

X-선 Rietveld법에 의한 $\text{Li}_x\text{Ni}_{1-x}\text{O}$ 의 결정구조 해석 (Structural Analysis of $\text{Li}_x\text{Ni}_{1-x}\text{O}$ by X-ray Rietveld Methodes)

김수권, 임희천, 김용일*; 전력연구원, 표준연구소*

1. 서론

용융탄산염 연료전지(MCFC)의 실용화를 위하여 기술적으로 해결해야 할 문제로는 대면적화, 고성능화 및 장수명화가 요구되고 있으며, 특히 양극재료인 NiO의 용해, 환원 및 매트릭스상에 침적에 의한 전극의 쇼트는 전지 구성요소중에서 해결해야 할 큰 문제이다. 일반적으로 양극재료는 Ni분말을 tape casting 및 부분소결로 제조하고 있으며, 이를 전지에 장착한후 650°C의 운전온도에서 산화 및 Li화에 의하여 $\text{Li}_x\text{Ni}_{1-x}\text{O}$ ($x=0.02-0.04$)인 상태로 운전되고 있다. 제조시 기공율은 80%정도이나 산화에 의하여 60%정도 까지 감소되며, 또한 부피팽창에 의한 기계적인 취약성이 크지게 된다¹⁾. 그외 CO₂분압의 영향 및 전해질과 전극간의 Li활동도 차이도 양극의 용해에 큰 영향을 끼치고 있다²⁾. 따라서 NiO에 적절한 량의 Li가 존재한다면 전기전도도의 증가에 따른 내부 및 반응저항의 감소, 산화에 따른 부피팽창 문제, 전해질과 전극간의 활동도 차이의 감소에 따른 용해도 감소등을 기대할 수 있다. 이러한 목적으로 $\text{Li}_x\text{Ni}_{1-x}\text{O}$ ($x=0.05, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5$)를 제조하여, 우선 Li의 치환량에 따른 결정구조 변화를 조사한 후, X-선 Rietveld법의한 격자상수 및 배위수에 대하여 해석 하였다³⁾.

2. 실험방법 및 결과

출발물질로 충분히 건조된 Li₂CO₃ 및 NiO를 $\text{Li}_x\text{Ni}_{1-x}\text{O}$ ($x=0.05, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5$)의 조성에 맞게 정량한후 아세톤 용액하에서 분쇄, 혼합, 건조후, TGA/DTA시험을 수행하였다. TGA/DTA결과에서 x의 량에 따라 740-920°C 범위에서 합성하였다. 합성된 시료중 결정성이 부족한 시료에 대하여서는 재 가열하여 결정성을 향상 시키으며, 불순물은 50%의 acetic acid에서 기포 생성이 멈출 때 까지 반응시킨후 수세, 건조하였다. 합성된 시료는 x의 량에 따른 결정구조의 변화와 X-선 Rietveld법에 의한 격자상수, 원자배위수, 격자점에서의 점유율 및 피크모양등을 조사하였다.

참고문헌

1. C.E.Baumgartner and K.P.Zarnoch, Ceramic Bulletin, 64, p.593-, 1985
2. K. Hatoh et al., Denki Kagaku, 64, p.825-, 1996
3. F. Izumi, KEK Report, National Laboratory for High Energy Physics, Tsukuba

* Oral 발표