

9. Experimente und Ergebnisse

9.1 Probenvorbereitung und VO₂-Vorbehandlung

Die Schichten wurden in der Regel auf Objektträgern für die Mikroskopie abgeschieden. Verwendet wurde Vanadiumdioxid und Vanadium der Firmen Alfa und Chempur. Das als Pulver gelieferte VO₂ wurde beim Verdampfen aus dem 6 kW Verdampfer im Tiegel fest angepresst, um den Materialverlust beim Abpumpen möglichst gering zu halten. Beim 2 kW Verdampfer ist dies aufgrund der geringen Tiegelabmessungen allerdings nur sehr bedingt möglich, so dass hier VO₂ Pellets in einer Presse vorgefertigt werden mussten.

Um während der Synthese konstante Aufdampfraten gewährleisten zu können, musste das VO₂ zunächst sehr langsam erwärmt werden, da das Pulver bei zu schneller Leistungszufuhr dazu neigt, sehr stark aus dem Tiegel zu spritzen. Zu diesem Zweck wurde der Fokus des 6 kW Verdampfers zu Beginn sehr stark aufgeweitet und der Elektronenstrahl mit kleiner Leistung einige Minuten über den Tiegel gerastert. Danach wurde der Elektronenstrahl auf ca. den halben Tiegeldurchmesser fokussiert und in kreisförmigen Bewegungen unter langsamer Erhöhung der Leistung um den Tiegel geführt. Auf diese Weise konnte erreicht werden, dass stets Leistung im Zentrum des Tiegels zugeführt wird und somit die heißeste Stelle im Tiegel definiert ist. Je nach Position des Strahls während des Umlaufs fließt auf diese Weise das geschmolzene Material aus dem Randbereich stets ins heiße Zentrum. Das Fließen von heißem, geschmolzenem Material in kalte Bereiche, was unverzüglich zu starkem Spritzen aus dem Tiegel führt, kann somit verhindert werden.

Beim Verdampfen von Pellets aus dem 2 kW Verdampfer ist das beschriebene Verfahren wegen mangelnder Kontrolle des Elektronenstrahls nicht anwendbar. Um trotzdem homogene Aufdampfraten erhalten zu können und ein Spritzen möglichst zu unterbinden, musste dafür gesorgt werden, Sauerstoffeinschlüsse beim Pressen der Pellets zu minimieren. Hierzu wurden die Tabletten in einer eigens angefertigten Presse in mehreren Schritten gepresst. Die Auflagekraft wurde dabei schrittweise erhöht und anschließend jeweils einige Minuten gewartet, um dem System die Möglichkeit zu geben, auszugasen. Dünne Pellets, mit ca. 2 mm Dicke, zeigten das beste Verdampfungsverhalten, wobei mehrere Pellets in Schichten übereinander gelegt wurden, um mehr Verdampfergut zur Verfügung zu haben.

Da die Synthese aus reinem Vanadium als Verdampfungsmaterial unter keinen Umständen im realisierbaren Sauerstoffpartialdruckbereich zwischen $2 \cdot 10^{-6}$ und $6 \cdot 10^{-4}$ mbar zur Ausbildung thermochromer VO₂-Filme führte, wurden weitere diesbezügliche Versuche schon frühzeitig eingestellt. Die im weiteren Verlauf dieser Arbeit diskutierten Filme wurden daher, wenn explizit kein anderslautender Hinweis gegeben wird, alle durch Verdampfen von pulverförmigem Vanadiumdioxid abgeschieden. Auf die Ursachen für das Ausbleiben der Thermochromie bei der Abscheidung aus reinem Vanadium sei an dieser Stelle auf Kapitel 9.4.3 zur Schichtzusammensetzung verwiesen. Im Rahmen dieser Arbeit wurden ca. 200 Schichten hergestellt, einige davon zu Reproduktions- und Eichzwecken. Die im folgenden diskutierten Proben sind im Anhang detailliert beschrieben.