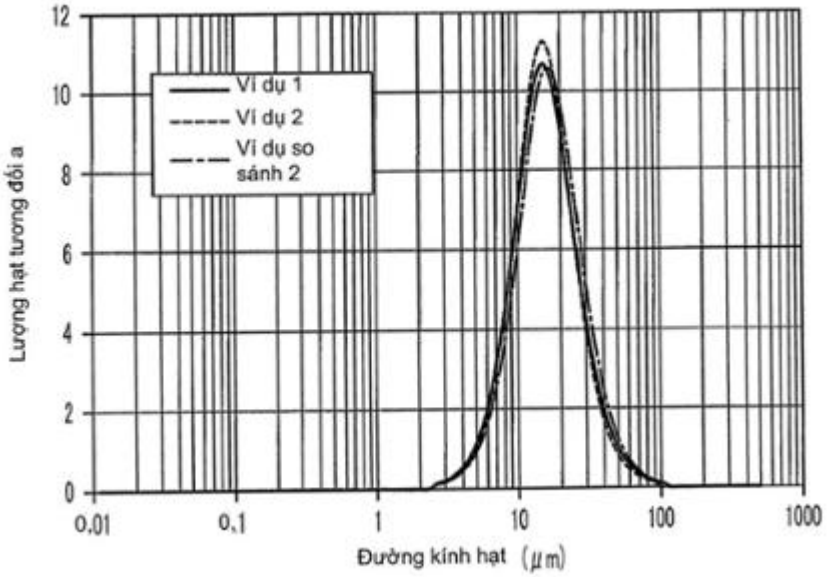
(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ
(19) **Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)**
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ
(11) **1-0038498**
(51)[7] **H01M 4/58**; C01B 25/45; H01M 4/36 (13) **B**

(21) 1-2018-04237 (22) 25/09/2018
(30) 2017-187449 28/09/2017 JP
(45) 25/01/2024 430 (43) 25/04/2019 373A
(73) Sumitomo Metal Mining Co., Ltd. (JP)
11-3, Shimbashi 5-chome, Minato-ku, Tokyo 105-8716, Japan
(72) Masataka OYAMA (JP); Takao KITAGAWA (JP).
(74) Công ty TNHH Tầm nhìn và Liên danh (VISION & ASSOCIATES CO.LTD.)

(54) VẬT LIỆU CATỐT DÙNG CHO PIN ION LITHI THỨ CẤP VÀ PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT VẬT LIỆU CATỐT NÀY, CATỐT DÙNG CHO PIN ION LITHI THỨ CẤP VÀ PIN ION LITHI THỨ CẤP

(57) Sáng chế đề cập đến vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp, vật liệu catốt này bao gồm: hạt thứ cấp là các hạt vật liệu hoạt tính được tạo hạt bao gồm hạt trung tâm và màng cacbon bao phủ trên bề mặt hạt trung tâm, trong đó mức độ vỡ của khối đã tạo hạt ((a-b)/a) của hạt thứ cấp bằng 0,03 hoặc lớn hơn và 0,30 hoặc nhỏ hơn và mức độ vỡ của khối đã tạo hạt được tính dựa vào lượng hạt tương đối a mà với nó đỉnh cực đại được thể hiện trong phân bố kích thước hạt của hạt thứ cấp và lượng hạt tương đối b mà với nó đỉnh cực đại trong phân bố kích thước hạt của hạt thứ cấp được thể hiện sau khi việc xử lý phân tán hạt thứ cấp được thực hiện bằng cách sử dụng máy đồng hóa. Ngoài ra, sáng chế còn đề cập đến phương pháp sản xuất vật liệu catốt, catốt của pin ion lithi thứ cấp và pin ion lithi thứ cấp.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp và phương pháp sản xuất vật liệu catốt, catốt của pin ion lithi thứ cấp và pin ion lithi thứ cấp.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Trong những năm gần đây, do pin được dự đoán sẽ có kích thước nhỏ và dung lượng cao và trọng lượng thấp hơn nên pin thứ cấp trên cơ sở dung dịch điện phân không chứa nước như pin ion lithi thứ cấp đã được đề xuất và đưa vào sử dụng thực tế. Pin ion lithi thứ cấp được làm từ catốt và anốt có tính chất có thể tăng và giảm thuận nghịch ion lithi và chất điện phân không chứa nước.

Do vật liệu hoạt tính anốt dùng làm vật liệu anốt của pin ion lithi thứ cấp nên nói chung vật liệu gốc cacbon hoặc oxit kim loại chứa Li có tính chất có thể tăng và giảm thuận nghịch ion lithi được sử dụng. Ví dụ về oxit kim loại chứa Li bao gồm lithi titanat ($Li_4Ti_5O_{12}$).

Trong khi đó, để làm catốt của pin ion lithi thứ cấp thì hỗn hợp vật liệu catốt bao gồm vật liệu catốt, chất liên kết và chất tương tự được sử dụng. Để làm vật liệu hoạt tính làm catốt, ví dụ, thì oxit kim loại chứa Li có tính chất có thể tăng và giảm thuận nghịch ion lithi như lithi sắt phosphat ($LiFePO_4$) được sử dụng. Ngoài ra, catốt của pin ion lithi thứ cấp còn được tạo thành bằng cách đưa hỗn hợp vật liệu catốt lên trên bề mặt của lá kim loại được gọi là cực góp dòng điện cực.

Để làm dung dịch điện phân cho pin ion lithi thứ cấp thì dung môi không chứa nước được sử dụng. Dung môi không chứa nước cho phép sử dụng vật liệu hoạt tính

làm catốt bị oxy hóa và bị khử ở điện thế cao hoặc vật liệu hoạt tính anốt bị oxy hóa và bị khử ở điện thế thấp. Vì vậy, pin ion lithi thứ cấp có điện áp cao hơn có thể được tạo ra.

Pin ion lithi thứ cấp nêu trên có kích thước nhỏ và năng lượng cao hơn và trọng lượng thấp hơn pin thứ cấp trong lĩnh vực kỹ thuật có liên quan như pin chì, pin niken-cađimi và pin niken kim loại hyđrua. Vì vậy, pin ion lithi thứ cấp được sử dụng không chỉ làm nguồn điện kích thước nhỏ dùng trong thiết bị điện tử cầm tay như điện thoại di động và máy tính cá nhân xách tay mà còn làm nguồn điện khẩn cấp tĩnh kích thước lớn.

Trong những năm gần đây, có nhu cầu về cải thiện đặc tính của pin ion lithi thứ cấp và nhiều nghiên cứu đã được tiến hành. Ví dụ, trong trường hợp trong đó pin ion lithi thứ cấp được sử dụng trong vùng mật độ dòng cao thì có nhu cầu cải thiện thêm về độ dẫn điện tử để cải thiện đặc tính này. Đối với nhu cầu tính chất được mô tả ở trên thì các kỹ thuật phủ bề mặt của vật liệu hoạt tính làm catốt bằng vật liệu cacbon (sau đây, trong một số trường hợp, được gọi là "màng cacbon") là đã biết. Như là các phương pháp sản xuất vật liệu catốt này, được biết là phun và sấy bùn bao gồm vật liệu hoạt tính làm catốt hoặc tiền chất của vật liệu hoạt tính làm catốt và hợp chất hữu cơ để tạo ra khối đã tạo hạt và xử lý nhiệt khối đã tạo hạt này trong môi trường không oxy hóa ở nhiệt độ 500°C hoặc cao hơn và 1.000°C hoặc thấp hơn (ví dụ, xem công bố sáng chế chưa qua thẩm định của Nhật Bản số 2004-014340, công bố sáng chế chưa qua thẩm định của Nhật Bản số 2009-004371, công bố sáng chế chưa qua thẩm định của Nhật Bản số 2011-049161 và công bố sáng chế chưa qua thẩm định của Nhật Bản số 2012-104290).

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Để sản xuất pin ion lithi thứ cấp có đặc tính đầu vào và đầu ra rất tốt thì cần phải làm cho cấu trúc của điện cực đồng nhất. Để đạt được điều này thì ưu tiên nâng cao độ đồng nhất của bùn bằng cách sử dụng máy nhào có khả năng phân tán tốt. Tuy nhiên, trong trường hợp trong đó khối đã tạo hạt được tạo thành từ hạt sơ cấp có màng cacbon dẫn điện trên bề mặt hạt như được mô tả trong công bố sáng chế chưa qua thẩm định của Nhật Bản số 2004-014340 được sử dụng làm vật liệu catốt khi máy nhào có khả năng phân tán tốt được sử dụng thì lực cắt mạnh sẽ tác dụng vào khối đã tạo hạt. Vì vậy, khối đã tạo hạt bị vỡ và có vấn đề là độ dẫn điện tử giảm và do đó đặc tính tốc độ giảm.

Sáng chế đã được thực hiện trên cơ sở xem xét các trường hợp được mô tả ở trên và mục đích của sáng chế là đề xuất vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp mà độ dẫn điện tử của nó không dễ dàng giảm do sự vỡ của khối đã tạo hạt ngay cả trong trường hợp trong đó máy nhào có khả năng phân tán cao được sử dụng và phương pháp sản xuất vật liệu catốt, catốt của pin ion lithi thứ cấp bao gồm vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp và pin ion lithi thứ cấp bao gồm catốt của pin ion lithi thứ cấp.

Tác giả sáng chế và những người khác đã thực hiện nhiều nghiên cứu sâu để đạt được mục đích được mô tả ở trên, do đó đã phát hiện là khi vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp được tạo thành từ hạt thứ cấp thu được bằng cách tạo hạt cho hạt vật liệu hoạt tính bao gồm hạt trung tâm và màng cacbon bao phủ trên bề mặt hạt trung tâm và mức độ vỡ của khối đã tạo hạt ((a-b)/a) được tính từ lượng hạt tương đối a với đỉnh cực đại trong phân bố kích thước hạt của hạt thứ cấp và lượng hạt tương đối b với

đỉnh cực đại trong phân bố kích thước hạt được xác định sau khi xử lý phân tán hạt thứ cấp bằng cách sử dụng máy đồng hóa được thiết đặt bằng 0,03 hoặc lớn hơn và 0,30 hoặc nhỏ hơn thì ngay cả trong trường hợp trong đó máy nhào có khả năng phân tán tốt được sử dụng thì khối đã tạo hạt vẫn không dễ bị vỡ và có thể ngăn chặn độ dẫn điện tử giảm do sự vỡ của khối đã tạo hạt và đã hoàn thành sáng chế.

Vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp theo khía cạnh thứ nhất của sáng chế được tạo thành từ hạt thứ cấp thu được bằng cách tạo hạt cho hạt vật liệu hoạt tính bao gồm hạt trung tâm và màng cacbon bao phủ trên bề mặt hạt trung tâm, trong đó mức độ vỡ của khối đã tạo hạt ((a-b)/a) được tính từ lượng hạt tương đối a với đỉnh cực đại trong phân bố kích thước hạt của hạt thứ cấp và lượng hạt tương đối b với đỉnh cực đại trong phân bố kích thước hạt được xác định sau khi xử lý phân tán hạt thứ cấp bằng cách sử dụng máy đồng hóa bằng 0,03 hoặc lớn hơn và 0,30 hoặc nhỏ hơn.

Nói cách khác, sáng chế đề xuất vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp, vật liệu catốt này bao gồm: hạt thứ cấp là các hạt vật liệu hoạt tính được tạo hạt bao gồm hạt trung tâm và màng cacbon bao phủ trên bề mặt hạt trung tâm, trong đó mức độ vỡ của khối đã tạo hạt ((a-b)/a) của hạt thứ cấp bằng 0,03 hoặc lớn hơn và 0,30 hoặc nhỏ hơn và mức độ vỡ của khối đã tạo hạt được tính dựa vào lượng hạt tương đối a mà với nó đỉnh cực đại được thể hiện trong phân bố kích thước hạt của hạt thứ cấp và lượng hạt tương đối b mà với nó đỉnh cực đại trong phân bố kích thước hạt của hạt thứ cấp được thể hiện sau khi việc xử lý phân tán hạt thứ cấp được thực hiện bằng cách sử dụng máy đồng hóa.

Tốt hơn là vật liệu catốt được mô tả ở trên có đặc tính sau. Đặc tính sau đây có thể kết hợp với nhau.

Vật liệu catốt có thể gồm hạt thứ cấp.

Hạt thứ cấp có thể gồm các hạt vật liệu hoạt tính được tạo hạt.

Hạt trung tâm có thể gồm chủ yếu hợp chất được biểu diễn bằng công thức chung $Li_xFe_yM_zPO_4$.

Hạt trung tâm có thể gồm chủ yếu hợp chất được biểu diễn bằng công thức chung $LiFePO_4$.

Catốt của pin ion lithi thứ cấp theo khía cạnh thứ hai của sáng chế là catốt của pin ion lithi thứ cấp bao gồm cực góp dòng điện cực và lớp hỗn hợp catốt được tạo trên cực góp dòng điện cực, trong đó lớp hỗn hợp catốt bao gồm vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp theo sáng chế.

Pin ion lithi thứ cấp theo khía cạnh thứ ba của sáng chế bao gồm catốt của pin ion lithi thứ cấp theo sáng chế.

Phương pháp sản xuất vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp theo khía cạnh thứ tư của sáng chế là phương pháp sản xuất vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp theo sáng chế, phương pháp này bao gồm bước sản xuất hạt trung tâm hoặc tiền chất của hạt trung tâm, điều chế bùn bằng cách hòa tan hoặc làm phân tán ít nhất một nguyên liệu hạt trung tâm được chọn từ nhóm gồm hạt trung tâm và tiền chất của hạt trung tâm và hợp chất hữu cơ trong nước và sấy bùn và nung chất khô thu được trong môi trường không oxy hóa, trong đó khi điều chế bùn thì tỷ lệ (đường kính trung bình/đường kính tinh thể) của đường kính trung bình trong phân bố kích thước hạt của hạt trung tâm sau khi xử lý phân tán đến đường kính tinh thể được tính từ đường kính tinh thể của hạt trung tâm trước khi xử lý phân tán bằng 1,00 hoặc lớn hơn và 2,10 hoặc

nhỏ hơn và đường kính trung bình sau khi phân tán được điều chỉnh đến 100 nm hoặc lớn hơn và 160 nm hoặc nhỏ hơn.

Nói cách khác, sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp theo điểm 1, phương pháp này bao gồm các bước: sản xuất hạt trung tâm và/hoặc tiền chất của hạt trung tâm; điều chế bùn bằng cách hòa tan hoặc làm phân tán hợp chất hữu cơ và ít nhất một nguyên liệu hạt trung tâm được chọn từ nhóm gồm hạt trung tâm và tiền chất của hạt trung tâm trong nước; và sấy bùn để thu được chất khô và nung chất khô thu được này trong môi trường không oxy hóa, trong đó, khi điều chế bùn thì đường kính trung bình của hạt trung tâm trong phân bố kích thước hạt được đánh giá sau khi xử lý phân tán để điều chế bùn được điều chỉnh đến 100 nm hoặc lớn hơn và 160 nm hoặc nhỏ hơn và tỷ lệ (đường kính trung bình/đường kính tinh thể) của đường kính trung bình trên đường kính tinh thể được tính từ đường kính tinh thể của hạt trung tâm trước khi xử lý phân tán được điều chỉnh đến 1,00 hoặc lớn hơn và 2,10 hoặc nhỏ hơn.

Hiệu quả của sáng chế

Theo vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp theo sáng chế thì do vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp được tạo thành từ hạt thứ cấp thu được bằng cách tạo hạt cho hạt vật liệu hoạt tính bao gồm hạt trung tâm và màng cacbon bao phủ trên bề mặt hạt trung tâm và mức độ vỡ của khối đã tạo hạt ((a-b)/a) được tính từ lượng hạt tương đối a với đỉnh cực đại trong phân bố kích thước hạt của hạt thứ cấp và lượng hạt tương đối b với đỉnh cực đại trong phân bố kích thước hạt được xác định sau khi xử lý phân tán hạt thứ cấp bằng cách sử dụng máy đồng hóa bằng 0,03 hoặc lớn hơn và 0,30 hoặc nhỏ hơn nên có thể tạo ra vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp trong đó

ngay cả trong trường hợp trong đó máy nhào có khả năng phân tán tốt được sử dụng thì khối đã tạo hạt vẫn không dễ bị vỡ và có thể ngăn chặn độ dẫn điện tử giảm do sự vỡ của khối đã tạo hạt.

Theo catốt của pin ion lithi thứ cấp theo sáng chế thì do vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp theo sáng chế được bao gồm, nên có thể thu được catốt của pin ion lithi thứ cấp trong đó cấu trúc của điện cực là đồng nhất và độ dẫn điện tử của điện cao.

Theo pin ion lithi thứ cấp theo sáng chế thì do catốt của pin ion lithi thứ cấp theo sáng chế được bao gồm, nên có thể thu được pin ion lithi thứ cấp có đặc tính tốc độ rất tốt.

Theo phương pháp sản xuất vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp theo sáng chế do khi điều chế bùn thì tỷ lệ (đường kính trung bình/đường kính tinh thể) của đường kính trung bình trong phân bố kích thước hạt của hạt trung tâm sau khi xử lý phân tán đến đường kính tinh thể được tính từ đường kính tinh thể của hạt trung tâm trước khi xử lý phân tán được sử dụng làm chỉ số và độ kết tụ của hạt trung tâm được điều chỉnh, nên có thể thu được vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp trong đó mức độ vỡ của khối đã tạo hạt ((a-b)/a) được tính từ lượng hạt tương đối a với đỉnh cực đại trong phân bố kích thước hạt của hạt thứ cấp và lượng hạt tương đối b với đỉnh cực đại trong phân bố kích thước hạt được xác định sau khi xử lý phân tán hạt thứ cấp bằng cách sử dụng máy đồng hóa bằng 0,03 hoặc lớn hơn và 0,30 hoặc nhỏ hơn.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 là đồ thị phân bố kích thước hạt của vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp trong các ví dụ và ví dụ so sánh.

Fig.2 là đồ thị phân bố kích thước hạt được xác định sau khi xử lý phân tán vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp bằng cách sử dụng máy đồng hóa trong các ví dụ và ví dụ so sánh.

Mô tả chi tiết sáng chế

Các phương án ưu tiên và ví dụ ưu tiên về vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp, catốt của pin ion lithi thứ cấp và pin ion lithi thứ cấp theo sáng chế sẽ được mô tả dưới đây.

Trong khi đó, các phương án của sáng chế được mô tả cụ thể để hiểu rõ hơn bản chất và nội dung của sáng chế và không giới hạn sáng chế trừ phi được mô tả cụ thể là khác. Các phương án bổ sung, lược bỏ, thay thế và cải biến khác về thành phần đều thuộc phạm vi của sáng chế.

Vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp

Vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp theo phương án này của sáng chế được tạo thành từ hạt thứ cấp thu được bằng cách tạo hạt cho hạt vật liệu hoạt tính bao gồm hạt trung tâm và màng cacbon bao phủ trên bề mặt hạt trung tâm và mức độ vỡ của khối đã tạo hạt ((a-b)/a) được tính từ lượng hạt tương đối a với đỉnh cực đại trong phân bố kích thước hạt của hạt thứ cấp và lượng hạt tương đối b với đỉnh cực đại trong phân bố kích thước hạt được xác định sau khi xử lý phân tán hạt thứ cấp bằng cách sử dụng máy đồng hóa bằng 0,03 hoặc lớn hơn và 0,30 hoặc nhỏ hơn.

Mức độ vỡ của khối đã tạo hạt ((a-b)/a) được tính từ lượng hạt tương đối a với đỉnh cực đại trong phân bố kích thước hạt của hạt thứ cấp và lượng hạt tương đối b với đỉnh cực đại trong phân bố kích thước hạt được xác định sau khi xử lý phân tán hạt thứ

cấp bằng cách sử dụng máy đồng hóa bằng 0,03 hoặc lớn hơn và 0,30 hoặc nhỏ hơn và tốt hơn là 0,07 hoặc lớn hơn và 0,25 hoặc nhỏ hơn.

Khi mức độ vỡ của khối đã tạo hạt nhỏ hơn 0,03 thì hạt thứ cấp ít khi bị vỡ khi nhào bùn bao gồm vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp và vì vậy tần suất tiếp xúc với cực góp dòng điện cực giảm và độ dẫn điện tử giữa cực góp dòng điện cực và vật liệu hoạt tính giảm. Trong khi đó, khi mức độ vỡ của khối đã tạo hạt vượt quá 0,30 thì hạt thứ cấp dễ bị vỡ khi nhào bùn bao gồm vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp và không thể ngăn chặn độ dẫn điện tử giảm do sự vỡ của hạt thứ cấp.

Phân bố kích thước hạt của hạt thứ cấp được xác định sau khi xử lý phân tán vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp bằng cách sử dụng máy đồng hóa tốt hơn là có đỉnh cực đại nằm trong khoảng 1,0 μm hoặc lớn hơn và 45,0 μm hoặc nhỏ hơn và tốt hơn nữa là có đỉnh cực đại nằm trong khoảng 2,0 μm hoặc lớn hơn và 25,0 μm hoặc nhỏ hơn.

Khi phân bố kích thước hạt của hạt thứ cấp có đỉnh cực đại ở 1,0 μm hoặc lớn hơn thì độ nhớt của bùn bao gồm vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp giảm và tính chất của bùn được ứng dụng cho cực góp dòng điện cực sẽ phù hợp. Trong khi đó, khi phân bố kích thước hạt của hạt thứ cấp có đỉnh cực đại ở 45,0 μm hoặc nhỏ hơn thì có thể giảm độ nhám trên bề mặt của lớp hỗn hợp catốt được tạo trên cực góp dòng điện cực bằng cách sử dụng bùn bao gồm vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp và vì vậy có thể ngăn chặn hiện tượng ngắn mạch hoặc mật độ dòng không đều.

Hạt thứ cấp tạo thành vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp theo phương án này của sáng chế là hạt thu được bằng cách tạo hạt cho hạt vật liệu hoạt tính (hạt sơ cấp) bao gồm hạt trung tâm và màng cacbon bao phủ trên bề mặt của hạt trung tâm. Hạt

thứ cấp theo phương án này của sáng chế có các vi lỗ (lỗ) giữa hạt vật liệu hoạt tính (hạt sơ cấp) tạo thành hạt thứ cấp.

Đường kính vi lỗ của hạt thứ cấp tạo thành vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp theo phương án này của sáng chế tốt hơn là bằng 80 nm hoặc lớn hơn và 1.000 nm hoặc nhỏ hơn và tốt hơn nữa là 100 nm hoặc lớn hơn và 500 nm hoặc nhỏ hơn.

Khi đường kính vi lỗ của hạt thứ cấp bằng 80 nm hoặc lớn hơn thì dung dịch điện phân dễ thấm vào bên trong hạt thứ cấp và khả năng di chuyển của ion lithi trong hạt thứ cấp sẽ dễ dàng. Trong khi đó, khi đường kính vi lỗ của hạt thứ cấp bằng 1.000 nm hoặc nhỏ hơn thì tần suất tiếp xúc giữa các hạt vật liệu hoạt tính (hạt sơ cấp) cao và độ bền của hạt thứ cấp tăng. Vì vậy, hạt thứ cấp không dễ bị vỡ khi nhào bùn bao gồm vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp và có thể ngăn chặn độ dẫn điện tử giảm do sự vỡ của hạt thứ cấp.

Đường kính vi lỗ của pin thứ cấp có thể được xác định bằng cách sử dụng máy đo độ xốp bằng thủy ngân (phương pháp xâm nhập thủy ngân, tên thiết bị: POREMASTER, sản xuất bởi Quantachrome Instruments Japan G.K.).

Đường kính hạt sơ cấp trung bình của hạt vật liệu hoạt tính trong vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp theo phương án này của sáng chế tốt hơn là bằng 10 nm hoặc lớn hơn và 700 nm hoặc nhỏ hơn và tốt hơn nữa là 20 nm hoặc lớn hơn và 500 nm hoặc nhỏ hơn.

Khi đường kính hạt sơ cấp trung bình của hạt vật liệu hoạt tính bằng 10 nm hoặc lớn hơn thì diện tích bề mặt riêng của vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp tăng và vì vậy sự tăng khối lượng của cacbon sử dụng được ngăn chặn và có thể ngăn chặn sự giảm điện tích và dung lượng phóng điện của pin ion lithi thứ cấp. Trong khi

đó, khi đường kính hạt sơ cấp trung bình của hạt vật liệu hoạt tính bằng 700 nm hoặc nhỏ hơn thì có thể ngăn chặn sự kéo dài thời gian để ion lithi hoặc điện tử di chuyển trong vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp. Vì vậy, có thể ngăn chặn sự tăng điện trở trong của pin ion lithi thứ cấp và sự giảm đặc tính công suất sau đó.

Ở đây, đường kính hạt trung bình là đường kính hạt trung bình theo thể tích. Đường kính hạt sơ cấp trung bình của hạt vật liệu hoạt tính có thể được xác định bằng cách sử dụng dụng cụ xác định phân bố kích thước hạt bằng nhiễu xạ và tán xạ laze hoặc dụng cụ tương tự. Ngoài ra, cũng có thể tùy chọn nhiều hạt sơ cấp được quan sát bằng cách sử dụng kính hiển vi điện tử quét (scanning electron microscope: SEM) và tính đường kính hạt trung bình của hạt sơ cấp.

Diện tích bề mặt riêng BET của vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp tốt hơn là bằng 5 m^2/g hoặc lớn hơn và 25 m^2/g hoặc nhỏ hơn.

Khi diện tích bề mặt riêng BET bằng 5 m^2/g hoặc lớn hơn thì sự tạo thành hạt thô của vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp được ngăn chặn và có thể tăng tốc độ khuếch tán của ion lithi trong hạt. Vì vậy, có thể cải thiện đặc tính pin của pin ion lithi thứ cấp. Ngoài ra, tần suất tiếp xúc giữa các hạt vật liệu hoạt tính trong hạt thứ cấp tăng và vì vậy có thể tăng độ bền của hạt thứ cấp. Trong khi đó, khi diện tích bề mặt riêng BET bằng 25 m^2/g hoặc nhỏ hơn thì có thể ngăn chặn sự tăng quá mức về độ xốp của catốt bao gồm vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp theo phương án này của sáng chế. Vì vậy, có thể tạo ra pin ion lithi thứ cấp có mật độ năng lượng cao.

Diện tích bề mặt riêng BET của vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp có thể được xác định bằng cách sử dụng phương pháp được mô tả trong các ví dụ.

Đường kính hạt thứ cấp trung bình của vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp tốt hơn là bằng 1,0 μm hoặc lớn hơn và 45,0 μm hoặc nhỏ hơn và tốt hơn nữa là 3,0 μm hoặc lớn hơn và 25,0 μm hoặc nhỏ hơn.

Khi đường kính hạt thứ cấp trung bình bằng 1,0 μm hoặc lớn hơn thì độ nhớt của bùn bao gồm vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp giảm và tính chất của bùn được ứng dụng cho cực góp dòng điện cực sẽ phù hợp. Trong khi đó, khi đường kính hạt thứ cấp trung bình bằng 45,0 μm hoặc nhỏ hơn thì có thể giảm độ nhám trên bề mặt của lớp hỗn hợp catốt được tạo trên cực góp dòng điện cực bằng cách sử dụng bùn bao gồm vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp và vì vậy có thể ngăn chặn hiện tượng ngắn mạch hoặc mật độ dòng không đều.

Lượng cacbon chứa trong vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp, nghĩa là, lượng cacbon tạo thành màng cacbon tốt hơn là bằng 0,1 phần khối lượng hoặc lớn hơn và 10 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn và tốt hơn nữa là 0,6 phần khối lượng hoặc lớn hơn và 3 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn so với 100 phần khối lượng của hạt trung tâm.

Khi lượng cacbon bằng 0,1 phần khối lượng hoặc lớn hơn thì dung lượng phóng điện với tốc độ nạp-phóng điện cao của pin ion lithi thứ cấp tăng và có thể thực hiện đủ đặc tính tốc độ nạp và phóng điện. Trong khi đó, khi lượng cacbon bằng 10 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn thì có thể ngăn chặn dung lượng pin của pin ion lithi thứ cấp trên một đơn vị khối lượng của vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp giảm nhiều hơn cần thiết.

Tỷ lệ của lượng cacbon trên diện tích bề mặt riêng của vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp ("[lượng cacbon]/[diện tích bề mặt riêng của hạt sơ cấp của vật liệu catốt]") tốt hơn là bằng 0,01% khối lượng·g/m^2 hoặc lớn hơn và 0,5% khối lượng·g/m^2

hoặc nhỏ hơn và tốt hơn nữa là 0,03% khối lượng·g/m^2 hoặc lớn hơn và 0,3% khối lượng·g/m^2 hoặc nhỏ hơn.

Khi tỷ lệ của lượng cacbon bằng 0,01% khối lượng·g/m^2 hoặc lớn hơn thì dung lượng phóng điện với tốc độ nạp và phóng cao của pin ion lithi thứ cấp tăng và có thể thực hiện đủ đặc tính tốc độ nạp và phóng điện. Trong khi đó, khi tỷ lệ của lượng cacbon bằng 0,5% khối lượng·g/m^2 hoặc nhỏ hơn thì có thể ngăn chặn dung lượng pin của pin ion lithi thứ cấp trên một đơn vị khối lượng của vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp giảm nhiều hơn cần thiết.

Hạt trung tâm

Hạt trung tâm tạo thành vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp theo phương án này của sáng chế không bị giới hạn cụ thể miễn là các hạt này có hoạt tính điện hóa; tuy nhiên, khi hạt trung tâm là thành phần được biểu diễn bằng công thức chung $Li_xFe_yM_zPO_4$ (ở đây, M là ít nhất một nguyên tố được chọn từ nhóm gồm Mg, Ca, Co, Sr, Ba, Ti, Zn, B, Al, Ga, In, Si, Ge và các nguyên tố đất hiếm, $0,95 \leq x \leq 1,10$, $0,80 \leq y \leq 1,10$ và $0,00 \leq z \leq 0,20$) thì đặc tính tốc độ của pin ion lithi thứ cấp sẽ tốt.

Trong khi đó, các nguyên tố đất hiếm là 15 nguyên tố gồm La, Ce, Pr, Nd, Pm, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb và Lu trong dãy lantan.

Ví dụ về hợp chất được biểu diễn bằng công thức chung $Li_xFe_yM_zPO_4$ bao gồm $LiFePO_4$, $LiFe_{0,95}Mg_{0,05}PO_4$, $Li_{0,95}Fe_{0,95}Al_{0,05}PO_4$ và hợp chất tương tự. Trong số này thì $LiFePO_4$ được ưu tiên do các kim loại không có hoạt tính điện hóa hóa không được bao gồm và mật độ năng lượng theo lý thuyết tăng nhiều nhất.

Đường kính hạt sơ cấp trung bình của hạt sơ cấp của hạt trung tâm tạo thành vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp theo phương án này của sáng chế tốt hơn là

bằng 5 nm hoặc lớn hơn và 800 nm hoặc nhỏ hơn và tốt hơn nữa là 20 nm hoặc lớn hơn và 500 nm hoặc nhỏ hơn.

Khi đường kính hạt sơ cấp trung bình của hạt sơ cấp của hạt trung tâm bằng 5 nm hoặc lớn hơn thì có thể phủ đủ bề mặt của hạt sơ cấp của hạt trung tâm bằng màng cacbon. Ngoài ra, dung lượng phóng điện khi nạp và phóng tốc độ cao của pin ion lithi thứ cấp tăng và có thể thực hiện đủ đặc tính nạp và phóng điện. Trong khi đó, khi đường kính hạt sơ cấp trung bình của hạt sơ cấp của hạt trung tâm bằng 800 nm hoặc nhỏ hơn thì có thể giảm điện trở trong của hạt sơ cấp của hạt trung tâm. Ngoài ra, còn có thể tăng dung lượng phóng điện khi nạp và phóng tốc độ cao của pin ion lithi thứ cấp.

Hình dạng của hạt sơ cấp của hạt trung tâm tạo thành vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp theo phương án này của sáng chế không bị giới hạn cụ thể, nhưng hình dạng của hạt sơ cấp của hạt trung tâm tốt hơn là hình cầu do vật liệu hoạt tính làm catốt được tạo thành từ hạt kết tụ hình cầu, cụ thể là, hình cầu thực sự được dễ dàng tạo thành.

Khi hình dạng của hạt sơ cấp của hạt trung tâm là hình cầu thì có thể giảm lượng dung môi khi bùn được điều chế bằng cách trộn vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp, nhựa liên kết (chất liên kết) và dung môi. Ngoài ra, khi hình dạng của hạt sơ cấp của hạt trung tâm là hình cầu thì việc đưa bùn lên cực góp dòng điện cực sẽ dễ dàng hơn. Hơn nữa, khi hình dạng của hạt sơ cấp của hạt trung tâm là hình cầu thì diện tích bề mặt của hạt sơ cấp của hạt trung tâm được giảm đến mức tối thiểu và có thể giảm đến mức tối thiểu lượng nhựa liên kết (chất liên kết) được pha trộn vào bùn. Kết quả là, có thể giảm điện trở trong của catốt mà vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ

cấp theo phương án này của sáng chế được sử dụng cho nó. Ngoài ra, khi hình dạng của hạt sơ cấp của hạt trung tâm là hình cầu thì sẽ dễ dàng đóng gói chặt vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp và vì vậy lượng vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp được đóng gói trên một đơn vị thể tích của catốt tăng. Kết quả là, có thể tăng mật độ catốt và có thể thu được pin ion lithi thứ cấp dung lượng cao.

Màng cacbon

Màng cacbon bao phủ trên bề mặt hạt trung tâm.

Khi bề mặt hạt trung tâm được phủ bằng màng cacbon thì có thể cải thiện độ dẫn điện tử của vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp.

Màng cacbon là màng cacbon nhiệt phân có nguồn gốc từ hợp chất hữu cơ được xử lý nhiệt và chiều dày của màng cacbon tốt hơn là bằng 0,2 nm hoặc lớn hơn và 10 nm hoặc nhỏ hơn và tốt hơn nữa là 0,5 nm hoặc lớn hơn và 4 nm hoặc nhỏ hơn.

Khi chiều dày của màng cacbon bằng 0,2 nm hoặc lớn hơn thì có thể ngăn chiều dày mỏng quá mức của màng cacbon làm vô hiệu hóa sự tạo thành màng có giá trị điện trở mong muốn. Ngoài ra, còn có thể bảo đảm độ dẫn điện thích hợp của vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp. Trong khi đó, khi chiều dày của màng cacbon bằng 10 nm hoặc nhỏ hơn thì có thể ngăn chặn sự giảm dung lượng pin trên một đơn vị khối lượng của vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp.

Ngoài ra, khi chiều dày của màng cacbon bằng 0,2 nm hoặc lớn hơn và 10 nm hoặc nhỏ hơn thì sẽ dễ dàng đóng gói chặt vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp và vì vậy lượng vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp được đóng gói trên một đơn vị thể tích của catốt tăng. Kết quả là, có thể tăng mật độ catốt và có thể thu được pin ion lithi thứ cấp dung lượng cao.

Tỷ lệ lớp phủ của màng cacbon trên hạt trung tâm tốt hơn là bằng 60% hoặc lớn hơn và 95% hoặc nhỏ hơn và tốt hơn nữa là 80% hoặc lớn hơn và 95% hoặc nhỏ hơn. Khi tỷ lệ lớp phủ của màng cacbon bằng 60% hoặc lớn hơn thì hiệu quả phủ của màng cacbon có thể thu được đầy đủ.

Mật độ của màng cacbon được tính bằng cách sử dụng thành phần cacbon trong màng cacbon tốt hơn là bằng 0,3 g/cm^3 hoặc lớn hơn và 1,5 g/cm^3 hoặc nhỏ hơn và tốt hơn nữa là 0,4 g/cm^3 hoặc lớn hơn và 1,0 g/cm^3 hoặc nhỏ hơn.

Ở đây, lý do để giới hạn mật độ của màng cacbon được tính bằng cách sử dụng thành phần cacbon trong màng cacbon ở khoảng được mô tả ở trên như được mô tả dưới đây. Khi mật độ của màng cacbon được tính bằng cách sử dụng lượng cacbon trong màng cacbon bằng 0,3 g/cm^3 hoặc lớn hơn thì màng cacbon có đủ độ dẫn điện tử. Trong khi đó, khi mật độ của màng cacbon bằng 1,5 g/cm^3 hoặc nhỏ hơn thì lượng tinh thể graphit mịn được tạo thành từ cấu trúc phiến mỏng trong màng cacbon nhỏ và vì vậy trở ngại không gian không được tạo bởi các tinh thể graphit mịn trong quá trình khuếch tán của ion lithi trong màng cacbon. Vì vậy, không có các trường hợp trong đó điện trở di chuyển của ion lithi tăng. Kết quả là, không có các trường hợp trong đó điện trở trong của pin ion lithi thứ cấp tăng và sự tụt điện áp không xảy ra với tốc độ nạp-phóng điện cao của pin ion lithi thứ cấp.

Theo vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp theo phương án này của sáng chế thì vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp được tạo thành từ hạt thứ cấp thu được bằng cách tạo hạt cho hạt vật liệu hoạt tính bao gồm hạt trung tâm và màng cacbon bao phủ trên bề mặt hạt trung tâm và mức độ vỡ của khối đã tạo hạt ((a-b)/a) được tính từ lượng hạt tương đối a với đỉnh cực đại trong phân bố kích thước hạt của

hạt thứ cấp và lượng hạt tương đối b với đỉnh cực đại trong phân bố kích thước hạt được xác định sau khi xử lý phân tán hạt thứ cấp bằng cách sử dụng máy đồng hóa được thiết đặt bằng 0,03 hoặc lớn hơn và 0,30 hoặc nhỏ hơn và vì vậy có thể tạo ra vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp trong đó ngay cả trong trường hợp trong đó máy nhào có khả năng phân tán tốt được sử dụng thì khối đã tạo hạt vẫn không dễ bị vỡ và có thể ngăn chặn độ dẫn điện tử giảm do sự vỡ của khối đã tạo hạt.

Phương pháp sản xuất vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp

Phương pháp sản xuất vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp theo phương án này của sáng chế bao gồm, ví dụ, bước sản xuất hạt trung tâm và tiền chất của hạt trung tâm, bước điều chế bùn để điều chế bùn bằng cách hòa tan hoặc làm phân tán ít nhất một nguyên liệu hạt trung tâm được chọn từ nhóm gồm hạt trung tâm và tiền chất của hạt trung tâm và hợp chất hữu cơ là tiền chất của màng cacbon trong nước và bước nung để sấy bùn và nung chất khô thu được trong môi trường không oxy hóa.

Bước sản xuất hạt trung tâm và tiền chất của hạt trung tâm

Về phương pháp sản xuất hợp chất (hạt trung tâm) được biểu diễn bằng công thức chung $Li_xFe_yM_zPO_4$ (ở đây, M là ít nhất một nguyên tố được chọn từ nhóm gồm Mg, Ca, Co, Sr, Ba, Ti, Zn, B, Al, Ga, In, Si, Ge và các nguyên tố đất hiếm, $0,95 \leq x \leq 1,10$, $0,80 \leq y \leq 1,10$ và $0,00 \leq z \leq 0,20$) thì phương pháp của lĩnh vực kỹ thuật có liên quan như phương pháp pha rắn, phương pháp pha lỏng hoặc phương pháp pha khí được sử dụng. Ví dụ về $Li_xFe_yM_zPO_4$ thu được bằng cách sử dụng phương pháp được mô tả ở trên bao gồm chất dạng hạt (sau đây, trong một số trường hợp được gọi là "hạt $Li_xFe_yM_zPO_4$").

Hạt $Li_xFe_yM_zPO_4$ thu được bằng cách, ví dụ, tổng hợp thủy nhiệt hỗn hợp dạng bùn thu được bằng cách trộn nguồn Li, nguồn Fe, nguồn P, nước và nếu cần, nguồn M. Bằng cách tổng hợp thủy nhiệt mà $Li_xFe_yM_zPO_4$ được tạo thành dưới dạng chất kết tủa trong nước. Chất kết tủa thu được có thể là tiền chất của $Li_xFe_yM_zPO_4$. Trong trường hợp này, hạt $Li_xFe_yM_zPO_4$ đích thu được bằng cách nung tiền chất của $Li_xFe_yM_zPO_4$.

Khi phương pháp tổng hợp thủy nhiệt nêu trên, tốt hơn là sử dụng bình kín khí chịu áp suất.

Ở đây, ví dụ về nguồn Li bao gồm muối lithi như lithi axetat ($LiCH_3COO$) và lithi clorua (LiCl), lithi hyđroxit (LiOH) và chất tương tự. Trong số này, tốt hơn là ít nhất một chất được chọn từ nhóm gồm lithi axetat, lithi clorua và lithi hyđroxit được sử dụng làm nguồn Li.

Ví dụ về nguồn Fe bao gồm muối sắt hóa trị hai như sắt (II) clorua ($FeCl_2$), sắt (II) axetat ($Fe(CH_3COO)_2$) và sắt (II) sulfat ($FeSO_4$). Trong số này, tốt hơn là ít nhất một chất được chọn từ nhóm gồm sắt (II) clorua, sắt (II) axetat và sắt (II) sulfat được sử dụng làm nguồn Fe.

Ví dụ về nguồn P bao gồm hợp chất của axit phosphoric như axit phosphoric (H_3PO_4), amoni đihyđro phosphat ($NH_4H_2PO_4$), điamoni hyđro phosphat ($(NH_4)_2HPO_4$) và chất tương tự. Trong số này, tốt hơn là ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm gồm axit phosphonic, amoni đihyđro phosphat và điamoni hyđro phosphat được sử dụng làm nguồn P.

Ví dụ về nguồn M bao gồm clorua, cacboxylat, sulfat và chất tương tự bao gồm ít nhất một nguyên tố được chọn từ nhóm gồm Mg, Ca, Co, Sr, Ba, Ti, Zn, B, Al, Ga, In, Si, Ge và các nguyên tố đất hiếm.

Bước điều chế bùn

Bằng bước điều chế bùn mà hợp chất hữu cơ là tiền chất của màng cacbon được xen giữa hạt trung tâm, và hợp chất hữu cơ và hạt trung tâm được trộn đều với nhau và vì vậy bề mặt hạt trung tâm có thể được phủ đều bằng hợp chất hữu cơ.

Nguyên liệu hạt trung tâm và hợp chất hữu cơ được hòa tan hoặc làm phân tán trong nước, theo đó điều chế ra ra bùn đồng nhất. Trong quá trình hòa tan hoặc làm phân tán này thì chất phân tán có thể được bổ sung vào đó hoặc hợp chất hữu cơ là nguồn cacbon có thể có chức năng của chất phân tán.

Phương pháp hòa tan hoặc làm phân tán nguyên liệu hạt trung tâm và hợp chất hữu cơ trong nước không bị giới hạn cụ thể miễn là vật liệu hoạt tính làm điện cực được phân tán và hợp chất hữu cơ được hòa tan hoặc làm phân tán và, ví dụ, tốt hơn là phương pháp trong đó thiết bị phân tán kiểu khuấy trộn vật liệu như máy nghiền bi hoặc máy nghiền cát được sử dụng.

Ngoài ra, còn có thể điều chỉnh tần suất tiếp xúc giữa các hạt vật liệu hoạt tính trong hạt thứ cấp và kiểm soát độ bền (mức độ vỡ của khối đã tạo hạt) của hạt thứ cấp bằng cách điều chỉnh độ kết tụ của hạt trung tâm.

Hơn nữa, bằng bước nung mà hợp chất hữu cơ bao phủ trên bề mặt hạt trung tâm còn được cacbon hóa, theo đó thu được hạt vật liệu hoạt tính làm catốt (vật liệu catốt) bao gồm hạt trung tâm được phủ đều bằng màng cacbon.

Hợp chất hữu cơ được sử dụng theo phương pháp sản xuất vật liệu hoạt tính làm catốt theo phương án này của sáng chế không bị giới hạn cụ thể miễn là hợp chất này có thể tạo thành màng cacbon trên bề mặt hạt trung tâm. Ví dụ về hợp chất hữu cơ được mô tả ở trên bao gồm rượu hóa trị hai như rượu polyvinyl (polyvinyl alcohol:

PVA), polyvinyl pyroliđon, xenluloza, tinh bột, gelatin, carboxymetyl xenluloza, metyl xenluloza, hyđroxymetyl xenluloza, hyđroxyetyl xenluloza, axit polyacrylic, polystyren sulfonat, polyacrylamit, polyvinyl axetat, glucoza, fructoza, galactoza, manoza, maltoza, sucroza, lactoza, glycogen, pectin, axit alginic, glucomanan, chitin, axit hyaluronic, chondroitin, agaroza, polyete và etylen glycol, rượu hóa trị ba như glyxerin và chất tương tự.

Trong bước điều chế bùn, nguyên liệu hạt trung tâm và hợp chất hữu cơ được hòa tan hoặc làm phân tán trong nước, theo đó điều chế ra ra bùn đồng nhất.

Khi nguyên liệu hạt trung tâm và hợp chất hữu cơ được hòa tan hoặc làm phân tán trong nước thì cũng có thể bổ sung chất phân tán vào đó. Ngoài ra, khi độ kết tụ của hạt trung tâm được điều chỉnh đồng thời thì độ bền (mức độ vỡ của khối đã tạo hạt) của hạt thứ cấp được kiểm soát.

Ví dụ về phương pháp hòa tan hoặc làm phân tán nguyên liệu hạt trung tâm và hợp chất hữu cơ trong nước và điều chỉnh độ kết tụ của hạt trung tâm bao gồm phương pháp trong đó thiết bị phân tán kiểu khuấy trộn vật liệu để khuấy trộn hạt vật liệu với tốc độ cao như máy nghiền bi kiểu hành tinh, máy nghiền bi kiểu dao động, máy nghiền hạt hoặc máy nghiền cát được sử dụng.

Ở đây, ví dụ về chỉ số kiểm soát độ kết tụ của hạt trung tâm bao gồm tỷ lệ (đường kính trung bình (nm)/đường kính tinh thể (nm)) của đường kính trung bình trong phân bố kích thước hạt sau khi xử lý phân tán bằng cách sử dụng thiết bị phân tán kiểu khuấy trộn vật liệu trên đường kính tinh thể được tính từ đường kính tinh thể trước khi xử lý phân tán. Khi (đường kính trung bình (nm)/đường kính tinh thể (nm)) chỉ báo giá trị cao hơn thì độ kết tụ của hạt trung tâm tăng và tần suất tiếp xúc giữa các hạt vật

liệu hoạt tính trong hạt thứ cấp thay đổi mạnh hơn giữa vị trí với tần suất tiếp xúc cao và vị trí với tần suất tiếp xúc thấp và vì vậy độ bền của hạt thứ cấp giảm và mức độ vỡ của khối đã tạo hạt chỉ báo giá trị cao hơn. Mặt khác, khi (đường kính trung bình (nm)/đường kính tinh thể (nm)) chỉ báo giá trị thấp hơn thì độ kết tụ của hạt trung tâm giảm và tần suất tiếp xúc giữa các hạt vật liệu hoạt tính trong hạt thứ cấp tăng đồng đều như một tổng thể và vì vậy độ bền của hạt thứ cấp được cải thiện và mức độ vỡ của khối đã tạo hạt chỉ báo giá trị thấp hơn. Khi cường độ phân tán của thiết bị phân tán kiểu khuấy trộn vật liệu yếu thì giá trị (đường kính trung bình (nm)/đường kính tinh thể (nm)) tăng và khi cường độ phân tán của thiết bị phân tán kiểu khuấy trộn vật liệu mạnh thì giá trị (đường kính trung bình (nm)/đường kính tinh thể (nm)) giảm.

Ngoài ra, để kiểm soát độ kết tụ của hạt trung tâm và (đường kính trung bình (nm)/đường kính tinh thể (nm)) thì đường kính tinh thể của hạt vật liệu hoạt tính trước khi xử lý phân tán tốt hơn là bằng 30 nm hoặc lớn hơn và 300 nm hoặc nhỏ hơn và tốt hơn nữa là 80 nm hoặc lớn hơn và 130 nm hoặc nhỏ hơn. Trong phân bố kích thước hạt sau khi xử lý phân tán bằng cách sử dụng thiết bị phân tán kiểu khuấy trộn vật liệu thì đường kính trung bình tốt hơn là bằng 80 nm hoặc lớn hơn và 200 nm hoặc nhỏ hơn và tốt hơn nữa là 100 nm hoặc lớn hơn và 160 nm hoặc nhỏ hơn.

Bước nung

Tiếp theo, bùn được điều chế trong bước điều chế bùn được phun và sấy trong môi trường nhiệt độ cao, ví dụ, trong môi trường có nhiệt độ bằng 70°C hoặc cao hơn và 250°C hoặc thấp hơn.

Tiếp theo, chất khô thu được nung trong môi trường không oxy hóa ở nhiệt độ tốt hơn là 600°C hoặc cao hơn và 1.000°C hoặc thấp hơn và tốt hơn nữa là 650°C hoặc

cao hơn và 840°C hoặc thấp hơn trong khoảng 0,1 giờ hoặc dài hơn và 40 giờ hoặc ngắn hơn.

Môi trường không oxy hóa tốt hơn là môi trường điền đầy khí trơ như nitơ (N_2), argon (Ar) hoặc khí tương tự. Trong trường hợp trong đó còn cần phải ngăn chặn sự oxy hóa của chất khô thì môi trường khử bao gồm khoảng vài % thể tích khí khử như hyđro (H_2) được ưu tiên. Ngoài ra, để loại bỏ các thành phần hữu cơ bay hơi trong môi trường không oxy hóa khi nung thì khí dễ cháy hoặc khí đốt như oxy (O_2) cũng có thể được cấp vào môi trường không oxy hóa.

Ở đây, khi nhiệt độ nung được thiết đặt bằng 600°C hoặc cao hơn thì hợp chất hữu cơ trong chất khô dễ bị phân hủy và phản ứng hoàn toàn và hợp chất hữu cơ bị cacbon hóa dễ dàng và hoàn toàn. Kết quả là, dễ ngăn chặn sự tạo thành chất phân hủy có điện trở cao của hợp chất hữu cơ trong hạt kết tụ thu được. Ngoài ra, khi nhiệt độ nung được thiết đặt bằng 650°C hoặc cao hơn thì khi cán điện cực mà chất nung được sử dụng làm hạt vật liệu hoạt tính làm catốt cho nó thì độ xốp của điện cực không tăng quá mức và vì vậy điện trở di chuyển điện tử trong lớp hỗn hợp catốt giảm và mật độ năng lượng cải thiện. Trong khi đó, khi nhiệt độ nung được thiết đặt bằng 1.000°C hoặc thấp hơn thì lithi (Li) trong nguyên liệu hạt trung tâm khó bay hơi và sự phát triển hạt của hạt trung tâm đến kích thước bằng hoặc lớn hơn kích thước đích được ngăn chặn. Kết quả là, trong trường hợp trong đó pin ion lithi thứ cấp bao gồm catốt bao gồm vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp theo phương án này của sáng chế được sản xuất thì có thể ngăn chặn dung lượng phóng điện với tốc độ nạp-phóng điện cao giảm và có thể thực hiện pin ion lithi thứ cấp có đủ đặc tính tốc độ nạp và phóng điện. Ngoài ra, khi nhiệt độ nung được thiết đặt bằng 840°C hoặc thấp hơn thì khi ép điện cực mà chất

nung được sử dụng làm vật liệu hoạt tính làm catốt cho nó thì độ xốp của điện cực không tăng quá mức và vì vậy sẽ có thể ngăn chặn sự giảm độ bền gây ra bởi sự thay đổi về cấu trúc điện cực do sự dãn và co của vật liệu hoạt tính làm catốt trong chu trình nạp và phóng điện.

Bằng các bước được mô tả ở trên mà thu được hạt thứ cấp bằng cách tạo hạt cho hạt vật liệu hoạt tính trong đó bề mặt của hạt sơ cấp của hạt trung tâm được phủ bằng màng cacbon nhiệt phân được tạo ra bởi sự phân hủy nhiệt của hợp chất hữu cơ trong chất khô.

Catốt của pin ion lithi thứ cấp

Catốt của pin ion lithi thứ cấp theo phương án này của sáng chế bao gồm hạt thứ cấp thu được bằng cách tạo hạt cho hạt vật liệu hoạt tính có hạt trung tâm được biểu diễn bằng công thức chung $Li_xFe_yM_zPO_4$ (ở đây, M là ít nhất một nguyên tố được chọn từ nhóm gồm Mg, Ca, Co, Sr, Ba, Ti, Zn, B, Al, Ga, In, Si, Ge và các nguyên tố đất hiếm, $0,95 \leq x \leq 1,10$, $0,80 \leq y \leq 1,10$ và $0,00 \leq z \leq 0,20$) và màng cacbon bao phủ trên bề mặt hạt trung tâm.

Catốt của pin ion lithi thứ cấp theo phương án này của sáng chế bao gồm cực góp dòng điện cực được làm từ lá kim loại và lớp hỗn hợp catốt được tạo trên cực góp dòng điện cực và lớp hỗn hợp catốt bao gồm vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp theo phương án này của sáng chế. Catốt của pin ion lithi thứ cấp theo phương án này của sáng chế là catốt thu được bằng cách tạo lớp hỗn hợp catốt trên một mặt chính của cực góp dòng điện cực bằng cách sử dụng vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp theo phương án này của sáng chế.

Do catốt của pin ion lithi thứ cấp theo phương án này của sáng chế bao gồm vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp theo phương án này của sáng chế nên pin ion lithi thứ cấp mà catốt của pin ion lithi thứ cấp theo phương án này của sáng chế được sử dụng cho nó có đặc tính tốc độ rất tốt.

Phương pháp sản xuất catốt của pin ion lithi thứ cấp

Phương pháp sản xuất catốt của pin ion lithi thứ cấp theo phương án này của sáng chế không bị giới hạn cụ thể miễn là lớp hỗn hợp catốt có thể được tạo trên một mặt chính của cực góp dòng điện cực bằng cách sử dụng vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp theo phương án này của sáng chế. Ví dụ về phương pháp sản xuất catốt của pin ion lithi thứ cấp theo phương án này của sáng chế bao gồm phương pháp dưới đây.

Trước tiên, vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp theo phương án này của sáng chế, chất liên kết được tạo thành từ nhựa liên kết và dung môi được trộn với nhau, theo đó điều chế ra ra vật liệu catốt dạng bột nhão. Lúc này, chất tăng khả năng dẫn điện như muội than có thể được bổ sung vào vật liệu catốt dạng bột nhão theo phương án này của sáng chế nếu cần.

Chất liên kết

Để làm chất liên kết, nghĩa là, nhựa liên kết, ví dụ, thì nhựa polytetrafloruaetylen (PTFE), nhựa polyvinyliđen florua (PVdF), flo cao su hoặc nhựa tương tự được ưu tiên sử dụng.

Lượng pha trộn của chất liên kết được sử dụng để điều chế vật liệu catốt dạng bột nhão không bị giới hạn cụ thể, nhưng, ví dụ, tốt hơn là 1 phần khối lượng hoặc lớn hơn và 30 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn và tốt hơn nữa là 3 phần khối lượng hoặc lớn

hơn và 20 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn so với 100 phần khối lượng của vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp.

Khi lượng pha trộn của chất liên kết bằng 1 phần khối lượng hoặc lớn hơn thì có thể cải thiện đầy đủ tính chất liên kết giữa lớp hỗn hợp catốt và cực góp dòng điện cực. Vì vậy, có thể ngăn chặn lớp hỗn hợp catốt bị gãy hoặc bị rơi khi tạo lớp hỗn hợp catốt bằng cách cán hoặc cách tương tự. Ngoài ra, còn có thể ngăn chặn lớp hỗn hợp catốt bị bong ra khỏi cực góp dòng điện cực trong quá trình nạp và phóng của pin ion lithi thứ cấp và ngăn chặn dung lượng pin hoặc tốc độ nạp-phóng điện giảm. Trong khi đó, khi lượng pha trộn của chất liên kết bằng 30 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn thì có thể ngăn chặn điện trở trong của vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp giảm và ngăn chặn dung lượng pin với tốc độ nạp-phóng điện cao giảm.

Chất tăng khả năng dẫn điện

Chất tăng khả năng dẫn điện không bị giới hạn cụ thể và ví dụ, sử dụng ít nhất một nguyên tố được chọn từ nhóm gồm bột cacbon như muội axetylen (AB), KETJEN BLACK và muội lò và xơ cacbon như xơ cacbon từ pha hơi (vapor-grown carbon fiber: VGCF) và ống nano cacbon.

Dung môi

Dung môi được sử dụng trong vật liệu catốt dạng bột nhão bao gồm vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp theo phương án này của sáng chế được lựa chọn thích hợp tùy thuộc vào tính chất của chất liên kết. Khi dung môi được lựa chọn thích hợp thì có thể giúp ứng dụng vật liệu catốt dạng bột nhão cho chất sẽ được phủ như cực góp dòng điện cực.

Ví dụ về dung môi bao gồm nước, rượu như metanol, etanol, 1-propanol, 2-propanol (rượu isopropyl: IPA), butanol, pentanol, hexanol, octanol và rượu điaxeton, este như etyl axetat, butyl axetat, etyl lactat, propylen glycol monometyl ete axetat, propylen glycol monoetyl ete axetat và γ-butyrolacton, ete như đietyl ete, etylen glycol monometyl ete (metyl xenlosolve), etylen glycol monoetyl ete (etyl xenlosolve), etylen glycol monobutyl ete (butyl xenlosolve), đietylen glycol monometyl ete và đietylen glycol monoetyl ete, keton như axeton, metyl etyl keton (MEK), metyl isobutyl keton (MIBK), axetylaxeton và xyclohexanon, amit như dimetyl formamit, N,N-dimetylaxetoaxetamit và N-metyl-2-pyroliđinon (NMP), glycol như etylen glycol, đietylen glycol và propylen glycol và chất tương tự. Các dung môi này có thể được sử dụng riêng rẽ hoặc dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều hơn dung môi.

Tỷ lệ hàm lượng dung môi trong vật liệu catốt dạng bột nhão tốt hơn là bằng 50% khối lượng hoặc lớn hơn và 70% khối lượng hoặc nhỏ hơn và tốt hơn nữa là 55% khối lượng hoặc lớn hơn và 65% khối lượng hoặc nhỏ hơn trong trường hợp trong đó tổng khối lượng của vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp theo phương án này của sáng chế, chất liên kết và dung môi được thiết đặt bằng 100% khối lượng.

Khi tỷ lệ hàm lượng dung môi trong vật liệu catốt dạng bột nhão nằm trong khoảng được mô tả ở trên thì có thể thu được vật liệu catốt dạng bột nhão có khả năng tạo hình catốt rất tốt và đặc tính pin rất tốt.

Phương pháp trộn vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp theo phương án này của sáng chế, chất liên kết, chất tăng khả năng dẫn điện và dung môi không bị giới hạn cụ thể miễn là các thành phần này có thể được trộn đều với nhau. Ví dụ về chúng

bao gồm các phương pháp trộn trong đó máy nhào như máy nghiền bi, máy nghiền cát, máy trộn kiểu hành tinh, máy lắc sơn hoặc máy đồng hóa được sử dụng.

Vật liệu catốt dạng bột nhão được đưa lên một mặt chính của cực góp dòng điện cực để tạo thành màng phủ và sau đó màng phủ này được sấy, theo đó thu được cực góp dòng điện cực có màng phủ được tạo thành từ hỗn hợp của vật liệu catốt và chất liên kết được tạo trên một mặt chính.

Sau đó, màng phủ được ép bằng áp suất và được sấy, theo đó thu được catốt có lớp hỗn hợp catốt trên một mặt chính của cực góp dòng điện cực.

Pin ion lithi thứ cấp

Pin ion lithi thứ cấp theo phương án này của sáng chế bao gồm catốt, anốt và chất điện phân không chứa nước, trong đó catốt là catốt của pin ion lithi thứ cấp theo phương án này của sáng chế. Cụ thể là, pin ion lithi thứ cấp theo phương án này của sáng chế bao gồm catốt của pin ion lithi thứ cấp theo phương án này của sáng chế là catốt, anốt, tấm phân tách và chất điện phân không chứa nước.

Trong pin ion lithi thứ cấp theo phương án này của sáng chế thì anốt, chất điện phân không chứa nước và tấm phân tách không bị giới hạn cụ thể.

Anốt

Ví dụ về anốt bao gồm anốt bao gồm vật liệu anốt như kim loại Li, vật liệu cacbon như graphit tự nhiên và cacbon cứng, hợp kim Li, $Li_4Ti_5O_{12}$, Si($Li_{4,4}Si$) và vật liệu tương tự.

Chất điện phân không chứa nước

Ví dụ về chất điện phân không chứa nước bao gồm chất điện phân không chứa nước thu được bằng cách trộn etylen cacbonat (ethylene carbonate: EC) và etyl metyl

cacbonat (ethyl methyl carbonate: EMC) sao cho tỷ lệ thể tích đạt tới 1:1 và hòa tan lithi hexafloruaphosphat ($LiPF_6$) trong hỗn hợp dung môi thu được sao cho nồng độ đạt tới 1 mol/dm^3.

Tấm phân tách

Để làm tấm phân tách thì có thể sử dụng, ví dụ, propylen xốp.

Ngoài ra, thay cho chất điện phân không chứa nước và tấm phân tách thì có thể sử dụng chất điện phân rắn.

Do pin ion lithi thứ cấp theo phương án này của sáng chế bao gồm catốt của pin ion lithi thứ cấp theo phương án này của sáng chế là catốt nên pin ion lithi thứ cấp có mật độ năng lượng cao và có đặc tính đầu vào và đầu ra rất tốt.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sau đây, sáng chế sẽ được mô tả cụ thể hơn bằng cách sử dụng các ví dụ và ví dụ so sánh, nhưng sáng chế không bị giới hạn ở các ví dụ dưới đây.

Ví dụ 1

Tổng hợp vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp

Lithi phosphat (Li_3PO_4) (2 mol) và sắt (II) sulfat ($FeSO_4$) (2 mol) được bổ sung và trộn với nước sao cho tổng lượng đạt tới 4 l, theo đó điều chế ra hỗn hợp đồng nhất dạng bùn.

Tiếp theo, hỗn hợp nêu trên được trữ trong bình kín khí chịu áp suất có dung tích bằng 8 l và được tổng hợp thủy nhiệt ở nhiệt độ 200°C trong 6 giờ, theo đó tạo thành chất kết tủa của vật liệu hoạt tính làm catốt.

Tiếp theo, chất kết tủa nêu trên được làm sạch bằng nước, theo đó thu được vật liệu hoạt tính làm catốt dạng bánh.

Tiếp theo, polyetylen glycol (4,5 g) là hợp chất hữu cơ và nước tinh khiết được bổ sung vào vật liệu hoạt tính làm catốt (150 g tính theo hàm lượng chất rắn) nêu trên và thực hiện xử lý phân tán trên hỗn hợp bằng cách sử dụng bi ziriconi oxit có đường kính bằng 0,1 mm làm hạt vật liệu trong máy nghiền cát. Lúc này, lượng nước tinh khiết được điều chỉnh sao cho tỷ lệ khối lượng của vật liệu hoạt tính làm catốt là tử số với khối lượng của bùn là mẫu số đạt tới 0,5. Ngoài ra, đường kính trung bình trong phân bố kích thước hạt của bùn đã phân tán sau khi nghiền cát còn được điều chỉnh đến 135 nm và thời điểm trong đó đường kính trung bình (nm)/đường kính tinh thể (nm) được tính từ đường kính tinh thể trước khi nghiền cát bằng 123 nm đạt tới 1,10 được xem là điểm kết thúc nghiền cát.

Tiếp theo, bùn nêu trên được phun và sấy trong môi trường ở nhiệt độ 170°C, theo đó thu được khối đã tạo hạt của vật liệu catốt được phủ bằng chất hữu cơ.

Tiếp theo, khối đã tạo hạt thu được nung ở nhiệt độ 700°C trong 1,5 giờ trong môi trường nitơ, theo đó thu được vật liệu catốt 1 của khối đã tạo hạt được phủ bằng màng cacbon.

Sản xuất pin ion lithi thứ cấp

Vật liệu catốt 1, polyvinyliđen florua (PVdF) là chất liên kết và muội axetylen (acetylene black: AB) là chất tăng khả năng dẫn điện được trộn vào N-metyl-2-pyroliđinon (NMP) là dung môi sao cho tỷ lệ khối lượng (vật liệu catốt 1:AB:PVdF) trong bột nhão đạt tới 94,5:0,5:5 và các thành phần này được nhào bằng cách sử dụng máy nhào (sản xuất bởi Primix Corporation, tên thương mại: FILMIX) trong một phút trong điều kiện tốc độ bằng 35 m/s, theo đó điều chế ra ra vật liệu catốt dạng bột nhão (làm catốt).

Vật liệu catốt dạng bột nhão (làm catốt) này được đưa lên bề mặt của lá nhôm dày 30 μm (cực góp dòng điện cực) để tạo thành màng phủ và màng phủ này được sấy, theo đó tạo ra lớp hỗn hợp catốt trên bề mặt của lá nhôm. Lượng lớp hỗn hợp catốt được điều chỉnh sao cho mật độ dung lượng đạt tới 2,8 mAh/cm^2 trong trường hợp tính toán với dung lượng lý thuyết của lithi sắt phosphat được thiết đặt bằng 170 mAh/g.

Sau đó, lớp hỗn hợp catốt bị ép cho đến khi chiều dày đạt tới 90 μm, theo đó tạo ra catốt 1 trong ví dụ 1.

Kim loại lithi được bố trí làm anốt so với catốt 1 nêu trên và tấm phân tách được tạo thành từ polypropylen xốp được bố trí giữa catốt 1 và anốt, theo đó tạo ra chi tiết pin 1.

Trong khi đó, etylen cacbonat và đietyl cacbonat được trộn với nhau theo tỷ lệ khối lượng bằng 1:1 (tỷ lệ khối lượng) và hơn nữa, 1 mol/l dung dịch $LiPF_6$ còn được bổ sung vào đó, theo đó tạo ra dung dịch chất điện phân 1 có độ dẫn điện bằng ion lithi.

Tiếp theo, chi tiết pin 1 được nhúng chìm trong dung dịch chất điện phân 1, theo đó tạo ra pin ion lithi thứ cấp 1 trong ví dụ 1.

Ví dụ 2

Vật liệu catốt 2 trong ví dụ 2 thu được theo cách giống như trong ví dụ 1 ngoại trừ một điểm là đường kính trung bình trong phân bố kích thước hạt của bùn đã phân tán sau khi nghiền cát được điều chỉnh đến 131 nm và thời điểm trong đó đường kính trung bình (nm)/đường kính tinh thể (nm) được tính từ đường kính tinh thể trước khi nghiền cát bằng 123 nm đạt tới 1,07 được xem là điểm kết thúc nghiền cát.

Pin ion lithi thứ cấp 2 trong ví dụ 2 được sản xuất theo cách giống như trong ví dụ 1 ngoại trừ một điểm là vật liệu catốt 2 được sử dụng.

Ví dụ 3

Vật liệu catốt 3 trong ví dụ 3 thu được theo cách giống như trong ví dụ 1 ngoại trừ một điểm là đường kính trung bình trong phân bố kích thước hạt của bùn đã phân tán sau khi nghiền cát được điều chỉnh đến 127 nm và thời điểm trong đó đường kính trung bình (nm)/đường kính tinh thể (nm) được tính từ đường kính tinh thể trước khi nghiền cát bằng 123 nm đạt tới 1,03 được xem là điểm kết thúc nghiền cát.

Pin ion lithi thứ cấp 3 trong ví dụ 3 được sản xuất theo cách giống như trong ví dụ 1 ngoại trừ một điểm là vật liệu catốt 3 được sử dụng.

Ví dụ 4

Vật liệu catốt 4 trong ví dụ 4 thu được theo cách giống như trong ví dụ 1 ngoại trừ một điểm là đường kính trung bình trong phân bố kích thước hạt của bùn đã phân tán sau khi nghiền cát được điều chỉnh đến 124 nm và thời điểm trong đó đường kính trung bình (nm)/đường kính tinh thể (nm) được tính từ đường kính tinh thể trước khi nghiền cát bằng 123 nm đạt tới 1,01 được xem là điểm kết thúc nghiền cát.

Pin ion lithi thứ cấp 4 trong ví dụ 4 được sản xuất theo cách giống như trong ví dụ 1 ngoại trừ một điểm là vật liệu catốt 4 được sử dụng.

Ví dụ 5

Lithi phosphat (Li_3PO_4) (2 mol) và sắt (II) sulfat ($FeSO_4$) (2 mol) được bổ sung và trộn với nước sao cho tổng lượng đạt tới 4 l, theo đó điều chế ra hỗn hợp đồng nhất dạng bùn.

Tiếp theo, hỗn hợp nêu trên được trữ trong bình kín khí chịu áp suất có dung tích bằng 8 l và được tổng hợp thủy nhiệt ở nhiệt độ 180°C trong ba giờ, theo đó tạo thành chất kết tủa của vật liệu hoạt tính làm catốt.

Tiếp theo, chất kết tủa nêu trên được làm sạch bằng nước, theo đó thu được vật liệu hoạt tính làm catốt dạng bánh.

Tiếp theo, polyetylen glycol (4,5 g) là hợp chất hữu cơ và nước tinh khiết được bổ sung vào vật liệu hoạt tính làm catốt (150 g tính theo hàm lượng chất rắn) nêu trên và thực hiện xử lý phân tán trên hỗn hợp bằng cách sử dụng bi ziriconi oxit có đường kính bằng 0,1 mm làm hạt vật liệu trong máy nghiền cát. Lúc này, lượng nước tinh khiết được điều chỉnh sao cho tỷ lệ khối lượng của vật liệu hoạt tính làm catốt là tử số với khối lượng của bùn là mẫu số đạt tới 0,5. Ngoài ra, đường kính trung bình trong phân bố kích thước hạt của bùn đã phân tán sau khi nghiền cát còn được điều chỉnh đến 125 nm và thời điểm trong đó đường kính trung bình (nm)/đường kính tinh thể (nm) được tính từ đường kính tinh thể trước khi nghiền cát bằng 105 nm đạt tới 1,19 được xem là điểm kết thúc nghiền cát.

Tiếp theo, bùn nêu trên được phun và sấy trong môi trường ở nhiệt độ 170°C, theo đó thu được khối đã tạo hạt của vật liệu catốt được phủ bằng chất hữu cơ.

Tiếp theo, khối đã tạo hạt thu được nung ở nhiệt độ 700°C trong 1,5 giờ trong môi trường nitơ, theo đó thu được vật liệu catốt 5 của khối đã tạo hạt được phủ bằng màng cacbon.

Pin ion lithi thứ cấp 5 trong ví dụ 5 được sản xuất theo cách giống như trong ví dụ 1 ngoại trừ một điểm là vật liệu catốt 5 được sử dụng.

Ví dụ 6

Vật liệu catốt 6 trong ví dụ 6 thu được theo cách giống như trong ví dụ 1 ngoại trừ một điểm là đường kính trung bình trong phân bố kích thước hạt của bùn đã phân tán sau khi nghiền cát được điều chỉnh đến 114 nm và thời điểm trong đó đường kính

trung bình (nm)/đường kính tinh thể (nm) được tính từ đường kính tinh thể trước khi nghiền cát bằng 105 nm đạt tới 1,09 được xem là điểm kết thúc nghiền cát.

Pin ion lithi thứ cấp 6 trong ví dụ 6 được sản xuất theo cách giống như trong ví dụ 1 ngoại trừ một điểm là vật liệu catốt 6 được sử dụng.

Ví dụ 7

Vật liệu catốt 7 trong ví dụ 7 thu được theo cách giống như trong ví dụ 1 ngoại trừ một điểm là đường kính trung bình trong phân bố kích thước hạt của bùn đã phân tán sau khi nghiền cát được điều chỉnh đến 109 nm và thời điểm trong đó đường kính trung bình (nm)/đường kính tinh thể (nm) được tính từ đường kính tinh thể trước khi nghiền cát bằng 105 nm đạt tới 1,04 được xem là điểm kết thúc nghiền cát.

Pin ion lithi thứ cấp 7 trong ví dụ 7 được sản xuất theo cách giống như trong ví dụ 1 ngoại trừ một điểm là vật liệu catốt 7 được sử dụng.

Ví dụ 8

Vật liệu catốt 8 trong ví dụ 8 thu được theo cách giống như trong ví dụ 1 ngoại trừ một điểm là đường kính trung bình trong phân bố kích thước hạt của bùn đã phân tán sau khi nghiền cát được điều chỉnh đến 107 nm và thời điểm trong đó đường kính trung bình (nm)/đường kính tinh thể (nm) được tính từ đường kính tinh thể trước khi nghiền cát bằng 105 nm đạt tới 1,02 được xem là điểm kết thúc nghiền cát.

Pin ion lithi thứ cấp 8 trong ví dụ 8 được sản xuất theo cách giống như trong ví dụ 1 ngoại trừ một điểm là vật liệu catốt 8 được sử dụng.

Ví dụ 9

Tổng hợp vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp

Lithi phosphat (Li_3PO_4) (2 mol) và sắt (II) sulfat ($FeSO_4$) (2 mol) được bổ sung và trộn với nước sao cho tổng lượng đạt tới 4 l, theo đó điều chế ra hỗn hợp đồng nhất dạng bùn.

Tiếp theo, hỗn hợp nêu trên được trữ trong bình kín khí chịu áp suất có dung tích bằng 8 l và được tổng hợp thủy nhiệt ở nhiệt độ 150°C trong một giờ, theo đó tạo thành chất kết tủa của vật liệu hoạt tính làm catốt.

Tiếp theo, chất kết tủa nêu trên được làm sạch bằng nước, theo đó thu được vật liệu hoạt tính làm catốt dạng bánh.

Tiếp theo, polyetylen glycol (4,5 g) là hợp chất hữu cơ và nước tinh khiết được bổ sung vào vật liệu hoạt tính làm catốt (150 g tính theo hàm lượng chất rắn) nêu trên và thực hiện xử lý phân tán trên hỗn hợp bằng cách sử dụng bi ziriconi oxit có đường kính bằng 0,1 mm làm hạt vật liệu trong máy nghiền cát. Lúc này, lượng nước tinh khiết được điều chỉnh sao cho tỷ lệ khối lượng của vật liệu hoạt tính làm catốt là tử số với khối lượng của bùn là mẫu số đạt tới 0,5. Ngoài ra, đường kính trung bình trong phân bố kích thước hạt của bùn đã phân tán sau khi nghiền cát còn được điều chỉnh đến 171 nm và thời điểm trong đó đường kính trung bình (nm)/đường kính tinh thể (nm) được tính từ đường kính tinh thể trước khi nghiền cát bằng 82 nm đạt tới 2,09 được xem là điểm kết thúc nghiền cát.

Tiếp theo, bùn nêu trên được phun và sấy trong môi trường ở nhiệt độ 170°C, theo đó thu được khối đã tạo hạt của vật liệu catốt được phủ bằng chất hữu cơ.

Tiếp theo, khối đã tạo hạt thu được nung ở nhiệt độ 700°C trong 1,5 giờ trong môi trường nitơ, theo đó thu được vật liệu catốt 9 của khối đã tạo hạt được phủ bằng màng cacbon.

Pin ion lithi thứ cấp 9 trong ví dụ 9 được sản xuất theo cách giống như trong ví dụ 1 ngoại trừ một điểm là vật liệu catốt 9 được sử dụng.

Ví dụ 10

Vật liệu catốt 10 trong ví dụ 10 thu được theo cách giống như trong ví dụ 9 ngoại trừ một điểm là đường kính trung bình trong phân bố kích thước hạt của bùn đã phân tán sau khi nghiền cát được điều chỉnh đến 118 nm và thời điểm trong đó đường kính trung bình (nm)/đường kính tinh thể (nm) được tính từ đường kính tinh thể trước khi nghiền cát bằng 82 nm đạt tới 1,44 được xem là điểm kết thúc nghiền cát.

Pin ion lithi thứ cấp 10 trong ví dụ 10 được sản xuất theo cách giống như trong ví dụ 9 ngoại trừ một điểm là vật liệu catốt 10 được sử dụng.

Ví dụ 11

Vật liệu catốt 11 trong ví dụ 11 thu được theo cách giống như trong ví dụ 9 ngoại trừ một điểm là đường kính trung bình trong phân bố kích thước hạt của bùn đã phân tán sau khi nghiền cát được điều chỉnh đến 101 nm và thời điểm trong đó đường kính trung bình (nm)/đường kính tinh thể (nm) được tính từ đường kính tinh thể trước khi nghiền cát bằng 82 nm đạt tới 1,23 được xem là điểm kết thúc nghiền cát.

Pin ion lithi thứ cấp 11 trong ví dụ 11 được sản xuất theo cách giống như trong ví dụ 9 ngoại trừ một điểm là vật liệu catốt 11 được sử dụng.

Ví dụ so sánh 1

Vật liệu catốt 21 trong ví dụ so sánh 1 thu được theo cách giống như trong ví dụ 1 ngoại trừ một điểm là đường kính trung bình thực tế trong phân bố kích thước hạt của bùn đã phân tán sau khi nghiền cát được điều chỉnh đến 243 nm và thời điểm trong đó đường kính trung bình (nm)/đường kính tinh thể (nm) được tính từ đường kính tinh

thể trước khi nghiền cát bằng 123 nm đạt tới 1,98 được xem là điểm kết thúc nghiền cát.

Pin ion lithi thứ cấp 21 trong ví dụ so sánh 1 được sản xuất theo cách giống như trong ví dụ 1 ngoại trừ một điểm là vật liệu catốt 21 được sử dụng.

Ví dụ so sánh 2

Vật liệu catốt 22 trong ví dụ so sánh 2 thu được theo cách giống như trong ví dụ 1 ngoại trừ một điểm là đường kính trung bình trong phân bố kích thước hạt của bùn đã phân tán sau khi nghiền cát được điều chỉnh đến 162 nm và thời điểm trong đó đường kính trung bình (nm)/đường kính tinh thể (nm) được tính từ đường kính tinh thể trước khi nghiền cát bằng 123 nm đạt tới 1,32 được xem là điểm kết thúc nghiền cát.

Pin ion lithi thứ cấp 22 trong ví dụ so sánh 2 được sản xuất theo cách giống như trong ví dụ 1 ngoại trừ một điểm là vật liệu catốt 22 được sử dụng.

Ví dụ so sánh 3

Vật liệu catốt 23 trong ví dụ so sánh 3 thu được theo cách giống như trong ví dụ 5 ngoại trừ một điểm là đường kính trung bình trong phân bố kích thước hạt của bùn đã phân tán sau khi nghiền cát được điều chỉnh đến 264 nm và thời điểm trong đó đường kính trung bình (nm)/đường kính tinh thể (nm) được tính từ đường kính tinh thể trước khi nghiền cát bằng 105 nm đạt tới 2,51 được xem là điểm kết thúc nghiền cát.

Pin ion lithi thứ cấp 23 trong ví dụ so sánh 3 được sản xuất theo cách giống như trong ví dụ 1 ngoại trừ một điểm là vật liệu catốt 23 được sử dụng.

Ví dụ so sánh 4

Vật liệu catốt 24 trong ví dụ so sánh 4 thu được theo cách giống như trong ví dụ 9 ngoại trừ một điểm là đường kính trung bình trong phân bố kích thước hạt của bùn

đã phân tán sau khi nghiền cát được điều chỉnh đến 301 nm và thời điểm trong đó đường kính trung bình (nm)/đường kính tinh thể (nm) được tính từ đường kính tinh thể trước khi nghiền cát bằng 82 nm đạt tới 3,67 được xem là điểm kết thúc nghiền cát.

Pin ion lithi thứ cấp 24 trong ví dụ so sánh 4 được sản xuất theo cách giống như trong ví dụ 9 ngoại trừ một điểm là vật liệu catốt 24 được sử dụng.

Ví dụ so sánh 5

Vật liệu catốt 25 trong ví dụ so sánh 5 thu được theo cách giống như trong ví dụ 9 ngoại trừ một điểm là đường kính trung bình trong phân bố kích thước hạt của bùn đã phân tán sau khi nghiền cát được điều chỉnh đến 93 nm và thời điểm trong đó đường kính trung bình (nm)/đường kính tinh thể (nm) được tính từ đường kính tinh thể trước khi nghiền cát bằng 82 nm đạt tới 1,13 được xem là điểm kết thúc nghiền cát.

Pin ion lithi thứ cấp 25 trong ví dụ so sánh 5 được sản xuất theo cách giống như trong ví dụ 9 ngoại trừ một điểm là vật liệu catốt 25 được sử dụng.

Ví dụ so sánh 6

Vật liệu catốt 26 trong ví dụ so sánh 6 thu được theo cách giống như trong ví dụ 9 ngoại trừ một điểm là đường kính trung bình trong phân bố kích thước hạt của bùn đã phân tán sau khi nghiền cát được điều chỉnh đến 91 nm và thời điểm trong đó đường kính trung bình (nm)/đường kính tinh thể (nm) được tính từ đường kính tinh thể trước khi nghiền cát bằng 82 nm đạt tới 1,11 được xem là điểm kết thúc nghiền cát.

Pin ion lithi thứ cấp 26 trong ví dụ so sánh 6 được sản xuất theo cách giống như trong ví dụ 9 ngoại trừ một điểm là vật liệu catốt 26 được sử dụng.

Đánh giá vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp và pin ion lithi thứ cấp

Vật liệu hoạt tính làm catốt, bùn sau khi nghiền cát, vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp và pin ion lithi thứ cấp trong ví dụ 1 đến ví dụ 12 và ví dụ so sánh 1 đến ví dụ so sánh 6 được đánh giá như được mô tả dưới đây.

1. Đường kính tinh thể trước khi nghiền cát

Đường kính tinh thể trước khi nghiền cát được xác định bằng cách sử dụng phương pháp dưới đây.

Trước tiên, vật liệu hoạt tính làm catốt thu được bằng cách làm sạch chất kết tủa sau khi xử lý thủy nhiệt bằng nước được sấy ở nhiệt độ 120°C trong môi trường không khí, chất khô này được nghiền bằng cách sử dụng vữa và được đóng vào bình chứa mẫu để xác định XRD và việc xác định XRD được thực hiện bằng cách sử dụng dụng cụ đo (tên thương mại: X'pert MPD, sản xuất bởi PANalytical Ltd.). Điều kiện xác định XRD như được mô tả dưới đây.

Điều kiện xác định XRD

Nguồn bức xạ: Cu-Kα

Độ lớn của bước: 0,01°/bước

Tốc độ quét: 3 giây/bước

Trong mô hình nhiễu xạ XRD thu được thì đường kính tinh thể được tính từ toàn độ rộng ở nửa tối đa (B) của đỉnh có 2θ nằm trong khoảng 28,8° đến 30,8°. Công thức tính đường kính tinh thể được mô tả dưới đây.

Công thức tính đường kính tinh thể

Đường kính tinh thể (nm)={0,9×1,5418×0,1}/{β(Å)×COS(29,78/2×π/2)}

β2=(B2-b2)

b: Toàn độ rộng ở nửa tối đa của Si mẫu chuẩn (2θ=47,3°)

2. Đường kính tinh thể sau khi nghiền cát

Phân bố kích thước hạt của bùn đã phân tán sau khi nghiền cát được xác định bằng cách sử dụng phương pháp dưới đây.

Đường kính tinh thể được xác định bằng cách sử dụng dụng cụ đo (tên thương mại: LA-950V2, sản xuất bởi Horiba Ltd.).

Phân bố kích thước hạt được xác định bằng cách sử dụng bùn sau khi xử lý phân tán bằng máy nghiền cát. Đối với bùn sau khi xử lý phân tán bằng máy nghiền cát thì việc xác định được thực hiện với số nạp dữ liệu được thiết đặt bằng 5.000 cho laze bán dẫn (LD) và 1.000 cho điốt phát quang (light-emitting diode: LED) và điều kiện tính toán dữ liệu được mô tả dưới đây.

Điều kiện tính toán

(Chỉ số phản xạ của mẫu)

Phần thực LD: 1,70

Phần ảo LD: 0,20

Phần thực LED: 1,70

Phần ảo LED: 0,20

(Chỉ số phản xạ của môi trường phân tán)

Phần thực LD: 1,33

Phần ảo LD: 0,00

Phần thực LED: 1,33

Phần ảo LED: 0,00

(Số lần lặp): 15 lần

(Tiêu chuẩn đường kính hạt): Thể tích

(Thuật toán tính): Thể tích chuẩn

3. Mức độ vỡ của khối đã tạo hạt

Mức độ vỡ của khối đã tạo hạt trong vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp được tính từ công thức dưới đây bằng cách sử dụng lượng hạt tương đối a với đỉnh cực đại trong phân bố kích thước hạt của hạt thứ cấp và lượng hạt tương đối b với đỉnh cực đại trong phân bố kích thước hạt được xác định sau khi xử lý phân tán hạt thứ cấp bằng cách sử dụng máy đồng hóa.

Mức độ vỡ của khối đã tạo hạt=(lượng hạt tương đối a - lượng hạt tương đối b)/lượng hạt tương đối a

Lượng hạt tương đối a và lượng hạt tương đối b được xác định bằng cách sử dụng phương pháp dưới đây.

i. Lượng hạt tương đối a

Vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp (0,1 g) và nước tinh khiết (40 g) được cho vào bình nhựa 75 ml, đóng nắp và lắc bình 10 lần, theo đó điều chế ra hỗn hợp dung dịch.

Tiếp theo, phân bố kích thước hạt của hạt thứ cấp được xác định bằng cách sử dụng hỗn hợp dung dịch nêu trên. Lượng hạt tương đối với đỉnh cực đại trong phân bố kích thước hạt thu được của hạt thứ cấp được xem là lượng hạt tương đối a.

ii. Lượng hạt tương đối b

Vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp (47 g), nước tinh khiết (47 g) và polyvinyl pyroliđon (PVP) (0,47 g) được cho vào bình nhựa 75 ml, đóng nắp, lắc bình 30 lần và sau đó thực hiện xử lý phân tán trên bùn này.

Thực hiện xử lý phân tán bằng cách sử dụng máy đồng hóa (tên thương mại của thân chính: T25 digital ULTRA-TURRAX, máy phát kiểu trục, tên thương mại: S25N-18G, sản xuất bởi IKA) với tốc độ quay bằng 8.500 vòng/phút và thời gian xử lý là 4 phút.

Phân bố kích thước hạt của hạt thứ cấp được xác định bằng cách sử dụng bùn sau xử lý làm đều nêu trên.

Ở đây, lượng hạt tương đối (%) trong đó đường kính hạt thứ cấp nằm trong khoảng 1,0 μm hoặc lớn hơn và 45,0 μm hoặc nhỏ hơn được xem là lượng hạt tương đối b với đỉnh cực đại.

Phân bố kích thước hạt của hạt thứ cấp được sử dụng để tính lượng hạt tương đối a và lượng hạt tương đối b được xác định bằng cách sử dụng dụng cụ đo (tên thương mại: LA-950V2, sản xuất bởi Horiba Ltd.). Phân bố kích thước hạt được xác định với số nạp dữ liệu được thiết đặt bằng 5.000 cho laze bán dẫn (LD) và 1.000 cho điốt phát quang (LED) và điều kiện tính toán dữ liệu được mô tả dưới đây.

Điều kiện tính toán

Phần thực LD: 1,70

Phần ảo LD: 0,20

Phần thực LED: 1,70

Phần ảo LED: 0,20

Chỉ số phản xạ của môi trường phân tán

Phần thực LD: 1,33

Phần ảo LD: 0,00

Phần thực LED: 1,33

Phần ảo LED: 0,00

(Số lần lặp): 15 lần

(Tiêu chuẩn đường kính hạt): Thể tích

(Thuật toán tính): Thể tích chuẩn

Kết quả xác định phân bố kích thước hạt được sử dụng để tính lượng hạt tương đối a và lượng hạt tương đối b được đưa ra như được minh họa trên Fig.1 hoặc Fig.2.

4. Diện tích bề mặt riêng BET

Diện tích bề mặt riêng BET của vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp được xác định bằng cách sử dụng thiết bị đo (tên thương mại: HM model-1208, sản xuất bởi Mountech Co., Ltd.) và phương pháp một điểm ở áp suất tương đối bằng 0,29 (P/P_0).

5. Lượng cacbon

Lượng cacbon trong vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp được xác định bằng cách sử dụng máy phân tích cacbon/lưu huỳnh (tên thương mại: EMIA-220V, sản xuất bởi Horiba Ltd.).

6. Dung lượng phóng điện 5C sau 200 chu trình

Dung lượng phóng điện 5C của pin ion lithi thứ cấp sau 200 chu trình được xác định bằng cách sử dụng phương pháp dưới đây.

Trước tiên, việc nạp với dòng không đổi được thực hiện với giá trị dòng bằng 2,0 C cho đến khi điện áp pin đạt tới 3,7 V và sau đó việc phóng điện được thực hiện với giá trị dòng bằng 2,0 C cho đến khi điện áp pin đạt tới 2,5 V trong môi trường không khí có nhiệt độ bằng 25°C trong một chu trình và chu trình này được lặp lại 200 lần.

Tiếp theo, việc nạp với dòng không đổi được thực hiện với giá trị dòng bằng 0,5 C cho đến khi điện áp pin đạt tới 3,7 V, sau đó, việc phóng điện được thực hiện với giá trị dòng bằng 5,0 C cho đến khi điện áp pin đạt tới 2,5 V trong môi trường không khí có nhiệt độ bằng 25°C và dung lượng phóng điện lúc này được xem là dung lượng phóng điện 5C sau 200 chu trình.

Ngoài ra, trong trường hợp trong đó dung lượng phóng điện 5C sau 200 chu trình bằng 70 mAh/g hoặc lớn hơn thì đặc tính tốc độ được đánh giá là O và trong trường hợp trong đó dung lượng phóng điện 5C sau 200 chu trình nhỏ hơn 70 mAh/g thì đặc tính tốc độ được đánh giá là X.

Kết quả đánh giá

Kết quả đánh giá vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp và pin ion lithi thứ cấp trong ví dụ 1 đến ví dụ 11 và vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp và pin ion lithi thứ cấp trong ví dụ so sánh 1 đến ví dụ so sánh 6 được thể hiện trong bảng 1.

Ngoài ra, đồ thị phân bố kích thước hạt của vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp trong ví dụ 1, ví dụ 2 và ví dụ so sánh 2 còn được minh họa trên Fig.1 và đồ thị phân bố kích thước hạt được xác định sau khi xử lý phân tán vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp trong ví dụ 1, ví dụ 2 và ví dụ so sánh 2 bằng cách sử dụng máy đồng hóa còn được minh họa trên Fig.2.

Bảng 1

	Đường kính trung bình (sau khi nghiền cát) [nm]	Đường kính tinh thể (trước khi nghiền cát) [nm]	Đường kính trung bình/đường kính tinh thể (thời điểm kết thúc phân tán bằng nghiền cát)	Diện tích bề mặt riêng BET [m^2/g]	Lượng C [phần khối lượng]	Lượng hạt tương đối a	Lượng hạt tương đối b	Mức độ vỡ của khối đã tạo hạt (a-b/a)	Dung lượng phóng điện 5C sau 200 chu trình [mAh/g]
Ví dụ 1	135	123	1,10	6,6	0,83	10,69	7,69	0,280	72
Ví dụ 2	131	123	1,07	6,8	0,87	10,86	8,09	0,255	78
Ví dụ 3	127	123	1,03	6,9	0,91	11,27	9,11	0,191	81
Ví dụ 4	124	123	1,01	7,0	0,93	10,37	8,43	0,187	80
Ví dụ 5	125	105	1,19	8,9	1,11	11,10	8,97	0,192	87
Ví dụ 6	114	105	1,09	9,0	1,14	10,67	9,32	0,127	89
Ví dụ 7	109	105	1,04	9,1	1,17	10,28	9,22	0,103	92
Ví dụ 8	107	105	1,02	9,3	1,19	10,67	9,56	0,104	92
Ví dụ 9	171	82	2,09	12,7	1,25	10,13	8,52	0,159	98
Ví dụ 10	118	82	1,44	12,9	1,29	9,87	8,99	0,089	92
Ví dụ 11	101	82	1,23	13,1	1,29	10,54	9,87	0,064	84
Ví dụ so sánh 1	243	123	1,98	6,2	0,76	11,79	6,43	0,455	9
Ví dụ so sánh 2	162	123	1,32	6,5	0,81	10,43	6,86	0,342	38
Ví dụ so sánh 3	264	105	2,51	8,3	0,99	10,23	6,42	0,372	27
Ví dụ so sánh 4	301	82	3,67	11,8	1,12	10,23	7,11	0,305	53
Ví dụ so sánh 5	93	82	1,13	13,4	1,31	9,79	9,54	0,305	65
Ví dụ so sánh 6	91	82	1,11	13,6	1,33	9,67	9,43	0,025	51

Khi ví dụ 1 đến ví dụ 11 và ví dụ so sánh 1 đến ví dụ so sánh 6 được so sánh với nhau từ kết quả trong bảng 1 đã phát hiện là trong ví dụ so sánh 1 đến ví dụ so sánh 6 trong đó mức độ vỡ của khối đã tạo hạt ((a-b)/a) lớn hơn 0,30 và nhỏ hơn 0,03 thì dung lượng phóng điện 5C sau 200 chu trình nhỏ hơn 70 mAh/g và đặc tính tốc độ kém. Đối với ví dụ so sánh 1 đến ví dụ so sánh 4, được cho là do khối đã tạo hạt dễ bị vỡ và vì vậy khối đã tạo hạt bị vỡ quá mức trong quá trình nhào bằng cách sử dụng máy nhào và do đó độ dẫn điện tử giảm. Ngoài ra, đối với ví dụ so sánh 5 và ví dụ so sánh 6, được cho là do khối đã tạo hạt hiếm khi bị vỡ và vì vậy tần suất tiếp xúc với cực góp dòng điện cực giảm và độ dẫn điện tử giữa cực góp dòng điện cực và hạt vật liệu hoạt tính giảm.

Mặt khác, đã phát hiện là trong ví dụ 1 đến ví dụ 11 trong đó mức độ vỡ của khối đã tạo hạt ((a-b)/a) bằng 0,30 hoặc nhỏ hơn và 0,03 hoặc lớn hơn thì dung lượng phóng điện 5C sau 200 chu trình bằng 70 mAh/g hoặc lớn hơn và đặc tính tốc độ là rất tốt. Điều này được cho là do tần suất vỡ của khối đã tạo hạt trong quá trình nhào bằng cách sử dụng máy nhào thấp hơn so với tần suất trong ví dụ so sánh 1 đến ví dụ so sánh 4 và có thể ngăn chặn sự giảm độ dẫn điện tử do sự vỡ của khối đã tạo hạt và do tốc độ vỡ của khối đã tạo hạt trong quá trình nhào bằng cách sử dụng máy nhào nhanh hơn tốc độ trong ví dụ so sánh 5 và ví dụ so sánh 6 và có thể ngăn chặn sự giảm tần suất tiếp xúc giữa cực góp dòng điện và hạt vật liệu hoạt tính.

Pin ion lithi thứ cấp mà vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp theo sáng chế được sử dụng cho nó có mật độ năng lượng và độ bền rất tốt và vì vậy có thể góp phần đáng kể vào việc nâng cao độ tin cậy cho pin ion lithi thứ cấp bao gồm việc sử dụng vật thể di động.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp, vật liệu catốt này bao gồm:

các hạt thứ cấp là các hạt vật liệu hoạt tính được tạo hạt bao gồm các hạt trung tâm và màng cacbon bao phủ bề mặt của các hạt trung tâm, trong đó:

mức độ vỡ của khối đã được tạo hạt ((a-b)/a) bằng 0,03 hoặc lớn hơn và 0,30 hoặc nhỏ hơn,

mức độ vỡ của khối đã được tạo hạt được tính toán dựa vào lượng hạt tương đối a, tại đó đỉnh cực đại được thể hiện trong phân bố kích cỡ hạt của các hạt thứ cấp, và lượng hạt tương đối b, tại đó đỉnh cực đại trong phân bố kích cỡ hạt của các hạt thứ cấp được thể hiện sau khi việc xử lý làm phân tán các hạt thứ cấp được thực hiện bằng cách sử dụng máy đồng hóa, và

các hạt trung tâm được biểu thị bằng công thức chung $Li_xFe_yM_zPO_4$, ở đây, M là ít nhất một nguyên tố được chọn từ nhóm bao gồm Mg, Ca, Co, Sr, Ba, Ti, Zn, B, Al, Ga, In, Si, Ge, và các nguyên tố đất hiếm, $0,95 \leq x \leq 1,10$, $0,80 \leq y \leq 1,10$, và $0,00 \leq z \leq 0,20$.

2. Vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp theo điểm 1,

trong đó các hạt trung tâm là $LiFePO_4$.

3. Vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp theo điểm 1 hoặc 2,

trong đó phân bố kích cỡ hạt của các hạt thứ cấp có đỉnh cực đại nằm trong khoảng từ 1,0 μm hoặc lớn hơn và 45,0 μm hoặc nhỏ hơn.

4. Vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3,

trong đó mức độ vỡ của khối đã được tạo hạt ((a-b)/a) là 0,07 hoặc lớn hơn và 0,25 hoặc nhỏ hơn.

5. Catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp, bao gồm:

cực góp dòng điện cực; và

lớp hỗn hợp catốt được tạo thành trên cực góp dòng điện cực,

trong đó lớp hỗn hợp catốt bao gồm vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4.

6. Pin ion lithi thứ cấp bao gồm:

catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp theo điểm 5.

7. Phương pháp sản xuất vật liệu catốt dùng cho pin ion lithi thứ cấp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, phương pháp này bao gồm các bước:

sản xuất các hạt trung tâm và/hoặc tiền chất của các hạt trung tâm;

điều chế bùn bằng cách hòa tan hoặc phân tán hợp chất hữu cơ và ít nhất một loại nguyên liệu hạt trung tâm, được chọn từ nhóm bao gồm các hạt trung tâm và tiền chất của các hạt trung tâm, trong nước; và

sấy bùn để thu được chất khô và nung chất khô thu được trong môi trường không oxy hóa,

trong đó, trong bước điều chế bùn, đường kính trung bình của các hạt trung tâm trong phân bố kích cỡ hạt, được đánh giá sau khi xử lý phân tán, được điều chỉnh thành 100 nm hoặc lớn hơn và 160 nm hoặc nhỏ hơn, và tỷ lệ (đường kính trung bình/đường kính tinh thể) của đường kính trung bình trên đường kính tinh thể, được tính toán từ các đường kính tinh thể của các hạt trung tâm trước khi xử lý phân tán, được điều chỉnh thành 1,00 hoặc lớn hơn và 2,10 hoặc nhỏ hơn.

FIG. 1

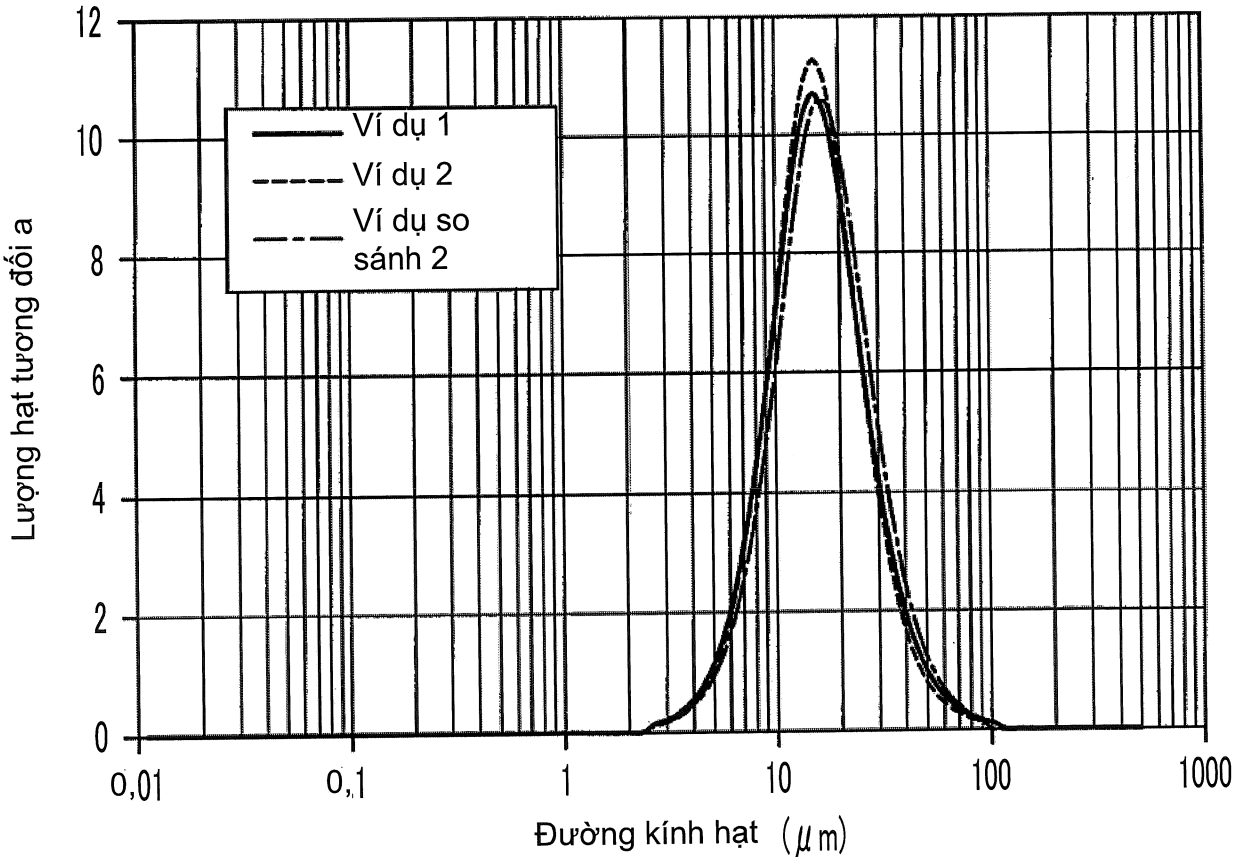
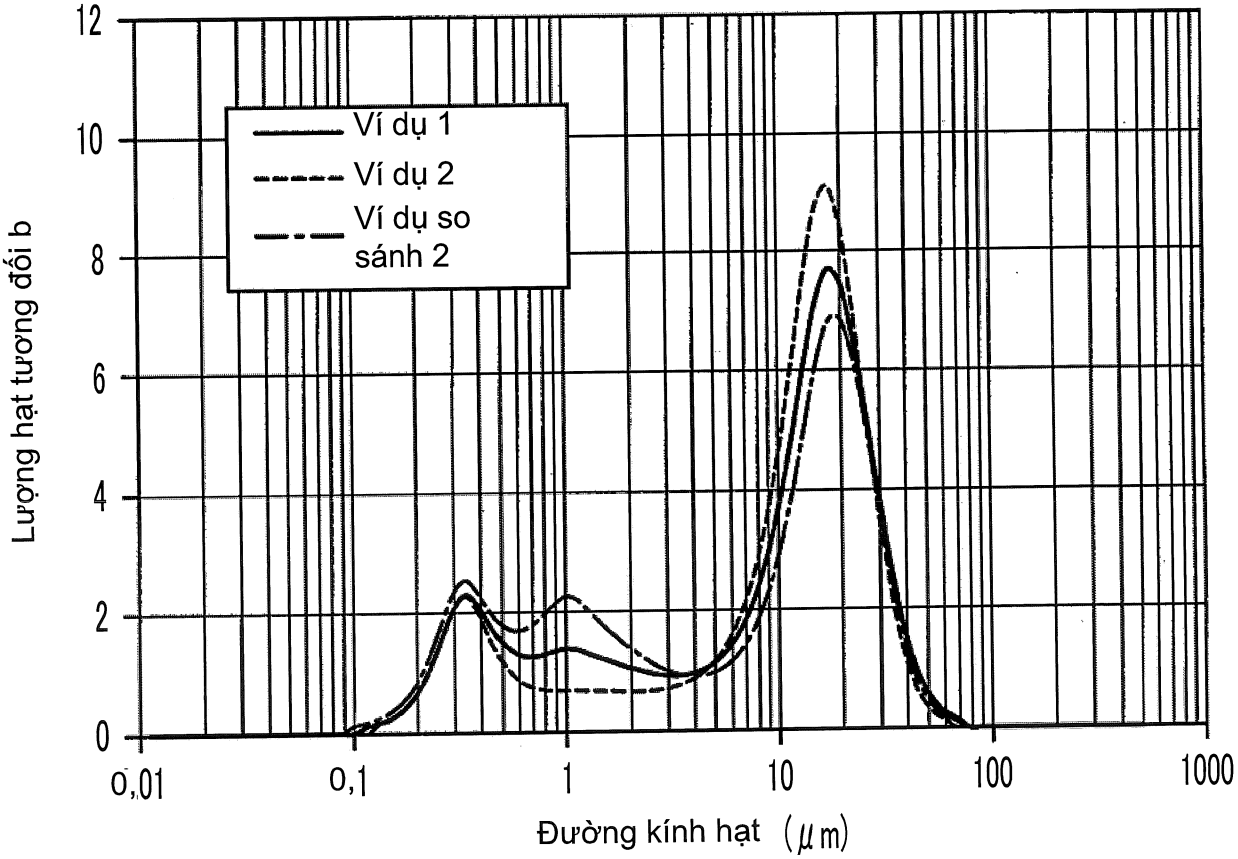

12
10
8
6
4
2
0
Lượng hạt tương đối a
Ví dụ 1
Ví dụ 2
Ví dụ so sánh 2
0,01
0,1
1
10
100
1000
Đường kính hạt (μm)

FIG. 2


Ví dụ 1
Ví dụ 2
Ví dụ so sánh 2
Lượng hạt tương đối b
12
10
8
6
4
2
0
0,01
0,1
1
10
100
1000
Đường kính hạt (μm)