

## Ein neues Verfahren zur Präparation von Tantal/Silber und Niob/Silber Tunnelkontakte

Klaus Gärtner

Institut für Werkstoffe der Elektrotechnik  
der Ruhr-Universität Bochum

(Z. Naturforsch. **31 a**, 858–859 [1976];  
eingegangen am 31. Mai 1976)

*A New Method for the Preparation of Tantalum/Silver and Niobium/Silver Tunneling Contacts*

The preparation starts from material in wire-form. One end of the wire is degassed under ultrahigh-vacuum conditions by a very simple electron-gun and finally melted to form a small smooth sphere. The tunneling barrier is formed by thermal oxidation of the investigated superconductor with oxygen under reduced pressure. The handling of the whole sample (masking and contacting procedures included) is very simple and allows to use this method for systematic tunneling-studies of the transition metal superconductors.

### Einleitung

Die Übergangsmetall-Supraleiter und ihre Legierungen sind wegen ihrer hohen  $T_c$ - und  $H_c$ -Werte seit Jahren Gegenstand intensiver Forschungsarbeit. Aus experimenteller Sicht ist hierbei die Tunnelpektroskopie ein wichtiges Hilfsmittel zur Klärung der Mechanismen, die die Supraleitung in diesen durch komplexe Bandstruktur gekennzeichneten Metallen bewirken. Doch schon für die Übergangsmetall-Elemente wurde bisher eine detaillierte tunnelpektroskopische Untersuchung, die sich auf umfangreicheres, auch durch Reproduzierbarkeit gut gesichertes experimentelles Material stützen müßte, insbesondere was den Energiebereich der Phononenstrukturen betrifft, durch fast unüberwindlich scheinende Schwierigkeiten bei der Präparation der Tunnelkontakte verhindert. So gibt es neben den zahlreichen Veröffentlichungen über den Bereich der Energielücke<sup>1–7</sup> nur drei Arbeiten<sup>8–10</sup>, in denen der Nachweis von Phononenstrukturen an einzelnen Proben überhaupt gelungen ist.

Wir stellen hier ein Präparationsverfahren vor, das durch Handlichkeit, Reproduzierbarkeit und hohe Probenausbeute gekennzeichnet ist und insoweit eine völlig neue experimentelle Situation schafft, als es uns nach der Entwicklung dieses Verfahrens innerhalb weniger Monate gelang, etwa je 15 Ta/Ta-Oxid/Ag und Nb/Nb-Oxid/Ag Tunnelkontakte herzustellen, deren Kennlinien ausgeprägte Phononenstrukturen aufwiesen. Wir berichten über die Ergebnisse in<sup>11</sup> und geben hier eine ausführliche Beschreibung des Präparationsverfahrens.

### Präparationsverfahren

Wyatt<sup>8</sup> und Shen<sup>9, 10</sup> haben durch Ausgasen widerstandsbeheizter Folien im Ultrahochvakuum den zu untersuchenden Supraleiter präpariert. Bei Versuchen, diese Methode anzuwenden, haben wir gefunden, daß beim Durchschmelzen der Folie schließlich zwei, durch geriefte Kristallite und einen zerklüfteten Schmelzrand gekennzeichnete Schmelzlinge entstehen, auf denen es schwierig ist, einen Tunnelkontakt sicher zu plazieren. Wir haben deshalb nach anderen Möglichkeiten gesucht, den Supraleiter sorgfältig auszugasen und dabei eine saubere und glatte Oberfläche zu schaffen. Das gelingt, indem wir von Probenmaterial in Drahtform (MRC, MARZ grade,  $\varnothing 1\text{ mm}$ ) ausgehen. Mit Hilfe einer außerordentlich einfachen Elektronenstrahl-Kanone wird ein Drahtende aufgeheizt und nach sorgfältigem Ausgasen schließlich zu einer glatten Kugel aufgeschmolzen. Die Elektronenstrahl-Kanone ist auf einer kommerziellen Vierfach-Durchführung CF 35 aufgebaut (Abb. 1), wobei die Beachtung der UHV-technischen Gesichtspunkte gewährleistet, daß auch bei steigen-



Abb. 1. Elektronenstrahlkanone aufgebaut auf einer Vierfach-Durchführung CF35. Heizwendel und Beschleunigungszyylinder bestehen aus dem gleichen Material wie der aufzuschmelzende Probendraht.

der Temperatur der Gesamtdruck bis zum Aufschmelzen im UHV-Bereich ( $p \leq 2 \times 10^{-9}$  torr) bleibt. Heizwendel und Beschleunigungszyylinder sind aus dem gleichen Material wie der zu untersuchende Supraleiter gewickelt und werden von elektrolytisch polierten  $V_{IIa}$ -Stiften getragen.

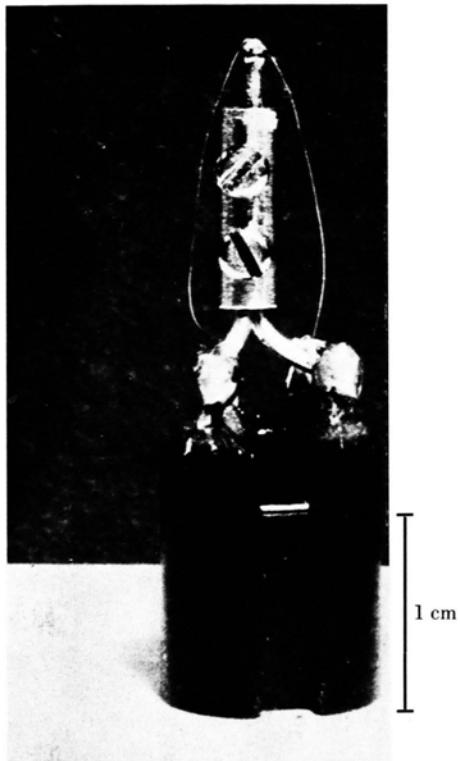


Abb. 2. Fertig montierter und kontaktierter Tunnelkontakt.

Das UHV-System besteht aus einer 140 l/s Standard-Vac-Ion-Pumpe, die direkt an ein Ganzmetall-Kreuzstück angeflanscht ist. Ein kühlbarer Hohlzyylinder dient als Strahlungsschild zwischen Elektronenstrahl-Kanone und UHV-System. Durch ein Schau-

glas können die Proben beim Ausgasen und Aufschmelzen beobachtet werden.

Die Restgasanalyse erfolgt mit einem Quadrupol-Massenspektrometer (Finnigan 400). Der gesamte Pumpstand ist druck- und temperaturgeregelt bis  $400^{\circ}\text{C}$  ausheizbar, wobei auch die Elektronenstrahl-Kanone während des Ausheizens der Apparatur betrieben werden kann.

Eines der zentralen Probleme bei der Herstellung des Tunnelkontaktees besteht darin, die Tunnelbarriere aufzubringen, ohne den zu untersuchenden Supraleiter in der durch die freie Weglänge der tunnelnden Elektronen gegebenen Tiefe zu verunreinigen. Hierbei erweist sich die thermische Oxidation des Supraleiters als geeignet. Allerdings ist die Einhaltung bestimmter Oxidationsbedingungen wichtig. Die hier zum Erfolg führenden Daten stehen vor allem für Nb im Widerspruch zu den von anderen Autoren<sup>4, 10</sup> genannten Prozeduren. Entscheidend für den Nachweis der Phononenstrukturen an Nb-Tunnelkontakteen war die Oxidation der Proben bei Raumtemperatur und reduziertem Sauerstoffdruck, bevor sie zur weiteren Präparation an Zimmerluft gebracht wurden. Die derzeit besten Nb- und Ta-Tunnelkontakte entstehen, wenn nach dem Aufschmelzen die kugelförmigen Proben etwa 1 h abkühlen und dann im UHV-Resipienten mit nachgereinigtem  $O_2$  bei 1 torr etwa  $1/2$  h oxidiert werden. Der Sauerstoff wird über das Vorpunkumsystem und eine mit flüssigem  $N_2$  beschickte Kühlfaße eingelassen. Die Komplettierung des Tunnelkontaktees erfolgt, nachdem der Pumpstand mit  $N_2$  belüftet wurde, indem eine mit Formvar-Lack auf der geschmolzenen und oxidierten Kugel maskierte Stelle mit Ag oder Au in technischem Vakuum bedampft wird. Der fertige Tunnelkontakt wird in einen Stecker eingespannt, wobei der an der Kugel befindliche Probendraht als mechanische Halterung und elektrische Zuführung dient. Eine mit Leitsilber an der aufgedampften Gegenelektrode befestigte Goldschleife vervollständigt die Kontaktierung (Abbildung 2).

- <sup>1</sup> M. D. Sherrill u. H. H. Edwards, Phys. Rev. Letters **6**, 460 [1961].
- <sup>2</sup> P. Townsend u. I. Sutton, Phys. Rev. **128**, 591 [1962].
- <sup>3</sup> C. A. Neugebauer u. R. A. Ekvall, J. Appl. Phys. **35**, 547 [1964].
- <sup>4</sup> M. C. A. MacVicar u. R. M. Rose, J. Appl. Phys. **39**, 1721 [1968].
- <sup>5</sup> I. W. Hafstrom u. M. L. A. MacVicar, Phys. Rev. **1970** B, 4511.
- <sup>6</sup> R. B. Laibowitz u. J. J. Cuomo, J. Appl. Phys. **41**, 2748 [1970].

- <sup>7</sup> M. H. Frommer, I. Bostock, Kofi Aggeman, R. M. Rose u. M. L. A. MacVicar, Solid State Commun. **13**, 1357 [1973].
- <sup>8</sup> A. F. G. Wyatt, Phys. Rev. Letters **13**, 160 [1964].
- <sup>9</sup> L. Y. L. Shen, Phys. Rev. Letters **24**, 1104 [1970].
- <sup>10</sup> L. Y. L. Shen, AIP Conference Proceedings No. 4, D. H. Douglass (ed.) (1971).
- <sup>11</sup> K. Gärtner u. A. Hahn, Z. Naturforsch. **31a**, Heft 8 [1976].