

SEMI 사업부 교육 (동탄 사무소)

XRD 기본 및 박막 측정법 이해

(3차: HRXRD – 고분해능 XRD)

2025. 06. 13

김창수 박사 / 고문

응용기술그룹/한국아이티에스 (Korea ITS)

● 내용

SEMI 사업부 교육: XRD 기본 및 박막 측정법 이해

차 수	날짜/시간	제 목	개 요	장 소
1 차	5월 23일 (금) 오후 3:30-5:30	XRD 기본 이해	<ul style="list-style-type: none"> • 결정구조, 밀러 면/방향지수 및 면간거리 • Bragg 법칙 이해 및 계산 • 분말 XRD • 박막 ?, XRD 박막 측정법 	
2 차	5월 30일 (금) 오후 3:30-5:30	X-선 저각입사 측정법: 초박막 측정	<ul style="list-style-type: none"> • X-선 흡수/침투깊이 및 X-선 저각입사 ? • X-선 저각입사 측정법 이해 - GI-XRD, In-plane XRD, XRR 	
3 차	6월 13일 (금) 오후 3:30-5:30	고분해능 XRD (HRXRD)	<ul style="list-style-type: none"> • 고분해능 XRD란? • 에피층의 변형 이해 • 로킹커브, RSM 이해 및 응용 (SiGe) 	동탄사무소 회의실
4 차	6월 20일 (금) 오후 3:30-5:30	교육 보완 및 특별 주제 Q&A, TEST	<ul style="list-style-type: none"> • 교육 보완: 부족 분야 • 특별 주제: 결정립 크기 및 Scherrer Eq. Si 기판 피크 이해: (002) & (311) • 교육 정리: Q&A, TEST 	
파란색: 확정, 붉은색: 잠정				

● 내용

1. 복습

- X-선 저각입사 측정법

2. 박막 및 X-선 박막 측정

- 박막 구조특성

3. 고분해능 XRD (High resolution XRD: HRXRD)의 이해

- X-선 회절 이론: 정역학 회절이론 및 동역학 회절이론

- X-선 분해능 향상 및 HRXRD 광학계

4. HRXRD 측정/분석

- 에피총 변형

- 로킹커브 (Rocking curve: RC) 및 시뮬레이션

- RSM (Reciprocal space map)

5. 정리

참고 - 가능한 영어/한글 병기 노력, 어색한 한글 명칭은 이해를 바랍니다

XD-3200 관련 이해

- Rigaku in-line XRD

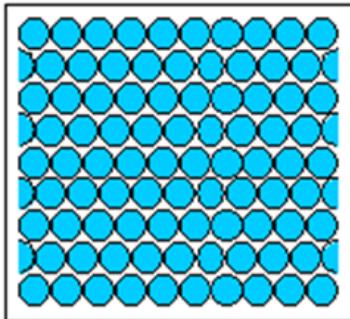
- 9 kW (45 kV/200 mA)
- (초)박막 및 에피박막 측정

- 널리 접하는 박막 소재들

- Metal-films (다결정박막):
 - Ti 화합물... 등, Hf 산화물... 등
 - 두께 범위: 주로 10 ~ 20 nm, 가끔 2 ~ 5 nm, 또는 30 nm 이상
 - 분석: 상(phases), 결정입자 크기, 우선방위, 두께 ...
 - 측정법: GI-XRD, In-plane XRD

- 에피(단결정) 박막:
 - SiGe 합금... 등
 - 분석: 격자이완 여부, 두께, 조성, ...
 - 측정법: HRXRD

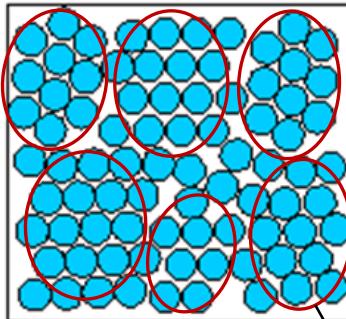
Bulk/박막: 단결정, 다결정 및 비정질



Single crystal

Periodic across the
whole volume.

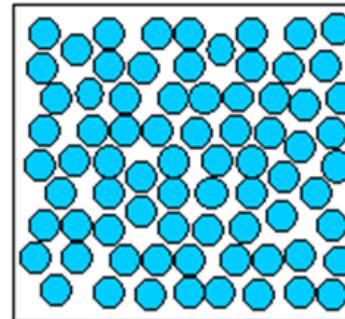
단결정



Polycrystal

Periodic across
each grain.

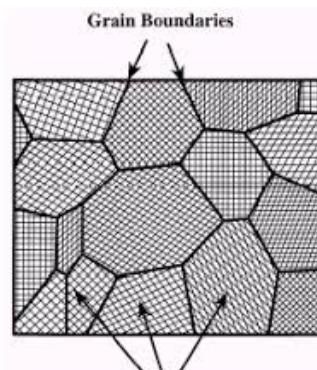
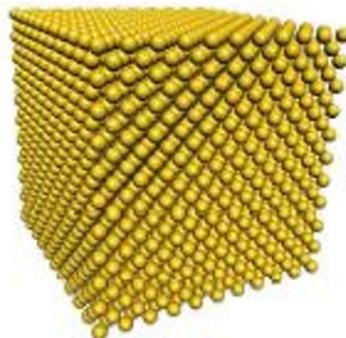
다결정



Amorphous solid

Not periodic.

비정질



crystallite: 단결정의 grain

● 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 (GID)	2θ	Phase identification Crystal structure
In-plane measurement	$2\theta\chi/\varphi$ φ	Phase identification Crystal structure
Pole figure measurement	$\chi(\alpha), \varphi(\beta)$	Preferred orientation
Rocking curve measurement	ω, χ, φ	Preferred orientation Crystallinity
Reciprocal space map	$2\theta/\omega, \omega$ $2\theta\chi/\varphi, \varphi$	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)

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

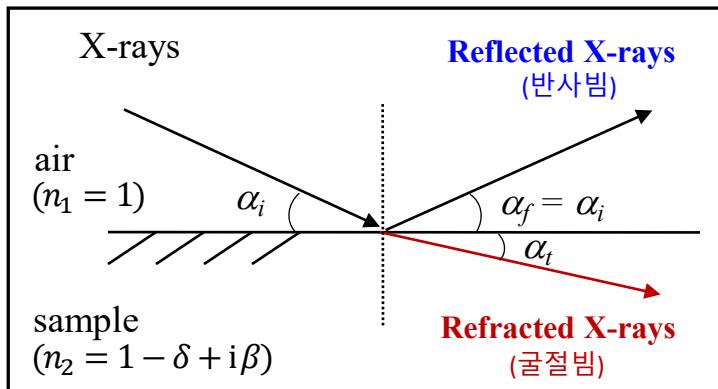
X-선 저각입사 (Grazing Incidence: GI)

- Physics ?
- 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,

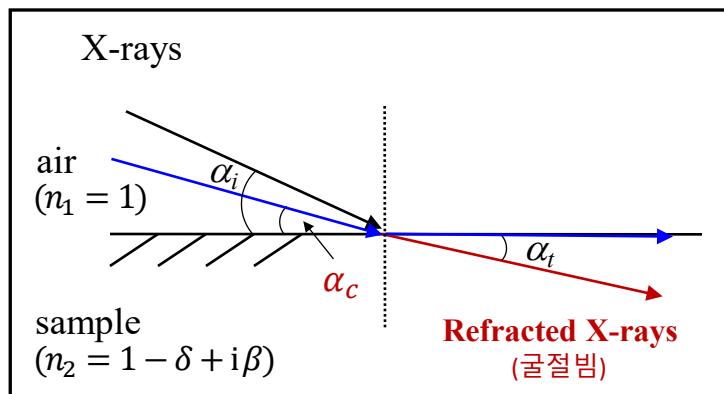
$\delta \approx 10^{-6} \rightarrow n: 1$ 보다 약간 작음
(X-선 에너지 영역)

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

1) X-선의 전반사 및 임계각

- Snell의 법칙 (Snell's law)

: 굴절률 (n)이 서로 다른 두 물질의 경계면을 지날 때의 굴절의 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

Snell의 법칙

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

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

$$\text{굴절각 } \alpha_t = 0 \rightarrow \alpha_i = \alpha_c$$

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

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

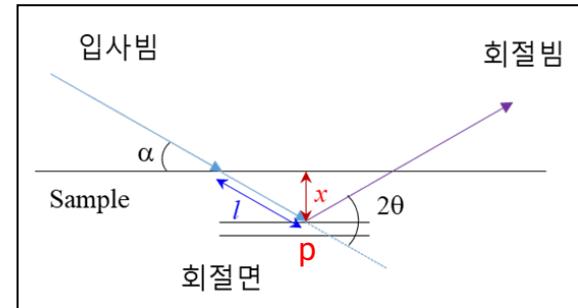
- Lambert-Beer law

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

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

$\rightarrow I/I_0 = \frac{1}{e}$ 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%, ...)

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

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

2) 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)

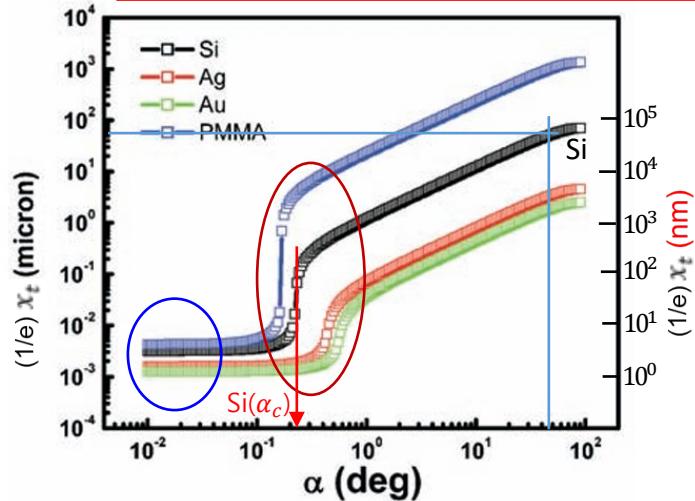
- i) $\alpha_i \leq \alpha_c$: X-선이 내부 깊이 침투하지 못하고 표면에 평행하게 진행
→ “evanescent wave”: 얇은 깊이에서의 표면진행파*
→ $\alpha_i \sim \alpha_c$ 때, Si에서의 침투깊이: 수 nm – 수십 nm

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
 $x_t \cong 275 \text{ nm}$



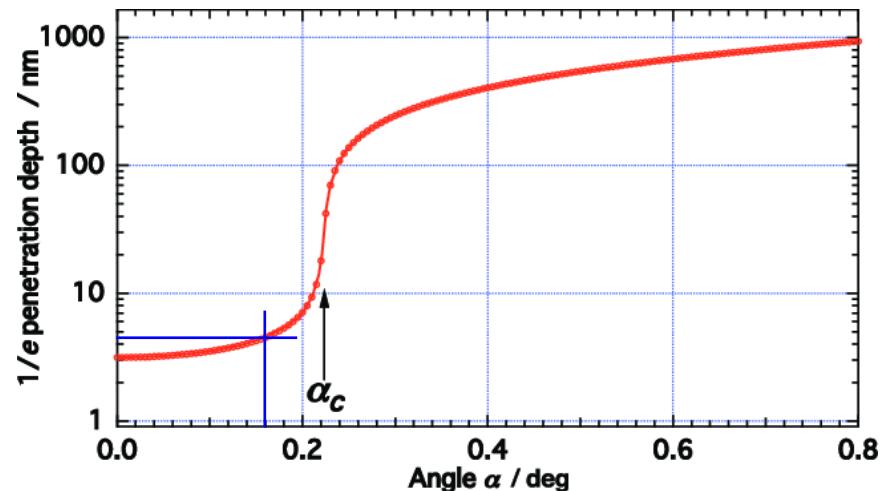
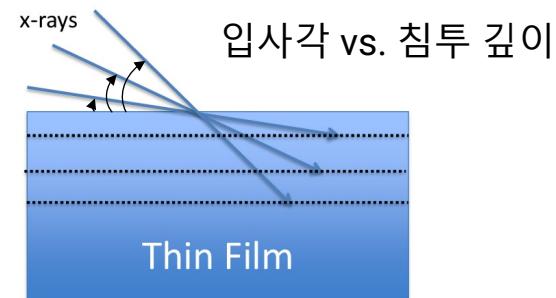
나노두께 영역의 박막 측정에서
Grazing Incidence를 이용하는 원리

→ 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)

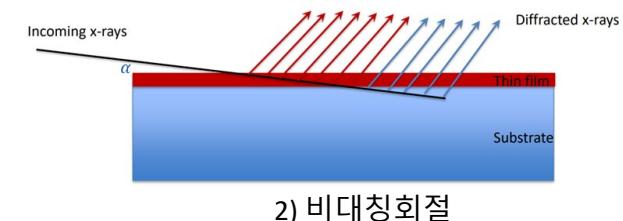
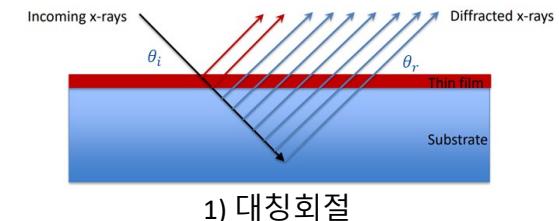
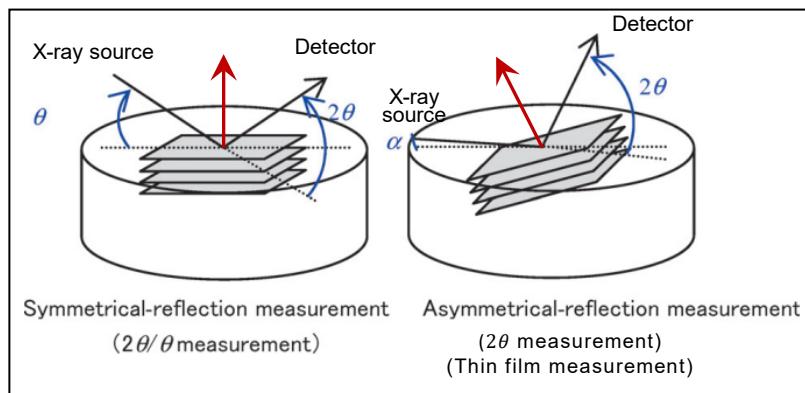
(K. Omote, J. Phys.: Condens. Matter 22 (2010) 474004)

• Out-of-plane XRD: GI-XRD/GID

• 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



↓
GI-XRD

2) 비대칭회절 측정 (Asymmetrical reflection measurement)

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

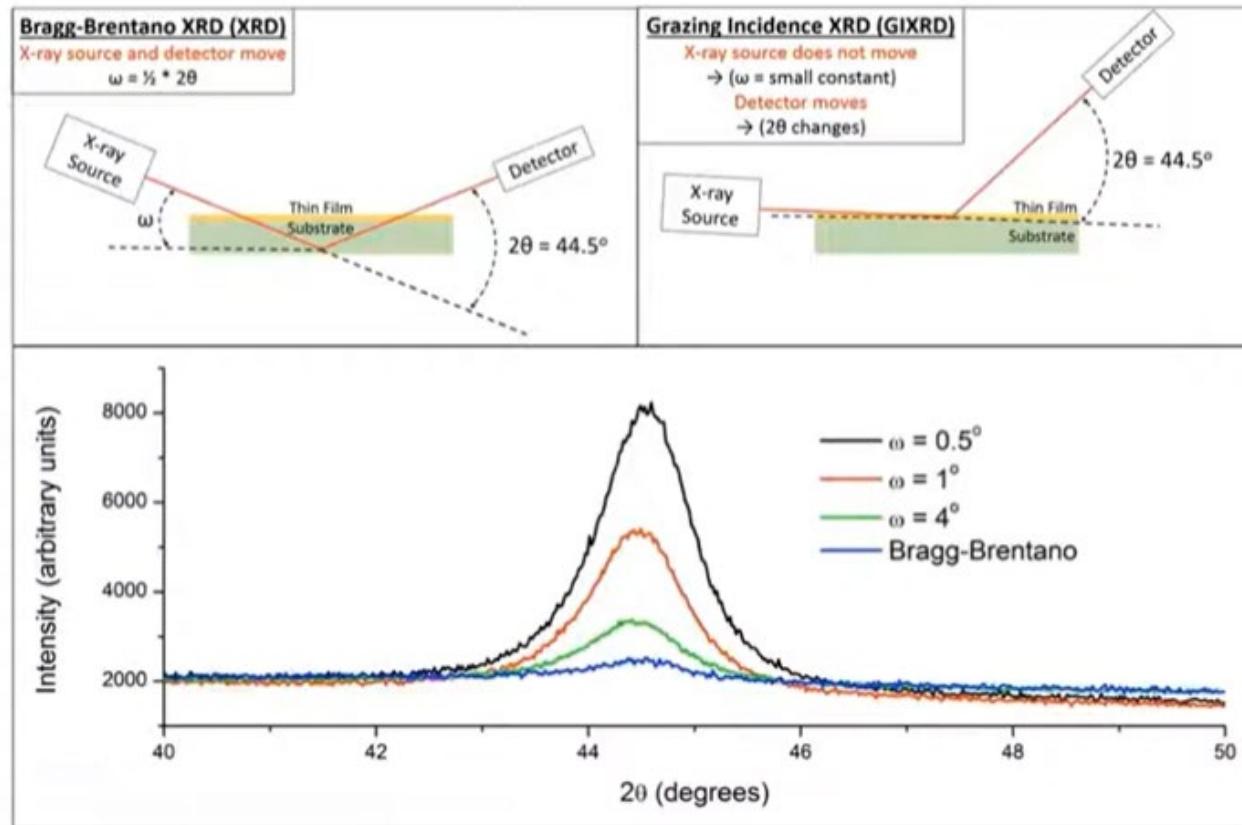
→ GI-XRD, GID, 박막측정 (Thin film measurement) 등 다양한 이름

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

• GI-XRD (GID)

3) 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

GI-XRD에서

초박막에 대한

X-선 침투깊이가 $2\theta/\theta$ 측정에 비하여 크게 낮아지고
박막회절 피크의 강도가 상대적으로 증가하면 ?

- 상분석이 용이, 정확도 향상
- 미량의 결정상 분석 정확도 향상
- 결정입자 크기 (crystallite size) 분석 정확도 향상
- 우선방위 (texture) 분석 정확도 향상

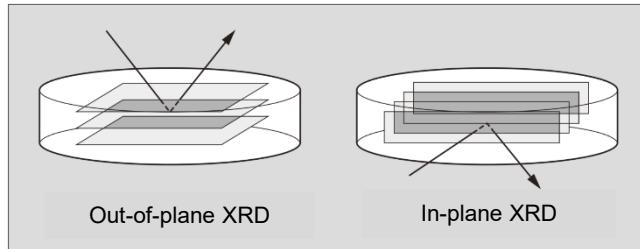


분석 가능/불가능
결과의 신뢰도 향상

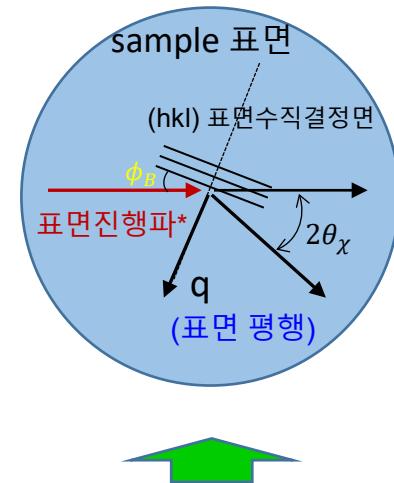
• In-plane XRD

• In-plane XRD

- (초)박막에서 표면에 수직한 회절면 측정

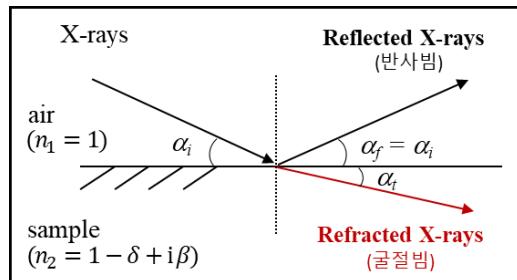


Top view : In-plane에서의 Bragg 회절



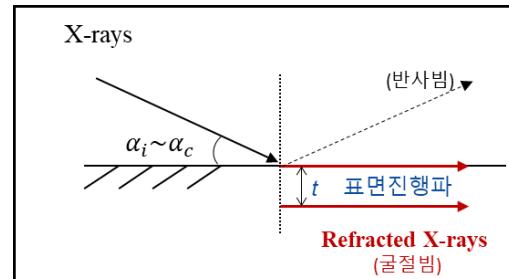
- 표면 수직방향의 결정면에 대한 Bragg 회절을 위해서는 표면에 평행한 X-선빔이 필요
→ 표면 평행빔을 어떻게 만드느냐???

• X-선의 반사와 굴절



입사각이 전반사 임계각 부근일 때

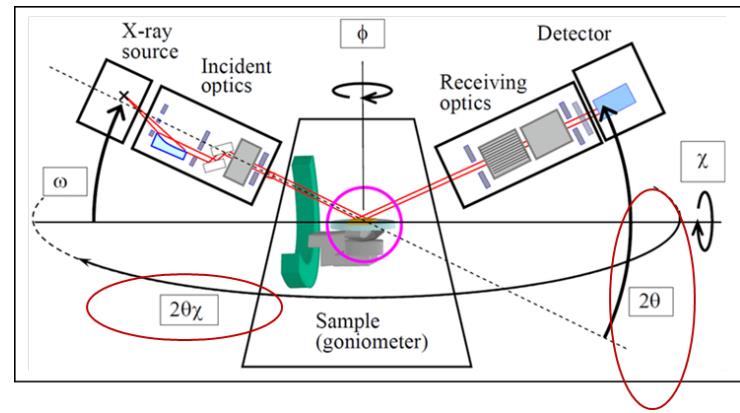
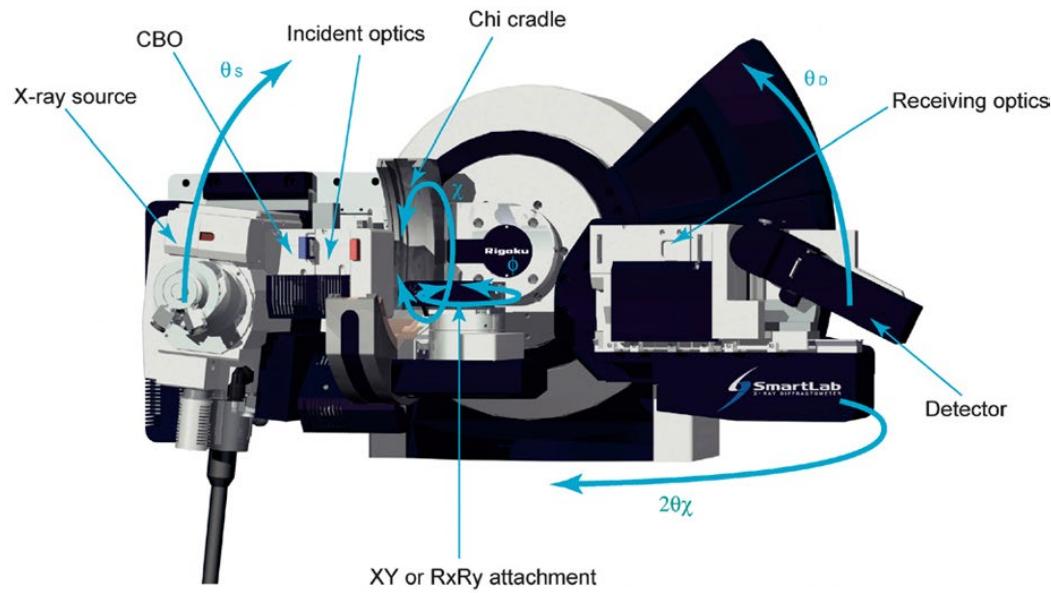
- $\alpha_i \leq \alpha_c$: X-선이 내부 깊이 침투하지 못하고 표면에 평행하게 진행
→ “evanescent wave”: 얕은 깊이에서의 표면진행파*
→ 침투깊이 (t)는 Si 경우 약 수 nm – 수십 nm



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

● 박막 XRD: (예: SmartLab)

In-plane 축($2\theta_\chi$)을 겸비한 박막 XRD (“SmartLab”)



“SmartLab” 각 축 움직임 개념도

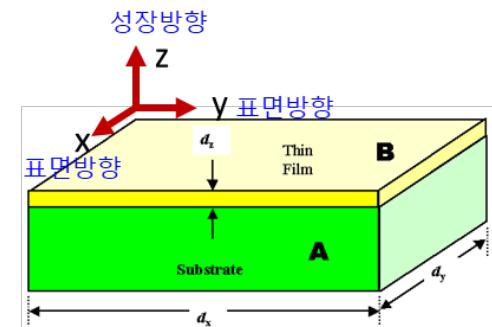
(Rigaku Journal, 23 (2006), 52-55)

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

• In-plane XRD 특성/응용

- 입사각이 전반사 임계각 부근일 때 X-선은 내부 깊이 침투하지 못하고 표면에 평행하게 진행
- 표면에 수직한 결정면에 대해 Bragg 회절을 만족할 때 회절피크가 나타남
- Out-of-plane XRD에서는 산란벡터 (scattering vector)가 표면 외부방향으로 형성되지만
In-plane XRD에서는 산란벡터가 표면에 평행한 방향으로 형성됨
 - 따라서 표면에 평행한 방향의 결정특성을 측정/평가함

- 극초박막의 회절특성을 측정 가능
- 기판으로부터의 회절과 background 강도를 최소화
- X-선의 입사각도를 조절함으로서 박막의 깊이 방향으로의 비파괴적 분석이 가능 (depth profile analysis)
- In-plane 및 Out-of-plane XRD의 복합적인 측정을 통하여
박막 표면방향 및 성장방향의 3차원적인 구조특성 분석 가능
 - 양방향의 우선방위 분석
 - 양방향에서의 에피층과 기판의 결정 방위관계 및 격자변형 (또는 strain)
 - 양방향의 결정입자 크기의 이방성(anisotropy)



• X-Ray Reflectivity (XRR)

• XRR

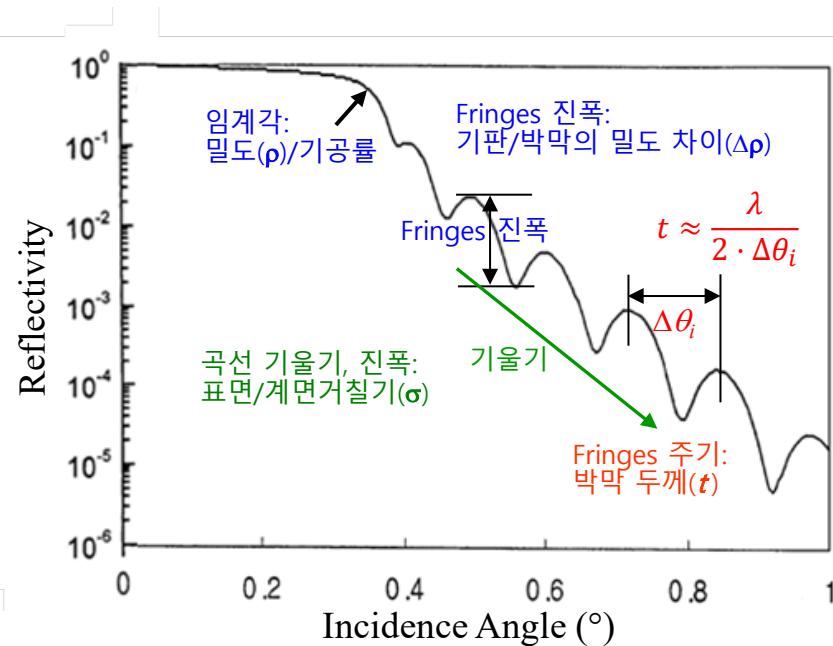
- 앞에서 언급된 X-선 박막 측정기술은 (Out-Of-Plane XRD, GI-XRD, In-plane XRD)
X-선 회절 현상에 근거
- XRR은 grazing incidence X-선을 이용하여 표면에서의 X-선 반사강도 (reflection intensity) 곡선을 측정/분석
- 박막 두께 (thickness), 밀도 (density) 및 표면/계면거칠기 (roughness) 등을 결정

• 특징

- 단결정, 다결정 및 비정질 물질의 반사강도 측정 가능
- 내부 계면 폭 (interface width of buried layer)을 비파괴적으로 평가 가능
- (가시광선 영역에서) 투명한/불투명한 박막 측정 가능
- 단일층 박막 또는 다층박막의 구조특성 평가 가능
- 수 nm - 1 μm 영역의 박막 두께 측정 가능



- 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

● 내용

1. 복습

- X-선 저각입사 측정법

2. 박막 및 X-선 박막 측정

- 박막 구조특성

3. 고분해능 XRD (High resolution XRD: HRXRD)의 이해

- X-선 회절 이론: 정역학 회절이론 및 동역학 회절이론

- X-선 분해능 향상 및 HRXRD 광학계

4. HRXRD 측정/분석

- 에피층 변형

- 로킹커브 (Rocking curve: RC) 및 시뮬레이션

- RSM (Reciprocal space map)

5. 정리

XD-3200 관련 이해

- Rigaku in-line XRD

- 9 kW (45 kV/200 mA)
- (초)박막 및 에피박막 측정

- 널리 접하는 박막 소재들

- Metal-films (다결정박막):

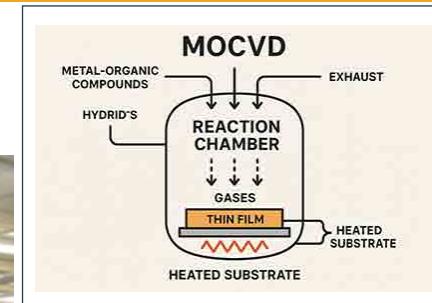
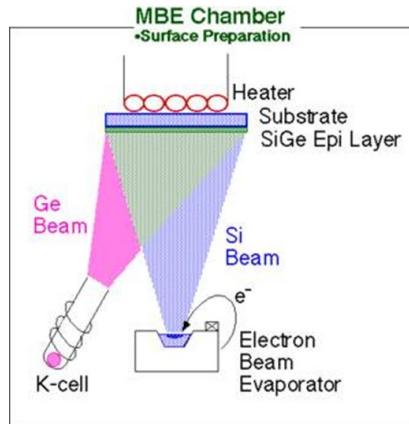
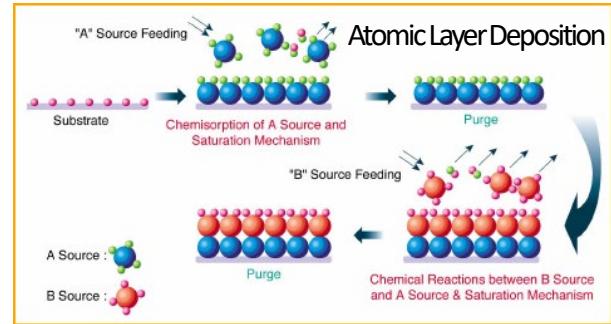
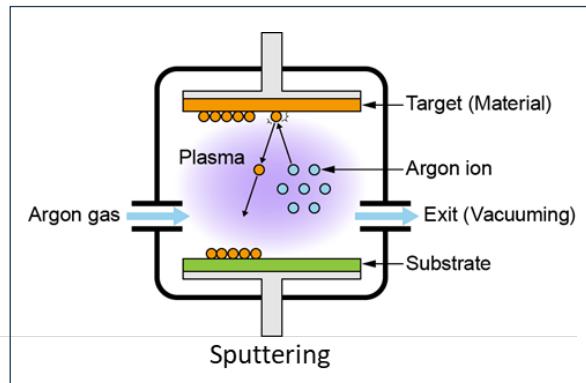
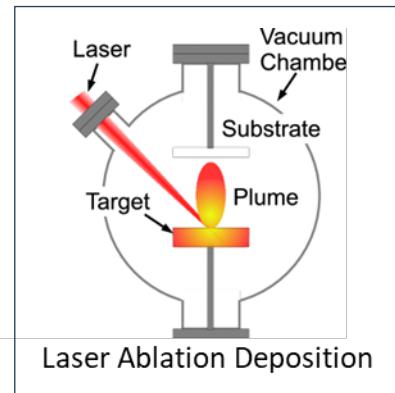
- Ti 화합물... 등, Hf 산화물... 등
 - 두께 범위: 주로 10 ~ 20 nm, 가끔 2 ~ 5 nm, 또는 30 nm 이상
 - 분석: 상(phases), 결정입자 크기, 우선방위, 두께 ...
 - 측정법: GI-XRD, In-plane XRD

- **에피(단결정) 박막:**

- SiGe 합금... 등
 - 분석: 격자이완 여부, 두께, 조성, ...
 - 측정법: HRXRD

● 박막 성장

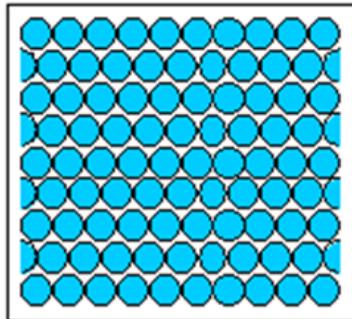
박막 성장 (Thin Film Growth)



박막 (layer)
기판 (substrate)

박막 성장법 (PVD, CVD, ALD, ...)

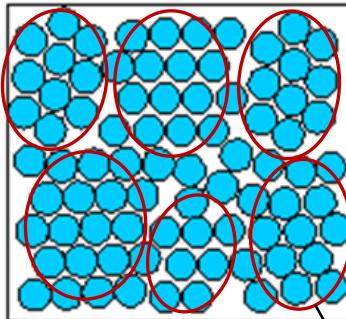
Bulk/박막: 단결정, 다결정 및 비정질



Single crystal

Periodic across the
whole volume.

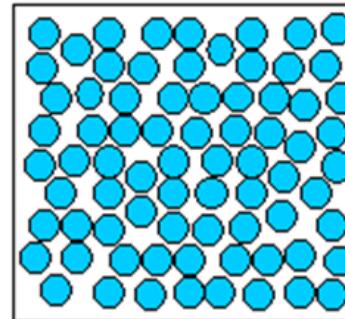
단결정



Polycrystal

Periodic across
each grain.

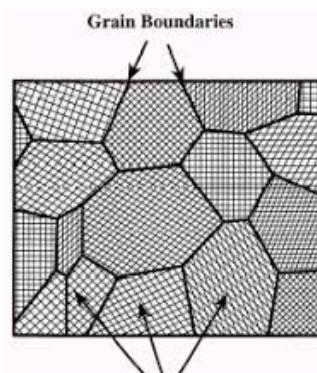
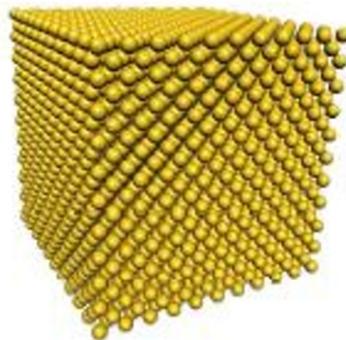
다결정



Amorphous solid

Not periodic.

비정질



crystallite: 단결정의 grain

● 박막 (Thin-film) 분석?

♥ 박막

● 전기전자/광소자를 비롯한 광범위한 소자에 다양하게 사용

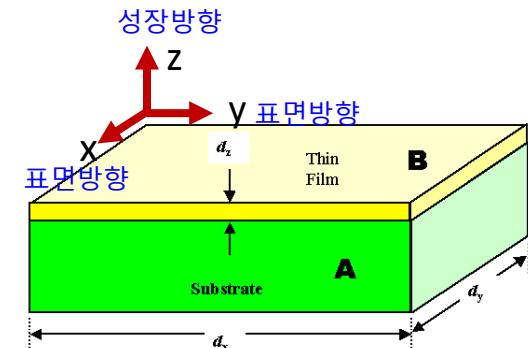
- 소자 물성 평가/향상을 위한 X-선 구조특성 분석 필요
 - 다결정박막: 결정상(phases), 물질조성, 우선방위, 변형(strain), 결정입자 크기, 층상태 (두께, 밀도, 표면/계면거칠기)
 - 에피박막: 격자변형/이완/두께 등의 층변형 상태, 조성, 결정품질
- 수 nm – 수십 nm 두께의 나노박막 평가 필요

● 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

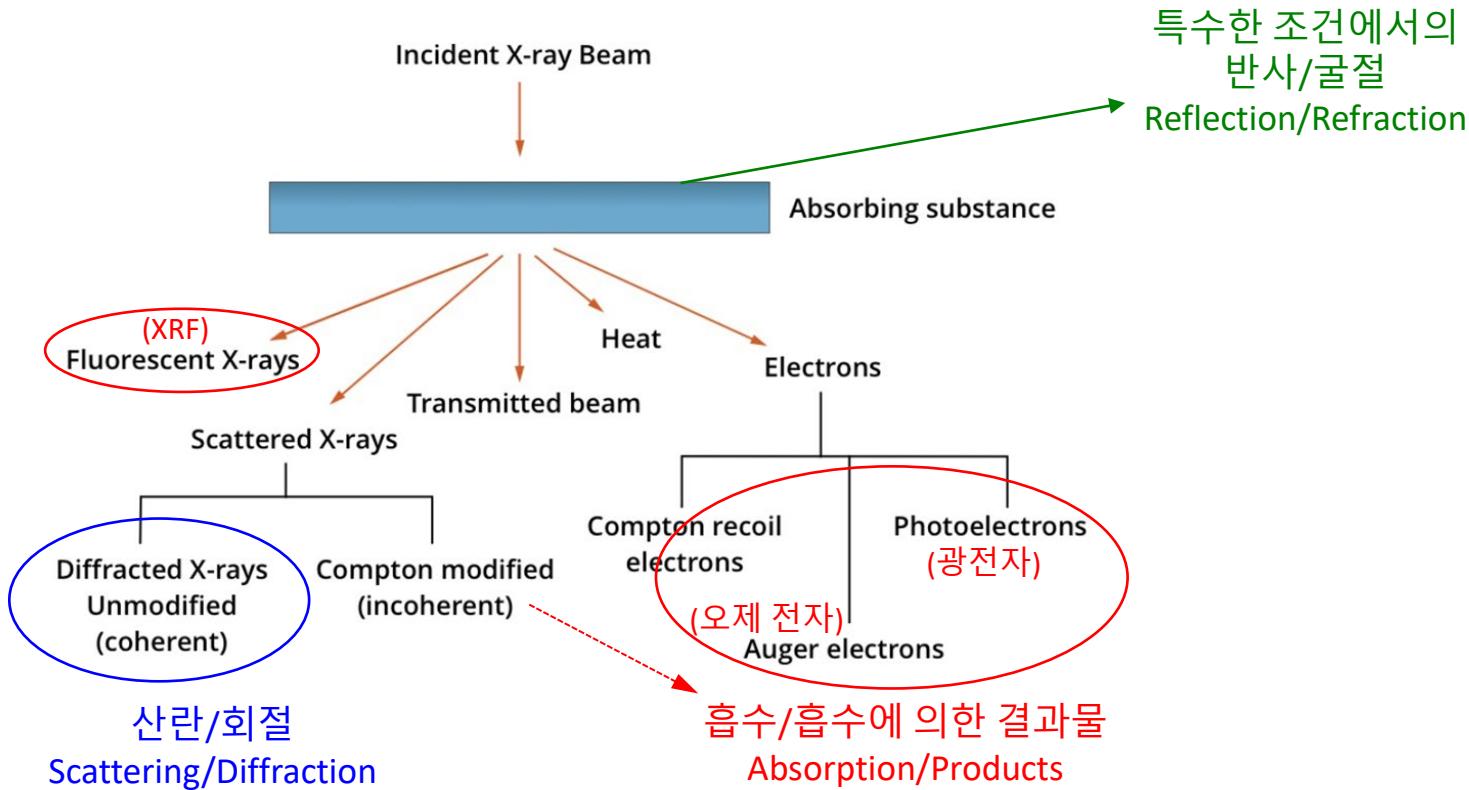


왜 박막의 구조특성
측정/분석이 중요???

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

• X-선 – 물질의 상호 작용 (X-ray – Matter Interaction)

Interaction of X-rays with matter



X-Ray Diffraction/Scattering
- 에피층 (단결정) 박막 구조/구조특성

→ 고분해능 XRD (High Resolution XRD)

● 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 (GID)	2θ	Phase identification Crystal structure
In-plane measurement	$2\theta\chi/\phi$ ϕ	Phase identification Crystal structure
Pole figure measurement	$\chi(\alpha), \phi(\beta)$	Preferred orientation
Rocking curve measurement	ω, χ, ϕ	Preferred orientation Crystallinity
Reciprocal space map	$2\theta/\omega, \omega$ $2\theta\chi/\phi, \phi$	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)

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

● 내용

1. 복습

- X-선 저각입사 측정법

2. 박막 및 X-선 박막 측정

- 박막 구조특성

3. 고분해능 XRD (High resolution XRD: HRXRD)의 이해

- X-선 회절 이론: 정역학 회절이론 및 동역학 회절이론

- X-선 분해능 향상 및 HRXRD 광학계

4. HRXRD 측정/분석

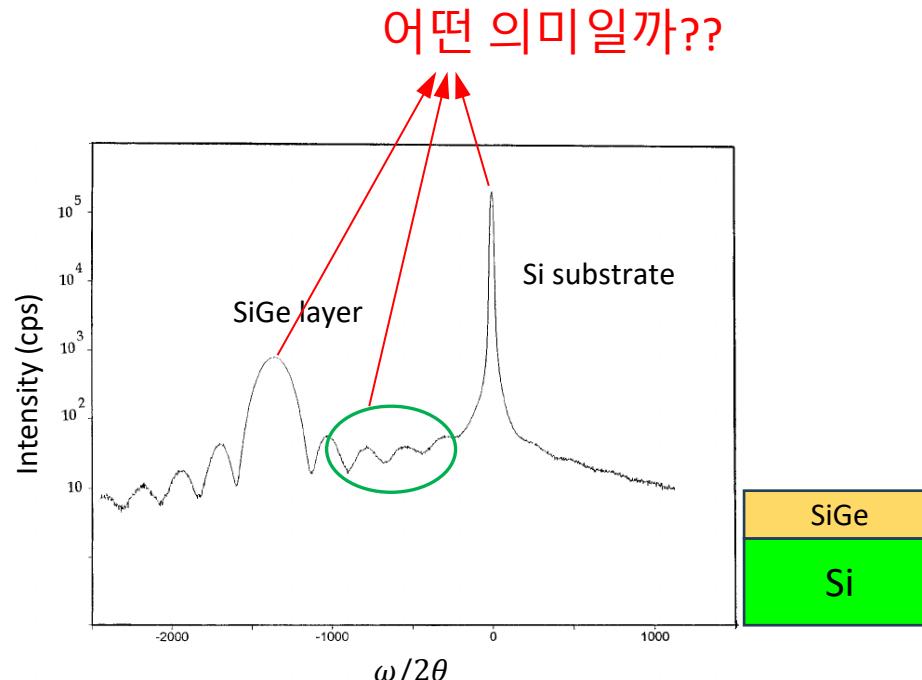
- 에피층 변형

- 로킹커브 (Rocking curve: RC) 및 시뮬레이션

- RSM (Reciprocal space map)

5. 정리

- Rocking curve
- SiGe/Si의 (004) RC

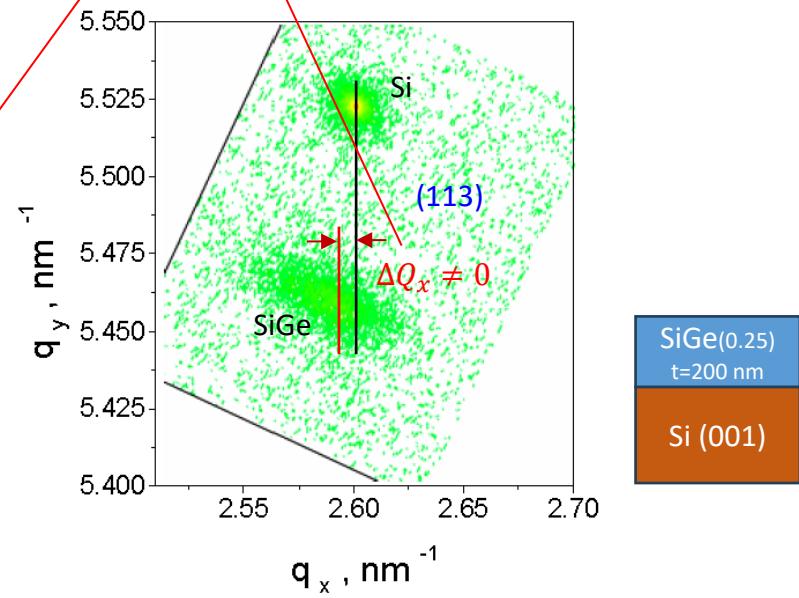
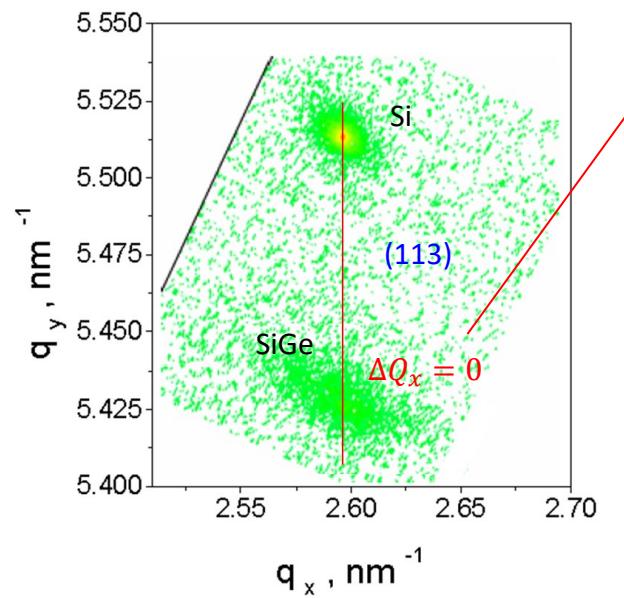


(004) Rocking Curve of SiGe/Si

- RSM (Reciprocal Space Map)

- SiGe/Si의 (113) RSM

어떤 차이일까??

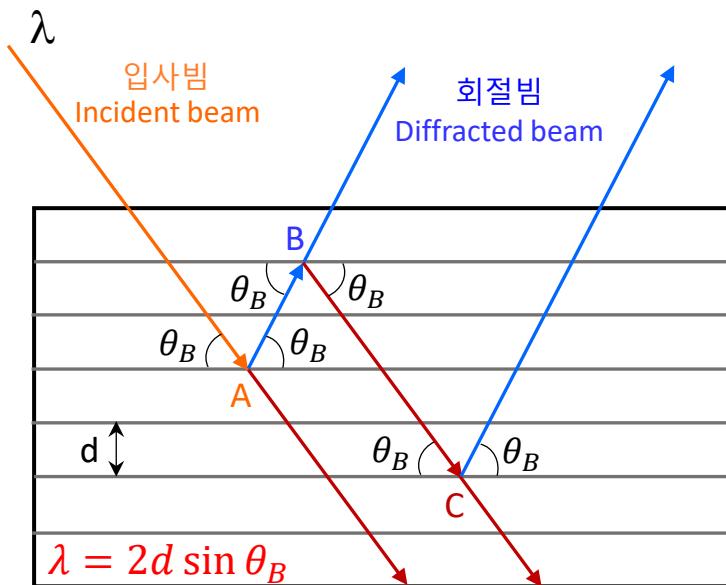


(113) RSMs of SiGe(0.25)/Si

• 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)



Forward diffracted beam 전방 회절빔

완전단결정 → Multiple Scattering/Diffraction (다중산란/회절)

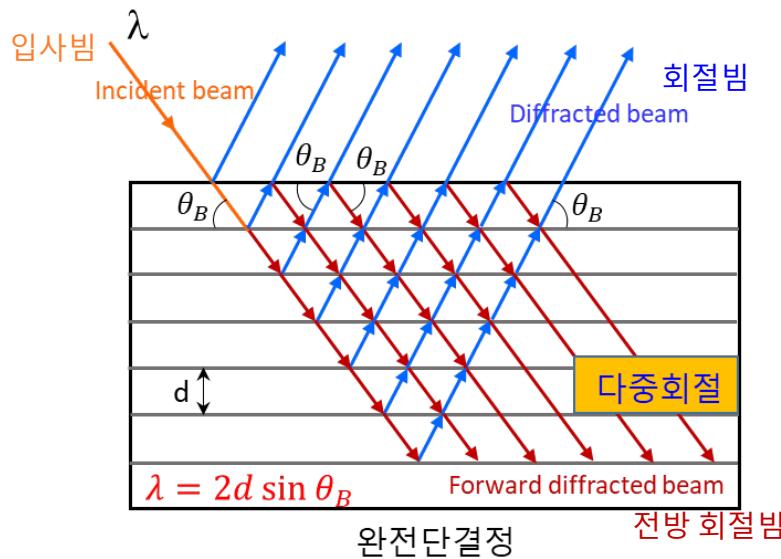
동역학 회절

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

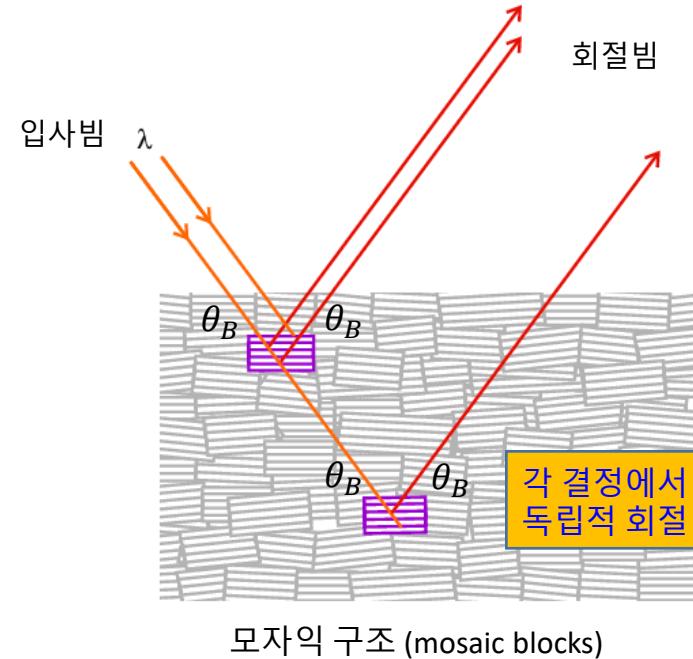
X-선 회절 이론 (X-ray Diffraction Theories)

1) 정역학/운동학 회절 (Kinematical Diffraction)

2) 동역학 회절 (Dynamical Diffraction)



동역학 회절



정역학 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

• Bragg 법칙

Bragg 법칙

1. 운동학/정역학 이론 (Kinematical theory)

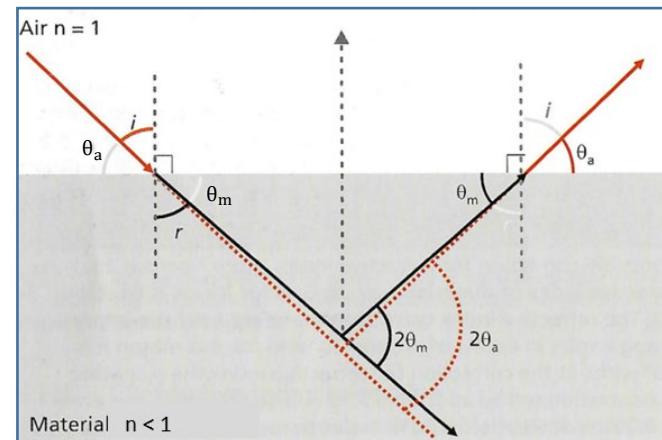
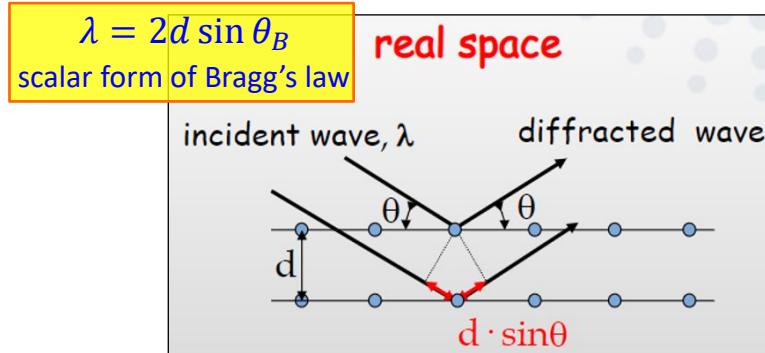
$$n\lambda = 2d \sin \theta_B \quad (1)$$

- 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 고려함으로 엄밀하게는 Bragg 각도가 운동학 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, 운동학 Bragg 회절식 (1)을 적용해도 단결정 및 에피층 분석에 전혀 무리가 없음

Bragg 법칙

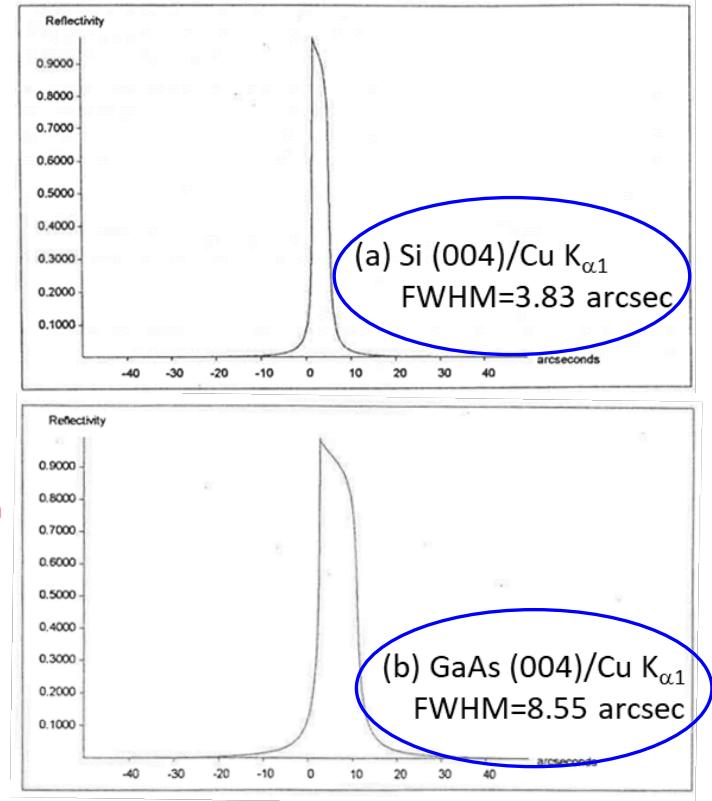
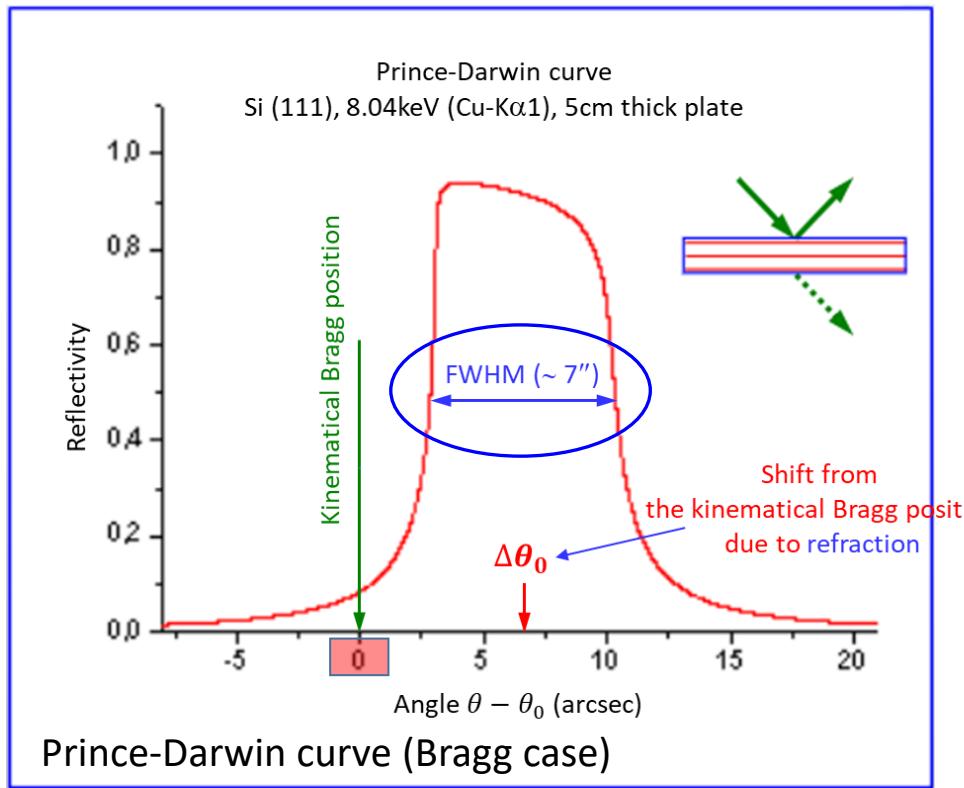


물질 내부에서의
x-선 굴절

• 동역학 회절의 회절피크의 폭 (FWHM)

완전 단결정에서

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

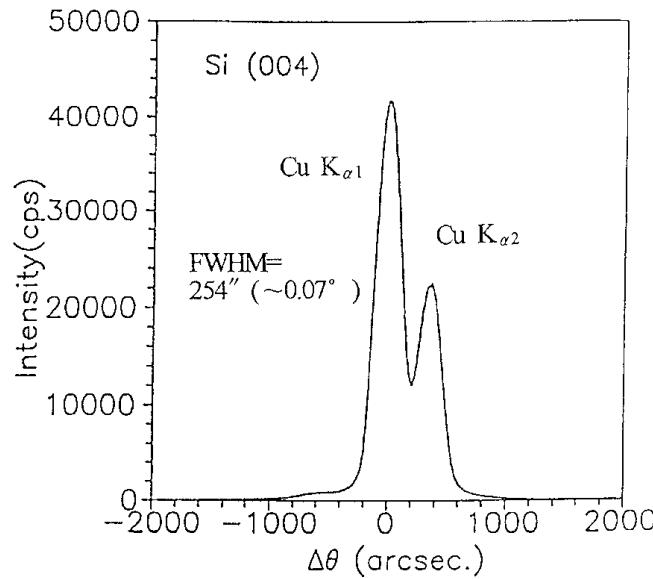


동역학 회절을 이용하여 계산한 완전 단결정의 X-선 회절피크 및 폭 (Cu K α 1 : 0.154 nm)

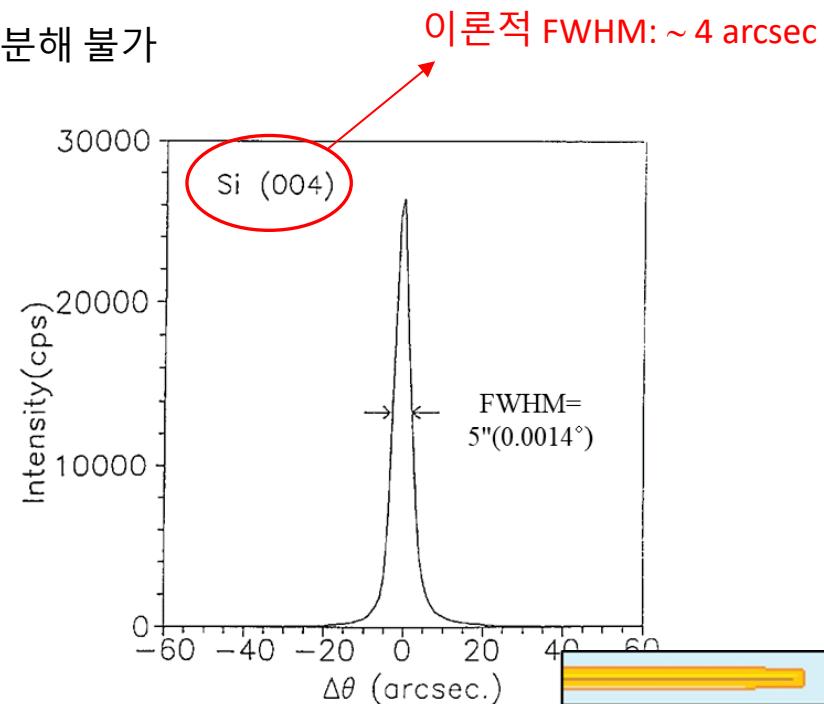
● 고분해능 XRD (High-Resolution XRD)

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

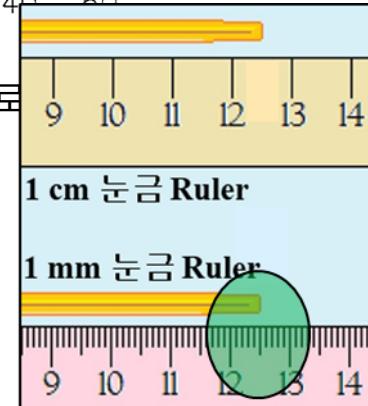


고분해능 XRD의 Si (004) 로킹커브

→ 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 (monochromator)

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



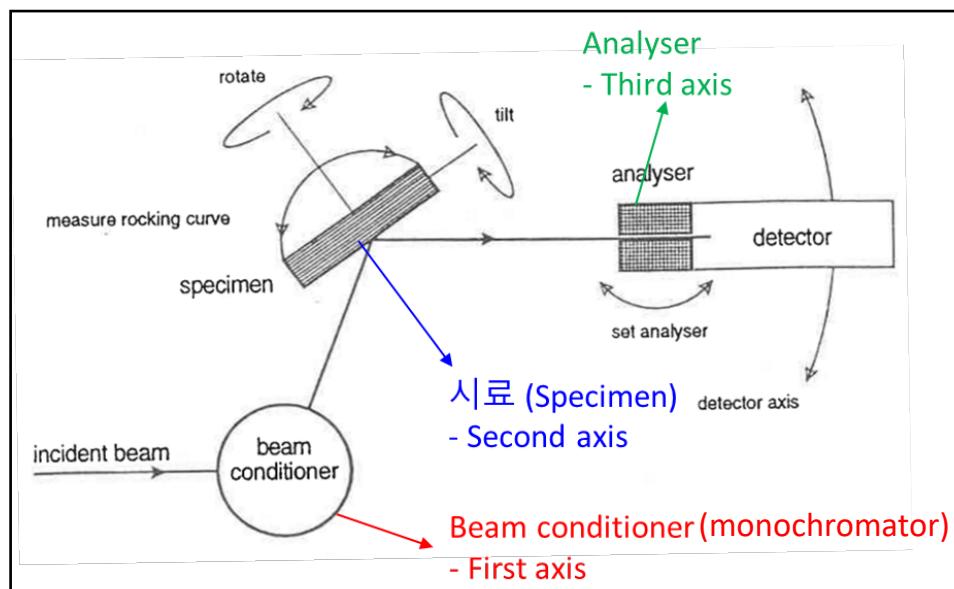
- CCC (Channel Cut Crystal)

- 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)

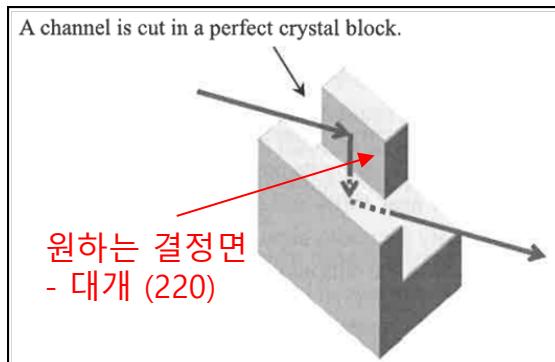
- (+n, -n) 구조의 2-bounce CCC를 거울 대칭으로 4-bounce 회절구조, (+n, -n, -n, +n) 구조

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

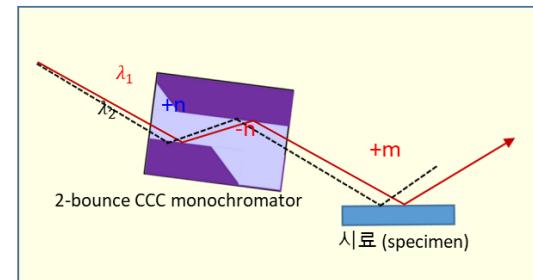
$\omega_{M(2b,4b)}$: monochromator 회절 폭

ω_s : 시료의 회절 폭

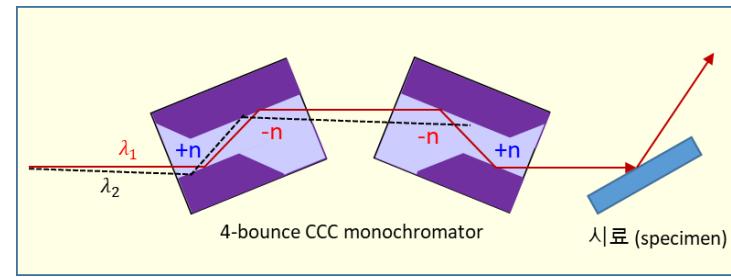
$\Delta\theta_{\lambda(2b,4b)}$: 파장분산 항



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) 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

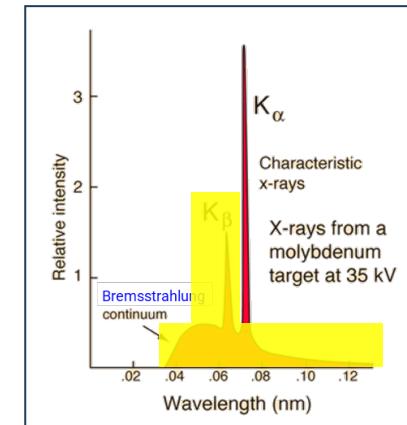
- Parabolically bent : diffracted parallel beam

- 분산빔을 평행빔으로 변환 (converting): 고강도 빔

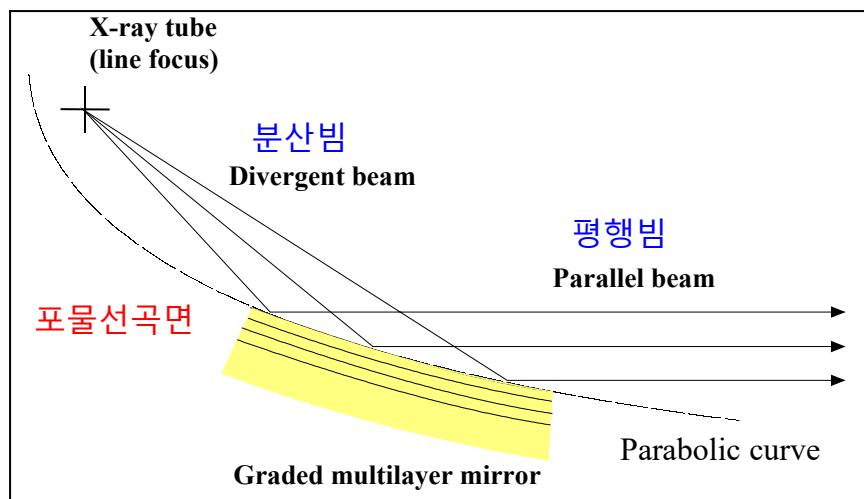
- 단색화된 $K\alpha_{1,2}$: $K\beta$ 및 연속스펙트럼 제거
(Cu-K β 는 Cu-K α 의 약 0.5%)

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

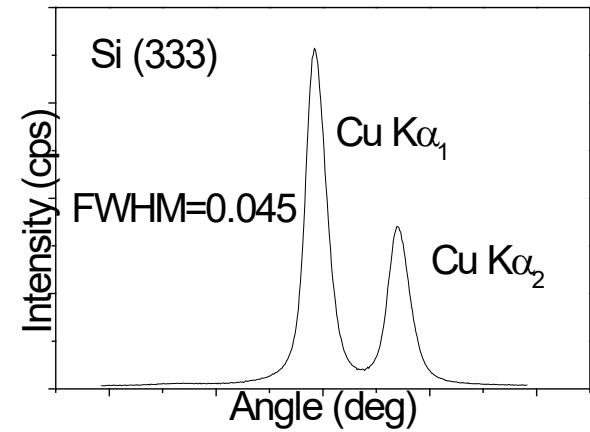
→ 고강도의 평행한 $K\alpha_{1,2}$



X-선 spectrum



평행빔 X-선 mirror의 개념도



평행빔 X-선 mirror의 빔분해능 특성

- 다중결정 광학계 (multiple crystal optics)

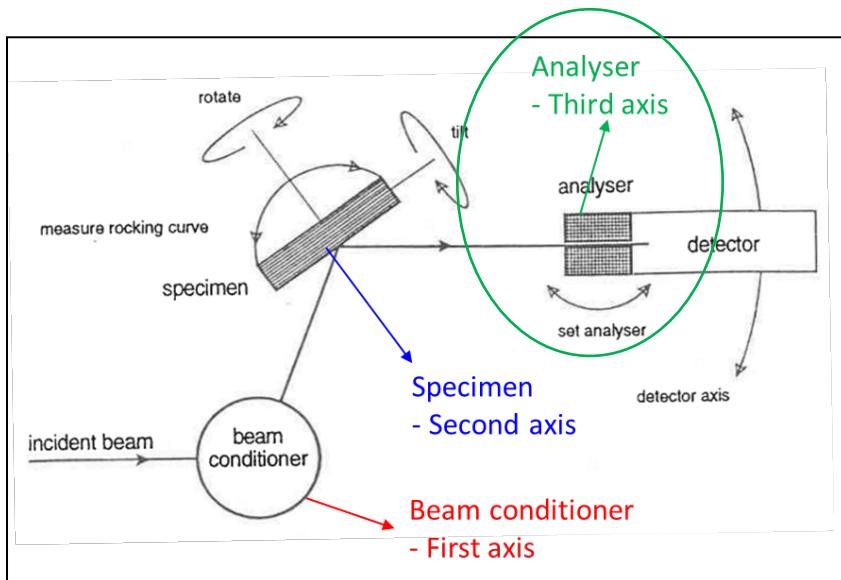
2) Analyser crystal 구조

- 2-bounce 또는 3-bounce CCC 구조

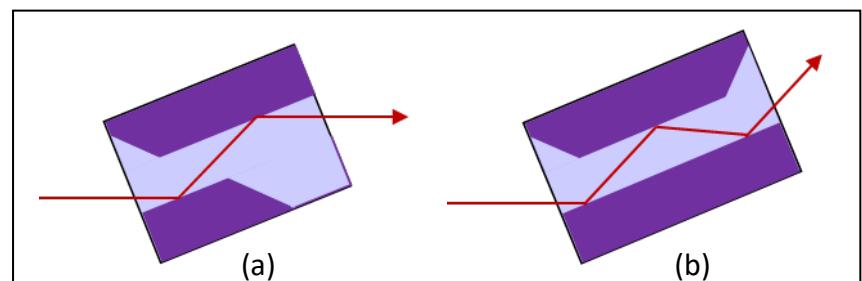
- 시료에서 나오는 회절/산란빔의 2θ 각도 선택
 $\rightarrow 2\theta$ 각도 분해능 향상
 \rightarrow 역격자 공간 좌표 선택



- 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

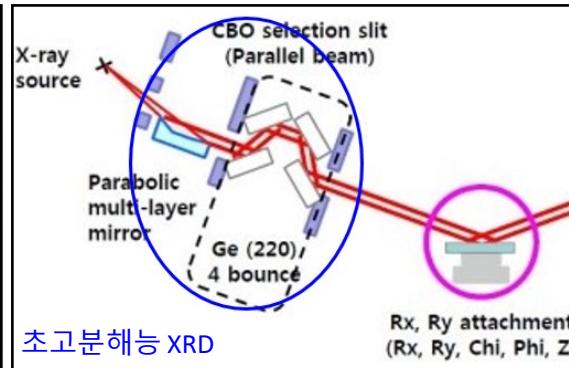
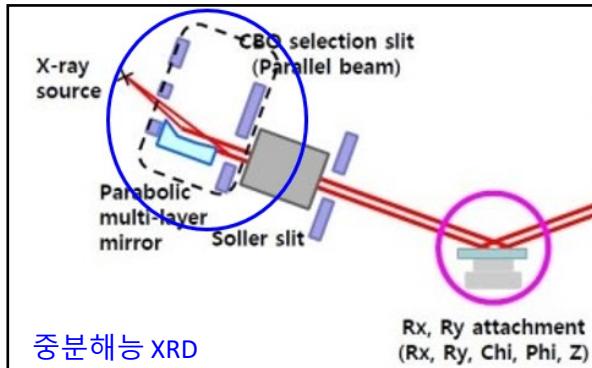
- 평행빔 X-선 mirror 만 사용 (no CCC)

5) 고분해능 XRD

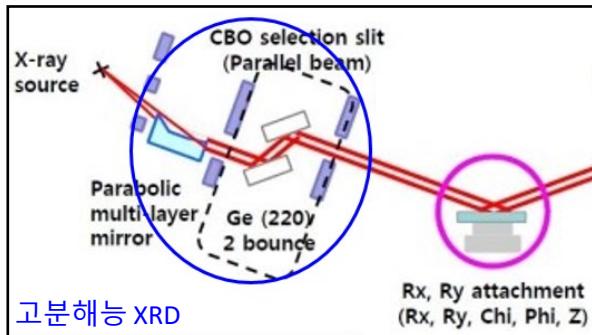
- 평행빔 X-선 mirror + 2-bounce Ge (220)/Ge (400) monochromators

6) 초고분해능 XRD (Ultra high resolution XRD)

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



XD-3200에서 사용



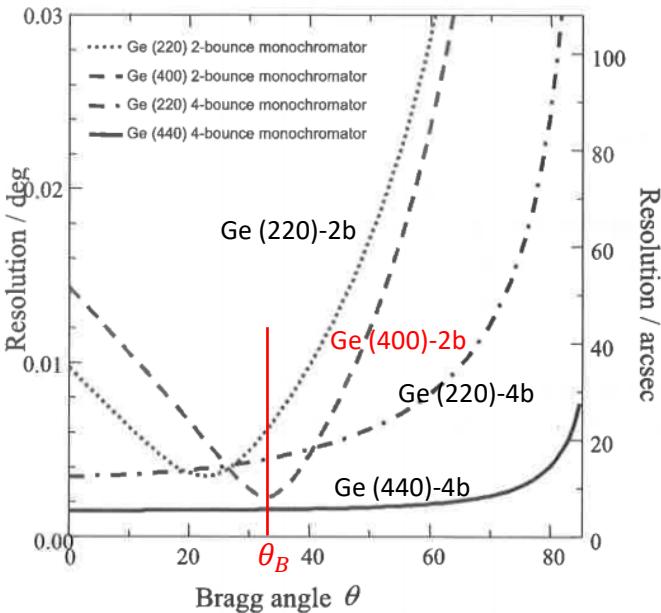
고분해능 광학계의 분해능 및 상대 빔강도

	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

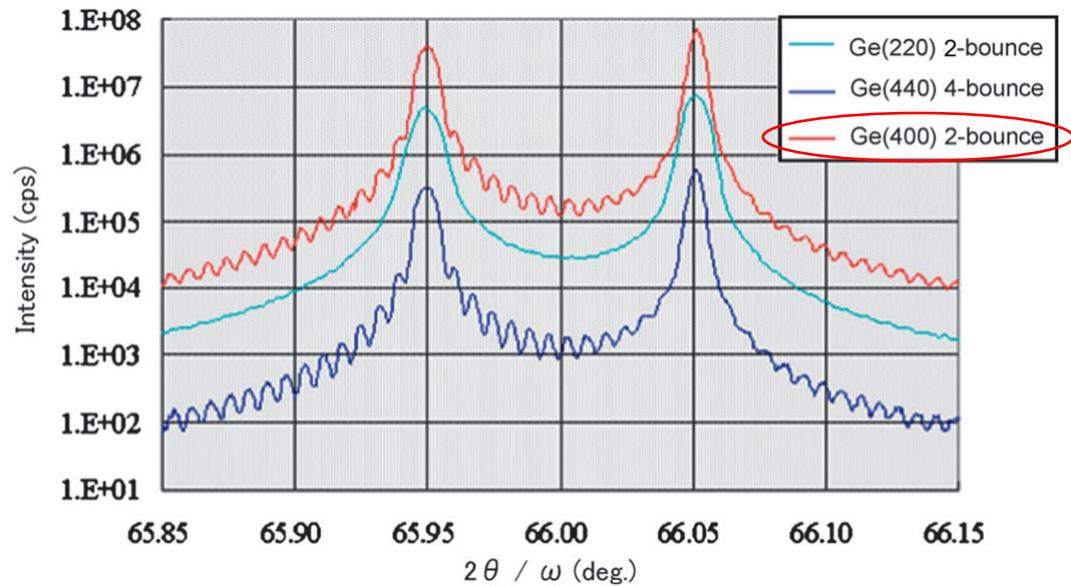
• 고분해능 XRD (High-Resolution XRD)

다중결정 광학계 (multiple crystal optics) – 시료에 따른 광학계 선택

- 중분해능 XRD
 - 평행빔 x-mirror 만 사용 (no CCC)
- 고분해능 XRD
 - 평행빔 x-선 mirror + 2-bounce Ge (220)/Ge (400) monochromators
- 초고분해능 XRD (Ultra high resolution XRD)
 - 평행빔 x-선 mirror + 4-bounce Ge (220)/Ge (440) monochromators

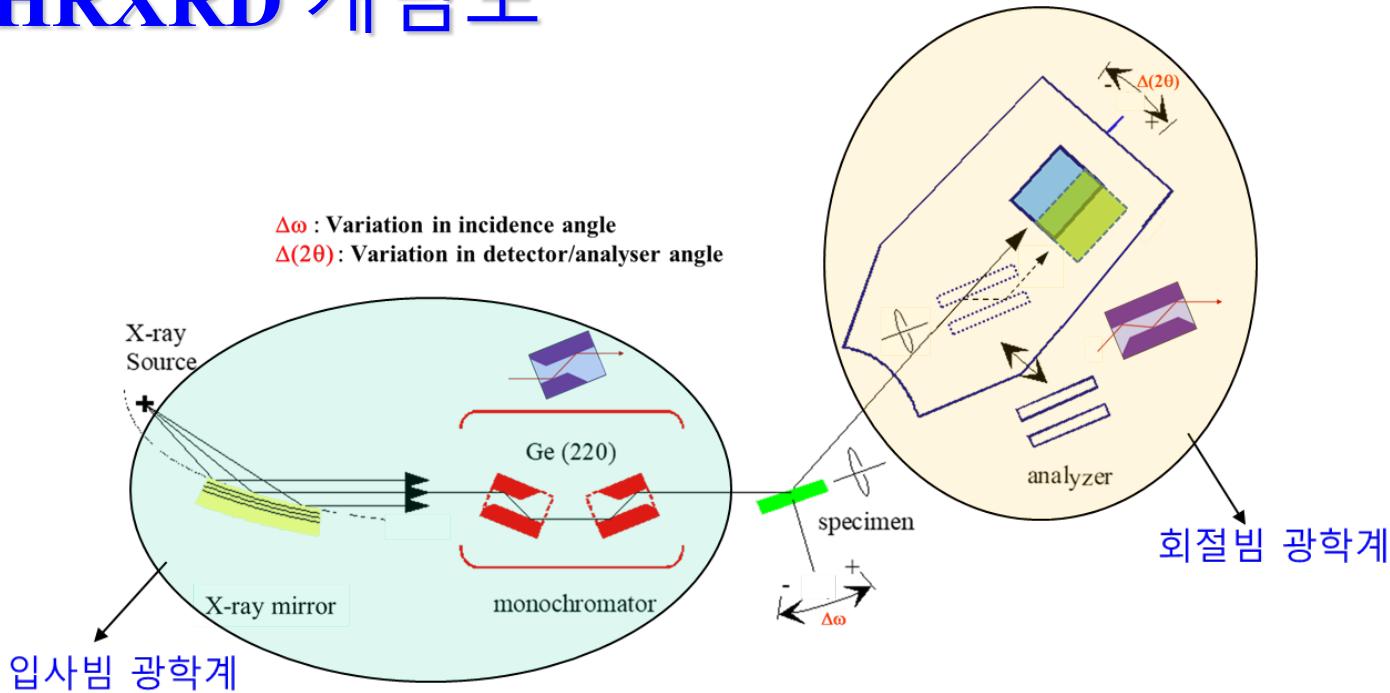


고분해능 광학계의 CCC monochromator 분해능



CCC monochromator vs. AlGaAs/GaAs RCs (GaAs (004), $\theta_B = \sim 33^\circ$)

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)

● 내용

1. 복습

- X-선 저각입사 측정법

2. 박막 및 X-선 박막 측정

- 박막 구조특성

3. 고분해능 XRD (High resolution XRD: HRXRD)의 이해

- X-선 회절 이론: 정역학 회절이론 및 동역학 회절이론

- X-선 분해능 향상 및 HRXRD 광학계

4. HRXRD 측정/분석

- 에피총 변형

- 로킹커브 (Rocking curve: RC) 및 시뮬레이션

- RSM (Reciprocal space map)

5. 정리

● 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)

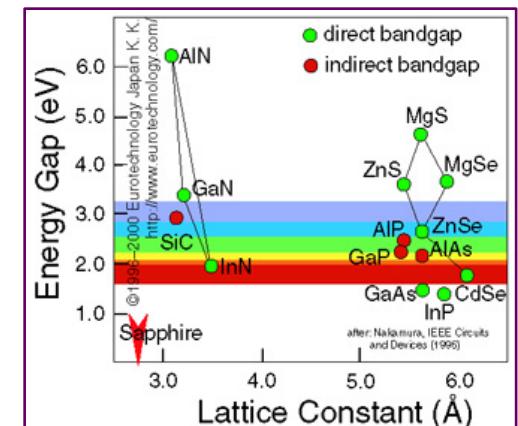
- 단결정 웨이퍼/에피층 결정품질 (crystalline quality)
- 에피층/기판 구조변수 (structural parameters): misorientation/tilt, mismatch, relaxation(격자이완), 두께, 조성, 결함 (전위밀도, 웨이퍼휨, 모자익구조 등), 배향도, 불균질성 (inhomogeneity)

→ 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



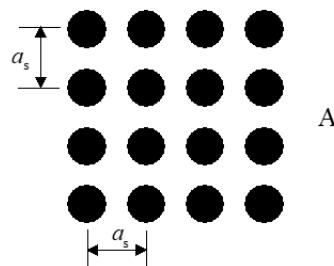
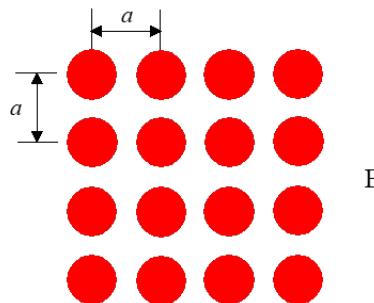
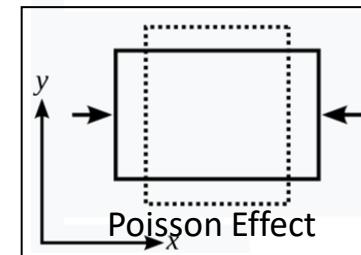
격자상수와 물질 밴드갭의 상관관계

• 에피층 변형

- 에피층 변형 이론 (예: cubic 결정구조)

- Poisson 효과에 의한 변형

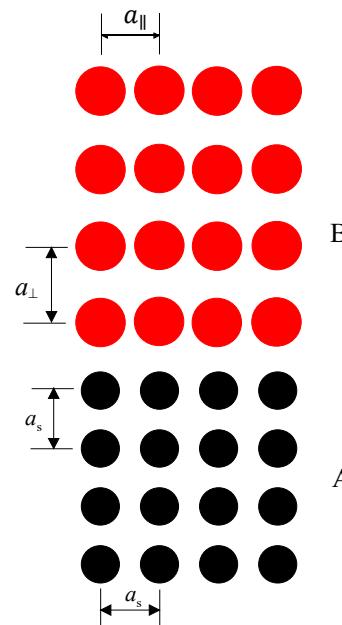
- 수평방향으로 압축 \rightarrow 수직방향으로 늘어남
- 수평방향으로 인장 \rightarrow 수직방향으로 줄어듦



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

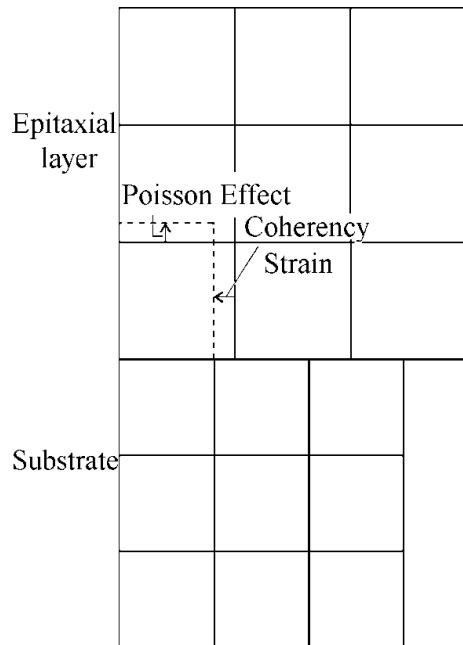
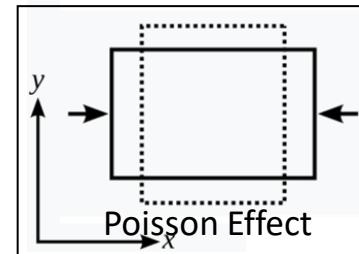
(Lattice coherency,
Fully strained)

• 에피층 변형

- 에피층 변형 이론 (예: cubic 결정구조)

 - Poisson 효과에 의한 변형

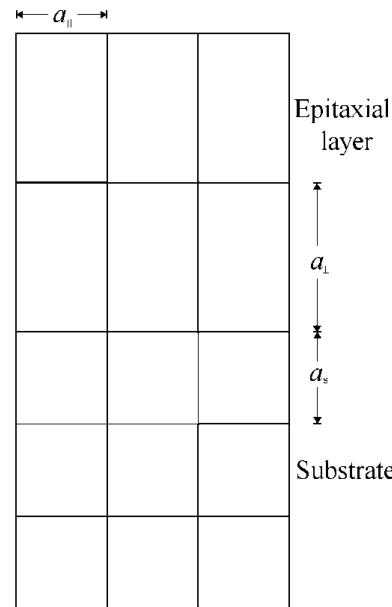
 - 수평방향으로 압축 → 수직방향으로 늘어남
 - 수평방향으로 인장 → 수직방향으로 줄어듦



두 cubic 물질 A & B
 $a_s < a$

기판 A 위에
 에피층 B 성장
 - 기판 변형 무시

Poisson effect →
 Tetragonal deformation
 (정방형 변형)



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

(Lattice coherency,
 Fully strained)

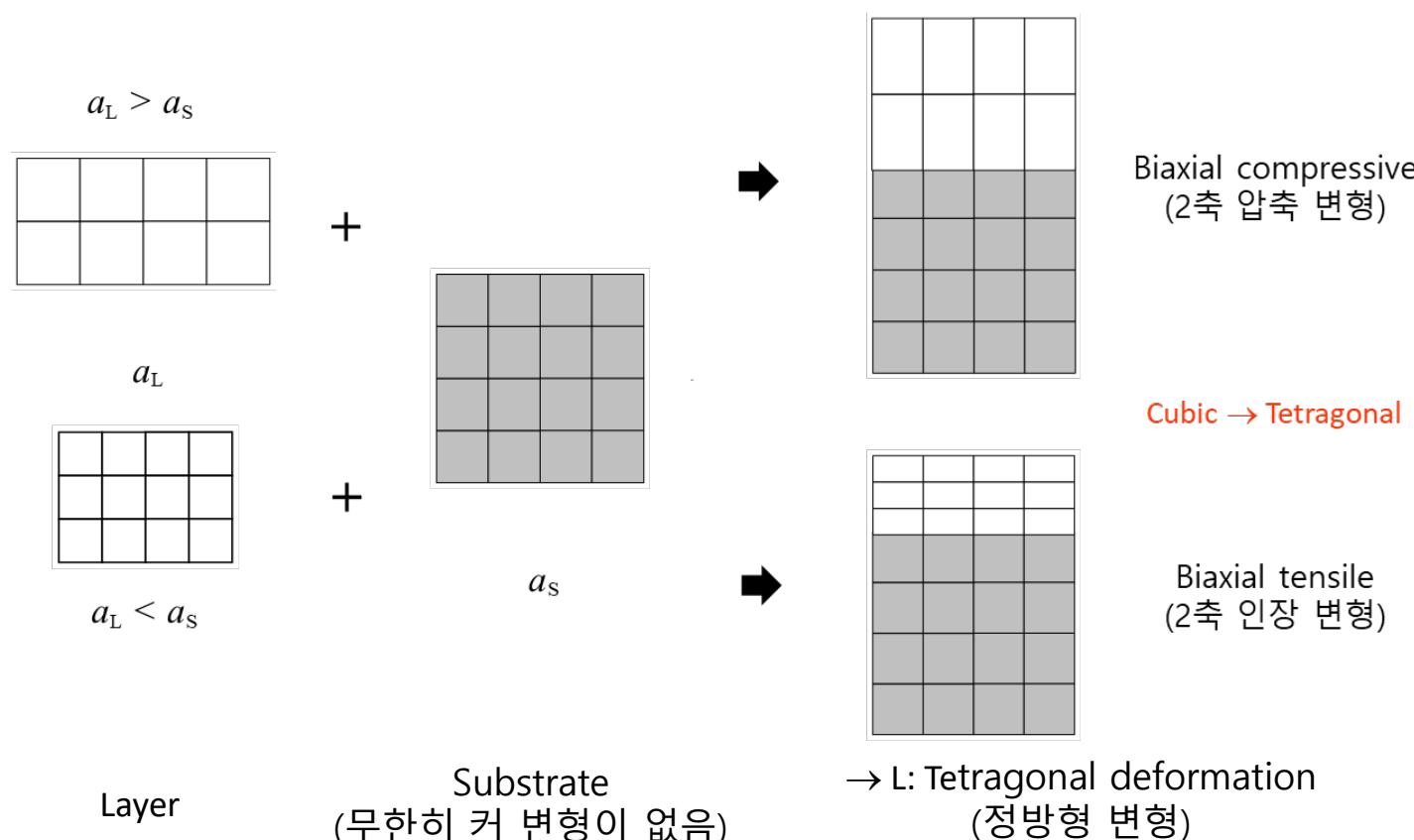
- 에피층 변형

- 에피층 변형 이론 (예: cubic 결정구조)

- Poisson 효과에 의한 변형

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

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

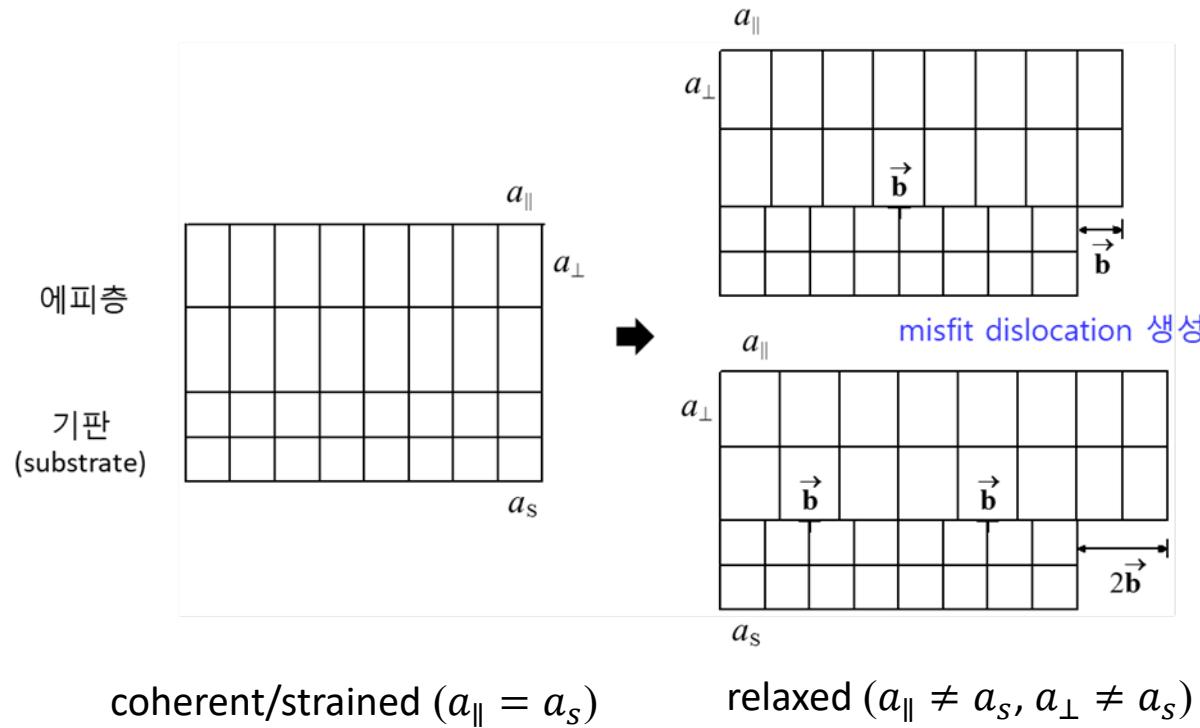


- 에피층 변형

- 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

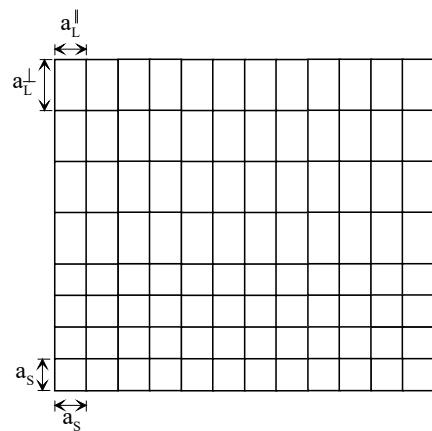


• 에피층 변형

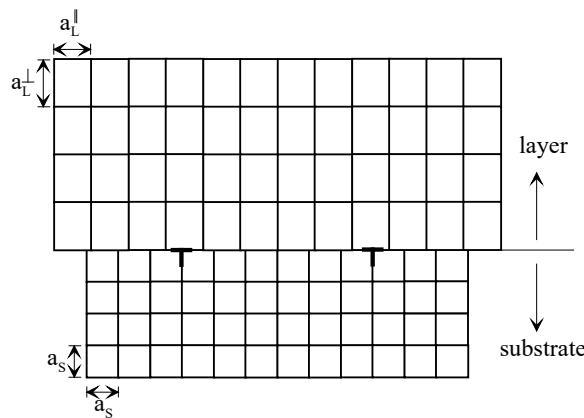
- 에피층 변형 이론 (예: cubic 결정구조)

- 에피층 변형 상태

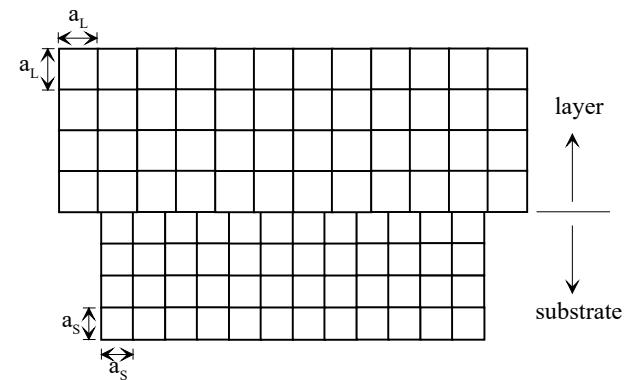
- 격자정합 (coherency)을 유지하는 에피층 및 격자이완 (relaxation) 상태의 에피층이 존재



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

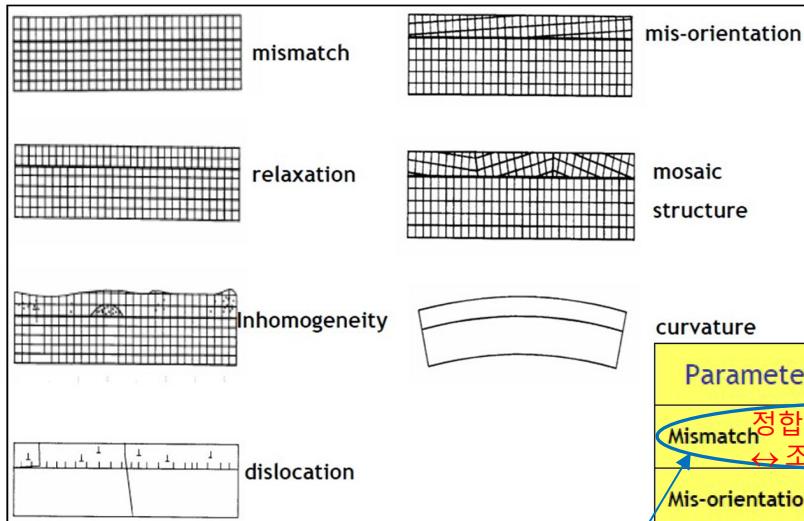


(b)
Partially relaxed layer
($a_{\parallel} \neq a_s$, $a_{\perp} \neq a_s$)
(부분변형/이완)



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

• 에피층의 구조변수 (structural parameters)



에피층의 구조변수가 로킹커브 profile에 미치는 영향

에피층의 구조변수 및 개념도

Si계
에피층
관련
변형/결합/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>결합</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

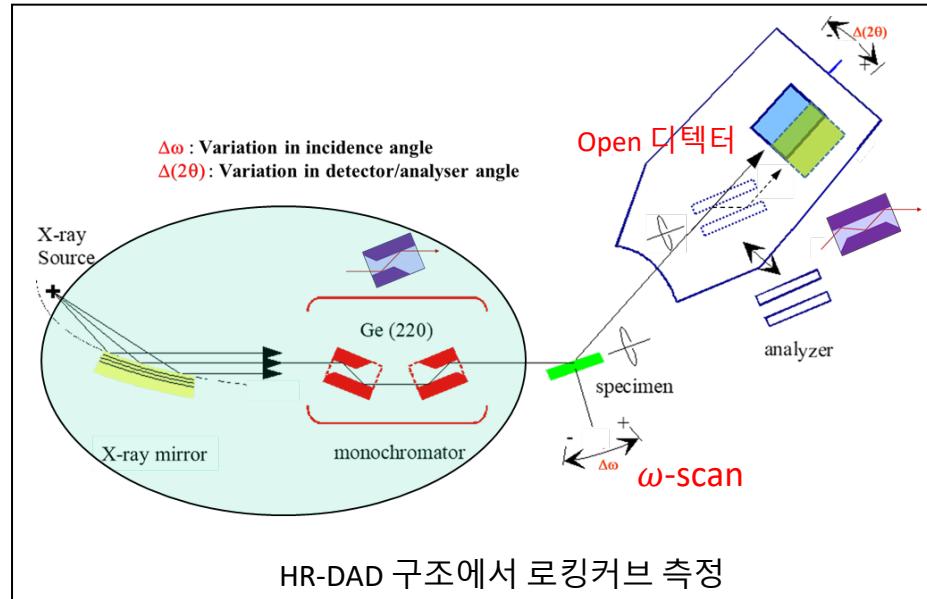
• 로킹커브 측정/분석

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

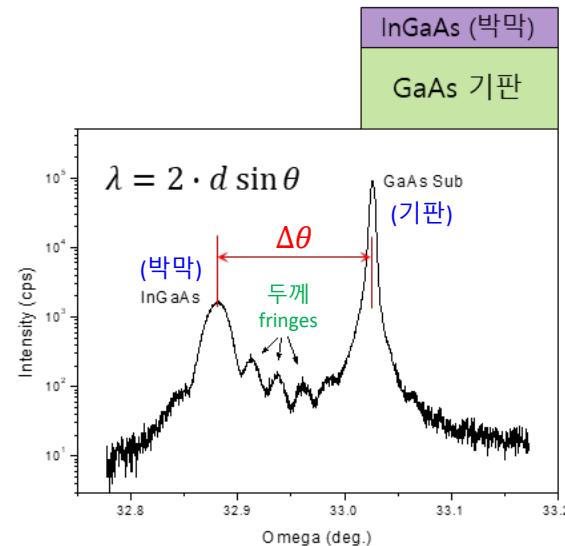
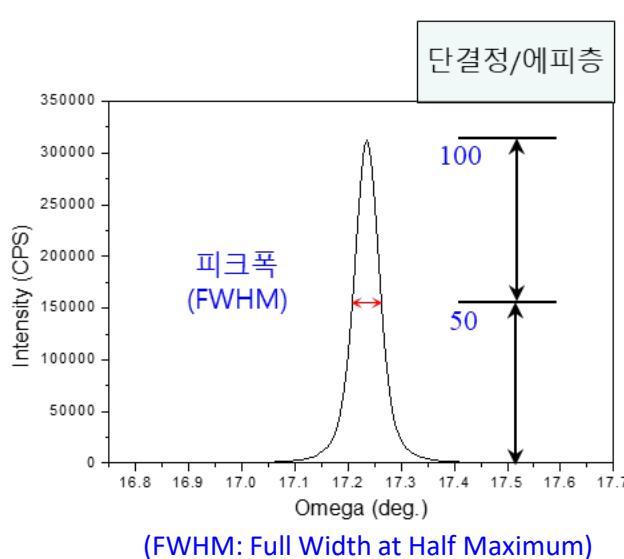
→ 단결정 또는 에피층의 구조특성을 분석하는 기본적인 측정

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



• 로킹커브 측정/분석

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



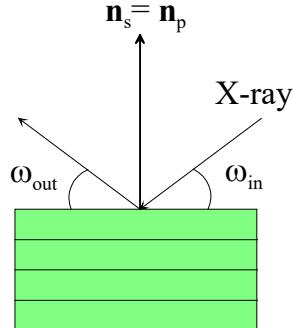
• 피크폭 (FWHM)

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

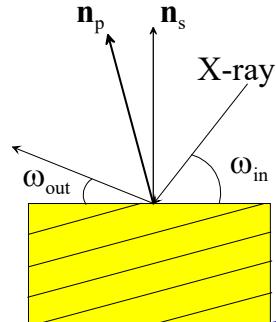
• 피크위치/간격 (position/separation)

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

대칭회절(면) 및 비대칭회절(면)



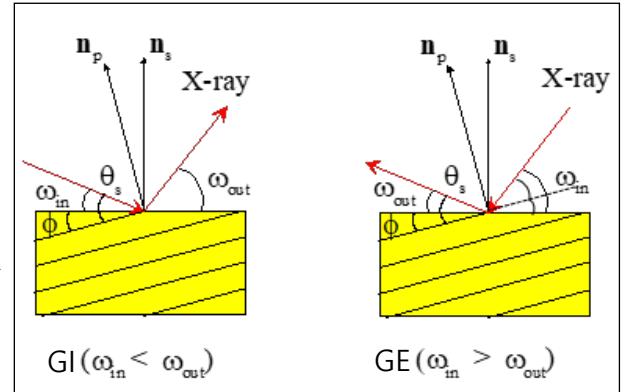
대칭회절($\omega_{in} = \omega_{out}$)



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, ...

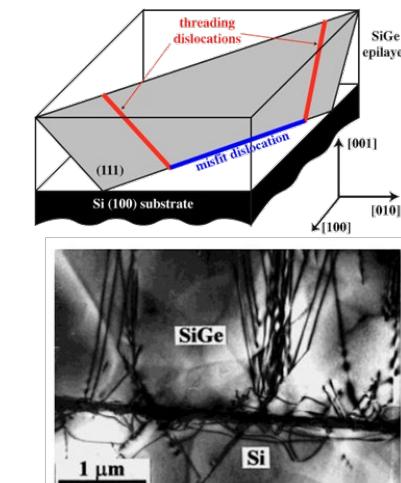
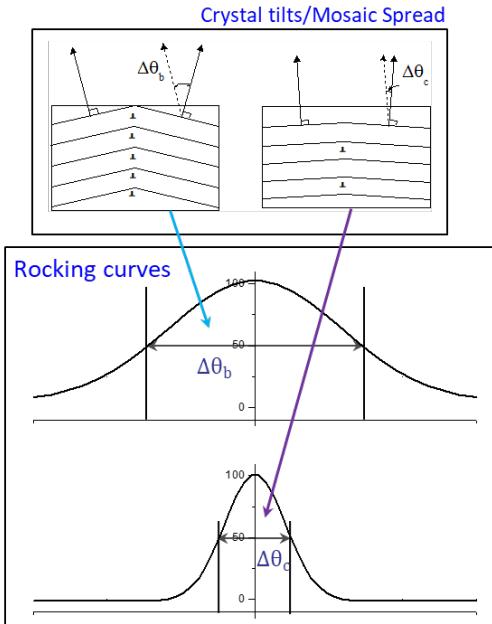
• 로킹커브 측정/분석: 피크 폭 (FWHM)

• 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

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

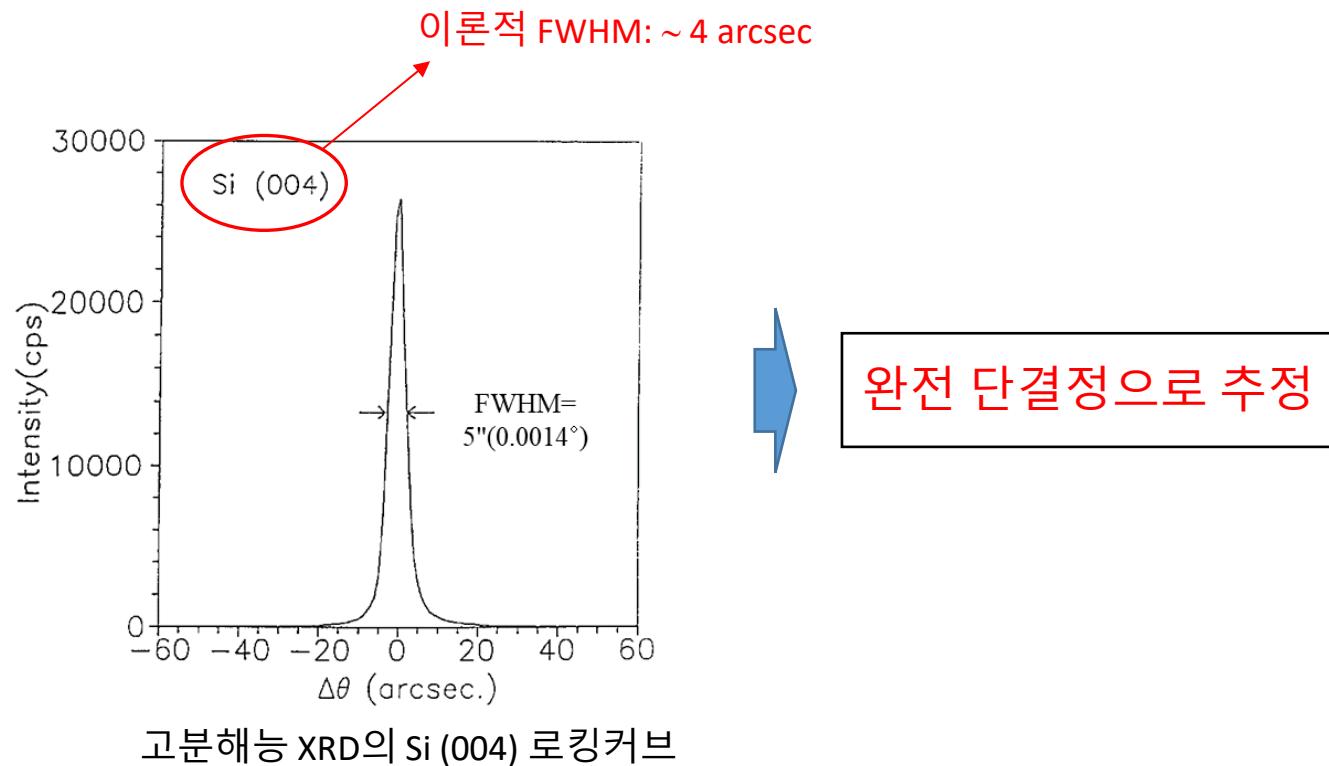
ρ : 전위밀도

β : RC의 FWHM (rad)

b : Burgers 벡터 (cm)

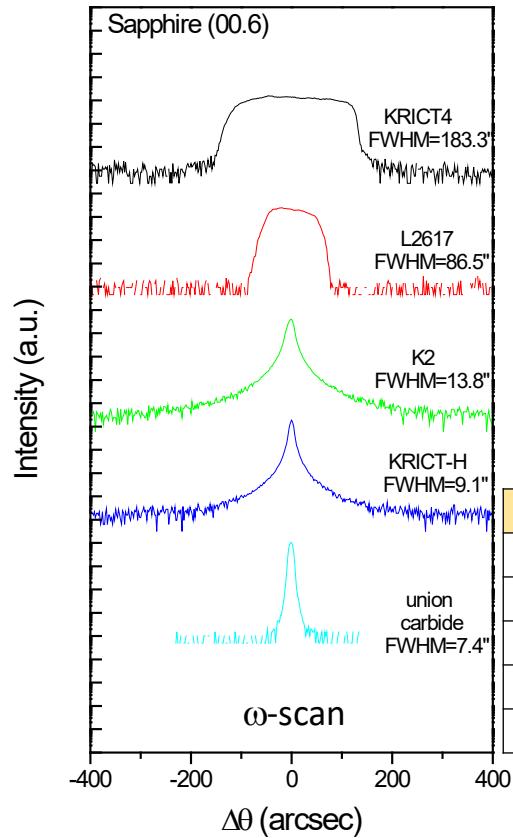
단결정 실리콘

- FWHM 5 arcsec로 이론적인 피크폭 → 완전 단결정 추정



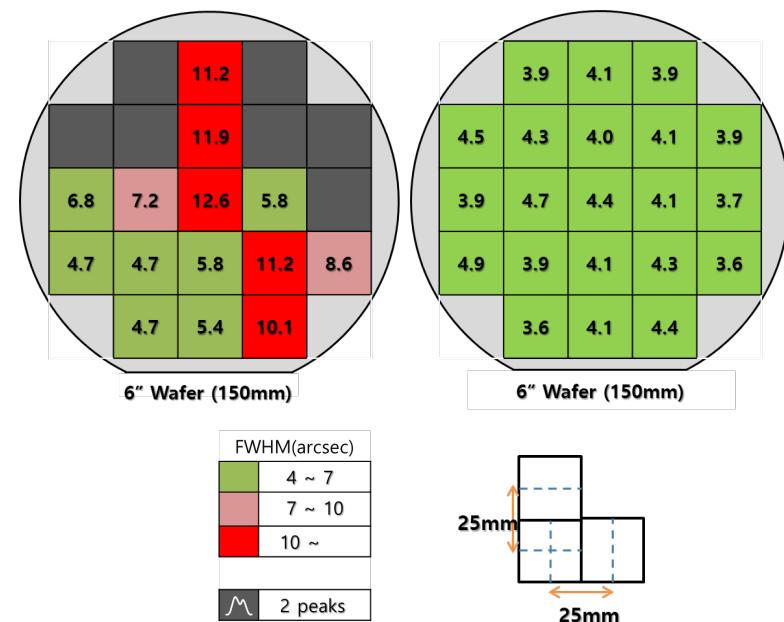
- 로킹커브 측정/분석: 피크 폭 (FWHM)

→ RC 피크폭 측정 및 결정품질 평가 예



성장 조건에 따른 사파이어 웨이퍼의 품질평가

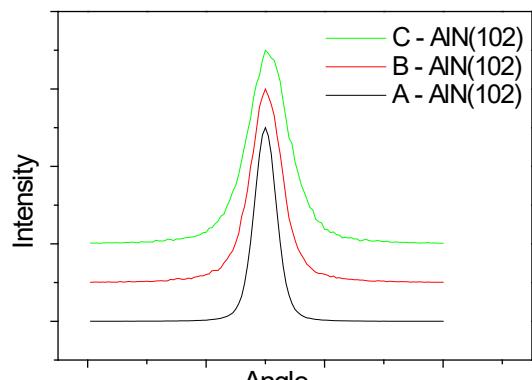
Rocking Curve 분석을 이용한
sapphire 웨이퍼의 결정품질 평가



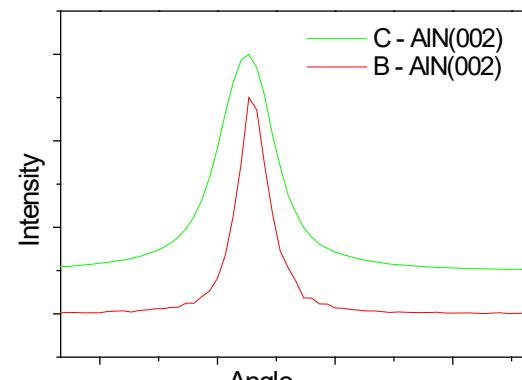
6" 사파이어 웨이퍼의 위치별 품질평가

- 로킹커브 측정/분석
→ RC 피크폭 측정 및 결정품질 평가 예

Samples – AlN/Sapphire 에피층



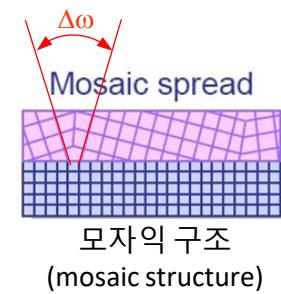
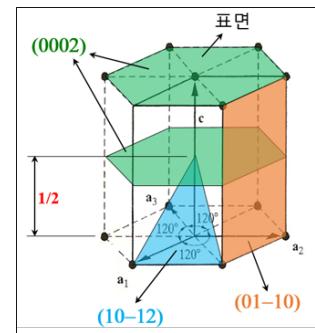
(10·2) Rocking Curves



(00·2) Rocking Curves

sample	AlN (10·2)		AlN (00·2)	
	degree	arcsec	degree	arcsec
A	0.084	304	-	-
B	0.108	389	0.083	299
C	0.122	439	0.106	382

AlN의 (10·2) & (00·2) RC FWHM

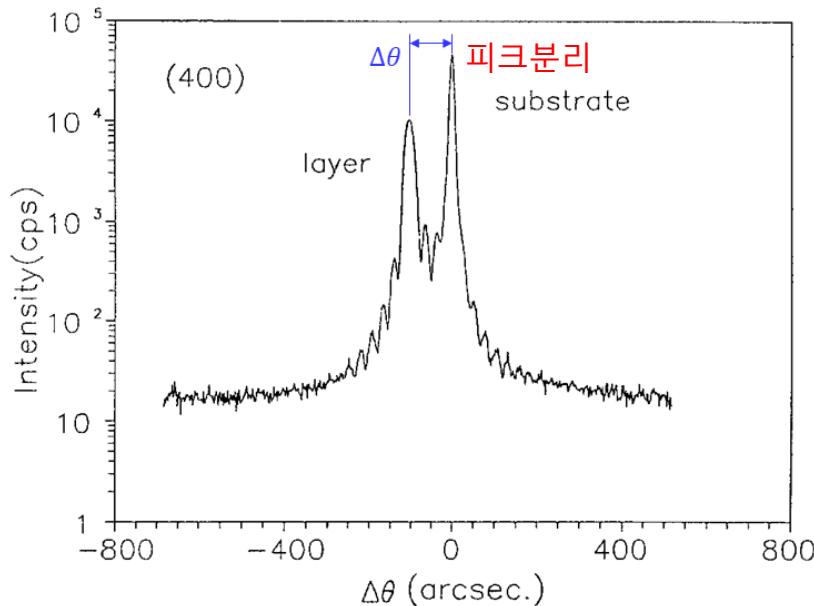


• 로킹커브 측정/분석: 피크 위치/간격

• 로킹커브 측정/분석

- Lattice mismatch (격자불일치)

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



(001) 표면

AlGaAs

GaAs

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

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

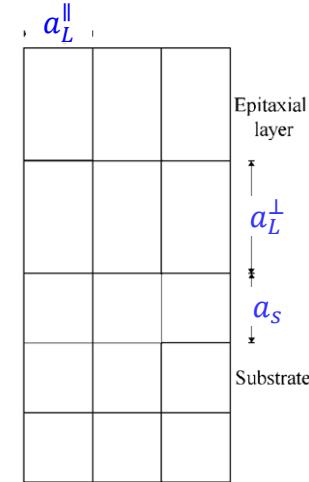
(004) 로킹커브 분석 결과

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

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

예: 격자 정합 유지

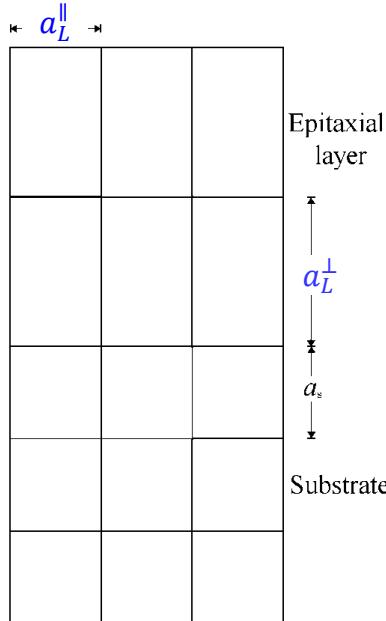
$$\rightarrow a_L^{\parallel} = a_s, a_L^\perp \neq a_s$$



• 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

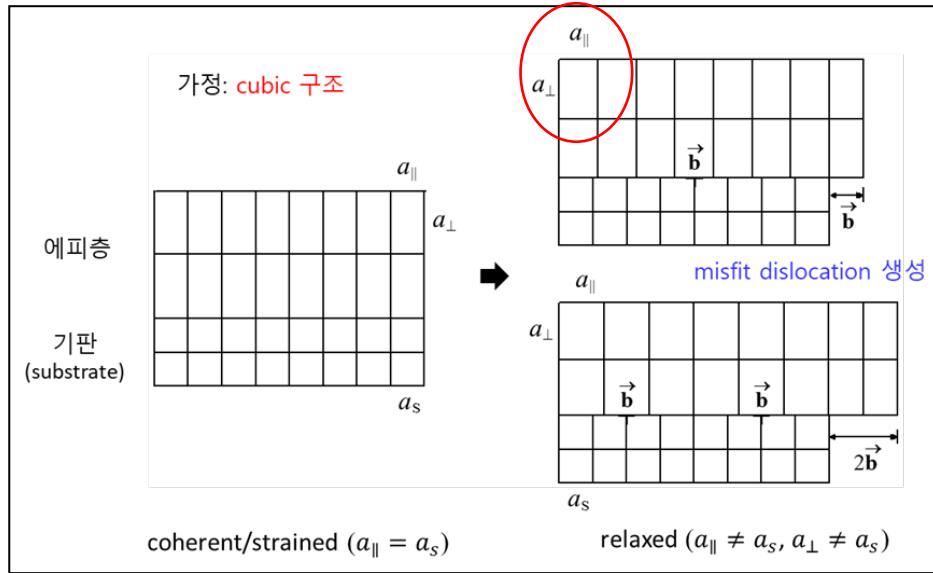
$$\varepsilon^{\perp} = \frac{a_L^{\perp} - a_s}{a_s} = \frac{\sin \theta_S}{\sin(\theta_S + \Delta\theta)} - 1 \quad (\Delta\theta = \theta_L - \theta_S)$$

→ 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)



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



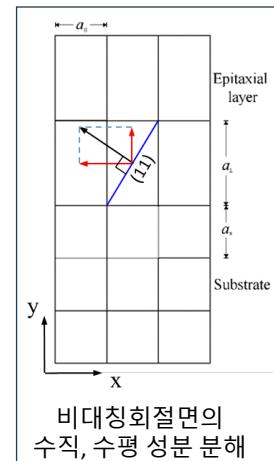
양방향의 격자상수를
어떻게 구하나 ???



비대칭회절면
- RC 측정
- RSM 측정

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

(⇒ 뒤의 RSM 분석에서 살펴볼 예정)



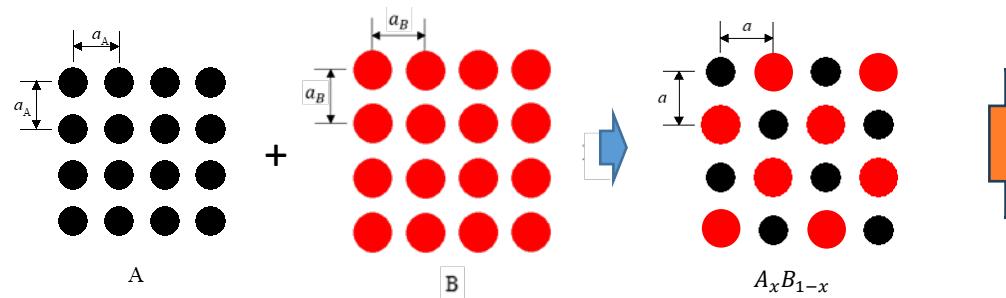
• 로킹커브 측정/분석

• 조성 (composition)

- 2, 3원계 고용합금 (solid solution alloy): 예) $\text{Al}_x\text{Ga}(1-x)\text{As}$, $\text{In}_x\text{Ga}(1-x)\text{As}$, $\text{Al}_x\text{Ga}(1-x)\text{N}$, $\text{In}_x\text{Ga}(1-x)\text{N}$
- i) 변형 상태의 에피층 격자상수로부터 완전 이완된 (자연상태) 격자상수 결정
- ii) Vegard 법칙을 적용하여 자연상태의 에피층 격자상수 a ($= a_L$)에 해당하는 조성 결정

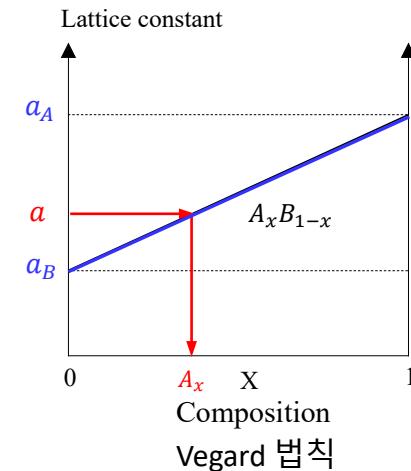
• Vegard 법칙 ?

- 고용합금 물질의 격자상수는 조성과 선형적 비례 관계



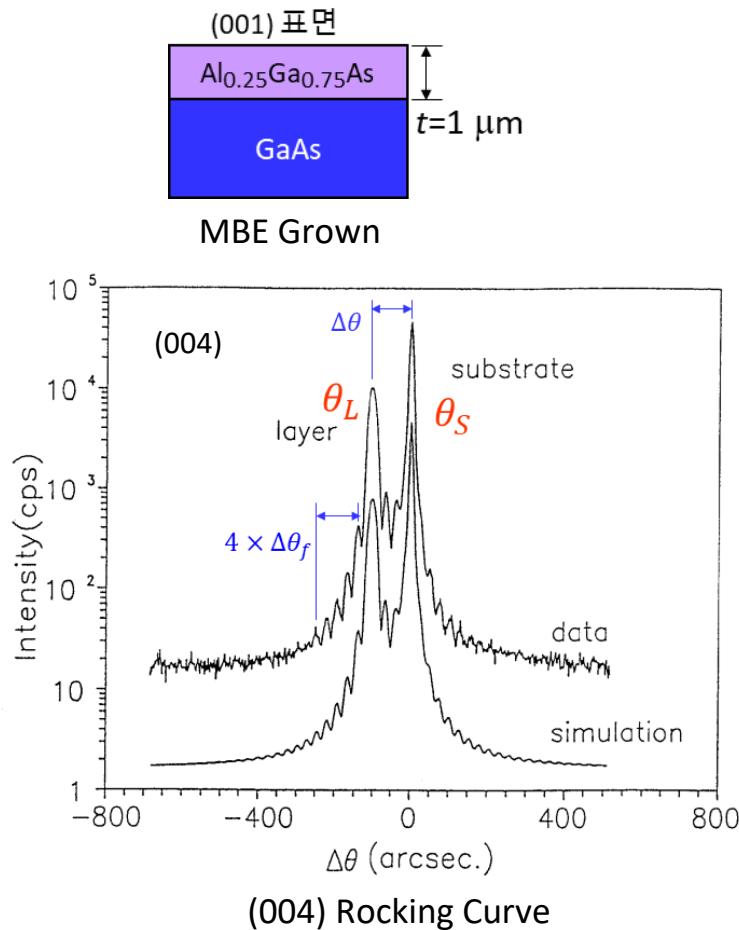
2원계 고용합금 개념도

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



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

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

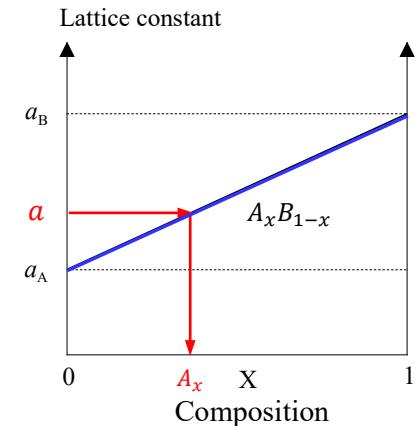
수직변형율

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

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

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

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

→ Simulation 결과와도 잘 일치

두께 → 두께 (간섭) fringes :

입사빔과 회절빔의 간섭에 의하여 결정성이 우수한 박막에서 나타나고 박막의 두께와 관련

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

- 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

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

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

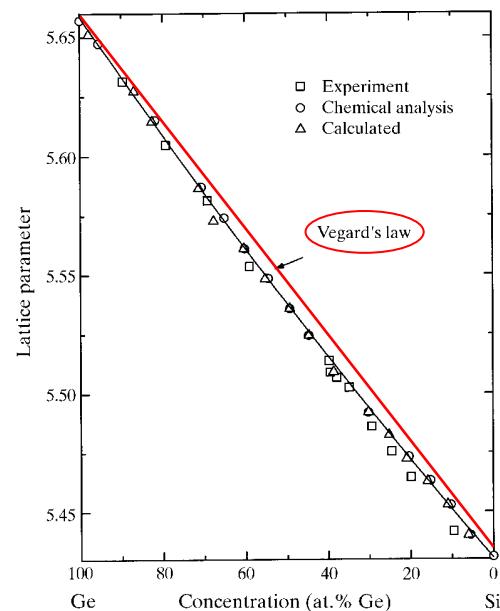
*Chi Xu et al., J. Appl. Phys. 122, 125702 (2017)

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

- 층 두께 (layer thickness)

- 로킹커브의 두께 fringes (간섭 무늬)로 부터 구함
- 두께 fringes는 빔의 간섭에 의한 주기적인 oscillations으로 Pendellosung fringes라고도 함
- 보다 정확한 두께는 simulation & fitting으로 구함 (**특히 $t < 0.25 \mu\text{m}$ 반드시!**)

$$\Delta\theta_p = \frac{\lambda \sin(\theta_B \pm \phi)}{t \sin 2\theta_B} \quad \rightarrow \quad t = \frac{\lambda}{2\Delta\theta_p \cos \theta_B}$$

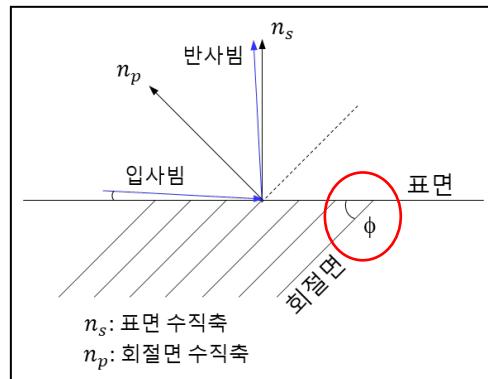
대칭회절의 경우

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

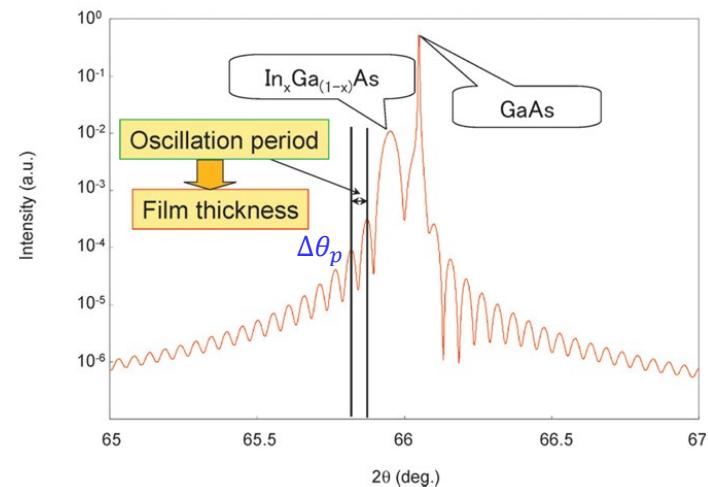
θ_B : 측정 회절면의 Bragg 각도

ϕ : 회절면과 표면의 각도 (+: GI, -: GE)

λ : X-선 파장



회절면과 표면의 각도 ϕ 의 개념도



$\text{In}_x\text{Ga}_{(1-x)}\text{As}/\text{GaAs}$ 에피층의 (004) 계산 로킹커브

(Rigaku Journal, 25(2), 2009)

- 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)

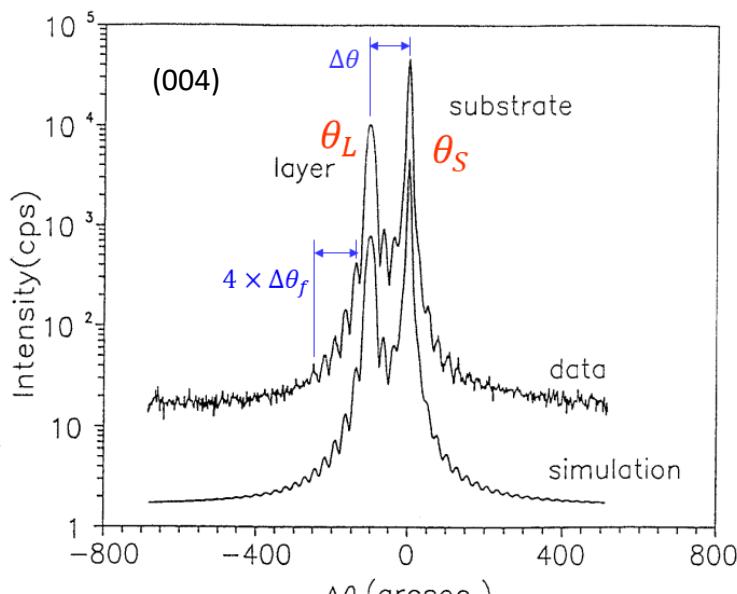
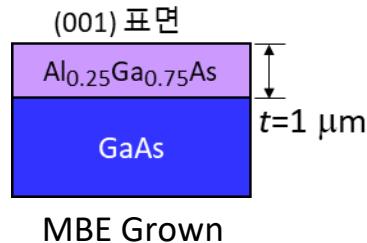
$\psi_{0,H} = -\frac{r_e \lambda^2}{\pi V} F_{0,H}$ → Electric susceptibility

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

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

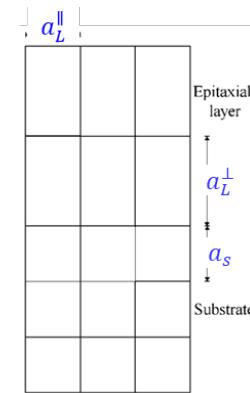
- 로킹커브 측정/분석

- 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

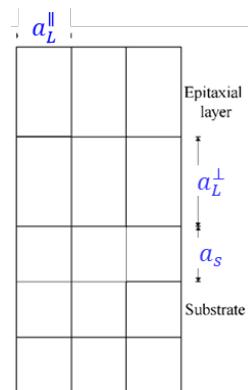
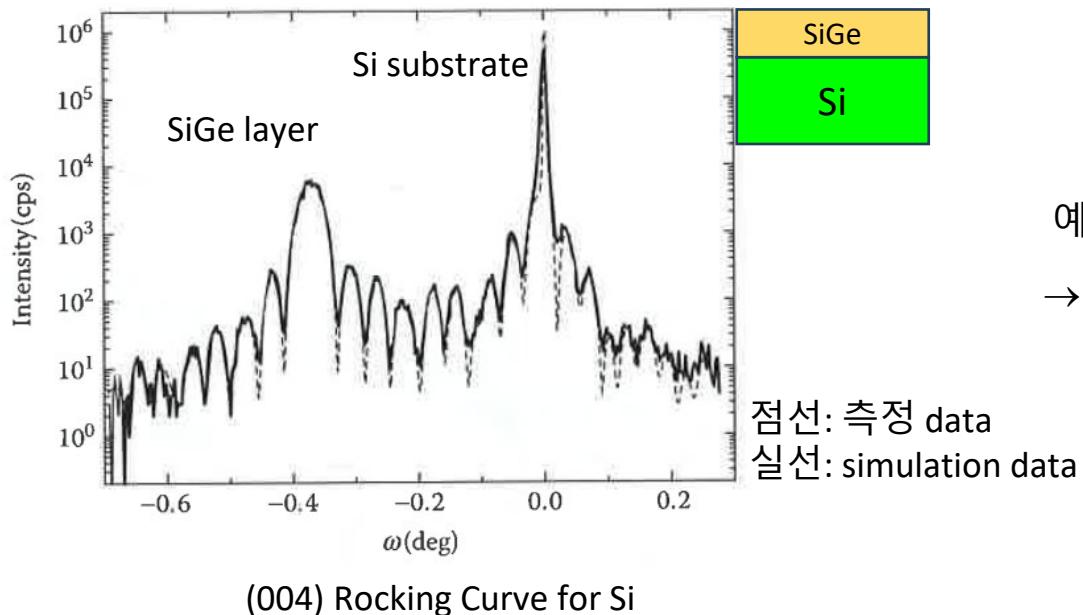
(004) 로킹커브 simulation 결과

- 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

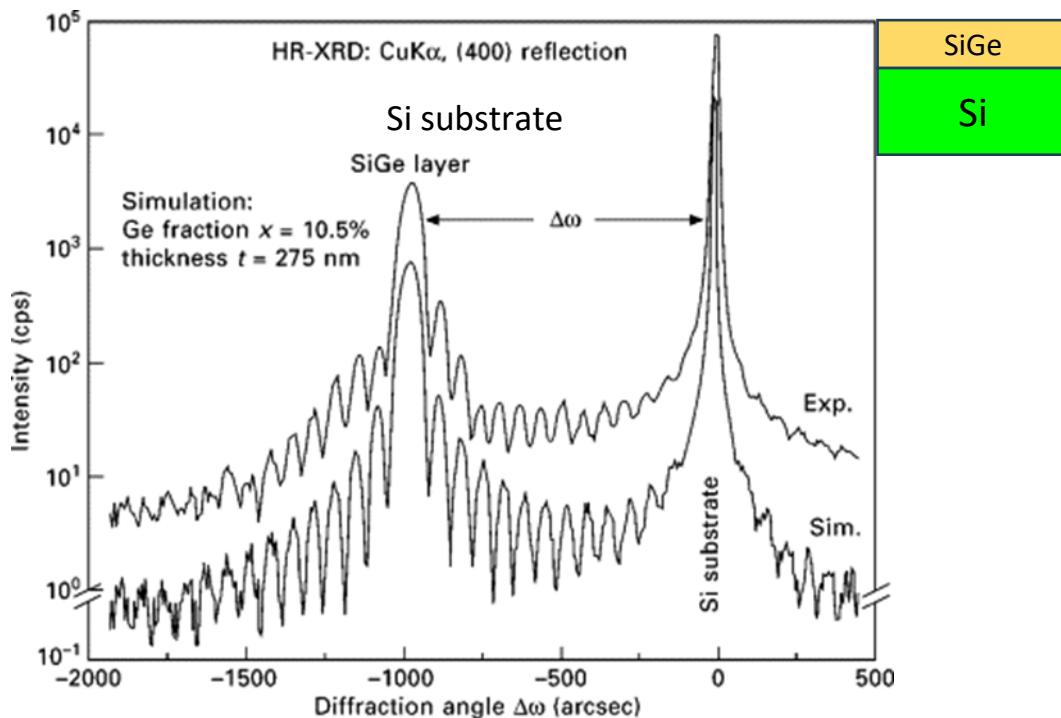
$$\rightarrow a_L^{\parallel} = a_s, a_L^{\perp} \neq a_s$$

- 로킹커브 측정/분석

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

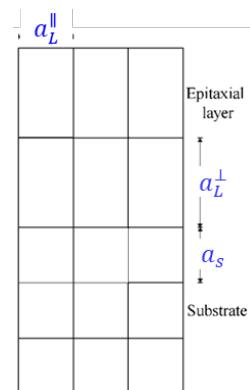
→ Simulation을 통하여 Ge 조성 및 SiGe 두께 결정

- Ge: 10.5%
- $t=275$ nm



예: 격자 정합 유지

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



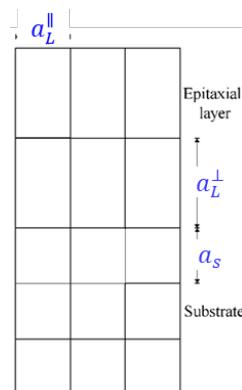
(004) Rocking Curve for Si

- 로킹커브 측정/분석

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

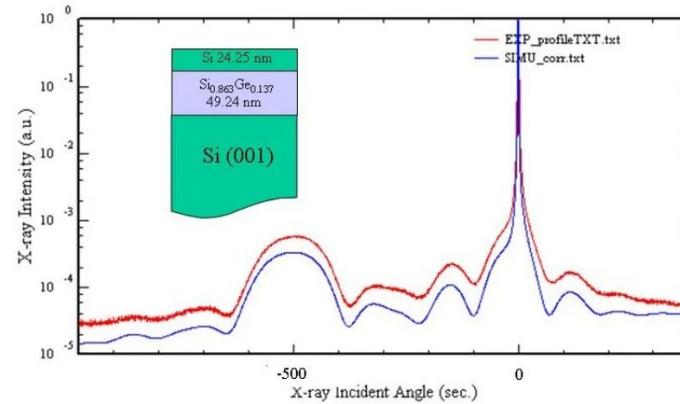


MBE grown epilayer



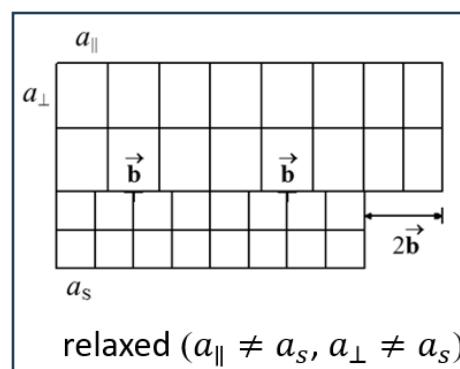
예: 격자 정합 유지

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



Simulation

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



이완(relaxed)된 경우는 ?

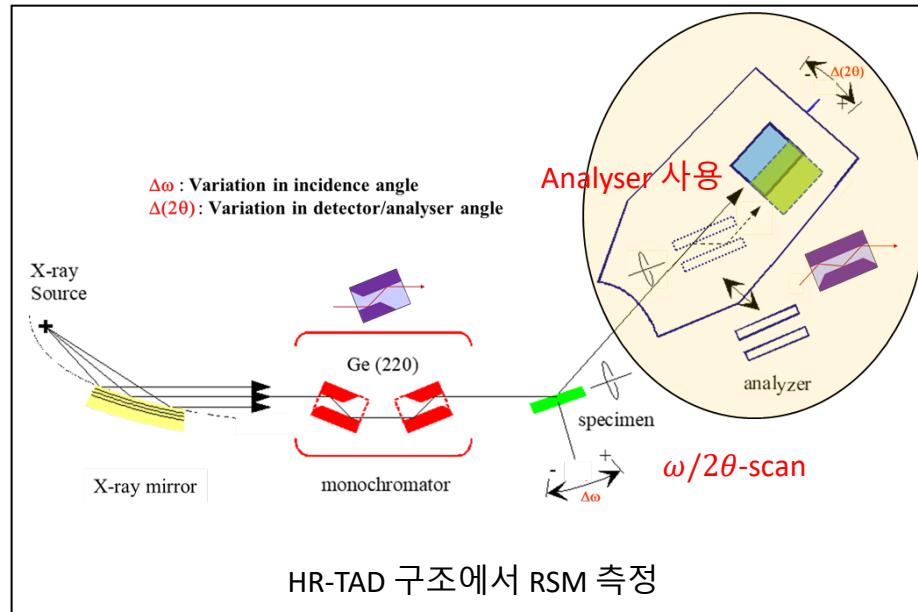
현장에서 분석이
요구될 때 교육
- 중요/신중

• RSM (Reciprocal Space Map) 측정/분석

• RSM (Reciprocal Space Map) 측정/분석

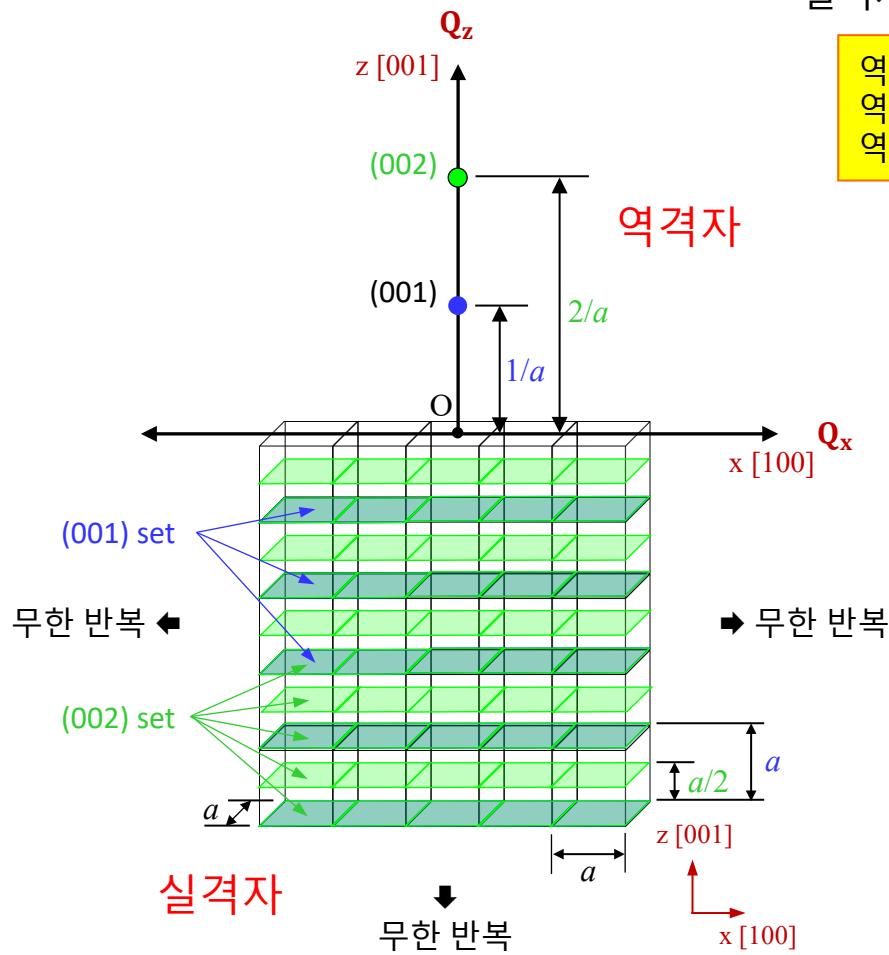
RSM :

- 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)

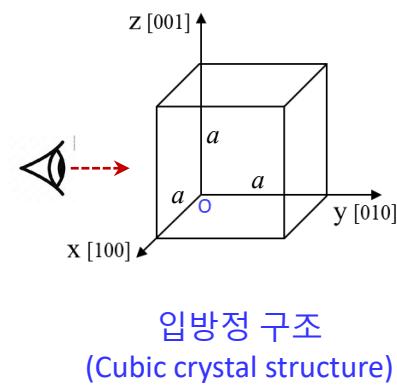


• 역격자 이해

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

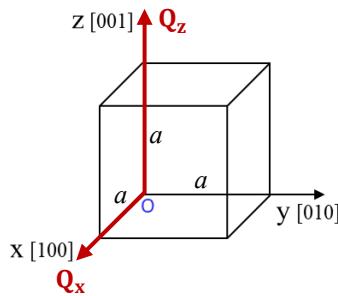


역격자점 **방향** → 실격자 면의 수직방향
역격자점 **거리** → 실격자 면간거리의 역수
역격자점 **형태** → 실격자 면(set)에 대한 역격자 점 대응

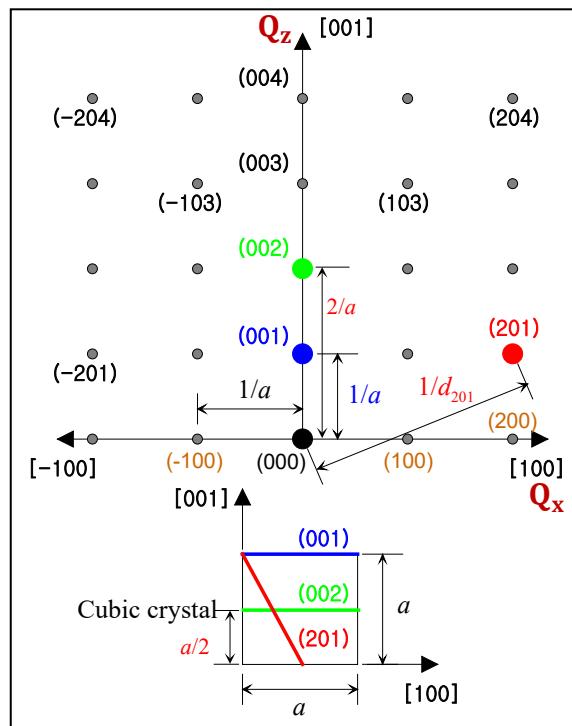


• 역격자 (Reciprocal Lattice)

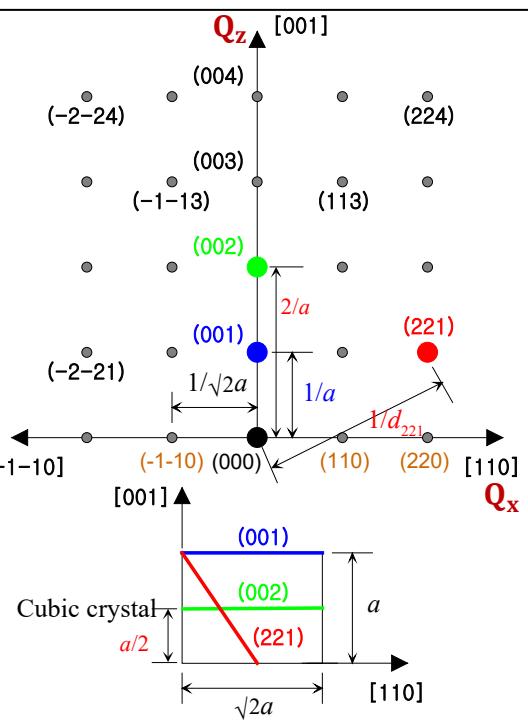
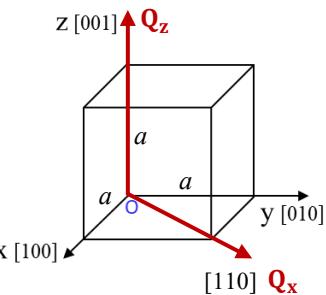
역격자점 **방향** → 실격자 면의 수직방향
 역격자점 **거리** → 실격자 면간거리의 **역수**
 역격자점 **형태** → 실격자 면(set)에 대한 역격자 점 대응



입방정(cubic) 구조

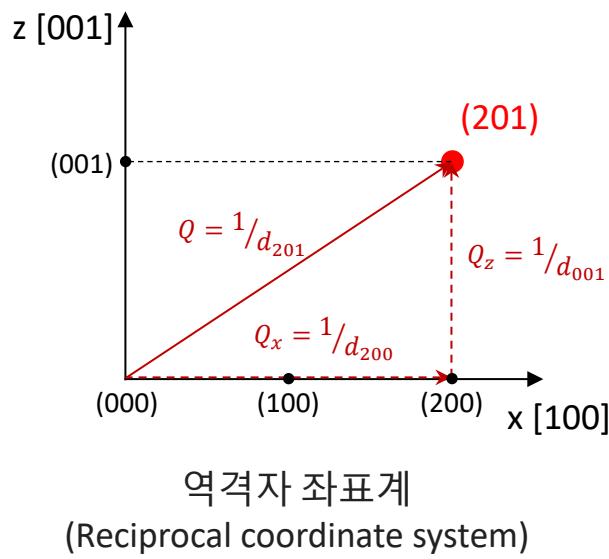


[100]/[001] 축의 역격자 개념도



[110]/[001] 축의 역격자 개념도

- 역격자 좌표 및 면간거리 관계



$$Q = 1/d_{201}$$

$$= \sqrt{Q_x^2 + Q_z^2} = \sqrt{(1/d_{200})^2 + (1/d_{001})^2}$$

Cubic 구조:

- (hkl) 면의 면간거리 d_{hkl}

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

- (201) 면의 면간거리

$$\frac{1}{d_{201}^2} = \frac{2^2 + 0^2 + 1^2}{a^2} = \frac{5}{a^2}$$

즉,

$$\frac{1}{d_{201}} = \frac{\sqrt{5}}{a}$$

역격자 공간:

- 길이 Q 의 수평 성분 Q_x

$$Q_x^2 = \frac{1}{d_{200}^2} = \frac{2^2 + 0^2 + 0^2}{a^2} = \frac{4}{a^2}$$

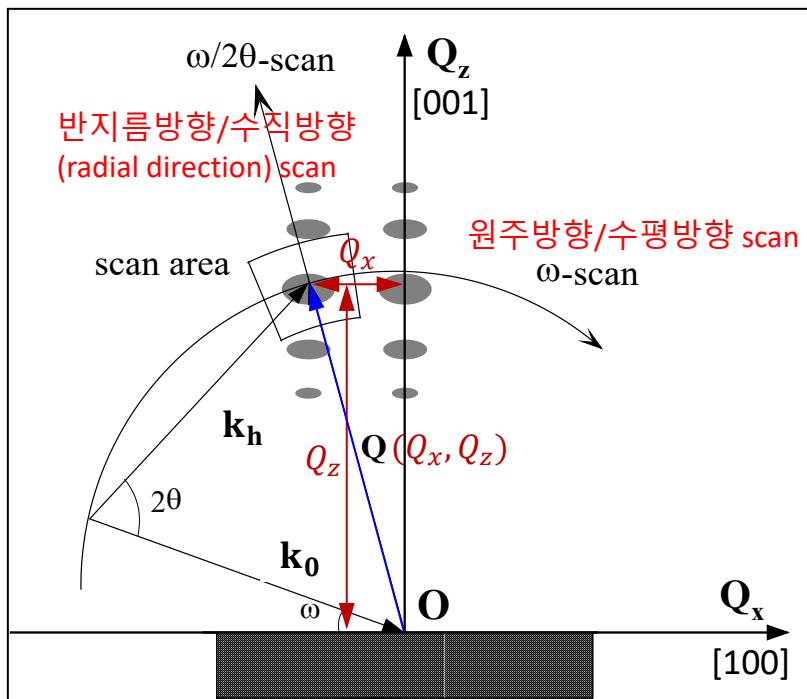
- 길이 Q 의 수직 성분 Q_z

$$Q_z^2 = \frac{1}{d_{001}^2} = \frac{0^2 + 0^2 + 1^2}{a^2} = \frac{1}{a^2}$$

따라서,

$$\begin{aligned} Q &= \frac{1}{d_{201}} = \sqrt{Q_x^2 + Q_z^2} \\ &= \sqrt{\frac{4}{a^2} + \frac{1}{a^2}} = \frac{\sqrt{5}}{a} \end{aligned}$$

- 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



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)

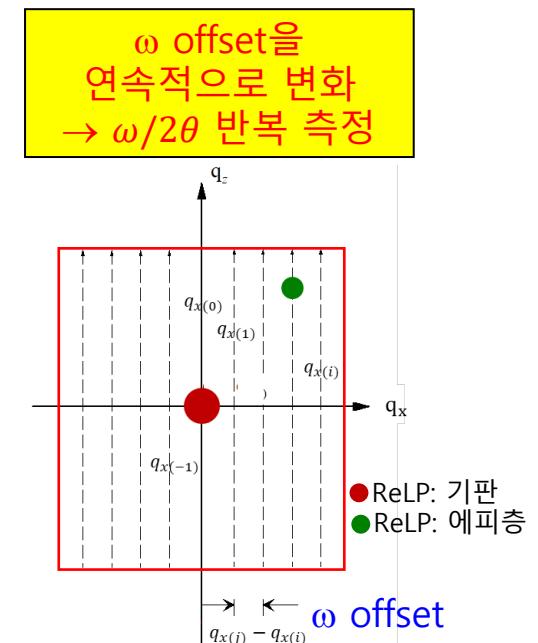
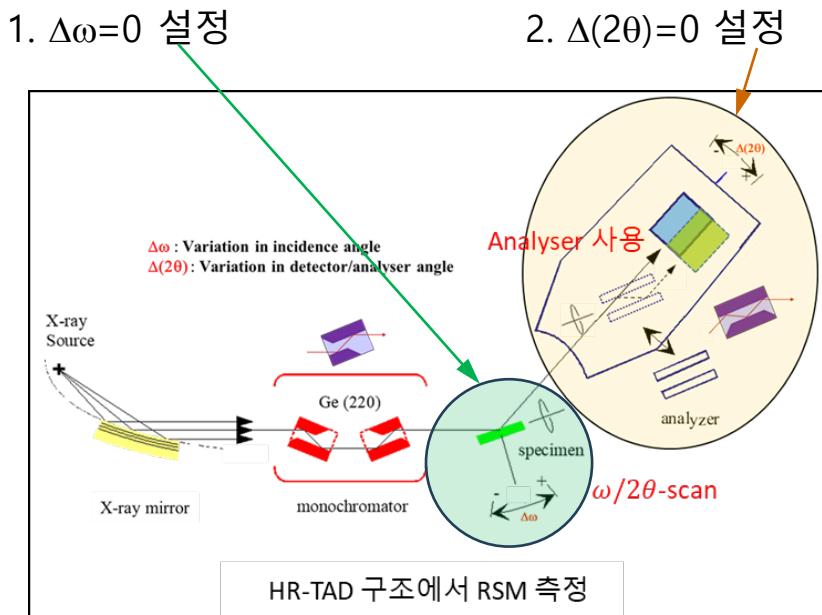
$$|Q|^2 = \frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}$$

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

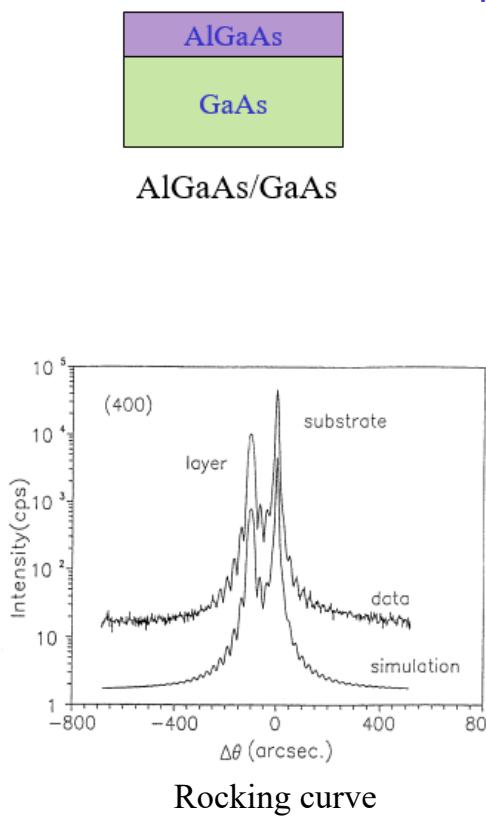
$$|Q_z|^2 = \frac{1}{d_{00l}^2} = \frac{0^2 + 0^2 + l^2}{a^2} = \frac{l^2}{a^2}$$

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

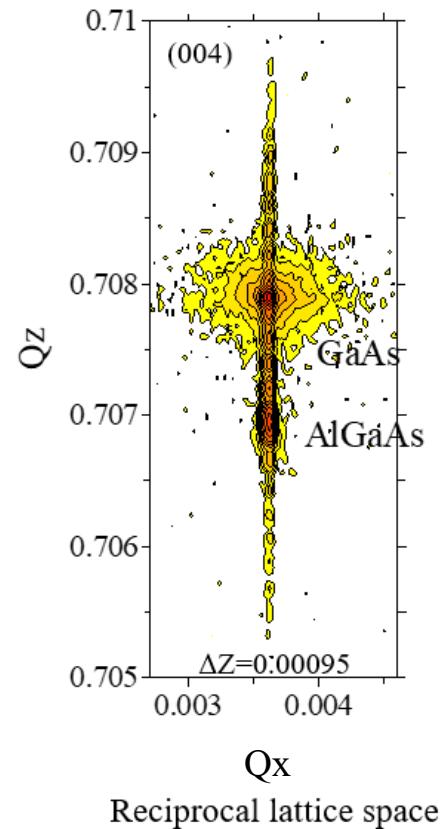
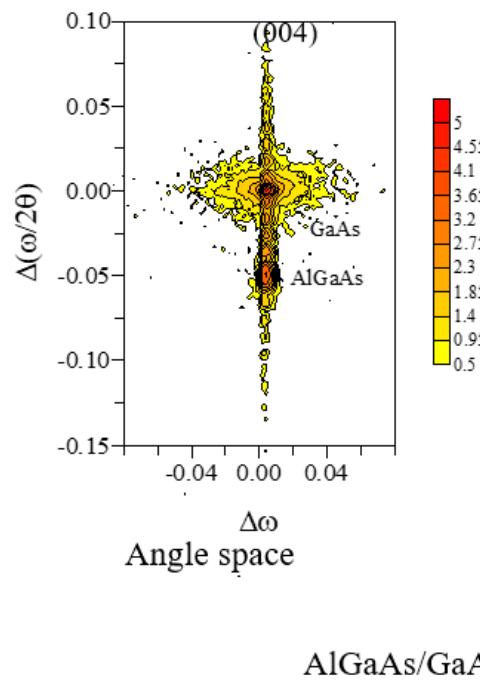
- 1) $\Delta\omega = 0$ 설정 (최적 입사각 설정)
→ ω 를 조절, 최적의 Bragg 회절조건 설정 (rocking curve 최적 측정조건 설정과 동일)
- 2) $\Delta(2\theta) = 0$ 설정 (detector/analyser 각도 설정)
→ $\Delta\omega = 0$ 설정을 유지하면서 2θ 를 조절하여 analyser의 최적 회절조건 설정
- 3) 역격자 공간의 측정범위 설정, ω offset, $\omega/2\theta$ 측정범위/step 설정 후 측정



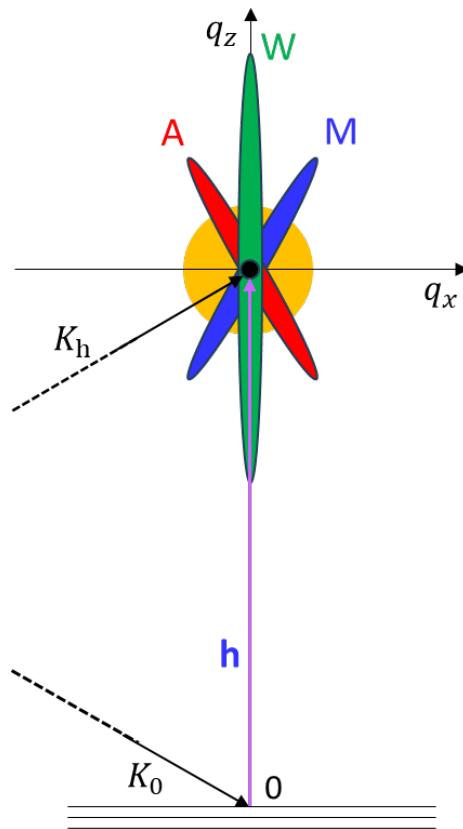
- RSM (Reciprocal Space Map) 측정/분석
- RSM 측정 원리: 등고선 또는 색명암 분포 지도 작성
 - 역격자 공간에서의 회절강도 분포



RSMs for GaAs and AlGaAs



역격자 공간 기본 scattering map (대칭회절의 경우)



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

- 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

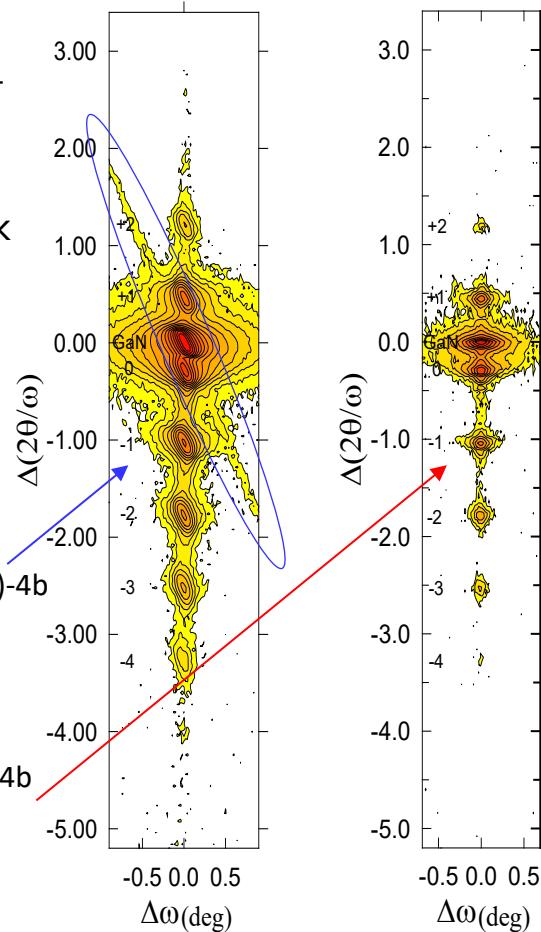
→ No Monochromator streak

Monochromator: Ge (220)-4b

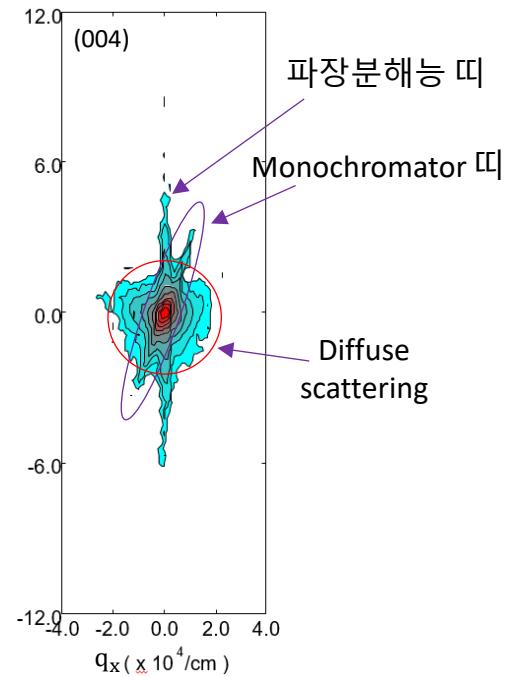
Analyser: 0.5mm slit

Monochromator: Ge (220)-4b

Analyser: Ge (220)-2b



Si with surface damage



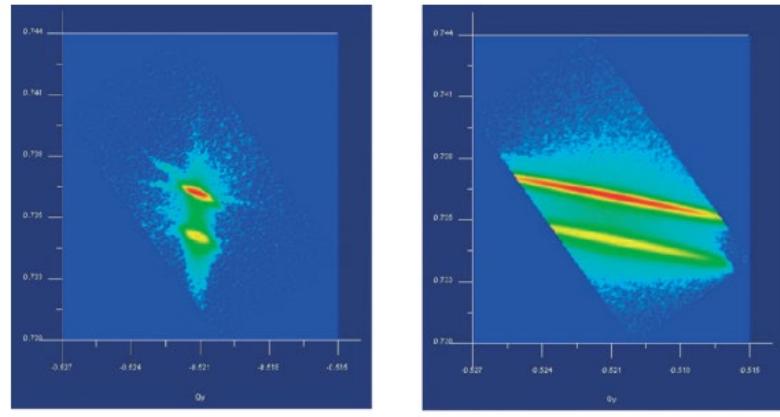
Si (004) RSM

- Si with surface damage

- CCC Monochromator 대신

slit (0.5 mm) 사용

측정 분해능 차이로 인해 (b)는 분석 불가능



High 2θ resolution

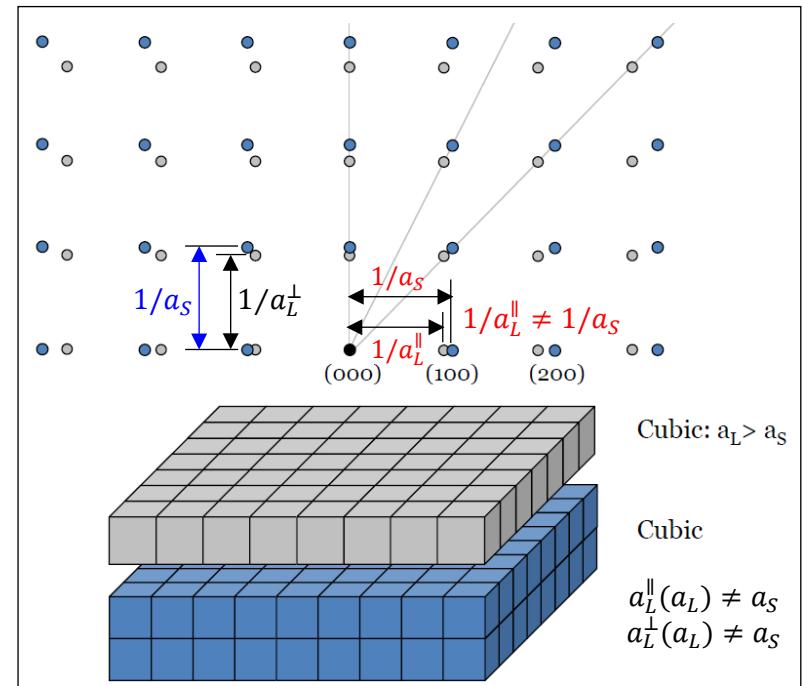
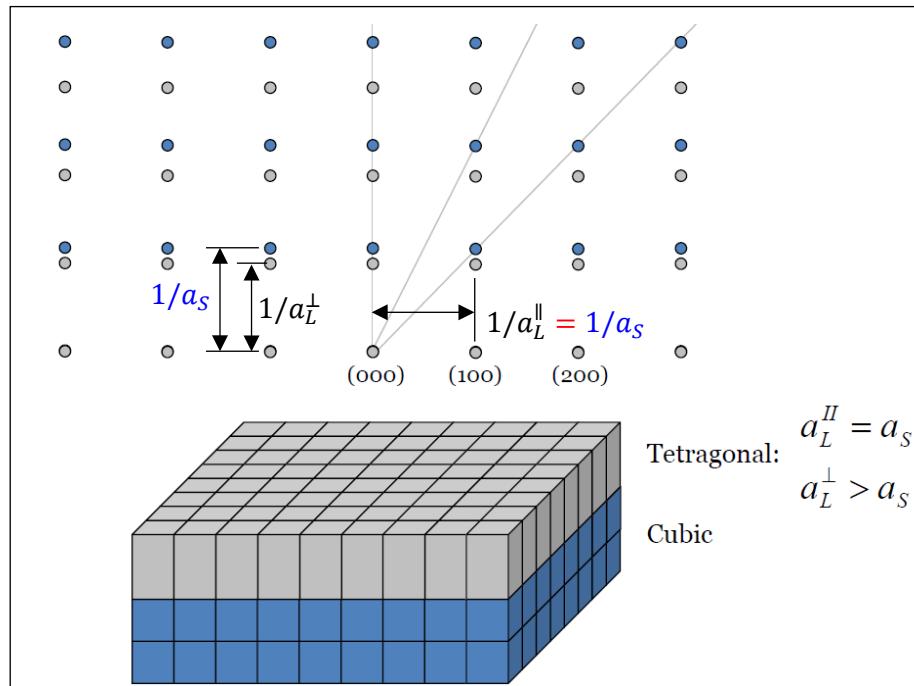
(a)

Low 2θ resolution

(b)

동일한 시료와 사용 analyser 분해능의 차이

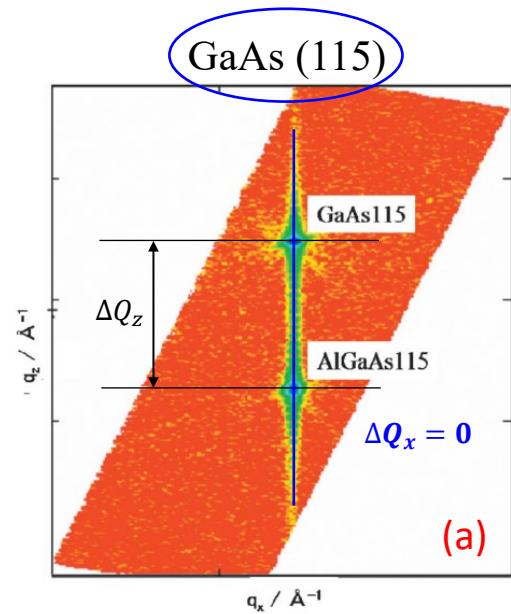
- RSM (Reciprocal Space Map) 측정/분석
- 에피층 변형 vs. 역격자점 위치
 - 에피층 변형: 완전변형 (fully strained) 상태 vs. 격자이완 (relaxed) 상태



수평방향 역격자점 위치: 격자정합 (fully strained) 상태

수평방향 역격자점 위치: 격자이완 (relaxed) 상태

RSM : AlGaAs/GaAs (001)

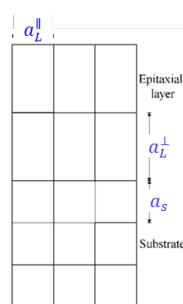


(a)

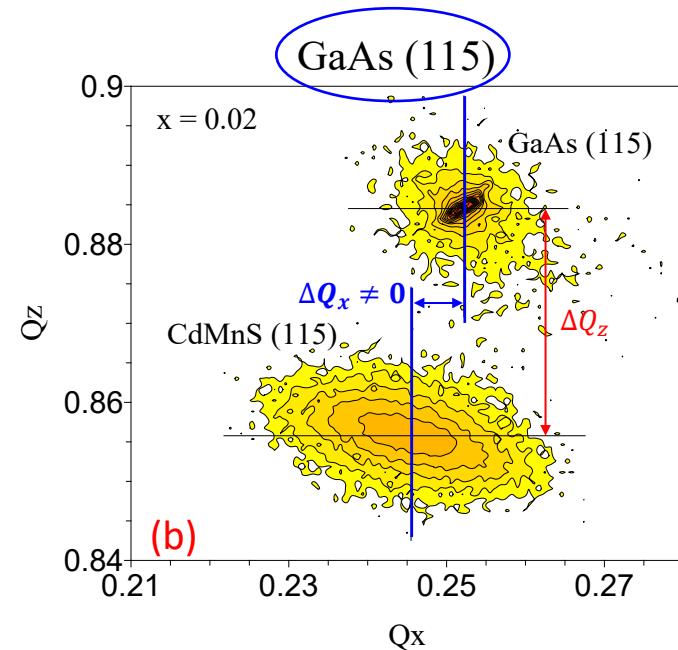
(a) & (b) 에피층 격자변형 관점에서의 차이점은 ??

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

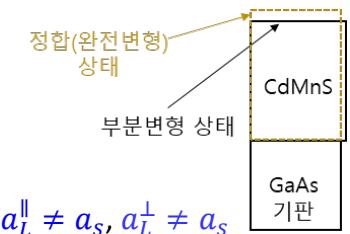
격자 정합 유지
 $\rightarrow a_L^{\parallel} = a_s, a_L^{\perp} \neq a_s$



RSM : cubic-CdMnS/GaAs (001)



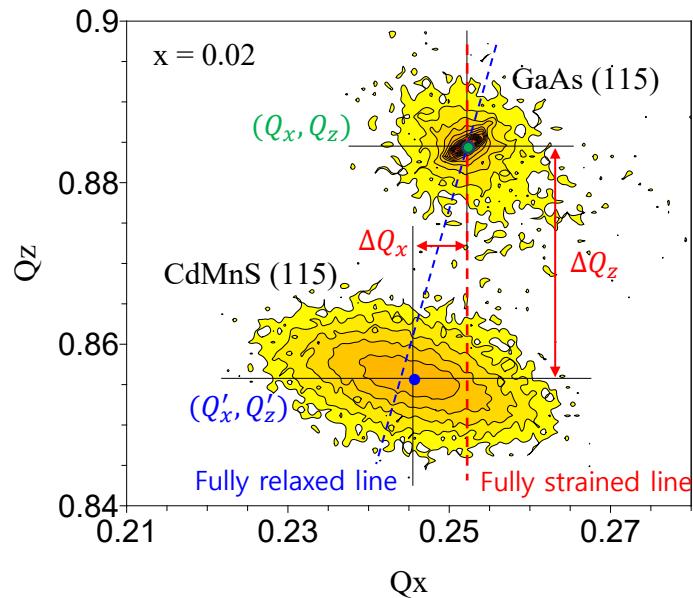
(b)



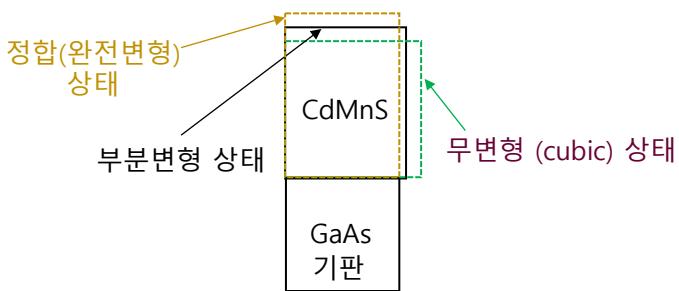
$\rightarrow a_L^{\parallel} \neq a_s, a_L^{\perp} \neq a_s$

- 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

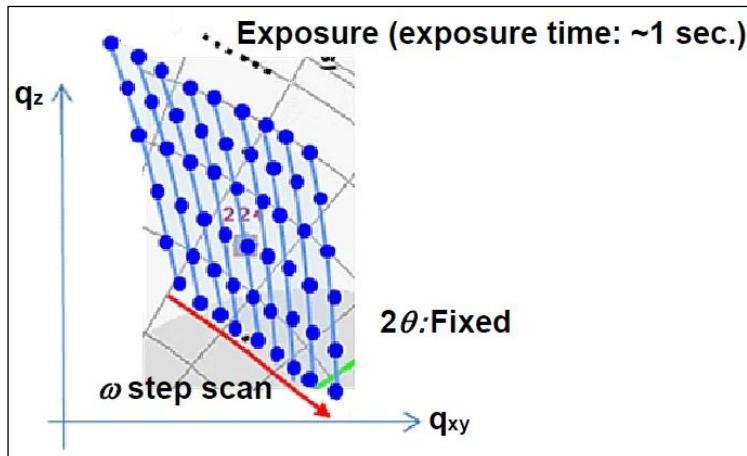
$$|h| = |Q| = \frac{1}{d_{hkl}} = \sqrt{\frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}}$$

(cubic 경우)

- RSM (Reciprocal Space Map) 측정/분석

- SiGe/Si RSM (예)

- SiGe Transistors: Ge 조성, 격자변형, 에피층의 품질 등이 소자 성능 좌우

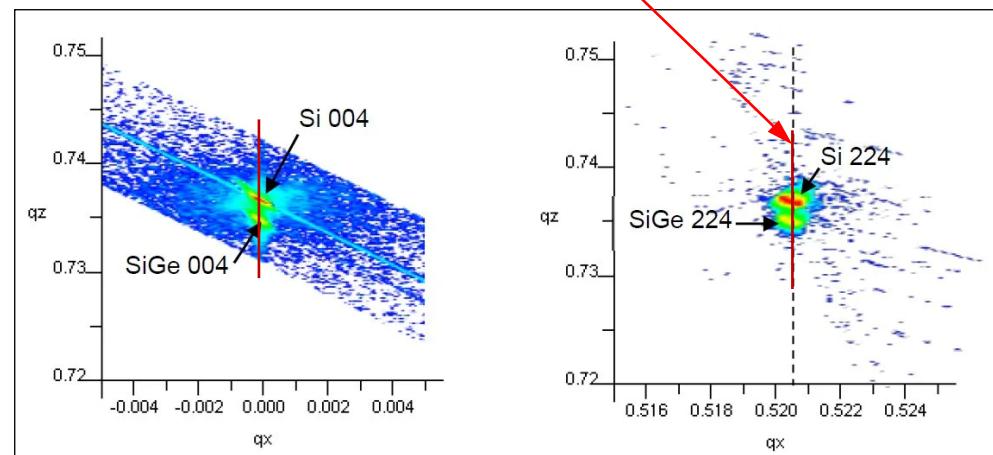


1D detector 이용 고속 RSM 측정 도식도

- 1D detector 사용: still mode (not scan mode)
- 1D detector 위치 고정 (2θ 각도 고정) 후
 ω step scan으로 측정
- 고속 RSM 측정 (측정시간 < 10 min.)

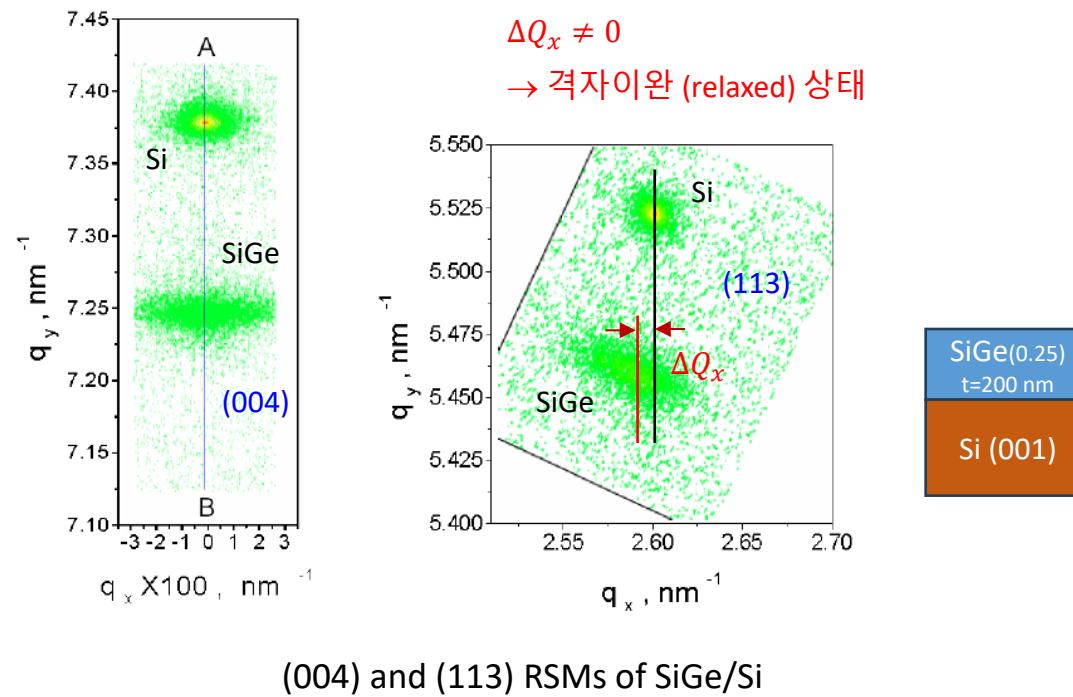


$\Delta Q_x = 0$
→ 완전변형 (fully strained) 상태

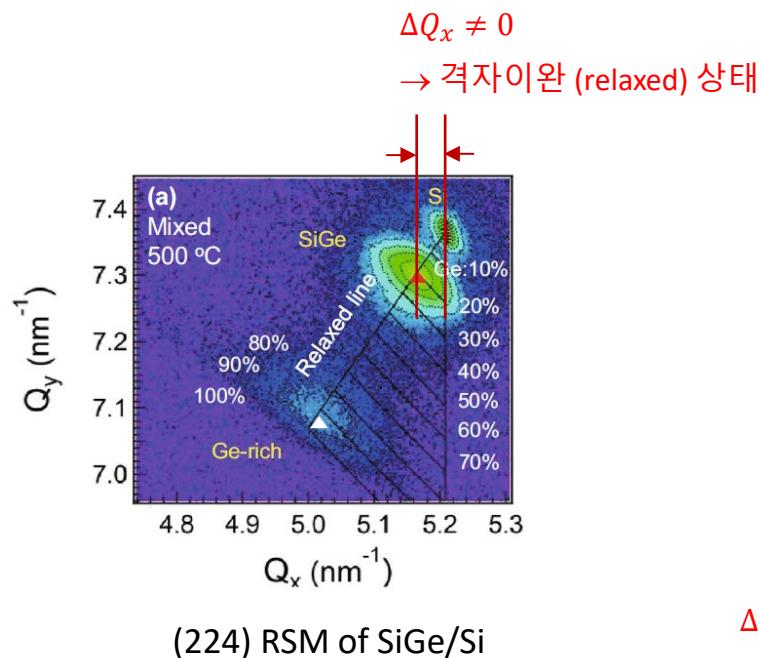


SiGe/Si: (004) & (224) RSMs

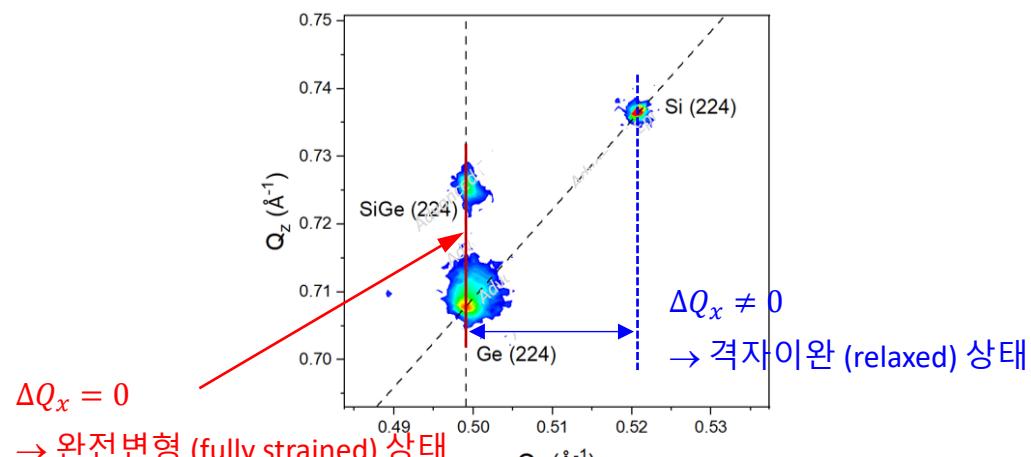
- RSM (Reciprocal Space Map) 측정/분석
- SiGe/Si RSM (예)



- RSM (Reciprocal Space Map) 측정/분석
- SiGe/Si RSM (예)

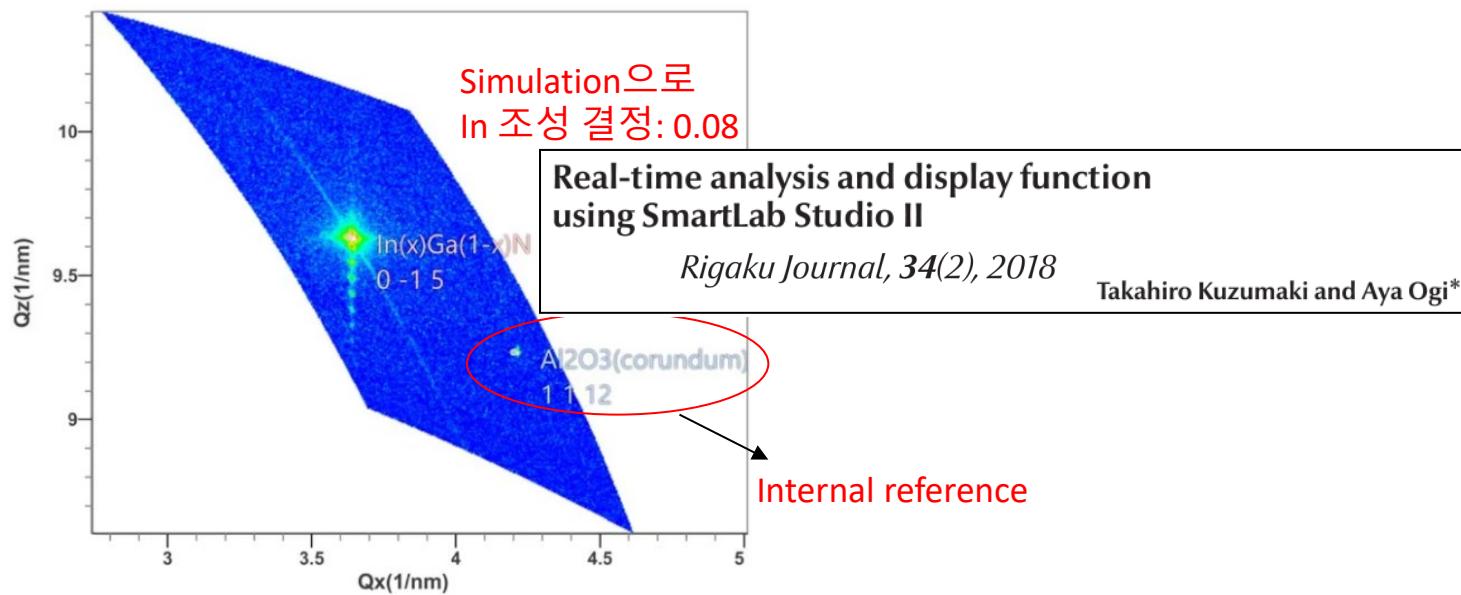


왼쪽: SiGe on Si (direct 성장)
 오른쪽: SiGe/Ge/Si (Ge buffer: 가상 기판)



Si (224) RSM:
 Ge buffer 위에 성장한 SiGe (70%) 에피층

- RSM 이용 GaN계 물질의 Al (In) 조성 분석 (wurtzite 구조)
 - 5x [GaN (15.2 nm) / In_xGa(1-x)N (3.5 nm)] MQW on a sapphire 에피층에서의 조성 x 결정
 - (10•5) RSM 측정/분석
 - 1 D detector로 고속으로 넓은 공간에서 ω scan
 - Internal reference를 Al₂O₃ (11•12)으로 설정 → Simulation으로 In 조성 결정



$In(x)Ga(1-x)N$ (0-1•5) and Al_2O_3 (11•12) + RSM simulation

- RSM (Reciprocal Space Map) 측정/분석

RSM 측정/분석에 관한 심층 내용은
현장에서 필요시 다루도록 하겠습니다.

● 내용

1. 복습

- X-선 저각입사 측정법

2. 박막 및 X-선 박막 측정

- 박막 구조특성

3. 고분해능 XRD (High resolution XRD: HRXRD)의 이해

- X-선 회절 이론: 정역학 회절이론 및 동역학 회절이론

- X-선 분해능 향상 및 HRXRD 광학계

4. HRXRD 측정/분석

- 에피층 변형

- 로킹커브 (Rocking curve: RC) 및 시뮬레이션

- RSM (Reciprocal space map)

5. 정리

● 내용

SEMI 사업부 교육: XRD 기본 및 박막 측정법 이해

차 수	날짜/시간	제 목	개 요	장 소
1 차	5월 23일 (금) 오후 3:30-5:30	XRD 기본 이해	<ul style="list-style-type: none"> • 결정구조, 밀러 면/방향지수 및 면간거리 • Bragg 법칙 이해 및 계산 • 분말 XRD • 박막 ?, XRD 박막 측정법 	
2 차	5월 30일 (금) 오후 3:30-5:30	X-선 저각입사 측정법: 초박막 측정	<ul style="list-style-type: none"> • X-선 흡수/침투깊이 및 X-선 저각입사 ? • X-선 저각입사 측정법 이해 - GI-XRD, In-plane XRD, XRR 	
3 차	6월 13일 (금) 오후 3:30-5:30	고분해능 XRD (HRXRD)	<ul style="list-style-type: none"> • 고분해능 XRD란? • 에피층의 변형 이해 • 로킹커브, RSM 이해 및 응용 (SiGe) 	동탄사무소 회의실
4 차	6월 20일 (금) 오후 3:30-5:30	교육 보완 및 특별 주제 Q&A, TEST	<ul style="list-style-type: none"> • 교육 보완: 부족 분야 • 특별 주제: 결정립 크기 및 Scherrer Eq. Si 기판 피크 이해: (002) & (311) • 교육 정리: Q&A, TEST 	
파란색: 확정, 붉은색: 잠정				

THANK YOU
FOR YOUR ATTENTION !

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

김창수 박사/고문

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