

X선 반사율 측정(XRR) 메뉴얼

● 발행처 : BRUKER AXS KOREA 교육팀

X선 반사율은 기본적으로 표면과 계면 사이에 X-선이 입사하여 반사할 때 나타나는 양상을 보는 기법이므로, 측정하고자 하는 샘플이 결정질이든, 비정질이든 구애를 받지 않는다. 측정 중 샘플을 파괴하지 않는 비파괴적 분석방법이며, 특히 두께에 관련된 정보는 놀랄 만큼 정밀도와 재현성이 좋아서 연구실에서뿐만 아니라 산업체에서도 다양하게 응용 될 수 있는 분야이다. 다만 측정을 하고자 할 때 샘플은 아래의 조건을 만족해야 하며, 그렇지 않은 경우 대부분 좋은 데이터를 얻기 어렵다.

1. 샘플의 Roughness는 3nm이내(최대 5nm)를 넘지 않아야 한다.
2. 일반적으로, XRR셋팅된 장비에서 측정할 수 있는 샘플의 두께는 개별적으로, 250nm를 넘겨서 측정하기 어렵다. 다만, 광학적 옵틱(Channel cut optic)을 잘 배치한 경우 이론적으로, 500nm이상도 측정 가능 하다.
3. 샘플의 크기는 크면 클수록 좋으며, 일반적으로 두께를 측정하기에 최소, 5mm이상의 사이즈가 필요하다.
4. 올바른 Density측정을 위해서는 Alignment를 매우 정교하게 해야 하며, 특히 Knife Edge Collimator(KEC)가 필요하다.

일반적으로 XRR측정이 가능한지를 샘플의 외관상으로 볼 때 측정자의 얼굴이 샘플표면에 비치는 정도로 고운 표면을 가져야 측정이 가능하다고 생각하면 이해하기 쉽다.



<= XRR 측정 가능한 샘플의 예

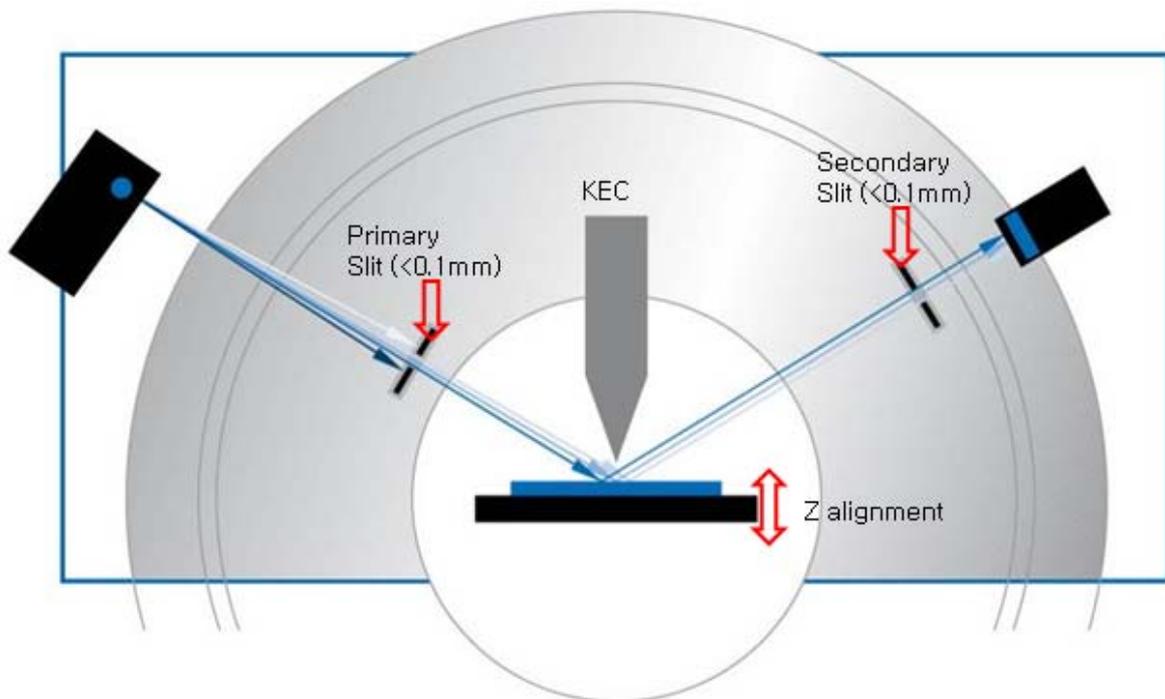
XRR측정을 위해서는 다음과 같은 장비의 셋팅이 필요하다.

Primary (튜브쪽) : Goebel mirror, slit, 2.5deg Axial Soller Slit

Stage (샘플스테이지) : Z를 움직일 수 있는 스테이지, KEC(recommendation option for density)

Secondary (디텍터쪽) : Slit mount, Scintillation detector(or LynxEye 0D mode)

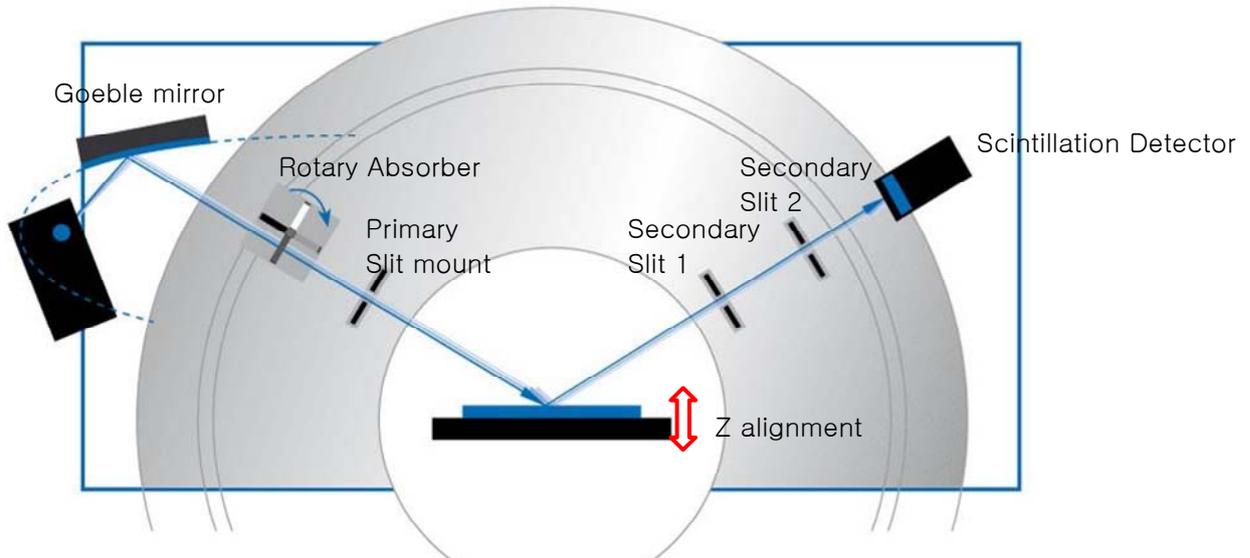
Z(샘플높이)를 맞출 수 있는 Stage가 있다면, 일반적인 분말 X선 회절 분석기에서도 측정이 가능하다.



그림과 같이 Slit과 KEC, 만 가지고, 측정할 수 있으나, intensity가 매우 낮아, 얇은 막을 보기 어려우며, 데이터의 resolution(볼 수 있는 두께)가 제한적이다.

=>최소요구사항(높이를 조절가능 한 Stage, KEC)

일반적으로 XRR을 측정하기 위한 가장 기본적이고 많이 사용되는 장비 셋팅은 아래와 같다.



추가적으로 여기에 KEC를 장착 가능하다면, XRR측정을 위한 매우 훌륭한 셋팅이 된다.

이 셋팅으로 최소1nm 부터 약 250nm 두께까지 측정이 가능하다.

아래 표에 간략하게, 장착된 옵틱에 따른 Resolution(분석 가능한 막 두께) 을 정리하였다. 이 도표는 절대적인 수치가 아니고 $d \approx \lambda / 2\Delta\theta$ 에 의해 추정되는 분해능이며, 실제 측정하는 샘플의 상태에 따라 달라질 수 있으니, 참고적 지표로 사용할 수 있다.

Tube side	Detector side	$\Delta\theta$ [deg]	d_{max} [nm]
GM + 1.2mm	0.2° soller	0.06°	73
GM + 0.2mm	0.2mm slits	0.029°	150
2xGe(220a)	0.2mm slits	0.026°	170
GM	3xGe(220s)	0.013°	340
2xGe(220a)	3xGe(220s)	0.01°	440
4xGe(220s)	3xGe(220s)	0.006°	735
4xGe(440s)	3xGe(220s)	< 0.006°	> 735

GM(Goebel mirror)앞과 Detector Side에 0.1mm 슬릿 혹은 그보다 작은 슬릿을 쓰면, Resolution이

증가하여 Channel cut monochromator(2xGe(220s)or 4xGe220,440) 없이 250nm정도 까지 측정할 수 있다.

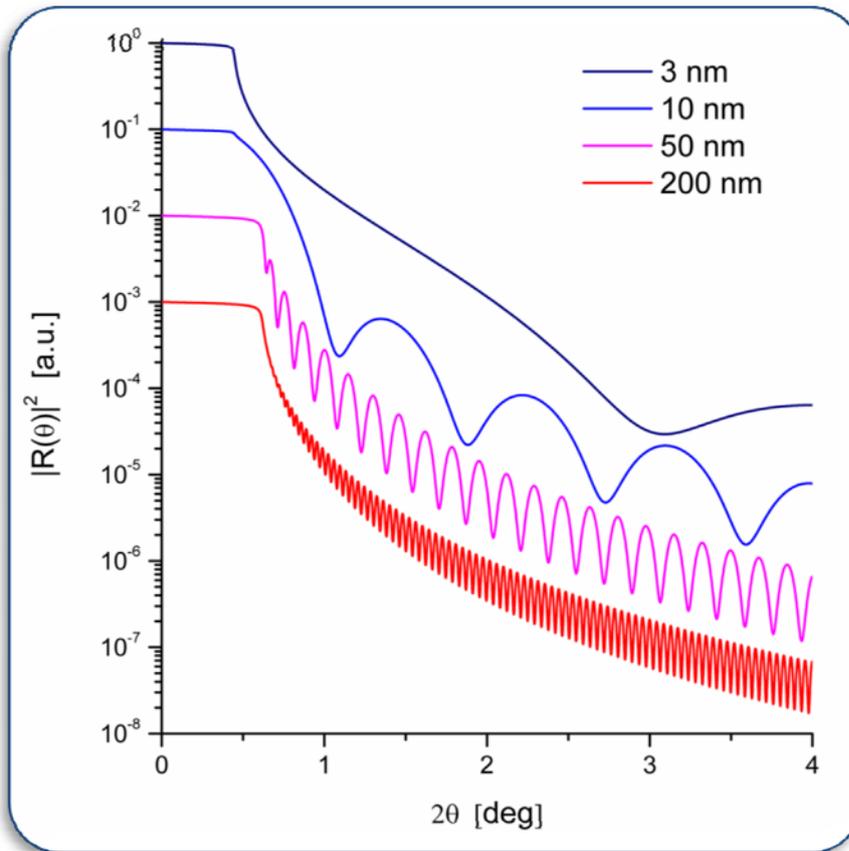
실제 막 두께가 얇더라도, 샘플의 크기가 작은 경우는 Tube side(Primary Slit)에 가능한 작은 슬릿을 사용해야 한다.

XRR을 통해 측정자는 크게 3가지 정보를 산출할 수 있다.

막 두께, Roughness, density 이다.

기판 위에 단일막이 올라가 있을 경우에 대하여 이 세가지 인자는 아래와 같은 영향을 데이터에 주게 된다.

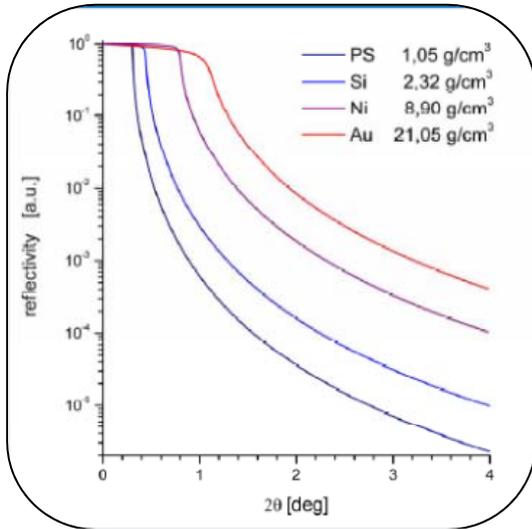
1. 막 두께에 따른 XRR 데이터의 변화



그림과 같이 두께에 대한 정보는 같은 구간 내에서 반복되어지는 Fringe의 개수가 달라지게 된다. 두꺼운 막일수록 그림과 같이 Fringe는 촘촘하게 나타나며, 얇은 막일수록 넓게 Fringe가 반복되어 나타난다.

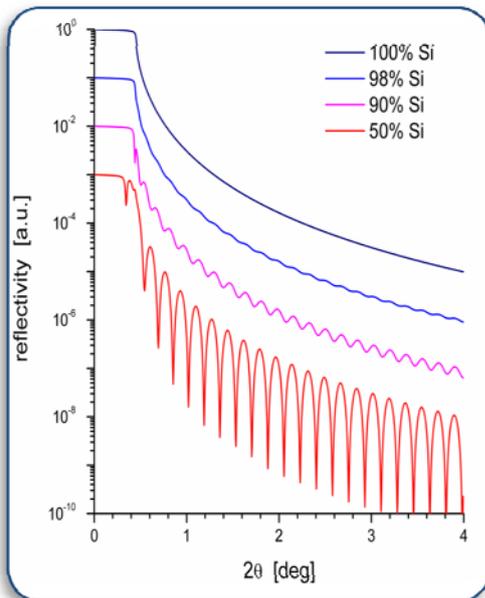
2. Density에 따른 XRR 데이터의 변화

2-1 Critical Angle



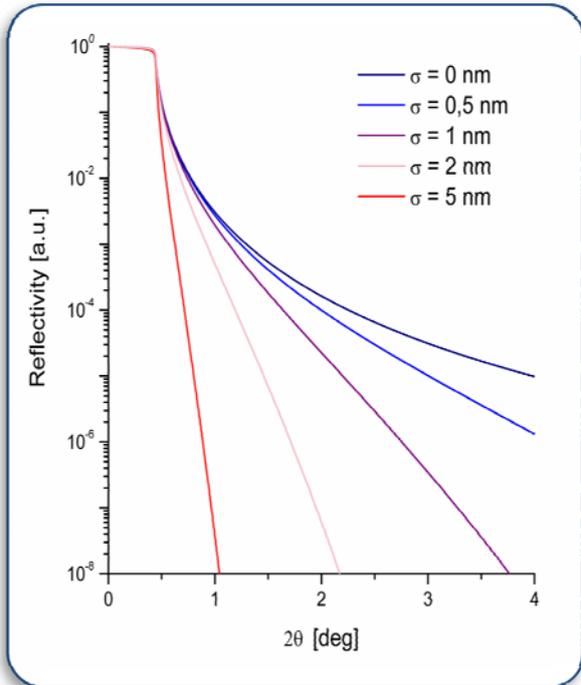
서로 다른 막은 다른 Density를 나타내고 이것은 X-선이 저각에서 산란되지 않고 물질로 들어가기 시작할 때 나타나는 Critical Angle의 변화로 나타난다. 따라서, Critical Angle의 변화를 가지고 막의 Density를 측정할 수 있다.

2-2 Amplitude



물질의 density는 막과 막사이의 차이가 극명할 수록 더욱 크게 나타난다. 이것으로 계면과 계면사이의 density를 판단할 수 있다. 첨부된 그림은 Si Wafer위에 Si을 density별로 올렸을 Fringe가 나타나는 양상을 예시로 든 것이다. 같은 물질이라도, 막 밀도 차이가 분명할수록 fringe가 더욱 선명하게 나타나는 것을 볼 수 있다.

3. Roughness(거칠기)

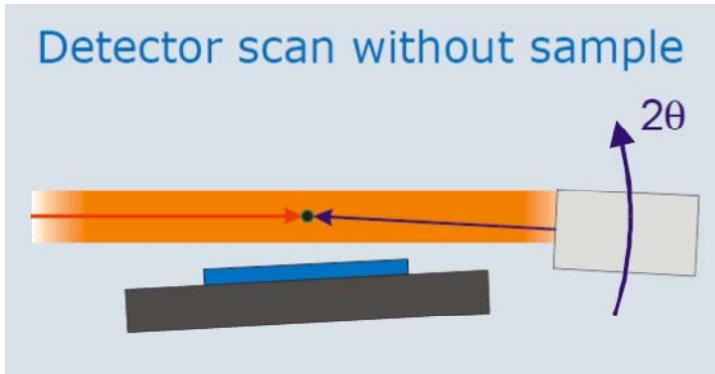


거칠기에 따라 반사율그래프의 감쇠가 위 그림과 같이 나타난다. 일반적으로 샘플의 거칠기가 5nm가 넘어가게 되면 Fringe를 얻기 힘들다. 측정하고자 하는 샘플의 거칠기는 3nm이내가 좋으며, 작으면 작을수록 좋다.

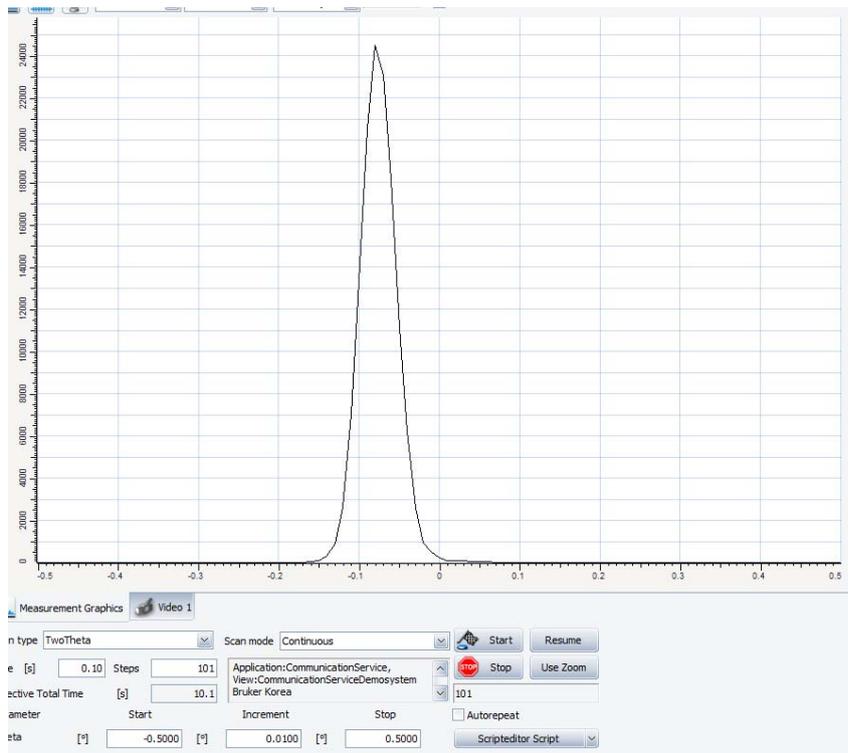
XRR 샘플측정법

1. 2theta Scan (Detector Scan)

빔이 지나가는 경로에 아무것도 없게 만든 상태에서, 광원과 detector의 제로점을 찾는다.



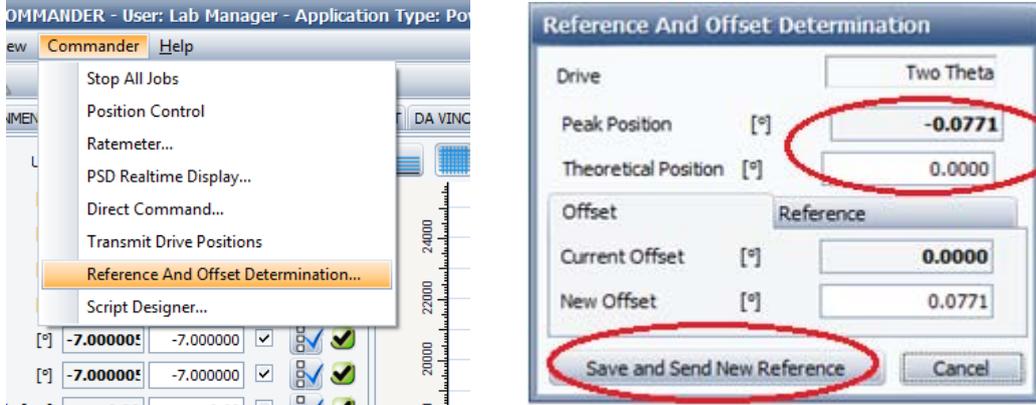
따라서, 샘플을 붙이기 전에 Stage를 할 수 있는 한 가장 낮은 값 (보통 -1mm)로 놓는다. 그리고 나서 theta 축을 0으로 보내고, 2theta scan(Detector Scan)을 수행한다. 보통 -0.5~0.5까지 0.01 Step으로 Scan 한다.



2. Zi (제로점 보정)

위 그림처럼 2theta scan이 0이 아닌 경우 0점 보정을 수행한다. 메뉴는 화면 상단의 Commander

에서 'Reference and Offset Determination' 을 클릭한다.



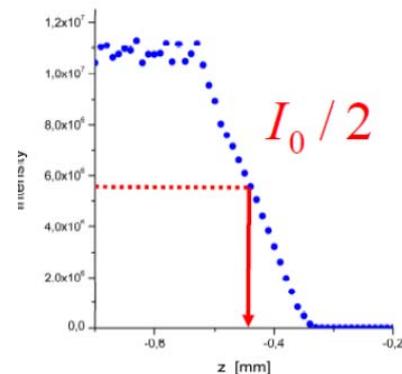
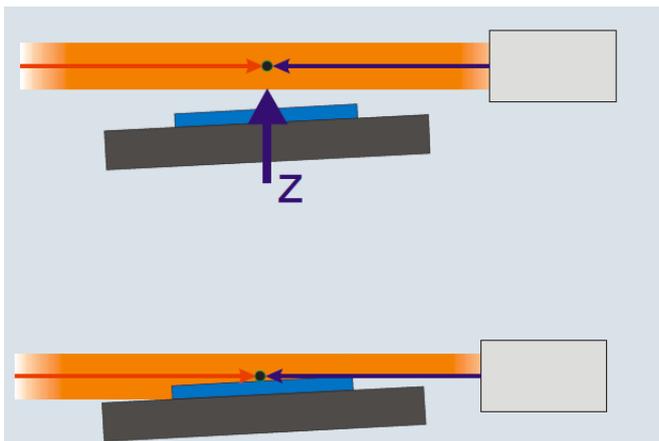
그러면 위와 같이 offset 창이 뜨는데 현재 Detector가 읽어 들인 2theta값이 나오고, Theoretical position에 0을 입력한다. 이미 0이 입력되어있으므로 save하여 빠져 나온다. 다시 detector scan 하여 보면 최고점의 값이 0으로 이동된 것을 볼 수 있다.

3. Z scan (샘플의 높이 보정)

박막의 크기와 실제두께는 매우 다양하므로, 항상 Z방향으로의 alignment는 필수사항이다.

샘플스테이지 위에 붙인 내샘플의 두께는 박막마다 다르므로, Z모터를 움직여서 빔이 최적화 될 수 있는 위치로 샘플을 움직여 주어야 한다.

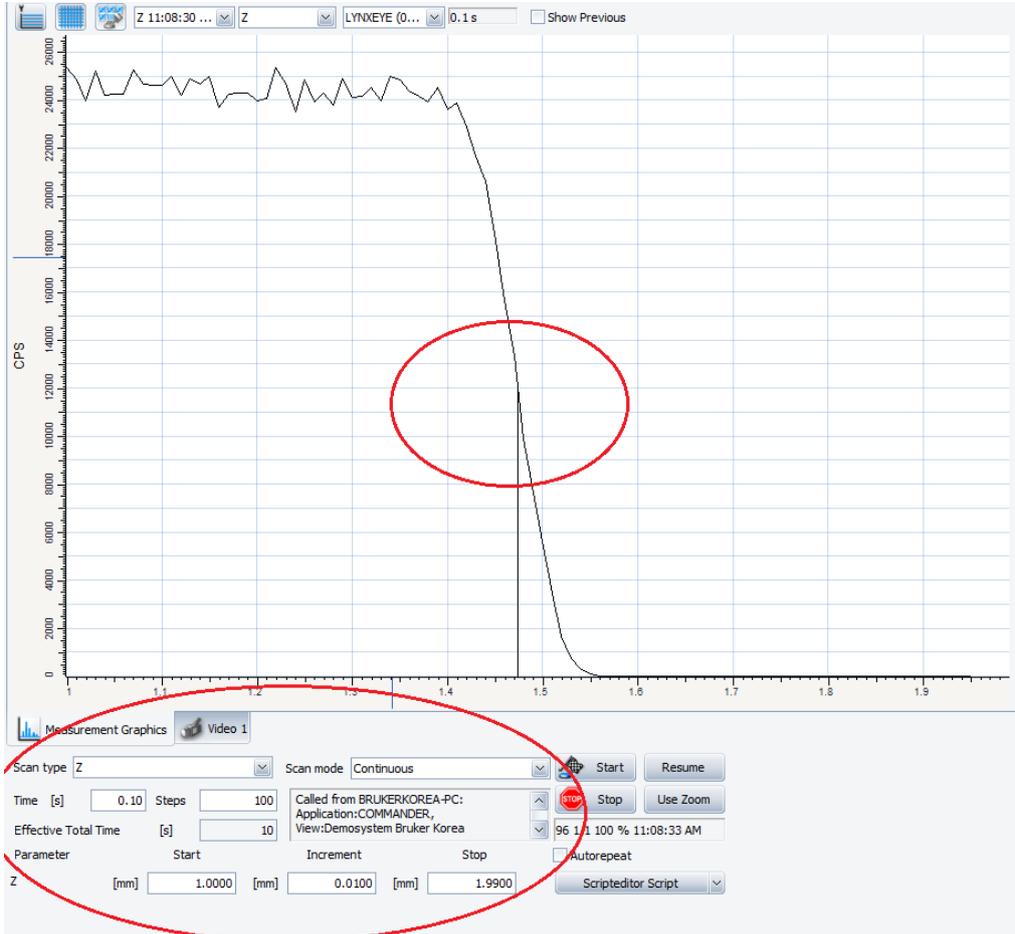
이때 찾아야 하는 위치는 Max Intensity의 절반이 되는 지점이 올바른 위치이다.



모터의 종류와 Stage에 따라 측정하는 Z의 Range가 다르다. 만일 Centric Cradle이 장착되어 있는 경우 보통 Scan 한계치는 -1~ +1.99정도이며, 이 구간 안에서 샘플이 가려지는 곳을 적당히 Scan

하면 된다. 보통 처음 할 때는 -1~1.99정도를 full Scan해보고, 이후부터 Scan range를 좁혀서 하면 된다. Step Size는 0.01정도로 Scan하는 것이 보통이다. 만일 가지고 있는 스테이지가 Small

XYZ

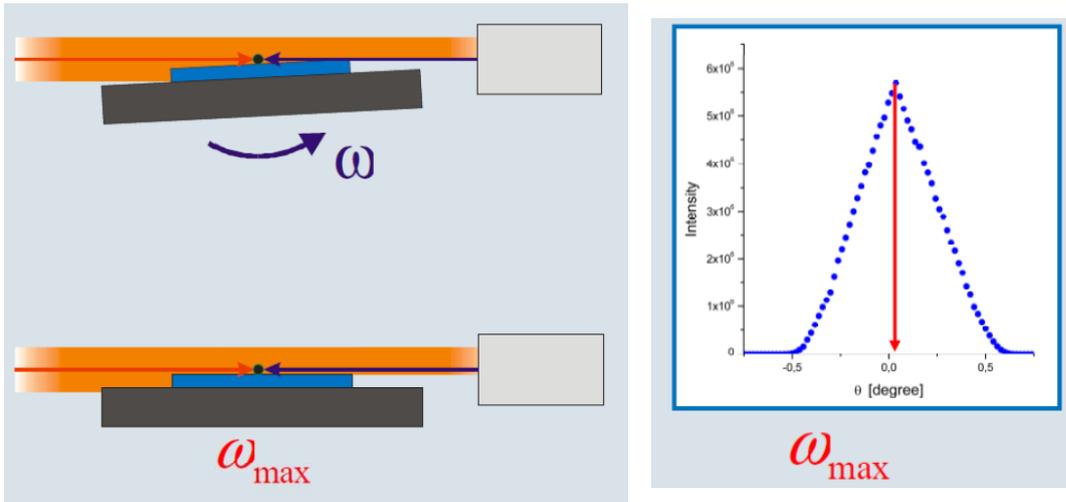


Stage(D8 ADVANCE)인 경우 step size는 0.005로 놓고 scan하며, 0~25mm까지 Z를 Scan할 수 있으므로 샘플을 넣지 않고 Z Scan을 했을 때 빔이 막혀서 그래프가 떨어지는 구간이 어딘지를 파악한 후 샘플의 두께에 따라, 그만큼의 높이를 더한 위치를 대략적으로 Scan하여 Scan범위를 좁힌다. 처음 Scan할 때는 0.1sec/step으로 Scan하고 범위를 좁힌 후 0.5sec/step으로 정밀 측정하여 절반의 강도가 나오는 지점을 더블 클릭한다.

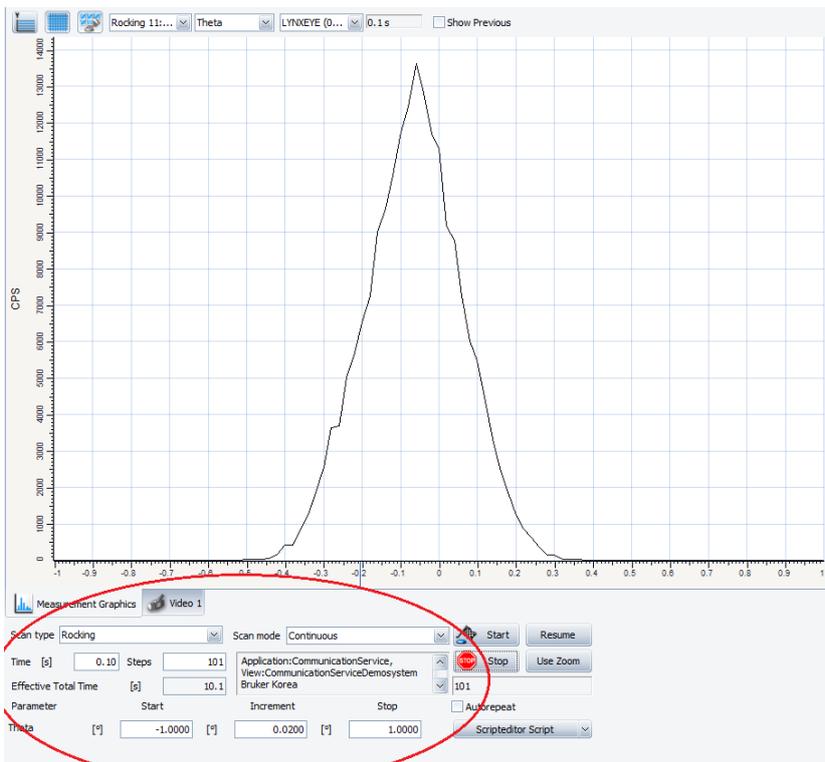
4. Rocking Curve (Surface Align)

Stage 위에 붙인 film 샘플은 X선 빔에 대하여 평행하다고 볼 수 없다. 따라서, 표면이 X선 빔에 대하여 얼마나 틀어져 있는지를 Rocking Curve를 통해 확인하고, 보정할 수 있다.

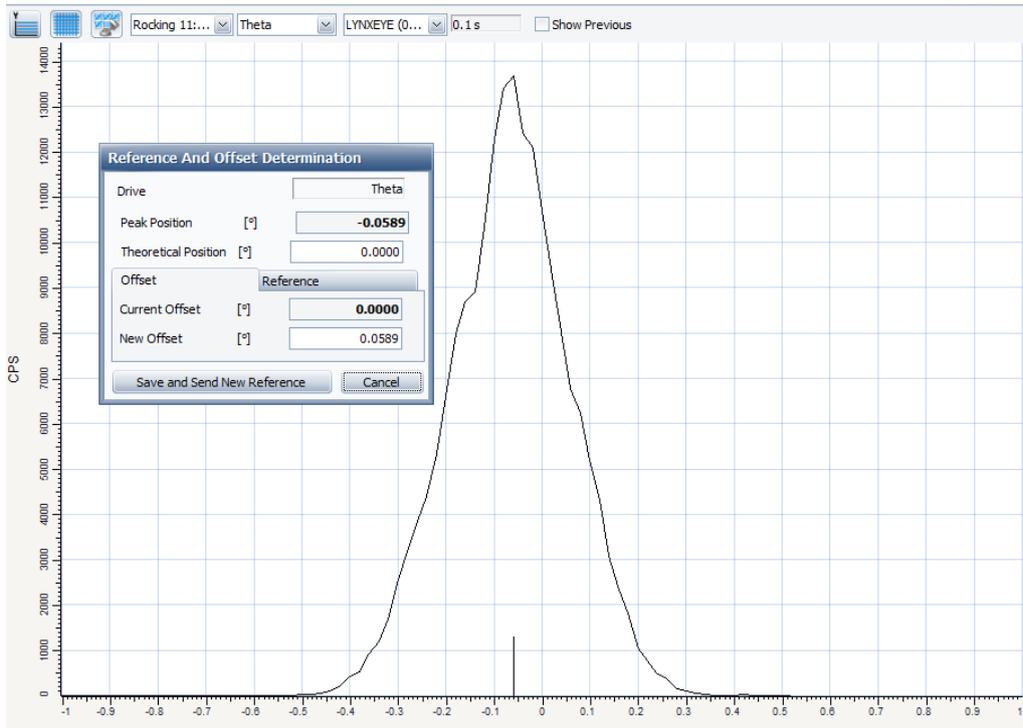
Rocking은 샘플 표면을 입사빔에 대하여 theta 방향으로 tilt하면서 Scan하는 것으로 빔에 대하여 표면이 평행하게 될 때 최대값이 나타난다.



Rocking Curve를 선택 후 $-1 \sim +1$ 까지 0.02 deg/step 으로 측정하여 확인한다. 표면이 심하게 틀어져 있는 경우 Rocking은 상당히 Broad하게 나타날 것이다. 비교적 많이 틀어져 있지 않으면 Sharp하게 나타난다. 이때의 모양은 샘플들마다 상당히 다르다.

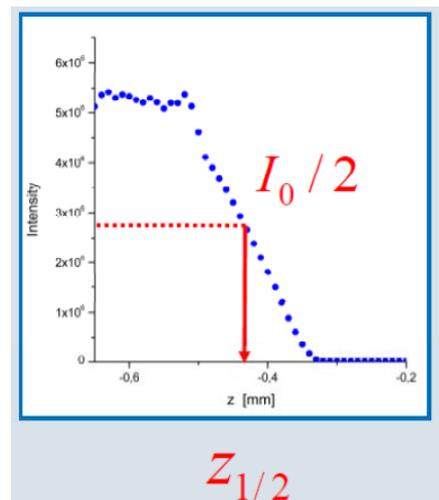
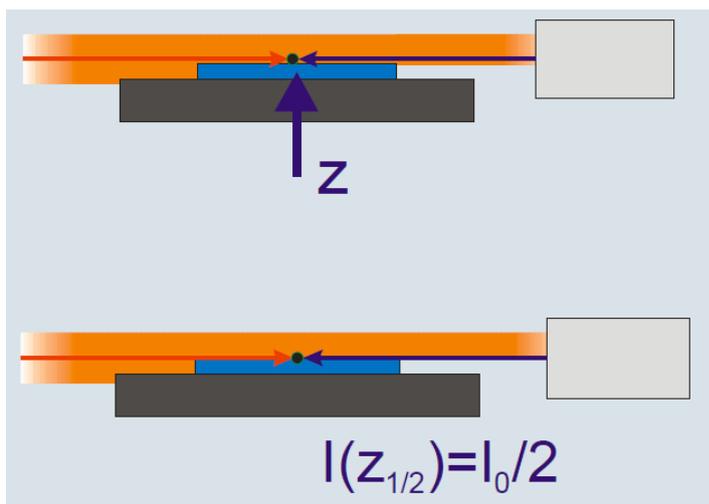


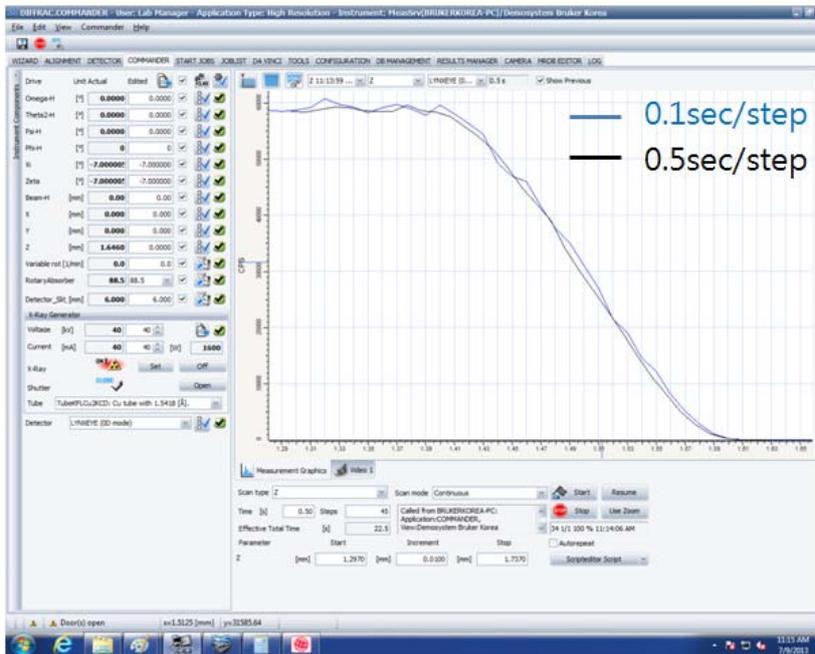
그림처럼 Rocking scan 후 최고점의 위치가 0이 아님을 알 수 있다. 이때 Zi를 선택하여 역시 Theoretical Position을 2theta Scan과 마찬가지로 0으로 저장한다.



5. Z-Scan

Rocking Scan을 통해 샘플 표면을 입사빔에 대하여 평행하게 만들었으므로 샘플의 빔에 대한 높이는 앞서의 Z Scan에서 맞춘 것과 조금 달라졌다. 다시 Z Scan을 통해 이를 정확히 보정한다. 재스캔에서는 Scan 속도를 0.5sec/step으로 정밀하게 측정한다.





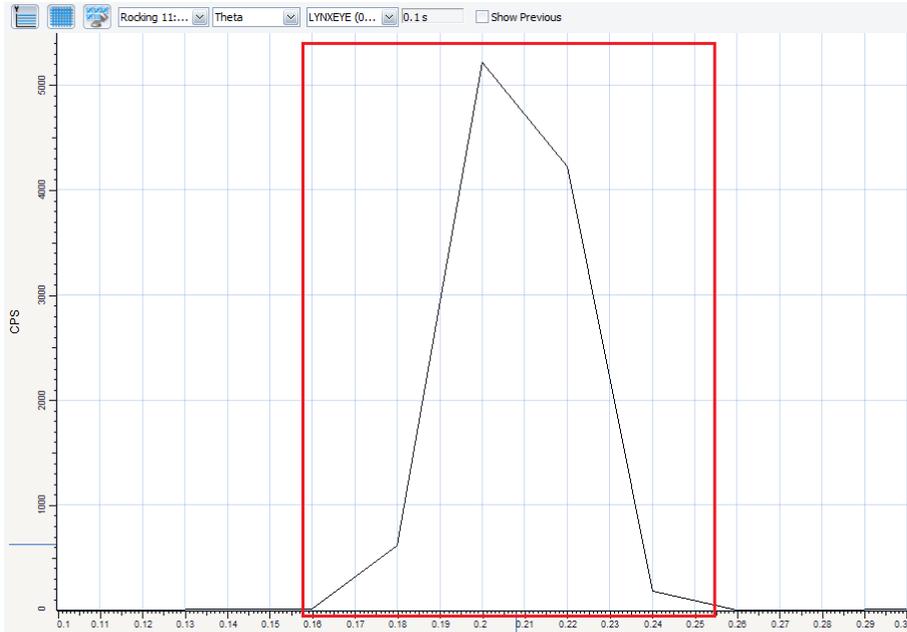
6. 반사조건에 대한 Alignment

5번까지는 샘플 표면에 대한 Alignment이다. 이제 실제 샘플을 측정하기 위한 마지막 단계로 반사조건을 정확하게 맞춰주는 것이다. 반사조건은 Critical Angle 근처에서 맞추는 데, Si Surface의 경우 2theta 각도를 0.4도에 맞춘다. 샘플에 따라서, 0.6, 0.8, 1도 등에서 맞출 수 있다.

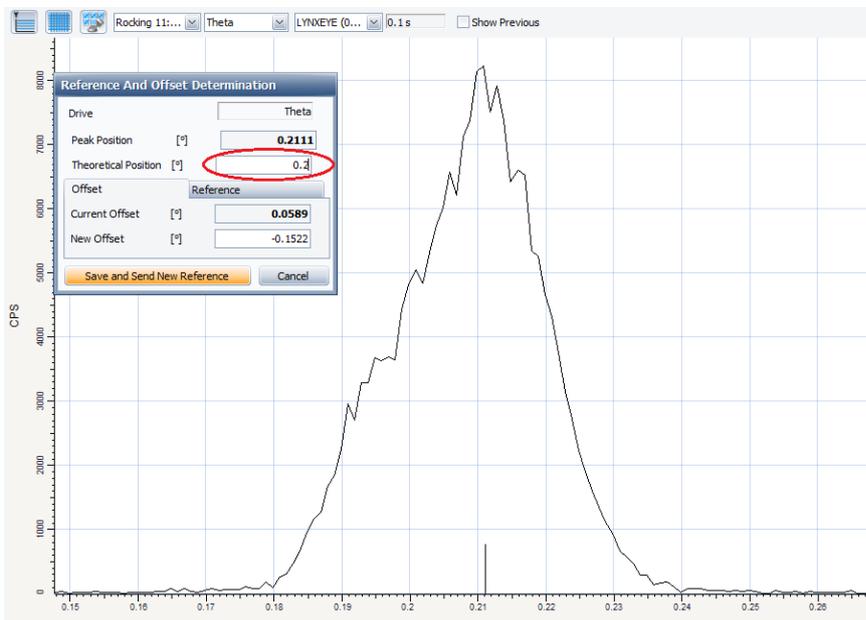
먼저 2theta 위치를 0.4도를 입력하고 이동시킨다.

Drive	Unit	Actual	Edited	✓	3.45	✓
Theta	[°]	0.3400	0.0000	✓	✓	✓
Two Theta	[°]	0.4000	0.4000	✓	✓	✓
Psi	[°]	0.0000	0.0000	✓	✓	✓

2theta의 위치가 0.4도 이므로 거울반사 조건에 의해 theta(Rocking Curve Scan)의 Max 위치는 이론적으로 0.2가 되어야 한다. 이를 확인하기 위해 Rocking Curve를 선택하고, 0.1~0.3도 까지 Scan한다. Step size 0.01, 0.1초 정도로 빠르게 스캔한다.



Scan후 그림의 빨간선처럼 확대하여 그 위치만 Use Zoom 을 클릭하여 범위를 좁힌 후 Step size 를 0.002정도로 정밀하게 Scan한다.



Scan후 'Reference and Offset Determination'을 클릭하여 Theoretical Position에 0.2를 넣는다. (2theta 가 0.4도일 때 이론적 Peak의 Max 위치가 0.2이기 때문) 그리고, Save하여 빠져 나온다.)

**Peak가 약간 솔더가 나타나거나 distorted 된 경우 2theta를 좀더 고각(0.6, 0.8, 1)에 맞추고 Align해 본다.

**만일 매우 심하게 distorted 되거나, Peak가 분리되어 나타나는 경우에는 샘플을 90로 돌려보거

나 튜브쪽 방향 혹은 디텍터쪽 방향으로 살짝 옮겨서 Align을 다시 시도해 본다.

**개선이 안되는 경우 빔사이즈를 더 줄이거나, KEC를 장착하여 본다.

9. 측정

반사조건에서 보정이 끝났으면, 실제 측정을 수행한다.

Rotary Absorber가 있는 경우 Auto로 선택한다.

Scan은 Coupled 2Theta/theta Scan(=Lock Coupled Scan)을 선택하여 측정한다.

측정은 일반적인 XRR을 측정하는 두께를 가진 막의 경우(10~100nm정도) 0~5도 를 수행하며, Step Size :0.02(0.01), scan Speed 0.1s로 빠르게 Scan한다.

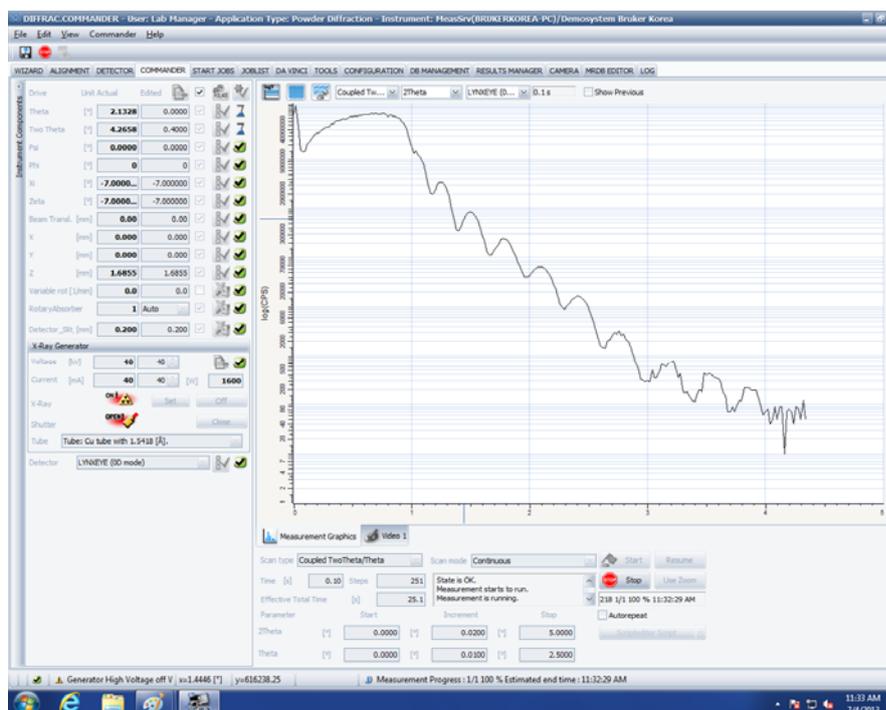
매우 두꺼운 막의 경우 0~1도나, 0~3도 정도 까지만 측정할 수 있고, 얇은 막의 경우 Scan Range를 보다 넓게 (0~10도 혹은 그 이상)을 스캔 할 수 있다.

Control panel showing scan parameters:

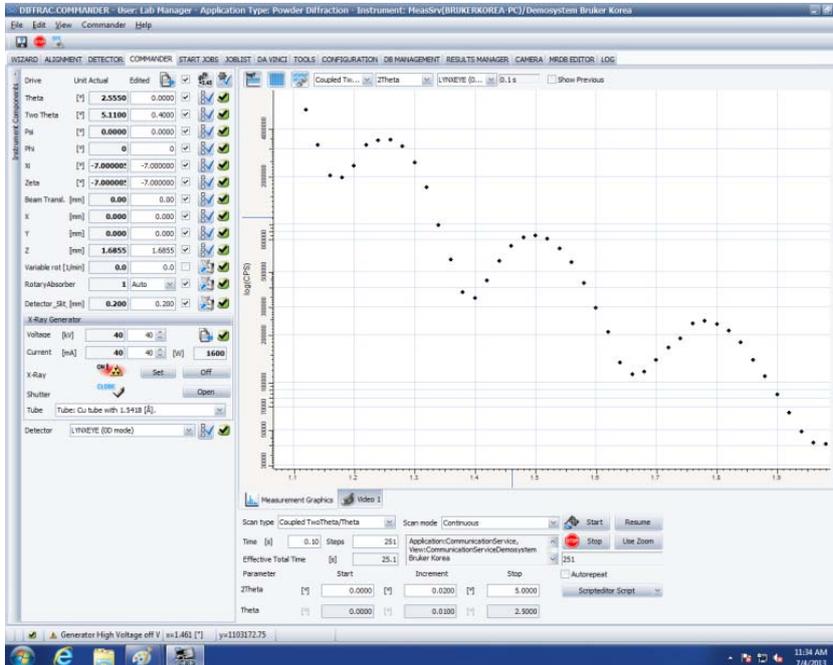
- Scan type: Coupled TwoTheta/Theta
- Scan mode: Continuous
- Time [s]: 0.10
- Steps: 251
- Effective Total Time [s]: 25.1
- Application: CommunicationService, View: CommunicationServiceDemosystem, Bruker Korea
- Autorepeat:
- Scripteditor Script

Parameter	Start	Increment	Stop
2Theta [°]	0.0000	0.0200	5.0000
Theta [°]	0.0000	0.0100	2.5000

처음에는 스캔범위를 빠르게Pre-Scan한다. (0.1sec/step)



화면상에서 마우스 우클릭으로 얻어진 그래프를 점선으로 표시하여 실제 데이터가 얻어진 이미지를 확인한다.



한 개의 반복되는 곡선 그래프 안에 최소 10여개의 데이터 포인트가 찍히면 현재 지정한 Step size가 적절하다. 만일 이보다 모자라거나, 데이터 포인트가 최소 10개 이상이 들어가도록 Step Size를 조절하여 준다.

그리고, 고각쪽에서의 데이터 감쇄되는 경향을 보고, 데이터의 가장 마지막의 인텐시티가 0으로 가지 않도록 적절히 측정시간을 선택한 후 최종적으로 Lock coupled Scan 을 선택하여 측정한다.

- XRR 측정편 끝 -