

Teil IV

Physisorbate auf Metalloxiden:
CO, NO und H₂O auf MgO und
NiO

Kapitel 12

Probenaufbau

Da von den theoretischen Arbeiten sehr niedrige Bindungsenergien von CO und NO auf MgO(100) und NiO(100) vorhergesagt werden, ist Heliumkühlung notwendig, um die niedrigen Desorptionstemperaturen messen oder ausschließen zu können. Der Verdampfer-Kryostat von Janis Research bietet eine Kaltfläche von 33 mm Durchmesser, auf der ein polierter Kupferwinkel zum Befestigen der Probe senkrecht zur Drehachse des Kryostaten montiert ist. Da elektrische Isolation der Probe nicht notwendig ist, wurde im Interesse der guten Wärmeableitung auf eine isolierende Saphirscheibe verzichtet.

Die Kristalle sind stabförmig mit einer Länge von etwa 3 cm bei einem Durchmesser von 1 bis 1,5 cm. Sie werden mit ihrer polierten Bodenfläche gegen den Kupferwinkel von einer in eine umlaufende Nut greifende Edelstahlplatte gepresst. Der Aufbau wird wie in Abb. 12.1 skizziert mit zwei Edelstahlschrauben gespannt.

Die Temperatur wird mit einem NiCr/Ni-Thermoelement gemessen. Zur Minimierung seiner Wärmeleitfähigkeit hat der Draht nur 50 μm Durchmesser. Um den Thermokontakt gut an die Temperatur der Probe anzuschließen, sind die Zuleitungen einzeln in Goldfolie gefasst, diese in eine Spaltkerbe gepresst und mit dem UHV-Zweikomponentenkleber Torrseal verklebt. Um mögliche Einflüsse des Klebers ausschließen zu können und höhere Temperaturen erreichen zu können, wurden in späteren Aufbauten die Goldfolienstücke in der Kerbe mit einem in die Kerbe passendem Kristallsplitter abgedeckt und von einem weiten Draht ohne elektrischen Kontakt zum Thermoelement fixiert. Die so gemessene Temperatur entspricht trotz der begrenzten Wärmeleitfähigkeit des Kristalls gut der Temperatur an der Oberfläche. Dieses wurde

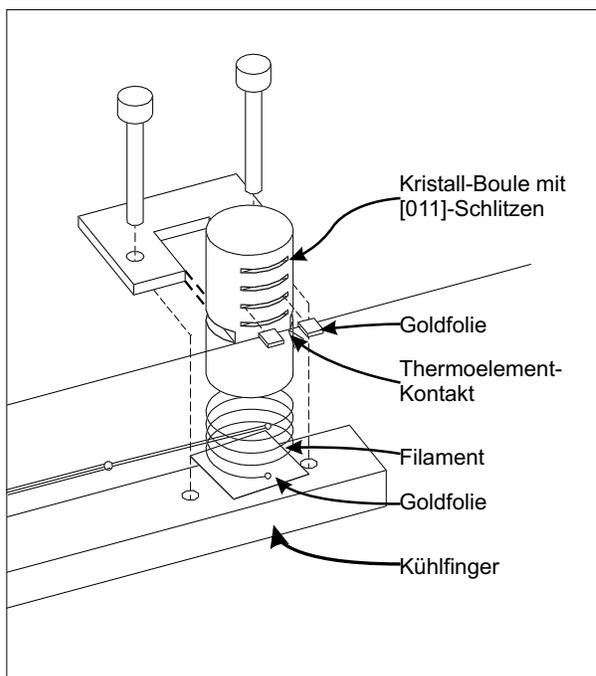


Abbildung 12.1: Probenaufbau für die TPD-Messungen an gespaltenen Metalloxid-Einkristallen.

anhand der scharf definierten Temperatur des Desorptionsmaximums aus der gesättigten zweiten Lage überprüft. Unabhängig von der Spaltfläche und damit des Abstandes der Oberfläche von dem Thermolement und der Heizrate variierte die gemessene Temperatur um weniger als 0,5 K.

Der Kristall wird über ein Tantal-Filament geheizt, welches in eine spiralförmige Kerbe unterhalb des Haltebleches gewickelt ist. Damit können Heizleistungen bis 80 W realisiert werden. Eine Zuleitung erfolgt im Kaltbereich über Edelstahldrähte, die zum Vorkühlen in Keramikröhrchen in mehrfachen Windungen fest an die Helium-Abgasleitung gepresst werden. Edelstahl hat bei tiefen Temperaturen eine besonders niedrige Wärmeleitfähigkeit bei noch akzeptabler Stromleitfähigkeit [91]. Die andere Zuleitung erfolgt über die Masse des Kryostaten. Mit diesem Aufbau konnten maximale Heizraten von 2 K/s bis 300 K erreicht werden, bei einer maximalen Temperatur von 550 K.

Die Spektren in diesem Kapitel sind mit einer Vorversion der in Abschnitt 10.3.1 vorgestellten Steuerung aufgenommen. Lediglich die Referenzstelle wurde bereits verwendet. Die Thermospannung wurde von einem Instrumentenverstärker auf den Messbereich eines Keithley DMM abgebildet und dort digitalisiert. Ein PC hat die Daten proportional zur Temperatur linearisiert und einen Sollwert für die Heizrampe vorgegeben. Beide wurden an einen analogen PID-Regler ausgegeben. Die erzielte Heizrampe folgt dem Sollwert innerhalb von $\pm 3\%$ (Abb. 12.2). Lediglich am Anfang

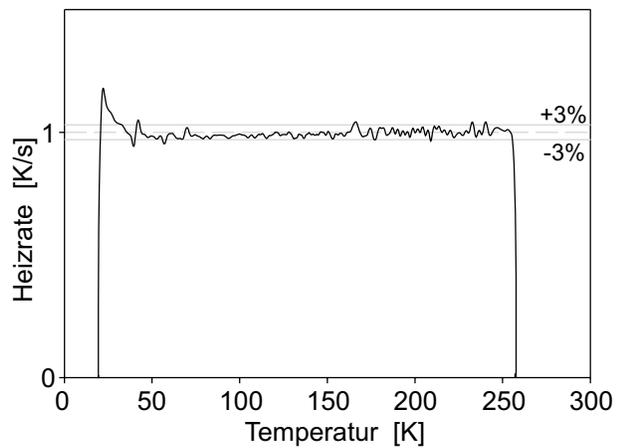


Abbildung 12.2: Linearität der Heizrampen der analogen Regelung, wie sie für die vorliegenden Spektren verwendet wurde.

gibt es einen Überschwinger von weniger als 10 %. Die Abweichungen sind in diesem Temperaturbereich für die vorliegenden Messungen vertretbar, da die verwendete Temperatureichung an der Multilage keine lineare Temperaturrampe verlangt und zur Bestimmung der Gesamtmenge der Desorption das Massenspektrometersignal nach der Zeit und nicht nach der Temperatur integriert ist.

