

TEIL B – BESCHREIBUNG DER EXPERIMENTE

1. Das UHV-System

1.1. Warum UHV?

Voraussetzung zur Durchführung der Experimente ist, daß unter Hochvakuumbedingungen (UHV) gearbeitet wird, damit zwei Bedingungen erfüllt sind:

Zum Ersten muß gewährleistet werden, daß die Elementarteilchen, die sich bei den Versuchen durch den Rezipienten bewegen (Elektronen, Atome, aber auch Strahlung), nicht mit Gasteilchen wechselwirken. Die mittlere freie Weglänge für diese Teilchen sollte also mindestens im Bereich der Ausmaße der Apparatur liegen. Da man bei Normaldruck von einem Wert von 3×10^6 Teilchen/cm³ (6×10^{23} Teilchen/mol. Volumen) ausgehen kann, benötigt man für eine mittlere freie Weglänge der Teilchen von 10 bis 30 cm einen Druck, der niedriger ist als $3 \dots 1 \times 10^{-8}$ mbar.

Zum Zweiten ist eine möglichst geringe Kontamination der Probe und der gesamten Versuchsanordnung für die Güte und die Reproduzierbarkeit der Messungen entscheidend. Nach der kinetischen Gastheorie läßt sich die Zeit berechnen, nach der jeder Adsorptionsplatz kontaminiert ist. Meßzeiten von 1 h erfordern also einen Druck, der niedriger ist als 3×10^{-10} mbar (wenn man einen Haftkoeffizienten von $S = 1$ annimmt).

Letztlich kann auch nur im Hochvakuum garantiert werden, daß bestimmte technische Einrichtungen, wie Filamente, Hochspannungsheizungen, Elektronenvervielfacher, Elektronenkanone und Röntgenröhre fehlerfrei oder überhaupt arbeiten können.

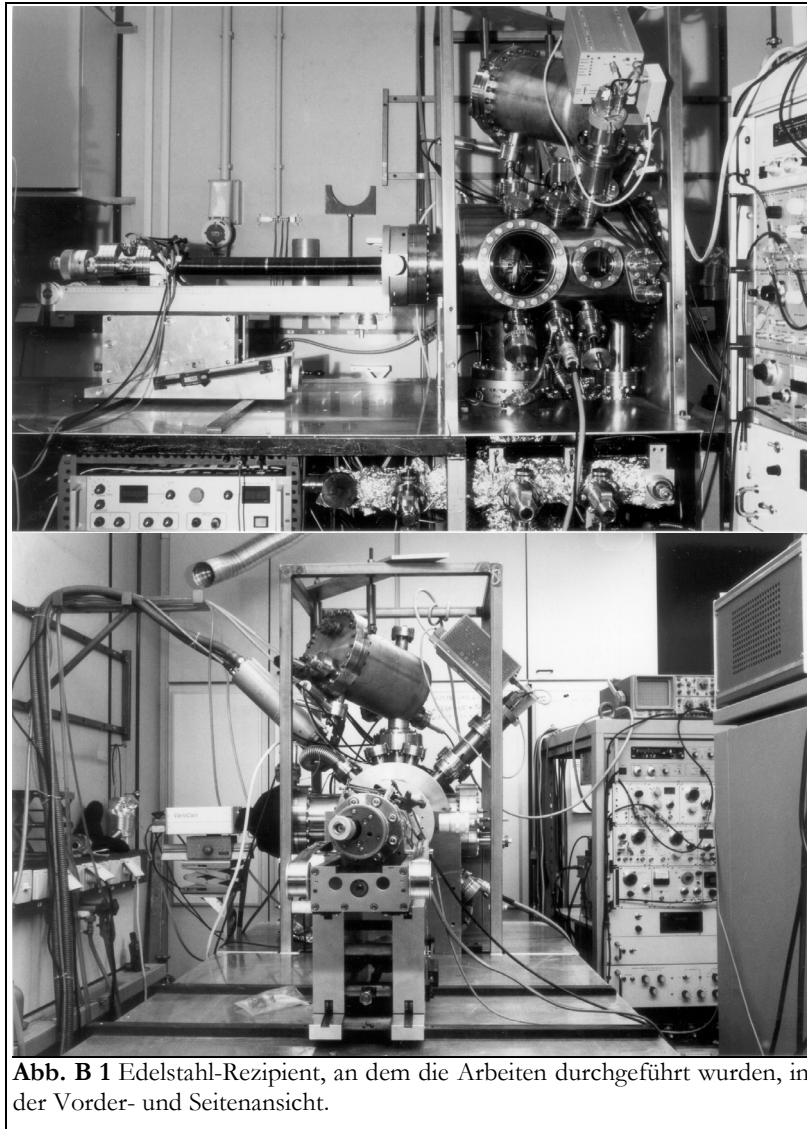
1.2. Pumpsystem / Basisdruck

Um diesen Anforderungen gerecht zu werden, war die verwendete Apparatur mit drei Pumpsträngen ausgestattet. Den ersten Strang bildete eine Turbomolekularpumpe BALZERS TURBO-V-240 A (Saugleistung 240 l/s), die in Reihe an eine Öldiffusionspumpe, Typ EDWARDS DIFF STAK MK2/63 (Saugleistung 135 l/s) und letztlich an eine zweistufige Drehschieberpumpe, Typ VARIAN SD-200 (Saugleistung 2,8 l/s) angeschlossen war. Den zweiten Strang bildete eine Ionengetterpumpe Typ VARIAN 929 0066 (Saugleistung 400 l/s) und den letzten eine Titansublimationspumpe (die nur in experimentierfreien Zeiten betrieben wurde), beide von der Firma VARIAN.

Durch dieses System konnte ein **Basisdruck von 6×10^{-11} mbar** erreicht werden, allerdings erst, nachdem das gesamte UHV-System 18 h ... 24 h bei einer Temperatur von 150°C ... 200°C ausgeheizt worden war. Überprüft wurde der Druck mittels eines Ionisationsmanometers ICG 26 der Firma VACUUM GENERATORS in Verbindung mit einem Massenspektrometer, s. Kap. 4.1.1. Das Restgas-Massenspektrum zeigte keine Besonderheiten, das Restgas selbst bestand hauptsächlich aus dem H₂ und CO, neben kleinen Anteilen von H₂O und CO₂. In Spuren ließen sich auch HF und verschiedene Pumpenölfragmente (MZ = 62; 73; 92) nachweisen.

Allerdings stieg dieser Basisdruck beim Betrieb der verschiedenen Meßgeräte und Aufdampfeinrichtungen an. Es kam hauptsächlich zu einem Ausstoß von H₂ und etwas CO. Beim Betrieb aller vorhandenen Heizquellen stellte sich ein **Arbeitsdruck von 5×10^{-10} ... 1×10^{-9} mbar** ein.

1.3. Proben- und Meßgeometrien



Die Messungen wurden in einem (modifizierten Standard-) Ganzmetallrezipienten der Firma VACUUM GENERATORS durchgeführt, an dem die Meßmethoden

- Thermodesorptionsspektroskopie,
- Beugung langsamer Elektronen,
- Röntgenphotoemissionsspektroskopie,
- Augerelektronenspektroskopie und
- Messung der Änderung der Elektronenaustrittsarbeit

zur Verfügung standen, s. **Abb. B 1** und **Abb. B 2**. Neben den dazu nötigen Einrichtungen (s. Kap. 4) war die UHV-Kammer mit folgenden apparativen Einrichtungen ausgerüstet:

Die zur Probenpräparation benötigten Gase Wasserstoff und Sauerstoff sowie Argon und Kohlenmonoxid (der Firma LINDE) konnten über einen Gasrechen durch Ganzmetall- (Leak-) Ventile in Verbindung mit dem Ionisationsmanometer, s. o., dosiert werden.

Die achsnah montierte Probe konnte vor alle Komponenten des UHV-Systems mittels eines Manipulators (VACUUM GENERATORS HPLT 650) bewegt werden. Dieser bestand aus ei-

nem Manipulatorarm, der am einen Ende die Probenhalterung (s. Kap. 2.1) trägt und am anderen Ende in mehreren Flanschen mit Faltenbälgen und Drehdurchführungen gelagert ist, die die geradlinige Beweglichkeit der Probe in alle drei Raumrichtungen und zusätzlich Drehbewegungen um die Manipulator- und um die Probenhalterachse gestatten. Eingestellt wurden die horizontalen Verfahrswege über Mikrometerschrauben (1/200 mm) und die Rotationswinkel über die Drehdurchführungen (1°). Der vertikale Verfahrsweg wurde durch einen äußerst präzisen, selbstgebauten z-Linearhub mit digitalem Anbaumeßschieber realisiert, der auf dem Prinzip der Keilwirkung basiert (1/500 mm) [Wag97/d].

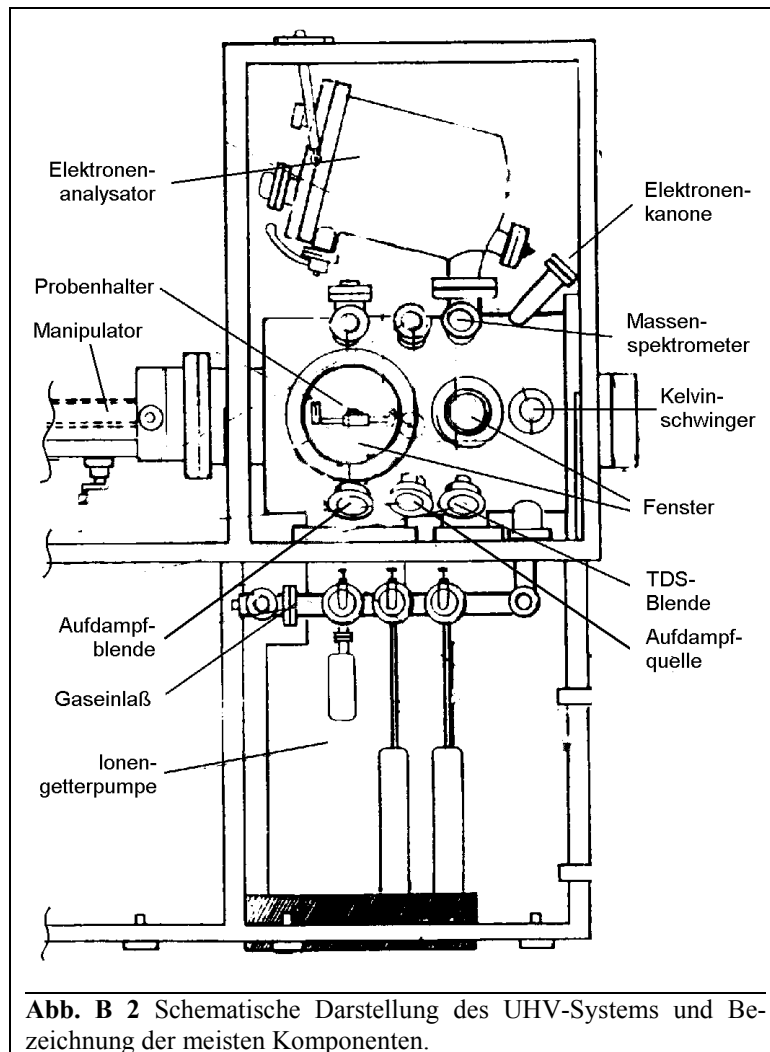


Abb. B 2 Schematische Darstellung des UHV-Systems und Bezeichnung der meisten Komponenten.