

3 Experimenteller Aufbau

3.1 Versuchsapparaturen

Die vorliegenden Messungen wurden an vier unterschiedlichen Ultrahochvakuum-Apparaturen im Druckbereich zwischen $4 \cdot 10^{-10}$ und $7 \cdot 10^{-11}$ mbar durchgeführt. Sämtliche Apparaturen, die im folgenden kurz vorgestellt werden, verfügen über Standardinstrumente zur Präparation und Analyse von Oberflächen. Diese sind im einzelnen eine Ionenzerstäuberkanone, welche die Oberflächen mittels Ionenbeschuß reinigt, eine Optik zur Beugung niederenergetischer Elektronen, die eine Charakterisierung der Oberflächenstruktur gestattet, ein Quadrupolmassenspektrometer zur Analyse der Restgaszusammensetzung auf eventuelle Verunreinigungen sowie ein Gasdosiersystem, das die kontrollierte Adsorption von Gasen erlaubt. Speziell benötigte Komponenten zur Erzeugung atomaren Wasserstoffs, zur Spaltung der V_2O_5 -Kristalle und zum Aufbringen dünner Schichten metallischen Vanadiums werden an geeigneter Stelle im Text ausführlich vorgestellt.

3.1.1 Photoelektronenspektroskopie

Die Photoelektronenmessungen der reinen sowie der wasserstoffbelegten V_2O_5 -Oberfläche wurden an einer im Labor der Abteilung Chemische Physik des Fritz-Haber-Instituts stehenden Apparatur durchgeführt. Die Bandstrukturmessungen des dünnen VO_2/TiO_2 (110) Films wurden an einer ähnlichen Apparatur am Berliner Elektronen-Speicherring für Synchrotronstrahlung (BESSY) durchgeführt. Die für die photoelektronenspektroskopischen Messungen im Labor erforderliche ultraviolette Strahlung wird mit Hilfe einer Helium-Resonanzlampe erzeugt, wobei über eine Hochspannungsgasentladung in einer Quarzkapillare angeregte Heliumatome erzeugt werden. Die überschüssige Energie der so erzeugten angeregten Teilchen wird durch Fluoreszenzübergänge in Form von Photonen freigesetzt.

Es dominiert die intensitätsreichere HeI-Strahlung mit einer Photonenenergie von 21.21 eV. Durch Modifikation des Heliumdrucks sowie eine Anhebung der Entladungsstromstärke kann jedoch der Anteil an HeII-Strahlung mit einer Photonenenergie von 40.81 eV gesteigert werden. Die Synchrotronmessungen wurden am Monochromator TGM3 des Berliner Elektronen-Speicherrings für Synchrotronstrahlung durchgeführt [12]. Dieser Monochromator stellt Licht mit einer Energie von 20 bis 200 eV zur Verfügung. Die vom Speicherring ausgehende Strahlung ist polychromatisch und erstreckt sich über den gesamten Spektralbereich, vom Infraroten (10^{-3} bis 10^{-6} m) bis hin zur harten Röntgenstrahlung (10^{-10} bis 10^{-12} m). Zudem ist diese Strahlung um Größenordnungen intensiver als die von herkömmlichen UV-Lampen oder Röntgenröhren. Zur Selektion der benötigten Photonenenergie wird das Licht mittels eines Vorspiegels auf den Eintrittsspalt des Monochromators gelenkt. Der Monochromator enthält ein verkipptes Gitter, an welchem das Licht gebeugt wird, und einen Spalt zur Selektion der gewünschten Photonenenergie. Das Licht beleuchtet den Austrittsspalt und wird unter Verwendung eines weiteren Spiegels auf die Probe fokussiert. Zur Elektronendetektion dient in beiden Kammern ein Halbkugелеlektronenanalysator, montiert auf einem Zweiachsengoniometer, welches eine Variation des polaren und des azimutalen Winkels zwischen Probennormale und Analysator erlaubt. Der Elektronenanalysator besitzt nur einen geringen Winkelakzeptanzbereich. Er nimmt nur einen geringen Winkelbereich vor dem Eintrittsspalt wahr, so daß Aussagen über den Impuls des Photoelektrons möglich sind [13]. Der Elektronenanalysator setzt sich aus zwei Funktionseinheiten zusammen: zum einen aus elektronenoptischen Linsen, durch welche die Elektronen auf den Eintrittsspalt des Spektrometers fokussiert werden, und zum anderen aus den konzentrischen Halbkugeln, die im Prinzip einen Kondensator darstellen, den nur Elektronen mit einer bestimmten kinetischen Energie passieren können. Um die Zahl der Elektronen zu bestimmen, die pro Zeiteinheit mit einer bestimmten Energie am Analysator ankommen, werden zunächst alle Elektronen durch ein an der Eintrittslinse an-

gelegtes Potential um einen bestimmten Energiebetrag abgebremst. Dieser Energiebetrag gleicht bis auf die eingestellte Passenergie der gesuchten kinetischen Energie. Zwischen den konzentrischen Halbkugeln liegt eine Potentialdifferenz an. Auf diese Weise wird ein elektrisches Radialfeld erzeugt, das die Elektronen, vorausgesetzt ihre kinetische Energie ist gleich der Passenergie, auf eine Kreisbahn zwingt. Weicht die Elektronenenergie von dieser Passenergie ab, dann wird das Elektron von der Kreisbahn abgelenkt und trifft auf eine der beiden Kugelschalen, so daß es nicht mittels des Elektronenvervielfachers verstärkt und gezählt werden kann.

3.1.2 Hochaufgelöste Elektronenenergieverlustspektroskopie

Das Elektronenspektrometer zur hochaufgelösten Messung von Energieverlusten ist nach einem Entwurf von Ibach [14] aufgebaut. Es setzt sich zusammen aus einem Doppel-Monochromator und einem Doppel-Analysator. Beide sind baugleich und werden aus jeweils zwei 127° -Zylinderanalysatoren gebildet. Durch Kathodenemission werden Elektronen erzeugt und gelangen durch ein Linsensystem in den Monochromator, in dem mit Hilfe zweier zylindrischer Ablenkeinheiten, den sogenannten elektrostatischen Linsen, die eigentliche Monochromatisierung erfolgt. Durch die spezielle Konstruktion des Doppel-Monochromators wird ein Elektronenstrahl mit einer besonders schmalen Energieverteilung, aber hohem Elektronenfluß erzeugt [14]. Ein Blendensystem fokussiert den Elektronenstrahl auf die Probe. Dort wird er reflektiert, und ein zweites, gleichartiges Blendensystem lenkt den reflektierten Strahl in den Eintrittsspalt des Analysators, wo die Elektronen energieaufgelöst nachgewiesen werden. Als Maß der apparativen Energieauflösung findet die Halbwertsbreite des elastischen Peaks Verwendung.

3.1.3 Thermische Desorptionsspektroskopie

Die thermodesorptionsspektroskopischen Messungen an V_2O_5 wurden mit einer eigens dafür vorgesehenen Apparatur, dargestellt in Abbildung (11), durchgeführt [15]. Da nur

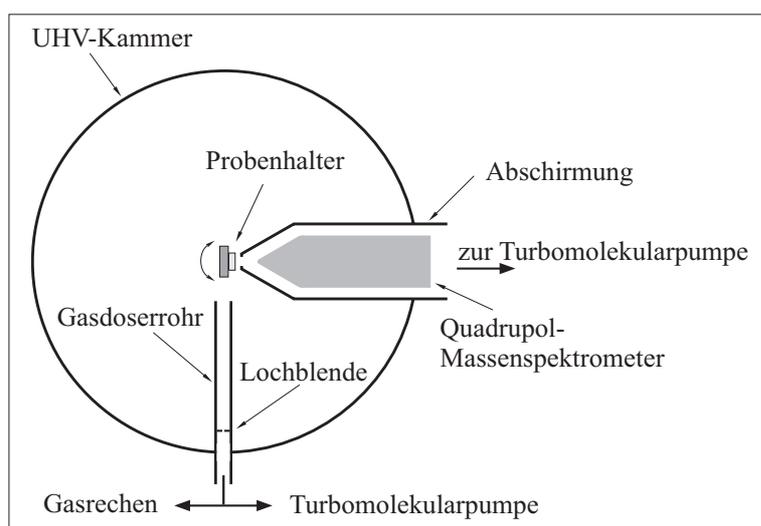


Abbildung 11: Apparatur der thermodesorptionsspektroskopischen Messungen.

die Moleküle nachgewiesen werden sollen, die direkt von der Probenoberfläche desorbieren, nicht aber Moleküle vom Probenhalter, wurde das Quadrupolmassenspektrometer gegen die Vakuumkammer abgeschirmt. Diese Abschirmung besitzt nur eine Öffnung zur Probe hin und wird separat gepumpt. Auf Grund der geringen Größe der V_2O_5 -Kristalle hat diese Öffnung einen Durchmesser von nur 1 mm. Die Adsorption des Gases wird über einen Gasdoser mit kleiner Lochblende als Apertur gewährleistet. Der Raum, in dem das Gas expandiert, ist durch ein aufgesetztes Rohr begrenzt, dessen Abschluß die Probe bildet. Dadurch ist es zum einen möglich, besonders kleine Gasmengen zu adsorbieren, und zum anderen gelangt kaum Gas in die Kammer. Dieses ist wichtig bei Messungen mit heliumgekühlten Kryostaten. Die eingelassenen Gase würden sonst auf den kalten Metallflächen des Kryostaten kondensieren und von dort während des Heizens der Probe wieder desorbieren.