

**Flußquantenabbildung
und lokale Analyse
von niederfrequentem Flußrauschen
in $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dc SQUIDs**

DISSERTATION

zur Erlangung des Grades eines Doktors
der Naturwissenschaften

der Fakultät für Physik
der Eberhard-Karls-Universität zu Tübingen

vorgelegt von

STEFAN KEIL

aus Isny

2000

Tag der mündlichen Prüfung:

18.05.2000

Dekan:

Prof. Dr. D. Werner

1. Berichterstatter:

Prof. Dr. R.P. Hübener

2. Berichterstatter:

Prof. Dr. A. Schwenk

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	3
2	SQUIDs: Supraleitende Quanteninterferometer	7
2.1	Supraleitung: ein makroskopisches Quantenphänomen	7
2.2	Vortices in Typ-II-Supraleitern	9
2.3	Das dc SQUID	11
2.3.1	Der Josephson-Effekt	11
2.3.2	Funktionsweise von dc SQUIDs	13
2.3.3	Dc SQUIDs als Magnetfeldsensoren	16
2.3.4	Rauscheigenschaften von SQUIDs	18
2.3.4.1	Weißes Rauschen	18
2.3.4.2	Niederfrequentes $1/f$ -Rauschen	20
2.3.5	Typen von Hoch- T_c -Josephson-Kontakten	23
2.3.6	Optimierung der SQUID-Eigenschaften	25
2.3.7	Abschätzung von L und A_{eff}	29
2.4	Probendesign und λ -Parameter	31
3	Die Meßanordnung	37
3.1	Vorcharakterisierung der Proben	37
3.1.1	Der Probenhalter	38
3.1.2	Die Meßtechnik	42
3.2	Tiefemperatur-Rasterelektronenmikroskopie	42
3.2.1	Aufbau des TTREMs	43
3.2.2	Die Meßtechnik	45
3.2.3	Die SQUID-Elektronik	48
3.2.4	Unterschiedliche Meßmodi	50
3.2.5	Signalentstehung	54

4	Vorstellung eines neuen Abbildungsverfahrens	55
4.1	Einführung	55
4.2	Elektronenstrahlinduzierte SQUID-Antwortsignale	57
4.2.1	Strahlstromsignale	57
4.2.1.1	Strahlstromsignale am SQUID-Loch	58
4.2.1.2	Washerrandsignale	62
4.2.1.3	Bemerkungen zu Strahlstromsignalen	63
4.2.2	ΔT -Signale	66
4.3	Abbildung von Vortices in YBCO-Dünnschichten	71
4.3.1	Signalentstehung	74
4.3.2	Vortices bei unterschiedlichen Einkühlfeldern	82
4.3.3	Fehlstellen im Film: Pinningzentren?	87
4.3.4	Vortices in Mehrschichtmagnetometern	93
4.3.5	Wechselwirkung zwischen Flußquanten und Antidots	97
4.3.6	Multiquanten in Antidots	99
4.3.7	Langzeitstabilität von Vortexkonfigurationen	105
4.4	Abbildung von Josephson-Flußquanten	106
5	Dynamisches Verhalten von $1/f$-Rauschquellen	113
5.1	Einführung	114
5.1.1	Random Telegraph Signals (RTS)	114
5.1.2	$1/f$ -Rauschen	116
5.2	Rauschmessungen im TTREM	117
5.3	Elektronenstrahl als lokale Sonde	118
5.3.1	Auskämmen von Vortices	119
5.3.2	Führen von Flußquanten	120
5.3.3	Anregung einzelner Rauschquellen	122
5.4	Rauschleistung bei unterschiedlichen Magnetfeldern	126
5.5	Einfluß einzelner Vortices auf die Rauschleistung	126
5.6	Erweiterung des Verfahrens	128
6	Zusammenfassung und Ausblick	129
	Literaturverzeichnis	133

Kapitel 1

Einleitung

Der höchstempfindlichen Messung von Magnetfeldern oder magnetischem Fluß mit Hilfe von Magnetfeldsensoren kommt in vielen Bereichen der Forschung und Entwicklung, aber auch beim Einsatz von moderner Technologie wachsende Bedeutung zu. Als Beispiel hierfür sei die zerstörungsfreie Materialuntersuchung genannt, auf die bei der Herstellung und Wartung von mechanisch stark belasteten Werkstücken nicht verzichtet werden kann. Weitere bedeutende und für die Zukunft vielversprechende Anwendungen von Magnetfeldsensoren finden sich in der Medizin: Die im menschlichen Gehirn und Herzen fließenden Ströme erzeugen Magnetfelder in der Größenordnung von wenigen Femtotesla bis hin zu einigen zehn Nanotesla. Durch die Verwendung einer Anordnung von supraleitenden Quanteninterferometern (Superconducting Quantum Interference Devices: SQUIDs) als höchstempfindlichen Magnetometern lassen sich Veränderungen dieser Magnetfelder detektieren und bestimmten Körperregionen zuordnen, ohne daß der Patient durch die Untersuchung belastet würde. So können zum Beispiel bei fokaler Epilepsie, bei der Anfälle durch eng begrenzte elektrische Entladungen im Gehirn ausgelöst werden, die Quellen der Entladungen lokalisiert werden. Mit Hilfe des so gewonnenen Magnetoenzephalogramms können entsprechende Bereiche gezielt therapiert werden [CLARKE, 1994].

Für eine Vielzahl von SQUID-Anwendungen wie der Magnetotellurik und dem Biomagnetismus ist deren Einsatz bei niedrigen Meßfrequenzen $f_m \lesssim 10$ Hz von besonderem Interesse. So verhält sich bei der Verwendung von SQUIDs zur Exploration von Bodenschätzen die maximale Tiefe t_{max} , bis zu der ein Lager entdeckt werden kann wie $t_{max} \sim 1/\sqrt{f_m}$. Je geringer

die Meßfrequenz f_m , bei der SQUIDs betrieben werden können, desto größer die erreichbare Meßtiefe. Gerade im niedrigem Frequenzbereich liegt neben der enormen Magnetfeldempfindlichkeit von heute $1 \text{ fT/Hz}^{1/2}$, die mit Helium gekühlten SQUIDs aus tieftemperatursupraleitenden Dünnschichten erreicht werden, die große Stärke von SQUIDs.

Die Forderung nach SQUIDs, die auch ohne aufwendige kryotechnische Ausrüstung für den Helium-Temperaturbereich von circa 4 K eingesetzt werden können und enorme Fortschritte bei der Dünnschichtpräparation legen es nahe, SQUIDs aus hochtemperatur-supraleitenden (HTSL) Materialien zu entwickeln. Flüssiger Stickstoff, der als Kühlmittel mit 20-fach höherer Verdampfungswärme als Helium und daher langen Standzeiten kostengünstig zur Verfügung steht, und die weit entwickelte Kühlertechnologie rücken die Kryotechnik als Problem bei der Anwendung von HTSL-SQUIDs weitgehend in den Hintergrund.

Direct Current SQUIDs (dc SQUIDs) bestehen aus einer supraleitenden Schleife, die durch zwei parallel geschaltete Josephson-Tunnelkontakte unterbrochen wird. Die Magnetfeldempfindlichkeit von SQUIDs ist im wesentlichen durch das intrinsische Rauschen der Bauelemente begrenzt. Durch optimale Wahl der SQUID- und Kontaktparameter kann das thermische frequenzunabhängige Rauschen von SQUIDs minimiert werden. Während für das weiße Rauschen bei HTSL-SQUIDs aus $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ (YBCO) inzwischen ein sehr niedriges Niveau von wenigen $\mu\Phi_0/\text{Hz}^{1/2}$ ($\Phi_0 \approx 2 \times 10^{-15} \text{ Vs}$ wird als magnetisches Flußquant bezeichnet) erreicht wird, bereitet Rauschen mit typischerweise $1/f$ -artiger Frequenzabhängigkeit unterhalb einer Eckfrequenz von 1–1000 Hz für Anwendungen bei niedrigen Frequenzen enorme Schwierigkeiten. Dieses sogenannte $1/f$ -Flußrauschen, hervorgerufen durch thermisch aktivierte Flußbewegungen in der supraleitenden Ringstruktur, spielt wegen der großen thermischen Energie bei 77 K eine große Rolle. Hoch- T_c -Materialien bestehen zudem aus komplexen Verbindungen und weisen daher eine reichhaltige Defektstruktur auf. Punktdefekte, Schraubenversetzungen, kolumnare Defekte, unbesetzte Sauerstoffgitterplätze, aber auch Einschlüsse, Korn- oder Zwillingsgrenzen können in YBCO-Dünnschichtstrukturen eines SQUIDs als Pinningzentren wirken, aber auch Bereiche darstellen, in denen die Beweglichkeit von Flußschläuchen lokal erhöht ist. Letzteres kann zu gesteigertem Flußrauschen führen. Der Einsatz von HTSL-SQUIDs in magnetisch un abgeschirmter Umgebung wird dadurch erheblich erschwert.

Vielfältige Anstrengungen wurden unternommen, um niederfrequentem $1/f$ -Flußrauschen entgegen zu wirken: Künstliche Pinningzentren und

schmale Filmstege sind für diese Bemühungen Beispiele.

Trotzdem manche Aspekte des niederfrequenten $1/f$ -Rauschens verstanden sind, herrscht weitgehend Unklarheit über die zugrundeliegenden mikroskopischen Zusammenhänge. Auch die Suche nach optimalen dc SQUID-Probendesigns ist bei weitem nicht abgeschlossen. In diesem Zusammenhang ergeben sich unter anderem folgende Fragestellungen:

- Welchen Einfluß hat die Mikrostruktur der Dünnschichten auf den Verlauf des Pinningpotentials und damit auf das Vortex-Pinningverhalten?
- Wie stark sind die Pinningkräfte und -Energien, und von welchen Faktoren hängen diese ab?
- Welche Bedeutung haben bestimmte Schichtdefekte für die Pinningeigenschaften?
- Wie wechselwirken Flußschläuche mit künstlichen Pinningzentren zum Beispiel Löchern im Dünnschicht sogenannten Antidots?
- Welches dynamische Verhalten zeigen *einzelne*, gepinnte Flußschläuche?
- Wo dringen Flußlinien bevorzugt in Schichten ein?
- Welche sind die favorisierten Pinningplätze?
- In welchem Maße koppeln einzelne Flußschläuche magnetischen Fluß in die SQUID-Schleife ein (Kopplungsstärke)?
- Wie stark tragen bestimmte gepinnte Flußschläuche zum Gesamttrauschen des SQUIDs bei, und wovon hängt dies ab?
- Läßt sich ein einzelner Hopping-Prozess eines Flußschlauchs gezielt anregen und damit isoliert untersuchen?
- Wie verhalten sich magnetische Flußschläuche in Korngrenzen, die die Dünnschichten durchsetzen?

Es zeigt sich, daß diese Fragen nur mit Hilfe einer Untersuchungsmethode geklärt werden können, die neben integralen vor allem *lokale* Informationen über die Vorgänge auf mikroskopischer Ebene liefert.

Die Tieftemperatur-Rasterelektronenmikroskopie (TTREM) wird am Lehrstuhl für Experimentalphysik II der Universität Tübingen seit etwa

zwei Jahrzehnten in vielfältigster Weise für ortsauflösende Untersuchungen in unterschiedlichen Bereichen der Tieftemperatur-Festkörperphysik erfolgreich eingesetzt. Um die mikroskopischen Ursachen des niederfrequenten $1/f$ -Flußrauschens untersuchen zu können, wurde im Rahmen dieser Arbeit eine neue TTREM-Abbildungstechnik entwickelt, die die ortsauflösenden Eigenschaften des TTREM mit der hohen Magnetfeldempfindlichkeit von SQUIDs verbindet und nutzt.

In Kapitel 2 werden die Grundlagen und die Funktionsweise von dc SQUIDs vorgestellt. Hier wird auch in die Problematik des Rauschens von HTSL dc SQUIDs eingeführt. Möglichkeiten und Aspekte der Optimierung von dc SQUIDs werden erörtert, und die verwendeten Probedesigns erklärt.

Kapitel 3 zeigt in welcher Weise die verwendeten Proben vorcharakterisiert wurden, welche Probenhalter eingesetzt wurden, und wie diese aufgebaut waren. Die Funktionsweise des TTREMs und einer speziellen SQUID-Elektronik wird vorgestellt und unterschiedliche Meßmodi beschrieben.

In Kapitel 4 wird gezeigt, wie die TTREM als Verfahren für die Abbildung von Vortices in HTSL dc SQUIDs eingesetzt werden kann. Unterschiedliche elektronenstrahlinduzierte Signale werden beschrieben und deren Ursachen diskutiert. Erste Vortexabbildungen werden gezeigt und qualitativ und quantitativ analysiert. Die Bedeutung der Abbildungen für die Untersuchung von Rauschquellen wird dargelegt, und die Möglichkeit beschrieben, magnetische Kopplungsstärken einzelner Flußlinien zu bestimmen. Vortexverteilungen bei unterschiedlichen Einkühlfeldern werden beobachtet und deren zeitliche Stabilität analysiert. Erste Untersuchungen über den Zusammenhang zwischen Filmstrukturdefekten und lokalen Pinningeigenschaften werden vorgestellt. An Proben mit künstlichen Pinningzentren wird die Wechselwirkung von einzelnen und mehreren Vortices mit Antidots untersucht. Abbildungen von Josephson-Vortices in Filmkorngrenzen werden vorgestellt und das Verhalten der Vortices diskutiert.

Untersuchungen zum dynamischen Verhalten einzelner Vortices werden in Kapitel 5 präsentiert. Möglichkeiten zur quantitativen Analyse von Rauschmessungen werden erörtert und eigene lokale Rauschmessungen ausgewertet. Die Verwendung der Elektronenstrahlsonde zur lokalen Manipulation einzelner Rauschquellen wird beschrieben und die Bedeutung einzelner Vortices für das Rauschverhalten eines SQUIDs beispielhaft aufgezeigt.

In Kapitel 6 werden die erzielten Ergebnisse nochmals kurz zusammengefaßt und mögliche Ansätze für weiterführende Experimente diskutiert.

Kapitel 2

SQUIDs: Supraleitende Quanteninterferometer

Zwei Josephson-Kontakte, die über eine supraleitende Struktur parallel geschaltet sind, bilden ein dc SQUID. Durch die quantenmechanischen Eigenschaften von Supraleitern, die sich über makroskopischen Längen erstrecken, kann in dc SQUIDs die Interferenz zwischen den Phasen der Josephson-Kontakte genutzt werden, um hochempfindlich Magnetfelder zu detektieren. In diesem Kapitel werden zunächst die Grundlagen der Supraleitung kurz zusammengefaßt und das Verhalten von magnetischem Fluß in Typ-II-Supraleitern diskutiert. Nach einer kurzen Einführung des Josephson-Effekts soll der Aufbau, die Funktionsweise und der Einsatz von dc SQUIDs als Magnetfeldsensoren erörtert werden. Anschließend wird der Einfluß der unterschiedlichen SQUID-Parameter für die Rauscheigenschaften von dc SQUIDs und deren Bedeutung für die SQUID-Optimierung dargestellt.

2.1 Supraleitung: ein makroskopisches Quantenphänomen

Im täglichen Leben begegnen wir dem Phänomen der Quantenmechanik meist nur im Zusammenhang mit Lichteffekten, wie zum Beispiel Interferenzmustern, denen der Welle-Teilchen-Dualismus der Photonen zugrunde liegt. Die Gesetze der Quantenmechanik treten in der Physik zumeist nur in mikroskopisch kleinen Systemen zu Tage, also bei Objekten, deren Größe

etwa der von Atomen entspricht.

In supraleitenden Materialien können sich Elektronen durch unterschiedliche Paarungsmechanismen wie der Elektron-Phonon-Wechselwirkung zu sogenannten Cooper-Paaren verbinden. Zwei Elektronen mit entgegengesetztem Spin und Impuls bilden zusammen ein Paar mit dem Gesamtspin Null. In allen Materialien kann die Bewegung von Ladungsträgern durch die Schrödingergleichung $i\hbar\dot{\psi}(\vec{r}, t) = H\psi(\vec{r}, t)$ beschrieben werden, wobei $\psi(\vec{r}, t) = |\psi(\vec{r}, t)|e^{i\theta(\vec{r}, t)}$ die komplexe Wellenfunktion mit der reellen Phase θ und H der Hamiltonoperator eines Ladungsträgers ist. $\hbar \approx 1,054 \times 10^{-34}$ Js ist das Plancksche Wirkungsquantum. Im stationären Zustand reduziert sich wegen $|\psi| = \text{const.}$ die Schrödingergleichung auf

$$\hbar\dot{\theta} = -E \quad (2.1)$$

mit der Ladungsträgerenergie E . Cooper-Paare gehorchen der Bose-Einstein-Statistik und besetzen bei tiefen Temperaturen einen gemeinsamen Energiegrundzustand E . Im Gegensatz zu Elektronen, die sich als Fermiteilchen wegen des Pauliprinzipis nie im gleichen Zustand befinden, ist der zeitliche Verlauf der Phase nach (2.1) für alle Cooper-Paare exakt gleich. Da die Wellenfunktionen der Paare außerdem sehr stark überlappen, sind die Phasen der einzelnen Paare kohärent gekoppelt, und es existiert eine makroskopische Wellenfunktion

$$\Psi(\vec{r}, t) = \sqrt{n(\vec{r}, t)}e^{i\theta(\vec{r}, t)}, \quad (2.2)$$

mit der lokalen Cooper-Paardichte $n(\vec{r}, t) = \Psi^*(\vec{r}, t)\Psi(\vec{r}, t)$, die das kohärente Verhalten des gesamten Ensembles von Cooper-Paaren beschreibt. Der räumlichen Ausdehnung der Supraleitung selbst sind prinzipiell nur technische Grenzen gesetzt. Supraleiter sind also makroskopische Quantensysteme, deren spezielle Eigenschaften allein im Rahmen der klassischen Elektrodynamik nicht verstanden werden können. Dies kommt besonders durch die Bedeutung der Phase θ für die quantenmechanische Observable \vec{J}_S , also die Cooper-Paarstromdichte, zum Ausdruck. Im Gegensatz zu elektronischen Leitungsprozessen, bei denen sich die zufällig verteilten, ungekoppelten Phasen der Einzelelektronen ausmitteln und damit ihre Bedeutung für das makroskopische System verlieren, kann \vec{J}_S direkt von der Phase abhängen: Unter der Voraussetzung einer ausreichend vorhandenen Zahl von Cooper-Paaren, die durch eine kontinuierliche lokale Cooper-Paardichtefunktion beschrieben werden können, läßt sich in Analogie zum quantenmechanischen Wahrscheinlichkeitsstrom der Fluß von Cooper-Paaren mit der doppelten

Elektronenmasse $2m_e$ und -Ladung $2e$ als Funktion der Phase θ und des Vektorpotentials \vec{A} ausdrücken:

$$\vec{J}_S(\vec{r}, t) = 2en(\vec{r}, t) \left(\frac{\hbar}{2m_e} \vec{\nabla}\theta(\vec{r}, t) - \frac{e}{m_e} \vec{A}(\vec{r}, t) \right). \quad (2.3)$$

Sowohl die Anwesenheit eines Vektorpotentials \vec{A} , beziehungsweise eines magnetischen Feldes $\vec{B} = \vec{\nabla} \times \vec{A}$, als auch eine von Null verschiedene Phasendifferenz können im Supraleiter einen Cooper-Paarstrom $\vec{J}_S(\vec{r}, t)$ anwerfen.

Neben dem Meißner-Effekt und dem Verschwinden des elektrischen Widerstands können zwei Phänomene der Supraleitung, welche die Grundlage für das in den folgenden Kapiteln Beschriebene darstellen, nur im Rahmen der Quantenmechanik verstanden werden:

- Der magnetische Fluß im Supraleiter ist quantisiert.
- Der Josephson-Tunneleffekt.

2.2 Vortices in Typ-II-Supraleitern

Magnetischer Fluß, der sich in den supraleitenden YBCO-Schichten von SQUIDS befindet, hat ganz wesentlichen Einfluß auf die niederfrequenten Rauscheigenschaften der Sensoren, dessen Untersuchung ein wichtiger Teil dieser Arbeit ist. Deshalb soll hier kurz erläutert werden, in welcher Form Magnetfelder in Typ-II-Supraleiter eindringen können, und wie sie sich darin verhalten.

Durch Integration von (2.3) über einen geschlossenen Pfad P , der die Fläche O definiert, und der Forderung, daß die Wellenfunktion $\Psi(\vec{r}, t)$ an jeder Stelle im Supraleiter eindeutig definiert sein muß, resultiert folgendes: Der Wert der Phase θ_A am Anfang des Integrationswegs kann sich von dem am Ende θ_E nur um ein ganzzahliges Vielfaches von 2π unterscheiden. Mit $\oint_P \vec{A} d\vec{l} = \int_O \vec{B} d\vec{F}$ und $\oint_P \vec{\nabla}\theta d\vec{l} = 2\pi n$, wobei $n \in \mathbb{N}$, kann durch entsprechende Wahl des Integrationswegs in Bereiche des Supraleiters, in denen der Suprastrom J_S verschwindet, leicht gezeigt werden, daß im Supraleiter gilt:

$$\int_O \vec{B} d\vec{F} = \Phi = n\Phi_0.$$

Der magnetische Fluß Φ im Supraleiter ist demzufolge immer ein ganzzahliges Vielfaches des magnetische Flußquants $\Phi_0 = \frac{h}{2e} \approx 2,07 \times 10^{-15} \text{ Tm}^2$.

Abrikosov zeigte im Rahmen der Ginzburg-Landau Theorie [GINZBURG und LANDAU, 1950], daß sich Typ-II- von Typ-I-Supraleitern dadurch unterscheiden, daß als Folge der im Vergleich zur Kohärenzlänge ξ viel größeren magnetischen Eindringtiefe λ_L magnetischer Fluß in einem Magnetfeld der unteren kritischen Feldstärke H_{c1} in Form eines hexagonalen Gitters aus Flußwirbeln, genannt „Vortices“, in den Supraleiter eindringt [ABRIKOSOV, 1957]. Diese Vortices schließen genau den magnetischen Fluß eines magnetischen Flußquants Φ_0 ein, weshalb im folgenden die Begriffe Vortex und magnetisches Flußquant äquivalent verwendet werden. Die magnetische Flußdichte im Vortex ist nach der 2. Londonschen Gleichung $\vec{B} = -\mu_0 \lambda_L^2 \vec{\nabla} \times \vec{J}_S$, mit der Vakuumpermeabilität μ_0 , von ringförmigen Abschirmströmen \vec{J}_S umgeben, deren kinetische Energie radial in Richtung Vortexschwerpunkt zunimmt, so daß im Kern selbst (siehe Abbildung 2.1 bei $r = 0$) die Cooper-Paare in Quasiteilchen aufgebrochen sind.

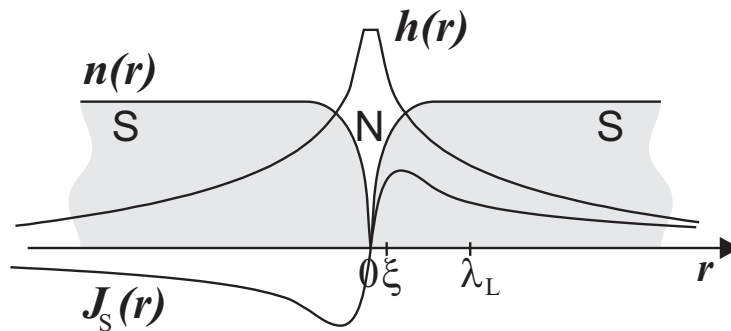


Abbildung 2.1: Schematische Darstellung eines isolierten Vortex im Typ-II-Supraleiter mit der Cooper-Paardichte $n = |\Psi|^2$, der magnetischen Feldstärke h und der Cooper-Paarstromdichte J_S in Abhängigkeit der Ortskoordinate r . S und N markieren supraleitende, beziehungsweise normalleitende Bereiche.

Das Vortex hat also einen normalleitenden Kern, dessen Durchmesser näherungsweise der doppelten Kohärenzlänge 2ξ entspricht, wohingegen das Vortexmagnetfeld h und die Abschirmstromdichten J_S etwa über die Eindringtiefe λ_L abklingen, die beim Typ-II-Supraleiter YBCO für $T = 0$ K circa 150 nm - 250 nm [JANSMANN *et al.*, 1999, POOLE *et al.*, 1995] beträgt. Die Kohärenzlänge ξ , also die charakteristische Abklinglänge der Wellenfunktion am Rand eines Supraleiters, variiert zwischen wenigen Nanometern bei Hochtemperatursupraleiter und einigen hundert Nanometern bei klassischen Supraleitern [POOLE *et al.*, 1995]. Die Anisotropie von ξ und λ_L in YBCO kann hier vernachlässigt werden, da bei den im Rahmen dieser Ar-

beit durchgeführten Untersuchungen die Magnetfelder immer parallel zur c-Achse des YBCO-Gitters orientiert waren.

In Feldern unterhalb von H_{c1} befinden sich Typ-II-Supraleiter in der Meißner-Phase. Diese ist dadurch gekennzeichnet, daß die Supraleiter theoretisch vortexfrei sind. Dennoch konnten wir in unseren Experimente schon bei sehr kleinen Einkühlflußdichten $B_0 < 1 \mu\text{T}$ Vortices in den supraleitenden Filmen nachweisen. Dies wird in Kapitel 4 ausführlich diskutiert.

Da die Untersuchungen in dieser Arbeit alle bei Magnetfeldern $H < H_{c1}$ mit $B_{c1,YBCO} \approx 100 \text{ mT}$ durchgeführt wurden, soll hier auf die Eigenschaften von Supraleitern in größeren Feldern nicht eingegangen werden.

2.3 Das dc SQUID

2.3.1 Der Josephson-Effekt

Der zweite bedeutende, rein quantenmechanische Effekt in Supraleitern wurde von Brian Josephson im Jahr 1962 vorhergesagt [JOSEPHSON, 1962, LIKHAREV, 1986] und nach ihm Josephson-Effekt genannt: Sind zwei Supraleiter, die durch die Wellenfunktionen $\Psi_1(\vec{r}, t) = |\Psi_1(\vec{r}, t)|e^{i\theta_1(\vec{r}, t)}$ beziehungsweise $\Psi_2(\vec{r}, t) = |\Psi_2(\vec{r}, t)|e^{i\theta_2(\vec{r}, t)}$ beschrieben werden, nur durch eine sehr dünne isolierende Schicht von typischerweise wenigen Nanometern von einander getrennt, so überlappen die Wellenfunktionen Ψ_1 und Ψ_2 der beiden Supraleiter: Es fließt ein Josephson-Tunnelstrom I_S aus Cooper-Paaren über die Barriere, der zunächst nicht von der Spannung, sondern von der eichinvarianten Phasendifferenz $\varphi(\vec{r}, t) = \theta_1(\vec{r}, t) - \theta_2(\vec{r}, t) - \frac{2\pi}{\Phi_0} \int_1^2 \vec{A}(\vec{r}, t) d\vec{l}$ zwischen den beiden Supraleiter-Isolator-Grenzflächen 1 und 2 abhängt:

$$I_S(\vec{r}, t) = I_c(\vec{r}, t) \sin \varphi(\vec{r}, t). \quad (2.4)$$

Über das Vektorpotential \vec{A} in der eichinvarianten Phasendifferenzfunktion φ findet der Einfluß eines Magnetfelds auf I_S Berücksichtigung. Bei Strömen oberhalb des kritischer Stromes I_c bricht die Supraleitung zusammen. I_c hängt von der Kontaktgeometrie, den Barriereigenschaften, der Temperatur, der Wahl des supraleitenden Materials und vom magnetischen Fluß im Josephson-Kontakt ab. Ferner ist I_c ein Maß für die Kopplungsstärke der beiden Supraleiter über die Tunnelbarriere. Der kritische Strom eines Josephson-Kontakts muß immer so groß gewählt werden, daß die Kopplungsenergie $E_J = \frac{I_c \Phi_0}{2\pi}$ größer als die thermische Energie $E_{th} = k_B T$ mit

der Boltzmann-Konstanten $k_B \approx 1,38 \times 10^{-23}$ J/K ist, da sonst thermisch angeregte Phasenfluktuationen den phasenabhängigen Suprastrom I_S ausschmieren (siehe auch Abschnitt 2.3.6). Nicht berücksichtigt werden muß hier die räumliche Variation der Cooper-Paar-Stromdichte J_S innerhalb der Kontakte, da die Länge der in dieser Arbeit verwendeten Josephson-Tunnelelemente etwa der Josephson-Eindringtiefe λ_J von wenigen μm entspricht. λ_J ist ein Maß dafür, wie tief Magnetfelder vom Rand in Josephson-Kontakte eindringen. Damit verteilt sich magnetischer Fluß näherungsweise homogen in der Tunnelbarriere, und $J_S(\vec{r})$ ist über den gesamten Kontakt konstant. Aus demselben Grund wird die Phasendifferenz φ innerhalb eines Josephson-Kontakts als ortsunabhängig angenommen.

Wird über den Josephson-Kontakt ein Strom $I > I_c$ geführt, so fällt an ihm eine Spannung V ab. Die zeitliche Entwicklung der Phasendifferenzfunktion $\varphi(t)$ in Abhängigkeit der Kontaktspannung wird durch die zweite Josephson-Beziehung beschrieben:

$$\frac{\partial\varphi}{\partial t} = \frac{2\pi}{\Phi_0} V. \quad (2.5)$$

Im Stewart-MacCumber- oder kurz RCSJ-Modell [STEWART, 1968, MCCUMBER, 1968] wird ein Josephson-Kontakt als Parallelschaltung eines normalleitenden Widerstands R , einer Kapazität C und eines idealen Josephson-Elements mit der Strom-Phasen-Beziehung (2.4) beschrieben (siehe Abbildung 2.2(a)). Durch Aufsummierung der unterschiedlichen Ströme, also des Cooper-Paar-, des Quasiteilchenstroms über den normalleitenden Kanal und des Verschiebungsstroms zum Gesamtstrom kann unter Verwendung der zweiten Josephson-Beziehung (2.5) die Strom-Spannungskennlinie eines Josephson-Kontakts in Abhängigkeit der Kontaktparameter berechnet werden. R , C und I_c sind im McCumber-Parameter $\beta_c \equiv 2\pi I_c R^2 C / \Phi_0$ zusammengefaßt. Für $\beta_c \ll 1$, und dies ist für die meisten Hoch- T_c -Kontakte erfüllt, reduziert sich das RCSJ-Modell zum RSJ-Modell. Für Ströme $I \geq I_c$ ist die Strom-Spannungscharakteristik dann gegeben durch: $V = R(I^2 - I_0^2)^{1/2}$. Eine typischer Strom-Spannungsverlauf für einen gedämpften Josephson-Kontakt ($\beta_c \lesssim 1$) ist in Abbildung 2.2(b) dargestellt.

I-V-Kennlinien von gedämpften Kontakten sind nichthysteretisch. Dies ist eine notwendige Voraussetzung für deren Verwendbarkeit in dc SQUIDS.

Für den Betrieb von Josephson-Kontakten bei $T = 77$ K wird das RCSJ-Modell um einen zusätzlichen Strom-Rauschterm I_N erweitert, um Nyquist-Stromrauschen im Widerstand R zu berücksichtigen. Die Strom-

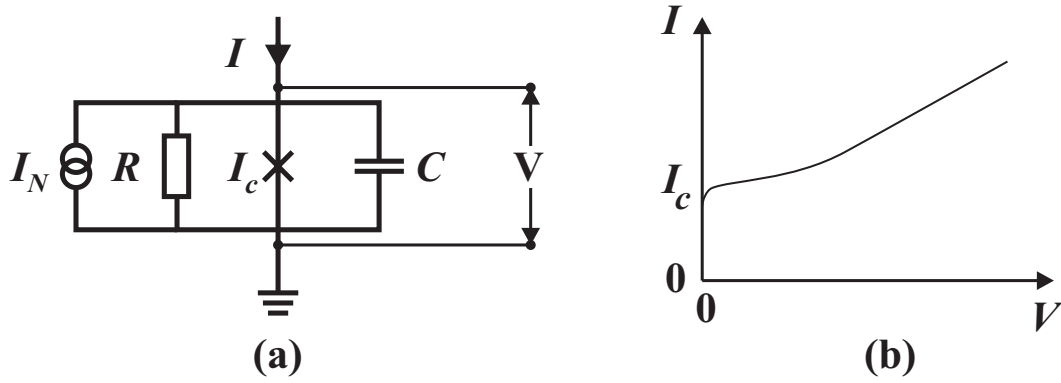


Abbildung 2.2: Josephson-Kontakt: (a) Ersatzschaltbild und (b) Strom-Spannungskennlinie für $\beta_c \lesssim 1$.

Spannungskennlinie läßt sich dann aus der Langevin-Gleichung

$$\frac{\hbar C}{2e} \ddot{\varphi} + \frac{\hbar}{2eR} \dot{\varphi} + I_c \sin \varphi + I_N = I \quad (2.6)$$

und der zweiten Josephson-Beziehung (2.5) berechnen. Der Rauschterm kann zu einer Verrundung der Kennlinie im Bereich von I_c führen, was in Abbildung 2.2(b) skizziert ist. Um ausreichend Josephson-Kopplung zu gewährleisten, muß die Josephson-Kopplungsenergie E_J größer als die thermische Energie $k_B T$ sein. Damit muß für den Rauschparameter Γ gelten: $\Gamma \equiv k_B T / E_J = 2\pi k_B T / I_c \Phi_0 = I_{th} / I_c \lesssim 1$. Bei $T = 77$ K ist für den kritischen Strom I_c durch den thermischen Strom I_{th} also ein unteres Limit von $I_{th} \approx 3,3 \mu\text{A}$ gegeben.

2.3.2 Funktionsweise von dc SQUIDs

Da alle in dieser Arbeit vorgestellten Untersuchungen an dc SQUIDs [JAKLEVIC *et al.*, 1964, WEINSTOCK, 1995] durchgeführt wurden und nicht an radio-frequency-SQUIDs (rf SQUIDs) - Letztere sind aus einem über einen Supraleiter kurzgeschlossenen Josephson-Kontakt aufgebaut - soll auf rf oder andere SQUID-Typen an dieser Stelle nicht näher eingegangen werden. Eine umfassende Beschreibung von unterschiedlichen SQUIDs aus Hoch- T_c -Materialien findet sich in [KOELLE *et al.*, 1999b].

Ein dc SQUID, im Folgenden kurz als SQUID bezeichnet, besteht aus zwei über supraleitende Stege parallel geschalteten Josephson-Kontakten. Abbildung 2.3(a) zeigt die Skizze eines SQUIDs, wobei die hellgrauen Bereiche den supraleitenden Film und die schwarzen Unterbrechungen die Josephson-Kontakte darstellen.

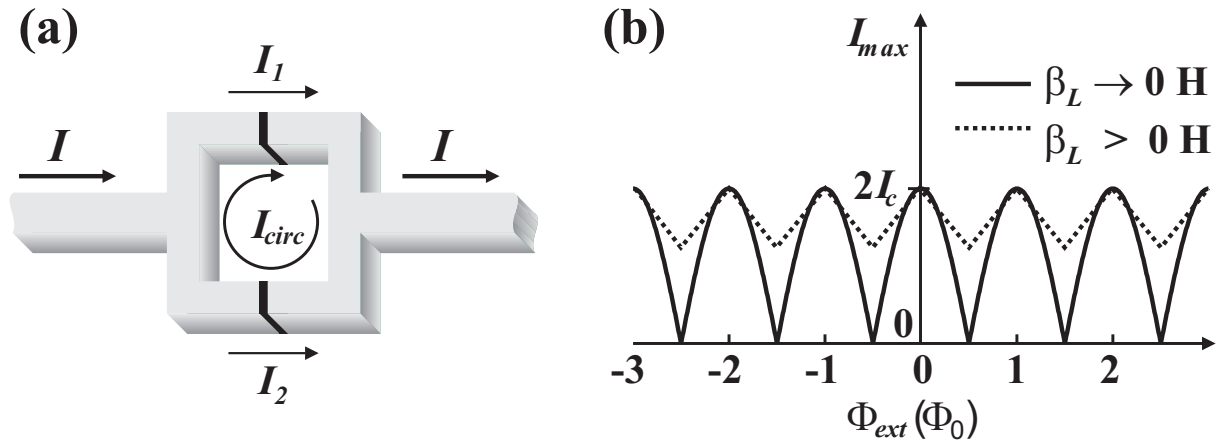


Abbildung 2.3: (a) Schematischer Aufbau eines dc SQUIDs bestehend aus zwei parallelen Josephson-Kontakten. (b) Maximaler Suprastrom eines dc SQUIDs in Abhängigkeit des angelegten magnetischen Flusses Φ_{ext}

Um die Funktionsweise eines SQUIDs als Magnetfeldsensor verstehen zu können, wird hier zunächst von zwei identischen Tunnelkontakten ausgegangen. Ein über das SQUID geführter Gesamtstrom I verteilt sich auf die zwei Josephson-Kontakte mit $I_i = I_c \sin \varphi_i$, so daß gilt:

$$I = I_c(\sin \varphi_1 + \sin \varphi_2) = 2I_c \cos \left(\frac{\varphi_1 - \varphi_2}{2} \right) \sin \left(\frac{\varphi_1 + \varphi_2}{2} \right). \quad (2.7)$$

φ_i seien die eichinvarianten Phasendifferenzen an Kontakt 1, beziehungsweise 2. Um den Zusammenhang zwischen $(\varphi_1 - \varphi_2)$ und dem magnetischen Fluß im SQUID Φ zu finden, wird die Integration $\oint_P \vec{\nabla} \theta d\vec{l} = 2\pi n$ durchgeführt, wo P ein geschlossener Pfad um die SQUID-Schleife ist. Wegen der Kopplung der Wellenfunktionen Ψ_1 und Ψ_2 über die beiden Josephson-Kontakte muß auch dieses Integral ein ganzzahliges Vielfaches von 2π ergeben. Darin manifestiert sich die Quanteninterferenz der beiden Josephson-Kontakte. Durch Ausführen der Integration läßt sich zeigen:

$$(\varphi_1 - \varphi_2) = 2\pi n + \frac{2\pi\Phi}{\Phi_0}. \quad (2.8)$$

Durch Einsetzen von (2.8) in (2.7) ergibt sich der Gesamtstrom des SQUIDs:

$$I = 2I_c \cos \left(\frac{\pi\Phi}{\Phi_0} \right) \sin \left(\varphi_1 + \frac{\pi\Phi}{\Phi_0} \right). \quad (2.9)$$

Um den für den Betrieb eines SQUIDs wichtigen Zusammenhang zwischen maximalem Suprastrom I_{max} und Φ zu finden, wird Gleichung (2.9) bezüglich φ_1 maximiert. Es zeigt sich, daß der Gesamtstrom I ähnlich der Intensitätsverteilung bei der Beugung von kohärentem Licht am Doppelspalt einer Cos-Abhängigkeit folgt. Diese ist in Abbildung 2.3(b) für Werte des SQUID-Parameters $\beta_L \equiv 2LI_c/\Phi_0 \ll 1$ und $\Phi = \Phi_{ext}$ dargestellt:

$$I_{max} \approx 2I_c \left| \cos \left(\frac{\pi\Phi}{\Phi_0} \right) \right|. \quad (2.10)$$

Diese periodische Abhängigkeit des maximalen Suprastroms vom angelegten magnetischen Fluß ist, wie im nächsten Abschnitt genauer ausgeführt, die Grundlage für die Verwendbarkeit von SQUIDs als hochempfindliche Magnetfeldsensoren. Der maximale Cooper-Paarstrom der Einzelkontakte folgt übrigens, wie in der Wellenoptik die Intensitätsverteilung bei der Beugung am Einzelspalt, einer Fraunhofer-Abhängigkeit, die sich der periodischen Abhängigkeit von I_{max} des SQUIDs überlagert. In den von uns verwendeten magnetischen Flußdichten von bis zu 200 μT spielt dieser Effekt jedoch keine Rolle, und I_c kann als magnetfeldunabhängige Größe angenommen werden.

Da jedes reale SQUID eine Induktivität L besitzt, setzt sich der Gesamtfluß in der SQUID-Schleife Φ aus dem angelegten Fluß Φ_{ext} und dem durch Ringströme $I_{circ} = (I_1 - I_2)/2$ eingekoppelten Fluß LI_{circ} zusammen. Es gilt: $\Phi = \Phi_{ext} + LI_{circ}$. Je größer die Induktivität L oder die Kopplungsstärke der Josephson-Kontakte, ausgedrückt durch den kritischen Strom I_c , je größer also der SQUID-Parameter β_L , desto mehr ähnelt das Verhalten des SQUIDs einer supraleitenden Schleife. Ein angelegter magnetischer Fluß wird zunehmend durch Abschirmströme kompensiert und dringt nicht mehr kontinuierlich, sondern quantisiert in Einheiten von Φ_0 in die Schleife ein. Für $\beta_L \gg 1$ berechnet sich der Ringstrom deshalb näherungsweise zu: $I_{circ} \approx -\frac{\Phi_{ext} - n\Phi_0}{L}$; er wird für wachsende SQUID-Induktivitäten also immer kleiner. Damit läßt sich grob die Modulation von I_{max} in Abhängigkeit des angelegten Flusses abschätzen: Wird über das SQUID ein Strom $I = I_{max}$ geführt und ausgehend von $\Phi_{ext} = 0$ zusätzlich magnetischer Fluß appliziert, so vergrößert sich beispielsweise I_2 um I_{circ} , während I_1 um dieselbe Größe reduziert wird. Weil aber $I_1 = I_2 + 2I_{circ}$ und I_2 auf I_c beschränkt ist, fließt über Kontakt 1 der Strom $I_1 \approx I_c + 2I_{circ}$ und der maximale Suprastrom über das SQUID berechnet sich zu:

$$I_{max} \approx 2I_c - \frac{2|\Phi_{ext} - n\Phi_0|}{L}. \quad (2.11)$$

Dieses Verhalten von I_{max} ist in Abbildung 2.3(b) für $L > 0$ H skizziert. Mit steigender Induktivität reduziert sich also dem zufolge die Modulationsamplitude von I_{max} : $2I_c - I_{max}(\Phi_{ext} = \frac{1}{2}(2n+1)\Phi_0) \approx \Phi_0/L$ bezüglich eines angelegten sich verändernden magnetischen Flusses Φ_{ext} . Weitergehende Erkenntnisse zur I_{max} -Modulationsamplitude in Abhängigkeit der Induktivität liefern numerische Simulationen [DE BRUYN OUBOTER und DE WAELE, 1970, TESCHE und CLARKE, 1977].

Nicht nur der Absolutwerte des SQUID-Parameters β_L wirkt sich auf die Modulationstiefe von I_{max} aus, sondern auch mögliche asymmetrische Verteilungen von I_c , R oder L im SQUID. Besteht zwischen Kontakt 1 und 2 eine Differenz $\Delta I_c = |I_{c,1} - I_{c,2}|$ in deren kritischen Strömen $I_{c,i}$, so moduliert I_{max} mit steigendem ΔI_c immer schwächer. Außerdem verschiebt ein Wert $\Delta I_c > 0$ die Lage des Minimums in der $I_{max}(\Phi_{ext})$ -Abhängigkeit vom Wert $\Phi_{ext} = \Phi_0/2$ hin zu kleineren Werten und der Verlauf der Abhängigkeit zeigt bezüglich seines Minimums ein asymmetrisch periodisches Verhalten [TESCHE und CLARKE, 1977]. Eine Asymmetrie im Induktivitätsbelag eines SQUIDs, zum Beispiel durch eine asymmetrische Probengeometrie, verschiebt lediglich das Minimum der $I_{max}(\Phi_{ext})$ -Abhängigkeit, ändert aber nicht die Modulationstiefe von I_{max} .

2.3.3 Dc SQUIDs als Magnetfeldsensoren

Um SQUIDs als Sensoren für magnetischen Fluß einsetzen zu können, kann ein konstanter Biasstrom $I_B > 2I_c$ über das SQUID geführt werden. Gemessen wird dann die am SQUID abfallende Spannung V , die mit steigendem angelegtem magnetischem Fluß Φ_{ext} mit der Periode Φ_0 um eine mittlere Spannung V_m oszilliert (siehe Abbildung 2.4). Der genaue Verlauf der $V(\Phi_{ext})$ -Abhängigkeit für unterschiedliche SQUID-Parameter läßt sich durch numerische Integration der über I_{circ} gekoppelten Langevin-Gleichungen (2.6) der beiden Josephson-Kontakte, der Flußquantisierungsbedingung $\varphi_1 - \varphi_2 = 2\pi/\Phi_0(\Phi + LI_{circ})$ und der modifizierten zweiten Josephson-Gleichung (2.5) $\dot{\varphi}_1 + \dot{\varphi}_2 = 4eV/\hbar$ gewinnen [KLEINER, 1996, KOELLE *et al.*, 1999b]. Um kleinste magnetische Flüsse $\Phi_{ext} \ll \Phi_0$ messen zu können, wird der Arbeitspunkt so gewählt, daß einerseits der Spannungshub V_{pp} pro $\Phi_0/2$ möglichst groß ist, und andererseits eine zu messende Flußänderung im steilsten Punkt der näherungsweise sinusförmigen V - Φ_{ext} -Kennlinie, also im Wendepunkt, detektiert wird, weil dort die Transferfunktion $V_\Phi = \frac{\partial V}{\partial \Phi}$ maximal ist. V_{pp} wird durch entsprechende Wahl des Biasstroms I_B bei $I_{B,opt}$ maximiert. Der Wert von $I_{B,opt}$ hängt insbesonde-

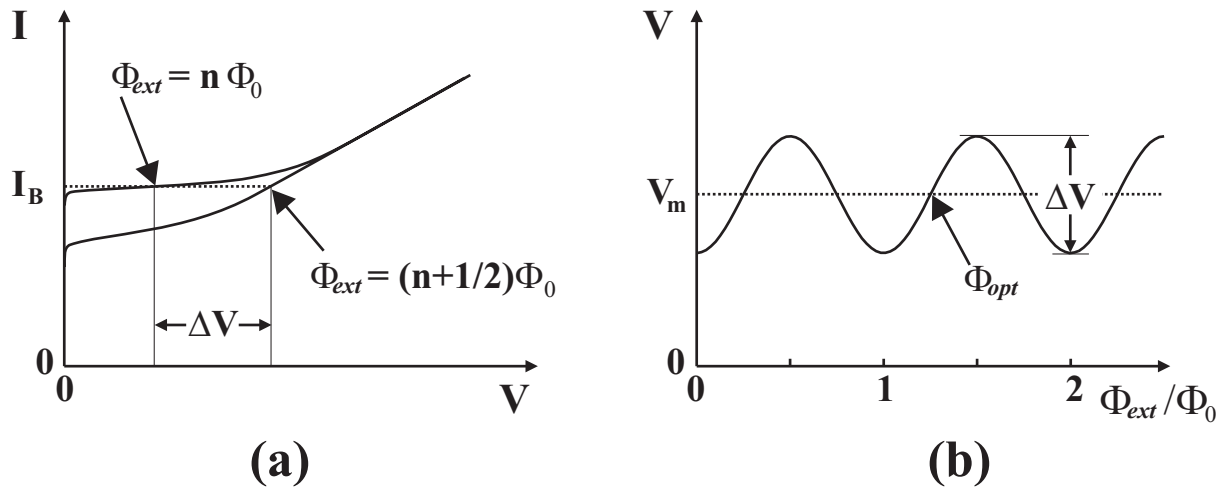


Abbildung 2.4: (a) Strom-Spannungs-Kennlinie und (b) Spannungs-Fluß-Verlauf eines dc SQUIDs

re vom Rauschparameter Γ ab [BARTHEL *et al.*, 1999]. Die Einstellung des optimalen Arbeitspunkts Φ_{opt} bezüglich des magnetischen Flusses (siehe Abbildung 2.4(b)) erfolgt durch Anlegen eines dc-Offset-Magnetfelds, das von einer entsprechenden Elektronik kontrolliert wird.

Um schließlich den Betrag der magnetische Flußdichte $B = |\vec{B}|$ bestimmen zu können, muß wegen $\Phi = \int_A \vec{B} d\vec{A}$ der gemessene Fluß Φ_{ext} durch die effektive Fläche A_{eff} des verwendeten SQUIDs geteilt werden. A_{eff} kann mit Hilfe eines geeichten Referenz-SQUIDs oder in einem bekannten Magnetfeld beispielsweise mit Hilfe eines Helmholtz-Spulenpaars bestimmt werden.

Soll neben dem Betrag auch die Richtung des Magnetfelds vermessen werden, so müssen drei SQUIDs zu sogenannten Vektormagnetometern angeordnet werden. Jedes SQUID mißt dabei die Feldkomponente in einer Raumrichtung. Häußler hat ein dreidimensionales Array in Form eines Würfels aus acht Josephson-Kontakten vorgeschlagen, also ein Kontakt pro Würfecke, was den Vorteil hätte, von nur einer Elektronik ausgelesen werden zu können [HÄUSSLER, 1998].

Wegen der periodischen Abhängigkeit der SQUID-Spannung V vom magnetischen Fluß Φ_{ext} besteht bei der Verwendung von SQUIDs als Magnetfeldsensoren ein prinzipielles Problem in der Bestimmung des Magnetfeldnullpunkts. In den meisten SQUID-Anwendungen werden deshalb nicht absolute Feldstärken, sondern Flußänderungen gemessen.

2.3.4 Rauscheigenschaften von SQUIDs

In den bisherigen Überlegungen zu SQUIDs und insbesondere in der Stromgleichung (2.7) wurden mögliche intrinsische Rauschquellen nicht berücksichtigt. Reale SQUIDs, in denen magnetischer Fluß gemessen wird, zeigen jedoch Rauschen, dessen spektrale Verteilung $S_{\Phi}(f)$ unterhalb der Eckfrequenz f_{Eck} einer $1/f$ -Abhängigkeit folgt, wohingegen oberhalb von f_{Eck} , jedoch unterhalb der Josephson-Frequenz $f_{Jos} = V/\Phi_0$, alle Frequenzen gleichermaßen zum Rauschen beitragen, das Spektrum also weiß ist.

Dominiert eine einzelne niederfrequente Rauschquelle das SQUID-Spannungssignal in Form eines Schaltprozesses zwischen zwei diskreten Spannungsniveaus, so kann ein lorentzförmiges Spektrum beobachtet werden [MACHLUP, 1954] (siehe Abschnitt 5.3.3). In doppellogarithmischer Darstellung der Spektren gegen die Frequenz zeigt weißes Rauschen die Steigung 0, $1/f$ -Rauschen -1 und ein lorentzförmiges Spektrum die Steigung -2 . Zwei typische Spektren eines SQUIDs aus Korngrenzenkontakten sind in Abbildung 2.5 zu sehen.

Den verschiedenen Rauschanteilen liegen unterschiedliche Ursachen zugrunde, die in den folgenden Abschnitten diskutiert werden.

2.3.4.1 Weißes Rauschen

Da Hochtemperatur-SQUIDs im resistiven Bereich der Kennlinien betrieben werden (siehe Abbildung 2.4(a)), fließt immer auch ein Teil des Gesamttunnelstroms im Form eines Quasiteilchenstroms über die normalleitenden Kanäle R der Josephson-Kontakte im SQUID. Wie in jedem Ohmschen Widerstand entstehen deshalb auch hier Nyquistauschströme, deren spektrale Rauschdichte $S_I(f)$ mit T linear ansteigt: $S_I(f) = 4k_B T/R$. Diese rufen in den Normalwiderständen Spannungsrauschen $S_V(f)$ [TESCHE und CLARKE, 1977] und in der SQUID-Schleife selbst weißes Stromrauschen der spektralen Rauschdichte $S_J(f)$ hervor, das über die Josephson-Beziehungen (2.4) und (2.5) ebenfalls zum Spannungsrauschen $S_V(f)$ beiträgt. Auf die RSJ-artige Strom-Spannungskennlinie der meisten SQUIDs wirkt sich das Spannungsrauschen in Form einer Verrundung der Kennlinie beim Übergang vom supraleitenden zum resistiven Kennlinienbereich aus. Beide Spannungsrauschanteile führen im SQUID zu intrinsischem, weißem Flußrauschen $S_{\Phi}(f) = S_V(f)/V_{\Phi}^2$. Obwohl Supraströme dissipationslos und kohärent sind, also Cooper-Paare nicht unabhängig fluktuieren und damit keine intrinsische Rauschquellen sein können, rührt ein gewisser Beitrag zum Rauschspektrum von der Wechselwirkung der Paare mit Anregungen in der

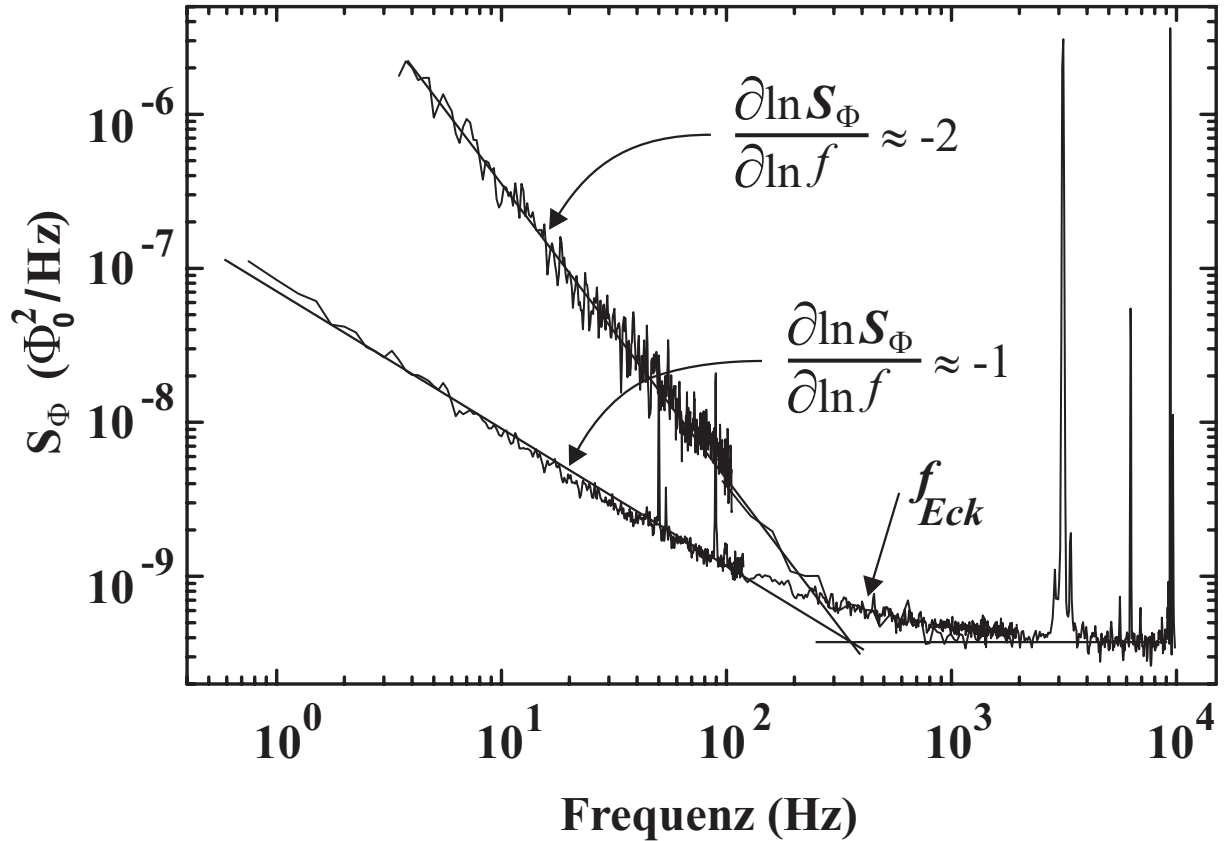


Abbildung 2.5: Typische Spektren eines dc SQUIDs bei einer Temperatur $T = 77$ K. Deutlich zu sehen sind $1/f^2$ - und $1/f$ -Rauschspektren neben weißem Rauschen bei Frequenzen $f < f_{Eck}$, beziehungsweise $f > f_{Eck}$. Lokale Maxima der spektralen Rauschleistung bei speziellen Frequenzen $f > f_{Eck}$ sind meßtechnisch bedingt.

Tunnelbarriere, wie thermischen Photonenfeldern, her [BARONE und PATERNO, 1982]. Numerische Lösungen der Langevin-Gleichungen, die einen Nyquiststromanteil I_N beinhalten, ergaben, daß das weiße Flußrauschen für einen typischen Wert des Rauschparameters $\Gamma = 0,05$ quadratisch mit der SQUID-Induktivität L ansteigt: $S_\Phi(f) = 16k_B T L^2 / R$ [TESCHE und CLARKE, 1977]. Ein gebräuchliches Maß für das weiße Flußrauschen in SQUIDs ist die Rauschenergie pro Frequenzbandbreite $\epsilon(f) \equiv S_\Phi(f) / 2L$. Für Low- T_c -SQUIDs mit $\beta_L \approx 1$ haben Tesche und Clarke gezeigt:

$$\epsilon(f) \approx 9k_B T L / R \approx 9k_B T \Phi_0 / 2I_c R. \quad (2.12)$$

Bei Hoch- T_c -SQUIDs liegen die experimentell gewonnenen Werte des weißen Rauschens deutlich über den theoretisch vorhergesagten. Mögliche Ur-

sachen hierfür sind: Zu niedrig abgeschätzte SQUID-Induktivitäten, insbesondere weil der Beitrag der kinetischen Induktivität nur ungenau bestimmt werden kann, eine nicht sinusförmige Strom-Phasenbeziehung und damit einhergehende Exzeßströme, die zu einer Überschätzung des $I_c R$ -Produkts führen, Resonanzen als Folge von parasitären Kapazitäten und eine zu niedrig angenommene Probertemperatur [KOELLE *et al.*, 1999b].

Weißes Nyquist-Rauschen, das beim Betrieb von SQUIDs durch die Ausleselektronik dem SQUID-Signal überlagert ist, kann durch Anpassung des dynamischen SQUID-Widerstands an den optimalen Wert der Meßelektronik bis auf eine Rauschtemperatur von wenigen Kelvin minimiert werden (siehe auch Abschnitt 3.2.4). Der Rauschbeitrag des Verstärkers kann bei typischen Betriebstemperaturen von $T \approx 77$ K daher vernachlässigt werden [KOELLE *et al.*, 1999b].

2.3.4.2 Niederfrequentes $1/f$ -Rauschen

Das für zahlreichen Anwendungen von Hoch- T_c -SQUIDs besonders störende niederfrequente $1/f$ -Rauschen hat im wesentlichen drei Ursachen:

- Bewegungen von magnetischen Flußschläuchen in supraleitenden Filmen
- Fluktuationen im kritischen Strom I_c der Josephson-Kontakte
- Widerstandsfluktuationen in den Josephson-Kontakten.

Trotz dem die meisten SQUID-Anwendung in Magnetfeldern $H < H_{c1}$ stattfinden, und sich damit auch Typ-II-Supraleiter in der Meißner-Phase befinden, also magnetische Flußschläuche aus dem Film verdrängt sein sollten, finden sich selbst bei Einkühlfeldern $H_0 \approx 0$ A/m immer noch einige Vortices im Supraleiter, die sich innerhalb gewisser Freiheitsgrade bewegen können und damit Flußrauschen in die SQUID-Schleife einkoppeln (siehe Abschnitt 4.3.2). Es wurde gezeigt, daß sich durch Überlagerung von unkorrelierten Spannungshüpfprozessen zwischen n Spannungsniveaus mit $n \in \mathbb{N}$ und $n \geq 2$, ein $1/f$ -artiges Spektrum ergibt [VAN DER ZIEL, 1950]. Deshalb wird inzwischen davon ausgegangen, daß während des Einkühlprozesses im Supraleiter gebildete Vortices zwischen unterschiedlichen Haft- oder Pinningzentren thermisch aktivierte Hüpfbewegungen ausführen: Dies manifestiert sich bei SQUIDs als niederfrequentes $1/f$ -Flußrauschen. Die spektrale Rauschdichte $S_{\Phi}^{1/2}(f)$ ist über die Flußkopplungsstärke $\frac{\partial \Phi}{\partial r}(r)$ im Abstand

r der Rauschquelle vom SQUID-Zentrum mit der spektralen Rauschdichte der Flußbewegung $S_r^{1/2}(f)$ korreliert:

$$S_{\Phi}^{1/2}(f) = \frac{\partial \Phi}{\partial r}(r) S_r^{1/2}(f) \quad (2.13)$$

Dieser Rauschanteil dominiert insbesondere bei $T \lesssim T_c$ [FERRARI *et al.*, 1989]. Ferrari konnte zeigen, daß die Hüpftrate exponentiell steigt, wenn die Pinningenergien der Vortices sinken. Die Mikrostruktur der Filme wirkt sich direkt auf die Pinningenergien und damit auf das niederfrequente $1/f$ -Flußrauschen der SQUIDs aus [FERRARI *et al.*, 1994, HUANG *et al.*, 1997] (siehe auch Abschnitt 4.3.3). Um systematisch den Zusammenhang zwischen Filmherstellungsprozeß und Rauscheigenschaften untersuchen zu können, müßte jeder Film nach dessen Herstellung einer Rauschmessung unterzogen werden, was sehr aufwendig wäre. Viele Gruppen ermitteln deshalb die kritischen Stromdichten der Filme als Maß für die Pinningkräfte. Dabei werden Informationen über die Pinningkräfte auf das Vortex-Gitter gewonnen, nicht aber über das dynamische Verhalten nur wenig wechselwirkender Vortices, das durch die Pinningenergien geprägt ist [KOELLE *et al.*, 1999b].

Da es bislang nicht möglich ist, die Rauschleistung des magnetischen Flußrausches einer den Film charakterisierenden Größe zuzuordnen, sind neben der integralen Methode der direkten Rauschmessung ortsauflösende Untersuchungen der Rauschquellen, also der im Film gepinnten Vortices, und der Mikrostruktur des Films unverzichtbar. Solche Messungen werden in dieser Arbeit in den Kapiteln 4 und 5 vorgestellt.

Zur Reduktion des niederfrequenten $1/f$ -Flußrausches werden unterschiedliche Strategien angewandt: Mit künstlichen Pinningzentren in Form gezielt erzeugter Filmdefekte kann die Beweglichkeit der einzelnen Fluktuatoren stark eingeschränkt werden. Dies wird beispielsweise durch Ionenbeschuß der Filme [SHAW *et al.*, 1996] oder durch kleine, in den supraleitenden Film geätzte Löcher, sogenannte Antidots, [SELDERS *et al.*, 1999a, MOCHSHALIKOV *et al.*, 1998, HEBARD *et al.*, 1977] erreicht. Untersuchungen an SQUIDs mit Antidots werden in dieser Arbeit in den Kapiteln 4 und 5 vorgestellt.

Ein anderer Weg wurde von Dantsker vorgestellt: Durch die Verwendung supraleitender Filmstege mit schmalen Stegbreiten w , ist es für magnetische Flußlinien bis zu einem magnetischen Schwellfeld $H_{Schwell} \approx \pi \Phi_0 / 4w^2$ energetisch ungünstig, in die Stege einzudringen [CLEM, 1996]. Damit sind die eigentlichen Rauschquellen, die magnetischen Flußquanten, unterhalb von $H_{Schwell}$ gar nicht im Film vorhanden, und das niederfrequente $1/f$ -

Flußrauschen ist deutlich reduziert [DANTSKER *et al.*, 1996]. Das Prinzip der Verwendung schmaler Stege zur Herstellung von SQUIDS wird von vielen Gruppen eingesetzt. Dies eröffnet die Möglichkeit, Hoch- T_c -SQUIDS für gewisse Anwendungen auch im Erdmagnetfeld von $B_{Erd} \approx 60 \mu\text{T}$, also in unabgeschirmter Umgebung, zu betreiben. Dies trägt zu enormer Kostenreduzierung durch den Wegfall teurer Abschirmeinrichtungen bei.

Auch Flußbarrieren [KOCH *et al.*, 1995, MILLIKEN *et al.*, 1997], die das Eindringen von Vortices in den Film verhindern und Methoden wie die Applikation von Mikrowellenstrahlung, mit denen Flußlinien zu Pinningzentren oder aus dem Film bewegt werden [SCHÖNE *et al.*, 1996, GAIL, 1999], können zur Reduzierung von niederfrequentem $1/f$ -Flußrauschen beitragen.

Fluktuationen der kritischen Ströme I_c und Normalwiderstände R der Josephson-Kontakte tragen in beachtlichem Maße zum niederfrequenten $1/f$ -Rauschen in Hoch- T_c -SQUIDS bei. In Filmen hoher Qualität dominiert der Beitrag durch I_c -Schwankungen sogar deutlich [KOCH *et al.*, 1992]. Im „Intrinsically Shunted Junction Modell“ [GROSS und MAYER, 1991] wird resonantes Tunneln von Quasiteilchen über in der Barriere lokalisierte Zustände als Transportmechanismus für den normalleitenden Stromkanal in Josephson-Kontakten vorgeschlagen. Dabei verharren Ladungsträger vorübergehend in den lokalisierten Zuständen, um diese nach einer gewissen Verweilzeit wieder zu verlassen. Dieser Prozeß führt zu Fluktuationen in der Tunnelbarrierenhöhe und folglich zu I_c - und R -Fluktuationen [MARX *et al.*, 1995]. Die normierten spektralen Rauschdichten der Fluktuationen der kritischen Ströme $s_{I_c} \equiv S_{I_c}/I_c^2$ und der Normalwiderstände $s_R \equiv S_R/R^2$ sind temperaturunabhängig und steigen linear mit R [MARX und GROSS, 1997].

Da bei den niedrigen Betriebsspannungen von SQUIDS Widerstandsfluktuationen im Vergleich zu I_c -Schwankungen nur eine untergeordnete Rolle spielen, soll auf diese nicht weiter eingegangen werden. I_c -Fluktuationen treten sowohl phasengleich als auch phasenverschoben auf. Erstere führen zu einem Spannungsabfall über dem SQUID, phasenverschobene Schwankungen hingegen erzeugen einen Strom entlang der SQUID-Schleife. Es gibt deutliche Hinweise darauf, daß phasengleiche I_c -Fluktuationen bei Temperaturen $T \ll T_c$ das niederfrequente SQUID-Rauschen dominieren [GROSS *et al.*, 1990].

$1/f$ -Rauschen in Hoch- T_c -SQUIDS als Folge von phasengleichen I_c -Fluktuationen läßt sich durch „Flußmodulation“ weitgehend eliminieren. Zur Unterdrückung von niederfrequenten Rauschsignalen, die durch phasenverschobene I_c -Schwankungen hervorgerufen werden, hat sich der von Koch vorgestellte „Bias Reversal“ Meßmodus [KOCH *et al.*, 1983, 1992] sehr

bewährt und etabliert. Beide Verfahren fanden in dieser Arbeit Verwendung und werden in Abschnitt 3.2.4 kurz vorgestellt.

2.3.5 Typen von Hoch- T_c -Josephson-Kontakten

Durch die spezifischen Eigenschaften von hochtemperatur-supraleitenden Materialien, wie der ausgeprägten Anisotropie oder der extrem kurzen Kohärenzlänge von typischerweise einigen Nanometern, ist für gute supraleitende Eigenschaften epitaktisches Wachstum bei der Dünnschichtpräparation erforderlich. Daher ist die Herstellung von Josephson-Kontakten kompliziert und die Gestaltungsmöglichkeit beim Probedesign häufig sehr eingeschränkt. Eine besondere Schwierigkeit bringt die Tatsache mit sich, daß die Barriereigenschaften der Hoch- T_c -Tunnelkontakte extrem empfindlich auf Defekte atomarer Größe reagieren. Bei Betriebstemperaturen von circa 77 K haben sich vor allem Bikristall-Korngrenzen- und Rampenkontakte als Josephson-Kontakte aus Hochtemperatur-Supraleitern für die Verwendung in dc SQUIDs etabliert [KOELLE *et al.*, 1999b].

Rampenkontakte

Rampenkontakte [GAO *et al.*, 1990, GROSS *et al.*, 1997] sind aus einer Supraleiter-Isolator-Supraleiter-Dreilagstruktur aufgebaut, wobei der Tunnelkontakt durch die Kopplung der ab-Ebenen der beiden c-Achsen-orientierten, supraleitenden Schichten über die circa 20 nm dicke isolierende Barriere zustande kommt. Skizziert ist dieser Aufbau in Abbildung 2.6(b). Vorteilhaft bei diesem Kontakttyp ist die freie Platzierbarkeit des Josephson-Kontakts auf dem Substrat, die gute Eignung für den Einsatz bei großen Magnetfeldern und die vergleichsweise hohe Beständigkeit gegenüber Alterungsprozessen und häufigen Abkühlzyklen. Da es noch kein einheitliches Modell zum Tunneltransportmechanismus gibt, und die Herstellung der Barriere nicht ausreichend gut kontrollierbar ist, läßt die Reproduzierbarkeit der Kontakte noch sehr zu wünschen übrig: Die Streuung insbesondere des Kontakt-Parameters I_c ist sehr groß. Dennoch lassen sich wegen der für SQUIDs wichtigen RSJ-artigen Strom-Spannungskennlinien, $I_c R$ -Produkten von circa 200 μV und $R \approx 1 \Omega$ (siehe Abschnitt 2.3.6) gute SQUIDs herstellen.

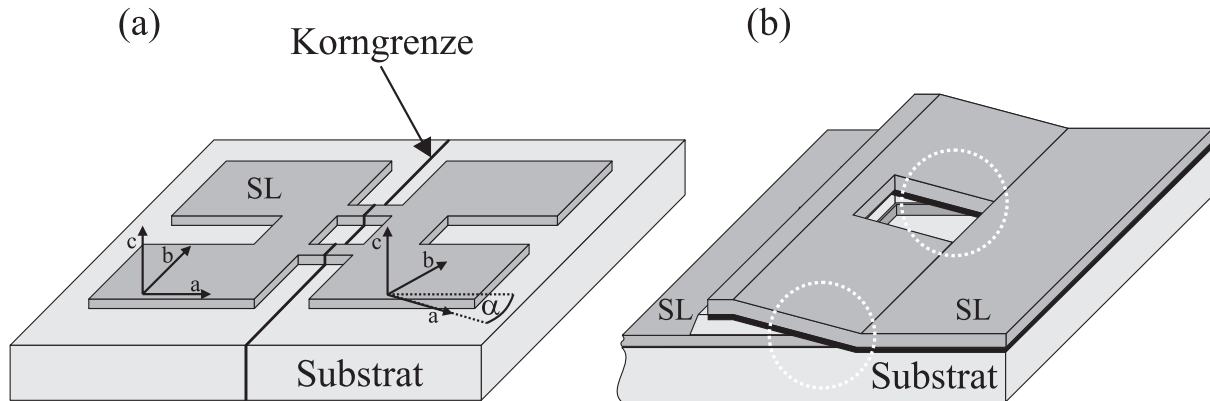


Abbildung 2.6: Dc SQUIDs bestehend aus jeweils zwei parallelen (a) Bikristall-Korngrenzen-, beziehungsweise (b) Rampenkontakten (durch weiß gestrichelte Kreise markiert). Die dicken schwarzen Bereiche zeigen die Tunnelbarrieren. Die supraleitenden Dünnschichten SL (dunkelgrau) sind epitaktisch auf den einkristallinen Substraten (hellgrau) aufgewachsen.

Korngrenzen-Josephson-Kontakte

Das erste SQUID aus Korngrenzen-Josephson-Kontakten auf der Basis eines polykristallinen YBCO-Films wurde von Koch *et al.* vorgestellt [KOCH *et al.*, 1987]. Für die Herstellung von definierten Korngrenzen-Josephson-Kontakten [CHAUDHARI *et al.*, 1988, GROSS, 1994, GROSS *et al.*, 1995] wird die Tatsache genutzt, daß Korngrenzen, die in epitaktisch gewachsenen, supraleitenden Filmen verlaufen, zur lokalen Unterdrückung des Ordnungsparameters führen. Deshalb können einzelne Korngrenzen gezielt als Tunnelbarrieren verwendet werden. Am erfolgreichsten für die Herstellung von SQUIDs aus Korngrenzenkontakten erweisen sich derzeit c-Achsen-orientierte Bikristall-Korngrenzenkontakte. Die einfachste Ausführung eines solchen SQUIDs ist in Abbildung 2.6(a) skizziert. Bikristall-Korngrenzenkontakte werden hergestellt, indem auf ein Bikristallsubstrat, dessen zwei einkristalline Substrathälften um einen definierten Winkel α von typischerweise 24° , 30° oder 36° um die c-Achse gedreht sind, ein epitaktischer hoch- T_c -supraleitender Dünnschicht aufgewachsen wird. Die Substratkorngrenze setzt sich in den Film hinein fort. Entlang dieser künstlichen Korngrenze, und zwar nur dort, können Josephson-Kontakte in den Film strukturiert werden.

Die kritische Stromdichte der Josephson-Kontakte j_c sinkt exponentiell mit steigendem α [GROSS und MAYER, 1991]. Die Ursache hierfür könn-

te in der Facettierung der Korngrenze, der d-Wellensymmetrie des Ordnungsparameters oder in der zunehmenden Barrierendicke für größer werdende Korngrenzenwinkel liegen. j_c läßt sich durch Tempern in Sauerstoffumgebung verändern [KAWASAKI *et al.*, 1992]. SQUIDs aus Bikristall-Korngrenzenkontakten finden wegen ihrer vergleichsweise einfachen Herstellbarkeit, akzeptabler Reproduzierbarkeit, der Verwendbarkeit unterschiedlichster Substrat- und Filmmaterialien [KOELLE *et al.*, 1999b], der RSJ-artigen Strom-Spannungscharakteristik bei Korngrenzenwinkeln $\alpha \gtrsim 15^\circ$ und akzeptablen Kontaktparametern mit $I_c R$ zwischen 0,1 – 0,3 mV, $J_c \approx 10^4$ A/cm² bei 77 K und einem spezifischen Widerstands-Flächenprodukt $\rho_n \approx 10^{-8}$ Ωcm² im Bereich der Hoch- T_c -Supraleiter die derzeit größte Verbreitung. Auch in dieser Arbeit wurden sie verwendet.

2.3.6 Optimierung der SQUID-Eigenschaften

Eine wichtiger Teil dieser Arbeit bestand im Entwurf des Designs und der Herstellung neuer Proben. Deshalb soll hier kurz zusammengefaßt werden, welche Kriterien unbedingt zu berücksichtigen sind, um SQUIDs für deren Einsatz zu optimieren. Diskutiert werden nur Hoch- T_c -SQUIDs aus Bikristall-Korngrenzenkontakten, da dieser Josephson-Kontakttyp in dieser Arbeit untersucht wurde.

SQUIDs werden meist als Magnetometer, also Magnetfeldsensoren, verwendet. Nicht S_Φ , sondern $S_B \equiv S_\Phi/A_{eff}^2$ ist daher die relevante Rauschgröße. Besonders wichtig ist deshalb, deren Empfindlichkeit und Auflösung gegenüber Magnetfeldern- oder Feldänderungen zu maximieren. Dies geschieht durch günstige Wahl des Josephson-Kontakttyps und der Kontaktparameter I_c , R , $I_c R$, β_c , aber auch durch ein optimiertes Probendesign und damit der richtigen Einstellung der SQUID-Induktivität L , des SQUID-Parameters β_L und der im SQUID effektiv für Magnetfelder empfindlichen Fläche A_{eff} . Ein sehr enger Rahmen für die Parameteroptimierung der Hoch- T_c -SQUIDs ist durch folgende Anforderungen gesetzt:

- Die Strom-Spannungs-Kennlinie von SQUIDs darf kein hysteretisches Verhalten zeigen.
- Die Josephson-Kontakte der SQUIDs sollten reproduzierbar herzustellen sein und langzeitstabile Eigenschaften besitzen.
- Die Transferfunktion $V_\Phi = \frac{\partial V}{\partial \Phi}$ sollte möglichst groß sein.

- Sowohl weißes, als auch niederfrequentes $1/f$ -Rauschen müssen minimiert werden.
- Um S_B zu reduzieren, sollten SQUIDS eine möglichst große effektive Fläche A_{eff} besitzen.

Kontaktparameter: β_c , kritischer Strom I_c , Normalwiderstand R und $I_c R$ -Produkt

Im Rahmen des RCSJ-Modells kann gezeigt werden, daß Strom-Spannungskennlinien von Josephson-Kontakten für $\beta_c \leq 1$ nichthysteretisch sind. Hoch- T_c -Kontakte besitzen bei $T = 77$ K meist $\beta_c \ll 1$. Der Strom-Spannungsverlauf wird recht gut durch das die Kapazität vernachlässigende RSJ-Modell beschrieben und zeigt keine Hysterese. Wegen $\beta_c \sim I_c R^2 \sim j_c \varrho_n^2$ kann bei sehr großen spezifischen Normalwiderständen ϱ_n und tiefen Temperaturen (also großen j_c) $\beta_c > 1$ erreicht werden.

Die Verrundung der Strom-Spannungskennlinie durch Nyquist-Rauschen, beziehungsweise die Forderung, daß die Josephson-Kopplungsenergie $E_j = I_c \Phi_0 / 2\pi$ größer als die thermische Energie $E_{th} = k_B T$ sein muß ($\Gamma \leq 1$), liefert bei einer Temperatur von $T = 77$ K eine untere Grenze für den kritischen Strom der Josephson-Kontakte von $I_{th} = 2\pi k_B T / \Phi_0 \approx 3,3 \mu\text{A}$.

Bei der Entwicklung von Strategien zur Rauschoptimierung der Josephson-Kontakte muß wieder zwischen weißem und niederfrequenten $1/f$ -Rauschen unterschieden werden: Zur Minimierung der Rauschenergie $\epsilon(f)$ muß nach Gleichung (2.12) das $I_c R$ -Produkt der Kontakte möglichst groß eingestellt werden, da ϵ linear mit dem reziproken Wert des $I_c R$ -Produkts der Josephson-Kontakte sinkt. Wünschenswert wären hier also große kritische Ströme I_c und Normalwiderstände R . Zu große Werte von I_c sollten allerdings wegen deren negativem Effekt auf den SQUID-Parameter β_L vermieden werden (siehe unten). Es ist daher wünschenswert, R und I_c unabhängig von einander einstellen zu können. Diese Anforderung erfüllt bislang kein Kontakttyp in optimaler Weise. Dennoch ist es möglich, die kritische Stromstärke durch tempern in unterschiedlicher Sauerstoffumgebung über eine Größenordnung zu variieren [KAWASAKI *et al.*, 1992]. Angedacht wurde auch die Möglichkeit, Korngrenzenkontakte durch Bestrahlung im Elektronen- oder LASER-Mikroskop nach deren Herstellung auf optimale I_c - und R -Werte zu trimmen [TAFURI *et al.*, 1997].

In der Praxis hat sich die Einstellung des kritischen Stroms über die Breite des Korngrenzenkontakts als sinnvolle Methode erwiesen, obgleich da-

durch allenfalls β_L optimiert werden kann, nicht aber $I_c R$, weil $I_c R$ von der Kontaktbreite unabhängig ist. Außerdem lassen sich photolithographisch Strukturgrößen kleiner als circa $1 \mu\text{m}$ nicht mehr reproduzierbar und frei von Kantendegradationen herstellen.

Die Variation der Filmdicke bietet bei Dünnschichten eine weitere Möglichkeit, den kritischen Strom I_c einzustellen, da, wie bei der Reduzierung der Kontaktbreite, mit sinkender Filmdicke die Kontaktfläche und damit I_c kleiner wird. Auch eine nachträgliche Ausdünnung des Films im Kontaktbereich kann erwogen werden, führt aber möglicherweise zur Schädigung der Josephson-Kontakte. Zu dünne Filmdicken können zu erheblichen Beiträgen kinetischer Induktivität L_{kin} zur Gesamtinduktivität des SQUIDs führen, da L_{kin} pro Fläche proportional zum reziproken Wert der Filmdicke ansteigt [GRUNDLER *et al.*, 1995].

Wie in Abschnitt 2.3.4 beschrieben hängen die spektralen Rauschdichten S_{I_c} und S_R von der Konzentration der lokalisierten Zustände in der Tunnelbarriere ab. Eine große Anzahl an Zuständen führt zu starken Fluktuationen sowohl des kritischen Stroms, als auch des Normalwiderstands und damit zu niederfrequentem $1/f$ -Rauschen der SQUIDs. Die Reduzierung der lokalisierten Zustände könnte über neuartige Kontakttypen erreicht werden, deren Barrieren höchste Ansprüche bezüglich Homogenität und Reinheit des Kristallgitters erfüllen müßten. Bei Korngrenzenkontakten läßt sich auf die Qualität der Barriere allenfalls über den Sauerstoffgehalt Einfluß nehmen. Niederfrequentes $1/f$ -Rauschen als Folge von I_c -Fluktuationen läßt sich meßtechnisch sehr stark reduzieren (siehe Abschnitt 3.2.4).

Die Streuung der kritischen Ströme und Normalwiderstände läßt sich bei Korngrenzenkontakten nur durch Aufwuchsprozesse minimieren, die die Herstellung von glatten, ausscheidungsfreien Filmen ermöglichen. Dennoch liegen die I_c - und R -Streuungen auf einem Chip typischerweise etwa bei etwa $\pm 20\%$. Unterschiedliche I_c s zweier Kontakte eines SQUIDs reduzieren, wie im Abschnitt 2.3.2 dargelegt wurde, die Modulationstiefe des Stroms I_{max} und damit auch die Transferfunktion V_Φ , was zu erhöhtem weißem Flußrauschen führt.

SQUID-Parameter: β_L und SQUID-Induktivität L

Im Abschnitt 2.3.2 wurde diskutiert, daß β_L und die Induktivität der SQUID-Schleife L für den charakteristischen I_c -Fluß-Verlauf eines SQUIDs von entscheidender Bedeutung sind. Je größer L , desto kleiner ist der durch den magnetischen Fluß in der Schleife induzierte Ringstrom und damit auch

der Effekt des magnetischen Flusses auf den maximalen Strom I_{max} und die gemessene SQUID-Spannung. Andererseits steigt wegen $\Phi = \int_{A_{eff}} B dA$ und $S_B = S_\Phi / A_{eff}^2$ die Magnetfeldempfindlichkeit eines Magnetometers mit zunehmender effektiver Fläche an. Eine Vergrößerung von A_{eff} führt aber immer auch zu einer Erhöhung von L .

Neben der geometrischen Induktivität $L_{geom} \equiv 2E_{magn}/I_{circ}^2$, also dem Proportionalitätsfaktor zwischen magnetischer Energie des Flusses in der SQUID-Schleife E_{magn} und dem Quadrat des Ringstroms I_{circ} , darf auch die kinetische Induktivität $L_{kin} \equiv E_{kin}/I_{circ}^2$ nicht außer Acht gelassen werden. E_{kin} ist die kinetische Energie der am Ringstrom beteiligten Ladungsträger. Beide Anteile tragen zur Gesamtinduktivität $L = L_{geom} + L_{kin}$ bei und müssen bei der Parameteroptimierung berücksichtigt werden.

Ein oberes Limit der Induktivität L ergibt sich aus der Forderung, daß die thermische Energie $E_{therm} = k_B T$ kleiner sein muß als die magnetische Feldenergie eines Flußquants in der SQUID-Schleife $E_{magn, \Phi_0} = \Phi_0^2 / 2L$. Bei $T = 77$ K sollte daher die Induktivität der Schleife den Wert von $L_{th} \equiv \Phi_0^2 / 2k_B T = 321$ pH nicht wesentlich überschreiten. Für $L/L_{th} \gtrsim 1$ nimmt die Transferfunktion mit steigendem L wesentlich stärker als R/L ab [KOELLE *et al.*, 1999b].

Um das weiße Flußrauschen $S_\Phi(f) = S_V(f)/V_\Phi^2$ und die Rauschenergie $\epsilon(f) = S_\Phi(f)/2L$ in SQUIDS minimieren zu können, haben Kölle *et al.* die Abhängigkeiten des Spannungsrauschens $S_V(f)$ und der Transferfunktion V_Φ von β_L und L untersucht [KOELLE *et al.*, 1999b]: Während sich $S_V(f)$ nur sehr schwach mit L und β_L ändert, zeigt die Transferfunktion bei 77 K für $\beta_L \approx 0,5$ ein Maximum. $V_\Phi(L)$ sinkt für Induktivitäten kleiner circa 65 pH langsam mit steigendem L und fällt für Werte $L \gtrsim 65$ pH steil ab. Dieses Verhalten spiegelt sich direkt in den $\epsilon(\beta_L)$ - und $\epsilon(L)$ -Verläufen bei $T = 77$ K wieder: Die Rauschenergie ist bei konstanter Induktivität minimal für $\beta_L \approx 0,5$. $\epsilon(L)$ steigt bei festem β_L nach konstantem Verlauf für $L \lesssim 60$ pH für größere L stark an.

Zusammenfassend kann gesagt werden, daß beim Design von SQUIDS für den Betrieb bei $T = 77$ K $\beta_L \approx 0,5 - 1$ als optimaler Wert des SQUID-Parameters anzustreben ist, und die SQUID-Induktivität einen Wert von $L \approx 60$ pH nicht überschreiten sollte. Daraus ergibt sich ein optimaler kritischer Strom von $I_c \approx 8 - 16 \mu A$, der meist über die Breite b der Josephson-Kontakte eingestellt wird. Bei typischen Stromdichten von circa 10^4 A/cm² und Filmdicken von circa 200 nm zeigen die Kontakte kritische Ströme $I_c/b \approx 20 \mu A/\mu m$. Verbesserte Rauscheigenschaften lassen sich in gewissem Rahmen durch Tempern erreichen: Durch erhöhte Temperatur wird dabei

die Beweglichkeit von Sauerstoff in der Korngrenze erhöht, so daß dieser vermehrt ausdiffundieren kann. Dies kann zur Absenkung der kritischen Stromdichte j_c und damit zur Erniedrigung von β_L führen. Allerdings sinkt gleichzeitig auch $I_c R$ auf kleinere Werte.

2.3.7 Abschätzung von L und A_{eff}

Im Gegensatz zur effektiven Fläche A_{eff} , die durch Vergleichsmessung mit einem SQUID mit bekannter A_{eff} oder durch Magnetfeldmessung in einer geeichten Helmholtz-Spule für jede Probe gemessen werden kann, gibt es bislang keine Methode, SQUID-Induktivitäten für beliebige Proben experimentell zu bestimmen. Sie sind häufig nur sehr grob abschätzbar. Die Gründe hierfür sind die teilweise sehr komplizierten SQUID-Geometrien, aber auch der mögliche Beitrag von kinetischen Induktivitäten L_{kin} , die ihre Ursache in der Massenträgheit der Cooper-Paare finden [TÖPFER und UHLMANN, 1994]. Deshalb werden zu deren Abschätzung beispielsweise die Londonischen Gleichungen für die jeweiligen Designs numerisch gelöst [TÖPFER, 1991] oder einfacher der Washerschlitz und der Bereich der Josephson-Kontakte als zwei koplanare Streifenleitungen betrachtet [GRUNDLER *et al.*, 1995], deren Induktivitätsberechnung auf Faustformeln [CANTOR, 1996] beruht. Für die in dieser Arbeit verwendeten Washer-SQUIDs (siehe Abschnitt 2.4) berechnet sich die Induktivität $L = L_{Loch} + L_{Schlitz} + L_{Jos} + L_{kin}$. Manche Designs haben am Ende des Washerschlitzes, der mit $L_{Schlitz}$ zu L beiträgt, ein SQUID-Loch, dessen Induktivität L_{Loch} für $W = (D-d)/2 > d$ aus der Lochbreite d und der Washerbreite D zu bestimmen ist [JAYCOX und KETCHEN, 1981]:

$$L_{Loch} = 1,25\mu_0 d \approx (1,57 \text{ pH}/\mu\text{m})d. \quad (2.14)$$

Dieser Beitrag muß auch in Designs ohne Loch bei großer Schlitzbreite berücksichtigt werden. Desweiteren tragen zur Induktivität L_{Jos} der Stege, welche die Josephson-Kontakte enthalten, und die kinetische Induktivität L_{kin} bei. Mit der Länge des SQUID-Schlitzes l läßt sich $L_{Schlitz}$ nach Ketchen in guter Näherung abschätzen [KETCHEN, 1991]:

$$L_{Schlitz} \approx (0,3 - 0,4 \text{ pH}/\mu\text{m})l. \quad (2.15)$$

Der Beitrag der Induktivität L_{Jos} der Kontaktstege und der kinetischen Induktivität L_{kin} lassen sich nur schwer bestimmen. L_{Jos} beträgt typischerweise etwa 1-2 pH pro Steglänge in μm und kann bei langen SQUID-Löchern

gegenüber $L_{Schlitz}$ vernachlässigt werden. Unter der Annahme einer homogenen Stromverteilung in einem supraleitenden Filmstreifen der Länge s , was für Filme deren Filmdicken t kleiner als die Eindringtiefe λ_L sind und deren Breiten $b \gg t$ grob gegeben ist, gilt [LEE und LEMBERGER, 1993]:

$$L_{kin} \approx \mu_0 \frac{\lambda^2}{tb} s. \quad (2.16)$$

Wichtig wird L_{kin} vor allem bei Temperaturen $T \approx T_c$, da λ_L in der Nähe der kritischen Temperatur T_c sehr stark anwächst. Bei niedrigeren Temperaturen läßt sich für die verwendeten Washer-SQUIDs mit Gleichung (2.16) L_{kin} auf ungefähr 1 pH abschätzen. Besonders groß ist der relative Beitrag der kinetischen Induktivität im Bereich der Josephson-Kontakte, weil dort mit $b \approx 1 \mu\text{m}$ die Stegbreite des Films sehr klein ist.

Trotz der unterschiedlichen Möglichkeiten, die SQUID-Induktivitäten abzuschätzen, besteht über die wirklichen Werte weiterhin Unsicherheit. Diskrepanzen in den durch numerische Simulationen vorhergesagten und den gemessenen Rauschleistungen von SQUIDs könnten ein Hinweis darauf sein, daß die angenommenen Werte der SQUID-Induktivitäten unter den tatsächlichen Werten liegen [ENPUKU *et al.*, 1995].

Die effektive Fläche A_{eff} eines quadratischen Washer-SQUIDs des Ketchen-Typs, wie sie in dieser Arbeit verwendet wurden (siehe Abbildung 2.8), läßt sich aus der jeweiligen Probengeometrie bestimmen. Mit der Seitenlänge des Washers D und der Breite des Washerschlitzes d gilt in guter Näherung [KETCHEN *et al.*, 1985]:

$$A_{eff} = cdD. \quad (2.17)$$

Über die Konstante $c \approx 1$ findet der Einfluß der speziellen Probengeometrie, zum Beispiel des Washerschlitzes, auf die Flußfokussierung des Washers Berücksichtigung. Exaktere Werte von A_{eff} liefert für beliebige Probengeometrien beispielsweise die numerische Minimierung der totalen elektromagnetischen Energie [JANSMANN *et al.*, 1998].

Werden SQUIDs bei Temperaturen nahe T_c betrieben, so kann der Einfluß der temperaturabhängigen magnetischen Eindringtiefe $\lambda_L(T)$ an Bedeutung gewinnen, und Gleichung (2.17) muß modifiziert werden zu: $A_{eff} = c(d + 2\lambda_L(T))(D - 2\lambda_L(T))$ [TER BRAKE *et al.*, 1997]. Es wird deutlich, daß Temperaturschwankungen über Fluktuationen von A_{eff} zu magnetischem Flußrauschen führen können, da der Fluß in der SQUID-Schleife Φ direkt von A_{eff} und der das SQUID umgebenden magnetischen

Flußdichte B abhängt:

$$\Phi = BA_{eff} \quad (2.18)$$

2.4 Probendesign und -Parameter

In dieser Arbeit wurden einlagige SQUIDs aus Bikristall-Korngrenzenkontakten verwendet. Da erstmals SQUIDs als höchstempfindliche Magnetfeldsensoren innerhalb eines Rasterelektronenmikroskops untersucht werden sollten, mußten zunächst qualitativ hochwertige, das heißt rauscharme SQUIDs entworfen und hergestellt werden, da im Elektronenmikroskop mit erheblichen Störeinflüssen durch die magnetischen Linsen, die Steuerelektronik und die gesamte Vakuumtechnik zu rechnen war.

YBCO findet als hoch- T_c -supraleitendes Material bei der Herstellung von SQUIDs heute große Verbreitung, da die Herstellung sehr gut beherrscht wird, die Pinningkräfte auf magnetischen Flußschläuchen im Vergleich zu anderen Hoch- T_c -Materialien groß sind und eine Vielzahl verschiedener Substratmaterialien verfügbar sind, deren Gitterkonstanten ungefähr der von YBCO in a- und b-Richtung entsprechen [BRAGINSKI, 1993, 1996]. Deshalb konzentrieren sich auch unsere Untersuchungen auf YBCO-SQUIDs.

Das Institut für Schicht- und Ionentechnik des Forschungszentrums Jülich stellte uns freundlicherweise LASER ablierte YBCO-Dünnsfilme zur Verfügung, die epitaktisch auf SrTiO_3 -Bikristallsubstraten aufgewachsen waren. Die Abscheidung von Dünnsfilmen mit Hilfe der gepulsten Laserdeposition (Pulsed Laser Deposition (PLD)) ist in [WÖRDENWEBER, 1999a] ausführlich beschrieben. Die Filme hatten die vorteilhafte Eigenschaft, daß ihre Oberflächen sehr glatt waren, also geringere Dichten an kupferhaltigen Ausscheidungen zeigten als die selbst gesputterten Filme. Dies ist insbesondere im Bereich der Filmkorngrenze von großem Vorteil, weil dort die Korngrenzen-Josephson-Kontakte angeordnet sind, und Ausscheidungen entlang der Korngrenzen die Kontaktqualität stark einschränken können. Deutlich zu sehen als helle Punkte sind solche Ausscheidungen in Abbildung 2.7(b), die bei der abgebildeten Probe teilweise auch in den Korngrenzenkontakten liegen.

Zur Kontaktierung wurden in einer Elektronenstrahlaufdampfanlage auf den YBCO-Film circa 50 – 100 nm dicke Goldflächen aufgewachsen. Auf diese sogenannten Pads konnte mit 25 μm Aluminiumdraht gebondet werden.

Es wurden ausschließlich c-Achsen-orientierte Filme verwendet, deren

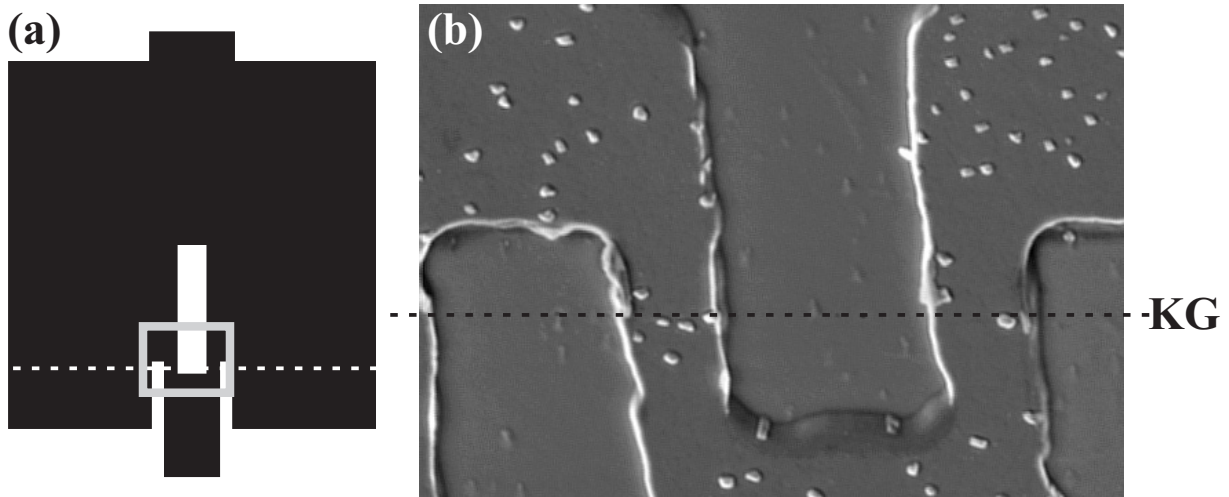


Abbildung 2.7: (a) Skizze eines Typ AC SQUIDs. Der graue Rahmen markiert den in (b) dargestellten Bereich einer rasterelektronenmikroskopischen Abbildung von zwei typischen Korngrenzen-Josephson-Kontakten auf der Basis eines YBCO-Films auf SrTiO_3 . Die gestrichelte Linie deutet die Lage der die beiden Filmstreifen horizontal schneidenden Korngrenze an.

Korngrenzenwinkel 24° und $36,8^\circ$ betragen. Die Dicke der Filme t lag immer zwischen 150 nm und 200 nm, die Breite der Korngrenzenkontakte b_{JJ} wurde auf $1 - 1,5 \mu\text{m}$ eingestellt, so daß die typischen kritischen Stromdichten der verwendeten Korngrenzen-Josephson-Kontakte für $\alpha = 24^\circ$ und $T = 77 \text{ K}$ bei $j_c \approx 5 \times 10^{-4} \text{ A/cm}^2$ lagen.

Die Strukturierung der Proben erfolgte durch Photolithographie und anschließendem Ätzen, wobei sowohl Projektions- als auch Kontaktbelichtung angewandt wurde. Die Filme wurden physikalisch Ar-Ionenstrahl- aber auch naßchemisch in 0,1% H_3PO_4 -Säure geätzt. Die Ionenstrahlätzprozesse wurden zum Teil in der institutseigenen Anlage, sowie am Lehrstuhl für Angewandte Physik des II. Physikalischen Instituts der Universität zu Köln durchgeführt, während das Ätzen in Phosphorsäure am Forschungszentrum Jülich erfolgte.

Untersucht wurden einlagige Washer-SQUIDs des Ketchen-Typs [KETCHEN, 1981, JAYCOX und KETCHEN, 1981], die in Abbildung 2.8 zu sehen sind, wobei die Probengeometrie vielfach variiert wurde. Die Bezeichnungen der abgebildeten SQUID-Typen wurde von [KOELLE *et al.*, 1999b] übernommen. Weitere Messungen wurden an einem mehrlagigen, integrierten Magnetometer durchgeführt, dessen Aufbau in [STRAUB, 1999] detailliert beschrieben ist. Auf einem 0,5 mm oder 1 mm dicken und $10 \times 10 \text{ mm}^2$

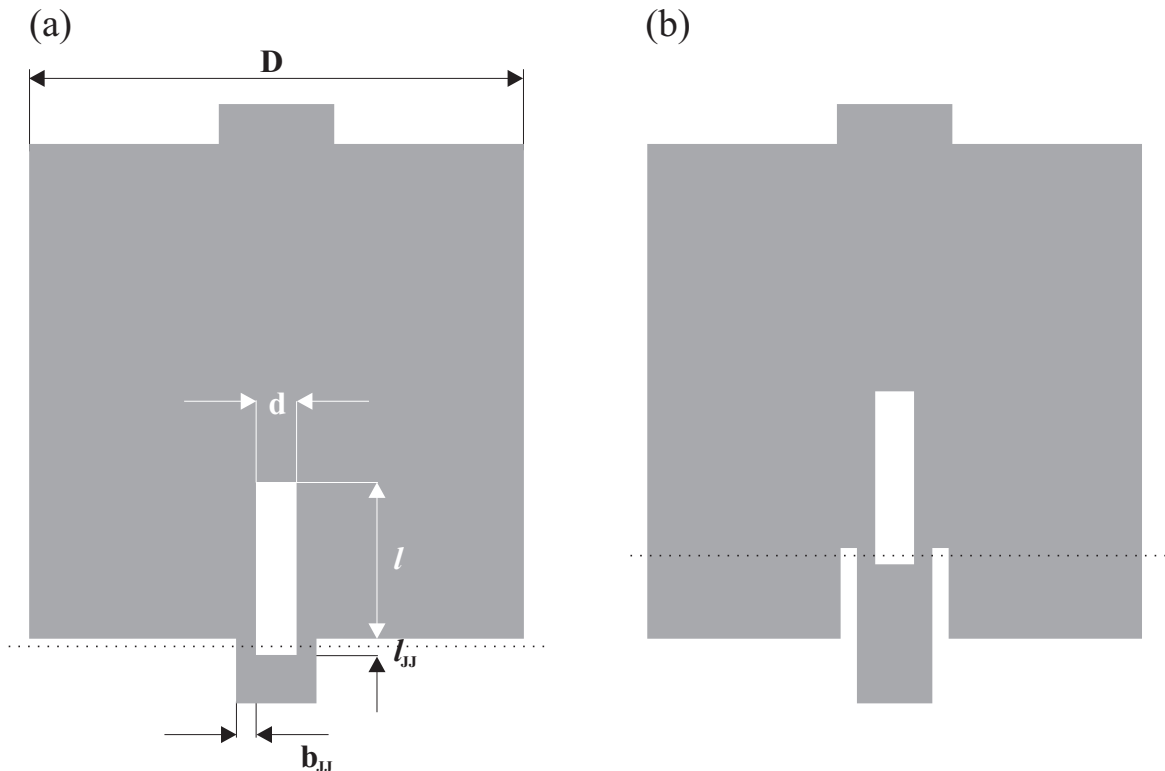


Abbildung 2.8: Schematische Darstellungen von Bikristall SQUID-Designs. Graue Flächen zeigen die Bereiche des YBCO-Films. Die schwarz gestrichelten Linien markieren den Verlauf der Korngrenze. (a) Typ AA: Korngrenze verläuft außerhalb des Washers, (b) Typ AC: Korngrenze verläuft im Washer. Die Größen l_{JJ} und b_{JJ} kennzeichnen die Länge, beziehungsweise die Breite der Filmstreifen im Bereich der Josephson-Kontakte.

großen YBCO beschichteten SrTiO_3 -Bikristall-Chip konnten bis zu 20 Proben untergebracht werden, so daß auf jedem Chip immer einige SQUIDs des gleichen Designs plaziert waren. Dies sollte die Wahrscheinlichkeit dafür erhöhen, von möglichst jedem Design mindestens eine gute Probe pro Chip zur Verfügung zu haben.

Beim Entwurf der Probengeometrien mußten folgende Aspekte berücksichtigt werden:

- Um SQUIDs überhaupt im TTREM betreiben und untersuchen zu können, mußten Proben hoher Qualität zur Verfügung stehen; die Parameter der SQUIDs sollten möglichst optimiert sein (siehe Abschnitt 2.3.6).
- Da Flußschläuche in Hoch- T_c -Filmen als Hauptursache für das stören-

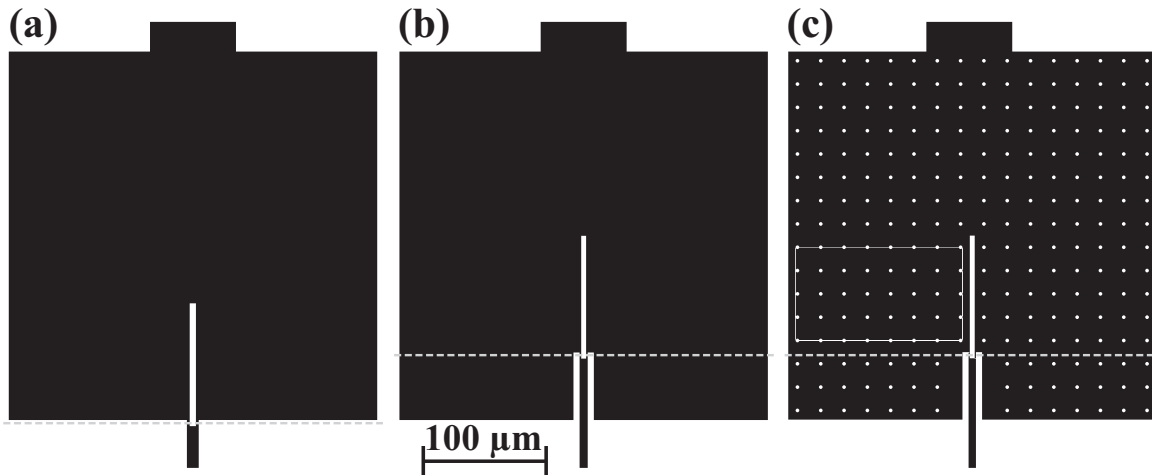


Abbildung 2.9: Maßstabsgetreue Darstellung unterschiedlicher SQUID-Typen: (a) Typ AA, (b) Typ AC und (c) Typ AC 19 SQUIDs. Die schwarzen Flächen stellen den YBCO-Film dar. Korngrenzen sind durch gestrichelte Linien markiert.

de niederfrequente $1/f$ -Rauschen gelten und deren Verhalten in SQUIDS ortsaufgelöst untersucht werden sollte, bot es sich an, zunächst einlagige Washer-SQUIDS zu verwenden, in deren Filmen immer ausreichend Fehlstellen vorhanden sind, so daß damit gerechnet werden konnte, dort auch in Magnetfeldern, deren Wert unter dem des unteren kritischen Feld H_{c1} von YBCO liegt, Flußschläuche anzutreffen.

- Um die Wechselwirkung zwischen Flußschläuchen und Antidots untersuchen zu können, wurden Antidots zunächst mit $3 \mu\text{m}$, dann mit variablem Durchmesser und Abstand in die Filme strukturiert.
- Da auch das Verhalten von Flußschläuchen in Filmkorngrenzen untersucht werden sollte, mußten Proben zur Verfügung stehen, deren Bikristallkorngrenze idealerweise den Washer schneidet.

Wie in [KOELLE *et al.*, 1999b] soll unterschieden werden zwischen Washer-SQUIDS, deren Bikristallkorngrenze außerhalb oder durch den Washer verläuft. Diese werden als Typ-AA-, beziehungsweise als Typ-AC-SQUIDS bezeichnet (Abbildung 2.9(a) beziehungsweise (b)). Bezeichnungen von SQUIDS, deren Washer ein regelmäßiges Gitter aus Antidots beinhalten, werden um den Wert der Gitterkonstanten in μm erweitert, also haben beispielsweise die Antidots im SQUID-Typ AC19, der in Abbildung 2.9(c)

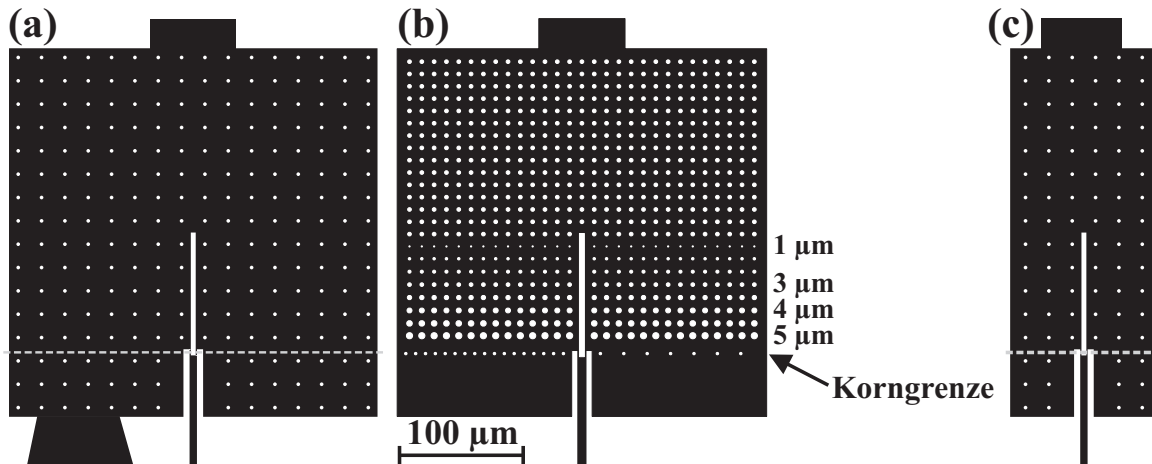


Abbildung 2.10: Drei verschiedene Typ AC19-SQUID-Designs mit kontaktierbarem Washer (a), variablem Antidotdurchmesser (b) und reduzierter Washerbreite $D = 120 \mu\text{m}$.

dargestellt ist, einen Abstand von $19 \mu\text{m}$.

Von den in Abbildung 2.9 abgebildeten Grundtypen abweichende Entwürfe sind in Abbildung 2.10 zu sehen: Die Geometrie (a) erlaubt es, zusätzlich zum Biasstrom über das SQUID einen Strom über die linke Washerhälfte zu führen oder auch eine am Washer abfallende Spannung abzugreifen und zu messen. Bild 2.10(b) zeigt eine spezielle Ausführung des TYPs AC, in dessen Washer sich ein unregelmäßiges Antidotgitter aus Löchern mit unterschiedlichen Durchmessern befindet, während in (c) die Washerbreite D abweichend von den üblichen $300 \mu\text{m}$ nur $120 \mu\text{m}$ beträgt, um den Einfluß von D auf die Signaleinkopplung der gepinnten Flußschläuche in die SQUID-Schleife untersuchen zu können (Kapitel 4.3). Die Washerlänge war bei allen Proben auf $300 \mu\text{m}$ eingestellt. Zahlreiche andere Designs, die für Folgeuntersuchungen entworfen und hergestellt wurden, sind in [STRAUB, 1999] vorgestellt und genau beschrieben.

Mit $D = 300 \mu\text{m}$ SQUID-Schlitzbreiten von $d = 5 \mu\text{m}$ und $d = 7 \mu\text{m}$ sowie einer SQUID-Schlitzlänge von $100 \mu\text{m}$ hatten alle Proben nach Gleichung (2.17) effektive Flächen zwischen $1000 \mu\text{m}^2$ und $4500 \mu\text{m}^2$, die auch in magnetischen Flußdichten von $B \approx 10 \mu\text{T}$ ausreichen groß gewählt waren, um magnetischen Fluß von einigen $10 \Phi_0$ in der SQUID-Schleife erwarten zu können. Die Einstellbarkeit des optimalen dc-Fluß-Arbeitspunkts war dadurch gewährleistet.

Unter Berücksichtigung der Washerschlitzlänge $l = 100 \mu\text{m}$, der Länge der Filmstege $l_{JJ} = 5 \mu\text{m}$ im Bereich der Josephson-Kontakte (siehe Ab-

Bez.	Typ	θ	t	b_{JJ}	d	D	A_{eff}	I_c	L	β_L	$E_{\ddot{A}tz}$	Ätzart
S6-08	AC19	24,0°	200 nm	2,0 μm	7,0 μm	300 μm	4200 μm^2	100 μA	54 pH	5,4	500 V	Ar ⁺
S6-13	AA	24,0°	200 nm	2,0 μm	7,0 μm	300 μm	4200 μm^2	135 μA	54 pH	7,3	500 V	Ar ⁺
S7-10	AC19	24,0°	200 nm	1,0 μm	7,0 μm	300 μm	4200 μm^2	165 μA	54 pH	8,9	500 V	Ar ⁺
S7-12	AC45	24,0°	200 nm	1,0 μm	7,0 μm	300 μm	4200 μm^2	590 μA	54 pH	31,7	500 V	Ar ⁺
S8-09	AC19	36,8°	200 nm	1,0 μm	7,0 μm	300 μm	4200 μm^2	20 μA	54 pH	1,1	500 V	Ar ⁺
S10-1	AC19	24,0°	200 nm	1,0 μm	5,0 μm	300 μm	3000 μm^2	260 μA	51 pH	13,2	500 V	Ar ⁺
S10-6	AC19/120	24,0°	200 nm	1,0 μm	5,0 μm	120 μm	1200 μm^2	215 μA	51 pH	10,9	500 V	Ar ⁺
S10-7	AC19	24,0°	200 nm	1,0 μm	5,0 μm	300 μm	3000 μm^2	190 μA	51 pH	9,6	500 V	Ar ⁺
S10-9	AC19 kon	24,0°	200 nm	1,0 μm	5,0 μm	300 μm	3000 μm^2	255 μA	51 pH	12,9	500 V	Ar ⁺
S11-5	AC var	24,0°	160 nm	1,3 μm	5,0 μm	300 μm	3000 μm^2	193 μA	51 pH	9,8	-	H ₃ PO ₄
D1-6	int. Mag.	24,0°	120 nm	2,5 μm								Ar ⁺

Abbildung 2.11: Zusammenstellung der Parameter der untersuchten SQUIDs: Korngrenzenwinkel θ , Filmdicke t , Breite der Josephson-Kontakte b_{JJ} , SQUID-Schlitzbreite d , Washerbreite D , effektive Fläche A_{eff} , kritische Ströme der Josephson-Kontakte I_c , SQUID-Induktivität L , SQUID-Parameter β_L und Ionenstrahlenergie $E_{\ddot{A}tz}$ beim physikalischen Ätzen.

bildung 2.8(a)) und der Schlitzbreiten d , konnten die Induktivitäten L der Proben nach Gleichungen (2.14) – (2.16) auf circa 50 pH–60 pH abgeschätzt werden und hatten damit nahezu optimale Werte.

Die Strom-Spannungskennlinien aller charakterisierten Proben zeigten nichthysteretische Verläufe. β_c lag also trotz der hohen kritischen Ströme der Josephson-Kontakte I_c von häufig über 100 μA , die in Abbildung 2.11 für alle Proben aufgelistet sind, immer unter der Grenze von eins. Ein Grund hierfür waren sicherlich die relativ kleinen Normalwiderstände der Kontakte, die nie mehr als $R \approx 1 - 3 \Omega$ betrugten.

Wegen der hohen I_c -Werte konnten die β_L -Werte der verwendeten Proben nicht optimal eingestellt werden. Wie in der Zusammenstellung aller verwendeten Proben in Abbildung 2.11 zu sehen ist, wurde der Idealwert von $\beta_L \approx 0,5 - 1$ häufig um mehr als eine Größenordnung überschritten. Durch mehrfaches Tempern ließen sich die I_c -Werte teilweise beträchtlich aber dennoch nicht im erwünschten Maße absenken. Trotz der hohen β_L -Werte erwiesen sich die Proben mit typischerweise $V_\Phi \approx 20 - 30 \mu\text{V}/\Phi_0$ und $S_\Phi^{1/2}(1 \text{ kHz}) \approx 20 \mu\Phi_0/\text{Hz}^{1/2}$ für die Untersuchungen im TTREM als sehr gut verwendbar.

Kapitel 3

Die Meßanordnung

Der Einbau eines Chips zur Untersuchung im TTREM erfordert einigen zeitlichen und materiellen Aufwand. Vor Beginn der Messung muß mit etwa einem Tag Einbauzeit gerechnet werden. Außerdem lassen sich im TTREM nie alle bis zu 20 Proben, die sich auf einem Chip befinden, gleichzeitig ankontaktieren, und die Umkontaktierung innerhalb des TTREM ist vor allem wegen der langen Aufwärmphasen der Meßsystems von Stickstoff- auf Raumtemperatur wiederum mit einem Zeitaufwand von mindestens einigen Stunden pro Umkontaktierung verbunden. Deshalb wurden die SQUIDs nach optischer Kontrolle und Dokumentation alle im Stickstoffbad vorcharakterisiert und anschließend die Proben mit den besten Eigenschaften ausgewählt und für die eigentlichen Untersuchungen in das TTREM eingebaut.

3.1 Vorcharakterisierung der Proben

Wie im Kapitel 2.3.6 dargelegt, zeichnen sich gute SQUIDs durch einen möglichst großen Spannungshub V_{pp} aus. Außerdem sollten die Werte der kritischen Ströme der Josephson-Kontakte bei den von uns gewählten Designs, die durch ihre Geometrie alle eine Induktivität von $L \approx 50$ pH hatten, optimalerweise im Bereich von circa $20 \mu\text{A}$ liegen, um den SQUID-Parameter β_L dem Idealwert $\beta_L \approx 0,5 - 1$ möglichst nahe zu bringen. Ferner waren große Normalwiderstandswerte R wünschenswert, da große $I_c R$ -Produkte ein niedriges Niveau des intrinsischen weißen SQUID-Rauschens erwarten ließen.

Aufgenommen wurden zunächst sämtliche Strom-Spannungskennlinien

im Nullfeld, aus denen sowohl die kritischen Ströme I_c als auch die Normalwiderstände R am Arbeitspunkt, die auch differentielle Widerstände genannt werden, ermittelt wurden. Beim optimalen Stromarbeitspunkt wurde schließlich die Abhängigkeit der SQUID-Spannung vom angelegten magnetischen Fluß gemessen, aus der V_{pp} direkt abgelesen werden konnte. Das Rauschen selbst wurde im Rahmen der Voruntersuchungen nicht gemessen, da sich hierfür Vielkanalprobenhalter ohne integrierten, extrem rauscharmen Vorverstärker, zum Beispiel in Form eines SQUID-Verstärkers, generell schlecht eignen, weil die zahlreich vorhandenen Zuleitungen als Antennen fungieren und vergleichsweise viele Störsignale einfangen. Dadurch liegt die gemessene Rauschleistung über der tatsächlichen, intrinsischen SQUID-Rauschleistung.

Durchgeführt wurden die Messungen im eigens hierfür konzipierten und aufgebauten Probenhalter, der im Abschnitt 3.1.1 kurz beschrieben werden wird. Dieser wurde während der Messung zur Abkühlung in einen durch drei je 1 mm dicke Mumetallbleche¹ magnetisch abgeschirmten und mit flüssigem Stickstoff befüllten Glaskryostaten eingeführt. Zur Schonung der Probe wurde der Probenhalter zunächst circa eine halbe Stunde im kalten Stickstoffgas über der Flüssigkeit vorgekühlt und anschließend ins Kühlmittel eingetaucht. Wurde während des Einkühlvorgangs beim Durchfahren der kritischen Temperatur T_c trotz der guten magnetischen Abschirmung Fluß in die Josephson-Kontakte, beziehungsweise in deren unmittelbarer Umgebung, in den supraleitenden Film, eingefroren, so konnte dies schnell daran erkannt werden, daß die Strom-Spannungskennlinie einen extrem asymmetrischen und zeitlich instabilen Verlauf zeigte. Der Probenhalter wurde in diesem Fall nochmals aus dem Bad gezogen und nach dem Überschreiten von T_c der Einkühlprozeß wiederholt. Auf diesem Wege gelang es spätestens nach einigen Einkühlzyklen immer, die SQUIDS im Bereich der Josephson-Kontakte flußfrei unter T_c zu kühlen, so daß sie die typischen Strom-Spannungs- und Spannungs-Fluß-Abhängigkeiten zeigten.

3.1.1 Der Probenhalter

Für die Vorcharakterisierung der SQUIDS sollte ein Probenhalter zur Verfügung stehen, in dem in kurzer Zeit möglichst viele verschiedene Proben in ausreichend gegen magnetische- und rf-Wechselfelder abgeschirmter Umgebung getestet werden konnten. Um diese Vorgaben zu erfüllen, wurde

¹Mumetall ist ein eingetragenes Warenzeichen der Vacuumschmelze GmbH, Hanau

bei der Planung und dem Aufbau des Probenhalters auf folgende Kriterien Wert gelegt:

- Einfacher und schneller Chipeinbau.
- Pro Einbau sollte ohne zusätzlichen Aufwand, beispielsweise durch Umkontaktierung, mehrere Proben durch einfaches Umschalten der Meßleitungen angesteuert und vermessen werden können.
- In unmittelbarer Probennähe sollte eine magnetische Abschirmung untergebracht sein.
- Die Verdrahtung sollte durch sinnvolle Führung der Kabel möglichst wenig Umgebungsrauschen einfangen.

Der Probenhalter, dessen Skizze in Abbildung 3.1 dargestellt ist, besteht im wesentlichen aus zwei Hauptkomponenten: Einer Anschlußbox, auf der sich Buchsen und Schalter befinden, und einer GFK-Trägerplatine. Mechanisch verbunden sind die Teile über ein 113 cm langes Neusilberrohr mit einer Wandstärke von 0,4 mm, das, mit einem Messingflansch mit Quetschverschraubung ausgestattet, in passende Kryostatdeckel eingeschoben und befestigt werden kann. Die *CuNiZn*-Legierung Neusilber eignet sich im Vergleich zu Edelstahl als Rohrmaterial vor allem wegen ihrer guten Verarbeitbarkeit, dem relativ kleinen elektrischen Widerstand $\rho \approx 0,30 \times 10^{-6} \Omega\text{m}$, der dazu führt, daß das Rohr gute HF-Abschirmeigenschaften hat und dem Wärmeausdehnungskoeffizient $\alpha \approx 18 \times 10^{-6} 1/\text{K}$, der annähernd dem von Messing entspricht, so daß Risse an den Verbindungsstellen zwischen Neusilber und Messing nicht zu erwarten sind.

Die Trägerplatine ist mit einem vorkontaktierten Chipträgerrahmen bestückt, in den ein Chip, der beispielsweise mit Leitsilber in einen Chipträger eingeklebt ist und außerhalb des Probenhalters fertig gebondet werden kann, einfach eingedrückt wird und dadurch sowohl mechanischen Halt findet, als auch elektrisch kontaktiert ist. Beim Einbau müssen also lediglich die Proben im Chipträger gebondet werden; weitere Kontaktierarbeiten fallen nicht an.

Es stehen 44 elektrische Kanäle zur Verfügung, die über Drehschalter so mit den Buchsen der Anschlußbox verschaltet sind, daß im Normalgebrauch pro Einbau bis zu 11 Proben ohne zusätzliche Umkontaktierung charakterisiert werden können. Falls einzelne Kanäle ausfallen sollten, sind zusätzlich sieben Reservedrahtpaare vorhanden. Bei den beiden Drehschaltern handelt es sich um Zweiebenenschalter, so daß mit dem einen der Strom- und

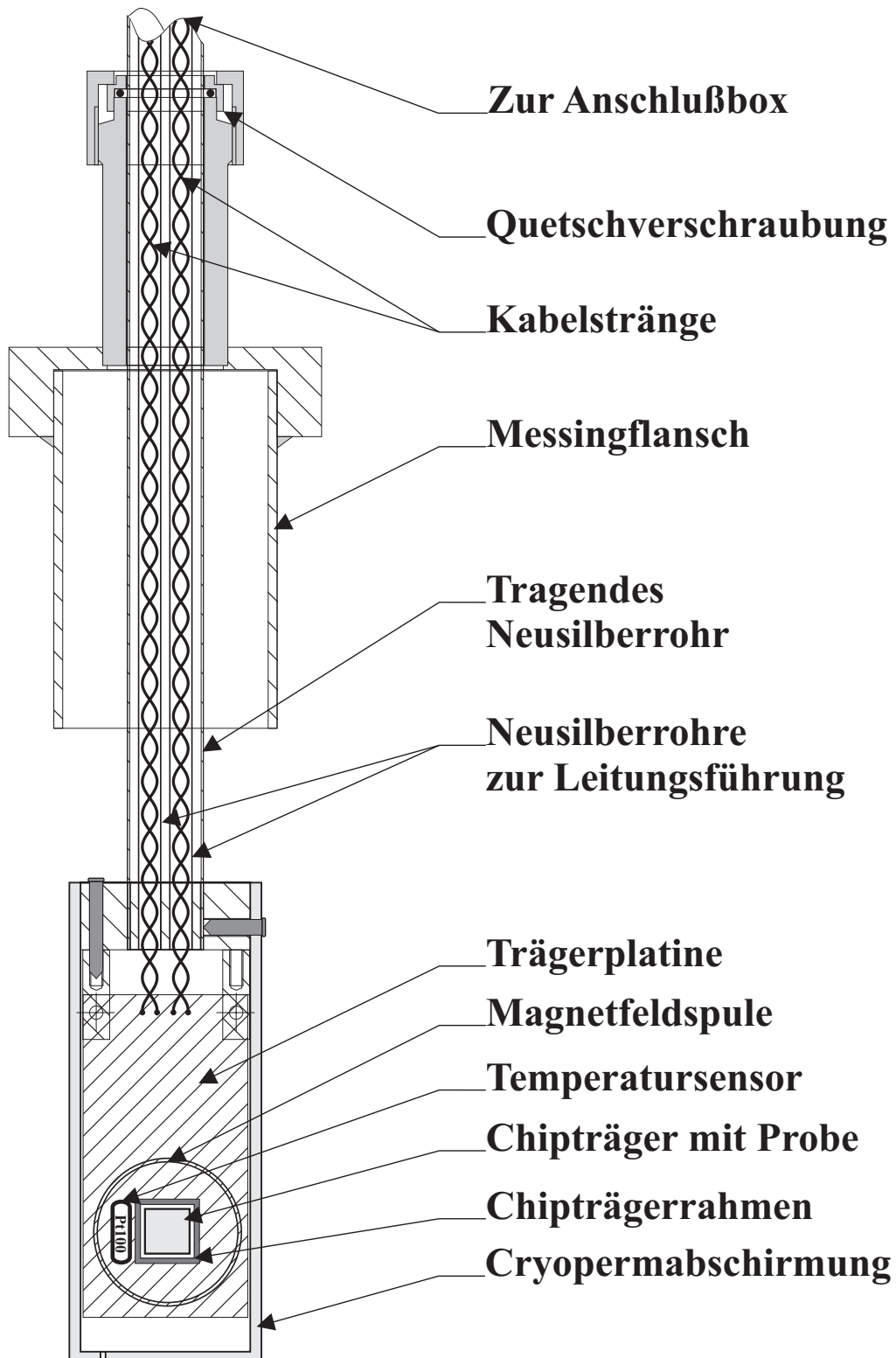


Abbildung 3.1: Schematische Darstellung des zur Vorcharakterisierung der SQUIDs im Stickstoffbad konstruierten Probenhalters.

mit dem anderen der Spannungsabgriff auf die zu vermessende Probe eingestellt wird. Die Zuleitungen zu den Abgriffen sind jeweils paarweise und alle Paare nochmals um einander mit gleicher Orientierung verdrillt, um die Einkopplung störender Hochfrequenzsignale aus der Umgebung zu minimieren. Der stromtragende und der spannungsführende Leitungsstrang sind getrennt durch zwei unterschiedliche Neusilberrohre der Wandstärke 0,3 mm, von der Anschlußplatine zur Anschlußbox geführt (siehe Abbildung 3.1), um Übersprechen zwischen den Strängen zu verhindern. Zusätzlich sind in der Anschlußbox RC-Filter mit einer 3 dB-Abschneidefrequenz von $f_{3dB} \approx 1$ kHz installiert, die nur bei extrem schnellen Sweeps die Meßkurven verrunden.

Zwischen den Tiefpässen und den Anschlußbuchsen ist für Strom- und Spannungsleitung je ein Zweiebenenkippschalter angebracht, der entweder zwischen Proben und Buchsen den Durchgang freischaltet oder die Proben erdet. Dies gewährleistet beim Anschluß oder dem Einschalten von Meßgeräten Schutz für die empfindlichen Proben gegen Stromspitzen.

Die elektrische Verbindung zwischen den Anschlußleitungen und dem Chipträgerrahmen wird über Lötunkte und Leiterbahnen auf der GFK-Trägerplatine hergestellt. Die Kontaktierung zwischen Chipträger- und Rahmen kommt über vergoldete Klemmkontakte zustande.

Zusätzlich zu den drei Mumetallblechen, die am Glaskryostat integriert sind, soll ein unten geschlossener, aus 1,5 mm dickem Cryoperm 10² geformter Becher, der den Probenbereich direkt einschließt, für möglichst gute Abschirmung der magnetischen Umgebungsfelder, wie zum Beispiel dem Erdmagnetfeld, sorgen. Der Becher kann während des Umbaus über einen Bajonettverschluß vom Probenhalter abgezogen werden.

Um während der Messung ein Magnetfeld anlegen zu können, ist in der Probenebene eine flache Magnetfeldspule mit 100 Windungen auf die Trägerplatine befestigt, deren Eichfaktor $B/I_M \approx 2 - 4 \mu\text{T}/\text{mA}$ beträgt, wo B die magnetische Flußdichte im Zentrum der Spule und I_M der Spulenstrom sind.

Beim Herausziehen des Probenhalters kann es sinnvoll sein, die Proben-temperatur zu kennen. Hierfür steht ein vierleiterkontaktierter Temperatursensor des Typs PT-100 zur Verfügung, der außerhalb des Chipträgerrahmens an die Trägerplatine angelötet ist und über die Anschlußbox ausgelesen werden kann.

²Cryoperm 10 ist ein eingetragenes Warenzeichen der Vacuumschmelze GmbH, Hanau

3.1.2 Die Meßtechnik

Die Strom-Spannungskennlinien wurden wegen den kleinen Probenwiderständen von $0 - 3 \Omega$ alle in Stromsteuerung aufgenommen. Es wurden akkubetriebene Analogstromquellen verwendet, die am Lehrstuhl selbst entwickelt wurden und sich seit Jahren besonders wegen ihrer Rauscharmut bewähren. Die Stromquellen enthalten einen Dreiecksignal-Sweepgenerator, mit dem die Stromflanken durchlaufen wurden. Die Spannung wurde mit akkubetriebenen, rauscharmen EG&G PARC 113 Vorverstärker hoher Eingangsimpedanz gemessen und über ein Oszilloskop und einen parallel geschalteten Meßrechner gegen den Monitorausgang der Stromquelle aufgetragen und gespeichert. Hierzu stand ein spezielles Asyst-Meßprogramm zur Verfügung.

Zur Aufnahme der Spannungs-Flußabhängigkeiten der SQUIDs wurde mit Hilfe des Sweepgenerators der Spulenstrom über die im Probenhalter integrierte Magnetfeldspule (siehe Abbildung 3.1) in Flanken durchfahren, also das Magnetfeld im Bereich der Probe variiert. Gleichzeitig wurde ein Biasgleichstrom aus einer batteriebetriebenen Stromquelle, die in [STRAUB, 1999] näher beschrieben ist, über die Probe geführt und der Spannungsabfall an der Probe gegen den variablen magnetischen Fluß beobachtet. Zur Einstellung des optimalen Biasstroms wurde dieser so lange variiert, bis der Spannungshub V_{pp} seinen größten Wert annahm. Schließlich wurden auch diese Kennlinien im Meßrechner aufgenommen und gespeichert.

Die Auswertung der Meßdaten erfolgte im Rechner mit Hilfe des Programms OriginTM. Dabei wurden die Meßdaten als Kennlinien dargestellt und aus diesen die Werte I_c , R und V_{pp} ermittelt und tabellarisiert. Die Proben mit den besten Parameterwerten konnten bestimmt und für weitere Untersuchungen ins TTREM eingebaut werden.

3.2 Tieftemperatur-Rasterelektronenmikroskopie

Untersuchungen im Tieftemperatur-Rasterelektronenmikroskop haben in Tübingen eine inzwischen über fast drei Jahrzehnte andauernde, erfolgreiche Tradition: Immer wieder ließen sich neue, faszinierende Erkenntnisse gewinnen, wo wohl so mancher glaubte mit dem Erreichten seien die Möglichkeiten erschöpft. Der Aufbau und die Funktionsweise dieses erfolgreichen Instruments soll hier nur kurz erläutert werden; detailliertere Darstellungen finden

sich in zahlreichen Diplom- und Doktorarbeiten [KÖLLE, 1992], aber auch in einschlägigen Veröffentlichungen [GROSS und KOELLE, 1994, DODERER, 1997, CLEM und HUEBENER, 1980].

3.2.1 Aufbau des TTREMs

Das Tübinger Tieftemperatur-Rasterelektronenmikroskop besteht aus einem konventionellen Rasterelektronenmikroskop (REM) des Typs CamScan Serie 4, das um eine Kryostufe zur Kühlung von Proben auf tiefe Temperaturen erweitert ist. Vor der Entdeckung der Hochtemperatur-Supraleitung durch Bednorz und Müller [BEDNORZ und MÜLLER, 1986] konzentrierten sich die Untersuchungen im TTREM auf den Temperaturbereich um den Heliumsiedepunkt bei $T \approx 4,2$ K. Da Hoch- T_c -Supraleiter häufig in flüssigem Stickstoff bei $T \approx 77$ K betrieben werden, wurde von Gerber und Kölle 1996 eine Stickstoffkryostufe mit neuartigen Probenhaltern für das TTREM entwickelt und gebaut, die, von ersten Vormessungen abgesehen, im Rahmen dieser Arbeit erstmals für unterschiedlichste Untersuchungen dauerhaft eingesetzt wurden. Genaue Beschreibungen des Kryostaten und der Probenhalter finden sich in [GERBER, 1997, GERBER *et al.*, 1997a,b]

Das Rasterelektronenmikroskop besitzt als Elektronenquelle eine Glühemissionskathode, von der aus die Elektronen auf Energien zwischen 500 eV und 40 keV beschleunigt werden können. Der Strahlsondendurchmesser beträgt in der Fokusebene der Probenkammer 10–100 nm. Eine in den Strahlengang integrierte Beam-Blanking-Einheit ermöglicht es, den Elektronenstrahl mit unterschiedlichen Frequenzen bis zu einigen MHz auszublenden. Der Strahlstrom I_{Strahl} ist variabel zwischen $I_{Strahl} \approx 10$ pA und $I_{Strahl} \approx 150$ nA einstellbar und kann mit Hilfe eines Faradaybeckers gemessen werden. Zur Kontrolle der Strahlposition stehen sowohl eine analoge Steuereinheit, mit Hilfe derer die Sonde punktuell positioniert werden kann, als auch eine rechnergestützte Strahlkontrolle zur Verfügung, die es ermöglicht, bestimmte Bereiche der Probe abzurastern. Elektronenstrahlinduzierte Signale, sowohl über Rückstreu- und Sekundärelektronendetektoren, als auch an der Probe in Form von Probenströmen oder Spannungsänderungen gemessen, werden in der computergestützten Strahlsteuerungseinheit detektiert und dem Bestrahlungsort zugeordnet. Die gewonnenen Daten werden in ein Bildverarbeitungssystem der Firma Kontron eingelesen, als Grauwert- oder Falschfarbenbilder weiterverarbeitet und über Linescans ausgewertet.

Das Herzstück des TTREMs besteht aus dem in das REM integrierten

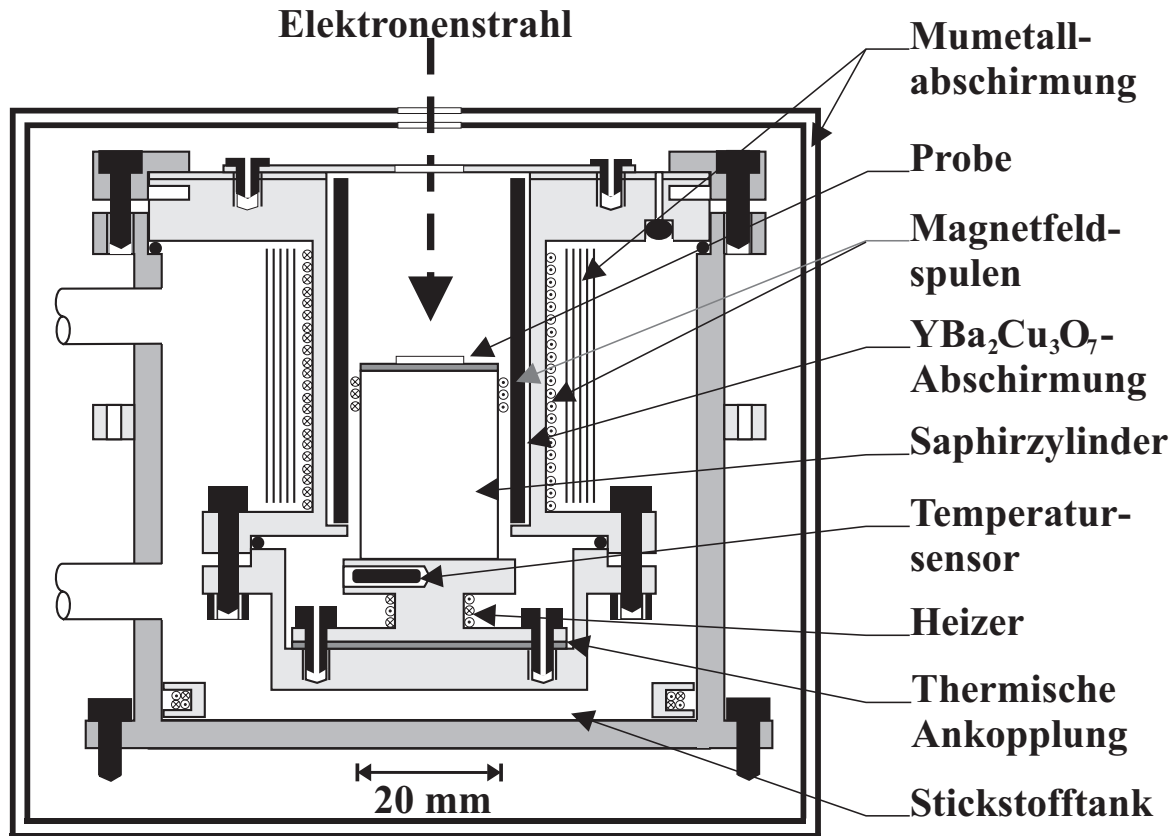


Abbildung 3.2: TTREM-Probenhalter für Untersuchungen in magnetisch abgeschirmter Umgebung.

Kryostaten und dem darin enthaltenen Probenhalter. Da alle Untersuchungen dieser Arbeit im Stickstoffkryostat durchgeführt wurden, soll nur dieser kurz beschrieben werden. Er besteht aus einem 3 l großen Stickstofftank, der außerhalb des REM in einem Edelstahlgehäuse vakuumisoliert an die Probenkammertür befestigt ist und über zwei Stickstoffzuleitungen mit einem kleinen Tank innerhalb der Probenkammer verbunden ist und diesen mit flüssigem Stickstoff als Kühlmittel versorgt. Dieser Tank ist über zwei rauscharme Einzelschrittmotoren ohne Permanentmagnete mit Schrittweiten von einem bis zu mehreren Mikrometern in der Ebene senkrecht zum Elektronenstrahl in x- und y-Richtung zu bewegen, um die Probenposition variabel einstellen zu können.

Wie in Abbildung 3.2 skizziert, wird in den kleinen Tank der Probenhalter eingebaut, dessen Körper hellgrau dargestellt ist. Dieser wurde speziell für Untersuchungen an SQUIDs ausgelegt: Die Probe ist auf einem Saphirzylinder aufgeklebt, um Nyquistauschen, das in metallischen Materialien vermehrt auftritt, zu minimieren. Die Magnetfeldspule außerhalb

des YBCO-Zylinders ermöglicht das Einfrieren von Magnetfeldern, die innere Spule das Anlegen variabler Flußdichten bis circa 30 mT am Probenort [GERBER, 1997]. Der Probenbereich ist umgeben von 10 Lagen 0,1 mm dicker Mumetallfolie und zwei geschlossenen Schachteln aus 1 mm dickem Mumetallblech. Zusätzlich befindet sich die Probe innerhalb eines YBCO-Zylinders. Insgesamt wird so ein magnetischer Abschirmfaktor von etwa 10^4 erreicht [GERBER, 1997]. Der YBCO-Zylinder dient neben der Abschirmung hauptsächlich der Stabilisierung des Magnetfelds am Probenort während der Messungen.

Die thermische Ankopplung der Probe ans Stickstoffbad erfolgt über einen Kupfer-Teflon-Kupfer-Kühlfinger, der die Wärmelast der Probe über den Saphirzylinder aufnimmt. Die hohe Wärmekapazität des Kupferblocks, der variable Wärmewiderstand der Teflonschicht, kombiniert mit einer rauscharmen analog PI-Temperaturregelung, die den integrierten Temperaturfühler ausliest und den Heizer ansteuert, erlaubt Messungen bei unterschiedlichen, sehr gut stabilisierten Temperaturen $T \geq 77$ K.

3.2.2 Die Meßtechnik

Eine Skizze des Meßaufbaus sowohl für die Abbildungen, als auch die Rauschmessungen im TTREM, die in Kapitel 4 und 5 vorgestellt werden, ist in Abbildung 3.4 dargestellt. Der Elektronenstrahl trifft die Probe. Strahlenergie wird punktuell deponiert, wodurch die Probe auf unterschiedliche Weise eine lokale Störung erfährt und darauf beispielsweise in Form einer Spannungsänderung reagiert. Dies wird in Abschnitt 3.2.5 diskutiert werden.

Für die Untersuchungen an SQUIDs steht eine spezielle SQUID-Elektronik zur Verfügung, die in Abschnitt 3.2.3 genauer beschrieben werden wird, und deren Aufgabe es ist, die näherungsweise sinusförmige Spannungs-Flußkennlinie des SQUIDs zu linearisieren und die SQUID-Spannung zu verstärken. Um die Spannung möglichst rauscharm messen zu können, ist das SQUID in der in Abbildung 3.3 dargestellten Weise im Probenhalter kontaktiert: Über die mit ① und ② bezeichneten Anschlüsse wird den durch Kreuze gekennzeichneten Josephson-Kontakten im SQUIDs der Biasstrom zugeführt. Der Spannungsabgriff erfolgt sekundärseitig über die Anschlüsse Ⓐ und Ⓑ an einem auf Stickstofftemperatur gekühlten Ringkerntransformator mit dem Windungszahlverhältnis von $n_{prim}/n_{sek} = 2:20$. Der Transformator kann zur optimalen Anpassung an den Vorverstärker der SQUID-Elektronik und die zwischen den SQUIDs leicht variierenden

Probenimpedanzen beim Einbau ohne großen Aufwand ausgetauscht werden. Er dient dem Abgleich zwischen der Impedanz des SQUIDs und der des Eingangs der SQUID-Elektronik. Außerdem verstärkt er in kalter und damit rauscharmer Umgebung die SQUID-Spannung um den Faktor $n_{sek}/n_{prim} = 10$ und minimiert so den Rauschbeitrag des Eingangsverstärkers der SQUID-Elektronik.

Über ein kurzes Stück Manganindraht mit $R_{Manganin} \approx 1,8 \Omega$ ist der Gesamtwiderstand des parallel zum SQUID geschalteten Trafokreises ungefähr auf den Wert des SQUID-Widerstands eingestellt, damit das SQUID über den Primärkreis des Trafos nicht kurzgeschlossen wird. Die beiden 130Ω Widerstände dienen als Strombegrenzer dem Schutz der Josephson-Kontakte vor Stromspitzen durch Schalt- oder Entladeprozesse während der Messung.

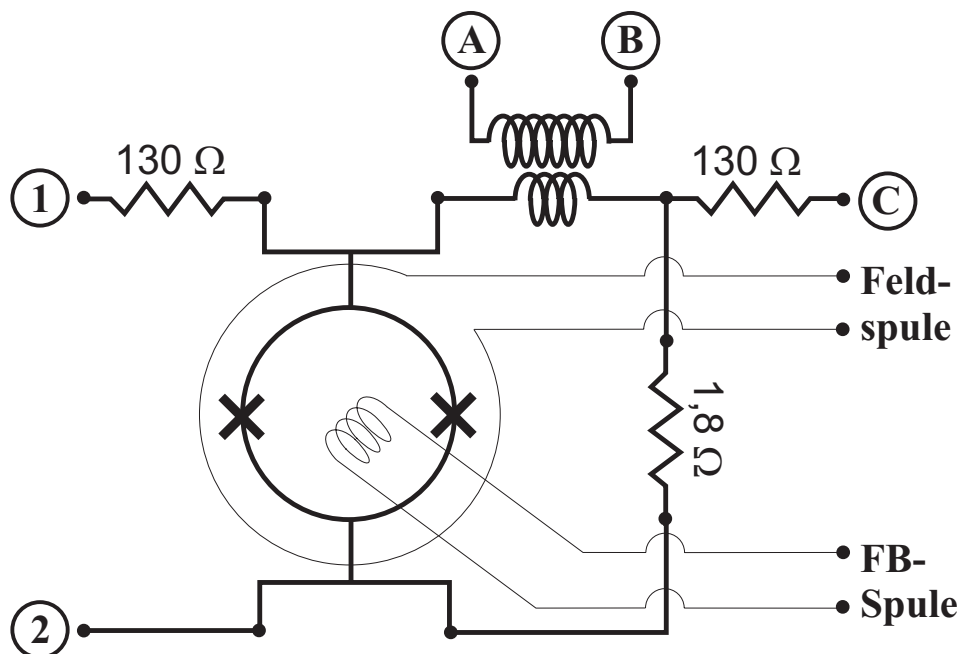


Abbildung 3.3: Anschlußschaltplan des in den TTREM Stickstoffprobenhalter eingebauten SQUIDs. Alle abgebildeten Bauteile befinden sich auf einer Temperatur von $T \approx 77 \text{ K}$.

Die in Abbildung 3.3 als „Feldspule“ bezeichnete Schleife skizziert die äußere Magnetfeldspule des Probenhalters, während die innere Spule als Feed-Back- („FB-Spule“) und Magnetfeldspule verwendet wurde. Beide Spulen sind in der Darstellung an der dünnen Linienbreite zu erkennen. Die Bedeutung von Anschluß ©, über den von der SQUID-Elektronik ein

Kompensationsstrom eingespeist wird und die der FB-Spule werden in den Abschnitten 3.2.3 und 3.2.4 erklärt werden. Die Strom-, Spannungs- und Spulenzuleitungen zum Probenhalter sind als Koaxialkabel ausgeführt, deren Außenleiter zur besseren Abschirmung auf Erde gelegt sind.

Um die Einkopplung störender Rauschsignale zu minimieren, wurde immer nur eine Probe für die TTREM-Messung kontaktiert. Der gleichzeitige Anschluß mehrerer Proben würde für jedes SQUID die in Abbildung 3.3 dargestellte Verschaltung und einen separaten Transformer erfordern.

Der Elektronenstrahl wird mit Hilfe einer Beam-Blanking-Einheit mit einer Frequenz von einigen kHz ausgeblendet, so daß jeder zu untersuchende Ort der Probe je nach Rastergeschwindigkeit pro Ausleseprozeß mehrfach bestrahlt wird. Die von der SQUID-Elektronik detektierte und rauscharm vorverstärkte, elektronenstrahlinduzierte Spannungsänderung des SQUIDs wird von einem Lock-In-Verstärker auf die Beam-Blanking-Frequenz phasengelockt, zeitgemittelt nachverstärkt und der Strahlsteuerungseinheit zugeführt. Diese ordnet jedem Bestrahlungsort einen 8-bit-Grauwert als Maß für die gemessene Spannungsänderung zu und erzeugt so ein zweidimensionales Pixelbild. Die Lock-In-Frequenz kann bis zu einigen 10 kHz gewählt werden. Sie betrug in unseren Messungen typischerweise etwa 3 kHz, da die begrenzte Frequenzbandbreite der SQUID-Elektronik von etwa 10 kHz und das spezifische Rauschspektrum der gesamten Meßanordnung keine höheren Frequenzen erlaubte. Als Verstärker wurde ein analog Lock-In-Verstärker PAR 124A mit integriertem PARC 119 Differenzvorverstärker mit einer Direct-Mode-Eingangsimpedanz von 100 M Ω verwendet. Das rechteckförmige Beam-Blanking-Signal, das gleichzeitig der Lock-In-Messung als Referenzsignal diente, wurde einem Wavetex 30 MHz Sweep Generator Model 164 entnommen.

Zur Aufnahme von Rauschspektren oder zeitaufgelösten Spannungsverläufen, wie sie in Kapitel 5 vorgestellt werden, wird das in der SQUID-Elektronik vorverstärkte Spannungssignal einem Signalanalysator zugeführt. In unseren Messungen wurde hierfür ein Signalanalyzer HP35665A eingesetzt. Die in Abbildung 3.4 dargestellte Schaltung ermöglicht es, Abbildungen und Rauschspektren aufzunehmen, ohne daß Umbauarbeiten zwischen den Messungen erforderlich sind. So kann beispielsweise untersucht werden, welche Auswirkung die Bestrahlung einer Probe mit dem Elektronenstrahl auf deren Rauschverhalten hat, indem vor- und nach der Strahlapplikation die Spektren aufgenommen werden. Selbst die gleichzeitige Aufnahme von TTREM-Abbildungen und Spektren, beziehungsweise Zeitspuren, sind möglich.

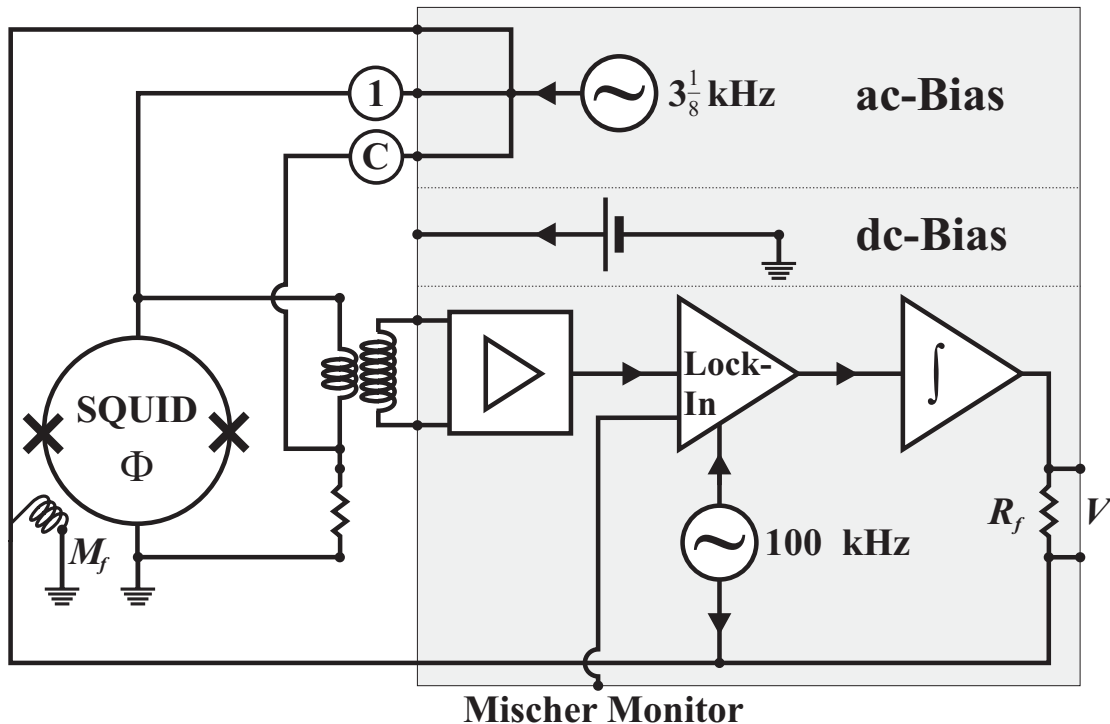


Abbildung 3.5: Anschlußskizze für Messungen im ac-Biasmode. Die SQUID-Elektronik bestehend aus Verstärkereinheit (untere Box), dc- und ac-Stromquelle ist von einer feinen Linie eingerahmt und grau unterlegt. Die Spannung V am Ausgang der SQUID-Elektronik ist ein direktes Maß für den magnetischen Fluß Φ in der SQUID-Schleife. Weitere Erläuterungen finden sich im Text.

stark von der jeweiligen Probengeometrie ab. Um R_f/M_f auf den sinnvollen Wert von etwa $1 \text{ V}/\Phi_0$ einzustellen, wurde für unsere Messungen der Widerstand R_f beim Einbau für jede Probe entsprechend angepaßt.

Um besonders rauscharme Messungen zu ermöglichen, besteht die Verstärkerstufe der SQUID-Elektronik, wie in Abbildung 3.5 dargestellt, aus einem rauscharmen Vorverstärker, gefolgt von einem Lock-In-Verstärker mit 100 kHz Oszillator und einem Integrator, dessen Ausgang den Rückkoppelstrom über die Feed-Back-Spule steuert. Außerdem steht zur Unterdrückung von $1/f$ -Rauschen als Folge von phasenverschobenen I_c -Fluktuationen mit der Elektronik neben einer Gleich-, auch eine $3\frac{1}{8}$ kHz-Wechselstromquelle (dc- und ac-Bias) zur Verfügung, die beide netzunabhängig über einen Akkusatz betrieben werden. Die Bedeutung der einzelnen Komponenten wird im nächsten Abschnitt im Zusammenhang mit den verschiedenartigen Meßmodi erläutert werden.

3.2.4 Unterschiedliche Meßmodi

Die Messungen wurden auf unterschiedliche Weisen durchgeführt: diese unterscheiden sich hauptsächlich in der Art der Stromspeisung der SQUIDS und werden dementsprechend dc-, beziehungsweise ac-Mode genannt. Um über den dem SQUID parallel geschalteten Transformator überhaupt die SQUID-Spannung messen zu können und gleichzeitig die Lock-In-Technik zu nutzen, wurde die sogenannte Flußmodulation eingesetzt. Diese drei grundlegenden SQUID-Betriebs- und Auslesearten sollen hier kurz erklärt werden:

Flußmodulation

Die Flußmodulation ist ein Verfahren, um die SQUID-Spannung in unserem Fall bei 100 kHz über einen Transformator auszulesen. Alternativ hierzu wird beim „Direct Read-Out“, der in dieser Arbeit nicht verwendet wurde und deshalb hier nicht weiter beschrieben wird, die SQUID-Spannung direkt von einem rauscharmen Vorverstärker detektiert [DRUNG, 1996]. Durch Flußmodulation kann außerdem störendes $1/f$ -Flußrauschen als Folge von phasengleichen I_c -Fluktuationen unterdrückt werden .

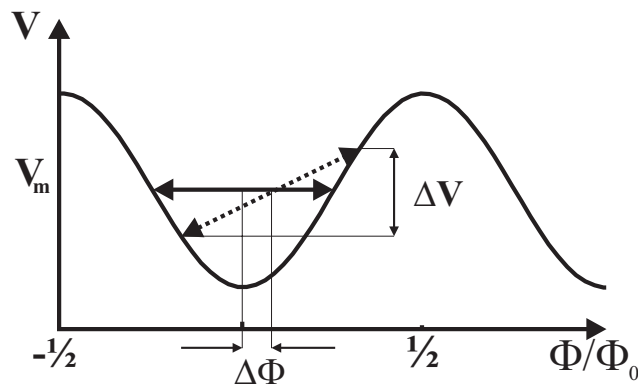


Abbildung 3.6: Spannung-Fluß-Kennlinie eines SQUIDs zur Erläuterung der Flußmodulation.

Der Arbeitspunkt des magnetischen Flusses wird zunächst auf den tiefsten Punkt der Kennlinie in Abbildung 3.6 eingestellt. Zusätzlich wird die Feed-Back-Spule mit einem 100 kHz Strom gespeist, der zu einer Modulation des Flusses in der SQUID-Schleife Φ von genau $\pm\Phi_0/4$ führt, so daß der Arbeitspunkt mit 100 kHz zwischen zwei Wendepunkten der Kennlinie hin und her springt. Zunächst fällt an der Sekundärwicklung des Transforma-

tors keine Spannung ab, da die SQUID-Spannung trotz der Flußmodulation konstant bleibt. Ändert sich jedoch Φ um $\Delta\Phi$, zum Beispiel durch Änderung des äußeren Magnetfelds, so springt der Wert des Spannungsabfalls am SQUID pro Flußmodulation von $\Phi_0/2$ um ΔV . Dies ist in Abbildung 3.6 durch den gestrichelten Doppelpfeil veranschaulicht. Der in der SQUID-Elektronik integrierte Lock-In-Verstärker detektiert, phasengelockt auf das Signal des 100 kHz Oszillators, diese Spannungsänderung und übergibt dem Integrator einen Gleichspannungswert, den dieser, gemittelt über viele Messungen und umgewandelt in ein Gleichstromsignal, zur Flußkompensation der Feed-Back-Spule zuführt. Die Zeitkonstante des Integrators limitiert die Bandbreite der Flußregelschleife. Signale, deren Frequenzen oberhalb einer Abschneidfrequenz von in unserem Fall circa 10–30 kHz liegen, werden zeitlich gemittelt.

Phasengleiche Fluktuationen des kritischen Stroms der beiden Josephson-Kontakte im SQUID oder auch Schwankungen des Biasstroms führen zu niederfrequenten, stochastischen Fluktuationen der SQUID-Spannung, aber nicht zu einer Änderung von ΔV und werden durch die Lock-In-Messung ausgemittelt.

Dc-Bias und Bias Reversal

Wird die zu untersuchende Probe über Anschluß ① in Abbildung 3.3 mit einem Gleichstrom gespeist (dc-Bias), so zeigt das Rauschspektrum auch im Nullfeld unterhalb einer Eckfrequenz von $f_{Eck} \approx 1$ kHz trotz Flußmodulation meist niederfrequentes $1/f$ -Rauschen, das seine Ursache in phasenverschobenen I_c -Fluktuationen findet. Mit Hilfe des sogenannten Bias Reversal läßt sich dieser Rauschanteil, wie in Abbildung 3.7 zu sehen, beträchtlich reduzieren.

Beschrieben wird hier kurz das von [KOCH *et al.*, 1983] entwickelte Meßschema, das in unseren Messungen Anwendung fand. Diesem liegt die Tatsache zugrunde, daß Flußänderungen in der SQUID-Schleife, hervorgerufen durch phasenverschobene I_c -Fluktuationen, ihr Vorzeichen umkehren, wenn die Biasstromrichtung umgedreht wird, während sich Flußänderungen als Folge anderer Ursachen - wie zum Beispiel Signalen - davon unberührt zeigen. Dies ist verständlich, da solche I_c -Fluktuationen kurzzeitig zu unterschiedlichen I_c -Werten der beiden Josephson-Kontakte führen, und sich als Folge dessen der Biasstrom ungleich auf die Josephson-Kontakte verteilt. Es fließt effektiv ein Ringstrom um die SQUID-Schleife, dessen Orientierung sich mit der Biasstromrichtung ändert. Damit kehrt sich auch die Richtung

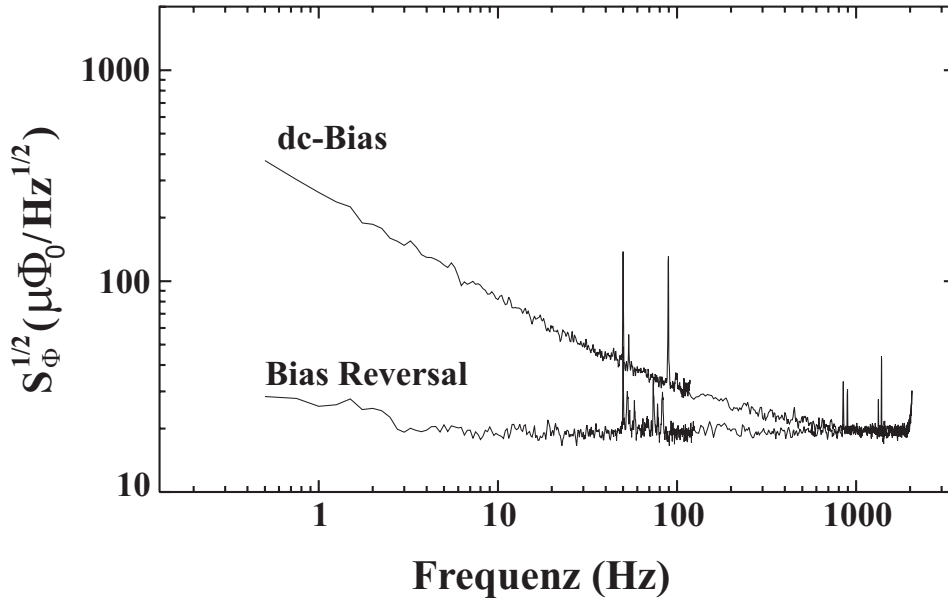


Abbildung 3.7: Rauschspektren eines SQUIDs aufgenommen bei $T \approx 77$ K im dc- und ac-Biasmode (Bias Reversal).

des magnetischen Flusses in der Schleife um.

Beim Bias Reversal wird statt des Gleichstroms ein rechteckförmiger Wechselstrom I_1 (siehe Abbildung 3.8 linkes Teilbild) der Frequenz $3\frac{1}{8}$ kHz über das SQUID geführt. Der Biasstrom kehrt also ständig seine Richtung um, so daß im zeitlichen Mittel zwei V - Φ -Kennlinien, die gegeneinander um π phasenverschoben sind, beobachtet werden. Da ein Teil des Stroms über den Transformator fließt, und die Verstärkerstufe der SQUID-Elektronik ein störendes $3\frac{1}{8}$ kHz Wechselspannungssignal detektieren würde, werden beiderseits des Transformators phasengleiche Ströme (I_1 und I_2) eingespeist, so daß die Primärwicklung des Trafos effektiv stromfrei bleibt. Wird während der Einstellung des Oszillators die V - Φ -Kennlinie auf dem Oszilloskop dargestellt, kann durch Variation der beiden Ströme I_1 und I_2 die Peak-To-Peak-Spannung V_{pp} auf den Wert $V_{pp,max}$ maximiert und so der ideale Stromarbeitspunkt des SQUIDs gefunden werden. Dieser lag bei bei fast allen untersuchten Proben etwas oberhalb der Stromwerte, bei denen $V_{pp} = V_{pp,max}$ erreicht war. Die Feinjustierung der Biasströme I_1 und I_2 erfolgte deshalb durch möglichst starke Reduktion des SQUID-Rauschens, was durch die Darstellung und Beobachtung des gleichgerichteten Signals am Mischerausgang der SQUID-Elektronik, über den sogenannten Mischer Monitor (siehe Abbildung 3.5), auf einem Oszilloskop und gleichzeitigem Nachregeln der Ströme erreicht wurde. Im rechten oberen

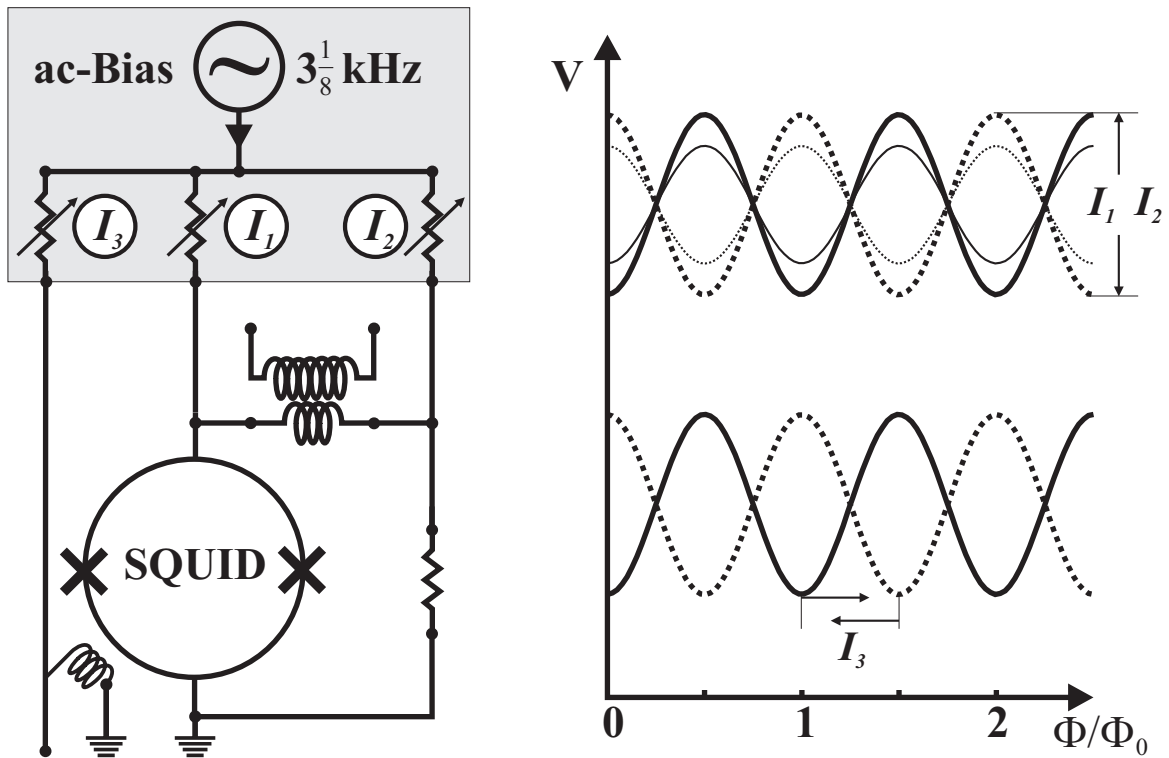


Abbildung 3.8: Das linke Teilbild zeigt, wie der in die SQUID-Elektronik integrierte $3\frac{1}{8}$ kHz-Oszillator beim Bias Reversal mit dem SQUID verschaltet wird. Im rechten Teilbild ist dargestellt, in welcher Weise sich die V - Φ -Kennlinien über die Ströme I_1 – I_3 einstellen lassen. Das Verfahren ist im Text genauer erläutert.

Teilbild der Abbildung 3.8 sind die V - Φ -Kennlinien für die unterschiedlichen Biasstromrichtungen durchgezogen, beziehungsweise gestrichelt und für zwei verschiedene I_1 - und I_2 -Stromamplituden-Einstellungen in unterschiedlichen Strichdicken skizziert.

Da die V - Φ -Kennlinien der beiden Biasstromrichtungen gegeneinander um π phasenverschoben sind, müssen diese noch in Phase gebracht werden. Dies geschieht über den dritten, regelbaren Stromausgang I_3 am $3\frac{1}{8}$ kHz-Oszillator, aus dem über die Feed-Back-Spule ein Wechselstrom geführt wird, der in Frequenz und Phase den Biasströmen I_1 und I_2 entspricht und über den die beiden V - Φ -Kennlinien entlang der Φ -Achse gegeneinander verschoben werden können (siehe rechtes unteres Teilbild der Abbildung 3.8).

Die Messungen in dieser Arbeit wurden alle im Flux-Locked-Loop-Mode durchgeführt. Je nach Meßfrequenz wurde im dc- oder ac-Bias-Mode gemessen; Gleichstromspeisung ergab im Vergleich zum ac-Bias immer eine leicht

reduzierte SQUID-Rauschleistung im Bereich des weißen Rauschens, was sich positiv auf die Qualität von TTREM-Abbildungen auswirkte. Rauschspektren wurden mit Bias Reversal aufgenommen, da sich das Interesse insbesondere auf den durch Flußschlauchbewegungen verursachten niederfrequenten $1/f$ -Rauschanteil richtete, der im ac-Bias-Mode bereinigt um das niederfrequente I_c -Fluktuations-Flußrauschen beobachtbar ist.

Weitere Erläuterungen zur Durchführung der Messungen finden sich in den Kapiteln 4 und 5 bei der Beschreibung der einzelnen Experimente.

3.2.5 Signalentstehung

Das Meßprinzip des TTREMs besteht darin, daß der Elektronenstrahl als Sonde zur lokalen Störung der Probe verwendet wird, und das globale Antwortsignal der Probe, also beispielsweise eine Spannungsänderung, in Form eines Grauwerts auf einem Bildschirm dem Bestrahlungsort zugewiesen wird.

Die lokale Bestrahlung durch den Elektronenstrahl hat im wesentlichen zwei Effekte: der Strahlstrom wird auf die Probe aufgebracht und fließt entlang eines elektrischen Felds über den Film ab. Außerdem wird bei einer Strahlenergie E_{Strahl} während der Bestrahlungszeit δt am Bestrahlungsort die Energie $\delta E = \frac{E_{Strahl}}{e} I_{Strahl} \delta t$ deponiert, was zur lokalen Erwärmung des bestrahlten Bereichs in Abhängigkeit der Elektronenstrahlleistung von bis zu einigen Kelvin führt. Dieser Effekt ist in [GROSS und KOELLE, 1994] ausführlich qualitativ und quantitativ diskutiert.

Das Neuartige an der in dieser Arbeit vorgestellten Meß- und Abbildungsmethode ist die Erweiterung des TTREMs um die extrem magnetfeldsensitiven SQUIDs. Dabei kommen den SQUIDs gleichzeitig zwei Aufgaben zu: Sie dienen zugleich als Untersuchungsobjekte und höchstempfindliche Magnetfeldsensoren; ihre besonderen Eigenschaften können in dieser Weise für die Messung genutzt werden: Die Elektronenbestrahlung führt in Abhängigkeit des Bestrahlungsortes \vec{r} zu einer Änderung $\Delta\Phi(\vec{r})$ des magnetischen Flusses in der SQUID-Schleife, was in Abschnitt 4.2 genauer beschrieben werden wird. Diese kann über die SQUID-Elektronik in Form einer Spannungsänderung $\Delta V(\vec{r}) = \frac{\partial V}{\partial \Phi} \Delta\Phi(\vec{r})$ ausgelesen und dem Bildverarbeitungssystem weitergeleitet werden. Dieses Meßverfahren ermöglicht insbesondere ortsaufgelöste und damit lokale Untersuchungen von einzelnen magnetischen Flußschläuchen in Hoch- T_c -SQUIDs, die für ein besseres Verständnis der mikroskopischen Ursachen des niederfrequenten $1/f$ -Flußrauschens in SQUIDs von großer Bedeutung sind.

Kapitel 4

Vorstellung eines neuen Abbildungsverfahrens

4.1 Einführung

Das TTREM wird in Tübingen seit über 20 Jahren für verschiedenartigste orts aufgelöste Untersuchungen in unterschiedlichen Bereichen der Tieftemperatur-Festkörperphysik eingesetzt. Neben der Untersuchung von Tieftemperatureigenschaften bei Halbleitern und Isolatoren [HUEBENER, 1984, 1987] und der räumlichen Darstellungen der Verteilung von kritischen Stromdichten $j_c(x, y)$ und Temperaturen $T_c(x, y)$ supraleitender Filme aus Tief- und Hoch- T_c -Supraleitern [KÖLLE, 1992], wurden in jüngerer Zeit in vielen Experimenten die statische Verteilung von Vortices in langen Josephson-Kontakten bei unterschiedlichen Magnetfeldern [KEIL *et al.*, 1996, MAYER, 1995] und in Netzwerken aus Josephson-Kontakten [KECK, 1997], aber auch das Verhalten und die Wechselwirkung von Josephson-Vortices in dynamischen Zuständen untersucht [DODERER, 1997]. Auch Experimente zu Transporteigenschaften von Flußtransformatoren in integrierten hochtemperatur-supraleitenden SQUID-Magnetometern konnten erfolgreich durchgeführt werden [GERBER *et al.*, 1996, HUSEMANN *et al.*, 1993]. Quenter konnte die Verteilung von Mikrowellen in elektronischen Bauteilen aus supraleitenden Dünnschichten orts aufgelöst darstellen [QUENTER *et al.*, 1996]. Einen umfassenden Überblick zu den Untersuchungsmöglichkeiten von Supraleitern im TTREM haben Gross und Kölle zusammengestellt

[GROSS und KOELLE, 1994]. Das Abbildungsverfahren beruht auf der elektronenstrahlinduzierten, *lokalen* Temperaturerhöhung um $\Delta T \approx 0,1 - 10$ K [KÖLLE, 1992], je nach deponierter Strahlenergie, auf einer Fläche von circa $1 \mu\text{m}^2$, die zu einer *integral* meßbaren Änderung des kritischen Stroms oder der Spannung führt. Die räumliche Auflösung der Abbildungsmethode ist durch die Breite der elektronenstrahlinduzierten Temperaturerhöhung und damit vor allem durch die Reichweite der Strahlelektronen auf circa $1 \mu\text{m}$ begrenzt [KÖLLE, 1992].

Für die Untersuchung der Ursachen von niederfrequentem $1/f$ -Flußrauschen in Hoch- T_c -SQUIDS werden an zahlreichen Instituten Rauschmessungen durchgeführt. Dabei werden Informationen über die Dynamik des gesamte Ensembles der Rauschquellen gewonnen. Integrale, also räumlich gemittelte, Messungen der spektralen Rauschdichte $S_{\Phi}(f)$ liefern Verteilungen von Pinningenergien [DUTTA *et al.*, 1979] und kombiniert mit Messungen des Telegraphenrauschens oder englisch „Random Telegraph Signals“ (RTS) auch spezifische Hüpfängen- und Raten der dem $1/f$ -Rauschen zugrunde liegenden Flußschlauchbewegungen [FERRARI *et al.*, 1991b, JOHNSON *et al.*, 1990] (siehe auch Kapitel 5).

Offensichtlich hängen die niederfrequenten Rauscheigenschaften von Hochtemperatur-SQUIDS und Magnetometern von *lokalen* Filmeigenschaften ab. Über die integralen Messungen hinaus sind deshalb für das Verständnis der mikroskopischen Ursachen des niederfrequenten $1/f$ -Flußrauschen in hochtemperatursupraleitenden Filmen und Bauteilen aus Hochtemperatursupraleitern *lokale* Informationen über Eigenschaften des Pinnings aber auch das dynamische Verhalten *einzelner* gepinnter Vortices von besonderer Wichtigkeit. So können Daten über Pinningkräfte- und lokale Potentialverläufe an speziellen Filmdefekten oder auch deren Abhängigkeit von der Filmgeometrie nur über orts aufgelöste Messungen gewonnen werden. Sie bieten die Möglichkeit, den Zusammenhang zwischen der Filmmikrostruktur und den lokalen Pinning-, beziehungsweise Rauscheigenschaften zu erkunden, der bislang nur sehr wenig verstanden ist.

Zur Untersuchung der Verteilung von Flußschläuchen in Hoch- T_c -Filmen bei unterschiedlichen Einkühlmagnetfeldern, zum Aufspüren bevorzugter Pinningzentren aber auch für das Studium der Stabilität einer Vortexkonfiguration in zeitlich variablen Magnetfeldern sollte zunächst ein Verfahren zur Abbildung von Flußschläuchen zur Verfügung stehen. Eine Sondenmethode, mit Hilfe derer einzelne Flußquanten gestört, geführt und gezielt plziert oder gar in dynamische Zustände angeregt werden könnten, führte zum besseren Verständnis einzelner für das niederfrequente $1/f$ -Rauschen

fundamentaler Flußschlauchhüpfprozesse zwischen den Minima unterschiedlicher Doppel- oder Vielfachmuldenpotentiale, würde aber auch die Evaluation der Kopplungsstärke zwischen bestimmten, im Film als Rauschquellen agierenden, Flußschläuchen und der SQUID-Schleife ermöglichen.

Die im Rahmen dieser Arbeit entwickelte, neuartige TTREM-Meßmethode erfüllt für Untersuchungen an SQUIDs beide Anforderungen, ermöglicht also die Abbildung von Flußquanten in Hoch- T_c -Filmen von SQUIDs und erlaubt mit Hilfe der Elektronenstrahlsonde die lokale Störung von Probenbereichen.

4.2 Elektronenstrahlinduzierte SQUID-Antwortsignale

Bevor durch die magnetfeldsensitiven TTREM-Untersuchungen Erkenntnisse zum Flußrauschen gewonnen werden können, muß zunächst verstanden werden, in welcher Weise SQUIDs auf Elektronenbestrahlung reagieren, und welche Ursachen den SQUID-Antwortsignalen zugrunde liegen. Werden SQUIDs in der in Abschnitt 3.2 beschriebenen Weise im TTREM untersucht, so können beim Abrastern der Proben mit dem Elektronenstrahl unterschiedliche Signale beobachtet werden. Diese beruhen auf zwei grundsätzlich unterschiedlichen Signalentstehungsmechanismen und können nach diesen zwei verschiedenen Gruppen von Signalen, nämlich den Strahlstrom- und ΔT -Signalen, zugeordnet werden. Die unterschiedlichen Signaltypen werden in den folgenden Abschnitten vorgestellt.

4.2.1 Strahlstromsignale

Durch die Elektronenbestrahlung des supraleitenden YBCO-Films wird lokal der Strahlstrom I_{Strahl} auf den Film aufgebracht. Er verteilt sich abhängig vom Bestrahlungsort und der Probengeometrie im Dünnfilm, so daß sich in der Filmebene eine Stromdichteverteilung $j_{Strahl}(x, y)$ einstellt. Der Strahlstrom fließt entlang eines Teil der SQUID-Induktivität L und induziert dadurch in der SQUID-Schleife eine maximale Änderung des magnetischen Flusses um den Betrag $\Delta\Phi_{Strahl,max} = L \int_A j_{Strahl}(x, y) dx dy$. A bezeichnet hier die Fläche durch die I_{Strahl} im Washer oder auch über die Josephson-Kontakte in Richtung Erde abfließt. Zur Vereinfachung der Situation sollen hier folgende Näherungen gemacht werden: Wegen des Meißner-Effekts werden Ströme in Supraleitern von einer Oberflächenschicht getra-

gen, deren Dicke ungefähr λ_L entspricht. Es kann hier zunächst angenommen werden, daß der gesamte injizierte Strahlstrom I_{Strahl} entlang eines ein-dimensionalen Pfades an den Filmkanten fließt. Außerdem wird die Stromdichte entlang dieses Pfades als ortsunabhängig angenommen.

4.2.1.1 Strahlstromsignale am SQUID-Loch

Wird das SQUID an einem Ort (x, y) nahe dem SQUID-Schlitz bestrahlt, so fließt ein Teil $1/2(1 - \alpha_I)$ des Strahlstroms I_{Strahl} entlang des in Abbildung 4.1(c) skizzierten schwarzen Pfades in Richtung des linken Josephson-Kontakts – α_I ist ein Maß für die Asymmetrie der Stromverteilung um den SQUID-Schlitz. Dieser Anteil von I_{Strahl} wird hier $I_1 \equiv 1/2(1 - \alpha_I)I_{Strahl}$ genannt. I_1 passiert dabei den Bruchteil $\alpha_L(x, y)$ der gesamten SQUID-Induktivität L . Dabei wird der positive magnetische Fluß $\Delta\Phi_1 = I_1\alpha_L L = 1/2(1 - \alpha_I)I_{Strahl}\alpha_L L$ in die SQUID-Schleife eingekoppelt. Der andere Teil I_2 des Strahlstroms mit $I_2 \equiv 1/2(1 + \alpha_I)I_{Strahl}$, der in Abbildung 4.1(c) als grauer Pfad dargestellt ist, fließt entlang der Indukti-

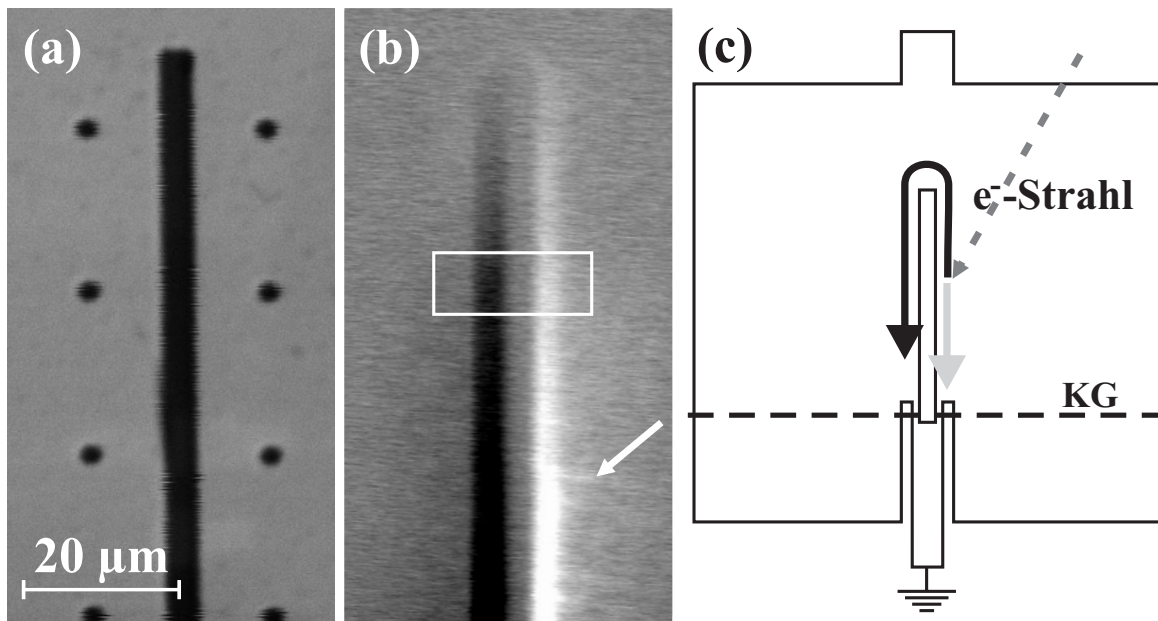


Abbildung 4.1: (a) REM-Oberflächenabbildung und (b) $\Delta\Phi$ -Bild des SQUID-Schlitzes oberhalb der beiden Josephson-Kontakte aufgenommen bei $B = 0$ T, $I_{Strahl} = 2$ nA und $T = 77$ K. (c) zeigt eine Stromverlaufsskizze des nahe des SQUID-Schlitzes auf den Washer aufgetragenen Strahlstroms. Die gestrichelte, schwarze und mit KG bezeichnete Linie deutet den Verlauf der Korngrenze an.

vität $[1 - \alpha_L(x, y)]L$ in Richtung des rechten Kontakts und erzeugt dabei im SQUID-Schlitz den negativen Fluß $\Delta\Phi_2 = -1/2(1 + \alpha_I)I_{Strahl}(1 - \alpha_L)L$. In guter Näherung führt der an den Rändern des SQUID-Schlitzes in Richtung Erde abfließende Strahlstrom im SQUID insgesamt zur Flußänderung

$$\Delta\Phi(x, y) = \Delta\Phi_1 + \Delta\Phi_2 = [\alpha_L - 1/2\alpha_I(x, y) - 1/2]I_{Strahl}L. \quad (4.1)$$

Nehmen wir an, der Strom verteilte sich zu gleichen Teilen auf die beiden Josephson-Kontakte, so wäre $\alpha_I = 0$ und mit Gleichung (4.1) die Flußänderung $\Delta\Phi(x, y) = I_{Strahl}L[\alpha_L(x, y) - 1/2]$. Dieser Fall ist für SQUIDs aus zwei Josephson-Kontakten mit gleichen differentiellen Widerständen im Arbeitspunkt gegeben. Welcher Teil der Induktivität vom Strahlstrom in positiver Stromrichtung durchflossen wird, also wie groß $\alpha_L(x, y)$ ist, hängt offensichtlich vom Bestrahlungsort (x, y) ab. Bei Bestrahlung des oberen Endes des SQUID-Schlitzes sind die von den beiden Strahlstromteilen zu durchfließenden Wegstrecken zu den Josephson-Kontakten gleich lang, somit wird L zu gleichen Teilen in positiver und negativer Stromrichtung durchflossen und $\alpha_L = 1/2$, wenn die SQUID-Induktivität im Washer symmetrisch verteilt ist. Die Flußänderungen in der SQUID-Schleife Φ_1 und Φ_2 heben sich gegenseitig auf und $\Delta\Phi = 0$.

Dies entspricht den Beobachtungen im Experiment. In Abbildung 4.1(b) ist ein Flußänderungsbild ($\Delta\Phi$ -Abbildung) dargestellt, das in dem in Teilbild 4.1(a) gezeigten SQUID-Schlitz-Bereich aufgenommen wurde. Entsprechend dem von der Theorie vorhergesagten qualitativen Verlauf sind die Signale nahe des linken Josephson-Kontakts stark negativ (im Bild dunkel) und nehmen auf dem Weg um den Schlitz in Richtung des rechten Kontakts linear zu positiven Signalwerten (im Bild hell) zu. Am oberen Schlitzende findet ein Vorzeichenwechsel des $\Delta\Phi$ -Signals statt, und $\Delta\Phi = 0$.

Um die Abhängigkeit des $\Delta\Phi$ -Signals vom Strahlstrom zu ermitteln, wurden mehrere $\Delta\Phi$ -Abbildungen von dem in Bild 4.1(b) weiß eingerahmten Bereich mit Strahlströmen von 0,5 nA bis 7 nA aufgenommen. Die Signalhöhen wurden über Linescans ausgewertet und in Abbildung 4.2(a) gegen die Strahlströme aufgetragen. Durch die Meßpunkte wurde eine Ausgleichsgerade gelegt, die zeigt, daß, wie von unserem Modell vorausgesagt, zwischen $\Delta\Phi$ und dem Strahlstrom I_{Strahl} ein linearer Zusammenhang besteht. Die Steigungen der Geraden sind ein direktes Maß für die SQUID-Induktivitäten der L der Proben.

Bei unterschiedlichen differentiellen Widerständen R_1 und R_2 des im Bild linken beziehungsweise rechten Josephson-Kontakts ändert sich α_I zu Werten, die von 0 verschieden sind. Mit der Spannung U am SQUID kann

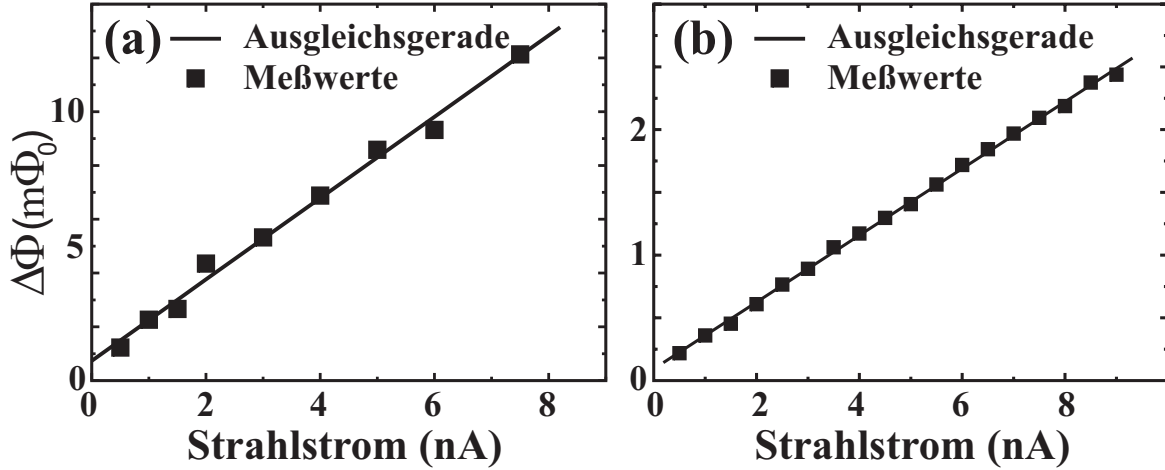


Abbildung 4.2: Elektronenstrahlinduzierte Flußänderung $\Delta\Phi$ im SQUID-Schlitz aufgetragen gegen den Elektronenstrahlstrom bei $B = 0$ T und $T = 77$ K. Die Signale wurden an einer festen Stelle (a) am SQUID-Schlitzrand (siehe weißer Rahmen in Abbildung 4.1) und (b) am äußeren Washerrand (siehe Abbildung 4.4) gemessen.

leicht gezeigt werden, daß für R_1 gilt: $R_1 = U/I_1 = 2U/I_{Strahl}(1 - \alpha_I) = R/(1 - \alpha_I)$. R sei hier der mittlere differentielle Widerstand. Somit entspricht α_I dem aus der Literatur bekannten Widerstandsasymmetrieparameter $\rho \equiv 1 - R/R_1 = R/R_2 - 1$ [TESCHE und CLARKE, 1977]. Im folgenden wird gezeigt werden, daß aus der Lage s_0 des Nulldurchgangs des $\Delta\Phi$ -Signals ρ für das untersuchte SQUID bestimmt werden kann. Vorausgesetzt die Induktivität L ist um das SQUID-Loch symmetrisch verteilt, was bei symmetrischer Probengeometrie und gleicher Josephson-Kontaktlänge und -Breite angenommen werden kann, so gilt $\alpha_L = s$. s ist hier, wie in Abbildung 4.3(a) skizziert, die Länge eines Pfades, gemessen vom linken Josephson-Kontakt entlang am SQUID-Schlitz. s wird in Einheiten der doppelten Schlitzlänge gemessen. An der Nullstelle des $\Delta\Phi$ -Signals gilt mit Gleichung (4.1) $\alpha_L - 1/2\rho - 1/2 = 0$. Am Signalnulldurchgang ergibt sich damit wegen $\alpha_L = s_0$ der Widerstandsasymmetrieparameter aus der Lage s_0 des Nulldurchgangs: $\rho = 2s_0 - 1$, vorausgesetzt L ist entlang des SQUID-Schlitzes gleichmäßig verteilt. Aus ρ und dem mittleren Widerstand R können die differentiellen Widerstände der einzelnen Josephson-Kontakte bestimmt werden. Es gilt: $R_1 = R/(1 - \rho)$ und $R_2 = R/(1 + \rho)$.

In Abbildung 4.3(a) und (b) sind die $\Delta\Phi$ -Darstellungen des Washerschlitzzrandes von verschiedenen SQUIDs mit unterschiedlichen Lagen des Signalnulldurchgangs s_0 zu sehen. In Bild (a) ist der Nulldurchgang deut-

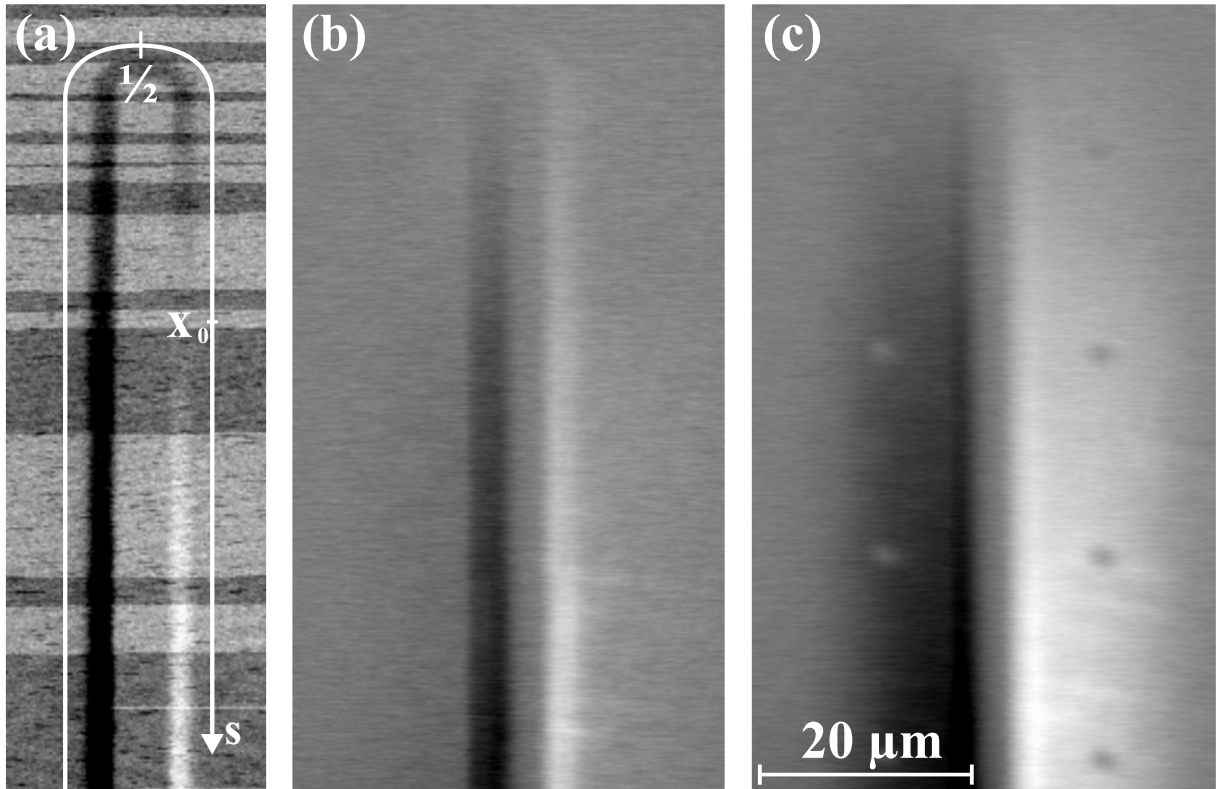


Abbildung 4.3: (a) Schlitzrandsignale mit asymmetrischem Signalverlauf ($B = 0$ T, $I_{\text{Strahl}} = 0,6$ nA und $T = 77$ K). (b) und (c) $\Delta\Phi$ -Darstellungen desselben Washerschlitzes an zwei unterschiedlichen Tagen bei $B = 0$ T, $I_{\text{Strahl}} = 2$ nA und $T = 77$ K aufgenommen. Die Signalbreiten in beiden Bildern unterscheiden sich deutlich voneinander.

lich vom Schlitzende in Richtung rechtem Josephson-Kontakt verschoben; der rechte Kontakt hat also einen größeren differentiellen Widerstand als der linke. Die breiten horizontalen Streifen im Bild sind die Folge von niederfrequenten, stochastischen Spannungsschwankungen. Zur Aufnahme der Abbildung wurde an Stelle eines Lock-In-Verstärkers ein Differenzverstärker verwendet, so daß alle Frequenzen verstärkt wurden.

Die Darstellung der Verteilung der differentiellen Josephson-Kontaktwiderstände könnte dazu verwendet werden, in situ SQUIDs durch Elektronenbestrahlung der Kontakte zu symmetrisieren. Das SQUID könnte dabei geheizt werden, um die Sauerstoffdiffusion in den Korngrenzen zu verstärken. Gleichzeitig stünde im TTREM der Elektronenstrahl zur weiteren lokalen Erwärmung des Josephson-Kontakts mit größerem Widerstand zur Verfügung. Ohne die Notwendigkeit eines zusätzlichen Umbauschrittes könnte die Probe nach der Bestrahlung abgekühlt und

erneut auf die Symmetrie der Widerstände hin untersucht werden.

4.2.1.2 Washerrandsignale

In Abbildung 4.4(a) ist deutlich zu sehen, daß die Elektronenbestrahlung des äußeren Washerrandes eine Flußänderung $\Delta\Phi$ in der SQUID-Schleife hervorruft. Den Washerrandsignalen liegt eine ähnliche Ursache wie den strahlstrominduzierten SQUID-Schlitzsignalen zugrunde: Ein im Randbereich oberhalb der den Washer kreuzenden Korngrenze auf die Probe aufgebracht Strahlstrom (siehe schwarze Linie in Abbildung 4.4(b)) fließt wegen des Meißner-Effekts entlang des Washerrandes in Richtung Erde. Die freie Energie $E_F = E_J(1 - \cos\varphi)$ des langen Korngrenzen-Josephson-Kontakts, der durch den Verlauf der Korngrenze über den Washer gegeben ist, wird für den Tunnelstrom $I_S = 0$ minimal, da die Phasendifferenz φ über den Kontakt nach der ersten Josephson-Beziehung (2.4) für $I_S > 0$ von Null verschieden ist. Deshalb fließt der Strahlstrom nicht über die Washerkorngrenze, sondern durch den YBCO-Film entlang der Korngrenze zum in der Skiz-

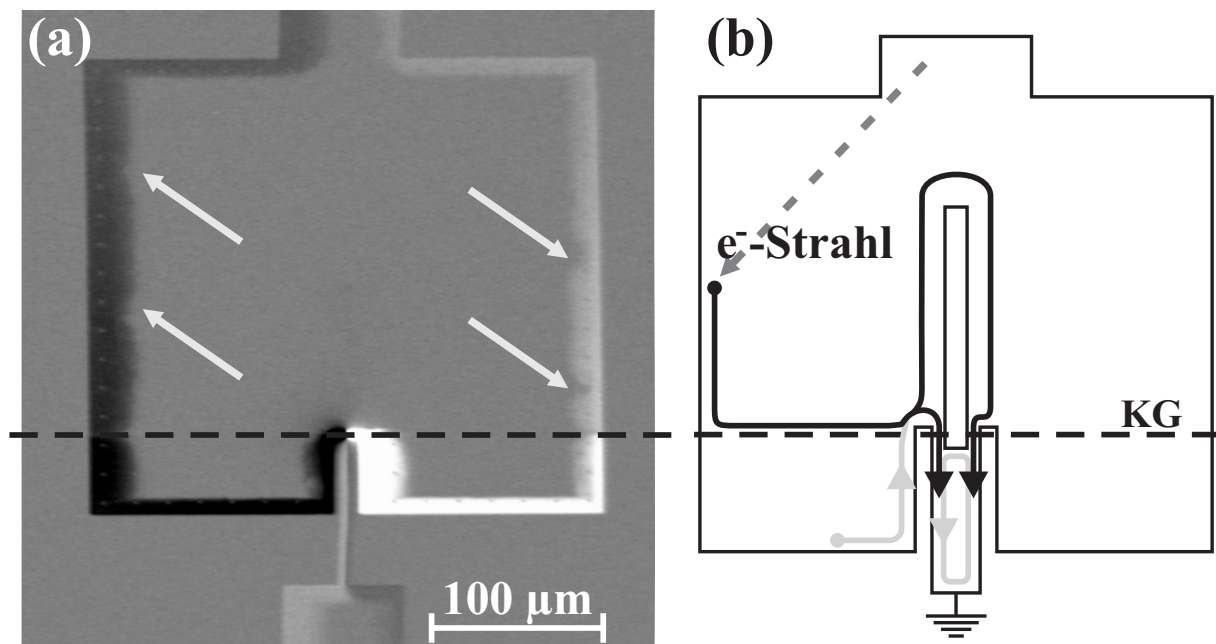


Abbildung 4.4: (a) $\Delta\Phi$ -Bild eines Washer-SQUIDs bei $B = 0 \text{ T}$, $I_{\text{Strahl}} = 2 \text{ nA}$ und $T = 77 \text{ K}$. (b) Skizze des in (a) untersuchten Washer-SQUIDs. Der Verlauf des Strahlstroms im YBCO-Film ist für zwei unterschiedliche Bestrahlungsorte durch den schwarzen und hellgrauen Pfad schematisch angedeutet.

ze linken Josephson-Kontakt (siehe hierzu auch [ROSENTHAL *et al.*, 1991]). Erreicht er diesen, so gelangt ein Teil des Stroms direkt über den Kontakt, der andere Teil nach Umfließen des SQUID-Schlitzes entlang der SQUID-Induktivität über den rechten Kontakt zur Massezuleitung. Dieser Teil des Stroms koppelt magnetischen Fluß in die SQUID-Schleife ein, und zwar je nach dem, ob der rechte oder linke Teil des Washers bestrahlt wird, positiven oder negativen Fluß, was in Abbildung 4.4(a) deutlich an den hellen, beziehungsweise dunklen Signalen zu erkennen ist.

Auch Washerrandsignale skalieren linear mit dem eingebrachten Strahlstrom, was im Schaubild (b) in Abbildung 4.2 leicht zu erkennen ist. Die aufgetragenen Meßwerte wurden durch Linescans an einer festen Stelle am linken Washerrand gewonnen. Die dargestellte Strahlstromserie ist einem SQUID mit geringer Induktivität zugehörig, weshalb die Werte des eingekoppelten Flusses $\Delta\Phi$ kleiner sind als diejenigen in Teilbild (a). Prinzipiell sind die Signale am Washerrand immer größer als am SQUID-Schlitz derselben Probe, da der halbe Strom grundsätzlich entlang der *gesamten* Induktivität fließt.

Selbst an den YBCO-Filmrändern der Zuleitungen sind Signale zu erkennen. Auch diese sind im Rahmen des beschriebenen Modells zu verstehen. Der an den Filmrändern aufgebrauchte Strom verteilt sich, so daß ein Teil entlang der nicht zu vernachlässigenden Josephson-Kontaktinduktivität fließt und dabei den Gesamtfluß im SQUID ändert.

4.2.1.3 Bemerkungen zu Strahlstromsignalen

Eine Abschätzung der SQUID-Induktivität aus den gemessenen strahlstrominduzierten Flußänderungen und den applizierten Strahlströmen ergibt einen um eine bis zwei Größenordnungen zu großen Induktivitätswert. Der Elektronenstrahlstrom allein kann also für die starken Flußänderungen nicht verantwortlich sein. Vielmehr wird vermutet, daß an Oberflächendefekten im Substratmaterial SrTiO_3 , die während des Ionenstrahlätzens hervorgerufen werden, Elektronen-Lochpaare zur Verfügung stehen, die an den YBCO-Filmrändern bei Bestrahlung einen beträchtlichen Teil zum Strom beitragen. Dies erklärt auch, warum die Signale fast nur an den Filmrändern beobachtet werden, die inneren Washerbereiche hingegen signalfrei bleiben. Auch dem an die YBCO-Kanten rückgesputterten SrTiO_3 könnte dabei eine besondere Bedeutung zukommen. Untersuchungen an einer in Phosphorsäure naßchemisch geätzten Probe bestätigen diese These: Es wurden fast keine Randsignale beobachtet. Ionenstrahlgeätzte SQUIDs, die vier Temper-

zyklen in Sauerstoffatmosphäre ausgesetzt wurden, zeigten ebenfalls keine strahlstrominduzierten Randsignale. Oberflächendefekte im SrTiO_3 könnten durch die Temperprozesse ausgeheilt worden sein. Studien über Effekte von Ätzprozessen auf die Qualität von YBCO-Filmen oder die Schädigung der Filmkanten gibt es bislang nur sehr wenige [CHOI *et al.*, 1999, ALFF *et al.*, 1992].

Einige interessante Beobachtungen sollen hier nicht unerwähnt bleiben, können aber allein durch das oben beschriebene Modell nicht erklärt werden und erfordern weiterführende Untersuchungen:

- Randsignale unterhalb der durch den Washer verlaufenden Korngrenze sind größer als solche entlang der YBCO-Filmränder oberhalb der Korngrenze. Dies ist in Abbildung 4.4(a) deutlich zu erkennen. Wird ein Bereich des Washers bestrahlt, der in der Skizze in Abbildung 4.4(b) unterhalb der Korngrenze liegt, so fließt der Strom anfangs entlang eines durch die hellgraue Linie skizzierten Pfades in sehr kleiner Entfernung zum linken Josephson-Kontakt zur Erdung. Wegen der Nähe des Strompfades zum linken Josephson-Kontakt koppelt das dabei entstehende Magnetfeld in großem Maße in die SQUID-Schleife ein. Der in der Zuleitung angeworfene Abschirmstrom (siehe hellgraue geschlossene Linie in der Skizze) verstärkt die strahlstrominduzierte Flußänderung noch zusätzlich. Eine eher unwahrscheinliche Ursache für die starken Signale unterhalb der Korngrenze könnte die unterschiedliche Kristallorientierung des Substrats ober- und unterhalb der Korngrenze sein, die sich auf den Grad der SrTiO_3 -Oberflächenschädigung während des Ionenstrahlätzens auswirkt. Unterschiedliche Konzentrationen an freien Elektron-Loch-Paaren könnten die Folge sein. Flußbewegungen oder -Umverteilungen innerhalb der Korngrenze scheiden als Ursache aus, da sich die Magnetfeldstärke, in dem sich das SQUID während der Aufnahme der Randsignale befindet, in keiner Weise auf die Signale auswirkt.
- Fast alle Strahlstromabbildungen zeigen reproduzierbar deutliche Signalinhomogenitäten auf einer Größenskala von Mikrometern. In den Abbildungen 4.1(b) und 4.4(a) sind Beispiele hierfür durch Pfeile gekennzeichnet. Wegen der Reproduzierbarkeit der Signale ist ein Zusammenhang zwischen Substrat-, beziehungsweise Filmstruktureigenschaften und den speziellen Signalverteilungen denkbar.
- An den Rändern der Antidots werden keine erhöhten Signale beobach-

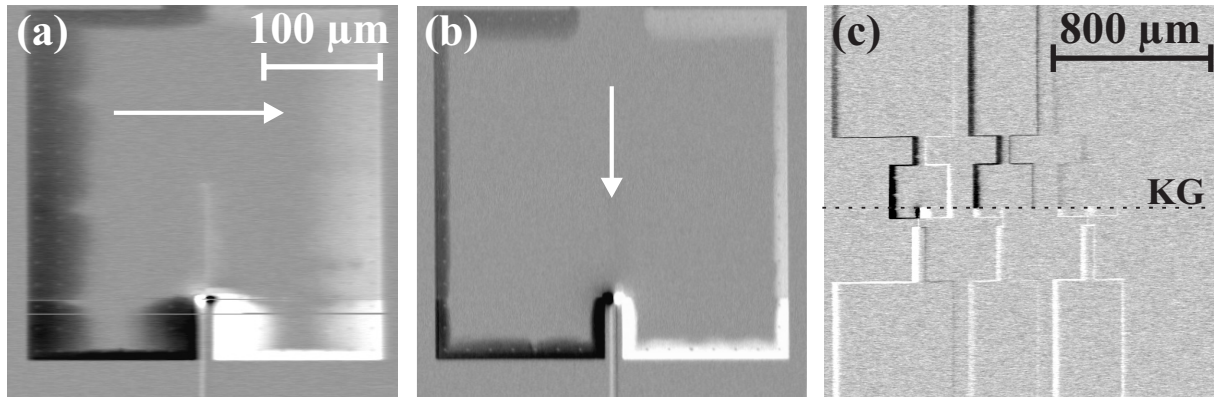


Abbildung 4.5: (a) und (b) sind $\Delta\Phi$ -Abbildungen aufgenommen mit unterschiedlichen Elektronenstrahl-Rasterrichtungen, die durch die weißen Pfeile angedeutet sind, und den Rastergeschwindigkeiten 5,9 Zeilen/s beziehungsweise 0,3 Zeilen/s. (c) zeigt eine Übersichts- $\Delta\Phi$ -Aufnahme von vier nebeneinanderliegenden Proben. Der Verlauf der Korngrenze ist als schwarze gestrichelte Linie angedeutet. Weitere Erläuterungen finden sich im Text.

tet, obwohl auch dort eine erhöhte Dichte an freien Ladungsträgern als Folge des Ionenstrahlätzprozesses zu erwarten ist.

- Die Abbildungen 4.3(b) und (c) zeigen zwei Schlitzrandsignale, die an unterschiedlichen Tagen an derselben Probe bei gleichen Umgebungsbedingungen ($B = 0$ T, $T = 77$ K), Strahlströmen und Rastergeschwindigkeiten aufgenommen wurden. Auch die Einstellungen des Lock-In-Verstärkers waren an beiden Meßtagen dieselben. Die Signalbreiten unterscheiden sich ganz erheblich von einander.
- Die Breiten der Randsignale sind extrem rasterrichtungs- und geschwindigkeitsabhängig. Bei horizontaler (vertikaler) Rasterrichtung in Abbildung 4.5(a) (4.5(b)) sind die linken und rechten (oberen und unteren) Randsignale wesentlich breiter als die übrigen. Außerdem verschmälern sich die Signalbreiten mit abnehmender Rasterzeilengeschwindigkeit (vergleiche Abbildungen 4.5(a) und (b)). Bei Zeilenfrequenzen von 5,9 Zeilen/s und 0,3 Zeilen/s verharrt der Elektronenstrahl bei 512×512 Pixeln pro Bild an jedem Punkt $330 \mu\text{s}$ beziehungsweise 6,6 ms. Durch längere Bestrahlungszeit einer YBCO-Filmstelle werden also nur in geringer Entfernung von der Ätzkante noch Signale beobachtet. Eine zu große Zeitkonstante des Lock-In-Verstärkers kann hierfür nicht verantwortlich sein, da die Randsignale immer spiegel-

symmetrisch bezüglich des Washersentrums beobachtet werden. Nach langer und wiederholter intensiver Elektronenbestrahlung mit hohen Strahlströmen von einigen 10 nA treten auch bei naßchemisch geätzten SQUIDs im Bereich des Washerschlitzrandes Signale in Erscheinung. Wird die Probe einige Stunden auf Raumtemperatur erwärmt, so verschwinden die Signale, und erst nach erneuter intensiver Bestrahlung können diese wieder hervorgerufen werden. Möglicherweise erhöht intensive Bestrahlung im Substrat temporär die Freie-Ladungsträgerdichte. Erst bei höheren Temperaturen können die Anregungen wieder relaxieren, oder der Prozeß verläuft zumindest deutlich schneller als in kalter Umgebung bei $T \approx 77$ K.

- Erstaunliches läßt sich in Abbildung 4.5(c) beobachten: Zu sehen ist eine $\Delta\Phi$ -Abbildung von insgesamt vier benachbarten SQUIDs, die nebeneinander auf einem Chip angeordnet sind. Nur die im Bild linke Probe, zu erkennen an den besonders breiten von negativen (schwarzen) beziehungsweise positiven (weißen) Signalen umrissenen Zuleitungen und dem zwischen den Zuleitungen plazierten quadratischen Washer, ist tatsächlich kontaktiert und wird während der Messung betrieben. Die im Bild rechts davon angeordneten Proben sind alle nicht kontaktiert und ungeerdet. Dennoch ruft die Bestrahlung der Ränder des nächsten und übernächsten SQUIDs eine Flußänderung im betriebenen SQUID hervor, die mit zunehmender Distanz der bestrahlten Proben zum aktiven SQUID kleiner wird. Ganz deutlich ist auch bei den passiven SQUIDs der Vorzeichenwechsel der Randsignale beim Überqueren der Korngrenze zu erkennen. Naheliegend ist eine magnetische Kopplung der benachbarten Proben: oberhalb (unterhalb) der Korngrenze fließt der Strom nach oben (unten) über das hochohmige SrTiO_3 -Substrat ab und erzeugt dadurch ein positives (negatives) Magnetfeld, das vom aktiven SQUID detektiert wird.

4.2.2 ΔT -Signale

Werden SQUIDs in konstanten Magnetfeldern durch die kritische Temperatur T_c eingekühlt und mit dem Elektronenstrahl abgerastert, so treten insbesondere am SQUID-Schlitzrand und innerhalb des YBCO-Films im Vergleich zu magnetfeldfreien Abbildungen andere $\Delta\Phi$ -Signale in Erscheinung, die mit der lokalen elektronenstrahlinduzierten Temperaturerhöhung erklärt werden. Sie werden deshalb als ΔT -Signale bezeichnet. Im Unter-

schied zu den in den Abbildungen 4.1(b) und 4.3 dargestellten strahlstrominduzierten Signalen wird beim Umlaufen des SQUID-Schlitzes im $\Delta\Phi$ -Bild in Abbildung 4.6(a) kein Vorzeichenwechsel beobachtet. Dem ΔT -Signal ist das Strahlstromsignal jedoch überlagert, so daß die Größe des Gesamtsignals von links nach recht zunimmt.

Auch die nur bei starker Bestrahlung mit $I_{Strahl} > 10$ nA sehr schwach auftretenden Signale am Washerrand, die in Abbildung 4.6(b) als unscharfe weiße Linien zu erkennen sind, zeigen an allen Bereichen gleiches Vorzeichen.

ΔT -Signale entstehen durch lokale Erwärmung am Bestrahlungsort (x, y) um die Temperatur $\Delta T(x, y)$ als Folge von Elektronenbestrahlung und damit lokaler Energiedeposition. Der lokale Temperaturanstieg um ΔT führt im erwärmten Bereich zu einer Erhöhung der Londonschen Eindringtiefe $\lambda_L(T)$ um $\Delta\lambda_L(\Delta T)$. Bei Bestrahlung des SQUID-Schlitzrandes vergrößert sich durch die auf einer Fläche A_{Strahl} veränderte Eindringtiefe die effektive Fläche eines SQUID-Schlitzes der Breite d und Länge l in guter Näherung auf $A_{eff, Schlitz} = dl + R^2$. R bezeichnet hier die Elektronenreichweite. A_{Strahl} , in Abbildung 4.7(a) schematisch als schraffiertes Quadrat dargestellt, kann bei einer Elektronenbeschleunigungsspannung

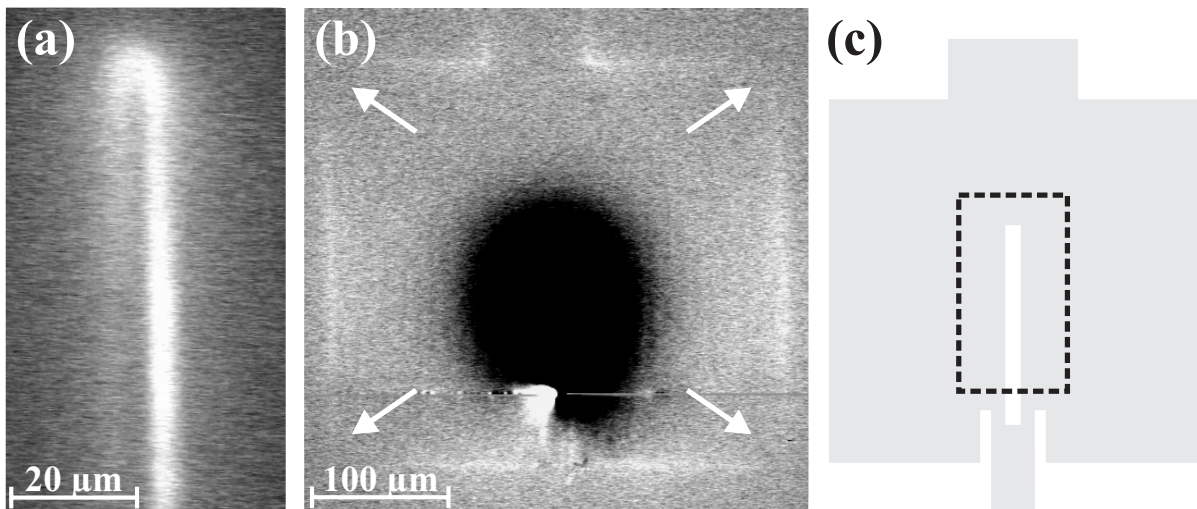


Abbildung 4.6: (a) $\Delta\Phi$ -Abbildung eines Bereichs um den SQUID-Schlitz - der in der Probenskizze (c) durch einen gestrichelten Rahmen angedeutet ist - einer ionenstrahl geätzten Probe mit $I_{Strahl} = 2$ nA und $B = 60$ μ T, beziehungsweise (b) des gesamten Washers eines naßchemisch geätzten SQUIDs mit $I_{Strahl} = 15$ nA bei $T \approx 77$ K und einer Einkühlflußdichte von $B_0 \approx 60$ μ T. Die Grauwerteskala in (b) wurde invertiert, um die schwachen Signale am Washerrand deutlicher hervorzuheben.

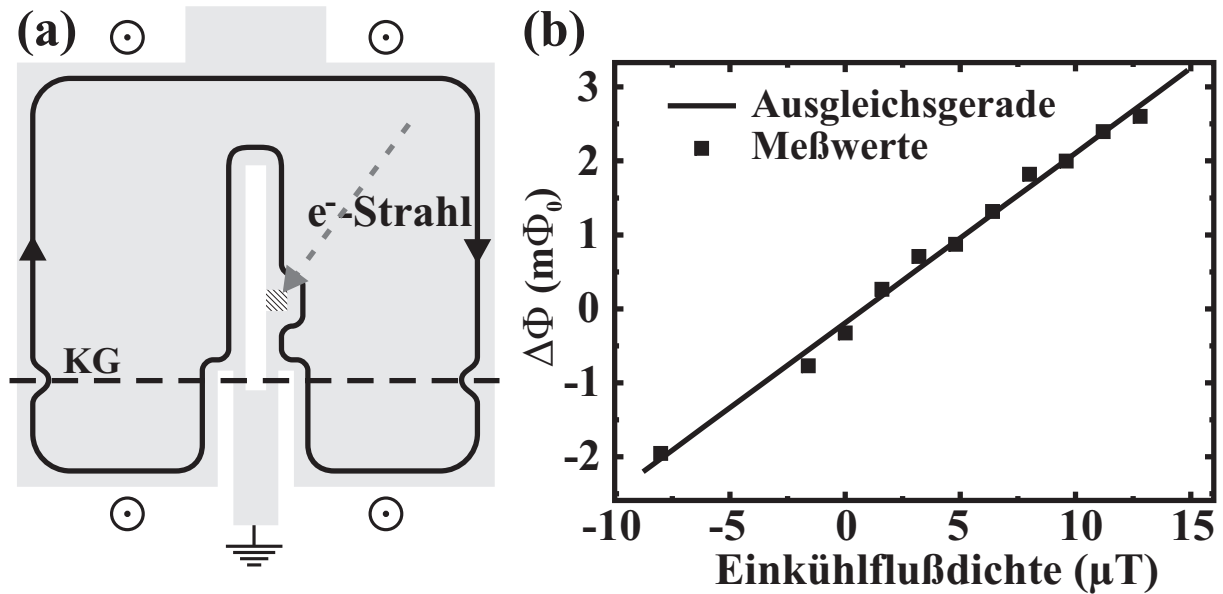


Abbildung 4.7: (a) Skizze eines Washer-SQUIDs (hellgrau) und der im Washer fließenden Abschirmströme (schwarzer Pfad) zur Veranschaulichung der Entstehung von ΔT -Signalen. Das angelegte \vec{B} -Feld ist senkrecht zur Filmebene orientiert. (b) Flußänderung $\Delta\Phi$ aufgetragen gegen verschiedene Einkühlflußdichten bei $I_{Strahl} = 3 \text{ nA}$ und $T = 77 \text{ K}$. Die Meßwerte wurden an einer festen Stelle am SQUID-Schlitzrand durch Linescans ermittelt.

$V_{Strahl} = 10 \text{ keV}$ grob auf das Quadrat der Reichweite des Elektronenstrahlstroms von $R \approx 500 \text{ nm}$ abgeschätzt werden. Der Flußfokussierungsfaktor K_F des Washers sei das Verhältnis der effektiven Fläche des SQUIDs A_{eff} zur Fläche des SQUID-Schlitzes $A_{Schlitz}$: $K_F \equiv A_{eff}/A_{Schlitz}$. Eine elektronenstrahlinduzierte Vergrößerung von $A_{Schlitz}$ um $A_{Strahl} = R^2$ auf $A_{eff,Schlitz}$ führt auch zu einem Anstieg der effektiven Fläche A_{eff} des gesamten SQUIDs um $\Delta A_{eff} = K_F R^2$. Für die untersuchten Proben ist $K_F = 3$, und die nach dem Modell zu erwartende elektronenstrahlinduzierte Vergrößerung der effektiven Fläche $\Delta A_{eff} \approx 0,75 \mu m^2$.

Für eine gegebene Einkühlflußdichte B_0 wird die Vergrößerung von A_{eff} um ΔA_{eff} zu einer Änderung des magnetischen Flusses Φ im SQUID um $\Delta\Phi = B_0 \Delta A_{eff}$ führen. Das beobachtete Signal sollte also mit der Einkühlflußdichte linear skalieren. Außerdem ist die Steigung $\Delta\Phi/B_0$ gerade durch die elektronenstrahlinduzierte Änderung der effektiven Fläche ΔA_{eff} gegeben.

In Abbildung 4.7(b) sind elektronenstrahlinduzierte Flußänderungen eines festen Bestrahlungsbereichs am Schlitzrand gegen die Flußdichte B auf-

getragen, in der sich das SQUID während der Messung befand. B wurde nicht verändert, entsprach also immer der Einkühlflußdichte B_0 . Die Signale wurden an der Stelle durch Linescans ermittelt, an der das überlagerte Strahlstromsignal näherungsweise zu vernachlässigen war. Die experimentell gewonnenen Meßwerte steigen proportional zum B -Feld an. Für die aus dem Diagramm ermittelte Steigung $\Delta\Phi/B_0$ und damit für die effektive SQUID-Fläche gilt: $\Delta A_{eff} \approx 0,5 \mu\text{m}^2$. Die experimentellen Ergebnisse stimmen mit den Prognosen des Modells also in guter Näherung überein.

Qualitativ können ΔT -Signale auch dadurch erklärt werden, daß der wegen des Meißner-Effekts durch das äußere Magnetfeld im SQUID angeworfene Abschirmstrom, der in der Skizze in Abbildung 4.7(a) als schwarzer Pfad eingezeichnet ist, durch die lokale Elektronenbestrahlung und Erhöhung von λ_L im Bereich des Bestrahlungsorts auf einen Umweg gelenkt wird. Im Vergleich zum unbestrahlten Fall entspricht dies einer Vergrößerung der SQUID-Induktivität L . Dadurch wird mehr Fluß in den SQUID-Schlitz eingekoppelt, was in Abbildung 4.6(a) als weißes Signal zu erkennen ist.

Das in Abbildung 4.6(b) dargestellte $\Delta\Phi$ -Bild zeigt einerseits sehr deutlich, daß ΔT -Signale im SQUID-Schlitzbereich wesentlich stärker auftreten, als solche am Washerrand - der tief schwarze Bereich im Zentrum der Abbildung ist Ausdruck eines stark übersteuerten ΔT -Schlitzrandsignals - und daß sich Schlitz- und Washerrandsignale im Vorzeichen unterscheiden. Dies ist qualitativ verständlich: ähnlich, wie Bestrahlung des Schlitzrandes die effektive SQUID-Fläche durch Erweiterung von $A_{Schlitz}$ um R^2 erhöht, führt lokale elektronenstrahlinduzierte Erwärmung eines Bereichs am SQUID-Washerrand zur Reduzierung der Washerfläche und des Flußfokussierungseffekts und damit zur Verkleinerung von A_{eff} . Elektronenbestrahlung am Washerrand vermindert also den magnetischen Fluß im SQUID-Schlitz. Die effektive Fläche eines Washer-SQUIDs läßt sich in grober Näherung aus $A_{Schlitz}$ und der Washerfläche A_{Washer} mit folgender Formel abschätzen: $A_{eff} \approx (A_{Schlitz}A_{Washer})^{1/2}$. Eine elektronenstrahlinduzierte Änderung von $A_{Schlitz}$ um A_{Strahl} wirkt sich wegen $A_{Washer} \gg A_{Schlitz}$ erheblich stärker auf den Betrag von A_{eff} aus, als die entsprechende Reduzierung von A_{Washer} um A_{Strahl} . Die Bestrahlung des Schlitzrandes erhöht den magnetischen Fluß deshalb im SQUID stärker, als die Bestrahlung des Washerrandes Φ reduziert. Die unterschiedlichen Signalstärken entsprechen damit qualitativ den Vorhersagen des Modells.

Das extrem breite ΔT -Schlitzsignal in Abbildung 4.6(b) von über $100 \mu\text{m}$ könnte ein Hinweis darauf sein, daß die effektive magnetische Eindringtiefe bei Dünnschichten mit Filmdicken $t \approx \lambda_L$ sehr stark auf Tempera-

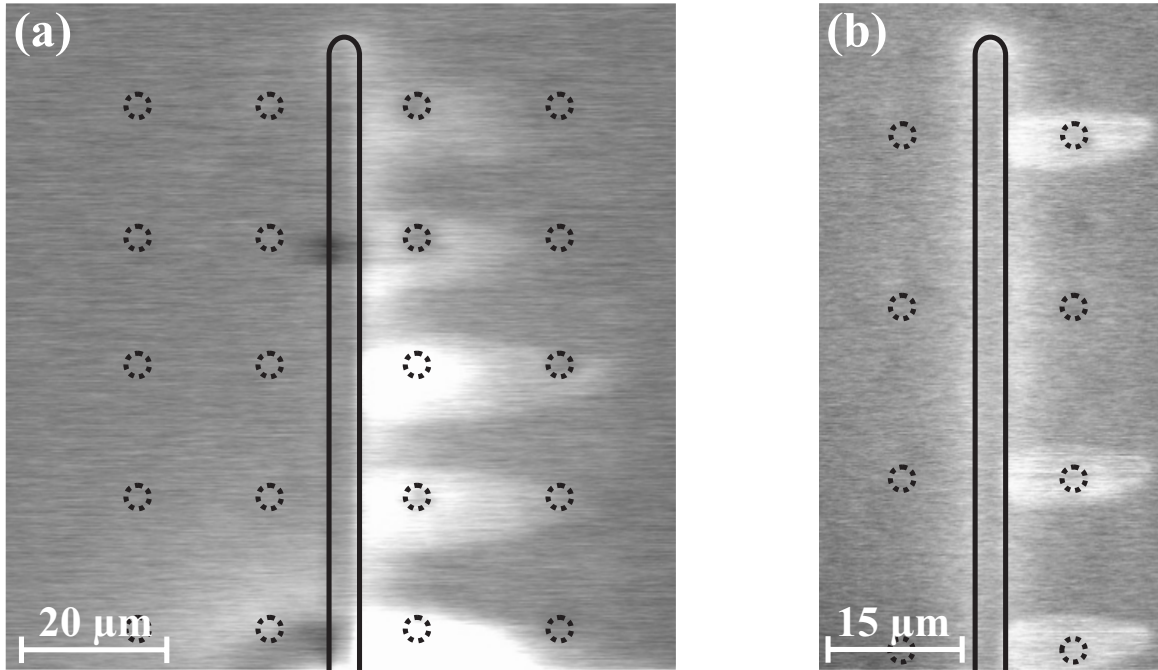


Abbildung 4.8: $\Delta\Phi$ -Signale aufgenommen in der Umgebung des SQUID-Schlitzes im Abstand von 5 Tagen bei $T = 77\text{ K}$ und (a) $B_0 \approx 60\ \mu\text{T}$ beziehungsweise (b) $B_0 \approx 90\ \mu\text{T}$. Antidot- und SQUID-Schlitzränder sind durch gestrichelte beziehungsweise schwarze Linien angedeutet.

turänderungen reagiert. Selbst die lokale Erwärmung von Washerbereichen in Abständen vom Schlitz, die wesentlich größer als λ_L beziehungsweise der thermischen Abklinglänge sind, führen zu einer Änderung des Flusses im SQUID.

Da die elektronenstrahlinduzierte Verkleinerung der effektiven SQUID-Fläche am Washerrand ΔA_{eff} in guter Näherung unabhängig vom Bestrahlungsort auf dem Rand ist, und $\Delta\Phi(x, y) = \Delta A_{eff} B(x, y)$, kann Abbildung 4.6(b) als Darstellung der Magnetfeldverteilung am Washerrand interpretiert werden. Helle Signale zeigen Bereiche hoher, graue Signale, die insbesondere an den durch weiße Pfeile gekennzeichneten Washerecken auftreten, Randflächen reduzierter Feldstärke. Dies entspricht der lehrbuchmäßigen Feldverteilung um quadratische Flächen aus supraleitenden Dünnschichten in senkrecht zur Filmebene orientierten Magnetfeldern, die auch durch andere Abbildungstechniken nachgewiesen werden können [JOOSS *et al.*, 1998].

Neben Flußschlauch- oder Vortextsignalen in SQUID-Washern, die wegen ihrer großen Bedeutung für die Untersuchungen in dieser Arbeit im nächsten Abschnitt 4.3 ausführlich diskutiert werden, sollen hier in aller Kürze Be-

obachtungen erwähnt werden, die allein durch das oben vorgestellte ΔT -Signalentstehungsmodell nicht abschließend erklärt werden können, und zu deren Verständnis weiterführende Untersuchungen notwendig sein werden.

Wurden nach dem Einkühlen eines AC-Washer-SQUIDs durch T_c in einer Einkühlflußdichte von $B_0 \approx 60 \mu\text{T}$ YBCO-Filmbereiche um den SQUID-Schlitz intensiv, also mit einer Beschleunigungsspannung von 10 kV und $I_{\text{Strahl}} = 17 \text{ nA}$, mit dem Elektronenstrahl abgerastert, so traten die in Abbildung 4.8(a) dargestellten $\Delta\Phi$ -Signale auf: In Rasterrichtung sind deutlich und großflächig positive Signale zu beobachten, die immer in Höhe eines Antidots bis zu $30 \mu\text{m}$ vom Schlitz keilförmig in den Film hineinreichen. Das positive Signal deutet darauf hin, daß die Elektronenbestrahlung zu einer Zunahme des magnetischen Flusses in der SQUID-Schleife führt, oder mit anderen Worten die effektive SQUID-Fläche durch Bestrahlung vergrößert wird. Der physikalische Zustand des SQUIDs erwies sich als extrem stabil: selbst nach fünf Tagen, von denen sich das SQUID vier Tage auf Raumtemperatur befand, waren die Signale bei etwas größerem Magnetfeld, aber ansonsten gleichen Untersuchungsbedingungen, zwar etwas verändert, aber immer noch in der in Abbildung 4.8(b) dargestellten Weise zu sehen, ohne daß erneut stark bestrahlt worden wäre, und verschwanden erst, nachdem die Probe einen weiteren Tag auf Raumtemperatur aufgewärmt worden war.

Die mit der neuen flußempfindlichen TTREM-Abbildungsmethode beobachteten Signale und deren Ursache sind weitgehend verstanden und können durch schlüssige Modelle erklärt werden. Somit können wir uns jetzt einem Spezialfall der ΔT -Signale widmen, der uns zahlreiche Untersuchungen zu Ursachen und Unterdrückungsmöglichkeiten von niederfrequentem Flußrauschen in YBCO-SQUIDs ermöglichen wird.

4.3 Abbildung von Vortices in YBCO-Dünnschichten

Um Informationen über kritische Stromdichten oder Pinningkräfte in supraleitenden Filmen zu erlangen, müssen lokale, magnetische Flußverteilungen bekannt sein. Zahlreiche Meßmethoden werden deshalb zur Darstellung von magnetischem Fluß in supraleitenden Dünnschichten erfolgreich eingesetzt. Sollen einzelne Flußschläuche abgebildet werden, so scheitern einige Verfahren jedoch am begrenzten räumlichen Auflösungsvermögen. Um ortsauflösende Untersuchungen an Flußlinien im Erdmagnetfeld mit einer Flußdichte von etwa $30 \mu\text{T}$ durchführen zu können, muß die Auflösung we-

nigstens dem Vortexabstand von circa $8 \mu\text{m}$ entsprechen.

Unter Verwendung der magnetischen **Dekorations-** oder auch **Bittermethode** konnten Essmann und Träuble erstmals direkt das hexagonale Abrikosov-Vortexgitter in einem dünnen PbIn-Stab bei einer Temperatur von 1,1 K abbilden, indem sie die Oberfläche des Supraleiters mit kleinen ferromagnetischen Teilchen bedeckten, die sich im Feldgradient der Flußlinien konzentrierten [ESSMANN und TRÄUBLE, 1967].

Magnetooptische Abbildungsverfahren, die auf dem Faraday- oder Kerr-Effekt [LYONS und DILLON, 1991] basieren, bieten mit optischen Auflösungen von weniger als $0,5 \mu\text{m}$ zwar prinzipiell die Möglichkeit Vortexgitter statisch oder als schnelle Bilderfolge auch in Bewegung zu beobachten. Dazu müssen die zu untersuchenden Proben allerdings mit mehreren reflektierenden und optisch aktiven Schichten bedampft werden, die die räumliche Auflösung reduzieren und bei Bauteilen aus Hoch- T_c -Supraleitern oft schädigend wirken. Bislang ist es zwar gelungen magnetische Domänen, nicht aber einzelne Vortices abzubilden. Eine Übersicht zu diesen Methoden findet sich in [KOBLSCHKA und WIJNGAARDEN, 1995, HUEBENER, 1979].

Die auf dem Aharonov-Bohm-Effekt beruhende **Lorentz-Transmissionselektronenmikroskopie** [HARADA *et al.*, 1992], bei der die magnetfeldabhängige Ablenkung von Elektronen zur Visualisierung von magnetischen Flußlinien ausgenutzt wird, bietet die Möglichkeit, Abrikosov-Gitter sowohl statisch als auch in Echtzeit mit hoher Brillanz abzubilden. Allerdings erfordert diese Technik Proben, die für Transmissionselektronenmikroskopie geeignet sind, was die Präparation sehr aufwendig und extrem schwierig macht. Es ist fraglich, ob die Präparation derartiger Proben ohne Verlust der supraleitenden Eigenschaften und damit solche Untersuchungen an Dünnschichten aus Hoch- T_c -Supraleitern überhaupt möglich sind. Tonomura gelang es jedoch, das Verfahren an dünnen $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+x}$ -Einkristallen anzuwenden [TONOMURA *et al.*, 1999]. Detailliert ist die Methode in [TONOMURA, 1995] beschrieben.

Eine Vielzahl von rastersondenmikroskopischen Abbildungsverfahren ermöglichen Untersuchungen an Vortices in hoch- T_c -supraleitenden Dünnschichten mit hohem räumlichen, magnetischen und spektroskopischen Auflösungsvermögen [DE LOZANNE, 1999]:

- **Rastertunnelmikroskopie** ermöglicht die orts aufgelöste Messung der Quasiteilchen Zustandsdichte nahe der Fermienergie und damit indirekt der Energielücke bei Supraleitern, die im Vortexkern verschwindet [HESS *et al.*, 1989]. Sie kann nur bei sehr glatten Probenoberflächen

verwendet werden. YBCO-Filme mit entsprechend niedrigen Oberflächenrauigkeiten können bislang nicht hergestellt werden. Tunnelmikroskopische Vortexuntersuchungen wurden jedoch erfolgreich an YBCO-Einkristallen durchgeführt [FISCHER *et al.*, 1997, MAGGIO-APRILE *et al.*, 1995]. Die Auflösung kann, je nach Durchmesser der Tunnelspitze, bis zu 1 nm betragen, was Messungen in Flußdichten von bis zu einigen Tesla ermöglicht [TROYANOVSKI *et al.*, 1999].

- Die **Magnetische Kraftmikroskopie** nutzt die attraktive beziehungsweise repulsive Wechselwirkung zwischen magnetischem Moment eines Abrikosov-Vortex und der magnetisierten Sondenspitze. Diese Wechselwirkung ist jedoch so stark, daß nur sehr gut gepinnte Vortices abgebildet werden können. Streufelder reduzieren die Abbildungsqualität in hohem Maße. Dennoch wurden Ortsauflösungen von bis zu 20 nm erreicht [RUGAR *et al.*, 1990, MOSER *et al.*, 1995]. Ausführlich wird die Methode in [HUG *et al.*, 1998] diskutiert.
- Für die **Raster-Hall-Sondenmikroskopie** [CHANG *et al.*, 1992] wird als Meßspitze eine mikroskopisch kleine Hall-Sonde verwendet. Vorteilhaft hierbei ist, daß die Spitze aus nichtmagnetischen Materialien aufgebaut ist, und die Vortex-Sonden-Wechselwirkung entsprechend klein ist. Die Ortsauflösung beträgt abhängig von der Sondengröße circa 250 nm [ORAL *et al.*, 1998].
- **Raster-SQUID-Mikroskope** [KIRTLEY *et al.*, 1995] erreichen wegen der vergleichsweise großen magnetfeldempfindlichen Sonde in Form eines SQUIDs nur räumliche Auflösungen von etwa 10 μm . Ihre Vorteile liegen in der großen Flußempfindlichkeit, dem vergleichsweise großen Rasterbereich und der Möglichkeit, absolute Magnetfeldstärken zu bestimmen. Für die Vortexabbildung werden sie deshalb wenig eingesetzt; vielmehr liegt der Schwerpunkt ihrer Anwendungen in der orts aufgelösten Vermessung von Flußverteilungen [KIRTLEY *et al.*, 1999, TSUEI *et al.*, 1996].
- Auch die **Raster-Magnetowiderstandsmikroskopie** könnte in naher Zukunft die Vielfalt an Methoden zur Untersuchung von Abrikosov-Vortices erweitern. Schon heute können Lese-Schreib-Sonden aus kolossal magneto-resistiven Bauelementen, sogenannte Magneto-resistive Spin Valve Heads, hergestellt werden, die Ortsauflösungen von circa 250 nm ermöglichen [PETROV *et al.*, 1998]. Die ma-

gnetische Empfindlichkeit wird durch Verwendung neuer Materialien ständig gesteigert.

Zur Untersuchung von Rauschquellen des niederfrequenten $1/f$ -Rauschens in YBCO-SQUIDs sollte ein handliches Verfahren zur Verfügung stehen, das sowohl die Lokalisierung, also die Abbildung der Rauschquellen mit ausreichender Auflösung, als auch deren Manipulation, das heißt gezielte Platzierung, Verschiebung oder Aktivierung ermöglicht. Keine der oben genannten Meßmethoden erfüllt alle diese Anforderungen. Der flußempfindliche Meßmodus im TTREM ermöglicht sowohl die Abbildung als auch die lokale Störung von Flußlinien in YBCO-SQUIDs. Zunächst sollen jedoch erste Abbildungen und der Signalentstehungsmechanismus beschrieben werden.

4.3.1 Signalentstehung

Abbildung 4.9 zeigt zwei $\Delta\Phi$ -Bilder, die an zwei verschiedenen SQUIDs aufgenommen wurden, nachdem diese in Magnetfeldern entgegengesetzter Richtung unter die kritische Temperatur gekühlt worden waren. Wieder zeigen sich die in Abschnitt 4.2.2 beschriebenen ΔT - und Strahlstromsignale am Rand des SQUID-Schlitzes. Überdies sind aber auch magnetische Fluß-

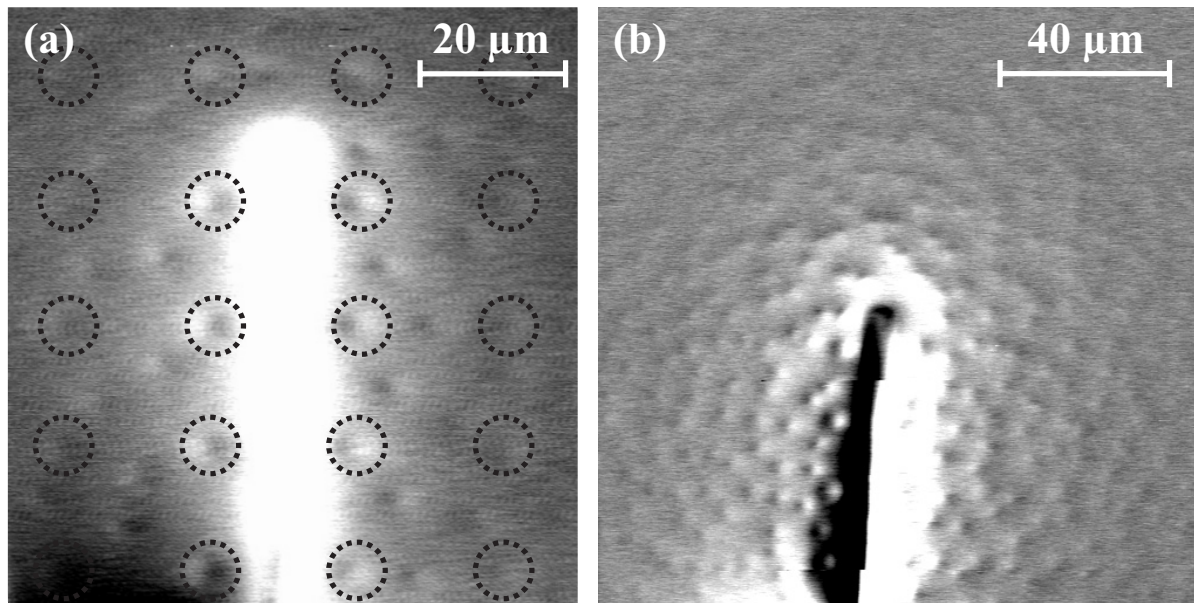


Abbildung 4.9: $\Delta\Phi$ -Abbildungen die im Bereich des Washerschlitzes an zwei unterschiedlichen Typ AC19-SQUIDs aufgenommen wurden: (a) $B \approx 60 \mu T$, $I_{Strahl} = 19 nA$, $T = 77 K$; (b) $B \approx -60 \mu T$, $I_{Strahl} = 15 nA$, $T = 83,5 K$.

linien zu sehen, die sich teilweise in Antidots befinden, andererseits aber auch als interstitielle Vortices im YBCO-Film zwischen dem Antidotgitter mit Lochabstand $19 \mu\text{m}$ gepinnt sind. Die Lage der Antidots ist in Abbildung 4.9(a) durch schwarz gestrichelte, nicht maßstäblich gezeichnete Kreise markiert. Zu erkennen sind sowohl Film-, als auch Antidotvortices an bipolaren, in radialer Richtung zum SQUID-Schlitz orientierten Signalen, die in $\Delta\Phi$ -Abbildungen als Paare aus positiven und negativen Signalen, also als Hell-Dunkel-Bereiche erscheinen. Bei etwas über den Stickstoffsiedepunkt von circa 77 K erhöhten Temperaturen (Abbildung 4.9(b)) lassen sich Vortices in Abständen größer als $60 \mu\text{m}$ vom SQUID-Schlitz beobachten.

Auffällig ist die Umkehr der Signalpolarität bei unterschiedlichen Magnetfeldrichtungen: Während bei positiven Magnetfeldern, die aus der Bildebene heraus orientiert sind, der negative - im $\Delta\Phi$ -Bild dunkle - Teil des Vortexsignals immer in Richtung zum Schlitz zeigt (Abbildung 4.9(a)), dreht sich diese Orientierung bei negativer Feldrichtung um (Abbildung 4.9(b)). Dieses Verhalten ist ein deutlicher Hinweis darauf, daß der Vortexsignalen zugrundeliegende Signalentstehungsmechanismus dem von ΔT -Signalen an den SQUID-Schlitzrändern, der in Abschnitt 4.2.2 erläutert wurde, sehr ähnlich ist.

Wieder ist die lokale, durch Elektronenbestrahlung hervorgerufene Temperaturänderung um ΔT Grundlage für die Signalentstehung: Die Temperaturerhöhung, die sich etwa über die laterale Reichweite der Strahlelektronen $R(10 \text{ keV}) \approx 500 \text{ nm}$ erstreckt, führt am Bestrahlungsort zu einem Anstieg der Londonschen Eindringtiefe $\lambda_L(T)$ um $\Delta\lambda_L(T)$. Findet die Bestrahlung in einem Abstand $0 < \Delta x \lesssim 2 \mu\text{m}$ vom Vortex oder am Rand eines Antidots statt, in dem sich ein Flußquant befindet, so werden die das Vortex umgebenden Abschirmströme durch die Änderung der magnetischen Eindringtiefe umgelenkt; die Strahlsonde übt auf das Vortex eine attraktive Kraft aus, so daß während der Bestrahlung sein Schwerpunkt in Richtung Bestrahlungsort verschoben wird. Je nach Verschiebungsrichtung führt dies im SQUID zur Flußänderung [FERRARI *et al.*, 1991a]

$$\Delta\Phi(x, y) = \frac{\partial\Phi}{\partial r}(x, y)\Delta r, \quad (4.2)$$

wo Δr die Abstandsänderung des Vortex in radialer Richtung vom SQUID-Schlitz ist. Die Vortexverlagerung wird etwa der halben Änderung der magnetischen Eindringtiefe $\Delta\lambda_L(T)$ entsprechen. Da azimuthale Vortexverlagerungen keine Flußänderungen im SQUID hervorrufen und damit keinen Signalbeitrag leisten, erscheinen die Vortices in den Abbildungen nicht rund,

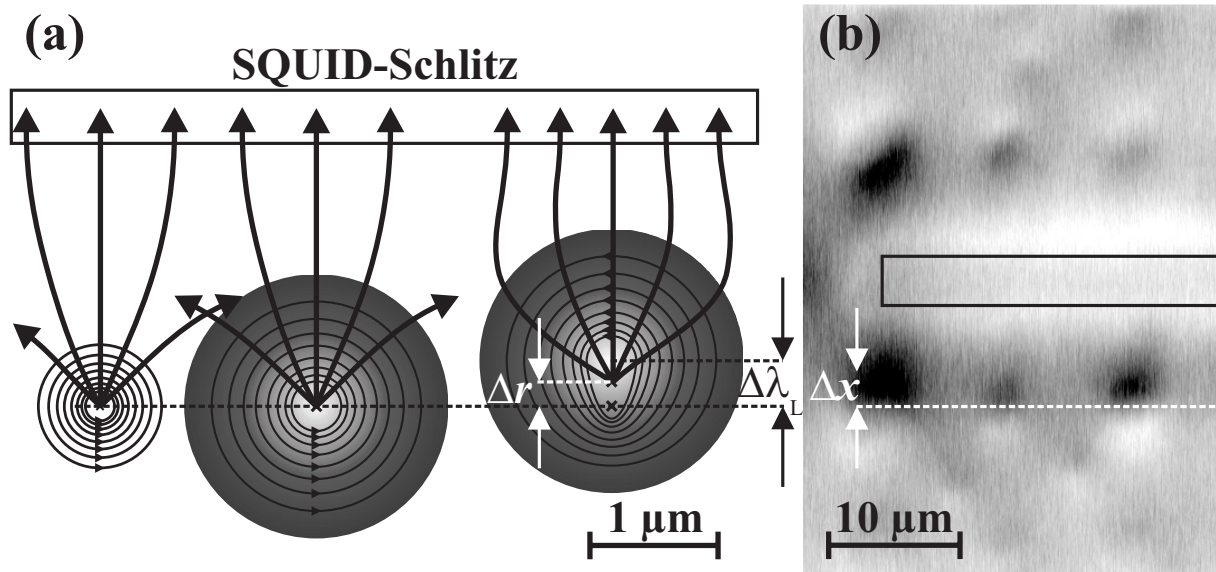


Abbildung 4.10: (a) Skizze zur Vortex-Signalentstehung. Transversalschnitt durch ein unbestrahltes, zentral bestrahltes und exzentrisch bestrahltes Vortex. Hell-Dunkel-Grauverläufe zeigen den kontinuierlichen Temperaturübergang vom erwärmten Bereich (helles Zentrum) zu den kälteren Vortexrändern. Die Magnetfeldlinien der bestrahlten Vortices sind auf der Seite des SQUID-Schlitzes durch schwarze Kurven angedeutet. (b) $\Delta\Phi$ -Vortexabbildung. Der SQUID-Schlitz ist von einer schwarzen Linie umrissen.

sondern eher oval keulenförmig (siehe beispielsweise Abbildung 4.10(b)).

Dies wird in Abbildung 4.10(a) schematisch veranschaulicht: ganz links im Bild ist ein zunächst unbestrahltes Vortex zu sehen, dessen Abschirmströme durch schwarze bepfeilte Kreise dargestellt sind. Trifft der Elektronenstrahl das Vortex zentral, wie dies im mittleren Teilbild skizziert ist, so nimmt durch die vergrößerte magnetische Eindringtiefe die räumliche Ausdehnung des Vortex isotrop zu; der vom SQUID detektierte magnetische Fluß bleibt unverändert. Nur die exzentrische Bestrahlung des Vortex, schematisch im rechten Teilbild der Abbildung 4.10(a) zu sehen, führt zu mehr oder weniger Fluß im SQUID, je nachdem, ob der Schwerpunkt des Vortex, angedeutet durch ein schwarzes \times , vom Schlitz weg oder zu diesem hin bewegt wird. Dies hängt nicht von der Elektronenstrahl-Rasterrichtung, sondern ausschließlich von der relativen Lage des Bestrahlungsorts zum Vortex ab. Weil das den SQUID-Schlitz durchsetzende Flußlinienaußenfeld das umgekehrte Vorzeichen vom Umgebungs- und Vortexkernfeld hat, führt die Annäherung eines Vortex an den Schlitz immer zur Reduzierung des Betrags

des magnetischen Flusses im SQUID.

4.10(b) zeigt einige im Bereich des SQUID-Schlitzes gepinnte Vortices. Zur Unterdrückung der für die Vortexabbildung störenden ΔT -Randsignale wurde nach Erreichen der Arbeitstemperatur das angelegte Magnetfeld reduziert. Die weiß gestrichelte Linie markiert die Position von drei unbestrahlten Flußlinien. Lokale Elektronenbestrahlung im Abstand Δx von der Ruheposition führt auch bei $\Delta x > \lambda_L$ noch zu Signalen, da die thermische Ausdehnung des lokal erwärmten Bereichs etwa ein Mikrometer groß ist. So wird auch erklärbar, warum Vortexsignale in $\Delta\Phi$ -Abbildungen größer erscheinen, als dies ihrer tatsächliche Ausdehnung (siehe Abschnitt 2.2) entspricht: Das Vortexsignal ist die Faltung des Strahlsondentemperaturprofils [KÖLLE, 1992] mit der vom Bestrahlungsort (x, y) abhängigen Flußänderungsfunktion $\Delta\Phi(x, y)$, die die Änderung des magnetischen Flusses im SQUID als Folge des Abrasterns eines Vortex mit punktförmiger Strahlsonde beschreibt.

Quantitative Analysen der Vortexsignalhöhen bestätigen das Signalentstehungsmodell: Ferrari *et al.* haben die Flußkopplungsstärke $\Phi_r \equiv \frac{\partial\Phi}{\partial r}(r)$ eines einzelnen Vortex, das im Abstand r vom Mittelpunkt eines zirkulären Washers entfernt im Film gepinnt ist, berechnet [FERRARI *et al.*, 1991a, STRAUB, 1999]. Dabei verwendeten sie die aus der Elektrostatik bekannte Methode der Spiegelladungen und erweiterten diese auf Spiegelvortices. Die dabei gewonnene Gesetzmäßigkeit ermöglicht die Berechnung des Flusses $\Phi(r)$, den ein Vortex in das SQUID-Loch mit Durchmesser $2a$ eines Washers mit Radius c einkoppelt. Schematisch ist dies in der Skizze in Abbildung 4.11(a) als Schnittbild dargestellt. Die Theorie wurde auf die in den Messungen verwendete Probengeometrie, also Washerbreiten von $300 \mu\text{m}$ und SQUID-Schlitzbreiten von $5 \mu\text{m}$ angewandt, wobei Δr als einziger Parameter frei angepaßt wurde.

In Abbildung 4.11 ist die durch Elektronenbestrahlung mehrerer gepinnten Vortices induzierte Flußänderung $\Delta\Phi(r)$ gegen den radialen Abstand der Flußlinien zum SQUID-Schlitz r aufgetragen. Die Werte wurden aus Line-scans über Vortexabbildungen gewonnen. Die in (a) aufgetragenen Meßpunkte entstammen einer Abbildung von Antidotvortices der Probe S10-1 (Typ AC19) aufgenommen bei $B \approx 60 \mu\text{T}$, während in (b) sowohl in Antidots, als auch im Film gepinnte und bei $B \approx 40 \mu\text{T}$ abgebildete Vortices in Probe S11-5 (Typ AC, Antidotabstände und -Durchmesser variabel) ausgewertet wurden. Aus der in [FERRARI *et al.*, 1991a] angegebenen Beziehung für $\Phi(r)$ wurde durch Ableiten die Kopplungsstärke $\Phi_r(r)$ berechnet und die elektronenstrahlinduzierte Flußänderung $\Delta\Phi(r) = \frac{\partial\Phi}{\partial r}(r)\Delta r$ durch Variation von

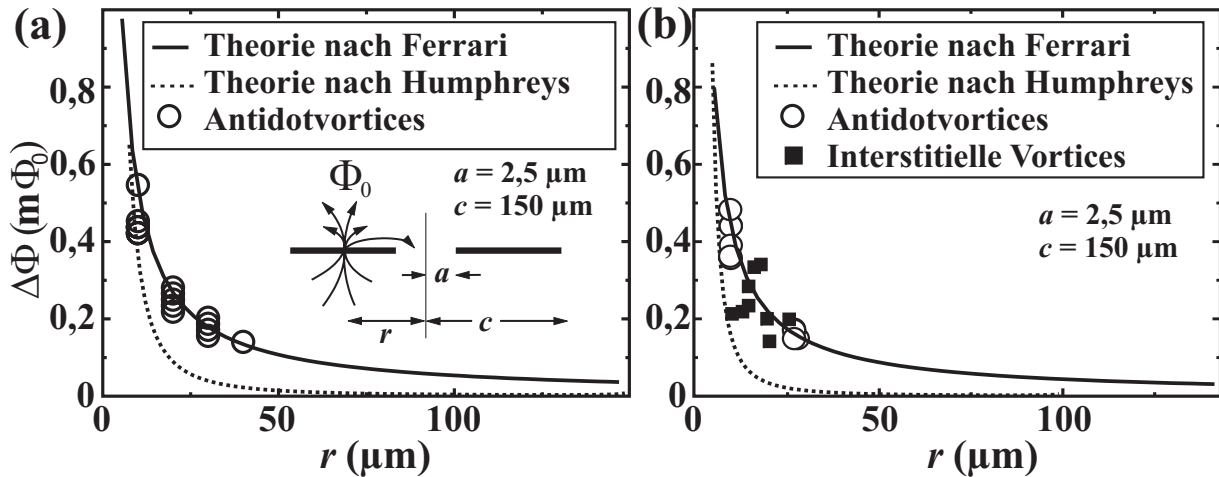


Abbildung 4.11: Vergleich der experimentell beobachteten $\Delta\Phi(r)$ -Abhängigkeit bei $T = 77 \text{ K}$ mit zwei durch unterschiedliche Theorien [FERRARI et al., 1991a, HUMPHREYS, 1999] berechneten Verläufen, die mit (a) $\Delta r = 22 \text{ nm}$ und (b) $\Delta r \approx 20 \text{ nm}$ an die Meßwerte (Kreise und Quadrate) angepaßt wurden. Die Skizze in (a) zeigt schematisch den Feldverlauf eines im Washer gepinnten Vortex.

Δr an die Meßwerte angepasst. Für eine angenommene Verschiebung der bestrahlten Vortices um $\Delta r = 22 \text{ nm}$ in Abbildung 4.11(a) und $\Delta r \approx 20 \text{ nm}$ ¹ in (b) liegen die Meßpunkte mit nur kleiner Streuung auf der berechneten $\Delta\Phi(r)$ -Kurve. Angenommen die Verschiebung Δr des bestrahlten Vortex entspricht etwa der halben lokalen Zunahme $\Delta\lambda_L$ der Eindringtiefe, so kann bei $T = 77 \text{ K}$, einer Elektronenbeschleunigungsspannung von 10 kV und einem Strahlstrom von etwa 10 nA aus dem Experiment $\Delta\lambda_L$ auf circa 40 nm abgeschätzt werden. Für diesen Wert zeigen Experiment und die Theorie nach Ferrari *et al.* hervorragende Übereinstimmung.

Humphreys hat den magnetischen Fluß, den ein im Washer eines kreisförmigen SQUIDs mit Radius c und SQUID-Lochdurchmesser $2a$ gepinnten Vortex in das SQUID einkoppelt, über die Verteilung der Ströme und Induktivitäten im SQUID abgeschätzt [HUMPHREYS, 1999]. Daraus läßt sich in der oben beschriebenen Weise $\Delta\Phi(r, \Delta r)$ berechnen. In den Abbildungen 4.11(a) und (b) sind die Grafen der $\Delta\Phi(r)$ -Funktion für die verwendete Washergröße und $\Delta r = 22 \text{ nm}$, beziehungsweise $\Delta r = 18 \text{ nm}$ als gestrichelte Kurve eingezeichnet. Die berechneten und gemessenen Werte

¹Der Verstärkungsfaktor des Lock-In-Verstärkers kann für diese Messung nicht exakt angegeben werden.

liegen auch bei diesem Ansatz nahe beieinander; die Theorie nach Ferrari *et al.* führt jedoch für den qualitativen $\Delta\Phi(r)$ -Verlauf zu wesentlich besserer Übereinstimmung mit dem Experiment: die Abnahme der Kopplungsstärke $\Phi_r(r)$ mit steigendem radialem Vortexabstand r vom Washerzentrum wird von Humphreys *et al.* überschätzt.

Werden Vortexsignalhöhen in den Abbildungen 4.9(a) und (b) bei gleichem Abstand r vom Washerzentrum verglichen, zeigt sich, daß bei höherer Meßtemperatur in Bild (b) die Signale trotz niedrigerer Strahlleistung deutlich stärker sind. Abbildung (a) wurde bei $T = 0,85T_c$, (b) bei $T = 0,92T_c$ aufgenommen. Die strahlstrominduzierte Flußänderung $\Delta\Phi(r)$ bei Bestrahlung einer Flußlinie läßt sich mit Gleichung (4.2) berechnen. Um die Temperaturabhängigkeit der Flußänderung abzuschätzen, muß berücksichtigt werden, daß die Londonsche Eindringtiefe $\lambda_L(T)$ und $\frac{\partial\lambda_L}{\partial T}(T)$ bei Temperaturen nahe T_c mit T sehr stark anwachsen: $\lambda_L(T) = \lambda_{L,0}[1 - (T/T_c)^4]^{-1/2}$ [POOLE *et al.*, 1995]. $\lambda_{L,0}$ ist die magnetische Eindringtiefe bei $T = 0$ K. Angenommen $\Delta r(T) \approx \frac{1}{2}\Delta\lambda_L(T)$, so kann Gleichung (4.2) folgendermaßen formuliert werden: $\Delta\Phi(r, T) = \Phi_r(r)\Delta r(T) = \Phi_r(r)\frac{1}{2}\Delta\lambda_L(T) = \frac{1}{2}\Phi_r(r)\frac{\partial\lambda_L}{\partial T}(T)\Delta T$. Mit der Ableitung von $\lambda_L(T)$ nach T läßt sich die Flußänderung in Abhängigkeit der Temperatur direkt berechnen:

$$\Delta\Phi(r, T) = \Phi_r(r)\lambda_{L,0} \left[1 - \left(\frac{T}{T_c} \right)^4 \right]^{-3/2} \left(\frac{T}{T_c} \right)^3 \frac{\Delta T}{T_c}. \quad (4.3)$$

Um die Temperaturabhängigkeit von $\Delta\Phi$ experimentell zu bestimmen, wurden die Signalhöhen eines an einem festen Ort im SQUID gepinnten Vortex in einer Serie von Abbildungen bei variabler Temperatur gemessen und über Linescans ausgelesen. Die Meßwerte sind in Abbildung 4.12 gegen die Temperatur aufgetragen und mit Gleichung (4.3) angefitet. Die Kopplungsstärke Φ_r war aus anderen Messungen bekannt; für die kritische Temperatur wurde ein typischer Wert von $T_{c,YBCO} = 91$ K angenommen und $\lambda_{L,0} = 200$ nm [POOLE *et al.*, 1995] gesetzt. Der einzig freie Parameter war die elektronenstrahlinduzierte lokale Temperaturerhöhung ΔT . Die Anpassung der Funktion (4.3) an die experimentell ermittelten Werte ergab $\Delta T \approx 2,9$ K. Abbildung 4.12 zeigt für diesen Wert von ΔT erstaunlich gute Übereinstimmung zwischen Theorie und Experiment.

Die maximale lokale Temperaturerhöhung ΔT_{max} kann aus der im YBCO-Film und SrTiO_3 -Substrat deponierten Elektronenstrahlleistung P_0 , der Wärmeleitfähigkeit von SrTiO_3 $\kappa_{STO}(77\text{ K}) \approx 15$ W/Km [LANDOLT, 1975] und der lateralen Reichweite des Elektronenstrahls

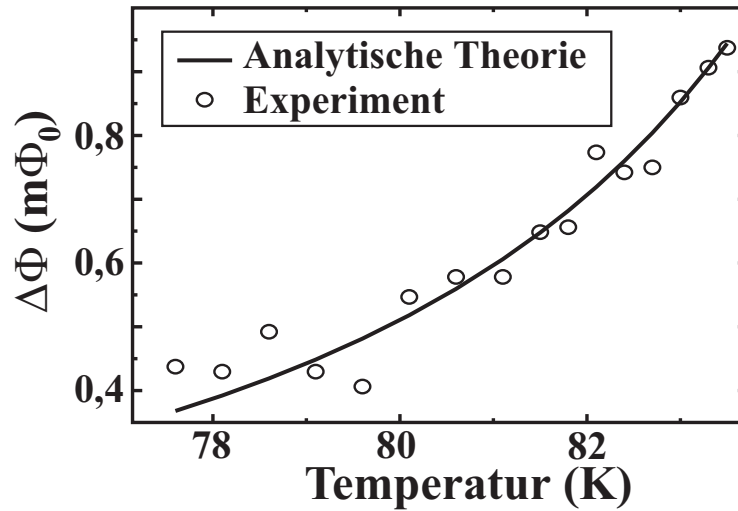


Abbildung 4.12: Gemessene und berechnete Abhängigkeit der elektronenstrahlinduzierten Flußänderung $\Delta\Phi$ von der Meßtemperatur T . Die Werte wurden mit einer Elektronenenergie von 10 keV , $I_{\text{Strahl}} = 7 \text{ nA}$ und bei der Einkühlflußdichte von $B_0 \approx -60 \mu\text{T}$ ermittelt.

$R(10 \text{ kV}) \approx 500 \text{ nm}$ im Kristall als Maximalwert der Lösung der Wärmediffusionsgleichung abgeschätzt werden [KÖLLE, 1992]: $\Delta T_{\text{max}} = 3P_0/(2\pi\kappa_{STO}R)$. Für die im Experiment deponierte Strahlleistung $P_0 = 10 \text{ kV} \times 7 \text{ nA} = 70 \mu\text{W}$ ergibt sich $\Delta T_{\text{max}} \approx 4,2 \text{ K}$. Wird die Abstandsabhängigkeit der lokalen Temperaturerhöhung $\Delta T(\tilde{r})$ in einem Abstand \tilde{r} vom Bestrahlungsort für $-R \leq \tilde{r} \leq R$ berücksichtigt, die für $|\tilde{r}| \leq R/2$ wie \tilde{r}^2 und für $|\tilde{r}| \geq R/2$ wie $1/\tilde{r}$ abfällt [GROSS und KOELLE, 1994], kann innerhalb der Elektronenreichweite R eine mittlere Temperaturerhöhung $\overline{\Delta T} \equiv \frac{1}{2R} \int_{-R}^R \Delta T(\tilde{r}) d\tilde{r}$ definiert werden. Diese Definition ist für die in dieser Arbeit durchgeführten TTREM-Messungen sinnvoll: die Verteilung $\Delta T(\tilde{r})$ bildet sich quasistatisch aus, da bei typischen Strahlmodulationsfrequenzen ν von 3 kHz und Temperaturantwortzeiten von $\tau \approx 10 - 100 \text{ ns}$ [KÖLLE, 1992] immer $1/\nu \gg \tau$. Für $\overline{\Delta T}$ gilt: $\overline{\Delta T}(P_0 = 70 \mu\text{W}) \approx 0,68\Delta T_{\text{max}} = 2,8 \text{ K}$. Der durch Anpassung von Gleichung (4.3) an die Meßwerte ermittelte Wert $\Delta T \approx 2,9 \text{ K}$ stimmt mit dieser Abschätzung also sehr gut überein.

Zusammenfassend kann zur flußempfindlichen TTREM-Untersuchungsmethode folgendes gesagt werden:

- Die Experimente zeigen quantitativ wie qualitativ hervorragende Übereinstimmung mit den Vorhersagen des vorgeschlagenen Signalentstehungsmodells.

- Vortexsignalhöhen nehmen mit steigendem Abstand r des Bestrahlungsorts vom SQUID-Schlitz und sinkender Proben­temperatur ab. Dies ist nur ein vermeintlicher Nachteil der Meßmethode: diesem Verhalten liegt die Abstandsabhängigkeit der Flußkopplungsstärke $\Phi_r(r)$ zugrunde. Die Methode imitiert durch Verschiebung der gepinnten Flußschläuche den für das $1/f$ -Flußrauschen in SQUIDs fundamentalen Prozeß des Vortexhüpfens und ermöglicht dadurch die orts­aufgelöste Messung von für das Verständnis der Ursachen des $1/f$ -Rauschens wichtigen Größen wie der Kopplungsstärke $\Phi_r(r)$ *am Einzelprozeß*. Aus Φ_r und $S_r^{-1/2}(f)$ ergibt sich nach Gleichung (2.13) direkt der Beitrag eines *einzelnen* fluktuierenden Vortex zum Flußrauschen. Für eine Probe ist in Abbildung 4.13 der nach [FERRARI *et al.*, 1991a] berechnete Verlauf von $\Phi_r(r)$ dargestellt, der durch unsere Messungen bestätigt wurde. Besonders für komplexe Strukturen ist $\Phi_r(r)$ rechnerisch nur mit großen Unsicherheiten abschätzbar. Die Bestimmung von $\Phi_r(r)$ ist bislang mit keinem anderen Meßverfahren möglich.
- Die Methode bietet mit einer Ortsauflösung von circa $2R \approx 1 \mu\text{m}$ die Möglichkeit, in für die Untersuchung von $1/f$ -Rauschquellen interessanten Flußdichten bis nachweislich $200 \mu\text{T}$ und theoretisch ungefähr 1 mT $1/f$ -Rauschquellen abzubilden und damit zu lokalisieren.
- Durch Kombination eines Magnetometers als hochempfindlichem Ma-

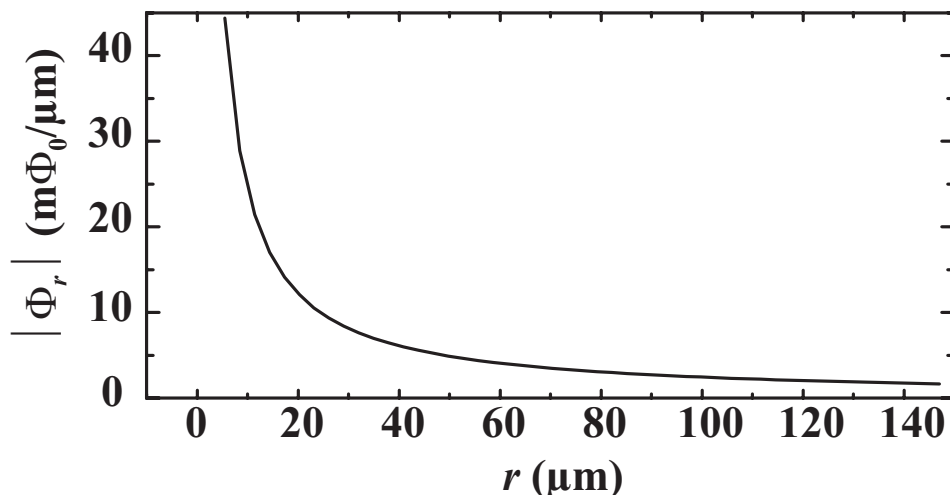


Abbildung 4.13: Kopplungsstärke Φ_r für die untersuchte SQUID-Geometrie der Probe S11-5 in Abhängigkeit des radialen Abstands vom Washerzentrum.

gnetfeldsensor zur Detektion von Flußänderungen und dem TTREM zur lokalen Störung sollte es möglich sein, das ortsauflösende Abbildungs- und Untersuchungsverfahren auch auf hochtemperatursupraleitenden Filme oder andere Strukturen anzuwenden.

- Durch Verwendung von Hoch- T_c -SQUIDs mit schmalen Washern, deren Flußkopplungsstärke Φ_r durch die spezielle Washergeometrie vergleichsweise groß ist, könnte die Vermessung der für das Verständnis der Hochtemperatursupraleitung wichtigen $\Delta\lambda(T)$ -Abhängigkeit möglich sein.

4.3.2 Vortices bei unterschiedlichen Einkühlfeldern

Beim Kühlen eines Typ-II-Supraleiters in Umgebungsmagnetfeldern $H_0 \neq 0$ unter die kritische Temperatur T_c wird der den Supraleiter durchsetzende magnetische Fluß wegen des Meißner-Effekts in Feldern $H_0 < H_{c1}$ aus dem supraleitenden Material verdrängt werden. Die untere kritische Flußdichte von YBCO liegt bei $B_{c1,YBCO} \approx 100$ mT [POOLE *et al.*, 1995]. Für die in den Untersuchungen dieser Arbeit angelegten magnetischen Flußdichten von bis zu $200 \mu\text{T}$, die deutlich unter $B_{c1,YBCO}$ liegen, sollten danach in den YBCO-Filmen keine Flußschläuche zu erwarten sein. Tatsächlich wurden während unserer zahlreicher Abbildungen fast immer wenigstens einzelne Vortices in den YBCO-SQUID-Strukturen beobachtet und dies selbst in nahezu vernachlässigbar kleinen Einkühlfeldern. Zwei Beispiele hierfür sind in den Abbildungen 4.14(a) und (b) dargestellt. Auch zahlreiche integrale Messungen an YBCO-SQUIDs in Form von Rauschmessungen legen bereits die Mutmaßung nahe, daß sich Flußlinien als Rauschquellen in den Schichten befinden, da die spektrale Rauschdichte des niederfrequenten SQUID-Rauschens $S_{\Phi}^{1/2}(f)$ proportional zur Einkühlflußdichte B_0 ansteigt [MIKLICH *et al.*, 1994].

Straub hat gezeigt [STRAUB, 1999], daß für die verwendeten Proben geometriebedingte Feldkonzentration an den supraleitenden Filmrändern, die zu Feldüberhöhungen H_{Rand}/H_0 von bis 1000 führen kann, allenfalls die Bildung von Vortices bei Flußdichten größer $100 \mu\text{T}$ erklärt. Ein ähnlicher Wert ergibt sich für das Schwellenfeld B_{ein} , ab dem Flußquanten in den Film eindringen, wenn die „geometrische Barriere“ des Films der Dicke t und die Washerbreite W berücksichtigt wird: $B_{ein} = B_{c1} \sqrt{t/W}$ [ZELDOV *et al.*, 1994]. Im für alle TTREM-Untersuchungen verwendeten, mehrfach magnetisch abgeschirmten Probenhalter mit einem Abschirmfaktor von et-

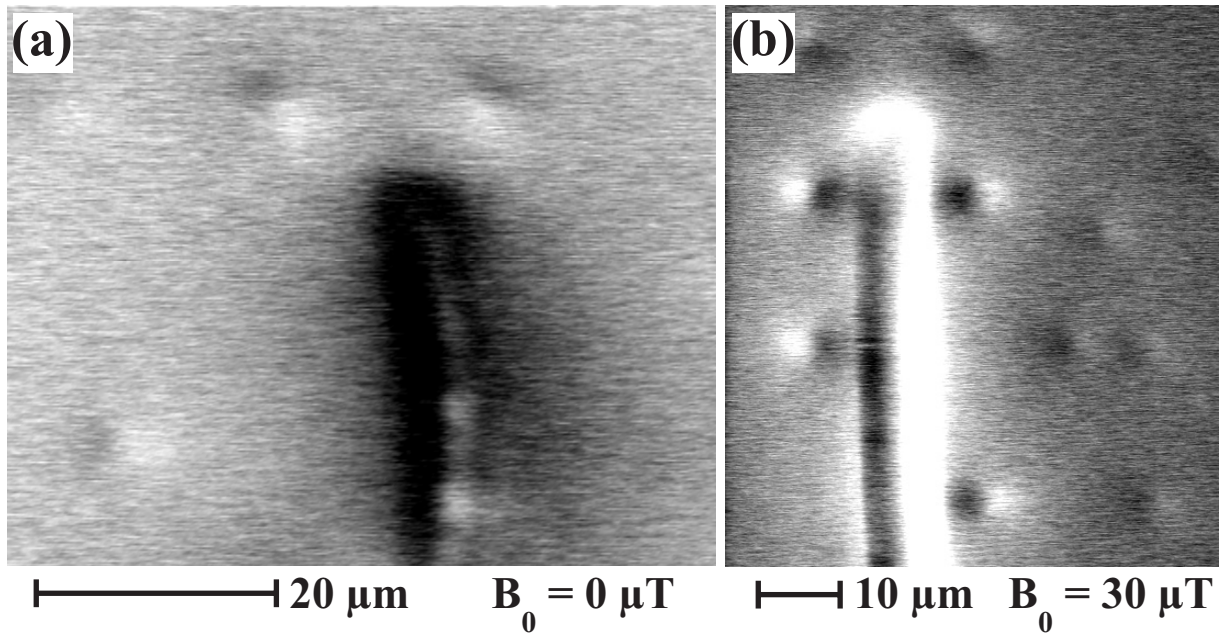


Abbildung 4.14: Vortexabbildungen aufgenommen an zwei Typ AC19-SQUIDs im Bereich des SQUID-Schlitzes bei Einkühlfeldern von (a) $0 \mu\text{T}$ und (b) $30 \mu\text{T}$ und Meßtemperaturen von 77 K beziehungsweise 84 K .

wa 6000 kann für Messungen ohne angelegtes Magnetfeld der untere Grenzwert für die Flußdichte im Probenbereich auf ungefähr $1/6000 \times B_{Erd} \approx 5 \text{ nT}$ abgeschätzt werden. Die tatsächlichen Feldstärken liegen wegen Streufeldern der magnetischen REM-Linsen und Aufmagnetisierungen von fest im Probenhalter installierten, schwach magnetischen Metallteilen wohl etwas darüber. Trotz Feldkonzentration am Filmrand wird im „Nullfeld“ die Flußdichte B_{ein} oder B_{c1} jedoch sicher nicht überschreiten.

Die Nukleation von Vortices bei Flußdichten kleiner B_{c1} muß während des Einkühlprozesses der YBCO-Filme stattfinden, oder mit Flußkriechen, sogenanntem Flux Creep [BLATTER *et al.*, 1994, ANDERSON, 1962], zu erklären sein. Lokale Temperaturunterschiede, die beim Erreichen von T_c kurzzeitig zu koexistierenden normal- und supraleitenden Bereichen im Film führen, könnten die vollständige Verdrängung des magnetischen Flusses vorübergehend verhindern. Wegen der Quantisierung von magnetischem Fluß in Supraleitern zöge dies die Bildung von Vortices nach sich, die anschließend thermisch aktiviert aus dem Film entweichen oder an Pinningzentren gebunden im Supraleiter verbleiben würden.

Flux Creep, also das Springen von ganzen Flußbündeln in den Film, kommt als Ursache für die Anwesenheit von Flußquanten im Film nur

während des Einkühlprozeß in Frage: Die Hüpftrate ν_{FC} verhält sich in Abhängigkeit der effektiven Aktivierungsenergie E_{akt} wie $\nu_{FC} \sim \exp(-E_{akt}/k_B T)$. Bei $T \approx T_c$ ist sowohl die zu überwindende Gibbsbarriere E_{akt} am Rand des Film minimal, als auch $k_B T$ maximal, so daß die Wahrscheinlichkeit für das Eindringen von Fluß in den Film während des Übergangs vom normalleitenden zum supraleitenden Zustand am größten ist.

Möglicherweise muß wegen der in den Film strukturierten Antidots eine reduzierte untere magnetische Induktion \tilde{B}_{c1} berücksichtigt werden, die in [BUZDIN, 1993] für Typ-II-Supraleiter mit kolumnaren Defekten der Radien R und dem Fall $R \gg \xi$ angegeben ist: $\tilde{B}_{c1} = \Phi_0/4\pi\lambda_L^2 \ln(\lambda_L/R)$. Die Beziehung hat für den Fall $R \gg \lambda_L$ sicherlich keine Gültigkeit, kann jedoch als deutlicher Hinweis darauf verstanden werden, daß B_{c1} sehr stark von der Anwesenheit von Antidots abhängt.

Die in Abbildung 4.14(a) und anderen Untersuchungen im Nullfeld beobachteten Vortices zeigen immer gleiche Polarität. Bei gänzlicher Abwesenheit von Restmagnetfeldern während des Einkühlprozesses sollte, wenn überhaupt, eine ähnliche Anzahl von Vortices und Antivortices anwesend sein. Paare aus Flußlinien unterschiedlicher Vortizität könnten sich durch thermische Fluktuationen, ähnlich dem Kosterlitz-Thouless-Übergang [REPACI *et al.*, 1997, KOSTERLITZ und THOULESS, 1972, 1973], bilden und durch Pinning im Film fixiert werden. Vortex-Antivortex-Paare, wie sie von Ferrari *et al.* als mögliche Ursache für die hohe Vortex-Besetzungsdichte von Pinningzentren in kleinen Feldern vorgeschlagen wurde [FERRARI *et al.*, 1994], konnten während unserer Experimente bislang nie beobachtet werden. Untersuchungen an YBCO-Filmen der Dicke t und nahe der Kosterlitz-Thouless-Übergangstemperatur $T_{KT} = t/2\epsilon_0(T_{KT})[\Phi_0/4\pi\lambda_L]^2$ [FISCHER, 1994], wobei ϵ_0 die elektrische Feldkonstante ist, könnten solche Beobachtungen jedoch ermöglichen.

Abbildung 4.15 zeigt die Verteilung von Vortices um den SQUID-Schlitz in einer Probe mit $3 \mu\text{m}$ Antidots und einer Antidotgitterkonstanten von $19 \mu\text{m}$, die in unterschiedlich starken Magnetfeldern eingekühlt wurde. Mit Vortices besetzte Antidots sind durch weiße Kreise markiert. Deutlich zu erkennen ist, daß die Dichte der Vortices im SQUID mit dem Einkühlfeld ansteigt. Analysen der Vortexverteilungen in unterschiedlichen Abbildungen ergaben Vortexdichten, die immer nur ungefähr 20% – 30% der Einkühlflußdichte B_0 entsprachen.

Zur Unterdrückung von ΔT -Washerschlitzrandsignalen, die besonders bei hohen Strahlströmen Vortexsignale verdeckten, wurden nach dem Einkühlen

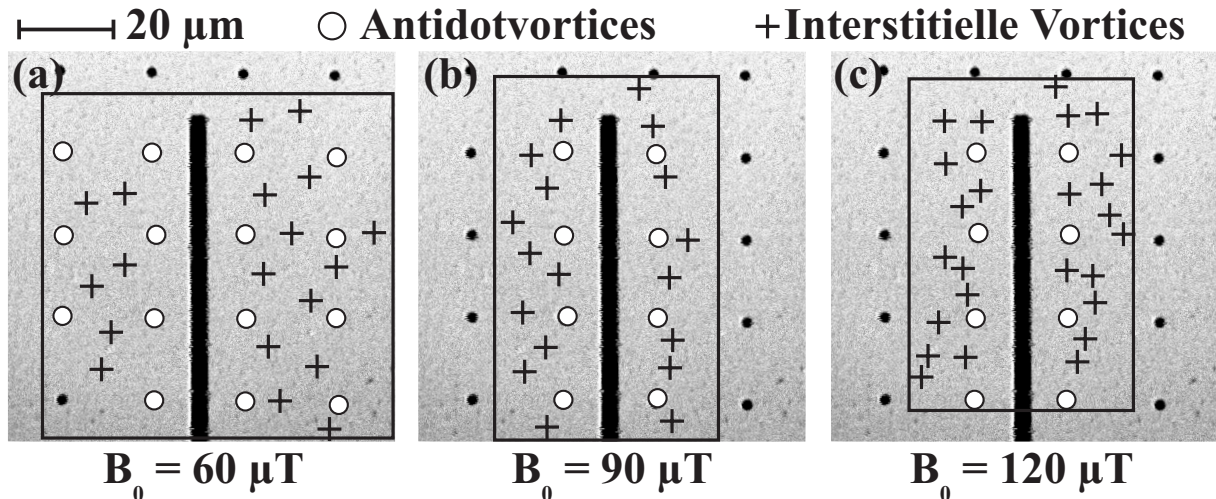


Abbildung 4.15: REM-Oberflächenabbildungen eines Teils des SQUID-Schlitzes mit schematischen Darstellungen der Verteilungen von Vortices, die durch Kreise und Kreuze skizziert sind, wie sie in Einkühlfeldern von (a) $60 \mu\text{T}$, (b) $90 \mu\text{T}$ und (c) $120 \mu\text{T}$ in einem TYP AC19-SQUID (Probe S10-1) beobachtet wurden.

der SQUIDS unter T_c über die Feed-Back-Spule Kompensationsfelder angelegt, da in den YBCO-Zylinder des Probenhalters eingefrorene Magnetfelder bei Temperaturen unter $T_{c,YBCO}$ nicht mehr verändert werden können. Diese hatten dem Einkühlfeld entgegengesetzte Orientierung und wurden so eingestellt, daß Randsignale fast nicht mehr zu beobachten waren. Bemerkenswert ist, daß auch hier der Betrag des Kompensationsfelds immer deutlich unter dem des Einkühlfelds lag. Um ΔT -Randsignale zu unterdrücken, muß nur die Differenz zwischen Einkühlflußdichte B_0 und Flußdichte im YBCO-Film ausgeglichen werden: Sind die Feldstärken im und um den Film gleich, so fließen am Washerrand keine Abschirmströme mehr, und folglich treten bei Bestrahlung auch keine ΔT -Randsignale mehr auf (siehe Abschnitt 4.2.2). Die Flußdichte des Kompensationsfelds ist also ein Maß für die Flußdichtedifferenz zwischen supraleitendem Film und Umgebung. Die Kompensationsflußdichte betrug meist ungefähr 70%–80% von B_0 , was die aus den Abbildung gewonnenen Werte sehr gut bestätigt. Teilweise genügten zur Kompensation jedoch auch deutlich kleinere Magnetfelder.

Es kann also gefolgert werden, daß zwar ein erheblicher Teil des magnetischen Flusses während des Abkühlprozesses aus dem YBCO-Film verdrängt wird, jedoch ein Rest von etwa 20% bis 30% des angelegten magnetischen Flusses an Pinningzentren im Film oder in Antidots verbleibt.

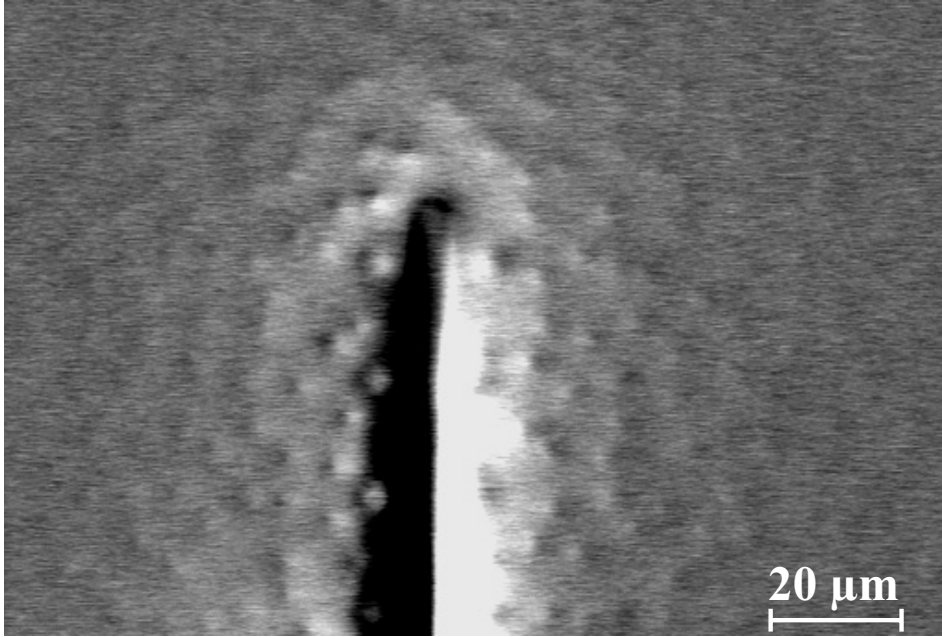


Abbildung 4.16: $\Delta\Phi$ -Abbildung eines Typ AC19 SQUIDs: Interstitielle- und Antidotvortices im Bereich um den SQUID-Schlitz aufgenommen bei $T = 84 \text{ K}$, $I_{\text{Strahl}} = 8 \text{ nA}$ und $B_0 = -60 \text{ } \mu\text{T}$.

Wie in der circa $150 \text{ } \mu\text{m}$ breiten Übersichts-TTREM-Aufnahme in Abbildung 4.16 zu sehen, bilden die dargestellten Vortices im Film keinerlei erkennbare Gitterstruktur aus. Vielmehr scheinen sich die Flußschläuche willkürlich im Film anzuordnen. Die einzige Ordnung, die der Verteilung der Vortices unterlegt ist und von diesen übernommen wird, ist das Antidotgitter, in dem sie sich teilweise anordnen. Dies ist jedoch in Abbildung 4.9(a) deutlicher als in 4.16 zu erkennen. Vortexgitterstrukturbildungen liegen immer Wechselwirkungskräfte zwischen den Flußlinien zugrunde. Für die repulsive Kraft F_{VV} zwischen zwei Vortices pro Länge gilt: $F_{VV} \sim (1/\sqrt{\tilde{d}}) \exp(-\tilde{d}/\lambda_L)$. Sie ist für Vortexabstände $\tilde{d} \gg \lambda_L$ sehr klein. Für die verwendeten Flußdichten von bis zu $200 \text{ } \mu\text{T}$ beträgt \tilde{d} immer einige Mikrometer und ist daher deutlich größer als die Eindringtiefe λ_L . Wahrscheinlicher als die zufällige Anordnung der Vortices im Film ist die Besetzung von Pinningzentren. Pinningkräfte scheinen bei Flußdichten $B_0 \ll B_{c1}$ im statischen Fall über andere Kräften zu dominieren.

4.3.3 Fehlstellen im Film: Pinningzentren?

Zur Bildung eines normalleitenden Vortexkerns im Typ-II-Supraleiter (siehe Abbildung 2.1) muß Kondensationsenergie aufgebracht werden. Die freie Energie des Supraleiters steigt dadurch an. Diese Energiezunahme kann reduziert werden, indem sich das Vortex in einen Bereich des Films bewegt, dessen Ordnungsparameter beziehungsweise Cooper-Paardichte $n(\vec{r})$ lokal reduziert oder völlig unterdrückt ist. Solche Bereiche werden als Haft- oder Pinningzentren bezeichnet. Bewegt sich das Vortex an derartige Schwachstellen oder normalleitende Bereiche des Supraleiters, so kann dadurch die freie Energie des Systems maximal um den Betrag der Kondensationsenergie E_{Kern} im Volumen des Vortexkerns der Breite ξ , Länge L_z und dem thermodynamischen kritischen Magnetfeld H_c reduziert werden:

$$E_{Kern} = \frac{1}{2} \mu_0 H_c^2 \pi \xi^2 L_z. \quad (4.4)$$

Der größte Gewinn an freier Energie wird durch Pinning an Haftzentren erzielt, deren Ausdehnung mindestens dem Vortexkerndurchmesser, also etwa der doppelten Kohärenzlänge ξ , entspricht. Die größten Pinningkräfte treten hingegen dort auf, wo der Gradient des Pinningpotentials maximal ist. Da ξ_{YBCO} bei YBCO nur wenige Nanometer beträgt [POOLE *et al.*, 1995], können bereits Filmschädigungen auf atomaren Längenskalen als sehr starke Pinningzentren wirken. Neuere Experimente bestätigen theoretische Vorhersagen in [TAKEZAWA und FUKUSHIMA, 1994], wonach optimales Pinning nicht an Pinningzentren in der Größe von ξ , sondern vielmehr der magnetischen Eindringtiefe λ_L beobachtet wird [MOCHSHALOV *et al.*, 1998]. Offenbar trägt zum totalen Pinningpotential neben einem Vortexkernbeitrag auch ein elektromagnetischer Anteil bei, der sich über λ_L erstreckt. An Pinningzentren großer Ausdehnung $R \gg \lambda_L$ dominiert sogar die Absenkung der Vortexenergie durch Reduzierung der magnetischen Feldenergie gegenüber dem Gewinn an Kondensationsenergie. Kollektives Pinning des Vortexgitters wird hier nicht diskutiert werden, da dies erst bei höheren Flußdichten das Verhalten der Vortices in Hoch- T_c -Filmen mitbestimmt.

Unterschiedlichste Arten von Pinningzentren werden in der Literatur beschrieben [WÖRDENWEBER, 1999b]: Neben Punktdefekten [GIAPINTZAKIS *et al.*, 1992] und kolumnaren Störungen [CIVALE, 1997, SHAW *et al.*, 1996], gibt es deutliche Hinweise darauf, daß in YBCO-Dünnschichten Schrauben- und Kantenversetzungen [DAM *et al.*, 1999, GERBER *et al.*, 1991], Sauerstofffehlstellen [DALEN *et al.*, 1996] und Korn- und Zwillingsgrenzen [DIAZ *et al.*, 1998, SANFILIPPO *et al.*, 1997] als Haftzentren eine besondere Bedeutung

haben. Auch an Oberflächenrauigkeiten können Vortices gepinnt werden, da die Eigenenergie der Flußlinien von Filmdickemodulationen beeinflusst wird [JOOSS *et al.*, 1996]. Desweiteren haben Ferrari *et al.* gezeigt, daß die Rauschleistung des niederfrequenten $1/f$ -Rauschens eines YBCO-Films durch Verbesserung der Filmqualität enorm abgesenkt werden kann [FERRARI *et al.*, 1988]. Aktuelle transmissionselektronenmikroskopische Untersuchungen von Huang *et al.* haben ergeben, daß Magnetometer aus YBCO-Filmen die Anteile von a-achsenorientierten Partikel beinhalten verstärktes Flußrauschen zeigen [HUANG *et al.*, 1997]. Fast alle Untersuchungen der Bedeutung unterschiedlicher Arten von Pinningzentren beruhen auf integralen Messungen; es werden beispielsweise kritische Ströme oder Magnetisierungen von Supraleitern in Abhängigkeit des angelegten Magnetfelds oder dessen Winkel zur Gitterorientierung des Films gemessen. Da die Ursachen des Pinnings alle direkt mit der Mikrostruktur des YBCO-Film korreliert sind, kommen ortsauffösenden Untersuchungsmethoden angewandt auf einzelne Pinningzentren besondere Bedeutung zu.

Eine Vielzahl von $\Delta\Phi$ -Abbildungen an YBCO-Washer-SQUIDs, die mit der magnetfeldempfindlichen Meßmethode im TTREM bei unterschiedlichen Magnetfeldstärken aufgenommen wurden zeigen, daß Vortices an bestimmten Stellen im Film bevorzugt gepinnt werden. Einige ausgezeichnete Stellen in der Umgebung des SQUID-Schlitzes in dem in Abbildung 4.17(a) durch einen weißen Rahmen gekennzeichneten Bereich, an denen im Typ AC19 SQUID S10-1 bei annähernd allen Einkühlzyklen interstitielle Vortices beobachtet werden konnten, sind in Abbildung 4.17(b) durch weiße Kreise markiert.

Zur Ermittlung einer Korrelationen zwischen der Lage von Filmdefekten und bevorzugten Pinningplätzen, wurde aus Abbildung 4.18(a) zunächst die Position der vier weiß eingekreisten interstitiellen Vortices mit großer Sorgfalt analysiert: Das $\Delta\Phi$ -Vortexsignal ist in radialer Richtung vom SQUID-Loch aus gesehen näherungsweise symmetrisch bezüglich des Vortexzentrums. Trifft der Elektronenstrahl die Flußlinie zentral, so wird keine Flußänderung induziert; die Lage des Signalnulldurchgangs fällt also in guter Näherung mit der Position der gepinnten, ungestörten Flußlinie zusammen. Die azimutale Ausdehnung des Vortexsignals folgt aus der endlichen Größe der Strahlsonde, beziehungsweise des vom Elektronenstrahl erwärmten sphärischen Volumens. Aus der Symmetrie des Temperaturprofils kann für die Lage des abgebildeten Vortex in Azimutalrichtung angenommen werden, daß der Vortexkern auf der das Signalmaximum und -Minimum schneidenden Geraden liegt.

Die Unsicherheit bei der Bestimmung der Position der Haftzentren läßt sich durch präzise Analysen auf ungefähr einen Mikrometer minimieren. Dies ist in den Abbildungen 4.18(b) und 4.19(a) durch die Größe der die Vortices markierenden weißen Kreise dargestellt. Ursachen hierfür sind die durch die Reichweite des Elektronenstrahl im Kristall immanent begrenzte Auflösung des Abbildungsverfahrens, also die Größe der Vortexsignale, das weiße Restrauschen des SQUIDs, aber auch Bildverzerrungen als Folge von unzureichend präziser Strahlpositionierung durch die Rastereinheit des REMs.

Zur Bestimmung eines Zusammenhangs zwischen der Position der im SQUID gepinnten Vortices und Defekten der YBCO-Filmoberfläche wurde der in Abbildung 4.18(a) schraffierte Bereich der Oberfläche in $8 \mu\text{m} \times 6 \mu\text{m}$ großen Bildern abschnittsweise mit einer Ortsauflösung von circa 40 nm im REM dargestellt. Die einzelnen Abschnitte konnten, zu einer Gesamtansicht rekonstruiert, der Vortexverteilung zugeordnet werden. Ein solches aus 27 Einzelbildern zusammengesetztes Oberflächenbild ist in Abbildung 4.18(b) gezeigt. Zur Orientierung dienten hierbei die Antidots, deren Lage sowohl in REM als auch in $\Delta\Phi$ -Abbildungen immer deutlich zu erkennen ist. Die Einzelbilder konnten durch Überlagerung der deutlich als kleine helle Punkte sichtbaren Filmausscheidungen aneinander angepaßt werden.

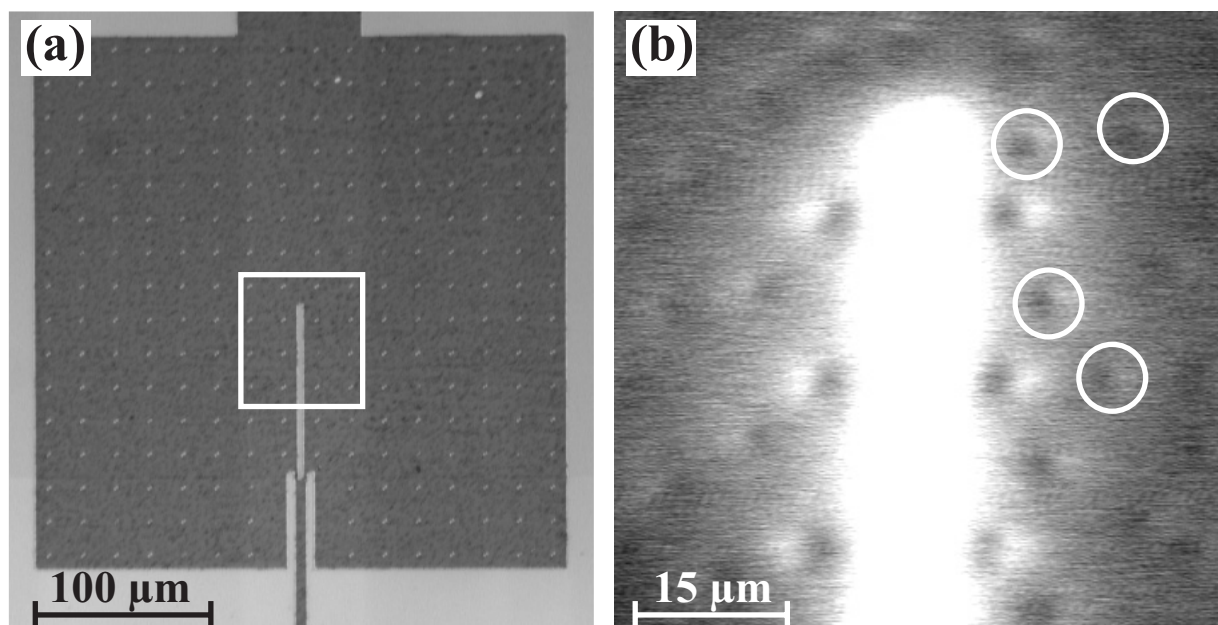


Abbildung 4.17: (a) Lichtmikroskopische Abbildung des Washer-SQUIDs S10-1. Der weiße Rahmen markiert den für die $\Delta\Phi$ -Aufnahme in (b) abgerasterten Bereich um den SQUID-Schlitz.

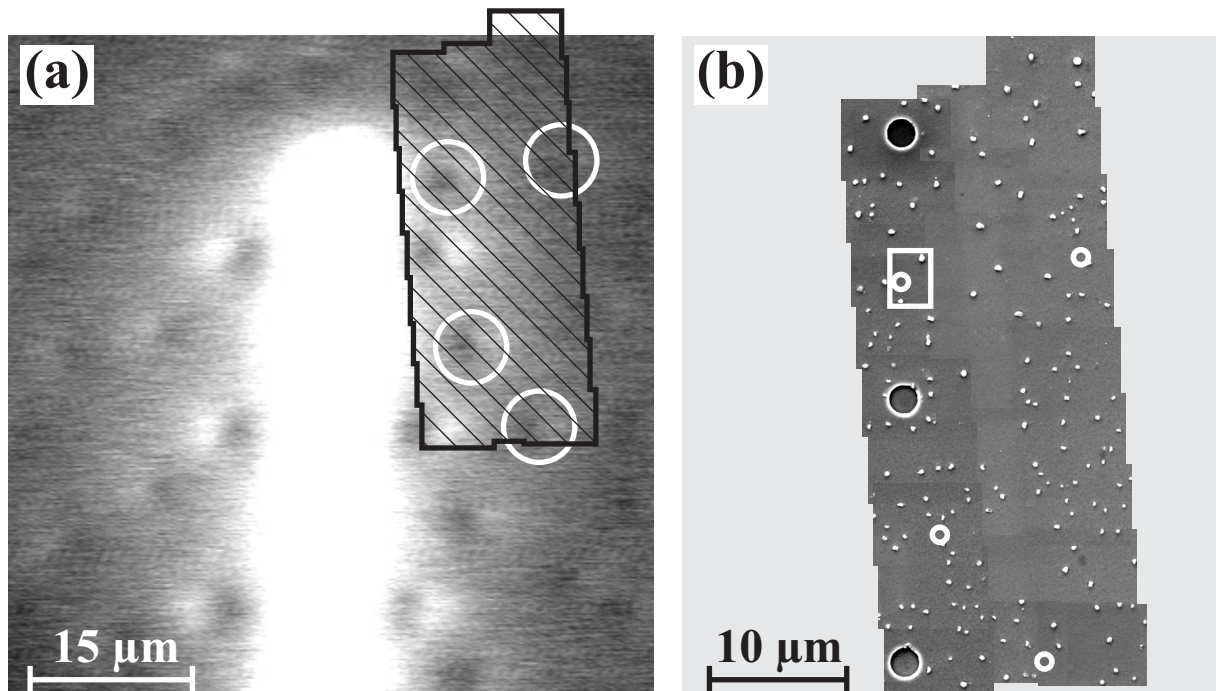


Abbildung 4.18: (a) $\Delta\Phi$ -Vortexabbildung. Schraffiert ist der Bereich gekennzeichnet, der in (b) hochaufgelöst als zusammengesetzte Sekundärelektronen-REM-Oberflächenaufnahme dargestellt ist.

Bereits in Abbildung 4.18(b) ist deutlich zu erkennen, daß keines der analysierten Vortices an einer Ausscheidung gepinnt ist: In keinem der weißen Kreise, die die Pinningpositionen anzeigen, befindet sich eine solche. Die meist durch Kupferüberschuß im Plasma während des Aufwuchsprozesses entstehenden Ausscheidungen, scheinen im untersuchten Film als Pinningzentren keine herausragende Rolle zu spielen.

Mit größerer Ortsauflösung ist der in Abbildung 4.18(b) weiß eingerahmte Filmausschnitt in Abbildung 4.19 zu sehen. (a) zeigt vergrößert die entsprechende REM-Einzelaufnahme aus 4.18(b), während in 4.19(b) eine rasterkraftmikroskopische Aufnahme des Bereichs dargestellt ist. Das AFM-Bild zeigt das Oberflächenprofil. Die Stelle, an der ein Vortex vermehrt gepinnt beobachtet wurde, ist in (a) durch den weißen Kreis in (b) durch den geschwungenen schwarzen Pfeil markiert. In beiden Abbildungen sind deutlich die circa 200 nm aus dem Film herausgewachsenen Ausscheidungen und statistisch über den Film verteilte kleinere Oberflächenrauigkeiten zu beobachten. Weder die REM-, noch die mit einer räumlichen Auflösung von circa 40 nm aufgenommene AFM-Abbildung, lassen am Pinningort eine ausgezeichnete, von der normalen Oberflächenstruktur signifikant abweichende

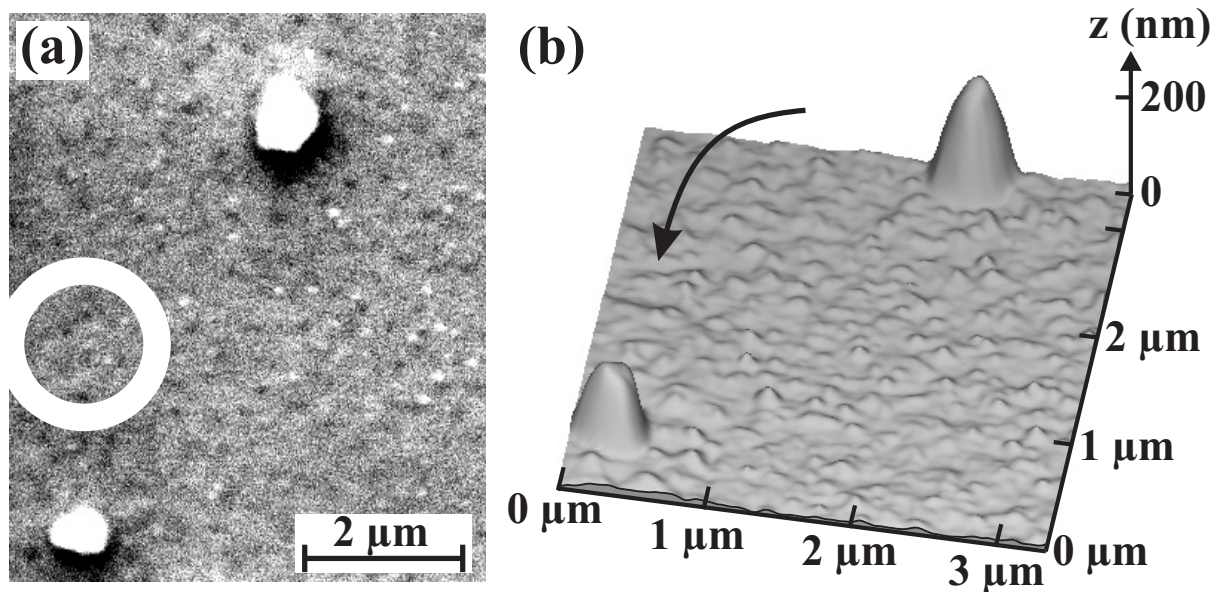


Abbildung 4.19: (a) Exemplarisch ist der in Abbildung 4.18(b) weiß eingekreiste Bereich vergrößert dargestellt und in (b) einer AFM-Aufnahme desselben Ausschnitts gegenüber gestellt.

Oberflächenerscheinung erkennen, die eindeutig der Pinningposition zuzuordnen wäre.

Neben Korrelationsuntersuchungen mit Hilfe von oberflächenabbildenden Verfahren ermöglicht ein von Peschka am Lehrstuhl für Experimentalphysik II entwickeltes Tieftemperatur-Laserrastermikroskop (TTLRM) orts aufgelöste Darstellungen der c-Achsenverkipfung in epitaktisch gewachsenen YBCO-Filmen [PESCHKA, 1999]. Shadrin *et al.* haben an einer einzelnen auf einem Bikristall gewachsenen Korngrenze gezeigt, daß sich mit Hilfe von raumtemperatur-laserrastermikroskopischen Messungen der Thermospannung c-Achsenverkipfungen mit sehr großer Winkelempfindlichkeit abbilden lassen [SHADRIN *et al.*, 1999]. Dabei wird der zu untersuchende Film mit dem LASER-Strahl abgerastert und gleichzeitig die durch lokale Erwärmung induzierte global meßbare Thermospannung in einen Grauwert umgerechnet und dem Bestrahlungsort zugeordnet auf einem Bildschirm dargestellt. Die Größe der Thermospannung ist ein Maß für die Verkipfung der c-Achse des Films gegenüber der Orientierung des Normalenvektors der Filmoberfläche.

Wie in Abbildung 4.20(b) deutlich zu sehen ist, treten an den Antidots immer bipolare Signale auf. (b) wurde in dem in (a) als REM-Oberflächenabbildung dargestellten Bereich aufgenommen. Antidots sind

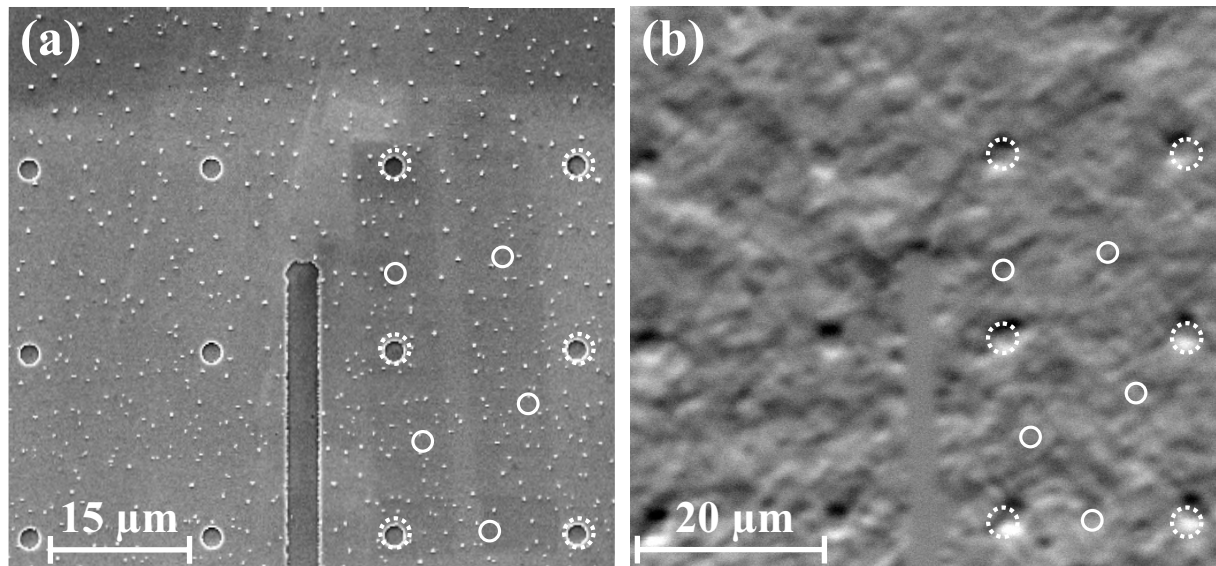


Abbildung 4.20: (a) REM-Oberflächenabbildung und (b) LRM-Thermospannungsaufnahme derselben Typ AC19 Probe im Bereich um den SQUID-Schlitz. Die Positionen der häufig besetzten Pinningplätze im Film sind mit durchgezogenen weißen Kreisen markiert.

rechts vom SQUID-Schlitz durch weiß gestrichelte Kreise markiert. Die Signale sind eine Folge der starken Verkipfung des Normalenvektors der Filmoberfläche gegenüber der unverkippten c -Achse des Films an den Ätzkanten der Antidots. Da die Filmoberfläche vergleichsweise glatt ist, zeigen die Signale innerhalb des Films vermutlich leichte, statistisch verteilte Verkipfungen der c -Achse. Der Signalentstehungsmechanismus wird detailliert in [PESCHKA, 1999, FISCHER, 1999] vorgestellt.

Werden die hier gezeigten ersten LRM-Abbildungen mit der räumlichen Verteilung der interstitiellen Vortices, wie in Abbildung 4.20(b), verglichen, läßt sich daraus noch kein eindeutiger Zusammenhang zwischen Pinning und der Verteilung der c -Achsenorientierung im Film ableiten. Möglicherweise liegt eine solche Korrelation nicht vor; problematisch ist aber auch die für derartige Untersuchungen unzureichende Auflösung des LRM-Abbildungsverfahrens von circa einem Mikrometer. Weiterführende Messungen an unterschiedlich hergestellten Filmen oder an Proben, deren Oberflächenrauigkeiten deutlich verschieden sind, sollten hier neue Erkenntnisse liefern. Solche Filme standen bislang nicht zur Verfügung.

Ein letztes Beispiel für eine vergleichende Messung wird in Abbildung 4.21 vorgestellt. Das in Bild (a) durch einen schwarzen Pfeil gekennzeichnete Vortex ist zweifelsfrei an dem in (b) abgebildeten Defekt des YBCO-Films

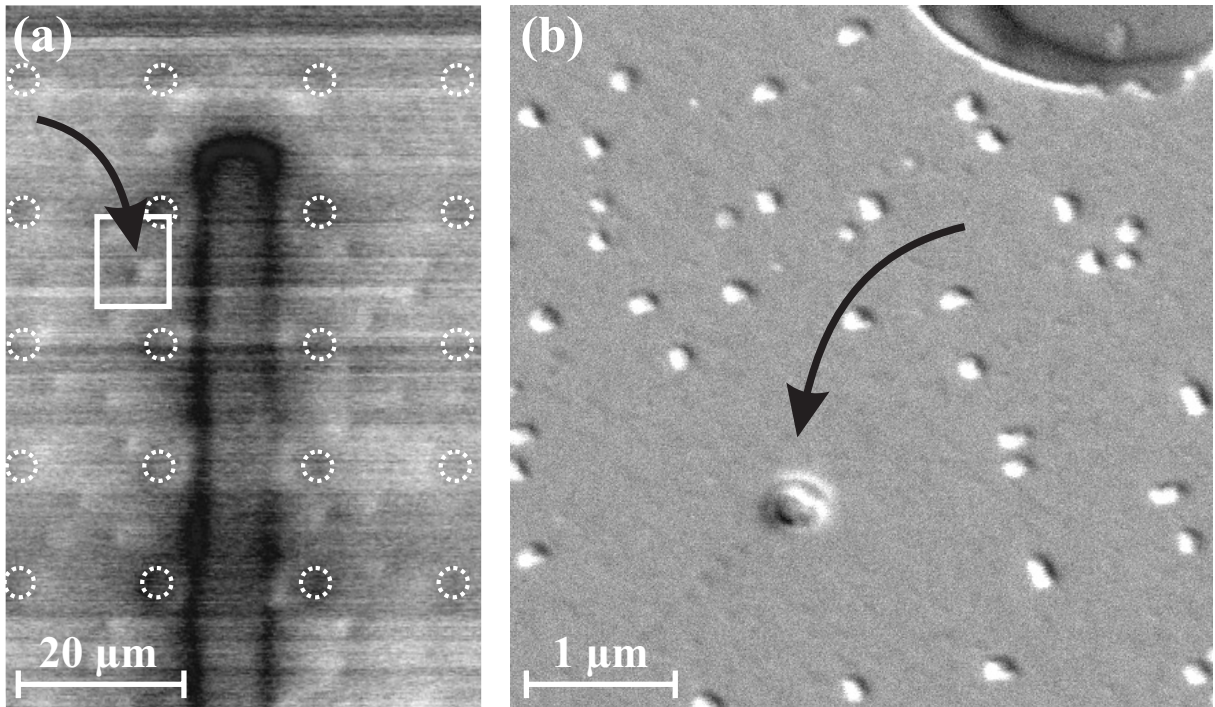


Abbildung 4.21: (a) $\Delta\Phi$ -Vortexabbildung aufgenommen am Typ AC19 SQUID S8-9 bei $B_0 \approx 60 \mu\text{T}$, $I_{\text{Strahl}} = 26 \text{ nA}$ und $T = 77 \text{ K}$. Zur Spannungsverstärkung wurde kein Lock-In-, sondern ein dc-Vorverstärker verwendet. (b) REM-Oberflächenaufnahme des in (a) durch den weißen Rahmen gekennzeichneten Probenbereichs.

gepinnt. Anhand der REM-Aufnahme läßt sich nicht genau feststellen, ob es sich bei diesem um ein Loch oder nur um eine Vertiefung handelt. Der Durchmesser kann aus der Abbildung auf circa 400 nm abgeschätzt werden und liegt damit bei ungefähr der doppelten magnetischen Eindringtiefe von YBCO. Auffällig ist auch, daß in der Umgebung des Defekts die Ausscheidungsdichte des Films reduziert ist. Dies könnte ein Hinweis auf eine lokale Abweichung der YBCO-Stöchiometrie an diesem Defekt sein.

4.3.4 Vortices in Mehrschichtmagnetometern

Um SQUID- beziehungsweise Magnetometerdesigns hinsichtlich ihrer Rauscheigenschaften optimieren zu können, ist es von fundamentaler Bedeutung, Bereiche im Bauteil zu identifizieren, an denen fluktuierende Vortices bevorzugt anzutreffen sind. Im letzten Abschnitt wurden deshalb mikrostrukturelle Untersuchungen, die an *einlagigen* Washer-SQUIDs durchgeführt wurden, beschrieben. Im folgenden sollen erste Un-

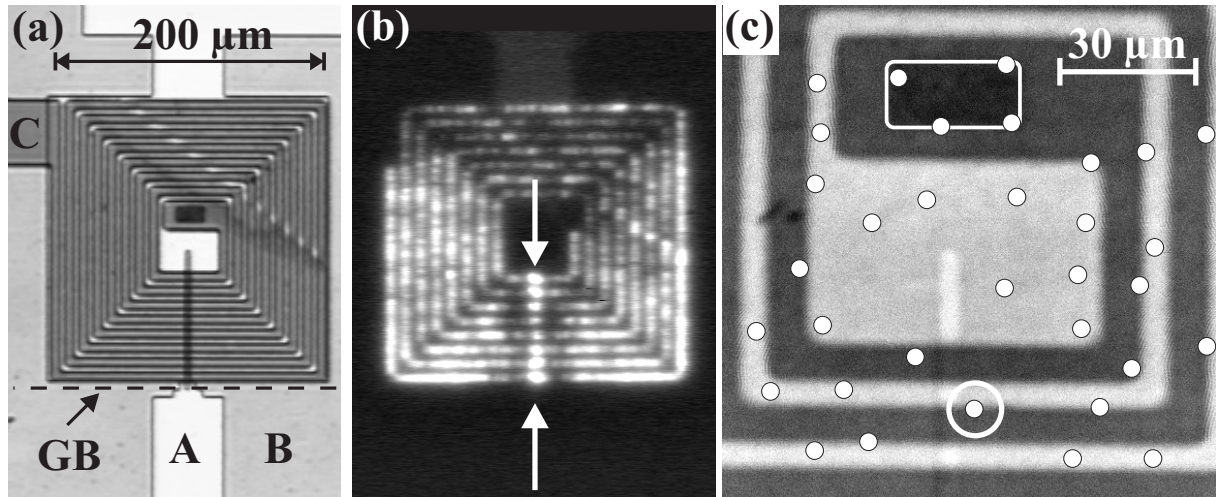


Abbildung 4.22: Im TTREM untersuchtes Mehrlagenmagnetometer: (a) Lichtmikroskopische Oberflächenaufnahme der Einkoppelspule und des darunterliegenden SQUID-Washers. (b) Spannungsabbildung aufgenommen bei $T = 87,4 \text{ K}$ [GERBER, 1997] und (c) REM-Oberflächenabbildung der inneren zwei Windungen. Die weißen Kreise symbolisieren die Verteilung der Vortices bei $B_0 = 40 \mu\text{T}$. Die Via ist von einer weißen Linie umrandet.

tersuchungen an einem mehrlagigen Magnetometer aufgebaut aus einem YBCO/ SrTiO₃ /YBCO-Schichtpaket, vorgestellt werden.

Die Arbeiten wurden an einem integrierten, auf zwei Korngrenzenkontakten basierenden YBCO-Magnetometer durchgeführt. Die Schichtenfolge ist in Abbildung 4.22(a) zu erkennen: Die unterste YBCO-Schicht, in der Darstellung mit A bezeichnet, diente der Herstellung eines Washer-SQUIDs auf den zunächst eine isolierende SrTiO₃ - (in der Abbildung mit B bezeichnet) und anschließend eine zweite YBCO-Schicht (C) aufgewachsen war. In die obere YBCO-Lage wurde der Flußtransformator einstrukturiert, der aus einer Aufnehmer- und einer Einkoppelschleife bestand. Vor der Deposition der oberen YBCO-Lage wurde die SrTiO₃ -Schicht zusammen mit der darunter befindlichen YBCO-Schicht in einem Bereich entfernt, der in Abbildung 4.22(c) von einer weißen rechteckförmigen Linie umrandet ist. Nach Deposition und Mikrostrukturierung der oberen YBCO-Schicht befindet sich somit entlang dieser Linie ein supraleitender Durchkontakt (Via) zwischen beiden YBCO-Lagen. Die hohe Magnetfeldempfindlichkeit des integrierten Magnetometers konnte für die $\Delta\Phi$ -Abbildungen nicht genutzt werden, da die Pickup-Spule für die Spannungsabbildungen geöffnet worden war. In den Abbildungen 4.23(a) und 4.22(a) sind Oberflächenaufnahmen der Einkop-

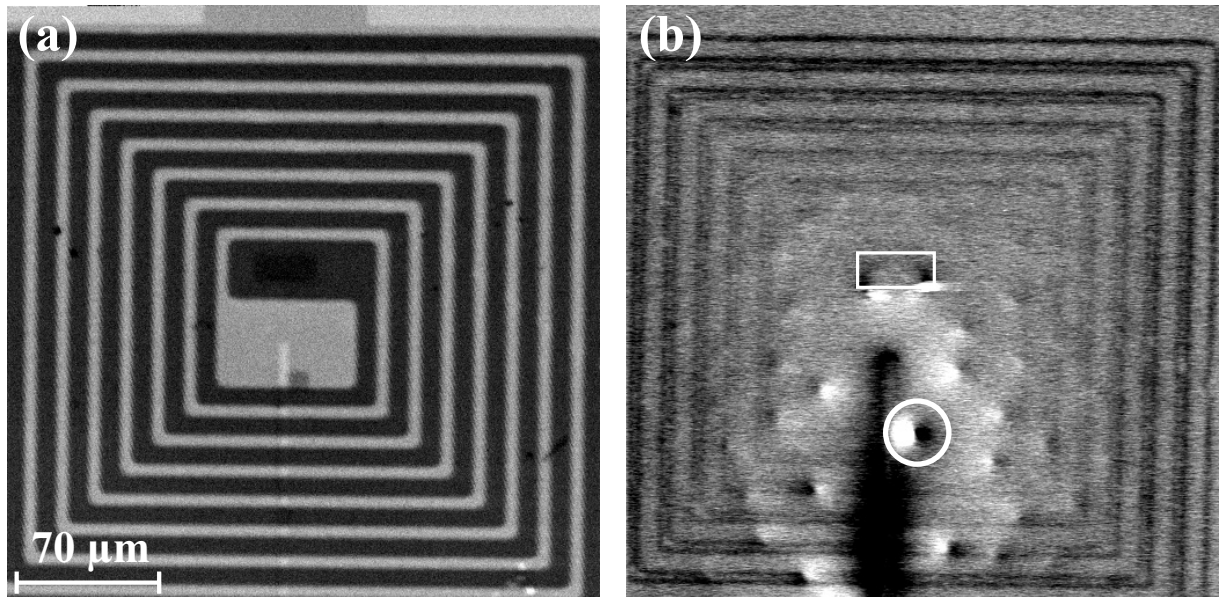


Abbildung 4.23: (a) REM-Oberflächenaufnahme und (b) $\Delta\Phi$ -Abbildung eines mehrlagigen Magnetometers aufgenommen bei $B_0 = 20 \mu\text{T}$ und $T = 77 \text{ K}$.

pelspule zu sehen. Die Geometrie der Probe ist in [STRAUB, 1999] genauer beschrieben.

Abbildung 4.23(b) zeigt eine typische $\Delta\Phi$ -Aufnahme des Magnetometers, nachdem es bei $20 \mu\text{T}$ eingekühlt worden war. Wie bei einlagigen SQUIDs können sehr deutlich bipolare Vortextsignale beobachtet werden. Außerdem sind zwischen den Filmstegen der Einkoppelspule negative, also dunkle Randsignale zu erkennen, die klar den Verlauf der YBCO-Streifen eingrenzen und so die räumliche Zuordnung der Vortextsignale wesentlich vereinfachen. Eine Analyse der Vortexverteilung in den Abbildungen 4.23(b) und 4.22(c) aber auch in zahlreichen bei anderen Einkühlfeldern aufgenommenen Bildern zeigt, daß die Vortices im SQUID-Washer erwartungsgemäß bevorzugt an Stellen angetroffen werden, die sich zwischen den Windungen der Einkoppelspule befinden. Die Einkoppelspule schirmt also einen Teil des darunterliegenden SQUIDs magnetisch ab, da es für $B < B_{Schwell} = \Phi_0/w^2$ energetisch ungünstig ist, daß Flußquanten in schmale Stege der Breite w eindringen [CLEM, 1996]. Daß manche Vortices dennoch beide YBCO-Lagen durchdringen, muß daran liegen, daß sich dort im oberen oder unteren YBCO-Film Haftzentren befinden.

Wie in einlagigen Filmen wurde auch für mehrlagige Strukturen gezeigt, daß durch eine sorgfältig optimierte Schichtherstellung das niederfrequente

$1/f$ -Flußrauschen enorm reduziert werden kann [LUDWIG *et al.*, 1995]. Die Ergebnisse unserer Untersuchungen bekräftigen diese Aussage: Vortices werden besonders häufig an Schwachstellen des YBCO-Films gepinnt. Sowohl in Abbildung 4.23(b), als auch in 4.22(c) ist zu beobachten, daß an den Rändern der Durchkontaktierung vom oberen zum unteren YBCO-Film, die in den Abbildungen weiß umrissen sind, auch bei kleinen Einkühlfeldern immer Flußschläuche gepinnt sind. Da die Flußkopplungsstärke $\Phi_r(r)$ mit steigendem radialen Abstand der gepinnten Vortices vom Washerzentrum r stark abnimmt (siehe Abschnitt 4.3.1), sollten Vias bei der Konzipierung von integrierten Magnetometern folglich immer in möglichst großer Entfernung zum SQUID-Schlitz platziert werden. Insbesondere sollten radial zum Washerzentrum verlaufende Kanten vermieden werden, da entlang dieser Richtung die Bewegungsfreiheit von Abrikosov-Vortices weitestgehend eingeschränkt werden sollte. Rein azimutale Vortexbewegung führt nicht zu einer Flußänderung im SQUID.

Eine zweite Beobachtung weist auf die Bedeutung von YBCO-Filmstreifen hin, die über Ätzkanten geführt sind und als solche besondere Schwachstellen im Film darstellen. Zum gleichen Ergebnis kam Gerber durch die Analyse einer räumlicher Darstellung der T_c -, beziehungsweise j_c -Verteilung der Einkoppelpule derselben Probe [GERBER, 1997]. In den Abbildungen 4.22(b) und 4.22(c) ist eine Spannungsabbildung der beobachteten Vortexverteilung zum Vergleich gegenüber gestellt. Die Spannungsabbildungsmethode beruht auf der lokalen Erwärmung durch die Strahlsonde. Wird die Probe nahe T_c betrieben, so kann die Elektronenbestrahlung zur Überschreitung von T_c führen: Die Probe wird normalleitend. Die auftretende Spannungsänderung an der Probe wird detektiert und dem Bestrahlungsort als Grauwert zugeordnet. Besonders helle Signale zeigen in (b) die Abschnitte der Einkoppelpule mit vergleichsweise niedriger kritischer Stromdichte. Auffällig stark unterdrücktes j_c kann vor allem dort beobachtet werden, wo die Filmstreifen der Einkoppelpule über den SQUID-Schlitz, also über Ätzkanten der unteren YBCO-Schicht, geführt sind. Dieser Bereich ist durch weiße Pfeile gekennzeichnet. Genau an dieser Kante kann ein in den Abbildungen 4.23(b) und 4.22(c) weiß eingekreistes besonders stark ausgeprägtes Vortexsignal in zahlreichen unabhängigen Messungen beobachtet werden. Es ist evident, daß Ätzkanten an diesen als Schwachstellen identifizierten Bereichen mit besonderer Sorgfalt, also beispielsweise mit sehr flachen Ätzwinkeln, präpariert werden sollten, da Vortices, die an Pinningzentren nahe dem SQUID-Loch fluktuieren, extrem starke Störsignale in das SQUID einkoppeln.

Diese ersten Untersuchungen an einem mehrlagigen Magnetometer bestätigen, daß sich mit Hilfe der $\Delta\Phi$ -TTREM-Abbildungsmethode Filmschwachstellen, an die sich Flußlinien in der Struktur heften, lokalisieren lassen. Im Abschnitt 5.5 werden Korrelationen zwischen der Position von Rauschquellen und Ergebnissen von Rauschmessungen vorgestellt. Erkenntnisse, die für die Optimierung neuer Probedesigns wichtig sind, können so gewonnen werden.

4.3.5 Wechselwirkung zwischen Flußquanten und Antidots

Um niederfrequentes $1/f$ -Flußrauschen in YBCO-SQUIDs und Magnetometern zu reduzieren, können, wie in Abschnitt 2.3.4.2 kurz erwähnt, Antidots als künstliche, stark haftende Pinningzentren in die supraleitenden Schichten strukturiert werden. Das Prinzip wurde von [HEBARD *et al.*, 1977] vorgeschlagen, Castellanos *et al.* realisierten das erste Gitter aus Submikrometer-Antidots in YBCO-Filmen [CASTELLANOS *et al.*, 1997], an denen heute zahlreiche Untersuchungen stattfinden [SELDERS *et al.*, 1999a,b]. Im Unterschied zu interstitiellen Vortices scheinen Antidotvortices weit weniger zu thermisch aktivierten Fluktuationen angeregt werden zu können. Wünschenswert sind also Probedesigns, in denen Flußlinien bevorzugt Antidots, nicht aber Pinningzentren in den Filmen besetzen.

Die flußsensitive TTREM-Abbildungsmethode bietet die Möglichkeit, Vortexformationen und die Besetzung von Pinningzentren und Antidots durch Vortices bei unterschiedlichen Magnetfeldern in SQUID-Strukturen zu beobachten. In allen Proben mit Antidots, die im Rahmen dieser Arbeit untersucht wurden, konnten sowohl Antidot-Vortices, als auch interstitielle Flußquanten beobachtet werden. Dies ist exemplarisch in Abbildung 4.24 zu erkennen. Die Verteilung der Flußlinien auf Pinningzentren im Film, beziehungsweise in Antidots scheint jedoch sehr empfindlich von der Probengeometrie abzuhängen: Abbildungen 4.15 und 4.25 zeigen REM-Oberflächen-aufnahmen des Typ AC19 SQUIDs S10-1 und der Probe S11-5 mit variablem Antidotdurchmesser und Antidotabstand $10\ \mu\text{m}$ (siehe Abschnitt 2.4), in die als Kreise und Kreuze die Verteilung der Antidot- und Filmvortices bei unterschiedlichen Einkühlfeldern eingezeichnet ist. Bei beiden Proben werden schon bei kleinen Magnetfeldern fast alle Antidots besetzt. Die magnetfeldabhängigen Dichten der interstitiellen Vortices unterscheiden sich jedoch erheblich: Während in Probe S10-1 schon bei schwachen Magnetfeldern von $B_0 < 60\ \mu\text{T}$ interstitielle Vortices beobachtet werden (Abbildung

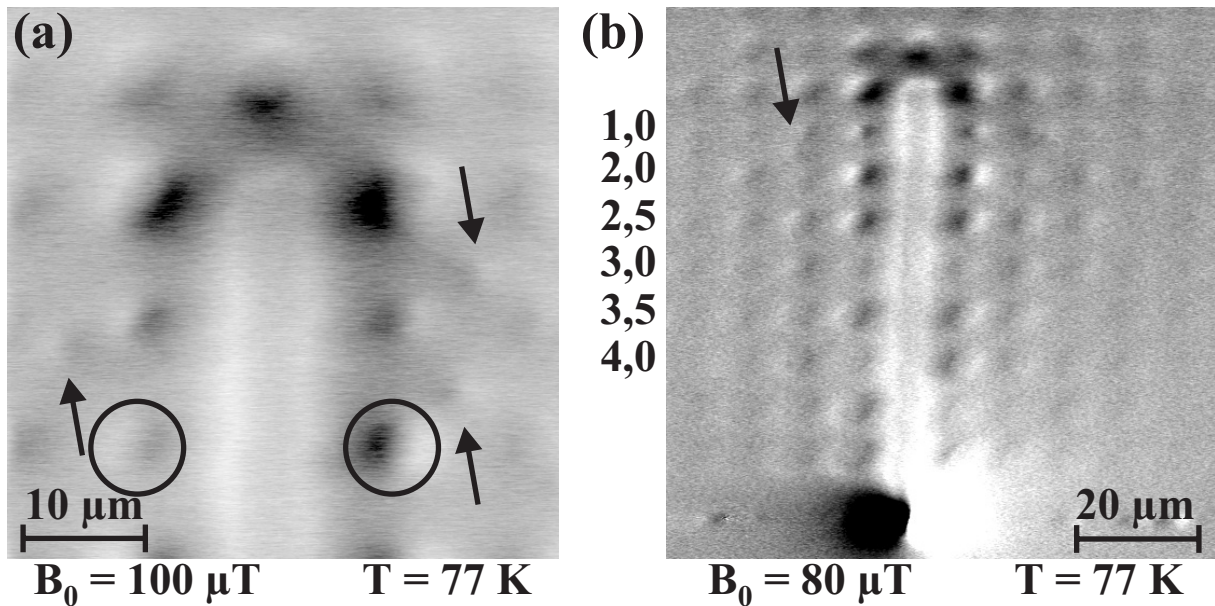


Abbildung 4.24: $\Delta\Phi$ -Abbildungen der Probe S11-5. (a) zeigt einen Ausschnitt des SQUID-Schlitzendes, während in (b) der gesamte Schlitzbereich abgebildet ist. Die Durchmesser der in Zeilen angeordneten Antidots gleicher Größe sind in (b) links neben der Abbildung in Mikrometern angegeben. Interstitielle Vortices sind durch schwarze Pfeile gekennzeichnet.

4.15), besetzten in S10-5 Vortices, wie in Abbildung 4.25 dargestellt erst ab $B_0 \approx 80 \mu\text{T}$ Pinningzentren im Film.

Ferner ist in Abbildung 4.25(c) deutlich ein Gradient der Dichte von interstitiellen Vortices zu erkennen. In der Umgebung der Antidots mit minimalem Durchmesser von $d = 1 \mu\text{m}$ – dies sind im Bild die Antidots der zweiten Lochreihe von oben – sind deutlich mehr Vortices im Film gepinnt, als um die $5 \mu\text{m}$ großen Antidots der untersten Reihe.

Beide Beobachtungen könnten auf dieselbe Ursache zurückzuführen sein: Schmale Filmbereiche zwischen den Antidots scheinen während des Einkühlprozesses das Eindringen von Flußlinien in den Film zu erschweren, beziehungsweise das Entweichen derselben in Antidots zu begünstigen.

Sei w die Filmbreite zwischen zwei Antidots, die sich als Differenz des Antidotgitterabstands g und der Summe der halben Lochdurchmesser d_i und d_j von Antidots benachbarter Zeilen berechnen läßt, also $w = g - 1/2(d_i + d_j)$, so kann nach [DANTSKER *et al.*, 1997a] ein Schwellenfeld $B_{0,min} = \pi\Phi_0/4w^2 \approx 10 \mu\text{T}$ angegeben werden, ab dem zwischen den Antidots in Abbildung 4.25(c) der dritten und vierten Antidotreihe von unten interstitielle Vortices in den Film eingedrungen sein können. Tatsächlich

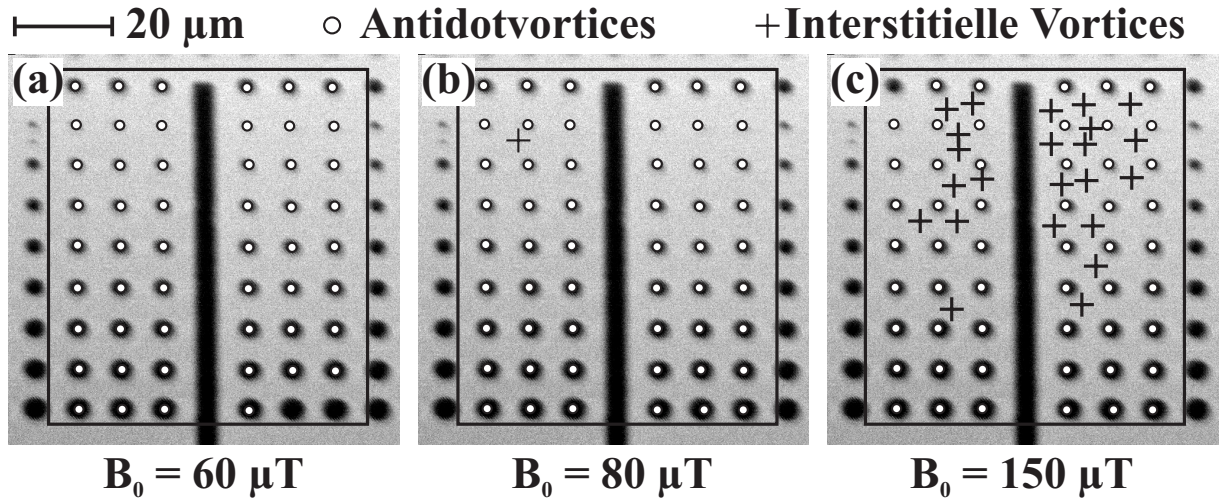


Abbildung 4.25: Schematische Darstellung der Verteilung von interstitiellen und Antidotvortices bei Einkühhfeldern von (a) $60 \mu\text{T}$, (b) $80 \mu\text{T}$ und (c) $150 \mu\text{T}$ in SQUID S11-5 mit Antidotgitterkonstanten von $10 \mu\text{m}$ und variablem Lochdurchmesser.

werden diese erst ab deutlich stärkeren Einkühhfeldern von etwa $150 \mu\text{T}$ beobachtet. Da Pinningkräfte nur sehr kurzreichweitige Kräfte sind, die sich ungefähr über λ_L erstrecken, kann diese Diskrepanz nicht damit erklärt werden, daß interstitielle Vortices durch Pinningkräfte der Antidots aus dem Film in Antidots gezogen werden. Dennoch könnte dieser Effekt während des Abkühlens nahe T_c eine bedeutende Rolle spielen.

Die Analyse der $\Delta\Phi$ -Abbildungen zeigt, daß der Antidotdurchmesser auf die Dichte interstitieller Vortices Einfluß haben könnte: Wie im Abschnitt 4.3.6 gezeigt werden wird, treten in großen Antidots häufiger Multiquanten auf, als in kleineren. Große Antidots scheinen interstitielle Vortices also stärker anzuziehen und damit die Vortexdichte im Film stärker zu reduzieren, als kleinere.

4.3.6 Multiquanten in Antidots

Energiebetrachtungen auf der Grundlage der Ginzburg-Landau-Theorie von Vortices, die in normalleitenden, zylindrischen Hohlräumen mit Radien R in Typ-II-Supraleitern eingeschlossen sind, ergeben, daß sich in solchen Hohlräumen Multiquanten bilden können. Trotzdem die magnetische Energie der n eingeschlossenen Vortices proportional mit $(n\Phi_0/R)^2$ ansteigt, ist eine solche Konfiguration für das System für eine Anzahl $n < n_s$ Vortices aus energetischen Gründen günstiger, als befänden sich die Flußschläuche

im Film [MKRTCHYAN und SCHMIDT, 1972]. Oberhalb der Sättigungszahl

$$n_s = R/2\xi \quad (4.5)$$

dringen eingeschlossene Flußlinien in den Film ein, da die Vortexenergie über die Gibbsbarriere ansteigt [BUZDIN, 1993].

Der experimentelle Nachweis gelang indirekt über Messungen der Magnetisierung von supraleitenden Filmen, in die Gitter aus submikrometergroßen Antidots strukturiert waren, in Abhängigkeit des angelegten Umgebungsfelds [BAERT *et al.*, 1995, METLUSHKO *et al.*, 1994]. Diese Messungen wurden alle nahe T_c durchgeführt, da in diesem Temperaturbereich die Vortexmobilität im Film hoch ist, und die Ginzburg-Landau-Theorie Gültigkeit hat. Bezryadin *et al.* konnten in Niob-Filmen mit Antidotsmulden, also nicht ganz auf das Substrat durchgeätzten Filmlöchern, Multiquanten mit Hilfe der Bitter-Dekorationsmethode nachweisen [BEZRYADIN *et al.*, 1996, BEZRYADIN und PANNETIER, 1996].

Um die Rauscheigenschaften von Hoch- T_c -SQUIDs günstig zu beeinflussen, also niederfrequentes $1/f$ -Rauschen durch Vortexpinning in Antidots möglichst stark zu unterdrücken, werden unterschiedliche Antidotgitteranordnungen untersucht [SELDERS *et al.*, 1999a]. Dabei sind Kenntnisse zur Bildung von Multiquanten in den einzelnen Antidots von großer Bedeutung.

In Abbildung 4.24 aber auch zahlreichen weiteren Vortex-Bildern ist zu erkennen, daß Signalhöhen von Antidotvortices mit gleichen radialen Abständen vom Washerzentrum r und Antidotradien R unterschiedlich stark ausgeprägt sind. Beispielhaft ist dies an den beiden in Abbildung 4.24(a) schwarz eingekreisten Vortexsignalen zu erkennen. Solche Signalunterschiede konnten bei verschiedenen Einkühlzyklen und -feldern beobachtet werden.

Da die Sättigungszahl nach Gleichung (4.5) vom Antidotdurchmesser $2R$ abhängt, wurden in Probe S11-5 die Antidotdurchmesser von $1 - 5 \mu\text{m}$ reihenweise variiert (siehe Abbildung 4.24(b)) und das SQUID bei unterschiedlichen Einkühlfeldern untersucht. Antidotvortexsignalhöhen wurden über Linescans ausgelesen und im Diagramm in Abbildung 4.26 gegen die Durchmesser aufgetragen.

Der Verteilung von Meßpunkten im Diagramm in Abbildung 4.26 lassen sich im wesentlichen drei charakteristische Merkmale entnehmen:

- Für die Signalhöhen von Multiquanten in Antidots werden Werte $\Delta\Phi \sim n \times \text{const.}$ erwartet. Trotzdem die Meßwerte stark streuen, könnten sie drei Signalniveaus zuzuordnen sein. Diese entsprechen

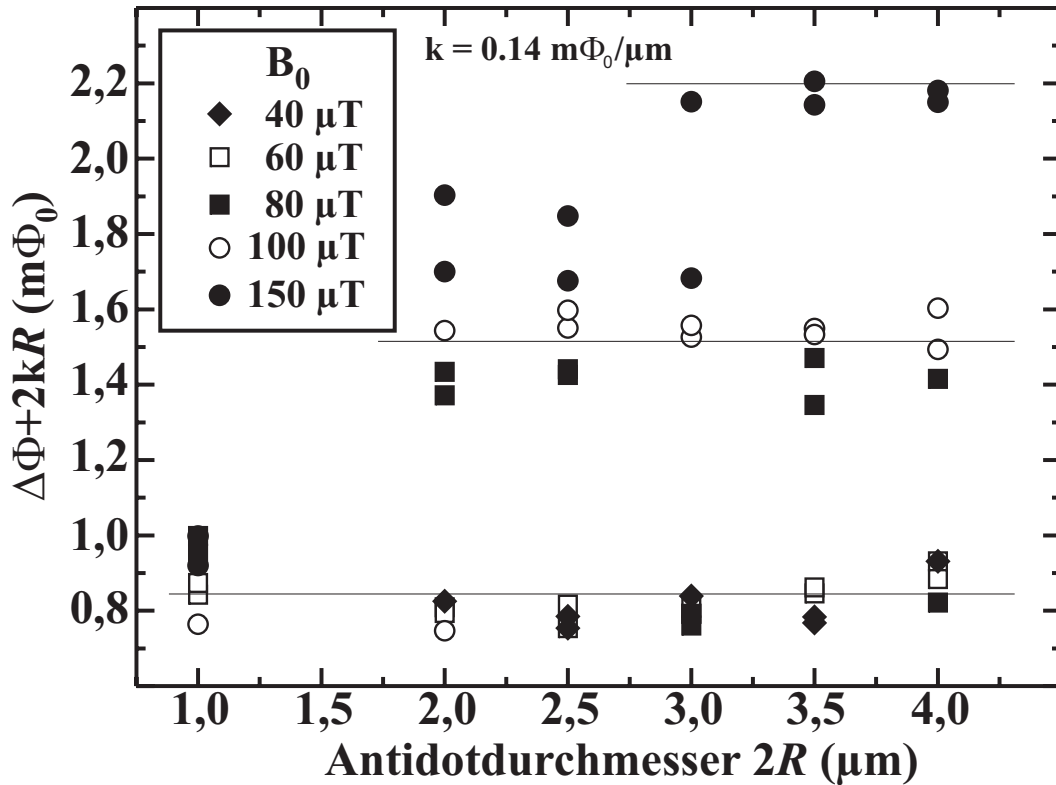


Abbildung 4.26: Korrigierte Signalhöhen $\Delta\Phi + 2kR$ in Abhängigkeit des Antidotdurchmessers ermittelt bei unterschiedlichen Einkühlmagnetfeldern an SQUID S11-5.

möglicherweise den Besetzungszahlen $n = 1, 2$ und 3 Vortices pro Antidot. Die absoluten Werte von n lassen sich anhand der vorliegenden Messungen nicht mit Sicherheit feststellen, da die Signalthöhe für ein einzelnes Flußquant nicht bekannt ist.

- Die Wahrscheinlichkeit für große Besetzungszahlen n steigt mit dem Antidotradius R : Einfachbesetzung tritt bei $R = 0,5 \mu\text{m}$, Doppelbesetzung ab $R = 1 \mu\text{m}$ und Dreifachbesetzung ab $R = 1,5 \mu\text{m}$ auf. Es gilt also, wie von der Theorie vorausgesagt (Gleichung (4.5)): $n_s \sim R$. Dennoch werden die von der Theorie berechneten Sättigungszahlen von den Experimenten nicht bestätigt: Der für $R = 1,25 \mu\text{m}$ vorhergesagte Wert von $n_s \approx 200$ steht der gemessenen Sättigungszahl $n_s = 2$ gegenüber.
- Die Anzahl der Flußquanten pro Antidot steigt mit der Einkühlflußdichte B_0 an. Ab circa $80 \mu\text{T}$ werden zwei, ab etwa $150 \mu\text{T}$ drei Flußquanten pro Antidot beobachtet. Die bisher vorliegenden und in 4.26

dargestellten Messergebnisse erlauben jedoch nicht den Nachweis eines *linearen* Zusammenhangs zwischen n und B_0 . Hierzu bedarf es Untersuchungen in einem größeren Magnetfeldbereich.

Ferner wurde beobachtet, daß die Signalhöhen $\Delta\Phi$ mit steigendem Antidotdurchmesser im untersuchten Radiusbereich um einen mittleren Wert von $k \approx 0,14 \text{ m}\Phi_0/\mu\text{m}$ abnahmen. Dieser Effekt wurde in Abbildung 4.26 durch Addition der Korrektur $k2R$ berücksichtigt. Eine mögliche Ursache für die Signalabnahme mit steigendem Antidotdurchmesser läßt sich anhand von Abbildung 4.27 verstehen: Liegt der Antidotdurchmesser $2R$ etwa in der Größe des Elektronenstrahlsondendurchmessers S (Abbildungen 4.27(a) und (b)), so erstreckt sich die Vergrößerung von λ_L auf der bestrahlten Seite des Antidots über die ganze Länge $2R$. Dementsprechend groß ist die relative Flächenänderung des Antidots und damit auch die Verschiebung des Schwerpunkts der Feldverteilung hin zum Bestrahlungsort. Dies wird im

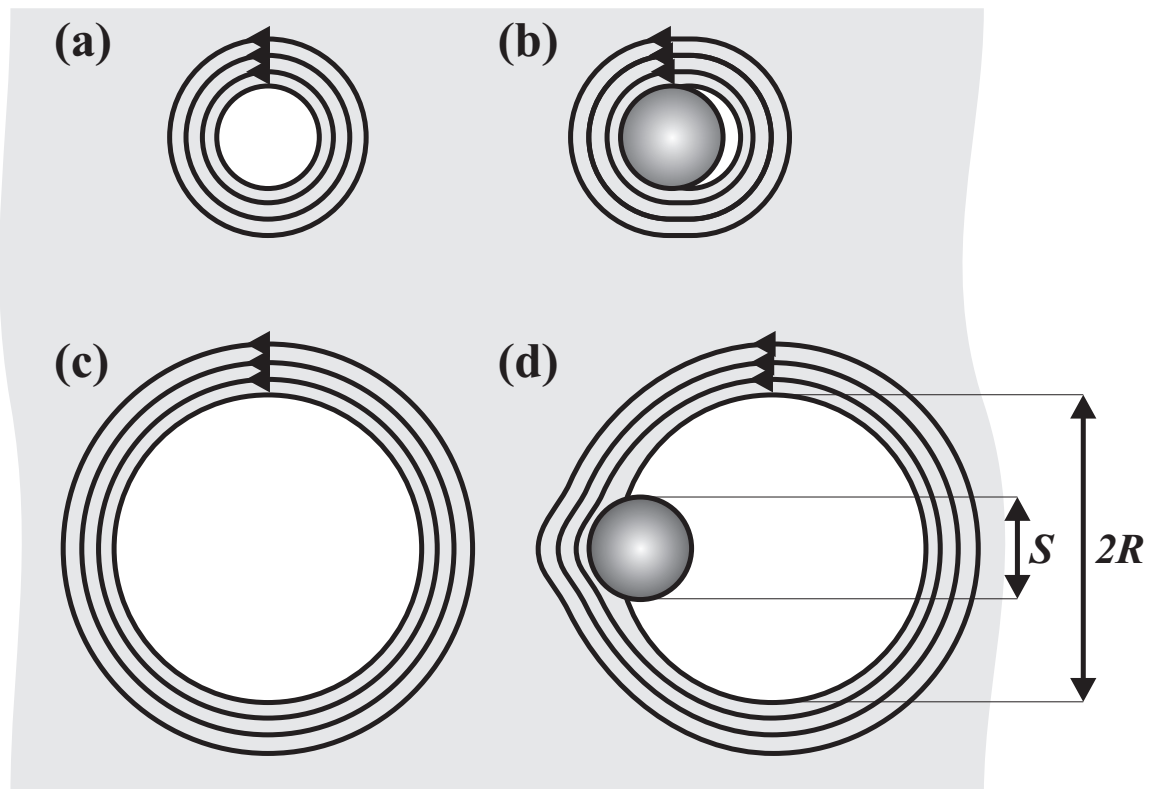


Abbildung 4.27: Schematische Darstellung (a) eines kleinen, unbestrahlten, (b) kleinen, bestrahlten, (c) großen, unbestrahlten und (d) großen, bestrahlten Antidots des Durchmessers $2R$ in einem supraleitenden Film, in denen sich jeweils ein Flußquant befindet. Die Elektronenstrahlsonde mit Durchmesser S lenkt die Vortexabschirmströme um.

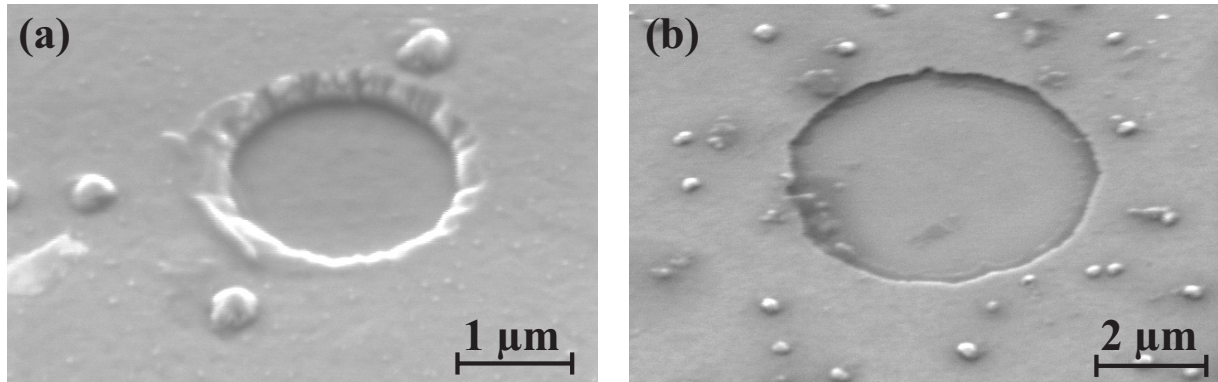


Abbildung 4.28: Antidots in den Washern eines (a) ionenstrahl- und (b) naßchemisch geätzten SQUIDs.

SQUID als Flußänderung detektiert.

Ganz anders ist die Situation im Fall $S < 2R$, der in den Abbildungen 4.27(c) und (d) skizziert ist. Die relative Größenzunahme der Antidotfläche ist minimal; entsprechend gering fällt auch die Flußumverteilung innerhalb des Antidots aus, so daß die vom SQUID detektierte Flußänderung klein ist.

Im Strombild kann dies so formuliert werden: Bei konstantem Fluß im Antidot ist die Stromstärke des das Antidot umfließenden Abschirmstroms bei kleinen Antidots viel höher als bei großen. Durch die lokale Erhöhung von λ_L am Bestrahlungsort werden die Abschirmströme umgelenkt. Der Effekt dieser Verlagerung auf das SQUID in Form einer Flußänderung nimmt wegen $\Phi = LI$ mit der Stromstärke I zu.

Bisher wurde ein einfaches qualitatives Modell zur Erklärung der unterschiedlichen Signalstärken an verschieden großen Antidots vorgestellt. Die Korrektur der Signale um $k2R$ kann nur ein erster Schritt sein, die Beobachtungen auch quantitativ zu modellieren. Ein solches quantitatives Modell läßt sich durch Integration der Stromverteilung über die Flächen gewinnen.

Auf das unterschiedliche Verhältnis zwischen interstitiellen und in Antidots gepinnten Vortices in den Proben S10-1 und S11-5 wurde im letzten Abschnitt bereits hingewiesen. Auch bei der Bildung von Multiquanten wurde verschiedenartiges Verhalten beobachtet: während in Probe S11-5 ab circa $80 \mu\text{T}$ Einkühlflußdichte immer Multiquanten beobachtet werden konnten, waren in Probe S10-1 erst ab $B_0 \approx 120 \mu\text{T}$ Multiquanten zu erkennen. Beide Beobachtungen könnten durch weitere Untersuchungen abschließend verstanden werden; mögliche Ursachen seien hier kurz angeführt:

- Exemplarisch sind in Abbildung 4.28 REM-Oberflächenaufnahmen eines Antidots (a) der Proben S10-1 beziehungsweise (b) S11-5 dargestellt. Deutlich zu erkennen sind Unterschiede in der Beschaffenheit der Ätzkanten. Dies könnte ein Hinweis darauf sein, daß innerhalb der Kanten verschieden starke Verspannungen auftreten, die sich nachweislich auf das Pinningverhalten auswirken können [SANDER, 1999]. Auch könnten die unterschiedlichen Ätzverfahren die Höhe der Bean-Livingston(BL)-Oberflächenbarrieren beeinflussen [KONCZYKOWSKI *et al.*, 1991, BEAN und LIVINGSTON, 1964] und damit das Austritts- und Eindringverhalten der Antidotvortices verändern [KOELLE *et al.*, 1999b]. Die BL-Barrieren ergeben sich aus den konkurrierenden Prozessen der attraktiven Wechselwirkung zwischen Vortex und Spiegelvortex, die die Flußlinie aus dem Film zieht, und der Wechselwirkung zwischen Vortex und der Oberflächenabschirmströme, die Flußschläuche im Film halten. Anziehung zwischen Vortex und Spiegelvortex kann nur dann effektiv stattfinden, wenn die Filmoberfläche über Distanzen glatt ist, die etwa der Größe von λ_L entsprechen [KONCZYKOWSKI *et al.*, 1991]. Abbildung 4.28(a) läßt bei der ionenstrahlgeätzten Probe deutlich rauhere Kanten erkennen als beim naßchemisch geätzten SQUID in (b). Dies mag eine Ursache dafür sein, daß Multiquanten in S10-1 erst bei höheren Feldern beobachtet wurden. Kopylov *et al.* haben darauf hingewiesen, daß für Hoch- T_c -Supraleiter, wegen deren großem κ , Oberflächenbarrieren für das Vortexverhalten an Rändern große Bedeutung haben [KOPYLOV *et al.*, 1990].
- Die Antidotdichte ist in S11-5 wegen des kleinen Antidotabstands von $10\ \mu\text{m}$ und Antidotdurchmessern zwischen $1\ \mu\text{m}$ und $5\ \mu\text{m}$ so groß, daß nur noch sehr begrenzt Film zur Verfügung steht, in den Vortices eindringen könnten. In Probe S11-5 betragen die Stegbreiten w zwischen den Antidots nur etwa $9\ \mu\text{m} - 12\ \mu\text{m}$, in Probe S10-1 circa $24\ \mu\text{m}$.
- Die unterschiedlichen Filmdicken der Proben S10-1 ($t \approx 200\ \text{nm}$) und S11-5 ($t \approx 160\ \text{nm}$) könnten das Verhalten der Bildung von Multiquanten beeinflussen: Je dünner der Film, desto größer ist die effektive magnetische Eindringtiefe und damit auch der effektive Antidotdurchmesser.

Eine für das Verständnis des Pinnings von Rauschquellen in Antidots möglicherweise wichtige Anmerkung soll an dieser Stelle nicht unerwähnt blei-

ben: Aus der Tatsache, daß sich Vortices in Antidots überhaupt durch lokale Elektronenstrahlerwärmung abbilden lassen, kann gefolgert werden, daß Fluktuationen des Temperaturgradienten im Bereich eines Antidots in der Größenordnung $1 \text{ K/Hz}^{1/2} \mu\text{m}$ zu Flußänderungen im SQUID in der Größe von circa $1 \text{ m}\Phi_0/\text{Hz}^{1/2}$ führen können. Ähnlich wie der Elektronenstrahl gezielt Abschirmströme umlenkt und dadurch eine meßbare Verlagerung der Magnetfeldverteilung innerhalb des Antidots hervorruft, könnten thermische Fluktuationen in der Größe von einigen Millikelvin auf Längenskalen von wenigen Mikrometern durch zeitliche Variation von λ_L Flußänderungen im Bereich von $\mu\Phi_0$ und damit Flußrauschen induzieren. Die Frage, ob Vortices in Antidots immer beliebig hart gepinnt sind, wird also weiter diskutiert werden müssen.

4.3.7 Langzeitstabilität von Vortexkonfigurationen

Vortexwanderungen mit großen Zeitkonstanten, die Relaxationsprozessen der Magnetisierung supraleitender Filme zugrunde liegen, können durch die direkte Abbildung von Interstitiellen- und Antidotvortices beobachtet werden. Dabei können, im Unterschied zu integralen Messungen der Magnetisierung in Abhängigkeit der Zeit, ermittelte Lebensdauern von Pinningzuständen direkt mit den mikroskopischen oder geometrischen Eigenschaften des einzelnen Pinningzentrums korreliert werden. Auch für das Verständnis von auftretenden Hysteresen in V - Φ -Kennlinien von SQUIDs sind Kenntnisse zur Mobilität von Vortices in Dünnschichten unerlässlich.

Abbildung 4.29 zeigt zwei Vortexabbildungen, die an SQUID S11-5 im Bereich des SQUID-Schlitzes aufgenommen wurden. Bild (a) wurde direkt nach dem Einkühlen der Probe durch T_c in der Einkühlflußdichte $B_0 = 40 \mu\text{T}$ aufgenommen. Zur Untersuchung der Stabilität der Vortexkonfiguration wurde dem eingefrorenen Feld ein Gegenmagnetfeld der Flußdichte $B = -60 \mu\text{T}$ überlagert, so daß sich das SQUID effektiv in $B = -20 \mu\text{T}$ befand. In diesem Zustand wurde die Anordnung bei $T = 77 \text{ K}$ belassen und zunächst nach etwa 12 Stunden erneut im TTREM untersucht. Die hierbei gewonnene Vortexaufnahme ist in Abbildung 4.29(b) zu sehen. Der Vergleich von Bild (a) und (b) zeigt, daß sich an der Verteilung der Flußlinien innerhalb des Untersuchungszeitraums nichts verändert hat. Die gepinnten Vortices sind trotz des Feldgradienten zwischen dem Bereich im und außerhalb des Films alle an ihren Haftzentren verharret. Eine weitere Abbildung nach fünf Tagen zeigte die Situation unverändert.

Solche und ähnliche Untersuchungen, durchgeführt an antidotfreien

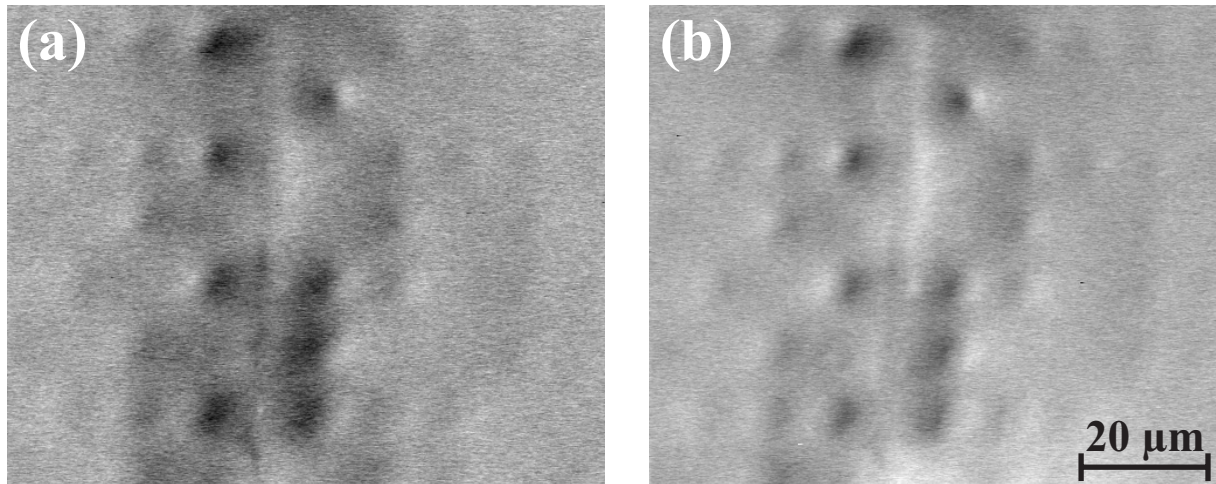


Abbildung 4.29: $\Delta\Phi$ -Vortexabbildung der Probe S11-5 aufgenommen bei $T = 77$ K. (a) $B_0 = 40 \mu T$. (b) zeigt die Vortexverteilung, nachdem die Probe über 12 h bei $T = 77$ K einer Flußdichte von $B = -20 \mu T$ ausgesetzt worden war.

SQUIDs und Filmen unterschiedlicher Güte, die bislang nicht zur Verfügung standen, werden die Kenntnisse über das Verhalten von Vortices an unterschiedlichen Haftzentren, aber auch das Verständnis von Eindring- und Austrittsprozessen von Vortices aus supraleitenden Dünnschichten erweitern. Ziel ist es, das Auftreten einer Hysterese in V - Φ -Kennlinien von SQUIDs gänzlich zu unterdrücken, die besonders Absolutmessungen von Magnetfeldern oder die Messung von Feldgradienten bei stark fluktuierenden Hintergrundfeldern stören [KOELLE *et al.*, 1999b].

4.4 Abbildung von Josephson-Flußquanten

Um das Verhalten und die Beweglichkeit von Josephson-Vortices in Filmkorn Grenzen untersuchen zu können, wurden, wie in Abschnitt 2.4 beschrieben, Proben entworfen, deren Washer auf die Bikristallkorn Grenzen der SrTiO_3 -Substrate zu liegen kamen. SQUID S10-9 bot darüber hinaus die Möglichkeit, über eine zusätzlich mit dem linken Washer verbundene Zuleitung (siehe Abbildung 2.10(a)) einen Strom auf den Washer zu führen. Somit kann auf die Josephson-Vortices eine Lorentz-Kraft ausgeübt werden.

In Abbildung 4.30 sind zunächst drei typische Beispiele von $\Delta\Phi$ -Bildern dargestellt, die im Bereich der Korn Grenze aufgenommen wurden. Alle hier gezeigten Abbildungen wurden an der links vom Washerzentrum gelege-

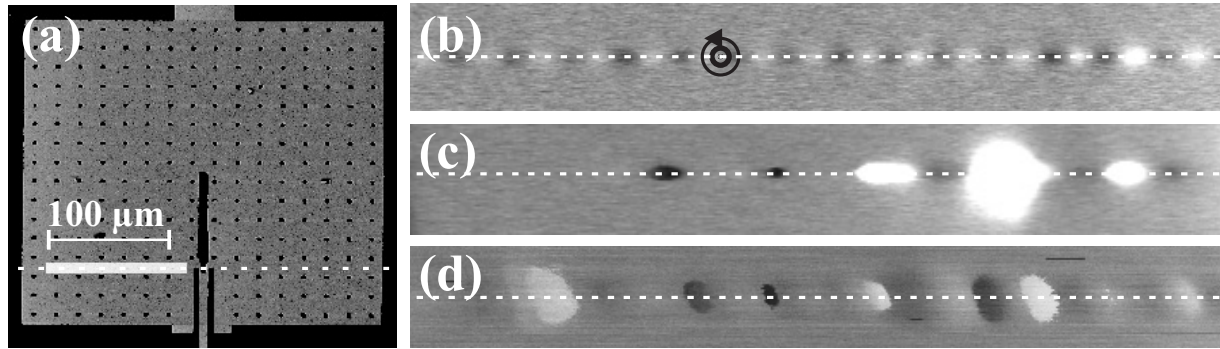


Abbildung 4.30: (a) REM-Oberflächenaufnahme eines AC19-Washer-SQUIDs. Die $\Delta\Phi$ -Abbildungen (b) bis (d) wurden in dem in (a) hell unterlegten Probenbereich aufgenommen. Der Verlauf der Washerkorngrenze ist durch weiß gestrichelte Linien angedeutet. In (b) sind exemplarisch die Josephson-Abschirmströme eines Josephson-Vortex skizziert. (b) Probe S10-9, $T = 83$ K, $B = -60$ μ T, $I_{Srahl} = 4$ nA und (c) Probe S10-9, $T = 83$ K, $B = -60$ μ T, $I_{Srahl} = 6$ nA (d) Probe S6-8, $T = 81,3$ K, $B = 85$ μ T, $I_{Srahl} = 21$ nA.

nen Korngrenze aufgenommen. Abbildung 4.30(b) zeigt die Anordnung von vielen, relativ dicht gepackten Josephson-Flußquanten, die beobachtet wird, wenn sich das SQUID während der Abbildung in einem Magnetfeld befindet. Der magnetische Fluß der einzelnen Vortices steht senkrecht auf der Filmebene. Das Vortexzentrum wird im Signalnulldurchgang vermutet. Umgeben ist dieses von den Josephson-Abschirmströmen, die in Form von Tunnelströmen etwa in den Bereichen der positiven und negativen $\Delta\Phi$ -Signale um das magnetische Moment über die Korngrenze fließen.

Selders *et al.* haben in Rauschexperimenten beobachtet, daß magnetischer Fluß bereits ab einer Eindringflußdichte $B_p \approx 200$ nT in eine Washerkorngrenze eines YBCO-Films eindringt [SELDERS *et al.*, 1999a]. Unsere Experimente bestätigen, daß Josephson-Flußquanten in Washerkorngrenzen schon bei kleinen Flußdichten von wenigen Mikrottesla beobachtet werden, unabhängig davon, ob die Probe im Feld oder im Nullfeld eingekühlt wurde. Die Korngrenze stellt im SQUID-Washer also eine Schwachstelle dar, über die magnetischer Fluß leicht in den Washer eindringen kann. Weitere Untersuchungen zur Beweglichkeit von Vortices in Korngrenzen werden in Abschnitt 5.3.2 vorgestellt.

In Abbildung 4.31 werden zwei Bilder von Josephson-Vortices in der Washerkorngrenze verglichen, die mit unterschiedlichen Abbildungsverfahren

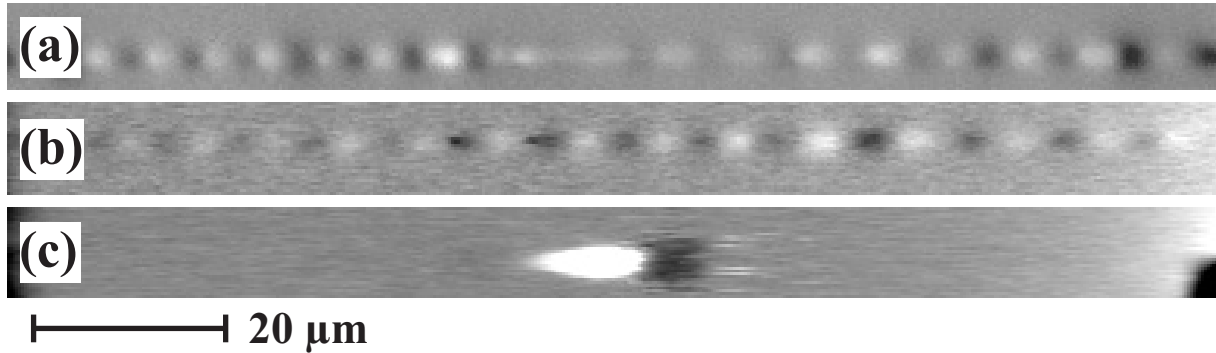


Abbildung 4.31: (a) Spannungsabbildung und (b) $\Delta\Phi$ -Abbildung einer Washerkorn- grenze bei $T = 84$ K und $B = -60$ μT . (c) $\Delta\Phi$ -Abbildung eines einzelnen Josephson-Vortex bei $T = 83$ K und $B = 20$ μT .

bei gleicher Temperatur und Flußdichte nacheinander im TTREM aufgenommen wurden. Bild (a) zeigt die Spannungsabbildung einer Washerkorn- grenze. Paare von positiven (hellen) und negativen (dunklen) Signalen werden jeweils als statisch gepinnte Josephson-Vortices interpretiert [MAYER, 1995], obwohl diese Abbildungsmethode nur im dynamischen Zustand der Vortices Signale liefert. Der Vergleich mit der in (b) abgebildeten $\Delta\Phi$ - Darstellung derselben Korn- grenze legt die Interpretation der Hell-Dunkel- Signalpaare als statische Josephson-Vortices jedoch nahe. Die Vortexdichten in (a) und (b) unterscheiden sich zwar etwas von einander, da sich magnetischer Fluß bei den hohen Temperaturen in Korn- grenzen leicht umverteilen kann. Dies ist nach Umkontaktierung der Probe zwischen den Messungen nicht anders zu erwarten.

Die Polarität der Signale einzelner Josephson-Vortices, wie in Abbildung 4.31(c) dargestellt, deutet auf einen Signalentstehungsmechanismus ähnlich dem bei Abrikosov-Vortices hin: wie bei Filmvortices treten in positiven Magnetfeldern negative Signale immer auf der dem SQUID-Schlitz abge- wandten Seite des Vortex auf. In negativen Magnetfeldern dreht sich die Polarität der Vortexsignale um. Anders als bei Abrikosov-Vortices vertei- len sich die das Josephson-Vortex umgebenden Abschirmströme etwa über die Josephson-Eindringtiefe $\lambda_J \approx \sqrt{\Phi_0/2\pi\mu_0 J_c 2\lambda_L}$, die unter anderem von der kritischen Stromdichte des Korn- grenzenkontakts J_c abhängt und bei $T = 77$ K für unsere Proben mit Korn- grenzenwinkel von 24° typischerweise $2 - 3$ μm beträgt. Damit ist sofort klar, daß die räumliche Ausdehnung der Signale entlang der Korn- grenze nicht mehr nur vom Strahlsondendurchmes- ser, sondern von der Größe der Vortices selbst abhängt und erkennbar größer

sein kann als die der Abrikosov-Vortices im Dünnsfilm. Die in Abbildung 4.31(c) deutlich ovale Gestalt des Vortex-Signals folgt aus der Tatsache, daß λ_J , maßgeblich für die Ausdehnung des Signals entlang der Korngrenze, größer ist als die Reichweite R der Strahlelektronen, welche die Breite des Signals senkrecht zur Korngrenze bestimmt.

Einige Beobachtungen können mit diesem Ansatz allein jedoch nicht erklärt werden:

- Die Abbildungen 4.30(c) und (d) zeigen zwar untypische aber dennoch immer wieder auftretende Signale, die nur zum Teil aus Negativ-Positiv-Signalkombinationen, vereinzelt aber auch aus monopolaren Signalen bestehen. Treten beide Vorzeichen auf, so sind die Signale sowohl räumlich als auch bezüglich der Signalthöhen teilweise sehr stark asymmetrisch bezüglich des Signalnulldurchgangs verteilt. Asymmetrische Pinningpotentialverläufe als Folge von j_c -Variation entlang der Korngrenze könnten hier eine entscheidende Rolle spielen. Monopolare Signale könnten darauf hindeuten, daß die Vortices innerhalb der Korngrenze nur schwach gepinnt sind oder auch über große Distanzen hüpfen können.
- Einige Signale in Abbildung 4.30(c) aber auch (d) besitzen laterale Ausdehnung senkrecht zur Korngrenze von einigen Mikrometern, die weit größer sind als R . Starke λ_L -Änderungen und ein Temperaturprofil mit großer räumlicher Ausdehnung als Folge des hohen Strahlstroms von 21 nA könnten dem in Abbildung 4.30(d) ursächlich zugrunde liegen. Möglicherweise wurde an manchen Bereichen sogar T_c überschritten. Die Signale traten in der untersuchten Probe reproduzierbar auf. Abbildung 4.30(c) wurde aufgenommen, nachdem mehrfach mit Strahlströmen von 10 nA über die Korngrenze gerastert worden war. Das einzelne, positive Signal mit extrem großer Ausdehnung könnte ein Hinweis auf die Anwesenheit von mehreren Flußquanten in einem asymmetrischen Pinningpotential im entsprechenden Korngrenzenbereich sein.
- Die Signalthöhe und damit auch die Flußkopplungsstärke $\Phi_r(r) = \frac{\partial \Phi}{\partial r}(r)$ fällt mit zunehmendem radialen Abstand r des Bestrahlungsorts vom SQUID-Schlitz wesentlich langsamer ab, als dies bei Abrikosov-Vortices beobachtet wird. Die Abbildungen 4.30(b) und 4.31(b) zeigen hierfür zwei Beispiele. Als mögliche Ursache kommt die Lage der Waschkorngrenze in unmittelbarer Nähe des SQUID-Josephson-Kontakts

in Frage (siehe Abbildung 2.8(b)). Das Außenfeld der Korngrenzen-Vortices könnte auf den besonders fluempfindlichen Bereich um den Korngrenzenkontakt fokussiert sein; daher wrde jede durch strahlinduzierte Vortex-Delokalisierung hervorgerufene Flunderung extrem stark in das SQUID einkoppeln. Wichtiger ist sicherlich die Wechselwirkung der Josephson-Vortices untereinander: Wird ein in groer Entfernung zum SQUID-Schlitz sitzendes Josephson-Vortex mit der Strahlsonde bewegt, so fhrt dies zu einer Verschiebung der gesamten Vortexkette, wie sie beispielsweise in Abbildung 4.31(b) zu sehen ist. Die Flunderung im SQUID wird dann vor allem durch das dem Schlitz am nchsten sitzende Vortex hervorgerufen und ist entsprechend gro.

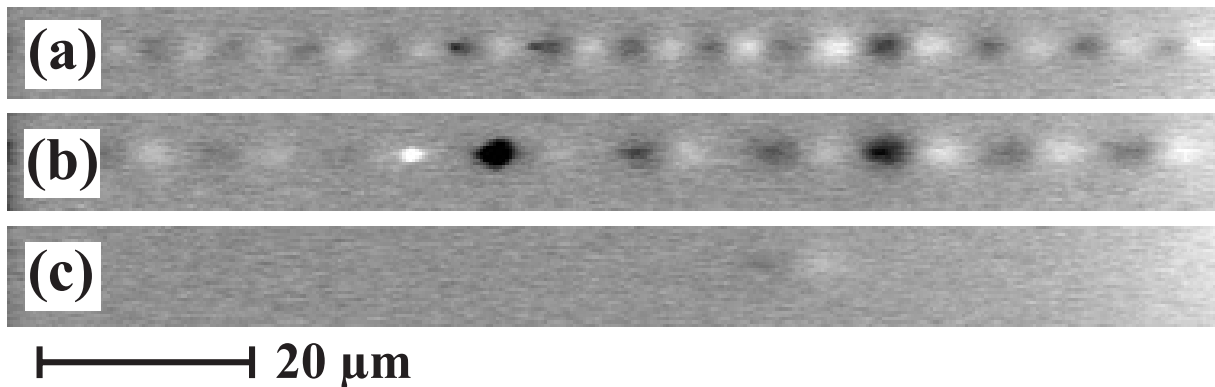


Abbildung 4.32: $\Delta\Phi$ -Abbildung einer Washerkorngrenze bei $T = 84\text{ K}$ und (a) $B = -60\ \mu\text{T}$, (b) $B \approx -45\ \mu\text{T}$ und (c) $B \approx 0\ \text{T}$.

Abbildung 4.32 zeigt drei nacheinander aufgenommene Vortex-Verteilungen in einer Washerkorngrenze. Variiert wurde ausschließlich das angelegte Magnetfeld, indem B_0 whrend den Messungen in Bild (b) teilweise und in (c) gnzlich ber ein Gegenfeld kompensiert wurde. Deutlich zu erkennen ist die abnehmende Vortexdichte mit sinkender Feldstrke. Aufgrund der repulsiven Wechselwirkung zwischen den Josephson-Vortices [KEIL *et al.*, 1996, LIKHAREV, 1986] sind die Vortexabstnde a mit $a \approx 6,8\ \mu\text{m}$ bei $B = -60\ \mu\text{T}$ und $a \approx 12,2\ \mu\text{m}$ bei $B \approx -45\ \mu\text{T}$ etwas ber den erwarteten Werten von $a \approx \sqrt{\Phi_0/B}$. Dies ist wegen des flufokussierenden Effekts des Washer nicht anders zu erwarten. Im Nullfeld (Bild (c)) ist nur noch ein letztes Vortex zu erkennen, das noch im Korngrenzenkontakt gepinnt ist. Auch bei dieser Serie zeigt sich, da magnetischer Flu ber Korngrenzen in Dnnfilme eindringen oder diese verlassen kann.

Um die Pinningkraft in der Korngrenze ungefähr abzuschätzen, wurde an Probe S10-9, deren Geometrie in Abbildung 2.10(a) dargestellt ist, eine Serie von $\Delta\Phi$ -Bildern der Korngrenze aufgenommen, während gleichzeitig ein Transportstrom über die abgebildete Korngrenze geführt wurde. Bei Stromstärken bis zu etwa 1 mA konnten stabile Konfigurationen von Josephson-Vortices beobachtet werden. Größere Stromstärken führten zu Instabilitäten der Vortexverteilung, was an plötzlich auftretenden Flußänderungen im SQUID zu erkennen war. Ab circa 10 mA waren keine Vortexabbildungen mehr möglich.

Vorausgesetzt, der Tunnelstrom im Washerkorngrenzenkontakt verteilte sich gleichmäßig über die gesamte Kontaktlänge, so läßt sich der Betrag der Lorentzkraft \vec{F}_L pro Vortextlänge auf ein in der Korngrenze gepinntes Josephson-Vortex aus der Stromdichte J mit folgender Formel abschätzen:

$$\vec{F}_L \approx \vec{J} \times \vec{\Phi}_0. \quad (4.6)$$

In guter Näherung stehen Fluß, Kraft und Strom aufeinander senkrecht, so daß mit den Beträgen weiter gerechnet werden kann. Bei beginnender Instabilität der Vortexkonfiguration, also in unserem Fall bei einem Strom von $I_m \approx 1$ mA, halten sich die Lorentzkraft F_L und die Pinningkraft F_P etwa die Waage. Mit der Länge des Korngrenzen-Josephson-Kontakts l_{JJ} und Gleichung (4.6) gilt also: $F_P \approx F_L \approx \Phi_0 I_m / l \approx 1,4 \times 10^{-14}$ N. Dieser Wert stimmt erwartungsgemäß gut mit der Abschätzung der Pinningkraft aus der kritischen Stromdichte von etwa 10^4 A/cm² überein. Das Verfahren bietet also zunächst die Möglichkeit, die kritische Stromdichte des gesamten Kontakts bei sehr kleinem Spannungskriterium zu bestimmen, es gilt also $I_c = I_m$. Interessanter ist jedoch die Bestimmung von lokalen Pinningkräften an bestimmten Stellen der Korngrenze. Hierzu wird beobachtet, ab welchem Transportstrom bestimmte Vortices aus ihren Haftplätzen getrieben werden. Solche Untersuchungen konnten bisher aus Mangel an entsprechenden Proben noch nicht durchgeführt werden.

Zur Untersuchung der Wechselwirkung zwischen Vortices und Antidots in Washerkorngrenzen wurden in Probe S11-5 in die Korngrenze Löcher mit Durchmesser $3 \mu\text{m}$ einstrukturiert. Abbildung 4.33 zeigt zwei Bilder bei zwei unterschiedlichen Magnetfeldern. Wieder ist deutlich die Zunahme der Vortextichte mit größer werdendem Feld zu erkennen. Die Antidots sind also nicht in der Lage, sämtlichen Fluß an sich zu binden. Auffallend ist auch, daß an den Antidots selbst, in den Abbildungen markiert durch schwarze Ringe, bei Bestrahlung mit dem Elektronenstrahl keine $\Delta\Phi$ -Signale beobachtet

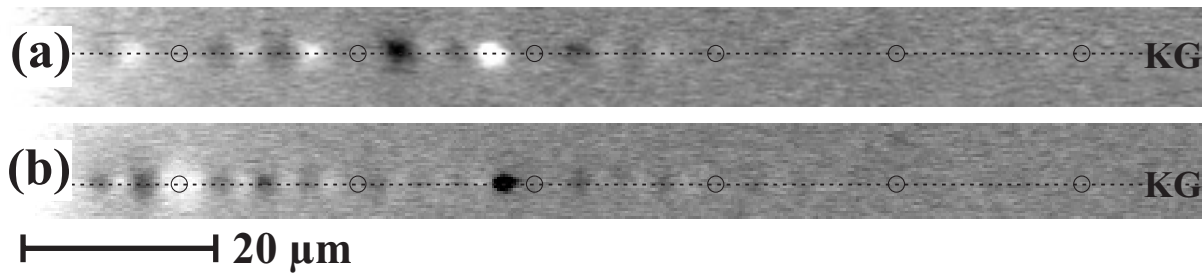


Abbildung 4.33: $\Delta\Phi$ -Abbildung von Josephson-Vortices in Probe S11-5 in der Washerkorngrenze rechts der SQUID-Kontakte bei $T = 79\text{ K}$ und (a) $B \approx 120\ \mu\text{T}$ beziehungsweise (b) $B \approx 160\ \mu\text{T}$. Schwarze Kreise markieren die Position der Antidots. Die gestrichelte Linien zeigen den Verlauf der Korngrenzen.

werden. Möglicherweise sind die Signale im Bereich der Antidots klein und wurden deshalb nicht detektiert. Dies ist bislang noch nicht verstanden.

Die vorgestellten ersten Ergebnisse der Untersuchungen von Vortices in YBCO-Korngrenzen zeigen, daß die neuartige flußsensitive TTREM-Abbildungsmethode auch auf diesem Gebiet ein vielseitig einsetzbares Werkzeug darstellt. Zunächst gilt es, ein Modell zu entwickeln, das den Signalentstehungsmechanismus erklärt. Genauere Untersuchungen können zum Verständnis des Zusammenhangs zwischen Vortexmobilität und Pinning innerhalb von Korngrenzen und der Korngrenzenstruktur beitragen.

Kapitel 5

Dynamisches Verhalten von $1/f$ -Rauschquellen

Mit der in Kapitel 4 vorgestellten Abbildungsmethode kann die für das Verständnis von Flußrauschen wichtige Flußkopplungsstärke Φ_r für einzelne Rauschquellen experimentell bestimmt werden. Vortexabbildungen liefern darüber hinaus Informationen über die Position und Verteilung bevorzugter Pinningplätze in der supraleitenden SQUID-Struktur.

Niederfrequentes $1/f$ -Flußrauschen in SQUIDs ist eine Folge von vielen unkorrelierten Fluktuationen gepinnter Abrikosov-Vortices in den supraleitenden Dünnschichten. Von fundamentaler Bedeutung für das Verständnis mikroskopischer Prozesse des Rauschens sind deshalb neben Kenntnissen zum Pinningverhalten einzelner Haftzentren *lokale* Informationen über die dynamischen Eigenschaften bestimmter Fluktuatoren, die beispielsweise zwischen zwei Haftzentren hin und her hüpfen. Wünschenswert sind also *lokale Rauschmessungen*, die im Gegensatz zu integralen Rauschmessungen nicht die Bestimmung des Spektrums einer Gesamtheit von Vortices ermöglichen, sondern das eines einzelnen Fluktuators. Der Elektronenstrahl des TTREM dient bei den hier vorgestellten Untersuchungen als lokale Störquelle, welche die zu untersuchenden Rauschquellen durch lokale Erwärmung zu Fluktuationen anregen soll. Erste erfolgreiche TTREM-Messungen hierzu werden nach einer kurzen Einführung in die quantitative Analyse von RTS und $1/f$ -Rauschen vorgestellt.

5.1 Einführung

5.1.1 Random Telegraph Signals (RTS)

Niederfrequentes Flußrauschen in SQUIDs wird in zwei unterschiedlichen Formen beobachtet, als $1/f$ -Rauschen und RTS. Beim RTS springt der Fluß Φ im SQUID zwischen zwei oder mehreren diskreten Niveaus mit bestimmten Raten $1/\tau_i$ die mit der Temperatur zunehmen, wobei $i = 1, 2, \dots$ die einzelnen Zustände bezeichnet. Das Beispiel eines Doppelmuldenpotentials ist in Abbildung 5.1(a) skizziert. Die Amplitude $\Delta\Phi$ der Signalsprünge ist temperaturunabhängig und zeitlich konstant [FERRARI *et al.*, 1994]. Dieses Verhalten wurde durch unsere Experimente bestätigt (siehe Abschnitt 5.3.3). Es wird angenommen, daß ein Flußquant oder ein ganzes Bündel von Flußquanten thermisch aktiviert zwischen verschiedenen Haftzentren im Film hin und her springt. Vorausgesetzt, die diskrete Flußdifferenz $\Delta\Phi$, die dem Sprung eines Flußquants von einem Pinningort zum anderen entspricht, kann experimentell bestimmt werden, so läßt sich aus Gleichung (4.2) der radiale Teil Δr der Hüpfänge $l = \Delta r / \cos\theta$ bestimmen, wenn der Abstand r des Pinningorts vom Washerzentrum und damit die Kopplungsstärke $\Phi_r(r)$ bekannt ist [FERRARI *et al.*, 1991a]. θ beschreibt den Winkel zwischen tatsächlicher Hüpfichtung eines Vortex und der radialen Richtung bezüglich des SQUID-Washerzentrums. Dies wird in Abbil-

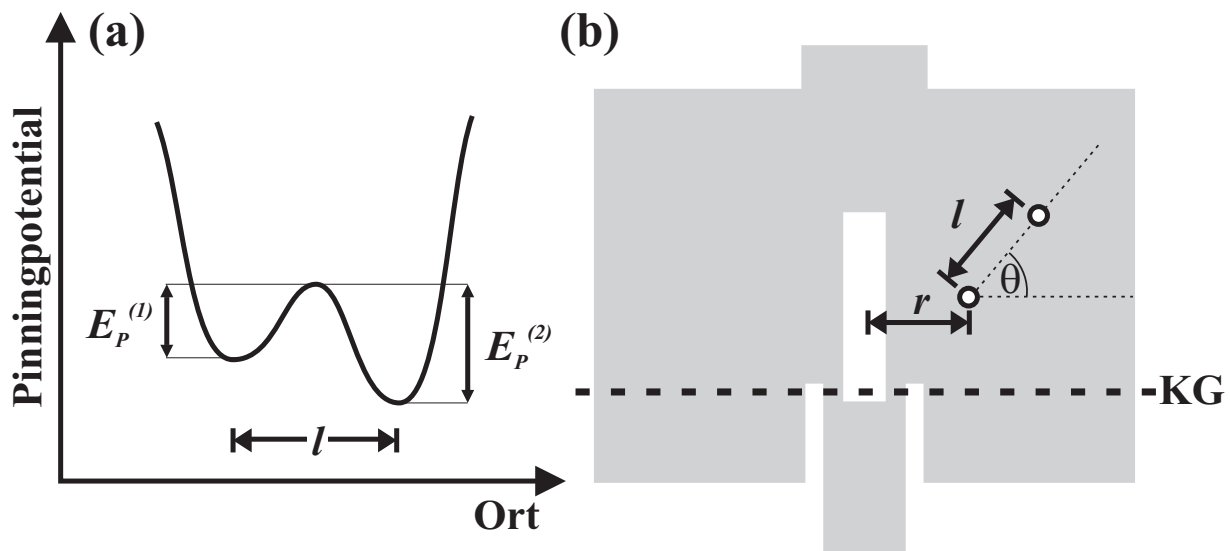


Abbildung 5.1: (a) Doppelmuldenpotential (b) Skizze zweier Pinningzentren (schwarze Ringe) im Washer eines SQUIDs, zwischen denen magnetischer Fluß hin und her springen kann.

dung 5.1(b) gezeigt. l ist in der Realität im Verhältnis zu r viel kleiner als dies in der nichtmaßstäblichen Skizze dargestellt ist. Die Lokalisierung eines Fluktuators mit Hilfe von $\Delta\Phi$ -Abbildungen ermöglicht also die genaue Bestimmung der Hüpfänge Δr , wenn gleichzeitig aus einer Zeitspurmessung die Flußänderung $\Delta\Phi$ des Hüpfprozesses gewonnen wird. Somit bietet das TTREM erstmals die Möglichkeit, Hüpfängen mit großer Genauigkeit an bestimmten Pinningorten experimentell zu bestimmen. Erste Ergebnisse werden in Abschnitt 5.3.3 vorgestellt. Bei Hoppinglängen, die größer als die Auflösungsgrenze des TTREMs von circa einem Mikrometer sind, sollten räumlich trennbare Signale an den beiden Haftzentren zu beobachten sein (siehe auch Abschnitt 4.4).

Sind die RTS thermisch aktiviert, so gilt für die Lebensdauern τ_i der beiden Zustände $i = 1, 2$

$$\tau_i(T) = \tau \exp [E_p^{(i)}(T)/k_B T]. \quad (5.1)$$

τ^{-1} ist hierbei eine materialspezifische Vortexvibrationsfrequenz. Bei Hoch- T_c -Supraleitern liegt diese etwa bei $\tau^{-1} \approx 10^{11}$ Hz [PALSTRA *et al.*, 1988, HAGEN und GRIESSEN, 1989]. Aus der Bestimmung der beiden Lebensdauern $\tau_i(T)$ aus der Zeitspur kann leicht die Differenz der Pinningenergien $E_p^{(1)}(T) - E_p^{(2)}(T) = k_B T \ln \tau_1(T)/\tau_2(T)$ bestimmt werden.

Gleichung (5.1) aufgelöst nach $E_p^{(i)}(T)$ liefert die Möglichkeit, aus $\tau_i(T)$ die Pinningenergie $E_p^{(i)}$ zu gewinnen: $E_p^{(i)}(T) = k_B T \ln \tau_i(T)/\tau$. Experimentell läßt sich der $\tau_i(T)$ -Verlauf allerdings jeweils nur in einem sehr kleinen Temperaturbereich messen, da thermisch aktivierte Hüpfprozesse innerhalb eines bestimmten Doppelmuldenpotentials unterhalb einer Mindesttemperatur nicht angeregt werden. Oberhalb einer Grenztemperatur entweicht das gepinnte Vortex aus dem Pinningbereich. Da Pinningenergien isolierter Vortices in Haftzentren [ULLMAIER, 1975] meist proportional zur Vortexenergie pro Längeneinheit $\epsilon_l(T) = \Phi_0^2 \ln \kappa / 4\pi\mu_0 \lambda_L(T)^2$ [SUDBØ und BRANDT, 1991] sind, haben Johnson *et al.* vorgeschlagen, das Temperaturverhalten der Pinningenergie $E_p^{(i)}(T)$ aus dem der magnetischen Eindringtiefe $\lambda_L(T) = \lambda_L(0)[1 - (T/T_c)^4]^{-1/2}$ abzuleiten [JOHNSON *et al.*, 1990]. Damit ergibt sich: $E_p^{(i)}(T) = E_{p,0}^{(i)}[1 - (T/T_c)^4]$. Mit diesem Ansatz liefert die Messung der Lebensdauer $\tau_i(T_1)$ bei der Temperatur T_1 die Pinningenergie des i -ten Hüpfzustands bei $T = 0$ K:

$$E_{p,0}^{(i)} = \frac{E_p^{(i)}(T_1)}{1 - \left(\frac{T_1}{T_c}\right)^4} = \frac{k_B T_1}{1 - \left(\frac{T_1}{T_c}\right)^4} \ln \frac{\tau_1(T_1)}{\tau}. \quad (5.2)$$

Aus der Zeitspur eines RTS lassen sich also Pinningenergien $E_{p,0}$ gewinnen. Die folgenden Abschnitte werden zeigen, daß sich durch geschickte Kombination dieses Analyseverfahrens mit TTREM-Messungen Werte von Δr und $E_{p,0}$ sogar für einzelne Rauschquellen vermessen lassen, die an bestimmten Orten gepinnt sind.

5.1.2 $1/f$ -Rauschen

Dem Dutta-Dimon-Horn-Modell (DDH) [DUTTA *et al.*, 1979, DUTTA und HORN, 1981] zufolge ergeben sich $1/f$ -artige Rauschspektren als inkohärente Superposition von vielen thermisch aktivierten Schaltprozessen ähnlich den im letzten Abschnitt vorgestellten Hüpfprozessen. Die spektrale Rauschleistung $S_{\Phi}(f)$ skaliert, wie mehrfach experimentell nachgewiesen [FERRARI *et al.*, 1990, MIKLICH *et al.*, 1994, DANESKER *et al.*, 1997b], linear mit dem angelegten Einkühlmagnetfeld. Je größer B_0 desto mehr Fluktuatoren stehen im Film als Rauschquellen zur Verfügung. Dieses Verhalten von $S_{\Phi}(B_0)$ untermauert die Annahme, daß die einzelnen Hüpfprozesse tatsächlich unkorreliert verlaufen, Vortex-Vortex-Wechselwirkungen bei kleinen Flußdichten $B_0 \ll \Phi_0/\lambda_L^2 \approx 50$ mT in den untersuchten YBCO-SQUIDS für das $1/f$ -Rauschen also keine Bedeutung haben.

Mit dem von Ferrari *et al.* vorgestellten erweiterten DDH-Modell, das die Temperaturabhängigkeit der Pinningenergien berücksichtigt [FERRARI *et al.*, 1990], läßt sich aus Messungen der Rauschspektren bei unterschiedlichen Temperaturen die statistische Verteilung der Pinningenergien ermitteln. Es zeigt sich, daß für unterschiedliche Filmstrukturfehler wie Korngrenzen oder a-Achsen-Körner bestimmte Pinningenergien besonders häufig angetroffen werden.

Diese Methode liefert einerseits nur statistische Verteilungen der Pinningenergien von $1/f$ -Hüpfprozessen, nicht aber einzelnen lokalisierten Prozessen zuzuordnende Haftenergien. Andererseits versagt das Verfahren bei hohen Temperaturen nahe T_c , da hier die Temperaturabhängigkeit der Größen nicht bekannt ist. Gerade im Temperaturübergangsbereich zwischen supraleitender und normalleitender Phase ist das Verhalten der dem niederfrequenten Flußrauschen zugrundeliegenden Hüpfprozesse am wenigsten erforscht. Da λ_L bei T_c divergiert, könnten zahlreiche Mechanismen das

Rauschverhalten bestimmen: Neben der Bildung von Vortex-Antivortex-Paaren und zeitlich variablen Abschirmströmen als Folge von Fluktuationen zwischen normalleitender und supraleitender Phase, könnten thermisch aktivierte, kollektive Flußbewegung wegen verschwindend kleiner Barrieren vermehrt auftreten [FERRARI *et al.*, 1994].

Die Vortex-Hüpftrate steigt exponentiell mit sinkender Pinningenergie an. Daher hängt das niederfrequente $1/f$ -Rauschen von der Mikrostruktur, beziehungsweise der Qualität des Films ab [FERRARI *et al.*, 1988, HUANG *et al.*, 1997]. Auch Filmkanten könnten hierbei eine wichtige Rolle spielen [SUN *et al.*, 1994, DANESKER *et al.*, 1997a], was aber noch nicht hinreichend untersucht ist. Einige Aspekte hierzu wurden in Abschnitt 4.3.6 betrachtet.

Die in dieser Arbeit vorgestellte Untersuchungsmethode liefert erstmals die Möglichkeit, ergänzend zu rein integralen Rauschmessungen spezifische Rauschgrößen wie Hüpfängen und Pinningenergien einzelnen Fluktuatoren zuzuordnen und den Effekt einzelner als Rauschquellen agierender Vortices auf das Spektrum eines SQUIDs zu untersuchen.

5.2 Rauschmessungen im TTREM

Mit der Bereitstellung eines mit flüssigem Stickstoff gekühlten und magnetisch extrem gut abgeschirmten TTREM-Probenhalters durch Gerber [GERBER *et al.*, 1997a,b], wurden TTREM-Untersuchungen von SQUIDs bei gleichzeitigem Betrieb derselben innerhalb des REMs ermöglicht. Angesichts der zahlreichen im REM vorhandenen Störquellen, wie magnetischen Linsen und Turbomolekularpumpen, ist das eindeutige Ergebnis zahlreicher SQUID-Messungen innerhalb des REMs umso erfreulicher und alles andere als selbstverständlich: Hoch- T_c -SQUID-Rauschmessungen sind bei Temperaturen von $77\text{ K} < T < T_c$ und magnetischen Flußdichten bis zu $200\ \mu\text{T}$ im REM möglich!

Es wurden zahlreiche Vergleichsmessungen durchgeführt, um die störenden Einflüsse einzelner Komponenten auf die Rauscheigenschaften des im REM betriebenen SQUID zu untersuchen. Das Rauschniveau änderte sich weder durch das Einschalten der REM-Konsole, wodurch auch die magnetischen Linsen aktiviert werden, noch durch die Applikation eines Strahlstroms auf die Probe. Die gesamte Meßanordnung reagierte lediglich sehr empfindlich auf unterschiedliche Verkabelung außerhalb des TTREMs.

Abbildung 5.2 zeigt das innerhalb des REM gemessene Spektrum der Probe S11-5. Die Messung wurde mit Bias Reversal durchgeführt. Offen-

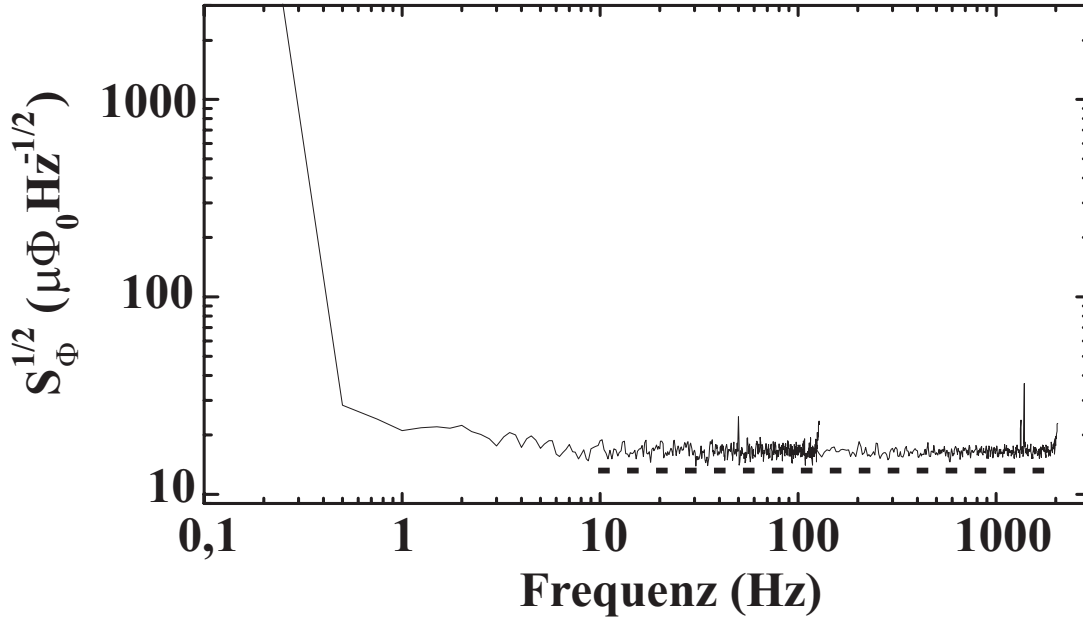


Abbildung 5.2: Spektrale Rauschdichte gemessen innerhalb des TTREMs bei $B = 0$ T und $T = 77$ K. Die gestrichelte Linie zeigt das Niveau des weißen Rauschens für Frequenzen oberhalb von 10 Hz derselben Probe, gemessen im Badkryostaten außerhalb des TTREMs .

sichtlich liegt das Niveau des weißen Rauschens oberhalb von $f = 10$ Hz mit circa $S_{\text{weiß}}^{1/2} \approx 17 \mu\Phi_0/\text{Hz}^{1/2}$ nur geringfügig über dem durch eine Messung an derselben Probe außerhalb des REMs gewonnenen Wert von $S_{\text{weiß}}^{1/2} \approx 14 \mu\Phi_0/\text{Hz}^{1/2}$. Diese kleine Diskrepanz könnte auch die Folge eines nicht optimal impedanzangepassten Transformators sein.

5.3 Elektronenstrahl als lokale Sonde

In Kapitel 4 wurde die elektronenstrahlinduzierte, lokale Erwärmung der Probe ausgenutzt, um im Film gepinnte Vortices abzubilden. Dabei soll die Störung des Vortexsystems nur so groß sein, daß Flußänderungen im SQUID meßbar werden, die Vortexkonfiguration trotz Elektronenbestrahlung aber erhalten bleibt. In diesen Abschnitten werden erste Versuche vorgestellt, mit Hilfe des Elektronenstrahls direkt in die Vortexverteilung einzugreifen oder einzelne Vortices thermisch anzuregen.

5.3.1 Auskämmen von Vortices

Werden SQUIDs in Magnetfeldern oder auch in magnetisch abgeschirmter Umgebung unter T_c eingekühlt, so können sehr häufig RTS beobachtet werden, oder das SQUID zeigt starkes niederfrequentes $1/f$ -Rauschen und dies auch bei Messungen mit Bias-Reversal. Es gibt zwei gängige Verfahren, um diesem Phänomen zu begegnen: Wird die Probe einem oder mehreren erneuten Aufwärm-Einkühlzyklen ausgesetzt, so kann dies zum Verschwinden des Anfangsrauschens führen. Veränderung der Position oder Orientierung der Probe während des Übergangs in die supraleitende Phase können die Erfolgsquote der Methode erhöhen. Zu ruhigeren Spektren kann auch die Bestrahlung des eingekühlten SQUIDs mit Mikrowellen führen [GAIL *et al.*, 1999].

Unsere Messungen haben gezeigt, daß sich dieses Anfangsrauschen sehr leicht mit Hilfe des Elektronenstrahls unterdrücken läßt: einfaches oder mehrfaches zeilenweises Abrastern des gesamten SQUIDs mit der Strahlsonde erzielte fast immer den erwünschten Effekt. Dabei wurden Strahlleistungen von etwa 20 – 600 μW appliziert. Dies entspricht theoretischen maximalen Temperaturerhöhungen von circa 1 – 38 K [GROSS und KOELLE, 1994]. Führte der Versuch, Fluktuatoren bei der üblichen Meßtemperatur von $T = 77$ K „auszukämmen“ nicht zum Erfolg, wurde zusätzlich die Proben-temperatur erhöht.

Abbildung 5.3 zeigt zwei Spektren eines Typ AC19 SQUIDs, die im TTREM aufgenommen wurden. Einmaliges Abrastern der Probe führte zur fast vollständigen Unterdrückung des anfangs sehr stark vorhandenen $1/f$ -Rauschens bei Frequenzen von $1 \text{ Hz} \lesssim f \lesssim 1 \text{ kHz}$.

Offensichtlich sind nach dem Einkühlprozeß Pinningzentren mit kleinen Pinningbarrieren von Vortices besetzt. Durch Anheben der Temperatur oder Applikation von Mikrowellen oder Elektronen werden die entsprechenden Fluktuatoren offenbar aus dem Film getrieben. Sehr empfindlich reagiert der gesamte Probenbereich in der Umgebung der beiden Josephson-Kontakte auf die Anwesenheit solcher Störquellen. Hierauf weisen mehrere Experimente hin, bei denen die Bestrahlung des Bereichs um die Kontakte zur sofortigen Unterdrückung der Störsignale führte. Häufig beobachtetes RTS nach dem Einkühlprozeß ist wohl auf Hüpfbewegungen von Josephson-Vortices in der Washerkorngrenze zurückzuführen. Zur Unterdrückung dieser Signale genügte es meist, die Korngrenze mit kleinen Strahlströmen von wenigen nA abzurastern.

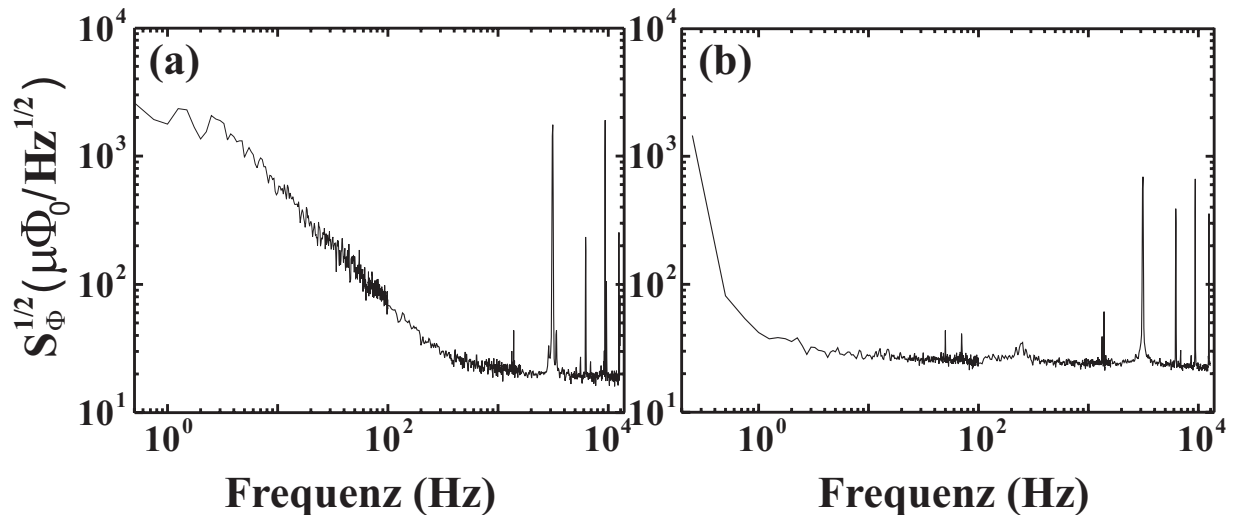


Abbildung 5.3: Spektrale Rauschdichte eines Washer-SQUIDs (a) vor und (b) nach dem Abrastern mit dem Elektronenstrahl. Der Strahlstrom betrug $I_{\text{Strahl}} = 53 \text{ nA}$ ($P_{\text{Strahl}} = 530 \text{ }\mu\text{W}$).

5.3.2 Führen von Flußquanten

Bei BCS-supraleitenden Proben aus Blei- oder auch Niobdünnschichten wurde insbesondere an ringförmigen Josephson-Kontakten mehrfach gezeigt, daß sich mit Hilfe der Strahlsonde des Elektronenstrahls im TTREM magnetische Flußquanten in supraleitende Filme hineinziehen und durch Dünnschichtstreifen aus solchen Materialien führen lassen [KEIL, 1996, USTINOV *et al.*, 1992]. Möglich war dies, da die Strahlsonde durch lokale Temperaturerhöhung die Supraleitung im Dünnschicht in einem näherungsweise zylinderförmigen Volumen, dessen Radius ungefähr der Strahlelektronenreichweite entsprach, schwächte oder gänzlich unterdrückte. Wurde die Strahlsonde vom Filmrand in den Film geführt, so konnte in diesem normalleitenden Volumen magnetischer Fluß eingeschlossen und mitgezogen werden.

Ähnliche Versuche wurden nun an den Hoch- T_c -SQUIDs durchgeführt. Da bereits durch Josephson-Vortex-Abbildungsexperimente bekannt war, daß Vortices in Washerkorngrenzen größere Mobilität besitzen, wurde zunächst hier versucht, magnetischen Fluß mit Hilfe des Elektronenstrahls gezielt zu plazieren. Abbildung 5.4(b) zeigt die Verteilung von magnetischem Fluß in einer Washerkorngrenze. Mit Strahlströmen von 10 nA wurde mehrere Male von links über den Filmrand und die Korngrenze gerastert, wie in Bild (a) skizzenhaft angedeutet, um magnetischen Fluß in die Korngrenze zu ziehen. Tatsächlich zeigt sich, nachdem vor der Behandlung fast

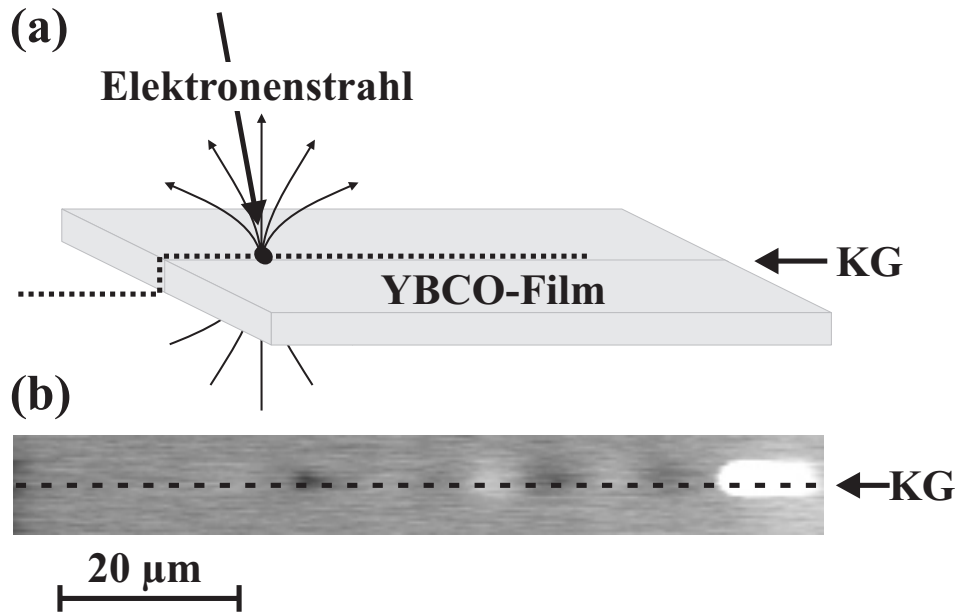


Abbildung 5.4: (b) $\Delta\Phi$ -Abbildung einer Washerkorngrenze aufgenommen bei $T = 83,5 \text{ K}$ nachdem mehrfach mit dem Elektronenstrahl wie in (a) skizziert im Bild von links nach rechts entlang der gestrichelten Linie über die Korngrenze gerastert worden war.

kein Korngrenzensignal zu erkennen war, anschließend ein extrem starkes positives (im Bild helles) Signal, das genau an der Stelle auftrat, an der die Rasterprozesse endeten. Mit großer Wahrscheinlichkeit war ein ganzes Bündel von Vortices Ursache dieses starken Korngrenzensignals.

Ferner wurden Versuche unternommen, auf die gleiche Weise Vortices vom SQUID-Schlitz in einzelne Antidots zu führen. Die ersten Experimente in Flußdichten von bis zu $100 \mu\text{T}$, sehr großen Strahlströmen bis zu 50 nA , einer Elektronenbeschleunigungsspannung von 10 kV und Temperaturen von teilweise bis zu $0,93T_c$, erbrachten bislang nicht das erwartete Ergebnis. Interstitielle oder Antidotvortices konnten mit Hilfe der Strahlsonde bisher nicht gezielt bewegt werden. Weitere Versuche, möglicherweise an Proben mit abgeflachten Filmrändern, sollten durchgeführt werden, auch um eine mögliche Rolle der Filmkanten beim Übertritt von magnetischem Fluß über die Bean-Livingston(BL)-Oberflächenbarrieren besser verstehen zu können.

Auch diese Untersuchungen bestätigen die bereits aus den Abbildungsexperimenten gewonnene Erkenntnis, daß Vortices in Korngrenzen von epitaktisch aufgewachsenen YBCO-Dünnschichten im Vergleich zu Filmvortices eine sehr hohe Mobilität haben.

5.3.3 Anregung einzelner Rauschquellen

Wie in Abschnitt 5.1.1 gezeigt, können aus RTS intrinsische Rauschgrößen bestimmt werden. Da Flußhüpfprozesse meist innerhalb eines recht kleinen Temperaturfensters von wenigen Kelvin beobachtet werden, wurde versucht, RTS mit Hilfe der Elektronenstrahlsonde lokal anzuregen oder zu unterdrücken. Zwei Szenarien sind hierbei denkbar: Einerseits kann die Proben-temperatur so gewählt werden, daß gerade noch kein Hüpfprozeß auftritt. Ein gepinntes Vortex, das sich in einem Doppelmuldenpotential ähnlich dem in Abbildung 5.5 (a) dargestellten befindet, dessen Hüpflänge l etwa in der Größe der Elektronenreichweite R liegt, sollte durch lokale Elektronenstrahlerwärmung zu Hüpfprozessen angeregt werden können. Dieser Anregung könnten zwei Mechanismen zugrunde liegen, nämlich einerseits die thermische Aktivierung der gepinnten Vortices und andererseits die Reduzierung der Pinningbarriere durch zentrale Elektronenbestrahlung von U nach \tilde{U} . Dies ist in (a) skizziert: Die durchgezogene Linie zeigt das intrinsische Pinningpotential in willkürlichen Einheiten, während der durch Bestrahlung modifizierte Potentialverlauf gestrichelt dargestellt ist. Deutlich zu erkennen ist die Reduzierung des Pinningpotentials während der Bestrahlung um $\Delta U = U - \tilde{U}$ als Folge der Temperaturabhängigkeit der Pinningenergie

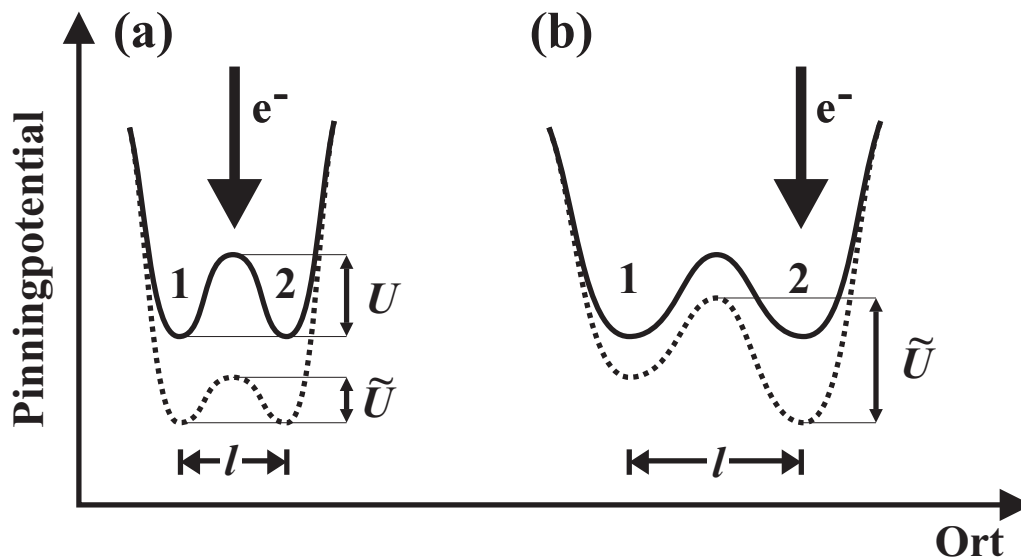


Abbildung 5.5: Schematische Darstellung des Potentialverlaufs von zwei möglichen Doppelmuldenpotentialen mit Pinningpotential U ohne, beziehungsweise \tilde{U} mit Elektronenbestrahlung. Gestrichelt ist der durch (a) zentrale und (b) exzentrische Elektronenbestrahlung veränderte Potentialverlauf skizziert.

$E_p(T)$.

Bei sehr großen Hüpfängen $l \gg R$ sollte sich durch Elektronenbestrahlung aber auch der umgekehrte Fall, nämlich die Unterdrückung von RTS, erreichen lassen. Dies ist anhand von Abbildung 5.5 (b) zu verstehen: trotz der lokal erhöhten thermischen Aktivierung spürt das zwischen den Potentialmulden 1 und 2 hüpfende Vortex ein gesteigertes Pinningpotential \tilde{U} , weil der Elektronenstrahl zu einer asymmetrischen Absenkung der Potentialmulden führt.

Ferrari *et al.* haben ermittelt, daß Hoppinglängen bei $1/f$ -Prozessen nur etwa 10 nm – 100 nm, bei RTS jedoch bis zu einigen Mikrometern betragen können [FERRARI *et al.*, 1994]. Wegen der Ortsauflösung des TTREMs von etwa einem Mikrometer sind die einzelnen Potentialmulden eines Doppelmulden-Pinningzentrums, das als Haftzentrum für $1/f$ -Rauschquellen wirkt, mit der hier vorgestellten flußsensitiven TTREM-Abbildungsmethode nicht abzubilden. Potentialmulden von RTS-Hüpfprozessen zugrundeliegenden Doppelmuldenpotentiale sollten jedoch bei entsprechend großen Hüpfängen lokalisierbar sein.

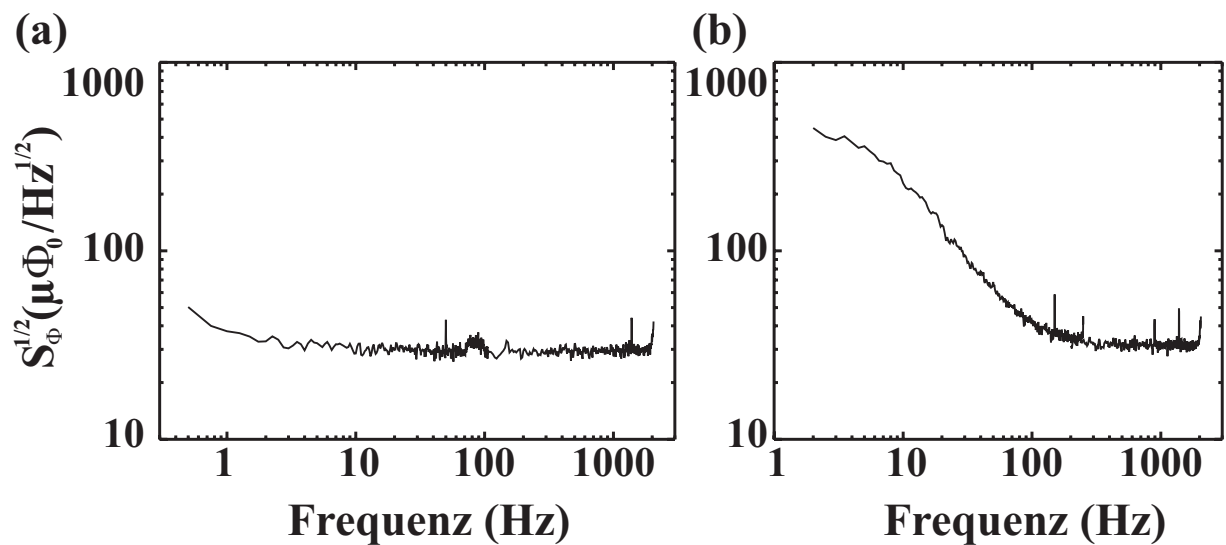


Abbildung 5.6: Spektrale Rauschdichte eines SQUIDs (a) ohne und (b) mit Elektronenbestrahlung bei $T = 77\text{ K}$, $I_{\text{Strahl}} = 2\text{ nA}$ und $V = 10\text{ keV}$.

Abbildung 5.6 zeigt zwei Rauschspektren derselben Probe. Ohne Elektronenbestrahlung ist das Spektrum bis zu Frequenzen von 1 Hz annähernd weiß. Wurde das SQUID jedoch punktuell an einer bestimmten Stelle nahe dem Washerzentrum bestrahlt, so nahm die niederfrequente Rauschleistung unterhalb einer Eckfrequenz von circa 100 Hz deutlich zu.

Gleichzeitig konnten RTS Schaltprozesse beobachtet werden, wie sie in Abbildung 5.7 zu sehen sind, die immer genau dann auftraten, wenn eben jener Probenbereich punktuell bestrahlt wurde. Die Bestrahlung anderer Washerbereiche wirkte sich weder auf das Rauschspektrum aus, noch konnte eine Änderung in der Zeitspur des SQUID-Flusses beobachtet werden. Durch extrem schnelles Abrastern der Probe im TV-Mode konnten die Hüpfprozesse auch angeregt werden, doch wurde die punktförmige Aktivierung im Spotmode vorgezogen, um Artefakte im Spektrum durch Überlagerung der REM-Rasterfrequenz von 25 Hz zu vermeiden.

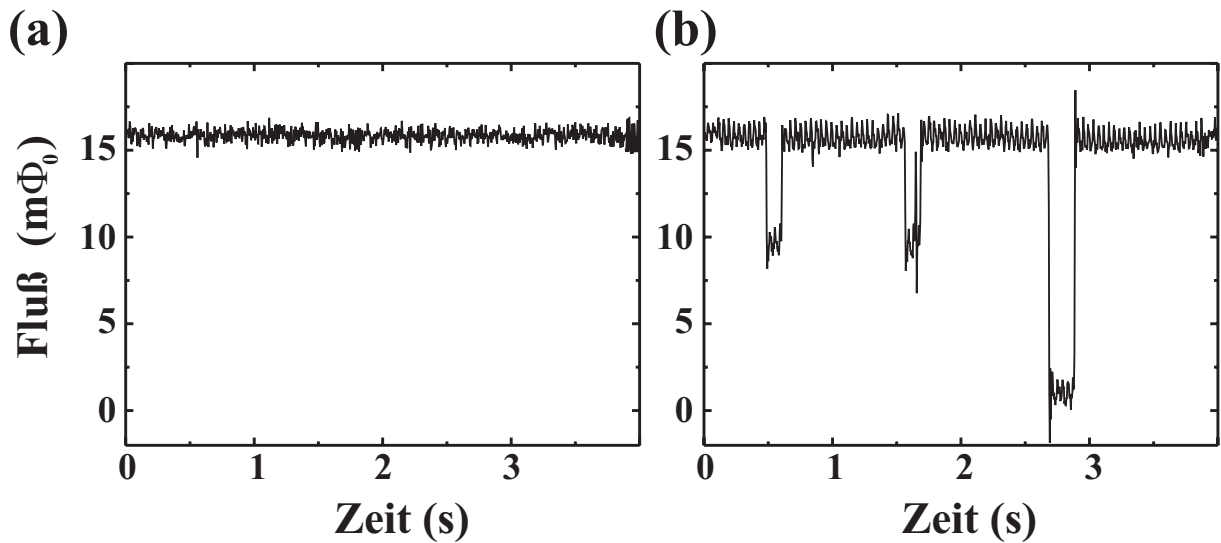


Abbildung 5.7: Zeitaufgelöste Messung des magnetischen Flusses im SQUID (a) ohne (b) mit gleichzeitiger Elektronenbestrahlung.

Aus dem in Abbildung 5.8(b) dargestellten $\Delta\Phi$ -Bild, das im eingerahmten Bereich in (a) aufgenommen wurde, kann der radiale Abstand des elektronenstrahlaktivierten Fluktators auf $r \approx 5 \mu\text{m}$ ermittelt werden. Weiter können aus den gemessenen Flußsprüngen, wie sie beispielsweise Abbildung 5.7 (b) zeigt, die zwischen 6 und $15 \text{ m}\Phi_0$ lagen, mit $\Delta r = \Delta\Phi / \Phi_r(r = 5 \mu\text{m})$ die Hoppinglängen Δr des angeregten Fluktators bestimmt werden. Die Kopplungsstärke $\Phi_r(r = 5 \mu\text{m}) \approx 44 \text{ m}\Phi_0 / \mu\text{m}$ wurde dem Diagramm in Abbildung 4.13 entnommen. Die Abschätzung ergab für diesen speziellen Fluktuator Hoppinglängen $\Delta r = 100 - 400 \text{ nm}$. Die einzelnen Potentialmulden konnten also nicht aufgelöst werden. Da sich im RTS drei Flußniveaus zeigten, konnte nicht sichergestellt werden, ob ein Flußquant zwischen drei Potentialmulden hin und her sprang, oder ob an den Hüpfprozessen innerhalb einer Doppelmulde mehrere Flußquanten beteiligt waren. Da die

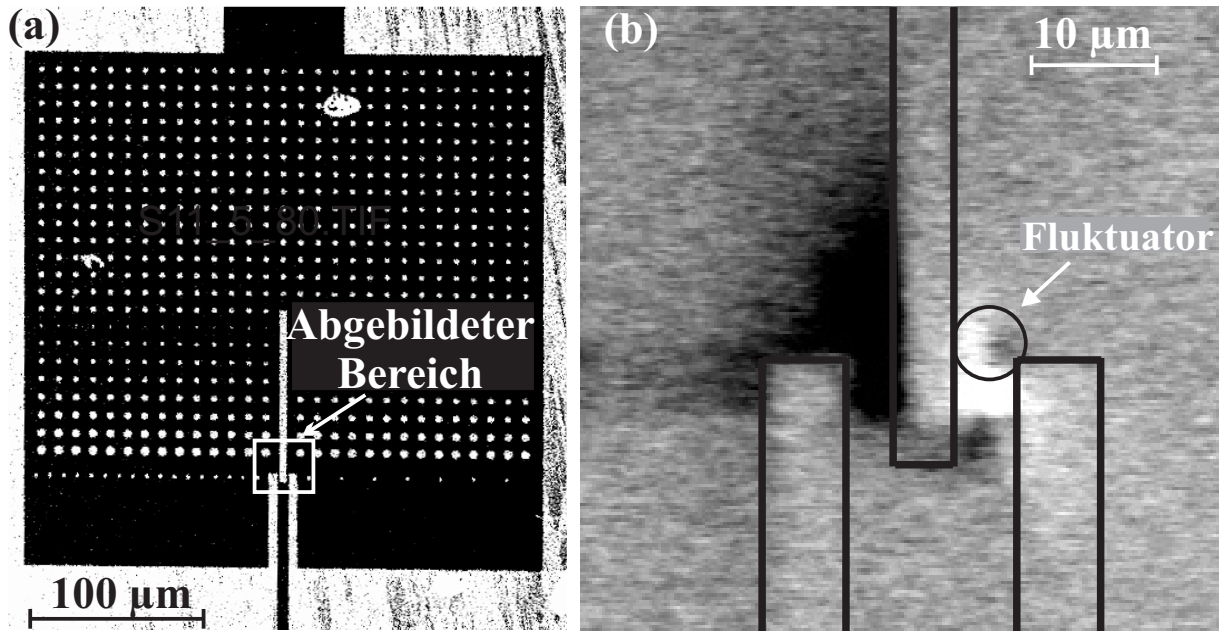


Abbildung 5.8: (a) REM-Oberflächenaufnahme der Probe S11-5. Der weiß eingerahmte Bereich um die Josephson-Kontakte ist in (b) als TTREM-Flußabbildung zu sehen. Schwarz eingekreist ist die Stelle des SQUIDs, deren Bestrahlung zu den in Abbildung 5.7 (b) aufgetragenen Schaltprozessen und dem in 5.6 (b) dargestellten Spektrum führte.

Abstände zwischen den Flußniveaus nicht äquidistant sind, ist das erste Szenario wahrscheinlicher.

Trotz den aus den RTS ermittelten geringen Hoppinglängen läßt sich der Fluktuator in im $\Delta\Phi$ -Bild in Abbildung 5.8 (b) deutlich als Bipolares Signal erkennen. Die Aufnahme wurde mit kleinem Strahlstrom von $I_{Strahl} = 2$ nA gewonnen. Meist konnten bei Temperaturen von $T = 77$ K unter $I_{Strahl} \approx 5$ nA keine Vortices abgebildet werden. Möglicherweise ist die Abbildung bei diesen Bedingungen nur deshalb möglich, weil das gepinnte Vortex zusätzlich zur Verschiebung um $\Delta\lambda_L$ erhöhte Beweglichkeit entlang des „Hüpfwegs“ hat.

Aus den gemessenen Lebensdauern wurde mit Hilfe von Gleichung (5.2) die Pinningenergie $E_{p,0}$ bei $T = 0$ K abgeschätzt. Aus den Messungen bei $T = 77$ K und einer kritischen Temperatur $T_c = 91$ K ergab sich $E_{p,0} \approx 0,3 - 0,4$ eV. Dieser Wert stimmt in guter Näherung mit einigen von Johnson *et al.* ermittelten Pinningenergien einer YBCO-Dünnschichtprobe überein [JOHNSON *et al.*, 1990]. Differenzen zu von Ferrari *et al.* ermittelten Werten [FERRARI *et al.*, 1994] könnten ihre Ursache in unterschiedlichen

Filmmikrostrukturen finden.

Häufig wird beobachtet, daß die einzelnen Zustände, zwischen denen das SQUID bei RTS schaltet, unterschiedlich starkes Rauschen zeigen. Zwei Modelle werden in diesem Zusammenhang diskutiert: Vortexwechselwirkung oder auch unterschiedliche Vortexfreiheitsgrade innerhalb der Pinningpotentiale könnten der Beobachtung zugrunde liegen. Obwohl in kleinen Magnetfeldern die Vortexabstände meist sehr groß sind, können sich einzelne Vortices im Film so nahe kommen, daß eine gegenseitige Beeinflussung des dynamischen Verhaltens nicht auszuschließen ist. Zukünftige TTREM-Untersuchungen können zur Klärung dieser Frage beitragen.

5.4 Rauschleistung bei unterschiedlichen Magnetfeldern

Integrale Rauschmessungen können im TTREM in idealer Weise mit Vortexabbildungen kombiniert werden, um Zusammenhänge zwischen Vortexdichten oder -Verteilungen im SQUID-Washer und Rauschleistungen zu erkennen. Rauschmessungen in unterschiedlichen Magnetfeldern, durchgeführt an Typ AC SQUIDs, ergaben jedoch sehr starke stochastische Rauschleistungsschwankungen [STRAUB, 1999, KOELLE *et al.*, 1999a]. Diese finden ihre Ursache wahrscheinlich in Josephson-Vortices, die wegen der speziellen Probengeometrie über die Washerkorngrenze sehr leicht in das verwendete SQUID eindringen konnten. Als Folge der hohen Vortexmobilität innerhalb der Korngrenze trat während der Rauschmessungen häufig plötzlich RTS auf. Weitere Untersuchungen an SQUIDs ohne Washerkorngrenze bei unterschiedlichen Einkühlfeldern werden hier vielfältige Erkenntnisse liefern und den Zusammenhang zwischen der Dichte von Abrikosov-Vortices, deren Verteilung im Film und der Rauschleistung des SQUIDs beleuchten.

5.5 Einfluß einzelner Vortices auf die Rauschleistung

An dem in Abschnitt 4.3.4 vorgestellten mehrlagigen Magnetometer wurde eine Serie von Rauschmessungen in unterschiedlichen Einkühlflußdichten B_0 durchgeführt und ergänzend jeweils eine $\Delta\Phi$ -Vortexabbildung aufgenommen [STRAUB, 1999]. Wie schon in Abschnitt 4.3.4 erläutert, zeigte sich auch bei diesen Messungen, daß die in Abbildung 4.23 (b) weiß eingekreiste Stel-

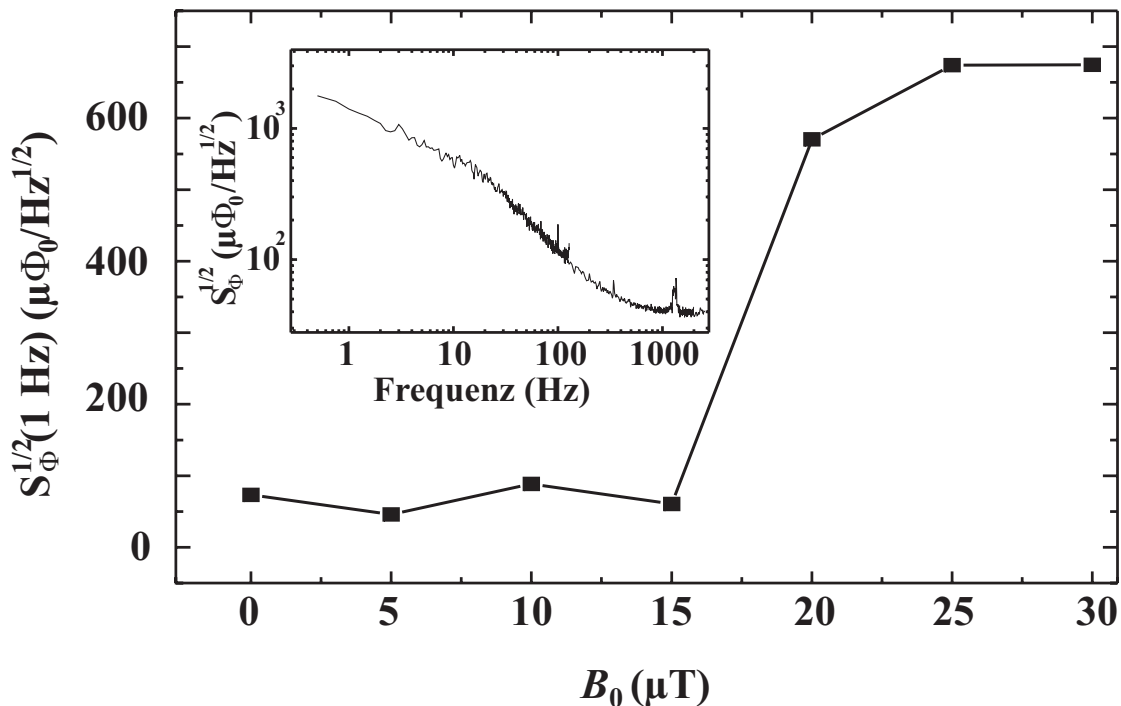


Abbildung 5.9: Spektrale Rauschdichte eines Mehrlagenmagnetometers bei $f = 1 \text{ Hz}$ in Abhängigkeit des Einkühlmagnetfelds.

le ab bestimmten Werten von B_0 immer sehr starke $\Delta\Phi$ -Abbildungssignale lieferte.

Darüberhinaus ergab die Auswertung der Rauschspektren eine sprunghafte Zunahme der Rauschleistung bei einer definierten Stärke von B_0 . In Abbildung 5.9 sind die gemessenen spektralen Rauschdichten der mehrlagigen Probe aufgetragen. Bei $B_0 = 20 \mu\text{T}$ ist ein deutlicher Knick der Kennlinie zu erkennen. Genau bei diesem Einkühlfeld tritt in den $\Delta\Phi$ -Abbildungen zum ersten mal das oben erwähnte stark ausgeprägte Vortexsignal an der Filmschwachstelle auf. Damit ist klar, daß die Anwesenheit dieser speziellen Rauschquelle die Rauschleistung des SQUIDS enorm beeinflusst; ihr Beitrag zum Gesamtrauschen ist sehr groß. Hierfür spricht auch die Form des Spektrums, das als Inset in Abbildung 5.9 zu sehen ist. Sie weist sehr große Ähnlichkeit mit der für Einzelfluktuationen spezifischen Lorentz-Form auf. Auch die Steigung von ungefähr -1 zeichnet das Spektrum in dieser Skalierung klar als Lorentz-Spektrum aus.

Es konnte also erstmals nachgewiesen werden, daß an einer Filmschwachstelle gepinnte Vortices, an der die kritische Stromdichte lokal erniedrigt

war, die Rauscheigenschaften dieses SQUIDs in erheblichem Maße prägte. Für die Planung und Herstellung zukünftiger mehrlagiger Proben kann daraus die Erkenntnis gewonnen werden, daß Filmstege, die über Ätzkanten geführt werden, mit ganz besonderer Sorgfalt angefertigt werden müssen. So sind, wenn möglich, große Abstände dieser Überkreuzungspunkte zum SQUID-Zentrum einzuhalten. Auch sollte für die Herstellung mehrschichtiger Strukturen eine Technologie zur Erzeugung von flach verlaufenden Ätzkanten zum Einsatz kommen, was von vielen Gruppen schon heute realisiert wird.

5.6 Erweiterung des Verfahrens

Die vorgestellten TTREM-Untersuchungen zur Dynamik von Vortices in YBCO-Filmen, wie lokale Rauschmessungen, die Kombination von integralen Rauschmessungen und gleichzeitiger Vortexabbildung sowie die Verwendung der Strahlsonde zur Manipulation von einzelnen Rauschquellen zeigen die vielfältige Verwendbarkeit des TTREMs als Instrument für *lokale* Messungen auf. Die Erweiterung der vorhandenen Apparatur auf einen größeren Temperaturbereich würde die Palette an Möglichkeiten noch deutlich vergrößern.

Die Rauschleistung $S_{\Phi}(f)$ eines Hoch- T_c -SQUIDs steigt mit der Temperatur langsam an. Dieses Verhalten kann im Rahmen des von Ferrari vorgestellten erweiterten Dutta-Dimon-Horn Modells zum $1/f$ -Flußrauschen in Kupratsupraleitern verstanden werden [FERRARI *et al.*, 1994, 1990]. Die Ursache für den extrem starken Anstieg von $S_{\Phi}(f)$ bei T_c ist bislang noch nicht bekannt [FOULDS *et al.*, 1997]. Hier könnten TTREM-Untersuchungen von YBCO-Filmen in kleinen Magnetfeldern und nahe T_c zum Verständnis beitragen. Dieser Temperaturbereich ist jedoch mit dem vorhandenen Aufbau nicht zugänglich. Dazu müßten die zu untersuchende Probe und das als Magnetometer eingesetzte SQUID thermisch entkoppelt werden. Eine Anordnung bestehend aus der Kombination eines rauscharmen tieftemperatur-supraleitenden SQUIDs mit einem zu untersuchenden YBCO-Film, dessen Temperatur variiert werden könnte, stellt hierfür einen erfolgversprechenden Ansatz dar. Technisch ist dies in ähnlicher Weise für integrale Rauschmessungen realisiert [FERRARI *et al.*, 1994]. Die Verwendung einer Heliumstufe statt eines Stickstoff gekühlten Probenhalters ermöglichte darüber hinaus die Untersuchung der Wechselwirkung von Vortices und künstlichen Haftzentren in Systemen aus schwach pinnenden Supraleitern.

Kapitel 6

Zusammenfassung und Ausblick

Die mikroskopischen Ursachen des niederfrequenten $1/f$ -Rauschens in YBCO dc SQUIDs sind bislang kaum erforscht. Deren orts aufgelöste Untersuchung war das Ziel dieser Arbeit. Hierfür wurde auf der Grundlage der an der Universität Tübingen etablierten TTREM-Meßmethode ein neues Verfahren entwickelt, das insbesondere die Möglichkeit bietet, Rauschquellen *lokal* zu untersuchen. Dabei wurden die für solche Untersuchungen nützlichen Eigenschaften des TTREMs als lokale Meßmethode mit der extrem hohen Flußempfindlichkeit von SQUIDs in geschickter Weise kombiniert und genutzt.

Spezielle für TTREM-Messungen geeignete dc SQUIDs wurden entworfen und präpariert. Ein eigens für die rasche Vorcharakterisierung vieler Proben ausgelegter Probenhalter wurde geplant und aufgebaut. Messungen an dc SQUIDs ergaben, daß durch die außerordentlich wirksame magnetische Abschirmung des verwendeten Stickstoff gekühlten Probenhalters nicht nur deren Betrieb innerhalb des REMs möglich ist; vielmehr unterscheiden sich die innerhalb und außerhalb des TTREM aufgenommenen Rauschniveaus kaum voneinander.

Systematisch qualitativ und quantitativ verifizierte Modelle erklären die Mehrzahl der mit der neuen TTREM-Abbildungsmethode beobachteten SQUID-Signale. Es konnte gezeigt werden, daß diese Signale alle entweder durch den auf die Proben aufgebrachten Strahlstrom oder eine lokale Temperaturerhöhung hervorgerufen werden, die am Bestrahlungsort zur

Vergrößerung von λ_L und damit zu einer Änderung des magnetischen Flusses im SQUID führt. Dabei wird der dem $1/f$ -Rauschen zugrundeliegende Mechanismus der Flußbewegung direkt imitiert, so daß die Kopplungsstärke einzelner Flußquanten in Abhängigkeit ihres Pinningorts unmittelbar vermessen werden kann. Dies ist bislang mit keiner anderen Untersuchungsmethode möglich. Auch der Widerstandsasymmetrieparameter ρ kann aus den TTREM-Signalen ermittelt werden.

Anhand vieler Beispiele wurde gezeigt, daß die neue Abbildungstechnik die Darstellung von Abrikosov-Vortices in YBCO-Filmen ermöglicht. Vortexverteilungen bei unterschiedlichen Einkühlfeldern und die Verdrängung von Vortices während des Einkühlprozesses wurden beobachtet und analysiert, sowie die Langzeitstabilität von Vortexverteilungen über mehrere Tage untersucht. Die Vortexkonfiguration erwies sich bei $T = 77$ K als zeitlich sehr stabil.

Vortexverteilungen wurden reproduzierbar beobachtet. Offensichtlich spielt für die Lage der Pinningzentren in YBCO-Filmen die Defektstruktur des Dünnsfilms eine bedeutende Rolle. Eine eindeutige Korrelation zwischen der Defektstruktur und den Vortexverteilungen konnte jedoch nicht nachgewiesen werden. An einem Beispiel wurde gezeigt, daß Filmausscheidungen keine Haftzentren sind. Bereiche mit reduzierter kritischer Stromdichte und Vertiefungen im Dünnsfilm wurden vereinzelt als Pinningzentren identifiziert.

Erste Untersuchungen zur Wechselwirkung zwischen Vortices und künstlichen Pinningzentren in Form von Antidots wurden vorgestellt. Die quantitative Analyse der Antidotvortexsignale erbrachte starke Hinweise auf die Bildung von Multiquanten in den Antidots. Die Bedingungen für die Bildung solcher Multiquanten wurden analysiert und mit theoretischen Vorhersagen verglichen.

Abbildungen von Josephson-Vortices in Washerkorngrenzen, die mit unterschiedlichen Abbildungstechniken aufgenommen wurden, konnten einander gegenübergestellt werden. Es zeigte sich, daß die Mobilität von Vortices in Korngrenzen sehr groß ist. Als Ergebnis der Untersuchungen kann daher festgehalten werden, daß Korngrenzen in SQUID-Strukturen vermieden werden sollten, um die Rauscheigenschaften der Bauelemente zu verbessern.

Erstmals konnte beobachtetes Telegraphenrauschen (RTS) als Folge von Vortexhüpfprozessen einer räumlich lokalisierten Rauschquelle zugeordnet werden. Die aus dem Experiment bestimmten Pinningenergien und Hüpfängen charakterisieren also die Rauscheigenschaften eines speziellen Vortex. Solche *lokalen* Rauschmessungen ermöglichen Untersuchungen des Zusammenhangs zwischen der lokalen Mikrostruktur und den Rauscheigen-

schaften des SQUIDs.

Ferner konnte gezeigt werden, daß sich einzelne Flußquanten mit Hilfe der Elektronenstrahlsonde aus Filmen hinaus und in Filmkorn Grenzen hinein bewegen lassen. Der Einfluß einer einzelnen Rauschquelle auf die Rauscheigenschaften des SQUIDs wurde untersucht.

Die vorgestellte flußempfindliche TTREM-Meßmethode eröffnet eine Vielzahl von neuen Möglichkeiten für zukünftige Untersuchungen an Hoch- T_c -SQUIDs, aber auch an Filmen. Zunächst könnten mit der bestehenden Meßapparatur unterschiedlichste Proben Designs untersucht werden: Die von Gail vorgestellte Geometrie [GAIL *et al.*, 1998] ermöglichte Untersuchungen an Einzelvortices: Hüpfängen, Pinningenergien und Eindringfeldstärken in Abhängigkeit der Probengeometrie ließen sich daran sehr gut bestimmen.

Bewegungen von Flußquanten in asymmetrischen periodischen Pinningpotentialen, also Ratschenpotentialen, könnten untersucht werden [LEE *et al.*, 1999].

Bisherige TTREM-Experimente wurden fast ausschließlich an einfachen SQUID-Strukturen durchgeführt. Im Hinblick auf Anwendungen werden SQUIDs häufig mehrlagig oder aus komplexen Strukturen aufgebaut. Dabei lassen sich häufig Schwachstellen, wie Filmkanten, kaum vermeiden. Die vorgestellte TTREM-Untersuchungsmethode kann für die Desingoptimierung sicherlich wichtige Informationen liefern. Darüberhinaus ist das Analyseverfahren nicht auf dc SQUIDs beschränkt.

Weitere, über die Oberflächenanalyse hinausgehende Vergleichsmessungen, die zum mikroskopischen Verständnis des Pinning in YBCO-Filmen beitragen, können beispielsweise mit Hilfe der Transmissionselektronenmikroskopie durchgeführt werden. Das „flat polishing“-Verfahren [HUANG *et al.*, 1997] ermöglicht die Präparation von Proben für solche Strukturanalysen. Auch hochauflösende AFM, Tunnelmessungen oder die Analyse der räumlichen Verteilung der Stöchiometrie, die beispielsweise mit Hilfe der Auger-Elektronenspektroskopie (AES) oder der Ionen-Streuspektroskopie (ISS) durchgeführt werden könnte, sollten in Erwägung gezogen werden.

Vergleichsmessungen zwischen TTREM- und TTLRM-Abbildungen an YBCO-Filmen mit a-Achsen-Anteilen könnten Aufschluß über die Bedeutung von a-Achsen-Partikeln für Pinning in YBCO-Filmen geben.

Hystereseverhalten der Spannungs-Fluß-Charakteristik bei SQUIDs ist für die Messung von absoluten Magnetfeldstärken mit Magnetometern sehr störend und findet seine Ursache darin, daß Fluß an den Kanten von Dünnschichten eindringt und gepinnt wird [KOCH *et al.*, 1989, KEENE *et al.*, 1996]. Eine Untersuchung der Ursache von Hysteresen könnte durch systematische

Analyse des Hystereseparameters in Abhängigkeit der Vortexverteilung erfolgen. Auch die Beobachtung der Hystereseigenschaften bei gleichzeitiger Elektronenbestrahlung könnte einen Beitrag zum besseren Verständnis des hysteretischen Verhaltens von SQUIDs leisten.

Literaturverzeichnis

- ABRIKOSOV, A. A., Zh. Eksperim. i Teor. Fiz. **32**, 1442 (1957).
- ALFF, L., G. M. FISCHER, R. GROSS, F. KOBER, A. BECK, K. D. HUSEMANN, T. NISSEL, F. SCHMIDL und C. BURCKHARDT, Physica C **200–286**, 277 (1992).
- ANDERSON, P. W., Phys. Rev. Lett. **9**, 309 (1962).
- BAERT, M., V. V. METLUSHKO, R. JONCKHEERE, V. V. MOSHCHALOV und Y. BRUYNSERAEDE, Phys. Rev. Lett. **74(16)**, 3269, experimenteller Nachweis von Multiquanten (1995).
- BARONE, A. und G. PATERNO, *Physics and Applications of the Josephson Effect* (Wiley, New York, 1982).
- BARTHEL, K., D. KOELLE, B. CHESCA, B. A. I., A. MARX, R. GROSS und R. KLEINER, Appl. Phys. Lett. **74(15)**, 2209 (1999).
- BEAN, C. P. und J. D. LIVINGSTON, Phys. Rev. Lett. **12**, 14 (1964).
- BEDNORZ, G. und K. A. MÜLLER, Z. Phys. **B64**, 189 (1986).
- BEZRYADIN, A., Y. N. OVCHINNIKOV und B. PANNETIER, Phys. Rev. B **53(13)**, 8553 (1996).
- BEZRYADIN, A. und B. PANNETIER, J. Low Temp. Phys. **102**, 73 (1996).
- BLATTER, G., M. V. FEIGEL'MAN, V. B. GESHKENBEIN, A. I. LARKIN und V. M. VINOKUR, Rev. Mod. Phys. **66(4)**, 1125 (1994).
- BRAGINSKI, A. I., in *The New Superconducting Electronics*, herausgegeben von WEINSTOCK, H. und R. W. RALSTON (Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, 1993), S. 89.

- BRAGINSKI, A. I., in *SQUID Sensors: Fundamentals, Fabrication and Applications*, herausgegeben von WEINSTOCK, H. (Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, 1996), S. 235.
- DE BRUYN OUBOTER, R. und A. T. A. M. d. DE WAELE, *Progress in Low Temperature Physics* (North-Holland, 1970).
- BUZDIN, A. I., Phys. Rev. B **47**, 11416 (1993).
- CANTOR, R., in *SQUID Sensors: Fundamentals, Fabrication and Applications*, herausgegeben von WEINSTOCK, H. (Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, 1996), S. 235.
- CASTELLANOS, A., R. WOERDENWEBER, G. OCKENFUSS und A. v.D. HART, Appl. Phys. Lett. **71**, 962 (1997).
- CHANG, A. M., H. D. HALLEN, L. HARRIOTT, H. F. HESS, H. L. KAO, J. KWO, R. E. MILLER, R. WOLFE, J. VAN DER ZIEL und T. Y. CHANG, Appl. Phys. Lett. **61**, 1974 (1992).
- CHAUDHARI, P., J. MANNHART, D. DIMOS, C. C. TSUEI, C. C. CHI, M. M. OPRYSKO und M. SCHEUERMANN, Phys. Rev. Lett. **60**, 1653 (1988).
- CHOI, J., S. HONG, B.-H. JUN, T.-H. SUNG, Y. PARK und K. NO, Jpn. J. Appl. Phys. **38**, 1941 (1999).
- CIVALE, L., Supercond. Sci. Technol. **10**, A11 (1997).
- CLARKE, J., Scientific American **271(2)**, 36 (1994).
- CLEM, J. R., *Penetration of flux into superconducting lines*, unpublished (1996).
- CLEM, J. R. und R. P. HUEBENER, J. Appl. Phys. **51(5)**, 2764 (1980).
- DALEN, A. J. J. V., R. GRIESSEN, S. LIBBRECHT, Y. BRUYNSERAEDE und E. OSQUIGUIL, Phys. Rev. B **54(2)**, 1366 (1996).
- DAM, B., J. M. HUIJBREGTSE, F. C. KLASSEN, R. C. F. VAN DER GEEST, G. DOORNBOS, J. H. RECTOR, A. M. TESTA, S. FREISEM, J. C. MARTINEZ, B. STÄUBLE-PÜMPIN und R. GRIESSEN, Nature **399**, 439 (1999).
- DANTSKER, E., S. TANAKA und J. CLARKE, Appl. Phys. Lett. **70**, 2037 (1997a).

- DANTSKER, E., S. TANAKA, P. A. NILSSON, R. KLEINER und J. CLARKE, Appl. Phys. Lett. **69**, 4099 (1996).
- DANTSKER, E., S. TANAKA, P. A. NILSSON, R. KLEINER und C. JOHN, IEEE Trans. Appl. Supercond. **7(2) Part 3**, 2772 (1997b).
- DIAZ, A., L. MECHIN, P. BERGHUIS und J. E. EVETTS, Phys. Rev. B **80(17)**, 3855 (1998).
- DODERER, T., Int. J. Mod. Phys. B **11(17)**, 1979 (1997).
- DRUNG, D., in *SQUID Sensors: Fundamentals, Fabrication and Applications*, NATO ASI Series, herausgegeben von WEINSTOCK, H. (Kluwer Academic, Dordrecht, 1996), S. 63.
- DUTTA, P., P. DIMON und P. HORN, Phys. Rev. Lett. **43**, 646 (1979).
- DUTTA, P. und P. M. HORN, Rev. Mod. Phys. **53(3)**, 497 (1981).
- ENPUKU, K., G. TOKITA, T. MARUO und T. MINOTANI, J. Appl. Phys. **78**, 3498 (1995).
- ESSMANN, U. und H. TRÄUBLE, Phys. Rev. Lett. **24A**, 526 (1967).
- FERRARI, M., M. JOHNSON, F. WELLSTOOD, J. KINGSTON, T. SHAW und J. CLARKE, J. Low Temp. Phys. **94**, 15 (1994).
- FERRARI, M. J., M. JOHNSON, F. C. WELLSTOOD, J. CLARKE, A. INAM, X. D. WU, L. NAZAR und T. VENKATESAN, Nature **341**, 723 (1989).
- FERRARI, M. J., M. JOHNSON, F. C. WELLSTOOD, J. CLARKE, D. MITZI, P. A. ROSENTHAL, C. B. EOM, T. H. GEBALLE, A. KAPITULNIK und M. R. BEASLEY, Phys. Rev. Lett. **64(1)**, 72 (1990).
- FERRARI, M. J., M. JOHNSON, F. C. WELLSTOOD, J. CLARKE, P. A. ROSENTHAL, R. H. HAMMOND und M. R. BEASLEY, Appl. Phys. Lett. **53**, 695 (1988).
- FERRARI, M. J., J. J. KINGSTON, F. C. WELLSTOOD und J. CLARKE, Appl. Phys. Lett. **58**, 1106 (1991a).
- FERRARI, M. J., F. C. WELLSTOOD, J. J. KINGSTON und J. CLARKE, Phys. Rev. Lett. **67**, 1346 (1991b).

- FISCHER, K. H., *Physica C* **235–240**, 2691 (1994).
- FISCHER, M., *Aufbau und Erprobung eines Laserrastermikroskops*, Diplomarbeit, Universität Tübingen (1999).
- FISCHER, Ø., C. RENNER, I. MAGGIO-APRILE, A. ERB, E. WALKER, B. REVAZ und J.-Y. GENOUD, *Physica C* **282–287**, 315 (1997).
- FOULDS, S. A. L., J. SMITHYMAN, G. F. COX, C. M. MUIRHEAD und R. G. HUMPHREYS, *Phys. Rev. B* **55(14)**, 9098 (1997).
- GAIL, J., M. MÜCK und C. HEIDEN, *Appl. Phys. Lett.* **73**, 2663 (1998).
- GAIL, J., M. MÜCK und C. HEIDEN, *Appl. Phys. Lett.* **75(21)**, 3375 (1999).
- GAIL, J. C., *Untersuchungen zur Reduzierung des niederfrequenten Zusatzrauschens von SQUIDs durch hochfrequente Entmagnetisierung*, Dissertation, Universität Gießen (1999).
- GAO, J., W. A. M. AARNINK, G. J. GERRITSMA und H. ROGALLA, *Physica C* **171**, 126 (1990).
- GERBER, C., D. ANSELMETTI, J. G. BEDNORZ, J. MANNHART und D. G. SCHLOM, *Nature* **350**, 279 (1991).
- GERBER, R., *Ortsaufgelöste Untersuchungen an Bauelementen aus Hochtemperatur-Supraleitern*, Dissertation, Universität Tübingen (1997).
- GERBER, R., D. KOELLE, R. GROSS, R. P. HUEBENER, F. LUDWIG, E. DANTSKER, R. KLEINER und J. CLARKE, *Appl. Phys. Lett.* **68**, 1555 (1996).
- GERBER, R., T. NISSEL, H.-G. WENER, A. WILLMANN, R. HUEBENER, D. KOELLE und R. GROSS, *Cryogenics* **37**, 21 (1997a).
- GERBER, R., T. NISSEL, H.-G. WENER, A. WILLMANN, S. KEIL, H. HÄNSEL und R. P. HUEBENER, *IEEE Trans. Appl. Supercond.* **7(2)**, 3231 (1997b).
- GIAPINTZAKIS, J., W. C. LEE, J. P. RICE, D. M. GINSBERG, I. M. ROBERTSON, R. WHEELER, M. KIRK und M.-Q. RUAULT, *Phys. Rev. B* **45**, 10677 (1992).
- GINZBURG, V. L. und L. D. LANDAU, *Zh. Eksperim. i Teor. Fiz.* **20**, 1064 (1950).

- GROSS, R., in *Interfaces in High-Tc Superconducting Systems*, herausgegeben von SHINDE, S. L. und D. A. RUDMAN (Springer-Verlag, New York, 1994).
- GROSS, R., L. ALFF, A. BECK, O. M. FROEHLICH, R. GERBER, R. GERDEMANN, A. MARX, B. MAYER und D. KOELLE, in *Proc. Of the 2nd Workshop on HTS Applications and New Materials*, herausgegeben von BLANK, D. H. (University of Twente, The Netherlands, 1995).
- GROSS, R., L. ALFF, A. BECK, O. M. FROEHLICH, D. KOELLE und A. MARX, IEEE Trans. Appl. Supercond. **7**, 2929 (1997).
- GROSS, R., P. CHAUDHARI, M. KAWASAKI und A. GUPTA, Phys. Rev. B **42**, 10735 (1990).
- GROSS, R. und D. KOELLE, Rep. Prog. Phys. **57**, 651 (1994).
- GROSS, R. und B. MAYER, Physica C **180**, 235 (1991).
- GRUNDLER, D., B. DAVID und O. DOESSEL, J. Appl. Phys. **77**, 5273 (1995).
- HAGEN, C. W. und R. GRIESSEN, Phys. Rev. Lett. **62(24)**, 2857 (1989).
- HARADA, K., T. MATSUDA, J. BONEVICH, M. IGARASHI, S. KONDO, G. POZZI, U. KAWABE und A. TONOMURA, Nature **360(6399)**, 51 (1992).
- HÄUSSLER, C., *Zur Dynamik Dreidimensionaler Josephson-Kontakt-Netzwerke mit Magnetischer Kopplung*, Diplomarbeit, Universität Tübingen (1998).
- HEBARD, A., A. T. FIORY und S. SOMEKH, IEEE Trans. on Mag. **MAG-13(1)**, 589 (1977).
- HESS, H. F., R. B. ROBINSON, R. C. DYNES, J. M. VALLES JR. und J. V. WASZCZAK, Phys. Rev. Lett. **62(2)**, 214 (1989).
- HUANG, Y., K. L. MERKLE, L. P. LEE, M. TEEPE und K. CHAR, Appl. Phys. Lett. **71(25)**, 3703 (1997).
- HUEBENER, R. P., *Magnetic Flux Structures in Superconductors* (Springer Verlag, Berlin, 1979).
- HUEBENER, R. P., Rep. Prog. Phys. **47**, 175 (1984).

- HUEBENER, R. P., in *Advances in Electronics and Electron Physics*, herausgegeben von HAWKES, P. W., Bd. 70 (Academic Press, New York, 1987), S. 1.
- HUG, H. J., B. STIEFEL, P. VAN SCHENDEL, A. MOSER, R. HOFER, S. MARTIN, H. J. GÜNTHERODT, S. PORTHUN, L. ABELMANN, J. C. LODDER, G. BOCHI und R. C. O'HANDLEY, *Jour. Appl. Phys.* **83**, 5609 (1998).
- HUMPHREYS, G., Richard, *IEEE Trans. Appl. Supercond.* **9**, 3741 (1999).
- HUSEMANN, K.-D., R. GROSS, R. P. HUEBENER und B. ROAS, *Appl. Phys. Lett.* **62**, 2871 (1993).
- JAKLEVIC, R. C., J. LAMBE, A. H. SILVER und J. E. MERCEREAU, *Phys. Rev. Lett.* **12**, 159 (1964).
- JANSMANN, A. B. M., M. IZQUIERDO, A. EIGUREN, J. FLOKSTRA und H. ROGALLA, *Appl. Phys. Lett.* **72**, 3515 (1998).
- JANSMANN, A. B. M., M. IZQUIERDO, J. FLOKSTRA und H. ROGALLA, *IEEE Trans. Appl. Supercond.* **9(2)**, 3290 (1999).
- JAYCOX, J. M. und M. B. KETCHEN, *IEEE Trans Magn.* **17**, 400 (1981).
- JOHNSON, M., M. FERRARI, F. C. WELLSTOOD, J. CLARKE, M. R. BEASLEY, A. INAM, X. D. WU, L. NAZAR und T. VENKATESAN, *Phys. Rev. B* **42**, 10792 (1990).
- JOOSS, C., A. FORKL und H. KRONMÜLLER, *Physica C* **268**, 87 (1996).
- JOOSS, C., R. WARTHMAN, A. FORKL und H. KRONMÜLLER, *Physica C* **299**, 215 (1998).
- JOSEPHSON, B. D., *Phys. Lett.* **1**, 251 (1962).
- KAWASAKI, M., P. CHAUDHARI und A. GUPTA, *Phys. Rev. Lett.* **68**, 1065 (1992).
- KECK, M., *Zweidimensionale Netzwerke Aus Josephson Tunnelkontakten Als Mikrowellen Strahlungsquelle*, Dissertation, Universität Tübingen (1997).
- KEENE, M. N., N. J. EXON, R. G. HUMPHREYS und N. G. CHEW, *J. Appl. Phys.* **79**, 8783 (1996).

- KEIL, S., *Solitonexperimente mit ringförmigen Josephson-Tunnelkontakten*, Diplomarbeit, Universität Tübingen (1996).
- KEIL, S., I. V. VERNIK, T. DODERER, A. LAUB, H. PRESSLER, R. P. HÜBENER, N. THYSSEN, A. V. USTINOV und H. KOHLSTEDT, Phys. Rev. B **54(21)**, 14948 (1996).
- KETCHEN, M. B., IEEE Trans Magn. **17**, 387 (1981).
- KETCHEN, M. B., IEEE Trans. Magn. **27**, 2916 (1991).
- KETCHEN, M. B., W. J. GALLAGHER, A. W. KLEINSASSER, S. MURPHY und J. R. CLEM, in *SQUID'85 - Superconducting Quantum Interference Devices and their Applications*, herausgegeben von HAHLBOHM, H. D. und H. LÜBBIG (Walter de Gruyter, Berlin, 1985), S. 865.
- KIRTLEY, J. R., M. V. KETCHEN, K. G. STAVIASZ, J. Z. SUN, W. J. GALLAGHER, S. H. BLANTON und S. J. WIND, Appl. Phys. Lett. **66**, 1138 (1995).
- KIRTLEY, J. R., C. C. TSUEI, K. A. MOLER, V. G. KOGAN, J. R. CLEM und A. J. TURBERFIELD, Appl. Phys. Lett. **74(26)**, 4011 (1999).
- KLEINER, R., unpublished (1996).
- KOBLISCHKA, M. R. und R. J. WIJNGAARDEN, Supercond. Sci. Technol. **8**, 199 (1995).
- KOCH, C. P., R. H. and Umbach, G. J. CLARK, P. CHAUDHARI und R. B. LAIBOWITZ, Appl. Phys. Lett. **51**, 200 (1987).
- KOCH, R. H., J. CLARKE, J. M. MARTINIS, C. M. PEGRUM und D. J. VAN HARLINGEN, J. Low Temp. Phys. **51**, 207 (1983).
- KOCH, R. H., W. EIDELLOTH, B. OH, R. P. ROBERTAZZI, S. A. ANDREK und W. J. GALLAGHER, Appl. Phys. Lett. **60**, 507 (1992).
- KOCH, R. H., W. J. GALLAGHER, B. BUMBLE und W. Y. LEE, Appl. Phys. Lett. **54**, 951 (1989).
- KOCH, R. H., J. Z. SUN, V. FOGLIETTA und W. J. GALLAGHER, Appl. Phys. Lett. **67**, 709 (1995).

- KOELLE, D., R. GROSS, R. STRAUB, S. KEIL, M. FISCHER, M. PESCHKA, R. P. HUEBENER und K. BARTHEL, *Physica C* **submitted to** (1999a).
- KOELLE, D., R. KLEINER, F. LUDWIG, E. DANESKER und J. CLARKE, *Rev. Mod. Phys.* **71**, 631 (1999b).
- KÖLLE, D., *Ortsaufgelöste Untersuchung der Transporteigenschaften von dünnen Schichten aus Hochtemperatur-Supraleitern*, Dissertation, Universität Tübingen (1992).
- KONCZYKOWSKI, M., L. I. BURLACHKOV, Y. YESHURUN und F. HOLTZBERG, *Phys. Rev. B* **43**, 13707 (1991).
- KOPYLOV, V. N., A. E. KOSHELEV, I. F. SCHERGOLEV und T. G. TOGONIDZE, *Physica C* **170**, 291 (1990).
- KOSTERLITZ, J. M. und D. J. THOULESS, *J. Phys. C* **5(11)**, L124 (1972).
- KOSTERLITZ, J. M. und D. J. THOULESS, *J. Phys. C* **6(7)**, 1181 (1973).
- LANDOLT, H., *Zahlenwerte und Funktionen aus Naturwissenschaften und Technik : Landolt-Börnstein*, Bd. 3(3) (Springer, Berlin, 1975).
- LEE, C.-S., B. JANKÓ, I. DERÉNYI und A.-L. BARABÁSI, *Nature* **400**, 337 (1999).
- LEE, J. Y. und T. LEMBERGER, *Appl. Phys. Lett.* **62**, 2419 (1993).
- LIKHAREV, K. K., *Dynamics of Josephson Junctions and Circuits* (Gordon and Breach, New York, 1986).
- DE LOZANNE, A., *Supercond. Sci. Technol.* **12**, R43 (1999).
- LUDWIG, F., E. DANESKER, R. KLEINER, D. KOELLE, J. CLARKE, S. KNAPPE, D. DRUNG, H. KOCH, N. M. ALFORD und T. BUTTON, *Appl. Phys. Lett.* **66**, 1418 (1995).
- LYONS, K. B. und J. F. J. DILLON, *Int. J. Mod. Phys. B* **5(10)**, 1523 (1991).
- MACHLUP, S., *J. Appl. Phys.* **25(3)**, 341 (1954).
- MAGGIO-APRILE, I., C. RENNER, A. ERB, E. WALKER und O. FISCHER, *Phys. Rev. Lett.* **75**, 2754 (1995).
- MARX, A., L. ALFF und R. GROSS, *Appl. Phys. Lett.* **67**, 1929 (1995).

- MARX, A. und R. GROSS, Appl. Phys. Lett. **70**, 120 (1997).
- MAYER, B., *Elektrische Transporteigenschaften Von Bikristall-Korngrenzenkontakten Aus Hochtemperatur-Supraleitern*, Dissertation, Universität Tübingen (1995).
- MCCUMBER, D. E., J. Appl. Phys. **39**, 3113 (1968).
- METLUSHKO, V. V., M. BAERT, R. JONCKHEERE, V. V. MOSHCHALOV und Y. BRUYNSEAEDE, Solid State Communications **91(5)**, 331 (1994).
- MIKLICH, A. H., D. KOELLE, T. J. SHAW, F. LUDWIG, D. T. NEMETH, E. DANTSKER und J. CLARKE, Appl. Phys. Lett. **64**, 3494 (1994).
- MILLIKEN, F. P., S. L. BROWN und R. H. KOCH, Appl. Phys. Lett. **71**, 1857 (1997).
- MKRTCHYAN, G. S. und V. V. SCHMIDT, Sov. Phys. JETP **34**, 195 (1972).
- MOCHSHALOV, V. V., M. BAERT, V. V. METLUSHKO, E. ROSSEEL, M. J. VAN BAEL, K. TEMST, Y. BRUYNSEAEDE und R. JONCKHEERE, Phys. Rev. B **57**, 3615 (1998).
- MOSER, A., H. HUG, I. PARASHIKOV, B. STIEFEL, O. FRITZ, A. BARATOFF, H. GÜNTERODT und P. CHAUDHARI, Phys. Rev. Lett. **74**, 1847 (1995).
- ORAL, A., J. C. BARNARD, S. J. BENDING, I. I. KAYA, S. OOI, T. TAMEGAI und M. HENINI, Phys. Rev. Lett. **80**, 3610 (1998).
- PALSTRA, T. T. M., B. BATLOGG, L. F. SCHNEEMEYER und J. V. WASZCZAK, Phys. Rev. Lett. **61(14)**, 1662 (1988).
- PESCHKA, M., *Entwicklung und Aufbau eines Tieftemperatur-Laser-Rastermikroskops für starke Magnetfelder*, Dissertation, Universität Tübingen (1999).
- PETROV, D. K., A. GUPTA, J. R. KIRTLEY, L. KRUSIN-ELBAUM und H. S. GILL, J. Appl. Phys. **83**, 7061 (1998).
- POOLE, C. P., H. A. FARACH und R. J. CRESWICK, *Superconductivity* (Academic Press, San Diego, USA, 1995).
- QUENTER, D., T. DODERER und R. P. HUEBENER, J. Appl. Phys. **80**, 3566 (1996).

- REPACI, J. M., C. KWON, Q. LI, X. JIANG, T. VENKATESAN, R. E. GLOVER III, C. J. LOBB und R. S. NEWROCK, *Physica C* **282-287**, 2081 (1997).
- ROSENTHAL, P. A., M. R. BEASLEY, K. CHAR, M. S. COLCLOUGH und G. ZAHARCHUK, *Appl. Phys. Lett.* **59(26)**, 3482 (1991).
- RUGAR, D., H. J. MAIMIN, P. GUETHNER, S. E. LAMBERT, J. E. STERN, I. MCFADYEN und T. YOGI, *J. Appl. Phys.* **68**, 1169 (1990).
- SANDER, D., *Rep. Prog. Phys.* **62**, 809 (1999).
- SANFILIPPO, S., D. BOURGAULT, C. VILLARD, R. TOURNIER, P. GAUTIER PICARD, E. BEAUGNON, A. SULPICE, T. FOURNIER und P. GERMI, *Europhys. Lett.* **39(6)**, 657 (1997).
- SCHÖNE, S., M. MÜCK und C. HEIDEN, *Appl. Phys. Lett.* **68**, 859 (1996).
- SELDERS, P., A. M. CASTELLANOS, M. VAUPEL und R. WÖRDENWEBER, *IEEE Trans. Appl. Supercond.* **9(2)**, 2967 (1999a).
- SELDERS, P., M. VAUPEL, R. WÖRDENWEBER, G. OCKENFUSS, A. V. D. HART und K. KECK, *Appl. Supercond.* **5**, 269 (1999b).
- SHADRIN, P. M., Y. Y. DIVIN, S. KEIL, J. MARTIN und R. P. HUEBENER, *IEEE Trans. Appl. Supercond.* **9**, 3925 (1999).
- SHAW, T. J., J. CLARKE, R. VAN DOVER, L. F. SCHNEEMEYER und A. E. WHITE, *Phys. Rev. B* **54**, 15411 (1996).
- STEWART, W. C., *Appl. Phys. Lett.* **12**, 277 (1968).
- STRAUB, R., *Ortsaufgelöste Untersuchung von niederfrequenten Rauschquellen in $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ dc SQUIDs mittels Tieftemperatur-Rasterelektronenmikroskopie*, Diplomarbeit, Universität Tübingen (1999).
- SUDBØ, A. und E. H. BRANDT, *Phys. Rev. Lett.* **66(13)**, 1781 (1991).
- SUN, J. Z., W. J. GALLAGHER und R. H. KOCH, *Phys. Rev. B* **50**, 13664 (1994).
- TAFURI, F., S. SHOKHOR, B. NADGORNÝ, M. GURVITCH, F. LOMBARDI und A. DI CHIARA, *Appl. Phys. Lett.* **71(1)**, 125 (1997).

- TAKEZAWA, N. und K. FUKUSHIMA, *Physica C* **228**, 149 (1994).
- TER BRAKE, H. J. M., W. A. M. AARNINK, P. J. VAN DEN BOSCH, J. W. M. HILGENKAMP, J. FLOKSTRA und H. ROGALLA, *Supercond. Sci. Technol.* **10**, 512 (1997).
- TESCHE, C. D. und J. CLARKE, *J. Low Temp. Phys.* **29**, 301 (1977).
- TONOMURA, A., in *Coherence in high temperature superconductors*, herausgegeben von DEUTSCHER, G. und A. REVCOLEVSCHI, Kap. 3 (World Scientific, Singapore, 1995), S. 312 – 330.
- TONOMURA, A., H. KASAI, O. KAMIMURA, T. MATSUDA, K. HARADA, J. SHIMOYAMA, K. KISHIO und K. KITAZAWA, *Nature* **397**, 308 (1999).
- TÖPFER, H., in *Superconductivity and Cryoelectronics*, herausgegeben von KRECH, W., P. SEIDEL und H. G. MEYER (World Scientific, Singapore, 1991), S. 170.
- TÖPFER, H. und F. H. UHLMANN, in *Proceedings of the Seventh International Symposium on Weak Superconductivity* (Smolenice, 1994).
- TROYANOVSKI, A. M., J. AARTS und P. H. KES, *nature* **399**, 665 (1999).
- TSUEI, C. C., J. R. KIRTLEY, M. RUPP, J. Z. SUN, A. GUPTA, M. B. KETCHEN, C. A. WANG, Z. F. REN, J. H. WANG und M. BHUSHAN, *Science* **271**, 329 (1996).
- ULLMAIER, H., *Irreversible Properties of Type II Superconductors* (Springer-Verlag, Berlin Heidelberg New York, 1975).
- USTINOV, A. V., T. DODERER, R. P. HUEBENER, N. F. PEDERSEN, B. MAYER und V. A. OBOZNOV, *Phys. Rev. Lett.* **69**, 1815 (1992).
- WEINSTOCK, H. (Hg.), *SQUID Sensors: Fundamentals, Fabrication and Applications* (Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, Niederlande, 1995).
- WÖRDENWEBER, R., *Supercond. Sci. Technol.* **12**, R86 (1999a).
- WÖRDENWEBER, R., *Rep. Prog. Phys.* **62**, 187 (1999b).
- ZELDOV, E., A. I. LARKIN, V. B. GESHKENBEIN, M. KONCZYKOWSKI, D. MAJER, B. KHAYKOVICH, V. M. VINOKUR und H. SHTRIKMAN, *Phys. Rev. Lett.* **73**(10), 1428 (1994).
- VAN DER ZIEL, A., *Physica* **16**, 359 (1950).

Danksagung

Die drei Jahre meiner Promotion am Lehrstuhl für Experimentalphysik II des Physikalischen Instituts der Universität Tübingen waren zweifelsfrei die schönsten und interessantesten meiner Studienzeit. Hierzu hat insbesondere die sehr gute Zusammenarbeit, die offene Atmosphäre und das gute Arbeitsklima in der Arbeitsgruppe beigetragen. Hierfür möchte ich mich bei allen Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern des Lehrstuhls herzlich bedanken.

Herr Prof. Dr. R.P. Hübener räumte mir für die wissenschaftliche Arbeit und Vorgehensweise viel Freiraum ein und lenkte an entscheidenden Stellen den Blick immer wieder auf die größeren Zusammenhänge, von der „Frosch-“ hin zur „Storchperspektive“. Besonders das mir entgegengebrachte große Vertrauen im Bezug auf administrative Aufgaben, weiß ich sehr zu schätzen.

Ohne die exzellente Zusammenarbeit mit Dieter Kölle, und dies trotz der großen räumlichen Distanz nach Köln, hätte die Arbeit in dieser Form nicht entstehen können. So mancher Diplomand und Doktorand am Lehrstuhl für Angewandte Physik an der Universität zu Köln mag das ein oder andere mal fast verzweifelt sein, wenn nach halbstündiger Telefonkonferenz mit Tübingen noch kein Ende in Sicht war, weil immer wieder neue Ideen und Ansätze für Experimente diskutiert wurden. In diesem Kontext soll auch der geduldige Sekretariatsdienst Achim Marx „ja, ich geh Dieter mal holen“ nicht unerwähnt bleiben. Unvergeßlich werden die leider zu seltenen Besuche und die gemeinsamen intensiven Meßsitzungen in Tübingen bleiben, aus denen, neben kaum zu kompensierendem Schlafmangel, meist auch gute Meßergebnisse hervorgingen.

Prof. Dr. Rudolf Groß, 'Duce', lieferte mit seiner einzigartigen Erfahrung in vielen Bereichen besonders der Tieftemperatur Festkörperphysik immer wieder entscheidende Hinweise. Ein Dank auch für die als Dauerleihgabe überlassene SQUID-Elektronik.

Ralf Gerber, Verzeihung King Ralf, Erbauer der weltweit einzigen LN_2 -gekühlten TTREM-Kryostufe, öffnete mir die Augen nicht nur für die faszinierende Welt der SQUIDS. Er veranschaulichte mir, wie Arbeiten selbst im Gelblichtviertel des sechsten Stocks Spaß machen kann und lehrte mich den sensiblen Umgang mit hohen Spannungen in allen Bereichen des Lebens und der Physik.

Immer interessiert und stets bereit, seine Fachkompetenz in fruchtbarer Weise in Diskussionen einzubringen, wird mir die Zusammenarbeit mit Thomas Doderer unvergeßlich in Erinnerung bleiben.

Ein besonderer Dank gilt Rainer Straub, der nach hartem Eignungstest in Form eines Intensivpraktikums und einem Jahr Diplomandenzeit meine Nachfolge auf der Suche nach berausenden Vortices angetreten hat. Beispielhaftes Engagement, ein äußerst gewandter Umgang mit Material und Technik und tiefes Verständnis in der Sache befruchteten unsere gemeinsame Arbeit auch an so manchen Wochenenden an der frischen Luft.

Hans Wener ist durch die qualifizierte Ausübung seiner Tätigkeit am Physikalischen Institut einfach unersetzlich: Wie kein zweiter vermittelt er aufbauend auf einen reichen Schatz an Lebenserfahrung den „nötigen Weitblick“ und weist immer wieder auf die besondere Bedeutung von Sensibilität und Flexibilität im zwischenmenschlichen Umgang hin. Neben der kompetenten Beratung in allen Fragen der Bereiche Konstruktion, Kryo- und Vakuumtechnik beeindruckte mich besonders sein Engagement, die Ausbildung zum Physiker durch Vermittlung von Erkenntnissen zu gesellschaftlichen, politischen und sozialen Themen abzurunden.

Ach, und was wäre der Lehrstuhl ohne Marie-Louise Fenske: „Bring's Hundle mol wieder mit!“ und Marie-Annique Parcquier. Stets bienenfleißig, Anlaufstelle wenn sonst niemand mehr weiter weiß und einfach immer wohltuend erfrischend nett.

Tom Nissel sei nicht nur für seine geduldigen und schnellen Einsätze als Computer und IT-Feuerwehrmann, REM-, Bildverarbeitungs- und Bewerbungsfoto-Experte gedankt. So mancher Plausch nebenbei, gemeinsame Höhlenwanderungen und erbarmungslose Badmintonmatches werden ihre Fortsetzung finden.

Martin Keck „www.bild.de“ möge der Traum „einmal gegen Schumi fahren...“ bald in Erfüllung gehen.

„Mr. LASER-Fokus“ Martin Peschka, „Detector“ Jens Martin, „Japsi“ Harald Preßler, „Never Ending“ Thomas Träuble, „TV-Daniel“ Daniel Münter, dem Sunnyboy und Strahlemann Dietmar Kruse, Latex- und Stocherspezialist Marc Fischer, „Prinz Heisenherz“ Ingo Höllein: „Wir sehen uns in der Vorstandsetage wieder“, dem „Saarländer Sockentom“ Tom Schröder, „High Diffusion“ Sven Kittelberger, „Vortex Motion“ Oli Stoll, „Peltier“ Jochen Strähle, Frank Gollnik und „Pinball“ Knut Drachsler sei hier nochmals für die beispielhaft gute Zusammenarbeit und die schöne gemeinsame Zeit in Tübingen gedankt. Mein Dank gilt auch allen Mitarbeitern der Mechanik- und Elektronikwerkstätten am Physikalischen Institut insbesondere Karl-Heinz Freudenmann, Manfred Kleinmann und Hans Schreyer für die schnelle und qualifizierte Ausführung der Aufträge sowie Albert Miehe für die zuverlässige Bereitstellung von flüssigen Gasen.

Conrad Höfener, Urs Schoop, Knut Barthel, Regina Dittmann und Achim Engelhardt sei für die Herstellung von Filmen, Proben, Masken und das Ätzen, Trimmen und Vorcharakterisieren von Kontakten gedankt.

John Clarke überließ uns freundlicherweise die Pläne seiner SQUID-Meßelektronik.

Für die vielen schönen und unvergeßlichen Erlebnisse möchte ich mich außerdem bedanken bei Benno, Christiane, Laura, Judith und Louise, für die gemeinsamen Urlaube bei Suse, Hubert, Hannes, Ralf und Stephan, bei Susanne für deren harte Schule, ohne die aus mir nie hätte etwas werden können, ganz zu schweigen von so manchem gemütlichen Plauder- und Kaffeestündchen und die zweifellos erfrischendsten Böblinger Weizenbiere, bei meinem alten Freund Rainer: „Ohne mich hätte der Keil sein Diplom wohl nie bekommen...“, beim allzeit charmanten Jörg: „Tust Du nur so, oder bist Du so bleed?“, bei Flieger-Uli: „Bin i froh, daß i den Typ kenn!“, bei „Hans Dampf in allen Gassen“ Gerdi „Kauf mr an Call?“, Katja, Angelika „Kauf die roten“ und Neli, mit der die Arbeit im Team sehr gut funktionierte, nie langweilig war und fast immer Spaß gemacht hat.

Besonderer Dank gilt meiner Familie, meinen Kindern Paul und Hanno, Rainer und Brigitte, Wilhelm und Ursula. Tante, meinem Vater und meiner Mutter danke ich ganz besonders für deren beispiellose Unterstützung und den Rückhalt, dessen ich mir immer sicher sein konnte.

LEBENS LAUF

Persönliches

Stefan Keil
geboren am 22. Juli 1968 in Isny im Allgäu
Eltern: Sigurd und Irene Keil, geborene Pfeilsticker
unverheiratet, zwei Kinder; deutsche Staatsangehörigkeit

Ausbildung

Sept. 1974 - März 1977: Grundschule in Leutkirch
April 1977 - Juli 1978: Grundschule in Isny
Sept. 1978 - Mai 1987: Gymnasium in Isny
(Reifezeugnis am 22. Mai 1987)
Okt. 1989 - Mai 1996: Studium der Physik an der
Eberhard-Karls-Universität in Tübingen
(Vordiplom am 05. November 1991)
Diplomarbeit bei Prof. Dr. R.P. Hübener
mit dem Thema: "Solitonenexperimente mit
ringförmigen Josephson-Tunnelkontakten"
(Diplom am 21. Mai 1996)
seit Juli 1996 : Anfertigung der Dissertation am
Physikalischen Institut der Universität Tübingen
unter Anleitung von Prof. Dr. R. P. Hübener
mit dem Thema "Flußquantenabbildung und lokale
Analyse von niederfrequentem Flußrauschen
in $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dc SQUIDs"

Beschäftigungen

April 1992 - Okt. 1994: Freier Mitarbeiter bei der Firma ebök GbR in Tübingen
Jan. 1995 - Juni 1996: Wissenschaftlicher Hilfskraft bei der
Fakultät für Physik der Universität Tübingen
Juli 1996 - Dez. 99 : Wissenschaftlicher Angestellter am
Physikalischen Institut der Universität Tübingen

Sonstiges

Dez. 1987 - Juli 1989: Zivildienst in der BG Unfallklinik in Tübingen

Akademische Lehrer

A. Baumann, H.A. Clement, T. Doderer, H.-D. Ebert, A. Fäßler, H. Fischer,
K.H. Gaukler, F. Gönnewein, R. Groß, W.D. Hartmann, R.P. Hübener, H. Kaul,
D. Kölle, B. Kümmerer, F. Lenz, H. Lichte, E. Lindner, O. Lutz, H. Mauder,
G. Mertens, H. Müther, W. Nakel, F. Nüsslin, H. Pfister, H. Reinhard, H. Ruder,
R. Schief, A. Schwenk, G. Staudt, J. Strähle, G.J. Wagner, H.-W. Wittern, M. Wolff