



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2016-0077388
(43) 공개일자 2016년07월04일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

B01J 19/18 (2006.01) *H01M 4/36* (2006.01)

(21) 출원번호 10-2014-0186564

(22) 출원일자 2014년12월22일

심사청구일자 2015년11월10일

(71) 출원인

주식회사 포스코

경상북도 포항시 남구 동해안로 6261 (괴동동)

주식회사 포스코이에스엠

경상북도 구미시 산동면 첨단기업1로 87

재단법인 포항산업과학연구원

경북 포항시 남구 효자동 산-32번지

(72) 발명자

고형신

경상북도 구미시 봉곡남로 148, 현대아파트 107동 103호

김승일

경상북도 구미시 봉곡남로 148 현대아파트 108동 303호

이민형

서울특별시 동작구 사당로27길 190 롯데캐슬아파트 203동 1205호

(74) 대리인

유미특허법인, 특허법인 하나, 김태선

전체 청구항 수 : 총 8 항

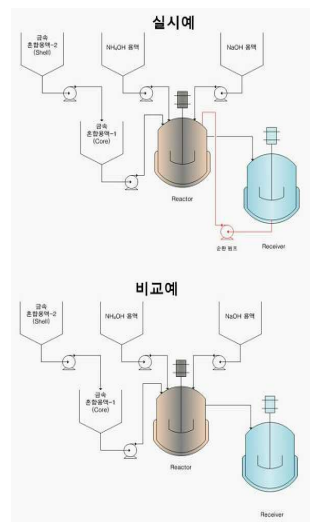
(54) 발명의 명칭 리튬 이차 전지용 전구체 제조를 위한 반응기

(57) 요약

본 발명은 리튬 이차 전지용 전구체 제조를 위한 반응기에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 농도 구배를 나타내는 리튬 이차 전지용 전구체의 효율적이고 대량 생산을 위한 새로운 구조의 반응기에 관한 것이다.

본 발명에 의한 리튬 이차 전지용 전구체 제조를 위한 반응기는 상기 회분식 반응조로부터 생성되는 생성물을 수용하는 생성물 수용조, 및 상기 생성물 수용조로부터 상기 회분식 반응조로 전이금속 용액을 재투입하기 위한 순환 경로를 포함함으로써 회분식 반응기의 용량을 필요에 따라 유연하게 조절할 수 있는 효과를 나타낸다.

대표도 - 도1



명세서

청구범위

청구항 1

회분식 반응조;

상기 회분식 반응조로부터 생성되는 생성물을 수용하는 생성물 수용조; 및

상기 생성물 수용조로부터 상기 회분식 반응조로 전이금속 용액을 재투입하기 위한 순환 경로; 를 포함하는 리튬 이차 전지용 전구체 제조를 위한 반응기.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 회분식 반응조는

금속 혼합 용액 공급조;

킬레이트 공급조; 및

염기성 용액 공급조;와 각각 연결되는 것인 리튬 이차 전지용 전구체 제조를 위한 반응기.

청구항 3

제 2 항에 있어서,

상기 금속 혼합 용액 공급조는 복수개가 병렬로 연결되는 것인 리튬 이차 전지용 전구체 제조를 위한 반응기.

청구항 4

제 2 항에 있어서,

상기 금속 혼합 용액 공급조는 복수개가 직렬로 연결되는 것인 리튬 이차 전지용 전구체 제조를 위한 반응기.

청구항 5

제 1 항에 있어서,

상기 순환 경로는 순환 펌프를 포함하는 것인 리튬 이차 전지용 전구체 제조를 위한 반응기.

청구항 6

제 1 항에 있어서,

상기 생성물 수용조의 용량은 상기 회분식 반응조의 용량보다 작거나 동일한 리튬 이차 전지용 전구체 제조를 위한 반응기.

청구항 7

제 1 항 내지 제 6 항 중 어느 한 항의 반응기를 이용하여 제조된 리튬 이차 전지용 전구체.

청구항 8

제 7 항에 있어서,

상기 리튬 이차 전지용 전구체는 전이 금속의 농도가 구배를 나타내는 것인 리튬 이차 전지용 전구체.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 리튬 이차 전지용 전구체 제조를 위한 반응기에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 농도 구배를 나타내는 리튬 이차 전지용 전구체의 효율적이고 대량 생산을 위한 새로운 구조의 TVFR(Two Vessel Flow Reaction) 반응기에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 휴대폰, 캠코더 및 노트북 PC, 나아가서는 전기 자동차의 에너지까지 적용 분야가 확대되면서 전기화학소자의 연구와 개발에 대한 노력이 점점 구체화되고 있다. 전기화학소자는 이러한 측면에서 가장 주목받고 있는 분야이고 그 중에서도 충방전이 가능한 이차전지의 개발은 관심의 초점이 되고 있다.

[0003] 현재 적용되고 있는 이차 전지 중에서 리튬 이온 전지는 소형, 경량, 대용량 전지로서 1991년에 등장한 이래, 휴대기기의 전원으로 널리 사용되었다. 리튬 이차 전지는 수계 전해액을 사용하는 Ni-MH, Ni-Cd, 황산-납 전지 등의 재래식 전지에 비해서 작동 전압이 높고 에너지 밀도가 월등히 크다는 장점으로 각광을 받고 있다. 특히 최근에는 내연기관과 리튬 이차 전지를 혼성화(hybrid)한 전기자동차용 동력원에 관한 연구가 미국, 일본 및 유럽 등에서 활발히 진행 중에 있다.

[0004] 그러나, 에너지 밀도 관점에서 전기자동차용의 대형 전지로 리튬 이온 전지 사용을 고려하고는 있지만, 아직까지는 안전성의 관점에서 니켈 수소 전지가 사용되고 있다. 전지자동차용으로 사용되기 위한 리튬 이온 전지에 있어서 최대의 당면 과제는 높은 가격과 안전성이다. 특히, 현재 상용화되어 사용되고 있는 LiCoO₂나 LiNiO₂와 같은 양극 활물질은 과충전 상태의 전지를 200 내지 270℃에서 가열하면, 급격한 구조 변화가 발생하게 되며, 그러한 구조변화로 인해 격자 내의 산소가 방출되는 반응이 진행되어 충전시의 탈 리튬에 의하여 결정 구조가 불안정하여 열적 특성이 매우 열악한 단점을 가지고 있다.

[0005] 이를 개선하기 위해 니켈의 일부를 전이금속 원소의 치환하여 발열 시작 온도를 약간 고온 측으로 이동시키거나 급격한 발열을 방지하는 등이 시도되고 있다. 니켈의 일부를 코발트로 치환한 LiNi_{1-x}Co_xO₂(x=0.1-0.3) 물질의 경우 우수한 충·방전특성과 수명특성을 보이나, 열적 안전성 문제는 해결하지 못하였다. 또한 Ni자리에 열적 안전성이 뛰어난 Mn을 일부 치환한 Li-Ni-Mn계 복합산화물 또는 Mn 및 Co로 치환한 Li-Ni-Mn-Co계 복합산화물의 조성과 그 제조에 관련된 기술도 많이 알려져 있으며, 일본특허 2000-227858호에서는 LiNiO₂나 LiMnO₂에 전이금속을 부분 치환하는 개념이 아니라 Mn과 Ni 화합물을 원자레벨에서 균일하게 분산시켜 고용체를 만드는 새로운 개념의 양극 활물질을 개시하였다.

[0006] Ni을 Mn 및 Co로 치환한 Li-Ni-Mn-Co계 복합산화물의 조성에 대한 유럽 특허 0918041이나 미국특허 6040090에 따르면, LiNi_{1-x}Co_xMn_yO₂ (0<y≤0.3)는 기존의 Ni과 Co만으로 구성된 재료에 비해 향상된 열적안정성을 가지나, 여전히 Ni 계의 열적 안전성을 해결하지 못하였다.

[0007] 이러한 단점을 해결하기 위해 전해질과 접하는 양극 활물질의 표면 조성을 변화시키기 위하여 표면코팅 방법을 적용하게 되었다. 일반적으로 코팅은 양극 활물질 대비 1 내지 2 중량 % 이하의 작은 양으로 코팅하며, 그에 따라 코팅 층은 수 나노미터 정도의 매우 얇은 박막 층을 형성하여 전해액과의 부반응을 억제하는 것으로 알려져 있거나, 코팅 후 열처리 온도가 높은 경우 분말 입자의 표면에 고용체를 형성하여 입자 내부와 다른 금속 조성을 갖는 경우가 있다. 이 경우 코팅 물질과 결합한 표면층이 수 십 나노미터 이하로 알려져 있으며, 코팅 층과 입자 벌크와의 급격한 조성차이가 있어 수백 마이크로미터의 장기 사용 시 그 효과가 줄어들게 된다. 또한, 상기

코팅 층이 표면에 고루 분포하지 않은 불완전한 코팅으로 인해 그 효과가 반감된다.

[0008] 이러한 단점을 없애기 위해 한국특허 출원번호 제10-2005-7007548호에 금속 조성의 농도 구배를 갖는 리튬 전이 금속 산화물에 대한 특허가 제안되어 있다. 이 방법은 합성시 내부 층과 외부 층의 금속 조성을 다르게 합성할 수 있으나, 생성된 양극 활물질에서 금속 조성이 연속적으로 점진적으로 변하지 않는다. 열처리 과정을 통하여 금속 조성의 점진적인 구배가 이루어질 수는 있으나, 850℃ 이상의 높은 열처리 온도에서는 금속이온들의 열 확산으로 인해 농도 구배차가 거의 생기지 않는다.

[0009] 이러한 단점을 없애기 위해 한국특허 출원번호 제10-2004-0118280호에는 코어-셸 구조를 갖는 이중층 구조를 제안하고 있다. 이 특허에서는 CSTR 반응기를 사용하여 코어에는 높은 용량 특성을 갖는 양극 조성을 외부셸에는 열적 안정성이 우수한 양극 조성물을 조합하여 고용량 특성과 열적 안정성이 우수한 재료를 보고하고 있다. 그러나, 이 특허에 의할 경우에도 내부 코어와 외부셸이 만나는 계면에서 금속 원소들의 확산되기는 하지만, 내부 코어와 외부 셸의 조성이 급격하게 다르기 때문에 고율과 수명 특성이 모두 만족시키는 우수한 양극 활물질을 얻을 수가 없었다. 또한, 연속식 반응기를 사용할 경우에는 반응이 정상상태에 도달할 때까지 초기 반응원료의 손실이 많으며, 반응기 내용물의 오버플로우가 발생하기 때문에 반응기 내용물의 체류시간 편차에 따른 생성물 품질의 불균일성이 크다는 문제점이 있다.

[0010] 한국특허 출원번호 제10-2006-0059784호에서는 내부 코어와 외부 벌크부의 접촉경계면에서 외부 벌크부와 외부 셸의 접촉 경계면까지 금속 조성이 연속적인 농도 구배로 존재하는 구조를 제안하고 있다. 이러한 구조를 갖는 양극활물질의 경우 고율 특성과 수명 특성을 모두 만족시킬 수 있으나, 대량으로 제조하기가 어렵다는 문제점이 있었다. 이 특허에서는 이러한 구조의 양극활물질의 제조를 위해 조성비를 조절하기 용이하다는 이유로 일반적으로 연속 반응기(CSTR)를 사용하여 제조되었다. 연속 반응기(CSTR)의 경우 이론상 반응기 내의 온도, 농도 및 모두 반응물의 체류 시간이 동일하다. 그러나, 실제적으로는 반응물이 유입되기 시작하는 반응 초기에는 반응기 내의 각 부분에서의 온도, 농도 등 반응 조건의 차이가 존재하며, 반응기 내의 온도, 농도 등 반응 조건이 동일한 이론적인 상태가 되기까지의 기간동안 초기 반응물로 사용되는 원료물질 및 초기 생성물들은 모두 버려지고 그에 따라 투입되는 원료 대비 생산물의 수율이 낮다는 문제점이 존재하였다. 또한, 종래 CSTR 반응기를 사용하여 양극활물질 전구체 및 양극활물질을 제조할 경우 원료 투입과 생성물 배출이 동시에 연속적으로 이루어지므로 반응기 내에서 생성되는 양극활물질 전구체 및 양극활물질들의 반응기 내에서의 체류 시간 및 반응 시간에 편차가 존재할 수 있으며, 그에 따라 생성되는 입자의 크기 및 성분 등에도 불균일이 생기는 문제점이 있었다.

[0011] 이에 따라 한국특허 출원번호 제10-2010-0003580호에서는 회분식 반응기를 사용하여 내부 코어와 외부 벌크부의 접촉경계면에서 외부 벌크부와 외부 셸의 접촉 경계면까지 금속 조성이 연속적인 농도 구배로 존재하는 전구체 입자를 제조하는 방법을 제안하고 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0012] 본 발명은 내부 코어와 외부 벌크부의 접촉경계면에서 외부 벌크부와 외부 셸의 접촉 경계면까지 금속 조성이 연속적인 농도 구배로 존재하는 전구체 입자를 효율적으로 제조할 수 있는 새로운 구조의 반응기를 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0013] 본 발명은 상기와 같은 과제를 해결하기 위하여 회분식 반응조; 상기 회분식 반응조로부터 생성되는 생성물을 수용하는 생성물 수용조; 및 상기 생성물 수용조로부터 상기 회분식 반응조로 전이금속 용액을 재투입하기 위한 순환 경로;를 포함하는 리튬 이차 전지용 전구체 제조를 위한 반응기를 제공한다.

[0014] 일 실시예에 있어서, 상기 회분식 반응조는 금속 혼합 용액 공급조; 킬레이트 공급조; 및 염기성 용액 공급조;와 각각 연결되는 것인 리튬 이차 전지용 전구체 제조를 위한 반응기를 제공한다.

[0015] 일 실시예에 있어서, 상기 금속 혼합 용액 공급조는 복수개가 병렬로 연결되는 것인 리튬 이차 전지용 전구체

제조를 위한 반응기를 제공한다.

- [0016] 일 실시예에 있어서, 상기 금속 혼합 용액 공급조는 복수개가 직렬로 연결되는 것인 리튬 이차 전지용 전구체 제조를 위한 반응기를 제공한다.
- [0017] 일 실시예에 있어서, 상기 순환 경로는 순환 펌프를 포함하는 것인 리튬 이차 전지용 전구체 제조를 위한 반응기를 제공한다.
- [0018] 일 실시예에 있어서, 상기 생성물 수용조의 용량은 상기 회분식 반응조의 용량보다 작거나 동일한 리튬 이차 전지용 전구체 제조를 위한 반응기를 제공한다.
- [0019] 또한, 상기와 같은 목적을 달성하기 위하여 본 발명의 다른 일 측면은, 상기 반응기를 이용하여 제조된 리튬 이차 전지용 전구체를 제공한다.
- [0020] 일 실시예에 있어서, 상기 리튬 이차 전지용 전구체는 전이 금속의 농도가 구배를 나타내는 것인 리튬 이차 전지용 전구체를 제공한다.

발명의 효과

- [0021] 본 발명에 의한 리튬 이차 전지용 전구체 제조를 위한 반응기는 상기 회분식 반응조로부터 생성되는 생성물을 수용하는 생성물 수용조, 및 상기 생성물 수용조로부터 상기 회분식 반응조로 전이금속 용액을 재투입하기 위한 순환 경로를 포함함으로써 회분식 반응기의 용량을 필요에 따라 유연하게 조절할 수 있는 효과를 나타낸다.
- [0022] 또한, 본 발명에 의한 리튬 이차 전지용 전구체 제조를 위한 회분식 반응기(batch reactor)는 반응기 내의 모든 반응물의 농도, 온도 및 체류시간 등의 반응 조건이 동일하기 때문에 편차없는 균일한 생성물을 경제적으로 제조할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0023] 도 1은 본 발명의 일 실시예 및 비교예에서 사용되는 반응기를 나타낸다.
- 도 2는 본 발명의 일 실시예 및 비교예에서 제조된 리튬 이차 전지용 전구체의 SEM 사진을 측정한 결과를 나타낸다.
- 도 3은 본 발명의 일 실시예 및 비교예에서 제조되는 리튬 이차 전지용 전구체의 입자 크기를 반응 시간에 따라 측정한 결과를 나타낸다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0024] 이하에서는 첨부한 도면을 참조하여 본 발명을 설명하기로 한다. 그러나 본 발명은 여러 가지 상이한 형태로 구현될 수 있으며, 따라서 여기에서 설명하는 실시예로 한정되는 것은 아니다. 그리고 도면에서 본 발명을 명확하게 설명하기 위해서 설명과 관계없는 부분은 생략하였으며, 명세서 전체를 통하여 유사한 부분에 대해서는 유사한 도면 부호를 붙였다.
- [0025] 명세서 전체에서, 어떤 부분이 다른 부분과 "연결"되어 있다고 할 때, 이는 "직접적으로 연결"되어 있는 경우뿐 아니라, 그 중간에 다른 부재를 사이에 두고 "간접적으로 연결"되어 있는 경우도 포함한다. 또한 어떤 부분이 어떤 구성요소를 "포함"한다고 할 때, 이는 특별히 반대되는 기재가 없는 한 다른 구성요소를 제외하는 것이 아니라 다른 구성요소를 더 구비할 수 있다는 것을 의미한다.
- [0026] 이하 첨부된 도면을 참고하여 본 발명의 실시예를 상세히 설명하기로 한다.
- [0027] 본 발명은 회분식 반응조; 상기 회분식 반응조로부터 생성되는 생성물을 수용하는 생성물 수용조; 및 상기 생성물 수용조로부터 상기 회분식 반응조로 전이금속 용액을 재투입하기 위한 순환 경로; 를 포함하는 리튬 이차 전지용 전구체 제조를 위한 반응기를 제공한다.

- [0028] 상기 리튬 이차 전지용 전구체 제조를 위한 반응기는 회분식 반응조 외에 생성물 수용조를 포함하여 2개의 반응조를 포함하고, 2개의 반응조 사이에서 반응물 및 생성물이 순환하기 때문에 TVFR(Two Vessel Flow Reaction)으로 명명할 수 있다.
- [0029] 본 발명에 의한 상기 회분식 반응조는 금속 혼합 용액 공급조; 킬레이트 공급조; 및 염기성 용액 공급조;와 각각 연결될 수 있다.
- [0030] 상기 회분식 반응조(batch reactor)는 반응이 일어나는 장소이며, 형태는 특별히 한정되지 않으나 도 1에서 도시한 바와 같이 깔때기형 바닥부를 가질 수 있다. 또한, 상기 회분식 반응조는 반응이 진행됨에 따라 원료 물질을 연속적으로 공급할 수 있는 원료 유입부를 가지며, 반응이 완료된 후 생성물을 생성물 수용조로 회수할 수 있다.
- [0031] 한편, 상기 회분식 반응조는 반응기 내의 모든 반응물의 농도, 온도 및 체류 시간등의 반응 조건이 동일하도록 제어할 수 있고, 따라서 편차없는 균일한 생성물을 경제적으로 제조할 수 있다.
- [0032] 본 발명에 의한 상기 금속 혼합 용액 공급조는 복수개가 병렬로 연결되거나, 복수개가 직렬로 연결되는 것이 가능하다. 즉, 상기 금속 혼합 용액 공급조는 Ni, Mn, Co 를 포함하는 원료 용액 및 이들을 혼합하여 제조되는 금속 혼합 용액을 모두 포함할 수 있으며, 작업 조건에 따라 금속 혼합 용액의 농도를 조절할 수 있다.
- [0033] 본 발명에 의한 상기 순환 경로는 순환 펌프를 포함할 수 있다. 본 발명에 의한 리튬 이차 전지용 전구체 제조를 위한 반응기는 반응물 유입에 따라 제1반응기(reactor)에서 반응물이 일정 액위가 되었을 때 제2반응기(receiver)로 overflow 되며, overflow된 반응물은 순환 펌프를 사용하여 다시 제1반응기로 feeding하여 상기 제1반응기와 상기 제2반응기 사이에 지속적인 반응이 유도되며, 상기 제1반응기와 상기 제2반응기가 정해진 액위 상태가 되었을 때 반응이 종료될 수 있다.
- [0034] 본 발명에 의한 리튬 이차 전지용 전구체 제조를 위한 반응기에 있어서, 상기 생성물 수용조의 용량은 상기 회분식 반응조의 용량보다 작거나 동일할 수 있다.
- [0035] 본 발명에 의한 리튬 이차 전지용 전구체 제조를 위한 반응기를 이용하여 리튬 이차 전지용 전구체를 제조할 수 있으며, 상기 리튬 이차 전지용 전구체는 전이 금속의 농도가 구배를 나타낼 수 있다.
- [0036] 상기 리튬 이차 전지용 전구체 제조는 공침법에 의할 수 있고 상기 공침법에 의할 때, 상기 회분식 반응기에 먼저 킬레이팅제 수용액을 일정량 투입하고, 전구체 수용액, 킬레이팅제, 염기성 수용액을 이후 반응이 진행됨에 따라 반응기 내에서의 농도를 다르게 조절하여 각각 연속적으로 반응기에 투입함으로써, 입자의 균일성과 금속 원소들이 균일하게 분포되면서도 농도구배층을 이루는 침전물을 얻을 수 있다.
- [0037] 또한, 상기 공침법은 상기 회분식 반응기 내로 금속 혼합 용액, 킬레이팅제 수용액 및 염기성 용액을 각각 동시에 연속적으로 투입하여 침전이 일어나도록 할 수 있다. 이때, 상기 킬레이팅제와 상기 금속 혼합 용액 중 금속염의 몰비는 0.1 내지 0.5인 것이 새로운 코어 생성 및 생성된 코어의 성장을 조절하기 위해 바람직하다. 상기 킬레이팅제는 투입량을 조절하여 상기 킬레이팅제와 전구체 수용액 중 금속염의 몰비가 0.1 내지 0.5 인 것이 바람직하다.
- [0038] 상기 공침법에 의하여 제조된 리튬 이차 전지용 전구체는 코어-셸 구조를 지닐 수 있으며, 상기 코어로부터 상기 셸 층으로 이르기까지 전구체를 구성하는 원소의 농도가 점진적으로 변하는 농도구배층이 형성될 수 있다.
- [0039] 또한, 리튬 이차 전지용 전구체는 코어-셸 구조를 갖는 경우 상기 농도구배층은, 코어층을 형성하는 제1전구체 수용액에 농도구배층 형성용 수용액을 점진적으로 혼합하여 제2전구체 수용액을 만들며, 상기 제2전구체 수용액 중의 니켈, 망간, 코발트 금속 이온의 농도를 점진적으로 변화시키는 동시에 이를 연속적으로 회분식 반응기에 투입함으로써, 생성되는 농도구배층이 더 안정적으로 형성되도록 할 수 있다. 한편, 상기 제2전구체 수용액은 생성되는 전구체의 고용량 특성 및 안전성 향상을 위한 농도 구배층 두께를 고려하여, 반응기 전체 부피에 10 내지 30% 까지 투입하는 것이 바람직하다.
- [0040] 한편, 상기 농도 구배층의 두께를 작게 할 경우 코어로부터 셸 층까지의 농도 변화가 급격하게 변할 수 있다. 그러나, 농도구배층을 형성하는 상기 제2전구체 수용액이 상기 제1전구체 수용액과 농도 구배층 형성용 수용액을 일정 비율로 혼합하면서 만들어짐과 동시에 연속적으로 회분식 반응기에 도입되므로 농도구배층의 두께를 얇게 하여 급격한 농도 구배를 형성하여도 생성되는 전구체의 안전성에 영향을 미치지 않을 수 있다.

[0041] 이하, 본 발명의 실시예에 관하여 상세히 설명하기로 한다.

[0042] <실시예> 반응기 설계

[0043] 도 1에서 보는 바와 같이 100L 용량의 회분식 반응조; 및 상기 반응조에 제 1 금속 혼합 용액 공급조, 제 2 금속 혼합 용액 공급조, 및 킬레이트 공급조, 염기성 용액 공급조를 연결시켰다. 상기 회분식 반응조와 동일한 100L 용량의 생성물 수용조를 연결하고, 상기 회분식 반응조와 생성물 수용조 사이에 순환 펌프를 설치하였다.

[0044] <제조예>

[0045] 상기 제 1 금속 혼합 용액 공급조, 제 2 금속 혼합 용액 공급조에 아래 표 1에서와 같은 농도의 금속 혼합 용액을 공급하고, 상기 회분식 반응조와 생성물 수용조 사이에 배치되는 순환 펌프를 동작시키면서 리튬 이차 전지용 전구체를 제조하였다.

[0046] 비교예로서 상기 회분식 반응조와 생성물 수용조 사이에 배치되는 순환 펌프를 동작시키지 않고 리튬 이차 전지용 전구체를 제조하였다.

표 1

항목	금속용액 조성, mol%					
	금속혼합용액-1			금속혼합용액-2		
	Ni	Co	Mn	Ni	Co	Mn
실시예 1	95	5	0	65	15	20
실시예 2	90	10	0	60	15	25
실시예 3	90	10	0	30	40	40
비교예 1	95	5	0	65	15	20
비교예 2	90	10	0	60	15	25
비교예 3	90	10	0	30	40	40

[0047]

[0048] <실험예 1>

[0049] 상기 제조예 및 비교예에서 제조된 리튬 이차 전지용 전구체의 SEM 사진을 측정한 결과를 도 2에 나타내었다.

[0050] 상기 제조예 및 비교예에서 제조된 리튬 이차 전지용 전구체의 반응시간 생산량, 입도 및 탭밀도를 측정한 결과를 하기 표 2에 나타내었다.

표 2

항목	반응시간	생산량, kg/batch	입도(D50), μm	Tap density, g/cc
실시예 1	26	25.6	13.7	2.22
실시예 2	26	25.5	14.1	2.20
실시예 3	26	25.5	14.0	2.18
비교예 1	26	12.7	13.8	2.20
비교예 2	26	12.6	13.9	2.21
비교예 3	26	12.7	14.1	2.19

[0051]

[0052]

<실험예 2>

[0053]

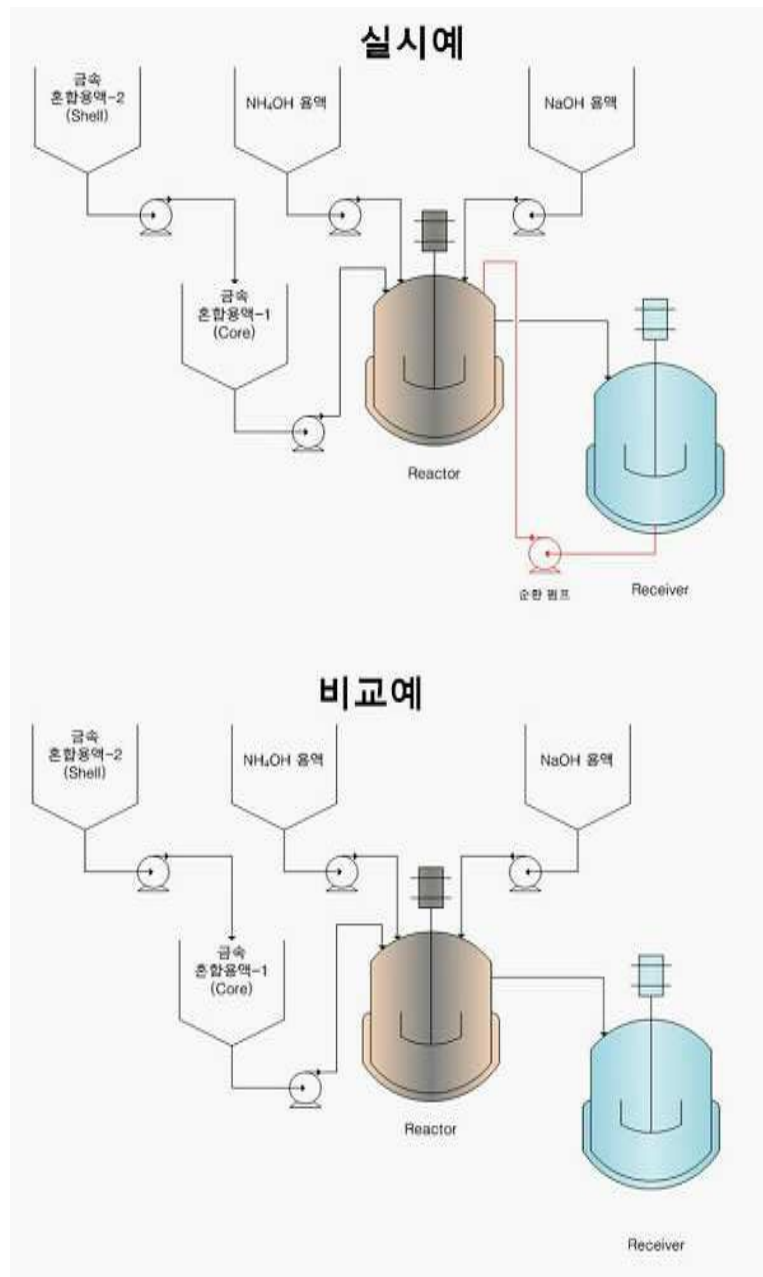
상기 제조예 및 비교예에서 제조되는 리튬 이차 전지용 전구체의 입자 크기를 반응 시간에 따라 측정하고 그 결과를 도 3에 나타내었다.

[0054]

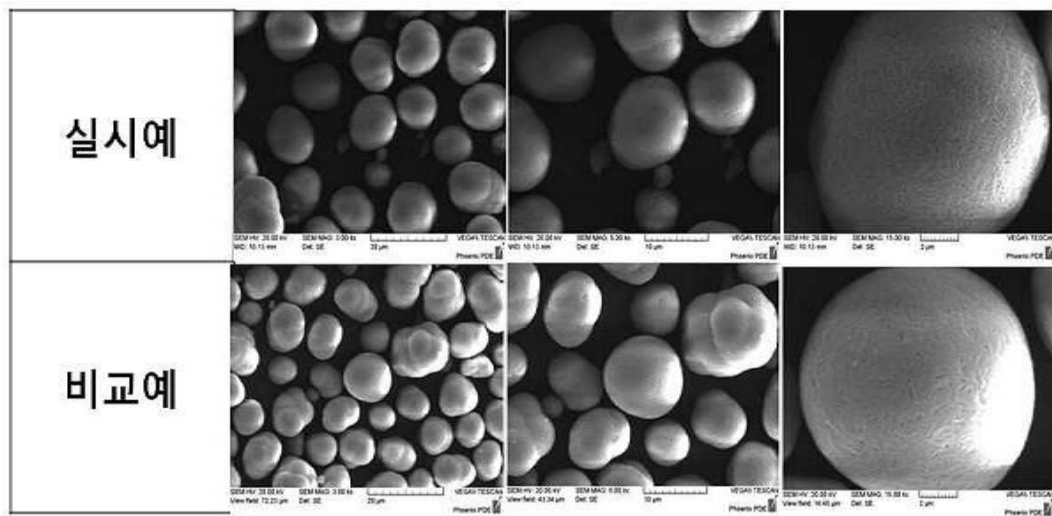
도 3에서 실시예에 의한 경우 입자 성장 속도가 비교예에 비해 상승했음을 확인할 수 있다.

도면

도면1



도면2



도면3

