
磷酸锰铁锂生产工艺流程说明书

目录

?? 磷酸锰铁锂工艺说明	1
?? 本文大纲	2
???? 工艺概述	2
???? 主要原辅料及消耗	2
???? 实验室主要原料	3
???? 原辅料特性说明	4
???? 主要生产设备清单	5
???? 设备与产能匹配说明	7
?? ??产能与设备匹配性分析	7
?? ??设备产能分析表	8
?????? 生产工艺流程图	9
?????? 反应方程式	12
?????? 工艺流程概述	12
???? 物料平衡	15
?? ??物料平衡表	15
?? ??物料平衡图	15
?????? 铁元素平衡表	18
?????? 铁元素平衡图	18
?????? 锰元素平衡表	19
?????? 锰元素平衡图	20
?????? 锂元素平衡表	21
?????? 锂元素平衡图	2
?????? 磷元素平衡表	24
??	
?? 磷元素平衡图	24
?? 磷酸锰铁锂产品指标	26

磷酸锰铁锂工艺说明

磷酸盐系正极材料是在磷酸盐体系中，进行多元素复合得到的电池正极材料，较为常见的有磷

酸铁锂、磷酸锰铁锂等，是锂离子动力电池的主要原材料之一。大容量锂离子动力电池具有电压高、能量密度大、充放电迅速、寿命长、无记忆效应、生产和使用对环境无污染等优点，兼具绿色环保与优良性能，因此电池正极材料供需也得以快速增长。磷酸锰铁锂由于锰的加入具备了更高的电压、循环量和更优的低温性能等特点，作为新一代磷酸盐系正极材料具有良好的发展前景。

本文将从以下十个内容为你介绍磷酸锰铁锂的生产工艺。

本文大纲

- 1、磷酸锰铁锂主要原辅料及消耗
- 2、实验室主要原料
- 3、原辅料特性说明
- 4、主要生产设备清单
- 5、设备与产能匹配说明
- 6、生产工艺流程图
- 7、反应方程式
- 8、生产工艺概述
- 9、物料水平衡及各元素平衡
- 10、磷酸锰铁锂产品指标

?? 工艺概述

将铁(铁源)与磷酸(磷源)进行预反应得到分散液，分散液中投入碳酸锰(锰源)进行低温液相反应，得到磷酸锰铁锂前驱体，前驱体与碳酸锂(锂源)、单水葡萄糖(碳源)经混料、研磨、喷雾干燥和烧结工序后得到碳包覆的磷酸锰铁锂，其中碳的质量分数为1.5%，即为磷酸锰铁锂正极材料。

?? 主要原辅料及消耗

序号	原辅材料名称	组分/规格	物质形态	年耗量	单位	包装储存方式	最大储存量 (t)	贮存位置	来源及运输
1	碳酸锰	99.20%	固态	43396.34	t/a	袋装	1010	原料仓库	外购、汽运
2	铁粉	99.50%	固态	14045.48	t/a	缠绕膜包裹	328	原料仓库	外购、汽运
3	磷酸	85%	液态	71930.73	t/a	罐装	380	原料仓库	外购、汽运
4	碳酸锂	98.90%	固态	23340.66	t/a	袋装	542	原料仓库	外购、汽运
5	一水葡萄糖	99%	固态	4154.03	t/a	袋装	97	原料仓库	外购、汽运
6	氮气	≥ 99.999%	气态	13568	Nm ³ /h	/	/	/	制氮机
7	自来水	/	液态	318991	t/a	/	/	/	园区供水管网
8	电	/	/	32899.95	万kw·h/a	/	/	/	园区供电管网
9	天然气	/	气态	1900	万Nm ³ /a	众号	· 锂电	正极材料	园区供气管道

?? 实验室主要原料

×

??. 原辅料特性说明

序号	名称及标识	理化特性	燃烧爆炸性	毒性毒理
1	名称: 磷酸锰铁锂 分子式: $\text{LiFe}_2\text{Mn}_{(1-x)}\text{PO}_4$ CAS:921-62-3	颜色均一的黑色或灰黑色粉末, 比容量高, 安全性好, 成本低, 循环寿命长, 没有记忆效应, 可以随时充放	/	/
2	名称: 碳酸锰 分子式: Mn_2CO_3 CAS:598-62-9	玫瑰色三角晶系菱形晶体或无定形亮白棕色粉末。密度: $3.1\text{g}/\text{cm}^3$; 熔点($^{\circ}\text{C}$):	/	碳酸锰主要为慢性中毒, 损害中枢神经系统尤以锥体外系统
3	名称: 铁 分子式: Fe CAS:7439-89-6	粉末状, 熔点 1535°C , 沸点 2750°C , 相对密度(25°C) $7.86\text{g}/\text{cm}^3$, 不溶于水。	可燃性固体	LD ₅₀ :30000mg/kg(大鼠经口)
4	名称: 磷酸 分子式: H_3PO_4 CAS:7664-38-2	熔点: 42°C ; 沸点: 261°C (分解, 磷酸受热逐渐脱水, 因此没有自身的沸点)	/	LD ₅₀ :1530mg/kg (大鼠经口); 2740mg/kg(兔经
5	名称: 一水葡萄糖 分子式: $\text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}_7$ CAS:5996-10-1	白色颗粒状粉末, 味甜, 分子量 198.17, 密度 $1.56\text{g}/\text{cm}^3$, 熔点 146°C , 闪	/	/
6	名称: 碳酸锂 分子式: Li_2CO_3 CAS:554-13-2	无色或白色单斜晶体。有辣味。密度 (g/cm^3 , $25/4^{\circ}\text{C}$):2.11; 熔点($^{\circ}\text{C}$):	/	误服中毒后, 主要损害胃肠道、心脏、肾脏和神经系统。中毒
7	名称: N-甲基吡咯烷酮 (NMP) 分子式: $\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}$ CAS:872-50-4;2687-44-7	无色透明油状液体, 具有特殊的香气。沸点 244°C ; 常温下密度 $1.02\text{g}/\text{L}$; 熔点 -24°C ; 闪点 187°F 可溶于水和一些有机溶剂。	可燃液体, 应密封防潮, 避光贮存。	LD ₅₀ :3.5mL/kg (大鼠经口)
	名称: 乙醇	无色液体, 具有刺激性气味	引燃温度($^{\circ}\text{C}$):	LD ₅₀ :7060mgkg(兔经口);7340mgkg(兔

8		。液体密度0.789g/cm ³ (20	363;爆炸上限%	经皮);
	分子式: C ₂ H ₆ O CAS:64-17-5	°C) ; 气 体 密 度 1.59kg/cm ³ , ;沸点78.3°C; 熔点-114.1°C;与水以任意 比互溶。	(V/V):19;爆 炸下限% (X从号3, 3锂	LC ₅₀ : 37620mg/m ³ , 10小时(大鼠吸入) 电正极材料工艺

???. 主要生产设备清单

工序	名称	规模型号	数量 (台/套)	备注
投配料工序	升降货梯	载荷2T	6	/
		2m×1.8m×17.5m		
	吨袋解包站	投料站电动葫芦，锂电专用行车，量程：2T。	43	配洁净式外壳罩和环链防尘罩。
	磷酸储罐	58m ³	5	/
	磷酸泵	Q=12.5m ³ /h	4	/
	3m ³ 暂存仓	3m ³	8	/
	4m ³ 暂存仓	4m ³	5	/
	6m ³ 暂存仓	6m ³	3	/
	13m ³ 暂存仓	13m ³	11	/
	2m ³ 计量仓	2m ³	5	/
	3m ³ 计量仓	3m ³	8	/
	6m ³ 计量仓	6m ³	3	/
	13m ³ 计量仓	13m ³	11	/
预反应工序	预混罐	全容积15000L	5	带冷却层
	预混罐	全容积30000L	3	带冷却层
	分散罐	搅拌功率22kW	3	/
液相反应工序	反应釜	YBBP-55kW-ExdIIBT4-变频	6	/
压滤工序	固液分离系统(板框式)	HVPF-60(6m ²)	6	/
	输送泵	Q=50m ³ /h	12	/
闪蒸干燥工序	闪蒸干燥机	处理量1310kg/h	4	使用电加热炉
		干燥脱水量510kg/h		

两次研磨 工序	分散罐	搅拌功率37kW	6	/
	均质罐	全容积15000L	5	/
	均质罐	全容积30000L	3	/
	粗磨罐	全容积30000L	9	/
	粗磨罐	全容积15000L	5	/
	粗磨砂磨机	腔体容积400L	5	带冷却层
	粗磨砂磨机	腔体容积1000L	3	/
	细磨罐	全容积30000L	9	
	细磨罐	全容积15000L	15	
	细磨砂磨机	腔体容积400L	15	
	细磨砂磨机	腔体容积1000L	18	1

工序	名称	规模型号	数量 (台/套)	备注
除磁工序	除铁罐	全容积30000L	8	带冷却层
	电磁浆料除铁器	处理能力20m ³ -25m ³ H	32	/
	暂存成品罐	全容积30000L	13	/
喷雾干燥工序	喷雾干燥机	DGLP-3000(D8500)	5	对应5万吨产能
		天然气直燃式热风炉与电加热炉交替使用		
	喷雾干燥机	DGLP-6500(D10000) 天然气直燃式热风炉与电加热炉交替使用	2	对应5万吨产能
烧结工序	气氛辊道窑炉	68米气氛窑炉	20	/
	外轨线	含对辊机	20	/
	正压输送泵	/	20	/
粉碎工序	直排筛	/	20	/
	气流粉碎机	MQW100T	11	/
批混工序	混合机	/	11	/
除铁过筛工序	超声波振动筛	/	44	/
	电磁除铁机	/	44	/
研发测试工序	ICP	/	2	/
	粒度仪	/	4	/
	电池检测柜	BTS-4000	10	/
	水分测试仪	/	5	/
	热分析	STA-1150	1	/
	试验炉	/	5	/
	真空干燥箱	SDR-20	5	/
	手套箱	FZ-100	2	/
	涂布机	SDR-20	2	/
	匀浆机	/	10	/

	比表面积仪	/	2	/
	电镜	JSM-IT100	1	/
	电池制作线	/	1	/
包装工序	包装机	/	11	/
	输送空压机	/	4	/
	吸附式冷干机	/	4	/

?? . 设备与产能匹配说明

?? . 1 . 产能与设备匹配性分析

磷酸锰铁锂设备，主要生产设备研磨机、喷雾干燥机、气氛辊道窑炉产能匹配性分析如下：

(1) 研磨工序

研磨工序采用5台WSP-400L粗磨砂磨机、3台WSP-1000L粗磨砂磨机、15台WSP-400L细磨砂磨机、18台WSP-1000L细磨砂磨机。WSP-400L粗磨砂磨机设计产能为4t/h、WSP-1000L粗磨砂磨机设计产能为10t/h(厂家资料),全年运行按300天计,则粗磨砂磨机设备理论年最大产能为360000t/a;WSP-400L细磨砂磨机设计产能为1t/h、WSP-1000L细磨砂磨机设计产能为2t/h(厂家资料),全年运行按300天计,则细磨砂磨机设备理论年最大产能为367200t/a。

全年粗磨砂磨机总研磨浆料量为349646.84t/a,工作负荷为97%;全年细磨砂磨总研磨浆料量为349646.84t/a,工作负荷为95%,因此,粗磨砂磨机、细磨砂磨机与产能匹配。

(2) 喷雾干燥工序

喷雾干燥工序采用5台DGLP-3000(D8500)喷雾干燥机、2台DGLP-6500(D10000)喷雾干燥机。DGLP-3000(D8500)喷雾干燥机设计产能为6200kg/h,烧失率22%(厂家资料),则5台DGLP-3000(D8500)喷雾干燥机年产能为 $6200\text{kg/h} \times 7200\text{h} \times (1-22\%) \times 5 = 174096\text{t/a}$;DGLP-6500

(D10000)喷雾干燥机设计产能为16000kg/h,烧失率22%(厂家资料),则2台DGLP-6500(D10000)喷雾干燥机年产能为 $16000\text{kg/h} \times 7200\text{h} \times (1-22\%) \times 2 = 179712\text{t/a}$ 。喷雾干燥机合计理论产能353808t/a。

喷雾干燥工序处理浆料量349510.21t/a,喷雾干燥机工作负荷为98.8%,因此,喷雾干燥机与产能匹配。

(3) 烧结工序

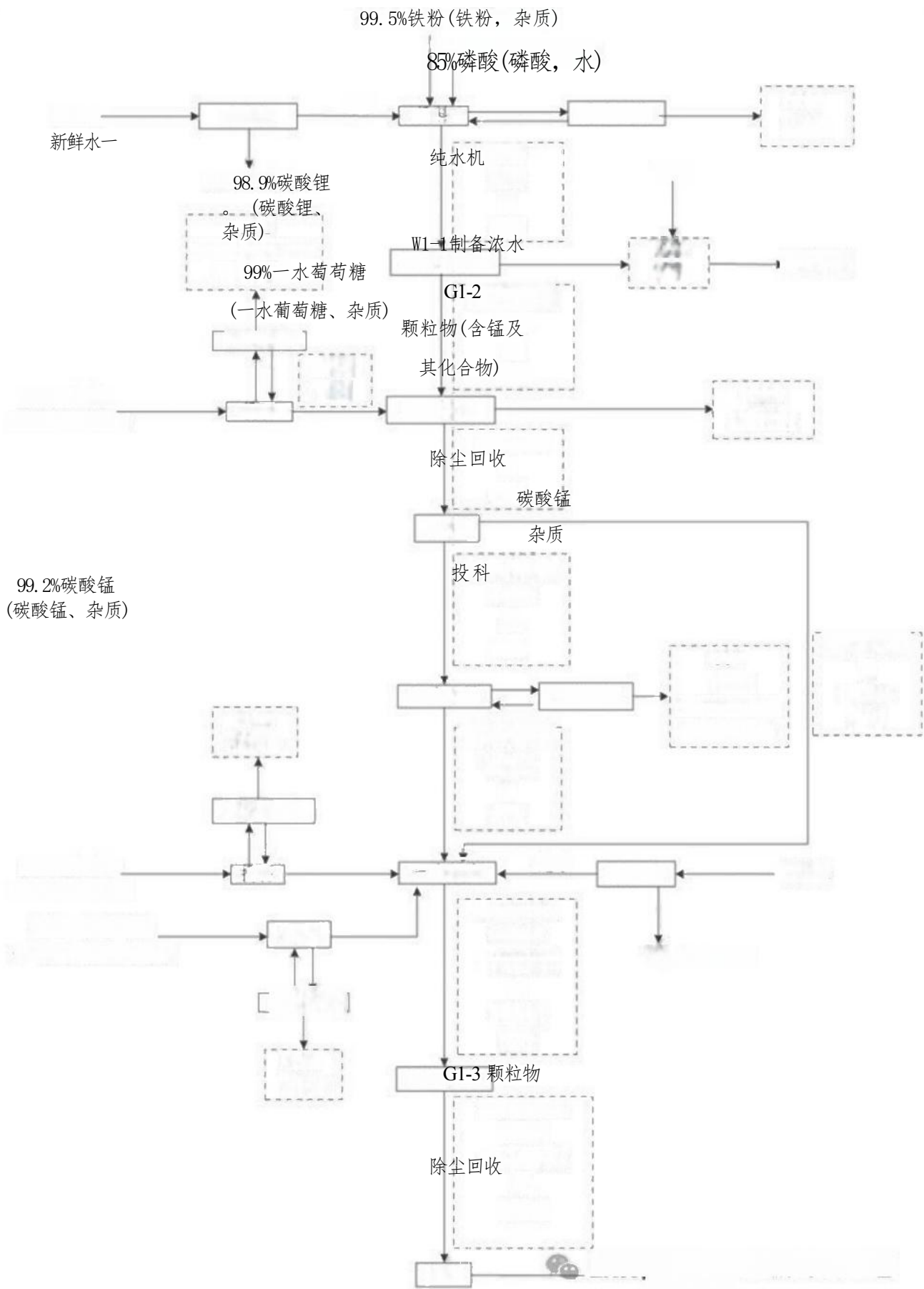
烧结工序采用20台气氛辊道窑炉,炉体长L炉体=68000mm,匣钵长度L匣钵=340mm,炉内列数6列,炉内匣钵层数2层,烧成周期T=22h,烧失率23%,装钵量W装钵量=8.3kg,烧成重量W烧成重量=W装钵量 $\times (1-23\%)$,单窑产能 $Q=L\text{炉体} \div L\text{匣钵} \times n\text{列数} \div T\text{烧成周期} \times W\text{烧成重量} \times 7200\text{h} = 6250\text{t/a}$,20台气氛辊道窑炉理论年产能为125000t/a。

烧结工序处理粉料量为124727.76t/a,气氛辊道窑炉工作负荷为99%,因此,气氛辊道窑炉与产能匹配。

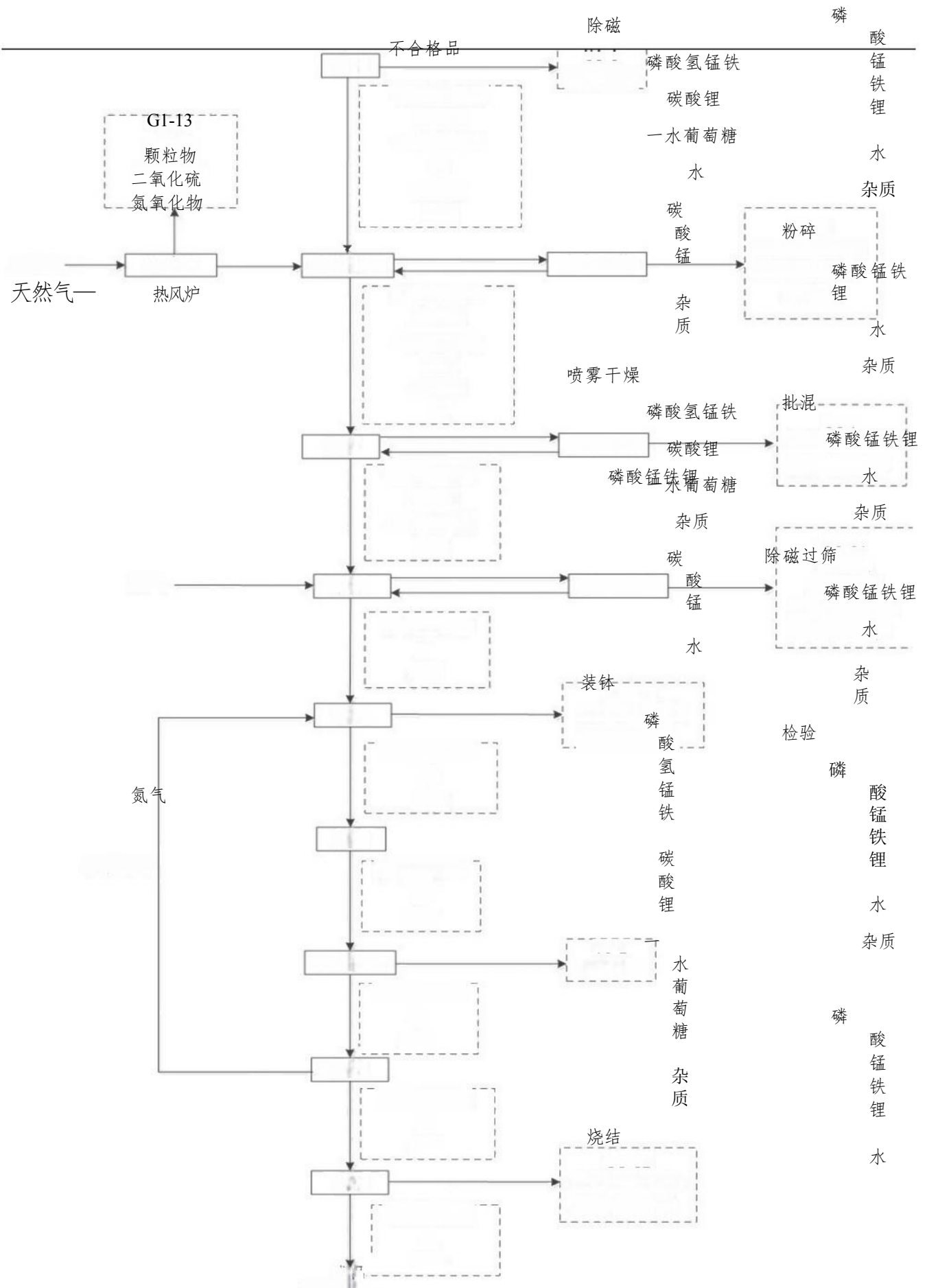
?? 2. 设备产能分析表

工序	设备名称	单台产能	数量(台/套)	生产效率	理论产能	设计产能
研磨工序	WSP-400L粗磨砂磨机	4t/h	5	97%	360000t/a	349646.84t/a
	WSP-1000L粗磨砂磨机	10t/h	3			
	WSP-400L细磨砂磨机	1t/h	15	95%	367200t/a	
	WSP-1000L细磨砂磨机	2t/h	18			
喷雾干燥工序	DGLP-3000(D8500)喷雾干燥机	0.62t/h	5	98.80%	353808t/a 锂电	349510.21t/a E极材料工艺
	DGLP-6500(D10000)喷雾干燥机	1.6t/h	2			
烧结工序	气氛辊道窑炉	6250t/a	20	99%	125000t/a	124727.76t/a

3. 生产工艺流程图







SI-T
磁性杂质

S1-2
含磁杂质

除尘回收

G1-8
颗粒物(含锰
及其化合物)
水蒸气

G1-12
颗粒物(含锰
及其化合物)

除尘回收

G1-9
颗粒物(含锰
及其化合物)

除尘回收

G1-10
水蒸气
二氧化碳
颗粒物(含锰
及其化合物)

G1-11
颗粒物(含锰
及其化合物)

4. 反应方程式

(1) 铁源预反应



(2) 液相反应



(3) 烧结反应



5. 工艺流程概述

(1) 投料

将原料吨袋包装通过升降电梯到拆包平台，使用吨袋拆包机将物料自动化拆包后通过振动或气缸推袋式下料，下料后通过密闭真空给料机输送至原料暂存仓，后经计量罐按比例螺旋输送至分散罐，此工序产生投料废气G1-1、G1-2、G1-3、G1-4，投配料系统均自带仓顶除尘器（布袋式聚脂滤袋），集气效率可达99%以上，本环评收集效率取99%，收集的粉尘脉冲返回生产线，投料区投料废气再经密闭管道收集至中央除尘器（布袋式聚脂滤袋）处理后经1#~2#排气筒高空排放。

(2) 预反应

向分散罐中分别通过纯水泵和磷酸泵泵入定量的纯水以及过量的磷酸，进行铁源预反应工序，反应条件为压力0.001-0.1MPa，温度范围在30-90℃之间，反应生成分散液亚磷酸氢铁，反应产生的G1-5氢气通过氮气稀释后排放。

在预混罐氢气排放口充纯氮气稀释的工艺进行处理后无组织排放。氢气在空气中的爆炸范围较宽，为4%-75%，在氧气中的爆炸范围为4.5%-95%，为防止H₂含量过高引起爆炸，喷入氮气以稀释H₂含量，设置氮气吹扫装置，吹扫口前配置切断阀，止回阀。吹扫氮气的纯度不得低于99.5%，置换后应进行取样分析，含氧量不应超过0.5%。

(3) 液相反应

将上述工序反应得到的分散液及剩余的磷酸通过密闭自动输料管道输送至反应釜，并向反应釜投入稍过量的碳酸锰原料，进行液相反应，反应釜温度为20℃-80℃，低温液相反应生成磷酸锰铁锂前驱体和G1-6二氧化碳气体。

(4) 压滤

将液相反应得到的反应物经密闭管道输送至板框机，进行压滤。压滤在常温常压下进行，液体压滤率可达90%，压滤后得到的水溶液用至研磨工序。

(5) 闪蒸干燥

将压滤后的磷酸锰铁锂前驱体经螺旋加料器输送至闪蒸干燥机进行闪蒸干燥(温度 250°C - 300°C),通过电加热炉加热的热空气将磷酸锰铁锂前驱体的水分烘干,以便研磨工序物料配比计算,干燥后含水率约3%。闪蒸干燥机自带脉冲布袋除尘设备(去除效率达99%以上),收集的物料脉冲返回生产线。

(6) 两次研磨

将干燥后的磷酸锰铁锂前驱体及按配方计量好的碳源(单水葡萄糖)、锂源(碳酸锂)、压滤液经密闭管道输送至研磨系统的分散罐,同时向分散罐泵入定量的纯水,通过均质泵搅拌分散得到浆料,浆料的含固率为35%。将配水后的浆料输送至砂磨机,经过粗磨和细磨至粒径 $0.2\ \mu\text{m}$ 以下。研磨过程需要使用循环冷却水对粗磨罐、细磨罐以及砂磨机进行间接冷却,冷却温度至 20°C 左右。粗磨和细磨均采用湿法工艺,研磨过程中无粉尘产生。

(7) 除磁

将研磨后的浆料泵入除铁罐,通过电磁浆料除铁器,进行第一次除磁(除磁效率为 $0.039\%/t$ 物料),除磁后的浆料经密闭管道输送至暂存成品罐。该工序产生磁性杂质S1-1,经收集后交由相关技术单位回收综合利用。

(8) 喷雾干燥

将暂存成品罐的浆料($D_{50}\leq 400\text{nm}$,料液温度为 20°C 左右)泵入干燥器顶部的离心雾化器,通过离心力使料液喷成极小的雾状液滴,空气经天然气加热形成的热烟气(250°C - 300°C)呈螺旋状均匀地进入干燥室,与料液并流接触,使水分迅速蒸发,在极短时间内完成干燥。干燥后的物料,温度为 80°C 左右,含水量在2%左右,通过气动敲击锤的脉冲式敲击,使干燥获得的粉料迅速离开干燥室经密闭管道进入物料缓冲仓。喷雾干燥设备自带脉冲袋滤器(去除效率达99%以上),收集的粉尘脉冲回喷雾干燥设备的料仓。

该工序产生喷雾干燥废气、天然气燃烧尾气。

(9) 高温煅烧

烧结的主要原理:以氮气为保护气,在电辊道窑中(温度为 500 - 800°C ,时间 4h - 16h ,压力 0.01 - 0.5MPa),磷酸锰铁锂前驱体与锂源在高温下反应得到磷酸锰铁锂纯品,碳源在高温下热解成碳和水,碳包覆在磷酸锰铁锂纯品上,碳的质量分数为1.5%,最终得到碳包覆的磷酸锰铁锂,即为成品(磷酸锰铁锂)。烧结炉自带脉冲布袋除尘装置(去除效率达99%以上)。

① 装钵

喷雾干燥后的粉料从物料缓冲仓通过密闭系统输送至烧结炉的匣钵，窑炉内需以氮气为保护气，不得混入氧气，因此烧结炉进料结构为真空置换进料。首先打开外闸门，将匣钵推入置换室内，然

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/597044036031006145>