

가공된 천연흑연의 Li 이온 이차전지 부극재료의 특성
 Characteristics of modified graphite for an anode
 of Li-ion secondary battery

김용중, 양갑승, 원호연*, 윤성호*

전남대학교 섬유공학과, *한화종합화학 중앙연구소

실험에 사용된 시료는 흑연분말에 콜타르핏치 중 THF에 용해될 수 있는 부분(TSP)을 균일하게 코팅 시킨후, 형태 유지를 위해 산화 안정화를 거친다음 Ar분위기 하 1000°C, 1300°C에서 각각 1시간 씩 열처리 하였다. 얻어진 시료는 XRD(Dmax 1200, Rigaku, Japan) 및 Raman($\lambda=514.5\text{nm}$, Ar-ion laser, Renishow Image System 1000, U.K.), SEM(Hitachi, S-4700, Japan)을 이용하여 원래의 흑연 분말로부터의 구조적인 변화를 관찰하였고, 전지로서 부극 특성을 살펴보기위해 반전지, 3극법을 사용하여, 전류밀도 $35\text{mA}/\text{cm}^2$, 1M의 LiPF_6 를 EC:DMC(2:1, vol)에서 측정하였다. 7wt.% PTFE를 바인더로 부극을 제조한 후, 전압범위는 0~2.0V에서 실시되었다. 시료를 표시하는 기호중 10/TSP/1000는 10%의 TSP를 첨가하여 흑연분말을 코팅한 후 1000°C 열처리 한 시료를 나타낸 것이다.

50/TSP/1300의 경우 열처리에 의해 25.6% 무게 증가분을 보였다. 이렇게 코팅을 실시한 후 SEM을 사용하여 선단면에서의 구조변화를 관찰해보면 코팅-안정화 이후 선단면이 코팅되어 흑연층이 가리워진 것을 관찰할 수 있었고 1000°C까지 열처리된 이후에도 그층이 존재함을 관찰할 수 있었다. 또한, XRD를 사용해 $d_{(002)}$ 피크는 26.5° 에서 나타나고 열처리 온도에 따른 변화는 거의 없으며 층간거리는 3.36\AA 정도의 값으로 계산되어 코팅에 의해 크게 변화하지 않았음을 관찰할 수 있었다. [002]면의 적층크기를 나타내는 강도가 안정화 이후에 갑자기 줄었다가 탄화후에 다시 증가하는 현상은 평균적층의 크기가 안정화 이후 줄었다가 탄화에 의해서 코팅된 부분이 다시 적층이 커짐으로 증가하는 것으로 관찰된다. Raman 스펙트럼을 사용하여 흑연분말과 TSP의 함량 및 처리온도에 의한 구조의 변화를 관찰한 결과 무정형영역을 나타내는 D-band($\sim 1355\text{cm}^{-1}$)는 열처리 온도의 증가에 따라 폭 및 강도가 감소하는 반면, 흑연의 육각망면에 기인한 G-band($\sim 1580\text{cm}^{-1}$)는 폭의 감소와 강도가 증가하는 것을 관찰할 수 있다. 이러한 현상은 TSP의 농도증가로 무정형부분이 증가하였다가 열처리온도의 증가에 따라 무정형 부분의 결정화도의 증가로 나타난다. 또한 30/TSP/1000은 방전용량 $335.4\text{mAh}/\text{g}$, 초기 충방전 효율 82%로 흑연분말의 73%에 비해 9%향상되어 실험된 시료중에서 가장 높은 충방전 효율을 보이고 반복되는 충방전에도 가장 높은 효율을 나타낸다.