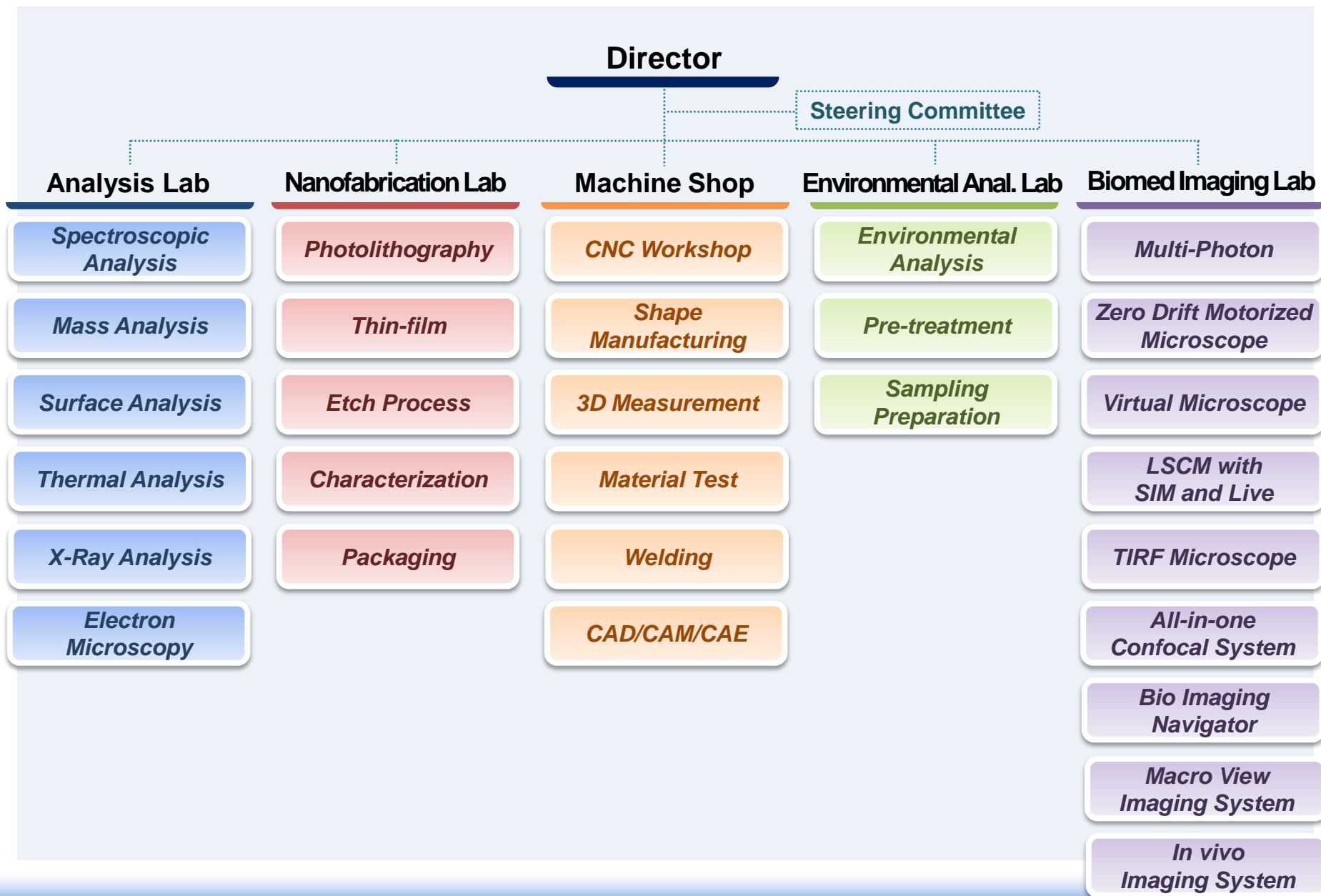


Principles and Application of Normal XRD

Ji-Yoon Park

UNIST Central Research Facilities (UCRF)







Analysis Staff Contact

처음 UCRF 분석을 의뢰할 경우, 반드시 담당장비 및 담당자 이름 및 연락처 확인 요망

Name	Equipment	Extension	Office	Email
Kim Young Ki	Advanced TEM, TOF-SIMS	4033	B112	cclock95@unist.ac.kr
Lim Dong Ju	AFM (3) , Probe Station	4032	B115	djlim@unist.ac.kr
Cho Mi Sun	NMR(2), UV-Vis-NIR(2)	4034	B112	shail019@unist.ac.kr
Park Ji Yoon	XRD(4), XRF, Zeta	4035	B115	skyblue13579@unist.ac.kr
Lee Sun Lee	SEM(3), FIB	4023	B115	ssun295@unist.ac.kr
Lee Kyung Ae	TGA, DSC, DMA, SDT, GPC, Rheometer	4163	B115	allsunday@unist.ac.kr
Park Su Hyun	TEM(3), TEM Prep. (5)	4174	B115	suhyeon@unist.ac.kr
Lee Ran	EA(2), BET	4175	B115	ranlee@unist.ac.kr
Lee Hye Na	IR, Fluorometer, Raman(2)	4168	B115	hyena85@unist.ac.kr
Lee Kyung Sun	MALDI-Tof-Tof, GC-MS-MS, LC-MS-MS, TOF-SIMS	4036	B112	kslee@unist.ac.kr
Kim Jin Young	MALDI-Tof-Tof, LC-MS-MS	5213	B115	clytie@unist.ac.kr
Park Ji Yoon	XRD(4), XRF, Zeta	4035	B115	skyblue13579@unist.ac.kr
Kim Chul Su	GC-MS-MS	4067	B112	kimcs@unist.ac.kr



UCRF Self-user System

1. UCRF 회원가입 및 출입신청

- UCRF homepage : <http://ucrf-eng.unist.ac.kr/main/main.php>
- 출입신청 담당자 (유혜정 B122, 4038) 방문 → 신청서 작성 → 담당교수 서명
→ 담당자에게 제출

2. Log in system (True Café)

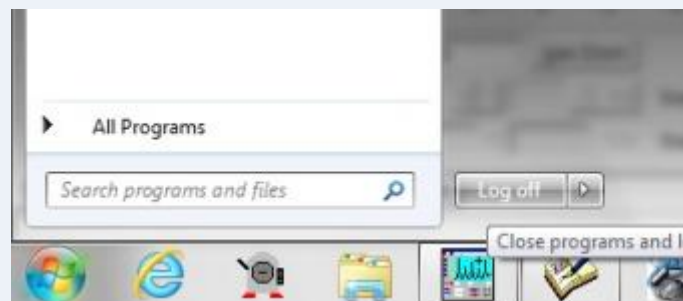
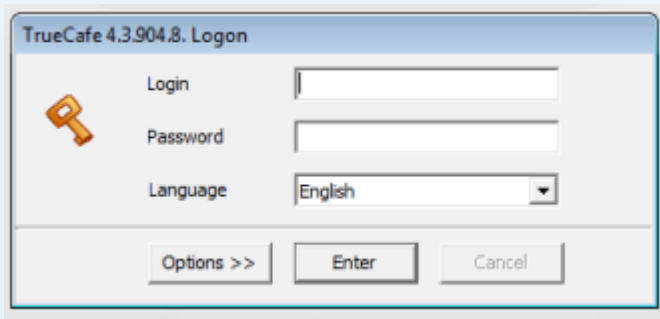
- Self-user Test를 통과한 사람에 한하여 부여하며 1개의 아이디로 모든 분석장비 Login 가능, 단 동시 로그인 불가
- 자동으로 Login or Logout 시간을 저장

3. Data Upload & Download System (Core FTP)

- 분석 PC 보호차원에서 모든 Self-user 및 의뢰자 사용 (강제)
- Core FTP 설치후 IP, ID, PW, Port 정보 입력 후 사용
- USB없이 본인의 PC에서 결과를 바로 다운 받아 볼수 있음.
- 용량초과시 자동삭제 기능 → 반드시 본인 Data 관리는 철저히 할 것.

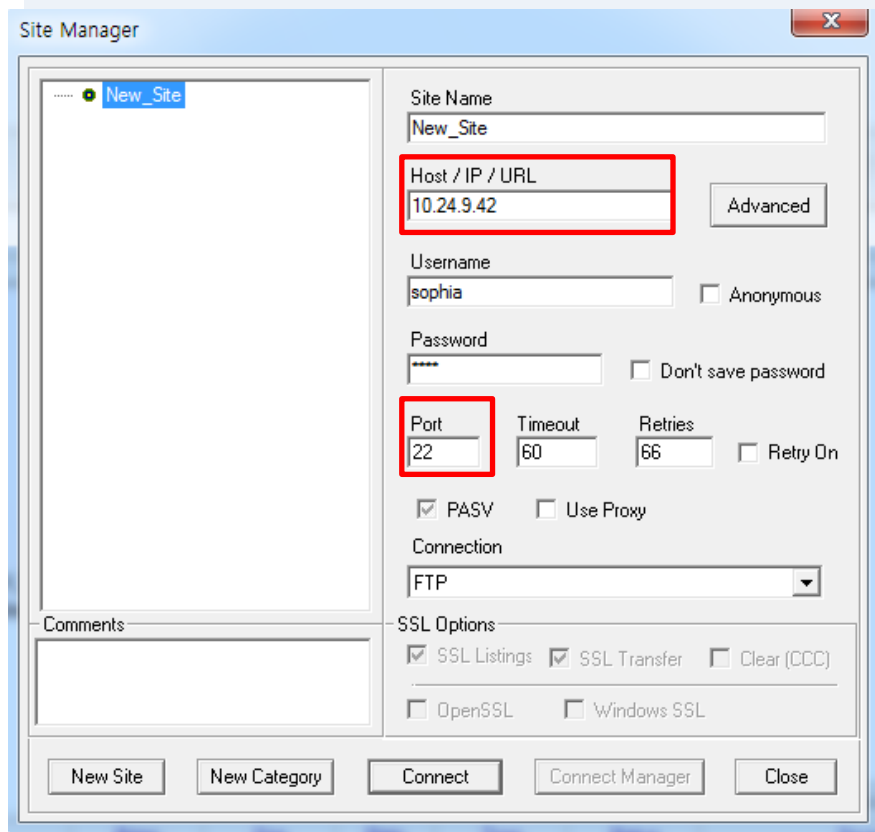
4. Logbook

- 법적 감사자료
- 새벽에 측정이 끝나는 Self-user를 위한 메모 가능



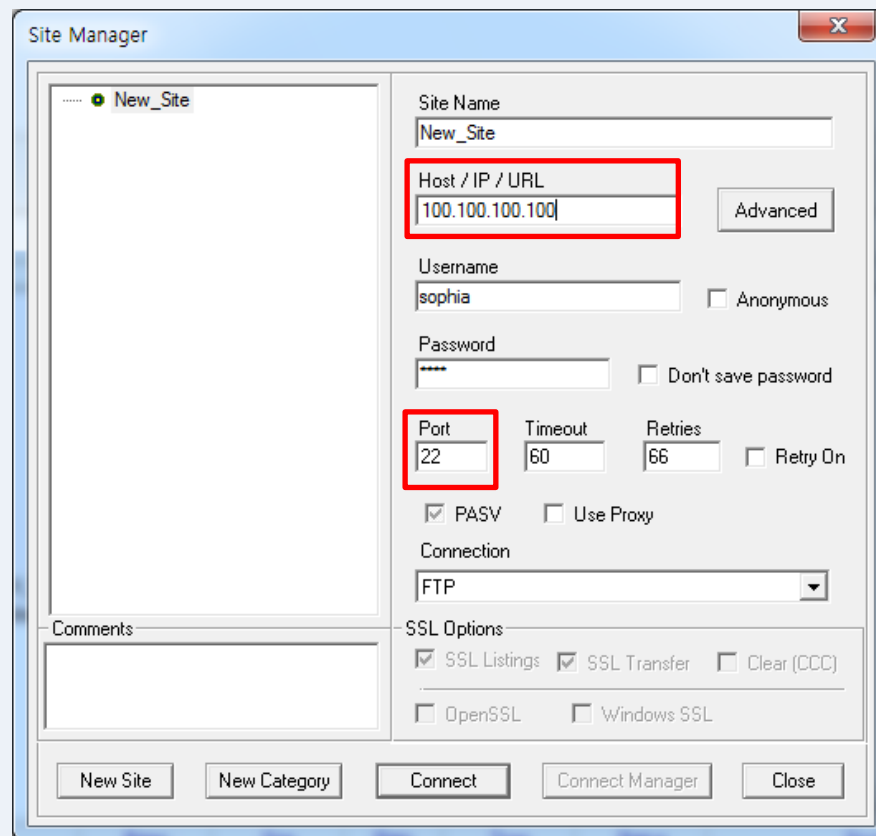
- Self-user Test를 통과한 사람에 한하여 부여하며, 1개의 아이디로 모든 분석 장비에 접속가능, 단 동시 로그인 불가
- 자동으로 Login or Logout 시간을 저장 (Monitoring 기능)
- 반드시 본인의 ID만 사용할 것. 적발 후 재 적발시 3개월 예약 권한 박탈
- 유럽 분석장비의 경우 Login후 True Café Window가 사라지기때문에 분석완료 후 Logoff 할 때 반드시 시작버튼 → 시스템종료 → 로그오프를 해야 함.
- Normal XRD에서 Option을 눌러 개인 스스로 비밀번호 변경하지 말 것.
- Logoff 시 강제 Shut down 기능이 있으므로 절대 측정 중에 Logoff하지 말 것.

외부 PC 접속시



Site Manager dialog box showing configuration for an external PC connection. The 'Host / IP / URL' field is highlighted with a red box and contains '10.24.9.42'. The 'Port' field is also highlighted with a red box and contains '22'. Other fields include Site Name (New_Site), Username (sophia), Password (masked), Timeout (60), Retries (66), and Connection type (FTP).

UCRF 내부 PC 접속시



Site Manager dialog box showing configuration for an internal PC connection. The 'Host / IP / URL' field is highlighted with a red box and contains '100.100.100.100'. The 'Port' field is also highlighted with a red box and contains '22'. Other fields include Site Name (New_Site), Username (sophia), Password (masked), Timeout (60), Retries (66), and Connection type (FTP).

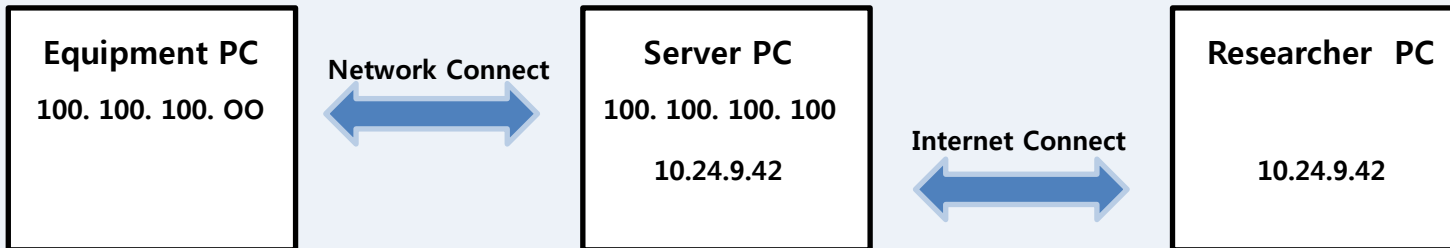
Common ID : sophia

Common PW : 0687

절대 개별 ID와 PW를 만들지 말 것.



Data Upload & Download System



Core FTP LE - 10.24.9.42:22

File View Sites Manage Help

250 CWD command successful. "/" is current folder.
 PWD
 257 "/" is current directory.
 PASV
 227 Entering Passive Mode (10,24,9,42,146,187).
 LIST
 Connect socket #1020 to 10.24.9.42, port 37563...
 150 Opening data conn
 226 File sent ok
 Transferred 4,523 byte: 분석 PC or My PC

Server PC

Filename	Size	Date
..		09/13/13 09:07
Fax		08/13/13 11:28
Malvem Instruments		09/19/12 10:43
SAP		10/03/13 17:24
Scanned Documents		08/13/13 11:28
경남은행		08/07/13 15:49
Self 교육.xlsx	14 KB	09/26/12 17:59
XRF_data_보정.xls	112 KB	12/27/12 13:22
거래내역조회_2009_출력.pdf	45 KB	08/07/13 16:13
동위원소실가동률계산_박지혜.xlsx	32 KB	04/26/13 18:00

Filename	Size	Date
<..>		
..		
Company		10/04/13 11:..
Labs		10/06/13 20:..
Program		09/02/13 12:..
toengineer		01/30/13 10:..
touser		10/04/13 15:..
UCRF		10/02/13 17:..
UCRF 로그관리		10/01/13 14:..
AFM 스캐너수리 요구내역.xlsx	0	04/27/13 15:..



A Record of Equipment Use

Approval	Manager

Equipment			
University or Company			
Client	Department <small>(Supervisor)</small>		Position
	Name		Contact number
	E-mail	<small>(Please write the contact number and e-mail address in case of an outside client)</small>	
User	Department <small>(Supervisor)</small>		Position
	Name		Contact number
Date	From () Month - () Day - () Year to () Month - () Day - () Year (Total use time : hours , [: - :])		
Sample		No. of samples	
Details about use of equipment			
Details about use of hazardous materials			
Equipment state (problem and repair)	Cleanliness	Good	Poor

- 교수님 성함과 본인 이름, 연락처 기재 요망 (실험실번호 X, 개인연락처)
- 시간은 True Café 로그인 및 로그오프 시간 기재 요망
- 야간 사용 후, 로그오프 하지 못할 경우 세부 사항에 기재 요망 (청구 X)
- 장비 이상 발견 시, 장비 상태에 기재 또는 담당자에게 즉각 연락 바람.
- 사정상 시료회수를 못할 경우 굵은 펜으로 표시 요망.
- 의도성이 있는 로그북 미작성자의 경우 경고 후 재발할 경우, 3개월 사용 금지
- 담당자 서명란에 사인 금지

Sample Request

- 시료 의뢰 시료양은 극미량도 가능하며, 박막 Mapping 시료의 경우 1 cm² 적절
- 다수의 시료의 경우, 투명한 비닐백에 아래와 같이 작성 요망

본인이름 : 홍길동

- 담당교수 : 000

- 연락처 : 010-0000-0000

- 이메일 : hongkildong@unist.ac.kr

- 저장위치 : Lab > UCRF > 홍길동 > XRD

- 분석 시료명 : TiO₂/Si

- Power : 40 KV, 40mA

- 2 θ 범위 : 20~80°

- Count rate : 1°/min

- 측정 요청일 : 2013. 10. 07.

- 요청사항 :

- 1) 시료는 반드시 회수 바랍니다.
- 2) 측정시에 꼭 연락바랍니다.

Name : Hong Kil Dong

- Professor : 000

- Phone : 010-0000-0000

- E-mail : hongkildong@unist.ac.kr

- Save Location :

Lab > UCRF > 홍길동 > XRD

- Sample : TiO₂/Si

- Power : 40 KV, 40mA

- Count rate : 1°/min

- Date : 2013. 10. 07.

- Requirement :

- 1) Please collect samples .
- 2) Please contact me when you measure

제1장 총칙

제1조(목적) 이 지침은 「연구지원본부 운영규정」제9조에 의하여 울산과학기술대학교 연구지원본부(이하 “연구지원본부”라 한다)의 운영에 필요한 세부 사항을 정함을 목적으로 한다.

제2조(적용범위) 이 지침은 본 대학교의 교수, 대학원생, 학부생, 연구원 및 연구지원본부 수시 출입자, 그리고 장비 담당자에게 적용된다.

제3조(용어의 정의) 이 지침에서 사용하는 용어의 정의는 다음 각 호와 같다.

1. “자율 사용”이라 함은, 본 대학교에 소속된 교직원 또는 학생 중에서 연구지원본부에서 정한 절차를 따라 자율 사용 자격을 얻은 자가, 장비담당자의 도움 없이 독립적으로 장비를 이용하는 것을 말한다.
2. “자율 사용자”라 함은, 제1호의 “자율 사용”에 관한 자격을 얻은 자를 말한다.
3. “분석 및 공정 의뢰”라 함은, 연구지원본부의 공용장비를 이용하여 시험분석 또는 공정의 결과를 얻기 위하여 장비담당자에게 일련의 분석 및 공정 과정을 의뢰하는 것을 말한다.

제2장 운영관리

제4조(출입관리) ① 연구지원본부의 각 실 중 출입 제한이 있는 실험실의 출입 권한을 얻기 위해서는 신청서를 작성하여 지도 교수와 연구지원본부의 담당자의 승인을 득한 후 등록해야 한다.

- ② 장비 유지관리 및 보수의 목적으로 출입하고자 하는 경우, 담당자의 동행 또는 승인 하에 출입해야 한다.
- ③ 출입자 안전 교육이 필요한 실험실은 실별로 정한 별도의 교육을 선행하여 실시한 후 출입을 허가한다.

제5조(분석 및 공정 의뢰) ① 연구지원본부에서 지원 가능한 분석 및 공정에 대한 의뢰는 의뢰자와 장비 담당자간 사전에 직접 협의한다.

- ② 분석 및 공정을 의뢰하는 자는 담당자가 장비 또는 시설의 정상적인 작동과 안전을 유지하는데 필요한 정보 및 연구 내용을 파악할 수 있도록 협조하여야 한다.
- ③ 분석 및 공정 서비스는 선착순 응대하는 것을 기본 방침으로 하며, 장비 점검 및 수리 등 특이사항 발생 시에는 장비 담당자의 판단에 따라 의뢰 내용을 유보 또는 취소할 수 있다.
- ④ 의뢰자로부터의 특별한 요청이 없을 경우, 각 담당자는 의뢰 결과를 통보한 날로부터 7일을 초과한 시점에 시료를 폐기할 수 있고 3개월을 초과한 시점에 분석 및 공정 서비스 결과물 또는 결과 데이터를 폐기할 수 있다.

제6조(자율 사용 자격) ① 자율 사용 자격을 취득할 수 있는 자는 본 대학교에 소속된 대학원생, 연구원, 교수, 그리고 지도 교수의 승인을 얻은 학부생으로 제한한다.

② 자율 사용 자격은 각 실험실 별로 정한 조건(안전 교육, 장비 사용 교육, 평가 등)을 만족시키는 자에게 부여한다.

③ 자율 사용자 명단은 6개월마다 갱신하여 연구지원본부 홈페이지에 공지된다.

④ 장비 사용 최소 횟수(최근 6개월간 10회) 미만일 경우 또는 장비 담당자의 판단에 의하여 자격이 취소될 수 있으며, 자격이 취소되었을 경우 담당자와 협의 후 재교육을 통하여 자격 부여가 가능하다.

제7조(자율 사용자의 의무) ① 자율 사용자는 장비 사용시 교육 받은 내용을 준수하고, 특이사항 발생시 담당자와 반드시 협의하며 연구 장비·시설의 작동과 안전 유지에 협조하여야 한다.

② 자율 사용자는 해당 장비의 이용기간 동안 본인의 부주의로 발생한 사고, 기기 손상, 고장 및 분실 등에 대해 책임을 지고 보상한다.

③ 장비 사용 시작 시점의 24시간 전에 예약한 장비 사용 예약의 취소 기한은 예약한 사용 시간의 시작 시점으로부터 12시간 전 까지이며, 예약 취소를 원할 때는 반드시 장비 담당자에게 정규근무시간(평일 09:00~18:00) 중에는 전화 또는 메일로, 정규 근무시간이 아닌 때에는 메일로 연락을 취해야 한다.

④ 장비 사용 시작 시점으로부터 24시간 전에 예약한 장비 사용 예약의 취소 기한은 예약한 사용 시간의 시작 시점이 되기 전까지이며, 예약 취소를 원할 때는 반드시 장비 담당자에게 정규근무시간(평일 09:00~18:00) 중에는 전화 또는 메일로, 정규 근무시간이 아닌 때에는 메일로 연락을 취해야 한다.

⑤ 야간 또는 장비 담당자의 정규 근무시간(평일 09:00~18:00)이 아닌 때에 장비 사용 후에는 소등·출입문단속·주변 정리 등을 확인하고 퇴실한다.

제8조(자율 사용 제한) ① 연구지원본부는 사용자 다수의 편의와 쾌적한 연구환경 유지 및 사용자의 장비 사용 의식 수준 제고를 위하여 사용자에게 제재를 가할 수 있다.

② 제1항의 제재 기준은 「별표1.공용장비 사용자 벌점 부과 및 조치 기준」에 따른다.

제9조(시험분석료 청구) ① 분석 및 공정 의뢰자 또는 자율 사용자에게 분석 및 공정 종료 후 익월에 시험분석료 청구서를 발송하며, 시험분석료는 계좌로만 납입할 수 있다.

② 분석 및 공정 의뢰자와 자율 사용자는 「연구지원본부 운영규정」제8조에 정한 시험분석료 기준에 의하여 청구되는 금액을 소정의 절차를 따라 납부할 의무를 가진다.

③ 「연구지원본부 운영규정」제8조에 정한 시험분석료 기준은 의뢰 또는 사용 전에 의뢰자 또는 사용자에게 제공될 수 있다.

④ 최초 의뢰 또는 사용시에는 사업자 등록증 및 통장 사본을 연구지원본부 행정실에 송부하여야 한다.

⑤ 사업자 등록증의 변경이 있을 시 미리 행정 담당자에게 변경 사실을 고지하고 사본을 송부하여야 한다.

⑥ 시험분석료 청구서는 연구지원본부 행정실에서 발급하며, 청구서 송부 시점으로부터 1개월 이내에 납부하여야 한다. 납부가 연체되는 경우, 연구지원본부는 해당 사용자 및 연구실에 서비스 지원을 중단할 수 있다.

⑦ 분석 및 공정 의뢰자의 실수로 인해 분석 및 공정 과정에 소요되는 시간이 증가한 경우 시험분석료를 추가로 청구할 수 있다.

제10조(기타) 이 지침의 시행에 필요한 기타 세부 사항은 각 실별 규정에 따른다.

UCRF 벌점 부과 기준

순번	벌점 부과 내용	벌점
[장비 사용 자격]		
1	해당 장비에 대하여 직접 사용이 허가 되지 않은 사용자가 기기를 사용	5
2	장비 예약하지 않고 장비 사용	3
3	장비 예약자 본인이 아닌 자가 장비를 사용	3
[장비 사용 예약]		
4	허용시간 이외의 시간에 장비 예약 및 사용	1
5	장비 예약시간을 초과하여, 예약시간 종료 전에 초과시간에 대한 예약 없이 장비 사용	1
6	장비 예약 취소 사실 통보 없이 해당 시간에 장비 사용하지 않은 경우	3
7	「연구지원본부 운영지침」제7조의 내용을 기준으로, 장비 예약 취소 기한이 지나서 예약을 취소한 경우	1
8	예약 후 장비담당자에게 통보하지 않고 기기 사용	1
[부주의한 행동]		
9	장비 사용 중 허용되지 않은 기능 조작	3
10	장비 사용 중 장비의 이상이나 고장 발견 후 담당자에게 즉시 고지하지 않은 경우	3
11	사용자 부주의로 기기 손상 및 고장	5
12	사용자 부주의로 장비 부속품 분실 또는 파손	5
13	장비 사용 후 장비사용일지를 작성하지 않거나 허위 작성 또는 일부만 작성	1
14	담당자가 장비 또는 시설의 정상적인 작동과 안전을 유지하는 데에 반드시 파악해야할 시료의 정보를 제공하지 않아 장비 손상 및 고장을 초래	3
15	야간 또는 장비 담당자의 정규 근무시간이 아닌 때에 장비 사용 후 소등, 출입문단속, 주변 정리 등을 확인하지 않고 퇴실	3
16	유독 물질 및 가스의 누출 또는 화재 발생의 위험을 초래	5
17	타인의 개인물품(분석 및 공정 소모품 및 기자재)을 사전 동의 없이 사용하거나 훔치는 행위	5

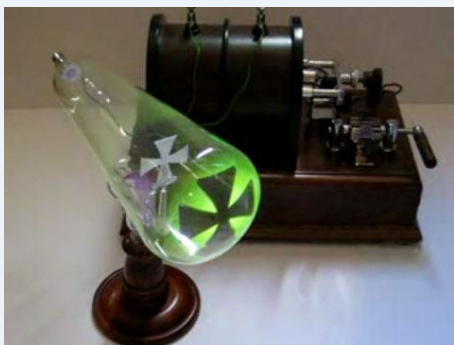
구 분	별점	조 치 내 용
(장비 사용자 개인)		
개인에게 부과된 벌점 합산	5점 이상	장비 담당자가 사용자 및 지도교수에게 이메일로 통보(벌점 8점 이상일 시 장비 사용이 3개월간 금지됨을 공지)하고 해당 사용자의 벌점 내역을 기기실에 게시
	8점 이상	장비 담당자가 사용자 및 지도교수에게 사용자의 해당 장비 사용이 3개월간 금지되고 재교육 후 사용이 가능함을 이메일로 통보하고 지도교수에게 공문 발송, 해당 사용자의 벌점 내역을 기기실에 게시
(사용자 소속 연구실)		
동일 연구실에서 동일 장비에 대하여 연구실 소속 학생들에게 부과된 벌점 합산	12점 이상	장비 담당자가 지도교수의 해당 사료사에게 벌점 15점 이상일 시 해당 연구실의 해당 장비 사용이 3개월간 금지됨을 이메일로 통보
	15점 이상	장비 담당자가 지도교수에게 해당 연구실의 해당 장비 사용이 3개월간 금지됨을 이메일로 통보, 지도교수에게 공문 발송, 해당 사용자의 벌점 내역을 기기실에 게시
동일 연구실에서 연구지원본부 전체 장비에 대하여 연구실 소속 학생들에게 부과된 벌점 합산	20점 이상	연구지원본부에서 지도교수와 소속 학생에게 벌점 25점 이상일 시 해당 연구실의 연구지원본부 전체 장비 사용이 1개월간 금지됨을 이메일로 통보
	25점 이상	연구지원본부에서 지도교수와 소속 학생에게 해당 연구실의 연구지원본부 전체 장비 사용이 1개월간 금지됨을 이메일로 통보, 지도교수에게 공문 발송, 해당 벌점 내역을 연구지원본부 게시판에 게시

X-rays: The Discovery

1895



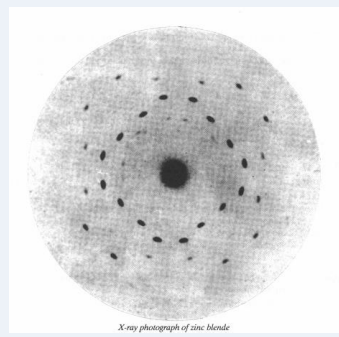
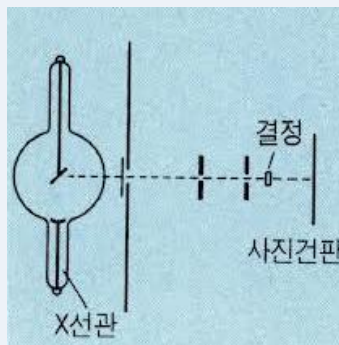
Wilhelm Conrad Röntgen



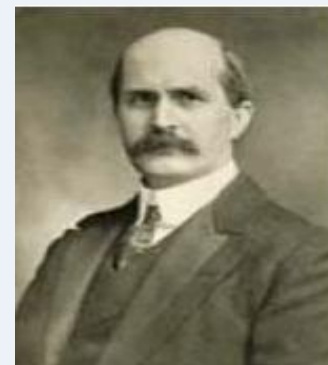
1912



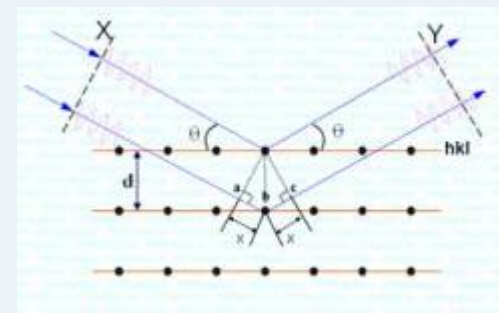
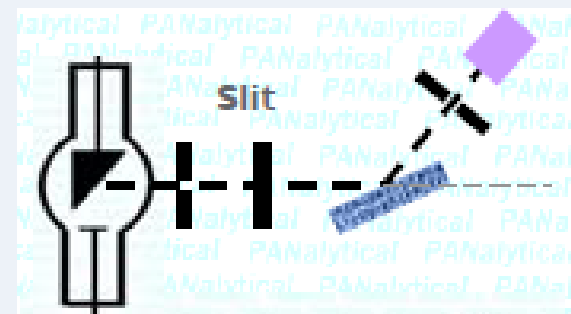
Max von Laue



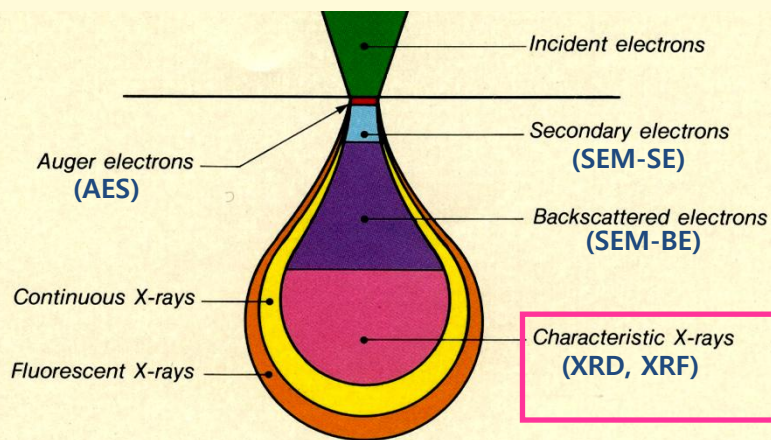
1913



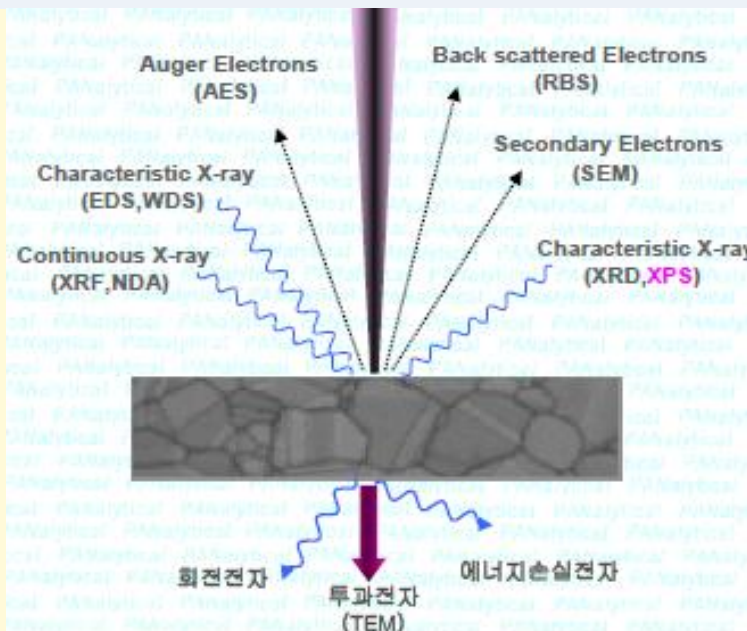
William Henry Bragg



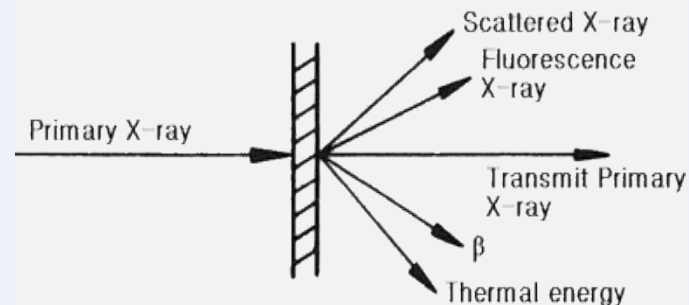
Electron and interaction with material



<Depth of quantum generation and space resolution>



입사빔	측정신호	미세 분석기술
전자	Auger 전자	Auger Electron Spectroscopy (AES)
	이차전자	Secondary Electron Spectroscopy (SEM+SE)
	후방산란전자	Back Scattered Electron Spectroscopy (SEM+BES)
	투과전자	투과전자현미경 (TEM)
	특성 X-선	Electron Probe Micro-Analysis (SEM-EDS or WDS)
X-선	투과 X-선	X-선 현미경, EXAFS
	특성 X-선	XRD, XRF(X-선 형광분석기)

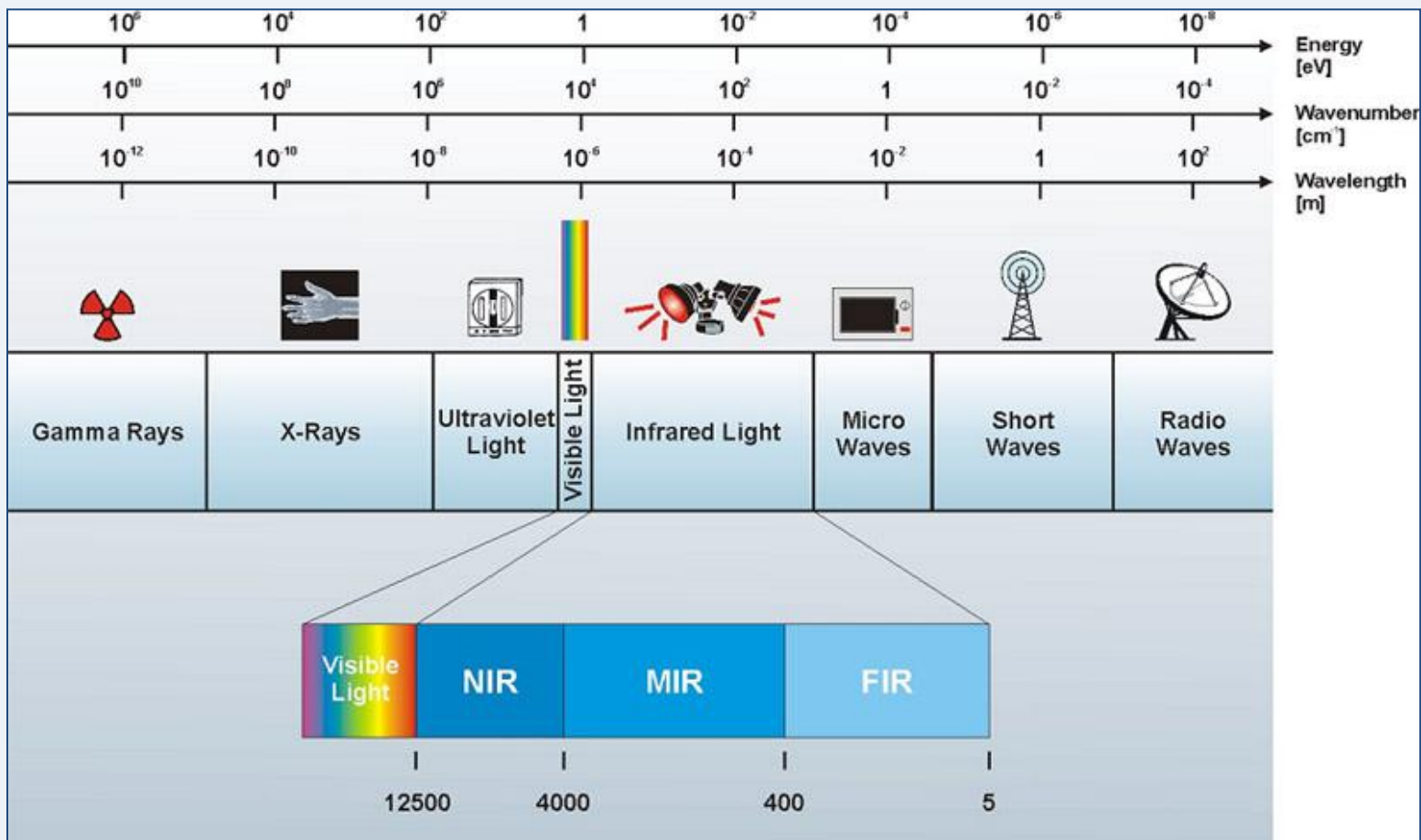


Where X-rays Fit Into the Energy Spectrum

Electromagnetic radiation

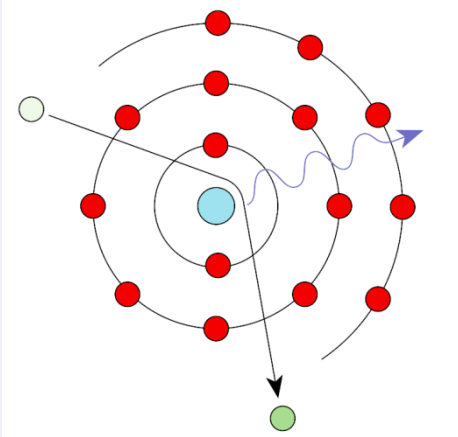
Wavelength 0.01 nm - 10.0 nm

Energy 124 keV - 0.124 keV

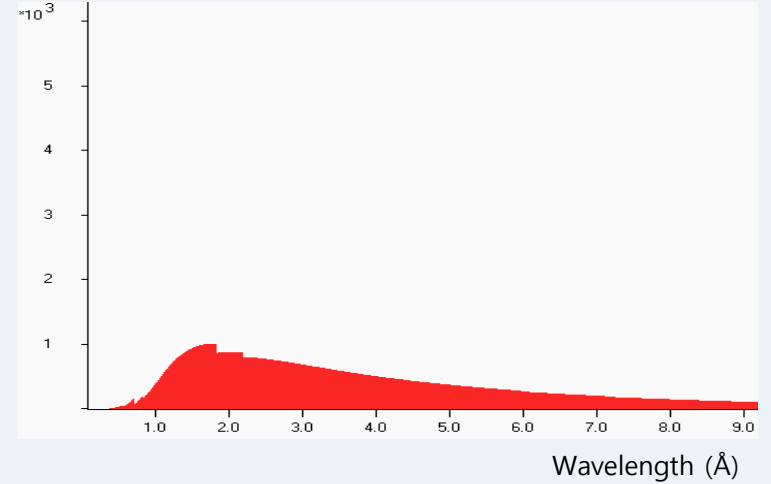


Continuous X-ray & Characteristic X-ray

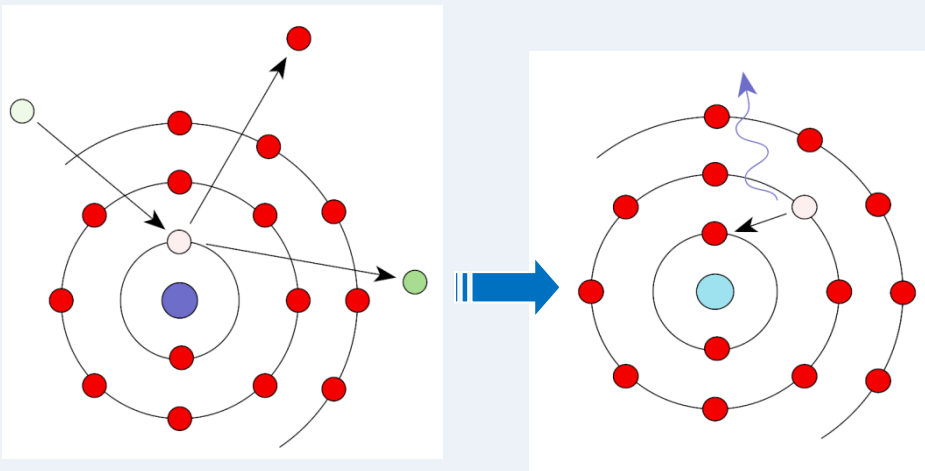
Continuous X-ray



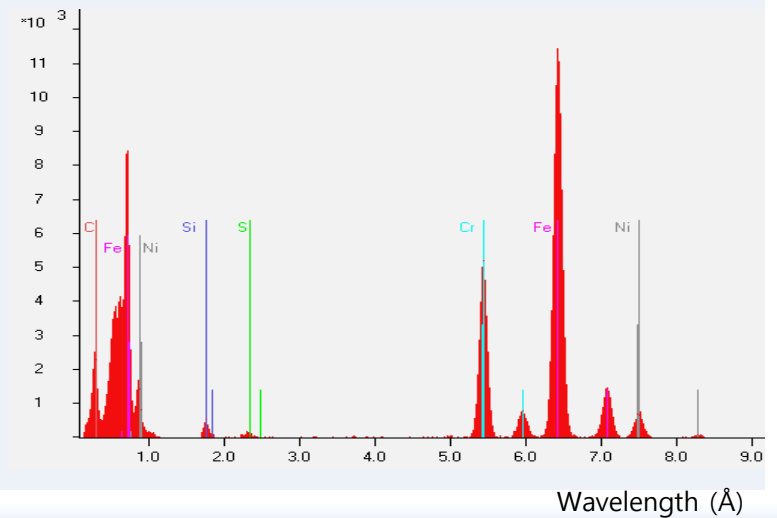
Intensity



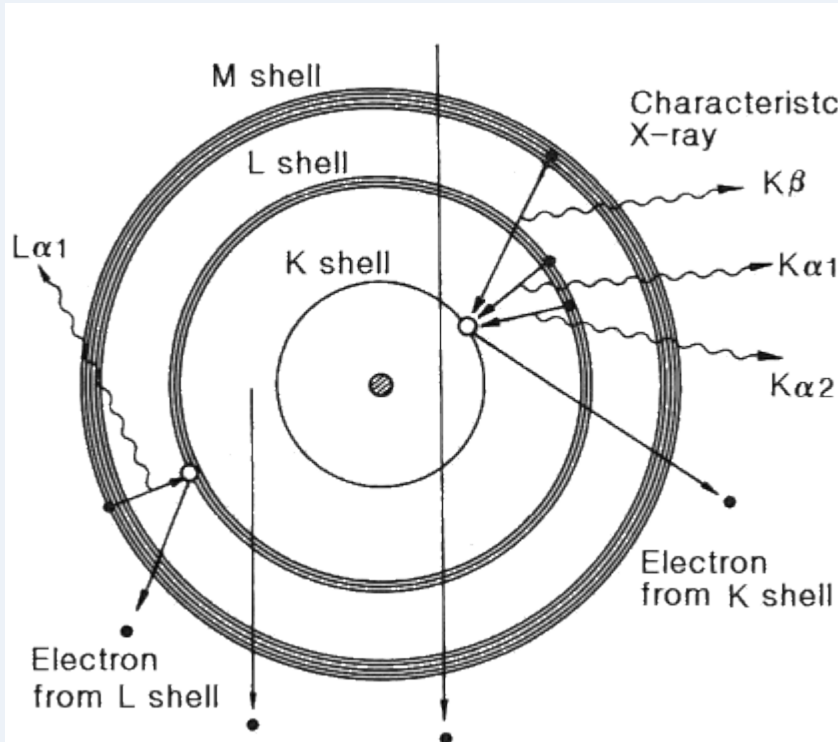
Characteristic X-ray



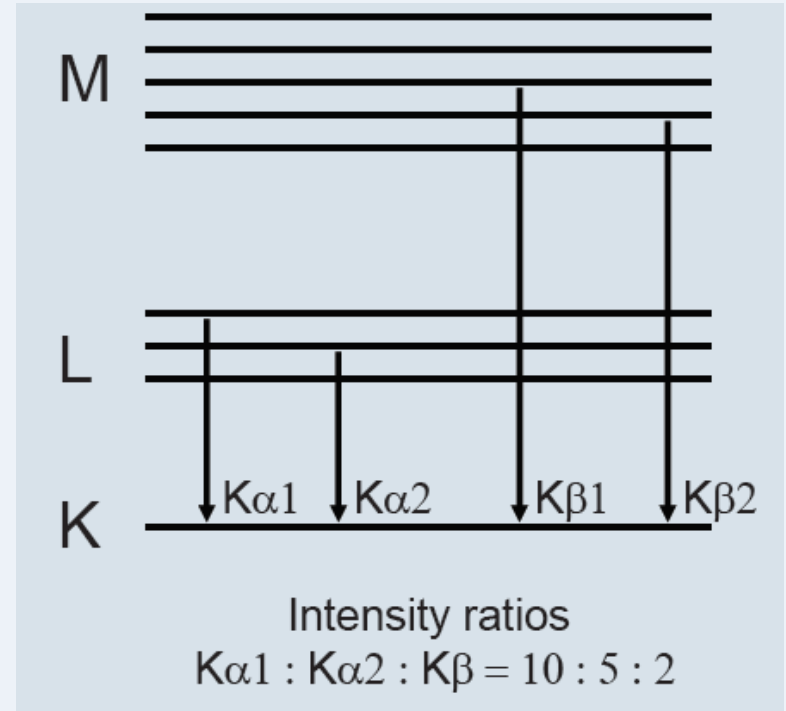
Intensity



Characteristic X-ray



Energy levels (schematic) of the electrons



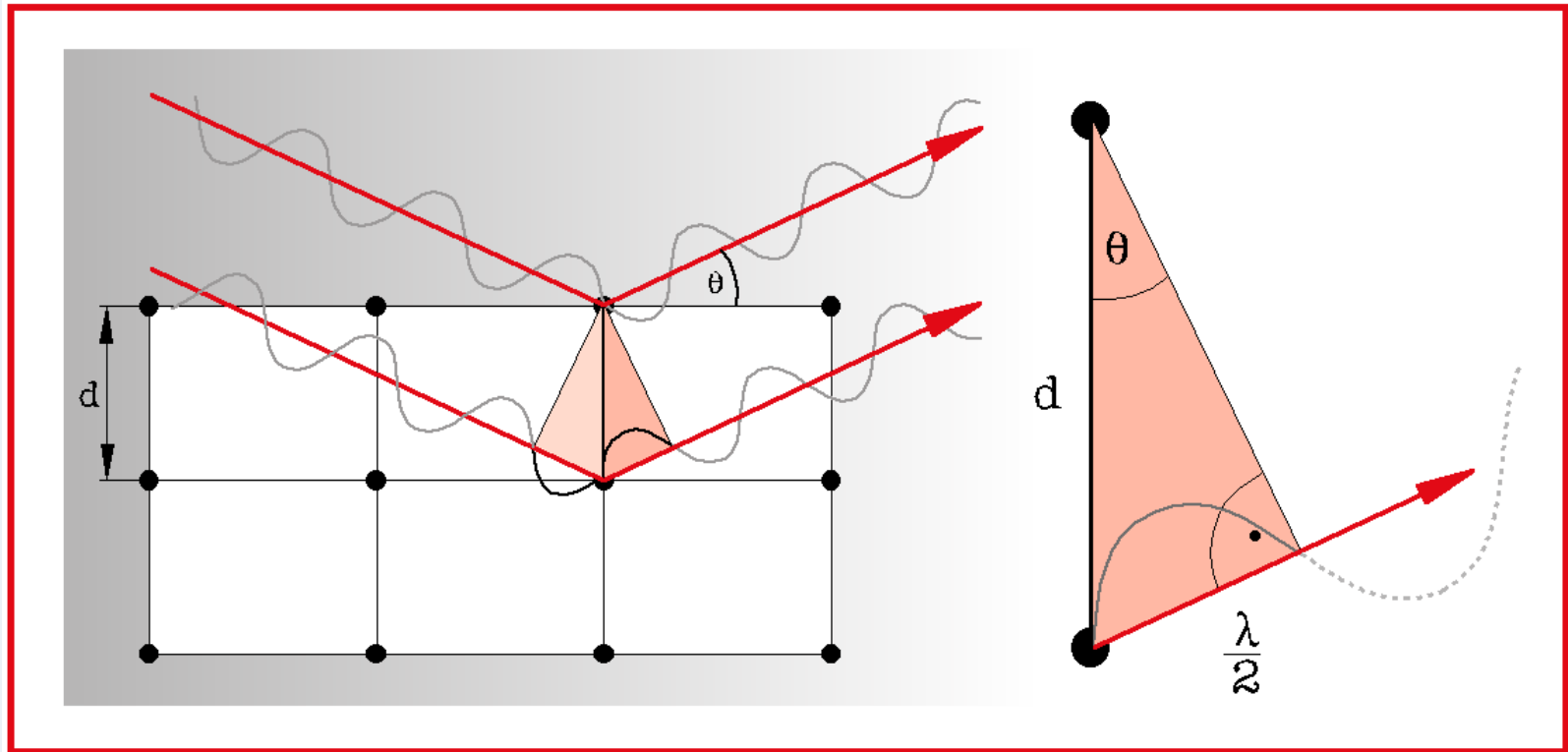
$$E_n - E_k = h\nu_k = h\frac{c}{\lambda_k}$$

E_k : K각 전자의 에너지

h : 플랑크 상수 = 6.63×10^{-34} J.s

c : 빛의 속도 = 3×10^8 m/s

λ_k : K계열의 특성X선의 파장



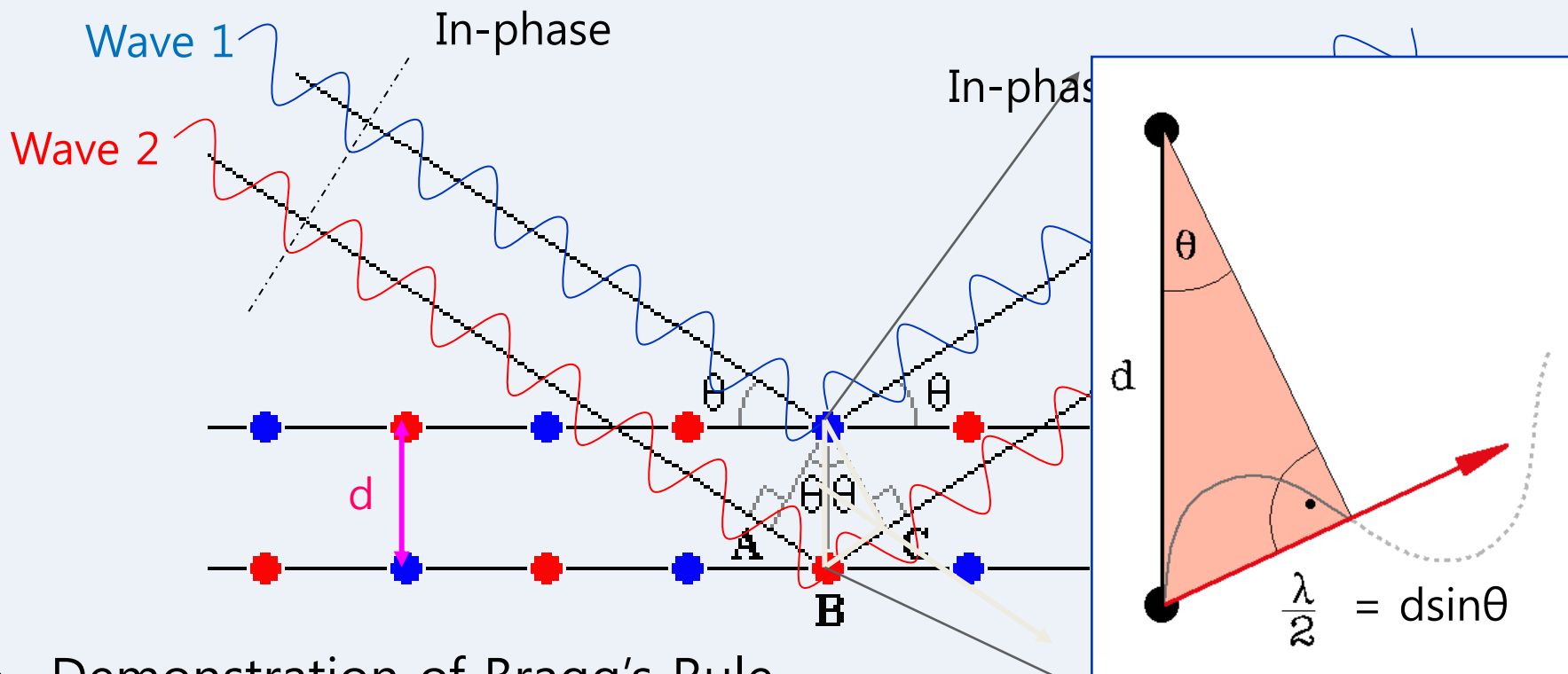
$$n\lambda = 2d \sin\theta$$

d distance of lattice planes

λ X-ray wavelength

* W.H. and W.L. Bragg, 1913

Bragg's Rule



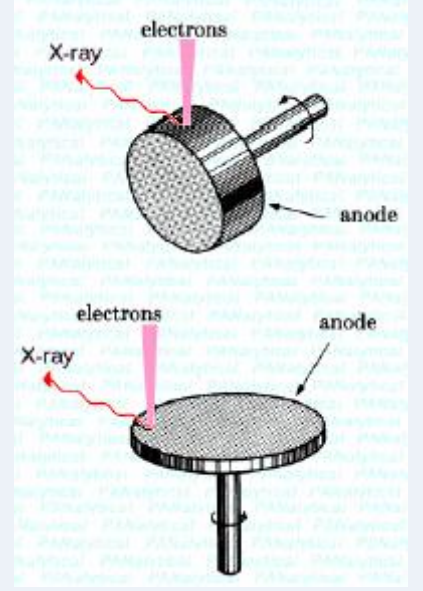
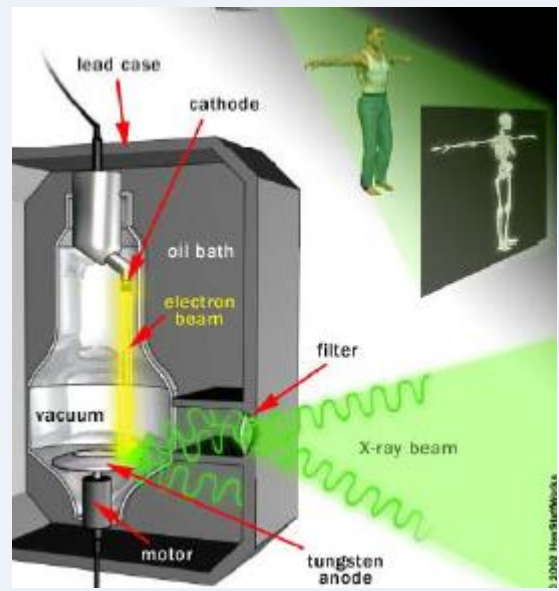
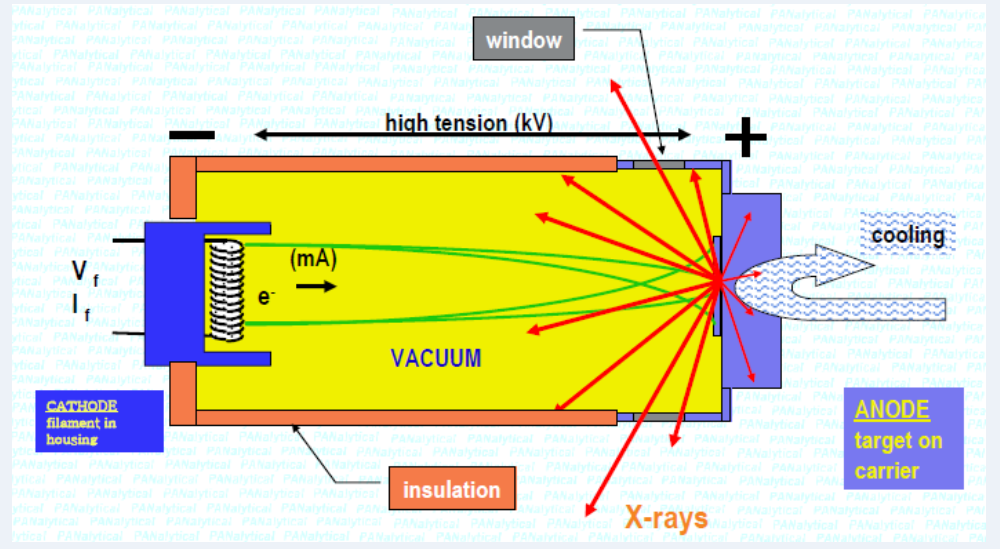
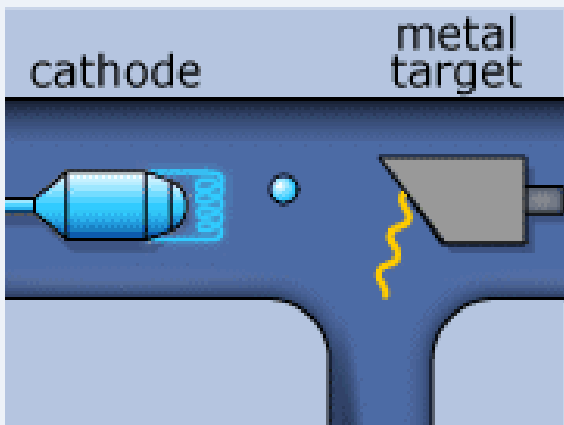
- Demonstration of Bragg's Rule

wave1과 wave2의 경로차 = $AB + BC = d \sin \theta + d \sin \theta = 2d \sin \theta$
 (AB는 면간거리 d)



$$\lambda = 2d \sin \theta$$

Origin of X-rays The X-ray Tube



X-ray tube에 쓰이는 Target 의 용도

Target 의 종류	주된 특징	용도
Cu	면간격 1 Å ~ 10 Å 의 측정에 적당하다.	측정전반 (Kb Filter 만으로는 Fe계 시료의 측정에는 부적합)
Co	Fe 시료의 회절선이 강하다. (Kb Filter 법 에서는 Background 가 높다)	Monochromator와 함께 사용, Fe계 시료의 측정에 적합
Fe	Fe 시료의 Background 가 적다.	Filter 법으로 Fe계 시료의 측정에 최적
Cr	파장이 길다.	Fe 시료를 포함한 응력측정 PSPC/MDG 에 의한 미소부 (반사법)측정
Mo	파장이 짧다.	Austenite (g상) 양 측정 금속박막의 투과법 측정 (소각산란 등)
W	연속 X선이 강하다.	단결정의 Laue 사진측정

Cr, Mn, Fe 의 경우 Cu Target을 사용할 경우 2차 X선 산란이 발생하여 Background가 심하게 증가함.

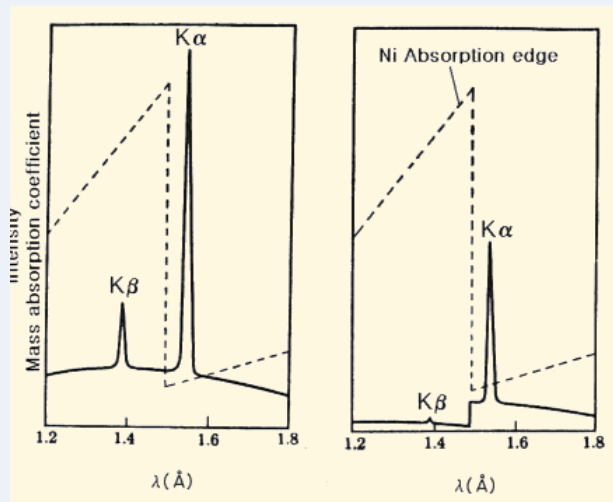
β Filter & Monochromator

흡수단을 이용하여 X선(X-Rays)을 단색화하기 위하여 이용하는 물질을 Filter 라고 한다.

X선회절(X-Ray Diffraction)용 Filter는 질량흡수계수(Mass absorption coefficient)가 $K\beta$ 선에 대하여 크고, $K\alpha$ 선에 대하여는 작은 것을 사용한다.

이 Filter 원소의 원자번호는 Target 원자번호보다 1~2 작은 것을 사용한다.

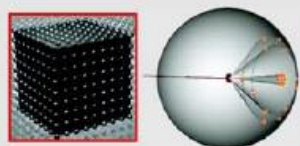
Target	파장(Å)		Filter				
	$K\alpha_1$	$K\beta_1$	원소	흡수단 파장(Å)	$I_{K\beta_1}/I_{K\alpha_1} = 1/100$ 의 경우		
					두께(mm)	두께(g/cm^2)	$K\alpha_1$ 투과율
Cr	2.2896	2.0848	V	2.269	0.011	0.007	63
Fe	1.9360	1.7565	Mn	1.896	0.011	0.008	62
Co	1.7889	1.6208	Fe	1.743	0.012	0.009	61
Cu	1.5405	1.3922	Ni	1.488	0.015	0.013	55
Mo	0.7093	0.6323	Zr	0.689	0.081	0.053	43
Ag	0.5594	0.4970	Rh	0.534	0.062	0.077	41



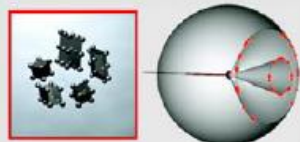
Monochromator는 Graphite (002) 면 결정의 분광을 이용하여 시료로부터의 X선을 단색화 하는 광학계이다.

형광X선의 영향이 적지않은 경원소의 시료나 Target 와 같은 원소의 시료에는 Monochromator의 효과가 크다.

Single crystal



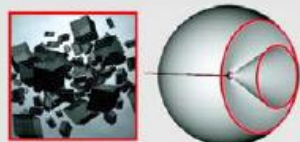
Micro sample



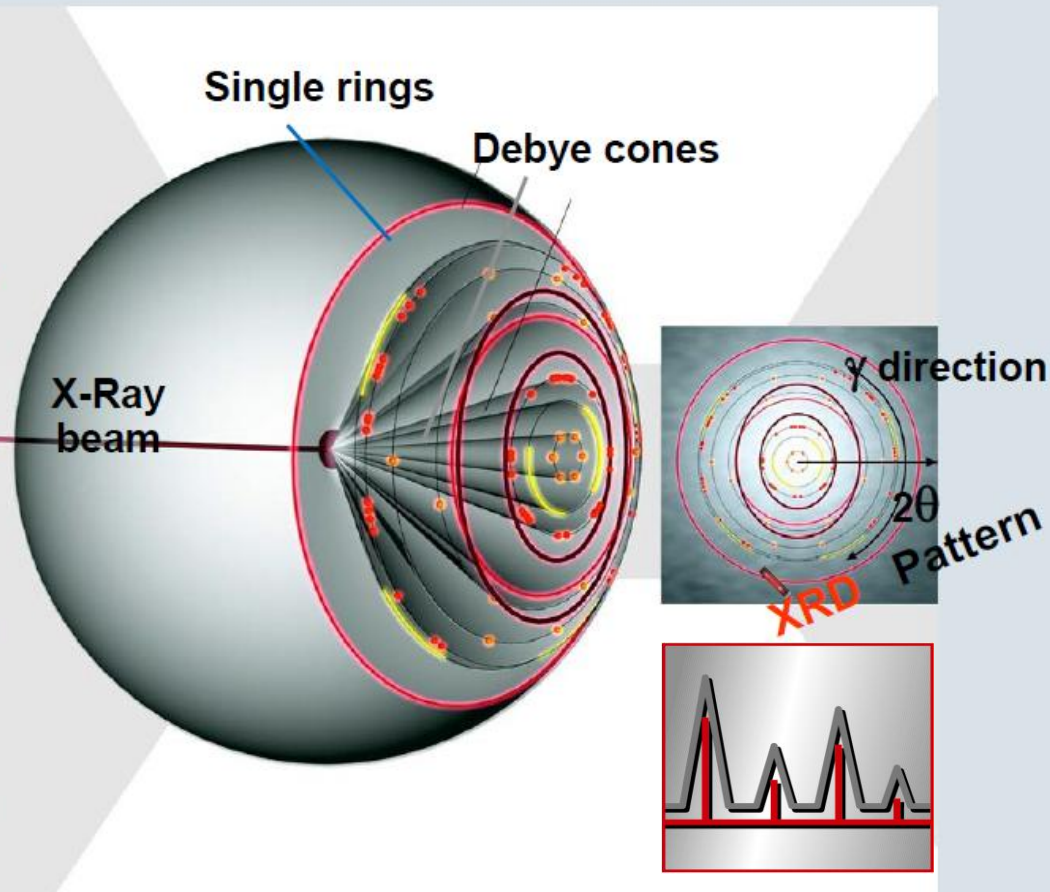
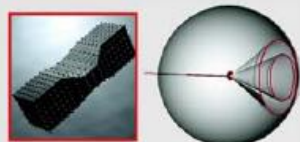
Textured material



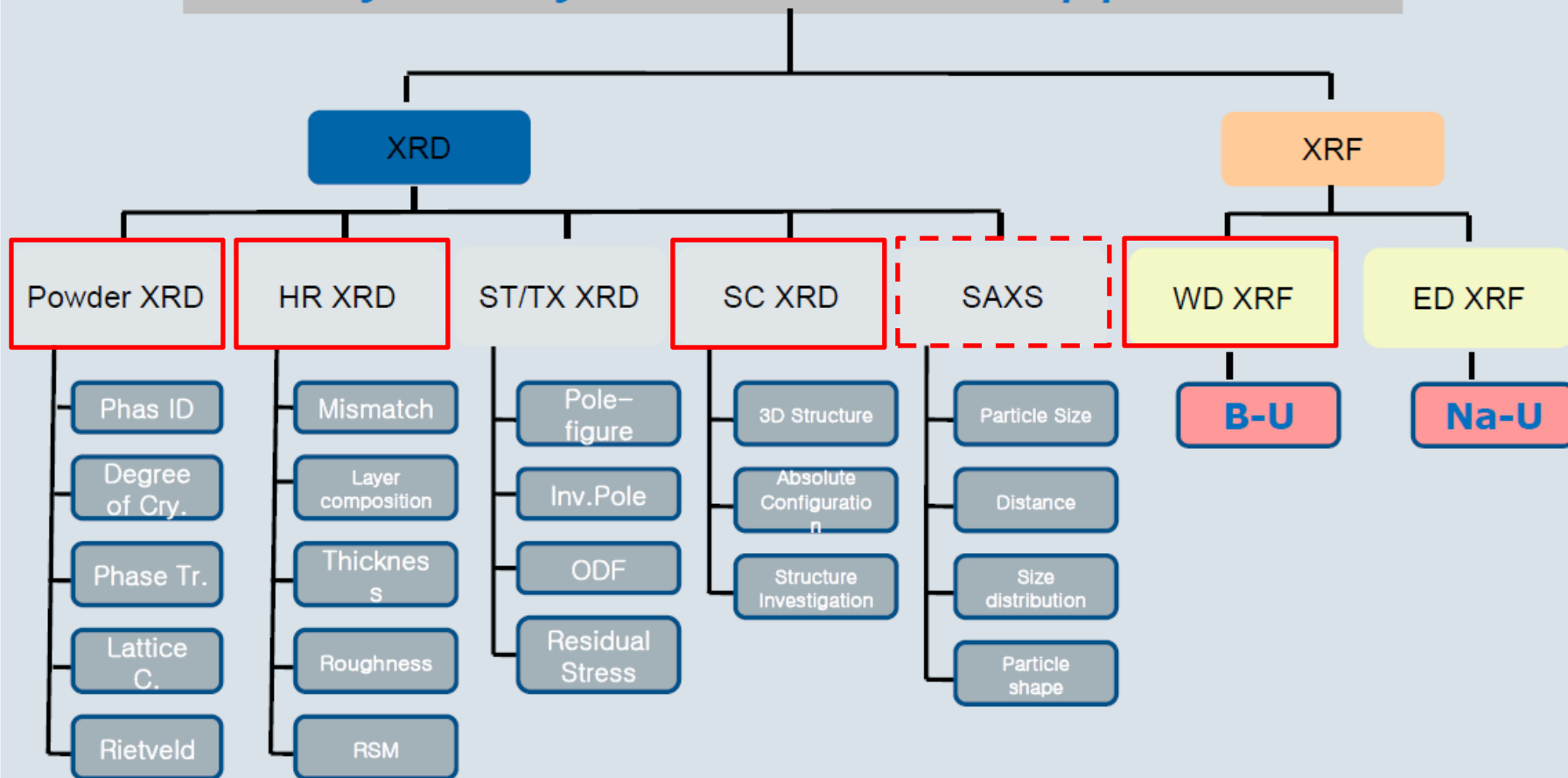
Powder



Strained material



X-Ray Analysis Method & Application

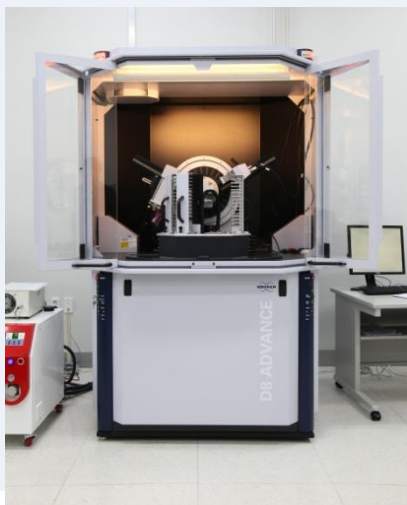





 **Model** : D/MAZX 2500V/PC (Rigaku, Japan)

 **Specifications**

- X-ray source : Cu
- X-ray power : 18 kW
- Goniometer (angular range) : $-60 \sim 128^\circ$
 - Left Goniometer : SAXS
 - Right Goniometer : WAXS
- Attachment
 - Standard
 - High temperature (RT $\sim 1500^\circ\text{C}$)
 - Battery cell for charging & discharging



 **Model** D8 Advance (Bruker, Germany)

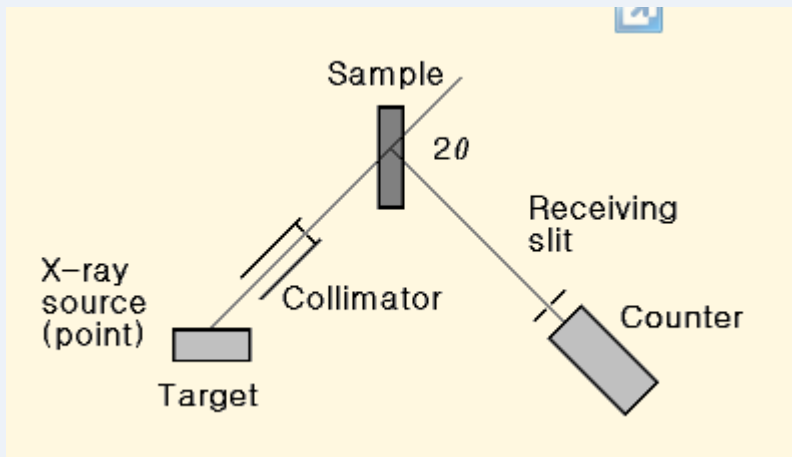
 **Specifications**

- X-ray source : Cu
- X-ray generator : 4 kW
- θ - θ based goniometer

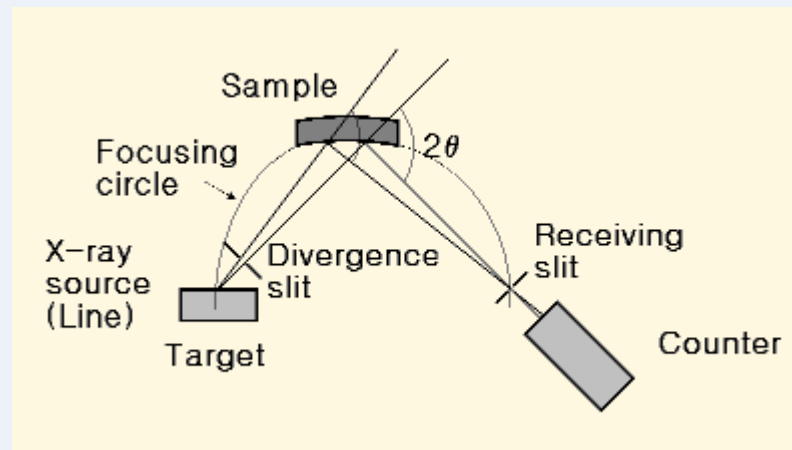
 **Applications**

- Liquid samples can be measured
- Anaerobic samples can be measured
- large sized powder samples can be measured

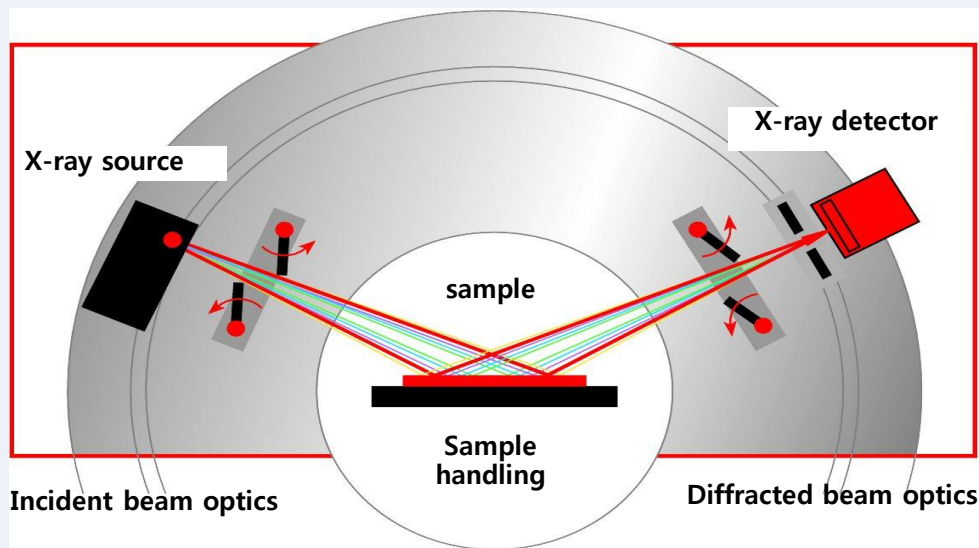
Optic systems of Diffractometer



평행 Beam법 (Parallel Beam Method)

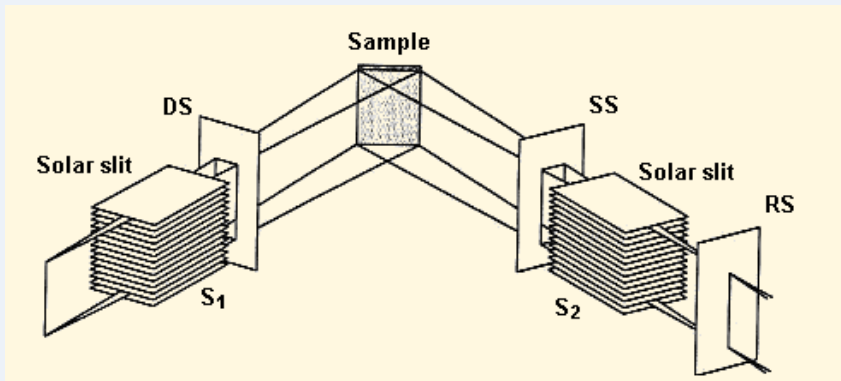
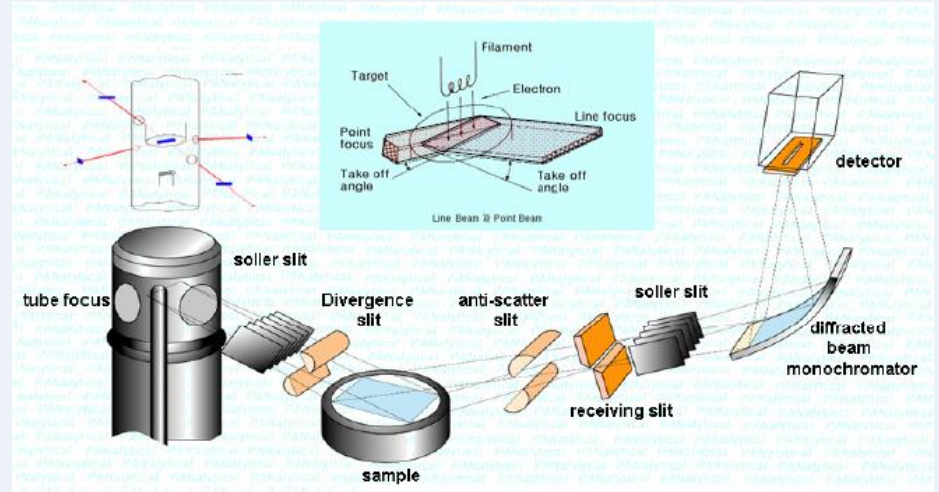
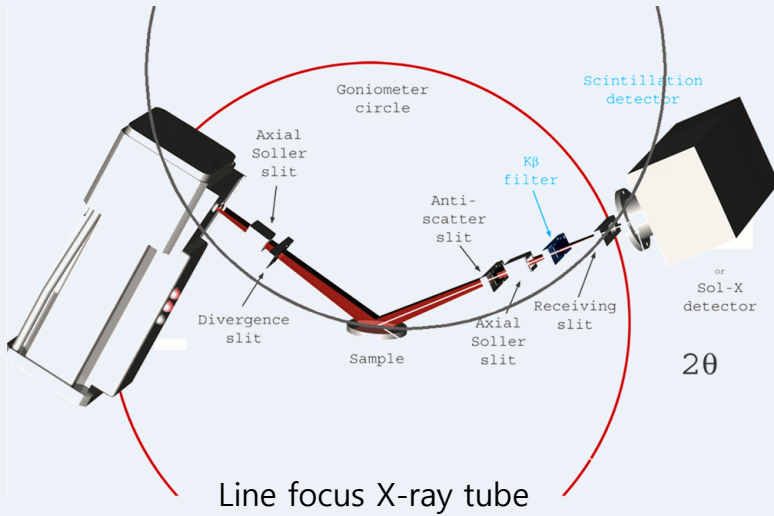


집중법 (Focusing Method)의 원리



Bragg-Brentano Geometry for Powder

Focusing Circle



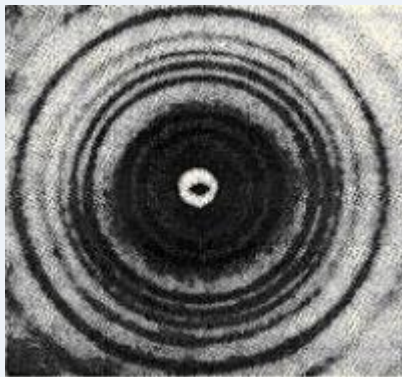
- (1) X-ray Source : Line focus (실효면적 0.1 mm X 10 mm)
- (2) Divergence Slit (DS) → 발산각 제한 (1/6, 1/2, 1, 2, 4°)
- (3) Divergence Height Slit → Beam 높이 제한 (10/ 5/ 2/ 1.2 mm)
- (4) Receiving Slit (RS) → Beam 폭 제한 중 (0.15, 0.3, 0.6 mm)
- (5) Scattering Slit (SS) → 산란 X선 방지 (1/6, 1/2, 1, 2, 4°)
- (6) S₁, S₂ : Soller Slit → X선의 수직 발산 제한

분말시료의 입경

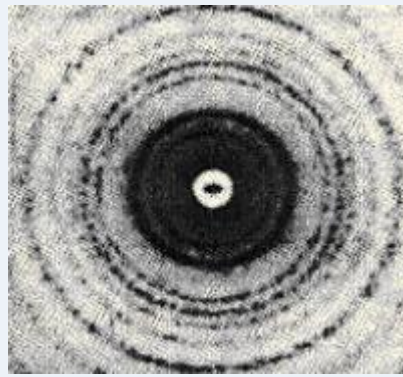
시료는 곱게 갈아서 측정 한다.

정성분석에서는 입경이 44mm (350 Mesh)이하,정량분석에서는 10mm 정도까지 곱게 만들 필요가 있다.

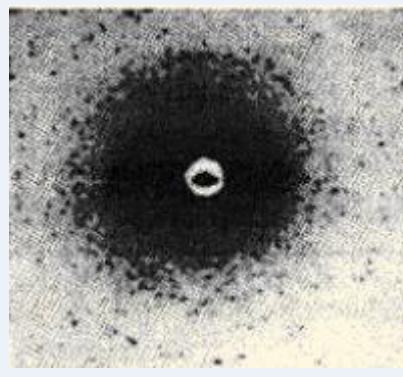
시료를 손가락 사이에서 입자의 느낌을 느끼지 못할 정도로 만든다.



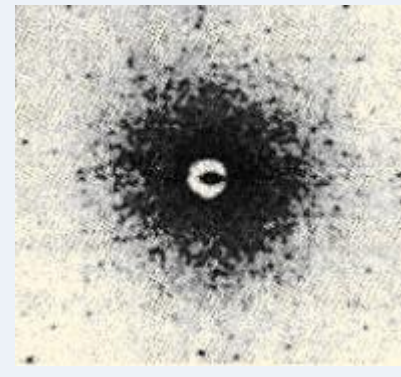
10 μm



30 μm



60 μm



90 μm

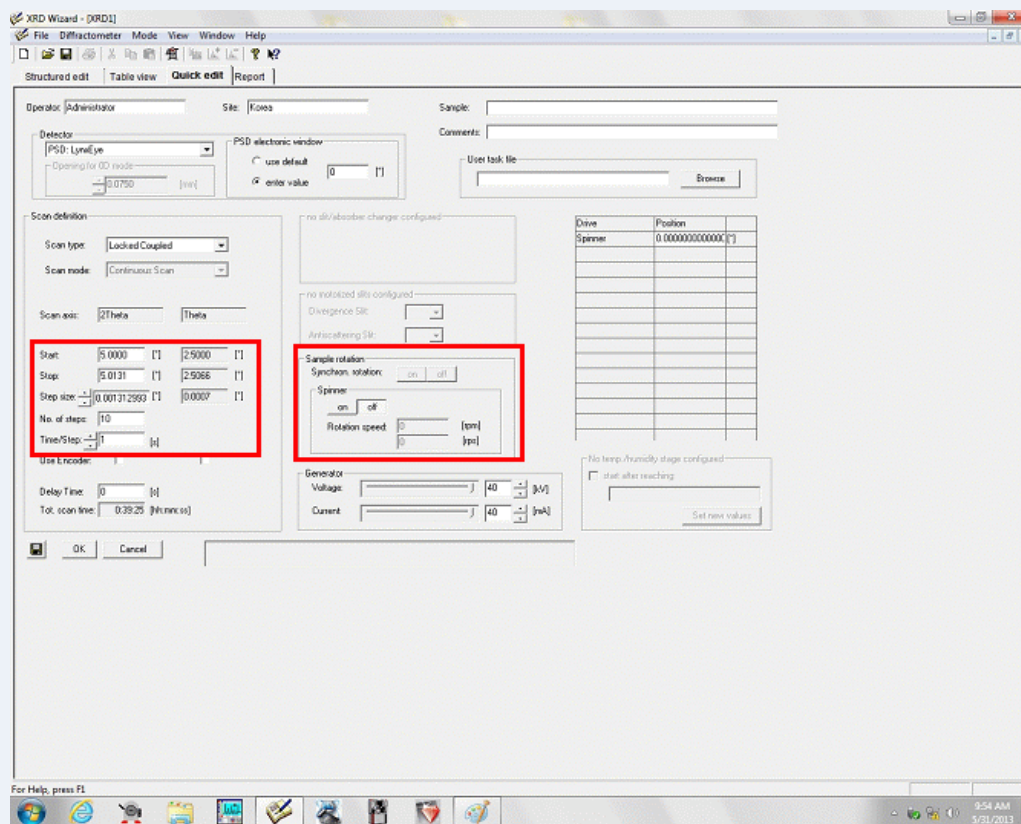
시료의 회전

같은 입경도 시료를 면내회전 시킨 경우가 재현성이 좋은 것을 알 수 있다.

분말시료의 충전

시료충전할 때 시료면이 시료판의 기준면과 일치 시키는것이 중요하다

시료면이 뒤로 기울어지면 회절X선은 저각도 측으로 Shift 되고, 거꾸로 앞으로 기울어지면 고각도측으로 Shift 된다.



1. True Café Login

2. 바탕화면에 XRD Wizard 클릭

3. data recipe 입력

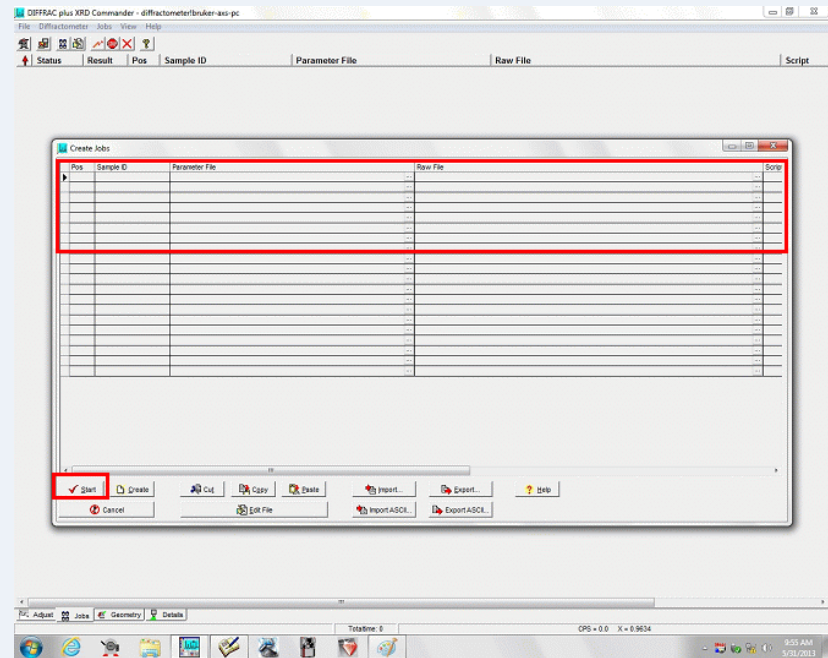
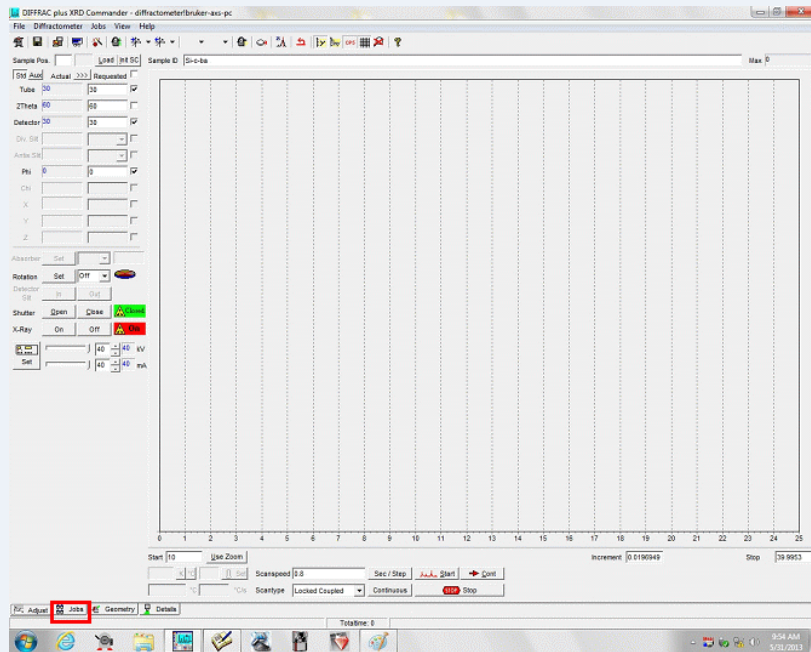
→ start 및 stop angle, step size, time per step 입력

→ sample rotation on/off 설정 (박막 일 경우에는 rotation on, 120 rpm)

4. 저장 경로 지정 및 recipe 저장

5. 장비 하단에 있는 door open 눌러서 장비 손잡이의 스프링을 뺀 다음, 손잡이에서 손을 떼고 천천히 유리를 밀면서 door를 연다. (유의 ! Door가 열려있는 상태에서 스프링이 안으로 들어갈 시, X-ray 꺼짐.)

6. Sample plate에 샘플 놓기



1. 바탕화면에 XRD Commander 클릭

2. 하단에 Jobs 클릭

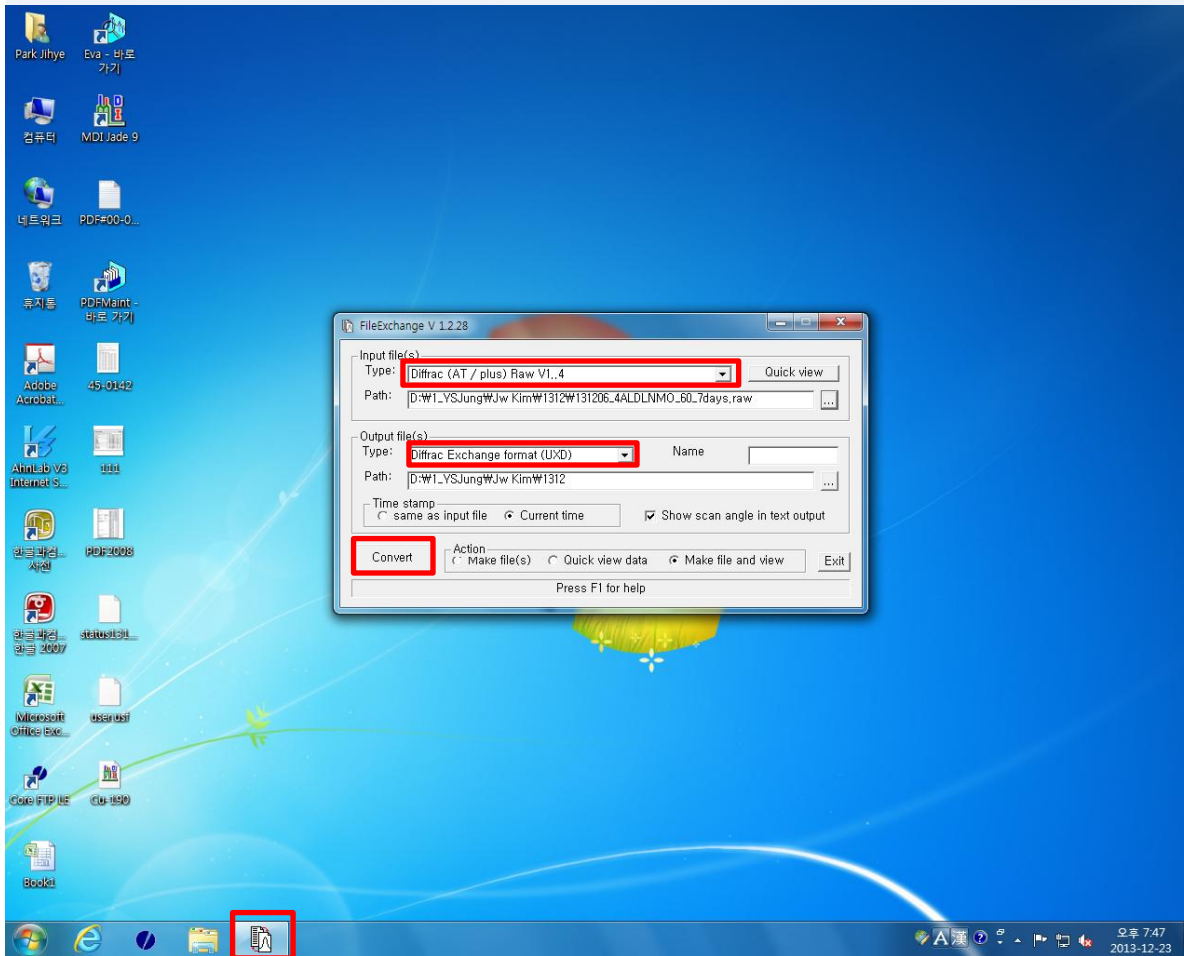
→ Position : 샘플이 놓여있는 position 입력 (F01....)

→ Parameter file : wizard에서 저장한 recipe 파일 경로

→ raw file : raw data를 저장할 경로 지정

3. Start

File Exchange (raw file → text file)



1. 분석 PC 바탕화면 하단에 있는 FileExchange Open

2. Input file

- type : raw 파일 선택
- path : raw 파일 경로 지정

3. Output file

- type : UXD (txt) 파일 선택
- path : txt 파일 경로 지정

4. Convert

Scan Condition

(1) Scanning mode

Continuous (연속) scan 과 Step scan 이 있다.

연속 Scan 은 일정속도로 축을 구동하면서 측정하는 mode 로 정성분석, 정량분석 등에 사용한다.

Step scan 은 일정각도씩 축을 움직여서 정지한 상태에서 측정하는 mode 이다.

이 방법은 계수시간을 길게하여 X선의 계수변동을 작게 할 수 있으므로 정확한 Profile의 측정등의 경우에 사용한다.

정밀한 Peak profile 이 필요한 격자정수정밀측정, 결정의 크기와 불균일 왜곡(Lattice distortion) 등의 측정에 적당하다.

(2) Sampling 폭 / Step 폭

Step 폭은 Peak 의 반가폭의 1/5 에서 1/10 이 적당하다.

정성분석에서는 0.02° 의 Step 폭을 표준으로 사용한다. Peak profile 정밀측정에서도 0.01 ~ 0.005° 의 Step 폭으로 충분하다.

(3) 주사속도 (Scan speed) / 계수시간 (Fixed time)

연속 Scan 에서의 주사속도, Step Scan 에서의 계수시간의 설정은 Data 의 질과 측정시간을 결정하는 중요한 Parameter 이다.

예를들면 Peak 가 검출될수 있을지는 Peak 의 X선 강도가 근처의 Background통계변동보다 클지 작을지로 결정된다.

정성분석의 예를들면 주성분의 Peak 는 8 °/min 으로 Scan 하여도 충분한 수의 Peak 가 검출 되지만, 미량성분은 0.5 °/min 으로 Scan 하여도 Peak 를 검출할 수 없는 경우도 있다. 재현성이 나쁜 시료는 계수시간을 얼마를 하여도 얻어지는 정밀도는 한계가 있다. 이 경우 횡수를 늘려서 평균화 하면 측정정밀도가 향상된다.

Sampling & Measurement Know-how

Wide Angle Goniometer 의 측정조건

목적	Target	Mono Filter	관전압 (KV)	측정 Mode (Step 폭)	Scan속도 계수시간	DS(SS) RS	Scan 범위
정성분석 (일반)	Cu	Mono Ni	50	연속주사 (0.02°)	2° ~ 4°	1° 0.3mm	3° ~ 90°
정성분석 (Fe계)	Co	Mono Mn	40	연속주사 (0.02°)	2° ~ 4°	1° 0.3mm	5° ~ 100°
	Fe		35				5° ~ 120°
정성분석 (유기)	Cu	Mono Ni	50	연속주사 (0.02°)	2° ~ 4°	1/2° 0.15mm	2° ~ 60°
미량성분의 검출	Cu	Mono	50	연속/Step (0.02°)	1/2° 2 ~ 10 s	1° 0.3mm	주 Peak 영역
정량 (일반)	Cu	Mono Ni	50	연속주사 (0.02°)	1/4° ~ 1°	1° 0.3mm	정량 Peak (회전시료대)
정량 (g상)	Mo	Mono Zr	60	연속주사 (0.02°)	1/4° ~ 1°	1° 0.3mm	정량 Peak (복수) (회전진동시료대)
격자정수	Cu	Mono Ni	50	Step Scan (0.01°)	1 ~ 8 s	1° 0.15 ~ 0.3mm	Peak 영역 (4 ~ 8 Peak)
결정크기 & 왜곡							
결정화도	Cu	Mono	50	연속주사 (0.02°)	1° ~ 2°	1/2° 0.3mm	3° ~ 140°
동경분포(비정)	Mo	Mono	60	Step Scan (0.1° ~ 0.2°)	4 ~ 20 s	1/6° ~ 2° (q Link) 0.6mm	3° ~ 150°
	Mo Cu	Mono Mono	60 50				
Rietveld 법	Cu	Mono	50	Step Scan (0.016°)	1 ~ 10 s	1/2° ~ 1° 0.15mm	10° ~ 130°

Peak positions

- Space group
- **Lattice parameters**

Peak intensities

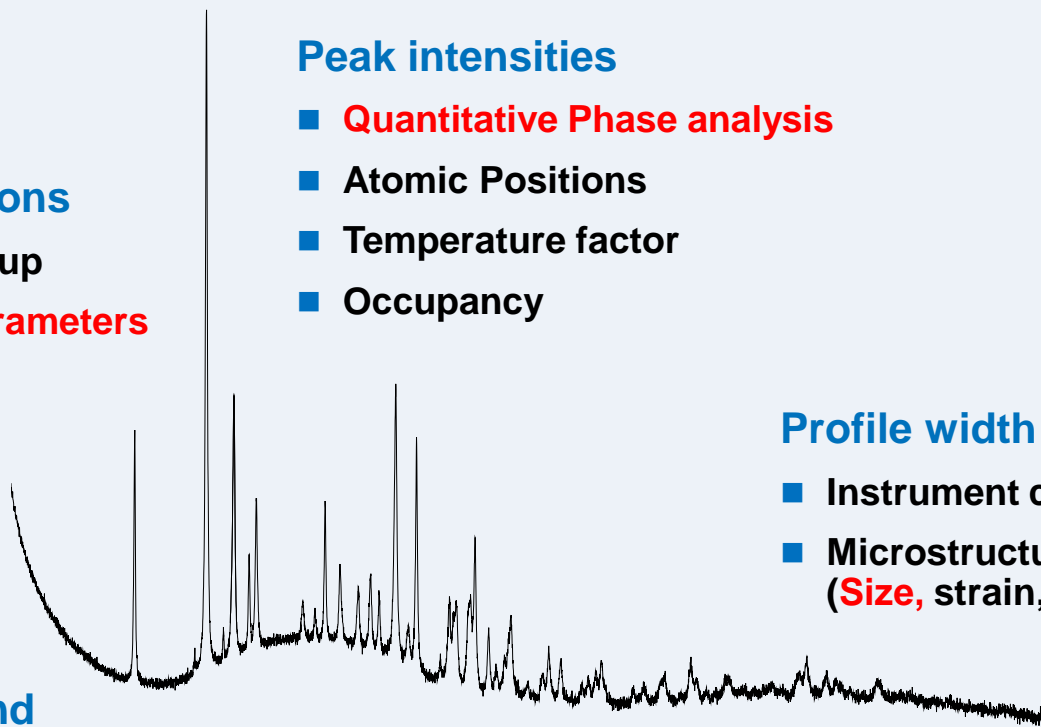
- **Quantitative Phase analysis**
- Atomic Positions
- Temperature factor
- Occupancy

Profile width and shape

- Instrument contributions
- Microstructure
(**Size**, strain, Stress ...)

Background

- Scattering from sample environment (air, sample holder, ...)
- Local order / disorder
- Amorphous phase amounts, "degree of crystallinity"



Sample Trend & Characterization by XRD

Single crystal

- **Rocking Curve**
- **Reciprocal space map**
- **Texture analysis**
- **Powder Diffraction**

- **Bulk single crystals**

- **Rocking Curve**
- **Reciprocal space map**
- **III – V's (AlGaAs, AlGaInP, InGaAsP etc.)**
- **Blue LD (GaN, ZnO, ZnSe)**
- **SOI (SIMOX, Physical Bonding Techniques etc)**

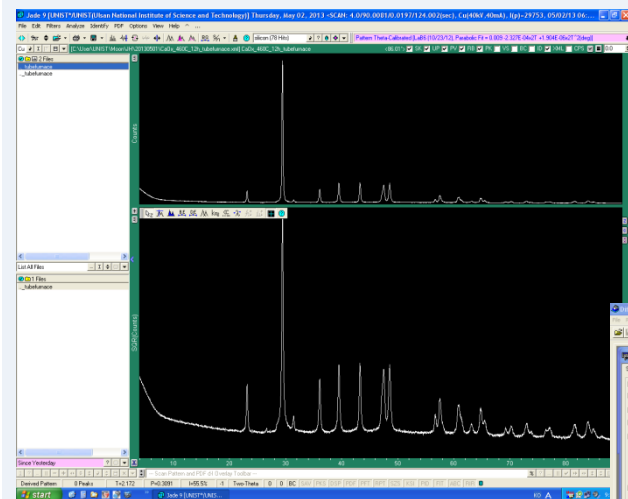
Bulk Sample

- **Powder Diffraction**
- **Residual Stress analysis**
- **Rietveld refinement**
- **Bulk poly crystals**

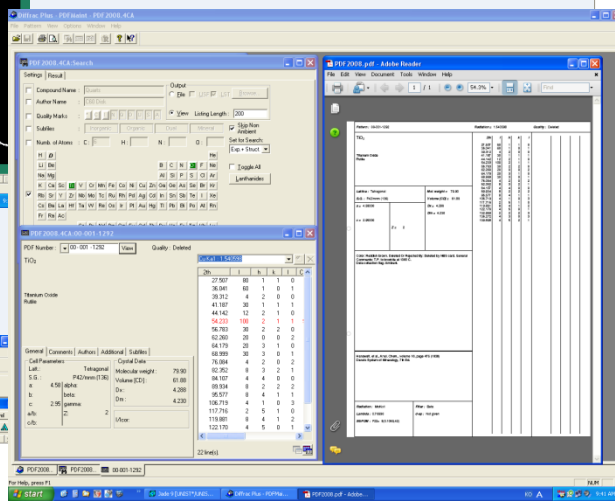
Thin film sample

- **X-ray Reflectivity**
- **Texture analysis**
- **Thin film analysis**
- **Powder Diffraction**
- **Ferro, Dielectric (BST, SBT, BTO, PZT etc.)**
- **Ferromagnetic (MR, GMR, Hard disk etc.)**
- **Super conductivity materials (YBCO, BSTO etc.)**

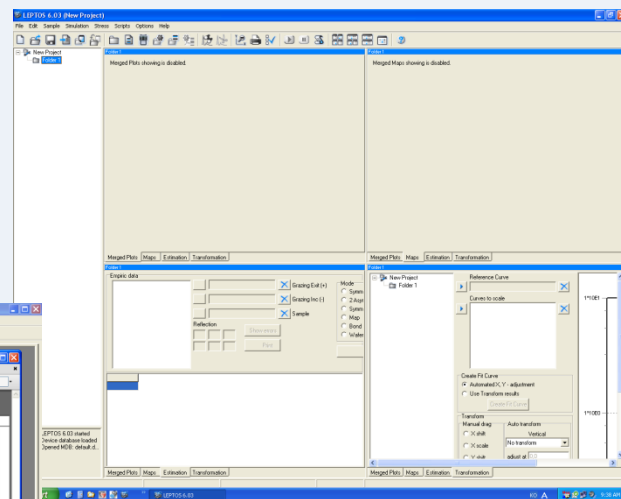
Poly crystal



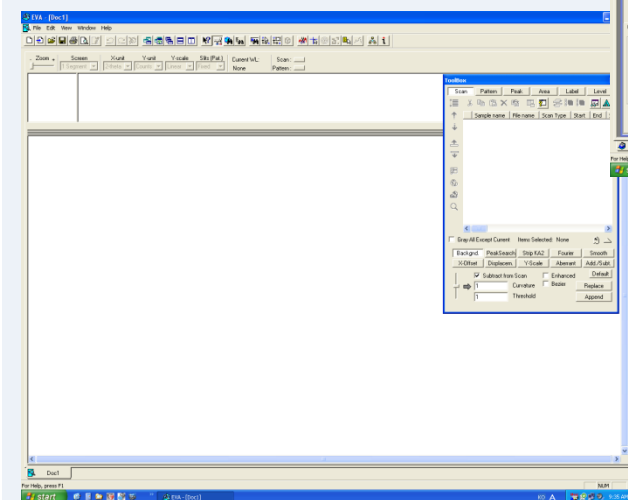
JADE (Rigaku)



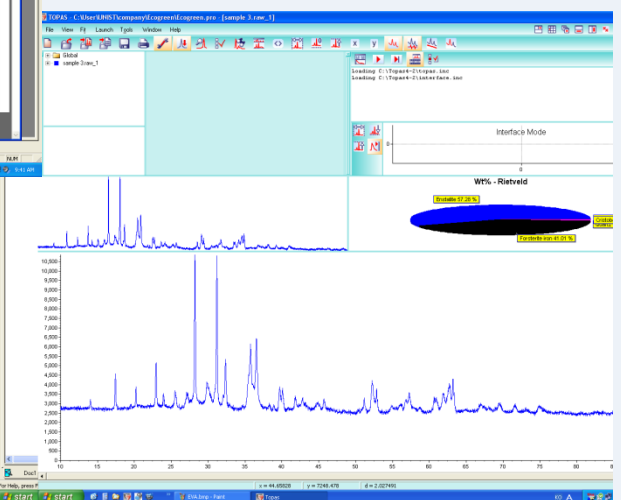
PDF MAINT (Bruker)



LETOS (Bruker)



EVA (Bruker)



TOPAS (Bruker)