

Síntese e Caracterização de LiCoO_2 a partir de Glicina, Ácido Cítrico, Amido e Gelatina utilizando Método Sol-Gel

Bruno G. A. Freitas (PG)¹, José M. Siqueira Jr (PQ)¹, Glaucio B. Ferreira (PQ)¹ Jackson A. L. C. Resende (PQ)^{*1}.

jresende@id.uff.br

¹Universidade Federal Fluminense, PPG em Química, Instituto de Química, Departamento de Química Inorgânica, Outeiro de São João Batista, s/nº Campus do Valonguinho, Centro, Niterói – RJ, 24020-141.

Palavras Chave: LiCoO_2 , Método sol-gel, DRX, Método Rietveld.

Abstract

Synthesis and Characterization of LiCoO_2 from Glycine, Citric Acid, Starch and Gelatin employing Sol-Gel Method. This work aims to compare by XRD the use of different precursors in synthesis of LiCoO_2 employing the sol-gel method.

Introdução

O LiCoO_2 é um composto amplamente conhecido por sua aplicação em baterias de íon lítio. Esse material sintetizado a altas temperaturas, em torno de 700 °C, apresenta estrutura cristalina romboédrica com simetria $R\bar{3}m$, os íons de lítio ocupam camadas alternadas entre os sítios octaédricos de óxido de cobalto, figura 1. Essa estrutura em camadas permite que o íon lítio se desloque mais rapidamente durante os ciclos de carga e descarga da bateria.¹

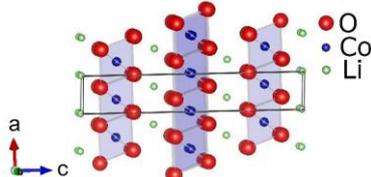


Figura 1. Estrutura do LiCoO_2 obtida.

Na síntese via sol-gel inicialmente um sal solúvel contendo as espécies desejadas é hidrolisado, formando o sol, em seguida ocorre a policondensação na formação do gel. O gel é então calcinado para se obter o material desejado.²

Nesse estudo o processo sol-gel foi empregado utilizando como precursor quatro diferentes agentes e os resultados foram avaliados utilizando a difração de raios X (DRX) e o refinamento dos dados pelo Método Rietveld (MR).

Resultados e Discussão

Nas sínteses os precursores usados foram: glicina, ac. cítrico, amido e gelatina. Um outro experimento foi realizado sem a utilização de nenhum agente gelificante, denominada de branco no estudo. Todas as amostras foram calcinadas a 700 °C por 24 horas. Na difração de raios X em pó foi utilizado radiação de $\text{CoK}\alpha$ ($\lambda = 1,79026 \text{ \AA}$) e o refinamento dos dados foi realizado com software GSAS-II, figura 2, e ICSD (LiCoO_2 #51381) e (Co_3O_4 #36256).

39ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química: Criar e Empreender

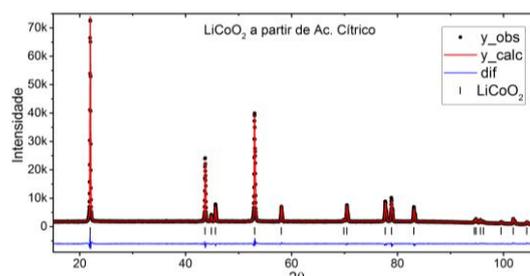


Figura 2. Refinamento do LiCoO_2 obtido com ac. cítrico.

Através da difratometria observou-se a formação da fase de LiCoO_2 que foi obtida em todas as amostras estudadas e o bom ordenamento estrutural dos compostos gerados. Nos métodos onde a glicina e o ac. cítrico foram empregados não é observada nenhuma fase além de LiCoO_2 , porém nos procedimentos onde se utilizou amido, gelatina e no experimento em branco foi identificada uma segunda fase como sendo o espinélio de Co_3O_4 , mostrado na tabela 1, isso indica a perda de lítio na formação do composto a alta temperatura ao se utilizar esses precursores.

Tabela 1. Resultado do refinamento para cada precursor.

Prec.	Rwp	Romboédrico ($R\bar{3}m$)			Fração (%)	
		a (Å)	c (Å)	vol.	LiCoO_2	Co_3O_4
Glic.	5,062	2,816	14,060	96,559	100	0
Ac. c.	3,882	2,815	14,052	96,472	100	0
Ami.	5,043	2,815	14,054	96,445	97,06	2,94
Gelat.	6,448	2,815	14,055	96,469	92,77	7,23
Bran.	4,261	2,815	14,056	96,468	97,23	2,77

Para todas as amostras estudadas os compostos de LiCoO_2 obtidos apresentaram poucas variações nos parâmetros estruturais, como visto na tabela 1.

Conclusões

A síntese de LiCoO_2 via método sol-gel utilizando como precursores amido ou gelatina apresenta bons resultados apesar da formação de outra fase. Os métodos tradicionais onde se utiliza glicina ou ácido cítrico são mais eficientes ao sintetizar somente a fase desejada.

Agradecimentos

LDRX-UFF e equipe; e ao apoio financeiro CAPES.

¹ Santiago, E. I.; Andrade, A. V. C.; Paiva-Santos, C. O.; Bulhões, L. O. S. *Solid State Ionics*, **2003**, 158, 91–102.

² Predoana, L.; Jitianu, A.; Voicescu, M.; Apostol, N. G.; Zaharescu, M. *J Sol-Gel Sci Technol*, **2015**, 74, 406–418.