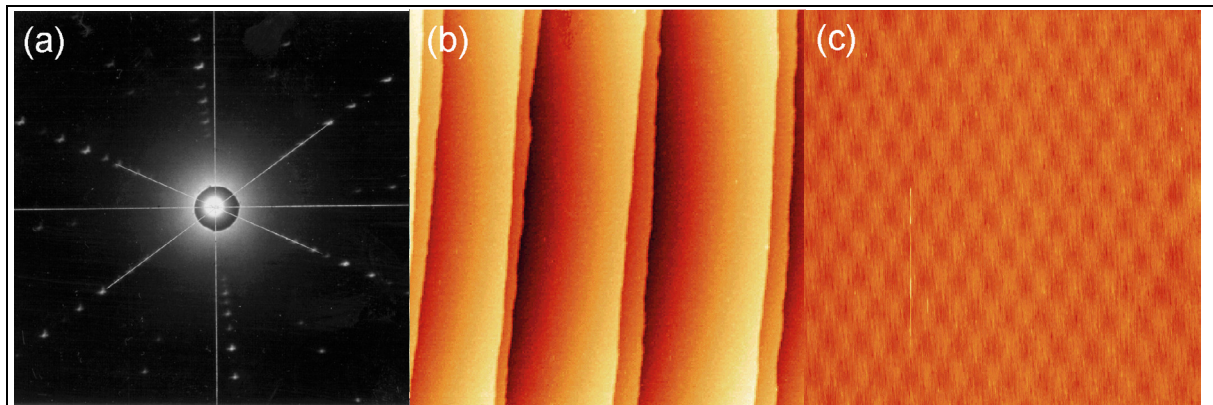


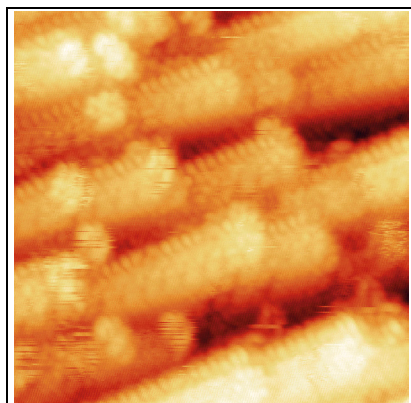
## 2. Die Proben

Zum Einsatz kamen zwei Proben. Beide Proben bestanden aus zylindrischen Rhenium-Einkristallen (Probe 1 –  $\varnothing$  10 mm x 2,5 mm; Probe 2 –  $\varnothing$  10 mm x 1 mm) der Reinheit 5.9 (99,999 %). Probe 1 wies eine atomar glatte (0001)-Oberfläche auf.



**Abb. B 3** Atomar glatte Re(0001)-Oberfläche: **(a)** Laue-Aufnahme; **(b)** STM-Bild (2530 Å x 2530 Å, 0,4 nA, 4 mV) [Par96/d]; **(c)** STM-Bild, atomar aufgelöst (33 Å x 33 Å, 1,36 nA, 3 mV) [Par96/d].

In **Abb. B 3 (b)** sind bis zu 1000 Å breite und mehrere 1000 Å lange Stufen zu erkennen, die durch schmale Doppelstufen in einer Richtung terminiert sind. Auf den so gebildeten Terrassen sind die Atome in der (hexagonal) dichtesten Kugelpackung angeordnet. Die Korrugation entlang der dicht gepackten Reihen beträgt 0,1 Å [Par96/d].



**Abb. B 4** STM- Bild der stark gestuften Re-Oberfläche, atomar aufgelöst (211 Å x 211 Å, 0,44 nA, 59 mV) [Wei01/s].

Die Probe wurde durch Funkenerosion geschnitten, mit Diamantschleifpaste einer Körnung von  $< 1 \mu\text{m}$  poliert und mittels Röntgenbeugung auf  $< 0.5^\circ$  orientiert. Auf die Güte des Kristalls weisen die scharfe Intensitätsmaxima hin, die in **Abb. B 3 (a)** zu erkennen sind. Die Reflexe zwischen den Hauptrichtungen des Kristalls deuten auf die Bildung sehr großer Domänen hin.

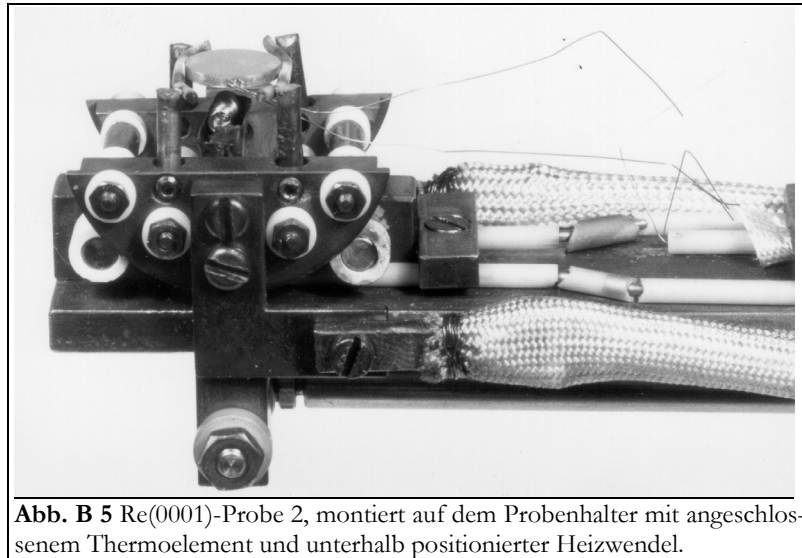
Bei Probe 2 sollte es sich ursprünglich ebenfalls um einen Re(0001)-Kristall handeln. Es stellte sich jedoch heraus, daß die Oberfläche komplett rekonstruiert war. Höchstwahrscheinlich ist diese Rekonstruktion bereits beim Schneiden und Polieren aufgetreten. In **Abb. B 4** ist die Probe als stark gestuft zu erkennen. Es haben sich (0001)-Terrassen gebildet, die etwa 5 Atome breit und 15 Atome lang sind.

### 2.1. Die Probenhalterung

Die Proben waren auf einer selbstgebauten Probenhalterung befestigt, die mit dem o. a. Horizontalmanipulator verbunden war (s. **Abb. B 5**).

Dazu wurden die Re-Kristalle an den gegenüberliegenden Außenseiten an zwei Ta-Drähte ( $\varnothing$  0,25 mm) angeschweißt und so mit den Mo-Stehern eines Schwenktisches (ebenfalls Mo) verbunden, der über den Manipulator ferngesteuert werden konnte und sich auf isolierten Rollen bewegt. Die Probe konnte also mittels des Manipulators frei in alle drei Raumrichtungen bewegt

und zusätzlich um die Manipulatorachse gedreht werden. Eine Schwenkbewegung um die senkrecht zu dieser Achse liegende Probenachse konnte durch den oben beschriebenen Flip realisiert werden.



**Abb. B 5** Re(0001)-Probe 2, montiert auf dem Probenhalter mit angeschlossenem Thermoelement und unterhalb positionierter Heizwendel.

## 2.2. Die Probenheizung

Zwei unterschiedliche Arten der Probenheizung standen am Versuchssystem zur Verfügung. Mittels Widerstandsheizung (über die Ta-Drähte) konnte der Kristall auf eine Temperatur von etwa 900°C ... 1000°C gebracht werden. Dies wurde teilweise bei Temperversuchen angewendet.

Meistens (Probenpräparation und TDS) wurde die Probe jedoch durch eine selbstgebaute Elektronenstoßheizung erhitzt, die vom Rechner aus über einen PID-Regler HERZ TRM 1D und ein Mittelspannungsnetzgerät FUG NCN 700-2000 gesteuert wurde. Dabei konnten nicht nur äußerst lineare Heizrampen eingestellt werden, sondern es war auch möglich, Flashtemperaturen von bis zu 2000°C zu erreichen.

Die Heizung der Probe wurde praktisch dadurch erreicht, daß direkt ca. 1 mm unter dem Kristall eine Heizwendel aus thoriertem W-Draht positioniert und über ein Niederspannungsnetzgerät mit konstantem Strom geheizt wurde. Zwischen Kristall (+) und Wendel (-) wurde eine steuerbare Hochspannung von bis zu 1200 V (bis zu 200 W) angelegt. Damit wurden die aus der Wendel austretenden Elektronen auf den Kristall fokussiert, was zur Erhitzung des Kristalls führte. Damit nicht auch der ebenfalls auf hohem elektrischem Potential liegende Teil des Probenhalters mit erwärmt wurde, war um die Heizwendel ein Käfig aus Ta-Blech angeordnet, der nur den Sektor für den Elektronenaustritt freiließ, der in Richtung des Kristalls lag.

Zur Temperaturmessung wurde ein W/Re-Thermoelement (W97Re3/W75Re25) an der äußeren Seite des Kristalls angeschweißt. Direkt gemessen und zur Regelung benutzt wurde die Thermospannung, da die Kennlinie des verwendeten Thermoelementes im Meßbereich nahezu linear ist. Geeicht wurde die Thermospannung auf Raumtemperatur, indem der vom Referenzpunkt 0°C abweichende Wert von 20 K nachträglich berücksichtigt wurde. Aus dem Vergleich verschiedener TDS-Messungen nach wiederholten Probenmontagen konnte ein maximaler Offset-Temperaturfehler von  $\pm 20$  K abgeschätzt werden. Aus quantitativen Desorptionsrechnungen von KREUZER kann über einen Temperaturgradienten auf der Probe in einer Größenordnung von 10 K gemutmaßt werden [PLM02/1]. Hinweise auf weitere systematische oder zufällige Fehler wurden nicht gefunden, so daß der Gesamtfehler sich im Untersuchungsbereich auf etwa 1 % belaufen dürfte.

## 2.3. Die Probenpräparation

Bevor Experimente mit den Rheniumkristallen durchgeführt wurden, mußten diese präpariert werden. Diese **einmalige Probenpräparation** geschah direkt nach dem erstmaligen Einbau der Kristalle (nach dem Schneiden und Polieren) durch langsames Erhitzen im UHV bis 2000°C. Bei dieser mehrere Tage dauernden Prozedur wurde darauf geachtet, daß der Kristall nicht zu schnell erhitzt wurde, um segregierenden Substanzen genügend Zeit zu geben, an die Oberfläche zu gelangen. Der Restgasdruck wurde unter  $10^{-7}$  mbar gehalten. Nachdem dieser bei den erforderlichen Temperaturen niedriger als  $10^{-8}$  mbar war, wurden die Kristalle in Zeitintervallen von 2 ... 10 min bei 1500°C in  $2 \times 10^{-8}$  bar  $O_2$  und 850°C in  $2 \times 10^{-7}$  bar  $H_2$  geglüht.

Zusätzlich zu dieser einmaligen wurde eine **tägliche Probenpräparation** zu Beginn jeder Meßreihe durchgeführt, und zwar folgendermaßen:

1. kurzes Erhitzen auf 2000°C,
2. 2 min Glühen bei 1500°C in  $2 \times 10^{-8}$  mbar  $O_2$ ,
3. erneutes Erhitzen auf 2000°C,
4. 10 min Glühen bei 850°C in  $2 \times 10^{-7}$  mbar  $H_2$ ,
5. abschließendes Erhitzen (ca. 10 sec) auf 2000°C.

Der aus dem Restgas (speziell aus dem darin enthaltenen Kohlenmonoxid) abgeschiedene bzw. aus dem Inneren des Kristalls an die Oberfläche segregierte Kohlenstoff wurde durch das Glühen in der Sauerstoffatmosphäre oxidiert. Reduzierbare Verschmutzungen sowie der größte Teil der im oxidativen Reinigungsprozeß gebildeten Rheniumoxide konnten durch das Glühen in der Wasserstoffatmosphäre beseitigt werden. ( $Re_2O_7$  zerfällt in  $H_2$ -Atmosphäre bei 300°C in  $ReO_2$ , welches sich in  $H_2$  ab 700°C in metallisches Re umsetzt [BEN73/1].) Letzte Spuren von Sauerstoff wurden durch das abschließende Glühen beseitigt. (Das gebildete  $ReO_2$  ist ab 700°C nicht beständig.)

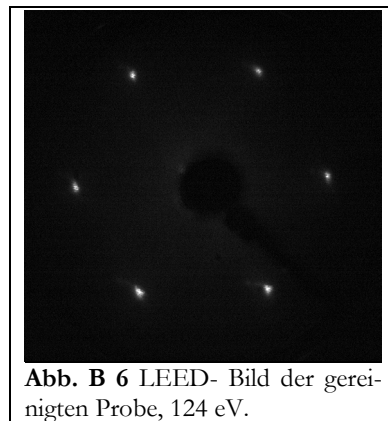


Abb. B 6 LEED- Bild der gereinigten Probe, 124 eV.

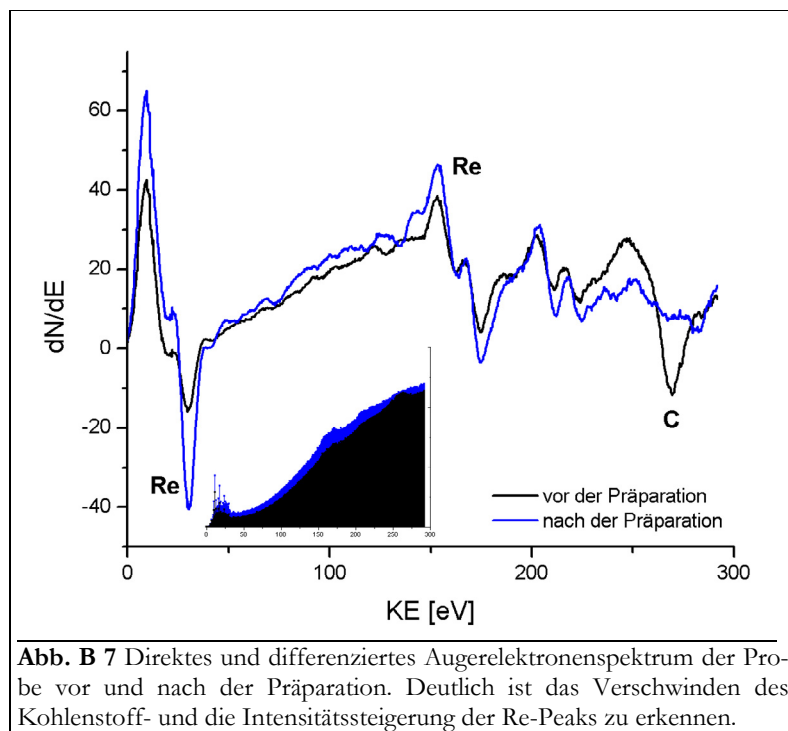


Abb. B 7 Direktes und differenziertes Augerelektronenspektrum der Probe vor und nach der Präparation. Deutlich ist das Verschwinden des Kohlenstoff- und die Intensitätssteigerung der Re-Peaks zu erkennen.

Der so präparierte, reine Re-Kristall zeigte ein LEED-Bild ohne Untergrund mit scharfen (1x1)-Reflexen (vgl. Abb. B 6). Im Augerspektrum waren weder Kohlenstoff, Schwefel noch Sauerstoff nachweisbar (Abb. B 7).

Die Reinheit des Kristalls wurde regelmäßig durch Augerelektronenspektroskopie überprüft. Wurde der Kristall nicht schon durch die Messung sehr stark erhitzt, schloß sich an jeden Meßzyklus ein Glühen bei 1500°C an (speziell bei Messungen mit Ag).