

분석기술 응용사례

K-MAC XRD 98-1

◆ XRD분석의 소개

A.XRD의 개요 및 원리

1. XRD(X-Ray Diffractometry)

1912년 von Laue에 의해 결정에 의한 X선 회절 현상이 발견된 이래 거의 모든 재료 연구 분야에서 가장 광범위하게 사용되고 있는 결정 구조 분석기기이다.

결정에 X선을 쬐면 결정 중 각 원자는 입사 X선을 모든 방향으로 산란시키며, 이 산란된 X선들이 합쳐져 회절 X선을 형성하게 된다. 회절이 일어나기 위한 필요한 조건은 $2dsin\theta = n\lambda$ 이다.

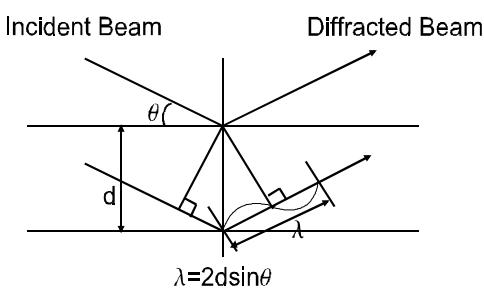


Fig. 1. Diffraction of X-ray.

<X-선 회절 분석으로 얻을 수 있는 정보>

회절선의 위치는 결정의 기하학에 대한 정보를 포함하며 강도는 결정내 원자들의 형태 및 배열과 관련되어 있고, 회절선의 폭은 결정성의 척도이다.

2. XRD 분석의 종류

(1) 분말법 (WAG: wide angle goniometry) 회절분석

주로 실리콘, 화합물반도체, 초전도체, 세라믹 등 원재료의 격자상수, 결정면 등을 분석할 때 이용되며, Laue 회절패턴 등도 연구할 수 있다.

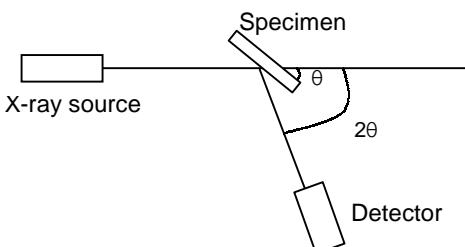


Fig. 2. Measurement set up for WAG.

(2) 박막(TFD : thin film diffractometry) 회절분석

X선은 수 μm 이상의 깊이까지 침투하여 회절하므로 박막 두께가 수 천 Å 이하로 얇을수록 회절강도가 상대적으로 감소하기 때문에 박막의 peak가 잘 나타나지 않는다. 따라서 박막에 관한 정보만을 얻기 위해 시료 표면에 대한 X선의 입사각(θ)을 낮추어서 $2^\circ \sim 4^\circ$ 로 고정시키고 검출기의 경로 2θ 만을 주사하여 분석한다.

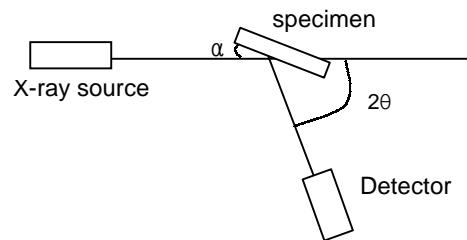


Fig. 3. Measurement set up for TFD.

(3) 고분해능(HRXRD) / 쌍결정(DCXRD: double crystal X-ray diffractometry) 회절 분석

정밀 각도 분해능을 가진 단결정 재료를 이용하여 입사되는 X선 빔의 파장을 단색화함으로써 분해능을 높이고, 일반 X선 이론을 진보 시킨 동적 이론을 적용함으로써 미세한 회절각도 차이를 측정할 수 있으므로 주로 단결정 재료의 정밀한 격자상수 변화 및 결정성 등을 분석 할 수 있다.

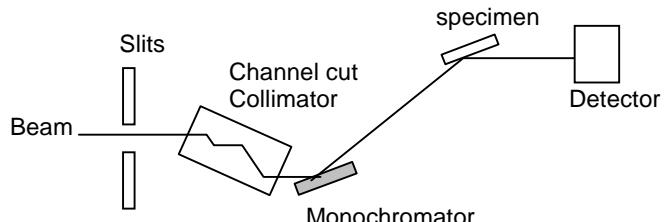


Fig. 4. Measurement set up for DCXRD.

3. 분석 능력

- Phase identification 및 결정구조 분석
: 50,000 phases
- Thin film measuring 능력: 10~20 nm
- Laue camera : Transmission and Reflection
- Micro area 측정 능력: 30~100 μm
- Angular resolution : 0.05arcsec
- High sensitivity ($\Delta d/d$) : 10^{-7}
- Rocking curve analysis

4. 활용 분야

- 정성/정량 분석
조성 판정, 결정의 상 변화등 결정구조 해석에 이용
- 결정화도(crystallinity)의 측정 및 계산
결정의 크기, strain 측정
- 금속 시료의 잔류응력과 집합조직 측정
- 박막의 조성 및 구조해석
- Dislocation, Stacking fault 등 격자결함, 결정방위면, 격자상수의 측정
- 온도에 따른 상 변화 및 결정 구조 해석

5. 장점과 단점

- 장점 : 비파괴적 분석이다.
분석 시간이 빠르다.
분석 비용이 저렴하다.
- 단점 : 정량 분석이 어렵다.
비정질 재료의 분석이 어렵다.

B. 응용 사례

1. WAG 분석을 이용한 Phase 분석

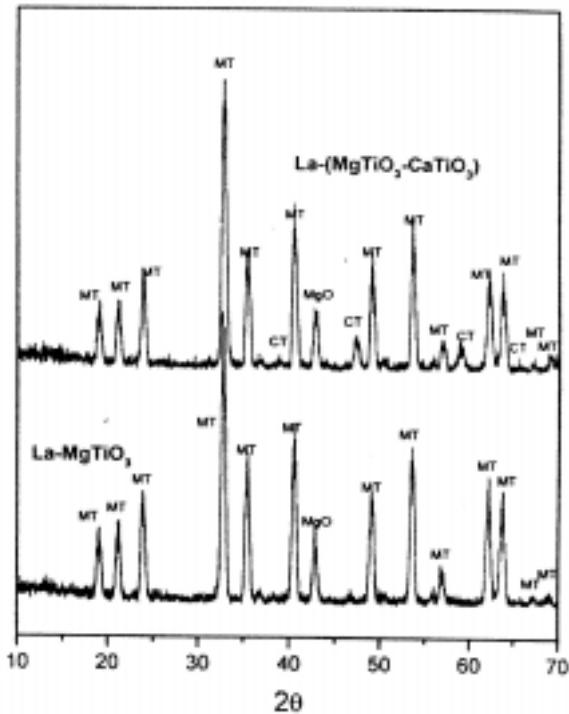


Fig. 5. X-ray diffraction pattern from $\text{MgTiO}_3\text{-CaTiO}_3$ (MT-CT) sample.

MgO , CaCO_3 , TiO_2 , La_2O_3 를 원하는 조성비에 따라 혼합하고, 하소(calcination)하였는데, 하소 과정에서 원하는 phase인 MgTiO_3 , CaTiO_3 가 생성되었는지를 확인하기 위하여 두가지 분말을 WAG 분석하여 위의 그림과 같은 회절 패턴을 얻었다.

두가지 조성의 분말은 각각 MgTiO_3 및 CaTiO_3 상에 해당하는 회절 피크를 잘 나타내주어 상합성반응이 잘 이루어 졌음을 알수 있다.

또한 MgO 에 대한 피크가 함께 나타나는 것은 초기에 약간 과잉으로 첨가한 MgO 가 모두 반응하지 않고 남은 것으로 판단된다.

2. Double crystal X-ray rocking curve 측정 및 Simulation

DCXRD rocking curve 측정을 통하여 기판 위에 성장한 에피층의 결정성 및 기판과 에피층의 격자상수 차이 등의 정보를 얻을 수 있다. 또한 실험결과를 시뮬레이션 결과와 비교 검토함으로써 에피층의 두께 등을 알 수 있다.

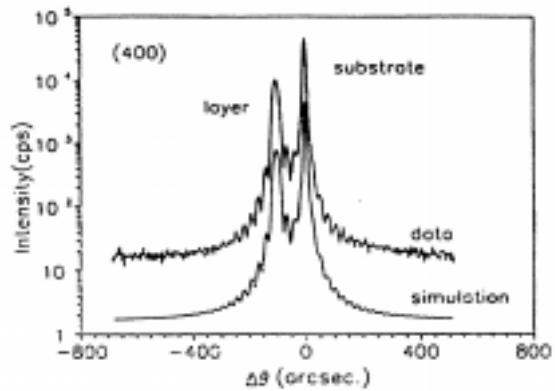


Fig. 6. Measured and simulated rocking curves from AlGaAs quantum well.

3. DCXRD를 이용한 격자 부정합 분석

InP 기판 peak와 에피택시된 InGaAsP 층의 각도 차이로부터 격자 부정합 정도를 알 수 있다.

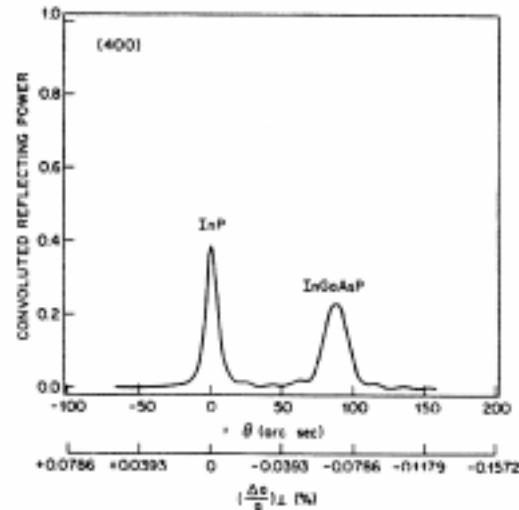


Fig. 7. (400)double crystal rocking curve for a $1.0\mu\text{m}$ thick mismatched coherent GaInAsP layer on a (100)oriented InP substrate.

컴퓨터 시뮬레이션에 의하여 Band gap이 0.953eV 이며 격자 부정합도 ($\Delta a/a$)가 -0.070% 임을 알 수 있다.

* 작성자: XRD 담당자 남 승리
042-860-5280