

$\text{Li}_x\text{Mn}_2\text{O}_4$ spinel 박막의 저온 합성에 관한 연구

(A study on the low temperature synthesis of $\text{Li}_x\text{Mn}_2\text{O}_4$ spinel thin film)

김대우, 이종기, 이승주, 이성만*, 백홍구

연세대학교 금속공학과, *강원대학교 재료공학과

1. 서론 : Li 이차박막전지는 전지자체의 초소형화 및 박형화가 가능함으로 공간이용효율을 극대화할 수 있으며 기존의 전지반응기구로는 불가능한 on-chip 전지의 제작이 가능하다. 또한, Li 이차 박막전지는 microsensor, microactuator 등과 함께 연결되어 low power device에 응용이 가능하며 적층을 이용하여 정전용량을 늘릴 수 있을 뿐 아니라 전극의 반응 면적을 극대화할 수 있으므로 고전류의 방출도 기대할 수 있다. Si이나 GaAs device는 500°C 이상에서 파괴가 일어남으로 on-chip battery를 위해서는 Li 이차 박막 전지의 저온 합성은 필수적이다. 여러 양극재료중에서 lithium manganese oxide는 LiCoO_2 나 LiNiO_2 와 같은 다른 천이 금속산화물에 비해 저온합성이 가능함으로 Li 이차 박막 전지로의 응용가능성이 매우 높다. 따라서, 본 연구에서는 Li 이차 박막 전지의 양극재료용 $\text{Li}_x\text{Mn}_2\text{O}_4$ spinel 박막을 electron beam evaporation법과 후속 열처리를 통해 저온합성하고자 하였다.

2. 실험방법 : lithium carbonate와 manganese oxide 분말을 750°C에서 24시간 열처리하여 합성한 LiMn_2O_4 를 이용하여 electron beam evaporation법에 의해 박막을 증착한 후 산소분위기에서 100°C에서 750°C까지 10분간 후속열처리하였다. 합성된 source 물질과 박막의 구조분석은 XRD를 이용하였으며, morphology는 SEM을 이용하여 고찰하였으며, 박막의 전기화학적 특성은 Li 금속을 음극으로 하여 Swagelok 형태의 전지를 구성하여 OCV(Open Circuit Voltage)를 측정하였다.

3. 결과 및 고찰 : 열처리 온도에 따른 XRD 분석결과 소둔전 박막은 비정질구조를 갖으며, 200°C에서 결정화가 시작되었다. 750°C에서 열처리한 결과와 비교하여 볼 때, 300°C에서 열처리한 $\text{Li}_x\text{Mn}_2\text{O}_4$ spinel 박막은 (111) peak가 broad한 특성을 보였으며, 이로부터 defect spinel 구조를 갖는다는 것을 알 수 있었다. 열처리 시간에 따른 박막의 구조 변화를 고찰하기 위해서 300°C에서 1분에서 30분간 열처리 하여 XRD 분석을 수행한 결과, 최적 열처리 시간은 10분이었다. SEM 분석결과 300°C에서 10분간 열처리한 박막은 평균 결정립 크기가 0.65 μm 정도의 매우 미세한 결정 구조를 갖는 것을 알 수 있었다. 또한, 300°C에서 10분간 열처리한 박막의 OCV 측정결과 3.7V에서 작은 voltage plateau가 나타났으며, 전지 용량의 90% 이상이 4V에서 4.5V 구간에 존재함을 알 수 있었다.

4. 참고 문헌

- [1] F. K. Shokoohi, J. M. Tarascon, B. J. Wilkens, D. Guyomard and C. C. Chang, J. Electrochem. Soc. 139(7), 1845 (1992)
- [2] M. M. Thackeray, W. I. F. David, P. G. Bruce and J. B. Goodenough Mater. Res. Bull. 18, 461 (1983)
- [3] J. M. Tarascon and D. Guyomard, Electrochimica Acta 38(9), 1221 (1993)
- [4] F. K. Shokoohi, J. M. Tarascon and B. J. Wilkens, Appl. Phys. Lett., 59(10), 1260 (1991)