

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
INSTITUTO DE FÍSICA
DEPARTAMENTO DE FÍSICA

MICROSCOPIA DE TUNELAMENTO E
DE SONDA HALL EM BAIXAS
TEMPERATURAS

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

Christian Tabusa de Godoy

Porto Alegre, RS, Brasil 2021

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
INSTITUTO DE FÍSICA
DEPARTAMENTO DE FÍSICA

**MICROSCOPIA DE TUNELAMENTO E
DE SONDA HALL EM BAIXAS
TEMPERATURAS**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

Christian Tabusa de Godoy

Trabalho de Conclusão de Curso
apresentado como requisito parcial
para obtenção do título de Bacharel
em Física.

Orientador:
Milton A. Tumelero, Prof. Dr.

Porto Alegre, RS, Brasil 2021

Agradecimento

Agradeço minha mãe por todo apoio que me forneceu durante o período de bacharel. Aos meus amigos de dentro e fora do curso. Aos professores, colegas de bolsa e especialmente ao professor Milton Tumelero por todo conhecimento adquirido durante a vida acadêmica.

Também gostaria de agradecer ao laboratório de Propriedades Quânticas da Matéria e aos órgãos de fomento à pesquisa BIC e PROBITI FAPERGS por tornarem essa pesquisa possível.

Resumo

O objetivo deste trabalho foi realizar o comissionamento do equipamento de microscopia de ponta de prova LT-SHPM (Low-Temperature Scanning Hall Probe Microscopy), adquirido pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS) da empresa Nanomagnetics Instruments, realizando medidas elétricas e topográficas através da técnica de escaneamento de microscopia de tunelamento (scanning tunneling microscopy-STM). Foram estudadas amostras de Bi_2Se_3 , Nb , $FeSe$ e gelos de spin artificiais de Gd . A análise da corrente de tunelamento via espectroscopia de tunelamento (STS) foi utilizada para observação da densidade de estados e gap de energia no semicondutor Bi_2Se_3 e nos supercondutores Nb e $FeSe$. Porém o gap supercondutor não pôde ser observado por questões técnicas do instrumento que serão discutidas neste trabalho. Modificações eletrônicas foram realizadas para melhorar a qualidade do equipamento. Imagens de topografia com microscopia de tunelamento e com a sonda Hall foram realizadas nas amostras de gelo de spin, buscando observar os momentos magnéticos.

Palavras-chave: Microscópio de Tunelamento, Sonda Hall, Gelos de Spin, Tunelamento Quântico, Gap de energia supercondutor.

Abstract

The objective here was the comissioning of Nanomagnetism Instruments low temperature scanning tunneling microscope with Hall probe, LT-SHPM, acquired by Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), taking both electric measurements and topographic images. Samples of Bi_2Se_3 , Nb , $FeSe$ and Gd based spin ices were used. The tunneling current was used to determine the density of states and the energy gap in the semiconducting Bi_2Se_3 and in the superconductors Nb and $FeSe$. The superconductor gap was not observed due to technical issues which will be properly discussed. Modifications to the electronics were done to improve the electrical measurements quality. Topographic and Hall images were obtained for spin ices samples in order to visualize its magnetic moments.

Keywords: comission, LT-SHPM, magnetic moment, tunneling current, superconductivity gap

Sumário

1	Introdução	1
1.1	Objetivos	2
2	Revisão Bibliográfica	3
2.1	Estudo de Supercondutores com STS	3
2.2	Estudo de Texturas Magnéticas com SHPM	3
3	Conceitos Teóricos	7
3.1	Tunelamento de partícula livre	7
3.2	Tunelamento entre metais	8
3.3	Estrutura de Bandas e Gap de Energia	9
3.3.1	Tunelamento em sistemas com Gap de Energia	11
3.4	Supercondutividade e Gap Supercondutor	12
3.4.1	Tunelamento em Supercondutores	12
4	Instrumentação e Metodologia	14
4.1	Preparação da ponta	14
4.2	Preparações das amostras	14
4.2.1	Gelos de Spin	14
4.2.2	Monocristal de Bi_2Se_3	14
4.2.3	Policristal de Nb	14
4.2.4	Monocristal de $FeSe$	15
4.2.5	Montagem das amostras no STM	15
4.3	Instrumentação do STM	15
4.4	Modificações	17
5	Resultados	19
5.1	Microscopia Magnética em Gelos de Spin Artificiais	19
5.2	Espectroscopia de Tunelamento	21
5.2.1	Cristal de seleneto de bismuto	21
5.2.2	Policristal de nióbio	23
5.2.3	Monocristal de $FeSe$	24
6	Discussões e Conclusões	27

Lista de Figuras

2.1	Representação Spin-Ice	4
2.2	Topologia da rede retangular spin ice artificial	5
2.3	Rotacional do Vórtice	5
2.4	Imagem magneto-ótica	6
3.1	Potencial Barreira	7
3.2	Diagrama ilustrativo de uma estrutura de banda eletrônica	10
3.3	Gráfico de Energia de Bandas	10
3.4	Gráfico de Gap Supercondutor	11
3.5	Junção de tunelamento normal-supercondutor	13
4.1	Representação do porta amostras	15
4.2	LT-SHPM	16
4.3	Sondas Hall e STM	16
4.4	Representação do lock-in e somador	18
5.1	Topografia dos Gelos de Spin	19
5.2	Topografia e Momento Magnético	20
5.3	Diagrama Spin-Ice	20
5.4	Topografia do Bi_2Se_3	21
5.5	Corrente de Tunelamento do Bi_2Se_3	22
5.6	Gap Semicondutor	22
5.7	Cristal de Níobio	23
5.8	Tunelamento Nb	24
5.9	Transição Supercondutora	24
5.10	Topografia FeSe	25
5.11	Corrente de tunelamento do monocristal de FeSe	26
5.12	Condutância FeSe	26
6.1	Condutância Diferencial extraída de Yang Xu e Ireneusz Miotkowski	27

Lista de Tabelas

4.1	Tabela da Temperatura com Adaptação	17
-----	---	----

Capítulo 1

Introdução

A técnica de microscopia de tunelamento (STM), é a análise física desenvolvida em 1981 por Gerd Binnig e Heinrich Rohrer, ambos pesquisadores da I.B.M Research em Zurique, o que lhes rendeu o Nobel em Física em 1986. É uma técnica bastante simples de ser entendida, mas bastante complexa de ser empregada [1]. O objetivo é estudar a topografia de uma amostra em escala de nanômetros, para isto, uma ponta fina metálica é movida sobre a superfície desta amostra. Aplicando uma diferença de potencial entre a ponta e a amostra obtém-se, via tunelamento, uma corrente elétrica com a qual é possível gerar uma imagem. O tunelamento é um fenômeno quântico que envolve uma corrente induzida por uma diferença de potencial entre a ponta e a amostra quando a distância entre as duas forem muito pequena, na ordem de pico metro. O tunelamento é diretamente proporcional à distância da ponta e da superfície da amostra. Quanto mais próximo a ponta se encontra à superfície maior é a corrente.

Os componentes principais do STM são: uma sonda ou ponteira (geralmente feita de tungstênio ou platina-irídio), um tubo piezoelétrico que controla os movimentos da ponta em três dimensões (realizando a varredura topográfica e se aproximando ou afastando da superfície), uma fonte de tensão, um pré-amplificador para medir a corrente elétrica da amostra para a ponta e um computador para converter a corrente medida em imagem e para controlar os movimentos da ponteira. O piezo-tubo, e a conseqüentemente a ponteira, se desloca verticalmente para manter a corrente de tunelamento constante. Com isso é possível medir o deslocamento da ponta obtendo uma resolução atômica/molecular da superfície da amostra. Além de utilizar o STM para medidas de topografia de amostras, uma outra possibilidade de técnica de análise que pode ser realizada com o mesmo instrumento é a espectroscopia de tunelamento (STS), que envolve analisar a corrente de tunelamento em função do potencial elétrico aplicado entre a ponta e a amostra. Isso permite que a densidade de estados (density of states-DOS) da amostra seja mensurada. A DOS pode ser utilizada para estudar diversos tipos de sistemas, como moléculas adsorvidas, semicondutores e supercondutores, via medida dos gap's de energias. Para as medidas de STS, o sistema de controle de posição da ponta (o piezo-tubo) é desligado, fazendo com que a distância entre a ponta e a superfície não se altere. Por este motivo deve existir uma alta estabilidade mecânica no sistema, evitando que a ponta oscile em relação a superfície da amostra.

Para a aproximação da ponteira com a amostra, tanto no modo STM quanto no STS, são aplicadas diferenças de potencial, usualmente, entre 100 e 500 mV , gerando

correntes de tunelamento entre 100 pA e 2 nA , dependendo da distância entre a ponta e a amostra. Como ambos os parâmetros acima podem ser escolhidos pelo operador, a distância entre a amostra e a ponta pode ser controlada. A corrente de tunelamento e, conseqüentemente, a distância entre a ponta e a superfície da amostra é mantida fixa por um controlador via um sistema Proporcional-Integral-Diferencial (PID).

Foi adquirido no segundo semestre de 2019, pela UFRGS, um equipamento de microscopia de ponta de prova com módulo de varredura Hall a baixa temperatura (Low Temperature Scanning Hall Probe Microscope LT-SHPM), produzido pela empresa Nanomagnetics Instruments. O equipamento permite mapear espacialmente as induções magnéticas locais em uma superfície através da medida da tensão Hall em um sensor Hall microscópico. O sistema fornece alta resolução espacial de imagem (aproximadamente 50 nm) com alta sensibilidade do campo magnético ($0,1 \text{ G}$). Diferente do microscópio de força magnética (MFM), o SHPM fornece informação direta e quantitativa de materiais magnéticos. Esse equipamento também é possível extrair imagens de induções magnéticas sob campo de, aproximadamente, 16 tesla e sobre uma grande escala de temperatura (de milikelvin até 300 K). Este equipamento obtido vem integrado com o modo de operação de STM, possuindo amplificador de corrente, saídas corrente alternada (AC) e corrente contínua (DC), filtro de passa baixo, divisor de tensão, sensor de temperatura (porém foi necessário integrar um sensor de temperatura criogênica (CERNOX), motivo esse que será discutido no trabalho). Houve certas adaptações ao equipamento que serão abordados na seção 4.5. O microscópio possui três modos de operação sendo um deles o objetivo deste trabalho, o modo microscopia de força atômica (AFM) e o modo Hall (SHPM).

Este trabalho se divide da seguinte maneira: Capítulo 2 apresenta uma revisão bibliográfica dos conteúdos alvos deste trabalho de TCC; No capítulo 3 serão apresentados os conceitos fundamentais como: tunelamento de partícula livre, tunelamento entre dois metais e supercondutividade e o gap supercondutor. No capítulo 4 serão apresentadas a instrumentação e as metodologias: desde a preparação da ponta até as adaptações realizadas nos equipamentos. No capítulo 5 serão apresentados os resultados obtidos neste trabalho: com as imagens topográficas das amostras de gelos de spin e as medidas de STS das seguintes amostras: cristal de seleneto de bismuto (Bi_2Se_3), policristal de nióbio (Nb) e monocristal de ferro e selênio (FeSe). E por fim, no capítulo 6 as conclusões e futuros trabalhos de continuidade.

1.1 Objetivos

O objetivo geral deste trabalho é o comissionamento e início da operação deste equipamento de microscopia de tunelamento. Seguido do estudo dos seguintes sistemas: (i) estrutura magnética de sistemas gelo de spin artificiais com o módulo SHPM e (ii) da densidade de estados local de materiais supercondutores não convencionais, como o monocristal (FeSe).

Entre os objetivos específicos deste trabalho estão: (i) Realizar algumas adaptações no microscópio permitindo um melhor controle dos experimentos. (ii) Realizar testes de medida de tunelamento em sistemas bem consolidados como o cristal (Bi_2Se_3) e o policristal (Nb). Dado que houve certas barreiras físicas para a operação do microscópio que impossibilitaram a obtenção integral desses objetivos.

Capítulo 2

Revisão Bibliográfica

2.1 Estudo de Supercondutores com STS

A medida da condutância no regime de transporte túnel (chamado de espectroscopia de tunelamento - STS) é uma ferramenta direta para observar a estrutura eletrônica de sistemas físicos, principalmente quando realizada em diferentes temperaturas [2]. São algumas das descobertas viabilizadas por este tipo de análise: (i) fases de rede de vórtice fracamente ligados em supercondutores do tipo-II ($NbSe_2$)[3] e de pnictídeos[4]; (ii) coexistência de um pseudo-gap em cupratos supercondutores [5]; (iii) propriedades eletrônicas dos férmions de Dirac[6]; (iv) estudo da densidade de estados de quasipartículas com perturbação de energia Doppler[7]; (v) parâmetros de ordem em supercondutores de alta temperatura[8]. Para o caso de supercondutores, ainda é possível de realizar espectroscopia via espectroscopia de reflexão de Andreev com ponta de contato (ARPCS), quando o regime de condução passa de túnel para balístico, permitindo para melhor compreensão dos mecanismos microscópicos em novos supercondutores. No trabalho de Lin Jiao *et al.*[9], através do estudo de cristal de UTe_2 , foi possível determinar existências de modos quirais dentro do gap supercondutor. Estudos com espectroscopia de tunelamento também revelam a presença de supercondutividade não convencional[10] e defeitos intrínsecos[11] em cristais de $FeSe$. Outro exemplo importante de aplicação de STS é em filmes finos de Bi_2Se_3 [12] sobre substratos de Si (111) onde foi revelada que a existência de impurezas ressonantes locais não magnéticas preservam a simetria de reversão temporal e as características topológicas deste sistema.

2.2 Estudo de Texturas Magnéticas com SHPM

Gelos de spin são materiais cuja estrutura cristalina forma tetraedros regulares "encurralado" íons da rede com momento magnético de spin não nulo, satisfazendo uma configuração com dois momentos apontando para dentro do tetraedro (two-in) e dois para fora (two-out), como na Fig. 2.1(a). Estes sistemas são chamados de gelo por analogia à regra two-near, two-far em gelo (Fig. 2.1(b)). L. Pauling demonstrou que esta regra no gelo leva a um excesso de entropia, puramente frustrado, o mesmo ocorre para o caso magnético, na regra two-in e two-out - apresentando as mesmas propriedades de entropia residual que o gelo. Os gelos de spin têm grandes vantagens em relação aos gelos de água para o estudo da entropia residual, como por exemplo: a facilidade de se criar grandes monocristais de materiais spin-ice em

relação à cristais de gelo. Adicionalmente, a possibilidade de induzir interações dos momentos magnéticos com um campo magnético externo, alterando a entropia residual. Estes materiais são caracterizados pela frustração, criando uma desordem aleatória na orientação dos momentos magnéticos, mesmo quando o material está a baixas temperaturas. Medidas da susceptibilidade magnética AC evidenciam um congelamento dinâmico dos momentos magnéticos quando a temperatura diminui abaixo da temperatura onde o calor específico apresenta um máximo. O máximo alargamento da capacidade térmica não corresponde a uma transição de fase. Entretanto, a temperatura onde o máximo ocorre, 1 K para o titanato de disprósio ($Dy_2Ti_2O_7$), sinaliza uma mudança abrupta no número de tetraedros onde a regra two-in two-out é violada. Os tetraedros onde a regra é violada são domínios onde podem existir monopolos magnéticos [13].

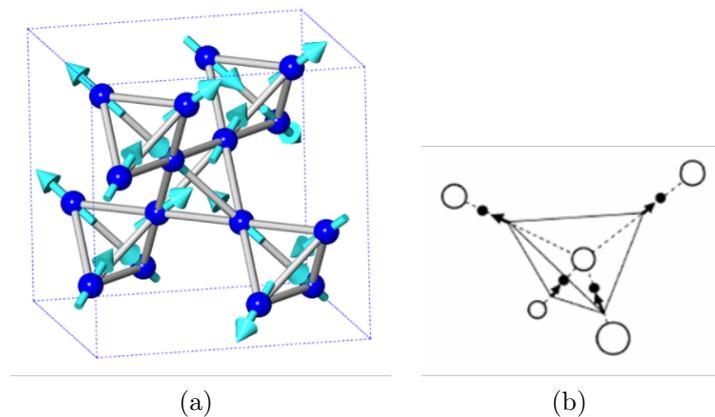


Figura 2.1: (a) Partição de um tetraedro de rede de pirocloro. Os íons magnéticos (esferas azul-escuro) encontram-se em uma rede de um tetraedro acoplado nos seus vértices. Outros átomos formam a estrutura do cristal de pirocloro não estão apresentados. Os momentos magnéticos (esfera azul-claro) obedecem a regra de spin-ice two-in, two-out sobre toda a grade. O sistema é um estado spin ice. (b) O arranjo dos átomos de hidrogênio (círculos pretos) entorno dos átomos de oxigênio (círculos brancos) no gelo. Dois átomos de hidrogênio (abaixo) estão próximos ao átomo de oxigênio central enquanto que dois deles (acima) estão afastados e próximos aos outros dois (superior esquerdo e superior direito) átomos de oxigênio.

No trabalho de S.O Ferreira *et al.* [14] estudaram-se nano-ilhas da estrutura compostas das seguintes multicamadas $Si/Ta\ 3nm/Ni_{80}Fe_{20}\ 20nm/Ta\ 3nm$. A distribuição destas nanoilhas gera um chamado gelo de spin artificial, onde é observado a separação de um dipolo magnético quando um campo elétrico é aplicado. O estudo foi realizado com simulações Monte Carlo (MC) e experimentalmente com microscopia de força magnética (MFM). Uma imagem de MFM para uma amostra de gelo de spin artificial com geometria retangular é mostrada na Fig. 2.2. O estado fundamental de um gelo de spin retangular obedece à regra de gelo em todos os vértices, que, no presente caso, diz que dois spins devem apontar para dentro e outros dois para fora. Estados excitados violam a lei de gelo. Pontos claros e escuros de cada nano-ilha alongada indicam polos opostos e fornecem a direção do momento magnético da ilha. O círculo em alguns vértices representam cargas magnéticas. O estado fundamental com magnetização residual de carga é formado pela topologia T_0 enquanto que o estado fundamental magnetização residual do momento é for-

mado pela topologia T_1 , como mostrado na Fig. 2.2(c). Este tipo de análise mostra o poder da microscopia magnética. Neste caso, o fato da ponta possuir momento magnético gera distorções que dificultam a interpretação dos dados.

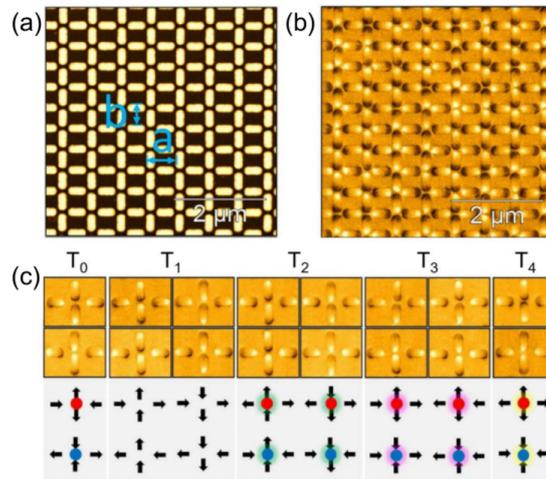


Figura 2.2: (a) Microscopia de força atômica de uma amostra de gelo de spin com nano-ilha magnética com dimensão de $(300nm \times 100nm \times 20nm)$ (b) Figura extraída da microscopia de força magnética da amostra mostrada em (a). (c) As cinco possíveis topologias no sistema, os círculos representam as cargas magnéticas. Retirado de [14].

O estudo de estruturas magnéticas como estes gelos de spin ou vórtices tem atraído grande atenção da comunidade acadêmica nos anos recentes devido ao seu potencial tecnológico. Distintas configurações e texturas magnéticas podem existir produzindo uma grande diversidade em propriedades de transporte elétrico e magnético[15]. Um vórtice magnético é um possível tipo de textura magnética, como é mostrado na Fig. 2.3 e caracterizado por dois principais parâmetros: sua *quiralidade* (configuração rotacional do spin no plano) e sua *polaridade* (sentido de magnetização fora do plano). Seu estudo tem sido potencializado devido a ampla variedade aplicações, como tecnologias de armazenamento magnético (VRAM) [16] até micro-discos bio-funcionais para tratamento de câncer [17]. Um aspecto crítico para a utilização tecnológica destas estruturas de vórtices magnéticos é a capacidade de cria-los e controla-los de forma reprodutível.

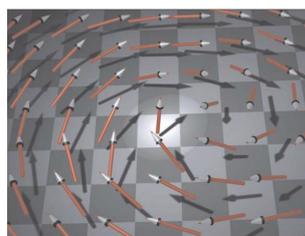


Figura 2.3: Representação esquemática do rotacional do vórtice. Longe do núcleo do vórtice a magnetização rotaciona continuamente em torno do centro com sua orientação no plano da superfície. No centro do núcleo a magnetização é perpendicular ao plano. Retirado de [18]

No trabalho de P. Purer *et al.*[19] realizou-se imagens magneto-ópticas, magnetização, efeito Hall e magneto-resistência em heteroestruturas de filmes finos tipo $Nb/Al_2O_3/Co$ com o objetivo de detectar possíveis texturas magnéticas na camada ferromagnética induzidas pela camada supercondutora. As avalanches se desenvolvem no interior da amostra formando uma morfologia dendrítica, conforme observado nas imagens magneto-ópticas das Figs. 2.4 (a) e 2.4 (b). Como a amostra é maior que o campo de visão do microscópio, as imagens magneto-ópticas foram obtidas de uma fração da amostra, que abrange a borda entre o Nb e a heteroestrutura Nb / Al_2O_3 / Co. Linhas verticais foram adicionadas à figura para identificar o limite que separam a camada de Nb e a heteroestrutura. As imagens (a) e (b) foram registradas após o resfriamento de campo zero (ZFC) da amostra de uma temperatura acima de $T_C = 8.9K$ até $T=2,5K$ e a imagem (c) mostra a magnetização remanescente do filme de Co após o re-aquecimento da amostra acima T_c . Na imagem da Fig. 2.4 (a), tirada em $\mu_0 H = 2,5$ mT, podem-se ver duas estruturas dendríticas que começam na borda da amostra e alcançam a área onde está localizada a camada magnética. Nenhuma deflexão ou supressão significativa dos ramos é observada enquanto as avalanches invadem aquela área. Este comportamento é esperado quando os dendritos cruzam a borda da área coberta formando ângulos próximos a $\pi/2$. Por outro lado, ramos que estão prestes a terminar no limite são interrompidos. Aumentando o campo para $\mu_0 H=6,0$ mT, como mostrado na imagem (b), vários dendritos penetram dentro da heteroestrutura. Quando o campo magnético é removido e a amostra é aquecida a uma temperatura acima de T_c , a camada de Co permanece magnetizada como mostrado na imagem (c). Através de uma comparação meticulosa entre as imagens (b) e (c), percebe-se que vários ramos desenvolvidos a 2,5K são impressos na camada magnética mesmo quando o filme Nb está fora do estado supercondutor. Entretanto, não foi possível avançar mais no trabalho devido a incapacidade da técnica magneto-óptica de resolver os vórtices. Para isso é necessário um microscópio magnético em baixas temperaturas, como o adquirido pelo IF da UFRGS.

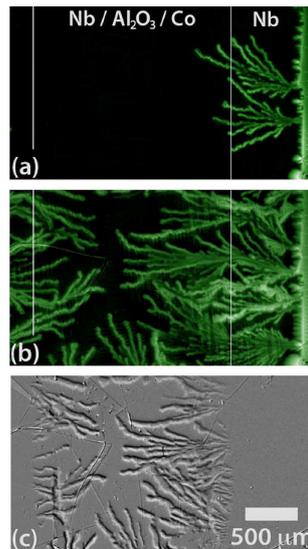


Figura 2.4: Imagem magneto-óptica (a) 2.5k a 2.5mT; (b)2.5K a 6mT; (c) estado remanescente da camada de Co a $T=10K$. Retirado de [19]

Capítulo 3

Conceitos Teóricos

3.1 Tunelamento de partícula livre

O fenômeno de tunelamento, que não possui um análogo em mecânica clássica, é uma consequência importante na mecânica quântica. Considere uma partícula em uma dimensão com energia E abaixo da barreira de potencial $V(x)$ (Fig. 3.1), na mecânica clássica se $E < V$ a partícula encontra a barreira e retorna, sem condições de atravessá-la, e se $E > V$ a partícula supera a barreira. já na mecânica quântica a partícula tem condições de superar a barreira mesmo quando E é menor que V , apesar da probabilidade de tunelamento ser pequena para valores de E menor que V .

Para modelar o fenômeno de tunelamento quântico podemos usar a equação de Schrödinger independente do tempo:

$$-\frac{\hbar^2}{2m} \frac{d^2\psi(x)}{dx^2} + V(x)\psi(x) = E\psi(x) \quad (3.1)$$

Estados estacionários da função de onda correspondem à distribuições de probabilidade constantes.

Tomando um potencial que represente a barreira como na Fig. 3.1:

$$V(x) = \begin{cases} V_0 & \text{para } 0 \leq x \leq L \\ 0 & \text{para } x > L \text{ e } x < 0 \end{cases}$$

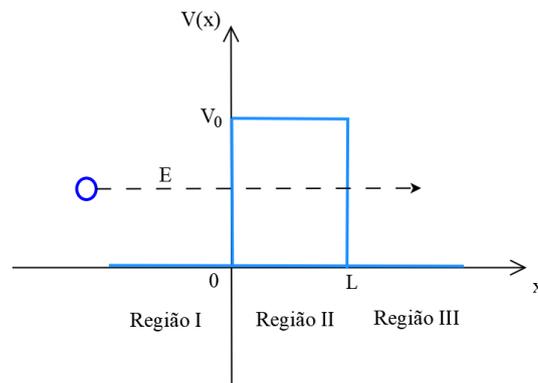


Figura 3.1: Partícula incidindo num potencial barreira de altura V_0

A função de onda irá consistir de uma onda incidente, uma onda refletida e uma onda transmitida. As soluções correspondentes às equações serão:

$$\text{Região I } (x < 0) \quad \psi_1 = Ae^{ik_1x} + Be^{-ik_1x} \quad (3.2)$$

$$\text{Região II } (0 < x < L) \quad \psi_2 = Ce^{-k_2x} + De^{k_2x} \quad (3.3)$$

$$\text{Região III } (x > L) \quad \psi_3 = Fe^{ik_1x} + Ge^{-ik_1x} \quad (3.4)$$

Onde $k_1 = \sqrt{2mE}/\hbar$ e $k_2 = \sqrt{2m(V_0 - E)}/\hbar$. Se a partícula incide da esquerda para a direita tem-se $G = 0$. Aplicando as condições de contorno das funções de onda tem-se:

$$\begin{aligned} \left| \frac{A}{F} \right|^2 &= 1 + \frac{1}{4} \left(\alpha + \frac{1}{\alpha} \right)^2 \sinh^2(k_2L) \\ \left| \frac{B}{F} \right|^2 &= \frac{1}{4} \left(\alpha + \frac{1}{\alpha} \right)^2 \sinh^2(k_2L) \end{aligned}$$

Para $x < 0$:

$$\psi(x) = Ae^{ik_1x} + Be^{-ik_1x}$$

Para $x > L$:

$$\psi(x) = Fe^{ik_1x}$$

Ou seja:

$$\psi(x) = \begin{cases} \psi_{inc} + \psi_{refl}, & \text{se } x < 0 \\ \psi_{trans}, & \text{se } x > L \end{cases}$$

O coeficiente de transmissão é o responsável por determinar o tunelamento da partícula através da barreira e seu valor será:

$$T = \frac{|\psi_{trans}|^2}{|\psi_{inc}|^2} = \frac{|F|^2}{|A|^2} = \left[1 + \frac{1}{4} \left(\frac{k_2}{k_1} + \frac{k_1}{k_2} \right)^2 \sinh^2(k_2L) \right]^{-1} \quad (3.5)$$

Da expressão acima podemos ver que a probabilidade de tunelamento através da barreira decresce conforme a largura da barreira e a altura energética aumentam.

3.2 Tunelamento entre metais

Para o caso de tunelamento eletrônico entre dois metais separados por uma barreira de potencial (também chamada de barreira túnel) a situação é um pouco mais complexa, pois devemos levar em consideração a existência de uma pequena diferença de potencial elétrico entre os dois metais, uma força eletromotriz. O coeficiente de transmissão T não se aplica mais e, portanto, defini-se o coeficiente de emissão D , onde ainda é válida a relação $R + D = 1$. O coeficiente de emissão representa a razão entre o número de elétrons passando por um número de elétrons incidentes[20].

O método WKB é uma técnica para obter soluções aproximadas para a equação de Schrödinger dependente do tempo em uma dimensão. É particularmente útil para se calcular energias de estados ligados e taxas de tunelamento através de barreiras de potencial. Uma análise mais aprofundada do método pode ser encontrada no

livro de Griffiths[21] (cap.8, p.315). Havendo uma barreira de potencial constante $V(x) = V$, o coeficiente D , que é uma medida da probabilidade de tunelamento, pode ser escrito como:

$$D \simeq e^{-G}$$

Onde o expoente G é

$$G = g \int M^{1/2} dx$$

Com M sendo a energia eletromotriz $V(x) - E$ definida por [22]. g é uma constante para o elétron e dada por:

$$g \simeq 2 \frac{(2m_e)^{1/2}}{\hbar} \simeq 10,24624 \text{ eV}^{-1/2} nm^{-1}$$

Note que a integral depende da geometria da barreira túnel. É também importante notar que a geometria da barreira túnel depende de V , a diferença de potencial elétrico entre os dois eletrodos metálicos. No caso de V muito grande a barreira acaba ficando distorcida e pode ser aproximada por uma barreira triangular. Nesta situação de tunelamento em altos campos elétricos é chamada de Tunelamento de Fowler-Nordheim (FN)[23]. Este tipo de tunelamento também é conhecido como emissão de elétrons em campo frio (cold field electron emission - CFE). No trabalho de Richard G. Forbes[24] há um estudo mais detalhado sobre os diferentes tipos de barreiras. Aqui focaremos em discutir o caso mais simples delas, resumidamente, a barreira retangular envolvendo descontinuidades.

A probabilidade de tunelamento para uma barreira retangular simétrica, como a mostrada na figura 3.1 é, e sujeita a uma diferença de potencial zero, usualmente escrita como:

$$D = \frac{pe^{-G}}{1 + (p - 2)e^{-G} + e^{-2G}} \quad (3.6)$$

onde $p = 16K_n h / (K_n + h)^2$ e $G = 2k_2 L = gh^{1/2}L$, e K_n é definido como uma energia cinética normal ao eixo de propagação da partícula, L é o comprimento da barreira, h a altura e $k_2 = [(2m_e h)^{1/2} / \hbar]$ é a constante de decaimento na região II.

3.3 Estrutura de Bandas e Gap de Energia

Em física do estado sólido o *gap* das bandas de energia, ou também conhecido como energia de *gap*, é uma distância energética entre duas bandas de energia onde dentro deste intervalo energético nenhum estado eletrônico pode existir. A figura 3.2 mostra um diagrama de bandas em sólidos indicando o surgimento das bandas a partir dos níveis eletrônicos atômicos. O gap de energia, geralmente, refere-se à diferença de energia (em elétron-volts) entre o topo da banda de valência e o inferior da banda de condução (para o caso de isolantes e semicondutores). É a energia necessária para promover um elétron de valência (elétron ligado a um átomo) para se tornar um elétron de condução, que é livre para se mover na estrutura cristalina e servir como um portador de carga. Se a banda de valência está completamente cheia e a banda de condução completamente vazia, então elétrons não podem se mover nos sólidos. Logo, o gap de energia é um dos grandes fatores determinantes para condução elétrica de um sólido. Substâncias com um largo gap de banda

são, geralmente, isolantes, aqueles com um menor gap que esse são semicondutores, enquanto que os condutores têm um gap muito pequenos ou nulos (fig. 3.3).

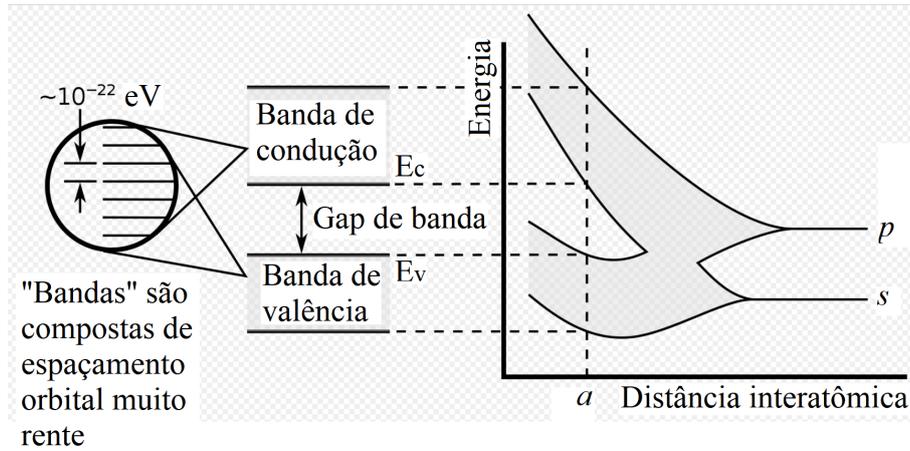


Figura 3.2: Diagrama ilustrativo de uma estrutura de banda eletrônica. Imagem extraída e adaptada de [25].

A figura 3.2 mostra os níveis de energia de um conjunto infinito de átomo como função do espaçamento entre eles. Quando os átomos estão muito distantes uns dos outros, cada um possui seus respectivos orbitais atômicos de valência p e s que têm a mesma energia. Contudo, quando os átomos se aproximam seus orbitais começam a se sobreporem. O Princípio de Exclusão de Pauli rege que nenhum dos dois átomos pode ter elétrons com o mesmo conjunto de números quânticos, então cada orbital atômico se divide em N orbitais moleculares cada um com diferentes energias, onde N é o número de átomos em um cristal. Como N é um número muito grande ($\sim 10^{22}$) orbitais adjacentes estão muito próximos energeticamente ($\sim 10^{-22}$ eV) então os orbitais podem ser considerados uma banda contínua.

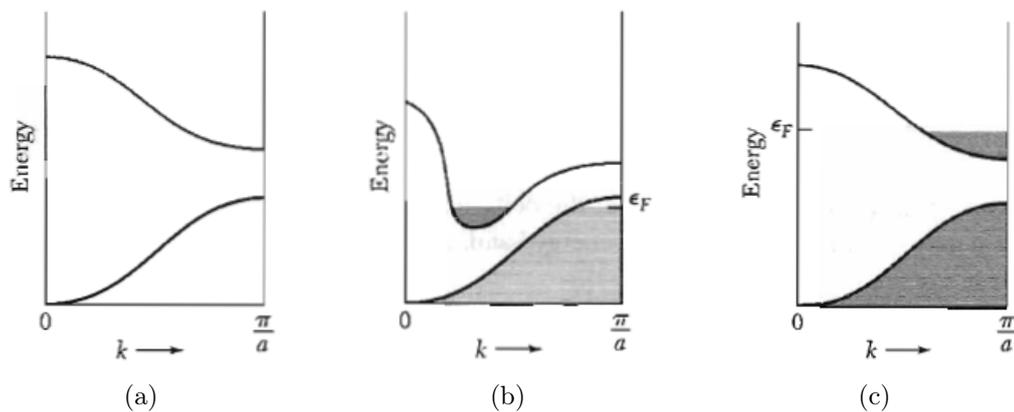


Figura 3.3: Estados ocupados da estrutura de banda representando (a) isolante, (b) um metal ou semimetal por causa da sobreposição de banda, e (c) um metal por causa da concentração de elétrons. Em (b) a sobreposição não se faz necessária ocorrer na mesma direção que na zona de Brillouin. Se a sobreposição é pequena, com poucos estados, relativamente, envolvidos, fala-se de um semimetal. Figura retirada do livro de Charles Kittel [26].

3.3.1 Tunelamento em sistemas com Gap de Energia

Vamos agora discutir o que ocorre com o tunelamento entre um metal e um sistema que possua gap de energia. É ilustrado na figura 3.4 o diagrama de banda em uma junção túnel metal/semicondutor. O metal normal é representado em uma maneira elementar familiar como uma distribuição contínua de estados de energia de partículas independentes com densidade $N(0)$, $N(0)$ representa a densidade de estados no nível de Fermi. O sistema com gap de energia, ou semicondutor é representado como duas diferentes bandas separadas pelo gap. À $T = 0$ todos os estados acima com energia maior que a energia de Fermi estão ocupados; para $T > 0$, o número de ocupação são dados pela função de Fermi, $f(E_k) = f_k = (e^{\beta E_k} + 1)^{-1}$ onde $\beta = 1/k_B T$.

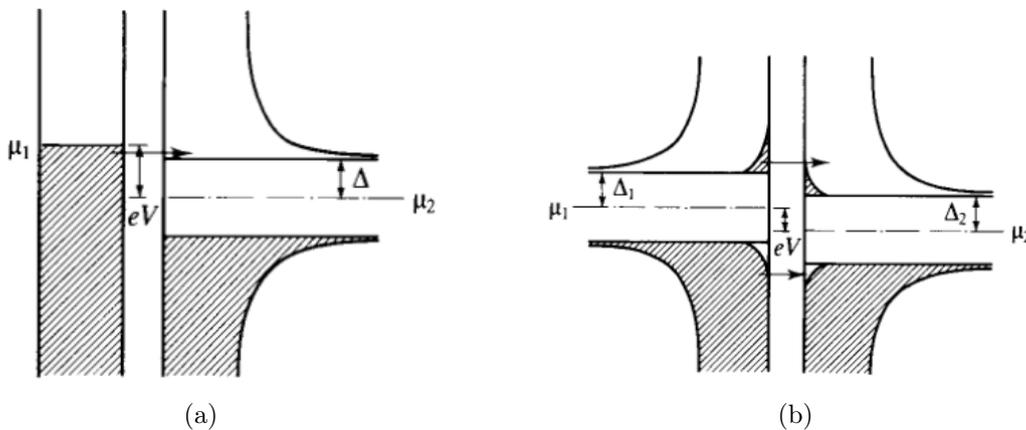


Figura 3.4: Exemplo do modelo semicondutor descrevendo o tunelamento de um elétron. A densidade de estados está traçada horizontalmente vs. energia verticalmente. Área hachurada representa os estados ocupados pelos elétrons. (a) tunelamento N-S em $T = 0$, com uma diferença de potencial um pouco acima da condução limiar, i.e., eV excede ligeiramente o gap de energia Δ . Flecha horizontal retrata elétrons da esquerda atravessando para o estado vazio na direita. (b) tunelamento S-S a $T > 0$, com diferença de potencial abaixo do limiar de condução a $T = 0$, i.e., com $eV < \Delta_1 + \Delta_2$. Flecha horizontal retrata tunelamento envolvendo elétrons ou buracos termicamente excitados, respectivamente. Figura retirada do livro de M. Tinkham [27].

É importante ressaltar que esta descrição é bastante simplificada, e não leva em conta os efeitos de interferência da corrente de tunelamento com a diferença de potencial ou a espessura da amostra. Porém ele explica de uma maneira simples a corrente de tunelamento ao longo da barreira. Dentro desta aproximação a corrente de tunelamento através da barreira pode ser escrita como:

$$I_{1 \rightarrow 2} = A \int_{-\infty}^{\infty} |D|^2 N_1(E) f(E) N_2(E + eV) [1 - f(E + eV)] dE$$

onde V é a voltagem aplicada, eV é a diferença resultante do potencial químico sobre a junção, e $N(E)$ é a densidade de estados normal ou supercondutora. O fator $N_1 f$ e $N_2 (1 - f)$ fornece o número de ocupação de estados inicial e de disponível (i.e., vazio) estado final em intervalos unitários de energia. D é o coeficiente de emissão:

A é uma constante de proporcionalidade. Subtraindo a corrente reversa, obtém-se a corrente resultante:

$$I = A|D|^2 \int_{-\infty}^{\infty} N_1(E)N_2(E + eV)[f(E) - f(E + eV)]dE \quad (3.7)$$

A expressão acima mostra que o tunelamento é proporcional tanto à altura da barreira túnel, a largura da barreira túnel e as densidades de estados do dois eletrodos na barreira.

3.4 Supercondutividade e Gap Supercondutor

A supercondutividade é um fenômeno que ocorre em certos materiais e é caracterizado principalmente pela resistência elétrica nula do material em temperaturas T abaixo da temperatura crítica T_C de transição de fase. O valor da temperatura crítica varia de material a material. Supercondutores convencionais têm T_C entre 20 K e 1 K. Similarmente, a uma temperatura fixa abaixo da temperatura crítica, materiais supercondutores deixam de possuir essa característica quando um campo magnético externo é aplicado e é maior que o campo magnético crítico do material. Isso se deve à energia livre de Gibbs, onde a fase supercondutora aumenta quadraticamente com o campo magnético, enquanto que a energia livre da fase normal é, aproximadamente, independente do campo magnético.

A descrição microscópica deste efeito de supercondutividade é chamada de teoria BCS (em homenagem aos seu criadores: Bardeen, Cooper e Schrieffer) e é baseada no acoplamento entre dois elétrons, devido a uma força atrativa intermediada por fônons, formando uma nova quase-partícula chamada de par de Cooper. A ligação entre estes dois elétrons faz com que surja um gap de energia que define os estados ligados dos pares. Este gap pode ser interpretado similarmente a descrição de gap de energia de bandas, como já discutido acima. Logo a mesma teoria de tunelamento pode ser utilizada.

3.4.1 Tunelamento em Supercondutores

A descrição do gap supercondutor que será abordada é uma versão resumida do livro de M. Tinkham (*Introduction to Superconductivity*) e tratada no escopo de teoria BCS. Adaptando a Eq. 3.7 para o caso de uma barreira túnel entre um metal e um supercondutor optem-se a expressão para o tunelamento dada por:

$$\begin{aligned} I_{ns} &= A|T|^2 N_1(0) \int_{-\infty}^{\infty} N_{2s}[f(E) - f(E + eV)]dE \\ &= \frac{G_{ns}}{e} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{N_{2s}(E)}{N_2(0)} [f(E) - f(E + eV)]dE \end{aligned} \quad (3.8)$$

Geralmente, meios numéricos são requeridos para avaliar esta expressão para a densidade de estados BCS e realizar comparações quantitativas com o experimento, contudo o comportamento qualitativo é facilmente traçado. Como indicado na Fig. 3.5(a), à $T = 0$, não há corrente de tunelamento até $e|V| \geq \Delta$, uma vez que a diferença do potencial químico tem de fornecer energia suficiente para criar a excitação no supercondutor. A magnitude da corrente é independente do sinal de V

porque excitações buraco e elétron têm energias equivalentes. Para $T > 0$ a energia de excitação já presente permite com que superem à baixas voltagens, apresentando uma cauda exponencial da corrente na região abaixo $eV = \Delta$.

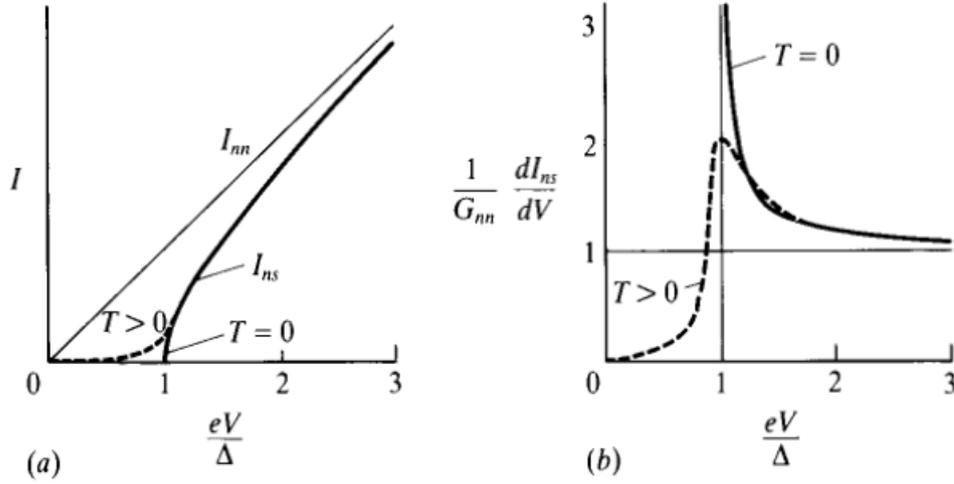


Figura 3.5: Características de uma junção de tunelamento normal-supercondutor. (a) características $I - V$. (b) condutância diferencial. Linhas sólidas se referem à $T = 0$; as tracejadas à temperaturas finitas [27].

Uma comparação direta entre a teoria e o experimento pode ser feita se considerar a condutância diferencial dI/dV como uma função de V . Da Eq. 3.8

$$G_{ns} = \frac{dI_{ns}}{dV} = G_{nn} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{N_{2s}(E)}{N_2(0)} \left[-\frac{\partial f(E + eV)}{\partial(eV)} \right] dE \quad (3.9)$$

Uma vez que $-\partial f(E + eV)/\partial(eV)$ é uma função peso em forma de sino com um pico em $E = -1eV$, com comprimento $\sim 4k_B T$ e unidade de área sob a curva, é de imediato que $k_B T \rightarrow 0$, a função se aproxima

$$G_{ns} \Big|_{T=0} = \frac{dI_{ns}}{dV} \Big|_{T=0} = G_{nn} \frac{N_{2s}(e|V|)}{N_2(0)} \quad (3.10)$$

Então, no limite de baixas temperaturas, a condutância diferencial mede diretamente a densidade de estados. Em temperaturas finitas, como mostrado na Fig. 3.5b, a condutância mede a densidade de estados com uma incerteza de $\pm 2k_B T$ em energia, devido à largura da função peso.

Capítulo 4

Instrumentação e Metodologia

4.1 Preparação da ponta

A ponta é feita a partir de um fio de liga platina-irídio (Pt/Ir), com estequiometria de 90/10 e com espessura de 0,25 mm. No fio é realizado um corte mecânico em um ângulo de 45° perpendicular à ponta. Após este procedimento a ponta é instalada no orifício conforme mostra na figura 4.3 indicado por 2. Antes da instalação a sonda é posicionada no compartimento de instalação (figura 4.2(a)) e parafusada. todo esse procedimento é realizado à temperatura ambiente e sem o compartimento da amostra (figura 4.2(a)).

4.2 Preparações das amostras

4.2.1 Gelos de Spin

As amostras de Gelos de Spin foram obtidas de colaborações com o Prof. Clo-doaldo de Araujo, da Universidade de Viçosa. Foram preparados com a técnica de Sputtering. Ilhas micrométricas de *Gd* foram preparadas utilizando litografia de elétrons. As amostras foram recobertas com *Au* (10 nm), para reduzir a resistividade elétrica permitindo a medida de STM e possibilitando a visualização das ilhas de *Gd*. A comparação das ilhas foram realizadas com microscopia ótica.

4.2.2 Monocristal de Bi_2Se_3

Os monocristais de Bi_2Se_3 foram preparados previamente a esta trabalho utilizando a técnica de Bridgman modificada [28]. O cristal foi desfoliado com uma fita para remoção de impurezas na superfície antes de ser colocada no porta amostras.

4.2.3 Policristal de *Nb*

Foi utilizado um pequeno pedaço de *Nb* policristalino, a superfície do cristal foi polida com uma lixa fina para que a mesma assumisse uma superfície mais plana.

4.2.4 Monocristal de $FeSe$

Os monocristais de $FeSe_3$ foram preparados previamente a este trabalho utilizando a técnica de crescimento por transporte de vapor químico [29]. Os cristais tem dimensão da ordem de $1\text{ mm} \times 1\text{ mm} \times 50\text{ }\mu\text{m}$.

4.2.5 Montagem das amostras no STM

As amostras são colocadas no porta amostras (figura 4.2 indicado por 7). Abaixo tem-se uma representação do porta amostras.

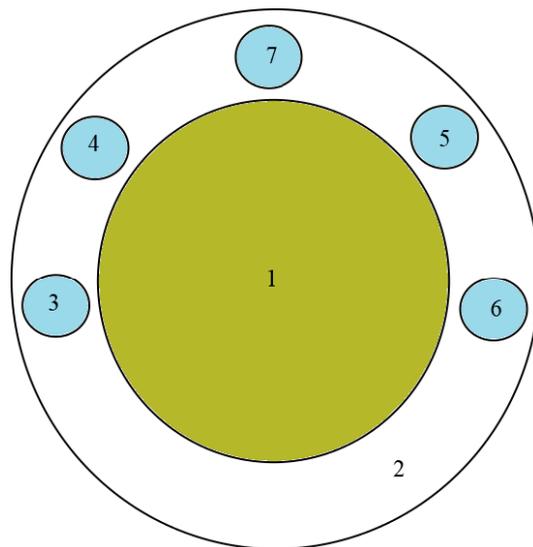


Figura 4.1: Representação do porta amostras

A amostra é fixada na região 1 da Fig. 4.1 com cola prata. Uma trilha de cola prata é utilizada para realiza contato elétrico com o pino indicado por 7 na figura. Este pino conecta amostra a fonte de tensão do STM. No caso das amostras de Gelos de Spin, a cola prata foi utilizada para conectar eletricamente a superfície da amostras com a base do porta amostra. As curvas e a topografia serão discutidas no capítulo de *Resultados*.

4.3 Instrumentação do STM

Foi adquirido, pela UFRGS, no segundo semestre de 2019, o Microscópio de escaneamento Hall a baixa temperatura (Low Temperature Scanning Hall Probe Microscope LT-SHPM) da empresa Nanomagnetic Instruments. O equipamento permite mapear o campo magnético em superfícies por meio da medida da tensão Hall, em um sensor, como uma função da posição. O sistema fornece alta resolução espacial de imagem (aproximadamente 50 nm) com alta sensibilidade do campo magnético. Diferente do microscópio de força magnética o SHPM fornece informação direta e quantitativa de materiais magnéticos sem comprometer as amostras. Este equipamento também possibilita extrair imagens de induções magnéticas sob campo de, até, 9 tesla e sobre uma grande escala de temperatura (1.8 K até 300 K). Abaixo é mostrada na Fig. 4.2 uma imagem do microscópio.

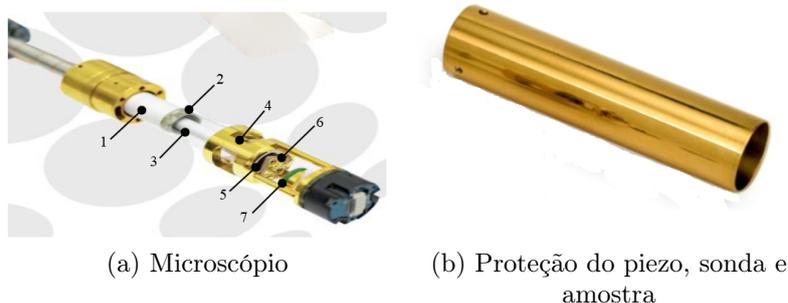


Figura 4.2: (a) o 1 indica o estágio piezoelétrico de deslizamento, 2 indica um suporte para o compartimento de amostra, 3 indica o estágio piezoelétrico de varredura, 4 indica o compartimento de amostra, 5 onde é instalada a sonda, 6 a sonda (que nesta imagem em particular é uma sonda de AFM) e em 7 o porta amostras. (b) é mostrada uma capa protetora que cobre todo o sistema mostrado em (a).

A instalação da sonda STM é feita retirando a capa protetora e o compartimento de amostras. O procedimento é realizado em temperatura ambiente. A aproximação da ponta em direção a superfície da amostra é realizada manualmente ao fixar o compartimento de amostras. Com auxílio do computador para controlar os estágios piezoelétricos uma aproximação fina é realizada para reduzir a distância entre ponta e amostra. Por fim, a aproximação lenta até que a corrente de tunelamento seja obtida, o tunelamento é controlado pelo sistema de PID.

A figura 4.3.1 é a sonda Hall, com seus terminais elétricos já instalados no canto superior direito, esta sonda já vem pronta de fábrica e a 4.3.2 é a sonda de STM, no orifício da mesma é onde se realiza a instalação da ponta de varredura, a ponta é preparada no laboratório.

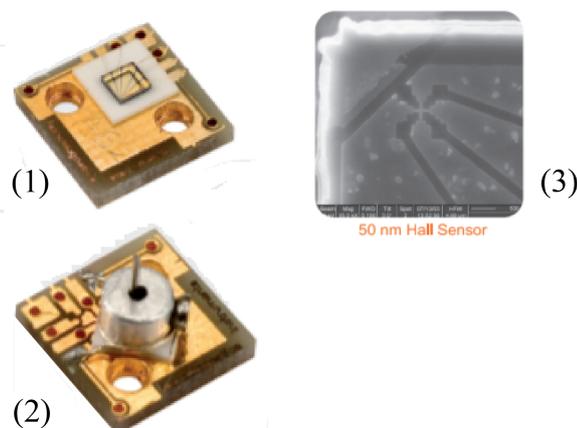


Figura 4.3: (1) é a sonda Hall, (2) a sonda STM e em (3) o sensor da sonda Hall com dimensão de 50 nm. A sonda Hall fica cerca de $1,5 \mu\text{m}$ afastada da sonda de tunelamento.

4.4 Modificações

Apesar do equipamento ser completo em termos de medidas de STM/STS, certas modificações foram necessárias para um melhor estudo de STS. A Primeira implementação foi um sensor de temperatura CERNOX RTD-NTC, nas proximidades do porta amostra e anexo o sistema piezoelétrico (mostrado na figura 4.2, onde esta indicado por 1). Para isso foram utilizados terminais elétricos que já estavam disponíveis para esta finalidade na parte superior do instrumento. Na base do sensor foi utilizada uma pasta térmica (Apiezon N) para aumentar a adesão e o contato térmicos com piezo, sendo todo o sensor envolto com fita teflon. Esta modificação foi de extrema importância porque toda a configuração da figura 4.2 é encapsulada pelo escudo 4.2(b), logo a temperatura que o criostato apresentava não era a mesma em que se encontrava a amostra. A tabela 4.1 apresenta os dados coletados após a instalação do CERNOX, até mesmo quando o criostato estava à 4 K nota-se a discrepância entre a temperatura do criostato e da amostra.

Tabela 4.1: Tabela da temperatura com adaptação do CERNOX no STM com amostra $FeSe$.

Criostato	STM c CERNOX
300 K	250 K
200 K	160 K
100 K	80 K
4 K	3 K

Outra modificação realizada foi introdução de um lock-in, como um circuito somador de potenciais baseado em um amplificador operacional, a imagem abaixo, na Fig. 4.4 apresenta uma esquematização das adaptações. A motivação para a utilização de um Lockin é realizar medidas em frequências elevadas, $< 2\text{kHz}$, evitando uma mistura de ruído oriundo da rede elétrica e das vibrações usuais do equipamento (baixa frequência $< 10\text{ Hz}$). O circuito somador tem duas funções, gerar uma rampa AC+DC e adicionar uma ganho no potencial aumentando a resolução.

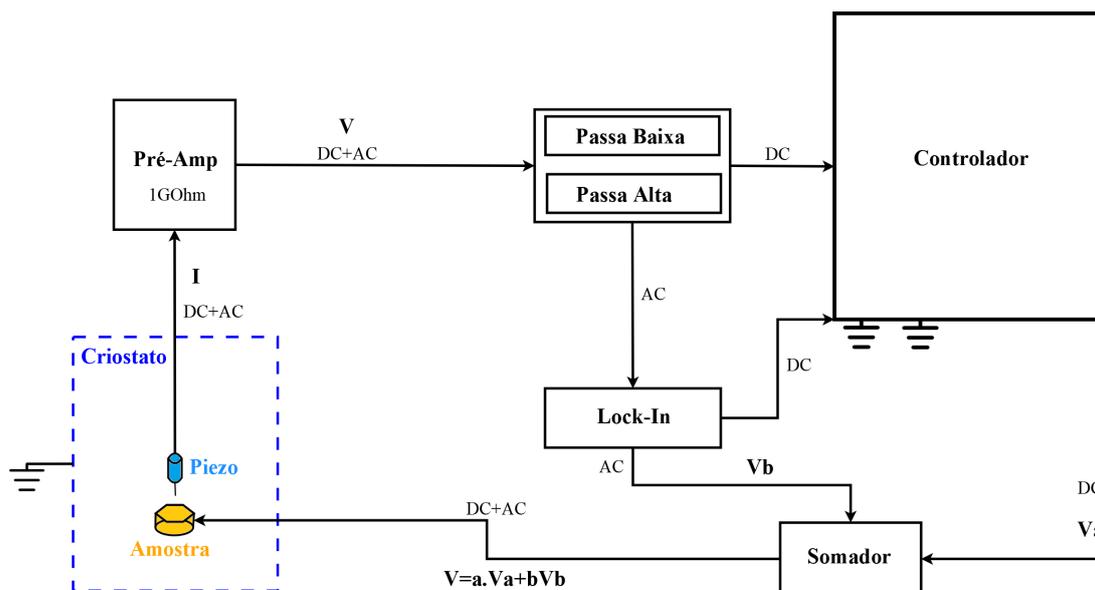


Figura 4.4: Representação do lock-in e somador

No diagrama acima, V_a é um potencial DC aplicado pela instrumentação do STM, V_b é um potencial AC oriundo da saída SineOUT do Lockin, com amplitude e frequência controlável. O Somador soma os dois potenciais DC e AC com os respectivos ganhos 0,1 e 0,025. Este sinal $DC+AC$ é aplicado na amostras, que gera uma corrente de tunelamento $DC+AC$ com mesma frequência. Esta corrente é amplificada por um amplificador de corrente de $1G\Omega$. O potencial $DC+AC$ que sai do amplificador é separado por um filtro passa-alta (1 kHz), e o sinal AC é utilizado como sinal para o Lockin. Isso permite que a condutância diferencial seja medida simultaneamente com a medida $I \times V$.

Capítulo 5

Resultados

5.1 Microscopia Magnética em Gelos de Spin Artificiais

É necessário ressaltar que todas medidas realizadas neste capítulo foram anteriores às modificações eletrônicas da Fig. 4.4. Foram obtidas imagens de STM e SHPM em duas amostras de gelos de spin artificiais, L22 e L00 respectivamente, abaixo na Fig. 5.1(a) e (e) são mostradas as imagens das respectivas amostras. Na Fig. 5.1 (b) e (f) são mostradas micrografias óticas com 1000x de ampliação para comparação das amostras. Nos gráficos das Fig. 5.1(c) (d) (g) e (h) são mostrados os perfis obtidos com SHPM (c-d) e STM (g-h), respectivamente, das ilhas de Gadolínio. Pode se ver na Fig. 5.1 que a amostra L00 tem ilhas retangulares de Gd com comprimento de $10 \mu m$ e largura de $2 \mu m$. Isso é um pouco menor a dimensão $10 \times 3 \mu m$, que foi o especificado pelo grupo que produziu as amostras. Para o caso da amostra L22, as dimensões são menores, $8 \times 1 \mu m$.

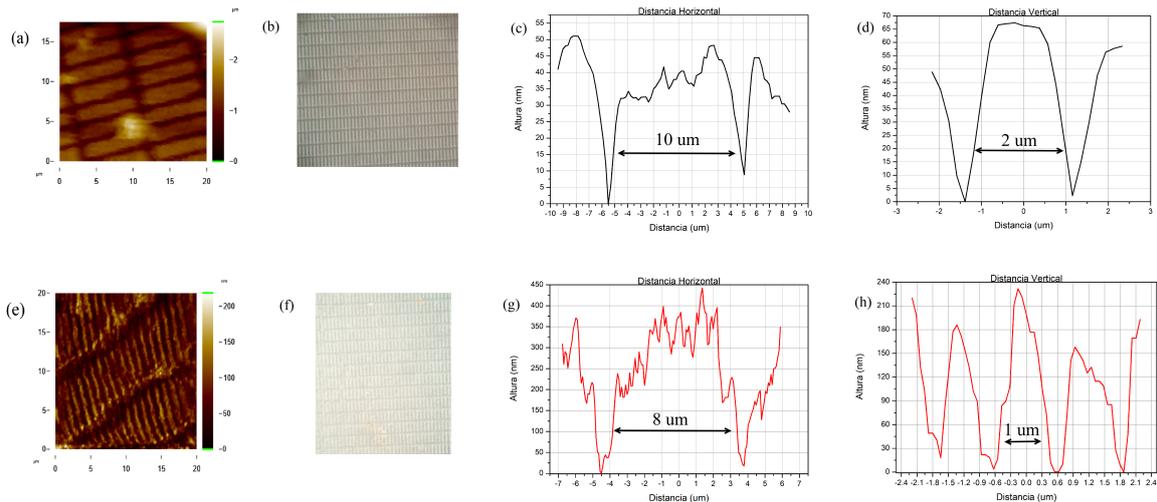


Figura 5.1: Imagens do gelo de spin artificiais. Em (a) imagem de STM da amostra L00, (b) imagem da amostra L00 com microscopia ótica. (c) Perfil horizontal de uma ilha da amostra L00. (d) Perfil vertical de uma ilha da amostra L00. (e) Imagem de STM da amostra L22, (f) L22 com microscopia ótica. (g) Perfil horizontal da amostra L22. (h) Perfil vertical da amostra L22.

Na Fig. 5.2 são mostradas imagens da amostra L00 de SHPM obtidas em 25 K. Em (a) topografia e (b) imagem do campo magnético, ambas para um campo magnético externo nulo. Em (c) a topografia da amostra submetida a um campo magnético de 2 T. É possível observar que o campo magnético não altera a topografia da amostra. Em (d) a imagem de campo magnético da amostra submetida a um campo magnético externo de 2 T (perpendicular ao plano da amostra). Com a aplicação de campo magnético externo o padrão de campo magnético sobre modificações bruscas. Isso ocorre devido ao surgimento de uma magnetização na amostra induzida pelo campo magnético externo.

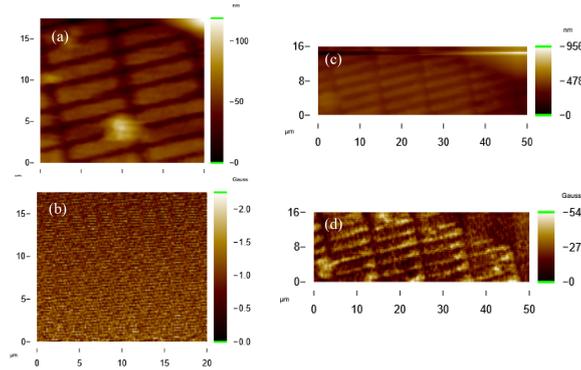


Figura 5.2: Amostra L00, temperatura que se encontrava a amostra era de $T=25\text{K}$. (a) e (b) campo magnético externo $H=0$, (c) e (d) campo magnético externo $H=2\text{T}$ (a) topografia das ilhas de Gd. (b) imagem Hall sem alinhamento dos momentos magnéticos das ilhas. (c) imagem de topografia das ilhas de Gd sob influência do campo magnético externo. (d) imagem Hall com alinhamento dos momentos magnéticos das ilhas.

Como a sonda Hall foi usada para medir apenas a componente do campo magnético perpendicular à amostra, torna difícil a determinação, com detalhes, das componentes horizontais do momento magnético. Analisando os resultados da Fig. 5.2(d), podemos ver que o momento magnético está alinhado na diagonal das nano-ilhas retangulares de gadolínio, como mostrado na Fig. 5.3. Entretanto não é possível determinar com detalhes se o momento tem ou não componente fora do plano. Também foram obtidas imagens das amostras L00 em campos de 0,5T, 1T, 1,5T. Entretanto, somente foi possível detectar o momento magnético a partir de 2T. Também foram realizadas medidas em temperaturas maiores, como 75 e 150 K, entretanto, a amostra não apresentou magnetização nestas temperaturas. O Gd tem temperatura de Curie de cerca de 292 K, o que pode indicar que as ilhas de Gd sofreram algumas modificações, por exemplo, oxidação.

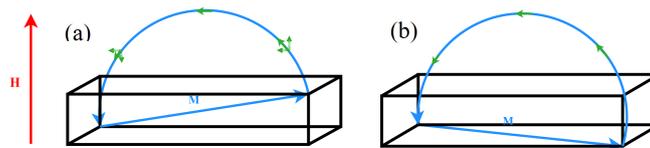


Figura 5.3: Diagrama esquemático (fora de escala) dos possíveis momentos magnéticos na nano-ilha de gadolínio na amostra L00, (a) diagonal à ilha (b) paralela ao plano.

5.2 Espectroscopia de Tunelamento

5.2.1 Cristal de seleneto de bismuto

Para iniciar os testes do sistema de medidas de STS foi utilizado uma amostra de Bi_2Se_3 . Foi utilizado um cristal pela simplicidade de preparação das superfícies que serão medidas. O Bi_2Se_3 é um semicondutor de gap estreito com largura de aproximadamente 0,3 eV e um espectro de tunelamento bem conhecido. Na Fig. 5.4(a) é mostrada uma imagem de STM da superfície do cristal de Bi_2Se_3 . A superfície é ligeiramente plana. Pode-se ainda observar alguns defeitos na imagem, causadas pela própria ponta do STM. Na Fig. 5.4(b) é mostrada uma foto de um cristal de Bi_2Se_3 .

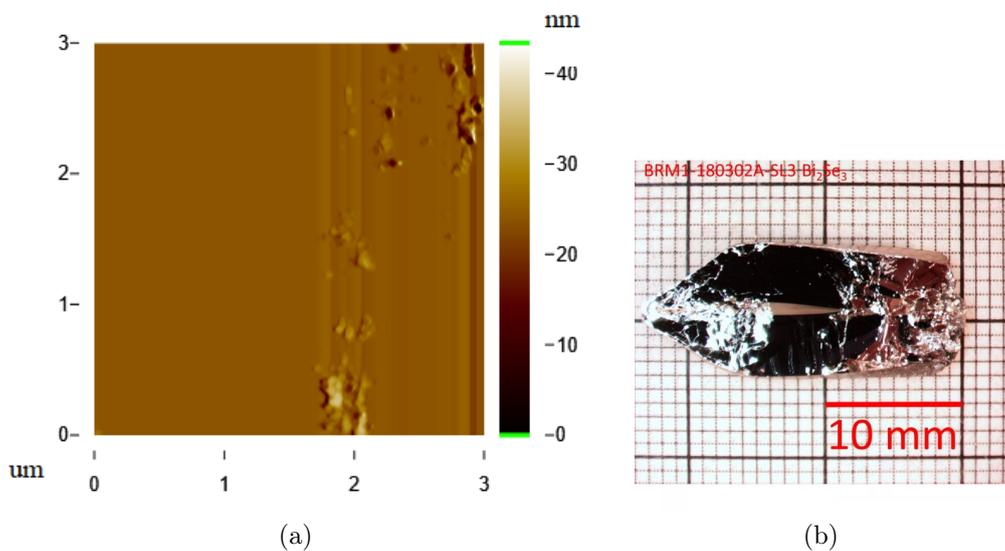


Figura 5.4: (a) Imagem topográfica realizada com o STM sobre o Bi_2Se_3 em temperatura 4K, (b) imagem do cristal de Bi_2Se_3 . A imagem do cristal foi extraída da ref. [30]. Imagem foi obtida com corrente de tunelamento de 1 nA e com potencial elétrico de 100 mV.

Na Fig. 5.4(a) é possível visualizar na topografia da amostra de Bi_2Se_3 , as deformidades na superfície ocorrem nos locais onde a ponta foi "cravada" para a tentativa de realização de medidas de ponta de contato, porém tais medidas acabaram se tornando inviáveis por haver muito ruído eletrônico. Foram realizadas medidas de STS em três posições distintas denominadas $P1$, $P2$ e $P3$, todas sob a temperatura de 4 K. Com o PID acionado para aproximação da ponta sobre a superfície, assim que a corrente atingisse o valor configurado, indicando que a distância entre a ponta e a superfície está no regime de tunelamento, o PID era desligado para a realização das curvas $I \times V$. Foram tomadas 10 medidas sobre cada posição da ponta sobre a amostra, ou seja, um total de 30 medidas foram realizadas. Na Fig. 5.5 tem-se 3 curvas selecionadas respectivas para cada posição.

A diferença entre a curva em $P2$ em relação as demais, vem do fato de a medida ter sido realizada após uma tentativa de medidas $I \times V$ no modo contato, onde a ponta toca diretamente a superfície, logo na posição $P2$ havia uma deformidade na amostra e corrente de tunelamento apresenta o valor maior que as demais regiões.

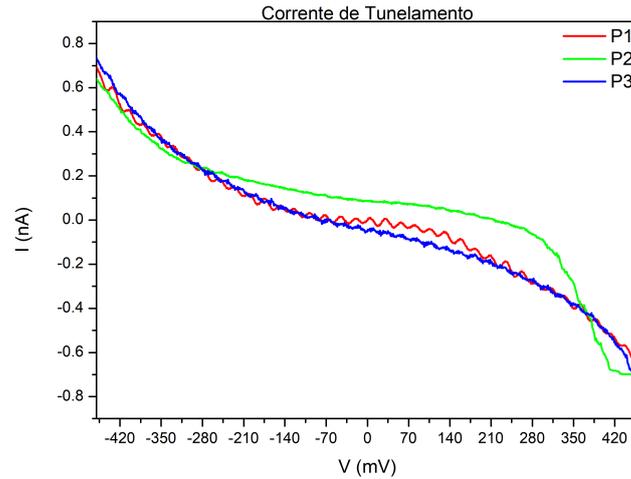


Figura 5.5: Corrente de tunelamento da amostra Bi_2Se_3 . Medidas tomadas com o potencial $V = 100 \text{ mV}$ e corrente $I = 1 \text{ nA}$ sob temperatura de 4K. O comportamento é típico de uma corrente de tunelamento. A diferença da região P2 das demais é por ser uma área onde havia uma deformidade na superfície.

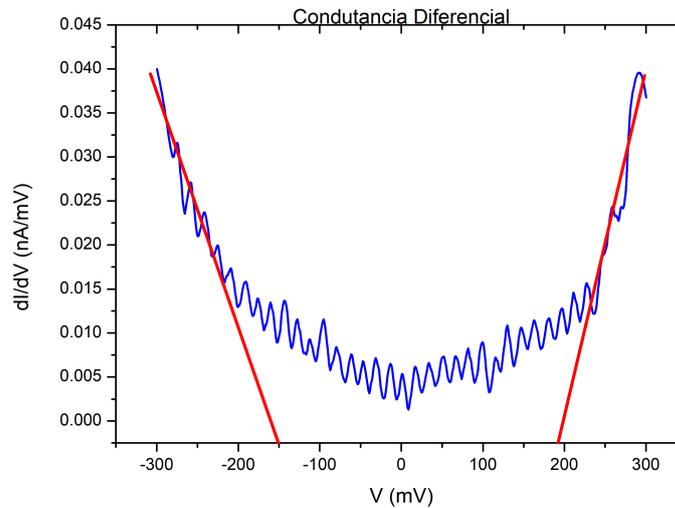


Figura 5.6: Medida de Condutância da amostra de Bi_2Se_3 . Linhas vermelhas evidenciam as bordas das bandas de condução (-150mV) e Valência (175mV).

Na Fig. 5.6 é mostrada a curva de condutância obtida derivando através de um software a curva $I \times V$. Tem-se um alto ruído na medida. Este ruído tem frequência de 50 a 60 Hz, o que indica que a eletrônica fornecida pelo fabricante apresenta alguns problemas técnicos. Entretanto, pode-se ver na curva uma mudança da inclinação (linhas vermelhas) em torno de -150 mV e 175 mV, sendo interpretadas como a base da banda de condução e o topo da banda de valência. A diferença indica uma energia de aproximadamente 325 meV, que é o valor esperado para o gap do Bi_2Se_3 . O mínimo da curva de condutância, que indica o nível de Fermi, ocorre em 150 meV abaixo da banda de condução, o esperado é que o nível de Fermi ocorra

mais próximo da banda de condução, devido a existência de defeitos que geram portadores livres. A redução do número de elétrons livres pode ser consequência de uma possível oxidação na superfície.

5.2.2 Policristal de nióbio

Na Fig. 5.7 é apresentada uma imagem topográfica de um cristal de nióbio, obtido à temperatura de 5K e com os seguintes parâmetros $V = 100 \text{ mV}$ e $I = 1 \text{ nA}$. É possível ver uma superfície ligeiramente plana e ao lado um grão de Nb que ficou aderido na superfície.

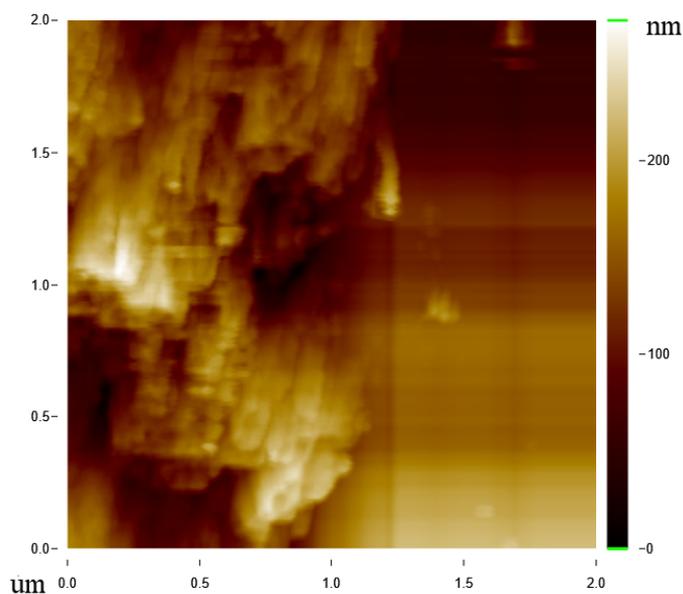


Figura 5.7: Topografia do cristal de Nb sob temperatura de 5K.

As medidas $I \times V$ de tunelamento são apresentadas na Fig. 5.8. O comportamento é típico de corrente túnel, com uma relação aproximadamente quadrática entre I e V . Medidas foram realizadas em três temperaturas, 5 K, 7,5K e 10K. A temperatura crítica do Nb é 9 K, portanto, o cristal estava na fase supercondutora nas duas primeiras temperaturas. As curvas de tunelamento, entretanto, são muito similares, e não há indícios do gap supercondutor. Isso indica que não foi possível medir as propriedades supercondutoras do Nb com espectroscopia de tunelamento. Acredita-se que isso é devido às limitações do equipamento, como alto ruído eletrônico e baixa resolução de potencial.

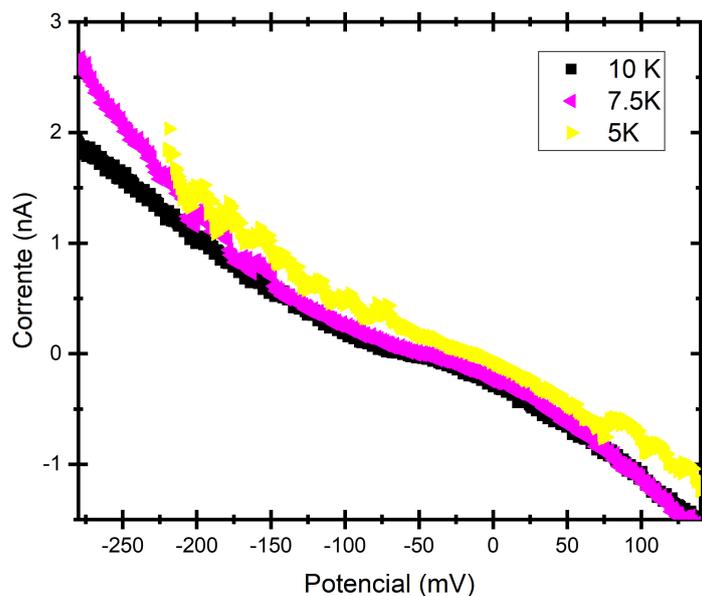


Figura 5.8: Curvas de corrente de tunelamento do filme fino de Nb medidas sob o mesmo potencial de 100 mV, corrente de 3 nA para a temperatura de 5K e 1 nA para as demais.

5.2.3 Monocristal de FeSe

Monocristal de FeSe foram preparados previamente a este trabalho. Abaixo é mostrada, na Fig. 5.9 uma curva de resistência elétrica em função da temperatura para um cristal. É possível observar que a temperatura crítica supercondutora ocorre em torno de 11K.

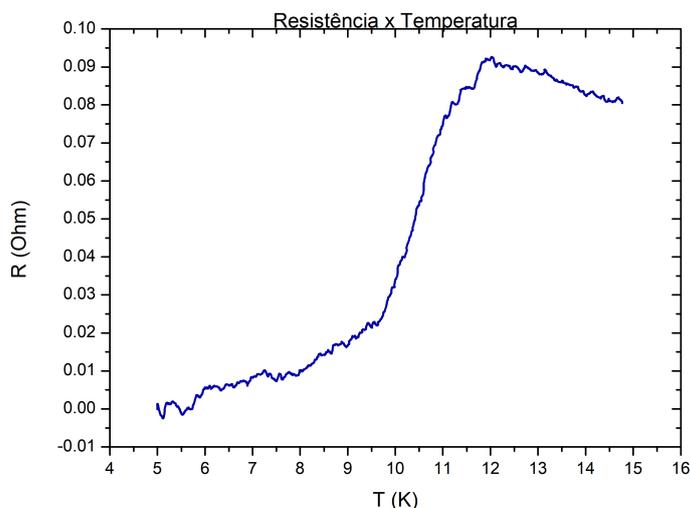


Figura 5.9: Gráfico da resistência pela temperatura apresentando a transição para a fase supercondutora em, aproximadamente, 11K.

Na Fig. 5.10 é mostrada uma imagem de topografia obtida com STM da superfície de um cristal de FeSe. A superfície é plana e apresenta algumas falhas possivelmente introduzidas pela preparação do cristal no porta amostra para medida. A medida de topografia foi realizada com tensão de 100 mV e corrente $1,5\text{ nA}$ em temperatura de 3 K .

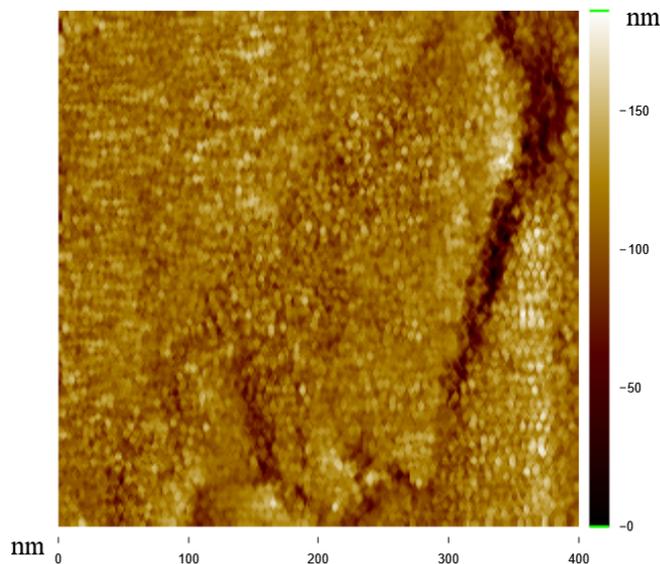


Figura 5.10: Imagem topográfica do monocristal de $FeSe$ via STM, $V = 100\text{ mV}$, $I = 1,5\text{ nA}$ a 3 K .

A Fig. 5.11 mostra o comportamento da corrente de tunelamento, todas medidas foram realizadas sob temperatura de 3 K mantendo o sistema PID desligado. O fato de haver pequenas discrepância entre diferentes medidas está relacionado com instabilidades que dificultam manter a distância entre a ponta e a amostra constantes com o PID desligado.

Na Fig. 5.12 é mostrada a condutância calculada derivando a curva $I \times V$. Pode-se notar que existe um excesso de ruído nas curvas $I \times V$ medidas pela eletrônica convencional do sistema. Adicionalmente também não foi possível observar o gap supercondutor do FeSe.

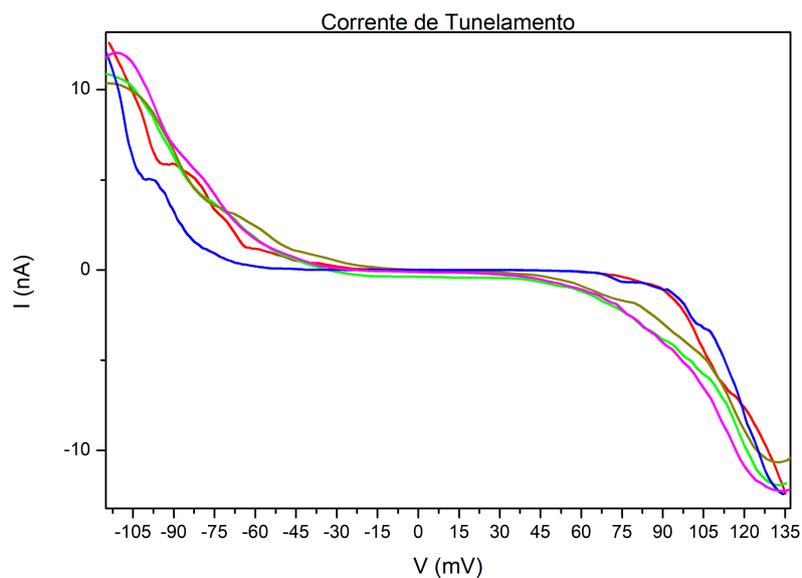


Figura 5.11: Comportamento da corrente de tunelamento do monocristal de FeSe, medidas realizadas à $V = 100$ mV, $I = 1,5$ nA e temperatura de 3K.

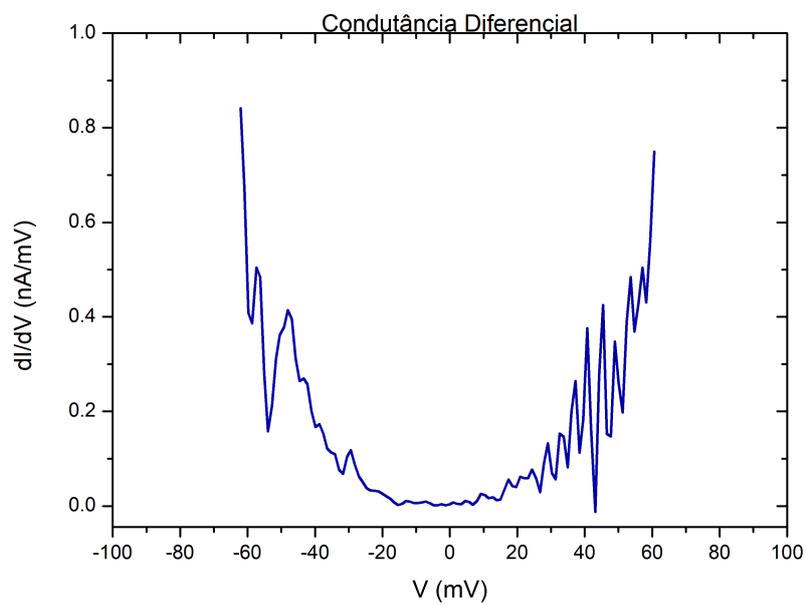


Figura 5.12: Condutância do monocristal de $FeSe$ via STM, $V = 100$ mV, $I = 1,5$ nA a 3 K,.

Capítulo 6

Discussões e Conclusões

O objetivo principal deste trabalho foi realizar o comissionamento do equipamento de LT-SHPM adquirido pela UFRGS. Foram realizados com sucesso medidas de microscopia Hall e de tunelamento. Foi possível também realizar medidas de espectroscopia de tunelamento. Os dados apresentados mostram a eficácia desta técnica em extrair dados sobre a topografia de superfícies de materiais e, em particular, de extrair informações sobre os campos magnéticos locais em supercondutores e materiais ferromagnéticos, através do escaneamento com sonda Hall.

Para o estudo dos gelos de spin, verificamos que ilhas de gadolínio não possuem o mesmo comportamento que as ilhas de FeNi já publicadas em trabalhos anteriores, isso porque a temperatura de Curie do Gd é muito menor que a ambiente (só foi possível observar a magnetização do gadolínio em temperaturas menores que 70K) e o anisotropia se mostrou elevada, sendo possível detectar o campo magnético do gadolínio apenas em campos muito elevados como 2T.

As medidas de espectroscopia de tunelamento realizadas nos cristais de Bi_2Se_3 apresentaram comportamento similar ao encontrado na literatura, como mostrado na Fig.6.1 abaixo e que pode ser comparada a Fig. 5.5 . Foi possível determinar o gap de energia de aproximadamente 0,3 eV.

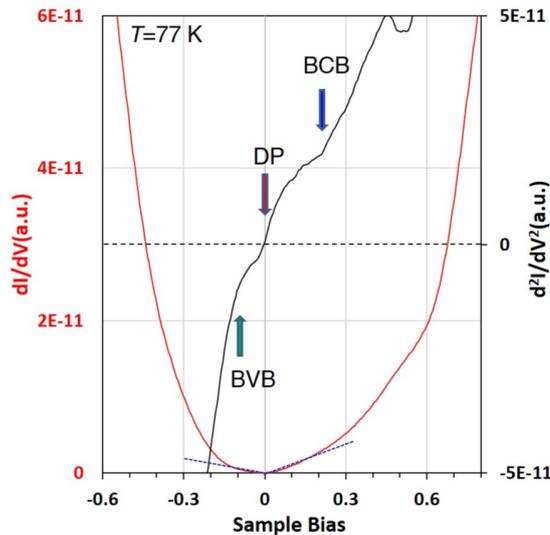


Figura 6.1: Condutância diferencial extraída do trabalho de Yang Xu e Irineusz Miotkowski *et al.* [31] para comparação o Bi_2Se_3

Para o caso das amostras supercondutoras, Nb e FeSe, foi possível medir a corrente de tunelamento como função do potencial, mas não foi possível visualizar a densidade de estados e o gap supercondutor. Um possível motivo para isso pode ser o alto ruído na eletrônica comercial do instrumento e a falta de resolução de potencial elétrico. Outro motivo é alguma degradação na superfície das amostras removendo a supercondutividade nas proximidade das superfície, como por exemplo algum efeito de oxidação.

Para viabilizar a este tipo de medida adaptações na eletrônica do sistema foram realizadas, como a adição do amplificador lock-in e somador com ganho 0,1 para melhorar a resolução do instrumento. Entretanto ainda não foi possível obter resultados com esta nova eletrônica. Projetos futuros envolvem realizar operações já com as modificações estabelecidas e preparar sonda Hall.

Referências Bibliográficas

- [1] Ashley Shew David Baird. Probing the history of scanning tunneling microscopy.
- [2] Evangelos Fillis-Tsirakis. *Investigating Superconductivity by Tunneling Spectroscopy Using Oxide Heterostructures*. PhD thesis, Max Planck Institute for Solid State Research, 2017.
- [3] Garima Saraswat. *Visualising Local Density of States: Scanning Tunneling Spectroscopic Studies On Conventional Superconductors*. PhD thesis, Department of Condensed Matter Physics and Material Science Tata Institute of Fundamental Research, Mumbai.
- [4] Yi Yin. *The Investigation of Scanning Tunneling Microscopy and Spectroscopy on High-Tc Superconductors: Cuprates and Pnictides*. PhD thesis, Harvard University, Cambridge, Massachusetts, 2009.
- [5] Ching-Tzu Chen. *Scanning Tunneling Spectroscopy Studies of High-Temperature Cuprate Superconductors*. PhD thesis, California Intitute of Technology, Pasadena, California, 2006.
- [6] Marcus Lawrence Teage. *Scanning Tunneling Spectroscopy Studies of High-Temperature Cuprate Superconductors and Dirac Materials*. PhD thesis, California Intitute of Technology, Pasadena, California, 2013.
- [7] Igor Fridman. *Scanning Tunneling Spectroscopy Studies of Multiband and Unconventional Superconductivity*. PhD thesis, University of Toronto, 2013.
- [8] M. Tortello and D. Daghero. *The Superconducting Order Parameter in High-Tc Superconductors – A Point-Contact Spectroscopy Viewpoint*. PhD thesis, New Developments, Alexander Gabovich, IntechOpen. DOI: 10.5772/59587.
- [9] Sheng Ran Zhenyu Wang Jorge Olivares Rodriguez Manfred Sigrist Ziqiang Wang Nicholas P. Butch Vidya Madhavan Lin Jiao, Sean Howard. Chiral superconductivity in heavy-fermion metal UTe_2 . *Nature*, 2020.
- [10] Can-Li Song *et al.* Direct observation of nodes and twofold symmetry in fese superconductor. *Science*, 2011.
- [11] Wenhao Zhang Ying Fei Yuan Zheng Fangzhou Ai Zongxiu Wu Qisi Wang Hongliang Wo Jun Zhao Chuanhong Jin Yi Yin Kunliang Bu, Bo wang. Study of intrinsic defect states of fese with scanning tunneling microscopy. *PHYSICAL REVIEW B*, (100), 2019.

- [12] F.-X. Xiub L. He K.-L. Wang N.-C. Yeha M.L. Teague, H. Chua. Observation of fermi-energy dependent unitary impurity resonances in a strong topological insulator Bi_2Se_3 with scanning tunneling spectroscopy. *Solid State Communications*, (152), 2012.
- [13] Phillip Anderson. Ordering and antiferromagnetism in ferrites. *Physical Review*, (102 (4)):1008–1013, 1956.
- [14] S.O. Ferreira W.A. Moura-Melo C.A.R. Costa J. Borme-P.P. Freitas G.M. Wysin C.I.L. de Araujo A.R. Pereira I.R.B. Ribeiro, F.S. Nascimento. Spin ice and direct observation of high energy topology. *Scientific Reports*, (7: 13982), 10 2017. DOI:10.1038/s41598-017-14421-w.
- [15] T. Shinjo et al. *Science*, (289 (930)), 2000.
- [16] S. Bohlens et al. *Appl. Phys. Lett*, (93 (142508)), 2008.
- [17] D.-H. Kim et al. *Nat. Mater*, (9 (165)), 2010.
- [18] Qinglei Meng. *Magnetic Vortex*. PhD thesis, 2008.
- [19] D.Carmo F.Colauto W.A.Ortiz A.M.H. de Andrade-T.H.Johansen E.Baggio-Saitovitch P.Purer, R.F.Lopes. Spin textures on top of flux avalanches in $\text{Nb}/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Co}$ thin film heterostructures. *JOURNAL OF APPLIED PHYSICS*, (121 (013905)), 1 2017. doi: 10.1063/1.4973529.
- [20] L. W. Nordheim. The effect of the image force on the emission and reflection of electrons by metals. *Proc.R. Soc. Lond. A*, 121:626-639, 12 1928. <https://doi.org/10.1098/rspa.1928.0222>.
- [21] David J. Griffiths. *Introduction to Quantum Mechanics*. Pearson Educational, Inc, New Jersey, 2 edition, 2005.
- [22] Conyers Herring and M. H. Nichols. Thermionic emission. *American Physical Society*, 4 1949. <https://doi.org/10.1103/RevModPhys.21.185>.
- [23] L. Fowler, R. H.; Nordheim, editor. *Electron Emission in Intense Electric Fields*, volume 119. Royal Society of London, Fowler, R. H.; Nordheim, L., 5 1928. Issue 781, pp. 173-181.
- [24] Richard G. Forbes. On the need for a tunneling pre-factor in fowler-nordheim tunneling theory. *JOURNAL OF APPLIED PHYSICS* 103, 114911, 6 2008. 10.1063/1.2937077.
- [25] Physics:electronic band structure.
- [26] Charles Kittel. *Introduction to Solid State Physics*. John Wiley Sons, Inc., 8 edition.
- [27] Michael Tinkham. *Introduction to Superconductivity*. McGraw Hill, Inc., 2 edition.

-
- [28] P. Roushan Y. Xia J. G. Checkelsky A. Yazdani M. Z. Hasan N. P. Ong Y. S. Hor, A. Richardella and R. J. Cava. p-type Bi_2Se_3 for topological insulator and low-temperature thermoelectric applications. *PHYSICAL REVIEW B* 79, 195208 2009, 05 2009.
- [29] Larisa Shvanskaya Andrey Kovalskii Mahmoud Abdel-Hafiez Dan J. Trainer Eric M. Lechner Maria Iavarone Olga Volkovabdi Dmitriy Chareev, Yevgeniy Ovchenkov and Alexander Vasiliev. Single crystal growth, transport and scanning tunneling microscopy and spectroscopy of $\text{fese}_{1-x}\text{s}_x$. *CrystEngComm*, 03 2018.
- [30] PennState Materials Research Institute. List of bulk samples available.
- [31] Yang Xu, Ireneusz Miotkowski, Chang Liu, Jifa Tian, Hyoungdo Nam, Nasser Alidoust, Jiuning Hu, C. Shih, M. Zahid Hasan, and Yong Chen. Observation of topological surface state quantum hall effect in an intrinsic three-dimensional topological insulator. *Nature Physics*, 10, 09 2014.