

XRD 분석기술 세미나
- 충남대 백마교양교육관 312호 -

XRD 박막 분석법 이해 및 응용

(HRXRD, GI-XRD, In-Plane XRD & XRR)

2025. 04. 17

김창수 박사 / 고문

한국아이티에스 (Korea ITS)

● 내용

1. 박막 ?

2. High Resolution XRD: HRXRD – 전력반도체 분석 응용

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

3. X-선 저각입사 (Grazing Incidence, GI)를 이용한 박막 분석

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

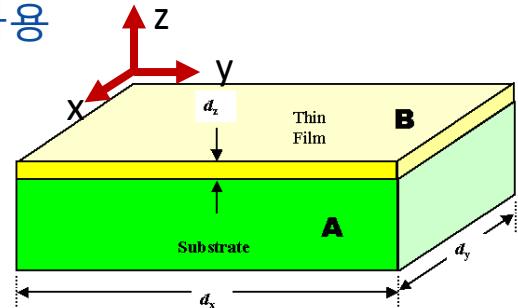
4. 정리

● 박막 (Thin-film) 분석?

♥ 박막

● 전기전자/광소자를 비롯한 광범위한 소자에 다양하게 사용

- 소자 물성을 위한 XRD 구조특성 분석 필요
- 다결정박막: 결정상(phases), 물질조성, 층상태, 우선방위, 격자변형(strain), 결정입자 크기
- 에피박막: 격자변형/이완, 조성, 결정품질



● 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

● 박막의 주요 이방성 구조특성 (일반적인 상분석 이외에)

- 결정구조(crystal structure), 결정품질(crystallinity)
 - 격자상수(lattice constants), 격자변형(strain), 결정방위(orientation), 결정입자 크기 (crystallite size), 우선방위(preferred orientation)
 - 에피박막에서의 격자변형/이완(distortion/relaxation)
 - Bulk, 분말과는 달리 박막에만 나타날 수 있는 특이한 불안정한 결정상(unstable phase) 존재

왜 박막의 구조특성
측정/분석이 중요???

소자 성능/생산 수율
↔ 구조특성과의 밀접한 상관관계

고분해능 XRD (High Resolution XRD, HRXRD)

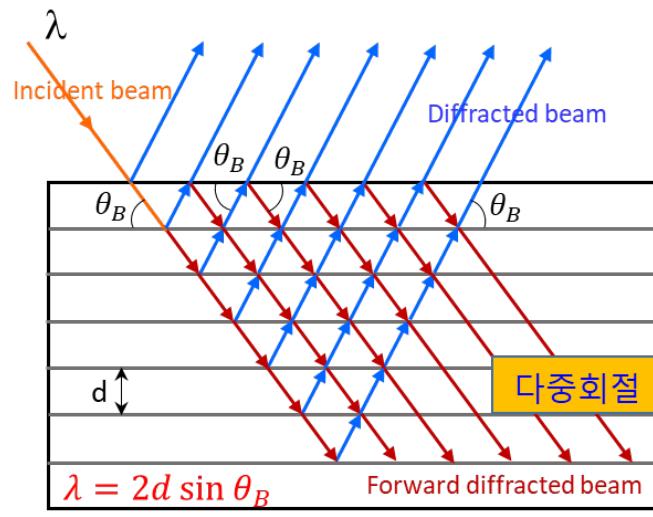
- 왜 고분해능인가 ?
- 왜 사용하는가 ?
- 응용: 전력반도체 측정/분석에 초점

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

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

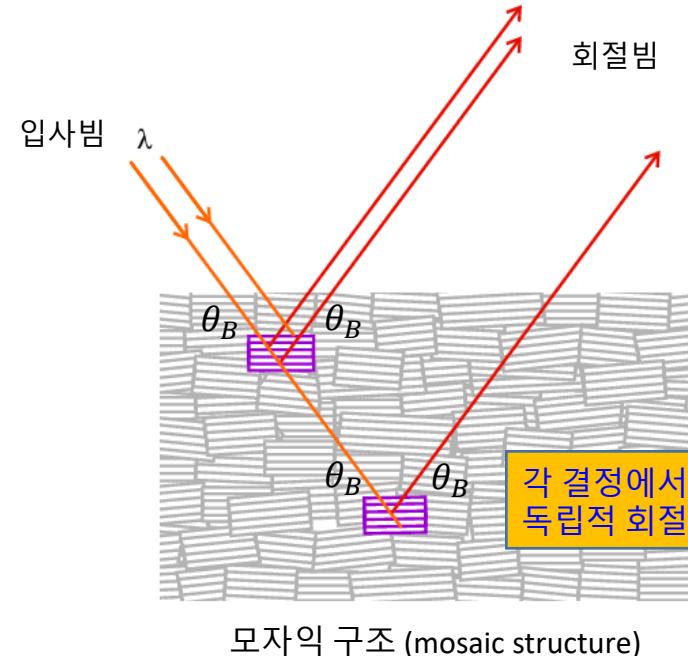
1) 정역학/운동학 회절 (Kinematical Diffraction)

2) 동역학 회절 (Dynamical Diffraction)



완전단결정

동역학 회절



정역학/운동학 회절

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

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)

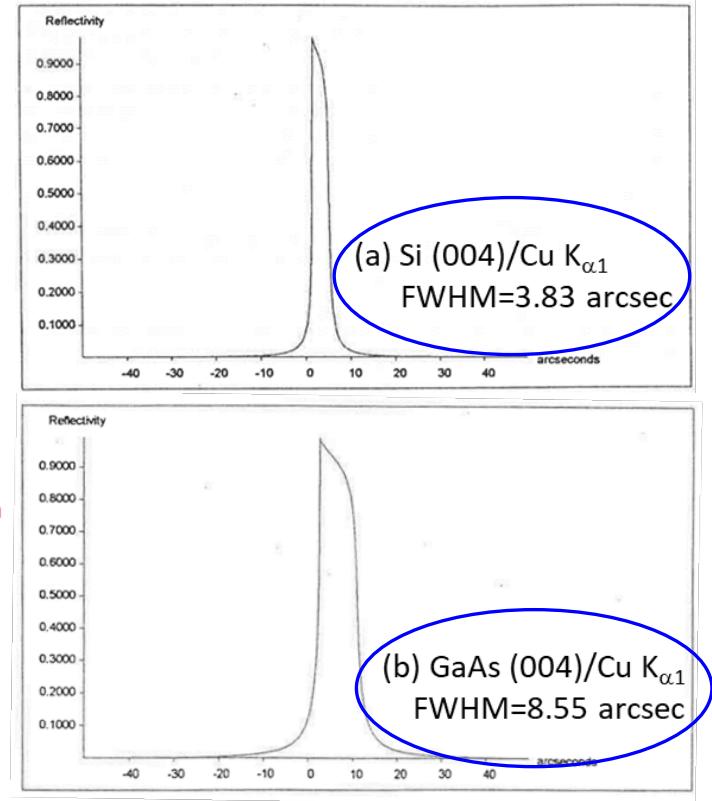
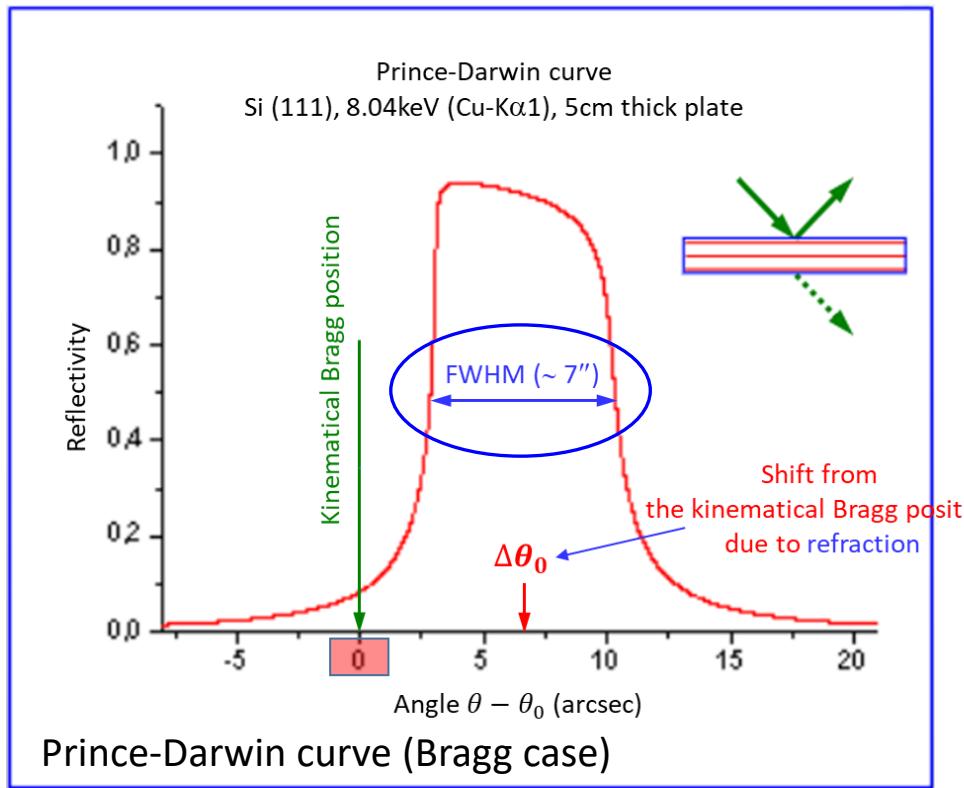


→ 이상적인 큰 단결정 (ideal large single crystal, 완전단결정)에 적용

• 동역학 회절의 회절피크의 폭 (FWHM)

완전 단결정에서

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

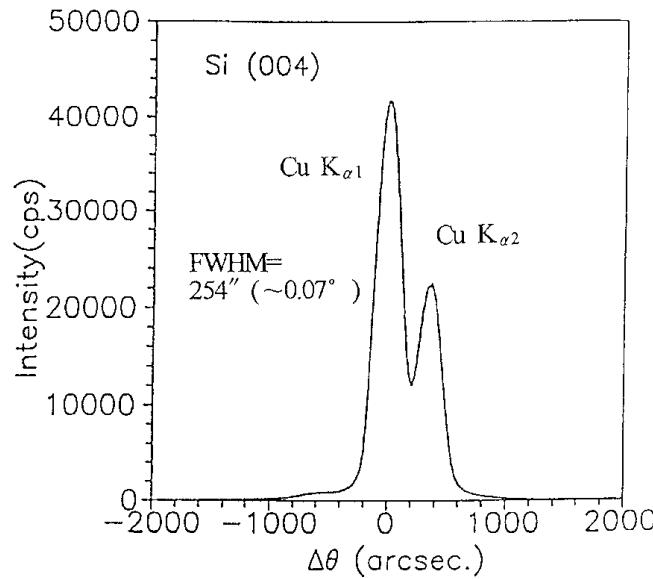


동역학 회절을 이용하여 계산한 완전 단결정의 X-선 회절피크 및 폭 (Cu K α 1 : 0.154 nm)

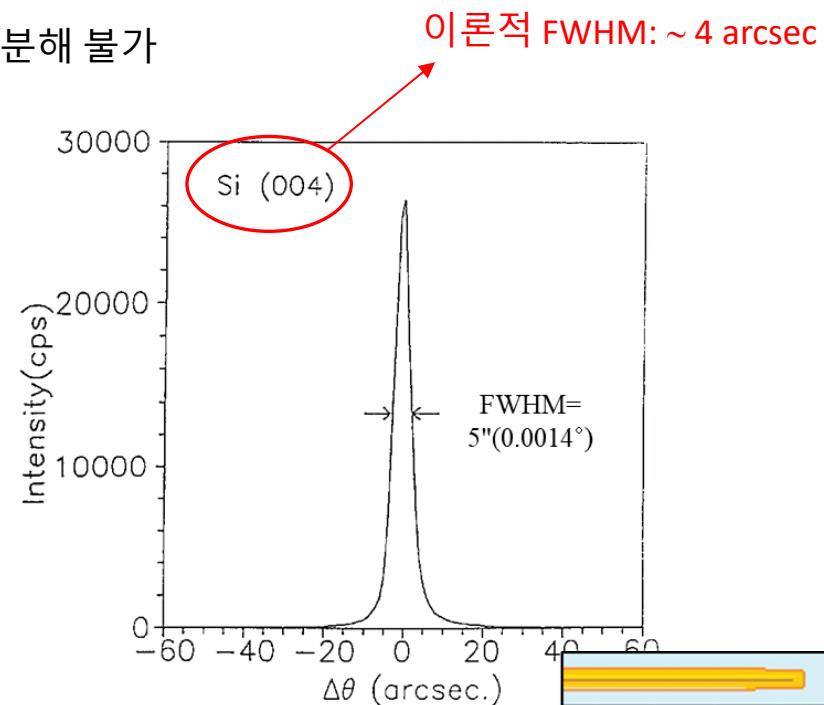
● 고분해능 XRD (High-Resolution XRD)

단결정 동역학 회절을 측정 가능한 X-선 분해능 필요

- 양호한 collimation의 일반 XRD 분해능: 약 250"
- 단결정 Si (004) 면의 동역학 회절 피크 폭 ($\sim 4''$) 분해 불가



일반 XRD의 Si (004) 로킹커브

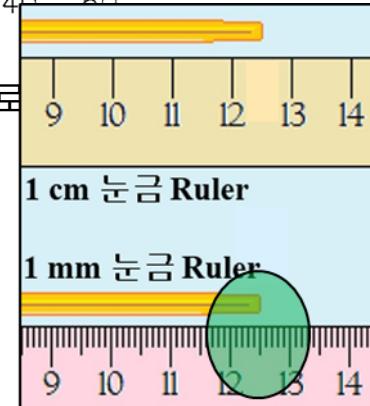


고분해능 XRD의 Si (004) 로킹커브

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



고분해능 XRD (High-Resolution XRD, HRXRD)



X-선 분해능 향상

- 입사빔 분해능 조절: 빔 conditioner

- 빔 각도 분산 (angular divergence) 조절
- 빔 파장 분산 (wavelength spread) 조절



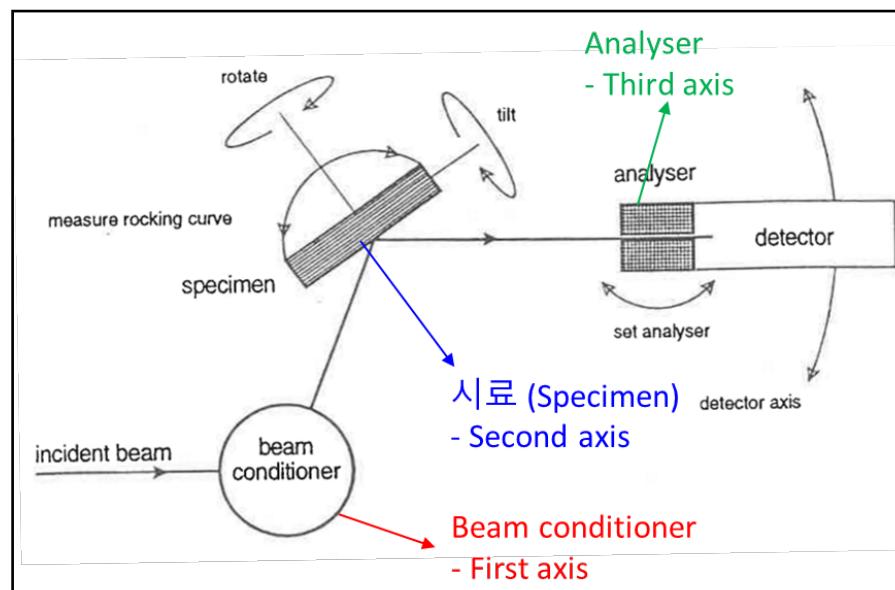
- CCC (Channel Cut Crystal)

- 회절빔 분해능 조절: Analyser

- 시료에서 나오는 산란빔의 2θ 각도 선택
 $\rightarrow 2\theta$ 각도 분해능 향상



- CCC (Channel Cut Crystal)



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)

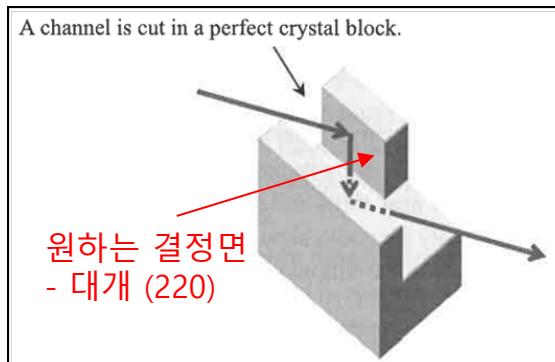
- (+n, -n) 구조의 2-bounce CCC를 거울 대칭으로 4-bounce 회절구조, (+n, -n, -n, +n) 구조

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

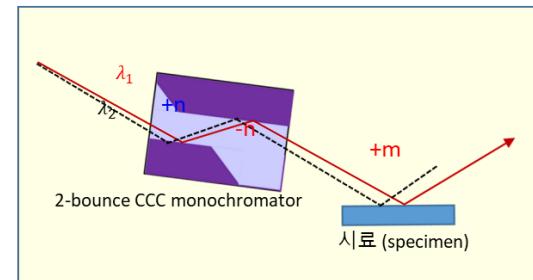
$\omega_{M(2b,4b)}$: monochromator 회절 폭

ω_s : 시료의 회절 폭

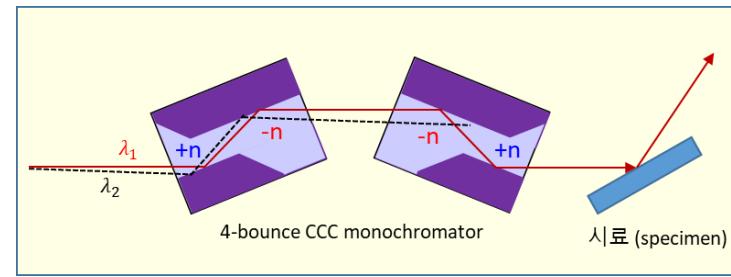
$\Delta\theta_{\lambda(2b,4b)}$: 파장분산 항



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)

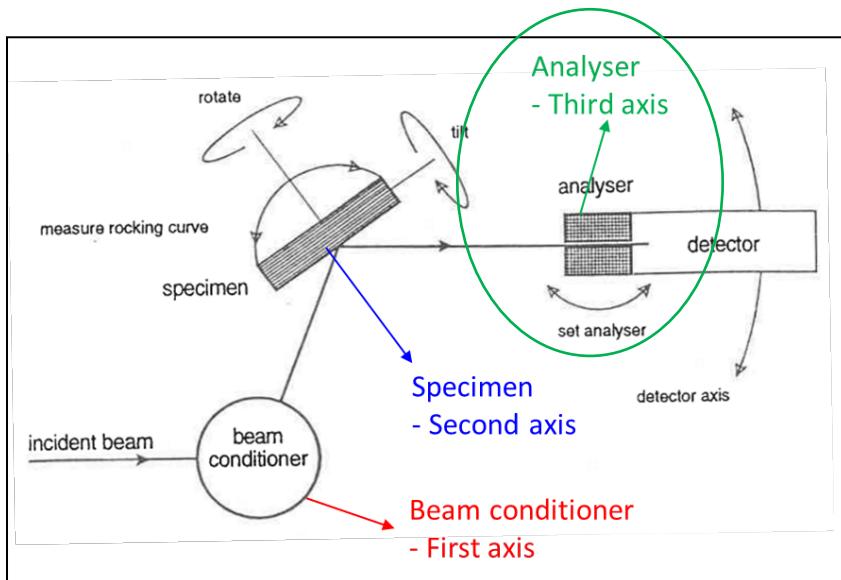
2) Analyser crystal 구조

- 2-bounce 또는 3-bounce CCC 구조

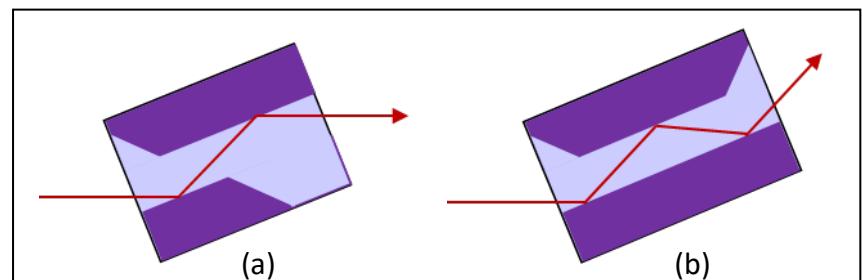
- 시료에서 나오는 회절/산란빔의 2θ 각도 선택
 $\rightarrow 2\theta$ 각도 분해능 향상
 \rightarrow 역격자 공간 좌표 선택



- 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
 \rightarrow 선택 픽셀의 크기가 작음

• 고분해능 XRD (High-Resolution XRD)

- 다중결정 광학계 (multiple crystal optics)

4) 중분해능 XRD

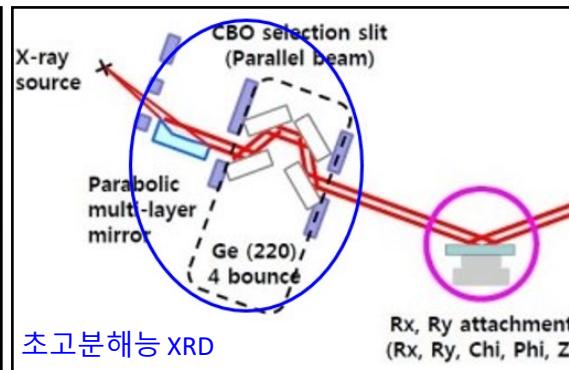
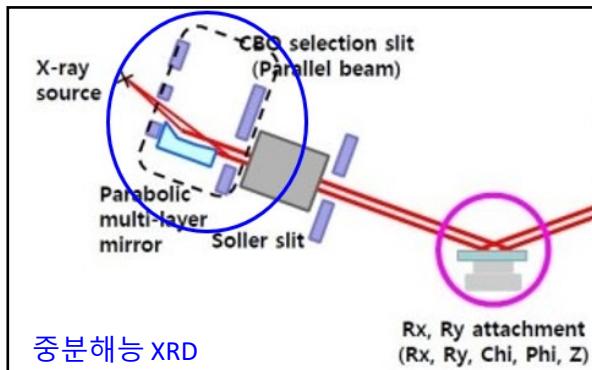
- 평행빔 X-선 mirror 만 사용 (no CCC)

5) 고분해능 XRD

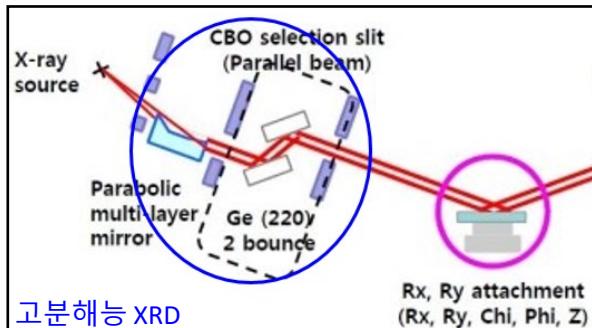
- 평행빔 X-선 mirror + 2-bounce Ge (220)/Ge (400) monochromators

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 애피증)	High resolution PB-Ge (220)x2 (Thin film (high-resolution))	3.8×10^{-4}	32 (0.009°)	10
초고분해능 XRD (SiC, Al2O3 등)	High resolution PB-Ge (400)x2		40 (0.011°)	5
	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 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)

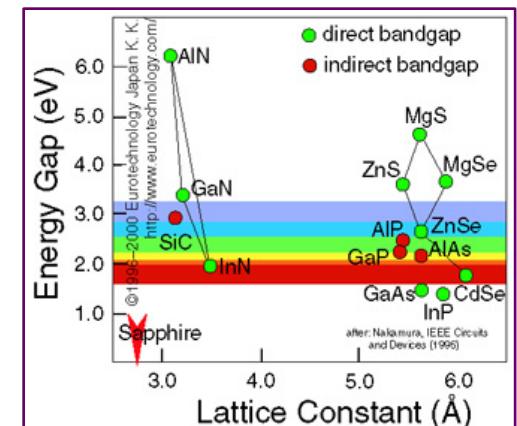
- 단결정 웨이퍼/에피층 결정품질 (crystalline quality)
- 에피층/기판 구조변수 (structural parameters): misorientation/tilt, mismatch, relaxation(격자이완), 두께, 조성, 결함 (전위밀도, 웨이퍼휨, 모자익구조 등), 배향도, 불균질성 (inhomogeneity)

→ 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

• HRXRD 로킹커브 (Rocking Curve) 측정/분석

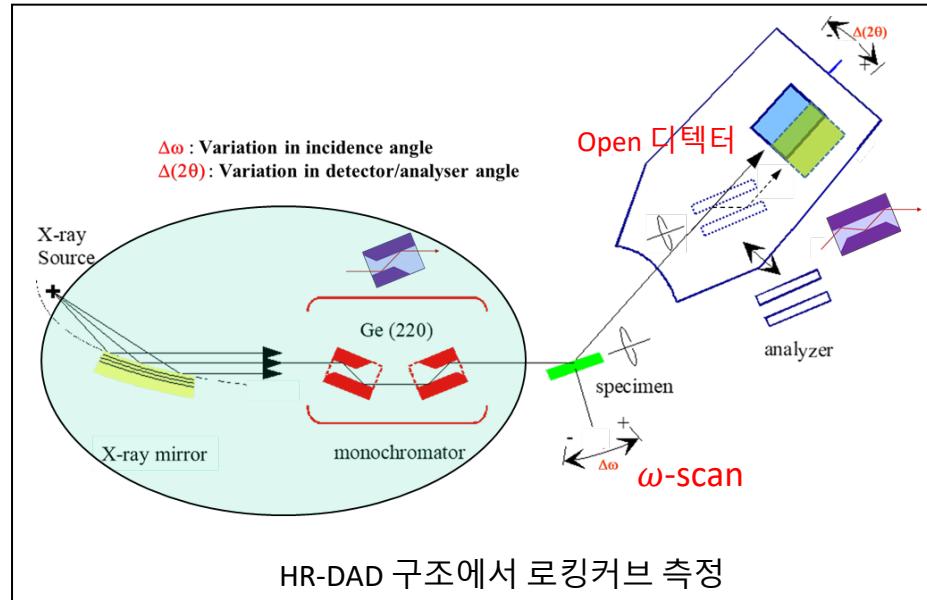
• 로킹커브 측정/분석

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

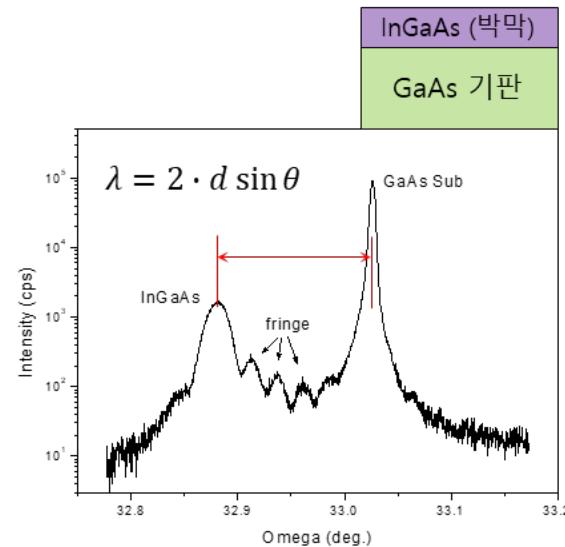
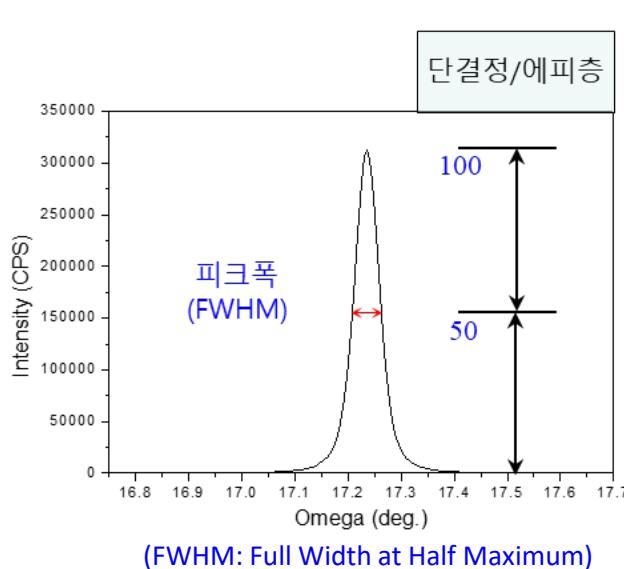
→ 단결정 또는 에피층의 구조특성을 분석하는 기본적인 측정

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



• 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

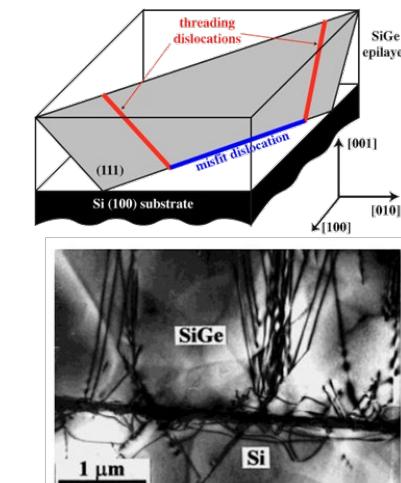
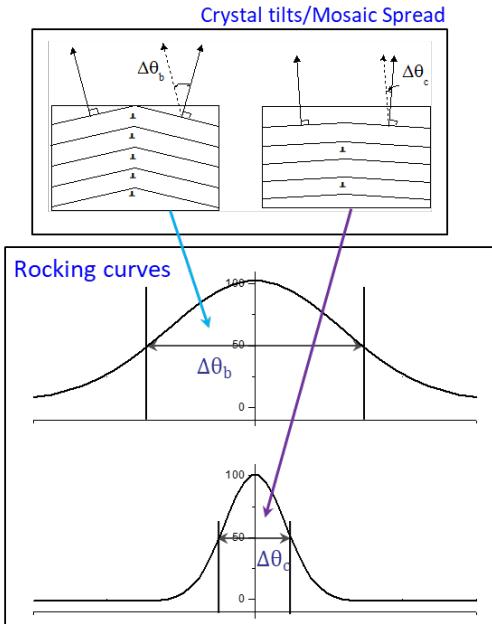
• 로킹커브 측정/분석: 피크 폭 (FWHM)

• 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

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

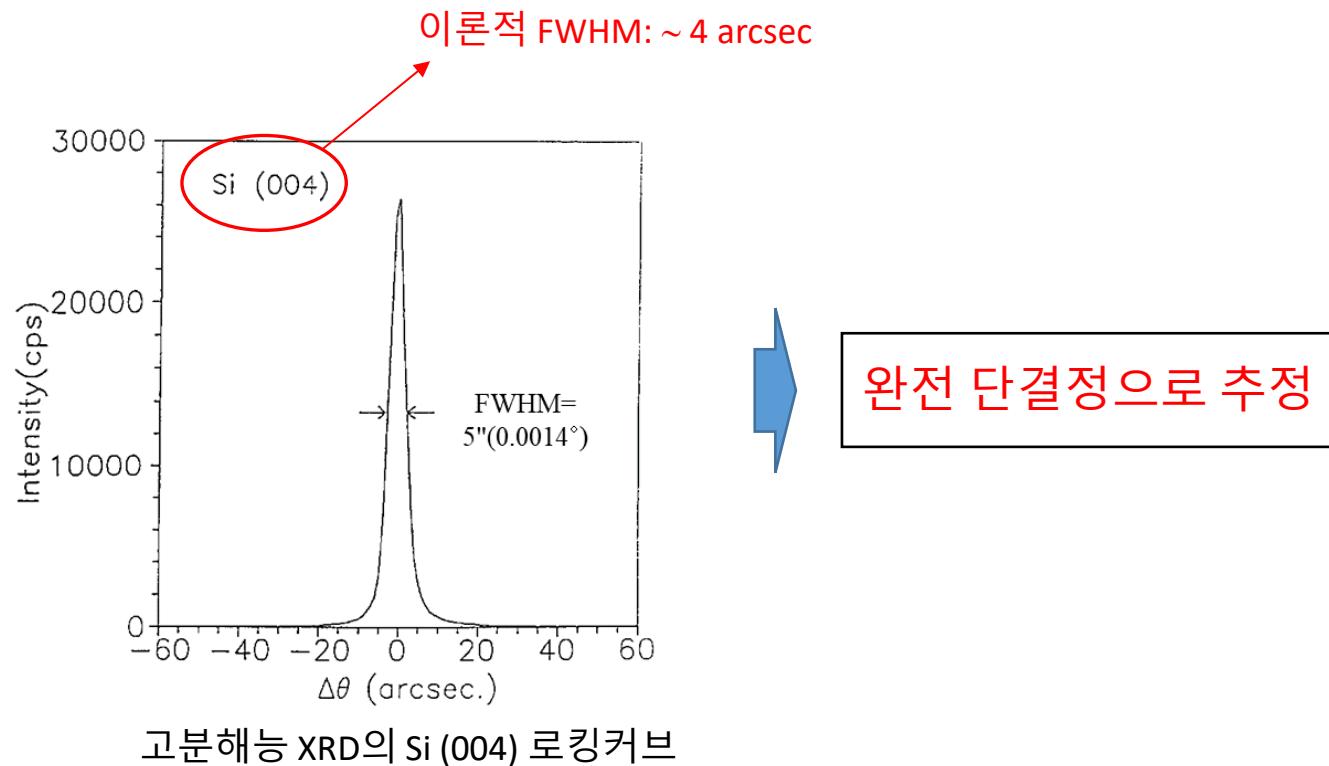
ρ : 전위밀도

β : RC의 FWHM (rad)

b : Burgers 벡터 (cm)

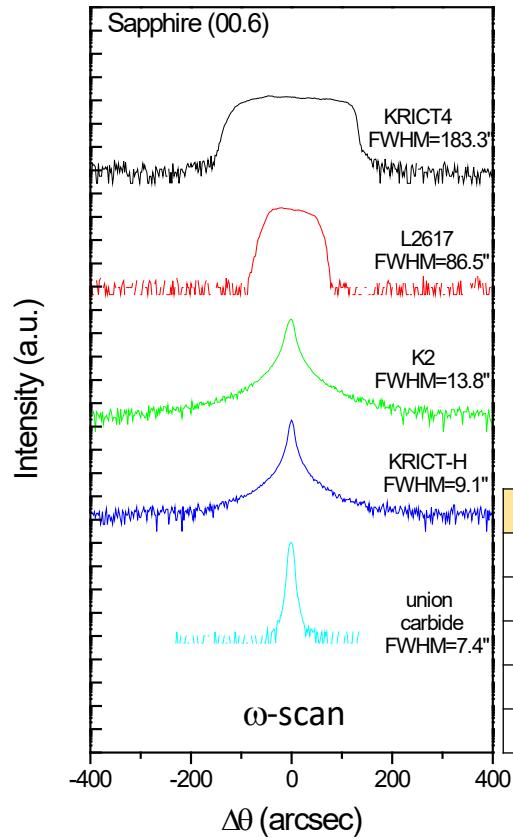
단결정 실리콘

- FWHM 5 arcsec로 이론적인 피크폭 → 완전 단결정 추정



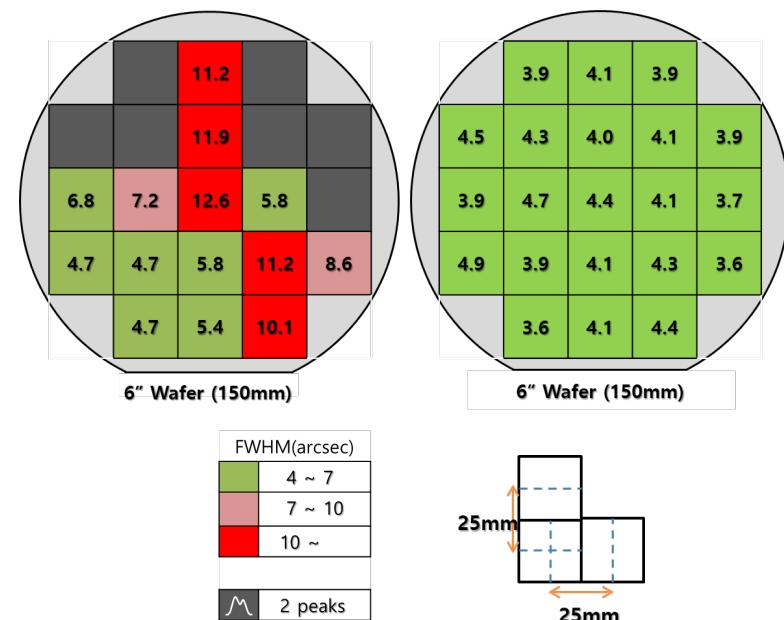
- 로킹커브 측정/분석: 피크 폭 (FWHM)

→ RC 피크폭 측정 및 결정품질 평가 예



성장 조건에 따른 사파이어 웨이퍼의 품질평가

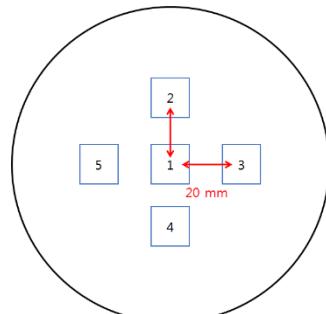
Rocking Curve 분석을 이용한
sapphire 웨이퍼의 결정품질 평가



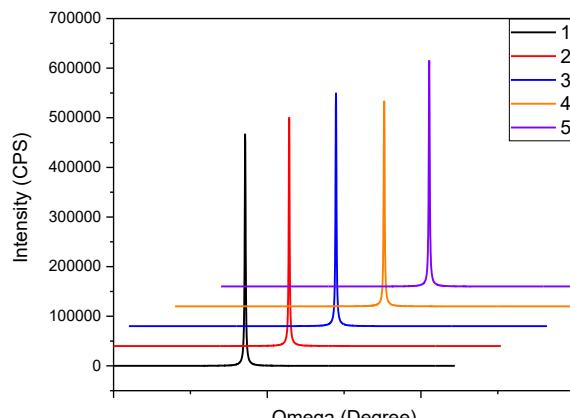
6" 사파이어 웨이퍼의 위치별 품질평가

• 로킹커브 측정/분석

→ RC 피크폭 측정 및 결정품질 평가 예: 4H-SiC 웨이퍼 (전력반도체 소재)



4H-SiC 단결정 (150 mm)

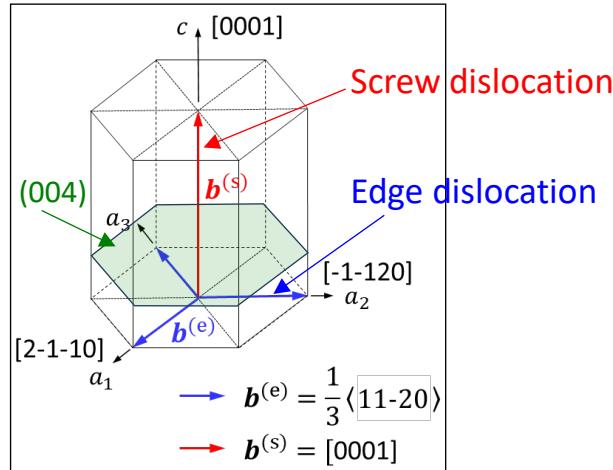


(004) Rocking Curves

측정 위치	6 inch 4H-SiC (00•4) FWHM	
	degree	arcsec
1	0.0076	27.36
2	0.0071	25.56
3	0.0078	28.08
4	0.0084	30.24
5	0.0079	28.44
평균	0.0078	27.94
표준편차	0.0005	1.70

4H-SiC 단결정의 (004) 로킹커브의 FWHM

• 로킹커브 FWHM vs 전위밀도



For SiC (hcp), Burgers vectors
of the dominant dislocation types

Hirsch's Model

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

ρ : 전위밀도
 β : RC의 FWHM (rad)
 \mathbf{b} : Burgers 벡터 (cm)

4H-SiC	\perp (e)	\perp (s)
$ \mathbf{b} $ (Å)	3.0730	10.053

For 4H-SiC (00·4) RC with FWHM=0.0078 (deg)

For SD, $|\mathbf{b}| = c = 10.053$ (Å) = 10.053×10^{-8} (cm)

$$\rho = \frac{(0.0078 \times \frac{\pi}{180})^2}{9 \times (10.053 \times 10^{-8})^2} = 2.04 \times 10^5 \text{ (/cm}^2\text{)}$$

	\mathbf{b}	ρ (/cm ²)
TSD	[00·1]	$10^2 - 10^3$
TED	$\frac{1}{3}\langle 11 \cdot 0 \rangle$	$10^3 - 10^4$
BPD	$\frac{1}{3}\langle 11 \cdot 0 \rangle$	$10^3 - 10^4$

상용 SiC 웨이퍼의
일반적인 전위밀도

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

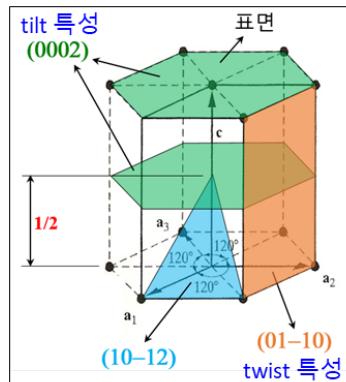
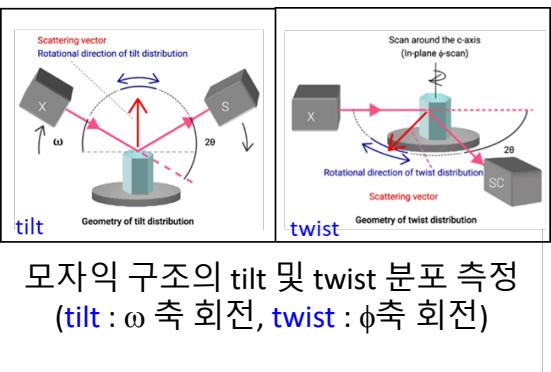
• GaN계 물질의 구조특성 분석 : Wurtzite (육방정) 구조

• 결정품질 분석

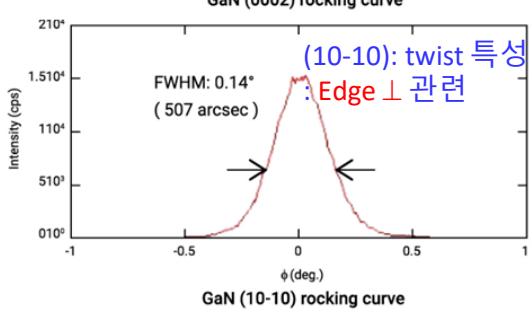
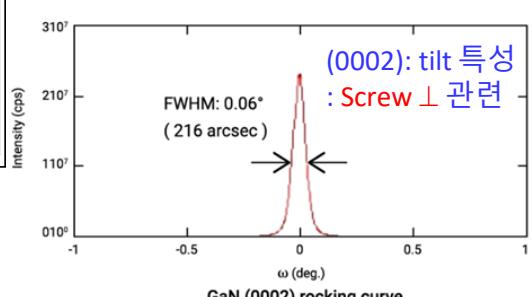
→ 표면 수직방향의 품질: 결정의 tilt 특성 ↔ 주로 (0002) 회절면 사용

표면 수평방향의 품질: 결정의 twist 특성 ↔ 주로 (01-10) 회절면 사용: In-plane XRD 이용

→ 표면 수직/수평 방향의 tilt/twist 복합 특성 ↔ 주로 (10-12), (10-15) 등의 비대칭 회절면 사용



(0001) Wurzite (육방정) 구조의
주요 RC 측정면



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

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

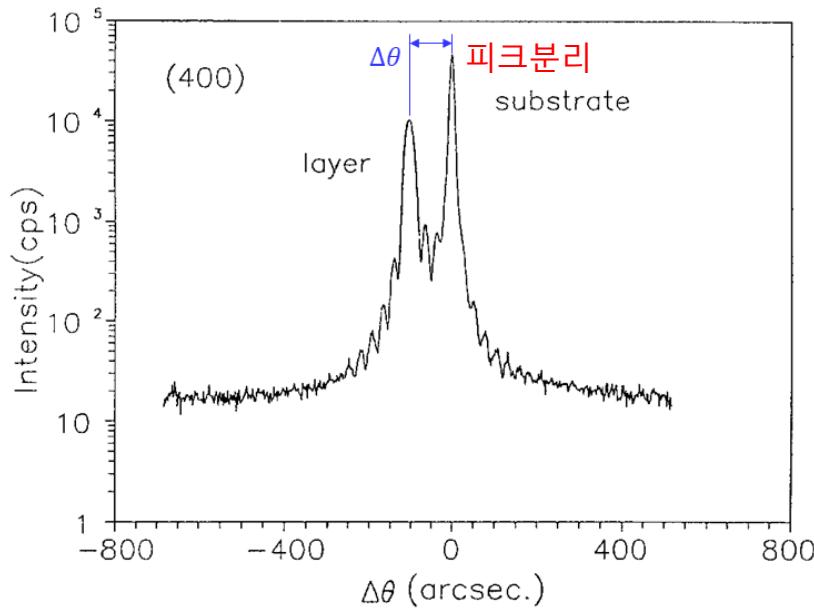
$$\rightarrow \rho = 6.60 \times 10^8 (\text{/cm}^2)$$

• 로킹커브 측정/분석: 피크 위치/간격

• 로킹커브 측정/분석

- Lattice mismatch (격자불일치)

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



(001) 표면



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

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

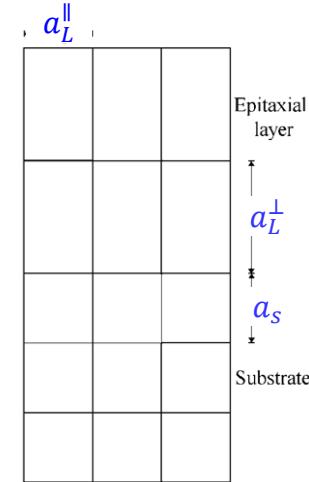
(004) 로킹커브 분석 결과

$\Delta\theta(^\circ)$	$\varepsilon^\perp(10^{-4})$	$a_L^\perp (\text{\AA})$
-104.0	7.763	5.6576

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

예: 격자 정합 유지

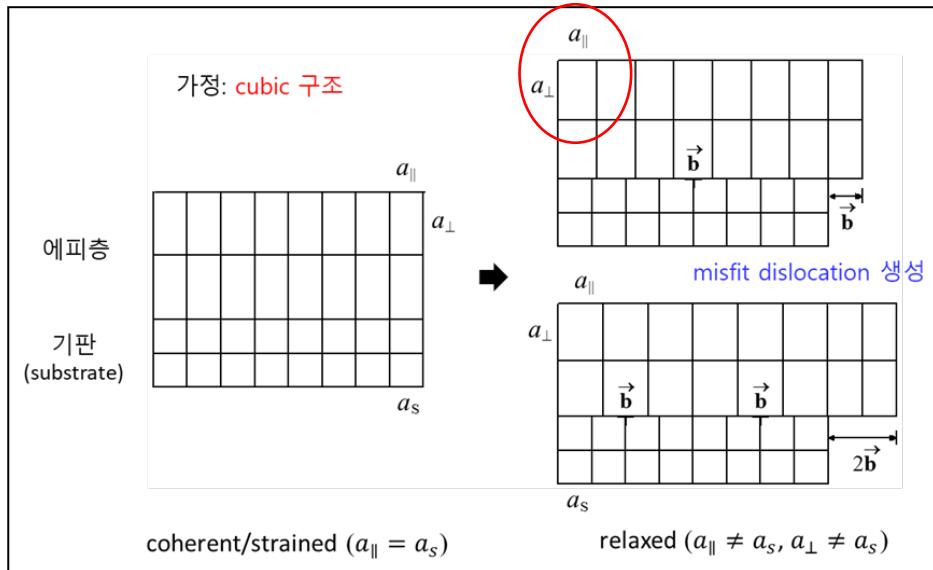
$$\rightarrow a_L^{\parallel} = a_s, a_L^\perp \neq a_s$$



• 로킹커브 측정/분석

• 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

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

(\Rightarrow 뒤의 RSM 분석에서 살펴볼 예정)

• RSM (Reciprocal Space Map) 측정/분석

• RSM (Reciprocal Space Map) 측정/분석

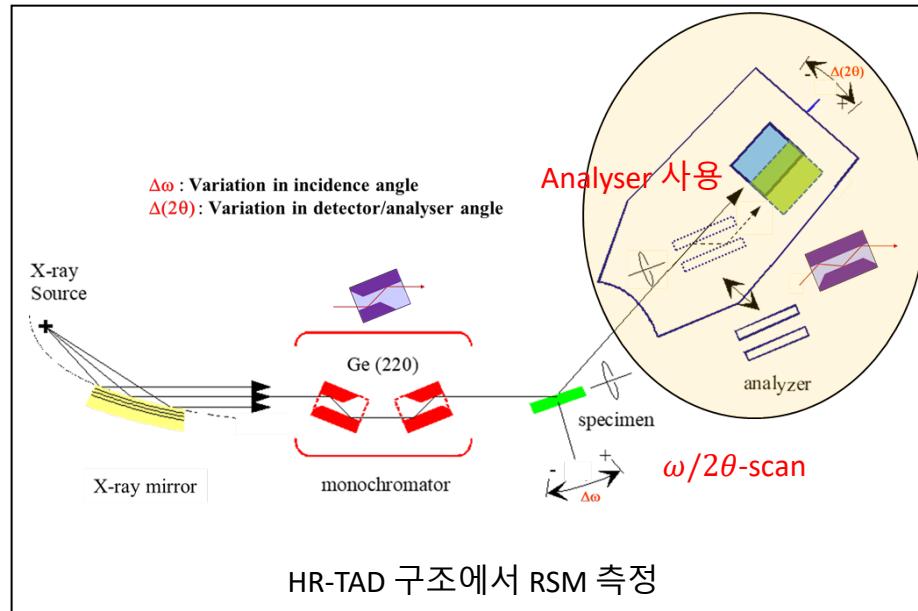
RSM : $\omega/2\theta$ -scan, 또는 $2\theta/\omega$ -scan

- 원하는 역격자 공간의 회절강도 분포 지도 (map)

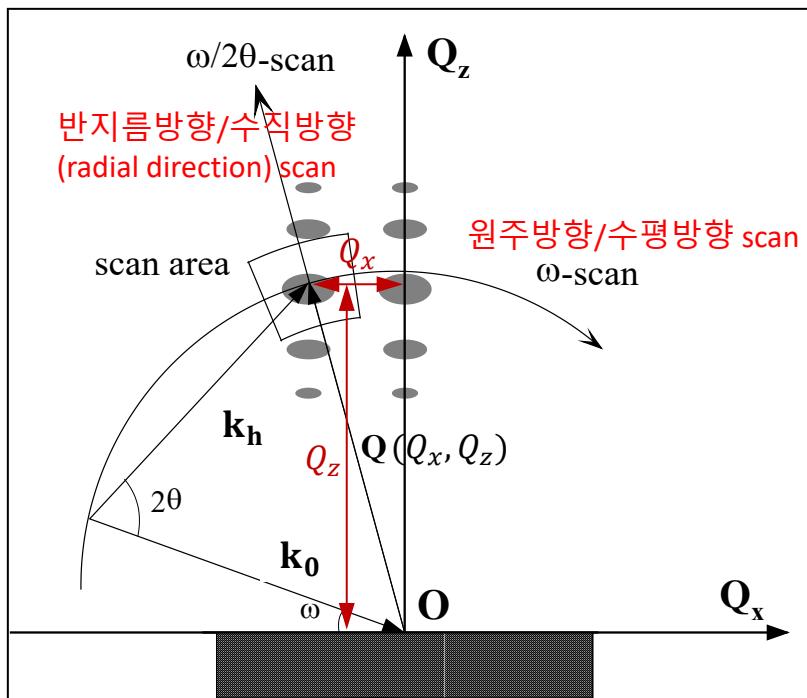
- ω offset, $\Delta\omega$ 을 변화시키면서 원하는 역격자 공간을 연속적으로 $\omega/2\theta$ scan
- 회절강도의 분포 특성을 등고선, 또는 색명암 분포로 나타냄

→ 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)



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



측정각도 ($\omega, 2\theta$) vs. 공간 좌표 (Q_x, Q_z)

ω : 입사각도

2θ : 디텍터/analyser 각도

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)

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

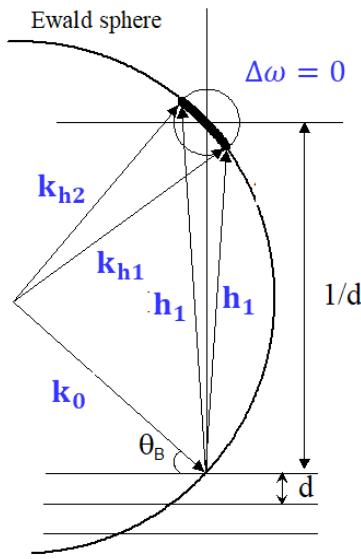
$$|Q_x|^2 = \frac{1}{d_{h00}^2} = \frac{h^2 + 0^2 + 0^2}{a^2} = \frac{h^2}{a^2}$$

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

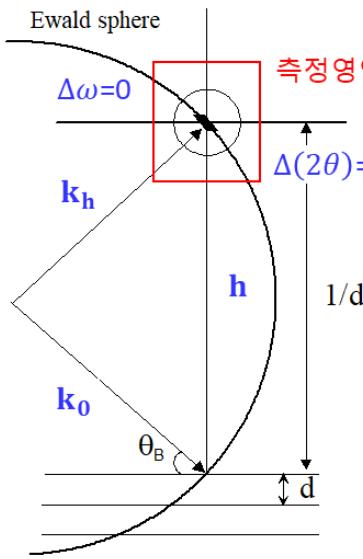
- RSM (Reciprocal Space Map) 측정/분석
- RSM 측정원리: 시료와 analyser의 최적의 Bragg 회절각 설정 후 측정

- 1) $\Delta\omega = 0$ 설정 (입사각 설정)
→ ω 를 조절, **최적의 Bragg 회절조건 설정** (rocking curve 최적 측정조건 설정과 동일)
- 2) $\Delta(2\theta) = 0$ 설정 (디텍터/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, 측정 step 설정 후 측정

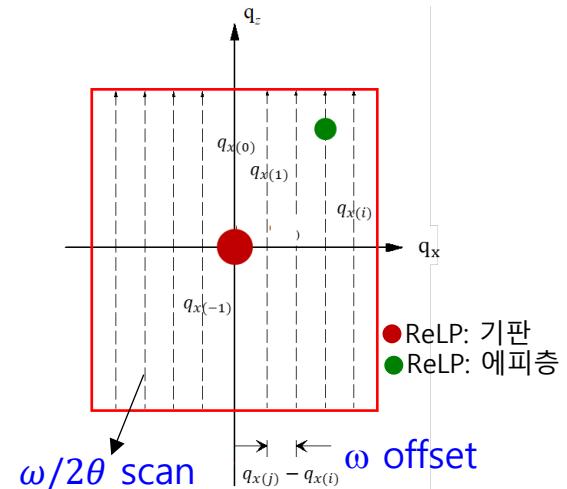
1. $\Delta\omega=0$ 설정



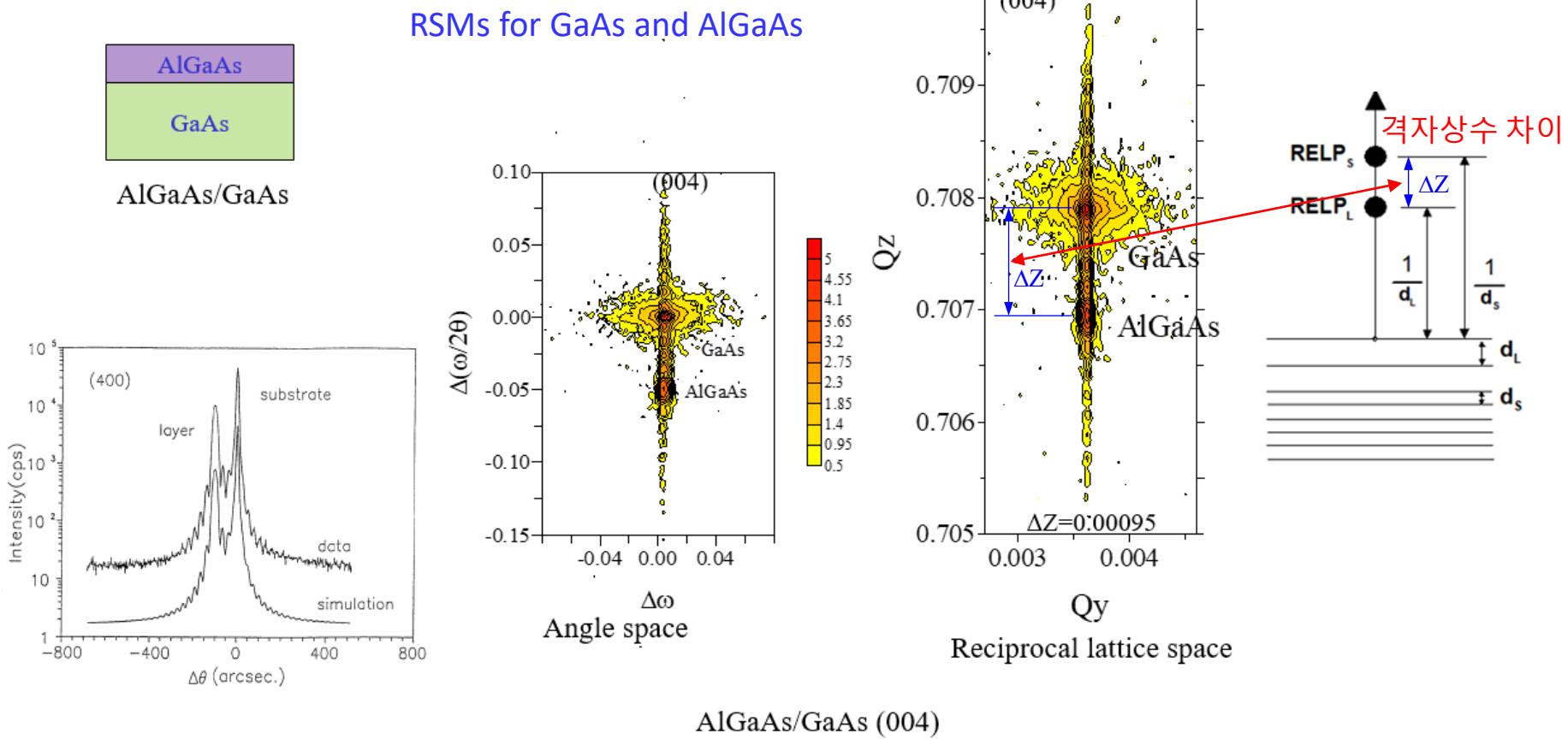
2. $\Delta(2\theta)=0$ 설정



ω offset을 δ_i 씩
연속적으로 변화
→ $\omega/2\theta$ 반복 측정



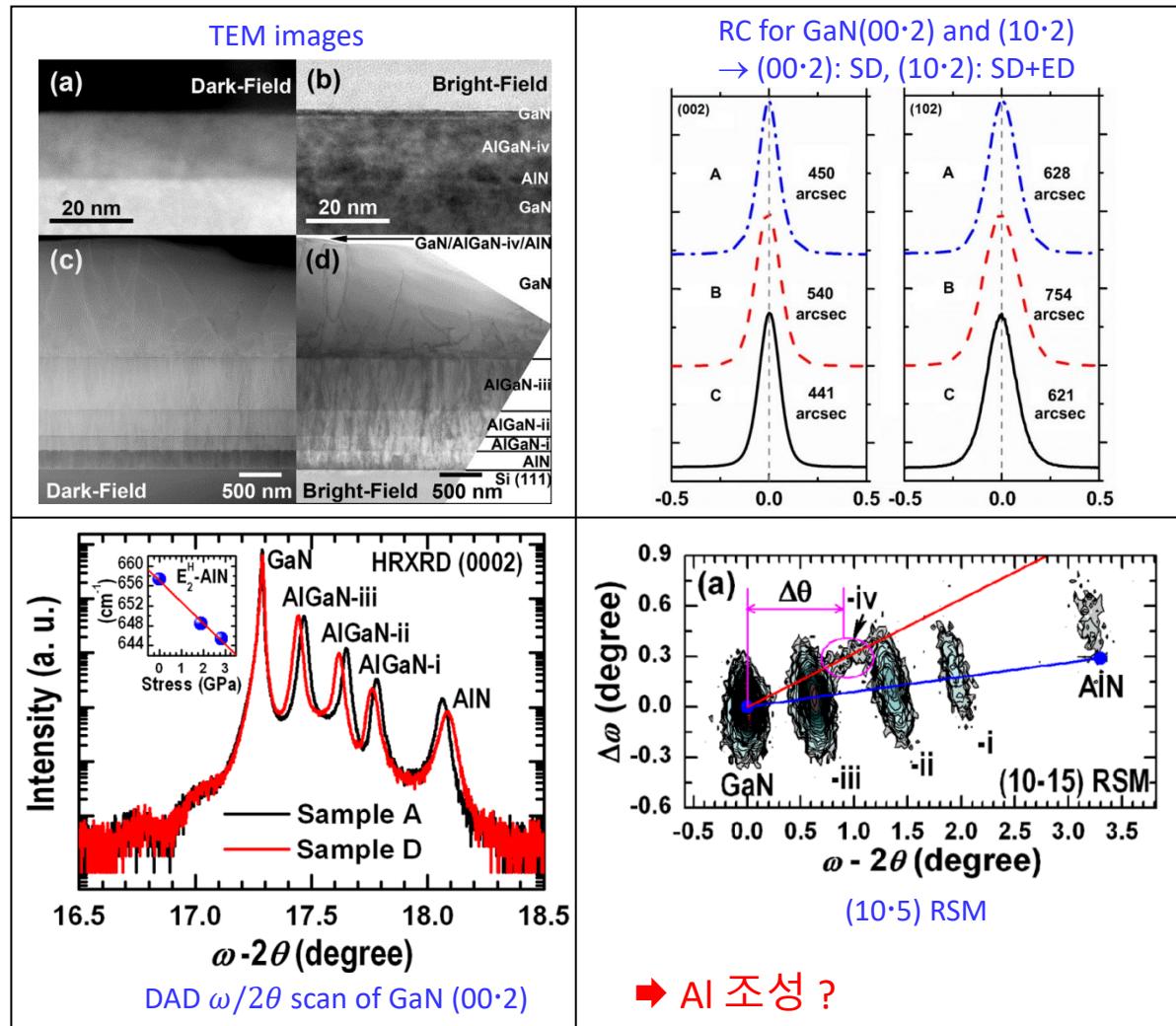
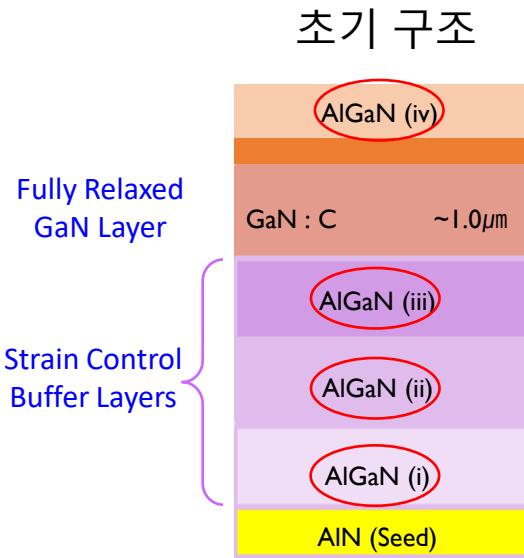
- RSM (Reciprocal Space Map) 측정/분석
- RSM 측정 원리: 등고선 또는 색명암 분포 지도 작성



• RC, RSM 측정/분석 응용: GaN계 물질 (Wurtzite 구조)

• HEMT 구조특성 분석

• GaN on Si HEMT



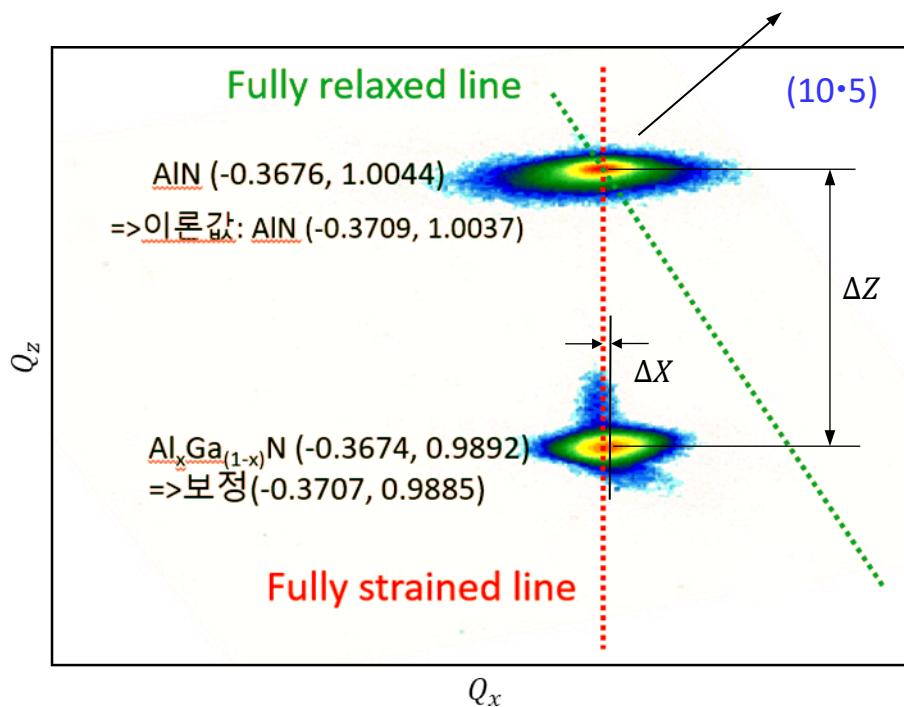
- RSM 이용 GaN계 물질의 Al 조성 분석 (wurtzite 구조)

- 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

내부 기준값(internal reference)로 활용
 ← 완전 이완 상태로 가정 (충분히 두껍게 성장)



	이론 격자상수 (Å)	
	a	c
GaN	3.1893	5.1851
AlN	3.1130	4.9816

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

- Al_xGa_(1-x)N/AlN/sapphire 에피층: (10·5) RSM

• 유용한 계산식

In hexagonal
→ d-spacing of (hkl) plane

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left(\frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2}$$

따라서,

$$Q = \frac{1}{d} = \sqrt{\frac{4}{3} \left(\frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2}}$$

$$Q^2 = Q_x^2 + Q_z^2$$

$$Q_x(l=0) = \sqrt{\frac{4}{3} \left(\frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right)}$$

$$Q_z(h, k=0) = \frac{l}{c}$$

b) AlN layer는 충분히 두꺼워 완전 이완 상태 (100% relaxation)로 자연상태의 격자상수로 가정
- AlN 이론값 좌표: internal reference로 활용

- AlN (10·5): (Q_x, Q_z)=(-0.3709, 1.0037) 이론값 좌표 이용
- Al_xGa_(1-x)N 좌표 보정값: (Q_x, Q_z) = (-0.3707, 0.9884)

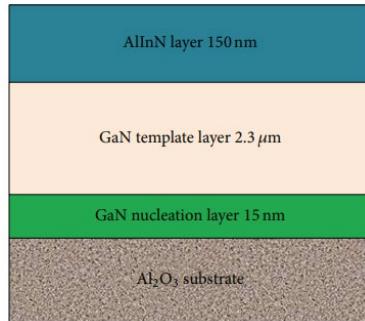
→ Al_xGa_(1-x)N 격자상수 : $a = 3.1147 \text{ \AA}$, $c = 5.0587 \text{ \AA}$

c) Al_xGa_(1-x)N의 측정 격자상수 → AI 조성 결정 (Vegard 법칙 적용)

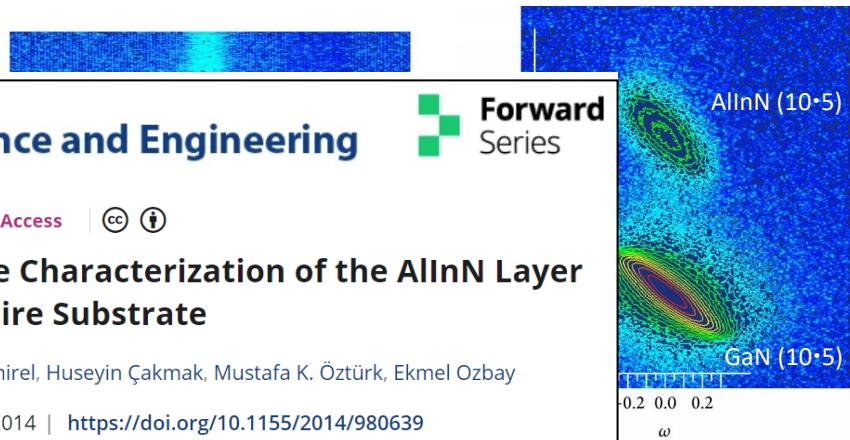
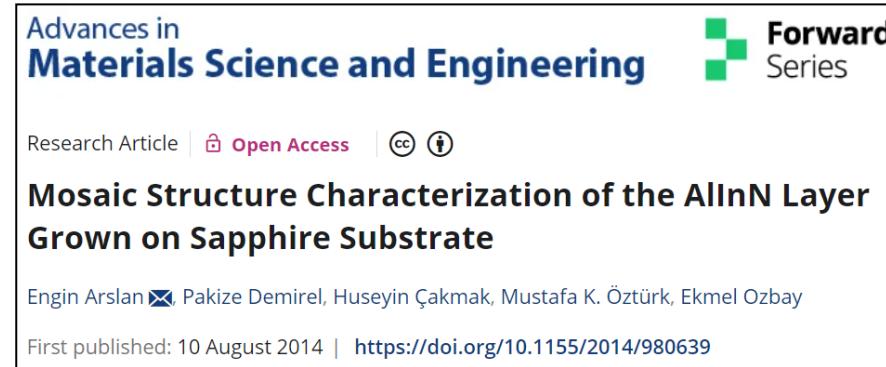
$a (\text{\AA})$	$c (\text{\AA})$	$x (\text{AI})$	$R (\%)$
3.1147	5.0582	0.716	7.75

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

- 2) $\text{Al}(1-x)\text{In}x\text{N}/\text{GaN}/\text{Al}_2\text{O}_3$ 에피층의 조성 **x** 결정
- (00·2) & (10·5) RSM 측정/분석
 - Internal reference를 GaN (10·5)로 설정



샘플: AlInN/GaN/Al₂O₃ 구조



AlInN layer				
lattice constants (\AA)				composition
a_{meas}	c_{meas}	a_0	c_0	x (In)
3.185	5.119	3.191	5.116	0.18

RSM 조성 분석 결과

● 내용

1. 박막 ?

2. High Resolution XRD: HRXRD – 전력반도체 분석 응용

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

3. X-선 저각입사 (Grazing Incidence, GI)를 이용한 박막 분석

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

4. 정리

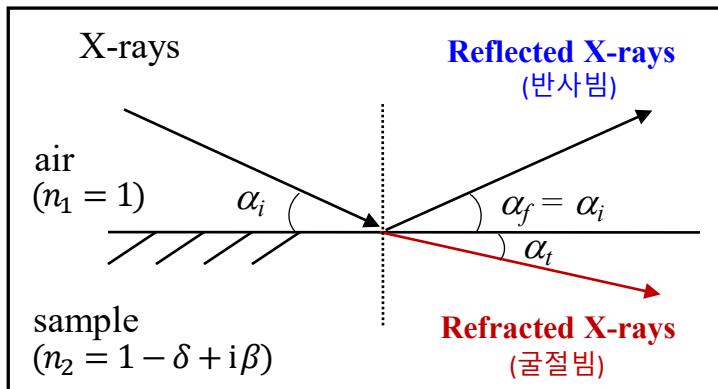
X-선 저각입사 (Grazing Incidence: GI)

- 무엇인가 ?
- 왜 사용하는가 ?
- 응용은 ?

● X-Ray Grazing Incidence의 이해 (약간의 physics)

1) X-선의 전반사 및 임계각

- 굴절율 (n)이 서로 다른 두 물질의 경계면에 저각 입사
- X-선의 굴절 (refraction)과 반사 (reflection)



α_i : 입사각

α_f : 거울반사각 (specular reflected angle)

α_t : 굴절각

굴절율(Refractive index) : n

$$n = 1 - \delta + i\beta$$

δ : Energy dispersive term
(에너지 의존 항)

β : Absorption term
(물질 흡수 의존 항)

r_e = 전자반경

ρ_e = 전자밀도

ρ_m = 밀도

μ = 흡수계수

N = Avogadro 상수

Z = 원자번호

A = 원자량

λ = X-선 파장

$$\delta = \frac{\lambda^2}{2\pi} r_e \rho_e = \frac{\lambda^2}{2\pi} r_e \left(\frac{NZ}{A} \right) \rho_m \quad (\text{여기서, } \rho_m = \frac{A}{NZ} \rho_e)$$

$$\beta = \frac{\lambda}{4\pi} \mu$$

- 대부분의 물질에 대하여,

$$\beta \ll \delta \quad (\text{예, Si: } \delta = 7.47 \times 10^{-6}, \beta = 0.18 \times 10^{-6})$$

$$\rightarrow n \cong 1 - \delta \quad (1)$$

또한,

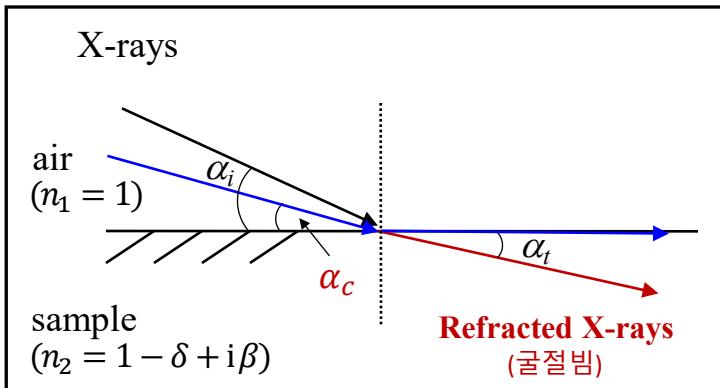
$\delta \approx 10^{-6} \rightarrow n: 1$ 보다 약간 작음
(X-선 에너지 영역)

→ X-선의 (외부) 전반사가 나타남
(전반사 – Total External Reflection: TER)

Snell의 법칙 (Snell's law)

- 굴절율 (n)이 서로 다른 두 물질의 경계면을 지날 때의 굴절의 법칙

Snell의 법칙



α_i : 입사각

α_f : 거울반사각 (specular reflected angle)

α_t : 굴절각, α_c : 임계각

주요 물질의 x-선 전반사 임계각

	Si	GaAs	Cu	Au
ρ (g/cm ³)	2.33	5.32	8.96	19.31
α_c (°)	0.22	0.31	0.41	0.57

$$n_1 \cdot \cos \alpha_i = n_2 \cdot \cos \alpha_t$$

$$1 \cdot \cos \alpha_i \cong (1 - \delta) \cdot \cos \alpha_t \quad (1)$$

굴절각 $\alpha_t = 0 \rightarrow \alpha_i = \alpha_c$

$$\Rightarrow \cos \alpha_c = (1 - \delta) \cong n_2 \quad (2)$$

α_c : 전반사 임계각 (critical angle)

→ 입사각이 임계각보다 작을 때 전반사

만약 $n_2 = 1 - \delta > 1$

→ cos 함수 성립 않음 ($|\cos \alpha| \leq 1$)

따라서 전반사가 성립하기 위해서는 $n_2 < 1$

• 우리가 사용하는 x-선 에너지영역에서는

$n_2 < 1$ 이고 따라서 전반사/임계각이 나타남

$$\alpha_c \approx \sqrt{2\delta} = \lambda \sqrt{\frac{r_e \rho_e}{\pi}} = \lambda \sqrt{\frac{NZ r_e}{\pi A} \rho_m} \quad (\text{밀도 } \rho_m = \frac{A}{NZ} \rho_e)$$

2) X-선 침투깊이 (Penetration Depth): 일반적인 경우

- X-선이 물질 속으로 침투하는 깊이

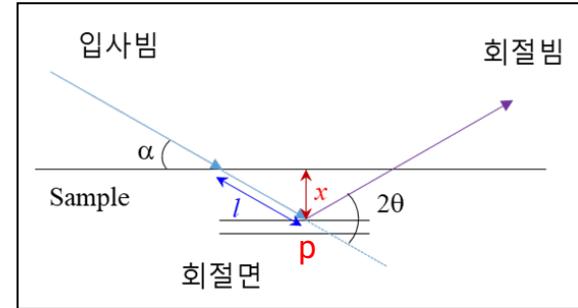
- Lambert-Beer law

$$I = I_0 \cdot e^{-\mu \cdot l} = I_0 \cdot e^{-\mu \cdot \frac{x}{\sin \alpha}}$$

(I_0 : 입사빔 강도, I : l 진행후 강도 μ : 선흡수계수)

$I/I_0 = \frac{1}{e}$ 일 때, 즉, 강도 비율이 약 36.8%일 때의 깊이

$$\rightarrow (1/e) 침투깊이 : x_t \quad \Rightarrow \quad x_t = \frac{\sin \alpha}{\mu}$$



대칭회절 구조
(α : 입사각, x : 침투깊이, l : 진행길이)

일반적으로 침투깊이는

$$x_t = c_1 \cdot \frac{\sin \alpha}{\mu}$$

($c_1 = 0.5 \sim 3$ 정도의 상수로서 침투깊이에 대한 강도비율 (I/I_0)의 정의에 의존 예, $I/I_0 = 36.8\%, 20\%, 10\%, 1\%, \dots$)

- 예를 들어, X-선의 입사각도가 45° 일 때 Silicon ($\mu = 141.14/\text{cm}$)에 대한 침투깊이는

$$x_t = 50.1 \mu\text{m} \quad (c_1 = 1) \rightarrow \text{침투깊이 정의: } I/I_0 = 1/e \text{ (36.8%)}$$

$x_t = 25.1 \mu\text{m} \quad (c_1 = 0.5) \rightarrow$ 표면으로 다시 나와서 감지되어 내부 정보를 갖고 있는 깊이: information depth

$$x_t = 230.7 \mu\text{m} \quad (c_1 \approx 4.6) \rightarrow \text{다른 침투깊이 정의: } I/I_0 = 0.01 \text{ (1%)}$$

3) X-선 침투깊이 (Penetration Depth): GI 경우

- X-선이 $\alpha_i \sim \alpha_c$, 즉 임계각 근처로 입사(grazing Incidence) 될 때
→ 더 이상 Lambert-Beer 법칙이 적용되지 않고
→ $\alpha_i \sim \alpha_c$ 에서의 침투깊이 :

$$x_t = \frac{\lambda}{\sqrt{2}\pi} \left\{ \sqrt{(\alpha_i^2 - \alpha_c^2)^2 + 4\beta^2} - (\alpha_i^2 - \alpha_c^2) \right\}^{-1/2}$$

- 임계각 부근에서 입사각 변화에 따른 침투깊이는 경계면에서의 X-선 굴절, 반사 및 흡수의 영향으로 급격하게 변화 (그림)

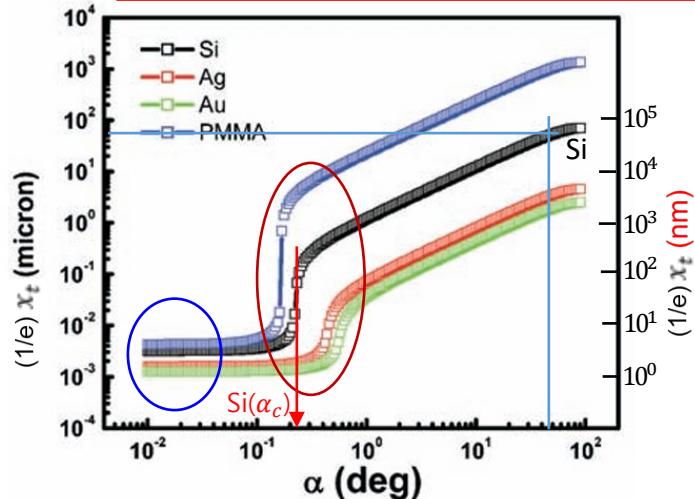
- i) $\alpha_i \leq \alpha_c$: X-선이 내부 깊이 침투하지 못하고 표면에 평행하게 진행
→ “evanescent wave”: 얇은 깊이에서의 표면진행파*
→ $\alpha_i \sim \alpha_c$ 때, Si에서의 침투깊이: 수 nm – 수십 nm

입사각 α_i 가 0 수렴 : $x_t = \lambda/(2\pi\alpha_c) = 1/\sqrt{4\pi r_e \rho}$ 로서
→ 대부분의 물질에 대해 $x_t \sim 5 \text{ nm}$ (수 nm)
→ Near-surface region (표면부근)에서의 X-선 산란

- ii) $\alpha_i > \alpha_c$: 입사각에 따라 침투깊이가 급격히 증가, 흡수계수에 의존
→ Lambert-Beer 법칙에 접근
→ $\alpha_i = 45^\circ$, Si의 X-선 침투깊이는 약 $50 \mu\text{m}$

(*참고: 표면진행파는 evanescent wave의 이해를 돋기 위한 설명이고 정확한 물리 용어가 아님)

For Si, 입사각= $0.223^\circ (\alpha_c)$ 때,
Lambert-Beer 법칙의 침투깊이
 $x_t \cong 275 \text{ nm}$



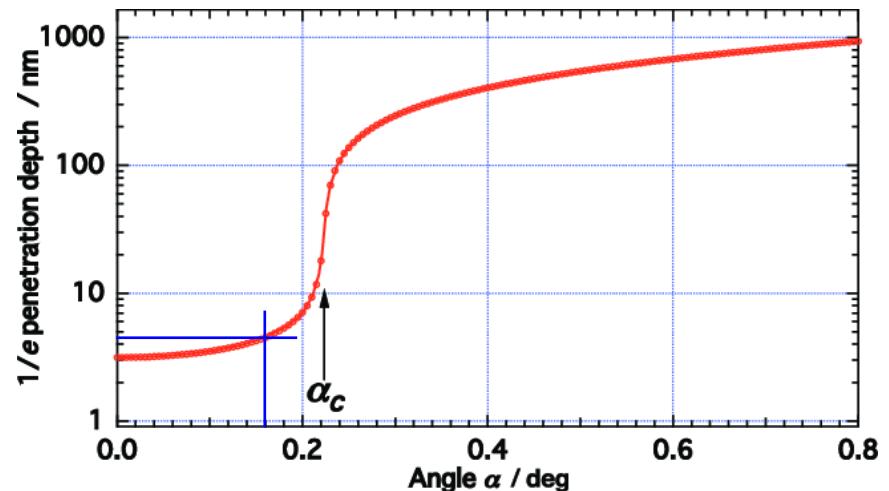
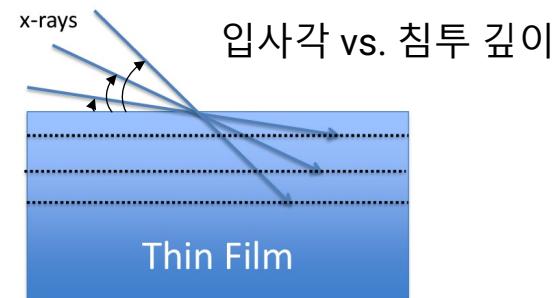
나노두께 영역의 박막 측정에서
Grazing Incidence를 이용하는 원리

→ GID, In-plane, XRR, GI-SAXS
(Surface sensitive X-ray diffraction
& scattering)

X-선 침투깊이 (Penetration Depth)

입사각 α_i 의 변화에 따른 X-선 침투깊이의 변화
→ Silicon 경우 (근사값)

α_i (°)	x_t (nm)
1.00	1200 (1.2 μm)
0.80	950
0.40	410
0.22	30
0.16	~ 4.5



입사각 α_i vs. X-선 침투깊이($1/e$) (Silicon, Cu K α)

(K. Omote, J. Phys.: Condens. Matter 22 (2010) 474004)

● 박막측정 X-선 광학계 (X-Ray Optics for Thin film meas.)

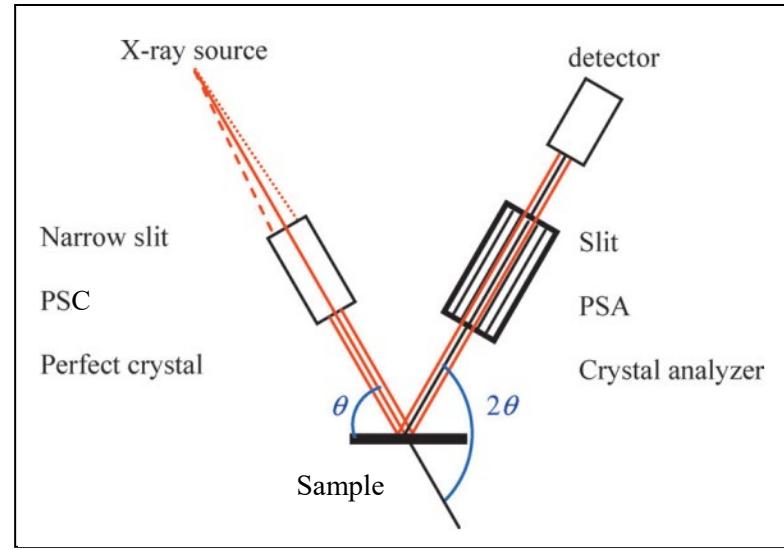
1) 평행빔 광학계 (Parallel beam (PB) optics)

- 평행빔(PB) 광학계

- 샘플 앞에 좁은 슬릿, PSC, 단결정 등을 사용
- 샘플 뒤에도 좁은 슬릿, PSA, 분석단결정 등을 사용
- **분산하는 입사빔에서 평행빔만을 선택 사용**

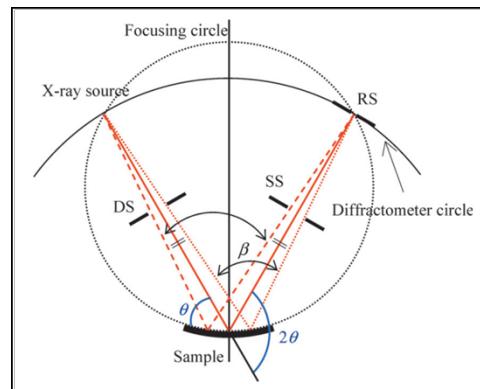
→ 평행빔 광학계는 BB 광학계와는 달리
초점 왜곡 요인 (aberrations)들이 크게 줄어들어
정확한 회절각도 (accurate diffraction angle)와
양호한 peak profile 얻음

- 대칭회절 측정 뿐 아니라 비대칭회절 측정,
잔류응력 측정에도 사용 가능



평행빔 (PB) 광학계
(PB optics)

PSC: Parallel Slit Collimator
PSA: Parallel Slit Analyser



분말 측정용 초점 광학계
(BB focusing optics)

T. Mitsunaga, Rigaku J. 25(1), 7 (2009)

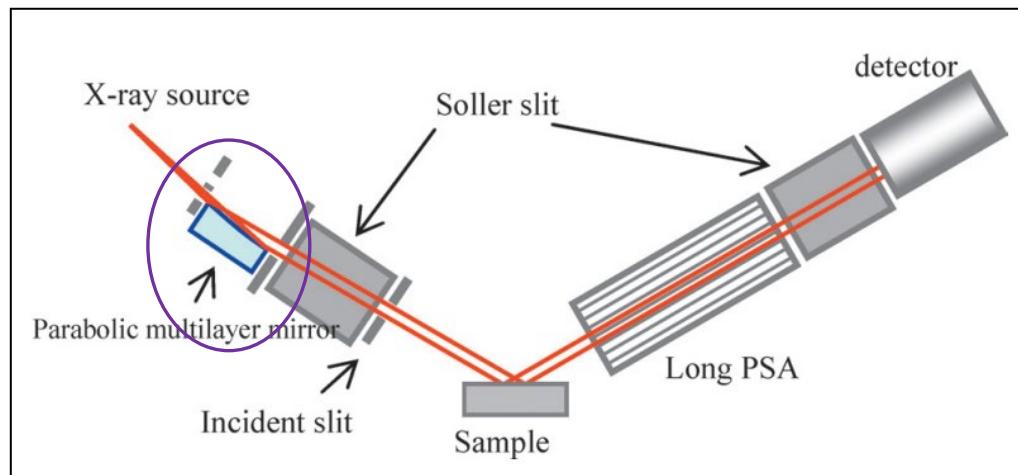
1) 평행빔 광학계 (Parallel beam (PB) optics)

- 평행빔 (PB) 광학계의 Intensity 감소 및 보강

- 좁은 슬릿이나 단결정 collimator 등에 의해 얻은 평행빔(PB)은 분산빔에 비해 강도가 매우 낮고 다결정 박막 또는 분말 샘플을 측정하기에는 부적합 (에피박막이나 강한 우선방위 샘플은 측정 가능)

- 고강도의 평행빔 X-선 mirror 사용

- 분산하는 입사빔을 고강도의 평행빔으로 변환



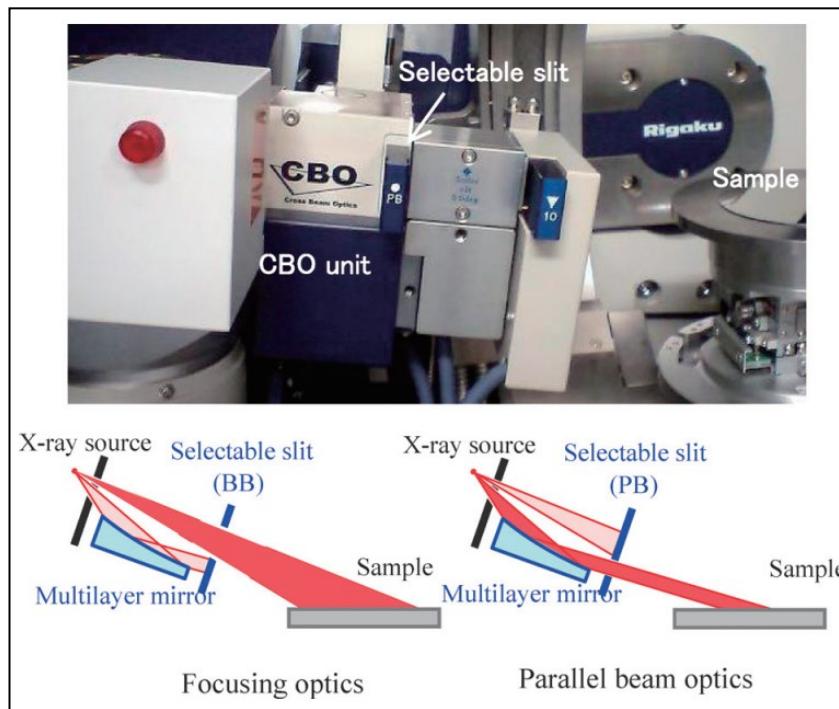
X-선 mirror를 사용하는 고강도 평행빔 (PB) 광학계

T. Mitsunaga, Rigaku J. 25(1), 7 (2009)

● 박막측정 X-선 광학계 (X-Ray Optics for Thin film meas.)

2) 초점 광학계 및 평행빔 광학계 전환 (SmartLab of RIGAKU)

- 고급 (Advanced) Cross Beam Optics (**CBOTM**) 사용
 - CBO는 분산빔과 평행빔을 동시에 발생하고
 - 선택 슬릿을 이용하여
 - BB 광학계 (분말 측정)와 PB 광학계 (박막 측정)를 손쉽게 전환



CBO를 사용한 구조 개략도 및 BB, PB 광학계 교체 개념도

T. Mitsunaga, Rigaku J. 25(1), 7 (2009)

● 박막 측정법: Out-of-plane/In-plane XRD

- Out-of-plane XRD

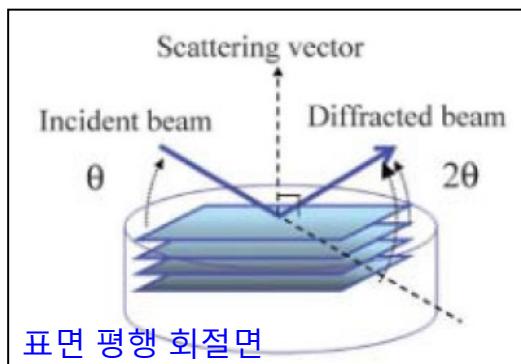
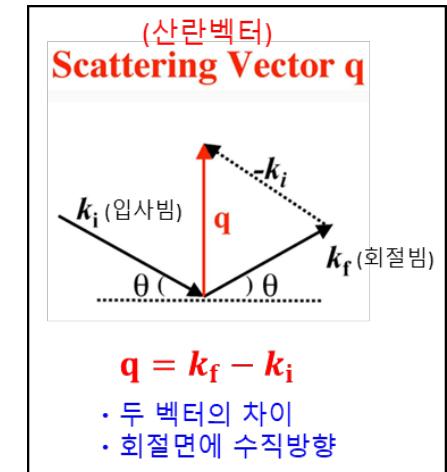
- 분말, Bulk, 박막 등의 측정에서 표면에 평행, 또는 경사진 회절면 측정

- In-plane XRD

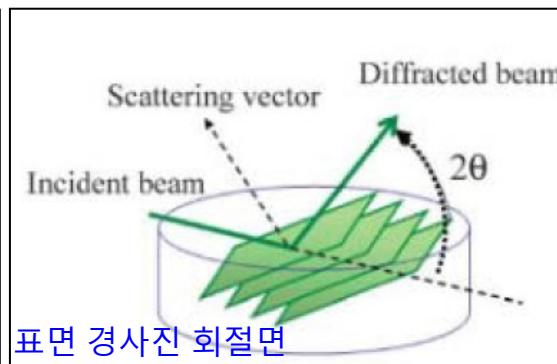
- (초)박막에서 표면에 수직한 회절면 측정

- Out-of-plane 및 In-plane 회절 측정

- 측정면의 수직방향 (scattering vector 방향)이 표면에 포함되는 경우를 In-plane,
그렇지 않은 경우를 Out-of-plane 회절 측정

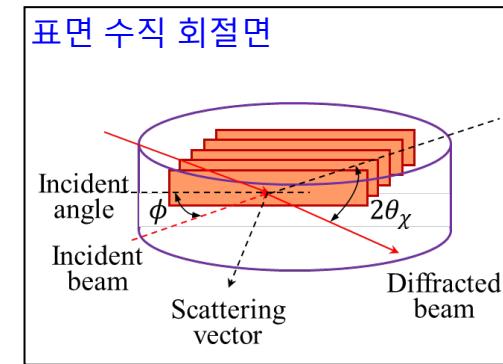


(a) symmetrical reflection



(b) asymmetrical reflection

Out-of-plane XRD



In-plane XRD

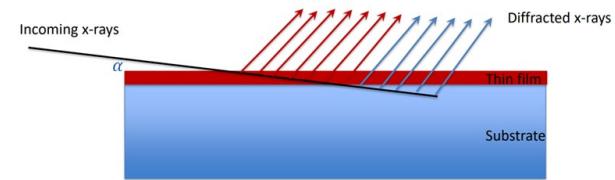
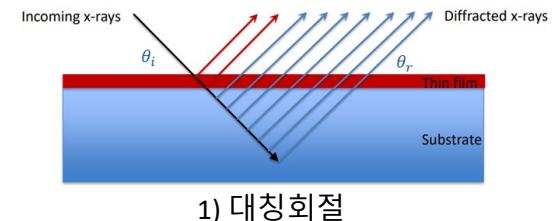
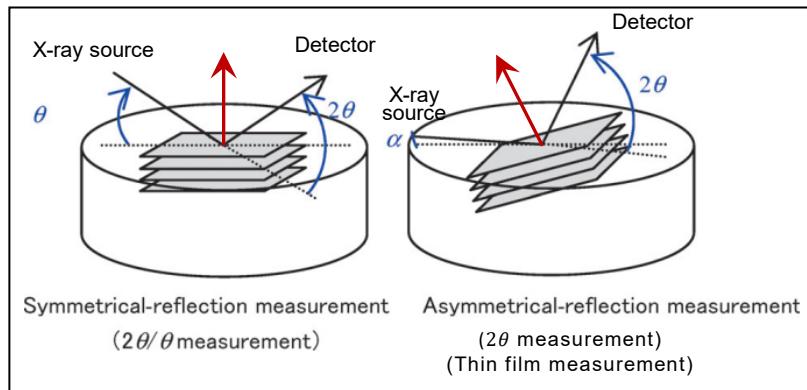
(S. Kobayashi, Rigaku Journal, 26(1), 2010)

• Out-of-plane XRD

• Out-of-plane Diffraction 측정

1) 대칭회절 측정 (Symmetrical reflection measurement)

- 입사각이 반사각 ($\theta_i = \theta_r$)과 동일한 일반적인 $2\theta/\theta$ 측정
- 표면에 평행한 회절면 측정 → 표면 수직방향 (깊이 방향)의 특성 정보
- θ 가 큰 경우(수십 degree) X-선의 침투깊이는 수십 μm 가 됨
- 따라서 얇은 박막의 경우, 박막두께 (< 수십나노)에 비해 침투깊이가 길어 박막 피크에 비해 기판 피크의 강도가 매우 큼



2) 비대칭회절 측정 (Asymmetrical reflection measurement)

- 입사각 α_i 를 저각으로 고정, 2θ 축만 scan
- 표면의 경사면 측정 → 경사면에 수직방향의 특성 정보
- X-선 침투깊이가 $2\theta/\theta$ 측정에 비하여 크게 낮아지고 박막회절 피크가 상대적으로 증가

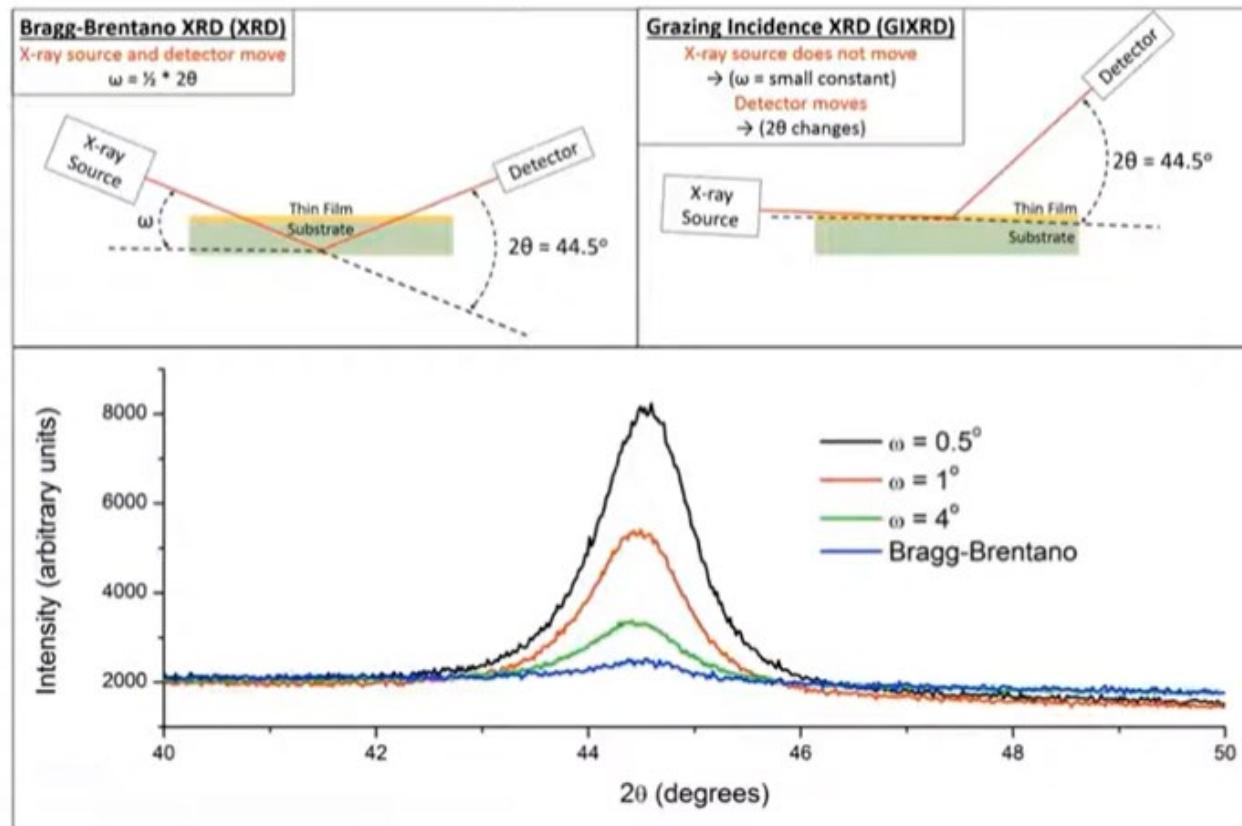
→ 박막측정 (Thin film measurement), GID, GI-XRD 등 다양한 이름

(입사각 α_i 가 임계각 α_c 와 비슷한 각도영역의 비대칭회절 측정을 특히 GI-XRD라는 문헌이 多)

• GI-XRD (GID)

2) GID/GI-XRD (비대칭회절 측정, 박막 측정)

- 입사각 α_i 를 저각으로 고정, 2θ 축만 scan
- X-선 침투깊이가 $2\theta/\theta$ 측정에 비하여 크게 낮아지고
박막회절 피크가 상대적으로 증가



GI-XRD의 설정 입사각 ($\omega=\alpha_i$) 변화에 따른 회절강도 변화

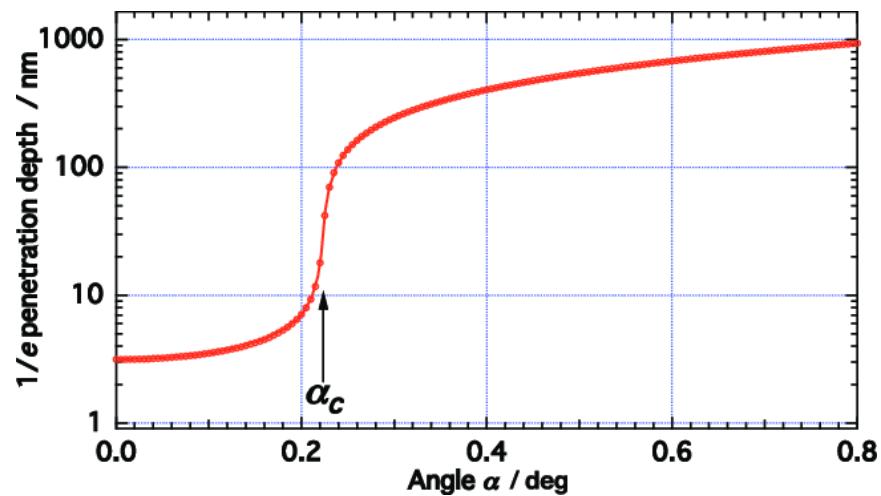
Grazing-incidence XRD (GI-XRD)
- JIAM Diffraction Facility

2) GID/GI-XRD

- 입사각 α_i 를 저각으로 고정, 2θ 축만 scan
- 입사각 α_i 에 따라 X-선 침투깊이가 달라지고
- 박막 두께 등을 고려하여

→ 적절한 입사각 α_i 선택 필요

α_i (°)	x_t (nm)
1.00	1200 (1.2 μm)
0.80	950
0.40	410
0.22	30
0.16	~ 4.5



입사각 α_i vs. X-선 침투깊이 ($1/e$) (Silicon, Cu K α)

박막 깊이에 따른 구조특성 분석 (Depth Structural Profiling)
→ 상변화 분석, structure 변화, strain...

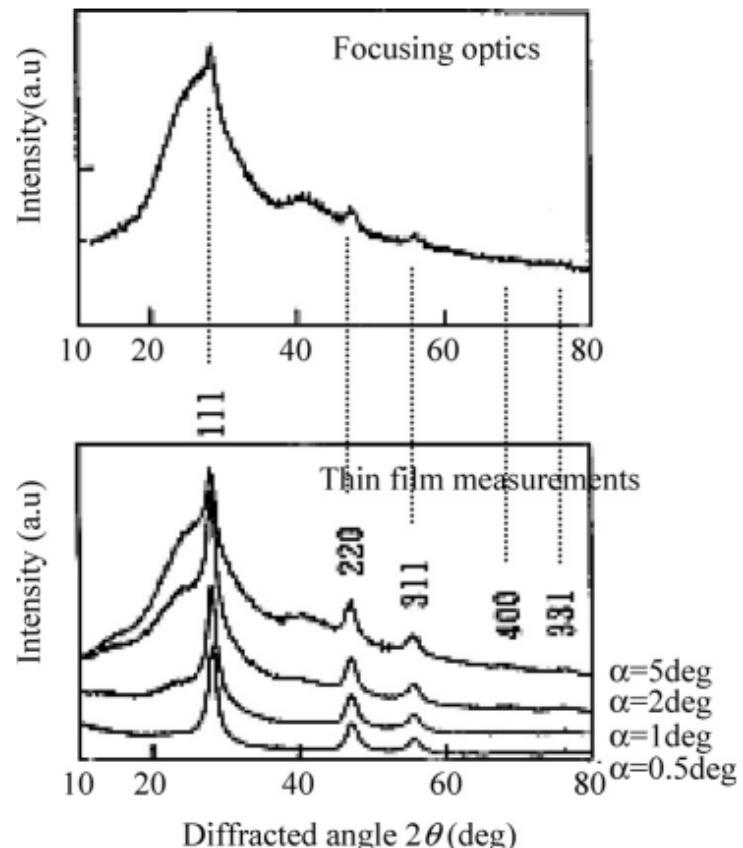
• Out-of-plane XRD: GID/GI-XRD

측정 예:
대칭회절 및 비대칭회절 (GID) 이용



- Poly Si/Glass, 두께=10 nm
- BB/PB 광학계 이용
- 대칭, 비대칭 회절 측정

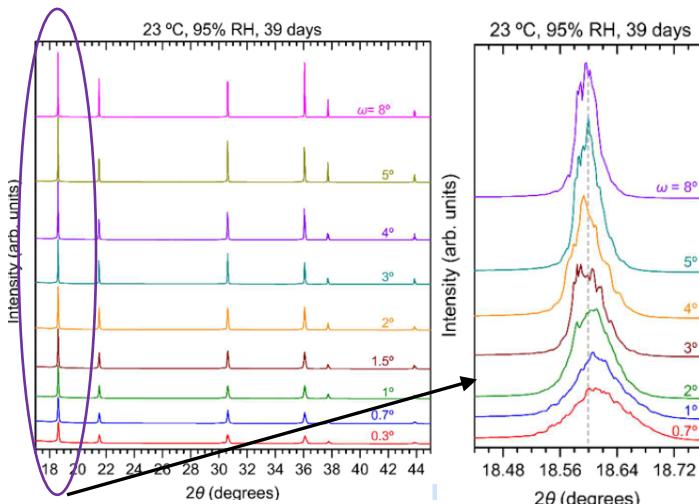
- 그림 위): 대칭회절 측정 ($2\theta/\theta$ 측정)
 - 비정질 유리피크에 의한 강한 background
 - + 다결정 Si의 약한 회절피크가 중첩되어 나타남
- 그림 아래): 비대칭회절 측정 (2θ 측정, GID)
 - 입사각 α 에 따른 측정 결과 비교
 - α 가 작을 수록 비정질 피크의 강도가 줄어들고 다결정 Si 피크가 점점 뚜렷해짐



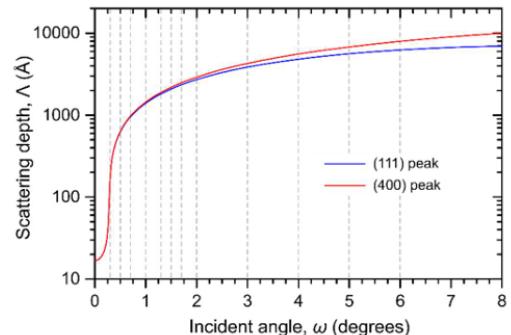
측정 예:
GID / GI-XRD 측정

UO_2

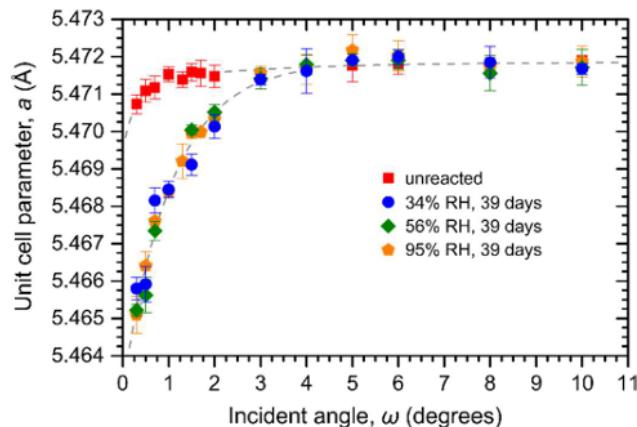
- Bulk UO_2 의 습도/공기 중 산화특성 조사
- 방사광 PB 광학계 이용
- GI-XRD (비대칭 회절) 측정
- 입사각 변화에 따른 회절패턴 얻음



입사각 변화 vs. 회절 패턴



UO_2 의 입사각에 따른 침투깊이의 변화



입사각 vs. 격자상수 변화



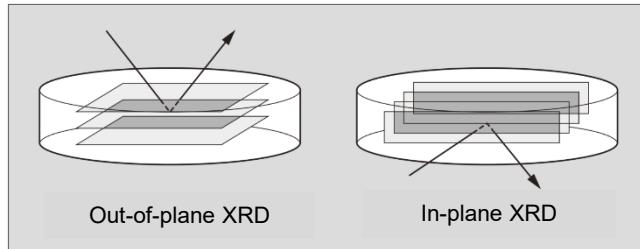
- 입사각의 변화에 따른 surface sensitive GI-XRD 측정
 - 입사각에 따른 2θ 피크의 각도 변화 측정
 - 표면에서의 깊이에 따른 격자상수 변화 특성을 분석

C.L. Tracy et. al, J. of Nuclear Materials 502, 68-75 (2018)

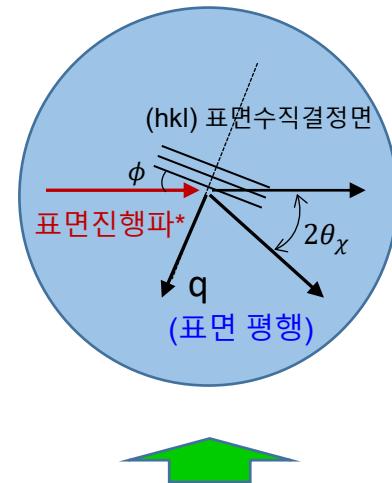
• In-plane XRD

• In-plane XRD

- (초)박막에서 표면에 수직한 회절면 측정

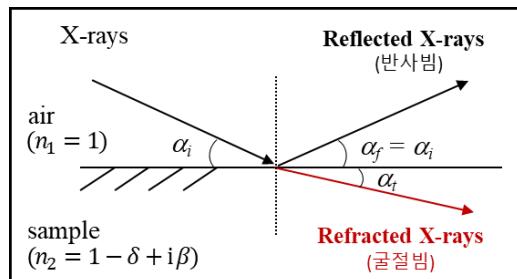


Top view : In-plane에서의 Bragg 회절



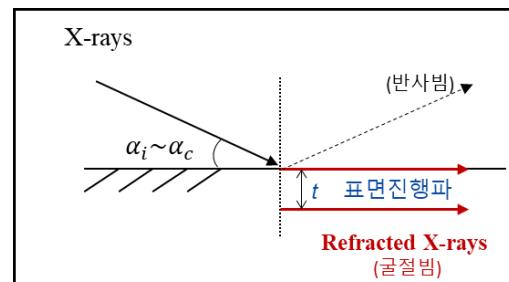
- 표면 수직방향의 결정면에 대한 Bragg 회절을 위해서는 표면에 평행한 X-선빔이 필요
→ 표면 평행빔을 어떻게 만드느냐???

• X-선의 반사와 굴절



입사각이 전반사 임계각 부근일 때

- $\alpha_i \leq \alpha_c$: X-선이 내부 깊이 침투하지 못하고 표면에 평행하게 진행
→ “evanescent wave”: 얕은 깊이에서의 표면진행파*
→ 침투깊이 (t)는 Si 경우 약 수 nm – 수십 nm

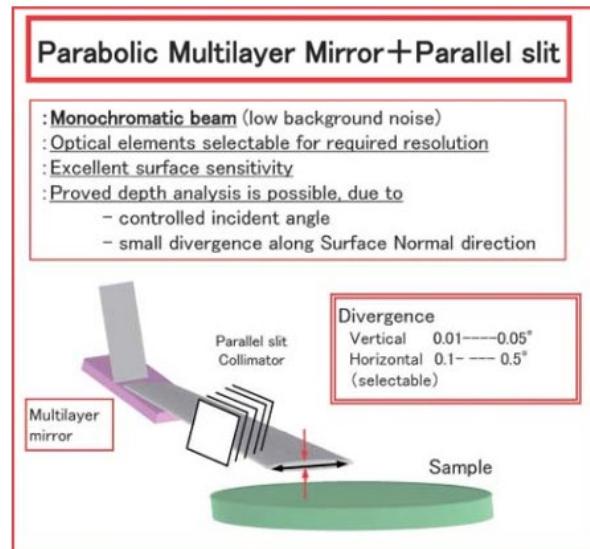


(*참고: 표면진행파는 evanescent wave의 이해를 돋기 위한 설명이고 정확한 물리 용어가 아님)

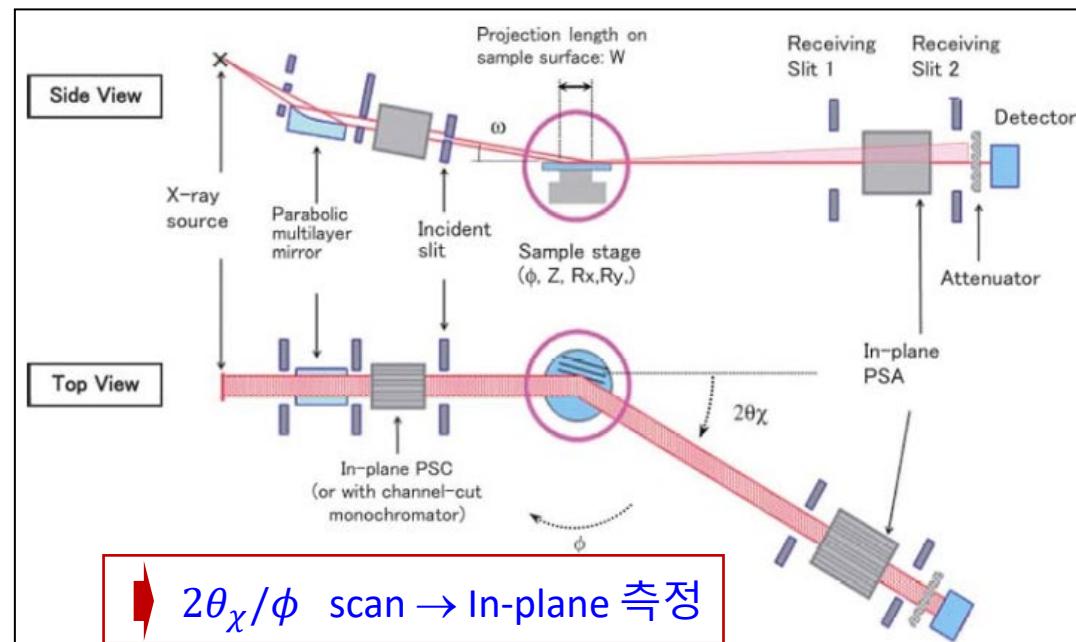
• In-plane XRD에서 사용되는 광학계 (optical system)

• 효과적인 광학계 ("SmartLab"에 적용)

- 입사광학계: "평행빔 X-선 mirror + 평행슬릿 (parallel slits)"으로 구성, 라인빔을 사용
- 그림(왼쪽)과 같이 샘플을 수평으로 위치
- 새로운 In-plane 축 ($2\theta_\chi$)을 수평방향으로 회전하게 설치, 기존의 2θ 축 궤적과는 수직임 (오른쪽 그림)



In-plane XRD의 입사 광학계 (incident optics)



• 빔분산 (divergence) 및 특징

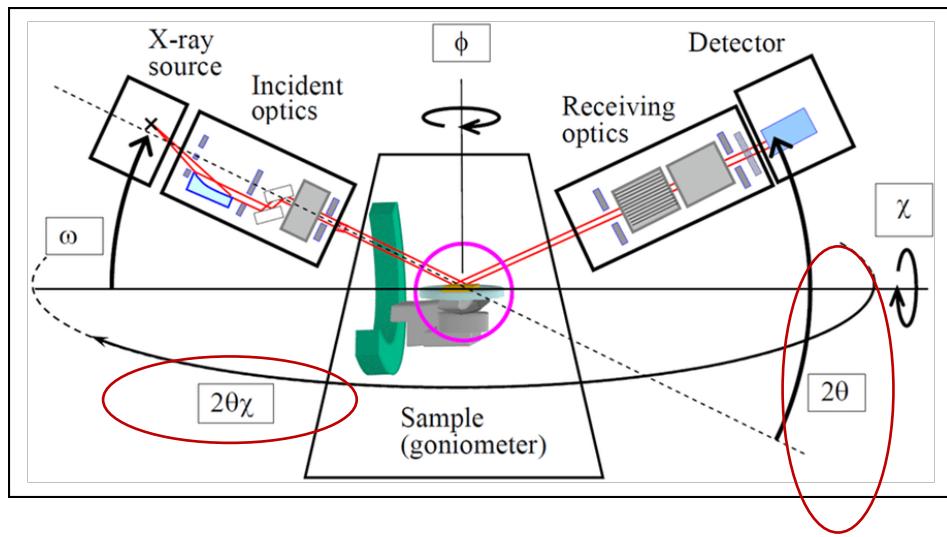
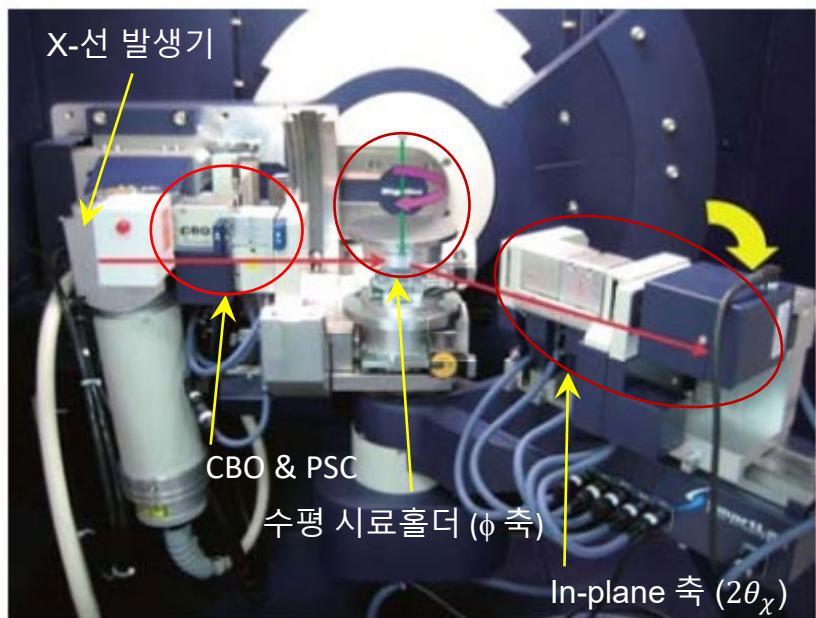
- 수직방향: 평행빔 X-선 mirror 분해능으로 대략 $\leq 0.04^\circ$
- 수평방향: PSC의 선택적 사용으로 $0.1^\circ - 0.5^\circ$
- X-선 mirror 및 PSC 사용으로 단색화 및 collimation

"SmartLab"의 In-plane XRD 구조

(S. Kobayashi, Rigaku Journal, 26(1), 2010)

- In-plane XRD ("SmartLab")

In-plane 축($2\theta_\chi$)을 사용하는 In-plane XRD 측정

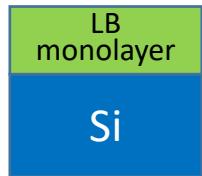


"SmartLab" 각 축 움직임 개념도

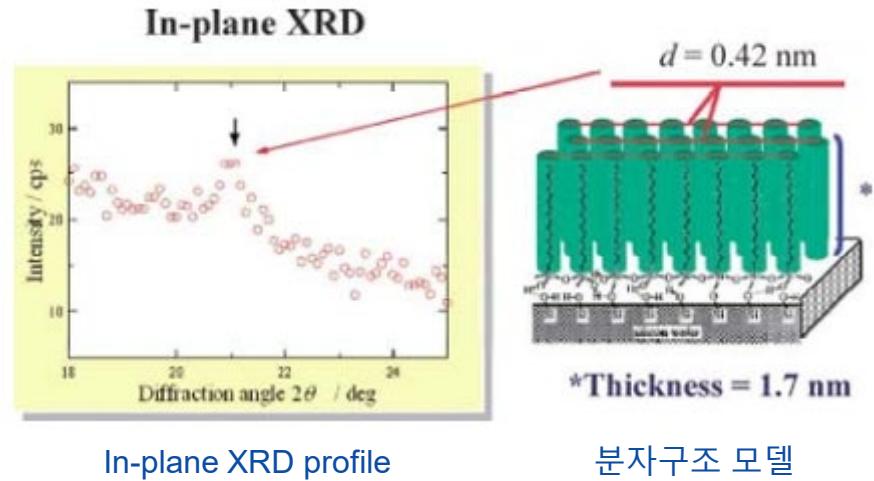
• In-plane XRD

측정 예:

Monolayer 유기박막의 In-plane XRD 분석



- Si 위에 성장한 1.7 nm의 monolayer 두께의 Langmuir-Blodgett (LB) 박막
- XRR 이용 두께 1.7 nm 결정



- $2\theta_{\chi} = 21^\circ$ 에서 나타나는 피크의 d-spacing은 0.42 nm
- 본 시료 박막의 honeycomb 구조의 격자상수와 일치
- 1 monolayer 두께의 박막이 잘 성장됨을 평가

(S. Kobayashi, Rigaku Journal, 26(1), 2010)

측정 예:

Si/Glass 박막의 In-plane/Out-of-plane XRD 분석

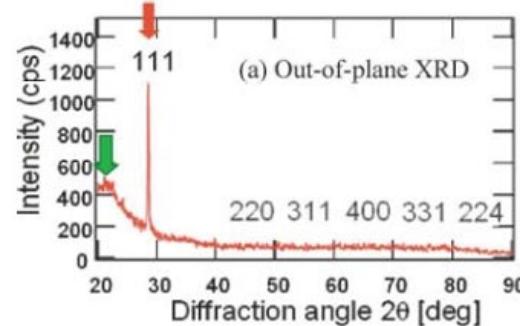


- Glass 기판 위에 성장한 50 nm 두께의 poly-Si

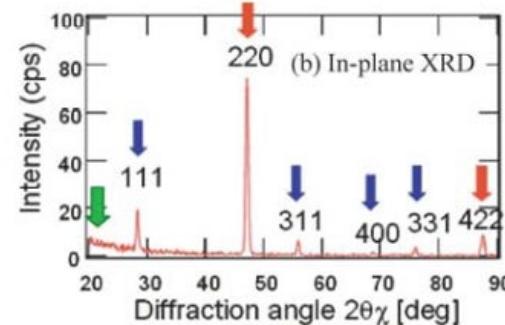
- (a) Out-of plane XRD에서 [111] texture와 강한 background가 나타남
- (b) In-plane에서는 강한 (220) 피크와 (422) 피크
→ $(111) \perp (220), (422)$
- (b) In-plane에서 (111), (311), (400), (331) 등이 고르게 나타남
→ 수직방향의 [111] texture의 배향폭 (tilting breadth)이 제법 크기 때문에 수직방향의 In-plane 측정에서 나타남
- Out-of-plane에서는 강한 비정질 background, In-plane에서는 약한 background가 관찰됨 → 얇은 50 nm 두께의 박막



In-plane 및 Out-of-plane XRD의 복합적인 측정을 통하여 박막 표면방향 및 성장방향의 3차원적인 구조특성 분석 가능



표면 수직 방향 특성



표면 수평 방향 특성

(a) Out-of-plane XRD profile
(b) In-plane XRD profile

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

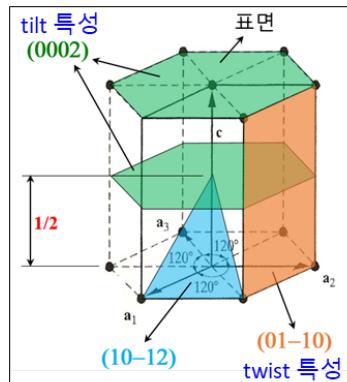
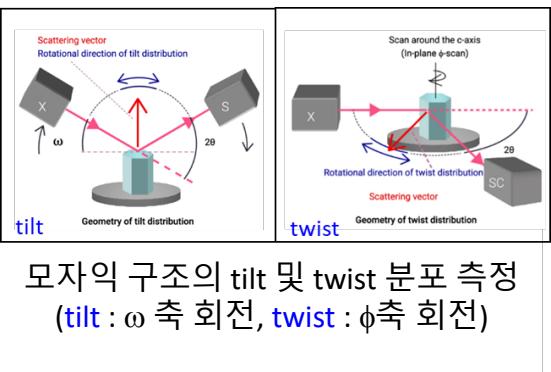
• GaN계 물질의 구조특성 분석 : Wurtzite (육방정) 구조

• 결정품질 분석

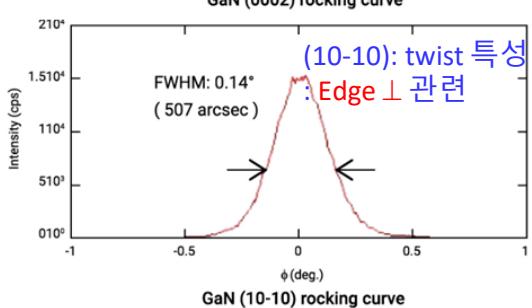
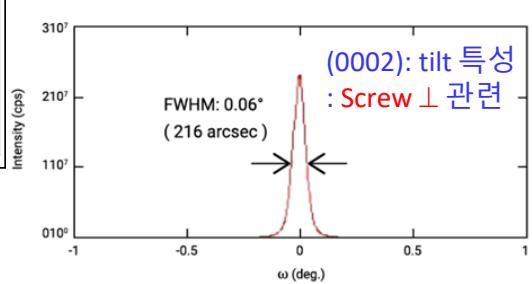
→ 표면 수직방향의 품질: 결정의 tilt 특성 ↔ 주로 (0002) 회절면 사용

표면 수평방향의 품질: 결정의 twist 특성 ↔ 주로 (01-10) 회절면 사용: In-plane XRD 이용

→ 표면 수직/수평 방향의 tilt/twist 복합 특성 ↔ 주로 (10-12), (10-15) 등의 비대칭 회절면 사용



(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

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

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

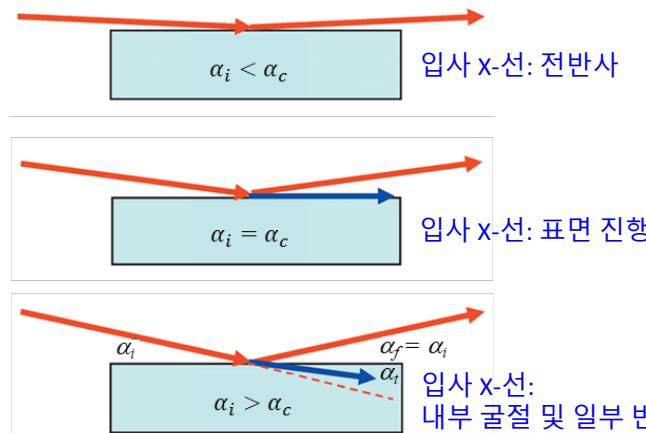
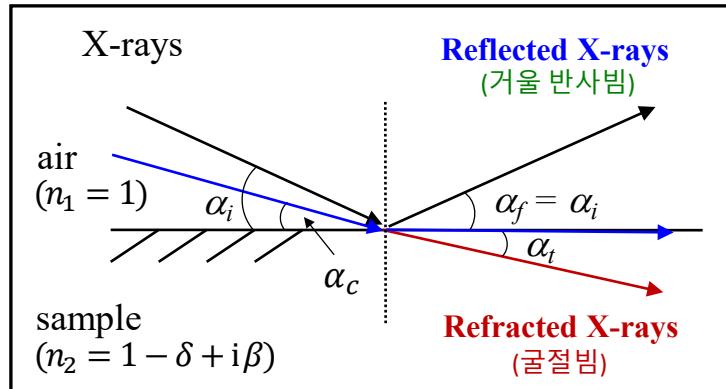
For GaN (10•0), FWHM=0.141 (deg), ED: dominant

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

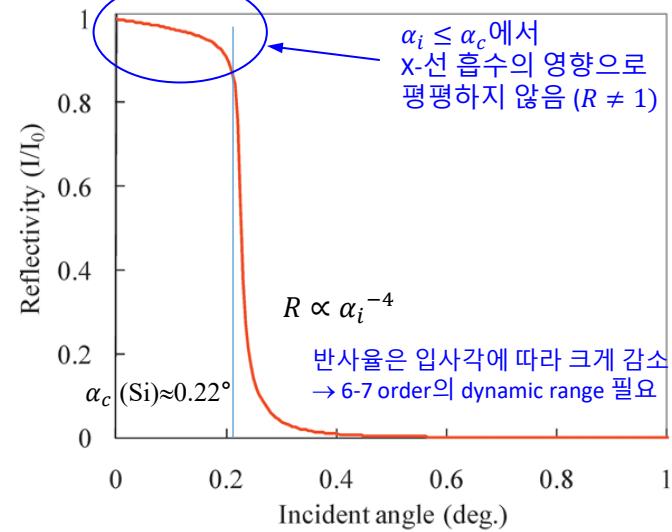
$$\rightarrow \rho = 6.60 \times 10^8 (\text{/cm}^2)$$

● XRR: 간단 이론

두 물질의 경계면에서의 저각입사 X-선 굴절 및 반사 (단순화)



Grazing incidence 각도에 따른 표면에서의 X-선 반사 및 굴절



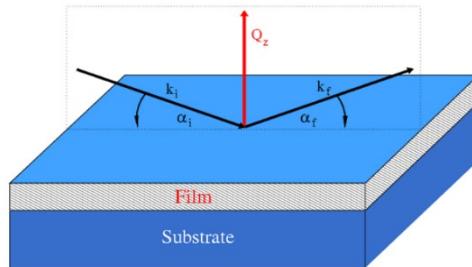
Bulk 실리콘에 대한 반사율 곡선
(Reflectivity curve: calculated)

(M. Yasaka, Rigaku Journal, 26(2), 2010)

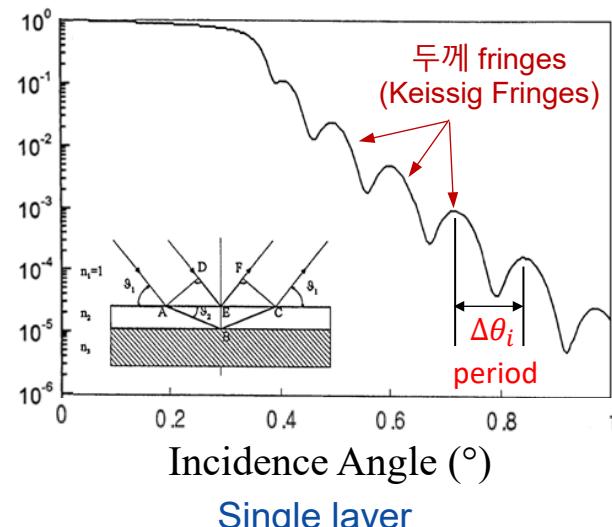
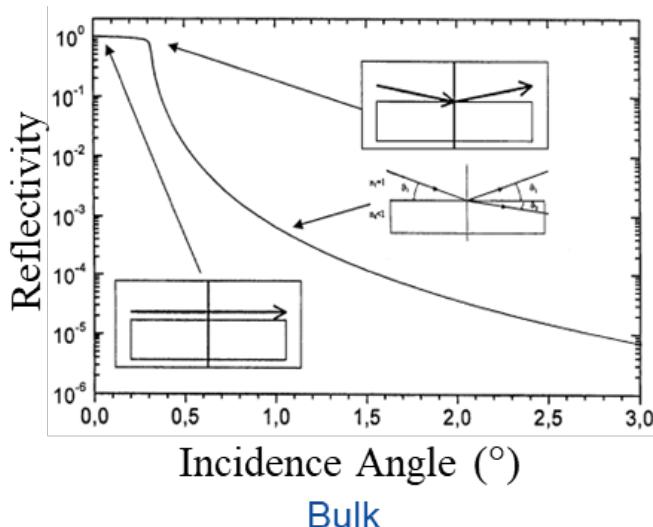
● XRR: 간단 이론

- XRR 원리

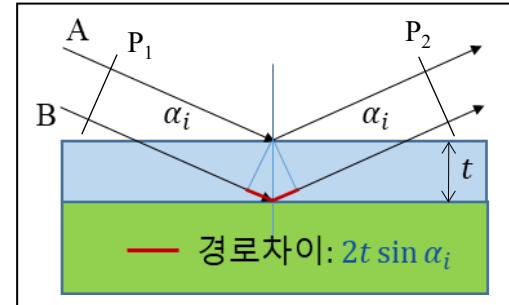
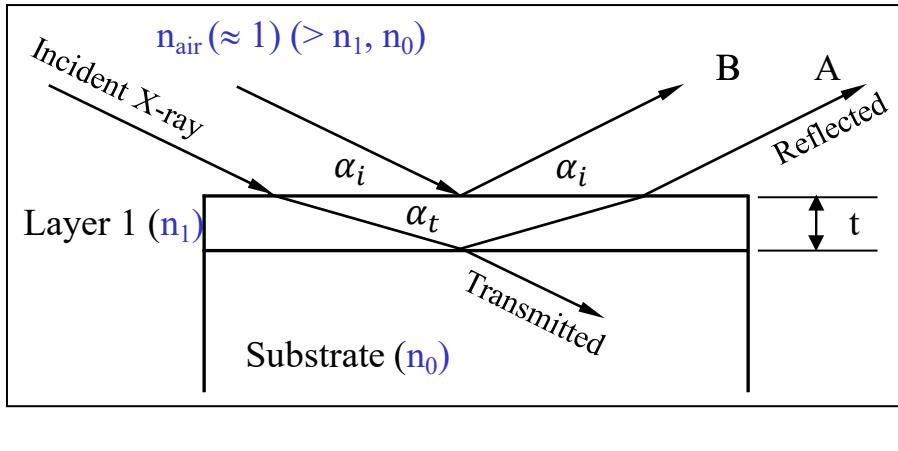
- 거울반사 조건 (specular condition)에서의 반사율 (specular reflection)
- 박막의 두께, 표면/계면의 거칠기(roughness), 밀도 평가
- 결정질, 비정질 박막 모두에 적용



거울반사 조건 ($\alpha_i = \alpha_f$)



- 단일층 박막에서의 X-선 반사
 - 두께 fringes (Kiessig fringes) 발달의 정성적 이해

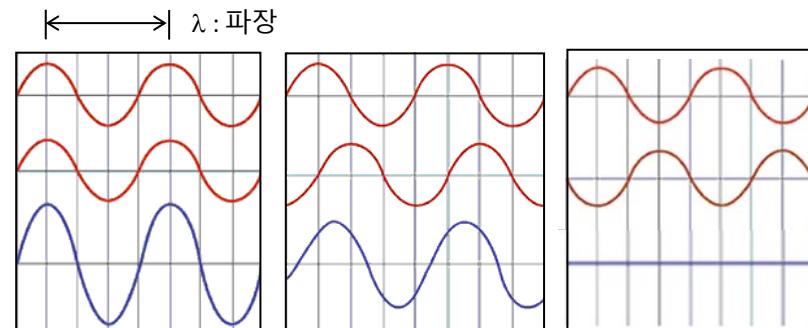


X-선 A, B의 진행 경로차이를 보여주는 단순 도식도
(박막층에서의 X-선 굴절 무시)

- 두께 fringes (Kiessig fringes) 발달
 - 반사 후의 A, B X-선은 진행 경로차이 (path difference)가 발생 ($2t \sin \alpha_i$)
 - 이 경로차이에 해당하는 A, B의 위상차이 (phase difference)로 반사 A, B X-선은 상호 간섭 (interference)을 함
 - XRR 측정으로 입사각 α_i 가 변함에 따라 진행경로가 변하고 이로 인한 연속적인 위상변화에 의한 간섭으로 두께 fringes (oscillations)가 발달함

$$t \approx \frac{\lambda}{2 \cdot \Delta\theta_i}$$

→ 두께 정보



위상차이: $m\lambda$
→ 보강간섭
(m: 정수)

위상차이: $(m + \frac{1}{4})\lambda$
→ 보강/소멸간섭

위상차이: $(m + \frac{1}{2})\lambda$
→ 소멸간섭

- 단일층 박막에서의 X-선 반사 (이론적 배경)

- 측정한 반사율 (measured reflectivity) : R

$$R = R_F \cdot \exp(-2\sigma^2 q_z^2)$$

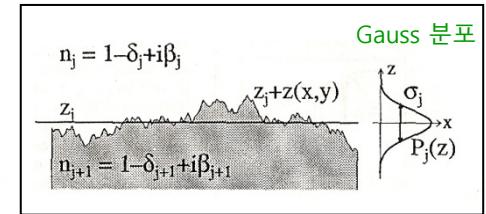
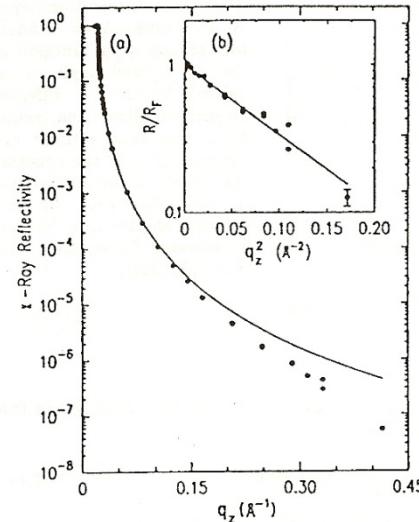
R_F = Fresnel reflectivity
(이론적 반사율)

σ = roughness (rms)

q_z = wave-vector transfer
 $(= 2k_z \sin \alpha_i)$

k_z = vertical component
of wave vector

→ 표면/계면거칠기 정보



- 저각 입사의 경우, Snell의 법칙으로 부터

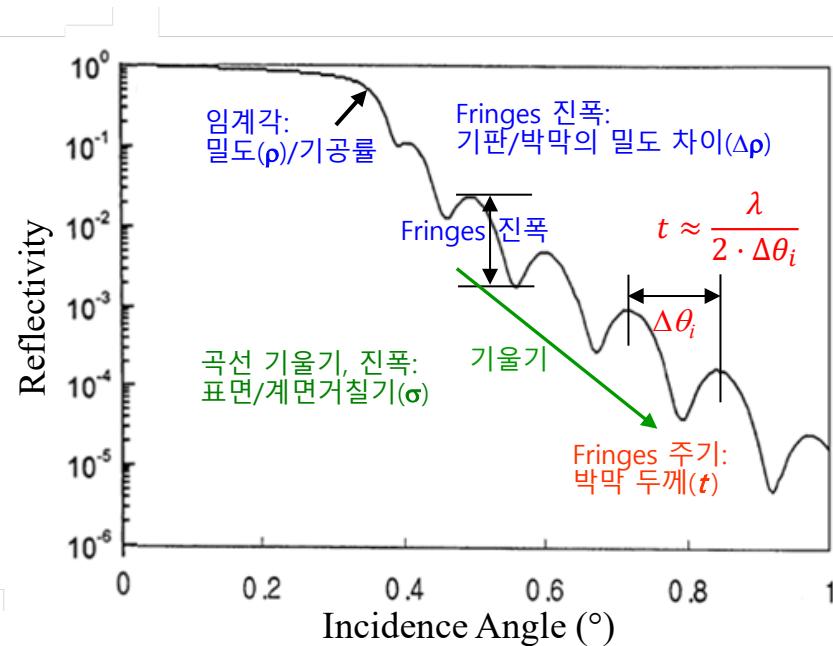
$$\cos \alpha_i = (1 - \delta) \cos \alpha_t$$

→ $\alpha_t = 0$ 일 때, 전반사 임계각, α_c 는

$$\alpha_c \approx \sqrt{2\delta} = \lambda \sqrt{\frac{r_e \rho_e}{\pi}} = \lambda \sqrt{\frac{NZ r_e}{\pi A} \rho_m} \quad (\text{밀도 } \rho_m = \frac{A}{NZ} \rho_e)$$

→ 박막 밀도 정보

- XRR 원리
 - 거울반사 조건 (specular condition)에서의 반사율 (specular reflection)



단일층에서의 일반적인 반사율 곡선 (XRR)
및 각 변수의 영향

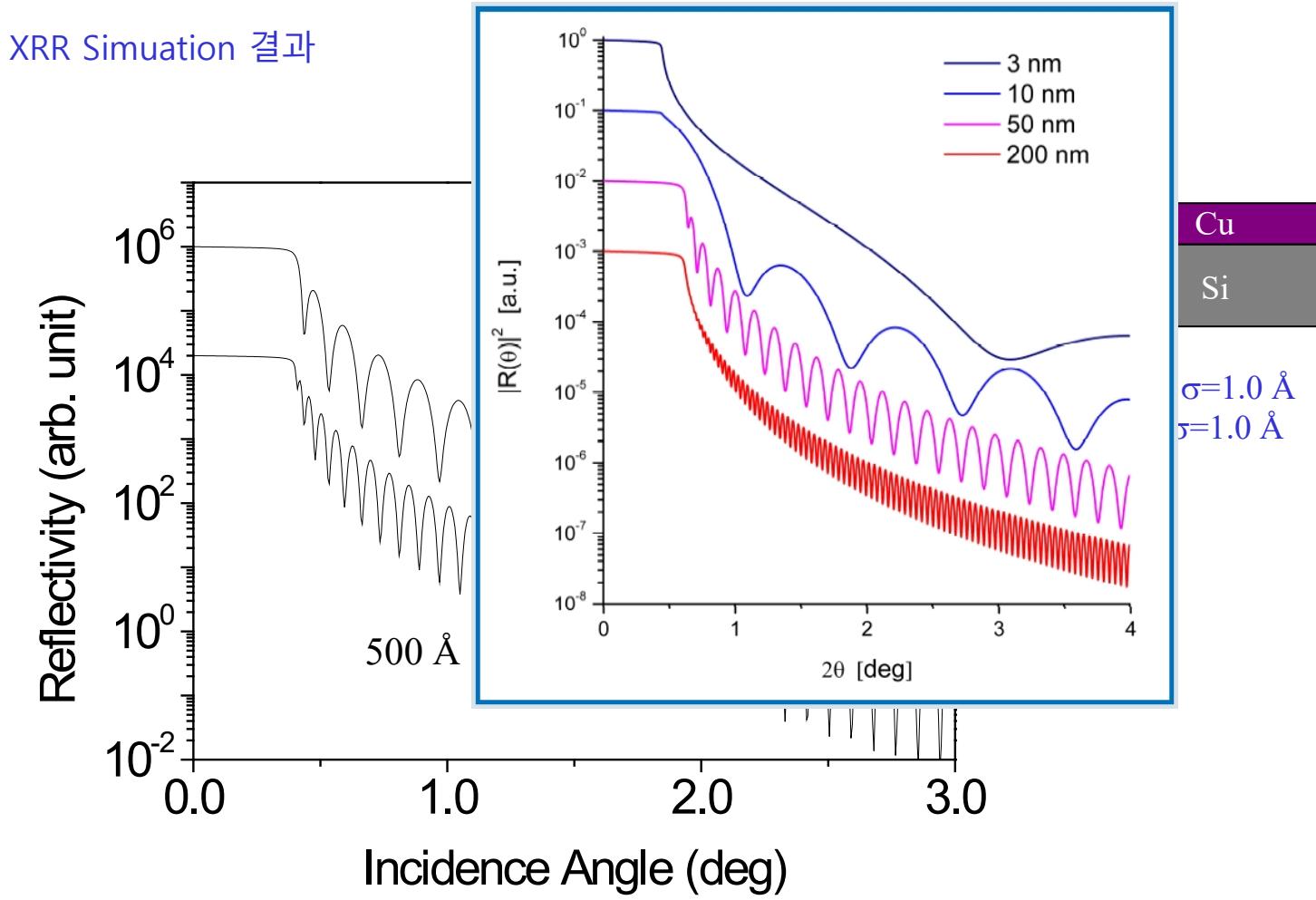


반사율은 박막두께, 표면/계면거칠기, 밀도에 의존

- 전반사에 대한 임계각도는 밀도에 의존
- 반사율 감소 기울기, 진폭은 거칠기에 비례
- Fringes 주기는 두께에 반비례

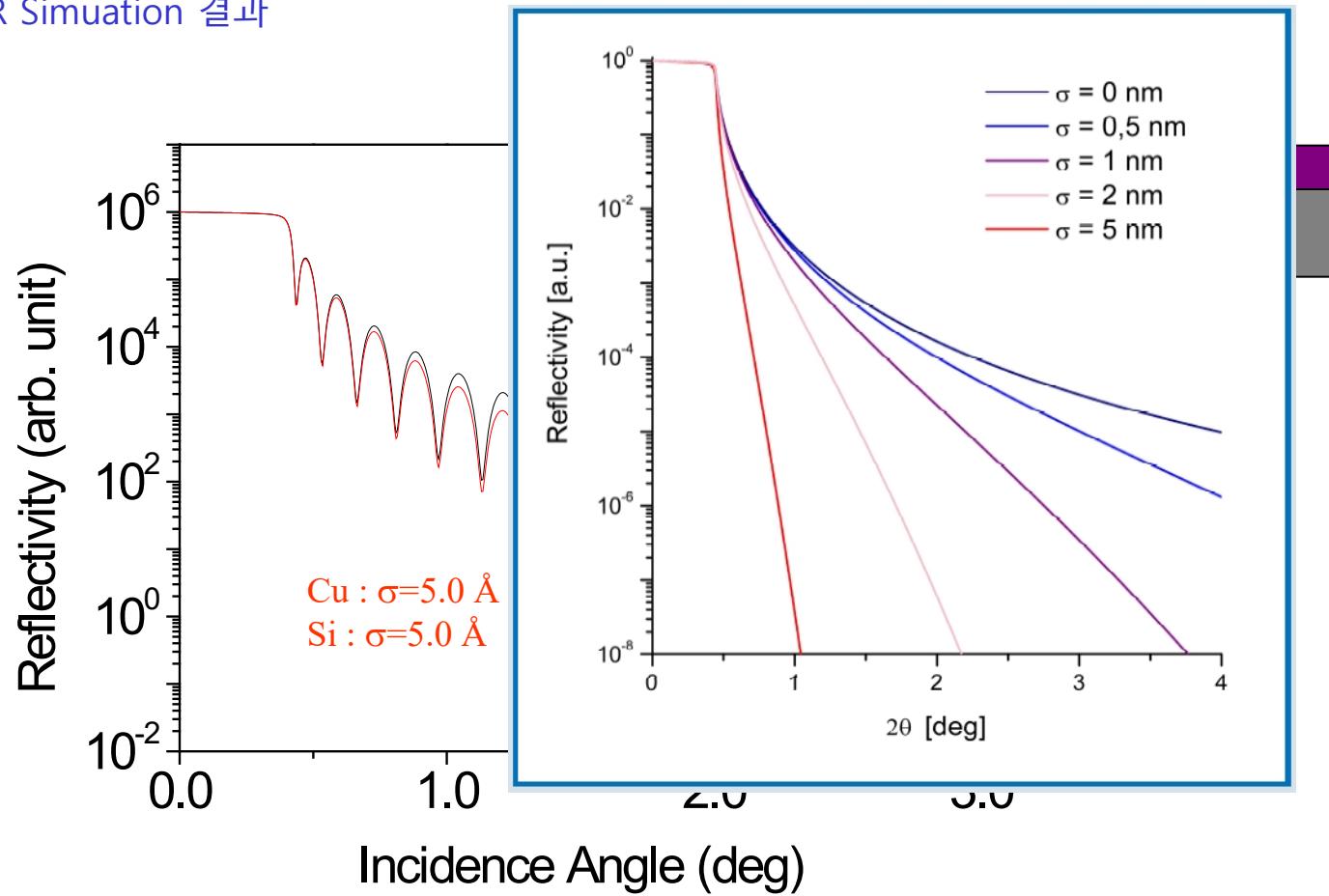
• XRR

- XRR : 두께 변화에 따른 스펙트럼 – 두께 fringes period

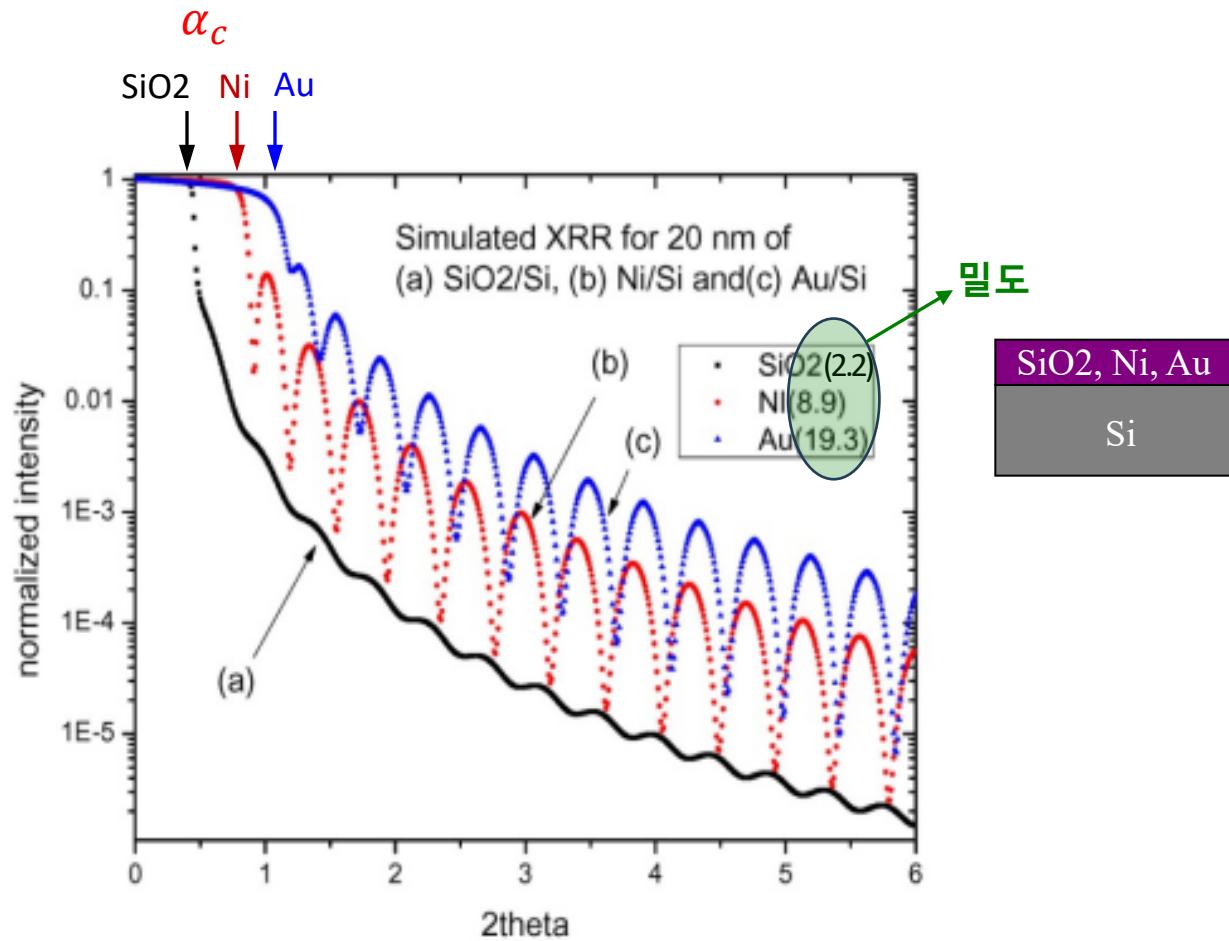


- XRR : 거칠기 변화에 따른 스펙트럼 변화 – profile 기울기, 두께 fringe 진폭

XRR Simulation 결과



- XRR : 밀도 변화에 따른 스펙트럼 변화 – 임계각



● XRR: 측정 광학계

• XRR 측정 광학계

• 평행빔 광학계 사용

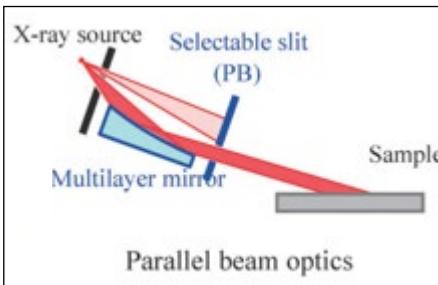
- 입사광학계: 평행빔 X-선 mirror를 기본으로 하여 필요에 따라 조합
- 평행빔 X-선 mirror는 고강도 평행빔을 시료에 입사하여 분해능을 얻을 수 있지만 분해능이 다소 낮음
- 고분해능의 평행빔 광학계는 평행빔 X-선 mirror+입사방법 조합



• 광학계 조합 선택기준

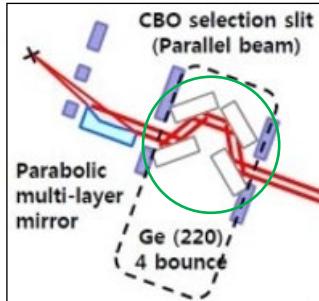
→ 두께 fringes 분해를 위해 박막 두께에 근거하여 광학계 선택

Monochrometer	Multilayer mirror (구조 1)	Ge(220) 2-bounce (구조 2)	Ge(220) 4-bounce (구조 3)
Relative intensity (Reference estimation)	200	10	1
Resolution (Angular divergence)	up to 0.04°	up to 0.02°	up to 0.003°
Wavelength monochromaticity	$K\alpha_1 + K\alpha_2 (+K\beta)$	$K\alpha_1$	Part of $K\alpha_1$
Applicable film thickness	0.5 to 100 nm	50 to 200 nm	200 nm or greater

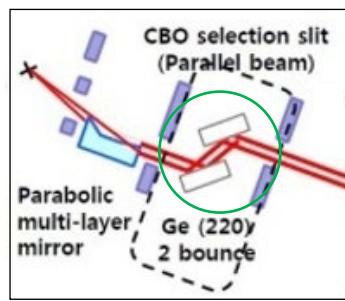


평행빔 광학계 사용

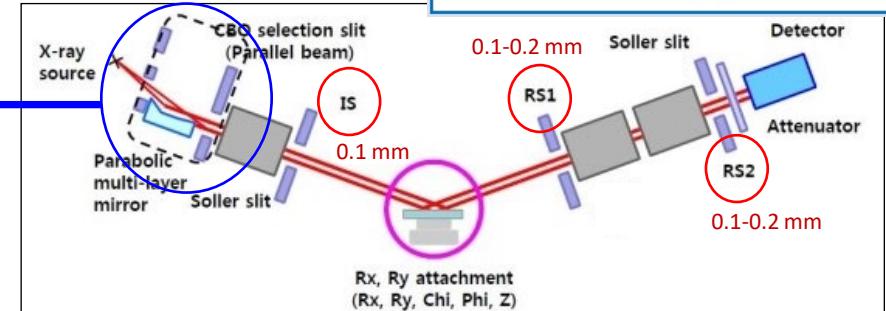
3) 구조 3:
평행빔 X-선 mirror
+ Ge (220)×4B 조합



2) 구조 2:
평행빔 X-선 mirror
+ Ge (220)×2B 조합



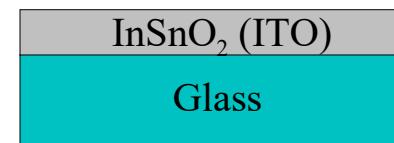
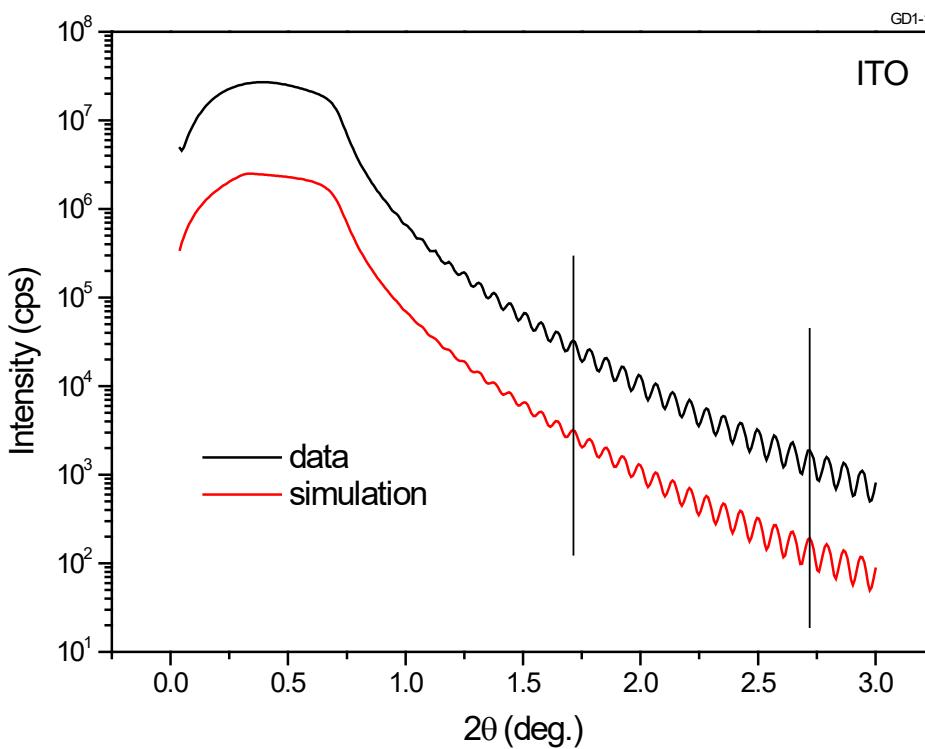
1) 구조 1: 평행빔 X-선 mirror



• XRR: 분석 예

• XRR 분석 결과: 예

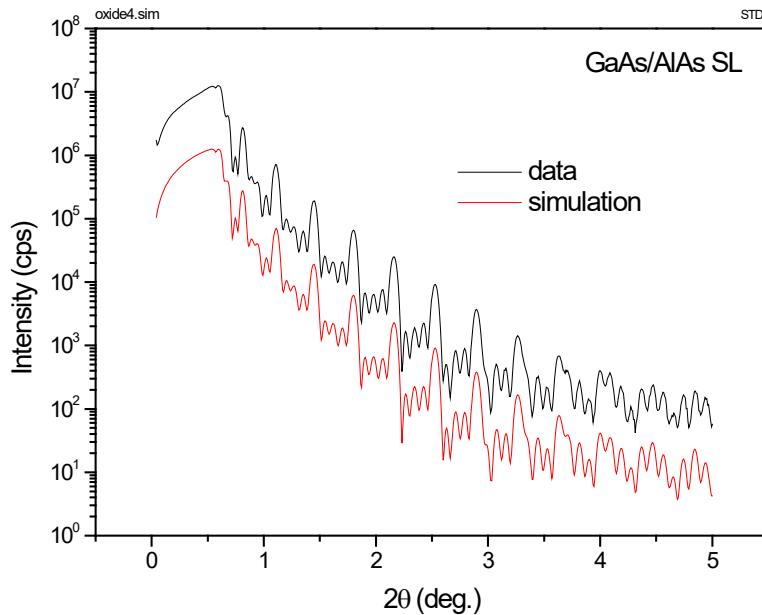
ITO(~100nm) / glass



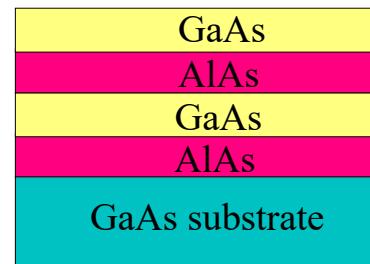
	thickness (nm)	roughness (nm)	density (g/cm ³)
ITO	116.12	0.81	7.01
glass	-	0.10	2.45

- Fringes 주기 및 반사율의 변화가 서로 잘 일치

- XRR 분석 결과: 예



GaAs/AlAs superlattice (MBE)
NMIJ (일본)

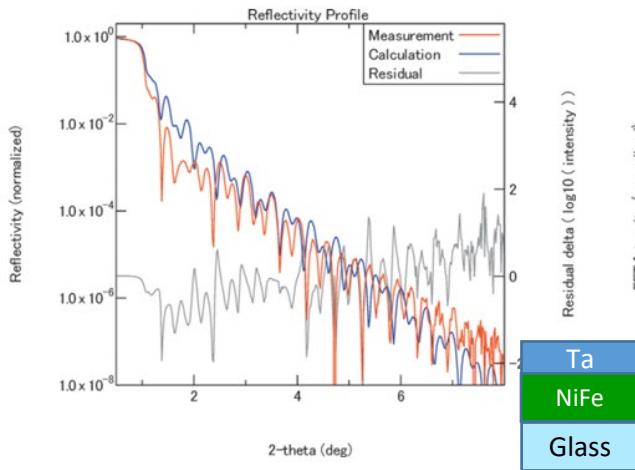


	thickness (nm)	roughness (nm)	density (g/cm ³)	χ^2 (10 ⁻¹)
Oxide	1.41	0.410	3.617	0.15
GaAs	22.71	0.290	5.226	
AlAs	22.97	0.257	3.792	
GaAs	23.29	0.283	5.361	
AlAs	23.12	0.234	3.972	
GaAs	-	-	-	

기관 두께(nm)	NMIJ(일본)	KRISS
Oxide layer	1.182	1.409
GaAs	23.178	22.711
AlAs	22.988	22.970
GaAs	23.287	23.290
AlAs	23.124	23.122
Total thickness	93.759	93.502

• XRR 분석 결과: 예

- 유리 기판 위에 성장한 magnetic Ta/NiFe
 - Nominal 두께: Ta – 20 nm, NiFe – 15 nm
 - “GlobalFit” 사용



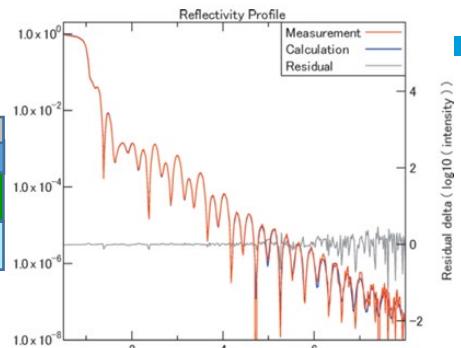
Ta/NiFe 두 층 모델의 simulation & fit

Fourier 변환 프로파일
→3rd 층을 보여줌

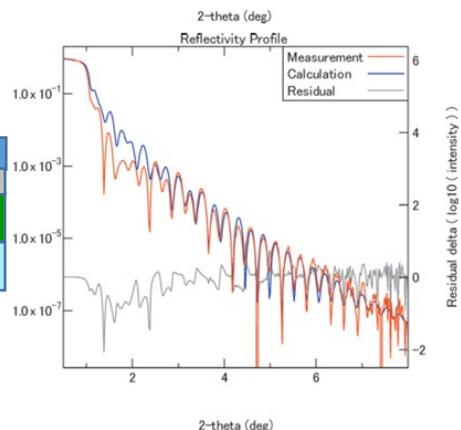
A 경우가 best fitting을 보여주는 것으로 보아
얇은 층은 Ta 층 위에 있는 것으로 보이며 이것은
Ta이 산화된 Tantalum oxide인 것으로 보여짐



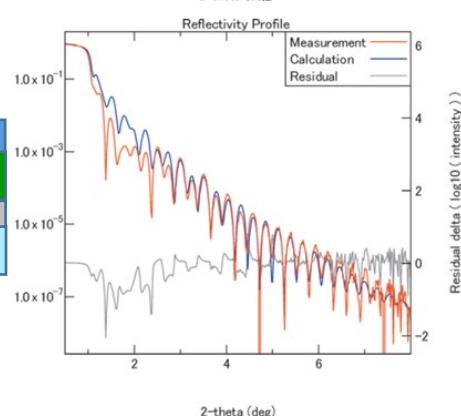
A



B



C



• 정리

- 박막 XRD 측정/분석

- 고분해능 XRD

- 동역학 회절 (Dynamical Diffraction)의 정성적 이해

- 고분해능 XRD의 이해

- Rocking Curve 및 RSM 측정 이해, GaN계 전력반도체 소재 분석 응용

- X-ray Grazing Incidence 측정법

- X-선 Grazing Incidence가 주는 물리적 의미 이해

- GI-XRD, In-plane XRD, XRR 측정법 이해 및 응용

- 더 깊이 있는 이해/도움이 필요하신 분은

- XRD 분석의 장점

- Korea ITS 대전지사와 상의해주시기 바랍니다.

- 비파괴적이며 sample의 특별한 전처리 (preparation) 불필요
- 고온이나 고압, 또는 원하는 분위기에서의 측정 가능
- 비교적 넓은 면적 (mm-cm)에서의 평균 구조특성 측정
- 유기소재에서도 X-선 조사 손상 (irradiation damage)이 적음
- X-선 입사각을 변화시켜 분석 깊이의 조절이 가능
- 내부 계면구조 (buried interface structure) 분석이 가능
- 에피층 박막의 변형, 결함 및 조성 분석이 가능

● 참고문헌/자료

- 1) Metin Tolan, X-Ray Scattering from Soft-Matter Thin Films, Springer-Berlin (1999)
- 2) Jaydeep K. Basu, Resonance **19**, 1158-1176 (2015)
- 3) K. Inaba, Rigaku Journal, **24**(1), 2008
- 4) T. Mitsunaga, Rigaku J. **25**(1), 7 (2009)
- 5) S. Kobayashi, Rigaku Journal, **26**(1), 2010
- 6) M. Yasaka, Rigaku Journal, **26**(2), 2010
- 7) K. Inaba et al, Advances in Materials Physics and Chemistry, 3, 72-89 (2013)
- 8) C.L. Tracy et. al, J. of Nuclear Materials 502, 68-75 (2018)
- 9) K. Omote, J. Phys.: Condens. Matter 22 (2010) 474004
- 10) A. Ali et al, Minerals, 12(2), 205 (2022)
- 11) www.saxspace.com
- 12) https://myscope.training/XRD_Primary_optics
- 13) <http://www.crl.nitech.ac.jp/~ida/research/introduction/instr/>
- 14) http://gisaxs.com/index.php/Refractive_index
- 15) <https://gixa.ati.tuwien.ac.at/tools/penetrationdepth.xhtml>
- 16) <https://www.eng.uc.edu/~beaucag/Classes/Characterization/ReflectivityLab/>

THANK YOU
FOR YOUR ATTENTION !

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

김창수 박사/고문

010-5545-5323
changsoo.kim@koreaits.com