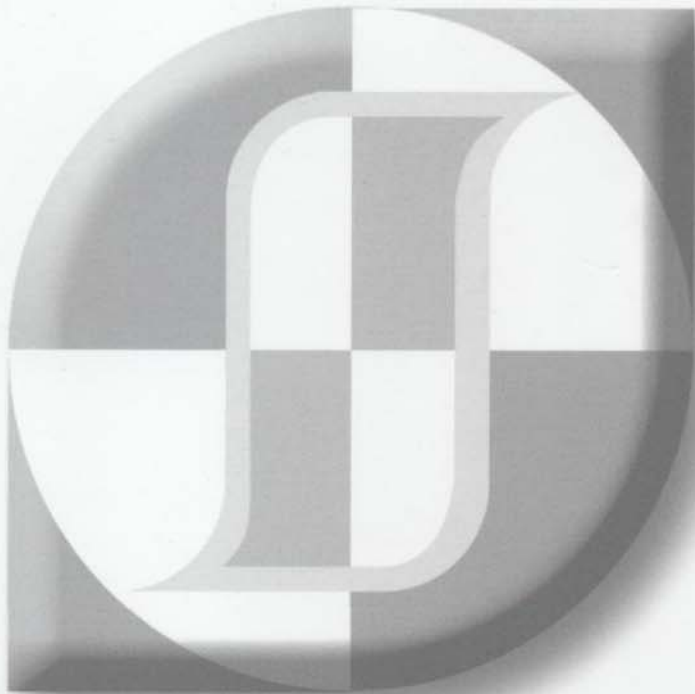


한국자기학회 2008년도 임시총회 및 하계학술연구발표회

KMS 2008 Summer Conference

논문개요집



- 일시** 2008. 6. 12(목) ~ 14(토)
- 장소** 온양관광호텔(충청남도 아산시 소재)
- 주최** 한국자기학회
- 후원** 한국과학기술단체총연합회

Digests of the KMS 2008 Summer Conference
The Korean Magnetics Society

고온 열분해법에 의한 LiFePO_4 물질 합성 및 자기특성 연구

문승제*, 김철성

국민대학교 물리학과

1. 서론

최근 이차 전지의 양극물질로 Olivine 구조를 가지는 LiM ($\text{M}=\text{Fe}, \text{Ni}, \text{Mn}, \text{Co}$) PO_4 물질이 많은 연구가 진행되고 있으며, 일부는 실용화 되었다. 특히 LiFePO_4 는 가격이 저렴할 뿐 아니라 친환경적이고, 무엇보다 구조적 안정성으로 인해 폭발 위험이 거의 없는 것으로 연구 되어진 물질이다[1-3]. 하지만 LiFePO_4 물질의 이론적인 전기용량은 170 mA/g 임에도 불구하고, 실제 이보다 30-40 mA/g 낮은 전기 용량을 나타내고 있다[4-6]. 이러한 문제점을 해결하기 위해 탄소 코팅, 미량의 전이 금속 첨가 등으로 낮은 전기 용량문제를 해결하고자하는 연구들이 진행되고 있다[4,6]. 이러한 문제점의 보다 근본적인 원인은 시료 자체의 결정성과, 입자의 크기에 기인된다고 판단된다. 한편 LiMPO_4 물질은 자기상전이 온도 근처에서 다양한 특이현상들이 보고되어 왔다. 이에 본 연구팀은 보다 근본적인 시료의 구조적 거동을 관찰하기 위하여 200 nm 크기의 시료를 제조하고, 자기 상전이 이하의 온도에서 뫼스바우어 분광실험을 통해 자기 특성을 연구 하였다.

2. 실험 방법

고온 열분해법을 이용 하여 200 nm 크기의 LiFePO_4 물질을 제조 하였다. 고순도의 Lithium acetate, Iron acetate, Amonium dihydrogen phosphate를 3-neck 플라스크에 Tetraethylene glycol 과 함께 넣고 200°C 까지 천천히 온도를 올려 주었다. 200°C에서 300°C 까지 급격하게 온도를 상승 시키고 난후 16시간동안 온도를 유지하였다. 이렇게 하여 얻어진 시료를 아세톤으로 수차례 세척하여 최종 합성 물질인 LiFePO_4 분말을 얻을 수 있었다. 합성된 LiFePO_4 물질의 단일상의 확인과 결정성분석을 위하여 X-선 회절 분석기(XRD)를 이용하였다. 또한 합성 분말의 정확한 크기와 결정 구조 모습을 보기 위해 전자주사현미경(SEM)을 사용 하였으며, 뫼스바우어 분광실험을 통하여 자기적 특성을 연구 하였다.

3. 실험 결과 및 고찰

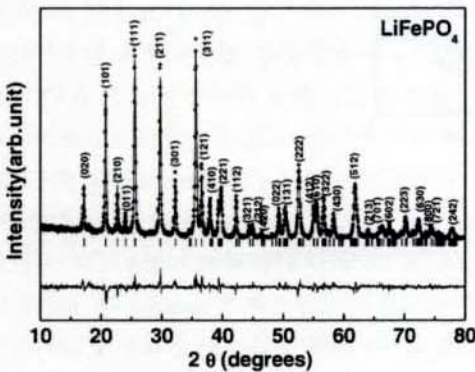


그림 1. 고온 열분해법으로 제조된 LiFePO_4 입자의 XRD 회절 패턴.

고온 열분해법으로 제조된 LiFePO_4 분말의 결정 구조를 확인하기 위하여 X-선 회절 실험을 하였으며, 회절 강도의 분석을 위하여 Fullprof 분석프로그램을 이용하여 Rietveld 방법으로 분석 하였으며 그림 1에 나타내었다. 분석 결과 결정구조 공간 그룹이 $Pnma$ 인 사방 정계 구조임을 알 수 있었다. 격자 상수는 $a_0 = 10.311 \text{ \AA}$, $b_0 = 6.000 \text{ \AA}$, $c_0 = 4.690 \text{ \AA}$ 로 분석 되었다. 그림 3은 LiFePO_4 시료의 20 K 에서의 뫼스바우어 스펙트럼을 보여 주고 있다. 자기 상전이 이하에서 2.61 mm/s 에 해당하는 커다란 전기사중극자 분열치에 의하여 각 선의 세기와 위치가 매우 심한 변화를 보이고 있으며, 8개의 공명 흡수선이 임의의 위치에서 중첩된 모습을 보이고 있다. 이를 분석하기 위하여 전기 사중극자 상호 작용을 섭동 항으로 두지 않고 전기사중극자 상호작용과 자기이중극자 상호작용의

세기를 동시에 고려한 분석법을 이용하였다. 이때 이성질체 이동 값은 1.24 mm/s 으로 철의 이온상태가 Fe²⁺ 임을 알 수 있었다.

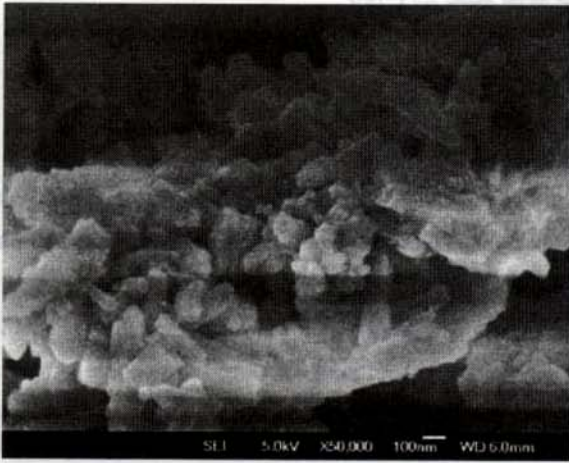


그림 2. 고온 열분해법으로 제조된 LiFePO₄ 입자의 SEM 이미지.

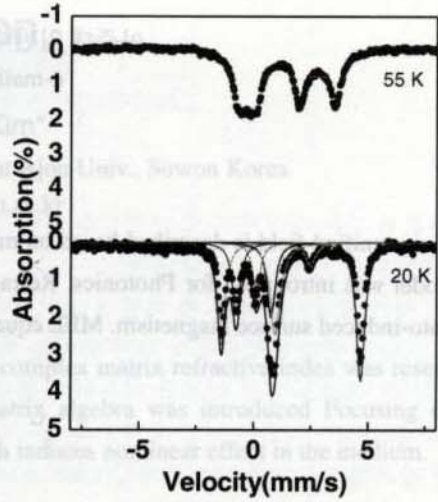


그림 3. 고온 열분해법으로 제조된 LiFePO₄ 입자의 뫼스바우어 스펙트럼.

4. 참고문헌

- [1] S-Y Chung, J. T. Bloking, and Y-M Chiang, Nat. Mat. **1**,123(2002).
- [2] P. S. Herle, B. Ellis, N. Coombs, and L. F. Nazar, Nat. Mat. **3**,147(2004).
- [3] A. Yamada, H. Koizumi, S-I Nishimura, N. Sonoyama, R. Kanno, M. Yonemura, T. Nakamura, and Y. Kobayashi, Nat. Mat. **5**, 357(2006).
- [4] C. Delacourt, P. Poizot, J-M Tarascon, and C. Masquelier, Nat. Mat. **4**, 254(2005).
- [5] Padhi, A. K. Nanjundaswamy, K. S. Goodenough, and J. B., Electrochem. Soc. **144**, 1188(1997).
- [6] T-H Teng, M-R Yang, S-H Wu, and Y-P Chiang, Sol. Stat. Comm. **142**, 389(1988).