Fortgeschrittenen Praktikum Teil 1: IKF

Versuch 3: Rutherford Backscattering Betreuer: Dr. Hans-Eberhard Zschau

Gruppe 1: Reinhold Kaiser, Florian Stoll

14.05.2018

Inhaltsverzeichnis

1	Zielsetzung	3
2	Theoretische Grundlagen 2.1 Rutherford-Backscattering-Spectrometry	4
3	Versuchsaufbau und Messgeräte	6
4	Kalibrierung	6
5	Durchführung und Auswertung	9
6	Zusammenfassung/Fazit	10

1 Zielsetzung

In diesem Versuch geht es darum, die Rutherford-Backscattering-Spectrometry (RBS) an verschiedenen Proben durchzuführen. In der RBS wird meist mit Wasserstoff- oder Helium-Kernen mit einer Energie von 1-4MeV auf ein Material geschossen, wobei die Eindringtiefe bis circa $1\mu m$ reicht [?]. Leichte Kerne mit geringerer Energie hätten nicht so hohe Eindringtiefen und nach oben hin ist kinetische Energie der Projektile dadurch begrenzt, dass irgendwann Kernreaktionen eine Rolle spielen.

Aufgrund dieser Eigenschaften eignet sich die RBS dazu, Oberflächen und dünne Filme auf unterschiedliche Eigenschaften zu testen. Beispielsweise kann die Schichtdicke einer oder mehrer Schichten bestimmt werden. Außerdem ist es möglich, Fehlstellen in Kristallen zu lokalisieren. In diesem Versuch soll allerdings nur das elementarste Verfahren, nämlich die Elementidentifikation angewendet werden.

Zur Beschleunigung der He⁺-Ionen wird ein Van-de-Graaff-Beschleuniger verwendet, wobei die kinetische Energie der Ionen bekannt ist. Mit bekannten Targets wird zunächst die Kalibrierung des Detektors durchgeführt. Und im eigentlichen Teil des Versuchs sollen dann die Elemente mehrerer unbekannter Proben bestimmt werden.

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Rutherford-Backscattering-Spectrometry

Die Rutherford-Backscattering-Spectrometry (RBS) wird zur Untersuchung von dünnen Schichten an Oberflächen verwendet. Dazu werden Ionenstrahlen leichter Kerne wie Helium oder Wasserstoff mit einer kinetischen Energie von 1-4MeV auf die Probe geschossen. Dort werden die Ionen an den Kernen elastisch gestreut und so kann ihre Energie in einem Detektor gemessen werden. Meist wird der Detektor so aufgestellt, dass er die Ionen misst, die annähernd unter einem Winkel von 180° zur Strahlachse zurückgestreut wurden.

Die Energie der rückgestreuten Teilchen hängt dabei nur von ihrer Anfangsenergie, dem Winkel und den Massen der Stoßpartner ab. Da der Winkel, die Masse des Projektils und die Anfangsenergie des Projektils bekannt ist, kann durch Messung der Energie der gestreuten Ionen die Massenzahlen des Targets bestimmt werden. Im Spektrum ensteht eine Kante maximaler Energie, wo die Teilchen gemessen wurden, die direkt an der Oberfläche gestreut wurden. Die Ionen verlieren in der Probe kontinuierlich Energie durch elastische Stöße mit den Kernen und Anregungen der Hüllenelektronen der Probe. Ionen, die nun tiefer im Target gestreut werden, führen diesen eben beschriebenen Stoßprozess also quasi mit einer geringeren Anfangsenergie durch. Daher gibt es diese kontinuierlich Verteilung von der Kante der maximalen Energie hin zu geringerer Energie.

Bei Kenntnis der Stopping Power, die sich aus den elastischen Kernstößen und den inelastischen Elektronenanregungen zusammen setzt, ist es möglich Tiefeninformationen über die Probe zu erhalten. Beispielsweise kann damit die Dicke einer oder mehrer dünner Schichten bestimmt werden. In diesem Versuch wird sich aber auf die Elementidentifikation beschränkt, weswegen hier nicht näher auf diesen Bereich der RBS eingegangen

wird.

2.2 Der kinematische Faktor

Der kinematische Faktor oder auch K-Faktor ist definiert durch das Verhältnis der Energie des rückgestreuten Teilchens zur Energie des einfallenden Teilchens:

$$K = \frac{E_{rueck}}{E_{ein}} \tag{1}$$

Er kann somit aus der bekannten Energie E_{ein} und der gemessenen Energie E_{rueck} bestimmt werden

Andererseits kann der K-Faktor aus dem elastischen Stoß zweier kugelförmiger Teilchen mit den Massen m_1 und m_2 hergeleitet werden. Dazu betrachtet man zunächst die drei Gleichungen der Impuls und Energieerhaltung. Angenommen wird, dass sich m_1 auf der x-Achse mit der Geschwindigkeit v bewegt und dass sich m_2 zu Beginn in Ruhe befinde.

$$m_1 \cdot v^2 = m_1 \cdot v_1^2 + m_2 \cdot v_2^2 \tag{2}$$

$$m_1 \cdot v = m_1 \cdot v_1 \cdot \cos \theta + m_2 \cdot v_2 \cdot \cos \phi \tag{3}$$

$$0 = m_1 \cdot v_1 \cdot \sin \theta - m_2 \cdot v_2 \cdot \sin \phi \tag{4}$$

Dabei ist θ der Winkel unter dem das Projektil zurück gestreut wird und ϕ der Winkel unter dem sich der Kern nach dem Stoß bewegt. Nun wird zunächst der Winkel ϕ eliminiert, indem die Gleichungen 3 und 4 quadriert und addiert werden:

$$m_1^2 \cdot v^2 - 2m_1^2 \cdot v \cdot v_1 \cdot \cos \theta + m_1^2 \cdot v_1^2 \cdot \cos^2 \theta + m_1^2 \cdot v_1^2 \cdot \sin^2 \theta = m_2^2 \cdot v_2^2$$
 (5)

Weitere Vereinfachungen und $m_2^2 \cdot v_2^2 = m_2 m_1 (v^2 - v_1^2)$ aus Gleichung 2 ergeben:

$$m_1^2 \cdot v^2 - 2m_1^2 \cdot v \cdot v_1 \cdot \cos \theta + m_1^2 \cdot v_1^2 = m_2 m_1 (v^2 - v_1^2)$$
(6)

Mit den Substitutionen $\sqrt{K} = \frac{v_1}{v}$ und $A = \frac{m_2}{m_1}$ erhält man die quadratische Bestimmungsgleichung für \sqrt{K} :

$$\sqrt{K}^2 - \frac{2\cos\theta}{A+1}\sqrt{K} - \frac{A-1}{A+1} = 0 \tag{7}$$

Die beiden Lösungen für \sqrt{K} sind dann

$$\sqrt{K} = \frac{\cos \theta}{A+1} \pm \sqrt{\frac{\cos^2 \theta}{(A+1)^2} + \frac{A-1}{A+1}},$$
(8)

wobei die Lösung mit dem Minuszeichen verworfen werden kann, da für A > 1 das Verhältnis der Geschwindigekeiten \sqrt{K} nicht negativ werden soll. Resubstituiert und quadriert folgt damit abschließend:

$$K = \left\{ \frac{\cos\theta + \sqrt{\frac{m_2^2}{m_1^2} - \sin^2\theta}}{\frac{m_2}{m_1} + 1} \right\}^2, \tag{9}$$

bzw.

$$K = \left\{ \frac{m_1 \cdot \cos \theta + \sqrt{m_2^2 - m_1^2 \cdot \sin^2 \theta}}{m_2 + m_1} \right\}^2.$$
 (10)

Damit ist der K-Faktor auch hier wieder das Verhältnis von rückgestreuter Energie zu einlaufender Energie des Projetils.

Nun kann der K-Faktor für alle möglichen Elemente und He⁺-Projektilen unter einem bestimmten Winkel berechnet und tabelliert werden. Dadurch ist ein komfortables Finden der passenden Elemente möglich, nachdem der K-Faktor experimentell bestimmt wurde.

2.3 Der Van-de-Graaff-Beschleuniger

Zur Beschleunigung der Helium-Ionen wird ein Van-de-Graaff-Beschleuniger verwendet. Dieser arbeitet mit dem Prinzip des Van-de-Graaff-Generators, der durch ein mechanisches angetriebenes Band positive Ladungen erzeugt.

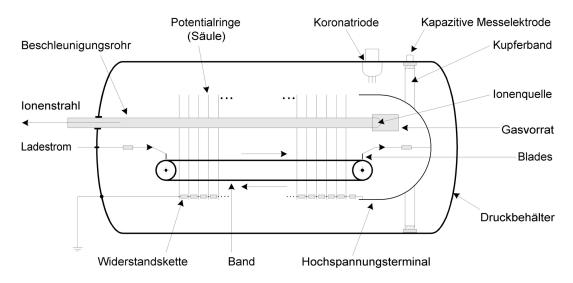


Abbildung 1: Prinzipieller Aufbau eines Van-de-Graaff-Beschleunigers [?]

Wie man in Abbildung 1 erkennen kann, werden die positiven Ladungen dann über Blades auf ein Hochspannungsterminal geleitet. Es wird so eine Hochspannung von mehreren Megavolt erzeugt, über Spannungsteiler auf die Potentialringe, die sogenannte Säule, aufgeteilt wird. Die Ionen aus der Ionenquelle werden somit entlang des Ionenstrahls gleichmäßig beschleunigt.

Das Generatorsystem ist mit einem Gas besonders hoher Durchschlagsfestigkeit gefüllt, SF₆ oder XeCO₂, da die maximale Terminalspannung hauptsächlich von der Durchschlagsfestigkeit des umgebenden Mediums abhängt. Die kapazitive Messelektrode misst Schwankungen in der Spannung und so kann die Koronatriode durch Aufbringung von negativen Ladungen auf das Hochspannungsterminal die Spannung stabilisieren. Es wird so eine Stabilität der Strahlenergie von 0,1% erreicht.

3 Versuchsaufbau und Messgeräte

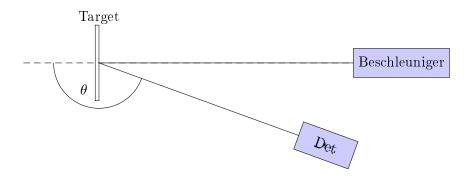


Abbildung 2: Schematischer Versuchsaufbau zu Messung der zurückgestreuten Helium-Ionen, $\theta=171^{\circ}$

In 2 ist der prinzipielle Versuchsaufbau mit Target und Detektor dargestellt. Das Target befindet sich dabei in einer Vakuumkammer, welche zum Wechseln des Targets vom Strahlsystem abgekoppelt werden kann. Wichtig dabei ist die vorherige Schließung der vorhandenen Shutter, um den Strahl nicht mehr bis zum Target vordringen zu lassen. Zur Entlüftung der Kammer wird eine Turbopumpe verwendet, welche über direkt am Versuchsaufbau steuerbare Ventile mit der Kammer verbindbar bzw. von der Kammer abtrennbar ist. Über sie wird jedes mal nach Einsetzen eines neuen Targets der Druck in der Kammer auf $p \approx 10^{-6}mbar$ abgesenkt. Nach Einsetzen der Probe ist weiterhin auf die Erdung des Probenträgers zu achten, da sonst statische Aufladungen entstehen können.

4 Kalibrierung

Um die Energiemessung des Detektors zu kalibrieren, werden zwei bekannte Elemente als Target benutzt. Die gemessenen Kanten der Spektren können dann dazu genutzt werden, mit dem für die Elemente bekannten K-Faktor eine lineare Kanal-Energie-Kalibrierung durchzuführen.

Die Elemente werden so ausgewählt, dass die K-Faktoren möglichst unterschiedlich sind, damit die Steigung der Kalibrierungsfunktion über einen möglichst großen Bereich berechnet wird. Einen besonders kleine K-Faktor hat Kohlenstoff und einen großen K-Faktor hat Gold.

Wie auch im eigentlichen Versuch sind die Kanten verschmiert und es wird daher eine Methode benötigt, den mittleren Wert der Kante zu finden. Auf dem PC werden dazu im Analyseprogramm ein maximaler Wert der Kante A und eine Wert unterhalb der Kante B, bei dem keine Rückstreuung mehr vorhanden ist, ausgewählt. Mit dem Mittelwert (A+B)/2 sucht man dann den Kanal, der diesem Wert am nächsten kommt und nimmt diesen für die Kante an.

In den Abbildungen 3 und 4 finden sich die beiden aufgenommenen Spektren für Gold und Kohlenstoff. Auffällig im Spektrum für Gold ist die zweite, sehr viel kleinere Kante bei ca. 500keV neben der eigentlichen Au-Kante bei ca. 1850keV. Diese entspricht dem unter der dünnen Goldschicht vorhandenen Kohlenstoffkern, wodurch die Kohlenstoffkante also hier in beiden Spektren erkennbar ist.

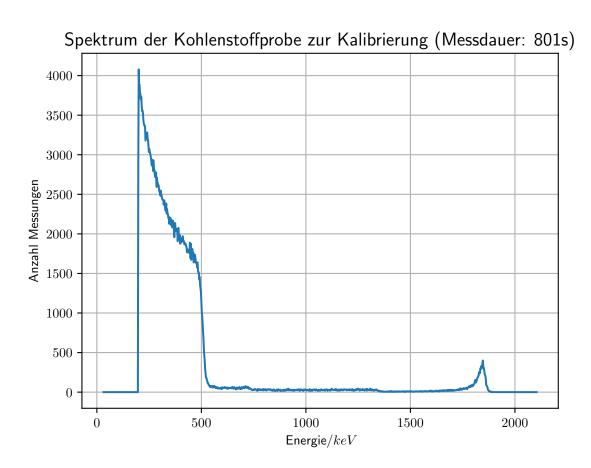


Abbildung 3: Kohlenstoffprobe zur Kalibrierung

Aus den Spektren wurden für Kohlenstoff und Gold bei einer Strahlenergie 2000keV folgende Werte gefunden:

	K-Faktor	m Energie/keV	Kanal
С	0,252	504	234
Au	0,9223	1844, 6	896

Die lineare Kalibrierungsfunktion

$$E(k) = a \cdot k + b \tag{11}$$

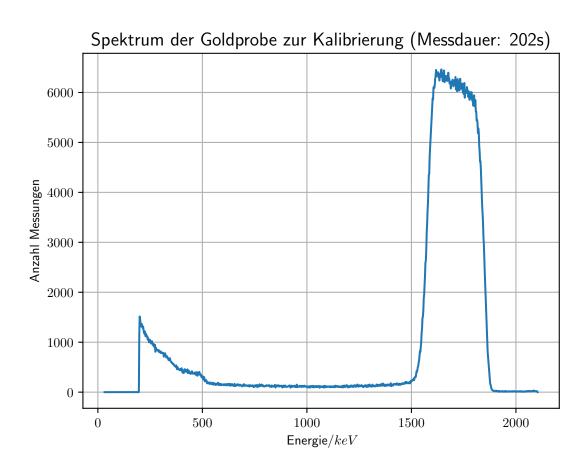


Abbildung 4: Goldprobe zur Kalibrierung

wird bestimmt, indem zuerst die Steigung a berechnet wird:

$$a = \frac{(1844, 6 - 504)keV}{(896 - 234)Kanal} = 2,025 \frac{keV}{Kanal}$$
 (12)

Zuletzt wird b bestimmt mit der Formel:

$$b = 504keV - 2,025keV \cdot 234 = 30,13keV \tag{13}$$

Mit der Formel

$$E(k) = 2,025 \frac{keV}{Kanal} \cdot k + 30,13keV$$
 (14)

werden ab hier alle gemessenen Energien der zurückgestreuten Helium-Ionen gemessen.

5 Durchführung und Auswertung

Nachdem im letzten Versuchsteil die Kalibrierung der Energie über die Kanäle bestimmt wurde, werden nun sechs verschiedene, unbekannte Proben mithilfe der Rutherford-Backscattering-Methode auf ihre chemische Zusammensetzung analysiert. Aus den gemessenen Werten für die Rückstreuungsenergie kann so der K-Wert berechnet und mit den bekannten theoretischen K-Werten verglichen werden. Daraus lassen sich so die beinhalteten Elemente bestimmen. Die gemessenen Kanäle, Energien und K-Werte zusammen mit der Element-Bestimmung finden sich in den Tabellen 1 bis 6. Die zugehörigen Spektren finden sich weiterhin in den Abbildungen 5 bis 10.

Tabelle 1: Auswertung RBS - Probe 1

	Mittl.Kanallage	Energie in keV	K-Faktor exp.	K-Faktor theo.	Element
1	692	1431	0,712	0,716	Ti
2	529	1101	0,551	0,552	Al

Tabelle 2: Auswertung RBS - Probe 2

	Mittl.Kanallage	Energie in keV	K-Faktor exp.	K-Faktor theo.	Element
1	818	1687	0,843	0,842	Nb
2	693	1434	0,717	0,716	Ti
3	526	1095	0,548	0,552	Al

Tabelle 3: Auswertung RBS - Probe 3

	Mittl.Kanallage	Energie in keV	K-Faktor exp.	K-Faktor theo.	Element
1	532	1107	0,550	$0,\!552$	Al
2	343	725	0,362	0,362	О

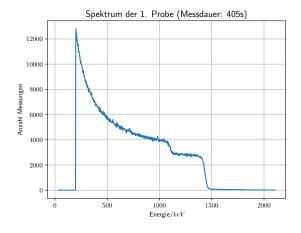
Tabelle 4: Auswertung RBS - Probe 4

	Mittl.Kanallage	Energie in keV	K-Faktor exp.	K-Faktor theo.	Element
1	650	1346	0,673	0,674	Ca
2	403	846	0,423	0,427	F
3	237	510	0,255	0,252	С

Tabelle 5: Auswertung RBS - Probe 5 (Münze)

	Mittl.Kanallage	Energie in keV	K-Faktor exp.	K-Faktor theo.	Element
1	745	1539	0,769	0,778	Cu

Besonders auffällig stellt sich unsere Probe 5 dar, welche aus einer 1-Cent-Euro-Münze bestand. Laut [?] bestehen die Centmünzen aus Stahl mit einer Kupferauflage. Die Kupferauflage können wir mit unserem Experiment sehr gut bestätigen, während der Hinweis auf den Stahlbestandteil der Münze ausbleibt. Wir vermuten, dass die vorhandene Kupferschicht wohl zu dick ist, sodass keine der Strahlen den Stahlkern erreichen. hier könnten wir die Energie des Strahls erhöhen, um eine höhere Eindringtiefe zu erreichen. Auch in Probe 4 ist weiterhin eine Besonderheit zu erkennen, da wir wieder eine geringer ausgeprägte Kante bei ca. 500keV sehen können. Wie schon im Abschnitt zur Kalibrierung besteht die Probe hierbei aus einer dünnen Element-Schicht auf einer Kohlenstoffbasis, welche hier erneut zum Vorschein kommt.



Spektrum der 2. Probe (Messdauer: 404s)

14000

10000

10000

4000

2000

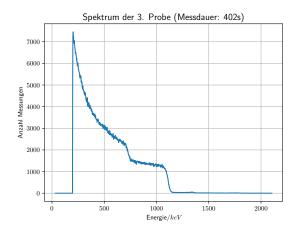
Energie/keV

Abbildung 5: Spektrum 1. Probe

Abbildung 6: Spektrum 2. Probe

6 Zusammenfassung/Fazit

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass die Funktionsweise und die Messmethoden eines van-de-Graaf-Beschleuniger im durchgeführten Versuch sehr gut durchführ- und nachvoll-



Spektrum der 4. Probe (Messdauer: 624s)

2500

2500

1000

1000

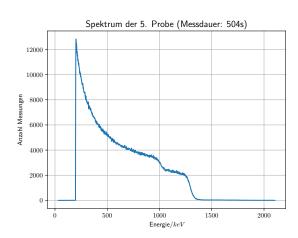
1500

2000

Energie/keV

Abbildung 7: Spektrum 3. Probe

Abbildung 8: Spektrum 4. Probe



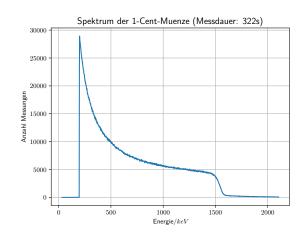


Abbildung 9: Spektrum 5. Probe

Abbildung 10: Spektrum 1-Cent-Münze

Tabelle 6: Auswertung RBS - Probe 1

	Mittl.Kanallage	Energie in keV	K-Faktor exp.	K-Faktor theo.	Element
1	624	1294	0,647	0,637	Cl
2	484	1010	0,505	0,497	Na

ziehbar war. Es konnten einige alltagsnahe und gute Versuchsergebnisse erzielt werden, so hat die Element-Bestimmung z.B. sehr gut geklappt. Die Versuchsdurchführung war trotz des komplizierten Aufbaus einfach zu gestalten und es konnten einige interessante Erkenntnisse über die Arbeit an großen Beschleunigern gewonnen werden. Um noch genauere Auflösungen z.B. des Materials der Kupfermünze zu erreichen, müsste natürlich die Strahlenergie erhöht werden, wobei das hier erreichte Auflösungsniveau für den Praktikumsversuch absolut ausreichend ist.