

이차전지용 탄소재의 흑연화에 관한 투과전자현미경 연구

허 윤, 이정용, 윤상영*

한국과학기술원 재료공학과

*(주) 삼성 SDI

리튬이온이차전지용 부극재로 사용되는 탄소재는 제조 및 개질법에 따라 다양한 형태, 구조 및 조직을 지니고 있다. 이러한 다양한 탄소재를 전지의 극판으로 사용하기 위해서는 흑연화된 결정성 탄소로 바뀌어야 한다. 즉, 원료 상태의 비정질 탄소를 고온 열처리함으로써, 결정화된 흑연을 제조하는 것이 필요한데, 이러한 흑연화 공정 중에 textured된 흑연이 형성된다.

따라서, 본 연구에서는 흑연화 공정 중에 형성되는 대표적인 두 가지 형태의 제한시야전자회절상(Selected Area Electron Diffraction pattern - SAED pattern)(Fig. 1, Fig. 2)을 분석하여, 그 미세구조가 어떠한지를 밝혔고, 또한 전자회절상이 형성되는 원인을 역격자 공간(reciprocal lattice space)에서 추론하여 모델화하였다.

본 실험에서 사용된 시료인 탄소재의 원료는 일본 아사히 전기(Asahi Denki Ltd. Co.)에서 제조한 비정질 이흑연화성 탄소인 코크스(cokes)를 (주) 삼성 SDI에서 1,500°C에서 저온 열처리(소성가공)한 후, 붕소계 화합물인 B₂O₃를 첨가하여, mesophase pitch(MP) 코팅 유무와 분위기에 따라 고온 열처리(2,200°C)한 분말시료이다.

본 연구에서 얻은 결과는 다음과 같다.

제한시야전자회절상(SAED patterns)으로부터 micro-domain 내의 흑연 결정자들은 $\langle 0\ 0\ 2 \rangle$ 방향으로 우선배향 분포하여 texture를 형성한다. 이는 turbostratic

disordered carbon을 열처리함으로써 흑연 결정자의 성장, 즉 흑연화가 어느 정도 진행되었음을 나타내 준다. (Fig. 1)

흑연재의 micro-domain에서 일어나는 이중 회절(double diffraction)과 이로 인한 모아레 줄무늬(Moire fringe)의 원인을 분석하였다. 이중회절의 원인은 강한 세기의 1 1 0 회절빔때문이라는 것을 구조인자(structure factor ; F)의 계산으로부터 고찰하였다. (Fig. 1)

흑연재에서 독특하게 형성되는 타원형의 전자회절상의 원인에 대하여 이론적으로 고찰하였다. 이는 고온 열처리 온도가 비교적 낮아서, d_{002} 가 일정하지 않아 회절상에서 streak이 형성되기 때문이다. (Fig. 2)

Acknowledgment

본 연구는 한국과학기술평가원(KISTEP)의 1999년 국가지정연구실(National Research Laboratory) 사업의 일환으로 수행되었습니다.

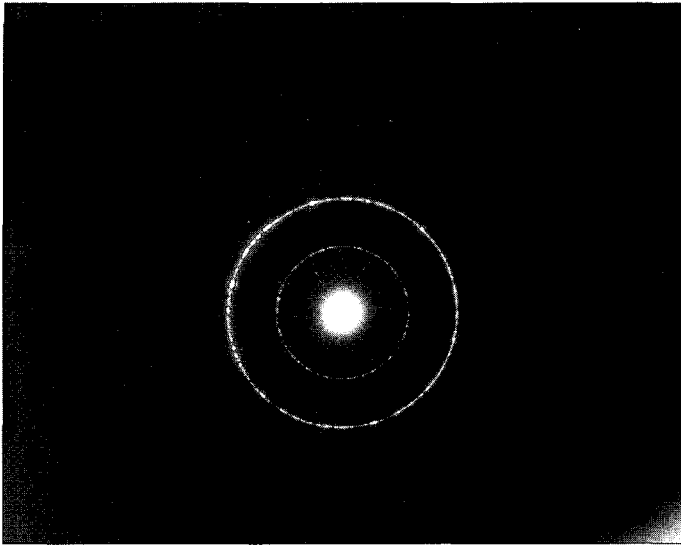


Fig. 1 Electron diffraction pattern of double diffracted graphites

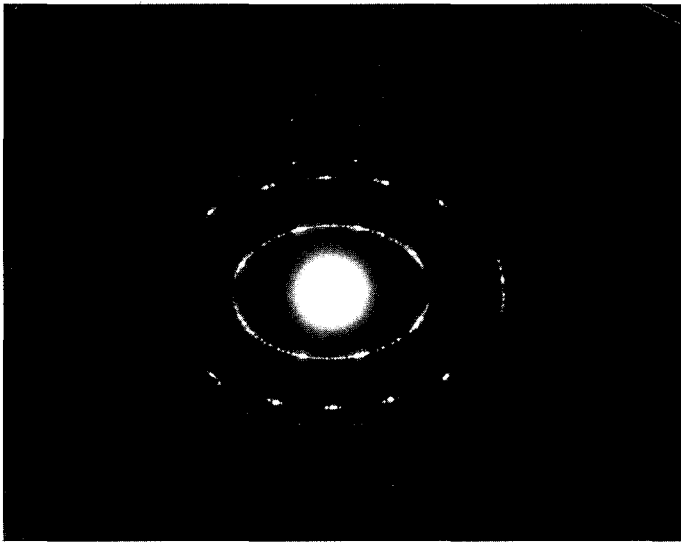


Fig. 2 SAED pattern from preferably oriented (or textured) graphites in the inclined incident beam