

und damit den direkten Beweis für das Vorhandensein zweier verschiedener Atomanordnungen in den Metallschmelzen (vgl. III b, c, f: Sb, Sn sowie Au und Ag). Weiter zeigt es, daß die Schichtpakete in den Schmelzen z. Tl. so klein sind, daß sie nach der DEBYE-schen Gasinterferenztheorie¹ streuen (vgl. Abb. 1, 10 und 8, 9 sowie Abb. 7). Ferner erlaubt diese Methode, über die Bevorzugung gewisser Atomabstände und über die Größe der Lagestreuungen der Atome eine gewisse Aussage zu machen (vgl. III c, e, f: Sn; In und Hg sowie Au und Ag). Ein weiterer Vorteil gegenüber der FOURIER-Analyse besteht darin, daß man in einigen Fällen dicht beeinanderliegende

Atomabstände trennen kann und dadurch neue Abstandswerte erhält (vgl. III, insbesondere III c, f: Sn sowie Au und Ag). Schließlich kann man nach dieser Methode die Temperaturabhängigkeit der Schmelzstrukturen unmittelbar feststellen und verfolgen. Das graphische Verfahren ist äußerst einfach und wegen der asymptotischen Annäherung an den jeweiligen r_1 - bzw. r_1' -Wert sehr genau, andererseits verlangt es aber exakt vermessene Intensitätskurven, besonders bei großen Winkelwerten.

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft sei für vielseitige Unterstützung dieser Untersuchungen bestens gedankt.

Zur Orientierung von Metallaufdampfschichten auf Kupfereinkristallen (nach Beobachtung mit Elektroneninterferenzen)

Von O. HAASE

Aus dem Institut für Angewandte Physik der Universität Hamburg
(Z. Naturforschg. 16 a, 202—206 [1961]; eingegangen am 15. September 1960)

In Fortsetzung einer früheren Arbeit an Kupfer-(111)-Einkristallflächen wird die Struktur von Aufdampfschichten von Metallen auf der (110)- und der (100)-Fläche eines Kupferkristalls untersucht. Es zeigte sich, daß die Bedingungen für eine Orientierung der Aufdampfschicht zur Kupferunterlage auf den einzelnen Kupferflächen verschieden sind. Während auf der Kupfer-(111)-Fläche eine orientierte Verwachsung der Aufdampfschichten von Cu, Pd, Ni, Au, Ag, Fe und Zn bereits eintrat, wenn sich die Kupferunterlage auf Raumtemperatur befand, war dies auf der (110)-Fläche nur bei Kupferschichten der Fall. Auf der (100)-Fläche wurden bei Raumtemperatur keine orientierten Schichten gefunden; bei höherer Temperatur (400 °C) waren Nickel, Palladium und Eisen (als γ -Eisen) kantenparallel orientiert, während Gold und Silber nicht bzw. nur unvollkommen orientiert waren.

Die Methode der Elektroneninterferenzen in Reflexion liefert Aussagen über die Gitterstruktur einer Oberflächenschicht und über die Orientierung der Kristalle relativ zu denen der Unterlage. Sie ist daher ein ideales Verfahren, um die Gesetzmäßigkeiten der Verwachsung von Oberflächenschichten mit der Kristallunterlage zu untersuchen. Die Empfindlichkeit der Methode ist so hoch, daß Oberflächenschichten von wenigen Atomlagen Dicke nachgewiesen werden können.

Voraussetzung für solche Untersuchungen ist eine ebene, unzerstörte und reine Oberfläche. Bei Verwendung von Nichtmetallflächen, wie Spaltflächen von Alkalihalogeniden, Glimmer u. a., sind diese Bedingungen einigermaßen erfüllt. Schwieriger ist es, Metallkristallflächen mit den genannten Eigen-

schaften herzustellen. Einen Weg hierzu bietet die elektrolytische Politur von Einkristallen (sie ergibt nahezu ebene und unzerstörte Oberflächen) mit anschließender Kathodenzerstäubung (Reinigung der Oberflächen)¹.

Das Ziel der vorliegenden Arbeit ist es, die Struktur der aufgedampften dünnen Schichten auf Kupferunterlagen zu untersuchen. In einer früheren Arbeit wurden (111)-Kupferflächen und Aufdampfschichten auf diesen Flächen untersucht². Es ergab sich, daß sich auf elektrolytisch polierten und durch Kathodenzerstäubung gereinigten Kupferflächen die Metalle Kupfer, Silber, Gold, Palladium, Eisen, Zink und Nickel bei Raumtemperatur orientiert niederschlagen. Im Gegensatz dazu waren die Niederschläge auf unzerstäubten Kupferflächen nur unvollständig (z. B. bei Kupferschichten) oder überhaupt nicht orientiert (Zinkschichten). Im folgenden wird über die Struktur von Aufdampfschichten auf der Kupfer-(110)- und der (100)-Fläche berichtet.

¹ A. LADAGE, Z. Phys. 144, 354 [1956]; s. a. H. RAETHER, Hdb. d. Phys., Art. Elektroneninterferenzen Bd. 32, Springer-Verlag, Berlin 1957, S. 499.

² O. HAASE, Z. Naturforschg. 11 a, 862 [1956].



I. Apparatur

Als Interferenzapparatur wurde eine bereits früher beschriebene verwendet¹. Für die Versuche wurde die Objektkammer der Apparatur wie folgt hergerichtet. Abb. 1 zeigt einen Schnitt durch die Objektkammer senkrecht zum Elektronenstrahl E. Der Kristall K liegt

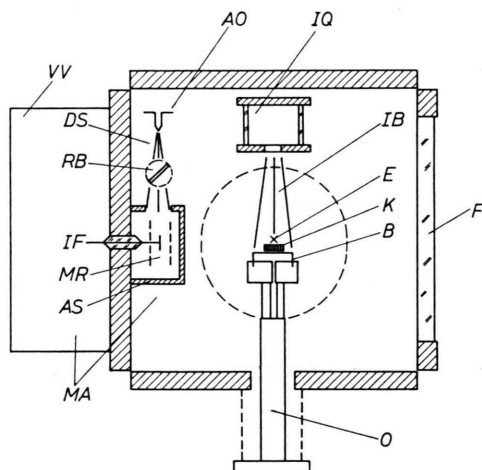


Abb. 1. Anordnung der Hilfsvorrichtungen am Objektraum der Elektronenbeugungsapparatur. — Schnitt durch den Objektraum senkrecht zum Elektronenstrahl. E Elektronenstrahl, K Kristall, B Heizblech, O Objekthalter, F seitliches Beobachtungsfenster, IQ Ionenquelle der Kathodenzerstäubungsvorrichtung, IB Ionenbündel, AO Aufdampfofen, MA Meßanlage für die Aufdampfgeschwindigkeit, DS Dampfstrahl, RB rotierende Blende, MR Meßröhre, IF Ionenfänger, AS Abschirmung, VV Vorverstärker. Ionenquelle IQ und Aufdampfofen AO sitzen auf einem gemeinsamen Drehgestell (nicht eingezeichnet) und können wahlweise über den Kristall geschwenkt werden.

mit der Fläche nach oben auf einem Tantalband B, das durch Stromdurchgang erhitzt wird. Es ist in einen Objekthalter O mit wassergekühlten Klemmbacken eingespannt. Die Kristalloberfläche kann durch Kathodenzerstäubung gereinigt werden. Die Ionen (Argon) treten aus der Ionenquelle IQ aus und treffen von oben senkrecht auf den Kristall³. Die Intensität des Aufdampfens AO wird in einer seitlich angebrachten Molekularstrahlmeßanordnung gemessen⁴. Abkürzungen siehe Bildunterschrift. Aufdampfofen AO und Ionenquelle IQ können wahlweise über den Kristall geschwenkt werden.

Als Aufdampfsubstanzen wurden Silber, Gold, Kupfer, Nickel, Palladium und Eisen verwendet. Gold und Kupfer wurden aus Tantalschiffchen verdampft, Silber von Wolframnadeln und Eisen von einem eisenbewickelten Wolframdraht. Da das Eisen mit dem Wolframdraht legiert, wurden Kontrollversuche mit einem Heizdraht gemacht, der mit einem Aluminiumoxydmantel umgeben war (unbehandelte Kathode einer kommerziel-

len Rundfunkröhre). Dieses Heizelement wurde in eine etwa 100 μ starke hohlzylinderförmige Eisenfolie geschoben, die dadurch an der Außenoberfläche ohne Legierungsbildung verdampfte. Die Resultate waren die gleichen. Mit diesem Verfahren wurden auch Palladium und Nickel verdampft.

II. Die Untersuchung der Kupferflächen und der Aufdampfschichten

A. Die (110) -Kupferunterlage

Das Interferenzbild der elektrolytisch polierten und kathodenzerstäubten Kupferunterlage zeigt Abb. 2*. Die durch die Kathodenzerstäubung entstandene größere Reinheit der Fläche wurde an ihrem Verhalten gegenüber Luftsauerstoff geprüft. Im Gegensatz zur nur elektrolytisch polierten Fläche oxydiert sie in Übereinstimmung mit früheren Versuchen nach kurzer Berührung mit Luft⁵. Der Oxydfilm ist im Interferenzbild nachweisbar. Das sich bildende Kupferoxydul, das aus kleinen Kriställchen mit nur wenigen Gitterkonstanten Kantenlänge besteht, ist zur Kupferunterlage kantenparallel orientiert.

Ferner wurde das Verhalten der kathodenzerstäubten Kupferfläche bei Erwärmung im Vakuum untersucht. Die Schwänzung der Reflexe, die nach der Kathodenzerstäubung etwas abgenommen hatte, nimmt bereits bei Erwärmung auf 100 bis 200 °C wieder zu. Es wird vermutet, daß die Kupferoberfläche wieder ausheilt und ebener wird.

a) Kupferschichten

Wird das Kupfer auf eine nur elektrolytisch polierte Kupferfläche aufgedampft, so beobachtet man im Interferenzbild lediglich eine Zunahme des Untergrundes, in welchem die Kupferreflexe der Unterlage schließlich völlig verschwinden. Bei weiterem Aufdampfen ergeben sich diffuse Kupferringe.

Im Gegensatz dazu gibt die Kupferschicht auf der kathodenzerstäubten Kupferunterlage ein Einkristallinterferenzbild und keine Zunahme des Untergrundes. Bei weiterer Bedampfung verliert sich die Orientierung allmählich. Zwillingsreflexe nach (111) treten auf und schließlich auch Ringe.

b) Silberschichten

Wurde auf die kathodenzerstäubte Oberfläche bei Raumtemperatur Silber aufgedampft, so nahm der

³ O. HAASE, Z. Phys. **143**, 141 [1955].

⁴ O. HAASE, Z. Naturforsch. **12 a**, 941 [1957].

⁵ H. WESEMEYER u. H. RAETHER, Naturwiss. **39**, 398 [1952].

* Abb. 2 und 3 auf Tafel S. 204 a.

Untergrund stark zu, ohne daß zusätzliche Reflexe oder Ringe des Silbers sichtbar wurden. Wurde die aufgedampfte Schicht anschließend auf etwa 300 °C erwärmt, so traten (infolge Rekristallisation) die Silberreflexe mit steigender Erwärmung allmählich hervor.

Im [110]-Azimut sind die Silberreflexe bogenartig ausgezogen (Abb. 3), im [100]-Azimut sind sie scharf. Die Silberschicht ist also kantenparallel orientiert, aber um die [110]-Achse, die in der Berührungsebene liegt, verwickelt.

c) Eisenschichten

Wird eine durch Kathodenzerstäubung gereinigte Kupfer-(110)-Fläche bei Raumtemperatur mit Eisen bedampft, so verursachen die ersten Atomlagen der Aufdampfschicht eine starke Zunahme der Untergrundintensität des Interferenzbildes und einen Rückgang der Intensität der Kupferreflexe. Es sind keine Anzeichen einer Kristallstruktur sichtbar.

Dampft man jedoch das Eisen bei einer Unterlagentemperatur von 300 bis 400 °C auf, so tritt, wie auf den anderen Kupferoberflächen, die Gamma-Modifikation des Eisens auf statt der bei dieser Temperatur beständigen Alpha-Modifikation⁶. Geht man bei 200 °C durch weiteres Bedampfen zu dickeren Eisenschichten über, so verliert sich die Orientierung der Eisenkristallite. Die gemessenen Abstände der Reflexe ergaben, daß diese dickere Schicht mit Alpha-Eisen-Kristallen bedeckt ist.

B. Die (100)-Kupferunterlage

a) Nickelschichten

Wurde Nickel bei 400 °C Unterlagentemperatur aufgedampft, so war der erhaltene Niederschlag in dünner Schicht kantenparallel orientiert. Es traten zusätzliche Linien zwischen den Reflexen auf, die denen auf der elektrolytisch polierten Fläche glichen.

Außer dem Auftreten der Linien waren keine Veränderungen an den Reflexen des Kupfers zu erkennen, insbesondere traten zu den Kupferreflexen keine selbständigen Reflexe des Nickels. Da die Gitterkonstantendifferenz zwischen dem normalen Nickelgitter ($a = 3,52 \text{ \AA}$) und dem Kupfergitter ($a = 3,61 \text{ \AA}$) mit 2,5% an der Grenze der Meßgenauigkeit liegt, kann eine Abweichung der Gitterkonstanten des Nickels vom normalen Wert nicht mit Sicherheit festgestellt werden.

Bei weiterer Bedampfung mit Nickel traten die normalen Nickelringe hinzu, die für eine genaue Gitterkonstantenmessung allerdings zu unscharf waren. Die weiter außen liegende Nickelschicht ist also nicht orientiert.

b) Palladiumschichten

Ein ganz ähnliches Verhalten wie die Nickelschichten zeigten Palladiumschichten. Bei 200 °C Unterlagentemperatur ist das Palladium auf der Kupferoberfläche noch nicht orientiert. Bei einer Unterlagentemperatur von 400 °C bildet sich in dünner Schicht wie im Fall des Nickels das Interferenzbild mit zusätzlichen Linien aus. Auch hier treten keine von den Kupferreflexen getrennte Palladiumreflexe auf.

Die Gitterkonstante des Palladiums liegt mit $a = 3,88 \text{ \AA}$ um 7,5 Prozent über der des Kupfers ($a = 3,61 \text{ \AA}$). Die Messung der Gitterkonstanten der Palladiumschicht ergab, daß die Gitterkonstante näher am Kupfer als am normalen Palladium lag.

c) Eisenschichten

Wurde Eisen auf eine kathodenzerstäubte Fläche bei Raumtemperatur aufgedampft, so ergab sich in dünner Schicht lediglich eine Zunahme des Untergrundes.

Wurde auf die auf 400 °C erwärmte Kupferoberfläche aufgedampft, so wurden außer den vorhandenen Kupferreflexen keine Reflexe des Alpha-Eisens bemerkt. Wie im vorher besprochenen Fall des Nickels und des Palladiums traten lediglich die zusätzlichen Linien auf. Die Reflexe des Eisens und der Kupferunterlage waren nicht getrennt. Die Dicke der aufgedampften Schicht betrug im Mittel 10 Å.

Der Nachweis, daß der gebildete Niederschlag aus Eisenatomen besteht, wurde durch Oxydation der vermuteten Gamma-Eisenschicht geführt, worüber bereits berichtet wurde⁶.

Bei Vergrößerung der Schichtdicke über diese Werte hinaus traten im Interferenzbild Ringe des Alpha-Eisens auf. Im Gegensatz zu den orientierten Eisenkristallen, die im Gitter der Gamma-Modifikation kristallisieren, besitzen die nicht orientierten Kristallite den Gittertyp des Alpha-Eisens.

Im Fall der Eisenaufdampfschicht wurde ferner die Unterlage variiert. Einmal wurde eine Palladiumzwichenschicht als Unterlage benutzt und zweitens eine Goldzwichenschicht.

a) Eisenschicht auf einer Palladiumzwichenschicht. Es wurde auf die Kupfer-(100)-Fläche bei 400 °C zu-

⁶ O. HAASE, Z. Naturforschg. 14 a, 920 [1959].

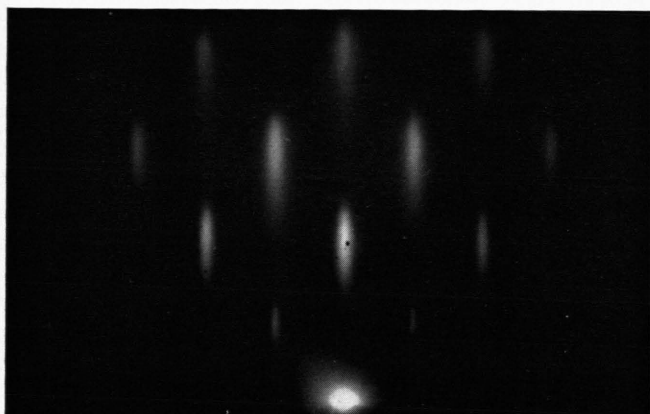


Abb. 2. Unbedampfte Kupfer-(110)-Unterlage nach Kathodenzerstäubung; im [110]-Azimut.

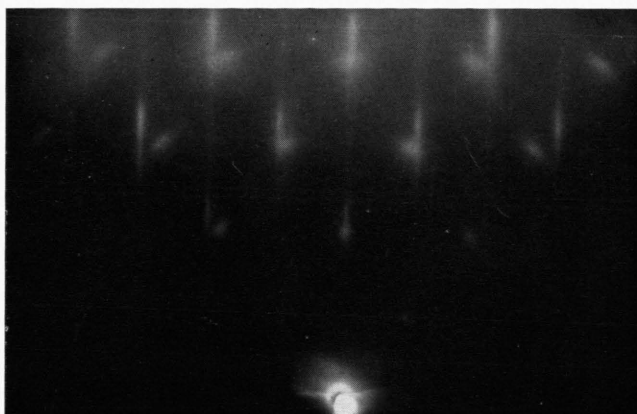


Abb. 3. Bei Raumtemperatur aufgedampfte Silberschicht nach Erwärmung auf 300 °C. Neben den (geschwänzten) Kupferreflexen sind die bogenförmig ausgezogenen Silberreflexe sichtbar. Das Silbergitter ist kantenparallel orientiert, aber um die [110]-Richtung verwickelt.

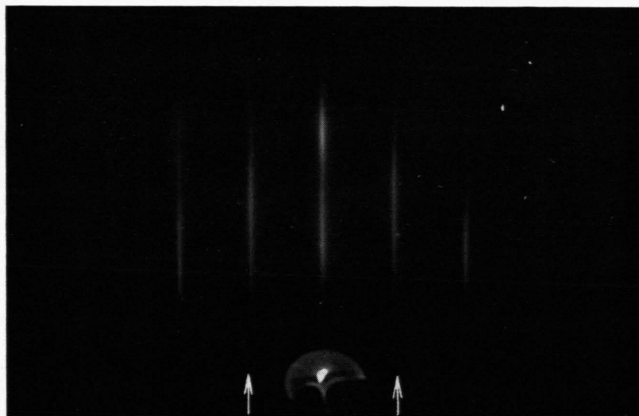


Abb. 1. In Orthophosphorsäure elektrolytisch polierte Kupfer-(100)-Fläche im 100-Azimut. Das Interferenzbild enthält senkrecht nach oben laufende zusätzliche Linien, die nicht zum Interferenzbild des Kupfers gehören, sondern von einer dünnen Oberflächenschicht herrühren (↑). Das Interferenzbild wurde nach Erwärmung auf etwa 200 °C aufgenommen, weil dadurch die Linien intensiver werden, vermutlich weil die Ordnung der Atome zunimmt.

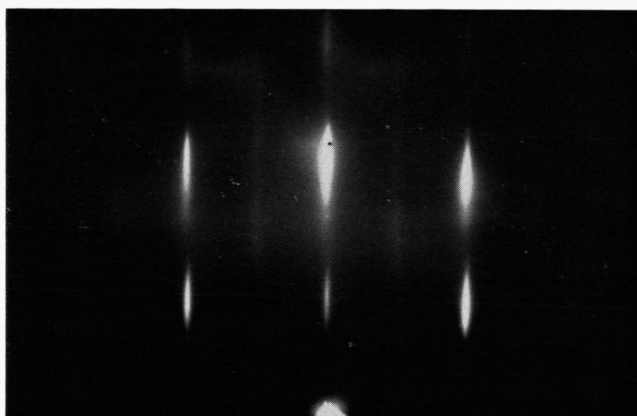


Abb. 2. Fläche aus Abb. 1 nach Abtragung von weniger als einer Atomlage und Erwärmung auf 100 °C, um die verbliebenen Fremdatome sich ordnen zu lassen. Man beachte die Zunahme der Intensität der Kupferreflexe gegenüber Abb. 1. Nach nochmaliger gleichlanger Zerstäubung verschwinden die Linien vollends. Die Fremdschicht ist also etwa monoatomar.

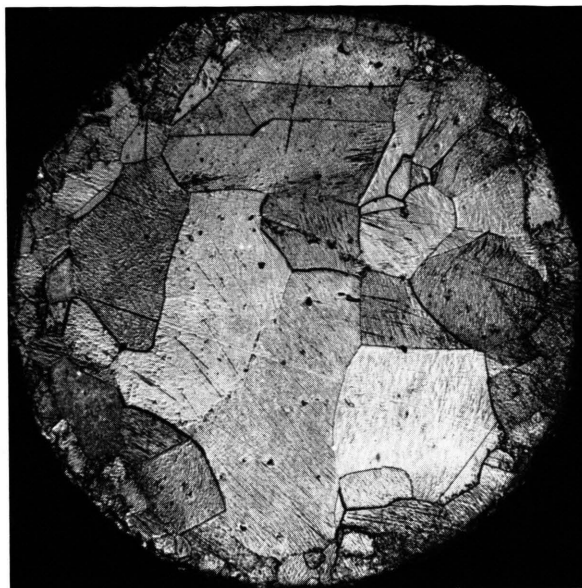


Abb. 1. Querschliff einer Nickelvielkristallprobe von 0,72 mm Durchmesser. In Oberflächennähe liegen kleine Kristallite, die wenige große im Probeninneren umgeben.

G. ZIEGLER, *Zur Bildung von versetzungsfreien Siliciumeinkristallen* (S. 219).

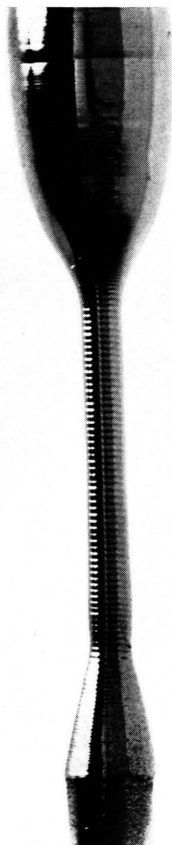


Abb. 1. Dünnhals eines Siliciumeinkristalls, angeätzt. Am Keim (unten) sind noch Ätzgruben sichtbar. Vergrößerung 2,5 x.

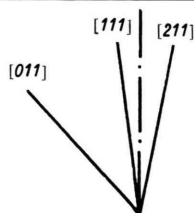
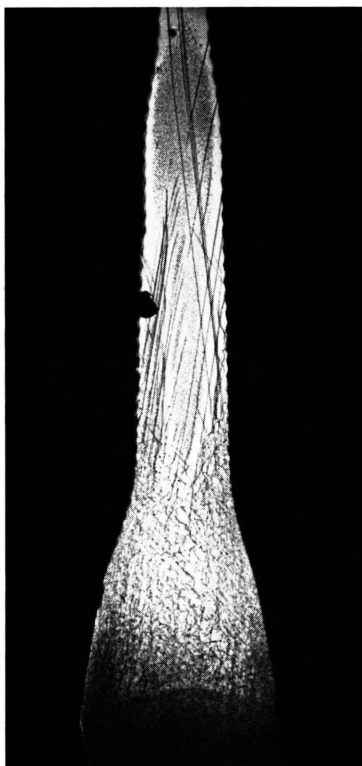


Abb. 2. Ultrarotdurchlichtaufnahme eines Siliciumdünnhalses (Keim ist unten). Vergrößerung 6 x.

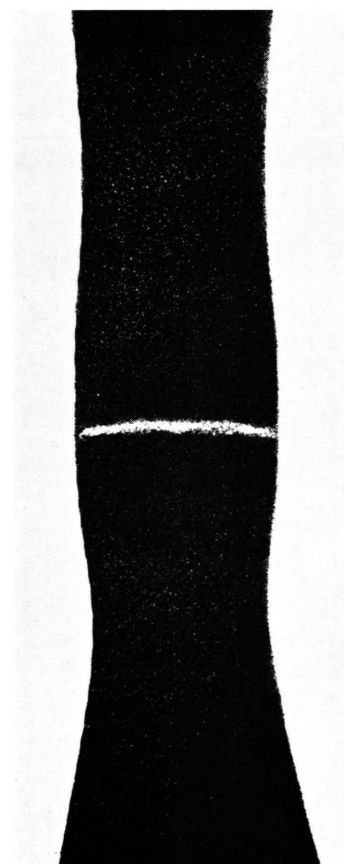


Abb. 3. Erstarrungsfront im Dünnhalsbereich (Keim ist unten). Sichtbarmachung durch p-n-Übergang. Vergrößerung 12 x.

nächst Palladium aufgedampft und darauf dann bei gleicher Temperatur das Eisen. Es ergab sich, daß sich auch auf dieser Palladium-Zwischenschicht das Eisen als Gamma-Eisen niederschlägt, und zwar auch in paralleler Orientierung. Die Reflexsysteme der Palladium- ($a=3,88 \text{ \AA}$) und der Eisenschicht ($a=3,56 \text{ \AA}$) waren nicht getrennt.

β) *Eisenschicht auf einer Goldzwischen-schicht.* Als weitere Variation der Unterlage für die Eisenschicht wurde eine Goldschicht gewählt. Um die Eisenschicht auf der Kupferunterlage mit der auf der Goldunterlage bei identischen Temperatur- und Aufdampfbedingungen zu vergleichen, wurde der Versuch auf folgende Weise durchgeführt: Der Kupferkristall wurde zunächst zur Hälfte abgedeckt und die freie Hälfte bei 400°C mit Gold ($a=4,07 \text{ \AA}$) bedampft. Dabei nahm der Untergrund stark zu, lediglich zwei schwache Goldringe waren zu erkennen. Dann wurde die Blende entfernt und zur Kontrolle die abgedeckte Kupferoberfläche untersucht, die unverändert geblieben war.

Bei unveränderter Unterlagentemperatur von 400°C wurde nun auf beide Flächen gemeinsam Eisen aufgedampft. Die Eisenschicht auf der Goldzwischen-schicht zeigt die normale Struktur des Alpha-Eisens.

Die Eisenschicht auf der abgedeckten Kupferunterlage zeigt dagegen den orientierten Gamma-Eisenniederschlag. Die Bildung der Gamma-Modifikation des Eisens ist also auf den Einfluß der Unterlage zurückzuführen.

d) Kupferschichten

Kupferaufdampfschichten waren bei Raumtemperatur nicht orientiert. Bei Verdampfungsbeginn nahm der diffuse Untergrund zu. Später traten Kupferferringe hinzu. Das Verhalten bei erhöhter Unterlagentemperatur wurde nicht untersucht.

e) Silberschichten

Beim Aufdampfen von Silber auf die kathodenzerstäubte Kupfer-(100)-Fläche bei 20°C nahm der Untergrund des Interferenzbildes so stark zu, daß keine Reflexe mehr zu erkennen waren. Bei größerer Schichtdicke traten Faserstrukturen hinzu.

Auf der auf 400°C erwärmten Unterlage hingegen bildeten sich parallel orientierte Silberkristalle. Die Gitterkonstante stimmt mit der des normalen Silbers ($a=4,08 \text{ \AA}$) überein. Die Aufdampfschicht hatte im Vergleich zum Fall des Nickels, Palladiums und Eisens eine geringe Oberflächengüte und war schlechter reproduzierbar.

f) Goldschichten

Einkristalline Goldniederschläge wurden nicht erhalten. Selbst bei 400°C Unterlagentemperatur erzeugte der Goldniederschlag im Interferenzbild der Kupferunterlage zunächst nur Untergrund und ging bei zunehmender Schichtdicke in Faserstruktur über.

III. Vergleich der Ergebnisse

Eine unmittelbare Prüfung der vorstehenden Versuchsergebnisse der Aufdampfschichten auf Kupfer-einkristallflächen ist nur in dem Einzelfall der Silberschichten auf der (100)-Kupferfläche gegeben, der auch von FARNSWORTH⁷ untersucht wurde. In beiden Fällen gab es bei Raumtemperatur keine nachweisbaren Kristallite. Da die Versuche von FARNSWORTH in einer ausgeheizten Glasapparatur ausgeführt wurden, ist diese Übereinstimmung für die Beurteilung der vorliegenden Versuche von besonderer Bedeutung, da man ein Ausbleiben der Kristallisation und der Orientierung meist auf ein unzureichendes Vakuum zurückführen wird.

Übereinstimmung mit den Versuchen von FARNSWORTH besteht auch im Verhalten der aufgedampften Silberschicht beim Tempern. Bei 500°C bildet sich eine unvollkommen orientierte Silberschicht, deren Kristalle eine kantenparallele Orientierung zur Kupferunterlage besitzen. Der gleiche Versuch führte in der vorliegenden Arbeit mit Silberaufdampfschichten auf der (110)-Kupferfläche zum gleichen Ergebnis.

Es sei noch bemerkt, daß der Fall der Bildung eines allgemeinen Untergrundes beim Aufdampfen ohne ein Anzeichen von Kristalliten außerordentlich häufig ist. Die Elektroneninterferenz-Methode erlaubt dann lediglich die Feststellung, daß eine regelmäßige Atomanordnung fehlt. In den vorliegenden Versuchen war es besonders an der (110)- und (100)-Fläche und bei Raumtemperatur der Fall. Das gleiche zeigt sich an NaCl- und CsCl-Schichten, die [auf der Kupfer-(111)-Fläche] niedergeschlagen werden.

Die Frage, welche Parameter darüber entscheiden, ob eine Aufdampfschicht orientiert oder nicht, kann im gegenwärtigen Zeitpunkt nicht beantwortet werden. Es ist versucht worden, dazu die Gitteranalogien der Verwachsungspartner heranzuziehen, so z. B. bei der Orientierung von Metallschichten auf Nichtmetallspaltflächen. Auch FARNSWORTH⁸ weist im Zusammenhang mit der von ihm beobachteten Störung der Orientierung der Silberschicht auf der (100)-Kupferfläche darauf hin, daß das Silber ($a=4,08 \text{ \AA}$) eine größere Gitterkonstante als das Kupfer ($a=3,61 \text{ \AA}$) besitzt. Es gibt jedoch auch

⁷ H. E. FARNSWORTH, Phys. Rev. **49**, 605 [1936].

⁸ R. E. SCHLIER u. H. E. FARNSWORTH, J. Phys. Chem. Solids **6**, 271 [1958].

Orientierungen von Aufdampfschichten bei extrem ungünstiger Gitteranalogie, z. B. Silber auf (100)-Steinsalzflächen in kantenparalleler Orientierung⁹. Dies gilt auch für den Fall von Metallaufdampfschichten auf Metallunterlagen.

Aus der vorliegenden Arbeit ergibt sich, daß die Strukturen der Aufdampfschichten auf den einzelnen Einkristallflächen verschieden sind. Die Orientierung hängt also nicht nur von der metrischen Übereinstimmung der Gitter ab. Daß große Gitterkonstantendifferenzen gegenüber der Unterlage eine Orientierung der Aufdampfschicht nicht notwendig verhindern, zeigt auch eine Untersuchung von NEWMAN¹⁰,

⁹ L. BRÜCK, Ann. Phys., Lpz. **26**, 233 [1936].

¹⁰ R. C. NEWMAN, Dissertation, Universität London 1955.

der auf einer Silber-(111)-Fläche ($a = 4,08 \text{ \AA}$) orientierte Bleischichten ($a = 4,94 \text{ \AA}$) erhielt, obwohl die Gitterkonstantendifferenz 21% beträgt.

Hiermit ist also festgestellt, daß geometrische Überlegungen allein nicht zur Erklärung der Orientierung dünner Metallaufdampfschichten auf Metallunterlagen hinreichen, ein Ergebnis, wie es auch schon bei Isolatorunterlagen von LÜDEMANN¹¹ gefunden wurde.

Herrn Professor Dr. H. RAETHER danke ich für das Interesse an dieser Arbeit; der Deutschen Forschungsgemeinschaft habe ich für finanzielle Unterstützung zu danken.

¹¹ H. LÜDEMANN, Z. Naturforschg. **11 a**, 935 [1956].

Zum Nachweis sehr dünner Oberflächenschichten auf Kupfereinkristallen (Eine Untersuchung mit Elektroneninterferenzen)

Von O. HAASE

Aus dem Institut für Angewandte Physik der Universität Hamburg
(Z. Naturforschg. **16 a**, 206–208 [1961]; eingegangen am 15. September 1960)

Es werden dünne Oberflächenschichten auf der (100)-Fläche eines Kupferkristalls mit Elektroneninterferenzen in Reflexion untersucht, die sich durch elektrolytische Politur des Kristalls im Phosphorsäurebad und durch Bedampfen mit Eisen, Palladium und Nickel ergeben. Es zeigt sich, daß die Schichten aus etwa einer Atomlage bestehen, wie aus der schrittweisen Abtragung mittels Kathodenzerstäubung und durch Bedampfen mit einem Molekularstrahl bekannter Intensität hervorgeht.

Elektroneninterferenzsaufnahmen in Reflexion weisen gelegentlich strichartige Zusatzreflexe auf, die im allgemeinen senkrecht zur Kristalloberfläche verlaufen. Linien dieser Art fand man z. B. an Spaltflächen von PbS-Kristallen, die in eine wäßrige Lösung organischer Substanzen (Diäthyl-dithiophosphat) getaucht waren¹. Das Liniensystem konnte durch die Annahme erklärt werden, daß auf der Spaltfläche ein zweidimensionales regelmäßiges Gitter aus den Säuremolekülen oder den Anionen gebildet wird. Solche „Striche“ wurden schon früher an elektrolytisch polierten Kupfereinkristallen (100-Flächen) zwischen den Kupferreflexen beobachtet²; ebenso zeigte sich diese Erscheinung bei der Herstellung von Alpha-Eisenschichten durch Bedampfen erwärmter Alkalihalogenidspaltflächen³.

In der vorliegenden Arbeit werden einige Eigen-

schaften solcher Oberflächenschichten untersucht, und zwar an elektrolytisch polierten Kupfer-(100)-Flächen und an Aufdampfschichten von Eisen, Nickel und Palladium auf einer (durch Kathodenzerstäubung) gereinigten Kupferfläche.

I. Oberflächenschichten auf elektrolytisch polierten Kupfer-(100)-Flächen

Wird eine (in Orthophosphorsäure, Dichte 1,5) elektrolytisch polierte Kupfer-(100)-Fläche in Reflexion untersucht, so zeigt das Interferenzbild außer den Kupferreflexen zusätzliche Linien, auf denen sich nach dem Strukturfaktor kein Kupferreflex befindet. Das Auftreten dieser Linien war reproduzierbar; Variationen im Polier- und Spülverfahren waren ohne Einfluß.

¹ H. HAGIHARA u. H. UCHIKOSHI, Nature, Lond. **174**, 80 [1954].

² H. RAETHER, Optik **1**, 2 [1946].

³ O. HAASE, Z. Naturforschg. **11 a**, 46 [1956].