



Obtención de la fase conductora $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ a partir de diatomita natural boliviana para su aplicación en separadores cerámicos electroquímicos

Raysa Ramirez,^{1,*} Alejandra Quispe,^{1,2} Gustavo García¹

¹Instituto de Investigaciones Químicas IIQ-Materiales, Universidad Mayor de San Andrés UMSA, Av. Villazón N° 1995, La Paz, Bolivia; ²Division of Materials Science, Department of Applied Physics and Mechanical Engineering, Luleå University of Technology, SE-971 87 Luleå, Sweden

Keys: Ceramic separator, Diatomite, Ionic conductivity, Li-ion batteries.; **Claves:** Separador cerámico, Diatomita, Conductividad iónica, Baterías de ion litio.

ABSTRACT

Obtaining the conductive phase $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ from natural Bolivian diatomite for its application in electrochemical ceramic separators. Electrochemical ceramic separators composed of $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ as the ionic conductive phase have been obtained from natural Bolivian diatomite as a source of silicon. The products obtained have been characterized by XRD, SEM, N_2 physisorption, as well as porosity, electrolyte absorption, and thermal shrinkage. The results showed that the increase in temperature caused a variation in the phase composition of the samples. The maximum percentage of $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ reached was 67.4% at 800°C. SEM micrographs show that the diatomite used has high sieve-like porosity, which is destroyed by heat treatment. However, thanks to this initial porosity, the materials obtained have pores in the range of 0.1–2 μm that can serve as channels for Li^+ ion diffusion for future application in LIB's. The separators obtained exhibited good porosity properties (41.61%), electrolyte absorption (88.26%) and high thermal stability (>1600°C).

RESUMEN

Se han obtenido separadores cerámicos electroquímicos compuestos de $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ como fase conductora iónica a partir de diatomita natural boliviana como fuente de silicio. Los productos obtenidos han sido caracterizados por DRX, SEM, fisisorción de N_2 , además de la porosidad, absorción de electrolito y contracción térmica. Los resultados mostraron que el aumento de la temperatura provocó la variación de la composición de fases en las muestras. El máximo porcentaje alcanzado de $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ fue de 67.4% a 800°C. Las micrografías SEM muestran que la diatomita usada presenta una alta porosidad tipo tamiz, destruyéndose debido al tratamiento térmico. Pero gracias a esta porosidad inicial, los materiales obtenidos presentan poros dentro de un rango de 0.1 – 2 μm que pueden servir como canales para la difusión de iones Li^+ para su futura aplicación en LIB's. Los separadores obtenidos presentaron buenas propiedades de porosidad (41.61%), absorción de electrolito (88.26%) y una alta estabilidad térmica (>1600°C).

Revista Boliviana de Química, 2025, 42, 145-154

ISSN 0250-5460, Rev. Bol. Quim. Paper edition

ISSN 2078-3949, Rev. boliv. quim. e-edition, May-Nov

30 noviembre 2025, <https://doi.org/10.53287/tbgh7876ue56t>

© 2025 Universidad Mayor de San Andrés,

Facultad de Ciencias Puras y Naturales,

Carrera Ciencias Químicas, Instituto de Investigaciones Químicas

<https://bolivianchemistryjournaliiq.umsa.bo>

¹Received August 26, 2025, accepted November 7, 2025, published November 30, 2025. *Mail to: raydian.rr@gmail.com

INTRODUCCIÓN

Las baterías de ion litio (LIB's) se han convertido en los dispositivos electroquímicos más utilizados en la tecnología moderna, contribuyendo a la reducción del uso de combustibles fósiles, como alternativa energética más limpia y sustentable. En una batería, el separador es un componente importante para su seguridad y buen desempeño, y más aún en sistemas que demandan alta densidad energética, como en sistemas estacionarios y vehículos híbridos y eléctricos, lo cual lleva al desarrollo de baterías de alta seguridad. Actualmente, los separadores comerciales están hechos de materiales poliméricos (polipropileno, polietileno o una combinación), los cuales presentan la desventaja de ser térmicamente inestables, lo que provoca una contracción térmica ($>120^{\circ}\text{C}$) conduciendo a un corto circuito dentro de las LIB's por contacto entre cátodo y ánodo¹.

Como resultado, el desarrollo de nuevos tipos de separadores para LIB's con alta estabilidad térmica ha cobrado mucha importancia en la investigación actual. Una estrategia que se está desarrollando muy ampliamente es la modificación de los separadores convencionales mediante la incorporación y/o recubrimiento con diversos materiales cerámicos inorgánicos (separadores compósitos), además del uso de materiales naturales debido a que algunos de estos poseen una composición y morfología aprovechable (micro y nanoestructura porosa)^{2,3}.

Sin embargo, los separadores compósitos basados en materiales cerámicos todavía tienen restricciones en la temperatura de operación debido al uso del material polimérico. Además, la absorción y retención de electrolito no es tan buena como en el caso de un separador cerámico puro¹. La fase de disilicato de litio, $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$, ha sido de interés en la obtención de separadores basados en materiales cerámicos, debido a su propiedad altamente conductora iónica, que puede ayudar en la movilidad iónica a través del separador durante los procesos de carga y descarga en una batería^{4,5,6}. Se ha reportado la obtención de $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ mediante diversos métodos de síntesis como estado sólido, precipitación, sol-gel, entre otros, en los cuales se hace el uso de reactivos p.a. como tetraetilortosilicato (TEOS) y sílica gel amorfa como fuentes de Silicio, Variables como la relación molar Li:Si, temperatura y método de síntesis influyen en el porcentaje de obtención de $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ frente a otros tipo de silicatos (como ser Li_2SiO_3 o Li_4SiO_4)^{7,8}.

En este sentido, reportamos la obtención de separadores cerámicos a partir de diatomita natural boliviana como fuente de silicio, añadiendo LiOH como fuente de litio y obteniendo los materiales a diferentes temperaturas de calcinación para la optimización de la formación de la fase conductora iónica de silicato $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ durante el tratamiento térmico. De esta forma se tiene el aprovechamiento de la diatomita boliviana como fuente de silicio, además de las propiedades porosas y de bajo costo de esta materia prima natural.

EXPERIMENTAL

Preparación de los productos de separadores cerámicos

La diatomita natural boliviana posee un alto contenido de sílice amorfa, lo que la hace versátil para la formación de nuevas fases cristalinas mediante un tratamiento térmico. Sin embargo, existe la presencia de impurezas que podrían interferir con el proceso de obtención de las fases de silicatos. Por tanto, la diatomita natural boliviana proveniente de la localidad de Bella Vista, Potosí fue sometida previamente a una lixiviación con ácido sulfúrico 6M en un envase cerrado de acero inoxidable (autoclave) a 85°C por 24 horas para la eliminación de impurezas. Las muestras de los separadores cerámicos fueron obtenidas siguiendo la metodología descrita por D. Li et al⁴. Los precursores de LiOH (Sigma Aldrich, 98%) y de diatomita lixiviada fueron inicialmente mezcladas y homogeneizadas en un mortero de ágata en una proporción en masa de LiOH/Diatomita de 25/75, con las denominaciones CS- α , donde α corresponde a la temperatura de calcinación i.e. 700, 800 y 900°C . Se usó como agente aglutinante la trietanolamina ($\text{C}_6\text{H}_{15}\text{NO}_3$, Sigma Aldrich, 98%) para obtener una consistencia pastosa para conformar los separadores cerámicos en forma de discos en moldes de 2 cm de diámetro, este compuesto se elimina durante el proceso de calcinación. Las muestras fueron secadas a temperatura ambiente por 24 horas y calcinadas a las temperaturas mencionadas por 3 horas a una velocidad de calentamiento de $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Por último, los separadores cerámicos fueron pulidos y homogeneizados hasta obtener discos de entre 0.7 a 0.8 mm de espesor^{9,10}.

Caracterización estructural y morfológica

Caracterización estructural

Los separadores cerámicos obtenidos se caracterizaron estructuralmente por difracción de rayos X (DRX) utilizando un equipo difractómetro Rigaku (Miniflex) con radiación de Cu ($K\alpha_1 = 1.5418 \text{ \AA}$) con un incremento de 0.01° en 2θ . Los difractogramas obtenidos fueron analizados mediante el software X'pert HighScore Plus para determinar las fases cristalinas y determinar los porcentajes de fase por refinamiento Rietveld.



Morfología

La morfología de los productos se determinó mediante Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) con un microscopio TESCAN VEGA3 con un voltaje de aceleración de electrones de 10.0 kV sin recubrimiento y magnificación de 4.00kx – 10.00kx.

Área superficial

El área superficial de los materiales fue determinada por fisisorción por intrusión de N₂ mediante el método BET empleando un equipo ChemBET Pulsar TPR/TPD de la marca Quantachrome Analysis acoplado a un cromatógrafo de gases (GC). Para ello, la desgasificación se realizó en un flujo constante de nitrógeno a 200°C por 3 horas y las pruebas de fisisorción se realizaron a presiones relativas dentro del rango BET (0.1 – 0.3) con una mezcla de helio y nitrógeno controlados por controladores de flujo másico (MGC).

Porosidad

La porosidad de los materiales sintetizados se determinó para estimar los espacios vacíos por donde se introduce el electrolito y pueda darse la difusión de los iones Li⁺ a través del electrolito. Esta se determinó mediante un test de absorción, empleando el electrolito comercial de LiPF₆ y usando la siguiente ecuación^{2, 11}:

$$P = \frac{w_T - w_s}{\rho_l \cdot V_s}$$

Donde w_T es el peso total del separador una vez el líquido es totalmente absorbido, w_s es el peso del separador seco, ρ_l es la densidad del electrolito y V_s es el volumen del separador.

Absorción de electrolito

La absorción de electrolito se realizó para determinar el grado de afinidad de los materiales sintetizados hacia LiPF₆, compuesto comercialmente utilizado en celdas. Esta se determinó mediante la obtención de los pesos del separador cerámico seco y del separador empapado con el electrolito al cabo de 1 hora (luego de retirar el exceso de electrolito). Luego de obtener el separador con electrolito absorbido, se llevó a secado a 50°C para obtener el peso final del separador después del secado. La absorción de electrolito se determinó mediante la siguiente ecuación¹:

$$\text{Absorción de electrolito} = \frac{W_1 - W_0}{W_0}$$

Donde W_0 es el peso del separador seco y W_1 es el peso del separador empapado con electrolito.

Estabilidad térmica

Para determinar la estabilidad térmica de los separadores cerámicos y separador Celgard, se llevaron a cabo pruebas de contracción térmica. Esta se determinó mediante un test de identificación de los cambios en el área de los separadores cerámicos obtenidos y en comparación con un separador comercial orgánico (Celgard 2320) después de calentarlos a 160°C por 0.5 h. Con los datos recopilados se determinó la tasa de contracción térmica mediante la siguiente ecuación^{4, 6}:

$$\text{Tasa de contracción térmica (\%)} = \frac{A_0 - A}{A_0} * 100\%$$

Donde A_0 es el área del separador antes del calentamiento y A es el área del separador después del calentamiento.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Caracterización de la materia prima: diatomita natural boliviana

La Figura 1 muestra los difractogramas de DRX correspondientes a la diatomita natural boliviana y la diatomita lixiviada. Se puede observar en el patrón de DRX perteneciente a la diatomita natural (en color rojo) la presencia principalmente de una banda ancha entre 18° y 28° en 2θ, el cual es atribuido a sílice amorfa, que proviene de la estructura fosilizada de los microorganismos. Además, se pueden observar picos intensos y bien definidos pertenecientes a la fase cristalina de halita (NaCl, JCPDS 01-071-4661), cuarzo (SiO₂, JCPDS 01-083-0539) y minerales de plagioclasa (Na_{0.499}Ca_{0.491}(Al_{1.488}Si_{2.506}O₈), JCPDS 01-079-1149) y arcillas como la moscovita (KAl₂(SiAl)₄O₁₀(OH)₂, JCPDS 00-058-2034), identificados previamente en otro estudio⁹. El proceso de lixiviación de la diatomita natural dio como resultado la eliminación del NaCl, como puede observarse en el patrón de DRX (en color azul). En cuanto al cuarzo y la plagioclasa, su disminución se debe principalmente a una separación mecánica después de la lixiviación, los cuales quedaron como sedimentos oscuros que se separaron durante los primeros

lavados⁹. Además, se realizó también una separación inicial de trozos de cuarzo en la diatomita natural mediante tamizado, lo cual favoreció aún más el proceso de purificación.

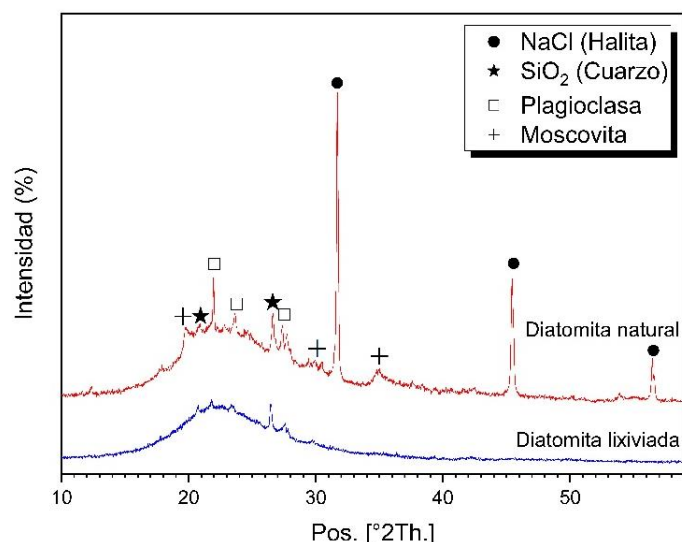


Figura 1. Difractograma de DRX de las muestras de diatomita natural boliviana (en rojo) y diatomita lixiviada con H₂SO₄ 6M (en azul).

Las micrográficas SEM de la diatomita natural boliviana y la diatomita lixiviada se muestran en la Figura 2. Se observa una estructura tipo tamiz en la diatomita natural (Figura 2A y 2B), compuesta de grandes partículas porosas de diversas formas pertenecientes a las estructuras fosilizadas de microorganismos biológicos que se encuentran en el rango de 10 hasta 50 μ m. Después de la lixiviación, se puede observar que algunas partículas sufrieron parcialmente rupturas en pedazos más pequeños (Figura 2C y 2D), pero aún se distingue la forma característica de las partículas^{9, 12}.

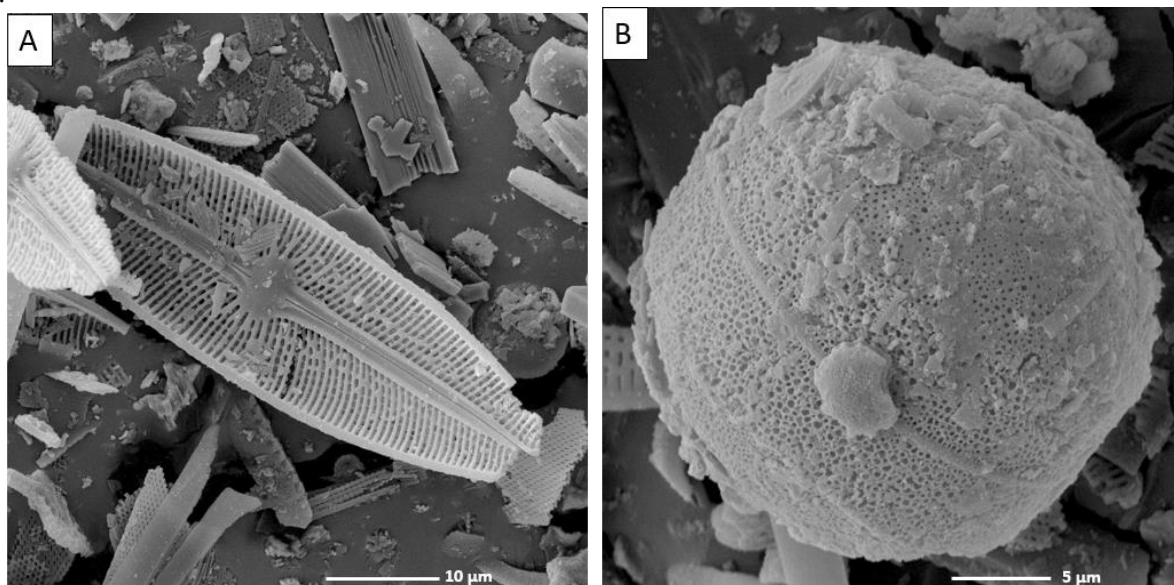


Figura 2. Micrográficas SEM de: A) y B) la diatomita natural boliviana y; C) y D) diatomita lixiviada provenientes de la localidad de Bella Vista, región geológica de Murmuntani.

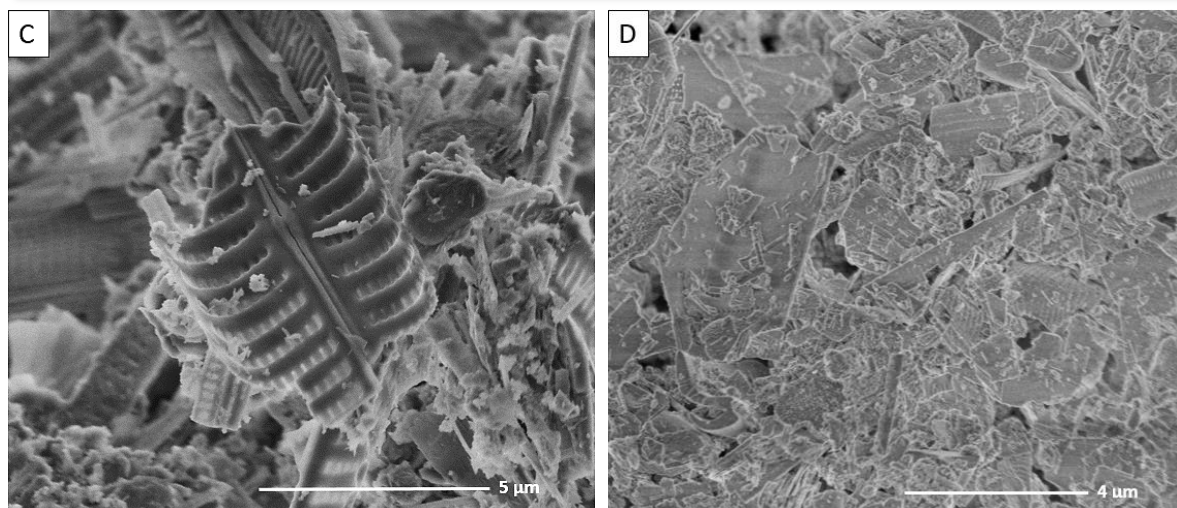


Figura 2.(Cont.) Micrografías SEM de: C) y D) diatomita lixiviada provenientes de la localidad de Bella Vista, región geológica de Murmuntani.

Obtención de separadores cerámicos a partir de diatomita purificada

En la Figura 3 se muestran los difractogramas de los separadores cerámicos obtenidos a diferentes temperaturas.

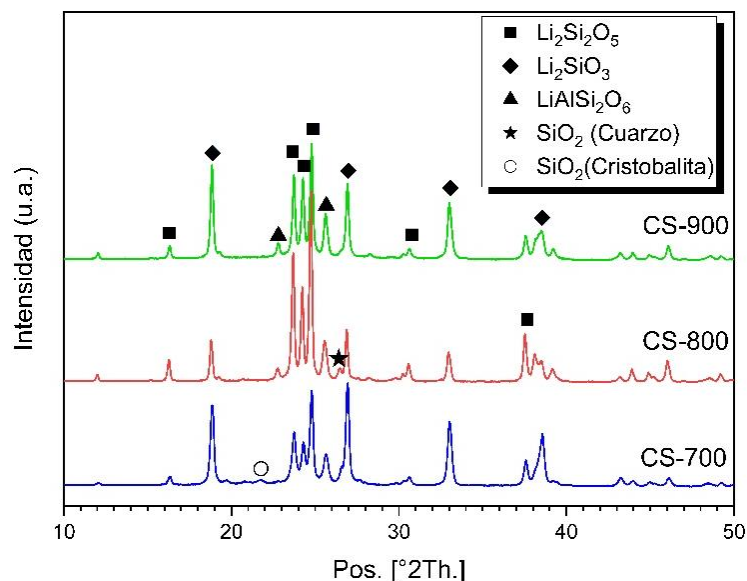
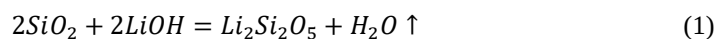
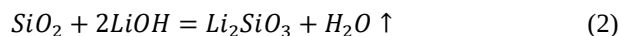


Figura 3. Difractogramas de DRX de los separadores cerámicos sintetizados a 700 (en azul), 800 (en rojo) y 900°C (en verde).

De acuerdo con estos resultados, se puede observar que a 700°C se formaron 5 fases cristalinas que son: $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$, Li_2SiO_3 , $\text{LiAlSi}_2\text{O}_6$ y SiO_2 en forma de cuarzo y cristobalita. Mientras que a 800°C desapareció la fase de cristobalita y a 900°C ya no se tiene además la fase de cuarzo, lo que sugiere que estas dos últimas fases reaccionaron por efecto de la temperatura para conformar las fases de silicatos y aluminosilicato de litio. A altas temperaturas, la presencia del LiOH actúa como fundente, se producen rupturas de enlaces $\text{Si} - \text{O}$ de la sílice amorfa, donde en el proceso de enfriamiento, los átomos de Si y O se vuelven a recombinar formando las nuevas fases cristalinas de silicatos y aluminosilicatos. La formación de la fase conductora iónica involucra la siguiente reacción química:



Se observa también una gran presencia del metasilicato Li_2SiO_3 , el cual, por el contrario, disminuye en 800°C y vuelve a incrementarse a 900°C , lo cual indica que la formación de esta fase es favorecida a altas temperaturas. Esta fase cristalina se forma de acuerdo a la siguiente reacción química:



Mientras el pico a $2\theta = 29.76$ perteneciente a la cristobalita presente a 700°C , desaparece a mayores temperaturas de calcinación, sugiere que reaccionó de acuerdo a las ecuaciones (1) y (2)⁵. Un similar caso se observa con el cuarzo ($2\theta = 26.59$), el cual desaparece a 900°C , siendo parte de la formación de $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ y Li_2SiO_3 . En cuanto al $\text{LiAlSi}_2\text{O}_6$, este se forma por la presencia de aluminio proveniente de la arcilla y plagioclasas presentes en la diatomita natural remanentes después de la lixiviación. De acuerdo al pico de difracción principal de esta fase ($2\theta = 25.55$), hay un aumento en la intensidad con el cambio de la temperatura de calcinación al llegar a 900°C .

En cambio, la temperatura de calcinación influye en la intensidad de los picos principales del $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ ($2\theta = 23.75$, 24.26 y 24.81), que aumentan hasta los 800°C , y luego disminuyen al llegar a los 900°C . Esto nos demuestra que el aumento en la intensidad de los picos no es debido a un aumento de la cristalinidad, como puede ser el caso, sino más bien al aumento del contenido de la fase cristalina, en concordancia con el estudio de Li et al.⁵.

Por tanto, se realizó un refinamiento Rietveld para determinar los porcentajes aproximados de cada fase cristalina presentes a cada temperatura a partir de los difractogramas. En la Figura 4 se muestra el comportamiento de los porcentajes de las fases de $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$, Li_2SiO_3 , $\text{LiAlSi}_2\text{O}_6$ y SiO_2 (cuarzo y cristobalita) presentes en las muestras frente a las temperaturas de trabajo y en la Tabla 1 los respectivos valores obtenidos.

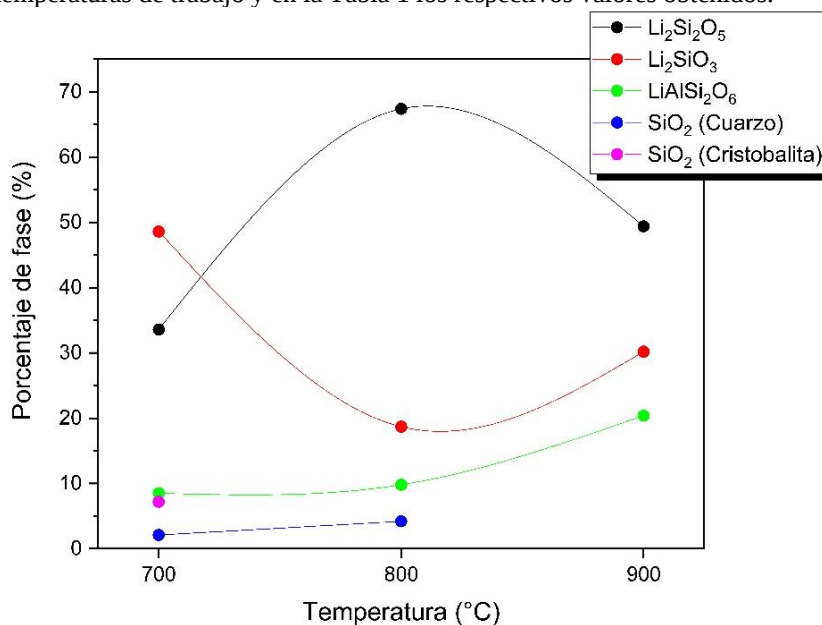


Figura 4. Comportamiento de fases cristalinas a diferentes temperaturas.

Tabla 1. Datos de porcentajes de fases cristalinas.

Muestra	Porcentaje fase (%)		
	CS-700	CS-800	CS-900
$\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$	33.6	67.4	49.4
Li_2SiO_3	48.6	18.7	30.2
$\text{LiAlSi}_2\text{O}_6$	8.5	9.8	20.4
SiO_2 (cuarzo)	2.1	4.2	ND
SiO_2 (cristobalita)	7.2	ND	ND

ND = No Detectado.

Como se indicó anteriormente, el contenido de $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ va aumentando con la temperatura, pero luego disminuye al llegar a 900°C alcanzando su máximo porcentaje de 67.4% a 800°C . En este punto se favorece la reacción mostrada

en la ecuación (1), para luego seguir la reacción de la ecuación (2) al aumentar la temperatura, donde se favorece también la formación de Li_2SiO_3 , fase menos conductora iónica. Sin embargo, esta fase alcanza un máximo porcentaje de 48.6% a 700°C. El comportamiento del $\text{LiAlSi}_2\text{O}_6$ parece ser proporcional al aumento de la temperatura, alcanzando hasta 20.4% a 900°C. Esto nos indica que a 700 y 800°C no reaccionó todo el aluminio que se encuentra presente en la diatomita. Se ha reportado que este tipo de aluminosilicato se puede considerar un conductor iónico, que depende de factores como densidad de empaquetamiento atómico, la proximidad de los sucesivos sitios Li-Li y del entorno local conformado por la subred Si/Al^{13, 14}. Por estas razones, profundizamos en la caracterización de la serie a 800 C.

A 900°C ya no existe contenido de cuarzo ni cristobalita, donde primero toda la cristobalita pudo aportar en parte a la formación de cuarzo (por eso el aumento de éste de 2.1 a 4.2% al aumentar de 700 a 800°C) y otra parte en la formación de silicatos. Luego el cuarzo presente pudo formar parte de la formación de los silicatos (Ec. 1 y 2) y aluminosilicato de litio a 800°C, mediante un proceso de fusión alcalina por el LiOH.

Siendo necesaria la conformación de placas tipo pellets para la evaluación electroquímica, se debe mencionar que de las 3 temperaturas de trabajo, solo a 800°C se lograron obtener los pellets con una buena consistencia, mecánicamente manejables y sin rajaduras, lo cual es muy apto para el posterior pulido de la superficie. Este aspecto es muy importante para poder realizar el ensamblaje en forma de disco correspondiente a las celdas botón. La Figura 5 muestra las diferentes apariencias obtenidas en los separadores cerámicos a 700, 800 y 900°C. Como puede observarse, los separadores cerámicos obtenidos a 700°C se resquebrajaron, no alcanzando una buena consistencia, presentando consistencia muy blanda para el pulido y ensamblaje, a pesar de que se emplearon las mismas condiciones para el preparado de los pellets (presión, concentración de aglutinante, etc.). Por el contrario, a 900°C, los separadores cerámicos adquieren una consistencia más dura, siendo difícil su pulido y no pudiendo alcanzar una superficie recta, homogénea y de un espesor adecuado. De esta forma, los separadores obtenidos a 700°C y 900°C no lograron adquirir buenas características físicas, por lo que no se pudieron realizar ensamblajes con estas muestras. Por lo que, a 800°C se puede observar que existe un buen equilibrio entre la fase conductora iónica $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ y la consistencia del material para poder ser ensamblado, razón adicional para considerar con más cuidado estas muestras.

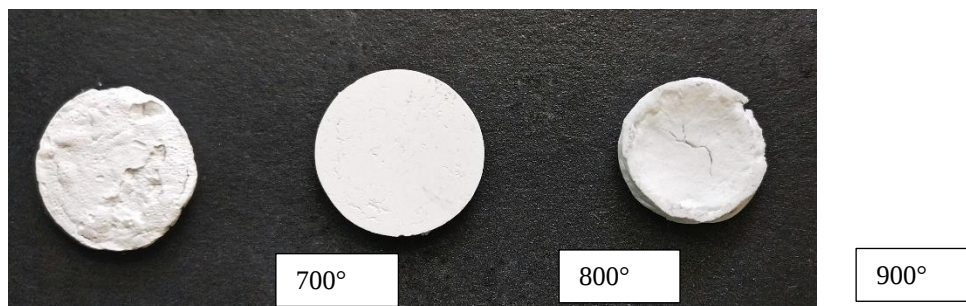


Figura 5. Apariencia física de los separadores cerámicos obtenidos a diferentes temperaturas.

Caracterización del pellet de separador cerámico obtenido a 800°C (CS-800)

Caracterización morfológica por Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

En la Figura 6 se muestra la imagen SEM del separador cerámico CS-800, tomada de la sección transversal. Como se observó en las imágenes SEM de la diatomita (Figura 2), esa morfología porosa inicial proporcionó a los separadores cerámicos una gran condición, presentando agujeros tridimensionales (Figura 6) con un amplio rango de tamaños, entre 0.1 – 2 μm , los cuales pueden servir como canales para la asimilación adecuada de electrolito que permita la difusión de los iones litio para su futura aplicación en baterías de ion litio.

Área superficial de las muestras de diatomita y el separador cerámico CS-800

Se realizaron las pruebas de fisisorción de N_2 para la determinación del área superficial de la diatomita natural (DN), lixiviada (DL) y de la muestra CS-800, cuyos resultados se muestran en la Tabla 2. Los resultados muestran que el tratamiento ácido provocó un ligero aumento en el área superficial de 36.3 a 53.3 m^2/g en la diatomita, esto debido a la fragmentación de las partículas de las estructuras de los microorganismos fosilizados (como se observó en Figura 2B) aumentando de esta forma la superficie de contacto¹² y el efecto de la eliminación de metales y sales ocluidas en los poros de la diatomita. Por otro lado, puede observarse que la temperatura de calcinación (800°C) lleva a una disminución del área superficial de los separadores cerámicos en comparación con la materia prima de partida de

53.3 a $10 \text{ m}^2/\text{g}$. Este suceso es debido al efecto de sinterización de las partículas de la diatomita por el tratamiento térmico, que es mayor a medida que se aumenta la temperatura. La sinterización en un material sólido viene acompañada por la disminución de su área superficial interna por colapso de poros internos e intersticiales. Del bajo valor en el área superficial obtenido en el separador, se puede decir que la diatomita presenta macroporos en su estructura, como se observó en la imagen SEM de la Figura 6.

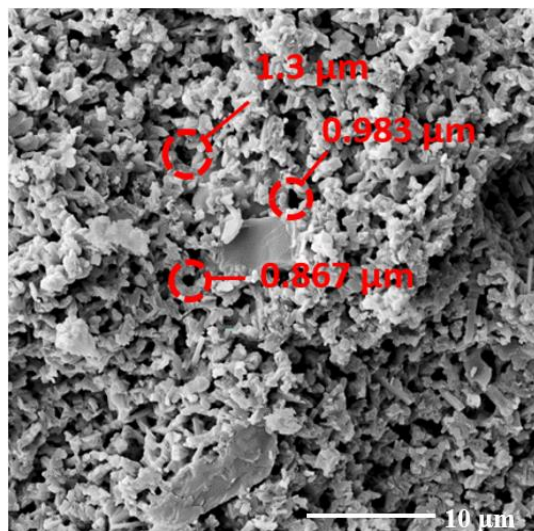


Figura 6. Micrografía SEM de separador cerámico obtenido a 800°C donde se observan los huecos tridimensionales.

Tabla 2. Área superficial de la diatomita natural (DN), diatomita lixiviada (DL) y el separador cerámico de CS-800).

Muestra	Área superficial [m^2/g]
DN	36.3
DL	53.3
CS-800	10.0

Propiedades físicas del separador cerámico CS-800

La tabla 3 muestra las características físicas determinadas al separador cerámico CS-800 y al separador comercial Celgard 2320, el cual se compone de poliolefinas tipo tricapa (PP/PE/PP) compuestas de polietileno (PE) y polipropileno (PP). Gracias al pulido realizado a la muestra CS-800, se alcanzó un espesor de aproximadamente $630 \mu\text{m}$, como se observa en el SEM de la Figura 7A. A pesar de la gran diferencia de espesor con el separador comercial Celgard ($20 \mu\text{m}$), el separador CS-800 posee una buena porosidad, atribuido a la diatomita usada como materia prima altamente porosa, comparable con el Celgard, de 41.61 y 45.85% respectivamente. Esto se ve reflejado en que el material tenga una buena absorción de electrolito. La diferencia de casi 20% en este valor comparado con Celgard, puede deberse posiblemente a la presencia de impurezas que quedaron después del pulido, tapando algunos poros del material.

Tabla 3. Características físicas del separador CS-800 y su comparación con el separador comercial Celgard 2320 (PP/PE/PP).

Muestra	Espesor (μm)	Diámetro (mm)	Porosidad (%)	Absorción de electrolito (%)	Tasa de contracción térmica (%)
CS-800	630	15.68	41.61	88.26	0
Celgard 2320	20	16.00	45.85	107.69	67

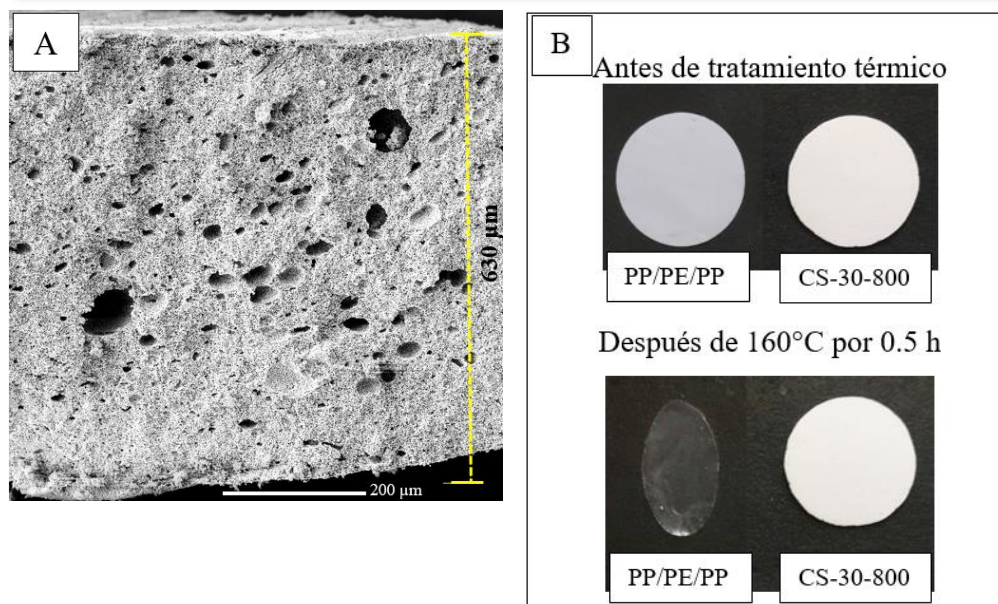


Figura 7. A) SEM del espesor de la muestra CS-800 (sección transversal) y B) Pruebas de contracción térmica del separador polimérico Celgard y separador cerámico CS-800 antes y después del calentamiento a 160°C por 0.5 horas.

En cuanto a las pruebas de estabilidad térmica (Figura 7B), se puede observar una evidente contracción del separador Celgard, llegando hasta un 67% como se observa en el Tabla 3. Esto debido a la composición a base de materiales orgánicos que son térmicamente inestable, lo que puede llevar a problemas de seguridad en baterías. Este no es el caso de los separadores cerámicos obtenidos en este trabajo, los cuales presentan una tasa de contracción térmica de 0. Esto fue de esperarse, ya que los separadores cerámicos fueron obtenidos alcanzando una temperatura de 800°C. Con ello, se previene el contacto de los electrodos positivo y negativo a causa de la contracción térmica, que es evidente en el separador polimérico (inestable térmicamente), llevando a problemas de seguridad en las LIB's. Esta propiedad podría ser muy útil en aplicaciones de baterías de alto desempeño (sistemas estacionarios, vehículos eléctricos, etc.), en los cuales puede existir un aumento considerable de temperatura en la batería.

CONCLUSIONES

Se han sintetizado separadores cerámicos electroquímicos a partir de un recurso natural como es la diatomita natural boliviana. La adición de LiOH y variación de temperaturas de calcinación, nos indica que la obtención de la fase conductora iónica $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ como fase principal se obtiene en máximo porcentaje de 67.4% a 800°C. También se evidencia una fase secundaria de silicato de litio Li_2SiO_3 con propiedades menos conductoras. Se ha visto que la temperatura de calcinación conlleva a una variación del contenido de ambas fases cristalinas, así como también de otras fases identificadas como $\text{LiAlSi}_2\text{O}_6$ y cuarzo (que provienen de la materia prima de partida), y que podrían influir en las propiedades electroquímicas en su aplicación para LIB's.

El uso de una materia prima porosa como la diatomita, puede llevar a la obtención de materiales cerámicos porosos sin necesidad del uso de agentes formadores de poros. Además, la alta composición en sílice amorfa lo hace muy versátil para la formación de fases de interés en base a silicio, con solo la variación de parámetros de síntesis como temperatura, adición de reactivos, composiciones, etc. Con ello, se ha obtenido un separador cerámico con propiedades de porosidad, absorción de electrolito y alta estabilidad térmica, que puede compararse con los separadores comerciales como Celgard. Junto con la formación de la fase altamente conductora de $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ y la estructura tridimensional mantenida en los separadores cerámicos gracias a la porosidad inicial de la diatomita, pueden actuar como agujeros o huecos para la difusión iónica de los Li^+ a través del separador del cátodo al ánodo. Finalmente, se observa que a 800°C se obtiene un separador con un buen porcentaje de la fase conductora $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$, buena porosidad y afinidad para la absorción de electrolito y con buena consistencia mecánica para su posterior ensamblaje en celdas de prueba. Por tanto, estos separadores cerámicos a partir de diatomita son materiales con alto potencial para ser aplicados en LIB's de alto desempeño (p.e. sistemas estacionarios), donde la sinergia entre las



propiedades morfológicas (porosidad, tamaño de poro, sinterización de partículas), propiedades físicas (espesor, dureza) y propiedades estructurales (contenido de fases) juegan un rol muy importante para el éxito en la obtención de materiales con buenas propiedades electroquímicas.

RECONOCIMIENTOS

La Cooperación Sueca para el Desarrollo ASDI en Bolivia, mediante el subprograma Productos de Minerales No Metálicos es reconocida por su contribución al presente trabajo. Los autores agradecen a la empresa de Yacimientos de Litio Bolivianos (YLB) por la colaboración en la caracterización morfológica de los materiales mediante SEM.

REFERENCES

- ¹ M. He, X. Zhang, K. Jiang, J. Wang, and Y. Wang, *ACS Appl. Mater. & Interfaces*, 2015, **7**, 738. DOI: 10.1021/am507145h
- ² Z. Liu, Y. Jiang, Q. Hu, S. Guo, L. Yu, Q. Li, Q. Liu, and X. Hu, *Energy & Environmental Materials*, 2021, **4**, 336. DOI: <https://doi.org/10.1002/eem2.12129>
- ³ F. Liu, and X. Chuan, *RSC Adv.*, 2021, **11**, 16633. DOI: 10.1039/d1ra02845f
- ⁴ D. Li, Y. Li, K. Yang, M. Ding, H. Su, H. Wang, Z. Zhang, F. Li, and B. Xue, *New Journal of Chemistry*, 2021, **45**, 15840. DOI: 10.1039/D1NJ02784K
- ⁵ D. Li, K. Yang, Y. Li, F. Li, and B. Xue, *Journal of Power Sources*, 2021, **482**, 228945. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2020.228945>
- ⁶ K. Yang, Z. Zhang, K. Xu, Y. Li, F. Li, B. Xue, and X. Gu, *Ionics*, 2023, **29**, 1789. DOI: 10.1007/s11581-023-04940-0
- ⁷ H. Pfeiffer, P. Bosch, and S. Bulbulian, *Journal of Nuclear Materials*, 1998, **257**, 309. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0022-3115\(98\)00449-8](https://doi.org/10.1016/S0022-3115(98)00449-8)
- ⁸ T. Tang, Z. Zhang, J. Meng, and D. Luo, *Fusion Engineering and Design*, 2009, **84**, 2124. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.fusengdes.2009.02.017>
- ⁹ J. G. García Mendoza, **2017**, Synthesis and applications of low silica zeolites from bolivian clay and diatomaceous earth (PhD tesis), Luleå University of Technology, Luleå, Sweden, disponible en: <https://ltu.diva-portal.org/smash/record.jsf?pid=diva2%3A1089179&dswid=6948>.
- ¹⁰ R. Lara, L. Lopez, and S. Cabrera, *Revista Colombiana de Química*, 2022, **51**, 41. DOI: <https://doi.org/10.15446/rev.colomb.quim.v51n2.100723>
- ¹¹ X. Huang, *Journal of Solid State Electrochemistry*, 2011, **15**, 649. DOI: 10.1007/s10008-010-1264-9
- ¹² W. Aguilar-Mamani, G. García, J. Hedlund, and J. Mouzon, *SpringerPlus*, 2014, **3**, 292. DOI: 10.1186/2193-1801-3-292
- ¹³ R. Biefeld, and R. Johnson, 'Ionic Conductivity in Lithium Aluminosilicate Solid Electrolyte Materials', ed. by G. D. Mahan and W. L. Roth, Springer US, Boston, 1976, pp. 418-418.
- ¹⁴ A-M. Welsch, D. Murawski, M. Prekajski, P. Vulic, and A. Kremenovic, *Physics and Chemistry of Minerals*, 2015, **42**, 413. DOI: 10.1007/s00269-015-0732-2