

Interferenzen von Röntgen-Strahlen an dünnsten Metall-Aufdampfschichten

H. WEYERER

Mitteilung aus der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt
Braunschweig

(Z. Naturforsch. 22 a, 574—575 [1967]; eingeg. am 22. Februar 1967)

Läßt man die gefilterte Strahlung einer handelsüblichen RÖNTGEN-Röhre (CuK α ; 40 kV, 20 mA) in einer fokussierenden Diffraktometeranordnung (Szintillationszähler; Differentialdiskriminator) auf dünne und dünnste Aufdampfschichten aus Gold fallen (Filmdicken unterhalb von etwa tausend Atomlagen), so treten überraschenderweise RÖNTGEN-Interferenzen auf, die zudem unerwartet scharf sind (WEYERER¹, 1965). Vergleichbare Linienbreiten finden sich etwa bei Pulveraufnahmen oder bei mäßig verformten Proben kompakter Metalle wieder. Die Lagen der an dünnen Schichten gewonnenen Interferenzen weichen im Rahmen der Meßunsicherheit ($\pm 0,03$ grad) nicht von den Reflexlagen gut ausgebildeter Metallproben von makroskopischen Dimensionen ab. Die Intensitäten unserer Interferenzen sind gering; trotzdem können sie bis herab zu mittleren Schichtdicken von etwa dreißig Atomlagen noch mit einem Schreiber registriert und bis etwa zehn Atomlagen durch punktweises Abtasten der Linienprofile aufgenommen werden.

In vorläufigen Versuchsreihen wurden aus Schreiberdiagrammen die integrierten Intensitäten und die Halb-

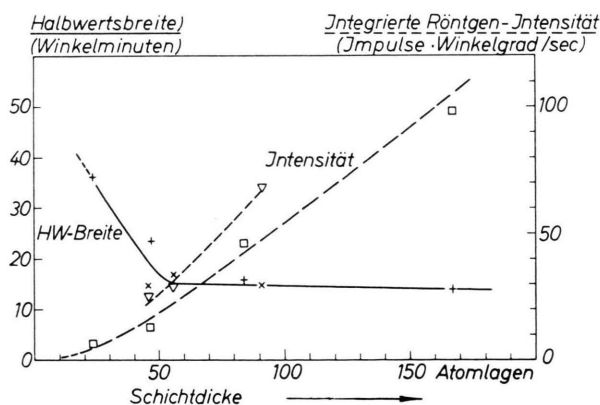


Abb. 1. Halbwertsbreite und integrierte RÖNTGEN-Intensität der (111)-Interferenzen in Abhängigkeit von der mittleren Schichtdicke von Gold-Aufdampfschichten. Ausgewertet wurden Schreiber-Diagramme eines RÖNTGEN-Diffraktometers (ϕ 25 cm) mit Szintillationszähler, Differentialdiskriminator und Zählratenmesser. Die CuK α -Strahlung, 40 kV, 20 mA, wurde mittels Nickel-Folien gefiltert. Die bestrahlte Probenfläche betrug 11 mm \times 5 mm. Die Goldschichten sind bei Zimmertemperatur auf Glimmerträger ($\times - \times$, $\nabla - \nabla$) bzw. Glatträger ($+ - +$, $\square - \square$) im Vakuum von 10^{-5} Torr aufgedampft worden; die Dickenbestimmung erfolgt mittels Wägung einer Vergleichsprobe (Dr. FLECHSIG u. Mitarbeiter, PTB).

¹ H. WEYERER, Tätigkeitsbericht d. PTB, Teil I, 17, 40 [1965].

wertsbreiten der (111)-Reflexe von Gold-Aufdampfschichten bestimmt und ihre Abhängigkeit von der mittleren Schichtdicke verfolgt (Abb. 1). Die Meßunsicherheiten bei der Profilanalyse dürften schätzungsweise $\pm 15\%$ (Halbwertsbreite) bzw. $\pm 20\%$ (Profilfläche) betragen. Die Meßunsicherheit ist also noch recht groß. Doch ist vorauszusehen, daß sich insbesondere die Intensitätskurven bei verbesserter Versuchstechnik als Basis für ein neues, zerstörungsfreies Dickenmeßverfahren mittels RÖNTGEN-Strahlen eignen könnten. Voraussetzung ist, daß vorher, unter gleichen Versuchs- und Aufdampfbedingungen, eine Eichkurve aufgenommen wird.

Genauere Resultate erhält man bei punktweisem Abtasten der Linienprofile (Abb. 2), da hierbei die Meßzeiten für jede Winkellage optimal gewählt werden können. Es lassen sich dann z. B. die (111)-Linien bis zu mittleren Schichtdicken von zehn Atomlagen (2,5 nm = 25 Å) mit einer gegenüber den Registrierkurven 5- bis 10-mal kleineren Unsicherheit vermessen.

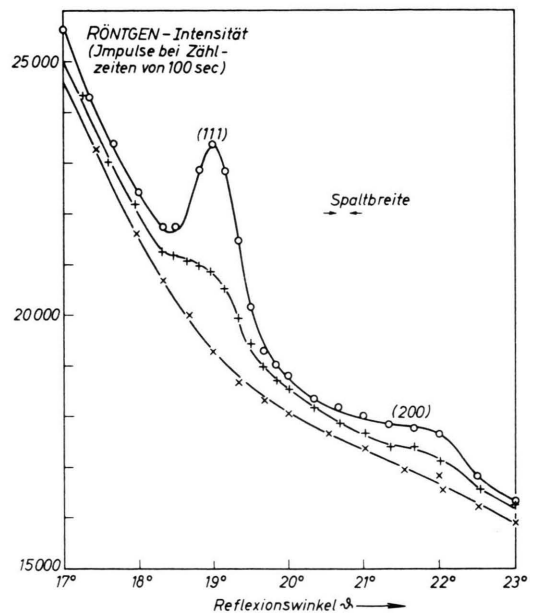


Abb. 2. RÖNTGEN-Streukurven von Gold-Aufdampfschichten. Die mittleren Schichtdicken betragen 23 ($\circ - \circ$) und 12 ($+ - +$) Atomlagen. Die Untergrundstrahlung der Glatträger ($\times - \times$) wurde an ihren unbedampften Rückseiten aufgenommen. Bei schrittweisem Abtasten des Winkelbereichs sind die RÖNTGEN-Intensitäten jeweils durch Impulzzählung gewonnen worden. Sonst wie Abb. 1.

Experimentelle Erfahrung und theoretische Erwartung sprachen bisher dafür, daß zur Ausbildung meßbarer RÖNTGEN-Interferenzen Mindestschichtdicken erforderlich sind, die, je nach dem Atomgewicht der Schichtbausteine, 10^3 bis 10^5 Å betragen müssen (MAYER², 1955). Hinweise auf röntgenographische Experimente an kleineren Schichtdicken konnten in der Literatur nicht gefunden werden.

² H. MAYER, Physik dünner Schichten, Teil II, Stuttgart 1955, Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft; z. B. S. 129.



Besondere Aufmerksamkeit verdient die Frage, weshalb überhaupt bei dünnsten Metallschichten RÖNTGEN-Strahlinterferenzen auftreten können und warum die (infolge der geringen Streuzentrenzahl von der Wellentheorie geforderte) nachhaltige Linienverbreiterung ausbleibt. Dieses eigenartige Verhalten kann möglicherweise durch Annahmen erklärt werden, wie sie dem BORRMANN-Effekt³ (v. LAUE⁴, 1960) zugrunde liegen. Bei diesem Effekt wurde an großen, störungsfreien

Einkristallen beobachtet, daß der RÖNTGEN-Strahlweg innerhalb des Kristalls parallel zu den reflexionsfähigen Netzebenen verläuft; an der Austrittsfläche des Kristalls spaltet schließlich der Strahl in zwei Komponenten gleicher Intensität auf; einer der Teilstrahlen folgt der Einfallrichtung, der andere der Reflexionsrichtung. Innerhalb der dünnsten Schichten und Kriställchen müßte dann ein ähnlicher Lichtweg postuliert werden. Doch sind weitere Untersuchungen erforderlich.

³ G. BORRMANN, Phys. Z. **42**, 157 [1941] und Z. Physik **127**, 297 [1950].

⁴ M. v. LAUE, Röntgenstrahlinterferenzen, Akademische Verlagsgesellschaft, Frankfurt a. M. 1960.

Über eine Anomalie des elektrischen Widerstandes von Nickelhydrid bei tiefen Temperaturen

H. J. BAUER und K. H. W. BAUER

Sektion Physik der Universität München

(Z. Naturforsch. **22 a**, 575–576 [1967]; eingeg. am 27. Februar 1967)

Ergänzend zu früheren Arbeiten^{1–3} über die Temperaturabhängigkeit des elektrischen Widerstandes beim System Nickel–Wasserstoff⁴ haben wir den Bereich zwischen 4° und 20° K genauer untersucht⁵. Wir fanden, wie aus Abb. 1 hervorgeht, bei Nickelhydrid (dessen vollständige Ausbildung im Atomverhältnis H/Ni $\geq 0,7$ durch Widerstandsmessung während der einmaligen elektrolytischen Wasserstoffbeladung von Ni gewährleistet war³) gegenüber Nickel bei 10° K ein deutliches Minimum des elektrischen Widerstandes. Durch private Mitteilung wurde uns bekannt, daß BARANOWSKI u. Mitarb. an vor allem mit gasförmigem Wasserstoff von hohem Druck erzeugtem Nickelhydrid⁶ ein entsprechendes Widerstandsminimum bei etwa 18° K festgestellt haben.

Dieser Widerstandsverlauf ist insofern von Interesse, als z. B. bei Kupfer⁷ (oder Gold und Silber⁸) im gleichen Temperaturbereich Widerstandsminima beobachtet wurden. Als Ursache mußten in allen Fällen geringfügige Verunreinigungen angesehen werden.

Das in der vorliegenden Untersuchung benützte Nickel (6 μ dicke kaltgewalzte Folie der Vacuumschmelze Hahnau) war mit $\leq 0,01\%$ Fe, 0,001% Cu, 0,002% Al, 0,01% C und einer Spur Mg verunreinigt; es zeigte jedoch – wie erwähnt – kein Minimum.

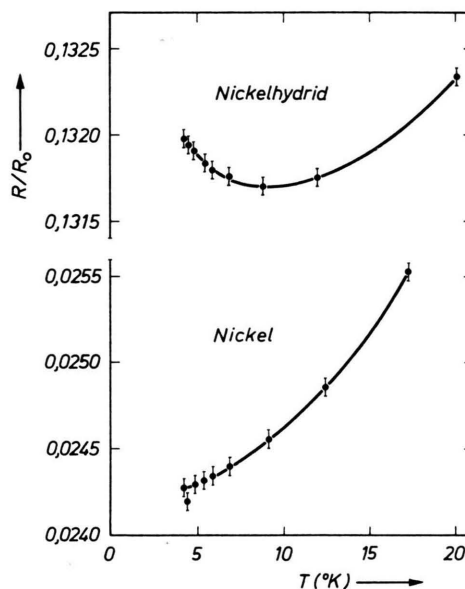


Abb. 1. Elektrischer Widerstand einer 6 μ dicken Nickelfolie bei tiefen Temperaturen vor und nach 12-stündiger Beladung mit Wasserstoff (oben). R_0 Widerstand von Ni bei 20° C.

Die Frage, ob Wasserstoffeinlagerung erst in Verbindung mit Verunreinigungen oder evtl. allein durch verbleibende Gitterstörungen auf Grund unvollständiger Wasserstoffbeladung zur Ausbildung des Widerstandsminimums führt, konnte nicht entschieden werden. Es sei jedoch darauf hingewiesen, daß z. B. bei Gold ein eindeutiger Zusammenhang zwischen Mini-

¹ H. J. BAUER, Z. Phys. **177**, 1 [1964].

² B. BARANOWSKI, Acta Met. **12**, 322 [1964].

³ H. J. BAUER u. U. THOMAS, Z. Naturforsch. **21 a**, 2106 [1966]. Wasserstoffbeladung nach einem bekannten Verfahren⁴ in 0,1-n. H_2SO_4 mit einem Zusatz von 0,2 g $CS(NH_2)_2$ pro Liter Lösung bei einer Stromdichte von 20 mA/cm².

⁴ B. BARANOWSKI u. M. SMIALOWSKI, Bull. Acad. Polon. Sci., Sér. Sci. Chim. **7**, 663 [1959].

⁵ Zur Temperaturmessung im Heliumkryostaten wurde ein Kohleschichtwiderstand (100 Ω , Allen-Bradley, USA) verwendet. Als Fixpunkte für die Eichung dienten die Siede-

punkte von Helium und Wasserstoff (vgl. SCOTT, "Cryogenic Engineering", D. van Nostrand Company, Inc., Princeton, New Jersey). Die Interpolation der Eichkurve erfolgte mit Hilfe des Telefunkenrechners TR4 des Leibniz-Rechenzentrums der Bayerischen Akademie der Wissenschaften.

⁶ B. BARANOWSKI u. R. WISNIEWSKI, Bull. Acad. Polon. Sci., Sér. Sci. Chim. **14**, 273 [1966].

⁷ D. K. C. MACDONALD u. W. B. PEARSON, Proc. Roy. Soc. London A **219**, 373 [1953]; **221**, 534 [1954].

⁸ W. J. DE HAAS, H. B. G. CASIMIR u. G. J. VAN DEN BERG, Physica **5**, 225 [1938].