



(12) **CERERE DE BREVET DE INVENȚIE**

(21) Nr. cerere: **a 2011 00087**

(22) Data de depozit: **02.02.2011**

(41) Data publicării cererii:  
**30.08.2012** BOPI nr. **8/2012**

(71) Solicitant:  
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE  
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU  
ELECTROCHIMIE ȘI MATERIE  
CONDENSATĂ,  
STR.DR.AUREL PĂUNESCU PODEANU  
NR.144, TIMIȘOARA, TM, RO**

(72) Inventatori:  
• **MICLĂU MARINELA,  
ALEEA STUDENȚILOR NR. 25, BL. G,  
AP. 309, TIMIȘOARA, TM, RO;**  
• **BOKINALA KIRAN KUMAR,  
ALEEA STUDENȚILOR, CĂMIN 19,  
AP. 505, TIMIȘOARA, TM, RO;**  
• **URSU DANIEL HORAȚIU,  
STR. INDEPENDENȚEI BL.14, SC.D, AP.54,  
CĂLAN, HD, RO**

(54) **PROCEDEU DE SINTEZĂ A LiCoO<sub>2</sub> ÎN CONDIȚII  
HIDROTERMALE**

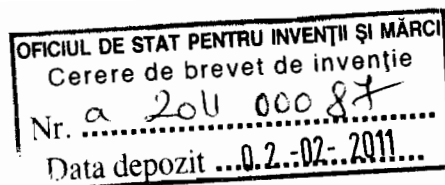
(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de obținere a unui material utilizat drept catod pentru baterii reîncărcabile. Procedeu conform invenției constă din punerea în contact a materialelor precursor Co(OH)<sub>2</sub> și LiOH în prezența unei soluții bazice de NaOH și peroxid de hidrogen 5%, la o presiune de până la 50 bari, o temperatură de 220°C, timp de sinteză 12...60 h, în funcție de

dimensiunea dorită a particulelor, din care rezultă un material LiCoO<sub>2</sub>, cu puritate și grad de cristalinitate ridicate.

Revendicări: 1  
Figuri: 7





18

## PROCEDEU DE SINTEZA A $\text{LiCoO}_2$ IN CONDITII HIDROTERMALE

M. Miclău, K. Bokinala, D. Ursu

### Domeniul tehnic: sinteza de materiale noi

În corelație cu cerințele impuse de dezvoltarea produselor electronice portabile (camere video, telefoanele celulare, calculatoare portabile), bateriile reincarcabile trebuie să aibă o capacitate mare sau dimensiuni și greutate redusă la o anumită capacitate. Din punct de vedere al electrolitului, bateriile reincarcabile se împart în baterii reincarcabile cu electrolit apos și baterii reincarcabile cu electrolit neapos. Prima categorie prezintă dezavantajul că limitează tensiunea bateriei la 1.5 V, limitare dată de apă. Comparativ, bateriile reincarcabile cu electrolit neapos, permit obținerea unei tensiuni peste 3 V. Dintre bateriile reincarcabile cu electrolit apos, cele mai promitatoare sunt cele pe bază de Li. Condițiile cerute unui bun material pentru catodul bateriei sunt:

- procesul de încărcare și descărcare să se facă ușor;
- viteza de descărcare să fie mică.

$\text{LiCoO}_2$  reprezintă cel mai bun material pentru catodul bateriei deoarece permite realizarea unei tensiuni de 3.7 V și o viteză de descărcare de 5-10% pe lună. Performanțele catodului depind în mod drastic de puritatea, de dimensiunea particulelor și cristalinitatea materialului  $\text{LiCoO}_2$ .

Din acest motiv, metoda de sinteză a  $\text{LiCoO}_2$  este importantă atât pentru îmbunătățirea performanțelor materialului, dar și din punctul de vedere al simplificării etapelor tehnologice de obținere.

Metodele de sinteză a  $\text{LiCoO}_2$  găsite în literatura până acum (sol-gel, cristalizare controlată, sinteză termică) implică temperaturi mari 700- 1200°C și multe etape tehnologice sau condiții extreme de lucru (hidrotermal utilizând peroxid de hidrogen în concentrație de 50 %) ce determină o uzură mare a aparaturii de sinteză, dar și condiții de lucru periculoase.

Invenția se referă la o nouă tehnologie simplă de obținere a  $\text{LiCoO}_2$  de înaltă puritate și cu un grad ridicat de cristalinitate în condiții de sinteză uzuale.

Procedeul conform invenției prezintă următoarele avantaje comparativ cu alte procedee de sinteză cunoscute:

- sistem de autoclavare simplu ce constă din corp autoclavă teflon (1), capac autoclavă teflon (2), piesă metalică pentru presare (3), piesă

metalica in fundul camasii metalice (4) , camasa metalica (5), capac de inchidere metalic (6), ansamblu autoclava teflon si camasa metalica (7).

- temperatura de sinteza de 220°C;
- presiuni mici sub 50 bari;
- timp redus de sinteza de numai 12 h;
- solutie bazica de sinteza cu o concentratie extrem de redusa de peroxid de hidrogen de numai 5%.
- o singura etapa tehnologica de obtinere.

De asemenea, procedeul conform inventiei prezinta si avantajul ca materialul obtinut prezinta un grad ridicat de cristalinitate, dar si faptul ca in functie de timpul de sinteza se pot modela dimensiunile particulelor, de la 200 nm corespunzator unui timp de sinteza de 15 h la 2 µm respectiv de 60h.

Conditiiile "soft" de sinteza determina si o uzura redusa a sistemului de autoclavare, dar si cresterea securitatii mediului de lucru.

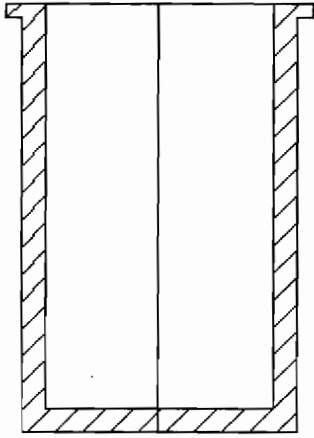
Se da in continuare un exemplu de realizare a inventiei referitor la procedeul de obtinere a materialului LiCoO<sub>2</sub> in conditii hidrotermale.

- Materiale precursor sunt Co(OH)<sub>2</sub> in concentratie de 13mmol/l si 26 mmol/l si LiOH in concentratie de 2 mol/l se introduc in sistemul de autoclavare;
- Se adauga o solutie formata din 2 m NaOH si 5% peroxide de hidrogen pentru un grad de umplere a autoclavei de Teflon (1) de 85 %;
- Se inchide sistemul de autoclavare si se seteaza temperatura sistemului de incalzire la valoarea de 220°C si timpul de sinteza de 12h;
- La sfarsitul procesului de sinteza, materialul LiCoO<sub>2</sub> se spala cu apa distilata si se usuca la temperatura ambianta.

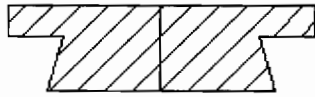
Pentru confirmarea unicitatii fazei cristaline, a simetriei corespunzatoare grupului spatial R3m si a gradului de cristalinitate am utilizat difractia de raze X la temperatura ambianta, iar microscopia electronica de baleiaj a permis determinarea dimensiunii particulelor, dar si uniformitatea distributiei dimensionale a acestora.

## REVENDICARI

O noua tehnologie simpla de obtinere a  $\text{LiCoO}_2$ , catod pentru baterii reincarcabile, de inalta puritate si cu un grad ridicat de cristalinitate in conditii de sinteza uzuale (temperatura de  $220^\circ\text{C}$ , presiuni mai mici de 50 bari, solutie bazica de NaOH si 5% peroxid de hidrogen, timpul de sinteza de 12h).



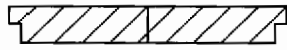
1



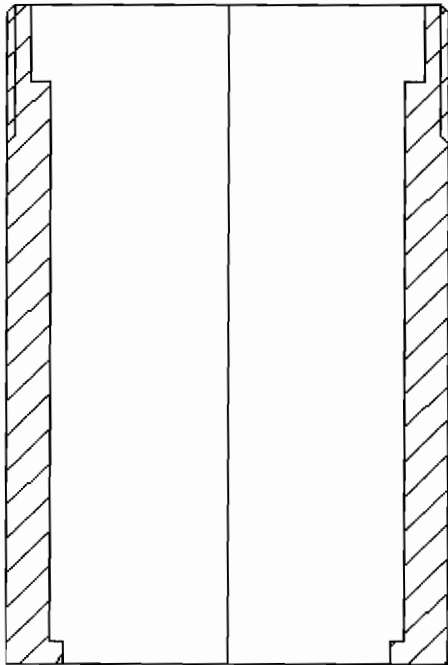
2



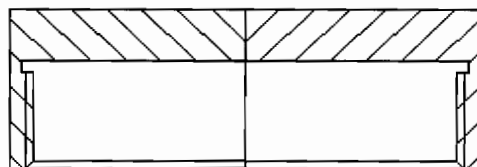
3



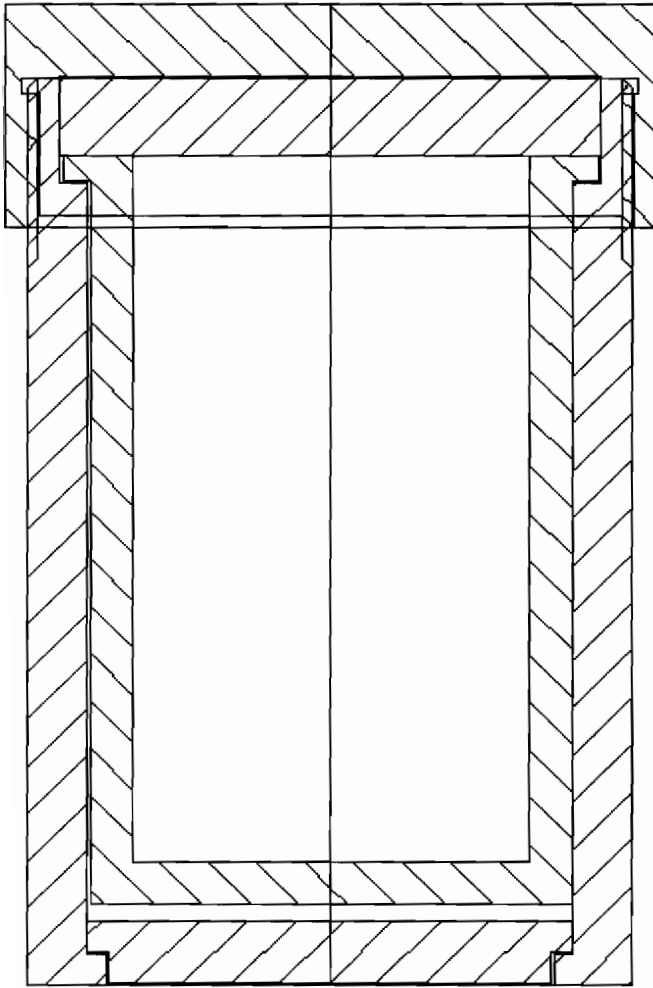
4



5



6



7