

응집물질물리실험 예비보고서

실험주제 : Crystal Growth & X-ray diffraction, Structure transition of BaTiO₃

HuiJae-Lee^{1,*}

¹Physics Department, Inha University

(Dated: October 22, 2022)

이번 실험은 X-ray diffraction을 이용하여 CaTiO₃, SrTiO₃, BaTiO₃를 관측하고 BaTiO₃의 상전이를 관측하는 것을 목적으로 한다. 각 시료들은 고상소결법을 통해 제작한다.

I. INTRODUCTION

CaTiO₃, SrTiO₃, BaTiO₃는 강유전성을 가진 물질이며 그 특정한 구조를 일컬어 페로브스카이트(perovskite) 구조를 가지는 물질이다. 이런 강유전성 물질들은 현대 시대에 축전기의 역할을 하는 물질로써 주목받고 있다. 이번 실험에서는 고상소결법을 통해 다른 물질로 부터 위 세 페로브스카이트 물질을 제조하여 X-ray diffraction으로 그 분자구조를 관찰하고 BaTiO₃의 유전체적 특징을 분석한다.

II. EXPERIMENT

A. Theory

1. CaTiO₃, SrTiO₃, BaTiO₃

CaTiO₃, SrTiO₃, BaTiO₃는 페로브스카이트 구조를 가지는 정육면체 결정의 모서리에 Ba, 면 중심에 O, 부피중심에 각각 Ca, Sr, Ti가 위치한 형태이다. 이들은 강유전성 물질이며 고유의 퀴리온도가 존재한다. 한가지 예시로, BaTiO₃의 퀴리온도는 408 K이다. 즉, 135 °C 이상의 온도로 BaTiO₃를 가열하면 편극이 깨진다.

* hjlee6674@inha.edu

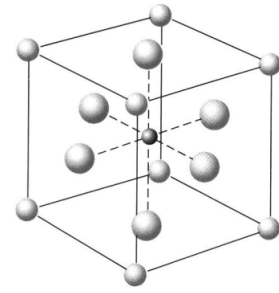
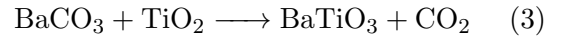
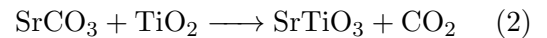
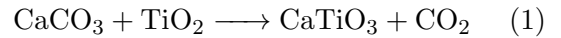


FIG. 1. BaTiO₃의 결정구조

이번 실험에서 CaTiO₃, SrTiO₃, BaTiO₃는 각각 다음의 과정을 거쳐 합성을 진행한다.



각 물질의 물질량은 TABLE I에 적어놓았다.

2. 고상소결법

소결은 금속 또는 세라믹 분말에 열을 가하여 밀도가 조절된 물질 또는 성분을 생산하는 공정 기술이다. 소결은 재료과학 및 공학의 기본요소 중 합성, 가공요소로 분류되고 있다. 기본적으로 소결은 고상소결과 액상소결로 나눌 수 있다. 이번 실험에서 이용할 고상소결은 소결 온도에 도달했을 때 전체적으로 고체 상태에서 치밀화되

Compound	molar mass (g/mol)
BaCO ₃	197.34
BaTiO ₃	233.19
CaCO ₃	100.09
CaTiO ₃	135.94
SrCO ₃	147.63
SrTiO ₃	183.49
TiO ₂	79.866
CO ₂	44.009

TABLE I. 실험에 관련된 물질들의 물질량

는 과정이다. 고상소결법은 진행 시간에 따라 크게 세 stage로 나눌 수 있는데, 순서대로 initial stage, intermediate stage, final stage로 부른다 (FIG. 2).

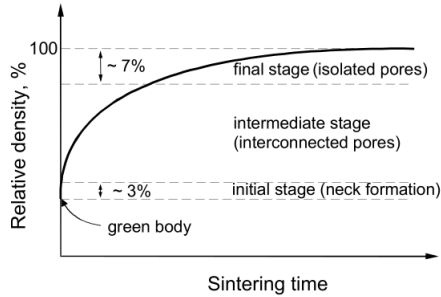


FIG. 2. 고상소결 과정

Two-particle model에서 설명하는 initial stage는 입자 사이에 neck을 형성하는 과정이다. neck이 형성되어 두 입자가 연결되면 물질 수송 (material transport)이 일어나는데 이에 대한 많은 메커니즘이 알려져 있다(FIG. 3).

intermediate stage에서는 모든 입자의 가장 자리를 따라 실린더 모양의 기공이 형성된다. 이후 입자가 성장하면서 final stage에 도달하면 실린더 모양의 기공이 단절되고 각 꼭짓점에 격리된 기공이 남는다(FIG. 4).

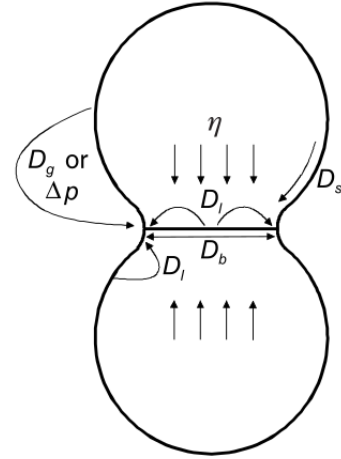


FIG. 3. 두 입자 사이에 형성된 neck과 물질 수송 메커니즘

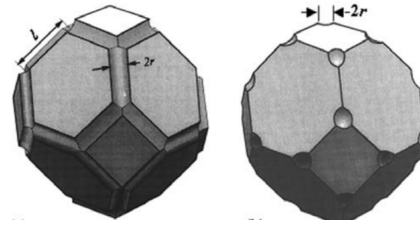


FIG. 4. 기공이 형성된 기하학적 모델. 왼쪽부터 순서대로 intermediate stage, final stage에 형성되는 모델이다.

3. X-ray diffraction

X-ray diffraction는 결정 구조를 해석하는 방법 중 하나로, 브래그 법칙을 이론적인 토대로 이용한다. 결정에 X선을 입사시키면 X선의 일부는 투과하고 일부는 산란되는데 산란되는 X선은 결정 구조의 규칙성에 관한 정보를 포함한다. 규칙적으로 배열된 결정에 입사각 $\frac{\pi}{2} - \theta$ 로 입사하는 X선을 고려해보자(FIG 5). 브래그 법칙은 입사선과 평면 사이 각도 θ , 결정면 사이 간격 d , X선의 파장 λ 사이 관계를 보여준다.

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (4)$$

n 은 정수이다.

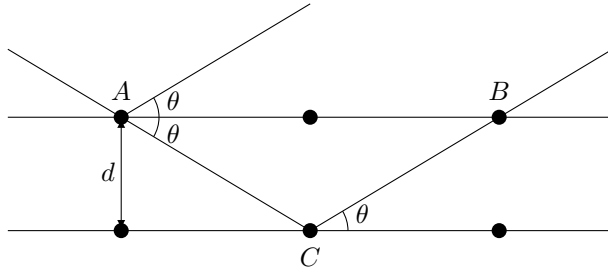


FIG. 5. 결정에 입사하는 X선에 대한 브래그 법칙

B. Experimental Methods

1. Crystal growth

1. 시료들을 중량하여 사발에 담고 막자를 이용해 30분 가량 갈아준다.
2. 충분히 갈아진 시료들을 캡슐에 담아 퍼니스에 넣는다.
3. 퍼니스에서 800 °C 이상의 온도로 24시간 가량 시료를 가열시킨다.
4. 가열이 끝나면 식히기 위해 4시간 이상 대기한 후 퍼니스를 개방한다. 이 때 퍼니스는 개방한 상태로 2시간 더 식혀준다.
5. 위 2~4의 과정을 반복하여 반응하지 않은 물질이 없도록 한다.

2. X-ray diffraction

1. 제작된 시료를 인하대학교 표준분석연구원에 의뢰한다. 예약은 일주일 전에 미리 하도록 한다.
2. 측정 데이터를 분석한다.

3. Structure transition of BaTiO₃

1. 여분의 BaTiO₃를 이용하여 다음 과정을 따라 펠릿을 제작한다.
 - (1) BaTiO₃가루를 펠릿 틀 안에 넣고 공기를 빼서 평평하게 편다.
 - (2) 펠릿 틀을 유압프레스에 넣어 1 t의 무게로 압축한다.
 - (3) 30분 가량 압축 후 퍼니스에서 가열한다.
2. 에나멜선의 한쪽 피복을 제거해 펠릿에 위치시키고 sliver paste를 바른 후 30분 이상 건조시킨다.
3. sliver paste 위에 silver epoxy를 넘치지 않도록 바른다.
4. sliver가 굳도록 100 °C 이상의 온도로 30분 이상 가열시킨다.
5. 펠릿에 뒷면에도 같은 방법으로 에나멜선을 연결한다.
6. 핫플레이트 위에 실리콘 액체가 담긴 비커를 두고 온도계를 바닥에서 띄워서 고정시킨다.
7. 에나멜선을 LCR미터에 연결하여 온도에 따른 캐패시턴스와 전기변위장을 측정한다.
8. 다른 진동수 값에서도 실험을 반복하고 USB를 이용해 데이터를 추출한다.

-
- [1] C. Kittel, P. McEuen, and P. McEuen, *Introduction to solid state physics*, Vol. 8 (wiley New York, 1996).
- [2] R. Brook, Sintering: An overview, in *Concise Encyclopedia of Advanced Ceramic Materials*, edited by R. BROOK (Pergamon, Oxford, 1991) pp. 438–440.
- [3] S.-J. L. Kang, Preface, in *Sintering*, edited by S.-J. L. Kang (Butterworth-Heinemann, Oxford, 2005) pp. xi–xii.