

SEMI 사업부 교육 (동탄 사무소)

# XRD 기본 및 박막 측정법 이해

(특별주제 2 - 결정입자 크기 측정 및 Scherrer Eq. 이해)

2025. 06. 20

김창수 박사 / 고문

응용기술그룹/한국아이티에스 (Korea ITS)

# • 내용

## 1. XRD 이해

- X-선 및 결정구조, Bragg 회절 법칙
- 분말 XRD: 광학계 및  $2\theta/\theta$  scan, 상분석

## 2. 박막 ?

- 박막 구조특성 및 측정법

## 3. X-선 저각입사 (Grazing Incidence, GI) 박막 측정법

- X-선 저각입사 (GI) ?
- 평행빔 광학계 (Parallel Beam Optics)
- GI 박막 측정법 이해 및 응용
  - GI-XRD (GID)
  - In-plane XRD
  - XRR (X-Ray Reflectivity 측정)

## 4. High Resolution XRD: HRXRD

- X-선 회절 이론: 동역학 이론 (Dynamical Theory) vs. 정역학 이론 (Kinematical Theory)
- 고분해능 의미?
- Rocking curve 측정/분석
- RSM 측정/분석

## 5. 정리

- 특별 주제

# ● 박막 (Thin-film) 분석?

## ♥ 박막

### ● 전기전자/광소자를 비롯한 광범위한 소자에 다양하게 사용

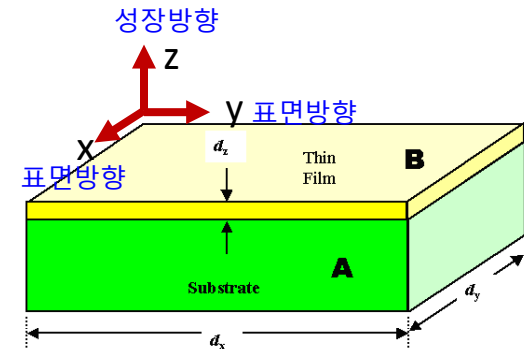
- 소자 물성 평가/향상을 위한 X-선 구조특성 분석 필요
- 다결정박막: 결정상(phases), 물질조성, 우선방위, 변형(strain), 결정입자 크기, 층상태 (두께, 밀도, 표면/계면거칠기)
- 에피박막: 격자변형/이완/두께 등의 층변형 상태, 조성, 결정품질
- 수 nm – 수십 nm 두께의 나노박막 평가 필요

### ● 박막의 특징

- 기판 위에 2D로 성장되는 관계로 기판의 영향에 따라
- 자연 상태의 물질(bulk)과는 다른 구조특성
- 성장 방향 (깊이(z) 방향)과 표면방향 (In-plane(x-y) 방향)으로 구조특성의 이방성 (anisotropy)이 나타날 수 있음
- 따라서 성장방향 및 표면방향의 양 방향 특성평가 필요
- Bulk, 분말과는 달리 박막에만 나타날 수 있는 특이한 불안정한 결정상(unstable phase) 존재

### ● 박막의 주요 이방성 구조특성

- 결정구조(crystal structure), 결정품질(quality)
- 다결정박막: 격자상수, 격자변형(strain), 결정방위(orientation), 결정입자 크기, 우선방위(texture)
- 에피박막: 격자변형/이완(strain/relaxation), 결정품질



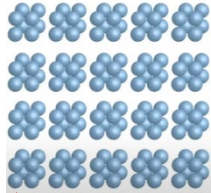
왜 박막의 구조특성  
측정/분석이 중요???



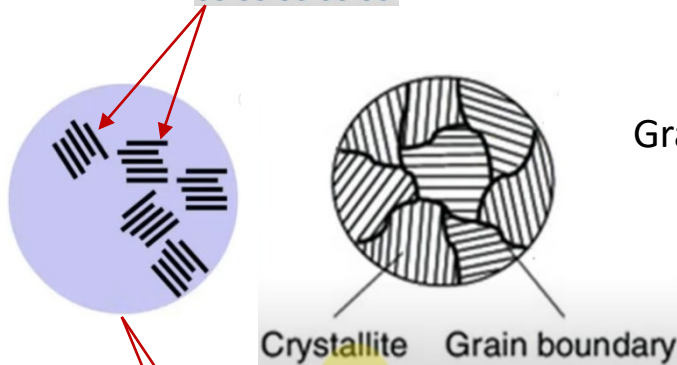
광·전기적 물성/소자 성능/생산 수율  
↔ 구조특성과의 밀접한 상관관계

# 정의: Crystallites, Grains and Particles

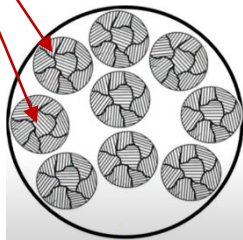
Crystallite: 단결정 입자



Grain: 서로 다른 결정방향을 갖는 crystallites들이 이룬 입자  
- 다결정 입자



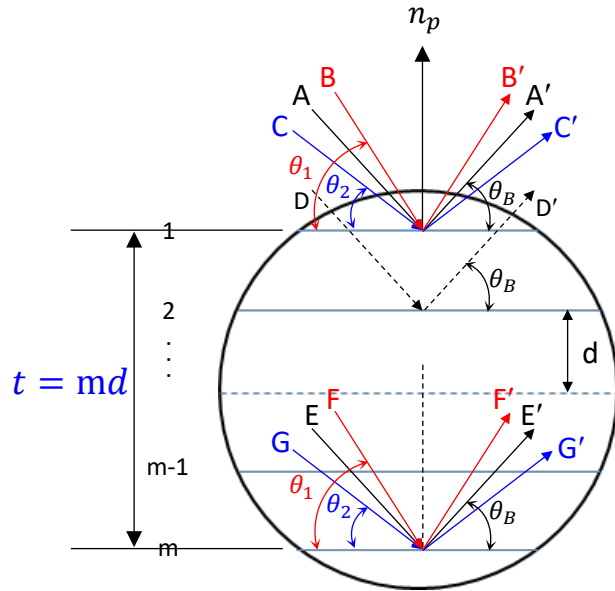
Particle: 서로 다른 결정방향을 갖는 grains들이 이룬 입자  
- 하나의 grain 또는 다수의 grains들의 덩어리  
- Particle은 다결정 입자 뿐 아니라 비정질 또는 단결정 입자일 수 있음



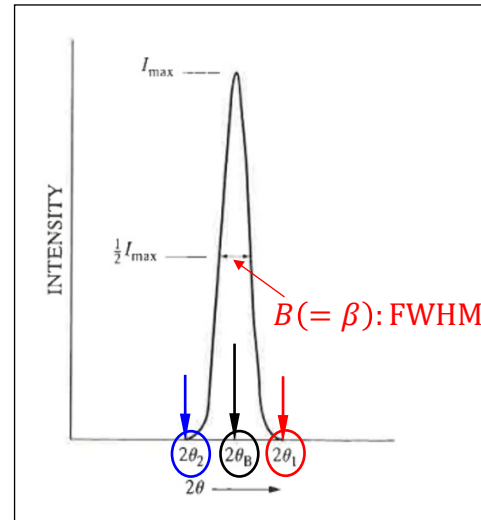
Sizes: Particle  $\geq$  Grain  $\geq$  Crystallite

# Scherrer equation for the calculation of crystallite size

## • Crystallite size vs. Scherrer equation



Crystallite  
→ coherently scattering domain  
(결맞게 산란하는 영역)



$2\theta$  vs. Intensity

Scherrer equation

$$t = \frac{0.9(4) \lambda}{\beta \cos \theta_B}$$

At  $\theta_B$ ,  $m\lambda = 2t \sin \theta_B = 2(md) \sin \theta_B$  (1)

At  $\theta_1$ ,  $(m+1)\lambda = 2t \sin \theta_1 = 2(md) \sin \theta_1$  (2)

At  $\theta_2$ ,  $(m-1)\lambda = 2t \sin \theta_2 = 2(md) \sin \theta_2$  (3)

식 (2) - (3)

$$\lambda = t \cdot (\sin \theta_1 - \sin \theta_2)$$

$t: \downarrow \Rightarrow (\sin \theta_1 - \sin \theta_2): \uparrow \Rightarrow \beta \text{ (FWHM)}: \uparrow$

$$\beta \text{ (FWHM)} \simeq \frac{1}{2} (2\theta_1 - 2\theta_2) = \theta_1 - \theta_2$$

# FWHM ( $\beta$ ) 보정: Scherrer Eq.

## 장비 영향 요인 제거

- 시편 자체의 요인에 의한 실제 피크 폭 (Real peak broadening)
  - $\beta_{meas}$  : FWHM for measured from  $2\theta/\theta$  scan (측정한 피크 폭)
  - $\beta_{real}$  : FWHM of real peak broadening (실제 폭)
  - $\beta_{instr}$  : FWHM from instrument broadening (usually measured by NIST SRM LaB<sub>6</sub>)  
(장비 분해능 영향에 의한 피크 폭) → instrument resolution function

$$\beta_{real}^2 = \beta_{meas}^2 - \beta_{instr}^2 \quad (\text{Gauss distribution for broadening})$$

$$\beta_{real} = \beta_{meas} - \beta_{instr} \quad (\text{Lorentz distribution for broadening})$$

- 
- 장비 분해능 영향에 의한 피크 폭: instrument resolution function

➡ NIST SRM (표준물질) LaB<sub>6</sub> 로 FWHM 측정 후 산출

# FWHM ( $\beta$ ) 보정: Scherrer Eq.

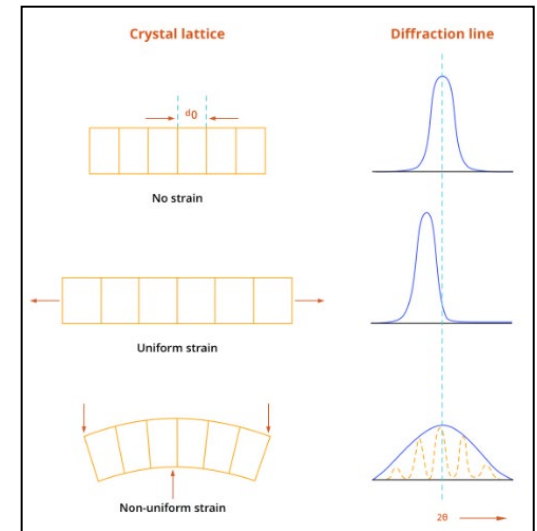
- 피크 폭에 미치는 시편에 의한 요인들  
(Effects of peak broadening due to specimen)

→ 입자 크기 (Crystallite size broadening):  $\beta_{cry}$

→  $\mu$ -스트레인 (Micro-strain broadening):  $\beta_{strn}$

$$\beta_{real}^2 = \beta_{cry}^2 + \beta_{strn}^2 \quad (\text{Gauss distribution})$$

$$\beta_{real} = \beta_{cry} + \beta_{strn} \quad (\text{Lorentz distribution})$$



Effect of lattice strain on the peak position and peak widths observed during XRD

## 1) When no strain in specimen

$$\beta_{real}^2 = \beta_{cry}^2$$

In Scherrer eq.,  $\beta = \beta_{real}$



$$t = \frac{0.9 \lambda}{\beta_{real} \cos \theta_B}$$

# FWHM ( $\beta$ ) 보정: Scherrer Eq.

## 2) When strain is not 0

- The Williamson-Hall plot:



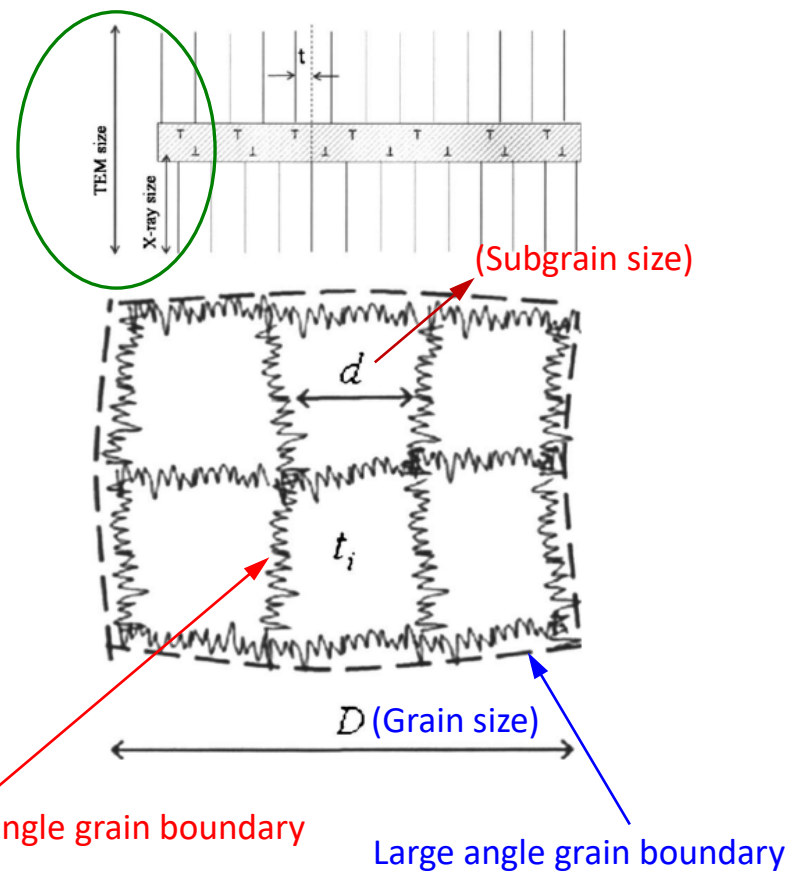
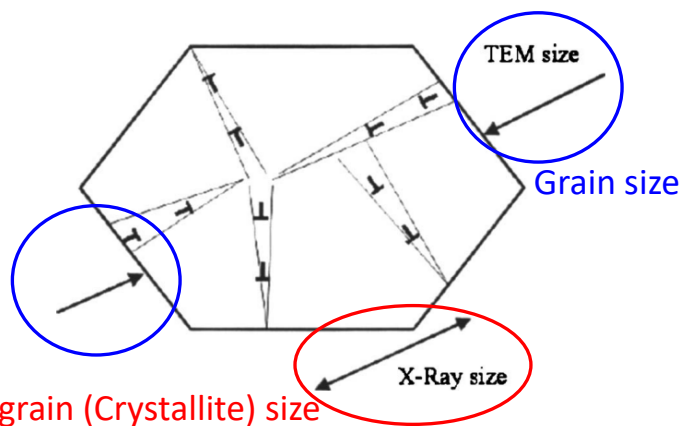
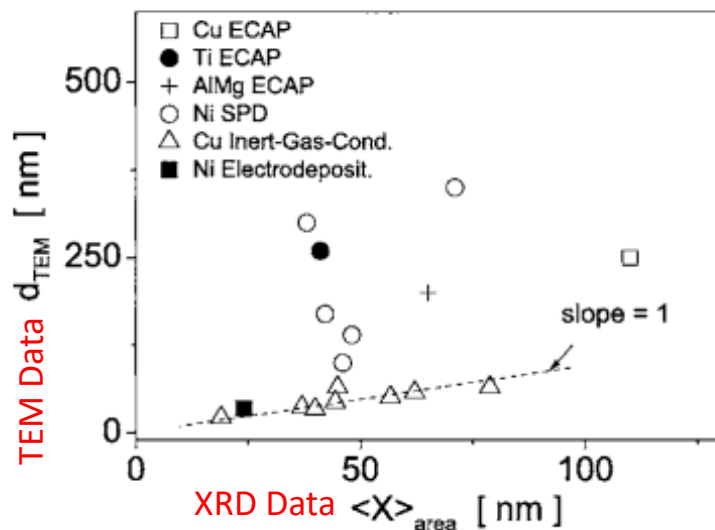
다결정 박막에서  
결정입자 (crystallite) 크기 측정에 대한  
어느 정도의 경험 후에  
깊이 있게 다루겠습니다



# 결정입자 크기 측정: XRD 크기 vs. TEM 크기

## 참고 논문 자료

T. Ungára et. al, Powder Diffraction 20 (4), 366 (2005)  
(Correlation between subgrains and coherently scattering domains)



# THANK YOU FOR YOUR ATTENTION !

---

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

김창수 박사/고문

010-5545-5323  
[changsoo.kim@koreaits.com](mailto:changsoo.kim@koreaits.com)