

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 953 759**

21 Número de solicitud: 202390078

51 Int. Cl.:

C01G 51/04 (2006.01)

H01M 4/525 (2010.01)

H01M 10/0525 (2010.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A2

22 Fecha de presentación:

29.12.2021

30 Prioridad:

12.01.2021 CN 202110037138

43 Fecha de publicación de la solicitud:

15.11.2023

71 Solicitantes:

**GUANGDONG BRUNP RECYCLING
TECHNOLOGY CO., LTD. (33.3%)**

**No. 6 Zhixin Avenue, Leping Town, Sanshui
District**

528137 Foshan, Guangdong CN;

**HUNAN BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO.,
LTD. (33.3%) y**

**HUNAN BRUNP VEHICLES RECYCLING CO.,
LTD. (33.3%)**

72 Inventor/es:

LI, Weiquan;

LIU, Genghao;

RUAN, Dingshan;

LI, Changdong y

LIN, Hongjia

74 Agente/Representante:

BERCIAL ARIAS, Cristina

54 Título: **Método de preparación para material de cátodo de óxido de litio y cobalto de tamaño nanométrico, y aplicación del mismo**

57 Resumen:

La invención se refiere al campo técnico de los materiales de cátodo de baterías de ion de litio, y describe un método de preparación y la aplicación de materiales de cátodo de óxido de litio y cobalto de tamaño nanométrico, que comprende las siguientes etapas: mezclar la disolución de carbonato con un dispersante, añadir una disolución de sal de cobalto para que reaccione, después envejecer, filtrar, secar el residuo de filtro para obtener un polvo de CoCO_3 nanométrico, y después calcinarlo para obtener un precursor de Co_3O_4 ; mezclar el precursor de Co_3O_4 con una sal de litio, y después sinterizar, enfriar, pulverizar y tamizar para obtener el material de cátodo de óxido de litio y cobalto de tamaño nanométrico. Las principales ventajas de la presente invención son que el procedimiento de síntesis de CoCO_3 nanométrico es simple y fácil de controlar, el procedimiento es corto, no se requiere un control de temperatura especial, no se requiere que el valor de pH y otras condiciones se controlen de forma precisa durante el procedimiento de reacción, y es adecuado para la producción industrial a gran escala.

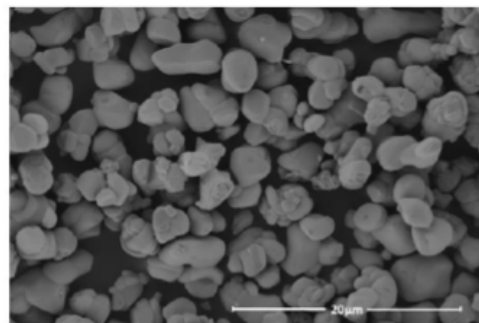


FIG.5

ES 2 953 759 A2

DESCRIPCIÓN

Método de preparación para material de cátodo de óxido de litio y cobalto de tamaño nanométrico, y aplicación del mismo

CAMPO TÉCNICO

- 5 La invención se refiere al campo técnico de los materiales de cátodo de baterías de ion de litio, y específicamente se refiere a un método de preparación para un material de cátodo de óxido de litio y cobalto de tamaño nanométrico, y la aplicación del mismo.

ANTECEDENTES

- 10 La demanda de materiales de cátodo de batería de ion de litio ha aumentado considerablemente con el rápido crecimiento de la industria automotriz de nuevas energías, así como con la expansión continua del campo de almacenamiento de energía tradicional y el mercado de suministro de energía 3C en los últimos años. Con el rápido desarrollo del mercado, los requisitos de rendimiento del material de cátodo, especialmente el rendimiento de carga y descarga rápida, son cada vez mayores. Como todos sabemos, un método importante para mejorar la capacidad de carga y descarga rápida (es decir, el rendimiento de la tasa) del material de cátodo es minimizar o incluso reducir a tamaño nanométrico el tamaño de las partículas del material de electrodo. Debido a que el tamaño de las partículas afecta la distancia de transmisión de iones de litio, también afecta el área de contacto entre el material activo y el electrolito. El material de electrodo nanométrico favorece la transmisión rápida de iones de litio dentro del material, y también favorece la expansión del área de contacto entre el material y el electrolito, lo que ayuda a mejorar el rendimiento de la tasa del electrodo.
- 15
- 20 En la actualidad, la mayoría de los materiales de cátodo de óxido de litio y cobalto comerciales son partículas esféricas de tamaño micrométrico. La síntesis de óxido de litio y cobalto a nanoescala se encuentra principalmente en la etapa de investigación de laboratorio, y existen problemas de procedimientos operativos complicados, control difícil de las condiciones de reacción, y dificultad para amplificar en la producción real.

SUMARIO DE LA INVENCION

- 25 La presente invención pretende solucionar al menos uno de los problemas técnicos existentes en la técnica anterior mencionada anteriormente. Por esta razón, la presente invención propone un método de preparación y la aplicación de un material de cátodo de óxido de litio y cobalto de tamaño nanométrico, y el producto es fácil de preparar y adecuado para la producción en masa a gran escala.

- 30 Un método de preparación de un material de cátodo de óxido de litio y cobalto de tamaño nanométrico comprende las siguientes etapas:

(1) Mezclar una disolución de carbonato con un dispersante, añadir una disolución de sal de cobalto para llevar a cabo una reacción, después envejecer, filtrar para obtener un residuo de filtro, secar el residuo de filtro para obtener un polvo de CoCO_3 nanométrico, y después calcinarlo para obtener un precursor de Co_3O_4 ;

- 35 (2) mezclar el precursor de Co_3O_4 con una sal de litio, y después someter la mezcla resultante a calcinación, enfriamiento, pulverización y tamizado, para obtener el material de cátodo de óxido de litio y cobalto de tamaño nanométrico;

- 40 en el que la cantidad molar total de Co^{2+} en la disolución de sal de cobalto es menor que 1/5 de la cantidad molar total de carbonato en la disolución de carbonato. La disolución de carbonato se usa como agente precipitante, y el tamaño de las partículas de CoCO_3 está relacionado con la relación en exceso del agente precipitante. Sólo las partículas de CoCO_3 obtenidas a partir de un exceso de 5 veces del agente precipitante pueden alcanzar el tamaño nanométrico.

El material de cátodo de óxido de litio y cobalto de tamaño nanométrico tiene un tamaño de partícula promedio de 500 a 800 nm, y una morfología microscópica de partículas granulares o en forma de varilla corta uniformemente dispersas.

- 45 El tamaño de partícula promedio del polvo de CoCO_3 nanométrico es 100 a 1000 nm.

Preferiblemente, la disolución de sal de cobalto en la etapa (1) se prepara disolviendo una sal de cobalto en agua, y la sal de cobalto es una o más seleccionadas del grupo que consiste en sulfato de cobalto, nitrato de cobalto, y cloruro de cobalto; la concentración de la disolución de sal de cobalto es 0,1 a 2,0 mol/l.

- 50 Preferiblemente, la disolución de carbonato en la etapa (1) se prepara disolviendo un carbonato en agua, y el carbonato es uno o más seleccionados del grupo que consiste en carbonato de sodio, bicarbonato de sodio, carbonato de amonio, bicarbonato de amonio, carbonato de potasio, y bicarbonato de potasio; la concentración de la disolución de carbonato es 1,0 a 2,0 mol/l.

Preferiblemente, en la etapa (1), el dispersante es uno o más seleccionados del grupo que consiste en metanol, etanol, etilenglicol, propanol, y glicerol.

5 Preferiblemente, en la etapa (1), los moles totales de Co^{2+} en la disolución de sal de cobalto no pueden exceder 1/10 de los moles totales de carbonato en la disolución de carbonato. Cuanto mayor sea el exceso de disolución de carbonato, más probable será que inhiba el crecimiento de partículas de CoCO_3 .

Preferiblemente, en la etapa (1), la reacción se lleva a cabo a una temperatura de 0 a 70°C, y más preferiblemente, a una temperatura de 20 a 30°C.

Preferiblemente, en la etapa (1), la calcinación se lleva a cabo a una temperatura de 300 a 800°C, y más preferiblemente, 400 a 600°C.

10 Preferiblemente, en la etapa (1), el tiempo de envejecimiento es 2 a 3 horas.

Preferiblemente, en la etapa (2), la sal de litio es una o más seleccionadas del grupo que consiste en carbonato de litio, hidróxido de litio, nitrato de litio, sulfato de litio, y oxalato de litio.

Preferiblemente, en la etapa (2), la relación molar del elemento cobalto en el precursor de Co_3O_4 al elemento de litio en la sal de litio es 1:(1,0-1,2).

15 Preferiblemente, en la etapa (2), la calcinación se lleva a cabo a una temperatura de 900 a 1200°C durante 6-18 h.

La presente invención también proporciona la aplicación del método de preparación mencionado anteriormente en la preparación de baterías de ion de litio.

Efectos beneficiosos

20 1. Las principales ventajas de la presente invención son que el procedimiento de síntesis de CoCO_3 nanométrico es simple y fácil de controlar, el procedimiento es corto, no se requiere un control de temperatura especial, no se requiere que el valor de pH y otras condiciones se controlen de forma precisa durante el procedimiento de reacción, y es adecuado para la producción industrial a gran escala.

25 2. Las nanopartículas de CoCO_3 sintetizadas tienen un tamaño de partícula uniforme, buena dispersabilidad, no se aglomeran, y el material es fácil de procesar y usar. El óxido de litio y cobalto de tamaño nanométrico obtenido finalmente tiene tanto características nanométricas como características de material de cátodo de óxido de litio y cobalto, con un tamaño de partícula promedio de 100 a 1000 nm, tiene una ruta de transmisión de iones de litio corta y un área de contacto grande con un electrolito, de modo que el electrodo puede transportar iones de forma rápida y masiva, con alta capacidad de descarga y buen rendimiento de la tasa. La capacidad específica de descarga por debajo de la tasa 5C puede alcanzar 160 mAh/g, adecuada para cargar de forma rápida baterías de ion de litio de alta potencia.

30

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

La presente invención se describirá con más detalle a continuación junto con los dibujos y ejemplos que se acompañan, en los que:

la Figura 1 es una imagen de SEM del polvo de CoCO_3 nanométrico en el Ejemplo 1 de la presente invención;

35 la Figura 2 es una imagen de SEM del precursor de Co_3O_4 nanométrico en el Ejemplo 1 de la presente invención;

la Figura 3 es una imagen de SEM del material de cátodo de óxido de litio y cobalto de tamaño nanométrico en el Ejemplo 1 de la presente invención;

la Figura 4 es una imagen de SEM del polvo de carbonato de cobalto en el Ejemplo 1 Comparativo de la presente invención;

40 La FIG. 5 es una imagen de SEM del óxido de litio y cobalto en el Ejemplo 1 Comparativo de la presente invención.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LOS EJEMPLOS ILUSTRADOS

45 Aquí en lo sucesivo, el concepto de la presente invención y los efectos técnicos producidos por la misma se describirán de forma clara y completa junto con los ejemplos, para comprender completamente el propósito, las características y los efectos de la presente invención. Obviamente, los ejemplos descritos son sólo una parte de los ejemplos de la presente invención, en lugar de todos ellos. En base a los ejemplos de la presente invención, otros ejemplos obtenidos por los expertos en la técnica sin trabajo creativo pertenecen al alcance de protección de la presente invención.

Ejemplo 1

En este ejemplo, se preparó un material de cátodo de óxido de litio y cobalto de tamaño nanométrico, y el procedimiento específico fue como sigue:

(1) Disolver sulfato de cobalto en agua para preparar una disolución de sal de cobalto con una concentración de 0,75 mol/l, y disolver bicarbonato de amonio en agua para preparar una disolución de carbonato con una concentración de 1,65 mol/l;

(2) Inyectar 400 l de disolución de carbonato en un reactor de 600 l de volumen, añadir 50 l de etanol como dispersante, poner en marcha el reactor, agitar bien la disolución de carbonato y el dispersante, y mantener la temperatura del reactor a una temperatura ambiente de 25°C. Inyectar la disolución de sal de cobalto en el reactor a un caudal de 20 l/h hasta inyectar un total de 80 l de disolución de sal de cobalto en 4 horas. Mantener la agitación, llevar los materiales a una centrífuga para deshidratarlos, y lavarlos después de envejecerlos en el reactor durante 2 horas, después secarlos para obtener un polvo de CoCO_3 nanométrico, y calcinar el polvo de CoCO_3 nanométrico a 400°C durante 4 horas para obtener un precursor de Co_3O_4 nanométrico;

(3) Pesar 1685 g de carbonato de litio y 3500 g de precursor de Co_3O_4 nanométrico según la relación molar cobalto-litio de 1:1,05, mezclar uniformemente en el mezclador el carbonato de litio y el precursor de Co_3O_4 nanométrico pesados, calcinar los materiales mezclados en una atmósfera de aire a 1020°C durante 9 horas en un horno, enfriar de forma natural, pulverizar el producto por caudal de aire, y tamizar para obtener un material de cátodo de óxido de litio y cobalto de tamaño nanométrico.

Ejemplo 2

En este ejemplo, se preparó un material de cátodo de óxido de litio y cobalto de tamaño nanométrico, y el procedimiento específico fue como sigue:

(1) Disolver dicloruro de cobalto en agua para preparar una disolución de sal de cobalto con una concentración de 0,8 mol/l, y disolver bicarbonato de sodio en agua para preparar una disolución de carbonato con una concentración de 1,65 mol/l;

(2) Inyectar 400 l de disolución de carbonato en un reactor de 600 l, añadir 60 l de etilenglicol como dispersante, poner en marcha el reactor, agitar bien la disolución de carbonato y el dispersante, y mantener la temperatura del reactor a una temperatura ambiente de 20°C. Inyectar la disolución de sal de cobalto en el reactor a un caudal de 30 l/h hasta inyectar un total de 75 l de disolución de sal de cobalto en 2,5 horas. Mantener la agitación, llevar los materiales a una centrífuga para deshidratarlos, y lavarlos después de envejecerlos en el reactor durante 2 horas, después secarlos para obtener un polvo de CoCO_3 nanométrico, y calcinar el polvo de CoCO_3 nanométrico a 450°C durante 4 horas para obtener un precursor de Co_3O_4 nanométrico;

(3) Pesar 1660 g de hidróxido de litio y 300 g de precursor de Co_3O_4 nanométrico según la relación molar cobalto-litio de 1:1,06, mezclar uniformemente en el mezclador el carbonato de litio y el precursor de Co_3O_4 nanométrico pesados, calcinar los materiales mezclados en una atmósfera de aire a 1010°C durante 10 horas en un horno, enfriar de forma natural, pulverizar el producto por caudal de aire, y tamizar para obtener un material de cátodo de óxido de litio y cobalto de tamaño nanométrico.

Ejemplo 3

En este ejemplo, se preparó un material de cátodo de óxido de litio y cobalto de tamaño nanométrico, y el procedimiento específico fue como sigue:

(1) Disolver nitrato de cobalto en agua para preparar una disolución de sal de cobalto con una concentración de 0,7 mol/l, y disolver bicarbonato de sodio en agua para preparar una disolución de carbonato con una concentración de 1,5 mol/l;

(2) Inyectar 350 l de disolución de carbonato en un reactor de 600 l, añadir 50 l de alcohol propílico como dispersante, poner en marcha el reactor, agitar bien la disolución de carbonato y el dispersante, y mantener la temperatura del reactor a una temperatura ambiente de 20°C. Inyectar la disolución de sal de cobalto en el reactor a un caudal de 20 l/h hasta inyectar un total de 60 l de disolución de sal de cobalto en 3 horas. Mantener la agitación, llevar los materiales a una centrífuga para deshidratarlos, y lavarlos después de envejecerlos en el reactor durante 2 horas, después secarlos para obtener un polvo de CoCO_3 nanométrico, y calcinar el polvo de CoCO_3 nanométrico a 430°C durante 5 horas para obtener un precursor de Co_3O_4 nanométrico;

(3) Pesar 1912 g de carbonato de litio y 4000 g de precursor de Co_3O_4 nanométrico según la relación molar cobalto-litio de 1:1,04, mezclar uniformemente en el mezclador el carbonato de litio y el precursor de Co_3O_4 nanométrico pesados, calcinar los materiales mezclados en una atmósfera de aire a 1050°C durante 8 horas en un horno, enfriar de forma natural, pulverizar el producto por caudal de aire, y tamizar para obtener un material de cátodo de óxido de litio y cobalto de tamaño nanométrico.

Ejemplo 1 Comparativo

En este ejemplo comparativo, se preparó un material de cátodo de óxido de litio y cobalto, y el procedimiento específico fue como sigue:

(1) Disolver sulfato de cobalto en agua para preparar una disolución de sal de cobalto con una concentración de 1,5 mol/l, y disolver bicarbonato de sodio en agua para preparar una disolución de carbonato con una concentración de 2 mol/l;

(2) Añadir 400 l de agua a un reactor discontinuo de 600 l, agitar y calentar, mantener la temperatura del reactor a 50°C, e inyectar la disolución de sal de cobalto y la disolución de carbonato al mismo tiempo. Los materiales en el reactor se drenan del líquido transparente a través del espesante. Las partículas de carbonato de cobalto continúan creciendo en el reactor. Cuando el tamaño de partícula alcanza $D_{50} = 6,0 \mu\text{m}$, el líquido de alimentación se detiene. Llevar los materiales en el reactor a una centrífuga para deshidratarlos y lavarlos, secar el polvo de CoCO_3 , y calcinarlo a 400°C durante 6 horas para obtener un precursor de Co_3O_4 ;

(3) Pesar 1930 g de carbonato de litio y 4000 g de precursor de Co_3O_4 nanométrico según la relación molar cobalto-litio de 1:1,05, mezclar uniformemente en el mezclador el carbonato de litio y el precursor de Co_3O_4 nanométrico pesados, calcinar los materiales mezclados en una atmósfera de aire a 1070°C durante 10 horas en un horno, enfriar de forma natural, pulverizar el producto por caudal de aire para obtener un material de cátodo de óxido de litio y cobalto.

La principal diferencia entre el Ejemplo 1 Comparativo y el ejemplo es que el procedimiento de preparación del polvo de CoCO_3 en la etapa (2) es diferente, y el tamaño de partícula de las partículas obtenidas es de escala micrométrica.

Ejemplo 2 Comparativo

En este ejemplo comparativo, se preparó un material de cátodo de óxido de litio y cobalto, y el procedimiento específico fue como sigue:

(1) Disolver cloruro de cobalto en agua para preparar una disolución de sal de cobalto con una concentración de 1,5 mol/l, y disolver bicarbonato de amonio en agua para preparar una disolución de carbonato con una concentración de 2 mol/l;

(2) Añadir 400 l de agua a un reactor discontinuo de 600 l, agitar y calentar, mantener la temperatura del reactor a 45°C, e inyectar la disolución de sal de cobalto y la disolución de carbonato al mismo tiempo. Los materiales en el reactor se drenan del líquido transparente a través del espesante. Las partículas de carbonato de cobalto continúan creciendo en el reactor. Cuando el tamaño de partícula alcanza $D_{50} = 6,0 \mu\text{m}$, el líquido de alimentación se detiene. Llevar los materiales en el reactor a una centrífuga para deshidratarlos y lavarlos, secar el polvo de CoCO_3 , y calcinarlo a 450°C durante 4,5 horas para obtener un precursor de Co_3O_4 ;

(3) Pesar 1936 g de carbonato de litio y 4000 g de precursor de Co_3O_4 nanométrico según la relación molar cobalto-litio de 1:1,05, mezclar uniformemente en el mezclador el carbonato de litio y el precursor de Co_3O_4 nanométrico pesados, calcinar los materiales mezclados en una atmósfera de aire a 1080°C durante 9 horas en un horno, enfriar de forma natural, pulverizar el producto por caudal de aire para obtener un material de cátodo de óxido de litio y cobalto.

La principal diferencia entre el Ejemplo 2 Comparativo y el ejemplo es que el procedimiento de preparación del polvo de CoCO_3 en la etapa (2) es diferente, y el tamaño de partícula de las partículas obtenidas es de escala micrométrica.

Ejemplo 3 Comparativo

En este ejemplo comparativo, se preparó un tipo de Co_3O_4 nanométrico mediante método hidrotermal, y el procedimiento específico fue como sigue:

Disolver una cierta cantidad de acetato de cobalto en dietilenglicol (DEG), añadir una cierta cantidad de tensioactivo de PVP, después añadir una cierta cantidad de urea, agitar para formar una disolución uniforme, someterla a reaccionar en una caldera hidrotermal sellada a alta temperatura y alta presión para obtener nanopartículas de CoCO_3 de morfología regular. Las nanopartículas de Co_3O_4 con morfología regular se prepararon calcinando las partículas de CoCO_3 a alta temperatura. Mediante el control de la cantidad de urea se obtuvieron nanopartículas con diferentes morfologías en forma de cacahuete, forma de cápsula, y forma cuadrada.

La principal diferencia entre el Ejemplo 3 Comparativo y el ejemplo radica en el procedimiento de preparación de las nanopartículas de CoCO_3 . Incluso aunque al final se pueden obtener nanopartículas, el procedimiento de operación de este ejemplo comparativo es delicado y complicado, y el control de las condiciones de reacción es difícil, y es difícil de escalar y aplicar en la producción real.

Ensayos de rendimiento

Se llevaron a cabo los siguientes ensayos de índice físico y químico en los Ejemplos 1-3 y Ejemplos 1-2 Comparativos anteriores:

- 5 El tamaño de partícula se midió según el estándar nacional GB/T 19077 "Método de difracción de láser para análisis de tamaño de partícula", usando el analizador de tamaño de partícula por láser Malvern 3000. El rendimiento eléctrico se ensayó como sigue: los materiales de óxido de litio y cobalto preparados en los ejemplos y ejemplos comparativos se usaron como materiales activos, se usó negro de acetileno como agente conductor, se usó PVDF como aglutinante. Pésele el material activo, el agente conductor y el aglutinante en una relación de 92:4:4, añádanse una cierta cantidad de disolvente orgánico NMP, agítase y revístase la mezcla sobre papel de aluminio para obtener una lámina de electrodo positivo; adóptese una lámina de metal de litio como electrodo negativo, y obténgase una pila de botón CR2430 en una caja de guantes llena de argón. El rendimiento eléctrico se ensayó en una batería CT2001A LAND. Condiciones de ensayo: 3,0-4,48 V, densidad de corriente 1C=180 mAh/g, temperatura de ensayo: 25±1°C.

Los resultados del ensayo se muestran en la Tabla 1:

Muestra	D10 (μm)	D50 (μm)	D90 (μm)	0,1C/4,48 V (mAh/g)	1C/4,48 V (mAh/g)	2C/4,48 V (mAh/g)	5C/4,48 V (mAh/g)
Ejemplo 1	0,21	0,45	0,86	210,2	202,5	188,7	161,5
Ejemplo 2	0,18	0,56	0,92	210,1	201,4	188,4	162,2
Ejemplo 3	0,32	0,60	0,95	210,5	201,9	189,0	162,7
Ejemplo 1 Comparativo	3,43	5,82	8,76	209,0	197,2	176,4	136,2
Ejemplo 2 Comparativo	4,02	6,21	8,93	208,9	197,0	176,2	138,5

- 15 Se puede observar de la Tabla 1 que la mediana del tamaño de partícula de los materiales del Ejemplo 1-2 comparativo es alrededor de 6 μm, y los tamaños de partícula de los materiales de los Ejemplos 1-3 están todos por debajo de 1 μm, alcanzando el nivel nanométrico, que es mucho menor que el del Ejemplo Comparativo. La primera capacidad específica de descarga del ejemplo no es muy diferente de la comparación bajo la tasa baja (0,1C), pero es significativamente mayor que la comparación bajo la tasa alta (2C, 5C).
- 20 La Figura 1 es una imagen de SEM del polvo de CoCO₃ nanométrico del Ejemplo 1. Se puede observar de la figura que las partículas tienen una morfología similar a una varilla corta uniforme, y el tamaño de partícula está por debajo de 1 μm. La Figura 2 es una imagen de SEM del precursor de Co₃O₄ nanométrico en el Ejemplo 1. Se puede observar de la figura que la morfología del precursor básicamente hereda la morfología del polvo de CoCO₃ y aún mantiene la forma de nanovarilla corta. La Fig. 3 es una imagen de SEM del óxido de litio y cobalto de tamaño nanométrico en el Ejemplo 1. Se puede observar de la figura que las partículas están en forma de partículas dispersas, y el tamaño de partícula es menor que 1 μm. La Figura 4 es una imagen de SEM del polvo de carbonato de cobalto en el Ejemplo 1 Comparativo. Se puede observar de la figura que las partículas de carbonato de cobalto preparadas son esféricas, con un tamaño de partícula de alrededor de 6 μm. La Figura 5 es una imagen de SEM del óxido de litio y cobalto en el Ejemplo 1 Comparativo. Se puede observar de la figura que las partículas de óxido de litio y cobalto preparadas en el Ejemplo 1 Comparativo tienen una morfología granular con una superficie lisa, y un tamaño de partícula de alrededor de 4-8 μm. Se puede observar que por medio del método de preparación de la presente invención se pueden obtener partículas de óxido de litio y cobalto de tamaño nanométrico con un tamaño de partícula uniforme, buena dispersabilidad, y sin aglomeración.
- 30 Los ejemplos de la presente invención se describen en detalle anteriormente con referencia a los dibujos que se acompañan. Sin embargo, la presente invención no se limita a los ejemplos mencionados anteriormente. Dentro del alcance del conocimiento que poseen aquellos de pericia normal en la técnica, se pueden realizar diversas modificaciones sin apartarse del propósito de la presente invención. Además, en caso de que no haya conflicto, los ejemplos de la presente invención y las características en los ejemplos se pueden combinar entre sí.

REIVINDICACIONES

1. Un método de preparación para un material de cátodo de óxido de litio y cobalto de tamaño nanométrico, que comprende las siguientes etapas:

5 (1) Mezclar una disolución de carbonato con un dispersante, añadir una disolución de sal de cobalto para llevar a cabo una reacción, después envejecer, filtrar para obtener un residuo de filtro, secar el residuo de filtro para obtener un polvo de CoCO_3 nanométrico, y después calcinar el polvo de CoCO_3 nanométrico para obtener un precursor de Co_3O_4 ;

10 (2) mezclar el precursor de Co_3O_4 con una sal de litio, y después someter la mezcla resultante a calcinación, enfriamiento, pulverización y tamizado, para obtener el material de cátodo de óxido de litio y cobalto de tamaño nanométrico;

en el que la cantidad molar total de Co^{2+} en la disolución de sal de cobalto no es mayor que 1/5 de la cantidad molar total de carbonato en la disolución de carbonato.

15 2. El método de preparación según la reivindicación 1, en el que, en la etapa (1), la disolución de sal de cobalto se prepara disolviendo una sal de cobalto en agua, y la sal de cobalto es una o más seleccionadas del grupo que consiste en sulfato de cobalto, nitrato de cobalto, y cloruro de cobalto; una concentración de la disolución de sal de cobalto es 0,1-2,0 mol/l.

20 3. El método de preparación según la reivindicación 1, en el que, en la etapa (1), la disolución de carbonato se prepara disolviendo una sal de carbonato en agua, y la sal de carbonato es una o más seleccionadas del grupo que consiste en carbonato de sodio, bicarbonato de sodio, carbonato de amonio, bicarbonato de amonio, carbonato de potasio, y bicarbonato de potasio; una concentración de la disolución de carbonato es 1,0-2,0 mol/l.

4. El método de preparación según la reivindicación 1, en el que, en la etapa (1), el dispersante es uno o más seleccionados del grupo que consiste en metanol, etanol, etilenglicol, propanol, y glicerol.

25 5. El método de preparación según la reivindicación 1, en el que, en la etapa (1), la cantidad molar total de Co^{2+} en la disolución de sal de cobalto no es mayor que 1/10 de la cantidad molar total de carbonato en la disolución de carbonato.

6. El método de preparación según la reivindicación 1, en el que, en la etapa (1), la reacción se lleva a cabo a una temperatura de 0-70°C.

7. El método de preparación según la reivindicación 1, en el que, en la etapa (1), la calcinación se lleva a cabo a una temperatura de 300-800°C.

30 8. El método de preparación según la reivindicación 1, en el que, en la etapa (2), la sal de litio es una o más seleccionadas del grupo que consiste en carbonato de litio, hidróxido de litio, nitrato de litio, sulfato de litio, y oxalato de litio.

9. El método de preparación según la reivindicación 1, en el que, en la etapa (2), la calcinación se lleva a cabo a una temperatura de 900-1200°C durante 6-18 h.

35 10. Aplicación del método de preparación según una cualquiera de las reivindicaciones 1-9 en la preparación de una batería de ion de litio.

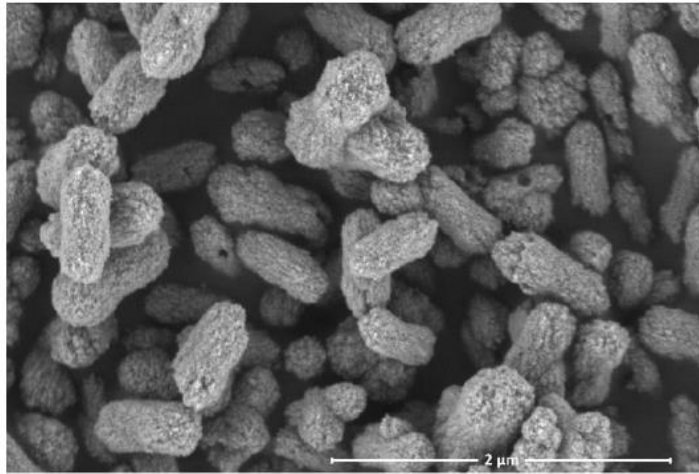


FIG.1

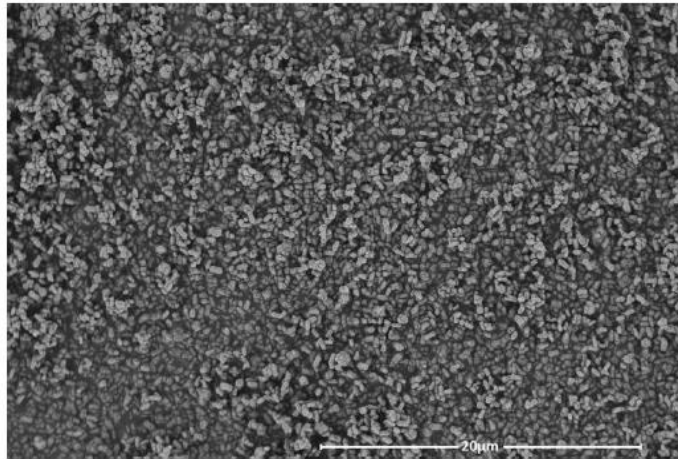


FIG.2

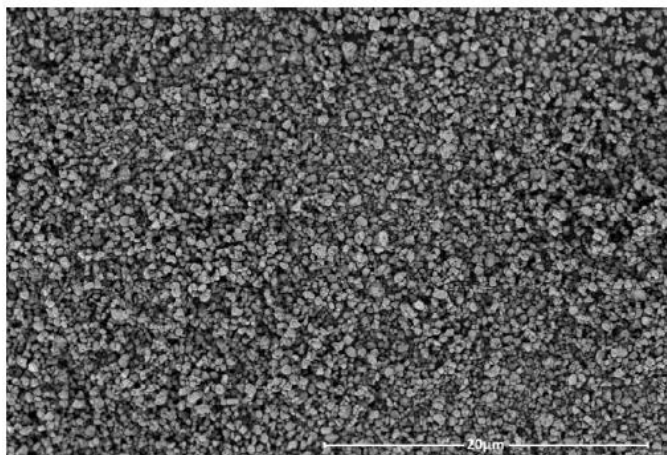


FIG.3

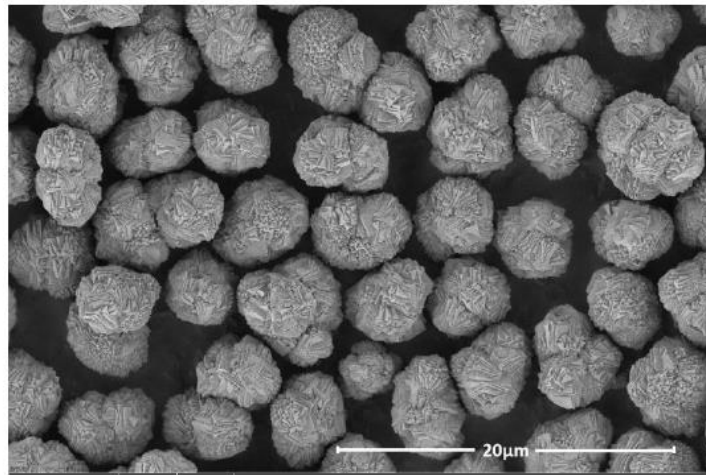


FIG.4

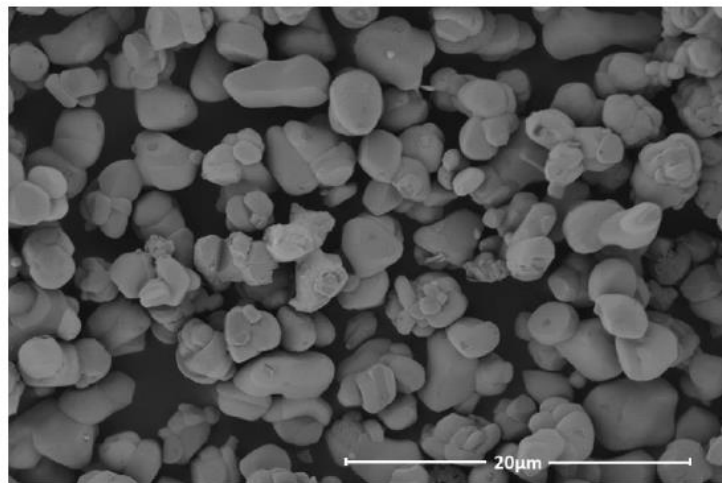


FIG.5