

in der Größenordnung⁹ von $10^{-12} \text{ cm}^2/\text{s}$. Der Unterschied gegenüber D -Werten nach anderen Autoren^{12a} ist noch nicht geklärt.

Die Erhöhung der Leitfähigkeit im Laufe der Beladung wird nach bisherigen Vorstellungen¹³ durch den Rückgang der s-d-Streuung infolge der aus anderen Befunden^{5, 6, 14} geschlossenen Auffüllung der 3d-Niveaus durch die Elektronen des Wasserstoffs gedeutet. Die mit der Beladung erfolgende Besetzung von Oktaederplätzen durch Protonen¹⁵ kann vielleicht Ur-

^{12a} K. H. LIESER u. H. WITTE, Z. Phys. Chem. Leipzig **202**, 321 [1954]. — J. CERMAK u. A. KUFUDAKIS, Mém. Sci. Rev. Mét. **63**, 767 [1965].

¹³ N. F. MOTT, Proc. Roy. Soc. London A **153**, 699 [1936].

sache sein für das erwähnte Absinken von R bei Überbeladung, und zwar im Sinne einer Vervollkommnung des Hydridgitters.

Weitere Einzelheiten, wie ein möglicher Einfluß der Protonen auf R_T , werden an anderer Stelle diskutiert werden.

Herrn Professor FAESSLER sind wir für die Förderung dieser Untersuchung sehr verbunden. Für kontrollierende Messungen möchten wir Herrn K. H. W. BAUER danken. Die Durchführung von Restwiderstandsmessungen hat dankenswerterweise das Forschungslabor der Siemens AG ermöglicht.

¹⁴ A. FAESSLER u. R. SCHMID, Phys. Verh. **4/5**, 149 [1963]; Z. Phys. **190**, 10 [1966]. — A. N. NIGAM, Curr. Sci. **33**, 76 [1964].

¹⁵ E. O. WOLLAN, J. W. CABLE u. W. C. KOEHLER, J. Phys. Chem. Solids **24**, 1141 [1963].

Dickenbestimmung ebener dünner Mehrfachschichten durch Röntgen-Fluoreszenzanalyse

HORST EBEL und JOHANN KLÜGEL

Institut für Angewandte Physik der Techn. Hochschule, Wien und Ludwig-Boltzmann-Institut für Festkörperphysik, Wien (Z. Naturforsch. **21a**, 2108—2109 [1966]; eingeg. am 5. November 1966)

Zur Schichtdickenbestimmung durch RÖNTGEN-Fluoreszenzanalyse werden Vergleichsschichten bekannter Dicke benötigt¹. Diese Art der Relativmessung ist im Falle einer festen Versuchsgeometrie und polychromatischer Anregung unumgänglich. Erst eine Variation des Abnahmewinkels der Fluoreszenzstrahlung gestattet Absolutmessungen, wobei als Vergleichsprobe das

kompakte Schichtmaterial dient². Der dem Verfahren des veränderlichen Beobachtungswinkels zugrunde liegende Gedanke, daß bei annähernd senkretem Primärstrahleneintritt und schleifendem Fluoreszenzstrahleneaustritt die unbekannten Absorptionsverhältnisse der erstenen Strahlung gegenüber den bekannten der letzteren zu vernachlässigen sind, soll hier auf die Bestimmung der Dicke von Mehrfachschichten übertragen werden. Der Dicke dieser Mehrfachschichten — einer Aufeinanderfolge ebener, unterschiedlicher Elementenschichten — ist, abhängig von den Elementen und der gewünschten Meßgenauigkeit, durch das Verfahren eine obere Grenze von einigen μm gesetzt.

Abb. 1 zeigt den Strahlengang. Die einfallende polychromatische Primärstrahlung mit der spektralen Intensitätsverteilung $I(\lambda)$ schließt mit dem Flächenlot den Winkel α ein. Ein in der i -ten Schicht in der Tiefe t

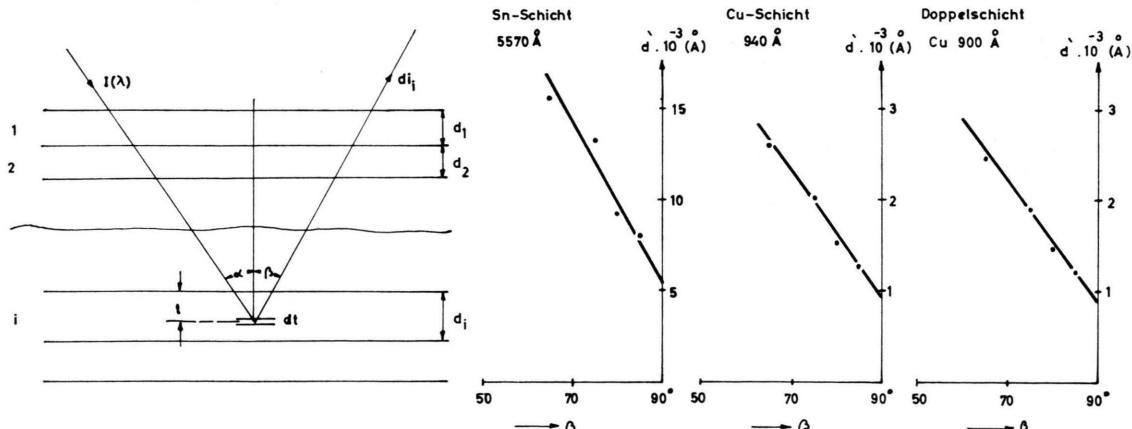


Abb. 1. Strahlengang bei der Dickenbestimmung durch RÖNTGEN-Fluoreszenzanalyse. Es wird die i -te Schicht auf ihre Dicke untersucht.

Abb. 2. Beispiel einer Schichtdickenuntersuchung an einer Doppelschicht. Die Übereinstimmung der Schichtdickenwerte für die tiefer liegende Kupfer-Schicht (auf die Kupfer-Schicht wurde noch eine Sn-Schicht aufgedampft) ist, wie das Bild zeigt, gut.

¹ H. A. LIEBHAFSKY, H. G. PFEIFFER, E. H. WINSLOW u. P. D. ZEMANY, X-ray Absorption and Emission in Analytical Chemistry, John Wiley & Sons, New York 1960 (siehe insbes. S. 146 ff.).

² H. EBEL, Z. Metallk. **56**, 802 [1965].



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 digitized 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.

beindliches Element der Dicke dt liefert einen Beitrag di zu der unter dem Winkel β zum Flächenlot beobachteten Fluoreszenzintensität i . Der Konversionsfaktor $\varepsilon_i(\lambda)$ vermittelt für die gegebene Versuchsgemetrie den Zusammenhang zwischen der Primär- und der Fluoreszenzintensität.

Für den Beitrag di erhält man folgende Beziehung:

$$di = I(\lambda) \varepsilon_i(\lambda) d\lambda dt$$

$$\cdot \exp \left[- \sum_{k=1}^{i-1} (\mu_{ik}'(\lambda) + \mu_{ik}''(\lambda)) dk - (\mu_i'(\lambda) + \mu_i''(\lambda)) t \right].$$

Darin bedeuten die μ_{ij}' bzw. μ_{ij}'' die den entsprechenden Schichten zuzuordnenden und durch $\cos \alpha$ bzw. $\cos \beta$ dividierten linearen Absorptionskoeffizienten μ_{ij} . Die Integration nach den Variablen t und λ führt zu i . Durch Anwendung des Mittelwertsatzes der Integralrechnung erhält i die Form

$$i = \frac{1}{\mu_i'(\lambda) + \mu_i''} \cdot \exp \left[- \sum_{k=1}^{i-1} (\mu_{ik}'(\lambda) + \mu_{ik}''(\lambda)) dk \right]$$

$$\cdot \{1 - \exp[-(\mu_i'(\lambda) + \mu_i''(\lambda)) d_i]\} \cdot \int_0^\infty I(\lambda) \varepsilon_i(\lambda) d\lambda.$$

Die mittlere Wellenlänge $\bar{\lambda}$ ergibt sich aus der Anwendung des Mittelwertsatzes. Die Intensität I_i der Standardprobe folgt aus i , indem die d_k für Werte von $k=1$ bis $k=i-1$ Null gesetzt werden und d_i unendlich groß wird. Der Quotient $q_i = I_i/i$ führt nach Umformung zur gesuchten Dicke d_i der i -ten Schicht

$$d_i = - \frac{1}{\mu_i'(\bar{\lambda}) + \mu_i''}$$

$$\cdot \ln \left\{ 1 - \frac{1}{q_i} \cdot \exp \left[\sum_{k=1}^{i-1} (\mu_{ik}'(\bar{\lambda}) + \mu_{ik}''(\bar{\lambda})) dk \right] \right\}.$$

Da die mittlere Wellenlänge $\bar{\lambda}$ unbekannt ist, muß eine Auswertung gesucht werden, die es gestattet, die $\bar{\lambda}$ enthaltenden Glieder vernachlässigbar klein gegenüber den anderen zu machen. Dies ist dann der Fall, wenn α annähernd Null bleibt und β gegen 90° geht.

³ H. EBEL, J. JAX u. P. R. PEREZ, Z. Angew. Phys., im Druck.

Im folgenden wird eine RÖNTGEN-Dicke d_i'

$$d_i' = - \frac{\cos \beta}{\mu_i} \cdot \ln \left[1 - \frac{1}{q_i} \cdot \exp \left(\sum_{k=1}^{i-1} \frac{1}{\cos \beta} \mu_{ik} dk \right) \right]$$

eingeführt. Wird die so definierte RÖNTGEN-Dicke in Abhängigkeit vom Beobachtungswinkel β bestimmt und die sich ergebende Kurve gegen $\beta=90^\circ$ extrapoliert, so ist dieser Grenzwert identisch mit der gesuchten Schichtdicke d_i . Die Extrapolation ist exakt möglich, da es sich um eine gerade Linie handelt.

In der beschriebenen Ableitung sind zwei Voraussetzungen enthalten, nämlich 1. das Fehlen einer Fluoreszenz-Fluoreszenz-Anregung und 2. die Übereinstimmung der Dichte des Schichtmaterials mit jener des kompakten Materials. Der zuerst genannte Einfluß ist bei Schichten mit Dicken bis zu $1 \mu\text{m}$ unterhalb der erzielbaren Meßgenauigkeit, die mit etwa 10% anzusetzen ist. Der zweite Einfluß ist mit der erzielbaren Meßgenauigkeit vergleichbar und beträgt nach unseren Erfahrungen ³ maximal -10%. Das negative Vorzeichen besagt, daß, da die Dichte der Schicht stets kleiner als die des kompakten Materials ist, die durch RÖNTGEN-Fluoreszenzanalyse gefundene Dicke kleiner als die tatsächliche geometrische Dicke ist.

Abschließend sei ein Beispiel behandelt. Auf einen Glasträger wurde eine Kupferschicht und darüber eine Zinnschicht aufgedampft. Gleichzeitig wurden in derselben Apparatur einfache Kupfer- bzw. Zinnschichten auf anderen Glasträgern hergestellt, deren Dicken mit den entsprechenden der Mehrfachschicht übereinstimmten. Damit war eine Möglichkeit zur Kontrolle des Meßergebnisses gegeben. In Abb. 2 sind die RÖNTGEN-Dicken d_i' über den Beobachtungswinkel aufgetragen und die die Meßpunkte verbindenden Geraden gegen $\beta=90^\circ$ extrapoliert. Für die oberste Zinnschicht ergab sich eine Dicke von 5570 \AA (Abb. 2 a) und für die darunter liegende Kupferschicht eine solche von 900 \AA (Abb. 2 c). Die Kontrollmessung an der einfachen Kupferschicht ergab eine Schichtdicke von 940 \AA (Abb. 2 b). Die Ergebnisse stimmen also ausgezeichnet überein.

Es sei noch bemerkt, daß die für die drei Schichtdickenmessungen erforderliche Gesamtmeßzeit knapp eine Stunde betrug.