

Abb. 2. Relative Fluoreszenzintensität eines FD-P 8-Dosimeterglasblöckchens (Meßwerte: ●) von  $8 \times 8 \times 4,7$  mm (Bestrahlung auf Breitseite) und eines Glasplättchens (○) von  $15 \times 6 \times 1,5$  mm nach YOKOTA nach Bestrahlung mit  $254 m\mu$  UV und einstündigem Stabilisieren bei  $100^\circ\text{C}$  vor jeder Messung (für die fluorimetrische Messung wurden unterschiedliche Küvetten verwendet, wodurch sich die Empfindlichkeitsdifferenz ganz oder teilweise erklärt).

## Beugungsexperimente mit langsamen Elektronen an Silber-Aufdampfschichten

Von KLAUS MÜLLER

Institut für theoretische Physik der Technischen Hochschule Karlsruhe

(Z. Naturforsch. 19 a, 1234—1235 [1964]; eingeg. am 10. August 1964)

Ein hervorragendes Hilfsmittel zur Untersuchung der Struktur dünner Aufdampfschichten sollte die Beugung langsamer Elektronen sein. Für die bisher meist benutzten Durchstrahlungsaufnahmen mit schnellen Elektronen muß man die Schicht von der Unterlage ablösen. Sucht man diesen gewaltsamen Eingriff durch Beugung unter streifendem Einfall der Elektronen<sup>1</sup> zu vermeiden, so besteht immer noch die Gefahr zu starker Erwärmung und damit verbundener Umorientierungen. Langsame Elektronen verursachen keine wesentliche Erwärmung. Ohne den Zwang, die Schicht an die Atmosphäre zu bringen, lassen sich mit ihnen sofort nach der Schichtherstellung im selben Gefäß bei bestem Vakuum Rückstrahlreflexe aufnehmen, wobei man sicher ist, daß die Eindringtiefe der Elektronen nur wenige Atomlagen beträgt<sup>2</sup>. Damit entfallen Störungen durch zusätzliche Beugung an der Unterlage. Schnelle Elektronen sind zudem ungeeignet, Gasadsorption an der Oberfläche der Aufdampfschichten zu untersuchen, zumal die Primärstrahlenergie auch den Adsorptionsvorgang selbst empfindlich stört. Mit langsamen Elektronen dagegen kann man diesen bei kontrollierter Gaszugabe unmittelbar verfolgen, indem man die Beugung am Gitter der adsorbierten Atome untersucht<sup>3</sup>.

<sup>1</sup> R. NIEDERMAYER, Dissertation, Bergakademie Clausthal 1963.

<sup>2</sup> H. E. FARNSWORTH, Phys. Rev. 49, 605 [1936].

einem weiteren bis zu sehr hohen Dosen hin stetigem Anstieg der Radiophotolumineszenz, sondern zu einem Abfall. Durch erneute Lagerung oder Temperaturbehandlung werden jedoch Fluoreszenzwerte erhalten, die über den ursprünglichen liegen (Abb. 1).

3. Im Gegensatz zur  $\gamma$ -Strahlung, die auf das gesamte Glasvolumen wirkt, wird bei der Einstrahlung von kurzwelligem UV die Dosis-Effekt-Beziehung für Gläser, die nach jeder Bestrahlung einer Stabilisierung (1 Std.,  $100^\circ\text{C}$ ) unterzogen wurden, schon bei relativ niedrigen Radiophotolumineszenz-Intensitäten alinear (Abb. 2). Hierbei ist jedoch zu berücksichtigen, daß sich bei wiederholter Temperaturbehandlung auch das dadurch beschleunigte Fading des Strahlungseffektes bemerkbar macht.

Ein quantitativer Vergleich der Glasempfindlichkeit für kurzwelliges UV und RÖNTGEN-,  $\gamma$ - oder Korpusskular-Strahlung sowie eine befriedigende theoretische Deutung des UV-Bestrahlungsverhaltens radiophotolumineszenter Festkörper stehen noch aus.

Allerdings mußten Beugungsexperimente mit langsamen Elektronen wegen ihrer Empfindlichkeit gegenüber störenden Feldern und aus Intensitätsgründen schwierig sein. Zudem war zu befürchten, daß die reflektierten Strahlen bei unvollkommener Ausbildung der Schichtoberfläche in deren Rauigkeiten stecken bleiben. So wird verständlich, daß in der Literatur derartige Versuche bisher fehlen. — Da wir im hiesigen Institut in weiterem Rahmen am Studium der Gasadsorption an der Oberfläche von Metallaufdampfschichten interessiert sind, haben wir dennoch versucht, eine solche Beugungsanordnung für langsame Elektronen zu entwickeln und geben jetzt die ersten Ergebnisse wieder.

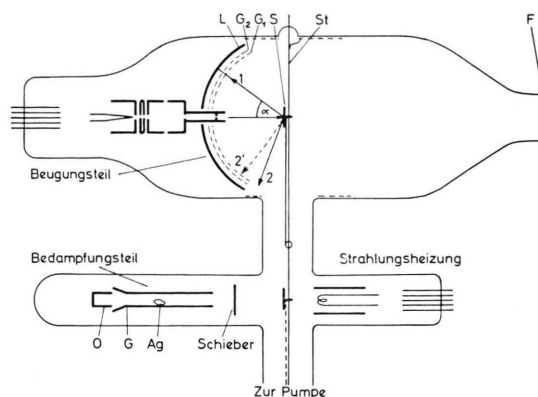


Abb. 1. Bedampfungs- und Beugungsapparatur.

<sup>3</sup> L. H. GERMER, E. J. SCHEIBNER u. C. D. HARTMAN, Phil. Mag. 5, 222 [1960].



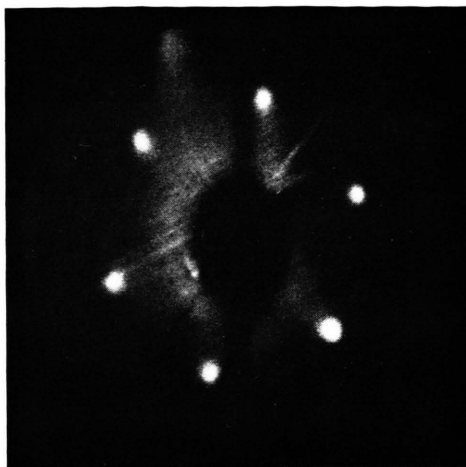


Abb. 2 a. Beugungsreflexe bei 135 eV.

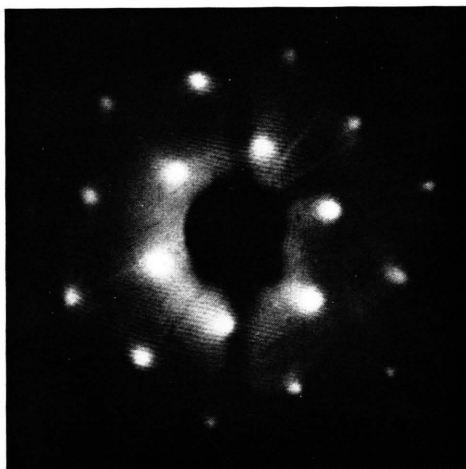


Abb. 2 b. Beugungsreflexe bei 135 eV.



Die gestreuten Elektronen werden hier auf einem sphärischen Leuchtschirm <sup>4, 5</sup> nachgewiesen (L, Abb. 1). Der von der Elektronenkanone <sup>6</sup> ausgehende Primärstrahl trifft senkrecht auf die Oberfläche der zu untersuchenden Schicht und wird dort gestreut. Ein reflektierter Strahl (z. B. 1) muß zwei sphärische Netze passieren, ehe er den Leuchtschirm erreicht. Zwischen den Netzen wird als Energiefilter ein elektrisches Gegenfeld angelegt, das nur elastisch gestreute Elektronen passieren läßt. So wird das Beugungsbild von einem starken Untergrund unbrauchbarer Elektronen befreit. Die durchgelassenen Teilchen erfahren zwischen  $G_2$  und L eine Nachbeschleunigung auf 4 keV. Die Reflexe auf dem Leuchtschirm können durch das Fenster F beobachtet werden.

Als Beugungsobjekt dient an Stelle der häufig untersuchten Oberfläche eines Metall-Einkristalls <sup>7, 8, 9</sup> eine auf Glimmer epitaktisch erzeugte Silber-Einkristallschicht. Nach PASHLEY <sup>10</sup> entsteht durch Aufdampfen auf eine frische Glimmer-Spaltfläche bei geeigneter Unterlagentemperatur eine glatte, gut orientierte Silber-schicht. Wir haben dazu einen Atomstrahllofen benutzt, der ein Bedampfen größerer Teile des Rezipienten während der Schichtherstellung vermeidet. Er besteht aus Molybdänbecher O und Glasrohr G. Der zunächst leere Becher wird durch Induktionsheizung sorgfältig entgast, ehe er magnetisch mit dem im Glasrohr bereitliegenden vorentgasten Silber gefüllt wird. Um die Oberfläche der frischen Schicht möglichst lange rein zu halten, ist der Rezipient (aus Geräteglas 20) als Teil einer Ultrahochvakuum-Apparatur ausgebildet. So hatten wir einen Druck von  $1 \cdot 10^{-7}$  Torr <sup>11</sup> beim Aufdampfen und sofort danach wieder  $5 \cdot 10^{-9}$  Torr.

Während des Aufdampfens wurde am Verlauf des elektrischen Widerstands beobachtet, von wann ab eine Schicht zusammenhängend war. Die im folgenden benutzte hatte eine Dicke von etwa 250 Å und war mit einer Aufdampftrate von 20 Å/min erzeugt. Nach ihrer Fertigstellung wurde die Schicht magnetisch längs der Stange St in die Beugungsanordnung geschoben und relativ zum Primärstrahl justiert. Das sofort mit 135 eV-Elektronen erzielte Beugungsbild (Abb. 2 a \*) zeigt deutlich 6 Reflexe unter  $\alpha = 24^\circ$ . Weitere waren am Rand angedeutet, die in der Reproduktion jedoch nicht sichtbar sind. Um diese und vielleicht noch andere unter größeren Beugungswinkeln auftretende Reflexe ebenfalls auf den Schirm zu lenken und damit das Gesichts-

feld zu erweitern, wurde zwischen Schicht S und  $G_1$  ein kleines elektrisches Feld angelegt, wodurch in Abb. 1 beispielsweise der Strahl 2 auf die Bahn 2' umgelenkt wird. Das Ergebnis zeigt Abb. 2 b. Der Satz von 6 Reflexen der Abb. 2 a ist in den innersten Sechsering von Abb. 2 b übergegangen. Zusätzlich sind zwei weitere Sätze von Reflexen 6-zähliger Symmetrie hinzugegetreten. Hieraus geht bereits hervor, daß die Schichtoberfläche (111)-Ebene sein muß. Abb. 3 zeigt die Deutung im reziproken Gitter für Silber im einzel-

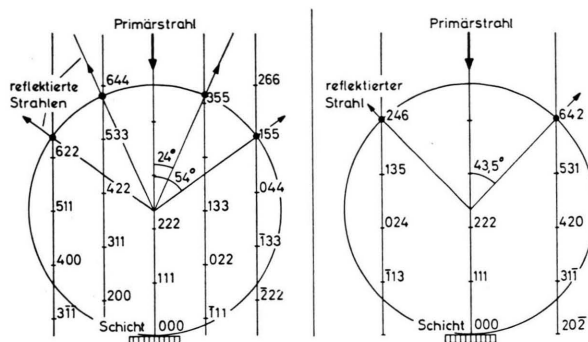


Abb. 3. Zwei um den Primärstrahl um  $30^\circ$  gegeneinander gedrehte Schnitte durch das reziproke Gitter.

nen. Wegen des geringen Eindringvermögens der einfallenden Strahlung sind die Gitterpunkte des reziproken Gitters zu Strichen auseinandergezogen. Die unter Berücksichtigung eines inneren Potentials von 13 eV konstruierte EWALD-Kugel schneidet die Striche des reziproken Gitters in den markierten Punkten. Da die Richtung des Primärstrahls mit einer 3-zähligen Symmetrieachse des Gitters zusammenfällt, entstehen die Sätze von je 6 Reflexen durch Drehen der Schnitte um jeweils  $120^\circ$  um die Einfallsrichtung.

Herrn Professor WOLF, Herrn Dr. FRITSCH und Herrn Dipl.-Phys. WILD danke ich für wertvolle Diskussionen, der Deutschen Forschungsgemeinschaft für die Bereitstellung zahlreicher Geräte und sonstiger Mittel. Herr Professor GOLDSZTAUB, Strasbourg, förderte die Arbeit durch mehrere anregende Gespräche. Herrn Professor HEIMANN, Wiesbaden, verdanke ich materielle Hilfe, Herrn WITKOWSKI sorgfältige Glasbläserarbeiten.

<sup>4</sup> E. J. SCHEIBNER, L. H. GERMER u. C. D. HARTMAN, Rev. Sci. Instrum. **31**, 112 [1960].

<sup>5</sup> J. J. LANDER, J. MORRISON u. F. UNTERWALD, Rev. Sci. Instrum. **33**, 782 [1962].

<sup>6</sup> Die Elektronenkanone wurde so konstruiert, daß die Strahlstromstärke zwischen 50 eV und 600 eV konstant etwa  $1 \mu A$  beträgt und der Strahlquerschnitt am Ort der Schicht S durch eine geeignete Blende auf  $< 1 \text{ mm}^2$  gehalten wird.

<sup>7</sup> H. E. FARNSWORTH u. a., z. B. J. Appl. Phys. **29**, 1150 [1958].

<sup>8</sup> L. H. GERMER u. a., z. B. J. Appl. Phys. **32**, 2432 [1961].

<sup>9</sup> A. U. MACRAE, Science **139**, 379 [1963].

<sup>10</sup> D. W. PASHLEY, Phil. Mag. **4**, 316 [1959].

<sup>11</sup> Dies bedeutet keine untere Grenze.

\* Abb. 2 a, b auf Tafel S. 1234 a.