

Diss. Nr. 4799

**Untersuchung der Anisotropie in der durch Elektronen
ausgelösten wahren und der gesamten Sekundär-
elektronenemission von Einkristallen mit Hilfe
einer speziellen Apparatur zur Aufnahme
von Rotations-Diagrammen**

ABHANDLUNG

zur Erlangung

der Würde eines Doktors der Naturwissenschaften

der

EIDGENÖSSISCHEN TECHNISCHEN HOCHSCHULE
ZÜRICH

vorgelegt von

HUGO STEVENS

dipl. Physiker TH Aachen
geboren am 12. März 1931
deutscher Staatsangehöriger

Angenommen auf Antrag von
Prof. Dr. E. Baumann, Referent
Dr. E. Bas, Korreferent

Juris Druck + Verlag Zürich
1972

mit den SE. Wären letztere vorwiegend von den am Si-Kristall gestreuten RE erzeugt worden, so hätten sie deren Anisotropie-Information übernehmen müssen. Da der Anregungsmechanismus der SE nicht bekannt ist, lassen sich jedoch noch keine quantitativen Voraussagen zur Anisotropie der SEE machen. Die SE-Energieverteilung hat Amelio (29) unter Berücksichtigung der Plasmon-Streuung für Kupfer und Silizium durch Integration der Boltzmann-Transportgleichung berechnet. Die Quellfunktion für die Erzeugung der SE wird von Streitwolf (30) übernommen. Er erhält für Silizium eine Halbwertsbreite von 5,6 eV und eine wahrscheinlichste Energie von 1,8 eV.

3.2. Messergebnisse und Diskussion

Fig. 10 zeigt die Energieverteilung der SE der Si(111)-Fläche in Richtung ihrer Flächennormalen bei Beschuss in der $[110]$ -Richtung und in derjenigen eines benachbarten Minimums (Pfeil a bzw. b in Fig. 11a). Die beiden Kurven zeigen keinen charakteristischen Unterschied und können jedenfalls zur Veranschaulichung der Reproduzierbarkeit der Messung angesehen werden. Die Kurven wurden in der Anordnung mit Kanalverstärker aufgenommen, also bei einem PE-Strom von nur 10^{-7} A, weswegen sich das Maximum der thermischen Elektronenemission deutlich abhebt. Nimmt man seine Lage als Nullpunkt der Energieskala, so liegt die wahrscheinlichste Energie der SE bei etwa 2 eV. Auffallend ist der steile Anstieg zum SE-Maximum, der auch von Seah und Forty(31) an polykristallinem Aluminium gefunden wurde und den sie auf die gute Energieauflösung ihrer Gegenfeld-Apparatur (0,25 %) zurückführten.

Die Fig. 11 und 12 zeigen Ausschnitte aus i_K - und i_T -Rotationsdiagrammen des Silizium-Einkristalls. Wegen der Dreizähligkeit der $[111]$ -Achse ergeben sich in jedem Fall 120° -Perioden. Beim Zusammenfallen von niedrig indizierten kristallographischen Richtungen mit der Einfallrichtung des PE-Strahls ergeben sich besonders hohe Intensitäten, da die Höhen der Maxima nach verschiedenen Autoren (32, 28) um so grösser sind, je grösser die Besetzungsdichte der zugehörigen Kristallrichtung mit Atomen ist. Bezieht man die Besetzungsdichte auf diejenige der am dichtesten besetzten $\langle 110 \rangle$ -Richtung, so ergeben sich nach (28) für die $\langle 100 \rangle$ -, $\langle 114 \rangle$ - und $\langle 221 \rangle$ -Richtungen bei Silizium die Werte 71 %, 33 % und 24 %. Für $\Theta = 35^\circ$ ergeben die $\langle 110 \rangle$ - und $\langle 114 \rangle$ -Richtungen des PE-Strahls

die höchsten Maxima, denn je drei dieser Richtungen bilden mit der $[111]$ -Richtung Winkel von 35° . Man sieht, dass der Probenstrom i_T spiegelbildlich zum Kollektorstrom i_K , also $\sigma(\varphi)$ synchron zu $\delta(\varphi)$ verläuft. Da die $[111]$ -Achse nicht genau mit der Rotationsachse zusammenfällt, die Orientierungsgenauigkeit beträgt $1 - 2^\circ$, werden auch bei genau eingestelltem Winkel Θ des PE-Strahls zur Rotationsachse, und wenn von der Strahlapertur abgesehen wird, kristallographisch identische Spitzen verschiedener Perioden unterschiedliche Höhen besitzen; denn der PE-Strahl bildet in diesen Lagen φ und $\varphi + 120^\circ$ mit den zugehörigen, kristallographisch identischen Richtungen etwas verschiedene Winkel, was zur Anregung unterschiedlicher Blochwellen führt. Um z.B. einen Einfluss einer Veränderung der Oberflächenschicht des Emitters quantitativ zu ermitteln, kann man dann nur Spitzen identischer φ -Lage im Abstand 360° miteinander vergleichen.

Das scharfe Maximum für den in $[110]$ -Richtung einfallenden PE-Strahl wird durch Braggreflexion an der $(\bar{2}20)$ -Gitterebene bedingt sein, da die Richtung $[110]$ in dieser Ebene liegt, so dass es im Laufe der φ -Drehung beim Erreichen des Braggwinkels γ zur Reflexion kommt, die auch nach dem Struktur-Faktor des Diamantgitters auftreten kann (33). Als Folge der kleinen Wellenlänge, die für 10 keV-Elektronen $\lambda = 0,122 \text{ \AA}$ ist, ergeben sich kleine Braggwinkel. Aus der Bragg-Gleichung

$$\sin \gamma = \lambda / 2d_{hkl} = 0,122 \text{ \AA} (h^2 + k^2 + l^2)^{1/2} / 2a$$

folgt für Silizium mit der Gitterkonstanten $a = 5,43 \text{ \AA}$ für $(hkl) = (220)$: $\gamma = 1^\circ 48'$. Um den zugehörigen Drehwinkel φ zu berechnen, legt man das Bezugssystem $x'y'z'$ zweckmässig so, dass die z' -Achse Rotationsachse wird, also in die $[111]$ -Richtung weist. Wählt man die dazu senkrechte $[1\bar{1}0]$ -Richtung als x' -Achse, so erhält die y' -Achse die $[11\bar{2}]$ -Richtung. Die Transformationsmatrix für diese Drehung des ursprünglichen xyz -Systems mit den Richtungen h, k, l lautet

	x	y	z
x'	$2^{-1/2}$	$-2^{-1/2}$	0
y'	$6^{-1/2}$	$6^{-1/2}$	$-2 \cdot 6^{-1/2}$
z'	$3^{-1/2}$	$3^{-1/2}$	$3^{-1/2}$

Daraus errechnen sich die neuen Koordinaten der Einheitsvektoren in $[110]$ - und $[\bar{1}10]$ -Richtung zu $(0, 3^{-1/2}, 2 \cdot 6^{-1/2})$ bzw. $(-1, 0, 0)$. Ersterer liegt also in der $y'z'$ -Ebene, demnach unter $\varphi = 90^\circ$ zur x' -Achse, der Bezugsrichtung $[\bar{1}10]$ für den Rotationswinkel φ . Fällt der PE-Strahl unter dem Braggwinkel γ auf die $(\bar{2}20)$ -Ebene, so ist das Skalarprodukt der Einheitsvektoren in Strahlrichtung und der Bragg-Ebenennormalen $(-1, 0, 0)$ gleich dem $\cos(90^\circ - \gamma)$. Also gilt

$$\sin \gamma = -\sin \Theta \cos \varphi,$$

woraus sich mit $\Theta = 35^\circ$ der Winkel $\varphi = 93^\circ 10'$ ergibt. Dem Braggwinkel $\gamma = 1^\circ 48'$ ist also der Rotationswinkel $\Delta \varphi = 3^\circ 10'$ zugeordnet. Bragg-Reflexion findet auf beiden Seiten der $(\bar{2}20)$ -Ebene im Verlaufe ihrer Rotation durch die Einschussrichtung statt, so dass der Abstand der beiden zugehörigen SEE-Minima ca. 6° betragen sollte, was mit der Breite der $[110]$ -Spitze an der Stelle übereinstimmt, wo beiderseits Nebenreflexe einsetzen, die besonders in Fig. 11b zu erkennen sind.

Die $[141]$ -Richtung liegt in der $(\bar{2}02)$ -Ebene, an der es demnach unter dem gleichen Winkel γ wie oben zur Bragg-Reflexion kommt. Für die $[141]$ -Richtung errechnet sich $\varphi = 150^\circ$, sie liegt also unter 60° zur $[110]$ -Richtung. Analog zu obiger Rechnung ergibt sich hier für die Bragg-Lage des PE-Strahls der Winkelabstand $\Delta \varphi = 3^\circ 12'$. Dieser stimmt mit der halben Breite des Abstandes der Minima der $[141]$ -Spitze überein.

Die zwischen diesen beiden Hauptmaxima liegenden kleineren Maxima treten im allgemeinen für Beschussrichtungen auf, die niedrig indizierten Kristallrichtungen benachbart sind. Z. B. liegt die $[120]$ -Richtung in der Nähe von $\varphi = 35^\circ$, wo ein scharfes Maximum auftritt. Obwohl die $[120]$ -Richtung mit der $[111]$ -Rotationsachse den Winkel $39^\circ 14'$ bildet, werden hier offenbar zugehörige Reflexe noch stark angeregt.

In Fig. 12 ist ein Rotationsdiagramm mit $\Theta = 55^\circ$ über mehr als eine Umdrehung gezeigt. Wie das i_K -Bild zeigt, stimmen die Spitzen identischer φ -Lage sehr genau überein, was auf gute Reproduzierbarkeit schliessen lässt. Es wurde durch Abschaltung der Probenheizung bei $\varphi = 30^\circ$ versucht, eine Aenderung der Belegung der Emitterfläche mit Fremdmolekülen zu erzeugen, wodurch sich natürlich die gesamte SEE, nicht nur ihr anisotroper Anteil, ändern sollte. Es ist jedoch nach der Zeit für eine 360° -Rotation (2, 5 Minuten) keine

solche Aenderung feststellbar. Demnach fällt die Proben temperatur infolge der guten Wärmeisolierung sehr langsam ab, da sonst die SEE zunehmen sollte, nach Borisov und Kazeev (34) um 15 % bei einer Temperaturabnahme von 400°C auf 20°C . Ausserdem wirkt einer Belegung der Emitter-Fläche mit Fremdmolekülen die Elektronenstoss-Desorption durch den Primärstrahl entgegen.

Die $\langle 100 \rangle$ - und $\langle 122 \rangle$ -Spitzen der Fig. 12 lassen sich ebenfalls mit Bragg-Reflexionen an $\{220\}$ -Ebenen deuten. Nach dem oben geschilderten Rechenverfahren ergibt sich z. B. für die $[001]$ - wie für die $[22\bar{1}]$ -Spitze der Winkel $\Delta\varphi = 2^{\circ}15'$ für die zugehörigen Braggreflexe an der (220) -Ebene, was durch die gleichen Breiten dieser Maxima bestätigt wird.

Im Rotationsdiagramm der Wolfram-(001)-Fläche finden sich besonders ausgeprägte Maxima bei den $\langle 110 \rangle$ - und $\langle 223 \rangle$ -Beschussrichtungen, die mit der $[001]$ -Richtung der Rotationsachse Winkel von 45 bzw. $43,5^{\circ}$ bilden (Fig. 13). Für die $[\bar{1}01]$ -Richtung z. B. kann es sich um Reflexe an den Gitter-Ebenen (020) oder (101) handeln; beide Reflexe treten auch nach dem Struktur-Faktor für das kubisch-raumzentrierte Gitter auf ($h + k + l = 2n$, n ganzzahlig). Mit der Gitterkonstanten $a = 3,16 \text{ \AA}$ folgt aus der Bragg-Gleichung $\gamma_{020} = 2^{\circ}13'$ und $\gamma_{101} = 1^{\circ}34'$. Da hier die Rotationsachse die vierzählige $[001]$ -Richtung hat, ist das Koordinatensystem xyz für die Berechnung der zugehörigen Drehwinkel φ zu verwenden. Mit $\Theta = 45^{\circ}$ erhält man $\Delta\varphi(0\bar{2}0) = 3^{\circ}7'$ und $\Delta\varphi(101) = 16^{\circ}1'$. Es handelt sich demnach bei den für die $\langle 110 \rangle$ -Beschussrichtungen auftretenden Reflexen um $\{200\}$ -Reflexe. Für die $\langle 223 \rangle$ -Beschussrichtungen kommt es ebenfalls zu Braggreflexen an $\{110\}$ -Ebenen, wofür sich Drehwinkelabstände $\Delta\varphi = 3^{\circ}14'$ errechnen. Die $\langle 110 \rangle$ - und die $\langle 223 \rangle$ -Maxima der Fig. 13 haben in der Tat ungefähr die gleiche Breite von 6° .

Es ist ersichtlich, welche Verbesserungen der Apparatur angebracht sind, wenn man das geschilderte Verfahren zur quantitativen Beurteilung der Kristallstruktur benutzen will, was wegen der gezeigten guten Reproduzierbarkeit der Messungen aussichtsreich erscheint. Erstens sollte die Kristallprobe durch eine Feineinstellung während der Aufnahme der Diagramme genau auf die Rotationsachse orientierbar sein, was sich darin zeigen würde, dass die wegen der Kristallsymmetrie einander entsprechenden Spitzen gleiche Gestalt annehmen. Daraufhin ist zweitens durch eine Feineinstellung des Primärstrahlerzeugers der Beschusswinkel genau auf die Hauptmaxima einzustellen, d. h. deren Höhen maximal zu machen. Dann könnte untersucht werden, wie weit Störungen des Kristallgitters sich im Anisotropieverlauf der SEE zeigen und daraus Rückschlüsse auf die SEE selbst möglich sind.