

从废磷铁渣中回收磷酸铁和石墨的工艺研究

马华阳^{*#}, 何海洋

武汉工程大学化学与环境工程学院, 武汉 湖北

收稿日期: 2025年3月28日; 录用日期: 2025年4月23日; 发布日期: 2025年4月30日

摘要

目前, 退役旧磷酸铁锂电池经放电和物理分选得到金属及正负极材料的混合物黑粉, 工业生产通常采用硫酸浸取黑粉以回收高价值锂资源后产生大量的废磷铁渣, 这些磷铁渣堆积在仓库里无法消纳。为了实现退役磷酸铁锂电池全组分回收, 避免堆存的废磷铁渣对环境潜在危害, 本文采用氧化焙烧+浮选的工艺从废磷铁渣中回收磷酸铁和石墨资源。首先, 在400℃~550℃条件下进行有氧焙烧以去除了其中的粘接剂和导电炭黑, 然后对焙烧样品进行浮选处理, 结果显示, 在焙烧温度为400℃, 在煤油添加量30 mg/L和MIBC添加量40 mg/L的浮选条件下, 获得精矿为石墨, 其回收率为91.7%, 尾矿为无定形磷酸铁, 其回收率为95.2%, 经表征分析磷酸铁和石墨产品具有作为磷酸铁锂电池生产材料的潜力, 合成的磷酸铁锂初始放电比容量为143.7 mAh·g⁻¹, 30轮后衰减至137.2 mAh·g⁻¹。实现了废磷铁渣的简单、高效分离回收。

关键词

废磷铁渣, 有氧焙烧, 浮选, 回收

A Study on the Process of Recovering Iron Phosphate and Graphite from Waste Iron Phosphorus Residue

Huayang Ma^{*#}, Haiyang He

School of Chemistry and Environmental Engineering, Wuhan Institute of Technology, Wuhan Hubei

Received: Mar. 28th, 2025; accepted: Apr. 23rd, 2025; published: Apr. 30th, 2025

^{*}第一作者。

[#]通讯作者。

文章引用: 马华阳, 何海洋. 从废磷铁渣中回收磷酸铁和石墨的工艺研究[J]. 材料科学, 2025, 15(5): 903-911.
DOI: 10.12677/ms.2025.155094

Abstract

At present, decommissioned lithium iron phosphate batteries are discharged and physically separated to obtain black powder of metal, cathode and anode electrode materials, and industrial production usually uses sulfuric acid to leach the black powder to recover high-value lithium resources, produces a large number of waste phosphorus iron slag. In order to realize the recovery of all components of decommissioned lithium iron phosphate batteries and avoid the potential harm of accumulated waste iron phosphate slag to the environment, the process of oxidation calcination + flotation was used to recover iron phosphate and graphite resources from waste iron phosphate slag. Firstly, the adhesive and conductive carbon black were removed by aerobic calcination at 400°C ~550°C, and then the samples were processed by flotation. The results showed that under the flotation conditions of 30 mg/L kerosene and 40 mg/L MIBC at a calcination temperature of 400°C, the concentrate was graphite, and the recovery was 91.7%. The tailings are amorphous iron phosphate with a recovery of 95.2%. The characterization analysis shows that iron phosphate and graphite products have the potential as materials for lithium iron phosphate batteries, the initial specific discharge capacity of the synthesized lithium iron phosphate was 143.7 mAh·g⁻¹, which attenuated to 137.2 mAh·g⁻¹ after 30 rounds. The separation and recovery of waste phosphorus and iron slag is simple and efficient.

Keywords

Phosphorus and Iron Slag, Aerobic Roasting, Flotation, Recycle

Copyright © 2025 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

对化石燃料等不可持续来源的能源的依赖正在造成能源短缺和全球气候变化。为了减少碳排放,实现可持续发展,许多国家都致力于发展电动汽车[1]。磷酸铁锂电池因其成本低、安全性高、循环寿命长,在动力电池中占有较大的比重[2][3]。然而,磷酸铁锂电池的使用寿命为5~8年,这意味着在不久的将来将有大量的磷酸铁锂电池退役[4]。目前,退役旧磷酸铁锂电池经放电和物理分选得到金属及正负极材料的混合物黑粉,废旧磷酸铁锂黑粉实际生产中只浸出获得高价值的锂资源,提锂后的废磷铁渣通常作为固体废物堆存[5]。这限制了报废磷酸铁锂电池中磷铁资源的循环利用,降低了实际回收效益。

目前对废磷铁渣回收的研究主要集中于通过酸液体系溶解其中磷、铁资源后,通过调整体系pH选择性沉淀获得磷酸铁产品,实现磷、铁资源的回收[6]-[9]。但是这一方法仍会产生大量的高盐废水,同时对工艺条件要求较高,产品质量不稳定。此外工业化提锂产生的废磷铁渣中成分复杂,不仅包含有负极石墨,同时有机粘接剂(PVDF等)的耐酸性导致废磷铁渣颗粒表面仍包裹有粘接剂和导电炭黑的混合物,降低了和石墨的表面性质差异,无法通过简单浮选分离石墨[10]。

为实现提锂废磷铁渣的绿色、资源化回收,本研究提出了一种焙烧-浮选工艺,通过焙烧和简单浮选将废磷铁渣中磷、铁资源作为整体提取得到磷酸铁产品,同时获得高纯度负极石墨产品。采用本工艺回收退役磷酸铁锂提锂后的废磷铁渣,操作简单、回收高效,具有工业应用的前景。

2. 实验材料与方法

2.1. 实验材料

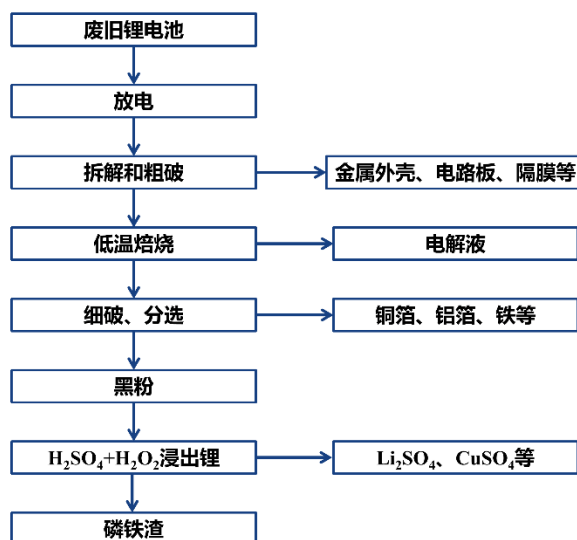


Figure 1. Process flow of iron phosphorus slag
图 1. 废磷铁渣的工艺流程

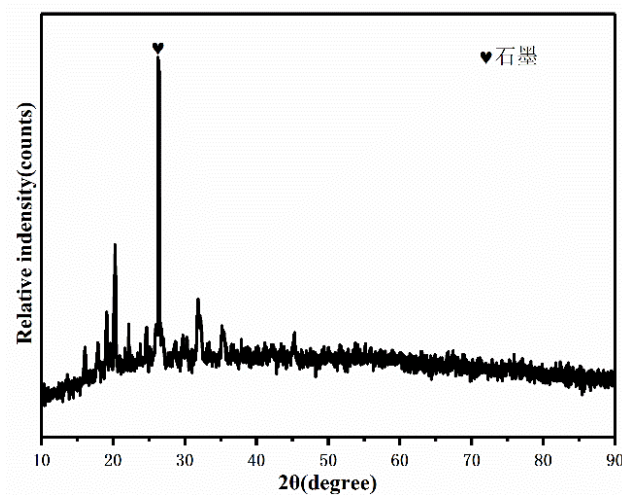


Figure 2. XRD of phosphorus and iron slag
图 2. 废磷铁渣 XRD

废磷铁渣来源于湖北中部某废旧电池回收企业, 其生产流程如图 1 所示。图 2 展示了其 XRD 表征结果, 采用 XRD 分析其组成可以发现只存在石墨特征峰, 没有匹配的磷铁特征峰, 考虑到提锂过程对 LiFePO_4 晶体的影响, 可以认为其中磷铁资源以无定形磷酸铁形式存在[11]。废磷铁渣经碱液预处理后其中各元素占比由 ICP 和 ELTRA CS 2000 型分析仪分析如表 1 所示, 在提锂过程中的硫酸浸取和预处理后, 黑粉中的铝铜杂质几乎被去除, $\text{Fe/P} \approx 1.813$ 和磷酸铁锂中 $\text{Fe/P} = 1.8$ 相接近, 这也佐证了上述分析中提到的磷铁资源以无定形磷酸铁形式存在。其他实验所用试剂包括煤油(试剂级), 甲基异丁基甲醇(MIBC, 99%), 硫酸(H_2SO_4 , 98% v/v)均来自市售。

Table 1. The proportion of each element in the phosphorus iron slag
表 1. 废磷铁渣中各元素占比

元素	Fe	P	Al	Cu	C
占比%	25.34	13.97	0.014	0.033	32.17

2.2. 实验方法

称取 5 g 废磷铁渣样品, 均匀铺洒于瓷舟中以保证焙烧过程中全面和空气接触, 在温度 400℃~550℃ 下分别焙烧 15 min~90 min。考察废磷铁渣随焙烧温度和时间的增加失重情况。浮选实验利用实验室 XFG 型挂槽式浮选机, 设备容积为 40 mL, 叶轮搅拌速度为 1650 r/min, 每次称取 3 g 焙烧后废磷铁渣进行浮选, 并分别考察煤油和 MIBC 添加量对最终产物得率和品味的影响。浮选分离的石墨精矿通过硫酸除杂获得石墨产品。按照化学计量比称取葡萄糖(过量 5%)和硝酸锂, 溶解后加入磷酸铁产品, 于电阻炉上加热、搅拌直至去除水分, 得到混合的前驱体。前驱体置于管式炉中, 在氮气保护下加热至 700℃ 得到磷酸铁锂材料, 并制作纽扣电池测试其电化学性能。

3. 结果与讨论

3.1. 焙烧过程废磷铁渣的失重

工业化浸出后的废磷铁渣含有无定形磷酸铁、石墨、导电炭黑、粘合剂等, 用于锂电池负极材料的粘合剂通常为聚偏氟乙烯(PVDF)和丁二苯橡胶(SBR)。这种粘合剂具有耐酸碱和耐溶剂的化学稳定性[12][13]。这意味着锂浸出后产生的废磷铁渣中不仅含有无定形磷酸铁和石墨, 还含有共计约 10% 的超细粒导电炭黑和粘接剂。多种粘接剂等杂质附着在磷铁颗粒或石墨颗粒表面, 使得磷酸铁颗粒与负极石墨表面疏水性差小, 比重接近。浮选、重选等方法均不能分离出石墨。考虑到有氧焙烧能够有效去除粘接剂和导电炭黑[14], 因此考察废磷铁渣在氧化焙烧过程中的失重变化。

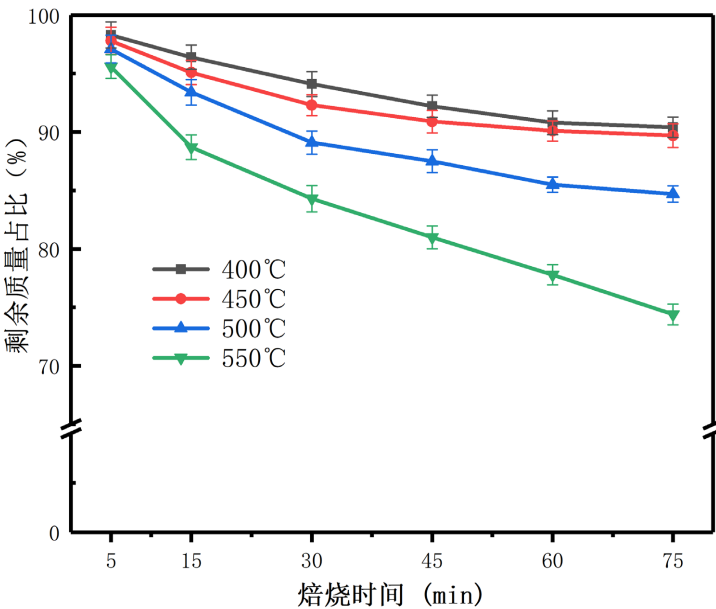


Figure 3. The proportion of the remaining solids in the initial mass after calcination at different temperatures and for different times

图 3. 废磷铁渣在不同温度下煅烧不同时间后剩余固体占初始质量的比重

废磷铁渣在不同温度下煅烧不同时间后剩余固体占初始质量的比如图 3 所示, 从图中可以发现, 废磷铁渣失重和煅烧时间以及煅烧温度成正相关。有机粘接剂和导电炭黑在 380℃ 以上开始氧化, 因此在 400℃ 以上的有氧焙烧能够去除磷酸铁颗粒表面的有机粘接剂和导电炭黑, 这一过程随着时间的增加逐渐进行, 而温度的增加则有利于提高氧化反应速度, 使得在同一焙烧时间下, 造成更高的失重。此外, 在 400℃ 和 500℃ 下焙烧超过 60 min 后失重率明显降低, 而 500℃ 和 550℃ 的焙烧过程并没有体现这一情况。这是由于 LiFePO_4 电池负极石墨具有稳定的共价键, 在 500℃ 以下的有氧焙烧中相对稳定, 表层不容易发生氧化[15], 初始的稳定失重主要来自于有机粘接剂和导电炭黑的氧化, 这也说明了废磷铁渣中有机粘接剂和导电炭黑的占比大约为 10%。但当焙烧温度超过 500℃ 时, 石墨表面氧化反应加剧, 在 550℃ 初始的 15 min 内更高的失重以及超过 500℃ 焙烧时 10% 失重后仍然存在稳定的失重速率都说明超过 500℃ 时石墨已经开始氧化。显然, 这会降低最终石墨精矿的浮选回收率, 因此在氧化焙烧时温度应当控制在 500℃ 以下。

3.2. 浮选

在空气气氛中, 当温度超过 380℃ 时, 粘合剂和导电炭黑开始被氧化, 而石墨由于其共价键稳定性强, 在 500℃ 以下时不会被明显氧化。因此, 为了提高最终石墨的回收率采用 400℃ 的煅烧温度来去除粘合剂和导电炭黑。然后将焙烧后的浸出渣 3 g 在 40 ml 水中以 1650 r/min 的搅拌速度进行浮选, 考察浮选剂对磷酸铁回收率和品位的影响。MIBC 用量为 30 mg/L 时煤油对浮选的影响如图 4 所示。

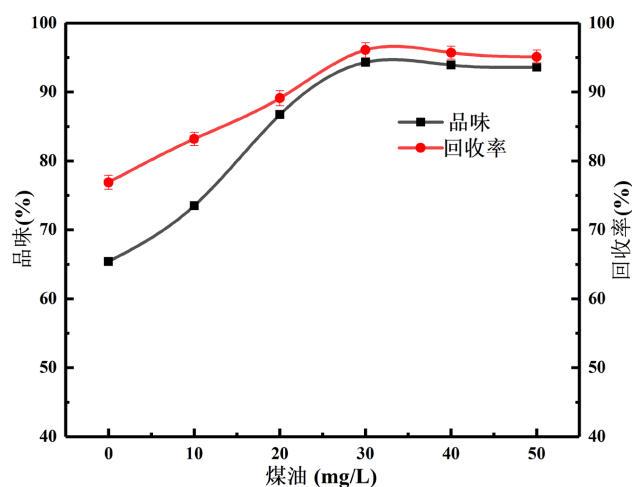


Figure 4. The effect of kerosene addition on flotation
图 4. 煤油添加量对浮选的影响

在不添加煤油的情况下, 磷酸铁尾矿的纯度和回收率分别为 65.4% 和 76.9%。添加煤油后, 磷酸铁尾矿的纯度和回收率逐渐提高。煤油添加量为 30 mg/L 时, 纯度为 94.3%, 回收率为 96.1%, 达到最大值。当煤油添加量增加时, 其纯度和回收率略有下降。煤油作为捕收剂可增强矿物疏水性, 但过量煤油会在矿物表面形成过厚油膜, 削弱矿物与气泡间的界面作用力, 反而阻碍有效粘附, 致使部分目标矿物无法稳定上浮, 尾矿纯度下降。其次, 过剩煤油可能覆盖矿浆中非目标矿物, 引发非选择性吸附, 导致磷酸铁随泡沫层混入精矿, 降低石墨产品纯度。此外, 过量的油类物质会破坏气泡稳定性, 使泡沫层过黏或易破裂, 精矿难以有效刮取, 同时增加矿浆黏度, 抑制气泡分散与矿粒碰撞效率。这些都会导致煤油过量添加时浮选效果降低[16] [17]。

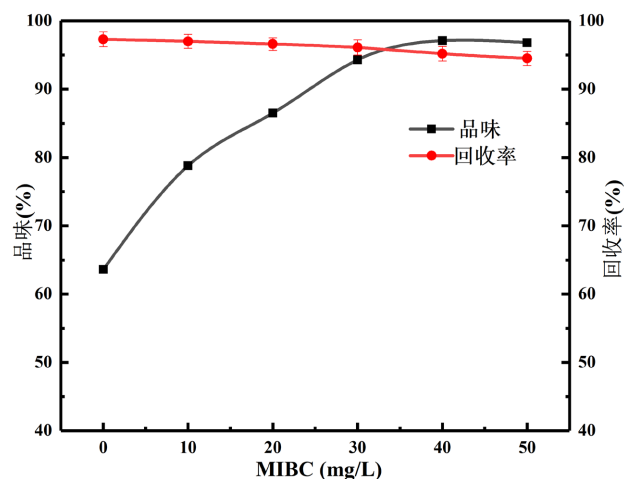


Figure 5. The effect of MIBC addition on flotation

图 5. MIBC 添加量对浮选的影响

如图 5 所示, 起泡剂 MIBC 对废磷铁渣的浮选也起着重要作用。不添加 MIBC 时, 磷酸铁尾矿的纯度和回收率分别为 63.6% 和 97.3%。随着 MIBC 浓度的增加, 磷酸铁尾矿的纯度逐渐升高, 回收率逐渐降低。浮选过程中, 适量的起泡剂可降低液体表面张力, 形成适度稳定的气泡, 有利于疏水矿物附着上浮。但过量起泡剂会使生成的气泡尺寸过小且密集, 导致气泡兼并加剧、寿命缩短, 削弱其携带矿物的能力, 部分目标矿物因气泡破裂重新沉入矿浆, 使精矿得率下降。过高的泡沫稳定性还会阻碍气泡在表层自然破灭, 刮板难以有效分离精矿与尾矿, 同时矿浆黏度增大, 抑制矿物颗粒与气泡的碰撞效率。此外, 过量起泡剂可能覆盖矿物表面或与捕收剂竞争吸附, 干扰目标矿物的疏水性修饰, 破坏分选体系的选择性。因此, 需精准调控起泡剂用量以平衡气泡稳定性与分选效率[18]。当 MIBC 用量为 40 mg/L 时, 磷酸铁的最高纯度为 97.1%, 回收率为 95.2%。可以发现, 煅烧后废磷铁渣的分离效果明显提高, 因为有氧煅烧不仅有效地去除了粘附性和导电性炭黑, 而且还暴露了磷酸铁颗粒表面。磷酸铁颗粒具有天然亲水性, 石墨表面具有天然疏水性。因此, 经浮选分离处理废磷铁渣中的石墨几乎被完全分离。

3.3. 除杂与产物的表征分析

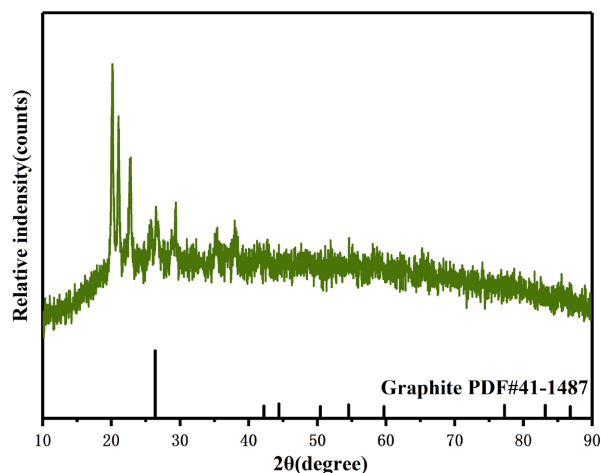


Figure 6. XRD pattern of iron phosphate tailings

图 6. 磷铁尾矿的 XRD 图

浮选得到的磷铁尾矿的 XRD 如图 6 所示, 可以发现其中的石墨特征峰大幅下降, 这佐证了氧化焙烧 + 浮选对废磷铁渣中石墨的分离效果。没有相对应的磷铁特征峰是由于 XRD 基于 X 射线与晶体材料的周期性晶格相互作用产生衍射现象。通过检测衍射及强度分布, 解析材料的物相组成。但其中磷铁资源虽然仍保持混合但并没有完整的晶体结构, 因此形成的特征峰无法直接得到物相组成, 但和图 1 相比除石墨外的杂峰的减少说明焙烧在一定程度上改善了其中磷铁组成方式, 此外尾矿的 ICP 测试中 $\text{Fe}/\text{P} \approx 1.81$, 和初始废磷铁渣中 Fe/P 接近, 接近行业标准中的要求[19], 也说明了磷、铁资源以无定形磷酸铁形式得到回收。考虑到后续合成磷酸铁锂时需要加入碳质还原剂, 因此尾矿中还存在少量石墨并不影响实际生产。

浮选得到的石墨精矿中夹带有磷酸铁杂质, 为了去除杂质, 将石墨精矿在 80°C 下用 $20\% \text{H}_2\text{SO}_4$ 处理 60 min, 以去除其中杂质, 除杂后的石墨产品 XRD 如图 7 所示, 只存在单一的石墨特征峰, 佐证了硫酸除杂的效果, ICP 结果证实最终得到的石墨纯度为 99.9%。

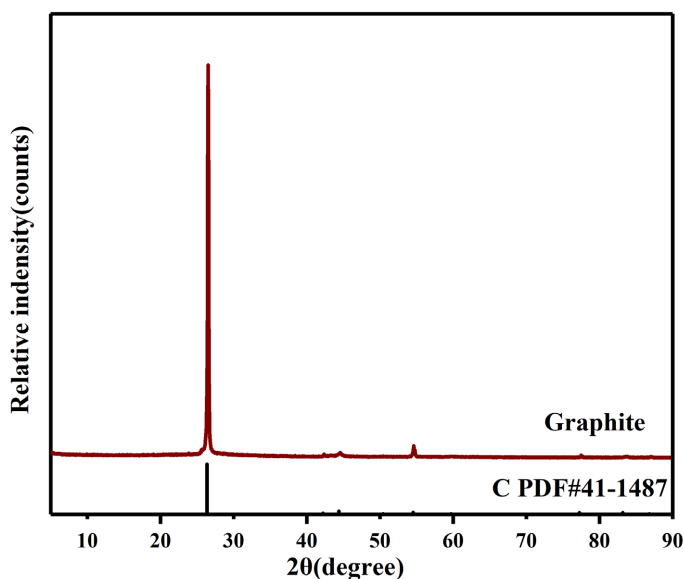


Figure 7. XRD of graphite after impurity removal
图 7. 除杂后石墨 XRD

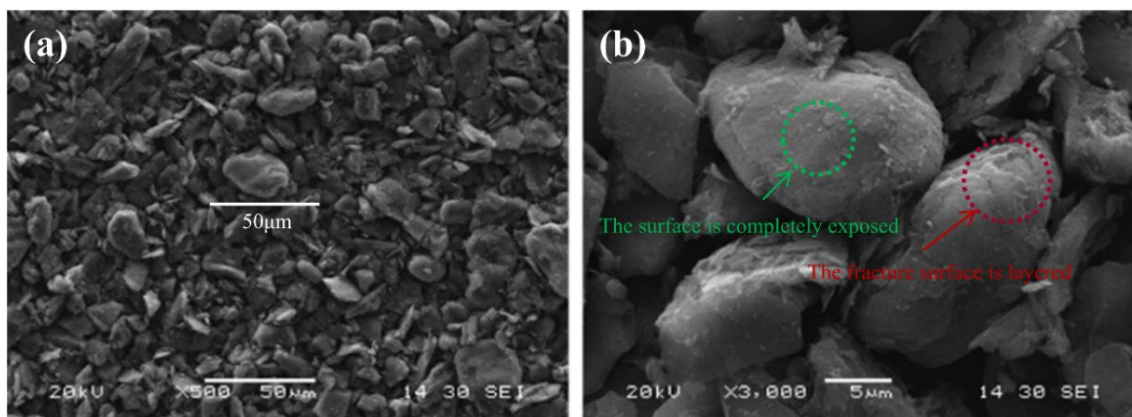


Figure 8. SEM of graphite. (a) Overall SEM picture; (b) Partial magnification
图 8. 石墨的 SEM 图。 (a) SEM 全貌; (b) 局部放大图

图 8 为石墨的 SEM 表征, 可以发现所得石墨的粒径小于 50 微米, 且分散良好。图 8(b) 为局部放大的 SEM 图像。石墨颗粒表面光滑, 无其他杂质附着, 断口呈层状结构。无机酸浸出 LiFePO_4 黑粉中的锂和氧化焙烧和对石墨表面层有修复作用, 原电池中包裹的电解液和用过的粘合剂被去除, 同时沉积在石墨层中的 Li^+ 也被分离。初步表明, 回收的石墨具有作为组装锂电池负极材料的潜力。在石墨的回收过程中, 随着焙烧温度的升高, 石墨表面发生部分氧化, 导致石墨的回收率降低。值得注意的是, 随着温度的升高, 负极石墨的回收率下降, 当焙烧温度为 400°C , 焙烧时间为 60 min 时, 91.7% 的石墨能够通过浮选分离回收。

3.4. 电化学测试

正极材料首先在 0.05 C 充放电电流密度下进行活化, 之后依次在 0.2 C 、 0.5 C 、 1 C 、 2 C 、 3 C 倍率下各充放电 5 次, 最后恢复至 0.2 C 倍率充放电 5 次其结果如图 9(a) 所示。正极材料的初始放电比容量为 $143.7\text{ mAh}\cdot\text{g}^{-1}$, 不同电流密度下保持率为起始的 95.6%、87.3%、81.4%、71.6%, 在 25 轮循环后回到 0.2 C 的倍率并不能使正极材料达到相应的放电比容量。图 9(b) 展示了 30 轮充放电下正极材料放电比容量的衰减过程, 可以发现随着充放电轮数增加, 正极材料最终放电比容量为 $137.2\text{ mAh}\cdot\text{g}^{-1}$, 大约衰减了 4.5%。相比 padhi 等[20]报道的磷酸铁锂电化学性能理论值, 得到的磷酸铁产品电化学性能低于预期。这主要由于前驱体中磷酸铁为无定形态, 其 Fe-P-O 为无序排列, 导致最终得到的橄榄石结构磷酸铁锂晶体存在结构缺陷, 在高倍率和多轮次充放电情况下无法保持稳定, 出现正极材料容量衰减。对无定形磷酸铁前驱体进行预处理, 获得特定晶型磷酸铁有利于提高其电化学性能[21]。

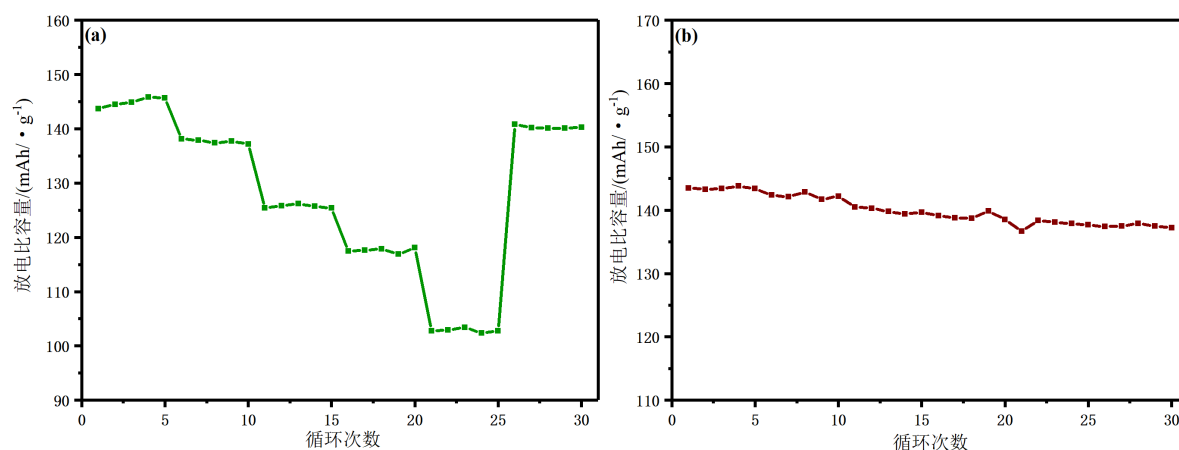


Figure 9. Electrochemical performance test of iron phosphate. (a) Rate performance diagram of the positive electrode material (b) cyclic curve diagram of the positive electrode material

图 9. 磷酸铁电化学性能测试。(a) 正极材料的倍率性能图(b) 正极材料的循环曲线图

4. 结论

本文提出了一种焙烧-浮选的工艺来分离 LiFePO_4 黑粉提锂后废磷铁渣中的石墨从而回收无定形磷酸铁和石墨资源。氧化焙烧能够去除磷铁颗粒表面的粘接剂和导电炭黑, 但会造成石墨的损失。在 400°C 下焙烧 60 min, 随后进行浮选, 在煤油添加量为 30 mg/L , MIBC 添加量为 40 mg/L 时废磷铁渣中 95.2% 的无定形磷酸铁被留存在尾矿中回收, 91.7% 的石墨被选为精矿回收, 经过除杂能够得到高纯度石墨产品。合成的磷酸铁锂初始放电比容量为 $143.7\text{ mAh}\cdot\text{g}^{-1}$, 30 轮后衰减至 $137.2\text{ mAh}\cdot\text{g}^{-1}$ 。这一过程实现了工业化磷酸铁锂提锂后废磷铁渣的回收, 避免了对环境的危害, 有利于实现磷酸铁锂电池的全组分回收。

参考文献

- [1] Shan, M., Dang, C., Meng, K., Cao, Y., Zhu, X., Zhang, J., *et al.* (2024) Recycling of LiFePO_4 Cathode Materials: From Laboratory Scale to Industrial Production. *Materials Today*, **73**, 130-150. <https://doi.org/10.1016/j.mattod.2023.12.012>
- [2] Rehm, M., Fischer, M., Gomez, M.R., Schütte, M., Sauer, D.U. and Jossen, A. (2025) Comparing the Electrical Performance of Commercial Sodium-Ion and Lithium-Iron-Phosphate Batteries. *Journal of Power Sources*, **633**, Article 236290. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2025.236290>
- [3] Lei, S., Sun, W. and Yang, Y. (2024) Comprehensive Technology for Recycling and Regenerating Materials from Spent Lithium Iron Phosphate Battery. *Environmental Science & Technology*, **58**, 3609-3628. <https://doi.org/10.1021/acs.est.3c08585>
- [4] Chen, C., Wu, Y., Fan, J., Wang, Z., Sun, L. and Chen, H. (2025) Multiscale Mechanical Failures in Lithium-Ion Batteries: Experimental and Theoretical Approaches. *Acta Mechanica Solida Sinica*. <https://doi.org/10.1007/s10338-025-00584-x>
- [5] 罗教生. 退役磷酸铁锂正极材料提锂渣资源化回收工艺[J]. 有色金属(冶炼部分), 2023(11): 122-127.
- [6] Feng, Y., Xie, Y., Yang, L., Yang, G., Han, F., Chen, K., *et al.* (2024) Precise Recovery of Highly-Purified Iron Phosphate from Complex Lithium Extraction Slag Leach Solution: Theory Guiding Experiment. *Separation and Purification Technology*, **347**, Article 127605. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2024.127605>
- [7] Han, F., Fang, D., Feng, Y., Fan, Y., Wei, Y., Liu, Y., *et al.* (2023) The Recovery of High Purity Iron Phosphate from the Spent Lithium Extraction Slag by a Simple Phosphoric Acid Pickling. *Separation and Purification Technology*, **323**, Article 124358. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2023.124358>
- [8] Wang, X., Zheng, S., Zhang, Y., Zhang, Y., Qiao, S., Long, Z., *et al.* (2022) Sulfuric Acid Leaching of Ball-Milling Activated FePO₄ Residue after Lithium Extraction from Spent Lithium Iron Phosphate Cathode Powder. *Waste Management*, **153**, 31-40. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2022.08.009>
- [9] 刘晨, 钱有军, 刘金云. 硫酸-氨水体系回收磷铁渣制备电池级磷酸铁实验研究[J]. 中国锰业, 2024, 42(3): 1-4.
- [10] 钟雪虎. 废旧磷酸铁锂电池资源回收与正极材料修复再生基础研究[D]: [博士学位论文]. 长沙: 中南大学, 2023.
- [11] 张震, 蒲薇华, 任建国, 等. 控制结晶法制备球形磷酸铁的团聚尺寸模型[J]. 化学工程, 2011, 39(8): 20-24.
- [12] Li, Y., Deng, L., Zou, X., Wang, Y., Si, L., Wang, J., *et al.* (2025) A Green and Facile Pretreatment for Flotation Separation of Electrode Materials from Spent Lithium-Ion Batteries: Low-Temperature Roasting-Induced Deformation of PVDF. *Process Safety and Environmental Protection*, **194**, 572-581. <https://doi.org/10.1016/j.psep.2024.12.048>
- [13] Ye, L., Liu, L., Yin, G., Liu, Y., Deng, Z., Qi, C., *et al.* (2023) Highly Conductive, Hydrophobic, and Acid/Alkali-Resistant MXene@PVDF Hollow Core-Shell Fibers for Efficient Electromagnetic Interference Shielding and Joule Heating. *Materials Today Physics*, **35**, Article 101100. <https://doi.org/10.1016/j.mtphys.2023.101100>
- [14] Li, J., Zhang, J., Zhao, W., Lu, D., Ren, G. and Tu, Y. (2022) Application of Roasting Flotation Technology to Enrich Valuable Metals from Spent LiFePO_4 Batteries. *ACS Omega*, **7**, 25590-25599. <https://doi.org/10.1021/acsomega.2c02764>
- [15] Wen, G., Yuan, S., Dong, Z., Gao, P., Ding, H., Lei, S., *et al.* (2025) Mechanism and Process Study of Spent Lithium Iron Phosphate Batteries by Medium-Temperature Oxidation Roasting Strategy. *Separation and Purification Technology*, **356**, Article 129987. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2024.129987>
- [16] 葛阳阳, 张凯熙, 曹月明, 等. 某晶质石墨矿回收石墨和硫铁矿试验研究[J]. 非金属矿, 2021, 44(5): 56-60.
- [17] 任武军. 不同特征石墨的浮选行为研究[D]: [硕士学位论文]. 呼和浩特市: 内蒙古科技大学, 2021.
- [18] 傅开彬, 徐信, 侯普尧, 等. 朝鲜某隐晶质石墨浮选工艺研究[J]. 非金属矿, 2021, 44(2): 61-64.
- [19] 邵宁, 程先明, 冯文平, 等. 电池级磷酸铁中合成参数的影响[J]. 盐科学与化工, 2024, 53(4): 26-29.
- [20] Padhi, A.K., Nanjundaswamy, K.S. and Goodenough, J.B. (1997) Phospho-Olivines as Positive-Electrode Materials for Rechargeable Lithium Batteries. *Journal of The Electrochemical Society*, **144**, 1188-1194. <https://doi.org/10.1149/1.1837571>
- [21] 李立平, 李煜乾. 不同晶体类型磷酸铁的制备及电化学性能的研究进展[J]. 化工技术与开发, 2022, 51(8): 27-32.