

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 949 909**

21 Número de solicitud: 202390079

51 Int. Cl.:

H01M 4/13 (2010.01)

H01M 4/58 (2010.01)

H01M 4/88 (2006.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A2

22 Fecha de presentación:

29.12.2021

30 Prioridad:

21.01.2021 CN 202110081821

43 Fecha de publicación de la solicitud:

03.10.2023

71 Solicitantes:

**GUANGDONG BRUNP RECYCLING
TECHNOLOGY CO., LTD. (33.3%)**

**No. 6 Zhixin Avenue, Leping Town, Sanshui
District Foshan**

528137 Guangdong CN;

**HUNAN BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO.,
LTD. (33.3%) y**

**HUNAN BRUNP VEHICLES RECYCLING CO.,
LTD. (33.3%)**

72 Inventor/es:

ZHANG, Shiqing;

RUAN, Dingshan;

TANG, Shenghe y

LI, Changdong

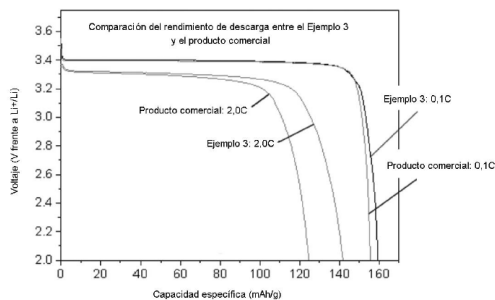
74 Agente/Representante:

BERCIAL ARIAS, Cristina

54 Título: **Método de preparación para material de cátodo de fosfato de litio y hierro, y aplicación del mismo**

57 Resumen:

La presente invención pertenece al campo técnico de la preparación de material de batería de ion de litio, y proporciona un método de preparación y la aplicación de material de cátodo de fosfato de litio y hierro, que comprende las siguientes etapas: (1) Mezclar en seco una fuente de hierro, una fuente de fósforo, una fuente de litio, una fuente de carbono, y aditivos, y moler fino para obtener un material mezclado; (2) llevar a cabo primero la calcinación del material mezclado, y después pulverizar para obtener el material pulverizado; (3) Llevar a cabo la segunda calcinación al material pulverizado, mientras se introduce una fuente de carbono orgánico gasificable, y después enfriar para obtener un material de cátodo de fosfato de litio y hierro. La invención usa un equipo de mezclamiento de alta eficiencia para un mezclamiento y molienda fina de las materias primas en una sola etapa, seguido de la primera calcinación y pulverización, y después llevar a cabo una segunda calcinación. La fuente de carbono orgánico gasificable se usa para complementar el carbono mediante la formación de un revestimiento de carbono, de modo que tenga una mejor capa de revestimiento de carbono y morfología de las partículas. El rendimiento del producto obtenido es mejor, en comparación con el mismo tipo de producto en el mercado. El rendimiento se ha mejorado mucho, la estabilidad del ciclo es buena, y puede cumplir con los requisitos generales de las baterías de fosfato de litio y hierro de alto rendimiento.



ES 2 949 909 A2

DESCRIPCIÓN

Método de preparación para material de cátodo de fosfato de litio y hierro, y aplicación del mismo

CAMPO TÉCNICO

- 5 La invención se refiere al campo técnico de la preparación de material de batería de ion de litio, y en particular a un método de reparación de material de cátodo de fosfato de litio y hierro, y su aplicación.

ANTECEDENTES

- 10 Desde la aparición de los materiales de baterías de ion de litio, su alta capacidad y reproducibilidad brindan perspectivas de nuevas energías en el nuevo siglo. Como material de electrodo positivo con alta seguridad, buen rendimiento de ciclo, y respeto por el medioambiente, el fosfato de litio y hierro siempre ha sido un objeto de investigación popular en la industria de las baterías de litio. Sus campos de aplicación implican diversas baterías de vehículos comerciales, estaciones base de almacenamiento de energía, y muchos equipos eléctricos, etc. Sin embargo, el material de fosfato de litio y hierro tiene algunas deficiencias: la conductividad electrónica y la conductividad iónica son bajas, y muestra un bajo rendimiento de la tasa cuando se usa como material de cátodo para baterías de ion de litio. Por lo tanto, para mejorar el rendimiento de los materiales de cátodo de fosfato de litio y hierro, muchas compañías y personas de la industria también se han dedicado a mejorarlo, pero a menudo no logran equilibrar el alto rendimiento y el bajo coste. Por lo tanto, las empresas enfrentan obstáculos en la industrialización y comercialización de materiales de cátodo de fosfato de litio y hierro.

- 20 La tecnología relacionada registra un método de preparación de un material de cátodo de fosfato de litio y hierro, que prepara el material usando un procedimiento húmedo que incluye la prefabricación de precursores, la molienda de compuestos, el secado, la sinterización, y otras etapas del procedimiento. Otra técnica anterior registra un fosfato de litio y hierro de bajo coste, en el que se disuelve una lámina de hierro en una disolución ácida, después de una reacción con materias primas suplementadas, se llevan a cabo etapas de secado por pulverización, sinterización, trituración y tamizado para obtener el material. Desde la perspectiva de las tecnologías tales como la anterior, aunque las propiedades del material pueden promoverse y mejorarse, el procedimiento húmedo es relativamente engorroso, con más puntos de control, y el coste global no puede reducirse significativamente. Además, existen algunos métodos de preparación menos populares, tal como el mezclado en seco y los métodos de procedimiento totalmente en fase sólida, aunque sus procedimientos son simples, la estabilidad del material obtenido no se satisface, y el rendimiento también es deficiente. Por lo tanto, la combinación integral del rendimiento y coste del fosfato de litio y hierro sigue siendo el foco competitivo entre las empresas.

30 SUMARIO DE LA INVENCION

- 35 El propósito de la presente invención es proporcionar un método de preparación y la aplicación de material de cátodo de fosfato de litio y hierro. El método de la presente invención se basa en una ruta de bajo coste, dirigida a mejorar el rendimiento del material y crear un procedimiento de bajo coste adecuado para preparar materiales de cátodo de fosfato de litio y hierro de alto rendimiento. El método hace que el fosfato de litio y hierro sea más fácil de industrializar y tiene una mayor competitividad en el mercado, lo que favorece el desarrollo de la industria de baterías de litio y la aplicación y popularización de materiales de nuevas energías.

Para lograr los objetivos anteriores, la presente invención adopta las siguientes soluciones técnicas:

Un método de preparación de un material de cátodo de fosfato de litio y hierro, que comprende las siguientes etapas:

- 40 (1) Mezclar en seco una fuente de hierro, una fuente de fósforo, una fuente de litio, una fuente de carbono, y un aditivo, y refinar para obtener una mezcla;
- (2) Someter la mezcla a una primera calcinación, seguida de pulverización, para obtener un material pulverizado;
- 45 (3) Someter el material pulverizado a una segunda calcinación, durante la cual se introduce una fuente de carbono orgánico gasificable para el revestimiento; enfriar para obtener el material de cátodo de fosfato de litio y hierro; la fuente de carbono orgánico gasificable es una o más seleccionadas del grupo que consiste en acetileno, metano, etano, propano, metanol, etanol, etilenglicol, isopropanol, glicerol, acetona, butanona, y 2-pentanona.

Preferiblemente, el mezclado en seco se lleva a cabo con un equipo de mezclado de alta eficiencia.

- 50 En algunas realizaciones preferidas de la presente invención, en la etapa (1), la fuente de hierro, la fuente de fósforo y la fuente de litio pueden ser materias primas compuestas, preferiblemente uno o más de fosfato de hierro, pirofosfato de hierro, fosfato de litio, metafosfato de litio, o dihidrogenofosfato de litio; también puede ser una única materia prima, y el único tipo de fuente de hierro es preferiblemente uno o más de polvo de hierro, óxido de hierro, hidróxido de hierro, nitrato de hierro, oxalato de hierro, o acetato de hierro; la única fuente de fósforo es preferiblemente una o más de monohidrogenofosfato de amonio, dihidrogenofosfato de amonio, o fosfato de

triamonio; la única fuente de litio es preferiblemente una o más de carbonato de litio, acetato de litio, hidróxido de litio, o nitrato de litio.

En algunas realizaciones preferidas de la presente invención, en la etapa (1), la relación molar de hierro, fósforo y litio en la fuente de hierro, la fuente de fósforo y la fuente de litio es 1:(0,95-1,10):(0,97-1,12).

- 5 En algunas realizaciones preferidas de la presente invención, en la etapa (1), la cantidad introducida de la fuente de carbono es (3-15)% de la masa total de la fuente de hierro, la fuente de fósforo y la fuente de litio.

En algunas realizaciones preferidas de la presente invención, en la etapa (1), la cantidad introducida del aditivo es (0,02-0,80)% de la masa total de la fuente de hierro, la fuente de fósforo y la fuente de litio.

- 10 En algunas realizaciones preferidas de la presente invención, en la etapa (1), el material mezclado tiene un tamaño de partícula promedio (D50) $\leq$ 100 μ m.

En algunas realizaciones preferidas de la presente invención, en la etapa (1), la fuente de carbono es uno o más de sacarosa, glucosa, ácido oxálico, maltosa, almidón, celulosa, alcohol polivinílico, polietilenglicol, ácido poliacrílico, Tween, grafeno, o nanotubos de carbono.

- 15 En algunas realizaciones preferidas de la presente invención, en la etapa (1), el aditivo es uno o más de óxido de titanio, óxido de aluminio, óxido de magnesio, carbonato de magnesio, metavanadato de amonio, fluoruro de amonio, titanato de tetrabutilo, nitrato de cromo nonahidratado, óxido de níquel, nitrato de bario, o carbonato de bario.

- 20 En algunas realizaciones preferidas de la presente invención, en la etapa (2), la primera calcinación se lleva a cabo a una temperatura de 600°C-800°C con una velocidad de calentamiento de 1 a 10°C/min bajo una atmósfera inerte, y manteniendo la temperatura durante 4-15 h.

En algunas realizaciones preferidas de la presente invención, en la etapa (2), el material triturado tiene un tamaño de partícula promedio (D50) de 0,5 μ m-10 μ m.

- 25 En algunas realizaciones preferidas de la presente invención, en la etapa (3), la segunda calcinación se lleva a cabo a una temperatura de 600-850°C con una velocidad de calentamiento de 2-15°C/min bajo una atmósfera inerte, y manteniendo la temperatura durante 4-15 h.

En algunas realizaciones preferidas de la presente invención, en la etapa (3), la fuente de carbono orgánico gasificable es uno o más de acetileno, metano, etano, propano, metanol, etanol, etilenglicol, isopropanol, glicerina, acetona, butanona, o 2-pentanona.

- 30 En algunas realizaciones preferidas de la presente invención, en la etapa (3), la relación másica de la fuente de carbono orgánico gasificable al material pulverizado es (0,02-0,5):1.

La presente invención también proporciona una aplicación del método de preparación mencionado anteriormente en la preparación de baterías de ion de litio.

Ventajas de la presente invención:

- 35 (1) La presente invención usa un equipo de mezclamiento de alta eficiencia para llevar a cabo un mezclamiento y refinamiento de materias primas en una sola etapa, después de una primera calcinación y pulverización, llevar a cabo una segunda calcinación en presencia de fuentes de carbono orgánico gasificable para complementar el revestimiento de carbono, de modo que el material tenga un revestimiento de carbono y una mejor morfología. Se mejora el rendimiento del material obtenido. Comparado con el similar en el mercado, el rendimiento se ha mejorado mucho. La capacidad de descarga específica a 0,1C puede alcanzar más de 157 mAh/g, y la capacidad de descarga específica a 2,0C puede alcanzar 140 mAh/g. La tasa de retención de capacidad después de 100 ciclos a 0,1C alcanza más de 98%, lo que puede cumplir con los requisitos generales de las baterías de fosfato de litio y hierro de alto rendimiento.

- 45 (2) Este método es adecuado para una variedad de materias primas baratas, y el procedimiento de preparación es simple y fácil de operar. En comparación con el procedimiento húmedo comúnmente usado en el mercado, se eliminan los dos puntos de procedimiento de alto consumo de energía de molienda húmeda y secado por pulverización. Se estima que el coste se reduce en más de 15%, por lo que tiene una mayor competitividad en el mercado.

- 50 (3) El método de procedimiento parte de una ruta de bajo coste, y garantiza que el rendimiento del material de cátodo de fosfato de litio y hierro pueda optimizarse y mejorarse, lo que tiene un significado de guía importante para promover el rápido desarrollo de la industria de baterías de litio y la industria de nuevos materiales.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

Los aspectos y ventajas anteriores y/o adicionales de la presente invención serán evidentes y fáciles de entender a partir de la descripción de las realizaciones junto con los siguientes dibujos, en los que:

la Figura 1 es una imagen de SEM del material del Ejemplo 3;

5 la Figura 2 es un diagrama comparativo de las curvas de descarga del material del Ejemplo 3 y los productos comercializados a diferentes tasas.

DESCRIPCIÓN DETALLADA

Con el fin de que los expertos en la técnica entiendan más claramente las soluciones técnicas de la invención, se enumeran los siguientes ejemplos a modo de explicación. Cabe señalar que los siguientes ejemplos no pretenden limitar el alcance de la protección reivindicada por la invención.

10 **Ejemplo 1**

Un método de preparación de un material de cátodo de fosfato de litio y hierro, que comprende las siguientes etapas:

15 (1) Pesar oxalato de hierro, dihidrogenofosfato de amonio, e hidróxido de litio en una relación molar Fe:P:Li de 1:1,03:1,07, y añadir como fuente de carbono 4,5% de glucosa y 2,36% de ácido poliacrílico, después añadir como aditivos 0,08% de óxido de titanio y 0,10% de nitrato de bario; someter los componentes anteriores a un mezclador de alta eficiencia para llevar a cabo el mezclamiento y el refinado para obtener una mezcla que tenga un tamaño de partícula (D_{50}) de 35 μm ;

20 (2) La mezcla se calienta hasta una temperatura de 650°C a una velocidad de 3°C/min en una atmósfera de nitrógeno puro para la primera calcinación y manteniendo la temperatura durante 5 h, y después de la descarga, el producto resultante se somete a molienda a chorro para obtener un material pulverizado que tenga un tamaño de partícula (D_{50}) de 1,2 μm ;

25 (3) El material pulverizado se somete a una segunda calcinación a una temperatura de 720°C con una velocidad de calentamiento de 5°C/min y manteniendo la temperatura durante 8 h, mientras se introducen 140 g/kg (etanol: material pulverizado) de etanol, y enfriando y descargando para obtener un material de cátodo de fosfato de litio y hierro de alto rendimiento.

Ejemplo 2

Un método de preparación de un material de cátodo de fosfato de litio y hierro, que comprende las siguientes etapas:

30 (1) Pesar fosfato de hierro, carbonato de litio, y fosfato de diamonio en una relación molar Fe:P:Li de 1:1,04:1,09, y añadir como fuente de carbono 6,5% de sacarosa y 4,6% de alcohol polivinílico, después añadir como aditivos 0,24% de metavanadato de amonio y 0,22% de nitrato de cromo nonahidratado; someter los componentes anteriores a un mezclador de alta eficiencia para llevar a cabo el mezclamiento y la molienda fina para obtener una mezcla que tenga un tamaño de partícula (D_{50}) de 23 μm ;

35 (2) La mezcla se calienta hasta una temperatura de 690°C a una velocidad de 4°C/min en una atmósfera de nitrógeno puro para la primera calcinación y manteniendo la temperatura durante 6 h, y después de la descarga, el producto resultante se somete a molienda a chorro para obtener un material pulverizado que tenga un tamaño de partícula (D_{50}) de 1,4 μm ;

40 (3) El material pulverizado se somete a una segunda calcinación a una temperatura de 740°C con una velocidad de calentamiento de 6,5°C/min y manteniendo la temperatura durante 8 h, mientras se introducen 185 g/kg (etilenglicol: material pulverizado) de etilenglicol, y enfriando y descargando para obtener un material de cátodo de fosfato de litio y hierro de alto rendimiento.

Ejemplo 3

Un método de preparación de un material de cátodo de fosfato de litio y hierro, que comprende las siguientes etapas:

45 (1) Pesar fosfato de hierro e hidróxido de litio en una relación molar Fe:P:Li de 1:1,06:1,10, y añadir como fuente de carbono 5,5% de sacarosa y 3,5% de polietilenglicol y 1,2% de ácido oxálico, después añadir como aditivos 0,13% de óxido de titanio y 0,16% de óxido de magnesio; someter los componentes anteriores a un mezclador de alta eficiencia para llevar a cabo el mezclamiento y la molienda fina para obtener una mezcla que tenga un tamaño de partícula (D_{50}) de 55 μm ;

50 (2) La mezcla se calienta hasta una temperatura de 670°C a una velocidad de 5°C/min en una atmósfera de nitrógeno puro para la primera calcinación y manteniendo la temperatura durante 5 h, y después de la descarga, el

producto resultante se somete a molienda a chorro para obtener un material pulverizado que tenga un tamaño de partícula (D_{50}) de 0,8 μm ;

- 5 (3) El material pulverizado se somete a una segunda calcinación a una temperatura de 745°C con una velocidad de calentamiento de 8°C/min y manteniendo la temperatura durante 6 h, mientras se introducen 125 g/kg (metanol: material pulverizado) de metanol, y enfriando y descargando para obtener un material de cátodo de fosfato de litio y hierro de alto rendimiento.

10 La Figura 1 es una imagen de SEM del material de cátodo de fosfato de litio y hierro de esta realización. La figura muestra que el material exhibe partículas microscópicas regulares y compactas que tienen una capa de revestimiento de carbono de buena uniformidad, que desempeña un papel importante en la estabilización del rendimiento.

Ejemplo 4

Un método de preparación de un material de cátodo de fosfato de litio y hierro, que comprende las siguientes etapas:

- 15 (1) Pesar nitrato de hierro, fosfato de litio, y dihidrogenofosfato de amonio en una relación molar Fe:P:Li de 1:1,01:1,06, y añadir como fuente de carbono 5,6% de almidón y 4,8% de polietilenglicol y 0,5% de tween 80, después añadir como aditivos 0,26% de metavanadato de amonio y 0,15% de óxido de magnesio; someter los componentes anteriores a un mezclador de alta eficiencia para llevar a cabo el mezclado y la molienda fina para obtener una mezcla que tenga un tamaño de partícula (D_{50}) de 30 μm ;

- 20 (2) La mezcla se calienta hasta una temperatura de 700°C a una velocidad de 5°C/min en una atmósfera de nitrógeno puro para la primera calcinación y manteniendo la temperatura durante 5 h, y después de la descarga, el producto resultante se somete a molienda a chorro para obtener un material pulverizado que tenga un tamaño de partícula (D_{50}) de 0,9 μm ;

- 25 (3) El material pulverizado se somete a una segunda calcinación a una temperatura de 750°C con una velocidad de calentamiento de 5°C/min y manteniendo la temperatura durante 7 h, mientras se introducen 140 g/kg (acetona: material pulverizado) de acetona, y enfriando y descargando para obtener un material de cátodo de fosfato de litio y hierro de alto rendimiento.

Ejemplo 5

Un método de preparación de un material de cátodo de fosfato de litio y hierro, que comprende las siguientes etapas:

- 30 (1) Pesar óxido de hierro, dihidrogenofosfato de amonio, carbonato de litio en una relación molar Fe:P:Li de 1:0,95:1,05, y añadir como fuente de carbono 6,5% de glucosa y 3,8% de polietilenglicol, después añadir como aditivos 0,11% de óxido de titanio y 0,24% de carbonato; someter los componentes anteriores a un mezclador de alta eficiencia para llevar a cabo el mezclado y la molienda fina para obtener una mezcla que tenga un tamaño de partícula (D_{50}) de 25 μm ;

- 35 (2) La mezcla se calienta hasta una temperatura de 700°C a una velocidad de 3°C/min en una atmósfera de nitrógeno puro para la primera calcinación y manteniendo la temperatura durante 7 h, y después de la descarga, el producto resultante se somete a molienda a chorro para obtener un material pulverizado que tenga un tamaño de partícula (D_{50}) de 1,1 μm ;

- 40 (3) El material pulverizado se somete a una segunda calcinación a una temperatura de 745°C con una velocidad de calentamiento de 5°C/min y manteniendo la temperatura durante 8 h, mientras se introducen 155 g/kg (etanol: material pulverizado) de etanol, y enfriando y descargando para obtener un material de cátodo de fosfato de litio y hierro de alto rendimiento.

Ensayos de rendimiento

- 45 El ensayo de rendimiento eléctrico se lleva a cabo según el siguiente método: pénsese 2~5 g del material de cátodo de fosfato de litio y hierro preparado en el Ejemplo 1-5, y el correspondiente PVDF (fluoruro de polivinilideno), carbono SP en una relación másica de 90:6:4, y prepárese una suspensión con NMP (N-metilpirrolidona) como dispersante. Un papel de aluminio plano se revistió con la suspensión, se horneó en un horno hasta sequedad, y se prensó en una lámina de electrodo positivo con un diámetro de 15 mm después de la laminación. Se ensambló una pila de botón en una caja de guantes de gas inerte, mientras que como material de electrodo negativo se usó una lámina de metal de litio, como separador se usó una membrana microporosa de polipropileno, y se usó como electrolito hexafluorofosfato de litio 1 mol/l disuelto en una mezcla de carbonato de etileno y carbonato de dietilo. El ensayo de la pila de botón se llevó a cabo bajo un intervalo de voltaje de ensayo controlado entre 2,0 V y 3,8 V.
- 50

Los resultados del ensayo se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1

Experimento	Capacidad de primera descarga a 0,1C (mAh/g)	Eficiencia de primera carga-descarga a 0,1C (%)	Capacidad de descarga a 2C (mAh/g)	Tasa de retención de capacidad después de 100 ciclos a 0,1C (%)
1	157,4	98,68	139,8	98,1
2	158,8	99,04	141,5	97,8
3	159,6	99,12	141,9	98,6
4	158,6	98,89	140,7	98,3
5	157,0	98,15	140,3	97,9
Producto comercial	155,8	96,80	125,4	97,3

Se puede observar de la Tabla 1 que el rendimiento eléctrico del material de cátodo de fosfato de litio y hierro preparado por la presente invención es mejor que el del producto comercial, y la capacidad específica de descarga a una tasa de 2,0C es significativamente mayor que la del producto comercial, lo que indica que el método simplifica el procedimiento y reduce el coste al tiempo que garantiza que el rendimiento del material de cátodo de fosfato de litio y hierro se optimiza y mejora.

La Figura 2 es un diagrama de comparación de las curvas de descarga del Ejemplo 3 y el producto comercializado a diferentes tasas. Se puede observar de la figura que el material preparado por la presente invención tiene mejores propiedades eléctricas, es decir, mayor capacidad específica y mejor rendimiento de la tasa.

El método de preparación y la aplicación de un material de cátodo de fosfato de litio y hierro proporcionado por la invención se han descrito en detalle anteriormente. Se usan aquí ejemplos específicos para ilustrar los principios y la implementación de la invención. La descripción anterior de ejemplos es sólo con el fin de ayudar a comprender los métodos y conceptos básicos de la invención, incluyendo mejores modos, y además habilita a cualquier experto en la técnica a practicar la invención, incluyendo la fabricación y el uso de cualquier dispositivo o sistema, y la implementación de cualesquiera métodos combinados. Debe observarse que se pueden realizar por los expertos en la técnica varias mejoras y modificaciones a la invención sin apartarse de los principios de la invención, cuyas mejoras y modificaciones también caen dentro del alcance de protección reivindicado por las reivindicaciones. El alcance de protección de la invención se define por las reivindicaciones, y puede incluir otras realizaciones que pueden ser pensadas por los expertos en la técnica. Si estas otras realizaciones tienen elementos estructurales que no difieren de la expresión literal de las reivindicaciones, o si incluyen elementos estructurales equivalentes que no sean sustancialmente diferentes de la expresión literal de las reivindicaciones, estas otras realizaciones también deben incluirse dentro del alcance de las reivindicaciones.

REIVINDICACIONES

1. Un método de preparación para un material de cátodo de fosfato de litio y hierro, que comprende las siguientes etapas:
 - (1) Mezclar en seco una fuente de hierro, una fuente de fósforo, una fuente de litio, una fuente de carbono, y un aditivo, y refinar para obtener un material mezclado;
 - (2) Someter el material mezclado a una primera calcinación, seguida de pulverización, para obtener un material pulverizado;
 - (3) Someter el material pulverizado a una segunda calcinación, durante la cual se introduce una fuente de carbono orgánico gasificable para el revestimiento; enfriar para obtener el material de cátodo de fosfato de litio y hierro; la fuente de carbono orgánico gasificable es una o más seleccionadas del grupo que consiste en acetileno, metano, etano, propano, metanol, etanol, etilenglicol, isopropanol, glicerol, acetona, butanona, y 2-pentanona.
2. El método de preparación según la reivindicación 1, en el que, en la etapa (1), una cantidad de la fuente de carbono es (3-15)% de la masa total de la fuente de hierro, la fuente de fósforo y la fuente de litio.
3. El método de preparación según la reivindicación 1, en el que, en la etapa (1), el material mezclado tiene un tamaño de partícula promedio de $\leq 100\text{ }\mu\text{m}$.
4. El método de preparación según la reivindicación 1, en el que, en la etapa (1), la fuente de carbono es una o más seleccionadas del grupo que consiste en sacarosa, glucosa, ácido oxálico, maltosa, almidón, celulosa, alcohol polivinílico, polietilenglicol, ácido poliacrílico, tween, grafeno, y un nanotubo de carbono.
5. El método de preparación según la reivindicación 1, en el que, en la etapa (1), el aditivo es uno o más seleccionados del grupo que consiste en óxido de titanio, óxido de aluminio, óxido de magnesio, carbonato de magnesio, metavanadato de amonio, fluoruro de amonio, titanato de tetrabutilo, nitrato de cromo nonahidratado, óxido de níquel, nitrato de bario, y carbonato de bario.
6. El método de preparación según la reivindicación 1, en el que, en la etapa (2), la primera calcinación se lleva a cabo a una temperatura de 600°C-800°C con una velocidad de calentamiento de 1-10°C/min bajo una atmósfera inerte, la temperatura se mantiene durante 4-15 h.
7. El método de preparación según la reivindicación 1, en el que, en la etapa (2), el material pulverizado tiene un tamaño de partícula promedio de 0,5 μm -10 μm .
8. El método de preparación según la reivindicación 1, en el que, en la etapa (3), la segunda calcinación se lleva a cabo a una temperatura de 600-850°C con una velocidad de calentamiento de 2-15°C/min bajo una atmósfera inerte, la temperatura se mantiene durante 4-15 h.
9. El método de preparación según la reivindicación 1, en el que, en la etapa (3), una relación másica de la fuente de carbono orgánico gasificable al material pulverizado es (0,02-0,5):1.
10. Aplicación del método de preparación según una cualquiera de las reivindicaciones 1-9 en la preparación de una batería de ion de litio.

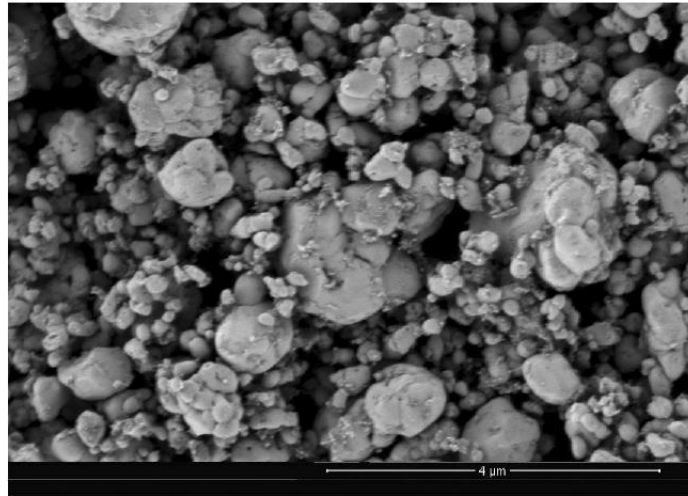


FIG.1

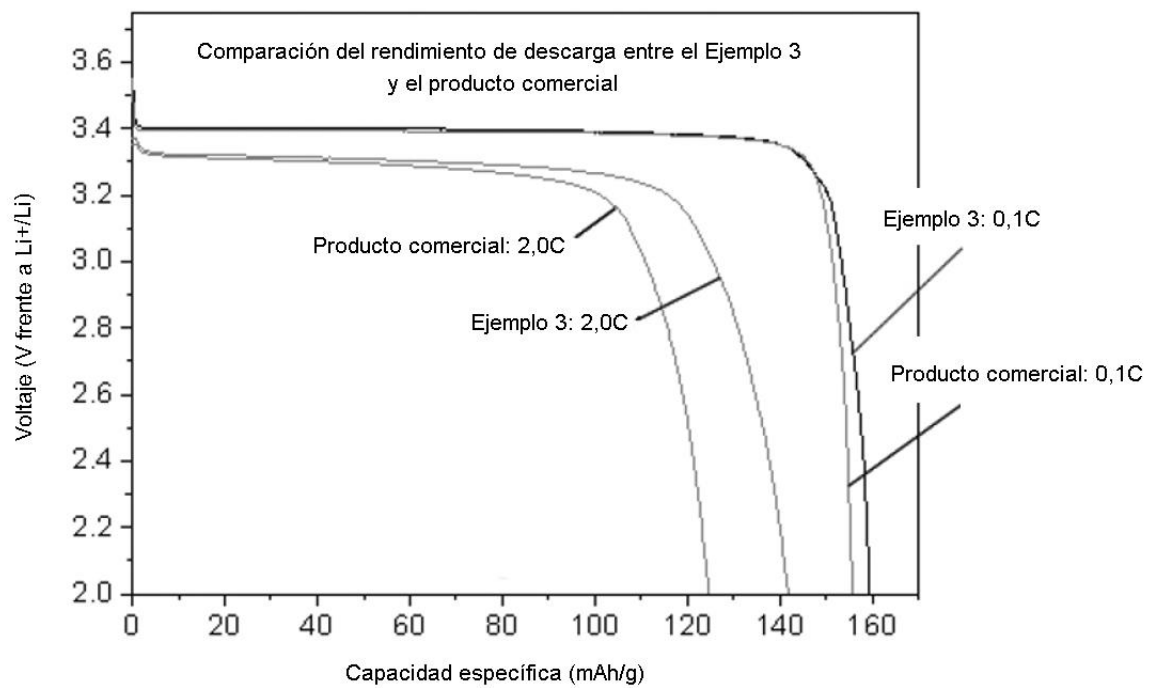


FIG.2