

Application News

레이저 회절식 입자크기분포 측정장비 SALD™-2300
다이나믹 입자 이미지 분석 시스템 iSpect™ DIA-10

리튬이온전지용 음극재료의 분말물성 평가

- 입자크기분포 · 입자 형상

Sumoto Takashi, Ogawa Misato

User Benefit

- ◆ 전지성능 향상과 품질에 영향을 미치는 전지 재료의 분말 형태 물성 (입자크기분포 · 입자형상)을 간편하게 평가할 수 있습니다.
- ◆ SALD-2300을 이용하면 입자크기분포를 단시간에 파악할 수 있습니다.
- ◆ iSpect DIA-10을 이용하면 입자크기분포 뿐만 아니라 입자 형상 측정도 가능하므로 입자 이미지를 유용하게 활용할 수 있습니다.

■ 서론

리튬이온전지(LiB)는 양극과 음극을 리튬이온이 이동하며 충전 및 방전되는 이차전지입니다. 최근 스마트폰이나 자동차 등 다양하게 사용되고 있으며 고용량화, 장수명화, 저비용화, 안전성 향상을 위해 활발한 연구가 진행 중입니다. 전지의 주재료는 양극, 음극, 세퍼레이터, 전해액으로 나뉩니다. 구성재료 중에는 분말형태의 물성 (입자크기, 입자 형상, 밀도, 비표면적, 미세공 분포 등)이 전지성능에 영향을 미치므로 각 물성값을 최적화할 필요가 있습니다.

본 자료의 경우 레이저 회절식 입자크기분포 측정장비 및 다이나믹 입자 이미지 분석 시스템을 이용하여 음극 재료를 평가한 사례를 다룹니다. 본 자료와 별도로 비표면적과 입자 밀도도 평가했습니다. 자세한 분석 조건과 결과는 application news 「리튬이온전지용 음극 재료의 분말형태 물성 평가 - 비표면적 · 입자밀도 -」를 참고해 주십시오.

■ 시료

본 자료는 (주) Dinen Material 측이 제공해주신 시료를 사용하여 음극 재료 5종류의 천연 구형 흑연을 대상으로 평가했습니다. 표 1은 본 자료에서 사용한 시료에 관한 상세 정보입니다. A-2, B-2는 각각 A-1, B-1의 탄소 피복품입니다.

표1 시료 정보

시료명	상품명	피복	특징	예시 용도	입자크기
A-1	DG10-095	-	출력 중시	HV	10~11 μm
A-2	DG-B10M1	있음	-	-	
B-1	DG15-097	-	밸런스 중시	EV	15~16 μm
B-2	DG-B15M1	있음	-	-	
C-1	DG22-098	-	효율(수명)중시	게임기	22~23 μm

■ 측정 장비 및 측정 조건

레이저 회절식 입자크기분포 측정장비 SALD-2300을 이용하여 입자크기분포를 측정했습니다 (그림 1). 또한 다이나믹 입자 이미지 분석 시스템 iSpect DIA-10을 이용하여 입자 형상을 평가했습니다 (그림 2). 측정 조건은 표2와 표3에 각각 기재했습니다.



그림 1 레이저 회절식 입자크기분포 측정장비 SALD™-2300

표2 입자크기분포 측정 조건

사용 장비	레이저 회절식 입자크기분포 측정장비 SALD-2300
사용 유닛	다기능 sampler SALD-MS23
분산매	순수
분산제	계면활성제 (TWEEN20)
분산 방법	순환
굴절률	2.00-0.05i



그림 2 다이나믹 입자 이미지 분석 시스템 iSpect DIA™-10

표3 입자 형상 측정 조건

사용 장비	다이나믹 이미지 분석 시스템 iSpect DIA-10
분산매	순수
분산제	계면활성제 (TWEEN20)
분산 방법	교반
Frame Rate	8 fps
촬영효율	97 %
이진화 처리값	110
유량	0.1 mL/min
측정 액량	50 μm
측정 농도	0.05 wt%(C-1), 0.01 wt%(A-1 · A-2 · B-1 · B-2)

■ 피복 미처리 천연 구형 흑연의 측정 결과

그림 3은 탄소 피복처리를 하지 않은 시료 A-1, B-1, C-1을 대상으로 SALD-2300로 측정한 입자크기분포 결과입니다. 세 시료 모두 단분산이며 입자 크기에 차이가 있었습니다. 또한 입자 크기가 큰 시료일수록 입자 크기의 분포폭이 크다는 것을 확인했습니다.

그림 4는 iSpect DIA-10으로 측정한 면적 상당직경과 원형도의 산포도, 입자 이미지 일부입니다. 표4는 요약한 결과입니다. 그림 4의 산포도를 통해 SALD-2300 결과와 동일하게 입자 크기의 차이를 확인했습니다. 또한 A-1, B-1, C-1 순으로 원형도의 산포 범위가 넓었으며 표4의 표준편차와 그림 4의 산포도, 입자 이미지를 통해 입자 크기가 클수록 형상의 불균형도 커지는 것을 알 수 있습니다.

표4 탄소 피복처리를 하지 않은 시료의 입자크기분포 및 입자 형상 측정 결과

		A-1	B-1	C-1
메디안 직경 (μm)		10.174	16.035	22.187
원형도	평균값	0.972	0.952	0.927
	표준편차	0.037	0.044	0.051

메디안 직경은 SALD-2300, 원형도는 iSpect DIA-10을 이용하여 측정했습니다.

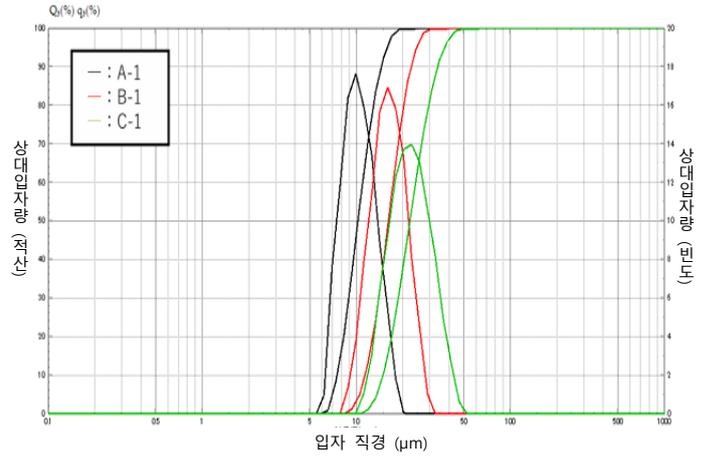
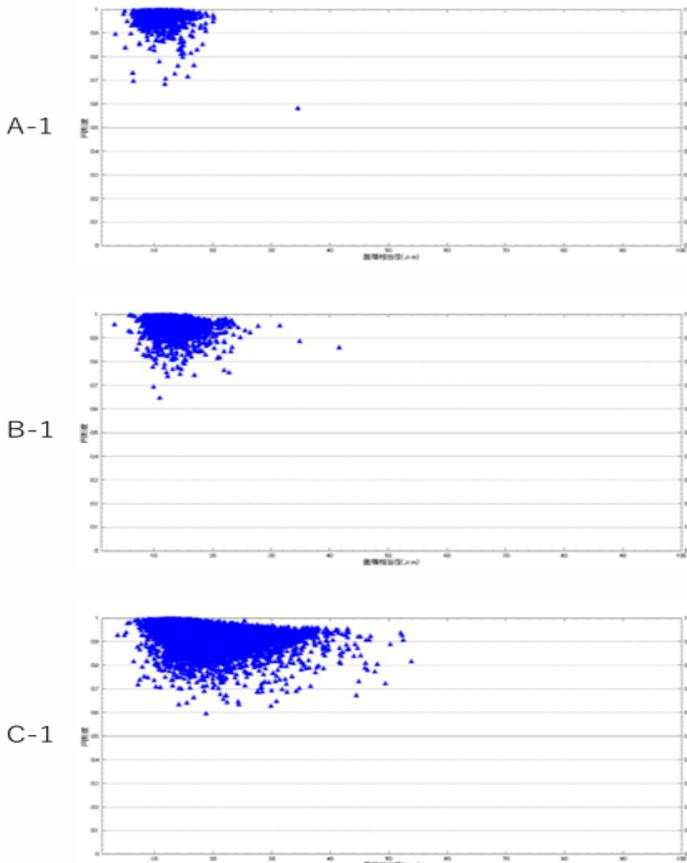


그림 3 SALD-2300을 이용한 피복 미처리 시료의 입자크기분포 측정 결과

면적상당직경과 원형도의 산포도



입자 이미지

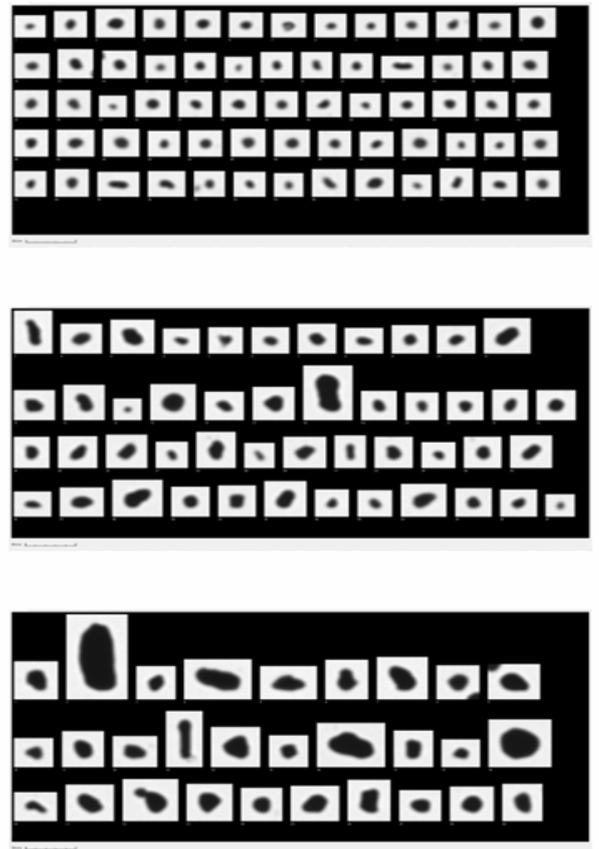


그림 4 iSpect DIA-10을 이용한 탄소 피복 미처리 시료의 입자 형상 평가
좌 : 면적상당직경 · 원형도의 산포도 우 : 입자 이미지 일부 (촬영순)

■ 피복 처리한 천연 구형 흑연의 측정 결과

탄소 피복을 처리한 시료와 미처리 시료 간 입자크기분포 및 입자 형상을 비교하여 평가했습니다.

그림 5는 SALD-2300으로 측정한 입자크기분포 결과입니다. B-1, B-2의 경우 입자크기분포에 차이가 거의 없었으나, A-2와 A-1에 비해 조대입자쪽으로 분포가 증가했습니다. 메디안 직경 결과에서도 A-2의 입자크기가 커진 것을 확인할 수 있습니다.

그림 6과 7은 각각 A-1 · A-2, B-1 · B-2를 대상으로 iSpect DIA-10으로 측정한 입자형상 결과입니다. 산포도로부터 A-2는 A-1에 비해 20 μm 이상의 조대입자가 증가한 것을 확인했습니다. 특히

원형도가 낮은 입자량이 증가했습니다.

한편, B-1 · B-2 간에는 A-1 · A-2만큼 명확한 차이는 없었습니다. 입자 이미지는 입자를 면적상당직경이 큰 것부터 나열한 일부를 나타낸 것입니다. A-2, B-2 모두 여러 입자가 늘어져 있는 형상이 관찰되었으며 피복에 의한 과립화가 일어났음을 시사합니다.

iSpect DIA-10을 이용한 측정 결과의 경향은 A-1 · A-2, B-1 · B-2 모두 SALD-2300 측정 결과의 경향과 일치합니다. SALD-2300로 측정한 A-2 고유의 조대입자 분포는 iSpect DIA-에서 관찰한 20 μm 이상의 조대입자에 의한 것으로 생각합니다.

표5 탄소 피복 처리 전후의 입자크기분포 · 입자 형상 측정 결과

		A-1	A-2	B-1	B-2
메디안 직경 (μm)		10.174	12.037	16.035	16.122
원형도	평균값	0.972	0.952	0.952	0.944
	표준편차	0.037	0.054	0.044	0.050

메디안 직경은 SALD-2300, 원형도는 iSpect DIA-10을 이용하여 측정했습니다.

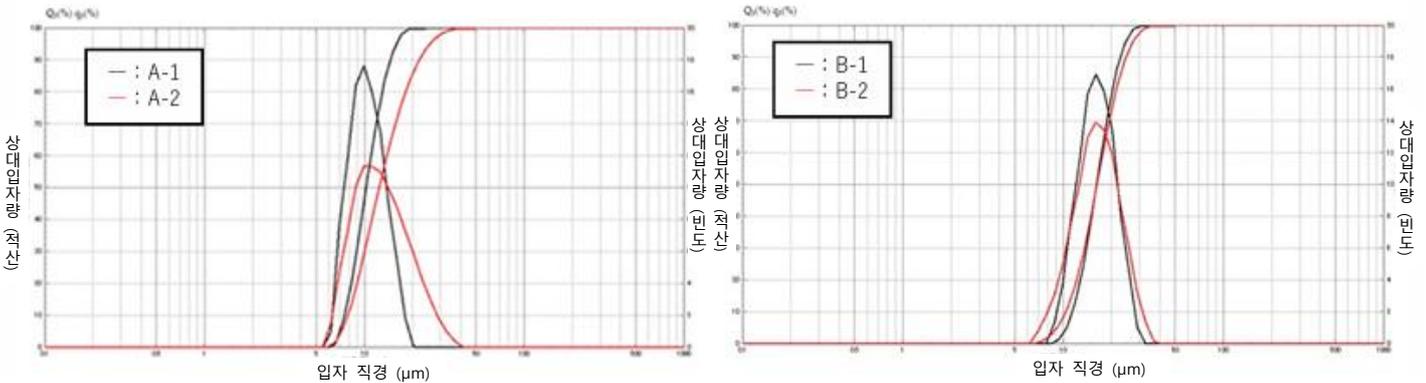
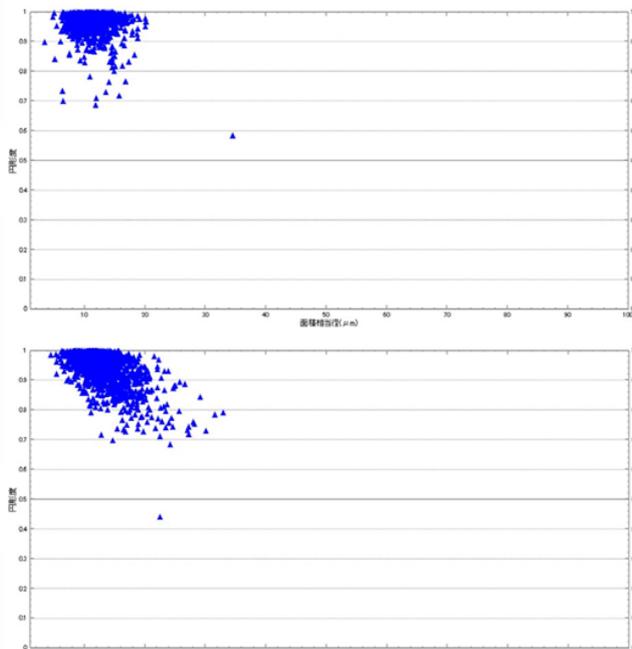
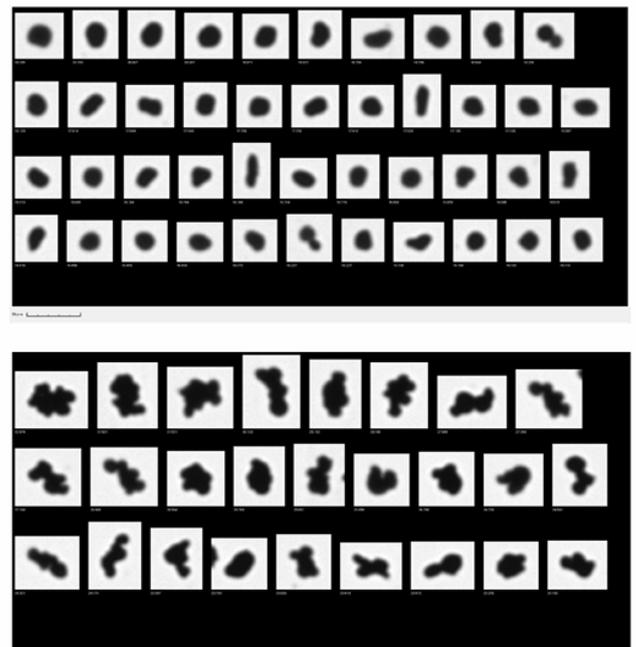


그림 5 SALD를 이용한 탄소 피복 처리 전후의 입자크기분포 측정 결과

면적상당직경과 원형도의 산포도



입자 이미지



A-1 (피복 처리 전)

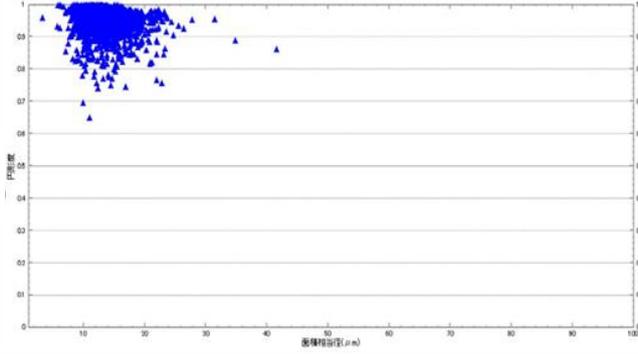
A-2 (피복 처리 후)

그림 6 iSpect DIA-10을 이용한 시료 A-1, A-2의 입자 형상 평가

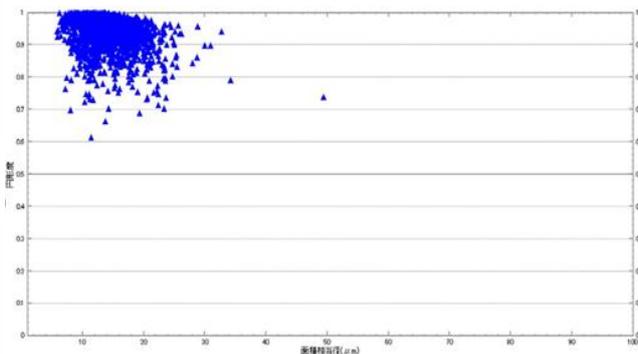
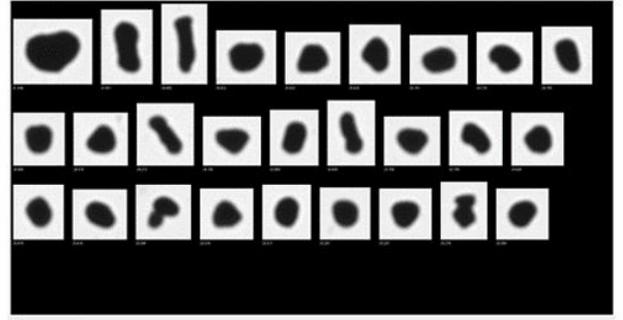
좌 : 면적상당직경 · 원형도의 산포도 우 : 입자 이미지 일부 (면적상당직경 내림차순)

면적상당직경과 원형도의 산포도

입자 이미지



B-1
(피복 처리 전)



B-2
(피복 처리 후)

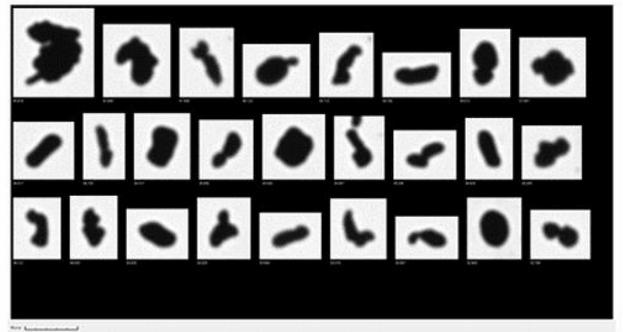


그림 7 iSpect DIA-10을 이용한 시료 B-1, B-2의 입자 형상 평가
좌 : 면적상당직경 · 원형도의 산포도 우 : 입자 이미지 일부 (면적상당직경 내림차순)

■ 요약

본 자료에서 소개한 입자크기와 원형도의 결과 및 별도 자료에 수록된 비표면적과 입자 밀도 결과를 정리한 것입니다. 본 자료는 음극 재료의 입자크기분포와 입자 형상을 측정했습니다. 또한 피복 처리에 의한 입자크기분포 및 입자 형상의 변화를 확인했습니다. 본 자료의 결과와 함께 비표면적과 입자 밀도를 평가하여 전지 재료의 다각적인 분말 형태의 물성 평가가 가능합니다. 고출력과 수명 장기화를 목표로 전지 성능 향상과 전지 재료의 품질 유지 · 개선에 기여할 것으로 기대됩니다.

<관련 application>

- 리튬이온전지용 음극 재료의 분말 형태 물성 평가 - 비표면적 · 입자 밀도 - (01-00457-JP)

<감사의 말>

시료를 제공해주신 (주) Dinen Material에 감사의 말씀드립니다.

표6 음극 재료 측정 결과

시료명	A-1 (DG10-095)	A-2 (DG-B10M1)	B-1 (DG15-097)	B-2 (DG-B15M1)	C-1 (DG22-098)
메디안 직경 (μm)	10.174	12.037	16.035	16.122	22.187
원형도 (평균값)	0.972	0.952	0.952	0.944	0.927
비표면적 (m ² /g)	9.82	4.32	6.23	2.79	4.92
입자 밀도 (g/cm ³)	2.3856	2.3058	2.3493	2.2777	2.3421

SALD, iSpect는 (주) Shimadzu 제작소의 일본 및 타국 상표입니다.

연구용으로만 사용하세요. 진단과정에 사용하지 마세요.

본 문서는 해당 국가에서 사용할 수 없는 내용이 포함되어 있을 수 있습니다. 확인이 필요하실 경우 시마즈 사이언티픽 코리아로 문의 바랍니다. 본 문서에 사용된 회사 이름, 제품/서비스 이름 및 로고는 상표기호 "TM" 또는 "®"와 함께 사용되는지 여부와 관계없이 Shimadzu Corporation, 자회사 또는 계열사의 상표 및 상표 이름입니다. 제 3자의 상표 및 상표명은 기호 "TM" 또는 "®"와 함께 사용되는지 여부와 관계없이 기업 또는 그 제품/서비스를 참조하기 위해 본 문서에 사용될 수 있습니다. 본 문서의 내용은 어떠한 종류의 보증 없이 "있는 그대로" 제공되며, 제품의 외관 및 사양은 성능 개량을 위해 예고 없이 변경될 수 있습니다. 사진에 포함된 PC 또는 프린터는 별도 구매 제품입니다. 시마즈, 시마즈 사이언티픽 코리아는 본 문서의 사용과 관련하여 직접 또는 간접적으로 어떠한 손상에 대한 책임을 지지 않습니다.