



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 117963860 A

(43) 申请公布日 2024.05.03

(21) 申请号 202311858762.0

(22) 申请日 2023.12.30

(71) 申请人 湖北天宜磷氟科技研究有限公司

地址 443007 湖北省宜昌市猇亭区猇亭大道189号三峡汽贸大世界六号楼1楼

(72) 发明人 黄忠 罗鸣坤 戴元华 张险峰

陈继先 陈喜珍 苏楠 袁国兵

(74) 专利代理机构 天津盛理知识产权代理有限公司

公司 12209

专利代理师 王来佳

(51) Int. Cl.

C01B 25/28 (2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种利用粉状磷酸一铵制备电池级磷酸一铵清液的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种利用粉状磷酸一铵制备电池级磷酸一铵溶液的方法:将粉状磷酸一铵用热水溶解后加助沉剂,加热搅拌,过滤、洗涤,得滤液a,向滤液a中加入PH调节剂A和脱钾剂,常温搅拌,静置沉淀,过滤得到滤液b,再向滤液b中加入PH调节剂B和脱氟剂,加热保温,低速搅拌,至杂质析出后过滤,得滤液c,将滤液c加水稀释至所需浓度得溶液d,溶液d即为电池级磷酸一铵溶液,可直接用于磷酸铁合成,得电池级磷酸铁。本方法是将低价值粉状磷酸一铵经过除杂净化,转化为符合电池级磷酸铁生产所需的磷酸一铵溶液,从而替代电池级磷酸一铵,扩大原料来源,稳定并降低生产成本。

1. 一种利用粉状磷酸一铵制备电池级磷酸一铵清液的方法,其特征在于,包括如下步骤:

S1. 将粉状磷酸一铵用纯水加热溶解,搅拌均匀后,加助沉剂,过滤、洗涤,得滤液a;

S2. 向S1步骤中所得滤液a中加入PH调节剂A和脱钾剂,常温搅拌均匀后,静置沉淀,过滤,得滤液b;

S3. 向S2步骤中所得滤液b中加入PH调节剂B和脱氟剂,加热搅拌均匀后,静置沉淀,过滤,得滤液c;

S4. 向S3步骤中所得滤液c中加入去离子水,稀释至所需浓度得溶液d,即为电池级磷酸一铵溶液。

2. 根据权利要求1所述的利用粉状磷酸一铵制备电池级磷酸一铵清液的方法,其特征在于:所述步骤S1中粉状磷酸一铵与纯水质量之比为1:(1-1.5),加热温度为50-95℃,搅拌时间为15-60min,粉状磷酸一铵养分含量45%-60%。

3. 根据权利要求1所述的利用粉状磷酸一铵制备电池级磷酸一铵清液的方法,其特征在于:所属步骤S1中助沉剂是在粉状磷酸一铵与水搅拌均匀,水温稳定之后加入,且加入之后搅拌时间为5-15min。

4. 根据权利要求1所述的一种利用粉状磷酸一铵制备电池级磷酸一铵清液的方法,其特征在于:所述步骤S1中过滤为趁热过滤,洗涤为热水洗涤,水温为40-90℃。

5. 根据权利要求1所述的利用粉状磷酸一铵制备电池级磷酸一铵清液的方法,其特征在于:所述步骤S1中助沉剂添加比例为混合体系总质量的0.1%-0.5%。

6. 根据权利要求1所述的利用粉状磷酸一铵制备电池级磷酸一铵清液的方法,其特征在于:所述步骤S2中PH调节剂A为硫酸、磷酸、氟硅酸的一种或者多种混合使用,脱钾时PH值调节至3.0-3.5。

7. 根据权利要求1所述的利用粉状磷酸一铵制备电池级磷酸一铵清液的方法,其特征在于:所述脱钾剂为酒石酸,加入量是粉状磷酸一铵质量的0.5%-1.5%;脱钾反应搅拌时间5-15min,静置时间30-120min,温度为常温。

8. 根据权利要求1所述的利用粉状磷酸一铵制备电池级磷酸一铵清液的方法,其特征在于:所述步骤S3中PH调节剂B为液氨、氨气、氢氧化钠的一种或者多种混合使用,脱氟时调节PH值为5.0-6.5;脱氟剂为氢氧化钙、氧化钙、氯化钙、氯化镁、氯化钡、硫酸镁的一种;脱氟剂加入量是粉铵质量的1%-5%,搅拌时间为5-15min,静置时间为30-120min,温度为45-85℃。

9. 根据权利要求1所述的利用粉状磷酸一铵制备电池级磷酸一铵清液的方法,其特征在于:所述助沉剂为聚丙烯酰胺,添加量为液体总质量的0.1-0.5%。

## 一种利用粉状磷酸一铵制备电池级磷酸一铵清液的方法

### 技术领域

[0001] 本发明公开了一种利用粉状磷酸一铵制备电池级磷酸一铵清液的方法,涉及一种粉状磷酸一铵溶液除杂提纯的方法。

### 背景技术

[0002] 电池级磷酸铁生产需要较为纯净的磷酸一铵溶液,一般用电池级磷酸一铵溶于纯水制得。近年来随着国内新能源汽车的快速普及,以及风管电储能电站规模的快速增长,市场对新能源锂电池的需求正在爆发。磷酸铁锂电池作为其中成本较低,安全性和稳定性良好的一员,市场占有率和市场规模呈指数级增长,产能也不断扩张。磷酸铁作为磷酸铁锂电池正极材料,其产能也在快速扩大。国内环保政策不断加压,磷矿资源管控日趋严格。目前电池级磷酸一铵主要采用热法酸或净化酸,通过中和法生成,成本较高。少部分企业采用湿法酸生产,产品质量不稳定导致产能不稳,且湿法酸路线制电池级磷酸一铵伴生大量粉状磷酸一铵,在磷矿供应总量受限的情况下,此路线产能扩张上限,难以满足磷酸铁生产需求。

[0003] 为了降低电池级磷酸铁生产成本,用市面上大量的低价粉状磷酸一铵替代电池级磷酸一铵是一个优先选择。目前粉状磷酸一铵净化制电池级磷酸一铵的生产方法有一例公开。

[0004] 专利CN20170026629.7申请已获授权,公开了一种用化肥级磷酸一铵生产工业级及电池级磷酸一铵的方法,该方法采用的是粉状磷酸一铵为原料,采用溶解、过滤、除杂剂除杂、调pH中和度等方法,最后浓缩结晶制备工业级及电池级磷酸一铵。该方法流程较长,控制难度和生产成本较高。

### 发明内容

[0005] 本发明的目的在于提供一种利用粉状磷酸一铵制备电池级磷酸一铵溶液的方法,解决磷酸铁生产原料供应紧张的问题。

[0006] 为解决上述的技术问题,本发明采用以下技术方案:

[0007] 一种利用粉状磷酸一铵制备电池级磷酸一铵清液的方法,其特征在于,包括如下步骤:

[0008] S1. 将粉状磷酸一铵用纯水加热溶解,搅拌均匀后,加助沉剂,过滤、洗涤,得滤液a;

[0009] S2. 向S1步骤中所得滤液a中加入PH调节剂A和脱钾剂,常温搅拌均匀后,静置沉淀,过滤,得滤液b;

[0010] S3. 向S2步骤中所得滤液b中加入PH调节剂B和脱氟剂,加热搅拌均匀后,静置沉淀,过滤,得滤液c;

[0011] S4. 向S3步骤中所得滤液c中加入去离子水,稀释至所需浓度得溶液d,即为电池级磷酸一铵溶液。

[0012] 而且,所述步骤S1中粉状磷酸一铵与纯水质量之比为1:(1-1.5),加热温度为50-95℃,搅拌时间为15-60min,粉状磷酸一铵养分含量45%-60%。

[0013] 而且,所属步骤S1中助沉剂是在粉状磷酸一铵与水搅拌均匀,水温稳定之后加入,且加入之后搅拌时间为5-15min。

[0014] 而且,所述步骤S1中过滤为趁热过滤,洗涤为热水洗涤,水温为40-90℃。

[0015] 而且,所述步骤S1中助沉剂添加比例为混合体系总质量的0.1%-0.5%。

[0016] 而且,所述步骤S2中PH调节剂A为硫酸、磷酸、氟硅酸的一种或者多种混合使用,脱钾时PH值调节至3.0-3.5;

[0017] 而且,所述脱钾剂为酒石酸,加入量是粉状磷酸一铵质量的0.5%-1.5%;脱钾反应搅拌时间5-15min,静置时间30-120min,温度为常温。

[0018] 而且,所述步骤S3中PH调节剂B为液氨、氨气、氢氧化钠的一种或者多种混合使用,脱氟时调节PH值为5.0-6.5;脱氟剂为氢氧化钙、氧化钙、氯化钙、氯化镁、氯化钡、硫酸镁的一种;脱氟剂加入量是粉铵质量的1%-5%,搅拌时间为5-15min,静置时间为30-120min,温度为45-85℃。

[0019] 而且,所述助沉剂为聚丙烯酰胺,添加量为液体总质量的0.1-0.5%。

[0020] 本发明的优点和积极效果:

[0021] 本方法采用粉状磷酸一铵作为原料,选用高效除杂剂,缩短工艺流程和时间,且尽量不引入对磷酸铁生产不利的组分,使粉状磷酸一铵溶解滤液经净化提纯,可不通过结晶再溶解,即获得能直接用于合成电池级磷酸铁的电池级磷酸一铵溶液。对比CN20170026629.7所述专利方法,减少了设备投资、能源消耗以及三废的生成,具备一定技术和成本优势。

### 具体实施方式

[0022] 为了使本发明的目的、技术方案及优点更加清楚明白,以下结合实施例,对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。

[0023] 实施例1

[0024] 一种利用粉状磷酸一铵制备电池级磷酸一铵清液的方法,其特征在于:

[0025] S1:取1200g纯水,升温至80℃,开启搅拌,将1000g粉状磷酸一铵(也称粉铵)快速加入,搅拌均匀后,待温度回升到80℃,加入3g助沉剂聚丙烯酰胺,搅拌30min,趁热过滤,用少量50℃热水洗涤滤饼,收集为滤液a。

[0026] S2:向滤液a中加入20g氟硅酸(折纯),PH值调节至3.0-3.5,再加入10g酒石酸,搅拌5min,静置冷却60min,过滤,得滤液b。

[0027] S3:向滤液b中加入氢氧化钠,调节PH值为5.0-6.5,再加入30g氢氧化钙,搅拌15min,静置冷却60min,过滤,得滤液c。

[0028] S4:向滤液c中加入适量的去离子水,将滤液c稀释为电池级磷酸铁生产所需浓度磷酸一铵溶液d。

[0029] 本实施例步骤(4)得到的磷酸一铵溶液指标为:磷:7.04%,氟离子:300ppm,钾:236ppm,钠:45ppm,钙:40ppm,镁:38ppm,锰:3.2ppm,砷:2.5ppm,镍:0.06ppm,铁:2.4ppm,

铬:1.9ppm,钴:0.03ppm,钛:0.32ppm,铝:0.28ppm,锌:7ppm,铜:N.D,铅:N.D。(N.D意思为未检出)

[0030] 将磷酸一铵溶液d用于磷酸铁合成小试,所得磷酸铁成品杂质离子含量为:钾:172ppm,钠:4ppm,钙:8ppm,镁:17ppm,锰:13ppm,砷:N.D,镍:N.D,铬:7ppm,钴:3ppm,钛:22ppm,铝:18ppm,锌:11ppm,铜:N.D,铅:N.D。以上指标均低于合作企业合格磷酸铁内控标准杂质限。

[0031] 所述步骤S1中粉状磷酸一铵为粉状农用级磷酸一铵。

[0032] 实施例2

[0033] 一种利用粉状磷酸一铵制备电池级磷酸一铵清液的方法,其特征在于:

[0034] (1)取1500g纯水,升温至95℃,开启搅拌,将1000g粉铵快速加入,搅拌均匀后,待温度回升到95℃,加入5g助沉剂聚丙烯酰胺,搅拌30min,趁热过滤,用少量50℃热水洗涤滤饼,收集为滤液a。

[0035] (2)向滤液a中加入15g氟硅酸(折纯),PH值调节至3.0-3.5,再加入10g酒石酸,搅拌15min,静置冷却120min,过滤,得滤液b。

[0036] (3)向滤液b中加入氢氧化钠,调节PH值为5.0-6.5,再加入25g氢氧化钙,搅拌15min,静置冷却120min,过滤,得滤液c。

[0037] (4)向滤液C中加入适量的去离子水,将滤液c稀释为电池级磷酸铁生产所需浓度磷酸一铵溶液d。

[0038] 本实施例步骤(4)得到的磷酸一铵溶液指标为:磷:7.46%,氟离子:285ppm,钾:258ppm,钠:47ppm,钙:28ppm,镁:40ppm,锰:3.5ppm,砷:2.8ppm,镍:0.10ppm,铁:2.5ppm,铬:2.1ppm,钴:0.02ppm,钛:0.70ppm,铝:0.40ppm,锌:7.6ppm,铜:N.D,铅:N.D。

[0039] 将磷酸一铵溶液d用于磷酸铁合成小试,所得磷酸铁成品杂质离子含量为:钾:172ppm,钠:5ppm,钙:6ppm,镁:19ppm,锰:17ppm,砷:N.D,镍:N.D,铬:8ppm,钴:3.5ppm,钛:24ppm,铝:17ppm,锌:13ppm,铜:N.D,铅:N.D。以上指标均低于合作企业合格磷酸铁内控标准杂质限。