

UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI NAPOLI FEDERICO II  
Corso di Laurea Magistrale in Fisica

## Microscopia e Spettroscopia a Effetto Tunnel su Superconduttori

Relazione per il corso di Laboratorio di Fisica  
Anno Accademico 2008/2009

**Docenti del corso:** prof. Giovanni Chiefari, prof. Nicola Spinelli

**Supervisor per l'attività di laboratorio:** dott. Roberto Di Capua,  
dott. Marco Salluzzo

**Studenti:** Guido De Rosa, Graziano Incalza, Tiziana Spina



# Indice

<b>1</b>	<b>Superconduttività</b>	<b>1</b>
1.1	Introduzione storica . . . . .	1
1.2	Proprietà caratteristiche . . . . .	3
1.2.1	Teoria BCS e resistenza elettrica . . . . .	3
1.2.2	Proprietà magnetiche . . . . .	4
1.2.3	Parametri critici . . . . .	5
1.3	Superconduttori di I e II tipo . . . . .	7
<b>2</b>	<b>Microscopia e Spettroscopia a effetto tunnel</b>	<b>9</b>
2.1	Cos'è l'STM . . . . .	9
2.2	Come funziona l'STM: effetto tunnel . . . . .	10
2.3	Costruzione dell'STM . . . . .	13
2.3.1	Scanner . . . . .	13
2.3.2	Le punte e loro fabbricazione . . . . .	14
2.3.3	La risoluzione di un STM . . . . .	18
2.4	STM: modi di operazione . . . . .	19
2.4.1	Avvicinamento della punta al campione . . . . .	20
2.4.2	Modo a corrente costante . . . . .	22
2.4.3	Modo ad altezza costante . . . . .	23
<b>3</b>	<b>Tecniche di acquisizione dati</b>	<b>25</b>
3.1	Apparato criogenico . . . . .	25
3.2	Elettronica di controllo e acquisizione . . . . .	27
3.3	Interpretazione di immagine spettroscopiche . . . . .	30

---

3.4	Vibrazioni meccaniche . . . . .	31
3.5	Materiali ed accorgimenti utilizzati . . . . .	34
<b>4</b>	<b>Analisi dei dati</b>	<b>37</b>
4.1	Misure di conduttanza differenziale su film sottili di $\text{MgB}_2$ . .	37
4.1.1	Il modello teorico e la procedura di <i>best fit</i> . . . . .	38
4.1.2	La “doppia gap” del $\text{MgB}_2$ superconduttore . . . . .	39
4.1.3	Cenni sull’implementazione . . . . .	40
4.1.4	Una sessione di esempio . . . . .	40
4.1.5	I risultati . . . . .	42
	<b>Bibliografia e risorse in rete</b>	<b>52</b>

# Capitolo 1

## Superconduttività

### 1.1 Introduzione storica

In molti materiali, al di sotto di una certa temperature critica  $T_c$ , la resistenza elettrica si riduce bruscamente a zero. Questa è solo una delle tante proprietà sorprendenti che presentano una certa categoria di materiali detti *superconduttori*. La loro scoperta risale all'inizio del ventesimo secolo in seguito agli esperimenti effettuati a Leida (1911) da H. Kammerling Onnes, il fondatore della fisica delle basse temperature, dopo che aveva ottenuto la liquefazione dell'elio (1908). A titolo di esempio riportiamo in fig. 1.1 la misura originale sul mercurio [14]. Si può osservare che la temperature di transizione è di 4.2K, e la resistenza misurata è inferiore a  $10^{-5}\Omega$  nel campione considerato, che corrispondeva ad una conducibilità elettrica superiore a  $10^{13} \Omega^{-1} cm^{-1}$ .

Nel 1933 due fisici tedeschi, Karl Walther Meissner e Robert Ochsenfeld [17], scoprirono che i superconduttori sono capaci di espellere il flusso magnetico quando vengono raffreddati al di sotto della temperature critica e per deboli campi magnetici esterni. Questo fenomeno è noto oggi sotto il nome di *Effetto Meissner*.

I modelli quantistici sviluppati negli anni trenta potevano spiegare la conduttività nei metalli normali, ma non lo stato superconduttivo. Negli anni

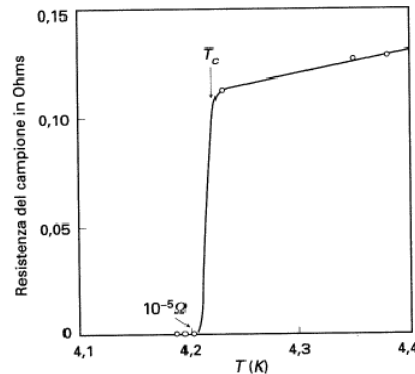


Figura 1.1: Resistenza di un campione di mercurio, con evidenza della transizione allo stato superconduttore.

cinquanta due fisici russi, Vitalij L. Ginzburg e Lev D. Landau svilupparono una teoria fenomenologica della superconduttività. Osservando ciò che avveniva durante la transizione dallo stato normale a quello superconduttivo, i due scienziati riuscirono a formulare una serie di equazioni che descrivevano il fenomeno.

La comprensione microscopica è stata ottenuta nel 1957 da tre fisici americani John Bardeen, Leon Cooper e Robert Schrieffer [4] con il loro celebre modello degli elettroni accoppiati (BCS). La base della teoria è l'interazione del gas di elettroni di conduzione con le onde elastiche del reticolo cristallino. Ordinariamente gli elettroni si respingono a causa dell'interazione di Coulomb, ma nel caso speciale di un superconduttore a temperature sufficientemente basse c'è una debole attrazione tra elettroni che formano le *coppie di Cooper*. Tutte le coppie di Cooper muovono in un singolo moto coerente, e il flusso avviene senza alcuna dissipazione.

Nello stesso anno il fisico russo A. Abrikosov [3] studiò il comportamento dei superconduttori in un campo magnetico esterno e scoprì che si può distinguere tra due tipi di materiali: superconduttori di tipo-I e tipo-II. I primi lo sono in condizioni di bassa temperatura e debole campo magnetico, mentre i secondi possono sopportare anche campi molto forti (campo critico superiore) e quindi trasportare correnti più intense. In particolare Abrikosov ha previsto teoricamente nei superconduttori di tipo-II l'ordinamento dei vortici di supercorrenti in un reticolo periodico. Questi vortici racchiudono quanti di flusso di campo magnetico (un solo quanto per ciascun vortice) che

penetra nel superconduttore. La configurazione di minima energia per una tale schiera di linee di flusso è quella di un reticolo triangolare.

Nel 1962, Brian Josephson [16] studiò il problema di due superconduttori separati da uno strato di materiale isolante, che agisce da barriera al flusso di corrente. Se lo spessore della barriera non è troppo grande, le coppie di Cooper possono passare per effetto tunnel attraverso la barriera senza dividersi. Questo fenomeno, che prende il nome di *Effetto Josephson*, fu confermato sperimentalmente alcuni mesi più tardi.

La ricerca di materiali che fossero superconduttori a temperatura elevata (nelle vicinanze della temperatura di liquefazione dell'azoto (78K)) è stata perseguita per molti decenni. Nel 1986 Bednorz e Muller [5] trovarono la superconduttività ad alte temperature critiche mentre conducevano esperimenti su una particolare classe di ceramiche a base di ossido di rame, chiamate perovskiti. Tale scoperta indusse all'intensificazione delle ricerche su nuovi materiali con temperatura critica via via crescente.

## 1.2 Proprietà caratteristiche

### 1.2.1 Teoria BCS e resistenza elettrica

La resistenza elettrica è nulla nei superconduttori per temperature al di sotto della  $T_c$ . Nel 1957 Bardeen, Cooper e Schrieffer misero a punto una teoria capace di spiegare il fenomeno della superconduzione nei metalli. In tali materiali, gli elettroni di conduzione si propagano senza incontrare resistenza perché si muovono in coppie (*coppie di Cooper*). Infatti al di sotto della  $T_c$  il gas di elettroni repulsivo che caratterizza lo stato normale si trasforma in un differente tipo di fluido: un fluido quantistico di coppie di elettroni fortemente correlati nello spazio dei momenti. Sotto queste condizioni gli elettroni formano coppie di Cooper in quanto interagiscono in modo dinamico con i fononi.

I fononi tendono a neutralizzare la repulsione coulombiana, che normalmente si esercita tra gli elettroni, producendo una debole forza attrattiva che lega gli elettroni in coppie. Un elettrone che passa, attrae il reticolo causando una deformazione; un secondo elettrone viene a sua volta attratto dalla regione deformata per cui si crea la coppia. Gli ioni (cariche positive) sono

attirati a causa dell'interazione coulombiana verso un elettrone di conduzione (carica negativa) che si muove attraverso il reticolo del solido, creando così una regione arricchita di carica positiva. Questa regione del reticolo attira a sua volta un altro elettrone che si trova nelle vicinanze. Il legame risultante tra i due elettroni è debole, con un'energia tipica di pochi meV, che è però sufficiente ad impedire che la coppia venga divisa a causa degli ostacoli della normale conduzione. Di conseguenza, le coppie di Cooper si propagano nel materiale senza incontrare resistenza. L'intensità di questa interazione dipende fortemente dalla temperatura essendo il raffreddamento essenziale per bloccare le vibrazioni reticolari (i fononi). A temperature al di sopra del valore critico, le fluttuazioni termiche distruggono le coppie di Cooper e di conseguenza lo stato di superconduzione del metallo. In realtà, c'è comunque una resistività residua. Nel caso in cui si abbia una  $\rho = 10^{23} \Omega \text{ cm}$  si può calcolare il tempo necessario perché la corrente smetta di fluire nell'anello, che risulta superiore a  $10^{10}$  anni.

### 1.2.2 Proprietà magnetiche

Nel 1933 Meissner e Ochsenfeld scoprirono che un superconduttore è un perfetto corpo diamagnetico, è cioè dotato di un così grande diamagnetismo ( $\mathbf{M} < 0$ ) che il campo  $\mathbf{B}$  è nullo all'interno del materiale superconduttore ( $\mathbf{H} + 4\pi\mathbf{M} = 0$ ). Il campo penetra soltanto per una piccola profondità nel campione, e viene espulso dal suo interno. L'espulsione del campo magnetico è completa per campi applicati minori di un campo critico, che dipende dalla temperatura. Per valori del campo più intensi del valore critico, il campo magnetico penetra completamente nel materiale, e viene ristabilito lo stato normale. La variazione del campo critico con la temperatura per i superconduttori è approssimativamente parabolica:

$$H_c = H_0 \left[ 1 - \left( \frac{T}{T_c} \right)^2 \right],$$

dove  $H_0$  è il valore estrapolato di  $H_c$  a  $T = 0$ .

Le leghe superconduttrici però hanno due campi critici, un primo campo  $H_{c1}$ , tale che per valori superiori ad esso si ha una parziale penetrazione del flusso magnetico nel campione, che tuttavia rimane superconduttore, e



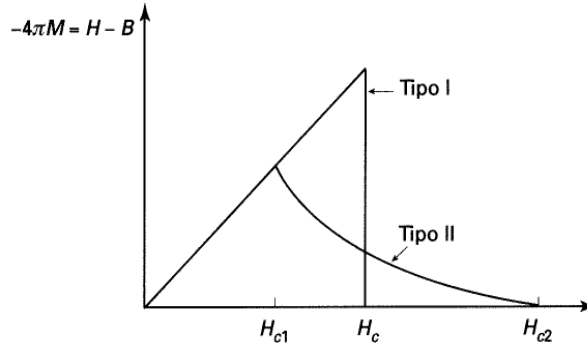


Figura 1.2: Schema del diamagnetismo dei superconduttori di tipo I e II in funzione del campo esterno applicato. Si noti come lo stato superconduttore cessi bruscamente al campo critico  $H_c$  nei superconduttori di tipo I che mostrano un diamagnetismo perfetto. Nei superconduttori di tipo II l'esclusione del flusso non è più completa al partire da  $H_{c1}$ , ma la superconduttività rimane fino ad  $H_{c2}$

un campo limite superiore  $H_{c2}$  che penetra completamente e distrugge la superconduttività. Questi superconduttori sono detti del *II* tipo, e il loro comportamento magnetico è schematizzato nella figura 1.2.

### 1.2.3 Parametri critici

Lo stato superconduttore è individuato da tre parametri fondamentali: la temperatura critica  $T_c$ , il campo magnetico critico  $H_c$ , e la densità di corrente critica  $J_c$ . Ciascuno di questi parametri è strettamente dipendente dagli altri due. Mantenere un materiale nello stato di superconduzione significa fare in modo che le tre grandezze siano tutte al di sotto del proprio valore critico, che dipende dal materiale.

- **Temperatura critica**

La coppia di Cooper (si veda teoria BCS) rimane stabile tutto il tempo in cui il superconduttore è raffreddato a temperature molto basse. Non appena il superconduttore riceve energia termica le vibrazioni del reticolo diventano maggiori e tanto grandi da rompere le coppie. Il superconduttore passa così allo stato di conduttore normale. I composti e i metalli superconduttori hanno temperature caratteristiche proprie di transizione tra i due stati (normale e superconduttore): tale tempera-

tura è indicata come temperatura critica o temperatura di transizione. Al di sotto di questa, la resistività è nulla, al di sopra segue le normali leggi.

- **Corrente critica**

Questo valore indica la massima quantità di corrente trasportabile da un superconduttore. Quando un superconduttore trasporta corrente continua non ci sono perdite di energia elettrica e si può pensare quindi di poter trasportare quantità enormi di corrente. In realtà un valore di corrente al di sopra di quello critico fa passare il superconduttore ad uno stato normale anche se al di sotto della temperatura critica. La densità di corrente critica  $J_c$  è una funzione della temperatura. Infatti, la corrente di trasporto genera alla superficie del conduttore un campo magnetico che viene considerato alla stregua di un campo esterno. Così, quando l'intensità della corrente che attraversa un superconduttore di primo tipo è tale da generare alla sua superficie un campo magnetico di intensità uguale al campo critico, lo stato normale viene ripristinato.

Nei superconduttori di II tipo il meccanismo dipende dall'interazione della corrente di trasporto con le linee di flusso in esso presenti. In questo caso la corrente elettrica esercita su tali linee una forza che tende a metterle in movimento. Per correnti non troppo elevate il movimento delle linee di flusso è ostacolato dai difetti strutturali ai quali le linee si ancorano. Quando il campo è tale che la forza che agisce sulle linee di flusso è in grado di strapparle dai centri di ancoraggio, allora si manifestano effetti dissipativi che portano alla rottura dello stato superconduttivo.

- **Campo magnetico critico**

Questo parametro indica il valore massimo del campo magnetico sostenibile da un superconduttore. I superconduttori di II tipo hanno due valori critici del campo magnetico; questi valori individuano in un diagramma di fase magnetica tre zone con diverso comportamento.

### 1.3 Superconduttori di I e II tipo

Le classi di superconduttori di tipo I e tipo II si possono distinguere facendo riferimento a due importanti scale microscopiche di lunghezza: la lunghezza di coerenza e la lunghezza di penetrazione. La lunghezza di coerenza è la separazione spaziale degli elettroni all'interno di una coppia di Cooper, cioè le dimensioni medie della coppia. Nei superconduttori convenzionali, la lunghezza di coerenza può andare da alcune decine ad alcune centinaia di nanometri. La lunghezza di penetrazione è relativa all'effetto Meissner. Le correnti indotte che creano il campo magnetico che si oppone a quello esterno applicato, cancellandolo dall'intero materiale, decadono esponenzialmente in intensità all'aumentare della distanza dalla superficie del superconduttore. La distanza lungo la quale avviene questo decadimento è proprio la lunghezza di penetrazione: questa è la distanza più breve lungo la quale un campo magnetico può variare in un superconduttore. Nei superconduttori convenzionali essa può andare da qualche decina fino a qualche migliaio di nanometri. Queste lunghezze microscopiche definiscono due classi molto diverse di superconduttori. Nei superconduttori di I tipo la lunghezza di coerenza è maggiore della lunghezza di penetrazione. Questi materiali tendono ad essere superconduttori in condizioni di bassa temperatura e debole campo magnetico; se il campo raggiunge l'intensità critica (la quale varia da materiale a materiale), il campo stesso entra nel volume del materiale distruggendo lo stato superconduttivo. Poiché nei superconduttori di tipo I, la superconduzione scompare in presenza di campi magnetici di intensità relativamente bassa, questi materiali presentano uno scarso interesse dal punto di vista tecnologico. Questa classe di superconduttori è ben descritta dalla teoria BCS (Bardeen, Cooper, Schrieffer). Ci sono 30 metalli puri che appartengono a questa classe: ne sono un esempio il piombo, il mercurio, lo stagno. I superconduttori di II tipo sono molto più utili per le applicazioni. La profondità di penetrazione in questi materiali è maggiore della lunghezza di coerenza e rimangono nello stato di superconduzione anche dopo la penetrazione del campo magnetico. I superconduttori di II tipo possono sopportare campi molto forti - fino a quello che è chiamato campo critico superiore - e quindi trasportare correnti più intense. Questa classe di superconduttori è stata identificata a partire dal 1930 con i composti

di piombo-bismuto. Tutti i superconduttori di interesse tecnologico, inclusi quelli ad alta temperatura critica finora noti, sono di questo tipo.

## Capitolo 2

# Microscopia e Spettroscopia a effetto tunnel

### 2.1 Cos'è l'STM

L'STM ( Scanning Tunneling Microscope) è un microscopio ad alta risoluzione che può avere una doppia funzionalità:

- realizzazioni di immagini tridimensionali della superficie di un campione con una risoluzione su scala atomica (dell'ordine dell'angstrom) sia verticale, cioè ortogonale alla superficie, che laterale;
- acquisizione di misure spettroscopiche (STS, Scanning Tunneling Spectroscopy).

La sua invenzione, che risale agli inizi degli anni '80 ad opera di Binnig e Rohrer, ha rivoluzionato lo studio delle proprietà elettroniche dei materiali.

In particolare nella nostra esperienza l'STM è stato utilizzato per effettuare studi spettroscopici su materiali superconduttori, allo scopo di verificarne la compatibilità con le predizioni della teoria microscopica descritta nel capitolo precedente; pertanto nel seguito verrà fatta una descrizione dell'STM con particolare attenzione al suo utilizzo per misure spettroscopiche.

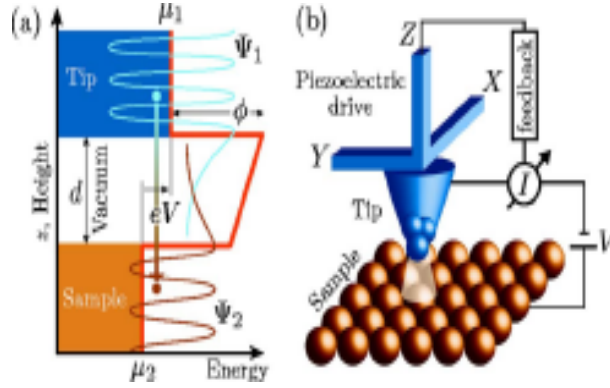


Figura 2.1: a) Processo di tunneling tra punta e campione attraverso una barriera di vuoto di larghezza  $d$  e altezza  $\phi$ . La funzione d'onda dell'elettrone decade esponenzialmente nella regione di vuoto. b) Vista schematica di un STM.

## 2.2 Come funziona l'STM: effetto tunnel

Nell'STM è realizzata una giunzione tunnel tra un campione e una sottile punta metallica portata a distanza dell'ordine di qualche nm. Il vuoto (o il gas) tra punta e campione è un isolante che crea la barriera. Tipicamente la corrente di tunnel ha valori dell'ordine dei nA, mentre il range di polarizzazione è tra 10 mV e pochi volts (ciò dipende dall'applicazione e dal materiale con cui è fatto il campione). Il fenomeno alla base dell'STM è pertanto il tunneling quantistico degli elettroni attraverso due elettrodi (punta-campione) separati da una sottile barriera di potenziale [19]. Questo è un effetto quantistico senza analogo classico: gli elettroni possono passare da un metallo, attraverso uno stato di vuoto o una piccola barriera isolante, in un altro metallo, nonostante abbiano un'energia cinetica inferiore alla barriera di potenziale.

Per illustrare il problema consideriamo due regioni, chiamate rispettivamente 1 e 2 (elettrodi), separate da una barriera di potenziale come in fig. 2.2. Come prima approssimazione, la barriera è determinata semplicemente attraverso le funzioni lavoro  $\phi_1$  e  $\phi_2$  degli elettrodi. In questo approccio perturbativo, la corrente di tunnel è data dalla sovrapposizione delle funzioni d'onda degli elettroni nelle due regioni. Tali funzioni d'onda decadono esponenzialmente con la distanza di separazione degli elettrodi e dipendono dalle caratteristiche del materiale isolante. Il sistema è descritto da una semplice

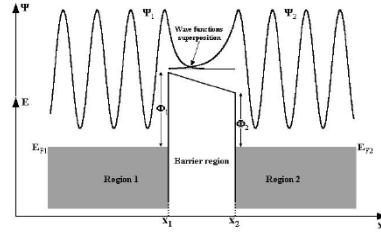


Figura 2.2: Energia potenziale e funzioni d'onda lungo una giunzione costituita da 2 elettrodi separati da un isolante

hamiltoniana:

$$H = H_1 + H_2 + H_T, \quad (2.1)$$

dove  $H_1$  e  $H_2$  sono le hamiltoniane a molti corpi degli elettrodi, e  $H_T$  è un termine di accoppiamento che nel formalismo della seconda quantizzazione assume la seguente forma:

$$H_T = \sum_{\mathbf{k}\mathbf{q}} T_{\mathbf{k}\mathbf{q}} C_{1\mathbf{k}}^\dagger C_{2\mathbf{q}} + h.c. \quad (2.2)$$

$T_{\mathbf{k}\mathbf{q}}$  è una matrice di tunneling fenomenologica, legata agli integrali di sovrapposizione delle funzioni d'onda degli elettroni nei due elettrodi. Ciascun termine della somma è costituito da due pezzi: il primo descrive la creazione di un elettrone di momento  $\mathbf{k}$  nell'elettrodo 1 e la distruzione di un elettrone di momento  $\mathbf{q}$  nell'elettrodo 2, e descrive quindi il flusso di elettroni da 2 a 1 e la corrente da 1 a 2, mentre il secondo descrive il processo inverso. Ovviamente un elettrone può fare tunnel solo se vi è uno stato vuoto disponibile in uno dei due elettrodi. Inoltre, poiché gli elettroni che attraversano la barriera conservano la propria energia, non ci saranno stati vuoti a disposizione se non viene applicato un voltaggio attraverso la giunzione. Per esempio, se viene applicata una differenza di potenziale negativa all'elettrodo sulla sinistra l'energia di tutti gli elettroni aumenterà di  $eV$  e saranno perciò abilitati a compiere il tunnel dal primo elettrodo al secondo. A temperature finite, il riempimento dei livelli è descritto dalla funzione di Fermi  $f(E)$  e il tunneling può avvenire in ambo le direzioni: la corrente totale è data dalla differenza tra le due correnti.

Tenuto conto di quanto detto si può mostrare attraverso l'uso della teoria delle perturbazioni (regola d'oro di Fermi) e considerando il modo di agire

degli operatori di creazione e distruzione degli elettroni e le loro regole di commutazione che la corrente di tunneling dall'elettrodo 1 al 2 è [19]

$$I_{1 \rightarrow 2} = A \int_{-\infty}^{\infty} |T|^2 N_1(E) f(E) N_2(E + eV) [1 - f(E + eV)] dE, \quad (2.3)$$

dove  $A$  è una costante di proporzionalità,  $V$  è il voltaggio applicato,  $eV$  è la differenza di energia tra le giunzioni, e  $N(E)$  è la densità degli stati. L'espressione 2.3 si presta ad un'immediata interpretazione fisica:  $N_1(E)f(E)$  rappresenta il numero di stati ad energia  $E$  occupati nell'elettrodo 1 e analogamente  $N_2(E + eV)[1 - f(E + eV)]$  è il numero di stati vuoti ad energia  $E + eV$  nell'elettrodo 2: il prodotto di questi due termini esprime il fatto che un elettrone può passare da 1 a 2 solo se esso occupa uno stato con energia  $E$  e uno stato con energia  $E + eV$  è vuoto nella regione 2. Assumendo costante l'elemento di matrice di tunneling e sottraendo la corrente inversa otteniamo la corrente totale [19]

$$I = A |T|^2 \int_{-\infty}^{\infty} N_1(E) N_2(E + eV) [f(E) - f(E + eV)] dE. \quad (2.4)$$

Si noti che dalla 2.4 si ha  $I = 0$  quando è  $V = 0$ , come ci si aspetta.

Un caso particolarmente interessante si ha quando uno dei due metalli è un superconduttore (giunzione SIN). In questo caso la densità degli stati del metallo può essere considerata costante e dell'ordine della densità al livello di Fermi (poniamo  $E_F = 0$ ). Allora la 2.4 diventa

$$\begin{aligned} I &= A |T|^2 N_1(0) \int_{-\infty}^{\infty} N_{2super.}(E + eV) [f(E) - f(E + eV)] dE \\ &= \frac{G_{nn}}{e} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{N_{2s}(E + eV)}{N_2(0)} [f(E) - f(E + eV)] dE, \end{aligned} \quad (2.5)$$

avendo indicato con  $N_2(0)$  la densità di stati al livello di fermi dell'elettrodo 2 quando questo è allo stato normale e  $G_{nn} = A |T|^2 N_1(0) N_2(0) e$ . Tale rapporto, secondo la teoria BCS, vale [19]:

$$\frac{N_{2s}(E + eV)}{N_2(0)} = \begin{cases} 0 & \text{se } |E| < \Delta \\ \frac{|E|}{\sqrt{E^2 - \Delta^2}} & \text{se } |E| > \Delta \end{cases} \quad (2.6)$$



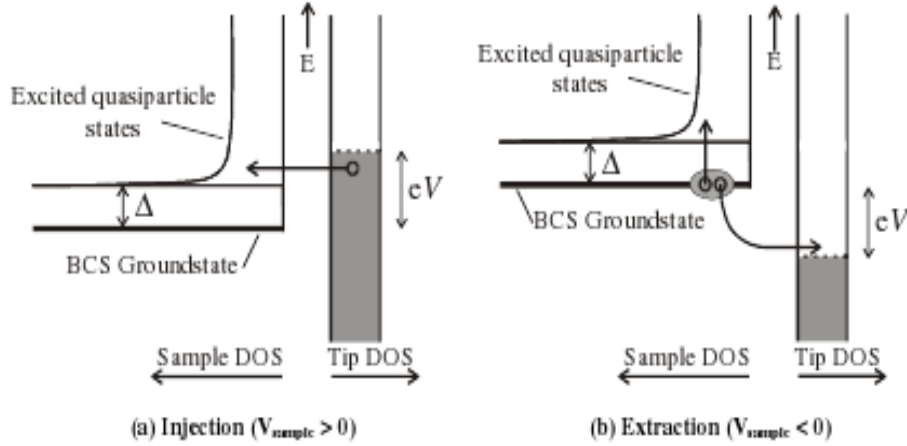


Figura 2.3: Tunneling tra una punta di un metallo ideale e un campione superconduttore. In (a) gli elettroni della punta metallica passano verso gli stati di quasi-particella non occupati nel campione superconduttore. In (b), le coppie di Cooper nel campione sono rotte per estrarre un singolo elettrone nella punta, mentre l'altra quasi-particella della coppia è simultaneamente eccitata. Come si nota non vi è flusso di corrente a meno che  $|eV| > \Delta$ .

$\Delta$  è la gap nello spettro di eccitazione del superconduttore attorno al livello di Fermi. Essa è tipicamente dell'ordine di meV per i superconduttori a bassa temperatura critica, decine di meV per quelli ad alta temperatura critica, ed è quindi molto minore dei tipici valori delle energie di Fermi. Come indicato in fig 2.3, a  $T = 0K$ , non c'è corrente di tunneling finché  $e|V| > \Delta$ .

Nella figura 2.4 è graficata la corrente in funzione della polarizzazione. Per avere un confronto diretto con l'esperimento si considera solitamente la conduttanza differenziale  $dI/dV$  in funzione di  $V$ . Dalla 2.5

$$\frac{dI}{dV} = G_{nn} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{N_{2s}(E)}{N_2(0)} \left[ -\frac{\partial f(E + eV)}{\partial(eV)} \right] dE. \quad (2.7)$$

## 2.3 Costruzione dell'STM

### 2.3.1 Scanner

L'STM è formato da uno scanner (microscopio) il cui funzionamento è gestito da un'elettronica supportata da un software di acquisizione dati. Lo

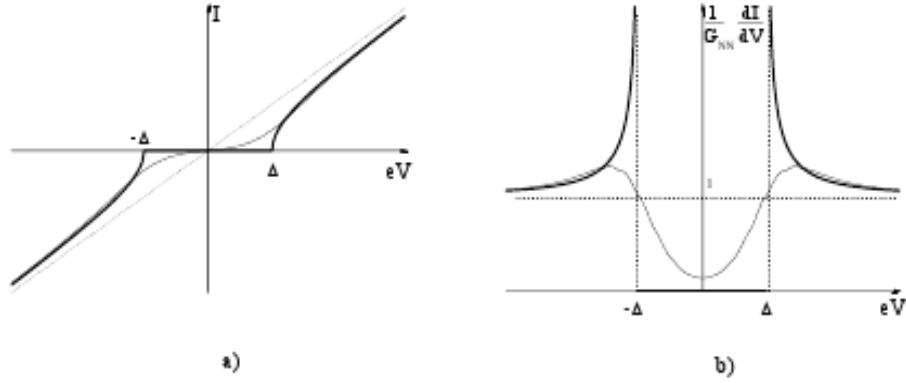


Figura 2.4: Caratteristica di una giunzione SIN a temperatura nulla (linea continua in grassetto), a temperatura  $T = 0.5T_c$ , e a temperatura  $T_c$  (linea tratteggiata); b) Conduttanza differenziale normalizzata di una giunzione SIN secondo la teoria BCS, a  $T = 0$  (linea continua in grassetto) e a  $T = 0.5T_c$  (linea continua normale).

scanner è costituito da due cilindri concentrici di materiale piezoelettrico. I cristalli piezoelettrici sono deformati se gli si applica una certa tensione e, nel caso dei piezotubi, una tensione applicata all'interno e all'esterno dei cilindri provoca un loro allungamento o accorciamento a seconda della tensione applicata e del coefficiente piezoelettrico. I due cilindri sono lunghi 1.27cm e di larghezza quello più interno ha un diametro di 0.64cm mentre quello più esterno è di 1.27cm. Ciascun cilindro ha una delle basi incollate ad un corpo di rame nel quale sono praticati dei fori per il passaggio dei contatti elettrici. Sull'altra base del piezo interno poggia un disco di macor; in esso trova alloggio un tubicino capillare metallico nel quale viene incastrata la punta. Il piezoelettrico interno è utilizzato per la scansione della punta sul campione. Il piezoelettrico esterno, invece, costituisce il mezzo per avvicinare il campione sulla punta. Su di esso sono montate due sbarrette di zaffiro, poste in un anello di macor, incollato sulla base del piezo (fig. 2.5).

### 2.3.2 Le punte e loro fabbricazione

Per raggiungere una risoluzione su scala atomica, le componenti meccaniche ed elettriche di un STM devono far in modo che la punta sia posizionata

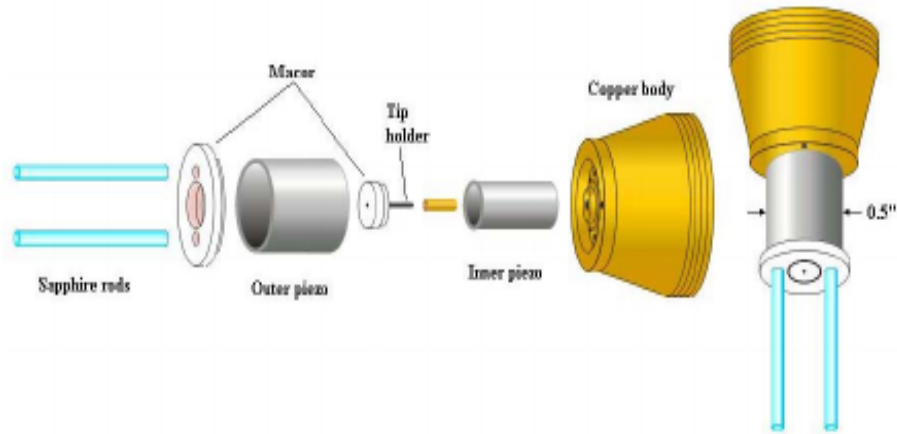


Figura 2.5: STM scanner

a distanza di qualche nm dalla superficie e che sia controllata sia verticalmente che lateralmente con precisione subnanometrica ( $< 0.01\text{nm}$ ). L'avvicinamento punta-campione avviene con dei metodi come lo "slip-stick", che consentono di raggiungere distanze della lunghezza di tunnel. Questa precisione richiede sistemi con poche vibrazioni meccaniche connessi a circuiti elettrici poco rumorosi.

La punta è la componente più importante di un STM in quanto la sua forma e il tipo di atomi alla sua estremità sono determinanti nella risoluzione e nella qualità dell'immagine. In particolare da essa dipende la risoluzione laterale nel modo topografico ed è quindi molto importante riuscire a fabbricare delle punte di buona qualità (un solo atomo all'apice).

I materiali più comunemente usati sono fili di tungsteno e platino-iridio. Per lungo tempo si è adottato il tungsteno ma poiché si ossida abbastanza facilmente è talvolta preferibile usare materiali più inerti come il platino iridio. Quest'ultimo, infatti, grazie alla sua resistenza ad ossidarsi è spesso usato per tunneling in aria. Per creare punte con un raggio di curvatura sufficientemente piccolo è stato realizzato un sistema di fabbricazione tramite attacco elettrolitico. La punta è ottenuta da un filo dello spessore di  $0.25\text{mm}$ . Uno spezzone di questo filo è utilizzato come elettrodo in una soluzione elettrolitica, mentre l'altro elettrodo è costituito da una barretta di grafite immersa nella soluzione (vd. fig 2.6).

Gli elettrodi sono alimentati da un generatore di tensione. La corrente che

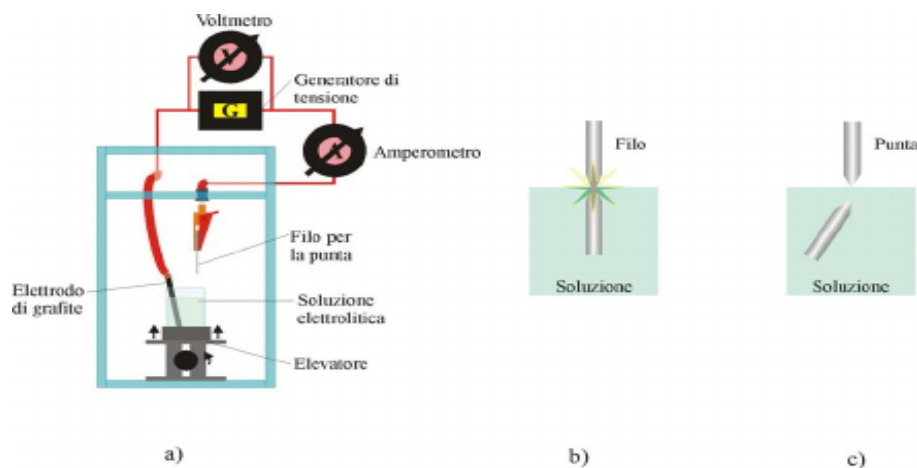


Figura 2.6: a) L'apparato per la fabbricazione delle punte; b) durante il processo elettrolitico, il filo si consuma in corrispondenza del pelo della soluzione; c) la parte di filo sotto la soluzione si stacca, e la punta è formata:

scorre nel circuito e la tensione applicata possono essere monitorati durante il processo elettrolitico: nota la natura del filo, il valore della corrente a tensione fissata dipende da quanto il filo è immerso nella soluzione. Durante il processo elettrolitico il filo si consuma; la corrente diminuisce gradualmente fino ad azzerarsi quando la parte di filo sotto il pelo della soluzione cade e ciò coincide con la fine del processo: è stata così creata la punta.

Affinché la parte di filo rimasta abbia la forma di una punta, occorre scegliere in maniera empirica la soluzione, la tensione applicata e la corrente iniziale: questi tre parametri dipendono ovviamente dal materiale e dal diametro. In particolare, la corrente iniziale è regolata alzando il baker verso il filo. Altri parametri che possono pesare nella riuscita del processo di fabbricazione sono, almeno in principio, il metodo di immersione, il contenitore della soluzione, la geometria e il materiale del secondo elettrodo, la presenza o meno di eventuali schermaggi attorno agli elettrodi. Tuttavia, questi parametri hanno generalmente un'importanza assai modesta.

I parametri di fabbricazione sono determinati sperimentalmente in quanto la descrizione teorica del processo presenta la complicazione che uno degli elettrodi è un segmento di filo parzialmente immerso e quindi non ha una faccia piana completamente immersa nella soluzione, come nei tradizionali esperimenti di elettrochimica. L'uso di un voltaggio ac o dc viene stabilito

empiricamente a seconda del materiale del filo. L'uso di tensioni continue comporta spesso il depositarsi di uno strato passivo sul filo, che impedisce un corretto attacco da parte dell'elettrolita, per questo motivo spesso sono usate tensioni pulsate o alternate: la pellicola che tenderebbe a depositarsi quando la tensione ha una certa polarità tende ad essere rimossa dal ciclo di polarità inversa. Inoltre, alcuni elementi come Au, Pt, Ir, spesso usati per la fabbricazione di punte, sono efficacemente attaccati solo in regime alternato. Dal modulo e dalla natura della tensione applicata dipende sostanzialmente quanto la consumazione del filo avvenga in maniera "strozzata", così da ottenere la formazione di una punta. Si è verificato che con tensioni continue non elevate questo effetto è molto pronunciato, nel senso che l'attacco elettrochimico del filo avviene solo estremamente vicino alla superficie della soluzione. Con tensioni alternate e al crescere del voltaggio dc ciò non è più rigorosamente vero, e non lo è nemmeno per tensioni ac (tanto più quanto più alta è la tensione). Ciò lo si spiega immaginando che in regime continuo si ha la formazione, attorno agli elettrodi, di una nuvola di prodotti di reazione. Questa nuvola funge da schermo per il filo, il cui attacco elettrochimico può quindi avvenire solo grazie agli ioni che migrano presso la superficie. L'alimentazione alternata, invece, tende a rimuovere questa nuvola. L'effetto di rimozione è accentuato anche dall'aumento del valore di tensione (sia in ac che in dc), in conseguenza dell'aumento delle reazioni con l'ossigeno. Considerato che con tensione continua questa nuvola di prodotti tende a depositare strati isolanti sul filo, sovente la scelta cade su tensioni ac dell'ordine di qualche decina di volts (componenti continue sono utilizzate solo qualche volta, sovrapposte a quelle alternate). Nei nostri laboratori è stata ottimizzata la fabbricazione di punte di iridio e di platino-iridio. Si tratta di punte largamente utilizzate negli STM, che consentono buone risoluzioni e non sono soggette a ossidazione; effettuata la fabbricazione, la punta viene immersa in acetone per rimuovere l'elettrolita e eventuali particelle di grafite. Esistono anche altri trattamenti di pulizia come quello chimico, o una pulizia "in situ" della punta, tramite l'applicazione per qualche secondo di un forte campo tra punta e campione prima della misura. Nel nostro caso abbiamo ottenuto ottimi risultati con il solo processo di fabbricazione.

La punta deve essere leggermente piegata per essere incastrata nel capillare solidale al piezoelettrico interno e per questo motivo sono da preferirsi

punte di Pt-Ir che si prestano meglio di quelle di Ir a farsi piegare senza spezzarsi. Tuttavia è possibile che questa maggiore rigidità dell'iridio conferisca alle punte una maggiore stabilità meccanica; si tratta però di una questione che non abbiamo ancora potuto verificare, poiché nel nostro apparato sperimentale altre fonti di rumore meccanico mascherano un eventuale effetto che potrebbe derivare dalla differenza tra i due metalli. In ogni caso, per la stabilità è consigliabile che la punta non sporga molto dal capillare che la ospita; tipicamente, nel nostro caso essa fuoriesce per 2 – 3mm.

### 2.3.3 La risoluzione di un STM

Un importante parametro che caratterizza la bontà di un microscopio è la risoluzione. L'STM probabilmente ha la più alta risoluzione tra tutti i microscopi sia verticale che laterale. In particolare la chiave per raggiungere una risoluzione verticale minore di 1 Å è la dipendenza della corrente di tunnel dalla distanza punta-campione  $d$ :

$$I \approx e^{-2kd} \quad k = \sqrt{\frac{2m\phi}{\hbar}}, \quad (2.8)$$

dove  $\phi$  indica la funzione lavoro.

Per un metallo aumentando la distanza di un angstrom si ha un incremento della corrente di un ordine di grandezza. E' importante sottolineare che la distanza  $d$  non è misurabile direttamente: possono essere misurate solo variazioni relative. Inoltre bisogna considerare il fatto che la misura della corrente di tunneling è una convoluzione delle densità elettroniche della punta e del campione. Per studiare le proprietà intrinseche del campione è quindi preferibile usare punte con una densità degli stati ben definita. La risoluzione laterale, invece, dipende principalmente dalla geometria dell'apice della punta e dalla sua configurazione elettronica; se si può assumere che all'apice di essa vi sia un solo atomo, allora la corrente di tunnel avverrà sostanzialmente tra l'atomo all'apice della punta e il singolo atomo del campione che gli corrisponde sulla verticale <sup>1</sup>. Pertanto, se la punta è veramente

---

<sup>1</sup>Anche qui entra in gioco la dipendenza esponenziale della corrente in funzione della distanza, perché consente di affermare che gli atomi diversi dall'ultimo, posti poco più lontani dal campione contribuiscono alla corrente in maniera trascurabile.

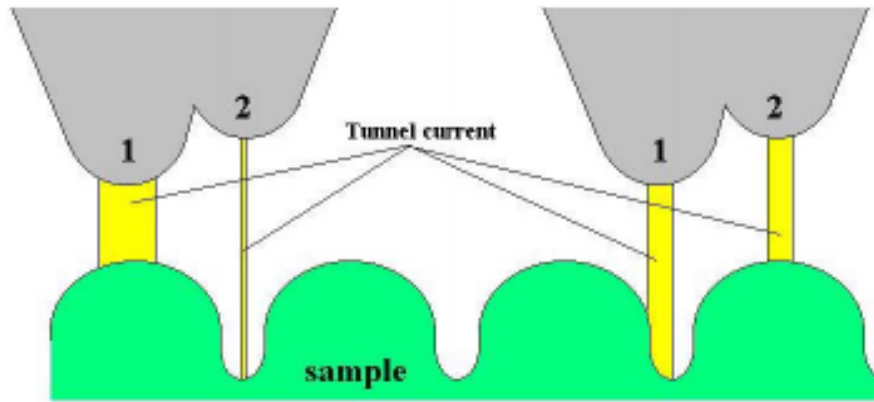


Figura 2.7: La figura illustra il caso di una doppia punta cioè di una punta con una doppia terminazione. Le rugosità possono essere sia su scala atomica che su scale più grandi. In questa situazione, quando l'apice 1 è sulla parte più alta della superficie del campione, c'è un largo contributo alla corrente di tunnel dall'apice 1, e un contributo trascurabile dall'apice 2. quando l'apice 1 è su una "valle", il suo contributo alla corrente di tunnel è sicuramente minore rispetto al precedente; ma il contributo dovuto all'apice 2, situato sulla parte più alta del campione, è maggiore: la corrente totale non cambia e l'immagine del profilo della superficie non può essere realizzata.

sottile, con l'STM è possibile ottenere immagini della superficie del campione con risoluzione atomica.

## 2.4 STM: modi di operazione

Un microscopio a scansione tunnel offre la possibilità di ottenere informazioni spettroscopiche e topografiche su scala locale con alta risoluzione. Possono essere individuati due modi di funzionamento per l'STM:

- corrente costante (o topografico);
- altezza costante (o spettroscopico).

In realtà anche con il metodo ad altezza costante è possibile ottenere immagini topografiche, tuttavia una piccola asperità della superficie del campione potrebbe causare un crash della punta.

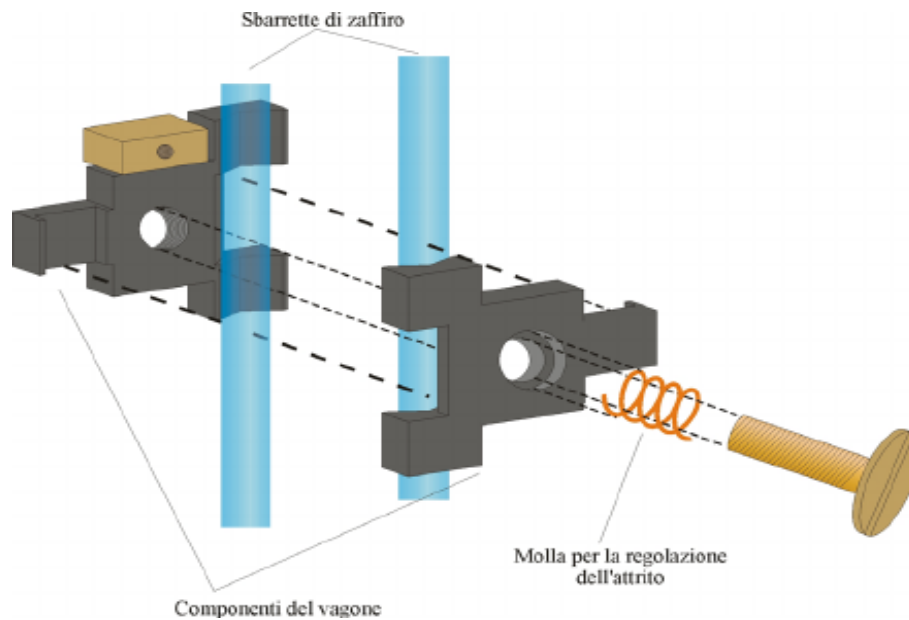


Figura 2.8: *Il vagone.*

Prima di analizzare in dettaglio le due modalità di funzionamento descriveremo l'avvicinamento del campione alla punta.

#### 2.4.1 Avvicinamento della punta al campione

Il campione è montato su un “vagone” di caro-bronze (bronzo drogato con fosforo) libero di scivolare sulle sbarrette di zaffiro. Il primo problema da affrontare è quello di portare il campione vicino alla punta, a una distanza dell'ordine della lunghezza di tunnel (che è di pochi angstrom).

L'avvicinamento avviene col metodo cosiddetto dello slip-stick. Il vagone è costituito da due componenti che si chiudono sulle sbarrette grazie ad un sistema costituito da una vite e da una molla (vd. fig. 2.8). La vite, oltre a tenere insieme il vagone, comprime la molla, che così preme uno dei due componenti sull'altro facendo in modo che il vagone si stringa sulle sbarrette. Regolando la vite si regola la compressione della molla e, di conseguenza, l'attrito tra vagone e sbarrette, che è un parametro importantissimo nel meccanismo di avvicinamento.

Il principio di funzionamento dello slip-stick è illustrato in maniera qualitativa e intuitiva in figura 2.9. Quando il piezoelettrico esterno si contrae



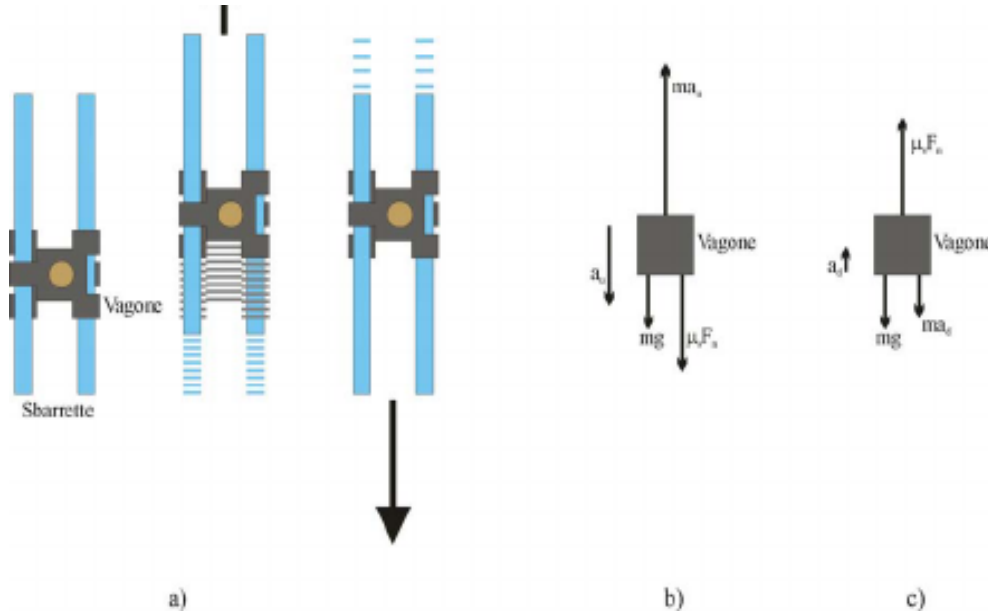


Figura 2.9: a) Il principio dello slip stick; b) diagramma delle forze quando le sbarrette accelerano verso il basso; c) diagramma delle forze quando accelerano verso l'alto.

lentamente, il vagone, per attrito sulle sbarrette, segue questo movimento avvicinandosi alla punta; quando il piezoelettrico si riallunga bruscamente, il vagone scivola sulle sbarrette, trovandosi così, alla fine del ciclo, più vicino alla punta.

Scriviamo le equazioni del moto, tenendo conto del fatto che nel nostro STM il movimento del vagone avviene in verticale e la punta è nella parte alta. Se le sbarrette accelerano verso il basso con accelerazione di modulo  $a_u$ , il vagone scivola su esse con la stessa accelerazione (ma diretta verso l'alto) se è soddisfatta la condizione (Fig. 2.9):

$$\mu_s F_n < ma_u - mg \quad (2.9)$$

dove  $\mu_s$  è il coefficiente di attrito statico tra sbarrette e vagone,  $F_n$  è la forza esercitata dal vagone sulle sbarrette ortogonalmente ad esse, data da  $\eta k \tau$ , con  $k$  costante elastica della molla,  $\tau$  passo della vite e  $\eta$  numero di giri compiuti dalla vite a partire dalla posizione che corrisponde alla posizione a riposo della molla;  $m$  è la massa del vagone,  $g$  l'accelerazione di gravità. Osserviamo

che a priori deve essere  $\mu_s F_n > mg$ , altrimenti il vagone scivolerebbe verso il basso quando le sbarrette sono in quiete. Deve poi essere  $a_u > g$ ; se così non fosse, la forza inerziale  $m$  sul vagone avrebbe il solo effetto di ridurre la forza esercitata sul vagone verso il basso, la quale verrebbe allora certamente compensata dalla forza di attrito statico (che sarebbe diretta verso l'alto, non come in Fig. 2.3b). Se  $a_u > g$ , la risultante  $ma_u - mg$  è diretta verso l'alto, e ha senso scrivere la 2.9. Precisamente, unendo la 2.9 con la condizione  $\mu_s F_n > mg$ , si ha:

$$a_u > 2g \quad (2.10)$$

condizione necessaria, ma non sufficiente, affinché il vagone scivoli sulle sbarrette quando queste accelerano verso il basso (e per avvicinare il campione alla punta noi desideriamo che ciò accada). Quando invece le sbarrette accelerano verso l'alto con accelerazione  $a_d$ , il vagone scivolerà (rispetto alle sbarrette) con accelerazione di modulo  $a_d$  se (Fig. 2.3c):

$$\mu_s F_n < ma_d + mg \quad (2.11)$$

Per come è stato descritto il principio di avvicinamento del campione alla punta, è chiaro che si vorrebbe soddisfatta la 2.9 e non la 2.11. Per evitare che il vagone scivoli anche verso il basso, la 2.11 deve valere col segno opposto, e combinando questa condizione con la 2.9 si ha:

$$ma_u - mg > \mu_s F_n > ma_d + mg \quad \rightarrow a_u > a_d + 2g. \quad (2.12)$$

Queste accelerazioni sono impresse alle sbarrette tramite i cristalli piezoelettrici e quindi risultano proporzionali alla derivata temporale seconda della tensione applicata. Durante le operazioni di approccio la corrente di tunnel è costantemente monitorata da un circuito di feedback che ha il compito di fermare l'avvicinamento quando è stata raggiunta la condizione di tunnel.

## 2.4.2 Modo a corrente costante

In questo modo di funzionamento dell'STM, la corrente di tunnel è mantenuta costante attraverso un circuito di feedback che regola la posizione verticale della punta durante la scansione.

Il feedback per fare ciò deve inviare un segnale di tensione al piezoelettri-

co che governa il movimento verticale della punta, in modo che quest'ultima possa “seguire” il profilo della superficie. Questo segnale viene acquisito punto per punto e così si ottiene un'immagine della superficie. Dalla formula 2.4 si nota che la corrente di tunnel è proporzionale alla LDOS (densità degli stati locale). Se la LDOS è omogenea su tutta l'area scansionata, il profilo corrisponde proprio alla distanza punta-campione. Acquisendo l'altezza della punta come una funzione della posizione si ottiene un'immagine tridimensionale della superficie  $z = z(x, y)$ . Tuttavia la corrente di tunnel non dipende solo dalla separazione tra gli elettrodi, ma anche da altre quantità come gli elementi di matrice di tunneling e la barriera di potenziale 2.4. Ciò significa che le immagini topografiche sono sempre affette da figure spettroscopiche e quindi bisogna tenerne conto quando si fa l'analisi dell'immagine.

### 2.4.3 Modo ad altezza costante

Un altro modo di funzionamento è quello detto ad altezza costante in cui la grandezza che viene acquisita è la corrente di tunnel. In questo caso durante la scansione il circuito di feedback viene disconnesso e così la punta non segue più le rugosità della superficie. Per punta e campione ideali le variazioni della corrente di tunnel  $I(x, y)$  sono dovute solo a variazioni della distanza punta-campione e l'acquisizione della corrente come funzione della posizione riflette la superficie topografica. In questo modo la scansione avviene velocemente ma è ristretta a superfici con rugosità che non superino i pochi angstroms per evitare collisioni tra punta e campione.

Generalmente le misure topografiche sono effettuate nel modo a corrente costante. Senza il feedback che regoli la distanza della punta dal campione, infatti, la punta stessa non potrebbe seguire la conformazione della superficie e basterebbero rugosità di alcuni angstrom per provocare un crash. Pertanto il modo ad altezza costante è usato per misure di topografia solo su aree atomicamente piatte, e in genere piccole, per ottenere la risoluzione atomica. Il feedback viene invece disconnesso quando si vogliono realizzare misure di spettroscopia: si possono misurare in un singolo punto della superficie la  $I(V)$  e la  $dI/dV$  che nel caso di un campione superconduttore danno informazioni sulla densità degli stati e sulla gap. Per questi motivi il modo a corrente costante è spesso chiamato modo topografico e quello ad altezza costante modo spettroscopico.



## Capitolo 3

# Tecniche di acquisizione dati

Nella nostra esperienza sono state analizzate le caratteristiche superconduttive del  $MgB_2$  con lo scopo di verificarne la compatibilità con la teoria BCS classica. Questo materiale presenta una transizione superconduttiva a  $T_c = 40K$ , una temperatura certamente bassa, ma sicuramente più alta di tutti i superconduttori convenzionali. La sua struttura cristallina è a simmetria esagonale con atomi di boro che formano reticoli a nido d'ape, nei cui vuoti sono collocati gli atomi di magnesio.

Nei successivi paragrafi sarà descritto il metodo e gli accorgimenti adottati per l'acquisizione dati.

### 3.1 Apparato criogenico

Per effettuare misure su superconduttori è necessario disporre di un apparato adeguato. L'apparato criogenico utilizzato durante questo lavoro è descritto in Fig. 3.1.

La parte principale è naturalmente costituita da un dewar per contenere l'elio liquido. L'STM viene calato in esso tramite un discendente, nel quale sono posti tutti i contatti elettrici che arrivano dall'elettronica di controllo. In realtà il discendente non è immerso direttamente nella camera del dewar che ospita l'elio liquido. Si è infatti realizzata una seconda camera cilindri-

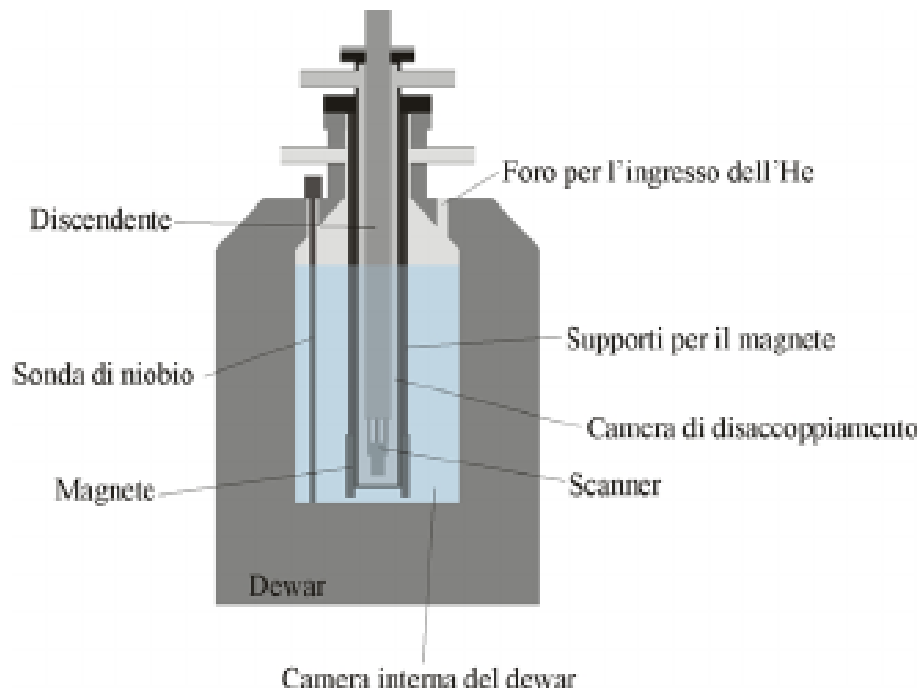


Figura 3.1: *Apparato criogenico.*

ca che scende dall'imbocco del dewar. Lo scopo di questa camera è quello di isolare meccanicamente lo scanner dall'elio, che costituisce un liquido in ebollizione e potrebbe essere causa di vibrazioni meccaniche. Essa è di acciaio amagnetico, in modo da non rispondere ai campi magnetici applicati. Tra la camera dove si cala il discendente e quella dell'elio c'è una intercapedine in cui è fatto il vuoto; quindi non c'è un accoppiamento termico diretto per le due camere. Sulla sommità del dewar è naturalmente posto un foro di ingresso per i liquidi refrigeranti (azoto per il preraffreddamento, elio per le misure; si rende necessario il preraffreddamento per non consumare una quantità enorme di elio liquido durante il trasferimento). È inoltre presente un secondo foro che ospita una sonda di niobio per la misura del livello di elio liquido. Per raffreddare scanner e campione, si introduce dell'elio nella camera del discendente tramite un capillare comandato da una valvola a spillo. Questo sistema ha un duplice vantaggio: il primo è che non evapora l'elio quando si introduce il discendente caldo, perché non c'è un violento raffreddamento; il secondo è che avendo poco elio nella camera del campione si può fare in modo, con un opportuno controllore di temperatura che

comanda un riscaldatore, di misurare anche a temperature superiori a 4.2 K.

Infine, l'apparato criogenico è completato dai supporti per il magnete superconduttore che scendono dalla flangia di chiusura della camera di disaccoppiamento paralleli alla camera stessa. I supporti terminano a loro volta in una flangia di sostegno per il magnete. Naturalmente, il sistema è dimensionato in modo tale che l'STM si trovi al centro del magnete. Pertanto la cameretta ha l'estremità inferiore situata all'interno della bobina. Questa circostanza limita le dimensioni, e per evitare che lo scanner ne tocchi le pareti (con conseguenti problemi di rumore meccanico ed elettrico) occorre che esso vi sia posto in maniera perfettamente verticale. Poiché, sempre per combattere il rumore meccanico, l'STM è sospeso al discendente tramite molle e il dewar è immerso nella sabbia (non è quindi scontato che sia in posizione esattamente verticale), ciò richiede una particolare attenzione.

## 3.2 Elettronica di controllo e acquisizione

Tutte le operazioni dell'STM, dall'avvicinamento all'applicazione del bias alla giunzione, dalla scansione alle misure di spettroscopia, sono gestite da un'elettronica di controllo e acquisizione, con l'ausilio di un computer e di un opportuno software. La comunicazione tra l'elettronica e il computer su cui è installato il software avviene attraverso una scheda di interfaccia a 16 bit (frequenza di lettura 150Hz) che ha il compito di pilotare l'elettronica col computer e riceverne i risultati delle misure. La figura 3.2 riporta uno schema a blocchi dell'elettronica. Essa comprende un sistema di amplificazione della corrente di tunnel, un insieme di convertitori digitale-analogico (DAC), di generatori di alta tensione per il controllo dei piezoelettrici e il circuito di feedback. Il sistema di amplificazione è costituito da un convertitore corrente-tensione e dall'amplificatore vero e proprio. Il guadagno dello stadio di amplificazione può essere variato dal rapporto di conversione  $1\text{nA} \rightarrow 100\text{mV}$  ad un valore 10 o 100 volte maggiore. L'amplificatore dispone inoltre di un filtro passa-basso per il taglio del rumore alle alte frequenze.

La frequenza di taglio del filtro può essere variata da 500Hz a 150kHz. Quelle più basse garantiscono una migliore riduzione del rumore ma diminuiscono la velocità di risposta del feedback. Pertanto, quando è necessaria una risposta veloce del circuito di feedback durante l'avvicinamento, per evitare

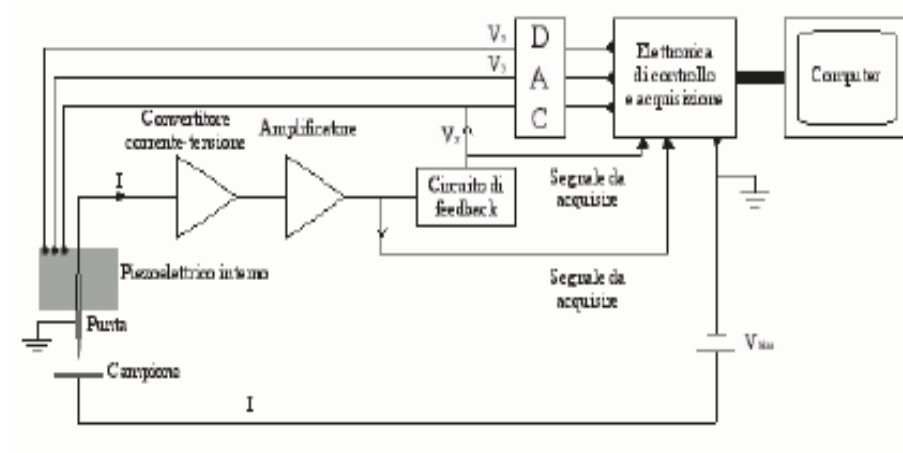


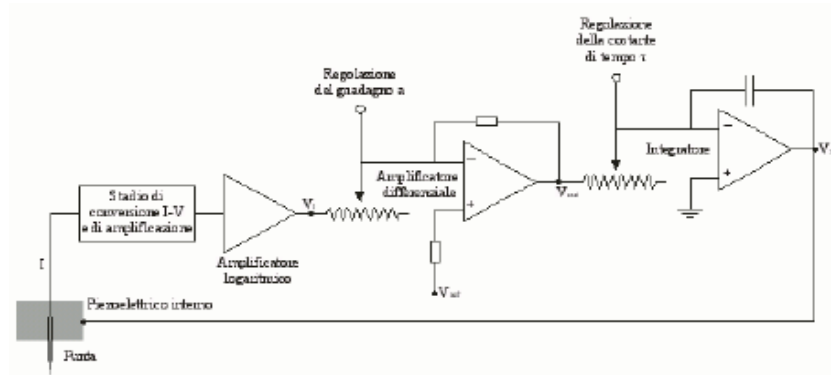
Figura 3.2: *Elettronica di controllo.*

un urto tra punta e campione si utilizza una frequenza di taglio non bassissima. Un soddisfacente compromesso tra le esigenze di avere un feedback veloce e quella di eliminare il rumore può essere ottenuto con un taglio a circa 15kHz. Nel corso delle scansioni, invece, quando è importante che il segnale acquisito sia il più possibile pulito, si utilizza per il filtro la banda passante più stretta.

Siccome la corrente da rilevare è piccola (di solito minore di 1nA), è opportuno che essa sia amplificata prima che possa captare rumore dalla rete elettrica o via etere. Pertanto è buona norma porre l'amplificatore e il filtro il più vicino possibile allo scanner, in modo che la corrente compia un piccolo percorso prima di poter essere amplificata. L'amplificatore e il filtro vanno posti fuori dal dewar, e quindi si trovano ad una certa distanza dallo scanner, con conseguente inevitabile amplificazione anche di rumore. Nel nostro apparato essi sono posti sulla sommità del discendente, che è il punto più prossimo allo scanner accessibile all'amplificatore.

Il problema dell'isolamento dal rumore elettrico risulta complicato da questa circostanza. Si è realizzato uno schermaggio complessivo di tutti i cavi all'interno del discendente, nonché dei cavi che dalla sommità del discendente arrivano all'elettronica. Già il capillare metallico in cui è alloggiata la punta è circondato da un cilindro di rame posto elettricamente a massa. Il segnale passa poi dal capillare ad un connettore posto sulla sommità dello scanner, su cui si aggancia un cavo coassiale che, attraverso il discenden-



Figura 3.3: *Circuito di feedback.*

te, giunge all'amplificatore. Il conduttore esterno del cavo coassiale è posto a massa. Infine, sia l'elettronica che il computer sono connessi alla rete elettrica tramite un trasformatore di disaccoppiamento che ha il compito di disconnettere dal rumore proveniente dalla rete.

Il bias può essere regolato dall'esterno, fino ad un valore massimo in modulo di 10V, con una sensibilità al più di 1mV (con la scala di portata inferiore). Per avere la possibilità di applicare polarizzazioni minori e con sensibilità più spinta, la tensione fornita dall'elettronica viene ripartita attraverso due partitori di tensione. Uno di tali partitori è stato applicato direttamente all'uscita dell'elettronica ed è facilmente rimovibile a seconda delle esigenze.

Nel nostro caso, poiché le misure sono state fatte ad altezza costante, il circuito di feedback ha il compito di monitorare la corrente durante la fase di avvicinamento. Durante la prima fase il piezo interno viene avanzato verso il campione di una distanza pari al massimo spostamento eseguibile dal campione nel passo successivo. Se non viene rivelata alcuna corrente, il piezoelettrico interno viene ritratto e un nuovo passo è fatto compiere al campione. Se però viene avvertita una corrente, il circuito di feedback tenderà a stabilizzarla alla soglia fissata dall'esterno, e il software arresta il processo di avvicinamento.

Per capire come ciò possa essere realizzato occorre dare una descrizione del circuito di feedback. Esso è schematicamente illustrato in figura 3.3. Si tratta sostanzialmente di un circuito con reazione negativa. Il segnale in tensione ottenuto dalla conversione della corrente di tunnel passa attraverso un

amplificatore logaritmico, e da qui ad un ingresso di un amplificatore differenziale. All'altro ingresso dell'amplificatore differenziale è portato un segnale di riferimento corrispondente alla corrente di soglia. L'uscita dell'amplificatore differenziale costituisce l'ingresso di un integratore. Il segnale generato da quest'ultimo è quello che viene inviato al piezo interno per muoverlo in verticale. Quando la corrente di tunnel è minore o uguale alla corrente di soglia il processo termina: è stata raggiunta così l'altezza che sarà mantenuta costante durante le nostre misure di spettroscopia.

### 3.3 Interpretazione di immagine spettroscopiche

In questo paragrafo descriviamo il metodo utilizzato durante l'esperimento per acquisire i dati spettroscopici.

Le misure spettroscopiche sono realizzate quando il feedback è disconnesso. In tal modo è possibile ottenere la variazione della corrente di tunnel e quindi la densità elettronica degli stati. La DOS può essere conosciuta dalla misurazione della corrente  $I(V)$  mentre la tensione di bias viene variata mantenendo l'altezza della punta ad una posizione verticale costante. Se si applica al campione una tensione di bias positiva, gli elettroni faranno tunnel verso stati del campione non occupati e viceversa per il bias negativo. Sebbene l'interpretazione dello spettro possa essere piuttosto complessa, può essere mostrato che in condizioni ideali la conduttanza di tunnel  $dI/dV$  fornisce una valida misura della LDOS del campione.

Lo spettro  $dI/dV$ , legato alla DOS come funzione dell'energia, può essere anche ottenuto attraverso una differenziazione numerica delle curve  $I(V)$  o con una tecnica di amplificazione lock-in. In quest'ultimo caso il principio di operazione è molto semplice. Una "piccola" tensione oscillante è sovrapposta alla tensione di bias del campione  $V_0$  così che la polarizzazione complessiva risulta:

$$V(t) = V_0 + \delta V \cos \omega t. \quad (3.1)$$

Se  $\delta V \ll V_0$  e se  $I = I(V)$  è sufficientemente "dolce" può essere sviluppata in serie:

$$I(V_0 + \delta V \cos(\omega t)) \approx I(V_0) + \left. \frac{dI}{dV} \right|_{V=V_0} \delta V \cos(\omega t) \quad (3.2)$$

Da tale sviluppo si nota che la componente dell'ampiezza della corrente di

tunnel alla frequenza  $\omega$  è proporzionale a  $dI/dV$  valutata nel valore centrale  $V_0$ . La componente  $\omega$  del segnale di corrente può essere rivelata e amplificata da un amplificatore lock-in. Variando  $V_0$ , la conduttanza può essere acquisita per diversi valori di bias. È importante notare che, per fare ciò, la variazione temporale di  $V_0$  deve essere molto più lenta della variazione della componente oscillante, altrimenti la dipendenza temporale di  $V_0$  non può essere trascurata. Questo procedimento è stato utilizzato nella nostra esperienza per ottenere uno spettro  $dI/dV$  in una posizione fissata.

### 3.4 Vibrazioni meccaniche

Nella giunzione tunnel realizzata con l'STM la distanza tra punta e campione è sensibile alle vibrazioni del sistema. Questa distanza è tipicamente dell'ordine di alcuni angstrom. Inoltre, variazioni di 1 Å di questa distanza provocano variazioni della corrente di tunnel di un ordine di grandezza. È chiaro allora che vibrazioni anche di entità molto piccola possono compromettere la stabilità della giunzione. Nel modo ad altezza costante le vibrazioni possono avere un effetto notevole sulle misure in quanto, essendo scollegato il feedback, le piccole vibrazioni possono causare una variazione della distanza punta-campione e di conseguenza della corrente. Per stabilizzare tale distanza entro un intervallo di frazioni di angstrom occorre realizzare un sistema di isolamento interno ed un altro esterno che disaccoppi meccanicamente l'STM dall'ambiente circostante. A questo scopo si utilizzano filtri meccanici costituiti da molle e sistemi di smorzamento. Lo scanner è sospeso al discendente tramite quattro molle di rame-berillio. Il dewar in cui è calato il discendente è immerso in sabbia fine, che ha lo scopo di assorbire le vibrazioni. La sabbia poggia a sua volta su un pesante piano di alluminio. Il tutto è posto su un rettangolo di ammortizzatori ad aria compressa, che costituiscono un sistema ad alta efficienza di smorzamento delle vibrazioni. Le specifiche del costruttore indicano un carico minimo per il corretto funzionamento degli ammortizzatori, per cui l'apparato è stato ulteriormente appesantito inserendo dei pani di piombo nella sabbia.

Per capire come un sistema di oscillatori e smorzatori si comporti da filtro meccanico, schematizziamo il nostro apparato sperimentale come illustrato in figura 3.4.

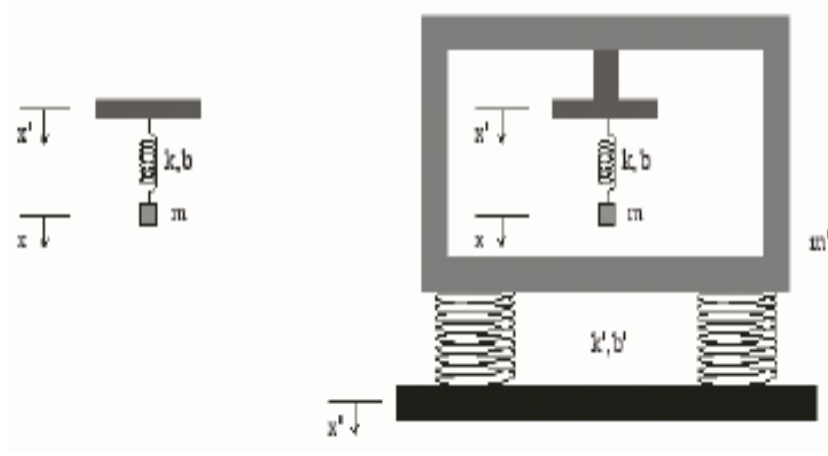


Figura 3.4: Schematizzazione del sistema di smorzamento delle vibrazioni.

In essa lo scanner è rappresentato da un punto materiale di massa  $m$ , sospeso ad un supporto tramite una molla di costante elastica  $k$  e coefficiente di smorzamento  $b$  (isolamento interno). Il tutto è posto in un apparato di massa  $m'$  posto su due ammortizzatori schematizzati a loro volta come due molle di costante elastica  $k'$  e coefficiente di smorzamento  $b'$  (isolamento esterno). L'intento è capire quali effetti hanno le molle sulla trasmissione delle vibrazioni allo scanner. Indichiamo con  $x$  e  $x'$  gli spostamenti rispettivamente del supporto su cui è fissata la molla e dello scanner dalle proprie posizioni di equilibrio, e con  $x''$  lo spostamento del pavimento su cui poggiano le due molle. Consideriamo il caso che sul supporto vi sia una vibrazione armonica a frequenza  $\omega$ . Il sistema si può trattare come due oscillatori armonici accoppiati descritti dalle seguenti equazioni:

$$\begin{aligned} m\ddot{x} + b(\dot{x} - \dot{x}') + k(x - x') &= 0 \\ m'\ddot{x}' + b'(\dot{x}' - \dot{x}'') + k'(x' - x'') + k(x - x') &= 0 \end{aligned} \quad (3.3)$$

Si ha dunque l'introduzione di tre frequenze di risonanza  $\omega_0 = \sqrt{k/m}$ ,  $\omega_1 = \sqrt{k/m'}$  e  $\omega_2 = \sqrt{k'/m'}$ , oltre al fattore di smorzamento  $\gamma' = b'/2m'$  e  $\gamma = b/2m$ . Tuttavia, dati i rapporti tra le masse dell'apparato e dello scanner, è intuitivo capire che l'effetto sull'apparato esterno dell'accoppiamento dovuto alla molla interna è del tutto trascurabile. La funzione di trasferimento

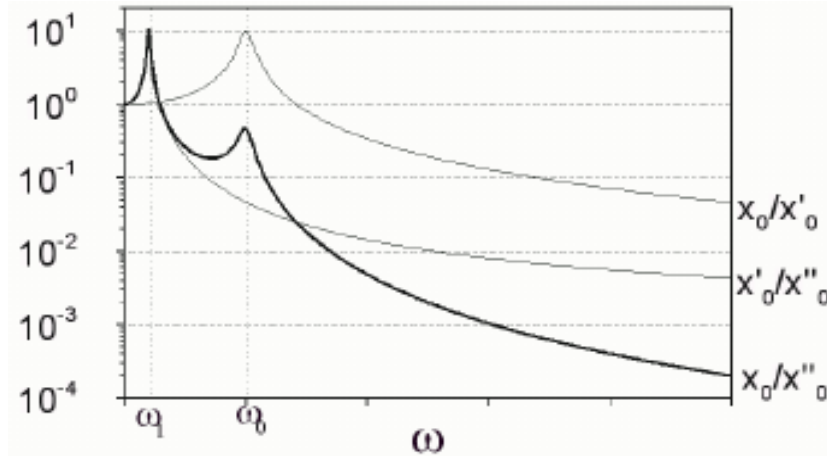


Figura 3.5: *Effetto dei due sistemi di smorzamento in serie.*

complessiva sarà allora il prodotto delle due singole funzioni di trasferimento:

$$F(\omega) = \frac{\sqrt{1 + \left(\frac{\omega}{\omega_0 Q}\right)^2}}{\sqrt{\left(1 - \left(\frac{\omega}{\omega_0}\right)^2\right)^2 + \left(\frac{\omega}{\omega_0 a}\right)^2}} \frac{\sqrt{1 + \left(\frac{\omega}{\omega_1 Q'}\right)^2}}{\sqrt{\left(1 - \left(\frac{\omega}{\omega_1}\right)^2\right)^2 + \left(\frac{\omega}{\omega_1 a}\right)^2}} \quad (3.4)$$

Con fattore di merito  $Q' = \omega_1/2\gamma'$  e  $Q = \omega_0/\gamma$ . La 3.4 è una funzione con due picchi sulle frequenze di risonanza dei due sistemi, e con uno smorzamento alle alte frequenze notevole, perché dato dal prodotto degli smorzamenti delle due singole funzioni di trasferimento (Figura. 3.5).

Si capisce allora che il nostro sistema dovrebbe avere le due frequenze di risonanza il più distanti possibili, con la minore di esse il più piccola possibile. Secondo i dati forniti dalla Newport, in situazione ottimale di operazione e con un carico adeguato la frequenza di risonanza degli isolatori pneumatici è circa 1Hz. Misurando la massa dello scanner e la costante elastica delle molle che lo sospendono al discendente (e tenendo presente che la costante elastica di un sistema di molle in parallelo è la somma delle singole costanti elastiche), si è trovato che il sistema di smorzamento interno ha una frequenza di risonanza di circa 5Hz. Le vibrazioni meccaniche del pavimento possono essere trascurabili in quanto si è verificato che, contrariamente a quanto accade per altri siti, i passi sul pavimento del laboratorio non inducono vibrazioni apprezzabili. Questo è dovuto al fatto che il nostro apparato

è appoggiato su un pavimento disaccoppiato dall'edificio, scavato nel laboratorio. Infine, per evitare l'accoppiamento tra rumore meccanico e rumore elettrico, si è sospeso ad una molla il lungo cavo che porta i contatti elettrici dal discendente all'elettronica.

### 3.5 Materiali ed accorgimenti utilizzati

La scelta dei materiali e i criteri di costruzione sono molto importanti nella realizzazione di un STM in generale, di uno criogenico in particolare.

Innanzitutto si può puntare l'attenzione sul fatto che l'avvicinamento e la scansione sono realizzati tramite cristalli piezoelettrici. In effetti il problema di portare punta e campione in regime di tunnel è ciò che ha ritardato la nascita dell'STM rispetto alla scoperta dell'effetto tunnel. La distanza tra punta e campione deve essere dell'ordine degli angstrom affinché ci sia una corrente di tunnel. Ciò rende impensabile realizzare l'avvicinamento con viti micrometriche e quindi l'unico sistema per avere sugli spostamenti un controllo al livello degli angstrom è attraverso i piezoelettrici che sono generalmente realizzati con materiale ceramico. Allo scopo di conferire loro la proprietà di deformarsi in seguito all'applicazione di tensione, essi sono sottoposti ad un processo di allineamento dei dipoli molecolari. Con i piezoelettrici è possibile realizzare gli spostamenti richiesti per il funzionamento dell'STM in maniera riproducibile e con ottima precisione. La relazione che lega la variazione di lunghezza  $\Delta L$  del piezotubo alla tensione  $V_p$  ad esso applicata è:

$$\Delta L = \frac{d_{31}L}{tV_p} \quad (3.5)$$

dove  $L$  è la lunghezza del piezoelettrico quando  $V_p = 0$ ,  $t$  è lo spessore del tubo,  $d_{31}$  è uno dei coefficienti piezoelettrici introdotti per descrivere le deformazioni del cristallo nelle varie direzioni.

I piezoelettrici da noi usati, di tipo *EBL2*, hanno  $d_{31} = -1.73 \text{ \AA V}^{-1}$  (alla temperatura di 293K),  $L = 1.27\text{cm}$ ,  $t = 0.5\text{mm}$ ; applicando una tensione  $V_p = 1\text{V}$  si ha  $|\Delta L| = 43.9 \text{ \AA}$ .

Il fatto di essere ceramici conferisce loro un'alta resistenza a danneggiamenti dovuti al freddo e al caldo, e fa sì che siano facilmente ricopribili con argento o altri metalli per prevenire degradazioni. Essi inoltre non danneg-

giano in alcun modo i materiali con cui sono posti a contatto. Per questi stessi motivi i dischi che chiudono i piezotubi sono di materiale ceramico: il macor.

I piezoelettrici non richiedono, per il loro funzionamento, parti meccaniche in movimento e accessori diversi dai semplici contatti elettrici; inoltre sulla loro efficienza non hanno alcun effetto la presenza o meno di impurezze e le variazioni di pressione e umidità.

La configurazione a tubi piezoelettrici concentrici presenta innanzitutto il vantaggio della compattezza e della stabilità meccanica, ma soprattutto minimizza gli effetti termici. Infatti campione e punta, nella configurazione adottata, sono solidali a tubi piezoelettrici pressoché identici, che subiscono deformazioni termiche molto simili. In effetti, sia per la stabilità meccanica che per gli effetti di compensazione termica, i piezotubi cilindrici, prima singoli e poi concentrici, sono stati largamente adottati anche prima dell'ideazione del meccanismo dello slip-stick.

Diverse parti dell'STM sono tenute insieme da colla. Sono incollati i piezoelettrici al corpo di rame, i dischi di macor ai piezoelettrici, le sbarrette di zaffiro sul disco di macor esterno, il capillare con relativo cilindro di rame di schermaggio al disco interno, i connettori elettrici sulla sommità dell'STM. Con la stessa colla si sono tappati i passanti elettrici per i fili di contatto. Si è reso necessario l'uso di una colla elettricamente isolante e resistente alle basse temperature. La colla utilizzata è una colla criogenica e a tenuta di vuoto.

Le sbarrette sono di zaffiro perché questo materiale può essere lavorato in modo da rendere estremamente liscia la superficie. Il vagone è di carobronze, un materiale largamente usato per applicazioni in cui è previsto uno scivolamento relativo di superfici, anche a livello industriale. L'unione di queste due circostanze fa sì che il coefficiente di attrito tra sbarrette e vagone sia molto piccolo, tale da non arrestare il processo di avvicinamento.

Sul vagone è posto un cubetto metallico, al quale è possibile avvitare un supporto (anch'esso metallico) su cui è incollato il campione. L'incollaggio avviene tramite una pasta d'argento. Questa colla conduttrice adatta alle temperature criogeniche stabilisce un contatto elettrico tra campione e supporto; in tal modo è possibile polarizzare il campione rispetto alla punta effettuando il contatto elettrico sul supporto. La tensione di polarizzazione

(bias) viene prelevata da un pin che fuoriesce dal corpo di rame dell'STM. Il contatto col supporto è realizzato tramite un sottile filo d'oro. Il filo deve essere il più possibile sottile e flessibile, perché esso connette il pin del bias, fisso, al supporto, mobile, e non deve esercitare alcuna tensione meccanica che possa ostacolare il movimento del vagone. L'oro, appunto, si presta bene alla realizzazione di fili extrasottili.

Tutte le parti metalliche dell'STM sono realizzate con materiali non magnetici, che non risentano dell'applicazione di campi magnetici necessari per alcuni tipi di misura.



## Capitolo 4

# Analisi dei dati

### 4.1 Misure di conduttanza differenziale su film sottili di $\text{MgB}_2$

Sono stati presi in esame tre film sottili di Diboruro di Magnesio alla temperatura di ebollizione dell'elio ( $T = 4.2K$ ). Indicheremo tali campioni con `MgB2_01`, `MgB2_02` e `MgB2_03`. Gli ultimi due sono stati precedentemente sottoposti a bombardamento con neutroni, che ne distrugge l'anisotropia e attenua le proprietà di “doppia gap” [8, 12, 15] tipiche di questo materiale.

Per l'analisi dei dati è stato creato un apposito progetto software. Il nostro programma esegue una procedura di *best fit* minimizzando il “chi quadro ridotto” dapprima con il metodo delle *Simplex*, successivamente con il metodo di Levenberg-Marquardt<sup>1</sup>. Nel *repository* [10] è possibile “sfogliare” le diverse revisioni del codice in sviluppo, mentre dalla pagina web [11] è possibile ottenere:

- Il codice sorgente<sup>2</sup>, scritto in C e basato sulla *GNU Scientific Library* (GSL) [2]; sono inoltre presenti alcuni script di utilità in linguaggio *Perl*.

---

<sup>1</sup>Il metodo delle *Simplex* è basato sulle trasformazioni di una figura geometrica nello spazio dei parametri. Il metodo di Levenberg-Marquardt effettua una interpolazione fra il metodo della *discesa più ripida* e il metodo di Newton. Per una descrizione dei diversi algoritmi si veda [9].

<sup>2</sup>La compilazione da sorgenti è la soluzione raccomandata per gli utenti Unix. Si legga il file `README` per istruzioni.

- Eseguibili e librerie per ambiente *Windows*<sup>3</sup>.
- *Notebooks* di *Mathematica* [20], precedentemente realizzati dal dott. Roberto Di Capua per il modello BCS modificato, a singola e a doppia gap [8]. Hanno rappresentato il punto di partenza per il nostro lavoro. L'utente inserisce i parametri del modello e ottiene la rappresentazione grafica della curva teorica, che può così essere confrontata coi dati sperimentali. Non viene effettuata alcuna procedura di *best fit*, se non “a vista” e per tentativi.

Nel seguito, salvo diverso avviso, i percorsi di file saranno sempre relativi al *repository* [10], come peraltro confermato dai collegamenti ipertestuali nella versione elettronica di questo documento.

#### 4.1.1 Il modello teorico e la procedura di *best fit*

Ai fini del calcolo della conduttanza differenziale —e operando, ove opportuno, semplificazioni o cambiamenti di variabili— il modello BCS “modificato” si può riassumere nelle seguenti equazioni:

$$\nu_{(\Gamma, \Delta)}(E) \equiv \frac{N(E)}{N(0)} = \left| \Re \left( \frac{E - i\Gamma}{\sqrt{(E - i\Gamma)^2 - \Delta^2}} \right) \right| \quad (4.1)$$

$$f(u) = \frac{1}{\exp(u) - 1}, \text{ con } u = \frac{E}{k_B T} \quad (4.2)$$

$$\left( \frac{dI}{dV} \right)_{(\Gamma, \Delta)}(V) = \frac{1}{k_B T} \int \nu_{(\Gamma, \Delta)}(E) \left( -\frac{df}{du} \left( \frac{E - eV}{k_B T} \right) \right) dE \quad (4.3)$$

Il modello è “modificato” dalla presenza di un termine empirico di *smoothing*, o *parametro fenomenologico di Dynes*  $\Gamma$ , nella formula della densità di stati (4.1). Senza questo parametro la funzione divergerebbe per  $E = \pm\Delta$ . Nella stessa equazione si è posto per comodità lo zero dell'energia al livello di Fermi,  $E_F \equiv 0$ .

---

<sup>3</sup>Il programma è stato sviluppato e provato principalmente per sistemi Unix-like. Forniamo gli eseguibili precompilati per gli utenti Windows, ambiente in cui la compilazione può risultare problematica soprattutto per la mancanza di un rilascio ufficiale *binario* della libreria *GSL*.

La (4.2) è la distribuzione statistica di Fermi-Dirac [7].

La (4.3) è infine la curva teorica da adattare ai dati sperimentali. Dipende in modo non lineare dai parametri  $\Delta$  e  $\Gamma$  e può essere determinata solo mediante metodi di integrazione numerica. Di conseguenza, la minimizzazione della quantità<sup>4</sup>

$$\tilde{\chi}^2_{(\Gamma, \Delta)} = \frac{1}{N-p} \sum_{i=1}^N \frac{\left( \left( \frac{dI}{dV} \right)_{exp.}(V_i) - \left( \frac{dI}{dV} \right)_{(\Gamma, \Delta)}(V_i) \right)^2}{\sigma_i^2} \quad (4.4)$$

è un'operazione molto onerosa dal punto di vista computazionale, circostanza che ha motivato e influenzato fortemente le nostre scelte tecniche.

#### 4.1.2 La “doppia gap” del MgB<sub>2</sub> superconduttore

Per il diboruro di Magnesio la curva di conduttanza può assumere la forma

$$\left( \frac{dI}{dV} \right)_{(\Gamma_\pi, \Delta_\pi, \Gamma_\sigma, \Delta_\sigma, \alpha_{\pi|\sigma})}^{MgB_2}(V) = \alpha_\pi \left( \frac{dI}{dV} \right)_{(\Gamma_\pi, \Delta_\pi)}(V) + \alpha_\sigma \left( \frac{dI}{dV} \right)_{(\Gamma_\sigma, \Delta_\sigma)}(V) \quad (4.5)$$

con  $\alpha_\pi + \alpha_\sigma = 1$  e con il vincolo che  $0.67 \leq \alpha_1 \leq 1$  [8]. È la conseguenza di un modello in cui alla densità di stati (4.1) è sostituita una combinazione lineare di densità di stati fra loro indipendenti [12]. Anche la (4.4) risulta modificata di conseguenza, e il numero di parametri liberi del *fit* è ora  $p = 5$  (le due *gap* energetiche, i due parametri di *smoothing* e il coefficiente  $\alpha_{\pi|\sigma}$  della somma pesata).

Il programma che abbiamo sviluppato può operare in diverse modalità:

- Modo “0” – Gap singola ( $p = 2$ , parametri  $\Gamma, \Delta$ )
- Modo “1” – Doppia gap, ma un solo parametro di *smoothing* ( $p = 4$ , parametri  $\Gamma \equiv \Gamma_\sigma, \Delta_\pi, \Delta_\sigma, \alpha_{\pi|\sigma}$ )

---

<sup>4</sup>Con  $N$  il numero di punti sperimentali,  $p$  il numero di parametri (in questo caso, due) e  $\sigma_i$  gli errori statistici sulle misure.

- Modo “2” – Doppia gap e doppio  $\Gamma$  ( $p = 5$ , parametri  $\Gamma_\pi$ ,  $\Gamma_\sigma$ ,  $\Delta_\pi$ ,  $\Delta_\sigma$ ,  $\alpha_{\pi|\sigma}$ )

### 4.1.3 Cenni sull’implementazione

Il codice sorgente in linguaggio C è contenuto nella directory `src/`. In particolare, le equazioni (4.1), (4.2), (4.3) e (4.5) sono descritte, secondo le convenzioni della libreria *GSL* [2], nel file `src/functions.c`; mentre la ricerca del minimo della (4.4) con i diversi metodi è effettuata in `src/fit.c`.

In `util/sigma` sono presenti i file `MgB2_01.txt`, `MgB2_01.txt` e `MgB2_01.txt`: contengono i “dati grezzi”, cioè i risultati delle misure ripetute, 20 per ciascun campione e ciascuna tensione di *bias*. Script in *Perl*, presenti nella stessa directory, consentono una prima elaborazione statistica.

In `data/` sono contenuti i dati sperimentali con medie e deviazioni standard (file con estensione `.dat`). Al termine dell’esecuzione saranno creati, con estensione `.fit`, i file con le risultanti curve teoriche, in forma di coppie  $(X_i, F(X_i))$ , pronte così per essere rappresentate graficamente da programmi esterni. Ad ogni esecuzione sarà infine creato un file con estensione `.out`, contenente un sunto dei risultati.

In `util/gnuplot/` si trovano gli script per produrre i grafici mediante *Gnuplot* [13]: saranno salvati, naturalmente, nella cartella `plots/`. Come ausilio, sono infine presenti in `share/` alcuni file di caratteri dal progetto *FreeFont* [1].

### 4.1.4 Una sessione di esempio

Vengono chiesti innanzi tutto all’utente il modo di operazione, i valori iniziali dei parametri, la temperatura del campione e il percorso del file contenente i dati sperimentali.

```
$ ./dIdVsuperC
```

Copyright (C) 2008, 2009 Guido De Rosa

Based on GNU Scientific Library <http://www.gnu.org/software/gsl/>

License: GPLv3

Mode?

```
0 = single gap
```

#### 4.1 Misure di conduttanza differenziale su film sottili di $\text{MgB}_2$ 41

```
1 = double Delta
2 = double Delta and double Gamma

[1]
Initial value for Gamma      [0.2]
Initial value for Delta1     [1.7]
Initial value for Delta2     [3.2]
Initial value for alpha1     [0.67]
Absolute temperature         [4.2]
Experimental data file       [data/MgB2_01.dat]
```

La prima minimizzazione è basata sul metodo delle *Simplex*:

PASS 1: Minimization with Nelder-Mead SIMPLEX algorithm:

```
iter= 0 Gamma=+0.20000000 Delta1=+1.70000000 Delta2=+3.20000000
alpha1=+0.67000000 chi^2/DoF=11.36486024 simplex_size=---
iter= 1 Gamma=+0.20000000 Delta1=+1.70000000 Delta2=+3.20000000
alpha1=+0.67000000 chi^2/DoF=11.36486024 simplex_size=0.26365494
iter= 2 Gamma=+0.19200000 Delta1=+1.75320000 Delta2=+3.29520000
alpha1=+0.72400000 chi^2/DoF=10.14437721 simplex_size=0.24786991
iter= 3 Gamma=+0.19120000 Delta1=+1.91052000 Delta2=+3.30472000
alpha1=+0.67940000 chi^2/DoF=08.15527439 simplex_size=0.21926612
```

Le iterazioni del metodo sono, nella nostra implementazione e con le scelte di ottimizzazione maturate dai vari test, nell'ordine delle centinaia.

```
iter=147 Gamma=+0.18659153 Delta1=+1.78952562 Delta2=+3.23482415
alpha1=+0.66600000 chi^2/DoF=03.47373289 simplex_size=0.00002836
iter=148 Gamma=+0.18659153 Delta1=+1.78952562 Delta2=+3.23482415
alpha1=+0.66600000 chi^2/DoF=03.47373289 simplex_size=0.00002817
iter=149 Gamma=+0.18659153 Delta1=+1.78952562 Delta2=+3.23482415
alpha1=+0.66600000 chi^2/DoF=03.47373289 simplex_size=0.00002340
```

```
converged to minimum at
iter=150 Gamma=+0.18659153 Delta1=+1.78952562 Delta2=+3.23482415
alpha1=+0.66600000 chi^2/DoF=03.47373289 simplex_size=0.00001861
```

La seconda parte del *fit* adopera il metodo di Levenberg-Marquardt, che è basato sulle derivate rispetto ai parametri (qui calcolate numericamente) e può dare una stima della matrice delle covarianze (quindi degli errori statistici dei parametri stessi).

PASS 2: (possibly) refining the fit; computing statistical errors  
(Levenberg-Marquardt solver)

```
iter= 0 Gamma=+0.18659153 Delta1=+1.78952562 Delta2=+3.23482415
alpha1=+0.66600000 chi^2=2834.5660397850 chi^2/DoF=3.4779951408
iter= 1 Gamma=+0.18659153 Delta1=+1.78952562 Delta2=+3.23482415
alpha1=+0.66600000 chi^2=2834.5660397850 chi^2/DoF=3.4567878534
iter= 2 Gamma=+0.18659153 Delta1=+1.78952562 Delta2=+3.23482415
alpha1=+0.66600000 chi^2=2834.5660397850 chi^2/DoF=3.4567878534
```

```
***** FINAL RESULTS: *****
chi^2/DoF = 3.47373
Gamma = 0.18659 +/- 0.00193
Delta1 = 1.78953 +/- 0.00495
Delta2 = 3.23482 +/- 0.00731
alpha1 = 0.66600 +/- 0.00270
```

```
Saving data for plotting (dI/dV)
in data/MgB2_01.dat.Model1.fit ... done.
```

```
$ exit
```

#### 4.1.5 I risultati

Il modello BCS a gap singola mal si adatta al primo campione, come si vede in figura 4.1. Un *fit* migliore dello stesso modello si ha per gli altri due film (figure 4.2 e 4.3) la cui struttura cristallina è stata disordinata dal bombardamento con neutroni. [18, 6]

Introducendo la doppia gap (ma mantenendo un'unica  $\Gamma$  di Dynes), si ottiene invece un accordo molto buono fra il modello e le misure (figura 4.4).

Sempre con riferimento al film MgB2\_01, facendo cadere il vincolo  $\Gamma_\pi = \Gamma_\sigma$ , si ottiene un ulteriore, lieve miglioramento nel valore di  $\tilde{\chi}^2$ , ma si osserva un adattamento leggermente peggiore in corrispondenza dei picchi (figura 4.5).

Per quanto riguarda i campioni MgB2\_02 e MgB2\_03, sebbene siano descritti *relativamente* bene dal modello BCS a gap singola ( $\tilde{\chi}^2_{\text{MgB2}_02} = 5.078663$

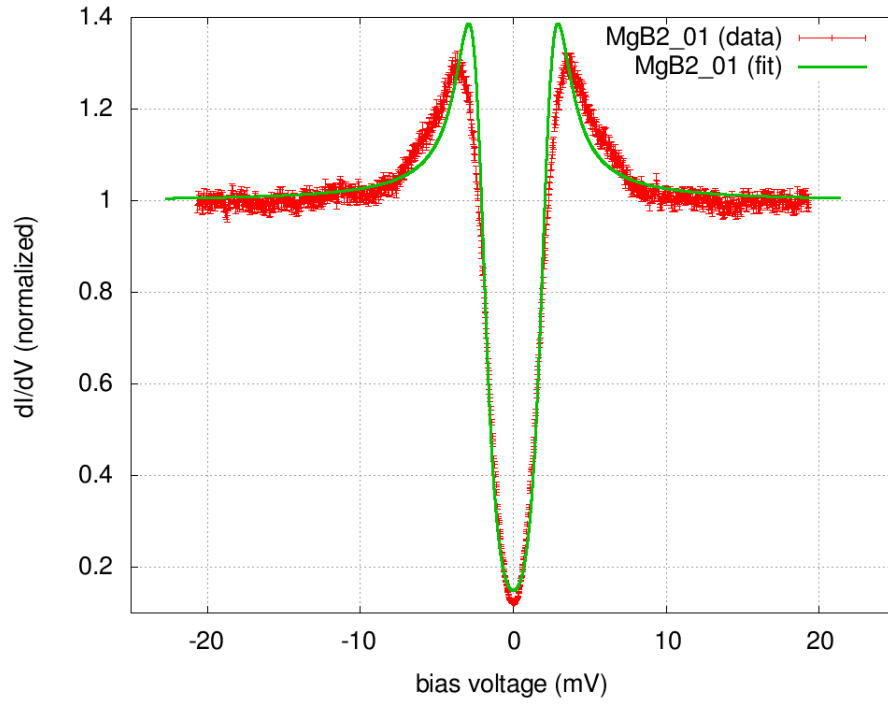


Figura 4.1: Fit a gap singola per il campione MgB2\_01 ( $\tilde{\chi}^2 = 17.669159$ ,  $\Delta = 2.23$ )

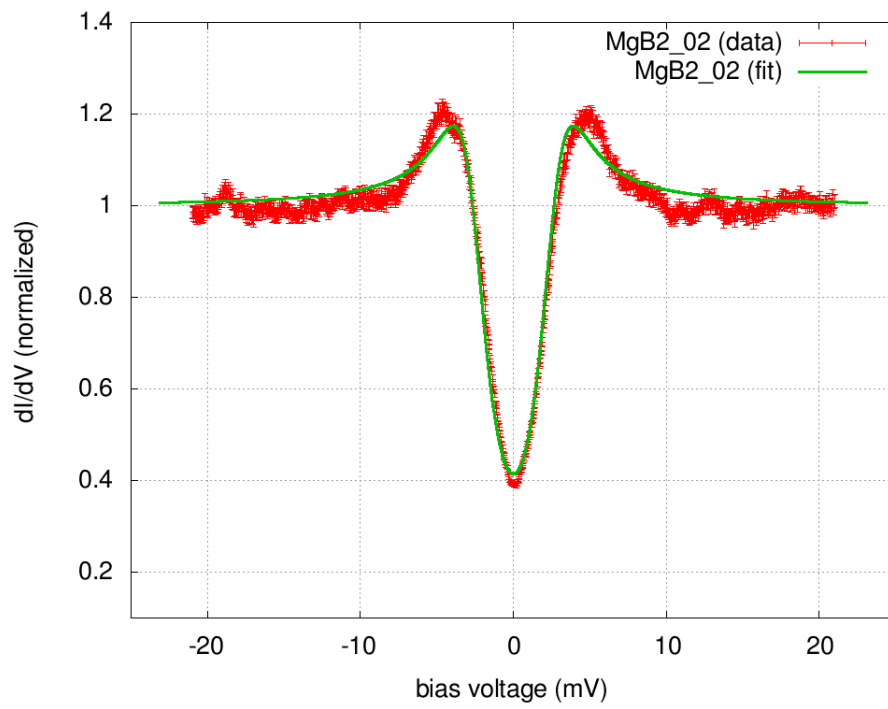


Figura 4.2: Fit a gap singola per il campione MgB2\_02 ( $\tilde{\chi}^2 = 5.078663$ ,  $\Delta = 2.60$ )



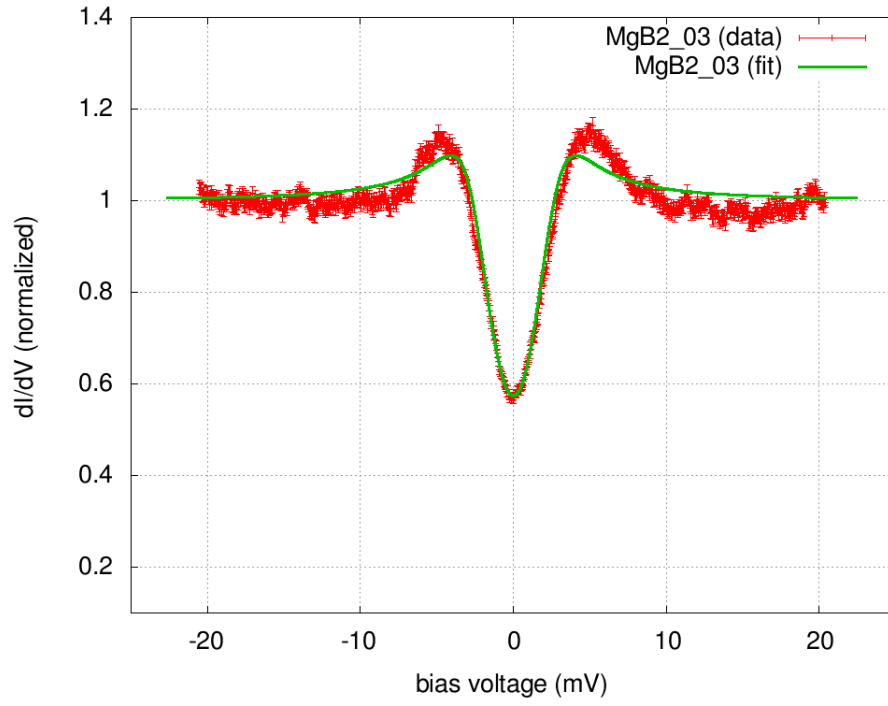


Figura 4.3: Fit a gap singola per il campione  $\text{MgB}_2$ \_03 ( $\tilde{\chi}^2 = 4.83343$ ,  $\Delta = 2.30$ )

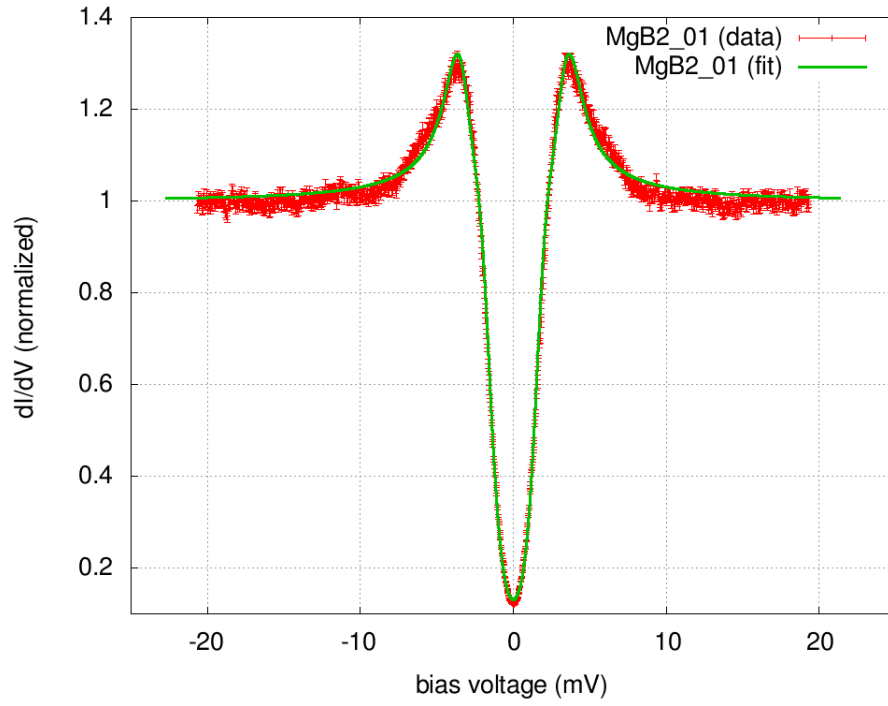


Figura 4.4: Fit a doppia gap (ma con  $\Gamma_\pi = \Gamma_\sigma \equiv \Gamma$ ) per il campione MgB2\_01 ( $\chi^2 = 3.470265$ ,  $\Delta_\pi = 1.79$ ,  $\Delta_\sigma = 3.23$ )

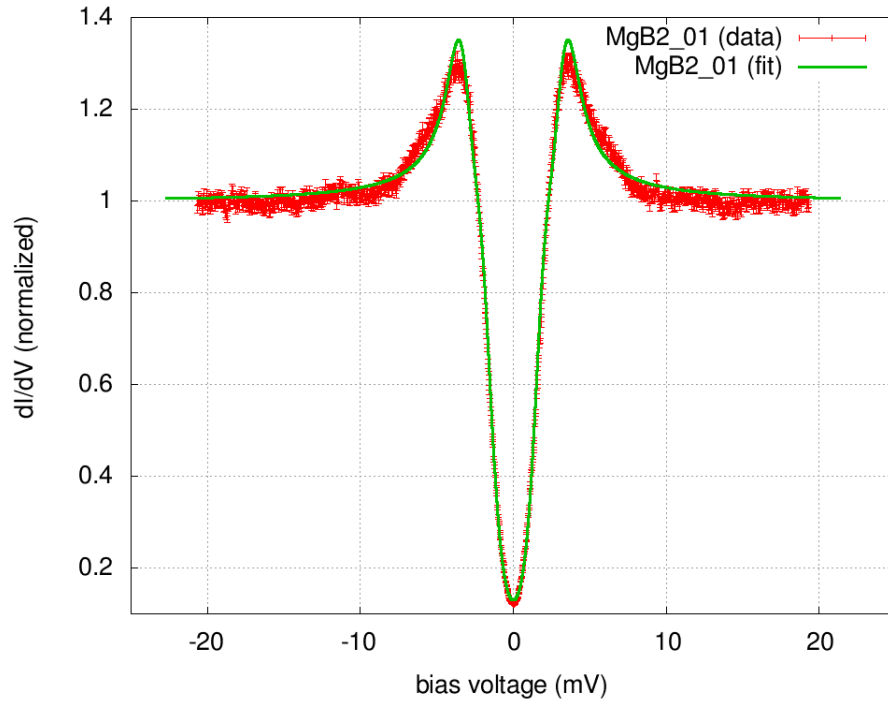


Figura 4.5: Fit a doppia gap (e con  $\Gamma_\pi \neq \Gamma_\sigma$ ) per il campione MgB2\_01 ( $\chi^2 = 3.470265$ ,  $\Delta_\pi = 1.79$ ,  $\Delta_\sigma = 3.23$ )

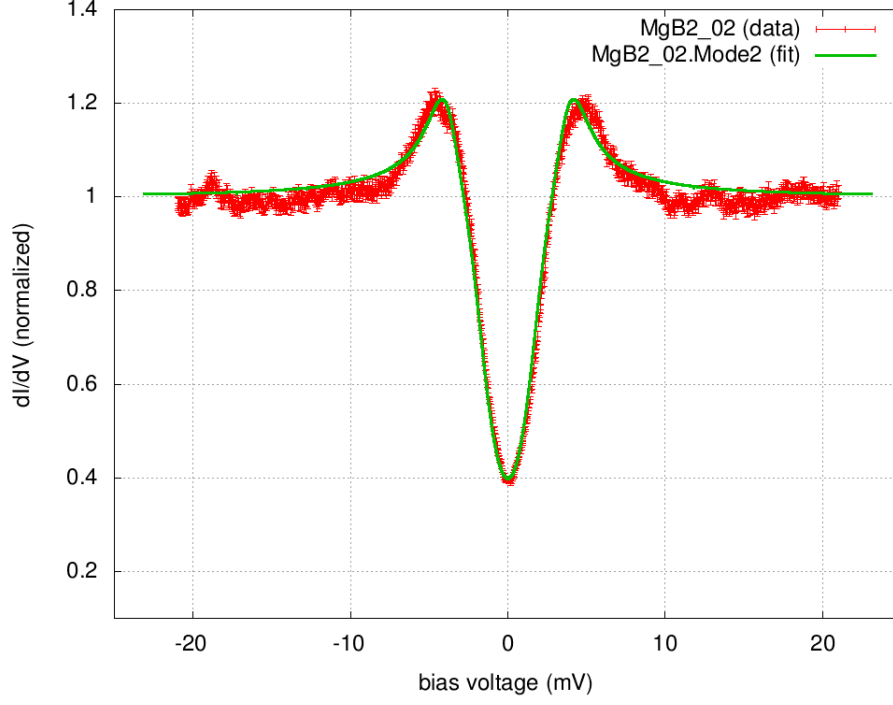


Figura 4.6: Fit a doppia gap (e con  $\Gamma_\pi \neq \Gamma_\sigma$ ) per il campione MgB2\_02 ( $\chi^2 = 4.130458$ ,  $\Delta_\pi = 2.02$ ,  $\Delta_\sigma = 3.66$ )

e  $\chi^2_{\text{MgB2}_03} = 4.833434$ ), mostrano comunque un adattamento migliore con il modello a cinque parametri (figure 4.6 e 4.7).

Tutti i risultati sono riassunti in tabella ???. La stima degli errori sui parametri (la matrice delle covarianze, per la verità) è effettuata dalla funzione `gsl_multifit_covar()` fornita dalla *GNU Scientific Library* [2]. Le derivate  $\frac{\partial}{\partial(\Gamma_{\{\pi,\sigma\}}, \Delta_{\{\pi,\sigma\}}, \alpha_\pi)} \left( \frac{dI}{dV} \right)$  su cui tale stima si basa sono calcolate numericamente e il loro errore *computazionale* andrebbe tenuto in conto per eventuali approfondimenti.

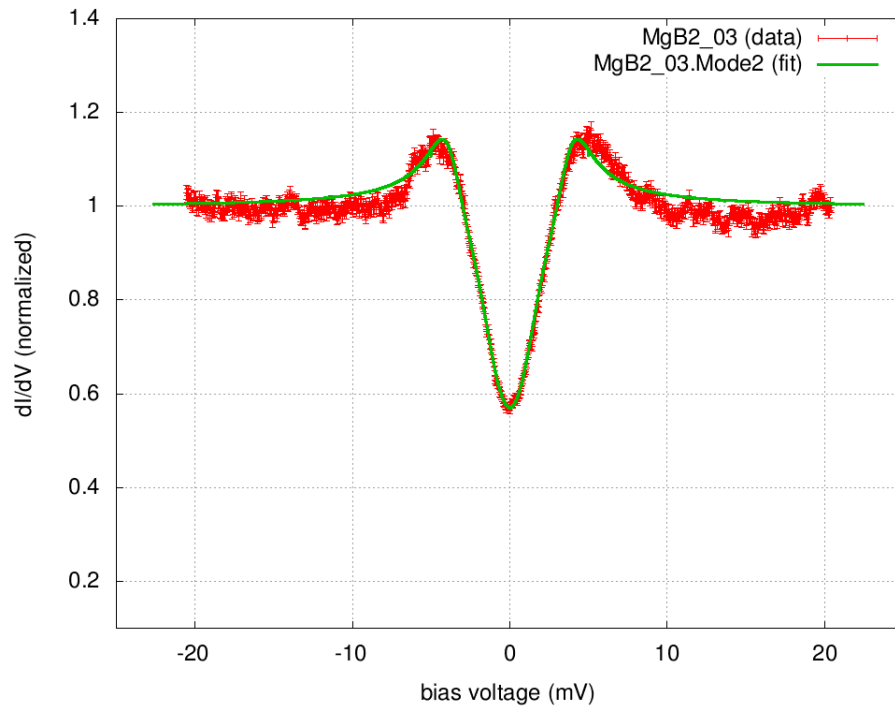


Figura 4.7: Fit a doppia gap (e con  $\Gamma_\pi \neq \Gamma_\sigma$ ) per il campione  $\text{MgB}_2$ \_03 ( $\chi^2 = 3.509054$ ,  $\Delta_\pi = 1.64$ ,  $\Delta_\sigma = 3.65$ )

---

	MgB2_01	MgB2_02	MgB2_03
$\Gamma$	$0.2639 \pm 0.0023$	$1.0753 \pm 0.0037$	$1.4726 \pm 0.0054$
$\Delta$	$2.2327 \pm 0.0023$	$2.5983 \pm 0.0035$	$2.2969 \pm 0.0053$
$\chi^2$	17.669	5.0787	4.8334
$\Gamma$	$0.1866 \pm 0.0019$	$0.901 \pm 0.013$	$0.590 \pm 0.017$
$\Delta_\pi$	$1.7895 \pm 0.0050$	$2.018 \pm 0.022$	$0.8620 \pm 0.0094$
$\Delta_\sigma$	$3.2348 \pm 0.0073$	$3.433 \pm 0.032$	$3.406 \pm 0.019$
$\alpha_\pi$	$0.6660 \pm 0.0027$	$0.6661 \pm 0.0064$	$0.6687 \pm 0.0054$
$\chi^2$	3.4737	4.4335	4.3942
$\Gamma_\pi$	$0.2013 \pm 0.0055$	$0.946 \pm 0.012$	$1.297 \pm 0.021$
$\Gamma_\sigma$	$0.086 \pm 0.028$	$0.350 \pm 0.075$	$0.452 \pm 0.081$
$\Delta_\pi$	$1.7591 \pm 0.0063$	$2.025 \pm 0.024$	$1.643 \pm 0.031$
$\Delta_\sigma$	$3.178 \pm 0.011$	$3.664 \pm 0.039$	$3.650 \pm 0.042$
$\alpha_\pi$	$0.666 \pm 0.011$	$0.794 \pm 0.019$	$0.813 \pm 0.017$
$\chi^2$	3.2813	4.1305	3.5091

Tabella 4.1: Risultati per i tre campioni, secondo i modelli a gap singola e a doppia gap (con e senza  $\Gamma_\pi = \Gamma_\sigma$ ). Gap e parametri di Dynes sono espressi in  $meV$ ,  $\alpha_\pi$  è adimensionale.

# Riferimenti

- [1] GNU FreeFont. <http://www.gnu.org/software/freefont/>.
- [2] GNU Scientific Library. <http://www.gnu.org/software/gsl>.
- [3] A. Abrikosov. On the magnetic properties of superconductors of the second group. *Soviet Physics JETP*, 5:1174, 1957.
- [4] J. Bardeen, L. N. Cooper, e J. R. Schrieffer. Microscopic theory of superconductivity. *Phys. Rev.*, 106(1):162–164, Apr 1957.
- [5] J. G. Bednorz e K. A. Muller. *Z. Physik, B*, 64(1):189–193, 1986.
- [6] R. Di Capua, H. U. Aebersold, C. Ferdeghini, V. Ferrando, P. Orgiani, M. Putti, M. Salluzzo, R. Vaglio, e X. X. Xi. Role of interband scattering in neutron irradiated  $\text{MgB}_2$  thin films by scanning tunneling spectroscopy measurements. *Phys. Rev. B*, 75(014515), 2007. DOI: [10.1103/PhysRevB.75.014515](https://doi.org/10.1103/PhysRevB.75.014515).
- [7] D. Chandler. *Introduction to Modern Statistical Mechanics*, capitolo 4.4. Oxford University Press, Oxford, 1987.
- [8] R. Di Capua. *MgB<sub>2</sub> superconducting thin films: fabrication, characterisation and STM spectroscopy*. Dottorato di Ricerca in Fisica Fondamentale e Applicata, XVI ciclo, Dip. di Scienze Fisiche – Università degli Studi di Napoli Federico II.
- [9] G. Chiefari. Minimizzazione di funzioni. <http://people.na.infn.it/~chiefari/didattica/LabFis/MinimizzazioneFunzioni.pdf>. Note del Corso di “Laboratorio di Fisica”, Università degli Studi di Napoli Federico II.
- [10] G. De Rosa. dIdVsuperc. <http://bitbucket.org/gderosa/didvsuperc/>. Differential Conductance of superconductors, with double-Gap support ( $\text{MgB}_2$ ) – data analysis based on the GNU Scientific Library – software repository.

- [11] G. De Rosa. “Differential conductance of Superconductors”. <http://www.studenti.unina.it/~gcderosa/scanning-tunneling/>. Pagina presso il server studenti dell’Università degli Studi di Napoli Federico II.
- [12] F. Giubileo, D. Roditchev, W. Sacks, R. Lamy, e J. Klein. Strong coupling and double-gap density of states in superconducting  $\text{MgB}_2$ . *Europhys. Lett.*, 58(5):764–770, June 2002. DOI: [10.1209/epl/i2002-00415-5](https://doi.org/10.1209/epl/i2002-00415-5).
- [13] Gnuplot. <http://www.gnuplot.info/>.
- [14] H. K. Onnes. In *Proc. Sec. Sci. 14*, pp. 113–115, Amsterdam, 1911. Akad. Wetenschappen.
- [15] M. Iavarone, G. Karapetrov, A. E. Koshelev, W. K. Kwok, G. W. Crabtree, e D. G. Hinks. Two-band superconductivity in  $\text{MgB}_2$ . 2002. [arXiv:cond-mat/0203329v1](https://arxiv.org/abs/cond-mat/0203329v1).
- [16] B. D. Josephson. *Phys. Lett.*, 1(251), 1962.
- [17] K. W. Meissner e R. Ochsenfeld. *Naturwissenschaften*, 21(787), 1933.
- [18] M. Putti, M. Affronte, C. Ferdeghini, P. Manfrinetti, C. Tarantini, e E. Lehmann. Observation of the Crossover from Two-Gap to Single-Gap Superconductivity through Specific Heat Measurements in Neutron-Irradiated  $\text{MgB}_2$ . *Phys. Rev. Lett.*, 96(077003), February 2006. DOI: [10.1103/PhysRevLett.96.077003](https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.96.077003).
- [19] M. Tinkham. *Introduction to superconductivity*. 2004.
- [20] Wolfram Research, Inc. Mathematica. <http://www.wolfram.com/>.