

음극 및 양극 슬러리 제조 실습

■ 프로그램명: 이차전지(코인셀) 제조 실습교육-2차

■ 일시: 2025.04.04, 13:00~15:00

■ 장소: D9-131

신소재화학공학과

구주희 (gjh3170@naver.com)

목 차

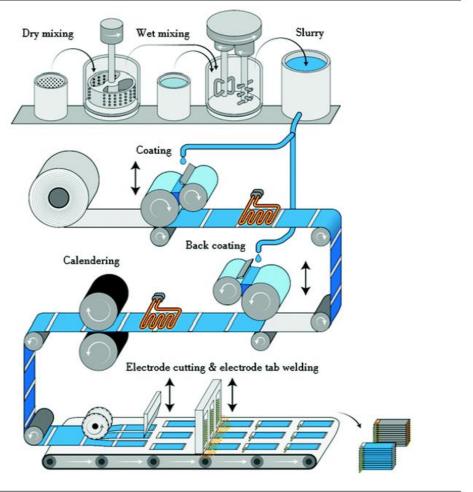
- 1. 공정 전체 개략도
- 2. 음극 슬러리 제조
- 3. 양극 슬러리 제조
- 4. 산업현장 Mixing 공정 소개

1. 공정 전체 개략도

1. 공정 전체 개략도

■ 산업 Level 개략도

전극 공정

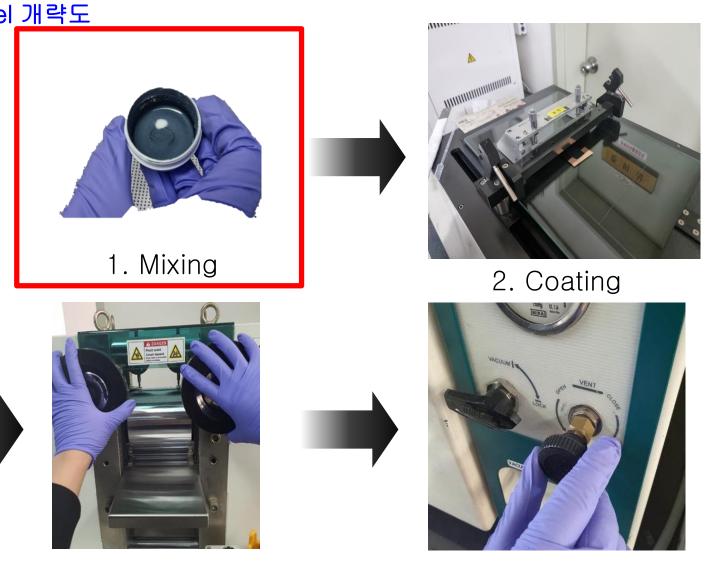


자료: Recycling of Lithium-Ion Batteries, Sergej Rothermel



1. 공정 전체 개략도

■ 연구실 Level <u>개략도</u>



4. Drying

3. Roll Press

■ 음극 극판 조성

분류	활물질	도전재	바인더		증류수
Material	SG17 (Graphite)	Super P (Carbon black)	CMC	SBR	H ₂ O
합제 비율 (%)	96	1	1.5	1.5	-
2g Batch 슬러리 제작 (g)	1.92	0.02	1(3wt%)	0.075(40wt%)	0.6 + 0.6

각 물질을 넣을때는 0.0001g 단위로 정확히 넣을 것

※ 각 물질의 역할

- 활물질 : 전지용량 및 작동전압을 결정

- 도전재 : 활물질의 전도성을 향상시키는 목적, 수분에 취약하여 오븐에 건조하여 보관

- 바인더: 활물질과 도전재를 집전체에 고정시키는 역할, 수계 바인더이다.

(SBR의 경우 수용액 상태(40wt%)로 희석되어 있다.)

(CMC는 물에 3wt%로 용해하여 사용한다. 용해할 경우 젤리 수준으로 점도가 매우 높은 상태.

따라서 10g 단위로 만들어야 교반이 된다.)

- 증류수: 분산용매로 합제를 슬러리화하여 집전체에 잘 도포되게 도와주는 역할
- 합제 비율, 유기용매의 양, 로딩 레벨 및 합제 밀도 등은 조건에 따라 변경 될 수 있음.



■ 참조 – 로딩레벨과 합제밀도란?

※ 로딩레벨(L.L)&합제밀도

$$L.L[mg/cm^{2}] = \frac{전극무게[g] - 집전체무게[g] \times 1000[mg]}{전극면적[cm^{2}] \times [g]}$$

합제 밀도[g/cc] =
$$\frac{\text{L.L[mg/cm}^2]}{$$
압연후 전극두께[mm] $-$ 집전체두께[mm] $\times \frac{10\text{mm} \times 1\text{g}}{1\text{cm} \times 1000\text{mg}}$

※ 로딩레벨(L.L)

- 단위면적당 전극무게를 표현하는 스펙.
- 활물질의 양이 과도하면 극판의 전도성이 감소해 저항증가가 발생하므로 효율이 떨어지고 저조하면 용량 구현이 어려워진다.
- 셀 제작시 로딩 계산을 통해 일정한 질의 극판 제작을 할 수 있다.

※ 합제 밀도

- 슬러리가 극판 위에 압연된 정도를 표현하는 스펙.
- 합제밀도가 너무 조밀해지면 전해질의 침투가 저조해지고, 너무 낮으면 슬러리 가장 윗부분에서 극판과 가까운 부분까지 리튬이온이 침투하지 못해 전극 용량이 감소하게 된다.
- 적절한 합제밀도는 2g/cc를 기준으로 잡고있다.

CMC 용액 제조



- ※ 용액으로 제조하는 이유
- CMC 파우더는 수계 바인더지만 낮은 비율에서도 굉장히 높은 점도를 보여준다.
- 파우더를 바로 슬러리에 넣을 경우 슬러리속에
 완전히 혼합되지 않을 가능성이 크다
- 따라서 3wt%로 용액을 만들어 분산시킨 후 용액을 집어넣어 슬러리의 혼합율을 높여준다.

용액 제조 과정

- 1. 바이알에 CMC 0.3g + H₂O 9.7g을 넣어서 CMC 수 용액 3wt%를 제조한다.
- 2. 바이알에 마그네틱 바를 넣은 뒤 40℃, 600rpm 으로 교반해준다. 그 후 교반정도에 따라 점도가 높아지니 차차 교반속도를 낮춰 마그네틱바가 제 대로 회전할수 있도록 만들어준다.

■ 슬러리 믹싱 과정-1



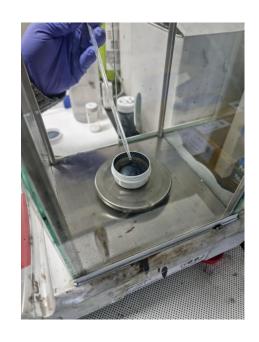




도전재, CMC 활물질 순서로 계량 후 넣고 싱키믹서 Mix 5min (Mix 시에는 파라필름을 약 1.5cm로 잘라 용기 밀봉하기)

*싱키믹서 Deform 기능은 사용하지 않는다

■ 슬러리 믹싱 과정-2

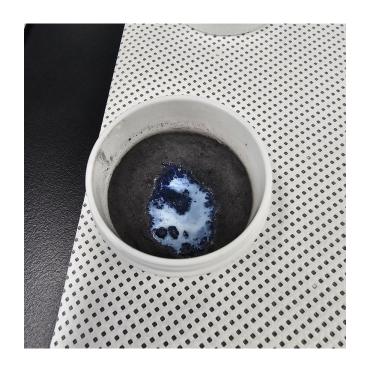






스페츌러로 리딩 후 끌어모아서 슬러리 느낌이 될때까지(꿀 정도의 점도) 증류수 0.1g씩 첨가하면서 싱키믹서 Mix 3min 반복 (이때 슬러리의 온도가 올라가서 물이 증발하여 농도에 영향을 줄 수 있으므로 온도를 체온정도로 떨어진 뒤에 뚜껑 열기) (벽면과 뚜껑에 믹싱되지 않고 잔류하는 파우더의 경우 파티클로 작용하여 코팅에 악영향을 미치므로 닦아낸다.)

■ 슬러리 믹싱 과정-3





슬러리 느낌이 나면 SBR 0.075g 넣고 Mix 3min (SBR은 열에 취약해 가장 마지막에 첨가)

■ 양극 극판 조성

분류	활물질	도전재	바인더	유기용매
Material	SG17 (Graphite)	Super P (Carbon black)	PVdF	NMP (N-Methyl-2- pyrrolidone)
합제 비율 (%)	94	3	3	-
2g Batch 슬러리 제작 (g)	1.88	0.06	1 (6wt%)	1.05ml

※ 각 물질의 역할

- 활물질: 전지용량 및 작동전압을 결정
- 도전재: 활물질의 전도성을 향상시키는 목적, 수분에 취약하여 오븐에 건조하여 보관
- 바인더: 활물질과 도전재를 집전체에 고정시키는 역할 (NMP에 6wt% 혼합하여 사용)
- 유기용매 : 분산용매로 합제를 슬러리화하여 집전체에 잘 도포되게 도와주는 역할
- 합제 비율, 유기용매의 양, 로딩 레벨 및 합제 밀도 등은 조건에 따라 변경 될 수 있음.

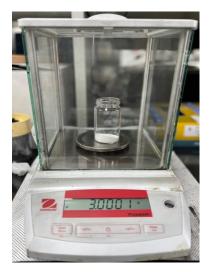
$$\text{L.L[mg/cm}^2] = \frac{\text{전극무게[g]} - \text{집전체무게[g]} \times 1000[\text{mg}]}{\text{전극면적[cm}^2] \times [\text{g}]}$$

합제 밀도[g/cc] =
$$\frac{\text{L.L[mg/cm}^2]}{$$
압연후 전극두께[mm] $-$ 집전체두께[mm] $\times \frac{10\text{mm} \times 1\text{g}}{1\text{cm} \times 1000\text{mg}}$



지방대학활성화사업단

PVdF 용액 제조









PVdF 용액 제조 무게 측정

빛 차단후 교반

- PVdF 3g + NMP 47g을 넣어 PVdF 6wt% 용액을 만들어준다.
- 바이알에 마그네티 바를 넣은 뒤 표면을 청테이프로 감아 빛을 차단해준다. 그 후 교반기를 사용해 600RPM으로 24시간 교반해준다.

■ 슬러리 믹싱 과정-1





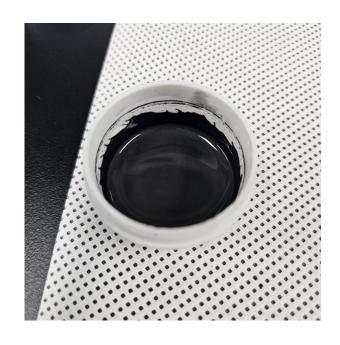




컨테이너에 도전재-바인더-활물질-NMP 순으로 넣어준다. (위 순서로 넣지 않으면 도전재가 흩날릴 수도 있다.) (도전재와 활물질은 스페츌러로, 바인더와 NMP를 플라스틱 피펫으로 넣어준다.)

■ 슬러리 믹싱 과정-2





뚜껑을 닫고, 싱키믹서 Mix 5min을 해준다.
(Mixing 때 는 파라필름을 약 1.5cm로 잘라 용기 밀봉) 벽면과 뚜껑의 믹싱되지 않은 파우더들을 닦아낸 뒤 씽키믹서 Mix 3min 를 2회 더 해준다. (파우더를 닦아내지 않을 시 Particle로 작용해 코팅시 악영향을 미친다.)

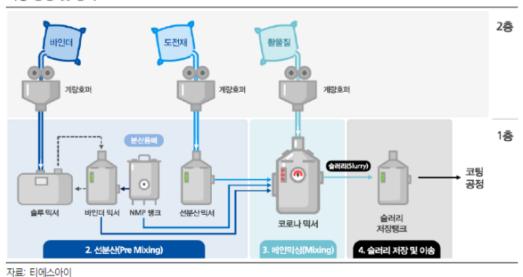
4. 산업현장 Mixing 공정 소개

4. 산업현장 Mixing 공정 소개

■ 슬러리제조-Mixing 과정

◆ Mixing 공정: 배터리 소재의 기초가 되는 활물질과 용매, 바인더, 도전재를 일정 비율로 혼합해 슬러리를 만드는 공정

믹싱 공정 및 장비





4. 산업용 슬러리 제조

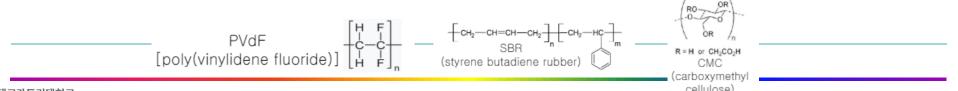
■ 슬러리제조-Mixing 과정

◆ 양극 슬러리 제조

- 양극 활물질(LMO, LCO, LNMCO, etc…), 도전재(Super-P, etc…), 바인더(PVdF, PTFE, etc…), 및 유기용매(NMP)를 정해진 무게비율로 Mixer에 투입
- Mixer에 투입하는 순서에 따라서 슬러리의 특성이 달라지게 됨.(특성은 고점도 믹싱이 저점도 믹싱보다 우수)
- 고점도 믹싱은 바인더 및 용매를 활물질과 도전재가 투입되어 있는 믹서에 천천히 투입하면서 하나의 덩어리로 만든 후 풀어주면서 분산시키는 방법
- 저점도 믹싱은 활물질, 도전재, 바인더, 용매를 한번에 투입하여 슬러리 상태에서 분산시키는 방법
- 하지만 고점도 믹싱은 공정시간이 길어지고 Mixer에 과부화를 줄수 있어 양산성이 나쁘다는 단점이 있음.

◆ 음극 슬러리 제조

- 기본적으로 양극슬러리 제조와 동일하지만 차이점은 음극 활물질(흑연, soft carbon, hard carbon, etc…)을 사용한다는 것과 바인더로 PVdF가 아닌 SBR+CMC를 사용하고, NMP가 아닌 증류수를 사용한다는 점.
- 활물질의 종류에 따라서 PVDF와 NMP를 쓸 수 있지만, 천연흑연을 활물질로 사용할경우 바인더로 수계바인더인 SBR+CMC를 사용한다.(CMC는 증점제로 기능)





지방대학활성화사업단

감사합니다!