

АНДАТПА

Философия докторы (PhD) дәрежесін алу диссертациясы

6D072000 – Бейорганикалық заттардың химиялық технологиясы

Рахимова Айнура Кайратовна

Микротолқынды синтез, литий ионды батареялар үшін жоғары эффективті катодтық материал ретіндегі LiFePO_4 -нің құрылысы мен электрохимиялық сипаттамаларын зерттеу

Диссертация катодтық материал LiFePO_4 –ні микротолқынды әдіспен алуға арналған. LiFePO_4 –ні микротолқынды әдіспен алу шарттары оңтайландырылған және қатты және сұйық абсорберлердің катодтық материал синтезіне әсері зерттелді. Диссертация аясындағы барлық зерттеулер алғаш рет жүргізілді, нәтижелер мақалалар түрінде, оның ішінде рецензияланатын журналда, халықаралық конференциялардың баяндамаларының тезистерінде көрсетілген.

Зерттеу жұмысы тақырыбының өзектілігі.

Соңғы жылдары зерттеулер литийдің энергия көздері болып табылатын жаңа тиімді энергия сақтау құрылғыларын табуға бағытталған. Қайта зарядталатын литий-ионды аккумуляторларда негізгі компоненттердің бірі катод материалы болып табылады, ол негізінен батареяның электрохимиялық сипаттамаларын анықтайды. Катодты перспективті материал LiFePO_4 болып табылады, ол велосипед кезінде жоғары тұрақтылыққа, жеткілікті жоғары теориялық сыйымдылыққа (170 мАч / г) және экологиялық қауіпсіздікке ие. Алайда, бұл материал иондық және электронды өткізгіштікке ие. Көптеген зерттеулер осы мәселені шешуге және синтез процесін жеңілдетуге бағытталған.

Бүгінгі таңда LiFePO_4 - бұл коммерциялық тұрғыдан қол жетімді өнім және синтездеудің әртүрлі әдістері бар, алайда бұл әдістер аппараттық дизайнда күрделі, көп уақытты қажет етеді және осыған байланысты алынған үлгілердің морфологиясын бақылау қиын. Бір перспективалы әдіс - микротолқынды синтез. Бұл өте жылдам, оның көмегімен микротолқынды сіңіргіштерді қолдану арқылы көміртегімен қапталған LiFePO_4 наноздалған ұнтақтарын алуға болады. Қысқа толқындарды синтездеу әдісі мен микротолқындардың әсеріне байланысты аралас әдістер қарастырылды. LiFePO_4 микротолқынды синтезіне судың әсері анықталды және оны көміртегі сіңіргішіне балама ретінде пайдалану анықталды.

Қатты фазалы жол арқылы LiFePO_4 / C синтезінің дәстүрлі әдісі екі қыздыру кезеңінен тұрады, олардың әрқайсысы 5-тен 24 сағатқа дейін созылуы мүмкін. Олардың біріншісі - синтездеу кезеңі және ол 350 ° C-қа жақын температурада жүзеге асырылады, нәтижесінде реактивтер LiFePO_4 / C түзеді, содан кейін екінші кезең (синтеризация) шамамен 800 ° C температурада жүзеге асырылады, ал мұнда LiFePO_4 / C агломератталған

бөлшектері бар тапсырыс берілген кристалды құрылымды құрайды мөлшерде ұлғаяды. Осы уақыт ішінде реактор инертті (немесе тотықсызданатын) атмосферада жұмыс істеуі керек, мысалы, аргон немесе аргон / сутегі атмосферасында. Шығынға байланысты бұл процедураны өнеркәсіптік қолдануға практикалық болу үшін оны тезірек және тезірек жасау маңызды. Алайда, LiFePO_4 синтезін темірдің тотығу күйіне байланысты орындау оңай емес, сондықтан оны әдетте пешті бірнеше сағатқа төмендетілген немесе инертті газдың ағынымен жылыту басқарады, бұл қымбат процедурамен ғана емес (тартылған энергия тұрғысынан да және инертті атмосфераны қолдану қажеттілігімен байланысты), сонымен қатар өнеркәсіптік масштабта қолдану қиын. Бұл мәселені шешудің ықтимал әдістерінің бірі - көптеген материалдарды дайындауда қолданылатын және LiFePO_4 қатты фазалық реакциялардың қосылыстарын сәтті синтездеу үшін қолданылатын микротолқынды пештер, өйткені заттар молекулалық деңгейде біркелкі қызады, бұл дәстүрлі қыздыруға қарағанда тік температураның градиентіне әкеледі, мұнда үлгілер сыртынан қызады.

Мұнда микротолқынды синтезді қолдану идеясы темір атомдарының микроэлементтерді тез сіңіретін және белсенді атмосфераны тез қыздыруы үшін қысқа толқынды сіңіргіш сияқты әрекет ету болып табылады. Осылайша, LiFePO_4 -ны бірнеше минут ішінде микротолқынды қыздыру арқылы алуға болады, осылайша темірдің тотығуын болдырмайды. LiFePO_4 синтезін жетілдірумен қатар, электронды және иондық өткізгіштікті жақсарту үшін композитте түзілген көміртектің концентрациясын оңтайландыру қажет, сондықтан нақты сыйымдылық пен өнімділікті арттыру қажет.

Литий темір фосфатын синтездеудің әртүрлі әдістері бар, алайда соңғы өнімдердің біркелкілігін жақсарту үшін қайта кальцийлеу қадамдары мен кейінгі синтез түзетулерінің қажеттілігі ұзақ өндеуді және айтарлықтай энергия шығынын талап етеді. Бұл мәселені LiFePO_4 синтезі үшін микротолқынды әдіспен шешуге болады.

Микротолқынды синтез - бұл өзін-өзі қыздыру процесі; материалдардың электромагниттік энергиясын тікелей сіңіру тез және біркелкі қыздыруды қамтамасыз етеді.

Осы тұрғыда, жұмыстың мақсаты LiFePO_4 үшін синтездеудің балама жолын ұсыну болып табылады, ол өндеу уақыты мен құнын азайтады.

Микротолқынды әдіс аппараттық дизайнға оңай, ал мақсатты өнімді бірнеше кезеңнің ішінде бір сатыда алуға болады, сонымен қатар алынған үлгілердің электрохимиялық қасиеттерін жақсартатын көміртеппен қапталған.

Диссертациялық жұмыстың мақсаты - литий ионды батареялар үшін жоғары эффективті катодтық материал LiFePO_4 –ні микротолқынды әдіспен алудың шарттарын оңтайландыру.

Осы мақсатқа жету үшін келесі міндеттер қойылды:

1 LiFePO_4 –дің микротолқынды синтез әдісі үшін алғы заттардың алу тәсілін оңтайландыру;

- 2 LiFePO_4 эффективті синтезі үшін микротолқынды абсорбер таңдау;
- 3 LiFePO_4 эффективті микротолқынды синтезі үшін дисперстілік факторын зерттеу;
4. Алынған LiFePO_4 –ті электрохимиялық сынақтан өткізу.

Зерттеу объектісі: Катодтық материал LiFePO_4 .

Ғылыми зерттеудің пәні: фосфатты алғы заттардан микротолқынды синтез.

Зерттеу әдістері: Препаративті синтез, гравиметрия, потенциометрия, рН-метрия, гальваностатикалық және потенциостатикалық анализ әдістері, циклдік вольтамперметрия (CV), потенциостатикалық үзілмелі титрлеу әдісі (PITT), гальваностатикалық үзілмелі титрлеу әдісі (GITT), рентгенофазалық анализ (РФА), электронды микроскопия.

Зерттеудің көздері мен зерттеу материалдары LiFePO_4 алу әдістеріне және микротолқынды синтез бойынша, сондай-ақ зерттеу тақырыбына қатысты жаратылыстанудың басқа салалары бойынша әдебиеттің 158 көзі болып табылады.

Ғылыми жаңалығы:

- Фосфатты алғы заттардан LiFePO_4 -ні микротолқынды алу әдісінің шарттары оңтайландырылған ;
- $\text{Fe}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ -нің тұнбасының дамуына ортаның рН мен температурасының әсері орнатылған;
- Микротолқынды синтез кезінде температураны анықтаудың әдістемесі жасап шығарылды;
- Алынған LiFePO_4 -тің электрохимиялық және құрылыстық сипаттамалары алынды және литий ионды аккумуляторлар үшін жоғары эффективті катодтық материал екендігі анықталды.

Зерттеудің теориялық маңыздылығы:

Литий темір фосфатын микротолқынды әдіс арқылы алудың шарттарын оңтайландырудың жаңа тәсілі ұсынылған. Синтез үшін зертханалық құрылғы жасап шығарылды. LiFePO_4 -тің микротолқынды синтезіне әртүрлі абсорберлердің әсері зерттелді.

Практикалық құндылығы:

Бірегей тарамдалған морфологиясы бар LiFePO_4 катод материалы синтезделген. Синтезделген материал негіздегі литий иондық батареялар жоғары сыйымдылық сипаттамаларына ие болады, және олардың әрине, ықшам техникада пайдалану үшін қажетті бәсекеге қабілетті өнім етеді.

Қорғауға ұсынылатын негізгі жағдайлар:

- 1 Ерітіндінің температурасы мен ортаның рН өзгерту нәтижесінде қажетті дисперстілікке ие алғы заттар алынды ;
- 2 LiFePO_4 -нің микротолқынды әдістің эффективтілігі үшін сұйық абсорберлер мен литий тұздарының ерітінділерін қолдану.
- 3 Микротолқынды әдіске бастапқы реагенттердің дисперстілігі мен олардың гомогенизациясының әсерін орнату.

4 Микротолқынды синтез нәтижесінде алынған LiFePO_4 сипаттамалары теориялық сыйымдылыққа жақын.

Диссертациялық зерттеудің негізгі нәтижелері 8 ғылыми жариялымдарда жарияланды, соның ішінде:

- Web of Science ақпараттық дерекқорымен индекстелетін мерзімдік басылымда жарияланған бір мақалада;
- Қазақстан Республикасы Білім және ғылым министрлігі Білім және ғылым саласындағы бақылау комитеті ұсынған журналдарда жарияланған төрт мақалада;
- шетелдік және республикалық халықаралық конференциялар мен симпозиумдарда үш баяндама тезисінде.

Диссертацияның құрылымы мен көлемі.

Диссертациялық жұмыс кіріспеден, үш бөлімнен, қорытындыдан, сондай-ақ 158 пайдаланылған әдебиет көздерінің тізімінен тұрады. Жұмыста 108 бет, 72 сурет және 21 кесте бар.

Диссертациялық зерттеудің нәтижелері бойынша келесі қорытындылар жасалды:

1. $\text{Fe}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ алғы заттар синтезі мен негізгі өнім литий темір фосфаты үшін екі құрылғы, оның ішінде инертті атмосферамен жабдықталған реактор жасалып шығарылды
2. Алғы заттардың синтезінің әдістемесі жасалынды. $\text{Fe}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ синтезіне ерітіндінің температурасы мен ортаның рН әзері анықталды. Оңтайлы рН 8, ал ерітіндінің температура сы 70°C екені анықталды. Синтез үшін талапқа сай дисперстілікке ие алғы заттар алынды. Аталған әдістеме бойынша алынған алғы заттардың идентификациясы жүргізілді. Алынған құрам мен құрылыс теориялық нәтижелермен сәйкес екені дәделденген.
3. LiFePO_4 –тің тұрмыстық микротолқынды пеште микротолқынды синтез әдістемесі жасап шығарылды, темір (II) фосфаты мен литий фосфатын эффективті алғы заттар ретінде пайдалану мүмкіндігінің көрсетті
4. LiFePO_4 – тің синтезіне қатты және сұйық абсорберлердің әсері зерттелді және ең оңтайлысы су екені анықталды.
5. Алынған катодтық материал 160 мАч/г меншікті сыйымдылықты көрсетті ол теориялық көрсеткіштің 90%-ын құрайды.
6. LiFePO_4 –тің фосфатты алғы заттардан микротолқынды әдіспен алудың принципіалды сызбанұсқасы жасалып шығарылды.

Міндеттерді шешудің толықтығын бағалау.

Осы диссертациялық жұмыстың мақсатын шешу үшін қойылған барлық міндеттер толығымен шешілді.

Жоғарыда айтылғандардың бәрі диссертациялық зерттеудің мақсатына қол жеткізуге мүмкіндік берді - LiFePO_4 –тің фосфатты алғы заттардан микротолқынды әдісінің шарттары оңтайландырылды және синтез процесіне қатты және сұйық абсорберлердің әсері зерттелді.

Диссертацияда ұсынылған шешімдердің техникалық және экономикалық тиімділігін бағалау.

Осы диссертация аясында ұсынылған шешімдер коммерциялық LiFePO_4 -тің литий ионды аккумуляторлар үшін жоғары эффективті катодтық материал алуға негіз бола алады.