

박막 XRD 집중 교육 (KAIST 중앙분석센터: KARA)

Session 1. 다결정 박막/초박막 측정/분석법 이해

A. X-선 기초 및 분말 XRD

3

B. 다결정 박막 XRD

Session 2. 단결정/에피층 박막 측정/분석법 이해

A. 고분해능 XRD

B. 에피층 변형

C. 로킹커브 (Rocking Curve) & RSM (Reciprocal Space Map) 측정/분석

E. . Si (001) 기판에서 나오는 XRD 피크 의문들?

박막 XRD 집중 교육 (KAIST 중앙분석센터: KARA)

- Session 2 -

단결정 (에피) 박막 측정/분석법 이해 (HRXRD, Rocking Curve, RSM)

2025. 09. 04

김창수 고문/박사

(✉ changsoo.kim@koreaits.com; 🌐 drchangsookim.github.io)

응용기술그룹/한국아이티에스 (Korea ITS)

● 내용

Session 2. 단결정/에피층 박막 측정/분석법 이해

A. 고분해능 XRD

- X-선 회절 이론: 정역학 및 동역학 회절 이론
- 다중결정 광학계

B. 에피층 변형

C. 로킹커브 (Rocking Curve) 측정/분석

D. RSM (Reciprocal Space Map) 측정/분석

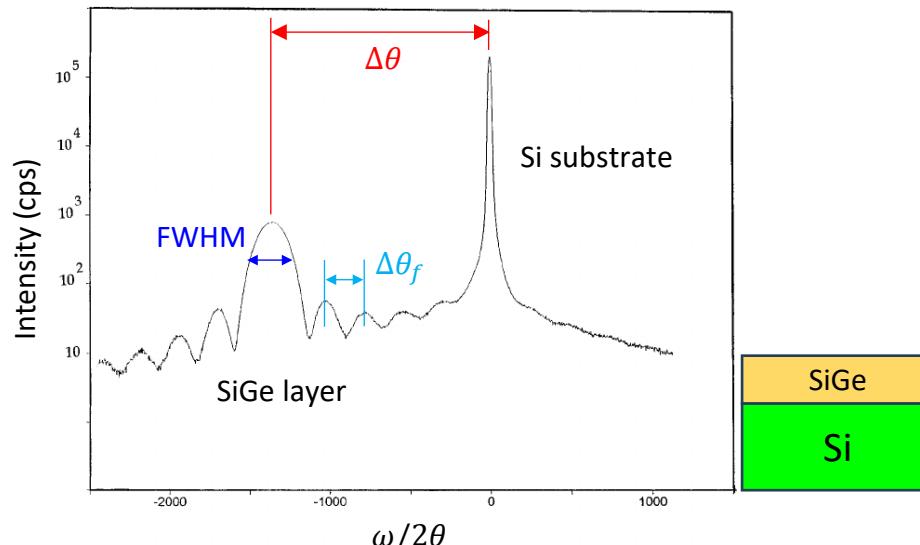
E. Si (001) 기판에서 나오는 XRD 피크 의문들?

고분해능 XRD (HRXRD)

- 왜 고분해능인가 ?
- 어떻게 사용하는가 ?
- 응용 ???

- Rocking curve
- SiGe/Si의 (004) RC

어떤 의미일까??

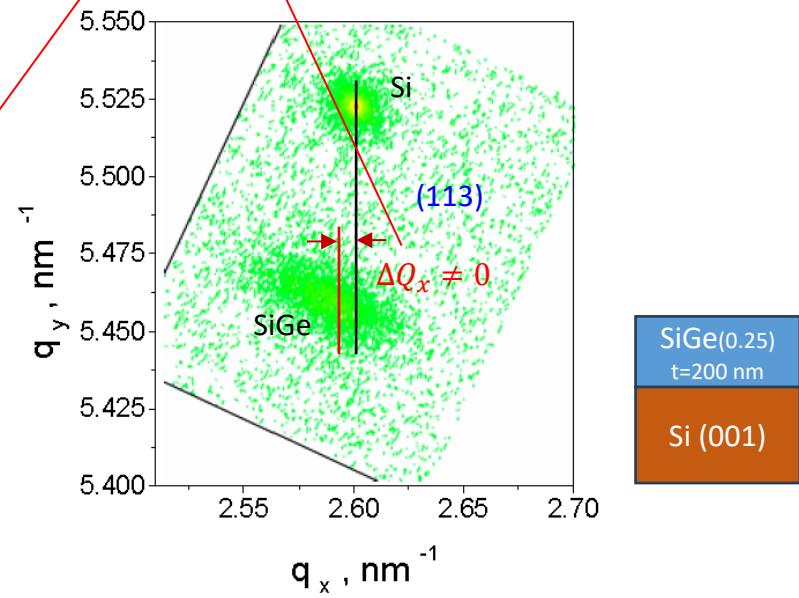
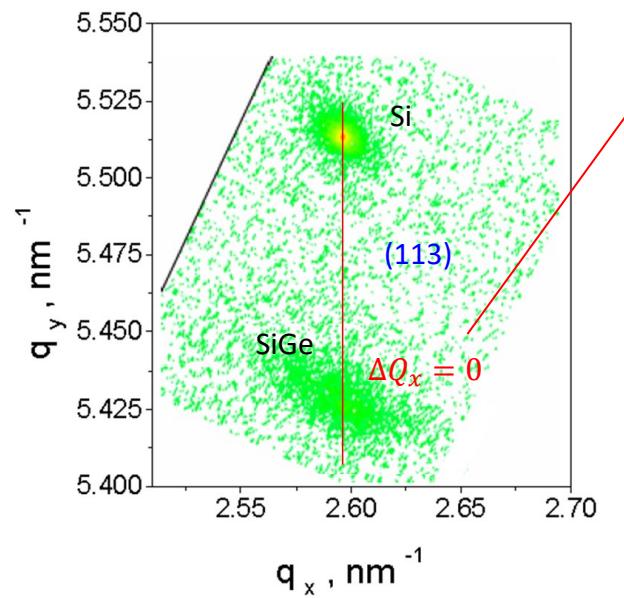


(004) Rocking Curve of SiGe/Si

- RSM (Reciprocal Space Map)

- SiGe/Si의 (113) RSM

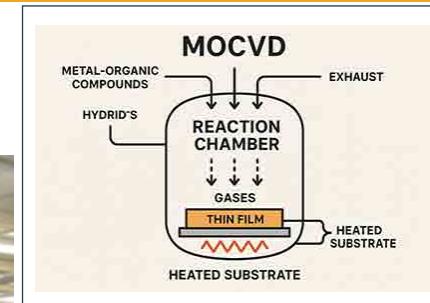
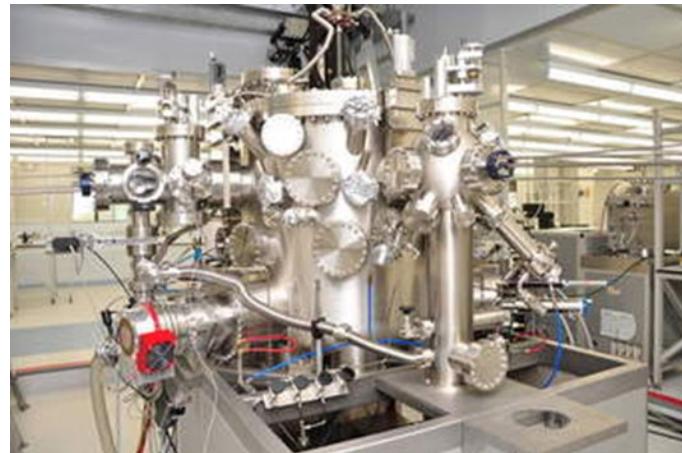
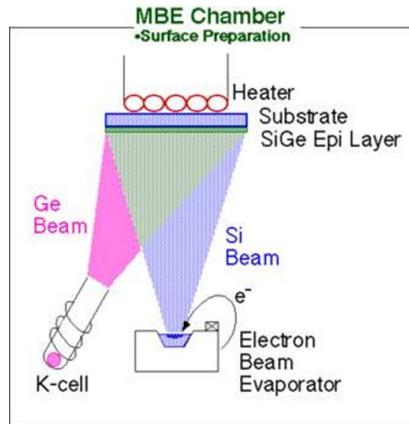
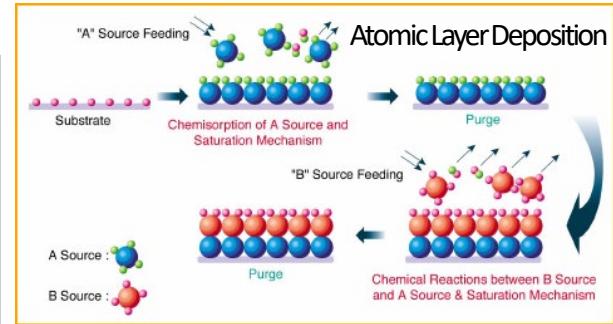
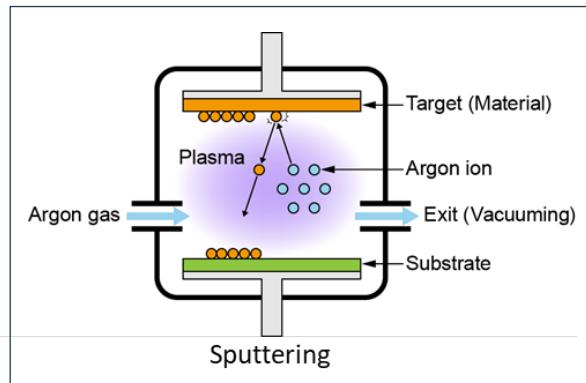
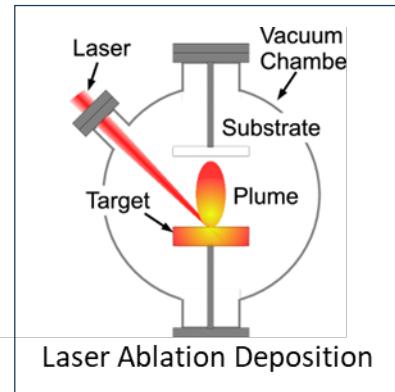
어떤 차이일까??



(113) RSMs of SiGe(0.25)/Si

● 박막

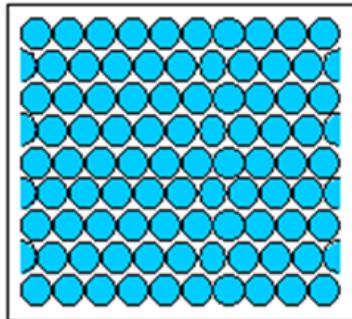
박막 성장 (Thin Film Growth)



박막 (layer)
기판 (substrate)

박막 성장법 (PVD, CVD, ALD, ...)

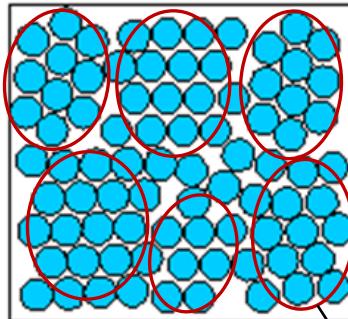
박막: 단결정(에피), 다결정 및 비정질 박막



Single crystal

Periodic across the
whole volume.

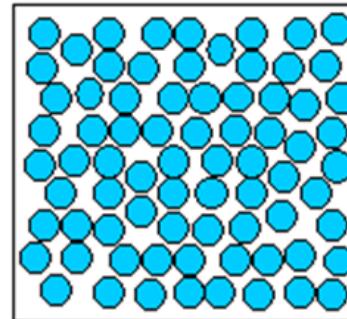
단결정 박막



Polycrystal

Periodic across
each grain.

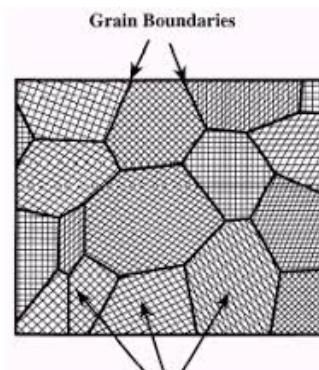
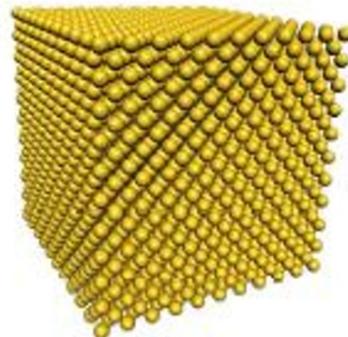
다결정 박막



Amorphous solid

Not periodic.

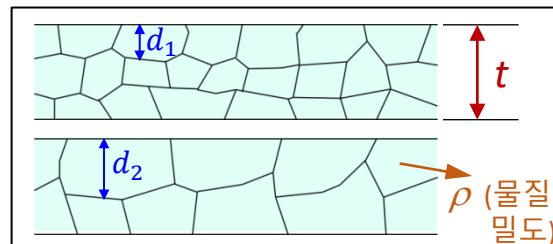
비정질 박막



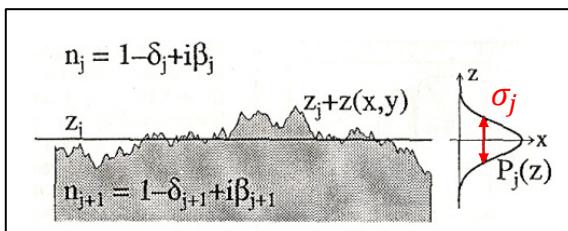
"Grains"
(Differently Oriented Crystals)

crystallite: 단결정의 grain

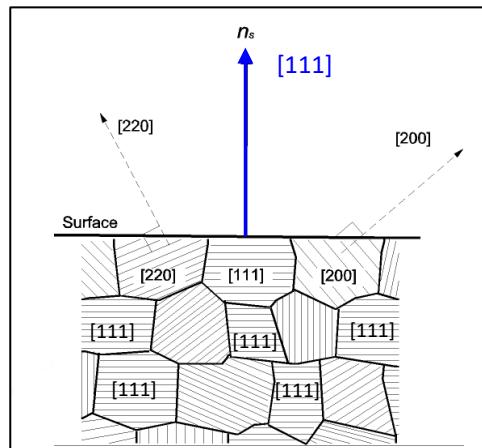
● 박막 구조 특성



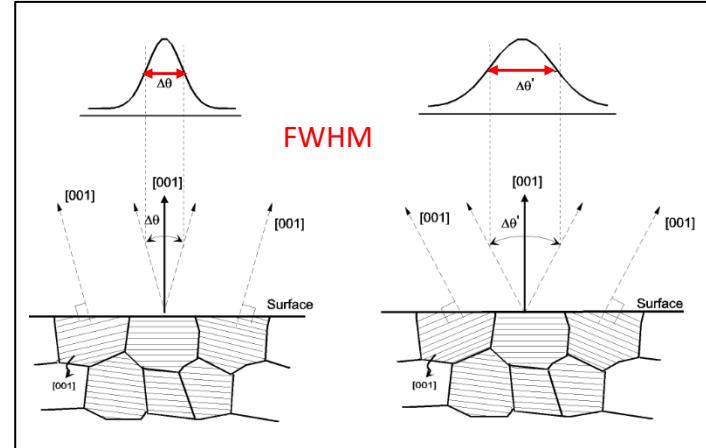
상(phase), 결정립 크기 및 박막 두께



표면거칠기



우선방위 / texture

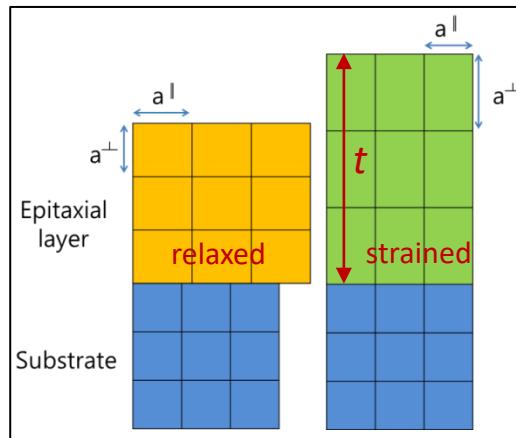


배향도

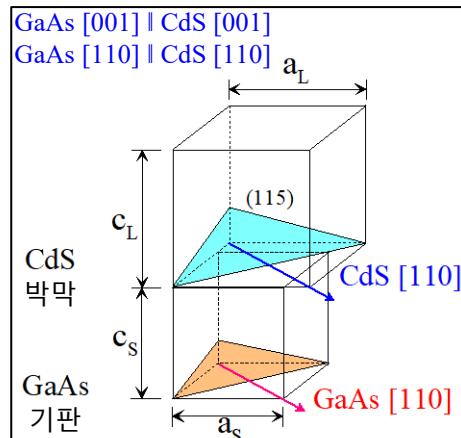


단결정(에피) 박막

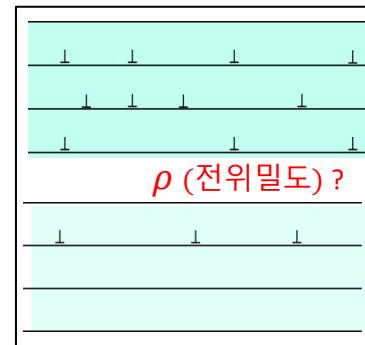
다결정 박막



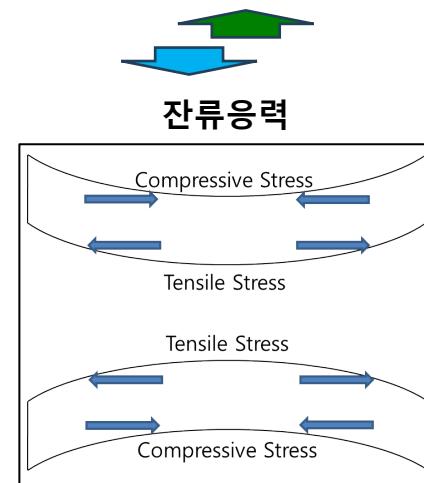
에피층 격자변형/조성



기판/박막의 에피택시 관계



결합밀도 (결정품질)



잔류응력

● 박막 분석을 위한 측정법

X-선 박막 측정법 및 분석 정보

Measurement method	Scan axis	Obtainable information
Out-of-plane measurement	$2\theta/\omega$	Phase identification Crystal structure
Thin film method measurement (GI-XRD)	2θ	Phase identification Crystal structure
In-plane measurement (In-Plane XRD)	$2\gamma/\phi$ ϕ	Phase identification Crystal structure
Pole figure measurement	$\chi(\alpha), \phi(\beta)$	Preferred orientation
Rocking curve measurement (RC)	ω, γ, ϕ	Preferred orientation Crystallinity
Reciprocal space map (RSM)	$2\theta/\omega, \omega$ $2\gamma/\phi, \phi$	Crystallinity Epitaxial Orientation Distortion/relaxation of the film
Reflectivity measurement (XRR)	$2\theta/\omega$	Film thickness, density, roughness
Small angle scattering method (SAXS)	$2\theta/\omega$	Particle/pore size

X-선 회절 (Diffraction)

X-선 반사 (Reflection)

X-선 산란 (Scattering)

왜 박막의 구조특성
측정/분석이 중요???

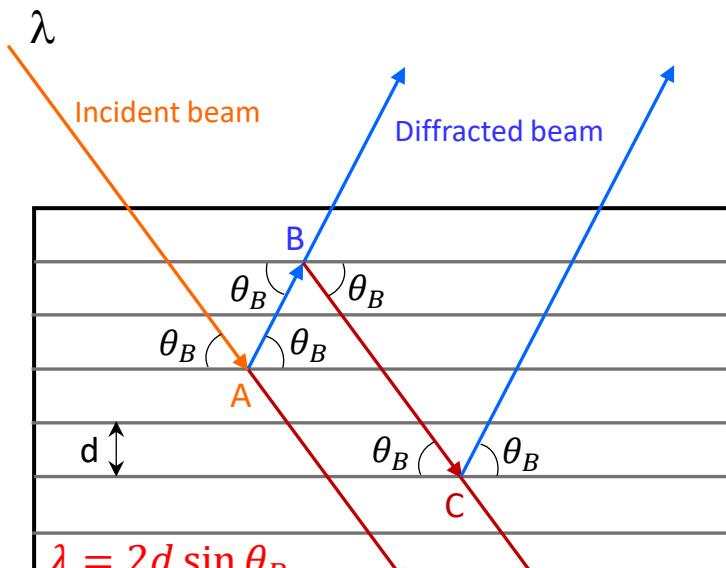
광·전기적 물성/소자 성능/생산 수율
↔ 구조특성과의 밀접한 상관관계

(K. Inaba, Rigaku Journal, 24(1), 2008)

• X-선 회절 이론 (X-ray Diffraction Theories)

X-선 회절 이론 (X-ray Diffraction Theories)

- 1) 정역학 회절 (Kinematical Diffraction)
- 2) 동역학 회절 (Dynamical Diffraction)

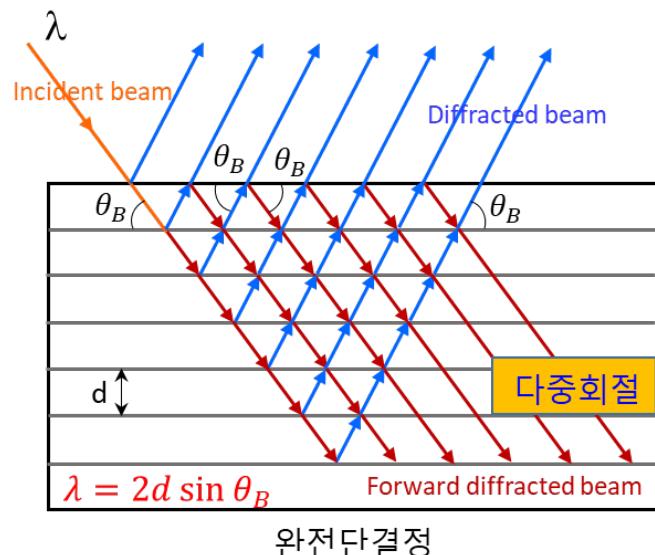


완전단결정 → Multiple Scattering/Diffraction(다중산란/회절)

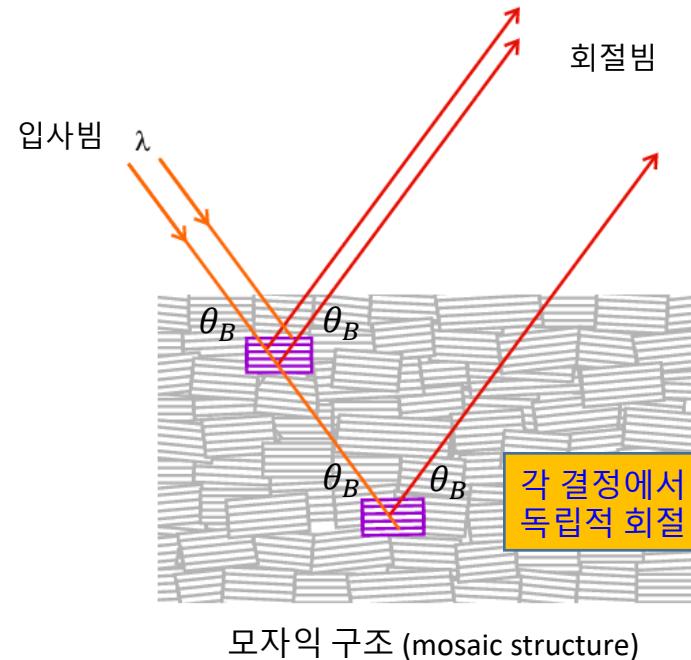
동역학 회절

X-선 회절 이론 (X-ray Diffraction Theories)

- 1) 정역학 회절 (Kinematical Diffraction)
- 2) 동역학 회절 (Dynamical Diffraction)



동역학 회절



정역학 회절

1) 정역학 X-선 회절 이론 (Kinematical X-ray Diffraction Theory)

- 입사빔과 회절빔의 상호간섭 무시
- 전체 회절빔의 진폭(→ 강도)은 각 회절빔 진폭의 단순 합

(정역학 회절에서의) 회절빔의 강도

$$I_h^{crystal} \propto |F_h|^2$$

(F_h : 구조인자)

반도체산업에서의
단결정/단결정에 가까운 결정의
회절에 적용 불가

→ 매우 얇거나, 작은 결정 (very thin or very small crystallites) 적용



2) 동역학 X-선 회절 이론 (Dynamical X-ray Diffraction Theory)

- 결정 내에서의 다중산란 (multiple scattering) 적용
- 다중회절 및 입사빔/회절빔, 회절빔/회절빔의 상호간섭 고려

(동역학 회절에서의) 회절빔의 강도

$$I_h^{crystal} \propto |F_h|$$

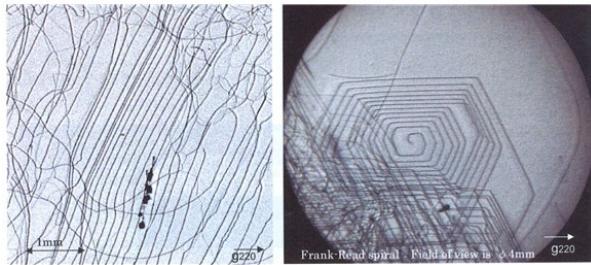
동역학 회절 응용 측정법
→ 고분해능 XRD
→ X-선 토포 (XRT)



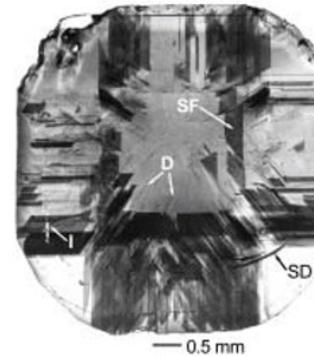
→ 이상적인 큰 단결정 (ideal large single crystal, 완전단결정)에 적용

• X-Ray Topography (XRT / X-선 토포)

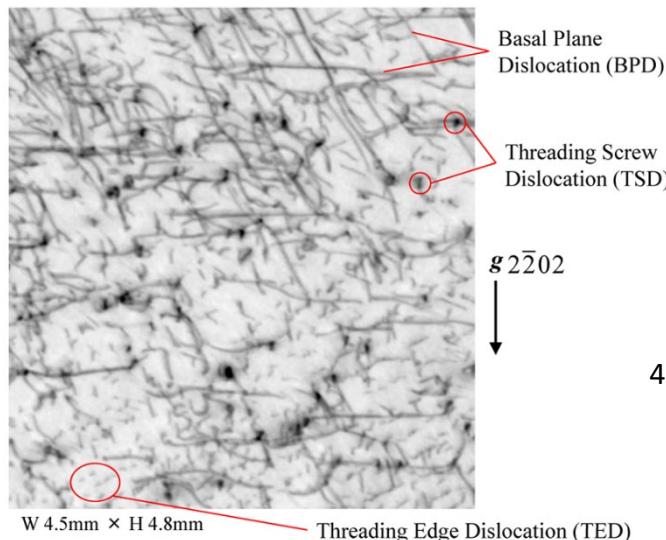
• X-ray topography (XRT) 이미지



X-선 토포 이미지: 전위 (dislocations)



Diamond 결정의 X-선 투과 토포 이미지:
전위(D), 적층결함(SF), inclusions(I), 표면 손상(SD)



투과 토포 이미지 (Mo Ka1)
4H-SiC (2-202) 회절면, X-ray camera

• Bragg 법칙

Bragg 법칙

1. 정역학 이론 (Kinematical theory)

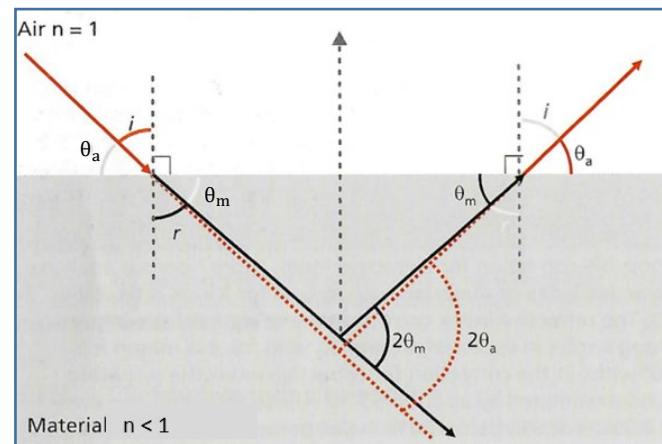
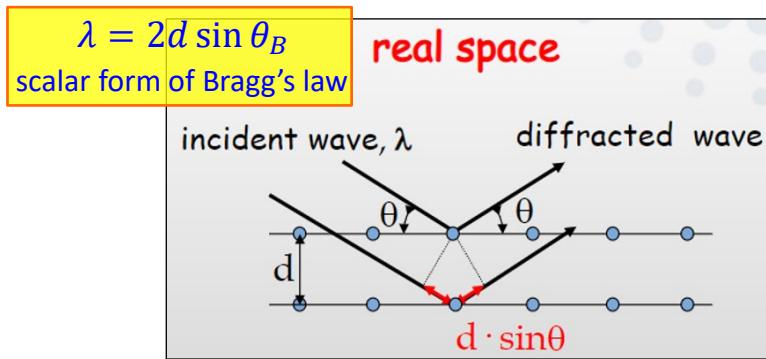
$$n\lambda = 2d \sin \theta_B \quad (1)$$

- 회절이 결정 내부에서의 간섭현상이지만 물질의 굴절율 무시한 진공에서의 $|k| = 1/\lambda$ 적용
- 역격자 공간에서 표현 $\rightarrow \mathbf{h} = \mathbf{k}_h - \mathbf{k}_0$

2. 동역학 이론 (Dynamical theory)

- 물질 내부의 입사빔 \mathbf{K} 은 굴절율 n 을 고려한 $\mathbf{K} = n\mathbf{k}$ ($|K| < |k|$) 적용 (\mathbf{k} 는 진공 중의 파수벡터)
- 굴절율 및 다중회절에 의한 간섭현상을 고려
 → 엄밀하게는 Bragg 각도가 정역학 회절식 (1)에서 수 arcsec 벗어남
- 다만, 고분해능 XRD 및 XRT 사용/응용에는 동역학 회절 기본 개념의 이해가 요구되고
 또한 시뮬레이션 계산 과정에 적용되기 때문에, 정역학 Bragg 회절식 (1)을 적용해도
 단결정 및 에피층 분석에 무리가 없음

Bragg 법칙

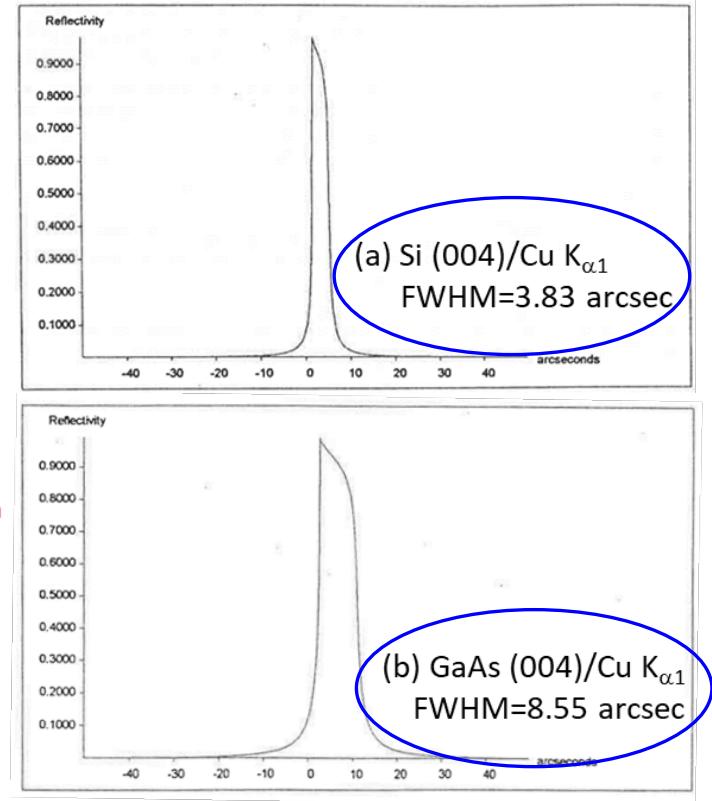
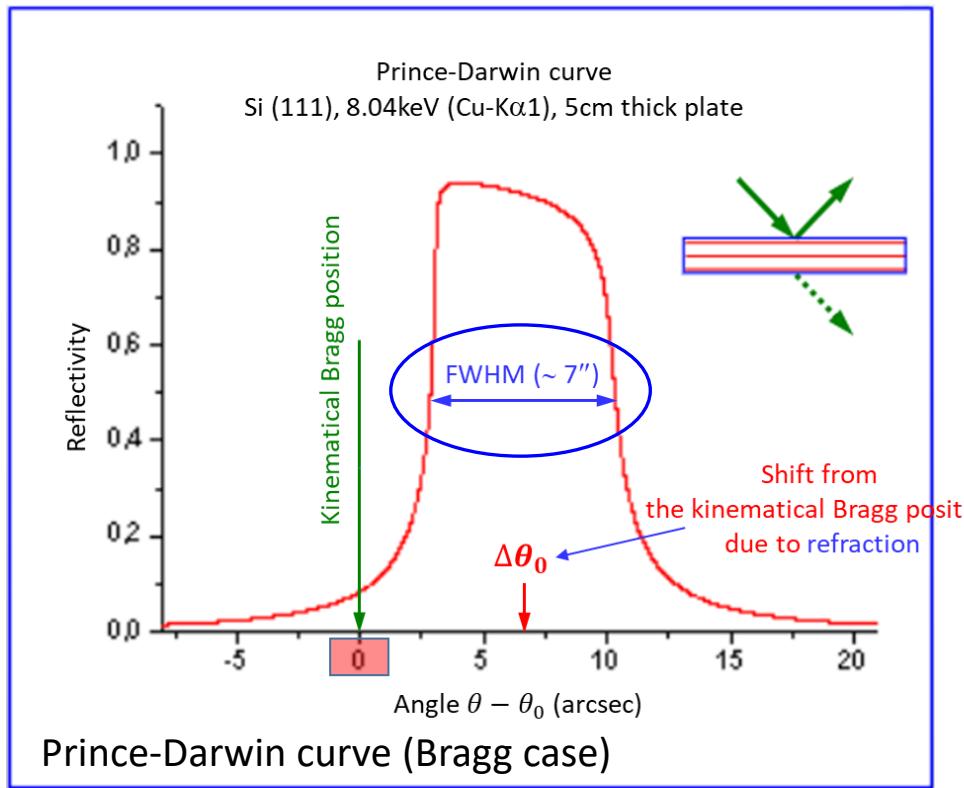


물질 내부에서의
X-선 굴절
-동역학 이론

• 동역학 회절의 회절피크의 폭 (FWHM)

완전 단결정에서

- 동역학 회절에 의한 회절피크 폭 (FWHM): 대개 5 arcsec 내외 (1 arcsec=1/3600 deg)



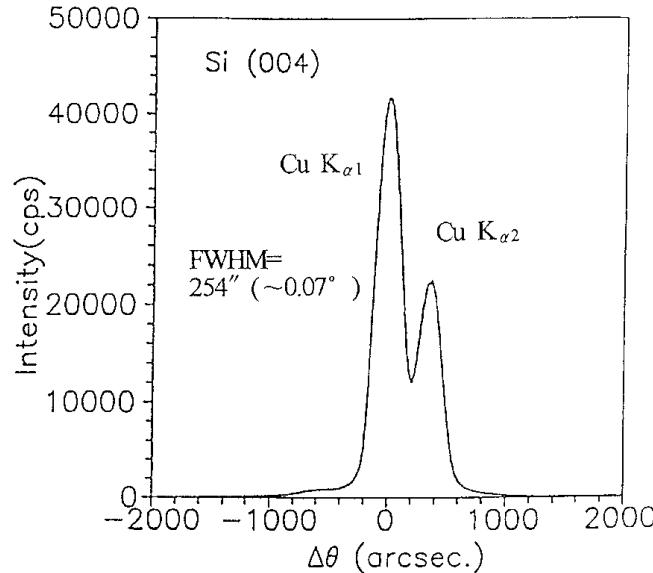
동역학 회절을 이용하여 계산한 완전 단결정의 X-선 회절피크 및 폭 (Cu K α 1 : 0.154 nm)

● 고분해능 XRD (High-Resolution XRD)

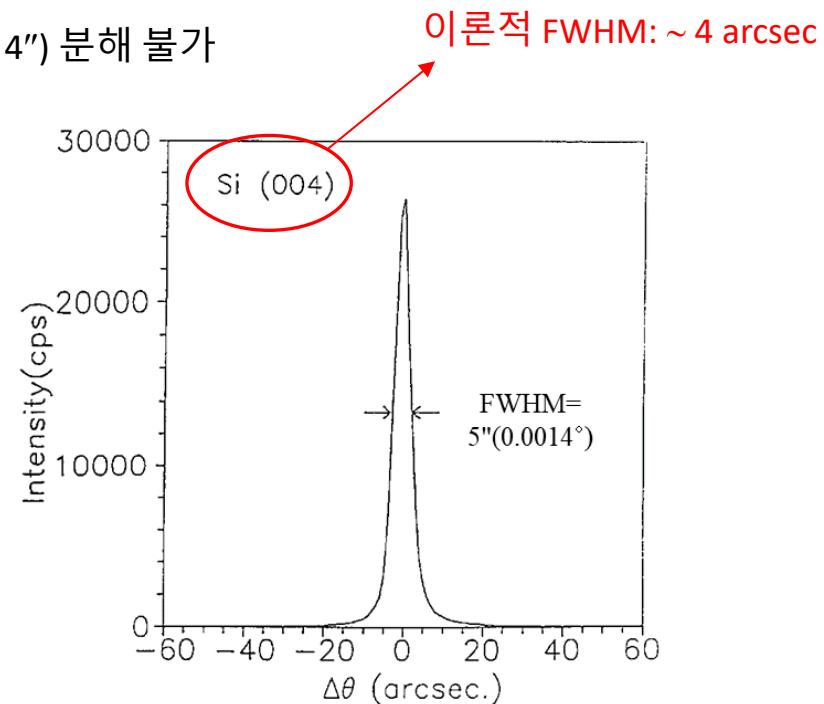
단결정 동역학 회절을 측정 가능한 X-선 분해능 필요

- 양호한 collimation의 일반 XRD 분해능: 약 250"

→ 단결정 Si (004) 면의 동역학 회절 피크 폭 (~ 4") 분해 불가



일반 XRD의 Si (004) 로킹커브



고분해능 XRD의 Si (004) 로킹커브

→ 단결정의 수 arcsec의 피크 폭을 측정할 수 있는 분해능의 XRD 필요



고분해능 XRD (High-Resolution XRD, HRXRD)

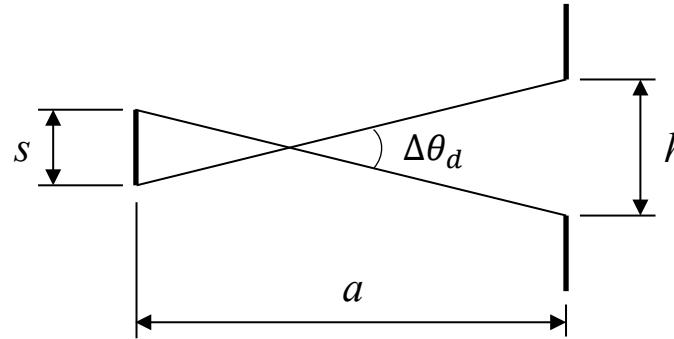
• 일반 XRD의 X-선 분해능 및 측정 한계

X-선 분해능 (resolution)

- X-선 폭 (line width)

- X-선 스펙트럼의 폭 (파장 폭) : $\Delta\theta_s = \left(\frac{\Delta\lambda}{\lambda}\right) \tan \theta_B$ (Bragg 법칙의 미분)

- X-선의 분산(beam divergence): $\Delta\theta_d = \left(\frac{h + s}{a}\right)$ (collimator에 의존)



s : 소스의 크기
 h : 슬릿의 크기
 a : 소스-슬릿거리

→ 사용 X-선의 전체 폭 :

$$\Delta\theta_t = \sqrt{\Delta\theta_s^2 + \Delta\theta_d^2}$$

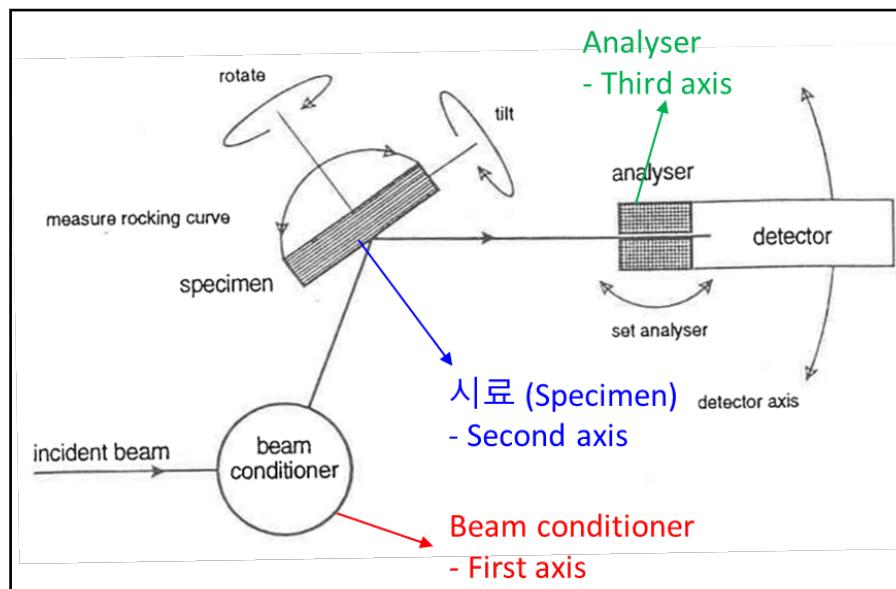
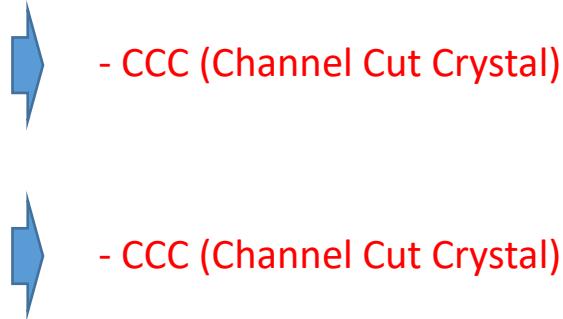
예) 일반 XRD

$$\Delta\lambda/\lambda = \sim 10^{-3} \rightarrow \Delta\theta_s = \sim 0.04^\circ, \Delta\theta_d = \sim 0.05^\circ$$

$$\Delta\theta_t = \sim 0.065^\circ (= \sim 230 \text{ arcsec})$$

X-선 분해능 향상

- 입사빔 분해능 조절: 빔 conditioner
 - 빔 각도 분산 (angular divergence) 조절
 - 빔 파장 분산 (wavelength spread) 조절
- 회절빔 분해능 조절: Analyser
 - 시료에서 나오는 산란빔의 2θ 각도 선택
 $\rightarrow 2\theta$ 각도 선택 분해능 향상



고분해능 triple-axis system의 개념도

• 다중결정 광학계 (multiple crystal optics)

1) CCC (Channel Cut Crystal) monochromator 구조

a) 2-bounce CCC monochromator

- (+n, -m) 비평행배치법과 유사함 → (+n, -n, +m) 구조

b) 4-bounce CCC monochromator (Bartels type monochromator)

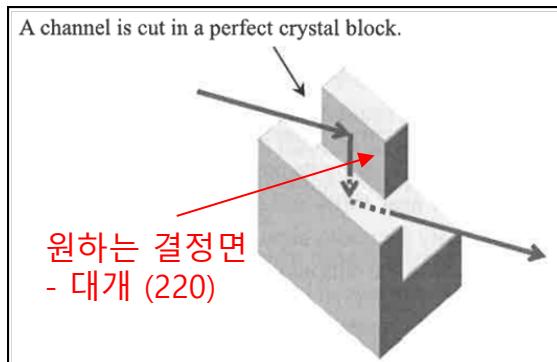
- (+n, -n) 구조의 2-bounce CCC를 거울 대칭으로 4-bounce 회절구조, (+n, -n, -n, +n) 구조

$$\rightarrow \text{측정된 Rocking curve의 FWHM} \quad \rightarrow \quad FWHM = \sqrt{\omega_{M(2b,4b)}^2 + \Delta\theta_{\lambda(2b,4b)}^2 + \omega_s^2}$$

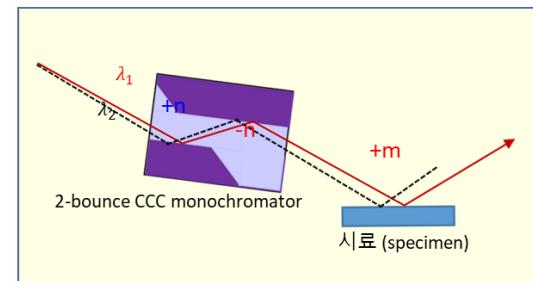
$\omega_{M(2b,4b)}$: monochromator 회절 폭

ω_s : 시료의 회절 폭

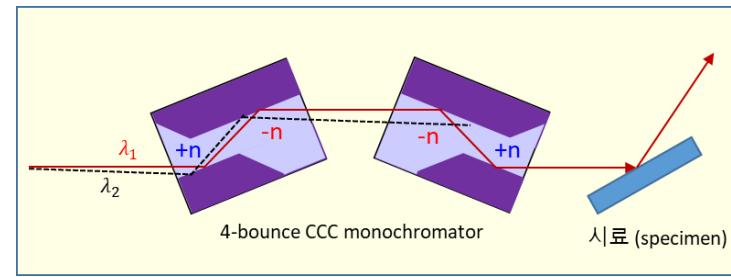
$\Delta\theta_{\lambda(2b,4b)}$: 파장분산 항



CCC (Channel Cut Crystal): (+n, -n) 구조의 2 반사



2-bounce CCC monochromator + 시료 구조



4-bounce CCC monochromator + 시료 구조

- 다중결정 광학계 (multiple crystal optics)

2) CCC (Channel Cut Crystal) monochromator 회절강도 보강

- CCC의 bouncing이 증가할 수록 가용 x-선 양 감소

→ 평행빔 X-선 mirror 사용: 강도 보강

- Graded multilayer : W/Si, W/C 등

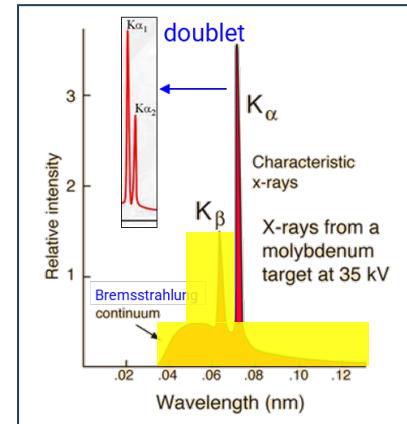
- Parabolically bent : diffracted parallel beam

- 분산빔을 평행빔으로 변환 (converting): 고강도 빔

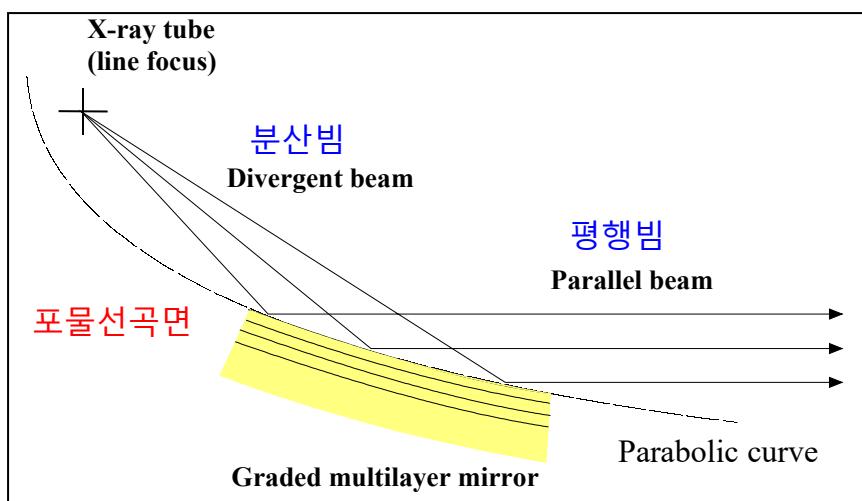
- 단색화된 $K\alpha_{1,2}$: $K\beta$ 및 연속스펙트럼 제거
(Cu-K β 는 Cu-K α 의 약 0.5%)

- 분해능/분산특성 : $\sim 0.04^\circ$ ($\sim 150''$) 이하

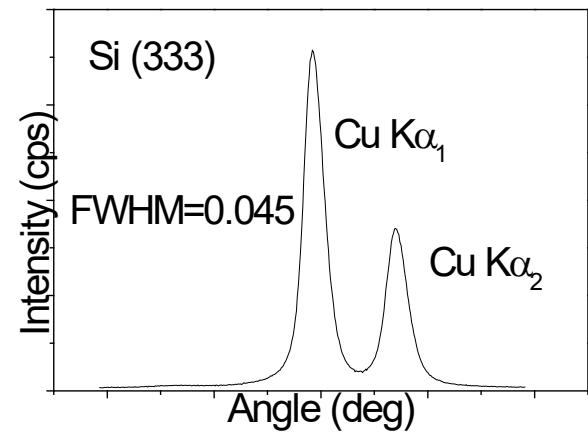
→ 고강도의 평행한 $K\alpha_{1,2}$



X-선 spectrum



평행빔 X-선 mirror의 개념도



평행빔 X-선 mirror의 빔분해능 특성

- 다중결정 광학계 (multiple crystal optics)

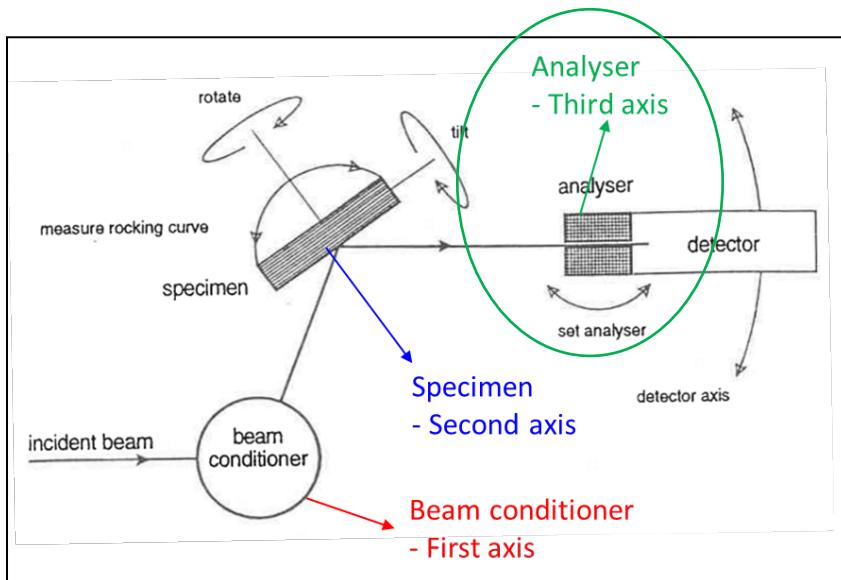
3) Analyser crystal 구조

- 2-bounce 또는 3-bounce CCC 구조

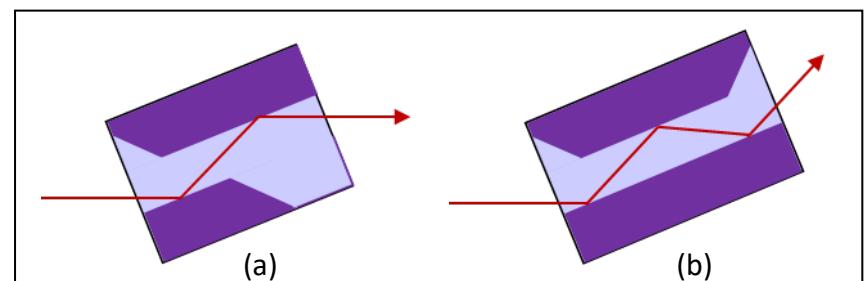
- 시료에서 나오는 회절/산란빔의 2θ 각도 선택
 → 2θ 각도 분해능 향상
 → 역격자 공간 좌표 선택



- Slits (특수한 경우)
- CCC (Channel Cut Crystal)



고분해능 triple-axis system의 개략 구조도



3차 축의 CCC analyser
 a) 2-bounce analyser, b) 3-bounce analyser



역격자 공간의 위치 선택시
 (b)가 (a) 보다 위치 선택 분해능이 높다
 → 선택 픽셀의 크기가 작음

● 고분해능 XRD (High-Resolution XRD)

- 다중결정 광학계 (multiple crystal optics)

4) 중분해능 XRD

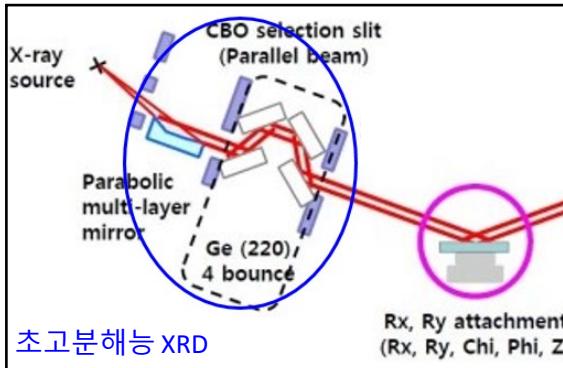
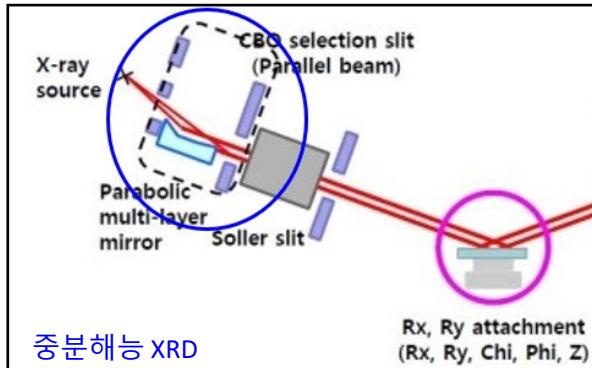
- 평행빔 X-선 mirror 만 사용 (no CCC)

5) 고분해능 XRD

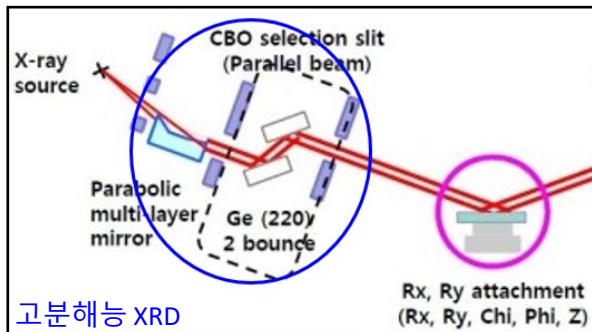
- 평행빔 X-선 mirror + 2-bounce Ge (220)/Ge (400) monochromators

6) 초고분해능 XRD (Ultra high resolution XRD)

- 평행빔 X-선 mirror + 4-bounce Ge (220)/Ge (440) monochromators

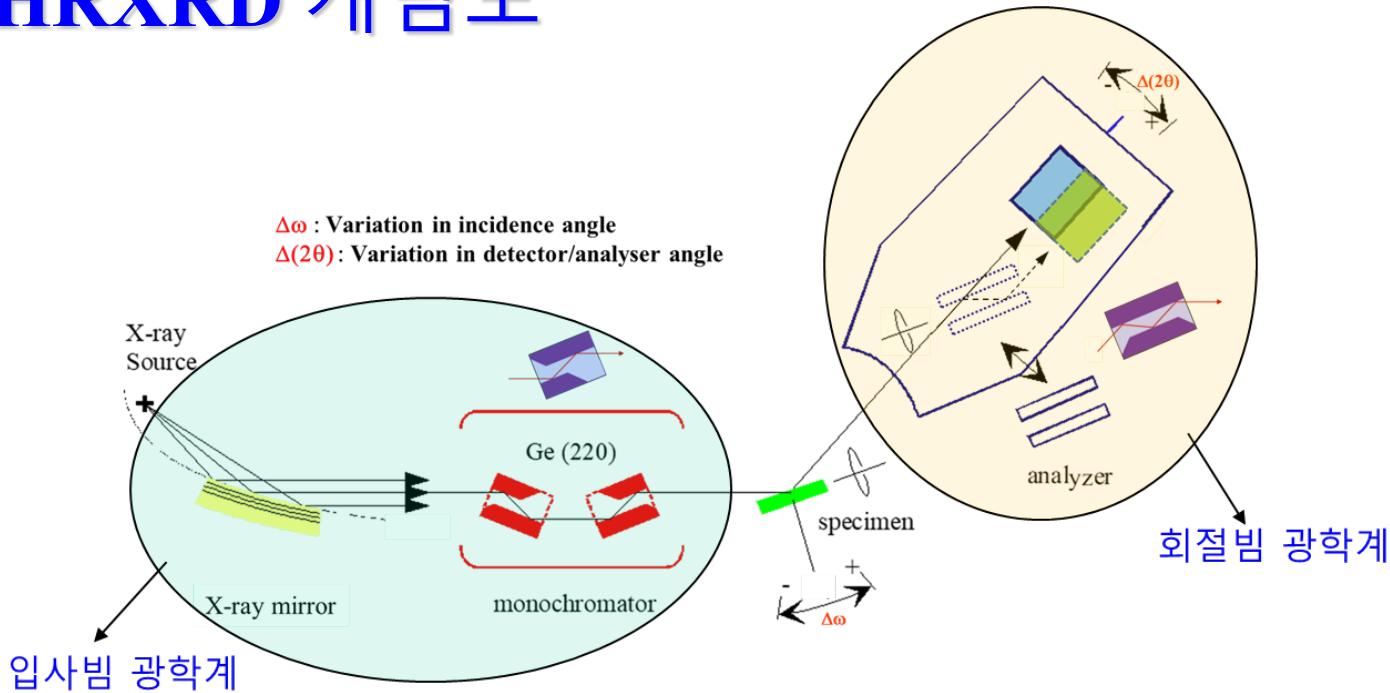


고분해능 광학계의 분해능
및 상대 빔강도



	Optics	Wavelength width $\Delta\lambda/\lambda$	Collimation $\Delta\theta$ (seconds)	Relative intensity
중분해능 XRD	Medium resolution PB (Thin film (general))		150 (0.042°)	200
고분해능 XRD (GaN계 애피층)	High resolution PB-Ge (220)x2 (Thin film (high-resolution))	3.8×10^{-4}	32 (0.009°)	10
	High resolution PB-Ge (400)x2		40 (0.011°)	5
초고분해능 XRD (SiC, Al2O3 등)	Ultra high resolution PB-Ge (220)x4	1.5×10^{-4}	12.4 (0.0034°)	1
	Ultra high resolution PB-Ge (440)x4	2.3×10^{-5}	5.4 (0.0015°)	0.05

HRXRD 개념도



- Double Axis Diffractometer/Diffraction : **DAD** \Rightarrow Monochromator + Sample
 \Rightarrow Rocking Curve (RC)
- Triple Axis Diffractometer/Diffraction : **TAD** \Rightarrow Monochromator + Sample + Analyser
 \Rightarrow Reciprocal Space Map (RSM)

● HRXRD 측정/분석

• HRXRD 측정/분석

1) 측정 소재 범위

- 단결정 또는 단결정에 가까운 소재: 단결정 웨이퍼, 에피층 또는 강한 texture 기반 소재

2) 구조특성 평가 (Investigation of structural properties)

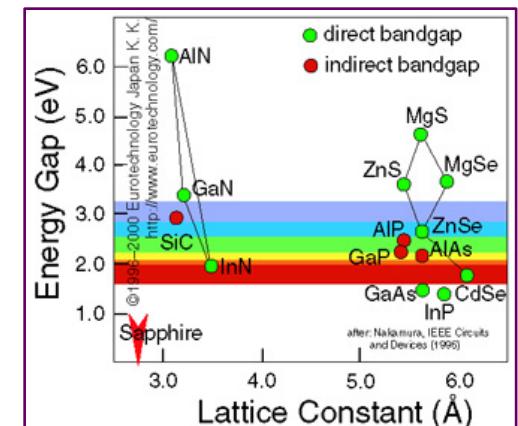
- 단결정 웨이퍼/에피층 결정품질 (crystalline quality)
- 에피층/기판 구조변수 (structural parameters): misorientation/tilt, mismatch, relaxation(격자이완), 두께, 조성, 결함 (전위밀도, 웨이퍼휨, 모자익구조 등), 배향도, 불균질성 (inhomogeneity)

→ 구조특성 평가 필요성

• 구조변수는 소자성능과 생산수율에 직접적인 영향

- 조성/격자상수 변화는 밴드갭 (bandgap) 변화로 인한 소자성능에 영향,
 - 전위 등의 결함은 소자성능에 치명적이며 운반자 수명(carrier lifetime)에 영향을 미치고, 비복사재결합원 (non-radiative recombination center)으로 작용
 - 잔류응력: 소자성능 불량/내구성
- 따라서, 양질의 소자성능을 위해 에피층/기판의 정확한 구조변수 분석과 피드백이 중요

→ 로킹커브 (rocking curve/RC) 및 RSM (reciprocal space map) 측정을 통한 구조특성 평가



격자상수와 물질 밴드갭의 상관관계

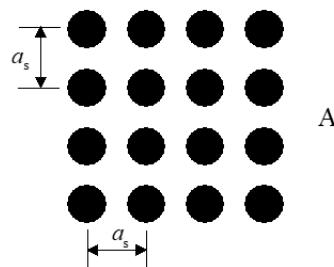
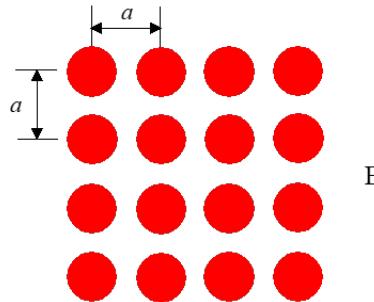
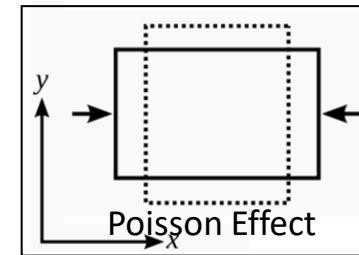
• 에피층 변형

• 에피층 변형

- 에피층 변형 이론 (예: cubic 결정구조)

- Poisson 효과에 의한 변형

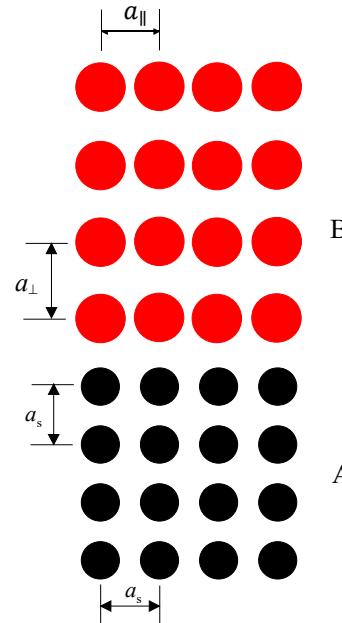
- 수평방향으로 압축 \rightarrow 수직방향으로 늘어남
- 수평방향으로 인장 \rightarrow 수직방향으로 줄어듦



두 cubic 물질 A & B
 $a_s < a$

기판 A 위에
에피층 B 성장
- 기판 변형 무시

Poisson effect \rightarrow
Tetragonal deformation
(정방형 변형)



격자 정합 유지
 $\rightarrow a_{\parallel} = a_s, a_{\perp} \neq a_s$

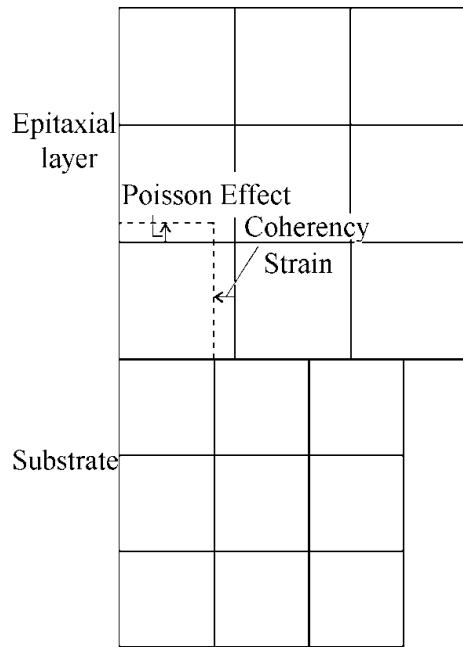
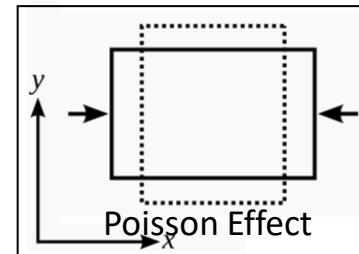
(Lattice coherency,
Fully strained)

• 에피층 변형

- 에피층 변형 이론 (예: cubic 결정구조)

- Poisson 효과에 의한 변형

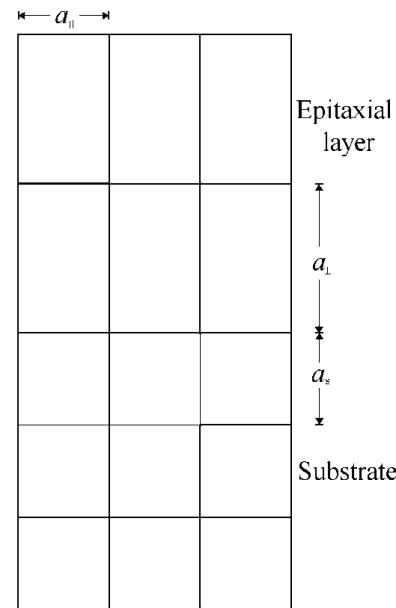
- 수평방향으로 압축 \rightarrow 수직방향으로 늘어남
- 수평방향으로 인장 \rightarrow 수직방향으로 줄어듦



두 cubic 물질 A & B
 $a_s < a$

기판 A 위에
 에피층 B 성장
 - 기판 변형 무시

Poisson effect \rightarrow
 Tetragonal deformation
 (정방형 변형)



격자 정합 유지
 $\rightarrow a_{\parallel} = a_s, a_{\perp} \neq a_s$

(Lattice coherency,
 Fully strained)

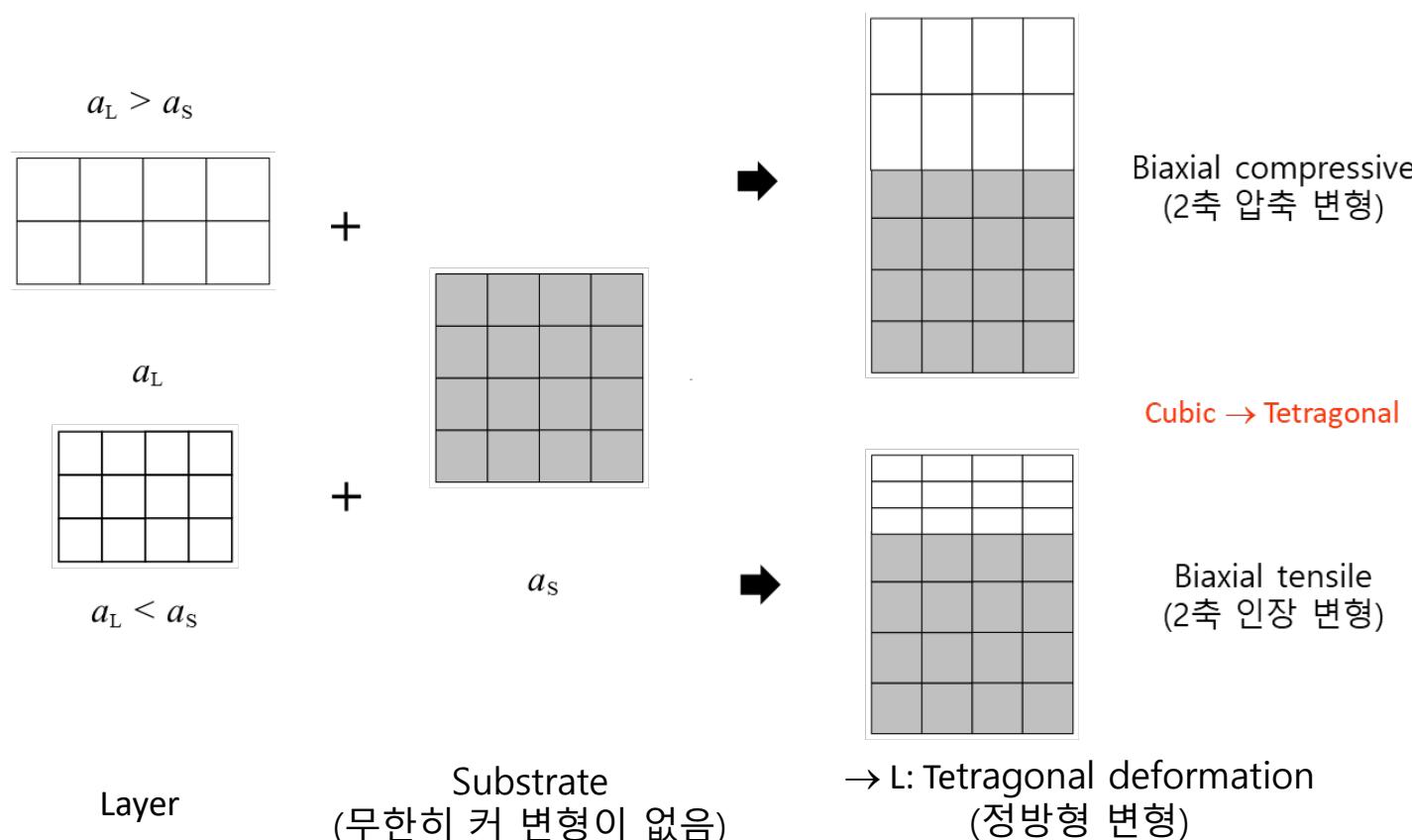
- 에피층 변형

- 에피층 변형 이론 (예: cubic 결정구조)

- Poisson 효과에 의한 변형

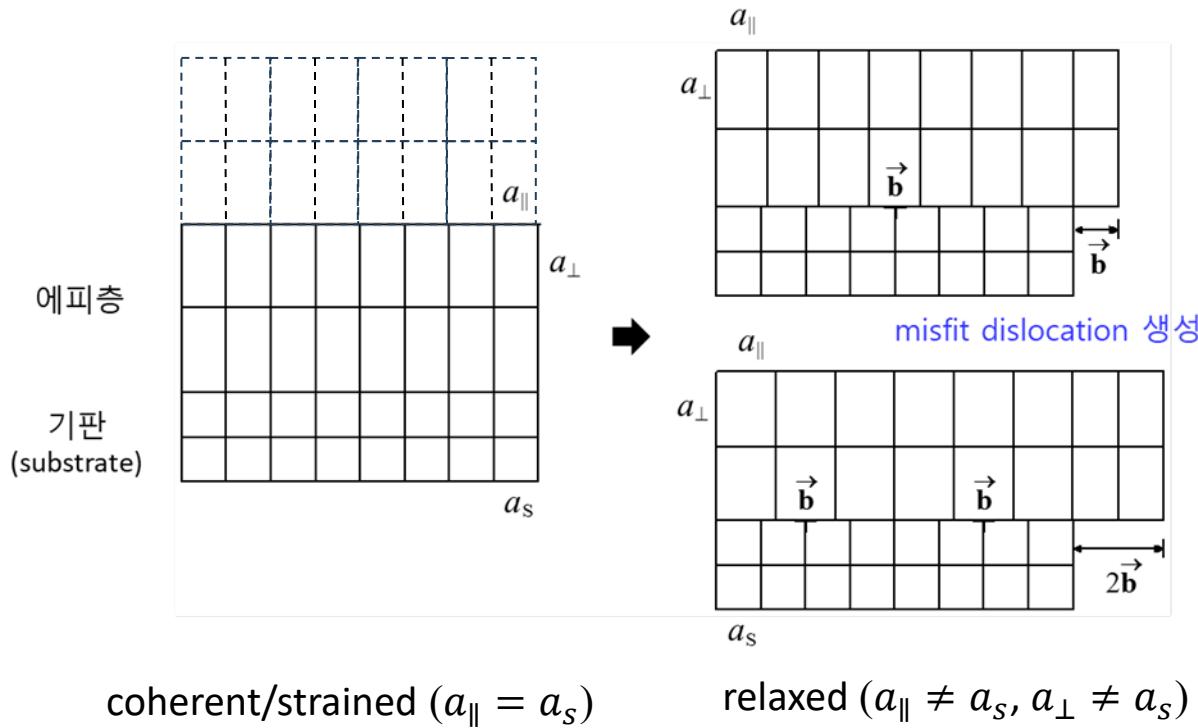
$\rightarrow a_L > a_S \rightarrow 2\text{축 압축변형} (\text{biaxial compressive})$

$\rightarrow a_L < a_S \rightarrow 2\text{축 인장변형} (\text{biaxial tensile})$



• 에피층 변형

- 에피층 변형 이론 (예: cubic 결정구조)
 - 격자이완 (relaxation)
 - 에피층이 탄성변형에너지를 견딜 수 있는 임계두께를 넘어서면 격자가 이완 (relaxation)되면서 계면에 misfit 전위 (or 계면전위)가 생성됨

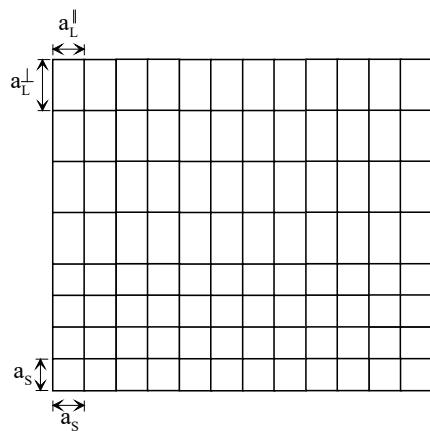


• 에피층 변형

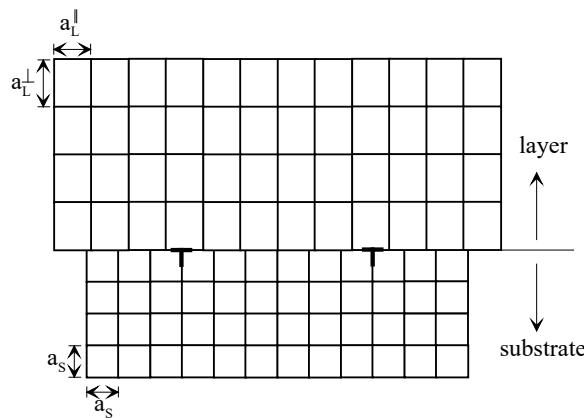
- 에피층 변형 이론 (예: cubic 결정구조)

- 에피층 변형 상태

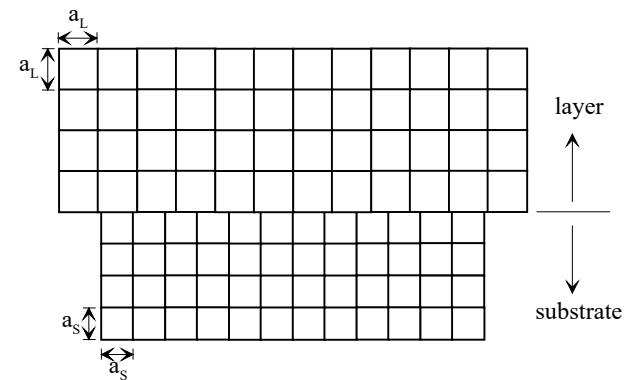
- 격자정합 (coherency)을 유지하는 에피층 및 격자이완 (relaxation) 상태의 에피층이 존재



(a)
Fully strained layer
($a_{\parallel} = a_s$, $a_{\perp} \neq a_s$)
(완전변형/격자정합)

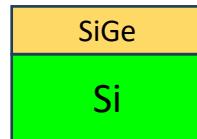
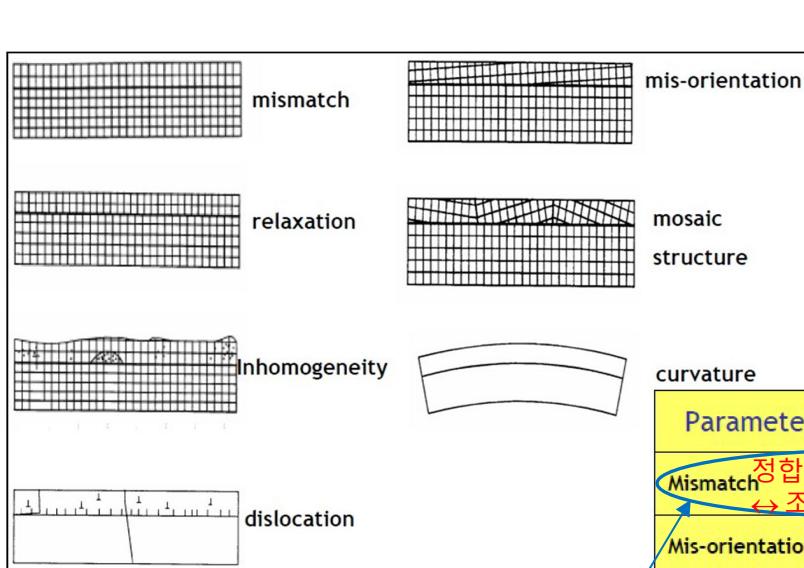


(b)
Partially relaxed layer
($a_{\parallel} \neq a_s$, $a_{\perp} \neq a_s$)
(부분변형/이완)



(c)
Fully relaxed layer
(all cubic 상태)
(완전이완)

• 에피층의 구조변수 (structural parameters)



에피층의 구조변수가 로킹커브 profile에 미치는 영향

에피층의 구조변수 및 개념도

초급자를 위한

에피층 관련
변형/결함/두께에 집중

Parameters	Effects on RC	Features
Mismatch <small>정합변형 ↔ 조성</small>	Splitting of layer and substrate peak	Invariant with sample rotation
Mis-orientation	Splitting of layer and substrate peak at azimuth	Changes sign with sample rotation
Dislocation <small>결함</small>	Broadens peak	Broadening invariant with beam size No shift of peak with beam position on sample
Mosaic spread	Broadens peak	Broadening may increase with beam size, up to mosaic cell size No shift of peak with beam position on sample
Curvature	Broadens peak	Broadening increases linearly with beam size Peak shifts systematically with beam position on sample
Relaxation <small>이완변형 ↔ 조성</small>	Changes splitting	Different effect on symmetrical and asymmetrical reflections
Thickness <small>두께</small>	Affects intensity of peak Introduces interference fringes	Integrated intensity increases with layer thickness, up to a limit Fringes period controlled by thickness
Inhomogeneity	Effects vary with position on sample	Individual characteristics may be mapped

• HRXRD 로킹커브 (Rocking Curve) 측정/분석

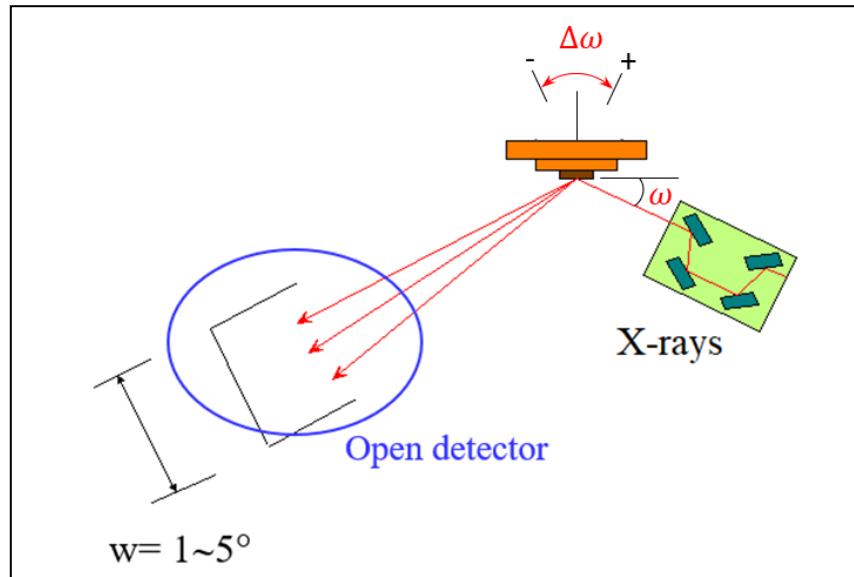
• 로킹커브 측정/분석

로킹커브 (Rocking curve) : ω -rocking, ω -scan

- 최적의 Bragg 회절조건에서 ω (입사각) 변화에 대한 회절강도 (intensity) 변화
 - 경우에 따라 receiving slit=1.0 mm 정도 사용하여 $\omega/2\theta$ -scan을 하기도 함
 - ω 측정 범위가 넓어 사용 detector 폭이 ω 변화범위를 수용 못하는 경우
 - 백그라운드를 줄여 S/N 비를 높이기 위한 경우

→ 단결정 또는 에피층의 구조특성을 분석하는 기본적인 측정

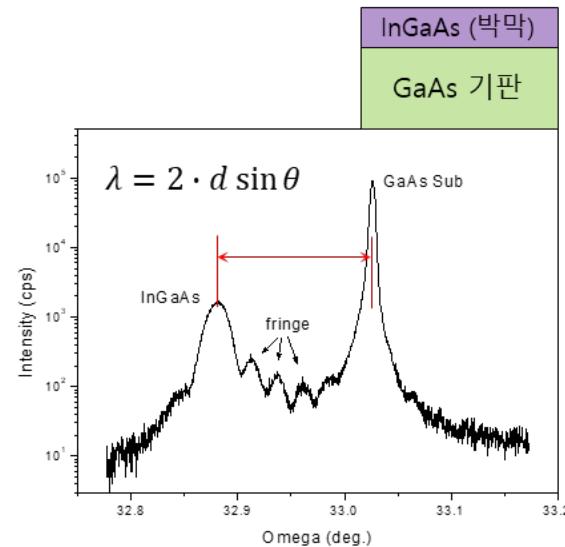
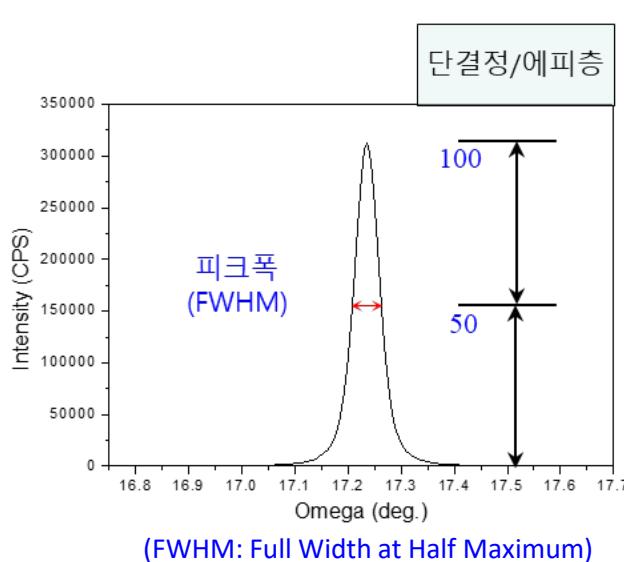
- 기판 피크의 각도를 기준 (internal standard)으로 에피층 피크의 각도 변화 관찰



HR-DAD 구조에서 로킹커브 측정

• 로킹커브 측정/분석

- 로킹커브 분석 인자 (parameter): **피크폭 (FWHM)** 및 **피크 위치/간격 (position/separation)**



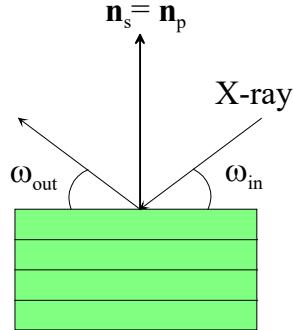
• 피크폭 (FWHM)

- crystalline quality (결정품질)
- mosaic spread (dislocation density)
- sample curvature

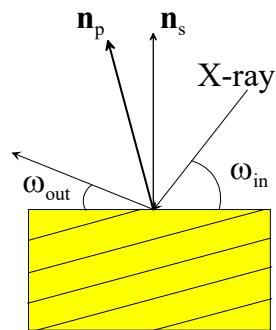
• 피크위치/간격 (position/separation)

- lattice parameter (격자상수)
- strain state/relaxation (변형상태/이완)
- layer composition (조성)
- layer thickness
- misorientation

대칭회절(면) 및 비대칭회절(면)



대칭회절($\omega_{in} = \omega_{out}$)



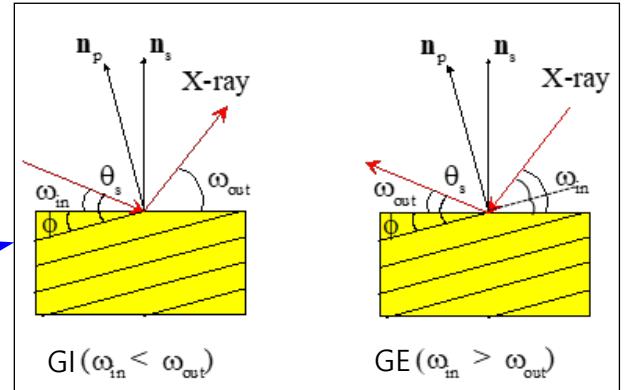
비대칭회절($\omega_{in} \neq \omega_{out}$)

ω_{in} : 입사각

ω_{out} : 반사각

n_s : 표면 수직축 (surface normal)

n_p : 면 수직축 (plane normal)



비대칭회절의 GI 및 GE 측정 개념도

→ GI: Glancing Incidence

→ GE: Glancing Exit

(ϕ: 비대칭회절면의 표면 경사각)

- 대칭회절면: (001) 실리콘 웨이퍼에서 (004) 회절면
(111) 실리콘 웨이퍼에서 (333) 회절면, ...
- 비대칭회절면: (001) 실리콘 웨이퍼에서 (113), (115), (224) 회절면, ...

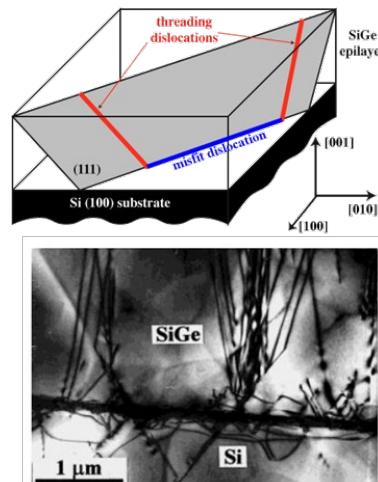
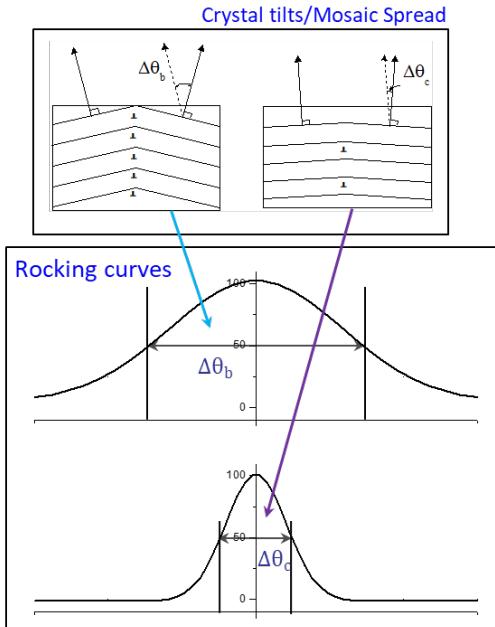
• 로킹커브 측정/분석: 피크 폭 (FWHM)

• 로킹커브 측정/분석: 피크 폭 (FWHM)

• 전위 밀도 (dislocation density) vs. 피크 폭

- 에피층의 격자변형 에너지를 줄이기 위해 격자가 이완 (relaxation)되면서 misfit 전위 생성 및 전파
- **피크 broadening을 야기함**

- 전위밀도 (ρ)는 피크 폭 (FWHM)과 상관관계 유 → 피크 폭 (FWHM): 결정품질의 척도



전위밀도 vs. 로킹커브 피크폭

Misfit and Threading dislocations
in SiGe/Si system

Hirsch's Model

$$\rho = \frac{\beta^2}{9b^2}$$

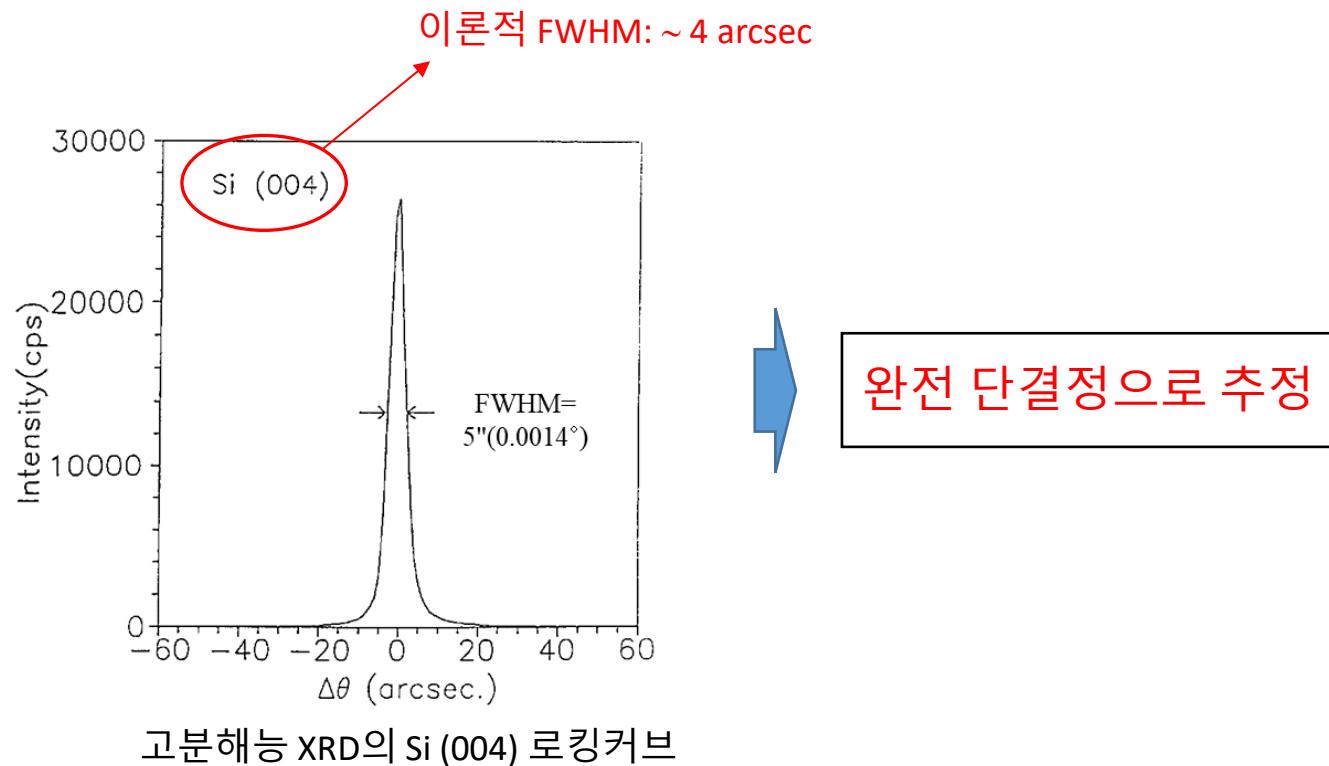
ρ : 전위밀도

β : RC의 FWHM (rad)

b : Burgers 벡터 (cm)

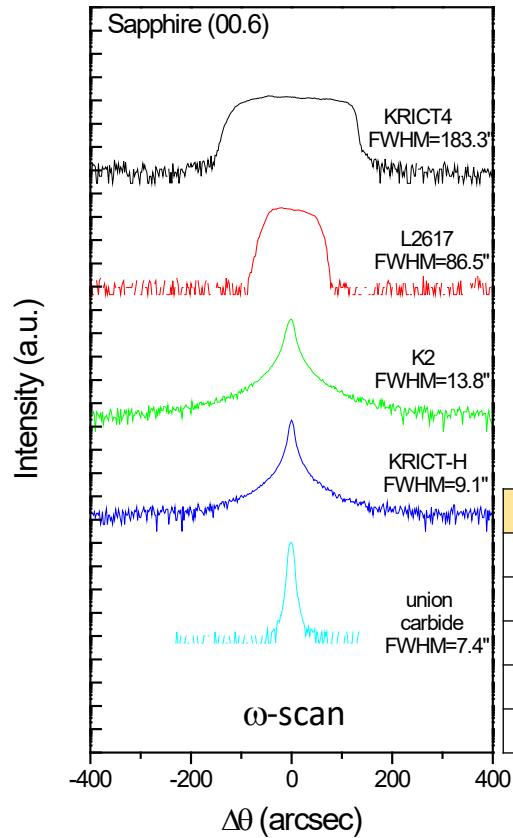
단결정 실리콘

- FWHM 5 arcsec로 이론적인 피크폭 → 완전 단결정 추정



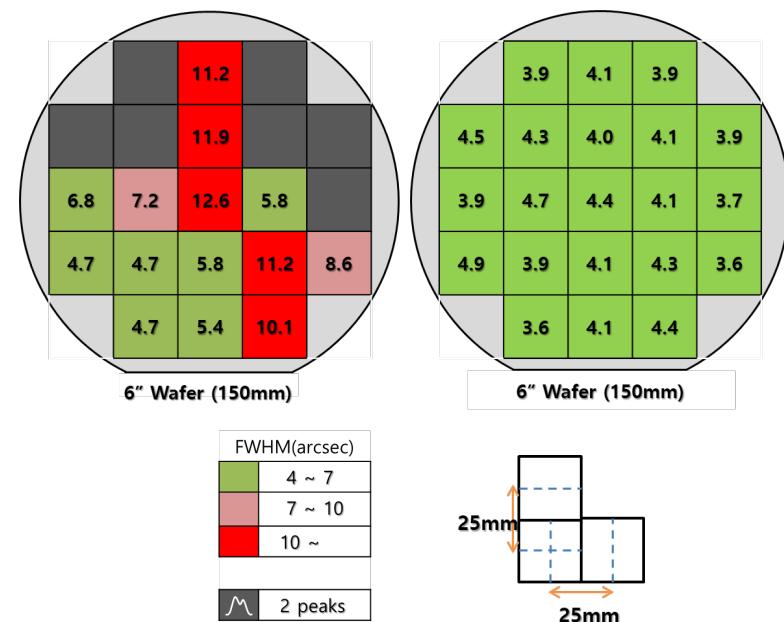
- 로킹커브 측정/분석: 피크 폭 (FWHM)

→ RC 피크폭 측정 및 결정품질 평가 예



성장 조건에 따른 사파이어 웨이퍼의 품질평가

Rocking Curve 분석을 이용한
sapphire 웨이퍼의 결정품질 평가



6" 사파이어 웨이퍼의 위치별 품질평가

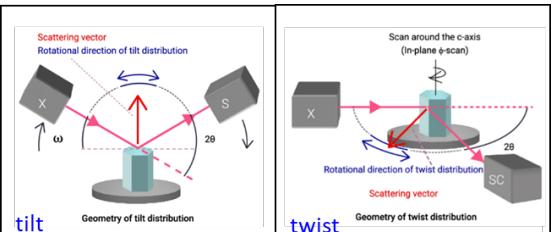
• In-plane XRD 응용: 전력반도체 소재 (Al,In)GaN계 에피층

• GaN계 물질의 구조특성 분석 : Wurtzite (육방정) 구조

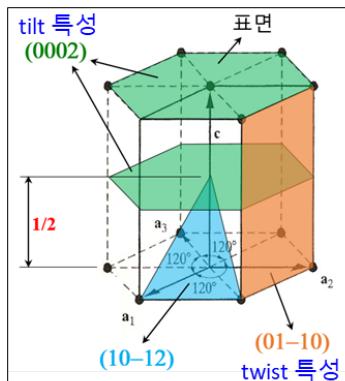
• (수직/수평 양방향) 결정품질 분석

→ Out-of-plane 특성 (표면 수직방향): 결정의 tilt 특성 ← Screw dislocation

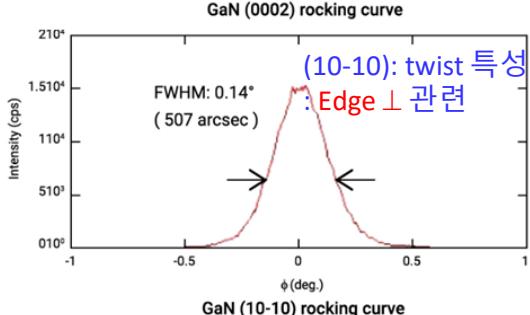
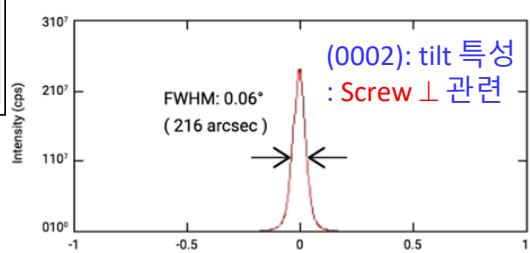
→ In-plane 특성 (표면 수평방향): 결정의 twist 특성 ← Edge dislocation



모자익 구조의 tilt 및 twist 분포 측정
(tilt : ω 축 회전, twist : ϕ 축 회전)



(0001) Wurzite (육방정) 구조의 주요 RC 측정면



(0002) 및 (10-10) 회절면의 로킹커브

Hirsch's Model

$$\rho = \frac{\beta^2}{9b^2}$$

ρ : 전위밀도
 β : RC의 FWHM (rad)
 b : Burgers 벡터 (cm)

전위 밀도 (\leftarrow Hirsch's model)

For GaN (00·2), FWHM=0.06 (deg), SD: dominant

$$|b| = c = 5.1851 (\text{\AA}) = 5.1851 \times 10^{-8} (\text{cm})$$

$$\rightarrow \rho = \frac{(0.060 \times \frac{\pi}{180})^2}{9 \times (5.1851 \times 10^{-8})^2} = 4.53 \times 10^7 (\text{/cm}^2)$$

For GaN (10·0), FWHM=0.141 (deg), ED: dominant

$$|b| = a = 3.1893 (\text{\AA}) = 3.1893 \times 10^{-8} (\text{cm})$$

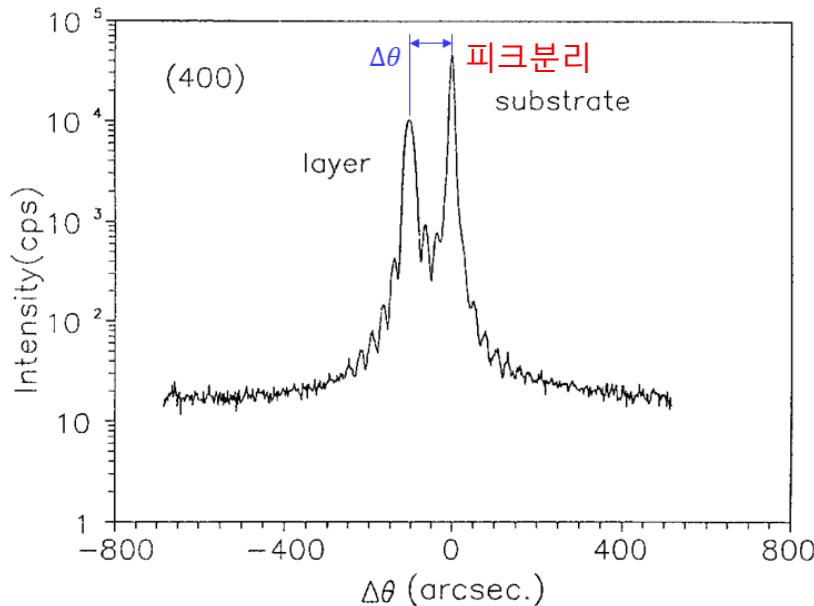
$$\rightarrow \rho = 6.60 \times 10^8 (\text{/cm}^2)$$

• 로킹커브 측정/분석: 피크 위치/간격

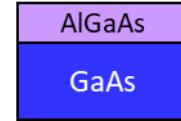
• 로킹커브 측정/분석

- Lattice mismatch (격자불일치)

- 예) AlGaAs/GaAs 에피층의 (004) 로킹커브: 대칭회절 이용



(001) 표면



$$a = 5.6532(\text{\AA})$$

$$\varepsilon^\perp = \frac{a_L^\perp - a_s}{a_s} = \frac{\sin \theta_s}{\sin(\theta_s + \Delta\theta)} - 1$$

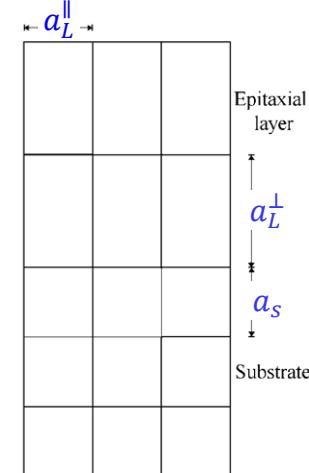
(004) 로킹커브 분석 결과

$\Delta\theta''$	$\varepsilon^\perp(10^{-4})$	$a_L^\perp (\text{\AA})$
-104.0	7.764	5.6577

→ 로킹커브의 **피크분리($\Delta\theta$)**로부터 **수직 격자상수 a_L^\perp 구함**

예: 격자 정합 유지

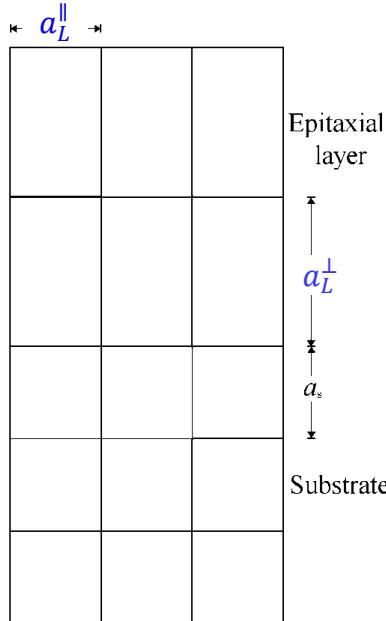
$$\rightarrow a_L^{\parallel} = a_s, a_L^\perp \neq a_s$$



• 로킹커브 측정/분석

- Lattice mismatch (격자불일치)

- 격자정합의 경우 (Fully strained): 대칭회절 이용



예: 격자 정합 유지

$$\rightarrow a_L^{\parallel} = a_s, a_L^{\perp} \neq a_s$$

• 에피층/기판에 대하여 각각 \rightarrow Bragg 법칙 만족

$$\lambda = 2a_L^{\perp} \sin \theta_L$$

$$\lambda = 2a_s \sin \theta_S$$

따라서,

$$\rightarrow \Delta a = a_L^{\perp} - a_s = \frac{\lambda}{2} \left(\frac{1}{\sin \theta_L} - \frac{1}{\sin \theta_S} \right)$$

수직변형율은

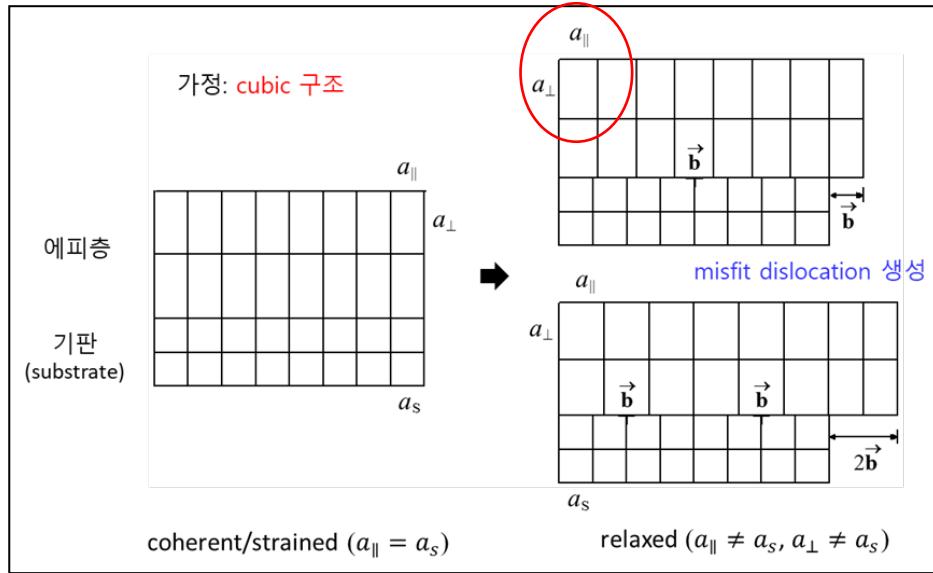
$$\varepsilon^{\perp} = \frac{a_L^{\perp} - a_s}{a_s} = \frac{\sin \theta_S}{\sin(\theta_S + \Delta\theta)} - 1 \quad (\Delta\theta = \theta_L - \theta_S)$$

→ 로킹커브의 **피크분리($\Delta\theta$)**로부터 **수직 격자상수 a_L^{\perp}** 구함

• 로킹커브 측정/분석

• 격자이완 (lattice relaxation)

- 에피층이 정방형 변형을 받으면서 탄성변형에너지가 축적되고 에피층이 변형에너지를 견딜 수 있는 임계두께를 넘어서면 격자이완 (lattice relaxation)이 나타남



에피층의 격자이완 (lattice relaxation)

$$a_L^{\parallel} \neq a_s, a_L^{\perp} \neq a_s$$



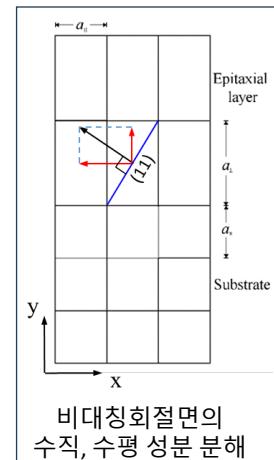
양방향의 격자상수를
어떻게 구하나 ???



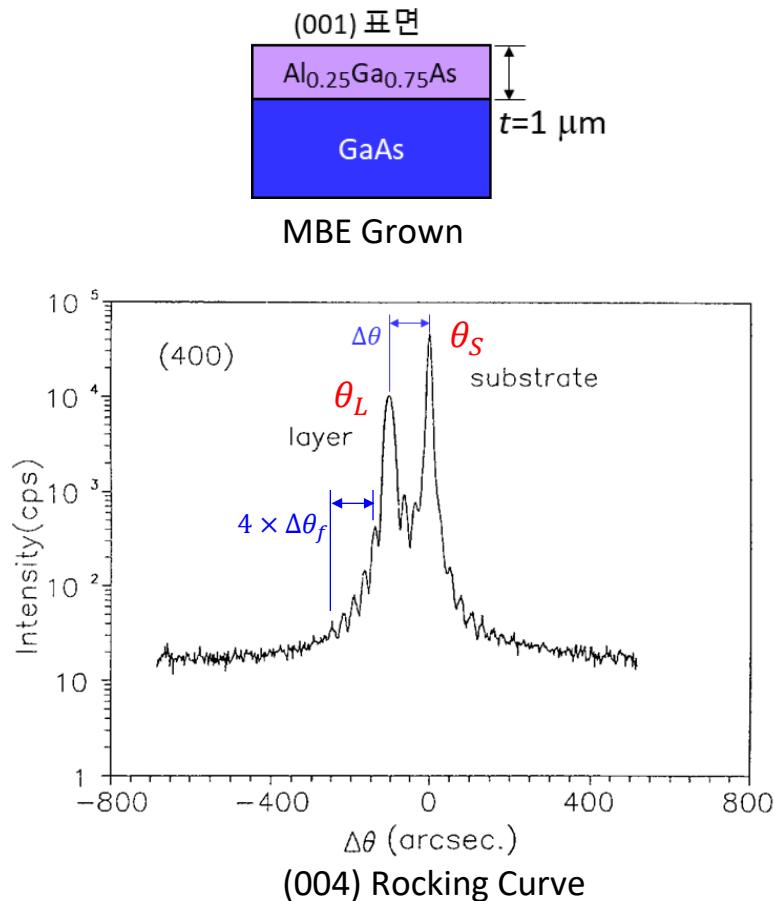
비대칭회절면
- RC 측정
- RSM 측정

$$\rightarrow a_L^{\parallel}, a_L^{\perp} \text{ 결정}$$

(⇒ 뒤의 RSM 분석에서 살펴볼 예정)



DAD Rocking Curve 분석 예: $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$ epilayer



참고: $\nu = 0.299$ (AlAs), 0.310 (GaAs)
고용합금의 ν 도 Vegard 법칙에 따라 계산

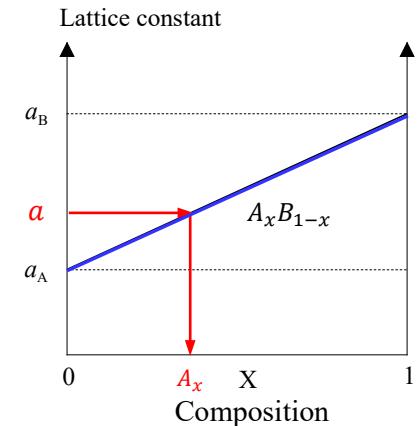
수직변형율

$$\varepsilon^\perp = \frac{a_L^\perp - a_S}{a_S} = \frac{\sin \theta_S}{\sin(\theta_S + \Delta\theta)} - 1$$

$$(\Delta\theta = \theta_L - \theta_S)$$

$$\frac{a - a_S}{a_S} = \left(\frac{1 - \nu}{1 + \nu} \right) \cdot \left(\frac{a_L^\perp - a_S}{a_S} \right)$$

Vegard 법칙



(004) 로킹커브 분석 결과

$\Delta\theta''$	$\Delta\theta_f''$	a_L^\perp (Å)	a (Å)	x	t (nm)
-104.0	25.8	5.6577	5.6556	0.267	735

두께 → 두께 (간섭) fringes :

입사빔과 회절빔의 간섭에 의하여 결정성이 우수한 박막에서 나타나고 박막의 두께와 관련

$$t = \frac{\lambda}{2\Delta\theta_f \cos \theta_S}$$

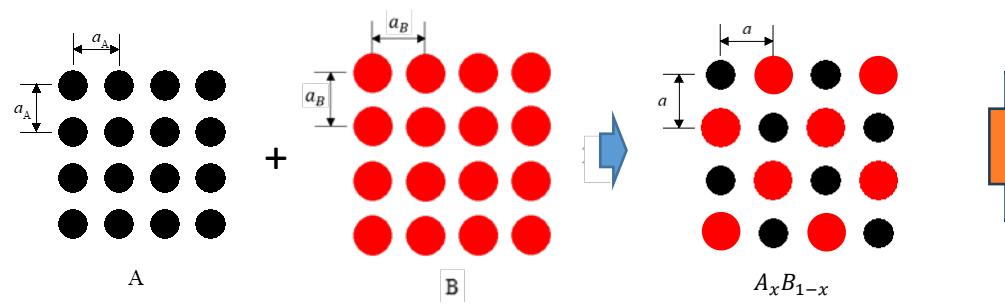
- 조성 (composition)

- 2, 3원계 고용합금 (solid solution alloy)의 조성 결정

: 예) $\text{Al}_x\text{Ga}(1-x)\text{As}$, $\text{In}_x\text{Ga}(1-x)\text{As}$, $\text{Al}_x\text{Ga}(1-x)\text{N}$, $\text{In}_x\text{Ga}(1-x)\text{N}$

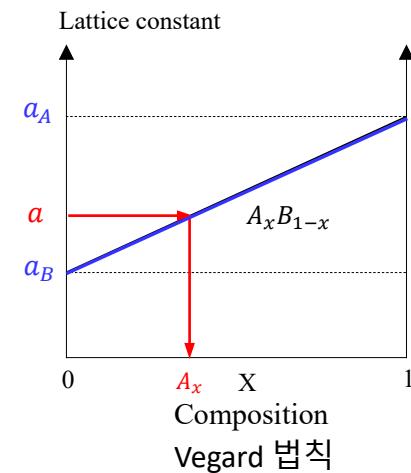
- Vegard 법칙 ?

- 고용합금 물질의 격자상수는 조성과 선형적 비례 관계



2원계 고용합금 개념도

참고: Vegard 법칙에서 약간의 비선형적 관계의 물질이 존재 (약 1-2%)
→ 예) Si-Ge, Si-Ge-C



비례관계식 $\rightarrow A_x : 1 = (a - a_B) : (a_A - a_B)$
 $\Rightarrow \text{조성 } A_x = \frac{(a - a_B)}{(a_A - a_B)}$

- 로킹커브 측정/분석

- 층 두께 (layer thickness)

- 로킹커브의 두께 fringes (간섭 무늬)로 부터 구함

- 보다 정확한 두께는 simulation & fitting 으로 구함 (**특히 $t < 0.25 \mu\text{m}$ 반드시!**)

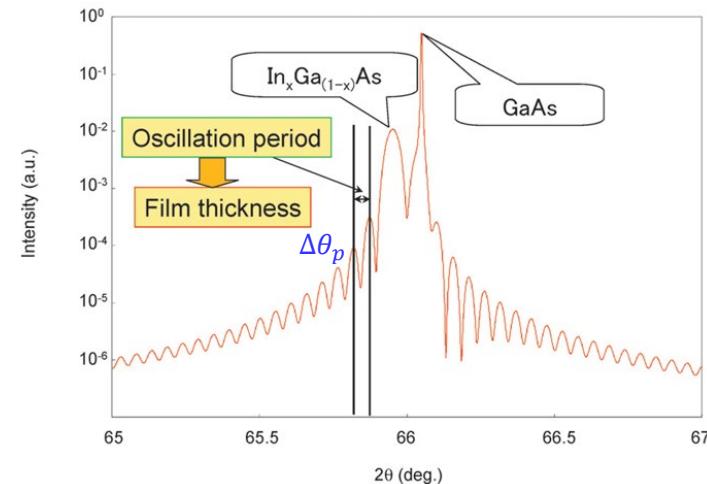
대칭회절의 경우

$$t = \frac{\lambda}{2\Delta\theta_p \cos \theta_B}$$

$\Delta\theta_p$: 두께 fringes의 주기 (가능한 평균주기 사용)

θ_B : 측정 회절면의 Bragg 각도

λ : X-선 파장



In_xGa_(1-x)As/GaAs 에피층의 (004) 계산 로킹커브

(Rigaku Journal, 25(2), 2009)

- 중요: $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ 의 Vegard 법칙

SiGe 고용합금 (solid solution alloy)에서의 Vegard 법칙은

- 격자상수 vs. 조성의 변화가 선형적 비례관계를 따르지 않고 비선형적 관계를 보이며
- 비선형성을 bowing parameter 라고 함

$$a(\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}) = (1 - x)a_{\text{Ge}} + x a_{\text{Si}} + bx(1 - x)$$

$$b \text{ (bowing parameter)} = -0.0253^*$$

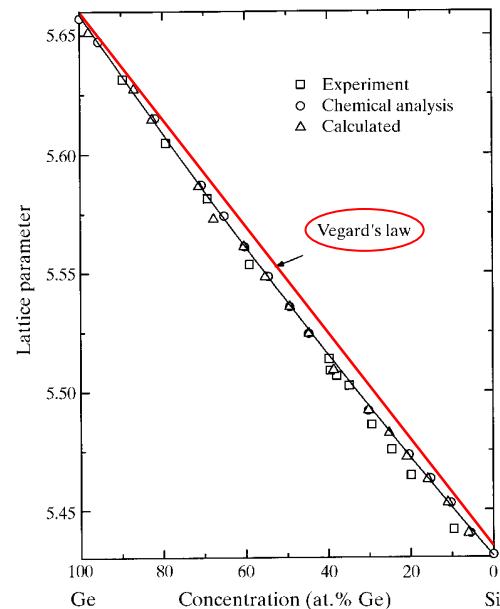
*Chi Xu et al., J. Appl. Phys. 122, 125702 (2017)

Vegard's law

$$a(\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}) = (1 - x)a_{\text{Ge}} + x a_{\text{Si}}$$

$$\leftarrow b \text{ (bowing parameter)} = 0$$

참고: Vegard 법칙에서 약간의 비선형적 관계의 물질이 존재 (약 1-2%)
→ 예) Si-Ge, Si-Ge-C



Ge 양에 따른 SiGe 고용합금의 격자상수의 존성**

**J. P. Dismukes et al., J. Phys. Chem. 68, 3021-3027 (1964)

- 로킹커브 측정/분석

- Simulation을 통한 로킹커브 분석

- 대부분의 RC 분석은 동역학 회절이론 (dynamical diffraction theory) 이용한 simulation and fitting 과정을 통하여 이루어지고,

특히

- 복잡한 다층박막에 의한 multiple peaks 경우
 - Mismatch가 작아 피크가 분리가 힘든 경우
 - 초격자 (superlattices) 경우
 - 얇은 에피층 박막, 즉 두께가 0.5 μm 이하인 경우
 - 격자상수 vs. 조성의 변화가 Vegard 법칙을 벗어나는 고용합금의 경우

반드시 simulation을 이용

- 이 과정에서 나온 최적의 결과인 best fit을 이용하여 측정 parameters를 확정
- Simulation에 필요한 기본 이론적 backgrounds (예: 에피층 변형 및 이완)를 잘 이해해야 simulation and fitting 과정을 통해 합리적이고 정확한 결과 도출 가능

• 로킹커브 측정/분석

- Simulation을 통한 로킹커브 분석

- Takagi – Taupin 회절 이론 (Takagi-Taupin Diffraction Theory)

- 완전결정 (perfect crystal)에 대한 회절강도를 계산하는 동역학 회절이론 (Dynamical Diffraction Theory)의 하나

- 현재 고분해능 XRD에서 동역학 산란현상 계산에 거의 전적으로 사용

- 특히 복잡한 에피층 로킹커브 계산/설명과 X-선 토포그래피 결함의 명암 모사 (contrast simulation)의 가장 강력한 도구로 사용됨

- 시료의 층구조 모델(model)에 따라 구조적인 변수(parameter)를 이용하여 로킹커브를 계산하고 측정한 로킹커브와 best fit을 얻음 : 두께, 조성 또는 변형 등을 이용

⇒ Incident and diffracted waves in a strained layer

$$i \frac{\lambda}{\pi} \beta_0 \cdot \nabla D_0(r) = \psi_0 D_0(r) + \psi_H D_H(r) \quad (1)$$

$$i \frac{\lambda}{\pi} \beta_H \cdot \nabla D_H(r) = \psi_0 D_H(r) + \psi_H D_0(r) - \alpha_H D_H(r) \quad (2)$$

$D_{0,H}(r)$ = 입사빔 및 회절빔의 진폭 (amplitude)

$\beta_{0,H}$ = 입사빔 및 회절빔의 파수벡터 (wave vector)

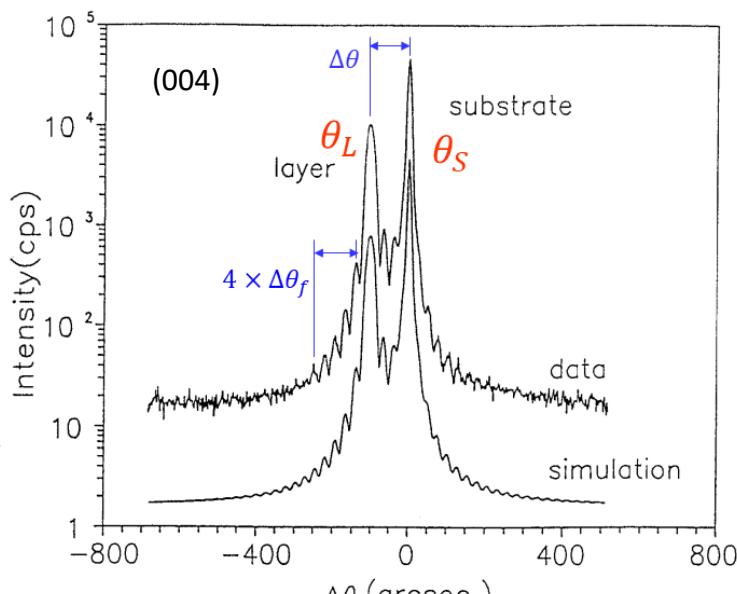
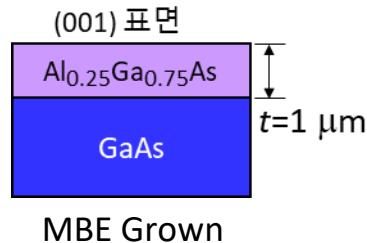
$\psi_{0,H} = -\frac{r_e \lambda^2}{\pi V} F_{0,H}$ → Electric susceptibility

($F_{0,H}$: structure factor, V : unit cell volume, r_e : electron radius)

$\alpha_H = -2(\theta - \theta_B) \sin 2\theta_B$ → Deviation parameter

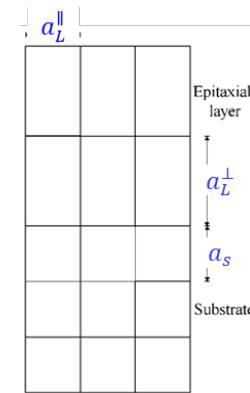
- 로킹커브 측정/분석

- Simulation을 통한 로킹커브 분석 : 예) $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$ epilayer



예: 격자 정합 유지

$$\rightarrow a_L^{\parallel} = a_s, a_L^{\perp} \neq a_s$$



x	t (nm)
0.26	735

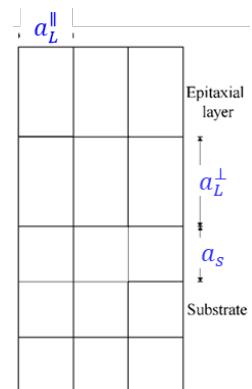
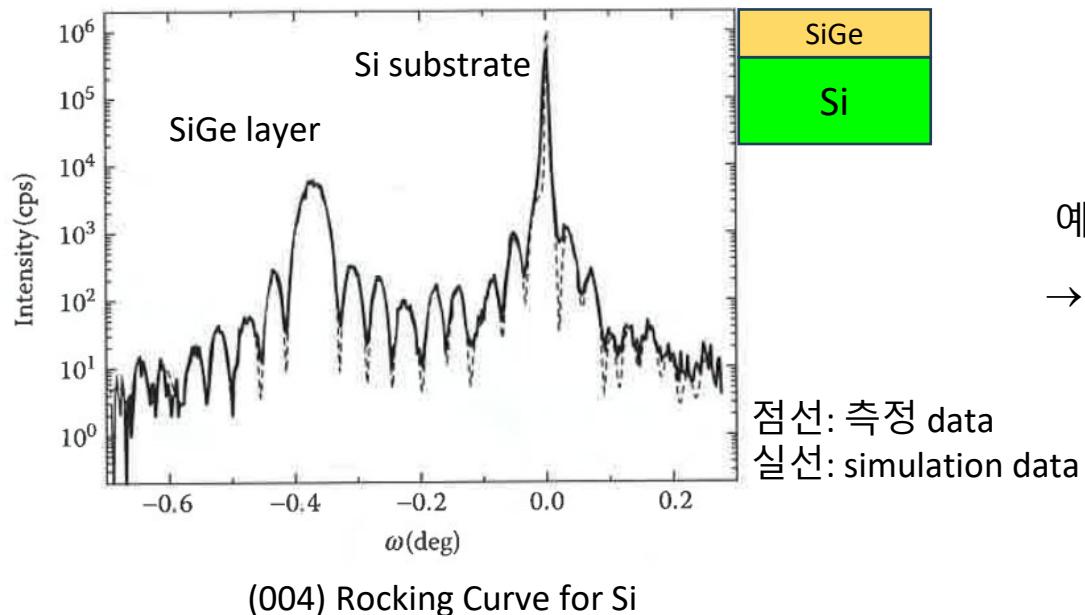
(004) 로킹커브 simulation 결과

- 로킹커브 측정/분석

- Simulation을 통한 로킹커브 분석 : 예) SiGe/Si epilayer

→ Simulation을 통하여 Ge 조성 및 SiGe 두께 결정

- Ge: 14.2%
- $t=125$ nm



예: 격자 정합 유지

$$\rightarrow a_L^{\parallel} = a_s, a_L^{\perp} \neq a_s$$

- 로킹커브 측정/분석

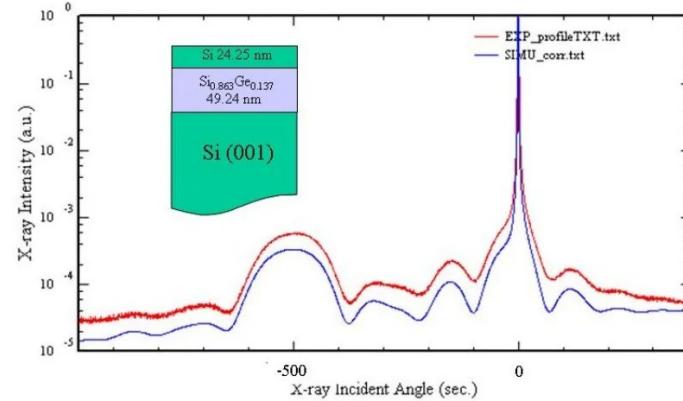
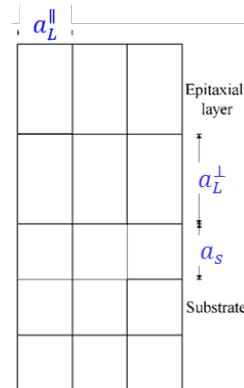
- Simulation을 통한 로킹커브 분석 : 예) SiGe/Si epilayer



MBE grown epilayer

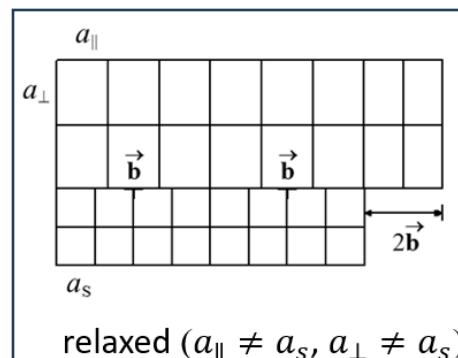
예: 격자 정합 유지

$$\rightarrow a_L^{\parallel} = a_s, a_L^{\perp} \neq a_s$$



Simulation

- $t=49.24$ nm, $x(\text{Ge})=0.137$ (SiGe layer)
- 24.25 nm (cap layer)



이완(relaxed)된 경우는 ?

고급과정의 분석이
요구될 때
- 중요/신중 접근

• RSM (Reciprocal Space Map) 측정/분석

• RSM (Reciprocal Space Map) 측정/분석

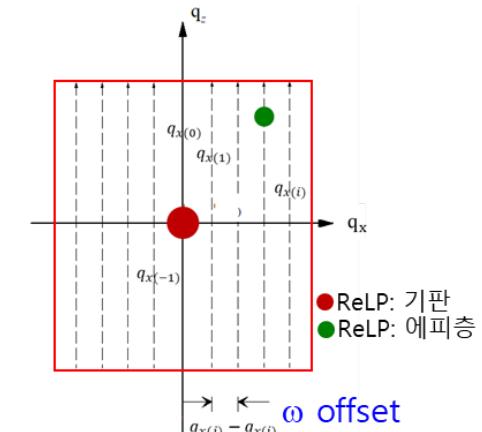
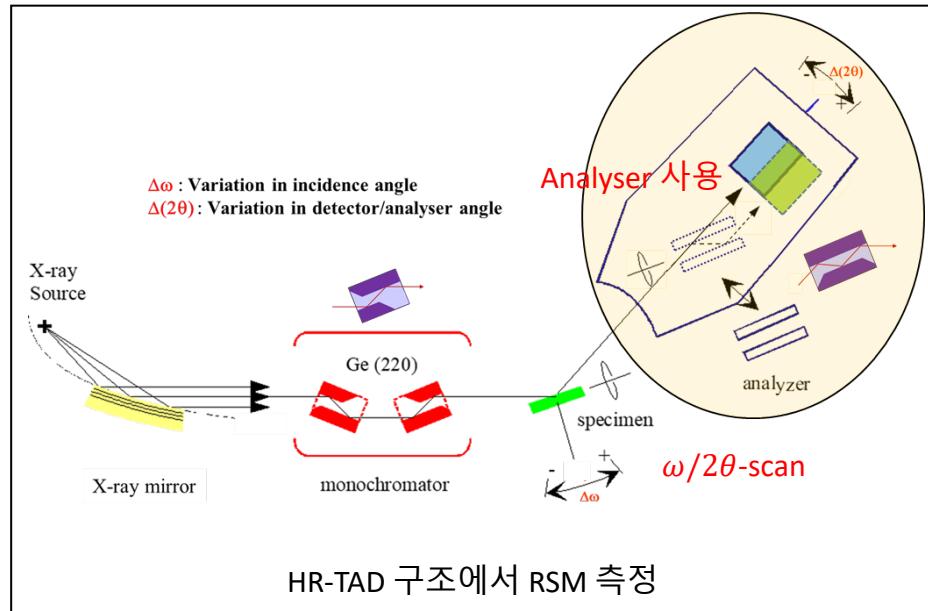
RSM :

- 원하는 역격자 공간의 회절강도 분포 지도 (map)

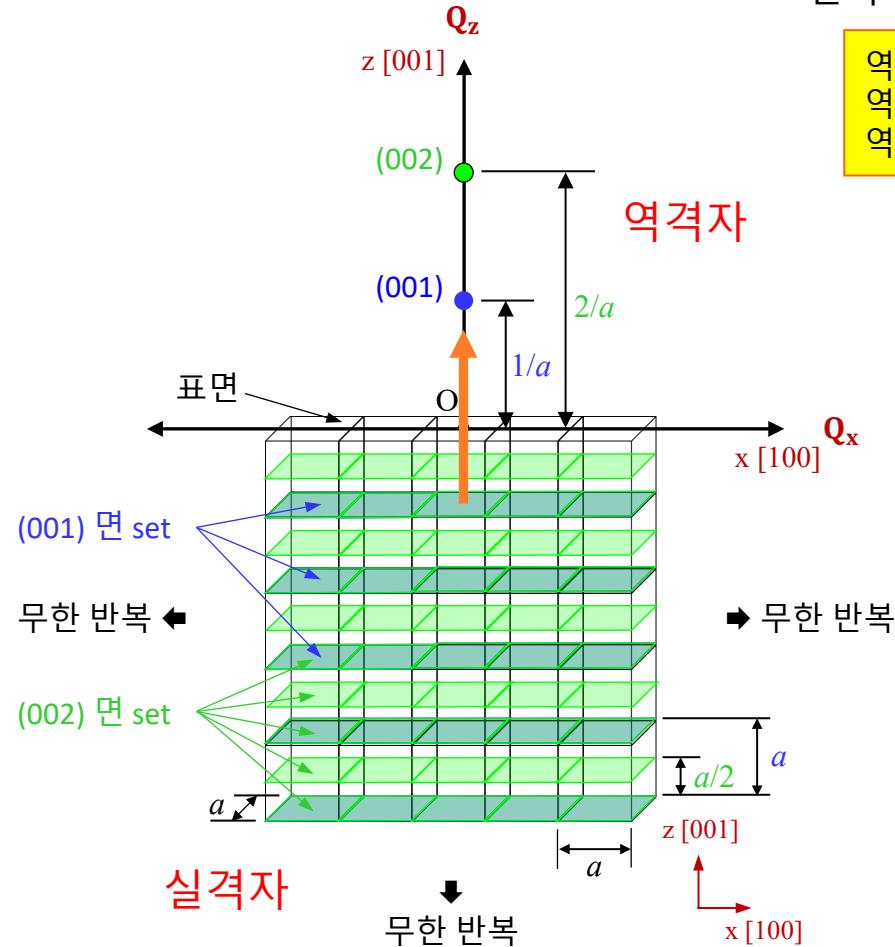
- ω offset, $\Delta\omega$ 을 변화시키면서 원하는 역격자 공간을 연속적으로 $\omega/2\theta$ scan
- 회절강도의 분포 특성을 등고선, 또는 색명암 분포로 나타냄

→ 예피층의 구조특성을 분석하는 고급 측정 (advanced measurements)

- 기판 역격자점 위치를 기준 (internal standard)으로 예피층 역격자점 위치 관찰
- 예피층 격자상수 변화 및 tilt 변화 구분 (DAD RC에서는 구분 불가능)

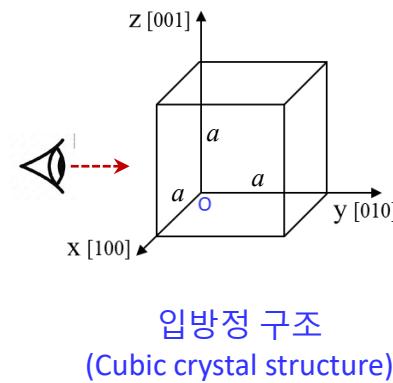


• 역격자 이해



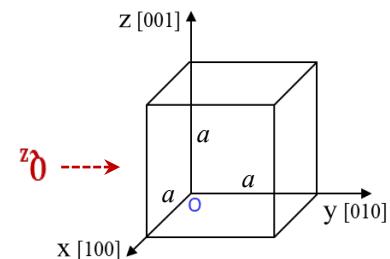
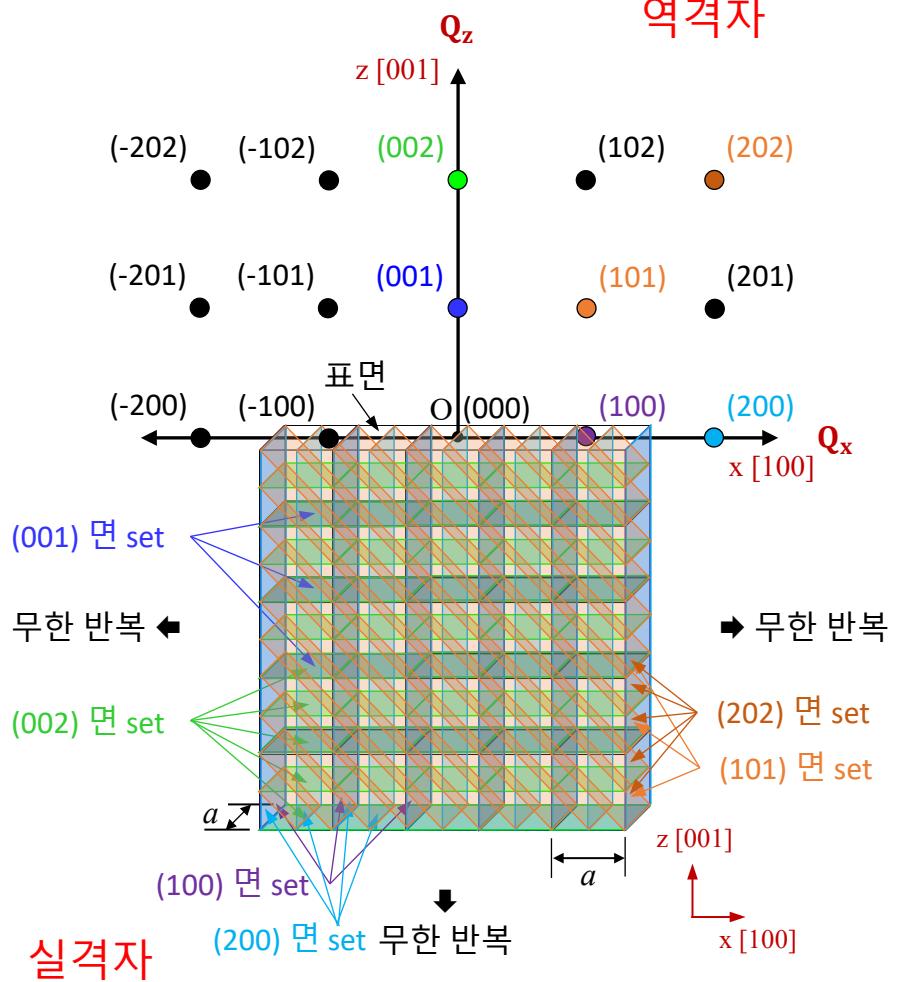
- 역격자 공간은 실격자 길이 (d)의 역수 차원 ($1/d$)의 공간
- 실격자와 역격자의 상관관계

역격자점 방향 → 실격자 면의 수직방향
 역격자점 거리 → 실격자 면간거리의 역수
 역격자점 형태 → 실격자 면(set)에 대한 역격자 점 대응



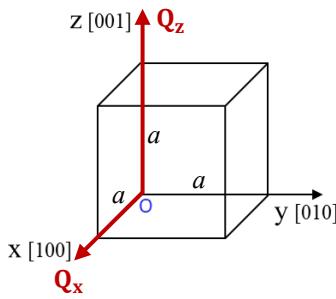
입방정 구조
(Cubic crystal structure)

• 실격자 vs. 역격자

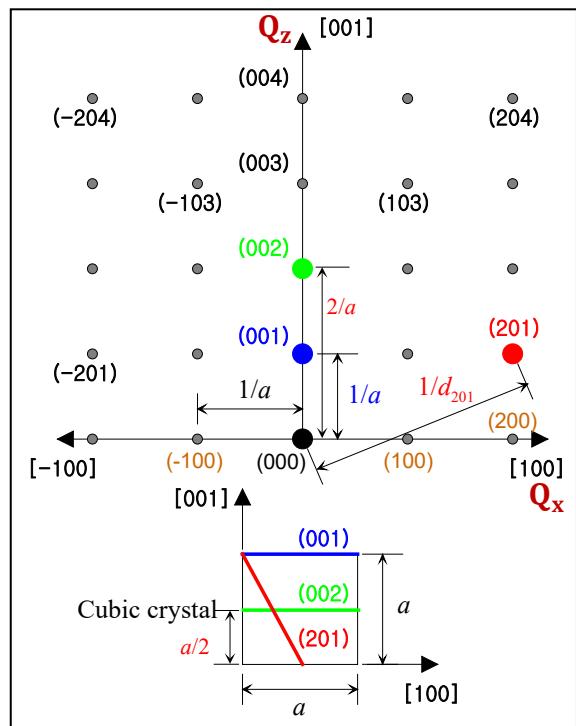


입방정 구조
(Cubic crystal structure)

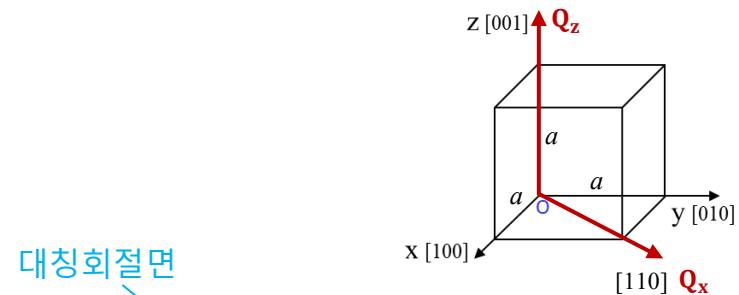
• 역격자 (Reciprocal Lattice)



입방정(cubic) 구조



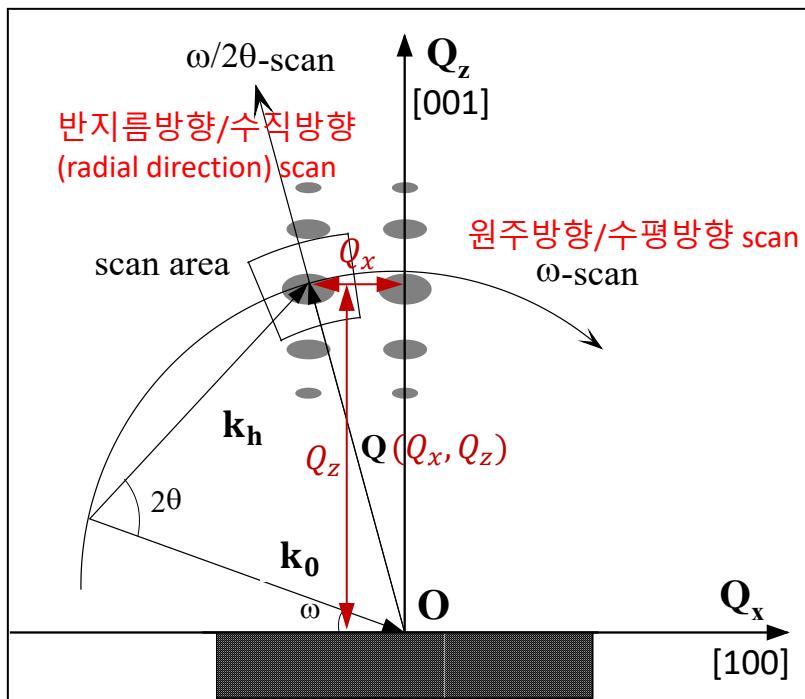
[100]/[001] 축의 역격자 개념도



대칭회절면

[110]/[001] 축의 역격자 개념도

- RSM (Reciprocal Space Map) 측정/분석
 - 측정각도 (ω , 2θ) vs. 역격자공간 좌표 (Q_x , Q_z)
 - TAD scan 방법: $\omega/2\theta$ scan 및 ω scan



역격자 공간 원점에서, 산란벡터 \mathbf{Q} 정의

$$\mathbf{Q} = \mathbf{k}_h - \mathbf{k}_0$$

→ 측정 각도 ($\omega, 2\theta$)와 역격자 좌표 Q (Q_x , Q_z)와의 관계

$$Q_z = \frac{2}{\lambda} \sin \theta \cos(\omega - \theta)$$

$$Q_x = \frac{2}{\lambda} \sin \theta \sin(\omega - \theta)$$

→ 역격자 좌표 Q (Q_x , Q_z)와 면간거리 d_{hkl} 의 관계 (cubic 경우)

$$|Q|^2 = \frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}$$

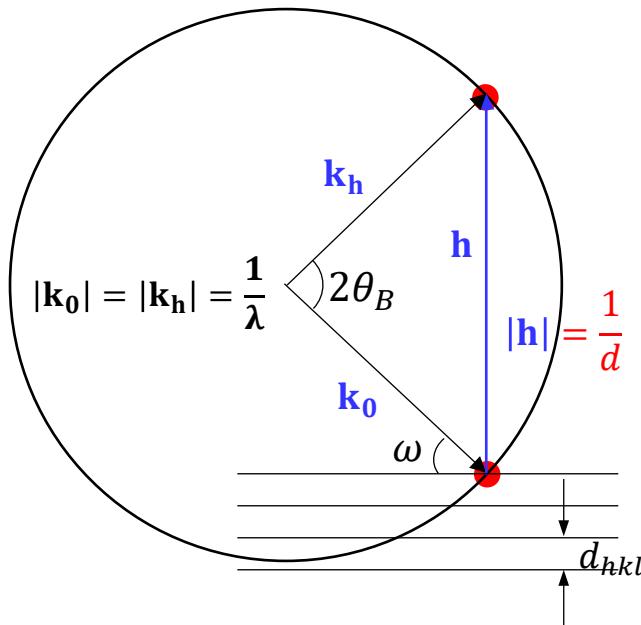
$$|Q_x|^2 = \frac{1}{d_{h00}^2} = \frac{h^2 + 0^2 + 0^2}{a^2} = \frac{h^2}{a^2}$$

$$|Q_z|^2 = \frac{1}{d_{00l}^2} = \frac{0^2 + 0^2 + l^2}{a^2} = \frac{l^2}{a^2}$$

• Ewald construction – 중요 개념

• Ewald sphere construction

- 벡터 \mathbf{h} 의 역격자점이 Ewald sphere (2차원 circle) 상에 놓여질 때 Bragg 회절 조건이 만족됨
→ 역격자 공간에서의 Bragg 법칙



Ewald sphere construction

$$\begin{aligned}\mathbf{k}_h - \mathbf{k}_0 &= \mathbf{h} \\ |\mathbf{k}_h - \mathbf{k}_0| &= 2 \sin \theta_B / \lambda \\ &= |\mathbf{h}| = 1/d_{hkl}\end{aligned}$$

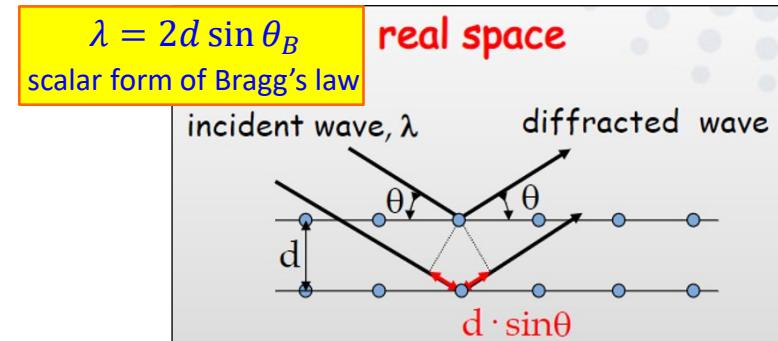
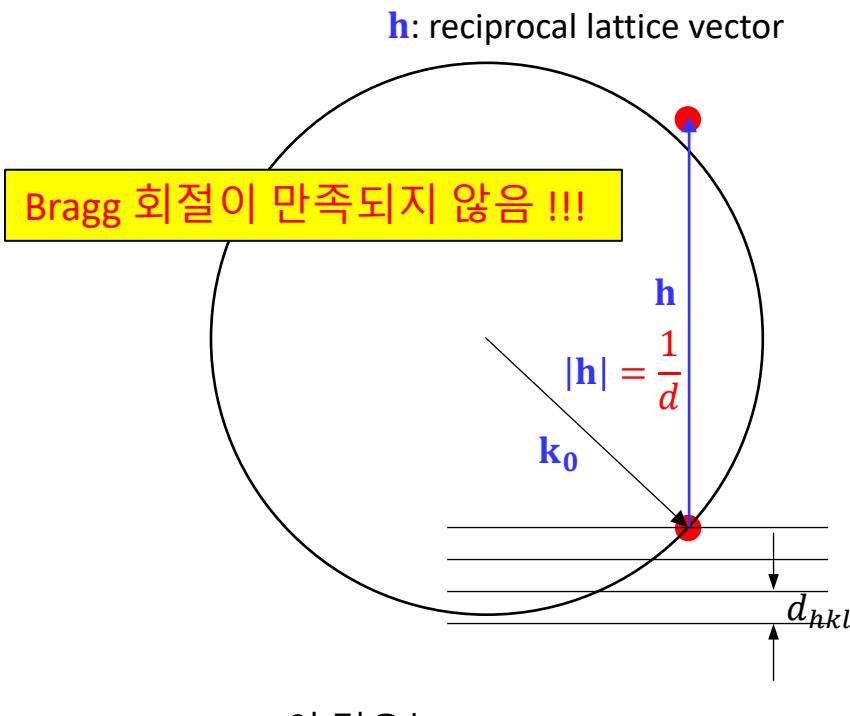
→ $\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta_B$: Bragg 법칙 성립

\mathbf{k}_h : 회절 범 vector
 \mathbf{k}_0 : 입사 범 vector
 \mathbf{h} : 역격자 벡터
 θ_B : (hkl) 면의 Bragg 각도
 d_{hkl} : (hkl) 면의 면간거리
 λ : X-선 파장

• Bragg 법칙 – 중요 개념

• Ewald sphere construction

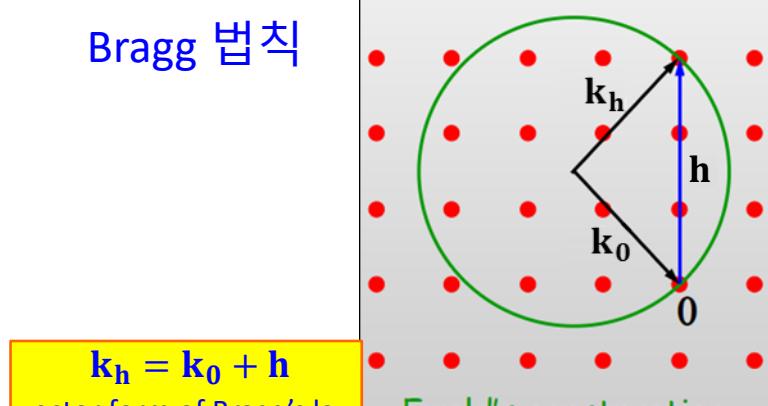
- 벡터 \mathbf{h} 의 역격자점이 Ewald sphere (2차원 circle) 상에 놓여질 때 Bragg 회절 조건이 만족됨
→ 역격자 공간에서의 Bragg 법칙



Bragg 법칙

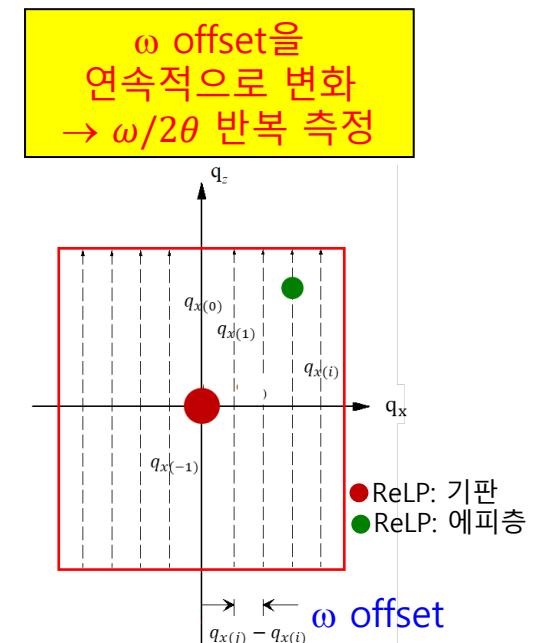
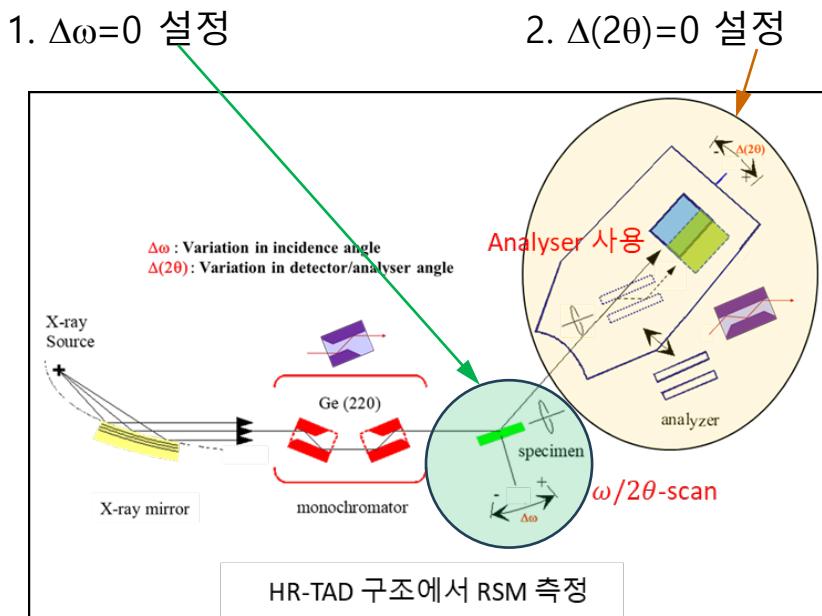
$\mathbf{k}_h = \mathbf{k}_0 + \mathbf{h}$
vector form of Bragg's law

Ewald's construction

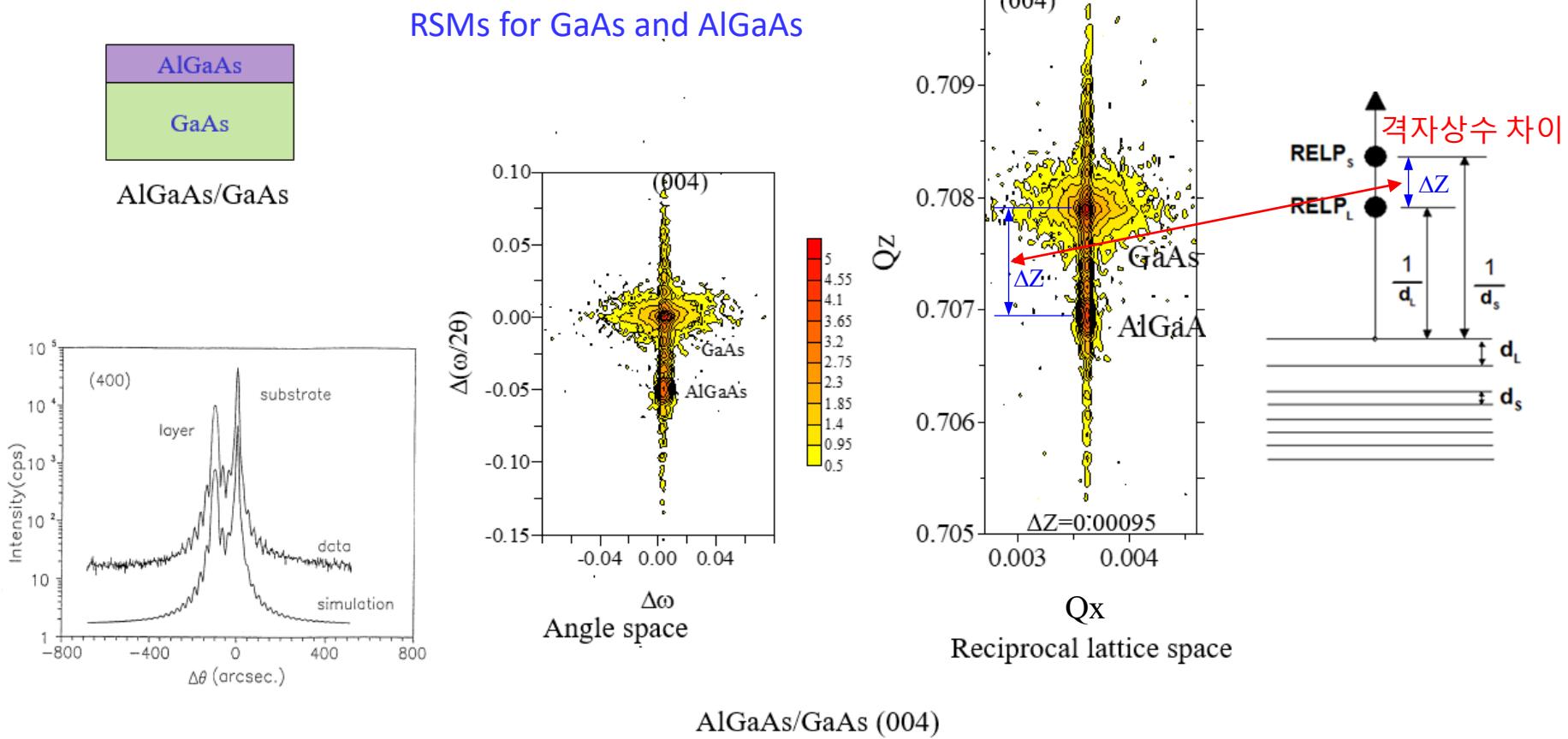


- RSM (Reciprocal Space Map) 측정/분석
- RSM 측정 원리: 시료와 analyser의 최적의 Bragg 회절각 설정
→ ReLP의 센터에 ω 와 2θ 를 positioning – 주로 기판의 ReLP 선택

- 1) $\Delta\omega = 0$ 설정 (최적 입사각 설정)
→ ω 를 조절, 최적의 Bragg 회절조건 설정 (rocking curve 최적 측정조건 설정과 동일)
- 2) $\Delta(2\theta) = 0$ 설정 (detector/analyser 각도 설정)
→ $\Delta\omega = 0$ 설정을 유지하면서 2θ 를 조절하여 analyser의 최적 회절조건 설정
- 3) 역격자 공간의 측정범위 설정, ω offset, $\omega/2\theta$ 측정범위/step 설정 후 측정

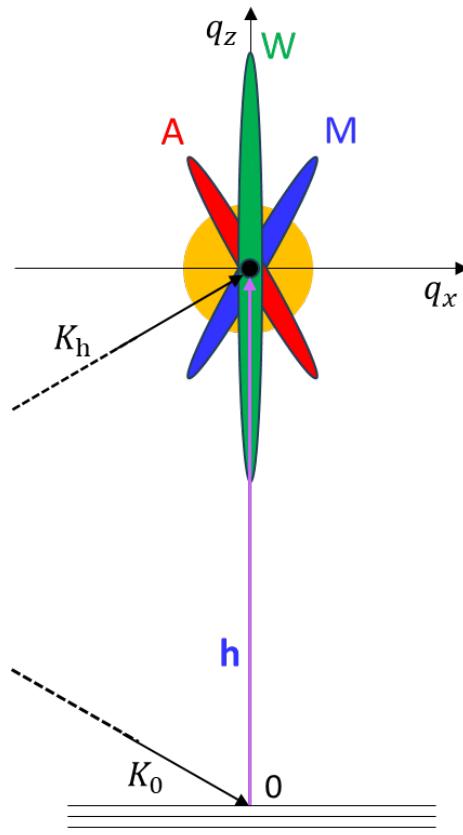


- RSM (Reciprocal Space Map) 측정/분석
- RSM 측정 원리: 등고선 또는 색명암 분포 지도 작성



• 기본 scattering map

역격자 공간 기본 scattering map (대칭회절의 경우)



- Wavelength 분해능 띠 (streak)
(+ DD streak)
- Monochromator 분해능 띠
- Analyzer 분해능 띠
- 산만산란 (Diffuse scattering) 원

→ W-, M-, & A-streaks
: Instrumental Resolution Function
(장비 분해능 함수)

→ 샘플의 특성과는 무관 !

- RSM의 기본 scattering map 이해

RSM around GaN (00·2) - (10×) In_xGa_{1-x}N/GaN MQW (x=0.15)

Analyser: 0.5 mm 슬릿의 경우

→ Analyser streak 발달

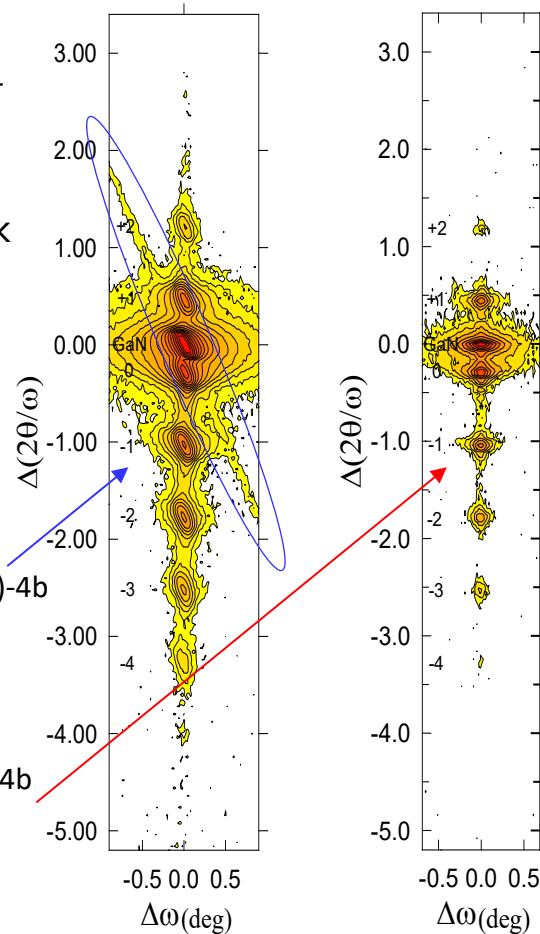
→ No Monochromator streak

Monochromator: Ge (220)-4b

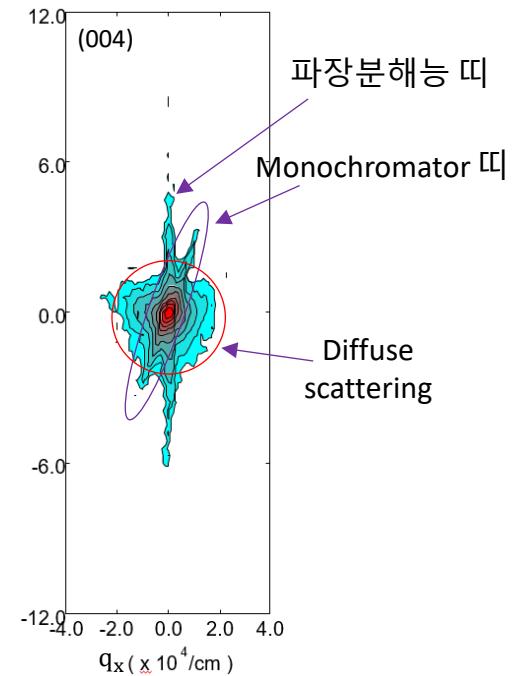
Analyser: 0.5mm slit

Monochromator: Ge (220)-4b

Analyser: Ge (220)-2b



Si with surface damage



Si (004) RSM

- Si with surface damage

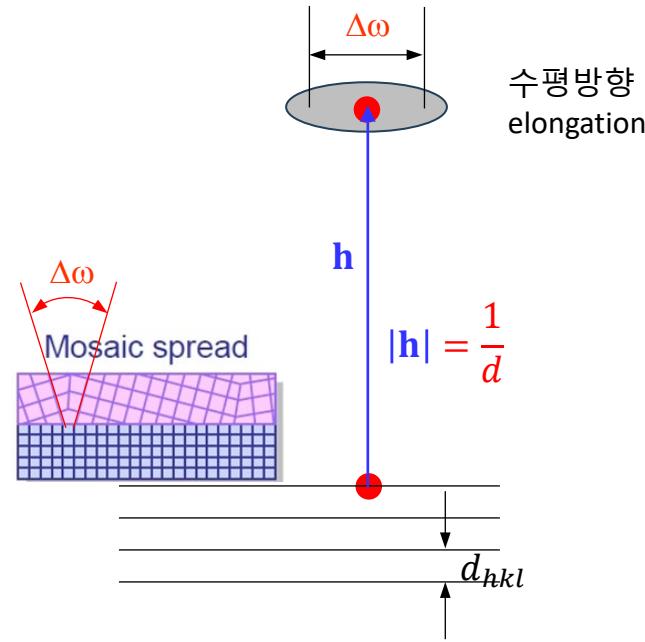
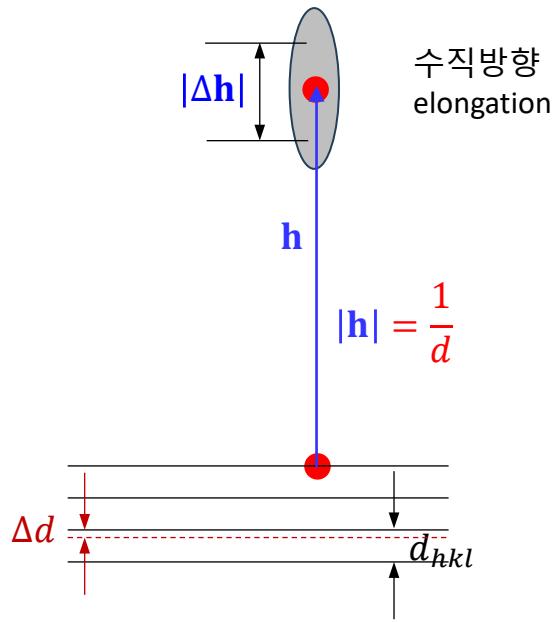
- CCC Monochromator 대신

slit (0.5 mm) 사용

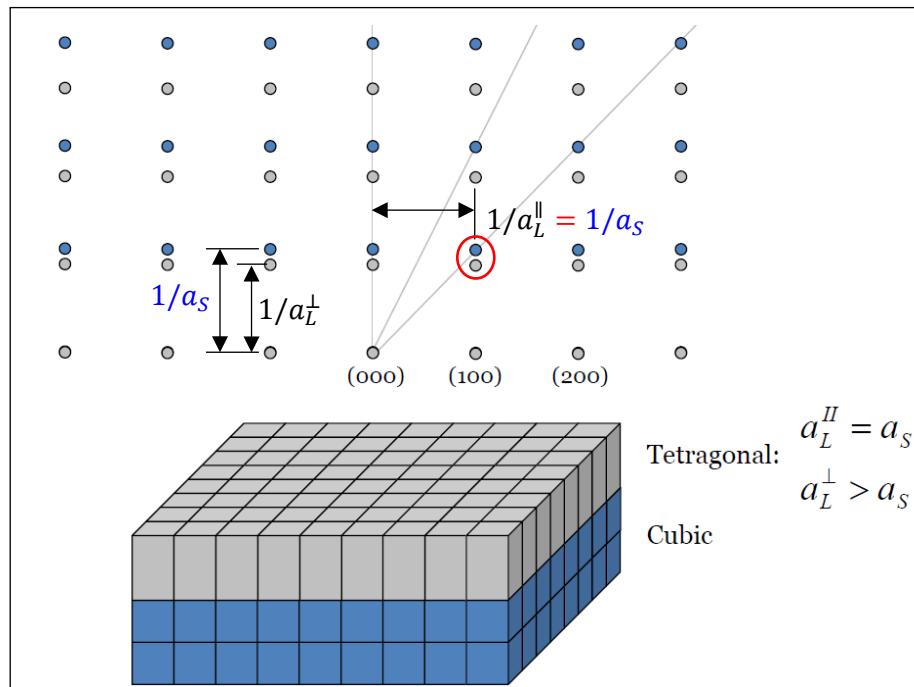
• 역격자점의 모양/형태 (shape)

• 역격자점의 모양/형태 (shape)

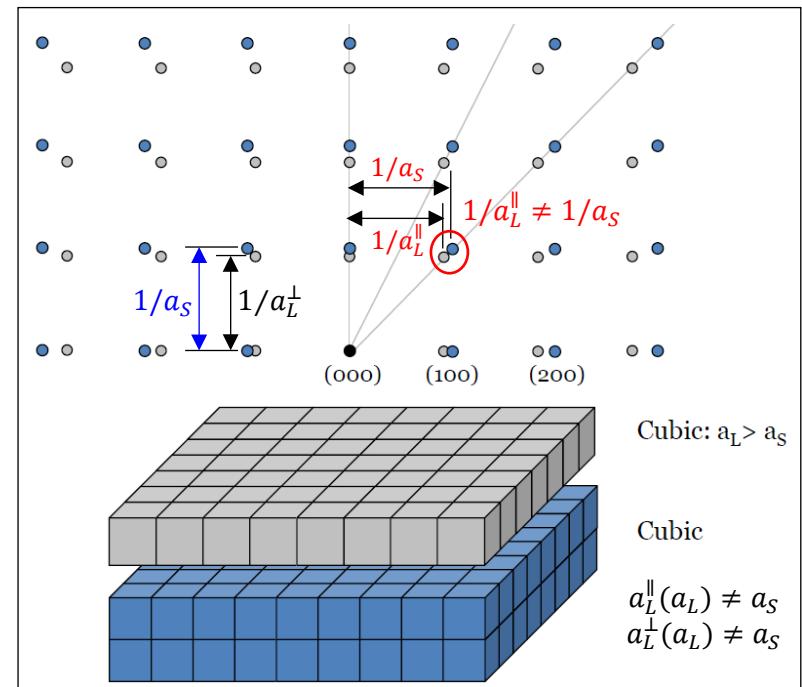
- 결정 상태에 따른 shape 변화
 - 격자상수 변화, defects에 의한 결정 tilt 영향



- RSM (Reciprocal Space Map) 측정/분석
 - 에피층 변형 vs. 역격자점 위치 (비대칭회절면)
 - 에피층 변형: 완전변형 (fully strained) 상태 vs. 격자이완 (relaxed) 상태

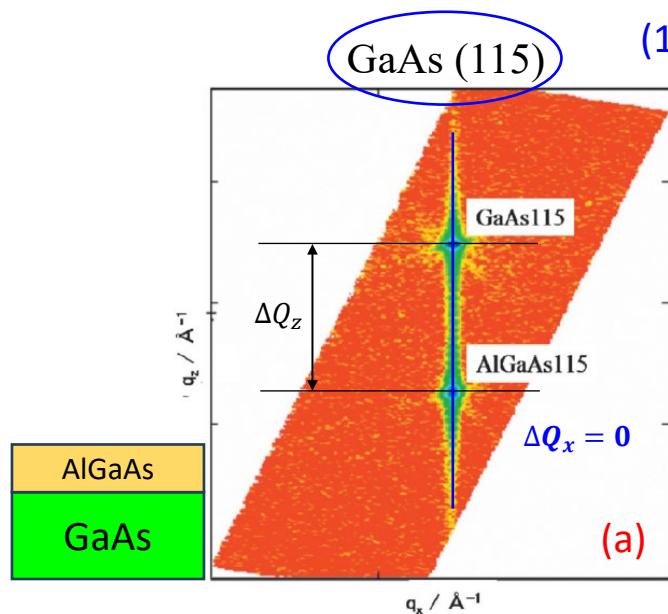


수평방향 역격자점 위치: 격자정합 (fully strained) 상태

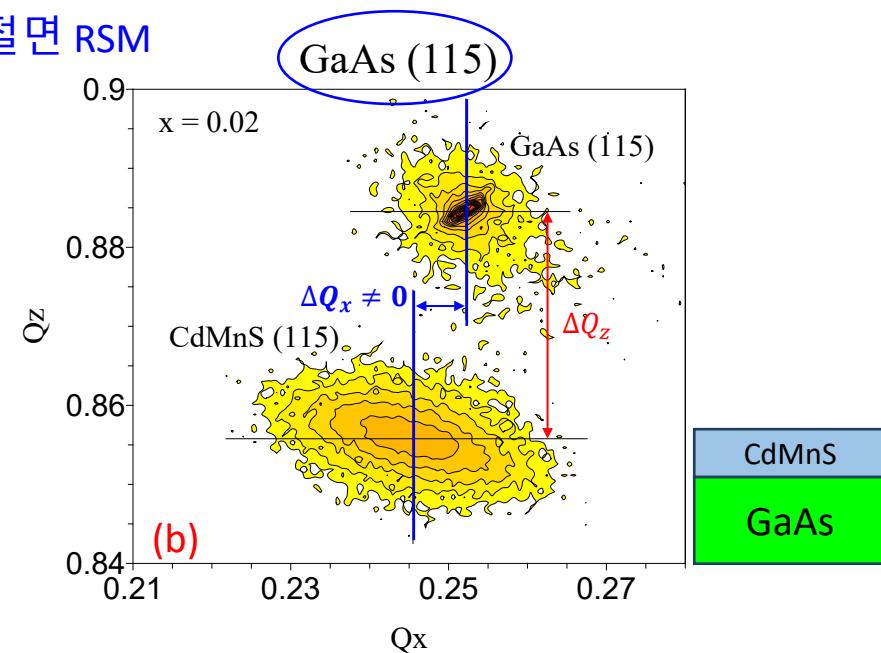


수평방향 역격자점 위치: 격자이완 (relaxed) 상태

RSM : AlGaAs/GaAs (001)

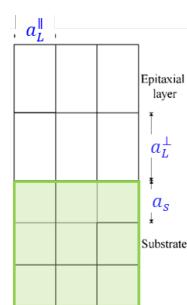


RSM : cubic-CdMnS/GaAs (001)

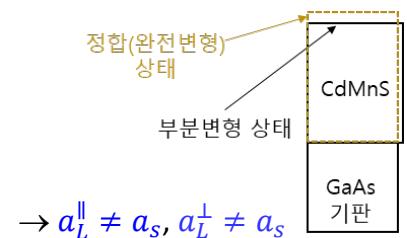


(a) & (b) 에피층 격자변형 관점에서의 차이점은 ??

격자 정합 유지
 $\rightarrow a_L^{\parallel} = a_s, a_L^{\perp} \neq a_s$

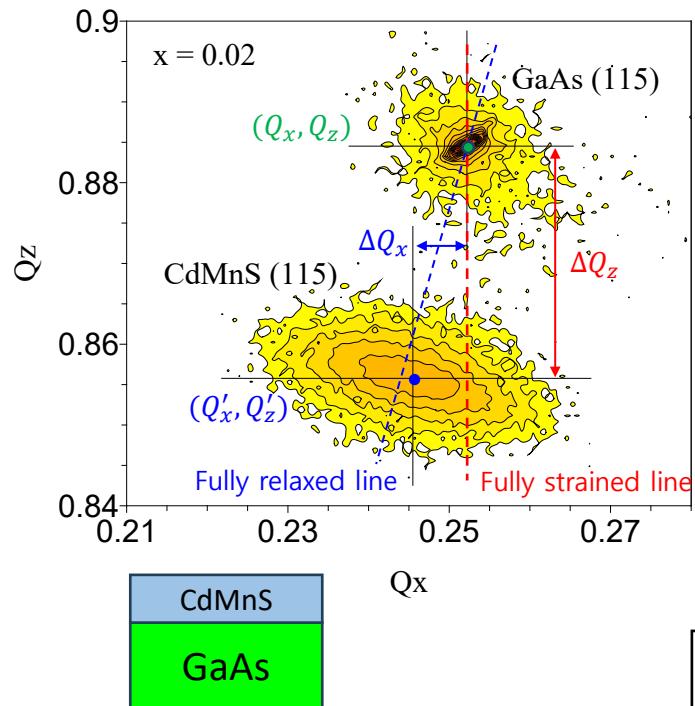


- (a): Fully strained AlGaAs (격자정합)
- (b): (Partially) Relaxed CdMnS (부분변형)

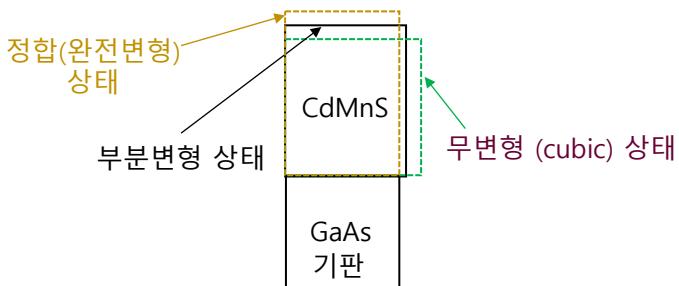


- 비대칭회절면 이용 격자변형 및 조성: 부분 변형 (partially strained) 상태의 예피층

(115) RSM : cubic-CdMnS/GaAs (001)



	a_L^{\parallel} (Å)	a_L^{\perp} (Å)	R (%)	x (Mn)
Cubic-CdMnS	5.8110	5.8280	88	0.02



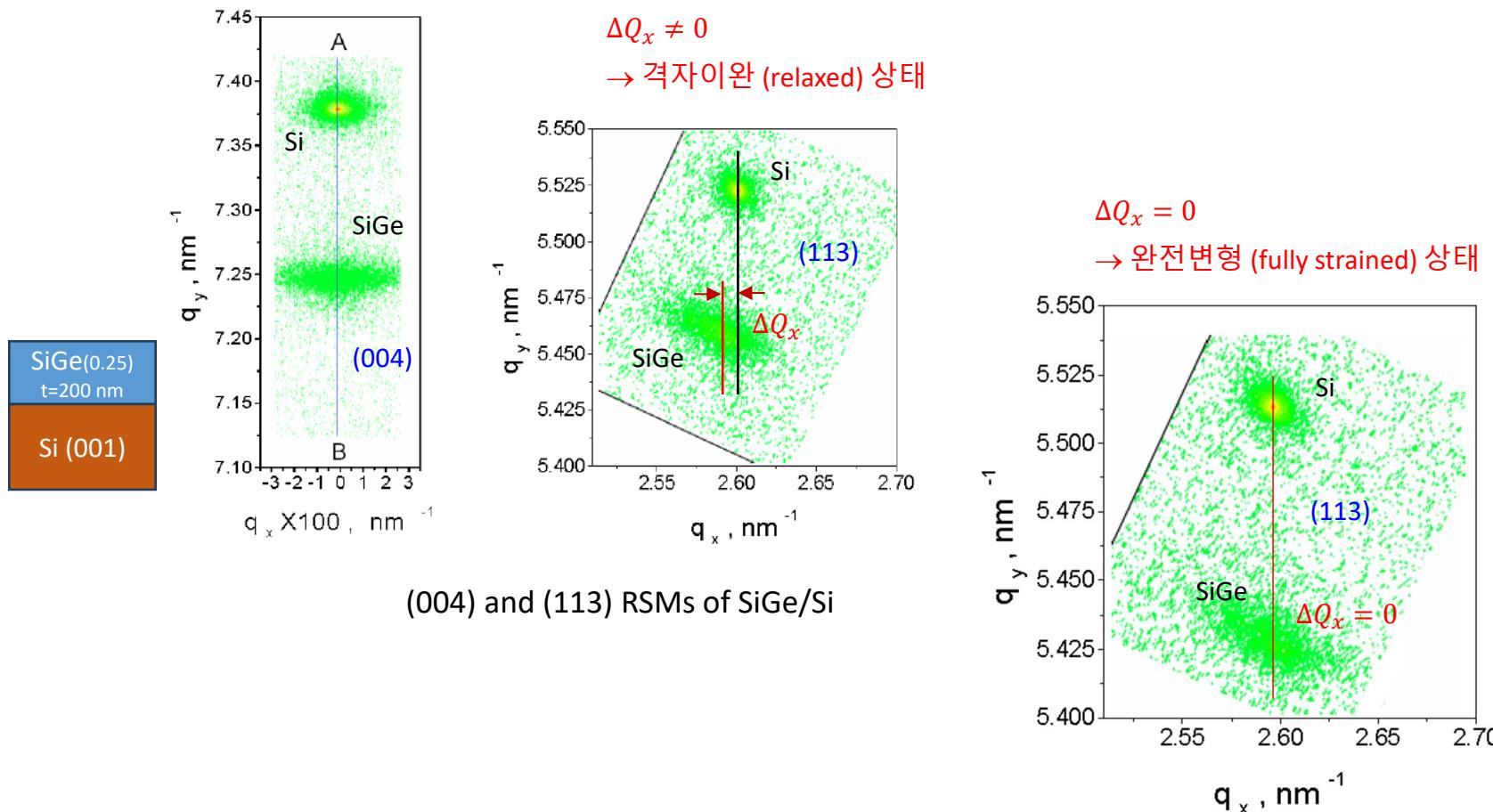
역격자 좌표 Q (Q_x, Q_z)와의 관계

$$|h| = |Q| = \frac{1}{d_{hkl}} = \sqrt{\frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}}$$

(cubic 경우)

- RSM (Reciprocal Space Map) 측정/분석

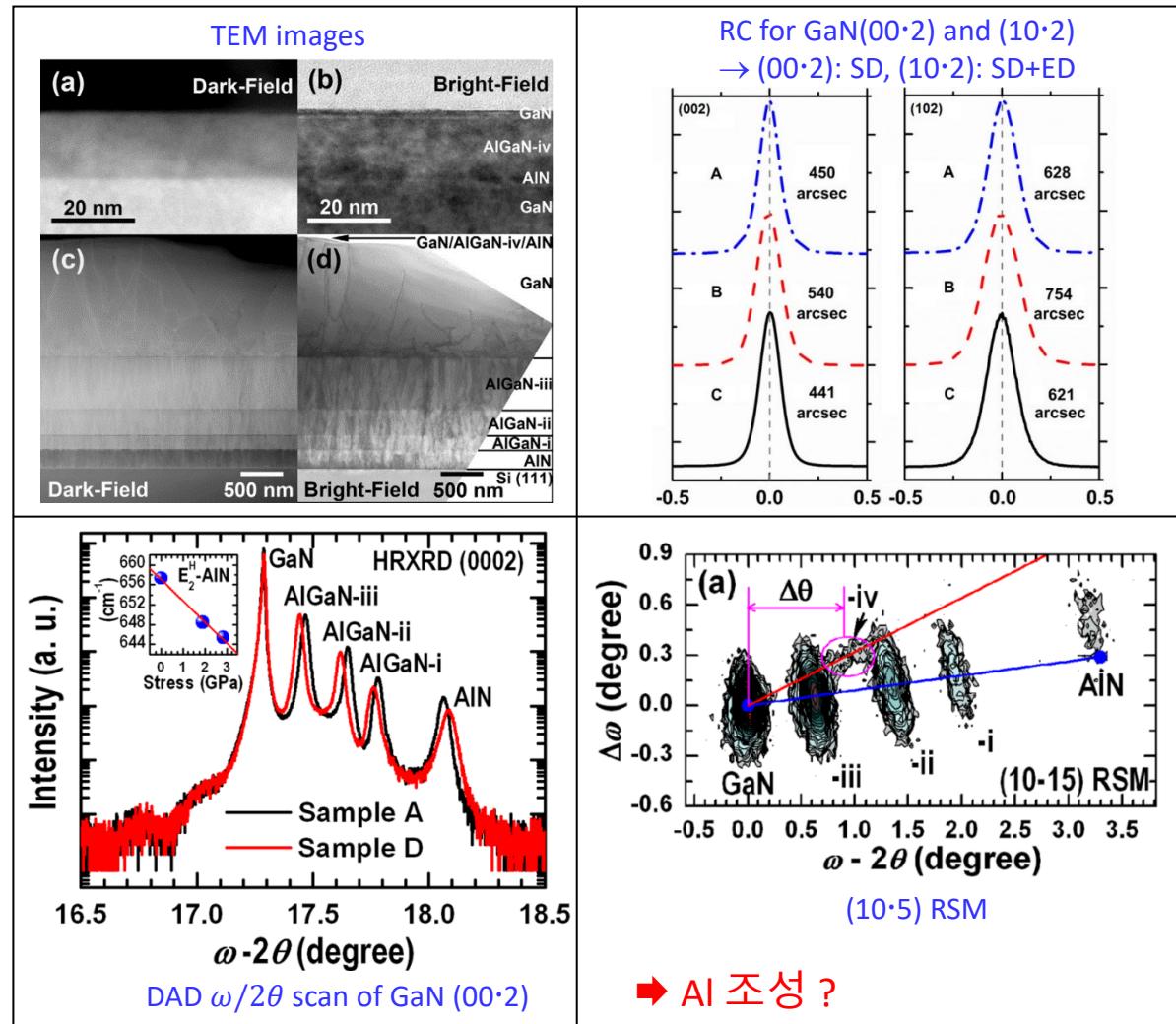
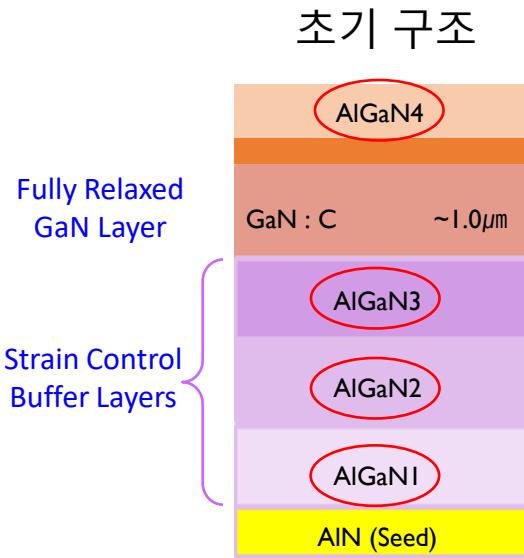
- SiGe/Si RSM (예)



● RC, RSM 측정/분석 응용: GaN계 전력반도체 (Wurtzite 구조)

• HEMT 구조특성 분석

- GaN on Si HEMT



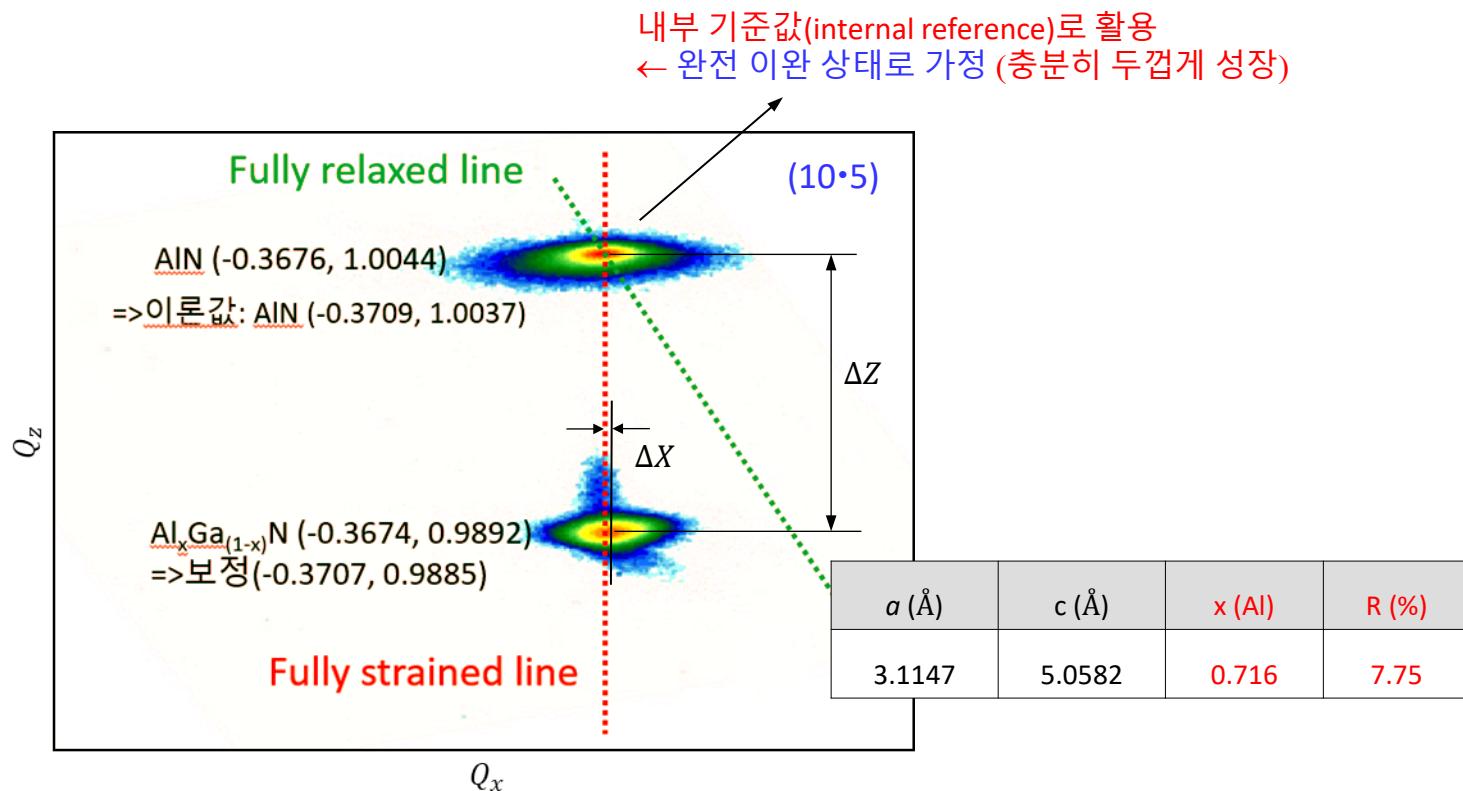
- RSM 이용 GaN계 물질의 Al 조성 분석 (wurtzite 구조)

- 1) $\text{Al}_x\text{Ga}(1-x)\text{N}/\text{AlN}/\text{sapphire}$ 에피층

- (10·5) RSM 측정/분석 - 비대칭회절면

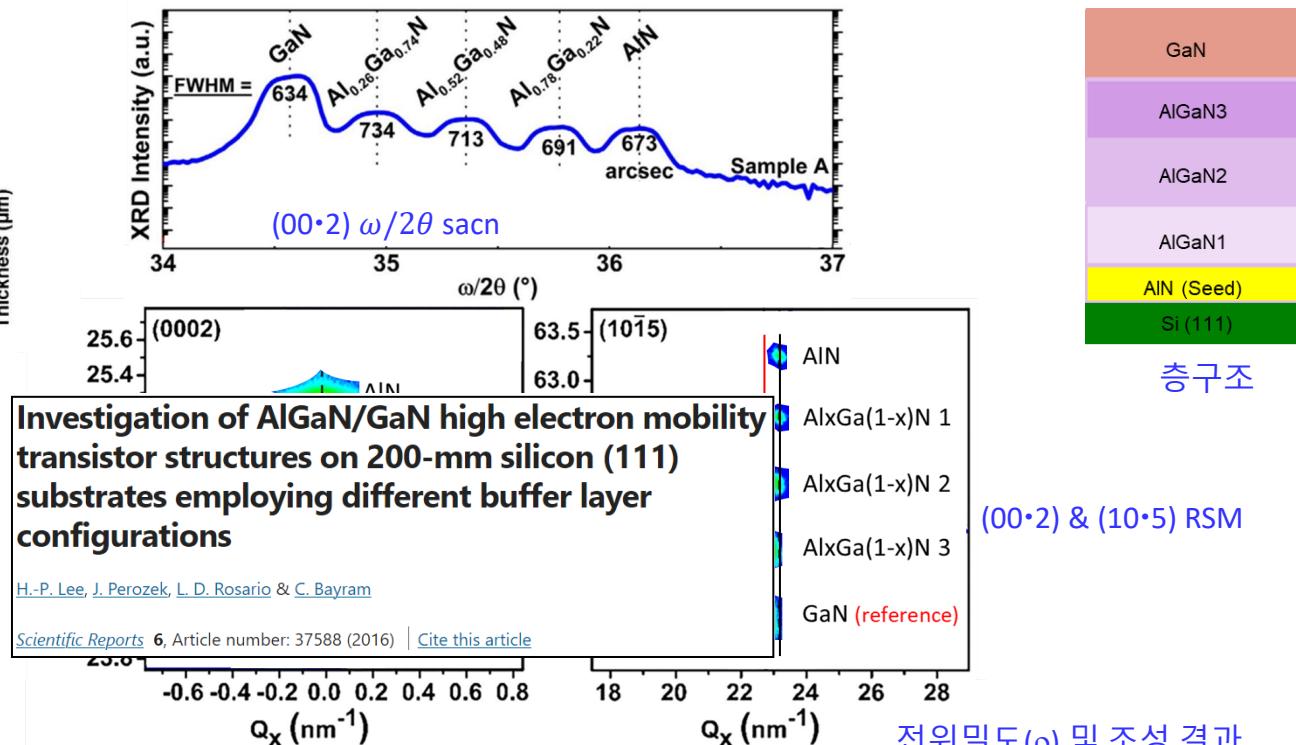
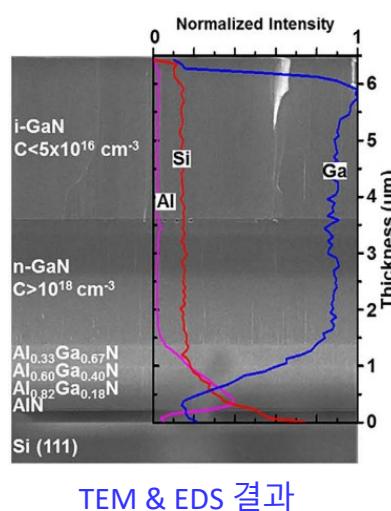
A. specimen 1

a) 측정결과: AlGaN/AlN (10·5) 부근의 RSM



- RSM 이용 GaN계 물질의 Al 조성 분석 (wurtzite 구조)

- 2) $\text{GaN}/3\times\{\text{Al}_x\text{Ga}(1-x)\text{N}\}/\text{AIN}/\text{Si}$ (111) 에피층의 전위밀도 ρ , 조성 x 결정
- (00·2) & (10·5) RSM 측정/분석
 - Internal reference를 GaN (10·5)로 설정

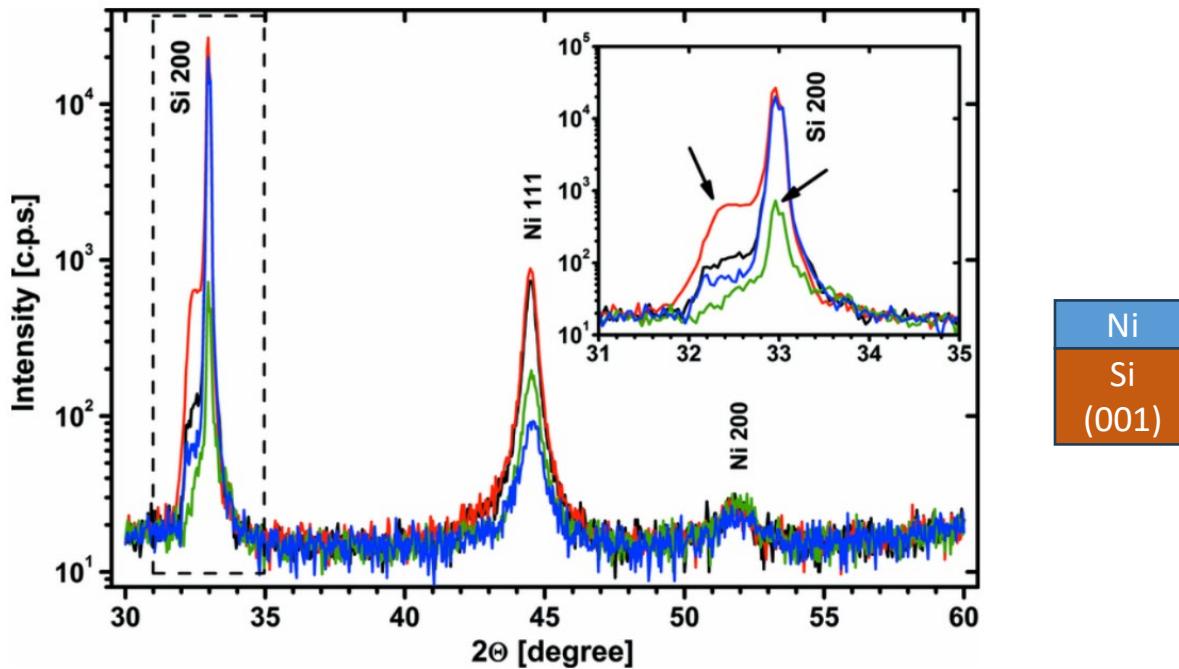


$$\beta_{(10\cdot2)}^2 = \beta_s^2 + \beta_e^2 \\ = \beta_{(00\cdot2)}^2 + \beta_e^2$$

dislocation density (ρ , $\times 10^9 / \text{cm}^2$)		Al composition (x)		
ρ (screw)	ρ (edge)	AlGaN 1	AlGaN 2	AlGaN 3
0.40	1.02	0.82	0.60	0.33

- Si (001) 기판에서 나오는 XRD 피크 의문들 1

왜 Silicon (001) 기판에서 (002) 회절 peak ($2\theta_B = \sim 33^\circ$)이 나타나는가 ???



Si (001) 기판 위에 성장한 Ni 박막에 대한 XRD profile ($2\theta/\omega$ scan)

• 회절빔의 강도

- (분말법) 회절빔의 강도 (Intensity of Diffracted X-rays): I

$$I = I_0 \cdot |F_{hkl}|^2 \cdot p \cdot A \cdot \frac{(1 + \cos 2\theta)}{(\sin 2\theta \cos \theta)} \cdot e^{-2M}$$

- I_0 : 입사빔의 강도
- F_{hkl} : 구조인자 (structure factor)
- p : 다중도인자 (multiplicity factor)
- A : 흡수인자 (absorption factor)
- $(1 + \cos 2\theta)/(\sin 2\theta \cos \theta)$: Lorenz-Polarization factor
- e^{-2M} : 온도인자 (temperature factor)

• Extinction Rule (소멸 규칙/선택 규칙)

• 나올 수 없는 회절 피크 (Forbidden reflections)에 대한 규칙

- Forbidden reflections (금지된 회절/반사) :

- Bragg 회절조건이 만족되어도 구조인자 (structure factor)가 0 (zero) 가 되어 회절이 소멸

- 정역학 (운동학) 회절 이론 (Kinematical Diffraction Theory) 적용: 분말

$$n\lambda = 2d \sin \theta_B$$

회절강도 (Intensity): $I \propto |F|^2$

구조인자 (structure factor)

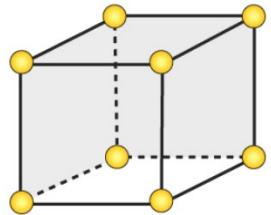
$$\sum_1^N f_n e^{2\pi i(hu_n + kv_n + lw_n)} \equiv F_{hkl}$$

Bravais Lattice	Reflections which <i>may be</i> present	Reflections necessarily absent
Simple	all	None
Body centred	(h + k + l) even	(h + k + l) odd
Face centred	h, k and l unmixed	h, k and l mixed
End centred	h and k unmixed <i>C centred</i>	h and k mixed <i>C centred</i>

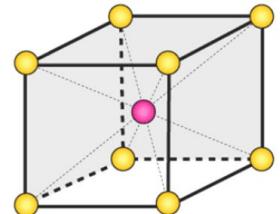
Bravais Lattice	Allowed Reflections
SC	All
BCC	(h + k + l) even
FCC	h, k and l unmixed
DC	h, k and l are all odd 자세하게... all are even (h + k + l) divisible by 4

구조인자에 의한 각 결정구조에서의 Extinction Rule

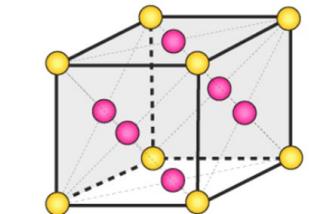
Extinction Rule (소멸 규칙):



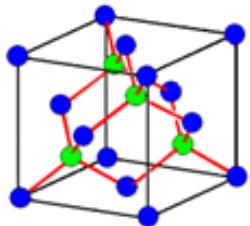
Simple cubic unit cell



Body-centred Cubic Unit Cell (BCC)



Face-centred Cubic Unit Cell (FCC)



Diamond cubic (DC) Structure

Cannot be expressed as $(h^2+k^2+l^2)$

$h^2 + k^2 + l^2$	SC	FCC	BCC	DC
1	100			
2	110		110	
3	111	111		111
4	200	200	200	
5	210			
6	211		211	
7				
8	220	220	220	220
9	300, 221			
10	310		310	
11	311	311		311
12	222	222	222	
13	320			
14	321		321	
15				
16	400	400	400	400
17	410, 322			
18	411, 330		411, 330	
19	331	331		331

구조인자에 의한 각 결정구조에서의 Extinction Rule
- 허용되는 회절면 -

<https://slideplayer.com/slide/3866193/>

구조인자 F_{hkl} : Body centered cubic (BCC) structure (예: Mo)

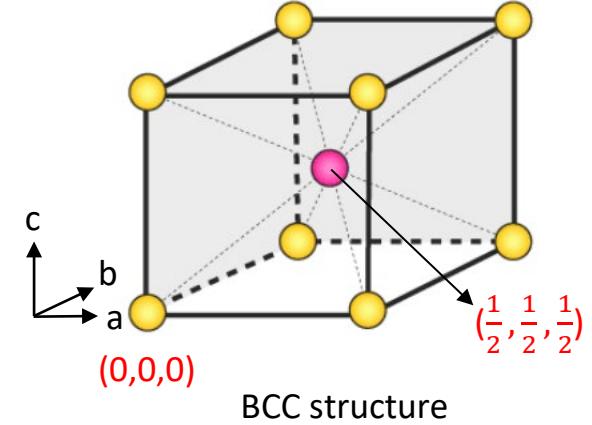
Unit cell (단위포)에서 원자 위치: (u_n, v_n, w_n)

$$(0,0,0), \left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right)$$

$$\begin{aligned} F_{hkl} &= \sum_1^2 f_n e^{-2\pi i(hu_n + kv_n + lw_n)} = f[1 + (e^{-i\pi})^{h+k+l}] \\ &= f[1 + (-1)^{h+k+l}] \end{aligned}$$

$$F_{hkl} = 2f, h + k + l = \text{even (짝수)}$$

$$= 0, \quad h + k + l = \text{odd (홀수)}$$



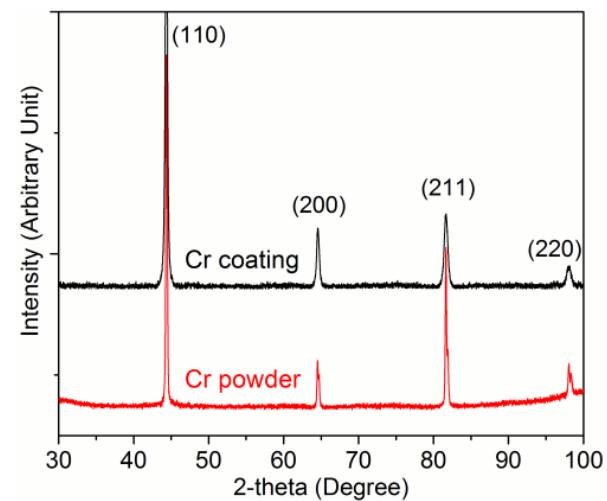
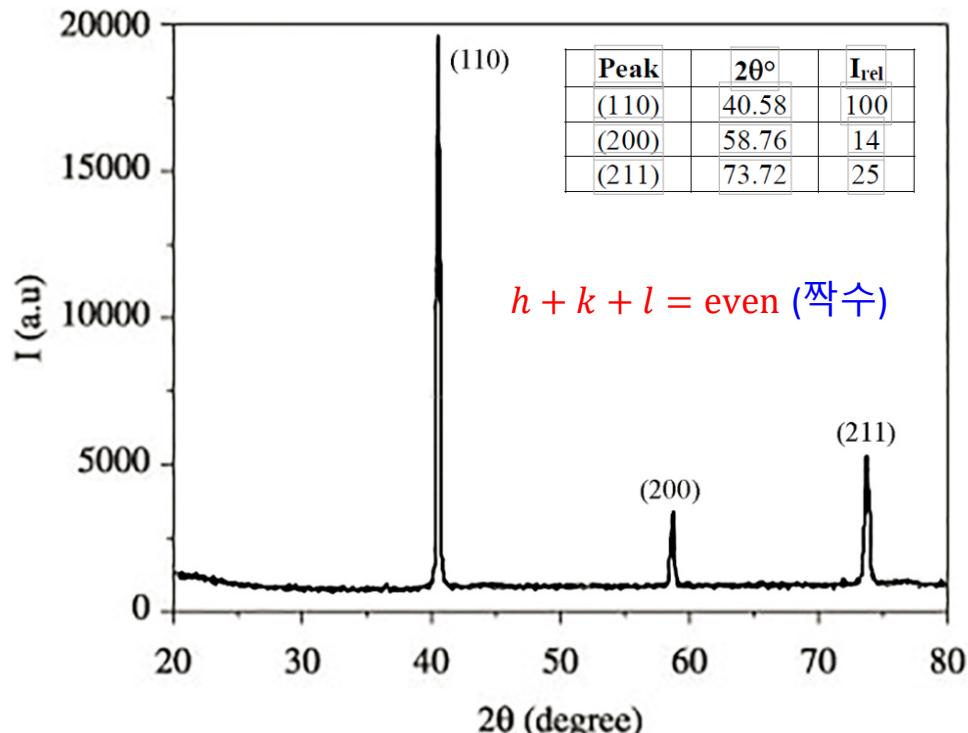
f : 원자산란인자
 h, k, l : 면지수

$$e^{i\pi} = e^{3i\pi} = e^{5i\pi} = -1$$

$$e^{2i\pi} = e^{4i\pi} = e^{6i\pi} = +1$$

$$e^{ni\pi} = (-1)^n, e^{ni\pi} = e^{-ni\pi} \quad (n: \text{자연수})$$

X-선 회절 profile: Mo (BCC) 분말



X-선 회절 profile: Cr (BCC) 분말

구조인자 F_{hkl} : Diamond cubic structure (예: Si)

Unit cell (단위포)에서 원자 위치

$$(0,0,0), \left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0\right), \left(0, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right), \left(\frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2}\right)$$

$$\left(\frac{1}{4}, \frac{1}{4}, \frac{1}{4}\right), \left(\frac{3}{4}, \frac{3}{4}, \frac{1}{4}\right), \left(\frac{1}{4}, \frac{3}{4}, \frac{3}{4}\right), \left(\frac{3}{4}, \frac{1}{4}, \frac{3}{4}\right)$$

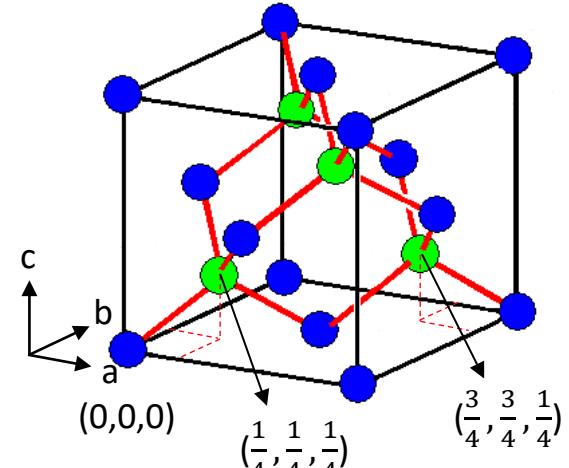
$$F_{hkl} = \sum_1^8 f_n e^{-2\pi i(hu_n + kv_n + lw_n)} = f[1 + (-1)^{h+k} + (-1)^{k+l} + (-1)^{h+l}] \\ \times [1 + (-i)^{h+k+l}]$$

$$F_{hkl} = 0, \quad h, k, l \text{ mixed} \\ \neq 0, \quad h, k, l \text{ all even or all odd} \\ = 8f, \quad h + k + l = 4N \\ = 4(1 \pm i)f, \quad h + k + l = 2N + 1 \\ = 0, \quad h + k + l = 4N + 2$$

$N = 0$ 일 때,

$F_{002} = 0 \rightarrow (002)$ 면은 forbidden reflection임

(111), (220), (311), (400), (331), ... 등의 회절피크가 나타남



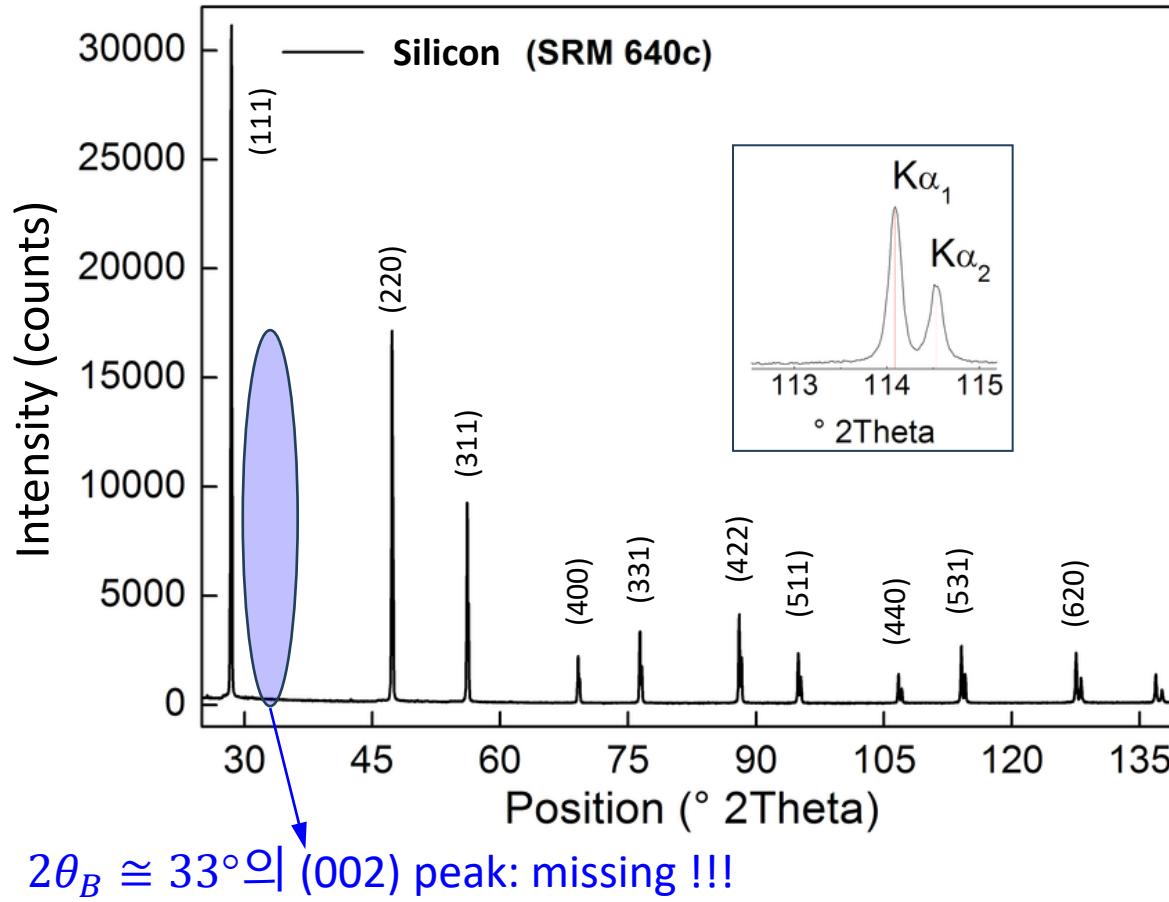
Crystal structure of
Diamond cubic

f : 원자산란인자

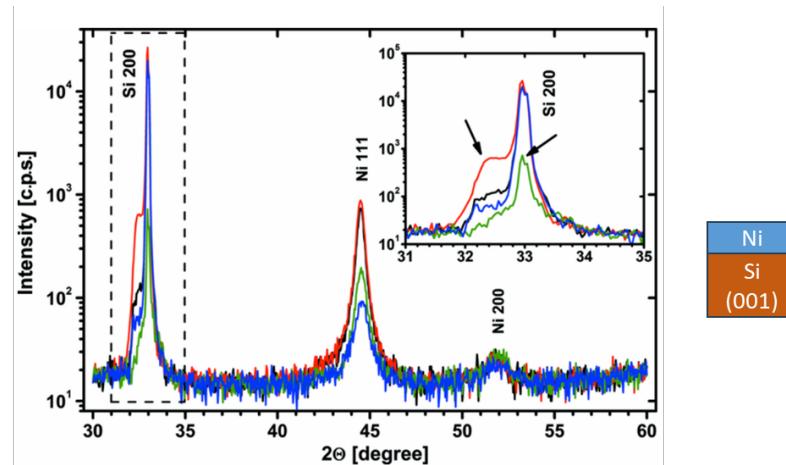
h, k, l : 면지수

N : 정수

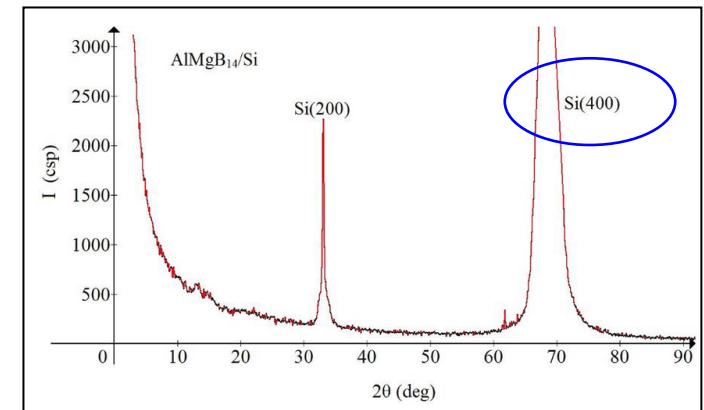
X-선 회절패턴: Si 분말



왜 Silicon 단결정 기판에서 (002) 회절 peak ($2\theta_B = \sim 33^\circ$)가 나타나는가 ???



Si (001) 기판 위에 성장한 Ni 박막에 대한 XRD profile ($2\theta/\omega$ scan)

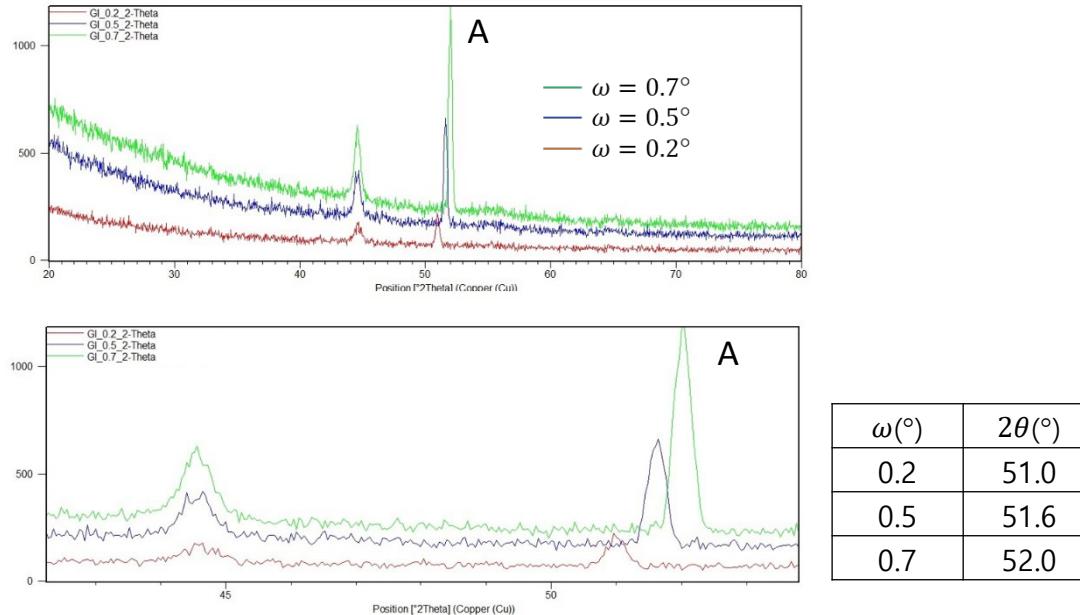


동역학 회절 (Dynamical Diffraction)에서의
다중회절 (multiple diffraction)에 의해,
즉, 정역학 회절 (Kinematical diffraction)의
분말 XRD의 (002)와 같은 forbidden 회절이
단결정 Si에서는 나타나게 됨

같은 원리로,
Si 단결정의 (004) 회절 피크 역시
상당히 강한 회절강도가 나타나게 됨

• Si (001) 기판에서 나오는 XRD 피크 의문들 2

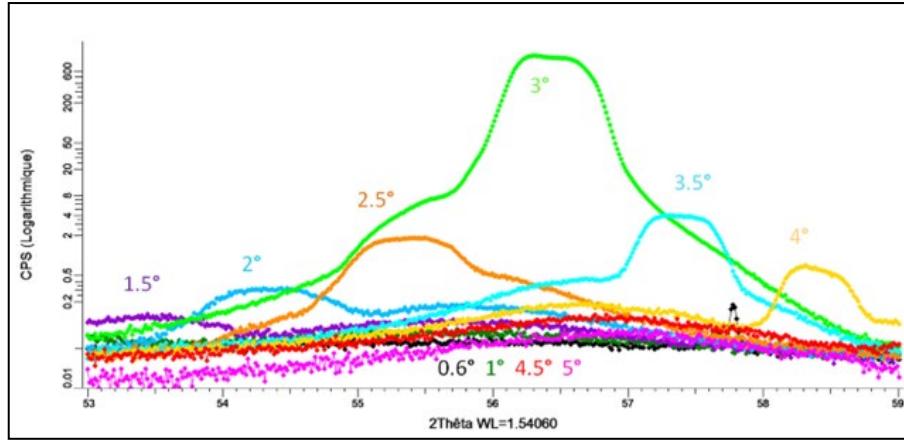
(001) Si 단결정 기판에서 GI-XRD (저각입사 2θ scan) 측정에서
입사각 (ω)에 따라 $\sim 51^\circ < 2\theta < \sim 60^\circ$ 에서 피크가 나타나는 경우가 있다.
이 피크의 정체는 뭘까?



Silicon기판 위의 박막에 대한 XRD Profile
(Peak A가 입사각 (ω)에 따라 peak shift가 나타남)

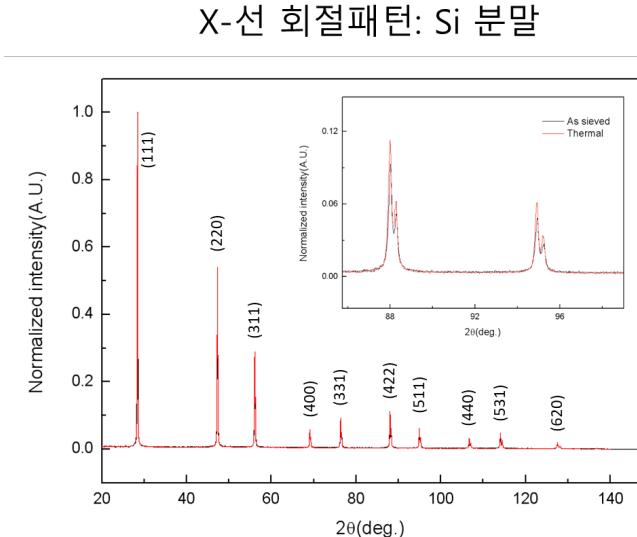
<https://www.researchgate.net/post/Large-peak-shift-of-GIXRD-from-thin-film-samples-on-Si-substrate-artifact-or-film-stress> (Vishnu Kant Bajpai)

Peak shift의 다른 예



$\omega(^{\circ})$	$2\theta(^{\circ})$
1.5	53.5
2.0	54.3
2.5	55.4
3.0	56.4
3.5	57.4
4.0	58.4

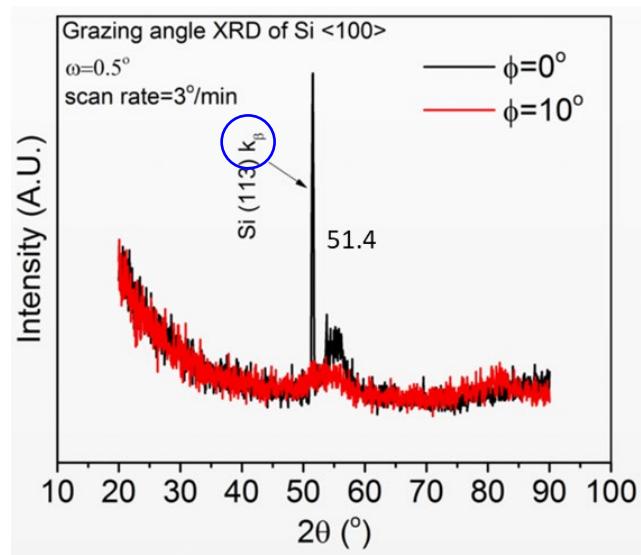
Silicon (001) 기판에서의
GI-XRD 입사각 (ω)에 따른 peak shift



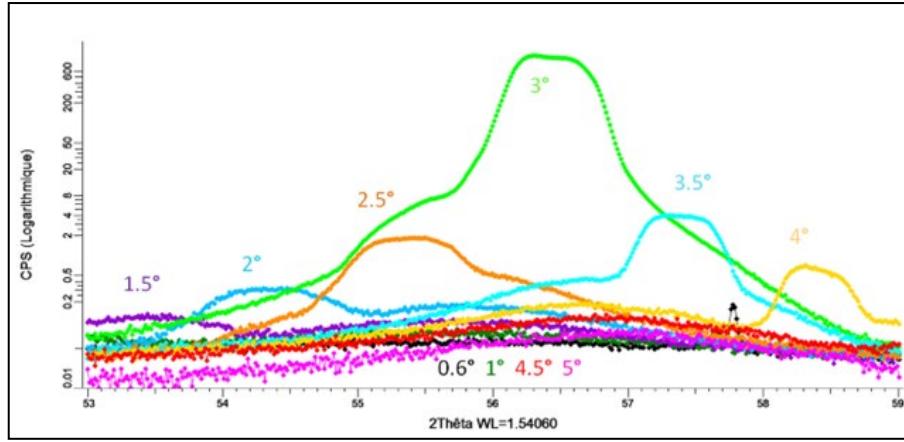
Si (311) 또는 (113) 회절 피크 ($2\theta_B = \sim 56.2^{\circ}$)

[https://www.researchgate.net/post/Why_am_I_seeing_the_Si_311_peak_only_during_a_grazing_incidence_measurement_\(Ionela Iliescu\)](https://www.researchgate.net/post/Why_am_I_seeing_the_Si_311_peak_only_during_a_grazing_incidence_measurement_(Ionela Iliescu))

Wrong Indexing!!!



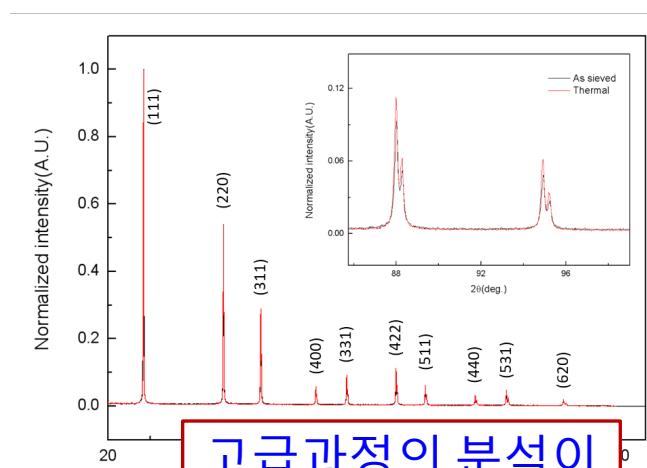
Peak shift의 다른 예



Silicon (001) 기판에서의
GI-XRD 입사각 (ω)에 따른 peak shift



Si (311) 또는 (113) 회절 피크 ($2\theta_B = \sim 56.2^{\circ}$)

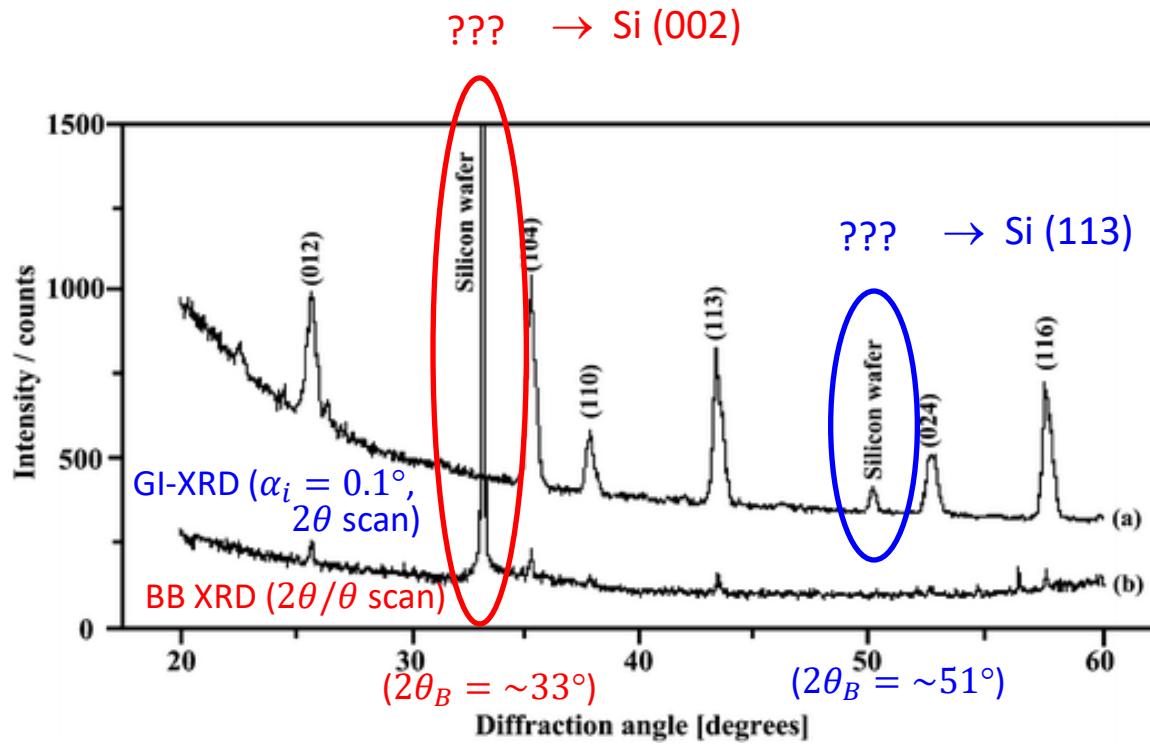


X-선 회절패턴: Si 분말

고급과정의 분석이
요구될 때
- 중요/신중 접근

그러면, 왜 Peak shift ???
안나오게 하는 방법은 ???

측정 예:
대칭회절 (BB) 및 GI-XRD 측정



X-ray diffraction pattern of $10 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ of corundum (Al_2O_3) powder on a silicon wafer obtained using GI-XRD (a), and Bragg-Brentano XRD (b)

● 박막 분석을 위한 측정법

여러가지 박막에 대한 분석 예

Class	Major material	X-ray diffraction measurement							Reflectivity measurement		Small angle scattering
		Phase ID	crystallite size	orientation	lattece strain	composition (solid solution)	lattice constant, crystallinity	relaxation	thickness, roughness	density	
		poly crystalline ← ----- → single crystalline									
Semiconductor epitaxial film	IV-VI compound	Si, SiGe, SiC...	-	-	△	-	○	○	○	○	-
	III-V compound	GaAs, AlGaAs, InP...	-	-	△	-	○	○	○	○	-
	III-N compound	GaN, AlN, InN, BN...	△	-	○	△	○	○	○	○	-
	II-VI compound	ZnO, ZnSe...	△	-	○	△	△	○	△	△	-
	others	FeSi ₂ ...	△	△	○	△	△	△	△	△	-
semiconductor poly-film	poly-Si, μ c-Si...		-	○	○	○	-	○	-	○	-
semiconductor amorphous film	a-Si, a-SiN...		-	△	-	△	○	-	-	○	-
barrier film	Ta, TaN, Ti, SiN...		○	○	△	○	○	△	-	○	-
electrode -interconnect-	Cu, Al...		△	○	○	○	△	△	-	○	-
electrode	cotact	CoSi ₂ , NiSi, W, Pt, Ir...	○	○	○	○	△	△	○	○	-
	TCO	ITO, ZnO, CdO...	○	○	○	○	△	△	○	○	-
low-k			-	-	-	-	-	-	-	○	○
high-k	ZrO ₂ , HfAlO _x , SiON...		○	○	△	○	○	-	-	○	-
Ferroelectric film	PZT, SBT, BST, AlN...		○	△	○	○	○	△	△	○	-
coating film	DLC...		-	-	-	△	△	-	-	○	-
organic film	small molecular material, polymers		○	○	○	△	-	△	-	○	-
magnetic film	media	Co, CoCrPt...	○	○	○	○	△	○	-	○	-
	next generation	FePt, CoPt, granular...	○	○	○	○	△	○	-	○	○
	head	NiFe/Ta...	○	○	△	○	○	△	-	○	○
	others	MnGaAs, Fe-epi...	△	○	○	○	○	○	○	○	-
piezoelectric material	LN, LT, SiO ₂ , Langasite, AlN, BBO...		△	-	○	○	○	○	-	△	-
super conductor	YBCO, La ₂ CuO ₄ , MgB ₂ ...		○	○	○	○	○	○	○	△	-
substrate	Si, GaAs, Sap, SiC, ZnO, YSZ, STO, LSAT...		△	-	△	○	△	○	-	△	-
bulk	composite subst(ITO/GI), UV window(CaF ₂ , BaF ₂)		△	△	○	-	-	-	-	△	-
nano material	nano particle, phonic material, mesoporous material		-	△	△	△	-	○	-	○	○

Legend symbols: ○ Frequently evaluated, □ often evaluated, △ occasionally evaluated, - seldom evaluated

(K. Inaba, Rigaku Journal, 24(1), 2008)

• 정리

- (초)박막 XRD 측정/분석
 - X-ray Grazing Incidence 측정법에 대해 살펴 봄
 - X-선 Grazing Incidence 물리적 의미 및 관련 간단한 background physics 이해
 - Out-of-plane XRD ($2\theta/\omega$ scan), GI-XRD (2θ scan), In-plane XRD, XRR 측정법
- 단결정 (에피) 박막 XRD 측정/분석
 - 동역학 회절을 통한 고분해능 XRD 이해
 - 에피층 변형
 - 로킹커브 (Rocking Curve), RSM (Reciprocal Space Map) 측정 및 분석 이해
 - Si (001) 기판의 XRD 피크 의문들?

• 더 깊이 있는 이해/도움이 필요하신 분은
KARA 또는 Korea ITS (대전)와
상의해 주시기 바랍니다.

THANK YOU SO MUCH FOR YOUR ATTENTION !

Korea I.T.S. Co., Ltd.
Application Group

김창수 박사/고문

 010-5545-5323

 changsoo.kim@koreaits.com

 drchangsookim.github.io