Министерство образования и науки Российской Федерации
Московский физико-технический институт (государственный университет)

Физтех-школа физики и исследований им. Ландау МФТИ
Кафедра проблем теоретической физики
03.04.01 Прикладные математика и физика

Выпускная квалификационная работа магистра

Разработка и применение криогенного шумового туннельного микроскопа

Автор:
Студент М02-209лт группы
Поляк Борис Александрович

Научный руководитель:
Храпай Вадим Сергеевич



Москва 2024

Содержание

Введение и мотивация **3**
Сканирующая туннельная микроскопия и спектроскопия . . . 3
Шумовые измерения . . . 10
Шумовой микроскоп . . . 13

Конструкция микроскопа **14**
Принципиальная схема . . . 14
Шумовая схема . . . 17
Достижение низких температур . . . 19
Травление игл . . . 21

Методики измерений **23**
Емкостное сканирование . . . 23
Методика первичного подведения зонда к образцу . . . 25
Сканирование касанием . . . 26
Другие виды сканирования (CC, CH) . . . 27
Шумовая и транспортная спектроскопия . . . 28
Калибровка . . . 28
Метод измерений ШВАХ в точке . . . 31

Измеренные образцы: BSCCO, графен, золотые пиллары, калибровочные метки, NbN плёнки, однофотонный детектор, нанопровода **33**
Калибровочные метки и золотые пиллары . . . 33
HOPG . . . 35
BSCCO . . . 36
NbN . . . 37
Нановайры . . . 39

Обработка данных **40**
Сканирования . . . 40
Обработка ШВАХ и туннельного кондактанса . . . 41

Дальнейшие эксперименты и применения **42**

Выводы **43**

Благодарности **44**

Дополнительно: **44**
Баги ПО . . . 44
Чистота образцов, причины почему F<1 . . . 44

Введение и мотивация

Сканирующая туннельная микроскопия и спектроскопия

Сканирующий туннельный микроскоп с момента его изобретения зарекомендовал себя как надёжный и практичный инструмент получения топографии проводящих поверхностей с крайне высоким пространственным разрешением и приобрёл широкое применение в различных научных сферах. Основная идея сканирующей туннельной микроскопии заключается в подаче разности потенциалов между проводящим образцом и острой иглой (зондом), расположенной на расстоянии порядка нескольких ангстрем над поверхностью образца и дальнейшем измерении тока и положения иглы над различными точками образца. Смещение иглы/образца обыкновенно осуществляют с помощью пьезоэлектрических трубок или позиционеров. Помимо непосредственного измерения рельефа поверхности благодаря туннельной микроскопии стали возможны и другие важные методы исследования образцов, например сканирование с атомарным и даже субатомным разрешением, т.е. исследование электронных оболочек с помощью СТМ, а также сканирующая туннельная спектроскопия. Соответственно, на одной и той же установке СТМ возможно проводить несколько типов измерений в следующих режимах:

- Режим постоянного тока, в котором для стабилизации осуществляется обратная связь (как правило используется ПИД-регулятор [1]). В данном режиме, в случае однородной проводящей поверхности постоянство тока означает постоянную дистанцию между зондом (иглой) и образцом. Соответственно это делает режим пригодным для построения рельефа поверхности путём измерения положения позиционеров.

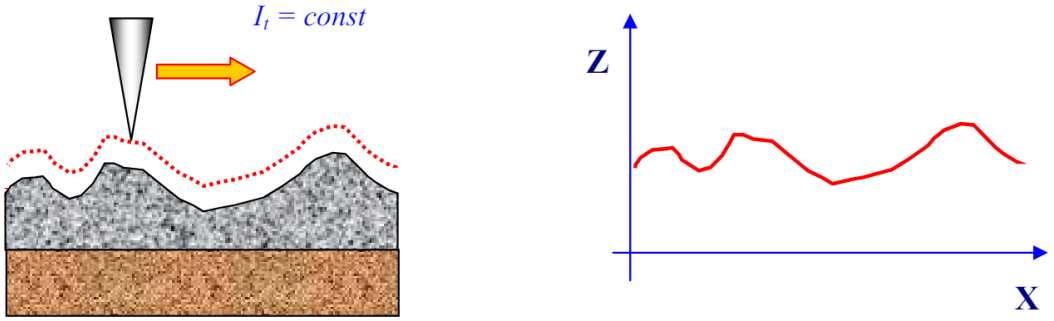


Рис. 1: Режим сканирования СТМ на постоянном токе

- Режим постоянной высоты, в котором отсутствует обратная связь и позиционеры, отвечающие за приближение иглы к образцу, зафиксированы. В данном режиме измеряют туннельный ток как функцию положения иглы. Отсутствие обратной связи даёт возможность значительно увеличить скорость измерения, однако из-за нелинейности зависимости тока от расстояния до зонда**??** усложняет численное определение рельефа, а также непригодно для исследования образцов со значительно неровной поверхностью.

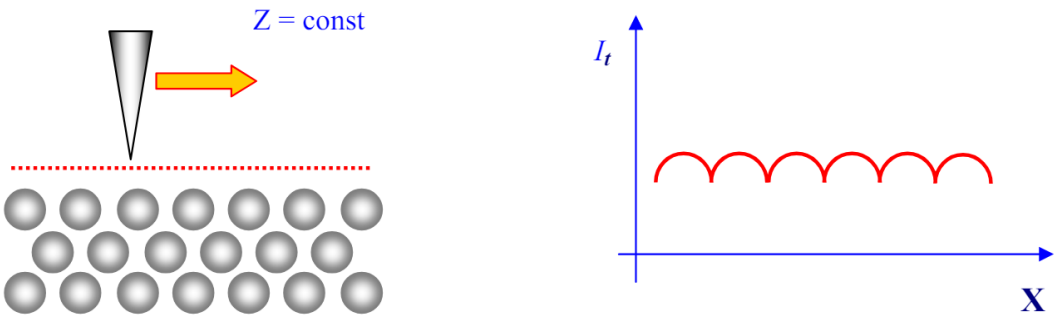


Рис. 2: Режим сканирования СТМ на постоянnй высоте

- Режим измерения вольт-амперной характеристики (ВАХ). Именно в этом режиме исследуются локальные электронные свойства в заданной точке образца. Путём изменения напряжения между иглой и образцом и взятия логарифмической производной туннельного тока по напряжению осуществляется сканирующая туннельная спектроскопия (СТС), позволяющая получать информацию о локальной плотности электронных состояний в образце (LDOS)

- Помимо этого, существуют и другие методики, например спин-поляризованная сканирующая туннельная микроскопия SP-STM [2], или многозондовая туннельная микроскопия[3] однако данных специфичных тематик мы касаться не будем.

Так как работа сканирующего туннельного микроскопа основана на туннельном эффекте, следует достаточно подробно описать его теорию. В общем случае, согласно золотому правилу ферми, туннельный ток можно записать следующим образом [4]:

$$I = \frac{4\pi e}{\hbar}\int_{-\infty}^{\infty}|M|^2 g_t(r,E)g_s(r,E+eV_{bias})$$

$$\times\{f(E)\,[1-f(E+eV_{bias})] - f(E+eV_{bias})[1-f(E)]\}dE \tag{1}$$

,где M это амплитуда вероятности туннелирования, зависящая от расстояния между образцом и зондом, а также от электронной структуры материала, $f(E)$ - функция распределения в материале, а g_t и g_s - плотности состояний в игле и образце соответсвенно.
Для простоты сначала положим, что исследуемый образец является металлом. Так как зонды для СТМ, как правило, также изготавливаются из металла (вольфрама или платиновых сплавов), а вакуум является изолятором, такой туннельный контакт является MIM (metal-insulator-metal) контактом. Допустим так же, что плотность состояний в игле (зонде) постоянна и практически не зависит от энергии. Плотность тока в таком контакте при нулевой температуре приближённо может быть описана формулой (2) (вывод данной формулы описан в статье [5]).

$$J = \frac{\alpha}{\delta_z^2}\left\{\bar{\varphi}\exp\{-A\delta_2\sqrt{\varphi}\} - (\bar{\varphi}+eV)\exp\left\{[-A\delta_z\sqrt{\bar{\varphi}+eV}]\right\}\right\} \tag{2}$$

где:

$$\alpha = \frac{e}{4\pi^2\beta^2\hbar}, \quad A = 2\beta\sqrt{\frac{2m}{\hbar^2}}$$

φ – средняя высота туннельного барьера (работа выхода, обычно порядка нескольких эВ), δ_z – ширина барьера (расстояние от образца до иглы), V – напряжение между электродами (иглой и образцом), а β – некий безразмерный поправочный фактор, примерно равный 1 [5]. Имеет смысл разделить данную формулу на 3 участка для различных приложенных напряжений V,

как это показано на рисунке 3 . Соответственно, для каждого из трёх описанных участков формулу (2) можно упростить, и получить следующие выражения:

$$a) \quad J = \frac{\gamma\sqrt{\bar{\varphi}}V}{\delta_z}\exp\{-A\delta_z\sqrt{\bar{\varphi}}\}, \quad \gamma = \frac{e\sqrt{2m}}{4\beta\pi^2\hbar^2} \tag{3}$$

$$b) \quad J = \frac{\gamma\sqrt{\bar{\varphi}}}{\delta_z}\exp\{-A\delta_z\sqrt{\bar{\varphi}}\}(V + \sigma V^3) \tag{4}$$

$$\sigma = \frac{(Ae)^2}{96\bar{\varphi}\delta_z^2} - \frac{Ae^2}{32\delta_z\bar{\varphi}^{3/2}}$$

$$c) \quad J = \frac{e^3}{8\pi^2\hbar\beta^2\omega_1}\exp\left\{\left[-\frac{\sqrt{2m}}{\hbar}\frac{m^{\frac{3}{2}}}{F}\right]\right\}, \qquad F = \frac{V}{L} \tag{5}$$

$$\tag{6}$$

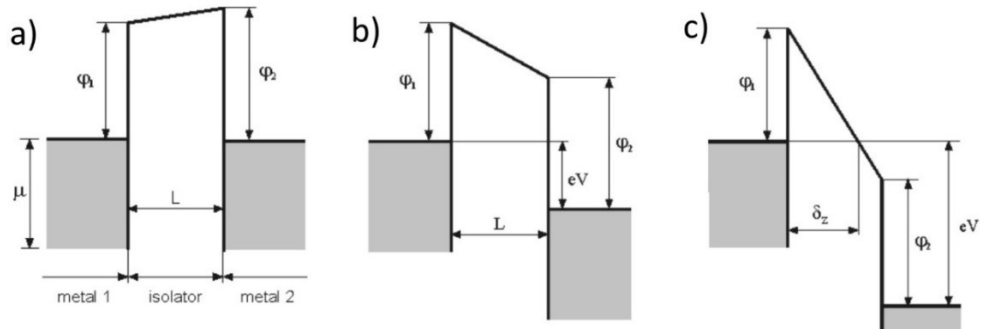


Рис. 3: Три различных режима туннельного тока. На рисунке a) изображён случай малых напряжений, $\varphi \gg eV$. На рисунке b) изображён случай средних напряжений, $eV < \varphi_2$. На рисунке c) изображён случай высоких напряжений(электронной эмиссии), $\varphi \ll eV$. Из работы Simmons, 1963 [5]

Как можно заметить из формулы (2), при малых напряжениях ВАХ контакта линейна. Именно в этой области обычно и работает наша установка шумового СТМ. Кроме того важно заметить,что в интересующей нас области туннельный ток зависит от расстояния между зондом и образцом как $\frac{\exp(-x)}{x}$, так как в дальнейшем этот факт нам пригодится для настройки обратной связи по высоте иглы.

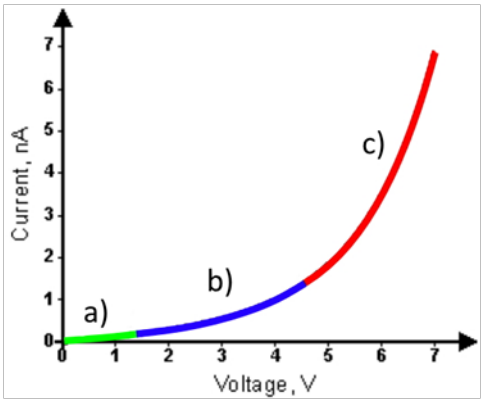


Рис. 4.a

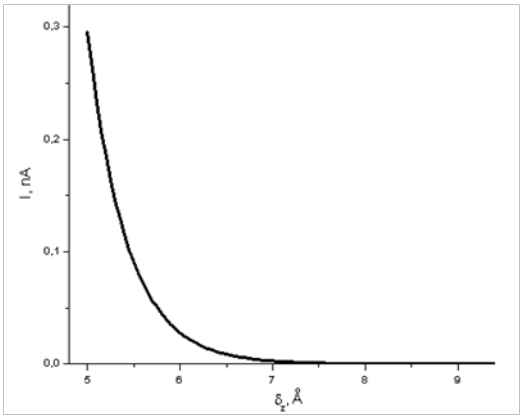


Рис. 4.b

Рис. 4: a) Итоговая вольт-амперная характеристика туннельного контакта с подписанными областями; b) Теоретическая зависимость туннельного тока от расстояния между образцом Pt и зондом Pt-Ro при постоянном напряжении. Из работы Simmons, 1963 [5]

Измерения ВАХ в больших напряжениях может быть полезно для измерения работы выхода в материале, однако в данной работе этого не производится.

Теперь рассмотрим туннельную спектроскопию, задача которой измерить локальную плотность электронных состояний. Для этого рассмотрим формулу (1) для туннельного тока в приближении малых напряжений и постоянной плотности состояний g_t в зонде, как это показано в (7).

$$J = \int_0^{E_m} M(E_z)\xi(E_z, eV)dE_z, \tag{7}$$

где M(E_z) вероятность прохождения электрона через потенциальный барьер высотой U(z), E_z и E_r - энергия электронов вдоль туннельного контакта и в перпендикулярной ему плоскости, E_m - максимальная энергия туннелирующих электронов.
Функция

$$\xi(E_z) = \xi(E_z, eV) = \xi_1 - \xi_2 = \frac{me}{2\pi^2\hbar^3}\int_0^{\infty}\left[f_1(E) - f_2(E + eV)\right]dE_r \tag{8}$$

это плотность электронных состояний в образце в плоскости фазового пространства, которая нормальна направлению туннелирования при заданном E_z.

Используя это выражение и зависимость $J(V)$ при постоянном расстоянии между зондом и образцом δ_z, можно вычислить плотность электронных состояний:

$$\frac{dJ}{d(eV)} \propto \xi(\mu - eV) \tag{9}$$

Так, при малых напряжениях, согласно (3) туннельная проводимость $G = \frac{dJ}{dV}$ не зависит от приложенного напряжения V, а только от плотности состояний в образце. Обычно дифференциальную проводимость измеряют путем небольшой и модуляции напряжения V высокочастотной составляющей (с частотой значительно превышающей скорость реакции обратной связи по высоте), то есть подачи напряжения вида $V = V_0 + b\sin\omega t,\ b \ll V_0$. Измеряя амплитуду отклика в токе от такого сигнала можно непосредственно получить дифференциальную проводимость в заданной точке V_0. В данной работе, в силу удобства, применяется другой метод - съем всей ВАХ при быстрой развертке напряжения с последующим численным дифференцированием.

Следует заметить, что вклад температуры в туннельную ВАХ следует учесть при вычислении $\xi(E_z)$.

Так же интересно рассмотреть туннельный контакт между нормальным металлом и сверхпроводником (NIS), протекание тока через который описано так же во многих источниках [6], [7], [8]. Как известно, сверхпроводник s-типа спаривания характеризуется тем, что в его квазичастичном спектре присутсвует щель Δ, внутри которой отсутсвуют квазичастичные состояния[9]. Таким образом, схематичное представление NIS контакта показано на рисунке 5

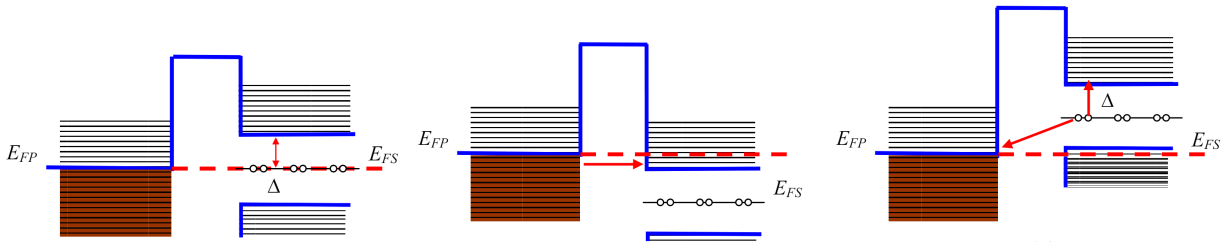


Рис. 5: Зонная диаграмма NIS контакта при разных напряжениях. Рисунок взят из [8]

Для расчёта тока в таком контакте, согласно формуле (1), необходимо учесть следующие факторы:

- плотность состояний в сверхпроводнике
- вероятность туннелирования между зондом и образцом с учётом различных квазичастичных состояний в образце

Плотность состояний в сверхпроводнике, согласно модели Бардина — Купера — Шриффера[9], можно выразить как:

$$u_0^2 = 1 - v_0^2 = \frac{1}{2}\left\{1 + \left[\frac{(E^2 - \Delta^2)}{E^2}\right]^{\frac{1}{2}}\right\} \tag{10}$$
$$N_s(E) = (u_0^2 - v_0^2)^{-1}$$

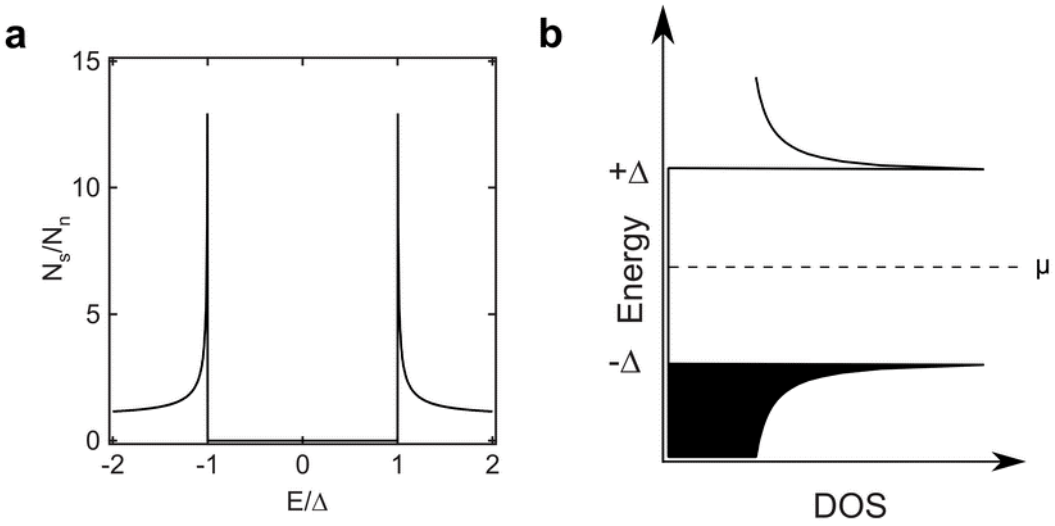


Рис. 6: Вид зависимости электронной плотности состояний от энергии в сверхпроводнике. Рисунок из [10]

Если же учесть что на поверхности сверхпроводника могут быть некие окислы (парамагнитные примеси), то следует ввести соответствующий параметр распаривания, как это сделано в статье Анторе [7], решить соответствующую самосогласованную систему уравнений:
уравнение Узаделя

$$E + i\Gamma\cos\theta = i\Delta\frac{\cos\theta}{\sin\theta} \tag{11}$$

и вычисление потенциала спаривания

$$\Delta(\vec{r}) = N(0)V_{eff}\int_0^{\hbar\omega_0} dE\tanh\frac{\beta E}{2}Im(\sin\theta) \tag{12}$$

Таким образом можно получить плотность состояний в данном, более приближенном к реальности, случае:

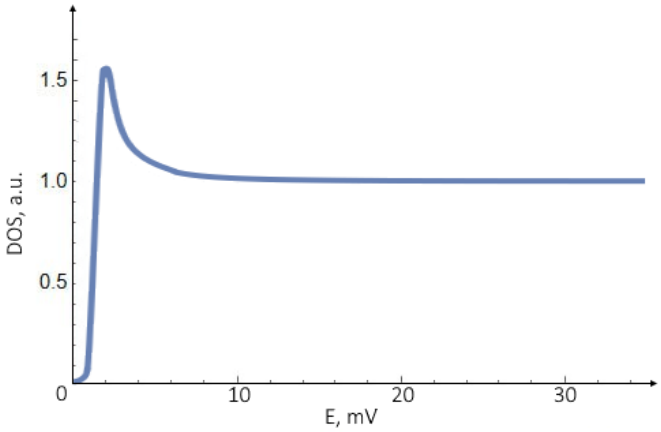


Рис. 7: Пример вычисленной плотности состояний согласно решению самосогласованной системы уравнений 11,12

Для получения характерной формы ВАХ и зависимости кондактанса от напряжения остаётся найти выражение для вероятности туннелирования электрона D(E). В NIS контакте она состоит из 4 компонент: андреевского отражения (A), обыкновенного отражения(B), обыкновенного прохождения (C) и прохождения с пересечением ферми поверхности (D, с перескоком на другую ветвь дисперсии). Очевидно, что $A+B+C+D=1$. Воспользовавшись этим тождеством получим, что средний вклад в ток этих вероятностей равен $2A-B+C+D=1+A-B$.

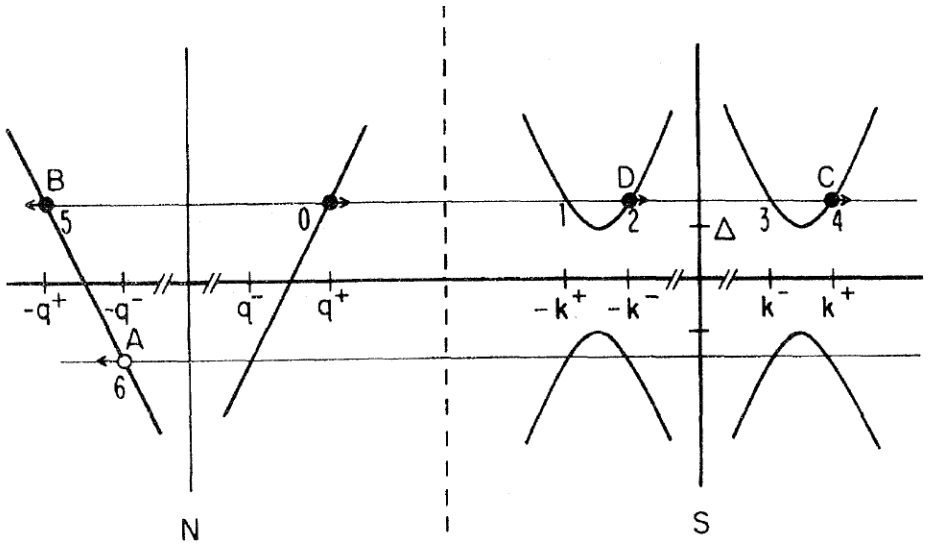


Рис. 8: Варианты различных квазичастичных процессов (A,B,C,D), которые могут произойти в NIS контакте с электроном находящимся в нормальном металле с квазиимпульсом q+ (из точке 0 на левой части рисунка). Здесь слева представлены ветви дисперсии металлической части контакта(N), а справа - сверхпроводящей(S). Точка A соответвсует андреевскому отражению , B - обыкновенному отражению, C - обыкновенному прохождению и D - прохождению с перескоком на другую ветвь дисперсии. Иллюстрация из [6]

Согласно BTK[6] соответствующие коэффициенты можно вычислить как показано в таблице:

	A	B	C	D
Normal state	0	$\frac{Z^2}{1+Z^2}$	$\frac{1}{1+Z^2}$	0
General form				
$E<\Delta$	$\frac{\Delta^2}{E^2+(\Delta^2-E^2)(1+2Z^2)^2}$	$1-A$	0	0
$E>\Delta$	$\frac{u_0^2v_0^2}{\gamma^2}$	$\frac{(u_0^2-v_0^2)^2Z^2(1+Z^2)}{\gamma^2}$	$\frac{u_0^2(u_0^2-v_0^2)(1+Z^2)}{\gamma^2}$	$\frac{v_0^2(u_0^2-v_0^2)Z^2}{\gamma^2}$
No barrier ($Z=0$)				
$E<\Delta$	1	0	0	0
$E>\Delta$	v_0^2/u_0^2	0	$1-A$	0
Strong barrier $[Z^2(u^2-v^2)>>1]$				
$E<\Delta$	$\frac{\Delta^2}{4Z^2(\Delta^2-E^2)}$	$1-A$	0	0
$E>\Delta$	$\frac{u_0^2v_0^2}{Z^4(u_0^2-v_0^2)^2}$	$1-\frac{1}{Z^2(u_0^2-v_0^2)}$	$\frac{u_0^2}{Z^2(u_0^2-v_0^2)}$	$\frac{v_0^2}{Z^2(u_0^2-v_0^2)}$

где

$$\gamma^2 = [u_0^2 + Z^2(u_0^2 - v_0^2)]^2,$$
$$u_0^2 = 1 - v_0^2 = \frac{1}{2}\left\{1 + \left[\frac{(E^2-\Delta^2)}{E^2}\right]^{\frac{1}{2}}\right\}$$
$$N_s(E) = (u_0^2 - v_0^2)^{-1}$$

а Z – это безразмерная величина барьера, через которую можно выразить коэффициент прохождения в нормальном состоянии $T = (1+Z^2)^{-1}$.

Таким образом, в итоге можно получить характерный вид ВАХ и зависимость кондактанса от напряжения в NIS контакте:

$$I_{NS} = 2N(0)ev_fS\int_{-\infty}^{\infty}[f_0(E-ev) - f_0(E)]\cdot[1 + A(E) - B(E)]dE \tag{13}$$

где f_0 – функция распределения электронов в нормальном металле иглы (зонда), $N(0)$ - плотность состояний без учёта вырождения по спину при ϵ_f, S - эффективная площадь контакта.

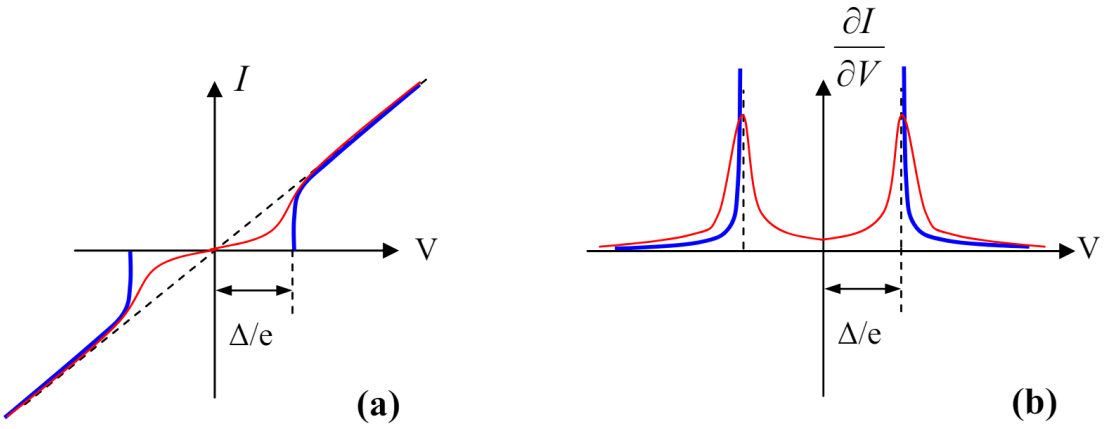


Рис. 9: Вольт-амперная характеристика (a) и кондактанс (b) NIS контакта при нулевой и при ненулевой температурах. Рисунок взят из [8]

Подробнее метод вычисления всех вышеописанных величин и зависимостей будет рассмотрен в главе Обработка данных стр.41.

Шумовые измерения

Измерение электрического тока представляет собой измерение среднего заряда, протекшего за фиксированный промежуток времени. В реальном эксперименте измеренный заряд всегда не точно равен среднему, в результате чего проявляются различные виды шумов. Самым малым и неустранимым из этих шумов являются спонтанные флуктуации тока, связанные с дискретностью заряда, и вероятностной природой квантово-механических процессов прохождения и отражения, называемые дробовым шумом.

Перед тем как подробнее перейти к рассмотрению дробового шума давайте вспомним о необходимом для дальнейшего описания понятии спектральной плотности случайного процесса x(t):

$$S_x(f) = \lim_{T\to\infty} \frac{2}{T} \left| \int_{-\frac{T}{2}}^{\frac{T}{2}} [x(t) - \bar{x}] e^{i2\pi ft} dt \right|^2 \tag{14}$$

Для токового шума спектральная плотность будет выглядеть следующим образом:

$$S_I(f) = \lim_{T\to\infty} \frac{2}{T} \left| \int_{-\frac{T}{2}}^{\frac{T}{2}} \Delta I(t) e^{i2\pi ft} dt \right|^2 \tag{15}$$

С практической точки зрения данную величину удобнее измерять на какой-то достаточно узкой полосе Δf (через фильтр), путём измерения среднеквадратичное значение величины отклика фильтра, то есть получить величину:

$$S_I = \frac{\delta \bar{I}^2}{\Delta f} \tag{16}$$

на заданной центральной частоте f.

Дробовой шум впервые был предсказан Шоттки [11] для измерений шума тока в вакуумной лампе и получил значение спектральной плотности для Пуассоновского шума [12]:

$$S_I = 2e|I|$$

В твёрдых телах выражения для дробового шума тока значительно сложнее, кроме того существуют шумы другой природы. Так, при измерениях дробового шума практически всегда приходится учитывать тепловой шум Джонсона Найквиста, так как он присутствует в самих измерительных схемах. Для него спектральная плотность токового шума в пределе $f \ll \frac{k_B T}{h}$ равна

$$S_I = \frac{4k_B T}{R} \tag{17}$$

Что в пределе $f \ll \frac{k_B T}{h}$ даёт всем знакомый белый спектр шума $S_I = \frac{4k_B T}{R}$. Или же для произвольных линейных цепей с комплексным импедансом Z, что более актуально в реальных измерительных схемах [13] :

$$S_V = 4k_B T Re(Z(f)) \tag{18}$$

$$S_I = \frac{4k_B T}{Re(Z(f))} \tag{19}$$

Дробовой же шум в твёрдых телах появляется именно при протекании электрического тока, и, как уже было сказано, обусловлен дискретностью носителей заряда, тоже обладает белым спектром. При малости тепловых флуктуаций по сравнению с дробовым шумом $k_BT \ll eV$ его спектральную плотность можно описать как:

$$S_I = 2eF|I|$$

где F – так называемый фактор Фано.

Одним из подходов, позволяющих получить более точные выражения для дробового шума, является формализм Ландауэра, заключающийся в рассмотрении различных каналов проводимости с соответствующими амплитудами упругого рассеяния (стоит заметить, что он не учитывает некоторые эффекты, например e-e рассеяние), фактор Фано принимает значения от 0 до 1 и его можно записать как:

$$F = \frac{\sum\limits_i T_i(1-T_i)}{\sum\limits_i T_i} \tag{20}$$

где T_i вероятность прохождения i-ого канала.

При ненулевой температуре общее выражение для спектральной плотности токового шума в двухтерминальном проводнике примет вид:

$$S_I = \frac{e^2}{\pi\hbar}\sum_n \int dE\{T_n(E)[f_L(1-f_L)+f_R(1-f_R)] + T_n(E)[1-T_n(E)](f_L-f_R)^2\} \tag{21}$$

Здесь два первых слагаемых в скобках определяют вклад равновесного шума, а третье слагаемое отвечает неравновесному вкладу в спектральную плотность. В случае, когда энергетической зависимостью $T(E)$ на масштабе интересующих температур и приложенных напряжений можно пренебречь, это соотношение принимает вид:

$$S_I = \frac{e^2}{\pi\hbar}\left[2k_BT\sum_i T_n^2 + eV\coth\left(\frac{eV}{2k_BT}\right)\sum_i T_i(1-T_i)\right] \tag{22}$$

На практике же распространение получила формула, удобная для обработки экспериментальных данных:

$$S_I = 4k_BTG + 2q|I|F(\coth\xi - \frac{1}{\xi}), \quad \xi = \frac{q|V|}{2k_BT}. \tag{23}$$

В макроскопических проводниках дробовой шум не наблюдается главным образом потому, что электрон-фононное рассеяние приводит к подавлению неравновесной функции распределения и, следовательно, спонтанных флуктуаций тока. При одном и том же среднем токе спектральная плотность дробового шума может существенно отличаться для различных мезоскопических систем. В последние примерно тридцать лет исследования дробового шума получили колоссальное развитие применительно к мезоскопическим проводникам при низких температурах и выросли в отдельную богатую область науки. Среди наиболее важных результатов: связь между величиной дробового шума и статистикой собственных значений матрицы рассеяния [14, 15]; измерение заряда квазичастицы в дробном квантовом эффекте Холла [16, 17]; исследования квантовой статистики [18, 19] и теплового транспорта в многотерминальных структурах; демонстрация Андреевского отражения [20, 21, 22] и эффектов разделения заряда и тепла [23, 24] в гибридных структурах со сверхпроводниками; исследования спиновой неравновесности [25, 26]; томография электронных возбуждений [27, 28] ; первичная термометрия

Джонсона-Найквиста [29, 30]. Некоторые из этих аспектов обозреваются в ставшем уже классическим обзоре Блантера и Бюттикера [31], но полезно упомянуть и более поздние [32, 33], в том числе специфичные [34], обзоры. Более того, электронные свойства образца могут отличаться в различных его координатах[35], так что для локального изучения различных структур актуально применение методов сканирующей зондовой микроскопии, что и является одной из тем данной работы.

Так как в схеме работы СТМ контакт является туннельным, то нас интересует дробовой шум именно туннельного контакта. Для него $F = 1$ (если не рассматривать двойной туннельный контакт (double tunnel junction)[36], см. Дополнительные материалы стр.44).

Из формулы (23) видно, что помимо фактора Фано, при измерении спектральной плотности дробового шума можно можно ещё извлечь такие величины как заряд носителей(q) и локальная температура [36] (в случае равновесного распределения).

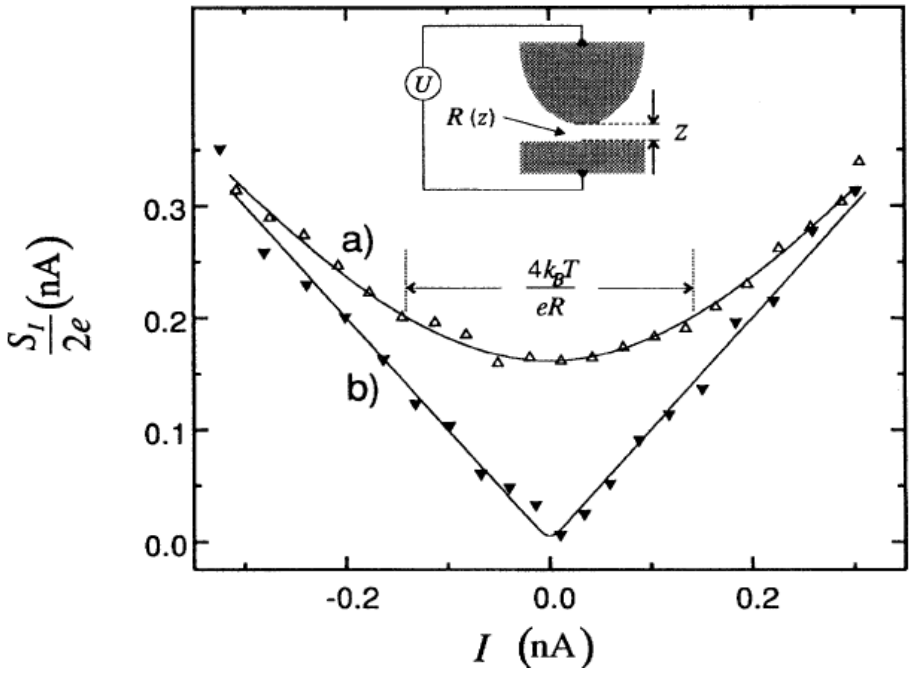


Рис. 10: Пример экспериментальных данных измерения спектральной плотности дробового шума при различных температурах[36]

На практике же, в случае неравновесного распределения, можно получить информацию об этом самом распределении, как это было продемонстрировано в статье Е.С. Тихонова и соавторов, где реализован метод локального измерения неравновесной двухступенчатой функции распределения при помощи шумовой спектроскопии [35].

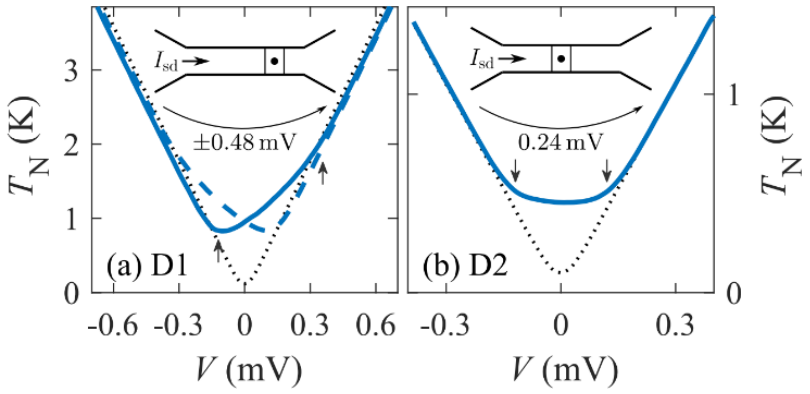


Рис. 11.a: 1

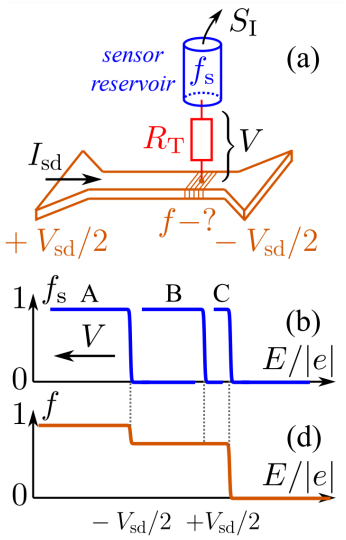


Рис. 11.b: 2

Рис. 11: a) Пример спектральной плотности дробового шума в различных точах образца с неравновесным распределением электронов. b) Принципиальная схема измерения и соответсвующие функции распределения. Взято из статьи Тихонова [35]

Измерение величины носителей заряда может быть актуально в случае с измерением туннельного контакта с хотя бы одним сверхпроводящим терминалом (NIS, SIS). Однако, на данный момент ведутся дискуссии о возможности увидеть удвоение величины дробового шума в туннельном контакте в следствии Андреевского отражения [37]. Это связано с тем, что для наблюдения Андреевского отражения в туннельном контакте при нулевой температуре прозрачность контакта должна быть достаточно велика (порядка кванта кондактанса, т.е. 26 кОм), при это необходимо наличие малого количества проводящих каналов (в идеале, единственный). Туннельный контакт между образцом и острой иглой туннельного микроскопа вполне может удовлетворять последнему требованию, однако проводить измерения тока в СТМ на столь низком сопротивлении контакта является весьма нетривальной задачей. Существует несколько работ [38], заявляющих, что им удалось измерить вклад андреевского отражения в дробовом шуме туннельного тока иглы СТМ, однако к их процессу калибровки шумового сигнала можно предъявить существенные претензии(см главу Калибровки стр. 28). В то же время, в некоторых публикациях [7], вклад Андреевского отражения в туннельный ток и вовсе не учитывается.

Шумовой микроскоп

Вышеописанная методика измерения шума туннельного тока позволяет получать информацию об образце локально, в точке туннельного контакта, отсюда возникает естественное желание иметь возможность измерять разные точки в образце. Таким образом, совмещение шумовых измерений со сканирующей туннельной микроскопией и спектроскопией, позволяет получать топографию поверхностей проводящих образцов вместе с локальной информацией как о плотности состояний, так и о распределении носителей заряда с их величиной.

Так как образцы, которые мы исследуем, это обычно некоторые структуры на диэлектрической подложке, необходима так же методика, которая позволит бесконтактно найти сам образец, а в этом нам поможет ещё один вид зондовых бесконтактных измерений – сканирующая ёмкостная микроскопия[39]. Она позволяет быстро получить чуть более грубые по разрешению, зато со значительно большим масштабом, карты поверхности различных структур от проводящих и диэлектрических свойств поверхности.

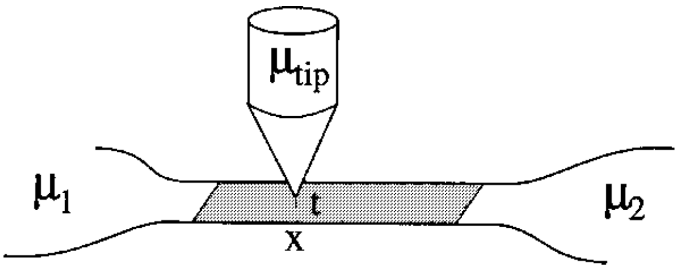


Рис. 12: Экспериментальная установка для измерения эффективной локальной функции распределения. Наконечник STM соединяется в точке x с прозрачностью T над поверхностью многополюсного проводника. Контакты проводника удерживаются под потенциалом μ_i, а кончик - под потенциалом μ_{tip}.

Таким образом, изучив данные методики, и появилась идея создания прибора, который мы назвали криогенным шумовым СТМ:

- Найти необходимую структуру на образце ёмкостным сканированием (стр.23)
- Изучить структуру поверхности при помощи поточечного сканирования (стр.26)
- Производить в заданных точках туннельную спектроскопию (стр.31)
- Измерять локально дробовой шум туннельного тока с точностью, достаточной для (стр.31):
  - Определения распределения носителей заряда в неравновесных случаях
  - Определения локальной температуры
  - Определения заряда носителей

На деле это не первая работа, в которой совмещается СТМ с шумовыми измерениями, так нам известно ещё минимум о двух работах данной тематики, 2018 и 2021 года [38] [40]. У нашей реализации есть как значительные преимущества перед данными работами, такие как возможность ёмкостных измерений и иных режимов сканирования, подходящих для поиска наноструктур, расположенных на поверхности изолирующей подложкии и оригинальная методика калибровки шумового тракта, позволяющая получить не только коэффициент усиления, но и величину паразитного токового шума усилителя. К недостаткам нашей установки относятся отсутсвие атомарного разрешения при сканировании и невозможность охлаждения измеряемых образцов значительно ниже температуры 4.2K.

Конструкция микроскопа

Принципиальная схема

Установка шумового криогенного СТМ представляет из себя программно-аппаратный комплекс, состоящий из управляющего контроллера (ПК), периферийных устройств (Zurich MFLI, Attocube piezo controller, усилители, мультиметры, конвертор, источники питания и другие

устройства) и вспомогательного оборудования (антивибрационный стол на пневмоподушках, криостат, монитор и тд).



Рис. 13: Измерительная часть установки расположена в небольшом заливном криостате LH-120 под вакуумом, с креплением ко дну гелиевой полости. Криостат установлен на антивибрационном столе производства Standa. Рядом расположена стойка с оборудованием.

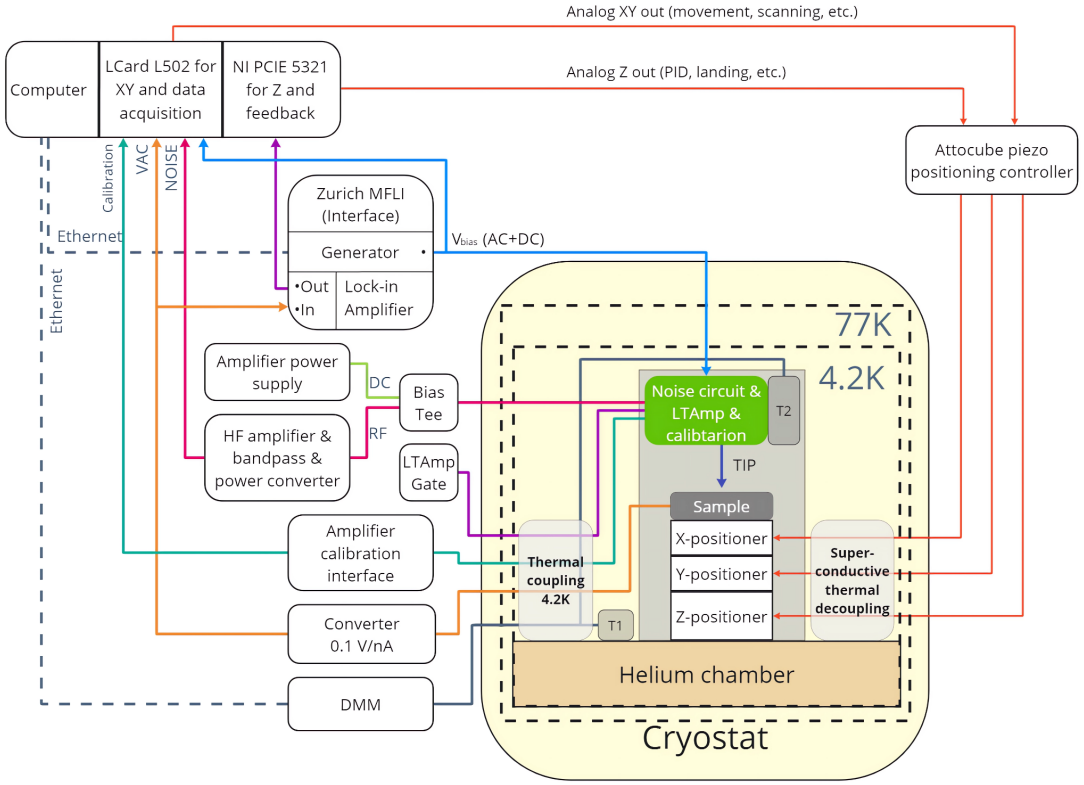


Рис. 14: Принципиальная схема шумового туннельного микроскопа.

Образец расположен на 3-осевом стеке низкотемпературных пьезопозиционеров Attocube (Slip-stick piezo motor или инерционные пьезодвигатели [41]) и перемещается, в то время как игла СТМ неподвижно закреплена. Напряжение подаётся на иглу с выхода генератора Lock-in усилителя Zurich MFLI.

Туннельный ток измеряется при помощи самодельного конвертера ток-напряжение на базе ОУ, который обсудим чуть позже. Подключение конвертера в классической схеме СТМ осуществляется к игле, однако в нашей конструкции к игле подключен низкотемпературный усилитель дробового шума (см. Шумовая схема 17), обладающий значительной ёмкостью. При одновременном измерении ВАХ и дробового шума ёмкость на входе конвертера тока снижает его частотную полосу, при этом в резонансном контуре шумового предусилителя она неизбежно присутствует. Поэтому для данного метода следует измерять конвертером ток с образца на землю, а не ток через иглу. Выходной сигнал конвертера проходит демодуляцию локина. Полученный сигнал амплитуды вместе с исходным проходят на центральный контроллер для осуществления измерений и обратной связи.

Шумовой тракт представляет из себя низкотемпературный усилитель на базе LC контура и HEMT транзистора с калибровочной схемой, откуда, через разделитель частот (bias tee), радиочастотный сигнал (около 10 МГц) подаётся на каскад комнатных усилителей. Питается низкотемпературный усилитель через тот же bias tee при помощи постоянного тока, желательно, химических источников питания (батареек) ввиду их стабильности.

Центральным управляющим контроллером является персональный компьютер на Windows со специализированным, написанным на C++, ПО и алгоритмами (см ПО). Для осуществления быстрого контроля, измерений и обратной связи в компьютер в слоты расширения PCI Express размещены многоканальные платы аналогового ввода-вывода LCard L-502 и NI PCIe 5321. Ранее обе платы были производства LCard, однако в силу программных багов их библиотеки (см. Баги ПО 44), а также возможности ещё большего ускорения времени реакции обратной связи, плата, отвечающая за считывание туннельного тока и позиционирование по оси Z, была заменена на NI. Таким образом удалось понизить время реакции обратной связи с 60 мкс до менее чем 20 мкс и избавиться от программных ограничений в максимальном размере топографического скана.

Управление пьезопозиционерами осуществляется не напрямую через платы ввода вывода, а через специальный усилитель Attocube ANC300 (с коэффициентом усиления x15), ввиду высокого управляющего напряжения (до 100 вольт) и высокого тока потребления позиционеров в некоторых режимах работы. Оси X и Y, отвечающие за перемещение образца в горизонтальной плоскости, управляются с платы LCard, в то время как ось Z, по которой необходима максимально быстрая обратная связь, управляется платой NI.

Потоковое считывание сигналов ВАХ и мощности шума при измерениях осуществляется при помощи LCard, так как данная плата обладает наибольшей частотой дискретизации (2МГц) в данном режиме и буфером на несколько секунд измерений.

Конвертер ток-напряжение, для измерения туннельного тока, был использован самодельный, со следующей принципиальной схемой:

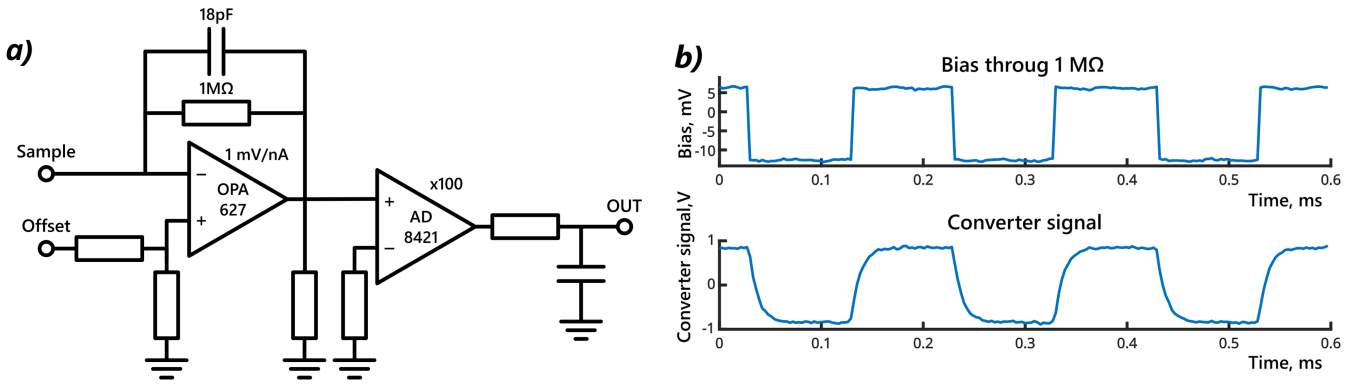


Рис. 15: a) Схема конвертера ток-напряжения. Конвертер имеет двухкаскадный дизайн, на базе операционного усилителя, с дальнейшим усилением инструментальным усилителем. Это сделано для уменьшения входного сопротивления и сочетания широкой полосы усиливаемого сигнала с относительно большим коэффициентом усиления
b) Измеренный вид сигнала на входе конвертера в форме меандра через сопротивление в 1 МОм и выходного сигнала.

В результате удалось добиться полосы пропускания около 40 кГц с коэффициентом усиления равным 0.1 В/нА.

Шумовая схема

Измерения спонтанных флуктуаций тока сложны в техническом плане, поскольку при фиксированной ширине полосы Δf уже нельзя добиться выигрыша сигнала путем простого усреднения по времени. Это означает, что требуется минимальный уровень паразитных шумов, не превышающий спектральную плотность измеряемого шума. Последнюю можно оценить, пользуясь общеизвестной формулой Шоттки $S_I = 2eI$, где e - величина элементарного заряда. Флуктуация напряжения на образце сопротивлением $R = 100$ кОм с током $I = 1$ нА в типичной полосе частот $\Delta f = 100$ кГц равна $<\delta V^2> = (S_I \Delta f)R^2 \approx (0.5 \text{ мкВ})^2$. Примерно такой уровень собственных шумов характерен для самых низкошумящих современных усилителей, если не учитывать прочие паразитные вклады. По данной причине мы используем низкотемпературный усилитель на базе LC контура и HEMT транзистора с высокой подвижностью электронов (находящегося внутри Amp). Общая схема измерения шума представлена ниже:

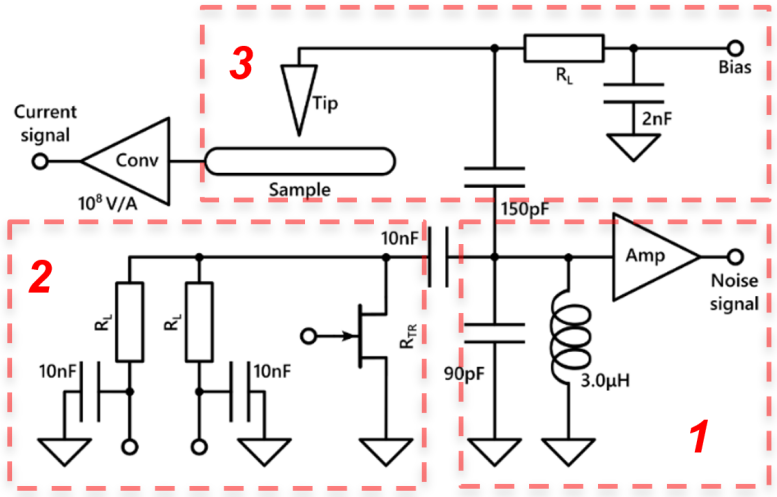


Рис. 16: Принципиальная схема измерения шума.

Схема состоит из 3 принципиальных частей: усиливающей (1), калибровочной (2) и токовой, через которую подаётся напряжение на иглу (3). Между частями установлены разделительные конденсаторы, чтобы исключить связь по постоянному и низкочастотному токам. Так как усиливающая часть содержит усилитель и может греться, она была вынесена отдельно и соединена коаксиальным кабелем с остальными частями схемы.

Подключение схемы осуществляется следующим образом:

- на выход шумового сигнала, являющийся также истоком HEMT транзистора, расположенного внутри никзотемпературного усилителя Amp на рисунке 16, через bias tee, подаётся напряжение питания усилителя. Желательно от максимально стабильного источника питания, обычно для этого используется химический – батарейки.
- Затвор усиливающего HEMT транзистора так же подключается к максимально стабильному источнику напряжения.
- при калибровке на вход C1 (затвор калибровочного транзистора) осуществляется подача напряжения.
- при калибровке через входы C2 и C3 калибровочной схемы осуществляется измерение сопротивления калибровочного транзистора. Для этого к одному из входов подключается напряжение, а на другом входе, через усилитель x50, осуществляется измерение напряжения. Процесс подачи и измерения напряжения контролируется при помощи платы NI.
- в рабочем режиме на вход Bias с локина подаётся напряжение на иглу

Выход схемы (Noise signal) подключен к каскаду низкошумящих комнатных усилителей на 75 dB (Mini-Circuits ZFL-1000LN+ x3) и полосовому фильтру 9.5 – 11 МГц. Далее, итоговый сигнал поступает на диодный детектор мощности (Mini-Circuits ZX47-60-S+) с логарифмической характеристикой преобразования мощности (dBm в вольт):

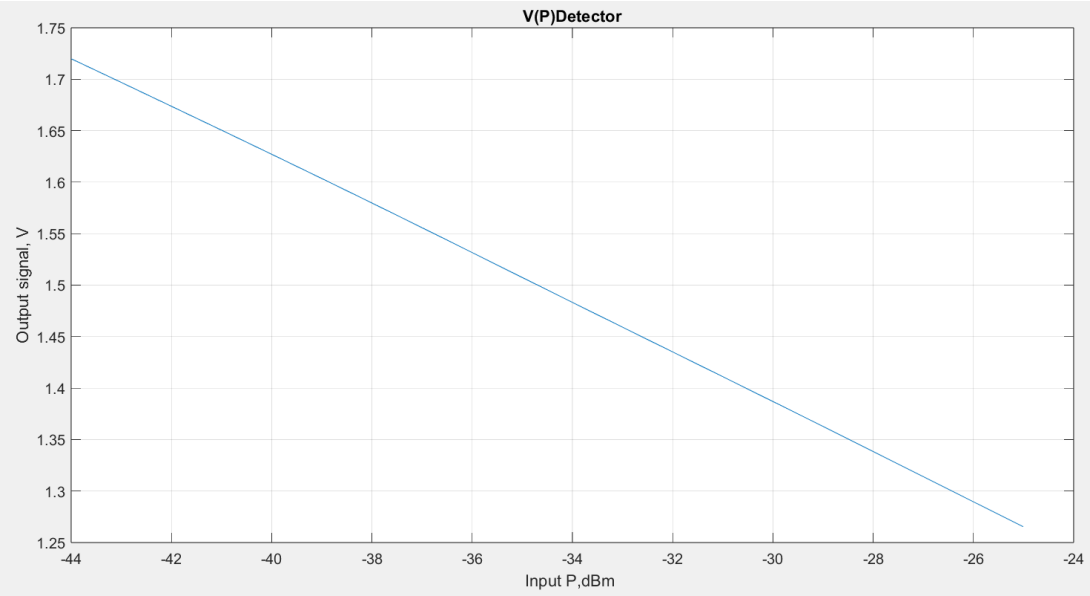


Рис. 17: Зависимость выходного напряжения диодного детектора от мощности на его входе.

Сигнал на входе диодного детектора мощности в данной схеме можно описать следующим образом:

$$P_{diode}(R_{||}) = g \int S_V^{in} K_f^2 df = G(R_{||}) \cdot (S_{JN} + S_I^{tip} + S_I^{Amp}) + S_{RTAmp}, \quad (24)$$

где P_{diode} - мощность на входе диодного детектора, g - общий коэффициент усиления вблизи резонансной частоты, K_f - функция пропускания всех фильтров в цепи, $G(R_{||})$ - коэффициент усиления измерительной схемы (зависящий от эквивалентного сопротивления нагрузки $R_{||}$ RLC контура 1 на схеме 16), S_{JN} - тепловой шум Джонсона-Найквиста, S_I^{tip} - искомый шум туннельного тока, S_I^{Amp} - токовый шум низкотемпературного усилителя, S_{RTAmp} - шум комнатного каскада усилителей.

Текущий вариант схемы имеет резонансную частоту в 9.88 МГц и нагрузочные резисторы R_L по 100 кОм (то есть, сопротивление нагрузки $R_{||}$ составляет 33.3 кОм без учёта туннельного контакта).

Достижение низких температур

Вопрос о термализации образца и калибровочной схемы, находящихся в вакууме, достоин отдельного обсуждения. Этот вопрос важен не только для достижения минимально возможной температуры, но также является ключевым для правильной калибровки шумового тракта, основывающейся на равновесном шуме Джонсона-Найквиста (см. Калибровки стр.28). Для измерения температуры на гелиевом пальце был установлен полупроводниковый резистивный термометр T1 (14).

Несмотря на заявленные производителем криостата 72 часа поддержания гелиевой температуры при заливке, в реальности со всеми подключенными проводами, время удержания низких температур в криостате оказалась равным всего паре часов, что совершенно не подходило для экспериментов. Данная проблема объяснялась слишком высоким теплоподводом по проводам установки. Однако, без проводов в криостате всё равно не удавалось поддерживать гелиевые температуры более 10 часов, поэтому было решено добавить дополнительных слоёв теплоизоляции на азотную полость и сделать дополнительный защитный экран на гелиевую ёмкость.

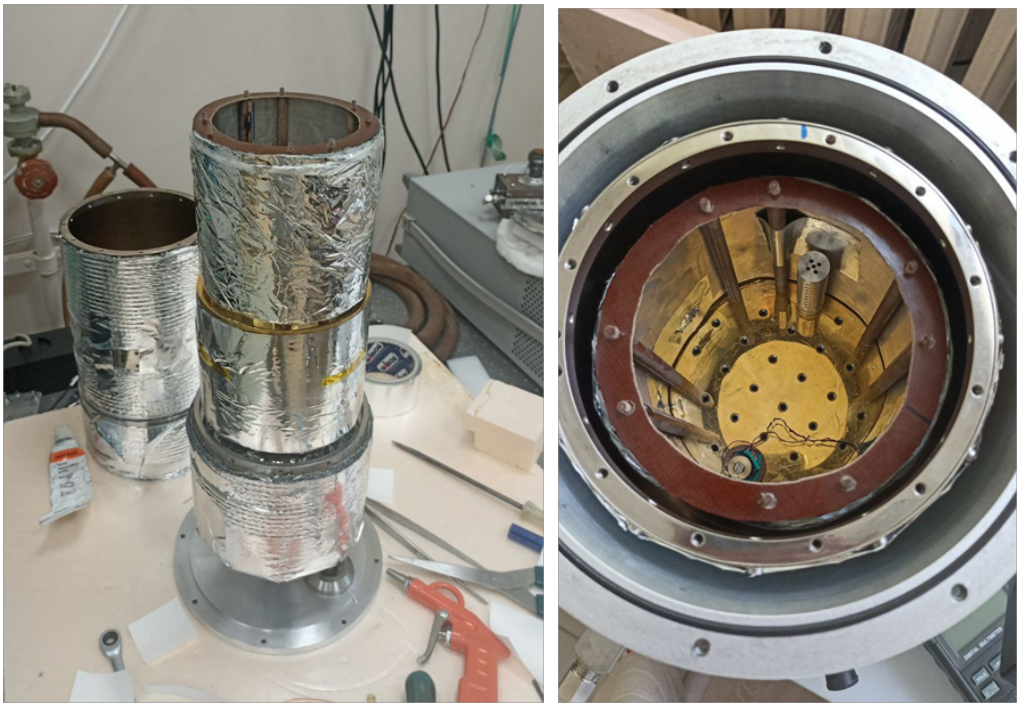


Рис. 18: Фотографии обновлённых слоёв теплоизоляции криостата.

После выполнения данной процедуры криостат начал показывать значительно лучшие характеристики, и без установки внутри могу поддерживать гелиевые температуры более 20 часов. Для решения проблемы теплоподвода по проводам был предпринят ряд следующих процедур:

- Все входящие провода (кроме выхода шумовго тракта, критичного к длине провода), были выполнены из тонких медных коаксиальных кабелей и термализовались сначала в несколько оборотов вокруг азотной рубашки при помощи фольгированного скотча, а затем специальной терморазвязкойй на гелиевой полости при 4.2K.
- Провода, которыми подключались не чувствительные к входному сопротивлению элементы, были заменены на высокоомные из манганинового сплава.
- Провода, идущие к пьезопозиционерам, обязаны быть низкоомными, поэтому для них была добавлена сверхпроводящая терморазвязка из многожильных NbTi проводов со стравленной медной оболочкой, длиной около 20 см (6 штук, по два на каждый пьезопозиционер).

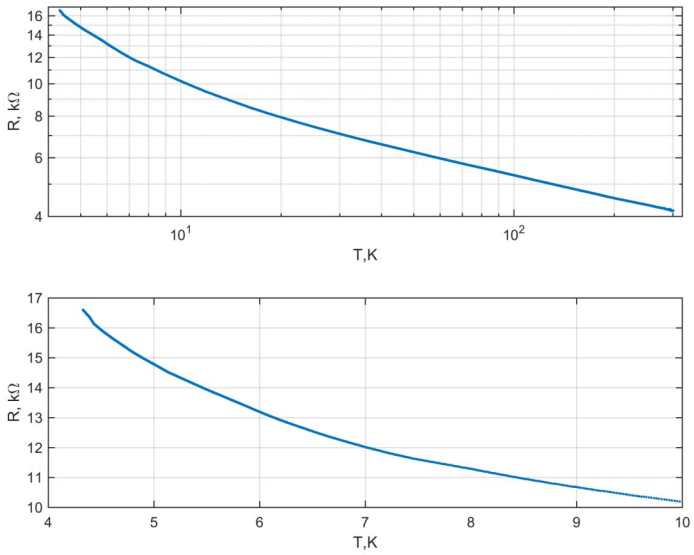


Рис. 19: Зависимость сопротивления полупроводникового термометра от его температуры. Актуальное значение его сопротивления во время последних охлаждений - порядка 16.2 кОм, что соответсвует температуре чуть ниже 4.5K

Таким образом, на данный момент, криостат без подливания гелия в полость, в состоянии поддерживать криогенные температуры порядка 15 часов.

Тот факт, что алгоритм калибровки шумовой схемы базируется на калибровке по тепловому шуму резисторов, делает информацию о реальной температуры элементов шумового тракта при измерениях шума крайне важной. Чтобы измерить и минимизровать эффект влияния отклонения реальной температуры калибровочных резисторов от ожидаемых 4.2-4.5 K, на шумовую схему около калибровочных резисторов был установлен термометр T2 (14). Однако стоит учесть, что термометр одним концом подключен на землю, которая хорошо термализована с гелием, поэтому его показания и реальная температура резисторов всё же могут незначительно отличаться.

Показания термометра T2 оказались выше 4.5 K, и зависели от режима работы усилителя (HEMT транзистора). По данной причине было изменено ещё две вещи:

- Усиливающая часть шумовой схемы были перенесена с «головы» СТМ на отдельную стойку с толстостенным корпусом рядом. Это так же помогло несколько уменьшить внешние наводки на усилитель.
- Для всех калибровочных и сигнальных прочие проводов (кроме шумового тракта) добавлена дополнительная термализация на гелиевой ёмкости.

На текущий момент термометр T2 воспроизводимо показывает температуру около 4.5 K или ниже, а также не наблюдается причин считать температуру калибровочных резисторов отличной от паказаний термометра. Это говорит об устранении проблемы плохой термализации образца и калибровочной схемы в условиях вакуума.

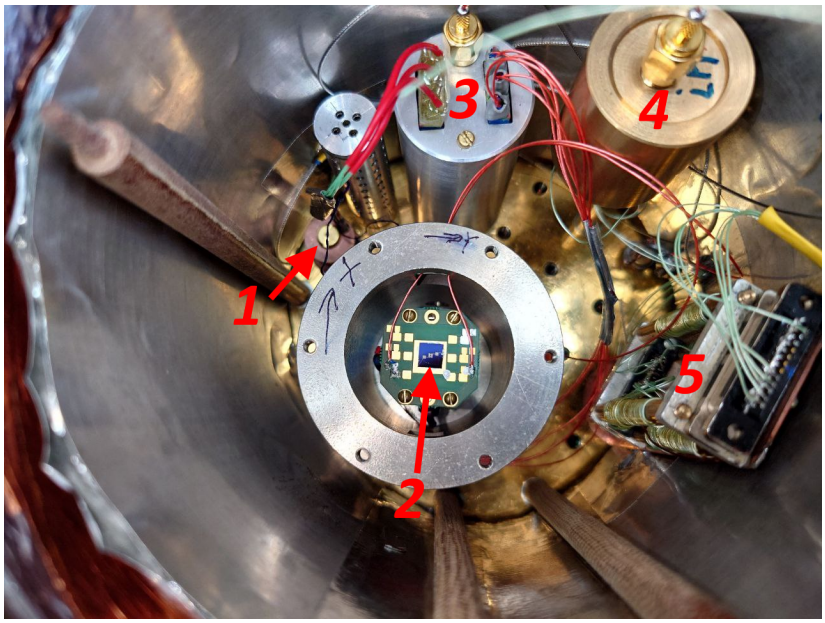


Рис. 20: Фотография вустройства схемы внутри криостата. 1 - термометр T1, 2 - образец на стеке пьезопозиционеров, 3 - сверхпроводящая терморазвязка для питания пьезопозиционеров, 4 - усиливающая часть шумовой схемы, 5 - терморазвязка коаксиальных кабелей на гелиевой полости.

Травление игл

Установка травления игл с момента написания бакалаврского диплома не претерпела существенных изменений, за исключением нескольких правок в ПО и того, что прибор был упакован в компактный корпус со световой индикацией процесса и окончания травления. Однако, напомним общие принципы работы установки: Для изготовления игл была на базе микроконтроллера Arduino Mega была собрана установка электрохимического травления методом своевременного прерывания, который, согласно исследованиям, позволяет получать кривизну острия зонда около нескольких нанометров[42]. Текущий алгоритм травления следующий: будущая вольфрамовая игла (катод) с помощью шагового мотора опускается вниз, в сторону раствора NaOH 1..3 г/моль, в который опущен анод из медной пластины с отверстием (см.рис. 21). С помощью усилителя и АЦП, встроенного в микроконтроллер, детектируется ток, текущий через иглу, то есть детектируется касание иглой раствора. Далее игла опускается на заданную пользователем программы глубину, после чего с контроллера подаётся сигнал на операционный усилитель и начинается травление. Во время травления непрерывно измеряется ток. В момент, когда отваливается кончик иглы, ток травления резко падает ниже критического, что детектируется микроконтроллером. После чего травление прерывается, а затем игла вытягивается из раствора. Задержка от момента отвала кончика до прерывания травления составляет порядка 150-200

мкс, что позволяет добиться достаточно острых игл для СТМ, с радиусами кривизны острия до 10 нм (см. рис.23).

Можно отметить возможность применения фигурных игл (с утолщением около конца, полученным при помощи небольшого подъёма иглы незадолго до окончания травления) для получения более высокой чувствительности ёмкостного сканировании (ёмкостный скан), однако, в силу отсутсвия потребности, конкретных зависимостей качества ёмкостного сканирования от формы иглы пока не измерено.

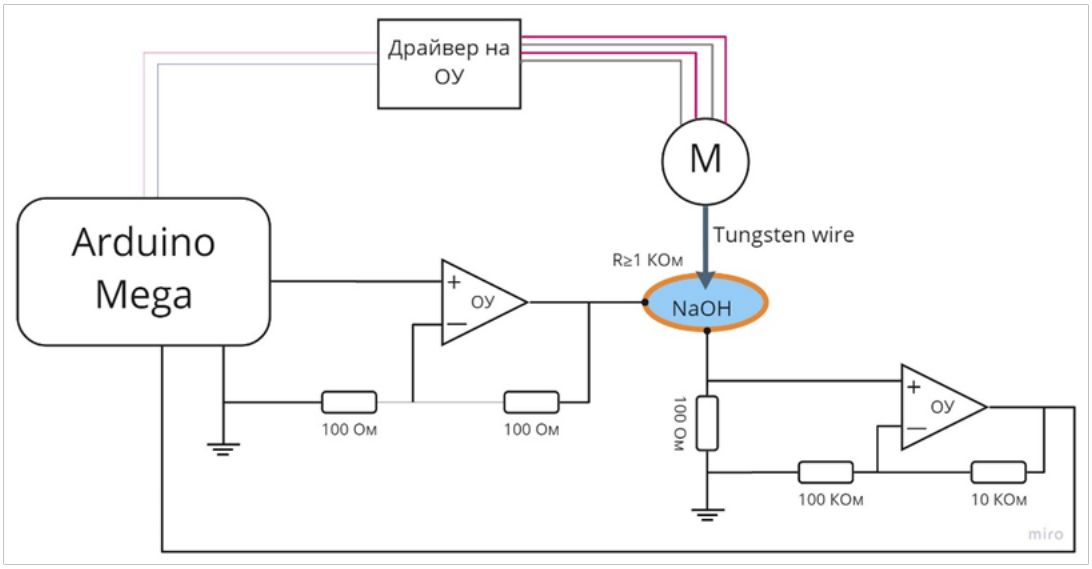


Рис. 21: Схема установки для травления вольфрамовых игл, собранной на базе платформы Arduino Mega 2560

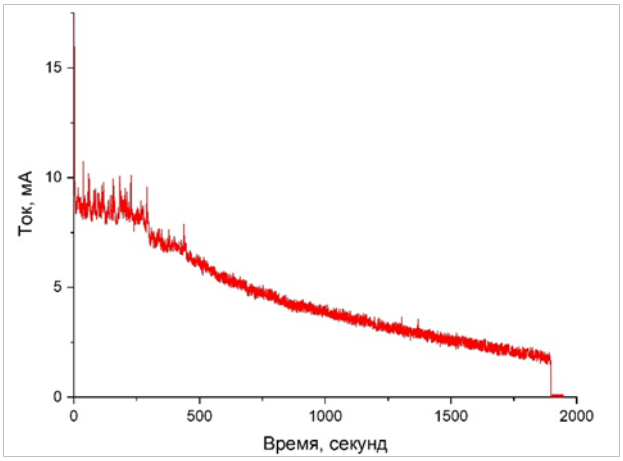


Рис. 22.a

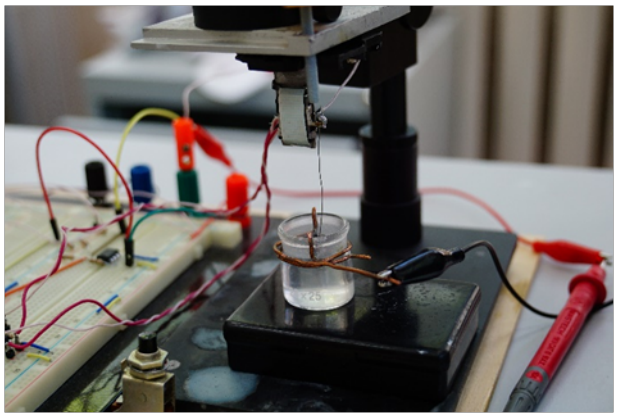


Рис. 22.b

Рис. 22: a)Пример зависимости тока травления от времени. Момент окончания травление легко заметить: при отваливании кончика иглы ток резко падает ниже критического (выставлен 0.9 мА), что служит спуском для полного прекращения травления. При слишком больших токах в более концентрированной щёлочи идёт быстрое образование пузырей газа на кончике иглы, что делает ток травления нестабильным и искажает форму иглы.
b)Фотография механической части установки, где происходит травление

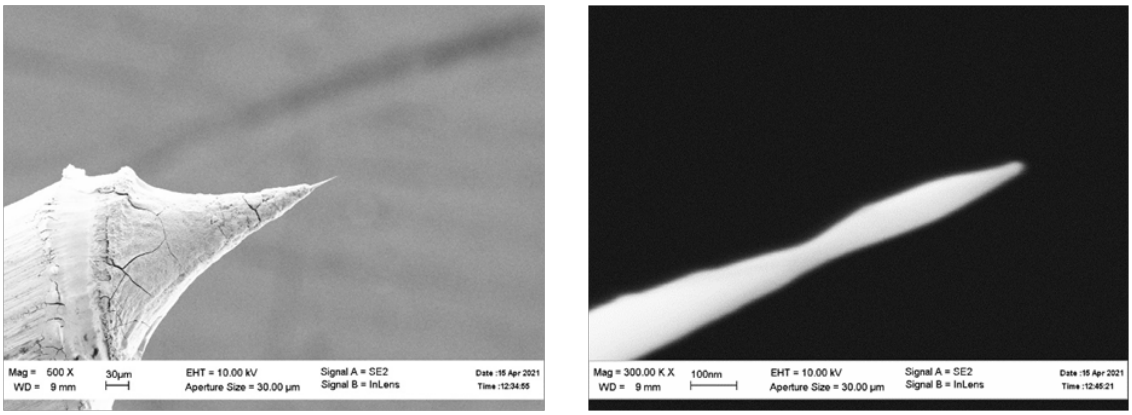


Рис. 23: Изображения полученного зонда на электронном микроскопе. Радиус кривизны острия составляет порядка 10 нм.

Важно упомянуть, что чистота поверхности зонда крически важна для работы СТМ. После травления в растворе NaOH на игле может остаться осадок из солей натрия, мешающий измерениям. Экспериментально установлено, что для его удаления достаточно промыть иглу в потоке тёплой или горячей воды (50 и более градусов Цельсия) на протяжении 2-3 минут. Логично предположить, что, помимо осадка, на поверхности иглы, вытравленной в комнатной атмосфере, может образовываться оксидная плёнка WO_3, однако толщина ещё обычно не превышает 1 нм[43]. Экспериментально установлено (см. Эксперименты стр. 33), что данный факт не вносит существенных искажений в измерения в интересующем нас диапазоне.

Методики измерений

Емкостное сканирование

Так как интересующие нас образцы обладают, как правило, сложной неоднородной структурой (некие металлические или полупроводниковые структуры на диэлектрической подложке), для нахождения интересующих нас мест с гарантированно проводящим материалом на поверхности на образце необходима методика бесконтактного измерения положения зонда над образцом. Данная методика реализована в виде емкостного сканирования, подразумевающего ёмкости между иглой (зондом) и образцом в широком диапазоне координат. При этом желательно было реализовать разрешение ёмкостного сканирования порядка максимального линейного размера туннельного скана, чтобы не затрачивать длительного времени на перемещения к интересующим точкам на образце методом последовательного туннельного сканирования. Текущая реализация схемы ёмкостного сканирования представлена ниже:

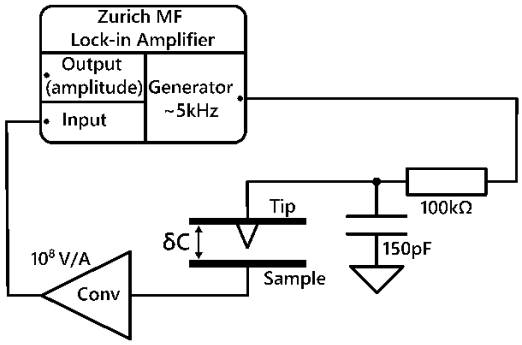


Рис. 24: Принципиальная схема измерений при ёмкостном сканировании.

При помощи Zurich MFLI на зонд подаётся переменное напряжение (обычно 5В с частотой около 5 кГц). Ток с образца можно выразить формулой $I = 2\pi f V(\delta C + C_0)$, где V - амплитуда переменного напряжения, f - его частота, δC - искомая ёмкость между зондом и образцом, C_0 - паразитная ёмкость.Он детектируется тем же конвертером, что и для туннельного тока, и выходящий сигнал подаётся на синхронный усилитель Zurich MFLI. По R составляющей сигнала (амплитуде), и вычисляется ёмкость между зондом и образцом.

Так как общая площадь образца и зонда достаточно макроскопические, общая ёмкость между иглой и образцом может достигать 0.1 pF и более. В то же время, для измерений с высоким разрешением (вплоть до 1 мкм) необходима возможность измерений на этом фоне изменений сигнала масштаба 0.01 fF, которое и строится на визуализации сканов. Для минимизации шумов в измерении рекомендуется использовать sinc фильтр [44] и фильтр нижних частот с полосой около 100 Гц.

Ввиду того, что ёмкостное сканирование подразумевает перемещения на большие расстояния (вплоть до нескольких мм), перемещения выполняются при помощи шагов инерционных slip-stick двигателей. Сами "шаги"данных пьезодвигателей происходят при подаче на них пилообразного напряжения, и вызваны тем, что во время плавного изменения напряжения происходит движение в нужную сторону благодаря изменению размера пьезокристалла, в момент резкого скачка напряжения, инерция подвижной части превышает силу сухого трения с пьезокристаллом и наблюдается проскальзывание. В данной схеме сканирования существует небезызвестная проблема [41], что размер шагов может несколько отличаться, в зависимости от направления движения, текущей координаты и температуры пьезоподвижек. По данной причине, могут возникать различные артефакты изображений, такие как локальные или глобальные искажения углов, растяжения и другие. Для того чтобы избежать глобальных искажений (преобразующих прямоугольник в параллелограмм), в измерительной программе рекомендуется правильно настроить введённые для этого коэффициенты размера и соотношения количества шагов в прямом и обратном направлениях вдоль каждой из осей. Локальные же искажения могут быть вызваны гистерезисом пьезокристаллов или же изменениями температуры при активном движении, поэтому после нескольких сканов в серии они становятся не существенны.

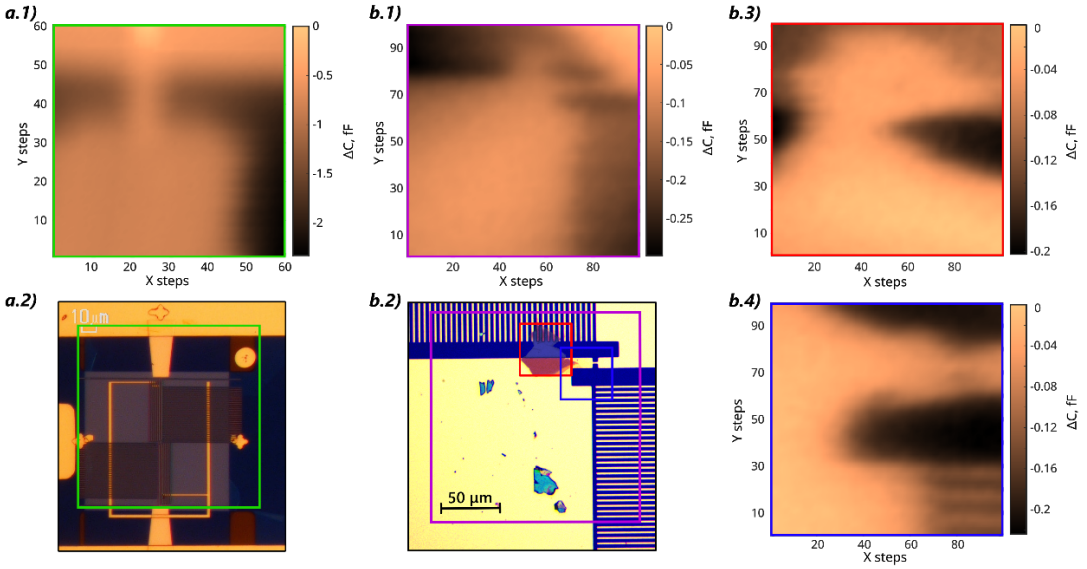


Рис. 25: Для отработки ёмкостного сканирования мы взяли образцы золотых структуры на диэлектрической подложке. На a_1 и a_2 представлены фотография в оптический микроскоп и ёмкостный скан структуры со сверхпроводящей плёнкой. На картинке b_2 представлена фотография образца с флэйкой ниобий-селена (NbSe2, толщину которого из-за оксидной плёнки на поверхности не удалось установить) , на b_1, b_3 и b_4 измерения различных участков с оптической фотографии, помеченные соответствующими цветами. На b_3 видна флейка NbSe2.

Существенным параметром при сканировании является расстояние между иглой и образцом, от которого напрямую зависит разрешающая способность метода. На картинках видно, что такой метод позволяет как изучать гигантские по меркам СТМ площади (вплоть до миллиметров квадратных) при игле на высоте в десятки микрон, так и измерять достаточно мелкие объекты (полоски на b_4 шириной в 2 мкм) при игле на высоте около 1 мкм над образцом. Однако, при сканировании на малой высоте (менее 0.05 от линейных размеров скана) высок риск повредить зонд, ввиду неидеальной параллельности поверхности образца и горизонтальных осей его движения. При этом, у пьезодвигателей наблюдаются собственные особенности, вызывающие небольшие смещения по вертикальной оси во время работы горизонтальных, поэтому сканирования на высоте менее 0.25 микрометров крайне нежелательны. Для предотвращения серьёзного повреждения зонда используется детектирование касания по превышению порога тока в 10 нА.

На практике ёмкостный скан обычно длится от 4 до 20 минут, в зависимости от разрешения и линейных размеров. Скорость ёмкостного сканирования ограничивается несколькими факторами:

- Чрезмерным перегревом пьезодвигателей при длительной и слишком интенсивной работе. Так, при интенсивном сканировании показания термометра T2 могли достигать 6K и более при гелиевых температурах. То есть, температура самих пьезомоторовдолжна была быть ещё выше.
- Наводки от шагов пьезодвигателей

Последний фактор вызван тем, что через пьезодвигатели в момент их «шагания» течёт большой ток (вплоть до нескольких ампер). Это делает зависимость скорости скана от разрешения более существенной, так как перед измерением ёмкостного сигнала приходится осуществлять некоторую задержку (около 100 мс) на затухание паразитных шумов. Данная проблема так же актуальна и в следующем разделе, описывающим методику первичного подведения зонда к образцу.

Методика первичного подведения зонда к образцу

Процедура подведения зонда к поверхности (далее – лэндинг) алгоритмически представляет из себя чередование плавной развертки и «шагов» пьезопозиционера по оси Z до момента детектирования наличия туннельного тока, а затем своевременное отведение зонда на безопасную дистанцию.

Благодаря использованию высокоскоростных плат ввода вывода (сначала LCard L502, затем ещё более быстрой NI-5321), была достигнута скорость обратной связи порядка 60 КГц, что позволило подавать пилообразный сигнал с дискретностью 14..16 бит на пьезопозиоцонер по оси z и одновременно детектировать наличие туннельного тока с частотой шагов развёртки порядка 2.20 ГЦ. Тем самым, была достигнута высокая скорость лэндинга при высокой точности и гарантированной сохранности иглы. Более того, после реализации схемы ёмкостного сканирования, появилась возможность грубого подведения с контролем по ёмкостному сигналу.

Процесс лэндинга выполняется следующим образом:
После загрузки образца и откачки криостата, на иглу подаётся напряжение порядка 2-5 Вольт с частотой порядка 4-6 кГц, рассматривается ёмкостный сигнал (23). Вручную, при помощи подачи меандра с Attcocube ANC300, выполняется подведение образца к игле до момента, когда амплитуда ёмкостного сигнала, измеряемая синхронным усилителем, не начнёт существенно расти (или не достигнет 100 мВ при 5V и 5 кГц, т.е. 10pF). Обычно это занимает 1000-2000

шагов амплитудой 70В. После этого включается процедура лэндинга в ПО, заключающаяся в подаче того же пилообразного сигнала на пьезопозиционер, но с обратной связью при каждом изменении сигнала и прерыванием по детектированию сигнала тока, превышающем пороговый. Обычно она выполняется при подаче на иглу 2-5 В DC и 1-50 мВ AC 5 кГц и занимает порядка нескольких минут, выполняя порядка 1000 шагов амплитудой 70 В.
Далее, перед тем как охлаждать криостат жидким азотом и гелием, необходимо отвести иглу на безопасное расстояние (порядка 100 шагов) ввиду температурного сжатия материалов установки. После охлаждения установки до необходимой температуры, лэндинг в ПО запускается снова, и по его завершению установка готова к дальнейшим измерениям.

Сканирование касанием

Классическая схему работы СТМ с поддержанием высоты во время сканирования при помощи ПИД в данной установке используется редко. На практике удобнее и надёжнее зарекомендовала себя методика, которую мы назвали сканирнованием касанием.

Суть данного метода заключается в том, что зонд в одной точке по ХУ опускается до тех пор, пока не задетектируется пороговый туннельный ток через образец, а затем зонд поднимается на заданную высоту и перемещаемся в следующую точку. Это позволяет тратить меньше времени на настройку ПИД, безопасно для иглы исследовать объекты с большим перепадом высот (как на рисунках 26a и 26b) без значительных артефактов на их краях, а также более гибко контролировать программно процесс сканирования сложных структур. Например, так возможно пропускать места, в которых ожидается нахождение диэлектрика, или устанавливать порог высоты, зависящий от координаты.

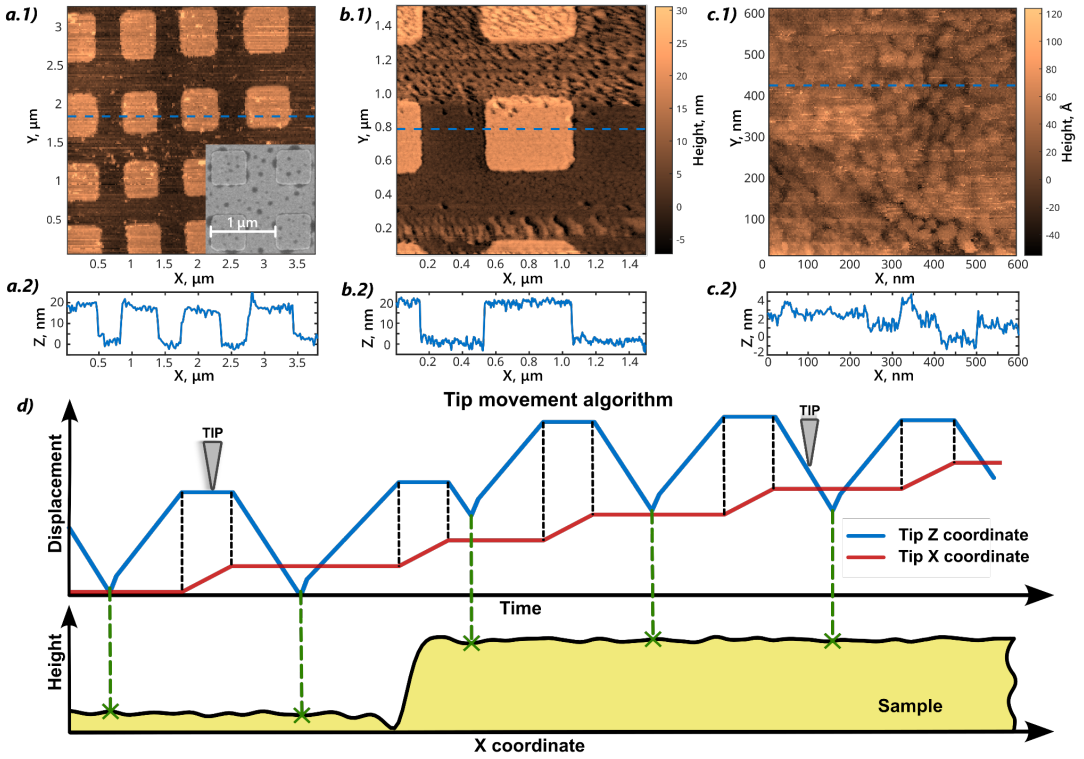


Рис. 26: На картинках приведены примеры сканов и профилей поверхности, полученные данной методикой: a, b – золотые столбики при комнатной и азотной температурах, и c – зёрна 6нм плёнки NbN при гелиевой температуре. d - схематичное описание движения зонда по времени и по координатам относительно образца.

Как и в случае с ёмкостным сканированием, для отсутствия искажений в скане следует

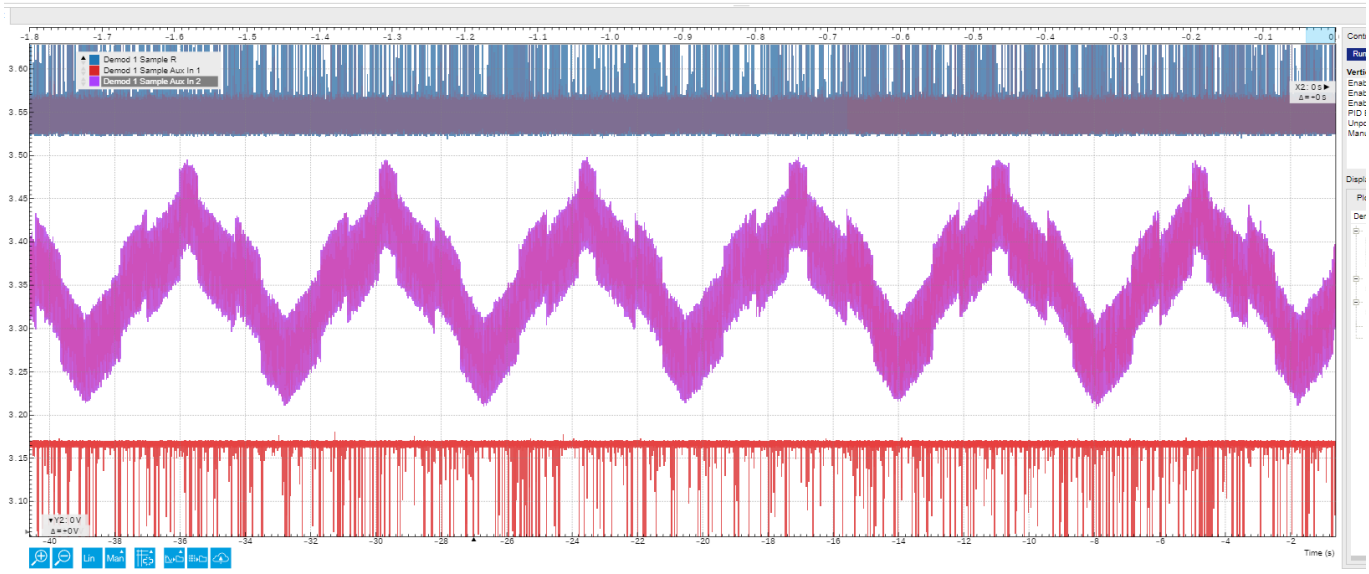


Рис. 27: Типичная развёртка высоты иглы (фиолетовая кривая), туннельного тока (красная кривая) и сигнала локина (синяя кривая) от времени при сканировании. Синяя и красная кривые обрезаны, так соотвествующие значения тока в них могут достигать 5 нА, что значительно выше порога детектирования касания. В силу отсутсвия атомарного разрешения, на качество скана этот факт влияет незначительно. Верхняя огибающая сигнала высоты соответствует рельефу поверхности по X координате и почти всегда получается пилообразная в силу наклона образца и особенности движения пьезодвигателя. Резкие особенности профиля соответствуют резкому изменению высоты (около 20 нм на данном графике)

учитывать особенности пьезопозиционеров: пьезомотор по оси Z может «доезжать» вверх после подачи на него напряжения значительное время (порядка десятков секунд, в зависимости от величины его перемещения). Поэтому для сохранения плоскости и отсутствия дрейфов изображения, перед началом сканирования необходимо подвести зонд на достаточно близкое, но безопасное, расстояние к образцу (обычно порядка 40нм) и выждать паузу не менее 100 секунд.

Данная методика несколько проигрывает классическому сканированию с ПИД по скорости сканирования. Скорость данного типа сканирования зависит в основном от:

- разрешения скана
- амплитуды отведения иглы вверх после касания
- скорости передвижения иглы, определяемая дискретностью шага по оси Z

по очевидным линейным зависимостям. Так, скан разрешением 100x100 с амплитудой отведения иглы 0.1 (что соответсвует 40 нм) и типичной скоростью иглы (размер шага x2 от минимально возможного $5 \cdot 2^{-15}$В , что равно 0.55Å при комнатной или 0.2Å при гелиевой температурах), занимает порядка 3-4 минут.

В силу особенности пьезопозиционеров (вероятно, так как они обладают довольно низкой частотой резонанса), или в силу особенностей схемы сканирования, атомарного разрешения сканирования достичь на установке не удалось.

Другие виды сканирования (CC, CH)

В установке так же были реализована возможность использования и классических методов сканирования СТМ, то есть в режиме постоянного тока (constant current, CC) при помощи поддержания высоты ПИД регулятором, а также постоянной высоты (constant height, CH). В

режиме СС редко удавалось сохранить зонд целым в силу сложности настройки ПИД, идеальные параметры которого вполне могут зависеть от формы иглы, изменяющейся в процессе неудачного сканирования. По данной причине метод и не используется, хотя, в целом, модифицированный ПИД применяется для измерения шума и вольт-амперных характеристик, что описано в следующей главе. Режим СН, в котором игла находится на высоте нескольких нанометров, или даже меньше, очевидно, имеет смысл использовать лишь на сканах очень малого масштаба, и такая возможность вполне имеется. Однако, по тем же причинам, что у поточечного сканирования, атомарного разрешения добиться данным методом не удалось, поэтому методика так же применяется редко.

Шумовая и транспортная спектроскопия

Калибровка

Основной смысл калибровки шумового тракта — это определение зависимости коэффициента усиления G(R) и токового шума усилителя Samp в формуле 24. Тогда, зная температуру и номинал калибровочных резисторов, учтя их тепловой шум джонсона найквиста ($S_{JN} = 4kTR_{||}$), можно вычислить интересующий нас шум туннельного контакта S_I^{tip}. Учитывать зависимость G(R) важно, так как малое сопротивления туннельного контакта, в особенности если ВАХ его нелинейное, может существенно влиять на $R_{||}$. Не учитывая данный параметр можно получить артефакты в шуме в местах нелинейности ВАХ. При этом, это часто сказывается в сторону увеличения шумового сигнала в местах нелинейности, что может привести к ложным выводам о наблюдении различных эффектов, например Андреевского отражения или видимости подавления дробового шума в некоторых образцах[45]. Сам процесс калибровки перед измерением состоит из нескольких этапов:

1. Проверка работоспособности схемы усилителя шума. Выполняется до охлаждения установки, после загрузки образца. По наличию усиления LC резонанса на выходе тракта проверяется работоспособность усилителя низкотемпературной части схемы. Выполняется при помощи спектроанализатора (используется AGILENT E4447A), подключаемого после комнатного каскада усилителей. Помимо усиливающего транзистора необходимо так же проверить работоспособность калибровочной части схемы. Для этого мультиметром проверяется сопротивление калибровочных резисторов, а также при помощи источника напряжения открывается калибровочный транзистор. При открытии калибровочного транзистора на спектроанализаторе должно наблюдаться падение добротности резонанса. Кроме того, при правильном дизайне схемы усилителя, на анализаторе не должно быть видны узкополосные наводки от включенных приборов, по крайней мере в области частот, используемой для детектирования шума (9.5- 11 МГц).

2. Калибровка зависимости сопротивления калибровочного транзистора от напряжения на его гейте $R_{||}(V_G)$. Выполняется после охлаждения установки и образца до рабочей температуры. Измеряется сопротивление по 3-точечной схеме (см. рис.16, через сопротивления R_L) путём измерения ВАХ при каждом значении напряжения на затворе транзистора (обыкновенный диапазон гейтов для транзисторов серии 55 при 4.2 К составляет от 0.42 В где транзистор ещё полностью закрыт до 0.65В в полностью открытом состоянии). Сопротивление транзистора R_{tr}) вычисляется по формуле $k \cdot R_{load}/(1-k)$, где k это угол наклона равный $V_{measured}/V_{bias}$. При этом необходимым условием для данной калибровки является малое падение напряжения на транзисторе (желательно, меньше kT/e), чтобы транзистор оставался в линейном режиме. Тогда можно вычислить $R_{||} = 1/(3/R_L + 1/R_{tr})$ Измерения проходят автоматизированно, при помощи ПК и платы ввода-вывода NI, которая и задаёт напряжение на одном из контактов, и считывает на другом через низкошумящий высокоомный усилитель x50 (см. схему (16)).

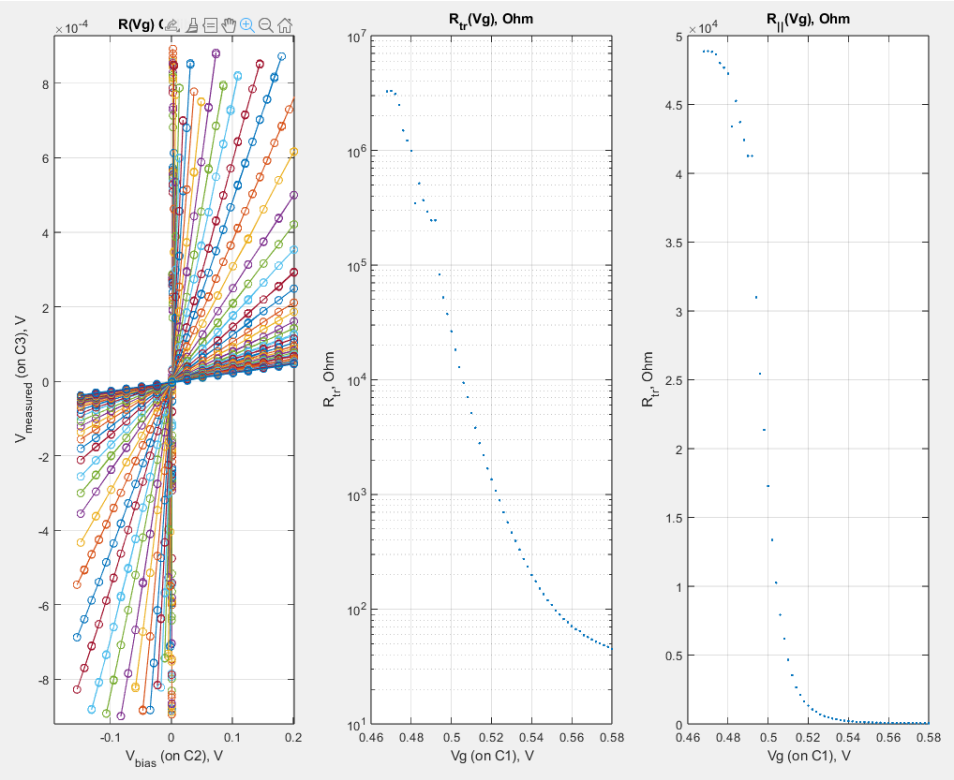


Рис. 28: Пример измерения зависимости сопротивления калибровочного транзистора от напряжения затвора. Слева ВАХ при разных напряжениях на затворе, по центру и справа - сопротивления транзистора и зависящее от него $R_{||}$ соответсвенно.

3. Калибровка зависимости выходного сигнала диодного детектора от напряжения на гейте калибровочного транзистора $P(V_G)$ (см. рис. 30). Так же измеряется при помощи программы и платы ввода-вывода NI. Выполняется уже непосредственно перед шумовыми измерениям, так как у данной зависимости могут возникать дрейфы по времени. Эмпирически установлено, что для сведения данных дрейфов к минимуму желательно «прожечь» усилитель высоким током (порядка 50 мА) и оставить схему в стабильном режиме на длительное время (порядка 3-5 часов). Однако после этого времени данная калибровка всё равно может существенно разниться на масштабах 8 часов и более. Из данной зависимости, зная полученную зависимость сопротивления калибровочного транзистора от гейта и характеристику диодного детектора, мы можем получить зависимость выходной мощности P от итогового сопротивления $R_{||}$ в шумовой схеме, то есть подставить в $P(V_G)$ зависимость $V_G(R_{||})$.

Все данные измерения необходимо проводить при минимуме подключенных к установке внешних сигналов (отключении пьезоподвижек и напряжения на игле) и при игле на достаточном удалении от образца (без туннельного контакта).

Для сверки данной методики калибровки с другими желательно так же знать точный коэффициент усиления комнатного каскада усилителей (74.9 db), характеристику диодного детектора мощности (зависимость выходного сигнала от входной мощности), а также характеристику полосового фильтра. Эти величины практически не изменяются со временем, поэтому достаточно выполнять их калибровки хотя бы раз в пару лет.

Таким образом, получив зависимость мощности P от итогового сопротивления $R_{||}$ в условии что $S_I^{tip} = 0$, считая Samp не зависящим от $R_{||}$, и зная температуру и сопротивление калибровочных транзисторов (то есть S_{JN}), исходя из формулы можно получить значение Samp и искомую

зависимость $G(R_{||})$. С практической точки зрения это выглядит следующим образом: Если мы в формуле 24 возьмём предел при $R_{||} \to inf$ и положим $G(R_{||}) = \alpha R_{||}$ (то есть линейно зависит от $R_{||}$, как и ожидается для RLC контура), то получим

$$P_{diode}(R_{||}) = \alpha R_{||} \cdot (\frac{4kT}{R_{||}} + S_I^{Amp}) + S_{RTAmp} = \alpha \cdot 4kT + S_I^{Amp} \cdot R_{||} + S_{RTAmp} \tag{25}$$

$$G(R_{||}) = (P_{diode}(R_{||}) - S_I^{Amp} \cdot R_{||} - S_{RTAmp})/(4kT) \cdot R_{||} \tag{26}$$

То есть из зависимости P от $R_{||}$ необходимо вычесть нулевое смещение (ответственное за шумы комнатных усилителей и прочее), так чтобы хвост данной зависимости в малых сопротивлениях уходил в 0 по мощности. Одновременно с этим условием необходимо вычесть наклон ($S_I^{Amp} \cdot R_{||}$), чтобы кусок зависимости при больших $R_{||}$ выходил на плато. Далее, домножив полученную зависимость на $R_{||}$ и разделив на 4kT, мы получаем искомую зависимость $G(R_{||})$, которая должна быть практически линейна на больших $R_{||}$.

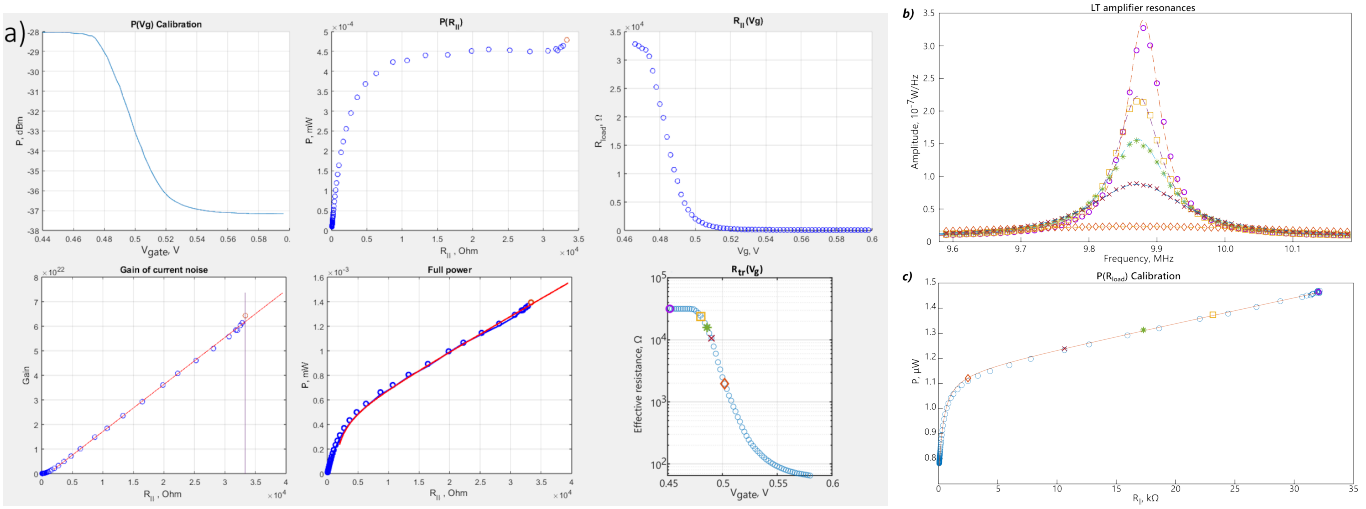


Рис. 29: Пример построенных при калибровке шумового тракта графиков. a) зависимости $P(V_G)$, $4kTG(R_{||})/R_{||}$, $R_{||}(V_G)$, $G(R_{||})$, фит $P_{diode}(R_{||})$ и $R_{tr}(V_G)$ соответсвенно. b) Вид резонансных частотных спектров на выходе каскада комнатных усилителей при различных напряжениях затвора калибровочного транзистора. c) Зависимость мощности на диодном детекторе от сопротивления нагрузки. Цветным точкам соответсвуют резонансы с части b).

Также следует иметь ввиду эффект «генерёжки» низкотемпературного усилителя, который можно заметить на 3 этапе калибровки. В случае неустойчивости схемы усилителя может наблюдаться следующая картина:

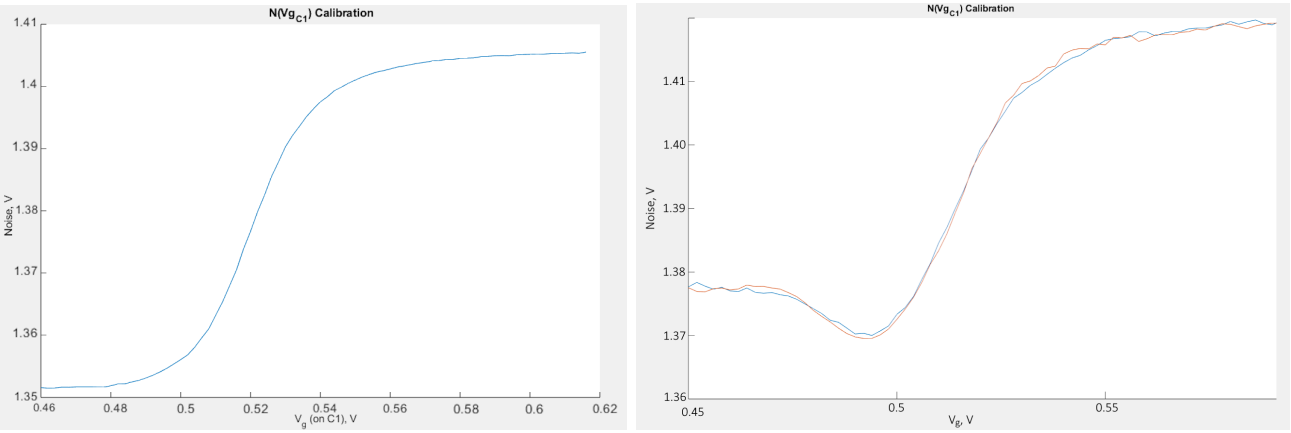


Рис. 30: Пример измеренной зависимости сигнала диодного детектора от напряжения на затворе калибровочного транзистора. Чтобы построить искомое $P(V_G)$, необходимо знать характеристику детектора (см. рис. 17). Слева - пример хорошей калибровки в нормальном режиме усилителя. Справа вид калибровки в случае неустойчивости измерительной схемы.

Провал (немонотонность) на графике обозначает локальное увеличение мощности на входе детектора и вызван тем, что амплитуда резонанса неконтроллируемо увеличивается несмотря на падение добротности контура. Данный эффект может быть вызван как различными наводками (которые так же вызывают локальные выбросы на графике) и неудачностью схемотехники (излишне длинными дорожками, плохого контакта с землей), так и неправильным режимом работы усилителя. Режим работы усилителя (ток через транзистор и напряжение на затворе) стоит выбирать исходя из достаточной удалённости его от возникновения данного эффекта, при этом достаточной амплитуде резонанса. Очевидно, что без возможности изменения сопротивления нагрузки, неустойчивость в работе низкотемпературного усилителя обнаружить сложнее.

Ещё один метод калибровки шумового тракта, подразумевающий проведения интеграции мощности сигнала не через диод, а путём считывания и интегрирования спектра (полученного спектроанализатором). В ней точно так же измеряется сопротивление калибровочного транзистора и строится зависимость $R_{||}$. Данный метод полезен для сверки результатов и важен тем, что таким образом можно учесть неидеальности полосового фильтра, обрезающего частоты около резонансной. Более того, когда калибровочный транзистор достаточно открывается, разделительный конденсатор и ёмкость самого транзистора начинают вносить некоторый вклад в эффективную ёмкость RLC контура. Данный эффект уменьшает резонансную частоту контура и влияет на интегрирование сигнала при помощи диодного детектора. Если же после такой процедуры калибровки использовать диодный детектор для измерений, то точность такой калибровки будет зависеть от соотвествия коэффициентов усиления анализатора и диода, точности согласования, что ухудшает точность.

В других работах, особенно со стороны людей занимающих СТМ (Massee), калибровка проводится другими, менее надёжными методами, например при помощи изменения температуры – так как из-за температуры точно так же изменяется шум джонсона-найквиста (4kTR) как и при изменении сопротивления нагрузки, это допустимо. Однако этими методами сложно получить достоверную зависимость $G(R_{||})$.

Метод измерений ШВАХ в точке

Когда зонд находится над интересующей нас точкой на образце, возможно измерить в ней транспортные характеристики. Если измерения обычных вольт-амперных характеристик могут производится быстро, то для измерения шумового сигнала, в силу его крайне малой величины,

требуется длительное накопление и усредненние сигнала. В то же время, прозрачность туннельного контакта в СТМ из-за дрейфов различной природы - величина крайне нестабильная. Это исключает возможность медленной развертки ВАХ и требует поддержания высоты иглы с обратной связью. Так как ВАХ и зависимость тока от расстояния заранее не известны, единственным разумным методом обратной связи будет поддержание среднего тока при подаче на зонд переменного напряжения достаточно высокой, но всё ещё удобной для измерений частоты. Таким образом мы пришли к схеме, когда напряжени иглы быстро и периодически разворачивается во времени по синусоидальному закону во всем требуемомо интервале ВАХ, а обратная связь осуществляется по демодулированному сигналу.

Сам процесс измерения шум-вольт-амперной характеристики (ШВАХ) представляет из себя параллельное измерение напряжение на игле, тока через конвертер (не демодулированного), и шумового сигнал со схемы, во время поддержания заданной высоты иглы (т.е. средней амплитуды туннельного тока). Для этого на иглу подаётся переменное напряжение необходимой амплитуды, без модуляции (с того же синхронного усилителя, частотой от 100 до 500 Гц. Обычно частота сигнала выбирается исходя из частоты дискретизации плат ввода вывода, так как для удобства дальнейшей обработки данных необходимо чтобы в один период сигнала иглы укладывалось целое число отсчётов платы). Сбор данных осуществляется при помощи платы LCard, задействованной параллельно от обратной связи по высоте иглы, которой занимается плата NI.

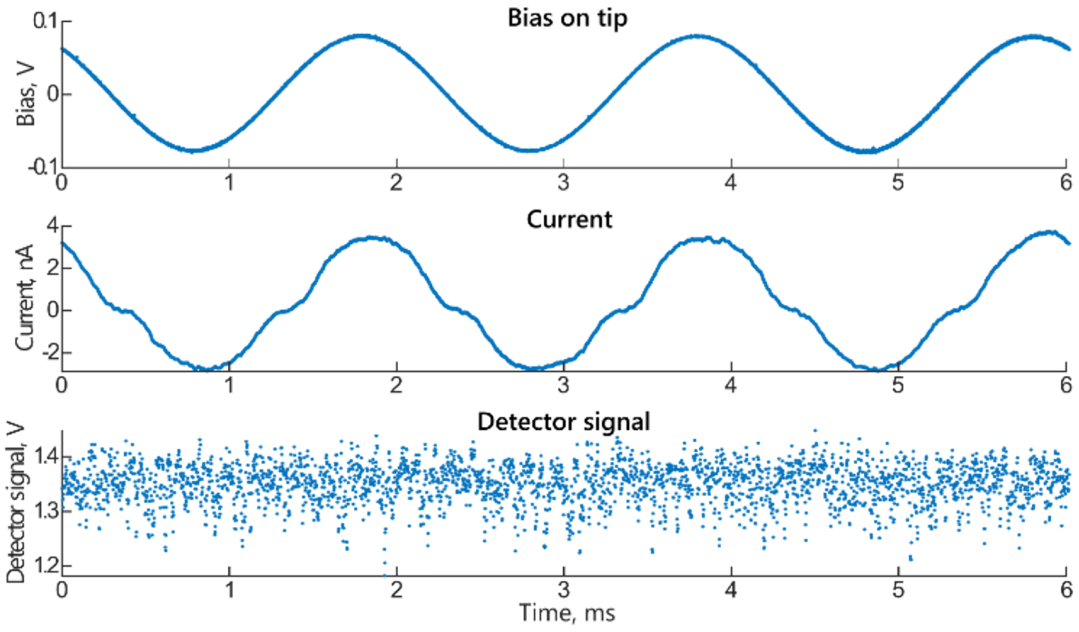


Рис. 31: Пример собираемых данных в развёртке по времени

Соответственно, на установке может измеряться до 1000 ШВАХ в секунду, с дискретизацией до 700 тысяч точек в секунду. Так как коэффициент усиления шума невелик, чтобы получить воспроизводимые результаты ВАХ и дробового шума, нам необходимо обрабатывать и усреднять полученный массив данных (см. обработка данных). Обычно это производится по периоду времени порядка 100-1000 секунд в одной точке.

Обратная связь высоты иглы призвана отсечь изменения расстояния между образцом и зондом, вызванные внешними или паразитными вибрациями и дрожаниями и осуществляется по R-компоненте демодулировонного сигнала тока, усиленного конвертером (схема подключения такая же, как и в методиках, описанных ранее). Алгоритм обратной связи по высоте представляет из себя модифицированный алгоритм ПИД-регуляции. Прежде чем описывать текущий

алгоритм, вспомним что обычная ПИД-регуляция представляет из себя управляющее воздействие:

$$u(t) = P + I + D = K_p e(t) + K_i \int_0^t e(\tau)d\tau + K_d \frac{de}{dt} \tag{27}$$

где e – это невязка ($e = r - y$, где r измеренное значение величины, а y – желаемое значение величины). Так же следует заметить, что дифференциальная компонента, в зашумлённых системах, подобных нашей, используется редко, так что в дальнейшем будем рассматривать лишь ПИ регулятор, без дифференциальной составляющей.

В нашем случае, невязкой является отклонение от заданного значения R- составляющей демодулированного сигнала туннельного тока, а управляющим воздействием является напряжение на пьезокристалле, от которого практически линейно зависит расстояние между зондом и образцом. Однако, зависимость туннельного тока от расстояния крайне резкая (см вступление), и имеет вид $I \sim U \cdot \frac{exp(-z)}{z}$. Данный факт не позволяет стабильно применять одни и те же пропорциональный и интегральный коэффициенты для поддержания различных туннельных токов. Однако, сделав обратное преобразование тока в высоту, можно добиться линейной системы, в которой и управляющее воздействие и невязка пропорциональны высоте иглы, что позволяет использовать одни и те же коэффициенты ПИ регулятора для разных режимов измерений.

Обратное преобразование выглядит следующим образом: $z = W(\frac{U}{x})$, где W это функция Ламберта, которую проще всего вычислять приближённо.

Применение данной модификации ПИ регулятора на практике так же исключило возможность впадения зонда в резонанс, что увеличило его время жизни.

Измеренные образцы: BSCCO, графен, золотые пиллары, калибровочные метки, NbN плёнки, однофотонный детектор, нанопровода

За последние 3 года было измерено множество различных образцов, которые преимущественно использовались для отработки тех или иных методик измерений. Не всегда эксперименты шли удачно, поэтому остановимся только на ключевых образцах.

Калибровочные метки и золотые пиллары

Для калибровки размера шагов stick-slip пьезомоторов и отработки алгоритмов туннельного сканирования было выбрано несколько образцов с золотыми структурами на золотой поверхности. Первым таким образцом являлся квадратный массив золотых столбиков размером 500 нм с периодом в 1 мкм.

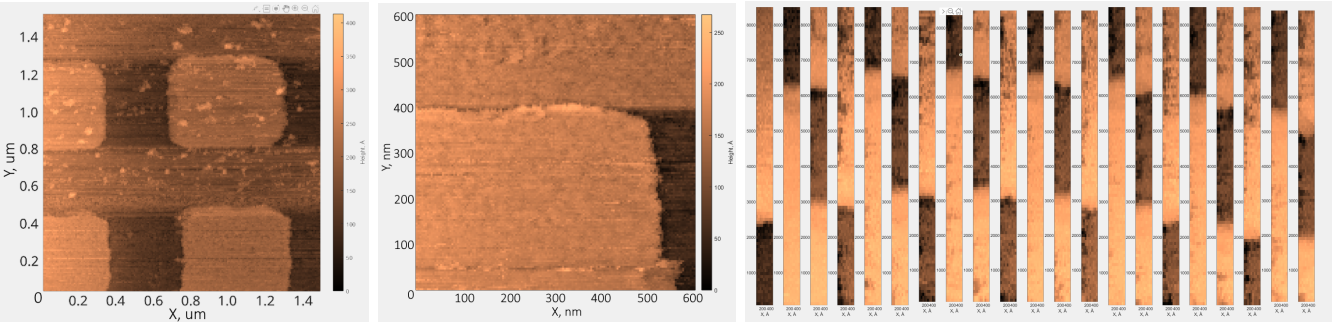


Рис. 32: Данный образец уже был продемонстрирован в разделе (Сканирование касанием), но использовался также для отладки размера шагов. Для этого осуществлялись шаги вдоль одной из осей с последовательным проведением небольшого поточечного скана для определения смещения относительно предыдущего местоположения (справа) На скане (по центру) также видны гранулы золота, которыми оно ложится при напылении.

Для той же цели калибровки размера шага и проверки возможности ориентирования на образце был сделан массив золотых координатных меток (по каждой из осей указан номер метки от центра массива в двоичной системе, см. рис. (33)). Однако, из-за небольших нелинейностей линейного смещения пьезопозиционеров от напряжения, данный метод оказался недостаточно удобен, так как метки зачастую обладали геометрическими искажениями, усложняющими понимание текущей координаты.

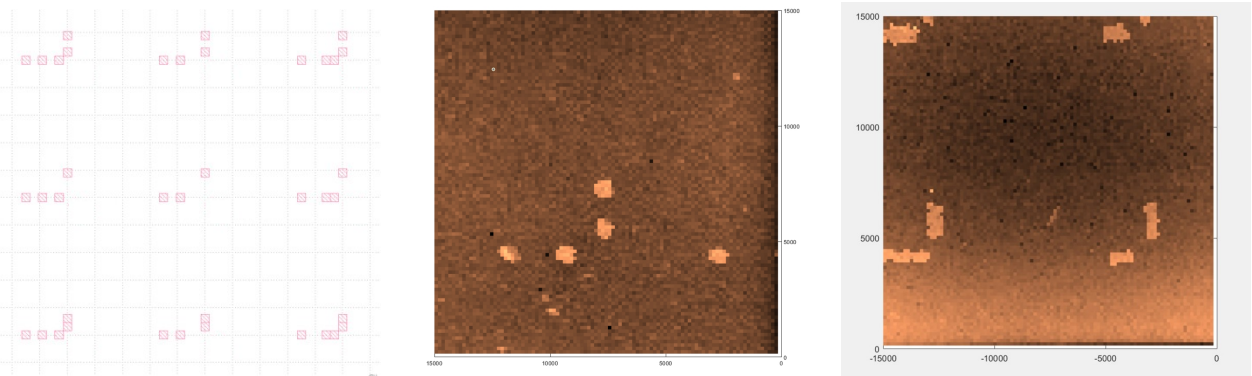


Рис. 33: Золотые калибровочные метки при комнатной температуре, 100x100px. Время сканирования 4 минуты.

На данных образцах также были измерены вольт-амперные характеритики. В диапазоне влоть до 100-150мВ измеренные ВАХ оставались линейными (см. рис. 34), что и следовало ожидать исходя из теории. Это позволяет говорить о корректности методики и отсутвием существенного влияния оксидной плёнки на зонде на измерения в интересующем диапазоне.

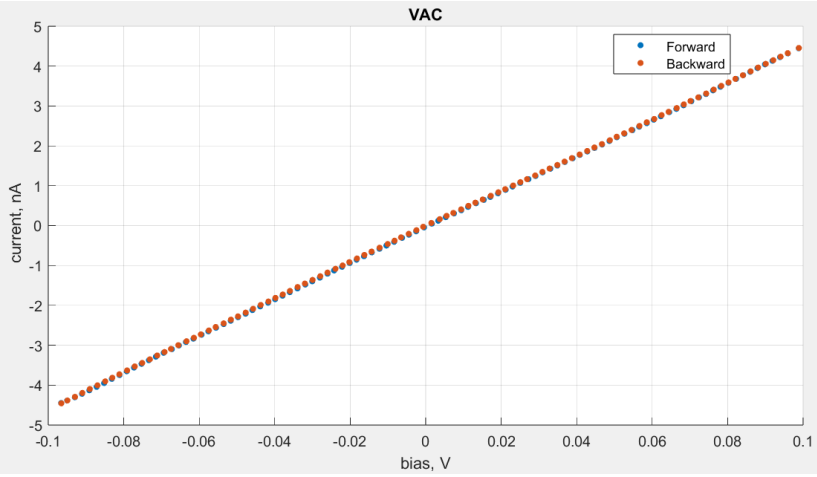


Рис. 34: Пример ВАХ в диапазоне ±100 мВ, полученная на образце с золотыми столбиками.

HOPG

До получения достаточной термализации шумовой схемы был многократно измерен образец пиролитического графита (HOPG), удобный простотой его очистки от загрязений (для этого необходимо лишь снять верхний слой при помощи скотча). Были многократно получены ШВАХ хорошего качества, на разных туннельных токах и диапазонах напрядений, однако наблюдались странности в факторе Фано, которые были списаны на плохой термоинтерфейс.

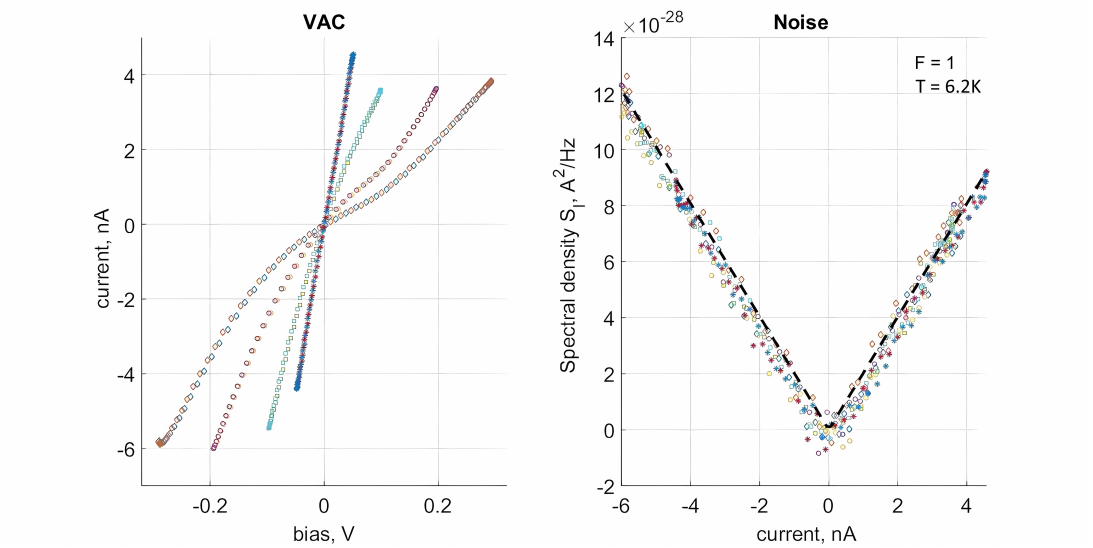


Рис. 35: Туннельной ВАХ и дробовой шум на образце пиролитического графита (HOPG). Диапазон туннельных сопротивлений от 8 МОм до 60 МОм в диапазон напряжений от 40 до 300 мВ.При больших напряжениях ВАХ оказывается существенно нелинейной, что соответсвует теории. Фактор Фано оказался отличным от единицы из-за неверной температуры калибровочных резисторов около 6.5K вместо ожидаемых 4.2K. С поправкой на это получается ожидаемый результат F=1

Туннельное сканирование на данном образце тоже показало себя хорошо, на некоторых сканах можно заметить ступеньки слоёв, однако атомарного разрешения, как и в других случаях, получено небыло.

BSCCO

Для отработки шумовых измерений необходимо так же проверить точность калибровки для образцов с нелинейной ВАХ. Для этого был выбран образец ВТСП (BSCCO), на котором так же удалось получить весьма качественные данные ШВАХ в разных режимах. Однако, на данном образце, в силу его слоистой структуры, наблюдались проблемы с поточечным сканированием. Вероятно, это вызвано отслоением и налипанием флейков на иглу СТМ. По этой же причине, воспроизводимость измерений и их длительность была невелика.

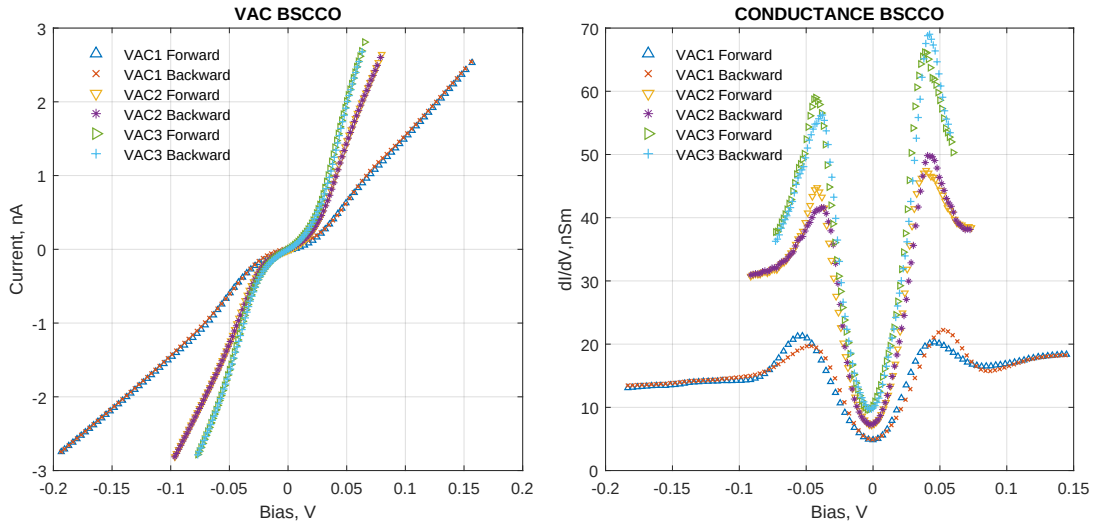


Рис. 36: Туннельной ВАХ и дифф. кондактанс на образце BSCCO при 4.2 K. На графиках 3 серии измерений в одной точке с туннельными сопротивлениями от 25 до 70 МОм

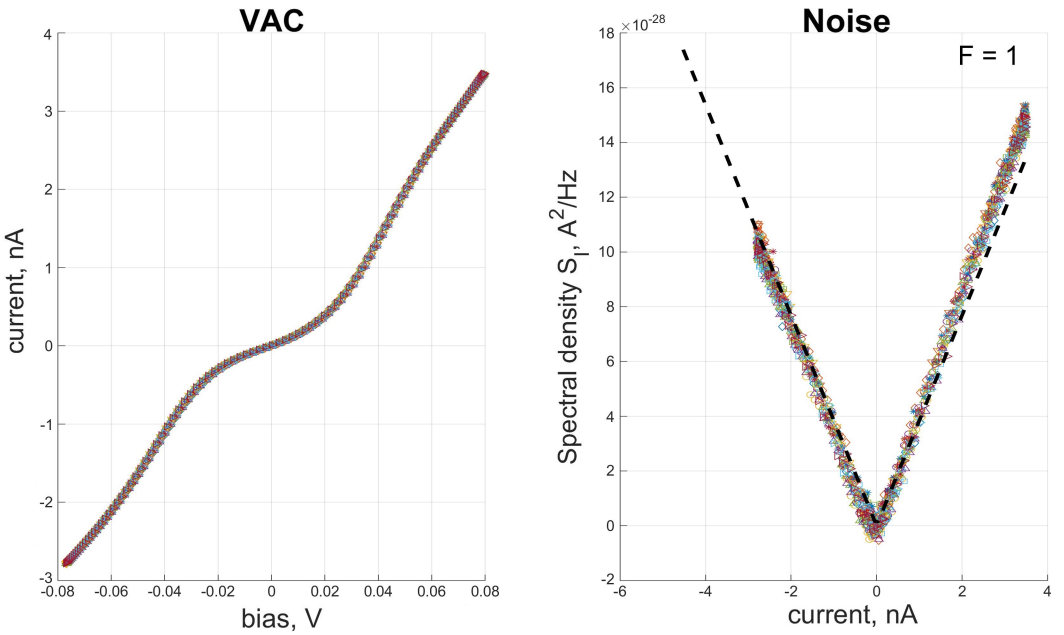


Рис. 37: Измерение туннельной ВАХ и дробового шума на образце BSSCO при 4.2K. На графиках 8 серий измерений в одной точке общей длительностью 4000 секунд. Туннельное сопротивление 25 МОм

NbN

В качестве более удобного образца с нелинейной ВАХ были выбраны сверхпроводящие плёнки NbN разной толщины (6 нм, 20 нм).

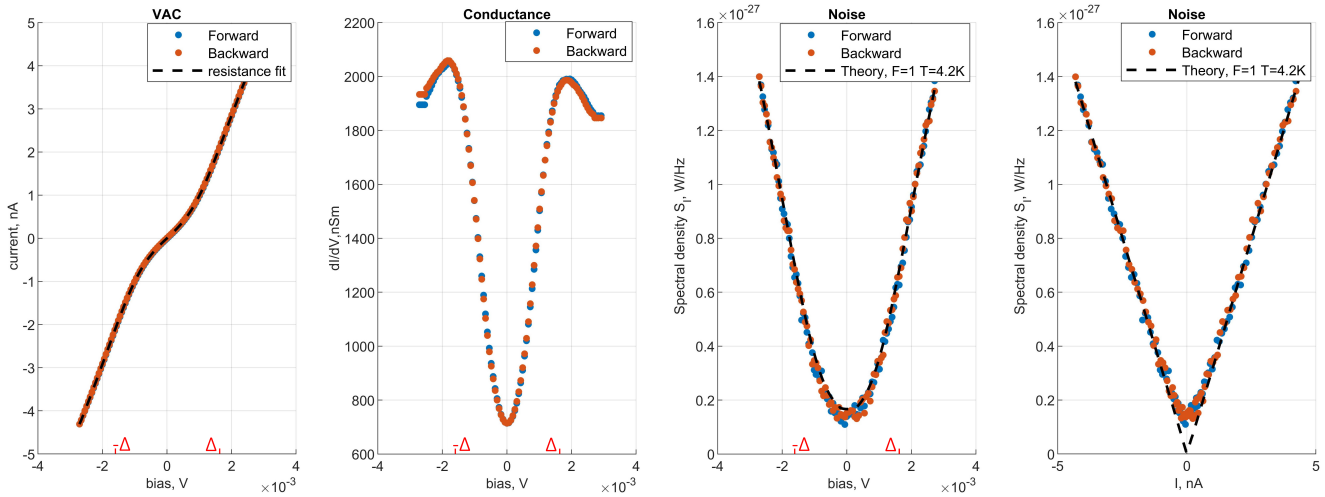


Рис. 38: ШВАХ, получуенная на образце плёнки NbN толщиной 6нм. Образец был значительно окислен, однако в его кондактансе хорошо видна сверхпроводящая щель, которая должна составлять порядка 15K.

На данных образцах получились отличные воспроизводимые данные ШВАХ. Так, на 6 нм плёнке видна классическая сверхпроводящая щель в контактансе (не слишком резкая в силу некоторой окисленности образца), получен шум с фактором Фано 1, и хорошо согласующийся с теорией, даже с учётом параметра температуры образца. Далее была измерена более свежая плёнка NbN толщиной в 20 нм с температурой сверхперехода 13 K. Поверх данной плёнки был напылён тонкий слой золота, который должен был составлять порядка 2 A. На данном образце так же получены отличные данные с значительно более резкой сверхпроводящей щелью в кондактансе. Однако, в величине фактора Фано внутри щели была обнаружена особенность, заключающаяся в, практически, его удвоении. Данное наблюдение, на первый взгляд, могло бы объясняться андреевским отражением, однако, как описано в (вступление), с точки зрения теории, этот эффект должен быть на два порядка слабее.

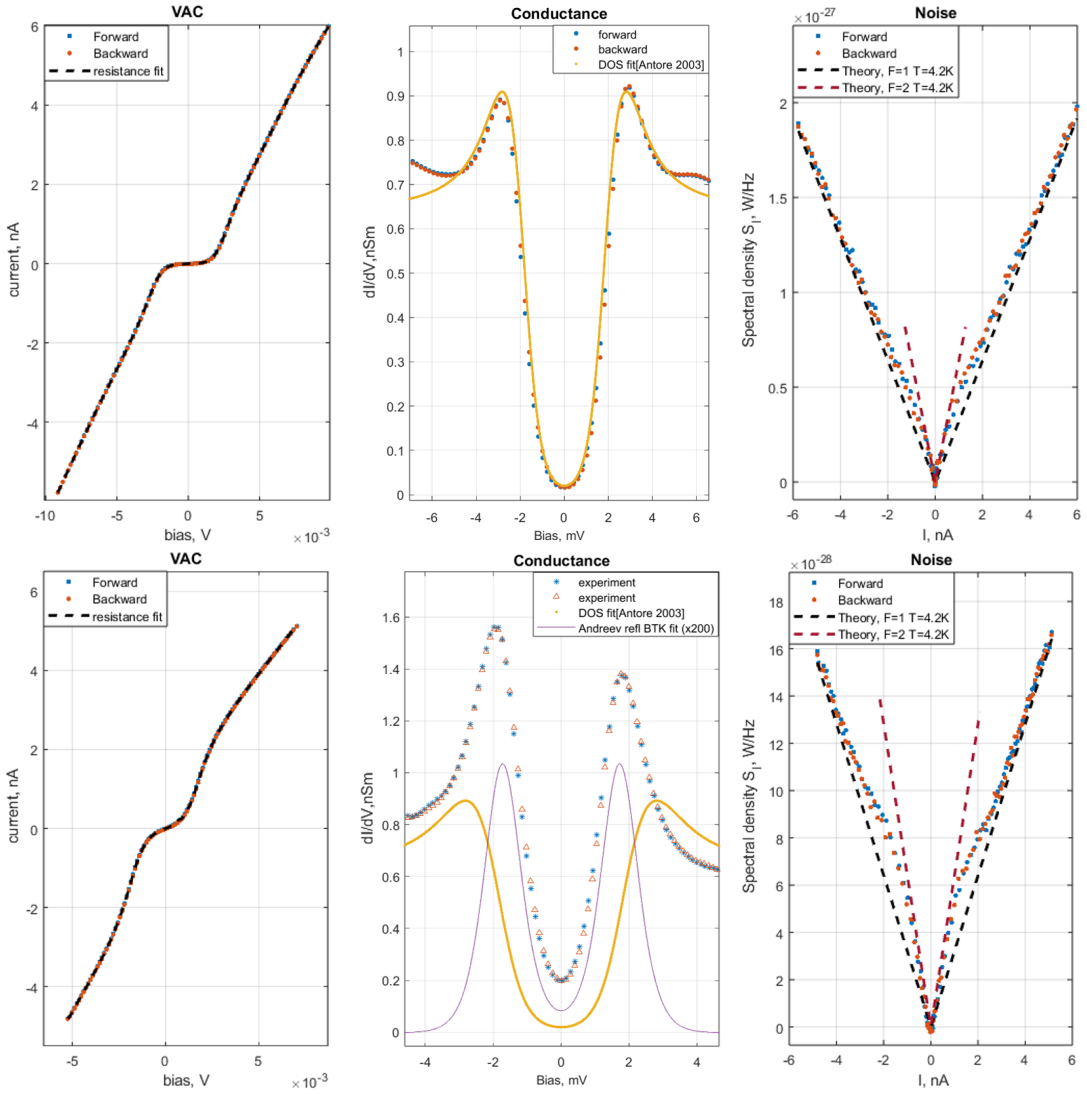


Рис. 39: На рисунках представлена измерений свежей плёнки NbN толщиной в 20 нм с температурой сверхперехода 13 K в на двух различных туннельных сопротивлениях (серии сверху и снизу) при 4.2K . На панелях слева измерения ВАХ, по центру показан кондактанс, фитированный через плотность состояний (см. Antore[7]) и справа показана спектральная плотность дробового шума. Внутри щели заметно, что с фактор Фано лежит в промежутке между 1 и 2. На нижней центральной панели в кондактансе расположен теоретический фит Андреевского отражения по BTK, но в увеличенном в 200 раз масштабе, который мог бы обяъяснить такое поведение фактора Фано и кондактанса.

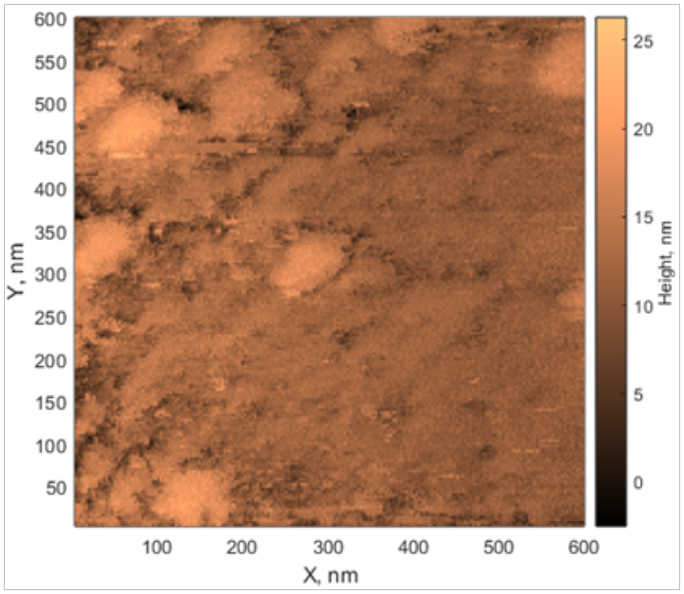


Рис. 40: Поточечный скан образца NbN 20 нм. Неровности, вероятно, вызваны напылением золота, которое может собираться в гранулы. На данный момент, несмотря на напыление золота сверху, ввиду длительного простоя образец окислился и потерял возможность сверхпроводить. По этой причине воспроизвести данный эффект не удалось.

Нановайры

Одним из интересных образцов для отработки ёмкостного сканирования и поточечного сканирования со сложными структурами являлась золотая структура с диэлектрическими зазорами и выложенными на них нанопроводами.

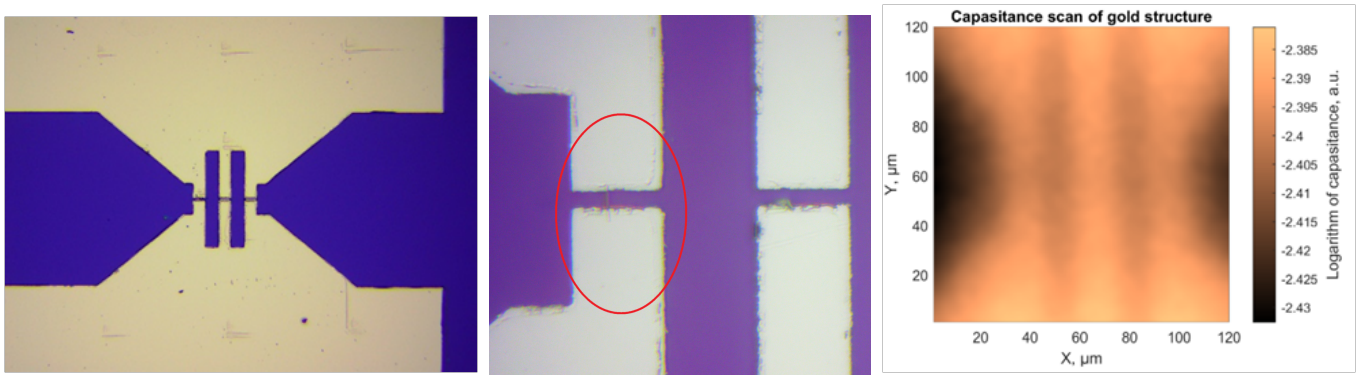


Рис. 41: На рисунке представлена оптическая фотография структуры (слева), расположение нанопровода (по центру) и ёмкостная карта (справа), соответствующая данному участку. В зазоре между верхней и нижней половиной было выложено несколько нанопроводов.

На данном образце удалось подвестись в необходимую точку на образце, совершить процедуру лэндинга, и при помощи последовательных поточечных сканов с ограничением по заглублению иглы найти границы структуры и искомые диэлектрические зазоры.

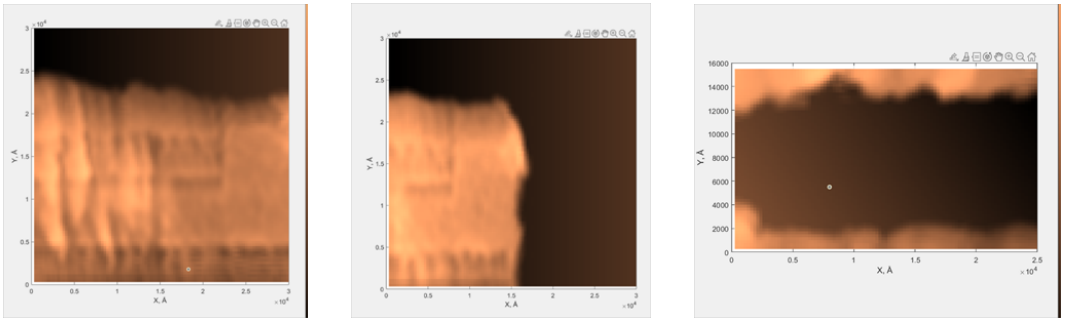


Рис. 42: Сканы касанием, произведённые на границах структуры с программным ограничением по заглублению иглы относительно среднего уровня поверхности. Отчётливо видны сами границы, за которыми находится диэлектрическая поверхность.

Однако, граница структуры оказалась крайне неровной, и несколько грязной, в силу неидеальности методики фотолитографии. В данных шероховатостях, по всей видимости, осталось некоторое количество диэлектрического фоторезиста, что привело к затуплению сканирующего зонда, уничтожению образца и невозможности дальнейшего проведения эксперимента.

Обработка данных

Сканирования

Результатом сканирования (емкостного и поточечного) является информация о разрешении и линейной величине скана, а также двухмерный массив значений соответствующей измеряемой величины (ёмкости в у.е. или напряжения на пьезомоторе оси Z, соответствующие высоте зонда над образцом). Наиболее удобным с визуальной точки зрения методом отображения информации является построение двумерного графика измеряемой величины в псевдоцветах. Однако, как правило, измерения не являются идеальными, и на таких сканах часто присутствуют некие искажения, мешающие визуальному восприятию экспериментальных данных.

Искажения сканов бывают в основном 3 видов:

- Искажение плоскости сканирования
- Шум измеряемой величины
- Дрейфы и "полосы"

Рассмотрим по отдельности все типы искажений и методы их устранения: Искажение плоскости сканирования: Практически на всех сканах всех типов так или иначе присутствует данный тип искажения, являющийся вертикальным наклоном измеряемой величины вдоль горизонтальных координат там, где такового, в теории, быть не должно. В сканировании касанием эффект вызван двумя факторами: непараллельностью плоскости образца и плоскости движения зонда, а также свойством пьезомоторов, когда расширение пьезокристалла вдоль одной из осей вызывает смещения по другой. Причём, согласно наблюдениям, последний эффект, как правило, является более значимым. В ёмкостном сканировании же подобное вызвано в основном макроскопическими градиентами ёмкости между зондом и образцом. Исправляется данное искажение просто – вычитанием этой самой паразитной «плоскости» из экспериментальных данных.

Шум: Данный очевидный тип искажений, очевидно, также присутствует во всех экспериментальных данных и вызван неидеальностью измерительной системы. В ёмкостных измерениях шум имеет очевидную природу флуктуаций измеряемого сигнала. А при сканировании

касанием, помимо обычного флуктуационного шума может наблюдаться более интересный эффект. Так как детектируется высота зонда в момент превышения сигналом туннельного тока определённого порогового значения, очевидно, что при случайных выбросах в значении тока, измеренное значение высоты точки может оказаться выше реального на высоту вплоть до амплитуды отведения зонда назад (см сканирование касанием), формируя одиночные выбросы. Методов избавления от подобных шумов на изображениях существует множество (медианный фильтра, downscaling, wavelet thresholding), однако их мы касаться не будем. Скажем лишь, что в данной работе используется простейший медианный фильтр с окном размера 3x3, и устранение одиночных выбросов путём их замены на усреднение соседних пикселей.

Дрейфы: Данный тип искажений скана характерен именно для сканирования касанием (зачастую его можно увидеть и на других установках СТМ), и представляет из себя резкий сдвиг по высоте в определённый момент скана. Вызвано это явление может быть следующими факторами:

- затуплением иглы во время скана, при столкновении с непроводящим препятствием (диелектриком/"грязью")
- температурными и механическими дрейфами пьезопозиционера оси Z

Данные дрейфы пьезопозиционера Z как правило бывают в разных направлениях, но чаще всего в сторону сближения с зондом. И, вероятно, вызваны тем, что в конструкции установки на него приложено усилие в несколько десятков грамм (вес пьезопозиционеров по другим осям) вдоль оси его перемещения. В результате данные на скане могут представлять две или более плоскости, расположенные на существенно разных высотах. Одним из самых простых методов устранения данного искажения является «построчное» усреднение высоты, т.е. вычитание из каждой измеренной вдоль быстрой оси скана линии отклонения её среднего от среднего значения высоты всего скана. Однако, он может приводить к искажению вида структур, которые и должны находиться на выше уровня средней плоскости, тем самым создавая на скане другие артефакты, визуально похожие на тени вдоль быстрой оси.

Обработка ШВАХ и туннельного кондактанса

Как уже было сказано, получение качественного шумового сигнала подразумевает длинтельное его накопление при помощи усреднения большого количества кривых. Однако, обратная связь не в состоянии загасить все возможные дрейфы и неоднородности в сигнале ШВАХ. Для получения шумовго сигнала, так как он , согласно теории, зависит от туннельного тока, осмысленно усреднять только близкие по вольт-амперной характеристике кривые. Для этого был придуман следующий алгоритм обрабоки данных, которыее, вообще говоря, представляют из себя единый массив из множества кривых, записанных подряд:

1. Во входном массиве точек ищется первый экстремум по напряжению. У напряжения сигнал представляет из себя практически незашумлённую синусоиду, поэтому данный процесс обычно не вызывает трудностей.

2. Далее, зная период сигнала, и выражая его в количестве точкек (для этого и нужно было задавать частоту сигнала на игле как делитель частоты дискретизации платы ввода-вывода), можно разбить массив точек на отдельные кривые ШВАХ. При этом разделяя на отдельные массивы кривые по возрастаню напряжения и по его убыванию. Делать это стоит с учётом задержек, возникающих на различных фильтрах и конвертере тока-напряжения. На данный момент задержки сигнала 33 мкс для задержки сигнала тока и 21 мкс для задержки сигнала шума, что соотвествует 11 и 7 фреймам платы сбора данных.

3. После этого происходит процесс отбраковки кривых. Для этого сначала берутся все возможные ШВАХ в заданном направлении и усредняются. После этого для каждой из кривых считается среднеквадратичное отклонение от полученной средней зависимости по току, отсеиваются те ШВАХ где оно превышает допустимый порог. После чего оставшиеся ШВАХ снова усредняются, получая итоговую ШВАХ для данной серии измерений.

4. Следует заметить, что в случае какого-то происшествия или сдвига в ходе серии измерений стабильный режим туннельного контакта мог существенно поменяться. В таком случае, может не оказаться значительного числа ШВАХ, которые близщки к их среднему. В таком случае, следует разбить серию измерений на несколько подсерий по меньше, где ШВАХ ведёт себя более стабильно, и проводить измерения по ним.

В силу большого объёма данных (порядка 5 ГБ в час измерений), сырые данные хранятся в бинарном формате. Кроме того, при усреднении данных исползуется многопоточность для ускорения расчётов.

Дальнейшие эксперименты и применения

Как описано выше (NbN), самым актуальным экспериментом на данный момент является проверка результата с удвоением фактора Фанов в сверхпроводящей плёнке NbN с напылением золота сверху.

В дальнейших планах у нас измерить градиент температур в золотом плоскости, расположенной над нагревателем, изолированным через непроводящую hBN прослойку (см. рис.43), и провести эксперимент с измерением на структуре однофотонного детектора, так как возможность изменять как напряжение, так и туннельное сопротивление даёт значительное преимущество перед статическим туннельным контактом(см. рис.44).

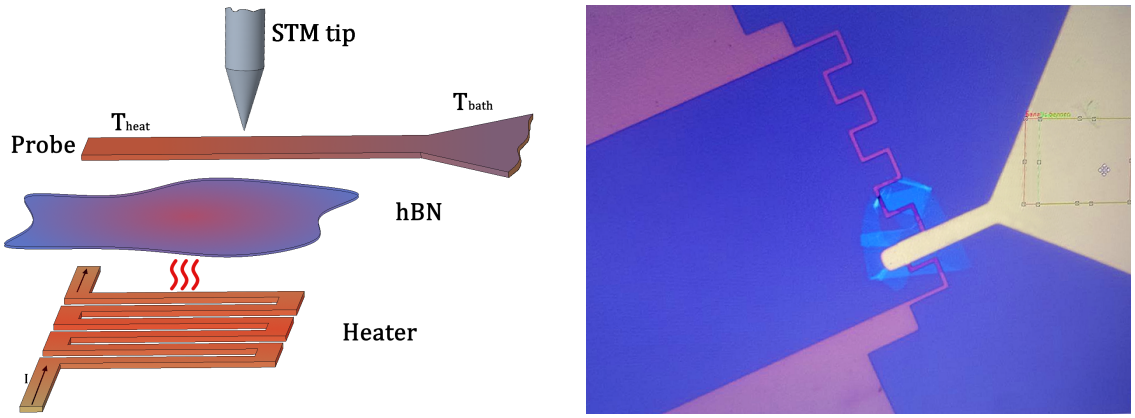


Рис. 43: Схема эксперимента с измерением градиента локальной температуры.

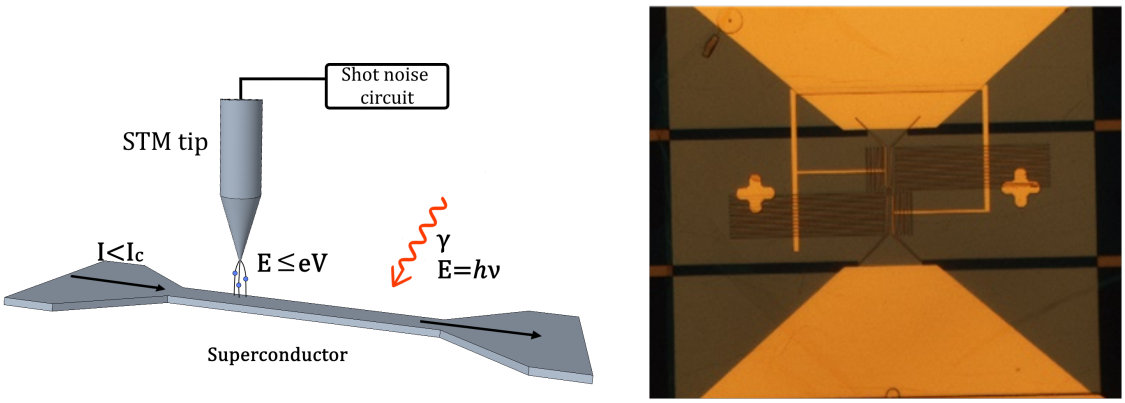


Рис. 44: Постановка эксперимента и фотография образца с однофотонным детектором.

Выводы

Поставленная цель данной работы, состоящая в создании и отладке экспериментальной установки криогенного шумового СТМ, была полностью выполнена. В ходе выполнения задачи, были выполнены следующие работы и получены результаты:

- Была разработана, собрана и отлажена общая схема установки. Для этого была собраны как механическая с электронной части, так и написано специализированное управляющее ПО. (см. рис. 14)
- Была разработана и экспериментально отлажена методика бесконтактного ёмкостного сканирования, позволяющая проводить быстрый поиск необходимой структуры на образце с разрешающей способность до 2 мкм, что достаточно для гарантированно безопасного подведения зонда к проводящей части образца.(см. стр.23)
- Была разработана и экспериментально отлажена методика сканирования рельефа поверхности касанием, обладающая достаточной скоростью, надёжностью и простотой использования. Кроме того, о методика бладает гибкими возможностями ограничений для сканирования образцов сложной структуры, чтобы огибать диэлектрические участки. (см. стр.26)
- Была разработана и экспериментально отлажена методика туннельной спектроскопии, путём измерения и усреднения множественных вольт-амперных характеристик, в заданной точке образца. (см. стр.31)
- Была разработана и экспериментально отлажена методика шумовой спектроскопии туннельного контакта, а точнее (см. стр.31):
  - разработана, отлажена и откалибрована схема измерения дробового шума
  - создан и отлажен алгоритм сбора и обработки данных шум-вольт-амперных характеристик
  - получены экспериментальные данные достаточной точности на множестве различных образцов и подтверждена возможность экспериментального получения локального распределения носителей заряда

Кроме того, были получены интересные экспериментальные данные на образце с плёнкой NbN, говорящие о потенциальной возможности наблюдения Андреевского отражения в туннельном контакте с зондом, однако нуждающиеся в дальнейшем воспроизведении и изучении.

Благодарности

Выражаю искреннюю благодарность коллективу Лаборатории Электронной Кинетики за помощь, поддержку и дружественную рабочую атмосферы. Особую признательность выражаю моему научному руководителю, Храпаю В.С., за бесценный вклад на всех этапах моей научной деятельности - постановку задачи, помощь в освоении теории и экспериментальных методик, плодотворную и интересную совместную работу. Также хотел бы особо поблагодарить Петрушу С.В. за введение в тематику проекта на начальных этапах, а также Тихонова Е.С., Шевчуна А.Ф. и коллег из МПГУ за содействие в изготовлении образцов и другую помощь в проведении экспериментов.

Дополнительно:

Баги ПО

На данный момент выявлены и не устранены следующие баги в программном обеспечении:

- Плата ввода-вывода LCard не отображается установленной в ОС в случае выключения/включения компьютера. Для её отображения необходимо совершить перезагрузку. Баг связан с прошивкой LCard и непонятно, может ли быть как-то устранён.
- После длительного использования LCard в режиме максимально быстрого считывания буфера (особенно когда обратная связь тоже осуществлялась подобной платой), плата переставала измерять входящий сигнал. Данная ошибка не лечилась ничем, кроме перезагрузки ПК. Это же ограничивало максимально возможный размер поточечного скана до 100x100 px, и установка требовала дальнейшей перезагрузки для работы. На данный момент плата не используется в данном режиме, поэтому вероятность воспроизведения данной ситуации крайне мала.

Чистота образцов, причины почему F<1

В случае загрязнения иглы или образца частицами диэлектрика, измеряемый фактор Фано может оказаться меньше 1, а если конкретнее быть в промежутке 0.5<F<1. Объясняется это тем, что может возникнуть так называем двойной туннельный котакт (DBTJ). В таком режиме может возникать кулоновская блокада и некоторые другие эффекты. Подробнее подобное поведение объяснено в статье Birk1995

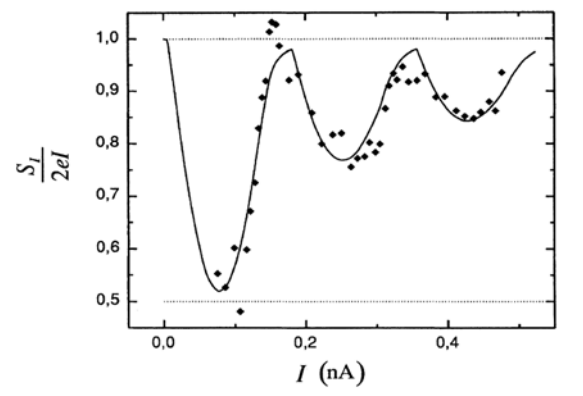


FIG. 4. Ratio of the measured current noise S_I to S_{Poisson} as a function of current I (diamonds). The solid theoretical curve is calculated for $T = 4.2$ K, $Q_0 = 0.33\,e$, $R_1/R = 0.01$, and $C_1/C = 0.2$ [5].

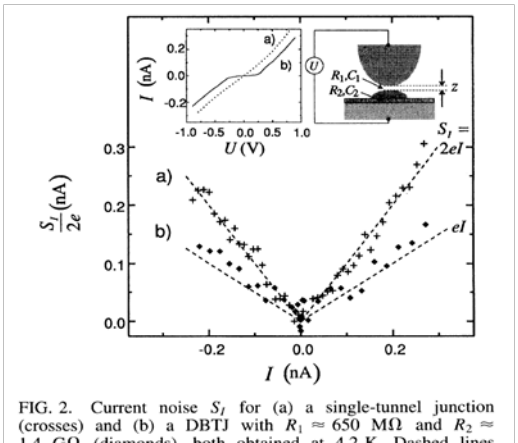


FIG. 2. Current noise S_I for (a) a single-tunnel junction (crosses) and (b) a DBTJ with $R_1 \approx 650$ MΩ and $R_2 \approx 1.4$ GΩ (diamonds), both obtained at 4.2 K. Dashed lines correspond to S_{Poisson} and $\frac{1}{2}S_{\text{Poisson}}$. Left inset: simultaneously measured I-U curve corresponding to (a) the single junction (dotted curve) and (b) the DBTJ (solid curve). Right inset: sample geometry for (b).

Список литературы

[1] Никулин Е. А. *Основы теории автоматического управления. Частотные методы анализа и синтеза систем / Учеб. пособие для вузов — СПб.: БХВ-Петербург.*

[2] Roland Wiesendanger. Spin mapping at the nanoscale and atomic scale. *Rev. Mod. Phys.*, 81:1495–1550, Nov 2009.

[3] Bert Voigtländer, Vasily Cherepanov, Stefan Korte, Arthur Leis, David Cuma, Sven Just, and Felix Lüpke. Invited Review Article: Multi-tip scanning tunneling microscopy: Experimental techniques and data analysis. *Review of Scientific Instruments*, 89(10):101101, 10 2018.

[4] Julian Chen. Introduction to scanning tunneling microscopy: Second edition. *American Journal of Physics*, 62, 06 1994.

[5] John G. Simmons. Generalized formula for the electric tunnel effect between similar electrodes separated by a thin insulating film. *Journal of Applied Physics*, 1963.

[6] G. E. Blonder, M. Tinkham, and T. M. Klapwijk. Transition from metallic to tunneling regimes in superconducting microconstrictions: Excess current, charge imbalance, and supercurrent conversion. *Phys. Rev. B*, 25:4515–4532, Apr 1982.

[7] A. Anthore, H. Pothier, and D. Esteve. Density of states in a superconductor carrying a supercurrent. *Phys. Rev. Lett.*, 90:127001, Mar 2003.

[8] V. L. Mironov. *Fundamentalsof Scanning Probe Microscopy.*

[9] J. Bardeen, L. N. Cooper, and J. R. Schrieffer. Theory of superconductivity. *Phys. Rev.*, 108:1175–1204, Dec 1957.

[10] Joshua Island. Quantum transport in superconducting hybrids.

[11] W. Schottky. On spontaneous current fluctuations in various electrical conductors. *Annalen der Physik*, 362(23):541–567, 1918.

[12] Markus Buttiker Thomas Gramespacher. Local densities, distribution functions, and wave-function correlations for spatially resolved shot noise at nanocontacts. *PHYSICAL REVIEW B*, 1999.

[13] Sh. Kogan. *Electronic Noise and Fluctuations in Solids.* Cambridge University Press, 1 edition, August 1996.

[14] M. Reznikov, M. Heiblum, Hadas Shtrikman, and D. Mahalu. Temporal Correlation of Electrons: Suppression of Shot Noise in a Ballistic Quantum Point Contact. *Physical Review Letters*, 75(18):3340–3343, October 1995.

[15] A. Kumar, L. Saminadayar, D. C. Glattli, Y. Jin, and B. Etienne. Experimental Test of the Quantum Shot Noise Reduction Theory. *Physical Review Letters*, 76(15):2778–2781, April 1996.

[16] R. de-Picciotto, M. Reznikov, M. Heiblum, V. Umansky, G. Bunin, and D. Mahalu. Direct observation of a fractional charge. *Nature*, 389(6647):162–164, September 1997.

[17] L. Saminadayar, D. C. Glattli, Y. Jin, and B. Etienne. Observation of the e / 3 Fractionally Charged Laughlin Quasiparticle. *Physical Review Letters*, 79(13):2526–2529, September 1997.

[18] M. Henny, S. Oberholzer, C. Strunk, T. Heinzel, K. Ensslin, M. Holland, and C. Schönenberger. The Fermionic Hanbury Brown and Twiss Experiment. *Science*, 284(5412):296–298, April 1999.

[19] William D. Oliver, Jungsang Kim, Robert C. Liu, and Yoshihisa Yamamoto. Hanbury Brown and Twiss-Type Experiment with Electrons. *Science*, 284(5412):299–301, April 1999.

[20] A. A. Kozhevnikov, R. J. Schoelkopf, and D. E. Prober. Observation of Photon-Assisted Noise in a Diffusive Normal Metal–Superconductor Junction. *Physical Review Letters*, 84(15):3398–3401, April 2000.

[21] B.-R. Choi, A. E. Hansen, T. Kontos, C. Hoffmann, S. Oberholzer, W. Belzig, C. Schönenberger, T. Akazaki, and H. Takayanagi. Shot-noise and conductance measurements of transparent superconductor/two-dimensional electron gas junctions. *Physical Review B*, 72(2):024501, July 2005.

[22] E. S. Tikhonov, D. V. Shovkun, M. Snelder, M. P. Stehno, Y. Huang, M. S. Golden, A. A. Golubov, A. Brinkman, and V. S. Khrapai. Andreev Reflection in an s -Type Superconductor Proximized 3D Topological Insulator. *Physical Review Letters*, 117(14):147001, September 2016.

[23] A O Denisov, A V Bubis, S U Piatrusha, N A Titova, A G Nasibulin, J Becker, J Treu, D Ruhstorfer, G Koblmüller, E S Tikhonov, and V S Khrapai. Charge-neutral nonlocal response in superconductor-InAs nanowire hybrid devices. *Semicond. Sci. Technol.*, 36:09LT04, 2021.

[24] Artem Denisov, Anton Bubis, Stanislau Piatrusha, Nadezhda Titova, Albert Nasibulin, Jonathan Becker, Julian Treu, Daniel Ruhstorfer, Gregor Koblmüller, Evgeny Tikhonov, and Vadim Khrapai. Heat-Mode Excitation in a Proximity Superconductor. *Nanomaterials*, 12:1461, 2022.

[25] Tomonori Arakawa, Junichi Shiogai, Mariusz Ciorga, Martin Utz, Dieter Schuh, Makoto Kohda, Junsaku Nitta, Dominique Bougeard, Dieter Weiss, Teruo Ono, and Kensuke Kobayashi. Shot Noise Induced by Nonequilibrium Spin Accumulation. *Physical Review Letters*, 114(1):016601, January 2015.

[26] V. S. Khrapai and K. E. Nagaev. Current noise generated by spin imbalance in presence of spin relaxation. *JETP Letters*, 105(1):18–20, January 2017.

[27] T. Jullien, P. Roulleau, B. Roche, A. Cavanna, Y. Jin, and D. C. Glattli. Quantum tomography of an electron. *Nature*, 514(7524):603–607, October 2014.

[28] R. Bisognin, A. Marguerite, B. Roussel, M. Kumar, C. Cabart, C. Chapdelaine, A. Mohammad-Djafari, J.-M. Berroir, E. Bocquillon, B. Plaçais, A. Cavanna, U. Gennser, Y. Jin, P. Degiovanni, and G. Fève. Quantum tomography of electrical currents. *Nature Communications*, 10(1):3379, July 2019.

[29] M. L. Roukes, M. R. Freeman, R. S. Germain, R. C. Richardson, and M. B. Ketchen. Hot electrons and energy transport in metals at millikelvin temperatures. *Physical Review Letters*, 55(4):422–425, July 1985.

[30] Elmira M. Baeva, Nadezhda A. Titova, Louis Veyrat, Benjamin Sacépé, Alexander V. Semenov, Gregory N. Goltsman, Anna I. Kardakova, and Vadim. S. Khrapai. Thermal Relaxation in Metal Films Limited by Diffuson Lattice Excitations of Amorphous Substrates. *Physical Review Applied*, 15(5):054014, May 2021.

[31] Ya.M. Blanter and M. Büttiker. Shot noise in mesoscopic conductors. *Physics Reports*, 336(1-2):1–166, September 2000.

[32] Thierry Martin. Noise in mesoscopic physics. 2005.

[33] Kensuke Kobayashi and Masayuki Hashisaka. Shot Noise in Mesoscopic Systems: From Single Particles to Quantum Liquids. *Journal of the Physical Society of Japan*, 90(10):102001, October 2021.

[34] S. U. Piatrusha, L. V. Ginzburg, E. S. Tikhonov, D. V. Shovkun, G. Koblmüller, A. V. Bubis, A. K. Grebenko, A. G. Nasibulin, and V. S. Khrapai. Noise Insights into Electronic Transport. *JETP Letters*, 108(1):71–83, July 2018.

[35] E. S. Tikhonov, A. O. Denisov, S. U. Piatrusha, I. N. Khrapach, J. P. Pekola, B. Karimi, R. N. Jabdaraghi, and V. S. Khrapai. Spatial and energy resolution of electronic states by shot noise. *Physical Review B*, 102(8):085417, August 2020.

[36] H. Birk, M. J. M. De Jong, and C. Schönenberger. Shot-Noise Suppression in the Single-Electron Tunneling Regime. *Physical Review Letters*, 75(8):1610–1613, August 1995.

[37] Jiasen Niu, Koen M. Bastiaans, Jian-Feng Ge, Ruchi Tomar, John Jesudasan, Pratap Raychaudhuri, Max Karrer, Reinhold Kleiner, Dieter Koelle, Arnaud Barbier, Eduard F. C. Driessen, Yaroslav M. Blanter, and Milan P. Allan. Why shot noise does not generally detect pairing in mesoscopic superconducting tunnel junctions. *Phys. Rev. Lett.*, 132:076001, Feb 2024.

[38] Koen M. Bastiaans, Damianos Chatzopoulos, Jian-Feng Ge, Doohee Cho, Willem O. Tromp, Jan M. Van Ruitenbeek, Mark H. Fischer, Pieter J. De Visser, David J. Thoen, Eduard F. C. Driessen, Teunis M. Klapwijk, and Milan P. Allan. Direct evidence for Cooper pairing without a spectral gap in a disordered superconductor above T_c. *Science*, 374(6567):608–611, October 2021.

[39] J. R. Matey and J. Blanc. Scanning capacitance microscopy. *Journal of Applied Physics*, 57(5):1437–1444, 03 1985.

[40] Freek Massee, Quan Dong, Antonella Cavanna, Yong Jin, and Marco Aprili. Atomic scale shot-noise using broadband scanning tunnelling microscopy. *Review of Scientific Instruments*, 89(9):093708, September 2018.

[41] Christine Meyer, Omar Sqalli, Heribert Lorenz, and Khaled Karrai. Slip-stick step-scanner for scanning probe microscopy. *Review of Scientific Instruments*, 76(6):063706, 05 2005.

[42] V. N. Semenov E. Yu. Postnova S. A. Krasnikov M. G. Lazarev S. V. Chekmazov V. Yu. Aristov A. N. Chaika, N. N. Orlova. Fabrication of [001]-oriented tungsten tips for high resolution scanning tunneling microscopy. *Sciencific Reports*, 2014.

[43] Anna Warren, Anders Nylund, and Ingemar Olefjord. Oxidation of tungsten and tungsten carbide in dry and humid atmospheres. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 14(5):345–353, 1996.

[44] Mark Owen. *Practical signal processing.*

[45] B. A. Polyak, V. S. Khrapai, and E. S. Tikhonov. What can we learn from nonequilibrium response of a strange metal? *JETP Letters*, 119(8):610–616, Apr 2024.