

## Untersuchung der Kristallstruktur des Wolfram mit einem Feldemissions-Mikroskop

### Versuchsziele

- Beobachtung der kubisch-raumzentrierten Struktur eines Wolfram-Einkristalls mit einem Feldemissions-Mikroskop.
- Beobachtung einzelner Barium-Atome und ihrer thermischen Bewegung auf der Oberfläche des Wolfram-Einkristalls.

### Grundlagen

Im Feldemissions-Mikroskop ist eine extrem feine Wolfram-Spitze als Kathode K im Zentrum einer auf hohes Vakuum ausgepumpten Glaskugel G angeordnet (siehe Fig. 1). Die Innenseite der Glaskugel ist mit einem Fluoreszenzschirm als Anode A versehen. Der Fluoreszenzschirm leuchtet – im verdunkelten Raum beobachtbar – auf, sobald zwischen Kathode und Anode eine Hochspannung von mindestens etwa 5 kV anliegt, da Elektronen durch Feldemission (Tunneleffekt) aus der kalten Wolfram-Spitze emittiert werden und zum Leuchtschirm gelangen.

Die Wolfram-Spitze ist das einkristalline Ende eines schlaufenförmig gebogenen Drähtchens. Sie wird durch Ätzen hergestellt und ist zunächst scharfkantig und ziemlich unregelmäßig. Anschließendes Glühen im Hochvakuum verrundet die Spitze zu einer Halbkugel mit dem Radius  $r \approx 0,1-0,2 \mu\text{m}$ , die mit einem gewöhnlichen Lichtmikroskop nicht mehr beobachtet werden. Die Halbkugel ist nahezu vollkommen mit nur kleinen ebenen Abschnitten an einigen niedrig indizierten Kristallflächen.

Bei anliegender Hochspannung verlaufen die elektrischen Feldlinien von der Halbkugel aus in radialer Richtung zum Leuchtschirm. In der Nähe der Halbkugel erreicht das elektrische Feld eine Feldstärke in der Größenordnung  $10^{10} \text{ V m}^{-1}$ ; daher können Leitungselektronen durch Feldemission aus dem Wolfram-Kristall austreten und in radialer Richtung auf den Leuchtschirm fliegen. Die Feldemission ist stark von der Austrittsarbeit der Elektronen abhängig und diese wiederum ist für die verschiedenen Kristallflächen unterschiedlich. Daher entsteht auf dem Leuchtschirm ein um den Faktor

$$V = \frac{R}{r} \quad (I)$$

$R = 4 \text{ cm}$ : Radius des Leuchtschirms

vergrößertes Abbild der Struktur der Wolfram-Spitze mit hellen und dunklen Stellen in regelmäßiger Anordnung.

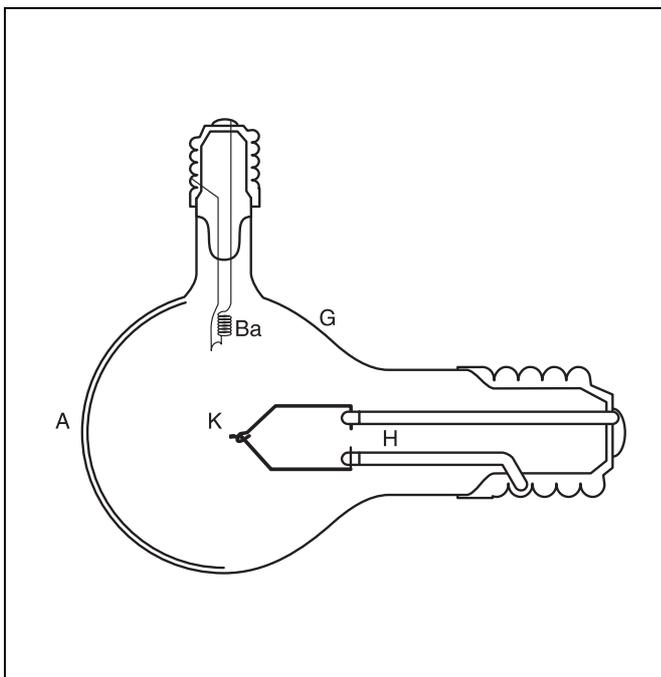


Fig. 1 Feldemissions-Mikroskop nach E. W. Müller

**Geräte**

1 Feldemissions-Mikroskop . . . . .	554 60
1 Anschlussplatte FEM . . . . .	554 605
1 Paar Standfüße . . . . .	301 339
1 Hochspannungs-Netzgerät 10 kV . . . . .	521 70
1 Kleinspannungs-Stelltrafo . . . . .	52139
1 Amperemeter, bis 10 A . . . . . z.B.	531 712
Sicherheits-Experimentierkabel	

**Sicherheitshinweise**

Das Feldemissions-Mikroskop ist ein Störstrahler im Sinne der Röntgenverordnung (RöV), da bei Hochspannungen über 5 kV Röntgenstrahlung erzeugt wird. Bei intakter Wolfram-Spitze ist ein gefahrloser Betrieb gewährleistet: Die Dosisleistung der Röntgenstrahlung liegt deutlich unter der geforderten Grenze  $j = 1 \mu\text{Sv/h}$ . Bei defekter Wolfram-Spitze können unter ungünstigen Bedingungen erhöhte Dosisleistungen auftreten.

- Gebrauchsanweisung zum Feldemissions-Mikroskop beachten.
- Ein Feldemissions-Mikroskop mit defekter Wolfram-Spitze (scharf begrenzte Leuchterscheinungen auf dem Leuchtschirm) nicht mit Hochspannungen oberhalb 5 kV betreiben.

Die Wolfram-Spitze des Feldemissions-Mikroskops kann durch zu hohe Ströme lokal überhitzt werden und schmelzen, so dass das Feldemissions-Mikroskop irreparabel zerstört wird.

- Wolfram-Spitze keinesfalls bei anliegender Hochspannung ausheizen.
- Hochspannung vor Ausheizen der Wolfram-Spitze ausschalten und beim Ausheizen Amperemeter beobachten (Heizstrom  $I = 1,8 \text{ A}$  nicht überschreiten).
- Hochspannung nach Ausheizen erst anlegen, wenn die Wolfram-Spitze abgekühlt ist.
- Bei anliegender Hochspannung zur Beobachtung der Barium-Atome Wolfram-Spitze höchstens bis zur schwachen Dunkelrotglut erwärmen.

Am Feldemissions-Mikroskop und an der Anschlussplatte FEM liegt im Betrieb Hochspannung an. In der vorgeschlagenen Beschaltung liegen die Anode und die Heizung für den Bariumvorrat des Feldemissions-Mikroskops auf Massepotential. Das ist nur möglich, wenn zur Heizung der Wolfram-Spitze eine hochspannungsfeste Heizspannungsquelle verwendet wird.

- Als Heizspannungsquelle den 6,3-V-Ausgang des Hochspannungs-Netzgeräts 10 kV (521 70) verwenden.
- Anschlussplatte FEM nur mit geschlossenem Gehäusedeckel betreiben.
- Beschaltung nur bei ausgeschalteten Netzgeräten vornehmen.

Das Feldemissions-Mikroskop ist ein hochevakuierter Glaskolben und daher stoßempfindlich.

- Feldemissions-Mikroskop auch nach Einbau in die Anschlussplatte FEM sorgfältig behandeln und vor mechanischer Belastung schützen.

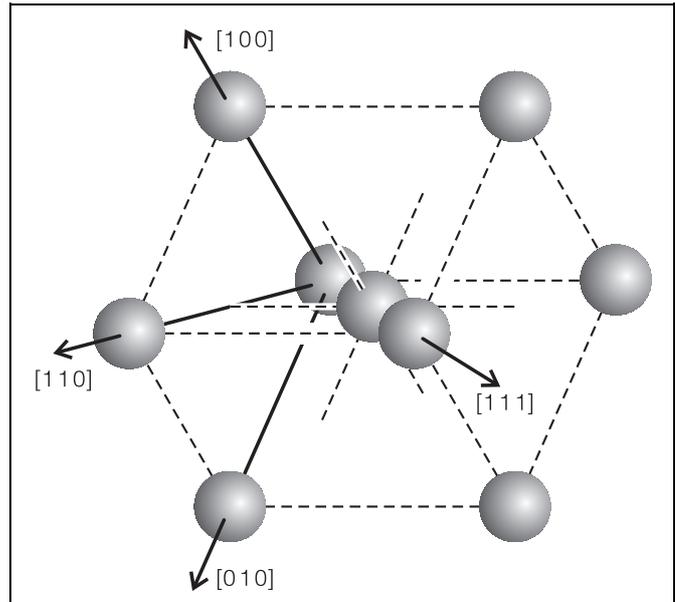
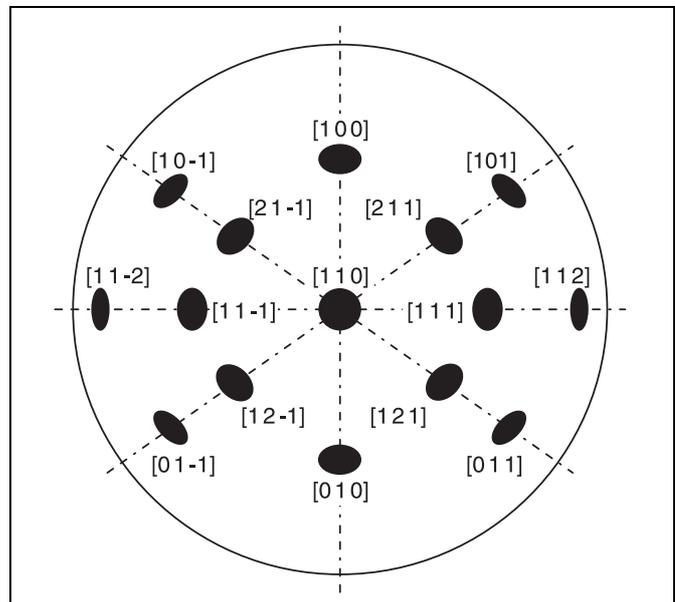


Fig. 2 Elementarzelle des Wolfram-Gitters

**Abbildung der Struktur des Wolfram:**

In Fig. 2 ist die kubisch-raumzentrierte Elementarzelle des Wolfram-Gitters dargestellt. Die kristallographische Richtung  $[1\ 1\ 0]$  zeigt ins Zentrum des Leuchtschirms, da sie – durch den Herstellungsprozess bedingt – mit der Längsrichtung der Wolfram-Spitze zusammenfällt. Nach oben bzw. nach unten weisen die Richtungen  $[1\ 0\ 0]$  und  $[0\ 1\ 0]$ . Die Durchstoßpunkte dieser und einiger weiterer niedrig indizierter Richtungen auf dem Leuchtschirm sind in Fig. 3 in Parallelprojektion dargestellt. Ein entsprechendes Abbild der Kristallstruktur des Wolfram kann auf dem Leuchtschirm beobachten werden, wenn die Wolfram-Spitze zuvor durch Ausheizen bis zur Weißglut von adsorbierten Fremdatomen auf der Oberfläche befreit wurde. Wegen der Adsorption von Atomen und Molekülen aus dem Restgas des Feldemissions-Mikroskops auf der Wolfram-

Fig. 3 Indizierung der Emissionsrichtungen, auf dem Leuchtschirm des Feldemissions-Mikroskops in Parallelprojektion betrachtet



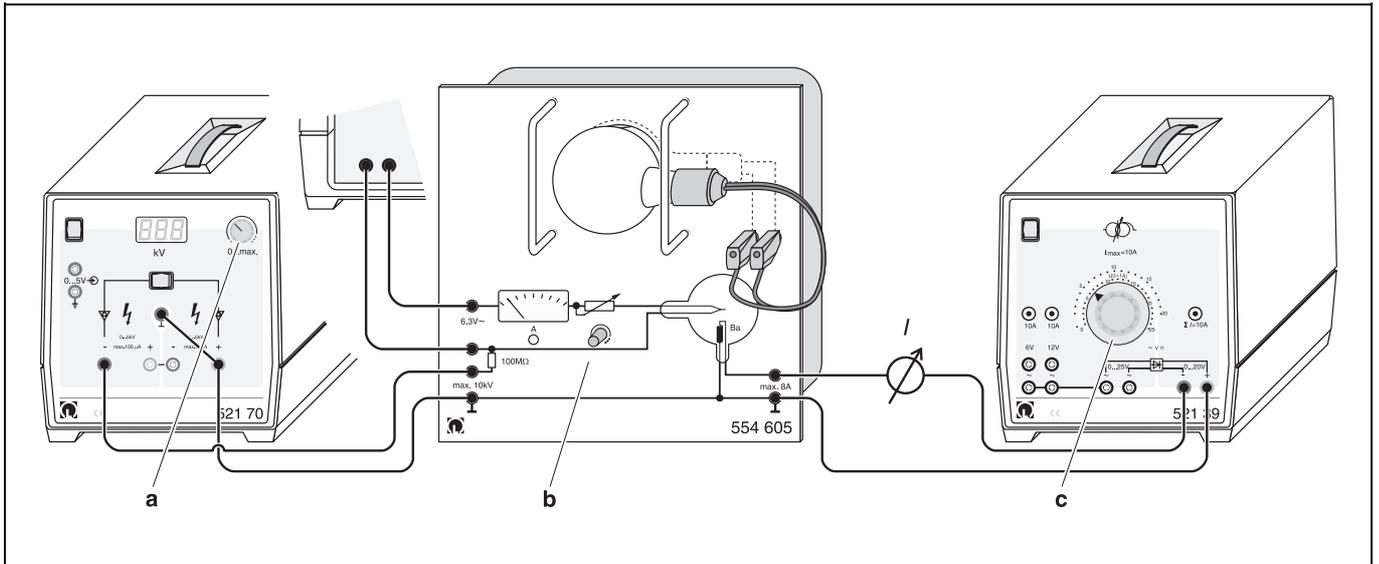


Fig. 4 Versuchsaufbau mit dem Feldemissions-Mikroskop.

Spitze ändert sich das Leuchtschirmbild während einer mehrere Minuten dauernden Beobachtung ständig [1–3].

#### Sichtbarmachung von Barium-Atomen:

Die Restgasatome sind für eine Beobachtung einzelner Atome auf dem Leuchtschirm zu klein. Dagegen sind die Atome des elektropositiven Metalls Barium mit einem Durchmesser von etwa 0,4 nm so groß, dass man sie als helle Punkte auf dem Leuchtschirm sehen kann, wenn sie sich auf der Wolfram-Spitze niedergeschlagen haben. Die hellen Punkte sind sogar größer als dem in (!) angegebenen Vergrößerungsfaktor entspricht, da die Barium-Atome den Feldlinienverlauf an der Wolfram-Spitze beeinflussen [4].

Zur Beobachtung aufgedampfter Barium-Atome enthält das Feldemissions-Mikroskop neben der Kathode eine ringförmige Mulde mit einem Barium-Vorrat Ba (siehe Fig. 1). Sie liegt auf Anodenpotential und kann elektrisch geheizt werden. Wird nun eine winzige Menge Barium in der Glaskugel verdampft, schlagen sich einzelne Barium-Atome auf der Wolfram-Spitze nieder und erzeugen hell leuchtende Punkte auf dem Leuchtschirm. Bei vorsichtigem Heizen der Wolfram-Spitze kann man den Platzwechsel der Barium-Atome aufgrund der Temperaturbewegung als Aufblitzen und Verlöschen der hellen Punkte beobachten.

#### Aufbau

Der Versuchsaufbau ist in Fig. 4 dargestellt. Anode und Heizung des Barium-Vorrats liegen auf Massepotential. Zur Heizung des Barium-Vorrats kann daher eine handelsübliche Spannungsquelle, z. B. der Kleinspannungs-Stelltrafo (521 39), verwendet werden. Zum Ausheizen der Wolfram-Spitze ist dagegen eine hochspannungsfeste Heizspannungsquelle erforderlich, z. B. der 6,3-V-Ausgang des Hochspannungs-Netzgerätes 10 kV (521 70).

- Ggf. Feldemissions-Mikroskop in der Anschlussplatte FEM montieren (siehe Gebrauchsanweisung zur Anschlussplatte FEM).
- Hochspannungssteller (a) und Potentiometer (b) für Heizstrom der Wolfram-Spitze auf Null (Linksanschlag) stellen.
- Hochspannungs-Ausgang und 6,3-V-Ausgang des Hochspannungs-Netzgerätes 10 kV gemäß Fig. 4 mit Anschlussplatte FEM verbinden.

- Stellknopf (c) des Kleinspannungs-Stelltrafos auf Linksanschlag drehen, Kleinspannungs-Stelltrafo an Heizung des Barium-Vorrats anschließen und Amperemeter in Reihe schalten.

#### Durchführung

*Hinweis:* Das Experiment sollte in einem möglichst gut abgedunkeltem Raum durchgeführt werden, da dann die Hochspannung nicht zu hoch sein muss.

- Zur Überprüfung der Wolfram-Spitze Hochspannungs-Netzgerät einschalten, Hochspannung langsam hochdrehen und Leuchtschirmbild im abgedunkelten Raum beobachten.

Falls scharf begrenzte Leuchterscheinungen auf dem Leuchtschirm vermuten lassen, dass die Wolfram-Spitze defekt ist:

- Feldemissions-Mikroskop nicht mit Hochspannungen oberhalb 5 kV betreiben.

#### Ausheizen der Wolfram-Spitze:

- Hochspannung auf Null stellen und Rückgang der Ausgangsspannung auf Null abwarten.
- Heizstrom der Wolfram-Spitze bei Null beginnend langsam (!) bis zum Maximalwert 1,6–1,7 A steigern und etwa 5 min fließen lassen (die Wolfram-Spitze leuchtet dabei hell auf).

#### Beobachtung der reinen Wolfram-Spitze:

- Heizstrom der Wolfram-Spitze auf Null stellen.
- Hochspannung bei Null beginnend langsam bis auf etwa 7 kV steigern.
- Leuchtschirmbild einige Minuten lang beobachten.

#### Bedampfung mit Barium:

- Bei anliegender Hochspannung Heizstrom des Barium-Vorrats bei Null beginnend langsam auf ca. 7,5 bis max. 8,0 A steigern und das Leuchtschirmbild beobachten.

Nach einigen Sekunden Heizdauer erkennt zunächst eine leichte Bewegung innerhalb des grün leuchtenden Schirmbildes, dann eine Anhäufung spontan aufleuchtender heller Punkte rund um die großen dunklen Bereiche des Leuchtschirmbildes.

- Nach maximal 30–60 s die Heizung des Barium-Vorrates beenden.

#### Beobachtung der mit Barium bedampften Wolfram-Spitze:

- Heizstrom der Wolfram-Spitze langsam auf höchstens etwa 0,5–0,6 A (schwache Dunkelrotglut) steigern und Leuchtschirmbild beobachten.

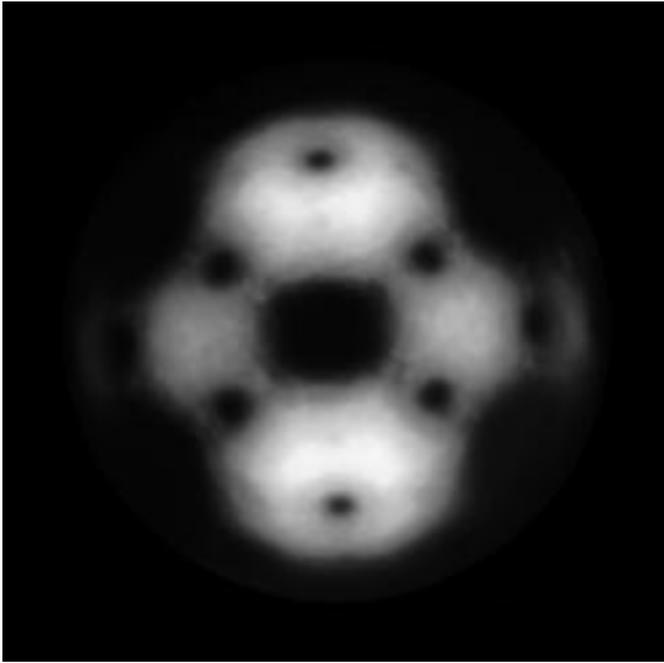


Fig. 5 Abbild der reinen Wolfram-Spitze unmittelbar nach dem Ausheizen.

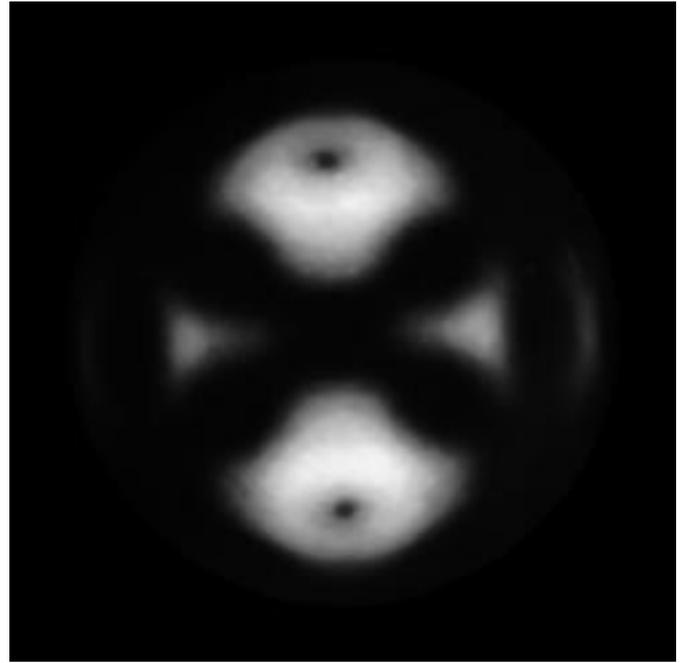


Fig. 6 Abbild der reinen Wolfram-Spitze etwa 3 min nach dem Ausheizen.

## Messbeispiel und Auswertung

### Reine Wolfram-Spitze:

Fig. 5 zeigt das Abbild der durch Ausheizen bis zur Weißglut gereinigten Wolfram-Spitze. Die hellen und dunklen Bereiche können durch einen Vergleich mit Fig. 3 leicht identifiziert werden:

Die senkrecht zur  $[1\ 1\ 0]$ -Richtung stehende Fläche  $(1\ 1\ 0)$  wird als großer dunkler Bereich in der Mitte des Leuchtschirms abgebildet. Alle weiteren Flächen mit der gleichen Kristallsymmetrie, also  $(1\ 0\ 1)$ ,  $(0\ 1\ 1)$ ,  $(1\ 0\ -1)$  und  $(0\ 1\ -1)$ , erscheinen ebenfalls dunkel. Aus diesen Flächen werden nur wenige Elektronen emittiert, die Austrittsarbeit ist also etwas größer als die der anderen Flächen.

Die Kristallflächen  $(1\ 0\ 0)$  und  $(0\ 1\ 0)$  sowie  $(2\ 1\ 1)$ ,  $(1\ 2\ 1)$ ,  $(1\ 1\ 2)$ ,  $(2\ 1\ -1)$ ,  $(1\ 2\ -1)$  und  $(1\ 1\ -2)$  werden als kleine dunkle Bereiche abgebildet. Ihnen kann eine mittlere Austrittsarbeit zugewiesen werden.

Die Abbilder der Kristallflächen  $(1\ 1\ 1)$  und  $(1\ 1\ -1)$  sind hell, hier ist die Austrittsarbeit also vergleichsweise klein.

### Bedeckung der Wolfram-Spitze mit Restgasatomen:

Bereits nach etwa 3 min hat sich das Abbild der Oberfläche beträchtlich geändert, da die Wolfram-Spitze mit Atomen aus dem Restgas bedeckt wird (siehe Fig. 6).

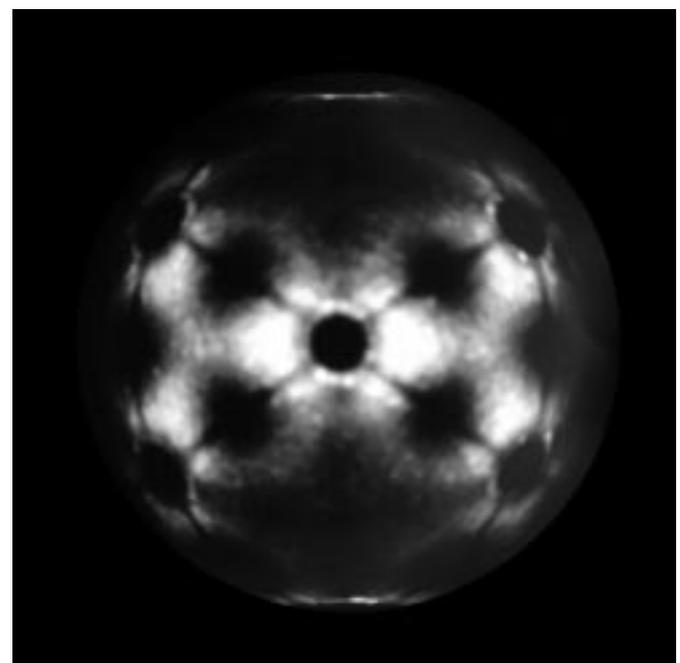
### Beobachtung der mit Barium bedampften Wolfram-Spitze:

Nach Bedampfen der Wolfram-Spitze mit Barium beobachtet man bei vorsichtigem Heizen die Platzwechsel einzelner Barium-Atome als das Aufblitzen einzelner heller Punkte. Dies ist in den dunklen Bereichen besonders deutlich zu sehen. Die thermischen Gitterschwingungen werden so groß, dass die Adsorptionskräfte auf die Barium-Atome überwunden werden können. Statistisch verteilt werden einzelne Atome frei. Die seitliche Bewegung der Barium-Atome selbst ist nicht zu erkennen.

Der Vorgang ist zuerst an den  $\{1\ 0\ 1\}$ -Flächen, also am Leuchtschirmrand, zu beobachten. Diese Flächen erscheinen deutlicher als beim Abbild der reinen Wolfram-Spitze, da sie sich an ihrem Rand mit hell leuchtenden Bildern von Barium-Atomen umsäumt sind.

Später beginnen auch die Barium-Atome an anderen Stellen ihre Plätze zu wechseln. Die Adsorptionskräfte sind auf den  $\{1\ 0\ 1\}$ -Flächen offenbar am kleinsten und auf den  $\{1\ 0\ 0\}$ -Flächen am größten, denn dort beginnt die Bewegung der leuchtenden Punkte zuletzt.

Fig. 7 Abbild einer mit Barium bedampften Wolfram-Spitze



Steigert man die Temperatur etwas weiter, so wird die Bewegung der Barium-Atome so lebhaft, dass in den dunklen Bereichen nach kurzem keine Barium-Atome mehr erkennbar sind. Dann beginnen sich die in den hellen Flächen sichtbaren Barium-Atome zu bewegen. Infolge der lebhaften Bewegung können einzelne Barium-Atome nicht mehr getrennt werden. Bei noch weiterer Temperaturerhöhung verschwinden die Barium-Atome auf den hellen Flächen mehr und mehr und ziehen sich charakteristische Stellen zwischen den dunklen Flächen zusammen. An diesen Stellen sind die Barium-Atome dann in sehr lebhafter Bewegung.

### Zusatzinformation

Bedampft man die Wolfram-Spitze bei abgeschalteter Hochspannung mit Barium, schlagen sich die Barium-Atome hauptsächlich auf der dem Barium-Vorrat zugewandten Seite nieder und können dort in mehratomarer Schicht übereinander liegen. Nach Anlegen der Hochspannung weist dann das Bild auf dem Leuchtschirm einen hell leuchtenden Saum auf. Er entspricht der einatomaren Grenze des aufgedampften Bariums.

Nun kann man das Barium durch Heizen der Wolfram-Spitze über die ganze Spitze verteilen. Auch hier beginnt man mit sehr niedriger Heizspannung und beobachtet, wie die Barium-Atome mehr und mehr auf den nicht bedeckten Teil der Wolfram-Spitze wandern. Die dunklen Bereiche bleiben weitgehend ausgespart, weil die Barium-Atome durch kleinere Adsorptionskräfte gebunden werden. Die Barium-Atome erscheinen schließlich als fluktuierende Punkte auf den hellen Stellen des Bildes.

### Literatur

- [1] E. W. Müller, Zeitschrift für Physik, 1937, 106, 541.
- [2] E. W. Müller, Zeitschrift für Physik, 1938, 108, 668
- [3] E. W. Müller, Zeitschrift für Physik, 1949, 126, 642
- [4] E. W. Müller, Zeitschrift für Naturforschung, 1950, 5a, 473

