



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2019년01월09일
 (11) 등록번호 10-1937020
 (24) 등록일자 2019년01월03일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
 C01B 33/32 (2006.01) HO1M 10/0525 (2010.01)
 HO1M 4/131 (2010.01) HO1M 4/134 (2010.01)
 HO1M 4/36 (2006.01) HO1M 4/38 (2006.01)
 HO1M 4/485 (2010.01)
 (52) CPC특허분류
 C01B 33/32 (2013.01)
 HO1M 10/0525 (2013.01)
 (21) 출원번호 10-2017-0040173
 (22) 출원일자 2017년03월29일
 심사청구일자 2017년03월29일
 (65) 공개번호 10-2018-0110512
 (43) 공개일자 2018년10월10일
 (56) 선행기술조사문헌
 KR1020130138915 A*
 KR1020160116896 A*
 KR1020150072976 A*
 *는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
 포항공과대학교 산학협력단
 경상북도 포항시 남구 청암로 77 (지곡동)
 (72) 발명자
 강병우
 경상북도 포항시 남구 지곡로 155 8동 1703호(지곡동, 교수아파트)
 김정한
 경상남도 창원시 마산회원구 양덕2길 76 104동 1803호
 최근호
 인천광역시 남동구 백범로124번길 43 (만수동) . 만수주공아파트 212동 903호
 (74) 대리인
 특허법인아이엠

전체 청구항 수 : 총 10 항

심사관 : 양정화

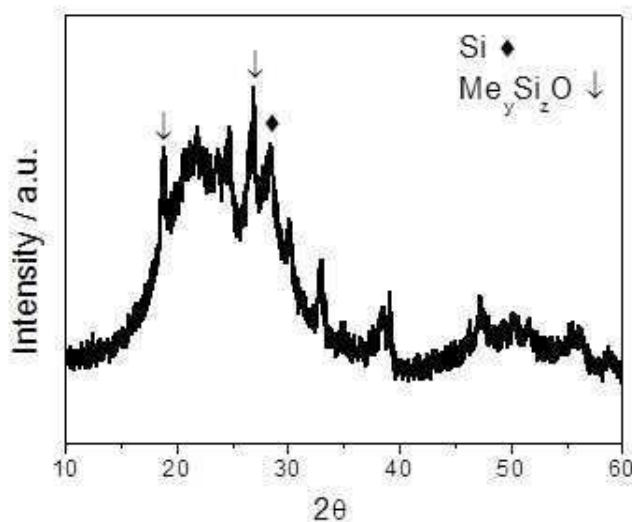
(54) 발명의 명칭 금속 화합물을 이용한 리튬 이차전지 음극재용 나노 실리콘을 포함하는 실리콘 복합물의 합성 방법, 음극 및 음극을 포함하는 리튬 이차 전지

(57) 요약

본 발명은 실리콘 복합물의 합성 방법, 음극 및 음극을 포함하는 리튬 이차 전지에 관한 것이다.

본 발명의 일 실시예는, (a) 실리콘 전구체와 금속 화합물을 포함하는 전구체 혼합물을 준비하는 단계와 (b) 상기 전구체 혼합물을 가열하여, Si, SiO_x(0<x≤2), 및 Me_ySi_zO(여기서, Me = Li 또는 Na을 포함하는 알칼리 금속, 또는 알칼리 토금속, 0<y≤2, 0<z≤2 임)를 포함하는, 실리콘 복합물의 합성 방법을 제공한다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

H01M 4/131 (2013.01)

H01M 4/134 (2013.01)

H01M 4/364 (2013.01)

H01M 4/386 (2013.01)

H01M 4/485 (2013.01)

Y02E 60/122 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 10037918

부처명 산업통상자원부

연구관리전문기관 한국산업기술평가관리원

연구사업명 소재부품기술개발사업

연구과제명 고용량 저가격 125~150Wh/US\$급 리튬이차전지 음극소재 개발

기여율 1/1

주관기관 (주)포스코켄텍

연구기간 2010.09.01 ~ 2019.03.31

명세서

청구범위

청구항 1

- (a) SiO와 금속 화합물을 포함하는 전구체 혼합물을 준비하는 단계와
- (b) 상기 전구체 혼합물을 가열하여, 결정질 Si, 비정질 SiO_x ($0 < x \leq 2$), 및 결정질 Me_ySi_zO (여기서, Me = 알칼리 금속 또는 알칼리 토금속, $0 < y \leq 2$, $0 < z \leq 2$ 임)를 포함하는 실리콘 복합물의 합성하는 단계를 포함하는, 실리콘 복합물의 합성 방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 (a) 단계는

- (a-1) 용매에 상기 SiO와 금속 화합물을 투입한 후 볼밀을 이용하여 혼합하는 혼합 공정,
- (a-2) 상기 혼합 공정을 통해 혼합된 전구체 혼합물을 가열하여 용매를 제거하는 건조 공정, 및
- (a-3) 상기 전구체 혼합물을 펠렛으로 형성하는 펠렛화 공정을 포함하는, 실리콘 복합물의 합성 방법.

청구항 3

제2항에 있어서,

상기 (a-1) 단계에서는, 상기 금속 화합물을 상기 SiO 중량의 0.03배 ~ 10배로 첨가하여 혼합하는, 실리콘 복합물의 합성 방법.

청구항 4

제2항에 있어서,

상기 (a-1) 단계에서는, 실리콘 산화물의 전자 전도도 향상을 위해 피치(Pitch), 폴리아크릴로니트릴(PAN), 폴리도파민, 사카로스(saccharose), 탄소나노섬유(CNF), 그래핀, 또는 카본 전구체를 포함하는 카본 첨가물을 더 혼합하는, 실리콘 복합물의 합성 방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 (b) 단계에서는,

비활성 분위기에서 상기 전구체 혼합물을 500°C ~ 1000°C 의 온도로 5분 ~ 5시간 동안 가열하는, 실리콘 복합물의 합성 방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 (b) 단계에서는,

비활성 분위기에서 상기 전구체 혼합물을 700℃ ~ 900℃의 온도로 5분 ~ 5시간 동안 가열하는, 실리콘 복합물의 합성 방법.

청구항 7

제6항에 있어서,

상기 비활성 분위기는, 아르곤 가스 분위기, 질소 가스 분위기 또는 이들의 혼합 가스 분위기인, 실리콘 복합물의 합성 방법.

청구항 8

삭제

청구항 9

제1항에 있어서,

상기 금속 화합물은, 수산화 리튬, 산화 리튬, 탄산 리튬, 수산화 나트륨, 탄산 나트륨 중 적어도 하나를 포함하는, 실리콘 복합물의 합성 방법.

청구항 10

제1항 내지 제7항 및 제9항 중 어느 한 항의 합성 방법으로 형성된 실리콘 복합물과, 바인더 및 전도성 분말을 포함하는 리튬 이차 전지용 음극.

청구항 11

제10항의 리튬 이차 전지용 음극을 포함하는 리튬 이차 전지.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 금속 화합물을 이용한 리튬 이차전지 음극재용 나노 실리콘을 포함하는 실리콘 복합물의 합성 방법, 음극 및 음극을 포함하는 리튬 이차 전지에 관한 것으로, 보다 상세하게는 본 발명은 리튬 이차전지의 음극재로 사용되는 나노 실리콘과 실리콘 산화물을 포함하는 실리콘 복합물을 금속 화합물을 이용하여 간단한 열처리를 통해 제조하는 실리콘 복합물의 합성 방법, 음극 및 음극을 포함하는 리튬 이차 전지에 관한 것이다.

배경 기술

[0003] 휴대 기기뿐만 아니라 전기 자동차와 같은 대용량의 에너지를 필요로 하는 제품들에 대한 요구가 증가하면서 고용량 리튬 이차 전지에 대한 관심이 늘고 있다. 음극재는 리튬 이차 전지의 용량 특성을 결정하는 주요한 인자들 중 하나이며, 기존에 사용되고 있는 탄소계열의 음극 물질의 용량적 한계를 해결하고자 하는 연구가 진행되고 있다. 그 중 실리콘(Si), 게르마늄(Ge), 주석(Sn) 등은 리튬과 합금화 반응을 통해서 높은 충방전 용량을 가지기 때문에 주목을 받아왔다.

[0004] 특히, 실리콘은 이론용량이 약 4200mAh/g으로 가장 높기 때문에 각광받는 차세대 물질이다. 하지만 많은 양의 리튬을 수용하면서 발생하는 부피변화로 전극이 파괴되거나, 부반응이 촉진되어 수명특성에 한계를 나타냈다. 이러한 실리콘의 부피팽창 문제를 해결하기 위하여 부피 변화를 억제할 수 있는 실리콘 산화물(SiO_x)을 이용하

는 기술이 고려되고 있다.

[0005] 일 예로, 비특허문헌 1에서는 1200℃의 고온에서 수시간 동안 열처리를 수행하여 부피변화를 완화할 수 있는 실리콘을 포함하는 물질을 합성하여, 1000mAh/g의 용량을 50사이클까지 유지하는 성능을 구현하고 있다.

[0006] 그런데 이와 같이 고온에서 열처리를 수행하는 공정은 그 자체로 제조비용을 증가시킬 뿐 아니라, 입자 성장이 쉽게 발생하여 분쇄과정을 포함하는 후처리 공정을 수행해야 하므로 공정이 복잡해지는 문제점이 발생한다.

선행기술문헌

비특허문헌

[0008] (비특허문헌 0001) Yoon Hwa, Cheol-Min Park, Hun-Joon Sohn, Journal of Power Sources, 222 (2013), 129-134

발명의 내용

해결하려는 과제

[0009] 본 발명의 일 과제는 리튬 이차전지용 음극재로 사용될 수 있는, 나노 실리콘을 포함하는 복합물을 저온에서 짧은 시간 동안 합성할 수 있는 방법을 제공하는 것이다.

[0010] 본 발명의 다른 과제는 기존의 실리콘 계열의 음극의 문제점인 부피팽창을 해결하여 낮은 수명 특성을 개선할 수 있는 음극과, 이 음극을 구비한 리튬 이차전지를 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0012] 본 발명의 일 실시예에 따르면, (a) 실리콘 전구체와 금속 화합물을 포함하는 전구체 혼합물을 준비하는 단계와, (b) 상기 전구체 혼합물을 가열하여, Si, SiO_x(0<x≤2), 및 Me_ySi_zO(여기서, Me = Li 또는 Na를 포함하는 알칼리 금속, 또는 알칼리 토금속, 0<y≤2, 0<z≤2 임)를 포함하는 실리콘 복합물의 합성하는 단계를 포함하는, 실리콘 복합물의 합성 방법을 제공한다.

발명의 효과

[0014] 본 발명에 의한 나노 실리콘과 실리콘 산화물을 포함하는 실리콘 복합물 합성 방법은, 원료로 금속 화합물을 이용함으로써 짧은 시간 안에 저온에서 합성을 할 수 있으므로, 공정이 단순해지고 제조비용이 절감되는 효과를 얻을 수 있다.

[0015] 또한, 본 발명의 나노 실리콘, 실리콘 산화물을 포함하는 실리콘 복합물은 리튬 전지의 작동 과정에 부피팽창을 억제하여 리튬 이차전지용 음극의 고수명 특성을 발현할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0017] 도 1은 실시예 1에 따라 합성한 실리콘 복합물의 XRD 결과이다.
 도 2는 실시예 2에 따라 합성한 실리콘 복합물의 XRD 결과이다.
 도 3은 비교예에 따라 합성한 물질의 XRD 결과이다.
 도 4는 실시예 1에 따라 제조한 실리콘 복합물과 실리콘 아산화물(시그마 알드리치)을 활물질로 사용한 음극의 충방전 특성을 평가한 결과이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0018] 이하, 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 바람직한 실시예를 기초로 본 발명을 상세히 설명하기로 한다.

[0019] 또한, 본 명세서 및 청구범위에 사용된 용어나 단어는 통상적이고 사전적인 의미로 해석되어서는 아니되며, 발명자들은 그 자신의 발명을 가장 최선의 방법으로 설명하기 위해 용어의 개념을 적절하게 정의할 수 있다는 원칙에 입각하여 본 발명의 기술적 사상에 부합하는 의미와 개념으로 해석 되어야만 한다.

- [0020] 따라서 본 명세서에 기재된 실시예와 도면에 도시된 구성은 본 발명의 바람직한 실시예에 불과할 뿐이고, 본 발명의 기술적 사상을 모두 대변하는 것은 아니므로, 본 출원시점에 있어서 이들을 대체할 수 있는 다양한 균등물과 변형예들이 있을 수 있으며 본 발명의 범위가 다음에 기술하는 실시예에 한정되는 것은 아니다.
- [0021] 진술한 바와 같이, 실리콘 산화물의 경우 나노 실리콘을 형성하기 위해서는 고온의 열처리가 필요하며, 이 경우 발생하는 입자 성장 문제를 해결하기 위한 분쇄공정이 필수적이다. 이런 이유에서 나노 실리콘을 형성하기 위한 공정의 복잡성과 고비용의 문제가 발생한다.
- [0022] 이러한 문제점을 해결하기 위해, 본 발명자들은 실리콘 전구체로 나노 실리콘과 실리콘 산화물을 포함하는 복합물을 합성함에 있어서, 공정온도를 낮추는 것에 대해 연구한 결과, 금속 화합물을 사용할 경우 실리콘 산화물 내에 나노 실리콘을 저온에서 형성시킬 수 있음을 밝혀내고 본 발명에 이르게 되었다.
- [0023] 또한, 본 발명에서는 첨가되는 금속 화합물의 비율을 조절하여 수명 및 용량에 영향을 미치는 나노 실리콘과 금속 실리콘 산화물 생성량을 조절할 수 있다.
- [0024] 본 발명에 따른 나노 실리콘을 포함하는 실리콘 복합물의 합성 방법은,
- [0025] (a) 실리콘 전구체와 금속 화합물을 포함하는 전구체 혼합물을 준비하는 단계와,
- [0026] (b) 상기 전구체 혼합물을 가열하여, Si , $SiO_x(0 < x \leq 2)$, 및 Me_ySi_zO (여기서, $Me = Li$ 또는 Na 을 포함하는 알칼리 금속, 또는 알칼리 토금속, $0 < y \leq 2$, $0 < z \leq 2$ 임)를 포함하는 실리콘 복합물의 합성하는 단계를 포함한다.
- [0027] 상기 실리콘 전구체는 복합물에 실리콘 성분을 제공하는 것으로, 가열 또는 산화를 통해 실리콘 복합물에 실리콘을 제공할 수 있는 것이면 특별히 제한 없이 사용될 수 있으며, 예를 들어, Si , SiO , SiO_2 , $Si(OC_2H_5)_4$, $Si(C_2H_5)_4$ 등이 단일물 또는 2종 이상의 혼합물 형태로 사용될 수 있다.
- [0028] 상기 금속 화합물은 저온에서 나노 실리콘의 생성을 가능하게 하는 물질로, 바람직하게는 Li 또는 Na 을 포함하는 알칼리 금속, 또는 알칼리 토금속을 포함하는 물질이 바람직하며, 예를 들어, 수산화 리튬, 산화 리튬, 탄산 리튬, 수산화 나트륨, 탄산 나트륨 중 적어도 하나를 포함하는 물질이 사용될 수 있다.
- [0029] 또한, 상기 금속 화합물과 실리콘 전구체 간의 혼합비율이 합성된 복합물의 물성에 큰 영향을 미치며, 상기 금속 화합물은 실리콘 전구체 중량의 약 0.03배 ~ 약 10배 범위 내에서 첨가할 수 있다.
- [0030] 이때, 금속 화합물의 첨가량이 실리콘 전구체 첨가량의 약 0.03배 미만일 경우 나노 실리콘 형성을 유도하기엔 부족하며, 금속 화합물의 첨가량이 실리콘 전구체 첨가량의 약 10배를 초과할 경우 금속 실리콘 산화물이 대량으로 형성되어 리튬 이온전지의 용량이 감소할 수 있다.
- [0031] 전구체 혼합물은 원료의 혼합공정, 건조공정 및 펠렛화 공정을 포함하는 전처리 공정을 통해 준비될 수 있다.
- [0032] 원료의 혼합공정은 아세톤과 같은 용매에 실리콘 전구체 전체와 금속 화합물을 투입한 후, 볼밀을 이용하여 혼합할 수 있다. 여기서, 볼밀은 약 1시간 ~ 약 24시간 시간 동안 수행할 수 있다. 만약, 볼밀 시간이 약 1시간 미만일 경우 투입된 전구체의 용해, 분쇄 또는 혼합이 충분하지 않고, 약 24시간을 초과할 경우 혼합 효과가 포화됨에 비해 공정 시간의 연장으로 경제적으로 불리할 수 있다.
- [0033] 한편, 혼합공정에서는 실리콘 산화물의 전자 전도도 향상을 위해 피치(Pitch), 폴리아크릴로니트릴(PAN), 폴리도파민, 사카로스(saccharose), 탄소나노섬유(CNF), 그래핀, 카본 전구체를 포함하는 카본 첨가물을 전구체 혼합물에 더 혼합할 수 있다. 여기서, 카본 첨가물은 실리콘 산화물의 코팅 용도로 이용될 수 있다.
- [0034] 원료의 건조공정은 혼합공정을 통해 혼합된 전구체 혼합물을 특정 온도로 가열하여 용매를 제거하는 공정이다. 건조공정에서는 핫 플레이트와 같은 장비를 이용하여 용매를 포함하는 혼합물을 $50^\circ C \sim 150^\circ C$ 의 공정 온도로 가열할 수 있다. 만약, 공정 온도가 $50^\circ C$ 미만일 경우 건조시간이 길어지며, 공정 온도가 $150^\circ C$ 를 초과할 경우 물질이 반응하여 의도하지 않은 상이 형성될 수 있다.
- [0035] 원료의 펠렛화 공정은 후속되는 합성 공정에서 전구체 간의 접촉 면적을 늘려서 합성이 용이해지도록 하기 위한 것으로, 공지의 펠렛화 장치를 사용하여 펠렛을 만들 수 있다.
- [0036] 다음, 전구체 혼합물을 가열하여 실리콘 산화물을 합성하는 단계에서는 고상 반응을 이용한 가열 조건에 따라 합성 공정을 수행할 수 있다.
- [0037] 여기서 가열 조건은 아르곤(Ar) 또는 질소(N_2)의 비활성 분위기에서 상기 전구체 혼합물을 $500^\circ C \sim 1000^\circ C$ 의 온

도로 5분 ~ 5시간 동안 가열하도록 설정될 수 있다.

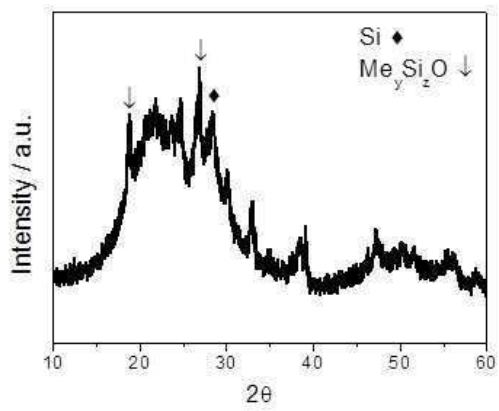
- [0038] 고상 반응의 가열 온도는 500℃ ~ 1000℃가 바람직한데, 500℃ 미만일 경우 나노 실리콘이 형성되기 어렵고, 1000℃를 초과할 경우 실리콘 결정의 급격한 성장이 발생하여 향상된 전기화학 특성을 갖는 물질을 합성하기 어려울 수 있다. 보다 바람직한 가열 온도는 700℃ ~ 900℃이다.
- [0039] 또한, 고상 반응의 가열 시간은 5분 ~ 5시간이 바람직한데, 가열 시간이 5분 미만일 경우 실리콘 결정이 형성되는데 충분하지 않으며, 5시간을 초과할 경우 실리콘 결정의 과도한 성장이 발생할 수 있다.
- [0040] 본 발명에 의한 나노 실리콘을 포함하는 실리콘 복합물 합성 방법은, 금속 화합물을 이용하여 짧은 시간 안에 저온에서 합성을 할 수 있으므로 저비용으로 대량생산 할 수 있다. 또한, 나노 실리콘을 포함하는 실리콘 복합물은 부피팽창을 억제하여 리튬 이차전지용 음극의 고수명 특성을 발현할 수 있다.
- [0042] [실시에 1]
- [0043] 본 발명의 실시예 1에서는 다음과 같은 방법으로 나노 실리콘을 포함하는 실리콘 복합물을 합성하였다.
- [0044] 먼저, 고상반응을 위한 전구체 혼합물로는, SiO(시그마 알드리치사 제품, 순도 99% 이상)와 함께, 금속 화합물로 수산화 리튬 일수화물(시크마 알드리치사 제품)를 다음과 같은 혼합비율로 준비하였다.
- [0045] SiO(90.5wt%) + 수산화 리튬 일수화물(9.5wt%)
- [0046] 상기 전구체를 에탄올 용매와 함께, 3, 5, 10mm의 지르코니아 볼을 이용하여 약 24시간 동안 혼합하였다.
- [0047] 혼합 후에는 핫 플레이트를 사용하여 상기 혼합물을 대기 중에서 100℃의 온도로 건조하였고, 건조된 혼합물을 디스크형 몰드를 사용하여 펠렛화하였다.
- [0048] 이와 같이 제조한 펠렛을 알루미늄 도가니에 넣어 아르곤 가스 분위기(분당 1.0mL 유량)하에서 800℃로 가열하였다. 이때, 가열속도는 4.0℃/분이고 가열 시간은 10분으로 하여 고상반응이 일어나도록 하였다. 가열 후에는 상온에서 자연 냉각되도록 하였다. 위와 같은 방법을 통해 합성한 분말을 XRD를 이용하여 분석하였으며, 도 1은 그 결과를 나타낸 것이다.
- [0049] 도 1에서는 확인되는 바와 같이 본 발명의 실시예 1에 따라 수득한 분말의 경우, 비정질의 실리콘 산화물(XRD 피크에서 웨이브 형태로 나타나는 부분), 결정질의 실리콘(XRD 피크에서 Si로 표시된 부분), 결정질의 리튬 실리콘 산화물(XRD 피크에서 금속산화물로 표시된 부분)을 포함하는 복합물이 형성되었음을 알 수 있다.
- [0051] [실시에 2]
- [0052] 본 발명의 실시예 2에서는 다음과 같은 방법으로 나노 실리콘을 포함하는 실리콘 산화물을 합성하였다.
- [0053] 먼저, 고상반응을 위한 전구체 혼합물로는, SiO(시그마 알드리치사 제품, 순도 99% 이상)와 함께 금속 화합물로 수산화 리튬 일수화물(시크마 알드리치사 제품)를 다음과 같은 혼합비율이 되도록 준비하였다.
- [0054] SiO(65wt%) + 수산화 리튬 일수화물(35wt%)
- [0055] 상기 전구체 혼합물을 에탄올 용매와 함께, 3, 5, 10mm의 지르코니아 볼을 이용하여 약 24시간 동안 혼합하였다.
- [0056] 혼합 후에는 핫플레이트를 사용하여 상기 혼합물을 대기중에서 100℃의 온도로 건조하였고, 건조된 혼합물을 디스크형 몰드를 사용하여 펠렛화하였다.
- [0057] 이와 같이 제조한 펠렛을 알루미늄 도가니에 넣어 아르곤 가스 분위기(분당 1.0mL 유량)하에서 800℃로 가열하였다. 이때 가열속도는 4.0℃/분이고 가열 시간은 10분으로 하여 고상반응이 일어나도록 하였다. 가열 후에는 상온에서 자연 냉각되도록 하였다.
- [0058] 위와 같은 방법을 통해 합성한 분말을 XRD를 이용하여 분석하였으며, 도 2는 그 결과를 나타낸 것이다.
- [0059] 도 2에서는 확인되는 바와 같이 본 발명의 실시예2에 따라 수득한 분말도, 비정질의 실리콘 산화물(XRD 피크에서 웨이브 형태로 나타나는 부분), 결정질의 실리콘(XRD 피크에서 Si로 표시된 부분), 결정질의 리튬 실리콘 산화물(XRD 피크에서 금속산화물로 표시된 부분)을 포함하는 복합물이 형성되었음을 알 수 있다.
- [0061] [비교예]
- [0062] 본 발명의 실시예 1 및 2와의 비교를 위하여, 다음과 같은 방법으로 금속 화합물을 포함하지 않은 실리콘 복합

물을 합성하고자 하였다.

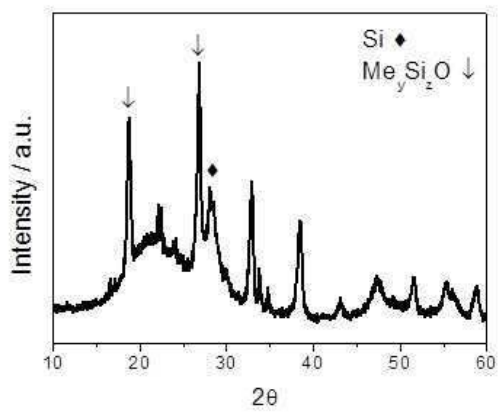
- [0063] 먼저 고상반응을 위한 전구체로는, SiO(시그마 알드리치사 제품, 순도 99% 이상)를 준비하였다.
- [0064] 상기 전구체를 에탄올 용매와 함께, 3, 5, 10mm의 지르코니아 불을 이용하여 약 24시간 동안 분산시켰다.
- [0065] 분산 후에는 핫 플레이트를 사용하여 상기 분말을 대기 중에서 100℃의 온도로 건조하였고, 건조된 혼합물을 디스크형 몰드를 사용하여 펠렛화하였다.
- [0066] 이와 같이 제조한 펠렛을 알루미늄 도가니에 넣어 아르곤 가스 분위기(분당 1.0mL 유량)하에서 800℃로 가열하였다. 이때 가열속도는 4.0℃/분이고 가열 시간은 10분으로 하여 고상반응이 일어나도록 하였다. 가열 후에는 상온에서 자연 냉각되도록 하였다.
- [0067] 위와 같은 방법을 통해 합성한 분말을 XRD를 이용하여 분석하였으며, 도 3은 그 결과를 나타낸 것이다.
- [0068] 도 3에서는 확인되는 바와 같이, 비교예에 따라 수득한 분말의 경우, 비정질의 실리콘 산화물의 XRD패턴을 나타내었다. 즉, 실시예 1 및 2와 비교할 때, 실리콘과, 금속 실리콘이 생성되지 않았다.
- [0070] [충방전 특성 평가 결과]
- [0071] 도 4는 본 발명의 실시예 1에 따라 제조한 나노 실리콘을 포함하는 실리콘 산화물과 수산화 리튬 일수화물을 첨가하지 않고 동일하게 제작한 물질(비교예)의 충, 방전 특성을 비교한 결과를 나타낸 것이다.
- [0072] 전기화학적 거동을 평가하기 위해, 본 발명의 실시예 1에 따라 제조된 물질을 사용하여 전극을 만들어 전기화학 시험을 실시하였다.
- [0073] 본 발명의 실시예 1에 따라 제조한 물질 70중량%, 탄소 분말로 상품명 Super P 20중량%를 막자 사발에 담아 15~20분 동안 혼합한다. 혼합된 파우더와 PAA 10중량%를 증류수 3ml에 넣고 6시간 동안 스테어링하여 혼합한다.
- [0074] 혼합된 액상 혼합물을 구리 호일 위에 도포하고 닥터블레이드(doctor blade)를 이용하여 슬러리 캐스팅 한다. 80℃ 오븐에서 2시간 이상 건조한 후, 120℃의 진공 오븐에서 12시간 동안 건조한다. 지름 8mm로 펀치하여 전극을 제조하였다.
- [0075] 상기의 전극과 함께, Celgard 2400을 분리막으로 사용하여 지름 13mm로 펀치하여 사용하였으며, 전해질은 1M LiPF6를 포함하는 EC/DEC(중량비 1:1)를 사용하였다. 그리고 상대 전극으로 리튬 금속을 지름 10mm로 펀치한 후 사용하여 전지를 제조하였다.
- [0076] 위의 방법으로 제조한 전지를 상온에서 Maccor series 4000을 이용하여 측정하였으며, 0.01~2.0V 범위에서 C/20 rate로 측정하였다. 이때 1400mAh/g를 기준으로 하여 C rate를 계산하였다.
- [0077] 도 4에서 확인되는 바와 같이, 본 발명의 실시예에 따른 물질의 경우, 20사이클까지 방전용량이 유지됨에 비해, 비교예의 경우 방전용량이 점차적으로 감소하는 경향을 나타내므로, 본 발명의 실시예에 따른 물질의 특성이 더 우수함을 알 수 있다.
- [0078] 이상에서 본 발명에 대한 기술 사상을 첨부 도면과 함께 서술하였지만, 이는 본 발명의 바람직한 실시예를 예시적으로 설명한 것이지 본 발명을 한정하는 것은 아니다. 또한, 이 기술 분야의 통상의 지식을 가진 자라면 누구나 본 발명의 기술 사상의 범주를 이탈하지 않는 범위 내에서 다양한 변형 및 모방이 가능함은 명백한 사실이다.

도면

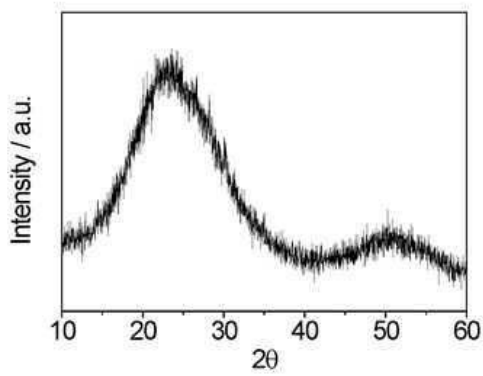
도면1



도면2



도면3



도면4

