República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) BR 112014011218-5 B1

(22) Data do Depósito: 09/11/2012

(45) Data de Concessão: 13/04/2021

(54) Título: MATERIAL COMPÓSITO DE LÍTIO METÁLICO/SULFETO DE LÍTIO PARTICULADO, SEU PROCESSO DE PREPARAÇÃO E SEU USO

(51) Int.Cl.: H01M 4/134; H01M 4/36; H01M 4/38; H01M 4/62; H01M 10/52; (...).

(30) Prioridade Unionista: 09/11/2011 DE 10 2011 086 035.5.

(73) Titular(es): ROCKWOOD LITHIUM GMBH.

(72) Inventor(es): ULRICH WIETELMANN; UTE EMMEL; CHRISTOPH HARTNIG; SEBASTIAN LANG.

(86) Pedido PCT: PCT EP2012072234 de 09/11/2012

(87) Publicação PCT: WO 2013/068523 de 16/05/2013

(85) Data do Início da Fase Nacional: 09/05/2014

(57) Resumo: PRODUTO DE LÍTIO METÁLICO REVESTIDO COM Li2S@C, PROCESSO PARA SUA PREPARAÇÃO E USO. A invenção refere-se a um material compósito de lítio metálico/sulfeto de lítio, a um processo para preparação de um produto de lítio metálico revestido com Li2S@C, e a seu uso. O material compósito particulado de lítio metálico/sulfeto de lítio possui uma morfologia núcleo/casca, cuja casca consiste em um sulfeto de lítio contendo C e o núcleo de lítio metálico. De acordo com o processo o material compósito de lítio metálico/sulfeto de lítio particulado é preparado, sendo que lítio metálico em gotas, fundido, é reagido em um solvente de hidrocarboneto com uma fonte de enxofre selecionada do grupo CS2, S8, H2S, COS, SO, SO2 ou suas misturas. Os produtos do processo de acordo com a invenção são empregados para a preparação de eletrodos de baterias de lítio.

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para **"MATERIAL COMPÓSITO DE LÍTIO METÁLICO/SULFETO DE LÍTIO PARTICULADO, SEU PROCESSO DE PREPARAÇÃO E SEU USO".**

DESCRIÇÃO

[001] A invenção se refere a um material compósito de lítio metálico/sulfeto de lítio particulado, a um processo para preparação de um produto de lítio metálico revestido com Li_2S@C e a seu emprego.

[002] Sistemas acumuladores eletroquímicos recarregáveis adquirem atualmente um significado crescente para muitas áreas da vida cotidiana. Além das aplicações existentes já há muito tempo, tais como baterias para partida de automóveis e como fonte de energia para os eletrônicos portáteis, é previsto um forte crescimento no futuro no campo da propulsão de carros elétricos e do armazenamento estacionário de energia. Para as novas aplicações não interessam acumuladores de ácido sulfúrico tradicionais, porque eles apresentam uma capacidade muito pequena e eles não frequentemente são suficientemente recicláveis. As melhores chances, ao contrário, são concedidas às baterias de lítio.

[003] As baterias de lítio segundo o estado da técnica entretanto, para muitas aplicações, também possuem uma capacidade de armazenamento de energia muito reduzida. As baterias de íons de lítio atuais apresentam densidades de energia específicas entre cerca de 100 e 250 Wh/kg. Além disso, na maior parte das vezes, elas contêm um elemento dispendioso, tal como cobalto e/ou níquel. Sistemas de lítio/enxofre e de lítio/ar apresentam densidades de energia bem maiores (teóricas):

Sistema de bateria	Densidade teórica de energia	
	Wh/L	Wh/kg
Íon Li (LiC_6/ NMC)	1710	510
Lítio/Enxofre	2710	2450
Lítio/ar		5830

[004] As exigências técnicas no desenvolvimento de sistemas Li/ar são ainda são de tal forma sérias que somente em 10-20 anos no mínimo pode-se contar com um sistema comercial (M. Jacoby, Chem. Eng. News, Nov. 22 (2010) 29-31. Muito mais favoráveis são as chances no sistema lítio/enxofre. Essa bateria entretanto tem a desvantagem de que ela perde muito rápidamente sua capacidade ao carregar e descarregar. Um motivo para isso é a elevada reatividade do lítio metálico perante materiais orgânicos, por exemplo os eletrólitos líquidos usuais. Esses eletrólitos em géis líquidos são soluções de sais de lítio, como $LiPF_6$, bis(trifluormetilsulfonil)imida de lítio (LiTFSI ou bis(oxalato)borato de lítio (LiBOB), em solventes orgânicos, ésteres de ácido carboxílico, éteres ou suas misturas. Além disso, o lítio metálico das soluções no processo de carregamento da bateria, em regra, não é homogêneo (planar), mas é precipitado em forma ramificada de elevada superfície, portanto dendrítica. A formação de dendritos representa principalmente um problema de segurança, já que em caso extremo o separador pode ser perfurado, e com isso poderia ocorrer um curto circuito. Além disso a formação de dendritos pode levar a uma queda da capacidade das células galvânicas: morfologias em forma de agulhas tendem a ser cortadas fora do bojo do anodo. Tais peças metálicas rompidas, separadas do anodo, não têm mais nenhum contacto eletrônico com o anodo e por conseguinte não estão mais disponíveis como material ativo para a carga e descarga eletroquímica.

[005] Além disso, sabe-se que o lítio metálico empregado como anodo é altamente reativo perante eletrólitos em gel líquidos, de modo que forma-se uma camada de Li_2S no anodo por decomposição de polissulfetos de lítio solúveis. Devido à péssima condutividade eletrônica e iônica dessa camada, a impedância aumenta, e, portanto, a resistência aumenta, o que corresponde a uma queda de potência da

bateria. Além disso, o lítio o lítio é corroído para formar uma substância que não participa mais do processo Redox, isto é, a capacidade da bateria diminui concordantemente. A queda da capacidade pode ser minimizada na presença de nitrato de lítio (Z. Wen, J. Power Sources 196 (2011) 9839-43). Entretanto é desvantajoso o fato de que nitrato de lítio como oxidante é reativo perante os constituintes orgânicos do eletrólito, com o que por sua vez podem se derivar problemas de segurança.

[006] Além disso foi aconselhado construir as baterias de lítio/enxofre no estado descarregado, isto é como anodos emprega-se um material livre de lítio (ou pobre em lítio), p. ex. um compósito de estanho /carbono (B. Scrosati, Angew. Chem. 2010, 122, 2421-4). Infelizmente essa configuração das baterias mostra-se menos estável a ciclos. O principal motivo observado é que podem se formar compostos solúveis de oligoenxofre em ciclos (p. ex. Li_2S_3 e Li_2S_4). Com isso os catodos perdem material redox ativo (Y. Li, J. Power Sources 195 (2010) 2945-9; D. Aurbach, J. Electrochem. Soc. 156(8), A694-A702 (2009)).

[007] A invenção tem como tarefa fornecer um material de anodo estabilizado na superfície à base de lítio metálico com maiores superfícies específicas, que é menos reativo e é manuseável sem perigo em instalações convencionais, cujo revestimento superficial é ionicamente e eletronicamente condutor, sendo que o revestimento superficial de preferência não contem elementos estranhos (em termos da química específica da bateria) assim como um processo para facilitar e baratear a produção de um tal produto.

[008] A tarefa é solucionada por um material particular núcleo/ casca consistindo de um núcleo metálico e uma casca consistindo de um material compósito de lítio metálico/sulfeto de lítio (material compósito de Li_2S@C). Além disso é apresentado um processo que possibilita a produção de um tal lítio metálico com maior superfície específi-

ca e com um revestimento passivador, entretanto condutor.

[009] O produto de acordo com a invenção é de preferência selecionado por reação de lítio metálico fundido na forma de gotículas com uma fonte de enxofre selecionada do grupo CS_2, S_8, H_2S, COS, SO, SO_2 em um solvente à base de hidrocarboneto e é preparado a temperaturas de pelo menos 180°C até no máximo 300°C, de preferência de 180°C até 250°C, e particularmente preferido de 180°C até 220°C. Com isso a proporção estequiométrica entre lítio e enxofre é selecionada tal que sejam reagidos no máximo 50% em peso, de preferência 20% em peso, e particularmente preferido 5% em peso do lítio metálico para formar um sal de lítio. Em uma forma de execução muito particularmente preferida da invenção, o material compósito de lítio metálico/sulfeto de lítio particular de acordo com a invenção possui um teor de lítio metálico de pelo menos 97 % em peso.

[0010] As condições de preparação são selecionáveis tal que se originem primeiramente gotículas de lítio não revestidas com um diâmetro médio de 300 µm, de preferência 100 µm, e particularmente preferido 80 µm. Isto é conseguido segundo o estado da técnica pelo emprego de um agitador que produz elevadas forças de cisalhamento, por exemplo um disco dispersor (agitador de discos dentados) ou um atomizador agitador, por exemplo um agitador dispersor, „Ultraturrax". Após a formação de gotículas de lítio com o diâmetro de partículas desejado ocorre a reação com uma fonte de enxofre de acordo com a invenção, com o que é efetuada a formação de um revestimento superficial passivador, entretanto condutor.

[0011] Após a formação do revestimento superficial passivador, condutor, as condições de agitação e de homogenização são selecionadas de tal forma que o revestimento superficial não é novamente destruído. Isto é conseguido por um processo e agitação menos abrasivo. Ao invés de um agitador de alta energia podem ser empregados

também outros processos de dispersão do estado da técnica, por exemplo atomização por ultrassom.

[0012] solvente é selecionado de preferência do grupo dos hidrocarbonetos saturados. Verificou-se surpreendentemente que, no emprego de hidrocarbonetos saturados, surge como solvente um revestimento de superfície revestido ou dotado de carbono de fase limpa („amorfo a raios X“), com não cristalino consistindo principalmente de sulfeto de lítio (a seguir denominado de $Li_2S@C$). Contrariamente camadas superficiais contaminadas resultam no emprego de solventes aromáticos ou parcialmente aromáticos frequentemente com carbeto de lítio ou hidreto de lítio. De preferência são empregados solventes, que são líquidos nas condições de reação selecionadas, que apresentam portanto, nas condições de reação selecionadas, os pontos de ebulição de pelo menos 180°C, melhor pelo menos 200°C, e particularmente preferido pontos de ebulição > 220°C. Exemplos são: decano, undecano, dodecano ou quaisquer misturas desses compostos mencionados, tanto faz se lineares, ramificados ou cíclicos. Muito particularmente preferidos são as frações de destilação de parafina comercialmente obteníveis, tal como por exemplo Shellsol® D70 ou D100.

[0013] lítio metálico empregado possui de preferência uma pureza de pelo menos 98% em peso, particularmente preferido ele é empregado com qualidade para bateria. O teor de sódio situa-se de preferência abaixo de 1000 ppm, e particularmente preferido abaixo de 100 ppm.

[0014] Como fontes de enxofre são particularmente preferidos dissulfeto de carbono assim como enxofre elementar (S_8) e/ou H_2S. Muito particularmente preferido é empregado dissulfeto de carbono ou uma mistura de dissulfeto de carbono e enxofre elementar, sendo que a proporção molar entre ambas as fontes de enxofre varia entre 1:10 e

10:1 e a proporção molar entre lítio e enxofre total (então na forma de ambas as fontes de enxofre) é de 4:1, de preferência de 10:1, e particularmente preferido 40:1.

[0015] produto de acordo com a invenção, em comparação com a película de lítio empregada normalmente, é caracterizado por uma superfície específica mais elevada, condicionada pela morfologia frequentemente esférica particular e tamanhos de partículas de preferência < 500 µm. Tamanhos de partículas médios preferidos situam-se entre 1 e 500 µm, de preferência 10 e 100 µm, e particularmente preferido entre 15 e 80 µm. Além disso, a superfície não é planar (lisa), mas bastante áspera. Já que a densidade da corrente realizável de uma célula galvânica, entre outros, é dimensionada com a superfície específica dos materiais dos eletrodos, materiais estruturados de tal forma também são apropriados para a obtenção de desempenhos relativamente altos, como eles são necessários por exemplo para baterias de propulsão de automóveis.

[0016] teor de carbono dos materiais compósitos de Li_2S@C de acordo com a invenção situa-se entre 0,1 e 50 % em peso, de preferência entre 1 e 20 % em peso. Ele pode ser variado pela escolha das condições de reação (sobretudo a temperatura) assim como pela escolha da fonte de enxofre. Altos teores de carbono são assim alcançados, particularmente, pelo fato de serem empregados compostos de enxofre contendo carbono, de preferência dissulfeto de carbono (CS_2) e/ou sulfeto de carbonila (COS). A reação pode ocorrer com emprego unicamente desses compostos como fontes de enxofre segundo

$$4\ Li + CS_2 \text{ -» } 2\ Li_2S + C$$

ou

$$4\ Li + COS \text{ -» } Li_2S + Li_2O + C.$$

[0017] Os produtos de lítio metálico de acordo com a invenção com cascas de Li_2S@C são empregados para a preparação de anodos

de bateria. Particularmente preferido seu emprego ocorre para baterías de lítio-enxofre.

[0018] A invenção é a seguir minuciosamente esclarecida por meio de 2 exemplos assim como de 8 figuras.

[0019] Elas mostram:

Fig.1: Diafractograma por raio X do produto, preparado segundo o exemplo 1, onde os picos x-Li_2S e o-lítio metálico são atribuídos

Fig.2: Diafractograma por raio X do produto, preparado segundo o exemplo 2, onde os picos x - Li_2S e o – lítio metálico são atribuídos

Fig.3: Distribuição do tamanho de partículas do produto, preparado segundo o exemplo 1, determinada por medição por dispersão de raio laser

Fig.4: Distribuição do tamanho de partículas do produto, preparado segundo o exemplo 2, determinada por medição por dispersão de raio laser,

Fig.5: Fotografia por microscópio eletrônico de varredura (REM) do produto, preparado segundo o exemplo 1

Fig.6: Fotografia REM do produto, preparado segundo o exemplo 2

Fig.7: Calorimetria por varredura diferencial (Differential Scanning Calorimetry) (DSC) do produto, Exemplo 1

Fig.8: DSC do produto, Exemplo 2

Exemplos

[0020] **Exemplo 1**: Preparação de lítio revestido por Li_2S@C a partir de lítio metálico fundido e 2,5 % em mol de CS_2 a 200°C em óleo de parafina

[0021] Em um reator de dupla manta de aço inoxidável inertizado (isto é livre de água e de ar, preenchido com Ar) equipado com um agi-

tador de alta energia (Ultraturrax) foram introduzidos 20,5 g de lítio metálico em 520 g de Shellsol® D100 e derretidos sob agitação a 210°C de temperatura de manta.

[0022] Após uma fusão completa o lítio foi processado com o auxílio de um agitador de alta energia formando uma emulsão fina (alguns minutos a 16.000 rpm). Depois 5,48 g de dissulfeto de carbono foram adicionados como solução 20% em Shellsol® D100 por uma abertura do reator. A reação foi exotérmica, reconhecível em um aumento da temperatura interna de 197°C a aproximadamente 200°C. Após o término da adição o agitador foi desligado, depois foi resfriado a 8°C e a suspensão foi prenssionada em uma frita por meio de um tubo de imersão de Teflon, lavada (primeiro com Shellsol®, depois três vezes com pentano) e secada à RT até um peso constante. Obteve-se 25,7 g de um pó cinza escuro, livremente escoável.

[0023] O pó consistiu em partículas elipsóides irregulares assim como esféricas com um forte fraturamento superficial (ver Fig.5) e tinha um teor de metal de 79,6 % em peso (determinação gás-volumétrica por hidrólise). O material tinha um tamanho médio de partículas de 55 µm. O teor de carbono foi de 3,4 % em peso, o que correspondeu por alto, para um teor de casca de 20,4 % em peso, a uma concentração de cascas de 16,7 % em peso.

[0024] Estabilidade do produto do exemplo 1 de acordo com a invenção em N-metilpirrolidona (NMP), Testes DSC

[0025] Para os testes de DSC („differential scanning calorimetry") („calorimetria por varredura diferencial) foi empregado um aparelho da firma Systag, Suiça (o sistema Radex). Nos recipientes da amostra foram pesados, sob atmosfera de gás de proteção, 2 g de N-metilpirrolidona (NMP) e 0,1 g do produto a ser verificado. As amostras foram armazenadas a determinadas temperaturas por 15 h.

[0026] No armazenamento a 80°C do material de acordo com a

invenção não são observados efeitos térmicos (Fig.7). Outros testes mostram que misturas com NMP são estáveis até cerca de 110°C.

[0027] **Exemplo 2**: Preparação de lítio revestido por Li_2S@C a partir de lítio metálico fundido e 0,3 % em mol de CS_2 a 200°C em óleo de parafina

[0028] Em um reator de dupla manta de aço inoxidável inertizado (isto é livre de água e de ar, preenchido com Ar) equipado com um agitador de alta energia (Ultraturrax) foram introduzidos 19,4 g de lítio metálico em 500 g de Shellsol® D100 e derretidos sob agitação à temperatura de manta de 210°C. Após o completo derretimento o lítio foi processado com o auxílio do agitador de alta energia para formar uma emulsão fina (alguns minutos a 16.000 rpm). Depois adicionou-se 0,64 g de dissulfeto de carbono como solução 20% em Shellsol® D100 através de uma abertura do reator. A reação foi exotérmica, reconhecível por um aumento da temperatura interna de cerca de 207°C a aproximadamente 210°C. Após o término da adição o agitador foi desligado, depois resfriado a 80°C, e a suspensão foi pressionada por meio de um tubo de imersão de teflon em uma frita de filtro, lavada (primeiro com Shellsol®, depois três vezes com pentano) e secada à RT até um peso constante. Obtevem-se 19,8 g de um pó cinza-escuro, de livre escoamento.

[0029] O pó consistiu amplamente em partículas esféricas com aeração da fraturação moderada da superfície (ver Fig.6) e tinha um teor de metal de 98,2 % em peso (determinação gás volumétrica por hidrólise). O teor de carbono foi de 0,23 % em peso, correspondendo a 13 % em peso relativo ao teor das cascas da partícula.

[0030] material tinha um tamanho médio de partículas de 107 µm (ver Fig.4).

[0031] Por difractometria por raio X são comprovados, além de traços de sulfeto de lítio, sulfeto de lítio lítio metálico como fases prin-

cipalmente cristalinas (Fig.2).

[0032] Estabilidade do produto de acordo com a invenção do exemplo 2 em testes de NMP DSC

[0033] No armazenamento a 80°C do material de acordo com a invenção não são observados efeitos térmicos (Fig.8). Outros testes mostraram que misturas com NMP são estáveis até cerca de 120°C.

[0034] A invenção refere-se detalhadamente a:

• material compósito de lítio metálico/sulfeto de lítio particulado, que possui uma morfologia núcleo/casca, sendo que a casca consiste de um sulfeto de lítio contendo C e o núcleo de lítio metálico.

• material compósito, onde estão contidos no máximo 50% em peso, de preferência no máximo 20 % em peso, e particularmente preferido no máximo 5 % em peso do lítio contido na forma não metálica, portanto, principalmente de sulfeto de lítio.

• material compósito, onde o teor de carbono da casca Li_2S@C se situa entre 0,1 e 50 % em peso, de preferência entre 1 e 30 % em peso.

• material compósito, onde a pureza do lítio metálico empregado é de pelo menos 98 % em peso.

• material compósito, onde o teor de sódio referente ao teor de lítio total é no máximo de 1000, de preferência no máximo de 100 ppm.

• material compósito, onde as partículas individuais não são maiores do que 500 µm.

• material compósito, onde o tamanho médio das partículas está entre 1 e 500 µm, de preferência entre 10 e 100 µm, e particularmente preferido entre 15 e 80 µm.

• processo para preparação de um material compósito particulado de lítio metálico/sulfeto de lítio, onde lítio metálico derretido, na forma de gotículas, em um solvente de hidrocarboneto com uma

fonte de enxofre, é selecionado do grupo dos CS_2, S_8, H_2S, COS, SO, SO_2 ou misturas deles.

• processo, no qual como fontes de enxofre é empregado de preferência dissulfeto de carbono puro ou uma mistura de dissulfeto de carbono e enxofre e/ou sulfeto de hidrogênio.

• processo, segundo o qual a reação é realizada a temperaturas na faixa de 180°C até 300°C, de preferência de 180°C até 250°C, e particularmente preferido 180°C até 220°C.

• processo, no qual como solvente de hidrocarbonetos são empregados de preferência solventes saturados que são líquidos nas condições de reação selecionadas, que apresentam então pontos de ebulição de pelo menos 180°C, de preferência de pelo menos 200°C, e particularmente preferido pontos de ebulição > 200°C.

• Processo, no qual como solvente de hidrocarbonetos são empregados de preferência decano, undecano, dodecano ou quaisquer misturas desses compostos mencionados, sejam lineares, ramificados ou cíclicos.

• Processo, no qual como solvente hidrocarboneto é empregado particularmente preferentemente frações de destilação de parafina comercialmente obteníveis, como por exemplo Shellsol® D70 ou D100.

• Emprego do material compósito de lítio metálico/sulfeto de lítio para a preparação de eletrodos de bateria de lítio.

• Emprego do material compósito de lítio metálico/sulfeto de lítio para a preparação de anodos para as baterias de lítio-enxofre.

REIVINDICAÇÕES

1. Material compósito de lítio metálico/sulfeto de lítio particulado, caracterizado pelo fato de que possui uma morfologia núcleo/casca, onde a casca consiste em um sulfeto de lítio contendo C e o núcleo de lítio metálico, em que no máximo 50% em peso do lítio está contido em uma forma não metálica.

2. Material compósito de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que até 20 % em peso do lítio está contido na forma não metálica.

3. Material compósito de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo fato de que até 5% em peso do lítio está contido na forma não metálica.

4. Material compósito de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que o teor de carbono da casca de sulfeto de lítio contendo C está entre 0,1 e 50 % em peso, de preferência entre 1 e 30 % em peso.

5. Material compósito de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que a pureza do lítio metálico empregado é de pelo menos 98 % em peso.

6. Material compósito de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo fato de que o teor de sódio do material compósito referente ao teor total de lítio é no máximo 1000, de preferência no máximo 100 ppm.

7. Material compósito de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, caracterizado pelo fato de que as partículas individuais não são maiores do que 500 µm.

8. Material compósito de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, caracterizado pelo fato de que o tamanho médio de partículas está entre 1 e 500 µm, de preferência entre 10 e 100 µm, e particularmente preferido entre 15 e 80 µm.

9. Processo para preparação de um material compósito de lítio metálico/sulfeto de lítio particulado como definido qualquer uma das reivindicações 1 a 8, caracterizado pelo fato de que lítio metálico fundido, na forma de gotas, é reagido em um solvente de hidrocarboneto com uma fonte de enxofre selecionado do grupo dos CS_2, S_8, H_2S, COS, SO, SO_2 ou misturas dos mesmos, em que a razão molar entre lítio e o enxofre total é de 4:1.

10. Processo de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo fato de que como fonte de enxofre é empregado de preferência um dissulfeto de carbono puro ou uma mistura de dissulfeto de carbono e enxofre e/ou sulfeto de hidrogênio, em que a razão molar entre lítio e o enxofre total é de 10:1.

11. Processo de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato de que como fonte de enxofre é empregado de preferência um dissulfeto de carbono puro ou uma mistura de dissulfeto de carbono e enxofre e/ou sulfeto de hidrogênio, em que a razão molar entre lítio e o enxofre total é de 40:1

12. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 9 a 11, caracterizado pelo fato de que a reação é realizada a temperaturas na faixa de 180°C até 300°C, de preferência 180°C até 250°C, e particularmente preferido 180°C até 220°C.

13. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 9 a 12, caracterizado pelo fato de que, como solvente de hidrocarboneto, é empregado um selecionado do grupo que consiste em decano, undecano, dodecano ou quaisquer misturas desses compostos mencionados.

14. Uso do material compósito de sulfeto de lítio/carbono particulado como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 8, caracterizado pelo fato de ser para a preparação de eletrodos de bateria de lítio.

15. Uso do material compósito de lítio metálico/sulfeto de lítio particulado como definido qualquer uma das reivindicações 1 a 8, caracterizado pelo fato de ser para a preparação de anodos para baterias de lítio - enxofre.

FIG. 1

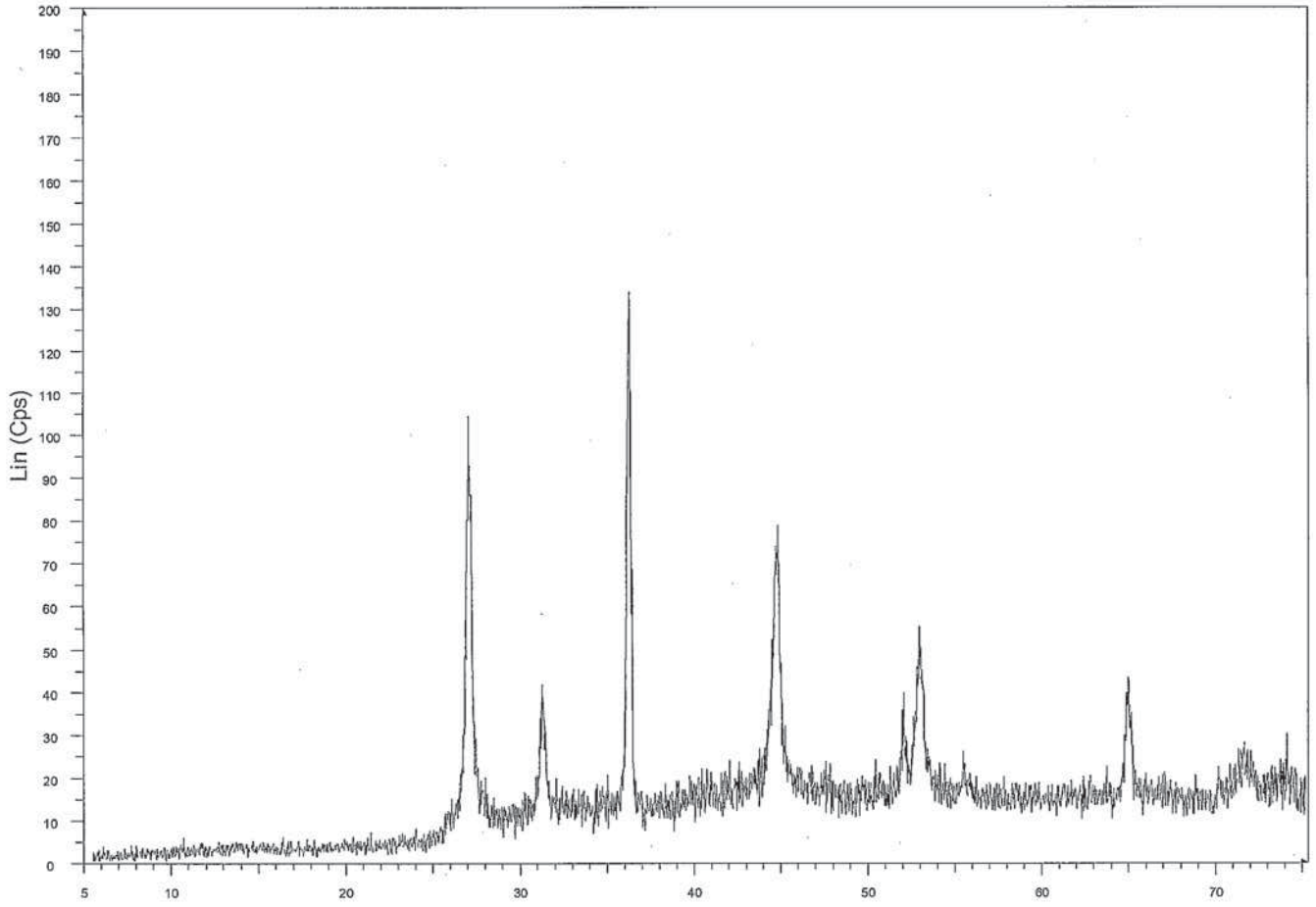

Lin (Cps)
200
190
180
170
160
150
140
130
120
110
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
5
10
20
30
40
50
60
70
Escala 2-Teta

FIG. 2

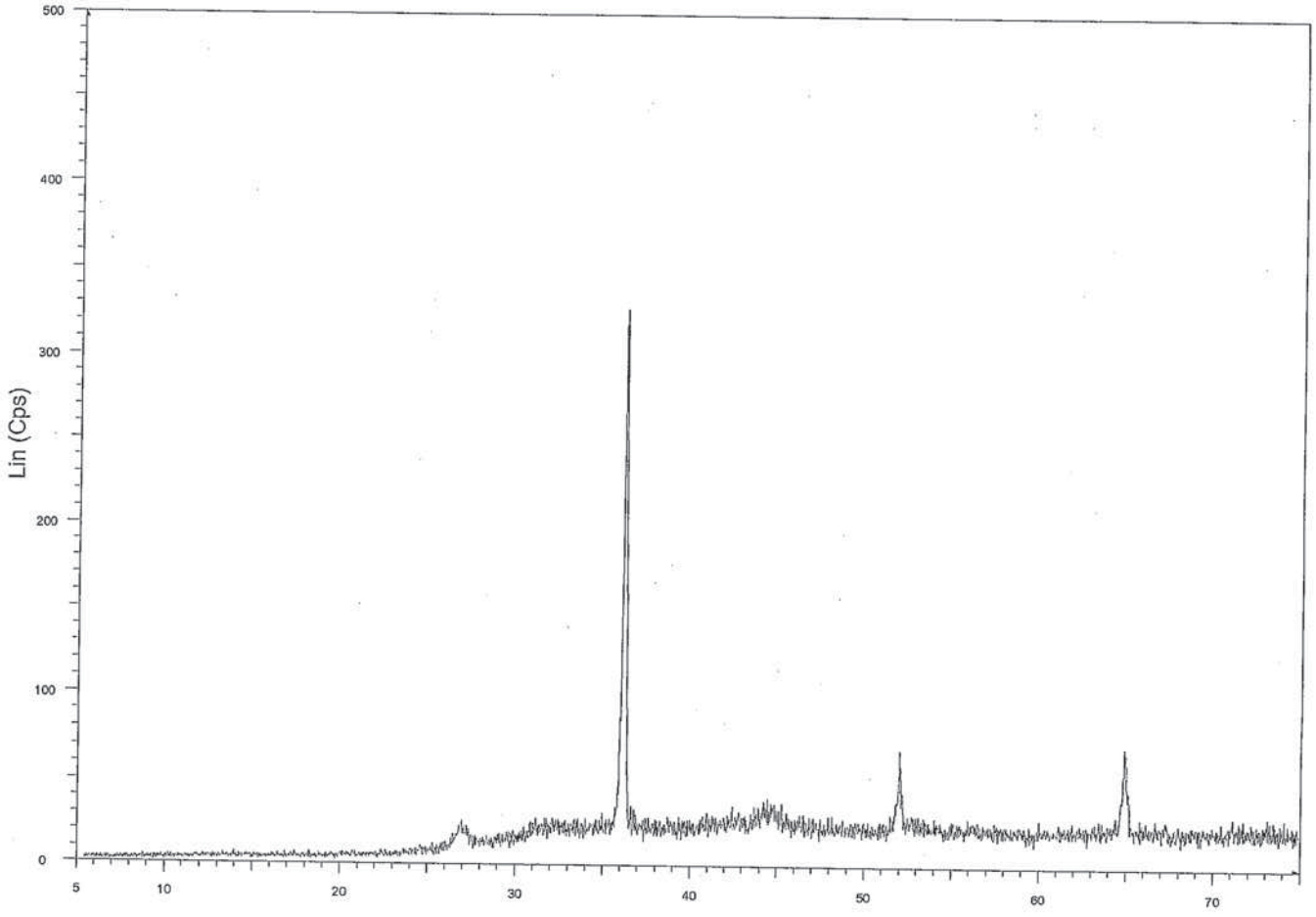
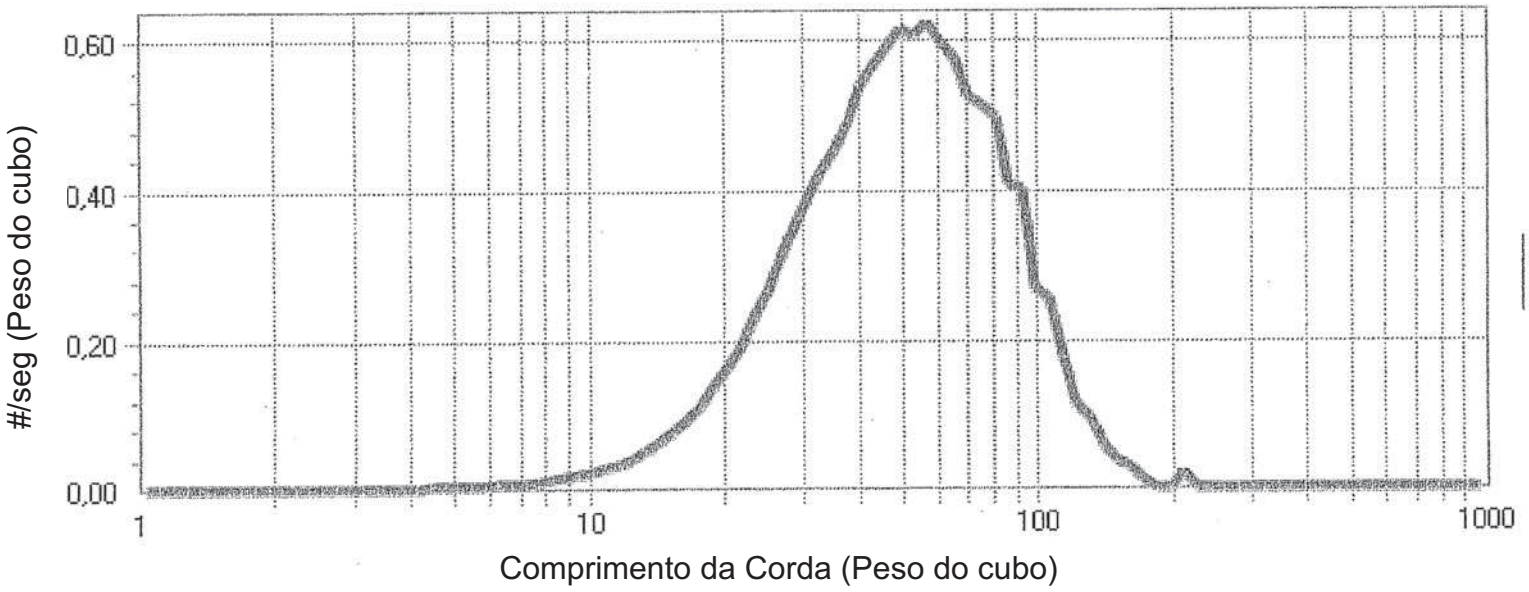
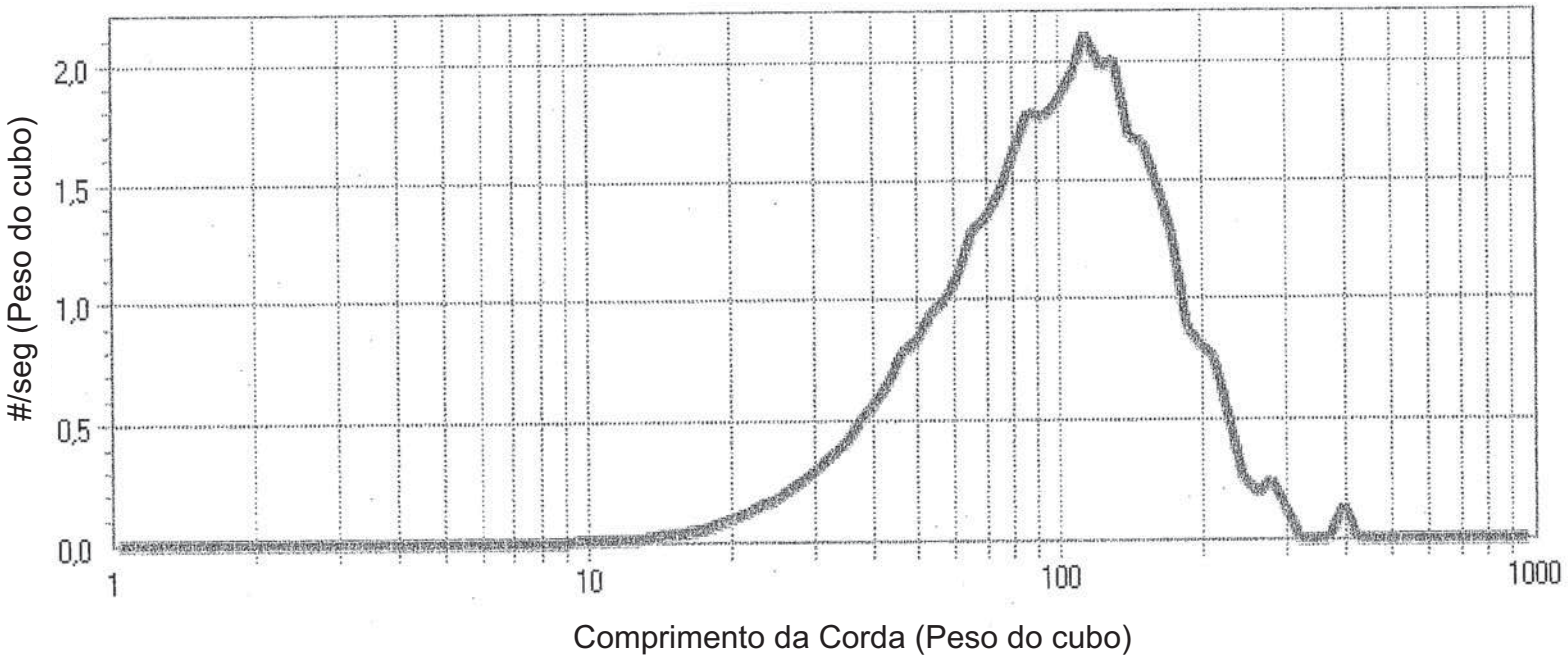


FIG. 3



Mettler Toledo Lasenteo Products

FIG. 4



Mettler Toledo Lasenteo Products

FIG. 5

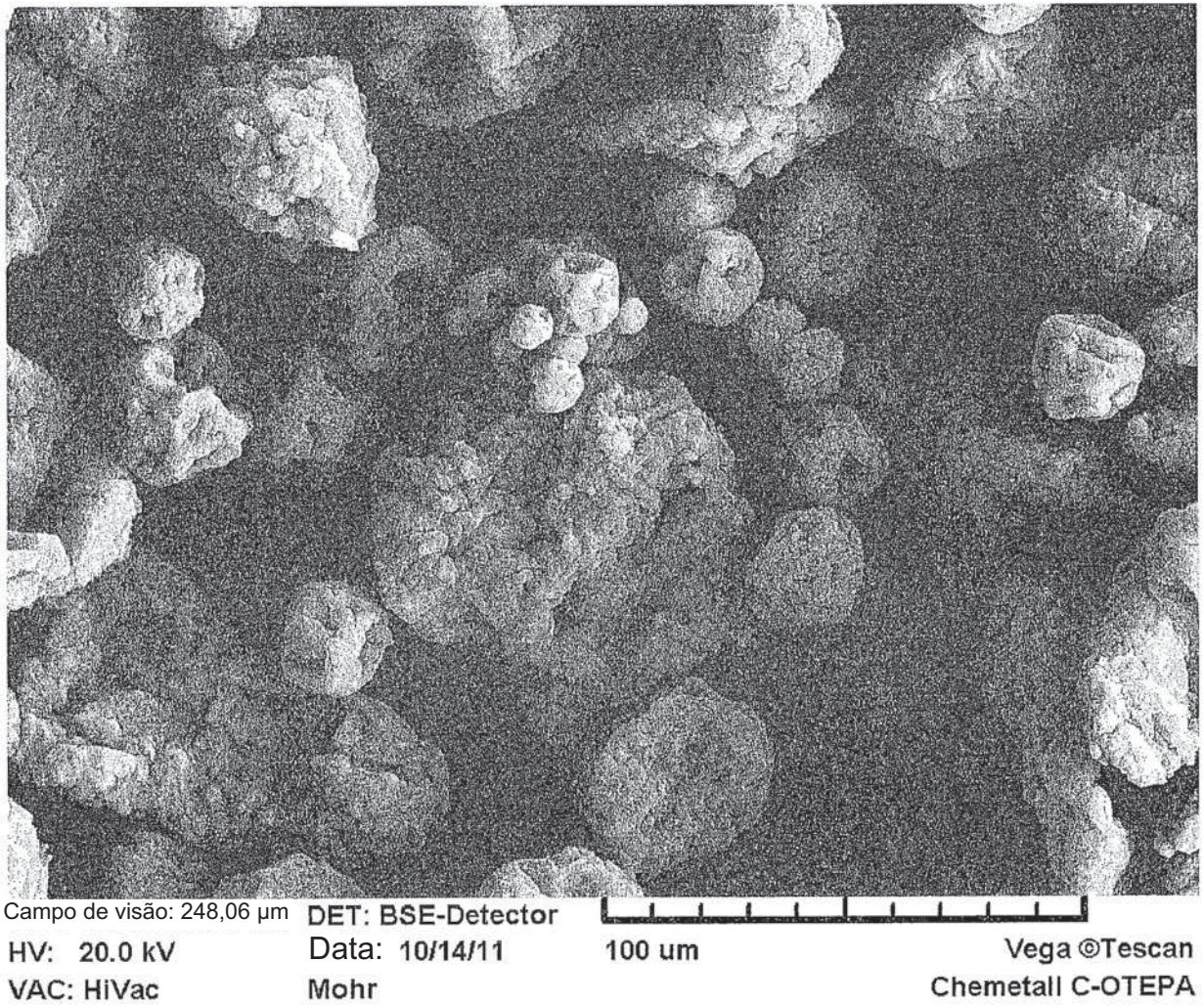

Campo de visão: 248,06 µm
DET: BSE-Detector
HV: 20.0 kV
Data: 10/14/11
100 um
Vega ©Tescan
VAC: HiVac
Mohr
Chemetall C-OTEPA

FIG. 6

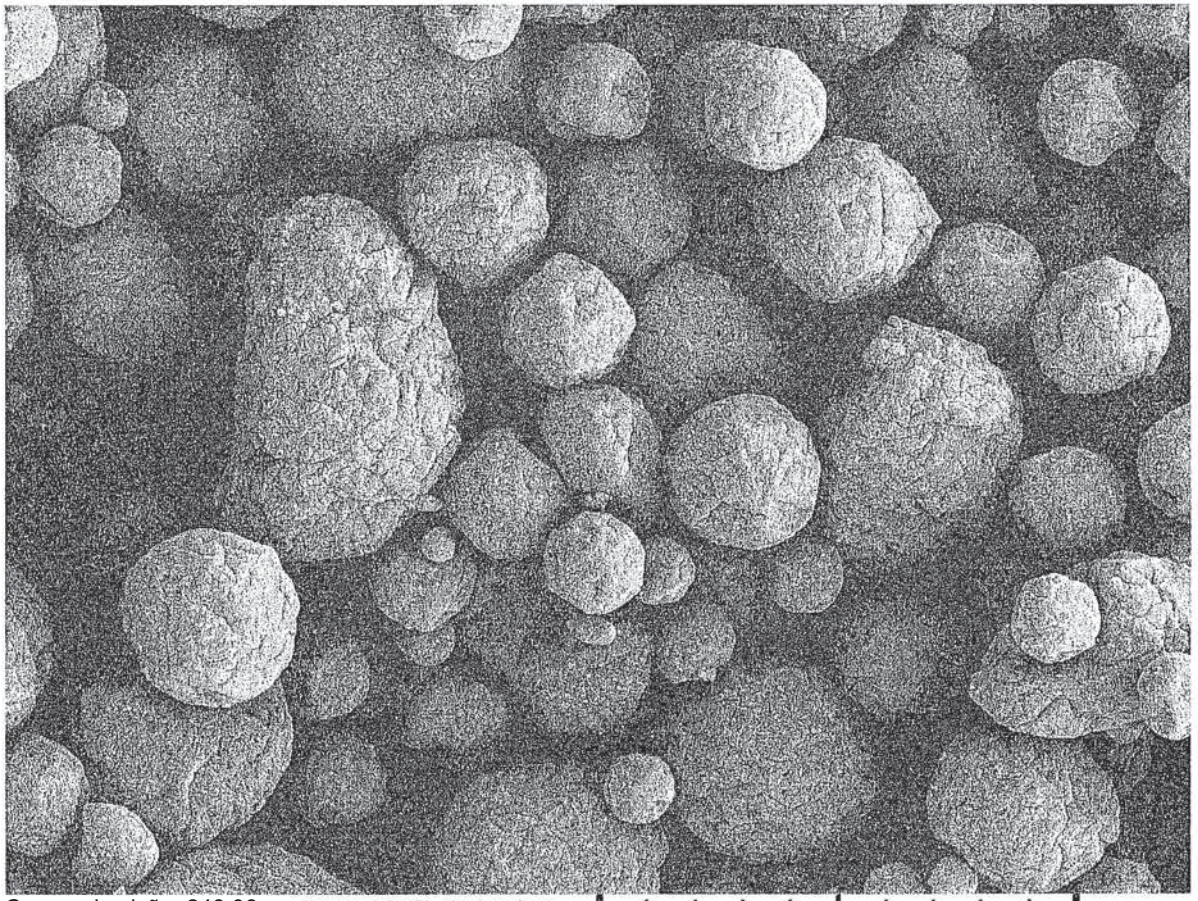

Campo de visão: 248,06 µm
DET: BSE-Detector
HV: 20.0 kV
Data: 10/20/11
100 um
Vega ©Tescan
VAC: HiVac
Mohr
Chemetall C-OTEPA

FIG. 7

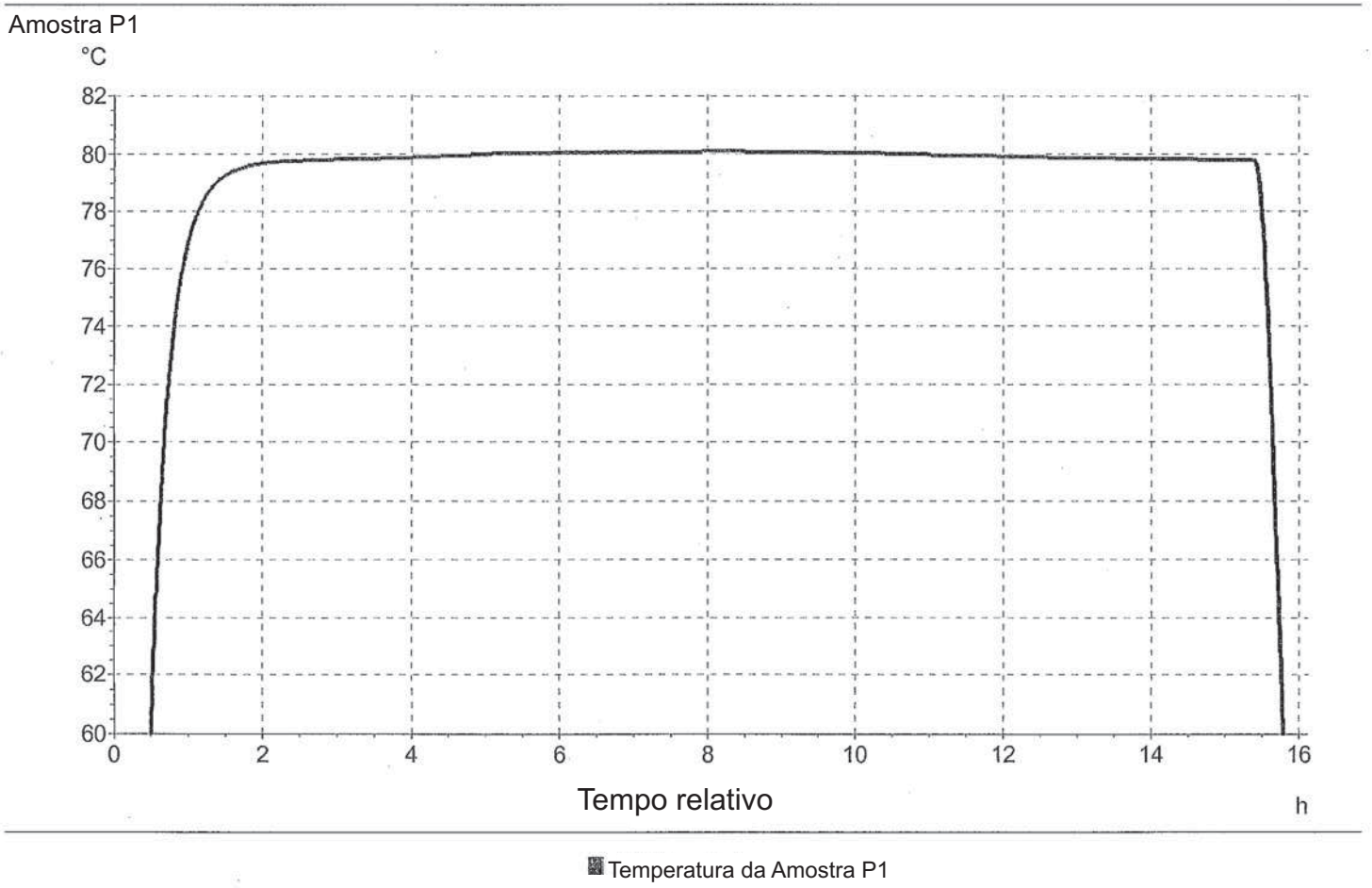
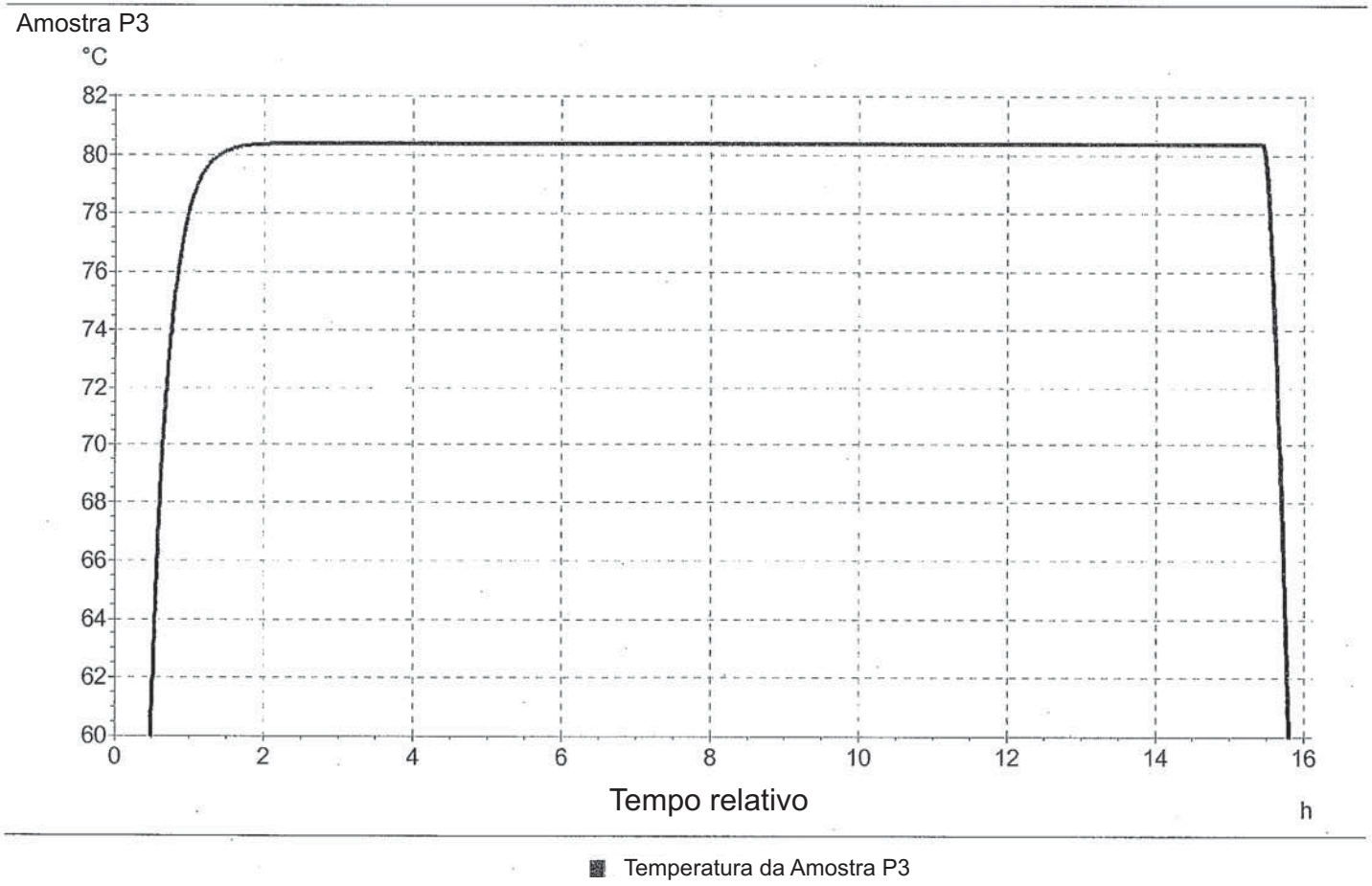

Amostra P1
°C
82
80
78
76
74
72
70
68
66
64
62
60
0
2
4
6
8
10
12
14
16
Tempo relativo
h
Temperatura da Amostra P1

FIG. 8


Amostra P3
°C
82
80
78
76
74
72
70
68
66
64
62
60
0
2
4
6
8
10
12
14
16
Tempo relativo
h
Temperatura da Amostra P3