

Vedecká rada Fakulty Elektrotechniky a Informatiky
Slovenskej Technickej Univerzity v Bratislave

Mgr. Agáta Dujavová

Autoreferát dizertačnej práce

**Príprava a vlastnosti tenkých oxidových supravodivých vrstiev na báze Tl a možnosti
ich aplikácie v oblasti kryoelektroniky**

Na získanie vedecko-akademickej hodnosti *philosophiae doctor* v odbore **5.2.48 Fyzikálne
inžinierstvo**

Bratislava

máj 2010

Dizertačná práca bola vypracovaná v rámci dennej formy doktorandského štúdia na
Elektrotechnickom ústave SAV Bratislava.

Predkladateľ: Mgr. Agáta Dujavová

Elektrotechnický ústav SAV, Dúbravská cesta 9, 841 04 Bratislava

Školiteľ: Ing. Štefan Chromik, DrSc.

Elektrotechnický ústav SAV, Dúbravská cesta 9, 841 04 Bratislava

Oponenti: Prof. Ing. Július Cirák, PhD.

RNDr. Alexander Cigáň, CSc.

Autoreferát bol zaslaný dňa:

Obhajoba dizertačnej práce sa koná dňa: 22. 9. 2010.....o...9,00.....hodine v zasadačke Elektrotechnického ústavu SAV v Bratislave pred komisiou pre obhajoby dizertačných prác v odbore doktorandského štúdia **5.2.48 Fyzikálne inžinierstvo** vymenovanou predsedom odborovej komisie.

Predseda spoločnej odborovej komisie: Prof. Ing. Jozef Sítek, DrSc.

FEI STU, Bratislava

In the case of the YBCO superconductors there were some problems with the joint processing of two individual superconducting strips, when this joint is not superconducting. We examined the situation in the case of the Tl-based superconducting thin films. The measurement using Hall probe confirms the existence of the superconducting joints between overlapped Tl-thin films. These superconducting joints could be perspective from the point of view of the patterning various types of the structures where the overlapping of two or more thin film joints is necessary.

9. REFERENCES

- [b1] Ch. Wolters, K. M. Amm, Y. R. Sun, J. Schwartz, *Physica C* **267** (1996) 164.
- [b2] R. L. Meng, B. Hickey, Y. Q. Wang, Y. Y. Sun, L. Gao, Y. Y. Xue, C. W. Chu, *Appl. Phys. Lett.* **68** (1996) 3117.
- [b3] M. Valeriánová, Š. Chromik, V. Štrbík, G. Plesch, Z. Matkovičová, *Acta physica slovacica* **56** (2006) 35.
- [b4] T. Aytug, Y. Yu, S. L. Yan, Y. Y. Xie, J. Z. Wu, *Physica C* **325** (1999) 56.

ÚVOD

Supravodiče na báze tália zaradujeme do skupiny vysokoteplotných supravodičov. Tvoria jednu z najväčších chemických skupín vysokoteplotných supravodičov. Tieto materiály je možné pripravovať vo forme hrubých a tenkých vrstiev, či objemových vzoriek a vo forme pások. Vďaka relatívne vysokým hodnotám kritických teplôt sú zaujímavým materiálom pre využitie v oblasti kryoelektroniky. Pripravou supravodičov vo forme tenkých, orientovaných, prípadne epitaxných vrstiev sa spravidla zlepšuje väzba medzi supravodivými zrnami, a teda dochádza k podstatnému zvýšeniu kritickej prúdovej hustoty oproti objemovým vzorkám, čo je často dôsledkom eliminácie slaboväzobného správania medzi zrnami. Výskum v oblasti vysokoteplotných supravodičov na báze Tl naďalej pokračuje, hlavne čo sa týka zvyšovania hodnôt kritickej teploty. Vysokoteplotné supravodivé pasívne mikrovlnné zariadenia na báze YBCO a Tl-2212 tenkých vrstiev sa v súčasnosti intenzívne skúmajú.

Najbežnejšie sa TBCCO supravodivé vrstvy pripravujú pomocou dvojkrokovej metódy, ktorá zahŕňa depozíciu amorfnej nesupravodivej vrstvy využitím štandardných tenkovrstvových technik a následné žihanie prekursorových vrstiev v prítomnosti zdroja Tl (talinačnej pelety). Priprava tenkých vrstiev obsahujúcich iba fázu Tl-2212 je oveľa jednoduchší proces, ako syntetizovať jednofázové vrstvy Tl-2223 alebo Tl-1223, pretože akékoľvek stechiometrické zloženie východiskových kationov a nižšia teplota talinácie má za následok formovanie Tl-2212 fázy. Túto fázu je možné syntetizovať z rôznych východiskových zložení talinačných peliet, a to 2212, 2223, 4134, 1346, 1112 alebo 1133 (jednotlivé čísla vyjadrujú atómové poradie Tl-Ba-Ca-Cu-O) [1, 2]. Zatiaľ čo Tl-2212 fáza vzniká počas difúzie v pevnom stave, Tl-2223 sa formuje počas fázovej premeny, pri ktorej je potrebná prítomnosť kvapalnej fázy [3]. Premena Tl-2223 na Tl-1223 fázu je zase umožnená odparením TlO. Pripraviť vrstvu obsahujúcu čistú fázu Tl-2223 je bez dopovania veľmi zložitá [4]. Priprava tenkých vrstiev fáz Tl-2223 a Tl-1223 vyžaduje dlhú dobu žihania pri zvýšenej teplote, aby sa dosiahla maximálna hodnota kritickej teploty [5].

Prvé komerčné využitie tenkých vysokoteplotných supravodivých vrstiev systému Tl-Ba-Ca-Cu-O našlo uplatnenie v oblasti pasívnych mikrovlnných zariadení. Pracovná teplota, pri ktorej pracujú, sa pohybuje v oblasti 80 K. Tieto relatívne jednoduché zariadenia majú výborné využitie hlavne vďaka nízkym hodnotám výkonu, avšak pre praktické využitie je potrebné zlepšenie rozsahu spracovateľnosti tak, aby ich bolo možné využívať nielen na príjem (malý výkon), ale aj na prenos (veľký výkon) signálu. Taktiež je potrebné zlepšenie kvality pripravených vrstiev (rastu a usporiadania zŕn), ako aj zvýšenie hodnôt prúdovej hustoty J_c pomocou rastúceho pinningu [6]. Potenciálne využitie našli aj ako filtre pre pozemné alebo satelitné komunikačné systémy, taktiež ako oscilátory pre digitálne a radarové systémy, rezonátory, oneskorovacie linky, a ako prijímacie cievky

pre medicínske diagnostické zariadenia [6]. Ďalšou možnosťou aplikácie je príprava slaboväzobných štruktúr (slabá väzba je oblasť v materiáli so zníženou hodnotou J_c , do ktorej môže prenikať vonkajšie magnetické pole), ktorých pracovná teplota sa pohybuje nad teplotou varu kvapalného dusíka.

2. CIELE DIZERTAČNEJ PRÁCE

V predkladanej dizertačnej práci sme sa venovali optimalizácii určitých krokov prípravy tenkých vrstiev vysokoteplotných supravodičov systému Tl(Re)-Ba-Ca-Cu-O, charakterizácii štruktúrnych a elektrických vlastností s cieľom nájsť najoptimálnejšie podmienky prípravy pre realizáciu rôznych typov štruktúr s perspektívou pre aplikácie v oblasti kryoelektroniky. Ciele dizertačnej práce môžeme rozdeliť do nasledujúcich krokov:

1. Zvládnutie sól-gélovej metódy a jej použitie pri príprave naprašovacích terčov, z ktorých sa pripravujú požadované prekursorové vrstvy a pri príprave talinačných peliet, ktoré slúžia ako zdroj tália.
2. Optimalizácia reakčných podmienok prípravy tenkých vysokoteplotných supravodivých vrstiev na báze tália s cieľom získania rôznych supravodivých fáz (Tl-2212, Tl-2223...).
3. Štúdium vplyvu prítomnosti rénia v prekursorovej vrstve na štruktúrne a elektrické vlastnosti tenkých supravodivých vrstiev na báze Tl pripravených na rôznych typoch podložiek.
4. Realizácia a štúdium vlastností rôznych typov modelových supravodivých štruktúr s perspektívou pre aplikácie v oblasti kryoelektroniky (napr. limitéry, detektory, filtre, ...).

3. ZVOLENÉ METÓDY SPRACOVANIA

Príprava študovaných experimentálnych vzoriek

Prekursorové prášky (Re-Ba-Ca-Cu-O, BaCuO₂ a Ca₂CuO₃), ktoré sú potrebné pre prípravu naprašovacích terčov, ako aj pre prípravu zdroja tália, sme pripravovali pomocou akrylamidovej [7] a močovínovej [8] sól-gélovej metódy.

Oddeľovacie vrstvy CeO₂ a prekursorové vrstvy (Re-Ba-Ca-Cu-O a Ba-Ca-Cu-O) boli pripravované vo vákuovom zariadení Leybold-Heraus Vacuumatic 2PS.

Oddeľovacie vrstvy CeO₂ na R-zafire sme pripravovali v magnetronovom naprašovaní pri teplote podložky 750 °C. Na zlepšenie povrchových vlastností boli pripravené oddeľovacie vrstvy následne žihané pri teplote 1000 °C počas 3 hodín na vzduchu [9, 10].

more suitable for some microwave applications because there is no noise due to the existence of the instabilities in intergranular weak links at working temperature of the superconductor (77 K).

The patterning of the Tl-based superconducting films is quite difficult due to the sensibility to water or water-based chemicals used in the standard photolithography process. This process usually involves photolithographic patterning which exposes film to the photoresist, heat, developer and chemical etchants (often containing water). All of these individual steps have detrimental effects on the Tl-based superconducting material [b4]. Ion beam etching is another method often used for the patterning of the superconducting films. However, this method is limited to thinner films due to high etching rate of the photoresist mask and is often connected with an escape of the oxygen during the etching of the high temperature superconducting films.

Two type of the superconducting structure were prepared: superconducting fault current limiters and superconducting coplanar structures. In all cases (structure with and without Re) only *c*-axis oriented Tl-2212 phase was grown on the top of the substrate. The morphology of the prepared structures showed the homogenous and continuous structure without any traps or defects. SEM (scanning electron microscopy) images also show sharp edges of the prepared structures confirming a suitability of the applied patterning method. The $R(T)$ characteristics confirm the presence of the superconducting phases in all cases.

In the case of the coplanar structure, a measurement of the $R(T)$ dependence in each strip was performed. For the application as a detector, it is important to have the maximum number of the superconducting strips with the comparable values of critical temperatures. The prepared coplanar structure with and without Re had very close values of the T_{c0} (~ 92 – 95 K) of the individual strips in the typical coplanar structure, also in the strips containing microbridges (strips with number 2). These structures are convenient for the testing as superconducting detectors and in framework of the cooperation with the University of Rochester will be examined using optical pump-probe spectroscopy.

The model structures of the superconducting fault current limiters (SFCL) with and without Re were prepared, too. The critical current density of the Re-free superconducting fault current limiters was higher (1.2×10^5 A/cm² at 77 K) in comparison with the structure containing Re ($J_c = 1.86 \times 10^4$ A/cm² at 77 K). However, the J_c of the Re-free structure characterized only a part of the whole meander because this type of the structure is very complicate to prepare uniformly along the whole meander without any defects which making a short circuit. Preliminary investigations on the Tl-2212 thin film current limiter indicate the possibility to use this type of current limiter for special applications (~ several A). Further detailed study of these structures is in progress.

2212 phase. On the other hand, Re stabilizes the sputtering target thus facilitates the process of the superconducting film fabrication. It will be necessary to find some optimal condition for the rhenium content in the precursor films to improve the properties of the Re containing Tl-based superconducting films.

We studied the magnetic properties of the samples prepared with and without Re. Using Hall probe method in the static regime (persistent magnetization current) we determined the critical current density in the self field: $J_c = 4.1 \times 10^5$ A/cm² at 77 K for films containing Re and $J_c \sim 10^6$ A/cm² pri 77 K for Re-free films. From the shape of the profiles of the static magnetic field it was found that the flowing currents have an intergranular character in both cases. The dynamic measurements allow determining the J - E curves of the samples with and without Re. In both cases the $E(J)$ characteristic showed resistive parts on individual curves at various values of external magnetic fields (0, 30, 60mT).

The prepared films were also studied using Magneto-optical imaging. The superconducting films containing Re show very irregular magnetic field penetration because they have some kind of "net" of "cracks", where the magnetic field penetrates very easily. We suppose that this was caused by the presence of some Re-containing phases in the intergranular area where the superconducting properties are weakened. Re-free films were more resistant against the penetration of the external magnetic field comparing to those with Re that is an evidence of higher critical current density of Re-free films.

The superconducting films prepared with and without Re were characterized by measurement of the ac susceptibility. The selected curves of the absorption (χ'') parts of these samples as a function of temperature for several ac magnetic fields were measured. In the case of the Re-doped films prepared on the CeO₂ buffered R -plane sapphire the χ'' exhibits two peaks at low magnetic fields: the peak that occurred at higher temperatures corresponds to the absorption of grains and other peak at lower temperatures corresponds to the absorption of the intergrain links. In the temperature range down to 77 K the intergrain peaks disappeared when the magnetic field exceeded $H = 0.06$ mT. On the other hand, the Re-free films prepared on the CeO₂ buffered R -plane sapphire as well as on the LaAlO₃ substrates and the films containing Re prepared on the LaAlO₃ substrates exhibit no intergrain peaks on χ'' . The Re and the presence of the epitaxial mosaic buffer layer introduce intergrain links which decrease J_c of the prepared films however it seems that Re improves the J_c in the grains. This fact should be examined in more detail in next research.

Finally, we provided the microwave characterization of two types of the films prepared with and without Re in the precursor film. From this measurement is evident that the Re-free films are

Prekursorové vrstvy zloženia $\text{Re}_{0.15}\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ a $\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ boli na jednotlivé podložky (R-zafir s CeO₂ oddeľovacou vrstvou a LaAlO₃) deponované v magnetronovým naprašovaním zo stechiometrických terčov rovnakého zloženia. Depozícia sa uskutočňovala v argónovej atmosfére pri izbovej teplote.

Pripravené prekursorové vrstvy sme talinovali v atmosfére kyslíka s využitím talinačných peliet, ktoré slúžia ako zdroj Tl. Ide o nezreagované pelety zloženia $\text{Tl}_{1.85}\text{Re}_{0.15}\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10.3}$, ktoré sme pripravovali zmiešaním stechiometrického množstva prekursorového prášku $\text{Re}_{0.15}\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7.525}$ a Tl_2O_3 .

Pri talinácii sme využívali dvojkrokovú (ex-situ) metódu s jednozónovým usporiadaním v otvorenom systéme. Talinačná peleta spolu s prekursorovou vrstvou boli umiestnené v striebornej fólii a vložené do korundového kelímka s vrchnákom. Prekursorová vrstva a zdrojová peleta boli žiahané vo vertikálnej kremennej trúbkovej peci. Talinácie sa uskutočňovali pri teplote 860 °C a čase talinácie 45 minút.

Pri tvarovaní vysokoteplotných supravodivých vrstiev na báze Tl sme využívali fotolitografickú techniku lift off.

Štúdium vlastností pripravených vzoriek

Na určenie fázového zloženia, kryštálovej štruktúry a kryštalografickej orientácie supravodivých materiálov sme využívali RTG žiarenie. Pri meraniach sa používalo Bragg-Brentanovo usporiadanie, pri ktorom žiarenie diffraktuje na rovinách rovnobežných s povrchom podložky a umožňuje nám to určiť c orientáciu vrstvy. Toto usporiadanie však nedáva dostatočnú informáciu o miere usporiadanosti, odklonu osi c od normály k povrchu podložky v jednotlivých kryštáloch a o orientácii materiálu v rovine podložky. Kvôli tomu sa využíva meranie v ω geometrii (ω -krivka), kde sa mení uhol ω , teda vzorku naklápame a uhol θ spĺňa Braggovu podmienku pre difrakciu. Mierou usporiadanosti vrstvy v smere kolmom k podložke je šírka ω -krivky v polovičnej výške maximálnej intenzity, tzv. polšírka ($\Delta\omega$, FWHM), na základe čoho získavame informáciu o mozaicite vrstvy. Otáčaním vzorky okolo osi kolmej na povrch vrstvy (ϕ -krivky) je možné získať informáciu o orientácii vrstvy v a - b rovine.

Morfológiu pripravených vrstiev sme sledovali skenovacím elektrónovým mikroskopom (Scanning Electron Microscopy) – SEM.

Meranie teplotnej závislosti odporu supravodiča $R(T)$ poskytuje primárnu informáciu o pripravenej supravodivej vrstve. Pri meraniach sa využívala štvorbodová metóda použitím indiových kontaktov. Meracia hlavica so vzorkou bola vložená do Dewarovej nádoby s kvapalným héliom a

nameraná závislosť odporu od teploty bola snímaná a spracovaná automatickým meracím systémom pomocou počítača. Zo závislostí sme určovali nasledovné parametre prechodu: T_{on} , T_{cm} , $T_{c(0)}$.

Magnetické meranie s využitím Hallovej sondy patrí k bezkontaktným metódam merania magnetického poľa vyvolaného zamrazenými prúdmi vo vzorke. Na základe tohto merania je možné získať informáciu o kritickej prúdovej hustote J_c supravodiča, o závislosti prúdu od napätia (E - J) a o homogenite pripravenej vzorky.

Magnetooptické zobrazovanie sa využíva na študovanie vplyvu spojitosti zŕn na mikroskopickú kritickú prúdovú hustotu tenkých vysokoteplotných supravodivých vrstiev. Táto metóda je založená na jave magnetooptického zobrazovania preniknutého magnetického poľa v závislosti od štruktúrnych a elektrických vlastností pripravených vysokoteplotných supravodičov.

Mikrovláňová charakterizácia tenkých vysokoteplotných supravodivých vrstiev bola uskutočňovaná v rezonátore typu TE₀₁₁, kde vrstva tvorí časť povrchu steny rezonátora. Pomerné meranie kvality rezonátora (so vzorkou a bez vzorky) v nulovom magnetickom poli dáva závislosť relatívnej zmeny kvality Q/Q_0 od teploty. Informácia dopĺňa $R(T)$ meranie (jednosmerné) v oblasti $R = 0$.

Hrúbka pripravených vrstiev bola meraná pomocou Hobson Talystep profilometra a využitím interferenčného merania.

4. HLAVNÉ VÝSLEDKY DIZERTAČNEJ PRÁCE

Hlavným cieľom dizertačnej práce bol štúdium vplyvu prítomnosti rénia v prekurzorovej vrstve na vlastnosti tenkých vrstiev vysokoteplotných supravodičov na báze tália a realizácia rôznych typov štruktúr s perspektívou pre aplikácie v oblasti kryoelektroniky.

4.1 Vplyv obsahu rénia v prekurzorovej vrstve na vlastnosti tenkých supravodivých vrstiev na báze tália

Prvým krokom prípravy vysokoteplotných supravodivých vrstiev na báze TI je depozícia prekurzorových vrstiev. Prekurzorové vrstvy sme naprašovali pomocou vysokofrekvenčného magnetronového naprašovania z terča, ktorý mal rovnaké stechiometrické zloženie ako požadovaná prekurzorová vrstva. Pre prípravu TI-Ba-Ca-Cu-O vrstiev využívame terče zloženia Ba₂Ca_{*n*-1}Cu_{*y*}O_{*y*}. Kvôli vysokej citlivosti prvkov bária a vápnika voči CO₂ a vzdušnej vlhkosti je potrebné pripraviť prekurzorové prášky BaCuO₂ a Ca₂CuO₃, ktoré sa vyznačujú väčšou stabilitou voči okolitej atmosfére ako Ba₂Ca₂Cu₃O_{*y*} prekurzor [11].

Ďalšou alternatívou chemickej stability prekurzorových práškov je použitie rénia. Prídavok Re účinne zabráňuje degradácii bária na uhličitan bárnatý v Ba₂Ca₂Cu₃O_{*y*} prekurzoroch [12, 13].

8. SUMMARY

In the frame of the dissertation thesis we studied the influence of some reaction condition on structural and superconducting properties of thin superconducting TI(Re)-Ba-Ca-Cu-O films with the aim to find optimal conditions for the preparation of different types of structures with a perspective for cryoelectronic applications.

For the fabrication of our TI-based superconducting thin films a two step process was used including an RF magnetron sputtering of the amorphous precursor ((Re)-Ba-Ca-Cu-O) and ex-situ thallination in the quartz tube in open system. We choose R-plane sapphire with a CeO₂ buffer layer and LaAlO₃ material as substrate for the preparation of the final films.

The main goal of my dissertation thesis was the study of the influence of the rhenium content on the final conditions of the thin TI-based superconducting films. For the preparation of the TI-Ba-Ca-Cu-O films we used a target (Ba₂Ca_{*n*-1}Cu_{*y*}O_{*x*}) with the same composition as the desired film. Because of the high sensitivity of barium and calcium compounds to water and carbon it is desirable to find a suitable alternative of the target stabilization. It is known that possibility for the chemical stabilization of the precursor powders is the use of rhenium. In the case of the Hg-based superconductors the addition of Re is efficient in preventing Ba carbonation of the Ba₂Ca₂Cu₃O_{*x*} precursors [b1, b2]. The Re-doped precursors and pellets enhance the formation and stability of the Hg-based superconductors. The first experiments with the TI-based superconductors showed that the Re doping also improved the chemical stability of the sputtering target and did not have any influence on the critical temperature values [b3].

The influence of the rhenium in the precursor film on the structural and electrical properties was studied. In all cases (the films with and without rhenium prepared on the R-plane sapphire with the CeO₂ buffer layer and the LaAlO₃ substrates) only *c*-axis oriented TI-2212 phase was found in the prepared films. The presence of Re was not detected by XRD analysis. We suppose that Re phases are not crystalline and could be present in the amorphous form between the grain boundaries. However, low tilt of the *c*-axis to the substrate normal and worse in plane alignment can be caused by the presence of some Re amorphous phase between the superconducting grains. Transport measurements of the $R(T)$ characteristics confirmed the presence of the superconducting phases in all types of the films. The values of the critical temperatures for all samples were comparable. The influence of Re on the microstructure of the prepared films was really evident. In the case of the Re-based films, the grains are small; an average grain size is about 0.5 μm. These grains are formed from the TI-2212 superconducting phase. On the other hand, the Re-free films contain large epitaxial blocks (3 – 5 μm) consisting of the TI-2212 superconducting phase. The same effect was observed on the LaAlO₃ substrate, too. We suppose that the presence of the rhenium changed the thermodynamics of the TI-

- [8] T. M. Mendonça, Institut Néel, CNRS, Grenoble, France, *private communication*.
- [9] M. Španková, I. Vávra, Š. Gaži, D. Machajdík, Š. Chromik, K. Fröhlich, L. Hellemans, Š. Beňačka, *J. of Crystal Growth* **218** (2000) 287.
- [10] Š. Chromik, M. Cannarts, Š. Gaži, C. Van Haesendonc, M. Španková, P. Kúš, Š. Beňačka, *Physica C* **371** (2002) 301.
- [11] Ph. Galez, J. L. Soubeyroux, Th. Hopfinger, Ch. Opagiste, M. Lomello-Tafin, Ch. Bertrand, J. L. Jorda, *Supercond. Sci. Technology* **14** (2001) 583.
- [12] Ch. Wolters, K. M. Amm, Y. R. Sun, J. Schwartz, *Physica C* **267** (1996) 164.
- [13] R. L. Meng, B. Hickey, Y. Q. Wang, Y. Y. Sun, L. Gao, Y. Y. Xue, C. W. Chu, *Appl. Phys. Lett.* **68** (1996) 3117.
- [14] Y. Moriawaki, T. Sugano, A. Tsukamoto, C. Gasser, K. Nakanishi, S. Adachi, K. Tanabe, *Physica C* **303** (1998) 65.
- [15] X. Li, M. Khafizov, Š. Chromik, M. Valeriánová, V. Štrbík, P. Odier, R. Sobolewski, *IEEE Trans. Applied Supercond.* **17** (2007) 3648.
- [16] J. Kato-Yoshioka, N. Sakai, S. Tajima, S. Miyata, T. Watanabe, Y. Yamada, N. Chikumoto, K. Nakao, T. Izumi, Y. Shiohara, *Journal of Physics: Conference Series* **43** (2006) 166.

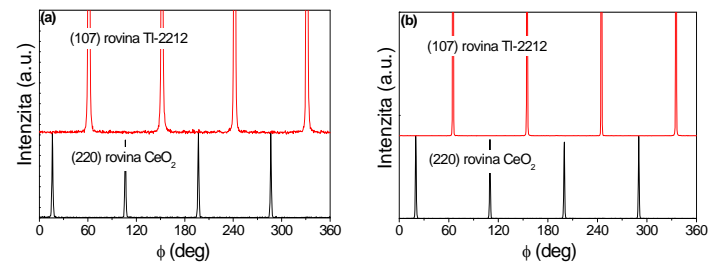
7. PUBLIKAČNÁ ČINNOSŤ DIZERTANTA

- [a1] **A. Dujavová**, M. Valeriánová, V. Štrbík, Z. Matkovičová, G. Plesch, I. Kostič: Influence of the reaction conditions on the formation of Tl(Re)-Ba-Ca-Cu-O superconducting thin films by thallination in open system, *Central European J. Phys.* **5** (2007) 229-235.
- [a2] Z. Matkovičová, V. Štrbík, G. Plesch, M. Valeriánová, **A. Dujavová**: Tl-based superconducting films prepared by aerosol spray deposition and thallinated in an open system, *Central European J. Phys.* **5** (2007) 398-404.
- [a3] **A. Dujavová**, M. Sojková-Valeriánová, Š. Gaži, V. Štrbík, M. Polák, I. Kostič, Š. Chromik: The influence of the rhenium in the precursor film on the properties of the thin superconducting films based on thallium, *Physica C* **469** (2009) 308-311.
- [a4] **A. Dujavová**, M. Sojková-Valeriánová, Š. Chromik, V. Štrbík, I. Kostič: Tl-based patterned superconducting structures – fabrication and study, *Supercond. Sci. Technol.* **23** (2010) 045007 (5pp).
- [a5] W. M. Woch, **A. Dujavová**, R. Zalecki, A. Kołodziejczyk, M. Sojková, Š. Chromik: Susceptibility and critical currents of the superconducting Tl,Re-2212 and Tl-2212 thin films, submitted to *Supercond. Sci. Technol.*

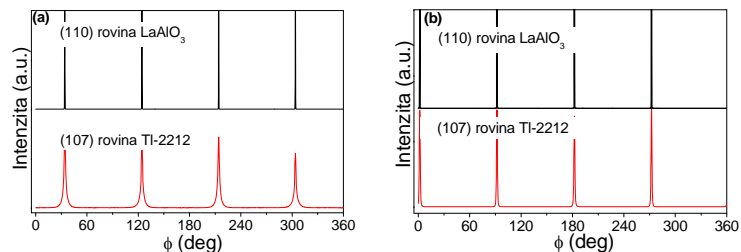
Je známe, že prekursorzy a pelety dopované réniom zlepšujú formovanie a stabilitu supravodičov na báze ortuti. Hg-Ba-Ca-Cu-O vrstvy substituované réniom dosahujú vysoké hodnoty kritických prúdových hustôt. Zistilo sa, že réniom takisto zlepšuje supravodivé vlastnosti a morfológiu vrstiev [14].

Pre štúdium vplyvu obsahu Re v prekursorových vrstvách bolo potrebné pripraviť si prekursorové prášky $\text{Re}_{0.15}\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7.525}$ a $\text{BaCuO}_2 + \text{Ca}_2\text{CuO}_3$, ktoré sme použili na prípravu naprašovacích terčov, z ktorých sme naprašovali požadované prekursorové vrstvy. Prekursorové vrstvy s obsahom a bez obsahu Re ($\text{Re}_{0.15}\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ a $\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$) sme deponovali na podložky CeO_2/R -zafir a LaAlO_3 . Fázové zloženie pripravených supravodivých vrstiev sme kontrolovali RTG analýzou. Zistili sme, že všetky pripravené supravodivé vrstvy obsahujú okrem reflexií prislúchajúcich podložkám CeO_2/R -zafiru a LaAlO_3 iba c -orientovanú Tl-2212 supravodivú fázu. Pomocou θ - 2θ analýzy nebola zistená prítomnosť rénia vo vrstvách. Predpokladáme, že fázy rénia sa v pripravených vrstvách nevyskytujú v kryštalickej forme, ale pravdepodobne v amorfnej forme v medzizrnnom prostredí.

Orientáciu supravodivých vrstiev v a - b rovine nám potvrdili Φ -krivky. Vrstvy pripravené na podložke CeO_2/R -zafir vykazujú 4 píky supravodivej fázy Tl-2212, ktoré sú pootočené o 45° voči CeO_2 píkom (obr. č. 1). Avšak, vrstvy neobsahujúce Re mali nižšiu hodnotu $\Delta\Phi \sim 0.7^\circ$ (stredná hodnota polšírky Φ -kriviek) ako vrstvy s obsahom Re ($\Delta\Phi \sim 0.93^\circ$). V prípade supravodivých vrstiev pripravených na podložke LaAlO_3 sme takisto získali 4 píky supravodivej fázy Tl-2212 (obr. č. 2), ktoré majú rovnakú pozíciu ako píky patriace podložke. Zistili sme, že rovnako ako v prípade vrstiev pripravených na podložke CeO_2/R -zafir mali vrstvy neobsahujúce Re nižšiu hodnotu $\Delta\Phi$ ($\sim 1.2^\circ$) ako vrstvy s obsahom Re ($\Delta\Phi \sim 2.15^\circ$). Predpokladáme, že horšie usporiadanie v rovine môže byť spôsobené prítomnosťou možnej amorfnej Re fázy nachádzajúcej sa medzi supravodivými zrnami.



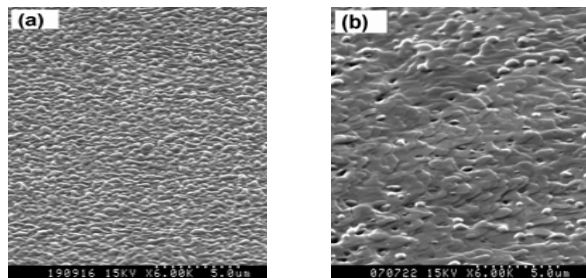
Obr. č. 1: Φ -krivky (107) roviny Tl-2212 fázy a (220) roviny oddeľovacej vrstvy CeO_2 supravodivých vrstiev na báze Tl pripravených s obsahom (a) a bez obsahu rénia (b).



Obr. č. 2: Φ -krivky (107) roviny Tl-2212 fázy a (110) roviny podložky LaAlO_3 supravodivých vrstiev na báze Tl pripravených s obsahom (a) a bez obsahu rénia (b).

Transportné merania $R(T)$ charakteristík potvrdili prítomnosť supravodivých fáz vo všetkých pripravených vrstvách. Hodnoty kritických teplôt T_{on} a $T_{\text{c}(0)}$ pre všetky pripravené vzorky boli porovnateľné v rozmedzí $T_{\text{on}} = 127 - 125$ K a $T_{\text{c}(0)} = 93 - 97$ K. Tieto výsledky naznačujú, že réniu nachádzajúce sa pravdepodobne v medzivrstvom prostredí neovplyvňuje supravodivosť v zrnách.

Hoci vplyv rénia na fázové zloženie a na hodnoty kritických teplôt nie je významný, jeho vplyv na mikroštruktúru pripravených vrstiev je evidentný. Na obr. č. 3 môžeme vidieť morfológiu vrstiev s obsahom a bez obsahu Re pripravených na podložke R-zafiru s CeO_2 oddelovacou vrstvou. Vrstvy s obsahom Re pozostávajú z menších zrn, priemerná veľkosť zrna je približne $0.5 \mu\text{m}$. Tieto zrná sú formované z Tl-2212 supravodivej fázy. Na druhej strane, vrstvy bez obsahu Re obsahujú veľké epitaxné bloky ($3 - 5 \mu\text{m}$) pozostávajúce z Tl-2212 supravodivej fázy. Rovnaký efekt sme pozorovali aj v prípade vrstiev pripravených na LaAlO_3 podložke.



Obr. č. 3: Morfológia povrchu vrstiev na báze Tl pripravených na R-zafire s CeO_2 oddelovacou vrstvou s obsahom (a) a bez obsahu rénia (b).

merania magnetickej susceptibilita sa však zdá, že prídavok Re by mohol zvyšovať hodnoty kritickej prúdovej hustoty v zrnách pripravených vrstiev. V budúcnosti bude preto potrebné bližšie preskúmať tento fakt.

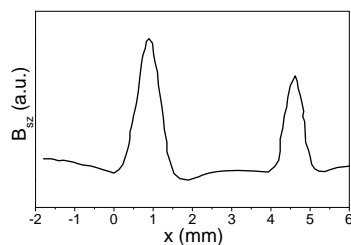
Pripravené koplánarne štruktúry s obsahom a bez obsahu Re dosahujú blízke hodnoty $T_{\text{c}(0)}$ jednotlivých pásov ($\sim 92 - 95$ K), na základe toho sú tieto štruktúry vhodné pre testovanie ako veľmi rýchle supravodivé fotodetektory. Modelová štruktúra supravodiveho limitéra neobsahujúca Re dosahuje vyššiu kritickú prúdovú hustotu (1.2×10^5 A/cm² pri 77 K) oproti štruktúram s obsahom Re ($J_c = 1.86 \times 10^4$ A/cm²). Predbežný výskum v oblasti tenkovrstvových prúdových limitérov fázy Tl-2212 ukazuje možnosť použitia týchto štruktúr pre špeciálne aplikácie (\sim niekoľko ampérov) a ďalšia optimalizácia reakčných podmienok je preto nutná. V prípade tenkých supravodivých vrstiev na báze Tl sme ukázali možnosť pripraviť supravodivé spoje prekrížených supravodivých pásov, ktoré môžu byť perspektívne z hľadiska tvarovania rôznych typov štruktúr, kde sa vyžaduje nadpojenie dvoch alebo viacerých tenkovrstvových pásov.

V budúcom výskume bude potrebné naďalej sa venovať optimalizácii reakčných podmienok prípravy vysokoteplotných supravodivých vrstiev na báze Tl so zámerom zlepšenia homogenity vrstiev a zvýšenia hodnoty kritickej prúdovej hustoty hlavne v prípade štruktúr supravodivých prúdových limitérov, ktoré by boli potom použiteľné pre limitáciu prúdu do 10 A. V prípade supravodivých vrstiev pripravených bez obsahu Re, ktoré vykazujú rast zrn vo forme veľkých epitaxných blokov, by sme sa chceli zamerať na realizáciu a štúdium vlastností slaboväzobných štruktúr, ktoré využívajú intrinzičný Josephsonov jav. Záverom možno zhrnúť, že získané výsledky v tejto práci, ako aj ďalšie aktivity v tomto smere sú nevyhnutné pre ďalší rozvoj vedného odvetvia kryoelektroniky.

6. ZOZNAM POUŽITEJ LITERATÚRY

- [1] B. Morosin, R. J. Baughman, D. S. Ginley, J. E. Schirber, E. L. Venturini, *Physica C* **161** (1990) 115.
- [2] B. Morosin, D. S. Ginley, E. L. Venturini, R. J. Baughman, C. P. Tigges, *Physica C* **172** (1991) 413.
- [3] M. Leskelä, H. Mölsä, L. Niinistö, *Supercond. Sci. Technol.* **6** (1993) 627.
- [4] J. Chrzanowski, X. M. Burany, A. E. Curzon, J. C. Irwin, B. Heinrich, N. Fortier, A. Cragg, *Physica C* **207** (1993) 25.
- [5] W. L. Holstein, L. A. Parisi, *J. Mater. Res.* **11** (1996) 1349.
- [6] A. P. Bramley, J. D. ÓConnor, C. R. M. Grovenor, *Supercond. Sci. Technol.* **12** (1999) R 57.
- [7] A. Sin, P. Odier, M. Núñez-Regueiro, *Physica C* **330** (2000) 9.

Možnosťou, vďaka ktorej je možné potvrdiť existenciu supravodivých spojov, je prerušenie prúdovej dráhy, čím by sa zamedzilo pretekaniu slučkového prúdu. Po prerušení obvodovej dráhy pomocou diamantovej ihly sme rovnako, ako v prvom prípade, merali profil magnetického poľa nad vzorkou. Na obr. č. 13 je jasne vidno, že vo vzorke tečú už iba magnetizačné prúdy v jednotlivých pásiakoch.



Obr. č. 13: Meranie profilu magnetického poľa nad vzorkou po prerušení obvodovej dráhy.

5. ZÁVERY PRE PRAX A ĎALŠÍ ROZVOJ VEDNEJ DISCIPLÍNY

Supravodiče na báze Tl tvoria jednu z najväčších chemických skupín vysokoteplotných supravodičov. Tenké vrstvy vysokoteplotných supravodičov na báze Tl sú perspektívnym materiálom pre využitie v kryoelektronike vďaka vysokým hodnotám kritických teplôt (nad 100 K). Tenké vrstvy supravodivej fázy Tl-2212 sa využívajú hlavne ako mikrovlnné súčiastky, pretože ich pracovná teplota sa pohybuje nad 77 K, pripravené štruktúry vykazujú vyššiu stabilitu a dlhšiu životnosť. Aplikácia takýchto súčiastok v oblasti každodenného použitia je limitovaná zložitou prípravou. Optimalizácia určitých krokov prípravy preto otvára ďalšie možnosti ich aplikácie v oblasti kryoelektroniky.

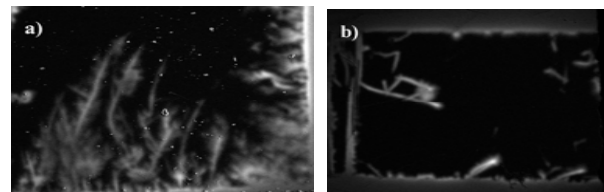
Prídavok Re stabilizuje naprašovacie terče voči vplyvu okolitej atmosféry, čím sa zvyšuje reprodukovateľnosť prípravy prekursorových vrstiev potrebných pre realizáciu finálnych supravodičov. Dopovanie Re nemá značný vplyv na fázové zloženie a hodnoty kritických teplôt pripravených vrstiev. Avšak mierna rozorientácia kryštálov a horšie usporiadanie v rovine u vrstiev obsahujúcich Re môže byť spôsobené prítomnosťou pravdepodobne amorfnej Re fázy nachádzajúcej sa medzi supravodivými zrnami. Vrstvy obsahujúce Re dosahujú nižšie hodnoty kritickej prúdovej hustoty v porovnaní s vrstvami bez obsahu Re ($J_c \sim 10^6$ A/cm² pri 77 K), čo je spôsobené prítomnosťou možných Re fáz nachádzajúcich sa v medzizrnnom prostredí a väčším množstvom hraníc zrn. Predpokladáme, že prítomnosť rénia mení termodynamiku rastu Tl-2212 fázy. Z výsledkov

Záverom možno zhrnúť, že Re nemá značný vplyv na fázové zloženie a hodnoty kritických teplôt pripravených vrstiev. Avšak horšie usporiadanie v *a-b* rovine u vrstiev obsahujúcich Re môže byť spôsobené prítomnosťou pravdepodobne amorfnej Re fázy nachádzajúcej sa medzi supravodivými zrnami, čo môže byť dôsledok zreteľného rozdielu vo veľkosti zrn vrstiev s obsahom Re v porovnaní s vrstvami neobsahujúcimi Re. Predpokladáme preto, že prítomnosť rénia mení termodynamiku rastu Tl-2212 fázy. Na druhej strane Re chemicky stabilizuje naprašovacie terče, čím sa značne uľahčuje proces prípravy a reprodukovateľnosť supravodivých vrstiev na báze Tl. Pre zlepšenie povrchovej morfológie vrstiev s obsahom Re je potrebné nájsť optimálne reakčné podmienky.

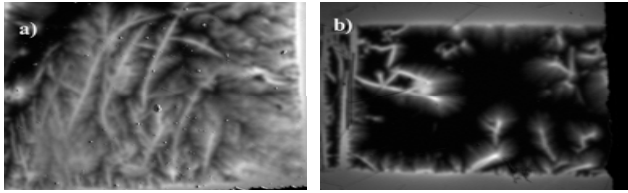
4.2 Charakterizácia magnetických a mikrovlnných vlastností tenkých supravodivých vrstiev zloženia Tl(Re)-Ba-Ca-Cu-O

Magnetické vlastnosti tenkých supravodivých vrstiev na báze Tl pripravených s obsahom a bez obsahu rénia boli študované pomocou meraní magnetického poľa v ich blízkosti Hallovou sondou. Použitím merania v statickom režime (perzistentný magnetizačný prúd) sme určili kritickú prúdovú hustotu pripravených vrstiev. Hodnoty kritickej prúdovej hustoty v prípade vrstiev pripravených na LaAlO₃ podložke s obsahom Re sú 4.1×10^5 A/cm² pri 77 K, kým vrstvy pripravené bez obsahu Re na LaAlO₃ dosahujú $J_c \sim 10^6$ A/cm² pri 77 K. Vrstvy pripravené na podložke CeO₂/R-zafir s obsahom Re dosahujú maximálne $J_c \sim 10^5$ A/cm² pri 77 K. Predpokladáme, že hodnota J_c vrstiev pripravených s obsahom Re je znížená v dôsledku prítomnosti možných Re fáz v medzizrnnom prostredí a väčším množstvom hraníc zrn, kde k vyššie uvedeným efektom sa pridáva ešte aj mozaicita oddeľovacej CeO₂ vrstvy [9, 10].

Pripravené tenké supravodivé vrstvy na báze Tl s obsahom a bez obsahu Re boli ďalej charakterizované pomocou metódy magnetooptického zobrazovania. Na obr. č. 4 a 5 môžeme vidieť magnetooptické obrázky pripravených vrstiev.



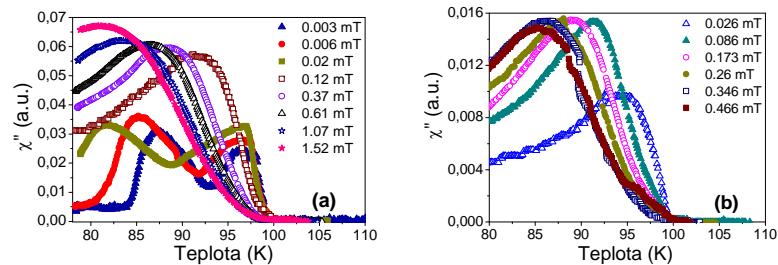
Obr. č. 4: Magnetooptické obrázky vrstiev na báze Tl pripravených na LaAlO₃ podložke s obsahom (a) a bez obsahu Re (b) merané pri 10 mT a 9 K.



Obr. č. 5: Magnetooptické obrázky vrstiev na báze Tl pripravených na $LaAlO_3$ podložke s obsahom (a) a bez obsahu Re (b) merané pri 30 mT a 9 K.

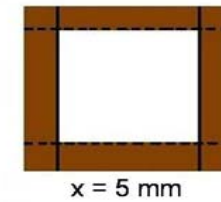
Tieto obrázky ukazujú prenikanie vonkajšieho magnetického poľa vo vrstve. Svetlé a tmavé miesta odpovedajú oblastiam s väčším a menším prenikaním magnetického poľa. V prípade supravodivých vrstiev obsahujúcich Re môžeme vidieť, že vykazujú väčšie prenikanie magnetického poľa. Predpokladáme, že je to spôsobené prítomnosťou fáz obsahujúcich Re v medzizrnnom prostredí, kde sú supravodivé vlastnosti vrstvy zoslabené. Supravodivé vrstvy neobsahujúce Re vykazujú väčšiu odolnosť voči prenikaniu vonkajšieho magnetického poľa v porovnaní s vrstvami s obsahom Re.

Na pripravených tenkých supravodivých vrstvách s obsahom a bez obsahu rénia v prekurzorovej vrstve bola meraná aj imaginárna (absorpcia - χ'') zložka magnetickej susceptibility ako funkcia teploty pre rôzne striedavé (ac) magnetické polia. V prípade vrstvy obsahujúcej Re vykazuje χ'' dve maximá pri nízkych hodnotách magnetického poľa. Maximum objavujúce sa pri vyšších teplotách odpovedá absorpcii v zrnách, zatiaľ čo pri nižších teplotách odpovedá absorpcii v medzizrnných spojoch (obr. č. 6a). V momente, keď magnetické pole presiahne hodnotu $H = 0.06$ mT, maximá odpovedajúce absorpcii v medzizrnných spojoch sa v teplotnom rozmedzí pod 77 K už neobjavujú. V prípade vzorky neobsahujúcej Re sa v zázname nachádzajú iba maximá patriace absorpcii v zrnách (obr. č. 6b).



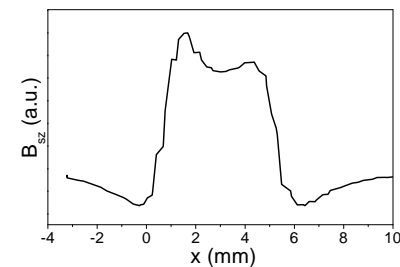
Obr. č. 6: Absorpčná zložka ac magnetickej susceptivity vrstiev s obsahom (a) a bez obsahu (b) Re pripravených na podložke R-zafir s CeO_2 oddeľovacou vrstvou.

$Re_{0.15}Ba_2Ca_2Cu_3O_y$ (obr. č. 11). Tento systém pásov bol potom žiňaný v prítomnosti talinačnej pelety ($Tl_{1.85}Re_{0.15}Ba_2Ca_2Cu_3O_{10.3}$) pri teplote 860 °C počas 45 minút za vzniku supravodivých pásov. Rovnaký postup bol volený aj v druhom kroku, pri ktorom sme naprášili dve nové paralelné úzke pásy kolmo na pôvodný systém. Nový systém pásov bol takisto talinovaný v prítomnosti zdroja Tl pri teplote 860 °C počas 45 minút. Tento spôsob prípravy vyžaduje, aby sme po nanosení prvej sady pásov vybrali vzorku z aparatury, a potom začali s nanášaním ďalšej sady, ktorá prekrýva prvý systém. Hrúbka pripravených pásov je 300 nm. V miestach, kde sa nachádzajú spoje medzi jednotlivými páskami, je dvojnásobná hrúbka (600 nm). Vrstvy obsahujú supravodivú c -orientovanú Tl-2212 fázu s $T_{c(0)} \sim 95$ K.



Obr. č. 11: Tvar prepojených supravodivých pásov.

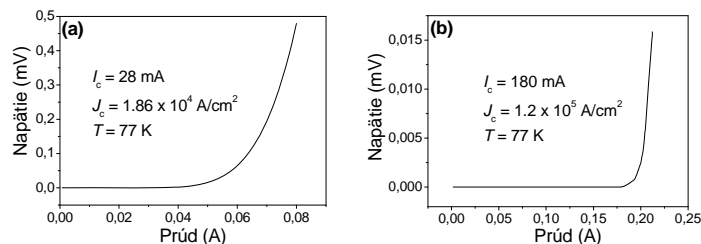
Pre potvrdenie existencie supravodivých spojov v rohoch pripravenej vzorky bolo potrebné zistiť, či vo vzorke tečie tzv. slučkový (obvodový) prúd, ktorý by potvrdil ich prítomnosť. Meranie sa uskutočňovalo v statickom režime s využitím Hallovej sondy, merali sme profil magnetického poľa nad vzorkou pozdĺž osi x . Merané magnetické pole nad vzorkou je superpozíciou príspevku od magnetizačných prúdov tečúcich v páskach a poľa od slučkového prúdu (obr. č. 12). Tvar profilu potvrdil existenciu slučkového prúdu ($I_{slučkový}$), z toho vyplýva, že sa nám podarilo pripraviť supravodivé spoje prekrížených supravodivých pásov.



Obr. č. 12: Meranie profilu magnetického poľa nad vzorkou pomocou Hallovej sondy.

Ďalšou aktivitou, ktorej sme sa venovali, bola príprava modelovej štruktúry supravodivého prúdového limitéra na báze TI. Pre ich uskutočnenie bola potrebná realizácia matrice, ktorou by bolo možné pripraviť talinačné pelety o rozmere 20 mm, na základe čoho by sme mohli pripravovať vzorky väčších rozmerov. Štruktúry limitéra boli pripravené na podložke CeO₂/R-zafir s obsahom a bez obsahu Re v prekurzorovej vrstve. Pomocou RTG analýzy sme identifikovali v obidvoch prípadoch iba *c*-orientovanú TI-2212 fázu. Hodnoty kritických teplôt $T_{c(0)}$ boli v obidvoch prípadoch porovnateľné (93 – 94 K).

Voltampérové charakteristiky (obr. č. 10) boli získané z transportných meraní pri teplote 77 K kvôli určeniu kritickej prúdovej hustoty. V prípade supravodivej štruktúry limitéra pripravenej s obsahom Re bola určená hodnota $J_c = 1.86 \times 10^4 \text{ A/cm}^2$. Kritická prúdová hustota supravodivej štruktúry limitéra neobsahujúcej Re dosahovala vyššiu hodnotu ($1.2 \times 10^5 \text{ A/cm}^2$ pri 77 K). Táto hodnota J_c však charakterizuje len jeden úsek meandra, nie celú štruktúru. Štruktúry neobsahujúce Re, aj keď vykazujú vyššie hodnoty J_c , je veľmi zložitá pripraviť homogénne po celom úseku meandra tak, aby neobsahovali nejaké slabé miesta, kde dochádza ku skratom. Ďalšia optimalizácia reakčných podmienok je preto nutná.



Obr. č. 10: Voltampérové charakteristiky štruktúry limitéra pripravenej s Re (a) a bez Re (b).

Nasledovnou aktivitou bola príprava supravodivých spojov medzi supravodivými vrstvami na báze TI. Pri realizácii aplikácií vysokoteplotných supravodičov najmä v prípade YBCO supravodičov sa často vyskytujú problémy pri prepojení dvoch individuálnych supravodivých pásov, kedy tento spoj nie je supravodivý [16]. Preto nás zaujímalo, aká je situácia v prípade prepojených pásov vysokoteplotných supravodivých vrstiev na báze TI. Tieto supravodivé spoje môžu byť perspektívne z hľadiska tvarovania rôznych typov štruktúr, u ktorých je potrebné vytvoriť takú štruktúru, kde sa vyžaduje nadpojenie dvoch alebo viacerých tenkovrstvových pásov.

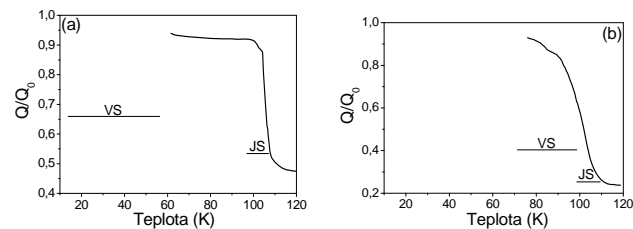
Príprava takýchto supravodivých prepojení bola nasledovná. V prvom kroku sme si pomocou vŕ naprašovania pripravili systém pozostávajúci z dvoch paralelných pásov zloženia

Hodnoty kritickej prúdovej hustoty v závislosti od teploty pre inter a intragranulárne oblasti boli vypočítané pomocou Beanovho modelu. Hodnota J_c v intergranulárnej oblasti v prípade vrstvy pripravenej s obsahom Re bola ($3.1 \times 10^4 \text{ A/cm}^2$). Avšak, hodnoty kritickej prúdovej hustoty v intragranulárnej oblasti u vrstiev pripravenej s obsahom Re dosahujú vyššie hodnoty pri teplote 77 K ($1.5 \times 10^6 \text{ A/cm}^2$) ako v prípade vzoriek bez dopovania Re ($8.4 \times 10^5 \text{ A/cm}^2$). Na základe toho predpokladáme, že prídavok Re by mohol zvyšovať hodnoty kritickej prúdovej hustoty v zrnách pripravenej vrstvy. Tento efekt je potrebné v budúcnosti bližšie preskúmať.

Pripravené supravodivé vrstvy na báze TI s obsahom a bez obsahu Re sme ďalej charakterizovali pomocou mikrovlnných meraní. Merali sme kvalitu mikrovlnného rezonátora obsahujúceho vzorku v závislosti od teploty. Z týchto meraní sme získali bezhysterézne (josephsonovské straty – JS) a hysterézne krivky (vírové straty – VS), ktoré charakterizujú typ strát vo vrstve.

Supravodivá vrstva, ktorá rastie na R-zafire s CeO₂ oddeľovacou vrstvou nevykazuje vhodné vlastnosti pre mikrovlnné aplikácie, pretože oblasť okolo 77 K (pracovná teplota supravodičov na báze TI) vykazuje hysteréziu, ktorá je kombináciou josephsonovských strát a strát, ktoré sú spôsobené pohybom vírov, čo môže byť pravdepodobne spôsobené mozaičnosťou medzivrstvy CeO₂, ktorá rastie na povrchu podložky R-zafiru vo forme epitaxných blokov.

Závislosť kvality mikrovlnného rezonátora obsahujúceho supravodivú vrstvu na báze TI s obsahom a bez obsahu Re pripravenej na podložke LaAlO₃ môžeme vidieť na obr. č. 7. Oblasť, kde sa nachádzajú josephsonovské straty je v oboch prípadoch rovnaká (~ 97 – 109 K). Avšak, vo vzorke obsahujúcej Re sa vírové straty objavujú iba pod 60 K. Vo vrstve bez obsahu Re pozorujeme VS hneď za oblasťou JS (~ 97 K). Vrstvy pripravene z terčov obsahujúcich Re vykazujú v teplotnom rozmedzí 60 – 97 K určité nestability počas mikrovlnných meraní. Tieto nestability môžu byť spôsobené existenciou akéhosi zmiešaného stavu, kde sa ešte čiastočne prejavuje slaboväzobný charakter väzby medzi zrnami, ale už aj zlepšená supravodivosť medzizrného materiálu.



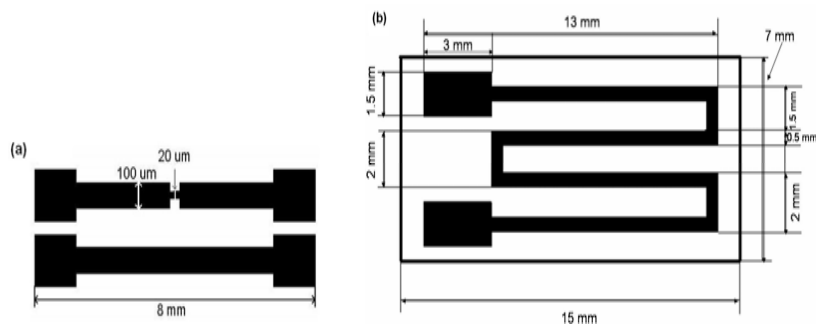
Obr. č. 7: Závislosť kvality mikrovlnného rezonátora obsahujúceho vrstvu pripravenu na LaAlO₃ s obsahom (a) a bez obsahu (b) Re. JS – josephsonovské straty, VS – vírové straty.

Z týchto výsledkov vyplýva, že vrstvy neobsahujúce Re sú vhodnejšími kandidátmi pre mikrovlnné aplikácie, pretože pri teplote 77 K (pracovná teplota vysokoteplotných supravodičov na báze TI) sa neobjavujú žiadne šumy spôsobené existenciou medzizrnných slabých spojov.

4.3 Supravodivé štruktúry

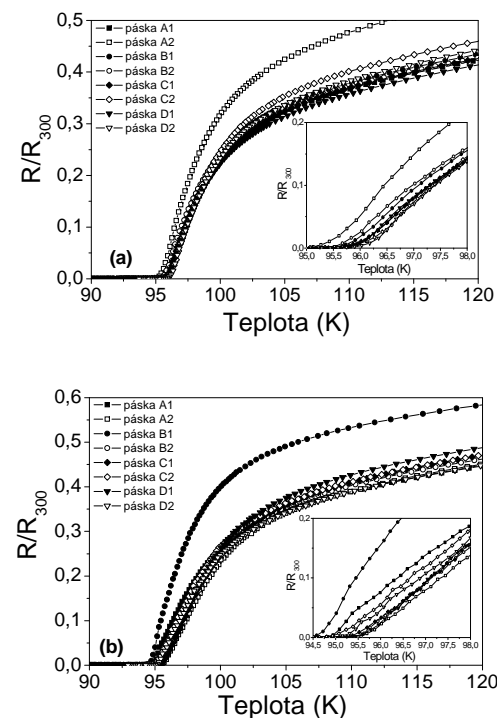
Príprava vysokoteplotných supravodivých štruktúr je veľmi komplikovaný proces a pre získanie funkčných štruktúr je potrebné vyriešiť niektoré problémy. Hlavným problémom je citlivosť týchto supravodičov voči vode, resp. voči zlúčeninám obsahujúcim vodu, ktoré sa používajú pri štandardnej fotolitografii. Priame tvarovanie supravodivých vrstiev na báze TI je značne komplikovaný proces kvôli viacvrstvovému zloženiu vrstiev. Avšak, použitie lift off techniky tvarovania prekursorov rieši tento problém a je veľmi dôležitým krokom pri vývoji supravodivých štruktúr na báze TI. Tento proces je založený na tvarovaní fotorezistu a následnej depozícii prekursorovej vrstvy na vytvarovaný rezist.

Pre aplikácie tenkých TI-2212 supravodivých vrstiev v oblasti kryoelektroniky sú zaujímavé dva typy štruktúr: koplanárna štruktúra a modelová štruktúra prúdového limitéra. V oboch prípadoch sme na tvarovanie prekursorových vrstiev používali lift off techniku. Najprv sme podložky pokryli vrstvou fotorezistu, a následne sme nanosený fotorezist vytvarovali na požadovanú štruktúru. Na takto upravené podložky sme deponovali prekursorové vrstvy zloženia $\text{Re}_{0.15}\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ a $\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$, o hrúbke 300 nm pomocou vf magnetronového naprašovania. Následne po naprašovaní boli pripravené vrstvy ponorené do acetónu, čím došlo k zdvihnutiu vrstvy na reziste a k jej odstráneniu, na základe čoho sme získali finálne štruktúry. Štruktúry boli pripravované talináciou v prítomnosti talinačnej pelety pri teplote 860 °C počas 45 minút. Pripravené štruktúry boli čierne, homogénne a bez viditeľných defektov. Schematické znázornenie koplanárnej štruktúry a modelovej štruktúry prúdového limitéra môžeme vidieť na obr. č. 8.



Obr. č. 8: Tvar koplanárnej štruktúry (a) a modelovej štruktúry limitéra (b).

Na monokryštalickej LaAlO_3 podložke sme pripravovali supravodivé koplanárne štruktúry s obsahom a bez obsahu reňa v prekursorovej vrstve. V oboch prípadoch rástla na povrchu podložky LaAlO_3 iba c -orientovaná TI-2212 supravodivá fáza. Ďalej sa na pripravených štruktúrach uskutočňovali $R(T)$ merania jednotlivých koplanárnych pásov. Pre aplikácie týchto štruktúr vo forme detektorov je potrebné mať maximálny počet supravodivých pásov s porovnateľnými hodnotami kritickej teploty. Hodnoty kritickej teploty $T_{c(0)}$ jednotlivých pásov typickej koplanárnej štruktúry sú v oboch prípadoch blízke ($\sim 92 - 95$ K) (obr. č. 9). Rovnako aj pásiky obsahujúce mikromistiky (pásiky s číslom 2) majú blízke hodnoty $T_{c(0)}$. Pripravené štruktúry sú vhodné pre testovanie ako veľmi rýchle supravodivé fotodetektory a v rámci spolupráce s partnerským pracoviskom (Univerzita v Rochestri) budú skúšané pomocou optickej „pump-probe“ spektroskopie [15].



Obr. č. 9: $R(T)$ závislosti jednotlivých pásov typickej koplanárnej štruktúry pripravenej s Re (a) a bez obsahu Re (b).