

Análise de LiCoO₂ obtido pelo método sol-gel por DRX

Amanda C. da Silva^a(IC), Jackson A. L. C. Resende^a(PQ), José Márcio Siqueira Júnior^{a,b}(PG),
Francisco M. S. Garrido^b(PQ)

^aDepartamento de Química Inorgânica - UFF, ^bDepartamento de Química Inorgânica - UFRJ

Óxidos Li_xCoO₂ têm servido como materiais para catodo em baterias secundárias de Li devido à sua alta voltagem de saída e alta energia específica^[1]. Vários métodos de síntese já foram descritos para obtenção da fase LiCoO₂, dentre os quais destacam-se o método da combustão, o método sol-gel convencional e o sol-gel protéico. De acordo com a metodologia de síntese, o LiCoO₂ pode ser obtido em duas classes distintas: uma estrutura lamelar romboédrica com simetria $R\bar{3}m$ obtida a altas temperaturas e uma estrutura espinélio cúbica com simetria $Fd\bar{3}m$ obtida em temperaturas mais baixas. Neste trabalho mostramos o estudo da fase de LiCoO₂ lamelar obtida pelo método sol gel protéico.

A síntese foi realizada misturando-se soluções aquosas de Co²⁺ e Li⁺ e em seguida dispersas em uma solução de amido de milho com posterior homogeneização por ultra-som. O gel obtido foi secado ao ar e em seguida tratado a temperatura de 500°C por um período de 24 horas.

O sólido escuro de aspecto esponjoso foi então caracterizado por difratometria de raios-X com policristais usando o difratômetro Bruker D8 Advance com geometria Bragg-Brentano (LDRx-UFF). A coleta foi efetuada com radiação CuK α com um passo de 0,02° e tempo de exposição de 20s.

A caracterização estrutural da fase obtida foi realizada utilizando refinamento Rietveld e o programa DBWS 9807^[2] e a interface gráfica BDWS Tools 2.25^[3].

Pode-se observar na Figura 1 que há a presença de duas fases na amostra obtida que puderam ser indexadas como LiCoO₂ obtido na fase lamelar juntamente com a fase espinélio de Co₃O₄.

A fase lamelar considerou o grupo espacial citado acima com o Li⁺ ocupando os sítios 3a (0,0,0), Co³⁺ ocupando os sítios 3b (0,0,1/2) e O²⁻ ocupando os sítios 6c (0,0,z).

Já para a fase espinélio considerou-se os íons Co²⁺ nos sítios 16c (1/8, 1/8, 1/8), Co³⁺ ocupando sítios 16d (1/2, 1/2, 1/2) e O²⁻ ocupando os sítios 32e (1/4, 1/4, 1/4).

As figuras de mérito do refinamento (Rs e S) e o gráfico indicam que os resultados foram satisfatórios para a interpretação dos dados de difração.

Estudos em andamento indicam que, após tratamento térmico a 750°C, não se observa a presença da fase espinélio nas amostras.

[1] Bueno,P.R, et al, *J. Phys Chem C*, **112**, 14655 (2008).

[2] RIETVELD ANALYSIS PROGRAM DBWS-9807, RELEASE 14.02.99, COPYRIGHT 1998 BY R.A.YOUNG, UPGRADE OF: "R. A. Young, A. Sakthivel, T. S. Moss and C. O. Paiva-Santos DBWS-9411 - an upgrade of the DBWS*. * programs for Rietveld refinement with PC and mainframe computers",.

[3] Bleicher,L., Sasaki, J.M., Paiva-Santos, C.O. *J. Appl. Cryst.* **33**, 1189 (2000).

Agradecimentos: CNPq – PIBIC- UFF.

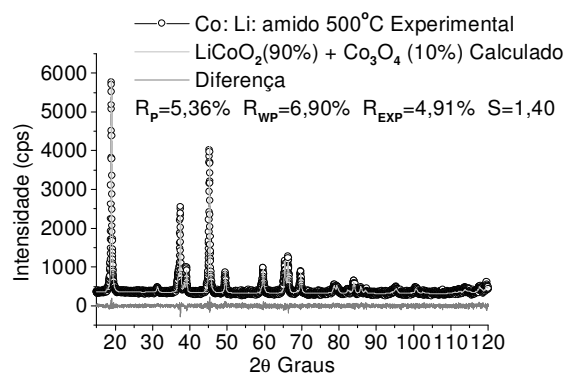


Figura 1: Refinamento Rietveld para amostra obtida.