

4 Experimentelles

Die Präparation und Untersuchung reiner Oberflächen und ihrer Adsorbatstrukturen ist nur im Ultrahochvakuum mit Restgasdrücken unter 10^{-10} mbar möglich. Nur unter diesen Bedingungen ist die Reinheit der Probe ohne Kontamination durch Restgas über längere Meßzeiten gewährleistet. Quellen des Restgases sind von der Innenseite der Vakuumkammer desorbierende Gasmoleküle oder in der Wand des UHV - Systems gelöste Gasteilchen, die durch Diffusion in das Vakuum gelangen, sowie natürlich Gasteilchen aus der äußeren Atmosphäre, die durch Permeation oder durch ein Leck im Rezipienten in das Kammerinnere gelangen. Nach Abschätzung mit Hilfe der kinetischen Gastheorie [z.B. Wed] dauert es bei einem Druck von 10^{-6} mbar lediglich eine Sekunde, bis jedes Oberflächenatom von einem Fremdatom aus dem Restgas getroffen wurde. Bei einem Haftkoeffizient von 1 (dies bedeutet, daß jedes auftreffende Restgasatom auf der Oberfläche haften bleibt) wäre die Oberfläche innerhalb dieser Zeit bereits vollständig kontaminiert. Für die Erzeugung und Aufrechterhaltung des Ultrahochvakuums ist daher ein mehrstündiges Aufheizen des Edelstahlrezipienten auf Temperaturen von ~ 250 °C sowie ein leistungsstarkes und auf die Kammergeometrie und die durchzuführenden Experimente abgestimmtes Vakuumpumpensystem notwendig (weiteres s. [Hen91]).

Die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Experimente wurden an zwei verschiedenen UHV - Kammern durchgeführt, die im folgenden beschrieben werden sollen.

4.1 Die Ultrahochvakuumsysteme

4.1.1 Die Leybold – Heraeus - Kammer

Für die photoelektronischen Experimente an dem Rh/Graphit - System wurde ein kommerzielles Stahl – UHV - System der Firma Leybold - Heraeus (s. Abb. 12) verwendet. Dieses zeichnet sich durch die Trennung von Präparations- und Analysenkammer aus, die durch eine Schleuse miteinander verbunden sind. Durch diese Schleuse kann die Probe auf einer Schubstange, ausgehend vom Atmosphärendruck außerhalb des Rezipienten, zunächst in die Präparationskammer und dann weiter in die Hauptkammer transferiert werden. Während des Transfers bleibt das Vakuum erhalten.

Die Hochdruckzelle der Kammer bietet die Möglichkeit, Experimente bei Drücken bis zu einem bar durchzuführen, von der in diesem Falle jedoch kein Gebrauch gemacht wurde.

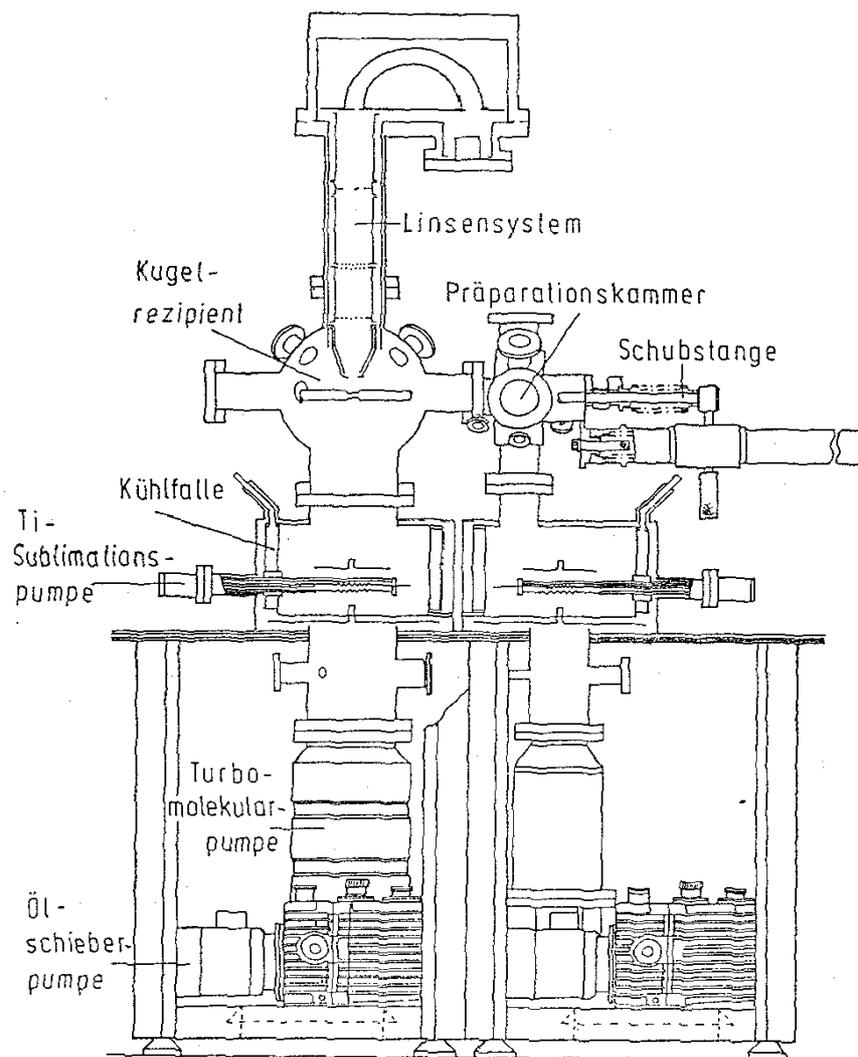


Abbildung 12: Das Photoelektronenspektrometer LHS 10 (Leybold – Heraeus)

Die Apparatur ist auf einer Aluminiumplatte befestigt, die gleichzeitig Teil des Ausheizsystems ist. Auf ihr befinden sich Heizdrähte, die über einen Thermoschalter mit Drehstrom versorgt werden. Die Kammer wird während der Ausheizperiode mit einer aluminiumbeschichteten Isolierdecke eingehüllt. Die Ausheiztemperatur betrug 200 - 250°C.

An dem Kugelrezipienten der Präparationskammer befindet sich ein Ionisationsmanometer (Leybold IE 211) sowie eine Penning - Ionenquelle (Leybold IQP 10/63), die zur Reinigung der Probe eingesetzt werden kann. Das hierzu in der Regel verwendete Argongas (Messer-Griesheim, Reinheit > 99.999 Vol.%) kann über ein Ganzmetall - Dosierventil eines Gaseinlaßsystems, das wahlweise sowohl mit der Präparations- als auch mit der Analysenkammer verbunden werden kann, eingelassen werden.

An den Rezipienten angeschlossen ist eine Turbomolekularpumpe vom Typ Turbovac 250 (Saugleistung für N_2 250 dm^3/s) mit einer Ölschieberpumpe (trivac D16A) als Vorvakuum-pumpe, die in dieser Kombination den Restgasdruck auf $p \leq 1 \times 10^{-9}$ mbar absenkt.

Unterhalb des Kugelrezipienten der Hauptkammer befindet sich eine Kühlfalle, die mit flüssigem Stickstoff beschickt werden kann, eine Titansublimationspumpe sowie eine Turbomolekularpumpe Turbovac 450 (Saugleistung für Stickstoff 450 dm^3/s), ebenfalls verbunden mit einer Ölschieberpumpe vom Typ trivac D16A. Nach dem Ausheizen lag der Restgasdruck typischerweise zwischen 1×10^{-10} und 5×10^{-11} mbar. Gemessen wird der Kammerdruck mit einer Bayard – Alpert - Röhre (Leybold IE413). Die Analyse des Restgases wurde mit einem Quadrupol - Massenspektrometer QMG111 der Firma Balzers durchgeführt und ergab als Hauptbestandteile N_2 , H_2 , H_2O , CO , und einem sehr geringen Anteil von CO_2 .

Als Anregungsquelle für die Röntgen - Photoelektronenspektroskopie diente eine wassergekühlte Zwillingsanoden - Röntgenröhre RQ 10/63, die sowohl mit einer Aluminium- als auch einer Magnesiumanode ausgestattet war. In unseren Experimenten wurde die MgK_{α} - Strahlung ($h\nu = 1253.6$ eV, Halbwertsbreite 0.68 eV [Fe174]) verwendet. Diese K_{α} - Strahlung der Röntgenquelle wird lediglich durch ein Aluminiumfenster gefiltert (Al 5 μ dick, druckfest bis 1 bar), so daß sie im strengen Sinne nicht als monochromatisch bezeichnet werden kann. Neben dem relativ breiten $K_{\alpha_{1,2}}$ - Dublett enthält sie K_{α_3} - und K_{α_4} - Linien, die 8.5 bzw. 10.1eV oberhalb des $K_{\alpha_{1,2}}$ - Dubletts liegen und zusammen ca. 15% der Intensität der Hauptlinie erreichen [Kra75].

Das Arbeitsprinzip der UV - Quelle (Heliumentladungslampe Leybold - Heraeus UVS 10/35) beruht auf einer Kaltkathoden - Kapillarentladung mit zwei differentiellen Druckstufen für das Arbeitsgas Helium. Die Experimente wurden He(I) – Resonanzlicht bei einer Energie von $h\nu = 21.2$ eV (Linienbreite 3 meV), verwendet. Das Arbeitsgas stammt von der Firma Linde (Reinheit > 99.996 Vol.%) und wird vor dem Einströmen in die Vakuumkammer in einer spiralförmigen Edelstahlleitung zur Trocknung durch ein Dewargefäß mit flüssigem Stickstoff geleitet.

Der Elektronenenergieanalysator (Leybold - Heraeus EA 10/100) besteht aus einem halbkugelförmiger Kondensator mit vorgeschaltetem Linsensystem, das die von der Probe emittierten Elektronen senkrecht zur Probe sammelt, und wurde von Nöller [Nöl75] und Polaschegg [Pol74] entwickelt. Die elektronenoptische Funktionsweise dieses Analysortyps wurde von Paolini [Pao67] beschrieben. Die Paßenergie der in den Kondensator eintretenden Elektronen

Experimentelles

ist danach der Spannung zwischen den beiden Halbkugeln proportional. Dieser wiederum proportional ist das absolute Auflösungsvermögen des Spektrometers, das außerdem noch von der Breite der Ein- bzw. Austrittsblenden des Kondensators abhängt. Um das Auflösungsvermögen zu verbessern, werden die Elektronen vor ihrem Eintritt in den Analysator um einen konstanten Faktor abgebremst. Die entsprechenden Bremsfaktoren lassen sich an dem Analysator einstellen. Je größer diese gewählt werden, desto geringer ist die Empfindlichkeit und damit die Intensität der Signale im Photoemissionsspektrum. Die den Analysator verlassenden Elektronen durchlaufen einen Sekundärelektronenvervielfacher, ehe das so verstärkte Signal mit einem Computer aufgezeichnet werden kann.

4.1.1.1 Datenaufnahme und Auswertung

Die elektronische Aufnahme und Verarbeitung der Spektren wurden mit dem Programm SPECTRA5 der Firma SPECS (Gesellschaft für Oberflächenanalytik und Computertechnologie mbH) durchgeführt. Die Bestimmung der Integrale unterhalb einer Kurve erfolgt durch manuelle Festlegung des Anfangs- und Endpunktes der Integration auf der Hoch- und Tiefenergieseite des jeweiligen Signals im Spektrum unter der Annahme, daß sich der Untergrund in erster Näherung linear verhält. Die Schrittweite betrug je nach der Größe des gewählten Energiebereiches in den XP - und den UP - Spektren 0.5 bzw. 0.1 eV.

4.1.1.2 Die Graphit-Probe

Als Substrat wurde *Highly Oriented Pyrolytic Graphite* (**HOPG**; ZYH, mosaic spread = $3.5^\circ/1.5^\circ$) der Firma Union Carbide verwendet. Die Oberfläche besitzt eine (0001) – Orientierung. Vor der Montage an den Probenstab wird ein Graphitblock (0.8 cm x 0.8 cm) in ein Tantal - Probenschiffchen geklemmt. In einer Ausnehmung des um 360° frei drehbaren Probenstabes wird die Probe nun mit vier Tantalschrauben an einem Probenhalter befestigt (s. Abb. 13).

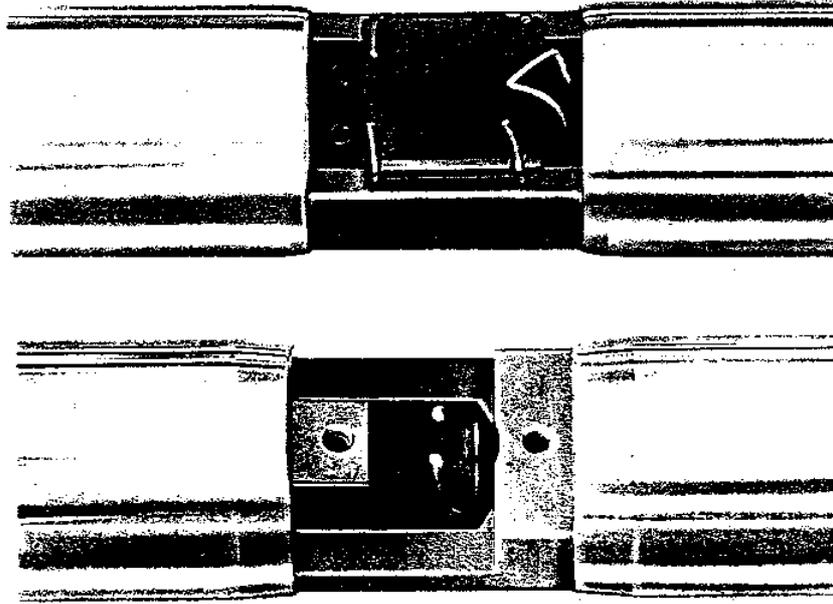


Abbildung 13: Darstellung der Probenhalterung, in die das Tantal Schiffchen befestigt wird, bevor sie in die Vakuumkammer transferriert wird

Eine saubere Graphitoberfläche konnte entweder durch Abziehen der obersten Graphitschichten mit Tesafilm oder durch Spalten mit einer Rasierklinge erhalten werden. Anschließendes Heizen der Probe auf 1300 K entfernt adsorbierten Sauerstoff, was durch Aufnahme eines XP - Spektums nach der Präparation überprüft wurde.

Bevor mit dem Aufheizen der Probe begonnen werden kann, müssen die probennahen UHV - Stromdurchführungen wegen der hohen Heizstromstärken vor Überhitzung geschützt werden. Hierzu saugt eine Förderpumpe flüssigen Stickstoff (LN_2) aus einem Vorratsbehälter durch den Probenstab. Eine elektronische Kontrolleinheit gibt den Heizstrom erst dann frei, wenn das am Stabende austretende Gas kälter als $0\text{ }^\circ\text{C}$ wird. Die Messung dieser Temperatur erfolgt über einen dort angebrachten PT100 - Widerstand. Auch während des Heizbetriebes muß der LN_2 - Kühlkreislauf ständig in Betrieb sein, und es muß darauf geachtet werden, daß die Gasleitung nicht durch den aus der Atmosphäre einkondensierenden Wasserdampf vereist. Das Heizen erfolgt über direkten Stromdurchgang durch die Probe und kann mit einer elektronischen Kontrolleinheit, an der sich Strom- und Spannungsbegrenzungen einstellen lassen, gesteuert werden.

Experimentelles

An der Unterseite des Tantalschiffchens befindet sich eine kleine Bohrung, durch die das Thermoelement gefädelt wurde. Es handelte sich dabei um ein NiCr/Ni - Thermoelement, das durch vorsichtiges Einführen in den Graphitkristall mit diesem zur Temperaturbestimmung verbunden ist. Neben einem guten thermischen Kontakt zur Probe muß durch Punktschweißen auch ein guter elektrischer Kontakt zu den dickeren Thermodrahtzuleitungen im Probenstab gewährleistet sein.

4.1.1.3 Die Rhodiumquelle

Als Rhodiumquelle wurde ein Draht von 0.25 mm Durchmesser (Reinheit 99.9 %) der Firma Goodfellow verwendet, der gewendelt zwischen zwei Edelstahlsteher gespannt wurde. Unterhalb des Drahtes wurde ein Platinblech installiert, das über einen dritten Edelstahlstab mit dem Flansch verbunden wurde.

Über zwei Keramikdurchführungen konnte der Draht, mit Hilfe eines emissionsgeregelten Netzgerätes, direkt geheizt werden. Mit Hilfe des als Anode dienenden Platinblechs wurde der Strom der vom glühenden Aufdampfdraht emittierten Elektronen gemessen (s. Abb. 14).

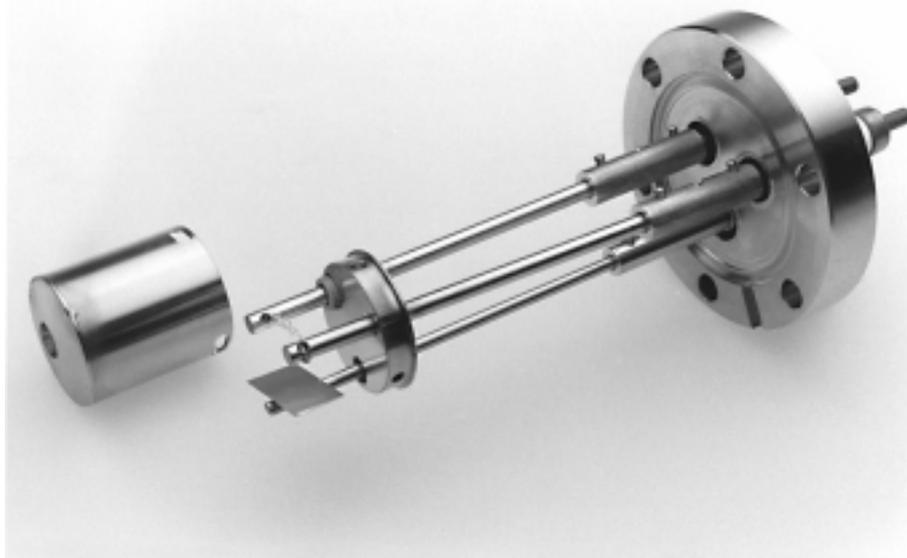


Abbildung 14: Darstellung der Rh – Aufdampfquelle mit dem Fokuszylinder

Nach Vorgabe eines Strom - Sollwertes am Netzgerät wurde der Emissionsstrom und damit die Aufdampftrate, durch entsprechende Regelung des Heizstromes, konstant gehalten. Die Konstanz der Aufdampftrate ist zum einen unabdingbare Voraussetzung für die Reproduzier-

barkeit der Experimente, zum anderen ermöglicht sie erst die Bedeckungsgradeichung der deponierten Adsorbatteilchen.

Die Anzahl der den Rhodiumatomen auf dem Graphitkristall zur Verfügung stehenden Adsorptionsplätze betrug 3.9×10^{15} Atome cm^{-2} (1 ML). Hierbei wurde für jedes Rhodiumatom ein dreifach – koordinierter Muldenplatz als Adsorptionsplatz angenommen.

Die Bedeckung konnte aus den Intensitätsverhältnissen der Rh3d_{5/2} - und C1s – XPS - Signale, unter Berücksichtigung der unterschiedlichen Anregungsquerschnitte der beiden Orbitale ($q_{\text{C1s}} = 1.00$ und $q_{\text{Rh3d5/2}} = 8.48$ [Sco76]), berechnet werden. Hierüber erfolgte gleichzeitig die Eichung der Aufdampfrate. Diese betrug 3.4×10^{11} Atome s^{-1} (0.005 ML pro Minute).

4.1.2 Die VG - Kammer

Im Rahmen seiner Dissertation hat M. Parschau die auch in dieser Arbeit verwendete Kammer eigens für STM - Untersuchungen an Metall/Metallsystemen im UHV konstruiert und aufgebaut [Par96]. Neben dem STM stehen die Standard - Analysemethoden LEED- und AES sowie ein Massenspektrometer zur Verfügung. In Abb. 15 ist die UHV - Kammer dargestellt.

Der Edelstahlrezipient wurde von der Firma Vacuum Generators (VG) angefertigt und besteht aus einem Ober- und einem Unterteil mit jeweils einer horizontalen Flanschebene. Beide Teile sind über einen mit Kupferdraht gedichteten 350 mm Flansch miteinander verbunden. Der Rezipient ist mit einer Aluminiumplatte verschraubt, die zur störungsfreien Durchführung der STM - Experimente auf drei Hochleistungs - Schwingungsdämpfern (Newport I - 2000 series) aufliegt. Auf der Aluminiumplatte sind drei Ausheizstäbe angebracht, die über einen Thermoschalter mit Drehstrom versorgt werden. Die Kammer wird für die Dauer der Ausheizperiode mit einer isolierenden Decke überzogen. Da es sich an den elektrischen Kontaktstellen im Tunnelmikroskop um niedrigschmelzendes Bleilöt handelt, wurde eine Ausheiztemperatur von 130°C der Kammer niemals überschritten.

Unterhalb der Aluminiumplatte am Bodenflansch des Rezipienten befindet sich eine Ionengetterpumpe des Typs StarCell der Firma Varian (Saugleistung für N₂ 400 dm³/s). In der zweiten horizontalen Flanschebene führt ein Ganzmetall - Eckventil zu einer Turbomolekularpumpe TPU 240 der Firma Balzers (Saugleistung für N₂ 240 dm³/s), deren Vorvakuum von einer Drehschieberpumpe (Edwards) erzeugt wird. Das Eckventil zwischen Rezipient und Turbopumpe ermöglicht ein problemloses Abschalten der Pumpe während der STM -

Experimentelles

Messungen, um hochfrequente Vibrationen zu vermeiden. Mit diesem kombinierten Pumpensystem kann ein Basisdruck von 1×10^{-10} mbar erreicht werden.

Ebenfalls über ein Ganzmetall - Eckventil ist ein Gaseinlaßsystem mit der unteren Rezipientebene verbunden. An das Einlaßsystem sind die zur Probenpräparation notwendigen Gase O_2 und H_2 über Varian - Dosierventile angeschlossen. Zusätzlich wurde wahlweise Argon als Sputtergas oder CO für Adsorptionsexperimente angeschlossen.

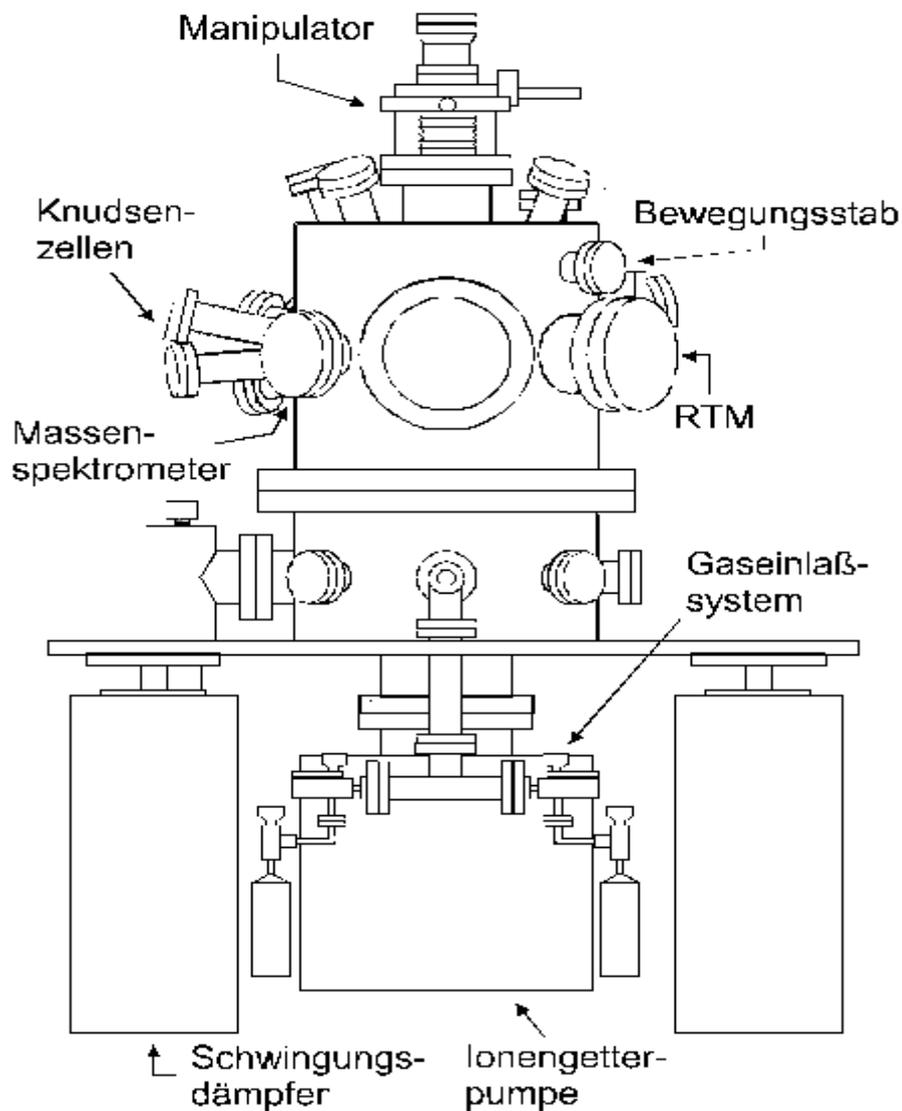


Abbildung 15: Zeichnung der UHV – Apparatur [Par96]

Gegenüber dem Eckventil des Gaseinlaßsystems befindet sich eine Bayard – Alpert – UHV - Druckmeßröhre der Firma VG.

Am Kopf des Rezipienten ist der um 360° frei drehbare Manipulator (VG) über einen axialen Flansch mit der Kammer verbunden. Die Probenhalterung befindet sich am Ende des L-förmigen Manipulatorstabes in achsferner Position. Über den Manipulator läßt sich die Probe heizen und kühlen, wobei die jeweilige Temperatur mit einem W(3%)Re/W(25%)Re - Thermoelement bestimmt wird.

In Abb. 16 ist eine Aufsicht der oberen Rezipientenebene dargestellt. In ihr befindet sich eine Vier - Gitter - LEED - Optik (VARIAN) mit einer zentral montierten Elektronenkanone. Diese Optik wurde gleichzeitig als Gegenfeldanalysator für AES - Messungen benutzt, wobei die hierzu verwendete Elektronenkanone so angebracht wurde, daß ihr Einfall in einem Winkel von ungefähr 11° aus der Horizontalen der Probe auf diese traf. Dieser streifende Einfall der Elektronen auf die Probe erhöht die Oberflächenempfindlichkeit.

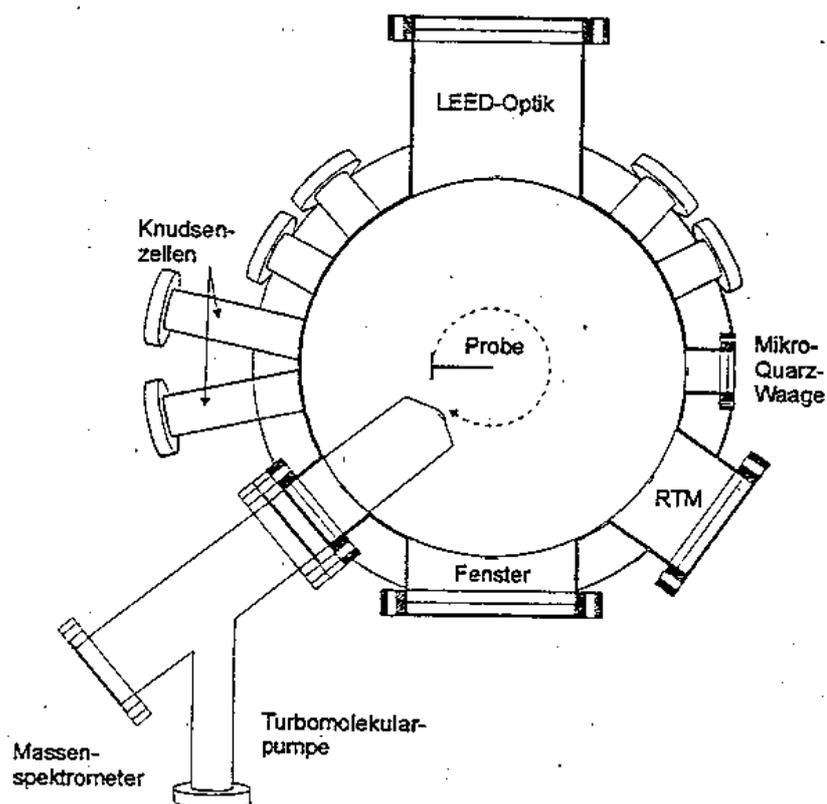


Abbildung 16: Aufsicht der oberen Flanschebene mit der TDS - Erweiterung

Experimentelles

Das UHV - STM (Rasterscope 3000TM, Danish Micro Engineering A/S) liegt unterhalb eines rotierbaren Bewegungsstabes der Firma Huntington, mit dem der Proben transfer zwischen Manipulator und STM durchgeführt wird. Die Rhodium - Aufdampfquelle liegt ebenfalls in der Meße ebene.

Für die Thermodesorptionsexperimente mußte die UHV - Kammer erweitert und geringfügig umgebaut werden. Dazu wurde das ursprünglich an der Kammer befindliche Massenspektrometer QMG112 der Firma Balzers gegen ein QMG311 derselben Firma ausgetauscht, um eine Detektion von Massen über 100 für die Rhodiumdesorptionsexperimente zu ermöglichen. Über den Massenspektrometerkopf wurde ein spitz zulaufendes Edelstahlrohr geflanscht, das an seinem Ende eine kleine Öffnung von 3 mm Durchmesser besaß, vor die die Probe während der Desorption positioniert werden konnte (s. Abb. 16).

Das neu eingebaute Massenspektrometer wurde von einer Turbomolekularpumpe (TPU 240, Saugleistung für N₂ 240 dm³/s) differentiell gepumpt, deren Vorvakuum ebenfalls von der Drehschieberpumpe der Firma Edwards erzeugt wurde. Dieser Aufbau mußte nach Beendigung der Gas- und Metalldesorptionsexperimente wieder rückgängig gemacht werden, da sich die neue Turbopumpe nicht separat von der Kammer abkoppeln ließ und so keine störungsfreien STM - Messungen möglich gewesen wären.

4.1.2.1 Das Rastertunnelmikroskop (STM)

Wie bereits erwähnt stammt das Rastertunnelmikroskop von der Firma Danish Micro Engineering A/S (DME). Da das Mikroskop in der Dissertationsarbeit von M. Parschau [Par96] bereits ausführlich beschrieben wurde, sollen hier nur kurz Aufbau und einige Details zusammengefaßt werden. Eine schematische Zeichnung des Mikroskops findet sich in Abb. 17.

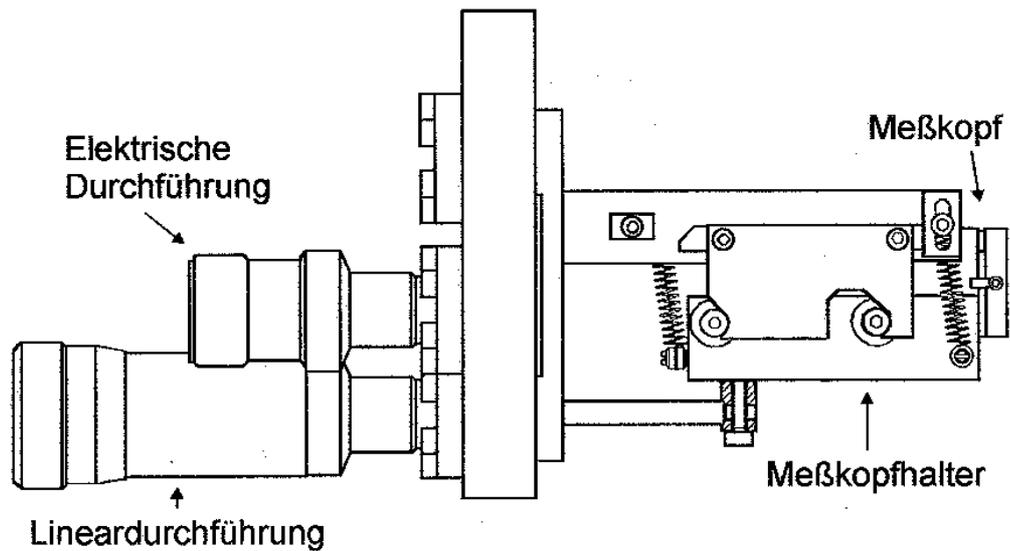


Abbildung 17: Schematische Zeichnung des Rastertunnelmikroskops

Neben der bereits beschriebenen Probenhalterung enthält der Meßkopf (*scanner tube*) des Mikroskops die magnetisch gehaltene Tunnelspitze aus einer Platin – Iridium Legierung ($\text{Pt}_{70}/\text{Ir}_{30}$). Sie ist mit einem Piezomotor für die Grobannäherung und Piezoelementen für die Feinannäherung an die Probenoberfläche verbunden (s. Abb. 18).

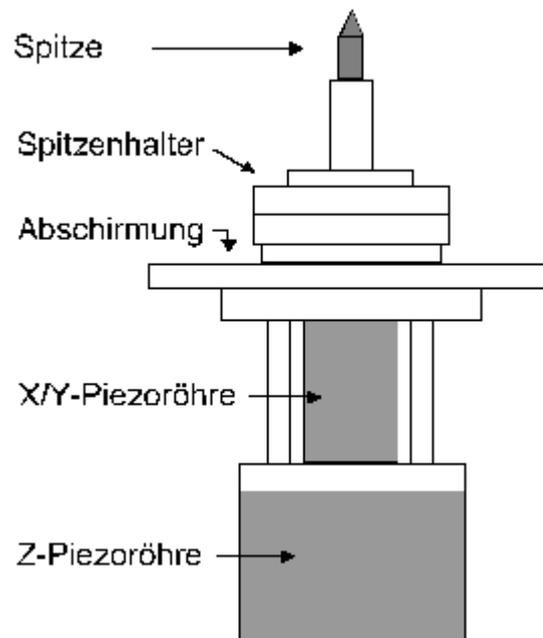


Abbildung 18: Zeichnung des Meßkopfs des Rastertunnelmikroskops

Experimentelles

Als piezoelektrisches Material dient Blei - Zirkonat - Titanat (PZT), ein Mischkristall aus PbZrO_3 und PbTiO_3 mit Perowskitstruktur. Jeweils eine Piezoröhre wird für die Bewegung in z - Richtung und in x/y - Richtung benutzt. An den Röhren befinden sich insgesamt vier Elektroden, an welche die zur Erzeugung einer Bewegung erforderliche Spannung angelegt wird. Drei der vier Elektroden befinden sich in radialer Anordnung an der Innenseite der Röhre und eine an deren Außenseite. Durch Anlegen einer Spannung an die beiden äußeren Elektroden wird der Piezomotor in Bewegung gesetzt, indem die obere und die untere Elektrode entweder gelockert oder festgesetzt wird. Dadurch wird die mittlere entsprechend expandiert oder kontrahiert. Die vierte Elektrode liegt auf Masse.

Damit atomare Auflösung mit dem STM möglich ist, müssen externe und interne Schwingungen reduziert bzw. möglichst ganz vermieden werden. Zur Entkopplung externer Schwingungen ist der Meßkopf auf einer massiven Platte montiert, die über drei Federn geringer Kraftkonstante mit einem äußeren Rahmen verbunden ist, der wiederum an dem Basisflansch des STM befestigt ist. Die Schwingungen, die über den Laborboden übertragen werden, fangen die bereits erwähnten drei Hochleistungsdämpfer (Newport I - 2000 series) auf.

Das STM wird mit einer elektronischen Kontrolleinheit der Firma DME gesteuert, die über eine GPIB - Schnittstelle mit einem Rechner verbunden ist, in dem Bildaufnahme und Datenverarbeitung erfolgt.

4.1.2.2 Die Probenhalterung für das HOPG und den Re(0001) - Kristall

Für die STM - Untersuchungen wurden Graphit, später auch Rhenium als Substrat verwendet. Die Graphitprobe wurde wiederum in einem Tantalschiffchen befestigt, das anschließend auf einen Probenträger montiert wird. Als Probenträger dient ein rechteckiges Tantalblech (17 mm x 15 mm x 0.8 mm) mit einer konisch verlaufenden Bohrung, in die das Tantalschiffchen eingesetzt wird. Durch Punktschweißen wird die Probe mit dem Träger verbunden. Durch Punktschweißen wird die Probe mit dem Träger verbunden.

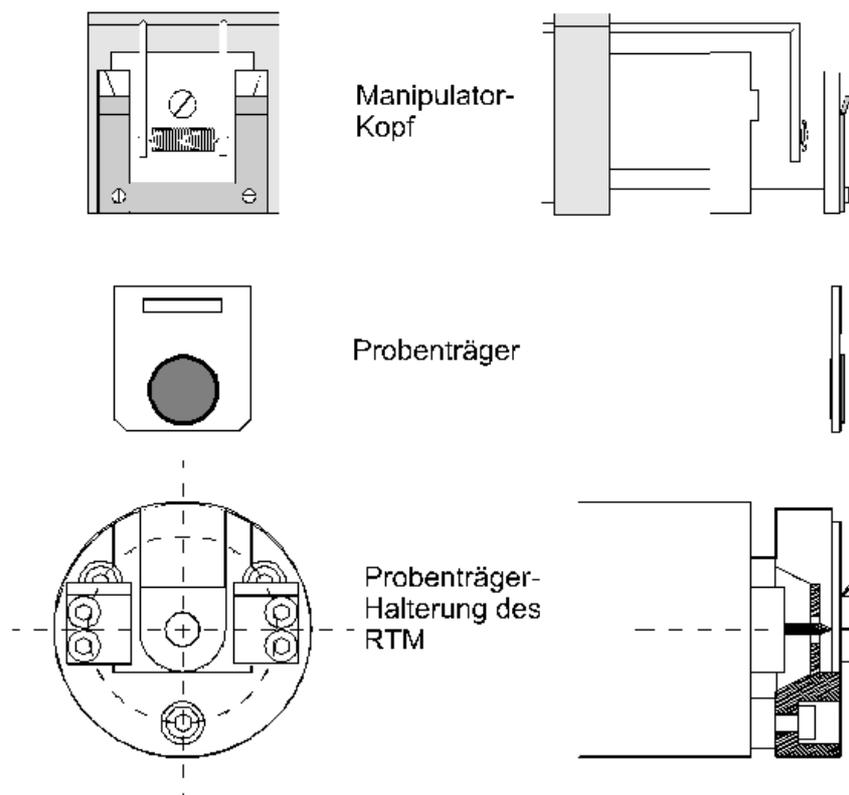


Abbildung 19: Zeichnung des Manipulatorkopfs, des Probenträgers sowie der Probenträgerhalterung des Rastertunnelmikroskops

Für den Transfer zwischen Manipulator und STM ist im oberen Teil des Tantalblechs eine rechteckige Öffnung vorgesehen, um den Probenträger mit einem an dem Bewegungsstab befestigten Haken aus der entsprechenden Halterung herausheben zu können.

Der kreisförmige Rheniumkristall mit einem Durchmesser von 8 mm und einer Stärke von 1.2 mm wird mit Hilfe von Tantaldrähten (0.5 mm) fest mit dem Trägerblech verschweißt. Die einzelnen Komponenten des Probenmanipulatorsystems sind in Abb. 19 dargestellt.

Experimentelles

Am Manipulator wird die Probe mit dem Bewegungsstab in einen u - förmigen, ebenfalls aus Tantal angefertigten, Halter eingesetzt. Analog dazu besitzt der Meßkopf des Tunnelmikroskops eine Aussparung, in die die Probe durch zwei Kupfer - Beryllium - Federn vibrationsfrei eingeklemmt wird. Dieser Aufbau bedingt, daß lediglich eine Positionsänderung der Probe in vertikaler Richtung gegenüber der Tunnelspitze möglich ist, so daß nur ein schmaler Streifen der Probe in den Untersuchungen zugänglich ist.

Die Probe kann entweder mit einer Widerstandsheizung (Heizstrom ~ 30 A, $T_{\max} \sim 800$ K) oder einer Elektronenstoßheizung ($T_{\max} \sim 2500$ K) geheizt werden. Bei letzterer werden die Elektronen aus einer thorierten Wolframwendel, die sich im Abstand von ein bis zwei Millimetern von der Probe an deren Rückseite befindet, emittiert und durch Anlegen einer Hochspannung auf die Probe beschleunigt. Damit die Probe geheizt werden kann, muß sie von dem übrigen Manipulatorstab isoliert werden, was in diesem Fall durch eine Saphirscheibe geschieht. Die Temperaturmessung erfolgt über ein Re/W - Thermoelement, das an dem Tantalhalter des Manipulatorkopfes befestigt werden mußte, da der Probenträger zum Transfer keine feste Verbindung zum Tantalblech oder zur Probe zuläßt. Seine Eichung vor Beginn der Messungen erfolgte durch den direkten Vergleich mit einem direkt an der Probe befestigten Thermoelement. Für die Thermodesorptionsexperimente wurde die Verbindung zu dem Halter gelöst, und das Thermoelement unmittelbar an dem Kristall angeschweißt.

4.1.2.3 Die Probenpräparation

Das HOPG wurde, wie bereits beschrieben, durch Abziehen der obersten Schichten mit Tesafilm vor den Messungen präpariert.

Die Hauptverunreinigungen des Rhenium - Einkristalls waren Schwefel, Sauerstoff und Kohlenstoff. Schwefel wird durch mehrstündige Ionenzerstäubung (*sputtern*) mit Argon von der Probenoberfläche entfernt. Sauerstoff kann nach dieser Behandlung und Heizen der Probe auf 2400 K im Augerspektrum ebenfalls nicht mehr nachgewiesen werden. Um den Kohlenstoff von der Oberfläche zu entfernen, wird die Probe in einem Sauerstoffstrom ($p_{\text{O}_2} = 2 \times 10^{-8}$ mbar) bei 1100 K für ein bis zwei Minuten geglüht. Anschließend wird sie unter Wasserstoffexposition ($p_{\text{H}_2} = 2 \times 10^{-7}$ mbar) bei gleicher Temperatur über mehrere Minuten getempert. Durch abschließendes kurzes Hochheizen auf 2400 K wird der Kohlenstoff von der Probe entfernt. Die Reinigungsprozedur wird mit Hilfe der Augerelektronenspektroskopie kontrolliert. Die Präparation der Probe wurde so lange fortgesetzt, bis keine S -, C - und O - Signale im AES mehr erkennbar waren (siehe Abb. 20).

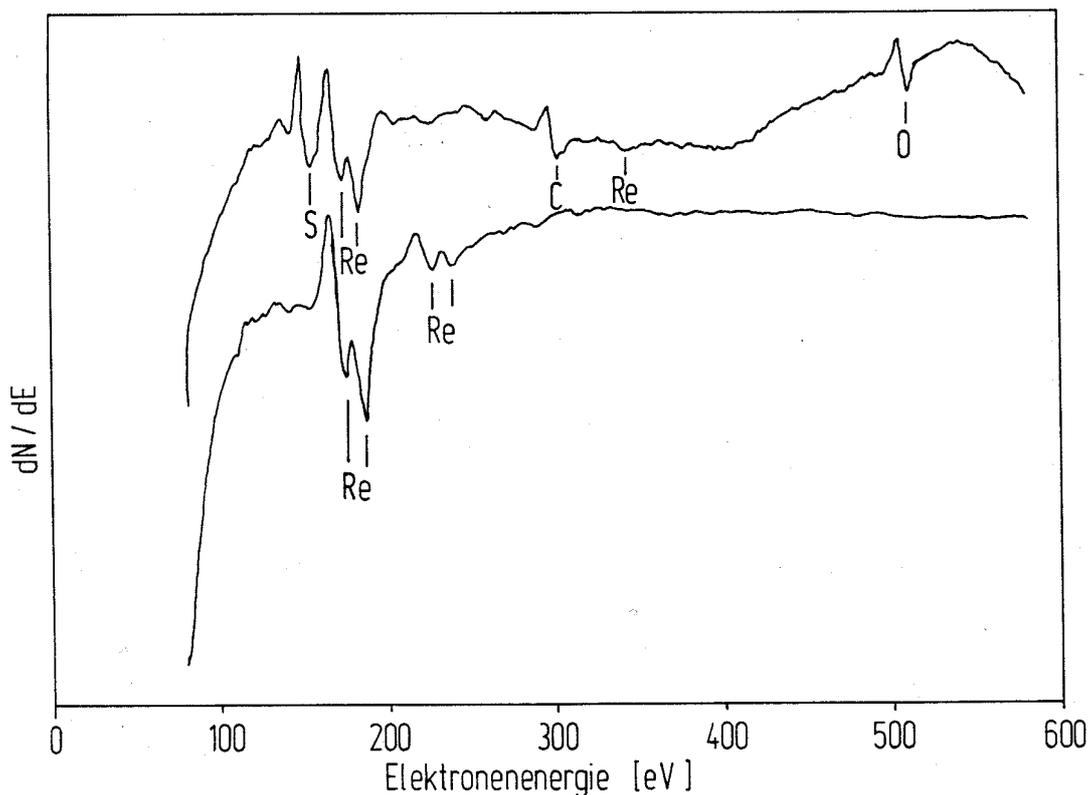


Abbildung 20: 1. Augerspektrum der reinen $\text{Re}(0001)$ - Oberfläche sowie 2. der mit S, C und O kontaminierten $\text{Re}(0001)$ - Oberfläche

Das LEED - Bild (Abb. 21) zeigt helle und scharfe Reflexe der reinen hexagonalen (0001) - Oberfläche auf einem Hintergrund schwacher Intensität.

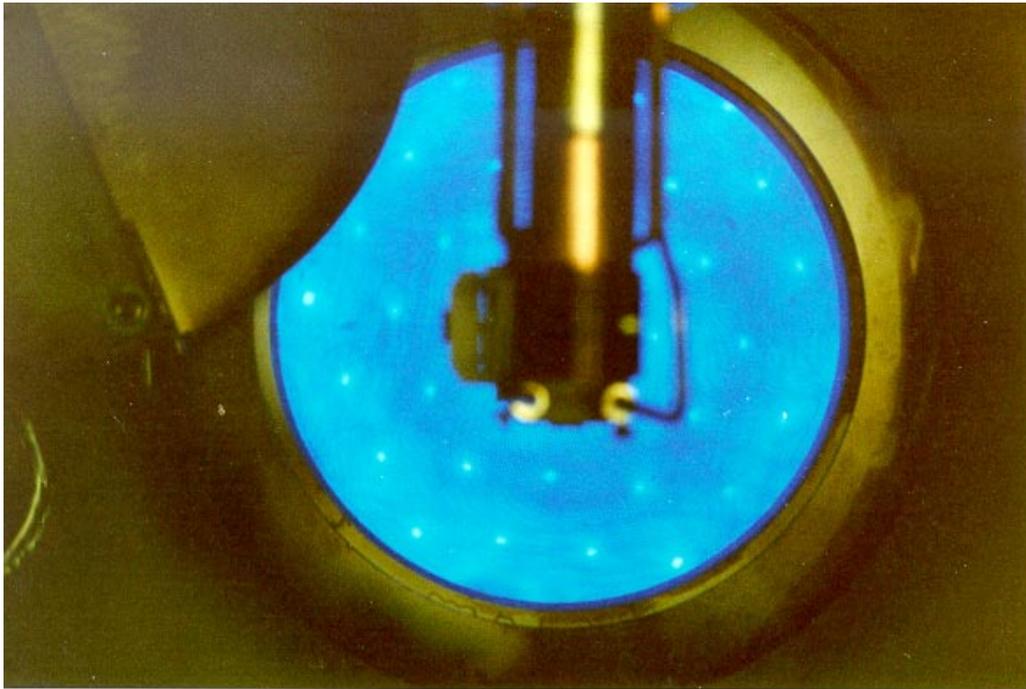
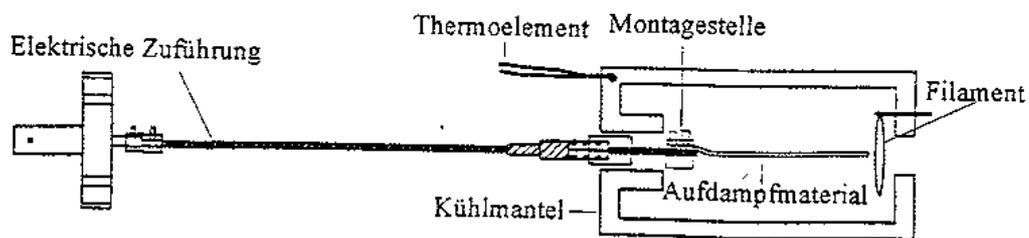


Abbildung 21: LEED – Aufnahme der reinen $Re(0001)$ - Oberfläche

4.1.2.4 Die Rhodium - Quelle

Die Untersuchungen am Rh/Graphit - System wurden mit dergleichen Aufdampfquelle durchgeführt wie an der LH - Kammer.

Für das Rh/Re(0001)-System stand ein UHV - Verdampfer des Typs EFM 3 der Firma OMICRON zur Verfügung (Abb. 22).



Schematischer Aufbau der Aufdampfquelle EFM 3

Abbildung 22: Schematische Darstellung der Aufdampfquelle EFM 3

Der Rhodiumdraht (Goodfellow, 1 mm Durchmesser, Reinheitsgrad 99.9 %) wird mit einer elektrischen Zuführung aus Molybdän verschraubt. Die von einer Glühkathode emittierten Elektronen werden ähnlich wie bei der Elektronenstoßheizung mit einer Hochspannung (ca. 1 kV) auf die Drahtspitze beschleunigt und bringen diese zum Glühen, wodurch das Rhodium verdampft wird. Am Austrittsspalt befindet sich ein Ionenkollektor, mit dessen Hilfe sich bei gegebener Hochspannung und gegebenem Emissionsstrom des Filaments der Rh - Ionenstrom bestimmen läßt. Dieser angezeigte Ionenstrom ist der verdampften Rhodiummenge direkt proportional und sorgt so für eine konstante und reproduzierbare Aufdampftrate.