

Fe³⁺ 환원제로서 흑설탕이 LiFePO₄ 합성 및 특성에 미치는 영향

Effect of Black Sugar as a Reducing Agent of Fe³⁺ on the Synthesis and Properties of LiFePO₄

김우현*, 이민우, 강찬형*
Woo Hyun Kim*, Min Woo Lee, Chan Hyoung Kang*

한국산업기술대학교
Korea Polytechnic University

Abstract : 리튬이온 2차전지의 대체 양극 후보 물질인 LiFePO₄를 합성하기 위하여 출발원료로 Li₂CO₃, Fe₂O₃, NH₄H₂PO₄를 사용하여 볼밀 방법으로 혼합 분쇄한 후 열처리를 실시하였다. 합성 시에 3가 Fe를 2가로 환원시키기 위하여 C₁₂H₂₂O₁₁(흑설탕)을 출발원료와 함께 5 ~ 12 wt%로 나눠서 첨가하였다. 합성 후 XRD로 결정구조의 양질성을 확인하였고, FE-SEM으로 나노미터 크기의 구형 입자를 관찰하였다. XRF를 이용하여 3 ~ 10 wt%의 탄소 잔량을 확인하였다. 전기화학적 특성을 충·방전시행기로 평가한 결과, 8 wt%의 탄소원을 첨가한 LiFePO₄에서 가장 좋은 수명 특성을 얻었고, 최대 145 mAh/g의 방전용량을 얻었다.

Key Words : LiFePO₄, Fe₂O₃, black sugar, ball milling, lithium ion battery

1. 서 론

최근 리튬 이차전지 양극 활물질로 LiFePO₄에 대해 관심이 집중되고 있다. LiCoO₂, LiNiO₂, LiMnO₄, Li[Co_{1/3}Ni_{1/3}Mn_{1/3}]O₂ 등 기존 재료에 비하여 LiFePO₄는 그 제조원가가 절반 이하이고, 안정성이 높아 400℃의 고온에서 산소가 방출되지 않으며, 수명이 긴 결정체라는 장점을 갖고 있다. 이 물질이 전기전도율이 낮고, 이온 확산 속도가 낮아 출력특성이 낮다는 단점과 특허의 문제를 보완하기 위하여 카본을 LiFePO₄ 입자에 코팅하여 전기전도율을 향상시키고 특허문제를 회피하기 위하여 새로운 출발 물질을 이용한 합성법 연구가 진행되고 있다.

본 연구에서는 출발원료로 Li₂CO₃, Fe₂O₃, NH₄H₂PO₄를 사용하여 볼밀 방법으로 LiFePO₄를 합성하였다. C₁₂H₂₂O₁₁(흑설탕)을 출발원료와 함께 5, 8, 10, 12 wt%로 나눠서 첨가하고, 분산제로 에탄올을 사용하였다. 흑설탕은 저렴한 탄소원으로서 전기전도율 향상에도 기여한다. 흑설탕 첨가량을 변화시키며 전기화학적 특성이 어떻게 변하는지를 고찰하였다.

2. 결과 및 토의

출발물질을 사용하여 TGA 분석 결과, 300℃ 이하에서 질량 손실이 일어나고 600 ~ 800℃ 구간에서 올리빈 구조의 LiFePO₄가 형성되는 것을 알 수 있었다. 이 자료를 바탕으로 LiFePO₄ 분말을 300℃에서 1차 열처리를 실시하고 700℃에서 2차 열처리를 실시하였다. 아르곤 가스 분위기 하에서 분말을 열처리하고 냉각은 노냉을 실시하였다. XRD 패턴 분석 결과, 700℃에서 불순물이 없는 올리빈 결정구조를 확인하였고 회절 피크의 강도가 낮은 것으로 보아 결정립 성장이 제대로 이루어지지 않았음을 예상하였다. FE-SEM으로 나노미터 크기를 갖는 구형에 가까운 입자를 관찰하였다. XRF를 이용하여 정성분석과 정량분석을 실시하여 탄소 잔량을 조사한 결과, 첨가한 흑설탕의 양에 따라서 잔존하는 탄소의 양이 3 ~ 10 wt% 범위에서 변함을 확인하였다. 충방전시행기(WBCS3000 automatic battery cycler)를 이용하여 30℃에서 4.5 ~ 2.0V 구간에서 초기용량과 CV 커브를 측정한 결과, 8 wt%의 흑설탕을 첨가한 LiFePO₄에서 가장 좋은 수명 특성과 최대 145 mAh/g의 방전용량을 얻었다.

감사의 글

본 연구는 지식경제부 에너지기술인력양성사업(2008EMPIMEO40000)의 일환으로 수행되었습니다.

참고 문헌

- [1] A.K. Padhi, K.S. Nanjundaswamy, and J.B. Goodenough : J. Electrochem. Soc. 144(1997), p.1188.
- [2] E. Stura and C. Nicolini : Analytica Chimica Acta 568(2006), p.57

* 교신저자 강찬형, e-mail: chkang@kpu.ac.kr, Tel: 031-8041-0587

주소: 경기도 시흥시 정왕동 2121번지 한국산업기술대학교 신소재공학과