

Messungen der Dichte dünner Aufdampfschichten

HORST EBEL, ALFRED WAGENDRISTEL und HARALD JUDTMANN
Institut für Angewandte Physik der Technischen Hochschule
Wien
(Z. Naturforsch. 23 a, 1863—1864 [1968] ; eingegangen am 1. August 1968)

Die Dichte dünner Schichten liegt, bedingt durch Fehlordnungen und Poren, unter der des kompakten Materials. Die Abweichungen sind durch die Aufdampfgeschwindigkeit, die Güte des Vakuums, unter dem die Bedampfung erfolgte, sowie durch eine anschließende Wärmebehandlung zu beeinflussen. Das Ziel unserer Untersuchungen war es, den relativen Unterschied $\Delta \rho / \rho$ der Dichten zu bestimmen.

Die Messung der Massenbelegung m/F und der geometrischen Dicke d führt zur Dichte $\rho_{sch} = m/F d$ der Schicht.

Mit der Dichte ρ des kompakten Materials errechnet sich der Dichteunterschied $\Delta \rho$ zu $\Delta \rho = \rho_{sch} - \rho$. Zur Bestimmung der Massenbelegung können verschiedene Verfahren herangezogen werden. Es kann dies auf chemischem Wege, oder mittels einer Vergleichsmessung während des Aufdampfvorganges an einem Schwingquarz, sowie röntgenfluoreszenzanalytisch erfolgen. Die Röntgen-Fluoreszenzanalyse ist auf zwei verschiedene Arten einsetzbar. Entweder durch Ablösen der Schicht – Flüssigkeitsanalyse – oder aber durch Anwendung eines Absolutverfahrens¹, das die Massenbelegung der Schicht direkt zu messen gestattet. Die Dicke der Schicht ist durch optische Interferenzmessung zu erhalten. Sind Schicht und Trägermaterial unterschiedlich, so muß zur Erzielung eines gleich großen Phasensprungs bei der Reflexion die Kante zwischen Träger und Schicht mit einer einheitlichen Substanz überdampft werden. Die andere Variante, die geometrische Dicke der Schicht mit Hilfe des KRIESSIG-Verfahrens² zu bestimmen, ist vergleichsweise langwieriger und kann nur auf Schichtdicken bis maximal 600 bis 1000 Å ausgedehnt werden.

Im folgenden werden Versuchsergebnisse gebracht, aus denen die Dichte der dünnen Schichten folgt. Die Massenbelegung der Schichten wurde nach dem röntgenfluoreszenzanalytischen Absolutverfahren¹ bestimmt und und die geometrische Dicke durch optische Interferenz. Zu dem röntgenographischen Verfahren ist zu bemerken, daß dieses für die Schichtdicke nur dann den richtigen Wert ergibt, wenn die Dichte ρ_{sch} der Schicht und nicht die des kompakten Materials (ρ) in die Rechnung eingesetzt wird.

In Tab. 1 sind von den untersuchten Proben die optisch und röntgenographisch gefundenen Dicken angegeben. Außerdem ist in dieser Tabelle die Aufdampfgeschwindigkeit und schließlich der Dichteunterschied angegeben. Die Messungen wurden an Kupferschichten, die auf Glasträger gedampft worden waren, ausgeführt. Zur Analyse gelangte die Kupfer-K α -Linie des Schichtmaterials. Als Dichtewert des kompakten Materials

¹ H. EBEL, Z. Metallkde. 56, 802 [1965].
² H. KRIESSIG, Ann. Phys. 10, 715 und 769 [1931].

Probe	D_0 (Å)	D_r (Å)	v (Å/min)	$\Delta \rho / \rho$ (%)
1	754	680	600	$9,8 \pm 6,5$
2	508	577	670	$-11,4 \pm 15,6$
3	1084	1019	720	$6,0 \pm 5,1$
4	1149	1013	1150	$11,8 \pm 4,5$
5	578	622	1150	$-7,6 \pm 15,2$
6	1120	973	1150	$13,1 \pm 5,2$
7	1117	907	1800	$18,8 \pm 5,1$
8	1016	946	2030	$6,9 \pm 3,3$
9	1326	1154	2650	$13,0 \pm 7,1$
10	1692	1530	1130	$5,9 \pm 3,5$
11	2417	2161	1610	$10,6 \pm 4,5$
12	1671	1336	1670	$20,1 \pm 5,2$
13	1989	1658	2270	$16,7 \pm 4,1$
14	1960	1822	2610	$7,0 \pm 3,2$
15	2658	2197	3540	$17,3 \pm 4,0$
16	1868	1685	3730	$9,8 \pm 4,6$
17	3386	2861	1930	$15,5 \pm 2,2$
18	5425	4478	2170	$17,4 \pm 2,0$
19	4547	3920	2270	$13,8 \pm 2,0$
20	2926	2512	2340	$14,2 \pm 1,9$
21	3389	2827	3390	$16,6 \pm 3,0$
22	3566	3116	3570	$12,6 \pm 2,8$
23	4058	3193	4060	$21,3 \pm 2,3$
24	3086	2609	4100	$15,5 \pm 4,0$

Tab. 1. Meßergebnisse.

wurde $\rho_{Cu} = 8,932 \text{ g/cm}^3$ und für den Massenschwächungskoeffizienten der Kupfer-K α -Strahlung in Kupfer $\mu/\rho = 49,61 \text{ cm}^2/\text{g}$ der Literatur entnommen. Der Strahlenuntergrund wurde durch Ausmessung des gesamten Cu-K α -Profils ermittelt, so daß die Genauigkeit der Messungen möglichst günstig war.

Abb. 1 zeigt den relativen Dichteunterschied in Abhängigkeit von der Aufdampfgeschwindigkeit. Die Dicke der Schichten liegt hier zwischen 3000 und 6000 Å. Der

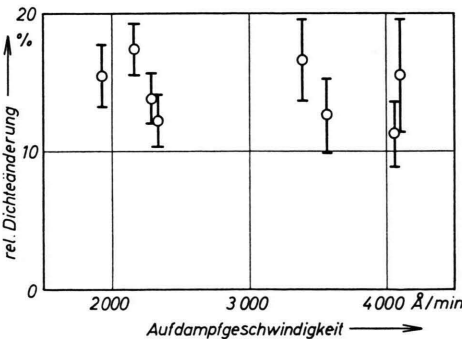


Abb. 1. Relative Abweichung der Dünnschichtdichte von der Dichte des kompakten Materials in Abhängigkeit von der Aufdampfgeschwindigkeit. Die Dicke der Schichten liegt zwischen 3000 und 6000 Å.



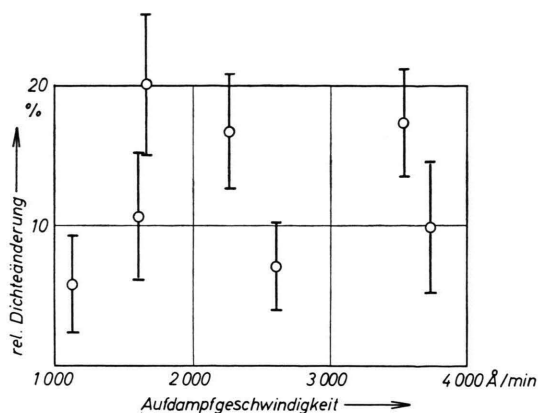


Abb. 2. Wie Abb. 1. Die Schichtdicke variiert zwischen 1500 Å und 2000 Å.

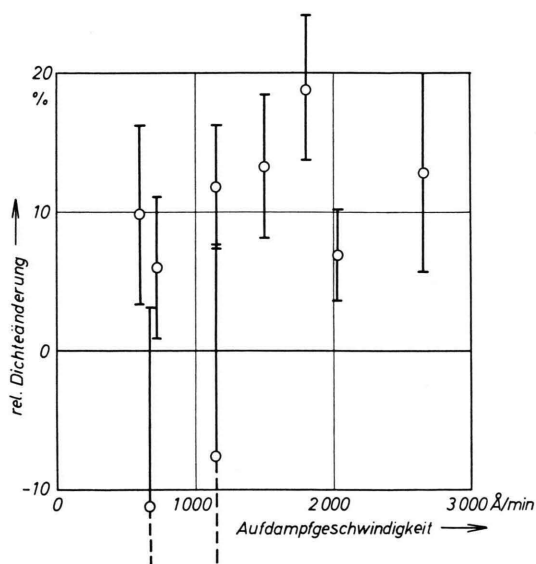


Abb. 3. Wie Abb. 1. Hier liegt die Schichtdicke zwischen 500 Å und 1000 Å.

Dichteunterschied beträgt etwa 15%. Bei dünneren Schichten, entsprechend der Abb. 2, sind bereits größere Streuungen der Versuchsergebnisse zu erkennen. Die mittlere Abweichung der Dichte liegt etwas unter 15% und scheint nach niederen Aufdampfgeschwindigkeiten hin abzunehmen. Die Dicke dieser Schichten liegt zwischen 1500 und 2000 Å. In Abb. 3 schließlich sind die Ergebnisse für dünne Schichten — 500 bis 1000 Å — eingetragen. Die versuchsbedingten Streuungen sind noch größer, doch ist aus den Ergebnissen zu ersehen, daß mit abnehmender Aufdampfgeschwindigkeit der Dichteunterschied der Schicht gegenüber dem kompakten Material zusehends geringer wird.

Sämtliche Ergebnisse wurden an Schichten gewonnen, die unter einem Vakuum von etwa $2-5 \cdot 10^{-6}$ hergestellt worden waren. Eine Variation des Vakuums bis zu etwa $5 \cdot 10^{-4}$ brachte keine meßbare Beeinflussung der Schichtdicke.

Aus den gezeigten Ergebnissen ist zu erkennen, daß die Dichte dünner Aufdampfschichten mit zunehmender Aufdampfgeschwindigkeit abnimmt, wobei die Dichte der Schicht stets kleiner, bestenfalls gleich der des kompakten Materials ist. Bei dünnen Schichten ist die Dichteabweichung geringer als bei dicken Schichten. Sie strebt mit zunehmender Schichtdicke einem Durchschnittswert von etwa 15% relativer Dichteabweichung zu, der dann unabhängig von der Schichtdicke und auch der Aufdampfgeschwindigkeit ist.

Allerdings besteht die Möglichkeit, daß eine Bedampfung unter einem besseren Vakuum als $2-5 \cdot 10^{-6}$ zu geringeren Abweichungen als 15% führt. Diese Experimente konnten mit den vorhandenen Geräten nicht ausgeführt werden.

Der Ludwig-Boltzmann-Gesellschaft danken wir für die Förderung der Arbeiten.