

리튬-탄소층간화합물의 합성과 에너지 특성의 분석

오원춘, 백대진*, 고영신**

단국대학교 이과대학 화학과, 서울, 140-714

*한서대학교 이과대학 화학과, 충남, 352-820

**서울교육대학교 탄소화학연구소, 서울, 137-742

The Analysis of Energy Character and Synthesis of Lithium-Carbon Intercalation Compounds

Won-Chun Oh, Dae-Jin Baek* and Young-Shin Ko**

Department of Chemistry, Dankook University, Seoul, 140-714, KOREA

*Department of Chemistry, Hanseo University, Chungnam, 352-820, KOREA

**Institute of Carbon Chemistry in Seoul National University of Education, Seoul, 137-742, KOREA

요 약

여러가지 탄소물질을 사용하여 변형된 스테인레스 금속재 Two-bulbs를 사용하여 Li-CIC를 합성하였다. 합성한 결과 출발물질의 구조적 특성에 따라 여러가지 색깔의 층간화합물이 각각 형성되었다. 합성된 Li-CIC들은 X-선 회절법을 이용하여 출발물질의 결정화도에 따라 stage 형성과정을 확인하였다. 이들 결과에서 출발물질의 결정화도가 좋은 천연흑연과 흑연섬유는 낮은 stage(1 stage, 2 stage)가 형성되었고, 결정화도가 나쁜 탄소섬유와 석유계 코크스는 높은 stage(3 stage, 4 stage, 5 stage)가 얻어졌다. 또한 (*hkl*) 회절선의 이값을 계산된 값과 비교하였을 때 이들 값들은 거의 일치하였다. 그러나 결정화도가 나쁜 경우 다소의 차이가 있음을 보이고 있다. 이들 Li-CIC에 대하여 UV/VIS 분광기를 사용하여 stage 안정성과 에너지 상태를 알 수 있었다. X-선 회절법에 의한 결과와 UV/VIS 분광학적 데이터는 결정화도가 좋은 탄소물질은 에너지와 반사율의 관계곡선이 뚜렷하게 나타났음을 제시하였다. 이들 결과는 탄소층과 층사이에 전하운반자와 관계가 있으며, 이들 성질이 삽입물질의 농도와 관계있음을 알 수 있었다. 뿐만 아니라 본 연구는 Li-CIC의 삽입과정에서 고 성능 에너지 저장체에 대한 정보를 역시 제공하여 준다.

ABSTRACT

Lithium-Carbon Intercalation Compounds(Li-CICs) have been synthesized from various carbon ma-

terials by use of the modified stainless steel two-bulbs methods. These compounds had various colours by structural character of starting materials. The synthesized Li-CICs were identified to stage formation process by X-ray diffraction data. At these results, well-oriented natural graphite and graphite fiber are formed lower stages(Stage 1, Stage 2), but poor-oriented carbon fiber and petroleum cokes are also formed higher stages(Stage 3, Stage 4, Stage 5). And when we compared with measured d value and calculated d value, these values agreed with each other. But poor-oriented carbon materials are some difference from them. The stage stability and energy stage of Li-CICs were obtained by UV/VIS Spectrophotometric data. X-ray diffraction and UV/VIS Spectrophotometric data suggested that well-oriented carbon materials has distinguishable curve between energy and reflectance. In these results, we know that many charge carriers between carbon layers are related to concentration of intercalants. And then, this paper also provides information on high efficiency energy storing materials at intercalation process of Li-CICs.

1. 서 론

격자구조를 형성하는 흑연이나 여러가지 탄소물질은 알칼리 금속, 산 또는 할로젠화 염화물을 삽입물질로 하여 층간화합물을 형성한다. 이들외에 삽입물질은 무수히 많으며, 흑연에 전자를 공여하거나 또는 전자를 받는 성질에 따라 주계형 삽입물질과 반계형 삽입물질로 나뉘며[1] 이외에 특이한 형태의 분자 분산력형과 공유결합형의 삽입 물질도 존재한다고 보고되고 있다[2].

리튬-탄소 층간화합물(Li-Carbon Intercalation Compounds)은 최근 이들 화합물의 특성을 이용하여 경량 소형의 고성능 전지의 원료로서 주목이 되고 있다[3, 5]. 흑연속에 삽입되는 리튬은 주계형 층간화합물을 형성하며, 중알칼리 금속(K, Rb, Ce)들과는 전혀 다른 층간화합물을 만든다. Li는 이들 중알칼리 금속과 비교하여 증기압이 낮은 범위에서 층간화합물을 형성하지만, 이들은 부반응으로 탄화물(Li_2C_2)을 생성하는 가능성을 가지고 있다. Guerard[6]등에 의해 Li-GIC(Graphite Intercalation Compounds)를 합성하는 방법이 최초로 합성된 이래 이들 방법은 여러가지 변형된 형태로 합성되었다[7]. 그러나 얻어진 화합물들에 대한 분석결과들은 X-선 회절에 의한 구조

분석[8]이나 전기전도성에 관한 연구[9]에 그치고 있는 실정이다.

본 연구에서는 증기증착법을 이용하여 리튬-탄소층간화합물을 합성하였다. 이들에 합성된 화합물들을 X-선 회절법을 이용하여 구조분석을 하였으며, 이들 결과들을 계산값과 비교하여 각 층간화합물마다의 정확한 d값을 제시하였다. 뿐만아니라 UV/VIS 분광기를 이용하여 이들의 원래 출발물질과 리튬-탄소층간화합물들 사이에 에너지 상태의 상호관계를 분석하였다. 이들 결과들은 리튬-탄소층간화합물의 전기적 특성 및 물리적 특성에 관한 자료를 제시하여 줄 것이다.

2. 실험방법

2.1. 시료

본 실험에서 사용된 탄소시료는 천연흑연, 석유 코크스, 흑연섬유, 탄소섬유 등을 출발물질로 하여 리튬-탄소층간화합물을 합성하였다. 천연 흑연(SangJin, Korea)은 100 mesh와 200 mesh 사이의 판상 흑연을 화학적인 방법으로 1차 정제하여 사용하였다. 석유 코크스(新越化成, Japan)는 입자의 크기가 100 mesh 이하의 것으로 업체에서 열개질한 것으로 고순도의 제품을 사용하였으며, 흑연섬유는 구조가 잘 발

Table 1. The results of elemental analysis for various host carbons

Host Carbons	Contents(%)	C	H	N
Natural Graphite		98.08(±1.151)	0.6530(±0.031)	0.2001(±0.013)
Petroleum Cokes		96.77(±0.985)	0.1273(±0.073)	0.6681(±0.621)
Graphite Fiber(P100)		95.68(±1.532)	0.9369(±0.076)	4.788(±0.432)
Carbon Fiber(T300)		95.10(±1.661)	1.197(±0.088)	3.329(±0.553)

달되어 결정도가 좋은 미국 Amoco사의 메조 페이스 피치계 흑연섬유(상품명 : P-100)를 사용하였고, 탄소섬유는 일본의 Thoray사 제품(상품명 : T-300)으로 전구체를 폴리 아크릴로 니트릴(PAN)로 하여 이것을 탄화시킨 것으로 흑연결정이 성장되지 않은 섬유이다. 이들 출발 물질의 탄소함유량 분석결과는 Table 1에 나타내었다. 본 연구에서 사용된 삽입물질은 금속 리튬(Strem Chemicals, Inc., U. S. A)을 사용하였으며, 반응은 진공중에서 수행하였다. 합성된 Li-CIC의 환원을 방지하기 위하여 안정제로서 mineral oil(Yakuri Pure Chemical Co., Japan) 속에 침적시켜서 분석하였다.

2.2. 제법

금속계 Two-bulb의 반응용기를 이용하여 리튬-탄소층간화합물을 합성하였다. 반응관은 스테인레스 금속재를 사용하여 리튬과 시료를 분리하여 각각을 위치시키고 반응온도를 200℃ 이하로 하여 시료쪽에 약간의 온도구배를 가지도록 하였다. 반응종료 후 혹은 반응진행 도중에 합성진행의 양자를 확인하기 위하여 밸브를 열어서 반응시료를 확인하였다. 반응의 진행이 불충분한 경우에는 금속재 내부에 리튬-층간화합물을 이동시키고 밸브를 잠그고 계속 반응을 시켰다. 리튬쪽의 온도(T_i)를 200℃로 고정시켜서 시료쪽의 온도(T_r)와 같아질때 stage의 형성이 좋았고 반응시간에 따라 색깔변화를 수반하였다.

2.3. 분석 및 측정

사용된 모든 시료는 CHN분석기(Yanaco MT-3, Japan)를 사용하여 C, H, N의 함유량을 분석하였고, 분석의 결과는 Table 1에 나타내었다. X-선 회절 측정은 Rich. Seifert & Co(ISO-DEBYEFLEX 3000)제품을 사용하였으며, 분석결과는 Debye-Scherrer법에 의한 구조분석에 의하여 결정하였다. 이때 조사선은 Cu K α 로 하였으며, 직경 0.5mm의 모세관에 시료를 공극이 생기지 않도록 채워 넣은 후 45kV, 40mA의 전압과 전류를 사용하여 7-10시간 정도 조사하여 회절필름을 얻었으며, 이것은 필름 판독기를 통하여 해석하였다. 이들 결과를 토대로 삽입 상태와 stage수를 알 수 있었으며, X-선 회절 분석 결과는 Table 3, 4, 5, 6에 각각 나타내었다.

UV/VIS 분광기는 PU 8710 분산 반사장치를 부착시킨 PU 8700 series, UNICAM (PU8710/01, FALCAN-SCAN)사 제품을 사용하였다. 여러가지 층간화합물의 안정성에 대한 연구는 이미 보고된 바[10]가 있으나 지금까지 리튬-층간 화합물에 대하여 연구된 바는 없다. 위의 실험법에 의거하여 합성된 여러가지 층간화합물은 UV영역에서 파장의 흡수를 고려하여 석영 Cell 속에 시료를 넣어서 반사율(%R)을 측정하였으며, 측정전에 표준 BaSO $_4$ 를 가지고 Baseline를 하여 보정하여 주었다. 이때의 측정범위는 1.37-4.96eV(Wave length; 900-250nm)사이에서 실행하였다.

Table 2. The colour of various Li-carbon intercalation compounds

Carbon Materials	Colours
Natural Graphite	Gold
Graphite Fiber	Brass-yellow
Petroleum Cokes	Red-yellow
Carbon Fiber	Black

Table 3. The d(Å) value of X-ray diffraction on graphite

(a) Original graphite

d (Å)	(hkl)	Intensity
3.3576	002	V. S
2.1274	100	W
2.0310	101	S
1.7999	102	W
1.6795	004	S
1.5451	103	M
1.2314	110	M
1.1568	112	S
1.1345	105	W
1.1174	006	W
0.9936	114 106	M

* V. S : very strong, S : strong, M : middle,
W : weak

(b) Measured d(Å) value of Li-graphite intercalation compounds

d (Å)	(hkl)	Intensity
3.7140(3.7076)	ls 001	V. S
2.1599(2.1274)	G 100	M
1.8621(1.8538)	ls 002	S
1.2475(1.2359)	ls 003	M
1.2363(1.2314)	G 110	S

* () calculated d(Å) value

** ls : stage 1, G : graphite

*** V. S : very strong, S : strong, M : middle

Table 4. The d(Å) value of X-ray diffraction on petroleum cokes

(a) Original petroleum cokes

d (Å)	(hkl)	Intensity
3.3469	002	D. V. S
2.1181	100	M
1.7084	004	V. W
1.2214	110	W

* D. V. S : diffused-very strong, M : middle,
W : weak, V. W : very weak

(b) Measured d(Å) value of Li-petroleum cokes intercalation compounds

d (Å)	(hkl)	Intensity
4.7226(4.7258)	4s 003	D. W
3.8192(3.8069)	ls 001	D. S
2.8056(2.8355)	4s 005	W
2.1158(2.1181)	p. c 100	D. M
1.2799(1.2689)	ls 003	W

* () calculated d(Å) value

** ls : stage 1, 4s : stage 4, p.c : petroleum cokes

*** D. S : diffused-strong, D. M : diffused-middle, W : weak, V. W : very weak

Table 5. The d(Å) value of X-ray diffraction on graphite fiber(P100)

(a) Original graphite fiber

d (Å)	(hkl)	Intensity
3.3858	002	V. S
2.1281	100	M
1.6886	004	S
1.2300	110	S
1.1258	006	M

* V. S : very strong, S : strong, M : middle

(b) Measured $d(\text{\AA})$ value of Li-graphite fiber intercalation compounds

$d(\text{\AA})$	(hkl)	Intensity
3.5902(3.5579)	2s 002	V. S
2.6639(2.6239)	3s 004	W
2.4153(2.3719)	2s 003	M
2.1532(2.1281)	F 100	S
1.6361(1.6879)	1s 002	W
1.4365(1.4232)	2s 005	M
1.2416(1.2453)	1s 003	S

* () calculated $d(\text{\AA})$ value

** 1s : stage 1, 2s : stage 2, 3s : stage 3, F : graphite fiber

*** V. S : very strong, S : strong, M : middle, W : weak

Table 6. The $d(\text{\AA})$ value of X-ray diffraction on carbon fiber(T300)

(a) Original carbon fiber

$d(\text{\AA})$	(hkl)	Intensity
3.4932	002	D. S
2.1033	100	W

(b) Measured $d(\text{\AA})$ value of Li-carbon fiber intercalation compounds

$d(\text{\AA})$	(hkl)	Intensity
5.2556(5.2395)	3s 002	D. W
4.3424(4.4530)	5s 004	M
2.7618(2.8644)	4s 005	S
2.6650(2.6190)	3s 004	W
2.4863(2.4453)	2s 003	S
1.7567(1.7465)	3s 006	W
1.4933(1.4970)	3s 007	W
1.4340(1.4672)	2s 005	W

* () calculated $d(\text{\AA})$ value

** 3s : stage 3, 4s : stage 4, 5s : stage 5

*** D. W : diffused-weak, M : middle, W : weak

3. 결과 및 고찰

합성된 Li-CIC의 구조를 결정하는데 있어서 가장 널리 이용되는 방법 중에 하나가 X-선 회절법이다. 탄소재료들은 형성과정에서 압력이나 온도에 따라서 이들에 결정구조가 다르게 형성되고 있다. 이들 결정도에 따라 회절 결정법에 의하여 (hkl) 반사가 측정된다. 합성된 Li-CIC의 가장 손쉬운 방법은 색깔로 인한 구별 방법으로 이들은 합성과정에서 청색에서 금색광택을 가지는 핑크색이 되고, 이들 반응을 속행시키면 황색의 순수한 화합물이 형성된다. 합성된 화합물들의 색깔은 Table 2에 나타내었다. 이들 과정을 X-선 결과와 비교해 보면 황색의 화합물에서는 순수한 1 stage가 나타났다. 흑연과 같이 결정도가 좋은 경우에는 일반적으로 낮은 stage를 얻을 수 있으며, 탄소섬유나 석유코크스와 같이 결정이 발달되지 않아 결정화도가 낮은 것은 높은 stage가 형성되었음을 Table 3, 4, 5, 6에서 쉽게 알 수 있다. 낮은 stage를 얻을 수 있는 화합물에서는 뚜렷한 황색의 화합물이 형성되고, 높은 stage를 형성하는 화합물에서는 색깔의 구별이 곤란하고 이들 stage와 관련하여 UV/VIS 분광기에 의하여 얻어진 데이터의 의한 에너지 상태의 차이에 의하여 구별이 가능하다. 연구된 보고서에 의하면[11,12] 삽입물질이 탄소층간에 들어갈 때 처음부터 1 stage의 탄소층간화합물을 형성하기는 어렵고 Daumas-Herold model[13]에 의거하여 통계적으로 들어가서 낮은 stage가 형성된다고 보고된 바가 있다. 한편 D. D. L. Chung [14]에 의하면 탄소층의 가장자리에서 규칙적으로 들어가서 최종적으로 순수한 1 stage가 형성된다고 보고하고 있다. 그러나 H. P. Boehm[15]등에 의하면 이들 층간화합물이 형성될 때 위의 두가지 모델이 동시에 적용되어서 삽입조건에 따라서 순수한 stage를 얻을 수 있다고 보고 하고 있다. 리튬-탄소층간화합물은 다음과 같은 과정을 거쳐서 형성된다.

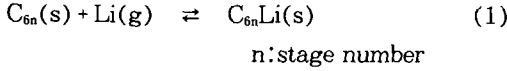


Table 3, 5에 의하면 출발물질의 구조발달이 좋은 천연흑연이나 흑연섬유에서는 1 stage와 2 stage의 화합물이 지배적으로 형성되었음을 나타내주는 회절선들이 주로 나타났다. ()안의 계산된 값과 비교해 볼때 차이점이 없는 것으로 보아 본 연구에서 정확한 값을 얻었음을 알 수 있다. 이들 Table과 비교하여 Table 4, 6에 의하면, 출발물질의 구조발달이 좋지 않은 석유 코크스나 탄소섬유의 경우는 높은 stage가 많이 나타났으며, 특징적인 주요한 회절선이 없는 것으로 보아 층간 삽입이 무질서한 배열로 진행되었음을 간접적으로 나타내주고 있다. 뿐만 아니라 이들 화합물의 경우 계산된 값과 몇몇의 회절선의 경우 많은 차이를 보이고 있다. 이러한 사실은 삽입과정에서 삽입물질인 리튬이 불안정한 형태로 존재하거나 stage 전이과정이라고 예상되어진다. 또한 형성된 층간화합물의 공기중에 노출에 의한 탄화물(C₂Li₂)의 형성도 전혀 배제하지 않을수 없다. 그러나 阿久澤昇[16]등에 의하면 리튬-탄소층간화합물은 다른 알카리 금속층간화합물에 비교하여 산소에 대한 반응성이 적고 공기중에서 안정하다고 보고 하고있다. 그러나 산소에 대한 반응성은 적지만 표면에 세밀한 보호막이 형성되기 때문에 결론지었다. 또한 이들은 0℃이하로 시료를 냉각한 경우 산소와 완전히 반응하지 않고 황색광택을 유지 한다고 보고 하였다. 리튬-탄소층간화합물의 구조는 현재까지 정확히 알려지지 않은것으로 보고되고 있다. 리튬-흑연층간화합물의 2 stage 화합물의 조성에 대하여는

C₁₂Li, C₁₈Li 및 이들에 중간의 비화학 양론적 조성 화합물로 종종 보고되고 있다[17, 18].

합성된 리튬-탄소층간화합물에서 나타난 stage들을 출발물질과 비교하여 Fig. 1에 요약 하였다. 이상적인 stage형성은 탄소층속에 리

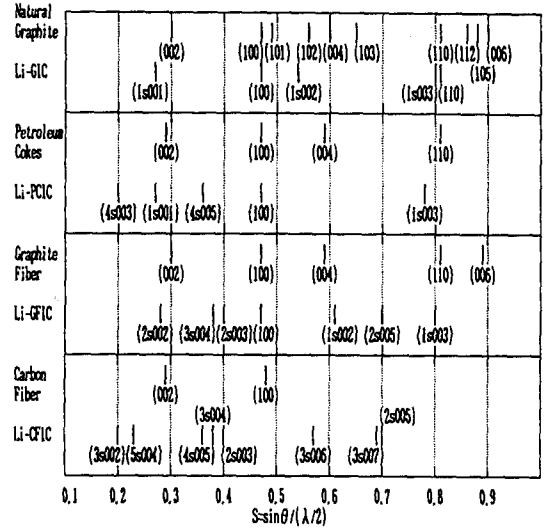


Fig. 1. Development of (hkl) interference for Lithium-carbon intercalation compounds.

*1s : stage 1, 2s : stage 2, 3s : stage 3, 4s : stage 4, 5s : stage 5

**GIC: Graphite Intercalation Compound
 PCIC: Petroleum Cokes Intercalation Compound
 GFIC: Graphite Fiber Intercalation Compound
 CFIC: Carbon Fiber Intercalation Compound

튬이 어느정도 들어있는가에 따라서 결정된다. 흑연의 경우에 c축 길이가 3.35 Å인데 리튬이 들어가면 계산값에 나타난바와 같이 3.71 Å으로 팽창하게 되며, 흑연층사이에 들어간 리튬의 양에 따라 각각의 stage가 형성된다. 형성된 각각의 stage의 (00l)회절선의 d값은 일반적으로 다음과 같이 쓸 수 있다.

$$n \text{ stage } d_{\text{cut}} = (d_{c(002)} + d_a) + (n-1)d_{c(002)} \quad (2)$$

여기서 n은 stage수를 나타내고 d_{c(002)}는 출발탄소물질의 002면의 d값을 나타내고 있으며, d_a는 삽입된 원자의 직경을 나타낸다. 계산된 값들은 (2)식에 의거하여 계산되었으며, 원자

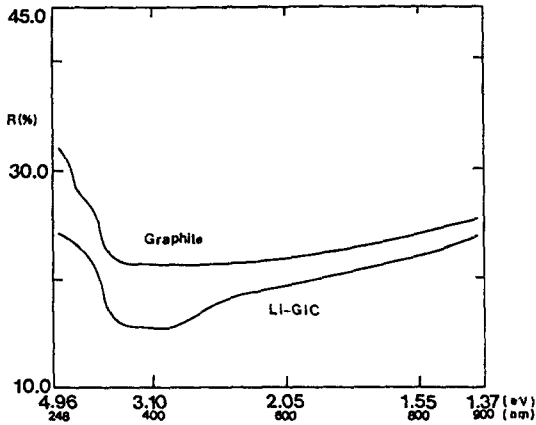


Fig. 2. UV/VIS reflectance spectrum between 4.96-1.37 eV to Li-Graphite Intercalation Compound (Li-GIC).

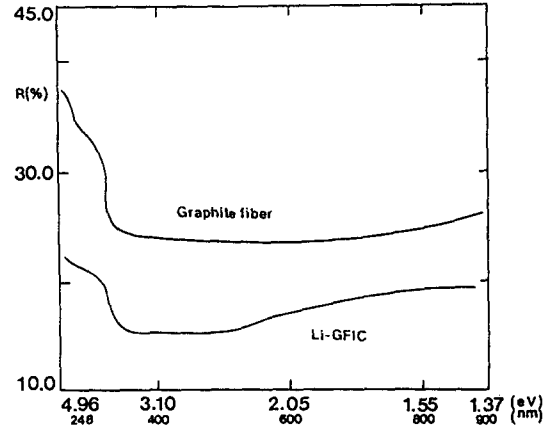


Fig. 4. UV/VIS reflectance spectrum between 4.96-1.37 eV to Li-Graphite Fiber Intercalation Compound (Li-GFIC).

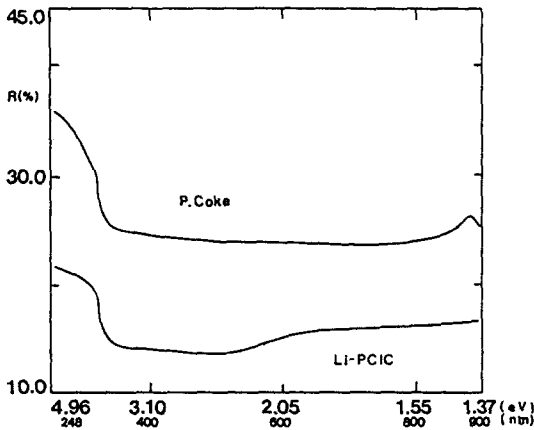


Fig. 3. UV/VIS reflectance spectrum between 4.96-1.37eV to Li-Petroleum Cokes Intercalation Compound (Li-PCIC).

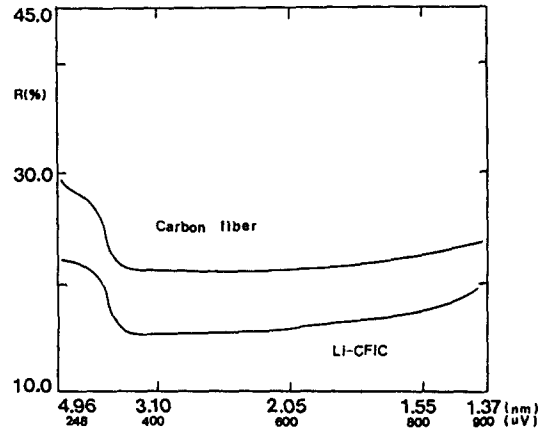


Fig. 5. UV/VIS reflectance spectrum between 4.96-1.37 eV to Li-Carbon Fiber Intercalation Compound (Li-CFIC).

약간의 차이를 보이고 있다. 따라서 연구자들의 결합특성상 측정된 d값과 계산된 d값에 따라 이값에 대한 보편성있는 결론을 내리지 못하고 있다.

리튬-탄소층간화합물의 stage 안정성과 에너

지 상태와의 관계는 UV/VIS 분광기를 사용하여 측정되었다. 이들 관계의 연구는 황산-흑연 층간화합물에서 이미 보고되었다[19]. 본 연구에서는 흑연화도의 발달된 정도에 따라 반사율의 변화량을 최소값이 형성되는 에너지 값과의

관계에 따라 안정성을 논하였다. Fig. 2, 3, 4, 5에 의하면 구조발달이 좋은 천연흑연과 흑연 섬유에 의해 형성된 층간화합물의 경우 뚜렷한 에너지 곡선의 변화량을 보이고 있으며 높은 에너지 영역인 3.10eV(400nm) 부근에서 에너지 반사율의 최소값이 형성되었다. 반면에 결정 구조발달이 좋지 못한 탄소섬유와 석유 코크스를 사용하여 합성된 층간화합물은 원래 출발물질의 곡선의 형태를 거의 유지 하고 있으며, 반사율은 현저히 낮아졌음을 나타내고 있다. 이들 결과들은 두가지 해석을 내릴 수 있다. 하나는 X-선 회절 결과에서 보였듯이 결정도가 좋지 않기때문에 삽입물질인 리튬이 층간에 적게 존재하기 때문이며, 다른 하나는 여러가지 stage의 혼재로 인한 뚜렷한 에너지 곡선을 나타낼 수 없기 때문으로 예상할 수 있다. Fig. 6에 이들 리튬-탄소층간화합물의 에너지 곡선을 종합하였다. 여기서 보여주고 있는 바와 같이 출발물질의 결정도가 좋은 탄소물질은 반사율의 최소값이 높은 에너지 쪽에서 형성되고 결정도가 나쁜 흑연일수록 낮은 에너지쪽으로 이동함을 나타내고 있다.

위의 결과는 흑연의 탄소원자와 이들사이에

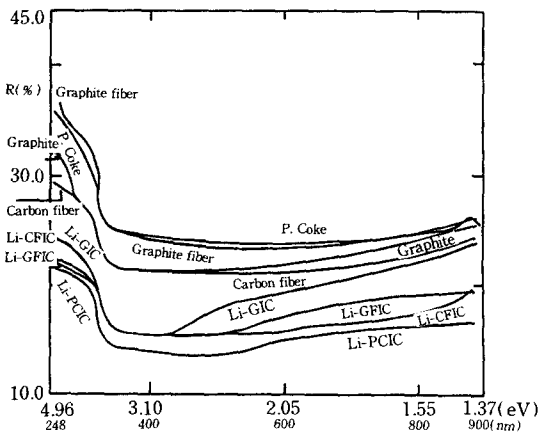


Fig. 6. UV/VIS reflectance spectrum between 4.96-1.37 eV to Li-Carbon Intercalation Compounds (Li-CICs).

삽입된 삽입물질의 전하 운반자사이에 단순한 모델에 근거하여 설명할 수 있다. 반사율의 최소값의 위치는 Plasma-frequency(W_p)에 해당하며 이는 자유 전하 운반자의 농도(N)와 관계가 있다.

$$W_p = (Ne^2/\epsilon_0 m_a)^{1/2} \quad \text{SI system} \quad (3)$$

e : 원소의 전하량

ϵ_0 : 진공속에서 유전상수(=8.854×10⁻¹² Fm⁻¹)

m_a : 탄소층사이에 존재하는 자유 전하 운반자에 대한 유효질량

위의 식은 전기장 벡터가 탄소층에 평행으로 편광된 빛일 경우에 적용된다. 탄소층에 존재하는 전하 운반자들은 기저 표면에 존재하여 빛을 향해 있기 때문에 층에 직각으로 편광된 빛에 대해서는 Plasma-frequency가 작용하지 않는다.

따라서 지금까지 언급된 X-회절법에 의한 분석 결과와 UV/VIS분광기에 의한 분석결과는 stage와 관련하여 잘 일치하고 있음을 보이고 있다. 뿐만 아니라 이들결과들은 (3)식에 의거한 층간 화합물의 stage 안정성과 에너지 상태와의 관계가 리튬 층간화합물의 농도에 비례함을 입증하여 주고 있다. 여러가지 탄소물질의 층간 삽입 성질이 이들의 구조와 관련이 있으므로 삽입-탈삽입 과정에 대하여 더욱 연구가 진행된다면 리튬-탄소층간화합물이 에너지 저장체로써 적합성을 제시할 수 있을 것으로 예견할 수 있다.

4. 결 론

여러가지 탄소물질을 사용하여 변형된 스테인레스 금속재 Two-bulbs를 사용하여 Li-CIC를 합성하여 X-선 회절법에 의하여 구조를 분석하였고 UV/VIS 분광기를 사용하여 이들의 에너지 상태에 대하여 다음과 같은 결론을 내

렸다.

- 1) 변형된 스테인레스 금속재 Two-bulbs를 사용하여 Li-CIC를 합성한 결과 출발물질의 구조적 특성에 따라 여러가지 색깔의 층간화합물이 각각 형성되었다.
- 2) 합성된 Li-CIC들은 X-선 회절법을 이용하여 출발물질의 결정화도에 따라 stage 형성과정을 확인 하였다. 이들 결과에서 출발물질의 결정화도가 좋은 천연흑연과 흑연섬유는 낮은 stage(1 stage, 2 stage)가 형성되었고, 결정화도가 나쁜 탄소섬유와 석유계 코크스는 높은 stage(3 stage, 4 stage, 5 stage)가 얻어졌다.
- 3) X-선 회절법에 의하여 얻어진 (*hkl*) 회절선의 d값을 계산된 값과 비교하였을때 거의 유사한 값들이 얻어졌으며, 이들 값들 역시 결정화도에 따라 결정화도가 나쁜 경우 다소의 차이가 있음을 보이고 있다.
- 4) 이들 Li-CIC에 대하여 UV/VIS 분광기를 사용하여 stage 안정성과 에너지 상태를 알 수 있었다. 이들 결과 역시 X-선 회절법에 의한 결과와 관련하여 결정화도가 좋은 탄소물질은 에너지와 반사율의 관계 곡선이 뚜렷하게 나타났다. 이들 결과는 탄소층과 층사이에 전하운반자와 관계가 있으며, 이들 성질이 삽입물질의 농도와 관계있음을 보여 주고 있다.

지금까지 살펴본 바와 같이 Li-CIC는 삽입물질의 농도와 전기적 성질과 상호관련이 있음을 알 수 있다. 이들 층간화합물의 삽입-탈삽입 과정을 체계적으로 연구한다면 고성능 에너지 저장제로써의 가능성을 제공하고 있다.

REFERENCES

[1] 中島 剛, Ceramics, 27 (1992) 226
 [2] 渡邊信淳, 黒鉛層間化合物, 近代編輯社, (1987) p.4
 [3] N. Imanishi, S. Ohashi, T. Ichikawa, Y,

Takeda and O. Yamamoto, R. Kanno, J. of Power Sources, 39 (1992), 185
 [4] M. Dohzono, H. Katsuki and M. Egashira, J. Electrochem. Soc., 136 (1989), 1255
 [5] Ph. Tozain, R. Yazami and J. Maire, J. of Power Sources, 14 (1985), 99
 [6] D. Guerard, A. Herold, Carbon, 13 (1975), 337
 [7] P. Pfluger, V. Geiser, S. Stolz and H. J. Guntherodt, Synth. Met., 3 (1981), 27
 [8] M. S. Dresselhaus, Intercalation in Layered Materials, (Plenum Press, 1986) p. 163
 [9] D. Billaud, E. MaRae and A. Herold, Mat. Res. Bull., 14 (1979), 857
 [10] 오원춘, 백대진, 고영신, 한국결정성장학회지, 3 (1993), 66
 [11] F. J. Salzano, S. Aronson, J. Chem. Phys., 47 (1967), 2978
 [12] R. Nishitani, Y. Uno and H. Suematsu, Phys. Rev. B. 27 (1983), 6572
 [13] N. Daumas, A. Herold, C. R. Acad. Sci. Paries, 268 (1969)
 [14] K. K. Bardhan, D. D. L. Chung, Carbon, 18 (1980), 303
 [15] K. Youngshin, H. P. Boehm, Z. Naturforsch, 39a, (1984), 768
 [16] 呵久澤 昇, 三橋 徹, 雨宮武男, 高橋洋一, 炭素, 128 (1987), 39
 [17] S. Basu, C. Zeller, P. Flanders, C. D. Fuerst, W. D. Johnson, J. E. Fischer, Mater. Sci. Eng., 38 (1979), 275
 [18] D. Billaud, E. McRae, J. F. Mareche, A. Herold, Synth. Met., 3 (1981), 21
 [19] W. C. Oh, S. J. Cho, J. H. Lee and Y. S. Ko, 21st Biennial Conf. on Carbon, Ext. Abs., (1993) p.612