

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2023-0122716

(43) 공개일자 2023년08월22일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

H01M 4/48 (2010.01) C01G 45/00 (2006.01)

H01M 10/052 (2010.01) H01M 4/02 (2006.01)

H01M 4/04 (2006.01) H01M 4/1391 (2010.01)

H01M 4/505 (2010.01) H01M 4/525 (2010.01)

(52) CPC특허분류

H01M 4/48 (2013.01)

C01G 45/006 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2022-0019271

(22) 출원일자 2022년02월15일

심사청구일자 2022년02월15일

(71) 출원인

부경대학교 산학협력단

부산광역시 남구 용소로 45, 부경대학교내 (대연동)

(72) 발명자

오필건

부산광역시 해운대구

(74) 대리인

남건필, 박중수, 정지향, 차상윤

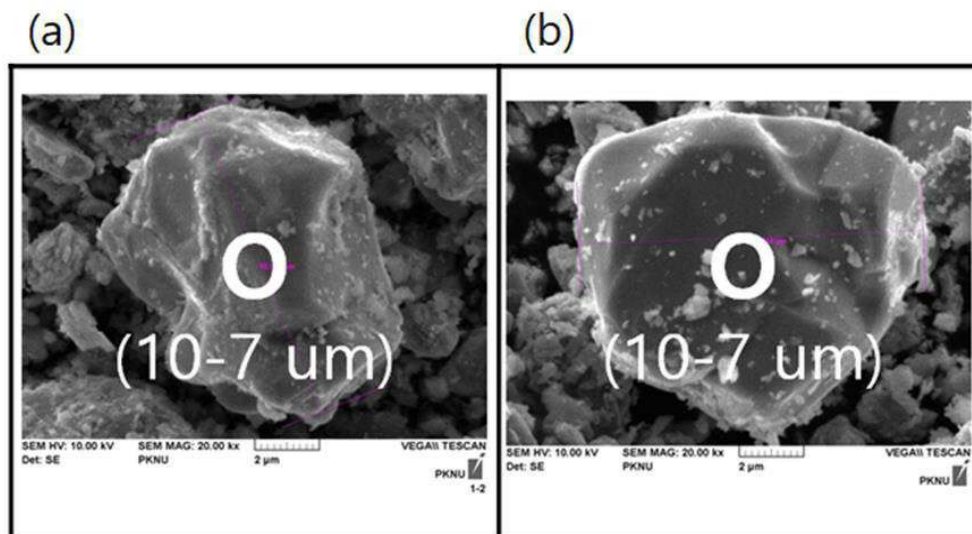
전체 청구항 수 : 총 10 항

(54) 발명의 명칭 이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물로부터 일차 입자 형태의 양극 활물질 소재 제조 방법

(57) 요약

본 발명은 이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물로부터 일차 입자 형태의 양극 활물질 소재를 제조하는 방법에 관한 것으로, 이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물, 리튬 전구체 및 니켈 전구체의 혼합물을 펠릿화하는 단계, 상기 혼합물을 930℃ 이상의 온도로 1차 열처리하는 단계, 및 800℃ 내지 850℃ 에서 2차 열처리하는 단계를 포함하고, 상기 2차 열처리 후 일차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물이 수득되는 것을 특징으로 한다.

대표도 - 도3a



(52) CPC특허분류

H01M 10/052 (2013.01)

H01M 4/0471 (2013.01)

H01M 4/1391 (2013.01)

H01M 4/505 (2013.01)

H01M 4/525 (2013.01)

C01P 2004/61 (2013.01)

H01M 2004/021 (2013.01)

H01M 2004/028 (2013.01)

Y02E 60/10 (2020.08)

명세서

청구범위

청구항 1

이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물, 리튬 전구체 및 니켈 전구체의 혼합물을 펠릿화하는 단계;
상기 혼합물을 930℃ 이상의 온도로 1차 열처리하는 단계; 및
800℃ 내지 850℃ 에서 2차 열처리하는 단계;를 포함하고,
상기 2차 열처리 후 일차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물이 수득되는 것인,
이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물로부터 일차 입자 형태의 양극 활물질 소재 제조 방법.

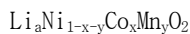
청구항 2

제1항에 있어서,
상기 이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물은 페리튬전지의 양극 활물질 소재로부터 얻어진 것을 특징으로 하는,
이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물로부터 일차 입자 형태의 양극 활물질 소재 제조 방법.

청구항 3

제1항에 있어서,
상기 이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물은 하기 화학식 1로 표시되는 것인, 이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물로부터 일차 입자 형태의 양극 활물질 소재 제조 방법.

[화학식 1]



(상기 화학식 1에서, $1.0 \leq a \leq 1.5$, $0.1 \leq x \leq 0.5$, $0.1 \leq y \leq 0.5$ 이다.)

청구항 4

제1항에 있어서,
상기 이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물은 하기 화학식 1-1로 표시되는 것인, 이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물로부터 일차 입자 형태의 양극 활물질 소재 제조 방법.

[화학식 1-1]



청구항 5

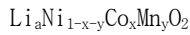
제3항 또는 제4항에 있어서,
상기 혼합물의 제조 시에, 상기 리튬 전구체 및 니켈 전구체 각각은 혼합물에 포함된 Ni : Li 의 몰비가 0.7 ~ 0.8 : 1.1 ~ 1.6 이 되도록 첨가하는 것을 특징으로 하는,
이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물로부터 일차 입자 형태의 양극 활물질 소재 제조 방법.

청구항 6

제5항에 있어서,
상기 일차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물은 하기 화학식 2로 표시되는 것인, 이차 입자 형태의 리튬 복합금속

속 산화물로부터 일차 입자 형태의 양극 활물질 소재 제조 방법.

[화학식 2]



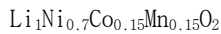
(상기 화학식 2에서, $1.0 \leq a \leq 1.5$, $0.05 \leq x \leq 0.333$, $0.05 \leq y \leq 0.333$ 이다.)

청구항 7

제5항에 있어서,

상기 일차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물은 하기 화학식 2-1로 표시되는 것인, 이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물로부터 일차 입자 형태의 양극 활물질 소재 제조 방법.

[화학식 2-1]



청구항 8

제1항에 있어서,

상기 일차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물은 직경이 $5 \mu\text{m}$ 이상인 것인,

이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물로부터 일차 입자 형태의 양극 활물질 소재 제조 방법.

청구항 9

제1항에 있어서,

상기 리튬 전구체는 LiOH , Li_2CO_3 및 LiNO_3 중에서 선택되고,

상기 니켈 전구체는 NiO , Ni(OH)_2 및 NiSO_4 중에서 선택되는 것인,

이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물로부터 일차 입자 형태의 양극 활물질 소재 제조 방법.

청구항 10

제1항에 있어서,

상기 1차 열처리하는 단계는 4 내지 15 시간 동안 수행하고,

상기 2차 열처리하는 단계는 5 내지 40 시간 동안 수행하는 것인,

이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물로부터 일차 입자 형태의 양극 활물질 소재 제조 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물로부터 일차 입자 형태의 양극 활물질 소재를 제조하는 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 현재까지 보고된 리튬 이차전지의 양극 활물질 소재인 Ni 계 소재는 이차 입자 형태이며, 이러한 이차 입자 형태로 인해 전극 형성시 가압 공정 중에 이차 입자가 깨지면서 극판 밀도를 개선하기 어려운 문제점이 있다.

[0003] 또한, 리튬 이차전지의 충방전 과정 중에 이차 입자 내부가 전해액과 반응하여 부반응을 일으키며 이로 인해 고저항층이 이차 입자 내부에 발생하는 문제점이 존재한다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0004] 본 발명의 일 목적은 이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물로부터 일차 입자 형태의 양극 활물질 소재를 제조하는 방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0005] 본 발명의 일 실시예에 따른 이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물로부터 일차 입자 형태의 양극 활물질 소재 제조 방법은, 이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물, 리튬 전구체 및 니켈 전구체의 혼합물을 펠릿화하는 단계, 상기 혼합물을 930℃ 이상의 온도로 1차 열처리하는 단계, 및 800℃ 내지 850℃ 에서 2차 열처리하는 단계를 포함할 수 있다. 본 발명에 따르면, 상기 2차 열처리 후 일차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물이 수득될 수 있다.

[0006] 일 실시예에 있어서, 상기 이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물은 페리튬전지의 양극 활물질 소재로부터 얻어진 것일 수 있다.

[0007] 일 실시예에 있어서, 상기 이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물은 하기 화학식 1로 표시될 수 있다.

[0008] [화학식 1]

[0009] $\text{Li}_a\text{Ni}_{1-x-y}\text{Co}_x\text{Mn}_y\text{O}_2$

[0010] (상기 화학식 1에서, $1.0 \leq a \leq 1.5$, $0.1 \leq x \leq 0.5$, $0.1 \leq y \leq 0.5$ 이다.)

[0011] 바람직하게는, 상기 이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물은 하기 화학식 1-1로 표시될 수 있다.

[0012] [화학식 1-1]

[0013] $\text{Li}_1\text{Ni}_{0.6}\text{Co}_{0.2}\text{Mn}_{0.2}\text{O}_2$

[0014] 일 실시예에 있어서, 상기 화학식 1 또는 화학식 1-1로 표시되는 이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물을 포함하는 혼합물의 제조 시에, 상기 리튬 전구체 및 니켈 전구체 각각은 혼합물에 포함된 Ni : Li의 몰비가 0.7 ~ 0.8 : 1.1 ~ 1.6이 되도록 첨가될 수 있다.

[0015] 한편, 본 발명에 따라 수득된 일차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물은 하기 화학식 2로 표시될 수 있다.

[0016] [화학식 2]

[0017] $\text{Li}_a\text{Ni}_{1-x-y}\text{Co}_x\text{Mn}_y\text{O}_2$

[0018] (상기 화학식 2에서, $1.0 \leq a \leq 1.5$, $0.05 \leq x \leq 0.333$, $0.05 \leq y \leq 0.333$ 이다.)

[0019] 구체적으로, 본 발명에 따라 수득된 일차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물은 하기 화학식 2-1로 표시될 수 있다.

[0020] [화학식 2-1]

[0021] $\text{Li}_1\text{Ni}_{0.7}\text{Co}_{0.15}\text{Mn}_{0.15}\text{O}_2$

[0022] 일 실시예에 있어서, 상기 일차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물은 직경이 5 μm 이상일 수 있다. 따라서, 본 발명의 리튬 복합금속 산화물은 일차 입자 형태로 인한 비표면적의 감소로 인해 표면 열화의 가능성이 감소할 수 있다.

[0023] 일 실시예에 있어서, 상기 리튬 전구체는 LiOH , Li_2CO_3 및 LiNO_3 중에서 선택되고, 상기 니켈 전구체는 NiO , Ni(OH)_2 및 NiSO_4 중에서 선택될 수 있다.

[0024] 일 실시예에 있어서, 상기 1차 열처리하는 단계는 4 내지 15 시간 동안 수행하고, 상기 2차 열처리하는 단계는 5 내지 40 시간 동안 수행할 수 있다.

발명의 효과

[0025] 본 발명에 따르면, 이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물 소재에 니켈 전구체, 리튬 전구체를 첨가한 혼합물

을 펠릿화한 후 2차래의 열처리를 통해, 5 μm 이상의 일차 입자 형태로 변화시켜 비표면적을 감소시키고 표면 열화의 가능성을 감소시킬 수 있고, 동시에 이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물 소재의 조성을 변화시켜 더 높은 니켈 함량을 가지는 양극 소재를 제조할 수 있어 양극 소재의 충방전 용량을 향상시킬 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0026] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물로부터 일차 입자 형태의 양극 활물질 소재를 제조하는 방법을 나타낸 모식도이다.
- 도 2는 본 발명의 일 실시예에 따라 이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물로부터 일차 입자 형태의 양극 활물질 소재로 변환된 모습을 나타낸다.
- 도 3a 는 본 발명의 실시예에 따라 제조된 일차 입자 형태의 양극 활물질 소재의 SEM 이미지이다.
- 도 3b 는 비교예 1에 따라 제조된 양극 활물질 소재의 SEM 이미지이다.
- 도 3c 는 비교예 2에 따라 제조된 양극 활물질 소재의 SEM 이미지이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0027] 이하, 첨부한 도면을 참조하여 본 발명의 실시예에 대해 상세히 설명한다. 본 발명은 다양한 변경을 가할 수 있고 여러 가지 형태를 가질 수 있는 바, 특정 실시예들을 도면에 예시하고 본문에 상세하게 설명하고자 한다. 그러나 이는 본 발명을 특정한 개시 형태에 대해 한정하려는 것이 아니며, 본 발명의 사상 및 기술 범위에 포함되는 모든 변경, 균등물 내지 대체물을 포함하는 것으로 이해되어야 한다. 각 도면을 설명하면서 유사한 참조부호를 유사한 구성요소에 대해 사용하였다.
- [0028] 본 출원에서 사용한 용어는 단지 특정한 실시 예를 설명하기 위해 사용된 것으로서 본 발명을 한정하려는 의도가 아니다. 단수의 표현은 문맥상 명백하게 다르게 뜻하지 않는 한, 복수의 표현을 포함한다. 본 출원에서, "포함하다" 또는 "가지다" 등의 용어는 명세서 상에 기재된 특징, 단계, 동작, 구성요소, 부분품 또는 이들을 조합한 것이 존재함을 지정하려는 것이지, 하나 또는 그 이상의 다른 특징들이나 단계, 동작, 구성요소, 부분품 또는 이들을 조합한 것들의 존재 또는 부가 가능성을 미리 배제하지 않는 것으로 이해되어야 한다.
- [0029] 다르게 정의되지 않는 한, 기술적이거나 과학적인 용어를 포함해서 여기서 사용되는 모든 용어들은 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의해 일반적으로 이해되는 것과 동일한 의미를 가지고 있다. 일반적으로 사용되는 사전에 정의되어 있는 것과 같은 용어들은 관련 기술의 문맥 상 가지는 의미와 일치하는 의미를 가지는 것으로 해석되어야 하며, 본 출원에서 명백하게 정의하지 않는 한, 이상적이거나 과도하게 형식적인 의미로 해석되지 않는다.
- [0030] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물로부터 일차 입자 형태의 양극 활물질 소재 제조 방법을 나타낸 모식도이다.
- [0031] 도 1을 참조하면, 본 발명의 일 실시예에 따른 이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물로부터 일차 입자 형태의 양극 활물질 소재 제조 방법은, 이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물, 리튬 전구체 및 니켈 전구체의 혼합물을 펠릿화하는 단계, 상기 혼합물을 930℃ 이상의 온도로 1차 열처리하는 단계, 및 800℃ 내지 850℃ 에서 2차 열처리하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0032] 상기 펠릿화하는 단계는 일차 입자 형성을 더 쉽게 하기 위한 단계로, 혼합물의 펠릿화를 통해 상기 혼합물의 밀도가 향상될 수 있다.
- [0033] 상기 1차 열처리하는 단계는 이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물을 일차 입자 형태로 형성하기 위한 단계로, 펠릿화된 상기 혼합물을 930℃ 이상의 온도로 4 내지 15 시간 동안 1차 열처리하여 리튬 복합금속 산화물의 형상을 제어할 수 있다. 바람직하게는 1차 열처리는 930℃ 이상 1000℃ 이하로 4 내지 15 시간 동안 수행할 수 있고, 가장 바람직하게는 930℃ 의 온도로 5 시간 동안 수행할 수 있다. 펠릿화된 혼합물의 1차 열처리를 930℃ 미만의 온도로 수행하는 경우 일차 입자 형상으로 제어되지 않게 된다.
- [0034] 일 실시예에 있어서, 본 발명에서 사용되는 이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물은 페리튬전지의 양극 활물질 소재로부터 얻어진 것일 수 있다. 또한, 상기 리튬 전구체는 LiOH, Li₂CO₃ 및 LiNO₃ 중에서 선택되고, 니켈 전구체는 NiO, Ni(OH)₂ 및 NiSO₄ 중에서 선택될 수 있다.

- [0035] 일 실시예에 있어서, 상기 이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물은 하기 화학식 1로 표시될 수 있다.
- [0036] [화학식 1]
- [0037] $\text{Li}_a\text{Ni}_{1-x-y}\text{Co}_x\text{Mn}_y\text{O}_2$
- [0038] 상기 화학식 1에서, $1.0 \leq a \leq 1.5$, $0.1 \leq x \leq 0.5$, $0.1 \leq y \leq 0.5$ 이다.
- [0039] 바람직하게는, 상기 이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물은 하기 화학식 1-1 로 표시되는 화합물일 수 있다. (도 2 참조)
- [0040] [화학식 1-1]
- [0041] $\text{Li}_1\text{Ni}_{0.6}\text{Co}_{0.2}\text{Mn}_{0.2}\text{O}_2$
- [0042] 일 실시예에 있어서, 상기 화학식 1 또는 화학식 1-1 로 표시되는 이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물을 포함하는 혼합물의 제조 시에, 리튬 전구체 및 니켈 전구체 각각은 혼합물에 포함된 Ni : Li 의 몰비가 0.7 ~ 0.8 : 1.1 ~ 1.6 이 되도록 첨가하는 것이 바람직하다. 이는 고온의 1차 열처리 단계를 거치면서 리튬이 일부 소실 되기 때문으로, 2차 열처리 단계 후 전이금속 1 mol 대비 리튬의 양이 1 mol 이상이 될 수 있도록 혼합물에 리튬 전구체를 과량으로 첨가할 수 있다. 또한, 니켈 전구체는 2차 열처리 단계 후 얻어지는 리튬 전이금속 산화물의 니켈 함량을 높이기 위해 첨가하며, 이로 인해 2차 열처리 단계 후 얻어진 양극 활물질 소재의 충방전 용량이 향상될 수 있다.
- [0043] 상기 2차 열처리하는 단계는 일차 입자의 구조를 안정화시키기 위한 구조 안정화 단계로, 800℃ 내지 850℃ 에서 5 내지 40 시간 동안 2차 열처리하여 도 2에 도시된 것처럼 일차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물이 수득될 수 있다. 가장 바람직하게는, 상기 2차 열처리는 800℃ 의 온도에서 20 시간 동안 수행할 수 있다. 상기 2차 열처리를 800℃ 미만으로 수행하는 경우 일차 입자의 구조가 안정화되지 않게 된다.
- [0044] 일 실시예에 있어서, 상기 일차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물은 직경이 5 μm 이상일 수 있다. 따라서, 본 발명에 따라 제조된 일차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물은 5 μm 이상의 크기와 비표면적의 감소로 인해 이차 입자형 양극 소재에 비해 표면 열화의 가능성이 감소하게 되며, 일차 입자 형태로 인해 리튬 전극 양극 활물질로 활용 시 표면에서 일어나는 열화 현상을 억제시키는 효과가 있다.
- [0045] 한편, 본 발명에 따라 수득된 일차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물은 하기 화학식 2로 표시될 수 있다.
- [0046] [화학식 2]
- [0047] $\text{Li}_a\text{Ni}_{1-x-y}\text{Co}_x\text{Mn}_y\text{O}_2$
- [0048] (상기 화학식 2에서, $1.0 \leq a \leq 1.5$, $0.05 \leq x \leq 0.333$, $0.05 \leq y \leq 0.333$ 이다.)
- [0049] 구체적으로, 본 발명에 따라 수득된 일차 입자 형태의 리튬 복합 금속 산화물은 하기 화학식 2-1 로 표시될 수 있다.
- [0050] [화학식 2-1]
- [0051] $\text{Li}_1\text{Ni}_{0.7}\text{Co}_{0.15}\text{Mn}_{0.15}\text{O}_2$
- [0052] 이처럼, 본 발명에 따라 제조된 일차 입자 형태의 리튬 복합 금속 산화물은 일차 입자 형태를 가짐과 동시에 이차 입자 형태의 리튬 복합 금속 산화물에 비해 높은 니켈 함량을 가지므로 충방전 용량이 향상되는 효과가 있다.
- [0053] 이하에서는 본 발명의 다양한 실시예들 및 실험예들에 대해 상술한다. 다만, 하기의 실시예들은 본 발명의 일부 실시예에 불과한 것으로서, 본 발명이 하기 실시예들에 한정되는 것으로 해석되어서는 아니된다.
- [0055] <양극 활물질 소재 제조>
- [0056] [실시예]
- [0057] $\text{LiNi}_{0.6}\text{Co}_{0.2}\text{Mn}_{0.2}\text{O}_2$ 조성을 가지는 이차 입자 형태의 페리튬전지의 양극 활물질 소재, LiOH, NiO 를, 총 혼합물의

Li : Ni 몰비가 1.096 : 0.7 이 되도록 혼합하여 혼합물을 제조하였다(a). 다른 예로, 혼합물의 Li : Ni 몰비가 1 : 0.7 이 되도록 하여 혼합물을 제조하였다(b). 이후, 일차 입자 형성을 더 쉽게 하기 위해, 상기 혼합물의 밀도 향상을 위한 펠릿화(Pelletizing)를 진행하였다. 펠릿화는 Evacuatable pellet dies 기기를 이용하여 40 Mpa 압력을 주어 진행하였으며, 최종 펠릿화된 혼합물의 사이즈는 직경 약 13 mm 이다.

다음으로, 혼합물의 일차 입자 및 구조 형성을 위한 열처리(소성 단계)를 진행하였다.

구체적으로, 이차 입자 형태의 혼합물을 일차 입자로 형성하기 위해, 930 °C 에서 5시간 동안 1차 열처리하였다.

다음으로, 양극 활물질 소재의 구조적 안정성 향상을 위해 800°C 온도에서 20 시간 동안 2차 열처리하였다. (도 1, 2 참조)

[비교예 1]

1차 열처리를 880 °C 의 온도로 수행한 것을 제외하고는 실시예와 동일한 방법으로 양극 활물질 소재를 제조하였다.

[비교예 2]

1차 열처리를 800 °C 의 온도로 수행한 것을 제외하고는 실시예와 동일한 방법으로 양극 활물질 소재를 제조하였다.

<양극 활물질 소재 특성>

실시예, 비교예 1, 2에 따라 제조된 양극 활물질 소재를 촬영한 SEM 이미지를 도 3a - 3c 에 도시하고, 제조된 양극 활물질 소재 특성을 요약하여 표 1에 나타냈다.

표 1

	실시예 (930 °C)		비교예 1 (880 °C)		비교예 2 (800 °C)	
혼합물 리튬양	1.096 mol	1 mol	1.096 mol	1 mol<	1.096 mol	1 mol<
제조 후 양극 소재 리튬양	1 mol ≒	1 mol<	1 mol ≒	1 mol<	1 mol ≒	1 mol<
일차 입자 형성 여부 (입자 크기)	0 (10-7 um)	0 (10-7 um)	△ (1-5 um)	△ (2-3 um)	X	X

표 1 및 도 3a 를 보면, 실시예에 따라 혼합물의 펠릿화 후 930°C 의 1차 열처리 단계를 포함하여 제조된 양극 소재의 경우, 약 5 μm 이상의 일차 입자 형태를 나타내는 것을 관찰할 수 있다. 이와 같은 일차 입자의 형성에 의해 비표면적이 감소되면 양극 소재의 표면 열화 가능성을 감소시킬 수 있다.

반면, 880°C 의 온도로 1차 열처리한 비교예 1의 경우, 표 1 및 도 3b에 나타나듯이 일차 입자 형태를 나타내긴 하나 크기가 5 μm 미만으로 작은 입자로 형성되어 비표면적이 실시예 양극 소재에 비해 큰 결과를 나타냈다. 또한, 800°C 의 온도로 1차 열처리한 비교예 2는 표 1 및 도 3c 에 관찰되듯이 일차 입자 형태의 양극 소재가 제조되지 않고 이차 입자 형태를 유지한 결과를 보였다.

한편, 본 발명의 실시예에 따라 제조된 양극 소재의 ICP 분석을 진행하여 조성을 확인하고, 표 2에 그 결과를 나타냈다.

표 2

Label	Sol'n Conc.	Units	SD	%RSD	Int. (c/s)	Calc Conc.
Al 396.152	0.024	mg/kg	0.001	4.0	484	1035 mg/kg
Co 238.892	2.07	mg/kg	0.010	0.5	10645	89405 mg/kg
Li 610.365	1.66	mg/kg	0.011	0.6	102785	71694 mg/kg
Mn 257.610	1.97	mg/kg	0.009	0.4	168735	85083 mg/kg
Ni 231.604	9.50	mg/kg	0.030	0.3	14004	409383 mg/kg

[0072]

[0073]

ICP 분석 결과를 통해 계산한 결과, 본 발명의 양극 소재는 $\text{LiNi}_{0.7}\text{Co}_{0.15}\text{Mn}_{0.15}\text{O}_2$ 조성을 갖는 것으로 분석되었으며, 이를 통해 페리튬전지의 양극 활물질 소재에 비해 니켈 함량이 증가한 결과를 확인할 수 있다.

[0074]

<양극 활물질 소재의 전기화학 성능 평가>

[0075]

정전류 및 정전압 시험법을 통해 실시예에 따라 혼합물의 펄릿화 후 930℃의 1차 열처리 단계를 포함하여 제조된 양극 소재(이하, R711-1, R711-2로 명명)와 이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물(R622-bare)의 전기화학 평가를 진행하였다. 여기서, 정전류 및 정전압 시험법은 20 시간의 전압 안정화 시간 후, 테스트를 진행하였다. 4.3 - 2.7 V의 전압 범위에서 0.1 C-rate의 속도로 전류를 일정하게 인가하는 정전류 시험법을 이용하였으며, 이와 동시에 정전압 시험법을 통해 4.3 V의 전압 달성 후 4.3 V의 일정한 전압을 인가하여 1/20 C-rate가 되도록 하는 정전압 시험법을 진행하였다. 진행 구체적인 조건은 표 3에 나타났다. 또한, 전기화학 평가 결과는 하기 표 4에 나타났다.

표 3

[0076]

Electrode ratio	Mass loading	Electrode density	Electrolyte	Formation
AM:BM:CM=90:5:5	~ 2.0 mg/cm ²	~ 5.5 g/cm ³	1.3M LiPF ₆ in EC/EMC/DEC (=3/5/2, v/v/v) + 10% FEC + 0.5% VC + 1% PS + 0.2% LiBF ₄	CC_0.1C @ 2.7-4.3V CV_0.05C @ 4.3V

표 4

[0077]

Sample	Charge capacity (mAh g ⁻¹)	Discharge capacity (mAh g ⁻¹)
R711-1	204.58	180.36
R711-2	207.28	182.35
R622-bare	181.19	171.89

[0078]

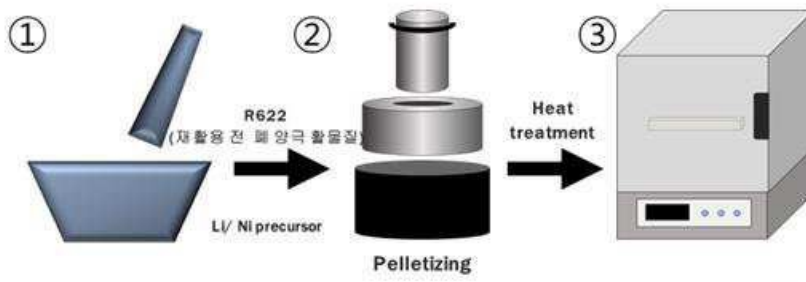
표 4를 보면, 본 발명에 따라 제조된 양극 소재(R711-1, R711-2)의 용량이 이차 입자 형태의 리튬 복합금속 산화물(R622-bare)에 비해 향상된 것을 확인할 수 있었다.

[0079]

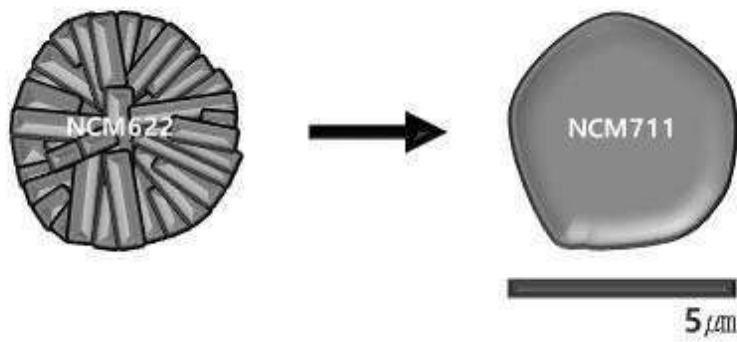
상기에서는 본 발명의 바람직한 실시예를 참조하여 설명하였지만, 해당 기술 분야의 숙련된 당업자는 하기의 특허 청구 범위에 기재된 본 발명의 사상 및 영역으로부터 벗어나지 않는 범위 내에서 본 발명을 다양하게 수정 및 변경시킬 수 있음을 이해할 수 있을 것이다.

도면

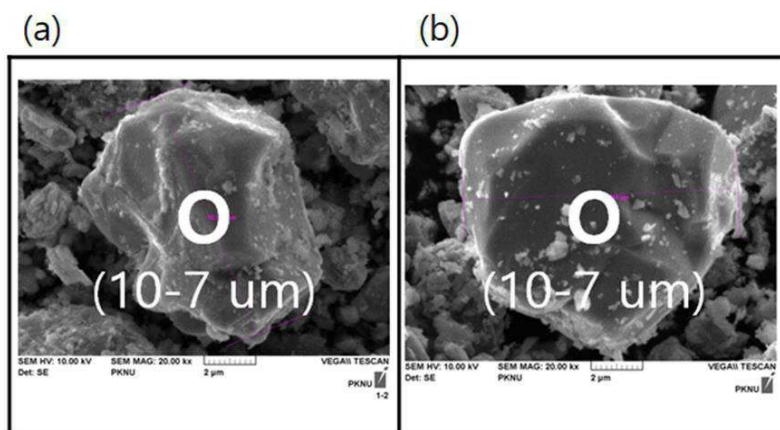
도면1



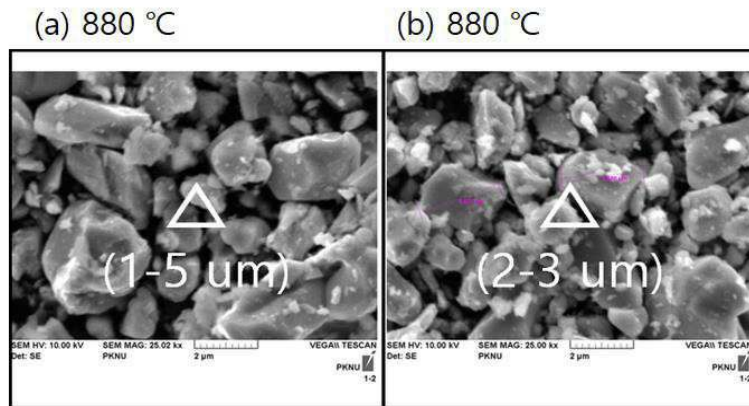
도면2



도면3a



도면3b



도면3c

