

zusehen. Ohne bewußte Zinkdotierung haben wir bei keiner GaN-Probe eine Emission bei 4300 Å feststellen können.

Dasselbe gilt für die Lithiumdotierung, die sich gegenüber der gelben Emission des reinen GaN, über deren Ursache wir noch nichts sagen können, in völlig anderer Weise verhält. Da wir weder durch Anregungsspektren noch durch Remissionsmessungen die für die verschiedenen Emissionen verantwort-

lichen Terme bestimmen konnten, nehmen wir an, daß es sich jeweils nur um sehr geringe Dotierungen handelt.

Für wertvolle und anregende Diskussionen sind wir den Herren Dr. H. A. KLASSENS, Dr. G. DIEMER, Dr. W. HOOGENSTRAATEN, Dr. E. KAUER und Dr. A. RABENAU zu besonderem Dank verpflichtet. Herrn Dr. A. BRIL danken wir vielmals für die Messung der Abklingzeiten.

## Elektronenmikroskopische Untersuchung elektrolytisch erzeugter Siliciumoxydschichten

Von A. POLITYCKI und E. FUCHS

Mitteilung aus dem Werkstoff-Hauptlaboratorium der Siemens & Halske AG

(Z. Naturforschg. 14 a, 271—275 [1959]; eingegangen am 6. November 1958)

Durch anodische Oxydation auf Silicium erzeugte Deckschichten lassen sich im trockenen Chlorwasserstoffstrom bei höherer Temperatur von der Unterlage abtrennen und dadurch der elektronenmikroskopischen Untersuchung zugänglich machen. Die in Borsäure hergestellten Filme bestehen aus zwei Schichten, von denen eine stark porös ist. Sie sind den beim Aluminium bekannten Eloxalfilmen ähnlich. Der Porendurchmesser beträgt etwa 100—200 Å.

Im Parallelversuch gelang es, die nach dem chemischen Polieren des Halbleiters an der Luft entstehende Oxydbelegung zu isolieren. Sie ist mit Sicherheit dünner als 100 Å und weist keinerlei charakteristische Risse oder Poren auf.

### 1. Zur anodischen Oxydation von Silicium

Die anodische Oxydation des Siliciums wurde offenbar zum ersten Mal von GÜNTHERSCHULZE und BETZ<sup>1</sup> versucht. Die Autoren geben an, daß in Schwefelsäure nur eine unvollständige Formierung möglich war. Neuere Untersuchungen mit definiertem Silicium (einkristallines p-Silicium und n-Silicium von 2—5 Ω cm) haben SCHMIDT und MICHEL<sup>2</sup> beschrieben. In Salpetersäure und Phosphorsäure ließ sich der Halbleiter bei konstanter Stromdichte auf 80 bzw. 180 Volt formieren, während in einer Lösung von 0,4 g/l Kaliumnitrat in Methylacetamid sogar eine Spannung von 560 Volt erreicht wurde. Sie fanden, daß sich das oxydbedeckte Silicium ähnlich Aluminium oder Tantal wie ein elektrolytischer Gleichrichter verhält. Bei überschullegendem Material (n-Silicium) war der Sperreffekt größer als bei defektleitendem Material. Dieser Unterschied läßt sich dadurch erklären, daß die Elektronen beim Anlegen einer positiven Spannung an den Halbleiter abgesaugt werden. Für den Stromtransport kommen

in diesem Falle nur Defektelektronen in Betracht, die aber beim n-Silicium praktisch kaum vorhanden sind. Der Verarmungseffekt läßt sich wesentlich verringern, wenn man die Probe stark mit weißem Licht bestrahlt und dadurch ständig zusätzliche Elektronen-Lochpaare erzeugt. Dann kann der resultierende Stromfluß den Dunkelstrom um Größenordnungen überschreiten, so daß sich der elektrolytische Vorgang durch die Lichteinstrahlung steuern läßt. UHLIR<sup>3</sup> hat gezeigt, wie man auf elektrolytischem Wege mit Hilfe eines Lichtstrahles tiefe Gruben in Silicium bohren kann.

Ganz ähnlich bildet sich auf n-Silicium bei Verwendung eines passenden Elektrolyten an belichteten Stellen bevorzugt Oxyd. Soll eine gleichmäßige Bedekung der Oberfläche erzielt werden, ist es daher wichtig, die Probe gut auszuleuchten. Man kann sie z. B. rotieren lassen.

Eine zweckmäßige Anordnung, wie sie bei den im folgenden beschriebenen Versuchen benutzt wurde, zeigt Abb. 1. Die elektrolytische Zelle besteht aus einem offe-

<sup>1</sup> A. GÜNTHERSCHULZE u. H. BETZ, Elektrolytkondensatoren, Techn. Verl. H. Cram, Berlin 1952.

<sup>2</sup> P. F. SCHMIDT u. W. MICHEL, J. Electrochem. Soc. **104**, 230 [1957].

<sup>3</sup> J. UHLIR, Bell Syst. Techn. J. **35**, 333 [1956].



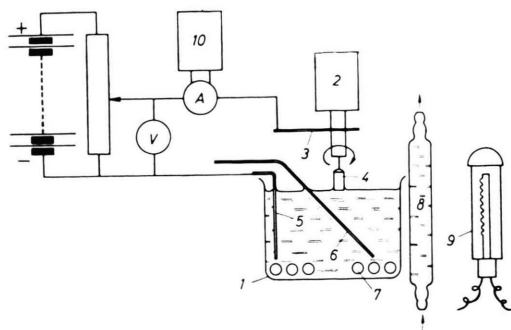


Abb. 1. Versuchsanordnung zur anodischen Oxydation von Silicium. 1 elektrolitische Zelle, 2 Motor, 3 Schleifkontakt, 4 Silicium-Probe, 5 Platin-Kathode, 6 Spiegel, 7 Kühlschlange, 8 Wasserküvette, 9 Lichtquelle, 10 Multizet-Schreiber.

nen Becherglas, das mit dem Formierelektrolyten, z. B. einer wäßrigen Borsäurelösung, gefüllt ist. Als Kathode dient ein Platinblech. Die stabförmige Silicium-Anode ist an einer Seite sperrfrei mit einem Draht verlötet, der in der Achse eines Rührmotors gehalten wird. Für hinreichende Belichtung sorgt eine dicht neben dem Bad aufgestellte 250 W-Lampe. Ihre Wärmeabstrahlung wird durch eine Wasserküvette aufgefangen. Die Temperatur des Elektrolyten läßt sich außerdem mittels eines Thermostaten genau regulieren. Die beschriebenen Versuche wurden bei Zimmertemperatur durchgeführt. Der in (oder auch unter) der Zelle befindliche Spiegel war so eingestellt, daß ein maximaler Stromfluß zustande kam. Vor jeder anodischen Oxydation wurde die freie Stirnseite der Probe in einem Gemisch aus konzentrierter Flußsäure und rauchender Salpetersäure im Verhältnis 1:1 chemisch poliert.

Verwendete man bei der anodischen Behandlung eine konstante Spannung (Formierspannung), so ließ sich mit der Expositionszeit ein Abfall des Stromes feststellen. Der Verlauf ist für eine polykristalline n-Probe vom spezifischen Widerstand  $600 \Omega \text{ cm}$  in Abb. 2 wiedergegeben. Bei allen drei Versuchen lag der Formierstrom in der gleichen Größenordnung. Unter vergleichbaren Bedingungen verlief er auch bei anderen Elektrolytlösungen sehr ähnlich. Seine ständige Abnahme, die ja eine Zunahme des Widerstandes bedeutet, ist jedoch kein unmittelbares Maß für die Dicke der Oxydschicht. Beim Formieren in der Lösung a) (Methylacetamid) beträgt die anodische Stromausbeute nach SCHMIDT und MICHEL<sup>2</sup> nur etwa 0,8%. Bei der anodischen Oxydation in wäßriger Borsäurelösung dürfte sie dagegen wesentlich höher liegen. Nach der Behandlung konnte man auf den in Borsäure und in Natronlauge oxydierten Proben sehr deutlich eine blauviolette Interferenzfarbe erkennen. Die in Methylacetamid oxydierte Probe wies dagegen keine sichtbare Veränderung auf.

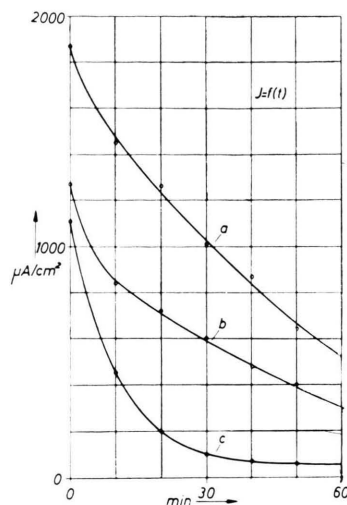


Abb. 2. Formierstrom bei konstanter Spannung. a) 0,4 g/l Kaliumnitrat in Methylacetamid, 30 V; b) 40 g/l Borsäure in Wasser, 30 V; c) 40 g/l Natronlauge in Wasser, 20 V.

Weitere Versuche zeigten, daß man im Borsäureelektrolyt bei einer Spannung von 150 Volt je nach der aufgetragenen Strommenge Oxydschichten erzeugen kann, die gelb, blau, violett oder grün schimmern. Diese Schichten lassen sich nicht ausformieren wie „Ventilschichten“, die sehr rasch ihre endgültige, der Spannung proportionale Dicke erreichen. Aus dem Wechsel der Interferenzfarbe muß vielmehr geschlossen werden, daß sie auch nach längerer Behandlung noch weiter wachsen. Legt man für den Brechungsexponenten des Oxyds den Wert  $n = 1,55$  zugrunde, so dürfte ihre Dicke etwa zwischen 1200 und 2000 Å liegen. Es schien nun interessant, die Beschaffenheit dieser Schichten elektronenmikroskopisch zu untersuchen. Dazu war es jedoch notwendig, die Filme von der Unterlage abzutrennen.

## 2. Die Isolierung der Oxydschichten

Zur Isolierung der Oxydschichten wurde auf eine Methode zurückgegriffen, die früher zur Abtrennung von Aluminiumoxydschichten angewandt worden ist<sup>4</sup>. Ähnlich wie Aluminium läßt sich auch das Silicium bei höherer Temperatur mit trockenem Chlorwasserstoff zu einem Halogenid umsetzen und dadurch verflüchtigen, während das Oxydhäutchen unangegriffen zurückbleibt. Die Reaktion verläuft nach

<sup>4</sup> W. HERRMANN, Wiss. Veröff. Siemens-Werke, Werkstoffsonderheft [1940], 188; G. D. PRESTON u. L. L. BIRCUMSHAW, Phil. Mag. 22, 654 [1936].

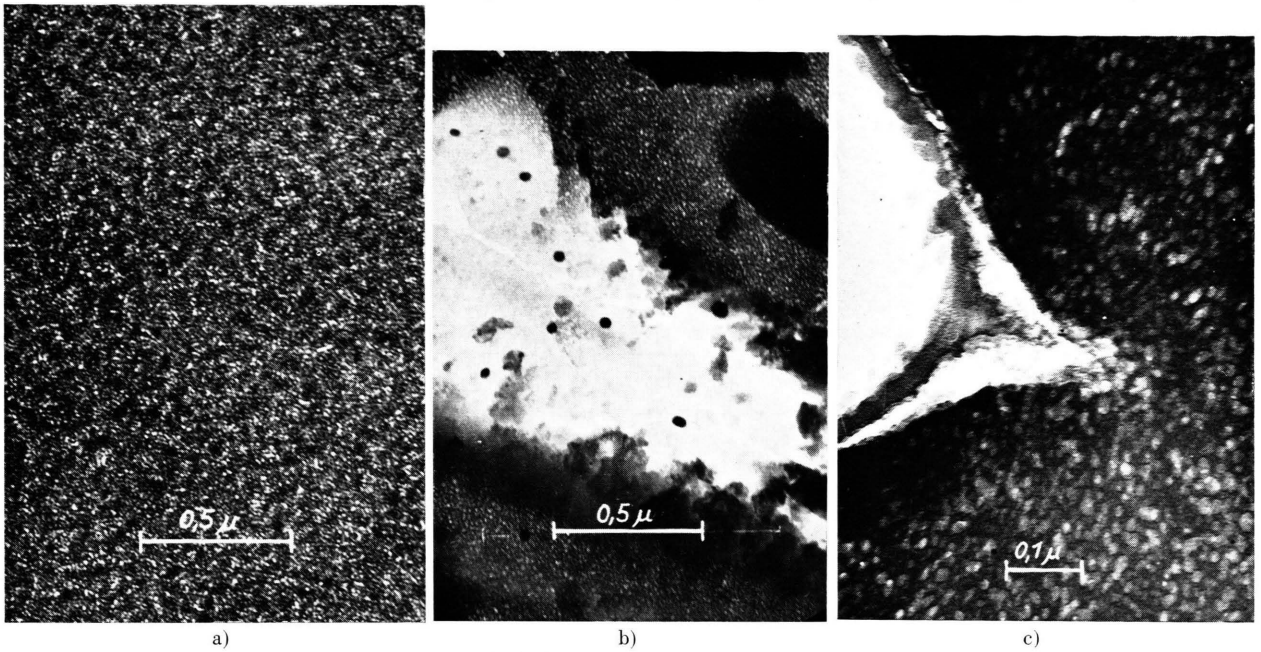


Abb. 4. Siliciumoxydschicht. Formierung 10 Min. 4% wäßrige Borsäure, 100 V.

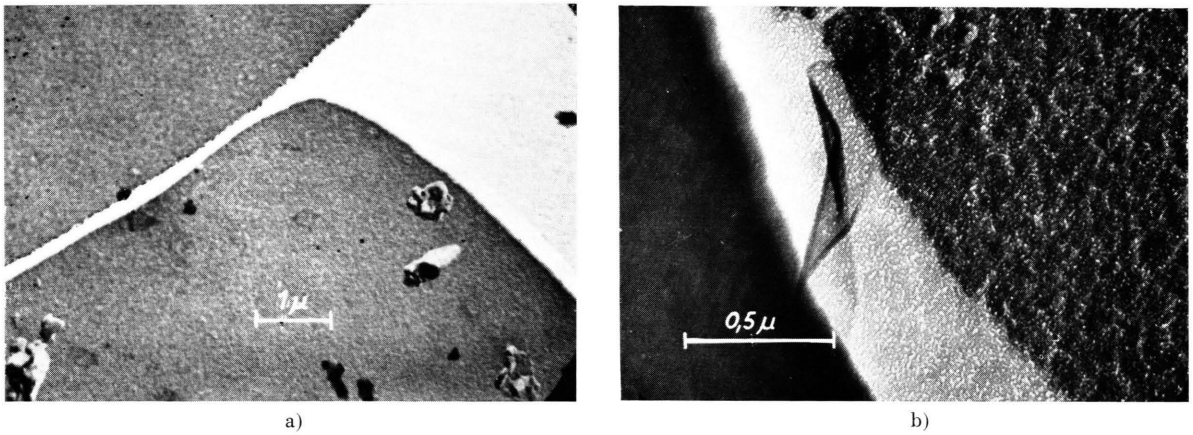


Abb. 5. Siliciumoxydschicht, mit Wolframoxyd bedampft (gleiches Präparat wie Abb. 4).

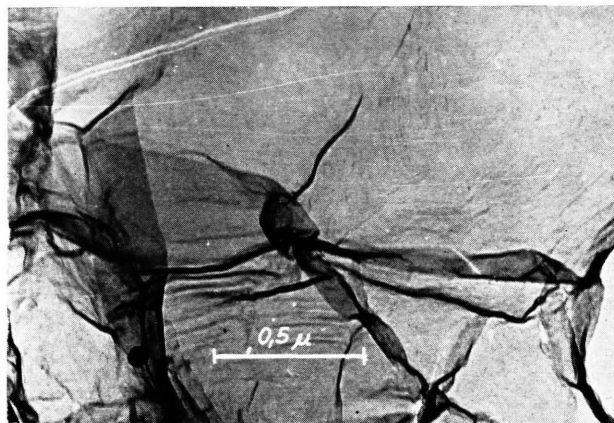
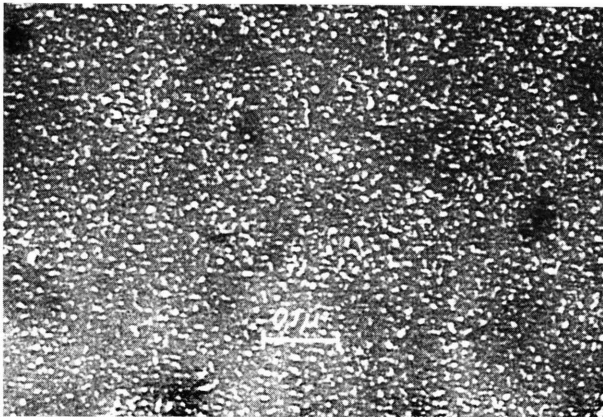
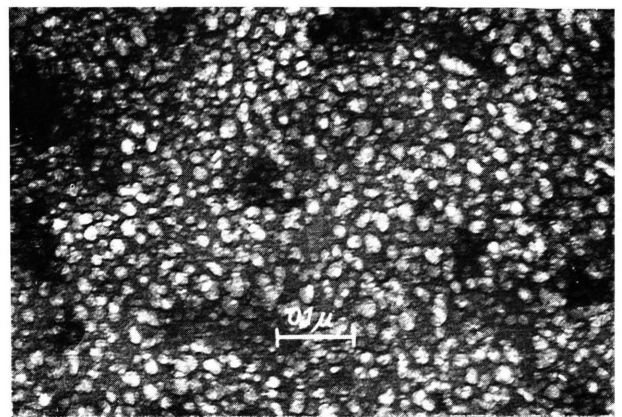


Abb. 6. Oxydschicht einer chemisch polierten Silicium-Probe.





a)



b)

Abb. 7. Variation der Spannung bei der Oxydation in Borsäurelösung: a) 30 V; b) 300 V.

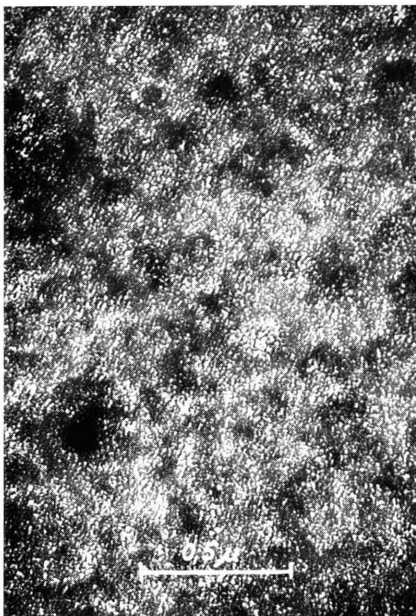


Abb. 8. 20% Schwefelsäure, 100 V.

Abb. 9 \*, 0,4 g/l Kaliumnitrat in Methylacetamid, 300 V.

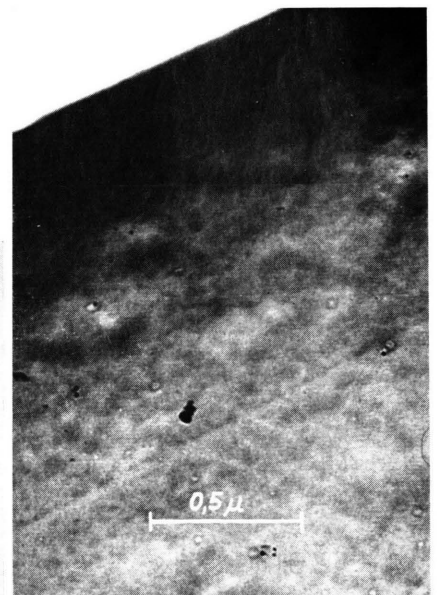


Abb. 10. 4% Natronlauge, 20 V.

\* Das in der Aufnahme sichtbare dunkle Teilchen ist eine Verunreinigung, die auf der glatten, porenfreien Haut haftet.

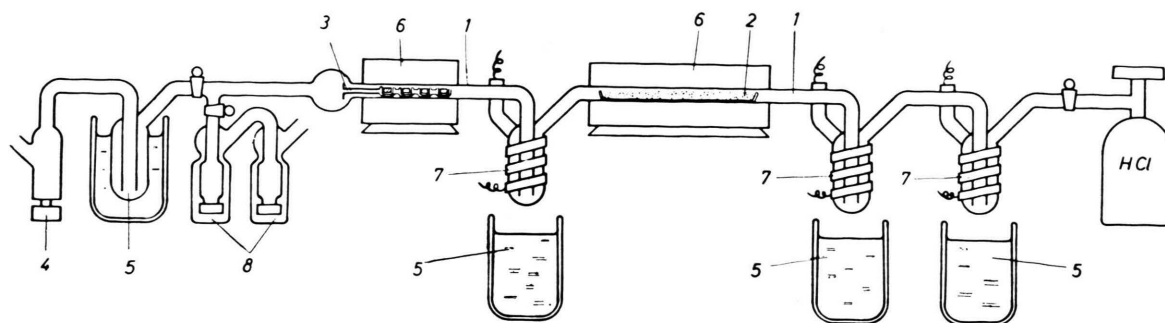
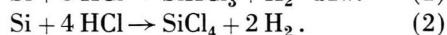
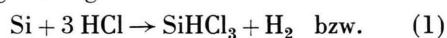


Abb. 3. Apparatur zur Isolierung von Silicium-Oxydschichten. 1 Quarzrohr, 2 Chrom-Schiff, 3 Einsatz mit Silicium-Proben, 4 Vakuumpumpe, 5 Kühlfallen, 6 Öfen, 7 Heizbänder, 8 Vorlagen.

den Bruttogleichungen



Für die Durchführung des Versuchs ist wichtig, daß Wasser- und Sauerstoffspuren ferngehalten werden, denn sonst reagiert das Silicium mit diesen Stoffen und bildet zusätzlich neues Oxyd aus. Die Anordnung wurde deshalb so gewählt, daß jede Berührung des HCl-Gases mit einer wäßrigen Phase vor Eintritt in den Reaktionsraum vermieden wurde. Außerdem wurde eine Gasreinigung zwischengeschaltet [Chrom(II)chlorid in fester Form] und das gesamte Versuchssystem vor Beginn längere Zeit im Vakuum ausgeheizt. Die Anordnung ist in Abb. 3 schematisch skizziert.

Das Versuchsgefäß bestand aus einem Quarzrohr, das im rechten Teil ein langes Quarzschiff mit Chrompulver enthielt. Dieses Chrom wurde zu Chrom(II)chlorid umgesetzt, das dann zur Gasreinigung diente. Im linken Teil befand sich ein Einsatz, der mehrere Näpfchen mit den zu untersuchenden Proben aufnahm. Die Apparatur wurde jeweils nach der Beschickung zusammengeschnitten und auf Vakuum geprüft. Vor dem HCl-Eintritt wurde dann 4 Stunden evakuiert und gleichzeitig ausgeheizt. Dabei war der Ofen mit den Silicium-Proben auf 200 °C und der Ofen mit dem Chrompulver auf 500 °C eingestellt. Nach Abnahme der Heizbänder, die die Zwischenstücke erhitzt hatten, wurden beide Kühlfallen mit einer Auflösung von fester Kohlensäure in Aceton beschickt. Darauf wurde der Vakuumhahn geschlossen, die Apparatur mit HCl-Gas gefüllt und der rechte Ofen auf eine Temperatur von 1150 bis 1200 °C gebracht. Das metallische Chrom setzte sich im Laufe von 2 Stunden zu Chrom(II)chlorid um. Die Reaktion des Siliciums wurde dann bei 500 °C oder 600 °C eingeleitet und das gasförmige Silicium-Halogenid in einer Schwefelsäurevorlage hydrolysiert. Die in den Näpfchen zurückgebliebenen durchsichtigen Oxydhäutchen zeigten noch Interferenzfarben. Sie wurden auf elektronenmikroskopische Blenden präpariert.

### 3. Die Ergebnisse der Oxydschichtuntersuchung

Im Elektronenbeugungsbild zeigte sich bei allen untersuchten Filmen das aus diffusen Ringen bestehende Diagramm von amorphem Siliciumdioxid. Die Häutchen waren recht gleichmäßig beschaffen und wiesen ein charakteristisches Merkmal auf: sie waren mit unzähligen hellen Flecken übersät (Abb. 4\*). Diese Stellen wurden nach einer Schrägbedampfung mit Wolframoxyd deutlich kleiner (Abb. 5). Es dürfte sich also um Poren handeln.

Bei hoher Vergrößerung erkennt man, daß diese Poren nicht kreisrund, sondern meist oval geformt sind. Sie scheinen nicht immer gleich tief in die Schicht hineinzuragen, denn sie weisen unterschiedliche Helligkeit auf. An keiner Stelle gehen sie jedoch durch den Film hindurch. Vielmehr beobachtet man an Rissen, daß hier mindestens zwei Schichten vorliegen, von denen eine offenbar porenfrei ist. Es entstand der Verdacht, daß dieser zweite Film bereits während des chemischen Polierens oder danach durch die Luftberührung gebildet wurde. Vergleichsversuche mit Silicium-Proben, die nur chemisch poliert und danach nicht weiter elektrolytisch behandelt wurden, brachten die Gewißheit, daß diese Oxydschicht keine Poren aufweist (Abb. 6). Aus der elektronenmikroskopischen Durchstrahlbarkeit ließ sich abschätzen, daß ihre Dicke sicher unter 100 Å liegt. Eine genaue Dickenbestimmung der „Luftoxydschicht“ des Siliciums hat ARCHER<sup>5</sup> mit Hilfe der DRUDESCHEN Polarisationsmethode vorgenommen. Danach ist sie in ein bis zwei Tagen auf etwa 25 Å angewachsen. Die anodisch erzeugte Schicht ist demgegenüber wesentlich dicker: Aus der Schattenlänge eines schräg be-

\* Abb. 4 bis 10 auf Tafel S. 272 a, b.

<sup>5</sup> R. J. ARCHER, J. Electrochem. Soc. **104**, 619 [1957].

dampften Präparats (s. Abb. 5) ließ sich eine Schichtdicke zwischen 1100 Å und 1600 Å ermitteln. Diese Werte entsprechen etwa der aus der Interferenzfarbe abgeschätzten Schichtdicke.

Schließlich wurde untersucht, wie sich das Aussehen der Schichten ändert, wenn die Formierspannungen variiert oder wenn andere Formierelektrolyte angewendet werden. Das Ergebnis ist in den folgenden Bildern wiedergegeben. Abb. 7 zeigt Aufnahmen einer Versuchsreihe, bei der wiederum 4-proz. wäßrige Borsäurelösung zur anodischen Oxydation benutzt wurde. Für jede Probe wurde jedoch eine andere Formierspannung verwendet und die Dauer der Behandlung so bemessen, daß die Schichten nachher eine blaue Interferenzfarbe aufwiesen. Die elektronenmikroskopischen Aufnahmen zeigen, daß sich mit steigender Formierspannung größere Poren ausbilden. Eine statistische Auswertung ergab, daß der mittlere Porendurchmesser von etwa 70 Å bei einer 30 V-Schicht auf ca. 200 Å bei einer 300 V-Schicht angestiegen ist. Eine andere 300 V-Probe, bei der während des Formierens ein größerer Strom geflossen war, wies sogar Poren von etwa 500 Å Durchmesser auf.

Ganz ähnlich wie die in Borsäurelösung erzeugten Filme sieht auch eine in 20-proz. Schwefelsäure bei 100 V formierte Siliciumoxydschicht aus (Abb. 8). Der Porendurchmesser liegt in der gleichen Größe wie derjenige von Aluminiumoxydschichten, die in Schwefelsäure erzeugt wurden<sup>6</sup>. Schließlich wurde auch eine Auflösung von 0,4 g/l Kaliumnitrat in Methylacetamid zum Formieren verwendet, wie SCHMIDT und MICHEL<sup>2</sup> beschrieben haben. Das elektronenmikroskopische Bild einer bei 300 V entstandenen Schicht bestätigte, daß sich in diesem Elektrolyten dichte, porenfreie Überzüge formieren lassen (Abb. 9). Wurde das Methylacetamid durch Wasser ersetzt, trat die bekannte Porigkeit wieder auf.

Abschließend wurden noch Oxydschichten untersucht, die durch anodische Oxydation des Siliciums in 4-proz. Natronlauge bei 20 V entstanden waren. Wie in Abb. 10 ersichtlich ist, sind diese Filme ebenfalls frei von Poren. Es besteht also offenbar die Möglichkeit, auch in wäßrigem Medium dichte und gleichmäßig ausgebildete Schichten zu erzeugen.

#### 4. Diskussion

Bei der Beurteilung der Ergebnisse wird man zunächst fragen, inwieweit sich die elektrolytisch ge-

wachsenen Filme während des Ablösens bei 500 °C verändert haben können. Auf jeden Fall werden alle flüchtigen Bestandteile, welche in die Oxydschicht mit eingebaut oder äußerlich adsorbiert waren (wie z. B. Wasser) nach der Isolierung nicht mehr vorhanden sein. Man könnte deshalb vermuten, daß die beobachteten Poren erst nachträglich durch Herauspumpen von Elektrolytbestandteilen aus der Schicht entstanden sind. Dies dürfte indessen wenig wahrscheinlich sein, da es ja Bedingungen gibt, unter denen völlig porenfreie Filme erhalten werden. Zum anderen scheint es offensichtlich, daß eine Analogie zu den beim Aluminium bekannten Eloxalfilmen besteht, die bei Zimmertemperatur abgelöst werden und eine ähnliche Porosität zeigen. Für die Porenbildung bei der anodischen Oxydation des Siliciums wäre dann ein ähnlicher Mechanismus zu diskutieren wie beim Aluminium. FISCHER und KURZ<sup>7</sup> haben das Entstehen der Poren auf elektrische Durchschläge zurückgeführt, die beim Überschreiten einer kritischen Feldstärke in der Schicht einsetzen. Das Oxydwachstum wird danach vom Porengrunde ausgehend fortgesetzt. Diese Vorstellung konnte WILSDORF<sup>6</sup> stützen, als es ihm gelang, an der Metallseite der isolierten Oxydhaut paraboloidartige Verdickungen sichtbar zu machen, die die Poren umgeben. Weiter beobachtete er, daß die Poren während der ersten Minute des Formierens in Schwefelsäure eine deutliche Vergrößerung erfahren. Diese Erscheinung hat der Autor darauf zurückgeführt, daß der Elektrolyt die Poren aufweitet, so daß es zur Vereinigung mehrerer Kanäle kommt. Ein solcher Mechanismus erklärt zugleich die unregelmäßigen Querschnitte der Poren.

Die vorliegenden Untersuchungen werfen nun die Frage auf, ob sich die Porenbildung bei der anodischen Oxydation des Siliciums mit dem obigen Mechanismus deuten läßt. Da das äußere Erscheinungsbild sehr ähnlich ist, sollte man es vermuten, obgleich die Verhältnisse etwas anders liegen. Betrachtet man die stark vergrößerte Aufnahme in Abb. 4 näher, so kann man sich vorstellen, daß es hier zur Vereinigung mehrerer Porenkanäle gekommen ist. Es erhebt sich jedoch eine Schwierigkeit: ein chemischer Angriff von wäßriger Borsäure oder Kaliumnitratlösung auf Siliciumoxyd dürfte so gut wie ausgeschlossen sein. Eine Löslichkeit der Deckschicht kann daher nicht die Ursache der Porenbildung sein.

<sup>6</sup> H. WILSDORF, Z. angew. Phys. **2**, 17 [1950].

<sup>7</sup> H. FISCHER u. F. KURZ, Korrr. u. Metallsch. **18**, 42 [1942].

Auf der anderen Seite besagt der Befund jedoch, daß die Durchschlagsfestigkeit der Oxydschicht von den Elektrolytbestandteilen oder einem entstehenden Anodenprodukt spezifisch beeinflußt wird. Es könnte z. B. möglich sein, daß Wasserstoffionen die Durchschlagsfestigkeit herabsetzen, auch wenn sie kein Lösungsvermögen für die Deckschicht mit sich bringen.

Porenfreie Oxydschichten entstehen wahrscheinlich

bereits durch die Berührung der reinen Siliciumoberfläche mit dem Luftsauerstoff. Durch die anodische Oxydation lassen sich porenfreie Oxydfilme nach den vorliegenden Ergebnissen entweder in wasserfreien Elektrolyten oder in Laugen herstellen.

Die Verfasser danken Herrn Prof. Dr. H. FISCHER und Herrn Dr. PFISTERER für die wohlwollende Unterstützung der Arbeit.

## Zum Wachstum dünner Alkalihalogenidschichten bei Bekeimung

(Nach elektronenmikroskopischen Beobachtungen)

Von WALTER WILKENS

Aus dem Institut für Angewandte Physik der Universität Hamburg  
(Z. Naturforschg. **14 a**, 275—281 [1959]; eingegangen am 14. Januar 1959)

Elektronenmikroskopische Aufnahmen zeigen, daß Alkalihalogenide, in etwa  $10^3$  Å dicken Schichten auf frische Alkalihalogenidspaltflächen aufgedampft, im allgemeinen Schichten mit relativ glatten Oberflächen bilden. (Nur die untersuchten Aufdampffluoride LiF und NaF zeigen ein abweichendes Verhalten und bilden Schichten mit grobkristallinen Oberflächen.)

Werden die Spaltflächen dagegen bekeimt — was mit  $WO_3$ , verschiedenen Metallen und LiF durchgeführt wurde —, so kommt es zu einem Wachstum der nachgedampften Alkalihalogenidschichten in einzelnen Kristalliten.

Versuche mit KCl-Spaltflächen als Schichtunterlagen, KCl als Schichtsubstanz und LiF als Keimsubstanz zeigen, daß die Zahl der infolge Bekeimung gebildeten Kristallite mit der Aufdampfgeschwindigkeit der Keimsubstanz ansteigt.

Die vorliegende Arbeit schließt an Untersuchungen an, die in unserem Institut von SÖNKSEN<sup>1</sup> durchgeführt wurden und sich auf das Wachstum dünner KCl-Schichten auf KCl-Spaltflächen beziehen. In diesen Untersuchungen konnte gezeigt werden, daß eine Vorbedampfung oder „Bekeimung“ der als Schichtunterlagen dienenden Alkalihalogenidspaltflächen durch geringe und mit gewöhnlichen Mitteln nicht mehr feststellbare Mengen von Wolframoxyd zu einem Wachstum der nachgedampften Schichtsubstanz in einzelnen Kristalliten führt. Dieses Verhalten weist darauf hin, daß die in geringen Mengen auf die KCl-Spaltfläche gedampfte Fremdschichtsubstanz  $WO_3$ -Kondensationskeime bildet, an denen eine bevorzugte Anlagerung der nachgedampften Schichtsubstanz stattfindet.

In der vorliegenden Arbeit wird geprüft, ob eine Vorbedampfung mit anderen Fremdschichtsubstanzen ebenfalls zu einer Keimbildung führt und ob dieses auch für andere Schicht-Unterlage-Kombinationen der Alkalihalogenide zutrifft. An einem für die Versuchsdurchführung günstigen Fall wird dann die Frage nach der Abhängigkeit der Keimbildung von der Menge der aufgedampften Keimsubstanz und deren Aufdampfgeschwindigkeit näher untersucht.

### 1. Herstellung und Untersuchung der Aufdampfschichten

#### a) Zur Bedampfung und Bekeimung der Schichtunterlagen

Die Alkalihalogenidschichten — im allgemeinen  $10^3$  Å dick — werden im Vakuum senkrecht auf frische Alkalihalogenidspaltflächen bei Zimmertemperatur aufgedampft. Der Restgasdruck im Rezipienten liegt dabei zwischen  $5 \cdot 10^{-6}$  Torr und  $1 \cdot 10^{-5}$  Torr, so daß die mittlere freie Weglänge  $\lambda$  der Dampfmoleküle groß gegen den Abstand  $a$  zwischen Verdampfungsquelle (W-Draht; 0,2 mm) und Schichtunterlage ist ( $a = 10$  cm,  $\lambda > 4$  m). Die Aufdampfgeschwindigkeit liegt bei  $10$  Å pro sec.

Die sofort nach dem Spalten in die Vakuumapparatur gebrachten Einkristallunterlagen werden stets mit feinmaschigen Kupfernetzen — Maschenweite  $85 \mu$  — abgedeckt. Diese Netze bleiben während der Vorbedampfung oder „Bekeimung“ mit einer Fremdschichtsubstanz auf den Spaltflächen liegen; danach werden sie durch Schwenken der Kristallhalterung, die an einer Drehdurchführung befestigt ist, abgeworfen. Auf die so teils bekeimte, teils unbekeimte Spaltfläche wird die eigentliche Schichtsubstanz aufgedampft. Dadurch wird bei der späteren elektronenmikroskopischen Untersuchung eine Beobachtung der aufgedampften Schicht über un-

<sup>1</sup> D. SÖNKSEN, Z. Naturforschg. **11 a**, 646 [1956].