

Amorphous Citrate Precursor법에 의한 코발트 산화물의 합성 (Synthesis of Cobalt Oxide by Amorphous Citrate Precursor Method)

한국자원연구소 활용연구부 김태현, 이철경, 이강인

서론 : 코발트 화합물은 전지의 전극 첨가재료, 전기분해 전극재료 및 촉매 등의 원료로 많이 사용되고 있다. 산소의 함량을 제어하여 비양론적(nonstoichiometric)화하거나 미분화 혹은 비표면적을 상시키는 방법으로 성능을 향상시키는 연구들이 진행되어 왔다. 특히 전극재료에서 입도 및 비표면적은 단위 면적당 장입량을 결정하는 중요한 인자가 된다. 본 연구에서는 sol-gel법의 하나로서 amorphous citrate precursor(ACP) 방법으로 코발트 산화물을 제조하였으며, 전구체(precursor) 제조조건과 열처리 조건이 코발트 산화물의 물성에 미치는 영향을 조사하였다.

실험방법 : 시약급 cobalt nitrate와 citric acid를 혼합하여 회전식 진공건조기에서 코발트 비정형 전구체 겔을 제조하였다. 이때 cobalt nitrate와 citric acid의 농도(0.1-1M), pH(1-3)를 변수로 하였다. 코발트 비정형 전구체 겔을 열분해하여 코발트 산화물을 제조할 수 있는데, 열분해 온도(200-950°C) 및 산소 분압(10^{-2} -1 atm)들이 코발트 산화물의 물성에 미치는 영향을 조사하였다. 비정형 전구체 겔의 열특성은 TGA 및 DTA로 알아보았으며, 열처리 후 코발트 산화물의 상 및 격자상수는 X-선 회절분석기(XRD)를 이용하여 측정하였다. 코발트 산화물의 산소함량, 입도 및 비표면적은 각각 Iodometry법, 입도 및 비표면적 분석기를 이용하여 측정하였다.

결과 및 고찰 : 변수 실험을 통하여 코발트 산화물의 물성에 미치는 중요한 인자로 열처리 온도와 산소분압을 들 수 있었다. ACP법으로 제조된 입방정계 코발트 산화물의 XRD pattern을 보면 공기분위기에서 200°C에서의 비정질, 300°C 이후에 Co_3O_4 의 결정질 그리고 950°C에서는 CoO 로 상이 나타남을 알 수 있었다. 또한, 산소분압에 따른 코발트 산화물 내 산소함량 변화를 알아본 결과 산소분압이 낮아질수록, 온도가 높아질수록 산소함량이 낮아지는 것을 알 수 있었다. 그리고 Co_3O_4 에서 CoO 으로의 변태온도는 산소분압이 낮을수록 감소하는 것을 알 수 있었다. 따라서 열처리 온도와 산소분압을 조절하여 CoO_x 의 X 값을 0.64~1.45의 범위에서 제어할 수 있었다.

Reference

1. R.Garavaglia, C.M.Mari, S.Trasatti and C.De.Asmundis. Surf. Technol., 19(1983)197
2. C.Pirovano and S. Trasatti. J. Electroanal. Chem., 180(1984)171-184
3. C.Lin, J.A.Ritter, B.N.Popov, J. Electrochem. Soc, 145, 12,(1998)