

České vysoké učení technické v Praze
Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská

Katedra inženýrství pevných látek

Obor: Inženýrství pevných látek



**Studium vlivu depozičních parametrů na vlastnosti
tenkých vrstev vysokoteplotních supravodičů
připravených metodou IJD**

**Study of the influence of deposition parameters on
properties of thin films of high-temperature
superconductors prepared by IJD method**

DIPLOMOVÁ PRÁCE

Vypracoval: Bc. Michal Jůza

Vedoucí práce: Ing. Jakub Skočdopole, Ph.D.

Rok: 2024

I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: **Jůza** Jméno: **Michal** Osobní číslo: **494788**
Fakulta/ústav: **Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská**
Zadávající katedra/ústav: **Katedra inženýrství pevných látek**
Studijní program: **Inženýrství pevných látek**

II. ÚDAJE K DIPLOMOVÉ PRÁCI

Název diplomové práce:

Studium vlivu depozičních parametrů na vlastnosti tenkých vrstev vysokoteplotních supravodičů připravených metodou IJD

Název diplomové práce anglicky:

Study of the influence of deposition parameters on properties of thin films of high-temperature superconductors prepared by IJD method

Pokyny pro vypracování:

Student připraví vzorky tenkých vrstev vysokoteplotních supravodičů ReBCO metodou Ionized Jet Deposition. V návaznosti na svůj výzkum z předchozích let bude optimalizovat depoziční parametry s cílem připravit vrstvy vykazující přechod do supravodivé fáze.

Strukturu a morfologii připravených vzorků bude analyzovat metodami SEM, EDS, XRD, AFM. U nadějných vzorků s požadovaným fázovým složením provede základní charakterizaci supravodivých vlastností.

Při řešení postupujte podle následujících bodů.

I. Teoretická část

- 1) Vymezení třídy vysokoteplotních supravodičů ReBCO a jejich hlavní charakteristiky
- 2) Popis teoretických základů depoziční metody IJD
- 3) Popis principu využitých analytických metod

II. Experimentální část

- 1) Popis experimentálních zařízení a materiálů použitých k přípravě vzorků
- 2) Realizace depozičních a charakterizačních experimentů
- 3) Zpracování získaných experimentálních dat
- 4) Přehled a diskuze dosažených výsledků
- 5) Shrnutí obsahu práce

Seznam doporučené literatury:

- [1] M.D.Strikovski, J.Kim, S.H.Kologani, Plasma Energetics in Pulsed Laser and Pulsed Electron Deposition, Springer Handbook of Crystal Growth, 35:1193-1211, 2010.
- [2] G. Müller, M. Konijnenberg, G. Krafft, C. Schultheiss, Thin film deposition by means of pulsed electron beam ablation, Science and Technology of Thin Films, 89-119, 1995,
- [3] J. Skočdopole: Investigation of Functional Thin Films Prepared by Ionized Jet Deposition Method. Doctoral thesis, ČVUT v Praze, 2023.
- [4] V. I. Dediu, et al.: Deposition of MBa₂Cu₃O_{7-x} thin films by channel-spark method Superconductor Science and Technology, Volume 8, Number 3. 1995.

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) diplomové práce:

Ing. Jakub Skočdopole, Ph.D. katedra inženýrství pevných látek FJFI

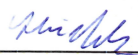
Jméno a pracoviště druhé(ho) vedoucí(ho) nebo konzultanta(ky) diplomové práce:

doc. Ing. Ladislav Kalvoda, CSc. katedra inženýrství pevných látek FJFI

Datum zadání diplomové práce: **30.10.2023**

Termín odevzdání diplomové práce: **10.05.2024**

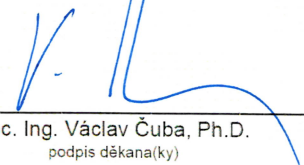
Platnost zadání diplomové práce: **30.10.2025**



Ing. Jakub Skočdopole, Ph.D.
podpis vedoucí(ho) práce



podpis vedoucí(ho) ústavu/katedry



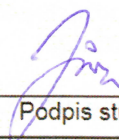
doc. Ing. Václav Čuba, Ph.D.
podpis děkana(ky)

III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

Diplomant bere na vědomí, že je povinen vypracovat diplomovou práci samostatně, bez cizí pomoci, s výjimkou poskytnutých konzultací.
Seznam použité literatury, jiných pramenů a jmen konzultantů je třeba uvést v diplomové práci.

2.11.2023

Datum převzetí zadání



Podpis studenta

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem svou Diplomovou práci vypracoval samostatně a použil jsem pouze podklady (literaturu, projekty, SW atd.) uvedené v příloženém seznamu.

V Praze dne 10.5.2024

.....
Bc. Michal Jůza

Poděkování

Rád bych na tomto místě poděkoval v první řadě svému školiteli Ing. Jakubu Sko-
čdopolemu, Ph.D. za vedení mé Diplomové práce, podnětné rady při její tvorbě a
uvedení do problematiky celého tématu. Dále bych chtěl poděkovat Bc. Martinu
Kolářovi a Bc. Jáchymu Lisovi za pomoc s přípravou a analýzou vzorků. Poděko-
vání patří i Ing. Jiřímu Čapkovi, Ph.D. za pomoc s rentgenovou difrakční analýzou
vzorků, Ing. Michalu Lojkovi, Ph.D. za zhotovení snímků vzorků pomocí SEM a Ing.
Petru Levinskému, Ph.D. za změření elektrických a supravodivých vlastností vzorků.
Nakonec bych rád poděkoval svým rodičům za velkou podporu během celého studia.

Bc. Michal Jůza

Název práce:

Studium vlivu depozičních parametrů na vlastnosti tenkých vrstev vysokoteplotních supravodičů připravených metodou IJD

Autor: Bc. Michal Jůza

Studijní program: Aplikace přírodních věd

Obor: Inženýrství pevných látek

Druh práce: Diplomová práce

Vedoucí práce: Ing. Jakub Skočdopole, Ph.D.

Katedra inženýrství pevných látek, Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská, České vysoké učení technické v Praze

Konzultant: doc. Ing. Ladislav Kalvoda, CSc.

Katedra inženýrství pevných látek, Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská, České vysoké učení technické v Praze

Abstrakt: V této práci jsme se zaměřili na přípravu a charakterizaci tenkých vrstev vysokoteplotních supravodičů YBCO pomocí metody IJD. V rámci výzkumu jsme připravili celkem 11 vzorků ve dvou sériích, lišících se použitým materiálem substrátu: MgO a SrTiO₃. Jednotlivé vzorky v rámci série se lišily teplotou substrátu během depozice. Ta se pohybovala mezi 480 °C a 530 °C pro MgO sérii a mezi 495 °C a 515 °C pro SrTiO₃ sérii. Analýza tloušťky vrstev odhalila silnou závislost rychlosti růstu vrstvy na depozičním tlaku. Tloušťka připravených vrstev se pohybovala mezi 600 nm a 1400 nm. Kvalitativní fázová analýza odhalila přítomnost fází YBa₄Cu₃O₉ a Y₂BaCuO₅ a po přezíhání vzorků byla u všech vzorků nalezena také supravodivá fáze YBa₂Cu₃O_{7-x}. Měření elektrických vlastností potvrdilo supravodivý charakter vybraných vzorků s kritickou teplotou v rozmezí od 70 K a 85 K.

Klíčová slova: YBCO, Vysokoteplotní supravodiče, Tenké vrstvy, IJD

Title:

Study of the influence of deposition parameters on properties of thin films of high-temperature superconductors prepared by IJD method

Author: Bc. Michal Jůza

Abstract: This master thesis was focused on the preparation and characterization of thin-films of YBCO High-temperature superconductors using IJD method. During the research we prepared 11 samples in two series which differed in substrate material: MgO and SrTiO₃. Individual samples in each series differed in substrate temperature during deposition which ranged between 480 °C and 530 °C for MgO series and between 495 °C and 515 °C for SrTiO₃ series respectively. Analysis of the thickness of the samples shown significant dependence of the layer grow speed on deposition pressure. The thickness of prepared samples was between 600 nm and 1400 nm. Qualitative phase analysis revealed presence of YBa₄Cu₃O₉ and Y₂BaCuO₅ phases. After annealing superconducting phase YBa₂Cu₃O_{7-x} was present in all the samples. Measurement of the electrical conductivity confirmed superconducting properties in selected samples with critical temperature between 70 K and 85 K.

Key words: YBCO, High-temperature superconductors, Thin films, IJD

Obsah

Úvod	10
1 Teoretická část	12
1.1 Supravodiče	12
1.1.1 Historie supravodivosti	12
1.1.2 Vlastnosti supravodičů	13
1.1.3 Rozdělení supravodičů	14
1.1.4 Supravodiče na bázi REBCO	15
1.2 Tenké vrstvy	19
1.2.1 Vlastnosti a růst	19
1.2.2 Metody depozice tenkých vrstev	20
1.2.3 Popis metody Ionized jet deposition	21
1.3 Analytické metody	25
1.3.1 Skenovací elektronová mikroskopie	25
1.3.2 Mikroskopie atomárních sil	27
1.3.3 Rentgenová strukturní analýza	28
2 Experimentální část	31
2.1 Popis experimentálních a analytických zařízení	31
2.2 Realizace experimentů	32
2.2.1 Kalibrace teploty	32
2.2.2 Série MgO	34
2.2.3 Série SrTiO	35
2.3 Výsledky	36
2.3.1 Analýza vzorků pomocí AFM a SEM	36

2.3.2	Fázová analýza série MgO	40
2.3.3	Fázová analýza série SrTiO	47
2.3.4	Měření elektrických vlastností vzorků	53
2.4	Diskuze	58
	Závěr	61
	Reference	62

Úvod

Od svého prvního objevení v roce 1911, přes objev vysokoteplotních supravodičů roku 1986 až do dnešních dní supravodivost neustále přitahovala pozornost vědců, průmyslu i široké veřejnosti, a to zejména pro své výjimečné vlastnosti a veliký potenciál do budoucna. Cívky vyrobené ze supravodičů jsou schopny generovat silná magnetická pole, která jsou navíc při dostatečném chlazení pod kritickou teplotou perzistentní i při odpojení zdroje elektrického proudu po desítky let. Další perspektivní využití supravodivosti je ve fúzních zařízeních typu tokamak, kde jsou silná magnetická pole potřebná pro udržení plasmatu. Stejně tak se supravodivé cívky využívají v zobrazovacích metodách, jako je počítačová tomografie pro materiálový i lékařský výzkum. V neposlední řadě lze supravodiče využít ve formě vodičů pro bezztrátové vedení elektrické energie pro města budoucnosti. Supravodiče se ale nevyžívají jen pro svoji schopnost vést elektrický proud beze ztrát. Využívá se i tzv. Meissnerova jevu pro jednoduše využitelnou magnetickou levitaci. Zmíněného jevu se také využívá pro stínění vnějšího magnetického pole pro citlivá měření.

Naše zkoumání okolního světa a objektů v něm je silně ovlivněno jejich povrchem. Ten určuje, jak bude objekt vypadat, jeho tvar i mnoho jeho vlastností. Povrch je většinou to jediné, co z celého materiálu vidíme. Proto se lidé povrchem materiálů zabývají již od starověku. Jednou z motivací pro zkoumání a úpravu povrchu bylo šperkařství a architektura, stejně tak i úprava povrchu mečů a zbraní, kvůli zvýšení jejich tvrdosti pro využití v boji. Novým impulsem pro rozvoj studia povrchů a výrobu tenkých vrstev byl rozvoj polovodičové technologie v polovině 20. století. Pojem tenké vrstvy se liší v závislosti na aplikaci. Zatímco v architektuře může být tenkou vrstvou označena vrstva s řádově milimetrovou tloušťkou, u šperkařství to

jsou mikrometry a v kvantových technologiích to můžou být nanometry.

Jelikož jsou vysokoteplotní supravodiče na bázi YBCO keramické materiály, jsou křehké a je obtížné je využívat stejným způsobem jako kovové materiály. Z uvedeného důvodu je pro výrobu délkových vodičů z těchto materiálů nezbytné je využít ve formě tenkých vrstev. Zavedenými metodami pro přípravu tenkých vrstev vysokoteplotních supravodičů jsou Pulzní laserová depozice a Magnetronové naprašování. Tyto metody nicméně mají svá omezení, co se týče škálovatelnosti a masové produkce tenkých vrstev vysokoteplotních supravodičů. Aby se aplikace supravodivosti mohly rozšířit, je zapotřebí tato omezení překonat. Proto jsme v této práci využili novou a zatím nepříliš rozšířenou metodu přípravy tenkých vrstev Ionized jet deposition, která by mohla představovat průmyslově využitelnější variantu přípravy zmíněných vrstev, než zavedené metody.

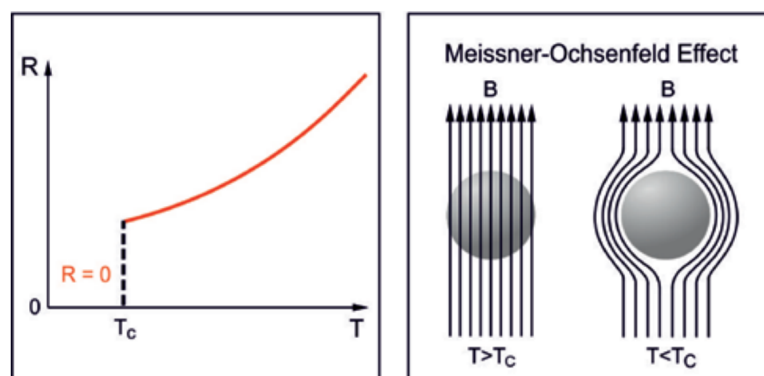
Kapitola 1

Teoretická část

1.1 Supravodiče

1.1.1 Historie supravodivosti

Na přelomu 19. a 20. století rostl zájem o studium vlastností látek za velmi nízkých teplot. Roku 1908 Heike Kamerlingh Onnes poprvé zkapalnil helium, a tak umožnil výzkum vlastností látek při do té doby nevídaně nízkých teplotách okolo 4 K. O tři roky později, při zkoumání elektrických vlastností čisté rtuti za extrémně nízkých teplot právě za pomoci kapalného helia si všiml, že při teplotách kolem 4 K se najednou zcela ztrácí její elektrický odpor. A tak byla roku 1911 objevena supravodivost. Pro svůj experiment zvolil rtuť proto, že díky svému kapalnému skupenství je možné ji účinně zbavit příměsí a získat tak velmi čistý kov vhodný pro experimenty tohoto typu. O dva roky později byl za své přínosy fyzice nízkých teplot odměněn Nobelovou cenou za fyziku. Následoval velký zájem o průzkum tohoto nového fenoménu a supravodivostí se začalo zabývat mnoho dalších výzkumných skupin. Přestože se jev stal poměrně známým a rozšířil se i do širšího povědomí, nebyla supravodivost teoreticky vysvětlena až do roku 1957. V tomto roce přišel John Bardeen, Leon Cooper a John Robert Schrieffer se svou mikroskopickou teorií supravodivosti, která se po nich nazývá BCS teorie [1]. Za tento objev byla trojici autorů roku 1972 udělena Nobelova cena za fyziku. Není bez zajímavosti, že ze všech fyzikálních oblastí bylo



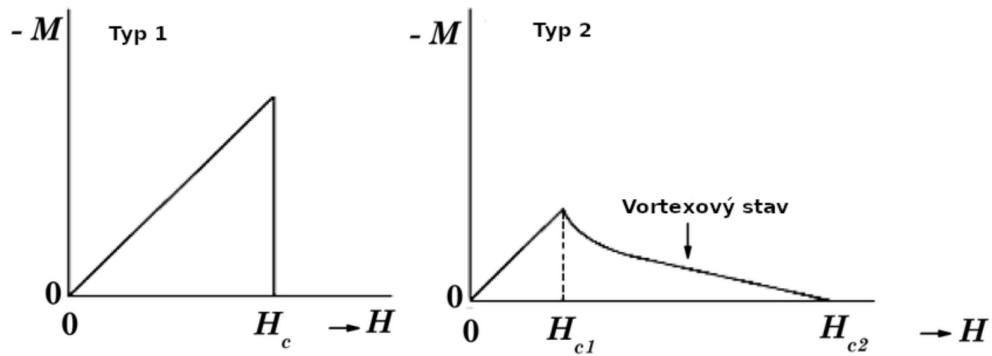
Obrázek 1.1: Znázornění vlastností supravodičů. Vlevo graf ztráty elektrického odporu při zchlazení pod T_C a vpravo ilustrace Meissnerova jevu. [2]

nejvíce Nobelových cen uděleno právě za objevy spojené se supravodivostí a fyzikou nízkých teplot. [2]

Dlouhou dobu panovalo všeobecné přesvědčení, že supravodiče s kritickou teplotou nad 30 K nemohou existovat. Roku 1986 však objevil K. Alexander Müller a J. Georg Bednorz jev supravodivosti při teplotách mnohem vyšších. Konkrétně se jednalo o keramický materiál $\text{La}_{2-x}\text{Ba}_x\text{CuO}$ s kritickou teplotou až 60 K v závislosti na dopování x [3]. Po tomto objevu zažil výzkum supravodivosti další renesanci, neboť se najednou otevřelo mnoho nových možností jejího využití. S možností využívat na chlazení supravodičů dostupný kapalný dusík se o supravodivosti začalo uvažovat jako o průmyslově využitelné technologii pro bezztrátový přenos elektrické energie, či pro magnetickou levitaci. [2]

1.1.2 Vlastnosti supravodičů

Pojmem supravodič je označován takový materiál, který při zchlazení pod určitou kritickou teplotu T_C a v magnetickém poli ne vyšším než je kritické H_C skokově a zcela ztrácí svůj elektrický odpor (Obrázek 1.1 vlevo) a zároveň ze svého objemu vytěsňuje vnější magnetické pole (Obrázek 1.1 vpravo). První, známější z jevů dává supravodičům jejich charakteristický název. Ten druhý je pak zásadní pro spolehlivé vyšetření, zda-li je materiál supravodivý a není-li pouze ideální vodič, a je označován jako Meissner-Ochsenfeldův jev, častěji pak pouze jako Meissnerův jev. [4][5]

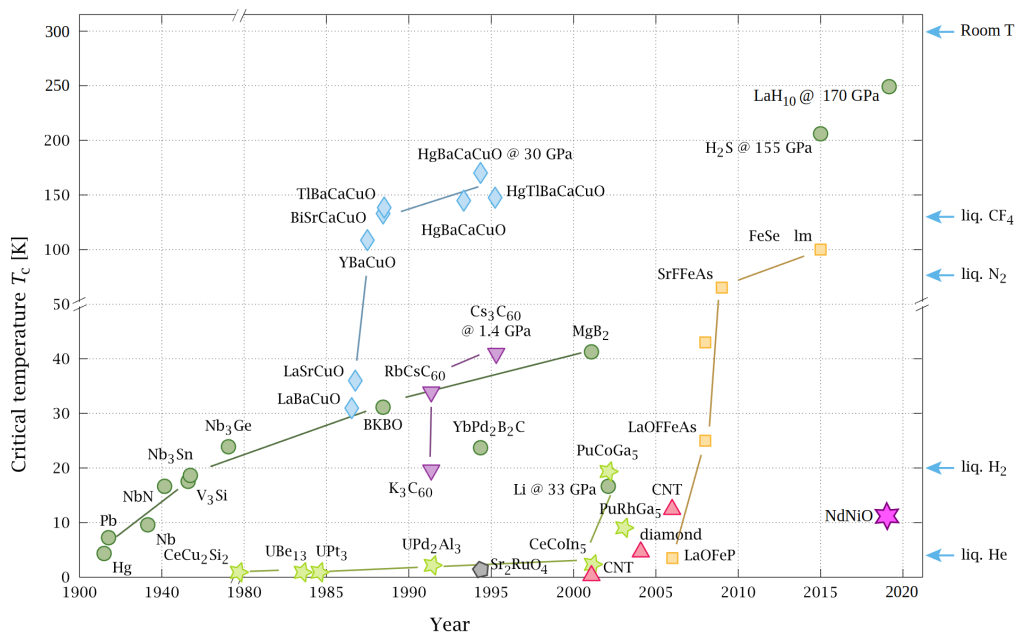


Obrázek 1.2: Závislost magnetizace na magnetické intenzitě pro supravodiče I. a II. typu [5].

Mezi supravodiči se vykytuje mnoho druhů materiálů. Původní supravodiče byly čisté kovy či slitiny kovů, nejčastěji na bázi niobu s kritickými teplotami kolem 10 K. Vodiče se slabou teplotní závislostí elektrického odporu, jako je zlato, stříbro, měď či platina, nevykazují supravodivé vlastnosti ani při teplotách pod 1 mK. Mezi další supravodivé kovy patří například cín nebo olovo.

1.1.3 Rozdělení supravodičů

Supravodiče dělíme na supravodiče I. typu a II. typu. Rozdíl mezi nimi je v odezvě na vnější magnetické pole, což je schématicky znázorněno na Obrázku 1.2. V případě supravodičů I. typu dochází k náhlé ztrátě supravodivých vlastností při dosažení kritické hodnoty magnetické intenzity H_C , samozřejmě s hodnotou teploty stále pod T_C (Obrázek 1.2 vlevo). U supravodičů II. typu je ztráta supravodivosti postupná. Nejdříve, jako u supravodičů I. typu, je vnější pole zcela kompenzováno až do hodnoty H_{C1} . Poté se v materiálu začínají vytvářet tzv. víry, které lokálně narušují supravodivost. Toto je nazýváno jako vortexový (vírový) stav. Při dalším zvyšování intenzity se množství těchto vírů nadále zvyšuje. Po dosažení hodnoty H_{C2} materiál zcela ztrácí své supravodivé vlastnosti (Obrázek 1.2 vpravo). Supravodiče I. typu se zároveň někdy označují jako měkké a supravodiče II. typu jako tvrdé. To proto, že kritické intenzity magnetického pole jsou v prvním případě zpravidla nižší než u supravodičů II. typu. [5][6]

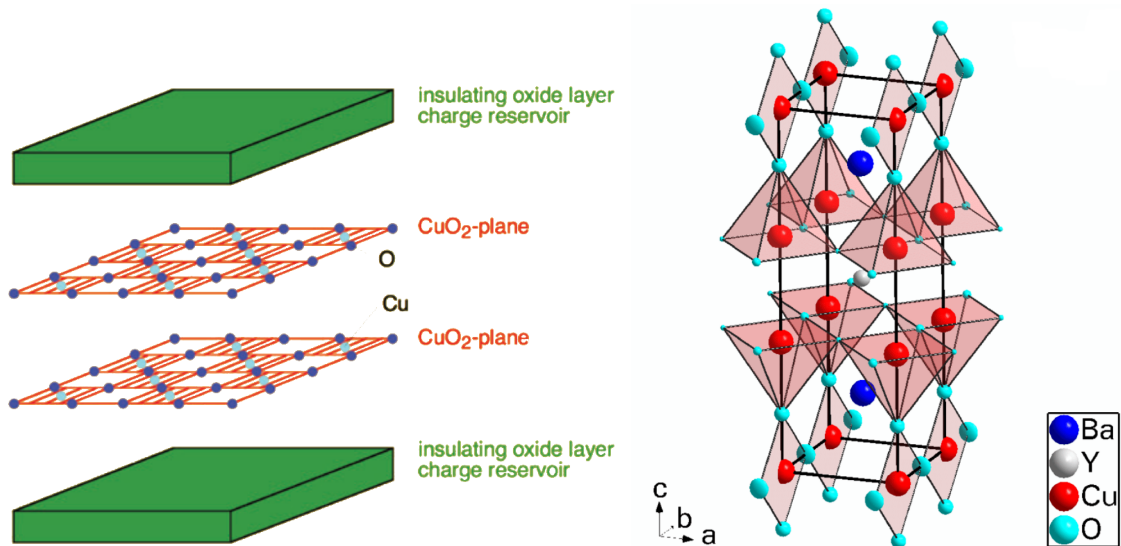


Obrázek 1.3: Časový vývoj T_C u nových supravodičů od jejich objevu až do současnosti [7]

Za další, spíše empirické dělení, lze považovat dělení na nízkoteplotní supravodiče (LTS) a vysokoteplotní supravodiče (HTS). Toto rozdělení vzniklo až po objevu vysokoteplotní supravodivosti roku 1986. Zprvu byly za vysokoteplotní supravodiče považovány ty látky, které měly T_C vyšší než 30 K. Dnes jsou jako vysokoteplotní supravodiče spíše označovány ty, které mají T_C nad bodem varu kapalného dusíku, tedy kolem 77 K. Na Obrázku 1.3 je znázorněn vývoj kritických teplot supravodičů od roku 1911 až do současnosti. Zde je patrný velmi rychlý vývoj ve výzkumu vysokoteplotní supravodivosti po jejím objevu v roce 1986 a skokový nárůst T_C u těchto nových materiálů. Materiály řazené mezi vysokoteplotní supravodiče často patří k supravodičům II. typu.

1.1.4 Supravodiče na bázi REBCO

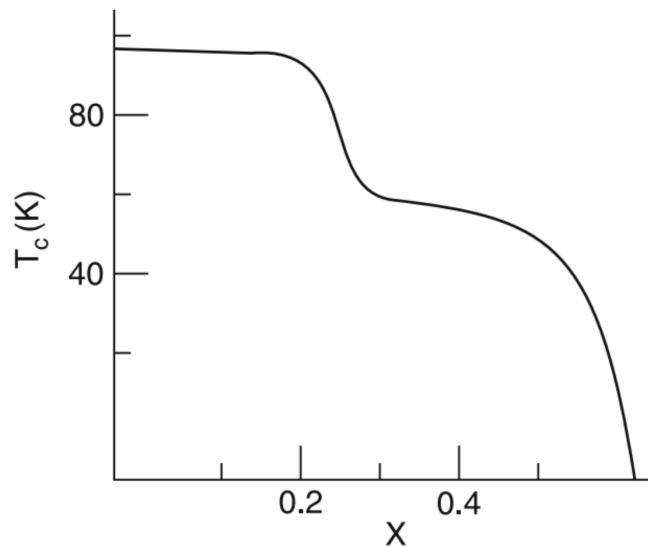
Supravodiče typu REBCO (Rare-earth barium copper oxide) se řadí mezi vysokoteplotní supravodiče II. typu. Jedná se o keramické materiály na bázi kuprátů. Do této skupiny se řadí i vysokoteplotní supravodič YBaCuO, který je označován jako YBCO. Jeho struktura je znázorněna na Obrázku 1.4. Supravodivá fáze $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$



Obrázek 1.4: Schéma struktury vysokoteplotních supravodičů na bázi REBCO. Vlevo schématické znázornění CuO_2 rovin a vpravo krystalická struktura YBCO. [2][5]

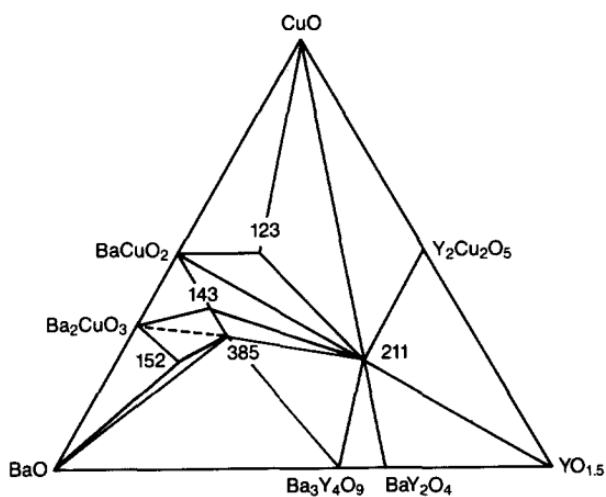
má ortorombickou strukturu s Pmmm symetrií a patří do prostorové grupy číslo 47 s mřížkovými parametry $a = 3,8149 \text{ \AA}$, $b = 3,8809 \text{ \AA}$ a $c = 11,6210 \text{ \AA}$ [8][9]. Ze struktury supravodiče YBCO vyplývá silná anizotropie supravodivých vlastností, které se projevují pouze v rovině ab a nikoliv ve směru c . Předpokládá se, že supravodivost těchto materiálů je důsledkem přítomnosti rovin CuO_2 , ve kterých se pohybují supravodivé páry elektronů. Přestože supravodivé vlastnosti vysokoteplotních supravodičů včetně materiálu YBCO jsou známé již řadu let, plnohodnotná mikroskopická teorie, která by tyto vlastnosti vysvětlovala, zatím neexistuje. Vzhledem k anizotropii supravodivých vlastností je nutné, aby byla supravodivá fáze správně orientovaná. V případě polykrystalické látky je nutné, aby struktura byla silně texturovaná. Přednostní orientace rovin CuO_2 by měla být ve směru vedení elektrického proudu. Osa c by tedy měla být kolmá na substrát. Pro délkové vodiče vyráběné pomocí metod depozice tenkých vrstev je nejlepším postupem, jak dosáhnout správné textury, epitaxní růst na substrát vhodné orientace a mřížkových parametrů. V případě vysokoteplotních supravodičů YBCO se pro epitaxní růst může jako substrát využít MgO nebo SrTiO_3 .

S rovinami CuO_2 souvisí i úroveň nasycení kyslíkem, tedy celková oxidace struktury.

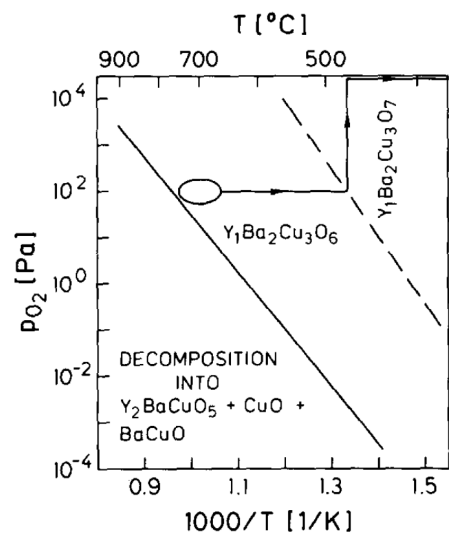


Obrázek 1.5: Závislosti kritické teploty na stupni oxidace pro $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ [10]

Existuje závislost kritické teploty na stupni oxidace struktury YBCO, která je zobrazena na Obrázku 1.5. Maximální teoretická oxidace pro strukturu $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ je pro hodnotu $x = 0$. Pro zvyšující se x (klesající stupeň celkového nasycení struktury kyslíkem) hodnota kritické teploty klesá až pro $x \approx 0,6$, kdy se supravodivost vytrácí úplně.



Obrázek 1.6: Ternární diagram pro systém YBCO [10], legenda: 123 - $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6,5+\delta}$, 143 - $\text{YBa}_4\text{Cu}_3\text{O}_{8,5+\delta}$, 385 - $\text{Y}_3\text{Ba}_8\text{Cu}_5\text{O}_{17,5+\delta}$, 152 - $\text{YBa}_5\text{Cu}_2\text{O}_{8,5+\delta}$, 211 - Y_2BaCuO_5



Obrázek 1.7: Diagram závislosti růstu supravodivé fáze na tlaku a teplotě pro systém YBCO [11]

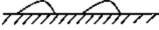
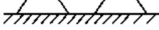
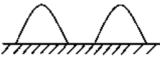
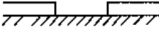
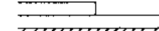
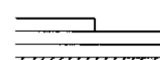


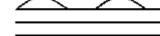
V systému YBCO se vyskytuje velké množství různých fází. Vznik supravodivé fáze $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ je závislý na stechiometrickém poměru jednotlivých prvků, viz ternární diagram na Obrázku 1.6. Spolu se supravodivou fází se často vyskytuje i fáze Y_2BaCuO_5 , která se nazývá zelená. Ta se v praxi využívá pro piningová centra pro zvýšení kritických proudů. Výroba tenkých vrstev vysokoteplotních supravodičů YBCO je silně závislá na termodynamických podmínkách během jejich růstu, jmenovitě na depozičním tlaku a teplotě substrátu. Podle diagramu na Obrázku 1.7 je nutné udržovat správnou kombinaci tlaku a teploty pro růst supravodivé fáze $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_6$, která je následně saturována kyslíkem až na $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$. Pokud by kombinace termodynamických veličin nebyla správná pro růst supravodivé fáze, systém by se s největší pravděpodobností rozpadl na jednodušší oxidy a na stabilní zelenou fázi Y_2BaCuO_5 . [5][12][11]

1.2 Tenké vrstvy

1.2.1 Vlastnosti a růst

Vlastnosti tenké vrstvy závisí na její reálné struktuře, která je dána depoziční metodou a parametry růstu. Růst tenké vrstvy z plynné fáze je typickým příkladem heterogenní nukleace, neboli kondenzace plynné fáze na substrátu, který je z jiného materiálu než nanášený materiál. Růst tenké vrstvy začíná nukleací. Ta probíhá v případě supersaturace nanášeného materiálu v těsném okolí substrátu. Jelikož je supersaturace velmi vysoká, jedná se o nerovnovážný proces. Koncentrace intrinzičních a extrinzičních defektů je tak u tenké vrstvy mnohem vyšší než v případě objemového materiálu (až o 5 řádů). Jako v případě jiných fázových přechodů je formování tenké vrstvy charakterizováno vznikem nukleačních center a jejich následným růstem. V závislosti na vazebné energii mezi atomy nanášeného materiálu a atomy substrátu může proběhnout jeden z následujících 3 růstových módů: [13][14]

- **ostrůvkový růst** (Volmer - Weber) Pokud je vzájemná interakce mezi atomy vrstvy větší, než je interakce atomů vrstvy s atomy substrátu, nastává růst typu Volmer - Weber. V tomto módu vyrůstají jednotlivé trojrozměrné ostrůvky na povrchu substrátu, viz Obrázek 1.8 nahoře.
- **růst vrstvy po vrstvě** (Frank - van der Merwe) V případě, kdy je interakce mezi atomy vrstvy a substrátu silnější, než je vzájemná interakce mezi atomy vrstvy, nastává růst typu Frank - van der Merwe. V tomto módu dvourozměrné vrstvy materiálu rostou po sobě jedna na druhé, viz Obrázek 1.8 uprostřed.
- **kombinovaný ostrůvkový a vrstevný růst** (Stranski - Krastanov) Pokud je interakce mezi atomy vrstvy a substrátu silnější, než je vzájemná interakce mezi atomy vrstvy, ale zároveň mezi vrstvou a substrátem není dostatečná shoda mřížkových parametrů pro růst typu Frank - van der Merwe, nastává růstový mód Stranski - Krastanov. Ten se skládá ze dvou kroků. Nejdříve dojde k vytvoření smáčecí vrstvy složené z několika monovrstev, následované růstem trojrozměrných ostrůvků na povrchu, viz Obrázek 1.8 dole. [15]

	$\Theta < 1ML$	$1 ML < \Theta < 2 ML$	$\Theta > 2ML$
Volmer – Weber			
Frank - van der Merwe			
Stranski – Krastanov			

Obrázek 1.8: Typy růstu tenkých vrstev [14]

Další fází růstu tenké vrstvy je její srůstání. V této fázi se jednotlivá nukleační jádra začínají spojovat do souvislé vrstvy. Srůst může probíhat buď v pevné fázi, kdy se vytvoří hranice zrn, nebo v kapalně fázi, při kterém je nové uniformní nukleační centrum vytvořeno bez hranice zrn. Konec této fáze nastává v případě, kdy vrstva dosáhne minimální tloušťky pro kompletní srůst materiálu. To je stav, kdy jsou již všechna nukleační jádra srostlá dohromady a vytvoří se tak jedna uniformní makroskopická tenká vrstva. [10]

Poslední fází je růst tloušťky tenké vrstvy. V této fázi dochází ke čtyřem procesům: stínování (shadowing), povrchová difuze, objemová difuze a rekrytalizace. Při procesu rekrytalizace, který probíhá při větší tloušťce vrstvy, může dojít ke změně orientace nebo fázovému přechodu. [13]

V případě růstu tenkých vrstev je důležitý epitaxní růst. Tak se nazývá orientovaný růst jednoho krystalického materiálu na jiném krystalickém materiálu se shodnou strukturou a mřížkovými parametry. Mřížka rostoucí vrstvy při epitaxním růstu navazuje na mřížku substrátu. Epitaxní růst umožňuje vysoký stupeň kontroly nad složením, uspořádáním a krystalickými fázemi vznikající vrstvy, což je důležité zejména pro složitější struktury. [16][17]

1.2.2 Metody depozice tenkých vrstev

Metody depozice tenkých vrstev můžeme rozdělit do dvou základních kategorií:

- Fyzikální depozice z plynné fáze (Physical vapor deposition - PVD)

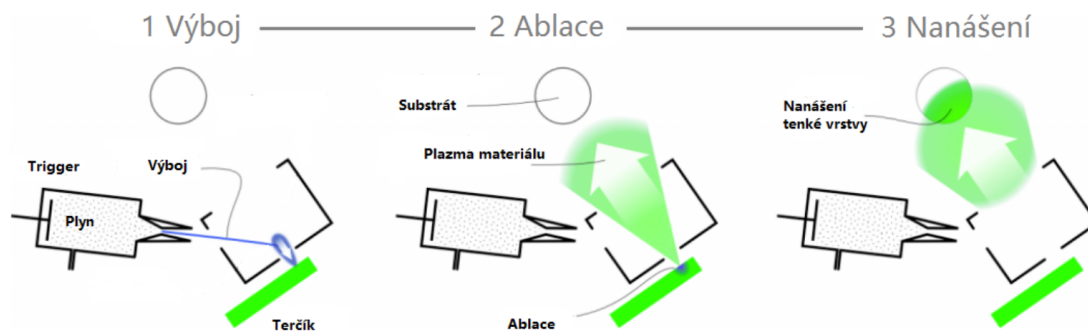
- Chemická depozice z plynné fáze (Chemical vapor deposition - CVD).

Tyto metody se odlišují způsobem, jakým dochází ke vzniku plynné fáze (plyn iontů nebo plasma) nanášeného materiálu. V případě PVD metod vzniká plynná fáze fyzikálními procesy, jako je například termální vypařování, odprašování urychlenými částicemi nebo ablací pomocí laserového či elektronového svazku. U CVD metod vzniká plynná fáze pomocí chemických reakcí. [10]

Příkladem CVD metody je metoda Depozice atomárních vrstev (Atomic layer deposition - ALD). Tato metoda využívá samoukončovací reakce na povrchu substrátu. Při jedné takové reakci naroste na povrchu právě jedna atomární vrstva, od toho název metody. Pro růst další vrstvy je zapotřebí depoziční komoru "propláchnout" dalším plynem, který zreaguje s nově vytvořenou vrstvou a umožní následný růst další vrstvy. Takto se při depozici střídají dva plynné prekurzory a s každým cyklem vyroste jedna vrstva. Hlavní výhodou metody ALD je velmi přesná kontrola růstu vrstvy a její naprostá homogenita. Jednou z nevýhod metody oproti jiným depozičním metodám je velmi pomalý růst vrstvy a omezená možnost kombinace deponovaných materiálů. Mezi nejrozšířenější PVD metody patří Magnetronové napařování (Magnetron sputtering), napařování, Pulzní laserová depozice (PLD), Cathodic arc deposition nebo Plasmová depozice. [18]

1.2.3 Popis metody Ionized jet deposition

Ionized jet deposition je jedna z PVD metod, která využívá pulzní elektronový výboj k ablaci terčíku, viz Obrázek 1.9. Jedná se o metodu vyvinutou výzkumným týmem z italské společnosti Noivion S.r.l., která má mnohé zajímavé vlastnosti a potenciál pro využití v průmyslu. IJD vychází z depoziční metody Channel spark. Mezi hlavní výhody IJD patří její flexibilita. Pomocí IJD lze připravovat mnoho různých materiálů od kovů, přes polymery až po keramické materiály. Zároveň se může jednat i o transparentní látky, na rozdíl od metody PLD. Elektronový pulz využívaný v IJD má dostatečně vysokou energii k homogenní ablaci terčíku a díky tomu je zachována stechiometrie terčíku při růstu vrstvy. [19]

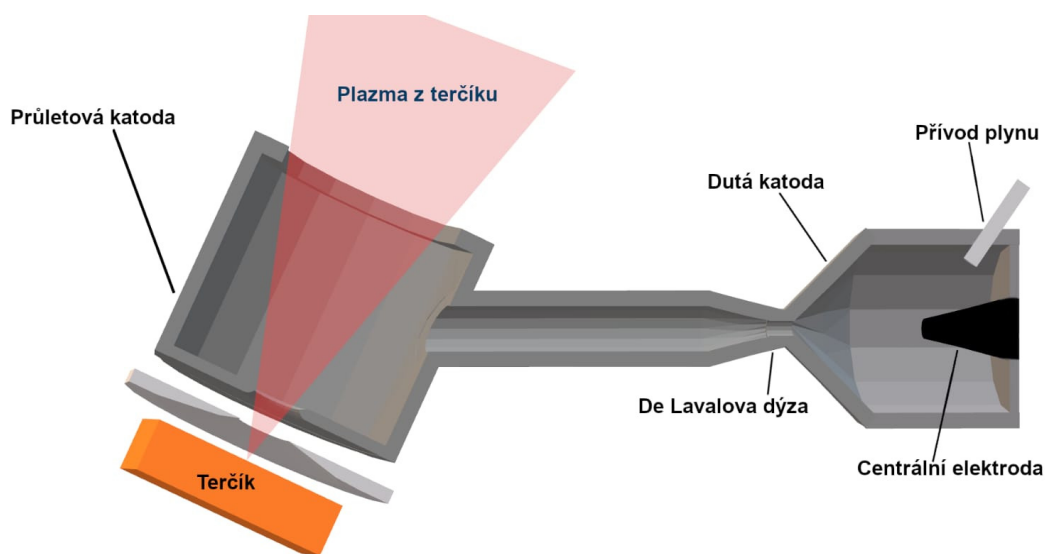


Obrázek 1.9: Princip depoziční metody Ionized jet deposition [20]

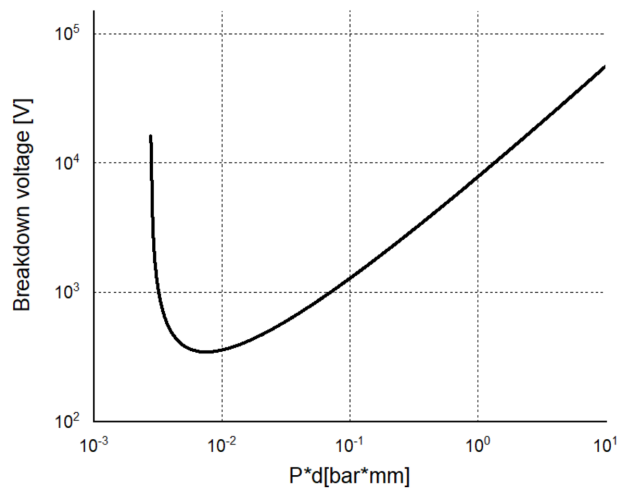
Základem metody IJD je pulzní elektronový svazek generovaný vysokonapěťovým zdrojem. Celá aktivní část depoziční aparatury IJD je umístěna ve vakuové komoře. Jak je znázorněno na Obrázku 1.10, pracovní plyn proudí do aparatury v pravé části uvnitř duté katody. Dutá katoda a průletová katoda jsou udržovány na vysokém záporném potenciálu (mezi -10 kV a -25 kV). Centrální elektroda uvnitř duté katody je postupně přivedena na kladný potenciál vůči duté katodě. Tato změna napětí je ovládána vysokonapěťovou řídicí elektronikou. K zážehu elektrického výboje dochází v případě, kdy napěťový rozdíl mezi stěnou duté katody a centrální elektrodou přesáhne průrazné napětí pracovního plynu za daného tlaku dle Paschenovy křivky, viz Obrázek 1.11 [21]. Při zapálení výboje v duté katodě mezi její stěnou a centrální elektrodou vzniká primární plasma.

Primární plasma postupuje směrem k průletové katodě skrze De Lavalovu dýzu. Ta slouží k vytvoření laminárního proudění pracovního plynu. Pozitivně nabitě ionty v plasmatu pracovního plynu vzájemně odstiňují záporně nabitě elektrony. Zmíněný proces umožňuje dosažení vysoké proudové hustoty i bez využití vnějšího magnetického pole.

Ve chvíli, kdy primární plasma dosáhne průletové katody, zde se nacházející elektrony jsou přitaženy pozitivním potenciálem k centrální elektrodě uvnitř duté katody. Následkem tohoto procesu začne působit efekt duté katody. Elektrony začnou oscilovat mezi stěnami katody přes oblast pozitivního potenciálu v jejím středu. Oscilace elektronů v duté katodě způsobí uvolnění sekundárních elektronů lavinovou



Obrázek 1.10: Schéma aktivní části aparatury IJD [22]



Obrázek 1.11: Paschenova křivka udávající závislost průrazného napětí na součinu tlaku a vzdálenosti [23]

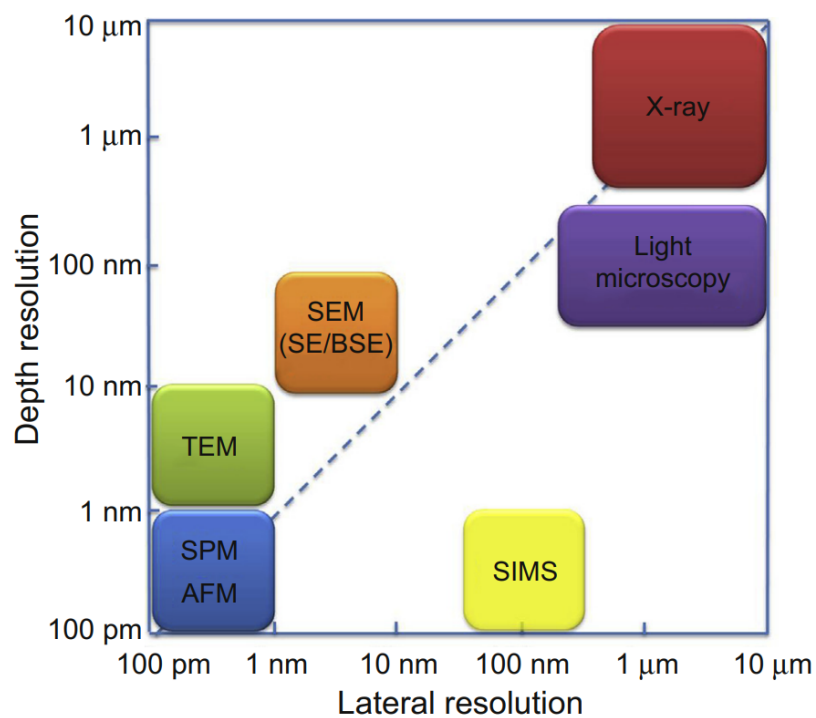
ionizací pracovního plynu. Uzemněný terčík působí jako kladně nabitá anoda. Ve chvíli, kdy množství elektronů v průletové katodě dosáhne kritického množství, dojde k zažehnutí elektrického výboje směrem k terčíku, kde nastává ablace materiálu. Ablace je dynamický proces, při kterém se materiál terčíku přemění na plasma vlivem velkého množství dodané energie v krátkém časovém úseku na malou plochu. Oblak plasmatu poté expanduje skrze průletovou katodu směrem k substrátu, kde dochází ke kondenzaci materiálu a růstu tenké vrstvy. [10]

1.3 Analytické metody

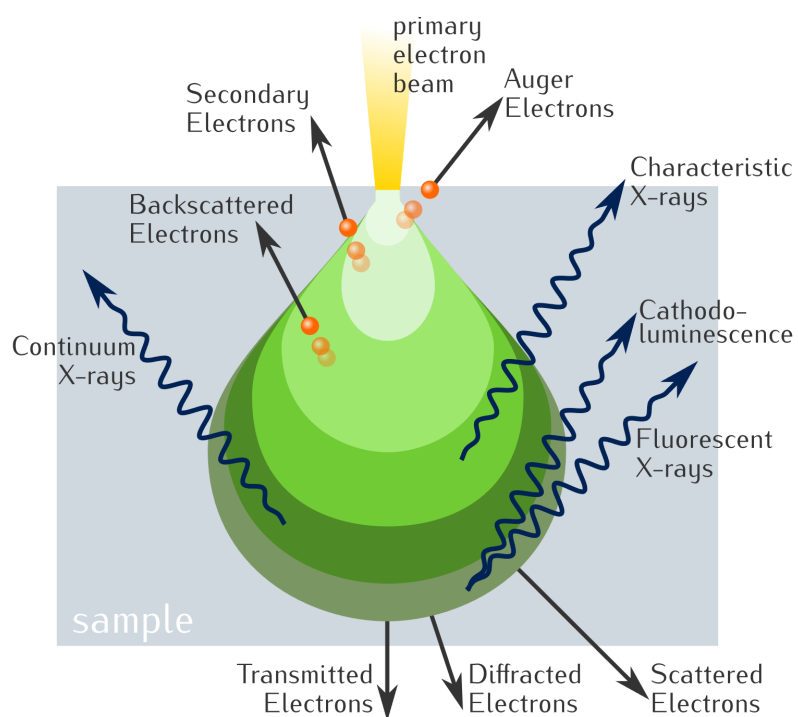
1.3.1 Skenovací elektronová mikroskopie

Skenovací elektronová mikroskopie (SEM) je jedním z nejuniverzálnějších nástrojů pro zkoumání a analýzu povrchu materiálů. SEM pracuje na obdobném principu jako klasické optické mikroskopy, ale namísto viditelného světla a optických čoček využívá elektronový svazek a elektromagnetické čočky. Dle slavné De Broglieho hypotézy [24] z roku 1923 má částice, jako je elektron, jak částicové, tak i vlnové vlastnosti. Tato vlastnost se nazývá dualismus částice a vlnění. Výhodou využití elektronů místo fotonů viditelného světla je jejich mnohem kratší vlnová délka. Z Abbeho podmínky vyplývá, že rozlišovací schopnosti záření jsou závislé na jeho vlnové délce. Proto je nutné pro vysoká rozlišení využít záření s co možná nejkratší vlnovou délkou. Tímto zářením mohou být právě elektrony urychlované na desítky až stovky keV. Pro porovnání optické mikroskopy mají rozlišovací limit okolo 2000 Å, zatímco elektronové mikroskopy mohou dosahovat rozlišení okolo 10 Å, viz Obrázek 1.12. [25]

Snímek SEM vzniká na základě informací o interakci elektronového svazku s materiálem vzorku. Tyto interakce mohou být rozděleny do dvou základních kategorií: elastické a neelastické. Elastický rozptyl je zapříčiněn odrazem dopadajícího elektronu od atomu zkoumaného vzorku. Tato interakce je specifická zanedbatelnou ztrátou energie elektronu a velkou změnou jeho směru pohybu. Elektrony, které jsou elasticky odražené pod úhlem větším než 90°, se nazývají zpětně odražené. Neelastický rozptyl pochází z různých interakcí primárních elektronů s atomy zkoumaného vzorku. Množství ztracené energie elektronu závisí na úrovni excitace vnitřních elektronů v atomech vzorku. Výsledkem této elektronové excitace vzorku je vznik sekundárních elektronů, které mohou být rovněž použity k další charakterizaci vzorku. Dopadem primárních elektronů na vzorek vznikají i další efekty, jako jsou Augerovy elektrony, charakteristické rentgenové záření či luminiscence. Pro určování topologie povrchu vzorku se nejčastěji využívají zpětně odražené elektrony (BSE) a sekundární elektrony (SE). Původ jednotlivých signálů, vznikajících při interakci primárních elektronů se vzorkem, je znázorněn na Obrázku 1.13. [27][28]



Obrázek 1.12: Porovnání rozlišovacích schopností jednotlivých typů zobrazovacích metod [26]



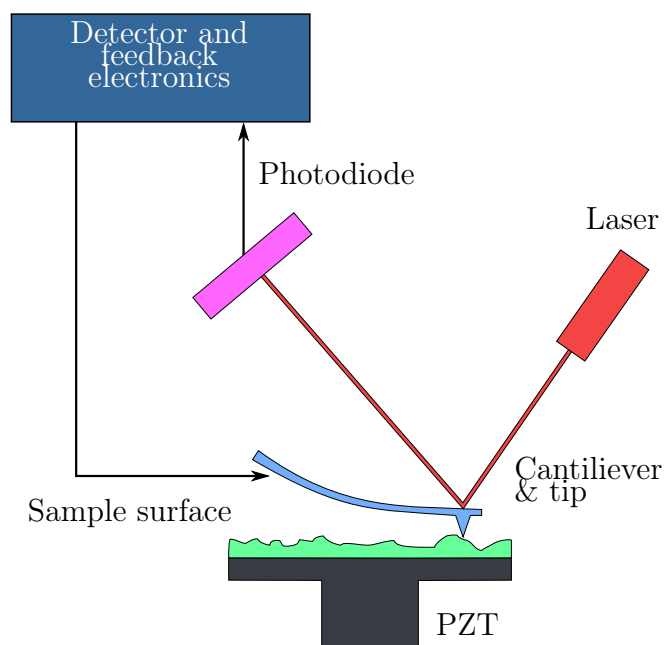
Obrázek 1.13: Znázornění interakce materiálu vzorku s primárními elektrony a typy generovaných signálů v závislosti na hloubce vnikání [29]

1.3.2 Mikroskopie atomárních sil

V roce 1981 Gerd Binnig a Heinrich Rohrer [30] vyvinuli aparaturu Skenovacího tunelového mikroskopu (STM), a tak bylo poprvé v historii možné pozorovat jednotlivé povrchové atomy v reálném prostoru. O 5 let později, roku 1986, za svůj objev obdrželi Nobelovu cenu za fyziku. Princip fungování STM je založen na kvantově-mechanickém tunelovém jevu, který (na rozdíl od klasické fyziky) umožňuje, aby kvantová částice překonala potenciálovou bariéru, která je větší, než je její energie. Pokud je tato částice nabitá, jako je třeba elektron, vzniká tunelový proud. Přiblížením ostrého hrotu s atomární přesností dostatečně blízko elektricky vodivému materiálu (na vzdálenost několik Å) je tunelový proud měřitelný. Takto Skenovací tunelový mikroskop postupně zaznamená mapu povrchu dle velikosti tohoto proudu. Jedním z omezení STM je schopnost analyzovat pouze elektricky vodivé vzorky. Aby byl tunelový proud měřitelný a nebyl ovlivněn vodivostí vzduchu, je zároveň nutné měření provádět za vysokého vakua.

Aby tato omezení překonali, G. Binnig se svými kolegy z IBM, C. F. Quatem a Ch. Gerberem, roku 1985 vylepšili svůj původní návrh a vyvinuli Mikroskop atomárních sil (AFM) [31]. Ten podobně jako STM využívá skenující hrotovou sondu (metoda SPM - Scanning probe microscopy). Sonda je v tomto případě využita k určení silové interakce mezi hrotem a vzorkem. Uvedený přístup značně snižuje nutnost přípravy vzorku před měřením. Výhodou AFM je možnost využití širokého spektra měřících sond, jako je magnetická či elektrostatická. [32][33]

AFM pracuje na principu postupného rastrového skenování povrchu vzorku pomocí tenkého hrotu s atomární přesností. Tento hrot je umístěn na jemném ohebném raménku (cantilever), které se při působení síly na hrot lehce ohne. Tento ohyb je poté zaznamenán pomocí laseru a převeden na hodnotu síly působící na hrot. Princip způsobu měření AFM je znázorněn na Obrázku 1.14. Různé přístroje AFM pracují v různých zobrazovacích módech. Tím základním je kontaktní mód. Při kontaktním módu je pomocí zpětné vazby udržována konstantní síla mezi vzorkem a měřícím hrotem. Výsledný záznam je poté generován pomocí pozice hrotu. Výhodou tohoto přístupu je velká přesnost měření. Nevýhodou je vznik tažné síly, která je

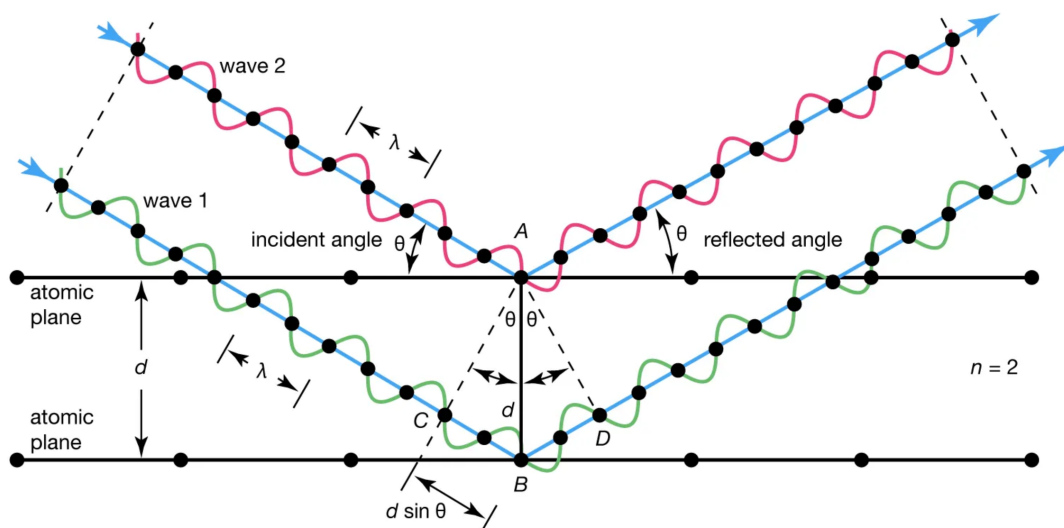


Obrázek 1.14: Schéma principu metody AFM [34]

zapříčiněna podélným pohybem hrotu. To může způsobit problém zejména v případě biologických vzorků, které jsou často velmi slabě vázané k substrátu. Pro překonání tohoto problému byl vyvinut další způsob měření a tím je přerušovaný kontaktní mód. V tomto režimu hrot na raménku kmitá poblíž své rezonanční frekvence a je měřena amplituda kmitů. V případě, kdy se hrot přiblíží ke vzorku, je amplituda kmitů utlumena. Pomocí zpětné vazby je amplituda udržována konstantní, a tak je získána topografie povrchu vzorku. [35]

1.3.3 Rentgenová strukturní analýza

Objev rentgenového záření roku 1895 W. C. Roentgenem umožnil důležité inovace ve spoustě vědeckých oborů, od lékařského výzkumu až po studium pevných látek. Rentgenové záření je forma elektromagnetického záření o vlnových délkách mezi 10 nm a 1 pm. Roku 1912 paprsků X, jak se jim dříve říkalo, využili Laue, Friedrich a Knipping [36], a otevřeli tak zcela nové možnosti studia krystalických látek využívající difrakce rentgenového záření. Od té doby byla rentgenová difrakce neustále vylepšována a dnes je jednou ze stěžejních a široce využívaných analytických metod pro studium struktury pevných látek. [37][38].

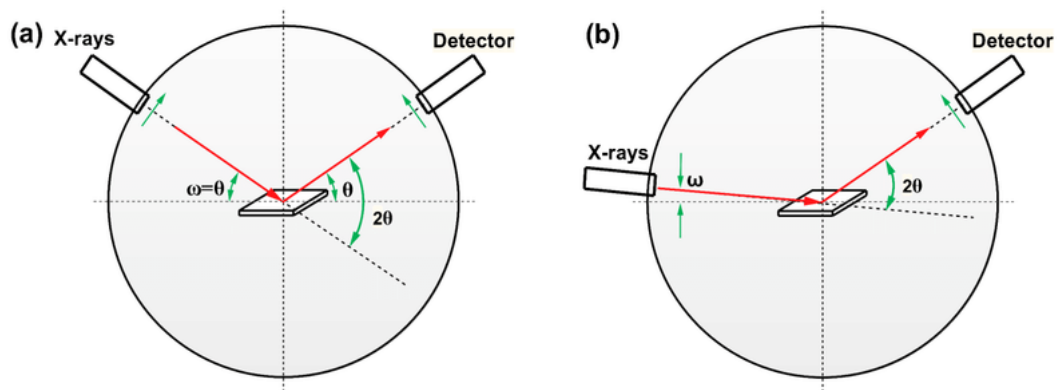


Obrázek 1.15: Geometrické podmínky difrakce na rovinách mřížky popsané pomocí Braggovy rovnice (1.1) [39]

Princip rentgenové strukturní analýzy je založen na difrakci rentgenového záření na periodických krystalových rovinách látky a následné interferenci difraktovaného záření. Podmínka pro konstruktivní interferenci záření je popsána slavnou Braggovou rovnicí (1.1) z roku 1913. Ta popisuje závislost difrakčního úhlu Θ na velikosti mezirovinné vzdálenosti d_{hkl} rovin hkl pro danou vlnovou délku záření λ , přičemž $n \in \mathbb{N}$ je řád interference.

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \Theta \quad (1.1)$$

Rentgenovou difrakci lze využít mimo jiné i pro kvalitativní a kvantitativní fázovou analýzu látky. Pro určení fázového složení zkoumaného vzorky je naměřený záznam porovnáván se záznamy známých materiálů. Obvyklé geometrické uspořádání pro studium polykrystalických látek (prášková difrakce) je Bragg-Brentano. V tomto uspořádání je vzorek umístěn ve středu kružnice, po které se pohybuje zdroj rentgenového záření a detektor. Nejčastěji se v této konfiguraci používá symetrický $\Theta/2\Theta$ sken, při kterém je úhel dopadu mezi vzorkem a zdrojem rentgenového záření stejný jako úhel mezi vzorkem a detektorem. Pro studium tenkých vrstev se často využívá i metoda GID (Grazing incidence diffraction). Při tomto nastavení je zafixován úhel dopadu na nízkém úhlu (jednotky stupňů) a pohybuje se pouze detektor. Tato kon-



Obrázek 1.16: Schéma geometrické konfigurace (a) Bragg-Brentano ($\Theta/2\Theta$) a (b) GID. [40]

figurace se využívá kvůli snížení hloubky vnikání rentgenového záření skrze tenkou vrstvu do substrátu, jehož difrakce by mohla ovlivnit výsledný záznam. Znárodnění těchto dvou geometrií je na Obrázku 1.16.

Kapitola 2

Experimentální část

2.1 Popis experimentálních a analytických zařízení

Všechny vzorky byly připraveny pomocí depoziční aparatury JetDep100 na Katedře inženýrství pevných látek FJFI ČVUT v Praze. Ta je součástí většího depozičního systému, který tvoří aparatura IJD a ALD. Tyto dva systémy jsou propojeny pomocí Gloveboxu pro práci se vzorky a jejich uchování v inertní atmosféře, viz Obrázek 2.1. Celý depoziční systém je v této konfiguraci světovým unikátem, jelikož umožňuje přímé propojení depozičních metod IJD a ALD bez vnější kontaminace vzorku.

Rentgenová difrakční analýza byla provedena s využitím difraktometru Empyrean od společnosti PANAnalytical na Katedře inženýrství pevných látek s použitím kobaltového zdroje rentgenového záření s vlnovou délkou $\lambda(CoK_{\alpha 1}) = 0,1789$ nm. Měření probíhalo v geometrické konfiguraci Bragg-Brentano s využitím symetrického $\Theta/2\Theta$ skenu, resp. pomocí geometrie GID při dopadovém úhlu 1° . Rentgenový záznam byl vyhodnocen v programu HighScore Plus.

Pro analýzu vzorků byl použit Mikroskop atomárních sil od společnosti NenoVision LiteScope AFM se sondou typu Akiyama. Zařízení se nachází na Katedře inženýrství pevných látek FJFI. AFM záznamy byly vyhodnoceny v programu s otevřeným zdrojovým kódem Gwyddion [41]. Pro analýzu povrchu vzorků byl použit Skenovací elektronový mikroskop LYRA3 od společnosti TESCAN na VŠCHT Praha.



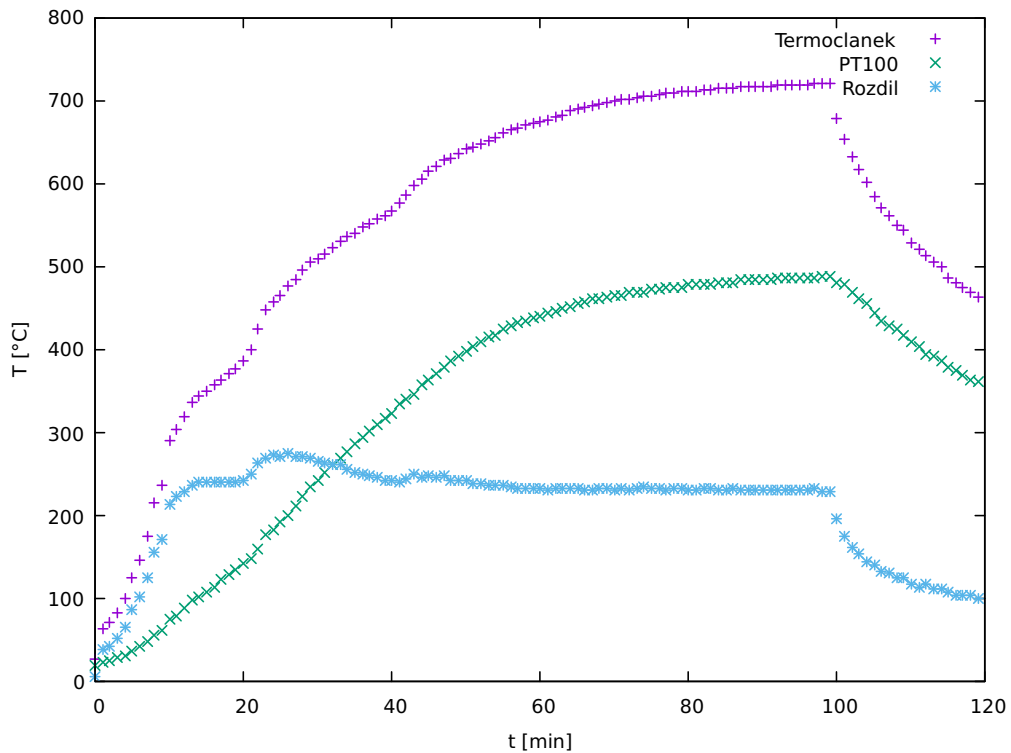
Obrázek 2.1: Fotografie depozičního clusteru JetDep100 na Katedře inženýrství pevných látek. Uprostřed se nachází komora JetDep100 a v levé části Glovebox, za kterým je umístěna aparatura ALD.

Pro měření elektrických vlastností byl použit modul Electrical Transport Option (ETO) v přístroji Physical Property Measurement System (PPMS) od výrobce Quantum Design na Fyzikálním ústavu Akademie věd České republiky.

2.2 Realizace experimentů

2.2.1 Kalibrace teploty

Z fyzického uspořádání depoziční aparatury vyplývá jedno omezení a tím je přesné měření teploty substrátu během depozice. Její přesná hodnota je však zásadní pro úspěšnou přípravu vysokoteplotního supravodiče YBCO. Tento problém vzniká kvůli umístění termočlánku, který je umístěn z horní strany držáku substrátu. Ze stejné strany je umístěn i ohřívací element. Substrát je během depozice umístěn na opačné straně držáku a tím vzniká výrazný rozdíl mezi naměřenou teplotou a skutečnou teplotou substrátu. Zmíněná systematická chyba měření teploty je dána přestupem



Obrázek 2.2: Graf teplotní kalibrace.

tepla skrze držák a také přímým ozářením měřící sondy ohřívacím elementem.

Aby bylo možné tuto systematickou chybu kvantifikovat, bylo provedeno kalibrační měření. Tato kalibrace byla provedena měřením časového vývoje naměřené teploty pomocí termočlánku a skutečné teploty substrátu, která byla měřena pomocí termorezistoru PT100. Termorezistor byl umístěn na držáku na pozici substrátu. Takto byla získána potřebná data pro kalibrační závislost teploty. Výsledky jsou zaneseny do grafu 2.2. Zde je patrné, že rozdíl naměřené a skutečné teploty je po 30 minutách již stabilní.

2.2.2 Série MgO

Tabulka 2.1: Přehled depozičních parametrů pro sérii MgO

Vzorek	MgO-1	MgO-2	MgO-3	MgO-4	MgO-5	MgO-6
teplota substrátu [°C]	480	490	500	510	520	530
tlak počáteční [10^{-4} mbar]	0,7	1,0	0,6	0,8	0,7	0,7
tlak pracovní [10^{-4} mbar]	5,4	5,4	5,4	5,0	4,4	4,0

Pro první sérii vzorků byl jako substrát využit monokrystalický MgO tvaru destičky o rozměrech cca 10 mm s orientací (100), který je využíván pro epitaxní růst supravodiče YBCO. Hodnota mřížkového parametru MgO je $a_{MgO} = 4,21 \text{ \AA}$. Pro porovnání supravodič YBCO má mřížkové hodnoty $a = 3,81 \text{ \AA}$ a $b = 3,88 \text{ \AA}$ [42]. Na základě předchozího výzkumu [18] byl pro teplotu substrátu během depozice zvolen interval od 480 °C do 530 °C. V tomto teplotním rozmezí vznikaly složitější fáze a jeví se tak jako vhodné pro další výzkum. Teploty jsou již přepočteny dle dříve provedené teplotní kalibrace. V rámci této série bylo připraveno celkem 6 vzorků, lišících se teplotou substrátu vždy po 10 °C. Tato teplota a počáteční a pracovní tlak pro každý jednotlivý vzorek jsou uvedeny v tabulce 2.1.

Pro depozici byl využit polykrystalický sintrovaný terčík $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ válcovitého tvaru, který byl v komoře umístěn na rotačním držáku. Pracovním plynem byl kyslík (čistota 4.5). Urychlovací napětí IJD zdroje bylo ve všech případech 17 kV s opakovací frekvencí 15 Hz. Vzdálenost substrátu od terčíku byla nastavena na 110 mm. Doba depozice byla 30 minut. V rámci každé depozice byl po dobu 5 minut prováděn "conditioning" terčíku pro jeho očištění a ustálení depozice. Před každou depozicí byla po dosažení cílové teploty substrátu komora temperována ještě dalších 40 minut při dané teplotě pro její dostatečné ustálení.

Po kompletní analýze všech vzorků byly tyto žíhány v peci za teploty 900 °C po dobu 3 hodin. Poté byly vzorky oxidovány 24 hodin v kyslíkové atmosféře za teploty 400 °C. Na přežíhaných vzorcích byla opět provedena kvalitativní fázová analýza pomocí rentgenové difrakce a na vybraných vzorcích byla změřena závislost elektrického odporu na teplotě.

2.2.3 Série SrTiO

Tabulka 2.2: Přehled depozičních parametrů pro sérii SrTiO

Vzorek	SrTiO-1	SrTiO-2	SrTiO-3	SrTiO-4	SrTiO-5
teplota substrátu [°C]	515	510	505	500	495
tlak počáteční [10^{-4} mbar]	0,6	0,6	0,7	0,6	0,6
tlak pracovní [10^{-4} mbar]	3,3	3,3	3,3	3,3	3,3

Pro depozici této série byl jako substrát využit monokrystalický SrTiO₃ tvaru destičky s orientací (100). Ten je využíván pro epitaxní růst supravodiče YBCO pro své vhodné mřížkové parametry, které se odlišují od mřížkových parametrů supravodiče YBCO o méně než 1 % ($a_{SrTiO_3} = 3,905$) [43]. Z výsledků předchozí série vyplývá, že při teplotách substrátu okolo 500 °C ~ 510 °C je vznik supravodivé fáze YBa₂Cu₃O₇ nejpravděpodobnější. Z uvedeného důvodu byla depozice v případě série SrTiO provedena v teplotním rozmezí od 495 °C do 515 °C a to v intervalech po 5 °C.

Pro depozici série SrTiO byl využit terčík stejného složení jako v případě série předchozí, tedy sintrovaný YBa₂Cu₃O_{7-x}. Vzdálenost substrátu od terčíku byla 110 mm. Jako plyn byl využit čistý kyslík (čistota 4.5). Urychlovací napětí bylo 17 kV a opakovací frekvence byla 15 Hz. Před depozicí vždy proběhl "conditioning" terčíku po dobu 5 minut kvůli jeho očištění a pro zvýšení konzistence depozice. Depozice probíhala 45 minut. Depoziční doba byla zvýšena z předchozích 30 minut z důvodu předpokládaného zvětšení tloušťky vrstev, čímž by se zároveň měla zjednodušit a zpřesnit jejich analýza. Před každou depozicí byla po dobu 40 minut ustálena teplota celé aparatury.

Po depozici a kompletní analýze všech vzorků byly vzorky přežhánány při teplotě 900 °C po dobu 3 hodin a následně oxidovány 24 hodin v kyslíkové atmosféře za teploty 400 °C. Vzorky byly následně znovu analyzovány pomocí rentgenové difrakční analýzy a na vybraných vzorcích byla změřena závislost elektrického odporu na teplotě.

2.3 Výsledky

2.3.1 Analýza vzorků pomocí AFM a SEM

Tabulka 2.3: Tloušťka vzorků MgO série, kde t_S je teplota substrátu, p_d je depoziční tlak a d tloušťka vrstvy.

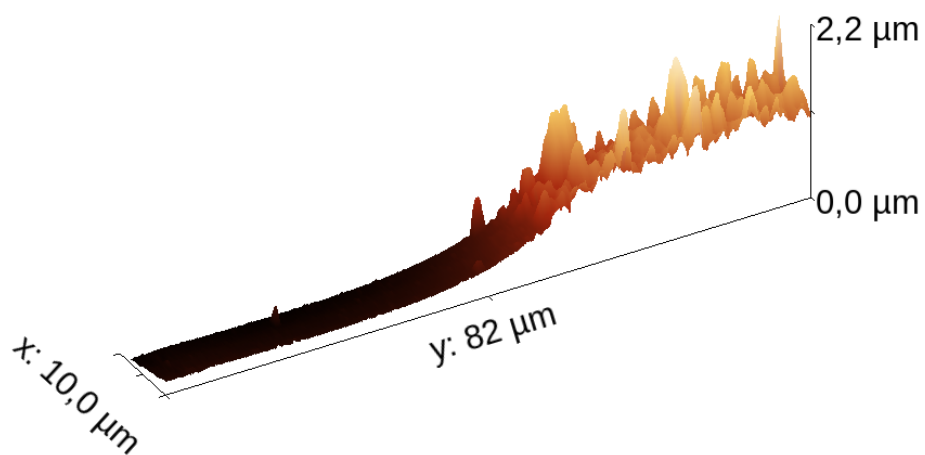
Vzorek	MgO-1	MgO-2	MgO-3	MgO-4	MgO-5	MgO-6
t_S [°C]	480	490	500	510	520	530
p_d [10^{-4} mbar]	5,4	5,4	5,4	5,0	4,4	4,0
d [nm]	720 ± 80	700 ± 50	600 ± 30	710 ± 30	1100 ± 20	940 ± 80

Tabulka 2.4: Tloušťka vzorků SrTiO série, kde t_S je teplota substrátu, p_d je depoziční tlak a d tloušťka vrstvy.

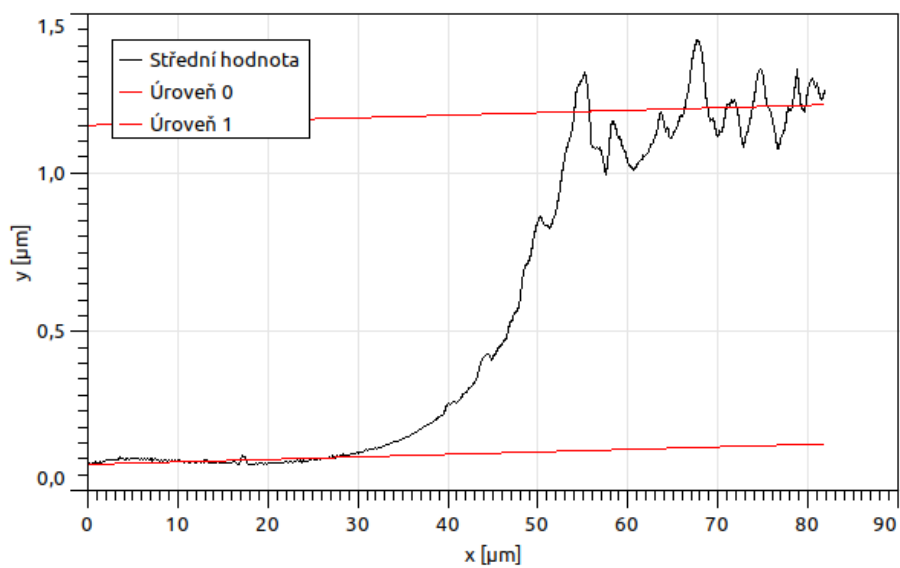
Vzorek	SrTiO-1	SrTiO-2	SrTiO-3	SrTiO-4	SrTiO-5
t_S [°C]	515	510	505	500	495
p_d [10^{-4} mbar]	3,3	3,3	3,3	3,3	3,3
d [nm]	1000 ± 160	1480 ± 100	1100 ± 60	1030 ± 60	880 ± 70

Nejdříve byly všechny vzorky analyzovány pomocí AFM. Pro určení tloušťky všech vzorků byl využit následující postup: Nejdříve byl pomocí AFM vytvořen záznam místa, kde končí vrstva a přechází na podkladní substrát. Uvedené místo je nazýváno hranou vrstvy. Příklad záznamu je na Obrázku 2.3. Tento záznam byl následně vyhodnocen v programu Gwyddion s využitím funkce Analýzy grafu - Měření útvarů: Terasy. Pomocí zmíněné funkce byla úroveň substrátu a vrstvy proložena rovinou (terasou) a výškový rozdíl těchto dvou rovin byl označen za tloušťku vrstvy. Příklad provedené analýzy pro vzorek SrTiO-2 je na Obrázku 2.4.

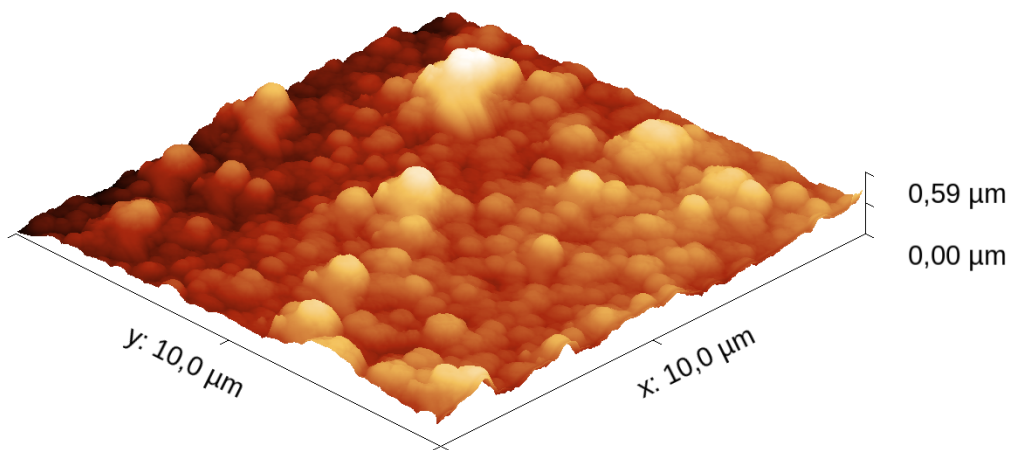
Pro určení morfologie povrchu vzorků byla využita metoda AFM a SEM. Příklad měření povrchu vzorku pomocí AFM je na Obrázku 2.5 v rámci porovnání vzorku před žiháním 2.5a a po žihání 2.5b. Porovnání vzorků na substrátu SrTiO₃ před žiháním a po žihání pomocí SEM je na Obrázku 2.6.



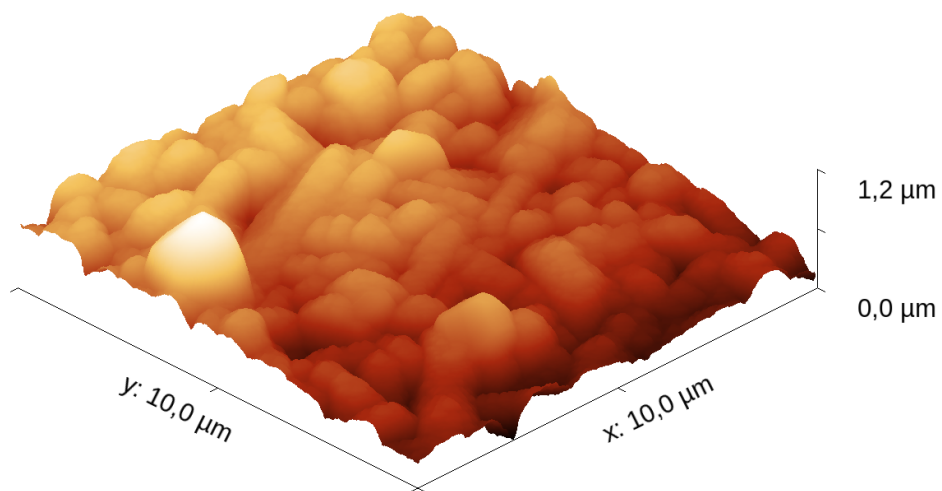
Obrázek 2.3: Záznam hrany vzorku SrTiO-2



Obrázek 2.4: Analýzy záznamu hrany vzorku SrTiO-2 pomocí nástroje Terasy v programu Gwyddion

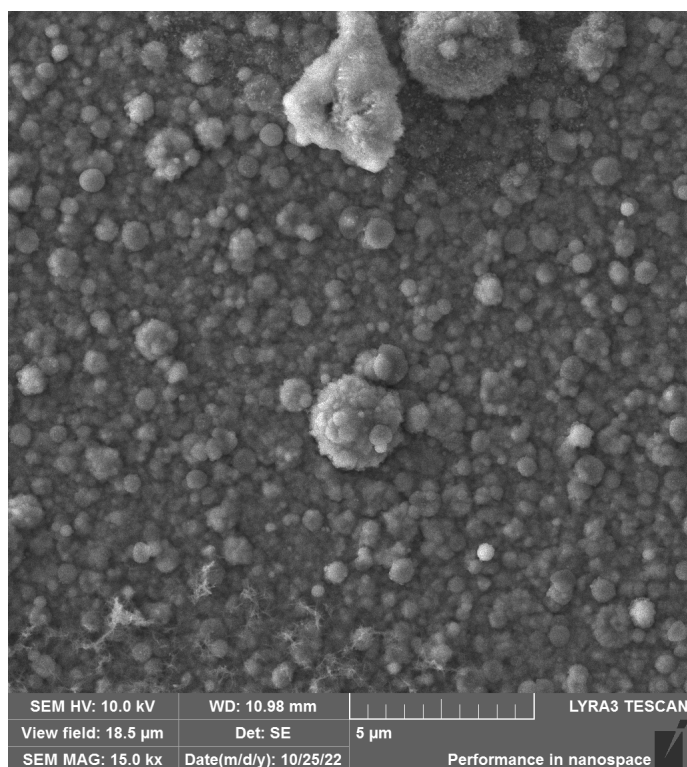


(a) vzorek před žiháním

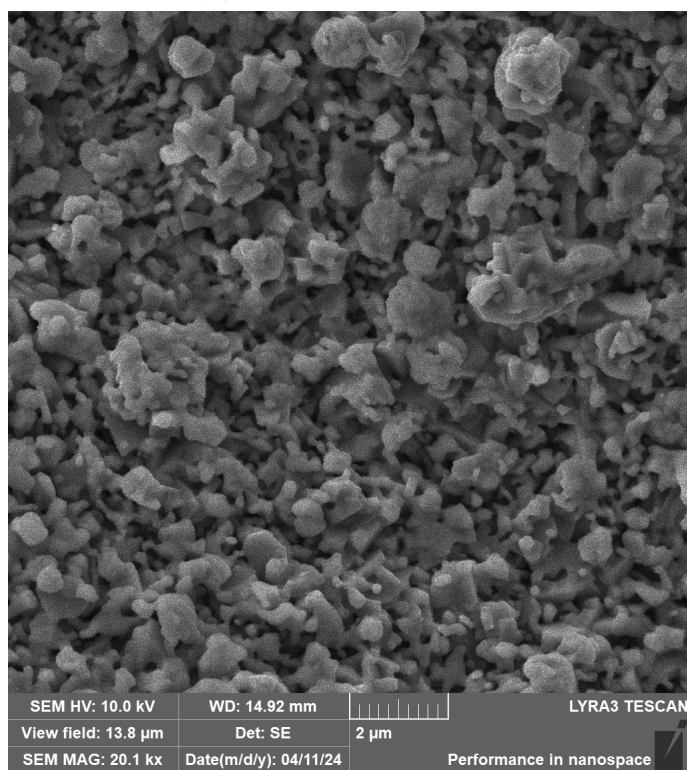


(b) vzorek po žihání

Obrázek 2.5: AFM záznam vzorku MgO-4



(a) vzorek před žiháním



(b) vzorek po žihání

Obrázek 2.6: Snímek ze SEM pro vzorek připravený na substrátu SrTiO₃

2.3.2 Fázová analýza série MgO

Vzorky před žíháním ze série MgO byly měřeny pomocí metody GID při dopadovém úhlu 1° . Přezíhané vzorky byly měřeny v konfiguraci symetrického $\Theta/2\Theta$ skenu.

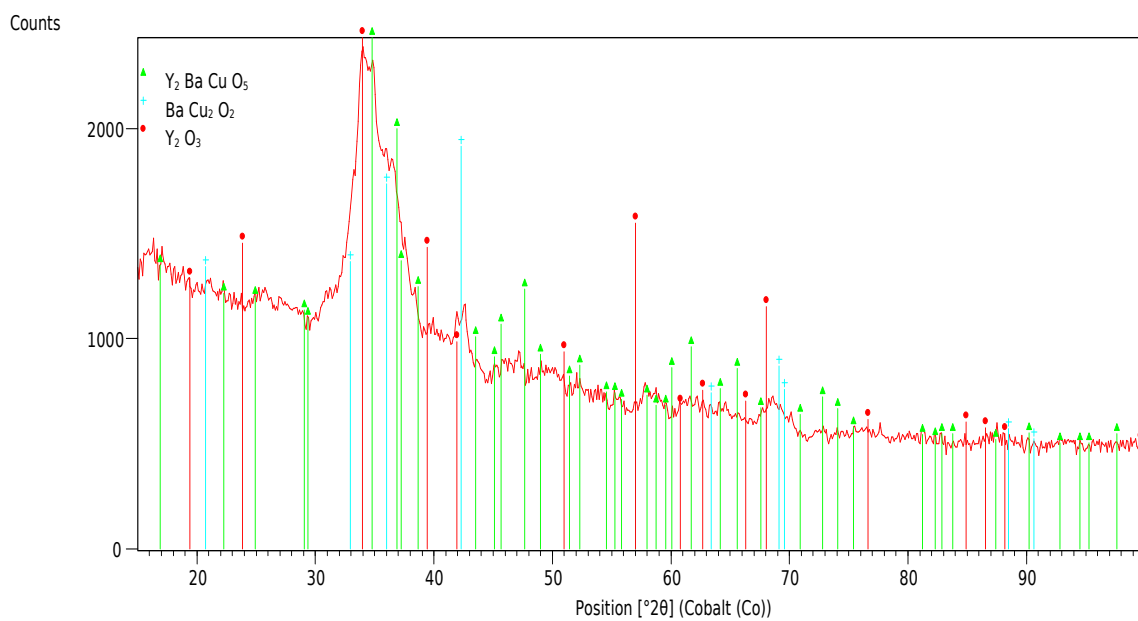
Tabulka 2.5: Nalezené fáze u jednotlivých vzorků série MgO před žíhání, kde t_S je teplota substrátu.

Vzorek	t_S [°C]	fázové složení
MgO-1	480	Y_2BaCuO_5 , $BaCu_2O_2$, Y_2O_3
MgO-2	490	Y_2BaCuO_5 , $BaCu_2O_2$, BaO_2 , Y_2O_3
MgO-3	500	Y_2BaCuO_5 , $BaCuO_2$, $YBa_2Cu_3O_{7-x}$, BaO_2
MgO-4	510	Y_2BaCuO_5 , $BaCu_2O_2$, $YBa_2Cu_3O_{7-x}$, BaO_2 , Y_2O_3
MgO-5	520	Y_2BaCuO_5 , $BaCu_2O_2$, $BaCO_3$, BaO_2 , Y_2O_3
MgO-6	530	Y_2BaCuO_5 , $BaCu_2O_2$

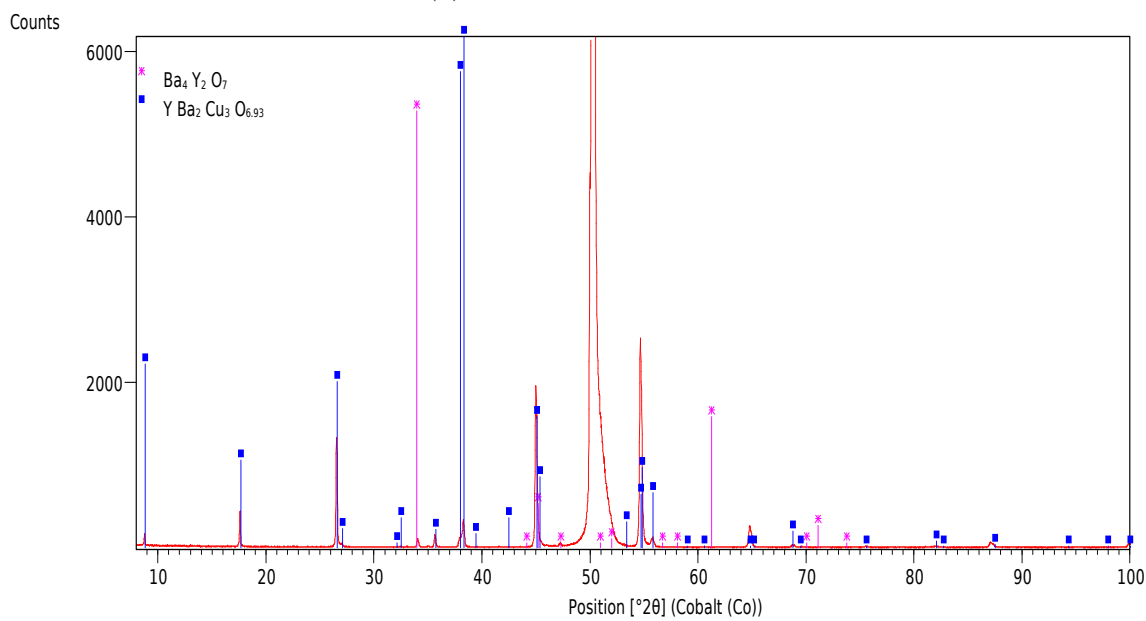
Tabulka 2.6: Nalezené fáze u jednotlivých vzorků série MgO po žíhání, kde t_S je teplota substrátu.

Vzorek	t_S [°C]	fázové složení
MgO-1 přezíhaný	480	$YBa_2Cu_3O_{7-x}$, $Ba_4Y_2O_7$
MgO-2 přezíhaný	490	$YBa_2Cu_3O_{7-x}$
MgO-3 přezíhaný	500	$YBa_2Cu_3O_{7-x}$, BaY_2O_4
MgO-4 přezíhaný	510	$YBa_2Cu_3O_{7-x}$, Y_2O_3
MgO-5 přezíhaný	520	$YBa_2Cu_3O_{7-x}$, $BaCu_3O_4$
MgO-6 přezíhaný	530	$YBa_2Cu_3O_{7-x}$, $BaCuO_2$, Cu_2O

MgO-1



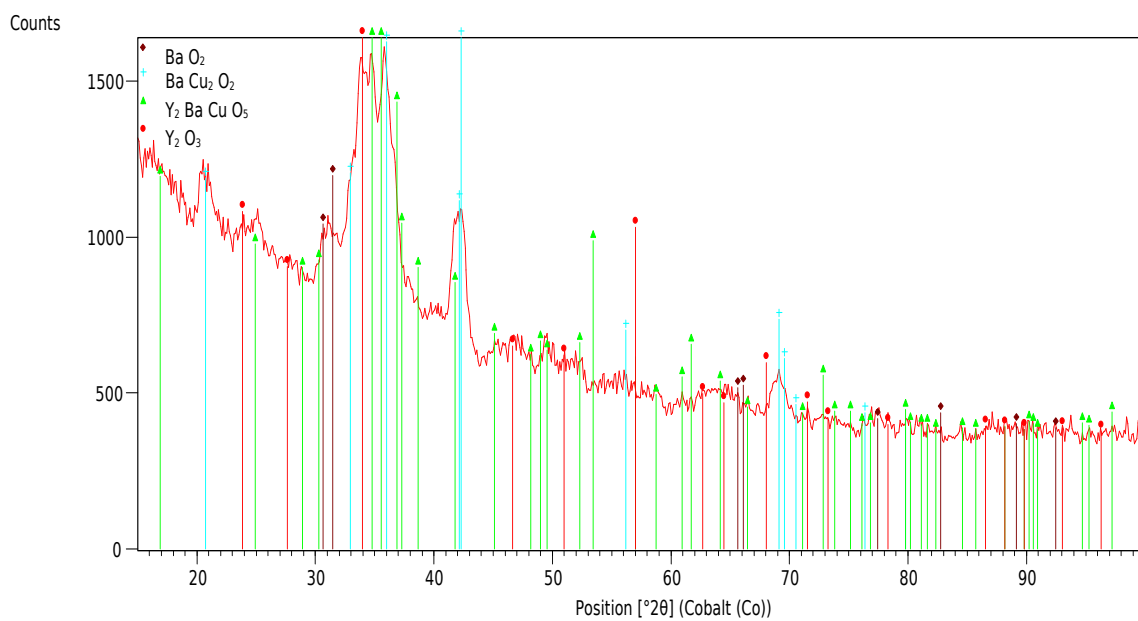
(a) vzorek před žíháním



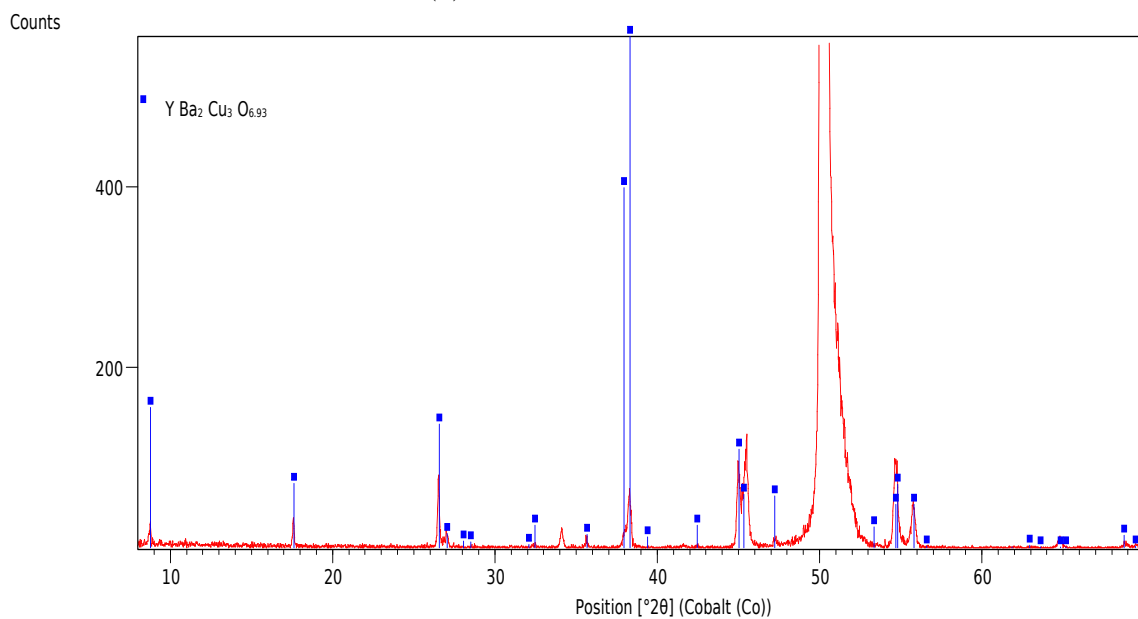
(b) vzorek po žíhání

Obrázek 2.7: Difrakční záznamy vzorku MgO-1

MgO-2



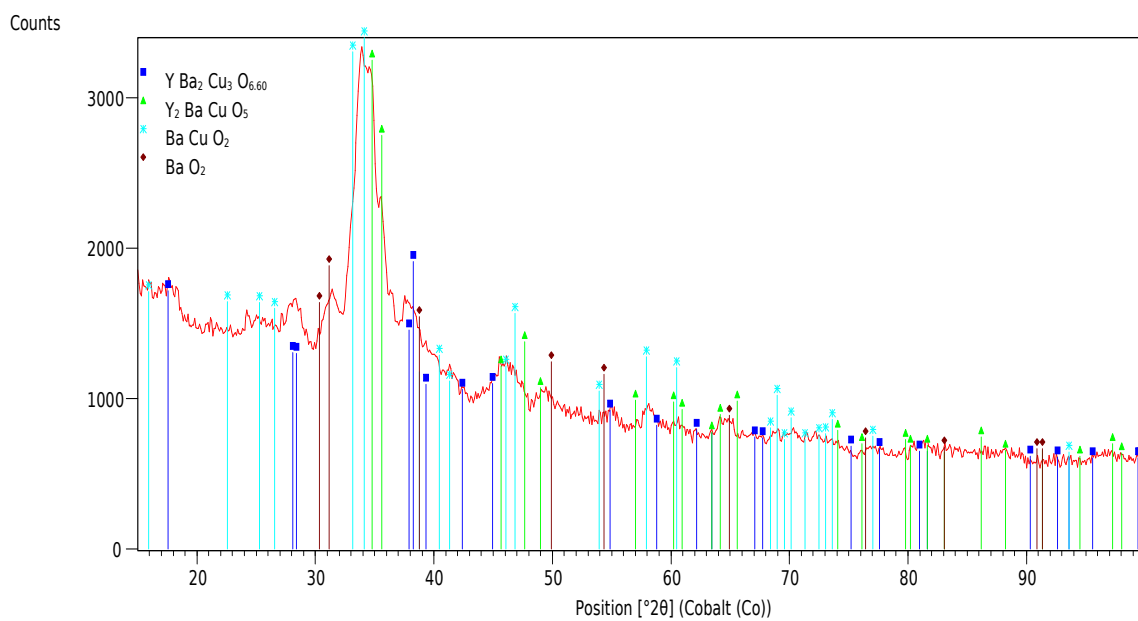
(a) vzorek před žíháním



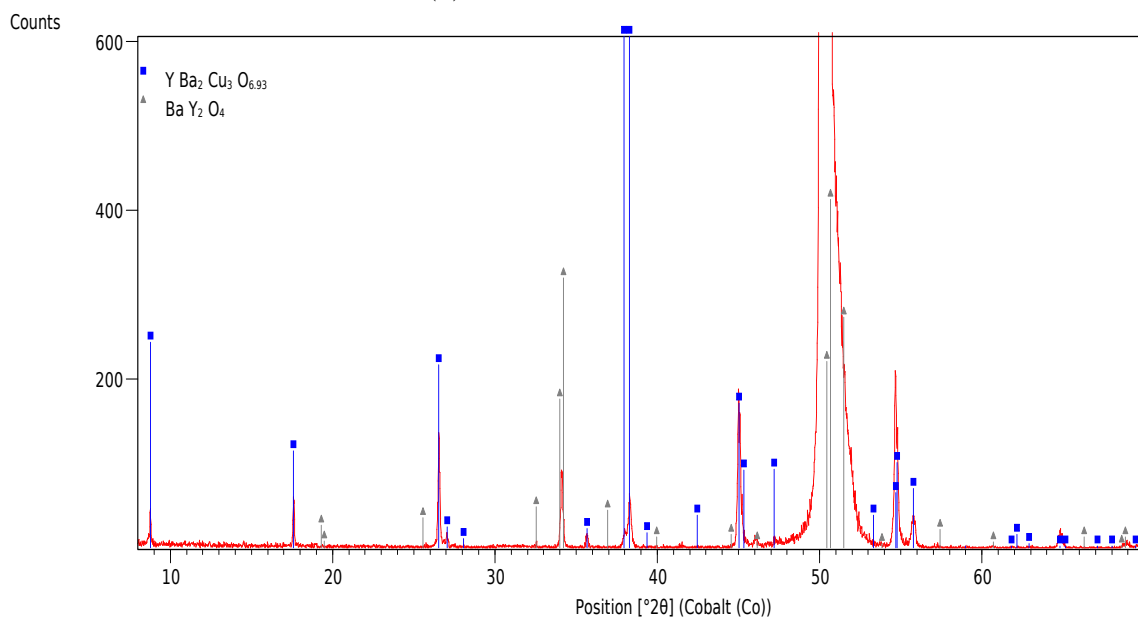
(b) vzorek po žíhání

Obrázek 2.8: Difrakční záznamy vzorku MgO-2

MgO-3



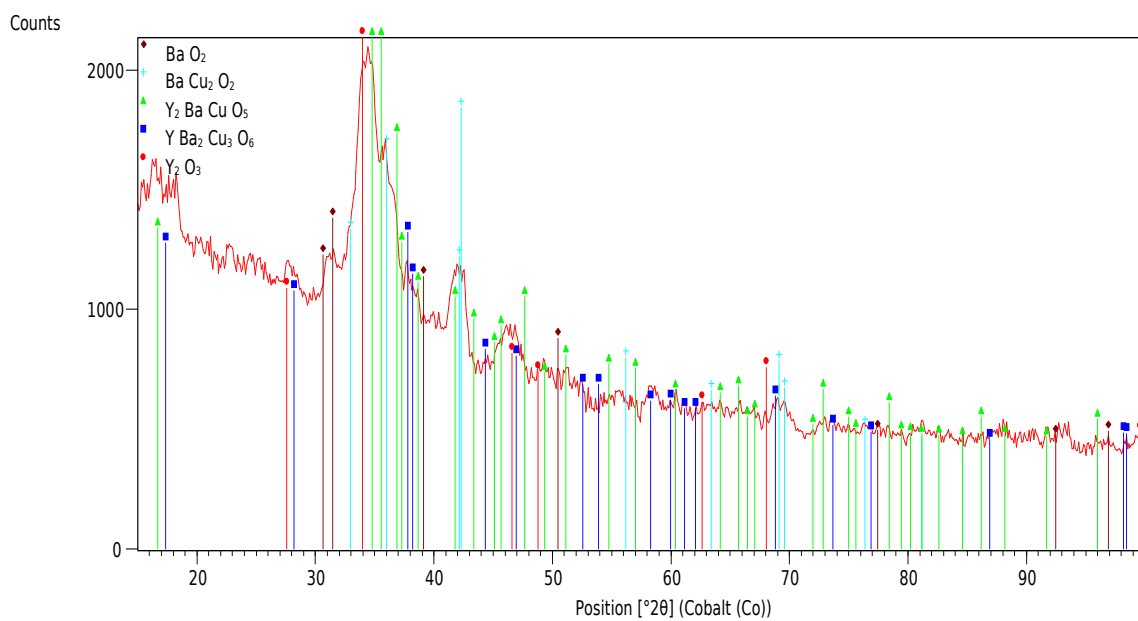
(a) vzorek před žíháním



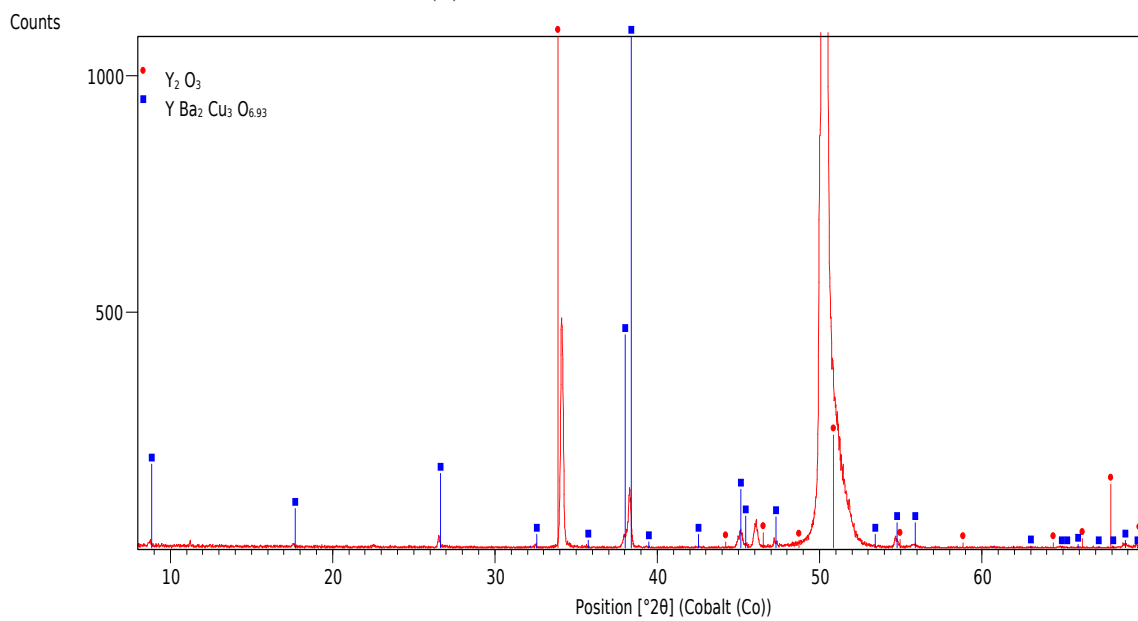
(b) vzorek po žíhání

Obrázek 2.9: Difrakční záznamy vzorku MgO-3

MgO-4



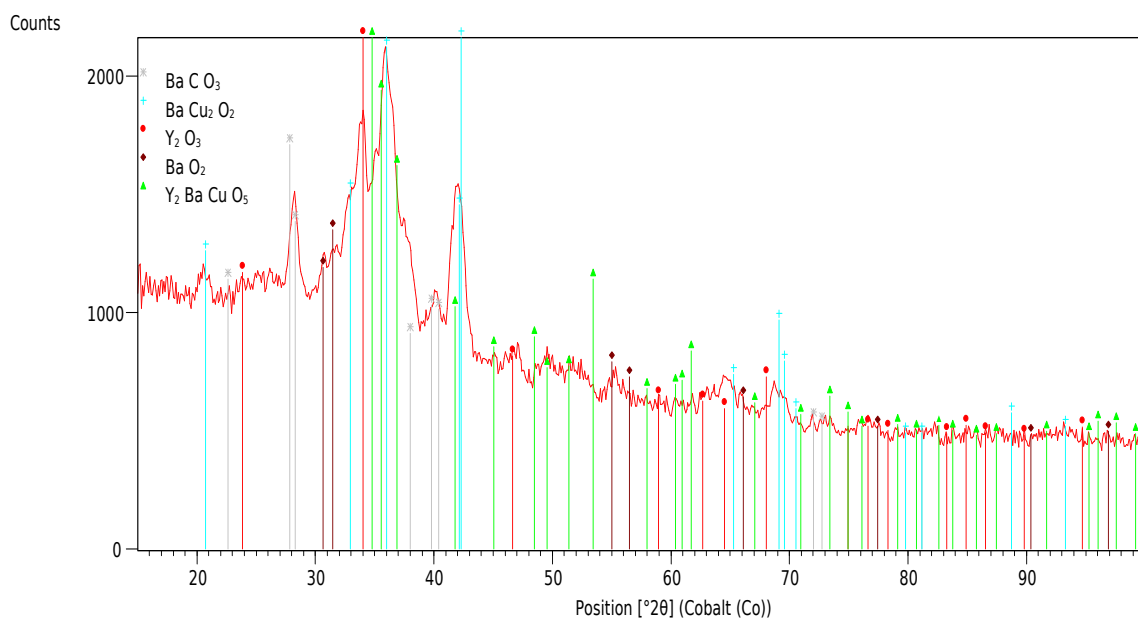
(a) vzorek před žíháním



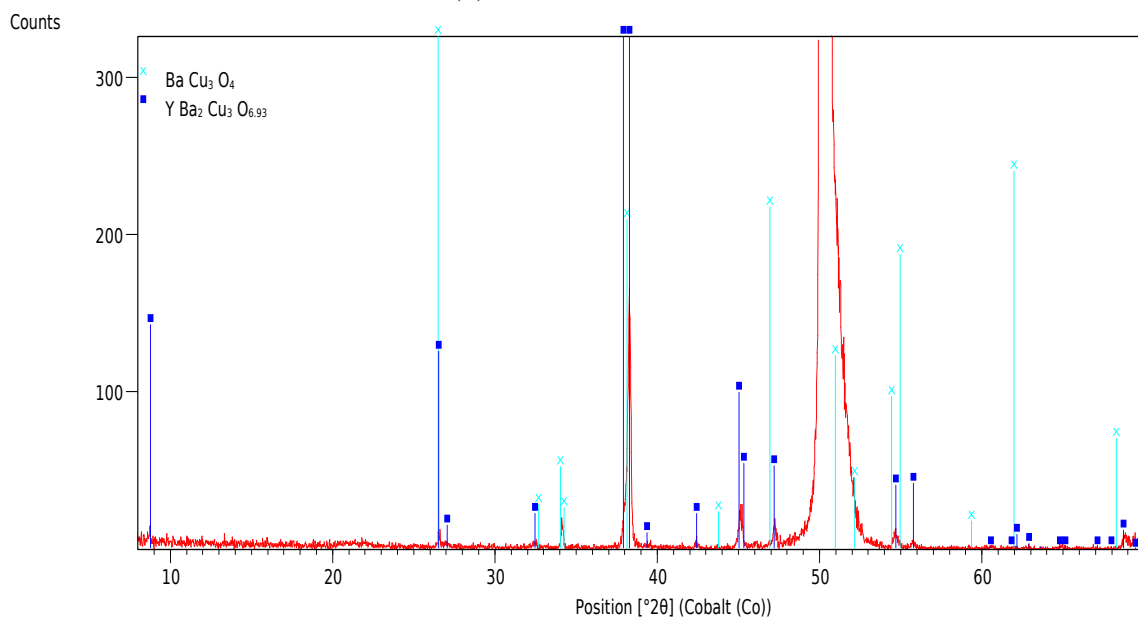
(b) vzorek po žíhání

Obrázek 2.10: Difrakční záznamy vzorku MgO-4

MgO-5



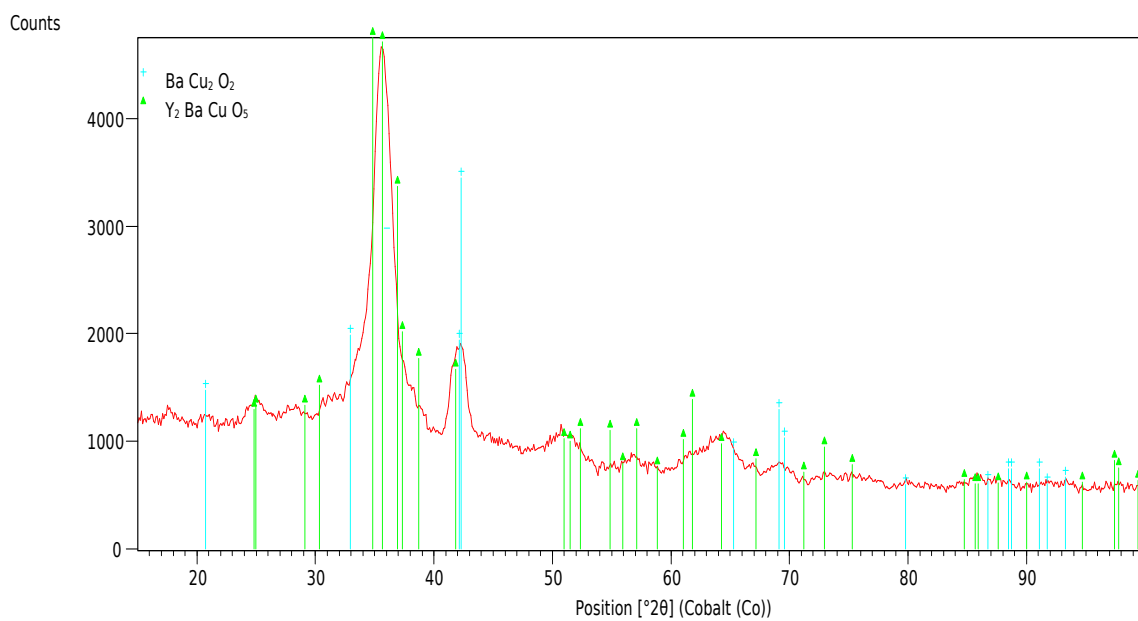
(a) vzorek po žihání



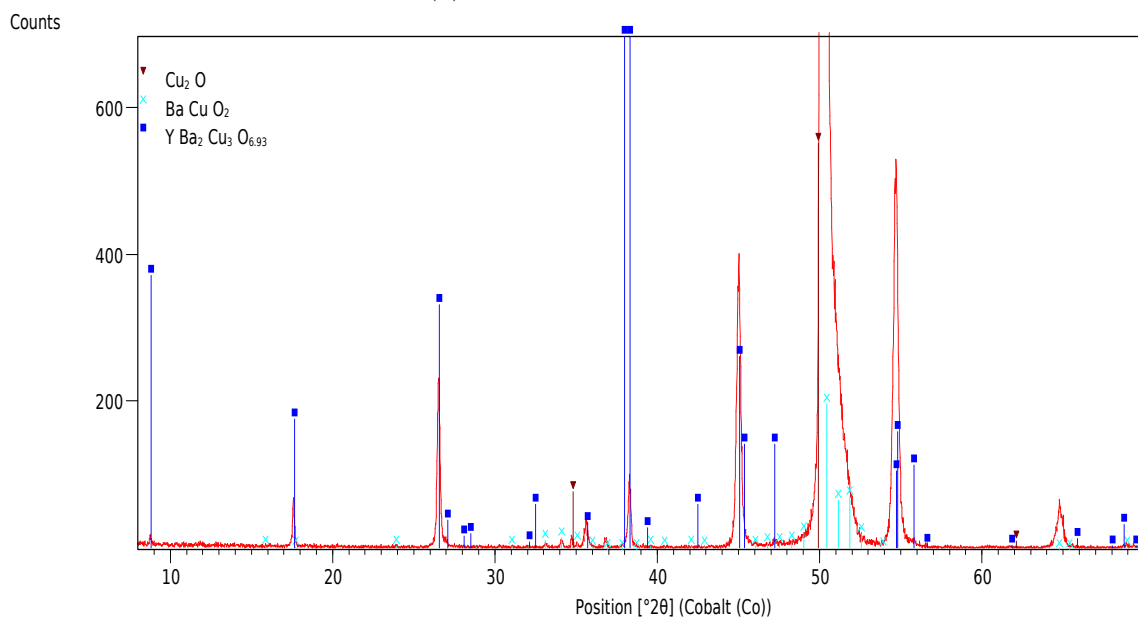
(b) vzorek před žiháním

Obrázek 2.11: Difrakční záznamy vzorku MgO-5

MgO-6



(a) vzorek před žíháním



(b) vzorek po žíhání

Obrázek 2.12: Difrakční záznamy vzorku MgO-6

2.3.3 Fázová analýza série SrTiO

Všechny vzorky před žíháním i po žíhání byly měřeny pomocí symetrického $\Theta/2\Theta$ skenu v konfiguraci Bragg-Brentano.

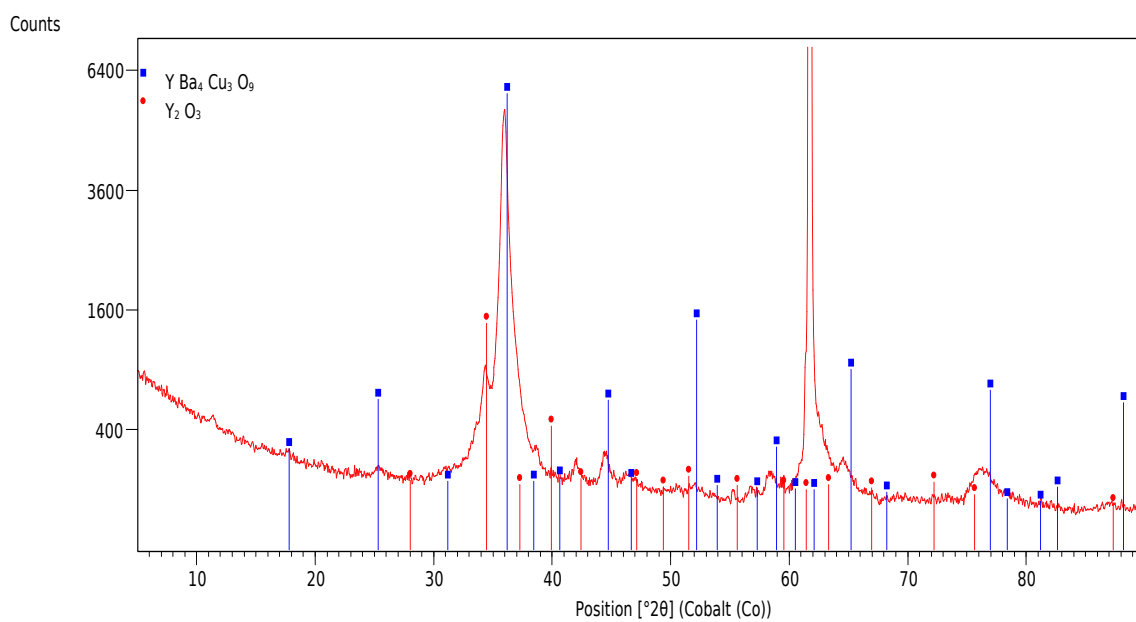
Tabulka 2.7: Nalezené fáze u jednotlivých vzorků série SrTiO před žíháním, kde t_S je teplota substrátu

Vzorek	t_S [°C]	fázové složení
SrTiO-1	515	YBa ₄ Cu ₃ O ₉ , Y ₂ O ₃
SrTiO-2	510	YBa ₄ Cu ₃ O ₉ , YCuO ₂
SrTiO-3	505	YBa ₄ Cu ₃ O ₉ , Y ₂ BaCuO ₅ , BaCuO ₂
SrTiO-4	500	YBa ₄ Cu ₃ O ₉ , Y ₂ BaCuO ₅ , BaCuO ₂
SrTiO-5	495	YBa ₄ Cu ₃ O ₉ , Y ₂ BaCuO ₅ , BaCuO ₂

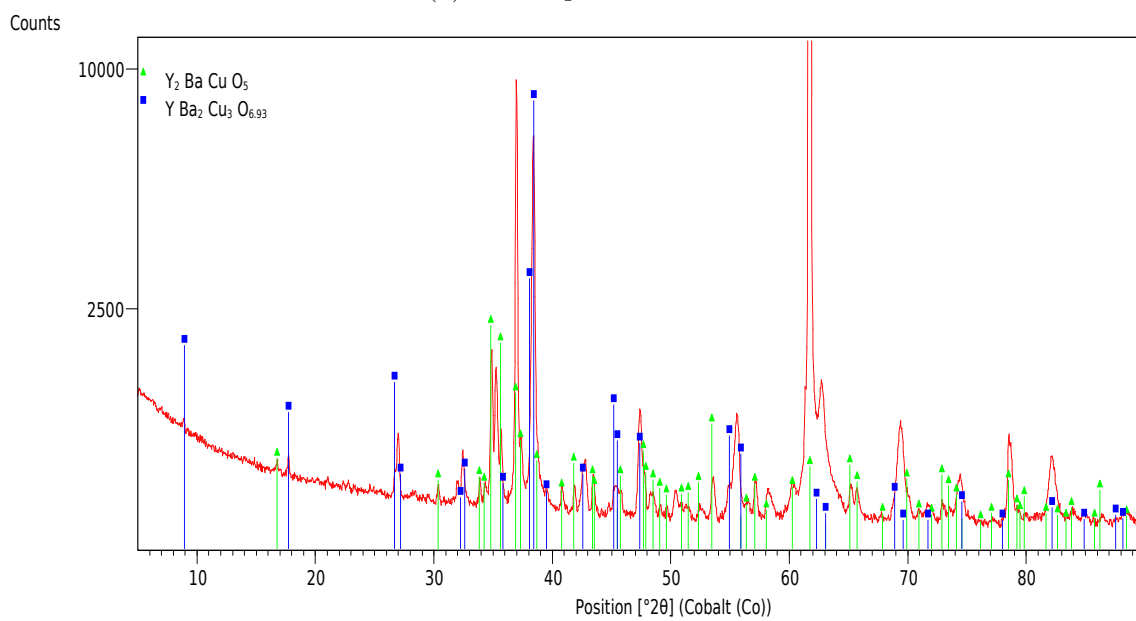
Tabulka 2.8: Nalezené fáze u jednotlivých vzorků série SrTiO po žíhání, kde t_S je teplota substrátu

Vzorek	t_S [°C]	fázové složení
SrTiO-1 přežíhaný	515	YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x} , Y ₂ BaCuO ₅
SrTiO-2 přežíhaný	510	YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x} , Y ₂ BaCuO ₅
SrTiO-3 přežíhaný	505	YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x} , Y ₂ BaCuO ₅
SrTiO-4 přežíhaný	500	YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x} , Y ₂ BaCuO ₅
SrTiO-5 přežíhaný	495	YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x} , Y ₂ BaCuO ₅

SrTiO-1



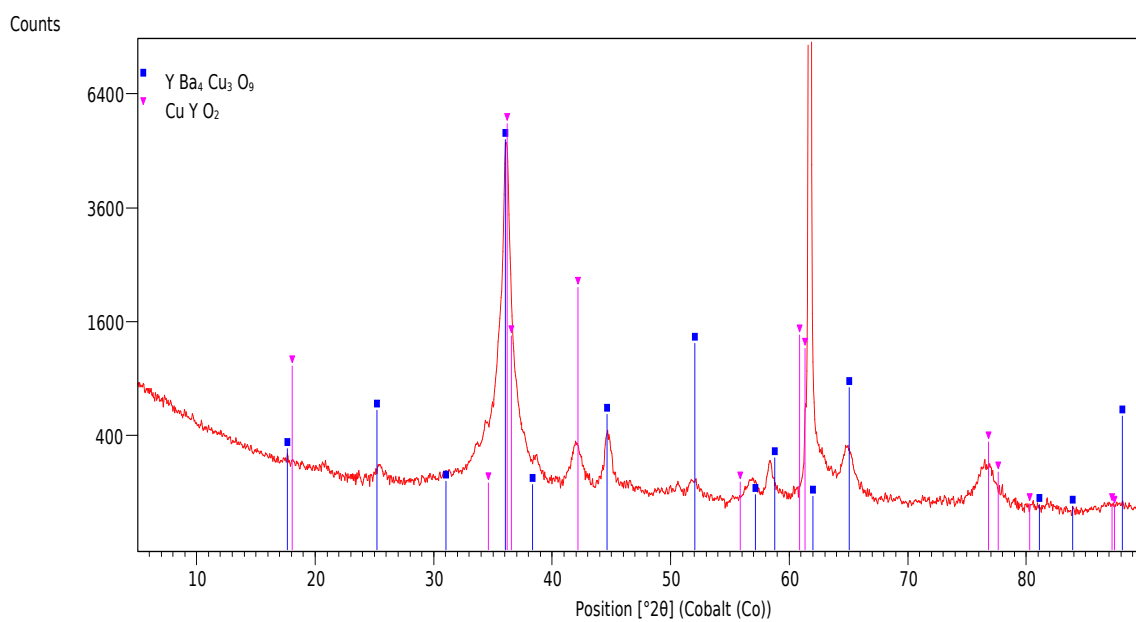
(a) vzorek před žháním



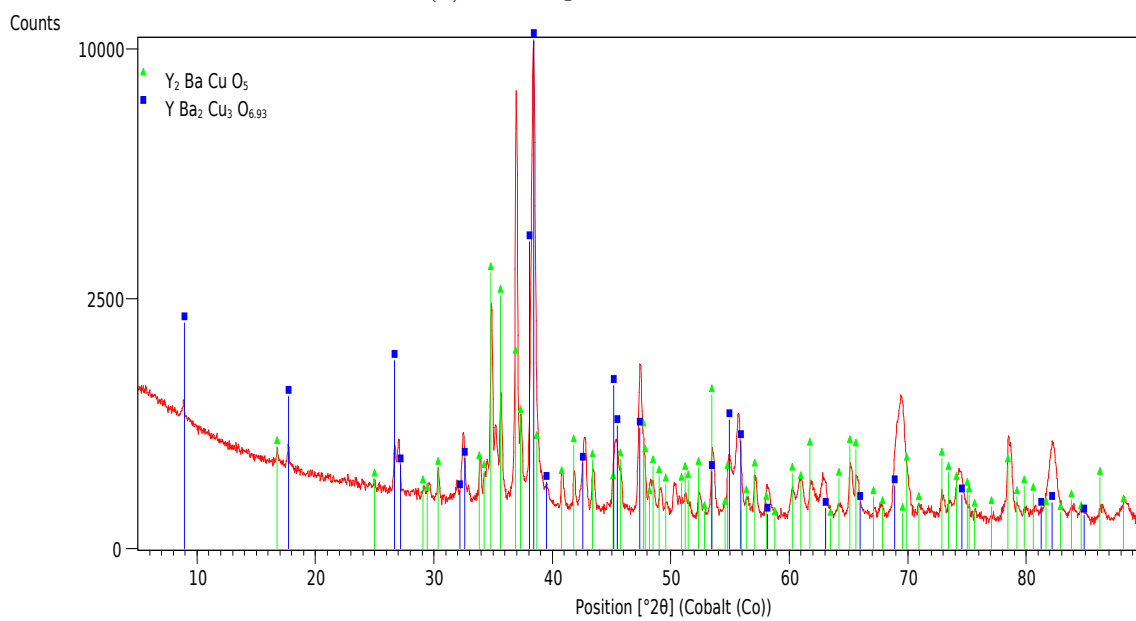
(b) vzorek po žhání

Obrázek 2.13: Difrakční záznamy vzorku SrTiO-1

SrTiO-2



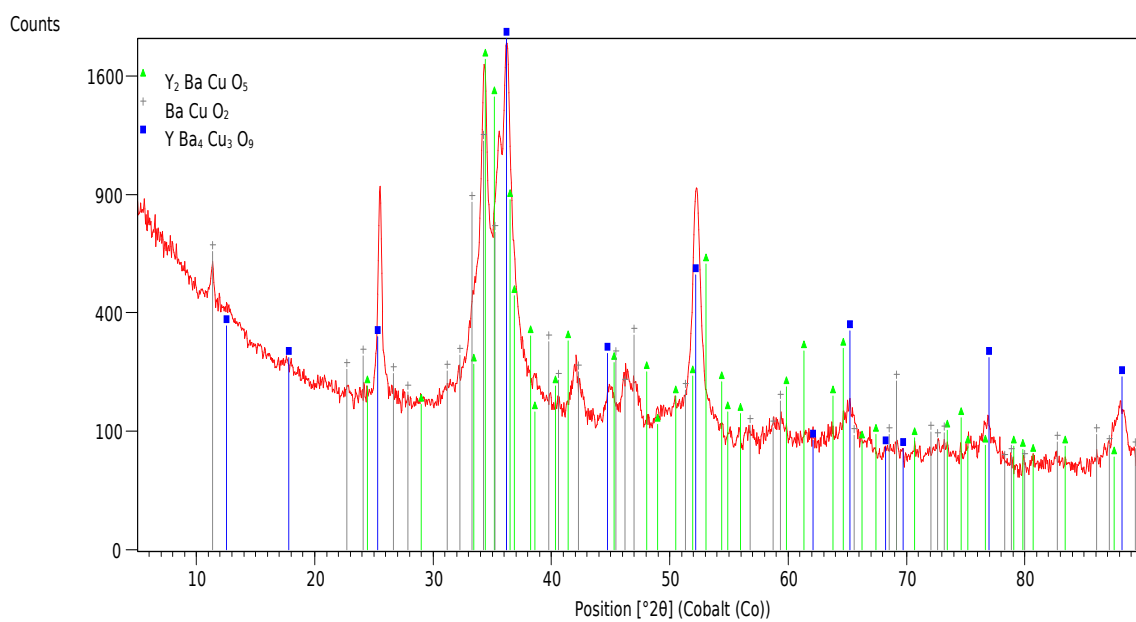
(a) vzorek před žháním



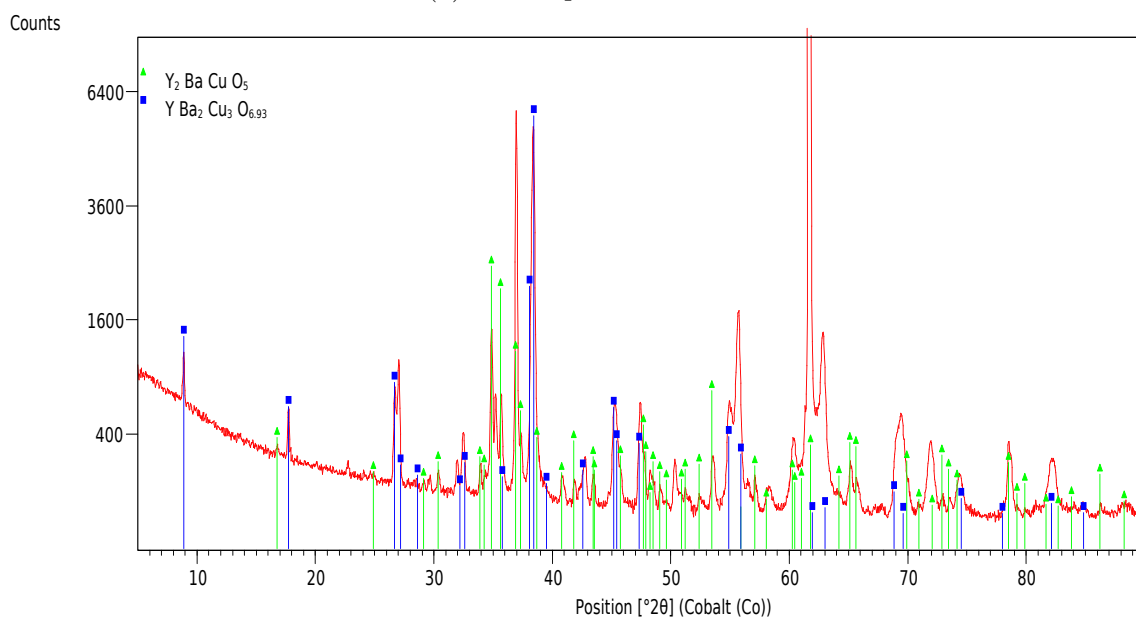
(b) vzorek po žhání

Obrázek 2.14: Difrakční záznamy vzorku SrTiO-2

SrTiO-3



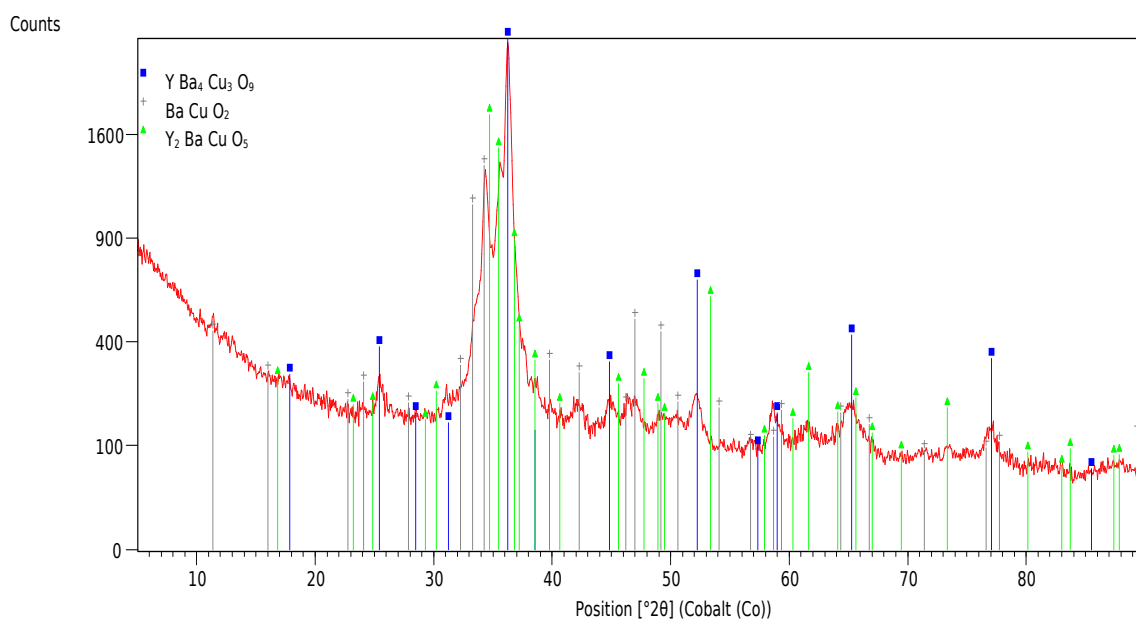
(a) vzorek před žháním



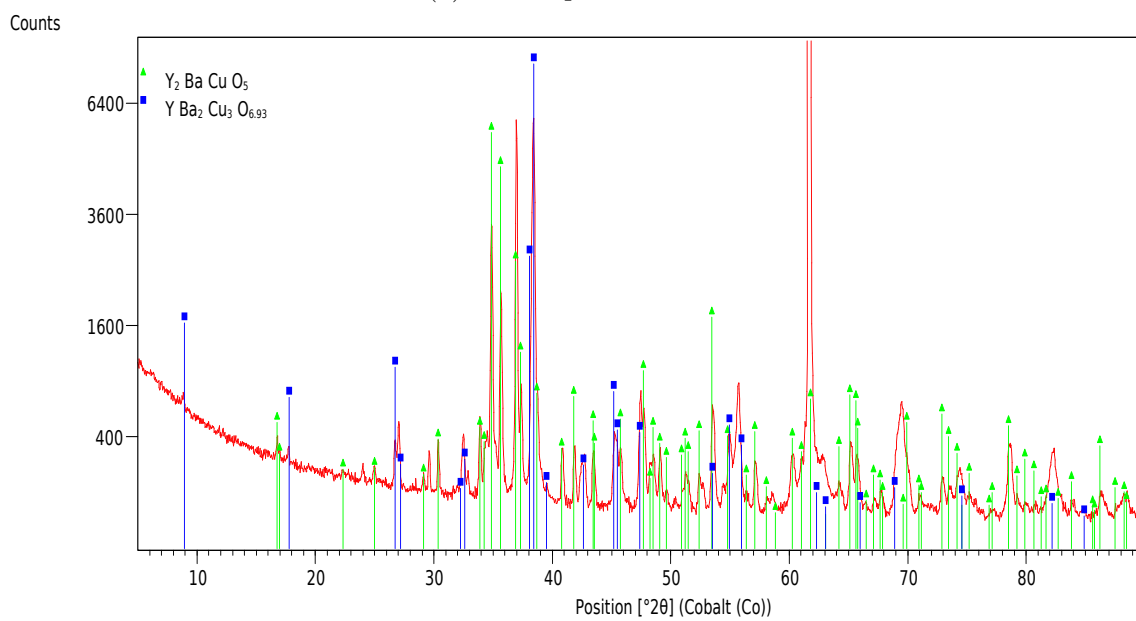
(b) vzorek po žhání

Obrázek 2.15: Difrakční záznamy vzorku SrTiO-3

SrTiO-4



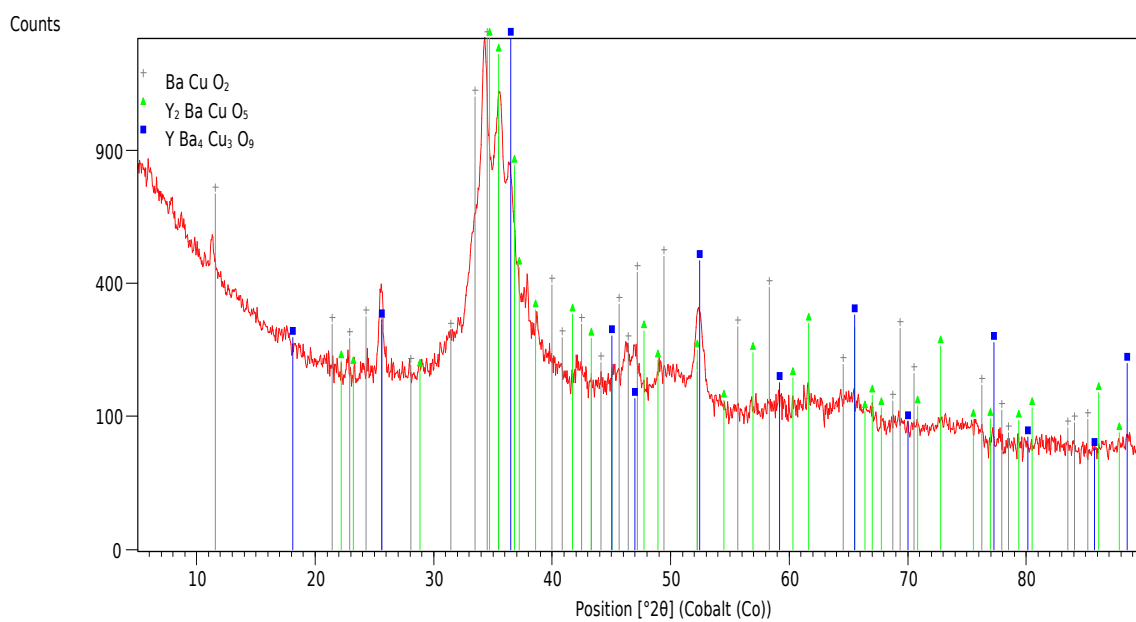
(a) vzorek před žháním



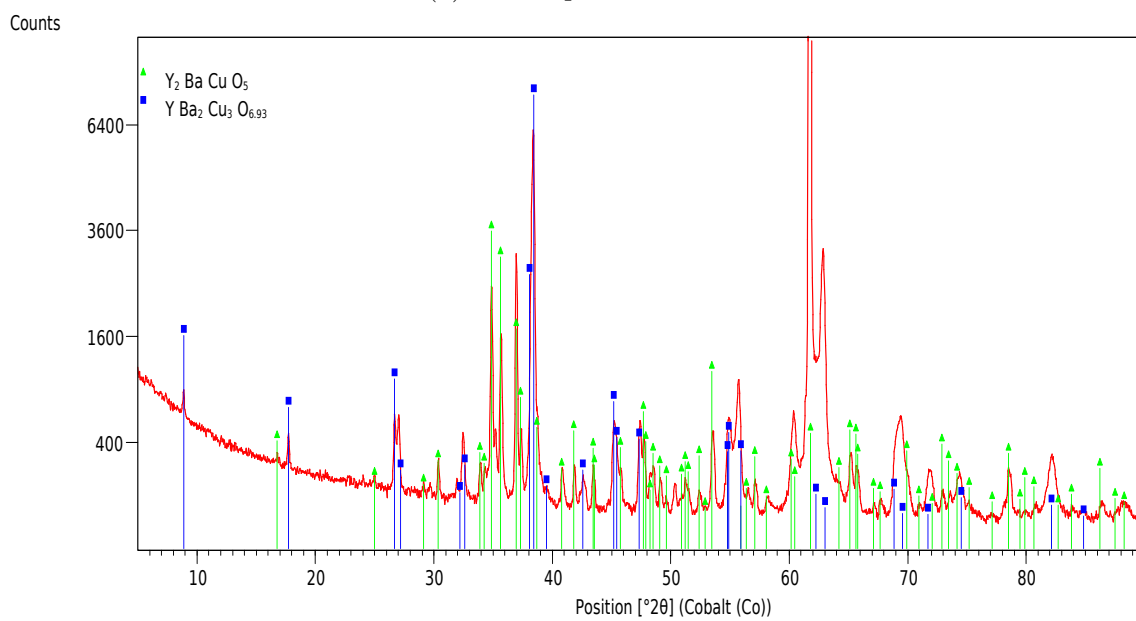
(b) vzorek po žhání

Obrázek 2.16: Difrakční záznamy vzorku SrTiO-4

SrTiO-5



(a) vzorek před žháním



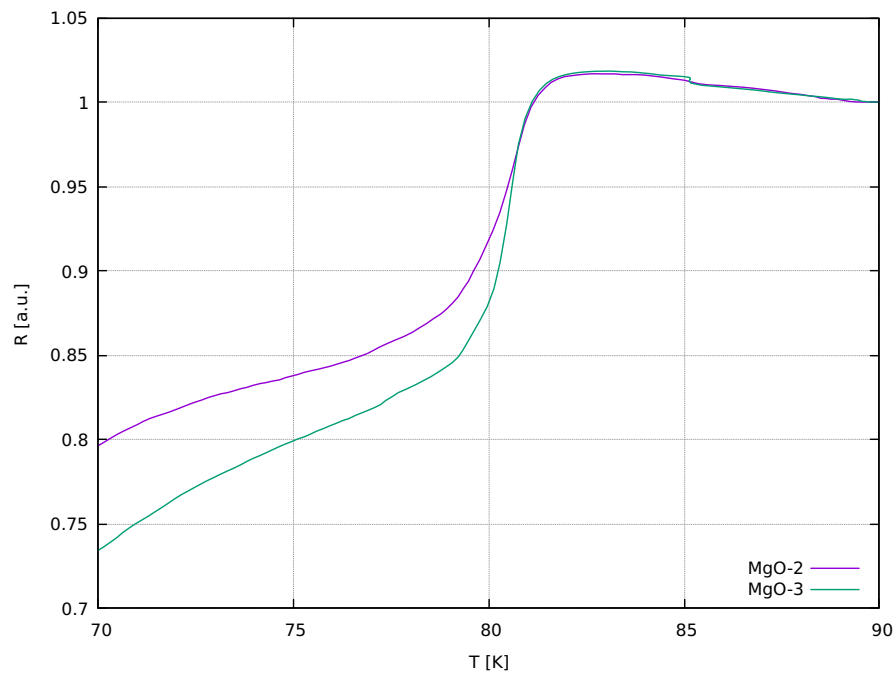
(b) vzorek po žhání

Obrázek 2.17: Difrakční záznamy vzorku SrTiO-5

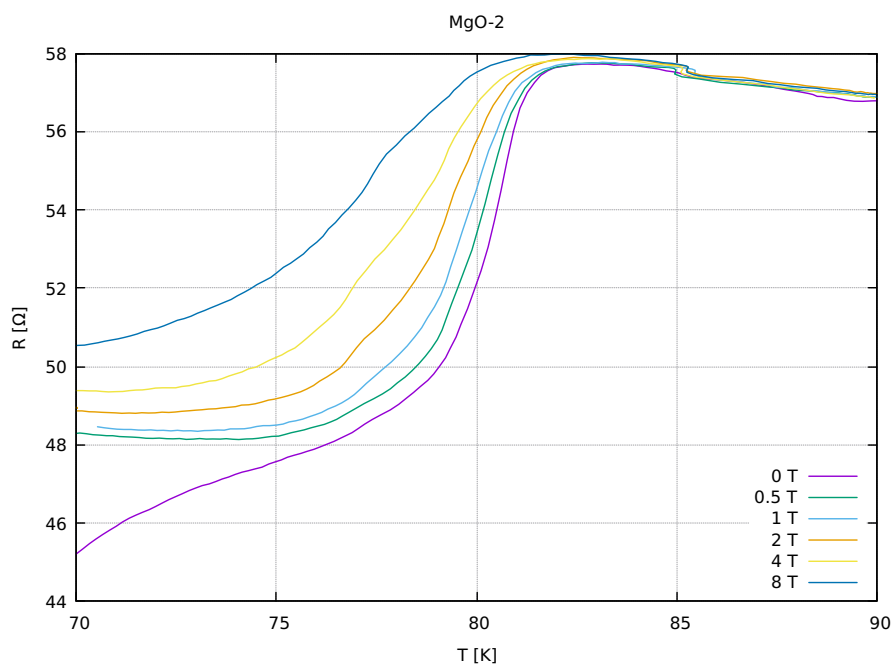
2.3.4 Měření elektrických vlastností vzorků

U vybraných přežíhaných vzorků ze série MgO a SrTiO byla změřena závislost elektrického odporu na teplotě pro různou intenzitu vnějšího magnetického pole. Ta byla měřena pomocí čtyřbodové metody s využitím niklových resp. stříbrných kontaktů.

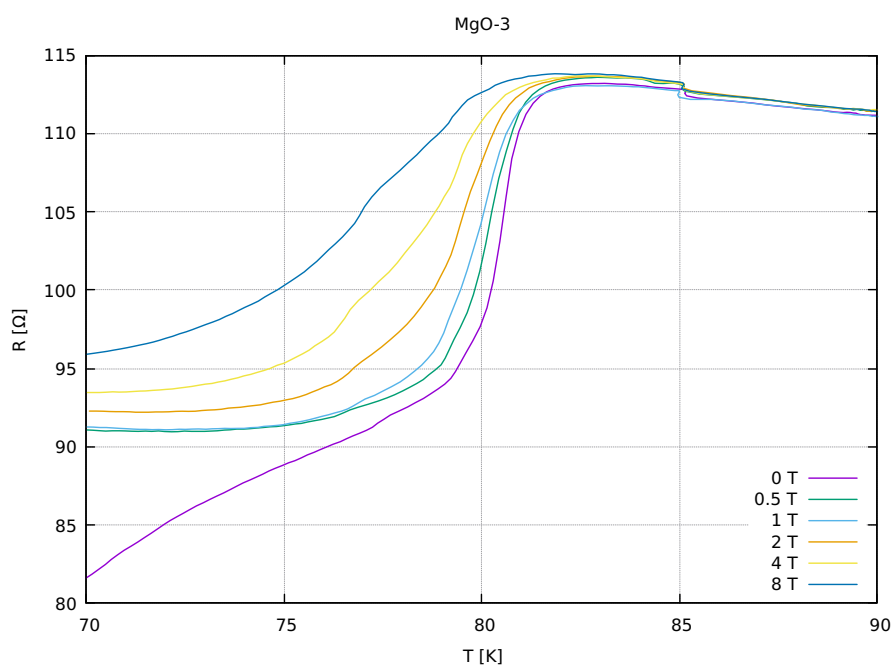
Série MgO



Obrázek 2.18: Srovnání teplotních závislostí elektrického odporu (normovaného na hodnotu při teplotě 90K) pro vybrané vzorky série MgO pro nulové vnější magnetické pole.

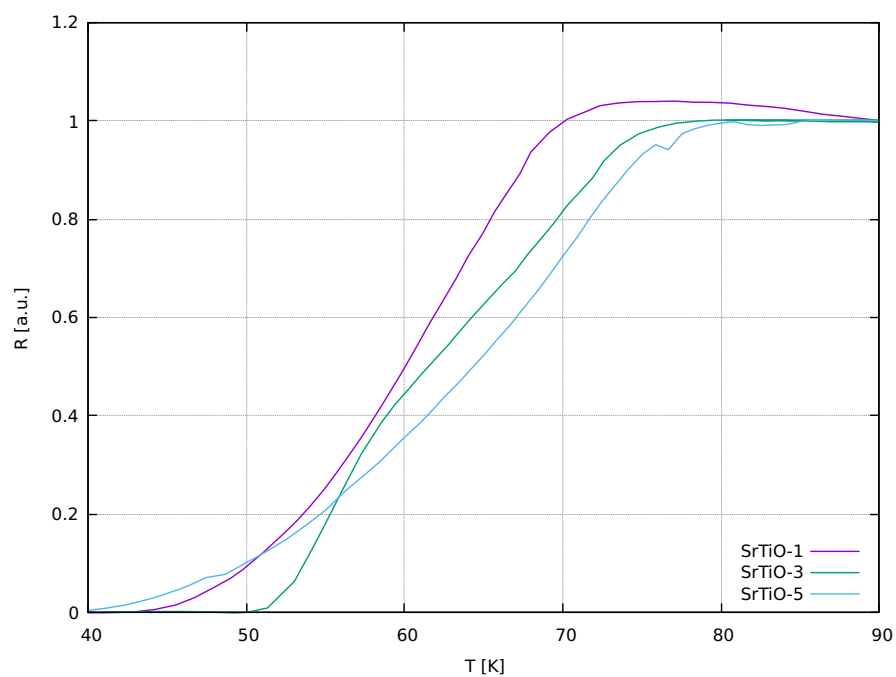


Obrázek 2.19: Závislost elektrického odporu na teplotě pro vzorek MgO-2 pro různé intenzity vnějšího magnetického pole.

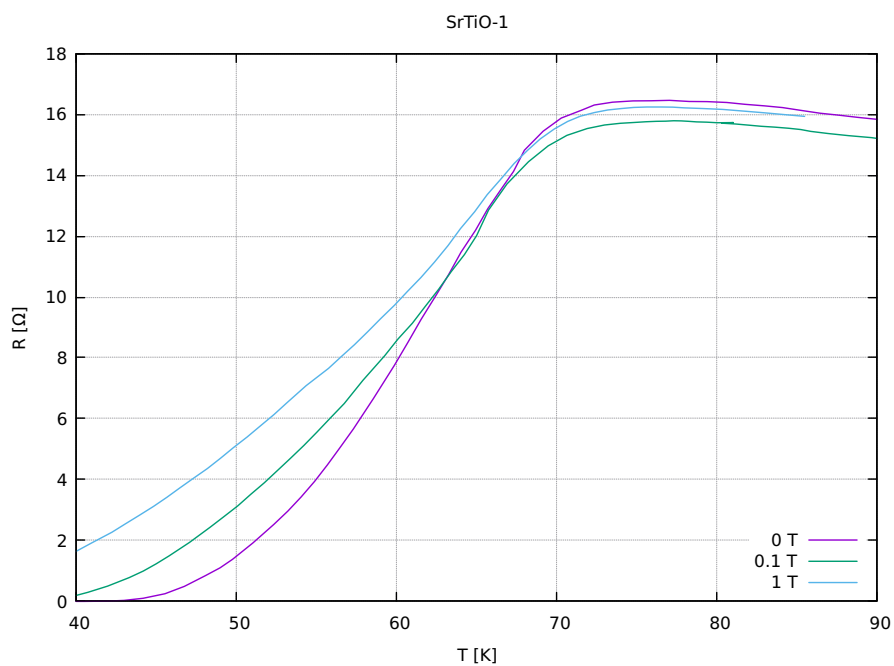


Obrázek 2.20: Závislost elektrického odporu na teplotě pro vzorek MgO-3 pro různé intenzity vnějšího magnetického pole.

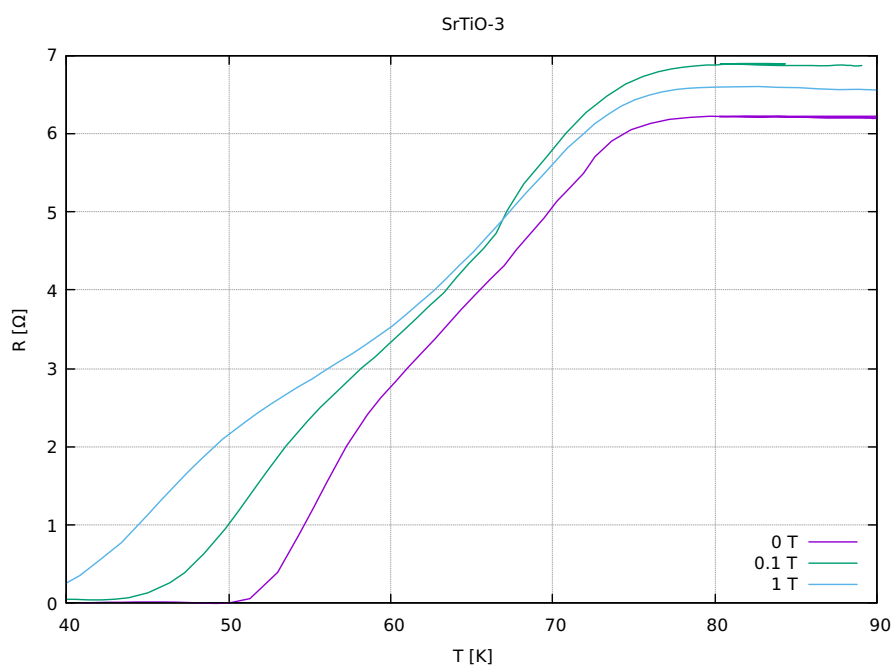
Série SrTiO



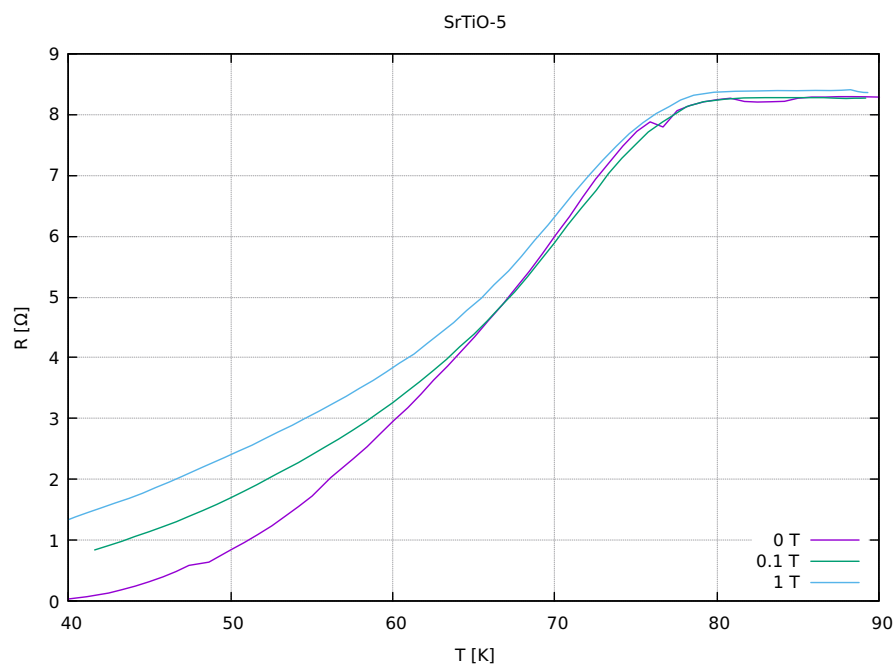
Obrázek 2.21: Srovnání teplotních závislostí elektrického odporu (normovaného na hodnotu při teplotě 90K) pro vybrané vzorky série SrTiO pro nulové vnější magnetické pole.



Obrázek 2.22: Závislost elektrického odporu na teplotě pro vzorek SrTiO-1 pro různé intenzity vnějšího magnetického pole.



Obrázek 2.23: Závislost elektrického odporu na teplotě pro vzorek SrTiO-3 pro různé intenzity vnějšího magnetického pole.



Obrázek 2.24: Závislost elektrického odporu na teplotě pro vzorek SrTiO-5 pro různé intenzity vnějšího magnetického pole.

2.4 Diskuze

Analýza morfologie povrchu vzorků pomocí AFM a SEM prokázala přítomnost kapek typických pro depoziční metodu IJD. Po přežhání je u vzorků patrná výrazná změna morfologie povrchu naznačující sintraci materiálu. Na snímku ze SEM (Obrázek 2.6b) je pozorovatelný krystalizovaný povrch vzorku. Z analýzy tloušťky vzorků u série MgO je patrná závislost rychlosti růstu vrstvy na depozičním tlaku. Se snižujícím se tlakem tloušťka vrstvy (a tedy i rychlost růstu) rostla. To může být způsobeno silnějším výbojem za menšího tlaku. Zároveň při nižším tlaku je potlačené termální odprašování ve prospěch ablace. Kvůli zamezení vlivu tlaku na tloušťku vzorků byl u série SrTiO udržován u všech vzorků tlak konstantní. Přesto se jednotlivé vzorky v rámci této série ve svých tloušťkách liší. Tato odlišnost je s největší pravděpodobností způsobena rozdílným umístěním terčíku vůči depoziční hlavě. V případě vzorků SrTiO-2 a SrTiO-3, u kterých byla naměřena největší tloušťka, byla hlava umístěna dále od středu rotujícího terčíku. Ablace v tomto případě mohla probíhat na větší ploše, v porovnání s ostatními vzorky, kdy byla hlava blíže středu. U takto dlouhé depozice je z terčíku kvůli ablaci odstraněno relativně velké množství materiálu až do hloubky kolem 2 mm, což ovlivňuje rychlost další depozice.

Rentgenová difrakční analýza odhalila velké rozdíly ve fázovém složení mezi jednotlivými vzorky série MgO. Vzorek MgO-1 obsahuje z velké části zelenou fázi Y_2BaCuO_5 , která je obsažena ve všech vzorcích. Zároveň zmíněný vzorek obsahuje také fázi $BaCu_2O_2$. Obdobné fázové složení je i u vzorku MgO-2, což značí, že v intervalu od 480 °C do 490 °C k žádným výrazným fázovým změnám nedochází. Zásadní fázová změna nastává u vzorku MgO-3, tedy při teplotě 500 °C. U tohoto vzorku fázová analýza odhalila přítomnost supravodivé fáze $YBa_2Cu_3O_{7-x}$. Podobné složení, avšak s nižším obsahem supravodivé fáze má i vzorek MgO-4. U tohoto vzorku se objevuje i oxid yttria Y_2O_3 . Ve vzorku MgO-5 se objevuje uhličitán $BaCO_3$, což může být zapříčiněno vysokou depoziční teplotou 520 °C, při které ve vrstvě vzniká BaO_2 , který se následně na vzduchu přemění na uhličitán. U vzorku MgO-6, připraveného za teploty 530 °C je fázové složení již velmi rozdílné a obsahuje pouze velmi stabilní zelenou fázi Y_2BaCuO_5 a fázi $BaCu_2O_2$. Z hlediska fázového

složení u série MgO se jeví jako ideální teplotní interval 500 °C až 510 °C.

Na základě analýzy vzorků první série byl pro druhou sérii, která byla nanášena na monokrystal SrTiO₃, zvolen užší teplotní interval od 495 °C do 515 °C. Uvedené teploty dobře odpovídají teorii pro vznik supravodivé fáze dle diagramu na Obrázku 1.7. SrTiO₃ má oproti MgO lepší shodu mřížkových parametrů se supravodičem YBCO a měl by tak být vhodnější pro jeho epitaxní růst. V případě série SrTiO bylo fázové složení konzistentnější, než v případě předchozí série. U všech vzorků druhé série se vyskytuje fáze YBa₄Cu₃O₉, která je označována jako 143. Tato fáze se ve fázovém diagramu 1.6 nachází blízko supravodivé fáze YBa₂Cu₃O_{7-x} (123) spolu se zelenou fází Y₂BaCuO₅ (211) a její přítomnost značí vhodnou volbu termodynamických veličin depozičního tlaku a teploty. První dva vzorky série SrTiO neobsahují kromě zmíněné fáze 143 žádnou další čtyřprvkovou fázi. Tento výsledek naznačuje, že teplota nad 510 °C je už příliš vysoká pro růst komplexnějších fází. Vzorek SrTiO-3, připravený za teploty 505 °C, obsahuje největší množství fáze 143 a zároveň se zde poprvé objevuje zelená fáze 211 a kapalná fáze BaCuO₂. Přítomnost těchto fází značí vhodnou volbu depozičních parametrů. Poslední dva vzorky SrTiO-4, resp. SrTiO-5 mají stejné složení jako vzorek SrTiO-3, avšak s nižším podílem fáze 143.

Při porovnání obou sérií jsou patrně lepší výsledky pro sérii SrTiO. Dle předpokladu se substrát SrTiO₃ jeví jako vhodnější pro přípravu tenkých vrstev vysokoteplotního supravodiče YBCO.

Po přezíhání fázová analýza u všech vzorků odhalila supravodivou fázi YBa₂Cu₃O_{7-x}. U série MgO bylo v záznamu patrných i mnoho dalších fází. Zároveň vzhledem k nižší tloušťce vrstvy je u většiny vzorků série MgO patrný signál od substrátu. U přezíhaných vzorků nanesených na substrát SrTiO₃ byla supravodivá fáze vždy nalezena ve velkém množství zároveň se zelenou fází Y₂BaCuO₅, a to dokonce i pro vzorek SrTiO-1, který před žíháním neobsahoval kromě fáze 143 žádnou další složitější fázi. Ze záznamů z rentgenové difrakční analýzy a intenzity jednotlivých difrakčních maxim není patrná významná přednostní orientace vrstev.

Měření teplotní závislosti elektrického odporu na vybraných přezíhaných vzorcích ze série MgO a SrTiO odhalilo u všech měřených vzorků supravodivé vlastnosti.

U vzorků ze série MgO je patrný strmý pokles hodnoty elektrického odporu okolo teploty 80 K, při dalším snižování teploty se rychlost poklesu elektrického odporu snižuje. V případě série SrTiO je u všech měřených vzorků pozorovatelný pokles elektrického odporu při teplotě okolo 75 K, přičemž elektrický odpor klesá zcela na nulu při teplotách mezi 40 K a 50 K. Pokles nicméně není příliš strmý, což je pravděpodobně způsobeno nedostatečnou oxidací vrstvy, která ovlivňuje kritickou teplotu (viz Obrázek 1.5), a nedokonalou přednostní orientací. Měření elektrických vlastností odpovídá výsledkům fázové analýzy, kde je výraznější podíl supravodivé fáze u vzorků série SrTiO u které je patrná i ztráta elektrického odporu.

Závěr

V této práci jsme se zaměřili na přípravu a charakterizaci tenkých vrstev vysokoteplotních supravodičů YBCO metodou Ionized jet deposition. Připravili jsme celkem 11 vzorků ve dvou sériích, lišících se použitým substrátem. U první série byl využit monokrystalický MgO, v případě druhé série to byl monokrystalický SrTiO₃

Při analýze tloušťky vzorků byla u série MgO odhalena silná závislost rychlosti růstu vrstvy na depozičním tlaku. Se snižujícím se tlakem tloušťka vrstvy rostla.

Rentgenová difrakční analýza odhalila, že ideální teplota pro depozici vrstev YBCO se pohybuje mezi 500 °C a 505 °C, což dobře koresponduje s teoretickými předpoklady. U série MgO byla při uvedené depoziční teplotě dokonce odhalena přítomnost supravodivé fáze. Fázová analýza zároveň potvrdila předpoklad, že substrát SrTiO₃ je vhodnější pro přípravu tenkých vrstev vysokoteplotních supravodičů YBCO. Přítomnost fází 143 a 211 u série SrTiO naznačuje vhodné nastavení termodynamických veličin pro růst supravodivé fáze. K růstu supravodivé fáze během samotné depozice zatím nedochází. To může být zapříčiněno špatnou stechiometrií, pravděpodobně způsobené nedostatkem mědi ve vrstvě. Po přezíhání byla u všech vzorků nalezena supravodivá fáze.

U vybraných vzorků z obou sérií byla změřena závislost elektrického odporu na teplotě pro různé hodnoty vnějšího magnetického pole. Zmíněná měření prokázala supravodivé vlastnosti u všech měřených vzorků s kritickou teplotou mezi 70 K a 85 K. Pro pokračování výzkumu by bylo vhodné obohatit terčik o měď, což by mohlo podpořit vznik supravodivé fáze 123. Bude také zapotřebí upravit postup depozice tak, aby docházelo k epitaxnímu růstu vrstvy během depozice.

Reference

- [1] J. Bardeen, L. N. Cooper a J. R. Schrieffer. “Theory of Superconductivity”. In: *Phys. Rev.* 108 (5 pros. 1957), s. 1175–1204. DOI: 10.1103/PhysRev.108.1175. URL: <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRev.108.1175>.
- [2] A. Bussmann-Holder a H. Keller. “High-temperature superconductors: underlying physics and applications”. In: *Z. Naturforsch. B* 75.1-2 (2020), s. 3–14. DOI: doi:10.1515/znb-2019-0103. URL: <https://doi.org/10.1515/znb-2019-0103>.
- [3] M. Leroux et al. “Disorder raises the critical temperature of a cuprate superconductor”. In: *Proc. Natl. Acad. Sci.* (květ. 2019), s. 201817134. DOI: 10.1073/pnas.1817134116.
- [4] J. Bardeen. “Theory of the Meissner Effect in Superconductors”. In: *Phys. Rev.* 97 (6 břez. 1955), s. 1724–1725. DOI: 10.1103/PhysRev.97.1724. URL: <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRev.97.1724>.
- [5] T. Košťál. “Příprava a rentgenová difrakční analýza supravodivých tenkých vrstev nanesených metodou IJD”. In: (2021). Bakalářská práce, FJFI ČVUT v Praze, FJFI ČVUT v Praze.
- [6] M. Jůza. “Studium vlivu depozičních parametrů tenkých vrstev vysokoteplotních supravodičů GdBCO připravených pomocí IJD”. In: (2023). Výzkumný úkol, FJFI ČVUT v Praze.
- [7] *High-temperature superconductivity - Timeline of superconductor discoveries*. URL: https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Timeline_of_Superconductivity_from_1900_to_2015.svg#/media/File:Timeline_of_Superconductivity_from_1900_to_2015.svg. (cit. 1. pro. 2023).

- [8] C.N.W. Darlington, D.A. O'Connor a C.A. Hollin. "Preparation of superconducting crystals of YBCO". In: *J. Cryst. Growth* 91.3 (1988), s. 308–311. ISSN: 0022-0248. DOI: [https://doi.org/10.1016/0022-0248\(88\)90243-6](https://doi.org/10.1016/0022-0248(88)90243-6). URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022024888902436>.
- [9] J. Xiong et al. "High-resolution XRD study of stress-modulated YBCO films with various thicknesses". In: *J. Cryst. Growth* 300.2 (2007), s. 364–367. ISSN: 0022-0248. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2006.11.335>. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022024806016216>.
- [10] J. Skočdopole. "Investigation of Functional Thin Films Prepared by Ionized Jet Deposition Method". In: (2023). Disertační práce, FJFI ČVUT v Praze.
- [11] H. U. Habermeier et al. "Y-Ba-Cu-O high temperature superconductor thin film preparation by pulsed laser deposition and RF sputtering: A comparative study". In: *Phys. C: Supercond.* 180.1 (1991), s. 17–25. ISSN: 0921-4534. DOI: [https://doi.org/10.1016/0921-4534\(91\)90626-A](https://doi.org/10.1016/0921-4534(91)90626-A). URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/092145349190626A>.
- [12] A. Molodyk et al. "Development and large volume production of extremely high current density $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ superconducting wires for fusion". In: *Sci. Rep.* 11.1 (led. 2021), s. 2084. ISSN: 2045-2322. DOI: [10.1038/s41598-021-81559-z](https://doi.org/10.1038/s41598-021-81559-z). URL: <https://doi.org/10.1038/s41598-021-81559-z>.
- [13] R. W. Vook. "Structure and growth of thin films". In: *Int. Mater. Rev.* 27.1 (1982), s. 209–245. DOI: [10.1179/imr.1982.27.1.209](https://doi.org/10.1179/imr.1982.27.1.209). eprint: <https://doi.org/10.1179/imr.1982.27.1.209>. URL: <https://doi.org/10.1179/imr.1982.27.1.209>.
- [14] N. Kaiser. "Review of the fundamentals of thin-film growth". In: *Appl. Opt.* 41.16 (čvn. 2002), s. 3053–3060. DOI: [10.1364/AO.41.003053](https://doi.org/10.1364/AO.41.003053). URL: <https://opg.optica.org/ao/abstract.cfm?URI=ao-41-16-3053>.

- [15] J.E. Prieto a I. Markov. “Stranski–Krastanov mechanism of growth and the effect of misfit sign on quantum dots nucleation”. In: *Surf. Sci.* 664 (2017), s. 172–184. ISSN: 0039-6028. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.susc.2017.05.018>. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0039602817301528>.
- [16] I. Markov a S. Stoyanov. “Mechanisms of epitaxial growth”. In: *Contemp. Phys.* 28.3 (1987), s. 267–320. DOI: 10.1080/00107518708219073. eprint: <https://doi.org/10.1080/00107518708219073>. URL: <https://doi.org/10.1080/00107518708219073>.
- [17] C. Tan et al. “Epitaxial growth of hybrid nanostructures”. In: *Nat. Rev. Mater.* 3.2 (2018), s. 1–13. DOI: 10.1038/natrevmats.2017.89. URL: <https://doi.org/10.1038/natrevmats.2017.89>.
- [18] M. Jůza. “Optimalizace depozičních parametrů tenkých vrstev vysokoteplotních supravodičů na bázi YBCO připravených pomocí IJD”. In: (2022). Bakalářská práce, FJFI ČVUT v Praze.
- [19] J. Skočdopole et al. “Preparation of polymeric coatings by ionized jet deposition method”. In: *Chem. Pap.* 72 (7 čvc. 2018), s. 1735–1739. DOI: 10.1007/s11696-018-0426-6. URL: <https://doi.org/10.1007/s11696-018-0426-6>.
- [20] Š. Nekvinda. “Příprava a analýza tenkých vrstev slitin s vysokou entropií nanesených metodou Ionized Jet Deposition”. In: (2019). Bakalářská práce, FJFI ČVUT v Praze.
- [21] F. Paschen. “Ueber die zum Funkenübergang in Luft, Wasserstoff und Kohlensäure bei verschiedenen Drucken erforderliche Potentialdifferenz”. In: *Ann. Phys.* 273.5 (1889), s. 69–96. DOI: <https://doi.org/10.1002/andp.18892730505>. eprint: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1002/andp.18892730505>. URL: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/andp.18892730505>.

- [22] M. Kolář. “Příprava tenkých vrstev vysokoteplotních supravodičů typu REBCO na monokrystalických substrátech metodou IJD”. In: (2023). Bakalářská práce, FJFI ČVUT v Praze.
- [23] G. Galli et al. “Paschen’s Law in Extreme Pressure and Temperature Conditions”. In: *IEEE Trans. Plasma Sci.* 47.3 (2019), s. 1641–1647. DOI: 10.1109/TPS.2019.2896352.
- [24] L. De Broglie. “Waves and Quanta”. In: *Nature* 112 (2815 říj. 1923), s. 540–540. DOI: 10.1038/112540a0. URL: <https://doi.org/10.1038/112540a0>.
- [25] A. Mohammed a A. Abdullah. “Scanning electron microscopy (SEM): A review”. In: *Proceedings of the 2018 International Conference on Hydraulics and Pneumatics—HERVEX, Băile Govora, Romania*. Sv. 2018. 2018, s. 7–9.
- [26] B.J. Inkson. “Scanning electron microscopy (SEM) and transmission electron microscopy (TEM) for materials characterization”. In: *Materials Characterization Using Nondestructive Evaluation (NDE) Methods*. Ed. Gerhard Hübschen et al. Woodhead Publishing, 2016, s. 17–43. ISBN: 978-0-08-100040-3. DOI: <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100040-3.00002-X>. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B978008100040300002X>.
- [27] W. Zhou a Z.L. Wang. *Scanning Microscopy for Nanotechnology. Techniques and Applications*. Led. 2007, s. 1–522. ISBN: 978-0-387-33325-0. DOI: 10.1007/978-0-387-39620-0.
- [28] L. Reimer. “Scanning electron microscopy: physics of image formation and microanalysis”. In: *Meas. Sci. Technol.* 11.12 (pros. 2000), s. 1826–1826. DOI: 10.1088/0957-0233/11/12/703. URL: <https://dx.doi.org/10.1088/0957-0233/11/12/703>.
- [29] *Electron–matter interaction volume and types of signal generated*. URL: https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Electron-matter_interaction_volume_and_various_types_of_signal_generated_-_v2.svg#/media/File:Electron-matter_interaction_volume_and_various_types_of_signal_generated_-_v2.svg. (cit. 25. dub. 2024).

- [30] G. Binnig a H. Rohrer. “Scanning tunneling microscopy”. In: *Surf. Sci.* 126.1-3 (1983), s. 236–244. ISSN: 0039-6028. DOI: [https://doi.org/10.1016/0039-6028\(83\)90716-1](https://doi.org/10.1016/0039-6028(83)90716-1). URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0039602883907161>.
- [31] G. Binnig, C. F. Quate a Ch. Gerber. “Atomic Force Microscope”. In: *Phys. Rev. Lett.* 56 (9 břez. 1986), s. 930–933. DOI: 10.1103/PhysRevLett.56.930. URL: <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevLett.56.930>.
- [32] K. Bian et al. “Scanning probe microscopy”. In: *Nat. Rev. Methods Primers* 1.1 (2021), s. 36. DOI: 10.1038/s43586-021-00033-2. URL: <https://doi.org/10.1038/s43586-021-00033-2>.
- [33] F. J. Giessibl. “Advances in atomic force microscopy”. In: *Rev. Mod. Phys.* 75.3 (2003), s. 949. DOI: 10.1103/RevModPhys.75.949. URL: <https://link.aps.org/doi/10.1103/RevModPhys.75.949>.
- [34] *Atomic force microscopy*. URL: https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Atomic_force_microscope_block_diagram.svg#/media/File:Atomic_force_microscope_block_diagram.svg. (cit. 25. dub. 2024).
- [35] A. Alessandrini a P. Facci. “AFM: a versatile tool in biophysics”. In: *Meas. Sci. Technol.* 16.6 (dub. 2005), R65. DOI: 10.1088/0957-0233/16/6/R01. URL: <https://dx.doi.org/10.1088/0957-0233/16/6/R01>.
- [36] W. Friedrich, P. Knipping a M. Laue. “Interferenzerscheinungen bei Röntgenstrahlen”. In: *Ann. Phys.* 346.10 (1913), s. 971–988. DOI: <https://doi.org/10.1002/andp.19133461004>. eprint: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1002/andp.19133461004>. URL: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/andp.19133461004>.
- [37] M. Etter a R. E. Dinnebier. “A Century of Powder Diffraction: a Brief History”. In: *Z. Anorg. Allg. Chem.* 640.15 (2014), s. 3015–3028. DOI: <https://doi.org/10.1002/zaac.201400526>. eprint: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1002/zaac.201400526>. URL: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/zaac.201400526>.

- [38] J. Epp. “X-ray diffraction (XRD) techniques for materials characterization”. In: *Materials Characterization Using Nondestructive Evaluation (NDE) Methods*. Ed. Gerhard Hübschen et al. Woodhead Publishing, 2016, s. 81–124. ISBN: 978-0-08-100040-3. DOI: <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100040-3.00004-3>. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780081000403000043>.
- [39] *X-ray diffraction*. URL: <https://www.britannica.com/science/X-ray-diffraction>. (cit. 29. dub. 2024).
- [40] *Schematic of (a) Bragg-Brentano (Θ - 2Θ) and (b) GIXRD geometry*. URL: https://www.researchgate.net/figure/4-Schematic-of-a-Bragg-Brentano-th-2th-and-b-GIXRD-geometry_fig30_315142103. (cit. 29. dub. 2024).
- [41] *Gwyddion - Free SPM analysis software*. URL: <http://gwyddion.net/>. (cit. 20. dub. 2024).
- [42] A. Di Chiara et al. “Structure and morphology of MgO/YBCO bilayers for biepitaxial junctions”. In: *Phys. C Supercond.* 273.1 (1996), s. 30–40. ISSN: 0921-4534. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0921-4534\(96\)00599-0](https://doi.org/10.1016/S0921-4534(96)00599-0). URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921453496005990>.
- [43] H. Ohta. “Thermoelectrics based on strontium titanate”. In: *Mater. Today* 10.10 (2007), s. 44–49. ISSN: 1369-7021. DOI: [https://doi.org/10.1016/S1369-7021\(07\)70244-4](https://doi.org/10.1016/S1369-7021(07)70244-4). URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1369702107702444>.