

NOTIZEN

Emissionsmikroskopische Bilder ebener Metalloberflächen unter Verwendung von Feldelektronen

Von H. DÜKER und A. ILLENBERGER

Max-Planck-Institut für Metallforschung, Stuttgart
(Z. Naturforschg. **18** a, 1008 [1963]; eingegangen am 27. Juni 1963)

Bei Anlegen genügend hoher elektrischer Felder an Metalloberflächen findet bekanntlich Elektronenemission statt. Durch Wahl geeigneter Elektroden und Elektrodenspannungen können die so ausgelösten Elektronen zur emissionsmikroskopischen Bilderzeugung verwendet werden. So hat z. B. MAHL¹ durch Bestrahlung einer Schichtkathode aus $\text{Al}/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{CsO}$ mit Primärelektronen von einigen hundert eV in der CsO-Schicht eine positive Oberflächenladung erzeugt, die zur Elektronenemission aus der Al-Unterlage Anlaß gab. Bis zum Abbau dieser Oberflächenladung konnte er ein Elektronenbild der Kathode erzeugen, das bei geringer Vergrößerung einzelne emittierende Bereiche erkennen ließ.

In neuerer Zeit wurden verschiedene Schichtkathoden der Art $\text{Me}_\text{I}/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Me}_\text{II}$ untersucht²⁻⁷. Als Grundmetall I wurde meist Al, als Gegenelektrode II Al, Au oder Pt benutzt. Bei genügend hoher Spannung und geringer Dicke der Gegenelektrode tritt ein Teil des vom Grundmetall zur Gegenelektrode fließenden Elektronenstromes ins Vakuum aus und kann durch elektronenoptische Hilfsmittel zur Bilderzeugung herangezogen werden. Lokale Unterschiede von Austrittsarbeit und Feldstärke über die Oberfläche des Grundmetalls entsprechen unterschiedlichen Emissionsstromdichten;

¹ H. MAHL, Z. techn. Phys. **18**, 559 [1937].

² J. C. FISHER u. I. GIAEVER, J. Appl. Phys. **32**, 172 [1961].

³ C. A. MEAD, J. Appl. Phys. **32**, 646 [1961].

⁴ Z. HAJEK u. L. ECKERTOVA, Naturwissenschaften **49**, 201 [1962].

daher führen Unebenheiten und Gefügeunterschiede des Grundmaterials im Emissionsbild zu unterschiedlichen Bildhelligkeiten.

Hochreines Aluminium wird elektrolytisch poliert und durch anodische Oxydation mit einer etwa 150 Å dicken Al_2O_3 -Schicht bedeckt. Als Gegenelektrode dient eine 100 Å dicke Au-Aufdampfschicht. Die Beobachtung der Emission erfolgt im Emissions-Elektronenmikroskop. Dazu legt man zwischen das Grundmetall (Al) und die Au-Aufdampfschicht eine Spannung von etwa 9 V und benutzt die gesamte $\text{Al}/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Au}$ -Anordnung als Kathode des Immersionsobjektivs. Dieses entwirft ein Emissionsbild der Al-Oberfläche, das durch ein Projektiv nachvergrößert werden kann. Abb. 1* zeigt deutlich die polykristalline Struktur des Al. Die Bildhelligkeit wird durch die zwischen Grundmetall und Gegenelektrode der Probe aufrechtzuerhaltende Spannung bestimmt. Sie ist in ganz besonderem Maße von der Beschaffenheit der Al_2O_3 -Zwischenschicht und der Politur der Probenoberfläche abhängig. Neben reinstem Material ist eine sorgfältige Präparation Voraussetzung für höhere Vergrößerungen.

Bei unseren Versuchen erhielten wir eine monotone Beziehung zwischen angelegter Spannung und dem durch die Al_2O_3 -Schicht fließenden Strom. Bei 7 bis 8 V setzte eine beobachtbare Flächenemission ins Vakuum ein. Erst bei höheren Spannungen traten Szintillationen auf, wie sie z. B. von KANTER und FEIBELMAN⁶ beschrieben wurden, denen aber schließlich ein Zusammenbruch der Spannung folgte. Der zwischen Grundmetall und Gegenelektrode fließende Strom betrug 2 mA bei 9 V und einer emittierenden Fläche von etwa 4 mm².

⁵ J. COHEN, J. Appl. Phys. **33**, 1999 [1962].

⁶ H. KANTER u. W. A. FEIBELMAN, J. Appl. Phys. **33**, 3580 [1962].

⁷ S. R. POLLACK, J. Appl. Phys. **34**, 877 [1963].

* Abb. 1 auf Tafel S. 1008 a.

Über die Energieverteilung neutraler und geladener Zerstäubungsprodukte

Von A. BENNINGHOVEN und F. KIRCHNER

I. Physikalisches Institut der Universität Köln

(Z. Naturforschg. **18** a, 1008—1010 [1963]; eingegangen am 9. Juli 1963)

Im Rahmen einer größeren Versuchsreihe über die Energieverteilung zerstäubter Teilchen, die von anderen Autoren¹ an den geladenen Teilchen untersucht worden ist, die von Hg-Ionen von einer Cu-Oberfläche zer-

stäubt werden, haben wir mit Hilfe eines einfach fokussierenden Massenspektrometers die Zerstäubungsprodukte untersucht, die beim Beschuß verschiedener Oberflächen — insbesondere von Al-Oberflächen — mit Hg-Ionen einer Energie von 800 eV entstehen. Das Spektrometer besaß eine Elektronenstoß-Ionenquelle herkömmlicher Art. Der Ionennachweis geschah mit einem mit Joddampf betriebenen Zählrohr², wodurch eine hohe Empfindlichkeit erreicht wurde. Da das Spektrometer mit einem Permanentmagneten betrieben wurde, erfolgte das Durchfahren des Massenspektrums durch Veränderung der Ionenbeschleunigungsspannung.

¹ R. V. STUART u. G. K. WEHNER, 1962 Vacuum Symposium Transactions S. 162, Pergamon Press, New York.

² F. KIRCHNER, Naturwiss. **49**, 343 [1962].



Dieses Werk wurde im Jahr 2013 vom Verlag Zeitschrift für Naturforschung in Zusammenarbeit mit der Max-Planck-Gesellschaft zur Förderung der Wissenschaften e.V. digitalisiert und unter folgender Lizenz veröffentlicht: Creative Commons Namensnennung-Keine Bearbeitung 3.0 Deutschland Lizenz.

Zum 01.01.2015 ist eine Anpassung der Lizenzbedingungen (Entfall der Creative Commons Lizenzbedingung „Keine Bearbeitung“) beabsichtigt, um eine Nachnutzung auch im Rahmen zukünftiger wissenschaftlicher Nutzungsformen zu ermöglichen.

This work has been digitalized and published in 2013 by Verlag Zeitschrift für Naturforschung in cooperation with the Max Planck Society for the Advancement of Science under a Creative Commons Attribution-NoDerivs 3.0 Germany License.

On 01.01.2015 it is planned to change the License Conditions (the removal of the Creative Commons License condition "no derivative works"). This is to allow reuse in the area of future scientific usage.

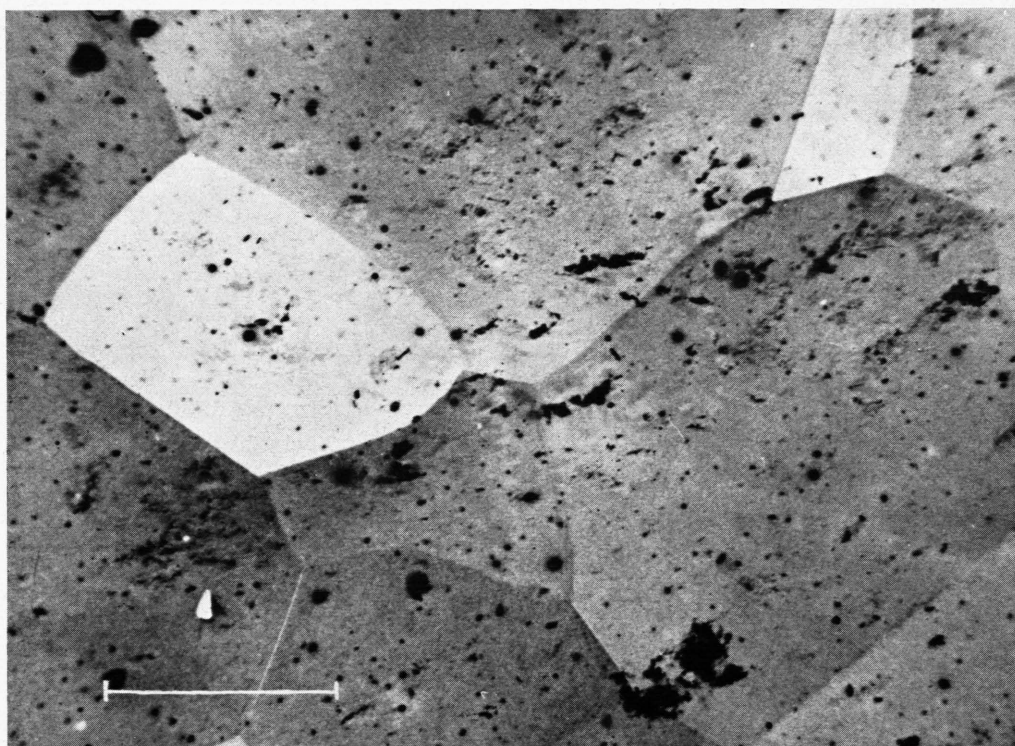


Abb. 1. Emissionsbild einer Al/Al₂O₃/Au-Kathode. Vergrößerung 310-fach, der Maßstab entspricht 0,1 mm. Das Bild zeigt die Kornstruktur des Aluminiums.

Das zu zerstäubende Material bildete die Rückwand des Stoßraumes der Ionenquelle (Abb. 1). Der Einfall des primären Hg-Ionenstrahles erfolgte unter einem Winkel von etwa 20° zur Targetoberfläche durch eine seitliche Öffnung im Stoßraum. Die zum Beschuß des Targets verwendeten Hg-Ionen entstammten einer PENNING-Entladung, die bei einem Hg-Druck zwischen 10^{-3} und 10^{-1} Torr betrieben werden konnte. Die Ionen wurden durch einen Spalt im Anodenzylinder abgesaugt und nach entsprechender Beschleunigung auf das Target fokussiert. Die Stromdichten auf dem Target lagen bei einigen 10^{-7} A cm $^{-2}$, die Auftreffenergie betrug 800 eV.

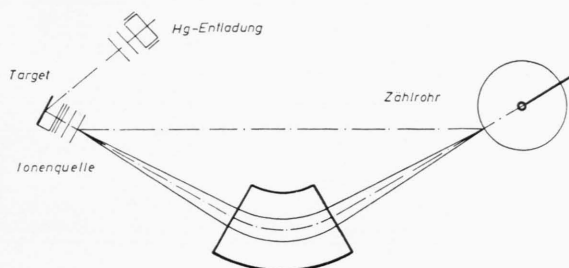


Abb. 1. Schematischer Aufbau der Versuchsanordnung.

Eine Untersuchung von Auflösungsvermögen und Empfindlichkeit des Spektrometers erfolgte mit Hilfe des in der Apparatur vorhandenen Restgases (Total-

druck = 10^{-5} Torr). Es ergab sich für die Auflösung $\Delta m/m = 1/170$. Die Empfindlichkeit erlaubte noch den einwandfreien Nachweis eines Partialdrucks von etwa 10^{-11} Torr.

Beim Beschuß des Targets — es soll hier nur über Ergebnisse der Untersuchungen an Al-Oberflächen berichtet werden — entstehen sowohl Ionen als auch Neutralteilchen des Targetmaterials, der in ihm vorhandenen Verunreinigungen und des Restgases³. Die das Target verlassenden Ionen wurden in der Ionenquelle in der üblichen Weise weiterbeschleunigt und durchliefen dann den magnetischen Analysator. Zur Untersuchung neutraler Zerstäubungsprodukte mußten diese erst nach Verlassen des Targets durch Elektronenstoß ionisiert werden.

Die Form und Breite der beim Durchfahren des Spektrometers erhaltenen Maxima erlaubt prinzipiell eine genaue Bestimmung der Energieverteilung der registrierten Ionen⁴. Abb. 2 zeigt die aus dem Restgas erhaltene Masse 28. Da hier die Ionenerzeugung durch Elektronenstoß erfolgte, sind die Ionen als praktisch monoenergetisch aufzufassen und die Linienbreite entspricht dem Auflösungsvermögen des Spektrometers. Abb. 3 zeigt die Linie 27, die von zerstäubten Al-Ionen erhalten wurde. Es tritt hier eine starke Verbreiterung der Linie nach kleinen Beschleunigungsspannungen hin auf, während der Abfall nach größeren Spannungen hin die gleiche Steilheit aufweist wie bei der Linie 28 aus dem Restgas. Diese Verbreiterung zeigt, daß ein entsprechender Anteil der Ionen bereits die der Verschie-

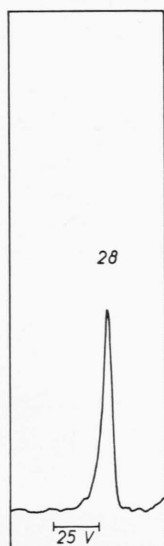


Abb. 2

Abb. 2. Linie der Masse 28 aus dem Restgas.

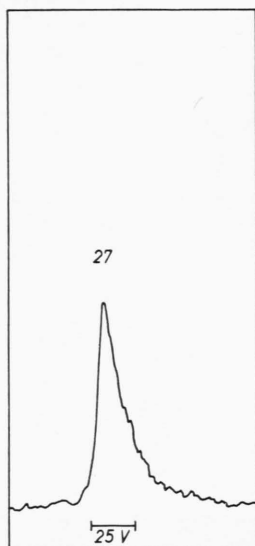
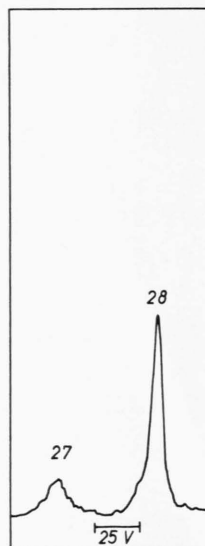


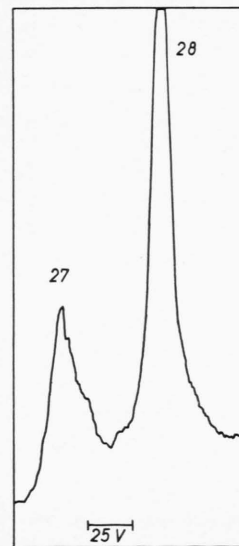
Abb. 3

Abb. 3. Energieverteilung der Al-Ionen.



a)

Abb. 4. Energieverteilung der Al-Atome.



b)

a) 1 µA Elektronenstrom, b) 6 µA Elektronenstrom.

³ Zusammenfassende Darstellung s. z. B. R. E. HONIG in *Advances in Mass Spectroscopy*, Pergamon Press, New York 1959, S. 162.

⁴ R. C. BRADLEY, *J. Appl. Phys.* **30**, 1 [1959]; V. I. VEKSLER, *Sov. Phys.* **11**, 235 [1960].

bung entsprechende Anfangsenergie besitzt. Der größte Teil der Ionen hat danach Energien unter 10 eV ¹. Darüber hinaus aber sieht man, daß auch höhere Ionenenergien bis über 50 eV noch recht häufig auftreten. Bei größeren Intensitäten des primären Hg-Ionenstromes und damit verbundener größerer Empfindlichkeit der Anordnung kann man darüber hinaus Ionenenergien bis 200 eV einwandfrei nachweisen.

Die Untersuchung der Energieverteilung der als Neutralteilchen zerstäubten Atome erfordert ihre Ionisierung vor dem Target, die durch einen parallel zur Targetoberfläche in den Stoßraum eintretenden Elektronenstrahl in gleicher Weise wie die Ionisierung des Restgases erfolgte. Abb. 4 zeigt die Ergebnisse solcher Messungen. Es sind hier die Massen-Linien 28 und 27 wiedergegeben. Die Masse 28 entspricht den durch

Elektronenstoß ionisierten Restgasanteilen CO und N_2 . Bei $1\text{ }\mu\text{A}$ Elektronenstrom ist diese Linie wegen der Energiehomogenität der Ionen relativ schmal (a), bei $6\text{ }\mu\text{A}$ Elektronenstrom (b) ist sie aber schon so intensiv, daß Zählrohr und Schreiber übersteuert sind, und eine starke Verbreiterung des Fußes auftritt.

Die Masse 27 entspricht den zerstäubten neutralen Al-Atomen, die nachträglich durch Elektronenstoß ionisiert wurden. Bei der Beurteilung der Breite dieser Linien in Abb. 4 b sind zum Vergleich die etwa intensitätsgleichen Linien von 28 aus Abb. 4 a bzw. 2 heranzuziehen. Ein Vergleich der Linie 27 in Abb. 4 b mit der Linie für die direkt als Ionen zerstäubten Teilchen (Abb. 3) zeigt, daß die Energieverteilung in beiden Fällen einen im wesentlichen gleichen Verlauf aufweist.

Theorie der Schattenbildung von Versetzungslinien in Röntgen-Durchstrahlungsdiagrammen

Von K. KAMBE

Fritz-Haber-Institut der Max-Planck-Gesellschaft,
Berlin-Dahlem *

(Z. Naturforsch. **18 a**, 1010–1011 [1963]; eingegangen am 4. Juli 1963)

Von BORRMANN¹ und anderen Autoren ist gezeigt worden, daß man in den RÖNTGEN-Strahlreflexen nahezu vollkommener Kristalle (Ge, Si) Versetzungslinien beobachten kann. In den streifenförmigen Reflexen, die wegen der anomalen Durchlässigkeit im Falle der Interferenz entstehen, erscheinen Schattenbilder der Versetzungen. Diese zeigen charakteristische Hell-Dunkel-Strukturen.

Zur Erklärung dieser Schattenabbildung muß man die dynamische Theorie der RÖNTGEN-Strahlinterferenzen auf verzernte Kristalle anwenden. PENNING und POLDER² haben unter Annahme von sehr geringen Gitterverzerrungen eine Art von geometrischer Optik der RÖNTGEN-Wellenfelder entwickelt, um die von BORRMANN und HILDEBRANDT³ beobachteten gekrümmten Strahlwege bei schwach verformten Kristallen zu erklären. In einer demnächst erscheinenden Arbeit wird vom Verfasser bewiesen, daß sich die der Theorie von PENNING und POLDER zugrunde liegenden Postulate durch eine asymptotische Annäherung aus den MAXWELLSchen Gleichungen ableiten lassen.

Es könnte zunächst scheinen, daß man die PENNING-POLDERSche Theorie auf die oben erwähnte Schattenabbildung von Versetzungen im Durchstrahlungsfall nicht anwenden dürfte. Denn, im Gegensatz zum Fall von BONSE⁴, der die Versetzungsbilder im BRAGG-Fall und nicht im LAUE-Fall beobachtet, wird ein großer Teil der Strahlung in der unmittelbaren Nachbarschaft

der Versetzungslinie gestreut, wo die Gitterverzerrung sicher nicht gering ist. Nach der neuen Theorie des Verfassers kann man jedoch, um die Wirkung der Gebiete mit stärkerer Verzerrung zu berücksichtigen, zu höheren Näherungen übergehen. Im folgenden werden Ergebnisse einer Anwendung der Methode von PENNING und POLDER auf die Schattenabbildung von Versetzungen mitgeteilt. Es handelt sich im obigen Sinne um eine Erprobung eines ersten Näherungsschrittes.

Bei der Rechnung wurden für die Gitterverzerrung in der Umgebung einer Versetzung die Formeln benutzt, die von READ⁵ unter der Annahme eines elastisch-isotropen Verhaltens des Kristalls berechnet wurden. Die nach der PENNING-POLDERSchen Methode gewonnene Differentialgleichung, die formal so aussieht, wie die relativistische Bewegungsgleichung eines geladenen Teilchens in einem elektromagnetischen Feld, wurde numerisch mit einem elektronischen Rechner gelöst.

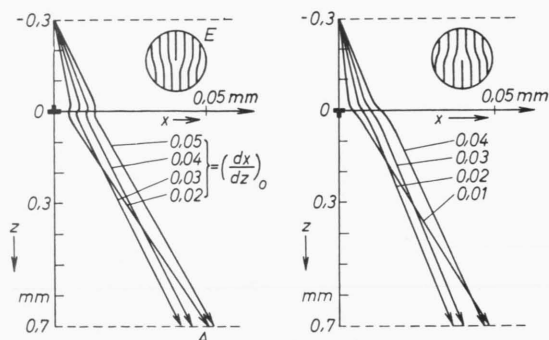


Abb. 1. Einige der Strahlwege im Strahlenfächer der (220)-Reflexion von Germanium, die infolge der Gitterverzerrung in der Nähe einer Versetzungslinie gekrümmt verlaufen. E Eintrittsfläche, A Austrittsfläche.

* Abt. Prof. Dr. K. MOLIÈRE.

¹ G. BORRMANN, W. HARTWIG u. H. IRMLER, Z. Naturforsch. **13 a**, 423 [1958]. — G. BORRMANN, Phys. Bl. **15**, 508 [1959].

² P. PENNING u. D. POLDER, Philips Res. Rep. **16**, 419 [1961].

³ G. BORRMANN u. G. HILDEBRANDT, Z. Phys. **156**, 189 [1959].

⁴ U. BONSE, Direct Observations of Imperfections in Crystals, Interscience Publishers, New York 1962, p. 431; Z. Naturforsch. **18 a**, 421 [1963].

⁵ W. T. READ, Dislocations in Crystals, McGraw-Hill, New York 1953, S. 116.