

МОСКОВСКИЙ ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

Гузовский Евгений Юрьевич

**Низкотемпературная спектроскопия электронных
состояний сверхпроводников и топологических
изоляторов**

Специальность 03.04.01 —
«Прикладная математика и физика»

Выпускная квалификационная работа на степень магистра

Научный руководитель:
член-корр. РАН, д.ф.-м.н.
Пудалов Владимир Моисеевич

Москва — 2021

Аннотация

Настоящая дипломная работа посвящена исследованию сверхпроводников и новых топологических материалов с помощью спектроскопических и туннельных методов и содержит результаты, полученных автором в ходе двух лет работы в центре Высокотемпературной сверхпроводимости и квантовых материалов им. В.Л. Гинзбурга, ФИАН в качестве студента магистратуры МФТИ. Основная часть работы отведена исследованию сверхпроводника $\text{SrFe}_2\text{As}_2:\text{Ni}$, для которого (1) с помощью сканирующего туннельного микроскопа исследована структура поверхности высоковакуумного скола, (2) методом спектроскопии Андреевских отражений в контактах на основе микротрещины определена величина и измерена температурная зависимость сверхпроводящей щели. На исследованных поверхностях $\text{SrFe}_2\text{As}_2:\text{Ni}$ идентифицированы различные виды реконструкций. Для топологического изолятора $\text{Bi}_{1.08}\text{Sb}_{0.9}\text{Sn}_{0.02}\text{Te}_2\text{S}$ (BSSTS) измерена топография поверхности и локальная плотность состояний, согласующаяся с данными фотоэмиссионной спектроскопии с угловым разрешением. Для изготовления зондов с нм-радиусом острия, требуемых при измерениях методом сканирующей туннельной спектроскопии, разработана методика и изготовлена лабораторная установка для электрохимического травления вольфрамовых игл.

Благодарность

Написанием этой работы я обязан многим людям. Прежде всего своему научному руководителю, Пудалову Владимиру Моисеевичу, за предоставленную им возможность решать интересные и сложные задачи, работая с уникальным научным оборудованием, и за многолетний труд, вложенный им в создание Квантового Центра, в котором решение таких задач стало возможным. Я искренне ценю проведенные с ним интересные дискуссии об актуальных вопросах физики, его рассказы из истории науки и заразительный энтузиазм к исследовательской работе. Я благодарен Усольцеву Алексею Сергеевичу за ответы на многочисленные вопросы, которые возникали у меня во время работы с оборудованием и радиоэлектроникой, интересные обсуждения и за предоставленную возможность проводить измерения на собранной им установке. Хочу также поблагодарить всех сотрудников Центра им. Гинзбурга за созданную ими дружественную рабочую атмосферу и помощь, в особенности: Леонида Моргуна и Олега Соболевского за помощь в проведении транспортных измерений и вкусный кофе, Георгия Рыбальченко за характеризацию десятков игл в электронном микроскопе, Кирилла Первакова, Владимира Власенко и Евгения Мальцева за синтез образцов, Кузьмичеву Татьяну Евгеньевну за ее курс лекций по физике высокотемпературной сверхпроводимости, а также Емельянова Сергея Викторовича за изготовление множества необходимых в экспериментах деталей. Я глубоко признателен своим родителям и друзьям за их поддержку на протяжении всех шести лет обучения.

Оглавление

	Стр.
Введение	5
Глава 1. Сканирующая туннельная микроскопия (СТМ)	8
1.1 Основные принципы работы	8
1.1.1 Расчет туннельного тока	8
1.1.2 Топография	12
1.1.3 Сканирующая туннельная спектроскопия	13
1.2 Изготовление СТМ зондов	15
1.2.1 Электрохимическое травление вольфрамовых зондов	15
1.2.2 Характеризация вольфрамовых зондов	18
1.3 Низкотемпературный СТМ Unisoku USM-1300	20
1.4 Тестовые измерения	20
1.4.1 Золото(111) на слюде	21
1.4.2 Топография и спектроскопия NbSe ₂	23
1.5 SrFe ₂ As ₂ :Ni	26
1.5.1 Реконструкция поверхности в системах 122	26
1.5.2 Низкотемпературная топография поверхности SrFe ₂ As ₂ :Ni	27
1.6 Топологический изолятор Bi _{1.08} Sb _{0.9} Sn _{0.02} Te ₂ S (BSSTS)	30
Глава 2. Спектроскопия сверхпроводников методом Андреевского отражения на микротрещине	32
2.1 Введение	32
2.2 Транспорт в S-c-S и S-N-S контактах	33
2.2.1 Квазичастицы в нормальном металле и сверхпроводнике	33
2.2.2 Андреевское отражение. Граница металл–сверхпроводник	35
2.2.3 Вольт-амперные характеристики S-c-S/S-N-S контактов	36
2.3 Перестраиваемые контакты на основе микротрещины	38
Заключение	42
Список литературы	44

Введение

С момента обнаружения Каммерлинг-Оннесом в 1911 году сверхпроводимости ртути и до момента создания в 1957 году Бардиным, Купером и Шриффером первой микроскопической теории сверхпроводимости прошло больше сорока лет, за которые были открыты различные проявления сверхпроводимости и осознаны многие составные части этого явления. Открытие сверхпроводимости в купратах в конце восьмидесятых годов, и железосодержащих сверхпроводников в 2006 привело к расширению и углублению понимания природы сверхпроводимости. Помимо электрон-фононного взаимодействия предложены другие механизмы формирования куперовских пар, обнаружены различные виды анизотропии параметра порядка, доказана возможность сосуществования сверхпроводимости и магнитного упорядочения.

Параллельно с развитием понимания сверхпроводимости происходило развитие в физике твердого тела топологических подходов и методов, инициированное открытием квантового эффекта Холла. Наблюдаемые в проводимости двумерной электронной системы в полях порядка 15 Т и гелиевой температуре плато в точности соответствуют целочисленным долям кванта проводимости $\frac{e^2}{h}$ [1], что может быть объяснено топологической природой этого квантования. В 2005 году Kane и Mele [2] на примере графена продемонстрировали, что не только сильное внешнее магнитное поле, но и спин-орбитальное взаимодействие в самих материалах может приводить к квантовому эффекту Холла и к другим топологически нетривиальным состояниям. Одним из наиболее ярких следствий топологического подхода к описанию энергетической структуры является наличие на границах двух топологически различных областей краевых состояний, устойчивых к определенным видам возмущений и обладающих необычными дисперсионными свойствами. Наличие таких состояний было предсказано для класса систем, названных топологическими изоляторами, и продемонстрировано в двумерных квантовых ямах на основе HgTe/CdTe, а позднее и на поверхности трехмерных кристаллов, например $\text{Bi}_x\text{Sb}_{1-x}$, $0.07 < x < 0.22$ и Bi_2Se_3 . [3]

В топологических изоляторах (ТИ) в объеме кристалла присутствует энергетическая щель в спектре. В результате особой топологической структуры энергетических состояний, на поверхности ТИ объемная щель закрывается, образуя

двумерный дираковский конус. Поверхностные состояния с энергиями вблизи точки Дирака примечательны тем, что обладают спиральностью (или киральностью), то есть их спин жестко связан с направлением квазиимпульса, и как следствие, для них запрещено рассеяние назад.

Ввиду малости полупроводниковой щели у известных на данный момент ТИ (~ 300 мэВ для Bi_2Te_3) и большой чувствительности химпотенциала к локальным возмущениям, исследование свойств поверхностных состояний с помощью транспортных измерений затруднительно, поскольку даже при самых низких температурах вклад объемных носителей заряда в транспорт остается значительным. В такой ситуации на помощь приходят методы исследований, которые обладают разрешением как по энергиям так и в импульсном пространстве, такие как фотоэлектронная спектроскопия с угловым разрешением (ARPES) и сканирующая туннельная микроскопия/спектроскопия (СТМ). ARPES позволят исследовать зависимость количества занятых электронных состояний от их импульса и энергии, то есть фактически измерять дисперсию электронов в кристалле. Для этого поверхность кристалла облучается светом определенной энергии и вылетающие в результате фотоэффекта электроны регистрируются спектрометром с угловым разрешением, после чего восстанавливается энергия и квазиимпульс того состояния в кристалле, откуда этот электрон произошел. Значительными ограничениями методики ARPES являются трудность исследования состояний выше уровня Ферми, достаточно грубое энергетическое разрешение (~ 10 мэВ), нагрев электронной системы поглощаемыми фотонами и нелокальность измерений в реальном пространстве, определяемая размером светового пятна.

Сканирующий туннельный микроскоп, за создание которого Gerd Binnig и Heinrich Rohrer получили в 1986 году Нобелевскую премию, позволяет не только исследовать атомную структуру поверхности кристаллов, но и измерять локальную плотность состояний с высоким пространственным и энергетическим разрешением. Исследуя с его помощью пространственное распределение стоячих волн квазичастиц, рассеянных дефектами на поверхности, можно судить о форме сечений зонной структуры плоскостями постоянной энергии. СТМ измерения, в отличие от ARPES, можно проводить в сильных магнитных полях, изучая структуру и пространственное распределение вихрей в сверхпроводниках второго типа или дисперсию уровней Ландау. СТМ позволяет манипулировать

атомами, создавая на поверхности кристаллов структуры заданной конфигурации и изучать их свойства.

Топологический подход можно применить и к классификации сверхпроводников, среди которых можно выделить топологически нетривиальные сверхпроводники. Аналогично ТИ на краях топологического сверхпроводника должны присутствовать состояния с нулевой энергией. В силу электронно-дырочной симметрии в сверхпроводнике для таких состояний оператор рождения равен своему эрмитовому сопряженному, то есть оператору уничтожения, что делает эти состояния твердотельным эквивалентом фермионов Майораны.

Целями данной работы являлись

1. Освоение работы с микроскопом USM-1300
2. Разработка и реализация устройства для изготовления вольфрамовых зондов с малым радиусом острия, пригодных для СТМ измерений
3. Проведение исследований кристаллов сверхпроводника $\text{SrFe}_2\text{As}_2:\text{Ni}$ и топологических изоляторов $\text{Bi}_{1.08}\text{Sb}_{0.9}\text{Sn}_{0.02}\text{Te}_2\text{S}$ и EuSn_2As_2
4. Исследование величины и температурной зависимости параметра порядка в кристаллах $\text{SrFe}_2\text{As}_2:\text{Ni}$ методом спектроскопии андреевских отражений.

Глава 1. Сканирующая туннельная микроскопия (СТМ)

1.1 Основные принципы работы

В основе работы сканирующего туннельного микроскопа лежит туннельный эффект. Острая проводящая игла, закрепленная на пьезоэлектрическом сканере, подводится близко к поверхности образца, так что между иглой и образцом устанавливается туннельный контакт, при котором через промежуток вакуума между иглой и образцом возможно туннелирование электронов (рис. 1.1). Между иглой и образцом прикладывается разность потенциалов, называемая напряжением смещения, и через контакт начинает течь туннельный ток. Этот ток экспоненциально сильно зависит от ширины туннельного барьера — расстояния между иглой и образцом — что позволяет, сканируя иглой вдоль поверхности образца, регистрировать модуляцию высоты, связанную с отдельными атомами.

1.1.1 Расчет туннельного тока

Туннельный ток можно вычислить, пользуясь золотым правилом Ферми. Так, спектральная плотность тока электронов, туннелирующих из образца в иглу с энергией ε относительно уровня Ферми запишется как

$$I_{\text{игла} \rightarrow \text{образец}}(\varepsilon) = -2e \cdot \frac{2\pi}{\hbar} |M|^2 \underbrace{g_t(\varepsilon + eV) f(\varepsilon + eV)}_{\substack{\text{занятые состояния} \\ \text{в игле}}} \underbrace{g_s(\varepsilon) [1 - f(\varepsilon)]}_{\substack{\text{свободные состояния} \\ \text{в образце}}}, \quad (1.1)$$

где множитель 2 связан с вырождением по спину, $-e$ — заряд электрона, M — матричный элемент туннельного барьера, g_t и g_s — плотности состояний иглы и

образца соответственно, $f(\varepsilon)$ – фермиевская функция заполнения

$$f(\varepsilon) = \frac{1}{e^{\frac{\varepsilon}{k_B T}} + 1}$$

Аналогично записывается выражение для спектральной плотности тока электронов, туннелирующих из образца в иглу

$$I_{\text{образец} \rightarrow \text{игла}}(\varepsilon) = -2e \cdot \frac{2\pi}{\hbar} |M|^2 \underbrace{g_t(\varepsilon + eV)[1 - f(\varepsilon + eV)]}_{\text{свободные состояния в игле}} \underbrace{g_s(\varepsilon)f(\varepsilon)}_{\text{занятые состояния в образце}} . \quad (1.2)$$

Полный туннельный ток из иглы в образец вычисляется сложением этих вкладов с учетом направления тока и последующим интегрированием по энергии

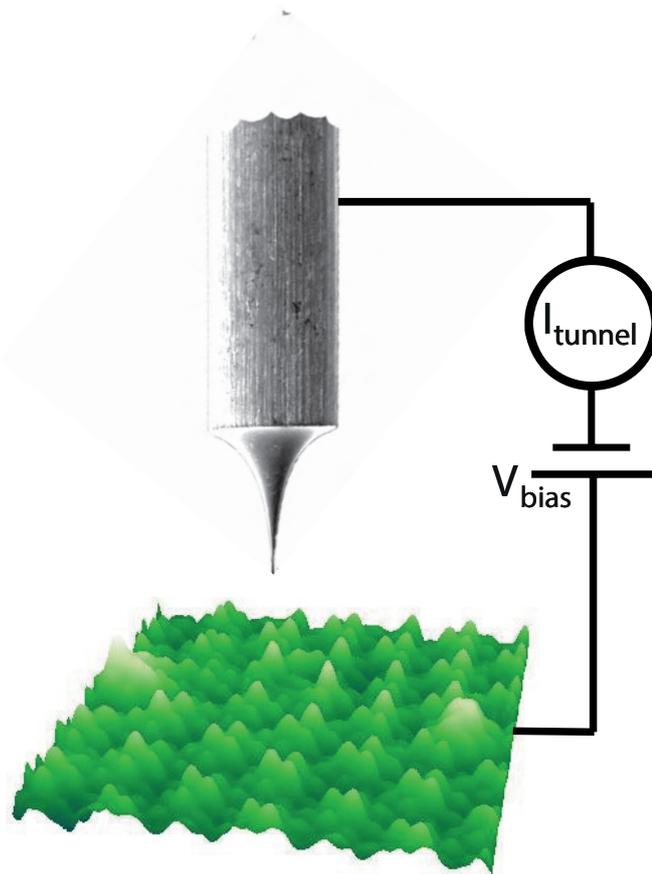


Рисунок 1.1 – Схематическое изображение образца и СТМ зонда. К образцу прикладывается напряжение смещения, при этом измеряется туннельный ток.

$$I = -\frac{4\pi e}{\hbar} \int_{-\infty}^{+\infty} |M|^2 g_s(\varepsilon) g_t(\varepsilon + eV) [f(\varepsilon + eV)(1 - f(\varepsilon)) - f(\varepsilon)(1 - f(\varepsilon + eV))] d\varepsilon. \quad (1.3)$$

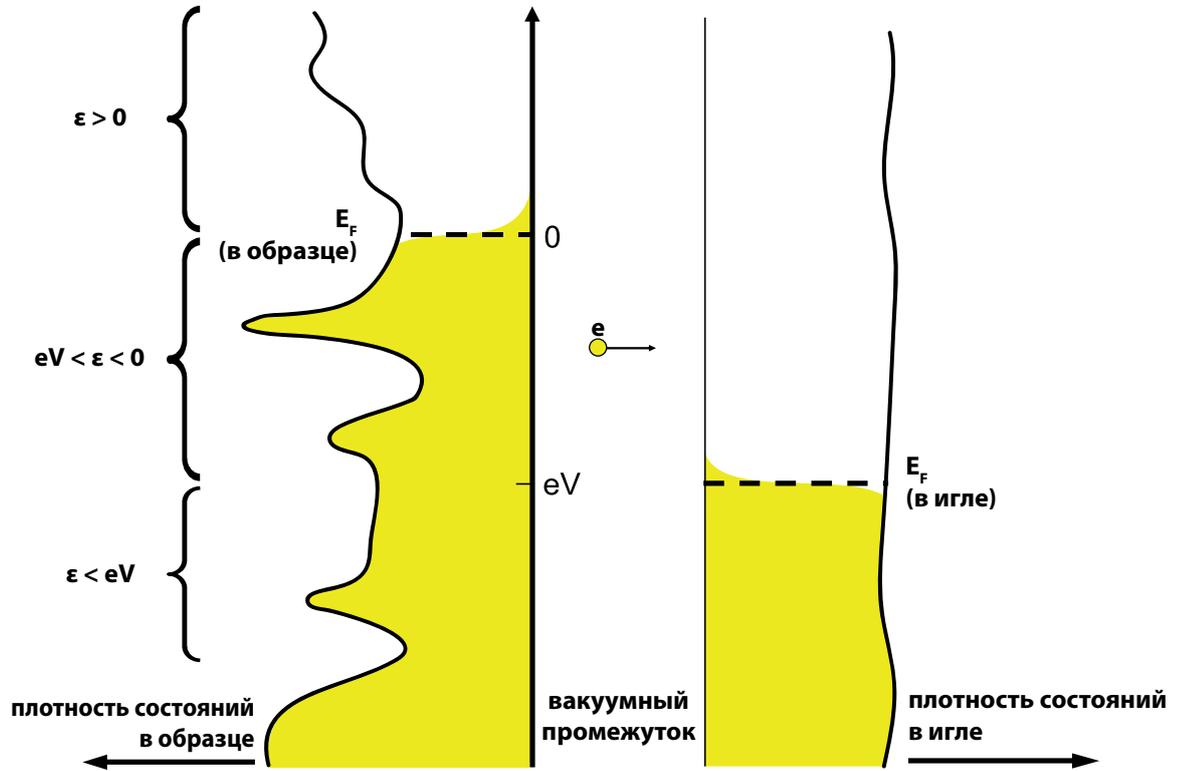


Рисунок 1.2 — Энергетическая схема туннельного контакта между иглой и образцом. Желтым цветом показаны заполненные уровни. К образцу приложено отрицательное напряжение, что эффективно сдвигает его энергетические уровни вверх относительно уровня Ферми в заземленной игле.

При этом основной вклад в туннельный ток вносят состояния с энергиями

$$eV < \varepsilon < 0, \text{ то есть состояния под уровнем Ферми}$$

Это выражение можно значительно упростить в приближении низких температур. Большинство измерений с помощью СТМ проводятся при криогенных температурах, обычно ниже 4,2 К, что соответствует $k_B T \approx 0.35$ мэВ, а при 300 мК (базовой температуре Unisoku-1300) $k_B T \approx 26$ мкэВ. Особенности в плотности состояний образца имеют значительно больший энергетический масштаб, что позволяет пренебречь температурным размытием фермиевской функции распределения и заменить её на ступеньку $f(\varepsilon < 0) = 1$, $f(\varepsilon > 0) = 0$. В этом приближении интегрирование сведется к области $-eV < \varepsilon < 0$.

$$I \approx -\frac{4\pi e}{\hbar} \int_{-eV}^0 |M|^2 g_s(\varepsilon) g_t(\varepsilon + eV) d\varepsilon \quad (1.4)$$

В том случае, если материал иглы не имеет особенностей в плотности состояний в диапазоне исследуемых смещений вокруг уровня Ферми (что справедливо, например, для игл из W, Pt, Pt/Ir), то множитель $g_t(0)$ можно вынести из-под знака интегрирования. Нужно заметить, что в ряде случаев намеренно используются иглы из материалов с неплоской плотностью состояний, например сверхпроводники, и тогда этот интеграл есть существенно свертка плотностей состояний иглы и образца.

В работе 1961 года [4], рассмотрев в квазиклассическом приближении туннелирование между двумя металлами, Бардин показал, что матричный элемент туннелирования не зависит от напряжения смещения. На величину матричного элемента не влияет и переход одного или обоих берегов в сверхпроводящее состояние. Величина энергии спаривания быстро затухает в туннельном промежутке, и потому матричный элемент определяется волновыми функциями нормального состояния. Вычислить матричный элемент можно в квазиклассическом приближении

$$|M|^2 = \exp\left(-2\frac{\Delta z}{\hbar}\sqrt{2m\phi}\right), \quad (1.5)$$

где m – масса электрона, Δz – ширина туннельного промежутка, ϕ – высота туннельного барьера, являющаяся функцией работ выхода материалов иглы и образца.

Окончательное выражение для туннельного тока, с учетом всех приближений и допущений

$$I \approx -\frac{4\pi e}{\hbar} g_t(0) \exp\left(-2\frac{\Delta z}{\hbar}\sqrt{2m\phi}\right) \int_{-eV}^0 g_s(\varepsilon) d\varepsilon. \quad (1.6)$$

Пьезосканер, на котором закреплена игла, позволяет контролировать как ее движение в плоскости поверхности образца, так и ее приближение и удаление от поверхности. В результате при проведении СТМ эксперимента мы располагаем следующим набором параметров: положение острия иглы в плоскости XU ,

напряжение смещения V_{bias} , смещение по вертикали Z , туннельный ток I . В зависимости от того, какой из последних трех параметров изменяется во время эксперимента, выделяют несколько режимов работы СТМ.

1.1.2 Топография

Наиболее простым и распространенным режимом работы СТМ является режим топографии. Как видно из формулы (1.6), туннельный ток резко (экспоненциально) зависит от величины туннельного промежутка Δz , чем объясняется высокое пространственное разрешение СТМ. Во-первых, при правильной форме острия иглы туннельный ток собирается с очень маленького пятна на поверхности образца, сравнимого с или меньшего чем расстояние между атомами. Во-вторых, туннельный ток крайне чувствителен к изменению ширины туннельного барьера. При работе в режиме топографии вертикальное смещение пьезосканера контролируется цепью обратной связи, которая поддерживает туннельный ток постоянным, при этом поверхность образца сканируется вдоль плоскости XU . Необходимое для поддержания постоянной величины туннельного тока напряжение на z -электродах пьезосканера $V_z(x,y) \propto z(x,y)$ регистрируется и, построенное в координатах XU , представляет собой карту относительных высот поверхности. Благодаря вышеуказанным особенностям туннельного тока и прецизионной точности позиционирования пьезосканера на такой карте можно разрешать отдельные атомы и структурные особенности поверхности, вплоть до различения отдельных орбиталей [5].

Получаемые функции $V_x(x,y)$ не являются картами высот в строгом смысле, потому что на субнанометровом масштабе нельзя говорить о четко определенной границе кристалла. Правильнее было бы сказать, что в режиме топографии регистрируется поверхность постоянной плотности состояний. Тот факт, что получаемые изображения не являются картами высот, подчеркивается тем, что получаемая в СТМ эксперименте карта может зависеть от напряжения смещения V_{bias} , при котором она регистрируется: может изменяться контрастность изображения [7], изменяться периодичность или симметрия поверхности

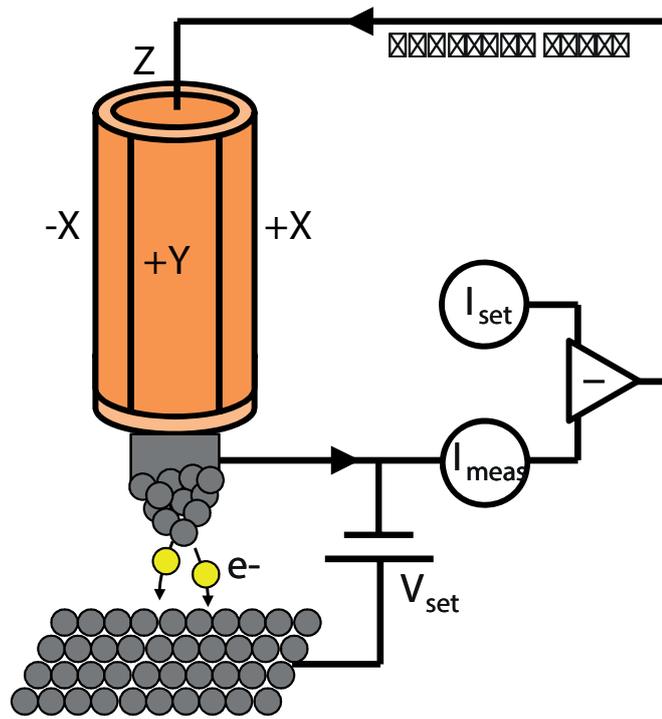


Рисунок 1.3 — Схема работы СТМ в режиме топографии. Игла закреплена на пьезосканере. Удлинение сканера контролируется через цепь обратной связи, которая поддерживает туннельный ток постоянным. [6]

[8; 9], проявляться сверхструктура, а также могут обнаружиться атомы примеси, невидимые при других V_{bias} .

1.1.3 Сканирующая туннельная спектроскопия

Возможности, предоставляемые для исследований сканирующим микроскопом, совсем не исчерпываются изучением особенностей кристаллической структуры поверхности и поверхностной динамики атомов и молекулами. СТМ также позволяет исследовать поверхностные электронные состояния. Зависимость туннельного тока от напряжения смещения (1.6) содержит в себе и информацию о плотности состояний электронов: ее производная прямо пропорциональна плотности состояний с энергией eV относительно уровня Ферми

$$\frac{dI}{dV} \propto g_s(eV). \quad (1.7)$$

Вычислить дифференциальную проводимость по зависимости $I(V)$ можно численно, но численное дифференцирование сопряжено с большими ошибками и на практике дифференциальная проводимость измеряется аппаратно – с помощью техники синхронного детектирования (Lock-in). Напряжение смещения V_{bias} модулируется синусоидальным сигналом с амплитудой $\Delta V \approx 1$ мВ на известной частоте. На этой же частоте регистрируются колебания сигнала туннельного тока. Отношение амплитуд сигналов и есть дифференциальная проводимость контакта. Значение амплитуды модуляции выбирается так, чтобы получить приемлемое соотношение сигнал/шум, но при этом зарегистрировать зависимость $dI/dV(V)$ без значительных искажений. Величина амплитуды модуляции ΔV задает масштаб размытия особенностей в измеряемой зависимости и при гелиевых температурах именно она, а не тепловое размытие определяет энергетическое разрешение микроскопа.

В режиме сканирующей туннельной спектроскопии измерения проходят следующим образом. На интересующем нас участке поверхности задается сетка из точек, в каждой из которых будет измерен спектр дифференциальной проводимости. Игла перемещается между точками при замкнутой цепи обратной связи, поддерживающей некоторое значение $I_{setpoint}$ при фиксированном V_{bias} . Когда игла перемещается в одну из точек сетки, цепь обратной связи замыкается и игла зависает на некоторой высоте над образцом. Далее измеряется $dI/dV(V_{bias})$, диапазон измерений выбирается так, чтобы захватить интересные нам особенности в плотности состояний, а шаг – так, чтобы он был меньше характерного размера этих особенностей.

Подобные измерения требуют высокой стабильности относительного расположения иглы и образца. Регистрация одной подобной карты может занимать десятки часов, и если за это время произойдет значительный температурный или временной дрейф, то полученные туннельные спектры не будут соответствовать регулярной решетке на поверхности образца. Недавно для ускорения картографических измерений было предложено использовать измерения на точках из случайной выборки[10].

1.2 Изготовление СТМ зондов

В значительной степени успех СТМ измерений зависит от качества зонда, с помощью которого они проводятся. В первую очередь важны геометрические параметры зонда. Обычно говорят о радиусе кривизны острия зонда и об угле раствора при вершине. Считается, что атомное разрешение обеспечивают иглы с радиусом острия порядка 10 нм и меньше. Если получить атомное разрешение достаточно просто, то добиться стабильности атомной конфигурации острия и сделать его свободным от загрязнений задача более сложная. Для стабилизации и очистки иглы применяются различные методы нагрева, химической обработки, бомбардирование ионами благородных газов. Наиболее популярными материалами для СТМ зондов являются вольфрам и сплав Pt/Ir. Оба материала химически инертны, не окисляются кислородом воздуха, не являются сверхпроводниками и не обладают собственным магнитным моментом. Самый простой способ получить зонд из Pt/Ir – отрезать проволоку ножницами. При этом ножницами следует прикладывать усилие вдоль проволоки, и скорее отрывать кусочек проволоки, чем отрезать его. Такая методика не гарантирует высокую воспроизводимость, а зонды, полученные таким образом, не обладают достаточной стабильностью в измерениях. Гораздо более контролируемым и воспроизводимым является процесс электрохимического травления.

1.2.1 Электрохимическое травление вольфрамовых зондов

подавляющее большинство методик подразумевает травление вольфрамового анода в растворе щелочи (NaOH, KOH). В качестве контрэлектрода обычно используется вольфрамовая, платиновая или золотая проволока, или графитовый стержень; никакого систематического влияния материала или формы второго электрода ни в литературе, ни в наших экспериментах не установлено. Процесс травления имеет много режимов в зависимости от параметров: постоянное или переменное напряжение прикладываемое к вольфрамовому электроду, величина напряжения травления, концентрация раствора [11].

В наиболее простой конфигурации вольфрамовая проволока и контрэлектрод погружаются в резервуар с электролитом (рис.1.4а). Глубина погружения вольфрамовой проволоки варьируется в пределах 1–5 мм и, по нашему опыту, не оказывает существенного влияния на результат. Травление переменным током приводит к равномерному снятию материала погруженной части проволоки. При травлении постоянным током существует диапазон концентраций и напряжений в котором стравливание вольфрама происходит неравномерно: непосредственно под границей электролита с воздухом образуется узкая перетяжка. В конце концов она становится настолько тонкой, что нижняя часть погруженной проволоки отваливается, образуя два острия: на отвалившейся части и на основной, являющимся анодом. Дальнейшее травление неминуемо приводит к затуплению этого конца, поэтому для прекращения травления необходимо как можно быстрее уровнять потенциалы катода и анода, что обычно осуществляется с помощью быстродействующей электронной схемы. Все такие схемы регистрируют резкое падение тока травления, которое происходит при отпадании нижнего конца проволоки. Простейшее устройство такой схемы [12] использует операционный усилитель в качестве компаратора, который открытием полевого транзистора останавливает травление, когда ток травления становится меньше определенной величины, зависящей от концентрации раствора, напряжения травления и толщины проволоки и подбираемой эмпирически. Другие схемы используют дифференцирующие цепочки для детектирования скачка тока [13]. Минимальное достижимое время отключения в таких схемах составляет десятки нс [12; 13] и ограничивается скоростью работы элементов.

Описанная выше простейшая конфигурация для травления не обеспечивает контроля над макроскопической формой иглы. Таким методом получают иглы с формой острия, напоминающей гиперболоид вращения.

Один из методов [11], предложенных для контроля над формой острия, предполагает двухступенчатую процедуру травления, в которой первая ступень представляет из себя обычное травление постоянным напряжением, которое создает перетяжку, а вторая – травление короткими импульсами, которое приводит к равномерному стравливанию материала. При этом отрыв нижней части контролируется визуально и подача импульсов прекращается вручную. Другой метод, называемый динамическим травлением [14; 15], позволяет получать вытянутые конусообразные острия с малым углом раствора. Этот метод подра-

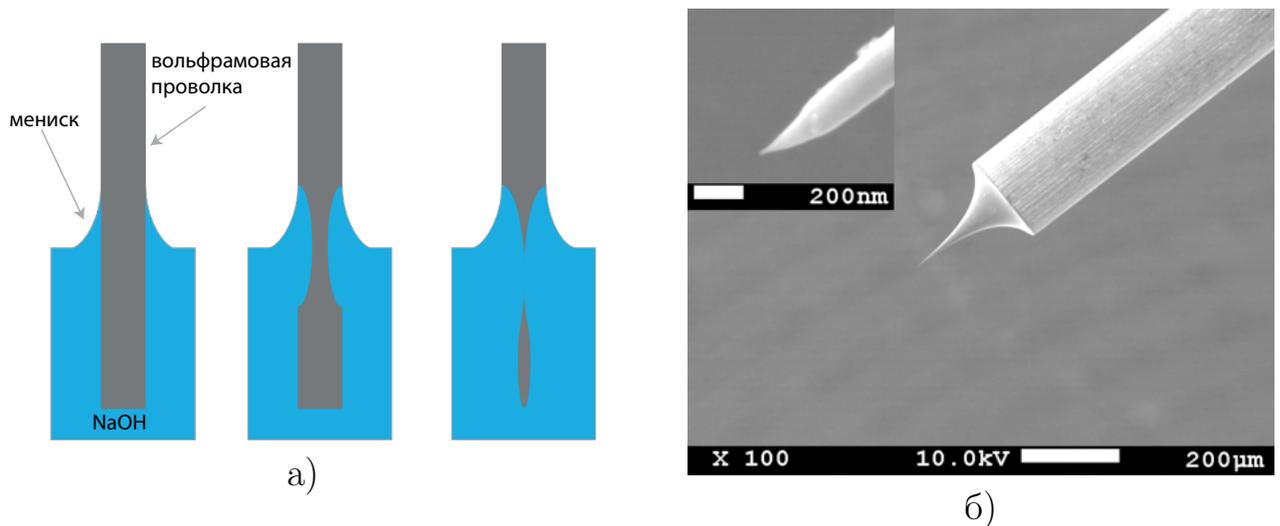


Рисунок 1.4 — а) Схематическое изображение процесса травления вольфрамовой проволоки в разные моменты времени. б) Изображение изготовленной нами вольфрамовой иглы в сканирующем электронном микроскопе. На вставке изображено острие иглы с увеличением $\times 50\,000$

зумекает постепенное изменение уровня электролита и соответственно перемещение точки наиболее активного травления вниз вдоль проволоки.

Существуют методики, позволяющие отказаться от использования быстродействующей электроники. Наиболее очевидный путь — улавливать часть проволоки, падающую вниз, так как она перестает подвергаться травлению сразу после своего отделения [16]. Более оригинальная идея предполагает использования двух пленок раствора электролита, через одну из которых, расположенную ниже, к вольфрамовой проволоке подводится положительное напряжение, а во второй происходит процесс травления [17]. При падении нижней части, острие, образовавшееся на закрепленном сверху куске проволоки, становится электрически разомкнуто с контрэлектродом в верхней пленке электролита и травление прекращается. Тем не менее, недостатком такого метода является его плохая воспроизводимость [18].

Нами разработано и изготовлено быстродействующее устройство для травления вольфрамовой проволоки, электронная схема которого представлена на рисунке 1.5. Процесс травления активируется нажатием тактовой кнопки, при этом триггер переходит в состояние $Q=0$, и загорается зеленый светодиод, сигнализируя, что к ячейке травления приложено напряжение. Регулируемое положительное напряжение травления подается на вольфрамовую проволоку, опущенную в раствор NaOH, через измерительный резистор номиналом 300 Ом,

сигнал с которого используется для регистрации окончания процесса травления. При падении отрезка проволоки, ниже образовавшейся в процессе травления перетяжки, напряжение на измерительном резисторе резко возрастает. Этот сигнал проходит через дифференцирующее звено, затем усиливается, достаточно чтобы переключить состояние триггера. Когда триггер переходит в состояние $Q=1$, управляемый им полевой транзистор заземляет вольфрамовую иглу, тем самым прекращая процесс травления. Быстродействие нашей схемы (с момента образования острия до отключения травления проходит ~ 40 нс) позволяет получать иглы с диаметром острия < 10 нм (рис. 1.4б).

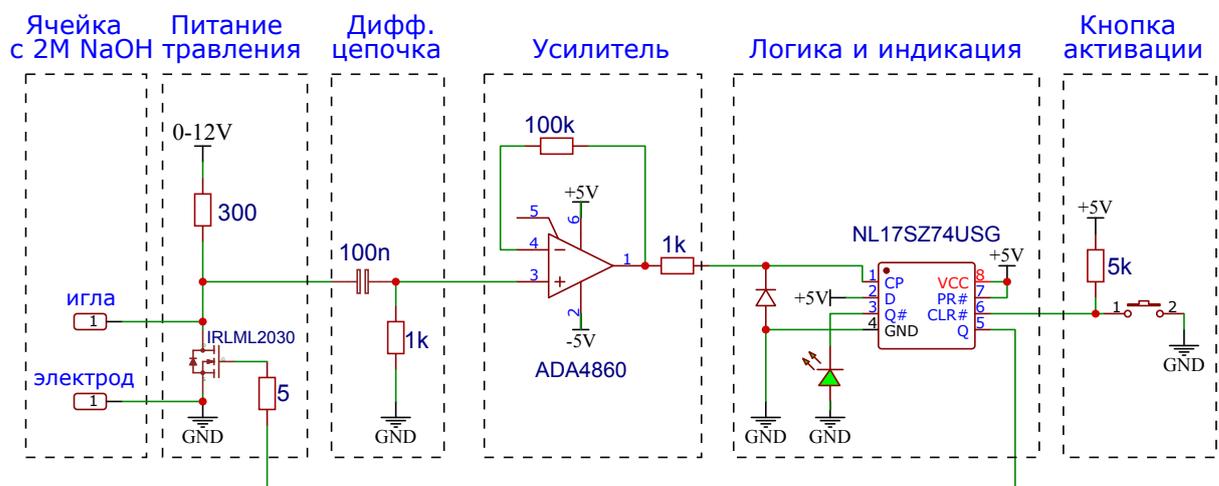


Рисунок 1.5 — Электронная схема для управления травлением.

1.2.2 Характеризация вольфрамовых зондов

Наиболее быстрым и удобным методом первичной характеристики игл является сканирующий электронный микроскоп (СЭМ). Он позволяет видеть острие иглы с увеличением более 50000 раз, оценить его форму и кривизну на масштабе 10-100 нм, увидеть наличие крупных кристаллов высохшего раствора. Но с помощью СЭМ невозможно судить о наличии тонкой оксидной пленки, которая препятствует спектроскопическим измерениям. О наличии или отсутствии такой пленки можно судить по изображениям полученным в просвечивающем электронном микроскопе [19; 20].

Также характеризовать остроту иглы можно в процессе электронной автоэмиссии в вакууме. Напряженность электрического поля у поверхности проводника тем сильнее, чем больше кривизна этого участка поверхности. Действительно, поле на поверхности заряженной сферы радиуса R выражается как

$$E = \frac{Q}{R^2} = \frac{\phi}{R}, \quad (1.8)$$

а $1/R$ есть не что иное как кривизна сферы, ϕ – её потенциал. Приложив к игле высокое отрицательное напряжение V , можно создать у ее острия напряженность поля достаточную, чтобы началась эмиссия электронов. Ток между иглой и ответным электродом называется током автоэмиссии и подчиняется уравнению Фаулера – Нордгейма [21]

$$I_{self-emission} \propto \left(\frac{V}{R}\right)^2 \exp\left(-\frac{const \cdot R}{V}\right). \quad (1.9)$$

и хотя задача вычисления констант в этом уравнении экспоненциально сложна, зависимость $I(V)$ позволяет довольно надежно качественно оценивать остроту иглы. Обычно для игл с радиусом острия меньше 100 нм ток автоэмиссии достигает значения 1 нА при напряжениях $\lesssim 1$ кВ.

Наиболее чувствительным методом характеристики острия зонда является его наблюдение в ионном микроскопе (field-ion microscopy) [22; 23]. Эта методика позволяет получать проекцию атомного строения острия иглы и контролируемо его модифицировать. Чтобы получить изображение острия с помощью ионного микроскопа, иглу помещают напротив микроканальной пластины – матрицы, способной регистрировать пространственное распределение потока ионов. Пространство вакуумной камеры заполняют благородным газом, обычно это гелий, аргон или неон, при давлении $\sim 10^{-5}$ мбар, к игле прикладывается высокое напряжение ~ 10 кВ. Поляризованные атомы газа притягиваются к острию иглы, где на поверхности они могут ионизоваться. Положительно заряженный ион разгоняется вдоль линий электрического поля и регистрируется микроканальной пластиной. Интенсивность потока ионов зависит от напряженности поля у поверхности иглы и максимальна там, где кривизна поверхности максимальна – на атомных ступеньках. На проекционных изображениях можно идентифицировать участки, соответствующие различным кристаллическим плоскостям, и сосчитав количество атомных ступеней вдоль прямой, соединя-

ющей две конкретные плоскости, можно восстановить атомную конфигурацию острия иглы и определить его радиус [23].

1.3 Низкотемпературный СТМ Unisoku USM-1300

Эксперименты по сканирующей туннельной микроскопии в рамках этой работы проводились на установке USM-1300 изготовленной японской фирмой Unisoku и снабженной системой охлаждения на основе откачки паров ^3He и сверхпроводящим магнитом на 15 Т. количество ^3He , конденсируемое за один цикл, позволяет поддерживать температуру $\sim 300\text{K}$ непрерывно в течение 36 часов. Измерительная ячейка СТМ находится внутри сверхвысоковакуумной камеры (Insert Chamber), в которой с помощью ионных и сублимационных насосов поддерживается вакуум на уровне $1.5 \cdot 10^{-10}$ мбар. Перемещение зондов и образцов внутри системы вакуумных камер осуществляется на специальных байонетных держателях с помощью ряда магнитных манипуляторов. Препарационная камера позволяет бомбардировать поверхность образцов пучком ионов, прогревать образцы, пропуская через них постоянный ток (Direct Heating) и с помощью пучка ускоренных электронов (Electronic Beam Heating). Непосредственно рядом с измерительной камерой установлен криогенный скалыватель.

1.4 Тестовые измерения

В рамках этой работы проводились тестовые измерения на пленках золота(111) на слюде и слоистом сверхпроводнике NbSe_2 , а также исследование поверхности топологического изолятора $\text{Bi}_{1.08}\text{Sb}_{0.9}\text{Sn}_{0.02}\text{Te}_2\text{S}$ (BSSTS) и железосодержащего сверхпроводника системы 122 $\text{SrAs}_2\text{Fe}_2:\text{Ni}$ (Sr122).

1.4.1 Золото(111) на слюде

Напыленное на гладкую поверхность слюды золото имеет кристаллическую ориентацию 111[24]. При отжиге такой пленки в пламени газовой горелки, поверхность золота реконструируется, переходя в фазу $22 \times \sqrt{3}$, в которой одна элементарная ячейка имеет стороны длинами 22 ± 1 и $\sqrt{3}$ длин элементарной ячейки нереконструированной поверхности. На больших плоских террасах ориентация ячеек периодически изменяется образуя домены, в каждом из которых ориентация $22 \times \sqrt{3}$ ячейки соответствует какому-то из трех возможных направлений. В результате на поверхности образуются длинные зигзагообразные линии, разделяющие участки, на которых взаимное расположение приповерхностных слоев соответствуют гексагональной плотной упаковке (узкие участки) и кубической гранецентрированной упаковке (широкие области)[25]. В литературе структура этих зигзагообразных линий называется Herringbone structure по аналогии с расположенными под углом друг к другу костями рыбы или резе шевронами.

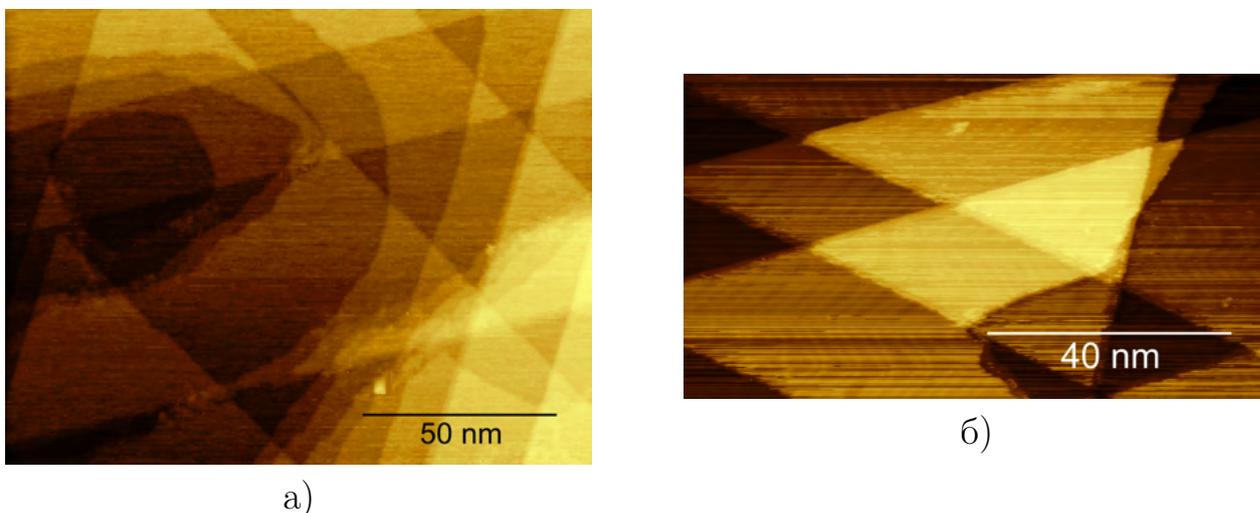


Рисунок 1.6 — а) СТМ изображение золота полученное при комнатной температуре а) и при температуре жидкого азота. На обоих изображениях видно, что на поверхности присутствуют большие атомарно ровные террасы треугольной формы. б) На террасах видны шевроны реконструкции $22 \times \sqrt{3}$

Подготовка поверхности золота для измерений с помощью СТМ осуществляется в два этапа и происходит в препаративной камере с базовым давлением

5×10^{-10} мбар. Сначала поверхность в течение нескольких минут бомбардируется пучком ионов Ar^+ с энергией 1.5–3 кэВ при давлении 10^{-5} мбар, что позволяет удалить с поверхности все, что адсорбировалось из воздуха до загрузки пленки в вакуумную камеру. Ток эмиссии обычно составляет ~ 5 мА. Затем образец прогревается пропусканием тока 2–2.5 А при напряжении 4 В, чтобы восстановилась реконструкция поверхности.

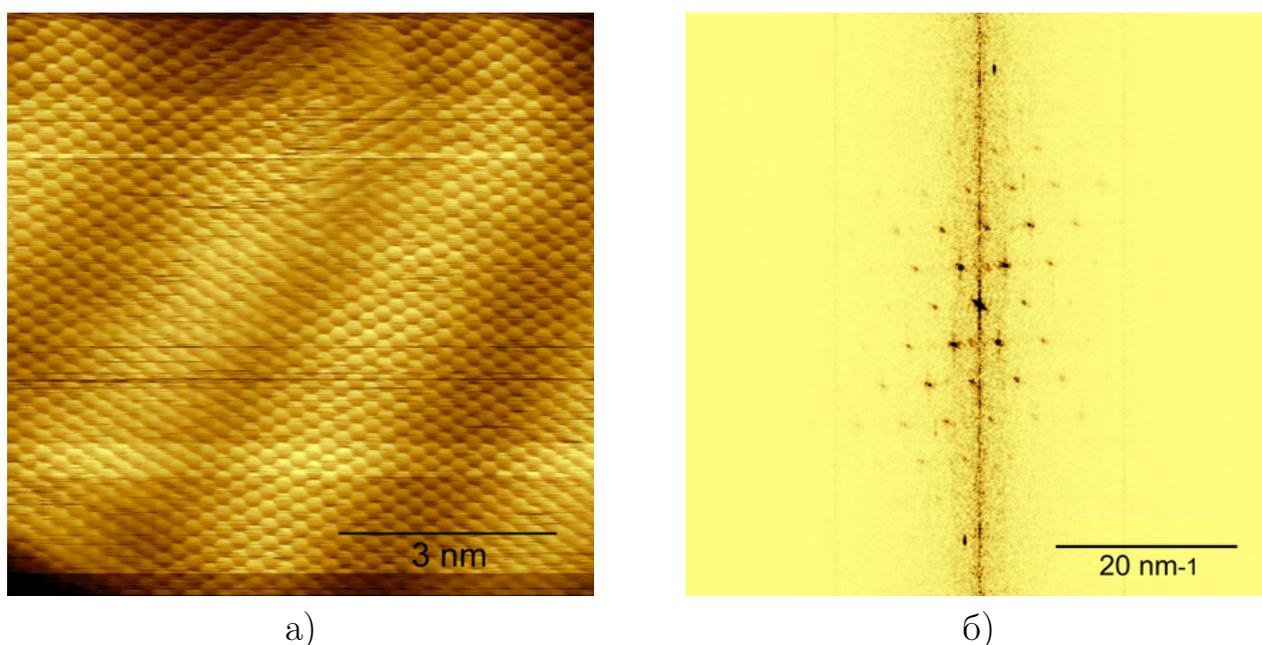


Рисунок 1.7 — а) СТМ изображение золота полученное при температуре 77 К. Видна кристаллическая структура и доменные стенки. б) Двумерное Фурье преобразование изображения а)

Поверхность (111) золота хорошо подходит для тестовых измерений по ряду причин. С одной стороны, она имеет характерную, легко узнаваемую структуру: можно понять, способна ли игла достигать атомного разрешения, видны ли шевроны реконструкции, видны ли крупные террасы (как на рис.1.6). С другой стороны, золото имеет плоскую в районе уровня Ферми плотность состояний; это позволяет путем наблюдения вольт-амперной характеристики удостовериться, что на острие иглы отсутствуют диэлектрические или полупроводниковые загрязнения.

Кроме того, золото, в отличие от слоистых материалов, – хорошее средство для формирования острия иглы. Если игла сразу не обеспечивает стабильное атомное разрешение и спектроскопию, то этого стараются достичь с помощью подачи импульсов напряжения или механического “втыкания” иглы в поверхность золота.

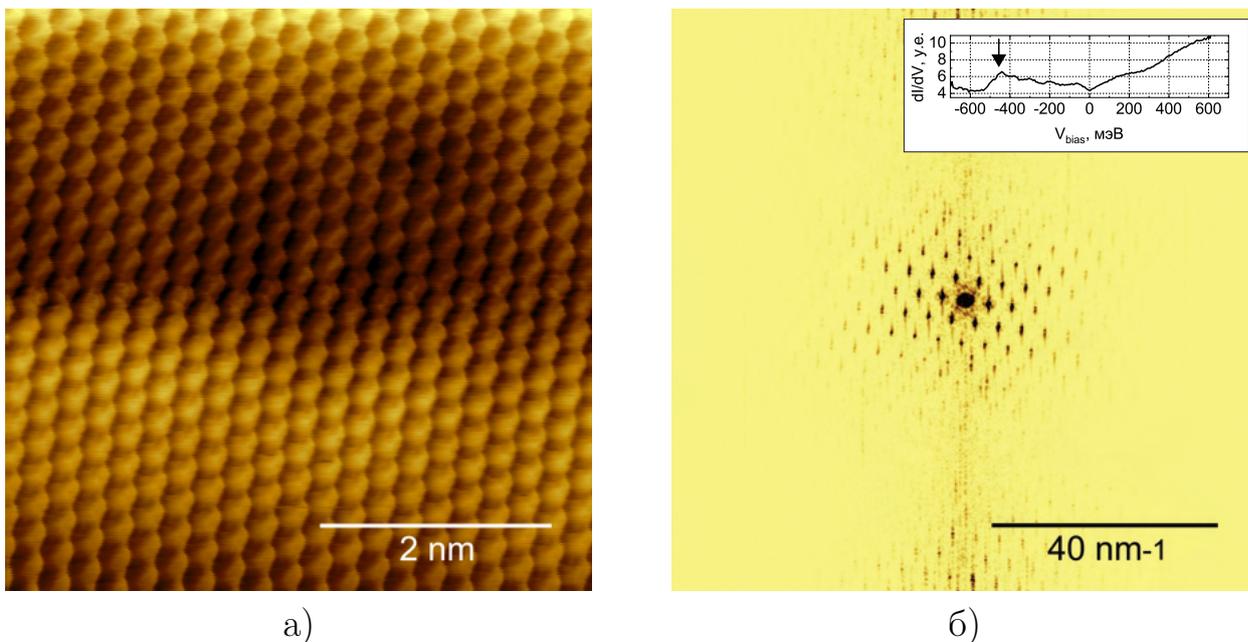


Рисунок 1.8 — а) СТМ изображение участка поверхности золота 5×5 нм полученное при температуре 4 К. Расстояние между ближайшими соседними атомами 2.76 \AA соответствует реконструкции с элементарной ячейкой $23 \times \sqrt{3}$ [26]. б) Двумерное Фурье преобразование изображения а). На вставке: туннельный спектр золота с характерной ступенькой при -450 мВ

При исследовании слоистых материалов, малоприспособных для такого процесса модификации игл, обычный ход эксперимента предполагает подготовку и тестирование иглы на золоте и, лишь когда получено атомное разрешение и плоский спектр с характерной ступенькой при -450 мВ (вставка рис. 1.8) [27; 28], золото заменяется на исследуемый образец.

1.4.2 Топография и спектроскопия NbSe_2

Диселенид ниобия относится к дихалькогенидам переходных металлов — классу квазидвумерных материалов, слои которых скреплены слабыми ван-дер-ваальсовыми связями, благодаря чему они легко отслаиваются. При низких температурах в этих материалах происходит зарядовое упорядочение. В объемных кристаллах диселенида ниобия с тригональной призматической координацией, 2H-NbSe_2 , волна зарядовой плотности с критической температурой

$T_{CDW} = 33$ К сосуществует со сверхпроводимостью с критической температурой $T_{SC} = 7.2$ К.

Нами был исследован кристалл $2H-NbSe_2$. В топографических изображениях (рис. 1.9а) поверхности видна модуляция, вызванная двумерной волной зарядовой плотности, имеющая как и атомная решетка гексагональную симметрию. В двумерном Фурье преобразовании (рис. 1.9б) видны максимумы модуля Фурье-спектра, соответствующие волновым векторам волны зарядовой плотности и кристаллической решетки.

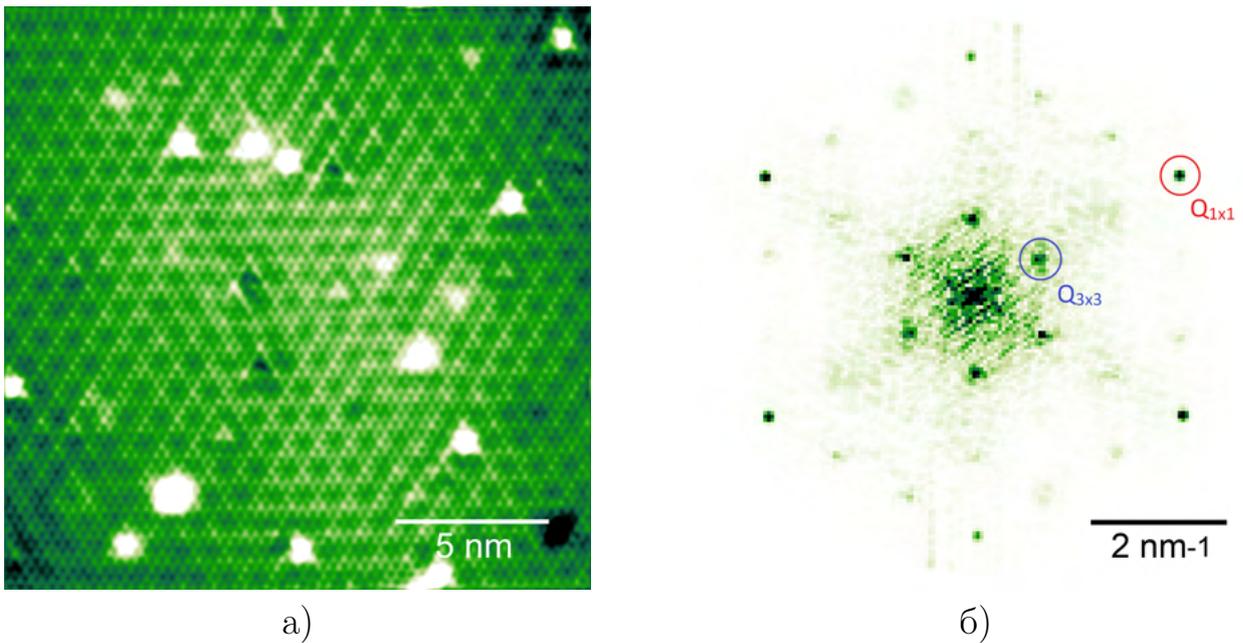


Рисунок 1.9 — а) Топография участка поверхности кристалла $2H-NbSe_2$ 19×19 нм², полученная при температуре 2 К. Параметры сканирования $V_{bias} = -100$ мВ, $I_{sp} = 50$ пА. б) Двумерное Фурье преобразование изображения из а). Красным отмечен один из шести брэгговский максимумов, соответствующих периоду решетки Se, синим – модуляции, связанной с волной зарядовой плотности 3×3 .

На вольт-амперной характеристике туннельного контакта (рис. 1.10) видно выполаживание вблизи нулевого смещения, связанное с возникновением щели в плотности квазичастичных состояний в сверхпроводящем состоянии. На зависимости дифференциальной проводимости от напряжения, полученной методом синхронного детектирования, присутствуют два симметричных пика, которые можно интерпретировать как когерентные пики в плотности квазичастичных возбуждений. В нашем случае измеряемые зависимости $dI/dV(V)$ не аппроксимируются формулой Дайнса, как этого следовало бы ожидать для

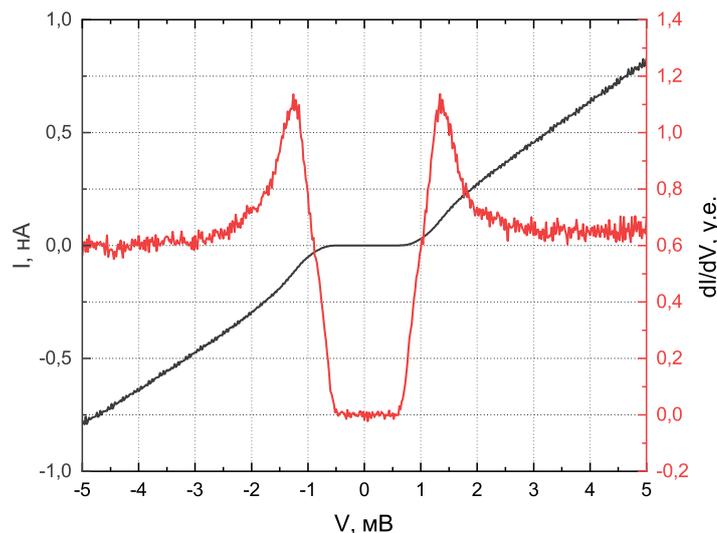


Рисунок 1.10 — Вольт-амперная характеристика (черная кривая) туннельного контакта между иглой и поверхностью NbSe_2 и dI/dV спектр (красная кривая) полученный методом синхронного детектирования при $T = 0.34$ К

однозонного БКШ сверхпроводника. В действительности, о нетривиальности сверхпроводящей фазы в NbSe_2 свидетельствуют и данные других экспериментов. Подходы к объяснению сверхпроводимости в NbSe_2 делятся на два направления: в одном предполагается анизотропия параметра порядка, в другом — наличие двух сверхпроводящих конденсатов с различными величинами щели. Сводку экспериментов, свидетельствующих в пользу той или иной теории можно найти в работе [29]. Поскольку целью нашего эксперимента было установление принципиальной возможности наблюдения сверхпроводящей щели на нашей установке, мы ограничимся тем, что определим размер щели, как половину расстояния между когерентными пиками $\Delta \approx 1.4$ мэВ. Это значение согласуется с данными других СТМ исследований[29].

1.5 SrFe₂As₂:Ni

1.5.1 Реконструкция поверхности в системах 122

Несмотря на то что для железосодержащих сверхпроводников семейства 122 (родительское соединений AeFe₂As₂, где Ae – щелочноземельный металл) вскоре после их открытия были выращены достаточно крупные пригодные для СТМ исследований монокристаллы и с тех пор было проведено значительное количество таких исследований, до сих пор ведутся споры о строении поверхностей, образующихся при сколе кристаллов 122.

Кристаллы семейства 122 состоят из общих для большинства железосодержащих сверхпроводников слоев FeAs, составленных из двух слоев As и слоя Fe между ними, так что атомы железа скоординированы в центрах тетраэдров, образуемых атомами As. Слои (FeAs)⁻ чередуются со слоями ионов щелочноземельных металлов, в нашем случае Sr²⁺. При расколе кристалла более прочные скрепленные ковалентными связями слои FeAs с большой вероятностью остаются целыми и в результате скола образуются две плоскости атомов мышьяка, между которыми так или иначе распределяются атомы Sr. Если все ионы Sr²⁺ окажутся на одной из поверхностей, то обе образовавшиеся плоскости окажутся заряженными. Если же атомы Sr равномерно распределятся между поверхностями, то поверхности окажутся нейтральными. Разнообразие наблюдаемых в системе 122 типов упорядочения не позволяет пока однозначно утверждать в пользу того или иного сценария.

Несмотря на большое количество работ по исследованию поверхности кристаллов семейства 122, единого подхода к идентификации поверхностей нет. Зачастую получение атомного разрешения достаточно затруднительно и требует проведения измерений при малых сопротивлениях туннельного промежутка, к тому же до 75% площади поверхности в принципе не демонстрируют какого-либо упорядочения[30]. Наиболее часто встречающиеся виды упорядочения в кристаллах 122 – это квадратная решетка с ячейкой $\sqrt{2} \times \sqrt{2}$ и полосы димеров 2×1 [6]. Гораздо реже встречаются участки поверхности с не перестроенной

квадратной решеткой, обозначаемой 1×1 , со стороной $\sim 4 \text{ \AA}$, которую обычно приписывают выходу на поверхность целого слоя атомов Fe.

В случае с решеткой $\sqrt{2} \times \sqrt{2}$, наблюдаемое в СТМ изображении количество атомов соответствует ровно половине того или иного целого слоя кристалла 122, чему обычно дается две различные интерпретации. Первый вариант состоит в том, что половина атомов просто не видны с помощью СТМ, так как туннелирование через них подавлено. Вторая версия предполагает, что реконструкция $\sqrt{2} \times \sqrt{2}$ образуется в результате равного деления атомов какого-либо слоя между двумя поверхностями при расколе.

Исследуя кристаллы BaFe_2As_2 со специфичным для разных слоев замещением, Ли и соавторы[31] наблюдали, что при замещении, например, части Ba на K на участках с реконструкцией $\sqrt{2} \times \sqrt{2}$ возникают дефекты, тогда как в структуре полос 2×1 дефектов не наблюдается. Исходя из этого, авторы заключили, что реконструкция $\sqrt{2} \times \sqrt{2}$ возникает в результате раскола вдоль плоскости щелочноземельного металла, атомы которого распределяются поровну между двумя образовавшимися плоскостями As. Полосы, состоящие из димеров, с их точки зрения, образованы в результате реконструкции целого слоя атомов As.

Однако, отсутствие значимой ступеньки при переходе между областями с реконструкциями $\sqrt{2} \times \sqrt{2}$ и 2×1 , и внешняя неотличимость полос реконструкции 2×1 от т.н. лестничной структуры, соединяющей в областях $\sqrt{2} \times \sqrt{2}$ близкорасположенные дефекты, говорят в пользу того, что на самом деле $\sqrt{2} \times \sqrt{2}$ и 2×1 – это две близкие по энергии реконструкции целого слоя As[32].

1.5.2 Низкотемпературная топография поверхности $\text{SrFe}_2\text{As}_2:\text{Ni}$

Кристаллы Sr122, в отличие от NbSe_2 , не расслаиваются при помощи скотча, поэтому для получения чистой поверхности на кристалл сверху эпоксидом приклеивался столбик из толстой медной проволоки, который затем сбивался внутри вакуумной камеры, откалывая часть кристалла, после чего образец сразу передавался в измерительную ячейку.

На исследованных нами образцах, как и описано в литературе, наблюдается значительное разнообразие видов упорядочения поверхности, которые, одна-

ко, встречаются обособленно, что делает их идентификацию затруднительной, но при этом указывает на тот факт, что в наших экспериментах реконструкция поверхности определяется в значительной степени параметрами скола.

Наиболее интересным представляется участок поверхности 30×30 нм, изображенный на рисунке 1.11а. Участки с атомным разрешением на этой поверхности перемежаются с областями неупорядоченности, на которых игла, видимо, сильно взаимодействует с поверхностью. На участках с атомным разрешением наблюдаются полосы шириной в два атома, с периодом перпендикулярно направлению полос $\sim 8 \text{ \AA}$, что соответствует удвоенному расстоянию между атомами в слоях Sr122. Однако, в отличие от описанной в литературе реконструкции 2×1 [31], полосы образованы не димеризованными атомами, а двумя атомными цепочками, смещенными друг относительно друга на полпериода (рис. 1.11б), при этом в каждой цепочке атомы эквивалентны только каждому второму. Такой тип упорядочения на поверхности материалов класса 122 в литературе известной автору не описан.

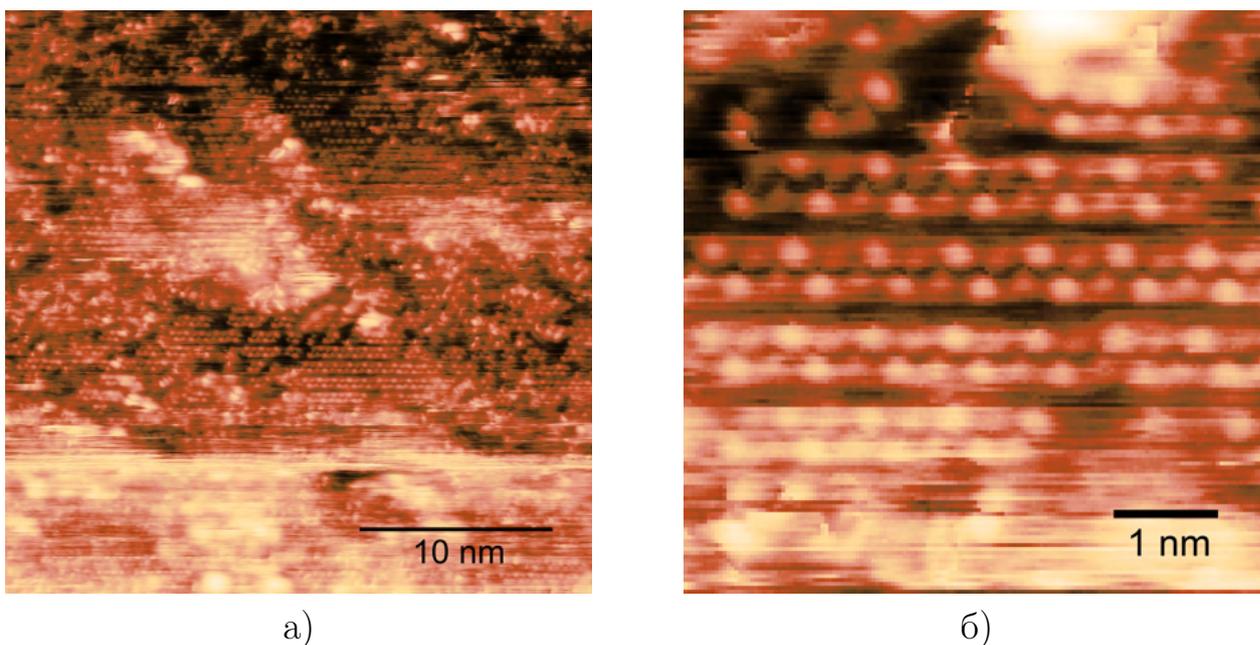


Рисунок 1.11 — а) Топография участка поверхности кристалла SrFe₂As₂ 40x40 нм²:Ni, полученная при температуре 2 К. Параметры сканирования $V_{bias} = 200$ мВ, $I_{sp} = 40$ пА, туннельное сопротивление $R = 5$ ГОм. б) Участок изображения а), на котором видны атомные структуры, в укрупненном масштабе

На рисунке 1.12а изображен другой участок поверхности без атомного разрешения, на котором, однако, видны полосы шириной $\sim 5 \text{ \AA}$ и периодом мо-

дуляции вдоль полосы $\sim 7.5 \text{ \AA}$, при этом поверхность сильно промодулирована на более крупном масштабе, что, вероятно, связано с допированием образца. Из всего, о чем сообщалось в литературе, эти полосы больше всего похожи на частичную димеризацию решетки $\sqrt{2} \times \sqrt{2}$ (лестничную структуру), наблюдавшуюся в работах [31; 32]. Интересным представляется то, что в пределах исследованной нами области все полосы имеют одинаковую ориентацию, зачастую соседствуют одна с другой и при этом находятся в противофазе (что также наблюдалось в работе [31]). К сожалению, достичь на этом участке атомного разрешения в областях между полосами не удалось, что не позволяет установить их корреляцию с предполагаемой в этих областях реконструкцией $\sqrt{2} \times \sqrt{2}$.

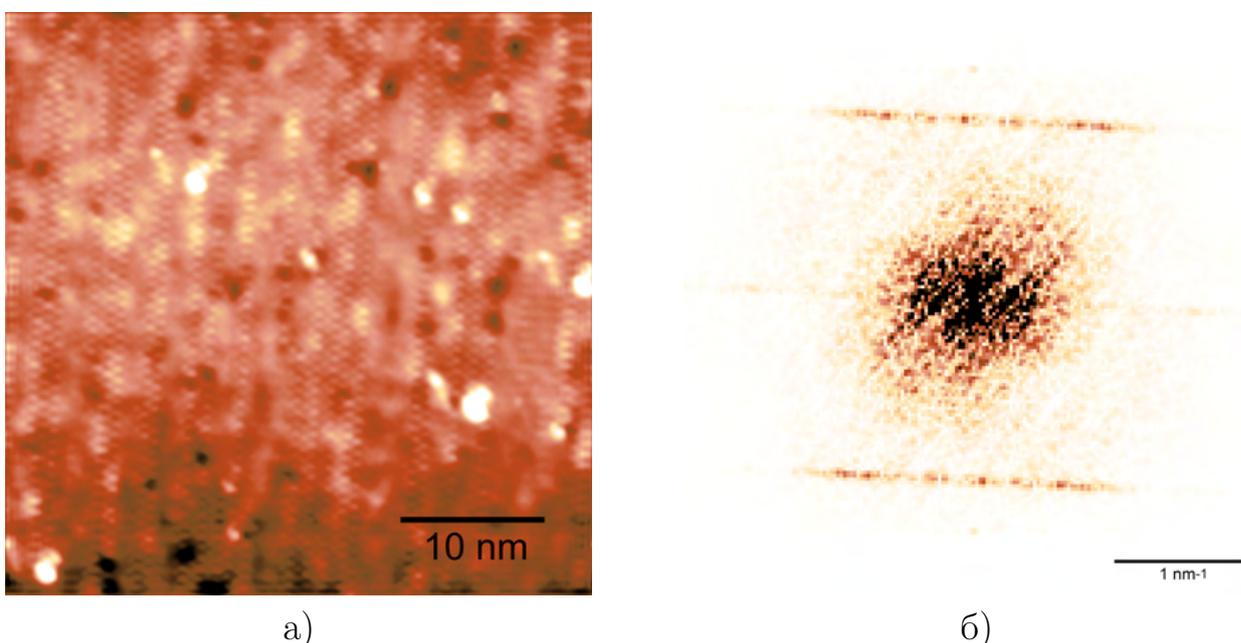


Рисунок 1.12 — а) Топография участка поверхности кристалла SrFe_2As_2 $40 \times 40 \text{ nm}^2$, полученная при температуре 2 К. Параметры сканирования $V_{bias} = 100 \text{ мВ}$, $I_{sp} = 50 \text{ пА}$, туннельное сопротивление $R = 2 \text{ ГОм}$. б) Двумерное Фурье преобразование изображения из а). Две почти горизонтальные линии в Фурье спектре задают структуру полос на топографии, с периодом модуляции вдоль полосы равным 0.75 нм

На рисунке 1.13а представлена топография участка поверхности $300 \times 300 \text{ нм}$, на всей площади которого наблюдается упорядочение в виде протяженных полос, которые практически непрерывно пересекают сканируемую область. По диагонали проходит ложбина, связанная скорее всего с каким-то макроскопическим дефектом кристалла, который тем не менее не нарушает структуру полос. Рассмотрев поверхность подробнее (рис.1.13б), можно увидеть, что в ос-

новном полосы имеют периодичность $\sim 8 \text{ \AA}$, что сближает их с известной 2×1 реконструкцией, и незначительно отличаются по высоте друг от друга на величину $\sim 0.35 \text{ \AA}$. На фоне этих полос выделяется небольшое количество ярких светлых полосы высотой $\sim 2 \text{ \AA}$ и шириной $\sim 20 \text{ \AA}$. Если, следуя большинству авторов, считать, что реконструкция 2×1 возникает в слое As, то логично предположить, что наблюдаемые нами на поверхности 2×1 яркие полосы высотой $\sim 2 \text{ \AA}$ образованы атомами Sr. К сожалению, достичь на этом участке большего разрешения не удалось, и поэтому подробнее о структуре этих полос по имеющимся данным судить нельзя.

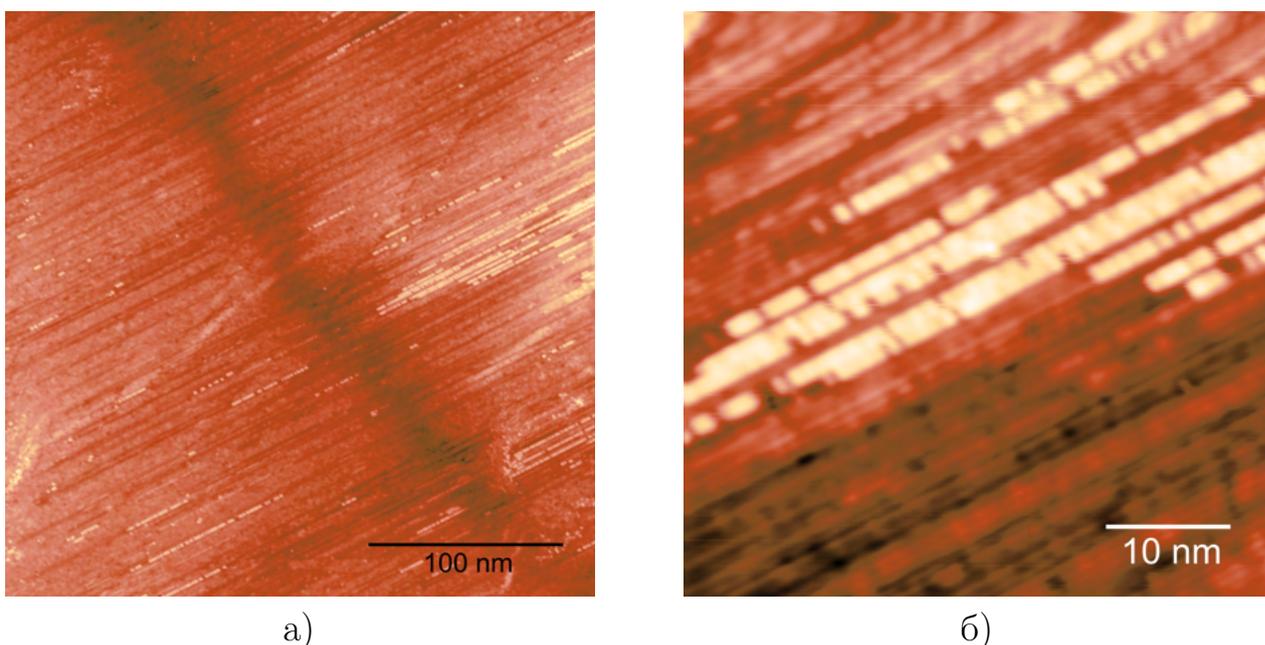


Рисунок 1.13 — а) Топография участка поверхности кристалла SrFe_2As_2 $300 \times 300 \text{ нм}^2$, полученная при температуре 2 К. Параметры сканирования $V_{bias} = 81 \text{ мВ}$, $I_{sp} = 50 \text{ пА}$, туннельное сопротивление $R = 1.6 \text{ ГОм}$. б) Участок поверхности из а) просканированный с большим разрешением при тех же параметрах сканирования

1.6 Топологический изолятор $\text{Bi}_{1.08}\text{Sb}_{0.9}\text{Sn}_{0.02}\text{Te}_2\text{S}$ (BSSTS)

На поверхности кристалла BSSTS, полученной механической эксфолиацией в загрузочной камере при давлении $\sim 10^{-9}$ мбар, достигнуто атомное разрешение и на участке $8 \times 5 \text{ нм}^2$ зарегистрирована топография атомарно глад-

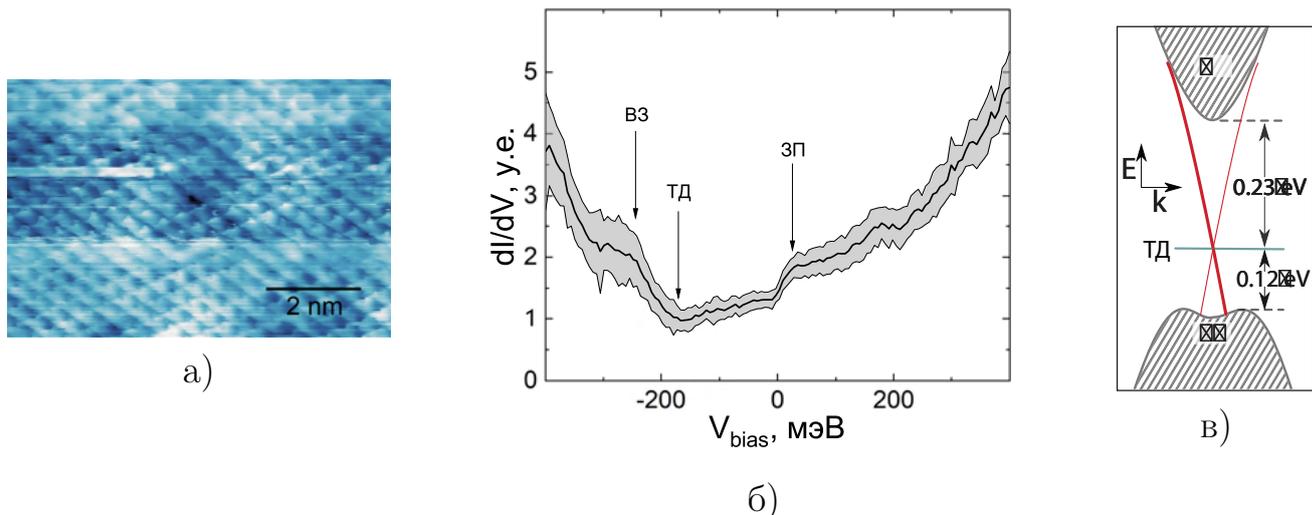


Рисунок 1.14 — а) Топография участка поверхности кристалла BSSTS $8 \times 5 \text{ нм}^2$, полученная при температуре 2 К. Параметры сканирования $V_{bias} = -200 \text{ мВ}$, $I_{sp} = 80 \text{ пА}$. б) Туннельный спектр поверхности BSSTS.

Черная линия – среднее по 24 точкам поверхности, равномерно распределенным вдоль линии длиной 5 \AA , серым цветом обозначено стандартное отклонение. в) Схематическое представление линейной дисперсии поверхностных состояний на фоне объемного спектра узкощелевого полупроводника (по данным ARPES [33]).

кой поверхности с гексагональная атомной решеткой (рис. 1.14а). Нами исследована энергетическая структура поверхности: измерены туннельные спектры вдоль прямой линии длиной 5 \AA . Усредненный спектр показан на рисунке 1.14б. Сравнивая туннельный спектр с литературными данными ARPES (рис. 1.14в)[33], можно идентифицировать на нем особенности, связанные с точкой Дирака (ТД), потолком валентной зоны (ВЗ) и зоны проводимости (ЗП)

Глава 2. Спектроскопия сверхпроводников методом Андреевского отражения на микротрещине

2.1 Введение

Туннельный микроскоп позволяет исследовать лишь существенно поверхностные состояния, поэтому данные, полученные с его помощью, не всегда дают хорошее описание объемных свойств материалов, а иногда и совсем неправильное. К тому же результаты СТМ экспериментов чувствительны к чистоте исследуемой поверхности и зонда. При исследовании сверхпроводников хорошую альтернативу предоставляет метод спектроскопии андреевского отражения в контактах на основе микротрещин, или Break-Junction. Этот метод заключается в измерении вольт-амперных характеристик контактов типа сверхпроводник-сужение-сверхпроводник (S-c-S), получаемых путем контролируемого раскалывания образца в среде холодного ^4He . Такие контакты свободны от внешних загрязнений и предоставляют альтернативную СТМ возможность измерения сверхпроводящей щели, благодаря наличию в вольт-амперных характеристиках таких контактов особенностей, связанных с величиной щели.

Явления, происходящие на границе металл-сверхпроводник(S-N) и в контактах сверхпроводник-сужение-сверхпроводник (S-c-S), можно описать в рамках концепции андреевских отражений[34] и матриц рассеивания. Согласно модели БКШ, спектр электронных возбуждений сверхпроводника разделен на уровне Ферми щелью, величиной 2Δ . Налетающие из нормального металла на границу сверхпроводника квазичастицы с энергиями $|E| < \Delta$ должны отражаться от границы, так как в сверхпроводнике движение квазичастиц с такой энергией запрещено. Однако, в действительности электрон с энергией $E < \Delta$ может отразиться от границы в виде дырки с такой же энергией. При этом ее импульс будет незначительно отличаться от импульса налетающего электрона $\hbar k_h = \hbar k_e - \frac{2E}{v_F}$. Поскольку $|E| \ll E_F$, то $k_h \approx k_e \approx k_F$, а дырки и электроны с одинаковыми импульсами двигаются в противоположном направлении. В таком процессе через границу эффективно перемещается заряд $2e$, что подразумевает

добавление куперовской пары к сверхпроводящему конденсату. Этот процесс и называется андреевским отражением.

2.2 Транспорт в S-c-S и S-N-S контактах

Контакты, в которых два сверхпроводника соединены сужением имеют значительно нелинейную вольт-амперную характеристику, на которой выделяют ряд характерных особенностей: избыточная проводимость при малых напряжениях $V \ll \frac{\Delta}{e}$, набор особенностей при напряжениях $V_n \ll \frac{2\Delta}{en}$ называемый субгармонической структурой, область отрицательной дифференциальной проводимости и избыточный ток в омическом режиме при $V > \frac{2\Delta}{e}$ (линейная зависимость тока от напряжения при экстраполяции в область малых напряжений не проходит через ноль). Блондер, Тинкхам и Клапвик [35] первыми количественно описали вклад многократных андреевских отражений в формирование такой вольт-амперной характеристики. Позднее вольт-амперные характеристики S-c-S контактов были рассчитаны в рамках разных подходов, в частности, в рамках уравнения Боголюбова–де Жена и матриц рассеяния [36],

2.2.1 Квазичастицы в нормальном металле и сверхпроводнике

Количественно описать андреевское отражение, можно с помощью уравнения Боголюбова–де Жена (БдЖ). Уравнение БдЖ является обобщением уравнения Шредингера для квазичастиц в сверхпроводнике и оперирует с двухкомпонентной волновой функцией.

$$\begin{pmatrix} \hat{H} & \Delta e^{i\phi} \\ \Delta e^{-i\phi} & -\hat{H}^* \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \psi_e(r) \\ \psi_h(r) \end{pmatrix} = E \begin{pmatrix} \psi_e(r) \\ \psi_h(r) \end{pmatrix} \quad (2.1)$$

Здесь $\hat{H} = -(\hbar^2/2m)(\nabla + ieA(r)/\hbar c)^2 + U(r) - E_F$ – Гамильтониан электрона в отсутствие сверхпроводимости, при условии, что энергия отсчитывается от уровня Ферми, $\Delta e^{i\phi}$ – комплексный параметр порядка сверхпроводящей фазы.

Сначала рассмотрим решения уравнения (2.1) в нормальном металле, где $\Delta = 0$. Система распадается на два независимых уравнения, решения которых имеют вид плоских волн. Подставляя $\psi_{e,h} = f_{e,h} \exp(ikx)$ в (2.1) получаем для низкоэнергетических возбуждений для которых $|E| \ll E_F$ $k_{e,h} = k_F \pm \frac{E}{\hbar v_F}$, где знак $+$ соответствует решению электронного типа, а знак $-$ – дырочного. Из рассмотрения стоит исключить решения с энергией $E < 0$, поскольку для таких решений дырки будут иметь импульс $k_h > k_F$, а электроны наоборот $k_e < k_F$, что противоречит стандартному определению квазичастиц в металле. В действительности, решения с противоположными по знаку энергиями линейно зависимы, и получаются друг из друга сменой компонент, поэтому мы можем отсеять решения с $E < 0$.

Рассмотрим теперь решения уравнения (2.1) в сверхпроводнике. Подстановка в виде плоской волны

$$\psi(x) = \begin{pmatrix} f_e \\ f_h \end{pmatrix} e^{ixk} \quad (2.2)$$

приводит к стандартной БКШ перенормировке спектра

$$E = \sqrt{\Delta^2 + \left(\frac{\hbar^2 k^2}{2m} - E_F \right)^2}, \quad (2.3)$$

а для квазиимпульса находим

$$k^\pm = \sqrt{\frac{2m}{\hbar^2} (E_F \pm \sqrt{E^2 - \Delta^2})} \approx k_F \pm \frac{1}{\hbar v_F} \sqrt{E^2 - \Delta^2}. \quad (2.4)$$

Как видно, квазичастицы с энергиями $E > \Delta$ имеют действительный квазиимпульс и могут распространяться в сверхпроводнике, тогда как решения с энергиями $E < \Delta$ имеют мнимую часть квазиимпульса и представляют из себя эванисцентно затухающую волну.

2.2.2 Андреевское отражение. Граница металл–сверхпроводник

Теперь рассмотрим границу металла со сверхпроводником. Будем полагать, что в области $x < 0$ находится металл и там $\Delta = 0$, а при переходе через $x = 0$ резко возникает сверхпроводимость и $\Delta(x > 0) = \text{const} \neq 0$. Будем считать, что неупругое рассеяние отсутствует и поэтому транспортные каналы не смешиваются. Для упрощения выкладок и наглядности можно представить решение в виде $\psi_{e,h}(x) = \tilde{\psi}_{e,h}(x)e^{ik_F x}$. Для медленноосцилирующей огибающей $\tilde{\psi}_{e,h}$ уравнение БдЖ (2.1) упрощается до

$$\begin{pmatrix} -i\hbar v_F \frac{d}{dx} & \Delta(x)e^{i\phi} \\ \Delta(x)e^{-i\phi} & i\hbar v_F \frac{d}{dx} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \tilde{\psi}_e(r) \\ \tilde{\psi}_h(r) \end{pmatrix} = E \begin{pmatrix} \tilde{\psi}_e(r) \\ \tilde{\psi}_h(r) \end{pmatrix} \quad (2.5)$$

Пусть на границу слева налетает электрон и андреевски отражается как дырка с амплитудой вероятности r_A . Тогда в нормальной области решение уравнения (2.5) запишется в виде их линейной комбинации

$$\tilde{\psi}(x < 0) = \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \end{pmatrix} e^{i\frac{E}{\hbar v_F} x} + \begin{pmatrix} 0 \\ r_A \end{pmatrix} e^{-i\frac{E}{\hbar v_F} x} \quad (2.6)$$

Решение уравнения БдЖ (2.5) в сверхпроводнике удобно записывать в виде

$$\tilde{\psi}(x > 0) = \begin{pmatrix} u_{\pm} e^{i\phi} \\ v_{\pm} \end{pmatrix} e^{\pm i q x} \quad (2.7)$$

где $q = \frac{\sqrt{E^2 - \Delta^2}}{\hbar v_F}$ а амплитуды u_{\pm} и v_{\pm} получаются подстановкой решения (2.7) в уравнение (2.5) и подчиняются следующими условиями

$$\begin{aligned} u_{\pm}^2 &= \frac{1}{2} \left(1 \pm \sqrt{1 - \left(\frac{\Delta}{E}\right)^2} \right) \\ v_{\pm}^2 &= \frac{1}{2} \left(1 \mp \sqrt{1 - \left(\frac{\Delta}{E}\right)^2} \right) \end{aligned} \quad (2.8)$$

Налетающему слева электрону соответствует решение с положительным волновым вектором, поэтому следует выбрать знак $+$ перед q в (2.7).

Амплитуда вероятности андреевского отражения вычисляется из условия непрерывности решения в точке $x = 0$

$$r_A = \frac{v_+}{u_+ e^{i\phi}} = \left(\frac{E}{\Delta} - \sqrt{\left(\frac{E}{\Delta}\right)^2 - 1} \right) e^{i\phi}. \quad (2.9)$$

В зависимости от соотношения E и Δ амплитуда андреевского отражения ведет себя по-разному. Если энергия налетающего электрона $E < \Delta$, то решение в сверхпроводнике, как уже было отмечено, представляет собой затухающую волну. Амплитуда андреевского отражения в этом случае чисто мнимая

$$r_A = e^{i\chi}, \quad \chi = -\phi - \arccos \frac{E}{\Delta}. \quad (2.10)$$

Как и следовало ожидать для прозрачной границы, электрон претерпевает андреевское отражение с вероятностью $R_A = |r_A|^2 = 1$. Аналогичным образом рассчитанный сдвиг фазы для подщелевой дырки налетающей на границу металл–сверхпроводник слева составляет $\tilde{\chi} = -\arccos \frac{E}{\Delta} + \phi$.

Если же $E > \Delta$, то вероятность андреевского отражения постепенно уменьшается с ростом E . При $E \gg \Delta$ вероятность асимптотически ведет себя как $1/E$

$$R_A = |r_A|^2 = \left(\frac{E}{\Delta} - \sqrt{\left(\frac{E}{\Delta}\right)^2 - 1} \right)^2 \approx \frac{1}{2} \frac{\Delta}{E} \quad (2.11)$$

2.2.3 Вольт-амперные характеристики S-c-S/S-N-S контактов

Рассмотрим теперь контакт двух сверхпроводников, соединенных некоторой наноструктурой из нормального металла с характерной толщиной a , к которому приложена разность потенциалов V . Попробуем качественно описать особенности вольт-амперных характеристик таких контактов.

Вся разность потенциалов, приложенная к S-N-S контакту (рис. 2.1), набирается внутри слоя нормального металла. Попадая в нормальную область,

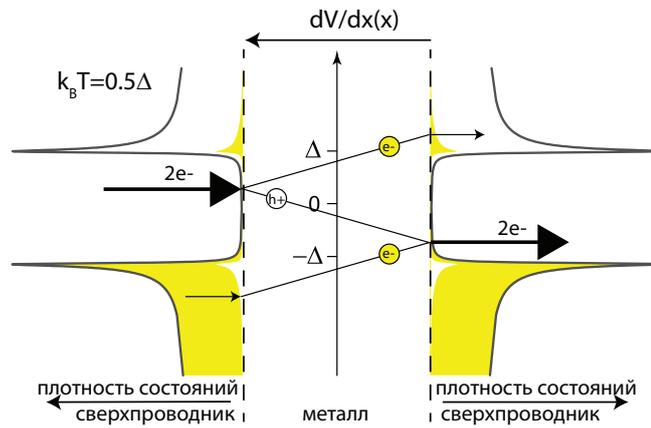


Рисунок 2.1 — Траектория частицы в S-N-S контакте. Проходя слой нормального металла, электрон набирает энергию eV и андреевски отражается в виде дырки с той же энергией и близким квазиимпульсом. Так как скорость дырки противоположна скорости электрона с тем же квазиимпульсом, дырка двигаясь в нормальном слое увеличит свою энергию еще на eV . Так будет продолжаться пока квазичастица не наберет достаточно энергии, чтобы двигаться в сверхпроводящей области.

квазичастицы - электроны из левого берега разгоняются в электрическом поле, приобретая энергию eV . С большой долей вероятности такая частица испытывает андреевское отражение от границы правого сверхпроводящего берега, и отразившись в виде дырки, летящей уже справа налево, снова будет ускорена электрическим полем и еще раз наберет энергию eV . Так, частица будет отражаться то от правого, то от левого сверхпроводящего берега, набирая энергию, до тех пор, пока ее энергия не станет достаточной, для того чтобы уйти из зоны нормального металла в сверхпроводник в виде надщелевой квазичастицы. Каждое андреевское отражение приводит к дополнительному переносу заряда $2e$ и, следовательно, к добавочному току. Число таких отражений при самых малых напряжениях $eV \ll \frac{a}{\lambda_{inel}\Delta}$ определяется длиной неупругого рассеяния в нормальном металле: $n \approx \frac{\lambda_{inel}}{a}$. При напряжениях $eV > \frac{a}{\lambda_{inel}\Delta}$ частица успевает набрать энергию $\sim 2\Delta$, достаточную для того чтобы покинуть нормальный металл раньше, чем будет рассеяна, и поэтому число андреевских отражений определяется величиной сверхпроводящей щели: $n \approx \frac{2\Delta}{eV}$ [37; 38].

Кратное увеличение переноса заряда за счет сверхтока порождаемого многократными андреевскими отражениями приводит к резкому росту тока при малых напряжениях. При напряжениях $eV \gg 2\Delta$ расчет добавочного тока

приводит к выражению

$$I_{\text{excess}} = \frac{8\Delta}{3eR_0} \tanh\left(\frac{eV}{2kT}\right). \quad (2.12)$$

При достаточно низкой но конечной температуре $T \ll \Delta/k_B$ основным источником поступления квазичастиц в область наноструктуры(сужения) выступают состояния, находящиеся по энергии ниже сверхпроводящей щели $E < -\Delta$. При температурах $T \sim \Delta/k_B$ размытие фермиевской функции распределения приводит к появлению надщелевых квазичастиц с энергиями $\Delta < E < \Delta + \delta(T)$, которые также вносят вклад в ток (рис. 2.2а). Однако из этих частиц многократные андреевские отражения будут испытывать те, которые теряют свою свою энергию в поле, то есть те, чей квазиимпульс направлен противоположно току. При сравнительно низких температурах начальные энергии этих состояний близки к Δ и поэтому число испытываемых ими андреевских отражений, а значит и вносимый отрицательный вклад в добавочный сверхпроводящий ток, меняется скачкообразно при напряжениях $V_n = \frac{2\Delta}{en}$ (рис. 2.2б), приводя к подобию ступеней на вольт-амперной характеристике и, соответственно, минимумам в дифференциальной проводимости.

2.3 Перестраиваемые контакты на основе микротрещины

Одним из способов получения контакта со слабой связью между двумя сверхпроводниками является методика контролируемого механического контакта на основе микротрещины (Break-Junction).

В нашей установке контролируемое раскалывание образца реализовано следующим образом. Исследуемый кристалл закрепляется на специальной подложке из тонкого (500 мкм) текстолита прямоугольной формы, которая в свою очередь жестко связана с гибкой пластинкой из бериллиевой бронзы (рис.2.3б). Поперек подложки сделан надрез, так что при изгибании бериллиевой пластинки текстолитовая подложка сгибается ровно вдоль этого надреза. Образец помещается на текстолит таким образом, чтобы надрез в текстолите проходил примерно через середину образца и по обе стороны от надреза приклеивается

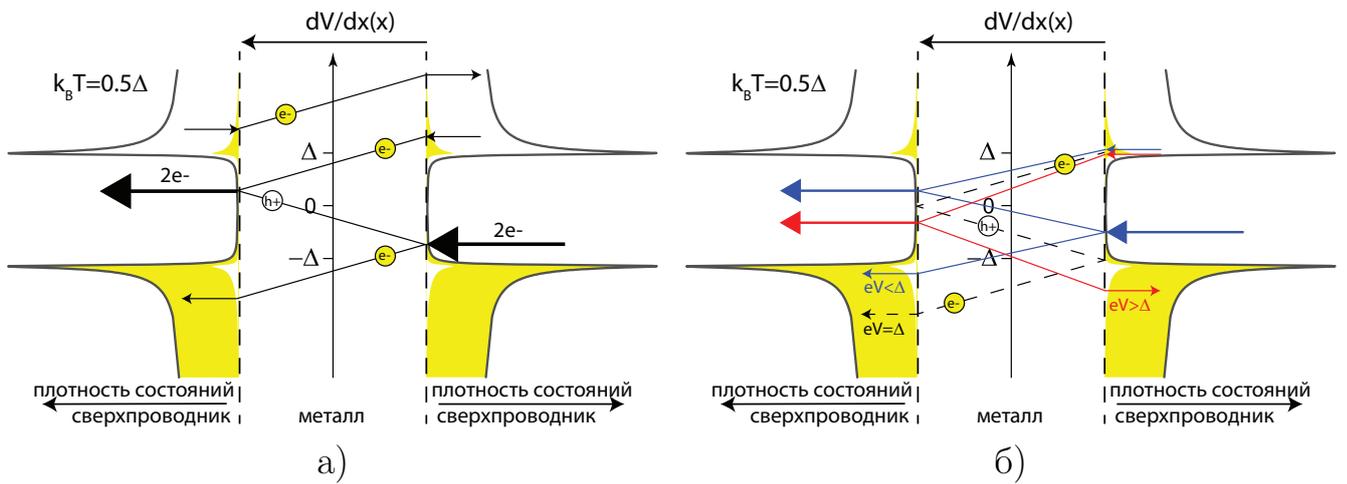
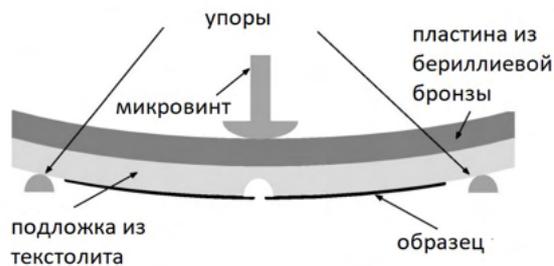


Рисунок 2.2 — а) При температуре $T \sim \Delta/k_B$ появляются надщелевые квазичастицы. Среди них, многократные андреевские отражения испытывают те квазичастицы, которые теряют энергию в электрическом поле, то есть вносят отрицательный вклад в ток. б) Количество андреевских отражений, которые испытывают квазичастицы с энергиями $\varepsilon \approx \Delta$, резко изменяется при напряжениях $V_n = \frac{2\Delta}{en}$. Синим показана траектория частицы при $V < \frac{\Delta}{e}$, а красным – при $V > \frac{\Delta}{e}$. На синей траектории частица испытывает два андреевских отражения, тогда как на красной – только одно.

в двух точках к распаячным дорожкам с помощью проводящего эпоксида или серебряной пасты. Каждая точка крепления служит также и электрическим контактом: измерение производится по четырехточечной схеме. Бронзовая пластина с приклеенным образцом устанавливается одним торцом в специальный паз на вставке в криостат, а на другом конце крепится к вставке винтом. Четыре разведенные от контактов к образцу проволочки припаиваются к контактам на вставке, которые выведены витыми парами на разъем в ее верхней части. На той же медной детали, на которой закрепляется держатель с образцом, установлен терморезистор для контроля температуры образца.

Вращая ручку, можно выкручивать винт в сторону бронзовой пластины и тем самым оказывать давление в её центр. В ячейке с образцом (рис. 2.3) на оси вставки имеется винт, который жестко связан через длинную тонкостенную трубку с ручкой выходящей сверху вставки. Прогибаясь, пластина сгибает текстолит с приклеенным образцом, который в результате испытывает напряжение на разрыв и раскалывается. Тонкое поступательное движение микрометрического винта позволяет контролируемо перестраивать контакт между двумя поло-



а)



б)

Рисунок 2.3 — а) Схематическое изображение установки для получения контактов на основе микротрещины. [39] б) Фотография части криогенной вставки, где располагается столик с образцом. Видно, что бронзовая пластина значительно прогнулась под действием микрометрической подвижки

винками образца, получая различные конфигурации микроконтакта, вплоть до получения желаемого вида вольт-амперной характеристики.

Перегибы в зависимости $I(V)$ (отмечены на рисунке стрелками) отражаются на дифференциальной проводимости в виде минимумов. На рисунке 2.4а изображена типичная вольт-амперная характеристика контактов, получаемых нами в кристаллах Sr122, а так же ее производная. При росте температуре они, подобно температурной зависимости сверхпроводящей щели, сначала постепенно, а затем все быстрее, приближаются к нулю напряжений, исчезая полностью при $T \approx T_c = 8.6$ К, что позволяет нам отнести их к особенностям первого порядка субгармонической структуры ($V_1 = \frac{2\Delta}{e}$). Перестраивая контакт вращением микрометрического винта, мы создаем S-c-S контакты в различных участках образца, что обеспечивает набор статистики вольт-амперных характеристик.

Часто особенности в ВАХ по энергии в несколько раз превышают предполагаемую величину сверхпроводящей щели, и к тому же не воспроизводятся от контакта к контакту. Разброс характерных напряжений связан с образованием стопок из N последовательно соединенных контактов типа S-c-S-...-S-c-S, где N – небольшое натуральное число. ВАХ такой стопки представляет из себя растянутую в N раз ВАХ единичного контакта, с N -кратным увеличением характерных напряжений всех особенностей. Масштабируя, то есть подбирая N для каждого из контактов, мы наблюдаем, что температурные зависимости особенностей $V_n(T)$ для разных контактов точно накладываются друг на друга

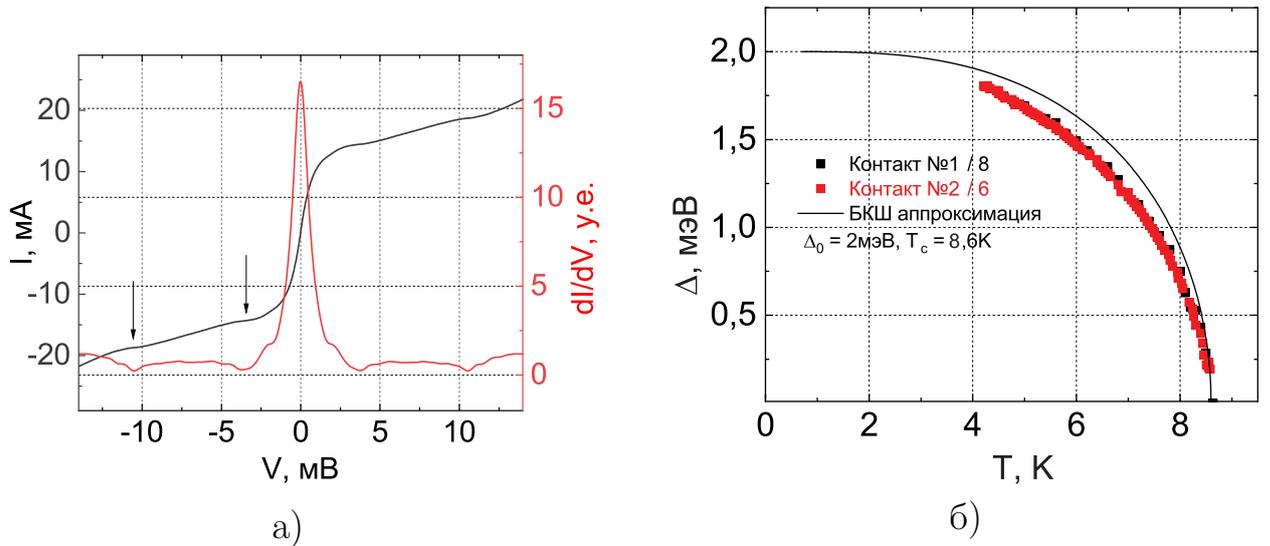


Рисунок 2.4 — а) Типичная вольт-амперная характеристика (черная кривая) и ее производная (красная кривая) S-c-S контактов, получаемых нами методом Break-Junction на кристаллах Sr122. Стрелками обозначены щелевые особенности (субгармоническая структура). б) Температурная зависимость сверхпроводящей щели, определенной по вольт-амперным характеристикам двух различных S-c-S контактов. Каждый из контактов содержал различное количество последовательно соединенных андреевских контактов, на графике обозначены величины соответствующих особенностей, приведенные (целочисленным делением) к величине для одного контакта

(рис. 2.4б). Таким образом мы определяем значение амплитуды параметра порядка Δ как наибольшее кратное между величинами V_n различных контактов.

Анализ двух ВАХ для кристаллов $\text{SrFe}_{2-x}\text{Ni}_x\text{As}_2$ ($x=0.17$, слегка передопирован [40]) приводит нас к величине $\Delta(T = 4.2\text{K}) \approx 1.8$ мэВ, или экстраполируя с помощью аппроксимации однозонной БКШ моделью (рис. 2.4б) $\Delta_0 \approx 2.0$ мэВ.

Заключение

В рамках настоящей работы была разработана и изготовлена установка для электрохимического травления вольфрамовых зондов, и проведена характеристика полученных зондов на сканирующем электронном микроскопе. За счет подбора быстродействующих электронных компонентов время срабатывания схемы отключения удалось сократить до 40 нс, в результате чего некоторые из получающихся игл имеют острия диаметром < 10 нм, однако на остриях значительной части игл образуются шарообразные наконечники диаметром ~ 100 нм, причины происхождения которых предстоит установить и устранить.

Для кристалла топологического изолятора $\text{Bi}_x\text{Sb}_{1-x}$, $0.07 < x < 0.22$ и Bi_2Se_3 продемонстрирована гексагональная симметрия поверхности. Туннельные спектры сопоставлены с имеющимися в литературе данными ARPES; на спектрах выделены особенности соответствующие точке Дирака, потолку валентной зоны и дну зоны проводимости.

С помощью сканирующего туннельного микроскопа исследована поверхность сверхвысоковакуумного скола оптимально допированных кристаллов Sr122:Ni. Обнаружены различные формы упорядочения поверхности. Отсутствие на исследованных участках поверхности кристалла переходов между разными типами реконструкций, а также отсутствие в большинстве случаев атомного разрешения затрудняют идентификацию атомной структуры. Возможно, дополнительные эксперименты могли бы снять это ограничение, в случае увеличения площади исследованной поверхности или более удачного состояния иглы, но возможно и применение других методов, например дифракции низкоэнергетических электронов, в совокупности с туннельной микроскопией для выяснения подробностей структуры поверхности.

Туннельная спектроскопия не выявила на образцах Sr122 (с объемной сверхпроводимостью) следов сверхпроводящей щели, поэтому для определения амплитуды и исследования температурной зависимости параметра порядка были проведены эксперименты по спектроскопии андреевских отражений. Получаемые методом Break-Junction контакты демонстрируют характерные для слабосвязанных сверхпроводниковых контактов вольт-амперные характеристики: резкий рост тока при малых напряжениях, избыточный ток при больших напря-

жениях и субгармоническую щелевую структуру. Исходя из измеренных вольт-амперных характеристик вычислена амплитуда сверхпроводящей щели и измерена ее температурная зависимость. Температурная зависимость не аппроксимируется однозонной БКШ моделью, что свидетельствует в пользу многозонного характера сверхпроводимости в исследуемой системе Sr122:Ni. Данных по спектроскопии андреевского отражения пока недостаточно для однозначного определения количества и величины щелей.

Список литературы

1. *Klitzing K. v., Dorda G., Pepper M.* New Method for High-Accuracy Determination of the Fine-Structure Constant Based on Quantized Hall Resistance // *Phys. Rev. Lett.* — 1980. — авг. — т. 45, вып. 6. — с. 494—497. — DOI: [10.1103/PhysRevLett.45.494](https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.45.494). — URL: <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevLett.45.494>.
2. *Kane C. L., Mele E. J.* Quantum Spin Hall Effect in Graphene // *Phys. Rev. Lett.* — 2005. — нояб. — т. 95, вып. 22. — с. 226801. — DOI: [10.1103/PhysRevLett.95.226801](https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.95.226801). — URL: <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevLett.95.226801>.
3. *Hasan M. Z., Kane C. L.* Colloquium: Topological insulators // *Reviews of Modern Physics.* — 2010. — нояб. — т. 82, № 4. — с. 3045—3067. — DOI: [10.1103/revmodphys.82.3045](https://doi.org/10.1103/revmodphys.82.3045). — URL: <https://doi.org/10.1103/revmodphys.82.3045>.
4. *Bardeen J.* Tunnelling from a Many-Particle Point of View // *Phys. Rev. Lett.* — 1961. — янв. — т. 6, вып. 2. — с. 57—59. — DOI: [10.1103/PhysRevLett.6.57](https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.6.57). — URL: <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevLett.6.57>.
5. Selecting the tip electron orbital for scanning tunneling microscopy imaging with sub-ångström lateral resolution / A. N. Chaika [и др.] // *EPL (Europhysics Letters)*. — 2010. — нояб. — т. 92, № 4. — с. 46003. — DOI: [10.1209/0295-5075/92/46003](https://doi.org/10.1209/0295-5075/92/46003). — URL: <https://doi.org/10.1209/0295-5075/92/46003>.
6. *Hoffman J. E.* Spectroscopic scanning tunneling microscopy insights into Fe-based superconductors // *Reports on Progress in Physics.* — 2011. — нояб. — т. 74, № 12. — с. 124513. — DOI: [10.1088/0034-4885/74/12/124513](https://doi.org/10.1088/0034-4885/74/12/124513). — URL: <https://doi.org/10.1088/0034-4885/74/12/124513>.
7. *Mándi G., Teobaldi G., Palotás K.* Contrast stability and ‘stripe’ formation in scanning tunnelling microscopy imaging of highly oriented pyrolytic graphite: the role of STM-tip orientations // *Journal of Physics: Condensed Matter.* — 2014. — окт. — т. 26, № 48. — с. 485007. — DOI: [10.1088/0953-8984/26/48/485007](https://doi.org/10.1088/0953-8984/26/48/485007). — URL: <https://doi.org/10.1088/0953-8984/26/48/485007>.

8. Atom-selective imaging of the GaAs(110) surface / R. M. Feenstra [и др.] // *Phys. Rev. Lett.* — 1987. — март. — т. 58, вып. 12. — с. 1192—1195. — DOI: [10.1103/PhysRevLett.58.1192](https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.58.1192). — URL: <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevLett.58.1192>.
9. *Yagyu K., Kaku S., Yoshino J.* Symmetric–asymmetric transformation of an image on GaAs(001)-c(4 × 4) surface using scanning tunneling microscopy // *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films.* — 2012. — нояб. — т. 30, № 6. — с. 061403. — DOI: [10.1116/1.4754804](https://doi.org/10.1116/1.4754804). — URL: <https://doi.org/10.1116/1.4754804>.
10. *Oppliger J., Natterer F. D.* Sparse sampling for fast quasiparticle-interference mapping // *Phys. Rev. Research.* — 2020. — май. — т. 2, вып. 2. — с. 023117. — DOI: [10.1103/PhysRevResearch.2.023117](https://doi.org/10.1103/PhysRevResearch.2.023117). — URL: <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevResearch.2.023117>.
11. Method of electrochemical etching of tungsten tips with controllable profiles / W.-T. Chang [и др.] // *Review of Scientific Instruments.* — 2012. — авг. — т. 83, № 8. — с. 083704. — DOI: [10.1063/1.4745394](https://doi.org/10.1063/1.4745394). — URL: <https://doi.org/10.1063/1.4745394>.
12. On the electrochemical etching of tips for scanning tunneling microscopy / J. P. Ibe [и др.] // *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films.* — 1990. — июль. — т. 8, № 4. — с. 3570—3575. — DOI: [10.1116/1.576509](https://doi.org/10.1116/1.576509). — URL: <https://doi.org/10.1116/1.576509>.
13. *Nakamura Y., Mera Y., Maeda K.* A reproducible method to fabricate atomically sharp tips for scanning tunneling microscopy // *Review of Scientific Instruments.* — 1999. — авг. — т. 70, № 8. — с. 3373—3376. — DOI: [10.1063/1.1149921](https://doi.org/10.1063/1.1149921). — URL: <https://doi.org/10.1063/1.1149921>.
14. Dynamic electrochemical-etching technique for tungsten tips suitable for multi-tip scanning tunneling microscopes / R. Hobarra [и др.] // *e-Journal of Surface Science and Nanotechnology.* — 2007. — т. 5, № 0. — с. 94—98. — DOI: [10.1380/ejsnt.2007.94](https://doi.org/10.1380/ejsnt.2007.94). — URL: <https://doi.org/10.1380/ejsnt.2007.94>.
15. Two-step controllable electrochemical etching of tungsten scanning probe microscopy tips / Y. Khan [и др.] // *Review of Scientific Instruments.* — 2012. — июнь. — т. 83, № 6. — с. 063708. — DOI: [10.1063/1.4730045](https://doi.org/10.1063/1.4730045). — URL: <https://doi.org/10.1063/1.4730045>.

16. Characterization of electrochemically etched tungsten tips for scanning tunneling microscopy / A.-D. Müller [и др.] // Review of Scientific Instruments. — 1999. — окт. — т. 70, № 10. — с. 3970—3972. — DOI: [10.1063/1.1150022](https://doi.org/10.1063/1.1150022). — URL: <https://doi.org/10.1063/1.1150022>.
17. A double lamellae dropoff etching procedure for tungsten tips attached to tuning fork atomic force microscopy/scanning tunneling microscopy sensors / M. Kulawik [и др.] // Review of Scientific Instruments. — 2003. — февр. — т. 74, № 2. — с. 1027—1030. — DOI: [10.1063/1.1532833](https://doi.org/10.1063/1.1532833). — URL: <https://doi.org/10.1063/1.1532833>.
18. High-percentage success method for preparing and pre-evaluating tungsten tips for atomic-resolution scanning tunneling microscopy / J. K. Schoelz [и др.] // Journal of Vacuum Science & Technology B, Nanotechnology and Microelectronics: Materials, Processing, Measurement, and Phenomena. — 2012. — май. — т. 30, № 3. — с. 033201. — DOI: [10.1116/1.3701977](https://doi.org/10.1116/1.3701977). — URL: <https://doi.org/10.1116/1.3701977>.
19. Preparation and characterization of electrochemically etched W tips for STM / I. Ekvall [и др.] // Measurement Science and Technology. — 1999. — янв. — т. 10, № 1. — с. 11—18. — DOI: [10.1088/0957-0233/10/1/006](https://doi.org/10.1088/0957-0233/10/1/006). — URL: <https://doi.org/10.1088/0957-0233/10/1/006>.
20. Fabrication of [001]-oriented tungsten tips for high resolution scanning tunneling microscopy / A. N. Chaika [и др.] // Scientific Reports. — 2014. — янв. — т. 4, № 1. — DOI: [10.1038/srep03742](https://doi.org/10.1038/srep03742). — URL: <https://doi.org/10.1038/srep03742>.
21. Electron emission in intense electric fields // Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character. — 1928. — май. — т. 119, № 781. — с. 173—181. — DOI: [10.1098/rspa.1928.0091](https://doi.org/10.1098/rspa.1928.0091). — URL: <https://doi.org/10.1098/rspa.1928.0091>.
22. *Fink H.-W.* Mono-atomic tips for scanning tunneling microscopy. — 1986. — DOI: [10.1007/978-94-011-1812-5_10](https://doi.org/10.1007/978-94-011-1812-5_10). — URL: https://doi.org/10.1007/978-94-011-1812-5_10.
23. *Paul W., Grütter P.* Field Ion Microscopy for the Characterization of Scanning Probes. — 2015. — DOI: [10.1007/978-3-662-44551-8_5](https://doi.org/10.1007/978-3-662-44551-8_5). — URL: https://doi.org/10.1007/978-3-662-44551-8_5.

24. *Kibler L. A.* Preparation and Characterization of Noble Metal Single Crystal Electrode Surfaces : PhD thesis / Kibler Ludwig A. — Department of Electrochemistry, University of Ulm, 2003. — URL: https://www.uni-ulm.de/fileadmin/website_uni_ulm/nawi.inst.080/mitarbeiter/Kibler/KiblerSingleCrystals2003.pdf.
25. Scanning tunneling microscopy observations on the reconstructed Au(111) surface: Atomic structure, long-range superstructure, rotational domains, and surface defects / J. V. Barth [и др.] // *Phys. Rev. B.* — 1990. — нояб. — т. 42, вып. 15. — с. 9307—9318. — DOI: [10.1103/PhysRevB.42.9307](https://doi.org/10.1103/PhysRevB.42.9307). — URL: <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.42.9307>.
26. Coexistence of the $(23 \times \sqrt{3})$ Au(111) Reconstruction and a Striped Phase Self-Assembled Monolayer / S. B. Darling [и др.] // *Langmuir.* — 2002. — окт. — т. 18, № 20. — с. 7462—7468. — DOI: [10.1021/la020334x](https://doi.org/10.1021/la020334x). — URL: <https://doi.org/10.1021/la020334x>.
27. Scanning Tunneling Microscopy Observation of an Electronic Superlattice at the Surface of Clean Gold / W. Chen [и др.] // *Phys. Rev. Lett.* — 1998. — февр. — т. 80, вып. 7. — с. 1469—1472. — DOI: [10.1103/PhysRevLett.80.1469](https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.80.1469). — URL: <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevLett.80.1469>.
28. *Schouteden K., Lievens P., Van Haesendonck C.* Fourier-transform scanning tunneling microscopy investigation of the energy versus wave vector dispersion of electrons at the Au(111) surface // *Phys. Rev. B.* — 2009. — май. — т. 79, вып. 19. — с. 195409. — DOI: [10.1103/PhysRevB.79.195409](https://doi.org/10.1103/PhysRevB.79.195409). — URL: <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.79.195409>.
29. Quasiparticle spectra of $2H - \text{NbSe}_2$: Two-band superconductivity and the role of tunneling selectivity / Y. Noat [и др.] // *Phys. Rev. B.* — 2015. — окт. — т. 92, вып. 13. — с. 134510. — DOI: [10.1103/PhysRevB.92.134510](https://doi.org/10.1103/PhysRevB.92.134510). — URL: <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.92.134510>.
30. Role of anion in the pairing interaction of iron-based superconductivity / J.-X. Yin [и др.]. — 2020. — URL: <https://arxiv.org/abs/2011.07701>.
31. Surface terminations and layer-resolved tunneling spectroscopy of the 122 iron pnictide superconductors / A. Li [и др.] // *Physical Review B.* — 2019. — апр. — т. 99, № 13. — DOI: [10.1103/physrevb.99.134520](https://doi.org/10.1103/physrevb.99.134520). — URL: <https://doi.org/10.1103/physrevb.99.134520>.

32. Unveiling the Atomic and Electronic Structure at the Surface of the Parent Pnictide SrFe_2As_2 / F. C. Niestemski [и др.]. — 2009. — июнь. — URL: <https://arxiv.org/abs/0906.2761>.
33. Sn-doped $\text{Bi}_{1.1}\text{Sb}_{0.9}\text{Te}_2\text{S}$ bulk crystal topological insulator with excellent properties / S. K. Kushwaha [и др.] // Nature Communications. — 2016. — апр. — т. 7, № 1. — DOI: [10.1038/ncomms11456](https://doi.org/10.1038/ncomms11456). — URL: <https://doi.org/10.1038/ncomms11456>.
34. *Andreev A.* The Thermal Conductivity of the Intermediate State in Superconductors // JETP. — 1964. — нояб. — т. 19, № 5. — с. 1228. — URL: <http://www.jetp.ac.ru/cgi-bin/e/index/e/19/5/p1228?a=list>.
35. *Blonder G. E., Tinkham M., Klapwijk T. M.* Transition from metallic to tunneling regimes in superconducting microconstrictions: Excess current, charge imbalance, and supercurrent conversion // Phys. Rev. B. — 1982. — апр. — т. 25, вып. 7. — с. 4515—4532. — DOI: [10.1103/PhysRevB.25.4515](https://doi.org/10.1103/PhysRevB.25.4515). — URL: <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.25.4515>.
36. *Averin D., Bardas A.* ac Josephson Effect in a Single Quantum Channel // Phys. Rev. Lett. — 1995. — авг. — т. 75, вып. 9. — с. 1831—1834. — DOI: [10.1103/PhysRevLett.75.1831](https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.75.1831). — URL: <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevLett.75.1831>.
37. *Kümmel R., Günsenheimer U., Nicosky R.* Andreev scattering of quasiparticle wave packets and current-voltage characteristics of superconducting metallic weak links // Physical Review B. — 1990. — сент. — т. 42, № 7. — с. 3992—4009. — DOI: [10.1103/physrevb.42.3992](https://doi.org/10.1103/physrevb.42.3992). — URL: <https://doi.org/10.1103/physrevb.42.3992>.
38. *Günsenheimer U., Zaikin A. D.* Ballistic charge transport in superconducting weak links // Physical Review B. — 1994. — сент. — т. 50, № 9. — с. 6317—6331. — DOI: [10.1103/physrevb.50.6317](https://doi.org/10.1103/physrevb.50.6317). — URL: <https://doi.org/10.1103/physrevb.50.6317>.
39. Conduction Channel Transmissions of Atomic-Size Aluminum Contacts / E. Scheer [и др.] // Physical Review Letters. — 1997. — май. — т. 78, № 18. — с. 3535—3538. — DOI: [10.1103/physrevlett.78.3535](https://doi.org/10.1103/physrevlett.78.3535). — URL: <https://doi.org/10.1103/physrevlett.78.3535>.

40. Evolution of bulk superconductivity in SrFe₂As₂ with Ni substitution / S. R. Saha [и др.] // Physical Review B. — 2009. — июнь. — т. 79, № 22. — DOI: [10.1103/physrevb.79.224519](https://doi.org/10.1103/physrevb.79.224519). — URL: <https://doi.org/10.1103/physrevb.79.224519>.