

	(19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 10-2013-0029667 (43) 공개일자 2013년03월25일
(51) 국제특허분류(Int. Cl.) C01B 25/45 (2006.01) H01M 4/58 (2010.01) H01B 1/06 (2006.01) H01M 10/0525 (2010.01)		(71) 출원인 고려대학교 산학협력단 서울 성북구 안암동5가 1
(21) 출원번호 10-2011-0093079		(72) 발명자 장호 서울특별시 도봉구 노해로70길 54, 1906동 1007호 (창동, 주공아파트)
(22) 출원일자 2011년09월15일 심사청구일자 2011년09월15일		박성빈 서울특별시 마포구 효창목2길 13-4 (공덕동) (뒷면에 계속)
		(74) 대리인 특허법인충현

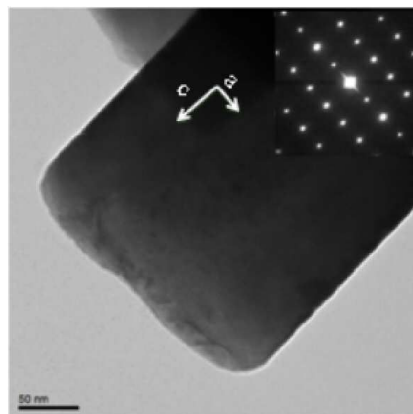
전체 청구항 수 : 총 7 항

(54) 발명의 명칭 에틸렌 글리콜을 이용한 리튬 아이언 포스페이트의 형상 조절방법 및 그 제조방법

(57) 요약

본 발명은 리튬 아이언 포스페이트의 제조방법에 관한 것으로서, 리튬 아세테이트(lithium acetate dihydrate, CH_3COOLi), 아이언 설페이트(iron sulfate pentahydrate, $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), 암모늄 다이하이드로젠 포스페이트(ammonium dihydrogen phosphate, $(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$)를 출발 물질로 사용하고, 에틸렌 글리콜을 첨가하여 리튬이온전지용 양극용 활물질로 사용될 수 있는 리튬 아이언 포스페이트(LiFePO_4)를 수열합성하는 것을 특징으로 하며, 수열합성 공정에서 LiFePO_4 의 형상을 리튬 탈리가 용이하도록 조절하는 것을 특징으로 하고, 본 발명에 따른 리튬 아이언 포스페이트의 제조방법은 수열합성을 통하여 비교적 낮은 온도에서 합성이 이루어지므로 에너지 소모량이 작아 공정의 효율이 우수하고, 또한 에틸렌 글리콜을 첨가하여 리튬 탈리 방향으로 입자의 크기를 감소되어 리튬 확산 거리가 감소될 수 있도록 입자 형상을 조절할 수 있으므로 종래 리튬 아이언 포스페이트가 갖고 있는 낮은 전기전도도 및 리튬 확산도를 개선시켜서 효율이 우수한 리튬이차전지의 제작이 가능하다.

대표도 - 도2b



(72) 발명자

황진태

서울특별시 양천구 목동로17길 3, 가동 302호 (신정동, 미림칸타빌)

류경민

대구광역시 수성구 상록로 69, 103동 402호 (범어동, 래미안수성)

특허청구의 범위

청구항 1

- (a) 리튬 아세테이트, 아이언 설페이트 및 암모늄 다이하이드로젠 포스페이트를 증류수에 1-3 : 1 : 1의 몰비로 용해시켜 혼합 수용액을 수득하는 단계; 및
- (b) 상기 혼합 수용액을 150-200 °C에서 10-14 시간 동안 수열 합성하는 단계;를 포함하는 리튬 아이언 포스페이트의 제조방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 (b) 단계는 3-6 bar의 압력에서 수행하는 것을 특징으로 하는 리튬 아이언 포스페이트의 제조방법.

청구항 3

제 1 항에 있어서,

상기 (b) 단계 이전에 상기 혼합 수용액에 에틸렌 글리콜을 첨가하여 혼합하여 최종 생성되는 리튬 아이언 포스페이트의 형상을 조절하는 단계;를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 리튬 아이언 포스페이트의 제조방법.

청구항 4

제 3 항에 있어서,

상기 혼합 수용액 부피비 기준 1-2 배의 에틸렌 글리콜을 첨가하고 혼합하는 것을 특징으로 하는 리튬 아이언 포스페이트의 제조방법.

청구항 5

제 3 항에 있어서,

상기 리튬 아이언 포스페이트의 형상을 판상의 나노로드 형태로 조절하고, 상기 판상 나노로드의 두께를 0.1-0.5 μm 로 조절하는 것을 특징으로 하는 리튬 아이언 포스페이트의 제조방법.

청구항 6

제 1 항 내지 제 5 항 중 어느 한 항에 따른 제조방법에 의해서 제조된 리튬 아이언 포스페이트.

청구항 7

제 6 항에 따른 리튬 아이언 포스페이트를 포함하는 양극; 음극; 분리막; 및 전해액;을 포함하는 전기화학소자.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 리튬 아이언 포스페이트의 제조방법에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 리튬 이온의 삽입 탈리가 보다 용이하도록 리튬 아이언 포스페이트 입자 형상을 조절하여 리튬 확산도를 향상시킨 리튬 아이언 포스페이트의 제조방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 리튬 이온 2차 전지용 양극활물질 LiFePO_4 는 현재 상용화되어 있는 LiCoO_2 에 비하여 가격이 저렴하고 환경 친화적이며, 우수한 화학적 안정성과 가역성에 기인한 안전한 전지구동 능력으로 새로운 양극 재료로서 각광받고 있다. Li 금속을 전극으로 사용했을 때 3.4 V의 방전 전압을 가지며 방전용량이 170 mAh/g으로 LiCoO_2 의 방전용량 155 mAh/g보다 더 크고 결정 구조적으로 안정하여 수명특성이 우수한 재료이다.

- [0003] 하지만, LiFePO_4 는 일반적으로 건식 기계화학적 밀링 방법을 이용하여 합성하고 열처리함으로써 제조되는데, 이러한 방법으로 제조되는 LiFePO_4 는 그 자체로서 전기전도도가 매우 낮은 문제점이 있었다. 또한, LiFePO_4 는 매우 낮은 전기전도도($\sim 10^{-9}$ S/cm)를 가지고 있고, LiFePO_4 와 FePO_4 의 리튬 확산계수가 각각 1.8×10^{-14} , 2.2×10^{-16} cm^2/s 로 낮기 때문에 열악한 전기화학적 특성을 보이는 문제점이 있었다.
- [0004] 이러한 낮은 리튬확산계수 및 전기전도도 문제를 해결하기 위하여는 입자크기를 줄여 Li 이온이 확산할 수 있는 면적을 크게 하고 전기화학적으로 고립할 수 있는 LiFePO_4 와 FePO_4 의 양을 감소시킴으로써 해결할 수 있을 것이며, 또한, 전기전도도가 높은 물질을 첨가함으로써 전기전도도를 향상시킬 수 있다.
- [0005] LiFePO_4 의 합성시 흑연 첨가제를 첨가하여 열처리하여 LiFePO_4 표면에 흑연코팅을 유도하는 방법이 있었으며, 전이금속 치환을 통하여 전기전도도를 향상시키는 연구가 있었다. 또한, 합성시 설탕을 탄소원으로 첨가하여 탄소가 코팅된 LiFePO_4 를 제조거나, 출발물질을 카본 젤과 혼합하여 입자크기를 나노 사이즈로 줄이고 탄소와 치밀한 접촉을 유지한 LiFePO_4/C 복합체를 제조하는 연구가 있었다.
- [0006] 다만, 상기의 방법에 의한 복합체에 의해서 종래의 문제점인 낮은 전기전도도를 향상시킬 수 있으나, 합성시 별도의 공정과 추가적인 열처리 공정 등을 요구하여 LiFePO_4 의 제조비용이 크게 증가한다는 단점이 있었다.
- [0007] 이와 같이, 리튬 이온 이차전지용 양극 활물질로 사용되는 LiFePO_4 는 높은 이론 용량 및 구조적 안정성을 가진 물질이고, 코발트(Co)와 같은 높은 가격과 환경적 유해성을 가지는 금속을 사용하지 않아서 가격이 저렴하고 친환경적인 리튬이온전지를 제작하는 데에 유리한 장점이 있으나, 매우 낮은 전기전도도 및 리튬 확산도로 인하여 출력 특성이 낮은 문제점을 가지고 있다.
- [0008] 따라서, 일반적으로 1차원적인 리튬 탈리 방향([010] 방향)을 가지는 LiFePO_4 에 대하여 상기의 문제점을 해결하기 위하여, 리튬 탈리 방향으로의 입자 크기를 감소시켜 리튬 탈리 거리를 최소화하려는 연구가 진행 중이며, 또한 수열합성은 밀폐된 환경 내에서 합성되므로 첨가물질에 따라 합성물의 성질을 조절하기 용이하며, 비교적 낮은 온도에서 합성이 이루어지므로 에너지 소모량이 적다는 장점이 있다. 이러한 수열합성의 장점을 이용하여 효과적으로 리튬 탈리 거리가 감소된 형상의 LiFePO_4 를 합성하여 상기의 문제점들을 해결할 수 있을 것이다.
- [0009] 종래 리튬 아이언 포스페이트를 제조하는 기술로서, 한국공개특허 제2007-0108664호에는 Fe^{2+} 전구체 화합물의 수용액에 리튬과 인의 전구체 화합물을 혼합하여 혼합물의 수용액 또는 현탁액을 준비한 후, 상기 혼합물의 수용액 또는 현탁액을 가열, 세척하여 고체 물질을 수득하고, 이를 비활성과 환원 분위기 하에 열처리하여 제조하는 방법이 기재되어 있으며, 한국공개특허 제2011-0005809호에는 Li염, Fe염 및 인산원을 이용하여 수열반응을 실시하여 LiFePO_4 를 합성하는 공정을 가지고, Li염 중의 Li원소 및 Fe염 중의 Fe원소를 수열반응에 필요한 이론량 보다 과잉으로 반응계에 첨가시켜, 합성된 LiFePO_4 의 평균 1차 입경이 30 nm 이상 또한 100 nm 이하의 범위를 나타내는 리튬이온 전지용 정극 활물질을 제조하는 방법이 기재되어 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0010] 따라서, 본 발명이 해결하고자 하는 과제는 리튬 아이언 포스페이트가 갖고 있는 낮은 전기전도도 및 리튬 확산도를 개선시키기 위하여 리튬의 확산 거리가 감소되도록 입자 형상을 조절하여 수열 합성으로 리튬 아이언 포스페이트를 제조하는 방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

- [0011] 본 발명은 상기 과제를 달성하기 위하여,
- [0012] (a) 리튬 아세테이트(lithium acetate dihydrate, CH_3COOLi), 아이언 설페이트(iron sulfate pentahydrate, $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 및 암모늄 다이하이드로젠 포스페이트(ammonium dihydrogen phosphate, $(\text{NH}_4)_2\text{H}_2\text{PO}_4$)를 증류수에 1-3 : 1 : 1의 몰비로 용해시켜 혼합 수용액을 수득하는 단계; 및

- [0013] (b) 상기 혼합 수용액을 150-200 °C에서 10-14 시간 동안 수열 합성하는 단계;를 포함하는 리튬 아이언 포스페이트의 제조방법을 제공한다.
- [0014] 본 발명의 일 실시예에 의하면, 상기 (b) 단계 이전에 상기 혼합 수용액에 에틸렌 글리콜을 첨가하여 혼합하여 최종 생성되는 리튬 아이언 포스페이트의 형상을 조절하는 단계;를 더 포함할 수 있다.
- [0015] 본 발명의 일 실시예에 의하면, 상기 혼합 수용액 부피비 기준 1-2 배의 에틸렌 글리콜을 첨가하고 혼합할 수 있다.
- [0016] 본 발명의 일 실시예에 의하면, 상기 (b) 단계는 3-6 bar의 압력에서 수행할 수 있으며, 상기 혼합 수용액 대비 1 : 1의 부피비로 에틸렌 글리콜을 첨가시에는 3-4.5 bar, 2 : 1의 부피비로 첨가시에는 4.5-6 bar의 압력에서 수행할 수 있다.
- [0017] 본 발명의 일 실시예에 의하면, 상기 리튬 아이언 포스페이트의 형상을 판상의 나노로드 형태로 조절하고, 상기 판상 나노로드의 두께를 0.1-0.5 μm 로 조절할 수 있다.
- [0018] 또한, 본 발명은 상기 제조방법에 따라 제조된 리튬 아이언 포스페이트를 포함하는 양극을 포함하는 전기화학소자를 제공한다.

발명의 효과

- [0019] 본 발명에 따른 리튬 아이언 포스페이트의 제조방법은 수열합성을 통하여 비교적 낮은 온도에서 합성이 이루어지므로 에너지 소모량이 작아 공정의 효율이 우수하고, 또한 에틸렌 글리콜을 첨가하여 리튬 탈리 방향으로 입자의 크기를 감소되어 리튬 확산 거리가 감소될 수 있도록 입자 형상을 조절할 수 있으므로 종래 리튬 아이언 포스페이트가 갖고 있는 낮은 전기전도도 및 리튬 확산도를 개선시켜서 효율이 우수한 리튬이차전지의 제작이 가능하다.

도면의 간단한 설명

- [0020] 도 1a는 비교예 1에 따라 에틸렌 글리콜을 첨가하지 않고 수열합성하여 제조한 리튬 아이언 포스페이트(LiFePO_4)의 형상을 보여주는 SEM 이미지이다.
- 도 1b는 상기 제조예 1에 따라 에틸렌 글리콜을 수용액 대비 동일 부피비로 첨가하여 수열합성된 리튬 아이언 포스페이트(LiFePO_4)의 형상을 보여주는 SEM 이미지이다.
- 도 1c는 상기 제조예 2에 따라 에틸렌 글리콜을 수용액 대비 두 배 부피비로 첨가하여 수열합성된 리튬 아이언 포스페이트(LiFePO_4)의 형상을 보여주는 SEM 이미지이다.
- 도 2a는 에틸렌 글리콜 첨가 없이 수열합성된 LiFePO_4 (비교예 1)의 형상을 보여주는 TEM 이미지이다.
- 도 2b는 에틸렌 글리콜을 수용액 대비 동일 부피비로 첨가하여 수열합성된 LiFePO_4 (제조예 1)의 형상을 보여주는 TEM 이미지이다.
- 도 3의 (a)는 에틸렌 글리콜 첨가없이 수열합성된 LiFePO_4 , (b)는 에틸렌 글리콜을 수용액 대비 동일 부피비로 첨가하여 수열합성된 LiFePO_4 , (c)는 에틸렌 글리콜을 수용액 대비 두 배 부피비로 첨가하여 수열합성된 LiFePO_4 에 대한 X-선 회절 분석을 나타낸 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0021] 이하, 본 발명을 더욱 상세하게 설명한다.
- [0022] 본 발명은 리튬 아세테이트(lithium acetate dihydrate, CH_3COOLi), 아이언 설페이트(iron sulfate pentahydrate, $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), 암모늄 다이하이드로젠 포스페이트(ammonium dihydrogen phosphate, $(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$)를 출발 물질로 사용하고, 에틸렌 글리콜을 첨가하여 리튬이온전지용 양극용 활물질로 사용될 수 있는 리튬 아이언 포스페이트(LiFePO_4)를 수열합성하는 것을 특징으로 하며, 수열합성 공정에서 LiFePO_4 의 형상을 리튬 탈리가 용이하도록 조절하는 것을 특징으로 한다.

- [0023] 본 발명에 따른 제조방법의 일 실시예에 의하면, CH_3COOLi , $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$ 를 1-3 : 1 : 1의 몰비로 각 증류수에 용해시킨 후 그 수용액들을 혼합하여 출발물질 수용액을 제조한 이후, 상기 출발물질 수용액과 같은 부피 혹은 두 배의 부피를 가지는 양의 에틸렌 글리콜(Ethylene glycol, $(\text{C}_2\text{H}_4(\text{OH})_2)$)을 첨가하여 혼합하여 최종 혼합물을 수득한 다음, 혼합용기(Teflon liner)에 상기 최종 혼합물을 넣어 수열합성을 하는 단계를 포함하여 이루어지며, 상기 수열합성은 170 °C에서 12 시간 동안 밀폐된 상태에서 진행되며 철(Fe)의 산화를 억제하기 위해 불활성 가스 분위기에서 수행한다.
- [0024] 상기 리튬 아이언 포스페이트의 제조 공정에서 에틸렌 글리콜을 첨가하지 않는 경우에는 하기 도 1a 및 도 2a에 나타나 있는 바와 같이, 입자의 형상이 나노-로드 형태로 합성되지 않음을 알 수 있다. 이에 반하여 에틸렌 글리콜을 상기 출발물질 혼합액 수용액 대비 1-2 배의 에틸렌 글리콜을 첨가한 경우에는 도 1b 내지 1c 및 도 2b에 나타나 있는 바와 같이, 나노-로드 형태의 입자가 형성되고, 리튬이 탈리되는 방향(b축, [010] 방향)으로 입자의 두께가 감소한다.
- [0025] 본 발명에서는 에틸렌 글리콜을 출발물질 혼합 수용액 부피비 기준 1-2 배로 첨가하여 수열합성으로 최종 생성되는 리튬 아이언 포스페이트 입자를 판상의 나노-로드 형태로 제조하고, 그 두께 즉, 리튬이 탈리되는 방향의 두께를 0.1-0.5 μm 로 조절하는 것을 특징으로 한다.
- [0026] 상기 출발 물질 수용액 대비 1 : 1의 부피비로 에틸렌 글리콜을 첨가시에는 3-4.5 bar, 2 : 1의 부피비로 첨가시에는 4.5-6 bar의 압력에서 수열합성을 수행하여 리튬 아이언 포스페이트를 제조하는 것을 특징으로 한다.
- [0027] 이와 같이, 위에서 언급한 상기의 반응온도, 반응시간 및 압력의 수열합성 조건과 에틸렌 글리콜의 첨가 등의 기술적 특징에 의해서 리튬 아이언 포스페이트 입자의 형상, 크기 등을 조절할 수 있고, 이에 의해서 리튬 확산 거리가 감소된 입자의 제조가 가능하다.
- [0028] 이하, 바람직한 실시예를 들어 본 발명을 더욱 상세하게 설명한다. 그러나, 이들 실시예는 본 발명을 보다 구체적으로 설명하기 위한 것으로, 본 발명의 범위가 이에 의하여 제한되지 않고, 본 발명의 범주 및 기술사상 범위 내에서 다양한 변경 및 수정이 가능함은 당업계의 통상의 지식을 가진 자에게 자명할 것이다.
- [0029] <실시예>
- [0030] 제조예 1. 리튬 아이언 포스페이트(LiFePO_4)의 합성
- [0031] 리튬 소스로 CH_3COOLi , 철 소스로 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, 인 소스로 $(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$ 를 사용하여 리튬 아이언 포스페이트를 합성하였다.
- [0032] 먼저, CH_3COOLi : $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$: $(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$ = 2 : 1 : 1 몰비로 증류수에 용해하였다. 상기 증류수는 사용 전에 아르곤으로 버블링하여 용존산소량을 줄여주었다.
- [0033] CH_3COOLi 을 0.03 몰, $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 를 0.015 몰, $(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$ 를 0.015 몰을 사용하여 증류수 50 ml에 마그네틱 스티어를 이용하여 용해하였다. 상기 수용액에 에틸렌 글리콜을 50 ml(수용액과 1 : 1 부피비)를 첨가하여 추가로 10-30 분 동안 스티어링하여 혼합하였다.
- [0034] 200 ml의 용량을 가지는 테플론 라이너에 상기 혼합액을 넣고 오토클레이브에 넣어 밀봉하였다. 밀봉 전에 상기 용액으로 채워지지 않은 라이너 내의 공간은 아르곤 가스로 채워주었다. 170 °C에서 12 시간 동안 수열합성한 후, 자연 냉각하였다. 에틸렌 글리콜을 50 ml 넣었을 경우 압력은 약 3.8 bar로 하였다.
- [0035] 완전히 식은 후 반응물을 거름종이를 이용해 걸러서 얻었고, 거름종이에 걸러진 반응물을 증류수를 이용하여 2-3 번 세척 후, 아세톤으로 1-2 번 세척하였다. 세척된 반응물을 80 °C에서 6-12 시간 동안 건조하였다.
- [0036] 제조예 2. 리튬 아이언 포스페이트(LiFePO_4)의 합성
- [0037] 상기 제조예 1과 동일한 방법으로 제조하고, 다만 CH_3COOLi 을 0.03 몰, $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 를 0.015 몰, $(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$ 를

0.015 몰을 사용하여 증류수 50 ml에 마그네틱 스테러를 이용하여 용해한 수용액에 에틸렌 글리콜을 100 ml(수용액과 2 : 1 부피비)를 첨가하여 추가로 10-30 분 동안 스테어링하여 혼합하였으며, 수열 합성 후, 압력을 약 5.38 bar로 한 것을 제외하고는 동일한 방법으로 제조하였다.

[0038] 비교예 1.

[0039] 상기 제조예 1과 동일한 방법으로 제조하고, 다만 에틸렌 글리콜을 수용액에 추가 혼합하지 않고 제조하였다.

[0040] 실험예 1. 본 발명에 따른 LiFePO_4 리튬전지 양극 재료의 SEM 분석

[0041] 전자주사현미경 사진을 관찰하기 위하여 상기 제조예 1 내지 2, 비교예 1에 따라 제조한 LiFePO_4 리튬전지 양극 재료를 홀더에 카본테이프를 붙인 후 그 위에 파우더를 소량 올린 후 고르게 폼다. 이 후 블로워로 카본테이프에 붙지 않은 입자들을 제거 하고, Pt로 코팅시킨 후 전자주사현미경(고려대학교 공동실험실, FE-SEM, Hitachi S-4300, 일본)으로 관찰하였다. 관찰한 전자주사현미경 사진은 도 1a 내지 도 1c에 나타내었다.

[0042] 도 1a 내지 도 1c에서 보는 바와 같이, 본 발명에 따른 LiFePO_4 리튬전지 양극 재료가 에틸렌 글리콜의 첨가에 따라서 리튬 삽입, 탈리에 유리한 형태의 형상인 침상, 판상의 나노-로드 형태를 띄는 것을 확인할 수 있고, 리튬 이온이 상기 침상, 판상의 얇은 쪽으로 이동하게 되어 리튬 이온의 확산도가 우수하게 되며, 이를 양극 물질로 포함하는 리튬 2차 전지는 충방전 용량이 향상될 것이다.

[0043] 실험예 2. 본 발명에 따른 LiFePO_4 리튬전지 양극 재료의 TEM 분석

[0044] 하기 도 2a 내지 도 2b는 각각 에틸렌 글리콜 첨가 없이 수열합성된 LiFePO_4 , 에틸렌 글리콜을 수용액 대비 동일 부피비로 첨가하여 수열합성된 LiFePO_4 에 대한 TEM 이미지로서, 에틸렌 글리콜의 첨가에 따라서 이미지상에서 수직인 방향([010] 방향)으로 나노-로드의 입자의 두께 및 크기가 감소하여 리튬 탈리를 위한 확산거리가 감소함을 확인할 수 있고, 상기 제조예 1 내지 2, 비교예 1에 따라 제조한 LiFePO_4 나노-로드 입자의 리튬 탈리 방향의 두께를 하기 [표 1]에 나타내었다.

표 1

구분	[010] 방향의 입자 두께
제조예 1	0.30-0.50 μm
제조예 2	0.10-0.25 μm
비교예 1	2.50-5.00 μm

[0046] 따라서, 본 발명에 따라 에틸렌 글리콜을 첨가하여 제조한 LiFePO_4 의 경우 그 형상이 리튬 탈리 확산 거리가 감소하는 방향으로 제조됨을 알 수 있고, 이에 의해서 리튬이온의 확산도가 우수하게 되며, 이를 양극 물질로 포함하는 리튬 2차 전지는 충방전 용량이 향상될 것이다.

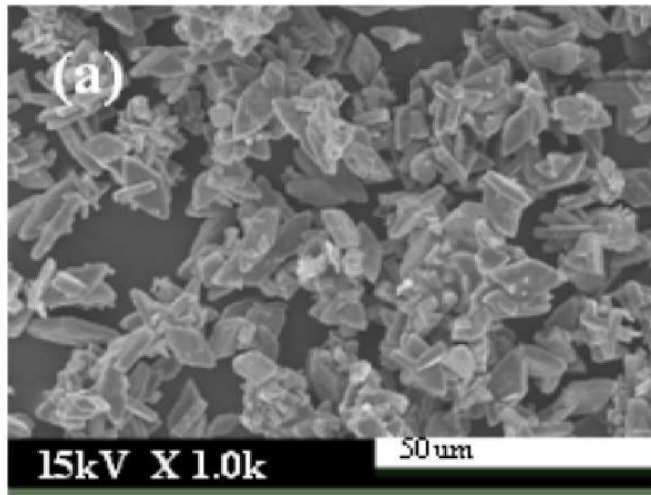
[0047] 실험예 3. 본 발명에 따른 LiFePO_4 리튬전지 양극 재료의 X-선 회절 분석

[0048] 상기 제조예 1 내지 2에 따라 제조한 LiFePO_4 리튬전지 양극 재료의 X-선 회절 분석을 위하여, XRD 장비(사용기기 : D/MAX-A, 사용 X-선 : Cu K_α)를 사용하여 X-선 회절 분석을 수행하였다. 15-45° 에서 theta-2theta 스캔 방식으로 회절값을 측정하였고, 그 결과를 하기 도 3에 나타내었다.

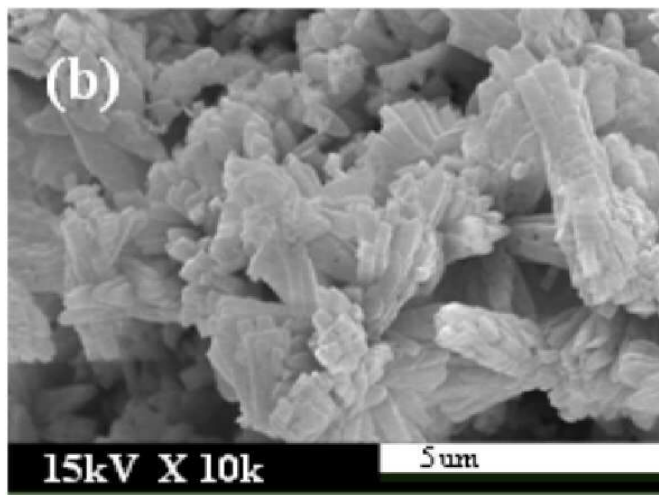
[0049] 도 3의 (a)는 에틸렌 글리콜 첨가없이 수열합성된 LiFePO_4 , (b)는 에틸렌 글리콜을 수용액 대비 동일 부피비로 첨가하여 수열합성된 LiFePO_4 , (c)는 에틸렌 글리콜을 수용액 대비 두 배 부피비로 첨가하여 수열합성된 LiFePO_4 이다.

도면

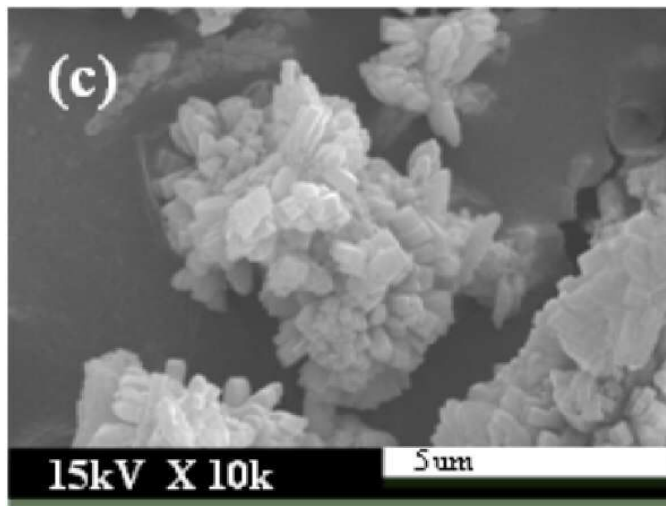
도면1a



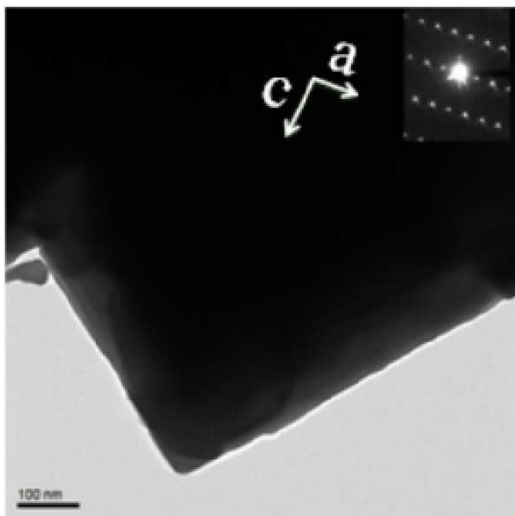
도면1b



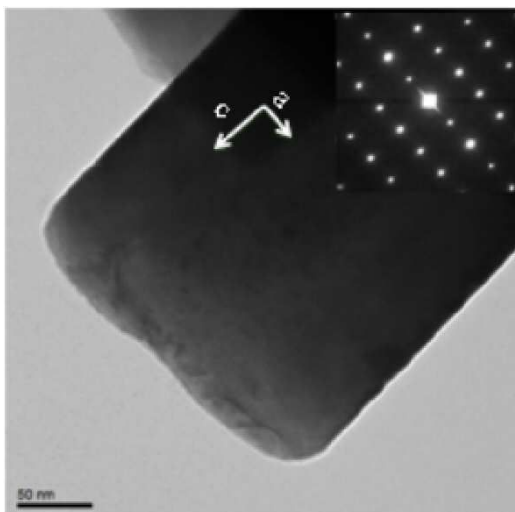
도면1c



도면2a



도면2b



도면3

