



(19) 대한민국 지식재산처(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2025년10월13일  
(11) 등록번호 10-2870920  
(24) 등록일자 2025년10월04일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
H01G 11/30 (2013.01) C22C 27/02 (2006.01)  
H01G 11/86 (2013.01)  
(52) CPC특허분류  
H01G 11/30 (2023.08)  
C22C 27/02 (2013.01)  
(21) 출원번호 10-2024-0058826  
(22) 출원일자 2024년05월02일  
심사청구일자 2024년05월02일  
(56) 선행기술조사문헌  
Yoshiki J. Sato 외 5명, Fermi surface  
topology and electronic transport properties  
of a chiral crystal NbGe<sub>2</sub> with strong  
electron-phonon interaction.\*  
KR1020230058071 A  
\*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자  
서울대학교산학협력단  
서울특별시 관악구 관악로 1 (신림동)  
(72) 발명자  
박은수  
서울특별시 관악구 관악로 1 서울대학교  
김지영  
서울특별시 관악구 관악로 1 서울대학교  
(뒷면에 계속)  
(74) 대리인  
강문호

전체 청구항 수 : 총 19 항

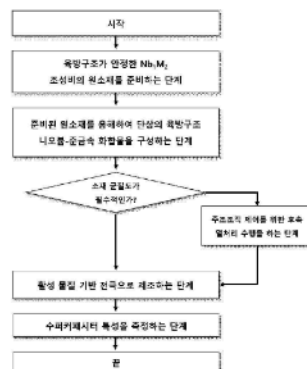
심사관 : 김기완

(54) 발명의 명칭 육방구조를 가지는 니오븀-준금속 화합물 및 이를 포함하는 활성 전극 물질과 전극

(57) 요약

본 발명에서는 육방구조를 가지는 니오븀-준금속 화합물 및 이를 포함하는 활성 전극 물질과 전극을 제공한다. 본 발명의 니오븀-준금속 화합물은 수퍼커패시터 특성에 최적화된 육방구조를 가지기 때문에, 우수한 충방전 특성을 보이는 것은 물론, 기존의 상용 금속간 화합물 기반 전극 소재와 비교하여 높은 상안정성을 가지기 때문에, 잦은 충방전에도 전기화학적 특성을 안정적으로 유지하는 장점이 있다. 이러한 단일 육방구조의 복잡 조성 니오븀-준금속 화합물의 개발은 금속간 화합물의 매우 좁은 안정 조성 영역의 한계를 극복하여, 구성엔트로피 제어 상안정성 향상 기반 고특성 조성 다변화가 가능하도록 하는 새로운 활성 전극 물질 개발 방향을 제시할 수 있었다는 점에서 큰 의의가 있다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

H01G 11/86 (2023.08)

Y02E 60/13 (2020.08)

(72) 발명자

김재권

서울특별시 관악구 관악로 1 서울대학교

카담 스네할

서울특별시 관악구 관악로 1 서울대학교

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 1711186577

과제번호 2019M3D1A1079215

부처명 과학기술정보통신부

과제관리(전문)기관명 한국연구재단

연구사업명 미래소재디스커버리지원

연구과제명 지능형 자가변환 기반 자가치유 센테니얼 합금 합성기술 개발

과제수행기관명 서울대학교

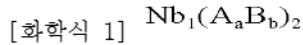
연구기간 2023.01.01 ~ 2023.12.31

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

아래 [화학식 1]으로 표현되는 니오븀-준금속 화합물 소재로써,



A 및 B는 니오븀 (Nb) 과 1:2 로 합금화되어 합치 용융점 거동을 하는 육방 구조 니오븀-준금속 화합물을 형성하는 준금속 원소이며, 준금속 원소 간 완전 고용체를 형성할 수 있는 Si, Ge 에서 선택된 1종 이상의 원소,

각각 A 및 B 의 구성 원소비를 의미하는 a 및 b 의 함량(원자량 % 기준)이 모두 0 이상이고  $a + b = 1$  이며,

합금화 중 피할 수 없는 불순물을 소량 포함하는 것을 특징으로 하는 육방구조를 가지는 니오븀-준금속 화합물.

#### 청구항 2

청구항 1에 있어서,

니오븀(Nb)과 전율고용체를 형성하는 타이타늄(Ti), 바나듐(V), 지르코늄(Zr), 몰리브데늄(Mo), 하프늄(Hf), 탄탈륨(Ta), 그리고 텅스텐(W) 중 하나 이상의 원소를 추가 첨가하는 것을 특징으로 하는 육방 구조 니오븀-준금속 화합물.

#### 청구항 3

청구항 1에 있어서,

A 및 B가 Si, Ge에서 선택된 2종 이상인 것을 특징으로 하는 육방 구조 니오븀-준금속 화합물.

#### 청구항 4

청구항 1에 있어서,

[화학식 1]  $Nb_1(A_aB_b)_2$  를 만족하는 니오븀-준금속 화합물이 합치 용융점 거동을 하는 것을 특징으로 하는, 육방 구조 니오븀-준금속 화합물.

#### 청구항 5

청구항 1에 있어서,

육방 구조인 상의 분율이 95% 이상인 것을 특징으로 하는, 육방 구조 니오븀-준금속 화합물.

#### 청구항 6

청구항 1에 있어서,

상기 소재가 주조 공정을 통해 1 mm 이상의 벌크 형태로 제조 가능한 것을 특징으로 하는, 육방 구조 니오븀-준금속 화합물.

#### 청구항 7

청구항 1에 있어서,

제조된 화합물의 (절대온도 대비) 용점의 70% 이상 용점 미만의 온도에서 1시간 이상 100시간 이하 균질화 후 속 열처리를 수행한 것을 특징으로 하는 육방구조를 가지는 니오븀-준금속 화합물.

#### 청구항 8

청구항1 내지 청구항 7 중 어느 한 항의 니오븀-준금속 화합물을 분말형태로 분쇄하여 제조된 것을 특징으로 하는 육방구조를 가지는 니오븀-준금속 화합물 전극 활성 물질.

#### 청구항 9

청구항 8에 있어서,

제조된 전극 활성 물질의 특성 균질도를 위하여 100  $\mu\text{m}$  이하의 입도 크기를 가지는 분말만을 활용하여 제조된 것을 특징으로 하는 육방구조를 가지는 니오븀-준금속 화합물 전극 활성 물질.

#### 청구항 10

청구항 8의 니오븀-준금속 화합물 전극 활성 물질 기반 활성 전극 재료를 준비하는 단계;

준비된 활성 전극 재료를 기계적으로 혼합하는 단계;

기계적으로 혼합된 활성 전극 재료를 겔(gel) 형태로 제조하는 단계;

금속 기판에 도포하는 것을 통해 전극을 제작하는 단계;를 통해 제조된 것을 특징으로 하는 육방구조를 가지는 니오븀-준금속 화합물 활성 물질 기반 전극.

#### 청구항 11

청구항 10에 있어서,

상기 활성 전극 재료를 준비하는 단계가 80%의 니오븀-준금속 화합물 분말과 10%의 탄소(Carbon Black) 및 10%의 폴리비닐리덴 플루오라이드(Polyvinylidene fluoride, PVDF) 바인더로 구성된 것을 특징으로 하는 육방구조를 가지는 니오븀-준금속 화합물 활성 물질 기반 전극.

#### 청구항 12

청구항 10에 있어서,

상기 기계적으로 혼합된 활성 전극 재료를 겔 형태로 제조하는 단계가 제조된 전극 물질의 균질한 전기화학적 특성 평가를 위하여 N-메틸-2-피롤리돈(N-Methyl-2-pyrrolidone, NMP)과 혼합하여 겔 형태로 제조된 것을 특징으로 하는 육방구조를 가지는 니오븀-준금속 화합물 활성 물질 기반 전극.

#### 청구항 13

청구항 10에 있어서,

상기 금속 기판에 도포하는 것을 통해 전극을 제작하는 단계에서 금속 기판이 다공성 니켈(Nickel Foam)인 것을

특징으로 하는 육방구조를 가지는 니오븀-준금속 화합물 활성 물질 기반 전극.

#### 청구항 14

청구항 10에 있어서,

상기 금속 기판에 도포하는 것을 통해 전극을 제작하는 단계에서 전극 활성 물질의 도포를 슬러리 코팅을 통해 하는 것을 특징으로 하는 육방구조를 가지는 니오븀-준금속 화합물 활성 물질 기반 전극.

#### 청구항 15

청구항 10에 있어서,

상기 전극의 비축전 용량이 (순환 전압-전류법 기반  $5 \text{ mV/sec}$  의 주사 속도하에서 측정시)  $4.0 \text{ F/g}$  이상인 것을 특징으로 하는 육방구조를 가지는 니오븀-준금속 화합물 활성 물질 기반 전극.

#### 청구항 16

청구항 10에 있어서,

상기 전극의 비축전 용량이 (정전류 충방전법 기반  $5 \text{ mA/cm}^2$ 의 전류 밀도에서 측정시)  $2.0 \text{ F/g}$  이상인 것을 특징으로 하는 육방구조를 가지는 니오븀-준금속 화합물 활성 물질 기반 전극.

#### 청구항 17

청구항 10에 있어서,

상기 전극의 비 에너지(Specific Energy)값이 (정전류 충방전법 기반  $5 \text{ mA/cm}^2$ 의 전류 밀도에서 측정시)  $0.06 \text{ Wh/kg}$  이상인 것을 특징으로 하는 육방구조를 가지는 니오븀-준금속 화합물 활성 물질 기반 전극.

#### 청구항 18

청구항 10에 있어서,

상기 전극의 충방전 효율이  $100 \text{ mV/sec}$ 의 주사 속도로 2000 사이클의 순환 전압-전류 충방전 이후 초기 대비 정전용량 보유성 변화도가 10% 미만인 것을 특징으로 하는 육방구조를 가지는 니오븀-준금속 화합물 활성 물질 기반 전극.

#### 청구항 19

우수한 상안정성 기반 높은 충방전 성능을 가지는 것이 요구되는 부분에 청구항 1의 니오븀-준금속 화합물 및 이를 활용한 전극 활성 물질 내지 전극을 사용한 것을 특징으로 하는 슈퍼커패시터.

### 발명의 설명

### 기술 분야

본 발명은 육방구조(Hexagonal structure)를 가지는 니오븀-준금속 화합물 및 이를 포함하는 활성 전극 물질(active electrode materials)과 전극(electrodes)에 관한 것이다. 특히 본 기술을 통해 제조된 육방구조의 화

[0001]

합물은 니오븀과 준금속 원소 (이후로 M (Metalloid)으로 명명)가 1:2의 원소비를 가지는 것으로서, 단일 혹은 이중의 M이 육방구조 부격자(Sublattice)에 고용된 단상의 니오븀-준금속 화합물을 구성하는 것을 특징으로 한다. 특히 본 발명의 육방구조를 가지는 니오븀-준금속 화합물 (Niobium-Metalloid compound)은 이를 포함하는 활성 전극 물질(active electrode materials)로 전극(electrodes)을 구성하는 경우, 우수한 상안정성 기반 높은 슈퍼커패시터(초고성능 축전지) 특성은 물론 우수한 반복 충방전 성능을 가지는 것일 수 있다.

## 배경 기술

[0003]

전극 활성 재료는 일반적으로 탄소 기반 물질, 산소와 금속이 결합된 산화물 혹은 질소와 금속이 결합된 질화물 등 세라믹 재료를 중심으로 연구개발이 진행되고 있다. 먼저, 탄소계 전극 활성 재료는 전통적으로 많이 사용되는 물질 중 하나로, 높은 전기 용량, 뛰어난 충방전 속도, 고 반복 충방전 시 우수한 안정성을 제공한다. 이러한 장점들로 인해 탄소계 전극 활성 재료를 사용한 슈퍼커패시터는 전력 저장 및 전력 관리 시스템에서 중요한 역할을 한다. 특히, 재생 에너지 시스템과 같이 빠른 충방전과 높은 에너지 효율이 필요한 분야인 전기 자동차, 스마트폰, 전자기기, 그리고 재생 에너지 시스템 등에서 폭넓게 사용된다. 일례로, 1) 활성 탄소 (Activated Carbon)는 가장 일반적으로 사용되는 탄소 기반 전극 활성 물질로 매우 큰 표면적을 가지고 있어, 많은 양의 이온을 흡착할 수 있고 높은 전기 용량과 우수한 충방전 특성을 제공하지만, 에너지 밀도가 상대적으로 낮다는 한계를 가진다. 2) 카본 나노튜브 (Carbon Nanotubes)는 나노 스케일의 탄소 구조체로, 높은 전도성을 가지고 있으며 뛰어난 기계적 강도와 화학적 안정성을 제공한다. 따라서, 슈퍼커패시터에 사용될 때, 높은 전기 용량과 빠른 충방전 속도를 제공한다. 3) 그래핀 (Graphene)은 단일 원자층으로 이루어진 탄소 구조체로, 표면적이 크고, 뛰어난 전기 용량과 충방전 속도를 제공하는 장점을 가지지만, 제조 및 처리 비용이 비싸고 어려운 경우가 있다. 4) 활성탄소 나노구조체 (Activated Carbon Nanostructures)는 그래핀과 유사한 성능을 가지고 있지만, 비용이 낮고 제조가 비교적 쉽다. 5) 나노다이아몬드 (Nanodiamonds)는 탄소의 나노 구조체로, 고전도성과 안정성을 제공하며 높은 표면적과 전기 용량을 가지고 있다는 특징이 있다. 이와 더불어, 기존 세라믹 기반 전극 활성 물질로 슈퍼커패시터의 양극재료로 가장 일반적으로 사용되는 루테튬 산화물 (Ruthenium Oxide) 혹은 가격이 저렴하고 친환경적인 재료인 망간 산화물 (Manganese Oxide) 이나 고전압 및 고전기용량을 가진 슈퍼커패시터를 만드는 데 사용되는 탄화규소 질화물 (Silicon Carbide Nitride) 내지 규소 질화물 (Silicon Nitride)이 있다. 상기와 같은 세라믹 재료 이외에도, 1) MXene는 금속카바이드( $Ti_3C_2$ )와 같은 탄화물에서 파생된 2차원 나노 시트로, 뛰어난 전기적 안정성과 전기 용량을 가지고 있다. 특히, 전통적인 카본 기반 전극 활성 물질보다 높은 에너지 밀도를 제공하고, 비교적 쉽게 제조할 수 있어, 산업적으로 생산 가능성이 높다. 2) 금속층간 화합물 (Metal Intercalation Compounds)은 금속 이온이 계면에 침착된 이온광진합물로, 슈퍼커패시터의 전하 저장 기능을 향상시키는 데 사용된다. 예를 들어,  $Li_4Ti_5O_{12}$  (LTO)는 고전압과 높은 전력을 제공하여 슈퍼커패시터의 성능을 향상시키고, 사이클링 시 효율적으로 전하를 저장할 수 있다. 마지막으로, 3)  $MoS_2$  (몰리브덴 디설파이드)는 다층 구조를 가지며, 고전압을 가지고 있어, 슈퍼커패시터의 전압 범위를 확장시킨다. 또한, 높은 전도성을 제공하여 빠른 충전 및 방전을 가능하게 하고, 화학적 안정성이 뛰어나며, 사이클링 충방전 성능 유지가 용이하다.

[0004]

상기 기존 전극 활성 재료와 달리 최근 금속간 화합물계 전극 활성 재료가 슈퍼커패시터 분야에서 주목받고 있다. 이러한 재료들은 전통적인 전극 활성 재료보다 높은 에너지 밀도와 우수한 전기 용량을 제공할 수 있다. 일반적으로 금속간 화합물은 두 가지 이상의 금속 원소 혹은 준금속 원소가 간단한 정수비로 결합하여 형성한 화합물로, 그 구성 원소들과는 상이한 결정구조를 이루는 물질을 의미한다. 하지만, 이러한 단일 금속간 화합물을 이루고 있는 조성 영역은 매우 좁아, 단일상 영역이 상평형도에서 선형으로 나타나기 때문에 선 화합물(Line compound)로 불리며, 이로 인해 조성 제어 설계를 통해 슈퍼커패시터의 성능을 향상시키는 것에 한계가 있다. 이에 더해, 슈퍼커패시터 및 배터리 등의 반복 충방전이 필요한 소재들은, 충방전의 반복 사이클 속에서 지속적인 부피 팽창과 수축에 의해 구조적/열역학적 상안정성을 쉽게 잃게 되기 때문에 금속간 화합물계 전극 활성 재료를 보편적으로 활용하기 위해선 이에 대한 해결책이 필요하다.

## 선행기술문헌

### 비특허문헌

[0006]

(비특허문헌 0001) (비특허 문헌 0001) [문헌 1] Niobium Nitride Nb<sub>4</sub>N<sub>5</sub> as a New High-Performance Electrode Material for Supercapacitors, Advanced Science, Volume 2, Issue 12, December 2015, 1500126

(비특허문헌 0002) (비특허 문헌 0002) [문헌 2] Orthorhombic niobium oxide nanowires for next generation hybrid supercapacitor device, Nano Energy, Volume 11, January 2015, Pages 765-772

(비특허문헌 0003) (비특허 문헌 0003) [문헌 3] Recent progress and applications of niobium-based nanomaterials and their composites for supercapacitors and hybrid ion capacitors, Sustainable Energy Fuels, Volume 5, May 2021, Pages 3039-3083

## 발명의 내용

### 해결하려는 과제

[0007] 본 발명은 전술한 종래 기술의 문제점들을 해결하기 위한 것으로, 뛰어난 충방전 특성을 가지면서도, 고 반복 충방전 사이클에도 수명을 유지하는 니오븀-준금속 화합물 및 이를 포함하는 활성 전극 물질과 전극을 제공하는 데 그 목적이 있다. 특히, 육방구조의 1:2 화학양론비를 가지는 니오븀-준금속 화합물을 단일 혹은 이중의 M이 육방구조 부격자에 고용된 단상의 니오븀-준금속 화합물로 제조하여 상안정성을 향상시키고, 이를 포함하는 활성 전극 물질과 전극을 구성하여 우수한 슈퍼커패시터 특성을 가지도록 하는 것을 그 목적으로 한다.

### 과제의 해결 수단

[0009] 상기의 목적을 달성하기 위한 본 발명에 의한 육방구조를 가지는 슈퍼커패시터용 니오븀-준금속 화합물은 (1) 육방구조가 안정한 Nb<sub>2</sub>M<sub>2</sub> 화학양론비의 원소재를 준비하는 단계, (2) 준비된 원소재를 용해하여 육방구조 단상의 금속간 화합물을 구성하는 단계로 준비된다. 이 때, 육방구조를 제외한 석출상은 그 분율이 5% 미만인 것이 바람직하다. 이 때, 상 안정성을 제어하기 위해 (3) 균질화 후속 열처리를 추가로 수행하는 단계를 포함할 수 있다.

[0010] 일 실시예에 따르면, 본 발명의 니오븀-준금속 화합물은 아래 [화학식]으로 표현되는 소재로써,

[화학식]  $Nb_1(A_aB_b)_2$

[0012] A 및 B는 니오븀 (Nb) 과 1:2 로 합금화되어 합치 용융점 거동을 하는 육방 구조 니오븀-준금속 화합물을 형성하는 준금속 원소이며, 준금속 원소 간 완전 고용체를 형성할 수 있는 Si, Ge 에서 선택된 1종 이상의 원소, 각각 A 및 B 의 구성 원소비를 의미하는 a 및 b 의 함량(원자량 % 기준) 이 모두 0 이상이고 a + b = 1 이며, 합금화 중 피할 수 없는 불순물을 소량 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0013] 일 실시예에 따르면, 본 발명의 니오븀-준금속 화합물은 니오븀(Nb)에 전이금속을 형성하는 타이타늄(Ti), 바나듐(V), 지르코늄(Zr), 몰리브덴(Mo), 하프늄(Hf), 탄탈륨(Ta), 그리고 텅스텐(W) 중 하나 이상의 원소를 추가 첨가하거나 준금속 원소인 Si, Ge을 동시에 첨가하여 구성엔트로피를 높여 상안정성을 향상시키는 것을 특징으로 한다.

[0014] 일 실시예에 따르면, 본 발명의 니오븀-준금속 화합물 전극 활성 물질은 본 발명의 니오븀-준금속 화합물을 분말형태로 분쇄하여 제조된 것일 수 있으며, 특히, 제조된 전극 물질의 특성 균질도를 위하여 100 μm 이하의 입도 크기를 가지는 것을 특징으로 한다.

[0015] 일 실시예에 따르면, 본 발명의 육방구조를 가지는 니오븀-준금속 화합물 활성 물질 기반 전극은 상기 니오븀-준금속 화합물 전극 활성 물질 기반 활성 전극 재료를 준비하는 단계; 준비된 활성 전극 재료를 기계적으로 혼합하는 단계; 기계적으로 혼합된 활성 전극 재료를 겔(gel) 형태로 제조하는 단계; 금속 기판에 도포하는 것을 통해 전극을 제작하는 단계;를 통해 제조된 것을 특징으로 한다.

### 발명의 효과

[0017] 본 발명에 의한 육방구조를 가지는 니오븀-준금속 화합물 활성 물질 기반 전극은 우수한 슈퍼커패시터 특성을 보임과 동시에, 높은 상 안정성을 가져 많은 충방전 사이클 이후에도 그 전기화학적 특성을 유지하는 것을 특징으로 한다.

[0018] 특히, 본 발명은 슈퍼커패시터로 활용될 수 있는 우수한 전기적 특성을 가지는 금속-준금속 간단한 정수비 금속간 화합물 설계와 완전 고용체(solid-solution)를 형성할 수 있는 금속 원소군 내지 준금속 원소군을 선정하여

구성엔트로피 제어를 통해 복잡 구성원소를 가진 금속-준금속 금속간 화합물을 제조함으로써 높은 상 안정성을 제공할 뿐만 아니라, 높은 충방전 효율을 제공할 수 있는 효과가 있다.

### 도면의 간단한 설명

[0020]

도 1은 본 발명의 육방구조 니오븀-준금속 화합물 및 이를 포함하는 전극을 제조하고, 그 특성을 평가하는 방법에 관한 순서도이다.

도 2는 Nb-Si, Nb-Ge, 그리고 Si-Ge 2원 상태도를 Nb-Si-Ge 3성분계 깁스 삼각형(Gibbs Triangle) 위에 도시한 것이다. 또한, Nb와 합금화되어 1:2의 화학양론비에서 육방구조 금속간 화합물을 형성하는 조성 영역을 도시하였다.

도 3은 (a) Nb-Ti, (b) Nb-V, (c) Nb-Zr, (d) Nb-Ta, (e) Nb-Hf, (f) Nb-Mo, (g) Nb-W, 그리고 (h) Nb-Cr 2원계 상태도를 나타낸다.

도 4는 본 발명의 실시예 (a) NbSi<sub>2</sub> (b) Nb(Si<sub>2</sub>Ge<sub>1</sub>)<sub>2</sub>, (c) Nb(Si<sub>6</sub>Ge<sub>6</sub>)<sub>2</sub>, (d) NbGe<sub>2</sub> 조성의 주조 후 및 1500도에서 3시간 열처리 후 시편을 X-선 회절 분석한 결과를 나타낸다.

도 5는 본 발명의 실시예 (a), (e) NbSi<sub>2</sub> (b), (f) Nb(Si<sub>2</sub>Ge<sub>1</sub>)<sub>2</sub>, (c), (g) Nb(Si<sub>6</sub>Ge<sub>6</sub>)<sub>2</sub>, (d), (h) NbGe<sub>2</sub> 조성의 주조 후 시편에 대해 주사전자현미경 내 후방 산란 전자 (Backscattered electron, BSE) 디텍터를 활용하여 분석한 결과를 보여준다.

도 6은 본 발명의 실시예 (a), (e) NbSi<sub>2</sub> (b), (f) Nb(Si<sub>2</sub>Ge<sub>1</sub>)<sub>2</sub>, (c), (g) Nb(Si<sub>6</sub>Ge<sub>6</sub>)<sub>2</sub>, (d), (h) NbGe<sub>2</sub> 조성의 1500도 3시간 열처리 후 시편에 대해 주사전자현미경 내 후방 산란 전자 디텍터를 활용하여 분석한 결과를 보여준다.

도 7은 본 발명의 실시예 Nb(Si<sub>6</sub>Ge<sub>6</sub>)<sub>2</sub> 시편을 기계적 파쇄를 통해 제조한 분말의 주사전자현미경 이미지를 보여준다.

도 8은 본 발명의 전극 제조 과정 및 커패시턴스 측정을 위한 각 단계를 도식화한 것으로, (a) 니오븀-준금속 화합물 분말과 탄소 및 바인더(binder)를 혼합하여 겔(gel)을 준비하는 단계 및 슬러리 코팅(slurry coating)을 통해 전극 제조하는 단계를 나타내는 도면, (b) 슬러리 코팅을 통하여 제조한 전극에 대한 사진, (c) 커패시턴스 측정을 위한 전기화학 셀(Electrochemical cell)에 대한 도면이다.

도 9는 본 발명의 실시예에 대한 전기화학적 특성을 나타내는 결과로, (a) 주사 속도(scan rate)에 따른 각 시편의 순환 전압-전류(Cyclic Voltammetry, CV) 곡선, (b) 주사 속도에 따른 비축전 용량(Specific capacitance), (c) 5 mV/sec의 주사 속도에 대한 각 시편의 비축전 용량을 나타낸다.

도 10은 정전류 충방전법(Galvanostatic Charge-Discharge, GCD)을 통해 5 mA/cm<sup>2</sup>의 전류 밀도에서 평가된 본 발명의 실시예에 대한 전기화학적 특성을 나타내는 결과로, (a)는 각 조성 주조 후 시편의 GCD 곡선을 나타내며, (b)는 각 조성 1500도 3시간 열처리 후 시편의 GCD 곡선을 나타낸다. (c)는 5 mA/cm<sup>2</sup>의 전류 밀도에서 측정된 GCD 곡선을 통해 계산된 각 시편의 비축전 용량, 비에너지(specific energy) 값을 정리해 나타낸다.

도 11은 본 발명의 실시예에 대한 고반복 충방전 사이클 안정성을 나타내는 결과로, 100 mV/sec의 주사 속도로 2000 사이클의 순환 전압-전류(Cyclic Voltammetry, CV) 충방전 이후 초기 대비 정전용량 보유성(Capacitance retention) 변화도를 나타낸다.

### 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0021]

이하에서, 첨부된 도면을 참조하여 실시예들을 상세하게 설명한다. 그러나, 실시예들에는 다양한 변경이 가해질 수 있어서 특허 출원의 권리범위가 이러한 실시예들에 의해 제한되거나 한정되는 것은 아니다. 실시예들에 대한 모든 변경, 균등물 내지 대체물이 권리범위에 포함되는 것으로 이해되어야 한다.

[0022]

실시예에서 사용한 용어는 단지 설명을 목적으로 사용된 것으로, 한정하려는 의도로 해석되어서는 안된다. 단수의 표현은 문맥상 명백하게 다르게 뜻하지 않는 한, 복수의 표현을 포함한다.

[0023]

본 명세서에서, “포함하다” 또는 “가지다” 등의 용어는 명세서상에 기재된 특징, 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부품 또는 이들을 조합한 것이 존재함을 지정하려는 것이지, 하나 또는 그 이상의 다른 특징들이나 숫자,

단계, 동작, 구성요소, 부품 또는 이들을 조합한 것들의 존재 또는 부가가능성을 미리 배제하지 않는 것으로 이해되어야 한다.

[0024] 다르게 정의되지 않는 한, 기술적이거나 과학적인 용어를 포함해서 여기서 사용되는 모든 용어들은 실시예가 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진자에 의해 일반적으로 이해되는 것과 동일한 의미를 가지고 있다. 일반적으로 사용되는 사전에 정의되어 있는 것과 같은 용어들은 관련 기술의 문맥상 가지는 의미와 일치하는 의미를 가지는 것으로 해석되어야 하며, 본 출원에서 명백하게 정의하지 않는 한, 이상적이거나 과도하게 형식적인 의미로 해석되지 않는다.

[0025] 또한, 첨부도면을 참조하여 설명함에 있어, 도면 부호에 관계없이 동일한 구성요소는 동일한 참조부호를 부여하고 이에 대한 중복되는 설명은 생략하기로 한다. 실시예를 설명함에 있어서 관련된 공지기술에 대한 구체적인 설명이 실시예의 요지를 불필요하게 흐릴 수 있다고 판단되는 경우 그 상세한 설명을 생략한다. 또한, 실시예의 구성요소를 설명하는데 있어서, 제1, 제2, A, B, (a), (b) 등의 용어를 사용할 수 있다. 이러한 용어는 그 구성요소를 다른 구성요소와 구별하기 위한 것일뿐, 그 용어에 의해 해당 구성요소의 본질이나 차례 또는 순서 등이 한정되지 않는다. 어떤 구성요소가 다른 구성요소에 “연결”, “결합” 또는 “접속” 된다고 기재된 경우, 그 구성요소는 그 다른 구성요소에 직접적으로 연결되거나 접속될 수 있지만, 각 구성요소 사이에 또 다른 구성요소가 “연결”, “결합” 또는 “접속” 될 수 도 있다고 이해되어야 할 것이다.

[0026] 어느 하나의 실시예에 포함된 구성요소와, 공통적인 기능을 포함하는 구성요소는, 다른 실시예에서 동일한 명칭을 사용하여 설명하기로 한다. 반대되는 기재가 없는 이상, 어느 하나의 실시예에 기재한 설명은 다른 실시예에도 적용될 수 있으며, 중복되는 범위에서 구체적인 설명은 생략하기로 한다.

[0027] 본 발명은 육방구조를 가지는 니오븀-준금속 화합물 및 이를 포함하는 활성 전극 물질과 전극에 관한 것으로서, 기존 금속 화합물 기반 슈퍼커패시터 활성 전극 물질에 비해 더욱 우수한 충방전 효율 및 반복 안정성을 제공한다. 도 1은 본 발명의 육방구조 니오븀-준금속 화합물 및 이를 포함하는 전극을 제조하고, 그 특성을 평가하는 방법에 관한 순서도이다. 이와 같은 발명을 실시하는 방법에 대한 자세한 사항은 후술한다.

[0029] 육방구조가 안정한 Nb<sub>2</sub>M<sub>2</sub> 조성의 원소재를 준비하는 단계와 이를 니오븀-준금속 화합물로 합금화하는 단계 및 균질화 후속 열처리를 수행하는 단계

[0030] 본 단계에서는 단일 혹은 이중의 M을 가진 고용체 단상의 육방구조 니오븀-준금속 화합물 구성을 위한 원소재(Raw material)를 준비하는 단계에 대해 상술한다. 자세하게는 아래 [화학식 1]으로 표현되는 조성의 금속간 화합물 소재를 용해하여 제조한다.

[0031] [화학식 1]  $Nb_1(A_aB_b)_2$

[0032] (여기서, A 및 B는 Nb 과 1:2 로 합금화되어 합치 용융점 거동을 하는 육방 구조 니오븀-준금속 화합물을 형성하는 원소이며, 완전 고용체 관계를 갖는 원소인 Si, Ge에서 선택된 1종 이상의 원소로, 각각 A 및 B 의 구성 원소비를 의미하는 a 및 b 의 함량(원자량 % 기준)이 모두 0 이상이고 a + b = 1 이며, 합금화 중 피할 수 없는 불순물을 소량 포함하는 것)

[0033] 상술하면, 우수한 슈퍼커패시터 성능을 나타내기 위해서는 금속 원소와 준금속 원소가 화학양론비로써 1:2를 가짐과 동시에, 이와 같은 Nb<sub>2</sub>M<sub>2</sub> 형태의 니오븀-준금속 화합물이 육방구조를 가지는 것이 중요하다. 아래 [표 1]은 Nb과 합금화되어 쉽게 1:2의 화학양론비(Stoichiometry)의 금속간 화합물을 구성하는 준금속 원소 및 이들의 안정한 결정구조를 나타낸다.

표 1

| 구분   | 준금속 원소 | 안정 구조 [번호]  |
|------|--------|-------------|
| 원소군1 | Si     | P6222 [180] |
|      | Ge     | P6222 [180] |

[0036] 이때, 본 발명에서는 각 구성 원소가 Nb과 1:2로 합금화되어 P6222 (육방구조)를 이루며, 이에 더하여 각 구성 원소가 완전 고용체 관계를 갖는 원소를 원소군 1 (Si,Ge) 로 구분하였다. 도 2는 원소군 1에 해당하는 원소들을 기반으로 Nb-Si, Nb-Ge, 그리고 Si-Ge 2원 상태도를 Nb-Si-Ge 3성분계 깁스 삼각형(Gibbs Triangle) 위에

도시한 것이다. 또한, Nb와 합금화되어 1:2의 화학양론비에서 육방구조 금속간 화합물을 형성하는 조성영역을 굵은 보라색선으로 표시하였다. 도 2에 나타난 바와 같이, 상기의 Nb-Si, Nb-Ge 시스템은 각각이 1:2 화학양론비의 금속간 화합물을 안정상으로 구성하는 것을 보여준다. (각각 파란색, 빨간색 선으로 표시) 이에 더해, Si-Ge 시스템은 완전 고용체를 이루는 안정상으로 구성된 것이 나타난다. 따라서, Nb1M2의 니오븀-준금속 화합물 내 다중 준금속 원소 M이 원소군 1로만 구성된 경우, 원소군 1 중 1종 이상의 준금속 원소가 어떤 조성으로 Nb와 1:2 화학양론비로 합금화되어도 홑-로터리 법칙을 만족하여 M의 부격자 자리에 상호 고용되어 합치 용융 거동(Congruent melting)을 하는 단상의 니오븀-준금속 화합물을 구성할 수 있다.

[0037] 도 3은 (a) Nb-Ti, (b) Nb-V, (c) Nb-Zr, (d) Nb-Ta, (e) Nb-Hf, (f) Nb-Mo, (g) Nb-W, 그리고 (h) Nb-Cr 2원계 상태도를 나타낸다. 도 3(a)-(g)의 타이타늄(Ti), 바나듐(V), 지르코늄(Zr), 몰리브데늄(Mo), 하프늄(Hf), 탄탈륨(Ta), 그리고 텅스텐(W) 원소들은 상기 Si-Ge 시스템과 유사하게 니오븀과 상호 전용고용체 관계에 있기 때문에 용해를 통해 다중 원소 복잡 조성을 구성해도 체심입방 구조의 단일 고용체 형성이 용이한 것으로 알려져 있다. 이에 반해, 도 3(h) Nb-Cr 2원계 합금의 경우 니오븀과 제한적인 고용도를 가지기 때문에 주조를 통해 체심입방 구조의 고용체를 형성하는 조성 영역의 용해도 한계를 가진다. 이러한 점에 착안하여 본 발명의 합금에 니오븀과 전용고용체를 형성하는 타이타늄(Ti), 바나듐(V), 지르코늄(Zr), 몰리브데늄(Mo), 하프늄(Hf), 탄탈륨(Ta), 그리고 텅스텐(W) 중 하나 이상의 원소를 추가로 첨가하여 Nb1M2의 Nb 부격자 (sublattice) 자리에 고용시키는 경우, 구성엔트로피 증가를 통해 육방구조의 상 안정성을 더욱 향상시키는 것이 가능하다.

[0038] 이후, 상기와 같이 제조한 니오븀-준금속 화합물의 미세조직을 제어하는 방법에 대해 상술한다. 열역학적 상 안정성은 온도에 따라 결정되는 변수이기 때문에, 준비된 니오븀-준금속 화합물의 구성 원소에 따라 후속 열처리가 필요할 수 있다. 이 경우, 육방구조의 안정한 단일상을 가지도록 하는 온도 이상에서의 열처리를 하는 단계를 추가하여, 단상의 니오븀-준금속 화합물을 제조할 수 있다. 본 발명의 후속 열처리는 제조된 화합물의 (절대 온도 대비) 용점의 70% 이상 용점 미만의 온도에서 1시간 이상 100시간 이하로 하는 것이 바람직하다.

[0039] 도 4는 본 발명의 실시예 (a) NbSi<sub>2</sub> (b) Nb(Si<sub>9</sub>Ge<sub>1</sub>)<sub>2</sub>, (c) Nb(Si<sub>5</sub>Ge<sub>5</sub>)<sub>2</sub>, (d) NbGe<sub>2</sub> 조성의 주조 후 및 1500도에서 3시간 열처리 후 시편을 X-선 회절 분석한 결과를 나타낸다. 이때, 준비된 원소재를 합금화하는 방법으로써, 본 발명의 모든 예시에서는 99.9% 이상의 순도를 가지는 모원소를 준비하고, 빠르게 1 mm 이상의 벌크 형태 균질한 고용체를 형성할 수 있는 아크 석션 용해(Arc-Suction melting)법으로 제조하였으나, 이에 대응 가능한 상용 주조 방법은 본 발명에서 개발하고자 하는 니오븀-준금속 화합물 제조에 모두 적용할 수 있다.

[0040] 예를 들어 균질한 합금의 제조가 가능한 인덕션 주조법(Induction casting) 또는 정밀한 온도제어가 가능한 저항 가열법(Resistance heating) 등 다양한 상용 주조 공정을 통해 제조하는 것이 가능하다. 또한, 원료 금속의 용해가 가능한 상용 주조법뿐 아니라, 원료를 분말 형태로 제조하여 기계적 합금화법 등 분말 야금법(Powder metallurgy)을 이용해 합금화한 후 스파크 플라즈마 소결(Spark plasma sintering) 혹은 열간 정수압 소결(Hot isostatic pressing)을 이용하여 고온/고압으로 소결하여 벌크 시편으로 제조할 수도 있다. 이러한 소결법을 이용하는 경우는 보다 정밀한 미세 조직제어 및 원하는 형상의 부품 제조가 용이한 장점이 있다.

표 2

| 구분    | 조성                                                | 열처리         | 육방구조<br>형성여부 | 비고              |
|-------|---------------------------------------------------|-------------|--------------|-----------------|
| 실시예 1 | NbSi <sub>2</sub>                                 | X           | 0            | 1% 이내<br>석출상 형성 |
| 실시예 2 | NbSi <sub>2</sub>                                 | 1500 °C 3hr | 0            |                 |
| 실시예 3 | Nb(Si <sub>9</sub> Ge <sub>1</sub> ) <sub>2</sub> | X           | 0            |                 |
| 실시예 4 | Nb(Si <sub>9</sub> Ge <sub>1</sub> ) <sub>2</sub> | 1500 °C 3hr | 0            |                 |
| 실시예 5 | Nb(Si <sub>5</sub> Ge <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> | X           | 0            | 5% 이내<br>석출상 형성 |
| 실시예 6 | Nb(Si <sub>5</sub> Ge <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> | 1500 °C 3hr | 0            |                 |
| 실시예 7 | NbGe <sub>2</sub>                                 | X           | 0            |                 |
| 실시예 8 | NbGe <sub>2</sub>                                 | 1500 °C 3hr | 0            |                 |

[0042] 도 4 및 상기 표2의 실시예 1 내지 8에서 확인할 수 있는 바와 같이, 열역학적으로 안정한 육방구조의 금속간

화합물을 가지는 경우, 준금속 원소의 조성비가 달라지더라도 P6222 상의 육방구조가 형성됨을 알 수 있었다. 이에 더해, 열처리 전에도 모두 육방구조가 형성된 것을 통하여, 상용 주조 공정인 아크 멜팅을 통해 1 mm 이상의 벌크 시편으로 제조하더라도 우수한 상 안정성을 가져 쉽게 단상의 육방구조를 가지는 것을 알 수 있었다. 이 때, 육방구조를 제외한 석출상은 그 분율이 5% 미만인 것이 바람직하다.

[0043] 도 5는 상기 표의 실시예 1, 3, 5, 7 조성 주조 후 시편에 대한 미세구조 분석 결과를 나타내는 것으로, 주사전 자현미경 내 후방 산란 전자 (Backscattered electron, BSE) 디텍터를 활용하여 분석한 결과를 나타낸다. (a)-(d)는 각각 NbSi<sub>2</sub>, Nb(Si<sub>5</sub>Ge<sub>1</sub>)<sub>2</sub>, Nb(Si<sub>5</sub>Ge<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, NbGe<sub>2</sub> 시편에 대한 200 배율의 이미지를 나타내고, (e)-(h)는 각각 (a)-(d) 이미지내 네모로 표시한 영역을 확대한 1000 배율의 이미지를 나타낸다. 표 2에 나타난 것과 동일하게 각 시편에서 육방구조를 가지는 Nb<sub>1</sub>M<sub>2</sub> 상이 기지로 형성되어 95% 이상을 구성함을 확인할 수 있다. 이 때, 약 5% 이내의 석출상이 형성되는 것이 확인되었으며, 이는 상술한 바와 같이 일반적으로 금속간 화합물을 이루고 있는 조성 영역이 매우 좁기 때문에 주조 시 비평형 응고 과정을 피할 수 없어 형성될 수 있는 기타 석출상으로 여겨진다.

[0044] 도 6은 도 5와 동일한 시편을 1500도에서 3시간 열처리 한 시편의 미세구조를 주사전자현미경 내 후방 산란 전자 디텍터를 활용하여 분석한 결과를 나타낸다. 이 때, 열처리는 산화를 방지하기 위하여, 아르곤 분위기에서 진행되었으며, 공냉(Air cooling)을 통해 상온까지 냉각되었다. (a)-(d)는 각각 NbSi<sub>2</sub>, Nb(Si<sub>5</sub>Ge<sub>1</sub>)<sub>2</sub>, Nb(Si<sub>5</sub>Ge<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, NbGe<sub>2</sub> 시편에 대한 200 배율의 이미지를 나타내고, (e)-(h)는 각각 (a)-(d) 이미지내 네모로 표시한 영역을 확대한 1000 배율의 이미지를 나타낸다. 도 6에 나타난 것과 같이, 균질화 열처리 후에도 각 시편에서 육방 구조를 가지는 Nb<sub>1</sub>M<sub>2</sub> 상이 기지로 형성되어 95% 이상을 구성하였고, 약 5% 이내의 석출상이 형성되는 것이 확인되었다. 이는 균질화 이후, 공냉 과정을 거치면서 국부적 조성 편차에 의해 5% 이내의 석출상은 형성될 수 있음을 나타낸다.

[0046] 니오븀-준금속 화합물을 포함하는 활성 전극 물질과 전극 제조 및 충/방전 특성 분석 결과

[0047] 본 단계에서는 상기 단계들에서 개발한 니오븀-준금속 화합물 소재를 포함하는 활성 전극 물질과 전극을 제조하고, 이에 대한 특성을 평가한 결과를 나타낸다. 특성 평가를 위해서 제조된 니오븀-준금속 화합물은 기계적 방법을 통해 분쇄하여 활성 물질을 제조하였다. 도 7은 실시예 5의 주조 후 Nb(Si<sub>5</sub>Ge<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 조성의 금속간 화합물을 기계적 방법을 통하여 분쇄한 분말의 주사전자현미경 이미지를 나타낸다. 분쇄된 니오븀-준금속 화합물 입자 크기의 균일성을 확보하기 위해 100 μm의 메쉬를 이용해 선별적으로 100 μm 이하의 분말로 분급하였다.

[0048] 도 8은 제조한 분말 형태의 금속간 화합물로 활성 전극 물질과 전극을 제조하고 전기화학적 특성을 평가하는 과정을 나타낸다. 도 8의 (a)는 전극을 제조하는 과정을 나타내는 모식도로 80%의 니오븀-준금속 화합물 분말과 10%의 탄소(Carbon Black) 및 10%의 폴리비닐리덴 플루오라이드(Polyvinylidene fluoride, PVDF)를 기계적으로 혼합한 후, 교반기를 활용하여 N-메틸-2-피롤리돈(N-Methyl-2-pyrrolidone, NMP)과 혼합하여 겔을 준비하는 단계를 나타낸다. 이후, 슬러리 코팅법을 활용하여 니켈 폼에 코팅하여 전극을 제조하는 과정을 도시하였으며, 이를 통해 제작한 전극은 도 8의 (b)에서 확인할 수 있다. 도 8의 (c)는 충방전 특성을 평가하기 위한 전기화학 셀의 구성요소를 나타내는 모식도이다. 다만 이와 같은 제조 방법은 단순한 예시를 제시한 것일 뿐, 본 발명의 전극 제조 및 특성평가 방법을 한정하는 것은 아니다. 따라서, 같은 효과를 낼 수 있는 전극 제조 및 특성 평가 방법으로써, 다양한 기술을 활용할 수 있다.

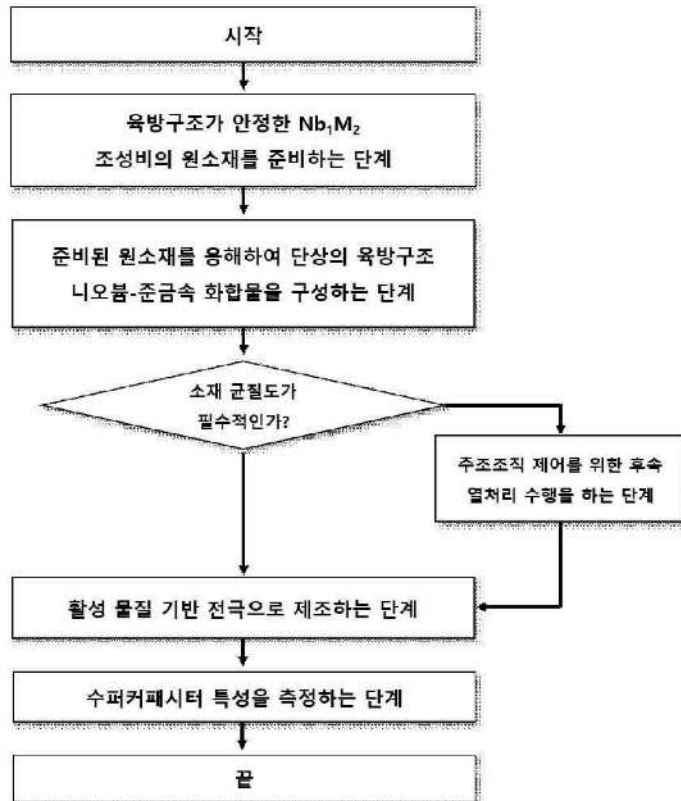
[0049] 도 9는 상기의 방법으로 제조한 시편에 대하여, 측정한 실시예 1 내지 8의 니오븀-준금속 화합물의 충전 실험 결과를 나타낸다. 도 9의 (a)는 5, 10, 20, 25, 50, 75, 100 mV/sec 로 주사 속도를 변화시키며 측정한 각 시편의 순환 전압-전류 곡선을 나타내며, (b)는 각 주사 속도에 따른 비축전 용량 값을 나타내고, (c)는 5 mV/sec 의 주사 속도에서의 각 시편의 비축전 용량 값을 나타낸다. 도 9에 나타난 것과 같이 같은 재료에서도 주사속도가 증가하면서 비축전 용량 값이 감소하는 것을 확인할 수 있으며, 일반적으로 분말 크기가 작아질수록 비축전 용량 값이 증가한다고 알려져 있다. 본 발명의 실시예 전극들의 경우, 5 mV/sec 의 주사 속도에 대해 4.0 F/g 이상으로 우수한 비축전 용량 값을 나타내었다. 또한, 도 9에서 나타난 것과 같이, 니오븀 단일 실리사이드 활성물질과 비교하여, 규소보다 전기화학적 특성이 우수한 저마늄이 첨가됨에 따라서 더욱 우수한 비축전 용량을 나타내었다. 특히, 실시예 5, 7 그리고 8의 경우 5.4 F/g 이상의 우수한 비축전 용량을 나타내었다. 한편, 동일한 시편의 열처리 전/후의 비축전 용량을 비교해보면, 열처리 후에 약 5% 내지 15%의 성능의 감소가 나타났다. 이는 열처리 과정을 통하여 조성적 균질화가 일어나고 상 안정성이 높아짐과 함께, 금속간 화합물의 결정화도(crystallinity) 또한 증가하게 되는데, 이러한 과정에서 결정화도의 증가가 캐패시턴스 성능을 감소시키기 때

문이다.

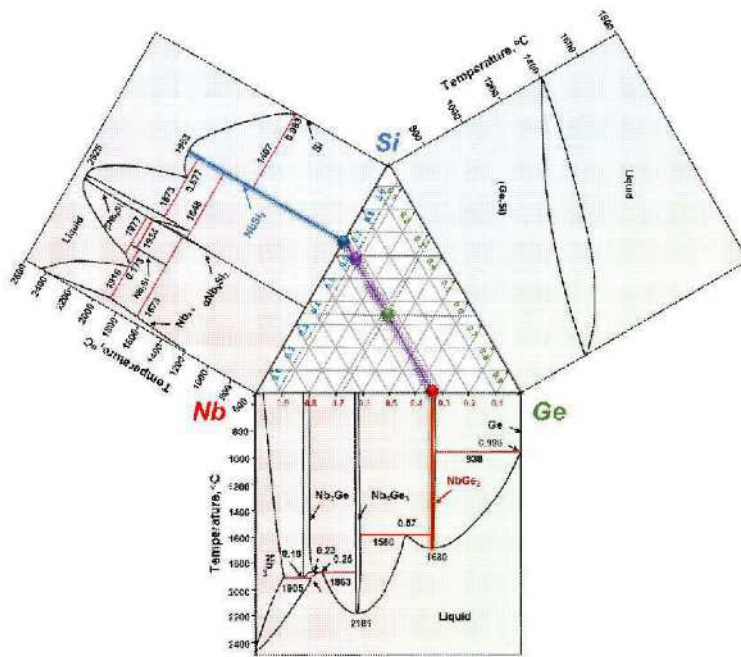
- [0050] 도 10은 본 발명 실시예의 전기화학적 특성을 나타내는 결과로, 정전류 충방전법을 통해  $5 \text{ mA/cm}^2$ 의 전류 밀도에서 평가된 결과이다. (a)는 주조 후 시편, (b)는 1500도 3시간 열처리 후 시편의 GCD 곡선을 나타내며, (c)는 상기 GCD 곡선을 기반으로 계산된 각 시편의 비축전 용량 및 비에너지 값을 나타낸다. 본 발명의 실시예 전극들의 경우, 정전류 충방전법을 통해  $5 \text{ mA/cm}^2$ 의 전류 밀도에서 측정시  $2.0 \text{ F/g}$  이상으로 우수한 비축전 용량 값을 나타내었고,  $0.06 \text{ Wh/kg}$ 으로 우수한 비 에너지 값을 나타내었다. 순환 전압-전류 시험 분석법과 동일하게, 니오븀 실리사이드와 비교하여, 규소보다 전기화학적 특성이 우수한 저마늄이 첨가됨에 따라서 더욱 우수한 비축전 용량과 비에너지를 나타내었다. 이에 더해, 동일한 시편의 열처리 전/후의 비축전 용량을 비교해보면, 상기와 동일한 원인으로 인하여 열처리 후 비축전 용량 및 비에너지 성능이 감소함을 확인하였다. 종합하면, 조성적 균질화 및 육방구조 안정상 형성을 위하여 후속 열처리가 필요할 수 있으나, 후속 열처리 후 결정화도의 증가로 인하여 충방전 성능이 저하될 수 있다.
- [0051] 한편, 본 발명의 실시예 1, 3, 5 및 7에서 나타난 것과 같이 열처리 전에도 모두 육방구조가 형성된 것을 통하여, 단순 주조공정인 아크 멜팅을 통해 제조하더라도 쉽게 단상의 육방구조를 가지며 우수한 충방전 성능을 나타냄을 알 수 있다. 만약 주조 시 석출상이 5% 이상 형성되어 육방구조의 단일 안정상 형성을 위하여 후속 열처리가 필요한 경우, 합치 용융점 거동을 하는 화합물의 열처리 효율 향상을 위해 니오븀-준금속 화합물의 용점의 70% 이상의 온도 내지 용융이 일어나지 않는 용점 미만의 온도에서 1시간 이상 처리된 것일 수 있다. 열처리 시간의 특별한 상한은 없으나, 효율적인 공정 수행을 위해 100시간 이하로 처리할 수 있다. 이때, 용점의 70% 이하의 온도는 균질화를 위해 장시간의 열처리를 필요로 하여 비효율적이고, 1시간 미만의 경우는 균질화가 충분히 일어나지 않을 수 있다.
- [0052] 도 11은 전술한 실시예 1 내지 8의 니오븀-준금속 화합물을 반복 충방전하여, 해당 소재의 전극 수명을 평가한 결과이다. 본 발명에 의한 실시예 1 내지 8은  $100 \text{ mV/sec}$ 의 주사 속도로 최대 2000회 이상의 순환 전압-전류법 기반의 충방전에도 초기 대비 정전용량 보유성이 90% 이상 유지(변화도 10% 미만)됨이 나타났다. 특히, 실시예 7의 경우 2000회 이상의 반복 충방전 후 정전용량 보유성이 98.22%로 나타나, 매우 높은 상 안정성을 가져 그 특성을 잃지 않고 유지함을 알 수 있다. 이와 같은 분석을 통해, 본원 발명에서 개발한 니오븀-준금속 화합물 소재를 활용한 전극이 슈퍼커패시터 등으로 적용시 우수한 특성을 나타낼 수 있음을 확인하였다.
- [0054] 이상 본 발명을 바람직한 실시예를 통하여 설명하였는데, 상술한 실시예는 본 발명의 기술적 사상을 예시적으로 설명한 것에 불과하며, 본 발명의 기술적 사상을 벗어나지 않는 범위 내에서 다양한 변화가 가능함은 이 분야에서 통상의 지식을 가진 자라면 이해할 수 있을 것이다. 따라서 본 발명의 보호 범위는 특정 실시예가 아니라 특허 청구 범위에 기재된 사항에 의해 해석되어야 하며, 그와 동등한 범위 내에 있는 모든 기술적 사상도 본 발명의 권리 범위에 포함되는 것으로 해석되어야 할 것이다.

도면

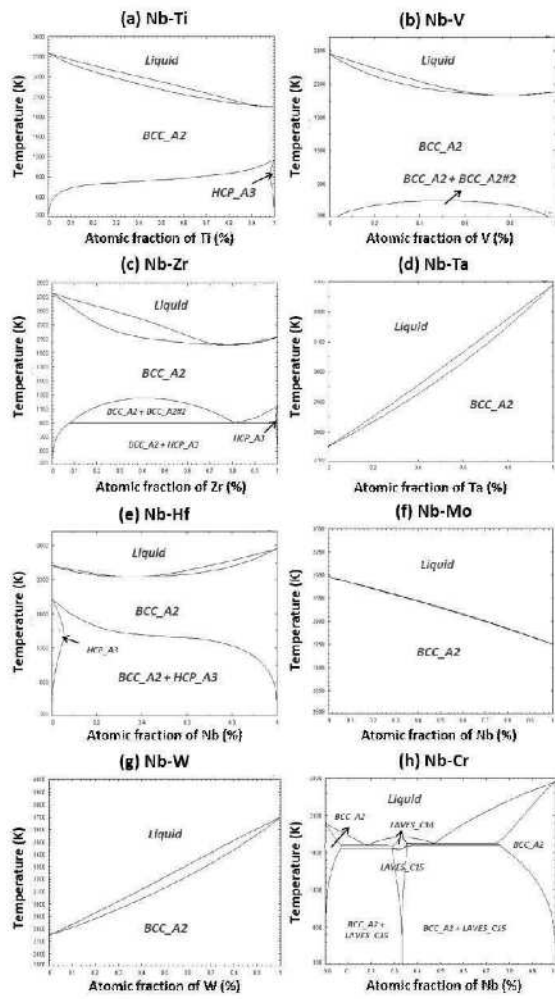
도면1



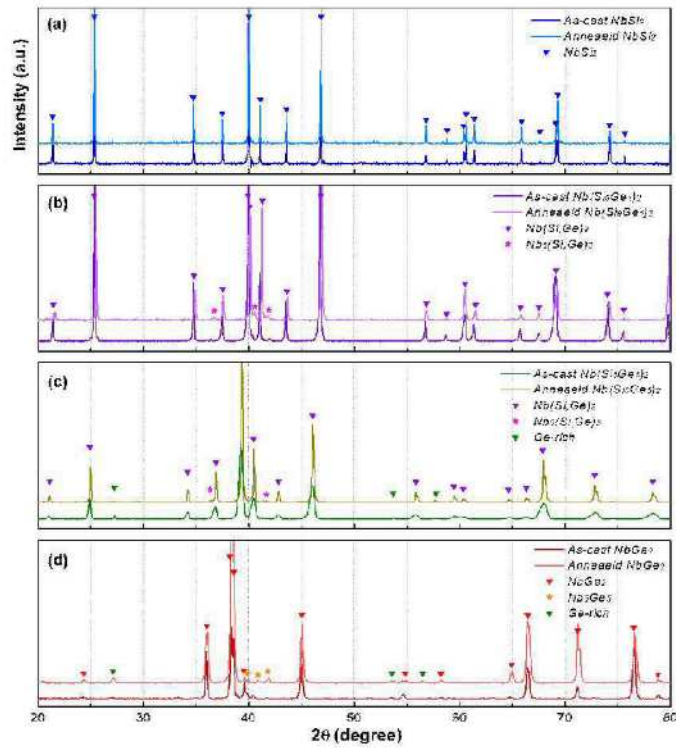
도면2



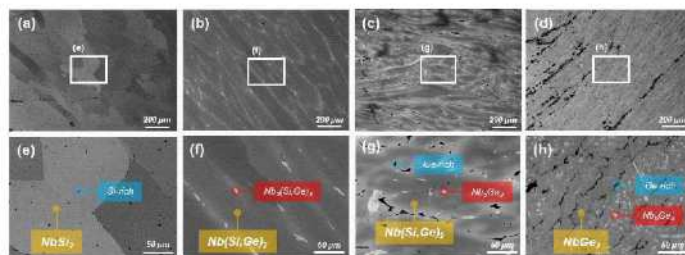
도면3



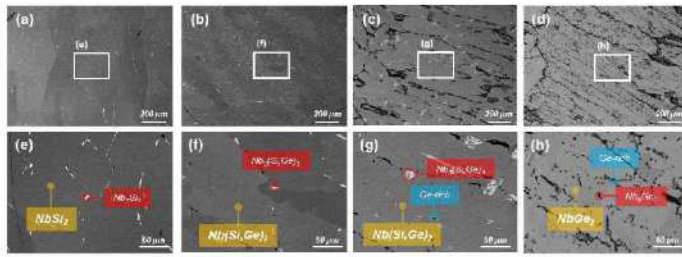
도면4



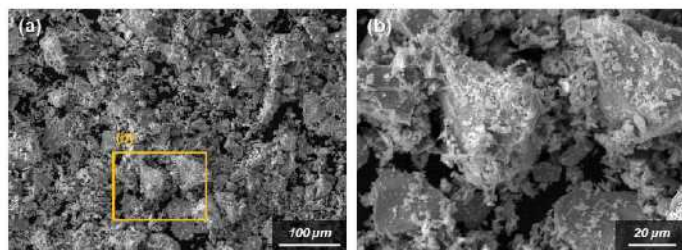
도면5



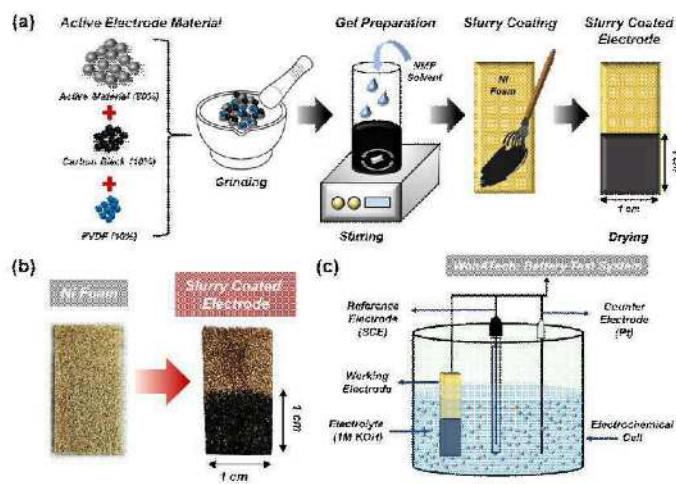
도면6



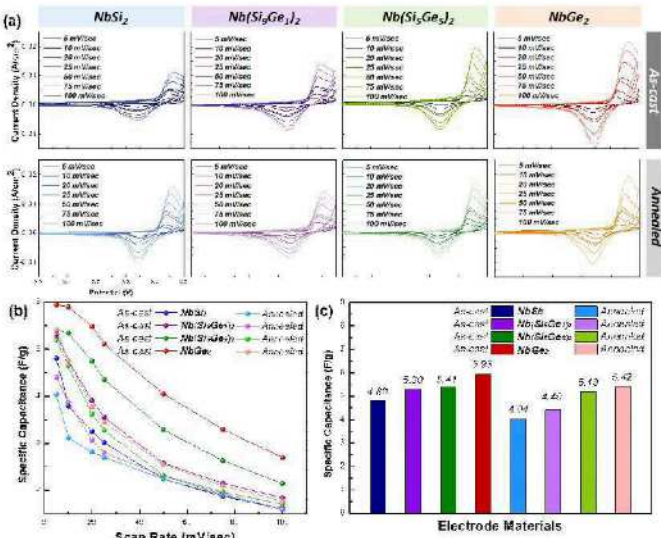
도면7



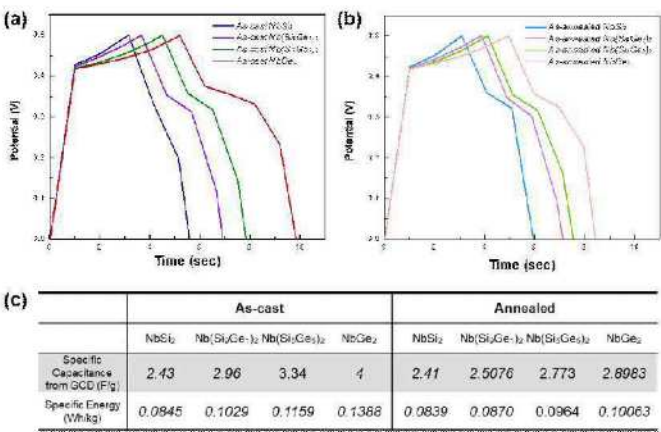
도면8



도면9



도면10



도면11

