

Diss. ETH No. 8095

Scanning Tunneling Microscope at Low Temperatures

A dissertation submitted to the
SWISS FEDERAL INSTITUTE OF TECHNOLOGY ZURICH

for the degree of
Doctor of Natural Sciences

presented by

Othmar Josef Marti
Dipl. Phys. ETH
born Sept. 26, 1958
citizen of Sempach LU and Sursee LU

accepted on the recommendation of
Prof. Dr. J. L. Olsen, examiner
Dr. H. Rohrer, co-examiner

1986

Abstract

A scanning tunneling microscope (STM) for cryogenic temperature and ultra high vacuum environment was built. Extending the operation of STMs to cryogenic temperatures makes typically low-temperature phenomena like superconductivity accessible, allows the measurement of thermally broadened quantities like phonon spectra, reduces temperature drift and offers the possibility of higher operating currents and increased thermal and mechanical stability of tip and sample. Comparing a sequence of topographic images of Nb-doped SrTiO₃, acquired at a microscope base temperature of 6.5 K, a lateral thermal drift of 20 Å per hour could be inferred. The vertical drift is less than 6.5 Å per hour. This permitted experimenting without any barrier width control for minutes.

The vibration isolation system had to be modified for the low temperatures. An offspring of the investigations of possible vibration insulation schemes was the design of the "Pocket-Size STM," a simple and now widely used STM for operation at room temperature in UHV or at ambient pressure. A new automated procedure provides a routine and reliable approach of tip to sample, avoiding accidental contact. Since the low voltage portion of tunnel spectra acquired with a STM at constant current is masked by a $\frac{I}{V}$ -term, a new method of measuring such spectra at constant barrier width was designed.

Measurements were carried out on a sputtered NbN film and on cleaved pyrolytic graphite. The 300 nm NbN-film clearly exhibited grains with diameters between 300 Å and 700 Å. For reasons that remain unclear no superconducting energy gap could be detected. The surface structure of (0001) graphite was imaged with atomic resolution at 6.8 K. Surface corrugation amplitudes enhanced up to a factor of ten due to the elastic deformation of the graphite surface by interatomic forces between tip and sample were observed.

This elastic deformation was measured directly as a function of tunnel current and voltage. Three regimes were observed: a region with weak attractive deformation for wide tunnel barriers, significant compression of the graphite in a narrow range of barrier width, and subsequent breakdown of the barrier whose origin remains to be studied more detailed. The observed $\ln[I(s)]$ dependence confirms present theoretical views of the interaction between a tunnel tip and the graphite surface. Nonlinearities in the $I(V)$ characteristics measured at constant barrier width near zero bias voltage can be attributed to the small density of states (DOS) at the Fermi level and to the linear increase of the DOS with energy, characteristic of a semimetal with a nearly zero direct band gap.

Zusammenfassung

Ein Raster-Tunnel-Mikroskop (RTM) für tiefe Temperaturen und Ultrahochvakuum wurde gebaut. Der zu tiefen Temperaturen erweiterte Arbeitsbereich von RTMs erlaubt die Beobachtung von typischen Tieftemperaturphänomenen wie Supraleitung, ermöglicht die Messung von thermisch verschmierten Grössen wie Phononenspektren, bringt eine verringerte Temperaturdrift und eine verbesserte thermische und mechanische Stabilität von Spitze und Probe. Der Vergleich einer Reihe von Bildern der Oberfläche von Nb-dotierten SrTiO₃, gemessen bei der Arbeitstemperatur von 6,5 K, ergibt eine seitliche thermische Drift des Tunnelmikroskopes kleiner als 20 Å pro Stunde. Die vertikale Drift im gleichen Zeitraum ist kleiner als 6,5 Å. Messungen konnten während Minuten ohne Regelung der Spitzen - Probe - Distanz durchgeführt werden.

Die Vibrationsisolation musste für die tiefen Temperaturen angepasst werden. Ein Resultat der dazu ausgeführten Untersuchungen war die Entwicklung des "Pocket-Size RTM," ein einfaches und jetzt weit verbreitetes RTM das bei Raumtemperatur und Normaldruck oder unter UHV-Bedingungen betrieben werden kann. Eine neue, automatisierte Methode erlaubt die Spitze zuverlässig in den Tunnelbereich zu bringen ohne die Probe zu berühren. Tunnelspektren, mit einem RTM bei konstantem Tunnelstrom gemessen, werden bei kleinen Spannungen durch einen $\frac{I}{V}$ -Term dominiert. Deshalb wurde eine neue Methode entwickelt um spektroskopische Daten bei konstanter Barrierenbreite zu messen.

Untersucht wurden die Oberflächen eines gesputterten Nbn-Films und von gespaltenem pyrolytischem Graphit. Auf dem 300 nm dicken NbN-Film wurden Korngrössen von 300 Å bis 700 Å gemessen. Aus noch unbekanntem Gründen war eine Beobachtung der Supraleitungsenergielücke nicht möglich.

Die (0001) Oberfläche von Graphit wurde mit atomarer Auflösung bei 6,8 K abgebildet. Oberflächenkorruptionen mit bis zu zehnmals wegen elastischer Deformation durch interatomare Kräfte zwischen Spitze und Probe überhöhten Amplituden wurden beobachtet. Die elastische Deformation als Funktion des Tunnelstromes und der angelegten Spannung wurde direkt gemessen. Drei Bereiche konnten unterschieden werden: deformationsloses Tunneln mit breiter Tunnelbarriere, beträchtliche Kompression des Graphites in einem engen Bereich von Barrierenweiten und der folgende Zusammenbruch der Barriere. Die gemessene $I(s)$ Abhängigkeit bestätigt die heutige theoretische Sicht der Wechselwirkung zwischen Spitze und Probe in Graphit. Die Nichtlinearität der auf Graphit bei konstanter Barrierenweite gemessenen $I(V)$ -Kurven um 0 V rührt von der beim Fermi-Niveau sehr kleinen und auf beiden Seiten linear ansteigenden Zustandsdichte her, eine charakteristische Situation für Halbmetalle mit einem sehr kleinen direkten Bandgap.