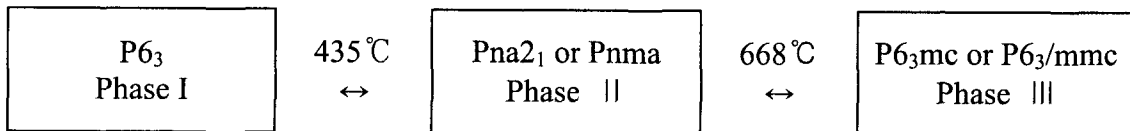


Rietveld Structure Refinement of KLiSO_4 at Elevated Temperatures

유수현, 정수진
서울대학교 재료공학부

LiSO_4 는 Sulfate계 망목구조 규산염 화합물의 모델 화합물로서 SO_4 사면체와 LiO_4 사면체로 이루어진 육환구조(six-membered ring)를 가지며, 상온에서부터 녹는점에 이르기까지 다음과 같은 상전이가 존재함이 알려져 있다.



이 중 435°C 에서의 상전이는 육방구조가 사방구조로 바뀌는 상전이로서 이를 통하여 Phase II 영역에서는 세 가지 방향을 갖는 분역이 형성됨이 알려져 있다.

지금까지 단결정 X-선 회절법과 단결정 중성자 회절법을 통한 Phase II 상의 구조해석이 시도되었으나, X-선 회절법의 경우 Li 원자의 위치를 정확하게 결정할 수 없었고, 중성자 회절법의 경우에는 상전이 쌍정(transformation twin)의 한 분역만을 측정하는 것이 어려워서 현재까지도 보고자들에 따라 Pna2_1 과 Pnma 의 두 가지 구조가 보고되고 있다. 본 연구에는 쌍정에 의한 영향을 배제하고, 경원소인 Li의 위치를 정확하게 결정하기 위하여 분말 중성자 회절을 통한 Rietveld 방법을 이용하여 고온상 KLiSO_4 의 결정구조를 정산하였다. 구조 정산을 위한 Data는 Hanaro 원자로의 중성자 분말 회절 장치를 이용하여 $15\sim 100^\circ$ 의 구간에서 step size 0.05° 로 측정하여 얻었으며, 얻어진 Data를 가지고 Fullprof 프로그램을 이용하여 Rietveld 방법으로 구조를 정산하였다. Phase II 영역의 몇 가지 온도에서 얻어진 Data를 정산하여 $R_{wp}\sim 15\%$, Goodness of fit ~ 1.6 정도의 결과를 얻을 수 있었다.