lựa chọn từ ít nhất một trong các chất polyetylen, polypropylen, polyetylen terephthalat, và polyimide. Cụ thể, màng khoang rỗng polypropylen, màng khoang rỗng polyetylen, vải không dệt polypropylen, vải không dệt polyetylen, hoặc màng tổng hợp khoang rỗng polypropylen-polyetylen-polypropylen có thể được sử dụng.

Lớp xử lý bề mặt được phủ lên ít nhất một bề mặt của lớp nền, và lớp xử lý bề

mặt này có thể là lớp polime hoặc lớp vô cơ, hoặc có thể là lớp được tạo ra từ việc trộn polime và vật liệu vô cơ.

Lớp vô cơ gồm các hạt vô cơ và chất liên kết, và hạt vô cơ là một hoặc một số chất được lựa chọn trong các chất alumin, silic ôxit, magie ôxit, titan ôxit, xeri ôxit, thiếc ôxit, xeri ôxit, niken ôxit, kẽm ôxit, canxi ôxit, zirconi ôxit, ôxit xeri, silic cacbua, bomit, nhôm hydroxit, magie hydroxit, canxi hydroxit và bari sunfat. Chất liên kết là một hoặc một số chất được lựa chọn trong các chất polyvinyliden florua, chất đồng trùng hợp của vinyliden florua-hexafluoropropylene, polyamid, polyacrylonitrin, polyacrylat, axit polyacrylic, polyacrylat, polyvinylpyrrolidon, ête polyvinyl, polymetyl metacrylat, polytetrafluorethylen, và polyhexafluoropropylene.

Lớp polime gồm polime, và vật liệu của polime là ít nhất một chất được lựa chọn từ polyamid, polyacrylonitrin, acrylat polyme, axit polyacrylic, polyacrylat, polyvinylpyrrolidon, polyvinyl ête, polyvinyliden florua, and poly(vinyliden florua-hexafluoropropylene).

VII. Thiết bị điện hóa

Các ví dụ thực hiện sáng chế, đề cập đến thiết bị điện hóa gồm bất kỳ thiết bị nào có phản ứng điện hóa.

Theo một số ví dụ thực hiện sáng chế, thiết bị điện hóa theo sáng chế gồm catốt có vật liệu hoạt tính catốt có khả năng thu nhận hoặc giải phóng các ion kim loại; và anốt theo các ví dụ thực hiện sáng chế; dung dịch điện ly; và lớp ngăn giữa catốt và anốt.

Theo một số ví dụ thực hiện sáng chế, thiết bị điện hóa theo sáng chế gồm, nhưng không giới hạn ở tất cả các loại pin dùng một lần, pin có thể sạc, pin nhiên liệu, pin mặt trời, hoặc tụ điện.

Theo một số ví dụ thực hiện sáng chế, thiết bị điện hóa là pin liti có thể sạc.

Theo một số ví dụ thực hiện sáng chế, pin liti có thể sạc gồm, nhưng không giới hạn ở pin liti kim loại có thể sạc, pin liti ion có thể sạc, pin liti polime có thể sạc, hoặc pin liti ion polime có thể sạc,

VIII. Thiết bị điện tử

Thiết bị điện tử theo sáng chế có thể là bất kỳ thiết bị điện tử nào sử dụng thiết bị điện hóa theo các ví dụ thực hiện sáng chế.

Theo một số ví dụ thực hiện sáng chế, thiết bị điện tử gồm, nhưng không giới hạn ở máy tính notebook, máy tính nhập dữ liệu bằng bút, máy tính di động, máy đọc sách điện tử, điện thoại di động, máy fax di động, máy sao chép di động, máy in di động, bộ tai nghe và microphone, tai nghe stereo, máy VCR, tivi LCD, máy làm sạch di động, máy chạy CD di động, máy chạy đĩa mini, máy thu phát vô tuyến, máy ghi chú điện tử, máy tính, thẻ nhớ, máy ghi di động, đài radio, thiết bị điện dự phòng, động cơ, ô tô, xe máy, xe đạp điện, xe đạp, thiết bị chiếu sáng, đồ chơi, máy chơi trò chơi điện tử, đồng hồ, dụng cụ chạy điện, đèn chớp, máy ảnh, pin dùng cho hộ gia đình lớn hoặc tụ điện liti ion.

Sau đây, pin liti ion sẽ được dùng như một ví dụ và được kết hợp với các ví dụ cụ thể khác để mô tả việc làm pin liti ion. Người có trình độ trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật sẽ hiểu các phương pháp làm được mô tả trong sáng chế chỉ là các ví dụ thực hiện cụ thể, và bất kỳ phương pháp làm phù hợp đều nằm trong phạm vi của sáng chế này.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Việc đánh giá khả năng hoạt động của pin liti ion theo các ví dụ thực hiện và các ví dụ so sánh theo sáng chế được mô tả như sau.

1. Làm vật liệu làm anốt

Các vật liệu làm anốt theo các ví dụ từ Ví dụ 1-8 và Ví dụ So sánh 1- 5 được làm theo phương pháp sau:

(1) pha phân tán khoảng 100g bột silic monoxit trong khoảng 300ml etanol là dung môi hữu cơ, thêm khoảng 2,2g polyvinylpyrrolidon (PVP) là chất tạo khoang rỗng, và khuấy trong khoảng 0,5-1h đến khi tạo ra huyền phù đều.

(2) thêm khoảng 0,5-10g tiền chất ôxit MeX vào huyền phù nêu trên, khuấy trong khoảng 0,5-1h đến khi tạo ra hỗn hợp dung dịch đồng nhất, thêm nhỏ giọt nước khử ion vào hỗn hợp dung dịch, trong đó khối lượng nước khử ion vào khoảng 3 lần khối lượng tiền chất MeX, và sau khi thêm nhỏ giọt kết thúc, để phản ứng trong khoảng 4h để thu được hỗn hợp dung dịch;

(3) sấy phun sương hỗn hợp dung dịch trên (nhiệt độ cấp 220°C, nhiệt độ ra 120°C) để thu được bột, nung kết bột này tại nhiệt độ khoảng 450-900°C, nghiền mịn và sàng bằng sàng có cỡ mắt lưới 400-mắt để thu được bột vật liệu silic ôxit được phủ lớp ôxit khoang rỗng;

(4) pha phân tán 100g mẫu thu được trong bước (3) trong khoảng 300ml etanol là dung môi hữu cơ, thêm khoảng 5-20g tiền chất cacbon (thu được bằng cách trộn nhựa phenolic và hexametylenetetramin là chất liên kết ngang (curing agent) theo tỷ lệ khối lượng vào khoảng 9:1), trộn đều sau khi hòa tan để thu được hỗn hợp dung dịch, và sấy phun sương (nhiệt độ cấp 220°C, nhiệt độ ra 120°C) để thu được bột; và

(5) nung kết bột thu được trong bước (4) tại nhiệt độ khoảng 700°C -1300°C, nghiền mịn rồi sàng bằng sàng có cỡ mắt lưới 400-mắt và phân loại để thu được vật liệu làm anốt.

Các vật liệu và điều kiện quy trình được dùng trong mỗi bước được liệt kê trong Bảng 1. Theo vật liệu làm anốt theo sáng chế, chất tạo khoang rỗng PVP được thêm vào trong bước làm thứ nhất, và do PVP là một polime hữu cơ, cacbon dư sẽ được tạo ra sau nung kết. Do đó, trong mẫu thu được sau nung kết trong bước (3), cacbon dư phân bố trong lớp ôxit khoang rỗng. Lượng cacbon dư trong lớp ôxit khoang rỗng trong từng ví dụ thực hiện được liệt kê trong Bảng 1. Việc đo được thực hiện sau bước sàng trong bước (3), tức là, được tính trên tổng khối lượng của vật liệu silic ôxit được phủ ôxit khoang rỗng.

Bảng 1

Số	Vật liệu monoxit silic	Tiền chất ôxit	Quy trình nung kết trong bước (3)	Lượng cacbon sau khi sàng trong bước (3)	Tiền chất cacbon	Quy trình nung kết trong bước (5)
Ví dụ 1	100 g	Nhôm isopropoxit 0,5 g	Lưu lượng N ₂ : 1,5 L/phút, tăng nhiệt độ lên 600°C theo tốc độ 3°C /phút, duy trì trong 2h	0,309 % khối lượng	Nhựa phenolic nhiệt dẻo 9 g và hexametylnetetramin 1 g	Lưu lượng N ₂ : 1,5 L/phút, tăng nhiệt độ lên 900°C theo tốc độ 3°C /phút, duy trì trong 2h

Ví dụ 2	100 g	Nhôm isopropo xit 1 g	Lưu lượng N2: 1,5 L/phút, tăng nhiệt độ lên 600°C theo tốc độ 3°C /phút, duy trì trong 2h	0,347 % khối lượng	Nhựa phenolic nhiệt dẻo 9 g và hexametylen etetramine 1 g	Lưu lượng N2: 1,5 L/phút, tăng nhiệt độ lên 900°C theo tốc độ 3°C /phút, duy trì trong 2h
Ví dụ 3	100 g	Isopropy l titanat 0,5 g	Lưu lượng N2: 1,5 L/phút, tăng nhiệt độ lên 600°C theo tốc độ 3°C /phút, duy trì trong 2h	0,348 % khối lượng	Nhựa phenolic nhiệt dẻo 9 g và hexametylen etetramin 1 g	Lưu lượng N2: 1,5 L/phút, tăng nhiệt độ lên 900°C theo tốc độ 3°C /phút, duy trì trong 2h
Ví dụ 4	100 g	Isopropy l titanat 1 g	Lưu lượng N2: 1,5 L/phút, tăng nhiệt độ lên 600°C theo tốc độ 3°C /phút, duy trì trong 2h	0,319 % khối lượng	Nhựa phenolic nhiệt dẻo 9 g và hexametylen etetramin 1 g	Lưu lượng N2: 1,5 L/phút, tăng nhiệt độ lên 900°C theo tốc độ 3°C /phút, duy trì trong 2h
Ví dụ 5	100 g	Isopropy l titanat 10 g	Lưu lượng N2: 1,5 L/phút, tăng nhiệt độ lên 600°C theo tốc độ 3°C /phút, duy trì trong 2h	0,325 % khối lượng	Nhựa phenolic nhiệt dẻo 9 g và hexametylen etetramin 1 g	Lưu lượng N2: 1,5 L/phút, tăng nhiệt độ lên 900°C theo tốc độ 3°C /phút, duy trì trong 2h
Ví dụ 6	100 g	Nhôm isopropo xit 10 g	Lưu lượng N2: 1,5 L/phút, tăng nhiệt độ lên 600°C theo tốc độ 3°C /phút, duy trì trong 2h	0,351 % khối lượng	Nhựa phenolic nhiệt dẻo 9 g và hexametylen etetramin 1 g	Lưu lượng N2: 1,5 L/phút, tăng nhiệt độ lên 900°C theo tốc độ 3°C /phút, duy trì trong 2h
Ví dụ 7	100 g	Nhôm isopropo xit 1 g	Lưu lượng N2: 1,5 L/phút, tăng nhiệt độ lên 600°C theo tốc độ 3°C /phút, duy trì trong 2h	0,332 % khối lượng	Nhựa phenolic nhiệt dẻo 9 g và hexametylen etetramin 1 g	Lưu lượng N2: 1,5 L/phút, tăng nhiệt độ lên 1100°C theo tốc độ 3°C /phút, duy trì trong 2h
Ví dụ 8	100 g	Nhôm isopropo xit 1 g	Lưu lượng N2: 1,5 L/phút, tăng nhiệt độ lên 600°C theo tốc độ 3°C /phút, duy trì trong 2h	0,310 % khối lượng	Nhựa phenolic nhiệt dẻo 4,5 g và hexametylen etetramin 0,5 g	Lưu lượng N2: 1,5 L/phút, tăng nhiệt độ lên 900°C theo tốc độ 3°C /phút, duy trì trong 2h

Ví dụ So sánh 1	100 g	Isopropy l titanat 1 g	Lưu lượng N ₂ : 1,5 L/phút, tăng nhiệt độ lên 600°C theo tốc độ 3°C /phút, duy trì trong 2h	0,313 % khối lượng	-	-
Ví dụ So sánh 2	100 g	Nhôm isopropo xit 1 g	Lưu lượng N ₂ : 1,5 L/phút, tăng nhiệt độ lên 600°C theo tốc độ 3°C /phút, duy trì trong 2h	0,342 % khối lượng	-	-
Ví dụ So sánh 3	100 g	-	-	<0,030 % khối lượng	Nhựa phenolic nhiệt dẻo 4,5 g và hexametylen etetramin 0,5 g	Lưu lượng N ₂ : 1,5 L/phút, tăng nhiệt độ lên 900°C theo tốc độ 3°C /phút, duy trì trong 2h
Ví dụ So sánh 4	100 g	-	-	<0,030 % khối lượng	Nhựa phenolic nhiệt dẻo 9 g và hexametylen etetramin 1 g	Lưu lượng N ₂ : 1,5 L/phút, tăng nhiệt độ lên 900°C theo tốc độ 3°C /phút, duy trì trong 2h
Ví dụ So sánh 5	100 g	-	-	<0,030 % khối lượng	-	-

2. Các đặc tính của bột vật liệu làm anốt thu được theo các ví dụ từ Ví dụ 1-8 và Ví dụ So sánh 1-5 được thí nghiệm. Phương pháp thí nghiệm đặc tính của bột là như sau:

(1) Quan sát hình thái vi mô của hạt bột: hình thái vi mô của bột được quan sát bằng kính hiển vi quét điện tử (SEM). Điều kiện phủ của bề mặt vật liệu được xác định đặc tính. Thiết bị thí nghiệm là thiết bị OXFORD EDS (X-max-20 mm²), điện áp gia tốc là 15KV, tiêu cự được điều chỉnh, quan sát phóng đại cao được thực hiện từ 50K, và tại mức phóng đại thấp 500-2000, chủ yếu quan sát được kết tụ hạt.

(2) Thí nghiệm diện tích bề mặt riêng: sau khi đo lượng hấp thụ của khí trên bề mặt rắn tại các áp suất tương đối khác nhau tại nhiệt độ không đổi và nhiệt độ thấp, thu được lượng hấp thụ lớp phân tử đơn nhất của mẫu dựa trên lý thuyết hấp thụ Brownor-Ett-Taylor và công thức của lý thuyết này (công thức BET), bằng cách này tính toán

diện tích bề mặt riêng của chất rắn.

Cho 1,5-3,5 g mẫu bột vào ống nghiệm của thiết bị TriStar II 3020 và diện tích bề mặt riêng được thí nghiệm sau khi khử khí tại 200°C trong 120 phút.

(3) Thí nghiệm kích thước hạt: cho khoảng 0,02 g mẫu bột vào cốc nhỏ 50 ml sạch, thêm khoảng 20ml nước khử ion, và nhỏ thêm vài giọt chất hoạt động bề mặt 1%, sao cho bột được pha phân tán hoàn toàn trong nước. Thực hiện làm sạch bằng siêu âm trong máy làm sạch siêu âm 120W trong 5 phút, và sự phân bố kích thước hạt được thí nghiệm sử dụng thiết bị MasterSizer 2000.

(4) Thí nghiệm mật độ thực: Dẫn chiếu đến GB/T 24586 “Mật độ biểu kiến, Mật độ thực và Độ rỗng của quặng sắt” (“Test for Apparent Density, True Density and Porosity of Iron Ore”) và thiết bị thí nghiệm AccuPyc II 1340 được lựa chọn dùng cho thí nghiệm.

(5) Mật độ khối sau đầm rung: Áp dụng GB/T 5162-2006 “Xác định mật độ khối sau đầm rung của bột kim loại” (“Determination of tap density of metal powder”), trước tiên cân ba mặt 100 cm³ trọng lượng Mg (khoảng chia thang đo là 1 cm³, và độ chính xác đo lường là ± 0.5 cm³) sạch và khô được cân trọng lượng, và thêm một lượng nhất định mẫu bột, sao cho số cân của mẫu bột nằm trong khoảng 1/2-2/3, và miệng ống đo được bọc kín bằng màng bọc. Ống đo chứa bột được đặt trên thiết bị rung cơ học tại mức 100-300 lần/phút, và sau khi rung 5000 lần, mật độ khối sau đầm rung thu được theo dung tích khối lượng/rung.

(6) Thí nghiệm lượng cacbon: mẫu được cấp nhiệt và nung bằng lò nung nhiệt độ cao trong điều kiện oxy cao để oxy hóa cacbon và lưu huỳnh thành cacbon dioxit và lưu huỳnh dioxit một cách tương ứng. Sau khi được xử lý, khí gas đi vào bể hấp thụ tương ứng và được hấp thụ bức xạ hồng ngoại tương ứng, và rồi được bộ dò chuyển đổi thành tín hiệu tương ứng. Tín hiệu này được máy tính lấy mẫu, được hiệu chỉnh tuyến tính và được chuyển đổi thành giá trị tỷ lệ thuận với độ đậm đặc của cacbon dioxit và lưu huỳnh dioxit, và rồi các giá trị của toàn bộ quá trình phân tích được tích lũy. Sau khi việc phân tích được hoàn thành, các giá trị được tích lũy được chia theo giá trị khối lượng, và nhân với hệ số hiệu chỉnh trong máy tính, và sau khi phần trống được trừ đi, thu được tỷ lệ phần trăm cacbon và lưu huỳnh trong các mẫu. Mẫu được thử sử dụng thiết bị Shanghai Dekai HCS-140 là máy phân tích cacbon lưu huỳnh hồng ngoại tần số cao.

3. Thí nghiệm đặc tính điện được thực hiện trên vật liệu làm anốt thu được theo các ví dụ từ Ví dụ 1-8 và Ví dụ So sánh 1-5, trong đó thí nghiệm đặc tính điện được thực hiện như sau:

Vật liệu làm anốt thu được trong các ví dụ từ Ví dụ 1-8 và Ví dụ So sánh 1-5, muối than dẫn điện và chất liên kết PAA được trộn theo tỷ lệ khối lượng vào khoảng 80:10:10, thêm nước khử ion và khuấy đến khi thành dạng huyền phù sệt. Miết huyền phù sệt bằng lưới miết thành lớp phủ có độ dày vào khoảng 100 μm , sấy khô trong lò sấy chân không ở nhiệt độ khoảng 85°C trong khoảng 12h, và cắt thành các phiến có đường kính vào khoảng 1cm bằng mũi đột trong môi trường khô. Một miếng kim loại liti được dùng làm điện cực phụ trong hộp thí nghiệm kín. Lớp ngăn là màng tổng hợp celgard. Dung dịch điện ly được thêm (tỷ lệ theo khối lượng của EC và DEC bằng khoảng 3:7, nồng độ của liti hexafluorophosphat vào khoảng 1M, và FEC chiếm vào khoảng 5% khối lượng của dung dịch điện ly) sao cho có thể ráp trong các viên pin tròn dẹt. Các pin này được thí nghiệm sạc và xả bằng các thí nghiệm pin nối tiếp LAND để thí nghiệm khả năng hoạt động sạc và xả của pin này.

Các kết quả thí nghiệm đặc tính bột và đặc tính điện của vật liệu làm anốt thu được trong các ví dụ từ Ví dụ 1-8 và Ví dụ So sánh 1-5 được liệt kê trong bảng 2.

Bảng 2

Số	Diện tích bề mặt riêng (cm^2/g)	Khoảng kích thước hạt (μm)	Mật độ thực (g/cm^3)	Mật độ khối sau đầm rung (g/cm^3)	Lượng cacbon (% khối lượng)	Điện dung đảo ngược thứ nhất (0,005 V-0,8 V)	Hiệu suất thứ nhất*
Ví dụ 1	4,50	4,5-33	2,304	0,9	4,096	1301	68,5%
Ví dụ 2	4,88	2,5-36	2,309	0,9	5,24	1285	70,3%
Ví dụ 3	9,93	3,3-32	2,286	0,9	4,608	1295	72,2%
Ví dụ 4	16,23	4,5-36	2,310	0,9	4,378	1287	69,1%
Ví dụ 5	6,7	3,0-27	2,278	0,9	4,257	1270	68,7%
Ví dụ 6	15,6	4,0-55	2,312	0,9	4,005	1320	66,7%
Ví dụ 7	18,32	3,5-42	2,318	0,9	2,36	1321	71,5%
Ví dụ 8	7,68	6,0-38	2,310	0,9	3,907	1259	73,4%
Ví dụ So sánh 1	4,04	2,0-12	2,300	1,0	0,17	1290	65%
Ví dụ So sánh 2	4,25	2,2-30	2,300	1,0	0,15	1286	64%

Ví dụ So sánh 3	4,10	2,8-23	2,307	0,9	2,18	1300	68%
Ví dụ So sánh 4	4,5	2,2-30	2,307	0,9	4,32	1285	65%
Ví dụ So sánh 5	4,2	2,1-12	2,306	1,0	0,01	1296	63%

Hiệu suất thứ nhất trong bảng = điện dung tương ứng với điện áp ngắt nạp 0,8V/điện dung tương ứng với điện áp ngắt xả 0,005V.

4. Các đặc tính của vật liệu làm anốt được đánh giá khi pin hoàn thiện.

(1) Làm pin

Vật liệu hoạt tính LiCoO_2 , muối than kỹ thuật dẫn điện, và chất liên kết polyvinyliden florua (PVDF) được khuấy kỹ và trộn đều trong hệ dung môi N-methylpyrrolidon theo tỷ lệ về khối lượng vào khoảng 96,7:1,7:1,6, và khi đó được phủ lên một lá Al, và được làm khô và ép nguội để thu được catốt.

Grafit được trộn với vật liệu làm anốt thu được trong các ví dụ từ Ví dụ 1-8 và Ví dụ So sánh 1-5 theo một tỷ lệ theo khối lượng nhất định tương ứng để thu được hỗn hợp bột có điện dung theo gam là 430 mAh/g. Hỗn hợp bột, chất dẫn điện muối acetylen, và PAA được khuấy hoàn toàn trong nước khử ion theo tỷ lệ về khối lượng vào khoảng 95:1,2:3,8, và được trộn đều, được phủ lên lá Cu, được làm khô, và ép nguội để thu được anốt.

Màng polime khoang rỗng PE được dùng làm lớp ngăn. Catốt, lớp ngăn và anốt được xếp chồng lên nhau theo thứ tự sao cho lớp ngăn nằm giữa catốt và anốt để thực hiện chức năng ngăn cách, và được cuộn lại để thu được pin trần. Pin trần được đặt trong vỏ ngoài, và được bơm dung dịch điện ly đã được làm kỹ (tỷ lệ theo khối lượng của EC và DEC bằng khoảng 3:7, nồng độ liti hexafluorophosphat vào khoảng 1M, và FEC chiếm vào khoảng 5% khối lượng của dung dịch điện ly) và được đóng vỏ. Sau khi được tạo, khử khí, làm gọn và các quy trình khác, thu được pin hoàn thiện.

(2) Thí nghiệm chu kỳ ở nhiệt độ cao: nhiệt độ thí nghiệm là 45°C, pin được sạc đến 4,4 V ở mức dòng điện không đổi 0,7C, sạc đến 0,025C ở điện áp không đổi, để trong 5 phút, rồi được xả đến 3,0 V ở mức 0,5C. Điện dung thu được ở trên được xem là điện dung ban đầu, thử nghiệm chu kỳ 0,7°C sạc/0,5°C xả được thực hiện, và tỷ lệ điện dung của mỗi bước so với điện dung ban đầu được tính toán để thu được đường

biểu thị sự suy giảm điện dung.

(3) Thí nghiệm mức độ xả: ở 25°C, pin được xả đến 3,0 V ở mức 0,2C, và để trong 5 phút, rồi được sạc đến 4,4 V ở mức 0,5C, sạc đến 0,05C ở điện áp không đổi, và để trong 5 phút, mức độ xả được điều chỉnh, thí nghiệm xả được thực hiện ở mức 0,2C, 0,5C, 1C, 1,5C, và 2,0C một cách tương ứng, và thu được các mức điện dung xả, một cách tương ứng. Điện dung thu được tại mỗi mức độ được so sánh với điện dung thu được ở mức 0,2 C để thu được tỷ lệ, và khả năng hoạt động theo mức độ được so sánh bằng cách so sánh tỷ lệ này.

(4) Thí nghiệm DCR: máy Maccor được dùng để thí nghiệm điện dung thực tế của pin ở 25°C (pin được sạc đến 4,4V ở dòng không đổi 0,7C, được sạc đến 0,025C ở điện áp không đổi, và để trong 10 phút, được xả đến 3,0 V ở mức 0,1C, và để trong 5 phút), pin được xả ở 0,1C đến một mức độ nạp điện nhất định (SOC), việc xả lần thứ nhất được thí nghiệm, việc lấy mẫu được thực hiện 5ms một lần, và các giá trị DCR ở các SOC khác nhau được tính toán.

Các kết quả thí nghiệm được liệt kê trong Bảng 3

Bảng 3

Số	Số chu kỳ khi giảm dần xuống 80%	Mức điện dung duy trì sau 400 chu kỳ	Mức (2C điện dung xả/0,2C điện dung xả)	DCR (các giá trị tại 10%SOC, Ω, ở nhiệt độ phòng)
Ví dụ 1	360	74%	92,3%	62
Ví dụ 2	364	78%	92,6%	64
Ví dụ 3	355	70%	93,0%	62
Ví dụ 4	350	68%	92,5%	61
Ví dụ 5	329	69%	91,0%	65
Ví dụ 6	320	70%	90,0%	65
Ví dụ 7	340	72%	89,5%	68
Ví dụ 8	310	65%	87,2%	60
Ví dụ So sánh 1	264	46%	89,1%	72
Ví dụ So sánh 2	250	54%	85,1%	70
Ví dụ So sánh 3	210	-	89,1%	65
Ví dụ So sánh 4	200	-	91,3%	70
Ví dụ So sánh 5	288	-	85,2%	73

Ký hiệu “-” biểu thị mức điện dung duy trì dưới 30% hoặc thấp hơn trước 400 chu

kỳ.

Các kết quả thí nghiệm của Ví dụ 1, Ví dụ 2 và Ví dụ 6 và Ví dụ So sánh 4 cho thấy việc sử dụng lớp Al_2O_3 làm lớp giữa trong vật liệu làm anốt có thể cải thiện lớn số lượng chu kỳ ở nhiệt độ cao và có thể giảm trở kháng của pin. Theo Ví dụ 1, Ví dụ 2 và Ví dụ 6, bằng cách kiểm soát lượng tiền chất alumin, có thể thu được lớp Al_2O_3 có độ dày lớp phủ khác nhau. Có thể thấy rằng khi lượng tiền chất tăng (nghĩa là, độ dày của lớp Al_2O_3 tăng), khả năng hoạt động theo chu kỳ của pin ở nhiệt độ cao lúc đầu là tốt hơn và rồi bị suy giảm, và trở kháng giảm dần khi độ dày tăng. Do đó, có thể thấy rằng lượng tiền chất alumin ở Ví dụ 2 là lượng tối ưu.

Kết quả thí nghiệm của Ví dụ 3, Ví dụ 4 và Ví dụ 5 và Ví dụ So sánh 4 cho thấy việc sử dụng lớp TiO_2 làm lớp giữa trong vật liệu làm anốt cũng làm tăng đáng kể số lượng chu kỳ của pin ở nhiệt độ cao và giảm trở kháng của pin. Theo Ví dụ 3, Ví dụ 4 và Ví dụ 5, bằng cách kiểm soát lượng tiền chất titan, có thể thu được lớp TiO_2 có độ dày lớp phủ khác nhau. Có thể thấy rằng khi lượng tiền chất tăng (nghĩa là, độ dày của lớp TiO_2 tăng), khả năng hoạt động theo chu kỳ của pin ở nhiệt độ cao bị suy giảm dần, có thể do lớp giữa tăng dày hơn làm tăng rủi ro phá hủy tổng thể và làm bong vật liệu.

Các kết quả thí nghiệm của Ví dụ 1 và Ví dụ 3 cho thấy rằng trong trường hợp lượng các tiền chất thấp (nghĩa là, độ dày của lớp giữa nhỏ), khả năng hoạt động theo chu kỳ của pin với Al_2O_3 làm lớp giữa và khả năng hoạt động theo chu kỳ của pin với TiO_2 làm lớp giữa có ít khác biệt, và mức điện dung duy trì của pin với Al_2O_3 làm lớp giữa sau 400 chu kỳ cao hơn khoảng 4%.

Các kết quả thí nghiệm của Ví dụ 2 và Ví dụ 4 cho thấy pin với Al_2O_3 làm lớp giữa có tỷ lệ điện dung duy trì cao hơn khoảng 10% so với pin với TiO_2 làm lớp giữa.

Các kết quả thí nghiệm của Ví dụ 5 và Ví dụ 6 cho thấy khi lượng tiền chất cao, cả pin với Al_2O_3 hay TiO_2 làm lớp giữa có khả năng hoạt động theo chu kỳ của pin ở nhiệt độ cao tốt, và khả năng hoạt động theo chu kỳ của pin ở nhiệt độ cao của chúng có ít khác biệt.

Các kết quả thí nghiệm của Ví dụ 2 và Ví dụ So sánh 2 cho thấy chỉ phủ lớp giữa bằng alumin không cải thiện đáng kể khả năng hoạt động theo chu kỳ của pin ở nhiệt độ cao, và mức điện dung duy trì sau 400 chu kỳ chỉ vào khoảng 54% là mức thấp hơn nhiều so với mức điện dung duy trì sau 400% (khoảng 78%) của pin cùng lúc có lớp ôxit giữa và lớp cacbon. Trong khi đó, các kết quả thí nghiệm của Ví dụ 4 và Ví dụ So

sánh 1 cũng có thể cho thấy chỉ phủ lớp giữa bằng TiO_2 cũng không thể đạt được hiệu ứng giống hệt. Do đó, chỉ có sự kết hợp của lớp ôxit giữa và lớp phủ cacbon trên bề mặt mới có thể cải thiện khả năng hoạt động theo chu kỳ của vật liệu.

Các kết quả thí nghiệm của Ví dụ 2 và Ví dụ So sánh 4 cho thấy thiết kế lớp giữa Al_2O_3 có thể cải thiện đáng kể khả năng hoạt động theo chu kỳ của pin. Như có thể thấy từ các đường biểu thị sự suy giảm số lượng chu kỳ của Ví dụ 2 và Ví dụ So sánh 4 thể hiện trên FIG. 3, do thiết kế lớp giữa alumin, số lượng chu kỳ khi mức điện dung duy trì của pin bị sụt xuống 80% là gần như gấp đôi.

Phần bên trái trên FIG.4 thể hiện hình ảnh SEM của bề mặt cắt anốt sau 200 chu kỳ của pin theo Ví dụ So sánh 4 theo sáng chế; và phần bên phải của FIG. 4 thể hiện hình ảnh từ SEM của mặt cắt của anốt sau 200 chu kỳ của pin theo Ví dụ 2 theo sáng chế. Có thể thấy rằng sau khi các hạt vật liệu silic ôxit không có lớp giữa khoang rỗng trong Ví dụ So sánh 4 thực hiện chu kỳ, màng SEI bị bong khỏi bề mặt các hạt. Sau khi các hạt vật liệu silic ôxit có lớp giữa khoang rỗng trong Ví dụ 2 thực hiện chu kỳ, màng SEI bám chặt trên bề mặt mà không bị bong.

Các kết quả thí nghiệm của Ví dụ 4 và Ví dụ So sánh 4 cho thấy thiết kế lớp giữa TiO_2 cũng có thể cải thiện đáng kể khả năng hoạt động theo chu kỳ của pin ở nhiệt độ cao. Các kết quả thí nghiệm trên có thể cho thấy thiết kế lớp ôxit giữa có thể cải thiện đáng kể khả năng hoạt động theo chu kỳ của pin.

Các kết quả thí nghiệm của Ví dụ 2 và Ví dụ 8 và Ví dụ So sánh 2 cho thấy khả năng hoạt động theo chu kỳ của pin ở nhiệt độ cao liên quan đến lượng cacbon trong vật liệu làm anốt. Lượng cacbon cao hơn có ích cho việc cải thiện khả năng dẫn điện của vật liệu, bằng cách đó, cải thiện đáng kể khả năng hoạt động theo chu kỳ của pin và làm giảm trở kháng của pin. Tuy nhiên, do khó khăn trong quy trình làm vật liệu, khi lượng cacbon phủ lớp cao, vật liệu làm anốt có xu hướng kết tụ dính, và lượng cacbon trong Ví dụ 2 là lượng cacbon tối ưu.

Các kết quả thí nghiệm của các ví dụ từ Ví dụ 1-8 và Ví dụ So sánh 5 cho thấy nhờ hiệu ứng kết hợp của việc dùng lớp ôxit giữa và phủ lớp cacbon bề mặt, khả năng hoạt động theo chu kỳ ở nhiệt độ cao và mức khả năng hoạt động của pin có thể được cải thiện đáng kể và trở kháng giảm đi.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Vật liệu làm anot gồm:
hợp chất silic SiO_x , trong đó x vào khoảng 0,5-1,5;
lớp MeO_y , lớp MeO_y này phủ lên hợp chất SiO_x , trong đó Me gồm ít nhất một trong các chất Al, Si, Ti, Mn, V, Cr, Co, và Zr, trong đó y vào khoảng 0,5-3; và
lớp cacbon, trong đó lớp cacbon này phủ lên lớp MeO_y ;
trong đó bề mặt lớp MeO_y tiếp xúc với lớp cacbon có cấu trúc khoang rỗng mở, và ít nhất một phần của cấu trúc khoang rỗng mở này chứa lớp cacbon.
2. Vật liệu làm anot theo điểm 1, trong đó lớp MeO_y có cấu trúc khoang rỗng không mở.
3. Vật liệu làm anot theo điểm 1, trong đó hợp chất silic SiO_x gồm SiO , SiO_2 , hoặc sự kết hợp của các chất này.
4. Vật liệu làm anot theo điểm 1, trong đó lớp MeO_y gồm TiO_2 , Al_2O_3 , hoặc sự kết hợp của các chất này.
5. Vật liệu làm anot theo điểm 1, trong đó lớp MeO_y chứa cacbon, trong đó, tính trên tổng khối lượng của hợp chất silic SiO_x và lớp MeO_y , lượng cacbon trong lớp MeO_y vào khoảng 0,1% khối lượng-1% khối lượng.
6. Vật liệu làm anot theo điểm 5, trong đó lượng cacbon trong lớp MeO_y vào khoảng 0,2% khối lượng-0,4% khối lượng.
7. Vật liệu làm anot theo điểm 1, trong đó đường kính hạt trung bình của hợp chất silic SiO_x vào khoảng 500 nm-30 μm .
8. Vật liệu làm anot theo điểm 1, trong đó độ dày của lớp MeO_y vào khoảng 2 nm-1000 nm.
9. Vật liệu làm anot theo điểm 1, trong đó độ dày của lớp MeO_y vào khoảng 5 nm-50 nm.
10. Vật liệu làm anot theo điểm 1, trong đó độ dày của lớp cacbon vào khoảng 2 nm-1000 nm.

11. Vật liệu làm anốt theo điểm 1, trong đó độ dày của lớp cacbon vào khoảng 10 nm-100 nm.

12. Vật liệu làm anốt theo điểm 1, trong đó lượng cacbon trong vật liệu làm anốt vào khoảng 1% khối lượng -6% khối lượng tính trên tổng khối lượng của vật liệu làm anốt.

13. Vật liệu làm anốt theo điểm 1, trong đó diện tích bề mặt riêng của vật liệu làm anốt vào khoảng 2-20 cm²/g.

14. Phương pháp làm vật liệu làm anốt gồm:

(1) tạo một hỗn hợp dung dịch gồm bột SiO_x, chất tạo khoang rỗng và tiền chất ôxit MeX_n trong dung môi hữu cơ và nước khử ion;

làm khô hỗn hợp dung dịch để thu được bột; và

nung kết bột để thu được các hạt hợp chất silic SiO_x được phủ một lớp ôxit MeO_y; và

(2) trộn các hạt hợp chất silic SiO_x được phủ lớp MeO_y, dung môi hữu cơ và tiền chất cacbon để tạo thành một hỗn hợp dung dịch;

làm khô hỗn hợp dung dịch để thu được bột; và

nung kết bột để thu được vật liệu làm anốt;

trong đó x vào khoảng 0,5-1,5 và y vào khoảng 0,5-3,

trong đó Me gồm ít nhất một trong các chất Al, Si, Ti, Mn, Cr, V, Co, và Zr,

trong đó X gồm ít nhất một trong các nhóm metoxy, nhóm etoxy, nhóm isopropoxy, nhóm halogen, và

trong đó n là 1,2,3 hoặc 4.

15. Anốt chứa vật liệu làm anốt theo điểm 1.

16. Thiết bị điện hóa gồm anốt theo điểm 15.

17. Thiết bị điện hóa theo điểm 16, trong đó thiết bị điện hóa là pin liti ion.

18. Thiết bị điện tử gồm thiết bị điện hóa theo điểm 16.

113

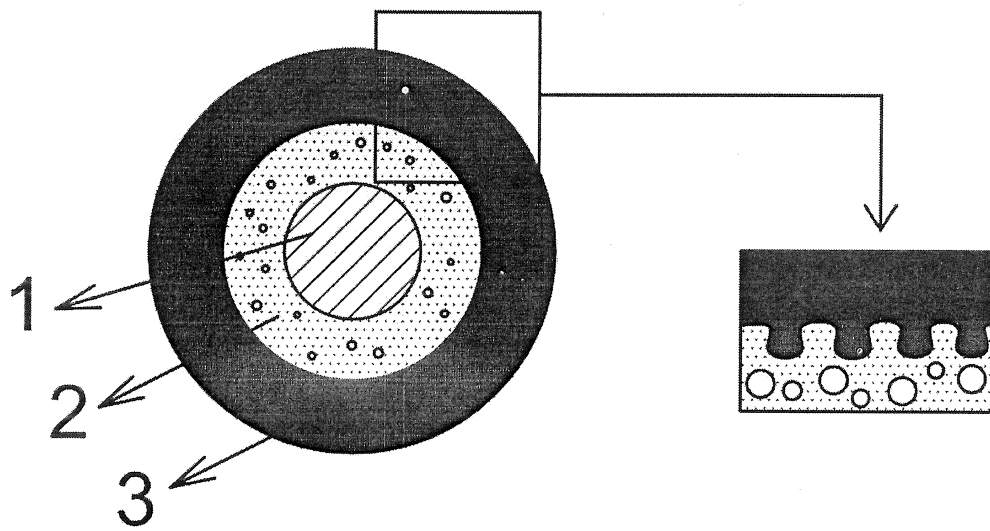


FIG. 1

213

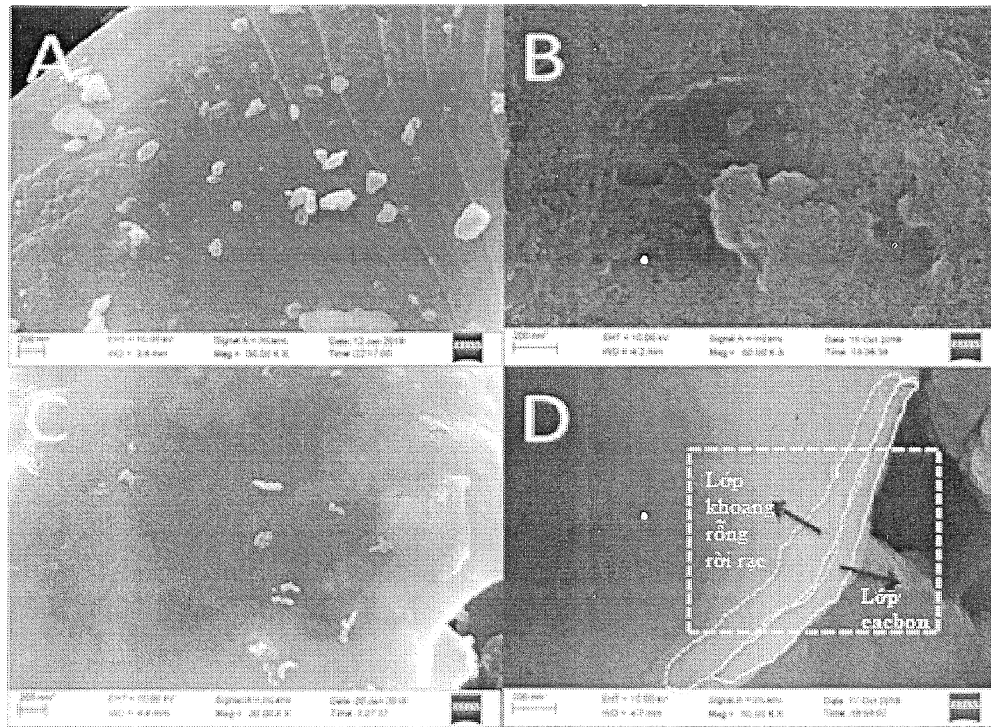


FIG. 2

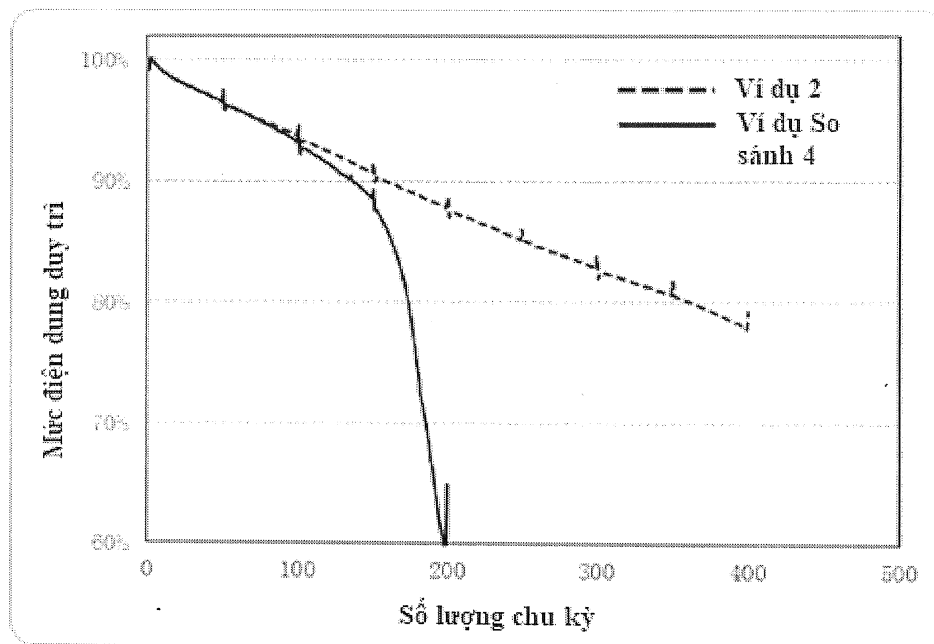


FIG. 3

3/3

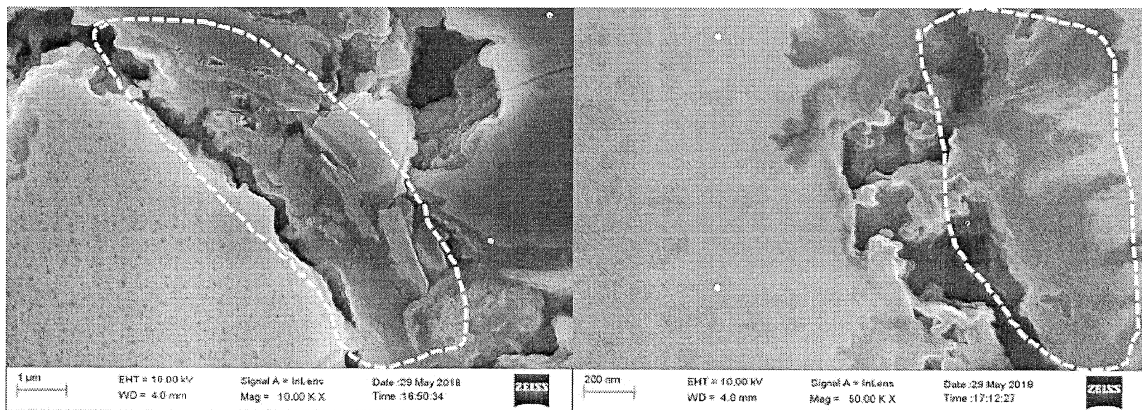


FIG. 4