

Rastertunnelmikroskop für sehr tiefe Temperaturen, hohe Magnetfelder und Ultrahochvakuum

Steffen Wirth, Andreas Bettac¹, Stefan Ernst, Alex Gladun, Michal Rams², und Frank Steglich

In den vergangenen Jahren wurde ein Rastertunnelmikroskop (RTM) für Temperaturen bis hinunter zu etwa 0,33 K und für Betrieb im Ultrahochvakuum sowie im Magnetfeld installiert, getestet und aufgerüstet. Aufbau, Installation und erste Tests wurden von der Firma Omicron Nanotechnology GmbH vorgenommen, der Kryostat mit Magnet wurde von Oxford Instruments Inc. gefertigt.

Mit diesem Gerät (Abb. 1) sollen hauptsächlich die im Institut prominenten Materialien mit starker Korrelation der Elektronen spektroskopisch untersucht werden. Aus dieser Zielrichtung ergeben sich bereits die wesentlichen Anforderungen an das Gerät:

1) Effekte, die aus starken elektronischen Korrelationen herrühren (wie z.B. die Supraleitung), zeigen sich oft nur bei tiefsten Temperaturen. Um den Aufwand (insbesondere in Kombination mit den weiteren Anforderungen) überschaubar zu halten, wurde ein ³He-Kryostat eingesetzt. Damit erreicht man am RTM-Kopf eine Basistemperatur von etwa 0,33 K für etwa 30 Stunden.

2) Die Tunnelmikroskopie ist ein äußerst oberflächenempfindliches Messverfahren. Daher müssen die Probenoberflächen *in situ* gereinigt, deren Qualität geprüft und beibehalten werden können. Letzteres erfordert UHV-Bedingungen. Für Ersteres ist ein Werkzeug zum *in situ* Spalten von Proben, die Möglichkeit zum Heizen der Proben auf etwa 900 °C und zum Sputtern vorgesehen. Die Qualität der so präparierten Oberflächen kann mittels Auger-Spektroskopie, XPS und LEED geprüft werden.

3) Für viele hier interessierende Proben wird erwartet, dass Untersuchungen im Magnetfeld wertvolle wissenschaftliche Hinweise liefern. Daher wurde ein 12 T Magnet im Kryostat integriert. Die Forderung nach Messungen im Magnetfeld verschärfte allerdings die Anforderungen an das RTM enorm und machte erhebliche Verbesserungen am RTM-Kopf notwendig.

4) Zur Untersuchung von elektronischen Korrelationseffekten soll vornehmlich die Tunnel-spektroskopie, weniger dagegen die Topographie

herangezogen werden. Die zu untersuchenden Effekte erfordern eine hohe Energieauflösung des Gerätes; gegenwärtig wird eine Auflösung von etwa 100 µeV erreicht.

Aufgrund der Komplexität wurden im Gerät zwei UHV-Kammern realisiert: eine für die Tieftemperatur-Rastertunnelmikroskopie und eine zweite zur Probenpräparation sowie für Voruntersuchungen. Darüber hinaus muss erwähnt werden, dass insbesondere die Kombination von tiefen Temperaturen und UHV-Bedingungen zu einer komplexen und zeitaufwendigen Handhabung von Proben und Spitzen im RTM führt. Gegenwärtig wird die Optimierung der Spitzenpräparation vorangetrieben. Zur Tunnelspektroskopie sind Wolframspitzen geeignet, die *ex situ* geätzt werden können, jedoch *in situ* weiter bearbeitet werden müssen. Dafür wurde der Load-lock mit Vorrich-



Abb. 1: Ansicht des Tieftemperatur-UHV-Tunnelmikroskops.

Fig. 1: Overview of the low temperature UHV-STM.

Scanning Tunneling Microscope for Very Low Temperatures, High Magnetic Fields and Ultra High Vacuum

Steffen Wirth, Andreas Bettac¹, Stefan Ernst, Alex Gladun, Michal Rams², and Frank Steglich

In the past years, a Scanning Tunneling Microscope (STM) for temperatures down to about 0.33 K and operations in ultra high vacuum as well as in an applied magnetic field has been installed, tested and further improved (Fig. 1). Conception, installation and first checks were carried out by Omicron NanoTechnology GmbH, the cryostat including the magnet was made by Oxford Instruments Inc.

With this equipment such materials shall mainly be investigated by scanning tunneling spectroscopy (STS) that exhibit strong correlations of the electrons, i.e. materials which are at the center of investigations in our solid state physics department. This ambiguous goal determined a number of constraints and design details of our STM:

1) Effects resulting from strong electronic correlations (e.g. superconductivity) can often only be observed at very low temperatures. In order to keep the resulting efforts, specifically in combination with the demands listed in the following, within reasonable limits a ³He cryostat was used. With this cryostat a base temperature of about 0.33 K for approximately 30 hours is reached in a single shot mode.

2) STM is a particularly surface sensitive technique. Therefore, possibilities for cleaning the sample surface *in situ*, checking on its quality and maintaining a clean surface for as long as possible should be included. For the latter, the STM is operated in UHV. In order to obtain clean surfaces, a tool for *in situ* cleaving as well as a sputter gun is mounted and samples can be heated to up to 900°C. The quality of sample surfaces can be investigated by Auger spectroscopy, XPS and LEED.

3) It is expected that for many of the samples to be investigated additional scientific insight can be gained by applying a magnetic field. For this end, a 12 T superconducting magnet has been installed. It should be noted, however, that the requirement of performing measurements within a magnetic field added severely to the complexity of the design of the STM and called for improvements of the STM head.

4) In order to investigate electronic correlation effects we will primarily employ STS, whereas the

topography of the samples is of limited interest. The effects of interest here require an excellent energy resolution of the STS. Presently, the energy resolution achieved is about 100 μ eV.

Resulting from the complexity of this measurement system two UHV chambers have been implemented: the first one containing the low temperature STM, the second one for sample preparation and pre-investigation. In addition, the combination

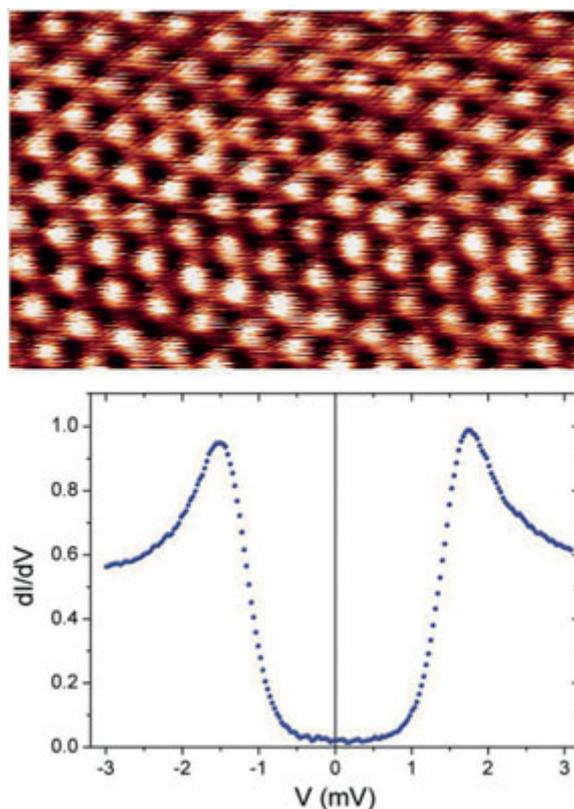


Fig. 2, upper: Atomic resolution of NbSe₂ at a temperature of 0.5 K and with applied magnetic field of 8.1 T (area shown: 4 × 2.5 nm²). Lower: Tunneling spectroscopy at 0.35 K of graphite (HOPG) using a superconducting Nb tip. A superconducting gap energy of 1.5 meV for Nb is obtained

Abb. 2, oben: Atomare Auflösung von NbSe₂ bei einer Temperatur von 0,5 K und einem angelegtem Magnetfeld von 8,1 T (zeigt Fläche: 4 × 2,5 nm²). Unten: Tunnelspektrum aufgenommen an einer Grafitprobe (HOPG) mit supraleitender Nb-Spitze bei 0,35 K. Aus dem Spektrum kann eine Gap-Energie von 1,5 meV für das Nb abgeleitet werden.

tungen zum Direktheizen, Ne-Selbstsputtern, Elektronenstoßheizen und Feldemission an W-Spitzen aufgerüstet. Abbildung 2 zeigt je ein Beispiel für RTM im hohen Magnetfeld und für die Tunnel-spektroskopie.

¹ Omicron NanoTechnology GmbH, Taunusstein, Deutschland

² ständige Adresse: Jagiellonian University, Kraków, Poland

of low temperature and UHV conditions results in a complex and time-consuming sample and tip handling within the STM. Presently, the in situ preparation of the tips is implemented and improved. For STS, tungsten tips will be employed which are etched *ex situ*, but need to be further treated *in situ*. For the latter we have modified the load lock of the system to enable direct heating, Ne self sputtering, electron beam heating and field

emission of the tungsten tips. In Figure 2 an example of STM conducted at high magnetic fields and one of STS is presented.

¹ Omicron NanoTechnology GmbH, Taunusstein, Deutschland

² Permanent address: Jagiellonian University, Kraków, Poland