

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 996 432**

21 Número de solicitud: 202490002

51 Int. Cl.:

C01B 25/45 (2006.01)

H01M 10/0525 (2010.01)

H01M 4/58 (2010.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A2

22 Fecha de presentación:

20.02.2023

30 Prioridad:

12.04.2022 CN 202210380031

43 Fecha de publicación de la solicitud:

12.02.2025

71 Solicitantes:

**YICHANG BRUNP CONTEMPORARY AMPEREX
CO., LTD. (25.00%)**

**Room 6213, Innovation and Entrepreneurship
Service Center, Development Avenue No. 57-5,
Yichang Zone, China (Hubei) Free Trade Zone
443000 Yichang, Hubei CN;**

**YICHANG BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY
CO., LTD. (25.00%);**

**GUANGDONG BRUNP RECYCLING
TECHNOLOGY CO., LTD. (25.00%) y**

**HUNAN BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO.,
LTD. (25.00%)**

72 Inventor/es:

ZHANG, Shiqing;

LI, Changdong;

DU, Rui;

RUAN, Dingshan;

SUN, Jinming y

QIN, Cunpeng

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

54 Título: **MÉTODO DE PREPARACIÓN Y USO DE FOSFATO DE HIERRO Y LITIO DE ALTO
RENDIMIENTO**

57 Resumen:

Se divulga un método de preparación y el uso de fosfato de hierro y litio de alto rendimiento. El método comprende las siguientes etapas dispersar una sal de litio en un disolvente A, y añadir un ácido orgánico para ajustar el pH y obtener una solución mezclada; dispersar fosfato de hierro poroso en un disolvente B, y añadir una fuente de carbono orgánico para obtener una suspensión mezclada A; añadir la suspensión mezclada A a la solución mezclada; moler la suspensión obtenida; añadir un agente dispersante en el material molido para agitar y dispersar para obtener una suspensión mezclada B; colocar la suspensión mezclada B bajo una presión de 100-1000 Pa para su envejecimiento y secado; y sinterizar el material seco obtenido en una atmósfera inerte para obtener fosfato de hierro de litio. Según la presente invención, la sal de litio y la fuente de carbono orgánico se incrustan de forma estable en la estructura de fosfato de hierro poroso, de modo que la reacción es más eficaz y completa, se reduce la generación de fases de impureza en el producto acabado, y el producto preparado tiene una morfología de partículas más uniforme y redondeada, un rendimiento electroquímico más excelente, y un rendimiento de ciclo largo.

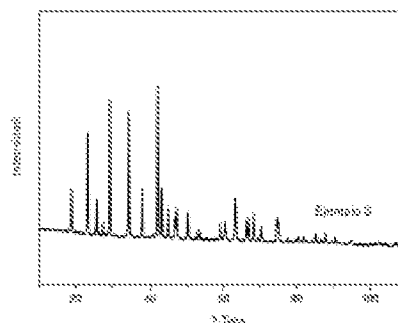


FIGURA 1

ES 2 996 432 A2

DESCRIPCIÓN**MÉTODO DE PREPARACIÓN Y USO DE FOSFATO DE HIERRO Y LITIO DE ALTO RENDIMIENTO**

5

Campo técnico

La presente divulgación pertenece al campo técnico de la preparación de materiales para baterías de iones de litio (LIB) y, en particular, se refiere a un método de preparación de fosfato de hierro y litio (LFP) de alto rendimiento y a su uso.

10

Antecedentes

La nueva industria energética surge con el agotamiento de los recursos petrolíferos y las crecientes necesidades de las personas en cuanto a entornos vitales. Los vehículos eléctricos se han popularizado ampliamente, y cada vez hay más demanda de materiales para baterías con alta densidad energética, gran capacidad y bajo costo. Comparado con los materiales ternarios, el LFP tiene las ventajas de una alta seguridad, y un bajo costo. La disminución de la subvención a los vehículos de nueva energía aumenta la presión de reducción de costos de las baterías eléctricas, lo que aumenta la competitividad en el mercado del LFP relativamente baratas, y hace que el LFP tenga una gran demanda en el mercado e incluso escaseen. Los productos actuales del mercado generalmente presentan desventajas como una consistencia insuficiente del producto, una baja capacidad, y un rendimiento cíclico deficiente. En vista de ello, es urgente desarrollar un producto de LFP con un rendimiento estable y un rendimiento cíclico destacado.

25 Sumario

La presente divulgación pretende resolver al menos uno de los problemas técnicos existentes en la técnica anterior. En vista de ello, la presente divulgación proporciona un método de preparación de LFP de alto rendimiento y su uso. La implementación del método de preparación favorece la industrialización del LFP y el desarrollo de la industria de LIB.

30

Según un aspecto de la presente divulgación, se proporciona un método de preparación del LFP que incluye los siguientes pasos:

S1: dispersar una sal de litio en un disolvente preparado previamente A, y ajustar un pH de 6,5 a 8,5 con un ácido orgánico para obtener una solución mezclada; y dispersar fosfato de hierro poroso en un disolvente preparado previamente B, y añadir una fuente de carbono

orgánico para obtener una suspensión mezclada A, donde los disolventes preparados previamente A y B son independientemente agua o una dispersión de un disolvente volátil y agua;

- 5** S2: añadir la suspensión mezclada A a la solución mezclada, moler una suspensión resultante para obtener un material molido, añadir un agente dispersante al material molido, y agitar una mezcla resultante para su dispersión para obtener una suspensión mezclada B; y

- 10** S3: envejecer y secar la suspensión mezclada B bajo una presión de 100 Pa a 1.000 Pa para obtener un material seco, y sinterizar el material seco en una atmósfera inerte para obtener el LFP. Debe tenerse en cuenta que la presión de 100 Pa a 1.000 Pa es una presión manométrica.

- 15** El ácido orgánico puede evitar la introducción de impurezas, y el ajuste del pH de 6,5 a 8,5 puede garantizar que una estructura del fosfato de hierro poroso no se vea afectada. El envejecimiento y el secado bajo la presión especificada pueden controlar una presión de vapor, de forma que el material seco se encuentre en un estado homogéneo.

- 20** En algunas realizaciones de la presente divulgación, en S1, el disolvente volátil puede ser uno o más seleccionados del grupo que consiste en etanol, *n*-heptano y acetato de *n*-amilo. El disolvente volátil ayuda a eliminar las impurezas, y puede garantizar la integridad bajo el estado estructural y la eficacia de la reacción.

- 25** En algunas realizaciones preferidas de la presente divulgación, en S1, cuando los disolventes A y B son cada uno la dispersión de un disolvente volátil y agua, una proporción de masa del disolvente volátil al agua puede ser (0,1-0,5):1.

- 30** En algunas realizaciones de la presente divulgación, en S1, una proporción en masa de la sal de litio con respecto al disolvente A puede ser de (0,1-0,4):1.

En algunas realizaciones de la presente divulgación, en S1, la sal de litio puede ser una o más seleccionadas del grupo que consiste en óxido de litio, carbonato de litio, acetato de litio, hidróxido de litio, monohidrato de hidróxido de litio, y nitrato de litio.

- 35** En algunas realizaciones de la presente divulgación, en S1, una proporción en masa del fosfato de hierro poroso con respecto al disolvente B puede ser de (0,3-0,6):1.

En algunas realizaciones de la presente divulgación, en S1, una proporción molar de Fe en el fosfato de hierro poroso con respecto al Li en la sal de litio puede ser de (0,95-1,0):1.

- 5** En algunas realizaciones de la presente divulgación, en S1, una proporción en masa de la fuente de carbono orgánico con respecto al fosfato de hierro poroso puede ser de (0,05-0,3):1.

- 10** En algunas realizaciones de la presente divulgación, en S1, el ácido orgánico puede ser uno o más seleccionados del grupo que consiste en ácido fórmico, ácido acético, ácido oxálico, ácido cítrico, ácido sulfinico, ácido sulfónico, y ácido aromático.

- 15** En algunas realizaciones de la presente divulgación, en S1, el fosfato de hierro poroso puede tener un tamaño de partícula D50 de 1 μm a 20 μm , una porosidad de 25% a 55%, y un tamaño de poro de 50 nm o menos.

- 20** En algunas realizaciones de la presente divulgación, en S1, la fuente de carbono orgánico puede ser una o más seleccionadas del grupo que consiste en almidón, sacarosa, celulosa, glucosa anhidra, glucosa monohidratada, alcohol polivinílico (PVA), polietilenglicol (PEG), ácido poliacrílico (PAA), polivinilpirrolidona (PVP), y quitina.

- 25** En algunas realizaciones de la presente divulgación, en S2, el agente dispersante puede ser uno o más seleccionados del grupo que consiste en Tween, alcohol isopropílico (IPA), glicerol, resina fenólica, acetato de etilo, y resina epoxi.

En algunas realizaciones de la presente divulgación, en S2, el agente dispersante puede añadirse en una cantidad del 1% al 5% de una masa del fosfato de hierro poroso.

- 30** En algunas realizaciones de la presente divulgación, en S2, la agitación para la dispersión puede llevarse a cabo durante 0,2 h a 1 h.

En algunas realizaciones de la presente divulgación, en S2, el material molido puede tener un tamaño de partícula D50 de 0,1 μm a 2,0 μm .

- 35** En algunas realizaciones de la presente divulgación, en S3, el envejecimiento y el secado pueden llevarse a cabo de 60°C a 120°C durante 5 h a 48 h.

En algunas realizaciones de la presente divulgación, en S3, la sinterización puede llevarse a cabo como sigue: en atmósfera inerte, calentando de 600°C a 800°C de 1°C/min a 10°C/min, y manteniendo la temperatura de 4 h a 18 h.

5

En algunas realizaciones de la presente divulgación, en S3, tras la sinterización, un producto de sinterización puede someterse a una trituración por chorro de aire, y el LFP obtenido tras la trituración por chorro de aire puede tener un tamaño de partícula D50 de 0,4 µm a 3,0 µm. La presente divulgación también proporciona el uso del método de preparación descrito anteriormente en la preparación de una LIB.

10

Según una realización preferida de la presente divulgación, ésta tiene al menos los siguientes efectos beneficiosos:

- 15 En la presente divulgación, se preparan previamente disolventes con una volatilidad y una suavidad química especificadas, y se controlan la acidez y la estabilidad de las soluciones mezcladas en el proceso, lo que garantiza que la estructura del fosfato de hierro poroso sea estable en el sistema; y el reactor de envejecimiento a temperatura controlada se controla a una presión especificada para un secado lento, de forma que el material seco se encuentre
- 20 en un estado homogéneo. En resumen, la sal de litio y la fuente de carbono orgánico se incrustan de forma estable en la estructura del fosfato de hierro poroso, la reacción es eficaz y suficiente, y se reducen las fases de impureza en el producto acabado, de forma que el producto preparado tiene una morfología de partícula redondeada uniforme y presenta un rendimiento electroquímico y un rendimiento cíclico largo excelentes. El producto de LFP de
- 25 la presente divulgación puede dar lugar a una capacidad de descarga específica de 159 mAh/g a 0,1 C, una eficiencia inicial del 97% o superior, y una retención de la capacidad del 94% o superior después de 1.500 ciclos a 1 C, y es un material de LFP de alto rendimiento y de ciclo largo, lo que tiene un importante significado orientativo para promover el rápido desarrollo de las industrias de las baterías eléctricas de LFP y de las nuevas energías.

30

Breve descripción de las figuras

La presente divulgación se describe con más detalle a continuación haciendo referencia a las figuras y ejemplos que la acompañan.

- 35 La FIGURA 1 es un patrón de difracción de rayos X (XRD) del LFP del ejemplo 3 de la presente divulgación; y

La FIGURA 2 es una imagen de microscopía electrónica de barrido (SEM) del LFP del ejemplo 3 de la presente divulgación.

5 Descripción detallada

Los conceptos y efectos técnicos de la presente divulgación se describen a continuación de forma clara y completa junto con ejemplos, de forma que se puedan comprender plenamente los objetivos, características y efectos de la presente divulgación. Aparentemente, los ejemplos descritos son sólo algunos y no todos los ejemplos de la presente divulgación.

- 10 Todos los demás ejemplos obtenidos por los expertos en la materia basándose en los ejemplos de la presente divulgación sin esfuerzos creativos deberían entrar dentro del alcance de protección de la presente divulgación.

Ejemplo 1

- 15 En este ejemplo se preparó LFP de alto rendimiento, y el proceso específico de preparación fue el siguiente:

- (1) Se preparó previamente un disolvente A con una volatilidad y una suavidad química especificadas con agua y etanol, después se añadió carbonato de litio al disolvente A, se agitó una mezcla resultante para obtener una dispersión uniforme y, después, se ajustó un pH a 7,5 con ácido acético para obtener una solución mezclada, en donde una masa del etanol fue 35% de una masa del agua y una masa de la sal de litio se controló para que fuera 20% de una masa del disolvente A; y se dispersó fosfato de hierro poroso (con un tamaño de partícula D50 de 8,5 μm , una porosidad de 36%, y un tamaño de poro de aproximadamente 32 nm) en un disolvente preparado previamente B (una composición del disolvente B fue consistente con la composición del disolvente A) después, se añadieron sacarosa y PEG, y una mezcla resultante se agitó para obtener una dispersión uniforme y obtener una suspensión mezclada A, en donde una masa del fosfato de hierro poroso se controló para que fuera 50% de una masa del disolvente B, una proporción molar de Fe en el fosfato de hierro poroso con respecto a Li en la sal de litio se controló para que fuera 0,96:1, una masa total de sacarosa y PEG se controló para que fuera 14% de la masa del fosfato de hierro poroso, y una masa de sacarosa se controló para que fuera 1,3 veces una masa del PEG.

- 35 (2) Bajo agitación continua, la solución mezclada se añadió lentamente a la suspensión mezclada A, una suspensión obtenida tras una dispersión uniforme se molió con un molino de arena a un tamaño de partícula de descarga D50 de 0,335 μm , después se añadieron

Tween e IPA, y una mezcla resultante se agitó durante 0,5 h para obtener una suspensión mezclada B, en donde una masa total del Tween y el IPA fue 2,5% de la masa del fosfato de hierro poroso y una masa del Tween fue 2,0 veces una masa del IPA.

- 5 (3) La suspensión mezclada B se colocó en un reactor de envejecimiento con temperatura controlada, y después se envejeció lentamente y se secó durante 36 h a aproximadamente 200 Pa y 80°C para obtener un material seco; bajo una atmósfera de nitrógeno puro, el material seco se calentó a 700°C a 3°C/min y se mantuvo a esa temperatura durante 10 h, después se enfrió, y se descargó; y un material sinterizado se sometió a una trituration por
- 10 chorro de aire a un tamaño de partícula de descarga D50 de aproximadamente 1,5 µm para obtener el material de LFP de alto rendimiento.

Ejemplo 2

- En este ejemplo se preparó LFP de alto rendimiento, y el proceso específico de preparación
- 15 fue el siguiente:

- (1) Se preparó previamente un disolvente A con una volatilidad y una suavidad química especificadas con agua y *n*-heptano, después se añadió monohidrato de hidróxido de litio al disolvente A, se agitó una mezcla resultante para obtener una dispersión uniforme y, después,
- 20 se ajustó un pH a 7,8 con ácido oxálico para obtener una solución mezclada, en donde una masa del *n*-heptano fue 24% de una masa del agua y una masa de la sal de litio se controló para que fuera 30% de una masa del disolvente A; y se dispersó fosfato de hierro poroso (con un tamaño de partícula D50 de 10,2 µm, una porosidad de 31% y un tamaño de poro de aproximadamente 24 nm) en un disolvente preparado previamente B (una composición del
- 25 disolvente B fue consistente con la composición del disolvente A) después, se añadieron glucosa anhidra y PVA, y una mezcla resultante se agitó para obtener una dispersión uniforme y obtener una suspensión mezclada A, en donde una masa del fosfato de hierro poroso se controló para que fuera 40% de una masa del disolvente B, una proporción molar de Fe en el fosfato de hierro poroso con respecto a Li en la sal de litio se controló para que
- 30 fuera 0,97:1, una masa total de la glucosa anhidra y el PVA se controló para que fuera 21% de la masa del fosfato de hierro poroso, y una masa de la glucosa anhidra se controló para que fuera 1,5 veces una masa del PVA.

- (2) Bajo agitación continua, la solución mezclada se añadió lentamente a la suspensión
- 35 mezclada A, una suspensión obtenida tras una dispersión uniforme se molió con un molino de arena a un tamaño de partícula de descarga D50 de 0.450 µm, después se añadieron

glicerol y acetato de etilo, y una mezcla resultante se agitó durante 1 h para obtener una suspensión mezclada B, en donde una masa total de glicerol y acetato de etilo fue 3% de la masa del fosfato de hierro poroso y una masa de glicerol fue 3,0 veces una masa del acetato de etilo.

5

(3) La suspensión mezclada B se colocó en un reactor de envejecimiento con temperatura controlada, y después se envejeció lentamente y se secó durante 32 h a aproximadamente 350 Pa y 90°C para obtener un material seco; bajo una atmósfera de nitrógeno puro, el material seco se calentó a 730°C a 5°C/min y se mantuvo a esa temperatura durante 9 h, después se enfrió, y se descargó; y un material sinterizado se sometió a una trituration por chorro de aire a un tamaño de partícula de descarga D50 de aproximadamente 1,7 µm para obtener el material de LFP de alto rendimiento.

10

Ejemplo 3

15 En este ejemplo se preparó LFP de alto rendimiento, y el proceso específico de preparación fue el siguiente:

(1) Se preparó previamente un disolvente A con una volatilidad y una suavidad química especificadas con agua, etanol y *n*-heptano, después se añadió hidróxido de litio al disolvente A, se agitó una mezcla resultante para obtener una dispersión uniforme y, después, se ajustó un pH a 7,3 con ácido cítrico y ácido acético para obtener una solución mezclada, en donde una masa del etanol fue 12% de una masa del agua, una masa del *n*-heptano fue 15% de la masa del agua, y una masa de la sal de litio se controló para que fuera 35% de una masa del disolvente A; y fosfato de hierro poroso (con un tamaño de partícula D50 de 4,6 µm, una porosidad de 36%, y un tamaño de poro de aproximadamente 38 nm) se dispersó en un disolvente preparado previamente B (una composición del disolvente B fue consistente con la composición del disolvente A), después se añadieron glucosa anhidra y PAA, y se agitó una mezcla resultante para obtener una dispersión uniforme y obtener una suspensión mezclada A, en donde una masa del fosfato de hierro poroso se controló para que fuera 30% de una masa del disolvente B, una proporción molar de Fe en el fosfato de hierro poroso con respecto a Li en la sal de litio se controló para que fuera 0,97:1, una masa total de la glucosa anhidra y el PAA se controló para que fuera 12% de la masa del fosfato de hierro poroso, y una masa de la glucosa anhidra se controló para que fuera 1,6 veces una masa del PAA.

25

30

35 (2) Bajo agitación continua, la solución mezclada se añadió lentamente a la suspensión mezclada A, una suspensión obtenida tras una dispersión uniforme se molió con un molino

de arena a un tamaño de partícula de descarga D50 de 0,350 μm , después se añadieron Tween y acetato de etilo, y una mezcla resultante se agitó durante 0,5 h para obtener una suspensión mezclada B, en donde una masa total del Tween y el acetato de etilo fue 6% de la masa del fosfato de hierro poroso y una masa del Tween fue 2,7 veces la masa del acetato de etilo.

(3) La suspensión mezclada B se colocó en un reactor de envejecimiento con temperatura controlada, y después se envejeció lentamente y se secó durante 24 h a aproximadamente 450 Pa y 100°C para obtener un material seco; bajo una atmósfera de nitrógeno puro, el material seco se calentó a 745°C a 2°C/min y se mantuvo a esa temperatura durante 9 h, después se enfrió, y se descargó; y un material sinterizado se sometió a una trituration por chorro de aire a un tamaño de partícula de descarga D50 de aproximadamente 1,2 μm para obtener el material de LFP de alto rendimiento.

La FIGURA 1 es un patrón XRD del LFP en este ejemplo. Puede verse en la figura que los picos del material son consistentes con los de la tarjeta estándar del LFP y no hay ningún pico de impureza, lo que indica que el material es LFP, no tiene ninguna fase de impureza, y presenta una cristalinidad excelente.

La FIGURA 2 es una imagen SEM del LFP del ejemplo 3 de la presente divulgación. Se puede observar en la figura que el material tiene partículas redondeadas uniformes, con un revestimiento de carbono prominente, que desempeña un papel importante en la estabilidad del rendimiento del material.

Ejemplo 4

En este ejemplo se preparó LFP de alto rendimiento, y el proceso específico de preparación fue el siguiente:

(1) Se preparó previamente un disolvente A con una volatilidad y una suavidad química especificadas con agua, etanol y acetato de *n*-amilo, después se añadió nitrato de litio al disolvente A, se agitó una mezcla resultante para obtener una dispersión uniforme y, después, se ajustó un pH a 6,8 con ácido acético para obtener una solución mezclada, en donde una masa del etanol fue 10% de una masa del agua, una masa del acetato de *n*-amilo fue 18% de la masa del agua, y una masa de la sal de litio se controló para que fuera 40% de una masa del disolvente A; y se dispersó fosfato de hierro poroso (con un tamaño de partícula D50 de 14,6 μm , una porosidad de 26%, y un tamaño de poro de aproximadamente 23 nm) en un

disolvente preparado previamente B (una composición del disolvente B fue consistente con la composición del disolvente A) después, se añadieron glucosa anhidra y quitina, y una mezcla resultante se agitó para obtener una dispersión uniforme y obtener una suspensión mezclada A, en donde una masa del fosfato de hierro poroso se controló para que fuera 40% de una masa del disolvente B, una proporción molar de Fe en el fosfato de hierro poroso con respecto a Li en la sal de litio se controló para que fuera 0,98:1, una masa total de la glucosa anhidra y la quitina se controló para que fuera 16% de la masa del fosfato de hierro poroso, y una masa de la glucosa anhidra se controló para que fuera 2,2 veces una masa de la quitina.

(2) Bajo agitación continua, la solución mezclada se añadió lentamente a la suspensión mezclada A, una suspensión obtenida tras una dispersión uniforme se molió con un molino de arena a un tamaño de partícula de descarga D50 de 0,568 μm , después se añadieron Tween y glicerol, y una mezcla resultante se agitó durante 0,09 h para obtener una suspensión mezclada B, donde una masa total del Tween y el glicerol fue 9% de la masa del fosfato de hierro poroso y una masa del Tween fue 80% de una masa del glicerol.

(3) La suspensión mezclada B se colocó en un reactor de envejecimiento con temperatura controlada, y después se envejeció lentamente y se secó durante 30 h a aproximadamente 400 Pa y 95°C para obtener un material seco; bajo una atmósfera de nitrógeno puro, el material seco se calentó a 720°C a 4°C/min y se mantuvo a esa temperatura durante 10 h, después se enfrió, y se descargó; y un material sinterizado se sometió a una trituración por chorro de aire a un tamaño de partícula de descarga D50 de aproximadamente 1,9 μm para obtener el material de LFP de alto rendimiento.

Ejemplo 5

En este ejemplo se preparó LFP de alto rendimiento, y el proceso específico de preparación fue el siguiente:

(1) Se preparó previamente un disolvente A con una volatilidad y una suavidad química especificadas con agua y acetato de *n*-amilo, después se añadió carbonato de litio al disolvente A, se agitó una mezcla resultante para obtener una dispersión uniforme y, después, se ajustó el pH a 8,0 con ácido oxálico para obtener una solución mezclada, en donde una masa del acetato de *n*-amilo fue 25% de una masa del agua y una masa de la sal de litio se controló para que fuera 20% de una masa del disolvente A; y se dispersó fosfato de hierro poroso (con un tamaño de partícula D50 de 15,8 μm , una porosidad de 41% y un tamaño de poro de aproximadamente 19 nm) en un disolvente B preparado previamente (una composición del disolvente B fue consistente con la composición del disolvente A) después,

se añadieron almidón y PEG, y la mezcla resultante se agitó para conseguir una dispersión uniforme y obtener una suspensión mezclada A, en donde una masa del fosfato de hierro poroso se controló para que fuera 40% de una masa del disolvente B, una proporción molar de Fe en el fosfato de hierro poroso con respecto a Li en la sal de litio se controló para que fuera 0,99:1, una masa total de almidón y PEG se controló para que fuera 17% de la masa de fosfato de hierro poroso, y una masa de almidón se controló para que fuera 1,1 veces la masa de PEG.

(2) Bajo agitación continua, la solución mezclada se añadió lentamente a la suspensión mezclada A, una suspensión obtenida tras una dispersión uniforme se molió con un molino de arena a un tamaño de partícula de descarga D50 de 0,605 μm , después se añadieron IPA y resina fenólica, y una mezcla resultante se agitó durante 1,0 h para obtener una suspensión mezclada B, donde una masa total del IPA y la resina fenólica fue 7% de la masa del fosfato de hierro poroso y una masa del IPA fue 2,8 veces una masa de la resina fenólica.

(3) La suspensión mezclada B se colocó en un reactor de envejecimiento con temperatura controlada, y después se envejeció lentamente y se secó durante 24 h a aproximadamente 700 Pa y 110°C para obtener un material seco; bajo una atmósfera de nitrógeno puro, el material seco se calentó a 785°C a 5°C/min y se mantuvo a esa temperatura durante 12 h, después se enfrió, y se descargó; y un material sinterizado se sometió a una trituration por chorro de aire a un tamaño de partícula de descarga D50 de aproximadamente 1,6 μm para obtener el material de LFP de alto rendimiento.

Ejemplo comparativo

En este ejemplo comparativo se preparó LFP, y un proceso específico de preparación fue el siguiente:

(1) Se añadió hidróxido de litio al agua, y se agitó una mezcla resultante para obtener una dispersión uniforme y obtener una solución mezclada, en donde una masa de la sal de litio fue 40% de una masa del disolvente; y fosfato de hierro poroso (con un tamaño de partícula D50 de 18,8 μm , una porosidad de 26%, y un tamaño de poro de aproximadamente 49 nm) se dispersó en agua, después se añadieron glucosa anhidra y PAA, y una mezcla resultante se agitó para obtener una dispersión uniforme y obtener una suspensión mezclada A, en donde una masa del fosfato de hierro poroso se controló para que fuera 30% de una masa del disolvente, una proporción molar de Fe en el fosfato de hierro poroso con respecto a Li en la sal de litio se controló para que fuera 0,97:1, una masa total de glucosa anhidra y PAA

controlada de 12% de la masa de fosfato de hierro poroso, y una masa de glucosa anhidra fue controlada para que fuera 3,5 veces una masa del PAA.

(2) Bajo agitación continua, la solución mezclada se añadió rápidamente a la suspensión mezclada A, y una suspensión obtenida tras una dispersión uniforme se molió con un molino de arena a un tamaño de partícula de descarga D50 de 0,495 μm para obtener un material molido.

(3) El material molido se colocó en un reactor de envejecimiento de temperatura controlada y, después, se secó lentamente durante 24 h a 140°C bajo una presión manométrica de aproximadamente menos de 10 Pa para obtener un material seco; bajo una atmósfera de nitrógeno puro, el material seco se calentó a 745°C a 2°C/min y se mantuvo a esa temperatura durante 9 h, después se enfrió, y se descargó; y un material sinterizado se sometió a una trituración por chorro de aire a un tamaño de partícula de descarga D50 de aproximadamente 1,2 μm para obtener el material LFP.

Ejemplo de prueba

Se realizó una prueba de rendimiento eléctrico según el método siguiente: Cada una de las muestras de LFP de los ejemplos 1 a 5 y del ejemplo comparativo y un producto comercialmente disponible, un agente conductor, y fluoruro de polivinilideno (PVDF) se pesaron y mezclaron según una proporción de masa de 92:4:4, después se añadió N-metilpirrolidona (NMP) para preparar una suspensión, se agitó la suspensión durante 4 h y después se recubrió sobre una superficie de una lámina de aluminio a 115°C, y el producto resultante se enrolló, se formó y se ensambló. Con grafito como electrodo negativo, 1 mol/L de LiPF_6 (EC:DEC = 1:1) como electrolito, y una membrana microporosa de polipropileno (PP) como separador, se montó una batería de paquete blando. Tras su formación a 45°C, la batería de paquete blando se sometió a una correspondiente prueba de rendimiento de carga-descarga con un sistema de prueba de baterías a temperatura ambiente y un rango de tensión de prueba de 2,0 V a 3,65 V.

Tabla 1 Rendimiento electroquímico del LFP

Muestra	Capacidad de descarga específica inicial a 0,1 C (mAh/g)	Eficacia de carga-descarga inicial a 0,1 C (%)	Retención de la capacidad tras 1.500 ciclos a 1,0 C y temperatura ambiente
Ejemplo 1	158,4	97,60	94,2%
Ejemplo 2	159,0	97,82	94,5%
Ejemplo 3	158,7	98,64	95,6%

Ejemplo 4	157,3	98,25	95,3%
Ejemplo 5	156,9	97,24	94,1%
Ejemplo comparativo	154,8	97,13	86,4%
Producto comercialmente disponible	156,8	97,20	90,6%

La comparación de los resultados en la Tabla 1 muestra que el material LFP preparado por la presente divulgación muestra un rendimiento superior de carga-descarga y ciclos largos en la aplicación de baterías. Esto se debe a que: en los ejemplos, la dispersabilidad y la estabilidad de un sistema se mejoran de forma integral ajustando un pH con un ácido orgánico, añadiendo un agente dispersante, y controlando una presión de vapor de secado para garantizar que la sal de litio y la fuente de carbono orgánico se incrusten de forma completa y estable en la estructura del fosfato de hierro poroso, de forma que la reacción sea eficiente y suficiente, lo que reduce la generación de fases de impureza en el producto acabado y, en última instancia, mejora la capacidad específica y el rendimiento cíclico.

Los ejemplos de la presente divulgación se describen en detalle con referencia a las figuras adjuntas, pero la presente divulgación no se limita a los ejemplos anteriores. Dentro del alcance del conocimiento que poseen los expertos en el campo técnico, también se pueden realizar diversos cambios sin apartarse del propósito de la presente divulgación. Además, los ejemplos en la presente divulgación y las características de los ejemplos pueden combinarse entre sí en una situación no conflictiva.

REIVINDICACIONES

1. Un método de preparación de fosfato de litio y hierro (LFP), que comprende los siguientes pasos:
 - 5 S1: dispersar una sal de litio en un disolvente preparado previamente A, y ajustar un pH de 6,5 a 8,5 con un ácido orgánico para obtener una solución mezclada; y dispersar fosfato de hierro poroso en un disolvente preparado previamente B, y añadir una fuente de carbono orgánico para obtener una suspensión mezclada A, en donde los disolventes preparados previamente A y B son independientemente agua o una dispersión de un disolvente volátil y
10 agua;
S2: añadir la suspensión mezclada A a la solución mezclada, moler una suspensión resultante para obtener un material molido, añadir un agente dispersante al material molido, y agitar una mezcla resultante para su dispersión para obtener una suspensión mezclada B; y
S3: envejecer y secar la suspensión mezclada B bajo una presión de 100 Pa a 1.000 Pa para
15 obtener un material seco, y sinterizar el material seco en una atmósfera inerte para obtener el LFP.
2. El método de preparación según la reivindicación 1, en donde en S1, el disolvente volátil
20 es uno o más seleccionados del grupo que consiste en etanol, *n*-heptano y acetato de *n*-amilo.
3. El método de preparación según la reivindicación 1, en donde en S1, la sal de litio es una o más seleccionadas del grupo que consiste en óxido de litio, carbonato de litio, acetato de litio, hidróxido de litio, monohidrato de hidróxido de litio, y nitrato de litio.
25
4. El método de preparación según la reivindicación 1, en donde en S1, el ácido orgánico es uno o más seleccionados del grupo que consiste en ácido fórmico, ácido acético, ácido oxálico, ácido cítrico, ácido sulfínico, ácido sulfónico, y ácido aromático.
5. El método de preparación según la reivindicación 1, en donde en S1, el fosfato de hierro
30 poroso tiene un tamaño de partícula D50 de 1 µm a 20 µm, una porosidad de 25% a 55%, y un tamaño de poro de 50 nm o menos.
6. El método de preparación según la reivindicación 1, en donde en S1, la fuente de carbono
35 orgánico es una o más seleccionadas del grupo que consiste en almidón, sacarosa, celulosa, glucosa anhidra, monohidrato de glucosa, alcohol polivinílico (PVA), polietilenglicol (PEG),

ácido poliacrílico (PAA), polivinilpirrolidona (PVP), y quitina.

7. El método de preparación según la reivindicación 1, en donde en S2, el agente dispersante es uno o más seleccionados del grupo que consiste en Tween, alcohol isopropílico (IPA), glicerol, resina fenólica, acetato de etilo, y resina epoxi.
8. El método de preparación según la reivindicación 1, en donde en S2, el material molido tiene un tamaño de partícula D50 de 0,1 μm a 2,0 μm .
9. El método de preparación según la reivindicación 1, en donde en S3, el envejecimiento y secado se llevan a cabo de 60°C a 120°C durante 5 h a 48 h.
10. Uso del método de preparación según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9 en la preparación de una batería de iones de litio (LIB).

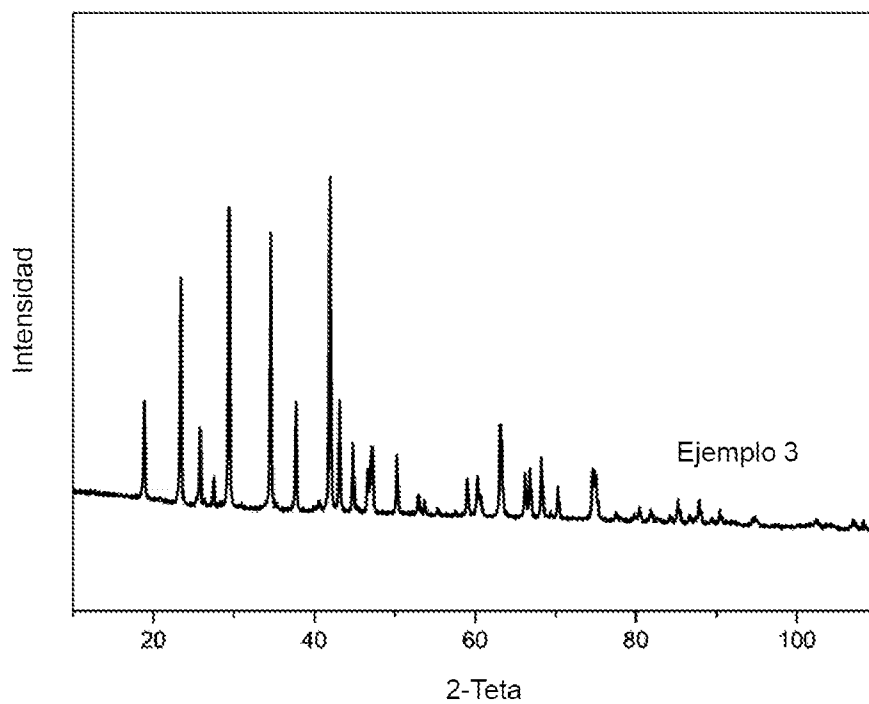


FIGURA 1

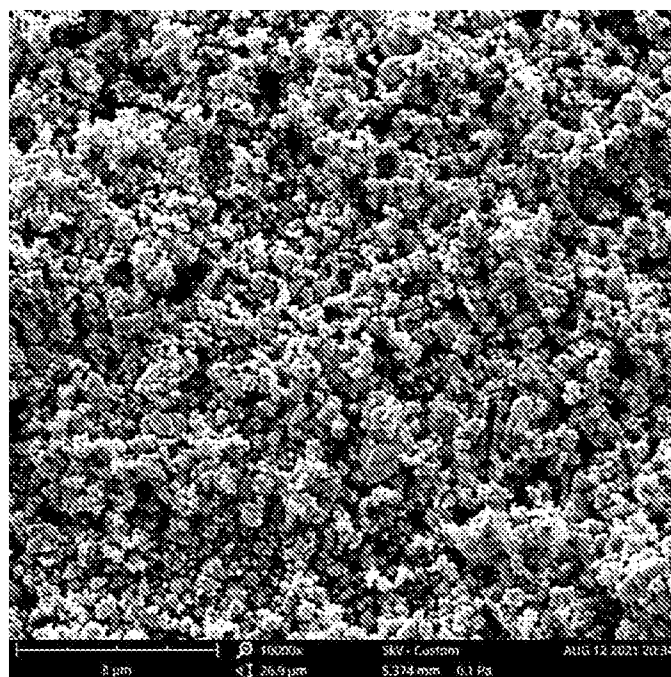


FIGURA 2