

(19)



Евразийское
патентное
ведомство

(21) 202490695 (13) A1

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ

(43) Дата публикации заявки
2024.06.07

(51) Int. Cl. C01B 25/45 (2006.01)
H01M 4/58 (2010.01)
H01M 10/0525 (2010.01)

(22) Дата подачи заявки
2022.09.09

(54) НОВЫЙ ЭКОЛОГИЧНЫЙ ПРЕДШЕСТВЕННИК ФОСФАТА ЛИТИЯ-ЖЕЛЕЗА,
СПОСОБ ЕГО ПОЛУЧЕНИЯ И ЕГО ПРИМЕНЕНИЕ

(31) 202111064354.9

(72) Изобретатель:
Юй Сяолинь (CN)

(32) 2021.09.10

(33) CN

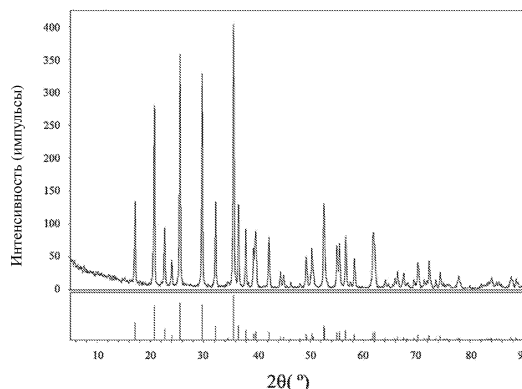
(74) Представитель:
Кузнецова С.А. (RU)

(86) PCT/CN2022/118186

(87) WO 2023/036308 2023.03.16

(71) Заявитель:
ШАНХАЙ ЛЯНФУ НЬЮ ЭНЕРДЖИ
ТЕКНОЛОДЖИ КО., ЛТД. (CN)

(57) В настоящем изобретении раскрыт новый экологичный предшественник фосфата лития-железа, способ его получения и его применение. Способ получения предшественника фосфата лития-железа включает следующие стадии: S1, обеспечение реакции смеси источника железа и раствора фосфорной кислоты и измельчение после завершения реакции с получением продукта А, обеспечение реакции смеси раствора органической кислоты, источника лития и источника углерода с получением продукта В после завершения реакции, при этом порядок получения продукта А и продукта В не ограничен; и S2, измельчение смеси из продукта А и продукта В с получением предшественника фосфата лития-железа. В ходе процесса получения предшественника фосфата лития-железа по настоящему изобретению содержание твердых веществ может быть значительно улучшено, потребление энергии в последующем процессе является низким, способ получения является простым, а затраты - низкими. Полученный предшественник фосфата лития-железа характеризуется чрезвычайно малым размером частиц, а также высокой скоростью заряда и разряда.



A1

202490695

202490695

A1

**НОВЫЙ ЭКОЛОГИЧНЫЙ ПРЕДШЕСТВЕННИК ФОСФАТА ЛИТИЯ-ЖЕЛЕЗА,
СПОСОБ ЕГО ПОЛУЧЕНИЯ И ЕГО ПРИМЕНЕНИЕ**

[0001] Настоящая заявка испрашивает приоритет согласно заявке на патент Китая № 2021110643549, датой подачи которой является 10 сентября 2021 г. Эта заявка на патент Китая включена в данный документ посредством ссылки во всей своей полноте.

ОБЛАСТЬ ТЕХНИКИ

[0002] В настоящем изобретении предусмотрен новый экологичный предшественник фосфата лития-железа, способ его получения и его применение.

УРОВЕНЬ ТЕХНИКИ

[0003] В последние десятилетия во всем мире активно разрабатывают материалы для литий-ионных электрических аккумуляторов для применения в таких транспортных средствах, как электромобили и электровелосипеды. Исследования электрических аккумуляторов, применяемых в качестве источника питания для транспортных средств, стали основной трудностью в разработке электрических транспортных средств. С точки зрения экономической эффективности литий-ионные аккумуляторы являются более предпочтительными. Феррофосфат лития (LiFePO_4) также известен как фосфат лития-железа. Благодаря таким факторам, как цикличность, цена, безопасность, удельная энергия, материалы на основе LiFePO_4 характеризуются множеством преимуществ, таких как стабильная структура, обширные источники сырьевых материалов, отсутствие отрицательного воздействия на окружающую среду и низкая стоимость, а также характеризуются теоретической емкостью 170 мА·ч/г и стабильным плато разряда 3,5 В; в частности, характеристики безопасности и их срок службы не имеют себе равных среди других материалов, что делает феррофосфат лития наиболее перспективным материалом положительных электродов на сегодняшний день.

[0004] Современные способы синтеза LiFePO_4 в основном сосредоточены на процессах синтеза с применением фосфата железа в качестве исходного материала. Способ синтеза с применением фосфата железа в качестве исходного материала обычно предусматривает реакцию фосфата железа с источником лития и источником углерода и характеризуется наличием проблем, заключающихся в том, что получаемый продукт имеет более низкое содержание твердых веществ (обычно 35–40%), а последующий процесс является высокочрезвычайно затратным.

[0005] Кроме того, LiFePO_4 также может быть синтезирован с применением порошка железа в качестве исходного материала посредством реакции порошка железа, фосфорной кислоты, источника лития и источника углерода.

[0006] Например, в WO 2004036671 A1 раскрыто применение металлического железа для введения в реакцию с фосфорной кислотой в водном растворе, добавление карбоната лития или гидроксида лития с получением предшественника фосфата лития-железа и его высушивание, подвергание его первичному прокаливанию, а затем добавление источника углерода и проведение вторичного прокаливания с получением готового продукта, представляющего собой фосфат лития-железа. Однако в ходе реакции порошка металлического железа с фосфорной кислотой в основном образуется фосфат железа ($\text{Fe}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$), который является нерастворимым соединением двухвалентного железа; данное вещество обуславливает превращение раствора в белое пастообразное вещество с высокой вязкостью, что не благоприятно сказывается на полном прохождении реакции порошка металлического железа и последующем смешивании с источником лития; кроме того, содержание твердого вещества в синтезированном продукте не может быть повышено, что не благоприятно сказывается на повышении производительности и сокращении затрат в процессе высушивания. Хотя в документе и упоминается, что вступлению в реакцию порошка металлического железа может способствовать добавление хлористоводородной кислоты, щавелевой кислоты и т. д., хлористоводородная кислота приводит к окислению продукта, а щавелевая кислота имеет тенденцию к образованию нерастворимого оксалата железа, что затрудняет

достижение однородного смешивания исходных материалов и, в свою очередь, затрудняет успешное получение фосфата лития-железа.

[0007] В качестве другого примера в JP 2007305585 A раскрыто сначала обеспечение реакции порошка железа в водном растворе, содержащем фосфорную кислоту и лимонную кислоту, а затем добавление гидроксида лития с получением предшественника фосфата лития-железа. Однако в данном способе поверхность порошка железа в первую очередь вступает в реакцию с фосфорной кислотой с образованием фосфата железа ($\text{Fe}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$), который является нерастворимым соединением двухвалентного железа; продукт в поверхностном слое препятствует дальнейшей реакции внутренней части порошка металлического железа с фосфорной кислотой, что приводит к недостаточному взаимодействию и не позволяет лимонной кислоте в полной мере оказать хелатирующее воздействие.

[0008] В качестве другого примера в патентном документе CN 102348634 A раскрыта реакция в окислительной атмосфере, где контролируется количество кислорода, химически связанного с порошком железа, так что одновременно с взаимодействующими порошком железа и фосфорной кислотой присутствует карбоновая кислота, при этом карбоновая кислота способствует прохождению реакции порошка железа с фосфорной кислотой за счет хелатирования, благодаря чему уменьшается остаток непрореагировавшего порошка железа. Однако контроль степени связывания между порошком железа и кислородом в этом растворе является довольно сложным.

[0009] Таким образом, в предшествующем уровне техники имеются проблемы, заключающиеся в том, что при получении фосфата лития-железа с применением фосфата железа в качестве исходного материала производственные затраты являются довольно высокими из-за более низкого содержания твердых веществ, а при получении фосфата лития-железа с применением порошка железа в качестве исходного материала трудно контролировать содержание твердых веществ, чтобы не только обеспечить

плавное прохождение реакции, но также обеспечить низкое потребление энергии в последующем процессе.

СУЩНОСТЬ ИЗОБРЕТЕНИЯ

[0010] В настоящем изобретении предусмотрены новый экологичный предшественник фосфата лития-железа, способ его получения и его применение с целью устранения недостатков предшествующего уровня техники, заключающихся в том, что при получении фосфата лития-железа с применением фосфата железа в качестве исходного материала производственные затраты являются довольно высокими из-за более низкого содержания твердых веществ, а при получении фосфата лития-железа с применением железного порошка в качестве исходного материала трудно контролировать содержание твердых веществ, чтобы не только обеспечить плавное прохождение реакции, но также обеспечить низкое потребление энергии в последующем процессе.

[0011] Автор настоящего изобретения обнаружил, что в способе получения фосфата лития-железа из предшествующего уровня техники, в котором в качестве исходного материала применяется источник железа для плавного прохождения реакции, неизбежно возникает слишком низкое содержание твердых веществ, что приводит к такому недостатку, как большое потребление энергии в последующем процессе, а в случае увеличения содержания твердых веществ, вязкость будет слишком высокой для перемешивания. Автор настоящего изобретения неожиданно обнаружил, что путем первоначального получения продукта А в результате реакции полного превращения источника железа и фосфорной кислоты и продукта В в результате реакции полного превращения органической кислоты, источника лития и источника углерода, а затем их смешивания и введения в реакцию, можно обеспечить достижение содержания твердых веществ в предшественнике фосфата лития-железа 50% или больше, или даже 60%, тем самым значительно снижая потребление энергии при получении фосфата лития-железа из предшественника фосфата лития-железа, при этом способ получения является простым и низкозатратным. Кроме того, с помощью способа по настоящему

изобретению можно получить предшественник фосфата лития-железа, характеризующийся очень малым размером частиц и высокой скоростью заряда и разряда. Экспериментами доказано, что данного эффекта нельзя достигнуть, если в реакционную смесь для получения продукта В не добавлять органическую кислоту.

[0012] Настоящее изобретение позволяет решить вышеуказанную техническую задачу с помощью следующих технических решений.

[0013] В настоящем изобретении предусмотрен способ получения предшественника фосфата лития-железа, при этом способ включает следующие стадии:

[0014] S1. обеспечение реакции смеси источника железа и раствора фосфорной кислоты и ее измельчение после завершения реакции с получением продукта А и

[0015] обеспечение реакции смеси раствора органической кислоты, источника лития и источника углерода с получением продукта В после завершения реакции, при этом порядок получения продукта А и продукта В не ограничен;

[0016] S2. измельчение смеси из продукта А и продукта В с получением предшественника фосфата лития-железа.

[0017] Специалисту в данной области техники известно, что в настоящем изобретении на стадии S1 состояние завершения смешивания и взаимодействия источника железа и раствора фосфорной кислоты обычно характеризуется отсутствием образования газа в реакционной смеси.

[0018] Источник железа на стадии S1 известен специалисту в данной области техники; в настоящем изобретении раскрыт способ, включающий стадию получения фосфата железа, а затем получения фосфата лития-железа; таким образом, специалисту в данной области техники известно, что источник железа в данном случае не содержит фосфат железа. Предпочтительно источник железа представляет собой соединение, содержащее элемент железо и элемент кислород, более предпочтительно представляет собой одно или более из порошка железа, оксида железа(III), оксида железа(II) и

нитрата железа(III), и еще более предпочтительно одно или более из порошка железа, оксида железа(III) и оксида железа(II).

[0019] В данном документе порошок железа предпочтительно характеризуется содержанием железа 95 вес. % или больше, более предпочтительно 99 вес. % или больше, еще более предпочтительно 99,5 вес. % или больше, например 99,7 вес. %, и может представлять собой, например, одно или более из порошка первично восстановленного железа, порошка вторично восстановленного железа, порошка восстановленного карбонильного железа и порошка электролитического железа.

[0020] В данном документе оксид железа(III) предпочтительно характеризуется чистотой 95 вес. % или больше, более предпочтительно 99 вес. % или больше и еще более предпочтительно 99,5 вес. % или больше.

[0021] В данном документе оксид железа(II) предпочтительно характеризуется чистотой 95 вес. % или больше, более предпочтительно 99 вес. % или больше и еще более предпочтительно 99,5 вес. % или больше.

[0022] На стадии S1 источник железа предпочтительно характеризуется числом меш, составляющим 200–1000 меш, более предпочтительно 200–500 меш, например, 250 меш или 300 меш.

[0023] На стадии S1 раствор фосфорной кислоты обычно относится к водному раствору фосфорной кислоты, и массовая концентрация в процентах фосфорной кислоты в растворе фосфорной кислоты составляет предпочтительно от 20% до 85%, например, 49%, 59% или 62%.

[0024] На стадии S1 фосфорная кислота в растворе фосфорной кислоты может представлять собой традиционную для данной области техники фосфорную кислоту, например, фосфорную кислоту квалификации «техническая», фосфорную кислоту квалификации «для пищевой продукции», фосфорную кислоту квалификации «электротехническая» или фосфорную кислоту квалификации «для электронной промышленности», при этом фосфорная кислота квалификации «электротехническая»

может быть приобретена у GUANGXI QINZHOU CHENGXING CHEMICAL TECHNOLOGY CO., LTD.

[0025] На стадии S1 температура реакции для смеси источника железа и раствора фосфорной кислоты составляет предпочтительно от 20 до 95°C, более предпочтительно от 30 до 90°C, например, 35°C, 45°C или 55°C.

[0026] На стадии S1 смесь источника железа и раствора фосфорной кислоты предпочтительно получают путем добавления источника железа к раствору фосфорной кислоты при перемешивании.

[0027] На стадии S1 в смеси источника железа и раствора фосфорной кислоты молярное соотношение элемента железа и фосфорной кислоты предпочтительно составляет (0,94–1,05):1, более предпочтительно (0,96–1,0):1, например 0,98:1.

[0028] На стадии S1 операции и условия измельчения могут представлять собой традиционные операции измельчения, а также могут представлять собой измельчение в песчаной мельнице или шаровой мельнице.

[0029] В данном документе измельчение предпочтительно выполняют с помощью песчаной мельницы. Песчаная мельница предпочтительно представляет собой вертикальную песчаную мельницу, горизонтальную песчаную мельницу (например, наноразмерную горизонтальную песчаную мельницу), корзиночную песчаную мельницу или двухконусную стержневую песчаную мельницу. Шариками для измельчения, применяемые в песчаной мельнице, предпочтительно характеризуются размером частиц от 0,1 до 3,0 мм, например, 0,3 мм или 0,4 мм. Шариками для измельчения, применяемые в песчаной мельнице, предпочтительно представляют собой шарики из оксида циркония.

[0030] На стадии S1 продукт A предпочтительно характеризуется вязкостью от 8000 до 20000 сП, более предпочтительно от 10000 до 20000 сП, например, 15000 сП.

[0031] На стадии S1 предпочтительно раствор органической кислоты в целом относится к раствору органической кислоты, и массовая концентрация в процентах органической кислоты в растворе органической кислоты предпочтительно составляет от 5% до 98%, например, 55%, 62% или 72%.

[0032] На стадии S1 органическая кислота в растворе органической кислоты предпочтительно представляет собой соединение карбоновой кислоты и/или аскорбиновую кислоту, соединение карбоновой кислоты предпочтительно представляет собой одно или более из муравьиной кислоты, уксусной кислоты, щавелевой кислоты, лимонной кислоты, винной кислоты и яблочной кислоты; органическая кислота представляет собой, например, лимонную кислоту и/или щавелевую кислоту или яблочную кислоту и/или винную кислоту.

[0033] На стадии S1 источник лития предпочтительно представляет собой одно или более из моногидрата гидроксида лития, карбоната лития, дигидрофосфата лития, фосфата лития и ацетата лития, более предпочтительно моногидрата гидроксида лития и/или ацетата лития; карбонат лития предпочтительно представляет собой карбонат лития квалификации «технический» или карбонат лития квалификации «аккумуляторный».

[0034] На стадии S1 молярное соотношение элемента лития из источника лития и фосфорной кислоты из раствора фосфорной кислоты предпочтительно составляет 0,98–1,05, например, 1,02, 1,03 или 1,04.

[0035] На стадии S1 источник углерода предпочтительно предусматривает одно или более из глюкозы, сахарозы, крахмала, фенольной смолы, циклодекстрина, полиэтилена, полиэтиленгликоля и поливинилового спирта и более предпочтительно представляет собой смесь поливинилового спирта, циклодекстрина и полиэтиленгликоля.

[0036] На стадии S1 добавляемое количество источника углерода предпочтительно составляет от 1% до 60%, более предпочтительно от 5% до 50%, еще более предпочтительно от 10% до 40% по массе источника железа.

[0037] На стадии S1 температура реакции для смеси органической кислоты, источника лития и источника углерода предпочтительно составляет от 20 до 95°C, более предпочтительно от 30 до 90°C, например, 35°C, 40°C или 45°C.

[0038] На стадии S1 смесь органической кислоты, источника лития и источника углерода предпочтительно получают путем добавления источника лития и источника углерода к раствору органической кислоты при перемешивании.

[0039] На стадии S2 смесь продукта A и продукта B обычно можно получать путем смешивания продукта A и продукта B.

[0040] На стадии S2 операции и условия измельчения могут являться традиционными в данной области техники. Предпочтительный вариант осуществления измельчения может быть таким же, как на стадии S1.

[0041] На стадии S2 предшественник фосфата лития-железа предпочтительно характеризуется размером частиц от 170 до 250 нм, например, 200 нм или 220 нм.

[0042] В настоящем изобретении дополнительно предусмотрен предшественник фосфата лития-железа, который получают вышеупомянутым способом получения предшественника фосфата лития-железа.

[0043] В настоящем изобретении предшественник фосфата лития-железа предпочтительно характеризуется размером частиц от 170 до 250 нм.

[0044] В настоящем изобретении дополнительно предусмотрен способ получения фосфата лития-железа, при этом способ включает следующую стадию:

[0045] подвергание вышеупомянутого предшественника фосфата лития-железа высушиванию распылением, прокаливанию и дроблению.

[0046] В данном документе операции и условия высушивания распылением, прокаливанию и дроблению могут являться традиционными в данной области техники.

[0047] В данном документе во время высушивания распылением температура газа на входе может составлять 280°C.

[0048] В данном документе во время высушивания распылением температура на выходе может составлять 110°C.

[0049] В данном документе условия прокаливания могут являться следующими: в атмосфере азота чистотой 99,999%, постепенное повышение температуры от комнатной температуры до 650°C при скорости нагревания 5°C/мин, с поддержанием температуры 650°C в течение 10 ч и охлаждением с получением спеченного продукта.

[0050] В данном документе условия дробления могут являться следующими: обработка спеченного продукта с помощью устройства для дробления в потоке газа с получением целевого готового продукта фосфата лития-железа в качестве материала положительного электрода с размером частиц $D_{50} = 1,5\text{--}3$ мкм.

[0051] В настоящем изобретении дополнительно предусмотрен фосфат лития-железа, который получают вышеприведенным способом получения фосфата лития-железа.

[0052] В настоящем изобретении дополнительно предусмотрено применение вышеупомянутого фосфата лития-железа в получении материала положительного электрода для литий-ионного аккумулятора.

[0053] Основываясь на соответствии общеизвестным знаниям в данной области техники, вышеприведенные предпочтительные условия могут быть произвольно объединены с получением различных предпочтительных вариантов осуществления настоящего изобретения.

[0054] Все реагенты и исходные материалы, применяемые в настоящем изобретении, являются коммерчески доступными.

[0055] Положительные эффекты настоящего изобретения заключаются в следующем:

[0056] во время получения предшественника фосфата лития-железа по настоящему изобретению содержание твердых веществ может быть значительно улучшено, потребление энергии в последующем процессе является низким, а способ получения является простым и не оказывающим отрицательного воздействия на окружающую среду, не происходит выбросов отходов трех видов, а стоимость является низкой, таким образом, достигается низкокзатратное производство фосфата лития-железа в качестве материала положительного электрода с источником железа в качестве исходного материала. Кроме того, предшественник фосфата лития-железа, полученный посредством настоящего изобретения, характеризуется чрезвычайно малым размером частиц, а также высокой скоростью заряда и разряда.

КРАТКОЕ ОПИСАНИЕ ГРАФИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

[0057] На фиг. 1 представлен XRD-спектр фосфата лития-железа из примера 1.

[0058] На фиг. 2 представлена полученная с применением сканирующего электронного микроскопа фотография фосфата лития-железа из примера 1.

[0059] На фиг. 3 представлены кривые заряда и разряда при различных скоростях для фосфата лития-железа из примера 1.

ПОДРОБНОЕ ОПИСАНИЕ ПРЕДПОЧТИТЕЛЬНОГО ВАРИАНТА ОСУЩЕСТВЛЕНИЯ

[0060] Настоящее изобретение дополнительно описано ниже с помощью примеров; однако настоящее изобретение не ограничивается объемом описанных примеров. Для экспериментальных способов, для которых в следующих примерах не указаны конкретные условия, выбор был сделан в соответствии с традиционными способами и условиями или в соответствии с инструкциями к продукту.

[0061] Пример 1

[0062] 1. В соответствии с молярным соотношением элемента железа и элемента фосфора 0,96:1 6,895 кг 85% фосфорной кислоты квалификации «техническая»

добавляли к 5 л деионизированной воды и перемешивали их для разбавления до концентрации 49%, медленно при перемешивании добавляли 3,25 кг порошка вторично восстановленного железа, 200 меш, с чистотой 99% и обеспечивали прохождение реакции при 45°C; в ходе реакции образовывалось некоторое количество газа, а цвет реакционной смеси постепенно изменялся от серо-черного до серо-белого. Когда в ходе реакции прекращалось образование газа, материал подавали в песчаную мельницу для размалывания в песчаной мельнице; шарики для измельчения в песчаной мельнице представляли собой шарики из оксида циркония размером 0,3 мм; в ходе размалывания в песчаной мельнице вязкость материала постепенно увеличивалась до 15000 сП, его цвет постепенно изменялся до чисто белого, в результате чего получали продукт А.

[0063] 2. В соответствии с молярным соотношением элемента лития и элемента фосфора 1,04:1 4 кг лимонной кислоты растворяли в 3,25 кг деионизированной воды с получением раствора, к раствору при перемешивании последовательно добавляли 2,3 кг карбоната лития квалификации «аккумуляторный» и 1 кг сахарозы и обеспечивали прохождение реакции при 40°C, в ходе которой образовывалось большое количество газа; реакцию считали завершенной, когда прекращалось образование газа и образовывался прозрачный раствор, в результате чего получали продукт В.

[0064] 3. Продукт В добавляли к продукту А; после смешивания и перемешивания вязкость системы быстро снижалась до 1000 сП, затем систему подвергали размалыванию в песчаной мельнице. Когда материал был измельчен до размера частиц D50 приблизительно 200 нм, реакцию считали завершенной с получением взвеси с содержанием твердых веществ 50%.

[0065] 4. Суспензию продукта реакции подвергали высушиванию распылением, спеканию и дроблению с получением фосфата лития-железа в качестве материала положительного электрода.

[0066] В данном документе условия высушивания распылением были следующими: температура газа на входе составляла 280°C, а температура на выходе – 110°C. Условия прокаливании были следующими: в атмосфере азота чистотой 99,999 %, постепенное

повышение температуры от комнатной температуры до 650°C при скорости нагревания 5°C/мин, поддержание температуры 650°C в течение 10 ч и охлаждение с получением спеченного продукта. Условия дробления были следующими: обработка спеченного продукта с помощью устройства для дробления в потоке газа с получением целевого готового продукта фосфата лития-железа в качестве материала положительного электрода с размером частиц $D_{50} = 1,5\text{--}3$ мкм.

[0067] Тесты с применением порошковой рентгеновской дифракции (PXRD) и сканирующего электронного микроскопа (SEM) выполняли на фосфате лития-железа в качестве материала положительного электрода, полученном в примере 1.

[0068] Данные PXRD на фиг. 1 получали посредством теста с помощью Bruker D8 ADVANCE (BRUKER). Фотографию SEM на фиг. 2 получали посредством тестирования с помощью SU8010 (HITACHI, Ltd).

[0069] Пример 2

[0070] 1. В соответствии с молярным соотношением элемента железа и элемента фосфора 0,98:1 добавляли 13,8 кг 85% фосфорной кислоты квалификации «для пищевой продукции» к 5 л деионизированной воды и перемешивали их для разбавления до концентрации 62,4%, медленно при перемешивании добавляли 6,6 кг порошка вторично восстановленного железа, 250 меш, с чистотой 99,5% и обеспечивали протекание реакции при 35°C; в ходе реакции образовывалось некоторое количество газа, а цвет реакционной смеси постепенно изменялся от серо-черного до серо-белого. Когда в ходе реакции прекращалось образование газа, материал подавали в песчаную мельницу для размалывания в песчаной мельнице; шарики для измельчения в песчаной мельнице представляли собой шарики из оксида циркония размером 0,4 мм; в ходе размалывания в песчаной мельнице вязкость материала постепенно увеличивалась до 20000 сП, его цвет постепенно изменялся до чисто белого, в результате чего получали продукт А.

[0071] 2. В соответствии с молярным соотношением элемента лития и элемента фосфора 1,03:1 4 кг лимонной кислоты и 4 кг щавелевой кислоты растворяли в 5 кг деионизированной воды с получением раствора, к раствору при перемешивании последовательно добавляли 2 кг глюкозы и 5,18 кг моногидрата гидроксида лития квалификации «технический» и обеспечивали прохождение реакции при 35°C, в ходе которой образовывалось большое количество газа; реакцию считали завершённой, когда прекращалось образование газа и образовывался прозрачный вязкий раствор, в результате чего получали продукт В.

[0072] 3. Продукт В добавляли к продукту А; после смешивания и перемешивания вязкость системы быстро снижалась до 1200 сП, затем систему подвергали размалыванию в песчаной мельнице. Когда материал был измельчен до размера частиц D50 приблизительно 220 нм, реакцию считали завершённой с получением взвеси с содержанием твердых веществ 53%.

[0073] 4. Суспензию продукта реакции подвергали высушиванию распылением, спеканию и дроблению с получением фосфата лития-железа в качестве материала положительного электрода.

[0074] В данном документе условия высушивания распылением были следующими: температура газа на входе составляла 280°C, а температура на выходе – 110°C. Условия прокаливании были следующими: в атмосфере азота чистотой 99,999 %, постепенное повышение температуры от комнатной температуры до 650°C при скорости нагревания 5°C/мин, поддержание температуры 650°C в течение 10 ч и охлаждение с получением спеченного продукта. Условия дробления были следующими: обработка спеченного продукта с помощью устройства для дробления в потоке газа с получением целевого готового продукта фосфата лития-железа в качестве материала положительного электрода с размером частиц D50 = 1,5–3 мкм.

[0075] Пример 3

[0076] 1. В соответствии с молярным соотношением элемента железа и элемента фосфора 1:1 27,6 кг 85% фосфорной кислоты квалификации «для пищевой продукции» добавляли к 12 л деионизированной воды и перемешивали для их разбавления до концентрации 59,2%, медленно при перемешивании добавляли 13,5 кг порошка железа квалификации «электролитическое», 300 меш, с чистотой 99,7% и обеспечивали протекание реакции при 55°C; в ходе реакции образовывалось некоторое количество газа, а цвет реакционной смеси постепенно изменялся от серо-черного до серо-белого. Когда в ходе реакции прекращалось образование газа, материал подавали в шаровую мельницу для размалывания в шаровой мельнице; в ходе размалывания в шаровой мельнице вязкость материала постепенно увеличивалась до 10000 сП, его цвет постепенно изменялся до чисто белого, в результате чего получали продукт А.

[0077] 2. В соответствии с молярным соотношением элемента лития и элемента фосфора 1,02:1 6 кг яблочной кислоты и 7 кг винной кислоты растворяли в 5 кг деионизированной воды с получением раствора, к раствору при перемешивании последовательно добавляли 4 кг полиэтиленгликоля и 9,03 кг карбоната лития квалификации «технический» и обеспечивали протекание реакции при 45°C, в ходе которой образовывалось большое количество газа; реакцию считали завершенной, когда прекращалось образование газа и образовывался прозрачный вязкий раствор, в результате чего получали продукт В.

[0078] 3. Продукт В добавляли к продукту А; после смешивания и перемешивания вязкость системы быстро снижалась, затем систему подвергали размалыванию в песчаной мельнице. Когда материал был измельчен до размера частиц D50 приблизительно 170 нм, реакцию считали завершенной с получением взвеси с содержанием твердых веществ 60%.

[0079] 4. Суспензию продукта реакции подвергали высушиванию распылением, спеканию и дроблению с получением фосфата лития-железа в качестве материала положительного электрода.

[0080] В данном документе условия высушивания распылением были следующими: температура газа на входе составляла 280°C, а температура на выходе – 110°C. Условия прокаливания были следующими: в атмосфере азота чистотой 99,999 %, постепенное повышение температуры от комнатной температуры до 650°C при скорости нагревания 5°C/мин, поддержание температуры 650°C в течение 10 ч и охлаждение с получением спеченного продукта. Условия дробления были следующими: обработка спеченного продукта с помощью устройства для дробления в потоке газа с получением целевого готового продукта фосфата лития-железа в качестве материала положительного электрода с размером частиц $D_{50} = 1,5\text{--}3$ мкм.

[0081] Пример 4

[0082] 1. В соответствии с молярным соотношением элемента железа и элемента фосфора 0,98:1 13,8 кг 85% фосфорной кислоты квалификации «для пищевой продукции» добавляли к 5 л деионизированной воды и перемешивали для их разбавления до концентрации 62,4%, медленно при перемешивании добавляли 9,11 кг оксида железа(II), 250 меш, с чистотой 99,5% и обеспечивали протекание реакции при 35°C; в ходе реакции образовывалось некоторое количество газа, а цвет реакционной смеси постепенно изменялся от серо-черного до серо-белого. Когда в ходе реакции прекращалось образование газа, материал подавали в песчаную мельницу для размалывания в песчаной мельнице; шарики для измельчения в песчаной мельнице представляли собой шарики из оксида циркония размером 0,4 мм; в ходе размалывания в песчаной мельнице вязкость материала постепенно увеличивалась до 20000 сП, его цвет постепенно изменялся до чисто белого, в результате чего получали продукт А.

[0083] 2. В соответствии с молярным соотношением элемента лития и элемента фосфора 1,03:1 4 кг лимонной кислоты и 4 кг щавелевой кислоты растворяли в 5 кг деионизированной воды с получением раствора, к раствору при перемешивании постепенно добавляли смесь из 2 кг глюкозы, 3 кг моногидрата гидроксида лития квалификации «технический» и 3,43 кг ацетата лития и обеспечивали протекание реакции при 35°C, в ходе которой образовывалось большое количество газа; реакцию

считали завершенной, когда прекращалось образование газа и образовывался прозрачный вязкий раствор, в результате чего получали продукт В.

[0084] 3. Продукт В добавляли к продукту А; после смешивания и перемешивания вязкость системы быстро снижалась до 1200 сП, затем систему подвергали размалыванию в песчаной мельнице. Когда материал был измельчен до размера частиц D50 приблизительно 220 нм, реакцию считали завершенной с получением взвеси с содержанием твердых веществ 53%.

[0085] 4. Суспензию продукта реакции подвергали высушиванию распылением, спеканию и дроблению с получением фосфата лития-железа в качестве материала положительного электрода.

[0086] В данном документе условия высушивания распылением были следующими: температура газа на входе составляла 280°C, а температура на выходе – 110°C. Условия прокаливании были следующими: в атмосфере азота чистотой 99,999 %, постепенное повышение температуры от комнатной температуры до 650°C при скорости нагревания 5°C/мин, поддержание температуры 650°C в течение 10 ч и охлаждение с получением спеченного продукта. Условия дробления были следующими: обработка спеченного продукта с помощью устройства для дробления в потоке газа с получением целевого готового продукта фосфата лития-железа в качестве материала положительного электрода с размером частиц D50 = 1,5–3 мкм.

[0087] Пример 4

[0088] 1. В соответствии с молярным соотношением элемента железа и элемента фосфора 0,98:1 13,8 кг 85% фосфорной кислоты квалификации «для пищевой продукции» добавляли к 5 л деионизированной воды и перемешивали для их разбавления до концентрации 62,4%, медленно при перемешивании добавляли смесь из 2,2 кг порошка вторично восстановленного железа, 250 меш, с чистотой 99,5%, 3,03 кг оксида железа(II) и 3,14 кг оксида железа(III) и обеспечивали прохождение реакции при 35°C; в ходе реакции образовывалось некоторое количество газа, а цвет реакционной

смеси постепенно изменялся от серо-черного до серо-белого. Когда в ходе реакции прекращалось образование газа, материал подавали в песчаную мельницу для размалывания в песчаной мельнице; шарики для измельчения в песчаной мельнице представляли собой шарики из оксида циркония размером 0,4 мм; в ходе размалывания в песчаной мельнице вязкость материала постепенно увеличивалась до 20000 сП, его цвет постепенно изменялся до чисто белого, в результате чего получали продукт А.

[0089] 2. В соответствии с молярным соотношением элемента лития и элемента фосфора 1,03:1 4 кг лимонной кислоты и 4 кг щавелевой кислоты растворяли в 5 кг деионизированной воды с получением раствора, к раствору при перемешивании постепенно добавляли 2 кг смеси из поливинилового спирта, циклодекстрина и полиэтиленгликоля и 5,18 кг моногидрата гидроксида лития квалификации «технический» и обеспечивали прохождение реакции при 35°C, в ходе которой образовывалось большое количество газа; реакцию считали завершённой, когда прекращалось образование газа и образовывался прозрачный вязкий раствор, в результате чего получали продукт В.

[0090] 3. Продукт В добавляли к продукту А; после смешивания и перемешивания вязкость системы быстро снижалась до 1200 сП, затем систему подвергали размалыванию в песчаной мельнице. Когда материал был измельчен до размера частиц D50 приблизительно 220 нм, реакцию считали завершённой с получением взвеси с содержанием твердых веществ 50%.

[0091] 4. Суспензию продукта реакции подвергали высушиванию распылением, спеканию и дроблению с получением фосфата лития-железа в качестве материала положительного электрода.

[0092] В данном документе условия высушивания распылением были следующими: температура газа на входе составляла 280°C, а температура на выходе – 110°C. Условия прокаливании были следующими: в атмосфере азота чистотой 99,999 %, постепенное повышение температуры от комнатной температуры до 650°C при скорости нагревания 5°C/мин, поддержание температуры 650°C в течение 10 ч и охлаждение с получением

спеченного продукта. Условия дробления были следующими: обработка спеченного продукта с помощью устройства для дробления в потоке газа с получением целевого готового продукта фосфата лития-железа в качестве материала положительного электрода с размером частиц $D_{50} = 1,5-3$ мкм.

[0093] Сравнительный пример 1

[0094] 1. В соответствии с молярным соотношением элемента железа и элемента фосфора 0,96:1 6,895 кг 85% фосфорной кислоты квалификации «техническая» добавляли к 5 л деионизированной воды и перемешивали их для разбавления до концентрации 49%, медленно при перемешивании добавляли 3,25 кг порошка вторично восстановленного железа, 200 меш, с чистотой 99% и обеспечивали прохождение реакции при 45°C; в ходе реакции образовывалось некоторое количество газа, а цвет реакционной смеси постепенно изменялся от серо-черного до серо-белого. Когда в ходе реакции прекращалось образование газа, материал подавали в песчаную мельницу для размалывания в песчаной мельнице; шарики для измельчения в песчаной мельнице представляли собой шарики из оксида циркония размером 0,3 мм; в ходе размалывания в песчаной мельнице вязкость материала постепенно увеличивалась до 15000 сП, его цвет постепенно изменялся до чисто белого, в результате чего получали продукт А.

[0095] 2. В соответствии с молярным соотношением элемента лития и элемента фосфора 1,04:1 2,3 кг карбоната лития квалификации «аккумуляторный» и 1 кг сахарозы постепенно добавляли к 3,25 кг деионизированной воды при 40°C и при перемешивании с получением взвеси (карбонат лития характеризуется низкой растворимостью в воде), в результате чего получали продукт В.

[0096] 3. Продукт В добавляли к продукту А; после смешивания и перемешивания вязкость системы быстро увеличивалась и взвесь отвердевала, в результате чего размалывание в песчаной мельнице становилось невозможным.

[0097] Сравнительный пример 2

[0098] 1. В соответствии с молярным соотношением элемента железа и элемента фосфора 0,96:1 6,895 кг 85% фосфорной кислоты квалификации «техническая» добавляли к 5 л деионизированной воды и перемешивали их для разбавления до концентрации 49%, медленно при перемешивании добавляли 3,25 кг порошка вторично восстановленного железа, 200 меш, с чистотой 99% и обеспечивали прохождение реакции при 45°C; в ходе реакции образовывалось некоторое количество газа, а цвет реакционной смеси постепенно изменялся от серо-черного до серо-белого. Когда в ходе реакции прекращалось образование газа, материал подавали в песчаную мельницу для размалывания в песчаной мельнице; шарики для измельчения в песчаной мельнице представляли собой шарики из оксида циркония размером 0,3 мм; в ходе размалывания в песчаной мельнице вязкость материала постепенно увеличивалась до 15000 сП, его цвет постепенно изменялся до чисто белого, в результате чего получали продукт А.

[0099] 2. Чтобы избежать проблем с отвердеванием при смешивании с продуктом В, к продукту А добавляли 25 кг деионизированной воды для разбавления.

[0100] 3. В соответствии с молярным соотношением элемента лития и элемента фосфора 1,04:1 2,3 кг карбоната лития квалификации «аккумуляторный» и 1 кг сахарозы постепенно добавляли к 3,25 кг деионизированной воды при 40°C и при перемешивании с получением взвеси (карбонат лития характеризуется низкой растворимостью в воде), в результате чего получали продукт В.

[0101] 4. Продукт В добавляли к продукту А; после смешивания и перемешивания в системе не наблюдалось проблемы отвердевания, затем систему подвергали размалыванию в песчаной мельнице. Когда размер первичных частиц материала в конечном итоге достигал D50 приблизительно 800 нм, система являлась стабильной; при продолжении размалывания в песчаной мельнице размер первичных частиц не демонстрировал тенденции к уменьшению. Реакцию останавливали и по завершении реакции получали взвесь с содержанием твердых веществ 17%.

[0102] 5. Суспензию продукта реакции подвергали высушиванию распылением, спеканию и дроблению с получением фосфата лития-железа в качестве материала положительного электрода.

[0103] В данном документе условия высушивания распылением были следующими: температура газа на входе составляла 280°C, а температура на выходе – 110°C. Условия прокаливания были следующими: в атмосфере азота чистотой 99,999 %, постепенное повышение температуры от комнатной температуры до 650°C при скорости нагревания 5°C/мин, поддержание температуры 650°C в течение 10 ч и охлаждение с получением спеченного продукта. Условия дробления были следующими: обработка спеченного продукта с помощью устройства для дробления в потоке газа с получением целевого готового продукта фосфата лития-железа в качестве материала положительного электрода с размером частиц $D_{50} = 1,5\text{--}3$ мкм.

[0104] Сравнительный пример 3

[0105] 1. В соответствии с молярным соотношением элемента железа и элемента фосфора 0,96:1 6,895 кг 85% фосфорной кислоты квалификации «техническая» добавляли к 5 л деионизированной воды и перемешивали их для разбавления до концентрации 49%, медленно добавляли 3,25 кг порошка вторично восстановленного железа, 200 меш, с чистотой 99%, а затем при перемешивании добавляли 4 кг лимонной кислоты и обеспечивали протекание реакции при 45°C; в ходе реакции образовывалось некоторое количество газа, а цвет реакционной смеси постепенно изменялся от серо-черного до желто-зеленого. Когда в ходе реакции прекращалось образование газа, материал подавали в песчаную мельницу для размалывания в песчаной мельнице; шарики для измельчения в песчаной мельнице представляли собой шарики из оксида циркония размером 0,3 мм; в ходе размалывания в песчаной мельнице вязкость материала постепенно увеличивалась до 15000 сП, его цвет постепенно изменялся до желто-зеленого, в результате чего получали продукт А.

[0106] 2. В соответствии с молярным соотношением элемента лития и элемента фосфора 1,04:1 2,3 кг карбоната лития квалификации «аккумуляторный» и 1 кг

сахарозы постепенно добавляли к 3,25 кг деионизированной воды при 40°C и при перемешивании с получением взвеси (карбонат лития характеризуется низкой растворимостью в воде), в результате чего получали продукт В.

[0107] 3. Продукт В добавляли к продукту А; после смешивания и перемешивания вязкость системы постепенно увеличивалась до 20000 сП или больше; с целью обеспечения плавного протекания процесса необходимо было дополнительно добавить 10 л деионизированной воды для снижения вязкости до 1200 сП; когда материал был измельчен до размера частиц D50 приблизительно 500 нм, реакцию считали завершённой с получением взвеси с содержанием твердых веществ 35%.

[0108] 4. Суспензию продукта реакции подвергали высушиванию распылением, спеканию и дроблению с получением фосфата лития-железа в качестве материала положительного электрода.

[0109] В данном документе условия высушивания распылением были следующими: температура газа на входе составляла 280°C, а температура на выходе – 110°C. Условия прокаливании были следующими: в атмосфере азота чистотой 99,999 %, постепенное повышение температуры от комнатной температуры до 650°C при скорости нагревания 5°C/мин, поддержание температуры 650°C в течение 10 ч и охлаждение с получением спеченного продукта. Условия дробления были следующими: обработка спеченного продукта с помощью устройства для дробления в потоке газа с получением целевого готового продукта фосфата лития-железа в качестве материала положительного электрода с размером частиц $D_{50} = 1,5\text{--}3$ мкм.

[0110] Брали образцы порошка на основе фосфата лития-железа, полученные в примерах 1–5 и сравнительных примерах 2–3, смешивали с углеродной сажей и поливинилиденфторидом (PVDF) в массовом соотношении 80:10:10 до однородности; затем полученную смесь наносили на алюминиевую фольгу и высушивали с получением соответствующего тестового образца в качестве положительного электрода, который компоновали с металлическим литием с получением кнопочного аккумулятора 2032, и проводили тесты путем циклирования заряд-разряд с помощью

зарядно-разрядного устройства (LAND CT2001A) в диапазоне значений заряда и разряда от 2,0 В до 4,2 В и при скоростях заряда и разряда C/10, C/5, C/2, 1C, 2C и 5C. Результаты показаны на фиг. 3 и в таблице 1.

[0111] Таблица 1. Удельная разрядная емкость (мА·ч/г) при разных скоростях разряда для примеров 1–5 и сравнительных примеров 2–3

| Скорость разряда | 0,1 C | 0,2 C | 0,5 C | 1 C | 2 C | 5 C |
|------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Пример 1 | 157,8 | 157,4 | 153,1 | 146,3 | 137,7 | 123,1 |
| Пример 2 | 157,5 | 157,0 | 152,2 | 145,7 | 136,0 | 122,2 |
| Пример 3 | 158,1 | 157,9 | 154,2 | 146,8 | 138,3 | 124,2 |
| Пример 4 | 157,3 | 157,0 | 152,8 | 145,9 | 137,5 | 123,0 |
| Пример 5 | 157,2 | 156,8 | 152,1 | 145,8 | 137,2 | 122,9 |
| Сравнительный пример 2 | 142,1 | 138,2 | 134,2 | 113 | 97,3 | 84,2 |
| Сравнительный пример 3 | 156,4 | 155,5 | 150,1 | 140,3 | 130,2 | 108,8 |

[0112] Таблица 2. Содержание твердых веществ во взвесах продукта и показатель дегидратации при высушивании распылением для примеров 1–5 и сравнительных примеров 2–3

| | Пример 1 | Пример 2 | Пример 3 | Пример 4 | Пример 5 | Сравнительный пример 2 | Сравнительный пример 3 |
|---|----------|----------|----------|----------|----------|------------------------|------------------------|
| Содержание твердых веществ во взвеси готового продукта, % | 50 | 53 | 60 | 50 | 50 | 17 | 35 |
| Показатель дегидратации, необходимой для 1 кг предшественника, кг | 1,0 | 0,88 | 0,66 | 1,0 | 1,0 | 4,88 | 1,86 |
| Расход энергии, требуемый для дегидратации 1 кг предшественника | Низкий | Низкий | Низкий | Низкий | Низкий | Высокий | Высокий |

[0113] Как показано в таблице 2, в случае примеров 1–5 по сравнению со сравнительными примерами 2–3 удалось значительно снизить показатели дегидратации, необходимой для получения предшественников, и, таким образом, значительно снизить расход энергии, необходимой для дегидратации. В сравнительном примере 1 способ получения, основанный на предшествующем уровне техники, обеспечивал лишь повышение содержания твердых веществ, при этом характеризовался проблемой, заключающейся в том, что вязкость была слишком высокой для перемешивания. В сравнительных примерах 2–3 в реакционную смесь для получения продукта В не добавляли органическую кислоту, что не позволило реализовать эффект настоящего изобретения.

[0114] Хотя конкретные варианты осуществления настоящего изобретения были описаны выше, специалистам в данной области будет понятно, что они являются лишь иллюстративными, и что в этих вариантах осуществления могут быть осуществлены различные изменения или модификации без отступления от принципов и сущности настоящего изобретения. Следовательно, объем защиты настоящего изобретения определяется прилагаемой формулой изобретения.

Формула изобретения

1. Способ получения предшественника фосфата лития-железа, где способ получения включает следующие стадии:

S1. обеспечение реакции смеси источника железа и раствора фосфорной кислоты и ее измельчение после завершения реакции с получением продукта А и

обеспечение реакции смеси раствора органической кислоты, источника лития и источника углерода с получением продукта В после завершения реакции, при этом порядок получения продукта А и продукта В не ограничен;

S2. измельчение смеси из продукта А и продукта В с получением предшественника фосфата лития-железа.

2. Способ получения предшественника фосфата лития-железа по п. 1, где способ получения удовлетворяет одному или более из следующих условий:

(1) предшественник фосфата лития-железа характеризуется содержанием твердых веществ 50% или больше;

(2) источник железа представляет собой соединение, содержащее элемент железо и элемент кислород, и предпочтительно представляет собой одно или более из порошка железа, оксида железа(III), оксида железа(II) и нитрата железа(III), и более предпочтительно одно или более из порошка железа, оксида железа(III) и оксида железа(II);

предпочтительно порошок железа характеризуется содержанием железа 95 вес. % или больше, предпочтительно 99 вес. % или больше, более предпочтительно 99,5 вес. % или больше, например 99,7 вес. %;

предпочтительно порошок железа представляет собой одно или более из порошка первично восстановленного железа, порошка вторично восстановленного железа,

порошка восстановленного карбонильного железа и порошка электролитического железа;

предпочтительно оксид железа(III) характеризуется чистотой 95 вес. % или больше, предпочтительно 99 вес. % или больше и более предпочтительно 99,5 вес. % или больше;

предпочтительно оксид железа(II) характеризуется чистотой 95 вес. % или больше, предпочтительно 99 вес. % или больше и более предпочтительно 99,5 вес. % или больше;

(3) источник железа характеризуется числом меш, составляющим 200–1000 меш, предпочтительно 200–500 меш, например, 250 меш или 300 меш.

3. Способ получения предшественника фосфата лития-железа по п. 1 или п. 2, где способ получения удовлетворяет одному или более из следующих условий:

(1) массовая концентрация в процентах фосфорной кислоты в растворе фосфорной кислоты составляет от 20% до 85%, например, 49%, 59% или 62%;

(2) фосфорная кислота в растворе фосфорной кислоты представляет собой фосфорную кислоту квалификации «техническая», фосфорную кислоту квалификации «для пищевой продукции», фосфорную кислоту квалификации «электротехническая» или фосфорную кислоту квалификации «для электронной промышленности»;

(3) температура реакции для смеси источника железа и раствора фосфорной кислоты составляет от 20 до 95°C, предпочтительно от 30 до 90°C, например, 35°C, 45°C или 55°C;

(4) в смеси источника железа и раствора фосфорной кислоты молярное соотношение элемента железа и фосфорной кислоты составляет (0,94–1,05):1, предпочтительно (0,96–1,0):1, например 0,98:1.

4. Способ получения предшественника фосфата лития-железа по любому из пп. 1–3, где способ получения удовлетворяет одному или более из следующих условий:

(1) измельчение выполняют с помощью песчаной мельницы;

песчаная мельница предпочтительно представляет собой вертикальную песчаную мельницу, горизонтальную песчаную мельницу, корзиночную песчаную мельницу или двухконусную стержневую песчаную мельницу;

шарики для измельчения, применяемые в песчаной мельнице, предпочтительно характеризуются размером частиц от 0,1 до 3,0 мм, например, 0,3 мм или 0,4 мм;

шарики для измельчения, применяемые в песчаной мельнице, предпочтительно представляют собой шарики из оксида циркония;

(2) продукт А характеризуется вязкостью от 8000 до 20000 сП, предпочтительно от 10000 до 20000 сП, например 15000 сП;

(3) массовая концентрация в процентах органической кислоты в растворе органической кислоты составляет от 5% до 98%, например, 55%, 62% или 72%;

(4) органическая кислота в растворе органической кислоты представляет собой соединение на основе карбоновой кислоты и/или аскорбиновую кислоту;

соединение на основе карбоновой кислоты предпочтительно представляет собой одно или более из муравьиной кислоты, уксусной кислоты, щавелевой кислоты, лимонной кислоты, винной кислоты и яблочной кислоты;

органическая кислота предпочтительно представляет собой лимонную кислоту и/или щавелевую кислоту или яблочную кислоту и/или винную кислоту.

5. Способ получения предшественника фосфата лития-железа по любому из пп. 1–4, где способ получения удовлетворяет одному или более из следующих условий:

(1) источник лития представляет собой одно или более из моногидрата гидроксида лития, карбоната лития, дигидрофосфата лития, фосфата лития и ацетата лития, предпочтительно моногидрата гидроксида лития и/или ацетата лития;

карбонат лития предпочтительно представляет собой карбонат лития квалификации «технический» или карбонат лития квалификации «аккумуляторный»;

(2) молярное соотношение элемента лития из источника лития и фосфорной кислоты из раствора фосфорной кислоты составляет 0,98–1,05, например, 1,02, 1,03 или 1,04;

(3) источник углерода предусматривает одно или более из глюкозы, сахарозы, крахмала, фенольной смолы, циклодекстрина, полиэтилена, полиэтиленгликоля и поливинилового спирта и предпочтительно представляет собой смесь поливинилового спирта, циклодекстрина и полиэтиленгликоля;

(4) добавляемое количество источника углерода составляет от 1% до 60%, предпочтительно от 5% до 50%, еще более предпочтительно от 10% до 40% по массе источника железа;

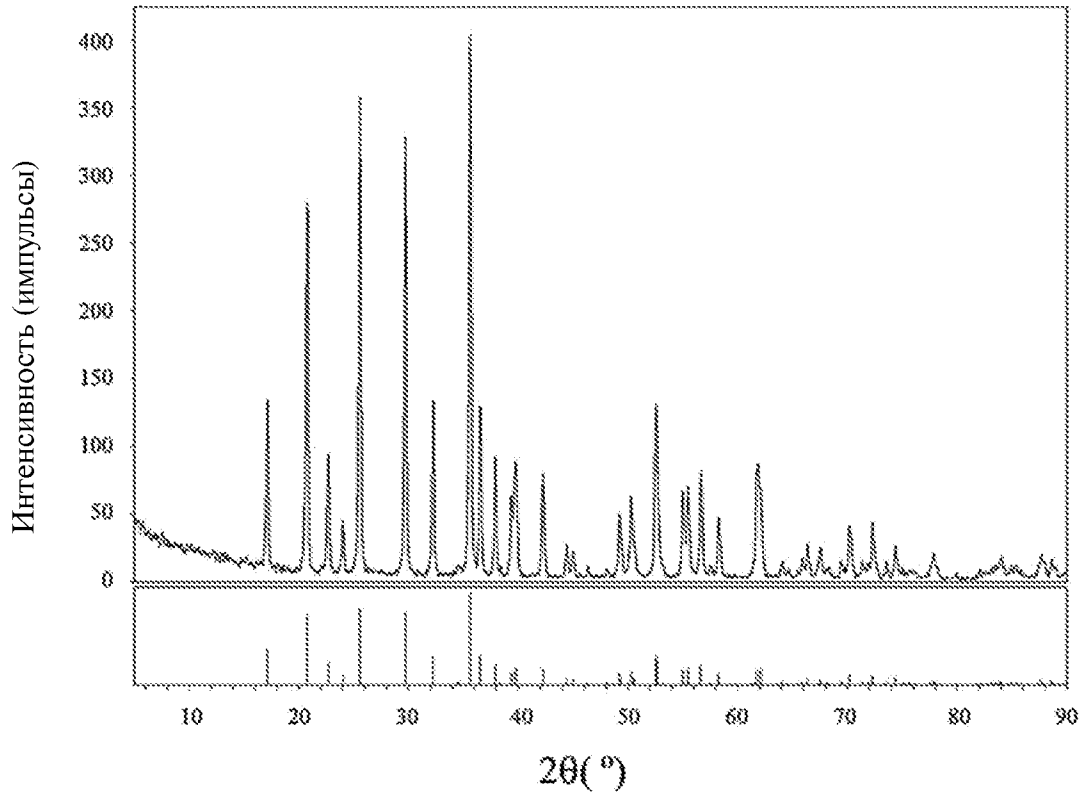
(5) температура реакции для смеси органической кислоты, источника лития и источника углерода составляет от 20 до 95°C, предпочтительно от 30 до 90°C, например, 35°C, 40°C или 45°C;

(6) предшественник фосфата лития-железа характеризуется размером частиц от 170 до 250 нм, например, 200 нм или 220 нм.

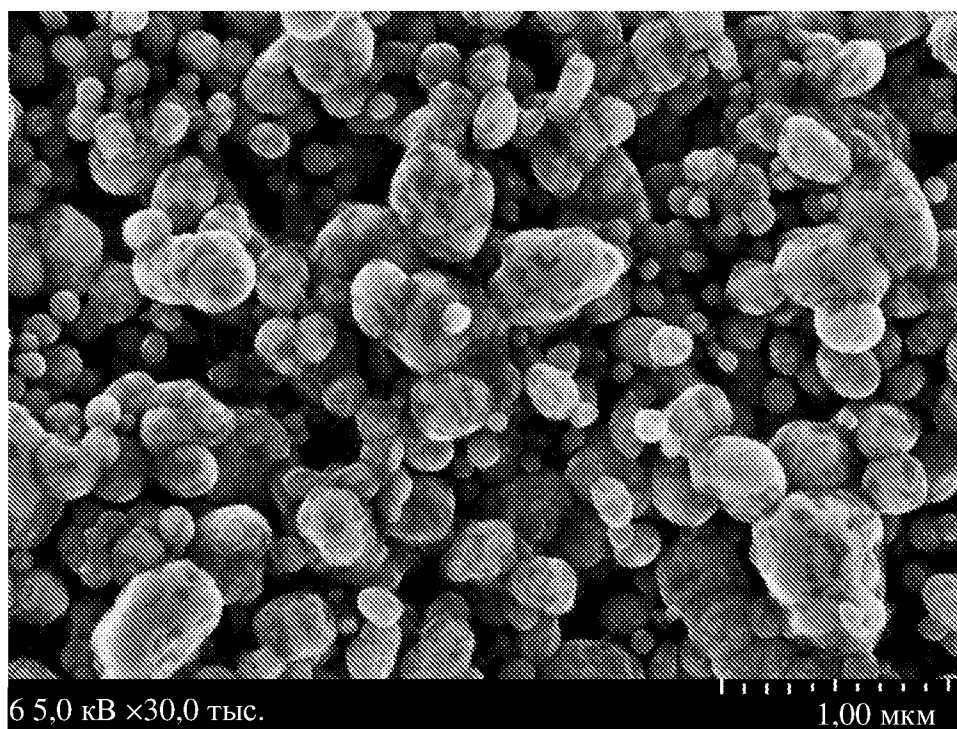
6. Предшественник фосфата лития-железа, где предшественник фосфата лития-железа получен с помощью способа получения предшественника фосфата лития-железа по любому из пп. 1–5.

7. Предшественник фосфата лития-железа по п. 6, где предшественник фосфата лития-железа характеризуется размером частиц от 170 до 250 нм.

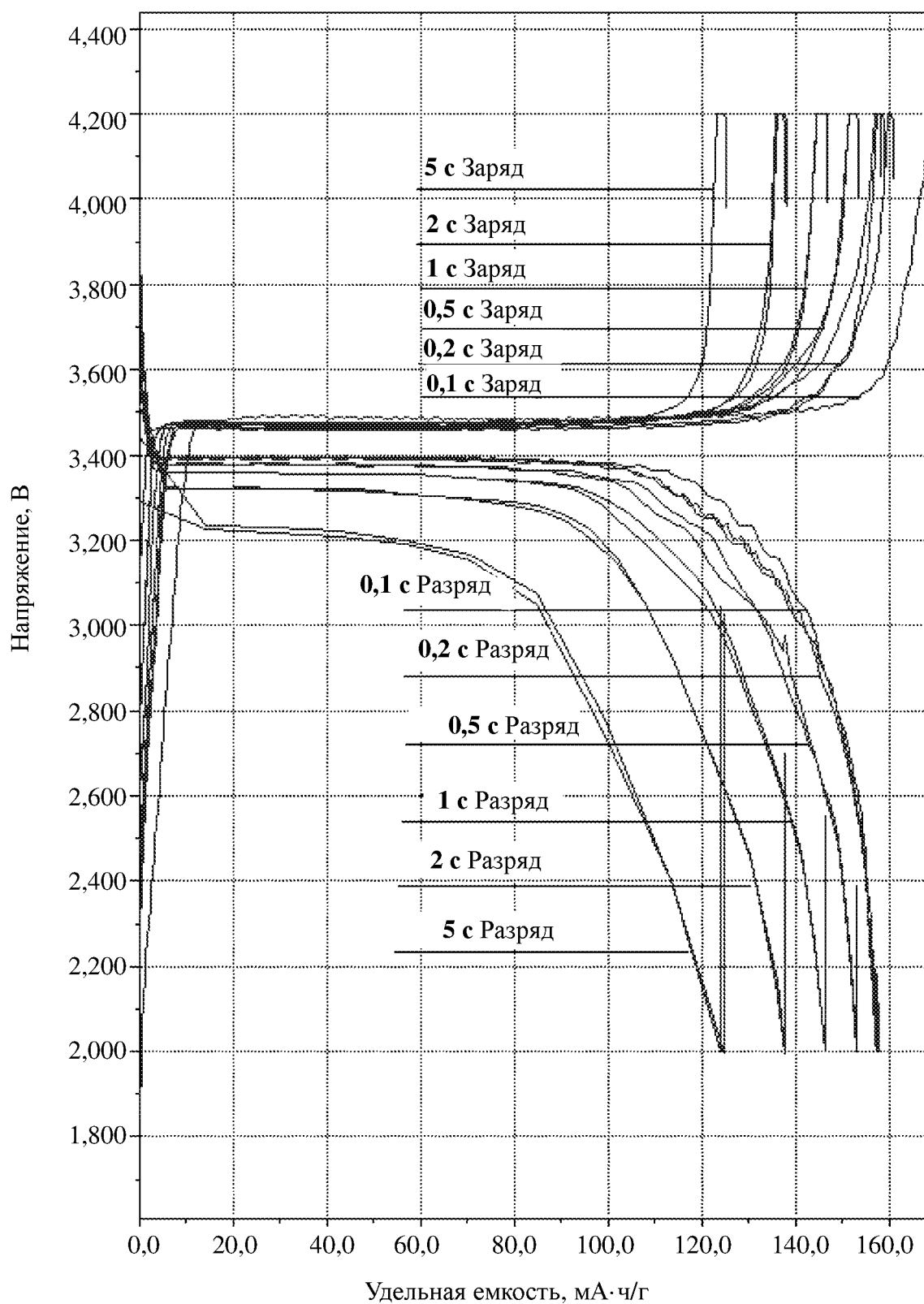
8. Способ получения фосфата лития-железа, где способ получения включает следующую стадию: подвергание предшественника фосфата лития-железа по п. 6 или п. 7 высушиванию распылением, прокаливанию и дроблению.
9. Фосфат лития-железа, где фосфат лития-железа получен с помощью способа получения фосфата лития-железа по п. 8.
10. Применение фосфата лития-железа по п. 9 в получении материала положительного электрода для литий-ионного аккумулятора.



ФИГ. 1



ФИГ. 2



ФИГ. 3