

## 강유전 세라믹의 전기장 인가에 따른 *in situ* X-선 회절 실험

최진산, 김태현, 안창원 

울산대학교 물리학과 및 에너지 하베스트-스토리지 연구소

**초록:** 기능성 소재연구에서 *in situ* 분석 기법은 외부 자극 (전기장, 자기장, 빛, 등) 또는 주변 환경 (온도, 습도, 압력, 등)과 같이 주어진 자극에 의해 소재의 물리적 특성이 어떻게 활성화/진화되는지 분석하는데 있어서 매우 중요하다. 특히, 전기장 인가에 따른 *in situ* X-선 회절(XRD) 실험은 다양한 강유전체, 압전체, 전왜 재료의 외부 전기장 인가에 따른 전기-기계적 반응의 기본 원리를 이해하기 위해 광범위하게 활용되었다. 본 튜토리얼 논문에서는 일반 실험실 규모의 XRD 장비를 이용하여 전기장 인가에 따른 *in situ* XRD 분석의 기본 원리/핵심 개념을 간략하게 소개한다. *In situ* XRD 측정법은 외부 전기장을 인가하여 구동되는 다양한 전기-기계 재료의 구조적 변형을 체계적으로 식별/모니터링하는 데 매우 유용할 것으로 기대한다.

**키워드:** *in situ* X-선 회절, 전계 유도 변형, 상전이, 강유전

### *In situ* Electric-Field-Dependent X-Ray Diffraction Experiments for Ferroelectric Ceramics

Jin San Choi, Tae Heon Kim, and Chang Won Ahn

Department of Physics and Energy Harvest-Storage Research Center (EHSRC), University of Ulsan, Ulsan 44610, Korea

(Received July 7, 2022; Revised July 19, 2022; Accepted July 26, 2022)

**Abstract:** In functional materials, *in situ* experimental techniques as a function of external stimulus (e.g., electric field, magnetic field, light, etc.) or changes in ambient environments (e.g., temperature, humidity, pressure, etc.) are highly essential for analyzing how the physical properties of target materials are activated/evolved by the given stimulation. In particular, *in situ* electric-field-dependent X-ray diffraction (XRD) measurements have been extensively utilized for understanding the underlying mechanisms of the emerging electromechanical responses to external electric field in various ferroelectric, piezoelectric, and electrostrictive materials. This tutorial article briefly introduces basic principles/key concepts of *in situ* electric-field-dependent XRD analysis using a lab-scale XRD machine. We anticipate that the *in situ* XRD method provides a practical tool to systematically identify/monitor a structural modification of various electromechanical materials driven by applying an external electric field.

**Keywords:** *In situ* X-ray diffraction, Electric-field-induced strain, Phase transition, Ferroelectric

---

✉ Chang Won Ahn; [cwahn@ulsan.ac.kr](mailto:cwahn@ulsan.ac.kr)

Copyright ©2022 KIEEME. All rights reserved.  
This is an Open-Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Non-Commercial License (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0>) which permits unrestricted non-commercial use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

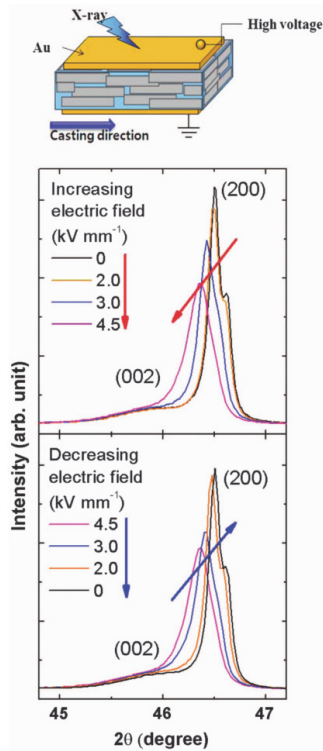
### 1. 서문

- X-선 회절(X-ray diffraction, XRD) 실험/분석은 재료를 연구하는 연구자들이 가장 빈번하게 사용하는 분석 도구이다.

- XRD는 새롭게 합성한 신소재의 결정 구조, 이차상의 존재 유무, 결정 성장 방향, 잔류응력 등 여러 가지 분석이 가능하기 때문에 광범위하게 사용되는 분석 방법이다.
- 기능성 재료는 주변 환경변화(온도, 습도, 압력, 등)와 외부에서 인가하는 자극(전기장, 자기장, 빛, 등)과 같이 주어진 자극에 의해 재료의 물리적 특성이 변화하기 때문에 자극을 주는 동시에 물리적 변화를 분석하는 것이 필요하다.
- *In situ* XRD 분석은 외부에서 주어진 자극에 의해 기능성 소재의 결정 구조의 변화를 관찰하고 분석하는 데 있어서 매우 유용한 도구이다.
- *In situ* XRD 회절 실험 중 몇 가지 예를 들면 아래와 같다.

**1.1 전기장 인가에 따른 전자 재료의 결정구조 변화**

- 그림 1은 reactive template grain growth (RTGG) 방법으로 합성한  $\text{Bi}_{1/2}(\text{Na,K})_{1/2}\text{TiO}_3\text{-BiAlO}_3$  세라믹의

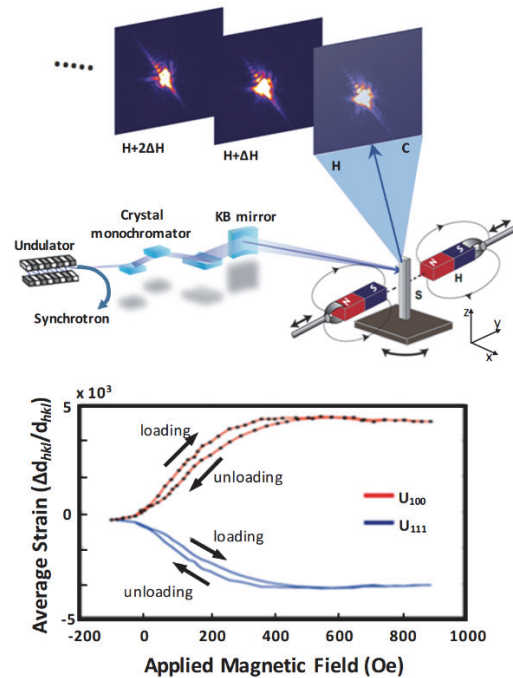


**Fig. 1.** *In situ* electric-field-dependent X-ray diffraction profiles of textured  $\text{Bi}_{1/2}(\text{Na,K})_{1/2}\text{TiO}_3\text{-BiAlO}_3$  ceramics at selected electric field levels and a schematically illustrated set-up. Reproduced with permission [1].

전기장 인가에 따른 큰 변형 특성의 원인을 분석하기 위하여 실시한 *in situ* XRD 측정 방법에 대한 간단한 모식도와 측정 결과를 나타낸다. 이 논문에서 RTGG 방법으로 성장된  $\text{Bi}_{1/2}(\text{Na,K})_{1/2}\text{TiO}_3\text{-BiAlO}_3$ 은 <100> 방향으로 배향되어 있고, 결정배향을 위해 사용된  $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{4.5}\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  template에 의해 도메인 정렬 거동에 제한을 가지게 된다. 따라서 외부에서 인가된 전기장에 의해 (200) 면간거리가 증가하였다가 전기장을 제거하면 다시 원래 상태로 되돌아가기 때문에 전기장 인가에 따른 큰 변형 특성을 나타낸다 [1].

**1.2 자기장 인가에 따른 자성 재료의 결정구조 변**

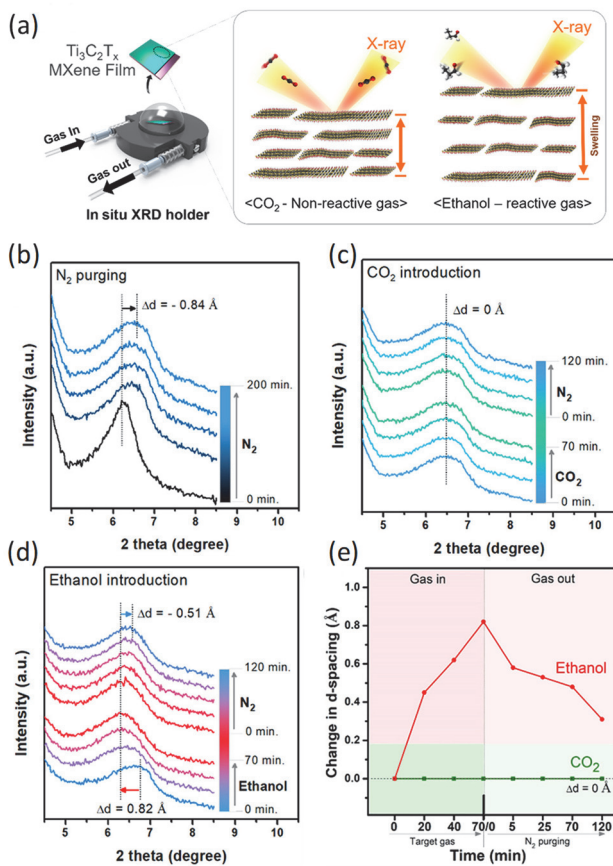
- 그림 2는 니켈 단결정 나노 와이어의 실온에서 자기장 인가에 따른 변형 특성을 관찰하기 위한 *in situ* XRD 장치의 모식도와 측정 결과이다. 이 논문에서 저자는 자기장 인가에 따른 니켈 나노 와이어의 (100)면과 (111)면의 면간거리 변화를 측정하여 자왜계수를 계산하였다. 계산된 니켈 단결정 나노 와이어의 자왜계수는 벌크 니켈 단결정의 자왜계수보다 약 100배의 큰 값을 나타내었다 [2].



**Fig. 2.** Schematic figure of the experimental setup for *in situ* magnetic-field-dependent X-ray diffraction of single-crystal nickel nanowires and the magnetostrain of the Ni NW as a function of the applied magnetic field. Reproduced with permission [2].

### 1.3 반응 가스 인가에 따른 가스센서 재료의 결정 구조 변화

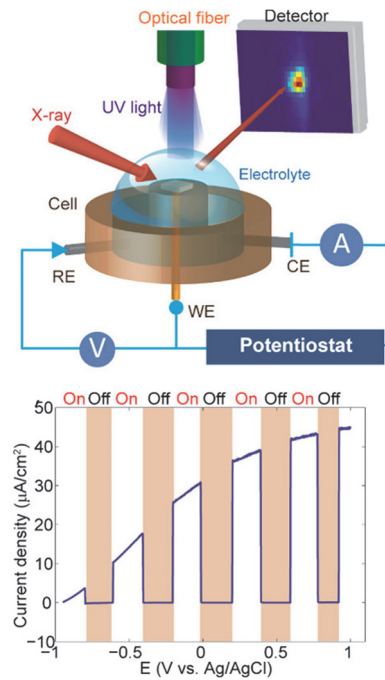
■ 그림 3은 2차원 티타늄 카바이드( $Ti_3C_2T_x$ ) 맥신 (MXene) 박막의 반응성/비반응성 가스 주입에 따른 *in situ* XRD 측정 장치의 모식도와 결과를 나타낸다. 2차원 티타늄 카바이드 맥신 박막의 (002) 면간거리는 비 반응성 가스인  $CO_2$ 를 주입할 때 변화 없이 일정하게 유지한다. 하지만 반응성 가스인 에탄올 가스를 주입하면 면간거리는 늘어나고  $N_2$  가스를 주입하여 정확시키면 면간거리는 다시 줄어든다 [3].



**Fig. 3.** (a) Schematic illustration of *in situ* XRD measurement of 2D titanium carbide ( $Ti_3C_2T_x$ ) MXene films, (b) the (002) peak shift of  $Ti_3C_2T_x$  film during  $N_2$  purging for 200 min, (c, d) the (002) peak shift of  $Ti_3C_2T_x$  film during introduction of (c)  $CO_2$  (1%) or (d) ethanol (0.1%) for 70 min, followed by  $N_2$  purging for 120 min to purge out target gases, and (e) summarized (002) peak shift of  $Ti_3C_2T_x$  films upon  $CO_2$  and ethanol introduction. Reproduced with permission [3].

### 1.4 광촉매 재료의 촉매 반응에 따른 실시간 X-선 반사측정 분석

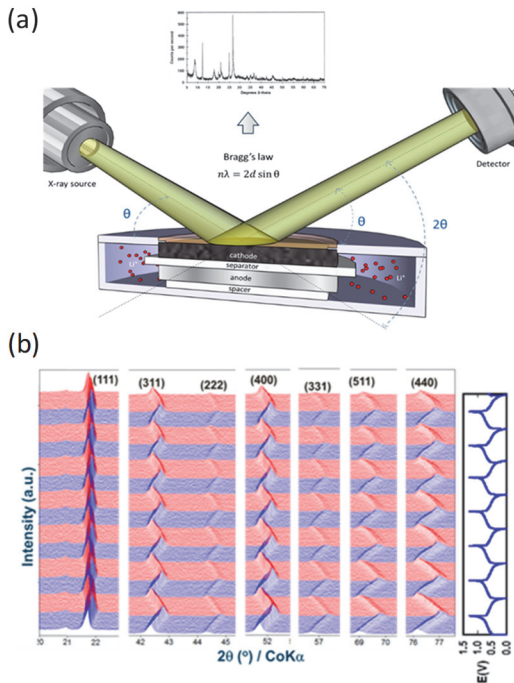
■ 그림 4는 전기화학 분석 장치와 X-선 반사측정(XRR) 기기를 이용하여 UV 인가에 따른  $SrTiO_3$  광 촉매 전극의 voltammogram 측정과 XRR 측정을 동시에 할 수 있는 장치의 모식도와 결과이다 [4].



**Fig. 4.** Schematic figure of the experimental setup for operando X-ray reflectivity of  $SrTiO_3$  during photo-assisted (electro)chemistry and light-chopped linear sweep voltammogram of  $SrTiO_3$  in 0.1 M NaOH. Reproduced with permission [4].

### 1.5 이차전지의 충·방전 과정에서 소재의 결정구조 분석

■ 그림 5는  $LiMn_2O_4$  양극 소재를 이용하여 제조한 리튬이온 이차전지의 충·방전 과정에서  $LiMn_2O_4$  소재의 결정구조 변화를 측정하기 위한 *in situ* XRD 장치의 모식도와 측정 결과이다 [5,6]. 충전 과정에 리튬이온이 양극에서 빠져나와 음극으로 이동하므로  $LiMn_2O_4$  양극 소재의 결정면의 면간거리가 줄어들고, 반대로 방전 과정에서 리튬이온이 음극에서 양극으로 이동하여 양극 소재의 격자 층 사이에 침투하여 리튬 원자로 환원되기 때문에 결정면의 면간거리는 늘어나게 된다 [6].



**Fig. 5.** Schematic of the *in situ* X-ray diffraction experimental setup for Li-ion battery cell during charge and discharge. Reproduced with permission [5] and (b) *in situ* XRD patterns of LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> during charge-discharge cycling. Reproduced with permission [6].

- *In situ* X-선 산란 분석은 XRD 장비 업체로부터 특수한 챔버(chamber)를 옵션으로 구매/설치하여 실험을 진행할 수 있고, 필요에 따라 *in situ* 분석용 챔버를 맞춤 제작할 수 있다.
- 대부분의 *in situ* X-선 산란 분석은 높은 에너지의 X-선 빔을 사용할 수 있는 가속기연구소의 빔라인을 이용한다. 가속기연구소의 빔라인 이용은 *in situ* XRD 측정이 가능한 빔라인에 연구계획서를 제출한 후, 사용시간을 배정받고, 가속기연구소의 연구원 또는 전문가들과 함께 논의하여 연구를 진행할 수 있다.
- 포항 가속기 연구소는 1년에 3분기로 나눠서 운용하고 있다. 시설을 이용하고자 하는 연구자들은 각 분기별 연구 계획서 접수 기간 동안 포항 가속기 연구소 웹사이트를 통해 방사광 실험시설 이용 과제 신청서를 제출하여야 한다. 제출된 과제 신청서는 심사를 거치며 선정된 과제에 한하여 방사광 이용시간을 배정받는다.
- 방사광 시설 이용에 지불해야 할 비용은 공개 과제의 경우 하루 10만원, 비공개 과제의 경우 하루 150만원이다. 또한 공개 과제의 경우 실험 수행 후 1년 내에 연구결과 보고서와 방사광 가속기 연구소에 제출하여야 한다. 정해진 기한 내에 보고서가 제출되지 않을 경우, 제

출 완료 시점부터 이후 3개월까지 방사광 실험시설을 이용할 수 없도록 규정되어 있다.

- 가속기 연구소 시설을 이용하고자 하는 연구자들은 배정된 방사광 이용시간 이전에 웹기반의 방사선 안전교육과 일반 안전교육을 이수해야 한다. 더 자세한 내용은 포항 가속기 연구소 웹사이트(<https://pal.postech.ac.kr/>)의 이용가이드에서 확인 가능하다.
- 가속기 연구소는 시설 내에 다양한 빔라인이 개설되어 있으며 각 빔라인은 측정 용도에 따라 빛 에너지 영역과 사용방법이 다르다. 또한 각 빔라인의 유저 인터페이스가 상이하므로 측정에 앞서 빔라인 담당자로부터 장비 사용방법을 교육받아 반드시 숙지해야 한다. 예를 들어 3A 빔라인은 X-선 회절 실험을 위해 준비된 빔라인이고, 고니오미터(goniometer)를 포함한 하드웨어 장치들은 리눅스 기반의 소프트웨어인 'spec'을 사용하여 제어하므로 해당 프로그램의 명령어를 충분히 숙지해야 실험을 수행할 수 있다.
- *In situ* XRD 분석을 위한 시료를 알맞게 준비할 수 있다면, 가속기 빔라인 이외에 실험실 규모의 XRD 장비를 이용하여 *in situ* XRD 분석을 수행할 수 있다. 본 튜토리얼 논문에서는 일반적으로 흔히 이용하고 있는 실험실 규모의 XRD 장비를 이용하여 전기장인가에 따른 강유전체/압전체 세라믹의 결정구조 변화를 측정하는 간단한 방법을 소개한다. 그리고 전기장 인가에 따른 큰 변형 특성을 나타내는 Bi<sub>1/2</sub>Na<sub>1/2</sub>TiO<sub>3</sub>계 세라믹 소재의 실험결과를 예시로 간략하게 소개하고, 실험 시 주의해야 할 사항들을 정리하였다.

## 2. 실험 방법

### 2.1 시료 준비

- 그림 6은 전기장 인가에 따른 *in situ* XRD 측정을 위한 시료 준비과정을 개략적으로 나타낸 그림이다. XRD 장비 마다 시료 장착 홀더의 형태가 조금씩 다르기 때문에 장비 상황에 맞춰서 시료를 준비해야 한다. 본 튜토리얼 논문에서는 Philips, X-Pert PRO MPD 장비의 분말 시료 장착 홀더를 기준으로 설명한다.
- 그림 6(①) : 측정 하고자 하는 세라믹 시료를 양쪽면이 평행하게 두께 가공하여 준비한다. 이때 X-선을 조사할 상부면은 얇은 전극을 증착 하여야 하므로 세밀하게 연마하여야 한다.
- 그림 6(②) : 상부와 하부 전극을 증착한다. 전극은

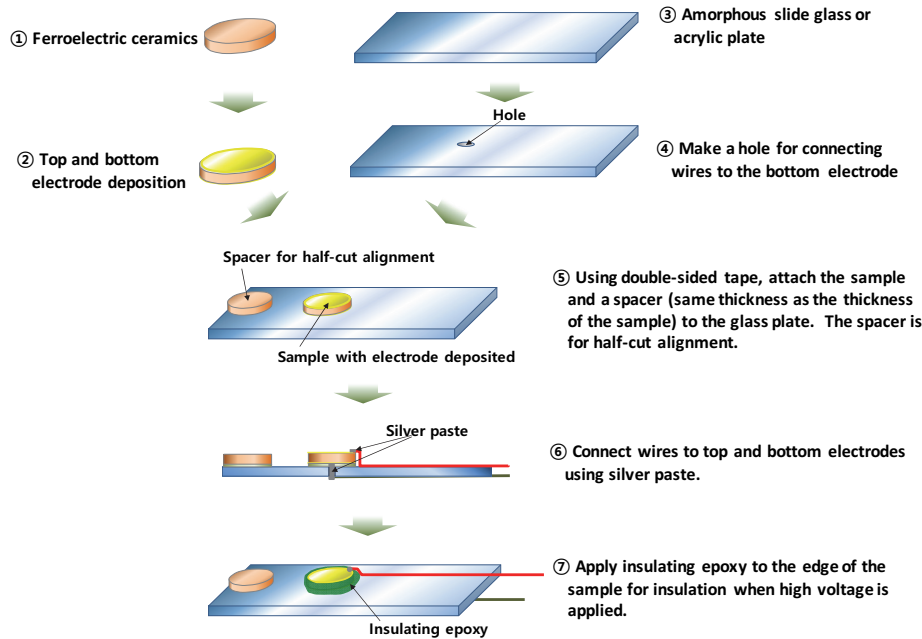


Fig. 6. Schematic figure of sample preparation process for *in situ* electric-field-dependent XRD measurement.

sputtering, evaporation 등의 박막 증착 장비를 이용하여 증착한다.

- 투과형 XRD 장비가 아니기 때문에 상부전극이 증착된 면으로 X-선을 조사하게 된다. 따라서 분석하고자 하는 세라믹의 XRD 피크의 위치와 전극 소재의 XRD 피크 위치가 겹치지 않는 전극 소재를 선택하여 증착하여야 한다.
- X-선이 조사되는 상부 전극은 얇을수록 좋다. 상부전극의 두께가 두꺼우면 전극 소재의 XRD 피크의 세기가 너무 강해지기 때문에 세라믹 시료의 XRD 분석하기 힘들어질 수 있다.
- 그림 6(③~⑤) : 비정질 유리판 또는 아크릴 판에 전선을 연결할 구멍을 뚫고 양면테이프를 이용하여 전극이 증착된 시료를 부착한다. Half-cut 정렬(half-cut alignment)을 하기 위하여 XRD 장비의 시료 거치대에 장착될 부분에 시료의 두께와 같은 두께인 spacer를 같이 부착한다. Half-cut 정렬에 관한 자세한 설명은 본 글의 4.1절에 하였다.
- 그림 6(⑥) : 세라믹 시료에 전기장을 인가하기 위한 전선을 실버 페이스트를 이용하여 상·하부 전극에 부착한다.
- 그림 6(⑦) : 고전압을 인가할 때 시료의 상·하부 전극 사이에서 일어날 수 있는 아크 방전을 방지 하기 위하여 시료의 테두리에 절연 에폭시를 도포한다. (예: CircuitWorks Overcoat Pen, CW3300을 이용하여 도포할 경우 최대 약 5 kV/mm의 전기장을 인가 할 수 있다.)

## 2.2 전기장 인가에 따른 *in situ* XRD 측정

- 그림 7은 전기장 인가에 따른 *in situ* XRD 측정에 관한 개략적인 장치도이다. 2.1절에서 설명한 것과 같이 준비한 시료를 XRD 측정 장비에 장착하고 얇은 전선을 이용하여 고전압 인가 장비를 연결한다.
- 전선을 연결할 때 세심하게 절연시켜야 하고 고전압 인가 장비는 반드시 접지시켜야 한다.
- 고전압을 인가할 때 세라믹 시료가 절연 파괴될 상황을 대비하여 고전압 인가 장비는 자동 차단 기능이 있는 것으로 사용하는 것이 좋다.
- 안전하게 설치되었다면, 원하는 전기장을 인가한 후 XRD 측정을 진행한다.

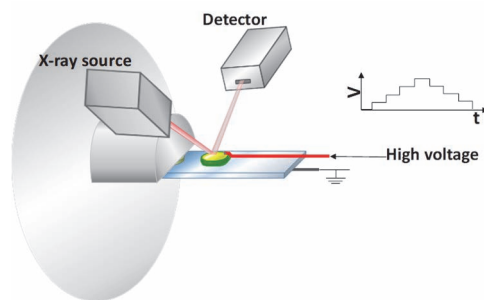
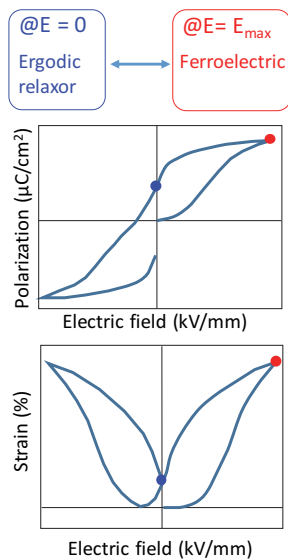


Fig. 7. Schematic figure of the experimental setup for *in situ* electric-field-dependent XRD measurement.

### 3. 전기장 인가에 따른 *in situ*XRD 측정의 예

- 그림 8은 전기장 인가에 따라 큰 변형 특성을 나타내는  $\text{Bi}_{1/2}\text{Na}_{1/2}\text{TiO}_3$ -계 ergodic relaxor 소재의 전형적인 P-E 및 S-E 이력 곡선이다.
- $\text{Bi}_{1/2}\text{Na}_{1/2}\text{TiO}_3$ -계 ergodic relaxor 소재는 전기장을 인가 하지 않은 초기 상태는 pseudo-cubic 결정 구조이지만 높은 전기장을 인가하면, tetragonal, rhombohedral 등의 결정 구조로 상전이 일어나게 되고, 전기장을 제거하면 다시 초기 상태의 pseudo-cubic 결정 구조로 복귀하게 되기 때문에 전기장 인가에 따라 큰 변형 특성을 나타내는 것으로 알려져 있다 [7,8].
- 본 연구에서는  $\text{Bi}_{1/2}\text{Na}_{1/2}\text{TiO}_3$ 계 ergodic relaxor 소재의 전기장 인가에 따른 상전이 특성을 알아보기 위해  $0.925\text{Bi}_{1/2}\text{Na}_{1/2}\text{TiO}_3-0.075\text{BiAlO}_3$  세라믹을 이용하여 전기장 인가에 따른 *in situ* XRD 측정을 진행하였다.
- $(1-x)\text{Bi}_{1/2}\text{Na}_{1/2}\text{TiO}_3-x\text{BiAlO}_3$ 에서 순수  $\text{Bi}_{1/2}\text{Na}_{1/2}\text{TiO}_3$ 는 rhombohedral 결정 구조를 가지고,  $\text{BiAlO}_3$  함유량이 증가하면 pseudo-cubic 결정 구조를 가지게 된다 [9].  $x=0.075$  조성은 rhombohedral과 cubic 결정구조가 혼재되어 있고 상대적으로 전기장 인가에 따른 큰 변형 특성을 나타낸다.
- 그림 6과 같은 방법으로 시료를 준비하고 Philips, X-Pert PRO MPD 장비를 이용하여 전기장 인가에 따른 XRD 측정을 진행하였다.



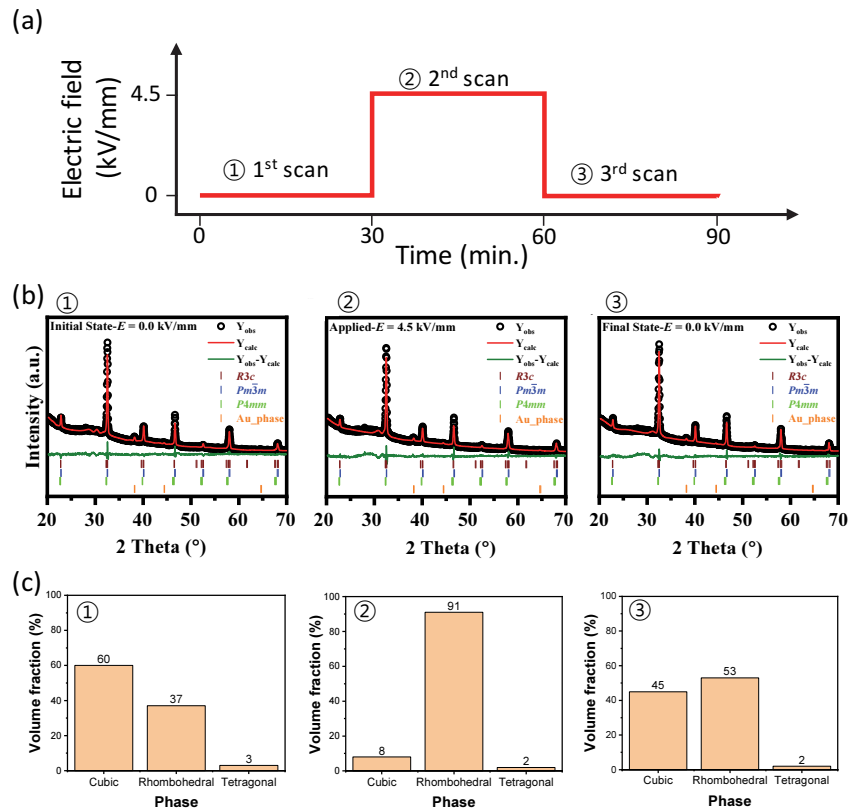
**Fig. 8.** P-E loop and S-E loop of  $\text{Bi}_{1/2}\text{Na}_{1/2}\text{TiO}_3$ -based ergodic relaxor materials and simple mechanism of large electric-field-induced strain characteristics of  $\text{Bi}_{1/2}\text{Na}_{1/2}\text{TiO}_3$ -based ergodic relaxor materials.

- 그림 9는  $0.925\text{Bi}_{1/2}\text{Na}_{1/2}\text{TiO}_3-0.075\text{BiAlO}_3$  세라믹 시료의 전기장 인가에 따른 *in situ* XRD 측정 결과이다.
- 분극 처리하지 않은 세라믹 시료에 전기장을 가하지 않은 상태에서 첫 번째 측정(그림 9(a)의 ①)을 한 후, 4.5 kV/mm의 전기장이 인가된 상태에서 두 번째 측정(그림 9(a)의 ②)을 하고, 다시 전기장을 인가하지 않고 세 번째 측정(그림 9(a)의 ③)을 진행하였다.
- 측정한 XRD 데이터는 Rietveld refinement를 수행하여 결정 구조 분석을 진행하였다 (그림 9(b)).
- 그림 9(c)에 Rietveld refinement를 수행 결과로부터 얻은 각 단계별 결정 상 비율을 정리하였다.
- 분극 처리하지 않은 초기 상태(그림 9(c)의 ①)의 결정 상 비율은 cubic : rhombohedral : tetragonal = 60 : 37 : 3 비율로 대부분 rhombohedral과 cubic 결정구조로 구성되어 있다.
- 전기장을 가한 상태(그림 9(c)의 ②)는 cubic : rhombohedral : tetragonal = 8 : 91 : 2 비율로 변화한다. 이것은 초기 상태에서 cubic 결정 구조를 가지고 있던 부분이 전기장을 인가함에 따라 대부분 rhombohedral 구조로 상전이 했음을 의미한다.
- 다시 전기장을 제거한 상태(그림 9(c)의 ③)에서는 전기장을 인가 했을 때 rhombohedral 구조를 가지고 있던 부분 중 약 40%가량이 다시 cubic 구조로 상전이 되었다.
- 그러므로  $0.925\text{Bi}_{1/2}\text{Na}_{1/2}\text{TiO}_3-0.075\text{BiAlO}_3$  세라믹 소재는 전기장을 인가할 때 cubic에서 rhombohedral 구조로 상전이 되고 다시 전기장을 제거할 때 rhombohedral에서 cubic 구조로 상전이 된다. 그러므로  $0.925\text{Bi}_{1/2}\text{Na}_{1/2}\text{TiO}_3-0.075\text{BiAlO}_3$  세라믹 소재가 보이는 큰 변형 특성은 전기장 인가에 따른 결정 구조 변화로부터 기인한 것으로 볼 수 있다.

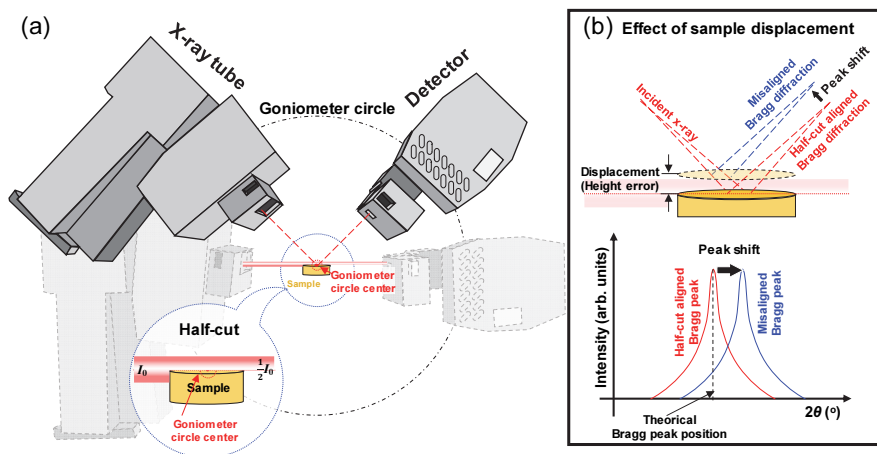
## 4. 추가 정보

### 4.1 Half-cut alignment

- X-선 회절기(X-ray diffractometer)는 X-선 튜브로부터 방출된 X-선이 고니오미터 회전축 중심을 거쳐 검출기로 빔이 도달하도록 정렬 되어있다. 정확한 XRD 측정을 위해서 시료의 면이 고니오미터 회전축 중심에 위치해야 한다.
- 일반적으로 XRD 실험을 수행하기 앞서 X-선 회절기의 고니오미터 회전축의 중심에 측정할 시료의 면을 일



**Fig. 9.** *In situ* XRD measurement results of 0.925Bi<sub>1/2</sub>Na<sub>1/2</sub>TiO<sub>3</sub>-0.075BiAlO<sub>3</sub> ceramics. (a) Measurement sequence, (b) rietveld refinement result of the measured XRD, and (c) phase volume fractions obtained from the Rietveld refinement result.



**Fig. 10.** (a) Schematic figure of half-cut alignment during XRD measurement and (b) error of XRD measurement result when half-cut alignment is not.

치시키는 정렬 과정을 거친다. 이 과정을 half-cut 정렬이라 하며, 시료의 두께 그리고 이물질로 인해 발생 가능한 회절각 오차를 줄이기 위한 과정이다.

- half-cut 정렬은 X-선 튜브와 검출기가 일직선으로 놓

인 상태에서 검출기가 감지하는 X-선의 강도를  $I_0$ 라고 할 때, X-선의 강도가  $I_0$ 의 절반이 되는 지점에 시료를 위치하도록 시료대의 높이를 조절하는 과정이다. 일반적으로 z-축 액추에이터가 장착되어 있는 시료대는 z-

축 위치(높이)를 변화시키면서 half-cut 정렬을 할 수 있다. 그리고 분말용 XRD 장비는 분말시료 홀더를 장착 시 홀더의 상부 면이 half-cut 정렬된 위치에 놓이도록 설계되어 있다.

- 그림 10(a)는 XRD 측정이 진행 중인 half-cut 정렬된 시료의 모식도이다.
- Half-cut 정렬이 되지 않은 시료를 측정하였을 때 그림 10(b)와 같이 회절각 오차가 발생할 수 있다. 예를 들어, 측정하고자 하는 시료의 면이 고니오미터 회전축 중심보다 높게 위치한 경우 측정된 Bragg peak 위치의 결과값은 이론적인 Bragg peak 위치보다 높은 각도에서 나타난다. 그림 10(b)에서 빨간색 점선으로 표현된 빔라인과 빨간색 실선으로 표현된 X-선 회절 패턴은 half-cut 정렬이 잘되었을 경우(시료의 면이 고니오미터 회전축에 정렬)를 표현한 그림이고, 파란색 점선으로 표현된 빔라인과 파란색 실선으로 표현된 X-선 회절 패턴은 시료의 면이 half-cut 정렬 위치보다 위쪽(고니오미터 회전축보다 위쪽)에 위치했을 경우에 발생하는 측정 오차를 표현한 그림이다. 반대로 고니오미터 회전축보다 시료 면이 낮게 위치할 경우 이론적인 Bragg peak 위치보다 낮은 각도에서 측정된다.

#### 4.2 상부 전극의 XRD 피크를 기준으로 보정

- 압전체 세라믹은 전계 유도 변형이 일어나기 때문에 전기장을 변화할 때마다 half-cut 정렬을 해 주어야 정확한 결과 값을 얻을 수 있다.
- XRD 장비의 시료 설치대에 z-축 액추에이터가 있는 장비는 전기장을 인가 할 때 마다 쉽게 half-cut 정렬을 수행할 수 있지만, 그렇지 못한 경우에는 전기장 변화에 따른 XRD 측정을 한 후 상부 전극 물질의 Bragg peak 위치를 이용하여 보정할 수 있다.

### 5. 맺음글

- 본 튜토리얼 논문에서는 일반 실험실 규모의 XRD 장비를 이용하여 전기장 인가에 따른 *in situ* XRD 분석을 위한 시료 준비 및 측정 방법에 대하여 설명하였고, 실제 측정된 데이터와 분석결과를 간략하게 소개하였다. 이 방법은 강유전체, 압전체, 전왜 재료의 전기장 인가에 따른 결정 구조의 변화를 분석하는데 도움이 될 수 있을 것이라 기대한다.

### ORCID

Chang Won Ahn

<https://orcid.org/0000-0003-0613-9823>

### 감사의 글

This research was supported by Basic Science Research Program (NRF-2021R1I1A1A01057086) and Priority Research Centers Program (NRF-2019R1A6A1A11053838) through the National Research Foundation of Korea (NRF) funded by the Ministry of Education.

### REFERENCES

- [1] C. W. Ahn, G. Choi, I. W. Kim, J. S. Lee, K. Wang, Y. Hwang, and W. Jo, *NPG Asia Mater.*, **9**, e346 (2017). [DOI: <https://doi.org/10.1038/am.2016.210>]
- [2] A. Pateras, R. Harder, S. Manna, B. Kiefer, R. L. Sandberg, S. Trugman, J. W. Kim, J. de la Venta, E. E. Fullerton, O. G. Shpyrko, and E. Fohntung, *NPG Asia Mater.*, **11**, 59 (2019). [DOI: <https://doi.org/10.1038/s41427-019-0160-8>]
- [3] H. J. Koh, S. J. Kim, K. Maleski, S. Y. Cho, Y. J. Kim, C. W. Ahn, Y. Gogotsi, and H. T. Jung, *ACS Sens.*, **4**, 1365 (2019). [DOI: <https://doi.org/10.1021/acssensors.9b00310>]
- [4] M. Plaza, X. Huang, J. Y. Ko, M. Shen, B. H. Simpson, J. Rodriguez-Lopez, N. L. Ritzert, K. Letchworth-Weaver, D. Gunceler, D. G. Schlom, T. A. Arias, J. D. Brock, and H. D. Abruna, *J. Am. Chem. Soc.*, **138**, 7816 (2016). [DOI: <https://doi.org/10.1021/jacs.6b03338>]
- [5] A. V. Llewellyn, A. Matruglio, D. J. L. Brett, R. Jervis, and P. R. Shearing, *Condens. Matter*, **5**, 75 (2020). [DOI: <https://doi.org/10.3390/condmat5040075>]
- [6] Y. Wang, S. Z. Yang, Y. You, Z. Feng, W. Zhu, V. Garipey, J. Xia, B. Commarieu, A. Darwiche, A. Guerfi, and K. Zaghbi, *ACS Appl. Mater. Interfaces*, **10**, 7061 (2018). [DOI: <https://doi.org/10.1021/acsmi.7b18058>]
- [7] A. Ullah, R. A. Malik, A. Ullah, D. S. Lee, S. J. Jeong, J. S. Lee, I. W. Kim, and C. W. Ahn, *J. Eur. Ceram. Soc.*, **34**, 29 (2014). [DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2013.07.014>]
- [8] A. Ullah, A. Ullah, I. W. Kim, D. S. Lee, S. J. Jeong, and C. W. Ahn, *J. Am. Ceram. Soc.*, **97**, 2471 (2014). [DOI: <https://doi.org/10.1111/jace.12952>]
- [9] A. Ullah, C. W. Ahn, K. B. Jang, A. Hussain, and I. W. Kim, *Ferroelectrics*, **404**, 167 (2010). [DOI: <https://doi.org/10.1080/00150193.2010.482490>]