

고에너지 회절무늬 및 반사전자현미경 관찰을 위한 시편준비

김유탉

경기대학교 재료공학과, 수원, 442-760

The specimen preparation for the high energy electron diffraction and reflection electron microscopy observation

Yootaek Kim

Department of Materials Science and Engineering, Kyonggi University, Suwon 442-760, Korea

요 약 단결정 표면 및 에피 증착층 표면에 대한 연구가 많아지면서 고에너지전자회절 및 반사전자현미경의 이용도 늘고 있다. 국내에서는 아직 보편화 되지 않은 이들 두 기술을 위한 시편준비 과정을 요약하였고, 고에너지전자회절 연구시 매우 유용하게 쓰이는 연속 고에너지전자회절 패턴 지도 작성법에 대해 설명하고 그 예를 제시하였다.

Abstract The use of reflection high energy electron diffraction and reflection electron microscopy technique has been increased with increasing number of studies on surfaces of single crystals and epitaxial growth layers. Here, the specimen preparation techniques are summerized for these two techniques which are not so polular in the country. The panoramic reflection high energy electron diffraction maps have been completed and an example of Pt(111) surface was demonstrated.

1. 서 론

고에너지 반사전자회절(RHEED; reflection high energy diffraction)과 그것의 연장기술인 반사전자현미경(REM; reflection electron microscopy)은 단결정 또는 박막표면의 원

자구조 및 결함들을 연구하는데 광범위하게 쓰여왔다[1,2]. 고에너지 반사전자회절법으로는 단결정의 방위결정, 표면원자배열상태, 에피층의 질 등을 판단할 수 있으며[3], 반사전자현미경법으로는 표면에 존재하는 원자높이의 스텝들, 표면원자재배열(reconstruc-

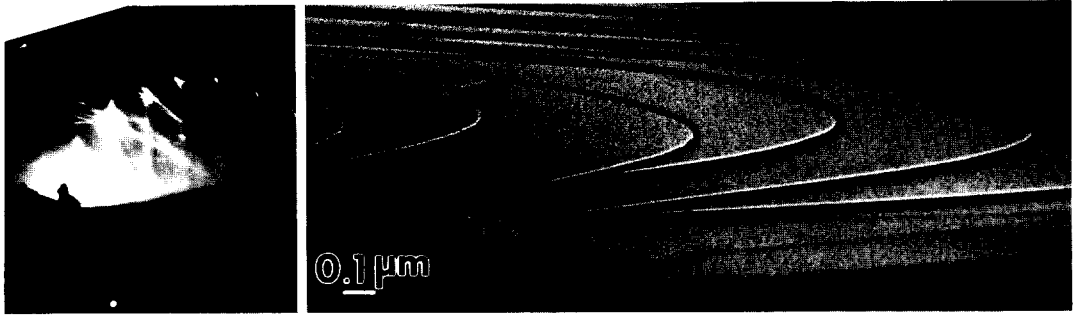


Fig. 1. A typical RHEED pattern and corresponding REM image from sapphire crystal.

tion), 전위, 적층결합, 초격자(superlattice) 등의 형상을 고공간분해능과 강한 명암대비로 관찰할 수 있다[3,4].

Fig. 1은 알루미늄나 단결정 표면으로부터 얻은 대표적인 RHEED와 REM 영상을 보여주고 있다. Fig. 1에서 보여지고 있는 영상은 투과전자현미경(TEM)의 경우와는 달리 최소한의 시편 준비를 거친 두꺼운 벌크(bulk) 시편의 표면으로부터 얻어진 것이다.

지금까지 RHEED와 REM에 대한 여러 가지 이론들, 응용분야 및 장치에 관한 논문들은 많이 발표되어 왔지만[3,5-8], 이들 기법을 위한 시편준비법 및 영상획득에 필요한 상세한 설명은 아직 부족한 상태이다. 따라서 본 논문은 이러한 공백을 메우기 위해 RHEED 및 REM 시편준비를 위한 상세한 기술과 더불어 연속적인 RHEED 패턴을 얻기 위한 방법에 대해 설명하고 그 예를 제시함으로써 RHEED와 REM의 사용을 보다 보편화하고자 함을 목표로 한다.

2. 원 리

반사전자현미경에서는 두꺼운 시편의 표면으로부터 반사된 전자들이 표면의 상을 형성하는데 사용된다. REM 기법은 투과전자현

미경에서 사용되는 기법중 암시야상(dark field)을 얻는 기법과 매우 유사하나 단지 REM에서는 TEM과 비교할 때 거의 무한대 두께의 시편을 사용하며, 전자가 아주 낮은 각도로 시편 표면에 입사하여, 역시 같은 각도로 반사된다는 것이 다른점이다.

좋은 REM 영상 또는 RHEED 패턴을 얻기 위해서는 반사에 의한 에너지 손실이 없는 강한 반사전자를 얻을 수 있어야 한다. 이를 위해서는 시편 표면을 향해 입사 또는 반사되는 전자의 각도는 일반적으로 5° 이하여야 한다[9].

REM의 이러한 특수한 제한조건은 우리가 일반적으로 투과전자현미경을 사용할시 발생하는 문제점 보다 훨씬 더 많은 문제점을 야기시킨다. REM 및 RHEED 기법을 사용할시 발생하는 문제점들은 다음과 같이 요약할 수 있다.

1) 투과현미경 관찰시 시편은 입사전자빔과 수직인 한 개의 평면내에서 자유롭게 움직일 수 있다. 하지만 반사전자현미경에서 시편은 하나의 축 위로만 이동할 수 있다. 만약 시편의 다른 부위를 관찰하고자 할 때에는 시편을 재장착하거나 현미경의 Z-조절나사(eucentric position control knob)를 이용하여 제한적으로 시편을 아래위로 움직이며 관찰할 수 있다.

2) 투과전자현미경상은 얇은 시편을 시편에 거의 수직인 방향으로 투영시켜 얻은 것인 반면 반사전자현미경상은 시편표면을 일정방향의 아주 낮은 각도로 반사시킨 것이기 때문에 투과전자현미경의 투영상보다 상이 빔 진행방향으로 20~50배로 압축된(foreshortened) 것이다. 상의 압축정도(foreshortening factor)는 입사각과 역비례 한다. 이러한 빔 진행방향으로의 상압축은 상해석을 하는데 있어 어려움을 가져다 준다[10].

3) 일반적으로 투과전자현미경상은 모든 상의 영역에서 같은 초점조건을 갖지만, 반사전자현미경상에는 over-focus, in-focus, under-focus 영역이 동시에 존재한다. 대물 조리개를 작은 것을 사용할 경우에도 이러한 초점 변화는 빔 방향으로 1 μm 정도 존재하는 것을 쉽게 알 수 있다. 초점조절기를 사용하여 in-focus 영역이 반사전자현미경상의 중앙에 올 수 있도록 조절하는 것이 바람직하다.

4) 투과전자현미경에서는 시편을 기울여(tilt) 회절조건을 바꾸고 이에 따라 상의 명암도 바뀌지만, 반사전자현미경에서도 제한적인 시편의 기울임이 가능하다. 하지만 일정각도를 벗어나면 Bragg조건을 얻기도 힘들 뿐만 아니라 벌크시편의 위 또는 아랫부분이 전자빔을 가려 회절패턴을 전혀 얻을 수 없다.

5) 투과전자현미경의 경우 시편이 단결정이고 단순한 구조를 가지고 있을 때에는 투과전자회절 패턴은 쉽게 지수(index)를 붙일 수 있지만 반사전자현미경에서 고에너지반사회절 패턴은 시편에 의해 반쪽이 가려지고 게다가 전자의 굴절(refraction), Kikuchi 선과의 간섭, 그리고 레조넌스(resonance) 효과 등에 의해 패턴이 찌그러들고 변형되기 때문에 지수를 붙이기가 매우 힘들다.

6) 반사전자현미경 관찰 중 빔의 수렴정도

는 상의 밝고 어두움 뿐만 아니라 상의 명암 대비(contrast)에 있어 투과전자현미경에서 보다 훨씬 커다란 영향을 미친다. 또한 수렴 정도를 잘 조절해야 만이 빔이 찌그러들지 않고 관찰부위가 중앙에 모아지게 된다.

3. 전자현미경

RHEED와 REM 관찰을 위해서는 암시야 상(centered dark field) 관찰을 할 수 있는 장치가 장착된 투과전자현미경이 있으면 가능하다. 하지만 보다 좋은 REM상과 RHEED 패턴을 얻기 위해서는 현미경 선택에 있어서 다음과 같은 점이 고려되어야만 한다.

1) REM이나 RHEED 관찰에 있어서는 고분해능이 가능한 전자현미경이 필요치 않다. 따라서 고분해능용 대물렌즈(objective pole piece)가 장착된 전자현미경 보다는 분석용 대물렌즈가 장착된 현미경이 바람직하다. 왜냐하면, 고분해능 대물렌즈가 장착된 현미경의 초점거리는 매우 짧고 시편을 움직일 수 있는 공간이 매우 좁은 반면, 분석용 현미경은 고분해능용 보다 훨씬 큰 시편기울임 범위를 갖고 있으며 전자빔이 휘어져 시편과 만날 수 있는 충분한 공간을 제공하기 때문에 REM이나 RHEED 관찰에는 훨씬 유리하다. 일반적으로 넓은 시야각도(azimuth)로 시편 표면을 보기 위해서는 시편의 기울임 각도가 적어도 $\pm 30^\circ$ 정도 가능한 현미경이 바람직하다.

2) 양쪽방향으로 시편 기울임이 가능한 시편홀더(double tilt holder)를 사용하는 것이 바람직하다. 물론 한방향 기울임이 가능한 시편홀더로도 RHEED 및 REM 관찰이 가능하나 관찰자가 원하는 시편의 방위를 찾기 힘들다.

3) 가속전압은 30에서 200 keV 정도를 사용하는 것이 좋다. 낮은 가속전압에서는 전자의 파장이 길어져 상의 압축현상이 덜한 반면 상의 밝기는 어둡다. 너무 높은 가속전압을 사용할 경우 상의 압축율이 30 이상이 되어 상의 해석에 어려움이 있으며 전자빔에 의한 시편표면의 손상도 심해져 상의 관찰이 어려워진다. 일반적인 RHEED와 REM 관찰을 위한 가장 적절한 가속전압의 범위는 80~120 keV 정도이다[11].

4) REM상을 관찰하는데 있어 또 한가지 중요하게 고려되어야 할 사항은 대물조리개의 크기이다. 앞서 언급했듯이 REM상에는 over-focus, in-focus, under-focus 지역이 동시에 존재하기 때문에 in-focus 지역의 범위를 넓히기 위해서는 매우 작은 대물조리개를 사용하는 것이 바람직하다. 일반적인 REM 및 RHEED 관찰을 위해서는 권장할 수 있는 대물조리개 크기는 4 mrad이고 제한영역조리개(selected area aperture)는 직경이 약 5 μm 정도를 제한할 수 있는 크기가 바람직하다.

4. 시편준비

REM과 RHEED 관찰을 위한 시편준비는 원칙적으로 할 필요가 없다. 하지만 시편표면이 너무 거칠어 전자빔을 반사시키지 못할 경우는 상 및 회절상을 모두 얻을 수 없기 때문에 표면의 전처리가 필요하다. 따라서 REM과 RHEED 시편준비의 목적은 시편 크기를 현미경 안에 집어 넣을 수 있도록 줄이고 상당히 평탄하고도 깨끗한 표면을 현미경의 광축과 수평하게 일치하도록 하는데 있다. 이러한 목적을 달성하기 위해서 관찰자는 두가지 측면을 고려하여야 한다. 첫번째,

관찰하기에 알맞은 이상적인 표면을 가지는 시편을 준비할 것인지 아니면 두번째, 관찰하기는 곤란해도 표면이 손상되지 않은 천연 그대로의 시편표면을 준비할 것인지를 결정하여야 한다.

본 논문에서 모든 종류의 시편준비를 다룰 수는 없겠지만 현재까지 실험적으로 잘 관찰되어 온 시편들을 중심으로 여러 종류의 시편들을 어떻게 준비해야 하는지 설명하고자 한다.

4.1. 표면의 준비

REM과 RHEED 관찰용 시편의 크기는 물론 일반 TEM 관찰용 직경 3 mm의 시편홀더 내에 들어갈 수 있어야 하며 부피가 2 mm³ 이상이 되어서는 곤란하다. 따라서 우리가 관찰할 수 있는 표면의 면적은 약 1 mm² 정도이다. 관찰 가능한 최소 면적은 직경 약 10 μm 정도이다. 관찰면적이 작으면 작을수록 시편의 적절한 장착이 힘들뿐만 아니라 적절한 회절조건을 잡기 위한 시편의 기울임이 어려워진다.

지금부터 평편하고 깨끗한 단결정 표면을 준비하는 방법에 대해 예를 들면서 설명하고자 한다. 제시된 예를 어떻게 응용할 것인지는 관찰자의 판단이며, 각각의 경우 반드시 사전에 치밀한 시편준비 계획을 세워 최종적인 관찰자의 목적을 달성하도록 하여야 한다.

4.1.1. 천연 또는 As-grown 표면

고진공 아래서 성장된 깨끗한 표면을 가진 단결정을 제외하고, 모든 천연 또는 성장된 그대로의 단결정 표면들은 일반적으로 어느 정도 오염되고, 손상되고, 산화되어 있는 것이 통례이다. 그럼에도 불구하고, 매우 유용한 정보들이 이들 시편으로부터 얻어지고 있

다.

다이아몬드, hematite, 사파이어, III-V 족 화합물 반도체 등은 합성직후 또는 성장직후 아무런 시편준비 없이 관찰할 수 있다. 이들 시편들은 다이아몬드 톱과 칼, 와이어 톱, 또는 일반 면도날 등으로 적당한 크기로 자른다. 절단시 관찰하고자 하는 표면이 기름 등에 오염되지 않도록 특히 주의해야 한다. 이를 위해서 표면을 wax로 임베딩(imbedding)시키는 것도 좋은 방법이다. 이렇게 하면 절단중 발생하는 절단과편 등이 표면을 손상시키는 일을 방지할 수 있다. 절단후 관찰면을 산(표면에 손상을 주지 않는 것으로 선택하여야 함) 또는 유기용매로 깨끗이 세척한 후 공기 또는 불활성기체 분위기에서 건조 시킨다.

천연 다이아몬드나 hematite와 같은 결정들은 우리가 성장과정이나 조건을 모르기 때문에 에칭이 되지 않는 용매를 사용하는 것이 바람직하다. 실험적으로 제조된 결정들은 성장즉시 최소한의 세척과정을 거쳐 가능한 빨리 현미경에 장착시키는 것이 가장 바람직하다.

4.1.2. 재결정화 시편표면

귀금속류의 와이어(wire)형태의 시편들은 토치(torch)를 이용하여 녹인 후 공기중에서 냉각시켜 고화시키면 구형의 단결정을 얻을 수 있다. 이 구형의 단결정 표면에는 매우 평편한 낮은 지수의 면들이 존재하게 된다.

백금의 경우를 예로 들어 설명하면, 열전 대응으로 사용되는 직경 $25\ \mu\text{m}$ 의 고순도 백금선을 단구멍 그리드(single hole grid) 주위에 몇 번 감고 10 mm 정도를 남겨 둔다. 남겨둔 백금선을 아세틸렌/산소 또는 수소/산소 토치를 사용하여 녹여 직경 1~1.5 mm의 구를 만든 후 공냉시킨다.

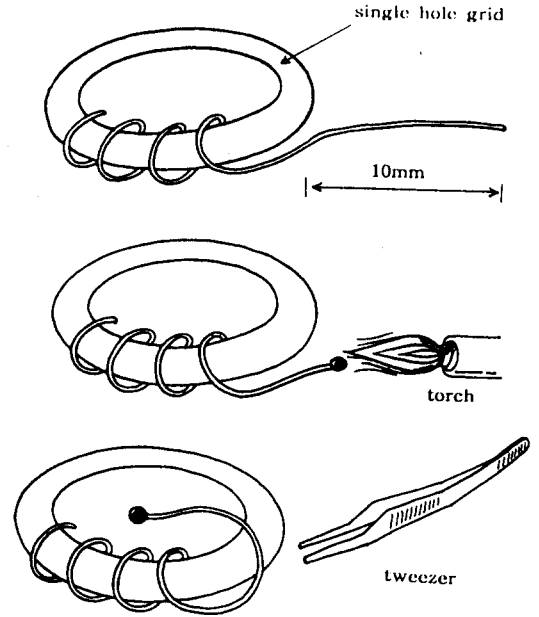


Fig. 2. Specimen preparation procedure for the noble metal wire.

Fig. 2에서 보듯이 집게를 사용하여 만들어진 구를 그리드의 중앙에 위치시킨다. 광학현미경으로 구를 관찰하면 여러 개의 평편한 면(facet)들을 발견하게 되는데 이중 하나를 역시 집게를 사용하여 그리드 평면과 수직하도록 틀어 맞춘다. 이렇게 함으로서 시편이 현미경 안에 넣어지면 평편한 면과 전자빔이 거의 평행하게 만날 수 있게끔 된다.

재응고, 결정화된 백금 시편은 용매등으로 세척하지 않고 직접 관찰한다. 만들어 진지 오래된 시편은 다시 재가열 한 후 응고시키면 깨끗한 시편을 관찰할 수 있다. 이 방법은 몇가지 금속선을 관찰하기 위한 것으로 제한되지만 준비방법이 간단하고, 원자적으로 매우 평탄한 표면을 쉽게 얻을 수 있기 때문에 REM 또는 RHEED를 처음 시작하는 사람들에게 적합한 시편제조 방법이다.

재결정화는 아니지만, 시편절단 및 연마중

발생된 손상을 회복하기 위해 REM 및 RHEED 관찰전에 많은 시편들이 그들 용접의 80% 정도되는 온도에서 어닐링된다. 이렇게 높은 온도로 어닐링되는 동안 시편 표면의 원자들이 재배열을 하게 되어 표면이 원상태로 복원되든가 또는 새로운 원자배열을 이루는 원자재배열(reconstruction)현상이 관찰되기도 한다. 따라서 표면기복이 많아 연마를 필요로 하는 시편들은 연마 후 반드시 1~2시간 동안 어닐링작업을 해주어야 한다.

연마 후 어닐링한 Si(111), 사파이어, MgO 외에도 많은 종류의 시편에서 괄목할만한 RHEED 및 REM 결과들이 발표되어 있으므로 좋은 참고가 될 것이다[12,13].

4.1.3. 벽개

단결정을 적당한 크기로 자른 후 다시 벽개시키면 전혀 오염되지 않고 평탄한 벽개면을 얻을 수 있어 REM 또는 RHEED 관찰에 적합하다. 벽개는 보통 날카로운 면도날을 사용하여 결정의 낮은 지수면과 평행하게 힘을 주면 그다지 어렵지 않게 일어난다. 벽개하기 전에 다이아몬드펜 등으로 흠집을 내는 수도 있는데 이 작업이 반드시 필요하지는 않다. 벽개면의 평탄도는 단결정의 균일성에 의존한다. III-V족 화합물반도체, 변형된 다양자우물(strained multi-quantum wells: MQW), 도핑(doping)이 많이 된 단결정들은 균일하지 못한 격자변형으로 인해 원자적으로 평탄한 벽개면을 제공하지 않아 관찰이 어려운 시편들이다[14].

4.2. 시편 장착

시편 장착시 가장 중요한 것은 무슨 방법을 쓰던간에 시편이 현미경 내에서 떨어지는 일이 없도록 주의해야 한다는 것이다. 만약

시편이 현미경 광축 내에 떨어지면 현미경을 전부 분해해야만 하는 큰 문제에 직면하게 된다. 또 한가지 주의해야 할 일은 장착시편이 정상 그리드 위치에 존재해야 한다. 그렇지 않으면 Z-조절나사로 높이를 조정해야 하는데 Z-조절이 너무 클 경우 시편을 큰 각도로 기울일시 시편이 떨어지거나 또는 시편이 대물렌즈 안쪽을 칠 가능성이 있으므로 조심하여야 한다.

4.2.1. 1 mm³ 이상의 시편

만약 시편의 크기가 3×1×0.5 mm³ 정도의 것이라면 아무런 준비없이 Fig. 3과 같이 그대로 시편 홀더에 투입되어 관찰할 수 있다. 그림에서 3×0.5 mm²의 수직면이 REM 및 RHEED 관찰이 가능한 부위이다.

시편의 크기가 약 1 mm³ 정도의 것이라면 Fig. 4와 같은 REM용 그리드를 사용하면 된다. REM용 그리드는 구멍이 없는 직경 3 mm의 구리 그리드를 면도날로 그림과 같이 자른 후 두번 접어서 만든다. REM용 그리드의 절단부분의 크기는 시편의 크기를 고려하여 적절히 조절해야 한다. 시편표면이 그리드의 중앙에 올 수 있도록 목측하여 그리드를 자르는 것이 바람직하다.

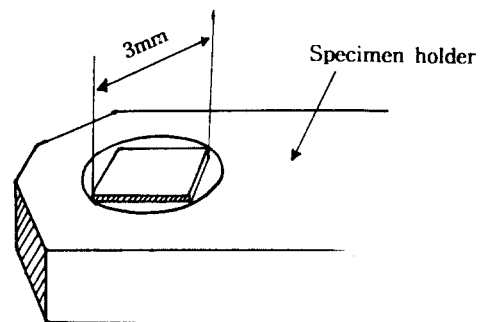


Fig. 3. Direct loading of the specimen with less than 3 mm diagonal size.

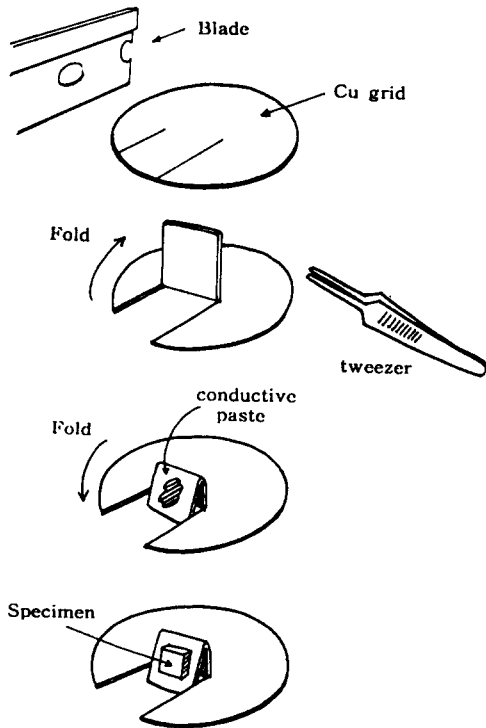


Fig. 4. Using REM folded grid for the less than 1.5 mm^3 size sample.

그림과 같이 두 번 접힌 평편한 부위에 전도성 은분 페이스트를 바른 후 시편을 올려 놓고 건조시킨다. 건조 후 시편이 제대로 고정되어 있는지 반드시 확인하여야 한다. REM 그리드를 시편 홀더에 넣고 nut나 split ring을 사용하여 홀더에 고정시켜야 하는데 이 작업은 매우 조심스럽게 행해져야 하며 숙련을 필요로 하는 과정이다. 하지만 대부분의 벌크(bulk)시편을 관찰하기 위해서는 이 방법이 가장 보편적으로 쓰이므로 REM 시편 장착을 위한 특별한 기구나 홀더를 마련하는 것도 바람직하다.

4.2.2. 1 mm^3 이하의 시편

얇고 매우 작은 시편들은 Fig. 5 (a)와 같이 접합그리드(folding grid)를 사용하여 시편홀더에 넣는다. 이때 주의해야 할 점은 관찰 표면이 그리드 평면과 수직해야 하며, 그리드 선에 의해 가려지지 않도록 위치를 잘 조정해야 한다.

아주 작은 조각 시편들은 Fig. 5 (b)에서와 같이 가는 백금선 끝에 은분 페이스트를 묻혀 작은 조각을 집어낸 후 Fig. 2에서 보는 바와 같은 방법으로 단구멍 그리드에 감고 관찰면이 그리드 평면과 수직하도록 위치시키면 된다.

4.2.3. Pre-orienting

준비된 시편을 어떤 방식으로 시편홀더컵에 넣고 위치시킬 것인가가 REM 및 RHEED 관찰에서는 중요하다. Fig. 6에서와 같이 만약 관찰하고자 하는 시편표면이 시편홀더의 끝쪽 방향과 수직하게 위치하면, 현미경 홀더의 X-tilt는 시편표면을 회전시키고, Y-tilt는 시편표면과 전자빔의 각도를 변화시켜 주게 되므로 기울임(tilt)과정을 단순화시킬 수 있고 상의 해석시에도 큰 도움이 된다. 따라서 시편을 항상 같은 방향으로 장착하는 습관을 기르는 것이 바람직하다.

5. 연속 RHEED 패턴

RHEED와 REM 해석을 위해서는 RHEED 패턴을 얻은 전자빔의 방향지수 및 각 점들의 면지수가 필요하다. 투과전자현미경에서 얻을 수 있는 투과전자회절패턴(TED)과는 달리 RHEED 패턴은 우선 패턴의 반쪽만을 관찰할 수 있을 뿐 아니라 시편의 내부 에너지(inner potential)와 레조넌스(resonance) 현상에 의해 원래의 이론적 위치에서 벗어나

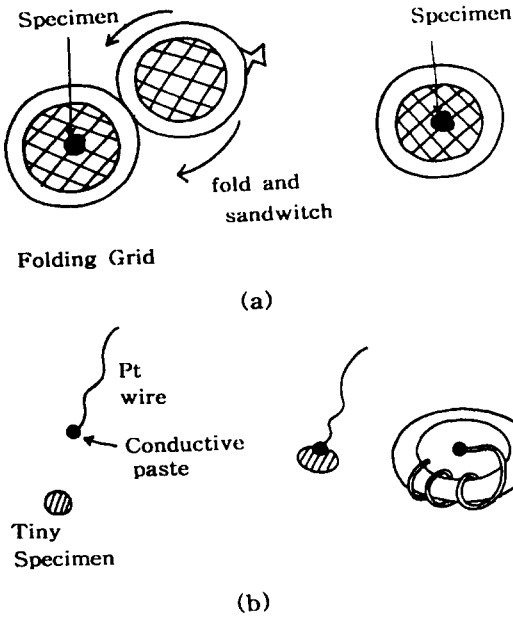


Fig. 5. Preparation for the small specimens. (a) using folding grid and (b) using Pt wire and conductive paste.

거나 찌그러져 관찰되기 때문에 그 해석이 어렵다[15]. 따라서 어떤 재료를 연구하기 전에 전 Azimuth 범위에서 RHEED 관찰을 하여 미리 지수를 붙여 둔다면, RHEED 관

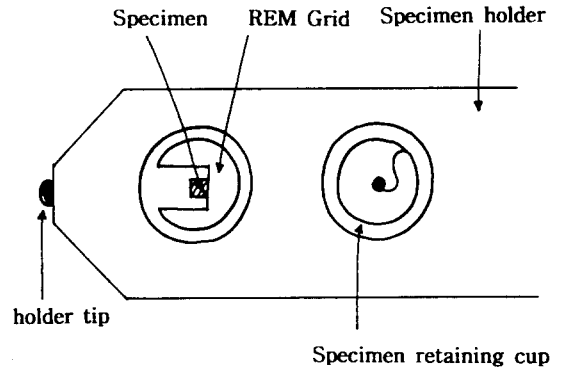


Fig. 6. The way to loading the specimen in the specimen holder.

찰 때마다 실시해야 하는 어려운 지수붙임 과정을 생략할 수 있고, 또한 RHEED 관찰 시편의 방향 및 전자빔의 방향을 파악할 수 있기 때문에 원하는 면에서 상을 쉽게 얻을 수 있다. 따라서 연속 RHEED 패턴은 투과전자현미경에서 Kikuchi 지도와 같은 개념으로 이용할 수 있다.

Fig. 7은 Pt 시편의 (111)표면을 $[\bar{2}11]$ zone에서 $[\bar{1}10]$ zone까지 연속 tilt시키면서 찍은 연속 RHEED 패턴의 예이다. 아래쪽에 나타난 점들은 투과전자이고 윗쪽의 점 및

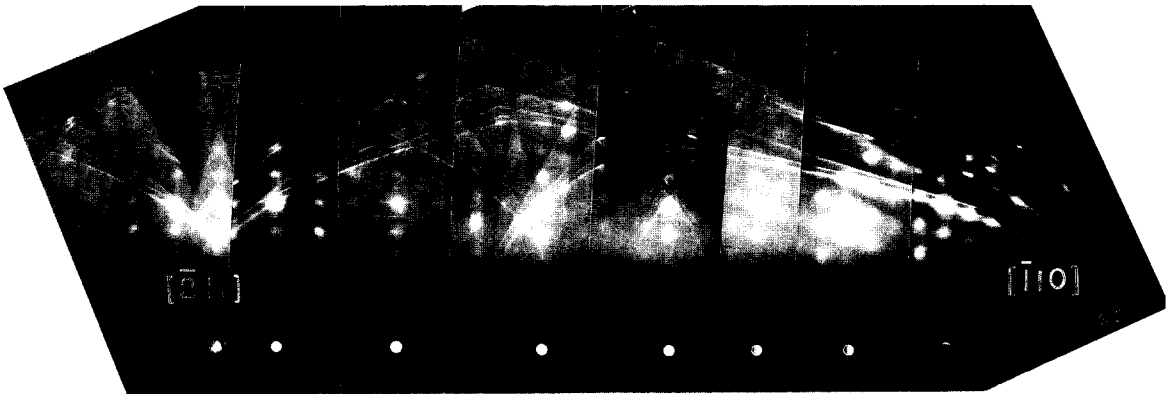


Fig. 7. An example of panoramic RHEED pattern map from Pt (111) surface.

선들이 RHEED 패턴이다. 이러한 RHEED 지도를 시편별로, 그리고 방향별로 만든다면, 같은 재료를 연구하는 사람들에게는 불필요한 시간낭비를 하지 않도록 하며, 상의 해석에 큰 도움을 줄 것이다. RHEED 지도를 만들기 위해서는 적어도 기울임 폭이 $\pm 45^\circ$ 정도 가능한 현미경과 시편홀더를 사용하는 것이 바람직하다. 중요한 것은 우선 낮은 지수의 zone을 찾아 (8h 8k 8l) 정도의 점이 Bragg조건을 만족하도록 시편의 위치를 조정 한 후 시편의 한쪽 기울임은 고정시키고 다른쪽 기울임만을 조절하여 또 다른 낮은 지수의 zone까지 움직이며 연속촬영을 하면 된다. 각 부위의 촬영시 kikuchi 패턴이 연결될 수 있도록 너무 시편을 한번에 많이 기울이는 것은 바람직하지 않다.

6. 결 론

1) REM과 RHEED 관찰을 위한 시편준비 방법을 수립하고 주의해야 할 점들을 정리하여 실예를 들면서 설명하였다.

2) Pt(111)면을 이용하여 연속 RHEED 패턴 지도를 완성하였다.

감사의 글

본 연구는 1995년도 경기대학교 교내연구 지원으로 수행된 결과의 일부분으로 이에 감사를 드립니다.

참 고 문 헌

- [1] T. Hsu and J.M. Cowley, Ultramicroscopy 11 (1983) 239.
- [2] Y. Kim and T. Hsu, Surf. Sic. 258 (1991) 119.
- [3] Eds. P.K. Larsen and P.J. Dobson, Many papers in NATO ASI Series B : Physics Vol. 188, (Plenum Press, NY, 1988).
- [4] K.K. Christenson and J.A. Eades, Ultramicroscopy 26 (1988) 113.
- [5] T. Hsu, J.M. Cowley, L.M. Peng and H.J. Ou, J. Microscopy 146 (1987) 17.
- [6] L.M. Peng, Ultramicroscopy 32 (1990) 169.
- [7] D.J. Smith, Chemistry and Physics of Solid Surface VI. (Springer-Verlag, 1986) pp. 413-433.
- [8] D.W. Susnitzky, Y.K. Simpson, B.C. DeCooman and C.B. Carter, Materials Research Society Symposium Proc., Vol. 60 (Materials Res. Soc., 1985) pp. 219-226.
- [9] K. Yagi, J. Appl. Cryst. 20 (1987) 147.
- [10] Y. Uchida, G. Lehmpfuhl and J. Jager, Ultramicroscopy 15 (1984) 119.
- [11] T. Hsu, J. Electron Microscopy Tech. 5 (1987) 75.
- [12] G.S. Anderson, J. Appl. Phys. 38 (1967) 1607.
- [13] D.E. Aspnes and A.A. Studna, Surf. Sci. 96 (1980) 294.
- [14] W.H. Weinberg, J. Chem. Phys. 57 (1972) 5463.
- [15] B.K. Agrawal, Phys. Rev. B30 (1984) 4412.