

**Spektroskopische Untersuchungen
an Supraleitern
mittels Punktkontaktspektroskopie
und Rastertunnelmikroskopie**

Zur Erlangung des akademischen Grades eines
DOKTORS DER NATURWISSENSCHAFTEN
von der Fakultät für Physik
der Universität Karlsruhe(TH)

genehmigte

DISSERTATION

von

Dipl.-Phys. Michael Marz

aus Kehl

Tag der mündlichen Prüfung, 03. Juli 2009

Referent: Prof. Dr. G. Goll
Korreferent: Prof. Dr. W. Wulfhekel

angefertigt am
Physikalisches Institut
Universität Karlsruhe (TH)

Juli 2009

Inhaltsverzeichnis

Einleitung	1
1 Grundlagen	3
1.1 Supraleitung	3
1.2 Punktkontaktspektroskopie	4
1.2.1 Punktkontakt	4
1.2.2 Normalleiter/Supraleiter-Kontakte	5
1.2.3 Erweiterungen zur BTK-Theorie	7
1.3 Rastertunnelmikroskopie	9
1.3.1 Supraleitung und RTM	12
2 Experimentelles	13
2.1 Experimenteller Aufbau PKS	13
2.2 Experimenteller Aufbau RTM	17
2.2.1 Grundkonstruktion	17
2.2.2 Elektronik	21
3 Ergebnisse	27
3.1 Eisenpnictide	27
3.1.1 Zwei-Band-Supraleiter	28
3.1.2 BaFe_2As_2	31
3.1.3 $\text{Ba}_{1-x}\text{K}_x\text{Fe}_2\text{As}_2$	32
3.1.4 $\text{Ba}(\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x)_2\text{As}_2$	46
3.2 CeCoIn_5	57
3.2.1 Unkonventionelle Supraleiter	57
3.2.2 Probencharakterisierung	61
3.2.3 Spalten senkrecht c -Richtung	64
3.2.4 Ergebnisse und Diskussion	64
3.3 CePt_3Si	71
3.3.1 Probencharakterisierung	71
3.3.2 Präparation	73
3.3.3 Ergebnisse und Diskussion	73
3.4 Sr_2RuO_4	79
3.4.1 Spintriplett-Supraleitung	79
3.4.2 Probencharakterisierung	79
3.4.3 Präparation	80
3.4.4 Ergebnisse und Diskussion	81
3.5 NbSe_2	87
3.5.1 Raumtemperatur	87
3.5.2 Tiefe Temperaturen	87

3.5.3 Flussliniengitter	89
4 Zusammenfassung	99
Literaturverzeichnis	101
A	115
A.1 Annäherungsmechanismus	115
A.2 Spitzenpräparation	117
A.3 Simulation der Temperatur	118
A.4 Kalibrierung	120
A.5 Spektroskopie	125
A.6 Allgemeine Vorgehensweise	138
Danksagung	141

Einleitung

Mit der Entdeckung der Supraleitung 1913 durch Heike Kammerling Onnes [1, 2] wurde ein Forschungsgebiet in der Physik eröffnet, das immer wieder durch neue spektakuläre Entdeckungen von sich reden macht. Arbeiten zur Supraleitung und verwandten Phänomenen wurden bereits mit fünf Nobelpreisen ausgezeichnet. Nach der Entdeckung der Supraleitung dauerte es über vierzig Jahre, bis eine mikroskopische Erklärung für das Phänomen gefunden wurde. Bardeen, Cooper und Schrieffer konnten 1957 den supraleitenden Zustand durch eine auf Elektron-Phononwechselwirkung beruhende Theorie (BCS-Theorie) beschreiben [3], wofür sie 1972 mit dem Nobelpreis ausgezeichnet wurden. Eine revolutionäre Entdeckung machten 1986 Bednorz und Müller mit der Entdeckung der Supraleitung in Keramiken [4]. Dies war der Beginn der Ära der Kuprat-Hochtemperatursupraleiter. Diese Klasse von Supraleitern stellt bis heute die Materialien mit den höchsten supraleitenden Übergangstemperaturen. Die Entdeckung der Supraleitung in La[OF]FeAs [5] 2008 markiert den Beginn der Entwicklung einer zweiten Klasse von Hochtemperatursupraleitern, den Eisenpnictiden. Die Erforschung neuer Pnictidverbindungen hat gerade erst begonnen. Die Hochtemperatursupraleiter zeigen Eigenschaften, die nicht vollständig durch die BCS-Theorie erklärt werden. Interessant sind aber nicht nur diese beiden Hochtemperatursupraleiterklassen. Viele grundsätzliche Fragen der Supraleitung können auch an Systeme mit niedrigen Übergangstemperaturen studiert werden. Eine besondere Rolle nimmt dabei die Klasse der Schwerfermionensupraleiter ein. Wie bei den Kupraten handelt es sich hierbei um unkonventionelle Supraleiter. Allerdings liegen in dieser Klasse die Sprungtemperaturen bei Werten kleiner als 2,5 K.

Die Punktkontaktspektroskopie (PKS) ist eine universelle Methode zur Untersuchung elektronischer Eigenschaften [6]. Sie liefert Informationen über den supraleitenden Zustand, zum Beispiel über die Symmetrie des Ordnungsparameters [7] oder über das Auftreten von Zwei-Band-Supraleitung [8]. Die PKS zeigt eine sehr gute Energieauflösung, jedoch lässt sie leider keine ortsabhängigen Messungen auf kleinsten Skalen zu, um z.B. das Vortextgitter zu untersuchen. Ortsauflösung im Subnanometerbereich liefert das Rastertunnelmikroskop (RTM, STM¹). Das RTM wurde in den neunzehnhundert-achtziger Jahren von Binnig und Rohrer entwickelt, um Strukturen von Oberflächen auf atomarer Größenordnung im Realraum zu untersuchen [9]. Neben dem Abbilden der Topographie einer Oberfläche bietet ein RTM auch die Möglichkeit, die elektronische Struktur einer Probe zu untersuchen. Von den Messungen mit dem Tieftemperatur-RTM erhofft man sich eine detaillierte Auskunft über die elektronische Struktur und die Symmetrie des Ordnungsparameters für verschiedene Kristallrichtungen. Des Weiteren lässt sich bei Anlegen eines Magnetfeldes das Flussliniengitter dieser Typ-II-Supraleiter studieren. Für unkonventionelle Supraleiter erwartet man Abweichungen von der hexagonalen Symmetrie des Flussliniengit-

¹scanning tunneling microscopy

ters [10] sowie der internen Struktur der Flussschläuche im Vergleich zu der Struktur, die bei konventionellen Supraleitern beobachtet wird [11]. Ein Ziel der Arbeit war es, ein RTM aufzubauen, das bei Temperaturen $T \leq 100$ mK und großen magnetischen Feldern $B > 10$ T funktionstüchtig ist, um eine Reihe elektronischer Eigenschaften von Supraleitern orts aufgelöst zu untersuchen. Von Interesse sind die Schwerfermionensupraleiter CeCoIn_5 und Sr_2RuO_4 . CeCoIn_5 besitzt die höchste bisher bekannte Übergangstemperatur ($T_c = 2,3$ K) in dieser Klasse. Sr_2RuO_4 ($T_c \approx 1,5$ K) ist der erste Supraleiter, in welchem p -Wellen-Symmetrie experimentell nachgewiesen wurde. Die Kombination eines RTMs mit einem Entmischungskryostaten ist eine große technische Herausforderung. In dieser Arbeit werden detailliert der Aufbau des Systems, die Probleme sowie deren Lösungen diskutiert.

Die Arbeit gliedert sich in einen kurzen einführenden Theorieteil, gefolgt von einem Kapitel, in dem die verwendeten Messaufbauten beschrieben werden. Es werden erfolgreiche Testmessungen mit dem aufgebauten RTM bei Raumtemperatur und bei tiefen Temperaturen an NbSe_2 gezeigt. Außerdem werden in dieser Arbeit die Ergebnisse der PKS-Messungen an verschiedenen supraleitenden Systemen vorgestellt. Zuerst werden Messungen diskutiert, welche an den neu entdeckten supraleitenden Eisenpnictiden $\text{Ba}_{1-x}\text{K}_x\text{Fe}_2\text{As}_2$ und $\text{Ba}(\text{Fe},\text{Co})_2\text{As}_2$ durchgeführt wurden. Ziel dieser Messungen ist die Untersuchung der supraleitenden Energielücke. Des Weiteren werden Messungen an dem Schwerfermionensupraleiter CeCoIn_5 präsentiert. Außerdem wurden PKS-Messungen an CePt_3Si , dem ersten bekannten Supraleiter ohne Inversionsymmetrie, durchgeführt. Zusätzlich werden einige Untersuchungen mit dem RTM an CeCoIn_5 und Sr_2RuO_4 vorgestellt und diskutiert.

1 Grundlagen

Im folgenden Kapitel sollen kurz die wichtigsten Begriffe zur Supraleitung und Supraleitern erläutert werden. Anschließend folgt eine kurze theoretische Einführung in die verwendeten Messmethoden Punktkontaktspektroskopie sowie Rastertunnelmikroskopie und Tunnelspektroskopie. Ausgangspunkt sind jeweils die ersten und einfachsten Modelle, welche dann erweitert und die Abweichungen davon erklärt werden. Die in dieser Arbeit untersuchten Materialien sind alle supraleitend, jedoch kann die Kopplung (z.B. d -Wellen-Symmetrie oder Multi-Band-Supraleitung) sehr verschieden sein. Deshalb werden spezielle theoretische Modelle in den dazugehörigen experimentellen Kapiteln dargelegt. Dadurch soll das Verständnis erleichtert werden.

1.1 Supraleitung

Neben dem widerstandslosen Stromtransport ($R = 0$) sind Supraleiter gekennzeichnet durch das Auftreten des Meissnereffekts ($\chi = -1$) und einer Energielücke im Anregungsspektrum. Die Energielücke kann im Rahmen der Ginzburg-Landau-Theorie auch als Ordnungsparameter angesehen werden. Der ideale Diamagnetismus des Meissnereffekts gilt streng nur für die Klasse der Supraleiter, die mit Typ I bezeichnet werden. Dies sind hauptsächlich die elementaren Supraleiter. Bei Supraleitern vom Typ II existiert die Meissnerphase für $H < H_{c1}$. Für höhere Felder kann der magnetische Fluss in Form von quantisierten Flussschläuchen bis zum kritischen Feld H_{c2} in die Probe eindringen; dies ist die Shubnikovphase. Eine theoretische Erklärung der Supraleitung wurde 1956 von Bardeen, Cooper und Schrieffer ausgearbeitet [3]. Die BCS-Theorie liefert die Erklärung für viele Eigenschaften supraleitender Materialien und ist bis heute die Standardtheorie der Supraleitung. Die BCS-Theorie beschreibt die Kopplung zwischen zwei Elektronen, die aufgrund einer attraktiven Wechselwirkung einen bosonischen Paarzustand annehmen. Die BCS-Theorie beschreibt Supraleiter, in denen die Elektronen zu Cooperpaaren kondensieren, wobei der resultierende Gesamtimpuls und Gesamtspin Null und der Ordnungsparameter isotrop ist. Dies wird als s -Welle bezeichnet, oft wird dies in der Form $(\vec{k} \uparrow, \vec{k} \downarrow)$ geschrieben. Dies bedeutet, dass die Energielücke an der Fermikante in allen Richtungen gleich Δ ist. Für schwach koppelnde Supraleiter kann man eine Relation zwischen Energielücke und Sprungtemperatur finden. Es gilt $2\Delta(0) = 3,5 k_B T_c$. Supraleiter, die vom BCS-Grundzustand abweichen, werden als unkonventionell bezeichnet.

Die allgemeinste Definition für unkonventionelle Supraleiter ist $\sum_{\vec{k}} \Delta(\vec{k}) = 0$ [12]. Unter unkonventioneller Supraleitung versteht man im Rahmen dieser Definition alle Supraleiter, die von der s -Wellen Symmetrie abweichen. Manchmal versteht man unter dem Begriff unkonventionell auch noch Supraleiter, deren Cooperpaare nicht aufgrund der Elektron-Phononwechselwirkung koppeln, sondern deren Kopplung zum

Beispiel durch magnetische Fluktuationen hervorgerufen wird. Anders ausgedrückt ist für unkonventionelle Supraleiter die Symmetrie des Ordnungsparameters das entscheidende Merkmal. Eine Übersicht über die experimentelle Bestimmung der Symmetrie des Ordnungsparameters ist in [7] zu finden. Unkonventionelle Supraleitung tritt zum Beispiel in der Klasse der Kupratsupraleiter auf. Dort hat der Ordnungsparameter ebenso wie in einigen Schwerfermionsupraleitern eine d -Wellen-Symmetrie. Dies wird in Kapitel 3.2.1 näher behandelt.

1.2 Punktkontaktspektroskopie

Die Punktkontaktspektroskopie (PKS) ist eng verwandt mit der Tunnelspektroskopie. Letztlich ist sie aus einem kurzgeschlossenen Tunnelkontakt entstanden [13], was sich zum Beispiel in einem ähnlichen Messprinzip darstellt. Der Unterschied besteht in der Größenordnung des Widerstandes der Kontakte. Bei der Tunnelspektroskopie ist der Kontaktwiderstand im Bereich 10^6 - 10^9 Ohm und somit ist der Tunneleffekt für den Ladungstransport verantwortlich ist. Bei der PKS liegt der Kontaktwiderstand bei einigen Ohm bis einigen hundert Ohm, d.h. es handelt sich um einen metallischen Kontakt. Die Potentialbarriere in einem Punktkontakt kann auf verschiedenste Weise zustandekommen, zum Beispiel durch Kristalldefekte, Fehlanpassung der Fermigeschwindigkeiten oder durch eine Energielücke. Die Messgröße, im Folgenden Spektrum genannt, ist der differentielle Leitwert in Abhängigkeit von der am Kontakt angelegten Spannung. Punktkontakte lassen sich auf verschiedene Weisen gewinnen. Die einfachste Methode ist die so genannte Nadel-Amboss-Methode. Diese Art der Herstellung ist in dieser Arbeit verwendet worden und wird später näher betrachtet. Es gibt auch die Möglichkeit, nanostrukturierte Punktkontakte zu fabrizieren, wie z.B. in den Arbeiten [14, 15, 16, 17] beschrieben. Eine weitere Möglichkeit besteht darin, Bruchkontakte herzustellen, wie beispielhaft in [18, 19] dargestellt. Eine Übersicht über Theorie und experimentelle Ergebnisse, die mittels PKS erzielt wurden, lässt sich in [6] finden. Im Folgenden sollen kurz die theoretischen Grundlagen sowie einige experimentelle Voraussetzungen erläutert werden.

1.2.1 Punktkontakt

Punktkontaktspektroskopie ermöglicht die Untersuchung der elektronischen Struktur von leitenden Festkörpern [20, 21]. Damit lassen sich zum Beispiel Rückschlüsse auf die Spinpolarisation eines Ferromagneten [22, 23] oder den Ordnungsparameter von unkonventionellen Supraleitern [7] ziehen. Ganz allgemein lassen sich bei Supraleitern die Eigenschaften der Energielücke bestimmen wie die Größe, die Richtungsabhängigkeit oder sogar das Auftreten mehrerer Energielücken [24] in sogenannten Multi-Band-Supraleitern.

Punktkontakte lassen sich unterteilen in Homokontakte und Heterokontakte. Bei Homokontakten wird der Punktkontakt zwischen zwei identischen Materialien realisiert, wie das zum Beispiel bei Bruchkontakten ganz natürlich gegeben ist. Stellt man einen Kontakt aus zwei unterschiedlichen Materialien her, so spricht man dagegen von einem Heterokontakt. In dieser Arbeit wurden Heterokontakte zwischen einem Normalleiter und einem Supraleiter hergestellt. Als normalleitende Elektrode wurde

ein angespitzter Platindraht verwendet. Die supraleitende Gegenelektrode wird zum Beispiel durch ein Eisenpnictid realisiert. Mit dieser Anordnung werden die elektronischen Eigenschaften des Supraleiters untersucht.

Die charakteristische Größe für einen Kontakt zwischen zwei Materialien ist die Kontaktfläche \mathbf{A} oder der Kontaktradius d . Von einem Punktkontakt spricht man, wenn der Kontaktradius in der gleichen Größenordnung wie die mittlere freie Weglänge l der Elektronen ist. Die mittlere freie Weglänge setzt sich nach der Matthiessenschen Regel [25] aus der elastischen freien Weglänge l_e und der inelastischen freien Weglänge l_i zusammen. Es können nun drei verschiedene Regimes für die Punktkontakte festgelegt werden.

Erstens das ballistische Regime ($d \ll l_e, l_i$); nach Sharvin [26, 27] lässt sich die Abhängigkeit des Kontaktwiderstandes vom Kontaktdurchmesser berechnen zu:

$$R_S = \frac{4\rho l}{3\pi d^2}$$

Zweitens das thermische Regime, auch Maxwell-Regime [28] genannt ($d \gg l_e, l_i$); hier hängt der Kontaktdurchmesser wie folgt vom Kontaktwiderstand ab:

$$R_M = \frac{\rho}{2d}$$

Sowie drittens das diffusive Regime ($l_e < d < l_i$); Wexler [29] hat gezeigt, dass man den diffusiven Bereich als eine Interpolation zwischen den beiden Extremfällen darstellen kann.

$$R = \frac{4\rho l}{3\pi d^2} + \gamma(K) \frac{\rho}{2d}$$

Hierbei ist $K = l/d$ die Knudsen-Zahl [30]. Die Funktion $\gamma(K)$ variiert langsam und es gilt: $0,7 \leq \gamma(K) \leq 1,0$.

Streng genommen gelten die oben gemachten Aussagen nur für Homokontakte. Um einen Heterokontakt zu beschreiben, wird im Allgemeinen ein gemittelter spezifischer Widerstand angesetzt: $\rho = (\rho_1 + \rho_2)/2$.

1.2.2 Normalleiter/Supraleiter-Kontakte

Die elektronischen Transporteigenschaften durch Punktkontakte wurden von Zaïtsev [31, 32] für eine beliebige Potentialbarriere berechnet. Die Berechnung erfolgt durch Lösen der quasiklassischen Gleichungen mittels Greenscher Funktionen. Die Beschreibung von Zaïtsev erlaubt die Berechnung der Transporteigenschaften für Normalleiter/Normalleiter-, Normalleiter/Supraleiter- und Supraleiter/Supraleiter-Punktkontakte. Der für diese Arbeit relevante Teil bezieht sich auf Normalleiter/Supraleiter-Kontakte. Für diese wurde 1982 von G.E. Blonder, M. Tinkham und T.M. Klapwijk [33] ein generalisiertes eindimensionales Halbleitermodell vorgestellt. Diese Beschreibung vermeidet den Greenfunktion-Formalismus und ist als BTK-Theorie bekannt. In der BTK-Theorie wird die Potentialbarriere als δ -förmig angenommen. Die Stärke kann durch eine geeignete Transformation durch einen dimensionslosen Parameter z ausgedrückt werden, wobei $z = 0$ einen metallischen Kontakt und $z \rightarrow \infty$ den Übergang zum Tunnelkontakt beschreibt. Des Weiteren

tragen die weiter unten folgenden Prozesse in diesem Modell zum Ladungstransport bei. Diesen Prozessen werden in der BTK-Theorie Wahrscheinlichkeiten zugeordnet. Die Wahrscheinlichkeiten sind, da die Elektronen auf eine Potentialbarriere treffen, energieabhängig.

- **Andreevreflexion [34]:**

Bei der Andreevreflexion handelt es sich um das Auftreffen eines Elektrons auf die Grenzfläche. Dort kann es mit einem weiteren Elektron zu einem Cooperpaar kondensieren. Die Ladungserhaltung erzwingt, dass ein Loch in den Normalleiter reflektiert wird. Diese Retroreflexion ist der dominierende Anteil für Elektronen mit $E < \Delta$ und kleine Barrieren, d.h. kleinem z -Parameter. Er trägt mit einer Wahrscheinlichkeit von $A(E)$ zum Strom bei. Der Ladungstransport durch ein Elektron, das andreevreflektiert wird, beträgt $2e$. Betrachtet man den Leitwert, so wird dieser beim Prozess der Andreevreflexion verdoppelt.

- **Reflexion:**

Ein auf die Grenzfläche treffendes Elektron sieht die Potentialbarriere und wird an ihr reflektiert. Dieser Prozess tritt mit einer Wahrscheinlichkeit $B(E)$ auf. Er wird wahrscheinlicher, je niedriger die Energie der Elektronen und je höher die Potentialbarriere ist.

- **Transmission:**

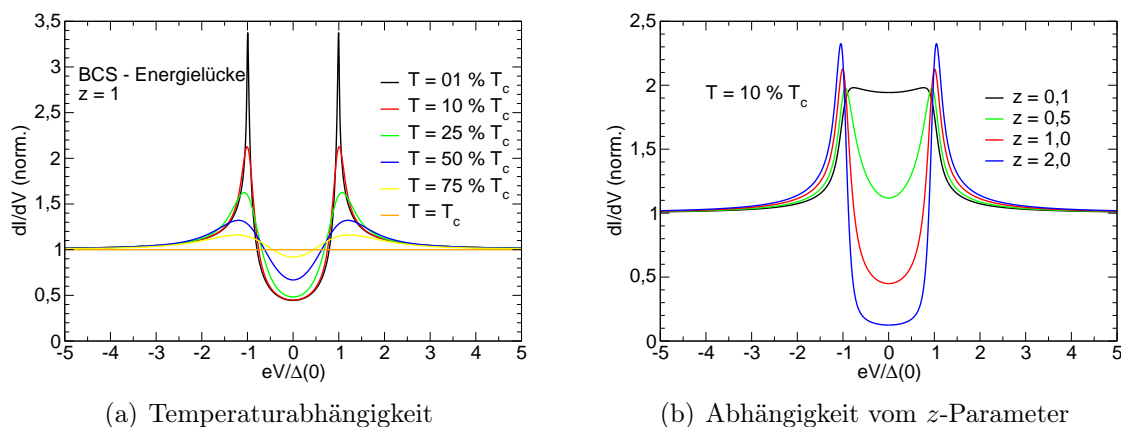
Bei der Transmission können zwei verschiedene Fälle unterschieden werden, die gewöhnliche Transmission $\vec{q} = \vec{k}$ mit der Wahrscheinlichkeit $C(E)$ und die Transmission mit Kreuzen der Fermifläche $\vec{q} = -\vec{k}$, welcher die Wahrscheinlichkeit $D(E)$ zugeordnet wird. \vec{q}, \vec{k} bezeichnet den Impuls des einfallenden bzw. des transmittierten Elektrons. Die Wahrscheinlichkeit für die Transmissionsprozesse steigt mit sinkender Barriere und steigender Energie der Elektronen.

Die Summe aller Wahrscheinlichkeiten erfüllt $A(E) + B(E) + C(E) + D(E) = 1$ aufgrund der Teilchenerhaltung. Zur Veranschaulichung ist im linken Teil der Abbildung 1.1 die Temperaturabhängigkeit eines nach der BTK-Theorie berechneten Spektrums abgebildet. Für die Berechnung folgt die Temperaturabhängigkeit der Energielücke dem von Thouless [35] genäherten BCS-Verlauf mit der impliziten Gleichung $\Delta(T)/\Delta(0) = \tanh[(\Delta(T) \cdot T_c) / (\Delta(0) \cdot T)]$. Der Barrierenparameter ist zu $z = 1$ gewählt. Die rechte Seite von Abbildung 1.1 zeigt die Veränderung der Spektren bei fester Temperatur $T = 10\% T_c$ mit Änderung des Barrierenparameters z . Die rote Kurve in den beiden Graphen in Abbildung 1.1 ist für einen identischen Parametersatz berechnet.

Die BTK-Theorie beschreibt die oben erwähnten, zum Gesamtstrom beitragenden Prozesse durch Wahrscheinlichkeiten. Unter der Annahme, dass der wesentliche Spannungsabfall über der Kontaktfläche stattfindet, lässt sich der Strom mathematisch auf folgende Weise ausdrücken:

$$I_{\text{NS}} = R_{\text{N}}^{-1} \int_{-\infty}^{\infty} [f_0(E - eV) - f_0(E)] [1 + A(E) - B(E)] dE$$

wobei hier $R_{\text{N}}^{-1} = 2N(0)ev_{\text{F}}\mathbf{\Lambda}$ durch den Sharvin-Widerstand bestimmbar ist und zur Normierung dient. Bei den Strom-Spannungskennlinien kommt es durch die An-


Abbildung 1.1: BTK-Theorie

Die linke Seite zeigt die Temperaturabhängigkeit der nach der BTK-Theorie berechneten Spektren. Die rechte Abbildung zeigt die z -Abhängigkeit. Die in beiden Graphen rot eingezeichnete Kurve ist für einen identischen Satz an Parametern berechnet.

dreevreflexion zum so genannten Excess-Strom [31]. Dieser spannungsunabhängige Beitrag ergibt sich aus der Extrapolation für $V \rightarrow 0$ des normalleitenden Anteils. Für $V = 0$ ist dieser um $I_{\text{exc}} = 3\Delta/4eR_N$ erhöht. Die Spannungsabhängigkeit ist gegeben durch $I_{\text{exc}} = \frac{3}{4} \frac{\Delta}{eR_N} \tanh \frac{eV}{2k_B T}$. Durch einfaches Differenzieren erhält man aus der Gleichung für den Strom auch direkt die Messgröße, den differentiellen Leitwert.

$$G_{\text{NS}} = G_N \int_{-\infty}^{\infty} \frac{\partial f_0(E - eV)}{\partial V} [1 + A(E) - B(E)] dE$$

Dabei gilt $G_N = R_N^{-1}$. Diese Formel lässt sich anschaulich sehr einfach verstehen. Es handelt sich hierbei lediglich um die Faltung einer Transmissionswahrscheinlichkeit mit der Fermi-Verteilungsfunktion. Die Transmissionswahrscheinlichkeit ist eins, erhöht um den Beitrag der Andreevreflexion (da hier zwei Elektronen zum Ladungstransport beitragen) und vermindert um den Beitrag der normalen Reflexion (da hier eben kein Elektron zum Strom mehr beiträgt). Die Faltung mit der Fermifunktion beschreibt die thermische „Verschmierung“. Die Berechnung der Wahrscheinlichkeiten $P(E)$ erfolgt über die elektronische Zustandsdichte und kann Tabelle 1.1 entnommen werden. Im Grenzfall $z \rightarrow \infty$ geht ein Punktkontakt, wie bereits erwähnt, in einen Tunnelkontakt über. Dies erlaubt auch die Beschreibung der Messungen mit dem Rastertunnelmikroskop (vgl. Kapitel 1.3)

1.2.3 Erweiterungen zur BTK-Theorie

Die BTK-Theorie beschreibt in einem einfachen Modell sehr effizient die wichtigsten Eigenschaften von Supraleiter/Normalleiterkontakten über einen weiten Leitwertbereich. Die BTK-Theorie wurde immer wieder erweitert, um auch weitere physikalische Phänomene beschreiben zu können. Einige dieser Erweiterungen sollen im Folgenden

Bereich $P(E)$	$E < \Delta$	$E > \Delta$
$A(E)$	$\frac{\Delta^2}{E^2 + (\Delta^2 - E^2) \cdot (1 + 2z^2)^2}$	$\frac{u_0^2 v_0^2}{\gamma^2}$
$B(E)$	$1 - A(E)$	$\frac{(u_0^2 - v_0^2)^2 z^2 (1 + z^2)}{\gamma^2}$
$C(E)$	0	$\frac{u_0^2 (u_0^2 - v_0^2) (1 + z^2)}{\gamma^2}$
$D(E)$	0	$\frac{v_0^2 (u_0^2 - v_0^2) z^2}{\gamma^2}$

Tabelle 1.1: Berechnung der Wahrscheinlichkeiten nach BTK-Theorie, wobei $\gamma^2 = [u_0^2 + z^2 (u_0^2 - v_0^2)]$ und $u_0^2 = 1 - v_0^2 = 1/2 \left\{ 1 + [(E^2 - \Delta^2) / E]^2 \right\}^{1/2}$ gilt.

vorgestellt werden. Zunächst die Einführung einer endlichen Lebensdauer der Quasiteilchen, welche eine recht allgemeine Erweiterung ist und für alle im Folgenden betrachteten Proben angewendet werden kann. Die speziellen Erweiterungen für unkonventionelle Supraleiter und Zwei-Band-Supraleitung sollen erst bei den zugehörigen Proben und Messungen diskutiert werden, um so eine direkte Verbindung zu haben.

Dynes-Parameter

Die bisher vorgestellten Berechnungen gelten streng genommen nur für den Idealfall des ballistischen Transportes. Da man sich beim Messen der Spektren, wie bereits erwähnt, nicht immer im ballistischen Regime befindet, muss die BTK-Theorie um einen Beitrag erweitert werden, der inelastischen Prozessen Rechnung trägt. Solche inelastische Prozesse erlauben es, zum Beispiel, kurzzeitig Zustände in eigentlich verbotenen Gebieten zu besetzen. Das Modell von Dynes et al. [36] und Berechnungen von Pleceník [37] erweitern die BTK-Theorie um die inelastische Stoßzeit τ_{in} . Die Quasiteilchenzustandsdichte wird aufgrund der inelastischen Stöße in der Energie verbreitert und zwar mit $\Gamma = \hbar / \tau_{in}$. Die Berechnung des Stromes wird modifiziert und man erhält:

$$I_{NS} = R_N^{-1} \int_{-\infty}^{\infty} [f_0(E - eV) - f_0(E)] [1 + A(E + i\Gamma) - B(E + i\Gamma)] dE$$

Die inelastischen Prozesse „verschmieren“ die Energielücke, d.h. mit größer werdendem Γ verbreitert sich die typische Doppelmaxima-Struktur im Leitwert. Dies liegt daran, dass Zustände innerhalb der Energielücke besetzt werden können. Diese Abhängigkeit ist in Abbildung 1.2 für verschiedene Werte von Γ dargestellt. Die in rot eingezeichnete Kurve ist mit den identischen Parametern wie die in Abbildung 1.1 dargestellten roten Kurven berechnet und dient als Referenzkurve. Die PKS eignet sich hervorragend, um Aussagen über die elektronische Struktur von Metallen und

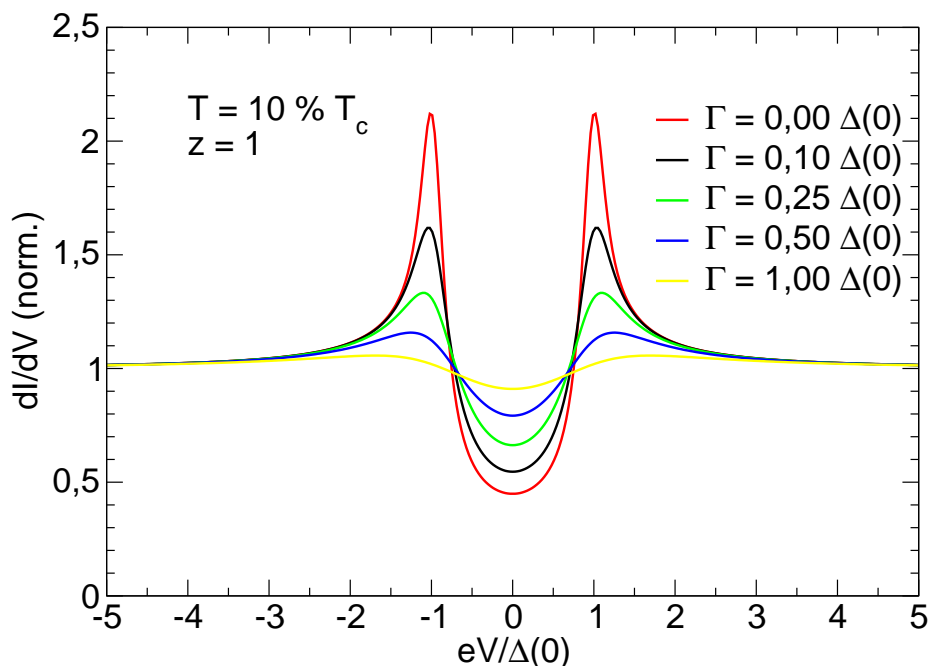


Abbildung 1.2: Erweiterung der BTK-Theorie mit Dynes Parameter

Für $T = 10\% \cdot T_c$, $z = 1$ und $\Delta(0) = 1 \text{ meV}$.

Spektren für $\Gamma = 0\%$, 10% , 25% , 50% , $100\% \cdot \Delta(0)$. Auch hier ist die rot dargestellte Kurve identisch mit den roten Kurven der Abbildung 1.1.

den Ordnungsparameter von Supraleitern zu machen. Der Vorteil besteht in der unkomplizierten Herstellung von Punktkontakten und dem recht einfachen Messaufbau. Der entscheidene Nachteil ist, dass man lediglich eine Energieauflösung, aber keine ortsabhängigen Informationen erhält. Dies ist aber mit einem Rastertunnelmikroskop möglich.

1.3 Rastertunnelmikroskopie

Die Rastertunnelmikroskopie wurde in den neunzehnhundert-achtziger Jahren von Binnig und Rohrer [9] entwickelt. Sie bietet die Möglichkeit, Oberflächen auf atomarer Größenskala und im Realraum zu untersuchen. Physikalisch beruht ein Rastertunnelmikroskop (RTM) auf dem quantenmechanischen Tunneleffekt, auf welchen im Folgenden näher eingegangen wird. Im Wesentlichen besteht das RTM aus einer sehr scharfen Spitze, die so nahe an die Probenoberfläche herangebracht wird, dass der Tunnelwiderstand, genauer gesagt der Tunnelstrom, messbar wird. Mittels einer Piezokeramik, die von einer Regelelektronik gesteuert wird zusätzlich über die Probenoberfläche gerastert. Dadurch ist es möglich den Tunnelstroms lateral aufzulösen. Die laterale Auflösung ist dabei von der verwendeten Piezokeramik und der Auflösung der Steuerelektronik abhängig. Bei geeigneter Wahl lässt sich eine Oberfläche atomar abbilden.

Aufbau und Funktion

Wie jede der bekannten Rastersondenmethoden, zum Beispiel die Rasterkraft- oder Rasterelektronenmikroskopie, beruht auch das Rastertunnelmikroskop auf der lokalen Messung einer physikalischen Größe und dem Rastern mit einer Messsonde über die Probe. Ob dabei die Messsonde oder die Probe bewegt wird, spielt keine Rolle für die gewonnene Information. Moderne Piezoaktoren lassen spannungsgesteuerte Bewegungen im sub-Ångström-Bereich zu. In Kombination mit einem Standard-PC und einer Kontrolleinheit lassen sich so Informationen von Oberflächen auf atomarer Skala gewinnen. Eine grobe Übersicht über die Funktionsweise gibt Abbildung 1.3. Das allgemeine Funktionsprinzip soll hier kurz erläutert werden. Der eigentliche Aufbau des hier verwendeten RTMs wird in Kapitel 2.2.1 detailliert beschrieben. Zum

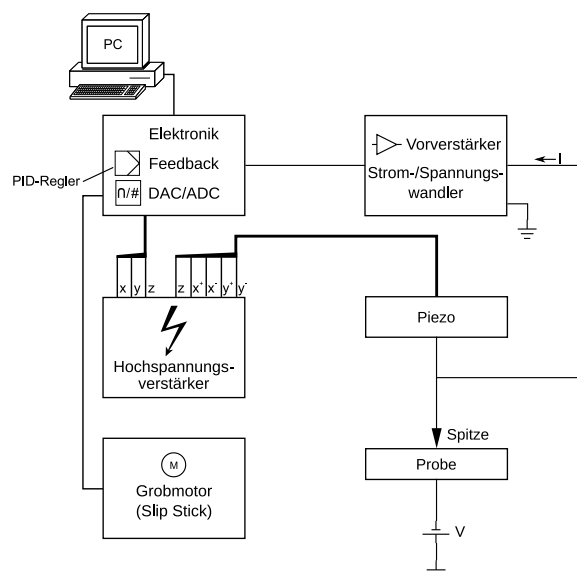


Abbildung 1.3: RTM-Skizze

Prinzipieller Aufbau eines RTMs.

Verständnis des Funktionsprinzips ist es wichtig, dass beim RTM zwischen Messsonde und Probe ein Strom fließt, auch wenn sie keinen direkten Kontakt haben. Die Messsonde in der RTM ist eine idealerweise atomar scharfe, metallische Spitze und auch die Probe muss für RTM-Messungen ausreichend leitfähig sein. Man unterscheidet zwei Messmodi, die Messung bei konstanter Höhe oder bei konstantem Strom. Die Messung in konstanter Höhe ist recht einfach. Man nähert die Spitze bis zu einem bestimmten Abstand an die Probe an und misst, während man über die Probeoberfläche rastert, die Änderungen des Stromes zwischen Spitze und Probe. Beim Konstantstrommodus wird mittels eines Regelkreises der Strom zwischen Spitze und Probe konstant gehalten und der Abstand zwischen Spitze und Probe entsprechend geregelt. Das Messsignal ist in diesem Fall der Steuerwert des Abstandes.

Tunneleffekt

Der Tunneleffekt ist ein quantenmechanisches Phänomen, in dem es einem Teilchen aufgrund seines Wellencharakters erlaubt ist, eine Potentialbarriere zu überwinden, obwohl dies klassisch nicht möglich sein dürfte. Der Tunneleffekt erklärt zum Beispiel den α -Zerfall von Atomkernen [38] oder die Bildung von Wasserstoffmolekülen [39]. Der Tunneleffekt ist auch für den Strom zwischen Spitze und Probe verantwortlich. Zunächst soll hier der einfache eindimensionale Fall diskutiert werden. Man kann daran die Abstandsabhängigkeit bereits erkennen, ohne zu tief in die Theorie einsteigen zu müssen. In Abbildung 1.4(a) ist eine eindimensionale Anordnung der Spitze und

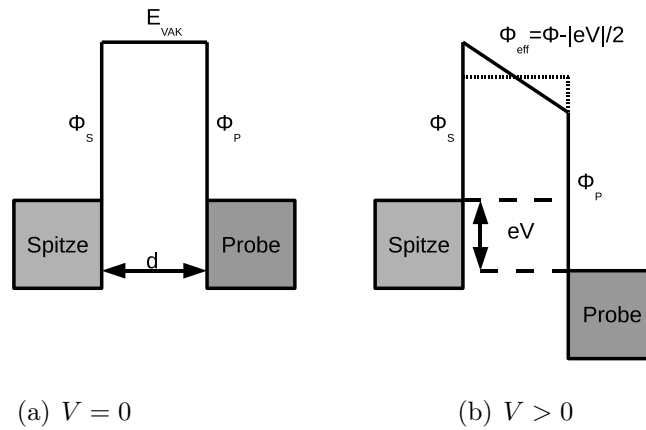


Abbildung 1.4: Modell 1-dim Tunneln

Skizze für einen Abstand d zwischen Spitze und Probe.

Probe skizziert. Wenn keine Spannung anliegt, wird kein Strom mehr fließen, sobald die chemischen Potentiale gleich sind. Verschiebt man nun durch Anlegen einer Spannung, wie in Abbildung 1.4(b) dargestellt, die Potentiale, wird ein Strom aufgrund des Tunneleffekts einsetzen. Löst man die eindimensionale Schrödingergleichung für ein solches Problem, erhält man die Abstandsabhängigkeit des Tunnelstromes zu [40],

$$I \propto e^{-2\kappa d}, \quad (1.1)$$

wobei $\kappa = \sqrt{2m(\Phi_{\text{eff}} - E)/\hbar^2}$ ist. Tersoff und Hamann [41] berechneten den Tunnelstrom ausgehend von

$$I = \frac{2\pi e}{\hbar} \sum_{\mu,\nu} f(E_\mu) [1 - f(E_\nu + eV)] \cdot |M_{\mu\nu}|^2 \delta(E_\mu - E_\nu - eV),$$

d.h. dem Tunnelstrom in erster Ordnung Störungstheorie. Hierbei ist $f(E)$ die Fermi-Verteilungsfunktion, V die angelegte Spannung und $M_{\mu\nu}$ das Tunnelmatrixelement. Von Bardeen [42] wurde gezeigt, dass das Tunnelmatrixelement berechnet werden kann aus $M_{\mu\nu} = -\frac{\hbar^2}{2m} \int d\vec{S} \cdot (\Psi_\mu^* \nabla \Psi_\nu - \Psi_\nu \nabla \Psi_\mu^*)$. Ausgehend davon konnten Tersoff und Hamann zeigen, dass für kleine Spannungen und der Annahme einer sphärischen Symmetrie sowohl für die Geometrie als auch für die Wellenfunktion der Spitze, der Strom durch den Tunnelkontakt gegeben ist durch:

$$I \propto V \cdot \rho_S(E_F) \cdot \rho_P(\vec{r}_0, E_F). \quad (1.2)$$

Hierbei ist $\rho_S(E_F)$ die Zustandsdichte der Spitze an der Fermikante und $\rho_P(\vec{r}_0, E_F)$ die lokale Zustandsdichte der Probe am Ort \vec{r}_0 an der Fermikante. Aus Gleichung 1.1 und 1.2 lassen sich die wichtigsten Abhängigkeiten erkennen:

- $I \propto e^{-d}$. Der Strom hängt exponentiell vom Abstand ab. Diese starke Abhängigkeit ist die eigentliche Voraussetzung für die Funktion des RTMs.
- $I \propto V$. Für kleine Spannungen $V \leq 10$ mV erwartet man ein ohmsches Verhalten des Tunnelkontaktes.
- $I \propto \rho_{S,P}$. Wird der Strom konstant gehalten, bekommt man letztlich eine Abbildung der lokalen Zustandsdichte von Probe und Spitze. Im einfachsten Fall kann man die Zustandsdichte der Spitze als konstant betrachten.

Die bisher erläuterten Effekte beschreiben alle nur **elastisches Tunneln**, d.h. die Energie ist erhalten beim Übergang von einer Elektrode zur anderen. Durch **inelastisches Tunneln** lassen sich zusätzlich noch Anregungen auf der Oberfläche untersuchen. In der Tunnelspektroskopie wird häufig die erste oder höhere Ableitungen des Stroms nach der Spannung in Abhängigkeit der Spannung betrachtet. Im einfachsten Fall einer metallischen Spitze kann man die Zustandsdichte für kleine Spannungen als konstant nähern. Man erhält dann für den differentiellen Leitwert

$$dI/dV(V) \propto \int_{-\infty}^{\infty} \rho_P(E) \frac{\partial f(E + eV)}{\partial(eV)} dE. \quad (1.3)$$

Dies ist gerade die Faltung der Zustandsdichte der Probe mit der Ableitung der Fermifunktion.

1.3.1 Supraleitung und RTM

Für einen konventionellen s -Wellen-Supraleiter ist die supraleitende Zustandsdichte gegeben durch [43]

$$\rho_P(E) = \begin{cases} \rho_0 \frac{|E|}{\sqrt{E^2 - \Delta^2}} & |E| > \Delta \\ 0 & |E| \leq \Delta. \end{cases} \quad (1.4)$$

Das aus den Gleichungen 1.3 und 1.4 berechnete Leitwertspektrum stellt den Grenzfall für $z \rightarrow \infty$ des Barrierenparameter z in der BTK-Theorie dar. Womit noch einmal die Gültigkeit der BTK-Theorie für PKS und Tunnelspektroskopie verdeutlicht wird, wenn man auf ein ausreichend großes z achtet. Das entscheidende Merkmal der PKS ist das Auftreten der Andreevreflexion. Dieser Prozess ist bei der Tunnelspektroskopie jedoch vollständig unterdrückt. Die typischen Eigenschaften eines Spektrums, das die supraleitende Zustandsdichte abbildet, sollen hier noch einmal erwähnt werden. Bei $\pm eV = \Delta$ treten Kohärenzmaxima auf. Bei $V = 0$ gilt $dI/dV = 0$.

Dies stellt eine stark verkürzte Einführung in die Funktionsweise und die Theorie des Rastertunnelmikroskops dar. Eine ausführliche Beschreibung findet man in der Fachliteratur [44, 45].

2 Experimentelles

Dieses Kapitel befasst sich detailliert mit der Beschreibung der verwendeten Versuchsaufbauten. Der erste Teil dieses Kapitels wendet sich der Punktkontaktspektroskopie zu. Hier wird der gesamte Messaufbau einschließlich des Kryostaten und der verwendeten Elektronik beschrieben, sowohl für die Messungen bis $T = 1,5\text{ K}$ also auch für die Messungen im Mischungskryostaten. Das Funktionsprinzip des RTMs wurde in Kapitel 1.3 bereits ausgeführt. Im zweiten Teil dieses Kapitels wird der experimentelle Aufbau des gesamten Messsystems, d. h. der Kryostat, die Elektronik, das Dämpfungssystem und insbesondere das eigentliche RTM näher beschrieben. Im Anhang A wird des Weiteren die Präparation der Tunnelspitzen und die Kalibration der Rastereinheit sowohl für Messungen bei Raumtemperatur als auch bei tiefen Temperaturen sowie der Aufbau zum Messen der Tunnelspektren erläutert.

2.1 Experimenteller Aufbau PKS

⁴He-Badkryostat

Sämtliche PKS-Messungen an den Eisenpnictiden wurden in einem ⁴He-Badkryostaten durchgeführt. Mit diesem System können Temperaturen bis ca. $T = 1,5\text{ K}$ und Magnetfelder von $B = 7\text{ T}$ erreicht werden. Im Probenstab befindet sich eine Mechanik, die es ermöglicht, die Kontakte jederzeit, d.h. auch bei tiefen Temperaturen, zu manipulieren. Der gesamte Messaufbau war bereits vorhanden und konnte sofort in Betrieb genommen werden. Die Anordnung ist in Bild 2.1 zu sehen¹. Die Halterung für die Probe ist mit A , die Pt-Spitze mit B und das Thermometer mit C gekennzeichnet. Mit diesem Aufbau und den verwendeten Proben wurden auf zwei Arten Punktkontakte in der Nadel-Amboss Konfiguration hergestellt:

- Direktes Aufsetzen der Pt-Spitze auf die Probenoberfläche und
- Gegeneinanderreiben der Kanten von Pt-Nadel und Probe,

um die Richtungsabhängigkeit der Energielücke untersuchen zu können. Wie bereits erwähnt, ist diese Konstruktion sehr anfällig gegen mechanische Störungen von außen. Deshalb wird die gesamte Apparatur von einem Luftpolster getragen, welches gegen Vibrationen im Gebäude abschirmt. Zusätzlich kann man den Probenhalter und die Pt-Spitze mit Hilfe von kleinen Bronzefedern² gegen mechanische Störungen dämpfen, die vom Kryostaten selbst stammen. Diese Störungen werden von den siedenden kryogenen Flüssigkeiten (LHe und LN₂) erzeugt.

¹Das Bild zeigt eine der gemessenen Eisenpnictidproben.

²Man wickelt hierzu ein Stück Federbronzedraht ein- bis zweimal um einen Zahnstocher.

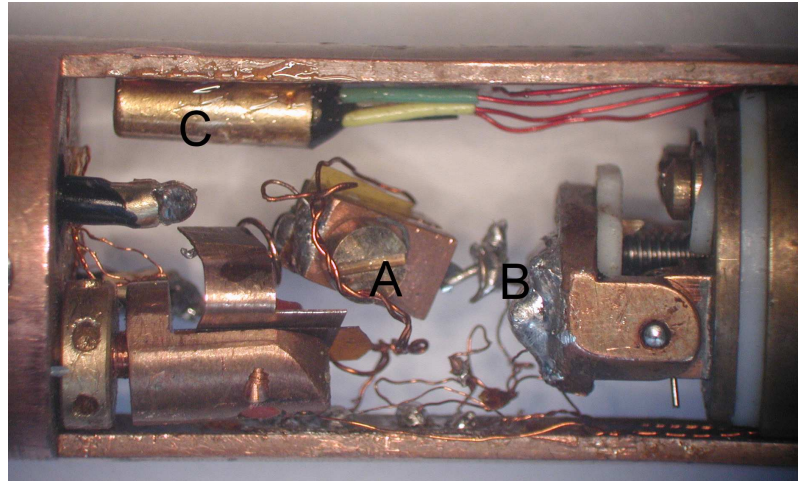


Abbildung 2.1: ^4He -Badkryostat, PKS-Probenraum

A: Probenhalterung aus isolierten Kupferbacken.

B: Pt-Nadel am Federbronzedraht.

C: Thermometer.

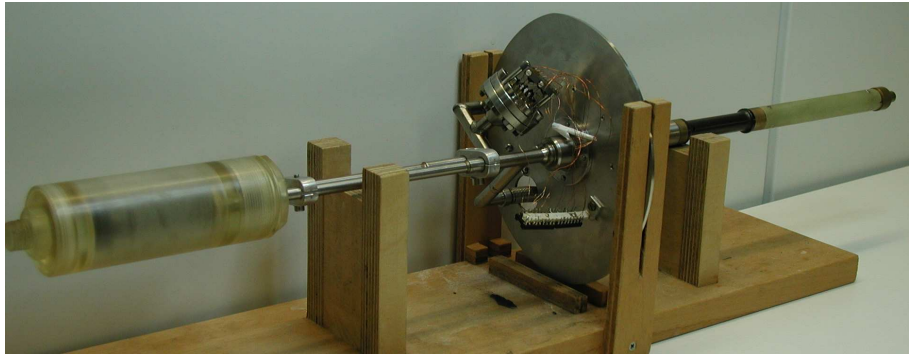
$^3\text{He}/^4\text{He}$ -Entmischungskryostat

Bei dem verwendeten Kryostaten handelt es sich um einen Standard $^3\text{He}/^4\text{He}$ -Kryostaten³. Die allgemeine Funktionsweise eines solchen ist zum Beispiel in [46, 47] beschrieben. An dieser Stelle sollen nur die speziellen Eigenschaften des hier verwendeten Systems erläutert werden. Ausgelegt ist der Kryostat zum Erreichen einer Minimaltemperatur von $T = 8\text{ mK}$. Der äußere Abschirmbecher besteht aus einer Kombination von Superisulationsfolie und einem Flüssigstickstoffschild, wobei letzterer fakultativ eingesetzt werden kann. Zusätzlich verfügt das System über einen supraleitenden Magneten⁴, der eine magnetische Flussdichte von bis zu $B = 13\text{ T}$ ermöglicht. Eine Besonderheit ist die eingebaute Mechanik, die Manipulationen bei tiefsten Temperaturen zulässt [48]. Das eigentliche Experiment befindet sich innerhalb der Mischungskammer. In Abbildung 2.2 sind die wichtigsten Bestandteile abgebildet. Bild (a) zeigt eine Außenansicht der gesamten Mischungskammereinheit mit dem Gestänge, das die Manipulation der Kontakte bei tiefen Temperaturen ermöglicht. In Abbildung (b) ist der innere Teil der Mischungskammer zu sehen. Dort ist die beweglich gelagerte Spitze sowie der fixierte Probenhalter zu erkennen. Das Thermometer befindet sich im Hintergrund und ist in das Kupferstück des Spitzenhalters integriert und mit isolierendem Kleber vergossen. Der Heizer befindet sich an der Oberseite der Mischungskammer (nicht im Bild). Damit Messungen in der Flüssigkeit durchgeführt werden können, müssen die Zuleitungen in die Mischungskammer geführt werden (Abbildung 2.2(c)). Die Drähte sind einzeln in Edelstahlröhrchen geführt und anschließend mit Epoxidkleber⁵ abgedichtet. Im Rahmen dieser Arbeit wurde der vorhandene Aufbau modifiziert, um technische Unzulänglichkeiten zu beheben.

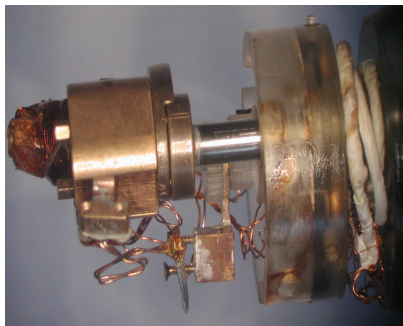
³Hersteller: GVL Cryoengineering

⁴Hersteller: Oxford Instruments

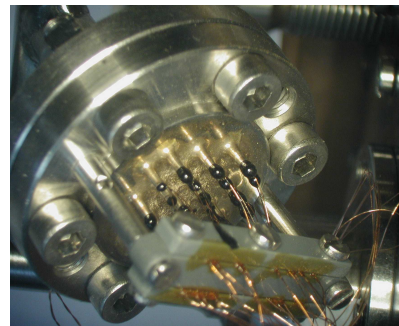
⁵Epoxid Kleber: Stycast 2850 FT



(a) Mischungskammer mit Gestänge zur Manipulation der Kontakte



(b) Probenraum



(c) Durchführung

Abbildung 2.2: $^3\text{He}/^4\text{He}$ -Kryostat, PKS-Probenraum

- (a) Außenansicht der Araldit Mischungskammer.
- (b) PKS-Probenraum, mit Spitze, Probenhalter und Thermometer.
- (c) Durchführung der Messzuleitungen.

Differentieller Widerstand

Die verwendeten Geräte sind bei beiden Kryostaten baugleich, lediglich die Temperaturkontrolle erfolgt mit unterschiedlichen Messgeräten⁶. Auch das Messprogramm sowie das Messprinzip sind identisch. Gemessen wird der differentielle Widerstand dV/dI bzw. der differentielle Leitwert dI/dV in Abhängigkeit der am Kontakt abfallenden Spannung V („Spektrum“), wobei $dV/dI(V) = [dI/dV(V)]^{-1}$ gilt. Im Gegensatz zur Messanordnung beim RTM (vgl. Kapitel A.5) wird hier in einer Vierpunktgeometrie gemessen. Auch das Mischen der DC- und AC-Signale ist ein wenig anders und wird deshalb in beiden Fällen erläutert. Das Messprinzip ist in beiden Fällen identisch. Das Spektrum wird durch Überlagerung einer Gleichstromrampe⁷ mit einem Wechsellspannungssignal kleiner Amplitude mit der Frequenz $\nu = 9.13 \text{ kHz}$ erzeugt. Dieses Wechsellspannungssignal liefert der Lock-In-Verstärker⁸. Die Frequenz ist so gewählt, dass das Rauschen des Messsignals möglichst klein ist. Die Einkopplung erfolgt so, dass Gleichstromanteile im Wechsellspannungssignal und Wechselstromanteile im Gleichspannungssignal vor der Mischung gefiltert werden. Gemessen wird die abfallende Gleichspannung

⁶Temperatursteuerung:

Badkryostat Lakeshore LTC 340, Entmischungskryostat AVS 47 und TS 503

⁷Stromquelle: Knick J 152

⁸Lock-In-Verstärker: Ithaco 3916B

mit einem Digitalmultimeter⁹ sowie der Wechselspannungsanteil mit dem Lock-In-Verstärker. Im linken Teil der Abbildung 2.3 ist die Schaltung für diese Messung skizziert [48]. Für das Messsignal lässt sich eine Taylorreihenentwicklung durchführen. Es

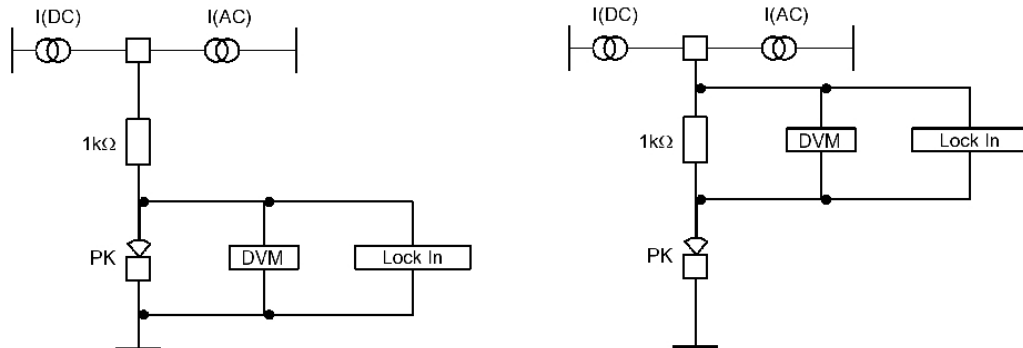


Abbildung 2.3: Schaltskizze

Links: Konfiguration zur Messung am Punktkontakt.

Rechts: Schaltung zur Referenzmessung.

wird V um I_0 entwickelt und ergibt sich zu:

$$V(I) = V(I_0) + V_1 \cos(\omega t) + O(d^2V/dI^2).$$

Das mit dem Lock-In-Verstärker gemessene Signal ist die zum differentiellen Widerstand proportionale Spannung $V_1 = \frac{dV}{dI} I_1$. Der Absolutwert des Widerstandes am Punktkontakt R_0 kann mit Hilfe der in der rechten Seite der Abbildung 2.3 skizzierten Schaltung bestimmt werden. Dabei wird die Stromstärke I_1 bestimmt. Dies geschieht durch die Messung des Lock-In-Signals an einem in Reihe geschalteten Präzisionswiderstands mit $R = 1 \text{ k}\Omega$. Diese Referenzmessung erlaubt es, den Widerstand des Punktkontaktes zu bestimmen. Es gilt:

$$\left(\frac{dV}{dI} \right)_{\text{Abs}} [\Omega] = \frac{V_1^{\text{PK}}}{V_1^{\text{1k}}} \cdot 1 \text{ k}\Omega.$$

Alle beschriebenen Prozessschritte sind automatisiert und werden mit einem LabView-Programm gesteuert. Die wesentlichen Details sind [49] zu entnehmen. Im Rahmen dieser Arbeit wurde zusätzlich noch eine automatische Temperatursteuerung hinzugefügt. Die Aufnahme der Spektren erfolgt durch Rampen des Stroms bis zum Abfall der maximalen positiven Spannung $+V_{\text{max}}$, dann Zurückfahren über Null hinaus bis hin zur maximalen negativen Spannung $-V_{\text{max}}$ und schließlich zurück zu Null. Das doppelte „Durchfahren“ des Spektrums erlaubt eine Beurteilung der Stabilität und Reproduzierbarkeit der Spektren.

⁹Multimeter: HP34401A

2.2 Experimenteller Aufbau RTM

Der Einbau des RTMs erfolgt in den in Abschnitt 2.1 beschriebenen Kryostaten. Dazu wurde die Standard-Mischkammer verwendet und ein großer Teil der Mechanik zur Messung von PKS ausgebaut. Damit ein solcher Kryostat geeignet ist, um darin RTM-Messungen durchführen zu können, mussten einige Veränderungen an der mechanischen und elektrischen Dämpfung vorgenommen werden. Diese werden im Folgenden an den entsprechenden Stellen ausführlicher beschrieben. In Abbildung 2.4 sind die Einzelteile des RTMs zu sehen. Das RTM ist eine Eigenentwicklung, die auf einem Design beruht, welches an der Universität Konstanz in der Leiderer-Gruppe entwickelt wurde [50].

2.2.1 Grundkonstruktion

Das Herzstück eines jeden RTMs ist die Rastereinheit. Im hier beschriebenen RTM ist die Rastereinheit gleichzeitig auch für die Grobannäherung zuständig. Ein zylinderförmiger Röhrenpiezo ist auf der Außenseite in vier Segmente unterteilt, die jeweils eine Kupferelektrode tragen. Diese vier Segmente sind für die Ablenkung in $+x$, $-x$, $+y$ und $-y$ -Richtung verantwortlich und daher mit X^+ , X^- , Y^+ und Y^- bezeichnet. Auf der Innenseite befindet sich ebenfalls eine Kupferelektrode, die als Z bezeichnet wird. Für eine Bewegung der Tunnelspitze in zum Beispiel $+x$ -Richtung wird eine Spannung zwischen der X^+ Elektrode und der Z Elektrode angelegt; entsprechendes gilt für alle anderen Richtungen. Damit eine Bewegung in z -Richtung erfolgt, wird die Spannung an alle vier äußeren Elektroden gleichzeitig angelegt. Die Summation der Signale beim Rastern über die Probe übernimmt die Elektronik. In Abbildung 2.4 ist der Röhrenpiezo von oben zu sehen. Aus dieser Perspektive sind die Segmente nicht zu erkennen. Die gesamte Rastereinheit besteht zusätzlich aus zwei Glaskeramikteilen¹⁰, zwei Saphirstäben und dem Schlitten zur Aufnahme der Tunnelspitze. Die obere Glaskeramik ist mit Bohrungen für die Zuleitungen versehen. Sie ist in Abbildung 2.4 unterhalb des Piezos zusehen. Die untere Glaskeramik dient zum Halten der Saphirstäbe, auf welchen sich schließlich der Schlitten (nicht in der Abbildung zu sehen) mit der Tunnenspitze bewegt. Die gesamte Rastereinheit wird

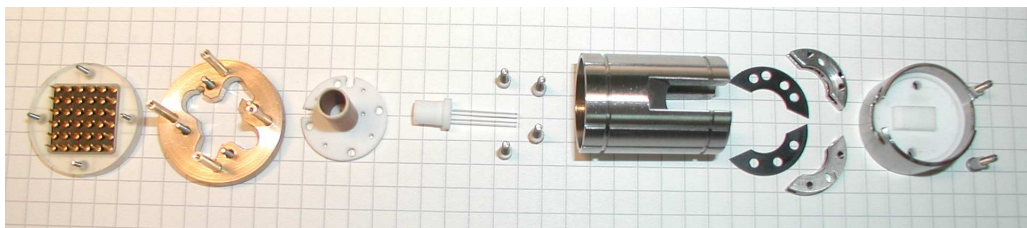


Abbildung 2.4: RTM-Einzelteile

Das Bild zeigt die Einzelteile, die das eigentliche RTM darstellen. Von links nach rechts sind dies der 36-poliger Stecker, der Piezo, die Saphirstäbe, der RTM-Körper und die Probehalterung.

schließlich mit einem Edelstahlkörper verschraubt. Dieser Edelstahlkörper ist in zwei

¹⁰Material: Macor®

Segmente aus drei Teilen unterteilt. Das obere Edelstahlsegment ist der Hauptzylinder des RTMs. Im Hauptzylinder befinden sich verschiedene Bohrungen. Die meisten dienen zur Verschraubung der Einzelteile und zur Durchführung von Zuleitungen für Heizer, Thermometer etc. In einer Bohrung ist das Thermometer¹¹ eingeschraubt, damit eine gute thermische Kopplung vorliegt. Das Thermometer wurde gegen ein vorhandenes abgeglichen. Die tiefste, zuverlässig ermittelbare Temperatur beträgt $T = 100$ mK. Das Hauptthermometer an der Mischkammer ist für Temperaturen $T \geq 15$ mK geeignet. In den Hauptzylinder ist ein Mäander eingefräßt. Dort wurde ein verdrahter Widerstandsdraht¹² als Heizdraht eingeklebt. Die unteren zwei Schuhe dienen zur Positionierung der Probe und sind elektrisch isolierend mit dem Hauptzylinder verschraubt. Die Probe wird mit einer teflonisolierten Kappe fixiert. Die Probe ist somit unbeweglich am RTM-Körper angebracht. Zur Kontaktierung der Piezoelemente sowie für das Thermometer und den Heizer ist am oberen Ende ein 36-poliger Stecker angebracht.

Die Tunnelspitze bewegt sich, wie bereits erwähnt, in einem Schlitten auf den Saphirstäben. Die Spitze ist auf dem Schlitten festgeschraubt. Die Zuleitung besteht aus einem sehr dünnen und damit sehr leicht verformbaren Kupferdraht ($d = 18 \mu\text{m}$). Diese führt das Spannungssignal bis an einen Lötkontakt, der sich isoliert am Hauptzylinder befindet.

Schlitten

Für den Aufbau des Schlittens wurden im Wesentlichen zwei verschiedene Konstruktionen getestet. Konstruktion 1 besteht aus zwei zylindrischen Teilen, die mit einer Schraube verbunden werden (Abbildung 2.5(a)), Konstruktion 2 aus einem V-förmigen Bauteil zur Aufnahme der Spitze und einem W-förmigen zur Aufnahme der Saphirstäbe (Abbildung 2.5(b)). Die Funktionsweise beider Konstruktionen ist ähnlich. Sie haben jedoch unterschiedliche Vor- und Nachteile. Beiden ist gemeinsam, dass der obere Teil eine Führungsbohrung hat, in der die Tunnelspitze von oben festgeschraubt werden kann. Weiterhin sind oberer und unterer Teil verschraubt, wobei durch eine Feder der Anpressdruck auf die Saphirstäbe variiert wird.

Doppelzylinder: Vorteile dieser Konstruktion sind die kleineren Auflageflächen und die somit geringere Reibung. Außerdem ist die Gefahr eines Verkantens des Schlittens kaum gegeben. Der Nachteil ist, dass ab einem gewissen Anpressdruck die Saphirstäbe nach außen gedrückt werden können. Die Aufweitung der Saphirstäbe verhindert ein gleichmäßiges Vor- bzw. Zurückrutschen.

W/V: Der entscheidende Vorteil dieser Konstruktion ist, dass sich der Abstand der Saphirstäbe nicht ändern kann und somit ein gleichmäßigeres Vor- bzw. Zurückrutschen gegeben ist. Ein Nachteil dieser Konstruktion ist die größere Reibung aufgrund der größeren Auflagefläche. Bei zu geringem Anpressdruck besteht außerdem die Gefahr des Verkantens.

Der Grobantrieb der Spitze bzw. des Schlittens in vertikaler Richtung beruht auf einem Trägheitsantrieb. Dieser wird im Anhang A.1 genauer erläutert.

¹¹Hersteller: LakeShore, Modell: Cernox 1050-SD

¹²Material: Maganin[®]

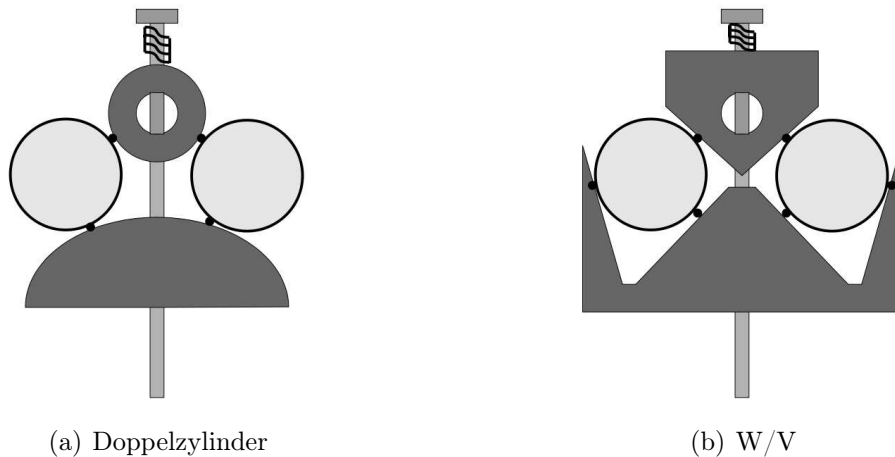


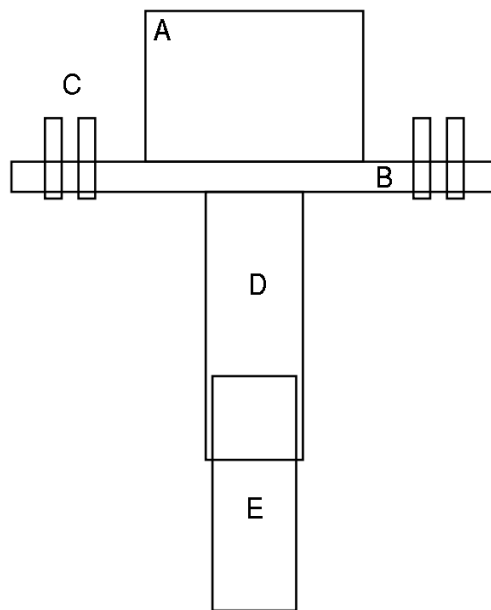
Abbildung 2.5: CuBe-Schlitten

Skizze der Doppelzylinder (a) und W/V (b) Konstruktion des Schlittens zur Aufnahme der Tunnelspitze.

Anbau am Kryostaten

Der Anbau des RTMs an die Mischkammer des Kryostaten ist in Abbildung 2.6 (a) dargestellt. Er besteht aus einer Grundplatte aus Kupfer (B), die mit drei Schrauben an der Mischkammer (A) befestigt wird. Nach oben hin sind die Kupferpulverfilter (C) angebracht, deren genauer Aufbau und Funktion weiter unten erklärt wird. Das eigentliche RTM (E) ist dann an einen Zylinder (D) angeschraubt, um die Probe im zentralen Magnetfeld zu positionieren. Der Aufbau des RTMs ist in dieser Anordnung um 90° im Uhrzeigersinn im Vergleich zu Abbildung 2.4 gedreht. Auf der Fotografie 2.6 (b) ist der gesamte Aufbau inklusive der kompletten Verdrahtung zu sehen.

Die Zuleitungen für den Piezo, das Thermometer und den Heizer laufen alle innerhalb des Kupferzylinders. Strom und Spannungszuleitungen sind außerhalb geführt. Diese Konstruktion erlaubt es, für einen Wechsel der Tunnelspitze recht einfach das gesamte RTM auszubauen.



(a) Skizze



(b) Fotografie

Abbildung 2.6: Mischkammeranbau

Hier skizziert ist der Anbau des RTMs (E) sowie der anderen Bauelemente (Grundplatte B, Cu-Pulverfilter C, Cu-Zylinder D) an die Mischkammer (A) des Kryostaten. Sowie rechts das ganze als Fotografie.

Mechanische Dämpfung des Kryostaten

Zur mechanischen Dämpfung des Kryostaten sind zwei unterschiedliche Mechanismen installiert. Zum einen ein System aus drei Luftpolstern, welches eine Drei-Punkt-Aufhängung darstellt. Der eigentliche Kryostat hängt an einem Gerüst, das auf eben diesem System gelagert ist. Dieses System dämpft den größten Teil der externen mechanischen Schwingungen, zum Beispiel Gebäudeschwingungen oder ähnliches. Die Abschneidefrequenz f_g hat für solche DämpfungsfüÙe typischerweise Werte von $f_g \leq 10$ Hz. Zum anderen wird die Übertragung von Schwingungen aus dem Pumpensystem minimiert. Dies geschieht zum Teil durch einen Federbalg in den Pumpleitungen, so zum Beispiel am Destillenrohr und an der Kondensorzuleitung. Weiterhin sind die Pumpen entweder auf GummifüÙen gelagert ($^3\text{He}/^4\text{He}$ Kreislaufpumpe) oder in einem Nebenraum (1K-Badpumpe) installiert. Zuletzt wurde auch auf ein Befüllen des Stickstoffschildes verzichtet, um Erschütterungen durch den siedenden Stickstoff zu vermeiden.

Mechanische Dämpfung des RTMs

Zur direkten mechanischen Dämpfung des RTMs wurde der Kupferzylinder mit vier Einschnitten versehen und so in eine Art „Stimmgabel“ verwandelt. Das RTM wird dann nur mit zwei Schrauben befestigt und hat so die Möglichkeit mechanische Schwingungen zu dämpfen. Zusammen mit den bereits erwähnten Luftpolstern gewährleistet dies eine hohe mechanische Stabilität des RTMs gegenüber Schwingungen.

2.2.2 Elektronik

Die Steuerung des RTMs übernimmt eine Elektronik von ECS, welche einen digitalen Signalprozessor (DSP) beinhaltet. Er übernimmt die Regelung des Rückkopplungskreises und steuert die verschiedenen analog-digital Wandlerkarten (ADC) und digital-analog Wandlerkarten (DAC). Die ADC- und DAC-Karten verfügen über eine 16 bit Auflösung, wobei der Spannungsbereich fest vorgegeben ist und bei $V = \pm 10$ V liegt. Die daraus resultierenden Probleme sowie die Lösungen werden an den entsprechenden Abschnitten behandelt. Der DSP wird mit einem TurboPascal Programm gesteuert und von einem PC mit MS-DOS betrieben. Die Software lässt leider nur sehr eingeschränkte Messungen zu, und zum Teil werden Messmethoden nicht unterstützt. In dem Strom- Spannungskreis befindet sich ein Stromspannungswandler¹³, welcher eine variable Stromverstärkung bis 10^9 V/A ermöglicht.

Elektrische Dämpfung außerhalb der Kryostaten

Die Ströme, die in dem RTM-Regelkreis fließen, betragen für gewöhnlich zwischen einige zehn Picoampère und einigen zehn Nanoampère. Deshalb ist eine gute Abschirmung sowie eine wohldefinierte elektrische Masse unabdingbar. Die einzige hier im System verwendete Masse ist die Masse des Kryostaten. Dieses bedeutet, dass alle Pumpleitungen elektrisch isoliert von der Kryostatenmasse sein müssen. Außerdem ist der Kryostat elektrisch gegen die Aufhängung isoliert. Die gesamte Elektronik

¹³Hersteller: Femto, Modell: DHCL 200

befindet sich in einer Abschirmkabine, die das System gegen äußere Strahlung im Radiowellenbereich abschirmen soll. Diese Kabine liegt nicht auf Kryostatenmasse. Außerdem wurden für jede Leitung von der Filterbox (siehe unten) bis zum Kryostatenkopf nicht unterbrochene Koaxialkabel¹⁴ verwendet. Zur Steuerung der Piezos

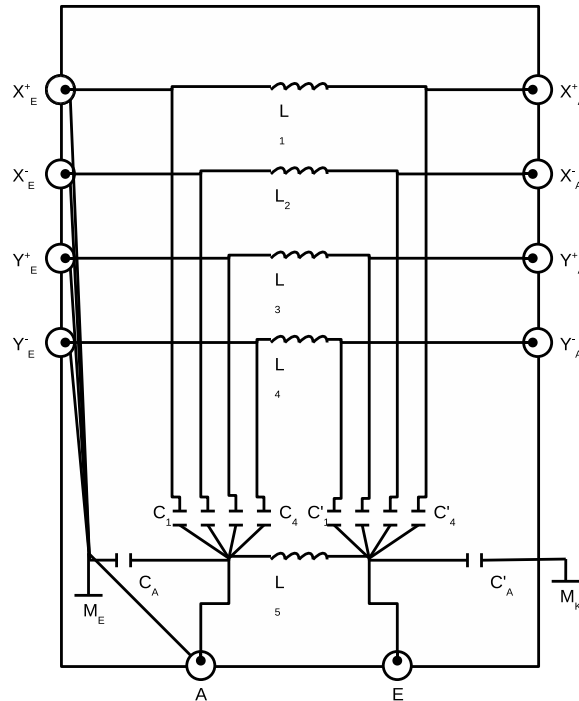


Abbildung 2.7: Filterbox für die Piezozuleitungen

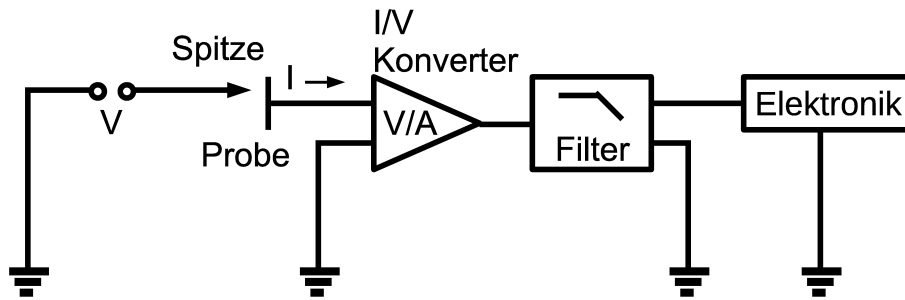
Schematische Darstellung der Filterschaltung für die Piezozuleitungen.

sind nur Signale mit einer Frequenz von einigen hundert Hertz relevant. Signale höherer Frequenzen sind meist nur Störsignale. Um den Einfluss dieser Störungen zu minimieren, wird jedes Signal an die Piezoelektroden mit einem passiven Tiefpass gefiltert. In Abbildung 2.7 ist die Schaltskizze zur Filterung der Piezozuleitungen zu sehen. Die Tiefpassfilter¹⁵ haben eine Abschneidefrequenz von $f \approx 2$ kHz. Streng genommen gilt die vorherige Aussage über die Irrelevanz der Signale mit höherer Frequenz in diesem speziellen System nur für die Rastersignale in x/y -Richtung, da das Z -Signal auch die Grobannäherung übernimmt. Dies wird später noch diskutiert. Die optionalen Anschlüsse A und E (vgl. Abbildung 2.7) sind dafür vorgesehen, wurden aber nicht benutzt.

Auch für die Strom- und Spannungszuleitung wurde eine Filtereinheit eingebaut. Es handelt sich um einen π -Filter mit einer Abschneidefrequenz von $f_g \approx 4$ kHz. Dieser Filter befindet sich im Stromkreis direkt nach dem Stromspannungswandler. Schematisch ist dies in Abbildung 2.8 zu sehen.

¹⁴Modell: RG-59

¹⁵Daten: $C_1 - C_4' = 1,5 \mu\text{F}$, $C_A = C_A' = 6,8 \mu\text{F}$ und $L_1 - L_5 = 1 \text{ mH}$

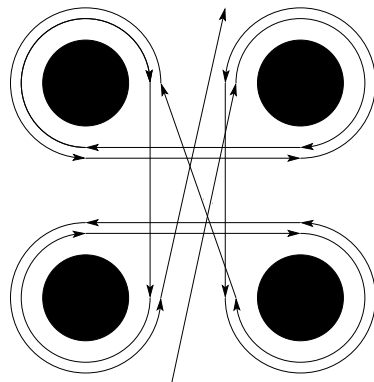

Abbildung 2.8: Schaltung RTM

Schematische Darstellung der Schaltung für den Tunnelstromkreis.

Cu-Pulverfilter

Zur besseren thermischen Ankopplung, hauptsächlich zum Kühlen des Elektronensystems, sowie zur Verminderung des elektrischen Rauschens bei hohen Frequenzen wurden kleine Cu-Pulverfilter gebaut. Die Filter wurden in zwei verschiedenen Ausführungen hergestellt. Zum einen für die Piezo-, Thermometer- und Heizerzuleitungen aus paarweise verdrehtem $d = 100 \mu\text{m}$ Polyamid beschichtetem Cu-Draht, zum andern aus einfachem Draht für Strom- und Spannungszuleitung. Beiden Sorten ist gleich, dass der Cu-Draht, wie in Abbildung 2.9, skizziert zu einer Spule mit $n = 50$ Windungen aufgewickelt wurde, was in etwa einer Drahtlänge von $l = 2 \text{ m}$ entspricht. Der Widerstand beträgt $R = 4,1 \Omega$, die Induktivität $L \approx 100 \mu\text{H}$.

Diese Spulen wurden anschließend in schwarzen Stycast¹⁶ vergossen, um eine zu-



(a) Skizze



(b) Foto

Abbildung 2.9: Cu-Pulverfilter

Skizze (a) und Foto (b) des Aufbaus der Spulen in den Cu-Pulverfiltern.

sätzliche isolierende Schicht zu erzielen. Die so präparierten Spulen wurden dann in eine Kupferhülle gesteckt und diese vollständig mit Kupferpulver mit der Körnung $d = 50 \mu\text{m}$ gefüllt und anschließend mit einem Zweikomponentenkleber¹⁷ verschlos-

¹⁶Sycast Epoxy FT 2850

¹⁷Uhu Endfest 300

sen.

Der entscheidende Vorteil dieser Konstruktion ist der Filtereffekt zu hohen Frequenzen aufgrund des Skin效ekts. Abbildung 2.10 zeigt die Dämpfungscharakteristik der

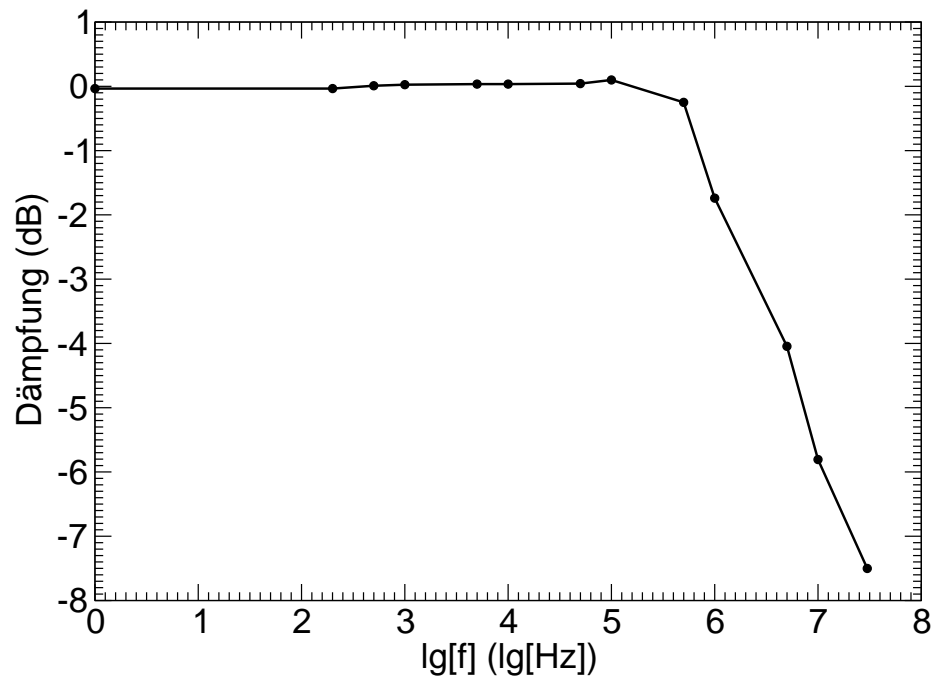


Abbildung 2.10: Dämpfungscharakteristik

Frequenzgang der Leistungsdämpfung in doppellogarithmischer Auftragung.

Cu-Pulverfilter bis $f = 30$ MHz. Gemessen wurde diese Charakteristik mit allen Zuleitungen bis zum eigentlichen RTM-Körper. Ein weiterer Vorteil dieser Filter besteht darin, dass sie auch bei tiefen Temperaturen eingesetzt werden können. Sie können somit im Kryostaten in unmittelbarer Nähe zum RTM in die Zuleitungen eingebaut werden.

Zuleitungen außer- und innerhalb des Kryostaten

Die Gesamtlänge der Zuleitungen zwischen Elektronik und dem RTM beträgt mehrere Meter außerhalb des Kryostaten sowie etwa eineinhalb Meter innerhalb des Kryostaten. Die Zuleitungen außerhalb sind durchgängig bis zum Kopf des Kryostaten geführte Koaxialkabel. Der Anschluss an die Elektronik erfolgt über Standard BNC-Stecker. Am Kryostaten werden SMA Schraubverbindungen genutzt. Innerhalb des Kryostaten mussten die geschlossenen koaxialen Zuleitungen an verschiedenen Stellen unterbrochen werden, da zum einen vorgefertigte Leitungen im Kryostaten benutzt wurden, zum andern zur thermischen Ankopplung der Innenleiter. Alle Zuleitungen sind Koaxialkabel, bis auf den Teil, der sich in den vorher beschriebenen Cu-Pulver Filtern befindet, sowie das letzte Stück Zuleitung zur Spitze. Die nominelle Dämpfungscharakteristik der verwendeten Koaxialkabel¹⁸ innerhalb des Kryostaten ist in Abbildung 2.11 dargestellt. Sämtliche Außenleiter dienen zur Abschirmung und liegen

¹⁸Angaben des Herstellers Lakeshore.

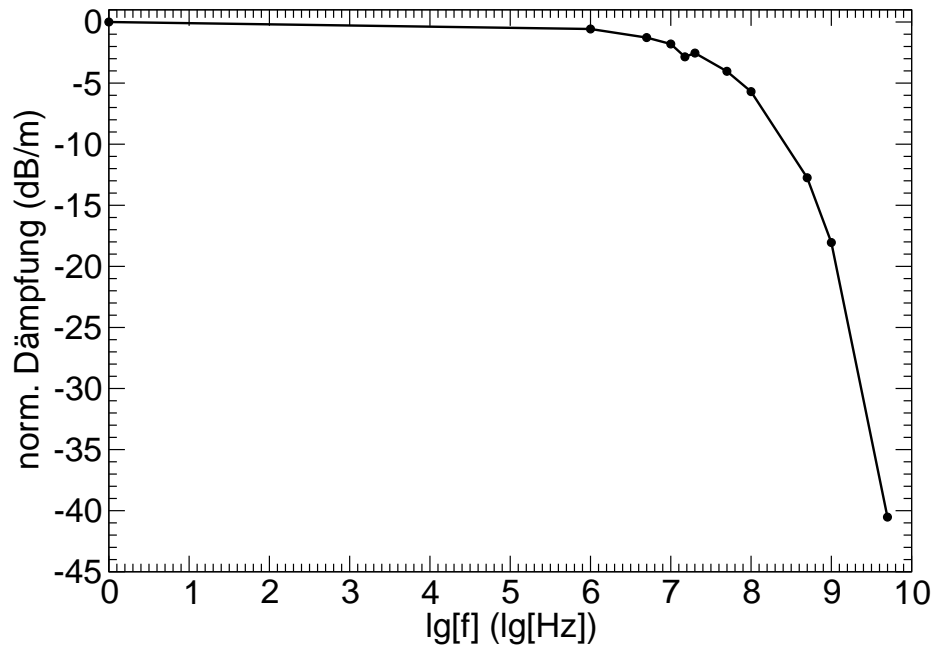
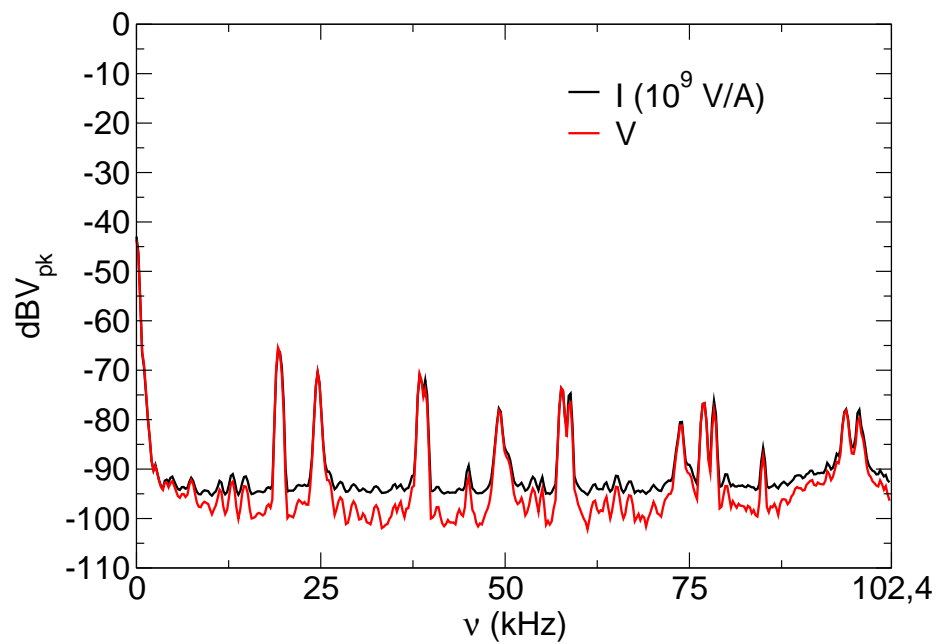


Abbildung 2.11: Dämpfungscharakteristik des Koaxialkabels

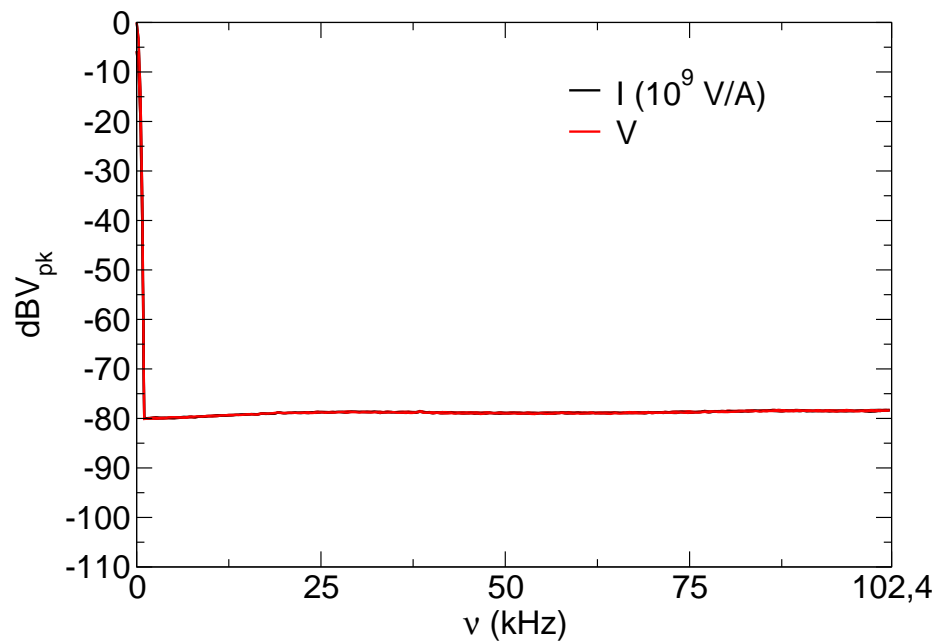
Frequenzgang der nominellen Leistungsdämpfung der verwendeten Koaxialkabel.

auf Masse. Im Idealfall sollte dies an nur einem Punkt geschehen, allerdings ist dies konstruktionsbedingt nicht möglich gewesen, so dass die Erdverbindung ein erstes Mal am Kopf des Kryostaten und ein zweites Mal an der Mischkammer vorgenommen werden musste. Zum Abschluss dieses Abschnittes soll noch die Filterwirkung der ganzen bisher beschriebenen Filter erläutert werden. Im oberen Graphen der Abbildung 2.12(a) ist das Spannungsrauschen in dBV_{PK} als Frequenzspektrum¹⁹ der Strom- und Spannungszuleitung im Frequenzbereich $0 \leq \nu \leq 102,4 \text{ kHz}$ ohne Filter dargestellt. Deutlich erkennbar ist, dass bei vielen Frequenzen stark ausgeprägte Maxima in beiden Leitungen auftreten. Der untere Graph die Abbildung 2.12(b) zeigt das Rauschspektrum nachdem alle Filter eingebaut sind. Grundsätzlich ist festzustellen, dass ausgeprägte Maxima nicht mehr auftreten. Die Grundintensität ist allerdings größer als die Minima ohne Filter. Dies spricht für eine nivellierende Wirkung der Filter. Allerdings ist die Filterwirkung akzeptabel gering mit einer Rauschunterdrückung von $\approx -80 \text{ dB}$.

¹⁹Spektrumanalysator: Stanford Research Systems Model SR780



(a) ohne Filter



(b) mit Filter

Abbildung 2.12: Frequenzspektrum der Zuleitungen

Frequenzspektrum des Rauschens in Strom und Spannungszuleitung. Im oberen Graphen ohne zusätzliche Filter. Unten mit allen im Text beschriebenen Filtern.

3 Ergebnisse

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse der Messungen an verschiedenen supraleitenden Systemen präsentiert. Zu Beginn gibt es in einigen der Abschnitte eine kurze theoretische Einführung über die Besonderheiten der untersuchten Systeme, wie zum Beispiel Mehr-Band-Supraleitung oder d -Wellen-Supraleitung. Diese bauen auf den in Kapitel 1 vorgestellten Theorien auf und geben die hier benötigten Spezialfälle wieder. Auch wurden nicht alle Systeme mit den gleichen Untersuchungsmethoden gemessen; im Wesentlichen gliedern sich die Messungen in Charakterisierung der Proben, gefolgt von den Messungen mittels Punktkontaktspektroskopie und/oder den Messungen mit dem Rastertunnelmikroskop.

3.1 Eisenpnictide

Mit Feststellung der Supraleitung in $\text{LaFeAs}(\text{O}_{1-x}\text{F}_x)$ [5] mit $T_c = 26$ K wurde eine zweite Klasse von Hochtemperatursupraleitern [51] neben den Kupratsupraleitern entdeckt. Die Pnictide und Kupratsupraleiter zeigen viele Gemeinsamkeiten aber auch deutliche Unterschiede. Zunächst sollen kurz einige Eigenschaften der Kuprate erläutert werden und daran anschließend die der Pnictide. Danach wird auf das Ausgangssystem BaFe_2As_2 , der hier gemessenen supraleitenden Pnictide, eingegangen. Es folgt ein kurzer theoretischer Einschub, bevor dann die Ergebnisse der Messungen vorgestellt und diskutiert werden.

Die Kuprate haben einen schichtartigen Aufbau der Kristallstruktur. Allen Kupraten gemeinsam sind die CuO-Ebenen. Die Perowskitstruktur der Kuprate führt zu einem Strukturmotiv aus Oktaedern, deren Ecken aufeinander liegen. Diese Struktur führt zu zwei Effekten: Zum einen ist diese Struktur sehr anfällig gegen strukturelle Störungen und erschwert somit die Interpretation der gemessenen Daten; zum anderen ist in dieser Konfiguration der Metall-Metall-Abstand viel größer als der Abstand zwischen Metall und Ligand [52]. Es handelt sich bei den Kupraten also um zweidimensionale Systeme. Die Ausgangskristalle der Kuprate sind antiferromagnetisch ordnende Isolatoren. Damit Supraleitung auftritt, müssen die Systeme mit Löchern oder Elektronen dotiert werden, d.h. auf jeden Fall die Ladungsträgerkonzentration geändert werden. Durch Dotierung der Systeme wird der magnetische Phasenübergang unterdrückt. Die supraleitenden CuO-Ebenen sind in den Kupraten aufgrund des oben beschriebenen Aufbaus, nur über den Josephson-Effekt gekoppelt. Obwohl der genaue Kopplungsmechanismus bei den Kupraten nicht vollständig verstanden ist, hat sich mittlerweile die Idee der d -Wellen-Supraleitung etabliert, wie sie auch in CeCoIn_5 auftritt (siehe auch Kapitel 3.2.1).

Ebenso wie die Kuprate haben auch die Pnictide einen schichtartigen Aufbau der Kristallstruktur. Allen Eisenpnictiden sind die FeAs-Ebenen gemeinsam. Die Kristallstruktur der Pnictide bevorzugt eine tetragonale Koordination. Das Kristallmo-

tiv besteht in diesem Fall aus Tetraedern, die Kante an Kante liegen. Dies führt zu kleinen Fe-Fe-Abständen in den Pnictiden und sorgt für ein Überlappen der Fe $3d$ -Orbitale [52]. Dies spiegelt sich am Deutlichsten in der Tatsache wider, dass die nicht supraleitenden Ausgangsmaterialien der Pnictide im Gegensatz zu denen der Kuprate bei Raumtemperatur metallisch sind. Auch bei den Pnictiden kommt es zu einer antiferromagnetischen Ordnung in den nicht supraleitenden Ausgangsmaterialien. Zusätzlich weisen sie noch einen strukturellen Phasenübergang bei der gleichen Übergangstemperatur auf. Ob und in wie weit diese beiden Übergänge korreliert sind, ist nicht abschließend geklärt. Pnictide lassen sich sowohl durch Löcher- als auch Elektronendotierung in einen supraleitenden Zustand versetzen. Auch hier wird der magnetische und der strukturelle Phasenübergang unterdrückt, wobei nicht ausgeschlossen werden kann, dass in einigen Verbindungen magnetische und supraleitende Phase koexistieren (vgl. zum Beispiel mit [53]). Neben dem Dotieren bietet sich auch die Möglichkeit, Supraleitung durch Druck zu induzieren [54]. Die strukturellen Störungen, die durch Druck oder Dotierung entstehen, weisen eine große Ähnlichkeit auf [55]. Dies legt die Vermutung nahe, dass in den Pnictiden weniger die Änderung der Ladungsträgerkonzentration die entscheidende Rolle spielt, sondern vielmehr die Änderung der elektronischen Struktur aufgrund der strukturellen Änderungen entscheidend für die Supraleitung ist. Es stellt sich selbstverständlich auch hier die Frage nach dem Kopplungsmechanismus und der Symmetrie des Ordnungsparameters in der neuen Klasse der Hochtemperatursupraleiter. In der BCS-Theorie gibt es eine maximale Sprungtemperatur für Elektron-Phonon gekoppelte Supraleiter von $T = 30$ K [56]. Die bisher einzige Ausnahme für einen metallischen Supraleiter ist MgB_2 . Dort wird diese Grenze überschritten und es tritt Zwei-Band-Supraleitung auf. Dies ist auch ein möglicher Mechanismus in den Pnictiden. Die hier vorgestellten Messungen sollen zeigen, dass man auch Hinweise für Zwei-Band-Supraleitung in $\text{Ba}_{1-x}\text{K}_x\text{Fe}_2\text{As}_2$ und $\text{Ba}(\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x)_2\text{As}_2$ finden kann und dies in alle Kristallrichtungen. Messungen von Szabó et al. [57] zeigen auch das Vorhandensein von zwei Energielücken in $\text{Ba}_{1-x}\text{K}_x\text{Fe}_2\text{As}_2$ (bislang nur in (ab-)Richtung).

3.1.1 Zwei-Band-Supraleiter

Die Entdeckung der Supraleitung [58] in MgB_2 war nicht nur wegen der ungewöhnlich hohen Sprungtemperatur $T_c = 39$ K bemerkenswert. MgB_2 war auch der Supraleiter, bei dem zuerst eindeutig Mehr-Band-Supraleitung nachgewiesen wurde [8, 59, 60, 61]. Dass ein solches Phänomen auftreten kann, wurde schon früh von Suhl et al. [62] vorhergesagt. Im Wesentlichen müssen hierzu zwei Bedingungen für das Auftreten von Mehr-Band-Supraleitung erfüllt werden. Erstens muss die Fermienergie mindestens zwei Bänder schneiden und zweitens muss die Wechselwirkung zwischen den Bändern aufgrund von Störstellenstreuung klein sein. Im Folgenden soll ein sehr einfaches Modell vorgestellt werden, um die Spektren, die man für Zwei-Band-Supraleiter mittels PKS erhält, zu erklären.

In den Betrachtungen in Kapitel 1.2.2 wird von **einer isotropen** Energielücke Δ ausgegangen. Es soll nun kurz erläutert werden wie man das Auftreten von **zwei** Energielücken Δ_1, Δ_2 unter einfachen Bedingungen in den Spektren erkennen kann. Ohne Beschränkung der Allgemeinheit soll von $\Delta_1 > \Delta_2$ ausgegangen werden. Es wird hier eine einfache Gewichtung vorgenommen. Die Beiträge zum Gesamtstrom

werden als voneinander unabhängig angenommen. Dieses Verhalten tritt auf, wenn man Interbandstreuung vernachlässigt. Mit diesem Modell wurden beispielsweise auch die Daten an MgB_2 [24] angepasst und es zeigt sich, dass die gemachten Annahmen durchaus gerechtfertigt sind, da sich die Messungen recht gut beschreiben lassen. Der Gesamtstrom berechnet sich zu:

$$I_{\text{ges}}(V) = (1 - \alpha)I_{\Delta_1}(V) + \alpha I_{\Delta_2}(V)$$

Hierbei gibt der frei wählbare Parameter α die Anteile der einzelnen Beiträge an: es gilt $0 \leq \alpha \leq 1$. Die einzelnen Anteile $I_{\Delta_1}(V)$ und $I_{\Delta_2}(V)$ werden mittels der in Kapitel 1.2.2 vorgestellten BTK-Theorie und deren Erweiterungen berechnet. Einige nach dieser Methode berechnete Spektren sind im Graphen in Abbildung 3.1 gezeigt. Dabei wurden verschiedene Parameter α verwendet und zum Vergleich auch die ungemischten BTK-Spektren mit eingezeichnet. Der Barrierenparameter z wurde hier für

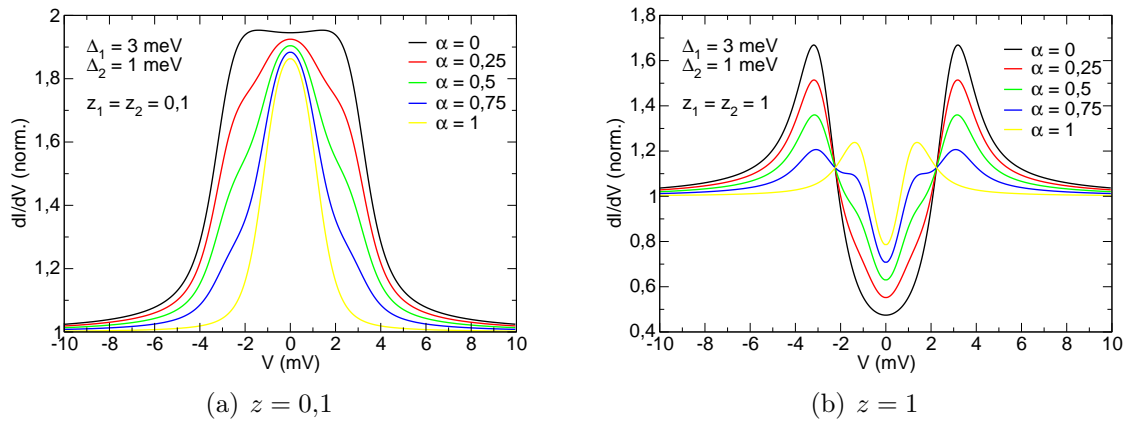


Abbildung 3.1: dI/dV -Kennlinie zwei Energielücken

Die Spektren sind berechnet für verschiedene Gewichtungen α , gleichen Barrierenparameter $z = 0,1$ (a) und $z = 1$ (b) sowie einer Temperatur von $T = 4,5$ K.

beide Anteile gleich gewählt, dies ist aber keine zwingende Annahme. Da dieser Parameter zum Beispiel auch die Fermigeschwindigkeiten der unterschiedlichen Bänder beinhaltet¹, ist es sogar eher wahrscheinlich, dass für die einzelnen Bänder verschiedene z den Kontakt beschreiben. Zum besseren Vergleich mit den Messungen an den Eisenpnictiden wurden die Spektren in Abbildung 3.1 für $T = 4,5$ K berechnet. Für die Spektren in Abbildung 3.1 (a) wurde $z = 0,1$ gewählt, im Graphen (b) $z = 1$. Bei den Berechnungen mit dem kleinen Barrierenparameter $z = 0,1$ zeigt sich das Auftreten einer zweiten Energielücke durch eine zusätzliche Schulter im Andreevspektrum. Diese Schulter ist am ausgeprägtesten für $0,1 \leq \alpha \leq 0,5$. Für die größere Barriere $z = 1$ kann man neben einer zusätzlichen Schulter für kleine α auch das Auftreten weiterer Maxima für $0,5 \leq \alpha \leq 0,9$ erkennen.

Berechnet man in diesem Modell die thermische Verbreiterung der Spektren, so stellt man fest, dass die Signatur der kleinen Lücke bei steigender Temperatur rasch

¹Genauer gesagt: z berücksichtigt die unterschiedlichen Fermigeschwindigkeiten im Supraleiter und im Normalleiter. Im Falle der Zwei-Band-Supraleitung kann die Fermigeschwindigkeit in jedem Band verschieden sein.

überdeckt wird. Exemplarisch wurde die Berechnung für die rote Kurve aus Abbildung 3.1(a) und die blaue Kurve aus Abbildung 3.1(b) durchgeführt. Das Ergebnis ist in den Graphen 3.2(a) respektive (b) dargestellt. Bei den Berechnungen wurde

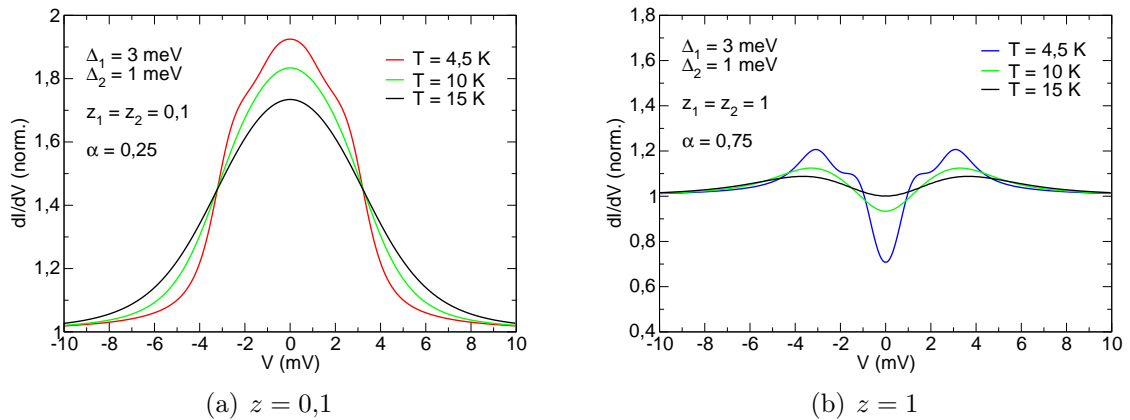


Abbildung 3.2: Temperaturabhängigkeit der dI/dV -Kennlinie

Die Spektren sind berechnet für verschiedene Temperaturen, bei gleicher Gewichtung $\alpha = 0,25$ (a) und $\alpha = 0,75$ (b) und gleichem Barriereparameter $z = 0,1$ (a) und $z = 1$ (b).

Δ_1 und Δ_2 zur Vereinfachung als temperaturunabhängig angenommen. Dies führt zu der scheinbar breiteren Struktur bei höheren Temperaturen. Dies hat jedoch keinen Einfluss auf die zentrale Aussage, dass die thermische Verbreiterung die Signatur der kleinen Struktur früh verdeckt.

3.1.2 BaFe₂As₂

Ausgangssubstanz für die hier untersuchten supraleitenden Eisenpnictide ist das zur ThCr₂Si₂ isostrukturelle BaFe₂As₂, Raumgruppe $I4/mmm$. Die Einheitszelle hat eine Größe von $a = b = 0,39635$ nm und $c = 1,3022$ nm [63].

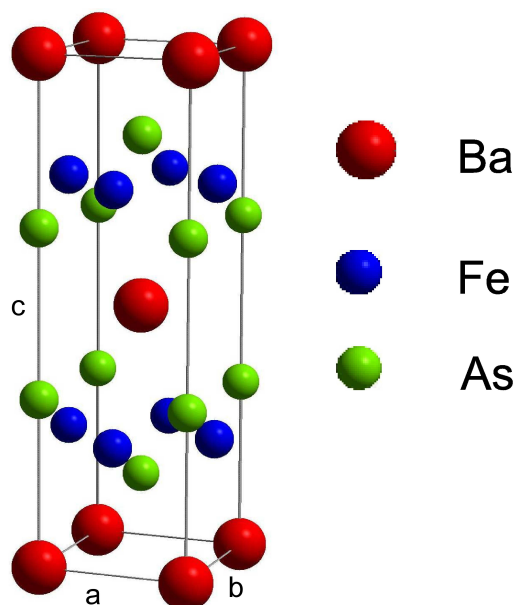


Abbildung 3.3: Kristallstruktur BaFe₂As₂

Tetragonale ThCr₂Si₂-Kristallstruktur (Raumgruppe $I4/mmm$). Gitterparameter $a = b = 0,39635$ nm und $c = 1,3022$ nm.

BaFe₂As₂ zeigt einen strukturellen Phasenübergang bei $T = 140$ K und geht von der tetragonalen Struktur in die translationsgleiche orthorhombische Raumgruppe $Fmmm$ über. Zusätzlich kommt es zu einem magnetischen Übergang. Aufgrund einer Spindichtewelleanomalie kommt es zu einer antiferromagnetischen Ordnung in den FeAs-Ebenen. Dies ist das gleiche Verhalten, das auch bei den normalleitenden Pnictidoxiden festgestellt wurde [64]. Der magnetische Übergang kann durch Druck unterbunden werden und Supraleitung setzt ein [54]. Die supraleitende Übergangstemperatur zeigt ein Maximum bei $P = 4$ GPa mit $T_c(4 \text{ GPa}) = 29$ K. Auch ist es möglich in BaFe₂As₂ Supraleitung durch Dotieren zu erhalten [65]. Die höchste, ermittelte Sprungtemperatur wurde bei $T_c = 38$ K bei einer Löcherdotierung mit 40% Kalium auf den Bariumplätzen beobachtet. Darüberhinaus lässt sich das System auch mit Elektronen dotieren, indem Atome auf Eisenplätzen durch Kobalt ersetzt werden. Im Rahmen dieser Arbeit wurden Proben untersucht, die auf zwei unterschiedliche Arten dotiert wurden. Zum einen durch Lochdotierung mit Kalium auf den Bariumplätzen, zum anderen durch teilweises Ersetzen der Eisenatome durch Kobalt (Elektronendotierung). Alle Proben wurden von Th. Wolf am *IFP, Forschungszentrum Karlsruhe* hergestellt. Für die Qualität und Quantität der Proben möchte ich mich an dieser Stelle herzlich bedanken. Die Proben haben eine typische Abmessung von $1 - 5 \text{ mm}^2$ und eine Dicke von $0,1 - 0,2$ mm.

3.1.3 $\text{Ba}_{1-x}\text{K}_x\text{Fe}_2\text{As}_2$

Untersucht wurden mehrere einkristalline Proben mit zwei verschiedenen Kaliumdotierungen, die Bezeichnungen sind *TWOX 707*, dabei handelt es sich um Proben mit einem Kaliumanteil von $x = 27,8\%$ und *TWOX 709* mit einem Anteil von $x = 32\%$. Die Herstellung der kaliumdotierten Proben erfolgte im Zinnfluss, was durchaus zu unerwünschten Verunreinigungen führen kann, wie dies auch bei den undotierten Proben auftritt [66]. Des Weiteren besteht die Gefahr der Ablagerung von Flussmittel an der Oberfläche. Damit ein Einfluss auf die Spektren von eventuell supraleitendem Zinn mit einer Sprungtemperatur von $T_c = 3,72\text{ K}$ auf der Oberfläche ausgeschlossen werden kann, wurden bei diesen Proben alle spektroskopischen Messungen bei einer minimalen Temperatur von $T_{min} = 4,5\text{ K}$ durchgeführt. Die Qualität der Proben wurde durch Widerstandsmessung und Magnetisierungsmessungen bestimmt.

Widerstand

Die Messung des Widerstandes erfolgte in Vier-Punkt-Geometrie an einer Widerstandsbrücke², die Messung in Abbildung 3.4 wurden von S. Bouvron durchgeführt. Die Kontakte für Stromzuleitung und Spannungsabgriff wurden mit Hilfe von Federkontaktstiften hergestellt. Der Graph in Abbildung 3.4 zeigt die Ergebnisse der Messungen im Bereich des supraleitenden Übergangs. Deutlich zu erkennen ist das

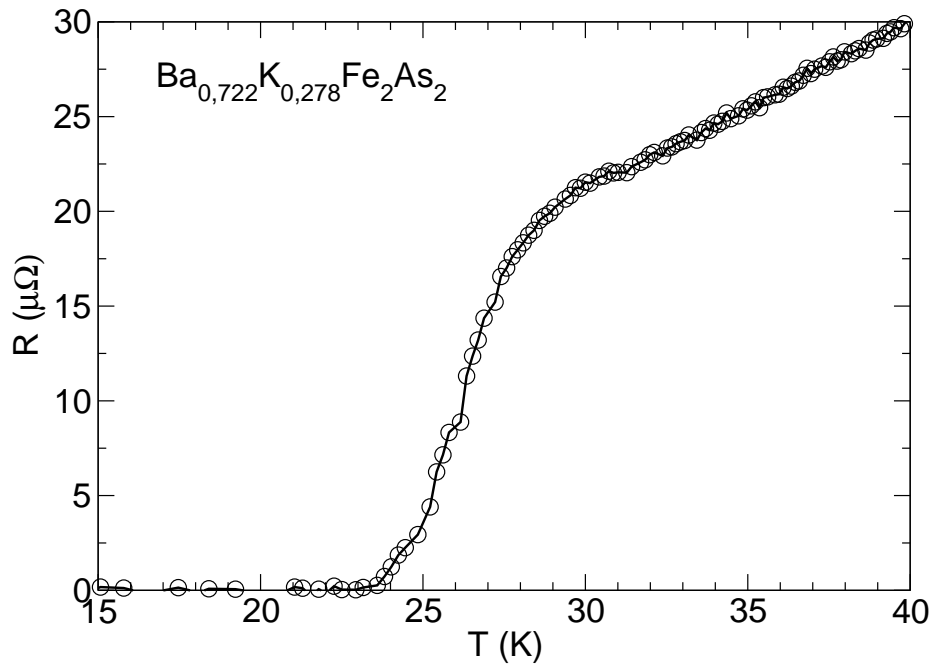


Abbildung 3.4: Widerstandsverlauf von $\text{Ba}_{1-x}\text{K}_x\text{Fe}_2\text{As}_2$

Der Übergang ist stark verbreitert, die kritische Temperatur lässt sich zu $T_c = 26\text{ K}$ bestimmen.

Einsetzen des supraleitenden Übergangs bei $T_{\text{onset}} \approx 28\text{ K}$. Der gesamte Übergangsbereich ist relativ breit $\Delta T_c^{90\%-10\%} = 4,4\text{ K}$. Nimmt man die halbe Sprunghöhe als

²Hersteller: Linear Research, Modell: LR 700

kritische Temperatur $T_c^{50\%}$ so lässt sich eine Sprungtemperatur von $T_c^{50\%} = 26$ K bestimmen. Dies ist im Vergleich zu gegebenen Literaturwerten [67] für eine Dotierung von $x = 27,8\%$ ein wenig reduziert. Diese große Übergangsbreite spricht für Inhomogenitäten der Probe, wie sie durch die Flußzüchtung entstehen kann. Dabei ergibt die Messung des Widerstandes noch einen relativ scharfen Übergang trotz Inhomogenitäten, da der Widerstand sofort auf Null fällt sobald sich ein supraleitender Pfad durch die Probe findet. Zur genaueren Analyse der Inhomogenität und sonstigen Verschmutzungen wurden deshalb Magnetisierungsmessungen durchgeführt.

Magnetisierung

Die Messungen erfolgten in einem kommerziell erhältlichen Vibrationsmagnetometer³. Das Messprinzip beruht auf der Induktion einer Spannung durch die Bewegung eines magnetischen Momentes innerhalb einer Spule [68]. Die Messung erfolgte in einem kleinen magnetischen Feld von $B = 10$ mT. Der Graph (a) in Abbildung 3.5 zeigt die Messungen an TWOX 709; im Graphen (b) ist eine Messung an TWOX 707 gezeigt. Abbildung 3.5 (a) zeigt die Magnetisierungskurven für drei Messungen.

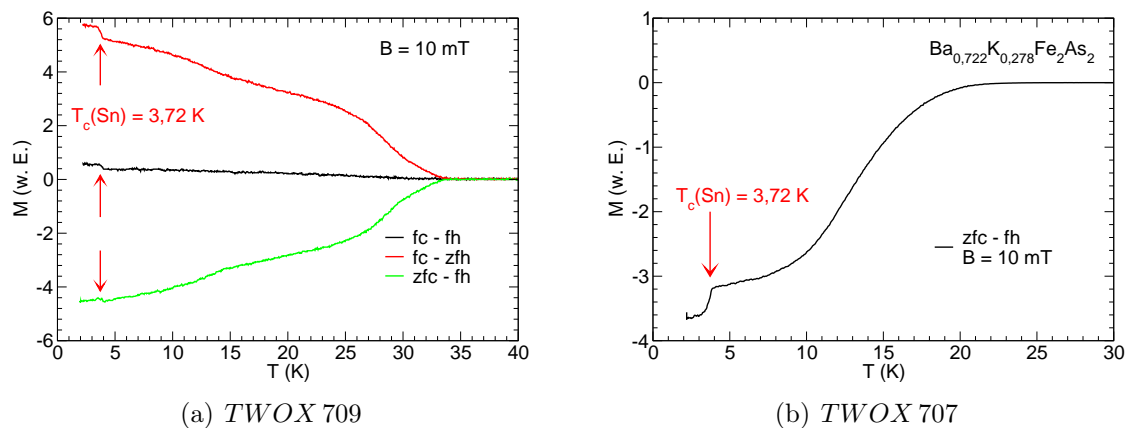


Abbildung 3.5: Magnetisierung von $\text{Ba}_{1-x}\text{K}_x\text{Fe}_2\text{As}_2$

Feldstärke $B = 10$ mT, (a) TWOX 709, (b) TWOX 707. Zusätzlich ist der supraleitende Übergang von Sn bei $T_c(\text{Sn}) = 3,72$ K mit roten Pfeilen markiert.

Die erste Messung in grün zeigt die Messung an der im Nullfeld gekühlt und im Feld geheizten Probe, zweitens die Kurve der im Feld gekühlten und im Nullfeld geheizten Probe in rot, sowie drittens die Messung an der im Feld gekühlten und im Feld geheizten Probe in schwarz. Die grüne Kurve zeigt also das Abschirmverhalten, die rote die Feldverdrängung und die schwarze Kurve das Pinningverhalten. Die Proben zeigen einen sehr kleinen Meißnereffekt. Man kann deutlich den Beginn des supraleitenden Phasenübergangs bei $T_{\text{onset}} = 32$ K erkennen. Dies ist auch das erwartete Verhalten für die nominell stärker dotierte Probe. Die rote und grüne Messkurve zeigen deutlich die Inhomogenität der Probe. Es ist ein wellenartiger Verlauf zu erkennen, was durch stark unterschiedliche Übergangstemperaturen in einzelnen Teilen der Probe erklärt werden kann. Zusätzlich kann man einen diamagnetischen Übergang bei

³Hersteller: Oxford Cryosystems

$T = 3,72 \text{ K}$ erkennen. Dies entspricht der supraleitenden Übergangstemperatur von Zinn ($T_c(\text{Sn}) = 3,72 \text{ K}$). Dieser ist in den Graphen in Abbildung 3.5 nochmals durch Pfeile deutlicher hervorgehoben. Der Sprung erscheint immer positiv. Ursache dafür ist das remanente Magnetfeld der supraleitenden Magnetspule im Kryostaten. Dadurch ist es nicht möglich ohne Feld abzukühlen oder aufzuwärmen. Abbildung 3.5(b) zeigt noch einmal eine Messung des Meißnereffekts bei einer Probe aus *TWOX 707*. Das hier gemessene T_c stimmt gut mit dem aus der Widerstandmessung bestimmten Wert überein. Die Qualität scheint insgesamt besser zu sein, da keine Unregelmäßigkeiten zu sehen sind, bis auf den supraleitenden Übergang bei $T_c(\text{Sn}) = 3,72 \text{ K}$, der auf metallisches Zinn auf der Probenoberfläche und vielleicht sogar Sn-Einschlüsse zurückzuführen ist. Das Vorhandensein solcher Ablagerungen kann man deutlich in Rasterelektronenmikroskopiebildern sehen. Energiedispersive Röntgenspektroskopie zeigt ebenfalls Restspuren von Zinn⁴.

PKS-Messungen

Die spektroskopischen Messungen wurden in zwei Konfigurationen durchgeführt. Zunächst werden die Messungen mit Strom in c -Richtung, d.h. $I \parallel c$, vorgestellt, danach Messungen mit $I \perp c$. Für die Punktkontaktmessungen wurde in allen Fällen eine Pt-Nadel als Gegenelektrode verwendet. Die Pt-Nadel wurde aus einem 0,5 mm dicken Draht zugeschnitten und danach etwas angeschliffen.

Alle Messungen sind in normierter Auftragung des differentiellen Leitwert dargestellt. Zur Normierung wurde der Kontaktwiderstand verwendet. Die Bestimmung des Kontaktwiderstandes erfolgte gemäß der Beschreibung in Kapitel 2.1 für $V = -V_{\text{max}}$. Die relative Änderung des Leitwerts wurde bestimmt nach:

$$\delta G_{\text{rel}} = \frac{G^S - G^N}{G^N} = \frac{dI/dV(0) - dI/dV(-V_{\text{max}})}{dI/dV(-V_{\text{max}})} \cdot 100\%$$

Zur Anpassung der Daten wurden die Spektren von $V = 0$ bis $V = +30 \text{ mV}$ durch hundert äquidistante Punkte interpoliert und anschließend der normalleitende Untergrund abgezogen. Diese Einschränkung ist zulässig, da nach Abzug des normalleitenden Untergrunds über den gesamten Spannungsbereich die Spektren symmetrisch sind. Die Beschränkung auf positive Spannungen und einhundert Punkte erhöht die Geschwindigkeit der Berechnungen entscheidend und liefert immer noch zuverlässige Ergebnisse. Bei der Anpassung im Rahmen der Zwei-Band-Supraleitung wurden sieben Parameter variiert. Δ_1 , z_1 und Γ_1 für die Berechnung des Leitwerts nach BTK für die große Energielücke sowie Δ_2 , z_2 und Γ_2 für die kleine Energielücke, des Weiteren der Gewichtungsfaktor α . Ermittelt wurde die beste Anpassung durch Minimieren der quadratischen Abweichung $\chi^2 = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (G_{\text{norm}}^{\text{Messung}}(V_i) - G_{\text{norm}}^{\text{Theorie}}(V_i))^2$, wobei $N = 100$ die Anzahl der interpolierten Datenpunkte sowie $G_{\text{norm}}^{\text{Messung}}(V_i)$ und $G_{\text{norm}}^{\text{Theorie}}(V_i)$ der gemessene bzw. berechnete normierte Leitwert ist. Die Abschätzung der Energielücke für nicht angepasste Spektren erfolgte anhand der Breite der Struktur bei 90% der relativen Änderung, ausgehend vom maximalen Leitwert.

⁴Die Aufnahmen wurden am *Labor für Elektronenmikroskopie* von P. Pfundstein durchgeführt und sind hier nicht abgebildet

$I \parallel c$

Punktkontakte mit Strom in c -Richtung wurden in der Nadel-Amboss Konfiguration hergestellt. Dabei wurde die leicht angespitzte Pt-Nadel auf die Probenoberfläche aufgesetzt. Ein Spalten der Probe entlang der ab -Ebene war aufgrund der geringen Dicke leider nicht möglich. Deshalb muss bei der Interpretation der Ergebnisse das Vorhandensein von Oberflächenverunreinigungen mit in Betracht gezogen werden. Dies wird bei den Messungen an den kobaltdotierten Proben in Kapitel 3.1.4 näher erläutert. Es waren in diesem Fall nur Messungen an Proben der Serie *TWOX 707* möglich, da nur bei diesen eine ausreichend große Oberfläche zur Verfügung stand. Im Folgenden werden nun Spektren an unterschiedlichen Kontakten und deren Temperaturabhängigkeit gezeigt. Diese sind repräsentativ für die auftretenden Strukturen bei den Messungen mit $I \parallel c$.

Die Spektren in Abbildung 3.6 wurden aufgenommen bei einem Kontaktwiderstand von $R = 130 \Omega$. Die relative Änderung des Leitwerts beträgt in dieser Messung 26 %. Des Weiteren zeigen die Spektren eine deutliche Asymmetrie zwischen positiver und negativer Spannung, die auch nicht für Temperaturen oberhalb der supraleitenden Sprungtemperatur verschwindet. Ursachen dieser Asymmetrie werden am Ende des Kapitels diskutiert. Die Spektren wurden bei Temperaturen zwischen $T = 4,5 \text{ K}$ und

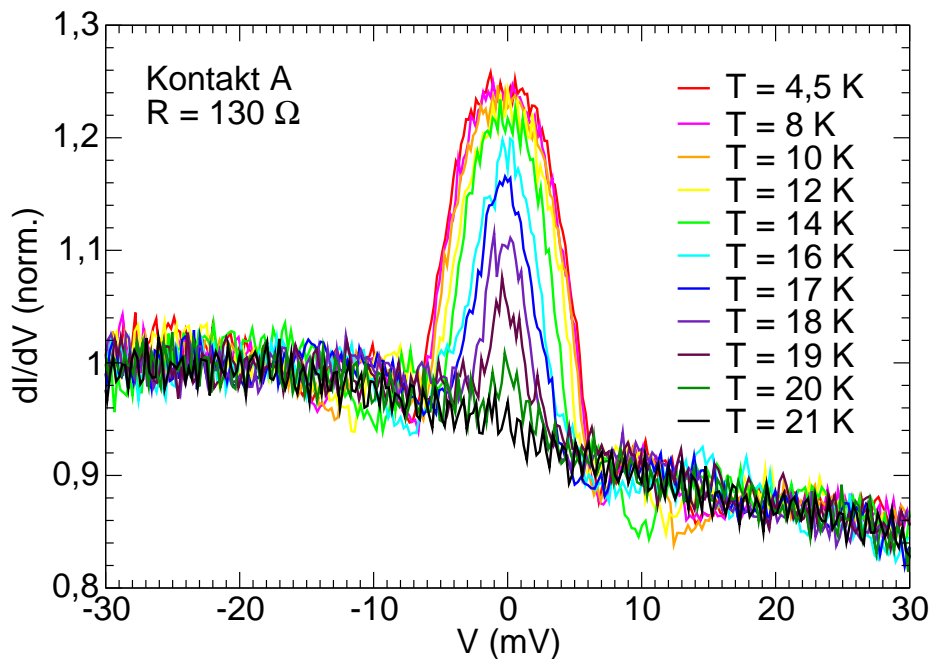


Abbildung 3.6: Differenzieller Leitwert $\text{Ba}_{1-x}\text{K}_x\text{Fe}_2\text{As}_2$

Temperaturabhängigkeit des differentiellen Leitwerts eines Punktkontaktes (Kontakt A) mit $R = 130 \Omega$ und $I \parallel c$.

$T = 21 \text{ K}$ aufgenommen. Die Erhöhung des Leitwerts aufgrund der Andreevreflexion verschwindet bei $T = 21 \text{ K}$. Anhand dieses Kriteriums wurde für alle Kontakte die Sprungtemperatur bestimmt, aufgrund der Inhomogenität der Probe variiert sie für jeden Kontakt zwischen 20 K und 26 K . Dies liegt im Rahmen der bereits erwähnten Verbreiterung durch Inhomogenitäten. In Abbildung 3.6 sind alle gemessenen Kurven

bis $T = T_c$ aufgetragen. Für $T = 4,5$ K wurden die Daten im Rahmen der Zwei-Band-Supraleitung sowie im Rahmen der gewöhnlichen BTK-Theorie angepasst. Das Ergebnis dieser Berechnungen ist in Abbildung 3.7 gezeigt. Die ermittelte mittlere quadra-

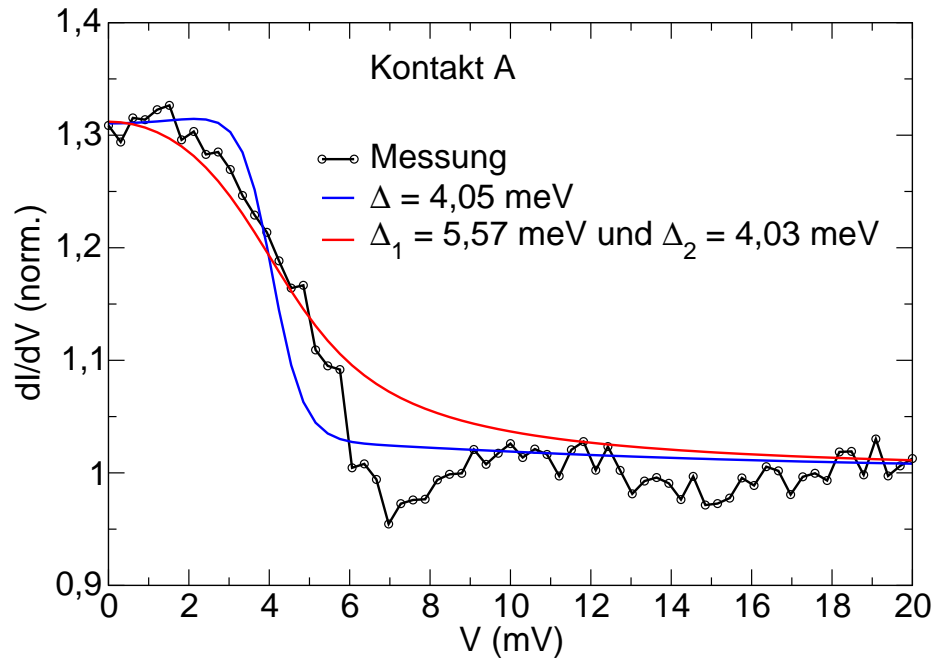


Abbildung 3.7: Vergleich

Anpassung Kontakt A bei $T = 4,5$ K in blau BTK-Kurve für Ein-Band-Supraleiter in rot Modell für Zwei-Band-Supraleiter.

tische Abweichung ist in beiden Fällen in etwa gleich groß. Die aus dieser Anpassung gefundenen Werte sind $\Delta = 4,05$ meV, $z = 0,13$ und $\Gamma = 10,62$ meV für die Berechnung mit einer Energielücke, mit einer quadratischen Abweichung $\chi^2 = 0,7 \cdot 10^{-3}$ sowie $\Delta_1 = 5,57$ meV; $z_1 = 0,64$; $\Gamma_1 = 14,43$ meV; $\Delta_2 = 4,03$ meV; $z_2 = 0,05$; $\Gamma_2 = 1,54$ meV; $\alpha = 0,64$ und $\chi^2 = 1 \cdot 10^{-3}$ für die Rechnungen mit dem Modell für Zwei-Band-Supraleitung. Bei dieser Messung ist eine zweite Struktur bei größerer oder kleinerer Energie nicht eindeutig zu erkennen. Deshalb wurde die Berechnung der Temperaturabhängigkeit im Rahmen der gewöhnlichen BTK-Theorie durchgeführt. Dazu wurde die bei tiefster Temperatur ermittelten Parameter für z und Γ konstant gehalten und lediglich die Energielücke als freier Parameter variiert. Das Resultat dieser Analyse ist in Abbildung 3.8 dargestellt. Man erkennt, dass die Anpassung für steigende Temperatur schlechter wird. Die berechnete Energielücke scheint zu groß zu sein. Als Ursache kommt die Temperaturabhängigkeit inelastischer Streuprozesse in Frage, diese wird mit einem festen Γ nicht berücksichtigt. Auf die Temperaturabhängigkeit der Energielücke wird später näher eingegangen. Infolgedessen erhöht sich die mittlere quadratische Abweichung mit steigender Temperatur bis zu einem maximalen Wert von $\chi^2(T = 20 \text{ K}) = 0,9 \cdot 10^{-3}$.

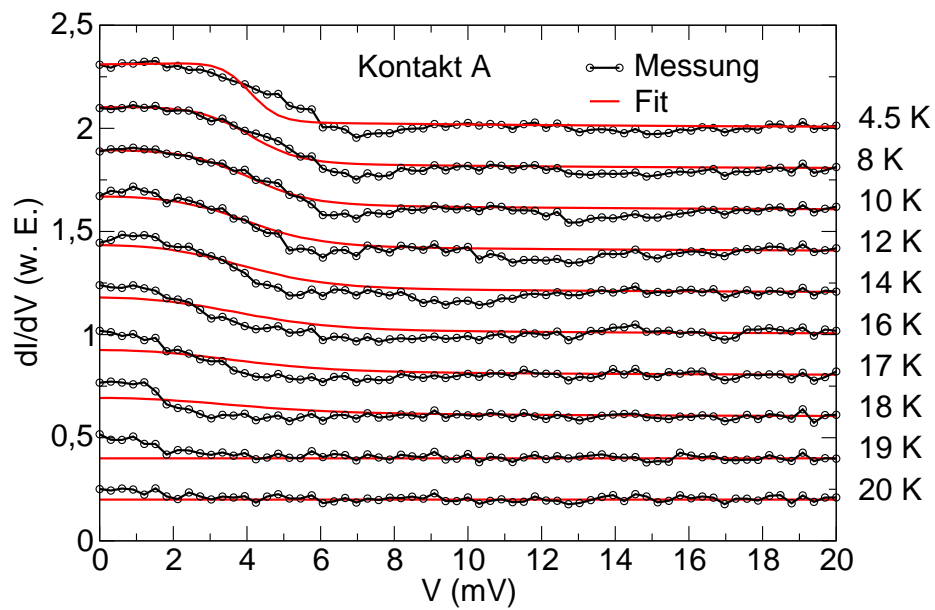


Abbildung 3.8: Temperaturabhängige Anpassung

Anpassung der Temperaturabhängigkeit des differentiellen Leitwerts (Kontakt A), im Rahmen der gewöhnlichen BTK-Theorie.

Der Graph in Abbildung 3.9 zeigt eine Messung bei einem Kontaktwiderstand von $R = 22 \Omega$. Die hier auftretende Struktur lässt auf eine Energielücke von $\Delta \approx 20 \text{ meV}$ schließen. Daraus resultiert für diesen Kontakt mit einer kritischen Temperatur von $T = 26 \text{ K}$ das Verhältnis $2\Delta/k_B T_c = 17,8$. Im Vergleich zur BCS-Theorie mit $2\Delta(0)/k_B T_c = 3,5$ stellt dies einen ziemlich großen Wert dar. Allerdings ist deut-

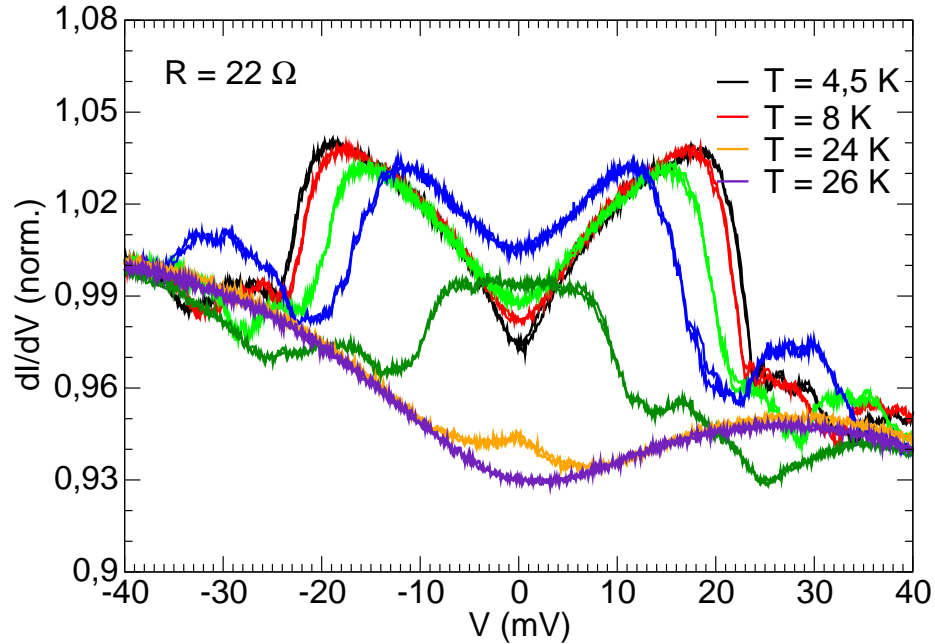


Abbildung 3.9: Differenzieller Leitwert $\text{Ba}_{1-x}\text{K}_x\text{Fe}_2\text{As}_2$

Temperaturabhängigkeit des differentiellen Leitwerts eines Punktcontactes mit $R = 130 \Omega$ und $I \parallel c$. Die Größe der hieraus abgeschätzten Energielücke ist $\Delta \approx 20 \text{ meV}$.

lich zu sehen, dass sich diese breite Struktur mit steigender Temperatur verschmälert und schließlich bei T_c verschwindet. Somit kann man davon ausgehen, dass man es hier mit einer ursächlich supraleitenden Eigenschaft zu tun hat. Die relative Änderung im Leitwert ist recht gering und beträgt lediglich 5%. Alle Messungen zeigen wieder die bereits erwähnte Asymmetrie. Die Spektren bei Messungen oberhalb von T_c zeigen wieder eine Struktur bei $V = 0$ mit einer Breite von 30 mV, die allerdings eine Verringerung des Leitwerts aufweist.

Die beiden Spektren bei tiefster Temperatur in den Abbildungen 3.6 und 3.9 zeigen jeweils nur eine deutlich zu erkennende Struktur, jedoch bei sehr unterschiedlichen Energien. Es können aber auch bei Messungen mit $I \parallel c$ Spektren gefunden werden, die deutliche Hinweise auf das Vorhandensein einer zweiten Energielücke geben, wie die nun folgenden Spektren zeigen. Es wird daher vermutet, dass die Messungen in Abbildung 3.6 nur die kleine Lücke aufweisen, wohin gegen die Spektren in Abbildung 3.9 nur die große Energielücke zeigen. Wie bereits erwähnt, ist davon auszugehen, dass der z -Parameter für die zwei Bänder in unterschiedlichen Kontakten stark variiert. Dadurch ist es möglich, dass für manche Kontakte nur Signaturen einer Energielücke gesehen werden können.

Abbildung 3.10 zeigt die Messungen an einem Kontakt mit einem Kontaktwiderstand von $R = 34 \Omega$. Die Aufnahme der Temperaturabhängigkeit dieses Spektrums konnte

nur bis $T = 15$ K erfolgen, da der Kontakt sich danach aufgrund einer Störung mechanisch geändert hatte. Auch hier tritt, wie in allen vorherigen Messungen eine deutliche Asymmetrie zwischen positiver und negativer Spannung auf. Besonders deutlich kann

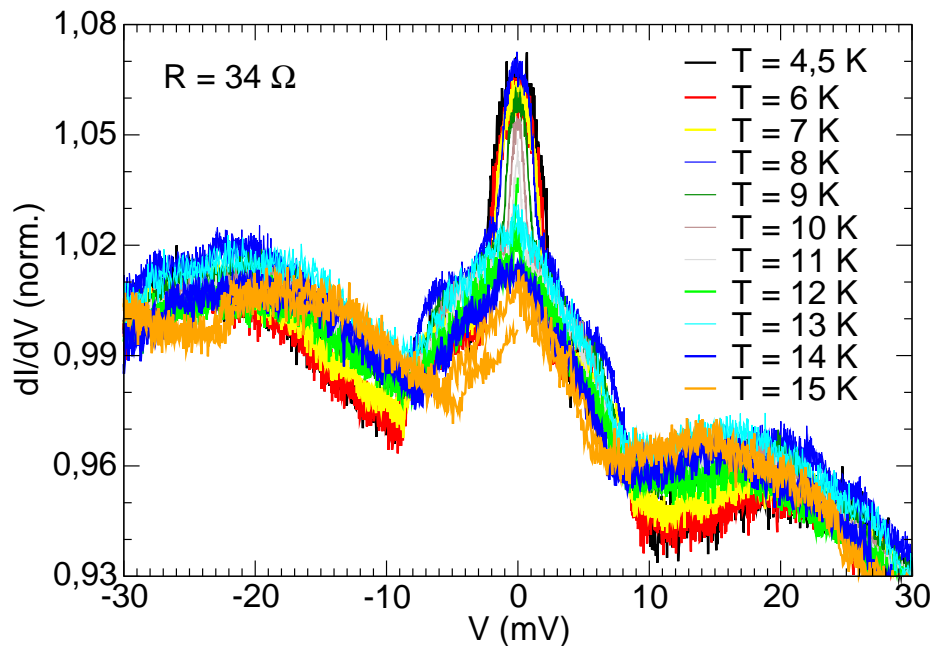


Abbildung 3.10: Differenzieller Leitwert $\text{Ba}_{1-x}\text{K}_x\text{Fe}_2\text{As}_2$

Temperaturabhängigkeit des differentiellen Leitwertes eines Punktkontaktes mit $R = 34 \Omega$ und $I \parallel c$. In diesem Fall sind Strukturen zu erkennen, die auf zwei Energielücken hinweisen.

man aber hier das Vorhandensein einer weiteren Schulter im Andreevspektrum sehen. Es scheint, dass auch dieser Kontakt noch ein Minimum im Leitwert aufweist, welches dem supraleitenden Spektrum überlagert ist, wie dies schon in dem vorangegangenen Kontakt beschrieben wurde. Die Größe der zwei Energielücken lässt sich abschätzen zu $\Delta_1 \approx 9$ meV und $\Delta_2 \approx 3$ meV. Da keine Messungen mit $T \geq T_c$ möglich war, kann keine quantitative Analyse erfolgen, da das Abziehen des normalleitenden Hintergrundes nicht durchgeführt werden kann.

Auch die Spektren des Kontaktes in Abbildung 3.11 zeigen Hinweise auf das Vorhandensein einer zweiten Energielücke. Es zeigt sich ein Minimum bei ca. $V = \pm 10$ mV, sowie eine Schulter bei $V = \pm 2,4$ mV, diese Strukturen sind durch Pfeile markiert.

Die Messung wurde bei einem $R = 48 \Omega$ Kontakt durchgeführt. Die Temperaturabhängigkeit konnte bis $T > T_c$ bestimmt werden. Neben der Asymmetrie zwischen positiver und negativer Spannung, weist dieser Kontakt keine weitere Struktur für kleine Spannungen bei Temperaturen $T > T_c$ auf. Die relative Änderung im Leitwert beträgt hier 40 %, was den höchsten Wert von allen gemessenen Kontakten darstellt. Hier wurde eine Anpassung im Rahmen des Modells für Zwei-Band-Supraleiter durchgeführt. Die Werte für $z_{1,2}$, $\Gamma_{1,2}$ und α wurden ebenfalls aus der Anpassungen für $T = 4,5$ K bestimmt und für die Analyse der Temperaturabhängigkeit festgehalten. Das Ergebnis der Berechnungen ist in Abbildung 3.12 zu sehen.

Die Rechnung bei $T = 4,5$ K liefert $\Delta_1 = 18,00$ meV; $z_1 = 1,29$; $\Gamma_1 = 7,38$ meV;

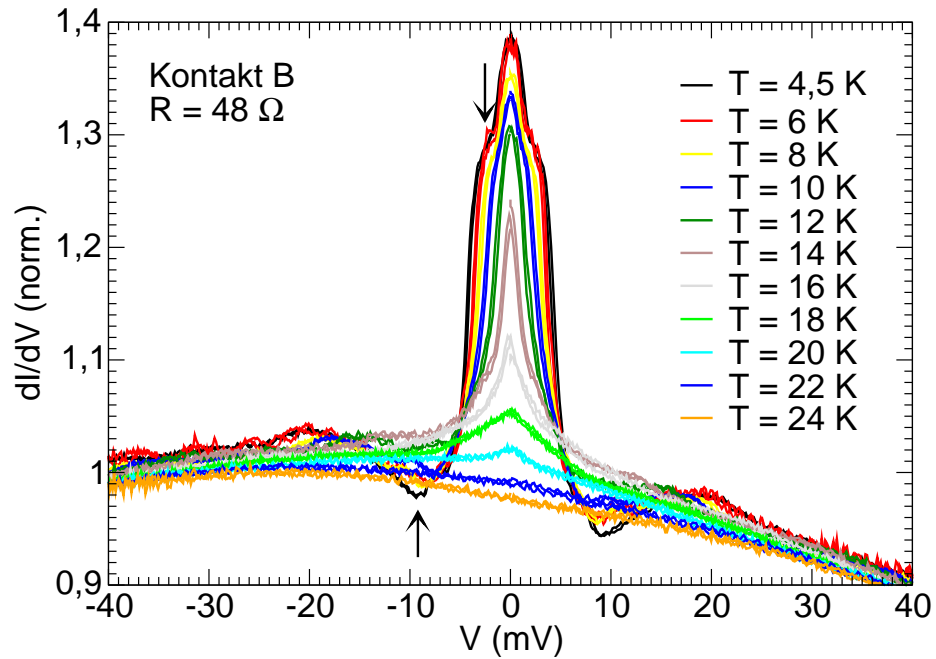


Abbildung 3.11: Differentieller Leitwert $\text{Ba}_{1-x}\text{K}_x\text{Fe}_2\text{As}_2$

Temperaturabhängigkeit des differentiellen Leitwerts eines Punktkontaktes mit $R = 48 \Omega$ und $I \parallel c$. Die hier auftretenden Strukturen zeigen das typische Verhalten, das für zwei Energielücken erwartet wird, die durch Pfeile markiert sind.

$\Delta_2 = 3,86 \text{ meV}$; $z_2 = 0,09$; $\Gamma_2 = 1,07 \text{ meV}$ und $\alpha = 0,82$. Die mittlere quadratische Abweichung beträgt $\chi^2 = 2 \cdot 10^{-4}$. Es zeigt sich wiederum eine Abweichung mit steigender Temperatur. Auch hier scheinen die berechneten Energielücken etwas zu groß zu sein, wobei die quadratische Abweichung maximal $\chi^2 = 3 \cdot 10^{-4}$ bei $T = 14 \text{ K}$ beträgt.

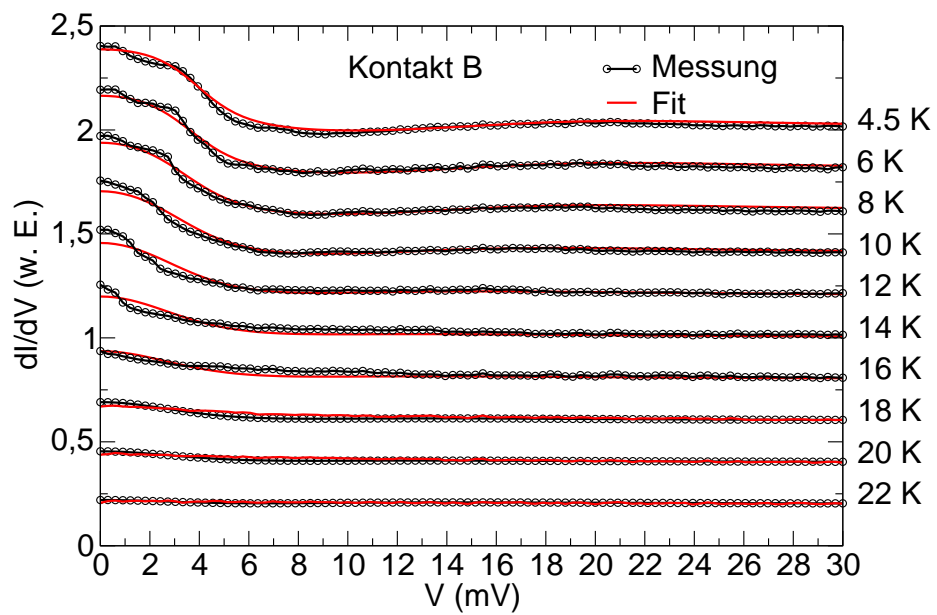


Abbildung 3.12: Temperaturabhängige Anpassung

Die Anpassung erfolgte hier im Rahmen des Modells für Zwei-Band-Supraleiter.

$I \perp c$

Zur Realisierung von Kontakten mit Strom senkrecht zur c -Richtung wurde die „Kante- zu Kante-“ Methode benutzt. Dabei wurde der Pt-Draht in Kontakt mit einer der Seitenflächen der Probe gebracht. Von der in den Probenhalter eingespannten Probe wurde ein Stück abgebrochen, um eine saubere Kontaktfläche zu erhalten. Abbildung 3.13 zeigt eine typische temperaturabhängige Messung in dieser Konfiguration an einer Probe aus *TWOX 707*. Gemessen wurde die Temperaturab-

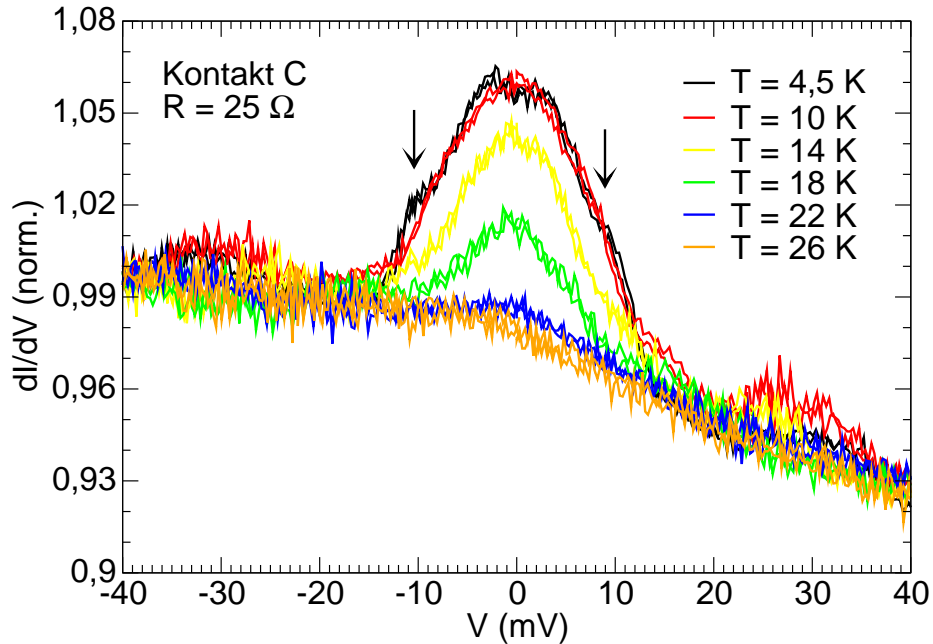


Abbildung 3.13: Differenzieller Leitwert $\text{Ba}_{1-x}\text{K}_x\text{Fe}_2\text{As}_2$

Temperaturabhängigkeit des differentiellen Leitwerts für einen Kontaktwiderstand von $R = 25 \Omega$ und $I \perp c$. Die Schulter (Pfeile) im Leitwertmaximum ist ein Indiz für das Auftreten einer zweiten Energielücke.

hängigkeit von $T = 4,5 \text{ K}$ bis $T = 26 \text{ K}$. Der Übersichtlichkeit wegen sind Messungen in $\Delta T = 4 \text{ K}$ Schritten gezeigt. Der Kontaktwiderstand dieses Kontaktes beträgt $R = 25 \Omega$. Die Erhöhung des Leitwerts aufgrund der Andreevreflektion ist deutlich zu sehen. Die relative Änderung beträgt allerdings lediglich 8%. Die Erhöhung des Leitwerts für Energien innerhalb der Energielücke verschwindet wie erwartet mit steigender Temperatur. Auch in dieser Richtung bleibt eine Asymmetrie in den Spektren für Temperaturen oberhalb von T_c bestehen. Bei genauerer Betrachtung kann man neben dem breiten Maximum bei $V = \pm 14 \text{ mV}$ in der Messung für $T = 4,5 \text{ K}$ noch eine weitere Struktur bei $V = \pm 9 \text{ mV}$ erkennen (Pfeile). Diese kleine Schulter in den Messungen ähnelt wieder stark denen, die man theoretisch für eine zweite Energielücke erwartet. Man kann also hier eine zweite Lücke vermuten. Leider wird die kleine Struktur recht schnell von der großen überdeckt, was aber durchaus nicht unüblich ist, wie in Abschnitt 3.1.1 gesehen.

In Abbildung 3.14 ist das Resultat für die Anpassung im Rahmen des Zwei-Band-Modells für $T = 4,5 \text{ K}$ gezeigt. Die Parameter der besten Anpassung sind

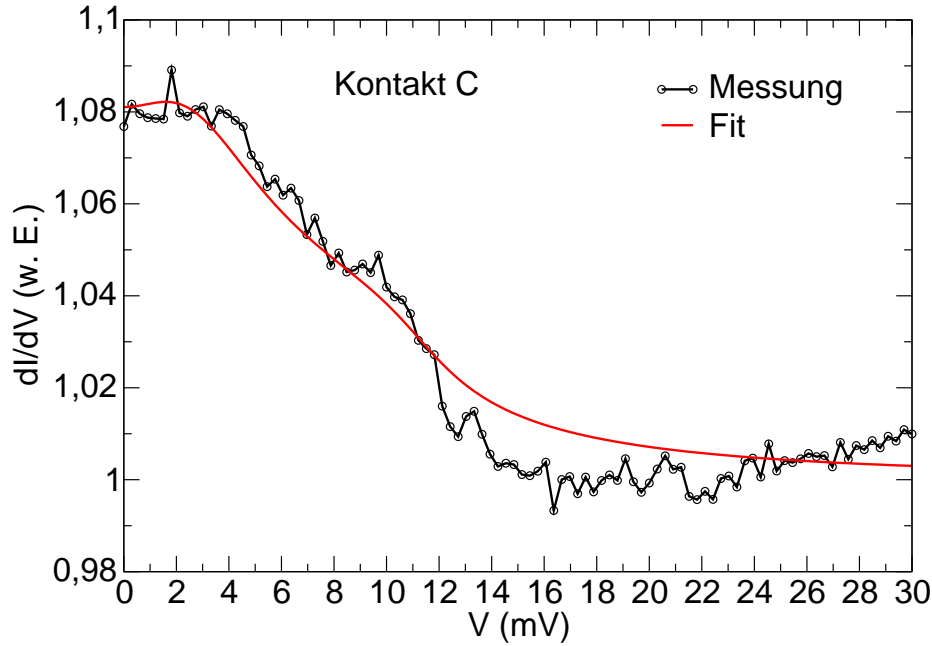


Abbildung 3.14: Anpassung bei $T = 4,5$ K
 Anpassung nach Zwei-Band-Modell für $T = 4,5$ K.

$\Delta_1 = 11,15$ meV; $z_1 = 0,01$; $\Gamma_1 = 1,39$ meV $\Delta_2 = 2,05$ meV; $z_2 = 0,44$; $\Gamma_2 = 3,00$ meV
 und $\alpha = 0,95$ mit einer quadratischen Abweichung von $\chi^2 = 5 \cdot 10^{-5}$. Wie bereits
 zuvor wurde auch für diesen Kontakt die temperaturabhängige Anpassung durch-
 geführt. In Abbildung 3.15 sind die entsprechenden Kurven aus Abbildung 3.13
 dargestellt. Ebenso wie in den Rechnungen zuvor ist ein zu großer Wert der Ener-
 gielücke für steigende Temperaturen zu beobachten. Es muss noch erwähnt werden,
 dass die Rechnungen für $T \rightarrow T_c$ aufgrund des Rauschens der Messwerte und
 den kleinen Änderungen im Leitwert nicht sehr zuverlässig sind. Abbildung 3.16
 zeigt eine weitere Messung mit $I \perp c$, dieses mal an einer Probe aus *TWOX 709*.
 Der Kontaktwiderstand betrug bei dieser Messreihe $R = 47 \Omega$. Die Messungen
 erfolgten im Temperaturbereich von $T = 4,5$ K bis $T = 36$ K, auch hier sind der
 Übersichtlichkeit wegen nur ausgewählte Spektren eingezeichnet. Die gesamte auf
 Andreevreflektion zurückzuführende Struktur ist hier ein wenig breiter als in bei
TWOX 707 in Abbildung 3.13. Dies ist für eine Probe mit größerer Sprungtempe-
 ratur zu erwarten. Das Verhalten der Leitwerterhöhung mit der Temperatur ist wie
 erwartet und die Struktur verschwindet mit Erreichen der kritischen Temperatur.
 Die relative Änderung im Leitwert weicht mit 2,5% aber auch hier stark von dem
 erwarteten Faktor zwei ab. Die Messungen an dieser Probe weisen die gleiche Form
 der Asymmetrie zwischen positiver und negativer Spannung wie die Messungen mit
 $I \parallel c$ auf. Es zeigt sich hier auch noch eine Struktur auf den Spektren mit $T > T_c$
 bei $V = 0$ mit einer Breite von ca. 30 mV (vgl. Abbildung 3.9), die nicht mit der
 Supraleitung korreliert zu sein scheint. Die in den Spektren auftretenden Strukturen
 für $T < T_c$, die sich definitiv auf supraleitende Eigenschaften zurückführen lassen,
 erlauben es auch hier zwei Energielücken anzugeben. Für die große Lücke lässt sich
 ein Wert von $\Delta_1 \approx 15$ meV abschätzen, für die kleine $\Delta_2 \approx 9$ meV.

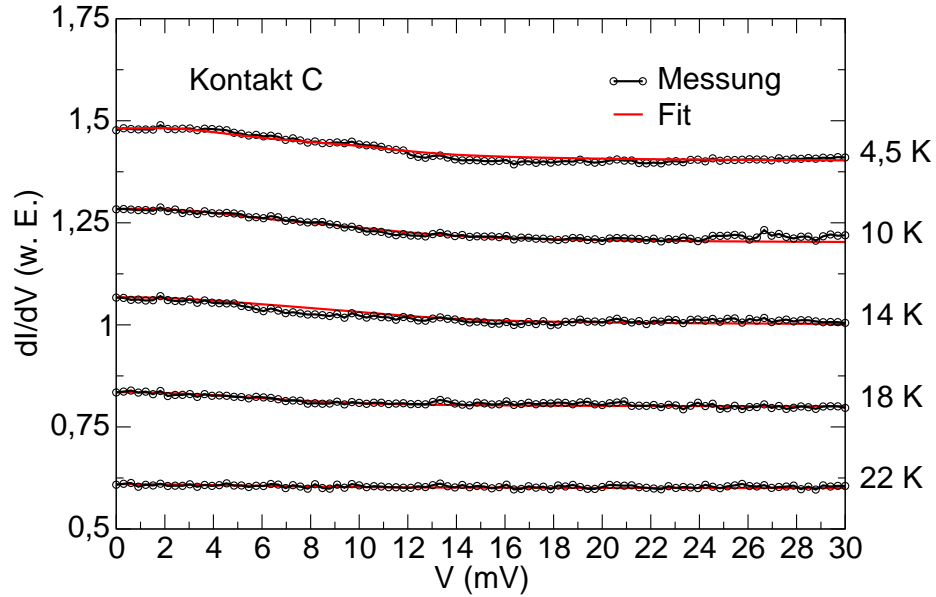


Abbildung 3.15: Temperaturabhängige Anpassung

Die Anpassung erfolgte hier im Rahmen des Modells für Zwei-Band-Supraleiter.

Zusammenfassend lässt sich festhalten, dass es deutliche Anzeichen für das Auftreten zweier Energielücken sowohl in den Messungen für $I \perp c$ als auch für $I \parallel c$ gibt. Die Größe der Energielücke lässt sich aus den auftretenden Strukturen bestimmen. Es ergibt sich für die große Lücke $\Delta_1 \approx 10 - 20 \text{ meV}$ sowie $\Delta_2 \approx 3 - 9 \text{ meV}$ für die kleine Lücke. Wobei man von $\Delta(T = 4,5 \text{ K}) \approx \Delta(T = 0)$ ausgehen kann. Dies stellt einen sehr weiten Bereich dar. Die starke Streuung beruht hauptsächlich auf der Abschätzung der Energielücke anhand des 90 % Kriteriums. Auch die Inhomogenität der Probe und die damit verbundene Streuung in der Übergangstemperatur verhindert eine genauere Bestimmung. Dies reicht aber nicht aus, um die Streuung in den bestimmten Energielücken vollständig zu erklären. Weitere mögliche Ursachen werden am Ende dieses Kapitels näher betrachtet. Die Größe der Energielücke scheint, innerhalb der großen Streuung, isotrop zu sein. Es zeigt sich bei allen Spektren eine deutliche Asymmetrie zwischen positiven und negativen Spannungen, sowie bei einigen Kontakten ein zusätzliches Minimum im Leitwert für $T > T_c$.

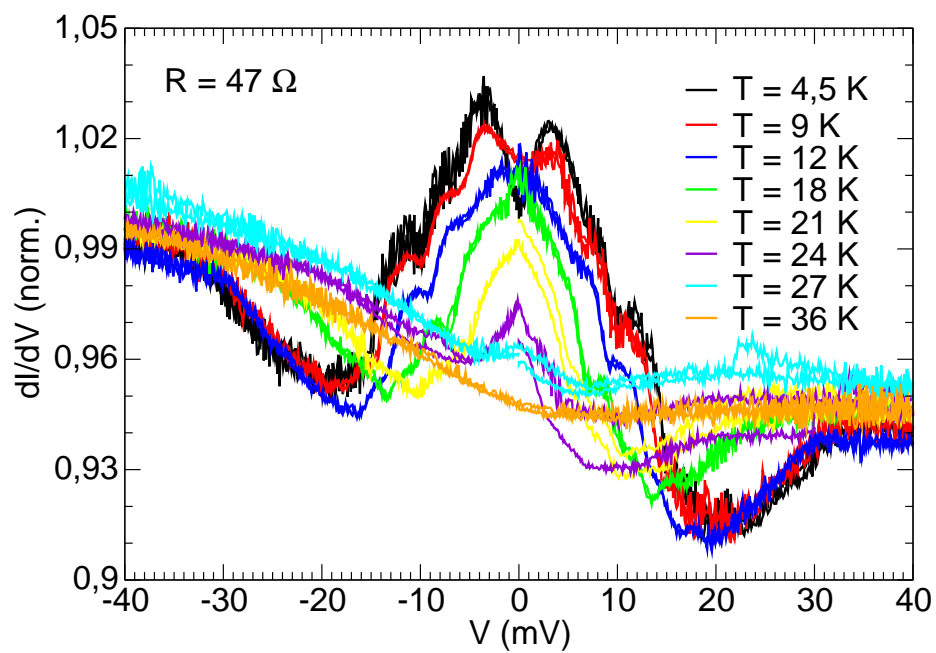


Abbildung 3.16: Differentieller Leitwert $\text{Ba}_{1-x}\text{K}_x\text{Fe}_2\text{As}_2$

Temperaturabhängigkeit des differentiellen Leitwerts für einen Kontaktwiderstand von $R = 47 \Omega$ und $I \perp c$. Auch hier deuten die Schultern im Leitwertmaximum auf das Vorhandensein einer zweiten Energielücke.

3.1.4 $\text{Ba}(\text{Fe}_{1-x}, \text{Co}_x)_2\text{As}_2$

Die Herstellung von $\text{Ba}(\text{Fe}_{1-x}, \text{Co}_x)_2\text{As}_2$ erfolgte im FeAs-Eigenfluss. Dies verbessert die Qualität der Proben, da hier Einschlüsse von Fremdmaterial ausgeschlossen sind. Trotzdem kann es zu Co-Ablagerungen auf der Oberfläche kommen. Diese oxidieren und stellen in manchen Fällen eine isolierende Barriere dar. Die Messungen wurden an verschiedenen Proben aus zwei unterschiedlichen Chargen durchgeführt, die jeweils eine nominelle Co-Konzentration von 8 % aufweisen. Diese tragen die Bezeichnungen *TWOX 751* und *TWOX 764*.

Widerstand

Auch an diesen Proben wurden Widerstandsmessungen in Vier-Punkt-Geometrie durchgeführt. Dabei wurden die Stromzuleitungen seitlich an der Probe mit Leitsilber kontaktiert und die Spannungsabgriffe von oben auf die Probe geklebt. Die Messungen wurden in diesem Fall von O. Berg durchgeführt. Die deutlich bessere

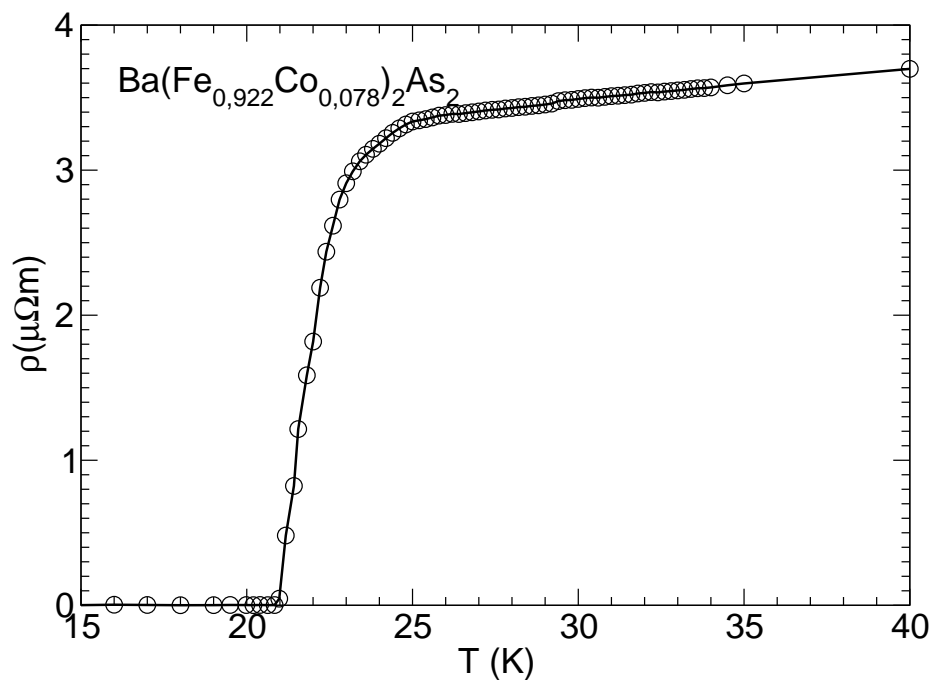


Abbildung 3.17: Widerstandsverlauf $\text{Ba}(\text{Fe}_{1-x}, \text{Co}_x)_2\text{As}_2$

Deutlich schärferer Übergang, die kritische Temperatur beträgt $T_c^{50\%} = 22 \text{ K}$.

Qualität kann man an dem sehr scharfen Übergang im Widerstand (Abbildung 3.17) erkennen. Die Breite des Übergangs beträgt lediglich $\Delta T^{10\%-90\%} = 1,5 \text{ K}$ und die ermittelte Sprungtemperatur ist $T_c^{50\%} = 22 \text{ K}$. Die Verwendung von Leitsilber verschmutzt die Oberfläche und ist zusätzlich ziemlich aufwändig. Deshalb wurden die Übergangstemperaturen an den restlichen Proben wieder mit Hilfe von Magnetisierungsmessungen bestimmt.

Magnetisierung

Exemplarisch ist die Messung an jeweils einer Probe *TWOX 751* (a) und *TWOX 764* (b) in den Graphen in Abbildung 3.18 dargestellt. Die Parameter für die Messungen sind die gleichen wie für die kaliumdotierten Proben. Beide Proben zeigen einen sehr

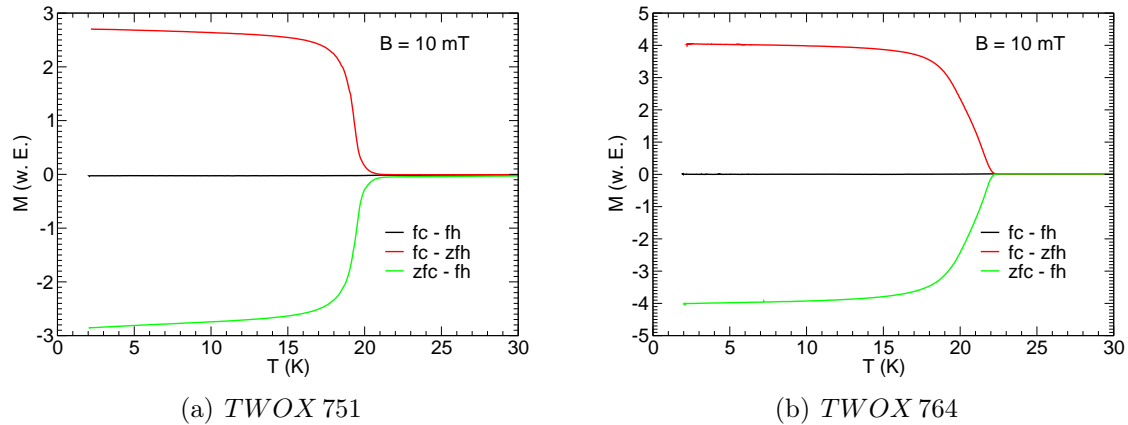


Abbildung 3.18: Magnetisierung $\text{Ba}(\text{Fe}_{1-x},\text{Co}_x)_2\text{As}_2$
 Feldstärke $B = 10 \text{ mT}$, (a) *TWOX 751*, (b) *TWOX 764*.

scharfen Übergang, wobei die Sprungtemperaturen leicht unterschiedlich ($T_c^{751} = 19 \text{ K}$ und $T_c^{764} = 22 \text{ K}$) sind. Diese Messungen bestätigen die vermutete bessere Homogenität der verwendeten Proben. Weiterhin ist ein kleiner Meißnereffekt zu beobachten.

PKS-Messungen

Auch an diesen Proben wurden in den gleichen Konfigurationen, d.h. Strom in c -Richtung ($I \parallel c$) und Strom senkrecht zur c -Richtung ($I \perp c$), gemessen. Die Messungen können hier nicht durch supraleitende Zinn-Verunreinigungen verfälscht werden, weshalb auch tiefere Temperaturen als $T = 4,5 \text{ K}$ gewählt wurden. Probleme wurden bei diesen Proben verursacht durch isolierende Stellen an der Oberfläche, hauptsächlich bei Messungen mit $I \parallel c$. Vermutlich wird dies durch Kobaltoxid verursacht.

$I \parallel c$

In Abbildung 3.19 ist eine Übersicht über die in dieser Konfiguration gemessenen Spektren gezeigt. Leider konnte in dieser Konfiguration keine Temperaturabhängigkeit aufgenommen werden. Allen Messungen gemeinsam ist die leichte Asymmetrie zwischen positiver und negativer Spannung. Die Messungen der Spektren in schwarz wurden bei $T = 2 \text{ K}$ durchgeführt, in blau $T = 5 \text{ K}$. Es ist anzumerken, dass Spektren der gleichen oder ähnlichen Form auch für Messungen bei $T = 2 \text{ K}$ gefunden wurden. Betrachtet man das Spektrum des Kontaktes mit einem Widerstand von $R = 48 \Omega$ (G), so erkennt man ein breites Minimum im Leitwert um $V = 0$. Dies ähnelt sehr einem halbleitenden Verhalten. Das Spektrum gemessen am Punktkontakt mit einem Kontaktwiderstand von $R = 54 \Omega$ (E) kann man sich als Überlagerung des eben

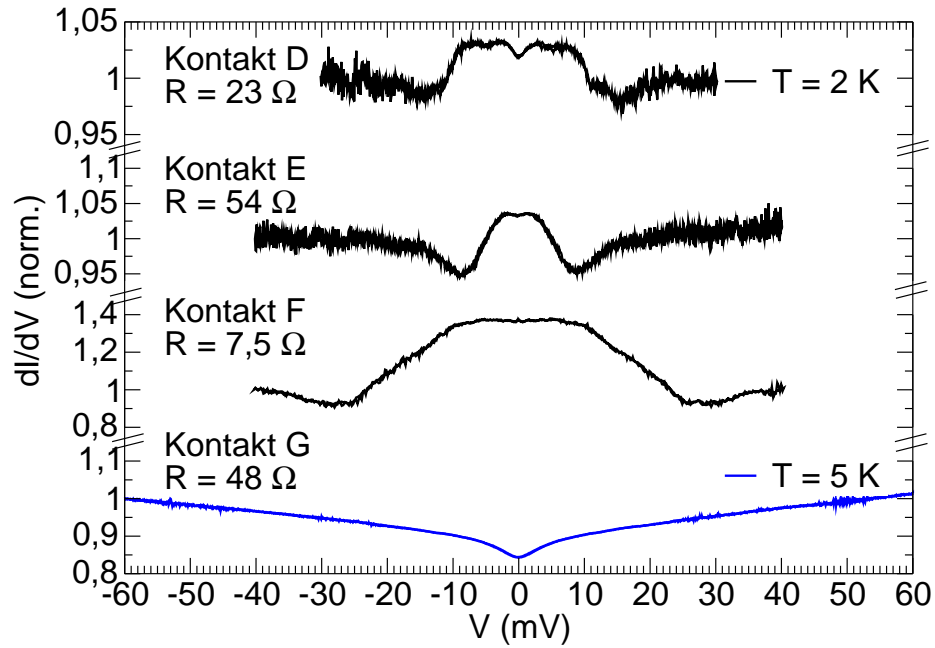
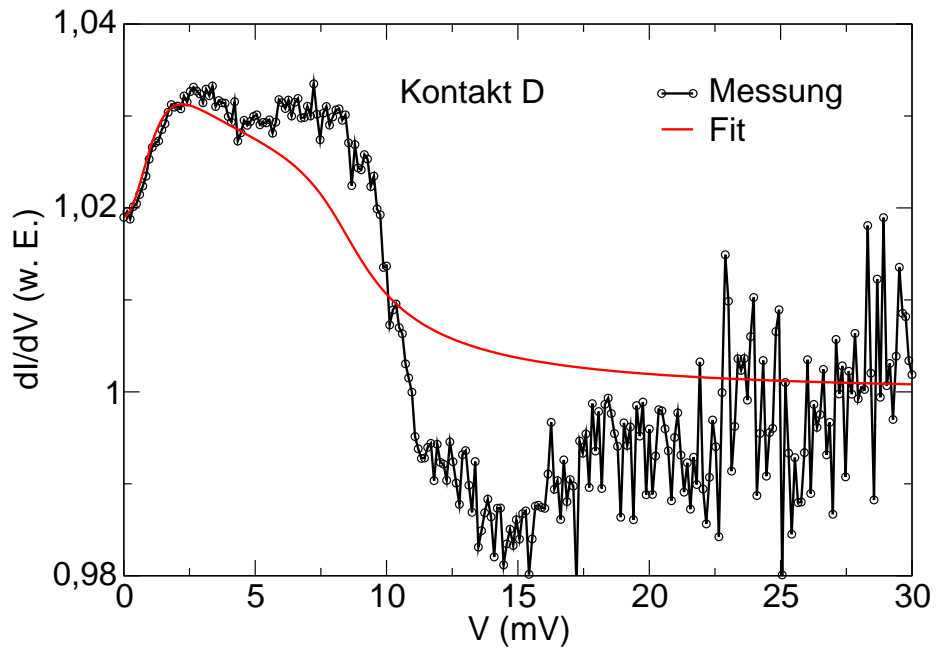


Abbildung 3.19: Differentieller Leitwert $\text{Ba}(\text{Fe}_{1-x},\text{Co}_x)_2\text{As}_2$
 Übersicht über Messungen an vier verschiedenen Kontakten mit $I \parallel c$.

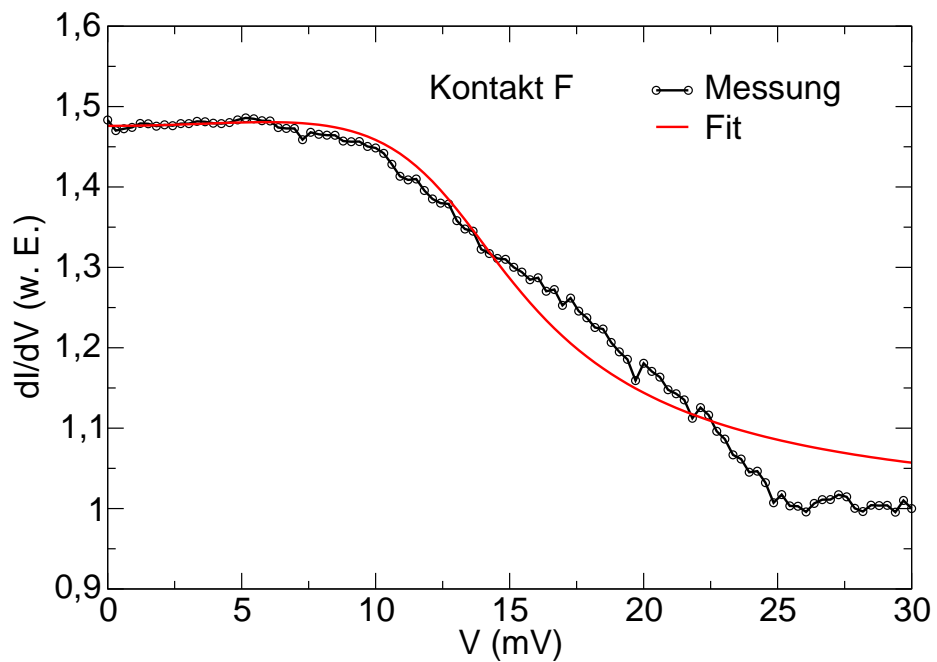
erwähnten halbleitenden Verhaltens aus Kontakt G sowie einem Andreevspektrum vorstellen. Aus dem Spektrum für Kontakt E kann man dann eine Energielücke von $\Delta_2 \approx 6\text{ meV}$ abschätzen.

Die Spektren in Abbildung 3.19 mit $R = 23\ \Omega$ (Kontakt D) und $R = 7,5\ \Omega$ (Kontakt F) zeigen das typische Verhalten eines Andreevspektrums mit zwei Energielücken. In Kontakt D kann man das Auftreten eines zweiten Doppelmaximums erkennen. Bei Kontakt F sieht man eine Schulter wie für die meisten Messungen an den kaliumdotierten Proben. Die Kontakte D und F wurden mittels des Zwei-Band-Modells angepasst. Das Ergebnis ist in den Graphen 3.20(a) und 3.20(b) gezeigt.

Die Parameter der besten Anpassung für Kontakt D sind $\Delta_1 = 8,35\text{ meV}$; $z_1 = 0,03$; $\Gamma_1 = 1,30\text{ meV}$; $\Delta_2 = 0,42\text{ meV}$; $z_2 = 1,06$; $\Gamma_2 = 1,62\text{ meV}$ und $\alpha = 0,96$, bei einer quadratischen Abweichung $\chi^2 = 1 \cdot 10^{-4}$. Man erkennt in der Auftragung, dass die große Lücke vermutlich etwas zu klein berechnet wird. Für Kontakt F wurden folgende Parameter bestimmt $\Delta_1 = 17,6\text{ meV}$; $z_1 = 0,12$; $\Gamma_1 = 6,60\text{ meV}$; $\Delta_2 = 13,05\text{ meV}$; $z_2 = 0,24$; $\Gamma_2 = 3,23\text{ meV}$ und $\alpha = 0,81$. Hier kann man vermuten, dass die kleine Lücke etwas überschätzt wird. Die mittlere quadratische Abweichung beträgt in diesem Fall $\chi^2 = 1 \cdot 10^{-3}$. Hauptursache für den Fehler in der Berechnung ist, dass es nicht möglich war, den normalleitenden Hintergrund abzuziehen. Wie in den Kontakten E und G zu sehen, kann den Messungen ein halbleitender Hintergrund überlagert sein, der zur präzisen Analyse auf jeden Fall abgezogen werden sollte.



(a) Kontakt D



(b) Kontakt F

Abbildung 3.20: Anpassung bei $T = 2\text{ K}$

Ergebnis der Berechnung für die Kontakte D und F im Rahmen des Modells für Zwei-Band-Supraleitung.

$I \perp c$

Die Messungen mit $I \perp c$ wurden auch hier in der „Kante- zu Kante-“ Methode durchgeführt. In Abbildung 3.21 sind die temperaturabhängigen Messungen für einen Kontakt mit einem Kontaktwiderstand von $R = 72 \Omega$ aufgetragen. Zur besseren Übersicht wurden die Messungen bei verschiedenen Temperaturen jeweils um 0,05 entlang der y -Achse, gegeneinander verschoben. Es erfolgten von $T = 4,5 \text{ K}$ bis $T = 35 \text{ K}$.

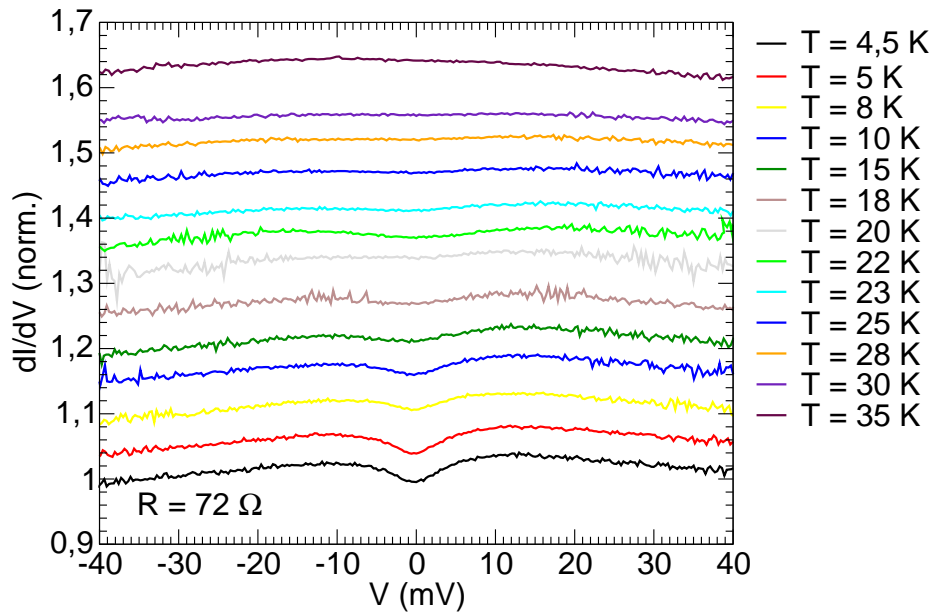


Abbildung 3.21: Differentieller Leitwert $\text{Ba}(\text{Fe}_{1-x}, \text{Co}_x)_2\text{As}_2$

Temperaturabhängigkeit des differentiellen Leitwertes eines Punktkontaktes mit $R = 72 \Omega$ und $I \perp c$, mit einem deutlich parabolischen Hintergrund. Zur besseren Übersicht sind die Messungen, jeweils um 0,05 entlang der y -Achse, gegeneinander verschoben.

Es zeigt sich über den gesamten Spannungsbereich ein Abfall im Leitwert mit einem Maximum bei $V = 0$ und fallenden Flanken bis zur maximalen Spannung. Auf diesem breiten Maximum ist bei Temperaturen $T < T_c$ eine zusätzliche Struktur zu erkennen. Eine Abschätzung für die Größe der Energielücke ist bei der großen Verbreiterung durch den Untergrund in dieser Messung nicht sinnvoll durchzuführen. Die an den kaliumdotierten Proben festgestellte Asymmetrie ist hier deutlich kleiner und zeigt ein umgekehrtes Verhalten. Dies ist besser im Graphen in Abbildung 3.22 zu erkennen. Dort aufgetragen sind die Daten aus der Messung an einem Punktkontakt mit $R = 155 \Omega$. Auch hier zeigt sich zusätzlich eine breite parabolische Struktur über den gesamten Spannungsbereich. Allerdings ist hier die Struktur bei kleinen Energien deutlicher ausgeprägt. Eine Abschätzung der Größe der Energielücke führt zu $\Delta \approx 10 \text{ meV}$. Die Doppelmaximumstruktur verschwindet mit steigender Temperatur, was ein eindeutiges Indiz für einen supraleitenden Ursprung ist. Es muss jedoch erwähnt werden, dass spektroskopische Messungen an einer undotierten BaFe_2As_2 ein sehr ähnliches Verhalten aufweisen. Man kann auch dort eine Doppelmaximumstruktur finden, die mit steigender Temperatur verschwindet. Die Ursache für dieses Verhalten ist völlig unklar. Des Weiteren lässt sich definitiv aus diesen beiden Messungen

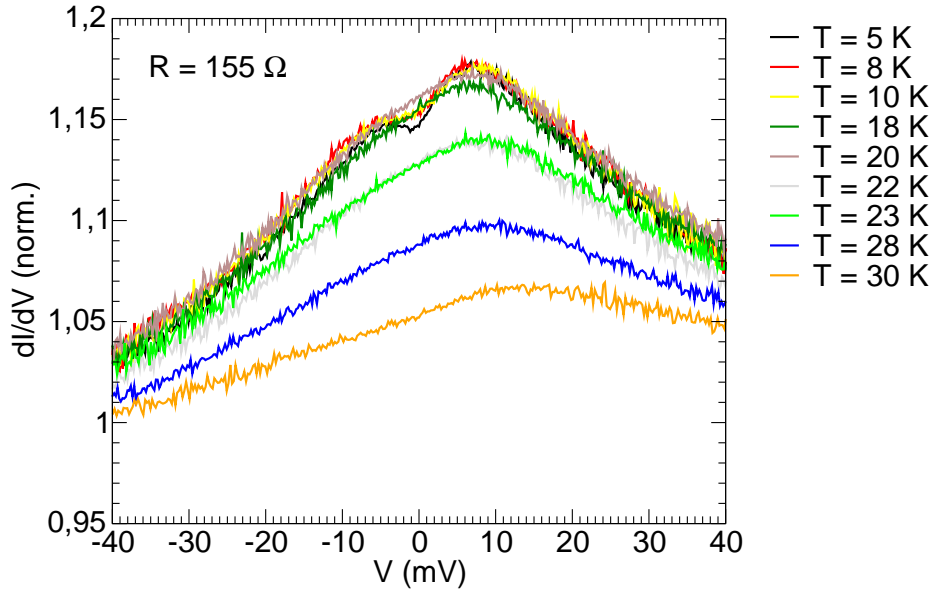


Abbildung 3.22: Differentieller Leitwert $\text{Ba}(\text{Fe}_{1-x},\text{Co}_x)_2\text{As}_2$

Temperaturabhängigkeit des differentiellen Leitwertes eines Punktkontaktes mit $R = 155 \Omega$ und $I \perp c$. Auch hier ist ein parabolischer Hintergrundverlauf zu erkennen, darauf eine kleine Struktur, die auf supraleitende Effekte zurückgeführt werden kann.

keine weitere Struktur in den Spektren erkennen, die auf Zwei-Band-Supraleitung hindeuten würde. Die recht leicht einstellbaren großen Kontaktwiderstände lassen darauf schließen, dass die Oberfläche stark verunreinigt ist. Dadurch kann es zum Verdecken der supraleitenden Eigenschaften kommen.

Bei den Messungen mit $I \perp c$ konnte lediglich ein Kontakt gemessen werden, der Hinweise auf eine Zwei-Band-Supraleitung liefert. Die Spektren sind in Abbildung 3.23 aufgetragen. Das Spektrum für $T = 5 \text{ K}$ zeigt ein deutliches zweites Maximum bei kleineren Spannungen auf einem breiten Maximum im Leitwert. Der Kontakt ist mit $R = 19 \Omega$ recht niederohmig. Dies stützt die oben gemachte Annahme, dass hochohmige Kontakte von Verunreinigungen dominiert werden und die supraleitenden Eigenschaften erst bei kleineren Kontaktwiderständen zu sehen sind. Beide Strukturen verschwinden mit steigender Temperatur und sind bei $T > T_c$ nicht mehr zu erkennen. Wie in den anderen Messungen zuvor bleibt auch hier für höhere Temperaturen ein parabolischer Untergrund zurück. Auch die typische Asymmetrie kann hier beobachtet werden. Nach Abzug des normalleitenden Untergrunds wurde auch hier eine Anpassung im Rahmen des Zwei-Band-Modells vorgenommen. Das Resultat dieser Rechnungen ist in Abbildung 3.24 gezeigt. Die beste Übereinstimmung zwischen Messung und Rechnung bei $T = 5 \text{ K}$ ergab sich für den Parametersatz $\Delta_1 = 15,19 \text{ meV}$; $z_1 = 0,32$; $\Gamma_1 = 6,72 \text{ meV}$; $\Delta_2 = 1,55 \text{ meV}$; $z_2 = 0,14$; $\Gamma_2 = 2,25 \text{ meV}$ und $\alpha = 0,77$. Hierbei beträgt die mittlere quadratische Abweichung $\chi^2 = 6 \cdot 10^{-6}$.

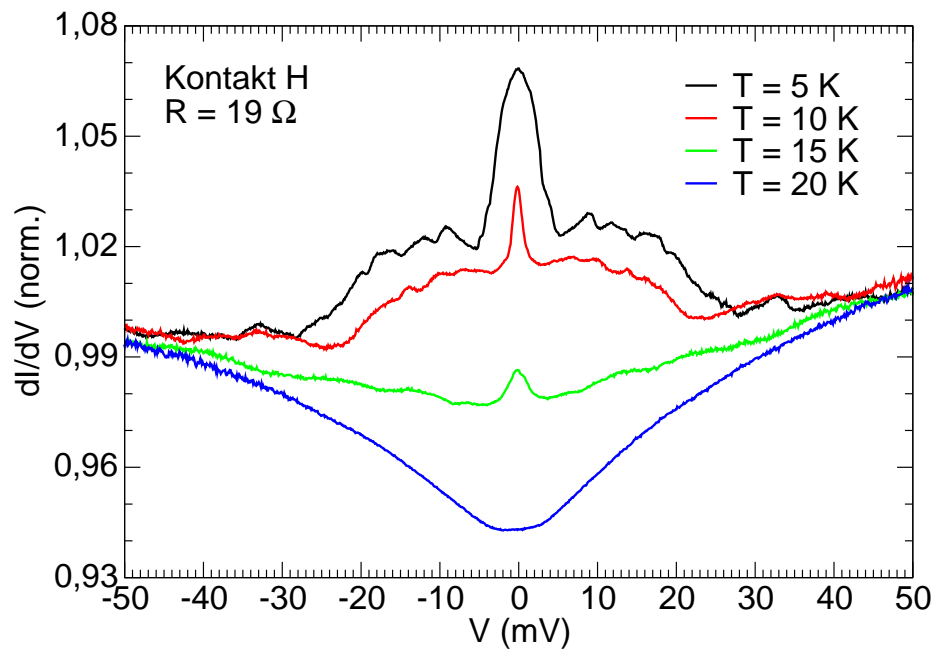


Abbildung 3.23: Differenzieller Leitwert $\text{Ba}(\text{Fe}_{1-x}, \text{Co}_x)_2\text{As}_2$

Temperaturabhängigkeit des differentiellen Leitwerts eines Punktcontactes mit $R = 19 \Omega$ und $I \perp c$. Auch hier ist ein parabolischer Hintergrundverlauf zu erkennen für $T > T_c$. Für $T < T_c$ kann man ein Andreevspektrum für zwei Energielücken erkennen.

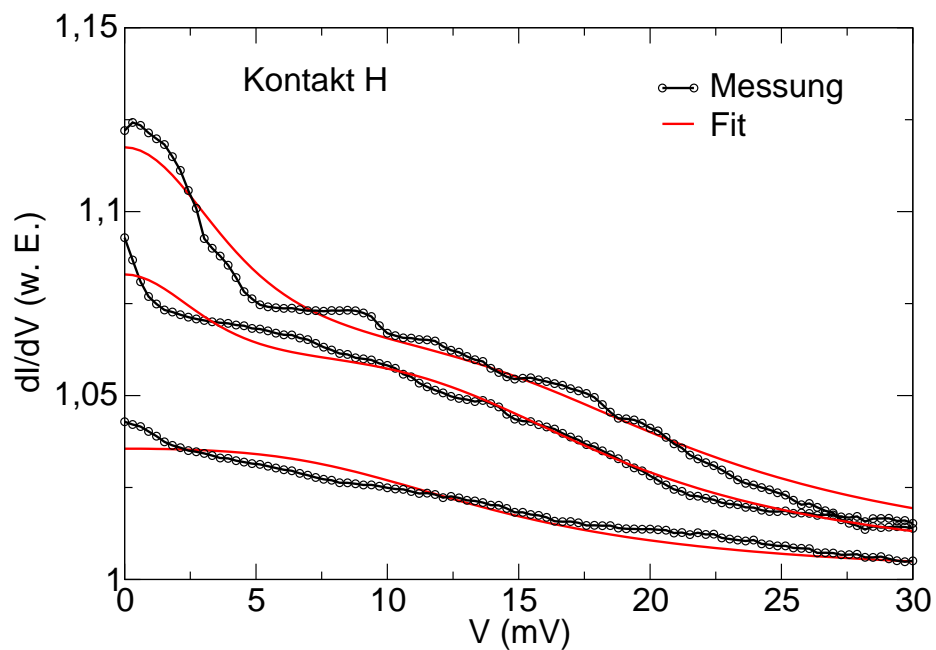


Abbildung 3.24: Anpassung Kontakt H

Temperaturabhängige Anpassungen der Spektren von Kontakt H im Rahmen des Modells für Zwei-Band-Supraleitung.

Die Messungen mit der „Kante- zu Kante-“ Methode sollten die einfacheren sein, um saubere und stabile Kontakte zu erhalten. Sauberer sollten die Kontakte sein, da die Möglichkeit besteht, durch Kratzen Verunreinigungen mechanisch zu entfernen. Die höhere Stabilität ergibt sich aus dem gleichen Grund: Ein Kratzen raut die Kanten an und so bieten sich mehr Möglichkeiten, dass Probe und Spitze sich verkanten und mechanisch stabile Kontakte entstehen. Trotzdem zeigt sich, dass man von Verunreinigungen dominierte Kontakte erhält und zu wirklich niederohmigen Kontakten bei der Messungen gehen muss.

Für die kobaltdotierten Proben lässt sich festhalten, dass man ebenfalls Anzeichen für eine Zwei-Band-Supraleitung finden kann, die Messungen sich aber trotz der besseren Probenqualität erheblich schwieriger gestalten. Die Asymmetrie zwischen positiver und negativer Spannung ist auch hier vorhanden, weist aber das umgekehrte Verhalten gegenüber den kaliumdotierten Proben auf.

Ursache der unerwarteten Hintergrundstrukturen und der Asymmetrie

Es lässt sich vermuten, dass der parabolische Untergrund auf eine reduzierte Zustandsdichte aufgrund des strukturellen Phasenübergangs und dem damit verbundenen magnetischen Phasenübergang entsteht [69]. Dieses Verhalten wurde auch bei Messungen von anderen Gruppen [57] beobachtet. Dieser Effekt sollte in reinen Proben, die keinen magnetischen oder strukturellen Phasenübergang aufzeigen, unterdrückt sein. Da man aber aus den Magnetisierungsmessungen den supraleitenden Volumenanteil abschätzen kann, zeigt sich, dass ein großer Teil der Probe nicht supraleitend wird und somit durchaus dieses Hintergrundsignal verursachen kann [70]. Ein weiterer Hinweis, dass dieses Verhalten durch Verunreinigungen verursacht wird, ergibt sich aus der Tatsache, dass die Messungen für $I \parallel c$ weitaus häufiger dieses Verhalten an den Tag legen als die Messungen $I \perp c$. Wie bereits erwähnt, wurde die Oberfläche für $I \parallel c$ nicht zusätzlich präpariert und sollte somit einen größeren Anteil an Verunreinigungen aufweisen. Ein letzter Hinweis ist auch, dass die eindeutigen Andreevspektren immer an den Kontakten mit den geringsten Kontaktwiderständen zu beobachten sind. Dies zeigt, dass die großen Kontaktwiderstände vermutlich stark von Verunreinigungen und Fremdphasen herrühren.

Die Asymmetrie zwischen positiven und negativen Spannungen wurde auch schon in anderen Messungen festgestellt [57] und ist auch für andere Systeme zu sehen [71]. Dort wird als mögliche Ursache der große Leitfähigkeitsunterschied zwischen der metallischen Spitze und der Probe angegeben. Dieser Effekt der Asymmetrie ist auch in den meisten Tunnelspektroskopiedaten an den Kupratsupraleitern zu sehen [72] sowie in PKS-Messungen an CeCoIn_5 [73]. All diese Systeme haben gemeinsam, dass das stark korrelierte elektronische System nahe an antiferromagnetischer Ordnung ist. Zur genaueren Analyse müsste man allerdings die genaue Polarität der Messungen kennen, die oft nicht mit angegeben wird. In den hier vorgestellten Messungen steht eine positive Spannung für Stromfluss von der Probe in die Spitze, eine negative Spannung für den entgegengesetzten Fall.

Temperaturabhängigkeit der Energielücke

Die aus der Anpassung bestimmte Größe der Temperaturabhängigkeit der Lücke ist in Abbildung 3.25 dargestellt. Dort ist $\Delta(T)/\Delta(T_{\min}) \approx \Delta(T)/\Delta(0)$ in Abhängigkeit der reduzierten Temperatur T/T_c aufgetragen. Für T_c wurde jeweils die Temperatur gewählt, deren Spektrum für die Anpassung als normalleitender Anteil gewählt wurde. Die durchgängige schwarze Linie in Abbildung 3.25 ist der nach BCS-Theorie

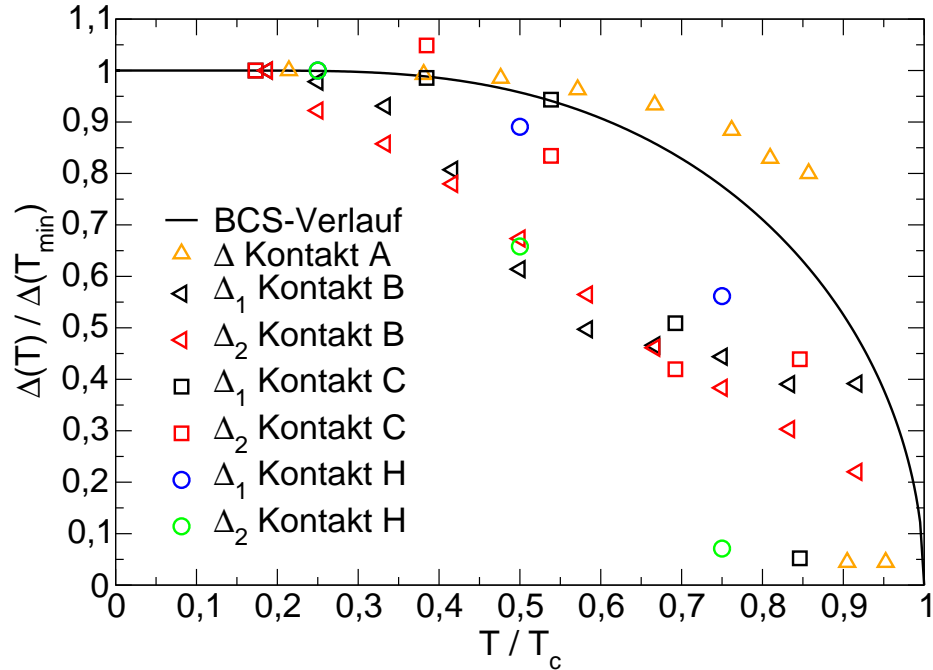


Abbildung 3.25: Temperaturabhängigkeit der Energielücke

Ergebnis der Anpassung für $\text{Ba}_{1-x}\text{K}_x\text{Fe}_2\text{As}_2$ (Kontakt A,B,C): orange für Kontakt A mit einer Energielücke nach BTK, schwarz und rot Δ_1 bzw. Δ_2 für Kontakt B und C bestimmt mit Zwei-Band-Modell. Ergebnis der Anpassung für $\text{Ba}(\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x)_2\text{As}_2$ (Kontakt H) blau und grün für Δ_1 bzw. Δ_2 berechnet für Zwei-Band-Supraleitung.

erwartete Verlauf. Für die Berechnungen mit einer Energielücke scheint sich das BCS-Verhalten zu bestätigen, allerdings ist dort wie bereits erwähnt die Energielücke eigentlich zu groß angenommen. Der Verlauf aller anderen Ergebnisse ähnelt sich stark und ist fast linear. Ein ähnliches Verhalten wird auch für unkonventionelle Supraleiter gefunden, z.B. in Sr_2RuO_4 [74]. In wie weit dieses Verhalten vergleichbar ist bleibt allerdings offen.

Auch das Verhältnis aus $2\Delta/k_B T_c$ weist eine starke Abweichung zu dem in der BCS-Theorie erwarteten Wert $2\Delta/k_B T_c = 3,5$ auf. Es lässt sich für $\text{Ba}_{1-x}\text{K}_x\text{Fe}_2\text{As}_2$ und die zwei Energielücken zu $2\Delta_1/k_B T_c \approx 16$ und $2\Delta_2/k_B T_c \approx 4$ berechnen. Auch für die $\text{Ba}(\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x)_2\text{As}_2$ -Proben zeigen sich zwei Energielücken, hier mit $2\Delta_1/k_B T_c \approx 18$ und $2\Delta_2/k_B T_c \approx 3 - 8$. Die große Variation und die geringe Statistik in der kleine Energielücke bei der Anpassung lässt in diesem Fall keine genauere Aussage zu. Allgemein lässt sich festhalten, dass es eine große Streuung in den Ergebnissen für die Energielücke gibt. Dafür verantwortlich sind neben der Inhomogenität der Proben (zumindest bei den kaliumdotierten Proben) auch die Verunreinigungen

der Oberfläche. Solche Verunreinigungen können zu einem parasitären Widerstand führen und so die Ergebnisse beeinflussen.

Kontaktregime

Aus den Kontaktwiderständen und der Messung des spezifischen Widerstands kann nach Kapitel 1.2.1 der Kontaktdurchmesser bestimmt werden. Daraus lässt sich das Kontaktregime ermitteln. Die graphische Lösung ist in Abbildung 3.26 dargestellt. Dort sind die theoretischen Grenzen für Sharvin- und Maxwellregime (schwarz) sowie

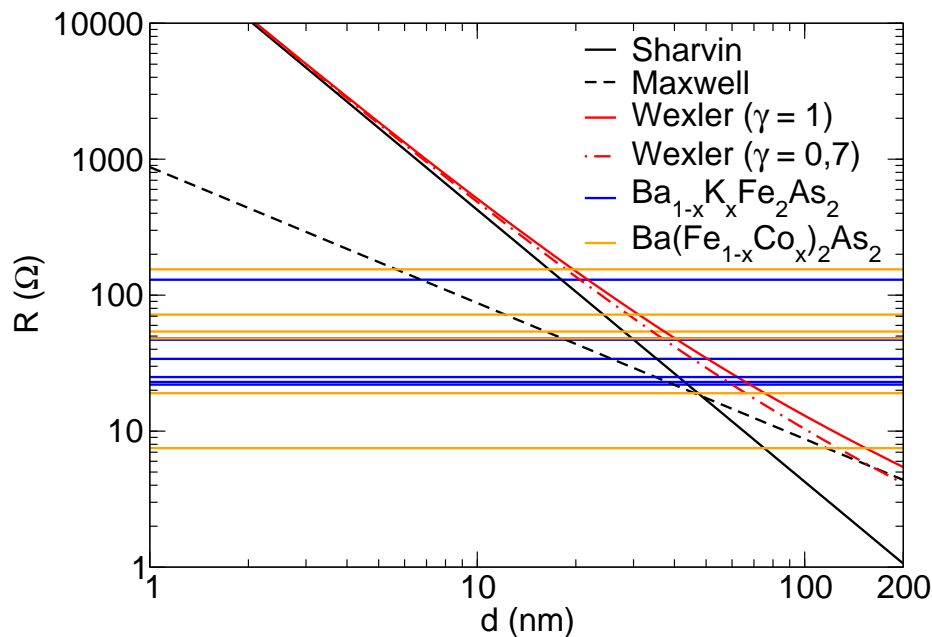


Abbildung 3.26: Kontaktregime

Graphische Analyse des Kontaktregimes. Schwarz: theoretische Abhängigkeit des Kontaktwiderstands vom Kontaktdurchmesser nach Maxwell und Sharvin. Rot: Interpolation nach Wexler. Blau: gemessene Kontaktwiderstände.

deren Interpolation (rot) eingezeichnet. Die horizontalen Linien ergeben sich aus den gemessenen Kontaktwiderständen. Es zeigt sich, dass die Messungen im diffusiven und ballistischen Bereich durchgeführt wurden. Eine Ausnahme stellt der Kontakt bei $R = 7,5 \Omega$ dar. Dieser ist eindeutig im thermischen Regime angesiedelt. Bei der Berechnung der Grenzen wurde $\rho_{Probe} = 3,5 \mu\Omega\text{m}$ und $\rho_{Pt} = 0,0029 \mu\Omega\text{cm}$ [75] angenommen. Des Weiteren $\rho_l = 1 \cdot 10^{-13} \Omega\text{m}^2$. Dies entspricht dem Hundertfachen eines gewöhnlichen Metalls und wurde aufgrund des ca. hundertfach schlechteren Widerstands als obere Grenze angenommen. Der Wert für ρ_{Probe} wurde aus den in dieser Arbeit vorgestellten Widerstandsmessungen gewonnen. Hierbei wurde der Widerstand in (a, b) -Richtung bestimmt. Messungen in c -Richtung stehen noch aus. In neueren Arbeiten wird jedoch von einer Anisotropie von $\rho_c/\rho_{ab} \approx 150$ berichtet [76]. Sollte sich eine solche Anisotropie auch in diesen Kristallen finden, wäre die oben durchgeführte Analyse nur für die Messungen in (a, b) -Richtung gültig.

3.2 CeCoIn₅

3.2.1 Unkonventionelle Supraleiter

Der Begriff der unkonventionellen Supraleitung wurde bereits in Kapitel 1.1 eingeführt. Im Folgenden soll nun der Einfluss eines nicht isotropen Ordnungsparameters auf den differentiellen Leitwertes im Rahmen einer erweiterten BTK-Theorie diskutiert werden. Wichtig für die Spektroskopie ist die Quasiteilchenzustandsdichte. Allgemein lässt sich diese für einen räumlich veränderlichen Ordnungsparameter berechnen zu [77]:

$$N(E) = N_0 \int_{-\infty}^{\infty} \frac{d\Omega}{4\pi} \frac{|E|}{\sqrt{E^2 - \Delta^2(\vec{k})}}$$

Dieser Ausdruck vereinfacht sich für $\Delta(\vec{k}) = \Delta = \text{const.}$ zu der in Abschnitt 1.3.1 angegebenen Form. Die Integration über den Raumwinkel führt letztlich eine Mittelung durch, so dass die direkte Winkelabhängigkeit in der Zustandsdichte nicht mehr ersichtlich ist. Mittels Punktkontaktspektroskopie oder Tunnelspektroskopie ist es aber möglich auch richtungabhängige Experimente durchzuführen. Diesem wird durch einen zusätzlichen Parameter, dem Winkel α , der später erläutert wird, Rechnung getragen.

d-Wellen-Supraleitung

Im nun Folgenden soll näher auf die so genannte *d*-Wellen-Supraleitung eingegangen werden. Die wohl bekannteste Klasse von *d*-Wellen-Supraleitern stellen die Kuprat-Hochtemperatursupraleiter [78, 79] dar. Aber auch die Klasse der Schwerfermionsupraleiter zeigt Hinweise auf eine solche Art der Supraleitung. Der Name *d*-Wellen-Supraleiter leitet sich von der Symmetrie des Ordnungsparameters ab. Die räumliche Symmetrie wird wie in Elektronenorbitalen der Atome auch durch Kugelflächenfunktionen beschrieben. Darstellen lässt sich dies, wie in Abbildung 3.27 (a) in zwei dimensionaler Projektion, durch vier keulenförmige Schleifen. Mathematisch ist dies $\Delta(\vec{k}) = \Delta_0 \cdot (k_x^2 - k_y^2)$, wobei Δ_0 eine Konstante ist (in Abbildung 3.27 $\Delta_0 = 1$). Diese Keulen charakterisieren zum einen die räumliche Variation der Energielücke, zum anderen wird durch die Graustufen und Vorzeichen der Tatsache Rechnung getragen, dass die Phase des Ordnungsparameters in benachbarten Schleifen ein unterschiedliches Vorzeichen hat. Dieses Bild stellt nur eine Vereinfachung dar. Die Variation des Ordnungsparameters geschieht eigentlich auf der Fermifläche. Die sich bildenden Cooperpaare haben auch hier einen Gesamtspin von $S = 0$ und sind antisymmetrisch im Spinraum. Eine mögliche Realisierung der Symmetrie im Impulsraum ist die *d*-Orbitalsymmetrie mit $L = 2$, welche fünffach entartet ist und beispielsweise durch $k_x^2 - k_y^2$ gegeben sein kann. Die Auswirkungen eines solchen Ordnungsparameters auf die Quasiteilchenzustandsdichte ist in Abbildung 3.27(b) gezeigt. Auffällig ist, dass es nun auch innerhalb der Energielücke eine nicht verschwindende Anzahl von Zuständen gibt. Diese Zustände kommen dadurch zustande, dass es für bestimmte Richtungen Nullstellen der Energielücke gibt, an denen Elektronen auch für kleinste Energien oberhalb der Fermienergie angeregt werden können, was hingegen in einem *s*-Wellen-Supraleiter durch die Energielücke verboten ist. Die Kohärenzmaxima di-

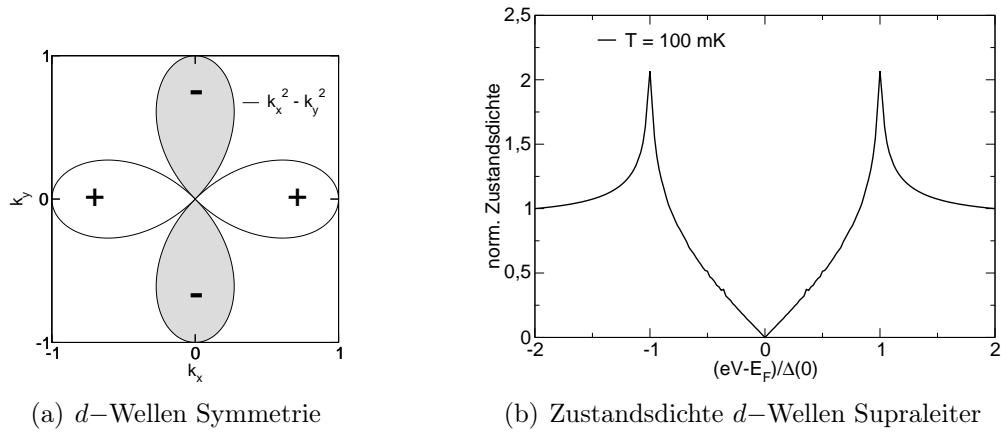


Abbildung 3.27: (a) Schematische Darstellung der d -Wellen Symmetrie (b) Normalisierte Zustandsdichte eines Supraleiters mit d -Wellen Symmetrie.

vergieren nicht so stark wie im Fall einer isotropen Energielücke, trotzdem ist die Zustandsdichte bei $E = \Delta$ deutlich erhöht. Diese integrierte Zustandsdichte kann man zum Beispiel an polykristallinen Proben mit Photoemissionsspektroskopie [80] messen⁵. Zur Analyse der hier gewonnenen Spektren muss die Winkelabhängigkeit berücksichtigt werden.

Erweiterung der BTK-Theorie

Das im Folgenden vorgestellte Modell vereinfacht durch seine Annahmen stark. So werden zum Beispiel keine Oberflächeneffekte berücksichtigt. Da man jedoch nie eine ideale Grenzfläche hat, sollte dies näher betrachtet werden. Ein selbstkonsistentes Modell unter Annahme nicht idealer Grenzflächen wurde von Bruder [82] vorgestellt. Die wesentlichen Eigenschaften lassen sich jedoch auch in dem hier beschriebenen vereinfachten Modell wiederfinden.

Der Einfluss der Winkelabhängigkeit der Energielücke führt nun auch zu einer Winkelabhängigkeit der Transmissionswahrscheinlichkeit, d.h. der Ausdruck $1 + A(E) - B(E)$ geht über in $1 + A(E, \theta) - B(E, \theta)$. Dieser Ausdruck lässt sich nach [83, 84] berechnen zu,

$$1 + A(E, \theta) - B(E, \theta) = \frac{16 (1 + |\Gamma_+|^2) \cos^4(\theta) + 4z^2 (1 - |\Gamma_+ \Gamma_-|^2) \cos^2 \theta}{|4 \cos^2 \theta + z^2 \{1 - \Gamma_+ \Gamma_- \exp [i (\Phi_- - \Phi_+)]\}|^2}$$

wobei

$$\Gamma_{\pm} = \frac{E}{|\Delta(\theta_{\pm})|} - \sqrt{\left(\frac{E}{|\Delta(\theta_{\pm})|}\right)^2 - 1}$$

und

$$\exp(i\Phi_{\pm}) = \frac{\Delta(\theta_{\pm})}{|\Delta(\theta_{\pm})|}$$

⁵Mit Winkel aufgelöster Photoemissionsspektroskopie (APRES) ist es auch möglich die Winkelabhängigkeit der Zustandsdichte auszumessen [81].

ist. Das effektive Paarpotential für d -Wellen-Supraleiter kann dann durch zwei Winkel θ , α ausgedrückt werden.

$$\Delta(\theta_{\pm}) = \Delta_0 \cos(2\theta \mp 2\alpha)$$

Hierbei ist mit θ der Winkel des einfallenden Elektrons zur Normalen der Grenzschicht bezeichnet. α stellt den Winkel zwischen der Normalen und der Symmetrieachse des d -Wellen-Supraleiters dar. Zur Veranschaulichung ist dies in Abbildung 3.28 schematisch dargestellt. Dort sind die Prozesse, die ein von rechts kommendes (Normalleiter) Elektron beim Auftreffen auf die Barriere erfahren kann, symbolisch mit Pfeilen dargestellt. Die Bezeichnung e^- , h^+ stehen für Elektronen und Löcher im Normalleiter, q^+ , q^- für loch- bzw. elektronartige Quasiteilchen im Supraleiter. Der Einfluss auf die

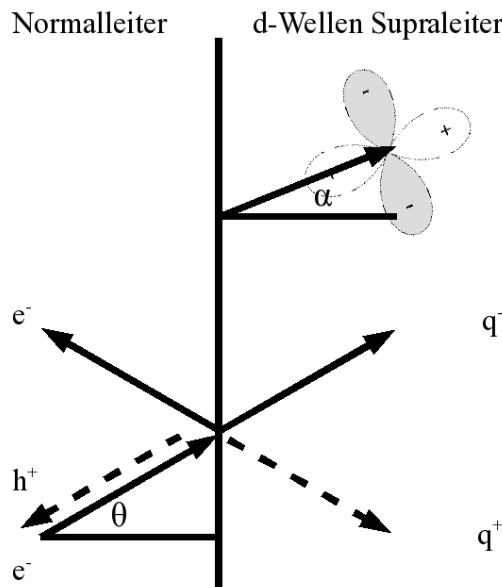


Abbildung 3.28: Normalleiter/ d -Wellen-Supraleiter-Kontakt

Zur Erläuterung der auftretenden Winkel α und θ

Spektren ist in Abbildung 3.29 für $\alpha = 0$ (a) und $\alpha = \pi/4$ (b) dargestellt. Die Barrierenstärke wurde von $z = 0$, also metallischem Kontakt bis $z = 5$, also Tunnelregime, variiert. Die Berechnungen wurden für $T = 0$ ausgeführt, die Temperaturabhängigkeit kann auch hier wieder durch die Faltung mit der Fermiverteilungsfunktion erhalten werden. Für kleine Winkel $\alpha \approx 0$ sieht man wieder das typische Verhalten in Abhängigkeit vom Barriereparameter. Die Andreevreflexion ist dominant für kleine z . Es zeigt sich, dass der für konventionelle Supraleiter erhaltene scharfe Anstieg bei $eV = \Delta$ etwas verrundet ist. Für wachsendes z zeigt sich auch hier die typische Doppelmaximastruktur. Die Maxima wirken hier ein wenig verzerrt. Für große z erhält man, wie erwartet, ein direktes Abbild der Zustandsdichte. Betrachtet man nun das Aussehen der Spektren für wachsende α , so sieht man für kleine z auch hier, dass die Andreevreflexion der dominierende Prozess ist, und das Verhalten gleicht dem für $\alpha = 0$. Interessant ist nun das Auftreten eines Maximums für $eV = 0$, wenn Barriere stärker wird z.B. $z = 1$ oder $z = 5$. Das Auftreten eines solchen Maximums (*ZBP*⁶) ist

⁶zero bias peak

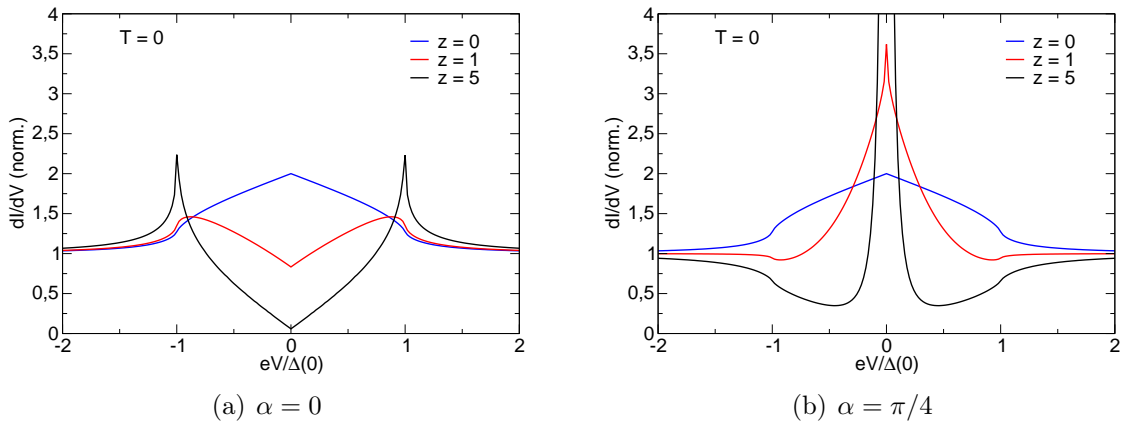


Abbildung 3.29: Erweiterte BTK-Theorie für d -Wellen-Supraleiter

Berechnete Spektren des differentiellen Leitwerts in der für d -Wellen-Supraleiter erweiterten BTK-Theorie.

typisch für ein Vorzeichenwechsel des Ordnungsparameters.

Die ersten Hinweise auf unkonventionelle Supraleitung in CeCoIn_5 wurden in Messungen der spezifischen Wärme und thermischen Ausdehnung [85] gefunden. Eine weitere Besonderheit, die bei unkonventionellen Supraleitern auftreten kann, ist ein neuer Zustand in magnetischen Feldern, der so genannte Fulde-Ferrell-Larkin-Ovchinnikov Zustand. Dieser Zustand wurde von Fulde und Ferrell [86] und zeitgleich von Larkin und Ovchinnikov [87] 1964 theoretisch vorhergesagt. Der Übergang bei Typ-II Supraleitern bei tiefen Temperaturen und in hohen magnetischen Feldern vom supraleitenden in den normalleitenden Zustand ist normalerweise ein Phasenübergang zweiter Ordnung. Das kritische Feld H_{c2} ist normalerweise limitiert durch die Spin-Bahn-Wechselwirkung [88]. Sollte dieser Effekt allerdings schwach sein, so ist das kritische Feld limitiert durch den so genannte Pauli paramagnetischen Grenzwert H_P , dies wird oft auch als Clogston- [89] oder Chandrasekhar-Limit [90] bezeichnet. Der in einem solchen Fall auftretende Phasenübergang ist dann erster Ordnung. Damit sich nun der FFLO-Zustand ausbilden kann, muss für das als Makiparameter [91] α bezeichnete Verhältnis zwischen orbitalem und paramagnetischen Limit gelten [92],

$$\alpha = H_{c2}/\sqrt{2}H_P > 1,8.$$

Das neue an diesem Zustand ist, dass der Ordnungsparameter nun nicht mehr im Impulsraum anisotrop ist, wie dies zum Beispiel in dem oben beschriebenen Fall der d -Wellen-Supraleiter der Fall ist, sondern im Realraum. Dies bedeutet, dass die Cooperpaare einen endliche Schwerpunktsimpuls \vec{q} tragen. Die typische Notation für ein Cooperpaar im BCS-Zustand $(\vec{k} \uparrow, -\vec{k} \downarrow)$ wird abgeändert zu $(\vec{k} \uparrow, -\vec{k} + \vec{q} \downarrow)$. Der Einfluss, den dieses auf die spektroskopischen Messungen haben sollte, wurde theoretisch berechnet [93, 94]. Im Prinzip ist es nach diesen auch möglich zwischen FF- und LO-Zustand anhand der Tunnelspektroskopie zu unterscheiden, da diese nicht genau die gleichen Annahmen machen, aber im Prinzip das gleiche Ergebnis

liefern ⁷. Magnetisierungsmessungen an $CeCoIn_5$ weisen darauf hin, dass dieser neue supraleitende Zustand erstmals auch experimentell bestätigt werden kann [95]. Weitere Experimente an $CeCoIn_5$, wie zum Beispiel spezifische Wärme [96, 97], NMR Experimente und weitere [98, 99] bestätigen diese Annahme [100, 101, 102, 103, 104]. Eine Übersicht über diese Messungen und theoretischen Überlegungen kann in [105] gefunden werden.

3.2.2 Probencharakterisierung

Untersucht wurden im Rahmen dieser Arbeit einkristalline Proben der Seltenerdverbindung $CeCoIn_5$. Die Herstellung erfolgt mittels Flussmittelzüchtung [106] im Indiumfluss. Der überwiegende Teil der verwendeten Proben wurde in der Gruppe von M. B. Maple an der *University of California, San Diego* hergestellt. Die restlichen Proben wurden von V. Fritsch am *Physikalisches Institut, Universität Karlsruhe* nach der gleichen Methode gezüchtet. $CeCoIn_5$ -Einkristalle weisen die tetragonale Raumgruppe $P4/mmm$ ($HoCoGa_5$ -Struktur) auf. Die Kristallstruktur ist in Abbildung 3.30 zu sehen. Die Gitterkonstanten betragen $a = b = 0,46129$ nm und $c = 0,75513$ nm [107]. Die Kristallstruktur zeigt in $[001]$ -Richtung alternie-

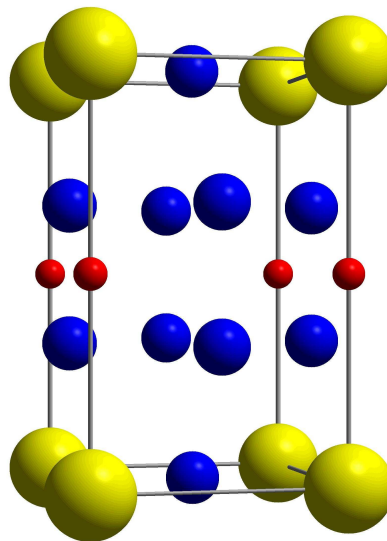


Abbildung 3.30: Kristallstruktur $CeCoIn_5$

Struktur der Einheitszelle der $P4/mmm$ Raumgruppe. In gelb sind die Ce-Atome, in rot die Co-Atome und in blau die In-Atome dargestellt.

rende Lagen aus verzerrten $CeIn_3$ -Kubooktaedern und $CeIn_2$ -Parallelepipeden. Die Verbindung ist isostrukturell zum Schwerfermionantiferromagneten $CeRhIn_5$ und zum Schwerfermionsupraleiter $CeIrIn_5$. Somit bildet die $CeXIn_5$ $X = Co, Rh, Ir$ eine quasi zwei dimensionale Variante des Schwerfermionantiferromagneten

⁷FF gehen von einem Paarpotential $\Delta \exp(i\vec{q} \cdot \vec{r})$ aus, d.h. die Phase ändert sich periodisch im Raum, wohin gegen bei LO der Ordnungsparameter reell ist und die Amplitude des Paarpotentials räumlich variiert $\Delta \cos(\vec{q} \cdot \vec{r})$.

CeIn₃. CeCoIn₅ ist ein Schwerfermionsystem mit einem Sommerfeldparameter von $\gamma \approx 300 \text{ mJ/mol K}^2$ [106, 107]. CeCoIn₅ wird supraleitend und hat die höchste bisher bekannte Übergangstemperatur unter den Schwerfermionsupraleitern $T_c = 2,3 \text{ K}$ [108]. Das kritische Feld in c -Richtung beträgt $H_{c2} = 4,95 \text{ T}$ senkrecht dazu $H_{c2} \approx 12 \text{ T}$ [95, 96]. Da die Proben im Indiumfluss gezogen werden, befinden sich gewöhnlich Reste des Flussmittels auf der Oberfläche. Zum Entfernen dieses überschüssigen Indiums werden die Proben in einer wässrigen Säure⁸ geätzt. Die Qualität der Proben wurde anhand ihrer Übergangstemperatur bestimmt. Diese wurde auch hier mit Magnetisierungsmessungen ermittelt. In Abbildung 3.31 ist dies am Beispiel zweier Proben dargestellt. Bei beiden Proben (G und F) ist der erwartete diamagnetische Übergang bei $T = 2,3 \text{ K}$ zu sehen. Zusätzlich tritt auch bei allen Proben ein Übergang bei $T = 3,4 \text{ K}$ auf, welches der Sprungtemperatur von reinem Indium [25] entspricht. Die Ätzzeit wurde entsprechend verlängert um die Oberfläche zu reinigen. Bei Probe G ist zu erkennen, dass ein weiteres Verlängern der Ätzzeit keine Reduktion der Indium-Signatur mehr herbeiführt. Es kann davon ausgegangen werden, dass Indium-Einschlüsse vorhanden sind, welche sich nicht entfernen lassen. Für Probe F ist lediglich das Signal nach dem Ätzen ($t = 12 \text{ min}$) aufgetragen. Bis

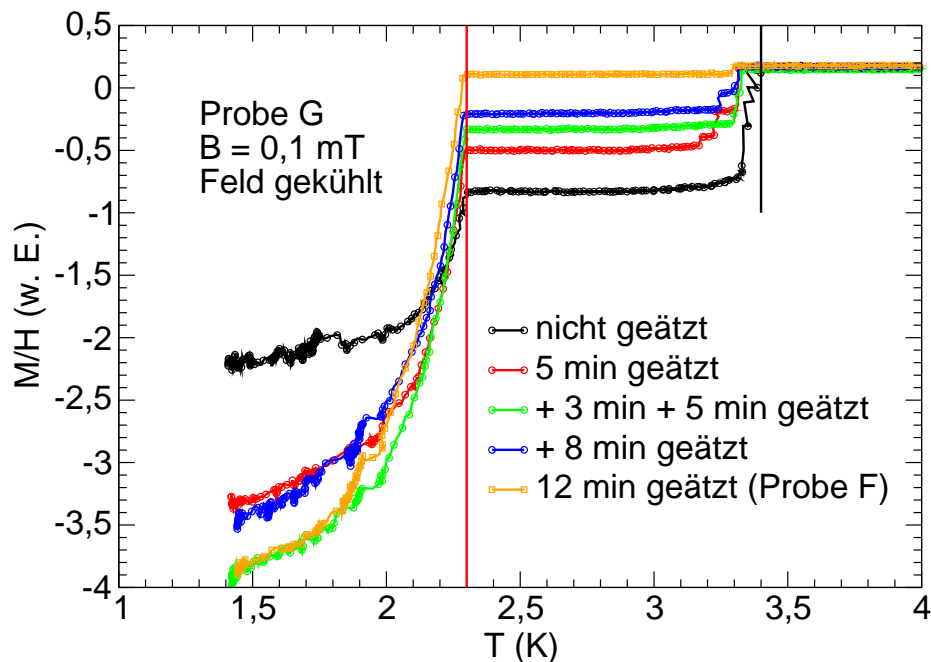


Abbildung 3.31: Magnetisierung CeCoIn₅

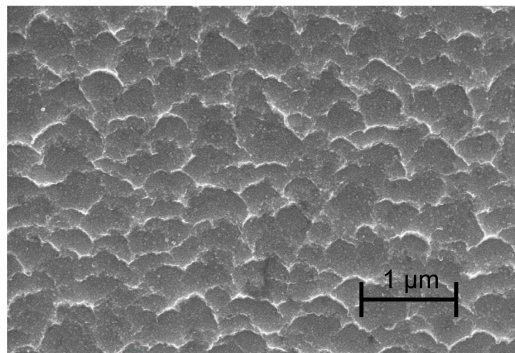
Probe G und F mit verschiedenen Ätzparametern. Die rote Linie zeigt den erwarteten Übergang bei $T = 2,3 \text{ K}$, die schwarze den unerwünschten Übergang des reinen Indium bei $T = 3,4 \text{ K}$ an.

auf einen sehr kleinen Anteil konnte hier das Indium entfernt werden. Auch hierbei handelt es sich um Einschlüsse in der Probe. Ähnliches Verhalten ist bei allen Proben festzustellen.

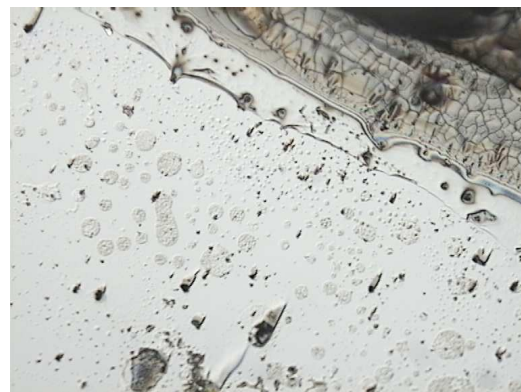
⁸HCl:HN0₃ 3:1, Säure:H₂O 1:5

Ätzen der Probe

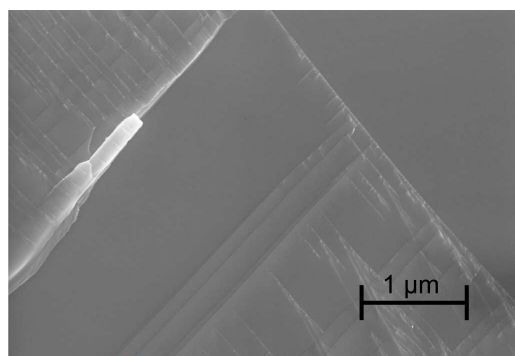
Zur Präparation sauberer Oberflächen werden die Proben für Punktkontakt-spektroskopiemessungen geätzt. Deshalb wurde versucht, die Oberfläche für die Untersuchungen im Rastertunnelmikroskop auch mit dieser Methode vorzubereiten. Ätzen an Luft führt zu einer raschen Oxidation des In an der Oberfläche. Zur Verringerung dieses Effektes wurde das Ätzen unter Schutzgasatmosphäre in einer Handschuhbox durchgeführt. Der Einbau und das Abkühlen des Kryostaten auf Stickstofftemperatur wurde so schnell wie möglich durchgeführt. Da die Oberflächenrauigkeit im RTM sehr groß war, wurde eine frisch geätzte Probe zur Charakterisierung mit dem REM untersucht. Das Ergebnis dieser Untersuchung ist in Abbildung 3.32(a) dargestellt. Dort sind großflächige schuppenartige Strukturen zu erkennen. Diese Strukturen könnten durch selektives Ätzen der einzelnen Bestandteile entstanden sein. Für topographische RTM-Aufnahmen ist eine solche Oberfläche ungeeignet.



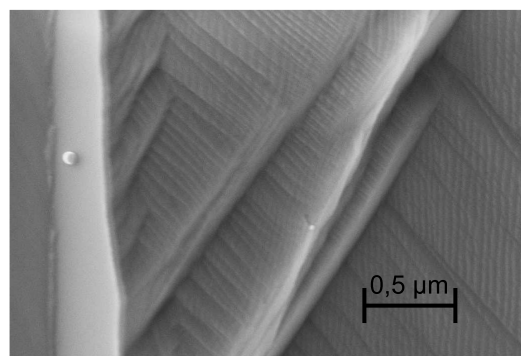
(a) Ätzen



(b) Ar-Sputtern



(c) Spalten parallel c



(d) Spalten senkrecht c

Abbildung 3.32: REM $CeCoIn_5$ Oberfläche

Aufnahmen der Oberfläche von $CeCoIn_5$ nach verschiedenen Vorbereitungsmethoden.

Ar-Sputtern

Eine weitere Möglichkeit der Oberflächenpräparation bietet Argon-Sputtern. Die Probe wurde solange behandelt, bis kein charakteristisches Sauerstoffmaximum im Augerspektrum mehr zu erkennen war. Die Zeit betrug $t = 10,5$ min mit einer Strahlenergie von 1 keV gefolgt von $t = 20$ min mit 3 keV. Eine Aufnahme mit einem optischen Mikroskop von der Oberfläche nach Ar-Sputtern ist im Bild 3.32(b) zu sehen. Man erkennt recht große ausgeschlagene Bereiche auf der sonst metallisch glänzenden Probe. Der Nachteil bei dieser Art der Präparation ist, dass Schädigungen der Kristallstruktur mehrere Nanometer tief im Kristall auftreten können, und dies die supraleitenden Eigenschaften zerstören kann. Ein weiterer Punkt, der bei dieser Art der Präparation festgestellt wurde, ist, dass eine kurze Zeit der Probe an Luft wieder zu einem deutlichen Signal von Sauerstoff in den Augermessungen führt. Diese schnelle Oxidation der Oberfläche ist wohl die Hauptursache für die Probleme der RTM-Messungen.

Spalten parallel c -Richtung

Die beste Methode, um eine wirklich saubere Oberfläche zu erhalten, ist das Spalten der Probe. Zum Spalten der Probe wurde eine Art Guillotine benutzt. Als Spaltkeil diente eine Rasierklinge. Abbildung 3.32(c) zeigt eine REM-Aufnahme der frisch entlang der c -Richtung gespalteten Oberfläche. Die Oberfläche zeigt Stufen und Terrassen, zum Teil, wie oben links im Bild, auch großflächige. Diese Methode scheint also zur Präparation geeignet zu sein. Leider kann auch hier die Oberfläche sehr schnell wieder oxidieren, da ein Einbau der Probe immer an Raumluft vorgenommen wird.

3.2.3 Spalten senkrecht c -Richtung

Das Spalten in c -Richtung ist aufgrund der Kristallstruktur die bevorzugte Spaltrichtung. CeCoIn_5 lässt sich aber auch senkrecht dazu spalten. Dies geschieht in der gleichen Weise wie zuvor beschrieben. Das Abbild einer so präparierten Oberfläche ist in der Aufnahme 3.32(d) zu sehen. Die sich hier ausbildenden Terrassen sind flächenmäßig kleiner, die Stufenhöhe allerdings größer. Trotzdem sollte es möglich sein, RTM-Aufnahmen daran durchzuführen; zumindest, wenn sowohl der Spaltvorgang als auch die Messungen im Ultrahochvakuum möglich sind.

3.2.4 Ergebnisse und Diskussion

An den CeCoIn_5 Proben wurden zunächst auch Punktkontaktspetrokopiemessungen durchgeführt. Die Messungen für Temperaturen $T > 1,5$ K und vor allem auch Untersuchungen bei Temperaturen $T \gg T_c$ wurden von S. Kontermann [109] und Th. Brugger [49] im Rahmen ihrer Diplomarbeiten durchgeführt. In Zusammenarbeit mit Th. Brugger wurden auch die hier bei ganz tiefen Temperaturen durchgeführten Punktkontaktmessungen durchgeführt.

Punktkontaktspektroskopie

Die Probe wurde wie oben beschrieben geätzt und die Messungen wurden durchgeführt mit $I \perp c$. Die Graphen in Abbildung 3.33 zeigen eine Übersicht über die typischen Strukturen, die bei den Messungen gefunden werden. Auch bei diesen Messungen zeigt sich eine deutliche Asymmetrie zwischen positiven und negativen Spannungen. In diesem Fall lässt sich eine solche Asymmetrie durch die stark erhöhte Zustandsdichte an der Fermikante erklären [110].

Die Messungen in Graph 3.33(a) zeigt den differentiellen Leitwert in Abhängigkeit

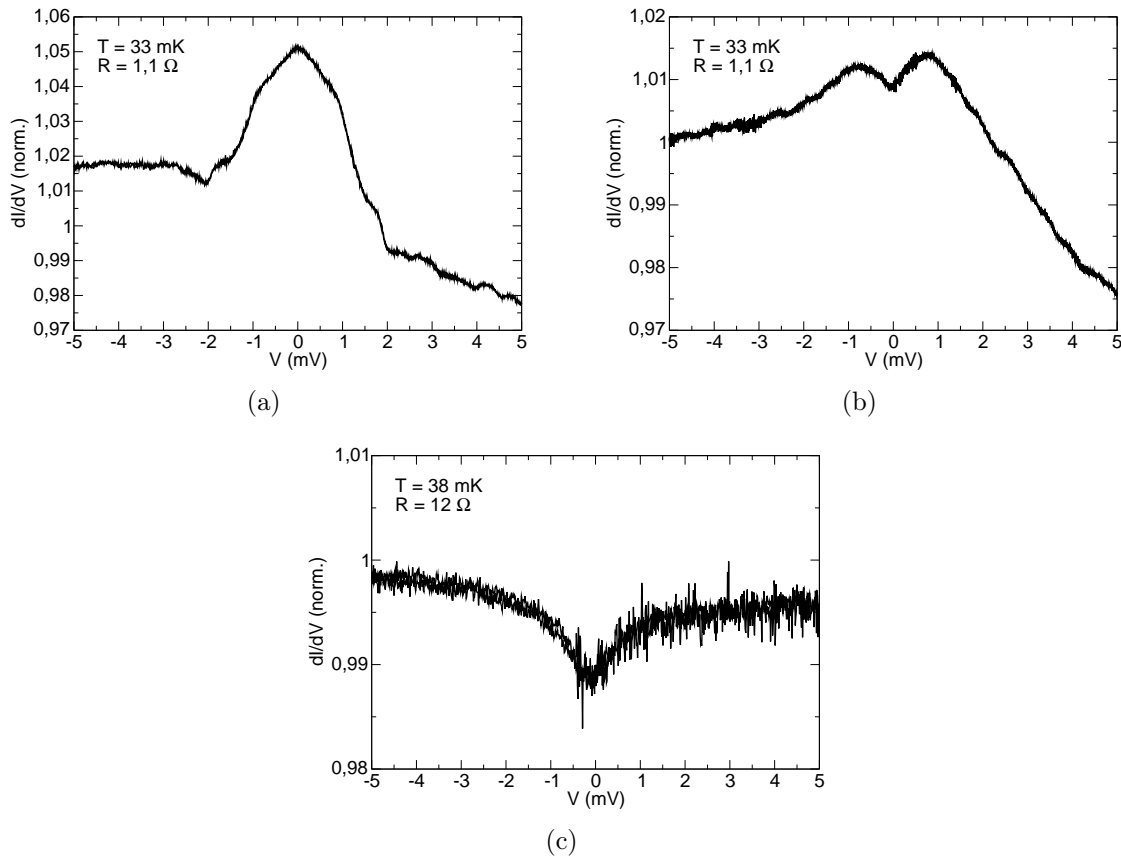


Abbildung 3.33: PKS CeCoIn₅ Übersicht

Übersicht der in der PKS auftretenden Formen der Spektren für CeCoIn₅.

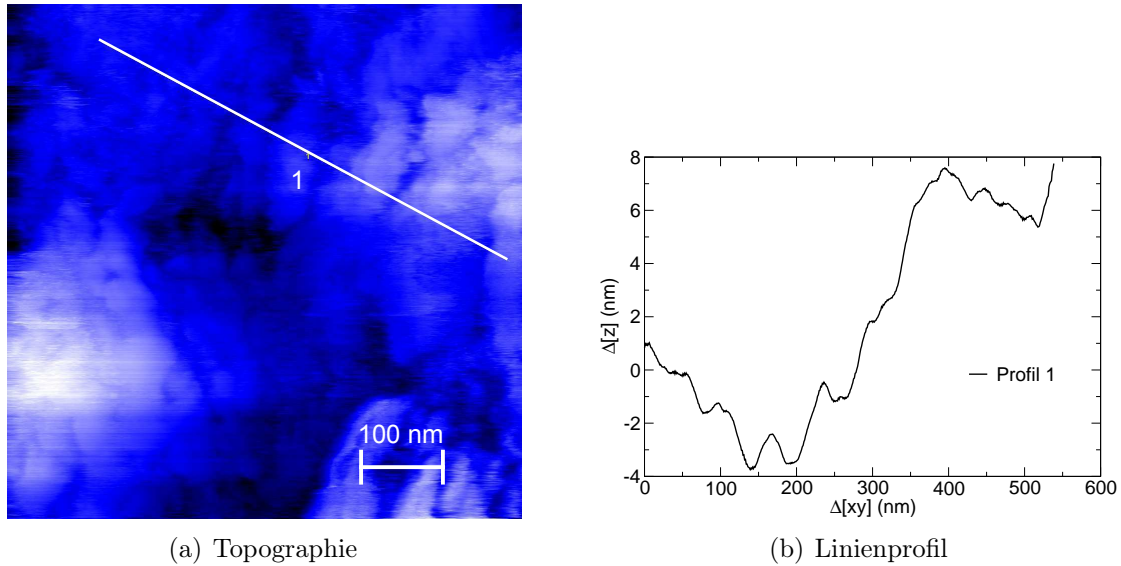
der angelegten Spannung für einen Kontakt mit $R = 1,1 \Omega$ bei einer Temperatur von $T = 33$ mK. Deutlich ist das für Andreevspektren typische Maximum im Leitwert zu sehen. Die bei diesen Kontakt abgeschätzte Energielücke beträgt $\Delta = 1,2$ meV. Die relative Änderung des Leitwertes ist recht klein, was unterschiedliche Ursachen haben kann. Phänomenologisch kann man es mit einem großen Dynesparameter, d.h. viel inelastische Streuprozesse beschreiben. Physikalisch könnte die Ursache auf die große effektive Masse der Elektronen im Schwerfermionsystem zurückzuführen sein. Der Einfluss der erhöhten Masse auf die Fermigeschwindigkeit ist in der BTK-Theorie nicht berücksichtigt, kann aber nach Deutscher et al. [73, 111] die Andreevreflexion unterdrücken. Eine andere Möglichkeit ist, dass resonante Störstellenstreuung zur Verbreiterung der Nullstellen der Energielücke zu einem Band führt [112]. Man erhält ein

System mit einer Vielzahl von Nullstellen auf der Fermifläche, unter diesen Umständen kommt es zur Unterdrückung der Andreevreflektion. Dies ist bei so kleinen Kontaktwiderständen auch nicht allzu verwunderlich. Allerdings zeigt sich auch hier, dass die kleinen Kontaktwiderstände, wie auch schon bei den Eisenpnictiden erwähnt, die deutlichsten charakteristischen Merkmale zeigen. In dem Fall von CeCoIn_5 kann man wie vorher beschrieben von einer Oxidschicht an der Oberfläche ausgehen oder eine durch selektives Ätzen verursachte normalleitende Oberfläche. Diese muss erst durchdrungen werden, weshalb hier die kleinen Kontaktwiderstände zustande kommen. Gestützt wird diese Vermutung durch die Tatsache, dass sich bei großen Kontaktwiderständen, wie zum Beispiel in Spektrum 3.33(c) mit $R = 12 \Omega$ und bei $T = 38 \text{ mK}$, ein halbleitendes Verhalten zeigen kann. Das Spektrum in Abbildung 3.33(b) zeigt noch einmal eine typische Doppelmaximum-Struktur im differentiellen Leitwert. An diesem mit $R = 1,1 \Omega$ wieder recht niederohmigen Kontakt kann die Lücke abgeschätzt werden zu $\Delta = 1 \text{ meV}$.

Der Vorteil der Punktkontaktspektroskopie mittels Nadel-Amboss-Technik liegt eindeutig in der Möglichkeit bei tiefen Temperaturen die Oberfläche der Probe zu verändern. Der entscheidende Nachteil ist, dass es mit dieser Methode schlicht unmöglich ist orts aufgelöste Informationen zu erhalten. Dies ist die Idee hinter dem Aufbau des Rastertunnelmikroskops für tiefe Temperaturen und hohen magnetischen Feldern. Da sich der FFLO-Zustand mit dieser Methode vielleicht sogar im Ortraum darstellen lässt, oder durch Änderung der Symmetrie im Flussliniengitter zum Vorschein kommen kann, wurde versucht Messungen an CeCoIn_5 im RTM durchzuführen.

Rastertunnelmikroskopie

Wie bereits erwähnt zeigen die Oberflächen der Proben für geätzte Proben ein schuppenartiges Aussehen. Dies ist auch in den Rastertunnelmikroskopieaufnahmen zu erkennen, auch die gespaltenen Proben zeigen diese gleiche Topographie. Dies legt die Vermutung nahe, dass diese Strukturen hauptsächlich elektronischen Ursprungs sind und vermutlich auf die schnelle Oxidation zurückzuführen sind. Eine typische Aufnahme einer geätzten Probe mit Strom in c -Richtung ist in Abbildung 3.34(a) zu sehen. Die Aufnahme zeigt eine Messung bei tiefen Temperaturen, der Rasterbereich beträgt $600 \text{ nm} \times 600 \text{ nm}$; die Aufnahme wurde im Konstantstrommodus mit $I = 2 \text{ nA}$ bei $V = 60 \text{ mV}$ durchgeführt. Der Graph 3.34(b) zeigt das in Abbildung 3.34(a) eingezeichnete Linienprofil. Geht man davon aus, dass dies ein Maß für die Rauigkeit der Oberfläche darstellt, kann man die Stufenhöhe zu ungefähr $\Delta z = 7 \text{ nm}$ abschätzen. Diese beträgt ungefähr zehn Gitterkonstanten, auch die kleineren Strukturen sind weit von einer atomar glatten Oberfläche entfernt. Selbst auf sehr kleinem Bereich ist keine glatte Oberfläche zu erkennen. Bei solch großen Höhenunterschieden, egal ob sie topographischer Natur oder elektronischer Natur sind, ist die Aufnahme von einem Flussliniengitter ausgeschlossen. Aus einer Aufnahme des Flussliniengitters sollte man die d -Wellen-Symmetrie des Ordnungsparameters erkennen [10] und auch eine geänderte Symmetrie des Flussliniengitters in hohen Feldern, wie es sich in Neutronenstreu-Experimenten gezeigt hat [113]. Leider hat keine der Präparationsmethoden eine bessere Aufnahme ermöglicht.


Abbildung 3.34: CeCoIn_5 RTM

Beispiel der RTM-Messungen an CeCoIn_5 bei tiefen Temperaturen. Rasterbereich $600 \text{ nm} \times 600 \text{ nm}$, $I = 2 \text{ nA}$ und $V = 60 \text{ mV}$

Tunnelspektroskopie

Es zeigt sich eine völlige Unreproduzierbarkeit der Messungen aufgrund der stark zerklüfteten Oberfläche. Daneben zeigt sich in den spektroskopischen Daten eine nicht verstandene Verbreiterung, dies wird in Kapitel A.5 ausführlich diskutiert. Die spektroskopische Verbreiterung sollte bei diesen Messungen vernachlässigbar sein, da die zu erwartende Breite der Strukturen im Leitwert, wie aus den Punktkontaktdata oben gesehen im Bereich von $\Delta V = 2 \text{ mV}$ liegen sollte. Die Verbreiterung wird aber erst für kleinere Strukturen relevant, was man auch später an den Messungen in Kapitel 3.5 sehen wird. Abbildung 3.35 zeigt drei Graphen die an verschiedenen Stellen der Oberfläche gemessen wurden. Das Spektrum in 3.35(a) wurde bei einem Kontaktwiderstand von $R = 5 \text{ M}\Omega$ und im Nullfeld aufgenommen. Man kann ein Minimum im Leitwert erkennen, welches auf eine Energielücke von $\Delta \approx 1 \text{ meV}$ schließen lässt. Dabei wurde angenommen, dass die Breite des Minimums in der Tunnelspektroskopie bei tiefen Temperaturen der doppelten Energielücke entspricht. Dies entspricht den Messungen mittels Punktkontaktspektroskopie. Auch die Form der Asymmetrie in den Daten entspricht denen der Punktkontaktspektroskopie, auch dem Vorzeichen nach. Die Messungen wurden mit Strom in c -Richtung durchgeführt. In keiner der durchgeführten Messung sind Kohärenzmaxima zu beobachten. Da es keine theoretischen Überlegungen zur Verfügung stehen, ist das Nicht-Auftreten von Kohärenzmaxima zunächst überraschend. Variiert man den Ort der Messungen um wenige Nanometer, $\delta(xy) \geq \xi_0$, wobei $\xi_0 = 5,8 \text{ nm}$ [85] die Kohärenzlänge ist, so zeigt sich plötzlich ein ganz anderes Spektrum, wie beispielsweise Abbildung 3.35(b) zeigt. Dort ist keine deutliche Lücke mehr im Spektrum zu sehen. Ein Minimum ist vorhanden, aber sehr viel schwächer ausgeprägt. Man könnte dies mit Nullstellen in der Energielücke erklären, doch stellt sich heraus, dass der gleiche Effekt auch für Schrittweiten $\delta(xy) \leq \xi_0$

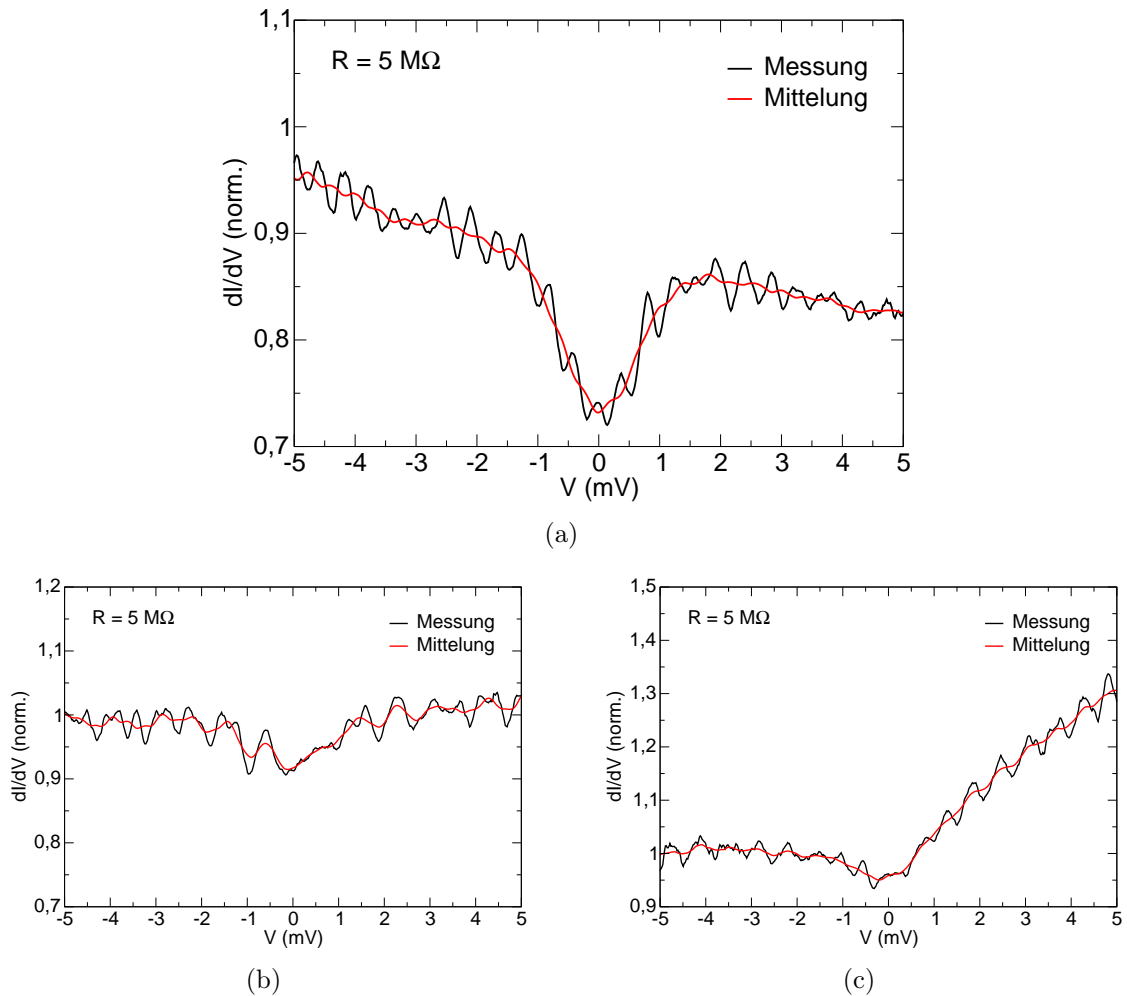


Abbildung 3.35: Tunnelspektroskopie an CeCoIn_5
 Übersicht der auftretenden Formen der Tunnelspektren für CeCoIn_5 .

zu sehen ist. Dies ist hier jedoch nicht abgebildet. Der Ordnungsparameter sollte bei so kleiner Größenordnung im Vergleich zur Kohärenzlänge nicht variieren, was jedoch der Fall ist. Für die großen Schrittweiten ist sicherlich die stark strukturierte Oberfläche Ursache für die unterschiedlichen spektroskopischen Ergebnisse. Die Messung mit kleinen Schrittweiten lassen vermuten, dass die Störungen der Oberfläche auch auf atomare Größenskala vorhanden sind.

Ein weiteres ungewöhnliches Verhalten zeigt sich im Graphen 3.35(c); dort ist sogar die Asymmetrie der Spektren nicht die gewohnte. Sollte dies wirklich eine intrinsische Eigenschaft der Probe sein, hätte man dies auch in den PKS-Messungen sehen sollen, rein aus Gründen der Wahrscheinlichkeit. Ein solches Verhalten wurde aber trotz einer sehr großen Anzahl an verschiedenen Kontakten nie gesehen. Hier lässt sich vermuten, dass die Oxidation der Oberfläche für diesen Effekt verantwortlich ist. Bei PKS-Messungen kann die Oxidschicht leicht durchdrungen werden, was bei RTM-Messungen nicht möglich ist. Es lässt sich feststellen, dass sämtliche Änderungen der Spektren eher zufällig verteilt zu sein scheinen. Es konnte keine Korrelation zu den gewählten Orten der Messungen festgestellt werden. In anderen Messreihen

wurde auch keine Korrelation zu sonstigen einstellbaren Parametern wie Kontaktwiderstand, Messfrequenz usw. gefunden. Zusätzlich fällt auf, dass die Messungen stark verrauscht sind, deshalb wurde in den Graphen in Abbildung 3.35 auch immer noch in rot das gleitende Mittel als Orientierungshilfe eingezeichnet.

Abschließend lässt sich festhalten, dass die Messungen mittels PKS die zuverlässigeren Ergebnisse auf den unkonventionellen Charakter der Supraleitung in CeCoIn₅ geben können, da störende Oberflächeneffekte leichter zu umgehen sind. Die Messungen mit dem RTM waren an einigen wenigen Punkten erfolgreich. Die großen Unterschiede in der Spektroskopie ist hauptsächlich auf die schnelle Oxidation der Proben beim Einbau zurückzuführen. Der Versuch diese Oxidschicht mit der RTM-Spitze zu durchdringen war nicht erfolgreich, da die mechanische Kraft nicht ausreichend war.

3.3 CePt₃Si

CePt₃Si war der erste bekannte Supraleiter, der keine Inversionssymmetrie besitzt [114]. Mittlerweile sind weitere Supraleiter dieser Art bekannt. In der BCS-Theorie bilden zwei Elektronen zusammen ein Cooperpaar. Die Gesamtwellenfunktion des Supraleiters ist eine kohärente Überlagerung aus Zuständen dieser gepaarten Elektronen. Die Wellenfunktion des gesamten Kondensates hat bosonischen Charakter, d.h. die Wellenfunktion ist symmetrisch und alle Cooperpaare befinden sich im Grundzustand. Da es sich jedoch um Elektronen, also Fermionen, handelt, müssen aufgrund des Pauli-Prinzips die Einzelpaarfunktionen antisymmetrisch unter Vertauschung der entsprechenden Elektronen sein. In klassischen Supraleitern lässt sich die Paarwellenfunktion in einen Orts- und einen Spinanteil $\Psi_{\text{CP}} = \phi \cdot \chi$ zerlegen. Die BCS-Wellenfunktion erhält man dann aus der Slaterdeterminanten der Einzelpaarfunktionen. Für konventionelle BCS-Supraleiter ist der Ortsanteil der Wellenfunktion symmetrisch⁹, der Spinanteil muss dann antisymmetrisch sein. Daraus resultiert die typische Darstellung $(\vec{k} \uparrow, -\vec{k} \downarrow)$ für ein Cooperpaar. Das Interessante am Fehlen eines Inversionszentrums ist, dass diese einfache Annahme nicht mehr gemacht werden kann. Dies führt dazu, dass in CePt₃Si die Cooperpaare eine Mischung aus Spinsinglett und Spintriplett sein können [115]. Eine kleine Übersicht kann aus [116] gewonnen werden. Dort werden auch die Ergebnisse der Messungen an CePt₃Si kurz zusammengefasst.

3.3.1 Probencharakterisierung

Die verwendete Probe wurden von E. Bauer am *Institut für Festkörperphysik, Technische Universität Wien* zur Verfügung gestellt. Die Kristallstruktur von CePt₃Si hat die Raumgruppe P4mm, die Einheitszelle die Größe $a = b = 0,4072$ nm und $c = 0,5442$ nm. Abbildung 3.36 zeigt die Einheitszelle von CePt₃Si. Das Fehlen eines Inversionszentrums ist deutlich anhand der Position des Cer-Atoms zu erkennen.

Die supraleitende Übergangstemperatur der Probe wurde mittels ac-Suszeptibilität bestimmt. Das Ergebnis dieser Messung ist in Abbildung 3.37 dargestellt. Dort sind Real- und Imaginärteil der Suszeptibilität χ aufgetragen. Die Messungen wurden durchgeführt bei $\nu = 314$ Hz. Vergleicht man diese Messungen mit ac-Suszeptibilitätsdaten von Aoki et al. [117], so stellt man fest, dass der supraleitende Übergang hier zwar deutlich schärfer ist, die ermittelte Sprungtemperatur mit $T_c = 550$ mK aber wesentlich niedriger liegt. Die Sprungtemperatur wurde anhand des Wendepunkts im supraleitenden Übergang bestimmt. Das Einsetzen der Supraleitung kann schon bei $T = 750$ mK festgestellt werden. Neben dem supraleitenden Übergang zeigt sich ein antiferromagnetischer Übergang bei $T_N = 2,2$ K [114, 118]. Supraleitung und Magnetismus existieren in CePt₃Si gleichzeitig [119, 120]. Der antiferromagnetische Übergang wurde in dieser Messung nicht untersucht.

⁹Die Inversionssymmetrie verlangt lediglich, dass der Ortsanteil symmetrisch oder antisymmetrisch ist, für konventionelle Supraleiter gilt der hier beschriebene Fall. Natürlich kann auch der umgekehrte Fall eintreten, dies führt dann zu Spintriplett Zuständen, der bekannteste ist die A_1 -Phase in ³He.

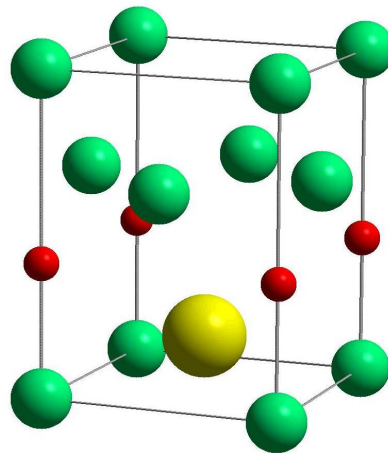


Abbildung 3.36: Kristallstruktur CePt_3Si

Das Ce-Atom ist in gelb dargestellt, die Pt-Atome sind in grün und die Si-Atome in rot eingetragen.

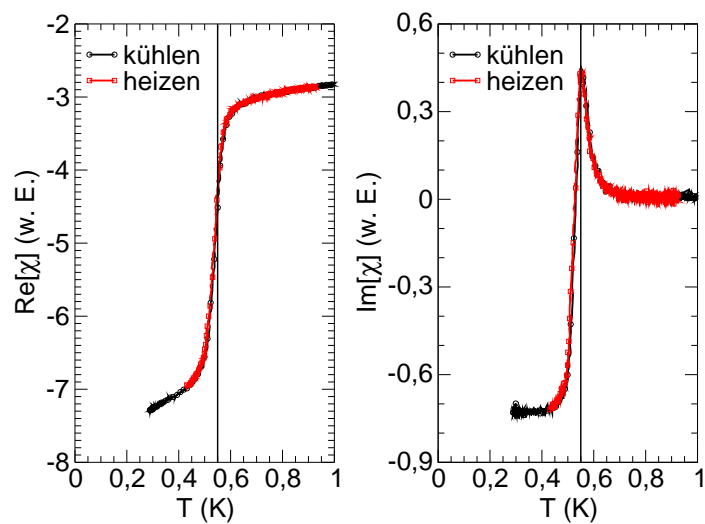


Abbildung 3.37: ac-Suszeptibilität CePt_3Si

Real und Imaginärteil des ac-Suszeptibilitätssignals, aufgenommen beim Abkühlen (schwarz) und beim Erwärmen (rot). Die vertikale Linie zeigt die ermittelte Sprungtemperatur $T_c = 550 \text{ mK}$ an.

3.3.2 Präparation

Für die PK-Messungen wurde die [100]–Ebene herauspoliert. Zur Reinigung der Oberfläche wurde diese anschließend in einer wässrigen Säure für eine Dauer von $t = 5$ min geätzt¹⁰ und anschließend mit Methanol gereinigt. Das Foto 3.38 zeigt die

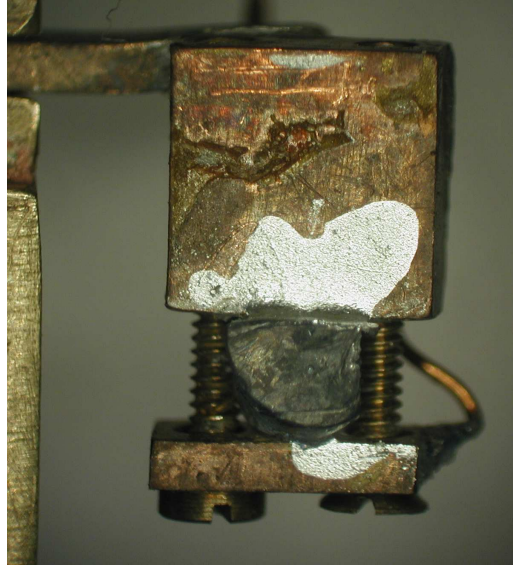


Abbildung 3.38: Eingebaute $CePt_3Si$ -Probe

Die Vorderseite zeigt die herauspolierte [100]–Ebene, die Backen der Halterung sind elektrisch getrennt, im Hintergrund sind die Zuleitungen zu erkennen.

in den Probenhalter eingebaute Probe nach den Messungen. Man kann deutlich die polierte Fläche erkennen, auf die die Pt-Nadel aufgesetzt wurde. Die Halterung besteht, wie bereits erwähnt, aus zwei elektrisch voneinander getrennten Backen, die über die Probe kurzgeschlossen sind. Im Hintergrund kann man die Zuleitung für Strom und Spannung sehen, die jeweils eine Seite der Probe kontaktieren. Zur Verringerung des Kontaktwiderstandes zur Halterung wurde die Probe zusätzlich mit Leitsilber kontaktiert.

3.3.3 Ergebnisse und Diskussion

Auch bei diesen Messungen wurde Pt als Gegenelektrode verwendet. Abbildung 3.39 zeigt zwei typische Spektren an $CePt_3Si$. Der erste auffällige Unterschied gegenüber den anderen bisher in dieser Arbeit vorgestellten Spektren ist, dass diese Spektren symmetrisch sind, d.h. keinen Unterschied zwischen positiven und negativen Spannungen zeigen. Da hier der gleiche Messaufbau verwendet wurde, zeigt dies, dass die Asymmetrie in den vorangegangenen Messungen tatsächlich eine physikalische Eigenschaft der Probe ist und nicht durch die Messelektronik verursacht wurde¹¹. Das Spektrum, das im Graphen 3.39(a) aufgetragen ist, zeigt eine Messung bei

¹⁰Königswasser $HCl:HNO_3$ 3:1 mit Wasser verdünnt 10:1

¹¹Auch Testmessungen an Pt/Pb und Cu/Pb Kontakten bestätigen dies.

$T = 200 \text{ mK}$ und einem Kontaktwiderstand von $R = 1,9 \Omega$. Die Erhöhung des Leitwerts für kleine Spannungen kann auf Andreevreflektion zurückgeführt werden. Die aus dieser Messung abgeschätzte Energielücke beträgt $\Delta \approx 210 \mu\text{eV}$. Dazu wurde angenommen, dass $2\Delta \approx e \cdot \delta V_{\text{max}}(90\%)$ gilt, wobei $\pm V_{\text{max}}(90\%) = 1,08$ bei 90% der Höhe des Maximum bestimmt wurde. Das Maximum ist nicht ganz symmetrisch und läuft recht spitz zu, was auch eher untypisch für ein normales Andreevspektrum ist. Es gibt Hinweise aus Wärmetransportmessungen [121] auf Nullstellen in der supraleitenden Energielücke, was auf einen unkonventionellen Ordnungsparameter schließen lässt. Dies könnte auch die ungewöhnliche Struktur dieses Spektrums erklären. Ein

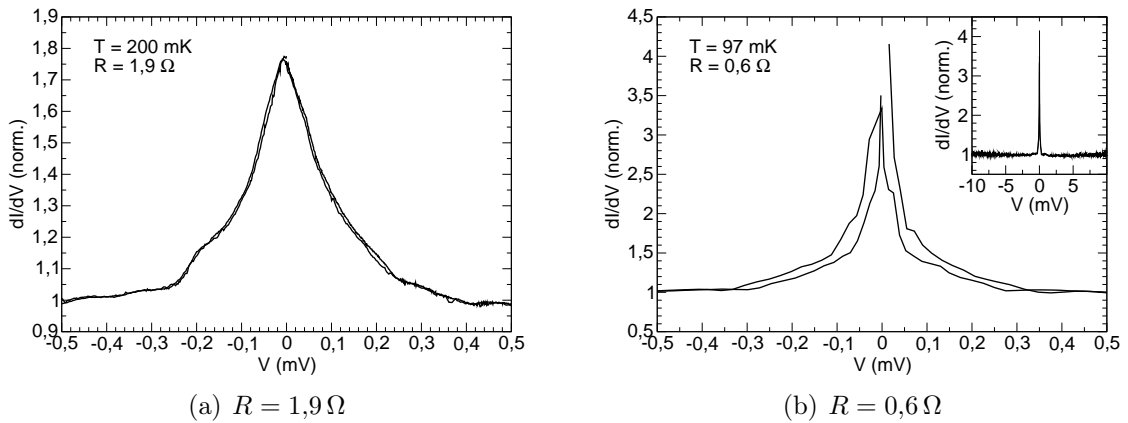


Abbildung 3.39: PKS CePt_3Si Übersicht

Typische Spektren an Pt/ CePt_3Si -Punktkontakten bei tiefen Temperaturen

Spektrum eines Kontaktes mit $R = 0,6 \Omega$, gemessen bei $T = 97 \text{ mK}$, ist in Abbildung 3.39(b) zu sehen. In dieser Messung ist sehr deutlich ein starke Erhöhung des differentiellen Leitwerts bei $V = 0$ zu erkennen, dies zeigt starke Ähnlichkeit zu der in Kapitel 3.2.1 beschriebenen Anomalie des *ZBP*. Iniotakis et al. [122] zeigen in Rechnungen, dass ein solches Maximum aufgrund von gebundenen Andreevzuständen an der Oberfläche auch in nicht zentrosymmetrischen Supraleitern auftreten kann. Die Messung wurde über einen weiten Spannungsbereich durchgeführt und zeigt, wie schon erwähnt, keine Asymmetrie. Der Graph über den gesamten Spannungsbereich ist klein in 3.39(b) eingefügt.

Die Temperaturabhängigkeit eines Spektrums mit $R = 7 \Omega$ ist in Abbildung 3.40 gezeigt. Nach Überschreiten der Sprungtemperatur, d.h. $T > 600 \text{ mK}$, bleibt in den Spektren ein Hintergrund mit einer Breite von $\Delta V \approx 0,6 \text{ meV}$. Dies könnte auf den Antiferromagnetismus der Probe zurückzuführen sein. Die zusätzlich für tiefe Temperaturen auftretende Struktur ist supraleitenden Ursprungs. Sie lässt auf eine Energielücke von $\Delta \approx 150 \mu\text{eV}$ schließen. Ansonsten zeigt dieses Spektrum keine weiteren Auffälligkeiten. Die Annahme, dass zusätzlich zur supraleitenden Struktur auch noch eine andere Form von Anregung zu Änderungen im Leitwert führt, kann auch in Abbildung 3.41 gesehen werden. Dort ist die temperaturabhängige Messung an einem recht niederohmigen Kontakt mit $R = 150 \text{ m}\Omega$ gezeigt. Bei der höchsten Messtemperatur $T = 850 \text{ mK}$ ist noch deutlich ein Maximum im Leitwert zu erkennen. Jedoch konnte leider keine Messung für Temperaturen oberhalb der Néeltemperatur durch-

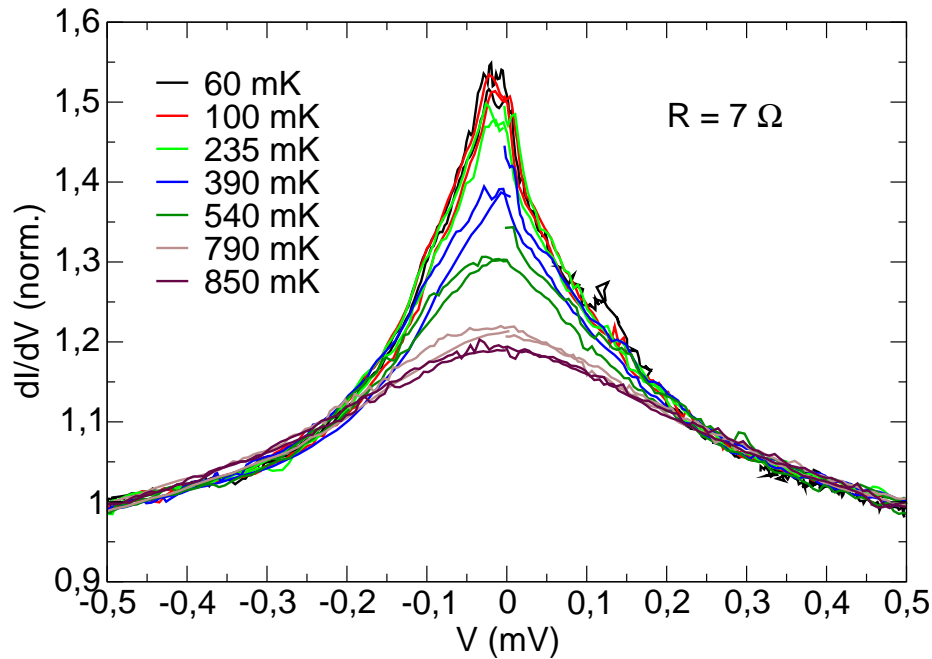


Abbildung 3.40: Temperaturabhängigkeit

Gemessene Temperaturabhängigkeit für einen Kontakt mit $R = 7 \Omega$.

geführt werden. Da die Messungen innerhalb der Mischungskammer durchgeführt werden, führt das Aufheizen zu turbulentem Verhalten und somit zur Instabilität des Kontaktes. Es ist aber offensichtlich ein großes Maximum für $T > T_c$ zu sehen. Eindeutig auf Supraleitung zurückzuführen lässt sich ein Teil des Spektrums in Abbildung 3.40, da sich das Verhalten bis $T = 790$ mK deutlich ändert. Die zwei Messungen bei $T = 790$ mK und $T = 850$ mK zeigen ein sehr ähnliches Verhalten. Für genauere Aussagen hätten Messungen im Feld oder Messungen zu noch höheren Temperaturen (z.B. im 4He Kryostaten zur Untersuchung des antiferromagnetischen Zustands) durchgeführt werden müssen. Da die Probe aber zerstört wurde, war dies nicht mehr möglich.

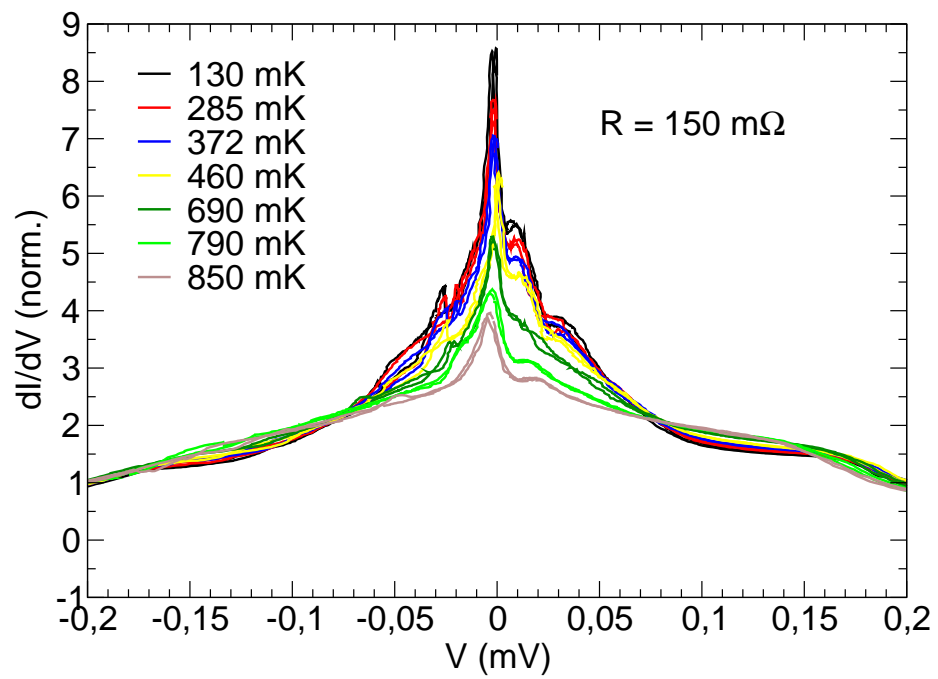


Abbildung 3.41: Temperaturabhängigkeit

Gemessene Temperaturabhängigkeit für einen Kontakt mit $R = 150 \text{ m}\Omega$.

Kontaktregime

Den Angaben aus Kapitel 1.2.1 folgend, wurde für die Messungen an $CePt_3Si$ der Kontaktdurchmesser bestimmt, um Aussagen über das Transportregime machen zu können. Die Ergebnisse sind in Tabelle 3.1 zusammengefasst.

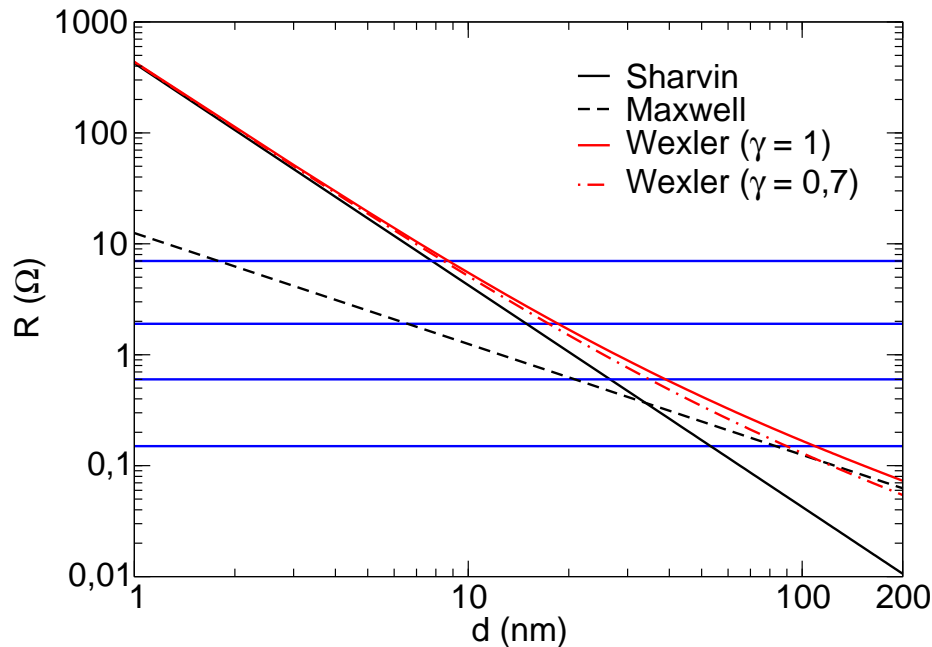


Abbildung 3.42: Kontaktregime

Graphische Bestimmung des Kontaktregimes. Schwarz: theoretische Abhängigkeit des Kontaktwiderstands vom Kontaktdurchmesser nach Maxwell und Sharvin. Rot: Interpolation nach Wexler. Blau: gemessene Kontaktwiderstände.

Für die Berechnungen wurden folgenden Annahmen gemacht: $\rho_{CePt_3Si} = 5 \mu\Omega\text{cm}$ [114], $\rho_{Pt} = 0,0029 \mu\Omega\text{cm}$ [75] und $\rho l = 1 \cdot 10^{-15} \Omega\text{m}^2$ (ein für Metalle typischer Wert [25]). Anhand Abbildung 3.42 lässt sich das Transportregime graphisch bestimmen. Dort eingezeichnet sind in schwarz die berechneten Abhängigkeiten für das ballistische Regime nach Sharvin und das thermische Regime nach Maxwell sowie die nach Wexler bestimmte Interpolation für das diffusive Regime. Die blau eingezeichneten horizontalen Linien entsprechen den gemessenen Kontaktwiderständen.

Die Kontakte mit $R = 7 \Omega$ und $R = 1,9 \Omega$ lassen sich mit den angenommen Parametern in den gewünschten ballistischen Transportbereich einordnen. Die Messung mit $R = 0,6 \Omega$ befindet sich schon weit im diffusiven Bereich. Der Kontakt mit $R = 150 \text{ m}\Omega$ liegt eindeutig im thermischen Regime. Für die beiden letztgenannten ist somit die Interpretation der Spektren schwierig, da viele inelastische Prozesse auftreten können.

Kontakt	$R[\Omega]$	$d[\text{nm}]$ (Sharvin)	$d[\text{nm}]$ (Maxwell)	$d[\text{nm}]$ (Wexler)
3.39(a)	1,9	15,4	6,5	17,4 – 18,6
3.39(b)	0,6	26,6	20,8	34,9 – 39,0
3.40	7	7,8	1,8	8,4 – 8,7
3.41	0,15	53,2	83,4	89,9 – 109,3

Tabelle 3.1: Berechnete Kontaktdurchmesser

3.4 Sr_2RuO_4

Die Verbindung Sr_2RuO_4 ist schon seit 1959 bekannt [123], doch wurde die unkonventionelle Supraleitung in diesem Material erst 1994 entdeckt [124]. In hochwertigen Kristallen kann die Sprungtemperatur bis zu $T_c \approx 1,5 \text{ K}$ betragen [125]. Das ist relativ niedrig, vor allem wenn man die strukturelle Nähe zu den Kuprat-Hochtemperatursupraleitern betrachtet. Überhaupt ist die Supraleitung in Sr_2RuO_4 verschieden von der Supraleitung in den Hochtemperatursupraleitern. Die supraleitenden Eigenschaften ähneln mehr der superfluiden Phase von ^3He .

3.4.1 Spintriplett-Supraleitung

Das Besondere an Sr_2RuO_4 ist der ungewöhnliche Zustand der Fermionenpaare. Es gilt mittlerweile als gesichert, dass es sich bei Strontiumruthenat um einen Spintriplett-Supraleiter mit p -Wellen Symmetrie handelt. Die eindeutigsten Hinweise geben Messungen der Knight-Shift in der Kernspinresonanzspektroskopie (NMR) [126], die für tiefe Temperaturen konstant bleibt und nicht wie für Singlett-Supraleiter zu Null abfällt für $T \rightarrow 0$. Eine Übersicht über die Messungen an Sr_2RuO_4 und Triplet-Supraleitung kann in [12] gefunden werden. Punktkontaktspektroskopiemessungen zeigen auch Hinweise auf Nullstellen in der Energielücke [74, 127], allerdings kann man allein damit nicht zwischen p - und d -Wellensupraleitung unterscheiden. Als Symmetrie des Ordnungsparameters wird oft

$$|\Delta(\vec{k})| = \Delta_0 (k_x^2 + k_y^2)^{1/2}$$

angegeben. Diese Symmetrie ist jedoch nicht vereinbar mit dem Auftreten von Nullstellen in der Energielücke. Verschiedene Szenarien sind zum Beispiel eine Erweiterung auf f -Wellen Symmetrie oder ein Auftreten von horizontalen Nullstellen. Ein weiterer Vorschlag sind vertikale Minima, aber keine echten Nullstellen, die dann in Messungen bei endlichen Temperaturen trotzdem zu möglichen Quasiteilchenzuständen in der Energielücke führen können. Eine ausführliche Diskussion über den möglichen Ordnungsparameter ist in [12, 24] gegeben und würde hier zu weit führen. Der Einfluss der p -Wellen Supraleitung wurde von Agterberg [128] diskutiert. Er konnte zeigen, dass man für Felder parallel zur c -Achse ein quadratisches Flussliniengitter erwartet. Detaillierte Analysen weisen darauf hin, dass man mehrere Bereiche in der supraleitenden Phase unterscheiden kann [129]. Bestätigt wurde diese Vorhersage zunächst indirekt durch Neutronenstreuexperimente [130]. Auch der direkte Nachweis ist mittlerweile gelungen durch μSQUID Rasterkraftmikroskopie [131, 132]. Dort ist die Ortsauflösung allerdings beschränkt. Ein direktes Abbilden mit den Rastertunnelmikroskop würde diese Manko beheben.

3.4.2 Probencharakterisierung

Strontiumruthenat ist isostrukturell zu den Hochtemperatursupraleitern. Es hat Perovskitstruktur und kristallisiert in der Raumgruppe $I4/mmm$ (K_2NiF_4 Struktur). Abbildung 3.43 zeigt die Einheitszelle von Sr_2RuO_4 . Dort sind die Strontiumatome in rot und Rutheniumatome in grün eingezeichnet. In blau sind die Sauerstoffkationen dargestellt. Die Größe der Einheitszelle beträgt $a = b = 0,3862 \text{ nm}$ und

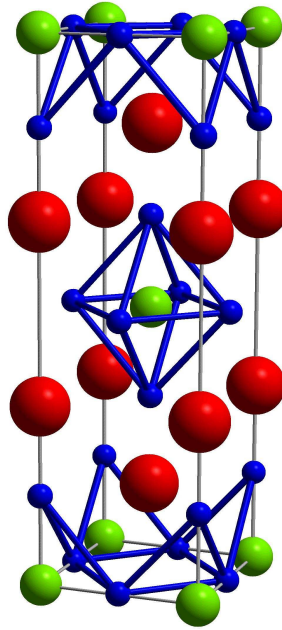


Abbildung 3.43: Kristallstruktur Sr_2RuO_4

Die Strontiumatome sind in rot dargestellt, in grün die Ruthenatome sowie in blau die Sauerstoffatome. Zusätzlich sind die Sauerstoffoktaederkanten durch blaue Linien verdeutlicht.

$c = 1,2722 \text{ nm}$ [133] bei $T = 15 \text{ K}$. Die kritische Temperatur hängt sehr stark von der Qualität der Kristalle ab [134] und beträgt in sehr guten Kristallen $T_c \approx 1,5 \text{ K}$. Hochwertige Kristalle werden in der Regel mittels Zonenschmelzverfahren hergestellt. Die Sprungtemperatur der hier verwendeten Kristalle wurde nicht bestimmt. Sie stammen aus der gleichen Charge, wie die von F. Laube [24] verwendeten Proben. Diese haben eine Sprungtemperatur von $T_c = 1,35 \text{ K}$. Die kritischen Felder betragen $B = 1,5 \text{ T}$ für $B \parallel ab$ und $B = 0,075 \text{ T}$ für $B \parallel c$ respektive [135].

3.4.3 Präparation

Die Sr_2RuO_4 -Proben weisen auch eine Schichtstruktur auf. Für Messungen mit Sr_2RuO_4 konnten die Proben wie HOPG¹² und NbSe_2 einfach mit einem Klebestreifen gespalten werden. Für die Messungen mit $I \perp c$ wurde die Probe wie bei CeCoIn_5 mit einer Rasierklinge gespalten. Der Vorteil des mechanischen Spaltens gegenüber Ätzen ist, dass man eine saubere Oberfläche erhält, ohne die Gefahr eines selektiven Lösens einzelner Bestandteile. Polieren wiederum verunreinigt die Probe und vor allem kann es die Kristallstruktur an der Oberfläche zerstören.

¹²Highly Ordered Pyrolytic Graphite, hochorientiertes pyrolytisches Graphit (vgl. Kapitel A.4).

3.4.4 Ergebnisse und Diskussion

Die Messungen an Sr_2RuO_4 wurden alle mit dem Rastertunnelmikroskop durchgeführt. Zunächst sollen die Messungen mit $I \parallel c$ vorgestellt werden, danach die Messungen mit $I \perp c$.

$I \parallel c$

Nach dem Spalten der Oberfläche wurden zunächst Messungen bei Raumtemperatur durchgeführt, nach erneutem Spalten wurde dann so schnell wie möglich der Kryostat abgekühlt, um Verschmutzungen zu vermeiden.

Raumtemperatur

Die Aufnahme 3.44(a) zeigt ein $200 \text{ nm} \times 200 \text{ nm}$ großes Topographiebild der Sr_2RuO_4 Oberfläche. Die Messungen wurden bei einem Strom von $I = 2 \text{ nA}$ und einer Spannung von $V = 500 \text{ mV}$ durchgeführt. Das Bild zeigt einen großen, flachen Bereich

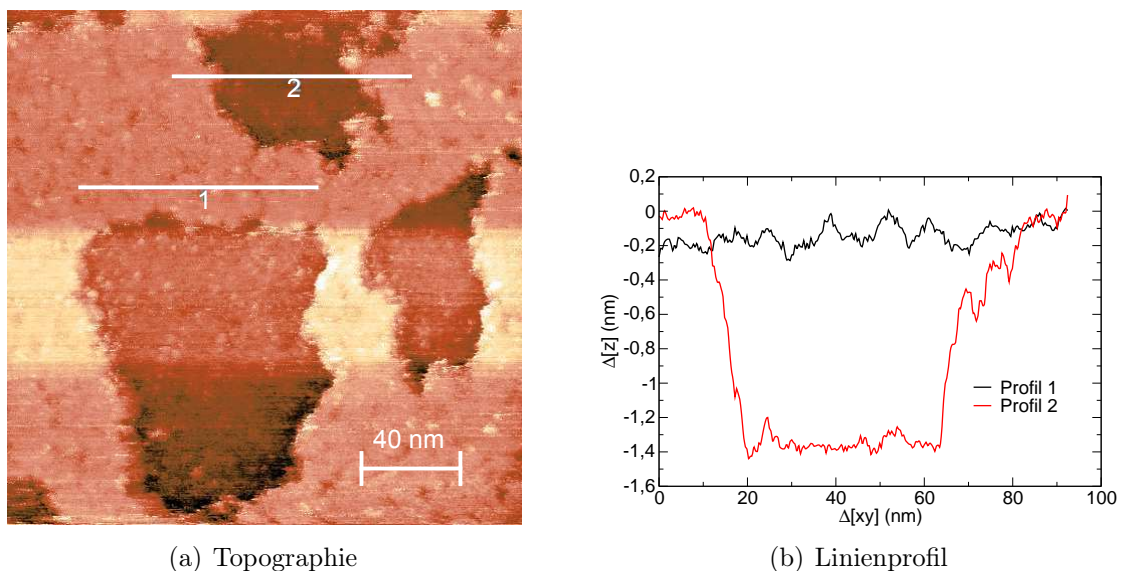


Abbildung 3.44: $I \parallel c$ bei Raumtemperatur

Aufgenommene Bildgröße $200 \text{ nm} \times 200 \text{ nm}$, bei $I = 2 \text{ nA}$ und $V = 500 \text{ mV}$.

mit mehreren großen Löchern. Die Linienprofile in Abbildung 3.44(b) wurden an den mit 1 und 2 bezeichneten Stellen ermittelt. Sie zeigen zum einen, dass die Oberflächenkorrugation relativ klein ist, zum anderen kann man die Höhe der beobachteten Stufen ausmessen. Die berechnete Kalibrierung der z -Achse scheint korrekt zu sein, da die bestimmte Größe der Stufenhöhe in etwa einer Gitterkonstanten in c -Richtung entspricht. Dieses Verhalten wurde auch in anderen Arbeiten festgestellt [136, 137], wobei in letzterer auch halbe Gitterkonstanten beobachtet wurden, die in den hier getätigten Messungen nicht gefunden wurden. Wie auch dort ist bei an Luft gespaltenen Proben keine atomare Auflösung möglich. Selbst bei im UHV gespaltenen Proben ist die Oberfläche nach etwa einem Tag übersät mit Verunreinigungen [138]. Solche

Effekte treten an Luft natürlich deutlich schneller zutage. Trotzdem besteht grundsätzlich die Hoffnung, dass die flache Oberfläche ein Abbilden des Flussliniengitters ermöglicht.

Tiefe Temperatur

Die Messung der Topographie bei $T \approx 100$ mK ist in der Aufnahme 3.45(a) gezeigt. Der Rasterbereich beträgt $600 \text{ nm} \times 600 \text{ nm}$. Dabei wurde bei einer Tunnelspannung von $V = 100$ mV im Konstantstrommodus bei $I = 2$ nA gemessen. Bei dieser Aufnahme wurden ebenfalls zwei Linienprofile extrahiert. Diese sind im Graphen 3.45(b) dargestellt. Profil 1 zeigt wieder die relativ glatte Oberfläche mit einer sehr geringen Korrugation. Bei der Auftragung für die z -Achse wurde die Raumtemperaturkalibrie-

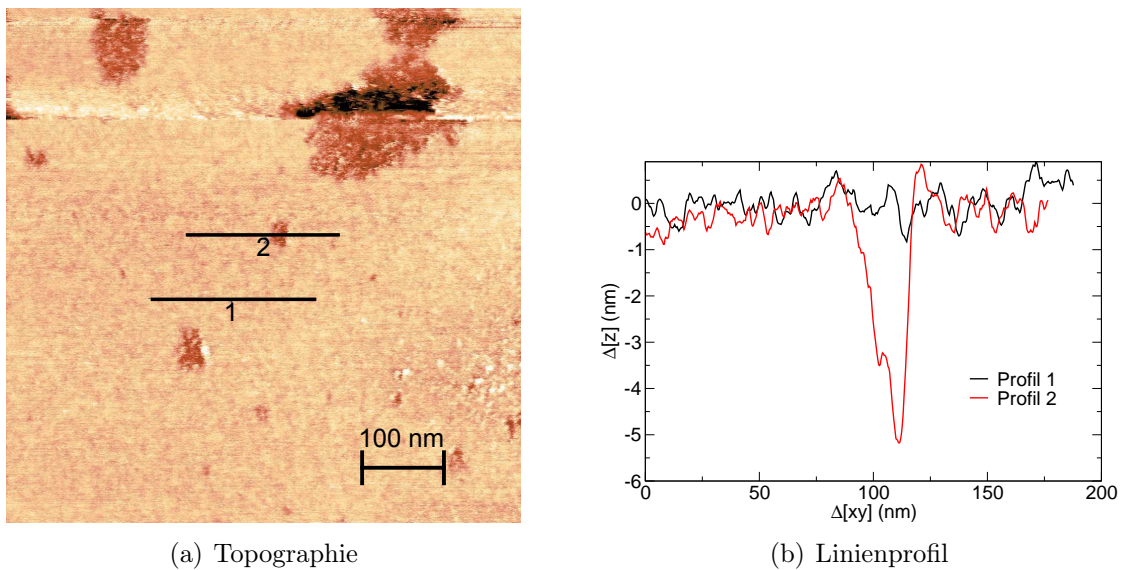


Abbildung 3.45: $I \parallel c$ bei $T \approx 100$ mK

Die Bildgröße beträgt $600 \text{ nm} \times 600 \text{ nm}$. Gemessen wurde bei $I = 2$ nA und $V = 100$ mV.

ung angenommen, da zum Zeitpunkt der Messung keine Aussage über die Änderung der z -Kalibrierung gemacht werden konnte. Aus der Skalierung für die xy -Ebene (vgl. Kapitel 3.5) lässt sich annehmen, dass auch für die Skalierung der z -Achse der gleiche Faktor gilt. Die Tiefe des Defektes ist in etwa $\Delta z = 5,5$ nm. Geht man auch hier von einer Gitterkonstanten aus, entspricht der Skalierungsfaktor in z dem für die xy -Ebene. Der Faktor entspricht mit 4,5 dem erwarteten Faktor ~ 4 für übliche Piezomaterialien. Damit das Flussliniengitter abgebildet werden kann, ist eine Signatur in der Spektroskopie notwendig, die definitiv zwischen normalleitendem und supraleitendem Zustand unterscheiden lässt. Von Vorteil ist zusätzlich eine möglichst große Leitwertänderung.

Tunnelspektroskopie

Typische Messungen des differentiellen Leitwerts in Abhängigkeit der Spannung sind in den Graphen der Abbildung 3.46 aufgetragen. Die Messung in 3.46(b) zeigt das

Spektrum bei $R = 75 \text{ M}\Omega$ in einem Spannungsbereich von $V = \pm 150 \text{ mV}$. Es zeigt sich ein stark halbleitendes Verhalten, wie dies auch von Kambara et al. [139] gesehen wurde, trotz einer Präparation im UHV. Matzdorf et al. [136] berichten zusätzlich über eine Oberflächenrekonstruktion die metallisches Verhalten zeigt; auch dort wurden die Proben im UHV gespalten. Es bleibt aber unklar, ob das hier gemessene Signal aufgrund Oberflächenrekonstruktion zustande kommt. Der Graph 3.46(a) zeigt eine

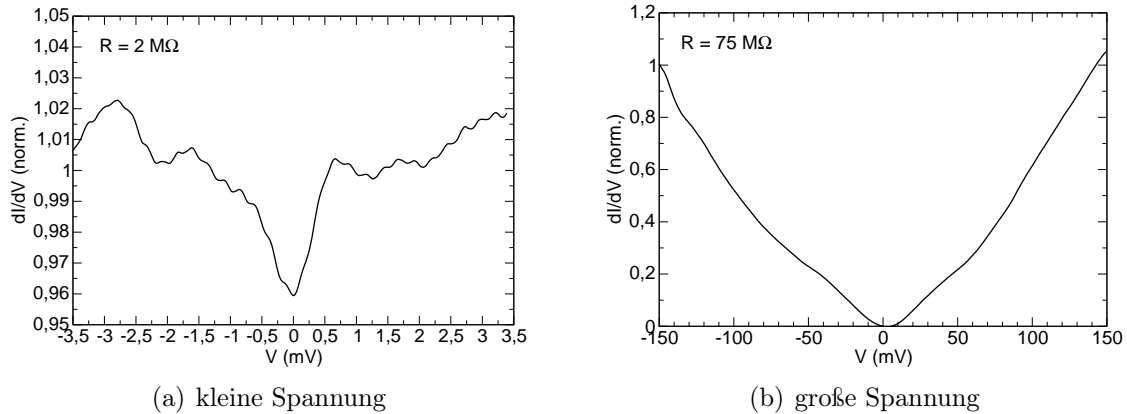


Abbildung 3.46: $I \parallel c$ bei $T \approx 100 \text{ mK}$

(a) im Bereich kleiner Spannungen und kleiner Tunnelwiderstände (b) großer Spannungsbereich und hohe Tunnelwiderstände.

Messung im Spannungsbereich, der dem Energiebereich der Energielücke entsprechen sollte [24]. Aus den Messungen kann auch eine Energielücke zu $\Delta \approx 0,5 \text{ meV}$ abgeschätzt werden. Die relative Änderung beträgt jedoch lediglich 4% und es ist keine Signatur von Kohärenzmaximas zu erkennen. Die Messungen zeigen allerdings ein sehr ähnliches Verhalten zu den von Upward et al. [137]. Die Größe der Energielücke ist in etwa gleich, die relative Änderung, die von Upward et al. bestimmt wurde, ist mit 15% etwas größer, auch zeigen sich dort kleine Anzeichen von Maxima bei $eV \approx \Delta$.

Wie bei CeCoIn_5 gibt es auch bei Sr_2RuO_4 ein Problem mit der Reproduzierbarkeit der spektroskopischen Daten. Bei Messungen an unterschiedlichen Orten kommt es immer wieder dazu, dass man keine Signatur des supraleitenden Zustandes sieht, leider auch hier ohne Korrelation zwischen Ort und dem Auftreten oder nicht Auftreten einer Energielücke. Messungen im magnetischen Feld lassen daher auch keine Rückschlüsse auf das Flussliniengitter zu.

$I \perp c$

Trotz der Schwierigkeiten bei den Messungen mit $I \parallel c$, wurden auch Messungen mit $I \perp c$ versucht. Diese Richtung wird beim Spalten nicht bevorzugt, deshalb war das Spalten mit einem Klebestreifen nicht möglich und es wurde wie schon erwähnt die Guillotine benutzt.

Raumtemperatur

Zunächst wurde wieder die Topographie bei Raumtemperatur gemessen. Das Ergebnis einer solchen Messung ist in Abbildung 3.47(a) zu sehen. Die Aufnahme zeigt einen $500 \text{ nm} \times 500 \text{ nm}$ Ausschnitt der Oberfläche, die Messung wurde bei $I = 2 \text{ nA}$ und $V = 500 \text{ mV}$ durchgeführt. Überraschend ist, dass die Oberfläche in weiten Bereichen sehr glatt aussieht, auch wenn dies nicht eine bevorzugte Spaltebene ist. Die hier auftretenden Störungen sind auch räumlich auf Inseln beschränkt. Allerdings ist hier die Störung innerhalb der Inseln deutlich größer als im Fall $I \parallel c$. Es gibt auch keine Stufenkante an den Inselkanten. Dieses spricht dafür, dass die Oberfläche an diesen Stellen nicht sauber gespalten ist. Linienprofile an verschiedenen Stellen sind in Ab-

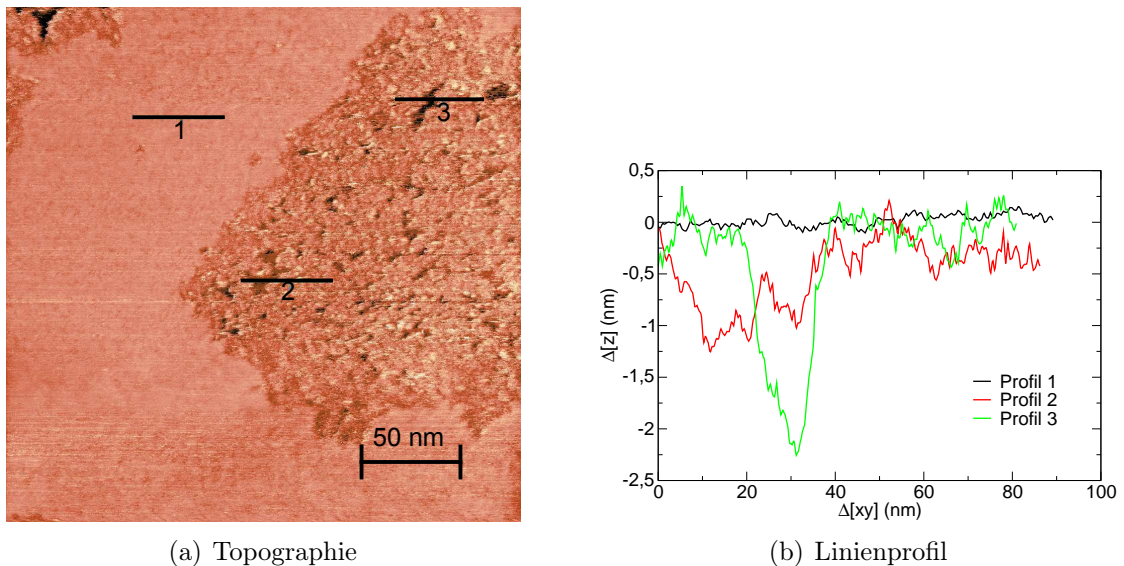


Abbildung 3.47: $I \perp c$ bei Raumtemperatur

Gewählter Raterbereich $500 \text{ nm} \times 500 \text{ nm}$ bei , $I = 2 \text{ nA}$ und $V = 500 \text{ mV}$.

bildung 3.47(b) zusehen. Es wurden drei Bereiche ausgewählt, Profil 1 zeigt die kleine Korrugation auf den großen Terrassen. Die Profile 2 und 3 zeigen den Topographieverlauf innerhalb des gestörten Bereichs. Die Senken sind mehrere Gitterkonstanten tief. Zusätzlich kann man sehen, dass die gesamte Oberfläche bei weitem nicht so flach wie in den ungestörten Bereichen ist. Die ungestörten Bereiche könnten sich zum Messen des Flussliniegitters eignen. In diesem Fall wurde nach den Raumtemperaturmessungen die Probe nicht nocheinmal gespalten, da die Kristalle eine endliche Ausdehnung haben und man im Vergleich zu der Präparation mit dem Klebestreifen eine sehr viel größere Menge an Material abträgt, so dass nicht viel mehr Spaltprozesse möglich sind.

Tiefe Temperatur

Nachdem die Probe abgekühlt wurde, ergab sich die in Abbildung 3.48(a) gezeigte Aufnahme der Oberfläche. Auch hier wurde ein Rasterbereich von $500 \text{ nm} \times 500 \text{ nm}$ gewählt, die Messung wurde mit einem Strom von $I = 2 \text{ nA}$ und bei einer Spannung von $V = 500 \text{ mV}$ durchgeführt. Die Oberfläche ist in diesem Bereich stark gestört

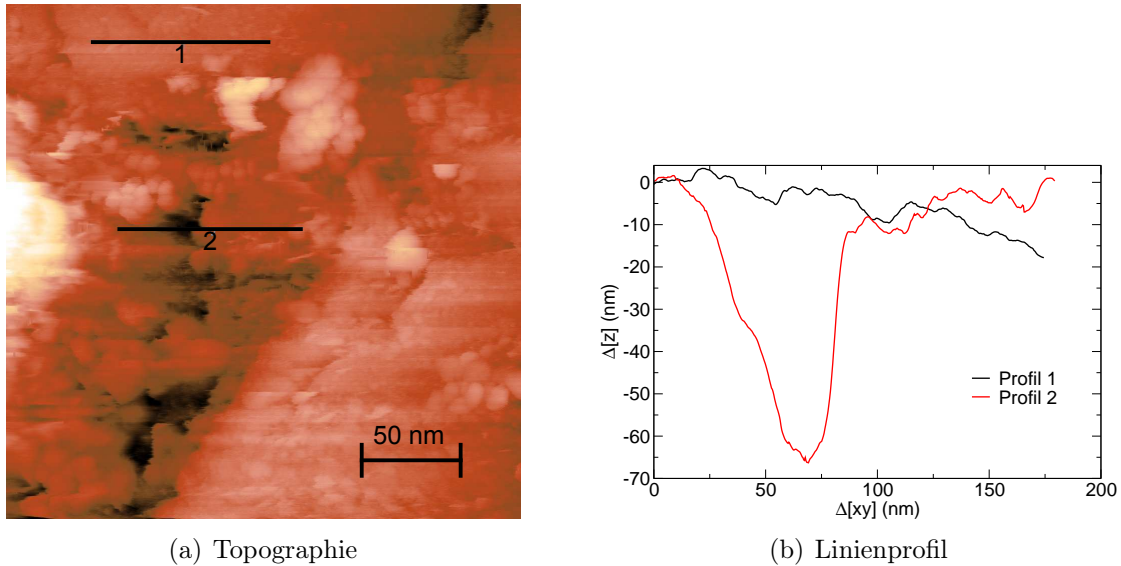


Abbildung 3.48: $I \perp c$ bei $T \approx 100 \text{ mK}$

Gewählte Bildgröße $500 \text{ nm} \times 500 \text{ nm}$ bei $I = 2 \text{ nA}$ und $V = 500 \text{ mV}$.

und scheint auch grobe Verschmutzungen aufzuweisen. Durch das Abkühlen hat sich sicherlich die exakte Position der Spitze über der Probe verändert, so dass dies einfach eine ungünstige Stelle der Probe gewesen sein könnte. Leider hat das hier vorgestellte RTM keine Möglichkeit, die Position der Probe bei tiefen Temperaturen zu ändern, um dies zu prüfen. Es besteht auch durchaus die Möglichkeit, dass durch Ausheizen und Abkühlen der Probe ein vorher schon stark unter Spannung stehendes Gitter vollständig gestört wird. Die aus diesen Messungen bestimmten Linienprofile sind im Graphen 3.48(b) aufgetragen. Selbst im oberen Teil der Aufnahme, die noch relativ glatt erscheint, ist eine Korrugation zu sehen die mehrere Gitterkonstanten beträgt. Die großen Störungen haben eine skalierte Tiefe von $\Delta z \approx 12 \text{ nm}$. Auf einer solchen Oberfläche ist es nicht möglich, Messungen des Flusslieniengitters durchzuführen. Spektroskopische Messungen wurden aber auch hier durchgeführt, und diese zeigen ein anderes Verhalten als für die Messungen $I \parallel c$.

Tunnelspektroskopie

Messungen innerhalb des für die Energielücke interessanten Spannungsbereichs zeigen ein recht typisches Spektrum für Supraleiter, wie in Abbildung 3.49 dargestellt. Durch die mangelhafte Reproduzierbarkeit der Messungen ist die Analyse erschwert.

Die hier abgeschätzte Energielücke ist, mit $\Delta \approx 300 \text{ meV}$, nahe an dem für

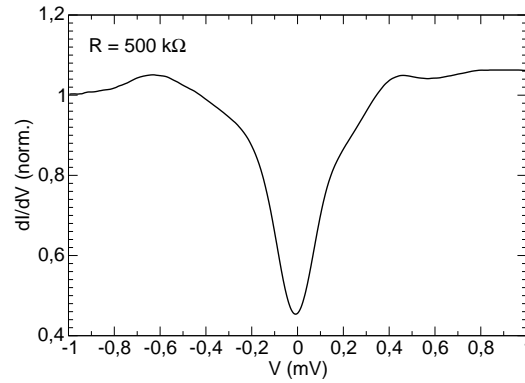


Abbildung 3.49: $I \perp c$ bei $T \approx 100$ mK

Aufnahme im Bereich kleiner Spannungen und kleiner Tunnelwiderstände.

einen schwach gekoppelten Supraleiter erwarteten Wert nach BCS-Theorie $\Delta = 1.76 \cdot k_B T_c = 0.229$ meV und liegt in der gleichen Größenordnung, wie in vorläufigen Ergebnissen von Suderow et al. [140] mittels Tunnelmessungen angeben. Punktkontaktmessungen von Laube et al. [74] zeigen ebenso eine Energielücke in der gleichen Größenordnung. Auch dort ist die relative Änderung in der Leitfähigkeit sehr viel kleiner, als für konventionelle Supraleiter erwartet.

3.5 NbSe₂

Die Kapitel im Anhang über den Aufbau und Test des RTMs haben die Funktionalität bei Raumtemperatur gezeigt. Bis auf die nichtverstandene Verbreiterung konnte auch die Funktionalität der Spektroskopie gezeigt werden. Das folgende Kapitel zeigt die volle Funktionalität des RTMs bei tiefen Temperaturen. In den letzten Jahren hat sich die Verwendung von NbSe₂ zum Test für Rastertunnelmikroskope bei tiefen Temperaturen bewährt und es wurde zu einer Standardprobe. Diesen Zweck verfolgten auch die in dieser Arbeit vorgenommenen Messungen an diesem System. Zum einen kann man mittels atomarer Auflösung eine Kalibrierung des Rasterpiezos bei tiefen Temperaturen vornehmen. Auch für große Skalen bietet NbSe₂ Kalibriermöglichkeiten dank des Flussliniengitters. Zum andern kann die Spektroskopie getestet werden, da der supraleitende Zustand bei kleinen Spannungen charakteristische Strukturen im differentiellen Leitwert liefert.

3.5.1 Raumtemperatur

Wie bei HOPG¹³ handelt es sich bei dem Übergangsmetalldichalkogenid NbSe₂ um ein Schichtsystem. Das Übergangsmetallatom befindet sich zwischen zwei Chalkogenidebenen. Die Übergangsmetalldichalkogenide im Allgemeinen und speziell NbSe₂ wurden schon kurz nach der Entwicklung des Rastertunnelmikroskops, aufgrund ihrer leicht zu präparierenden Oberfläche untersucht [141, 142, 143, 144]. Wie bei HOPG lässt sich eine saubere und relativ glatte Oberfläche durch Aufkleben und Abziehen eines Klebstreifens erreichen. NbSe₂ ist inert und eignet sich daher auch zum Messen an Atmosphäre. Abbildung 3.50(a) zeigt eine Aufnahme bei Raumtemperatur der frisch gespaltenen Oberfläche in einem Rasterbereich von $1,5 \mu\text{m} \times 1,5 \mu\text{m}$. Die Messung wurde bei $I = 2 \text{ nA}$ und $V = 500 \text{ mV}$ im Konstantstrommodus durchgeführt. Die Aufnahme zeigt eine Oberfläche mit vielen Inseln, die durch das Abziehen mit dem Klebestreifen entstanden sind. Zwischen diesen Inseln und auch auf den Inseln ist die Oberfläche atomar glatt. Das Topographiebild 3.50(b) zeigt die atomare Struktur von NbSe₂ in einem Rasterbereich von $10 \text{ nm} \times 10 \text{ nm}$. Die Gitterkonstante von NbSe₂ beträgt $a = 0,347 \text{ nm}$ [145]. Diese Messungen zeigen die Qualität der Spitze und der Probe, da es möglich ist, atomare Auflösung zu erhalten.

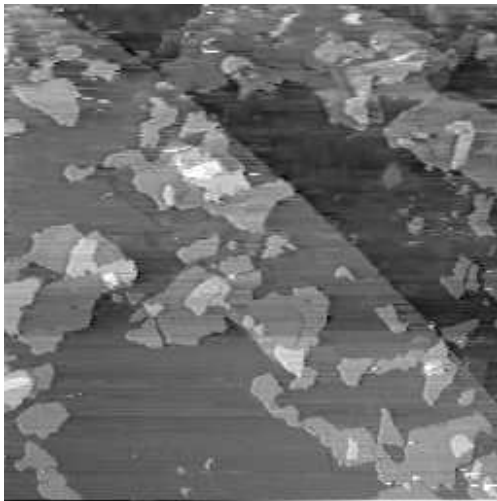
Neben dem supraleitenden Übergang bei $T_c = 7,2 \text{ K}$ [146]¹⁴ zeigt sich in NbSe₂ zusätzlich eine Ladungsdichtewelle bei $T \leq 35 \text{ K}$ [147]. Diese führt zu einer Überstruktur in den Messungen. Dies wurde nicht näher untersucht, da sich im Rahmen dieser Arbeit mehr auf die supraleitenden Eigenschaften konzentriert wurde. Mit dem Rastertunnelmikroskop wurde NbSe₂ zum ersten Mal im Jahre 1989 von H. F. Hess et al. [148] untersucht. Diese Messungen sind auch die ersten, bei denen das Flussliniengitter eines Supraleiters mit dem RTM aufgenommen wurde.

3.5.2 Tiefe Temperaturen

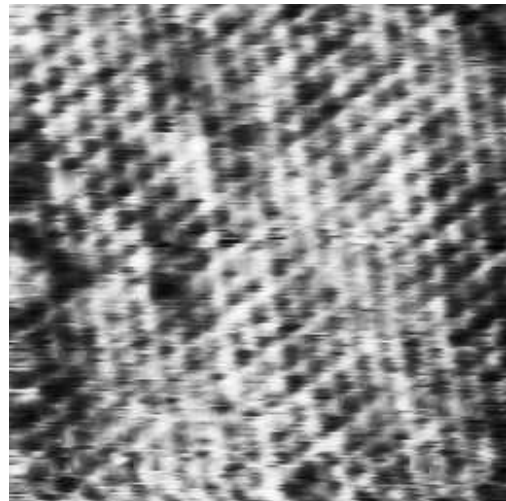
Eine Übersichtsaufnahme bei $T \approx 50 \text{ mK}$ mit $I = 2 \text{ nA}$ und $V = 50 \text{ mV}$ und einem Rasterbereich von $0,6 \mu\text{m} \times 0,6 \mu\text{m}$ ist in 3.51(a) abgebildet. Auch hier ist die Struktur,

¹³Highly Ordered Pyrolytic Graphite, hochorientiertes pyrolytisches Graphit (vgl. Kapitel A.4).

¹⁴Die Sprungtemperatur hängt von der genauen Struktur des Kristalls ab.



(a) Topographie $1,5 \mu\text{m} \times 1,5 \mu\text{m}$



(b) atomare Auflösung $10 \text{ nm} \times 10 \text{ nm}$

Abbildung 3.50: NbSe₂

Aufnahme der Topographie von NbSe₂ bei Raumtemperatur (a) Übersichtsaufnahme Rasterbereich $1,5 \mu\text{m} \times 1,5 \mu\text{m}$ (b) mit atomarer Auflösung in einem Rasterbereich von $10 \text{ nm} \times 10 \text{ nm}$.

der bei Raumtemperatur gefundenen Inseln zu sehen, die bis auf kleinere Defekte atomar flach sind.

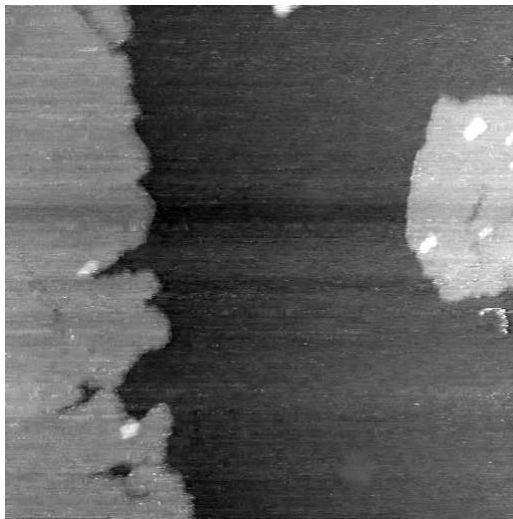
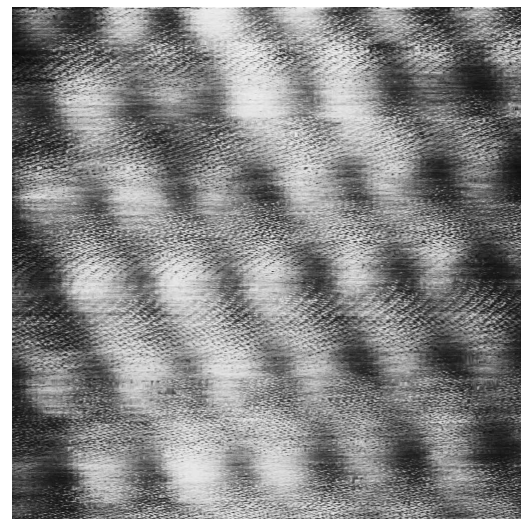
Atomare Auflösung an NbSe₂

Bei tiefen Temperaturen konnte auch atomare Auflösung erzielt werden. Abbildung 3.51(b) zeigt eine Aufnahme mit einem Rasterbereich von $2 \text{ nm} \times 2 \text{ nm}$. Dieses Bild wurde mit einem Strom von $I = 1,67 \text{ nA}$ bei einer Spannung von $V = 322,3 \text{ mV}$ aufgenommen. Das dem Bild überlagerte periodische Rauschen könnte durch das Pumpensystem verursacht worden sein.

Nach dem erfolgreichen Abbilden der Oberfläche bis hin zur atomaren Auflösung der NbSe₂ Oberfläche wurde im nächsten Schritt versucht, die supraleitende Zustandsdichte auszumessen.

Spektroskopie

Ein typisches Spektrum des differentiellen Leitwerts ist in Abbildung 3.52 zu sehen. Die Messungen erfolgten mit Hilfe der in Kapitel A.5 vorgestellten Methode. Das Spektrum wurde bei $T = 50 \text{ mK}$ aufgenommen; die Messdaten sind mit offenen Kreisen dargestellt. Zusätzlich sind zwei berechnete Kurven eingetragen. Beide sind ein für großes $z = 50$ nach der BTK-Theorie berechnet. Dabei wurde einmal die Energielücke auf die Position der Maxima im Spektrum angepasst, wobei daraus eine Energielücke von $\Delta = 1,62 \text{ meV}$ resultiert. Passt man hingegen die Energielücke auf die Breite des Minimums an so ergibt sich ein Wert von $\Delta = 1,06 \text{ meV}$. Neuere Messungen an NbSe₂ zeigen das Auftreten einer unterschiedlich großen Energielücke je

(a) Topographie $0,6 \mu\text{m} \times 0,6 \mu\text{m}$ (b) atomare Auflösung $2 \text{ nm} \times 2 \text{ nm}$ **Abbildung 3.51: NbSe₂**

RTM Aufnahme von NbSe₂ mit atomarer Auflösung bei tiefen Temperaturen.

nach Ort der Messung [149]. Die dort vorgestellten Messungen zeigen, dass NbSe₂ zwei charakteristische Energieskalen hat, die auf atomarer Skala variieren. Da die hier vorgestellten Messungen eine Mittelung über 100 Spektren darstellen, kann es durchaus sein, dass die hier festgestellte Verbreiterung auf der Mittelung über diese beiden Energieskalen beruht. Die Messungen wurden zwar nominell am gleichen Ort durchgeführt, es kann aber nicht ausgeschlossen werden, dass in der Spektroskopie über mehrere Orte gemittelt wird, da die genaue Konfiguration der Spitze nicht bekannt ist. Die beiden berechneten Spektren stellen dann die obere und untere Grenze der Energielücke dar. Es kann natürlich auch nicht ausgeschlossen werden, dass die in Kapitel A.5 vorgestellten Probleme diese Verbreiterung verursachen. Da die hier gemessenen Strukturen allerdings einen Faktor zehn größer sind, als die aus der Analyse hervorgegangene Verbreiterung ist dies eher unwahrscheinlich.

3.5.3 Flussliniengitter

Damit das Flussliniengitter abgebildet werden kann, stellt man die Spannung auf den Wert eines der Kohärenzmaxima und rastert die Oberfläche im Konstantstrommodus ab. Durch Anlegen eines äußeren Feldes kommt es zum Eindringen von magnetischem Fluss in Form von quantisierten Flussschläuchen. Dort ist die Probe lokal normalleitend, d.h. dort verschwinden die Kohärenzmaxima. Dies bedeutet wie aus Abbildung 3.52 ersichtlich eine Änderung um einen Faktor zwei im Leitwert. Damit der Strom konstant gehalten werden kann, muss die Spitze näher an die Oberfläche gebracht werden. Auf diese Weise entsteht ein Signal in der Topographie, welches die Form des Flussliniengitters widerspiegelt. In sämtlichen Auftragungen wurde der Kontrast invertiert, um die Strukturen besser kenntlich zu machen. Die in aufsteigender Feldstärke von $B = 0$ bis $B = 0,9 \text{ T}$ gezeigten Aufnahmen der Topographie in Abbildung 3.53 zeigen das Flussliniengitter und dessen Feldabhängigkeit. Die Aufnahmen

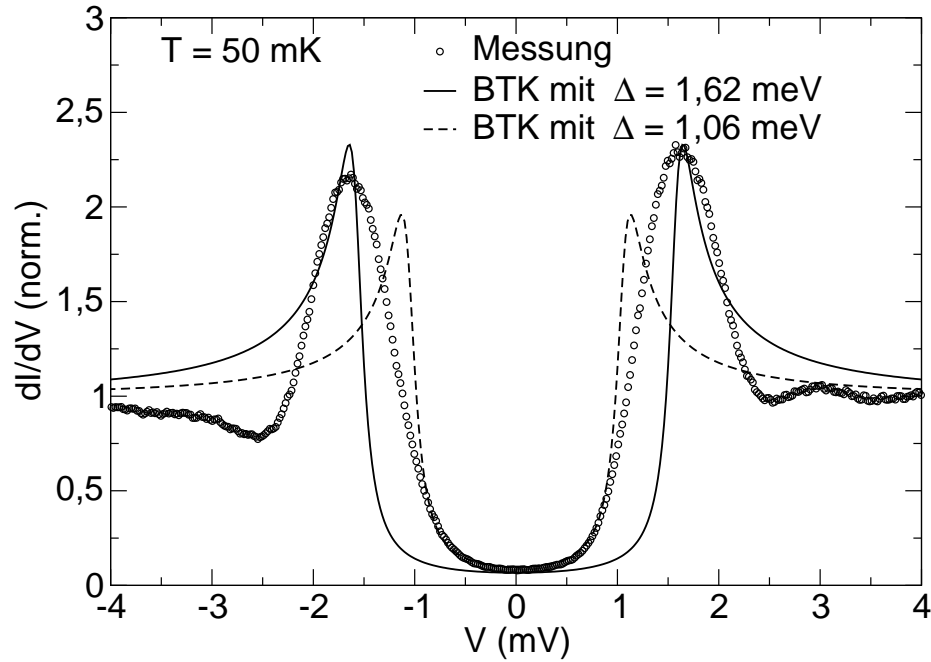


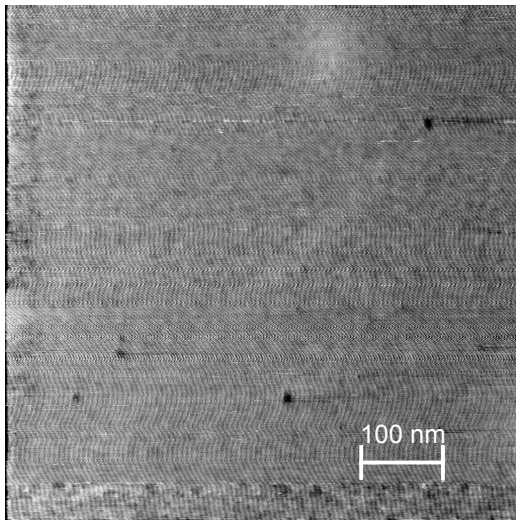
Abbildung 3.52: Spektroskopie an NbSe₂

Differentieller Leitwert von NbSe₂ im supraleitenden Zustand, zusätzlich zu den Messdaten (offene Kreise) sind zwei berechnete Spektren mit eingezeichnet.

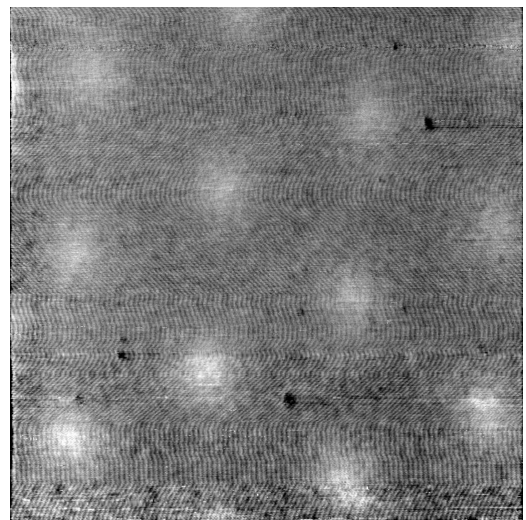
wurden bei $T \approx 100$ mK getätigt. Die Messung 3.53(a) wurde nach Abschalten des Magnetfeldes aufgenommen. Aufgrund des Restfeldes im Magneten oder durch Pinning ist auch dort noch ein Flusschlauch in der oberen rechten Ecke zu erkennen. In den Aufnahmen 3.53(i) und 3.53(j) ist am unteren Rand des Bildes ein starkes Driften zu erkennen, dieses Driften ist nicht durch die Spitze verursacht (dazu folgen später noch einige Ergänzungen), sondern zeigt die zeitliche Anordnung der Flussschläuche. Die Wartezeit nach Ändern des Feldes war in allen Fällen sehr kurz, die Messzeit pro Aufnahme betrug ca. 90 min. Die Stabilisierung des Flussliniengitters dauert bei höheren Feldern aber offensichtlich deutlich länger als in kleinen Feldern. Dies ist am einfachsten zu erkennen an den unverzerrten Defekten in der Oberfläche, die bei einem Drift aufgrund von Feld oder Temperatur auch mitverzerrt werden sollten. Diese Defekte bieten eine gute Möglichkeit die Stabilität zu prüfen. Die Position der Spitze in x, y -Richtung wird nicht durch das Ändern des Feldes beeinflusst, was durch das Auftreten der Defekte an den immer gleichen Koordinaten bestätigt wird. Die z -Position zeigt jedoch eine starke Feldabhängigkeit. Dies wird später erläutert. Eine minimale Drift auf atomarer Skala lässt sich nicht ganz ausschließen. Für $B = 500$ mT ist in Abbildung 3.54 das Flussliniengitter in einer dreidimensionalen Darstellung abgebildet, um einen besseren Eindruck von dem Topographiekontrast zu erhalten. Letztlich sollten diese Messungen zur Kalibrierung des Rasterpiezos bei tiefen Temperaturen dienen, da die Gitterkonstante des Flussliniengitters theoretisch berechnet werden kann. Es gilt nach [43]:

$$a_{\Delta} = \left(\frac{4}{3}\right)^{1/4} \cdot \left(\frac{\Phi_0}{B}\right)^{1/2},$$

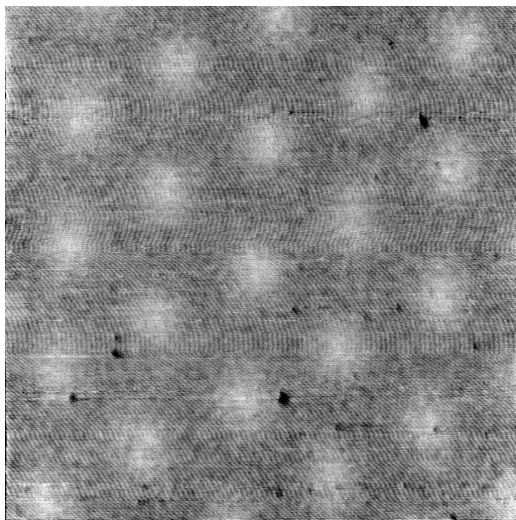
wobei $\Phi_0 = h/2e$ das magnetische Flussquant ist. Trägt man den Gitterabstand über das magnetische Feld auf, wie in Abbildung 3.55 geschehen, so erhält man aus der wurzelförmigen Abhängigkeit einen Skalierungsfaktor zwischen Raumtemperatur und tiefen Temperaturen für die Rastereinheit, in diesem speziellen Fall ergibt sich ein Skalierungsfaktor von 0,2. Die in Abbildung 3.55 eingetragenen Datenpunkten wurden bereits damit skaliert. Daraus ergibt sich dann auch die Größe des Rasterbereiches in den Aufnahmen aus 3.53 zu $0,6 \mu\text{m} \times 0,6 \mu\text{m}$.



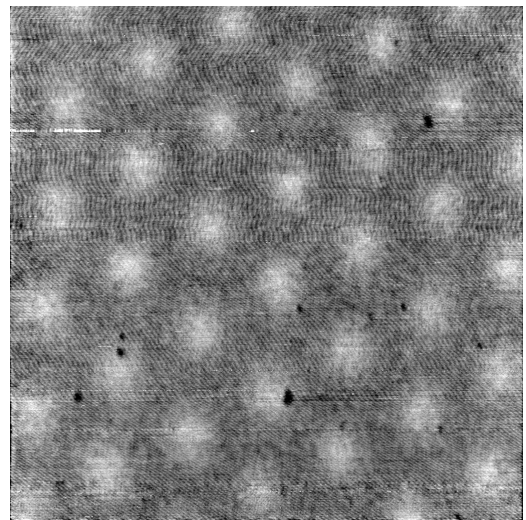
(a) $B = 0$ T



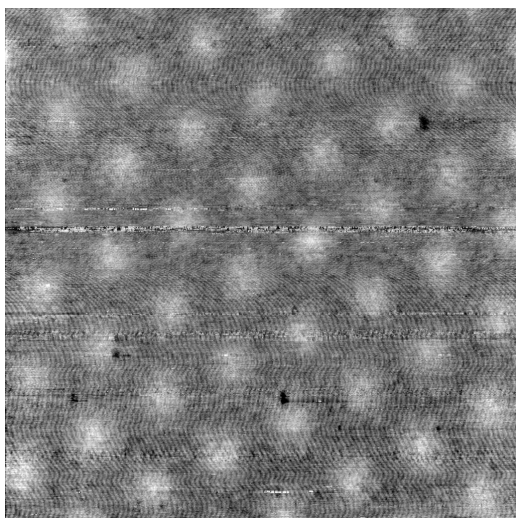
(b) $B = 0,1$ T



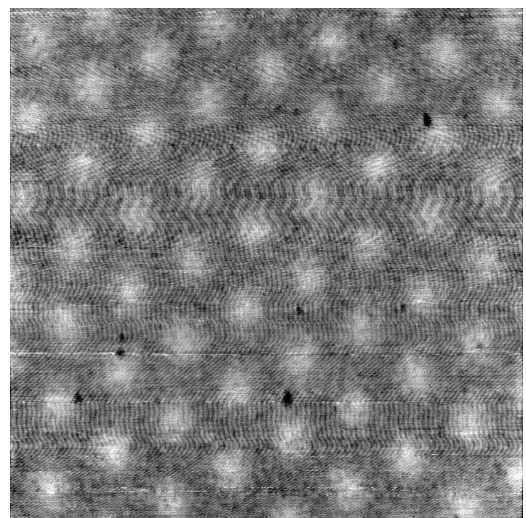
(c) $B = 0,2$ T



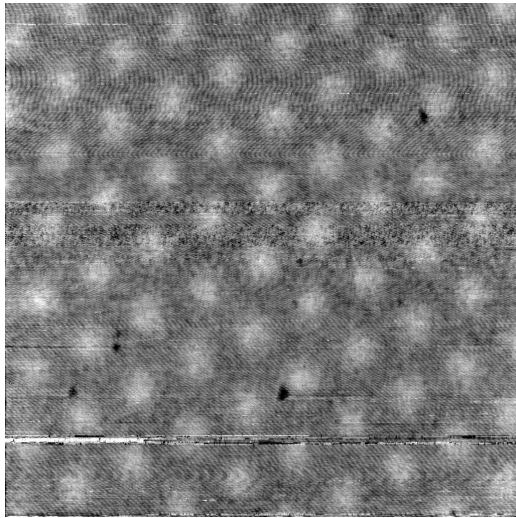
(d) $B = 0,3$ T



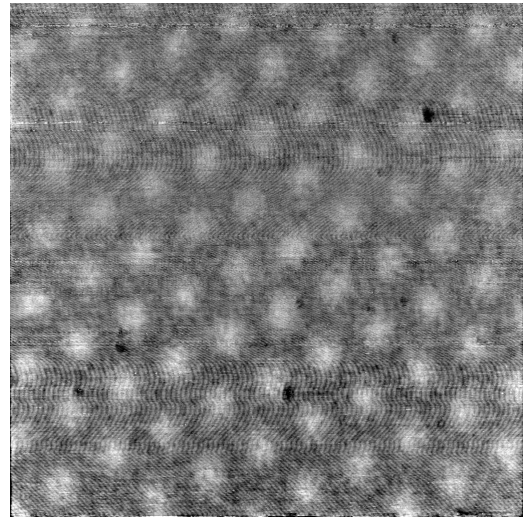
(e) $B = 0,4$ T



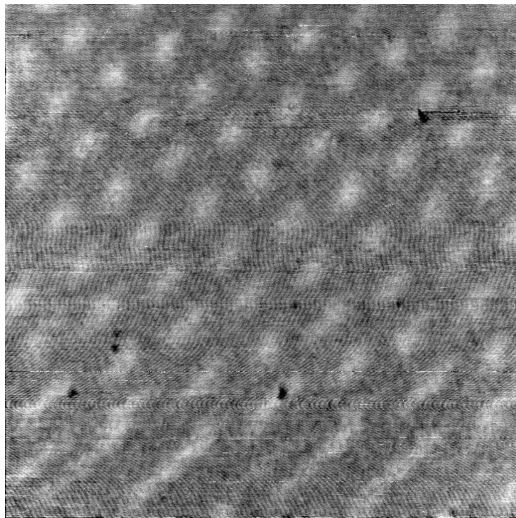
(f) $B = 0,5$ T



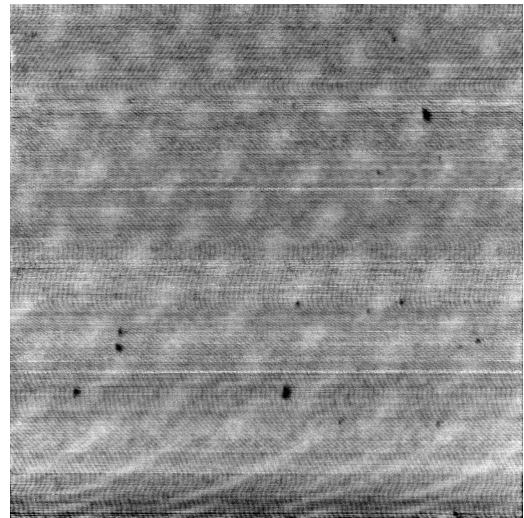
(g) $B = 0,6 \text{ T}$



(h) $B = 0,7 \text{ T}$



(i) $B = 0,8 \text{ T}$



(j) $B = 0,9 \text{ T}$

Abbildung 3.53: Feldabhängigkeit:

Messungen wurde bei $V = 2 \text{ mV}$ und $T \approx 100 \text{ mK}$ durchgeführt, die Schrittweite beträgt $\Delta B = 0,1 \text{ T}$. Der Rasterbereich entspricht $600 \text{ nm} \times 600 \text{ nm}$.

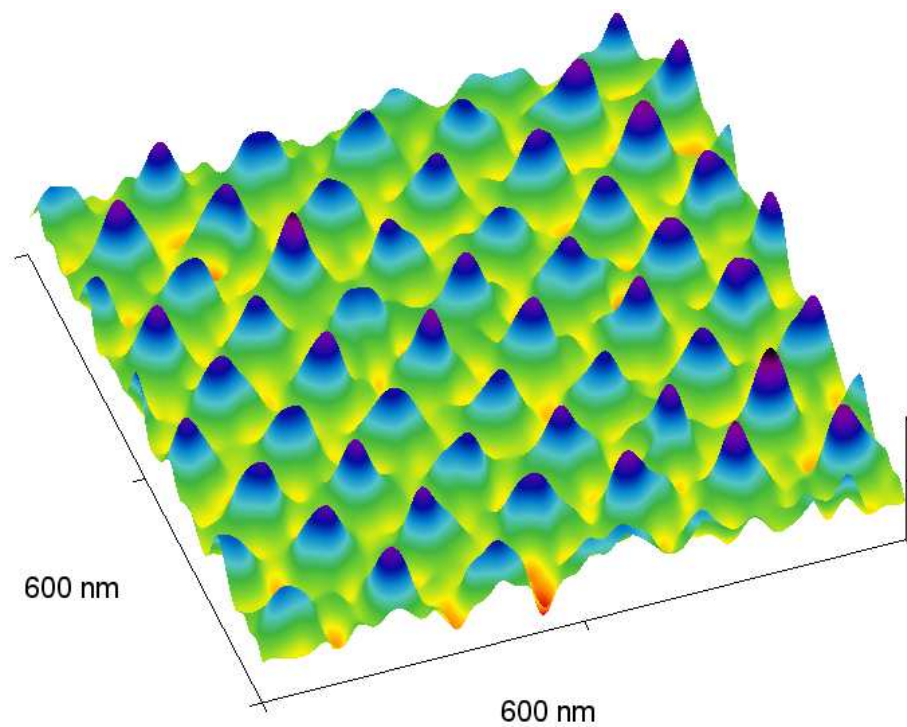


Abbildung 3.54: 3d-Abrikosov Gitter

Dreidimensionale Darstellung des Flussliniengitters für $B = 500$ mT.

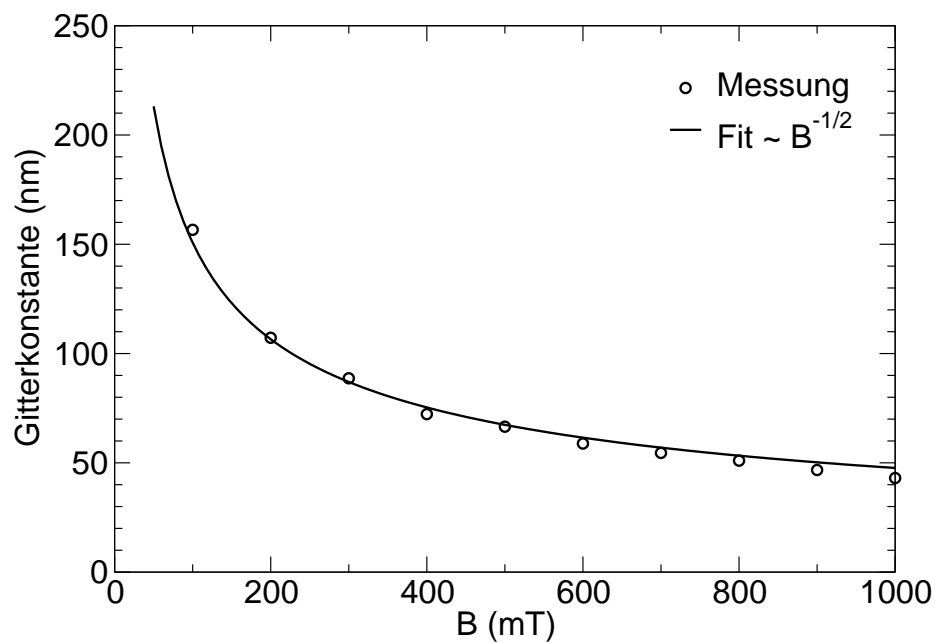


Abbildung 3.55: Abrikosov Gitter

Feldabhängigkeit der Gitterkonstante des Abrikosovgitters.

Spektroskopie im Vortexzustand

Die Graphen in Abbildung 3.56 zeigen die spektroskopischen Messungen entlang einer Linie über einen Flussschlauch hinweg. Es ist der normierte differentielle Leitwert über der Spannung in mV und dem relativen Ort in nm, entlang einer Linie aufgetragen. Die beiden Graphen zeigen die gleiche Messung; es ist lediglich die Ansicht aus verschiedenen Winkeln aufgetragen. Die Messung besteht aus 150 in äquidistan-

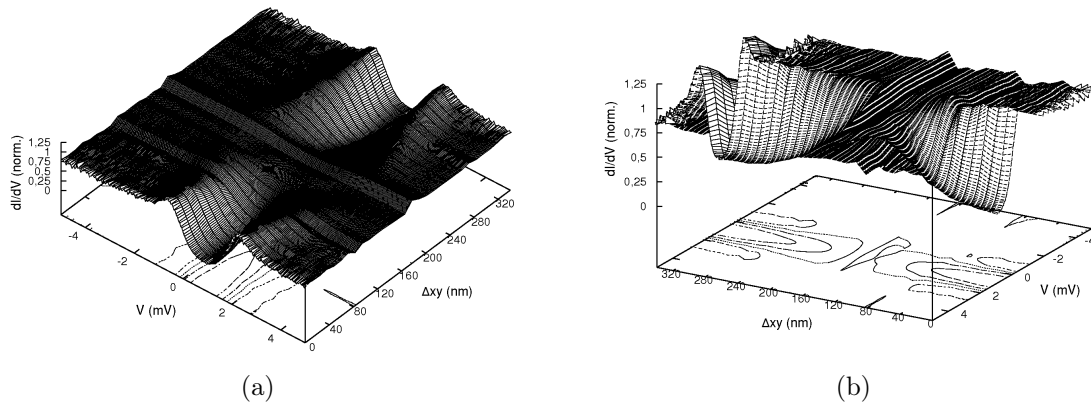


Abbildung 3.56: Spektroskopie über einen Flussschlauch

Spektroskopische Messungen entlang einer Linie über einen Flussschlauch hinweg.

ten Abständen aufgenommenen Spektren. Man erkennt deutlich die supraleitende Zustandsdichte zu Beginn der Messungen. In der Mitte des Vortex gibt es keine ausgeprägte Energielücke mehr, dadurch auch eine von Null verschiedene Leitfähigkeit. Am Ende der Messungen ist wieder die volle supraleitende Zustandsdichte ausgeprägt. Nicht abgebildet sind die Messungen für Spektroskopielinien entlang verschiedener Richtungen. Diese zeigen aber immer das eben beschriebene Verhalten.

Betrachtet man die Spektren direkt in der Mitte des Flussschlauchs genauer, so kann man eine Erhöhung des Leitwerts bei $V = 0$ sehen. Im Graphen 3.57 sind die Spektroskopiedaten des Start- und Endpunkts der Messungen entlang der Linie, also die Messungen außerhalb der Vortex, in schwarz aufgetragen. Dazwischen ist die Messung genau im Zentrum des Vortexkerns in rot eingezeichnet. Dort erkennt man deutlich die erhöhte Leitfähigkeit bei $V = 0$. Die Messungen sind zur besseren Übersicht gegeneinander verschoben. Der Leitwert für die nicht verschobenen Kurven ist bei großer Spannung für alle drei Messungen identisch. Dieses Verhalten wurde auch von Hess et al. [150] beobachtet und das Auftreten eines solchen Maximums kann in einem einfachen Modell verstanden werden [151]. Das Paarpotential ist in der Mitte des Flussschlauches gleich null und steigt am Rand des Vortex in einem Bereich von der Größenordnung der Kohärenzlänge ξ_0 auf den maximalen Wert im supraleitenden Bereich an. Diese räumliche Variation des Paarpotentials ist analog zu einem Potentialtopf für die Quasiteilchen mit einer Tiefe von der Größe der Energielücke. Quasiteilchen, deren Energie kleiner als die Energielücke ist, bilden in diesem Potentialtopf gebundene Zustände. Diese gebundenen Zustände sind für die Erhöhung der lokalen Zustandsdichte verantwortlich [152].

Die Messungen an NbSe₂ bei tiefen Temperaturen und magnetischen Feldern zeigen

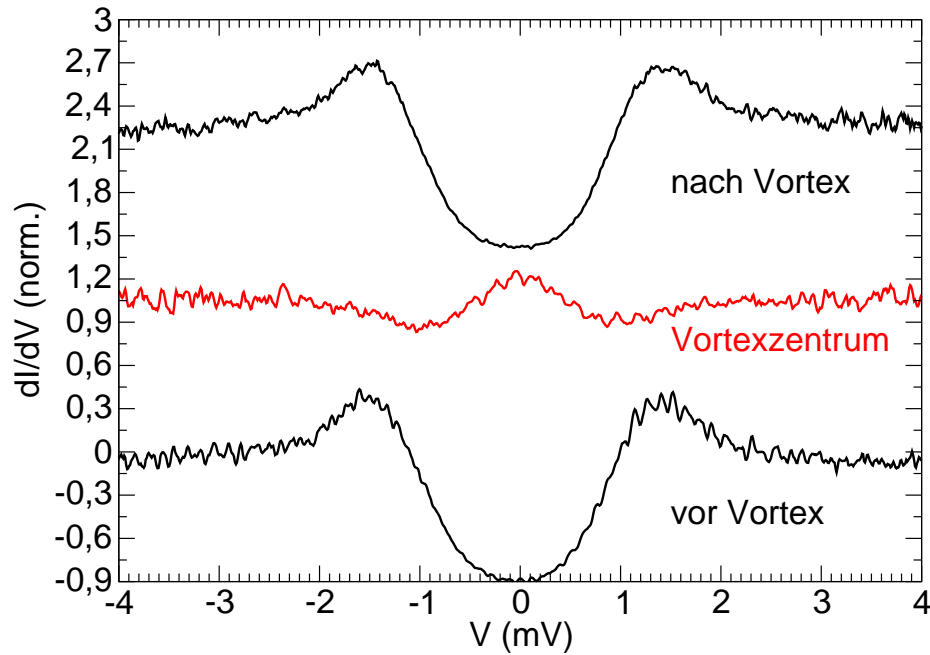


Abbildung 3.57: Gebundener Zustand im Vortexkern

Spektroskopie vor und nach dem Vortexzentrum in schwarz, sowie in der Mitte des Vortex in rot.

also alle erwarteten Details, atomare Auflösung, das Flusslinengitter, die supraleitende Zustandsdichte und die gebunden Zustände im Vortexkern. Auch die Energieskala der auftretenden Strukturen stimmt sehr gut mit den erwarteten Werten überein. Diese Messungen zeigen die Funktionalität des Rastertunnelmikroskops bei tiefen Temperaturen.

Thermischer Drift und Drift im magnetischen Feld

Zum Abschluss dieses Kapitels soll noch kurz auf das thermische Driften und das Driften im magnetischen Feld näher eingegangen werden. In Kapitel A.4 wurde bereits das thermische Driften, das in der Ebene auftritt, angesprochen. Dieses ist in den Messungen immer leicht zu erkennen, da dies zu einer Verzerrung der Struktur führt. Messungen im magnetischen Feld sind bei Raumtemperatur nicht möglich. Bei tiefen Temperaturen ist keine Drift in der xy -Ebene zu sehen. Dies kann man, wie bereits erwähnt, an den Oberflächendefekten in den Abbildungen 3.53 erkennen. Diese bleiben in allen Messungen ortsfest und haben die gleiche Struktur, obwohl bei den Messungen ein Viertel des maximalen Rasterbereiches benutzt wurde und es so zu einem großen Sprung in der xy -Ebene, nach dem Ende der ersten Messung hin zum Beginn der zweiten Messungen, kommt. Im Folgenden soll nun die thermische Drift im z -Signal näher betrachtet werden. Abbildung 3.58(a) zeigt die Änderungen im z -Signal gemessen über einem festen Punkt bei einem Tunnelwiderstand von $R = 250 \text{ M}\Omega$. Die Spitze wurde bei $t = 0$ an eine neue Position gestellt und dann die relative Änderung im z -Signal in Abhängigkeit der Zeit gemessen. Die bei diesem Prozess auftretende Drift ist immer positiv, d.h. die Spitze wird näher an die Pro-

be herangefahren, um stabile Tunnelbedingungen zu gewährleisten. Es fällt auf, dass auch nach einer Stunde das Signal noch nicht gesättigt ist, auch wenn die relativen Änderungen immer kleiner werden. Die relative Änderung ist über den gesamten Bereich betrachtet, mit einem Faktor 2,5 auch ziemlich groß. Nach dieser Analyse ist es nicht verwunderlich, dass direkt nach dem Annähern oft ein zusätzlicher Grobschritt nötig ist, um im Tunnelregime zu bleiben. Außerdem kann man noch einen Spitzenwechsel bei $t \approx 23$ min erkennen, dort kommt es zu einer sprunghaften Änderung im z -Signal. Die gleichen Messungen wie in 3.58(a) wurde auch für tiefe Temperaturen

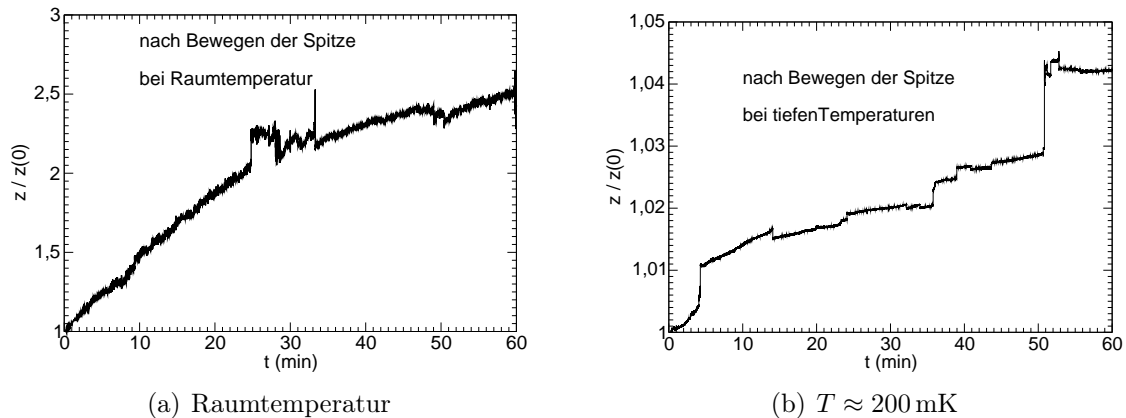


Abbildung 3.58: z -Drift bei Raumtemperatur und tiefen Temperaturen

z -Drift nach Bewegungen der Spitze in Abhängigkeit der Zeit bei (a) $T \approx 300$ K (b) $T \approx 200$ mK.

$T \approx 200$ mK durchgeführt. Das Ergebnis ist in Abbildung 3.58(b) dargestellt. Auch hier sind wieder Spitzenwechsel zu erkennen. Dieses Mal in größerer Anzahl, was ein wenig verwundert, da bei tiefen Temperaturen die Beweglichkeit der Atome eingeschränkter sein sollte. Betrachtet man die relative Änderung der Sprünge, so stellt man fest, dass nur der größte Sprung wirklich vergleichbar ist mit dem bei Raumtemperatur gefundenen Sprung. Eine mögliche Erklärung wäre, dass bei Raumtemperatur kleinere Änderungen der Spitze so schnell von statten gehen, dass sie zeitlich nicht aufgelöst werden konnten oder in der großen thermischen Drift untergehen. Bei tiefen Temperaturen ist der thermische Drift um einen Faktor hundert kleiner und so werden dann auch kleinere Änderungen in der Spitzengeometrie sichtbar. Die minimale Änderung durch den Drift um ca. 4 % im z -Signal lässt sich sehr gut in Einklang mit dem Nicht-Vorhandensein des Drifts in der xy -Ebene bringen. Dennoch hat hier der auftretende Drift das gleiche Vorzeichen, was wichtig ist im Vergleich zu den Messungen im magnetischen Feld.

Abbildung 3.59 zeigt die bestimmte relative Änderung des z -Signals in Abhängigkeit vom magnetischen Feld. Die Änderungsrate des magnetischen Feldes betrug $\Delta B = 0,12$ T/min. Die Messung wurde bei $T \approx 200$ mK durchgeführt. Bevor die Feldrampe gefahren wurde, wurde das gesamte System für zwei Stunden relaxieren gelassen, um einen stabilen Zustand zu erreichen. Die typischen kleinen sprunghaften Änderungen, die auch in der zeitabhängigen Messung ohne Feld 3.58(b) zu sehen waren, treten auch hier auf. Interessanterweise tritt zusätzlich ein stark feldabhängiges Signal auf. Die hier vorgestellte Messung wurde beim Rampen des Feldes von

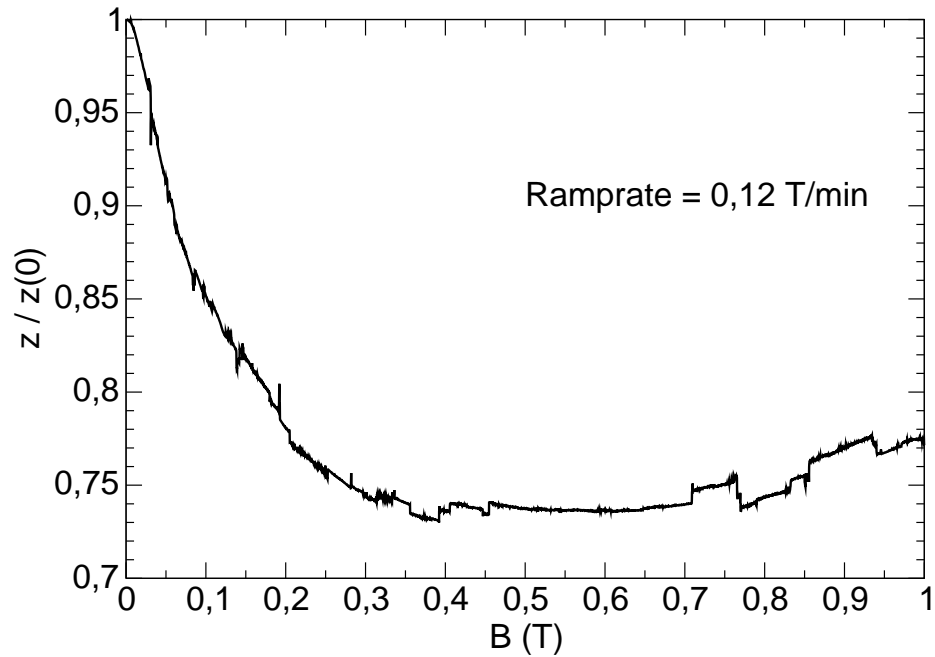


Abbildung 3.59: z-Drift im Feld

Drift der z-Achse beim Rampen des magnetischen Feldes.

$B = 1$ T zu Null gemessen. Allerdings zeigt sich das gleiche Verhalten auch beim Erhöhen des Feldes: bis $B = 0,4$ T kommt es zu einer stark negativen Drift, d.h. für stabile Tunnelbedingungen muss die Spitze von der Probe entfernt werden. Die relative Änderung beträgt immerhin knapp 30 %, eine annähernd zehn mal so große Abhängigkeit wie in 3.58(b). Eigentlich erwartet man keine Abhängigkeit vom magnetischen Feld, da alle verwendeten Materialien nicht magnetisch sein sollten. Außerdem ist es sehr verblüffend, dass keine solche Drift in der xy -Ebene zu sehen ist. Dies legt die Vermutung nahe, dass eben doch nicht alle verwendeten Materialien unmagnetisch sind, und es so zu einer Magnetostriktion kommt, die hier Probe und Spitze für kleine Felder einander annähert. Für größere Felder ist der gegenteilige Effekt, wenn auch in kleinerem Ausmaße, zu beobachten. Dies ist durchaus möglich, wenn ein Teil der magnetischen Bauteile bereits in Sättigung ist und neben dem Vorzeichen der Magnetostriktion auch die absolute Größe unterschiedlich ist.

4 Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit erfolgte der Aufbau eines Rastertunnelmikroskops in einen Entmischungskryostaten, um Messungen bei tiefen Temperaturen zu ermöglichen. Es wurden spektroskopische Untersuchungen an verschiedenen supraleitenden Systemen durchgeführt. Als Messmethoden wurden die Punktkontaktspektroskopie, die Rastertunnelmikroskopie und die Rastertunnelspektroskopie verwendet. Die Funktionalität des RTMs konnte durch die folgenden Punkte bestätigt werden. Es konnte erfolgreich die Kalibrierung bei Raumtemperatur durchgeführt werden, für große Rasterbereiche mittels eines AuPd-Kalibriergitters sowie für kleine Messbereiche durch atomare Auflösung an HOPG und NbSe₂. Der Annäherungsmechanismus ist funktionsfähig bei tiefen Temperaturen. Ebenso konnten Rastertunnelaufnahmen, bei tiefen Temperaturen und in magnetischen Feldern durchgeführt werden. Dabei wurde atomare Auflösung erzielt. Außerdem gelang das Abbilden des Flussliniengitters an NbSe₂. Zusätzlich wurde erfolgreich eine Schaltung zum Messen des differentiellen Leitwertes aufgebaut und in Betrieb genommen. Damit konnte die supraleitende Zustandsdichte des konventionellen Supraleites NbSe₂ ausgemessen werden. Spektroskopische Messungen an Al deuten auf eine noch nicht verstandene Verbreiterung der Spektren bei kleinen Energien hin.

Messungen an **Eisenpnictiden** wurden an zwei unterschiedlichen Kristallsystemen durchgeführt [Ba_{1-x}K_xFe₂As₂ und Ba(Fe,Co)₂As₂]. Die Messungen an diesen Systemen erfolgten mittels Punktkontaktspektroskopie in einem ⁴He-Verdampfungskryostaten. Untersucht wurde der Transport in den Konfigurationen $I \parallel c$ und $I \perp c$. In beiden Systemen und beiden Richtungen zeigen sich eindeutige Strukturen, die auf Zwei-Band-Supraleitung hinweisen. Die Spektren konnten mit Hilfe eines einfachen Modells für Zwei-Band-Supraleitung angepasst werden. Es zeigte sich ein ungewöhnlich großer Wert für das Verhältnis für $\Delta(0)/2k_B T_c$. Alle gefundenen Strukturen, die der Supraleitung zugeschrieben werden, haben eine verschwindende Signatur bei $T = T_c$.

Untersucht wurde des Weiteren der Schwerfermionsupraleiter **CeCoIn₅** mit beiden Messaufbauten (PKS und RTM). Die Ergebnisse aus der PKS zeigen, dass für Supraleiter erwartete Andreevspektrum. Zur Messung mit dem RTM wurde die Oberfläche mit verschiedenen Präparationsmethoden vorbereitet. Aufgrund der schnellen und starken Oxidation der Oberfläche, sind die Messungen jedoch wenig aussagekräftig, in erster Linie wegen der fehlenden Reproduzierbarkeit.

Die Messungen an **CePt₃Si** zeigen vielversprechende Eigenschaften, allerdings konnten nur vorläufige Messungen durchgeführt werden. Die Untersuchungen, die mit PKS durchgeführt wurden, zeigen einige Eigenschaften, wie z.B. ein Maximum bei $V = 0$ im Spektrum, welches für Supraleiter mit fehlender Inversionsymmetrie erwartet werden kann. Es konnten auch Strukturen erkannt werden, die nicht auf die Supraleitung zurückzuführen sind und vermutlich auf dem, gleichzeitig in diesem Material auftretenden Antiferromagnetismus beruhen.

Zuletzt wurden Messungen an Sr_2RuO_4 im RTM durchgeführt. Messungen der Topographie verliefen äußerst zufriedenstellend. Spektroskopische Messungen zeigten keine eindeutigen Hinweise auf Nullstellen in der Energielücke. Trotz der relativ kleinen Korrugation der Oberfläche, speziell bei Messungen $I \parallel c$, ließ sich das Flussliniengitter nicht abbilden.

Als Schlussbemerkung ist festzuhalten, dass der Aufbau des RTMs erfolgreich war. Die untersuchten Systeme eignen sich allerdings nur bedingt, um nach der Präparation und dem Einbau unter Umgebungsbedingungen, zu aufschlussreichen Ergebnissen zu gelangen. Die aussagekräftigsten physikalischen Ergebnisse wurden mittels PKS erzielt, da diese Methode bei weitem nicht so abhängig von der Sauberkeit der Probenoberfläche ist.

Literaturverzeichnis

- [1] H. KAMERLINGH-ONNES. *The resistance of pure mercury at helium temperatures*. Comm. Leiden 120 b (1911).
- [2] H. KAMERLINGH-ONNES. *Untersuchungen über die Eigenschaften der Körper bei niedrigen Temperaturen, welche Untersuchungen unter anderem auch zur Herstellung von flüssigen Helium geführt haben*. Communications from the Physical Laboratory of the University of Leiden, Vol. 35, S. 133 (1913).
- [3] J. BARDEEN, L. COOPER und J. SCHRIEFFER. *Theory of Superconductivity*. Phys. Rev., Vol. 108, S. 1175 (1957).
- [4] J. G. BEDNORZ und K. A. MÜLLER. *Possible High T_c Superconductivity in the Ba-La-Cu-O System*. Zs. Phys. B, Vol. 64, S. 189 (1986).
- [5] Y. KAMIHARA, T. WATANABE, M. HIRANO und H. HOSONO. *Iron-Based Layered Superconductor $LaO_{1-x}F_xFeAs$ ($x = 0.05 - 0.12$) with $T_c = 26$ K*. J. Am. Chem. Soc., Vol. 130(11), S. 3296 (2008).
- [6] Y. NAIDYUK und I. K. YANSON. *Point-Contact Spectroscopy*. 1. Auflage (Springer Verlag, Berlin, 2004).
- [7] G. GOLL. *Unconventional Superconductors. Experimental Investigation of the Order-Parameter Symmetry*. 1. Auflage (Springer Verlag, Berlin, 2006).
- [8] F. LAUBE, G. GOLL, J. HAGEL, H. LÖHNESEN, D. ERNST und T. WOLF. *Superconducting energy gap distribution of MgB_2 investigated by point-contact spectroscopy*. Europhys. Lett., Vol. 56, S. 296 (2001).
- [9] G. BINNIG und H. ROHRER. *Scanning Tunneling Microscopy*. Helv. Phys. Acta, Vol. 55, S. 726 (1982).
- [10] A. MEL'NIKOV. *Theory of vortex lattice effects on STM spectra in d-wave superconductors*. Sov. Phys. JETP Letters, Vol. 71(8), S. 327 (2000).
- [11] W. BUCKEL und R. KLEINER. *Supraleitung*. 6. Auflage (WILEY-VCH, Weinheim, 2004).
- [12] A. P. MACKENZIE und Y. MAENO. *The superconductivity of Sr_2RuO_4 and the physics of spin-triplet pairing*. Rev. Mod. Phys., Vol. 75(2), S. 657 (2003).
- [13] I. K. YANSON. *Nonlinear effects in the electric conductivity of point junctions and electron-phonon interaction in normal metals*. Sov. Phys. JETP, Vol. 39, S. 506 (1974).

- [14] F. PÉREZ WILLARD. *Elektronische Transporteigenschaften nanostrukturierter Al-, Al/Cu-, Al/Co- und Bi- Punktkontakte*. Dissertation, Fakultät für Physik, Universität Karlsruhe (TH) (2003).
- [15] D. H. WEISENBERGER. *Herstellung und elektronische Transporteigenschaften nanostrukturierter Al/Ni-Punktkontakte*. Diplomarbeit, Fakultät für Physik, Universität Karlsruhe (TH) (2005).
- [16] T. PEICHL. *Punktkontakt-Spektroskopie an abschreckend kondensiertem Silber*. Diplomarbeit, Fakultät für Physik, Universität Karlsruhe (TH) (2006).
- [17] K. MIRLIN. *Untersuchung des spinpolarisierten Transports durch nanostrukturierte Nb/Fe Punktkontakte*. Diplomarbeit, Fakultät für Physik, Universität Karlsruhe (TH) (2008).
- [18] E. SCHEER, W. BELZIG, Y. NAVEH, M. DEVORET, D. ESTEVE und C. URBINA. *Proximity Effect and Multiple Andreev Reflections in Gold Atomic Contacts*. Phys. Rev. Lett., Vol. 86(2), S. 284 (2001).
- [19] M. MARZ. *Untersuchung der supraleitenden Energielücke von Nb₃Sn mittels Punktkontakt-Spektroskopie*. Diplomarbeit, Fakultät für Physik, Universität Karlsruhe (TH) (2004).
- [20] A. JANSEN, A. VAN GELDER und P. WYDER. *Point-contact spectroscopy in metals*. J. Phys. C: Solid State Phys., Vol. 13, S. 6073 (1980).
- [21] A. DUIF, A. JANSEN und P. WYDER. *Point-contact spectroscopy*. Phys. Rev. B, Vol. 1, S. 3157 (1989).
- [22] F. PÉREZ WILLARD, J. C. CUEVAS, C. SÜRGER, P. PFUNDSTEIN, J. KOPU, M. ESCHRIG und H. V. LÖHNEYSEN. *Determining the current polarization in Al/Co nanostructured point contacts*. Phys. Rev. B, Vol. 69(14), S. 140502 (2004).
- [23] S. BOUVRON. *Untersuchung des spinabhängigen Transports durch Supraleiter-Ferromagnet-Punktkontakte*. Diplomarbeit, Fakultät für Physik, Universität Karlsruhe (TH) (2008).
- [24] F. LAUBE. *Punktkontaktspektroskopie an den Supraleitern MgB₂ und Sr₂RuO₄*. Dissertation, Fakultät für Physik, Universität Karlsruhe (TH) (2002).
- [25] N. ASHCROFT und N. MERMIN. *Festkörperphysik* (Oldenburg Verlag, München, 2001).
- [26] Y. SHARVIN. *Possible method for studying Fermi surfaces*. Sov. Phys. JETP, Vol. 21, S. 655 (1965).
- [27] Y. SHARVIN. *Observation of focused electron beams in a metal*. Sov. Phys. JETP Lett., Vol. 1, S. 152 (1965).

- [28] J. MAXWELL. *A Treatise on Electricity and Magnetism* (Clarendon, Oxford, 1904).
- [29] G. WEXLER. *The size effect and the non-local Boltzmann transport equation in orifice and disk geometry*. Proc. Phys. Soc., Vol. 89, S. 927 (1966).
- [30] M. KNUDSEN. *Kinetic Theory of Gases* (Methuen, London, 1934).
- [31] A. ZAITSEV. *Theory of pure short S-c-S and S-c-N microjunctions*. Sov. Phys. JETP, Vol. 51, S. 111 (1980).
- [32] A. ZAITSEV. *Quasiclassical equations of the theory of superconductivity for contiguous metals and the properties of constricted microcontacts*. Sov. Phys. JETP, Vol. 59, S. 1015 (1984).
- [33] G. BLONDER, M. TINKHAM und T. KLAPWIJK. *Transition from metallic to tunneling regimes in superconducting microconstrictions: Excess current, charge imbalance, and supercurrent conversion*. Phys. Rev. B, Vol. 25, S. 4515 (1982).
- [34] A. ANDREEV. *The thermal conductivity of the intermediate states in superconductors*. Sov. Phys. JETP, Vol. 19, S. 1228 (1964).
- [35] D. J. THOULESS. *Strong-Coupling Limit in the Theory of Superconductivity*. Phys. Rev., Vol. 117(5), S. 1256 (1960).
- [36] R. DYNES, J. GARNO, G. HERTEL und T. ORLANDO. *Tunneling Study of Superconductivity near the Metal-Insulator Transition*. Phys. Rev. Lett., Vol. 53, S. 2437 (1984).
- [37] A. PLECENÍK, M. GRAJCAR, Š. BEŇAČKA, P. SEIDEL und A. PFUCH. *Finite-quasiparticle-lifetime effects in the differential conductance of $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_y/\text{Au}$ junctions*. Phys. Rev. B, Vol. 49, S. 10016 (1994).
- [38] T. MAYER-KUCKUK. *Kernphysik*, Vol. 7 (Teubner, Stuttgart/Leipzig/Wiesbaden, 2002).
- [39] H. HAKEN und H. C. WOLF. *Atom- und Quantenphysik*, Vol. 7 (Springer-Verlag, Berlin, 2000).
- [40] D. WALMSLEY. *Pre-microscope tunnelling – Inspiration or constraint?* Surf. Sci., Vol. 181(1-2), S. 1 (1987).
- [41] J. TERSOFF und D. R. HAMANN. *Theory and Application for the Scanning Tunneling Microscope*. Phys. Rev. Lett., Vol. 50(25), S. 1998 (1983).
- [42] J. BARDEEN. *Tunneling from a many-particle point of view*. Phys. Rev. Lett., Vol. 6(2), S. 57 (1961).
- [43] M. TINKHAM. *Introduction to superconductivity*. 2. Edition (Dover Publications, INC, Mineola, New York, 2004).
- [44] H. GÜNTHERODT und R. WIESENDANGER. *Scanning Tunneling Microscopy I*, Vol. 2 (Springer-Verlag, Berlin, 1994).

- [45] C. BAI. *Scanning Tunneling Microscopy and its Application*, Vol. 32 (Springer-Verlag, Berlin, 1995).
- [46] C. ENNS und S. HUNKLINGER. *Tieftemperaturphysik*, Vol. 1 (Springer-Verlag, Berlin, 2000).
- [47] A. KENT. *Experimental low-temperature physics*, Vol. 1 (The MacMillan Press LTD, Houndmills, 1993).
- [48] G. GOLL. *Punktkontaktspektroskopie am Schwer-Fermion-Supraleiter UPt₃*. Dissertation, Fakultät für Physik, Universität Karlsruhe (TH) (1993).
- [49] T. BRUGGER. *Punktkontakt-Spektroskopie am Schwerfermionsupraleiter CeCoIn₅ im normalleitenden Zustand*. Diplomarbeit, Fakultät für Physik, Universität Karlsruhe (TH) (2005).
- [50] C. DEBUSCHEWITZ, F. MÜNSTERMANN, V. KUNEJ und E. SCHEER. *A Compact and Versatile Scanning Tunnelling Microscope with High Energy Resolution for Use in a ³He Cryostat*. Journal of Low Temperature Physics, Vol. 147, S. 525 (2007).
- [51] D. JOHRENDT und R. PÖTTGEN. *Pnictide Oxides: A New Class of High-T_c Superconductors*. Angew. Chemie Int. Ed., Vol. 47(26), S. 4782 (2008).
- [52] D. SINGH. *Electronic structure of Fe-based superconductors*. Physica C, Vol. 469(9-12), S. 418 (2009).
- [53] M. SADOVSKII. *High-temperature superconductivity in iron-based layered iron compounds*. Physics-Uspekhi, Vol. 51(12), S. 1201 (2008).
- [54] P. L. ALIREZA, Y. T. C. KO, J. GILLETT, C. M. PETRONE, J. M. COLE, G. G. LONZARICH und S. E. SEBASTIAN. *Superconductivity up to 29 K in SrFe₂As₂ and BaFe₂As₂ at high pressures*. Journal of Physics: Condensed Matter, Vol. 21(1), S. 012208 (2009).
- [55] S. A. J. KIMBER, A. KREYSSIG, Y.-Z. ZHANG, H. O. JESCHKE, R. VALENTI, F. YOKAICHIYA, E. COLOMBIER, J. YAN, T. C. HANSEN, T. CHATTERJI, R. J. MCQUEENEY, P. C. CANFIELD, A. I. GOLDMAN und D. N. ARGYRIOU. *Similarities between structural distortions under pressure and chemical doping in superconducting BaFe₂As₂*. Nat. Mater., Vol. 8(6), S. 471 (2009).
- [56] G. V. L. *The problem of high temperature superconductivity*. Contemporary Physics, Vol. 9(4), S. 355 (1968).
- [57] P. SZABÓ, Z. PRIBULOVÁ, G. PRISTÁŠ, S. L. BUD'KO, P. C. CANFIELD und P. SAMUELY. *Evidence for two-gap superconductivity in Ba_{0.55}K_{0.45}Fe₂As₂ from directional point-contact Andreev-reflection spectroscopy*. Phys. Rev. B, Vol. 79(1), S. 012503 (2009).
- [58] J. NAGAMATSU, N. NAKAGAWA, T. MURANAKA, Y. ZENITANI und J. AKIMITSU. *Superconductivity at 39K in magnesium diboride*. Nature, Vol. 410, S. 63 (2001).

- [59] V. GURITANU, W. GOLDACKER, F. BOUQUET, Y. WANG, R. LORTZ, G. GOLL und A. JUNOD. *Specific heat of Nb_3Sn : The case for a second energy gap*. Phys. Rev. B, Vol. 70(18), S. 184526 (2004).
- [60] T. EKINO, T. TAKASAKI, T. MURANAKA, J. AKIMITSU und H. FUJII. *Tunneling spectroscopy of the superconducting gap in MgB_2* . Phys. Rev. B, Vol. 67, S. 094504 (2003).
- [61] S. TSUDA, T. YOKOYA, T. KISS, Y. TAKANO, K. TOGANO, H. KITO, H. IHARA und S. SHIN. *Evidence for a Multiple Superconducting Gap in MgB_2 from High-Resolution Photoemission Spectroscopy*. Phys. Rev. Lett., Vol. 87(17), S. 177006 (2001).
- [62] H. SUHL, B. MATTHIAS und L. WALKER. *Bardeen-Cooper-Schrieffer theory of superconductivity in the case of overlapping bands*. Phys. Rev. Lett., Vol. 3, S. 12 (1959).
- [63] A. S. SEFAT, R. JIN, M. A. MCGUIRE, B. C. SALES, D. J. SINGH und D. MANDRUS. *Superconductivity at 22 K in Co-Doped $BaFe_2As_2$ Crystals*. Phys. Rev. Lett., Vol. 101(11), S. 117004 (2008).
- [64] M. ROTTER, M. TEGEL, D. JOHRENDT, I. SCHELLENBERG, W. HERMES und R. PÖTTGEN. *Spin-density-wave anomaly at 140 K in the ternary iron arsenide $BaFe_2As_2$* . Phys. Rev. B, Vol. 78(2), S. 020503 (2008).
- [65] M. ROTTER, M. TEGEL und D. JOHRENDT. *Superconductivity at 38 K in the Iron Arsenide $(Ba_{1-x}K_x)Fe_2As_2$* . Phys. Rev. Lett., Vol. 101(10), S. 107006 (2008).
- [66] Y. SU, P. LINK, A. SCHNEIDEWIND, T. WOLF, P. ADELMANN, Y. XIAO, M. MEVEN, R. MITTAL, M. ROTTER, D. JOHRENDT, T. BRUECKEL und M. LOEWENHAUPT. *Antiferromagnetic ordering and structural phase transition in $Ba_2Fe_2As_2$ with Sn incorporated from the growth flux*. Phys. Rev. B, Vol. 79(6), S. 064504 (2009).
- [67] M. ROTTER, M. PANGERL, M. TEGEL und D. JOHRENDT. *Superconductivity and Crystal Structures of $(Ba_{1-x}K_x)Fe_2As_2$ ($x = 0 - 1$)*. Angewandte Chemie International Edition, Vol. 47(41), S. 7949 (2008).
- [68] M. UHLARZ. *Magnetisierung von $ZrZn_2$ unter hohem Druck*. Dissertation, Fakultät für Physik, Universität Karlsruhe (TH) (2004).
- [69] N. NI, S. L. BUD'KO, A. KREYSSIG, S. NANDI, G. E. RUSTAN, A. I. GOLDMAN, S. GUPTA, J. D. CORBETT, A. KRACHER und P. C. CANFIELD. *Anisotropic thermodynamic and transport properties of single-crystalline $Ba_{1-x}K_xFe_2As_2$ ($x = 0$ and 0.45)*. Phys. Rev. B, Vol. 78(1), 014507 (2008).
- [70] O. BERG. Persönliche Mitteilung (2009).
- [71] T. Y. CHEN, Z. TESANOVIC, R. H. LIU, X. H. CHEN und C. L. CHIEN. *A BCS-like gap in the superconductor $SmFeAsO_{0.85}F_{0.15}$* . Nature, Vol. 453, S. 1224 (2008).

- [72] Ø. FISCHER, M. KUGLER, I. MAGGIO-APRILE, C. BERTHOD und C. RENNER. *Scanning tunneling spectroscopy of high-temperature superconductors*. Rev. of Mod. Phys., Vol. 79(1), S. 353 (2007).
- [73] W. K. PARK, L. H. GREENE, J. L. SARRAO und J. D. THOMPSON. *Andreev reflection at the normal-metal/heavy-fermion superconductor CeCoIn₅ interface*. Physical Review B, Vol. 72(5), S. 052509 (2005).
- [74] F. LAUBE, G. GOLL, H. V. LÖHNEYSSEN, M. FOGELSTRÖM und F. LICHTENBERG. *Spin-Triplet Superconductivity in Sr₂RuO₄ Probed by Andreev Reflection*. Phys. Rev. Lett., Vol. 84(7), S. 1595 (2000).
- [75] J. BASS und K. FISCHER. *Landolt-Börnstein - Group III Condensed Matter, Electrical Resistivity, Kondo and Spin Fluctuation Systems, Spin Glasses and Thermopower*, Vol. 15a (Springer-Verlag, 1982).
- [76] X. F. WANG, T. WU, G. WU, H. CHEN, Y. L. XIE, J. J. YING, Y. J. YAN, R. H. LIU und X. H. CHEN. *Anisotropy in the Electrical Resistivity and Susceptibility of Superconducting BaFe₂As₂ Single Crystals*. Phys. Rev. Lett., Vol. 102(11), S. 117005 (2009).
- [77] V. P. MINEEV und K. V. SAMOKHIN. *Introduction to Unconventional Superconductivity* (Gordon and Breach Science Publishers, Amsterdam, 1999).
- [78] D. J. VAN HARLINGEN. *Phase-sensitive tests of the symmetry of the pairing state in the high-temperature superconductors—Evidence for d_{x²-y²} symmetry*. Rev. Mod. Phys., Vol. 67(2), S. 515 (1995).
- [79] M. SIGRIST und T. M. RICE. *Unusual paramagnetic phenomena in granular high-temperature superconductors—A consequence of d-wave pairing?* Rev. Mod. Phys., Vol. 67(2), S. 503 (1995).
- [80] F. REINERT, G. NICOLAY, B. ELTNER, D. EHM, S. SCHMIDT, S. HÜFNER, U. PROBST und E. BUCHER. *Observation of a BCS Spectral Function in a Conventional Superconductor by Photoelectron Spectroscopy*. Phys. Rev. Lett., Vol. 85(18), S. 3930 (2000).
- [81] Z.-X. SHEN, D. S. DESSAU, B. O. WELLS, D. M. KING, W. E. SPICER, A. J. ARKO, D. MARSHALL, L. W. LOMBARDO, A. KAPITULNIK, P. DICKINSON, S. DONIACH, J. DICARLO, T. LOESER und C. H. PARK. *Anomalously large gap anisotropy in the a-b plane of Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+δ}*. Phys. Rev. Lett., Vol. 70(10), S. 1553 (1993).
- [82] C. BRUDER. *Andreev scattering in anisotropic superconductors*. Phys. Rev. B, Vol. 41(7), S. 4017 (1990).
- [83] Y. TANAKA und S. KASHIWAYA. *Theory of Tunneling Spectroscopy of d-Wave Superconductors*. Phys. Rev. Lett., Vol. 74(17), S. 3451 (1995).
- [84] S. KASHIWAYA, Y. TANAKA, M. KOYANAGI und K. KAJIMURA. *Theory for tunneling spectroscopy of anisotropic superconductors*. Phys. Rev. B, Vol. 53(5), S. 2667 (1996).

- [85] R. MOVSHOVICH, M. JAIME, J. D. THOMPSON, C. PETROVIC, Z. FISK, P. G. PAGLIUSO und J. L. SARRAO. *Unconventional Superconductivity in CeIrIn₅ and CeCoIn₅: Specific Heat and Thermal Conductivity Studies*. Phys. Rev. Lett., Vol. 86(22), S. 5152 (2001).
- [86] P. FULDE und R. A. FERRELL. *Superconductivity in a Strong Spin-Exchange Field*. Phys. Rev., Vol. 135(3A), S. A550 (1964).
- [87] A. I. LARKIN und Y. N. OVCHINNIKOV. *Inhomogeneous State of Superconductors*. Sov. Phys. JETP, Vol. 20(3), S. 762 (1965).
- [88] N. R. WERTHAMER, E. HELFAND und P. C. HOHENBERG. *Temperature and Purity Dependence of the Superconducting Critical Field, H_{c2}. III. Electron Spin and Spin-Orbit Effects*. Phys. Rev., Vol. 147(1), S. 295 (1966).
- [89] A. M. CLOGSTON. *Upper Limit for the Critical Field in Hard Superconductors*. Phys. Rev. Lett., Vol. 9(6), S. 266 (1962).
- [90] B. S. CHANDRASEKHAR. *A Note on the maximum critical field of high-field Superconductors*. Appl. Phys. Lett., Vol. 1(1), S. 7 (1962).
- [91] K. MAKI. *Effect of Pauli Paramagnetism on Magnetic Properties of High-Field Superconductors*. Phys. Rev., Vol. 148(1), S. 362 (1966).
- [92] L. W. GRUENBERG und L. GUNTHER. *Fulde-Ferrell Effect in Type-II Superconductors*. Phys. Rev. Lett., Vol. 16(22), S. 996 (1966).
- [93] Y. TANAKA, Y. ASANO, M. ICHIOKA und S. KASHIWAYA. *Theory of Tunneling Spectroscopy in the Larkin-Ovchinnikov State*. Phys. Rev. Lett., Vol. 98(7), S. 077001 (2007).
- [94] Q. CUI, C.-R. HU, J. Y. T. WEI und K. YANG. *Conductance characteristics between a normal metal and a two-dimensional Fulde-Ferrell-Larkin-Ovchinnikov superconductor: The Fulde-Ferrell state*. Phys. Rev. B, Vol. 73(21), 214514 (2006).
- [95] H. A. RADOVAN, N. A. FORTUNE, T. P. MURPHY, S. T. HANNAHS, E. C. PALM, S. W. TOZER und D. HALL. *Magnetic enhancement of superconductivity from electron spin domains*. Nature, Vol. 425, S. 51 (2003).
- [96] A. BIANCHI, R. MOVSHOVICH, C. CAPAN, P. G. PAGLIUSO und J. L. SARRAO. *Possible Fulde-Ferrell-Larkin-Ovchinnikov Superconducting State in CeCoIn₅*. Phys. Rev. Lett., Vol. 91(18), S. 187004 (2003).
- [97] C. F. MICLEA, M. NICKLAS, D. PARKER, K. MAKI, J. L. SARRAO, J. D. THOMPSON, G. SPARN und F. STEGLICH. *Pressure Dependence of the Fulde-Ferrell-Larkin-Ovchinnikov State in CeCoIn₅*. Phys. Rev. Lett., Vol. 96(11), 117001 (2006).

- [98] K. KAKUYANAGI, M. SAITOH, K. KUMAGAI, S. TAKASHIMA, M. NOHARA, H. TAKAGI und Y. MATSUDA. *Texture in the Superconducting Order Parameter of CeCoIn₅ Revealed by Nuclear Magnetic Resonance*. Phys. Rev. Lett., Vol. 94(4), S. 047602 (2005).
- [99] V. F. MITROVIĆ, M. HORVATIĆ, C. BERTHIER, G. KNEBEL, G. LAPERTOT und J. FLOUQUET. *Observation of Spin Susceptibility Enhancement in the Possible Fulde-Ferrell-Larkin-Ovchinnikov State of CeCoIn₅*. Phys. Rev. Lett., Vol. 97(11), 117002 (2006).
- [100] T. P. MURPHY, D. HALL, E. C. PALM, S. W. TOZER, C. PETROVIC, Z. FISK, R. G. GOODRICH, P. G. PAGLIUSO, J. L. SARRAO und J. D. THOMPSON. *Anomalous superconductivity and field-induced magnetism in CeCoIn₅*. Phys. Rev. B, Vol. 65(10), S. 100514 (2002).
- [101] H. RADOVAN, S. TOZER, T. MURPHY, E. PALM, N. FORTUNE, S. HANNAHS, C. AGOSTA, C. MARTIN, J. SARRAO und J. COOLEY. *Fulde-Ferrell-Larkin-Ovchinnikov superconductivity in heavy fermion CeCoIn₅*. Physica B, Vol. 378-380, S. 343 (2006).
- [102] T. WATANABE, Y. KASAHARA, K. IZAWA, T. SAKAKIBARA, Y. MATSUDA, C. J. VAN DER BEEK, T. HANAGURI, H. SHISHIDO, R. SETTAI und Y. ONUKI. *High-field state of the flux-line lattice in the unconventional superconductor CeCoIn₅*. Phys. Rev. B, Vol. 70(2), S. 020506 (2004).
- [103] C. CAPAN, A. BIANCHI, R. MOVSHOVICH, A. D. CHRISTIANSON, A. MALINOWSKI, M. F. HUNDLEY, A. LACERDA, P. G. PAGLIUSO und J. L. SARRAO. *Anisotropy of thermal conductivity and possible signature of the Fulde-Ferrell-Larkin-Ovchinnikov state in CeCoIn₅*. Phys. Rev. B, Vol. 70(13), S. 134513 (2004).
- [104] V. F. CORREA, T. P. MURPHY, C. MARTIN, K. M. PURCELL, E. C. PALM, G. M. SCHMIEDESHOFF, J. C. COOLEY und S. W. TOZER. *Magnetic-Field-Induced Lattice Anomaly inside the Superconducting State of CeCoIn₅: Anisotropic Evidence of the Possible Fulde-Ferrell-Larkin-Ovchinnikov State*. Phys. Rev. Lett., Vol. 98(8), 087001 (2007).
- [105] Y. MATSUDA und H. SHIMAHARA. *Fulde-Ferrell-Larkin-Ovchinnikov State in Heavy Fermion Superconductors*. J. Phys. Soc. Jpn., Vol. 76(5), S. 051005 (2007).
- [106] V. S. ZAPF, E. J. FREEMAN, E. D. BAUER, J. PETRICKA, C. SIRVENT, N. A. FREDERICK, R. P. DICKEY und M. B. MAPLE. *Coexistence of superconductivity and antiferromagnetism in CeRh_{1-x}Co_xIn₅*. Phys. Rev. B, Vol. 65(1), S. 014506 (2001).
- [107] E. MOSHOPOULOU, J. SARRAO, P. PAGLIUSO, N. MORENO, J. THOMPSON, Z. FISK und R. IBBERSON. *Comparison of the crystal structure of the heavy-fermion materials CeCoIn₅, CeRhIn₅ and CeIrIn₅*. Appl. Phys. A: Mater. Sci. Process., Vol. 74([Suppl. 1]), S. 895 (2002).

- [108] C. PETROVIC, P. G. PAGLIUSO, M. F. HUNDLEY, R. MOVSHOVICH, J. L. SARRAO, J. D. THOMPSON, Z. FISK und P. MONTHOUX. *Heavy-fermion superconductivity in CeCoIn₅ at 2.3 K*. J. Phys.: Condens. Matter, Vol. 13(17), S. L337 (2001).
- [109] S. KONTERMANN. *Punktkontakt-Spektroskopie am Schwer-Fermionen-Supraleiter CeCoIn₅ bei tiefen Temperaturen*. Diplomarbeit, Fakultät für Physik, Universität Karlsruhe (TH) (2004).
- [110] A. NOWACK und J. KLUG. *Calculation of point-contact spectra of metals with an energy-dependent density of states*. Sov. J. Low Temp. Phys., Vol. 18(5), S. 367 (1992).
- [111] G. DEUTSCHER und P. NOZIÈRES. *Cancellation of quasiparticle mass enhancement in the conductance of point contacts*. Phys. Rev. B, Vol. 50(18), S. 13557 (1994).
- [112] G. GOLL, C. BRUDER und H. V. LÖHNEYSSEN. *Andreev scattering in the anisotropic heavy-fermion superconductor UPt₃*. Phys. Rev. B, Vol. 52(9), S. 6801 (1995).
- [113] A. D. BIANCHI, M. KENZELMANN, L. DEBEER-SCHMITT, J. S. WHITE, E. M. FORGAN, J. MESOT, M. ZOLLIKER, J. KOHLBRECHER, R. MOVSHOVICH, E. D. BAUER, J. L. SARRAO, Z. FISK, C. PETROVIĆ und M. R. ESKILDSEN. *Superconducting Vortices in CeCoIn₅: Toward the Pauli-Limiting Field*. Science, Vol. 319(5860), S. 177 (2008).
- [114] E. BAUER, G. HILSCHER, H. MICHOR, C. PAUL, E. W. SCHEIDT, A. GRIBANOV, Y. SEROPEGIN, H. NOËL, M. SIGRIST und P. ROGL. *Heavy Fermion Superconductivity and Magnetic Order in Noncentrosymmetric CePt₃Si*. Phys. Rev. Lett., Vol. 92(2), S. 027003 (2004).
- [115] S. S. SAXENA und P. MONTHOUX. *Superconductivity: Symmetry not required*. Nature, Vol. 427, S. 799 (2004).
- [116] M. SIGRIST, D. AGTERBERG, P. FRIGERI, N. HAYASHI, R. KAUR, A. KOGA, I. MILAT, K. WAKABAYASHI und Y. YANASE. *Superconductivity in non-centrosymmetric materials*. J. Magn. Magn. Mater., Vol. 310(2, Part 1), S. 536 (2007).
- [117] Y. AOKI, A. SUMIYAMA, G. MOTOYAMA, Y. ODA, T. YASUDA, R. SETTAI und Y. ÖNUKI. *AC/DC Susceptibility of the Heavy-Fermion Superconductor CePt₃Si under Pressure*. J. Phys. Soc. Jpn., Vol. 76(11), S. 114708 (2007).
- [118] T. TAKEUCHI, S. HASHIMOTO, T. YASUDA, H. SHISHIDO, T. UEDA, M. YAMADA, Y. OBIRAKI, M. SHIIMOTO, H. KOHARA, T. YAMAMOTO, K. SUGIYAMA, K. KINDO, T. D. MATSUDA, Y. HAGA, Y. AOKI, H. SATO, R. SETTAI und Y. ÖNUKI. *Magnetism and superconductivity in a heavy-fermion superconductor, CePt₃Si*. J. Phys.: Condens. Matter, Vol. 16(28), S. L333 (2004).

- [119] A. AMATO, E. BAUER und C. BAINES. *Coexistence of magnetism and superconductivity in the heavy-fermion superconductor CePt₃Si*. Phys. Rev. B, Vol. 71(9), S. 092501 (2005).
- [120] D. P. YOUNG, M. MOLDOVAN, X. S. WU, P. W. ADAMS und J. Y. CHAN. *Low-Temperature Susceptibility of the Noncentrosymmetric Superconductor CePt₃Si*. Phys. Rev. Lett., Vol. 94(10), S. 107001 (2005).
- [121] K. IZAWA, Y. KASAHARA, Y. MATSUDA, K. BEHNIA, T. YASUDA, R. SETTAI und Y. ONUKI. *Line Nodes in the Superconducting Gap Function of Noncentrosymmetric CePt₃Si*. Phys. Rev. Lett., Vol. 94(19), S. 197002 (2005).
- [122] C. INIOTAKIS, N. HAYASHI, Y. SAWA, T. YOKOYAMA, U. MAY, Y. TANAKA und M. SIGRIST. *Andreev bound states and tunneling characteristics of a noncentrosymmetric superconductor*. Phys. Rev. B, Vol. 76(1), 012501 (2007).
- [123] J. J. RANDALL und R. WARD. *The Preparation of Some Ternary Oxides of the Platinum Metals*. J. Am. Chem. Soc., Vol. 81(11), S. 2629 (1959).
- [124] Y. MAENO, H. HASHIMOTO, K. YOSHIDA, S. NISHIZAKI, T. FUJITA, J. G. BEDNORZ und F. LICHTENBERG. *Superconductivity in a layered perovskite without copper*. Nature, Vol. 372, S. 532 (1994).
- [125] Y. MAENO, T. M. RICE und M. SIGRIST. *The Intriguing Superconductivity of Strontium Ruthenate*. Physics Today, Vol. 54(1), S. 42 (2001).
- [126] K. ISHIDA, H. MUKUDA, Y. KITAOKA, K. ASAYAMA, Z. Q. MAO, Y. MORI und Y. MAENO. *Spin-triplet superconductivity in Sr₂RuO₄ identified by ¹⁷O Knight shift*. Nature, Vol. 396, S. 658 (1998).
- [127] F. LAUBE, G. GOLL, M. ESCHRIG, M. FOGELSTRÖM und R. WERNER. *Excess current in superconducting Sr₂RuO₄*. Phys. Rev. B, Vol. 69(1), S. 014516 (2004).
- [128] D. F. AGTERBERG. *Vortex Lattice Structures of Sr₂RuO₄*. Phys. Rev. Lett., Vol. 80(23), S. 5184 (1998).
- [129] T. KITA. *Vortex States of the Eu Model for Sr₂RuO₄*. Phys. Rev. Lett., Vol. 83(9), S. 1846 (1999).
- [130] T. M. RISEMAN, P. G. KEALEY, E. M. FORGAN, A. P. MACKENZIE, L. M. GALVIN, A. W. TYLER, S. L. LEE, C. AGER, D. M. PAUL, C. M. AEGERTER, R. CUBITT, Z. Q. MAO, T. AKIMA und Y. MAENO. *Observation of a square flux-line lattice in the unconventional superconductor Sr₂RuO₄*. Nature, Vol. 396, S. 242 (1998).
- [131] V. O. DOLOCAN, C. VEAUUVY, Y. LIU, F. SERVANT, P. LEJAY, D. MAILLY und K. HASSELBACH. *Imaging of vortex chains in Sr₂RuO₄*. Physica C, Vol. 404, S. 140 (2004).
- [132] K. HASSELBACH, V. DOLOCAN, P. LEJAY und D. MAILLY. *Observation of vortex coalescence, vortex chains and crossing vortices in the anisotropic spin-triplet superconductor Sr₂RuO₄*. Physica C, Vol. 460-462, S. 277 (2007).

- [133] O. CHMAISSEM, J. D. JORGENSEN, H. SHAKED, S. IKEDA und Y. MAENO. *Thermal expansion and compressibility of Sr_2RuO_4* . Phys. Rev. B, Vol. 57(9), S. 5067 (1998).
- [134] A. P. MACKENZIE, R. K. W. HASSELWIMMER, A. W. TYLER, G. G. LONZARICH, Y. MORI, S. NISHIZAKI und Y. MAENO. *Extremely Strong Dependence of Superconductivity on Disorder in Sr_2RuO_4* . Phys. Rev. Lett., Vol. 80(1), S. 161 (1998).
- [135] T. AKIMA, S. NISHIZAKI und Y. MAENO. *Intrinsic Superconducting Parameters of Sr_2RuO_4* . Journal of the Physical Society of Japan, Vol. 68(2), S. 694 (1999).
- [136] R. MATZDORF, Z. FANG, ISMAIL, J. ZHANG, T. KIMURA, Y. TOKURA, K. TERAKURA und E. W. PLUMMER. *Ferromagnetism Stabilized by Lattice Distortion at the Surface of the p -Wave Superconductor Sr_2RuO_4* . Science, Vol. 289, S. 746 (2000).
- [137] M. D. UPWARD, L. P. KOUWENHOVEN, A. F. MORPURGO, N. KIKUGAWA, Z. Q. MAO und Y. MAENO. *Direct observation of the superconducting gap of Sr_2RuO_4* . Phys. Rev. B, Vol. 65(22), S. 220512 (2002).
- [138] D. ADE. *Rastertunnelmikroskopie und -spektroskopie an Sr_2RuO_4* . Dissertation, Fakultät für Physik, Universität Karlsruhe (TH) (2000).
- [139] H. KAMBARA, K. YOKOTA, T. MATSUI, I. UEDA, T. SHISHIDO, M. WADA, N. KIKUGAWA, Y. MAENO und H. FUKUYAMA. *Preliminary scanning tunneling spectroscopy studies of Sr_2RuO_4* . Physica C, Vol. 388-389, S. 503 (2003).
- [140] H. SUDEROW, V. CRESPO, I. GUILLAMON, S. VIEIRA, F. SERVANT, P. LEJAY, J. P. BRISON und J. FLOUQUET. *Nodeless spin triplet superconducting gap in Sr_2RuO_4* . cond-mat/0810.4810 (2008).
- [141] H. TOKUMOTO, H. BANDO, W. MIZUTANI, M. OKANO, M. ONO, H. MURAKAMI, S. OKAYAMA, Y. ONO, K. WATANABE, S. WAKIYAMA, F. SAKAI, K. ENDO und K. KAJIMURA. *Observation of Atomic Image of $2H-NbSe_2$ Surface by Scanning Tunneling Microscope*. Jpn. J. Appl. Phys., Vol. 25(Part 2, No. 8), S. L621 (1986).
- [142] K. KAJIMURA, H. BANDO, K. ENDO, W. MIZUTANI, H. MURAKAMI, M. OKANO, S. OKAYAMA, M. ONO, Y. ONO, H. TOKUMOTO, F. SAKAI, K. WATANABE und S. WAKIYAMA. *Construction of an STM and observation of $2H-NbSe_2$ atomic images*. Surf. Sci., Vol. 181(1-2), S. 165 (1987).
- [143] H. BANDO, H. TOKUMOTO, W. MIZUTANI, K. WATANABE, M. OKANO, M. ONO, H. MURAKAMI, S. OKAYAMA, Y. ONO, S. WAKIYAMA, F. SAKAI, K. ENDO und K. KAJIMURA. *Effect of Atomic Force on the Surface Corrugation of $2H-NbSe_2$ Observed by Scanning Tunneling Microscopy*. Jpn. J. Appl. Phys., Vol. 26(Part 2, No. 1), S. L41 (1987).

- [144] D. C. DAHN, M. O. WATANABE, B. L. BLACKFORD und M. H. JERICO. *Tunneling microscopy of NbSe₂ in air*. J. Appl. Phys., Vol. 63(2), S. 315 (1988).
- [145] W. SACKS, D. RODITCHEV und J. KLEIN. *A theory of the energy dependent STM image of a charge density wave*. Appl. Phys. A, Vol. 66(Supplement), S. S925 (1998).
- [146] E. REVOLINSKY, G. SPIERING und D. BEERNTSEN. *Superconductivity in the niobium-selenium system*. J. Phys. Chem. Solids, Vol. 26(6), S. 1029 (1965).
- [147] P. MALLET, W. SACKS, D. RODITCHEV, D. DÉFOURNEAU und J. KLEIN. *Spatial and energy variation of the local density of states in the charge density wave phase of 2H-NbSe₂*. J. Vac. Sci. Technol. B, Vol. 14(2), S. 1070 (1996).
- [148] H. F. HESS, R. B. ROBINSON, R. C. DYNES, J. M. VALLES (JR.) und J. V. WASZCZAK. *Scanning-Tunneling-Microscope Observation of the Abrikosov Flux Lattice and the Density of States near and inside a Fluxoid*. Phys. Rev. Lett., Vol. 62, S. 214 (1989).
- [149] I. GUILLAMON, H. SUDEROW, F. GUINEA und S. VIEIRA. *Intrinsic atomic-scale modulations of the superconducting gap of 2H-NbSe₂*. Phys. Rev. B, Vol. 77(13), 134505 (2008).
- [150] H. F. HESS, R. B. ROBINSON und J. V. WASZCZAK. *Vortex-core structure observed with a scanning tunneling microscope*. Phys. Rev. Lett., Vol. 64(22), S. 2711 (1990).
- [151] J. D. SHORE, M. HUANG, A. T. DORSEY und J. P. SETHNA. *Density of states in a vortex core and the zero-bias tunneling peak*. Phys. Rev. Lett., Vol. 62(26), S. 3089 (1989).
- [152] C. CAROLI, P. G. D. GENNES und J. MATRICON. *Bound Fermion states on a vortex line in a type II superconductor*. Phys. Lett., Vol. 9(4), S. 307 (1964).
- [153] O. V. LOUNASMAA. *Experimental Principles and Methods Below 1K* (Academic Press, London, 1974).
- [154] M. J. STEFAN. *Über die Beziehung zwischen der Wärmestrahlung und der Temperatur*. Sitzungsberichte der mathematisch-naturwissenschaftlichen Classe der Kaiserlichen Akademie der Wissenschaften, Vol. 79(2), S. 391 (1879).
- [155] L. BOLTZMANN. *Ableitung des Stefan'schen Gesetzes, betreffend die Abhängigkeit der Wärmestrahlung von der Temperatur aus der electromagnetischen Lichttheorie*. Annalen der Physik, Vol. 258(6), S. 291 (1884).
- [156] J. W. EKIN. *Experimental Techniques for Low Temperature Measurements: Cryostat Design, Materials, and Critical-Current Testing* (Oxford University Press, Oxford, 2006).
- [157] M. J. STOKMAIER. *Untersuchung des spinpolarisierten Transports durch nanostrukturierte Al/Fe Punktkontakte*. Diplomarbeit, Fakultät für Physik, Universität Karlsruhe (TH) (2006).

- [158] J. KLEIN, A. LÉGER, M. BELIN, D. DÉFOURNEAU und M. J. L. SANGSTER. *Inelastic-Electron-Tunneling Spectroscopy of Metal-Insulator-Metal Junctions*. Phys. Rev. B, Vol. 7(6), S. 2336 (1973).
- [159] J. LAMBE und R. C. JAKLEVIC. *Molecular Vibration Spectra by Inelastic Electron Tunneling*. Phys. Rev., Vol. 165(3), S. 821 (1968).
- [160] H. SUDEROW, P. MARTINEZ-SAMPER, N. LUCHIER, J. P. BRISON, S. VIEIRA und P. C. CANFIELD. *Tunneling spectroscopy in the magnetic superconductor $TmNi_2B_2C$* . Phys. Rev. B, Vol. 64(2), S. 020503 (2001).
- [161] I. N. BRONŠTEIN, K. SEMEDJAJEW, G. MUSIOL und H. MÜHLIG. *Taschenbuch der Mathematik*. 4. Edition (Verlag Harri Deutsch, Frankfurt am Main, 1999).

A

A.1 Annäherungsmechanismus

Der Grobantrieb der Spitze bzw. des Schlittens in vertikaler Richtung beruht auf einem Trägheitsantrieb. Eine Bewegung in der Ebene ist bei dieser Konstruktion leider ausgeschlossen. Die Abstandskontrolle erfolgt über eine Kapazitätsmessung zwischen Spitze und Probe ($C_{S\setminus P}$), die man sich in diesem Fall vereinfacht als Plattenkondensator vorstellen kann. Bei geöffnetem Kryostaten können so zwei Positionen bestimmt werden. Bei der ersten handelt es sich um eine „sichere Position“, d.h. ein Abstand bei dem gefahrlos der Zusammenbau des Kryostaten durchgeführt werden kann. Die zweite Position dient als Startpunkt für die automatische Annäherung. Sie befindet sich also recht nah über der Probe und birgt die Gefahr, dass bei Erschütterungen die Spitze in die Probe gerammt wird. Diese Prozedur ist daher zum einen notwendig um die Spitze zu schützen, zum anderen würden sich bei geschlossenem Kryostaten und weit entfernter Spitze unverhältnismäßig lange Zeiten zum automatischen Annähern der Spitze ergeben. Eine optische Kontrolle ist bei geschlossenem Kryostaten nicht möglich. Der größte Teil der Fläche, die als Kondensator auftritt, wird bei genauere Betrachtung durch den Schlitten verursacht und nicht durch die Spitze, so dass man nur den Abstand zwischen Schlitten und Probe messen kann, zumindest bei größeren Abständen. Dies spielt jedoch für die praktische Anwendung der Methode überhaupt keine Rolle. Demnach gilt $C_{S\setminus P} \propto \frac{1}{d_{S\setminus P}}$, wobei $d_{S\setminus P}$ der Abstand zwischen Spitze und Probe ist. Bei kleiner werdendem Abstand erhöht sich folglich die Kapazität und umgekehrt. Typische Werte liegen zwischen $C_{S\setminus P} = 80$ fF für die „sichere Position“ und $C_{S\setminus P} = 400$ fF zu Beginn der automatischen Annäherung.

Für die Bewegung in z -Richtung spielen verschiedene Kräfte und Beschleunigungen eine Rolle, die im Folgenden näher betrachtet werden sollen. Die folgende Beschreibung vereinfacht natürlich stark, allerdings reicht sie völlig aus, um die auftretenden Mechanismen zu verstehen. Wie im vorigen Abschnitt erläutert, kann die Kraft, welche der Schlitten auf die Saphirstäbe ausübt, mit Hilfe einer Stellschraube kontrolliert werden. Diese Kraft wirkt als Normalkraft \vec{F}_N . Sie bestimmt die Haftreibungskraft \vec{F}_H sowie die Gleitreibungskraft \vec{F}_{Gl} , mit der sich der Schlitten auf den Saphirstäben bewegt. Da die gesamte Bewegung nur in einer Dimension vonstatten geht, gilt: $F_H = \mu_R |\vec{F}_N|$ und $F_{Gl} = \mu_{Gl} |\vec{F}_N|$. Die Reibungskräfte wirken bekanntlich der Bewegung entgegen. Die Erdanziehungskraft F_g wirkt immer nach unten, unterstützt also die Abwärtsbewegung und hemmt die Aufwärtsbewegung. Bei der Bewegung nach oben muss die beschleunigende Kraft F_b also auf jeden Fall größer als die Summe aus Gewichts- und Reibungskraft $F_b \geq F_g + F_{Gl}$ sein. Diese Kraft reicht somit auch aus, um eine Bewegung nach unten durchzuführen.

Die Beschleunigung des Schlittens wird durch ein Spannungssignal in Form von je

nach Bewegungsrichtung nach oben oder unten geöffneten Halbparabeln¹ an der Z-Elektrode erreicht. Die Kraft kann über die Frequenz und die Amplitude dieses Signals eingestellt werden. Die Frequenz beeinflusst dabei die Geschwindigkeit der Spannungsänderung, die Amplitude ergibt die maximal Längenänderung am Piezo. Das Problem, das entsteht, ist, dass die Schrittweite, d.h. das Vorwärtsgleiten des Schlittens bei einer Halbparabel nicht größer sein darf als die Hälfte der maximalen Ausdehnung des Piezos. Damit der Schlitten auch fest bleibt, muss die Stellschraube so justiert werden, dass die Haftreibung größer als die Gewichtskraft ist ($F_H > F_g$). Für die Bewegung nach oben muss, wie bereits erwähnt $F_b \geq F_g + F_{Gl}$ gelten, d.h. je kleiner die Gleitreibung ist, desto besser wird sich der Schlitten bewegen. Für die Bewegung nach unten gilt jedoch $F_{ges} = F_b + F_g - F_{Gl}$, d.h. eine zu kleine Gleitreibung führt zu einer zu großen Beschleunigung und somit zu einer zu großen Schrittweite. Die optimale Einstellung muss empirisch ermittelt werden. Weitere Änderungen im Trägheitsantrieb werden verursacht durch Staub- und Schmutzablagerungen auf den Saphirstäben, die die Reibungskoeffizienten stark beeinflussen können. Des Weiteren wird das Verhalten des Antriebs durch die unterschiedlichen verwendeten Materialien beeinflusst, welche sich beim Abkühlen unterschiedlich ausdehnen. Dadurch ändert sich selbstverständlich der Anpressdruck auf die Stäbe, was auch zu einer Änderung der Kräfteverhältnisse führt.

¹Es ist anzumerken, dass die genaue Signalform für die Funktionsweise eine untergeordnete Rolle spielt, so eignet sich beispielsweise auch ein Dreieckssignal.

A.2 Spitzenpräparation

Im Folgenden soll kurz die Präparation der verwendeten Spitzen beschrieben werden. Dabei hängt die Vorgehensweise vom Material der Spitze ab. Verwendet wurden Gold (Au), Platin/Iridium (Pt/Ir) in zwei verschiedenen Konzentrationen sowie Aluminium (Al). Da alle Spitzen an Luft präpariert wurden und das System darüberhinaus keine UHV-Präparationsmöglichkeiten bietet, wurde bei der Auswahl der Materialien darauf geachtet, dass diese weitestgehend inert sind. Aluminium stellt eine Ausnahme dar. Es ist zwar nicht inert, passiviert jedoch und bietet eine qualitativ hochwertige Tunnelbarriere.

Gold

Goldspitzen wurden auf zwei unterschiedliche Arten hergestellt: Zum einen durch Scheiden, zum andern durch Zerreißen. Das Scheiden erfolgt auf einer flachen Unterlage. Mit Hilfe eines Skalpell wird ein sehr flacher Schnitt angesetzt. Zum Zerreißen wird der Golddraht in einer Art Streckbank langsam auseinander gezogen. Ziel ist es dabei, eine Einschnürung zu erzeugen, welche sich bei weiterem Zug ausdünn und schließlich auseinander reißt.

Platin/Iridium

Platin/Iridiumspitzen werden mit einer Keramikscher zerschnitten, wobei der Draht unter Zug gehalten wird. Typischerweise werden zwei verschiedene Konzentrationen verwendet (Pt/Ir 90/10 und Pt/Ir 80/20), wobei hier die Zahlen für die prozentuale Zusammensetzung stehen.

Aluminium

Aluminiumspitzen lassen sich aufgrund der Duktilität ähnlich wie Goldspitzen herstellen. Auch Zerreißen des Drahtes zwischen zwei Pinzetten lieferte brauchbare RTM-Spitzen.

Es wurden auch Versuche mit geätzten Wolframspitzen (W) durchgeführt. Um die isolierende Wirkung der Oxidschicht zu kompensieren, wurden diese mit Gold bedampft. Allerdings kamen diese bei keiner der hier beschriebenen Messungen zum Einsatz.

A.3 Simulation der Temperatur

Das RTM ist ausgelegt für Messungen bei $T < 100$ mK. Auch kleine Heizleistungen, wie sie zum Beispiel durch geringe Ströme in den Zuleitungen auftreten, führen zu Temperaturgradienten und können das System aufheizen. Aufgrund der Umladungsprozesse des Piezos fließt ständig ein kleiner Strom durch die Zuleitungen. Dieser kann zu einem thermischen Eintrag führen, der die RTM-Spitze aufwärmen könnte. Um diesen Effekt abzuschätzen, wurde eine finite Elemente-Simulation mit Hilfe des Programms Comsol durchgeführt. Die physikalischen Eigenschaften der einzelnen Komponenten bei tiefen Temperaturen wurden aus [153] entnommen. Die Simulation geht von einer Heizleistung von $P = 1$ mW direkt an der Piezokeramik aus. Dies ist ein absichtlich groß gewählter Wert, welcher bereits einem Strom von mehr als einem Milliampère entspricht und somit die erwartete obere Grenze darstellt. Die Ergebnisse dieser Berechnungen sind in Abbildung A.1 dargestellt. Im linken Bild ist der Piezo sowie die daran angeklebten Saphirstäbe, auf denen sich der CuBe Schlitten befindet, modelliert. Die Heizquelle befindet sich direkt am Piezo. Bei der Berechnung wurde ein linearer Zusammenhang für die thermische Leitfähigkeit und das an reale Körper angepasste Stefan-Boltzmann-Gesetz [154, 155] für die thermische Strahlung $\dot{Q} = \epsilon\sigma(T_1^4 - T_2^4)$ [156] angenommen. Dabei ist $\sigma = 5.77 \cdot 10^{-8} \text{ Wm}^{-2}\text{K}^{-4}$ die Stefan-Boltzmann-Konstante, ϵ die Emissivität, welche hier recht hoch gewählt wurde ($1 > \epsilon > 0.5$), obwohl man bei elektrisch gut leitenden Materialien, wie die Beschichtung des Piezomaterials von einer viel kleineren Emissivität ausgehen kann. T_1, T_2 sind die Starttemperaturen der abstrahlenden Flächen. Im rechten Bild in Abbildung A.1 ist zusätzlich der auf $T = 200$ mK geheizte Edelstahlzylinder sowie die thermische Ankopplung über die dünne Kupferzuleitung mitberücksichtigt. Das Ergebnis der Simulation ist, dass die schlechte thermische Leitfähigkeit der Saphirstäbe grundsätzlich dafür sorgt, dass kein Wärmeübertrag zwischen dem aufgeheizten Piezo und der RTM-Spitze stattfindet. Nicht untersucht wurde die Frage, wie lange es braucht, um das dargestellte thermische Gleichgewicht zu erhalten. Zum Aufheizen der Spitze wird der Edelstahlzylinder geheizt. Der Wärmeübertrag geschieht nur über die dünne Kupferzuleitung und mittels Wärmestrahlung. Dieser Prozess kann durchaus einige Zeit in Anspruch nehmen, bis sich das thermische Gleichgewicht einstellt.

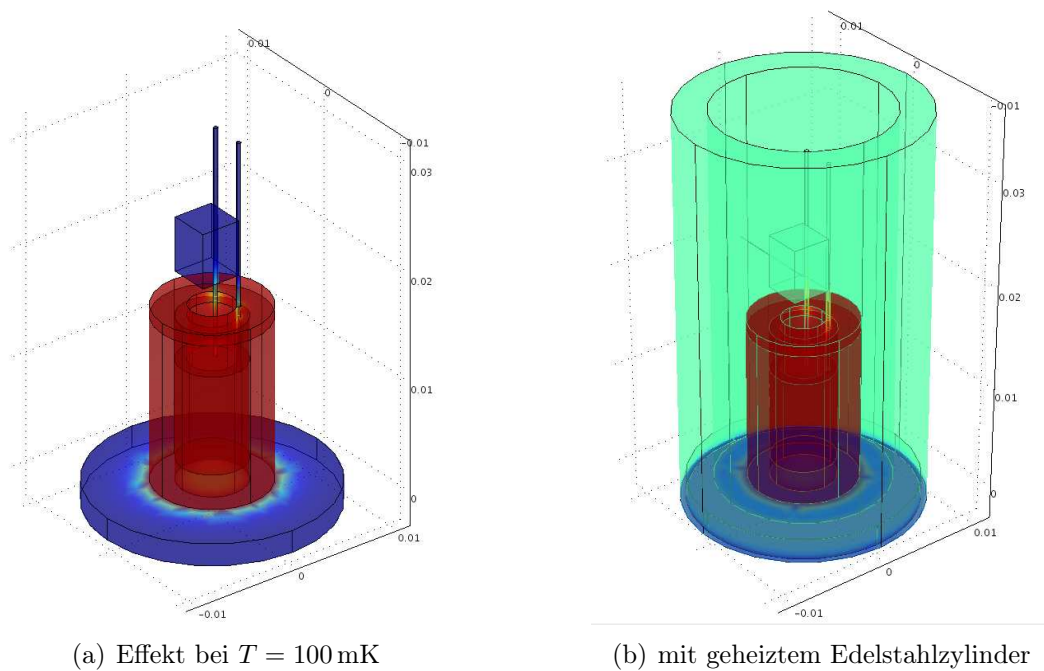


Abbildung A.1: Temperaturverteilung am Piezo-Schlitten-System

Die Simulation zeigt den Temperaturverlauf des Piezo- und Spitzenhaltersystems bei einer Heizleistung von $P = 1$ mW am Piezo. Die rechte Abbildung zeigt zusätzlich die Temperaturverteilung, wenn der Edelstahlzylinder auf $T = 200$ mK aufgeheizt ist. Die Farbskala reicht von $T = 100$ mK in blau bis zu $T = 218$ mK im linken Bild und $T = 318$ mK im rechten Bild in rot.

A.4 Kalibrierung

Jedes neu aufgebaute RTM bedarf einer Kalibrierung der Rastereinheit, um zuverlässige Aussagen über topographische Eigenschaften der untersuchten Proben machen zu können. Bei der Kalibrierung werden hier verschiedene Temperaturbereiche unterschieden. Dies liegt zum einen daran, dass die Piezoauslenkung stark temperaturabhängig ist, zum andern daran, dass die minimale Schrittweite durch die 16 bit DAC Karte vorgegeben ist und somit für Raumtemperatur zusätzliche Spannungsteiler verwendet werden mussten.

Raumtemperatur

Aus den Daten der Piezokeramik kann die Auslenkung in Abhängigkeit der Spannung abgeschätzt werden. Die Berechnungen gelten für die Auslenkung des einen Endes des Piezos unter der Annahme, dass das gegenüberliegende Ende des Rasterpiezos unbeweglich fest ist. Dabei ist zu berücksichtigen, dass die Auslenkung der Spitze stark

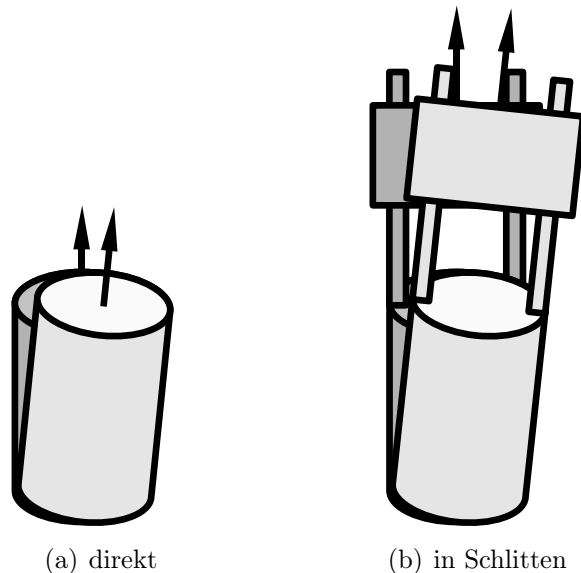


Abbildung A.2: Kalibrierung

In Skizze (a) ist die Spitze direkt am Piezokristall befestigt. Abbildung (b) zeigt die im Experiment realisierte Situation, mit dem Aufbau aus Saphirstäben und Schlitten.

von ihrer Position abhängt. Je näher sie direkt am Piezo sitzt, desto kleiner wird die Abweichung von der berechneten Auslenkung sein (s. Abbildung A.2). In dem vorgestellten Aufbau können Abweichungen in den Kalibrierfaktoren von bis zu 200 % auftreten. Dabei ist zu berücksichtigen, dass auch die Spitzenlänge immer unterschiedlich ist und zusätzlich auch die verschiedene Proben unterschiedlich hoch montiert sind. Deshalb lässt sich die Abhängigkeit der Auslenkung von der angelegten Spannung exakt nur für eine spezielle Spitze-Probe Konfiguration angeben. Allerdings sollten sich die Skalierungsfaktoren, die zur Umrechnung für tiefe Temperaturen benötigt werden, nicht ändern.

Kalibriergitter

Zur Kalibrierung der $\pm x$ - und $\pm y$ -Richtung wurde ein kommerziell erhältliches Kalibriergitter, ein so genanntes NanoGrid², verwendet. Es besteht aus einer mit Gold und Palladium beschichteten strukturierten Polymerschicht. Auf einer $A = 2\text{ mm} \times 2\text{ mm}$ großen Fläche ist ein Kreuzgitter mit einer Gitterkonstanten von $d = 160\text{ nm}$ strukturiert. Abbildung A.3 zeigt dieses Kalibriergitter unter einem Lichtmikroskop. Der strukturierte Bereich befindet sich innerhalb des dreifach umrandeten Quadrates. In den Abbildungen A.4 ist das Kalibriergitter in höherer Auflösung dar-

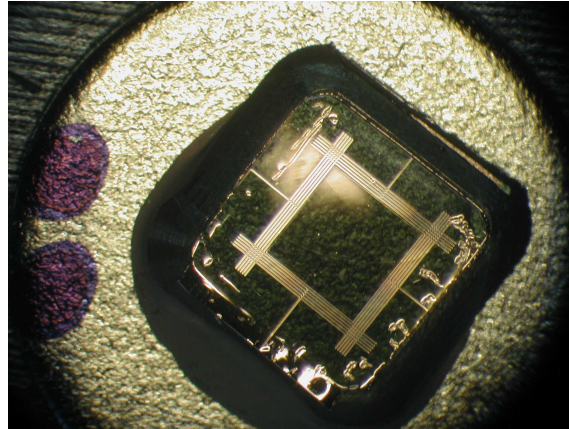


Abbildung A.3: NanoGrid

Foto des verwendeten NanoGrid. Die dreifach umrandete Fläche ($A = 4\text{ mm}^2$) ist quadratisch, mit einer Gitterkonstanten von $d = 160\text{ nm}$, strukturiert.

gestellt. Auf der linken Seite ist eine Aufnahme mit dem hier beschriebenen RTM bei einer Tunnelspannung von $V = 500\text{ mV}$ und einem Tunnelstrom von $I = 2\text{ nA}$ gezeigt. Da die Korrugation recht groß ist, kann diese Art der Aufnahme nur langsam erfolgen. Die aus diesen Aufnahmen resultierenden Umrechnungsfaktoren für die Piezokalibrierung sind $X = 501\text{ \AA}/V \cdot V_{XZ}$ und $Y = 604\text{ \AA}/V \cdot V_{YZ}$. Im unteren Teil der Aufnahme ist deutlich eine Drift zu erkennen, die in fast jeder Messung bei Raumtemperatur auftritt. Die Messung fand bei Umgebungsdruck und ohne Abschirmbecher statt. Kleine Temperaturänderungen, wie zum Beispiel Sonneneinstrahlung, führen deswegen bereits zu einer recht großen Drift. Auf der rechten Seite ist eine REM-³Aufnahme des Kalibriergitters zu sehen. Diese Aufnahme dient zur Überprüfung der Genauigkeit des Gitters.

HOPG

Zur präzisen Bestimmung der Auslenkung und zum generellen Test eines RTM ist atomare Auflösung unabdingbar. Für ein RTM, das bei Raumtemperatur und unter Atmosphärendruck betrieben wird, bieten sich Materialien an, deren Oberflächen ausreichend lange Zeit stabil bleiben und einfach zu präparieren sind. Am Besten

²Hersteller: Schaefer Technologie GmbH

³Rasterelektronenmikroskop

Für diese Aufnahme möchte ich mich bei J. Hawecker (LEM) bedanken.

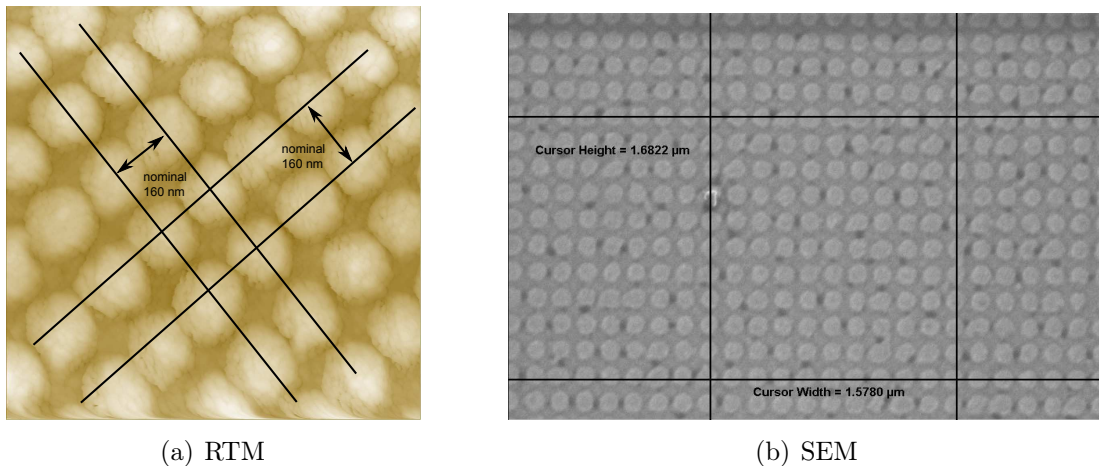


Abbildung A.4: Aufnahmen des NanoGrid

(a) Aufnahme mit dem RTM bei Raumtemperatur, bei $V = 500$ mV und $I = 2$ nA (b) Bild aufgenommen mit REM.

geeignet sind Schichtsysteme wie zum Beispiel HOPG⁴, bei dem die einzelnen Graphenebenen nur schwach über van der Waalskräfte gebunden sind. Die Präparation ist sehr einfach: Mit Hilfe eines Klebestreifens werden die obersten Schichten abgerissen. Die zurückbleibende Oberfläche ist in großen Bereichen atomar flach und sauber. Eine Übersicht von Messungen an HOPG kann in [44] gefunden werden. Wie zuvor bereits erwähnt hängt der Rasterbereich der Spitze von ihrer Entfernung zum Piezo ab. Die maximale Auflösung ist durch die 16 bit Auflösung der DAC begrenzt. Unter zu Hilfe nahme der am AuPd-Nanogrid gewonnenen Kalibrierdaten berechnet sich die maximale laterale Auflösung im Idealfall zu lediglich 0,2 nm. Die reale Auflösung ist aller Wahrscheinlichkeit nach schlechter und somit ist eine atomare Auflösung mit dieser Versuchsanordnung sehr schwer bis gar nicht zu erreichen. Zur Verbesserung der Auflösung wurden zusätzlich die Ausgangsspannung an den DACs mit einem Spannungsteiler durch den Faktor 10 dividiert. Damit ist es möglich atomare Auflösung zu erhalten. Eine repräsentative Aufnahme des hexagonalen Gitters ist in Abbildung A.5 zu sehen. Diese Aufnahme wurde mit einem nominellen Rasterfenster von $10 \text{ nm} \times 10 \text{ nm}$ gemessen, der Strom beträgt $I = 2$ nA, die Tunnelspannung $V = 100$ mV. Die Angabe „nominelle Rastergröße“ bezieht sich immer auf die aus der Kalibrierung mit dem AuPd-Nanogrid gewonnenen, lateralen Rasterfenstergröße. Die Aufnahme wurde bei Raumtemperatur und Umgebungsdruck ohne Abschirmbecher aufgenommen. Im unteren Teil kann man die typische Drift erkennen. Diese kann thermischen Ursprungs sein oder von Nichtlinearitäten sowie Nachkriechen des Piezomaterials herrühren. In diesem speziellen Fall handelt es sich wohl um Nachkriechen, da die Messung direkt nach Verkleinern des Rasterbereiches aufgenommen wurde. Mit dieser Messung kann man nun aufgrund der bekannten Gitterkonstante von HOPG ($0,246 \text{ nm}$) in der Ebene die Kalibrierung für kleine Rasterbereiche vornehmen. Für die in Abbildung A.5 gezeigte Aufnahme ergibt sich $X = 350,3 \text{ \AA}/V \cdot V_{XZ}$ und $Y = 479,4 \text{ \AA}/V \cdot V_{YZ}$, dies entspricht einer Skalierung von $1/1,43$ in x -Richtung

⁴Highly Ordered Pyrolytic Graphite, hochorientiertes pyrolytisches Graphit

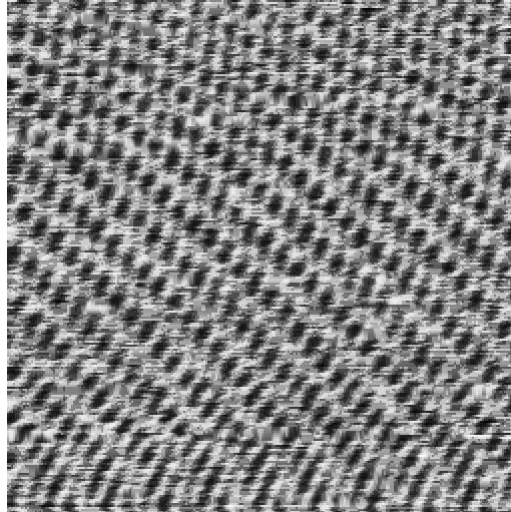


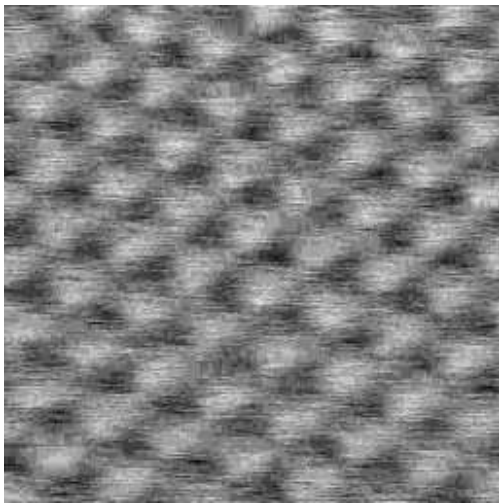
Abbildung A.5: HOPG

Topographie der HOPG-Oberfläche mit atomarer Auflösung. Die Aufnahme wurde erstellt mit $I = 2 \text{ nA}$ und $V = 100 \text{ mV}$, der nominelle Rasterbereich ist 100 nm^2 .

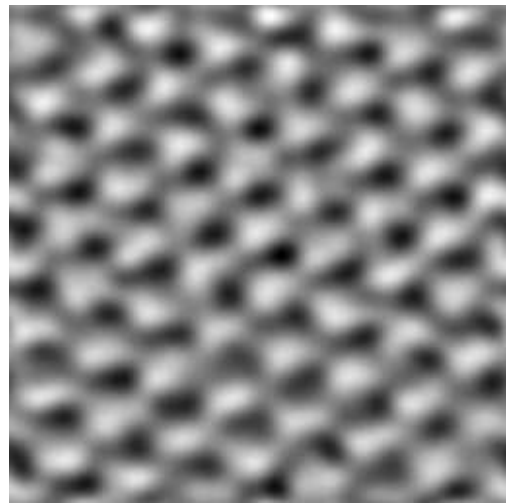
und $1/1,26$ in y -Richtung. Da dies jedoch sehr von der Länge der Spitze und der verwendeten Probe abhängt, soll im Weiteren darauf verzichtet werden und nur erwähnt werden, dass jede Spitze nach der Präparation auf HOPG getestet wurde, um erstens die Qualität der Spitze zu prüfen und zweitens die Kalibrierung errechnen zu können. Die Qualität der Bilder ist auch ohne FFT-Filterung⁵ schon sehr zufriedenstellend. Eine noch klarere hexagonale Struktur kann man durch eine FFT-Filterung erhalten. In Abbildung A.6 wurde dies exemplarisch durchgeführt. Dafür wurde eine Aufnahme mit $I = 2 \text{ nA}$, $V = 76 \text{ mV}$ und einem nominellen Rasterbereich von $3 \text{ nm} \times 3 \text{ nm}$ gewählt.

Die bisher vorgestellte Kalibrierung bezieht sich nur auf Messungen bei Raumtemperatur. Die Kalibrierung für tiefe Temperaturen wurde anhand von RTM-Aufnahmen an NbSe_2 durchgeführt und wird in Kapitel 3.5 besprochen.

⁵Fast-Fourier transformation Filterung, dabei erfolgt die Filterung als Bandpass im Frequenzraum.



(a) ungefiltert



(b) 2d FFT Filter

Abbildung A.6: FFT-Filter

(a) RTM Aufnahme von HOPG mit atomarer Auflösung. Die Aufnahme wurde erstellt mit $I = 2 \text{ nA}$ und $V = 76 \text{ mV}$, der nominelle Rasterbereich ist 9 nm^2 . (b) 2d FFT Filter angewandt auf die Aufnahme in (a).

A.5 Spektroskopie

Bisher wurden die Anforderungen an das RTM diskutiert, um es als Mikroskop zu verwenden. Im Folgenden sollen die Anforderungen für den spektroskopischen Betriebsmodus erläutert werden. Wie schon weiter oben erklärt, ist auch hier ein begrenzendes Element die 16 bit Auflösung der Digital-Analogwandler. Bei einem Ausgangsspannungsbereich von $\Delta V = \pm 10 \text{ V}$ resultiert eine maximale Spannungsauflösung von $\delta V \approx 300 \mu\text{V}$. Für die Spektroskopie an Supraleitern, wie zum Beispiel Aluminium, entspricht dies dem eineinhalbfachen der Energielücke und ist somit nicht ausreichend. Zum anderen erhöht eine differentielle Messung mittels eines Lock-In Verstärkers die Auflösung. Hierzu mußte die Elektronik modifiziert werden. Zum Messen des differentiellen Leitwertes muss zunächst eine Wechselspannung eingekoppelt werden. Der prinzipielle Aufbau der Schaltung ist in Skizze A.7 zu sehen. Die Einkopplung des Wechselsignals erfolgt induktiv. Zusätzlich zum Einkoppeln des Wechselspannungs-

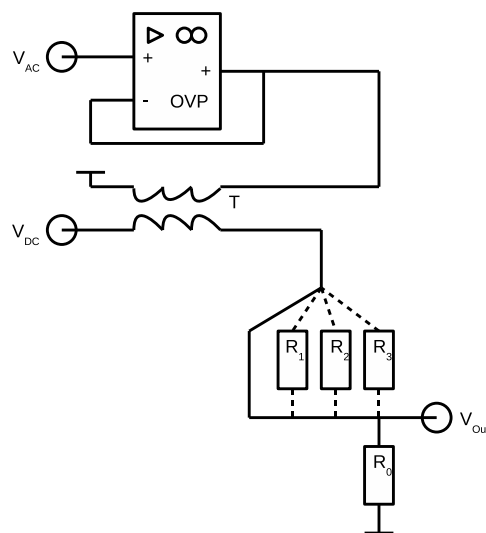


Abbildung A.7: Schaltbox zur Spannungsmischung

Schematische Darstellung der Schaltung zur Überlagerung von Gleich- und Wechselspannung.

signals ermöglicht diese Schaltung eine Verbesserung der Spannungsauflösung durch einen schaltbaren Spannungsteiler, der mit 1 : 1, 1 : 10, 1 : 100 sowie 1 : 1000 betrieben werden kann. Wichtig ist anzumerken, dass sich der Spannungsteiler nach der Einkopplung des Wechselsignals befindet. Dieses ermöglicht es, eine recht große Amplitude als Eingangssignal zu benutzen. Das ist wichtig, da die minimale Ausgangsamplitude im mV Bereich liegt, wohingegen die spektroskopischen Strukturen in etwa eine Größenordnung kleiner sind. Bei dem verwendeten Operationsverstärker handelt es sich um den Typ TL 071 ACP. Dieser dient als Impedanzwandler für das Wechselsignal. Der Transformator hat die Typenbezeichnung B1031 mit einer 1:1 Übersetzung. Des Weiteren wird ein Frequenzgenerator⁶ und ein Lock-In Verstärker⁷

⁶Frequenzgenerator: Stanford Research Systems DS345

⁷Lock-In Verstärker: Ithaco 3916B

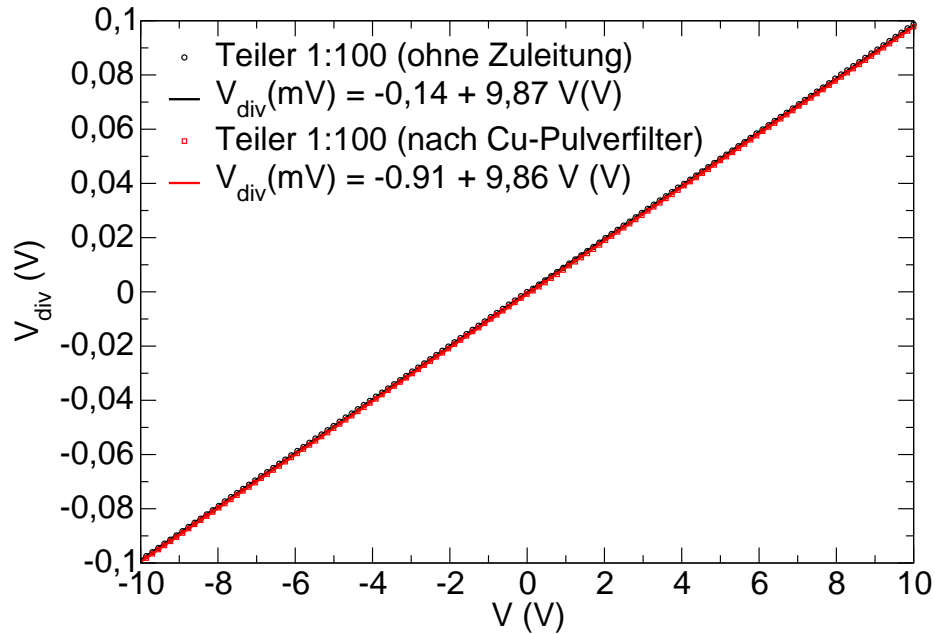


Abbildung A.8: Spannungsteiler

Gemessenes Ausgangssignal des Spannungsteilers, in schwarz Daten und Fit für eine Messung direkt am Teiler, in rot Daten und Fit für eine Messung mit fast allen Zuleitungen.

benötigt. Das Prinzip der differentiellen Messung wurde bereits im Abschnitt 2.1 beschrieben. Der einzige Unterschied ist, dass hier der differentielle Leitwert gemessen wird, indem direkt das Spannungssignal moduliert wird. Die mathematische Betrachtung ändert sich im Bezug auf die Variable der Taylorentwicklung. Die Ergebnisse für die erste Ableitung lassen sich durch die einfache Beziehung $dI/dV = (dV/dI)^{-1}$ ineinander überführen.

Exemplarisch ist die Funktionsweise für den 1 : 100 Teiler in der Abbildung A.8 dargestellt. Diese Messung dient zum Überprüfen der Linearität der Schaltung. Zum einen wurde eine Messung direkt nach dem Teiler durchgeführt und daran eine Gerade angepasst (schwarz). Zum anderen wurde eine Messung durchgeführt, bei der alle Zuleitungen mitgemessen wurden (rot). Dabei wurde das letzte Stück nach den Kupferpulverfiltern nicht mitgemessen. Der Spannungsabfall an diesem Stück kann jedoch, da es sich um eine Kupferleitung handelt, vernachlässigt werden. Außerdem wurde eine zusätzliche Messleitung angebracht, um zum Messgerät zu gelangen. Da der Unterschied in den beiden Messungen vernachlässigbar klein ist, kann damit die Qualität des Teilers bestätigt werden, sowie von recht niederohmigen Zuleitungen ausgegangen werden. Dies ist wichtig, da alle Messungen nur in einer Zwei-Punkt-Geometrie durchgeführt wurden. Die Annahme $R_{Zul.} \ll R_{Tunnel}$ ist somit gültig und der Zuleitungswiderstand kann vernachlässigt werden.

Spektroskopie bei Raumtemperatur

Zum Test der Schaltung wurde eine Messung an einem $R = 100 \text{ M}\Omega$ Präzisionswiderstand durchgeführt. Diese Messung ist im Graphen der Abbildung A.9 zu sehen. Wie

zu erwarten, entspricht der Verlauf des differentiellen Leitwertes einer Konstanten. Das kleine Bild im Bild zeigt den Verlauf der Strom-Spannungskennlinie, welcher

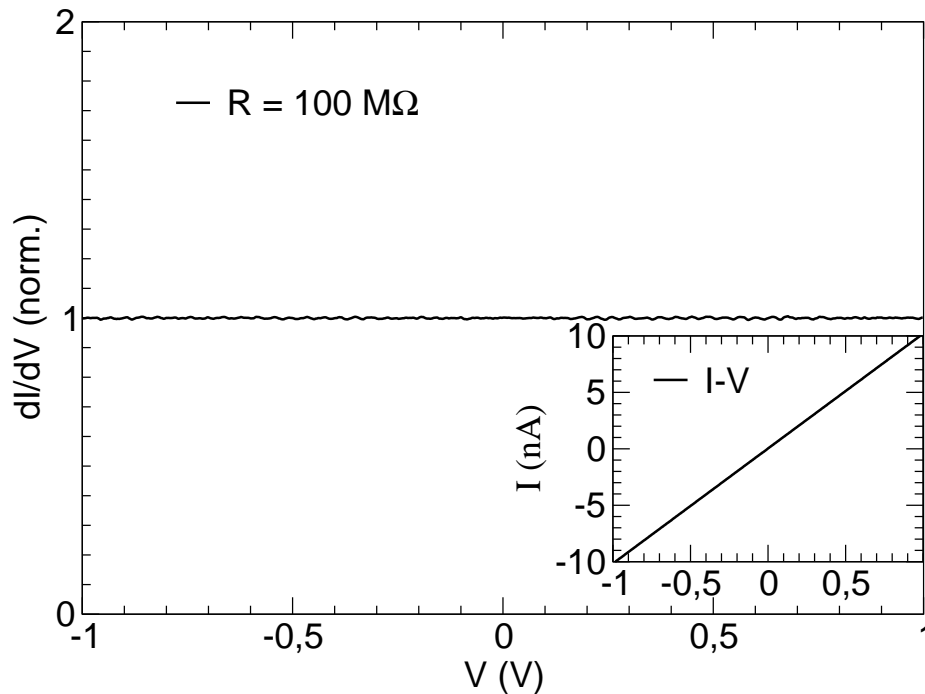


Abbildung A.9: Differentieller Leitwert bei Raumtemperatur

Messung des differentiellen Leitwert bei Raumtemperatur an einem $R = 100 \text{ M}\Omega$ Präzisionswiderstand. Das Bild im Bild zeigt die dazugehörige Strom-Spannungskennlinie.

dem einer ohmschen Geraden entspricht. Der Präzisionswiderstand wurde anstelle des RTMs direkt an die Cu-Pulverfilter angeschlossen. Die Frequenz des Wechselsignales beträgt $\nu = 1,604 \text{ kHz}$, die Amplitude $V_{ac} = 1 \text{ mV}$. Bei der Messung wurden folgende Parameter verwendet: Die Integrationszeit am Lock-In Verstärker beträgt $t_{int} = 30 \text{ ms}$, was ausreichend ist, um über etwa 50 Schwingungen zu mitteln. Die Zeit zwischen zwei Messpunkten ist $t_{mp} = 200 \text{ ms}$. Die Wartezeit, nachdem der Rückkopplungskreis ausgeschaltet wurde, bis zum Beginn der Messung ist $t_w = 255 \text{ ms}$ und die Wartezeit zwischen zwei Messreihen für die Mittelungen beträgt $t_{mr} = 300 \text{ ms}$. Diese Zeiten wurden so groß gewählt, damit durch starke Spannungsänderungen, die beim Wiederholen der Messreihe⁸ oder dem Relaxieren des Piezos auftreten, keine Artefakte am Lock-In Verstärker auftreten. Für die hier gezeigte Messung ist Relaxation des Piezos nicht von Interesse. Es sollte nur darauf hingewiesen werden, dass dies zu berücksichtigen ist. Insgesamt zeigt der Graph in Abbildung A.9 ein Spektrum aus 25 gemittelten Messungen.

⁸Leider erlaubt die Software die Spannung immer nur in die gleiche Richtung zu rampen, was beim Mitteln jedes mal zu einem Spannungsprung von $-V$ nach $+V$ am Ende der n -ten Messreihe zum Beginn der $n + 1$ -ten Messreihe führt.

Spektroskopie bei tiefen Temperaturen

Für spektroskopische Messungen ist die Energieauflösung der Apparatur das entscheidende Merkmal. Zum Test der Eigenschaften der Spektroskopie bei tiefe Temperaturen eignen sich Messungen an Aluminium (Al) besonders gut, da man die Spektroskopie an einem Supraleiter testen kann und die niedrige Sprungtemperatur $T_c = 1,196\text{ K}$ [25] es zusätzlich den Test erlaubt, ob Probe und Spitze wirklich die oben angenommen Werte erreichen. Außerdem erlaubt das kleine kritische Feld $H_c = 9,9\text{ mT}$ [25] schnell die Überprüfung, ob die gemessenen Strukturen wirklich von den supraleitenden Eigenschaften herrühren. Ein weiterer Vorteil von Al besteht in der Tatsache, dass Al passiviert und das natürliche Oxid eine qualitativ hochwertige Tunnelbarriere darstellt. Es wurden Messungen mit einer normalleitenden Pt/Ir-Spitze an zwei verschiedenen Al-Proben durchgeführt, einer $d = 200\text{ nm}$ dicken auf Silizium aufgedampften Schicht und einem polierten Quader mit der Abmessung $a = 6\text{ mm}$, $b = 8\text{ mm}$ und $b = 3\text{ mm}$. Zum anderen wurden auch Messungen einer supraleitenden Al-Spitze auf einer Goldoberfläche vorgenommen. Durch diese Maßnahme lässt sich der Einfluss von Spitze und Probe getrennt betrachten.

Die Herstellung der Schicht erfolgte mit Hilfe der Elektronenstrahlverdampfung. Es wurde eine 200 nm dicke Al-Schicht auf ein Siliziumsubstrat aufgedampft. Beim Aufdampfen wurden die Parameterwerte aus der Arbeit von M. Stockmaier [157] benutzt. Die Qualität der dort erhaltenen Al-Schichten war sehr gut, d.h. die kritische Temperatur der Schicht ist mit $T_c \approx 1,1\text{ K}$ sehr nahe am Literaturwert. Zur Messung wurde die Phase am Lock-In Verstärker so justiert, dass der kapazitive Anteil eliminiert wurde. Dieses wurde bei allen spektroskopischen Messungen mit dem RTM so durchgeführt. Die Messung wurde mit einer Pt/Ir(80/20)-Spitze durchgeführt, der Tunnelwiderstand beträgt $R_T = 2,5\text{ M}\Omega$. Ein typisches mit dem Lock-In Verstärker gemessenes Spektrum ist in Abbildung A.10 dargestellt. Dabei ist anzumerken, dass ein kleines magnetisches Feld $B \approx 2\text{ mT}$ bereits ausreicht, um die Schicht in den normalleitenden Zustand zu versetzen. Ein reduziertes kritisches Feld kann bei dünnen Schichten durchaus vorkommen. Zusätzlich ist in Abbildung A.10 noch ein an die Messung angepasstes berechnetes Spektrum nach BTK-Theorie (vgl. Kapitel 1.2.3) eingezeichnet. Für die Berechnung wurde neben der Energielücke und dem Dynes-Parameter auch die Temperatur als freier Parameter variiert. Die Variation der Temperatur wurde durchgeführt, da für die Messung alle nicht benötigten Messgeräte abgetrennt wurden, um deren Störeinflüsse ausschliessen zu können. Dieses bedeutet, dass auch die Temperatur nicht bestimmt wurde. Die aus dieser Anpassung ermittelten Werte für Energielücke, Temperatur und Dynes-Parameter sind: $\Delta = 0,8\text{ meV}$, $T = 700\text{ mK}$ und $\Gamma = 0,239\text{ meV}$. Diese weichen alle sehr stark von den erwarteten Werten ab. Die ermittelte Energielücke ist um einen Faktor drei zu groß. Das gesamte Spektrum ist gegenüber dem erwarteten Verlauf stark verbreitert. Zusätzlich weicht, die vor und nach der Messung zu $T \approx 100\text{ mK}$ bestimmte Temperatur, stark von der berechneten Temperatur ab. Im Folgenden soll die Frage diskutiert werden, welche Ursache eine solche drastische Verbreiterung des Spektrum haben kann.

Im Prinzip kann eine solche Verbreiterung entstehen, wenn bei einer Zweipunktmessung die Zuleitungswiderstände sehr groß sind. Dieser Effekt kann aber, nach dem was in den vorherigen Abschnitten erwähnt wurde, ausgeschlossen werden. Bei dem verwendeten Vorverstärker wird der Strom gegen Masse verstärkt, deshalb kann es

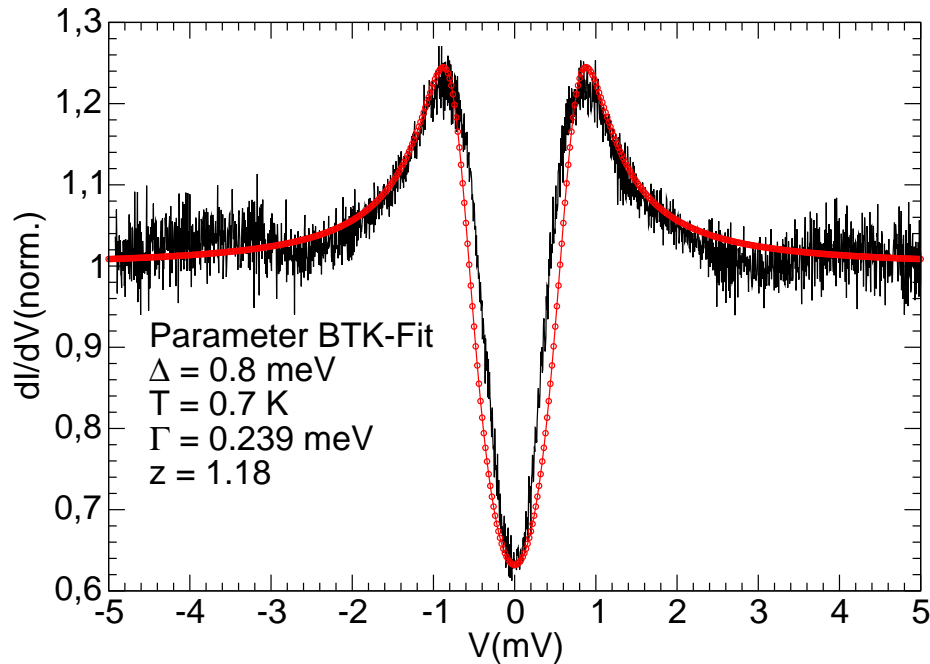


Abbildung A.10: Differentieller Leitwert der Al-Schicht

Messung des differentiellen Leitwertes für kleine Spannungen der Al-Schicht zusammen mit einem Fit nach BTK-Theorie.

bei unzureichender Isolation zu einem parasitären Widerstand kommen, der solche Verbreiterungen verursachen kann, wenn er in der Größenordnung des Tunnelwiderstands ist. Damit dieses ausgeschlossen werden konnte, wurden Teile der Isolation von dünner Kaptonfolie auf dicke Marcorstücke geändert. Zusätzlich wurde der Isolationswiderstand der Zuleitungen geprüft. Dieser hat bei allen Leitungen einen Wert von $R \geq 3$ G Ω und ist somit nicht geeignet, um diese Verbreiterung zu beschreiben. Ein zweiter parasitärer Widerstand kann durch das verwendete Si-Substrat auftreten. Sollte der Tunnelstrom durch Unzulänglichkeiten in der Kontaktierung auch durch das Si-Substrat fließen müssen, hätte man eine Reihenschaltung von Tunnelkontakt und Si-Substrat. Deshalb wurde in einer weiteren Messung ein Al-Quader⁹ benutzt, um diesen Effekt auszuschließen.

Der frisch polierte Al-Quader wurde mit Leitsilber auf den Kupferprobenhalter geklebt. Auch hier wurde eine Pt/Ir(80/20)-Spitze verwendet. Die ersten Messungen auf dem Al-Quader ergaben das gleiche Bild, wie schon zuvor erwähnt, auf der Al-Schicht und werden hier nicht weiter erläutert.

Damit Effekte ausgeschlossen werden konnten, die auf die verwendete Elektronik zurückzuführen sein könnten, wurde die Messung wiederholt und dabei eine andere RTM-Elektronik¹⁰ verwendet. Die neuen Komponenten wurden zunächst auch ohne Lock-In Verstärker und ohne externe Wechselspannungsversorgung betrieben, da dies in der moderneren Elektronik bereits integriert ist.

⁹Für die Herstellung des Al-Quaders möchte ich mich bei N. Bagrets bedanken.

¹⁰Hersteller: Nanonis

Bedanken will ich mich an dieser Stelle bei T. Tomanic und D. Stöffler, die mir die RTM-Elektronik für ein paar Wochen überlassen und mich beim Umbau unterstützt haben.

Da es prinzipiell auch möglich ist, dass das Anlegen der Wechselspannung die Spektren verbreitert, wurden die Messungen ohne Wechselspannungssignal durchgeführt und nur die Strom-Spannungscharakteristik aufgenommen. Dafür wurde das Strom-Spannungssignal nachträglich numerisch differenziert. Eine solche Messung ist in Abbildung A.11 zusehen. Die Rohdaten der Strom-Spannungsabhängigkeit sind klein eingefügt. Zum Differenzieren wurden diese Daten geglättet. Die Spektren werden dadurch ein wenig verrauschter, zeigen aber immer noch die gleichen Eigenschaften wie zuvor. Auch hier erkennt man, dass die Maxima zu größeren Spannungswerten

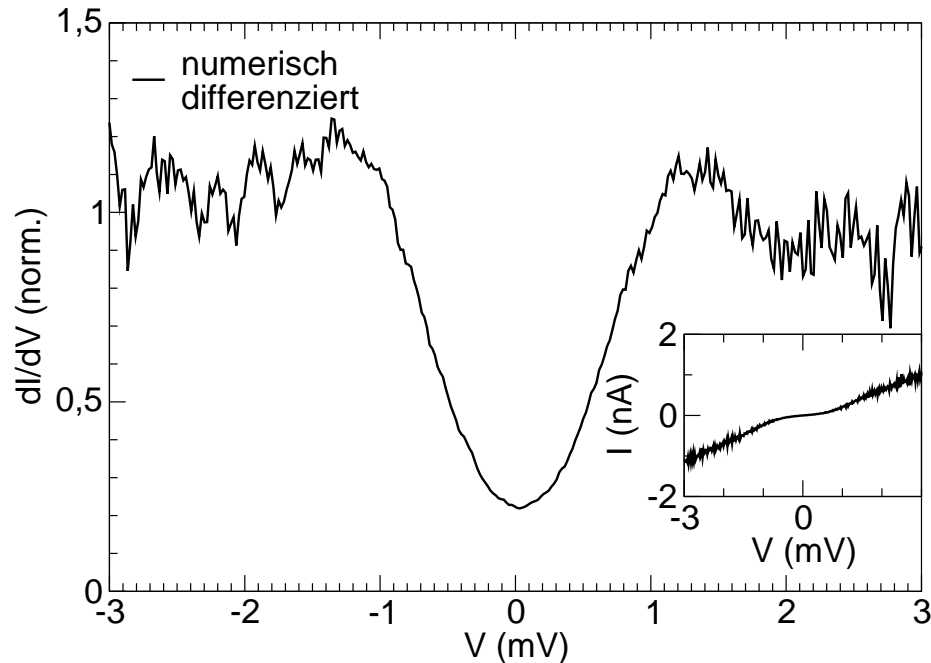


Abbildung A.11: Differentieller Leitwert des Al-Quader

Der Graph zeigt den differentiellen Leitwert, gewonnen aus numerischer Differentiation. Die gemessene Strom-Spannungskennlinie ist klein mit im Graphen abgebildet.

verschoben sind und das Minimum nicht bis zur Null bei $V = 0$ abfällt. Das kritische Feld beträgt hier jedoch die erwarteten $B \approx 10$ mT. Insgesamt zeigen auch diese Messungen eine starke Verrundung.

Eine solche Verbreiterung kann man erhalten, wenn man davon ausgeht, dass die Temperatur der Spitze stark erhöht ist und weit über einem Kelvin liegt. Um die Temperatur der Spitze zu prüfen, wurde diese aus Al hergestellt und mit dieser auf einer normalleitende Probe gemessen. Als Probe diente eine auf ein Borosilikatglas aufgebraute 250 nm dicke Goldschicht¹¹, die vor dem Einbau fünf Minuten in der Flamme eines Bunsenbrenners geflammt wurde. Da die direkte Messung des differentiellen Leitwerts mittels Lock-In Verstärker ein sehr viel geringeres Rauschen in den Spektren lieferte und diese als Ursache der Verrundung ausgeschlossen werden kann, wurde auch bei den Messungen mit der Al-Spitze auf diese Methode zurückgegriffen. Ziel der Messung war der Nachweis, dass die Temperatur der Spitze auf jeden Fall kleiner als T_c ist. Die Messungen wurden mit verschiedenen Amplituden

¹¹Hersteller: arrandee

und Frequenzen der sinusförmigen Wechselspannungssignalen durchgeführt, um deren Einfluss auf die Spektren nochmal genauer zu untersuchen. In Abbildung A.12 sind die temperaturabhängigen Messungen für zwei frequenzgleiche Modulationsspannungen, $V_{ac} = 10 \mu\text{V}$ in rot und $V_{ac} = 20 \mu\text{V}$ in schwarz, dargestellt. Damit man eine

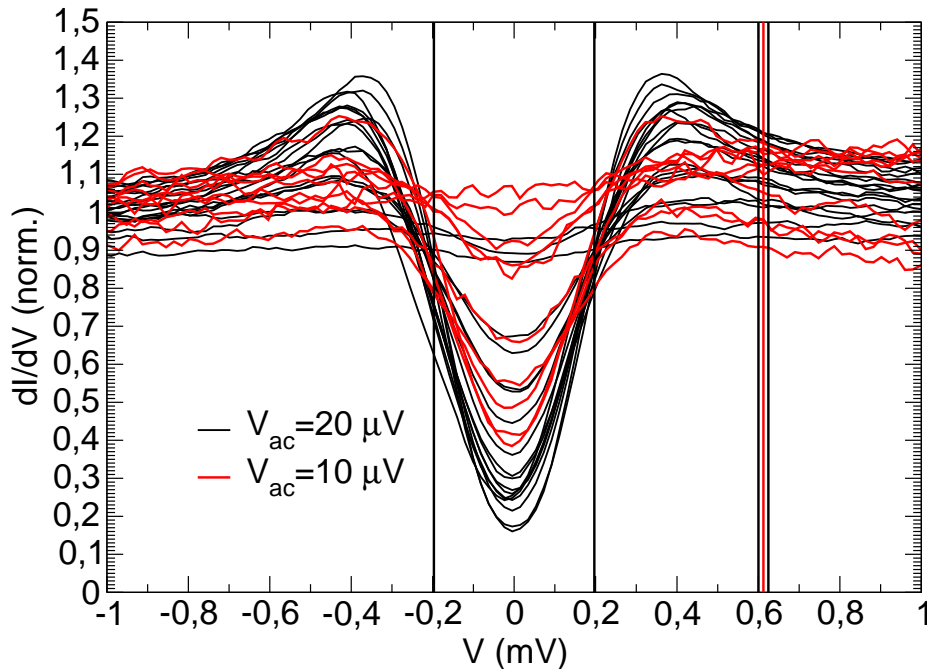


Abbildung A.12: Differenzieller Leitwert der Al-Spitze

Temperaturabhängige Messung des differentiellen Leitwerts. Spektren in rot wurden mit einer Modulationsamplitude von $V_{ac} = 10 \mu\text{V}$, Messungen in schwarz mit $V_{ac} = 20 \mu\text{V}$ aufgenommen.

Vorstellung der Größe der Verbreiterung durch die Modulationsspannung erhält, sind bei $V = 0,6 \text{ mV}$ drei senkrechte Linien eingezeichnet. Zwischen den beiden äußeren in schwarz beträgt die Differenz gerade $\Delta V = 24,4 \mu\text{V}$, zwischen den schwarzen und der roten Linie gerade die Hälfte. Dies entspricht einer nach [158] berechneten instrumentellen Energieverbreiterung von $\Delta E = 1,22 \cdot eV_{ac}$. Zusätzlich eingezeichnet sind zwei senkrechte Markierungen bei $V = \pm 0,197 \text{ mV}$. Diese sollen die erwartete Position der Kohärenzmaxima verdeutlichen. Gesichert lässt sich feststellen, dass die Temperatur der Spitze auf jeden Fall kleiner als die Sprungtemperatur von Al ist, da eindeutig ein supraleitendes Spektrum zu erkennen ist. Die Temperaturabhängigkeit ist vergleichbar mit der der Al-Schicht und des Al-Quaders. Das kritische Feld beträgt auch hier $B \approx 100 \text{ mT}$. Allerdings muss festgestellt werden, dass die Spektren auch hier zu breit und das Minimum bei $V = 0$ nicht tief genug ist. Die Verbreiterung beträgt zwar nur noch einen Faktor zwei, allerdings kann man auch so eine Verbreiterung nicht mehr mit einer thermischer Verschmierung erklären, da aus den Messungen an den Al-Proben, wie in den vorangegangenen Abschnitten gezeigt, eindeutig klar ist, dass die Proben eine Temperatur $T \leq 1 \text{ K}$ hat.

Es soll kurz noch einmal das bisher Erwähnte zusammengefasst werden und einige Ergänzungen über die Gemeinsamkeiten gemacht werden. Außerdem wird diskutiert,

welche Schlüsse man aufgrund der unterschiedlichen Art der Experimente bisher ziehen kann. Allen Messungen an Al, sei es als Probe oder Spitze, ist gemeinsam, dass die Spektren stark verbreitert sind. Die Kohärenzmaxima liegen bei zu großen Spannungswerten, das Minimum erreicht nicht wie erwartet die Null. Die Temperatur von Probe und Spitze ist auf jeden Fall kleiner als die kritische Temperatur $T \leq 1$ K, da Probe und Spitze supraleitend werden. Die thermische Verbreiterung kann somit höchstens 1 Kelvin betragen, was einer Energie von $87 \mu\text{eV}$ entspricht. Die daraus resultierende Verbreiterung der Spektren kann nach [159] zu $\Delta E = 5,4 \cdot k_{\text{B}}T \approx 470 \mu\text{eV}$ berechnet werden. Allerdings wäre bei einer Temperatur von $T \approx 1$ K fast keine Signatur der Energielücke zu erkennen. Die Signatur der Energielücke deutet hingegen auf einen dreifach zu großen Wert hin. Somit kann die Temperatur als Ursache der Verbreiterung ausgeschlossen werden. Das Messen der Temperaturabhängigkeit mit dem RTM funktioniert. Der thermische Übertrag zu Spitze und Probe ist nahezu identisch, da sowohl Probe als auch Spitze durch Heizen in den normalleitenden Zustand versetzt werden können. Die dabei benötigte Temperatur am Edelstahlkörper ist fast identisch. Auch kann man mit einem magnetischen Feld alle Proben in den normalleitenden Zustand versetzen und erhält Ohmsches Verhalten. Dabei ist das kritische Feld für die dünne Schicht allerdings stark reduziert. Parasitäre Widerstände können ausgeschlossen werden. Es ist aus der Literatur bekannt, dass man für Tunnel-spektroskopie an Supraleitern darauf achten muss, RF-Signale ausreichend zu filtern (vgl. [160]). Dazu sollten die Cu-Pulverfilter (vgl. Abschnitt 2.2.2) ausreichen. Im folgenden Abschnitt soll nun die Analyse der Spektren auf mathematischem Weg weiter betrachtet werden.

Analyse der Al-Spektren

Auch die Spektren mit der Al-Spitze wurden versucht anzupassen. Als freie Parameter treten bei den Berechnungen T und Δ auf (es wurde auf einen Dynes-Parameter verzichtet). Die Berechnungen können um einiges beschleunigt werden, wenn man sich zum Beispiel nur auf negative Spannungen beschränkt und zum Berechnen die Stützpunkte ein wenig ausdünn. Dazu wurde die Messung durch 75 Punkte im Spannungsbereich von $V = -0,7$ mV bis $V = 0$ interpoliert sowie alle weiteren Messwerte bis auf einen Wert bei $V = V_{\text{max}}$ verworfen. Die kleinste mittlere quadratische Abweichung ergab sich für $T = 1,16$ K (dies entspricht einem Verhältnis von $T/T_c = 97\%$) und einer Energielücke von $\Delta = 0,244$ meV. Das Ergebnis dieser Berechnung ist in Abbildung A.13 dargestellt. Die Messkurve, genauer gesagt die daraus gewonnenen Stützpunkte, sind in schwarz eingezeichnet, die Simulation in rot. Aus der Analyse ergeben sich unrealistische Parameter und dies aus zwei Gründen: zunächst ist die maximale Energielücke von Aluminium $\Delta(0) = 0,197$ meV, der hier ermittelte Wert ist also deutlich zu groß. Zum zweiten ist die bestimmte Temperatur $T \approx T_c$. Dort sollte die Energielücke gegen Null gehen, d.h. das Al-Spektrum sich schon der Ohmschen Gerade nähern. In den Messungen ist jedoch deutlich eine Abweichung zu erkennen. Da die starke Verbreiterung der Spektren also nicht durch thermische Verbreiterung erklärt werden kann und da sowohl Probe als auch Spitze auf jeden Fall die Temperatur $T \leq 1$ K besitzen und $\Delta \leq 0,197$ meV sein muss (wie aus den vorangegangenen Abschnitten deutlich wurde), sollen hier nun die verschiedenen Ansätze beschrieben werden, die benutzt wurden, um eventuell einen Hinweis auf die

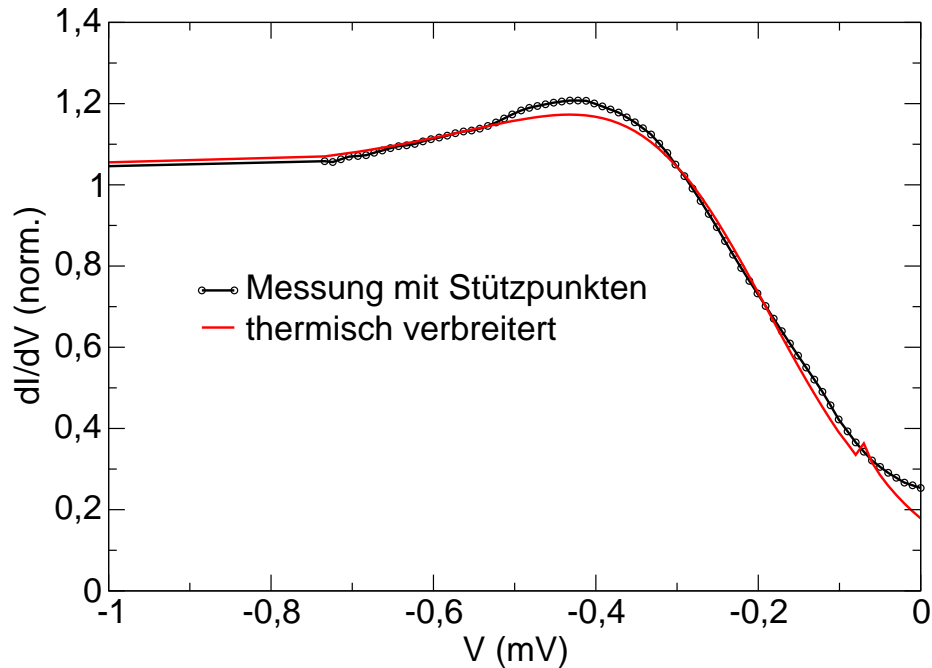


Abbildung A.13: thermisch verbreitertes Tunnelspektrum

Anpassung der Messung der Al-Spitze mit thermisch verschmiertem Tunnelspektrum, mit den freien Parameter Temperatur $T = 1,16$ K und Energielücke $\Delta = 0,244$ meV.

Ursache dieses Sachverhaltes zu bekommen.

Ganz allgemein lässt sich davon ausgehen, dass es sich bei der Messung $dI/dV(V)$ um die Faltung des theoretisch erwarteten Verlaufs $f_{\text{theo}}(V)$ mit einer unbekanntem Funktion $g(V)$ handelt. Es gilt demnach:

$$dI/dV(V) = \int_{-\infty}^{\infty} f_{\text{theo}}(V') \cdot g(V' - V) dV'$$

Verbreiterung der Spektren durch Gaußfunktion

Als Ursache für die Verbreiterung kann zum Beispiel ein unkorreliertes Rauschen in den Zuleitungen in Frage kommen. Die Amplitude der Rauschsignale wird als zufällig verteilt angenommen. Zur Simulation eines solchen Rauschens wurde die Annahme einer Gaußverteilungsfunktion [161] für $g(V)$ gemacht und versucht, durch die Variation der Breite diese an die Messdaten anzupassen. Die Wahl einer Gaußfunktion hat auch technische Gründe. Da sie aufgrund des exponentiellen Abfalls schnell gegen Null konvergiert, ist die Gaußfunktion numerisch leicht zu behandeln.

$$g(V) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \cdot e^{-\frac{1}{2}\cdot\left(\frac{V}{\sigma}\right)^2}$$

Für die Berechnung wurde in diesem Fall die maximal mögliche Energielücke $\Delta(0) = 0,197$ meV angenommen und der nach Thouless genäherte Verlauf nach BCS-Theorie für die Temperaturabhängigkeit benutzt. Das Ergebnis dieser Betrachtung ist im Graphen der Abbildung A.14 dargestellt. Als freie Parameter wurde hier die Temperatur

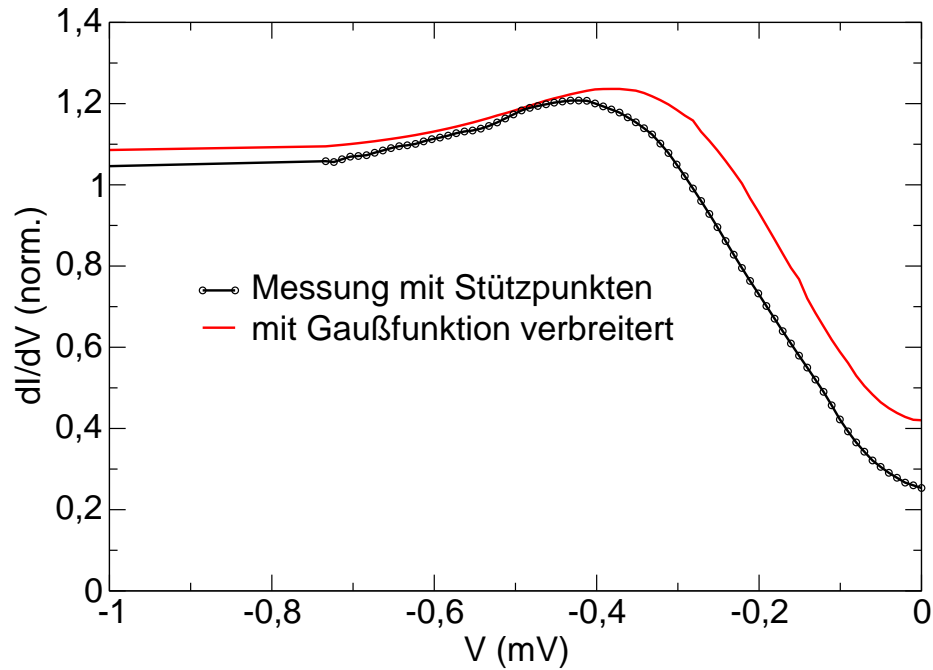


Abbildung A.14: Mit Gaußverteilung verbreitertes Tunnelspektrum

Anpassung der Messung der Al-Spitze aus der Faltung einer Gaußverteilung mit dem erwarteten Tunnelspektrum, mit den freien Parameter Temperatur $T = 188$ mK und Breite der Gaußverteilung $\sigma = 0,143$ mV.

und die Breite der Gaußfunktion variiert. Das berechnete Spektrum mit der kleinsten quadratischen Abweichung ergab sich für eine Temperatur $T = 188$ mK und eine Breite der Gaußverteilung $\sigma = 0,143$ mV. Die bei dieser Art der Berechnung ermittelte Temperatur erscheint vor allem im Vergleich mit Kapitel A.3 um einiges realistischer. Es ist deutlich zu erkennen, dass diese Art der Rechnung zwar in die richtige Richtung geht, allerdings kann man nicht die volle Verbreiterung erreichen und gleichzeitig das Minimum korrekt beschreiben.

Verbreiterung der Spektren durch Lorentzfunktion

Damit das Spektrum stärker verbreitert wird, gleichzeitig aber das Minimum erhalten bleibt, wurde die Berechnung unter Annahme einer Lorentzverteilungsfunktion wiederholt.

$$g(V) = \frac{1}{\pi} \cdot \frac{s}{s^2 + V^2}$$

Physikalisch würde eine Verbreiterung der Energielücke mit einer Lorentzkurve zum Beispiel durch Quasiteilchen mit einer endlichen Lebensdauer entstehen. Die freien Parameter sind in diesem Fall wieder die Temperatur T sowie die Breite s der Lorentzfunktion. Abbildung A.15 zeigt das Ergebnis dieser Variante. Die geringste Abweichung zeigt das berechnete Spektrum mit einer Temperatur von $T = 0,377$ mK und einer Breite der Lorentzfunktion von $s = 0,083$ mV. Auch hier wurde die Energielücke zu $\Delta(0) = 0,197$ meV gewählt und die Temperaturabhängigkeit wie zuvor berücksichtigt. Leider zeigen auch diese Rechnungen nicht exakt das gemessene Ver-

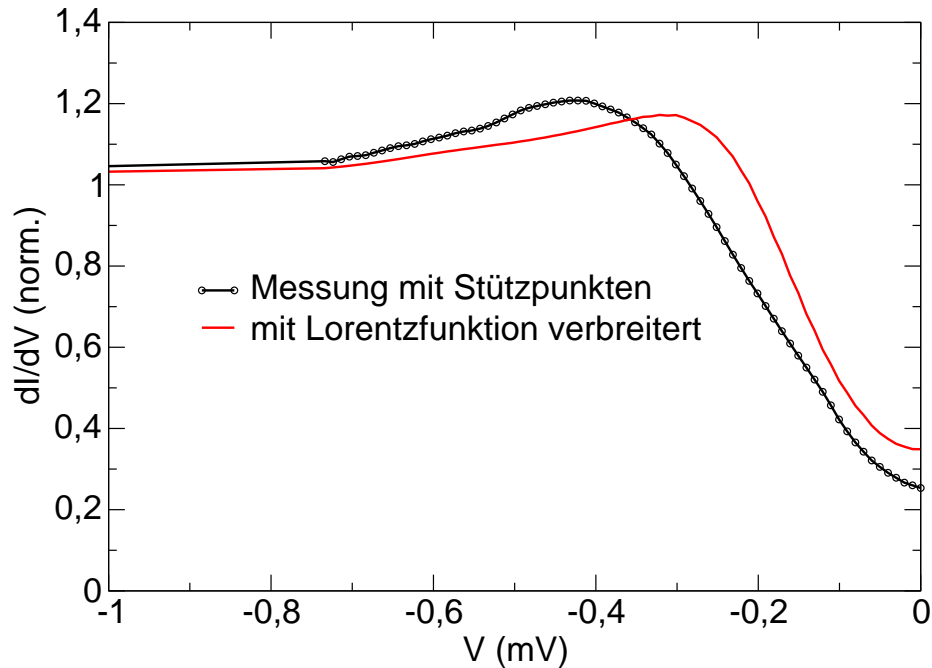


Abbildung A.15: Mit Lorentzverteilung verbreitertes Tunnelspektrum

Anpassung der Messung der Al-Spitze aus der Faltung einer Lorentzverteilung mit dem erwarteten Tunnelspektrum. Bestimmte Parameter für Temperatur $T = 0,377$ mK und Breite der Lorentzverteilung $s = 0,083$ mV.

halten. Auch in diesem Fall ist die Tendenz gegeben, das Minimum bei zu starker Verbreiterung zu verlieren.

Es sollte hier noch erwähnt werden, dass im Prinzip Temperaturerhöhung und Vergrößerung der Breite der Verteilungsfunktion, sei es gauß- oder lorentzförmig, einen ähnlichen Effekt auf die Spektren haben. Die Ergebnisse sind also nicht eindeutig, da auch ähnlich gute Übereinstimmung für niedrigere Temperaturen und größere Breite gefunden wurde. Es wird hier lediglich das Ergebnis mit der geringsten Abweichung gezeigt. Dies ist aber vermutlich der Grund, warum die Temperaturen so weit auseinander liegen.

Lösung über Fouriertransformation

Letztlich hat die bisherige Analyse gezeigt, dass man durchaus eine starke Verbreiterung der Spektren erhalten kann, obgleich die genaue Form der Störung noch nicht

bekannt ist. Diese lässt sich im Prinzip aber mathematisch, wie folgt bestimmen:

$$\begin{aligned}
 dI/dV(V) &= \int_{-\infty}^{\infty} f_{\text{theo}}(V') \cdot g(V' - V) dV' \\
 (dI/dV(y))^* &= f_{\text{theo}}^*(y) \cdot g^*(y) \\
 g^*(y) &= \frac{(dI/dV(y))^*}{f_{\text{theo}}^*(y)} \\
 g(V) &= \int_{-\infty}^{\infty} \frac{(dI/dV(y))^*}{f_{\text{theo}}^*(y)} e^{iVy} dy
 \end{aligned}$$

Hierbei sind $(dI/dV(y))^*$, $f_{\text{theo}}^*(y)$, $g^*(y)$ die Fouriertransformierten der Funktionen $dI/dV(V)$, $f_{\text{theo}}(V)$, $g(V)$. Da die Messungen keine Funktionen sind, wird die technische Umsetzung der Berechnung als diskrete Fouriertransformation realisiert. Zusätzlich wurden Datenpunkte ergänzt, da bei jedem Transformationsschritt die Hälfte der Information verloren geht und man für eine schnelle Fouriertransformation eine durch 2^n teilbare Anzahl an Punkten benötigt. Es wurde die entsprechende Anzahl an Punkten für $|V_{\text{erg.}}| \geq |\pm V_{\text{max}}|$ mit $dI/dV(V_{\text{erg.}}) = 1$ zum normierten Spektrum hinzugefügt. Die Ergänzung erfolgte bei den Messdaten und dem berechneten Spektrum und sollte sich kürzen. Die Auswertung mit einem Standard Auswerteprogramm ¹²

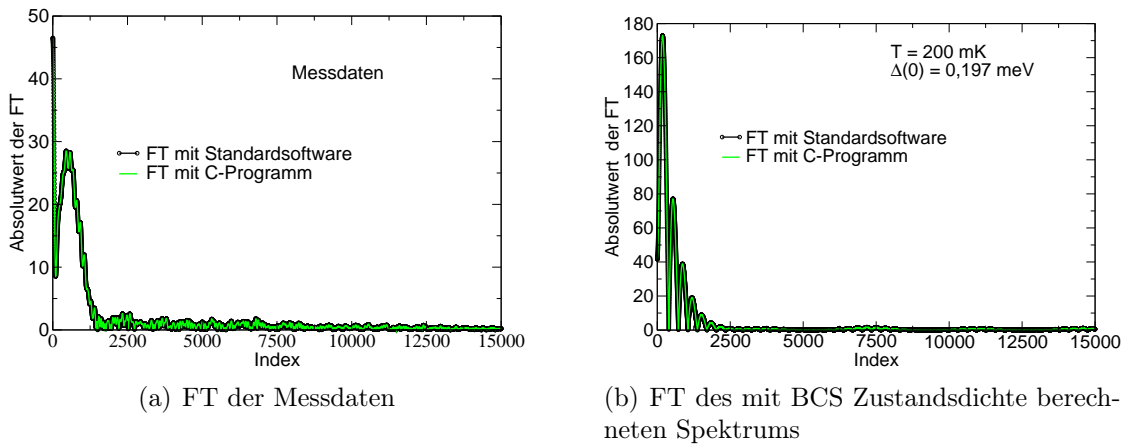


Abbildung A.16: Fouriertransformation

Beide Graphen zeigen den Vergleich zwischen dem Ergebnis der FT einer Standard Auswertesoftware in schwarz und der Berechnung mit einem C-Programm in grün. (a) FT der Messdaten (b) FT eines theoretischen Spektrums der BCS-Zustandsdichte mit $T = 200 \text{ mK}$ und $\Delta(0) = 0,197 \text{ meV}$.

lässt die Berechnung der FT zu, allerdings erhält man Betrag und Phase getrennt und kann nicht komplex weiterrechnen, was eigentlich nötig ist. Ohne den richtigen Phasenanteil erhält man immer eine lorentzförmige Kurve als Artefakt der Hin- und Rücktransformation. Deshalb wurde die FT in ein C-Programm implementiert.

¹²z.B. Origin, qti-plot, xmgrace

Zum Test der Funktionalität wurde als Zwischenergebnis der Absolutwert der FT mit der Ausgabe der normalen Auswertprogramme verglichen. Die Graphen der Abbildung A.16 zeigen, dass die Funktionalität gegeben ist. Im Detail wurde eine FFT, also eine schnelle Fouriertransformation, benutzt. Deshalb wurden die Datenpunkte wie bereits erwähnt auf eine durch 2^n teilbare Anzahl symmetrisch erweitert. Der Vergleich dieser beiden Fourierspektren zeigt ein deutlich erhöhtes spektrales Gewicht in den Messdaten bei kleinem Index. Nach Division und Rücktransformation erhält man schließlich die gesuchte Funktion $g(V)$. Abbildung A.17 zeigt das Resultat. Neben einem ziemlich großen Untergrund lässt sich ein mit $\Delta V = 4$ mV recht breites

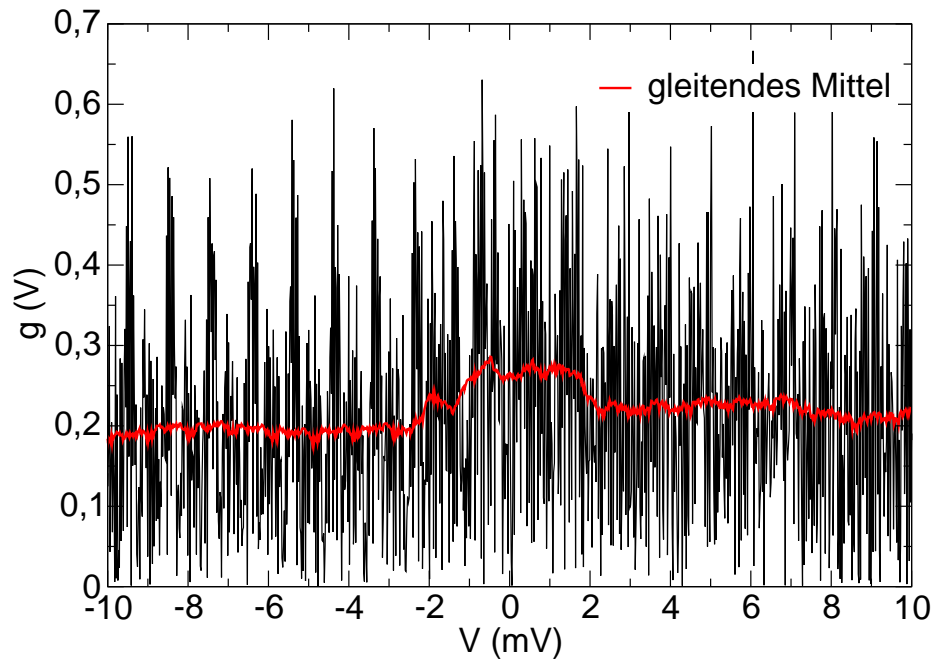


Abbildung A.17: FT-Resultat

Verbreiterung der Spektren mathematisch bestimmt (schwarz). Gleitendes Mittel über 50 Punkte (rot).

Maximum bei $V = 0$ erkennen. Dies ist deutlich erkennbar im gleitenden Mittel (rote Kurve in Abbildung A.17) über $\Delta V = 0,97$ mV. Das Maximum ist zwar nicht sehr ausgeprägt, reicht aber aufgrund der großen Breite aus, um die Messungen so stark zu verbreitern. Es stellt sich allerdings immer noch die Frage nach der Ursache. Immerhin können Temperatur, RTM-Elektronik und RF-Rauschen ausgeschlossen werden. (Letzteres, da zusätzlich auch mit einem Netzwerkanalysator kein Effekt gemessen werden konnte.) Möglich wäre immer noch ein elektronischer Eintrag durch die fast 10 m langen Koaxialkabel vom Kryostatenkopf zur Elektronik.

Es lässt sich aber festhalten, dass trotz dieser Verbreiterung in den Spektren das RTM an sich funktionsfähig ist. Bei Messungen an Supraleitern mit höherem T_c , wie NbSe₂, werden diese Effekte vernachlässigbar klein, wie man in Kapitel 3.5 sehen wird. Ob und wie weit es bei den Messungen an den Schwerfermionsupraleitern einen Einfluss hat, soll an den entsprechenden Stellen erörtert werden.

A.6 Allgemeine Vorgehensweise

Als Ergänzung sollen in diesem Abschnitt noch einmal die einzelnen Schritte erläutert werden, die nötig sind, um Messungen durchzuführen. Da ein Spitzen- und Probenwechsel, sobald der Kryostat abgekühlt wurde, einen relativ großen Aufwand bedeuten, gilt es einen Spitzen- und/oder Probenwechsel nach Möglichkeit zu vermeiden. Es wurde deshalb immer der folgende Ablauf durchgeführt, welcher zwar recht zeitintensiv, jedoch unbedingt nötig ist, um zusätzliche Arbeit zu vermeiden. Sollte bei irgendeinem der Schritte ein Fehler oder ein unerwünschter Effekt auftreten, muss wieder von vorne begonnen werden.

1. Reinigung der Saphirstäbe. Fusselarmes Papier wird dazu um einen Holzstab gewickelt. Bewährt hat sich hierbei eine Mischung aus Seifenlauge und Aceton für die Grundreinigung. Danach mehrmaliges Abwaschen mit verschiedenen Lösungsmitteln. Dabei ist auch die Reihenfolge zu beachten: Toluol, Aceton, Isopropanol und Ethanol. Bei sehr starker Verschmutzung ist es manchmal nötig mit Schmirgelpapier grob vorzuarbeiten.
2. Anlöten der Stromzuleitung. Dabei ist darauf zu achten, dass kein Kolophonium auf die Saphirstäbe tropft oder kondensiert. Am einfachsten lässt sich dies durch eine Papierabdeckung erreichen.
3. Einbau einer neuen Spitze. Da die Saphirstäbe und auch der Piezokristall an sich sehr druckempfindlich sind, muss man vor allem beim Anziehen der Schrauben vorsichtig sein. Auch die Stellschraube ist sehr empfindlich und sollte nicht berührt werden.
4. Prüfen der Zuleitungen für Strom und Spannung. Zwei Punkte sind wichtig: erstens sollte keine der Leitungen einem Kurzschluss zur Masse haben und zweitens sollten die Leitungen an sich niederohmig sein. Hochohmige Zuleitungen im unteren Bereich des RTMs stehen meist für schlechte Lötkontakte.
5. Anbau an die Stimmgabel. Zusammenstecken der Leitungen für Thermometer und Heizer, verschrauben der Zuleitung für Strom und Spannung, befestigen der Zuleitungen an der Stimmgabel.
6. Prüfen der Zuleitungen für Thermometer, Heizer und Piezo. Dies geschieht einfach durch Messen der Widerstandswerte beziehungsweise der Kapazitäten.
7. Beweglichkeit des Schlittens überprüfen. Der Schlitten sollte mit den gewohnten Einstellungen nach oben und unten bewegt werden können.
8. Test der Spitze, bei Raumtemperatur und Umgebungsdruck. Die sicherste Methode bietet zunächst ein Test auf dem AuPd-Kalibriergitter. Hierbei kann man auch gleich die Kalibrierung mit prüfen. Danach wird ein Test auf HOPG durchgeführt. Um sicher zu sein, dass eine brauchbare Spitze vorliegt, sollte atomare Auflösung erreicht werden.

9. Einbau der Probe. Dabei muss sichergestellt werden, dass die Spitze auf jeden Fall die Probe trifft. Da kein xy -Tisch vorhanden ist, kann dies nicht nachträglich korrigiert werden.
10. Bestimmen der Kapazität zwischen Spitze und Probe. Damit beim Zusammenbau die Spitze geschützt ist, sollte sie weit zurückgezogen werden. Die Annäherung danach würde dann aber blind erfolgen, und die automatische Annäherung würde bei diesen Abständen zu lange dauern. Deshalb wird die Kapazität bestimmt bei der die Spitze sich im sicheren Bereich befindet, sowie der Punkt ab dem man mit zumutbaren Zeiten die automatische Annäherung beginnen lassen kann, siehe dazu Kapitel A.1.
11. Zusammenbau des Kryostaten. Die Spitzenposition kann dabei über die Kapazität beobachtet werden. Zu starke mechanische Störungen können die Spitze in die Probe fallen lassen.
12. Vakuum pumpen.
13. Ausheizen des RTMs und gleichzeitiges Einfüllen von flüssigem Stickstoff. Damit der Wasserfilm, der unweigerlich bei diesem System auf den Proben entsteht, verringert wird, wird das RTM während des Befüllens des Systems mit flüssigem Stickstoff auf $T = 100^\circ \text{C}$ beheizt. Jeglicher Schmutz sollte dabei an den kalten Wänden der Vakuumkammer auskondensieren und nicht an Teilen des RTMs verbleiben.
14. Kaltfahren auf Stickstofftemperatur ($T = 77 \text{K}$). Überprüfen der Beweglichkeit des Schlittens.
15. Kaltfahren auf Heliumtemperatur ($T = 4,2 \text{K}$). Annähern des Schlittens zur Position, ab der automatisches Annähern möglich ist. Bei tieferen Temperaturen wäre das auch möglich, allerdings wird der Wärmeeintrag irgendwann zu groß, so dass die darauffolgende Kühlung lange dauert.
16. Kühlen zu tiefen Temperaturen ($T \leq 100 \text{mK}$).
17. Annähern der Spitze. Da die Temperatur sich durch Reibungswärme und die Umladeprozesse im Piezokristall erhöht, sollte jede halbe Stunde eine Pause von ca. fünfzehn Minuten eingelegt werden. Das Annähern kann somit manchmal über zwölf Stunden dauern.

Danksagung

Das Gelingen einer solchen Arbeit hängt an vielen Kleinigkeiten und manchem Großem. Alle Probleme ganz alleine bewältigen zu wollen ist utopisch. Ich möchte an dieser Stelle allen danken, die mir eine Stütze während der letzten Jahre waren und deren Hilfe mir viel bedeutet hat.

An erster Stelle gilt mein Dank Prof. G. Goll. Er hatte für jedes kleine Problem ein offenes Ohr und viele Lösungsvorschläge. Er war immer für mich erreichbar, was nicht nur an der Nähe des Büros lag. Herrn Prof. W. Wulfhekel gilt mein Dank nicht nur für die Übernahme des Korreferats, wir durften auch Testmessungen in seiner Gruppe durchführen, wobei er uns sehr unterstützt hat. Bei Prof. H. von Löhneysen will ich mich für viel mehr als die bloße finanzielle Unterstützung bedanken. Es ist eine große Freude in seiner Gruppe zu arbeiten. Prof. B. Pilawa bedanke ich mich für die vielen hilfreichen Tipps in letzter Minute.

Ein Experiment aufzubauen ohne eine hervorragende feinmechanische und elektronische Werkstatt ist unmöglich. Mein Dank geht stellvertretend für alle Mitglieder der Werkstätten an Herrn R. Dehm und Herrn E. Binkert für die Unterstützung in allen technischen Belangen und Herrn O. Aydin für die Unterstützung in Sachen Elektronik. Herrn B. Sachin und F. Hartlieb gilt mein Dank für die Versorgung mit flüssigem Helium und die gute Unterhaltung während des Stickstoff-Abfüllens. Lars Behrens für die Unterstützung mit Graphiken und allen PC Problemen.

Richard Montbrun, Tihomir Tomanic, Dominik Stöffler, Torben Peichel, Jörg Hainer und Katharina Marz für vermutlich stundenlanges Korrekturlesen; Deutsch sollte vielleicht doch lieber Dichtern vorbehalten bleiben. Allen meine Kollegen im Besondern Marc Uhlarz, Christoph Sürgers, Tobias Görlach, Sandra Drotziger und Veronika Fritsch sowie Michael Burst von der AG Weiß. Den Diplomanden, die hoffentlich auch was von mir gelernt haben, besonders Thomas Brugger, Samuel Bouvron und Oliver Berg.

Für die unendlich vielen Kleinigkeiten und all den abgenommenen Frust danke ich Carmen Pérez León, meiner gesamten Familie und allen meinen Freunden, die nichts mit Physik am Hut haben. Es ist wichtig, auch über den Tellerrand zu schauen. Leider kann ich nicht alle namentlich erwähnen, aber fühlt euch alle erwähnt!

