

SiO_x 분말과 PVDF를 이용한 중공형 입자 제조 가능성

김정현*, 이정환*, 이경무**, 강성환**, 김우민***, 정진수*

*주식회사 제이솔루션, **전북대학교 산학협력단 NewREC, ***전북대학교 고분자나노공학과
e-mail:rigerjh@gmail.com

The possibility of fabricating the hollow-shaped particles using the SiO_x and PVDF powder

Junghyun Kim*, Jeonghan Lee*, Kyoung Moo Lee**, Seong Hwan Kang**, Woo-Min Kim***, Jin-Su Jung*

*J Solution Co., Ltd.

**New Renewable Energy Material Development Center, Jeonbuk Nat'l Univ.

***Dept. of Polymer Nano Science & Technology, Jeonbuk Nat'l Univ.

요약

본 연구에서는 흙 형태의 SiO_x 분말과 PVDF(polyvinylidene fluoride)를 이용해 중공형 입자의 제조 가능성을 확인한 연구이다. 이를 위해 SiO₂ 성분이 대부분으로 구성된 흙 형태의 SiO_x 분말과 PVDF를 혼합하여 750°C에서 열처리해 탄화된 입자를 제조했고, 탄화된 입자들에서 일부 중공형 입자가 제조된 것을 발견할 수 있었다. 차후 연구에서는 혼합 농도에 따른 중공형 입자 변화를 살펴볼 예정이다.

1. 서론

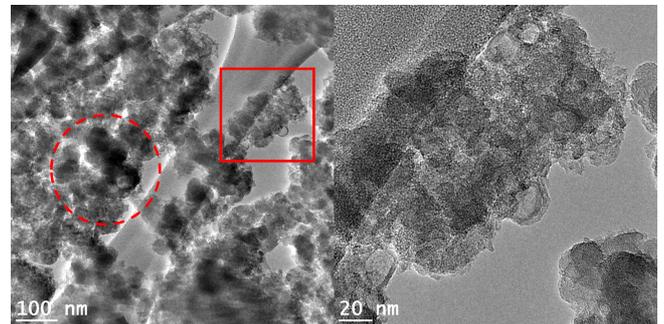
중공형 입자는 코어 입자 표면에 코팅층이 있는 코어-셸(core-shell) 구조의 입자와는 다르게 코어와 셸 사이에 공간이 존재한다. 이는 코어가 팽창할 때 셸에 가해지는 외력이 작거나 없는 장점이 되어 셸의 크랙이나 파괴를 막을 수 있다. 이에 본 연구에서는 SiO₂가 주 성분인 SiO_x 입자와 PVDF를 이용해 중공형 입자의 제조 가능성을 확인했다.

2. 실험방법

입자 제조에 사용할 SiO_x 분말은 실리콘 잉곳 제조 공정에서 발생한 입자를 활용했고, PVDF는 SOSVAY 회사의 Solef 6020 제품을 사용했다. 두 시료를 SiO_x : PVDF = 2 : 1 비율로 섞은 후 용매인 NMP(n-methyl-2-pyrrolidone, OCI Co., Ltd.)에 넣어 혼합했다. 이후 혼합물을 건조하여 전기가 열로에서 질소 분위기, 750°C, 3시간 조건으로 열처리했고, 열처리된 입자를 밀링해 분말로 만들었다. 이렇게 만든 분말을 TEM(transmission electron microscope) 분석해 중공형 입자의 생성 여부를 확인했으며, 자세한 실험방법은 Kim 등 [1]의 연구를 참고했다.

3. 실험결과

입자 제조 결과 그림 1의 왼쪽 사진처럼 다수의 비정질 입자들이 응집해 있는 형태를 보였으며 소수의 다공성 입자들을 확인할 수 있었다. 다공성 입자는 그림 1의 왼쪽 사진에서 빨간색 점선 원과 네모 안의 입자의 형태로 확인되었다. 공극의 크기는 왼쪽의 저배율 사진에서 확인되는 크기부터 빨간 네모의 고배율 사진인 오른쪽 사진의 20nm 정도까지 다양했다. 또한, 발견 빈도는 낮았지만 공극이 많은 다공성 입자와 달리 공극이 하나인 단공성 입자도 확인할 수 있었다. 그림 2는 공극이 하나인 단공성 중공형 입자를 보여주는 사진으로 왼쪽은 저배율 사진이고, 오른쪽은 빨간 네모 부분의 고



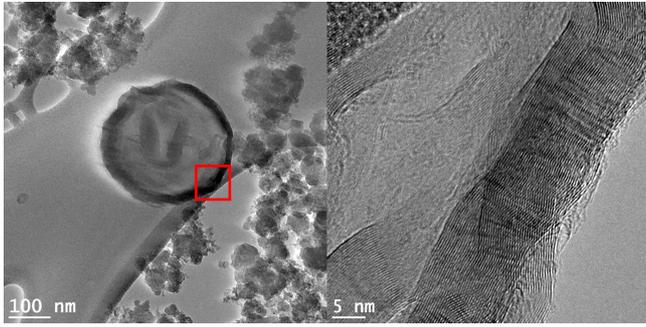
[그림 1] 응집한 비정질 입자와 다공성 구조의 입자를 보여주는 저배율 사진(좌)과 빨간색 네모의 고배율 사진(우)

후기

본 연구는 2021년도 '전라북도 탄소전자소재부품산업활성화 기술개발 지원사업'의 지원으로 수행되었음.

참고문헌

- [1] J. Kim, J.-S. Jung, G. W. Lee, "Improvement of Capacity Retention of Lithium Secondary Batteries Using Carbon-coated Silicon Particles as Anode Materials", *Trans. Korean Soc. Mech. Eng. A*, Vol. 45, No. 5, pp. 377-385, 2021.
- [2] X. Li, C. Huang, H. Yang, Y. Li and Y. Cheng, "Thermal reaction properties of aluminum/copper (II) oxide/poly(vinylidene fluoride) nanocomposite", *J. Therm. Anal. Calorim.* 124, pp. 899-907, 2016.



[그림 2] 다공성 중공형 입자(좌)와 층상구조의 셸(우)

배울 사진이다. 그림 2의 왼쪽 사진을 보면 그림 1의 다공성 중공형 입자와는 다르게 공극이 하나인 것을 알 수 있으며, 빨간 네모의 고배율 사진인 오른쪽 사진을 보면 셸이 층상형 구조로 이루어져 있는 것을 확인할 수 있다.

본 결과를 선행연구인 Kim 등[1]의 결과와 비교했을 때, 다공성과 단공성 중공형 입자의 셸은 PVDF에 의해 만들어진 것이다. 다만, 다공성 입자의 셸과 단공성 입자의 셸이 만들어진 성분과 매커니즘은 다를 것으로 생각된다. 다공성 입자의 셸은 나노 크기의 SiO_x 와 PVDF가 혼합된 층이 탄화되면서 탄소가 섞인 형태의 셸이 만들어진 것으로 생각된다. 반면, 단공성 입자의 층상형 셸은 SiO_x 입자 표면에 SiO_x 입자가 섞이지 않은 PVDF 층이 형성된 후 탄화되어야 한다. SiO_x 와 PVDF를 혼합하는 과정에서 SiO_x 표면에 순수 PVDF 층이 만들어질 가능성은 두 입자가 혼합된 물질이 층을 이룰 가능성보다 낮다. 이 때문에 단공성 입자가 제조될 가능성이 낮아 TEM 분석에서 발견되는 빈도가 낮았던 것으로 생각된다. 그리고 공극 생성 매커니즘은 열처리 과정에서 PVDF의 열분해로 발생한 HF가 SiO_2 를 식각하면서 탄소 코팅층 내부에 공간을 만들어 중공형 입자가 제조된 것으로 생각된다.[2]

4. 결론

본 연구에서는 중공형 입자의 제조 가능성을 확인하기 위해 SiO_x 흡과 PVDF를 혼합하여 열처리 후 밀링하여 탄화된 입자를 제조했다. TEM 분석을 통해 대부분의 응집된 비정질 입자와 소량의 다공성 중공형 입자 및 발견 빈도가 낮은 단공성 중공형 입자를 확인했고, Kim 등[1]의 선행연구 결과와 비교해 다공성 입자는 탄소와 SiO_x 로 구성된 셸의 구조를 가진 것으로 유추했다. 또한, 단공성 중공형 입자는 층상형의 탄소층으로 이루어진 입자라고 생각된다. 향후 연구에서는 혼합 농도와 열처리 온도에 따른 입자 변화를 살펴볼 예정이며, 제조된 입자의 성분 분석을 통해 본 연구에서 추정할 것을 확인할 예정이다.