



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108609595 A

(43)申请公布日 2018.10.02

(21)申请号 201810440925.6

(22)申请日 2018.05.10

(71)申请人 湖南雅城新材料有限公司

地址 410600 湖南省长沙市宁乡经济技术  
开发区新康路雅城工业园

(72)发明人 王振中

(74)专利代理机构 长沙智嵘专利代理事务所

(普通合伙) 43211

代理人 张洪敏

(51) Int. Cl.

C01B 25/37(2006.01)

C01B 25/45(2006.01)

H01M 4/58(2010.01)

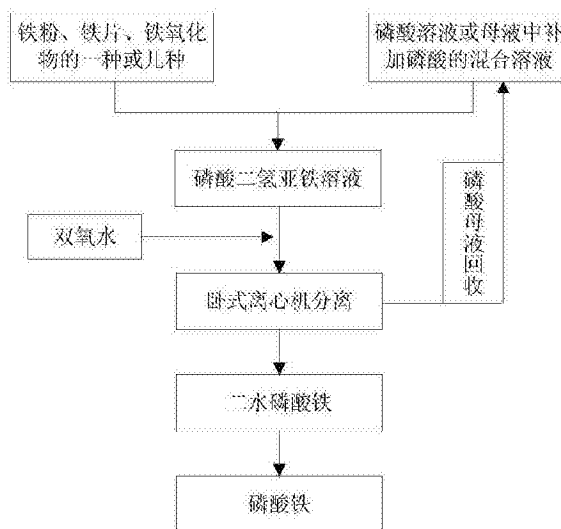
权利要求书1页 说明书6页 附图1页

(54)发明名称

磷酸铁及其制备方法和应用

(57)摘要

本发明公开了一种无水磷酸铁及其制备方法和应用,包括以下步骤:(1)将铁源与磷源混合,加热反应后得到反应液,控制反应终点的pH值为1.8~2.5;铁源为铁粉、铁片、铁的氧化物中的一种或几种;(2)向步骤(1)得到的反应液中加入双氧水,反应完成后,升温至85~98℃继续反应,得到二水磷酸铁;(3)将步骤(2)得到的二水磷酸铁煅烧,即得磷酸铁。本发明提供一种高纯度的,无废水排放的工艺简单的无水磷酸铁的制备方法。制备得到的无水磷酸铁,作为合成高振实密度球形磷酸铁锂的前驱物,满足了高压实密度和电化学性能的磷酸铁锂的需求。



1. 一种磷酸铁的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 将铁源与磷源混合,加热反应后得到反应液,控制反应终点的pH值为1.8~2.5;所述铁源为铁粉、铁片、铁的氧化物中的一种或几种;

(2) 向所述步骤(1)得到的反应液中加入双氧水,反应完成后,升温至85~98℃继续反应,得到二水磷酸铁;

(3) 将所述步骤(2)得到的二水磷酸铁煅烧,即得所述磷酸铁。

2. 根据权利要求1所述的磷酸铁的制备方法,其特征在于,所述步骤(1)中铁源中铁元素与磷源中磷元素的摩尔比为1:2.5~3.5。

3. 根据权利要求1所述的磷酸铁的制备方法,其特征在于,所述步骤(1)的反应过程中加入双氧水或三氧化二铁控制反应终点的pH值。

4. 根据权利要求3所述的磷酸铁的制备方法,其特征在于,所述步骤(1)中加入的双氧水与所述铁源中铁元素的摩尔比为0.05~0.15:1;和/或所述步骤(1)中加入的三氧化二铁与所述铁源中铁元素的摩尔比为0.1~0.3:1。

5. 根据权利要求1所述的磷酸铁的制备方法,其特征在于,所述步骤(1)中反应温度为40~65℃,反应时间为2~8h。

6. 根据权利要求1所述的磷酸铁的制备方法,其特征在于,所述步骤(1)中所述磷源为磷酸溶液。

7. 根据权利要求1至6中任一项所述的磷酸铁的制备方法,其特征在于,所述步骤(2)中加入双氧水的摩尔量与所述步骤(1)中铁源的摩尔量之比为0.1~0.2:1,控制所述双氧水的滴加时间为0.5~8h。

8. 根据权利要求1至6中任一项所述的磷酸铁的制备方法,其特征在于,所述步骤(2)中升温至85~98℃后,反应的时间为0.5~5h。

9. 权利要求1至8中任一项所述的磷酸铁的制备方法制备得到的磷酸铁。

10. 权利要求1至8中任一项所述的磷酸铁的制备方法制备得到的磷酸铁在磷酸铁锂电池中的应用。

## 磷酸铁及其制备方法和应用

### 技术领域

[0001] 本发明涉及锂电池原料技术领域,特别地,涉及一种磷酸铁及其制备方法和应用。

### 背景技术

[0002] 近年来,磷酸铁锂电池在UPS、电动工具、电动自行车、电动汽车、储能电池等领域具有非常广泛的运用,尤其是电动汽车领域。国家政策调整之后,对电池能量密度提出了更高的要求,高压实密度( $>2.4\text{g}/\text{cm}^3$ )的磷酸铁锂成为了目前磷酸铁锂的基础指标,未来还会有更高的需求。磷酸铁锂中磷酸铁的形貌、粒度分布、颗粒致密度、振实密度等因素是制约磷酸铁锂高压实密度的重要因素。

[0003] 目前磷酸铁的生产工艺多采用磷酸二氢铵与硫酸亚铁为原料,然而上述生产工艺会产生其他副产物,从而产生大量的废水,比如含有大量氮、磷、硫、铁的污染物存在于废水中,而废水处理会导致上述生产工艺的成本增加,导致终端电动车成本提高。此外,副产物的存在对磷酸铁的纯度有较大的影响,从而降低磷酸铁锂电池的电化学性能。

### 发明内容

[0004] 本发明提供了一种磷酸铁及其制备方法和应用,以解决现有方法制备得到的磷酸铁密度低、纯度低而影响磷酸铁锂电池的电化学性能并且制备过程中废水处理增加生产成本的技术问题。

[0005] 本发明采用的技术方案如下:

[0006] 一种无水磷酸铁的制备方法,包括以下步骤:

[0007] (1) 将铁源与磷源混合,加热反应后得到反应液,控制反应终点的pH值为1.8~2.5;铁源为铁粉、铁片、铁的氧化物中的一种或几种;

[0008] (2) 向步骤(1)得到的反应液中加入双氧水,反应完成后,升温至85~98℃继续反应,得到二水磷酸铁;

[0009] (3) 将步骤(2)得到的二水磷酸铁煅烧,即得磷酸铁。

[0010] 进一步地,步骤(1)中铁源中铁元素与磷源中磷元素的摩尔比为1:2.5~3.5。

[0011] 进一步地,步骤(1)的反应过程中加入双氧水或三氧化二铁控制反应终点的pH值。

[0012] 进一步地,步骤(1)中加入的双氧水与铁源中铁元素的摩尔比为0.05~0.15:1。

[0013] 进一步地,步骤(1)中加入的三氧化二铁与铁源中铁元素的摩尔比为0.1~0.3:1。

[0014] 进一步地,步骤(1)中反应温度为40~65℃,反应时间为2~8h。

[0015] 进一步地,步骤(1)中磷源为磷酸溶液。

[0016] 进一步地,步骤(2)中加入双氧水的摩尔量与步骤(1)中铁源的摩尔量之比为0.1~0.2:1,控制双氧水的滴加时间为0.5~8h。

[0017] 进一步地,步骤(2)中升温至85~98℃后,反应的时间为0.5~5h。

[0018] 根据本发明的另一方面,还提供了上述磷酸铁的制备方法制备得到的磷酸铁。

[0019] 根据本发明的另一方面,还提供了上述磷酸铁的制备方法制备得到的磷酸铁在磷

## 酸铁锂电池中的应用

[0020] 本发明具有以下有益效果：

[0021] 1、本发明提供的磷酸铁的制备方法，直接使用铁粉、铁片、铁的氧化物中的一种或几种作为原料，由于体系中无其它杂质离子的存在，铁离子与磷酸根离子受到的斥力较小，从而提高所得磷酸铁的密实度。

[0022] 2、本发明提供的磷酸铁的制备方法，直接使用铁粉、铁片、铁的氧化物中的一种或几种作为原料，与磷酸二氢铵、硫酸亚铁生产磷酸铁的传统工艺相比，避免了大量副产物盐的产生，减少后续除杂工艺；并且由于体系中没有其他的杂质离子，生成二水磷酸铁后的溶液可作为磷源循环使用，实现无废水排放的目的。另外，其微量金属含量少，更容易控制，微量元素是影响电池自放电的主要因素，因此可以通过抑制电池的自放电，延长电池的使用寿命。

[0023] 3、本发明提供的磷酸铁的制备方法，铁源与磷源的反应中控制反应终点的pH值为1.8~2.5，保证铁的充分溶解，避免未溶解的铁混合到磷酸铁的颗粒中，影响产品的纯度和性能；另外，磷酸铁在pH值1.8~2.5的条件下溶解度较小，能够提高磷酸铁的收率；同时磷酸铁的晶型完整性好，对生成的磷酸铁锂的电化学性能产生有利的影响。

[0024] 4、本发明制备得到的磷酸铁，晶相纯，结晶度好，密实度高。利用无水磷酸铁制备出来的磷酸铁锂压实密度大于 $2.5\text{g}/\text{cm}^3$ 。

[0025] 5、本发明制备得到的磷酸铁，作为合成高振实密度球形磷酸铁锂的前驱物，通过磷酸铁的制备方法的工艺实施，既可以生产出满足高压实密度和电化学性能的磷酸铁锂，又可以有效地降低环保的压力，大大降低磷酸铁锂的生产成本。

[0026] 除了上面所描述的目的、特征和优点之外，本发明还有其它的目的、特征和优点。下面将参照附图，对本发明作进一步详细的说明。

## 附图说明

[0027] 构成本申请的一部分的附图用来提供对本发明的进一步理解，本发明的示意性实施例及其说明用于解释本发明，并不构成对本发明的不当限定。在附图中：

[0028] 图1是本发明优选实施例的无水磷酸铁的制备方法的工艺流程示意图。

## 具体实施方式

[0029] 需要说明的是，在不冲突的情况下，本申请中的实施例及实施例中的特征可以相互组合。下面将参考附图并结合实施例来详细说明本发明。

[0030] 参照图1，本发明的优选实施例提供了一种磷酸铁的制备方法，包括以下步骤：

[0031] 一种磷酸铁的制备方法，包括以下步骤：

[0032] (1) 将铁源与磷源混合，加热反应后得到反应液，控制反应终点的pH值为1.8~2.5；铁源为铁粉、铁片、铁的氧化物中的一种或几种；

[0033] (2) 向步骤(1)得到的反应液中加入双氧水，反应完成后，升温至 $85\sim 98^\circ\text{C}$ 继续反应，得到二水磷酸铁；

[0034] (3) 将步骤(2)得到的二水磷酸铁煅烧，即得磷酸铁。

[0035] 上述磷酸铁的制备方法，直接使用铁粉、铁片、铁的氧化物中的一种或几种作为原

料,由于体系中无其它杂质离子的存在,铁离子与磷酸根离子受到的斥力较小,从而提高所得磷酸铁的密实度。

[0036] 上述磷酸铁的制备方法,直接使用铁粉、铁片、铁的氧化物中的一种或几种作为原料,与磷酸二氢铵、硫酸亚铁生产磷酸铁的传统工艺相比,避免了大量副产物盐的产生,减少后续除杂工艺;并且由于体系中没有其他的杂质离子,生成二水磷酸铁后的溶液可作为磷源循环使用,实现无废水排放的目的。另外,其微量元素含量少,更容易控制,微量元素是影响电池自放电的主要因素,因此可以通过抑制电池的自放电,延长电池的使用寿命。

[0037] 上述磷酸铁的制备方法,铁源与磷源的反应中控制反应终点的pH值为1.8~2.5,保证铁的充分溶解,避免未溶解的铁混合到磷酸铁的颗粒中,影响产品的纯度和性能;另外,磷酸铁在pH值1.8~2.5的条件下溶解度较小,能够提高磷酸铁的收率;同时磷酸铁的晶型完整性好,对生成的磷酸铁锂的电化学性能产生有利的影响。上述制备方法中,铁源与磷源混合后,加入适量的水使反应体系中铁的质量百分含量为3%~8%。

[0038] 上述磷酸铁的制备方法中,控制铁源与磷源的反应终点pH值,当pH值低于1.8时对磷酸铁晶体的完整性会有很大的影响,主要表现在生成的磷酸铁中铁磷比低于0.96,即磷酸铁中铁的缺陷较多,对制备磷酸铁锂的电化学性能产生不利影响;当pH值高于2.5时,铁离子将会发生水解,得不到纯度较高的磷酸铁。因此必须控制铁源与磷源反应终点的pH值在1.8~2.5之间,才能最终得到纯度高、晶型完整、高收率的磷酸铁。

[0039] 优选的,步骤(1)中铁源中铁元素与磷源中磷元素的摩尔比为1:2.5~3.5。上述反应步骤中调节铁元素与磷元素的摩尔比,使得铁源充分溶解,避免少量的铁源混合到磷酸铁颗粒中,影响产品的纯度和性能。当上述摩尔比小于1:3.5时,铁源易于溶解,但是整个体系的pH值较低,在强酸性的环境中磷酸铁溶解度增大,滤液呈现红色,经过检测表明滤液中还有很多三价铁离子没有沉淀下来,导致回收率比较低。当上述摩尔比大于1:2.5时,铁源溶解不完全,且会混合到生成的磷酸铁颗粒中,导致磷酸铁的纯度降低,影响磷酸铁的性能;同时由于金属的存在,用上述得到的磷酸铁制备的磷酸铁锂自放电严重,循环性能不佳;由于化学计量比不稳定,会影响磷酸铁锂不同生产批次的稳定性。

[0040] 优选的,步骤(1)的反应过程中加入双氧水或三氧化二铁控制反应终点的pH值。上述步骤(1)的反应液中加入双氧水时,双氧水把部分的二价铁氧化为三价铁,三价铁再与少量不溶解的铁粉发生氧化还原反应,从而促使铁粉反应完全,转化为磷酸二氢亚铁。上述步骤(1)的反应中,铁粉与磷酸反应的过程是按1:2化学计量比进行的,但随着反应的进行,溶液中磷酸的浓度不断降低,反应速率变得极为缓慢;通过加入双氧水,将溶液中的二价铁离子氧化后,加快反应速度,而这个氧化还原反应是耗酸的过程,随着反应的进行,溶液的pH值不断升高。上述步骤(1)的反应液中加入三氧化二铁时,其比铁粉更易溶于磷酸溶液中,并且与未溶解的铁粉发生氧化还原反应,促进铁粉反应完全,转化为磷酸二氢亚铁。氧化铁的溶解,是一个耗酸的过程,pH值不断升高,通过三氧化二铁的加入量来调节体系的pH值。溶液pH值通过双氧水或三氧化二铁进行调节,避免杂质的引入,得到在pH值为1.8~2.5的范围内生成的磷酸二氢亚铁。通过控制溶液的pH值进一步提高产品的纯度和产率。

[0041] 优选的,步骤(1)中加入的双氧水与铁源中铁元素的摩尔比为0.05~0.15:1。上述溶液中,铁源的加入含有剩余少量不溶解的铁粉,通过加入双氧水,把部分的亚铁氧化成三价铁,三价铁再与少量不溶解的铁粉进行氧化还原反应,生成磷酸二氢亚铁溶液,使得铁源

与磷源反应完全,避免剩余的不溶解的铁粉降低产品的纯度。当加入的双氧水与铁元素的摩尔比小于0.05时,将会有小部分的铁粉无法溶解,造成浪费,与此同时体系的pH值过低,也会影响最终磷酸铁产品的收率;但当加入的双氧水与铁元素的摩尔比大于0.15时,双氧水过量较多,除了将未溶解的铁源溶解完以外,还会将部分的亚铁离子氧化成三价铁离子,影响反应终点pH值的控制。

[0042] 优选的,步骤(1)中加入的三氧化二铁与铁源中铁元素的摩尔比为0.1~0.3:1。上述三氧化二铁更易溶于磷酸溶液中,与磷酸反应完全,并且三价铁与未反应的铁粉进行氧化还原反应,减少不溶解的铁粉,保证磷酸铁锂的电化学性能。当加入的三氧化二铁与铁元素的摩尔比小于0.1时,将会有小部分的铁粉无法溶解,造成浪费,与此同时体系的pH值过低,也会影响最终产品磷酸铁的收率;但当加入的三氧化二铁与铁的比例大于0.3时,三价铁离子过量较多,除了将未溶解的铁粉溶解完以外,还会生成三价铁离子,将会影响到磷酸铁的铁磷比。

[0043] 优选的,步骤(1)中反应温度为40~65℃,反应时间为2~8h。上述铁源与磷源在反应釜中混合,需要伴随着不断搅拌并加热,有效防止结块,提高溶解速度,采用的反应温度是形成磷酸二氢亚铁适宜的温度。

[0044] 优选的,步骤(1)中磷源为磷酸溶液。磷酸铁的传统生产工艺多为磷酸二氢铵与硫酸亚铁生产磷酸铁,但是副产物较多,上述磷源为磷酸溶液,采用铁粉、铁片或者铁的氧化物与磷酸制备磷酸铁的过程,没有副产物,产品纯度大大提升,保证了磷酸铁锂的电化学性能,同时,在生产磷酸铁的过程中无污水产生,降低了产品的生产成本。

[0045] 优选的,步骤(2)中加入双氧水的摩尔量与步骤(1)中铁源的摩尔量之比为0.1~0.2:1,控制双氧水的滴加时间为0.5~8h。上述步骤(2)中,双氧水的滴加时间小于0.5h时,滴加速度过快,亚铁离子快速地氧化,磷酸铁晶体也快速地生长,对磷酸铁晶体的晶型产生很大影响,使其密实度降低,在制备磷酸铁锂时影响其压实密度;双氧水的滴加时间大于8h时,滴加速度太慢,使亚铁离子的氧化时间太长,延长了磷酸铁的生产周期,提高了生产成本。上述步骤(2)中双氧水的滴加时间较长,使得亚铁离子缓慢氧化,控制晶核数量,延长晶体生长时间,提高晶体的密实度,直接保证磷酸铁的密实度,满足高压实磷酸铁锂的要求。双氧水的滴加时间是在微观上控制高密实度磷酸铁的关键步骤。

[0046] 优选的,步骤(2)中加入双氧水后,氧化还原反应的温度也为40~65℃,反应在不断地搅拌下进行。

[0047] 优选的,步骤(2)中升温至85~98℃后,反应的时间为0.5~5h。上述步骤中采用85~98℃保温0.5~5h,为晶型磷酸铁转变的最适宜温度范围。上述步骤(2)中,升温至85~98℃反应完成后,离心分离,得到二水磷酸铁。离心分离采用卧螺离心机分离得到晶型磷酸铁。反应后的溶液可以作为磷酸母液,同时需要补加磷酸,回收至制备磷酸亚铁阶段,实现循环利用。

[0048] 上述步骤(3)具体步骤为:将步骤(2)得到的二水磷酸铁,采用蒸馏水进行搅拌洗涤,再离心分离、闪蒸干燥后煅烧,获得无水磷酸铁。上述无水磷酸铁的制备方法工艺简单、成本低、纯度高、磷酸母液循环利用,无废水排放。

[0049] 根据本发明的另一方面,还提供了上述磷酸铁的制备方法制备得到的磷酸铁。上述磷酸铁晶相纯,结晶度好,密实度高,振实密度大于1.1g/cm<sup>3</sup>。利用上述磷酸铁制备得到

的磷酸铁锂压实密度大于 $2.5\text{g}/\text{cm}^3$ 。

[0050] 根据本发明的另一方面,还提供了上述磷酸铁的制备方法制备得到的磷酸铁在磷酸铁锂电池中的应用。上述磷酸铁,作为合成高振实密度球形磷酸铁锂的前驱物,通过磷酸铁的制备方法的工艺实施,既可以生产出满足高压实密度和电化学性能的磷酸铁锂,又可以有效地降低环保的压力,大大降低磷酸铁锂的生产成本。

[0051] 实施例

[0052] 以下实施例中各化学试剂均为市售。

[0053] 实施例1

[0054] 本实施例中磷酸铁的制备方法,包括以下步骤:

[0055] (1) 称取 $1613.5\text{g}$  85%的磷酸溶液于反应釜中,加水将其浓度配置成 $3.5\text{mol}/\text{L}$ ,将溶液温度升高到 $55^\circ\text{C}$ ,将 $224\text{g}$ 铁粉缓慢加入反应釜中,此时铁源与磷源的摩尔比为 $1:3.5$ ,然后加入适量水,使铁的质量百分比含量为5%,不断搅拌下反应 $4\text{h}$ ,得到pH值为1.8的磷酸二氢亚铁溶液,过滤。

[0056] (2) 向上述磷酸二氢亚铁溶液中缓慢加入 $755.5\text{g}$ 质量分数为27%的双氧水,不断搅拌下,将反应温度控制在 $40^\circ\text{C}$ ,控制双氧水的滴加时间为 $4\text{h}$ ;上述条件下亚铁离子缓慢氧化,控制晶核数量,保证了晶体生长时间,达到取得高密实的磷酸铁的目的,这是本发明在微观上控制磷酸铁密实度的关键步骤;再将反应溶液升温到 $85^\circ\text{C}$ ,保温 $5\text{h}$ 。反应完成后使用卧螺离心机分离,分别得到二水磷酸铁和磷酸母液,磷酸母液可以循环利用。

[0057] (3) 采用蒸馏水搅拌洗涤得到的二水磷酸铁,通过离心分离、闪蒸干燥后,通过煅烧得到无水磷酸铁。

[0058] 采用本实施例制备的无水磷酸铁制备磷酸铁锂的压实密度可达 $2.5\text{g}/\text{cm}^3$ 。

[0059] 实施例2

[0060] 本实施例中磷酸铁的制备方法,包括以下步骤:

[0061] (1) 在实施例1中得到的磷酸母液中,补加 $230.6\text{g}$  85%的磷酸溶液,将溶液温度升高到 $55^\circ\text{C}$ ,将 $224\text{g}$ 铁粉缓慢加入反应釜中,此时铁源与磷源的摩尔比为 $1:3$ ,然后加入适量水,使铁的质量百分比含量为5%,不断搅拌下反应 $4\text{h}$ ,加入 $50\text{g}$ 的质量分数为27%的双氧水,双氧水把部分的二价铁氧化为三价铁,三价铁再与少量不溶解的铁粉发生氧化还原反应,从而促使铁粉反应完全,转化为磷酸二氢亚铁,得到pH值为2.2的磷酸二氢亚铁溶液,过滤。

[0062] (2) 向上述磷酸二氢亚铁溶液中缓慢加入 $755.5\text{g}$ 质量分数为27%的双氧水,不断搅拌下,将反应温度控制在 $55^\circ\text{C}$ ,控制双氧水的滴加时间为 $6\text{h}$ ;再将反应溶液进行升温到 $90^\circ\text{C}$ ,保温 $4\text{h}$ 。反应完成后使用卧螺离心机分离,分别得到二水磷酸铁和磷酸母液,磷酸母液可以循环利用。

[0063] (3) 采用蒸馏水搅拌洗涤得到的二水磷酸铁,通过离心分离、闪蒸干燥后,通过煅烧得到无水磷酸铁。

[0064] 采用本实施例制备的无水磷酸铁制备磷酸铁锂的压实密度可达 $2.55\text{g}/\text{cm}^3$ 。

[0065] 实施例3

[0066] 本实施例中磷酸铁的制备方法,包括以下步骤:

[0067] (1) 在实施例1中得到的磷酸母液中,补加 $138.4\text{g}$  85%的磷酸溶液,将溶液温度升

高到55℃,将201.6g铁粉缓慢加入反应釜中,此时铁源与磷源的摩尔比为1:2.3,然后加入适量水,使铁的质量百分比含量为5%,不断搅拌下反应4h,再补充32g三氧化二铁,其比铁粉更易溶于磷酸溶液中,并且与未溶解的铁粉发生氧化还原反应,促进铁粉反应完全,转化为磷酸二氢亚铁,得到pH值为2.1的磷酸二氢亚铁溶液,过滤。

[0068] (2) 向上述磷酸二氢亚铁溶液中缓慢加入755.5g质量分数为27%的双氧水,不断搅拌下,将反应温度控制在65℃,控制双氧水的滴加时间为8h,再将反应溶液进行升温到95℃,保温2h。反应完成后使用卧螺离心机分离,分别得到二水磷酸铁和磷酸母液,磷酸母液可以循环利用。

[0069] (3) 采用蒸馏水搅拌洗涤得到的二水磷酸铁,通过离心分离、闪蒸干燥后,通过煅烧得到无水磷酸铁。

[0070] 采用本实施例制备的无水磷酸铁制备磷酸铁锂的压实密度可达2.6g/cm<sup>3</sup>。

[0071] 实施例4

[0072] 本实施例中磷酸铁的制备方法,包括以下步骤:

[0073] (1) 在实施例1中得到的磷酸母液中,补加92.2g 85%的磷酸溶液,将溶液温度升高到55℃,将201.6g铁粉缓慢加入反应釜中,此时铁源与磷源的摩尔比为1:1.5,然后加入适量水,使铁的质量百分比含量为5%,不断搅拌下反应4h,加入74.2g的质量分数为27%的双氧水,双氧水把部分的二价铁氧化为三价铁,三价铁再与少量不溶解的铁粉发生氧化还原反应,从而促使铁粉反应完全,转化为磷酸二氢亚铁,得到pH值为2.5的磷酸二氢亚铁溶液,过滤。

[0074] (2) 向上述磷酸二氢亚铁溶液中缓慢加入755.5g质量分数为27%的双氧水,不断搅拌下,将反应温度控制在65℃,控制双氧水的滴加时间为8h,再将反应溶液进行升温到95℃,保温2h。反应完成后使用卧螺离心机分离,分别得到二水磷酸铁和磷酸母液,磷酸母液可以循环利用。

[0075] (3) 采用蒸馏水搅拌洗涤得到的二水磷酸铁,通过离心分离、闪蒸干燥后,通过煅烧得到无水磷酸铁。

[0076] 采用本实施例制备的无水磷酸铁制备磷酸铁锂的压实密度可达2.5g/cm<sup>3</sup>。

[0077] 上述实施例证明使用本发明制备的高密实度的磷酸铁,用于制备得到磷酸铁锂的压实密度达到2.5g/cm<sup>3</sup>以上,满足了高压实密度磷酸铁锂对磷酸铁的要求。并且,本发明的制备方法工艺简单、成本低,制备得到的磷酸铁纯度高,生成的磷酸母液能够循环利用,无废水排放,是一条高效的、创新性的磷酸铁合成工艺。

[0078] 以上所述仅为本发明的优选实施例而已,并不用于限制本发明,对于本领域的技术人员来说,本发明可以有各种更改和变化。凡在本发明的精神和原则之内,所作的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。



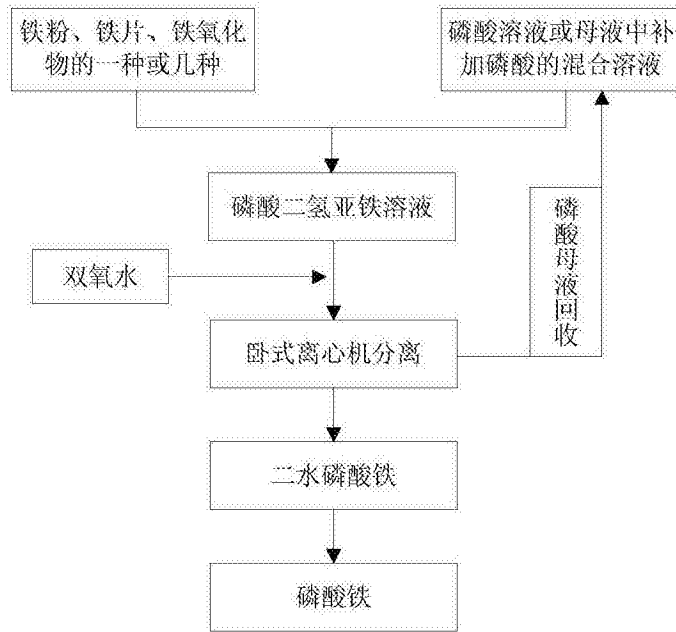


图1