



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103663401 A

(43) 申请公布日 2014. 03. 26

(21) 申请号 201210363320. 4

(22) 申请日 2012. 09. 26

(71) 申请人 比亚迪股份有限公司

地址 518118 广东省深圳市坪山新区比亚迪
路 3009 号

(72) 发明人 游军飞 易敏 徐茶清 肖峰

(51) Int. Cl.

C01B 25/37(2006. 01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种磷酸铁粉体的制备方法

(57) 摘要

本发明提供了一种磷酸铁粉体的制备方法, 将磷酸与三价铁化合物直接在水中 60-100℃ 反应, 洗涤干燥后得到所述磷酸铁粉体; 磷酸以 H_3PO_4 计, 三价铁化合物以 Fe^{3+} 计, 磷酸与三价铁化合物的摩尔比为 (10~20):1, 磷酸与水的质量比为 1:(5~10); 所述三价铁化合物选自为氧化铁和 / 或氢氧化铁。发明提供的磷酸铁粉体的制备方法, 整个过程中不产生气体, 而且所采用的原料中不引入其它杂质元素, 整个溶液体系可循环使用, 降低制备成本; 反应完成后直接洗涤干燥即可得到纯度高达 99.5% 以上的磷酸铁粉体。

1. 一种磷酸铁粉体的制备方法,其特征在于,将磷酸与三价铁化合物直接在水中 60~100℃反应,洗涤干燥后得到所述磷酸铁粉体;磷酸以 H_3PO_4 计,三价铁化合物以 Fe^{3+} 计,磷酸与三价铁化合物的摩尔比为 (10~20):1,磷酸与水的质量比为 1:(5~10);所述三价铁化合物选自氧化铁和 / 或氢氧化铁。

2. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,所述三价铁化合物的纯度为 99% 以上。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述的制备方法,其特征在于,磷酸以 H_3PO_4 计,三价铁化合物以 Fe^{3+} 计,磷酸与三价铁化合物的摩尔比为 (10~15):1。

4. 根据权利要求 3 所述的制备方法,其特征在于,磷酸以 H_3PO_4 计,三价铁化合物以 Fe^{3+} 计,磷酸与三价铁化合物的摩尔比为 (10~13):1。

5. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,磷酸以 H_3PO_4 计,磷酸与水的质量比为 1:(7~10)。

6. 根据权利要求 5 所述的制备方法,其特征在于,磷酸以 H_3PO_4 计,磷酸与水的质量比为 1:(8~10)。

7. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,反应温度为 70~90℃。

8. 根据权利要求 1 或 7 所述的制备方法,其特征在于,反应时间为 1~3h。

9. 根据权利要求 8 所述的制备方法,其特征在于,反应时间为 2~3h。

一种磷酸铁粉体的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于电池电极材料领域,尤其涉及一中磷酸铁粉体的制备方法。

背景技术

[0002] 磷酸铁粉体在电池的电极材料中具有广泛应用前景,因此寻求一种工艺简单、原料易得以获得低成本、高质量的磷酸铁粉体的制备方法已成为当务之急。目前,磷酸铁的制备方法均通过先将二价铁与磷酸反应后再氧化物制备而成。例如,CN101327918A(即CN200810031988.2)中公开了一种正磷酸铁的制备方法,通过在酸性条件下先将亚铁盐溶液氧化成铁盐溶液,氧化剂为双氧水或氯酸钠;然后用磷酸盐或磷酸一氢盐与铁盐溶液反应,生成含有氢氧化铁的碱式磷酸铁,再磷酸溶液处理该碱式磷酸铁粗品,固液分离后得到正磷酸铁产品。该方法中,将亚铁盐氧化成铁盐溶液过程中会产生气体,磷酸消耗量大,且原料中会带入其它元素导致后期提纯时难以彻底去除,溶液不能循环利用,制备成本非常高。

发明内容

[0003] 本发明解决了现有技术中存在的磷酸铁粉体制备方法存在的产生气体、引入杂质元素难以去除、成本高的技术问题。

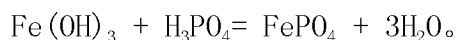
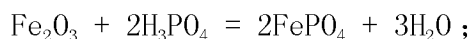
[0004] 本发明提供了一种磷酸铁粉体的制备方法,将磷酸与三价铁化合物直接在水中60-100℃反应,洗涤干燥后得到所述磷酸铁粉体;磷酸以 H_3PO_4 计,三价铁化合物以 Fe^{3+} 计,磷酸与三价铁化合物的摩尔比为(10~20):1,磷酸与水的质量比为1:(5~10);所述三价铁化合物选自为氧化铁和/或氢氧化铁。

[0005] 本发明提供的磷酸铁粉体的制备方法,整个过程中不产生气体,而且所采用的原料中不引入其它杂质元素,整个溶液体系可循环使用,降低制备成本;反应完成后直接洗涤干燥即可得到纯度高达99.5%以上的磷酸铁粉体。

具体实施方式

[0006] 本发明提供了一种磷酸铁粉体的制备方法,将磷酸与三价铁化合物直接在水中60-100℃反应,洗涤干燥后得到所述磷酸铁粉体;磷酸以 H_3PO_4 计,三价铁化合物以 Fe^{3+} 计,磷酸与三价铁化合物的摩尔比为(10~20):1,磷酸与水的质量比为1:(5~10);所述三价铁化合物选自为氧化铁和/或氢氧化铁。

[0007] 本发明制备磷酸铁粉体的反应机理为:



[0008] 本发明中,所述三价铁化合物为氧化铁和/或氢氧化铁,而不是各种三价铁盐。从上反应机理可知,本发明所采用的原料反应后即制备得到磷酸铁和水,不会引入其它杂质元素。若采用其它三价铁盐如氯化铁或硝酸铁,则会在反应体系中引入 Cl^- 或 NO_3^- ,后期难

以去除,影响最终磷酸铁粉体的纯度。

[0009] 为进一步提高最终磷酸铁粉体的纯度,优选情况下,本发明中所采用的三价铁化合物的纯度为 99% 以上。

[0010] 本发明中,磷酸以 H_3PO_4 计,三价铁化合物以 Fe^{3+} 计,磷酸与三价铁化合物的摩尔比为 $(10\sim 20):1$,优选为 $(10\sim 15):1$,更优选为 $(10\sim 13):1$ 。

[0011] 磷酸以 H_3PO_4 计,磷酸与水的质量比为 $1:(5\sim 10)$,优选为 $1:(7\sim 10)$,更优选为 $1:(8\sim 10)$ 。

[0012] 所述反应温度为 $60\sim 100^\circ\text{C}$,优选为 $70\sim 90^\circ\text{C}$ 。反应时间优选为 $1\sim 3\text{h}$,更优选为 $2\sim 3\text{h}$ 。

本发明提供的磷酸铁粉体的制备方法,整个过程中不产生气体,而且所采用的原料中不引入其它杂质元素,整个溶液体系可循环使用,降低制备成本;反应完成后直接洗涤干燥即可得到纯度高达 99.5% 以上的磷酸铁粉体,且颗粒粒径分布均匀。

[0013] 为了使本发明所解决的技术问题、技术方案及有益效果更加清楚明白,以下结合实施例,对本发明进行进一步详细说明。应当理解,此处所描述的具体实施例仅仅用以解释本发明,并不用于限定本发明。

[0014] 实施例 1

将 175.8g 质量分数为 85% 的磷酸和 1406.5g 水配成磷酸水溶液(即 H_3PO_4 与水质量比为 $1:9.65$),在搅拌的同时将温度升高至 70°C ,随后在反应溶液当中加入 10.30g 纯度为 99% 的 Fe_2O_3 , H_3PO_4 与 Fe_2O_3 中 Fe 的摩尔比为 $12:1$;持续反应 3h 后,冷却至 25°C ,过滤洗涤后干燥,得到本实施例的磷酸铁粉体 S1。

采用电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测量粉体 S1,其 Fe 含量为 29.76%。

[0015] 实施例 2

将 175.8g 质量分数为 85% 的磷酸和 1406.5g 水配成磷酸水溶液(即 H_3PO_4 与水质量比为 $1:9.65$),在搅拌的同时将温度升高至 70°C ,随后在反应溶液当中加入 13.51g 纯度为 99% 的 $\text{Fe}(\text{OH})_3$, H_3PO_4 与 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 中 Fe 的摩尔比为 $10.2:1$;持续反应 3h 后,将溶液冷却至 25°C ,过滤洗涤后干燥,得到本实施例的磷酸铁粉体 S2。

采用电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测量粉体 S2,其 Fe 含量为 29.81%。

[0016] 实施例 3

将 175.8g 质量分数为 85% 的磷酸和 1406.5g 水配成磷酸水溶液(即 H_3PO_4 与水质量比为 $1:9.65$),在搅拌的同时将温度升高至 70°C ,随后在反应溶液当中加入 8.00g 纯度为 99% 的 Fe_2O_3 和 3.08g 纯度为 99% 的 $\text{Fe}(\text{OH})_3$, H_3PO_4 与 Fe_2O_3 、 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 中 Fe 的摩尔比为 $12:1$;持续反应 3h 后,将溶液冷却至 25°C ,过滤洗涤后干燥,得到本实施例的磷酸铁粉体 S3。

采用电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测量粉体 S3,其 Fe 含量为 29.79%。

[0017] 实施例 4

将 175.8g 质量分数为 85% 的磷酸和 1054.8g 水配成磷酸水溶液(即 H_3PO_4 与水质量比为 $1:7.24$),在搅拌的同时将温度升高至 85°C ,随后在反应溶液当中加入 6.85g 纯度为 99% 的 Fe_2O_3 , H_3PO_4 与 Fe_2O_3 中 Fe 的摩尔比为 $17.9:1$;持续反应 2h 后,冷却至 25°C ,过滤洗涤后干燥,得到本实施例的磷酸铁粉体 S4。

采用电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测量粉体 S4,其 Fe 含量为 29.85%。

[0018] 实施例 5

将 175.8g 质量分数为 85% 的磷酸和 879.0g 水配成磷酸水溶液(即 H_3PO_4 与水质量比为 1:6.05),在搅拌的同时将温度升高至 65°C ,随后在反应溶液当中加入 8.8g 纯度为 99% 的 Fe_2O_3 , H_3PO_4 与 Fe_2O_3 中 Fe 的摩尔比为 14:1;持续反应 2h 后,冷却至 25°C ,过滤洗涤后干燥,得到本实施例的磷酸铁粉体 S5。

采用电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测量粉体 S5,其 Fe 含量为 29.78%。

[0019] 对比例 1

采用与 CN101327918A 中实施例 1 相同的步骤制备磷酸铁,采用电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测量粉体 DS1,其 Fe 含量为 28.91%。

[0020] 从实施例 1-5 与对比例 1 的结果比较可以看出,采用本发明提供的制备方法制备得到的磷酸铁粉体的纯度明显提高,同时本发明的制备方法工艺简单,成本较低。

[0021] 以上所述仅为本发明的较佳实施例而已,并不用以限制本发明,凡在本发明的精神和原则之内所作的任何修改、等同替换和改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。