

응집물질물리실험 예비보고서

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

HuiJae-Lee^{1,*}

¹Physics Department, Inha University

(Dated: October 23, 2022)

X-ray diffraction을 이용하여 각 시료의 격자 상수를 구하고 격자 구조를 추정하였다.

I. PROCESS

A. X-ray Diffraction

1. Ba, Sr, Ca를 각자 다른 사발에 넣고 모든 사발에 TiO₃를 물 수에 맞춰 넣은 후 30분 가량 동안 갈아준다.
2. 충분히 갈아진 시료들을 캡슐에 담아 퍼니스에 넣어 800 °C 이상의 온도로 24시간 이상 가열한다.
3. 위의 과정을 3번 반복하여 최대한 많은 물질을 반응시킨다.
4. 반응시킨 시료를 인하대학교 표준분석연구원에 의뢰하여 X-ray Diffraction 데이터를 얻는다.

B. Structure Transition of BaTiO₃

1. 준비된 기기에 온도계와 RLC미터를 연결한다.
2. 준비된 기기를 핫플레이트에 올려 가열시킬 준비를 한다.
3. 온도에 따른 커패시턴스와 전기변위장의 변화를 측정한다.

II. RESULT

A. X-ray Diffraction

X-ray diffraction은 인하대학교 표준분석연구원에 의뢰를 맡겨 진행하였으며 실험에 사용된 X-ray의 파장은 1.54 Å이다.

1. CaTiO₃

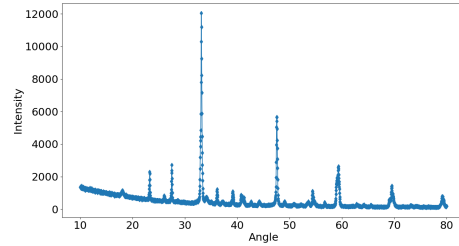


FIG. 1. CaTiO₃의 XRD 패턴

2. SrTiO₃

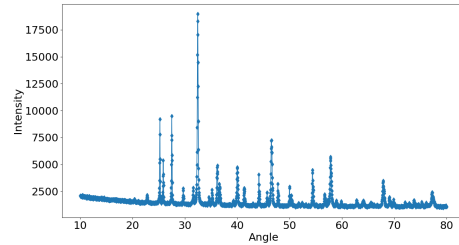
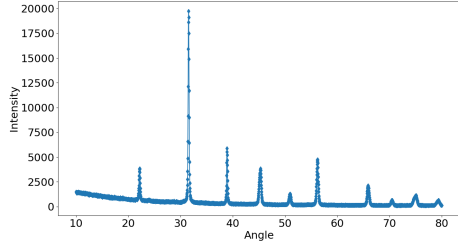
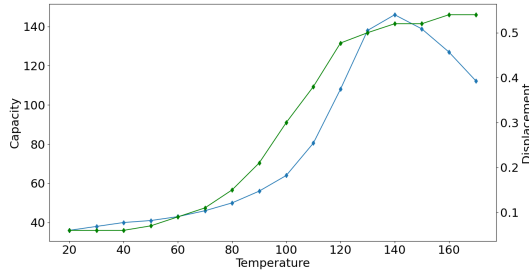


FIG. 2. SrTiO₃의 XRD 패턴

3. BaTiO₃

B. Structure Transition of BaTiO₃

* hjlee6674@inha.edu

FIG. 3. BaTiO₃의 XRD 패턴FIG. 4. BaTiO₃의 온도에 따른 상전이에 의한 C_p 와 D 의 변화

III. ANALYSIS

A. X-ray Diffraction

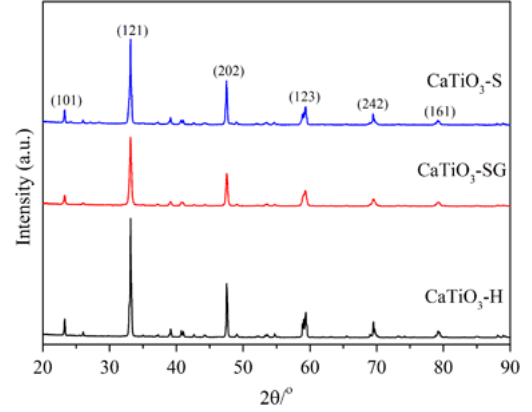
X-ray diffraction의 이론적인 값으로부터 각 물질의 격자 상수를 계산할 수 있다. FIG 5, FIG 6, FIG 7의 peak 위에 기입된 세개의 숫자는 Miller index로 격자 상수를 계산하는데 쓰인다. Miller index가 h, k, l 로 주어졌다면 Bragg 법칙과 면간 거리 d 에 대한 식을 다음과 같이 쓸 수 있다.

$$d_{hkl} = \frac{\lambda}{2 \sin \theta}, \quad (1)$$

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \left(\frac{h}{a}\right)^2 + \left(\frac{k}{b}\right)^2 + \left(\frac{l}{c}\right)^2. \quad (2)$$

a, b, c 는 격자 상수이다.

1. CaTiO₃

FIG. 5. CaTiO₃의 이론 상 XRD 패턴

Miller index	Angle(°)	Intensity
(101)	23.24	2285
(121)	33.11	12048
(202)	47.50	5664
(123)	59.29	2638
(242)	69.48	1445
(161)	79.13	798

TABLE I. FIG. 5에서 볼 수 있는 밀러 index와 그 angle에 따른 FIG. 1에서의 intensity.

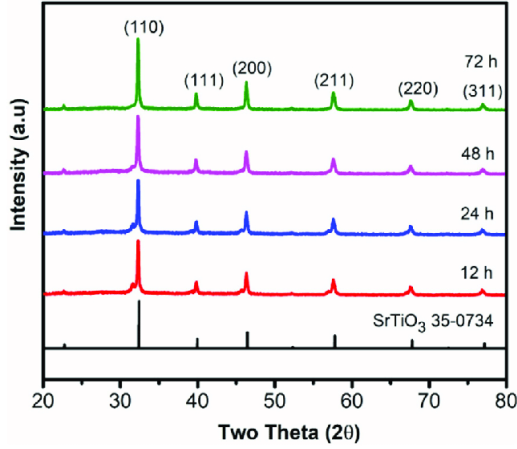
Peak가 확실하게 보이는 (121), (202), (123)을 택하여 식 (1)을 이용해 d_{hkl} 를 구하면 다음과 같다(TABLE II).

d_{hkl}	Value(Å)
d_{121}	1.410
d_{202}	1.044
d_{123}	0.8956

TABLE II. CaTiO₃의 d_{hkl} .

이 값을 식 (2)에 대입하여 격자 상수 a, b, c 를 구할 수 있다(TABLE III).

a, b, c	Value
a	5.42872
b	7.6394
c	5.3867

TABLE III. CaTiO_3 의 격자 상수 a, b, c .2. SrTiO_3 FIG. 6. SrTiO_3 의 이론 상 XRD 패턴

Miller index	Angle($^\circ$)	Intensity
(110)	32.43	18974
(111)	39.97	4729
(200)	46.50	7229
(211)	57.79	5705
(220)	67.83	3477
(311)	77.23	2379

TABLE IV. FIG. 6에서 볼 수 있는 밀러 index와 그 angle에 따른 FIG. 2에서의 intensity.

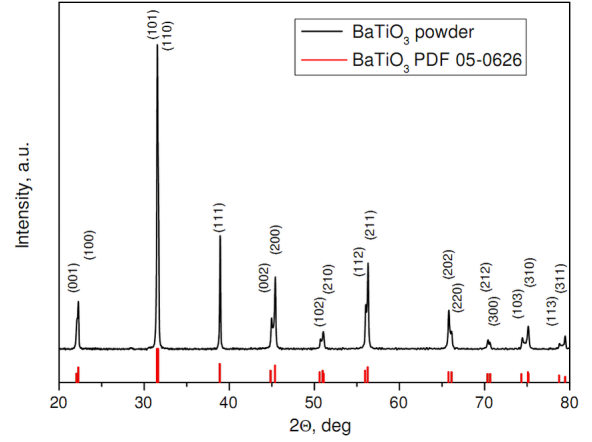
Peak가 확실하게 보이는 (110), (111), (200)을 택하여 식 (1)을 이용해 d_{hkl} 를 구하면 다음과 같다(TABLE V).

이 값을 식 (2)에 대입하여 격자 상수 a, b, c 를 구할 수 있다(TABLE VI).

d_{hkl}	Value(\AA)
d_{110}	1.410
d_{111}	1.044
d_{200}	0.8956

TABLE V. SrTiO_3 의 d_{hkl} .

a, b, c	Value
a	3.90126
b	3.89801
c	3.90741

TABLE VI. SrTiO_3 의 격자 상수 a, b, c .3. BaTiO_3 FIG. 7. BaTiO_3 의 이론 상 XRD 패턴

Peak가 확실하게 보이는 (100), (101), (111)을 택하여 식 (1)을 이용해 d_{hkl} 를 구하면 다음과 같다(TABLE VIII).

이 값을 식 (2)에 대입하여 격자 상수 a, b, c 를 구할 수 있다(TABLE IX).

Miller index	Angle($^{\circ}$)	Intensity
(100)	22.13	3865
(101)	31.51	19735
(111)	38.86	5886
(200)	45.22	3701
(210)	50.89	1303
(211)	56.19	4752
(202)	65.88	2130
(212)	70.40	665
(310)	75.05	1164
(311)	79.38	661

TABLE VII. FIG. 7에서 볼 수 있는 밀러 index와 그 angle에 따른 FIG. 3에서의 intensity.

d_{hkl}	Value(\AA)
d_{100}	1.410
d_{101}	1.044
d_{111}	0.8956

TABLE VIII. BaTiO₃의 d_{hkl} .

X-ray diffraction으로 알아낸 각 시료의 격자 상수와 각 시료의 이론적 격자 상수를 비교하여 각 시료의 구조를 알아낼 수 있다. 격자 상수의 오차는 다음과 같다(TABLE X).

이로 부터 각 시료의 구조를 알 수 있는데 CaTiO₃는 orthorhombic, SrTiO₃는 cubic, BaTiO₃는 tetragonal이다.

B. Structure Transition of BaTiO₃

IV. CONCLUSION

-
- [1] C. Han, J. Liu, Y. Wangjin, Q. Wu, H. Yang, and X. Xue, Photocatalytic activity of catio3 synthesized by solid state, sol-gel and hydrothermal methods, Journal of Sol-Gel Science and Technology **81** (2017).
- [2] M.-V. Le, Q.-C. Le, V. Tran, T.-Q.-P. Phan, C. W. Huang, and V.-H. Nguyen, Manipulating the structure

- and characterization of sr1xlaxtio3 nanocubes toward the photodegradation of 2-naphthol under artificial solar light, Catalysts **11**, 564 (2021).
- [3] M. Biglar, M. Gromada, F. STACHOWICZ, and T. Trzepieciński, Synthesis of barium titanate piezoelectric ceramics for multilayer actuators (mlas), Acta Mechanica et Automatica **11**, 275 (2017).

a, b, c	Value
a	4.01204
b	4.00663
c	4.00893

TABLE IX. BaTiO₃의 격자 상수 a, b, c .

$a, b, c(\text{CaTiO}_3)$	이론값	상대오차(%)
a	5.51	1.48
b	7.69	0.658
c	5.41	0.431
$a, b, c(\text{SrTiO}_3)$	이론값	상대오차(%)
a	3.95	1.23
b	3.95	1.32
c	3.95	1.08
$a, b, c(\text{BaTiO}_3)$	이론값	상대오차(%)
a	4.20	4.48
b	4.00	-0.166
c	4.00	-0.223

TABLE X. CaTiO₃, SrTiO₃, BaTiO₃의 격자 상수 a, b, c 의 이론값과 상대오차.