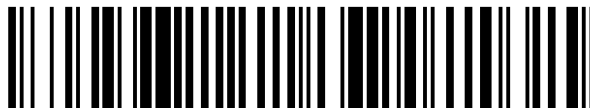


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **3 002 633**

21 Número de solicitud: 202390195

51 Int. Cl.:

C01B 19/04 (2006.01)

C01G 51/42 (2015.01)

H01M 10/0525 (2010.01)

H01M 4/525 (2010.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A2

22 Fecha de presentación:

14.11.2022

30 Prioridad:

21.03.2022 CN 202210277546

43 Fecha de publicación de la solicitud:

07.03.2025

71 Solicitantes:

**GUANGDONG BRUNP RECYCLING
TECHNOLOGY CO., LTD. (33.33%)
Block 2, 7 And 9, No.6, Zhixin Avenue, Leping
Town, Sanshui District
528137 Foshan, Guangdong CN;
HUNAN BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO.,
LTD. (33.33%) y
HUNAN BRUNP EV RECYCLING CO., LTD.
(33.33%)**

72 Inventor/es:

**YU, Haijun;
XIE, Yinghao;
LI, Aixia;
ZHANG, Xuemei y
LI, Changdong**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

54 Título: **Método de preparación y aplicación del precursor de óxido de cobalto de litio dopado con telurio**

57 Resumen:

La presente invención revela un método de preparación y una aplicación de un precursor de óxido de cobalto de litio dopado con telurio. Una solución de sal de cobalto, un precipitante y un agente complejante se añaden a una solución base para la reacción, el precipitante es una solución mixta de dióxido de telurio disuelto en hidróxido de sodio, y la solución base es una solución mezclada de agua de amoníaco y tiosulfato; y cuando el material de reacción alcanza un tamaño de partícula objetivo, el material de reacción se envejece y se realiza la separación sólido-líquido para obtener un precursor de óxido de cobalto de litio. De acuerdo con la presente invención, el telurio se reduce en aniones de telurio por medio de tiosulfato, se genera telururo de cobalto y se forma un coprecipitado con hidróxido de cobalto, de manera que se logra el dopaje del telurio en un precursor.

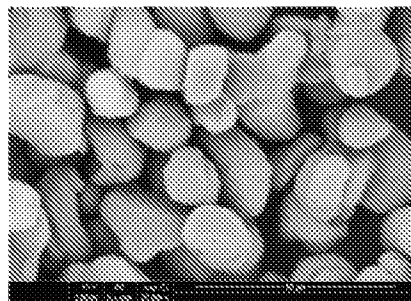


FIGURA 1

ES 3 002 633 A2

DESCRIPCIÓN

Método de preparación y aplicación del precursor de óxido de cobalto de litio dopado con telurio

5 Campo de la invención

La presente divulgación pertenece al campo técnico de las baterías de iones de litio y se refiere específicamente a un método para preparar un precursor de cobaltato de litio dopado con telurio y su uso.

10

Antecedentes de la invención

Entre los materiales de electrodo positivo para las baterías de iones de litio, el cobaltato de litio es ampliamente utilizado ya que tiene alto voltaje de funcionamiento y densidad de energía y puede ser fácilmente sintetizado y cargado/descargado con rapidez. En los últimos años, con la miniaturización adicional y la multifuncionalidad de los productos electrónicos, se han impuesto mayores requisitos a la producción de densidad de energía por las baterías, y los cobaltados de litio convencionales ya no pueden cumplir con los requisitos. Bajo la premisa de garantizar la seguridad y el rendimiento adecuado del ciclo, la mejora de la densidad de energía de las baterías de litio sigue siendo una dirección básica de las baterías de litio pequeñas en los próximos años.

Las principales formas de mejorar la densidad de energía incluyen aumentar la capacidad del material del electrodo y/o aumentar el voltaje de funcionamiento de la batería, y aumentar tanto el voltaje como la capacidad es actualmente la tendencia principal del desarrollo de materiales de electrodo positivo para las baterías de litio 3C. El voltaje de funcionamiento de las baterías de iones de litio existentes es básicamente entre 3,0 V y 4,3 V, y la capacidad se puede aumentar en aproximadamente un 20 % para la batería de iones de litio con cobaltato de litio como el material de electrodo positivo cuando se carga a 4,5 V. Sin embargo, debido a la estructura del cobaltato de litio en sí misma, cuando el voltaje de carga excede 4,2 V, el coeficiente de desintercalación x de $\text{Li}_{1-x}\text{CoO}_2$ es $\geq 0,5$, lo que conduce al colapso de la estructura dentro del material, lo que causará problemas como un ciclo de carga-descarga deficiente a alto voltaje y un rendimiento de almacenamiento deficiente a alta temperatura.

En la técnica relacionada se divulga un material de electrodo positivo de cobaltato de litio de alto voltaje. El producto preparado a partir de él puede tener una densidad compactada de 4,1-4,15 g/cm³, pero su distribución de tamaño de partícula D50 es de 17,0-19,0 µm, que pertenece a la categoría de partículas grandes en la industria del cobaltato de litio. El rendimiento de la tasa de partículas con tal tamaño de partícula todavía necesita ser mejorado debido a la larga trayectoria de difusión de los iones de litio. Durante la carga y descarga, el cambio de volumen dentro de las partículas grandes tiende a causar microfisuras en el material, lo que resulta en una fuerte disminución en el rendimiento del ciclo. Como la mayoría de los materiales de cobaltato de litio actualmente existentes en el mercado presentan principalmente morfología policristalina con una densidad compactada inferior a 3,6 g/cm³, también es una tarea urgente aumentar la densidad compactada y así aumentar la densidad volumétrica de energía de los materiales de cobaltato de litio.

Breve descripción de la invención

La presente divulgación tiene como objetivo resolver al menos uno de los problemas técnicos antes mencionados existentes en la técnica anterior. Por esta razón, la presente divulgación propone un método para preparar un precursor de cobaltato de litio dopado con telurio y su uso.

De acuerdo con un aspecto de la presente divulgación, se proporciona un método para preparar un precursor de cobaltato de litio, que comprende los pasos de:

S1: adicionar una solución de sal de cobalto, un precipitante y un agente complejante en una solución base para la reacción en una atmósfera inerte para obtener un material de reacción, en donde el precipitante es una solución mezclada de dióxido de telurio disuelto en hidróxido de sodio, y la solución base es una solución mezclada de agua de amoníaco y tiosulfato; y

S2: cuando el material de reacción alcanza un tamaño de partícula objetivo, someter el material de reacción al envejecimiento y a la separación sólido-líquido para obtener el precursor de cobaltato de litio.

En algunas realizaciones de la presente divulgación, en el paso S1, la solución de sal de cobalto se selecciona del grupo que consiste en sulfato de cobalto, nitrato de cobalto, cloruro de cobalto

y una mezcla de los mismos.

En algunas realizaciones de la presente divulgación, en el paso S1, la solución de sal de cobalto tiene una concentración de 1,0-2,0 mol/L.

5

En algunas realizaciones de la presente divulgación, en el paso S1, una concentración de hidróxido de sodio en el precipitante es de 2,0-4,0 mol/L, y una cantidad de dióxido de telurio añadido es de 1-10 % de la cantidad molar de hidróxido de sodio.

10 En algunas realizaciones de la presente divulgación, en el paso S1, el agente complejante es 6,0-12,0 mol/L de agua de amoníaco.

En algunas realizaciones de la presente divulgación, en el paso S1, la solución base tiene un pH de 10-11, una concentración de amoníaco de 5-10 g/L y una concentración de tiosulfato de 0,1-
15 3,0 mol/L.

En algunas realizaciones de la presente divulgación, en el paso S1, la reacción se lleva a cabo a una temperatura de 55-65 °C, un pH de 10-11 y una concentración de amoníaco de 5-10 g/L.

20 En algunas realizaciones de la presente divulgación, en el paso S1, la reacción se lleva a cabo en un reactor, y el volumen de la solución base es del 8-12 % del volumen del reactor.

En algunas realizaciones de la presente divulgación, en el paso S1, la reacción se lleva a cabo a una velocidad de agitación de 200-500 r/min.

25

En algunas realizaciones de la presente divulgación, en el paso S2, el envejecimiento se lleva a cabo durante 24-48 h.

En algunas realizaciones de la presente divulgación, en el paso S2, la distribución del tamaño de
30 partícula objetivo D50 del material de reacción es de 2,0-500 µm.

En algunas realizaciones de la presente divulgación, el paso S2 comprende además el lavado con agua y el secado de la fase sólida obtenida por la separación sólido-líquido, y el secado se

realiza opcionalmente a una temperatura de 100-120 °C durante 4-6 h.

La presente divulgación también proporciona el uso del precursor del cobaltato de litio descrito anteriormente en la preparación del cobaltato de litio. En algunas realizaciones de la presente divulgación, el método para preparar el cobaltato de litio comprende mezclar el precursor del cobaltato de litio con una fuente de litio y calcinarlo en una atmósfera que contiene oxígeno. Mediante el dopaje del telurio, así como la síntesis de reducción y la sinterización a baja temperatura del precursor, se obtiene un material de electrodo positivo de cobalto de litio monocristalino de ciclo largo y altamente compactado.

En algunas realizaciones de la presente divulgación, la fuente de litio se selecciona del grupo que consiste en carbonato de litio, hidróxido de litio y una mezcla de los mismos.

En algunas realizaciones de la presente divulgación, la calcinación se lleva a cabo a una temperatura de 700-800 °C. Además, la calcinación se lleva a cabo durante 12-18 h.

En algunas realizaciones de la presente divulgación, la relación molar del elemento cobalto en el precursor de cobaltato de litio al elemento de litio en la fuente de litio es 1: (1,0-1,2).

En la presente divulgación también se proporciona el uso del precursor del cobaltato de litio preparado por el método descrito anteriormente en la preparación de un material de electrodo positivo para la batería de iones de litio.

En la presente divulgación también se proporciona el uso del precursor del cobaltato de litio preparado por el método descrito anteriormente en la preparación de una batería de iones de litio.

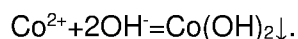
Según una realización preferida de la presente divulgación, la presente divulgación tiene al menos los siguientes efectos beneficiosos:

1. En la presente divulgación, un hidróxido de cobalto dopado con telurio se obtiene por coprecipitación de una sal de cobalto, un agente complejante y un precipitante seguido de dopaje de telurio. Dado que el telurato es soluble, es difícil coprecipitar con cobalto. En la presente divulgación, el telurio se reduce a anión de telurio con tiosulfato para generar telururo de cobalto,

que luego se coprecipita con hidróxido de cobalto, logrando así el dopaje del telurio en el precursor. Las ecuaciones de reacción involucradas son las siguientes:



5



2. La oxidación del cobalto cambiará la fase cristalina, atenuará las triquitas y hará que el material sea suelto y poroso. En la presente divulgación, sin embargo, la reacción siempre está en una atmósfera reductora durante la coprecipitación, lo que evita la oxidación del cobalto. Por lo tanto, el precursor producido será más denso, y el material de cobaltato de litio producido por la sinterización posterior tendrá una mayor densidad compactada.

3. Después de la calcinación del precursor de cobaltato de litio y la fuente de litio, se obtiene un material de electrodo positivo de cobaltato de litio dopado con telurio. El telurio se dopa para reemplazar los átomos de oxígeno en el cobaltato de litio, y el telururo de cobalto se oxida gradualmente en oxígeno ($\text{CoTe} + 2\text{O}_2 = \text{CoTeO}_4$) durante la sinterización posterior. En la forma de anión, el telurio puede ayudar a estabilizar aún más el esqueleto de cristal. Además, dado que el telurio tiene un radio iónico más grande, el espaciamiento de la capa intermedia se expande aún más, lo que mejora la capacidad del litio y mejora aún más la capacidad específica del material.

4. La diferencia entre el dopaje de telurio y el dopaje de otros elementos radica en que como elemento no metálico, puede formar un grupo de aniones estable para existir de forma estable, a diferencia del azufre y el selenio en el mismo grupo que son extremadamente volátiles después de ser oxidados a alta temperatura y dificultan la eliminación de impurezas.

Breve descripción de los dibujos

La presente divulgación se describe más adelante junto con los dibujos y las realizaciones, en los que:

La FIGURA 1 muestra una imagen SEM del cobaltato de litio preparado en el ejemplo 1 de la presente divulgación.

Descripción detallada de la invención

En adelante, el concepto de la presente divulgación y los efectos técnicos producidos por la presente divulgación se describirán clara y completamente junto con las realizaciones, a fin de comprender plenamente el propósito, las características y los efectos de la presente divulgación. Es evidente que las realizaciones descritas son solo una parte de las realizaciones de la presente divulgación, en lugar de todas ellas. Todas las demás realizaciones obtenidas por los expertos en la técnica basándose en las realizaciones de la presente divulgación sin ningún trabajo creativo entran en el ámbito de aplicación de la presente divulgación.

Ejemplo 1

En este ejemplo, se preparó un material de electrodo positivo de cobaltato de litio dopado con telurio, específicamente de la siguiente manera:

Paso 1. Se preparó una solución de sulfato de cobalto con una concentración de 1,0 mol/L.

Paso 2. Se preparó una solución de hidróxido de sodio con una concentración de 2,0 mol/L como precipitante, y se añadió dióxido de telurio en una cantidad del 1 % de la cantidad molar de hidróxido de sodio para disolverse completamente para obtener una solución mezclada.

Paso 3. El agua de amoníaco con una concentración de 6,0 mol/L se preparó como agente complejante.

Paso 4. Se añadió una solución base en un reactor y se introdujo nitrógeno. El volumen de la solución base representó el 12 % del volumen del reactor, y la solución base se controló para tener un pH de 11 y una concentración de amoníaco de 10 g/L. Luego se agregó tiosulfato de sodio para hacer que la concentración de tiosulfato de sodio en la solución base sea de 0,1 mol/L.

Paso 5. La solución de sulfato de cobalto preparada en el paso 1, la solución mezclada preparada en el paso 2 y el agua de amoníaco preparada en el paso 3 se agregaron al reactor en paralelo para la reacción. El reactor fue controlado para tener una velocidad de agitación de 200 r/min, un pH de 11, una temperatura de 55 °C y una concentración de amoníaco de 10 g/L.

Paso 6. Cuando se detectó que el D50 del material en el reactor alcanzaba los 2,0 μm , se detuvo la alimentación. Luego se llevó a cabo el envejecimiento durante 24 h.

5 Paso 7. El material en el reactor fue sometido a una separación sólido-líquido para obtener un precipitado, que luego fue lavado con agua pura y secado a 100 °C durante 6 h para obtener un material precursor de cobaltato de litio.

10 Paso 8. El material precursor obtenido en el paso 7 fue mezclado con carbonato de litio en una relación molar de elemento cobalto a elemento de litio de 1:1 y calcinado en una atmósfera de oxígeno a una temperatura de 700 °C durante 18 h antes de triturar, tamizar y eliminar el hierro. Luego se obtuvo un material de electrodo positivo de cobaltato de litio dopado con telurio.

15 La FIGURA 1 muestra una imagen SEM del cobaltato de litio preparado en este ejemplo, de la que se puede ver que el material tenía una estructura a granel muy densa.

Ejemplo 2

20 En este ejemplo, se preparó un material de electrodo positivo de cobaltato de litio dopado con telurio, específicamente de la siguiente manera:

Paso 1. Se preparó una solución de nitrato de cobalto con una concentración de 1,5 mol/L.

25 Paso 2. Se preparó una solución de hidróxido de sodio con una concentración de 3,0 mol/L como precipitante, y se añadió dióxido de telurio en una cantidad del 5 % de la cantidad molar de hidróxido de sodio para disolverse completamente para obtener una solución mezclada.

Paso 3. El agua de amoníaco con una concentración de 9,0 mol/L se preparó como agente complejante.

30 Paso 4. Se añadió una solución base en un reactor y se introdujo nitrógeno. El volumen de la solución base representó el 10 % del volumen del reactor, y la solución base se controló para tener un pH de 10,5 y una concentración de amoníaco de 8 g/L. Luego se agregó tiosulfato de sodio para hacer que la concentración de tiosulfato de sodio en la solución base sea de 1,5 mol/L.

Paso 5. La solución de nitrato de cobalto preparada en el paso 1, la solución mezclada preparada en el paso 2 y el agua de amoníaco preparada en el paso 3 se agregaron al reactor en paralelo para la reacción. El reactor fue controlado para tener una velocidad de agitación de 350 r/min, un pH de 10,5, una temperatura de 58 °C y una concentración de amoníaco de 8 g/L.

5 Paso 6. Cuando se detectó que el D50 del material en el reactor alcanzaba los 3,5 µm, se detuvo la alimentación. Luego se llevó a cabo el envejecimiento durante 36 h.

10 Paso 7. El material en el reactor fue sometido a una separación sólido-líquido para obtener un precipitado, que luego fue lavado con agua pura y secado a 110 °C durante 5 h para obtener un material precursor de cobaltato de litio.

15 Paso 8. El material precursor obtenido en el paso 7 se mezcló con hidróxido de litio en una relación molar de elemento cobalto a elemento litio de 1:1,1 y se calcinó en una atmósfera de oxígeno a una temperatura de 750 °C durante 15 h antes de triturar, tamizar y eliminar el hierro. Luego se obtuvo un material de electrodo positivo de cobaltato de litio dopado con telurio.

Ejemplo 3

20 En este ejemplo, se preparó un material de electrodo positivo de cobaltato de litio dopado con telurio, específicamente de la siguiente manera:

Paso 1. Se preparó una solución de cloruro de cobalto con una concentración de 2,0 mol/L.

25 Paso 2. Se preparó una solución de hidróxido de sodio con una concentración de 4,0 mol/L como precipitante, y se añadió dióxido de telurio en una cantidad del 10 % de la cantidad molar de hidróxido de sodio para disolverse completamente para obtener una solución mezclada.

30 Paso 3. El agua de amoníaco con una concentración de 12,0 mol/L se preparó como agente complejante.

Paso 4. Se añadió una solución base en un reactor y se introdujo argón. El volumen de la solución base representó el 12 % del volumen del reactor, y la solución base se controló para tener un pH

de 10 y una concentración de amoníaco de 5 g/L. Luego se agregó tiosulfato de sodio para hacer que la concentración de tiosulfato de sodio en la solución base sea de 3,0 mol/L.

Paso 5. La solución de cloruro de cobalto preparada en el paso 1, la solución mezclada preparada en el paso 2 y el agua de amoníaco preparada en el paso 3 se agregaron al reactor en paralelo para la reacción. El reactor fue controlado para tener una velocidad de agitación de 500 r/min, un pH de 10, una temperatura de 65 °C y una concentración de amoníaco de 5 g/L.

Paso 6. Cuando se detectó que el D50 del material en el reactor alcanzaba los 5,0 µm, se detuvo la alimentación. Luego se llevó a cabo el envejecimiento durante 48 h.

Paso 7. El material en el reactor fue sometido a una separación sólido-líquido para obtener un precipitado, que luego fue lavado con agua pura y secado a 120 °C durante 4 h para obtener un material precursor de cobaltato de litio.

Paso 8. El material precursor obtenido en el paso 7 se mezcló con hidróxido de litio en una relación molar de elemento cobalto a elemento litio de 1:1,2 y se calcinó en una atmósfera de oxígeno a una temperatura de 800 °C durante 12 h antes de triturar, tamizar y eliminar el hierro. Luego se obtuvo un material de electrodo positivo de cobaltato de litio dopado con telurio.

Ejemplo comparativo 1

En este ejemplo comparativo, se preparó un material de electrodo positivo de cobaltato de litio, que difiere del ejemplo 1 en que no se agregaron dióxido de telurio y tiosulfato de sodio, específicamente de la siguiente manera:

En este ejemplo, se preparó un material de electrodo positivo de cobaltato de litio dopado con telurio, específicamente de la siguiente manera:

Paso 1. Se preparó una solución de sulfato de cobalto con una concentración de 1,0 mol/L.

Paso 2. Se preparó como precipitante una solución de hidróxido de sodio con una concentración de 2,0 mol/L.

Paso 3. El agua de amoníaco con una concentración de 6,0 mol/L se preparó como agente complejante.

Paso 4. Se añadió una solución base en un reactor y se introdujo nitrógeno. El volumen de la solución base representó el 12 % del volumen del reactor, y la solución base se controló para tener un pH de 11 y una concentración de amoníaco de 10 g/L.

Paso 5. La solución de sulfato de cobalto preparada en el paso 1, la solución de hidróxido de sodio preparada en el paso 2 y el agua de amoníaco preparada en el paso 3 se agregaron al reactor en paralelo para la reacción. El reactor fue controlado para tener una velocidad de agitación de 200 r/min, un pH de 11, una temperatura de 55 °C y una concentración de amoníaco de 10 g/L.

Paso 6. Cuando se detectó que el D50 del material en el reactor alcanzaba los 2,0 µm, se detuvo la alimentación. Luego se llevó a cabo el envejecimiento durante 24 h.

Paso 7. El material en el reactor fue sometido a una separación sólido-líquido para obtener un precipitado, que luego fue lavado con agua pura y secado a 100 °C durante 6 h para obtener un material precursor de cobaltato de litio.

Paso 8. El material precursor obtenido en el paso 7 fue mezclado con carbonato de litio en una relación molar de elemento cobalto a elemento de litio de 1:1 y calcinado en una atmósfera de oxígeno a una temperatura de 700 °C durante 18 h antes de triturar, tamizar y eliminar el hierro. Luego se obtuvo un material de electrodo positivo de cobaltato de litio.

Ejemplo comparativo 2

En este ejemplo, se preparó un material de electrodo positivo de cobaltato de litio, que difiere del ejemplo 2 en que no se agregaron dióxido de telurio y tiosulfato de sodio, específicamente de la siguiente manera:

Paso 1. Se preparó una solución de nitrato de cobalto con una concentración de 1,5 mol/L.

Paso 2. Se preparó como precipitante una solución de hidróxido de sodio con una concentración de 3,0 mol/L.

5 Paso 3. El agua de amoníaco con una concentración de 9,0 mol/L se preparó como agente complejante.

10 Paso 4. Se añadió una solución base en un reactor y se introdujo nitrógeno. El volumen de la solución base representó el 10 % del volumen del reactor, y la solución base se controló para tener un pH de 10,5 y una concentración de amoníaco de 8 g/L.

15 Paso 5. La solución de nitrato de cobalto preparada en el paso 1, la solución mezclada preparada en el paso 2 y el agua de amoníaco preparada en el paso 3 se agregaron al reactor en paralelo para la reacción. El reactor fue controlado para tener una velocidad de agitación de 350 r/min, un pH de 10,5, una temperatura de 58 °C y una concentración de amoníaco de 8 g/L.

Paso 6. Cuando se detectó que el D50 del material en el reactor alcanzaba los 3,5 µm, se detuvo la alimentación. Luego se llevó a cabo el envejecimiento durante 36 h.

20 Paso 7. El material en el reactor fue sometido a una separación sólido-líquido para obtener un precipitado, que luego fue lavado con agua pura y secado a 110 °C durante 5 h para obtener un material precursor de cobaltato de litio.

25 Paso 8. El material precursor obtenido en el paso 7 se mezcló con hidróxido de litio en una relación molar de elemento cobalto a elemento litio de 1:1,1 y se calcinó en una atmósfera de oxígeno a una temperatura de 750 °C durante 15 h antes de triturar, tamizar y eliminar el hierro. Luego se obtuvo un material de electrodo positivo de cobaltato de litio.

Ejemplo comparativo 3

30 En este ejemplo, se preparó un material de electrodo positivo de cobaltato de litio, que difiere del ejemplo 3 en que no se agregaron dióxido de telurio y tiosulfato de sodio, específicamente de la siguiente manera:

Paso 1. Se preparó una solución de cloruro de cobalto con una concentración de 2,0 mol/L.

Paso 2. Se preparó como precipitante una solución de hidróxido de sodio con una concentración de 4,0 mol/L.

5

Paso 3. El agua de amoníaco con una concentración de 12,0 mol/L se preparó como agente complejante.

10 Paso 4. Se añadió una solución base en un reactor y se introdujo argón. El volumen de la solución base representó el 12 % del volumen del reactor, y la solución base se controló para tener un pH de 10 y una concentración de amoníaco de 5 g/L.

15 Paso 5. La solución de cloruro de cobalto preparada en el paso 1, la solución mezclada preparada en el paso 2 y el agua de amoníaco preparada en el paso 3 se agregaron al reactor en paralelo para la reacción. El reactor fue controlado para tener una velocidad de agitación de 500 r/min, un pH de 10, una temperatura de 65 °C y una concentración de amoníaco de 5 g/L.

20 Paso 6. Cuando se detectó que el D50 del material en el reactor alcanzaba los 5,0 µm, se detuvo la alimentación. Luego se llevó a cabo el envejecimiento durante 48 h.

Paso 7. El material en el reactor fue sometido a una separación sólido-líquido para obtener un precipitado, que luego fue lavado con agua pura y secado a 120 °C durante 4 h para obtener un material precursor de cobaltato de litio.

25 Paso 8. El material precursor obtenido en el paso 7 se mezcló con hidróxido de litio en una relación molar de elemento cobalto a elemento litio de 1:1,2 y se calcinó en una atmósfera de oxígeno a una temperatura de 800 °C durante 12 h antes de triturar, tamizar y eliminar el hierro. Luego se obtuvo un material de electrodo positivo de cobaltato de litio.

30 Tabla 1. Detección de densidad compactada

	Densidad compactada g/cm ³
Ejemplo 1	4,23
Ejemplo 2	4,21

Ejemplo 3	4,25
Ejemplo comparativo 1	3,81
Ejemplo comparativo 2	3,76
Ejemplo comparativo 3	3,83

Ejemplo de prueba

Los materiales de cobaltato de litio obtenidos en los ejemplos y ejemplos comparativos como un material activo, negro de acetileno como agente conductor y el PVDF como aglutinante fueron mezclados en una relación de 92:4:4. Una cierta cantidad de disolvente orgánico NMP fue luego agregada, agitada y recubierta sobre papel de aluminio para preparar una lámina de electrodo positivo. Se utilizó una lámina metálica de litio como electrodo negativo. Luego se preparó una batería de botón tipo CR2430 en una guantera llena de argón. La celda de botón fue probada para el rendimiento eléctrico en el sistema de prueba tipo CT2001A de Lanhe, a 3,0 V-4,48 V, una densidad de corriente de 1C=180 mAh/g y una temperatura de 25±1 °C. Los resultados de las pruebas se muestran en la Tabla 2.

Tabla 2. Rendimiento electroquímico de las baterías preparadas a partir de cobaltato de litio

	Capacidad de descarga a 0,1 C/4,48 V, mAh/g.	Tasa de retención de la capacidad después de 600 ciclos a 0,1 C/4,48 V.
Ejemplo 1	246,3	84%
Ejemplo 2	241,4	87%
Ejemplo 3	238,7	89%
Ejemplo comparativo 1	207,8	74%
Ejemplo comparativo 2	208,1	77%
Ejemplo comparativo 3	208,1	73%

Como se puede ver en la Tabla 2, la capacidad de descarga y el rendimiento del ciclo en los ejemplos comparativos son significativamente menores que los de los ejemplos. Esto se debe al

hecho de que se añadieron dióxido de telurio y tiosulfato de sodio en los ejemplos. El telururo de cobalto generado se oxidó gradualmente durante la sinterización. En forma de anión, telurio puede ayudar a estabilizar el esqueleto de cristal. Además, dado que el telurio tenía un radio iónico más grande, se amplió el espaciamiento de la capa intermedia, lo que mejoró la capacidad del litio y mejoró aún más la capacidad específica y el rendimiento del ciclo del material. Además, también se puede ver en la Tabla 1 que los ejemplos tenían mayor densidad compactada y una mayor densidad volumétrica de energía.

Las realizaciones de la presente divulgación se han descrito en detalle anteriormente junto con los dibujos. Sin embargo, la presente divulgación no se limita a las realizaciones antes mencionadas, y se pueden hacer varias modificaciones sin apartarse del propósito de la presente divulgación dentro del alcance del conocimiento poseído por aquellos expertos en la técnica. Además, en el caso de ningún conflicto, las realizaciones de la presente divulgación y las características en las realizaciones pueden combinarse entre sí.

REIVINDICACIONES

1. Un método para preparar un precursor de cobaltato de litio, que comprende los pasos de:

- 5 S1: adicionar una solución de sal de cobalto, un precipitante y un agente complejante en una solución base para la reacción en una atmósfera inerte para obtener un material de reacción, en donde el precipitante es una solución mezclada de dióxido de telurio disuelto en hidróxido de sodio, y la solución base es una solución mezclada de agua de amoníaco y tiosulfato; y
- 10 S2: cuando el material de reacción alcanza un tamaño de partícula objetivo, someter el material de reacción al envejecimiento y a la separación sólido-líquido para obtener el precursor de cobaltato de litio.
2. El método de acuerdo con la reivindicación 1, donde en el paso S1, la solución de sal de cobalto se selecciona del grupo que consiste en sulfato de cobalto, nitrato de cobalto, cloruro de cobalto y una mezcla de los mismos.
- 15 3. El método de acuerdo con la reivindicación 1, donde en el paso S1, la solución de sal de cobalto tiene una concentración de 1,0-2,0 mol/L.
- 20 4. El método de acuerdo con la reivindicación 1, donde en el paso S1, una concentración de hidróxido de sodio en el precipitante es de 2,0-4,0 mol/L, y una cantidad de dióxido de telurio añadido es de 1-10 % de la cantidad molar de hidróxido de sodio.
- 25 5. El método de acuerdo con la reivindicación 1, donde en el paso S1, el agente complejante es 6,0-12,0 mol/L de agua de amoníaco.
6. El método de acuerdo con la reivindicación 1, donde en el paso S1, la solución base tiene un pH de 10-11, una concentración de amoníaco de 5-10 g/L, y una concentración de tiosulfato de 0,1-3,0 mol/L.
- 30 7. El método de acuerdo con la reivindicación 1, donde en el paso S1, la reacción se lleva a cabo a una temperatura de 55-65 °C, un pH de 10-11 y una concentración de amoníaco de 5-10 g/L.

35

8. Uso del precursor de cobaltato de litio preparado por el método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7 en la preparación de cobaltato de litio, un material de electrodo positivo para una batería de iones de litio o una batería de iones de litio.
- 5 9. El uso de acuerdo con la reivindicación 8, donde el cobaltato de litio se prepara mezclando el precursor de cobaltato de litio con una fuente de litio y calcinando en una atmósfera que contiene oxígeno, y la fuente de litio se selecciona del grupo que consiste en carbonato de litio, hidróxido de litio y una mezcla de los mismos.
- 10 10. El uso de acuerdo con la reivindicación 8, donde el cobaltato de litio se prepara mezclando el precursor de cobaltato de litio con una fuente de litio y calcinando en una atmósfera que contiene oxígeno, y la calcinación se lleva a cabo a una temperatura de 700-800 °C.

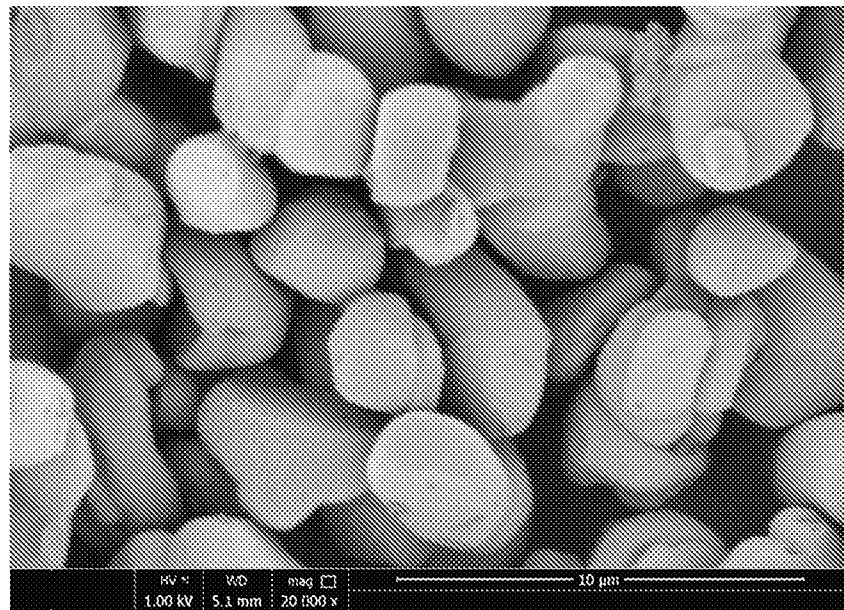


FIGURA 1