Journal of the Korean Vacuum Society
Vol. 6, No. 3, August 1997, pp. 177~180

저 에너지 전자 회절 장치의 제작에 관한 연구

권순남 · 이재경* · 이충만 · 정광호

연세대 물리학과, 고등기술 연구원 전자재료 연구실*

(1997년 5월 2일 접수)

The study on low energy electron diffraction (LEED) apparatus

S. N. Kwon, J. G. Lee*, C. M. Lee and K. Jeong

Department of Physics, Yonsei University, Seoul 120-749, Korea,
**Electronic Materials, IAE, Yongin, P.B. 25, Kyungido, 449-800*

(Received May 2, 1997)

요 약 – Angle Resolved Ultraviolet Photoemission Spectroscopy(ARUPS) 연구를 위한 표면 구조 확인과 표면 방향 결정을 위한 LEED를 제작하여 그 성능을 조사하였다. 컴퓨터 시뮬레이션을 이용하여 제작에 필요한 요인들을 최적의 값으로 결정하였다. 제작된 LEED는 3 Grid 방식을 채택하였고 시료와 스크린 사이의 거리를 75 mm, 투영 각도를 80°로 하였다. 전자총은 TV gun을 사용하였고 이 gun의 특성을 조사하였다. 완성된 LEED의 성능 조사를 위하여 Si(001), Al_2O_3(0001) 표면의 LEED pattern을 분석하였다.

Abstract – Low Energy Electron Diffraction (LEED) apparatus was made to confirm the surface structure and to determine the direction of the structure for the Angle Resolved Ultraviolet Photoemission Spectroscopy (ARUPS) study. To determine the parameters needed for the design of the apparatus, computer simulation was used. Our LEED has 3 grids. The distance between sample and sccreen is 75 mm, and the viewing anlge is 80°. The LEED apparatus was tested by investigating the Si(001) and Al_2O_3(0001) surface.

1. 서 론

물질의 표면 원자 구조를 이해하는 데 다양한 표면 분석 장비가 이용되고 있지만, Low Energy Electron Diffraction(LEED)는 현재까지 가장 많은 표면 구조를 밝혀내왔고 아직도 많은 부분에서 비교 우위를 지니고 있다[1]. LEED 현상은 De Brolie가 1924년에 발표한 입자의 파동성을 증명한 최초의 실험이었다. 1919년에 Davisson과 Germer는 니켈에서 탄성 산란된 전자의 분포가 에너지와 산란 각도에 의존한다는 사실을 발견하였고 1927년에 발표한 논문에서 이 현상을 De Brolie의 파동-운동량 관계로 설명하였다[2]. 그후 1960년대 초반까지는 이론적, 기술적인 한계 때문에 널리 사용되지 못하였다. 60년대 이후 초 고진공 기술의 발달과 Auger electron spectroscopy(AES)등의 발달로 인해 깨끗한 표면을 준비할 수 있고 그것을 확인할 수 있게 됨에 따라 LEED는 빠르게 발전하기 시작하여 70년대 이후에는 깨끗한 금속 표면 뿐만 아니라 반도체 및 부도체 표면, 재배열된 표면, 흡착된 표면의 원자 구조까지 분석할 수 있게 되었다[3]. LEED는 이미 상품화되어 쉽게 구입할 수 있는 장비이지만 시료의 표면 구조 확인과 표면 방향 결정을 위한 값싸고 손쉽게 만들 수 있는 LEED가 필요했기 때문에 이를 제작하게 되었다. 따라서 제작의 방향을 고 분해능, 고 성능의 LEED 제작 보다는 구현하기 쉽고 빠른 시일에 완성할 수 있는데 두었다. 제작에 필요한 대부분의 부품들은 국내에서 쉽게 구입할 수 있었고 국내에서 구입할 수 없었던 것은 형광 물질과 Hair pin 필라멘트, 텅스텐 mesh 정도였다. 다음 절에서는 LEED의 제작 과정에 대해서 상세히 다루었다. 그리고 결론에서는 제작된 장치로 촬영한 Si(001) 및 Al_2O_3

(0001) 표면의 LEED pattern과 함께 이 장치에 대한 성능 평가와 앞으로 개선할 사항등에 대해서 기술하였다.

2. 장치 제작

LEED의 제작은 투명한 전도성 형광 스크린, grid, 전자 총, 전원 공급 장치 등 4가지 부분으로 나눌 수 있다. 이 장치의 전체적인 개략도를 그림 1에 나타내었다. LEED를 제작하기에 앞서 장치의 설계 단계에서 고려했던 중요한 요인들을 컴퓨터 시뮬레이션을 이용하여 결정하였다. 그 요인들은 스크린과 grid 사이의 거리, grid 사이의 거리, 시료와 스크린 사이의 거리, 그리고 투영각도 등이다. Grid를 통과한 전자가 스크린에 도달되기 전에 충분히 가속되기 위해서는 스크린과 grid 사이의 거리가 일정한 값 이상이 되어야 한다. 그러나 이 거리가 너무 커지게 되면 그림 2에서 보인 시뮬레이션 결과와 같이 중심 부근에서 전자의 궤적이 찌그러지게된다. Grid사이의 거리는 전체 장치가 소형화 되기 위해서는 작으면 작을수록 좋다. 그러나 이 거리가 너무 작게 되면 grid 사이에 정전기력이 발생하여 변형력이 작용할 수 있다. 이러한 요인들을 고려한 결과 스크린과 grid 사이의 거리를 10 mm, grid 사이의 거리를 5 mm, 시료와 스크린 사이의 거리를 75 mm, 투영 각도를 80°로 결정하였다. 세라믹 관을 이용하여 grid 사이 및 grid와 스크린 사이에 필요한 거리를 유지하도록 하였고 양쪽에 나사산이 있는 봉을 이 세라믹 관에 넣고 양쪽에서 너트를 이용하여 grid와 스크린을 조립하였다. 이렇게 조립된 스크린과 grid에 전자총을 조립한후 고정 시키고 이 전체 장치를 4.5 inch의 진공 창이 있는 8 inch flange에 고정 시켰다. 주위 자기장을 차단하기 위해 조립된 장치에 μ-metal을 씌웠다.

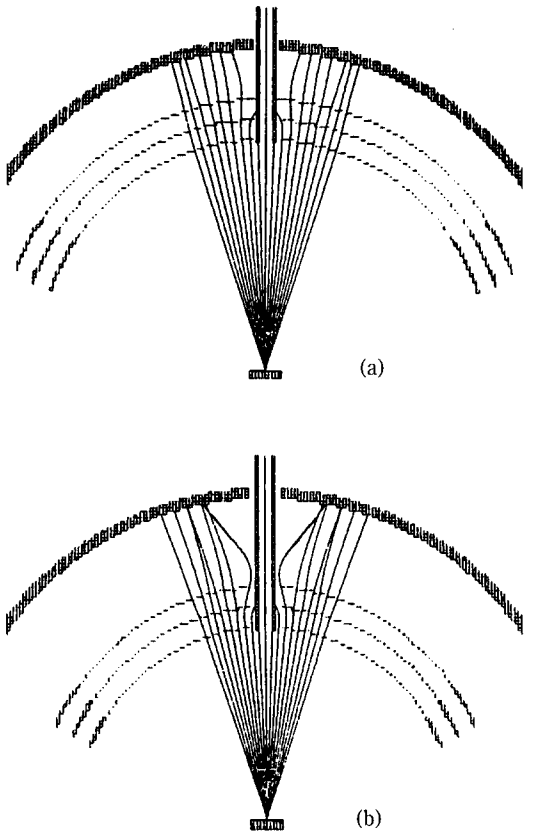

그림 2. 스크린과 grid 사이의 거리 결정을 위한 컴퓨터 모의 실험 결과. (a) 10 mm, (b) 20 mm이 거리가 10 mm(a)일 때 20 mm(b)일때 보다 중심 부근에서 전자 궤적의 찌그러짐이 적음을 알 수 있다.

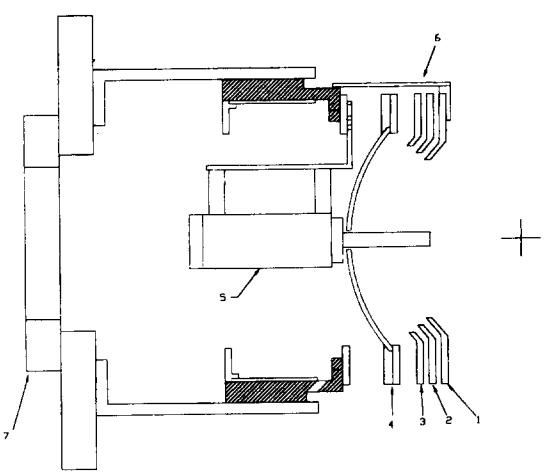

그림 1. LEED 장치의 조립도. 1, 2, 3: 1차, 2차, 3차 grid, 4: 스크린, 5: 전자총, 6: μ-Metal, 7: 4.5 inch 진공 창.

2.1 스크린 제작

스크린은 LEED 장치의 가장 중요한 부분이다. 스크린은 빛의 투과율이 뛰어나야 하고 고전압을 인가하여 전자를 가속 시키기 위하여 전도성이 좋아야한다. 그리고 grid를 통과하고 가속된 전자의 운동 에너지를 받아 빛을 발생시키기 위한 형광물질을 증착해야한다. pyrex를 곡률 반경이 75 mm가 되도록 만든후 그 중심에 직경 8 mm의 구멍을 내어 스크린을 만들었다. 이렇게 준

비된 스크린에 투명한 전도성 물질인 SnO_2 박막을 증착시키기 위하여 화학 증착법을 사용하였다[4]. 우선 $SnCl_4$와 메탄올을 1:10의 비율로 혼합한 용액을 준비한 후 이 용액을 분무기에 넣는다. hood 속에서 스크린을 400°C이상 가열한후 스크린의 안쪽 면에 미리 준비한 용액을 고르게 분사한다. 분사된 용액은 스크린 표면에서 화학 분해되어 SnO_2 박막이 증착되고 HCl 증기가 발생한다. 따라서 이 과정은 반드시 hood 속에서 이루어져야하며 주의를 요한다. Digital Volt Meter(DVM)을 사용하여 측정해본 결과 10 mm당 2 kΩ 이하의 저항 값을 가지는 박막을 얻었다. 빛의 투과율에 대한 정량적인 측정을 하지는 않았지만 육안으로 볼때 증착 시키지 않은 스크린에 비해 큰 차이를 느낄수 없을 정도로 투명하였다. 형광 물질은 침전 방법을 사용하였다. 증류수에 물유리를 용해시킨후 형광 물질인 P1을 이 용액에 넣고 큰 입자를 걸러낸 용액을 준비한다. 배수 밸브가 있는 용기에 스크린을 넣고 미리 준비한 용액을 이 용기에 부은 후 미세한 형광 물질 입자를 침전 시킨다. 용액이 투명하게 될 정도로 침전이 완료되면 배수 밸브를 열어 천천히 배수 시킨 후 충분히 건조 시키고 100°C 이상 가열하여 정착 시킨다.

2.2 grid 제작

LEED 장치에서 grid의 역할은 비탄성 산란된 전자가 스크린에 도달되지 못하도록 전자를 선택적으로 투과시키는 것이다. 따라서 스크린에 나타나는 pattern과 background의 contrast는 이 grid 장치가 결정한다. 현재 시판되고 있는 LEED 장치들은 대부분 AES로도 사용하기 위하여 4 grid 방식을 사용하고 있다. 그러나 4 grid 방식을 사용하면 전자의 투과율이 낮아진다. 본 제작에서는 AES용으로 사용하지 않기 때문에 투과율이 높고 제작이 간편한 3 grid 방식을 선택하였다. 그림 1에서 1, 3차 grid는 시료와 함께 접지되어있다. 1차 grid는 산란된 전자가 정전기적인 힘을 받아 궤적이 변형되는 것을 막기 위한 것이고, 3차 grid는 스크린에 인가된 고 전압이 2차 grid의 역할에 영향을 주지 않도록 하는 역할을 한다. 2차 grid는 입사되는 전자 에너지의 80% 이상의 역 전압이 인가되어 비 탄성 산란된 전자가 투과되지 못하게 하는 역할을 한다. 각 grid는 전자 투과율이 81%인 텅스텐 mesh를 사용하여 제작하였다.

2.3 전자총 및 전원 공급 장치

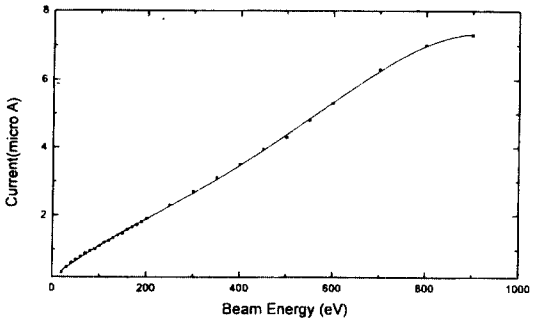

그림 3. 전자총의 특성 곡선. 사각 점은 실험 data이고 실선은 시각적인 편의를 위해 임의로 그린 것임.

전자총은 시료에 일정한 에너지의 전자 beam을 보내주는 장치로서, 전자의 에너지와 각 편차가 작아야 하고 전자 beam의 크기가 작아야 하며, beam 전류가 에너지에 관계없이 일정해야 한다[5,6]. 제작에서는 흑백 TV 브라운관용 전자총을 개량하여 사용하였다. 이 전자총의 필라멘트를 hair pin 형태로 교체하여 에너지 편차를 줄였고, 전차총의 몸체를 빛을 차단하기 위한 밀폐된 바깥 몸체에 넣어 LEED 장치에 부착 시켰다. 컴퓨터 시뮬레이션을 이용하여 이 전자총을 작동 시키기 위한 최적의 조건을 찾아 전원 공급장치를 그에 맞게 제작하였다. 전차총에 대한 성능 검사를 위하여 시료 부착 장치에 Faraday cup을 부착하여 에너지-전류의 관계를 조사하였고 beam의 대략적인 크기를 조사하였다. 또한 이 전자 beam을 Angle Resolved Ultraviolet Photoemission Spectroscopy(ARUPS) 용 전자 에너지 분석기에 입사시켜 에너지 분포를 조사하였다. beam의 크기는 2 mm이하 였고, 10-1000 eV 영역에서 0.2 μA 이상의 전류를 얻을 수 있었다. beam의 에너지 편차는 0.5 eV이하로 측정되었다. 그림 3에서는 이 전자총의 에너지-전류 곡선을 보였다. 이 결과를 보면 전자 beam의 전류는 큰 편이지만 에너지에 따라 거의 선형으로 증가하는 것을 볼 수 있다. 에너지에 따라 beam 전류를 일정하게 하려면 시료의 beam 전류를 측정하고 이 결과를 필라멘트의 전원 공급 장치에 연결하는 되먹임 회로가 필요하다.

3. 결 론

제작된 LEED 장치는 ARUPS 실험용 진공실에 장착되어 성능 조사를 하였다. 성능 조사를 위한 시료로 Si (001)와 Al_2O_3(0001)을 사용했다. 그림 4는 이 시료들의

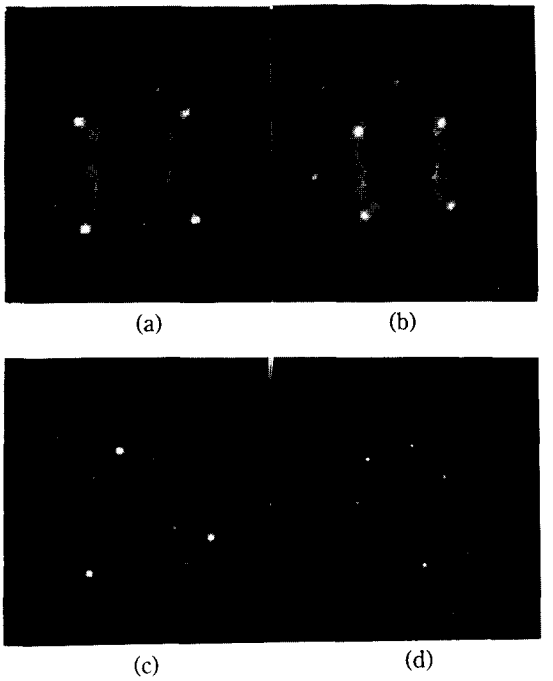

그림 4. Si, Al_2O_3의 LEED pattern 사진. a) Si(001)-(2×1), beam 에너지 70 eV, b) Si(001)-(2×1), 30 eV, c) Al_2O_3(0001), 330 eV, d) Al_2O_3(0001), 180 eV

LEED pattern 사진들이다. Si(001) 시료는 진공 밖에서 5% HF 용액으로 처리한 후 5×10^{-9} Torr 이하에서 반복적으로 900°C로 가열하여 표면 처리하였다[7]. Al_2O_3 (0001) 시료는 1×10^{-7} Torr 이하에서 600~800°C로 4시간 이상 가열하여 표면 처리하였다. 그림 4(a) (b)는 Si (001)-(2×1) 표면 구조를 나타내고 있다[8]. 100 eV 이상에서는 background가 강하게 보였다. 이것은 표면 처리가 불완전 하였기 때문으로 추정된다. 그림 4(c), (d)는 명확한 pattern을 보이고 있다. 이 시료의 경우 Si에 비해 표면 처리가 간편했기 때문에 좋은 pattern을 얻을 수 있었다. 그림에서 알 수 있듯이 선명한 3-fold 대칭성과 약한 6-fold 대칭성이 보이는데 이것은 참고 문헌과 일치함을 확인 하였다[9,10].

그림 4에서 알 수 있듯이 제작된 LEED 장치로 표면 구조 및 표면의 방향을 결정하는 데 문제가 없음을 알 수 있다. 그러나 에너지에 따라 거의 선형으로 증가하는 beam 전류, background에 군데 군데 보이는 검은 반점, 그리고 필라멘트에서 발생하여 시료에 반사되어 비치는 빛으로 인해 I-V 곡선을 조사하는 데에는 이 장치가 적합하지 않음을 알 수 있다. 스크린에 생긴 반점들은 SnO_2 박막 증착 과정에서 발생된 것으로 분사된 용액이 고르지 못한 것과 스크린 표면에서 이루어지는 화학 반응 결과 발생된 HCl이 스크린을 오염시킨 것이 원인이다. 이것은 증착과정을 개선하여 증착액이 더 고르게 분무될 수 있도록 하고 기화된 HCl을 질소 가스로 스크린으로부터 지속적으로 불어내어 주면 해결할 수 있다[4]. 전자 beam의 전류를 10^{-9} A 정도로 낮고 안정되게 제어할 수 있는 전원 공급 장치가 필요하다[3]. 이것은 스크린의 개선과 함께 앞으로 개선할 계획이다.

감사의 글

본 연구는 96년도 교육부 기초과학 육성 연구비(과제번호: BSRI-96-2426)의 지원과 연세 대학교 초미세 표면과학 연구센터의 연구비 지원에 의한 것입니다.

그리고 본 장치 제작에 조언과 협조를 아끼지 않았던 남일 기공사에 감사드립니다.

참고문헌

1. G. Ertl and J. Kuppers, *Low Energy Electrons and Surface Chemistry*, (VCH, 1985).
2. C. J. Davisson and L. H. Germer, Phys. Rev., **29**, 908 (1927).
3. M. A. Van Hove, W. H. Weinberg and C. M. Chen, *Low Energy Electron Diffration*, (Springer-Verlag, Berlin 1986).
4. L.Holland, *Vacuum Deposition of Thin Films*, (Chapman and Hall LTD, 1961).
5. Graham C. Smith, *Surface Analysis by Electron Spectroscopy*, (Plenum press, Newyork, 1994).
6. L. DeBersuder, Rev. Sci. Instrum., **45**, 1569 (1974).
7. G. Binnig, H. Rohrer, C. Gerber and E. Weibel, Phys. Rev. Lett., **50**, 120 (1983).
8. L. J. Clarke, *Surface Crystallography*, (John Wiley and Sons, 1985).
9. R. F. C. Farrow, *et. al.*, J. Crystal Growth, **133**, 47 (1993).
10. Francis S. Galasso, *Structure and Properties of Inorganic Solids*, (Pergamon press, 1970).