

Simultane Messungen der magnetischen und elektrischen Eigenschaften von Niobdiselenid (NbSe₂) mittels Hall-Magnetometrie

Bachelorarbeit



am Fachbereich Physik
der Johann Wolfgang Goethe-Universität Frankfurt am Main

vorgelegt von

Katrin Isabell Thoma

Frankfurt am Main, Dezember 2013

Erstgutacher: Prof. Dr. J. Müller

Zweitgutachter: Prof. Dr. M. Huth

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Grundlagen der Supraleitung	3
2.1	Phänomenologische Eigenschaften	3
3	Theorie zur Mikro-Hall-Magnetometrie	7
3.1	Halleffekt	7
3.2	Halbleiterheterostrukturen und Zweidimensionales Elektronengas	8
4	Herstellung des Mikro-Hall-Magnetometers	11
4.1	Strukturierung des Sensors	11
4.1.1	Vorbereitungen	11
4.1.2	Rotationsbeschichtung	12
4.1.3	Fotolithografie	12
4.1.4	Entwicklung	13
4.1.5	Nasschemisches Ätzen	13
4.2	Planare Kontakte	14
4.2.1	Vorbereitungen für planare Kontakte	14
4.2.2	Zweite Fotolithografie	14
4.2.3	Reinigungsprozedur nach Graumann und Göktas	14
4.2.4	Aufdampfen von Gold-Germanium und Nickel	15
4.2.5	Lift-off und Eindiffundieren der Kontakte	16
4.2.6	Gold-Gate Herstellung	16
4.2.7	Bondpads	16
4.2.8	Ultraschall-Bonding	17
5	Messtechniken	19
5.1	Streifeldmessungen	19
5.2	Gradiometrie-Technik	20
6	Charakterisierung des Hallsensors im Kryostat	21
6.1	Der Heliox-Kryostat	21
6.2	Widerstandsmessungen	22
6.3	Halleffekt und Magnetwiderstand	24
6.4	Berechnung der Ladungsträgerdichte und der Mobilität	25

7	Transportmessungen an Niobdiselenid	27
7.1	Kontaktierung der Proben	27
7.2	Charakterisierung des Niobdiselenids im Kryostaten	28
8	Messungen von NbSe₂ auf dem Mikro-Hall-Magnetometer	33
8.1	Positionierung der Probe mit dem Mikromanipulator	33
8.2	Verschiebung des supraleitenden Übergangs durch ein externes Magnetfeld	36
8.3	Hysteresekurve und kritisches Feld H_{c1}	37
8.4	Supraleitendes Volumen	38
8.5	Messungen mit DC-Strom an der Probe	40
8.6	Messungen mit AC-Strom an der Probe	40
9	Zusammenfassung und Ausblick	45
	Literaturverzeichnis	47

1 Einleitung

Die Untersuchung von Mikroteilchen mittels Hall-Magnetometrie stellt eine etablierte Messmethode in der Arbeitsgruppe (AG) dar. Betrachtet werden Materialien, die entweder selbst ein magnetisches Streufeld erzeugen oder mit einem extern angelegten Magnetfeld wechselwirken. Neben dem Interesse an den grundlegenden physikalischen Eigenschaften dieser Teilchen, ist ihre Erforschung auch für den Fortschritt in Technik und Medizin sehr wichtig.

Ein aktuelles Forschungsziel der AG ist begründet auf dem experimentellen Nachweis von Skyrmionen in Mangansilizium (2009) [13]. Diese, im Nanometerbereich liegenden, lokalen magnetischen Wirbelfelder sollen auf dem Hall-Magnetometer untersucht werden. Dabei sind vor allem die simultanen Messungen von elektronischem Transport und magnetischen Eigenschaften interessant. Noch gibt es aber keine Erfahrungswerte mit simultanen Transportmessungen an der Probe und Streufeldmessungen mittels Hallmagnetometrie.

Ziel dieser Arbeit ist es deshalb, bisherige Untersuchungen von Messungen an kleinen Teilchen nachzuvollziehen, fortzuführen und um die Methodik der simultanen Messungen zu erweitern. Dabei wurde das Material Niobdiselenid verwendet, welches als Typ-II-Supraleiter hervorragend für Hall-Magnetometrie Messungen geeignet ist. Außerdem sind die physikalischen Eigenschaften des Materials bekannt, sodass Messergebnisse auf ihre Richtigkeit überprüft werden können. Die Probengröße befindet sich im Mikrometerbereich, was die Analyse weiterhin vereinfacht.

Der Inhalt gliedert sich wie folgt: Zunächst wird der Hallsensor hergestellt und im Kryostaten charakterisiert. Ebenso werden auch die physikalischen Eigenschaften des Niobdiselenids im Kryostaten untersucht. Anschließend wird die Probe auf den Sensor platziert. Während des Experiments, wird der supraleitende Übergang durch unterschiedliche Magnetfelder und variierende elektrische Ströme verschoben. Außerdem werden Meißner- und Shielding-Volumen mittels Streufeldmessungen bestimmt. Durch die Gradiometrie-Messtechnik können Hysteresekurven aufgenommen werden. Die kritischen Felder H_{c1} und H_{c2} können beide nachgewiesen werden.

9 Zusammenfassung und Ausblick

In dieser Bachelorarbeit wurde mittels Mikro-Hallmagnetometrie das Material Niobdiselenid NbSe_2 untersucht.

Begonnen hat das Projekt mit der Herstellung des Hallsensors. Dazu wurde in den, aus einer GaAs/AlGaAs-Halbleiterheterostruktur bestehenden Wafer die Struktur von Hallkreuzen mit Zuleitungen und Kontaktpads geätzt. Das Verfahren bestand sowohl aus Prozessen, wie Fotolithografie oder chemischen Reinigungsprozeduren, die im Reinraum unter Gelblicht stattfinden mussten, als auch aus Arbeitsschritten, die im Labor gemacht wurden, wie dem thermischen Aufdampfen von AuGe oder dem Verdampfen von Nickel mittels Elektronenstrahl. Nach der Fertigstellung des Sensors wurde dieser in einem Helium-3 Badkryostaten charakterisiert. Die Hallgeraden wurden aufgenommen und auf Temperaturunabhängigkeit überprüft. Mit der Formel $1/n = (U_H/B_z * |e|)/I$ und der Steigung der Geraden konnte anschließend die Ladungsträgerdichte n berechnet werden. Aus der Spannung U_x am Wert $B_z = 0$ T des ebenfalls gemessenen Magnetwiderstands und der Formel $\mu = (1/|e|n) * (L/W) * (I/U_x)$ wurde die Mobilität μ bestimmt. Im nächsten Abschnitt der Arbeit wurde das Material NbSe_2 kontaktiert und in den Kryostaten eingekühlt. Dort konnten der supraleitende Übergang (7,2 K vgl. Literaturwert: 7,2 K) sowie der Ladungsdichtewellen Übergang (43 K vgl. Literaturwert: 33 K) mit Transportmessungen im Nullfeld bestimmt werden. Anschließend sind unterschiedlich starke Magnetfelder an die Probe angelegt worden, um das kritische Feld H_{c2} in Abhängigkeit von der Temperatur zu untersuchen. Wie im Phasendiagramm des Supraleiters vorhergesagt, verschiebt sich der supraleitende Übergang mit größer werdendem Magnetfeld zu tieferen Temperaturen hin. Die experimentell gewonnene H_{c2} -Kurve ist in guter Übereinstimmung mit den Literaturwerten. Nach dem Abschluss dieser für den Hauptteil der Arbeit vorbereitenden Untersuchungen wurde die Probe auf den Hallsensor geklebt. Mit Hilfe des Mikromanipulators konnte das NbSe_2 mit hoher Genauigkeit platziert und anschließend mit einem Gemisch aus GE-Varnish und Ethanol befestigt werden. Der Klebstoff befand sich in einer Pipette, die mit bloßem Auge an die richtige Stelle gebracht werden musste. Dabei floß leider eine zu hohe Menge Klebstoff auf die Probe, sodass ihre exakte Position nicht mehr bestimmt werden konnte. Optimierungsvorschläge zu diesem Verfahren wurden bereits gefunden. Nachdem sowohl Sensor als auch Probe kontaktiert waren, wurde das Experiment eingekühlt. Im Laufe der Versuchsreihe konnte der supraleitende Übergang der Probe

mittels Streufeldmessungen nachgewiesen und durch verschiedene Magnetfelder und elektrische DC-Ströme verschoben werden. Dadurch war es möglich, das bereits bestimmte H_{c2}/T -Phasendiagramm um die Abhängigkeit des DC-Stroms zu erweitern. Es wurde weiterhin gezeigt, dass das supraleitende Volumen der Probe „Meißner-Volumen“ deutlich kleiner als das Gesamtvolumen der Probe ist. Mit der Messtechnik Gradiometrie konnten Hysteresekurven des $NbSe_2$ bei unterschiedlichen Temperaturen gemessen werden. Darüber wurde anschließend die H_{c1} -Kurve der Probe bestimmt. Abschließend gelang es mit einem entsprechend konstruierten Messaufbau, ein Signal durch das Anlegen eines AC-Stroms an die Probe zu detektieren. Mittels dieses Aufbaus sollte ein selbstinduziertes Magnetfeld angeregt werden und weiterhin das Verhalten der Flussliniengitter untersucht werden. Aufgrund der wenig optimalen Probengeometrie, ist es nicht gelungen, eine Messreihe mit diesem Versuchsaufbau zu gewinnen. Verbesserungen für zukünftige Experimente dieser Art wurden bereits gefunden und erläutert.

Die vielzähligen, durch unterschiedliche Messmethoden und Versuchsaufbauten gewonnenen Ergebnisse haben den Supraleiter umfassend charakterisiert. Mit Hilfe der neuen simultanen Messmethode, bei der sowohl ein Strom an die Probe als auch an den Sensor gelegt wird, konnte der Einfluss des elektrischen Stroms auf die Probe beobachtet werden. Diese Art des Experiments soll in der Arbeitsgruppe etabliert werden und an zukünftigen Messungen kleiner Proben angewandt werden. Nach einer Optimierung des Verfahrens kann auch eine Messreihe zur Untersuchung der lokalen Wirbelfelder, Skyrmionen, durchgeführt werden.