

TSSG법에 의한 BaTiO_3 단결정 육성

박봉모 · 정수진

서울대학교 무기재료공학과

Growth of BaTiO_3 Single Crystals by TSSG Technique

B. M. Park and S. J. Chung

Dept. of Inorganic Materials Engineering, Seoul National University,
Seoul, Korea, 151-742

요 약

BaTiO_3 단결정을 용액의 서냉속도를 달리하면서 TSSG법으로 육성하였으며, 성장된 단결정의 결정외형, 결정결합, 분역구조 등을 관찰하였다. $0.5^\circ\text{C}/\text{hr}^0$ 하의 속도로 서냉함으로써 비교적 등차원적인 큰 단결정을 육성할 수 있었으며, 성장된 BaTiO_3 단결정은 $\{111\}$ 면이 가장 잘 발달된 외형을 나타내었다. 용액 냉각속도가 너무 빠르거나 용액내의 수직 온도구배가 너무 크면 용액이 불안정해지므로, 침상의 $\text{Ba}_6\text{Ti}_{17}\text{O}_{40}$ 결정상이 석출된다. 성장된 결정내에 평행한 쇄기모양의 lamella 분역 집단이 이와 수직하게 진행하는 lamella 분역 집단과 불규칙한 경계를 이루고 있으며, 이들은 x-ray topography에서 현저한 회절 명암 차이를 나타낸다. 단결정을 127°C 이상으로 가열하면 입방정으로 상전이된다. 상전이 전단이 이동할 때 정방정 영역에서는 연속적 분역 재배열이 이루어 지고 입방정 영역에서는 규칙적인 응력변형이 나타나며, BaTiO_3 의 PTF 정벽면은 $\{110\}$ 에 대해 약 9° 기울어진 면으로 이루어진다.

Abstract

Single crystals of BaTiO_3 were grown by TSSG

technique at various cooling rates. Morphologies, defects and domain structures of the grown crystals were investigated. At the cooling rates below $0.5^\circ\text{C}/\text{hr}$, equant single crystals were obtained and the $\{111\}$ faces were dominantly developed. If the cooling rate was much faster or if the vertical temperature gradient in the solution was very large, the solution became unstable and the needle formed $\text{Ba}_6\text{Ti}_{17}\text{O}_{40}$ crystals were precipitated. Two sets of parallel lamella domains are arranged perpendicular to each other and the irregularly shaped boundaries are fixed between them. These sets of domains show remarkable orientation contrast in x-ray topography. Heating the crystal above 127°C , the phase transition from tetragonal to cubic occurs. The phase transition front (PTF) moves in the direction of temperature gradient. Domains in the tetragonal phase are successively rearranged and regular strain patterns appear in the cubic phase. The habit plane of PTF in BaTiO_3 is found to deviate from a $\{110\}$ lattice plane by approximately 9° .

서 론

페로브스카이트 구조를 갖는 BaTiO₃는 photorefractive 효과의 효율을 좋게 하는 높은 전기광학계수를 가지므로 위상결합거울(PCM), 레이저 공진기, 광학 형상 응용 등의 분야에 있어서 가능성이 큰 재료로 주목 받고 있다.¹⁾

BaTiO₃의 물성 연구와 단결정의 응용을 위하여 양질의 대형 단결정을 육성하려는 시도는 많이 이루어져 왔다. 그러나 일반적인 용제법에서는 결정의 크기가 너무 작고 쌍정 형성 및 불순물의 유입 등과 같은 많은 문제점이 발견되어 왔다.²⁻⁴⁾ 용액법으로 육성할 경우 고온상인 육방정 BaTiO₃가 성장되고, 이것은 1460°C 이하로 냉각될 때 입방정으로 파괴적인 상전이를 일으키므로 고품질 단결정을 얻기 어려운 것으로 알려져 있다.^{5, 6)} Belruss 등⁷⁾은 Top-seeded Solution Growth(TSSG)법을 이용하고 용액을 서서히 냉각함으로써 잔류 응력변형이 적은 대형 단결정을 육성할 수 있다고 보고하였으며, 그 이후 이러한 방법으로 고품질의 BaTiO₃ 단결정을 육성하기 위한 많은 연구가 이루어져 왔다.⁸⁻¹⁰⁾

Roy와 White¹¹⁾에 의해 이미 지적된 바와 같이, 초크랄스키법과 용제법의 조합은 결정 성장법에 있어서 매우 중요한 발전단계로 평가되어 왔다. TSSG법은 용점이 높거나 공용하지 않는 것과 같은 여러가지 이유로 인하여 초크랄스키법 등의 용액 성장법으로는 대형 단결정을 육성하기 어려운 경우 가장 효과적인 방법이라고 할 수 있다. 특히 BaTiO₃의 경우는 고온 안정상인 육방정상의 형성을 방지하고, 고품질의 대형 단결정 육성을 위해서는 이러한 TSSG법의 적용이 가장 적합한 것으로 알려져 있다. 그러나 지속적인 결정 성장을 위해서는 용액의 서냉이 요구되며, 이 때 용액 서냉속도의 성장 결정에 대한 영향에 대해서는 잘 알려져 있지 않다.

BaTiO₃는 여러가지 동질이상을 갖고 있는데, 각각의 구조는 특히 강유전성과 밀접한 관계를 갖는 것으로 알려져 있다.^{12, 13)} 정방정은 입방정이 어느 한 축방향으로 팽창하면서 나머지 두 축방향으로는 수축하여 형성되며, 극축 및 광축 그리고 c축이 모두 일치하는 방향이다.¹²⁾ 자발분극은 Ti 원자가 중심위치에서 약간 벗어남으로써 야기되는데, 120°C 이하에서 생

성되는 결정상들은 모두 자발분극을 나타내는 강유전성을 가진다. BaTiO₃에서 강유전성 분역은 Curie 온도에서 입방정상으로부터 정방정상으로 상전이될 때 [101] 결정면 상에서의 쌍정에 의해 형성된다고 알려져 있다.¹⁴⁾

본 연구에서는 과량의 TiO₂를 용제로 사용하여 TSSG법에 의하여 BaTiO₃ 단결정을 육성하였다. 용액 서냉속도를 다르게 하여 결정 성장 실험을 하였으며, 이때 성장된 결정을 비교함으로써 용액 서냉속도의 영향에 대하여 고찰하였다. 또한, 성장된 단결정 내의 결정결합, 분역구조 등을 관찰하였으며, 입방정과 정방정 사이의 상전이 양상에 대하여 고찰하였다.

실험 방법

TSSG법을 이용하여 BaTiO₃ 단결정을 육성하기 위하여 Fig. 1과 같은 결정 육성 장치를 제작하였다. 실험 전반에 걸쳐 1350°C 이상의 고온이 요구되므로

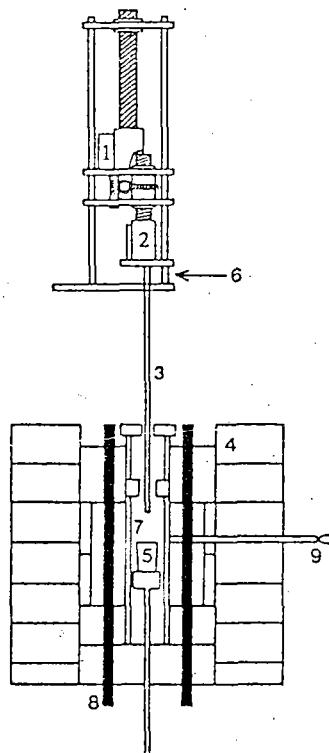


Fig. 1. Vertical tube furnace for crystal growth by TSSG technique

8개의 SiC 저항발열체를 사용하였으며, 정밀한 온도 조절을 위하여 220V-70A 용량의 전력조절기와 함께 프로그램 가능한 PID형 자동온도조절기를 사용하였다. TSSG법에서는 매우 느린 인상속도가 요구되므로 2~0.1mm/hr의 속도로 조절 가능하게 하고, 회전속도는 최대 80rpm까지 조절 가능하게 하였다. 또한 종자정을 냉각시킴으로써 적당한 온도구배를 부가 하기 위하여 alumina 이중관 끝에 백금마개를 씌운 seed holder를 제작하여 사용하였다. 결정 육성시 계속적인 관찰 및 기기조작을 위하여 로의 상단부를 개방하고, 이로 인한 열손실을 최대한 방지하기 위해 이중으로 열 차단막을 설치하였다. 또한, 튜브 내에서 적절한 도가니 위치 선택이 용이하도록 도가니 수직 이동 장치를 제작하여 부착하였다.

원료 분말의 조성은 33.5mol% BaCO₃, 66.5mol% TiO₂로 하였으며, 이는 BaTiO₃-TiO₂ 상평형도^[5]에서 알 수 있듯이 BaTiO₃ 단결정 성장에 있어서 가장 문제가 되는 육방정에서 입방정으로의 상전이를 피할 수 있을 뿐 아니라 비교적 낮은 온도에서 육성실험을 진행할 수 있기 때문이다. 본 실험에서 선택한 용액의 조성은 입방정 BaTiO₃가 초정을 형성하는 영역에 포함되며, 약 1330°C 이하의 온도에서는 공정 반응에 의하여 Ba₆Ti₁₇O₄₀ 결정상이 석출되는 조성이다.

용량 30cc 백금 도가니를 사용하였고, 종자정을 용액에 담글 때 종자 결정에 표면흡집이나 잔류응력 등이 존재하면 성장되는 결정의 질을 낮추는 원인이 되므로, 종자정의 표면을 깨끗하게 연마하고 용액에 담그기 전에 충분히 annealing 하였으며 성장온도보다 조금 높은 온도에서 종자정을 용액에 담그고 표면을 약간 녹인 후 육성 실험을 행하였다.

성장된 결정을 1330°C 보다 높은 온도에서 용액으로부터 분리시켜야 공정 반응에 의한 오염을 방지할 수 있다. 수동 작동에 의해 강제로 분리시키면 결정표면이 깨끗하지 못하고, 급작스런 변화로 인한 열충격에 기인하는 균열이 발생할 수도 있으므로, 적당한 속도의 연속적인 인상에 의해 자연스럽게 용액과 분리되도록 하였다. 성장된 결정을 상온으로 냉각시킬 때 발생 가능한 균열이나 전위 등의 생성을 방지하기에 적당한 속도로 냉각해야 하므로, 본 실험에서는 25°C / hr의 속도로 상온까지 냉각하였다.

성장된 결정의 외형과 결합 등을 편광현미경과 투과전자현미경 등을 이용하여 분석하였다. 단결정을 [100]면에 평행하게 두께 1mm 이하의 박편으로 만들고, 이를 광학 연마한 후 편광현미경, 투과전자현미경, x-ray topography 등을 이용하여 분역 구조를 관찰하였으며, Curie온도 이상으로 열처리하면서 입방정과 정방정 간의 상전이 형태를 편광현미경 하에서 직접 관찰하였다.

결과 및 고찰

1) 단결정 육성

결정성장이 지속될 때 발생하는 용액 조성의 변화에 의한 결정 성장의 한계를 극복하기 위해서는 조성 변화에 상응하는 정도의 서냉이 요구된다. 따라서 본 실험에서는 용액 서냉속도가 결정 성장에 미치는 영향을 고찰하기 위하여, 1°C / hr이하에서 서냉속도를 변화시키면서 결정육성실험을 하였으며, 그 결과를 table 1에 나타내었다.

table 1에서 a)의 경우처럼 결정 성장 중 지속적으로 1°C / hr의 속도로 용액을 서냉했을 때, 작은 크기의 단결정 위에 침상이 많은 결정들이 석출되었다. 이러한 침상의 결정상은 EDS 분석과 전자 회절 분석 결과 Ba₆Ti₁₇O₄₀임이 확인 되었다. b)와 c)의 경우처럼 성장 초기 10°C의 온도구간을 1°C / hr로 서냉한 뒤 서냉속도를 더 낮추면, 초기에 성장된 단결정 위에 이루어지는 이차상의 핵생성이 억제됨을 알 수 있다. 그러나 성장방향에 수직하게 이차원적 모양을 가지거나,

Table. 1 Growth conditions of BaTiO₃ singles crystals

#	cooling rate [°C/hr.]	grown crystals
a)	1	needle form crystals on a small single crystal
b)	1° . 0.5	twinning plate-like or some plate-like
c)	1° . 0.3	
d)	0.5° . 0.3	
e)	0.3	bulk single crystals

Other conditions are fixed as follow:dipping temp:1370°C, rotation rate:30rpm, pulling rate:0.25mm/hr, temperature gradient of solution (Tbottom-Ttop):15°C

*cooling rates in the initial stage of growth (1370~1360°C)

쌍정이 형성된 경우 쌍정면에 평행하게 판상형태를 갖는 단결정이 성장되었다. d), e)와 같이 결정 육성 초기부터 0.5°C/hr 이하의 속도로 서냉함으로써 비교적 등차원적인 큰 단결정을 육성할 수 있었으며, 이러한 조건하에서 성장된 단결정 사진을 Fig. 2에 나타내었다.

결정 성장 초기부터 1°C/hr의 속도로 용액을 계속 냉각하면, 용액 서냉속도가 결정 성장 속도보다 빠르므로 용액의 과포화도가 점차 커지게 된다. 따라서 용액이 불안정해지고 쌍정을 형성하거나 초기에 어느정도 성장되던 결정 위에 순간적으로 이차 핵생성될 가능성이 많아진다. 1°C/hr의 서냉에서 초기 성장되는 결정의 경우 Remeika 법³⁾에 비하여 빈도는 낮지만

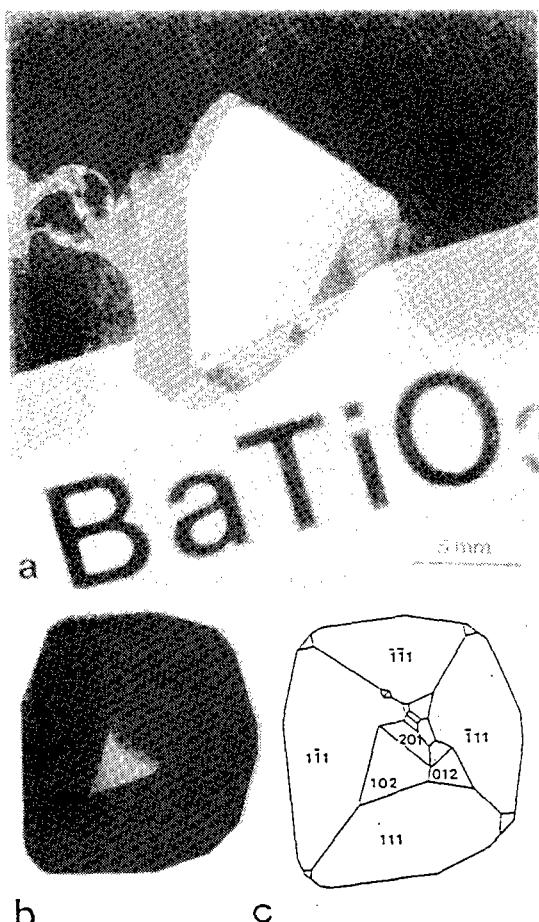


Fig. 2. a) BaTiO₃ single srystal grown at the condition d) of table 1
b) view in the [001] direction and c) Schematic diagram of the crystal in a)

{111} 쌍정이 형성될 수 있으며, 그 이후에 서냉속도를 낮춤으로써 용액이 안정화되면 쌍정면과 평행한 방향으로의 성장이 촉진되어¹⁶⁾ 쌍정면에 평행한 판상의 외형을 갖게 된다. 그러나 초기에 쌍정을 이루지 않은 핵이 생성되면 용액 표면에서 외과방향으로의 성장이 더 빠르므로, 성장방향에 수직한 판상의 결정이 육성된다. {111} 쌍정은 용액의 과포화도가 클 때 쉽게 형성되는 것으로 알려져 있다.¹⁷⁾ 따라서, 결정 육성 초기부터 0.5°C/hr 이하로 서냉하면 과포화도가 낮아서 {111} 쌍정이 거의 형성되지 않으며, 수직과 수평방향으로의 성장속도가 상대적으로 균형을 이루어 비교적 동차원적으로 결정이 성장된다. 이상의 결과를 비교해 볼 때 등차원적 크기를 갖는 대형 단결정을 육성하기 위해서는 결정성장 초기부터 0.5°C/hr 이하의 비교적 느린 용액 서냉속도가 요구됨을 알 수 있다.

<111>과 <001> 등 여러가지 방향의 종자정을 사용하여 0.3°C/hr의 서냉속도에서 단결정 육성실험을 행하였다. 이 때 <111> 방향으로의 성장속도가 <001> 방향으로의 성장속도보다 느리므로, 종자정 방향이 <111>인 경우 <001>일 때보다 비교적 납작한 형태의 결정이 성장되었다.

2) 결정 외형

Fig. 2 c)에 도시한 바와 같이 결정 성장시 주로 {111}, {210}, {100}면이 발달되며, 그 가운데 {111} 면이 가장 잘 발달되고 {100} 면은 아주 조금만 나타남을 알 수 있다. 따라서 BaTiO₃는 {111} 면의 성장속도가 가장 느리다고 생각할 수 있다. von Hippel¹⁸⁾은 TSSG법에 의하여 <111> 방향으로 성장시킨 단결정에서 주로 {210}, {100}, {111} 면들이 발달되며, 이 중에서 {210} 면이 가장 잘 발달된다고 보고하였다. 이는 주로 발달되는 면의 종류는 같지만, 각 면의 발달 정도에 있어서 차이를 나타내고 있다. 본 연구에서는 성장방향이 <111>일 때에도 역시 {111} 면이 가장 잘 발달되었으며, 여러가지 다른 성장조건에서 육성된 단결정에서도 외형의 큰 변화는 관찰할 수 없었다. 대부분의 성장된 결정에서 {210} 면이 교대로 나타나는 것에 기인하는 요각(reentrant)¹⁸⁾ 현상도 관찰된다.

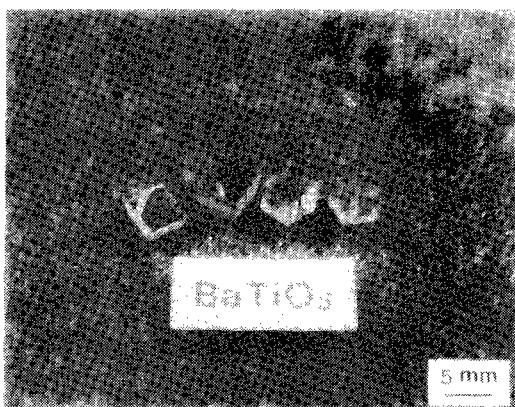


Fig. 3. BaTiO_3 single crystals cut and polished parallel to $\{100\}$ planes

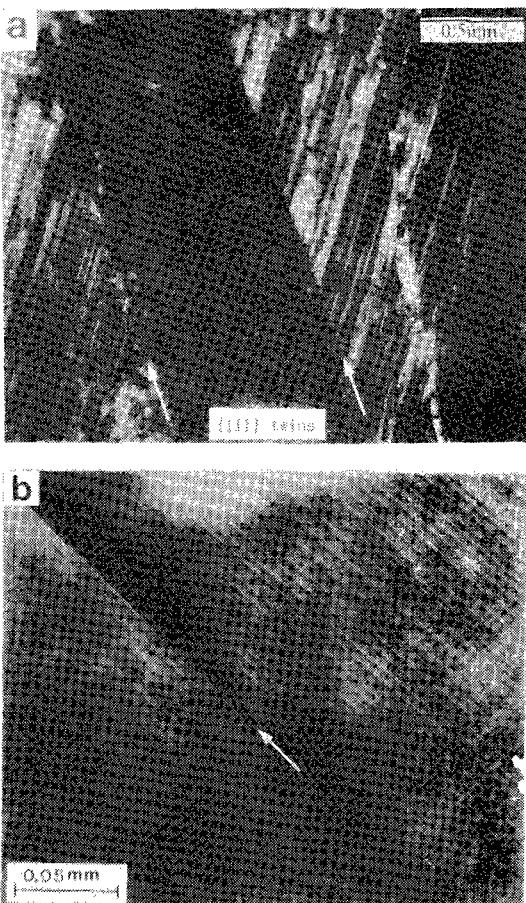


Fig. 4. $\{111\}$ twins in the grown crystals
a) polysynthetic $\{111\}$ twins
b) wedge shaped $\{111\}$ twin lamella

3) 결정 결함

Fig. 3은 성장된 단결정을 $\{100\}$ 면에 평행하게 자르고 표면연마한 것이다. 성장된 단결정은 투명하고 연한 갈색을 띠고 있으며, 결정내에 존재하는 분역벽을 육안으로도 쉽게 관찰할 수 있다.

TSSG법에 의하여 육성된 BaTiO_3 단결정에는 전위, 쌍점, 이차상, 결정 내에 포획된 응제 등의 결정결합이 발생될 수 있다. KF를 응제로 사용하여 육성된 BaTiO_3 단결정에서 관찰되는 나비(butterfly) 쌍점³⁾과 같은 형상은 관찰되지 않지만, Fig. 4에 나타낸 것처럼 $\{111\}$ 면에서 쌍점이 형성됨을 확인할 수 있다. $\{111\}$ 쌍점에 기인하는 나비 쌍점 형성을 위해서는 높은 과포화도가 요구되는 것으로 알려져 있다¹⁷⁾. 그러므로 결정성장 초기에 과포화도가 높으면 $\{111\}$ 쌍점이 형성될 수 있고, $\{111\}$ 쌍점에 의하여 형성된 표면 요각은 결정성장을 촉진하는 자리로 작용한다고 알려져 있다.¹⁸⁾ Fig. 4 a)에서 알 수 있듯이 $\{111\}$ 쌍점은 polysynthetic 형태의 다중쌍점을 이루는 경우가 많으나, b)에 나타난 것과 같이 강유전성 분역의 경우처럼 쪘기 모양의 lamella를 이루면서 결정내부에서 $\{111\}$ 쌍점 형성이 중단된 경우도 관찰된다.

$\text{BaTiO}_3-\text{TiO}_2$ 상평형도¹⁵⁾에 의하면, 1330°C 정도의 공정반응 온도이상에서 결정성장을 종료하면 원칙적으로 이차상이 생성될 가능성은 없다. 그러나 용액서냉속도가 빠르거나 용액 상단과 하단사이의 온도구배가 너무 크면 용액의 균질성이 낮아지고 용액이 불안정해진다. 이런경우 초기에 성장되던 BaTiO_3 단결정 위에 침상의 이차상이 석출되어 성장된다. Fig. 5 a)는 용액 상단과 하단 사이의 온도차이가 30°C 일때 1360°C에서 성장을 종료한 경우이다. 성장되던 결정 주위에 이차상이 석출되어 성장되었음을 알 수 있다. 이러한 결정상은 EDS 분석 결과 Ba : Ti의 몰비가 1 : 3에 가까운 값을 나타내었으며, X-선과 전자 회절 분석 결과 Fig. 5 b), c)에 나타낸 것처럼 $\text{Ba}_6\text{Ti}_{17}\text{O}_{40}$ 임이 확인되었다. 결정 성장속도가 비교적 빠를때 응제가 결정내에 포획된 흔적이 관찰되는데, 응제가 포획될 경우 $\text{Ba}_6\text{Ti}_{17}\text{O}_{40}$ 결정상이 석출되면서 냉각시 균열 발생의 원인이 되는것으로 생각된다.

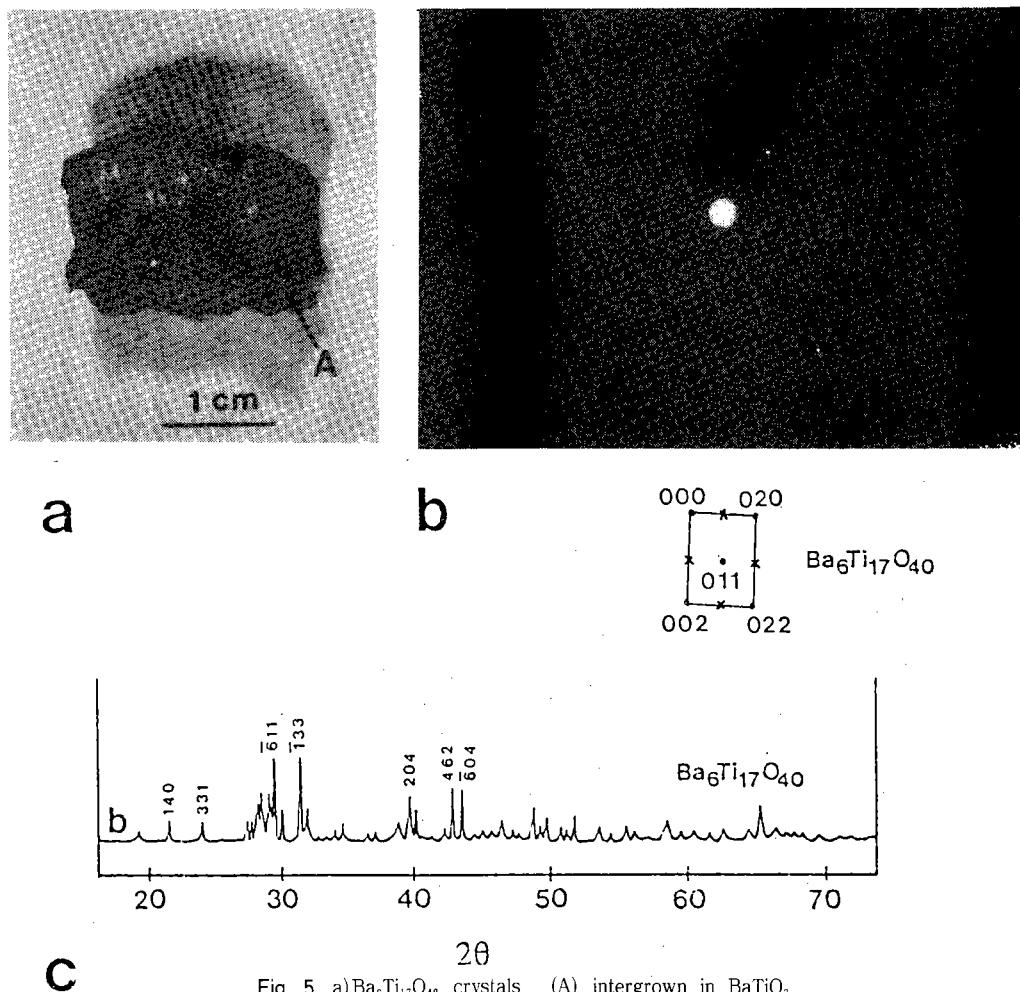


Fig. 5. a) $\text{Ba}_6\text{Ti}_{17}\text{O}_{40}$ crystals (A) intergrown in BaTiO_3 matrix at temperature difference of 30°C between top and bottom of solution
 b) electron diffraction pattern of A in a)
 c) x-ray powder diffraction pattern of A in a)

4) 분역 구조

$[001]$ 면에 평행하게 가공한 결정 박편에 대해 강유전성 분역 구조를 관찰하였으며, 이를 Fig. 6에 나타내었다. $[001]$ 결정판에서 분역 구조를 관찰할 때, 분역벽은 90° a-a, 90° a-c, 180° a-a, 180° c-c 분역 벽으로 분류된다.¹⁹⁾ 90° a-a 분역벽은 분역벽 부근에서의 굴절율 변화로 인하여 Fig. 6 a)에서 보는 바와 같이 쉽게 관찰되며, 90° a-c 분역벽은 b)에서처럼 a 분역과 c 분역의 표면 연마 속도 차이로 인한 표면 요철로 관찰된다. 그러나 180° 분역의 경우 광학적으로 동일하므로 결정에 전계를 가하지 않거나 표면

을 에칭하지 않을 경우 관찰되지 않는다. Fig. 7 a)는 많은 평행한 쇄기모양의 lamella 분역 집단이 이와 수직하게 진행하는 lamella 분역 집단과 불규칙한 경계를 이루고 있음을 보여준다. 쇄기모양의 lamella 분역을 형성하는 것은 Curie 온도 이하로 냉각될 때 입방정으로부터 정방정으로 상전이되면서 다소의 응력이 유발되고, 이러한 응력을 해소하기 위해 $[101]$ 쌍정을 형성하는데, 결정내부에서 하나의 쌍정면이 중단되어 존재할 수 없으므로 수렴하는 두개의 쌍정면으로 이루어지는 것으로 알려져 있다.¹²⁾ Fig. 7 b)는 a)와 같은 시편 전체의 x-ray topography 사진이다.

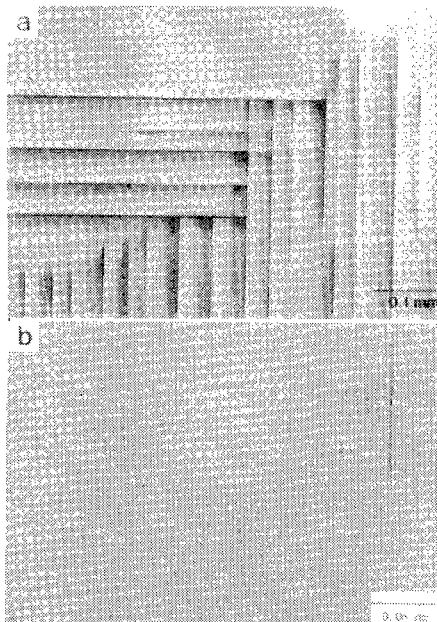


Fig. 6. Domain structures of {001} crystal plate

a) 90° a-a boundaries

b) 90° a-c boundaries

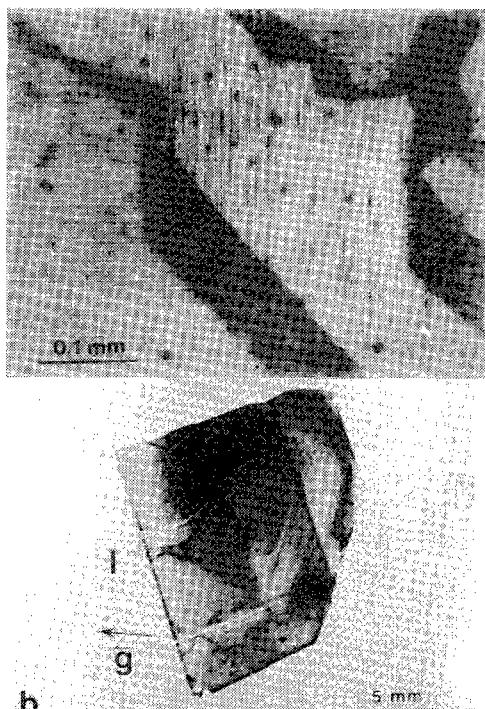


Fig. 7. Domain structures of {001} crystal plate

a) transmission polarizing micrograph

b) x-ray topograph, Mo K α , (211) reflection

I:irregularly shaped boundaries

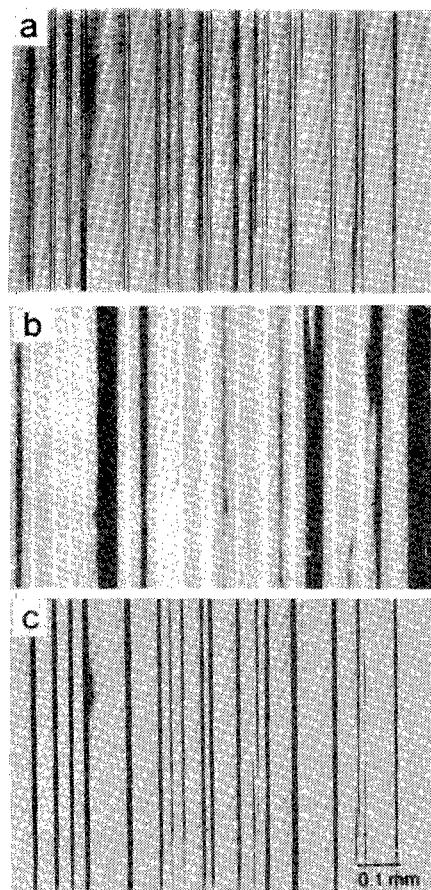


Fig. 8. 90° boundaries in {111} crystal plate, extinction varies at every 30° rotation

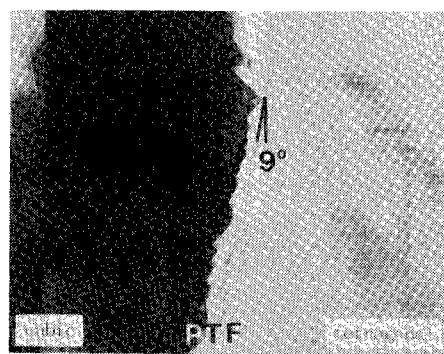


Fig. 9. Cubic-to-tetragonal phase transition front (PTF) in BaTiO₃ single crystal

90° a-a 분역 뿐만 아니라 90° a-c 분역벽도 쉽게 관찰되며, 서로 수직한 방향으로 진행하는 lamella 분역집단은 현저한 배향성 명암을 나타냄을 알 수 있다.

{111} 결정판에서 분역구조를 관찰할 때, 90° 분역벽은 면에 수직하거나 약 35° 경사진 두 가지 경우로 분류될 수 있다. 경사진 분역벽은 결정 표면에서의 깊이에 따라 다양한 색상을 나타내는 떠무늬로 관찰되며, 수직한 분역벽은 Fig. 8에서 보는 바와 같이 {001} 결정판에서의 90° a-a 분역벽처럼 선명한 직선으로 관찰된다. 수직한 분역벽 양쪽의 분역은 시편을 30° 회전시킬 때마다 교대로 소광됨은 확인할 수 있다.

본 연구에서 육성한 단결정을 127°C 이상으로 가열할 때, 정방정에서 입방정으로 상전이됨을 확인하였다. Fig. 9와 같이 [110] 방향으로 온도구배를 주면서 {001} 결정판을 가열하고 냉각하면 온도구배 방향을 따라 상전이 전단(phase transition front : PTF)이 이동하게 된다. 이 때 정방정 영역에서는 발생 응력을 해소하기 위하여 연속적 분역 재배열이 이루어지고 입방정 영역에서는 규칙적인 응력변형이 나타나며, PTF의 정벽면(habit plane)은 [110] 면에 가까운 면으로 이루어진다. Didomenico와 Wemple²⁰⁾은 Ba TiO₃의 PTF 정벽면이 [110] 면과 약 5°의 각도 관계를 가지는 KTN의 경우와 거의 같다고 보고한 바 있으나, 본 실험결과 Fig. 9에 나타낸 것처럼 BaTiO₃의 PTF정벽면은 [110]에 대해 약 9° 기울어진 면임을 확인할 수 있다.

결 론

결정성장이 지속될 때 발생하는 용액 조성의 변화에 의한 결정 성장의 한계를 극복하기 위해서는 조성 변화에 상응하는 정도의 서냉이 요구된다. 따라서 본 실험에서는 용액 서냉속도가 결정 성장에 미치는 영향을 고찰하였으며, 결정 육성 초기부터 0.5°C/hr 이하의 속도로 서냉함으로써 비교적 등차원적인 큰 단결정을 육성할 수 있었다. 성장된 단결정은 {111}과 {210} 면이 주로 발달되는데, {111} 면이 가장 잘 발달되고 {100} 면은 조금만 나타난다. 대부분의 성장된 결정에서 {210} 면이 교대로 나타나는 것에 기인하는 요각 현상을 관찰할 수 있다. {111} 쌍정이 형성된 경우 쌍정면 요각 (TPRE) 성장 기구에 의하여 쌍정면

에 평행한 방향으로의 성장이 촉진되어 쌍정면에 평행한 판상에 가까운 형태의 결정이 성장된다. {111} 쌍정은 polysynthetic 형태의 다중쌍정을 이루는 경우가 많으나, 쇄기 모양의 lamella를 이루면서 결정내부에서 {111} 쌍정 형성이 중단된 경우도 관찰된다. 용액 서냉속도가 빠르거나 용액 상단과 하단 사이의 온도구배가 너무 크면 용액의 균질성이 낮아지고 용액이 불안정해지므로, 성장되던 BaTiO₃ 단결정 위에 침상의 Ba₆Ti₁₇O₄₀ 결정상이 석출되어 성장된다. BaTiO₃ 단결정 내에는 평행한 쇄기모양의 lamella 분역집단이 이와 수직하게 진행하는 lamella 분역집단과 불규칙한 경계를 이루고 있으며, 이들은 x-ray topography에서 현저한 배향성 명암을 나타낸다. 육성한 단결정을 127°C 이상으로 가열할 때 입방정으로 상전이되며, 가열 또는 냉각시 온도구배 방향을 따라 상전이 전단이 이동하게 된다. 이 때 정방정 영역에서는 연속적 분역 재배열이 이루어지고 입방정 영역에서는 규칙적인 응력변형이 나타나며, BaTiO₃의 PTF 정벽면은 [110]에 대해 약 9° 기울어진 면으로 이루어진다.

감사의 글

본 연구는 1991년도 교육부 신소재분야 학술연구조성비 지원에 의하여 수행되었으며 이에 감사드립니다.

참고 문헌

1. J. Feinberg, Optics & Photonics News, December(1990), 33
2. B. Matthias, Phys. Rev. 73(1948), 808
3. J. P. Remeika, J. Am. Chem. Soc. 76(1954), 940
4. R. L. Linares, J. Phy. Chem. 64(1960), 941
5. F. H. Horn, J. Appl. Phys. 33(1962), 1615
6. K. Nassau and A. M. Broyer, J. Am. Ceram. Soc. 45(1962), 474
7. V. Belruss, J. Kalnajs, A. Linz and R. C. Folweiler, Mat. Res. Bull. 6(1971), 899
8. J. Albers, Z. Krist. 180(1987), 10
9. P. G. Schunemann, T. M. Pollak, Y. Yang, Y.

- Y. Teng and C. Wong, J. Opt. Soc. Am B, 5(1990), 864
10. D. Rytz, B. A. Wechsler, C. C. Nelson and K. W. Kirby, J. Cryst. Growth, 99(1990), 864
11. R. Roy and W. B. White, J. Cryst. Growth, 3/4(1968), 33
12. P. W. Forsbergh Jr., Phys. Rev. 76(1949), 1187
13. W. J. Merz, Phys. Rev. 766(1949), 1221
14. W. J. Merz, Phys. Rev. 95(1954), 690
15. K. W. Kirby and B. A. Wechsler, J. Am. Ceram. Soc. 74(1991), 1941
16. D. Elwell and H. J. Scheel, Crystal Growth from High Temperature Solutions, Academic Press, New York(1975), p 222
17. V. A. Timofeeva, Growth of Crystals, Vol. 2(1959), p 73
18. A. von Hippel, MIT Tech Rept. (1963), 178
19. Y. H. Hu, H. M. Chan, Z. X. Wen and M. P. Harmer, J. Am. Ceram. Soc. 69(1986), 594
20. M. Didomenico, Jr. and S. H. Wemple, Phys. Rev. 155(1967), 539