

## **5. Probenpräparation und -analyse**

Wie bereits im dritten Abschnitt der Experimentellen Methoden erwähnt, besteht die ASPIC-Kammer aus einer Hauptkammer mit verschiedenen UHV-Apparaturen wie LEED, AES und QMS<sup>17</sup>.

Dieses Kapitel beschreibt die physikalischen Grundlagen der im Rahmen dieser Arbeit angewandten Präparationsmethoden sowie die benötigten apparativen Einrichtungen, die eine Charakterisierung von Einkristallen und dünnen Filmen ermöglichen. In den Abschnitten 5.1 und 5.2 wird die Wechselwirkung von Elektronen mit Materie vorgestellt, die in den Messungen zur Kristallstruktur (LEED-Messungen Abschnitt 5.1) und zur Untersuchung der Reinheit der Probenoberflächen (Augerelektronen-Spektroskopie Abschnitt 5.2) ausgenutzt werden. Mit dem Sputter-Prozess sowie mit dem Tempern der Probe wird im Anschluss auf die Methoden zur Reinigung der Kristalloberfläche eingegangen.

### **5.1. Beugung niederenergetischer Elektronen an Oberflächen (LEED - Low Energy Electron Diffraction)**

Strukturelle Untersuchungen von kristallinen Oberflächen, Grenzflächen oder dünnen Schichten mit Hilfe von LEED stellen eine Standardtechnik der Oberflächenphysik dar, die an vielen Vakuumapparaturen zu finden ist. Wegen der Oberflächenempfindlichkeit der Methode müssen LEED-Experimente im Ultrahochvakuum (UHV  $p \sim 10^{-10}$  mbar) durchgeführt werden. Nur unter diesen Bedingungen wird die Oberfläche während der Messungen nicht durch Absorption von Restgasen verändert. Auf atomarer Skala betrachtet ist die „Beugung eines Teilchens“ ein elastischer Streu- bzw. Stossprozess. Bei der Beugung erfahren Wellen, welche eine Kante, einen Spalt oder eine Blende passieren, eine Richtungsänderung. Es tritt Interferenz auf, die sich durch dunkle und helle Ringe, Linien oder punktförmige Intensitäten (je nach Geometrie des Objektes, das die Beugung verursacht) bemerkbar macht; diese stellen dann das Beugungsbild dar.

Gebeugt werden können aufgrund des Welle-Teilchendualismus ebenfalls Elektronen. Diesen kann aufgrund ihrer Energie eine Wellenlänge (nach de Broglie) zugeordnet werden:

$$\lambda = h/(mv) \tag{5.1}$$

Hier steht  $m$  für die Masse des Elektrons,  $v$  für dessen Geschwindigkeit und  $h$  repräsentiert die Plancksche Konstante.

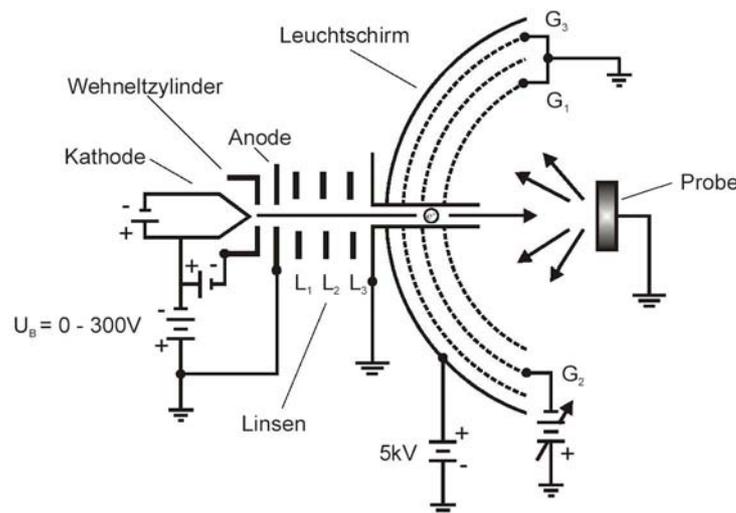
---

<sup>17</sup> Quadrupol-Massen-Spektrometer - (QMS)

Fällt also ein Elektronenstrahl (Materiewelle) auf einen Kristall (atomares Gitter), so werden die Elektronen an den einzelnen Atomen gestreut. Die Interferenz der Kugelwellen, die von jedem Atom ausgehen, bildet sich gut aus, wenn Wellen auf ein Gitter treffen, dessen geometrische Ausdehnung eine vergleichbare Größenordnung besitzt wie die Wellenlänge der einfallenden Strahlung. Dieses wird bei der Untersuchung der Festkörperoberflächen durch die Verwendung von Elektronen im Energiebereich zwischen 40 eV und 250 eV ( $\lambda = 0.2$  nm bis 0.08 nm) erreicht. Eine solche am atomaren Gitter stark reflektierte und gebeugte Welle enthält Informationen über Struktur und Symmetrie der atomaren Festkörperoberfläche.

Die langsamen Elektronen werden an den ersten Atomschichten einer Festkörperoberfläche elastisch reflektiert und liefern somit Informationen über die Oberflächenstruktur.

Der experimentelle Aufbau einer auf den erwähnten Grundlagen basierenden Elektronenbeugungsapparatur ist in Abbildung 5.1.1 zu sehen.



**Abbildung 5.1.1:** Schematischer Aufbau einer LEED-Apparatur [Omi03].

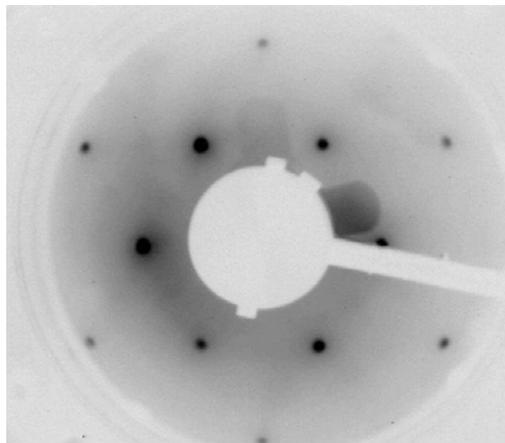
Die zur Beugung benötigten Elektronen werden durch thermische Emission aus einer Glühkathode freigesetzt und in die Richtung zur Probe beschleunigt. Der einfallende Elektronenstrahl wird in den ersten Atomschichten des Kristalls gebeugt und in unterschiedliche Richtungen reflektiert. Die reflektierten Elektronen durchlaufen vor dem Auftreffen auf einen sphärischen phosphorbeschichteten Fluoreszenzschirm ein dazu konzentrisches, ebenfalls sphärisches Gittersystem.

Im Allgemeinen verwendet man hierbei 3-Gitter-Elektronenoptiken. Das erste Gitter, durch das die Elektronen gelangen, liegt auf Erdpotenzial. Da die Probe ebenfalls auf Erdpotenzial liegt, herrscht zwischen Probe und LEED Optik ein feldfreier Raum und die Elektronen bewegen sich dort ungehindert (geradlinig und unbeschleunigt). Das negativ geladene Gitter 2

wirkt als Filter für inelastisch gestreute Elektronen, die natürlich eine geringere kinetische Energie als die elastisch gestreuten besitzen und somit ohne Filterung das Untergrundsignal unerwünscht erhöhen würden. Das nachfolgende Gitter 3 ist ebenfalls auf Erdpotential, um die Auswirkung der positiven Hochspannung ( $\approx 5 \text{ keV}$ ) des Fluoreszenzschirms auf die Elektronen zu reduzieren. Die abschließende Beschleunigung der Elektronen auf den Schirm erhöht die Signalintensität der Reflexe. Diese können dann mittels einfacher Fotos oder einer Bildverarbeitung hinsichtlich ihrer Reflexanordnungen und -intensitäten ausgewertet werden. Der Zusammenhang zwischen beobachtetem Beugungsbild und reziprokem Raum lässt sich sehr leicht mit Hilfe der Ewald-Konstruktion (Ewald-Kugel) herstellen (Näheres siehe [Hen94]).

In der UHV-Kammer ASPIC wurde eine „Zwei-Gitter-Reserve-View-LEED-Optik“, wie sie schematisch in Abbildung 5.1.1 gezeigt ist, mit zentraler Elektronenkanone verwendet.

Die Primärenergie der Elektronen kann zwischen 5 eV und 1000 eV variiert werden, die Bilder werden mit einer CCD<sup>18</sup>-Kamera (außerhalb des Vakuums) aufgenommen und über einen PC gespeichert und ggf. analysiert. Das LEED-Bild in Abbildung 5.1.2 wurde an einer Ni-Oberfläche in (111)-Orientierung nach der Präparation des Kristalls aufgenommen.



*Abbildung 5.1.2: LEED-Aufnahme einer Ni(111)-Kristalloberfläche bei einer Elektronenenergie von 192 eV.*

## **5.2. Augerelektronen-Spektroskopie (AES)**

Neben der geometrischen Struktur der Oberfläche ist auch ihre chemische Zusammensetzung von Interesse. Die Augerelektronen-Spektroskopie ist eine analytische Methode zur Oberflächenuntersuchung, die auf dem Auger-Prozess basiert. Hierbei emittieren Atome aus kernnahen, angeregten Energieniveaus charakteristische Elektronen – so genannte

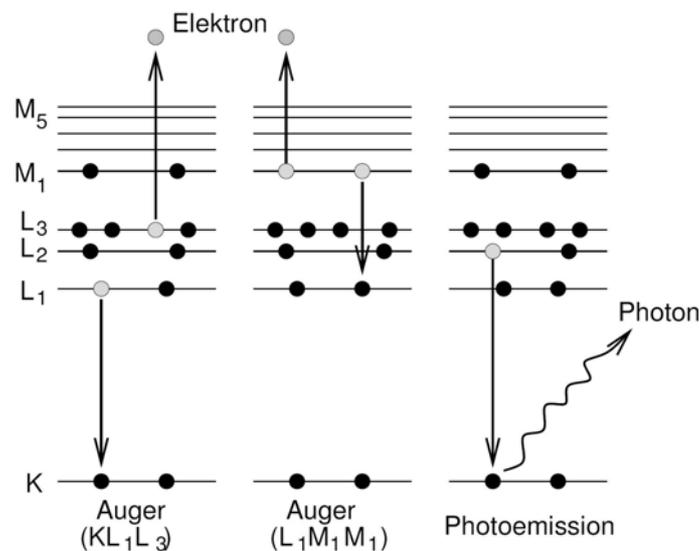
---

<sup>18</sup> Charge Coupled Device.

Augerelektronen. Diese Augerelektronenemission ist ein Konkurrenzprozess zur Emission von Röntgenquanten (Röntgenfluoreszenz) bei der Relaxation aufgrund des photoelektrischen Effekts.

Neben der Photoemission kann auch durch einen Konversionsprozess oder durch einen K-Einfang ein Elektron aus einer inneren Schale des Atoms entfernt werden. Die Hülle bleibt danach in einem angeregten Zustand. Die Anregungsenergie kann entweder als elektromagnetische Strahlung (Röntgenstrahlung) abgegeben oder auf ein Hüllenelektron übertragen werden. Die kinetische Energie der Augerelektronen ist durch die Differenz der Bindungsenergie in der Hülle gegeben.

Typische kinetische Energien der Augerelektronen für Oberflächenuntersuchungen liegen im Bereich von 1 eV bis 1000 eV. Aufgrund ihres Ursprungs aus elementspezifischen Bindungszuständen sind diese auch eindeutig einem bestimmten Element zuzuordnen und werden deshalb standardmäßig zur Überprüfung der Oberflächenreinheit und der Identifizierung von Adsorbatatomen herangezogen.

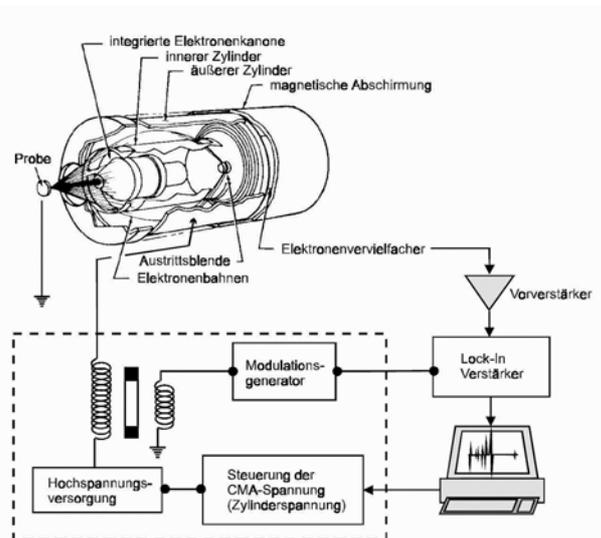


**Abbildung 5.2.1:** Schematische Darstellung der Vorgänge beim Augerprozess. Aus der inneren K-Schale des Atoms wird ein Elektron herausgeschlagen (z. B. durch Elektronenstoß). Das entstandene „Loch“ wird durch ein äußeres Elektron von der L-Schale aufgefüllt und ebenfalls aus der L-Schale wird ein Elektron emittiert. Analog gibt es einen LMM-Prozess, MNN-Prozess, usw. Diese Prozesse spielen jedoch erst bei höheren Kernladungszahlen eine Rolle.

Abbildung 5.2.2 zeigt den schematischen Aufbau eines Augerelektronen-Spektrometers. Mittels einer in den Zylinderspiegelanalysator (CMA<sup>19</sup>) integrierten Elektronenkanone werden Elektronen mit Primärenergien von 2,5-3 keV senkrecht auf die Probe geschossen.

<sup>19</sup>Cylindrical Mirror Analyzer.

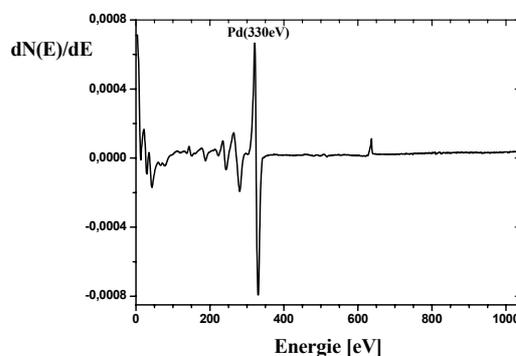
Die von der Probe emittierten Sekundärelektronen mit Energien zwischen 20 eV und 2000 eV treten durch eine ringförmig angeordnete Eintrittsblende in den Zylinderanalysator und werden dort nach ihrer kinetischen Energie selektiert und gezählt.



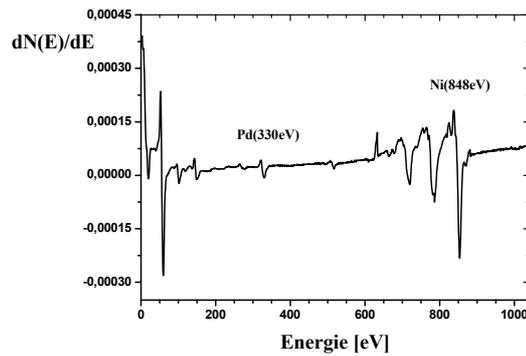
**Abbildung 5.2.2:** Schematischer Aufbau eines Auger-Spektrometers mit Zylinderspiegelanalysator.

Ein Rechner steuert dabei die CMA-Spannung zum automatischen Durchstimmen der kinetischen Energie der Augerelektronen. Ein Elektronenvervielfacher verstärkt anschließend das bei verschiedenen Energien erhaltene Signal. Zur Verbesserung des Signal-Rausch-Verhältnisses wird mit Hilfe der Lock-In-Technik das eigentliche Spektrum in ein differentielles Energiespektrum  $dN(E)/dE$  umgewandelt und an einen Computer zwecks Datenaufnahme weitergeleitet.

Alle Funktionen des Augerelektronen-Spektrometers können über einen Computer gesteuert werden, der auch zur Datenaufnahme und -auswertung benutzt wird.



**Abbildung 5.2.3:** Das Augerelektronen-Spektrum einer Pd(111)-Oberfläche



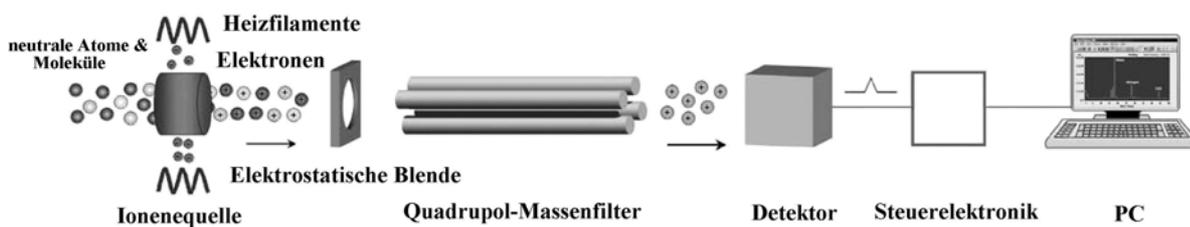
**Abbildung 5.2.4:** Augerelektronen-Spektrum eines Pd(111)-Einkristalls nach dem Bedampfen mit 8 ML Ni.

Die Abbildung 5.2.3 zeigt ein auf diese Weise aufgenommenes Augerelektronen-Spektrum eines Pd(111)-Einkristalls, die Abbildung 5.2.4 ein weiteres Augerelektronen-Spektrum eines Pd(111)-Einkristalls mit einer Bedeckung von 8 Monolagen Ni. Die niederenergetischen Maxima bis 330 eV (MNN-Übergang) sind charakteristisch für Palladium. Die Maxima zwischen 650 und 848 eV (LMM-Übergang) lassen sich den Ni-Atomen zuordnen.

### 5.3. Quadrupol-Massenspektrometer

Zur Restgasanalyse der UHV-Systeme wird ein Quadrupol-Massenspektrometer (QMS) eingesetzt. Ein Quadrupol-Massenspektrometer setzt sich aus vier Elementen zusammen: Ionenquelle, Massenfilter, Detektor und Steuerelektronik. Die Ionenquelle ionisiert mittels Elektronenstoß die Gasteilchen und erzeugt detektierbare Ionen. Nach der Ionisierung werden die Ionen mittels eines elektrostatischen Strahlführungssystem aus der Ionenquelle in den Massenfilter gelenkt.

Der Massenfilter arbeitet nach dem Quadrupol-Prinzip. Ein Stangensystem aus vier Edelstahlstäben bildet einen elektrischen Quadrupol. An das Stangensystem wird sowohl eine elektrische Gleichspannung als auch eine Wechselspannung angelegt. Die elektrischen Spannungen werden so gewählt, dass immer nur Ionen eines bestimmten Masse-Ladungs-Verhältnisses den Massenfilter passieren können. Alle anderen Ionen werden durch die elektrischen Felder aus ihrer Bahn gelenkt und nicht detektiert.



**Abbildung 5.3.1:** Arbeitsprinzip eines Quadrupol-Massenspektrometers.

Ionen, die den Massenfilter passiert haben, werden vom Detektor aufgefangen. Hierbei kommen Faradaycups- oder SEV<sup>20</sup>-Detektoren zum Einsatz. Die Detektoren liefern ein elektrisches Signal in Form eines Strompulses, der von der Steuerelektronik verstärkt und verarbeitet wird. Die Steuerelektronik liefert die Versorgungsspannungen für die Ionenquelle, für das Quadrupol-System und für den Detektor, und sie empfängt das Detektorsignal, verstärkt und verarbeitet es. Über einen angeschlossenen Rechner werden die Messungen gesteuert und die Messergebnisse dargestellt.

Das in die ASPIC-Kammer eingebaute Quadrupol-Massenspektrometer (QMS) wird zur Kontrolle des Restgases und zur Lecksuche verwendet. Das QMS kann Partialdrücke im Bereich von  $10^{-10}$  mbar sowohl reiner chemischer Elemente als auch von niedermolekularen Molekülen nachweisen.

Vor und nach dem Ausheizen ist eine Vakuumanalyse notwendig, die Informationen über die Restgase in der ASPIC-Apparatur gibt, um Prognosen über die Funktionsfähigkeit der gesamten Anlage abzugeben.

**Tabelle 5.3.1:** Vakuumanalyse vor dem Ausheizen.

Restgas	H <sup>+</sup>	O <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> O	N <sub>2</sub>	CO <sub>2</sub>
Z	1	16	18	28	44
p [mbar]	$1.0 \cdot 10^{-7}$	$1.1 \cdot 10^{-8}$	$0.6 \cdot 10^{-6}$	$1.4 \cdot 10^{-8}$	$1.1 \cdot 10^{-8}$

**Tabelle 5.3.2:** Vakuumanalyse nach dem Ausheizen.

Restgas	H <sup>+</sup>	O <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> O	N <sub>2</sub>	CO <sub>2</sub>
Z	1	16	18	28	44
p [mbar]	$3.8 \cdot 10^{-9}$	$0.6 \cdot 10^{-9}$	$1.2 \cdot 10^{-9}$	$4.0 \cdot 10^{-9}$	$1.3 \cdot 10^{-9}$

#### 5.4. Argon-Sputtern

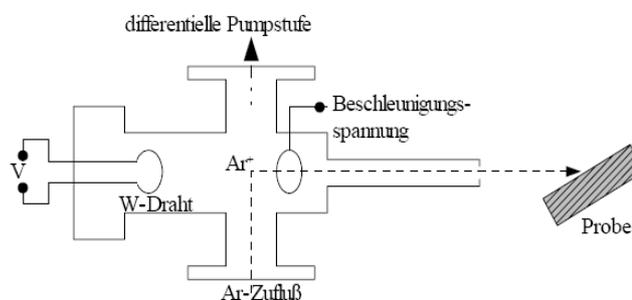
Das Abtragen von Atomen, Molekülen oder Clustern einer Festkörperoberfläche durch Ionenbeschuss wird als *Sputtern* bezeichnet. Hierbei wird ein Strahl hochenergetischer Edelgasionen auf die Probe gerichtet, wodurch Sekundärteilchen aus den obersten Monolagen einer Oberfläche herausgeschlagen werden.

Die Edelgasionen werden in einer kleinen Kammer der Ionenkanone erzeugt. In diese wird mit Hilfe eines Feinregulierventils Edelgas (in diesem Falle Argon) eingelassen. Durch thermische Elektronenemission werden aus einem Filament Elektronen generiert, die auf ein Anodengitter beschleunigt werden und auf ihrem Weg mit den Edelgasteilchen kollidieren und diese ionisieren. Die Ausbeute der erzeugten Edelgasionen ist dabei proportional zum

<sup>20</sup> Sekundärelektronenvervielfacher.

Elektronenstrom und zum Edelgasdruck in der Kollisionskammer. Der erzeugte Ionenstrom kann im Bereich von 1 nA bis 10 mA eingestellt werden. Die erzeugten Edelgasionen werden aus der Kollisionkammer extrahiert und auf eine vorgewählte kinetische Energie beschleunigt. Dabei kann die Ionenenergie zwischen 200 eV und 5 keV eingestellt werden, um unterschiedlich weit in die Oberfläche einzudringen. Der Durchmesser des Ionenstrahls am Ausgang der Ionenkanone lässt sich durch eine ionenoptische Linse im Bereich von 3 mm bis 12 mm variieren. So kann gewährleistet werden, dass die gesamte Probe (etwa 10-12 mm Durchmesser) gleichmäßig von Ionen getroffen wird.

Am Ort der Probe beträgt, bei den hier durchgeführten Ionenätzprozessen, der Strahldurchmesser etwa 20 mm.



**Abbildung 5.4.1:** Schematische Darstellung einer Argon-Sputterkanone

Während des Sputtervorgangs befindet sich die Probe in einem Abstand von etwa 50 mm vor der Ar-Kanone und ist um etwa  $30^\circ$  zur Strahlrichtung geneigt. Der Strom beträgt etwa  $1.2 \mu\text{A}$ . Während des Sputterns steigt der Partialdruck von Argon in der ASPIC-Kammer auf etwa  $1 \cdot 10^{-6}$  mbar an. Da dieser Druck für die Ionen-Getter-Pumpe schädlich ist, wird die Pumpe vom Rest der UHV-Kammer durch Schließen eines Metallventils während des Sputterns abgetrennt.

Durch 30-60 Minuten andauerndes Argon-Sputtern wird die Kristalloberfläche chemisch gereinigt, jedoch wird die Oberfläche dabei stark geschädigt, so dass nach dem Sputtern kein LEED-Bild erkennbar ist. Um eine wohlgeordnete Struktur zu erhalten, wird der Kristall nach dem Sputtern mit einer Elektronenstoßheizung ausgeheilt.

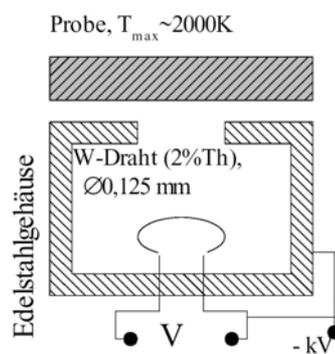
### 5.5. Elektronenstoßheizung

Durch den Ionenbeschuss (Sputtern) wird das Oberflächengitter des Festkörpers gestört. Deshalb muss durch Erhitzen (Tempern) bis zu einer vom jeweiligen Kristallmaterial abhängigen typischen Temperatur das Gitter wieder ausgeheilt werden.

Das Heizelement auf dem Probenkopf des Hauptmanipulators erlaubt es, die Kristalle bis zu einer Temperatur von 800 K zu heizen. Da jedoch Temperaturen zwischen 1000 K und 1200 K benötigt werden, wird die Probe zum Ausheilen auf eine Elektronenstoßheizung gesetzt.

Aus einem Heizdraht werden Elektronen thermisch emittiert und durch das Anlegen einer negativen Hochspannung an den Draht auf die Kristallrückseite beschleunigt. Die kinetische Energie der Elektronen wird beim Aufprall zum großen Teil in Wärme umgewandelt. Über Hochspannung und Heizstrom wird die Temperatur kontrolliert.

Beim Ausheizen wird die Temperatur über ein Infrarot-Temperaturmessgerät (Pyrometer) kontrolliert.



**Abbildung 5.5.1:** Schema der Elektronenstrahlheizung.

Durch das Tempern der Probe kommt es zur Segregation von Volumenverunreinigungen in die oberen Schichten. Auf diese Weise werden die Ni- und Pd-Oberflächenlagen typischerweise durch Schwefel, Kohlenstoff oder Phosphor kontaminiert. Schwefel diffundiert ab etwa 750 K, Phosphor ab 700 K und Kohlenstoff ab 400 K zur Oberfläche [Voi90].

Für die Experimente an Oberflächen ist es notwendig, dass die Sonde ohne Verunreinigungen dort deponiert wird. Daher wird der im nächsten Abschnitt beschriebene mehrstufige Reinigungsprozess genutzt, um die Sonden ohne Restkontamination zu erhalten.

## 5.6. Präparation dünner Filme

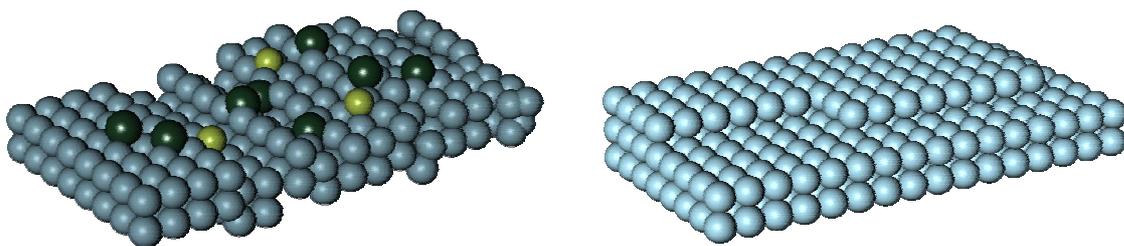
Bei der Präparation ultradünner Schichten wurde im Rahmen dieser Arbeit eine Bedampfanlage benutzt. Durch Elektronenstrahlheizung wird die Spitze eines Stabes (z.B. eines Pd-Stab) zum Schmelzen gebracht. Die abdampfenden Atome gelangen mit thermischer Geschwindigkeit durch eine Düse auf die Probe. Die Verwendung der

MEED<sup>21</sup>-Oszillation zur Kalibrierung von Filmdicken ermöglicht eine direkte Überwachung des Aufdampfprozesses, der bei Erreichen der gewünschten Schichtdicken abgebrochen werden kann. Das Beugungsbild gibt zudem direkt und *in situ* Informationen über Qualität, Orientierung und Gitterkonstante des Filmes.

### 5.7. Einkristallpräparation und Analyse

Die in dieser Arbeit verwendeten Ni- und Pd-Einkristalle werden als 1 mm bzw. 2 mm dicke Scheiben mit einem typischen Durchmesser von 12 mm von einem Einkristallstäbchen abgeschnitten. Die Kristalle werden erst grob präpariert (glattpoliert, im Grobvakuum in einer Wasserstoffatmosphäre einige Stunden ausgeheizt), um ihre Oberfläche mikroskopisch glatt und ohne Versetzungen zu erhalten. Danach werden die Kristalle in die UHV-Kammer eingebaut und für die Messungen in der Hauptkammer vorbereitet. Die Probenpräparation besteht aus mehreren Sputter- und Ausheizzyklen und muss solange durchgeführt werden, bis die Restkontamination der Oberfläche einen Wert von wenigen Atomprozent (typisch 3%) nicht übersteigt.

Die Probenoberfläche wird zuerst mit Ar-Ionen einer hohen Reinheit unter einem Winkel von etwa 30° beschossen. Damit werden adsorbierte Fremdatome von der obersten Schicht entfernt. Die Energie der Ionen wird auf 1.2 keV und der Argonstrom auf 0.9  $\mu$ A voreingestellt. Während des Sputterns steigt der Basisdruck in der ASPIC-Apparatur bis auf  $10^{-6}$  mbar.



**Abbildung 5.7.1:** Die gelieferten Kristalle besitzen eine Kontamination und eine strukturelle Unordnung (links). Für erfolgreiche Experimente ist eine geordnete Struktur ohne adsorbierte Fremdatome auf der Oberfläche erforderlich (rechts). Um einen sauberen Kristall zu erhalten, wird dieser mehreren Sputter- und Temperzyklen unterzogen.

Nach dem Sputtern ist der Kristall zwar gesäubert, jedoch ist seine Oberflächenstruktur stark geschädigt. Deshalb werden die Kristalle ausgeheilt, um eine wohlgeordnete Struktur zu erhalten. Die Probenhalter werden derart konstruiert, dass die Kristalle einzeln von Elektronen

<sup>21</sup> Medium Energy Elektron Diffraction

bombardiert werden können. Die Elektronenstoßheizung erlaubt es, den ganzen Kristall (Abbildung 5.7.2) bis auf 2000 K und mehr aufzuheizen. Über eine Hochspannung und den Filamentstrom wird die Temperatur variiert und von außen durch ein Pyrometer kontrolliert.

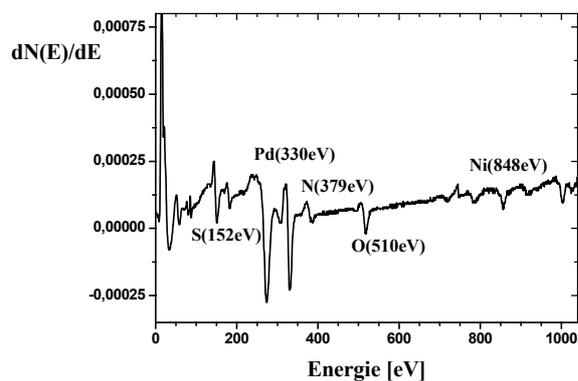


**Abbildung 5.7.2:** Der Kristall beim Ausheilen (Tempern). Er glüht gelb-weiß infolge der hohen Temperatur während des Elektronenbeschusses.

Beim Tempern wandern Fremdatome aus dem Volumen des Kristalls an die Oberfläche.

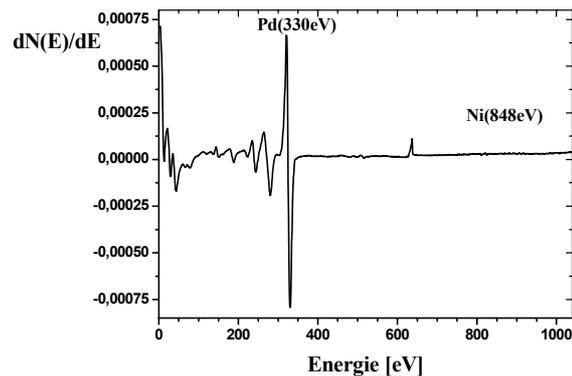
Die Sputter- und Ausheizprozesse müssen mehrmals wiederholt werden, bis die Oberfläche die gewünschte Reinheit und eine wohlgeordnete Struktur hat. Der Erfolg des Sputterns wurde durch Augerelektronen-Spektroskopie (AES), der des Temporns mit Hilfe der Low-Energy-Electron-Diffraction-Aufnahmen (LEED) kontrolliert.

In der Abbildung 5.7.3 ist ein Augerelektronen-Spektrum von einem Pd(111)-Einkristall vor der Präparation gezeigt, der eine Restkontamination von etwa 47% (16% Schwefel, 15.2% Sauerstoff, 14.2% Stickstoff, 1.6% Nickel) aufweist.



**Abbildung 5.7.3:** Das Augerelektronen-Spektrum einer Pd(111)-Oberfläche mit Kontamination durch Schwefel, Sauerstoff, Stickstoff und Nickel.

Die Abbildung 5.7.4 zeigt das Augerelektronen-Spektrum eines chemisch reinen Pd(111)-Einkristalls.



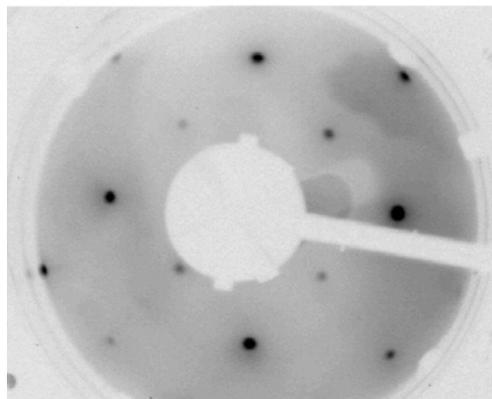
**Abbildung 5.7.4:** Das Augerelektronen-Spektrum einer reinen Pd(111)-Oberfläche nach der Präparation

In Abbildung 5.7.5 und Abbildung 5.7.6 sind die Beugungsmuster der Oberflächen von verwendeten Einkristallen zu sehen.

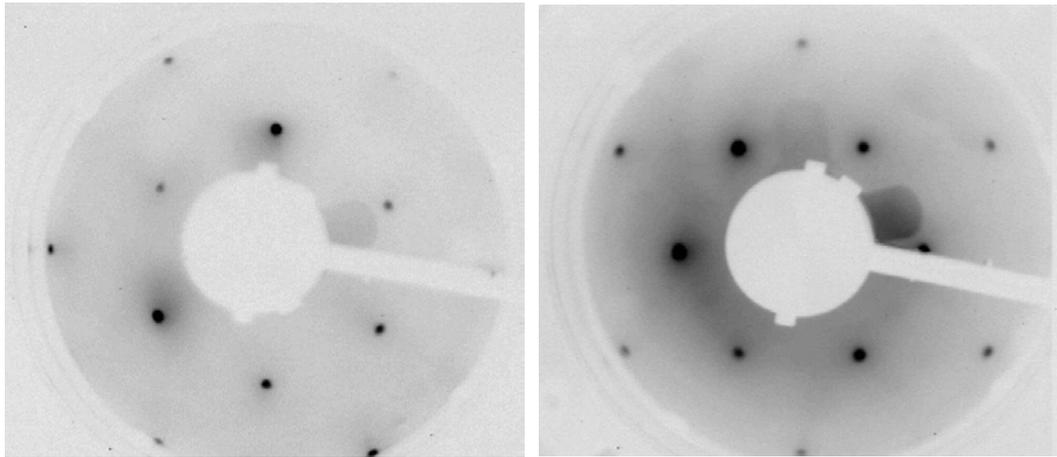
Das Muster der Reflexe lässt die (001)- (Abbildung 5.7.5) und (111)-Orientierung (Abbildung 5.7.6) erkennen.

Die wohlpräparierten Kristalloberflächen können wahlweise durch Lagen des eigenen Kristallelementes, um die Rauigkeit einzustellen, oder durch fremde Elemente, um Messungen an Grenzflächen durchführen zu können, bedampft werden.

Da bei LEED die Wellenlänge nicht wesentlich kleiner als eine mittlere Gitterkonstante ist beobachtet man nur relativ wenige Reflexe. Für kleine Energien (20 eV) sieht man gewöhnlich nur den Reflex erster Ordnung, für große Energien (~ 500 eV) Reflexe etwa bis zur 6. Ordnung

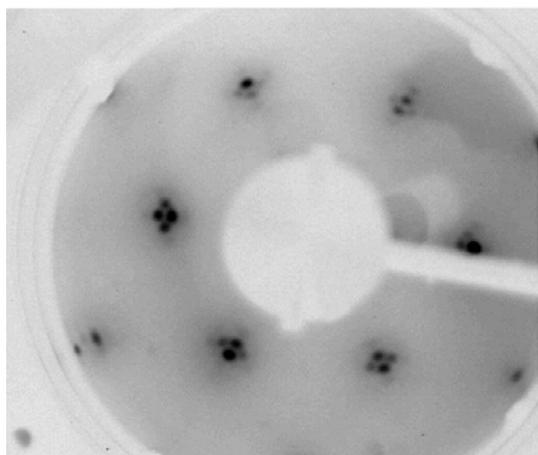


**Abbildung 5.7.5:** LEED- Aufnahme einer Pd(001)-Kristalloberfläche bei einer Elektronenenergie von 148 eV.



**Abbildung 5.7.6:** LEED-Aufnahme einer Pd(111)-Kristalloberfläche bei der Elektronenenergie von 135 eV (links) sowie einer Ni(111)-Kristalloberfläche bei einer Elektronenenergie von 192 eV (rechts).

Bei starker Rauigkeit wird die Intensität der Reflexe sehr stark abgeschwächt, so dass nur in der Nähe der dreidimensionalen reziproken Gitterpunkte noch erhebliche Intensität zu beobachten ist. Das Auftreten zusätzlicher Reflexe im LEED-Bild für  $\sim 1$  Monolage Bedeckung erklärt sich durch Mehrfachstreuung und Korrugation. Abbildung 5.7.7 zeigt ein LEED-Beugungsmuster nach der Präparation einer Pd-Monolage auf der Ni(111)-Einkristalloberfläche. Deutlich zu erkennen ist hier eine Überstruktur in Form von Nebenreflexen um die Ni-Hauptreflexe herum.



**Abbildung 5.7.7:** LEED-Aufnahme einer Pd-Monolage auf einer Ni(111)-Kristalloberfläche bei der Elektronenenergie von 143 eV.