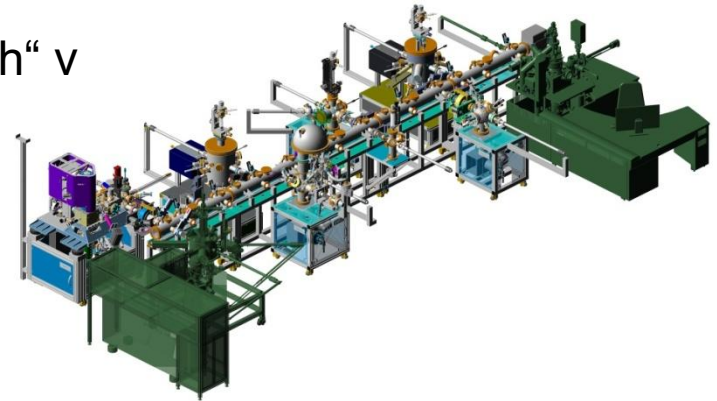


# Moderní experimentální metody

## A. Dubroka

Motivace:

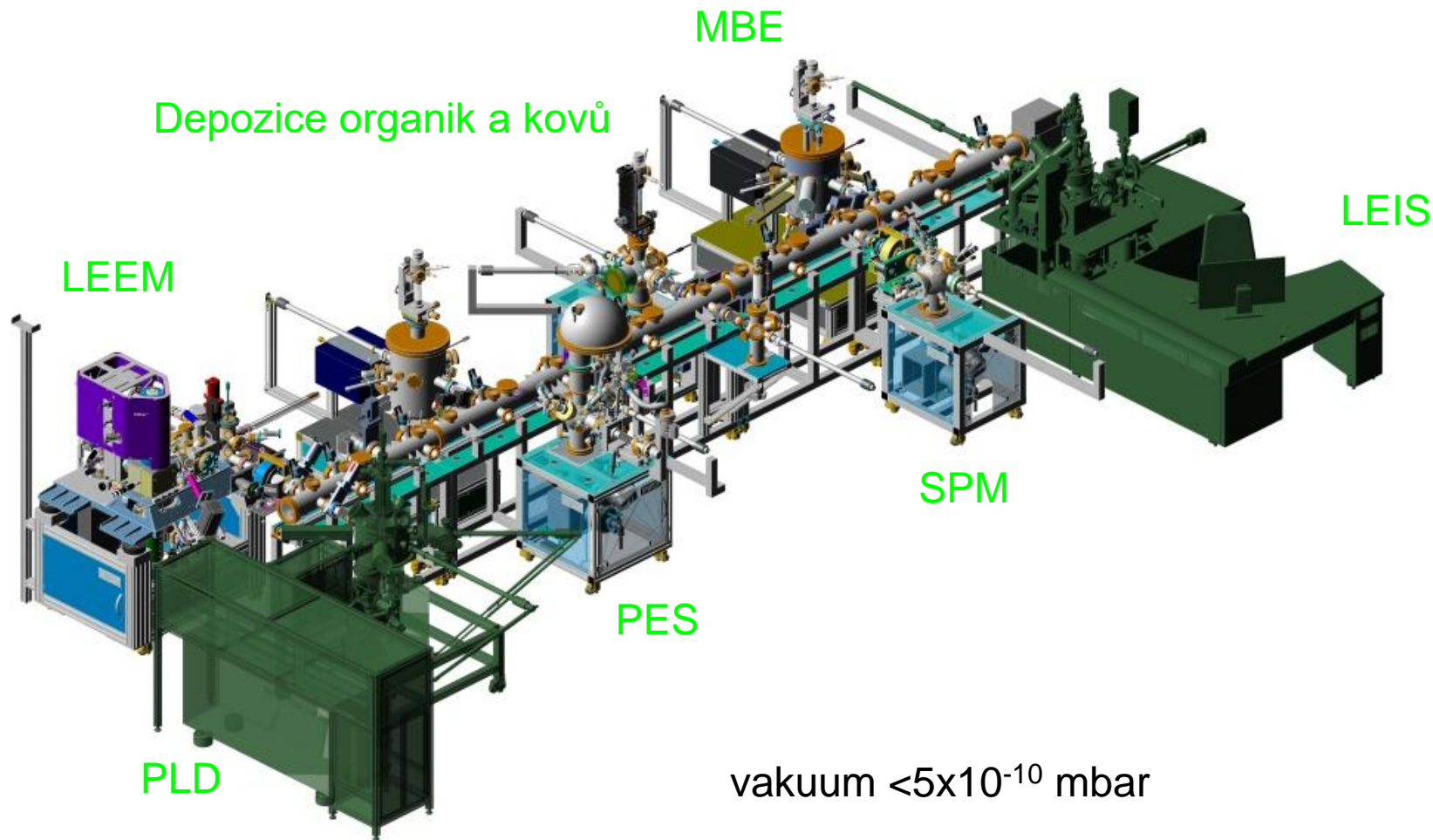
- zmínka o často používaných „moderních metodách“ v současném výzkumu pevných látek
- přehled aparatur (ne zcela kompletní) a možností těchto metod v rámci CEITECu a UFKL



Obsah:

- PLD – pulsed laser deposition - pulsní laserová depozice
- MBE – molekular beam epitaxy - depozice molekulárních svazků
- LEEM – low energy electron microscope - nízkoenergiový elektronový mikroskop
- LEIS – low energy ion scattering – rozptyl iontů na nízké energii
- LEED - low energy electron diffraction
- STM(S) – scanning tunneling microscopy (spectroscopy), skenovací tunelovací mikroskopie (spektroskopie)
- VSM a transport – vibrating sample magnetometry - magnetometrie a měření odporu, Halla
- elipsometrie
- Ramanská a luminiscenční spektroskopie
- TEM - transmission electron microscope
- SIMS - secondary ion mass spectroscopy

# UHV cluster v ceitecu



vakuum  $<5 \times 10^{-10}$  mbar

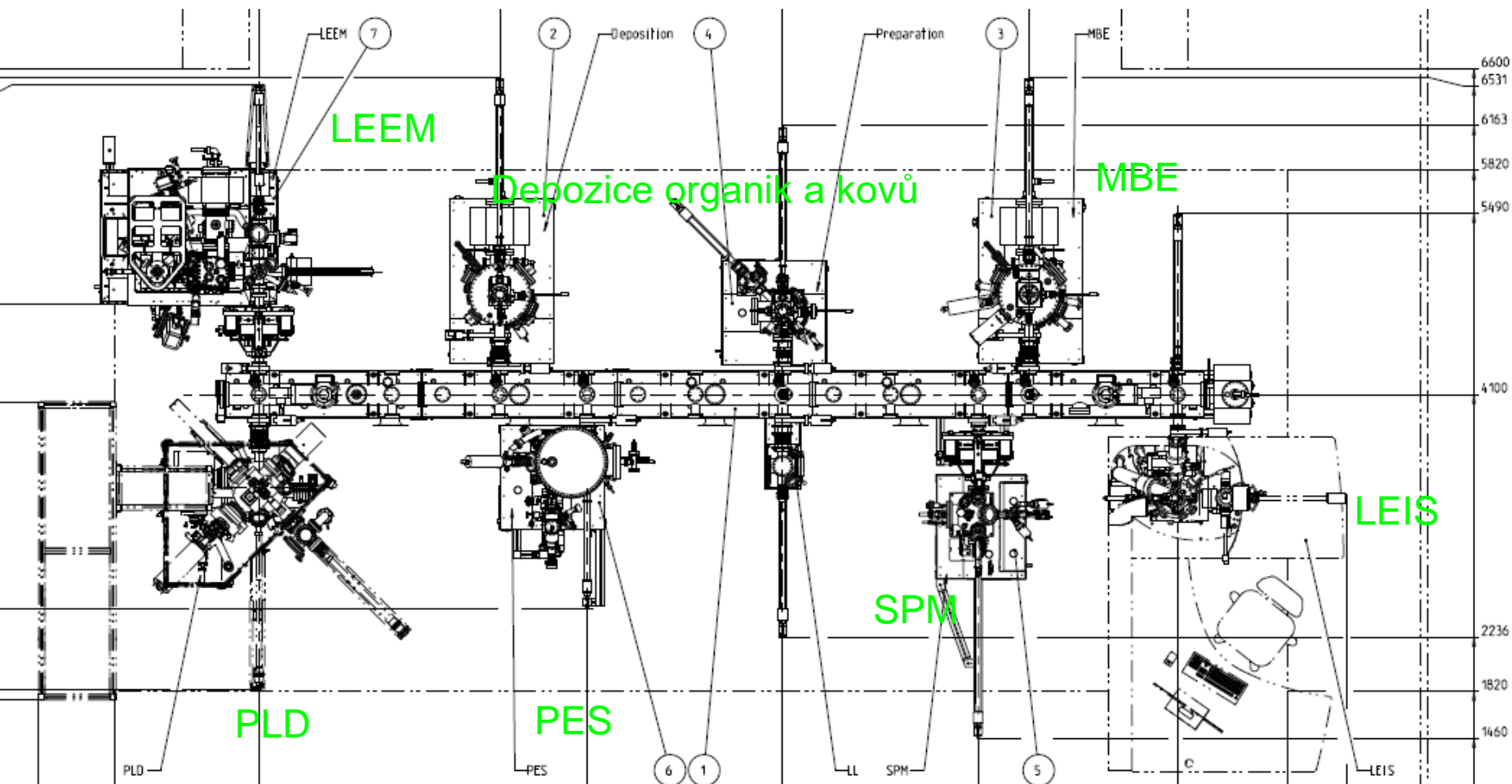
depoziční přístroje:

- pulsní laserová depozice (PLD)
- epitaxe molekulárních svazků (MBE)
- depozice organických a kovových materiálů

analytické přístroje:

- fotoemisní spektr. (PES), XPS, UPS
- skenovací mikroskop (SPM)
- elektronový mikroskop na nízkých energiích (LEEM)
- spektr. s ionty na nízkých energiích (LEIS)

# UHV cluster v ceitecu



depoziční přístroje:

- pulsní laserová depozice (PLD)
- epitaxe molekulárních svazků (MBE)
- depozice organických a kovových materiálů

analytické přístroje:

- fotoemisní spektr. (PES), XPS, UPS
- skenovací mikroskop (SPM)
- elektronový mikroskop na nízkých energiích (LEEM)
- spektr. s ionty na nízkých energiích (LEIS)

# UHV cluster v ceitecu

## Sample plate insertion

LEEM, PEEM,  
micro-LEED

measurement  
up to 1500 K

Ion Source  
(prep chamber)

L-L

## LEEM

Hg Lamp  
UVS-300

6x Evaporators (70°)  
1x Fast refill  
Gas inlet

Sample storage

## Sample plate insertion

Ion Source

e-beam heating 1400 °C

DC heating (clean Si only)

No evaporation allowed (yet)

e-beam heating  
1400 °C

L-N2 cooling  
Pyrometer

L-L

## PREP

Ion Source  
ErLEED

Ga - dual filament source  
In - dual filament source  
Al - cold lip source  
As cracker  
C - carbon effusion cell  
Si - high temperature cell  
Sb - Cold lip CLC

e-beam heating  
800 °C (1200 °C)  
Pyrometer

## MBE

Cells: Ga, As, In,  
Al, Sb, Si, C

RHEED  
Beam flux mon.  
Quartz MB.

quartz viewports

Linear transfer system

## PLD

Laser: 248nm,  
700 mJ, 10Hz

ozone assisted  
growth  
masking option  
high pres. RHEED

L-L

Laser: 248nm, 700 mJ, 10Hz  
laser heating 1100 °C  
laser scanning

## PES

2D CCD detector

Mg/Al X-ray (XPS)  
UVS-300 (ARPES)

Flood gun

e-beam heating  
800 °C (1200 °C)  
L-N2 cooling

X-ray: 1254.6, 1486.6 eV  
UV: 21.2, 42.8 eV

L-L

Sample carrier  
insertion

## STM

SPM Aarhus 150  
(90 - 400 K)

3x evaporator  
(in meas. pos.)

Gas inlet

Sample storage

Ion Source

e-beam heating  
800 °C (1200 °C)

DC heating (all samples)

L-N2 cooling

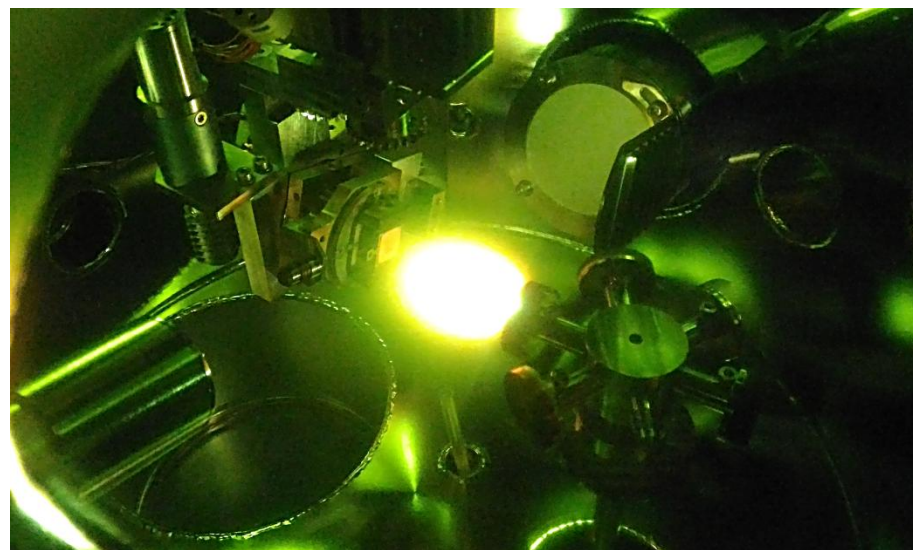
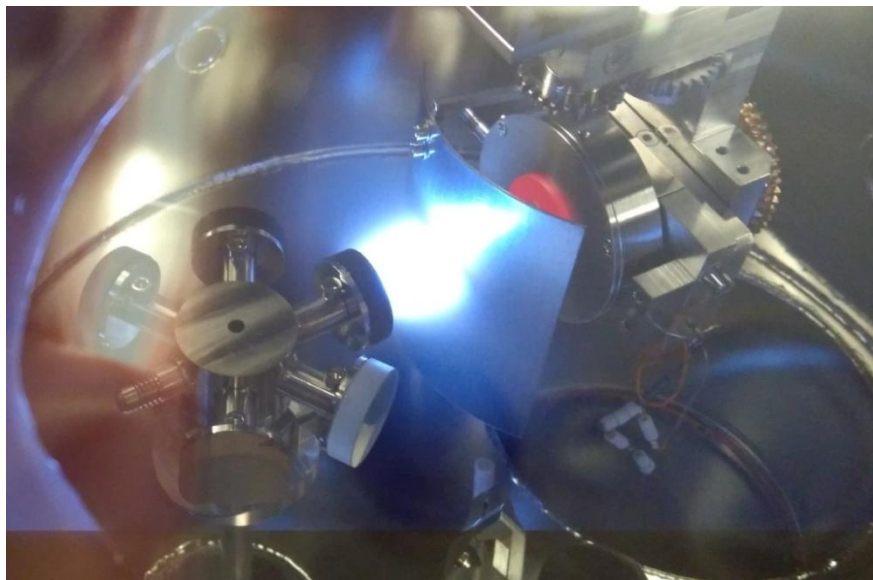
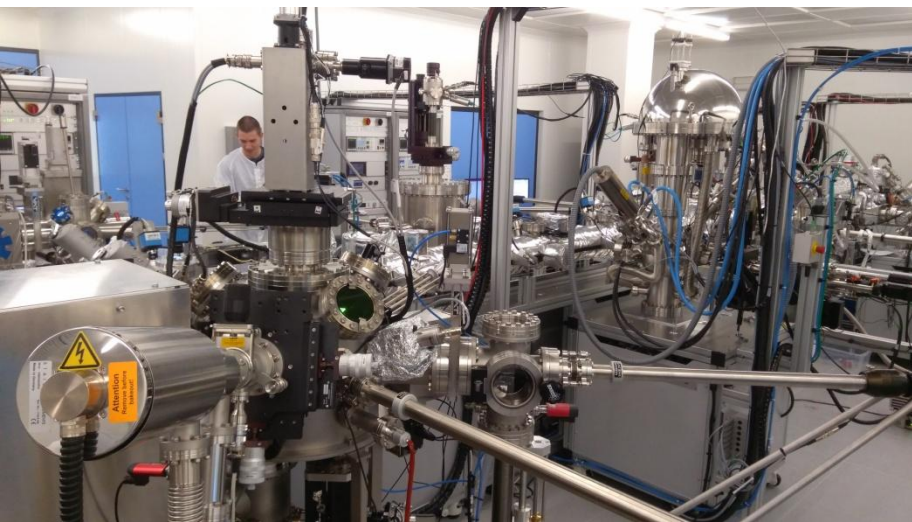
## LEIS

L-L

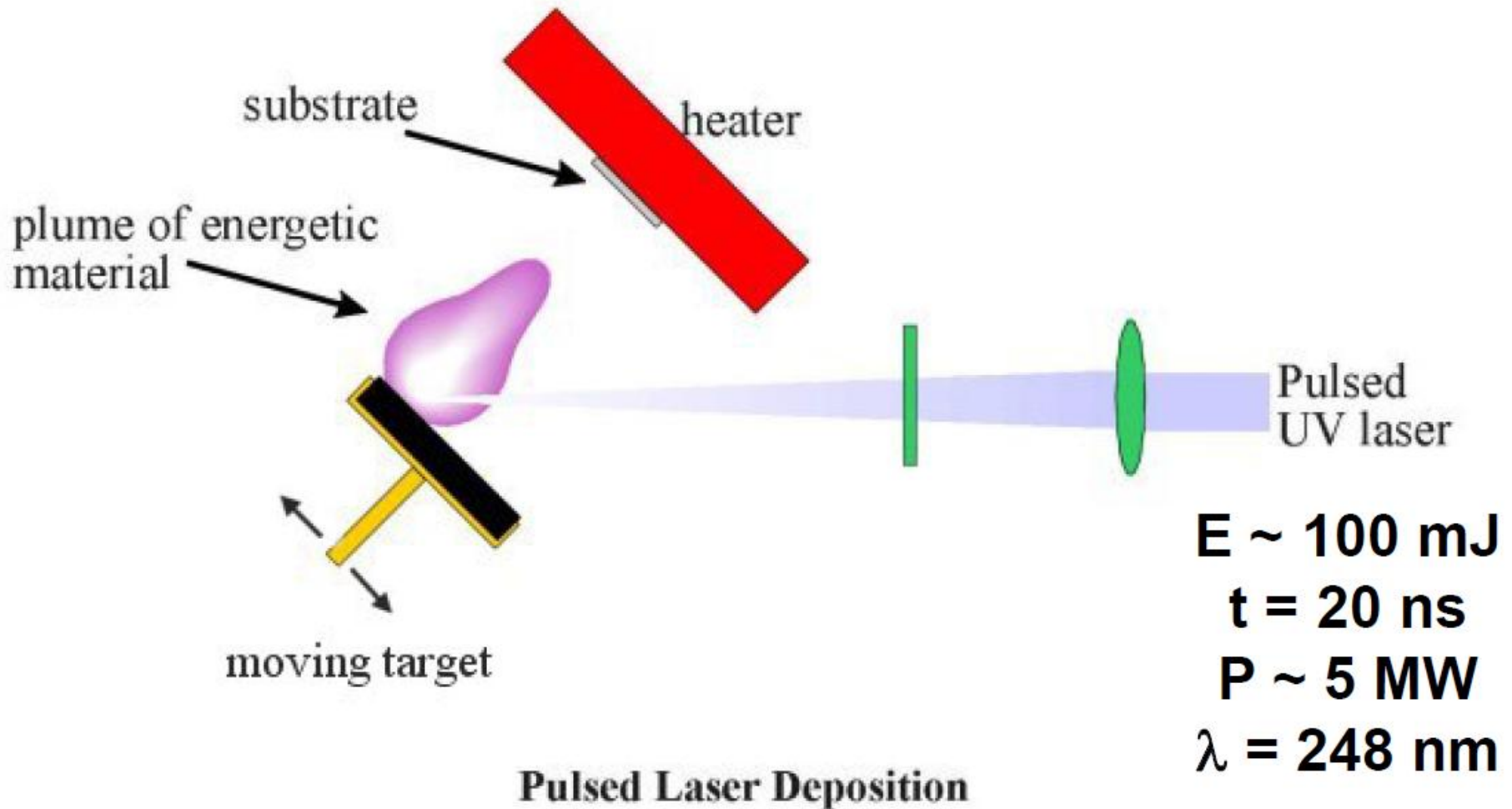
# Pulsní laserová depozice

# Pulsní laserová depozice (PLD) v rámci CEITECu

- PLD vybavené špičkovou technologií
- tlak  $5 \times 10^{-10}$  mbar
- kontrola růstu s RHEED
- in situ ozonová atmosféra
- ultra homogenní růst se skenováním laserového svazku
- připojené na UHV klastr s analytickými metodami (XPS, ARPES, LEEM, LEED, STM)



# Pulsní laserová depozice - princip

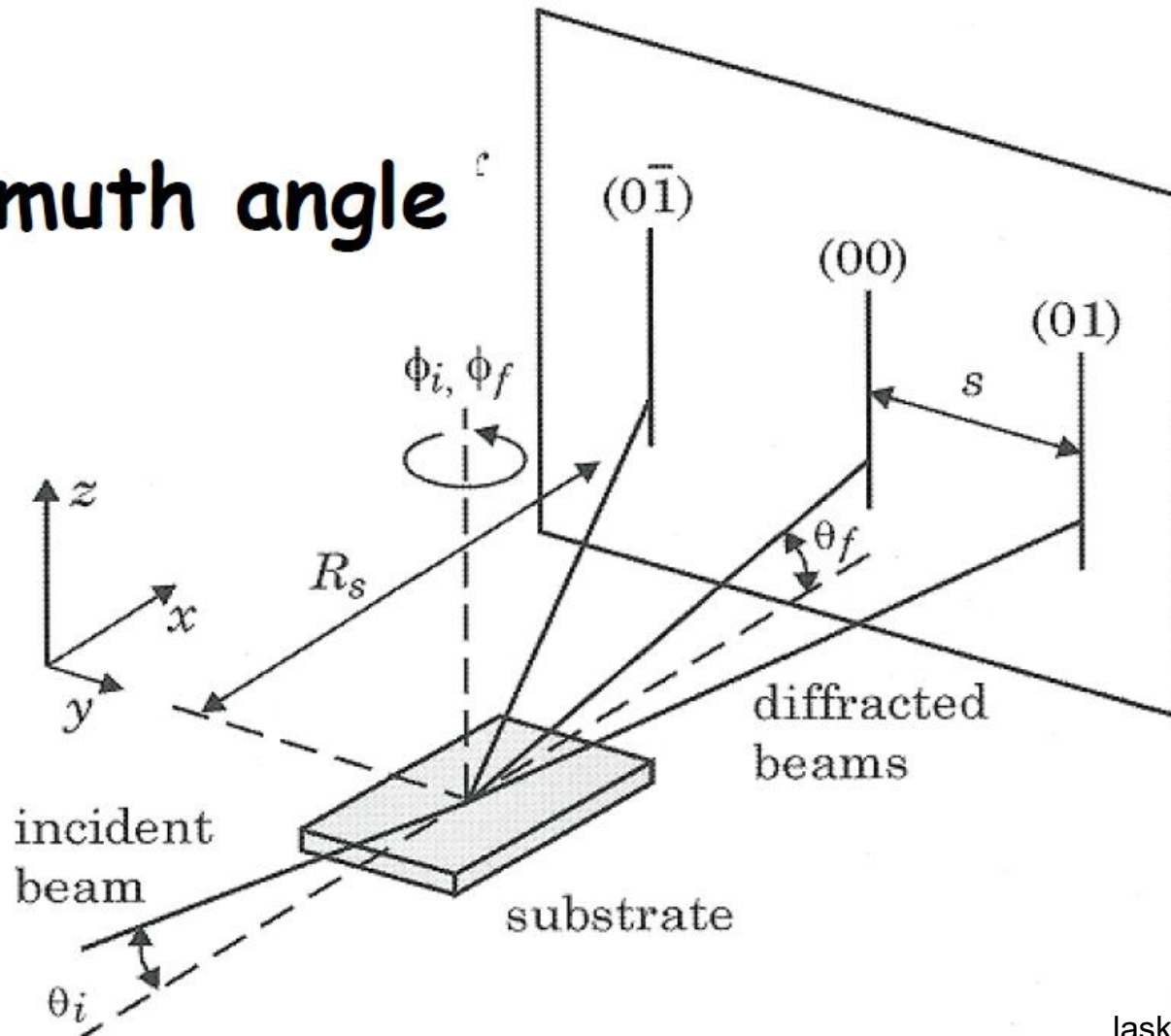


# Reflection High Energy Electron Diffraction (RHEED)

Diffraction of electron beam from film surface

High energy electrons required ( $\sim 30$  keV) for high gas pressure

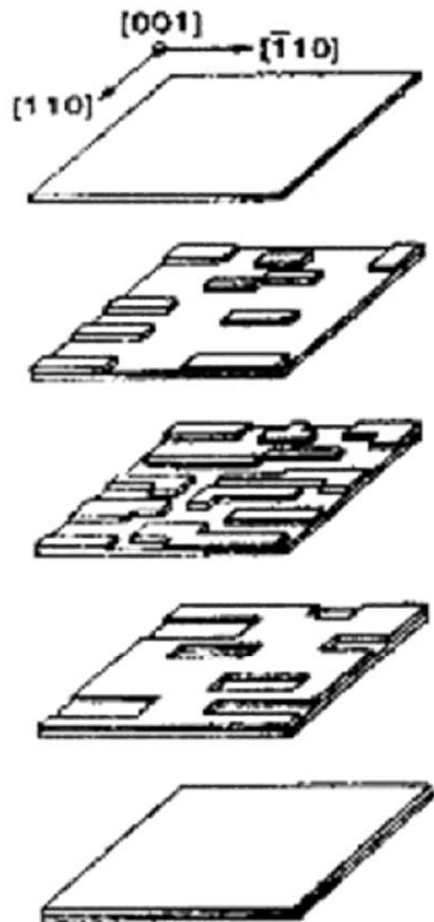
**Azimuth angle**  $\phi$



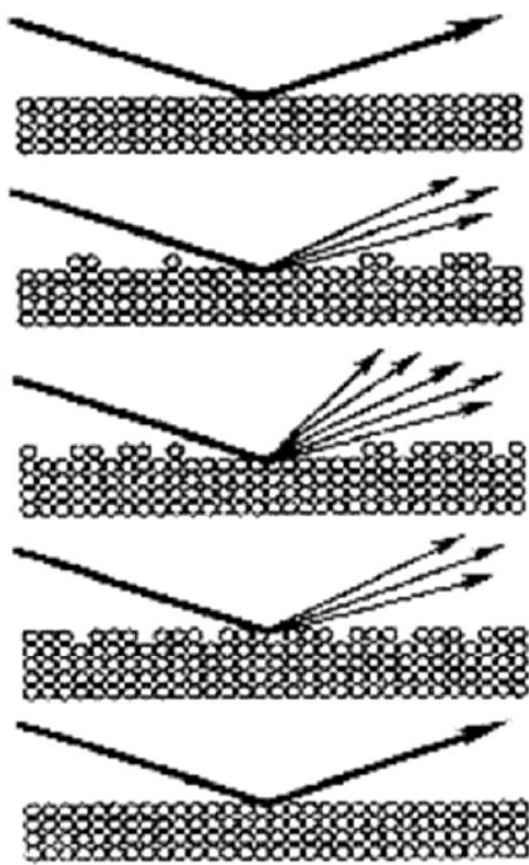


# vývoj signálu RHEED při růstu jedné monovrstvy

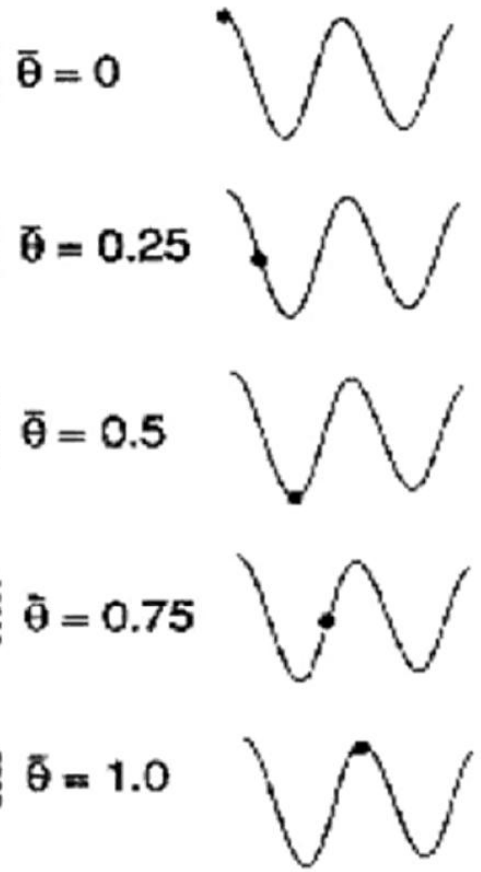
MONOLAYER GROWTH



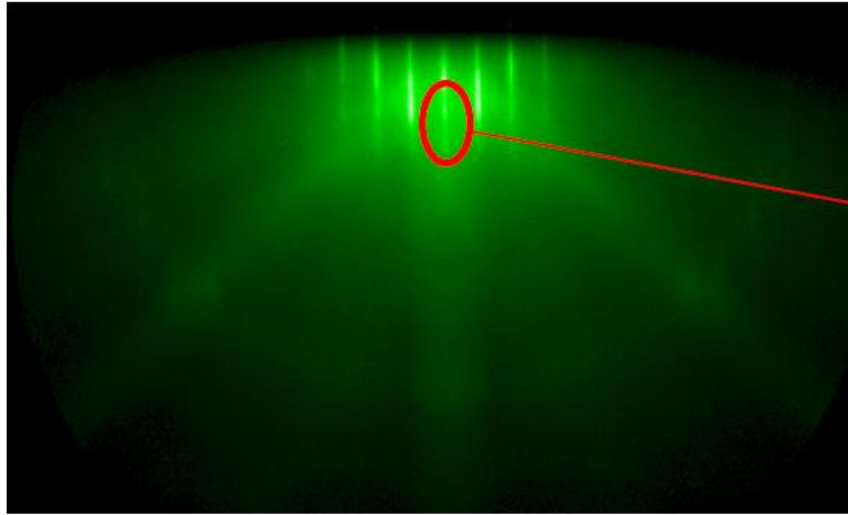
ELECTRON BEAM



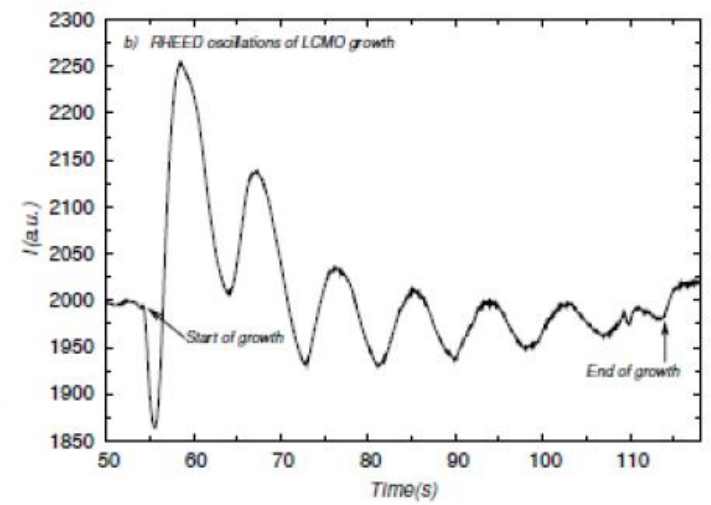
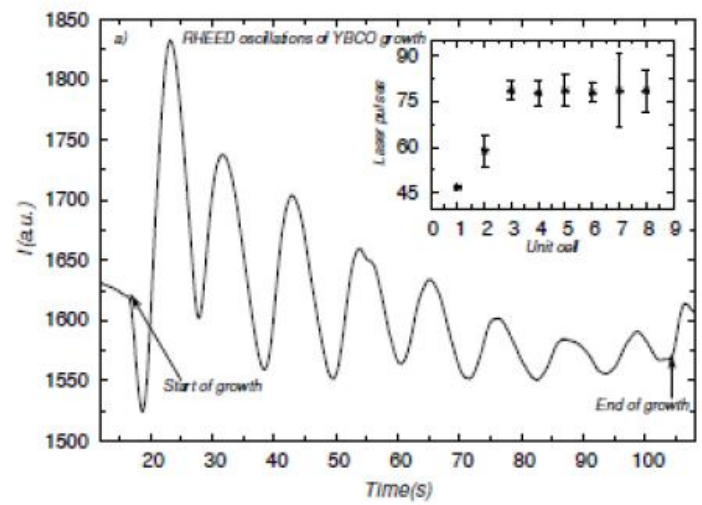
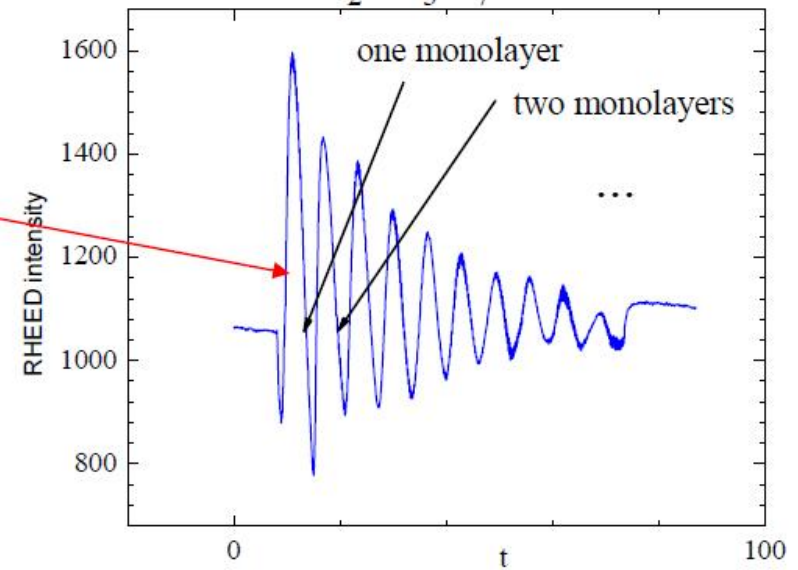
RHEED SIGNAL



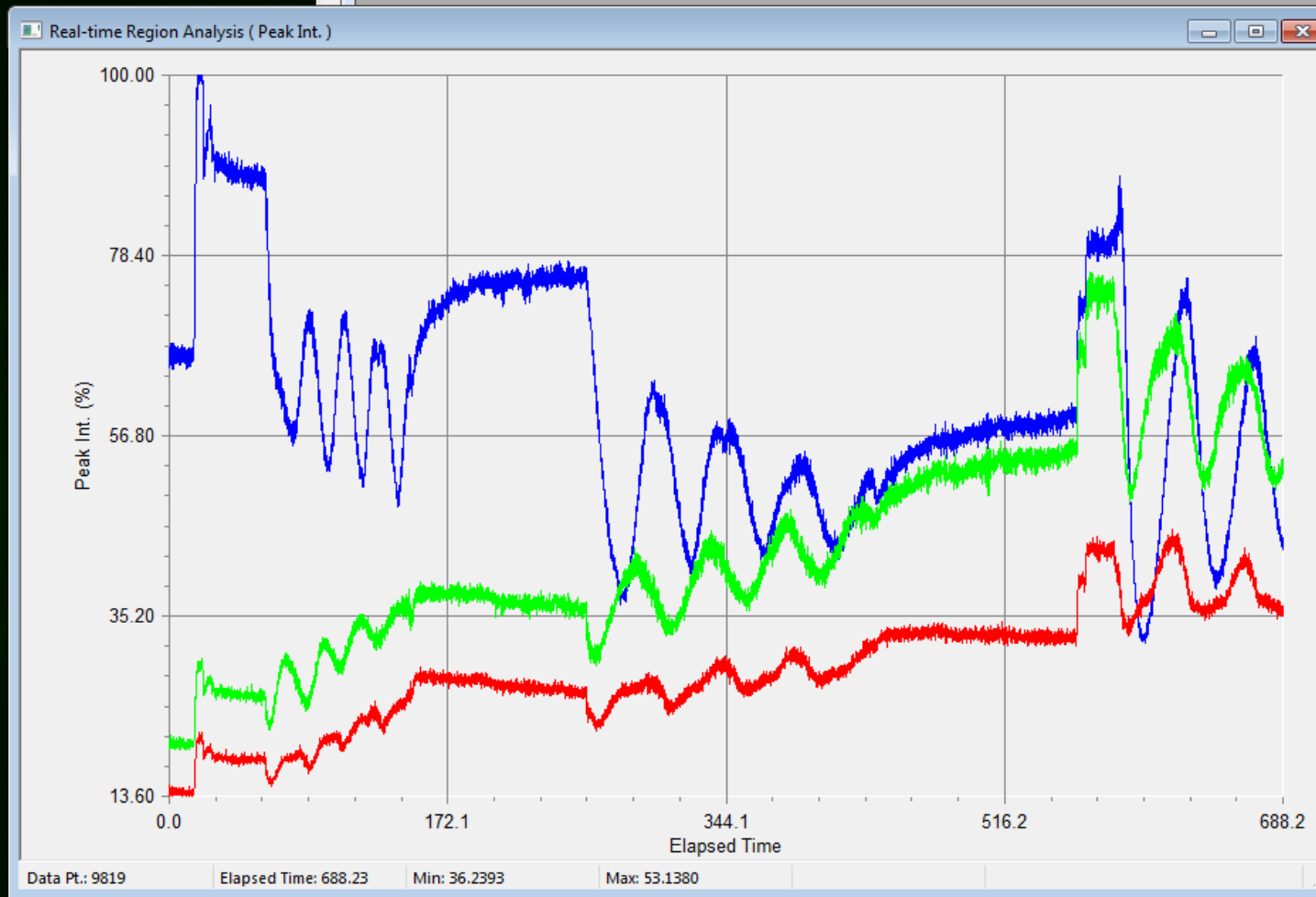
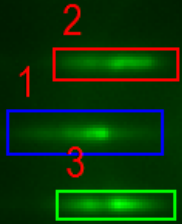
# kontrola tloušťky na úrovni jedné monovrstvy s pomocí RHEED



YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub> growth



# Ukázky z našich prvních růstů homoepitaxe $\text{SrTiO}_3$ na $\text{SrTiO}_3$

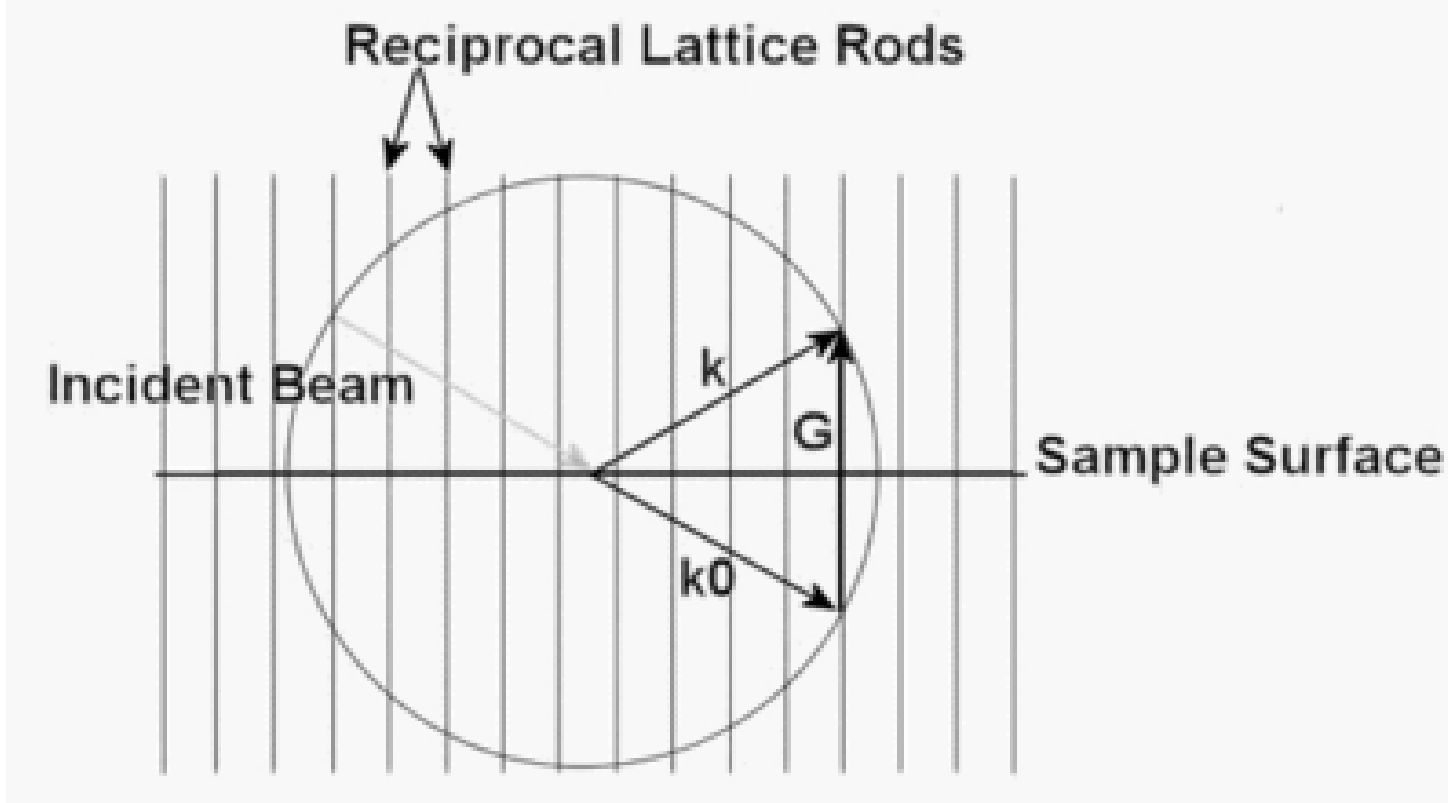


200%

# RHEED - evaldova konstrukce

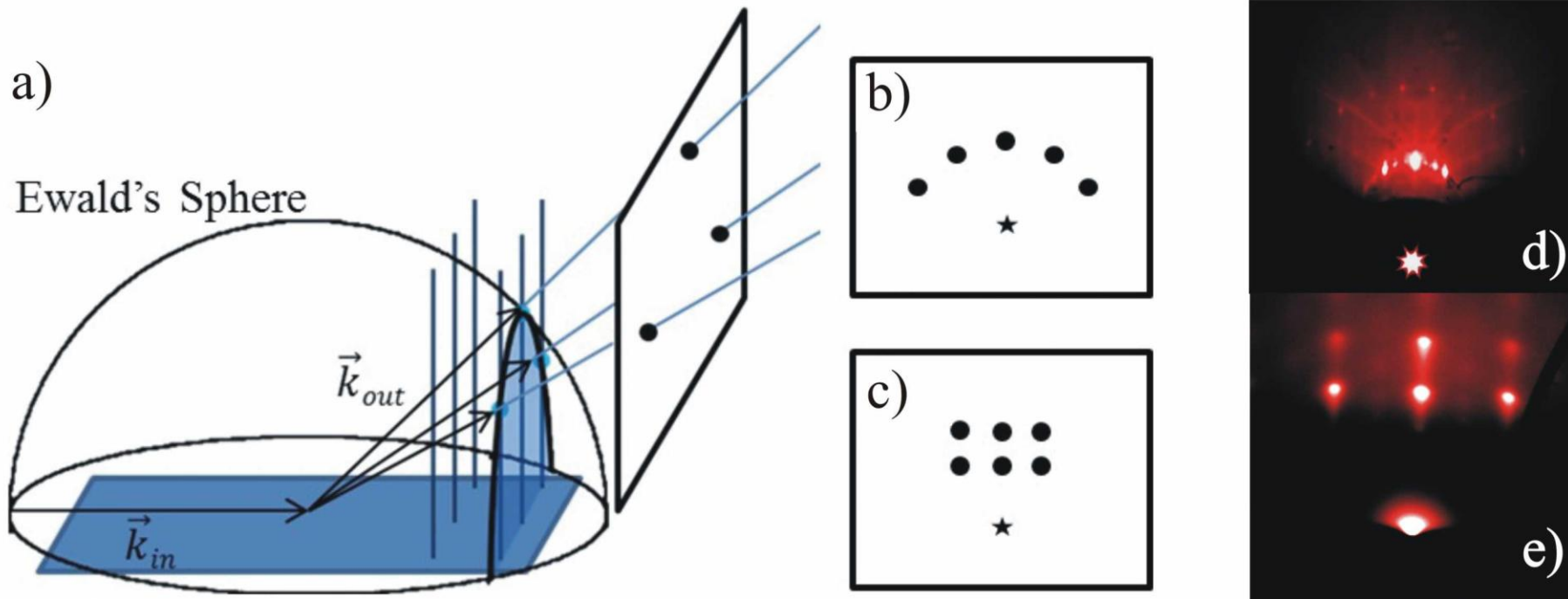
## Evaldova konstrukce

- kružnice (sféra) představuje zákon zachování energie u elastického rozptylu  
 $abs(\mathbf{k}) = abs(\mathbf{k}_0)$
- recipročnou mříž povrchu  $\mathbf{G}$  tvoří systém přímek kolmo na povrch a představuje podmínku zákona zachování kvazi-hybnosti,  $\mathbf{k} - \mathbf{k}_0 = \mathbf{G}$
- v průniku sféry a recipročné mříže jsou splněny obě podmínky a dochází k difrakci



# RHEED - evaldova konstrukce

PLD group Paul Scherrer Institute



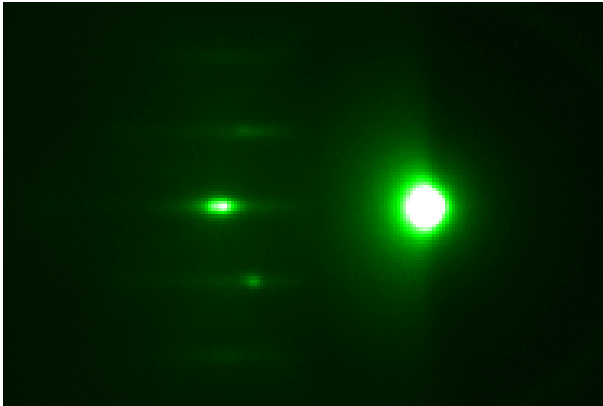
- Ve třech dimenzích se jedná o průnik Evaldovy sféry s přímkami reciprokého prostoru.
- (a)
- difrakce na atomárně hladkém povrchu pak odpovídá difrakčním bodům na kružnici (b)
- na drsném ale monokrystalickém povrchu elektrony difraktují při průchodu ostrůvky a vzniká pravidelný obraz (c)
- na polykrystalické vrstvě (rozorientované monokrystaly) průměrování koncentrických obrazců vznikají koncentrické kružnice

# Ukázky RHEED obrazců

## homoepitaxe $\text{SrTiO}_3$ na $\text{SrTiO}_3$

Před růstem:

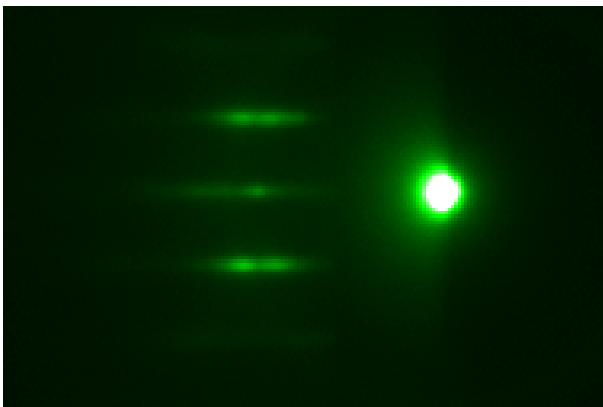
tři tečky na kružnici- atomární rovnost



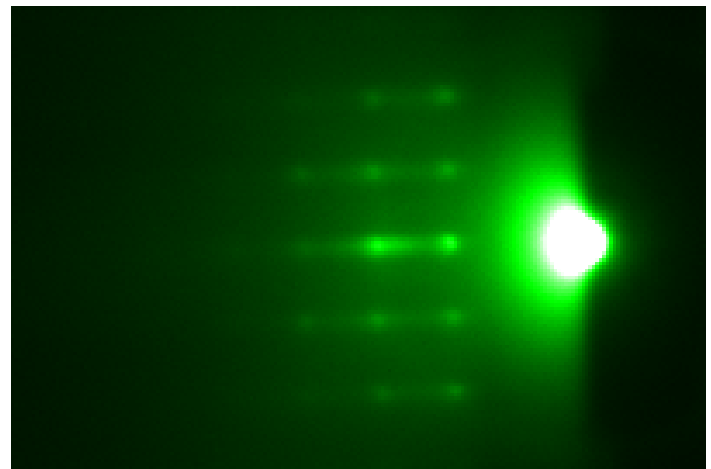
LSAT substrát: náznak 3D difrakční struktury díky malé drsnosti



Po růstu: prodloužení teček naznačuje  
Přítomnost malé drsnosti (náhodně  
uspořádané terasy, a le pořád v podstatě  
atomární hladkost



Po růstu  $\text{YBaCuO}_7/\text{LSAT}$ :  
3d difrakční obrazec značí poměrně velkou  
drsnost vřádu několika monovrstev

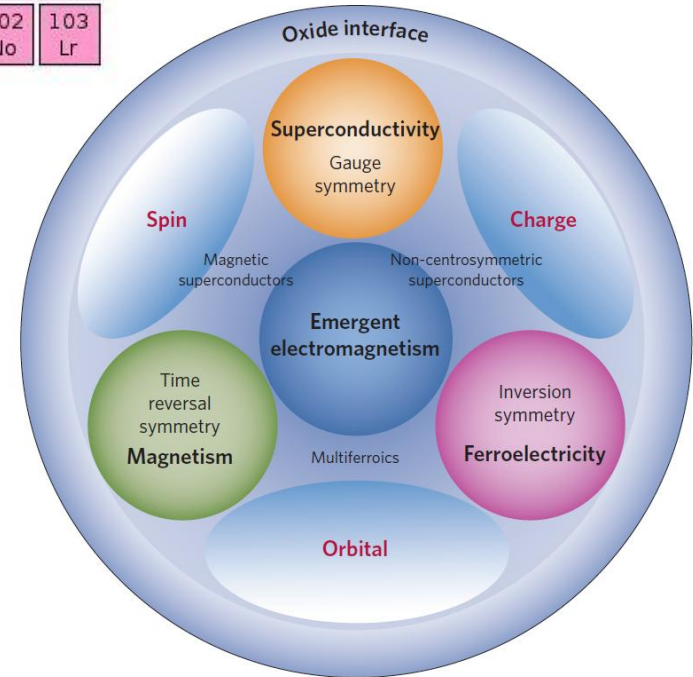


# Oxidy přechodových kovů

Group → ↓ Period	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
1	1 H																	2 He
2	3 Li	4 Be	Transition Metals (d-block)										5 B	6 C	7 N	8 O	9 F	10 Ne
3	11 Na	12 Mg											13 Al	14 Si	15 P	16 S	17 Cl	18 Ar
4	19 K	20 Ca	21 Sc	22 Ti	23 V	24 Cr	25 Mn	26 Fe	27 Co	28 Ni	29 Cu	30 Zn	31 Ga	32 Ge	33 As	34 Se	35 Br	36 Kr
5	37 Rb	38 Sr	39 Y	40 Zr	41 Nb	42 Mo	43 Tc	44 Ru	45 Rh	46 Pd	47 Ag	48 Cd	49 In	50 Sn	51 Sb	52 Te	53 I	54 Xe
6	55 Cs	56 Ba		72 Hf	73 Ta	74 W	75 Re	76 Os	77 Ir	78 Pt	79 Au	80 Hg	81 Tl	82 Pb	83 Bi	84 Po	85 At	86 Rn
7	87 Fr	88 Ra		104 Rf	105 Db	106 Sg	107 Bh	108 Hs	109 Mt	110 Ds	111 Rg	112 Cn	113 Uut	114 Uuq	115 Uup	116 Uuh	117 Uus	118 Uuo
Lanthanides			57 La	58 Ce	59 Pr	60 Nd	61 Pm	62 Sm	63 Eu	64 Gd	65 Tb	66 Dy	67 Ho	68 Er	69 Tm	70 Yb	71 Lu	
Actinides			89 Ac	90 Th	91 Pa	92 U	93 Np	94 Pu	95 Am	96 Cm	97 Bk	98 Cf	99 Es	100 Fm	101 Md	102 No	103 Lr	

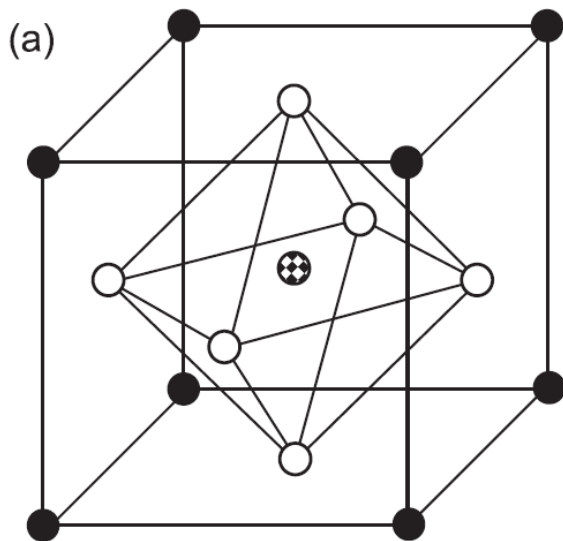
## Veliká různost elektronových stavů, např.:

- supravodivost (oxidy Cu –  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7\dots$ )
- fero- a antiferro -magnetizmus (oxidy Mn, Co, Cr, Ni..., např.  $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ )
- feroelektrika (oxidy Ti, např.  $\text{BaTiO}_3$ )
- multiferroika ( $\text{BiFeO}_3\dots$ )
- přechod kov-izolátor (oxidy Mn,  $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ )
- polovodiče ( $\text{SrTiO}_3\dots$ )
- izolanty ( $\text{LaAlO}_3$ )



# Perovskitová struktura oxidů přechodových kovů

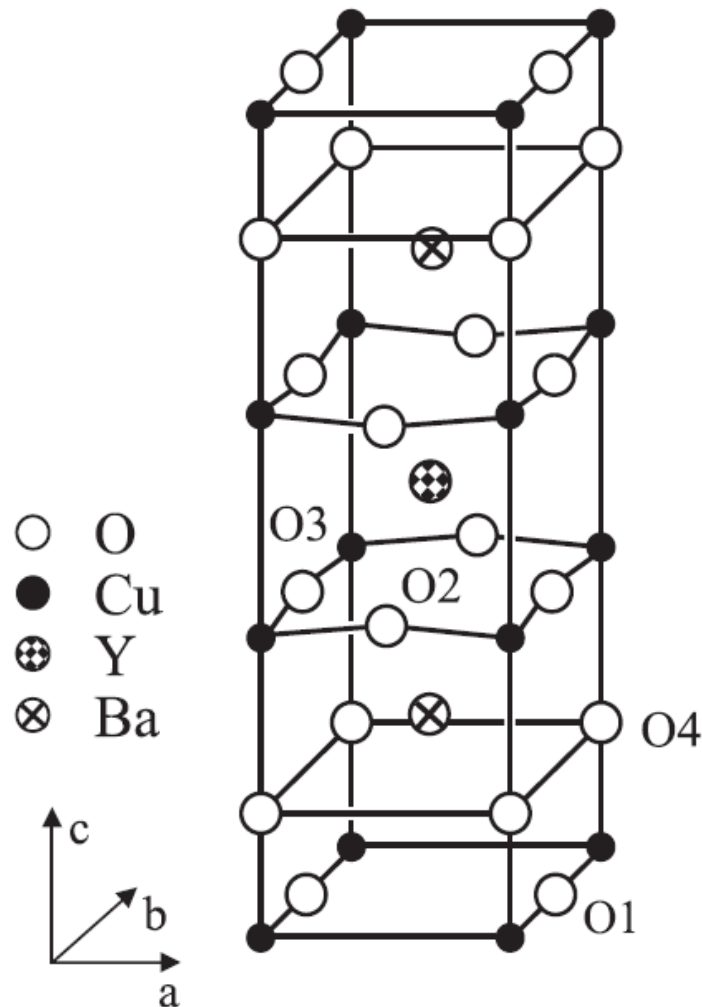
$\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ , ferromagnet,  $T_{\text{Curie}}=370\text{ K}$



La,Ca,Sr,Ba ●  
Mn ⊕  
○ ○

- perovskitová struktura společná většině oxidů přechodových kovů
- materiály lze možno kombinovat na atomární úrovni, tzv. epitaxní růst.
- Lze tak růst multivrstvy s atomárně hladkými rozhraními a de facto vytvářet nové materiály (supermřížky)

$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$   
supravodič,  $T_c=92\text{ K}$

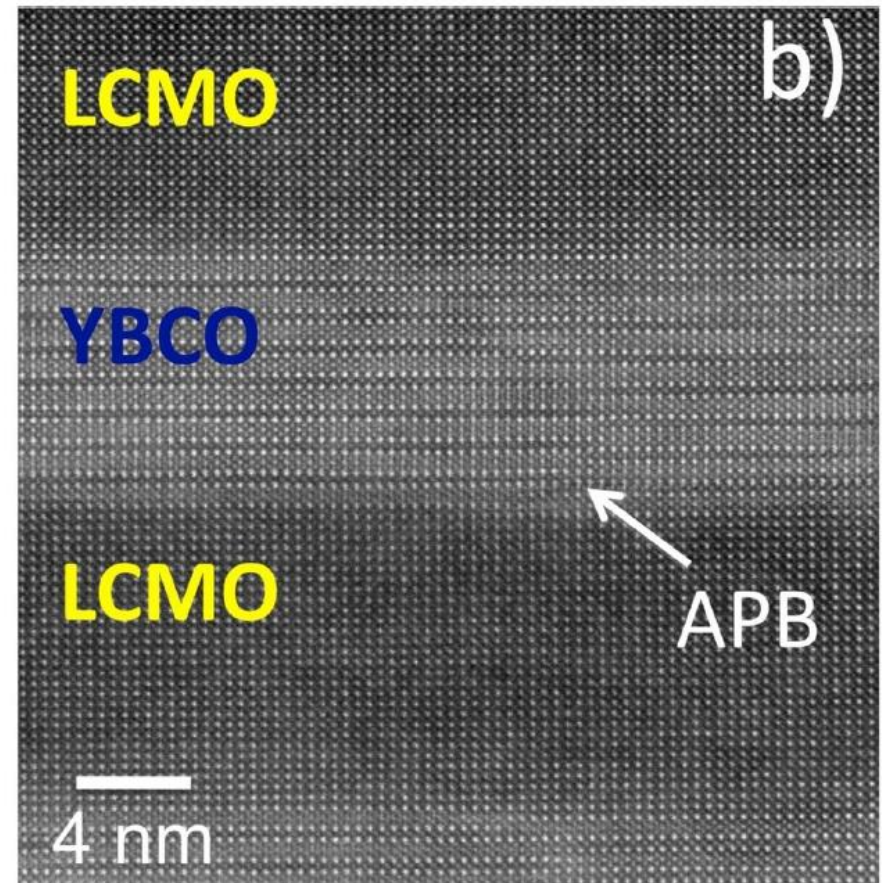
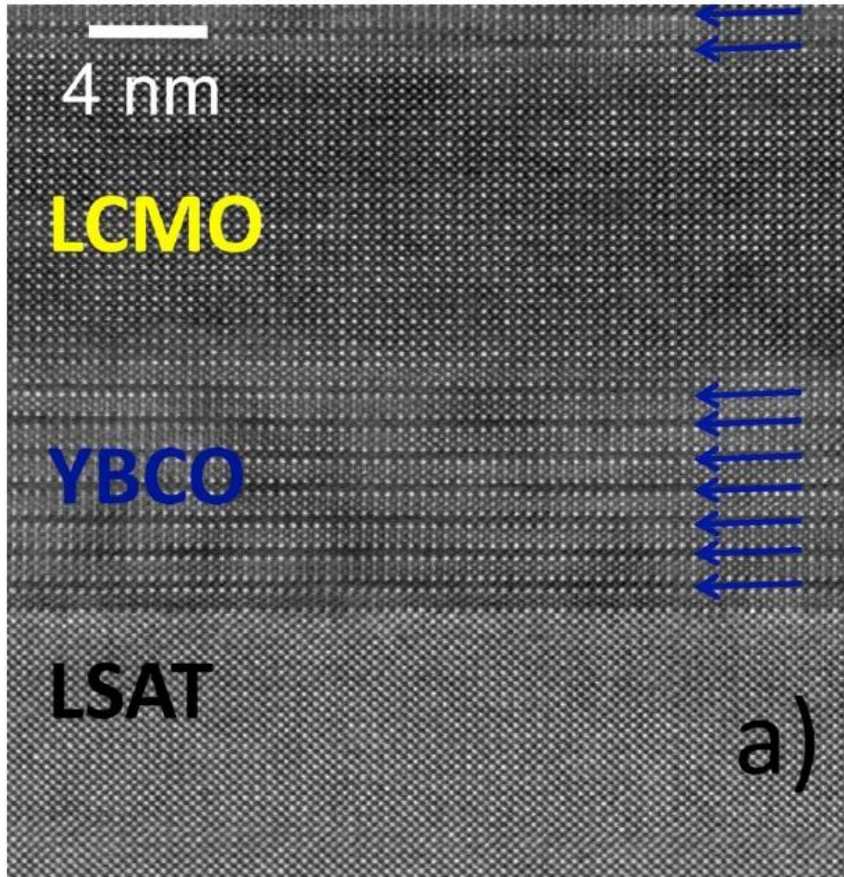




# multivrstvy $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7(n)/\text{La}_{0.7}\text{Ca}_{0.3}\text{MnO}_3(m)$

soupeření mezi magnetismem ( $\text{La}_{0.7}\text{Ca}_{0.3}\text{MnO}_3$ ) a supravodivostí ( $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ )

snímek z transmisního elektronového mikroskopu – atomární rozlišení



# Příprava substrátu

leptání a žíhání substrátů tak, aby povrch byl atomárně hladký

atomární schodky díky (přirozené) rozorientaci povrchu  $\text{SrTiO}_3$

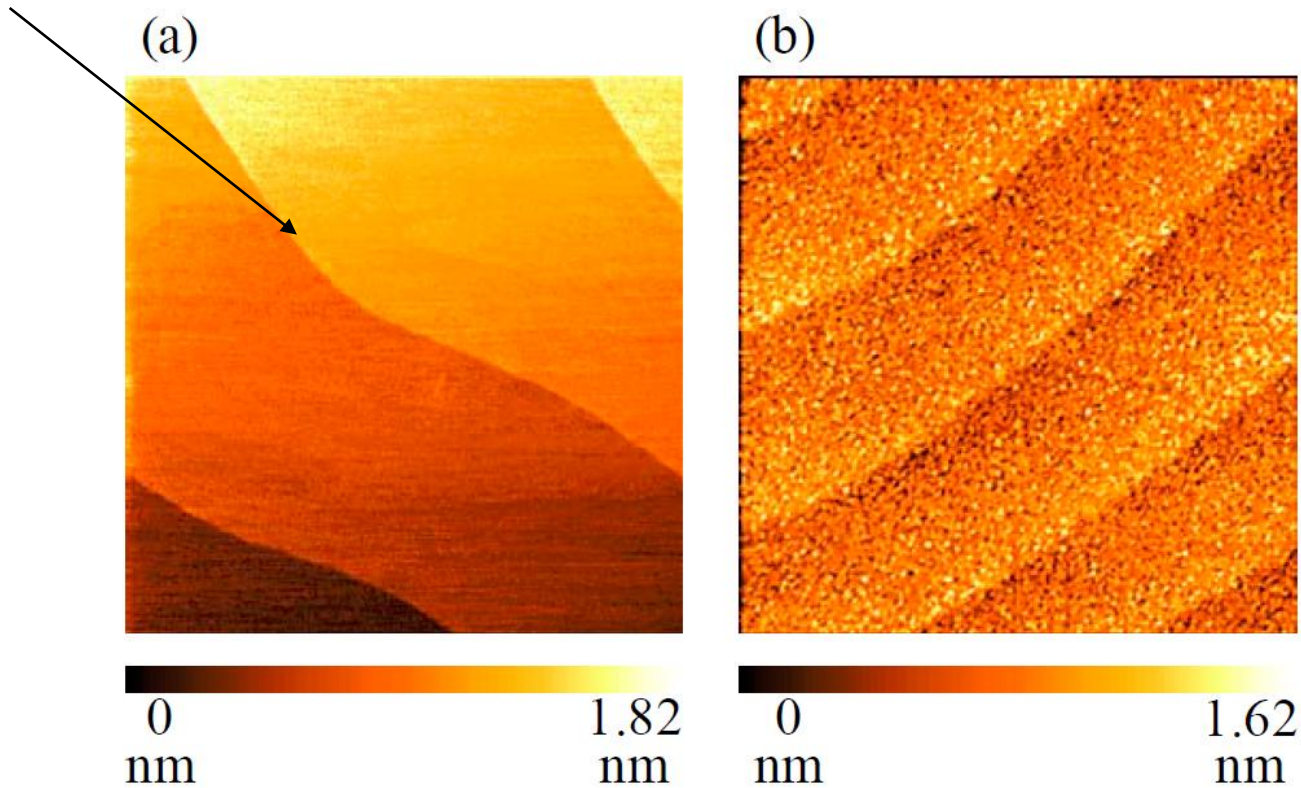
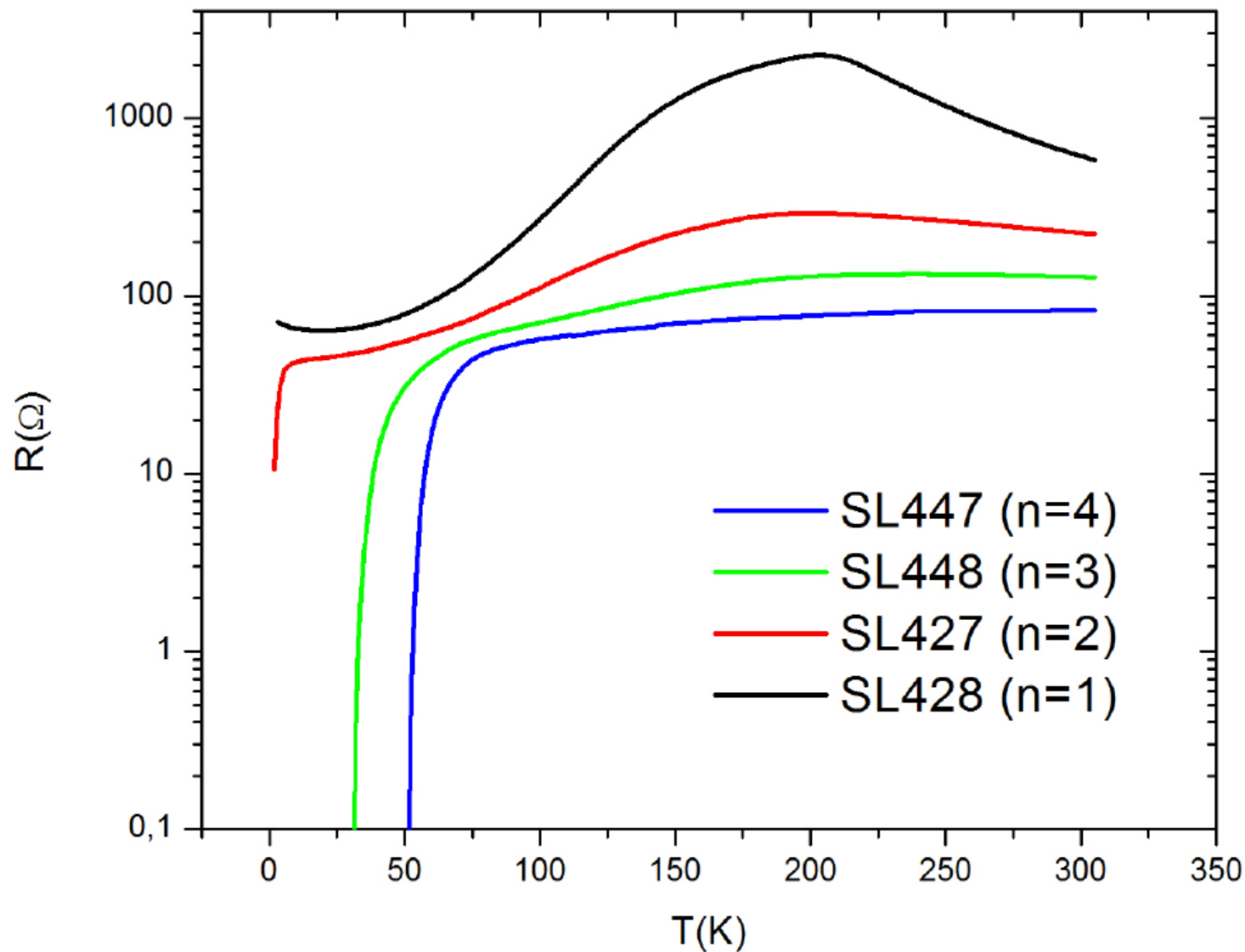
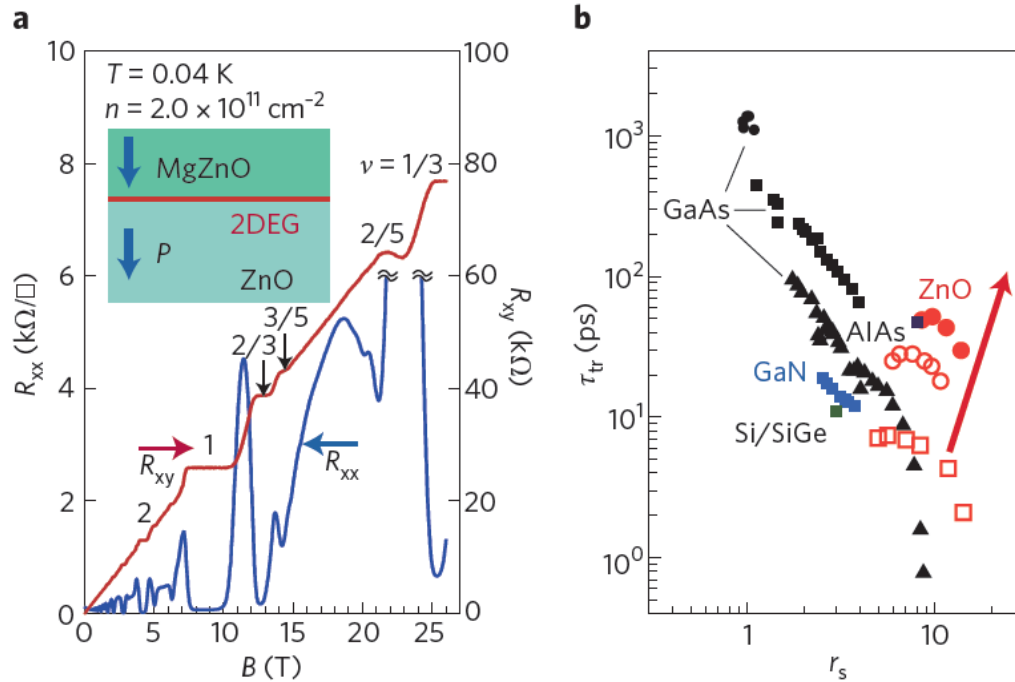


Figure 3 The  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$  surface image of (a) surface treated  $\text{STO}(100)$  substrate and (b) LFO thin film.

# již dvě dvouvrstvy $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ jsou supravodivé ( $n=2$ )



# zásadní role rozhraní



**Figure 8 | Fractional quantum Hall effect in ZnO.** **a**, Longitudinal resistance  $R_{xx}$  (blue) and Hall resistance  $R_{xy}$  (red) of a 2DEG formed at a MgZnO/ZnO interface. Inset: depicts a cross-sectional schematic of the heterostructure. **b**, Comparison of 2DEGs in various semiconductors as functions of the electron–electron interaction strength represented by the Wigner–Seitz radius  $r_s$  and transport scattering time  $\tau_{tr}$ . Data are derived from Fig. 2 of ref. 81 except for the solid red circles, obtained for the sample shown in **a**. The arrow indicates the direction of progress in pursuing a regime of parameters in ZnO that are hard to access in other semiconductors. Panels adapted with permission from: **a**, ref. 83, © 2011 APS; **b**, ref. 81, © 2010 NPG.

**Herbert Kroemer:**  
**(Nobelova cena r. 2000):**  
**„Interface is THE device“**

- narozhraní mezi piezoelektrickými materiály MgZnO a ZnO vzniká 2D elektronový plyn
- pohyblivost dosahuje až  $300,000 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$ , což umožňuje vidět např. zlomkový kvantový Hallův jev
- rozhraní mezi oxidy přechodových kovů získávají často jiné vlastnosti než objemové materiály

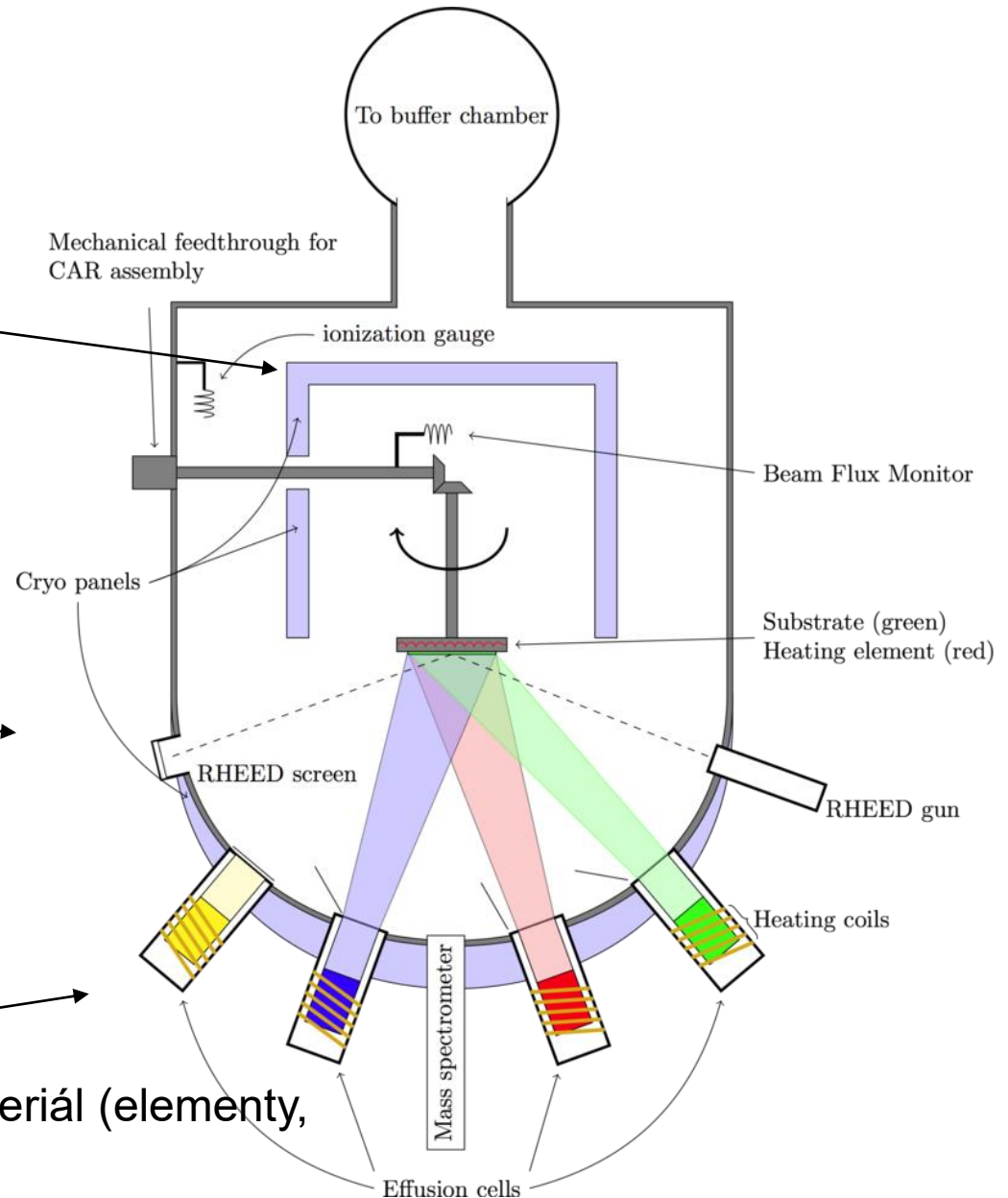
# Epitaxe molekulárních svazků

# Epitaxe molekulárních svazků

kryopanely absorbující materiál který mine substrát

RHEED: reflection high energy electron diffraction

Knudsenovy efusní cely: žavený materiál (elementy, např. Ga, As, )



# Knudsenova efusní cela

- na každý element je potřeba jedna cela
- je nutná kalibrace toku vzhledem k ostatním elementům

nevýhody: finanční náročnost při změně elementů

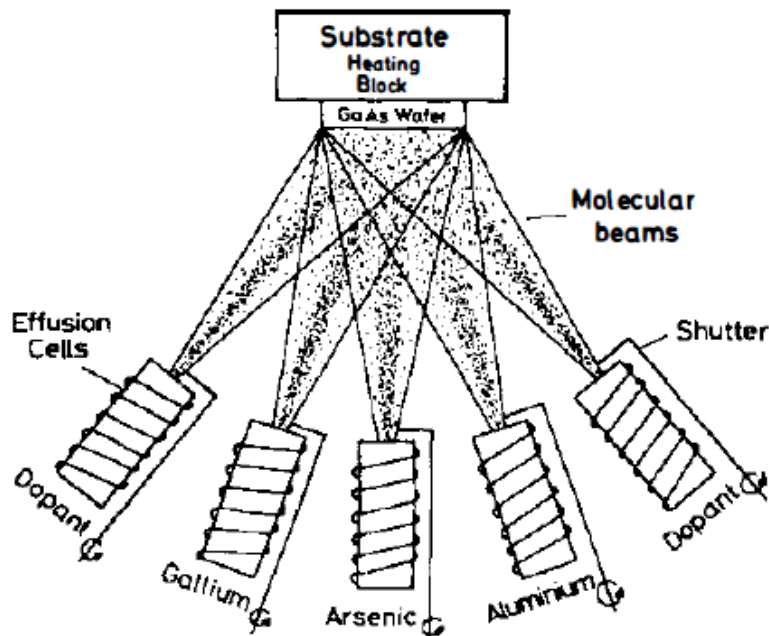
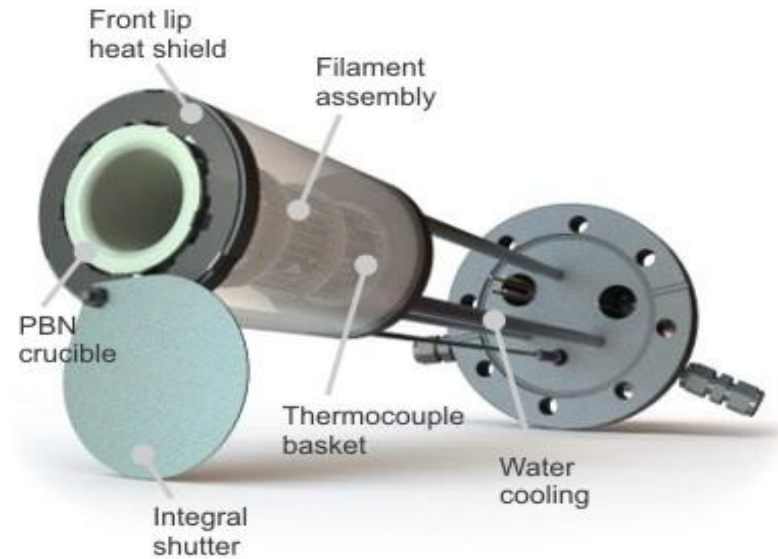


Figure 1 Schematic illustration of the basic evaporation process for molecular beam epitaxy of intentionally doped GaAs and  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ .

Ploog, 1981

# charakteristiky MBE

- nízká depoziční rychlost ~ monovrstva/s
- in-situ kontrola atomárního složení vrstev pomocí RHEED
- prostředí ultravysokého vakua  $\sim 10^{-10}$  mbar minimalizující kontaminaci vzorku
- skoková změna složení na rozhraní



# růst „Layer by layer“

## Ideální stav:

- atomy se adsorbují na povrchu a nukleují 2D ostrůvky
- 2D ostrůvky rostou až je vrstva úplná
- proces se opakuje

## •Reálný stav:

- Následující vrstva se nukleuje dříve než předcházející je dokončena
- počet nedokončených vrstev, tzn. povrchová drsnost, roste s časem
- při přerušení se povrch zaceluje, drsnost klesá a vrací se k původnímu rovnému stavu

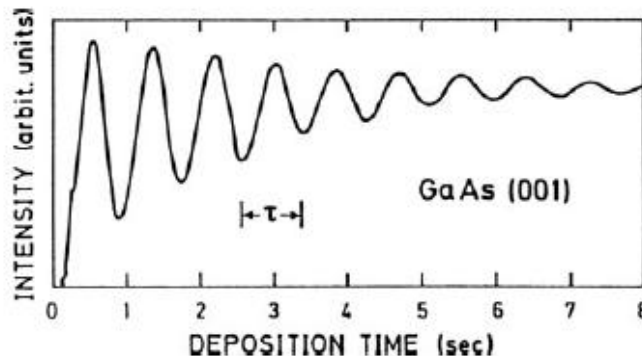
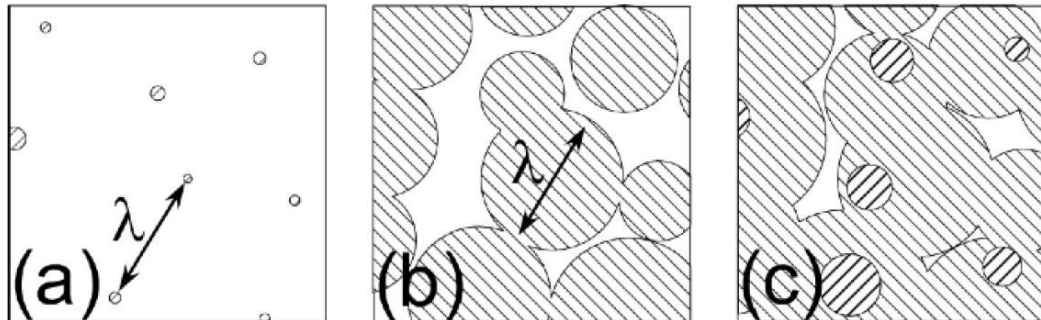
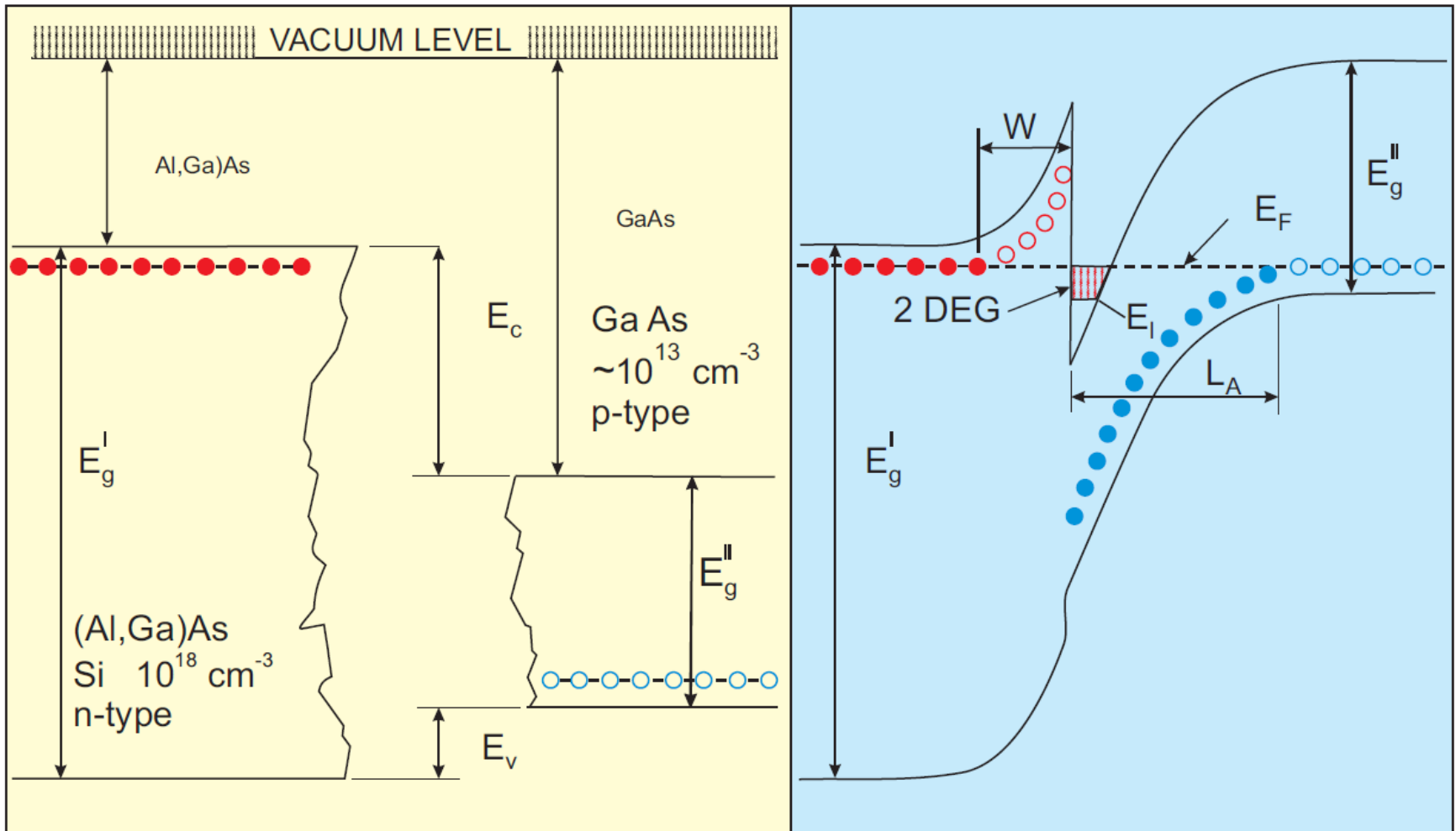


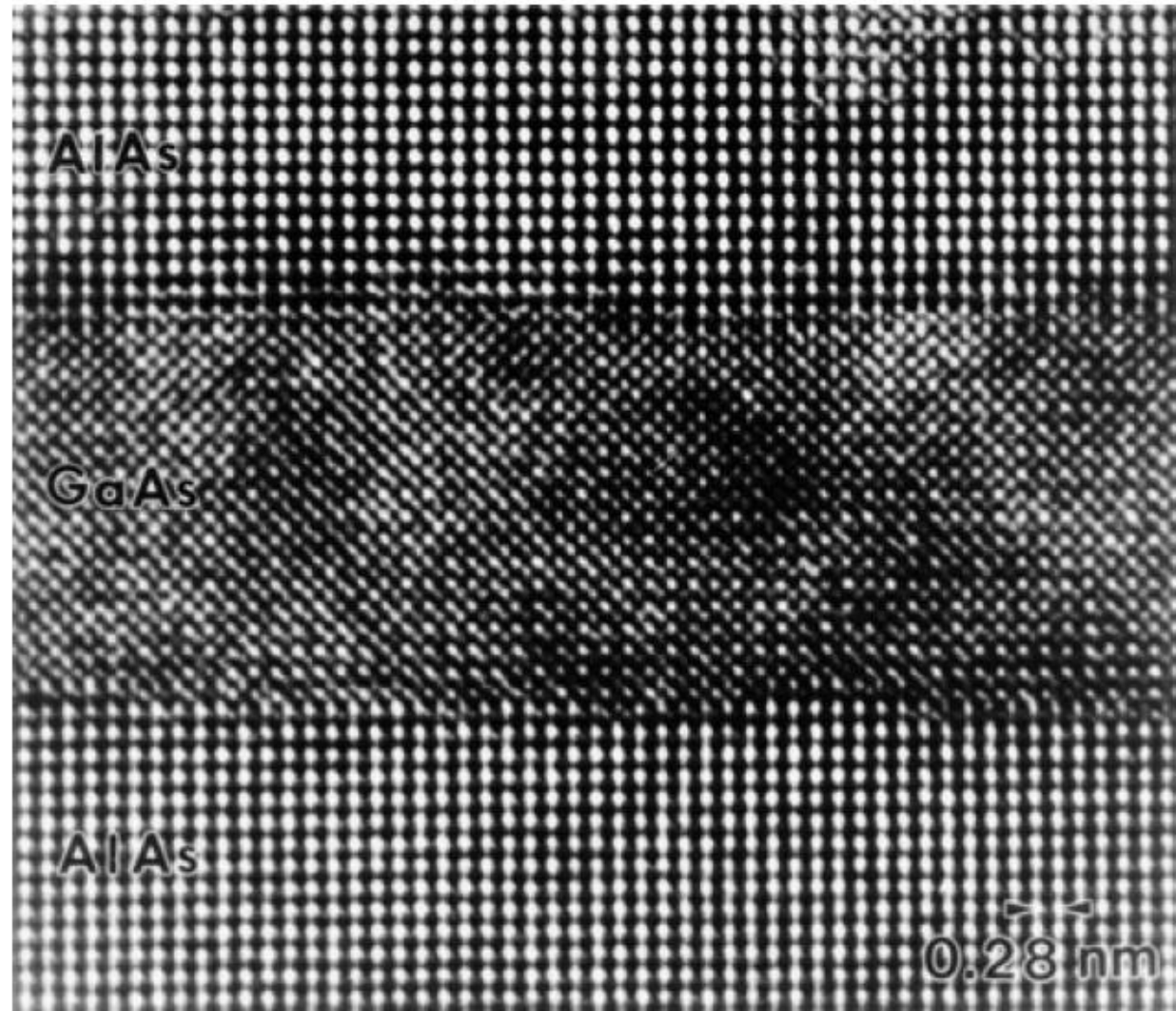
Fig. 2.7 RHEED oscillations measured during MBE growth of GaAs(001). The intensity of the particular RHEED spot is measured as a function of deposition time. The oscillation period  $\tau$  indicates the completion of a monatomic layer

# 2D elektronový plyn v GaAs-AlGaAs struktúre

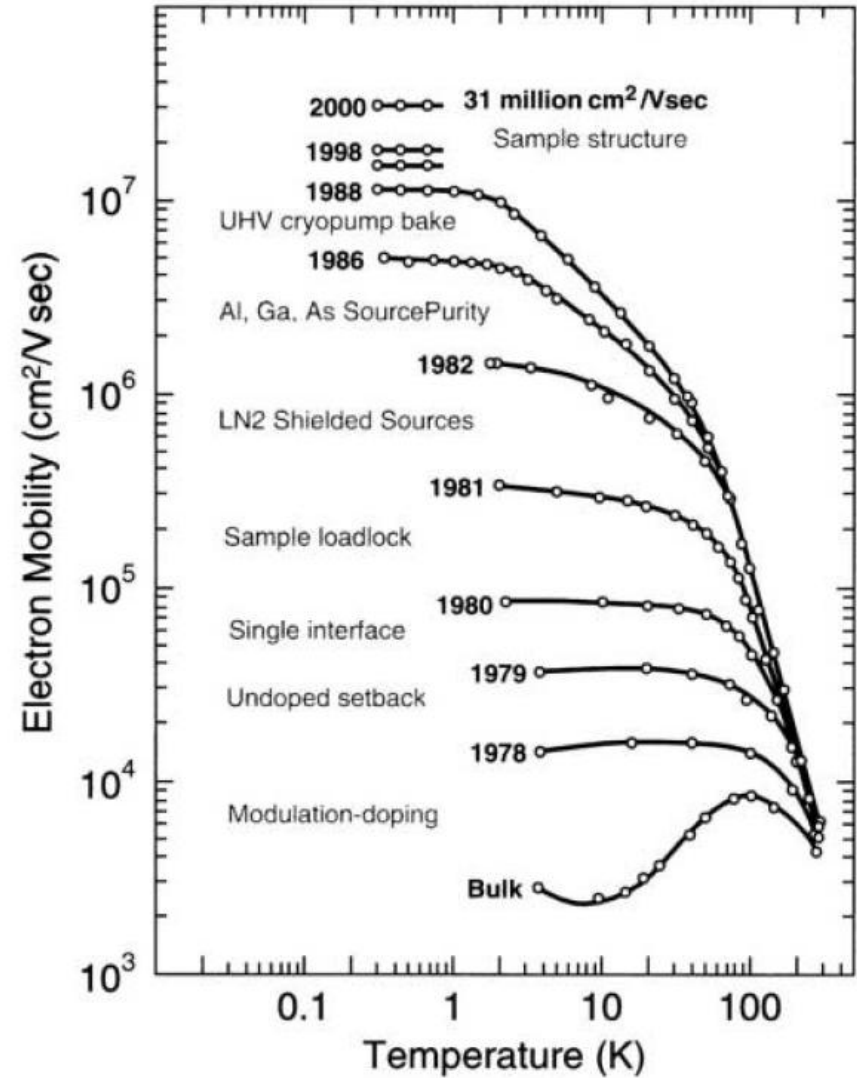


# snímek z transmisního elektronového mikroskopu – atomární rozlišení

**Fig. 3.32** High-resolution TEM of an AlAs/GaAs double heterostructure. The dark and bright points are correlated with single rows of atoms [3.28]



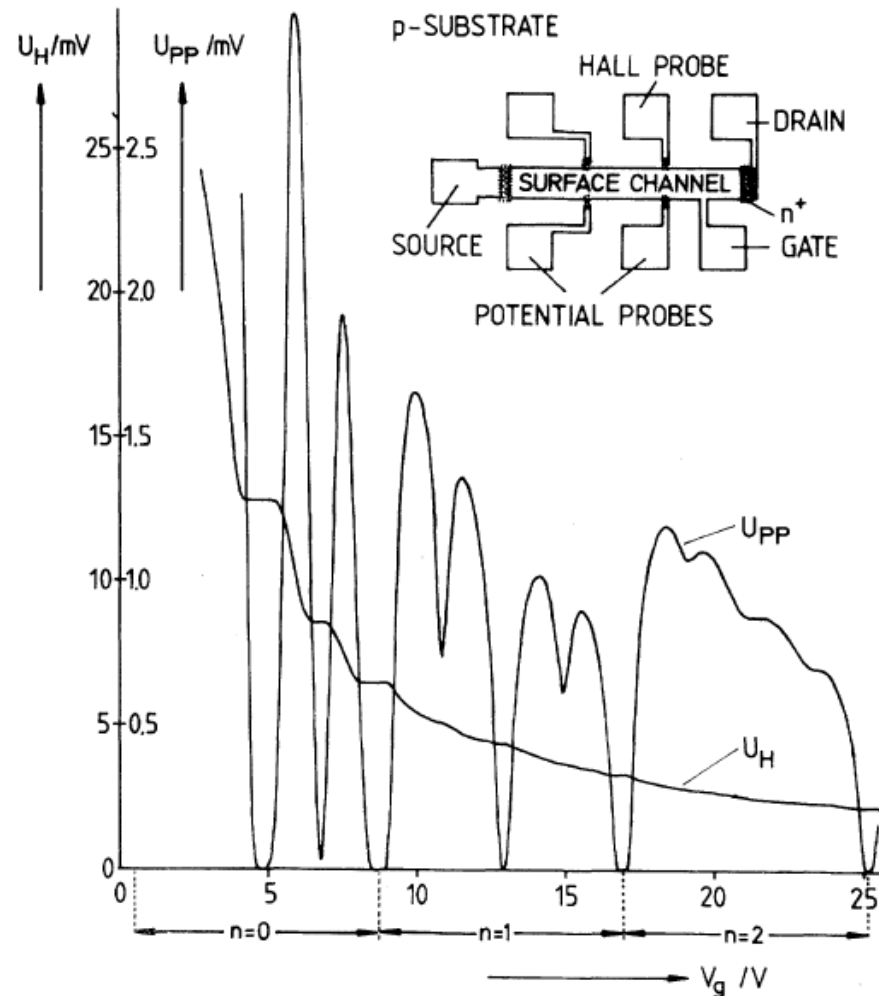
# Zlepšování pohyblivosti v závislosti na „čase“



# New Method for High-Accuracy Determination of the Fine-Structure Constant Based on Quantized Hall Resistance

K. v. Klitzing

*Physikalisches Institut der Universität Würzburg, D-8700 Würzburg, Federal Republic of Germany, and  
Hochfeld-Magnetlabor des Max-Planck-Instituts für Festkörperforschung, F-38042 Grenoble, France*



kvantový Hallův jev

• nobelova cena 1985

$$h/4e^2 = 6453.17 \pm 0.02 \Omega$$

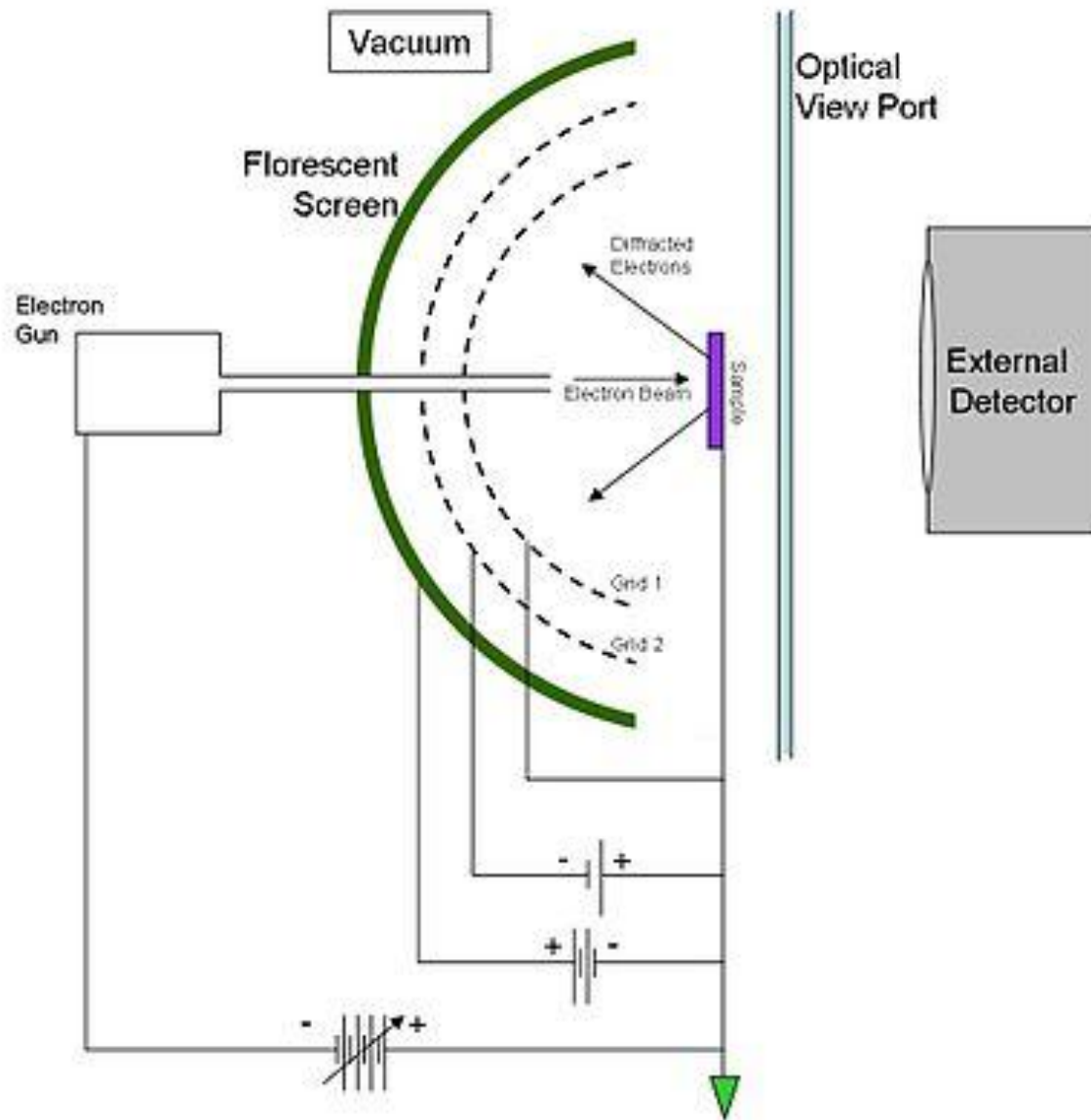
fine structure constant

$$\alpha^{-1} = 137.0353 \pm 0.0004$$

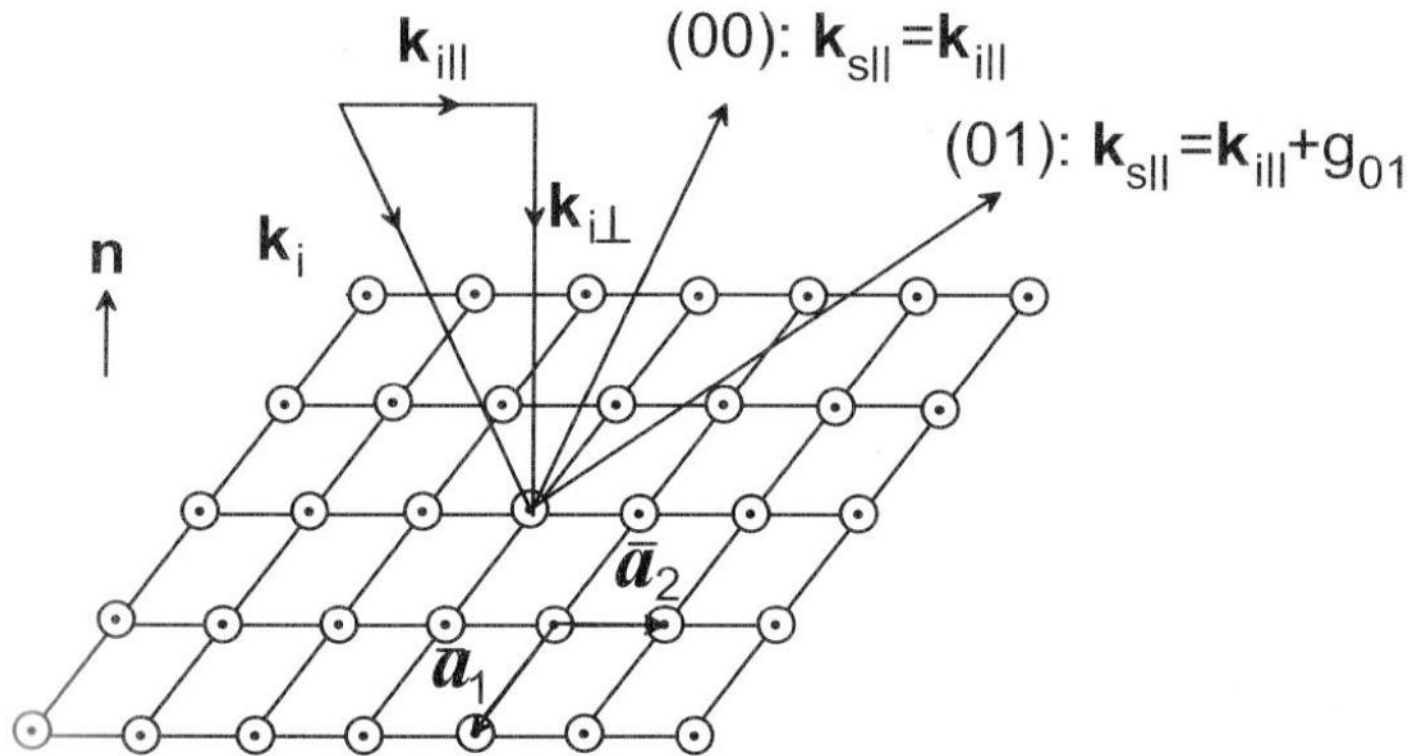
FIG. 1. Recordings of the Hall voltage  $U_H$ , and the voltage drop between the potential probes,  $U_{PP}$ , as a function of the gate voltage  $V_g$  at  $T=1.5$  K. The constant magnetic field ( $B$ ) is 18 T and the source drain current,  $I$ , is  $1 \mu\text{A}$ . The inset shows a top view of the device with a length of  $L = 400 \mu\text{m}$ , a width of  $W = 50 \mu\text{m}$ , and a distance between the potential probes of  $L_{PP} = 130 \mu\text{m}$ .

# LEED – Low energy electron diffraction

# LEED – Low energy electron diffraction



# LEED – Low energy electron diffraction



**Fig. 1.18.** Diffraction of an incident plane wave with wave vector  $\mathbf{k}_i$ . The surface is represented by the corresponding 2D Bravais lattice. Parallel momentum conservation with any reciprocal lattice vector  $\mathbf{g}_{hk}$  creates well-defined diffracted beams  $(hk)$ .



# LEED – Low energy electron diffraction

- Jelikož elektrony pronikají do materiálu jen jednu nebo dvě monovrstvy, kolmo na povrch nejsou žádné omezující difrakční podmínky – dochází k difrakci pro jakékoliv kolmé hodnoty  $k$  vektoru, tedy reciproká mříž se setává z čar kolmých na povrch (truncation rods)
- Evaldova koule pak představuje zákon zachování energie při elastickém rozptylu,  $abs(\mathbf{k}_i) = abs(\mathbf{k}_s)$ .
- V průniku koule a reciproké mříže dochází k současnému splnění difrakčních podmínek a zákona zachování energie a tedy se zde realizuje difrakce.

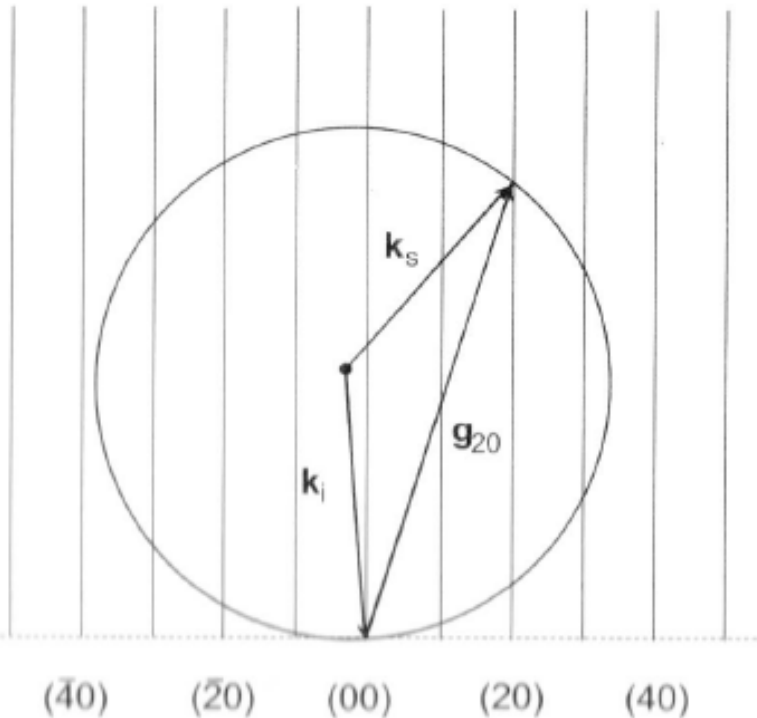


Fig. 1.19. Ewald construction for elastic scattering on a 2D Bravais lattice. A scattering geometry is considered in which the momentum conservation is fulfilled with reciprocal lattice vectors  $\mathbf{g}_{h0}$  parallel to  $\mathbf{b}_1$ .

# LEED – Low energy electron diffraction

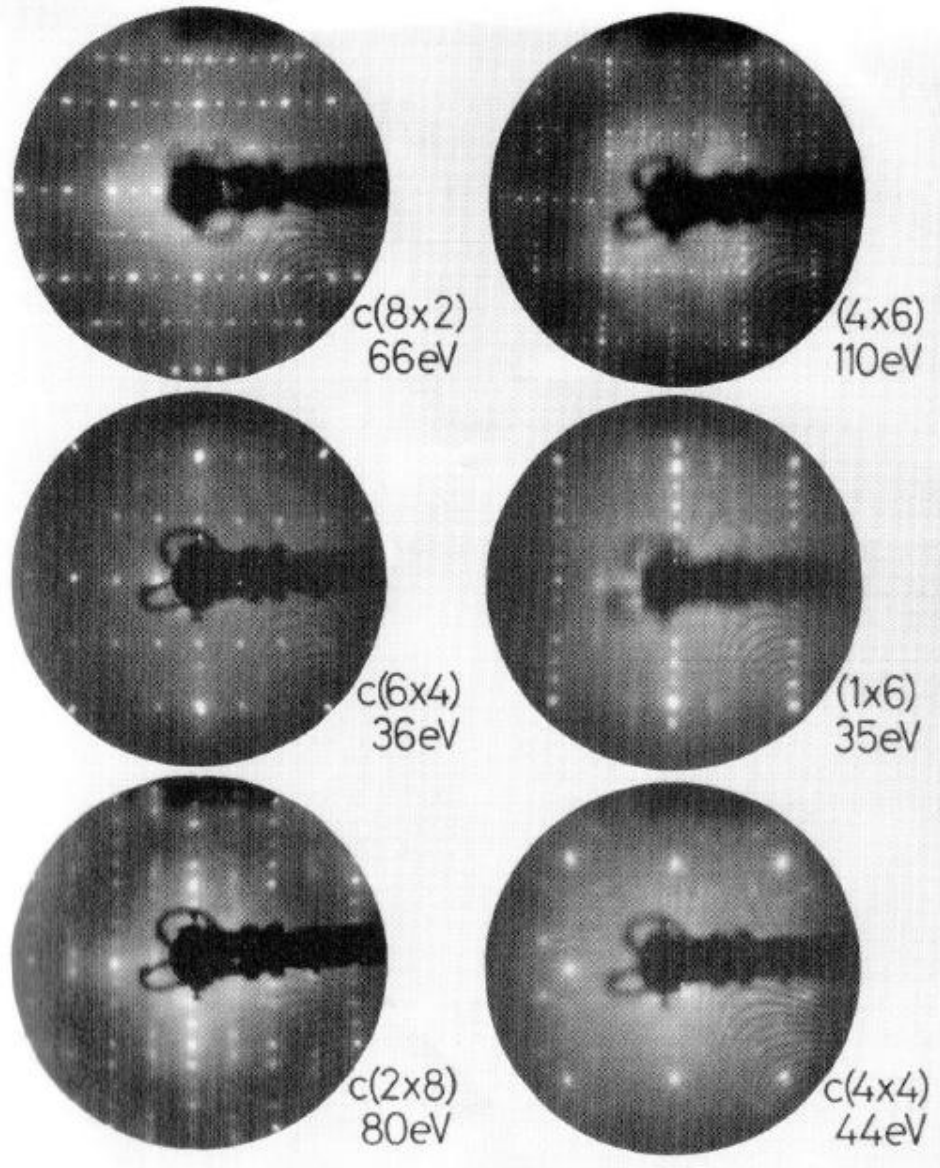
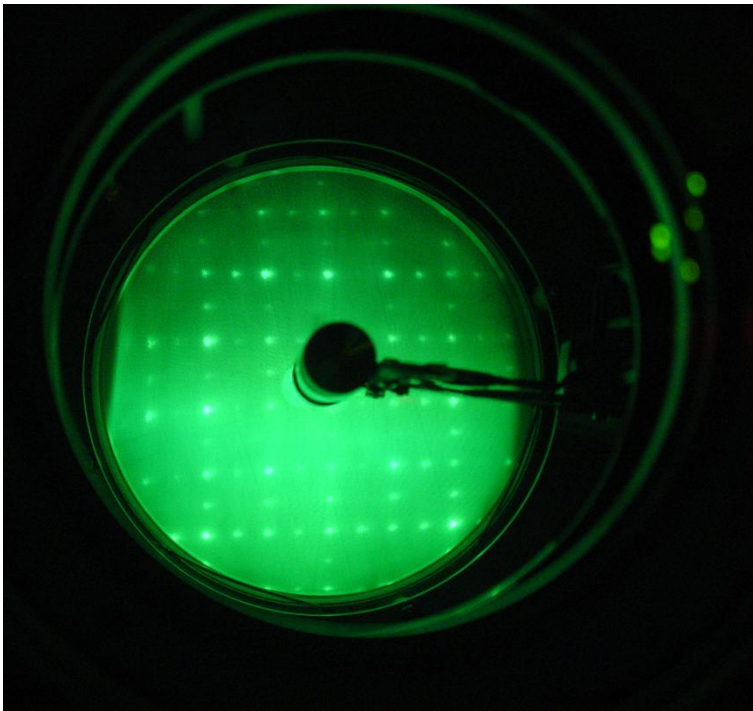


Fig. 1.20. LEED images of six differently prepared GaAs(100) surfaces. After [1.15]. The surface reconstruction and the electron energy are indicated.

# LEED – Low energy electron diffraction

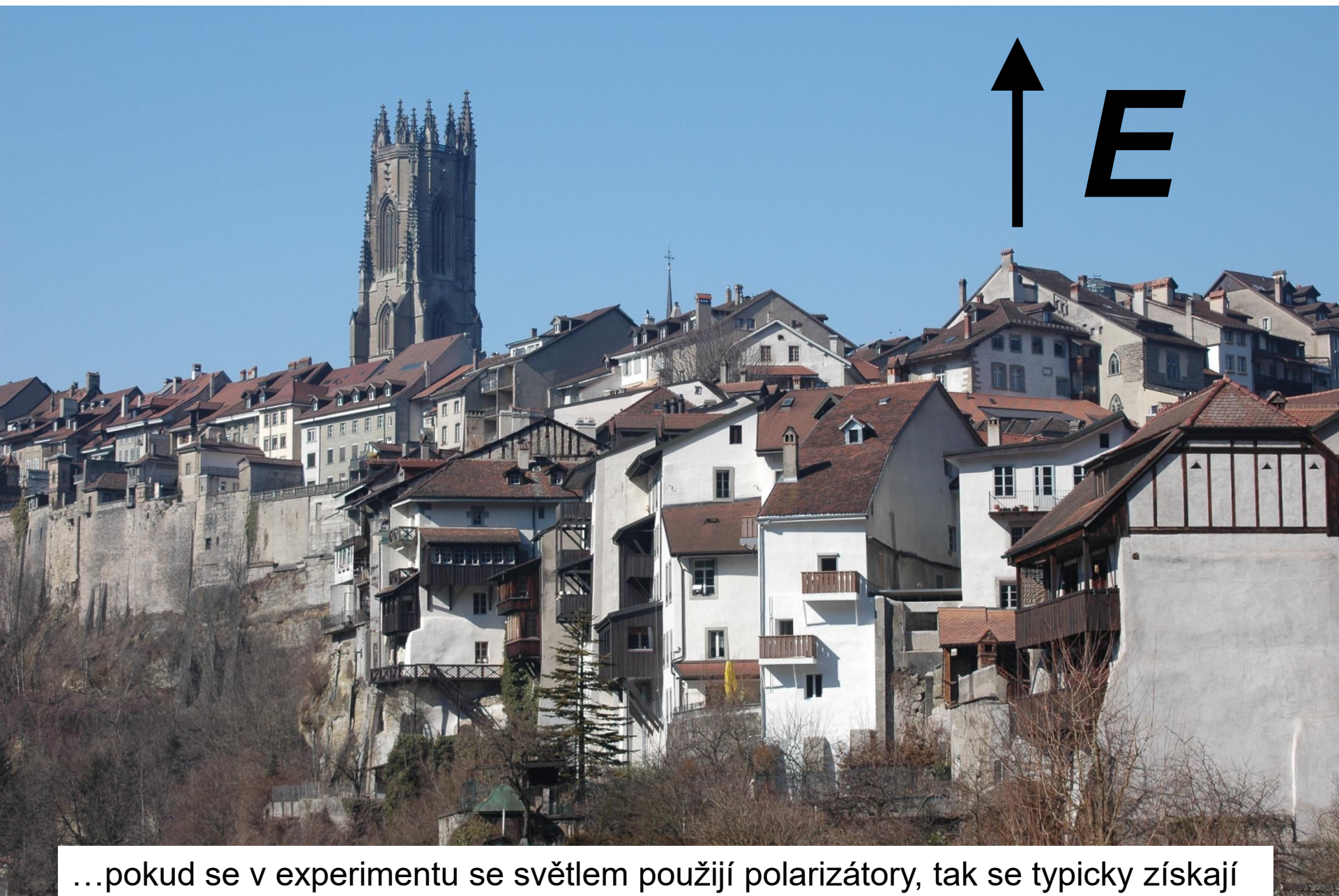


- rekonstruovaný povrch Si(100).
- objemová mříž je kubická, povrchová rekonstrukce má periodicitu 2x1, difrakce pochází od různých domén na sebe kolmých

# Spektroskopická elipsometrie

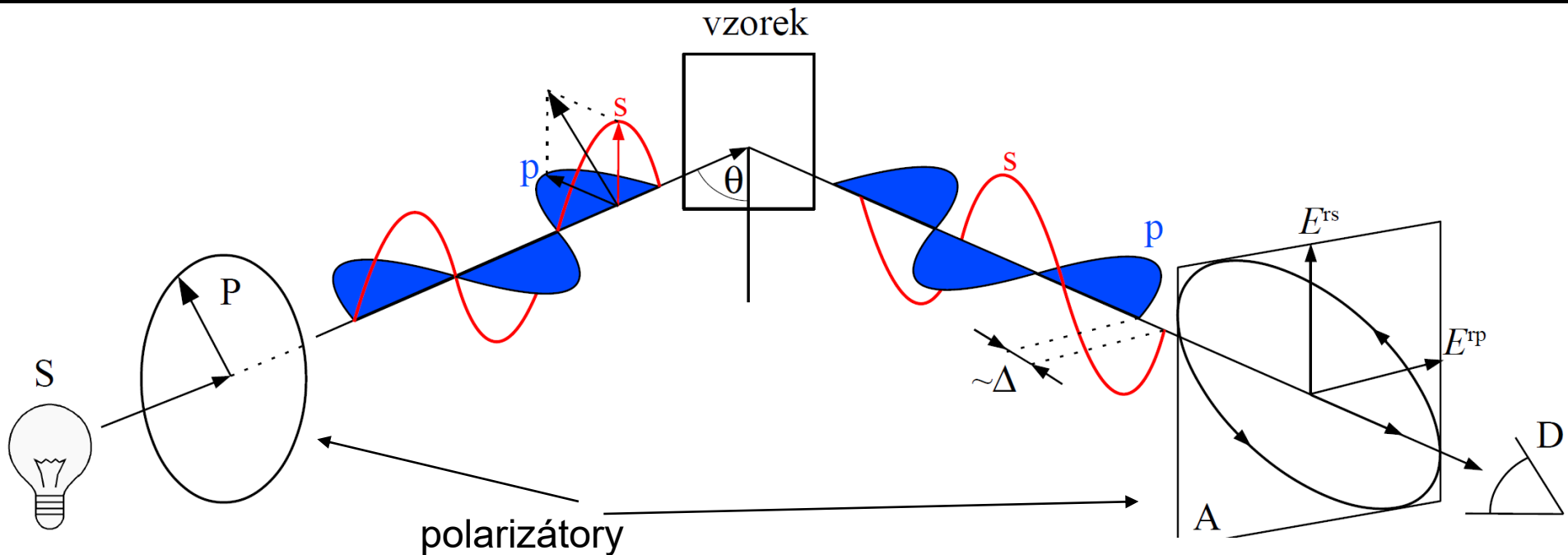


← E



...pokud se v experimentu se světlem použijí polarizátory, tak se typicky získají nové informace

# Princip elipsometrie



- Elipsometrie je de facto interferenční experiment s komponentou elektrického pole rovnoběžnou (p) a kolmou (s) k rovině dopadu.

## Měřené veličiny v elipsometrii:

- úhel pootočení elipsy  $\Psi$
- elipticita  $\Delta$

$\Rightarrow$

$n, k$  nebo  $\epsilon_1, \epsilon_2$   
bez dalších předpokladů

# základní rovnice elipsometrie

Definice elipsometrických úhlů  $\Psi$  a  $\Delta$ :  $\rho = \frac{r_p}{r_s} = \tan \Psi e^{i\Delta}$

Fresnelovy koeficienty:

$$r_p = \frac{N_2 \cos \theta_1 - N_1 \cos \theta_2}{N_1 \cos \theta_2 + N_2 \cos \theta_1} \quad r_s = \frac{N_1 \cos \theta_1 - N_2 \cos \theta_2}{N_1 \cos \theta_1 + N_2 \cos \theta_2}$$

Snellův zákon:  $N_1 \sin \theta_1 = N_2 \sin \theta_2$

Index lomu okolí:  $N_1 = \sqrt{\epsilon_a}$       Index lomu vzorku:  $N_2 = \sqrt{\epsilon_s}$

Inverzí výše uvedených rovnic obdržíme v případě polonekonečného izotropního vzorku explicitní analytický výraz pro dielektrickou funkci (jak její reálnou tak i imaginární část):

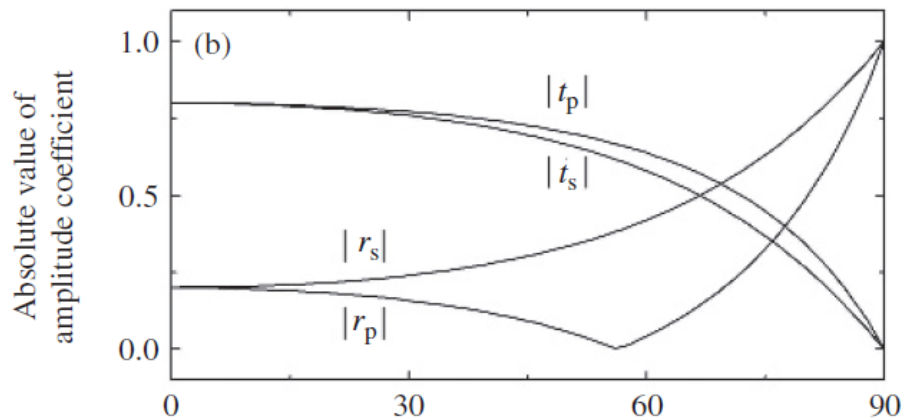
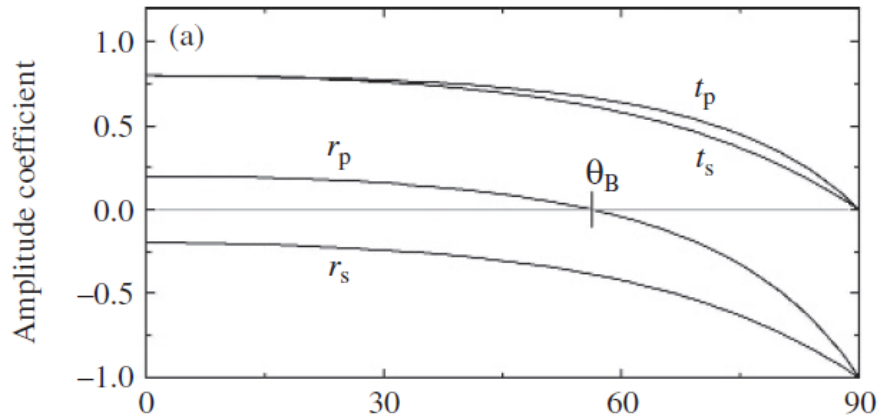
$$\epsilon_s(\Psi, \Delta) = \epsilon_a \sin^2 \theta_1 \left( 1 + \tan^2 \theta_1 \left( \frac{1 - \rho(\Psi, \Delta)}{1 + \rho(\Psi, \Delta)} \right)^2 \right)$$

shrnutí: ze dvou měřených veličin  $\Psi$  a  $\Delta$  určíme dvě veličiny  $\epsilon_1$  a  $\epsilon_2$



# Brewsterův úhel a citlivost elipsometrie

rozhraní vzduch – sklo



zdroj Fujiwara

$$\rho = \frac{r_p}{r_s} = \tan \Psi e^{i\Delta}$$

Elipsometrie měří poměr mezi  $r_p$  a  $r_s$ , které se nejvíc liší blízko tzv. Brewsterova úhlu

$$\text{tg } \theta_B = N_2$$

Jelikož přesně na Brewsterově úhlu v případě izolátorů je  $\Psi=0$ , je ideální měřit na úhlu dopadu pod, nebo/a nad ním.

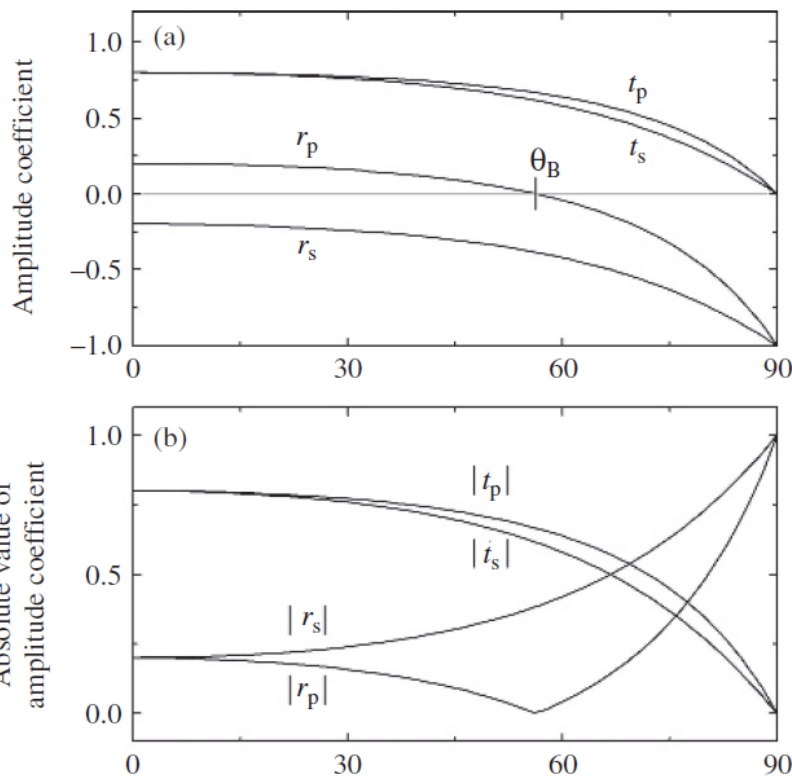
- U materiálů s vysokým indexem lomu je třeba jít k velkým úhlům dopadu, např. kovové materiály zvláště v infračervené oblasti (80 až 85 st.), což zvyšuje nároky na kvalitu (rovnoběžnost) svazku.

- Při velké divergenci svazku je možno numericky sčítat přes různé úhly dopadu a tak ji korigovat, přirozeně je třeba se snažit tyto efekty mít malé jak jen to jde.

# Zvykáme si na $\Psi$ a $\Delta$

$$\rho = \frac{r_p}{r_s} = \tan \Psi e^{i\Delta}$$

rozhraní vzduch – sklo



zdroj: Fujiwara

## Vlastnosti $\Psi$ :

- $\Psi$  je mírou pootočení roviny polarizace po odrazu. Při polarizátoru  $P=45^\circ$  je hodnota  $\Psi$  přímo výsledný úhel polarizace od s složky.
- na Brewsterově úhlu je  $\Psi = 0$ . V tomto bodě není elipsometrie citlivá, je lepší měřit v blízkosti nad a pod Brewsterovým úhlem.
- objemové izotropní materiály mají  $\Psi$  mezi 0 a  $45^\circ$ .
- $\Psi$  blízko  $45^\circ$  mají materiály s velkou odrazivostí pod Brewsterovým úhlem, typicky kovy
- hodnoty nad  $45^\circ$  se objevují na vrstvách případně na anizotropních objemových vzorcích

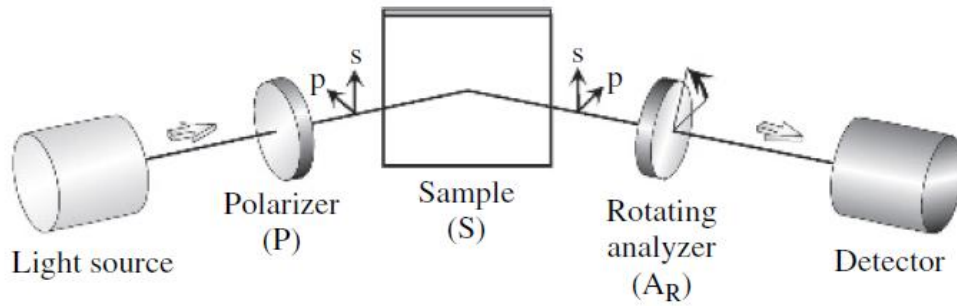
## Vlastnosti $\Delta$ :

- na izolujících materiálech je  $\Delta=0$  (nad Brewsterovým úhlem) nebo  $180^\circ$  (pod Brewsterovým úhlem)

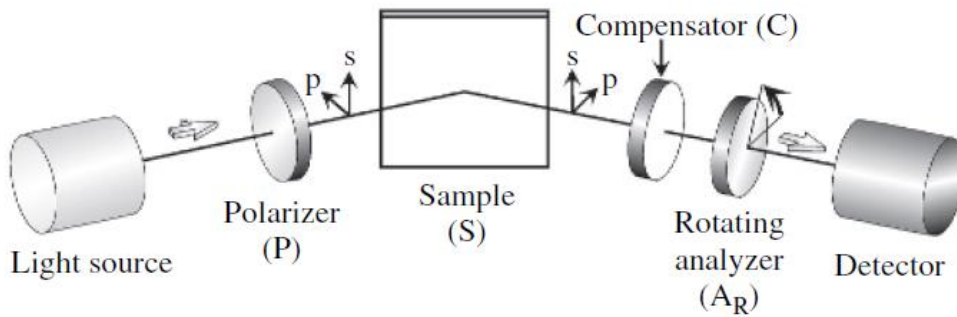
# Elipsometrické konfigurace

- rotační analyzátor (polarizátor)

(a) Rotating-analyzer ellipsometry ( $PSA_R$ )

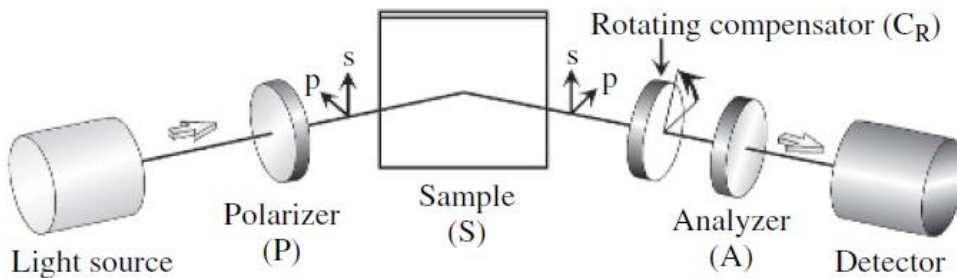


(b) Rotating-analyzer ellipsometry with compensator ( $PSCA_R$ )



- rotační analyzátor (polarizátor) s fixním kompenzátořem

(c) Rotating-compensator ellipsometry ( $PSC_R A$ )



- rotační kompenzátoř

zdroj: Fujiwara

# Princip elipsometrie s rotačním analyzátořem (PSA)

Jak experimentálně určit  $\Psi$  a  $\Delta$ ?

Pro určitou pozici prvního polarizátoru (zkráceně polarizátoru) měříme závislost intenzity na pozici  $A$  druhého polarizátoru (analyzátořu). Závislost je harmonická funkce s periodou 180 stupňů:

$$I^{\text{exp}} = I_0^{\text{exp}} (1 + \alpha \cos(2A) + \beta \sin(2A))$$

Lze ukázat, že propagace elektrického pole konfigurací PSA dává na detektoru

$$E_A = E_0 r_s (\cos P \cos A \tan \Psi e^{i\Delta} + \sin P \sin A)$$

Jelikož pouze intenzita záření je měřena, dostáváme

$$I = |E_A|^2 = I_0 [1 - \cos(2P) \cos(2\Psi) + (\cos(2P) - \cos(2\Psi)) \cos(2A) + \sin(2P) \sin(2\Psi) \cos \Delta \sin(2A)]$$

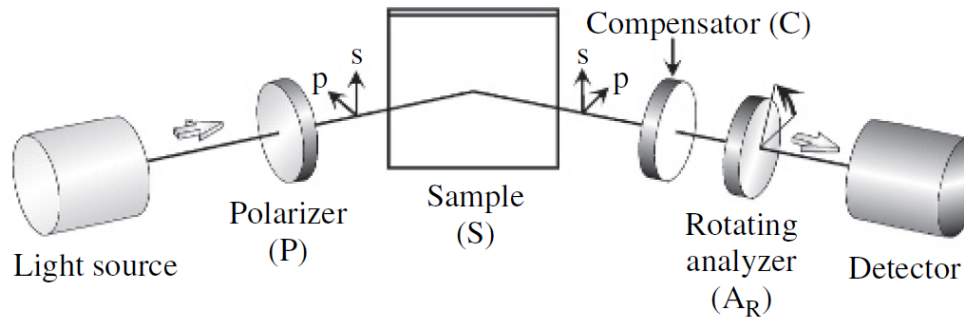
Vyřešením rovnosti  $I^{\text{exp}}=I$ , dostáváme

$$\tan \Psi = \sqrt{\frac{1 + \alpha}{1 - \alpha}} |\tan P| \qquad \cos \Delta = \frac{\beta}{\sqrt{1 - \alpha^2}} \text{sgn} P$$

Z elipsometrie s rotačním analyzátořem (polaryzátořem) určíme  $\tan \Psi$ , tedy  $\Psi$  v celém intervalu, ale „pouze“  $\cos \Delta$ , tedy  $\Delta$  pouze v intervalu 0-180° s tím, že v polohách blízko 0 a 180° je citlivost na  $\Delta$  limitně malá.

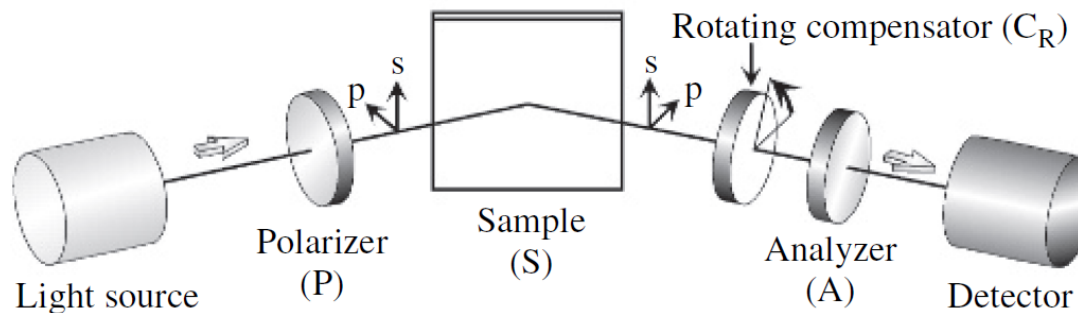
# Elipsometr s kompenzátorem (čtvrt-vlnovou destičkou)

(b) Rotating-analyzer ellipsometry with compensator (PSCA<sub>R</sub>)



- Fixní kompenzátor umožňuje posunout hodnotu  $\Delta$  ze slabých míst - 0 nebo  $180^\circ$ . Toto je užitečné při měření izolátorů nebo naopak kovů, kde  $\Delta$  je blízko 0 nebo  $180^\circ$ .  $\Delta$  kompenzátoru se jednoduše od naměřených dat odečte. Slabá místa se ovšem pouze přesunou do jiných hodnot  $\Delta$ .

(c) Rotating-compensator ellipsometry (PSC<sub>R</sub>A)

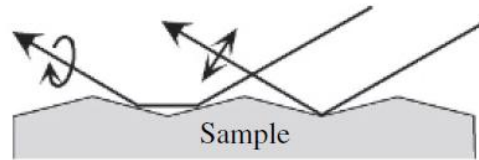


- Ideální metoda měření je ovšem v situaci, kdy můžeme naměřit několik spekter s různou hodnotou retardace, která eliminuje slabá místa úplně. Jedná se o tzv. elipsometrii s rotačním (proměnným) kompenzátorem. Touto metodou lze získat hodnotu  $\Delta$  v celém rozsahu  $0-360^\circ$  s vysokou přesností. Navíc je možno určit stupeň depolarizace světla odraženého od vzorku.

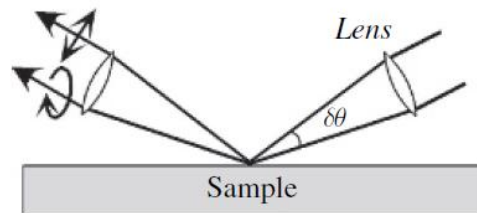
# Depolarizace

- Pouze s polarizátorem stupeň depolarizace nelze určit. Např. úplně depolarizované světlo nelze odlišit od kruhově polarizovaného. Čtvrtvlnová destička převede kruhově polarizované světlo na lineárně polarizované. Tuto změnu již detekují rotujícím polarizátorem. Depolarizované světlo po průchodu kompenzátorem bude opět depolarizované.
- Depolarizace vzniká nekoherentním interferencí vln. Např. nehomogenní vrstva generuje depolarizaci, případně odrazy na příliš tlusté vrstvě (substrátu). Depolarizaci lze v principu zahrnout do modelu pomocí Stokesových vektorů a tyto jevy kvantifikovat.

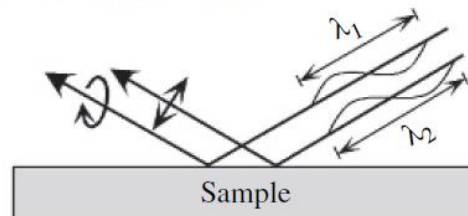
(a) Surface scattering



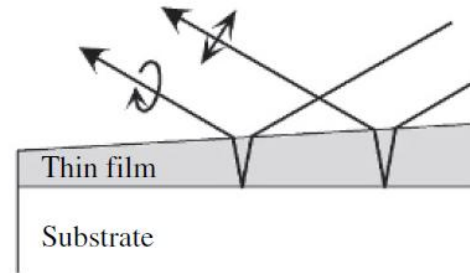
(b) Incidence angle variation



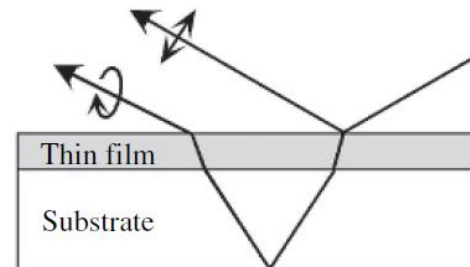
(c) Wavelength variation



(d) Thickness inhomogeneity



(e) Backside reflection

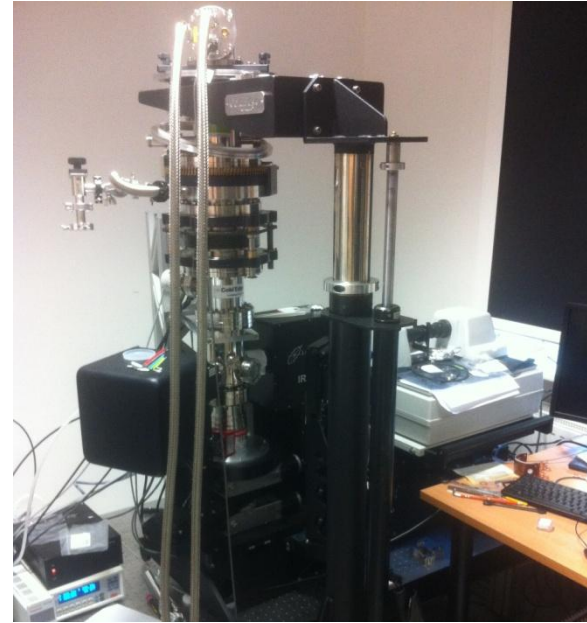


# Our experimental equipment thanks to CEITEC

Woollam VASE, NIR-UV range

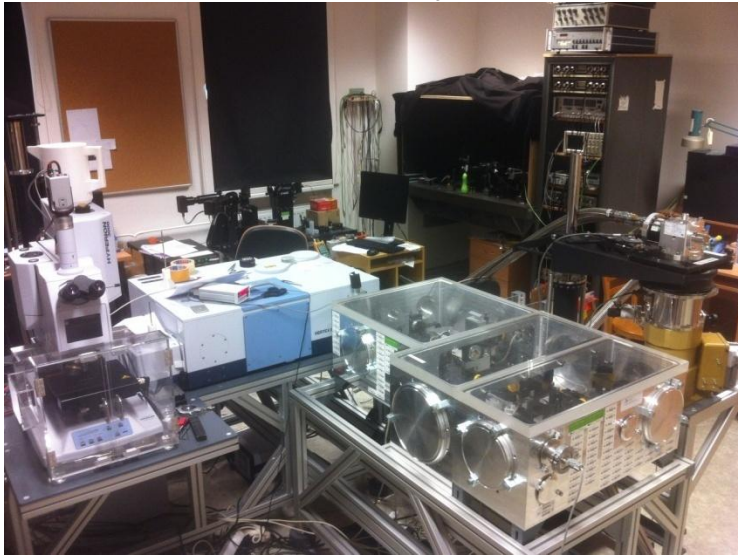


Woollam IR-VASE, mid infrared range



closed He  
cryostat  
5-400 K

far-infrared reflectivity, Bruker V80



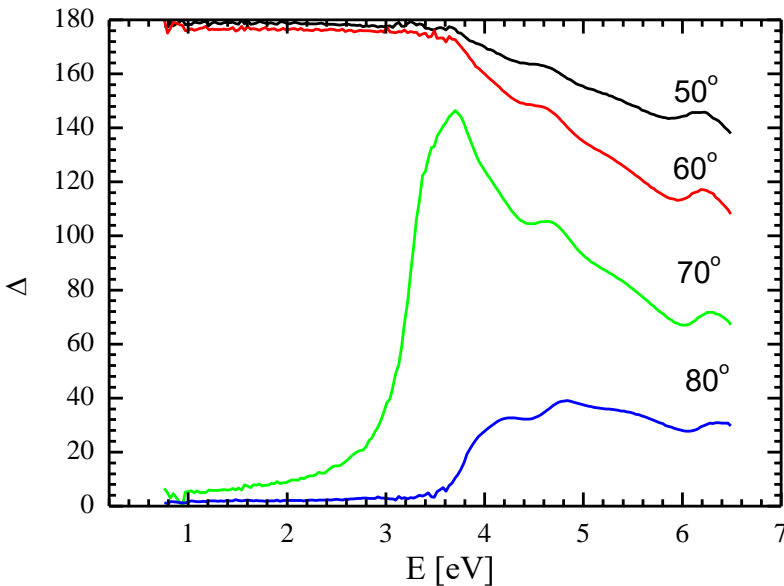
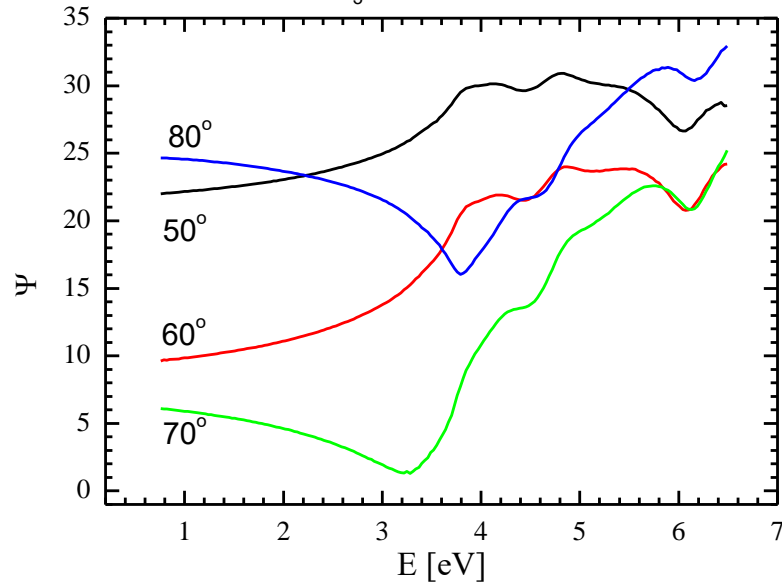
home built far-infrared ellipsometer



# Mezipásové přechody na SrTiO<sub>3</sub> (kubický krystal, opticky izotropní)

data z elipsometru s rotačním analyzátořem

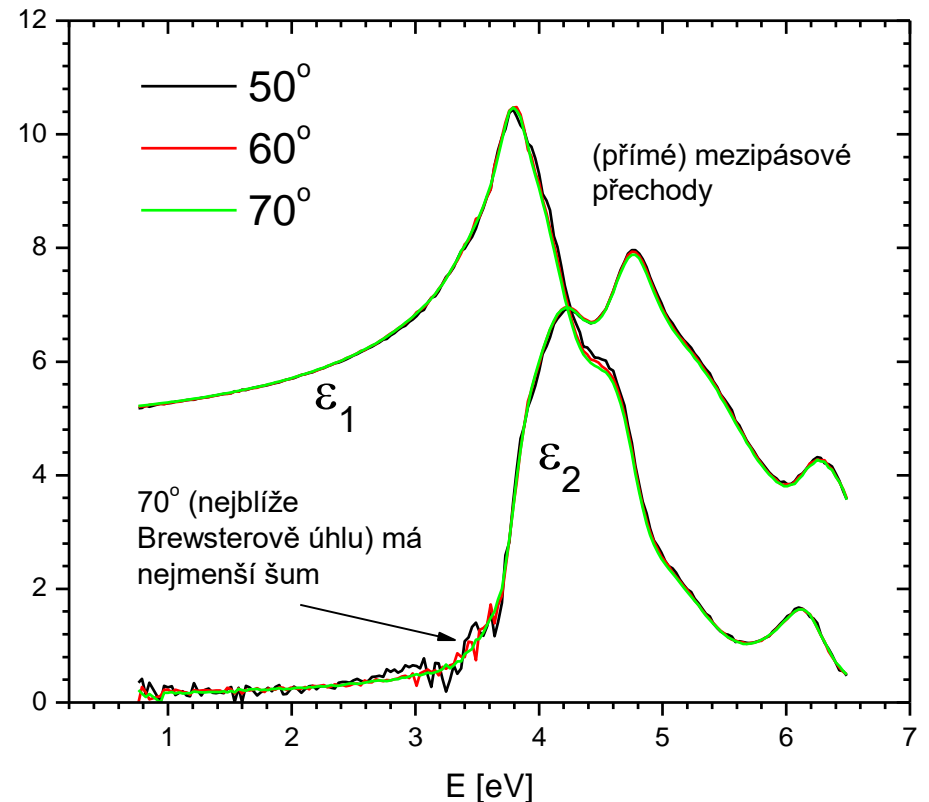
SrTiO<sub>3</sub>, d=0.5mm drsná zřda



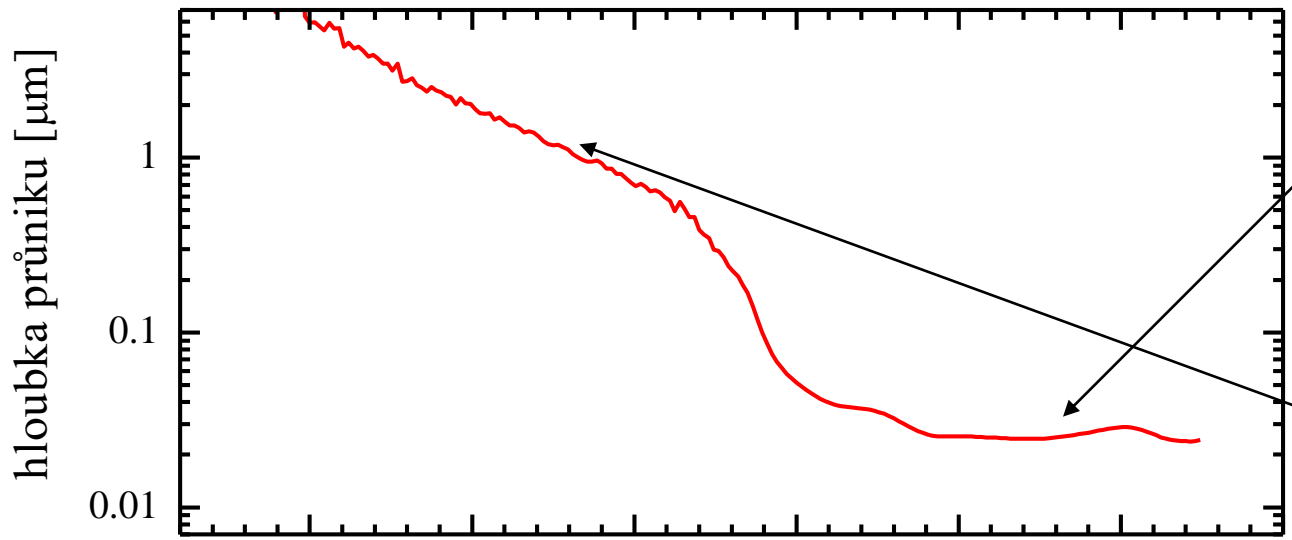
- optické konstanty obdrženy inverzí  $\Psi$  a  $\Delta$  s předpokladem polonekonečného vzorku (pseudo optické konstanty)

- nezávislost na úhlu demonstruje, že různé úhly neobsahují novou informaci

SrTiO<sub>3</sub>

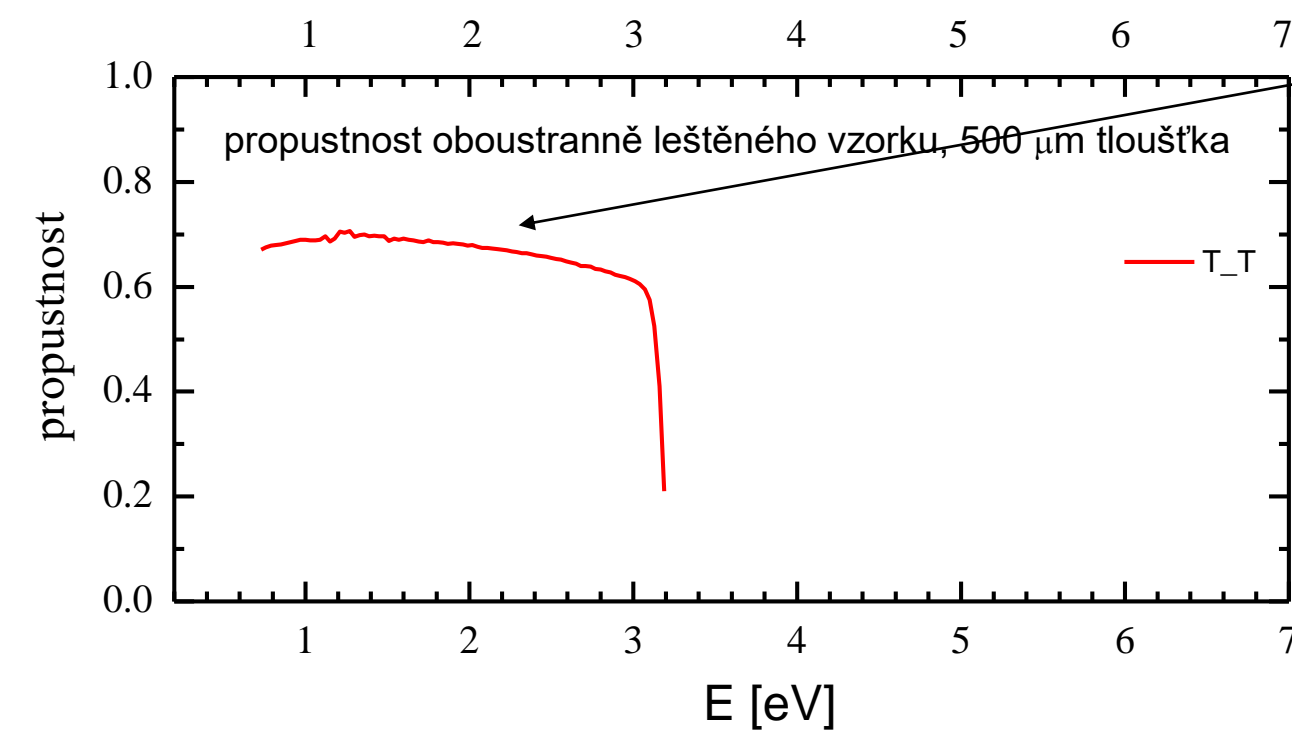






hloubka průniku v oblasti mezipásových přechodů ~20-30 nm

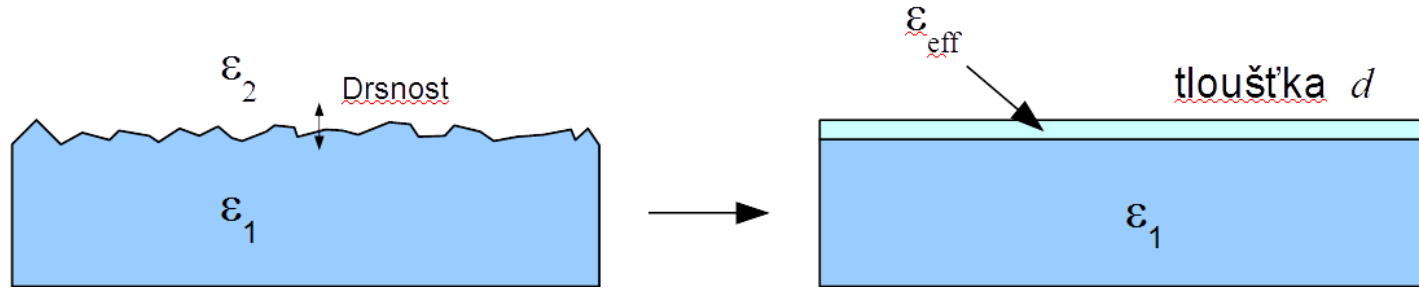
hloubka průniku v zakázaném pásu 1  $\mu\text{m}$ ?



nekompatibilní s transmisí na 500  $\mu\text{m}$  vzorku.

# modelování drsnosti povrchu

- drsnost (mnohem menší než vlnová délka) je potřeba vzít v úvahu modelováním. Nejjednodušší způsob je pomocí teorie efektivního prostředí.



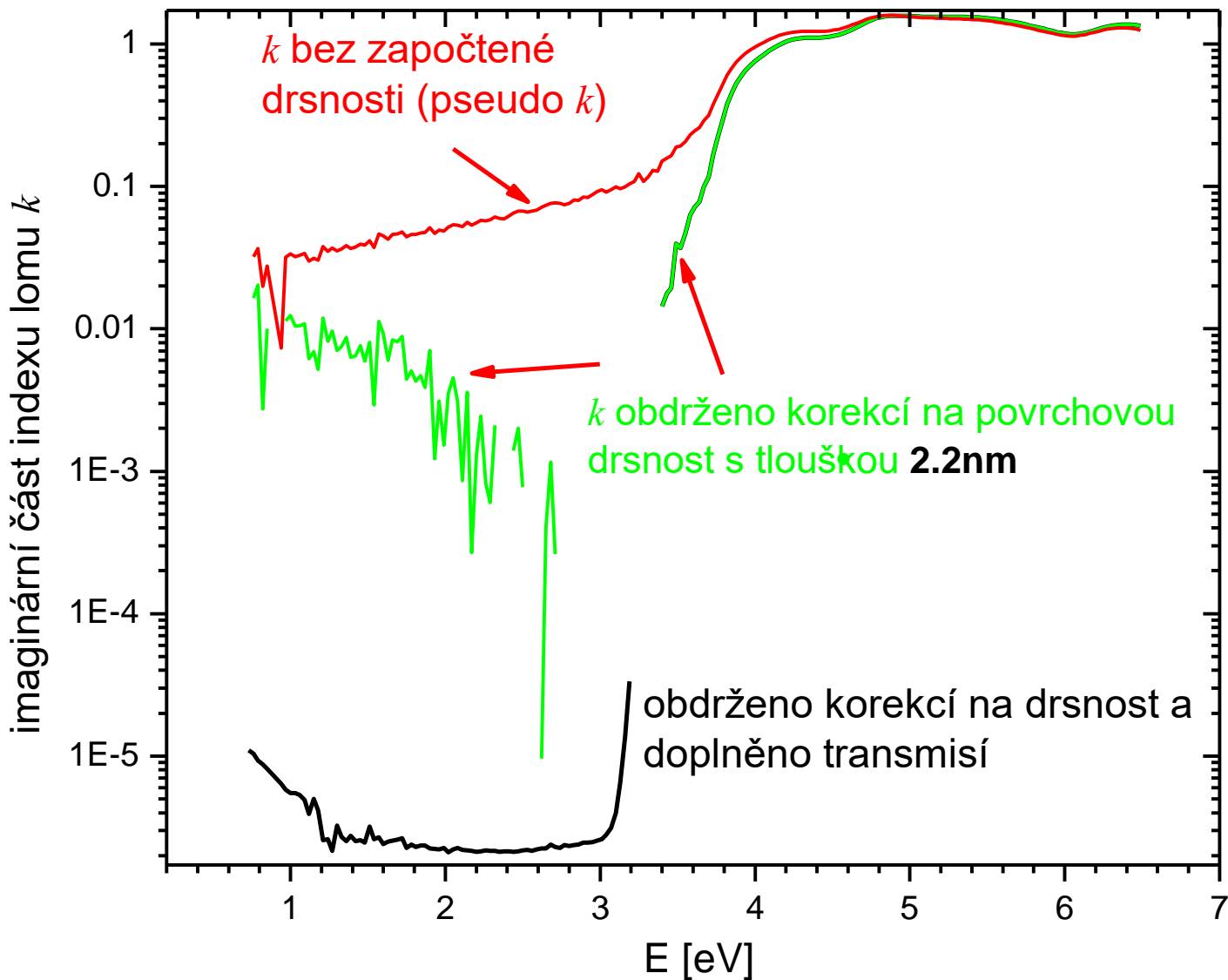
- teorie efektivního prostředí se pokouší vypočítat (efektivní) dielektrickou funkci prostředí složeného ze dvou komponent s dielektrickou funkcí  $\epsilon_1$  a  $\epsilon_2$ . Jelikož se jedná o aproximativní výpočty, existuje několik přístupů. Nejznámější jsou Bruggemanův model a Maxwell-Garnetova formule.

- Pro modelování drsnosti se nejvíce hodí Bruggemanova formule

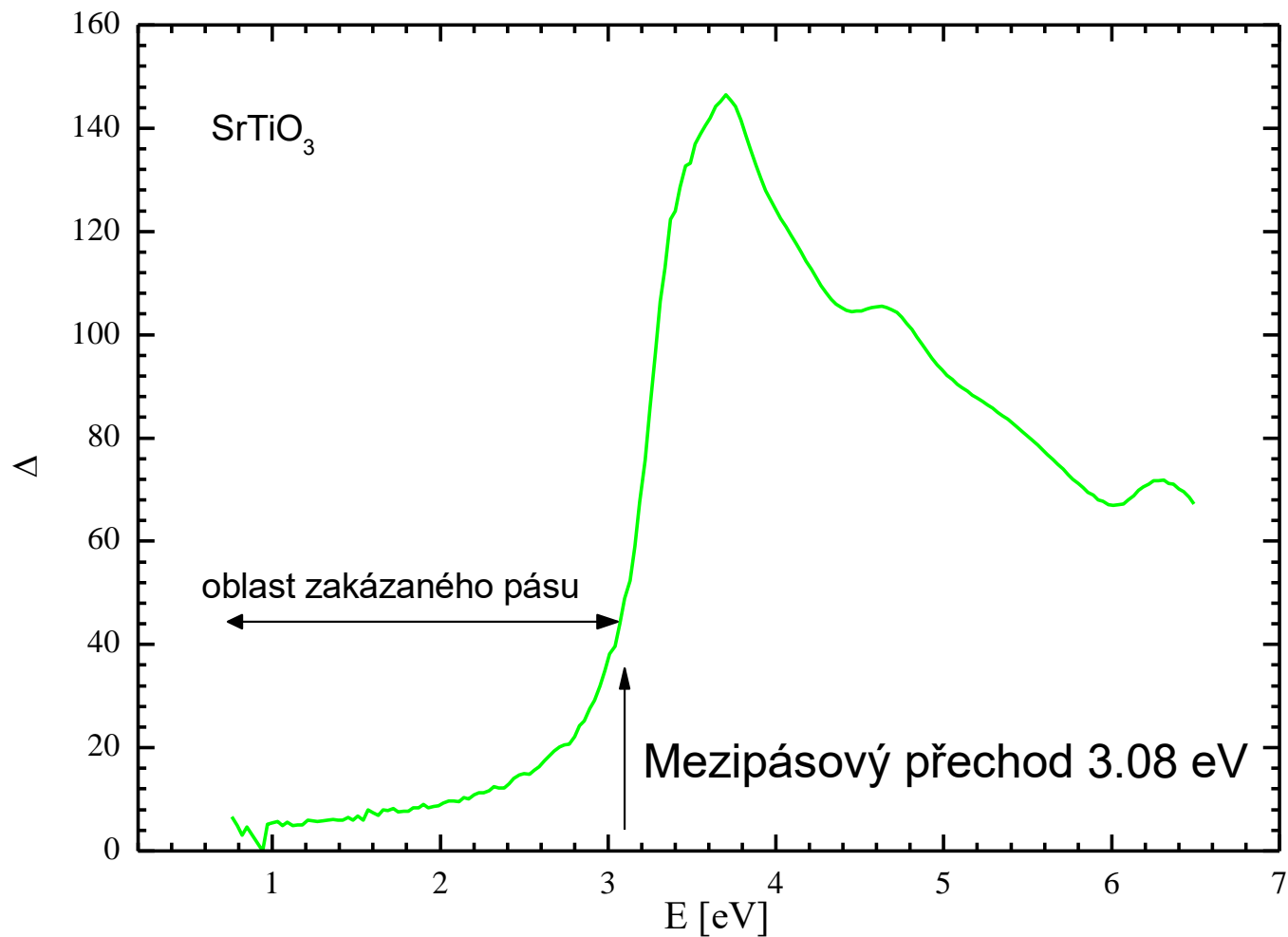
$$\sum_{j=1}^N f_j \frac{\epsilon_j - \epsilon_{\text{eff}}}{\epsilon_j + 2\epsilon_{\text{eff}}} = 0$$

- $N$ .. počet komponent, nejjednodušší případ  $N=2$
- $f_j$ ... objemový podíl komponenty

více informací o teoriích efektivního prostředí: A. Sihvola, electromagnetic mixing formulas and applications, 1999



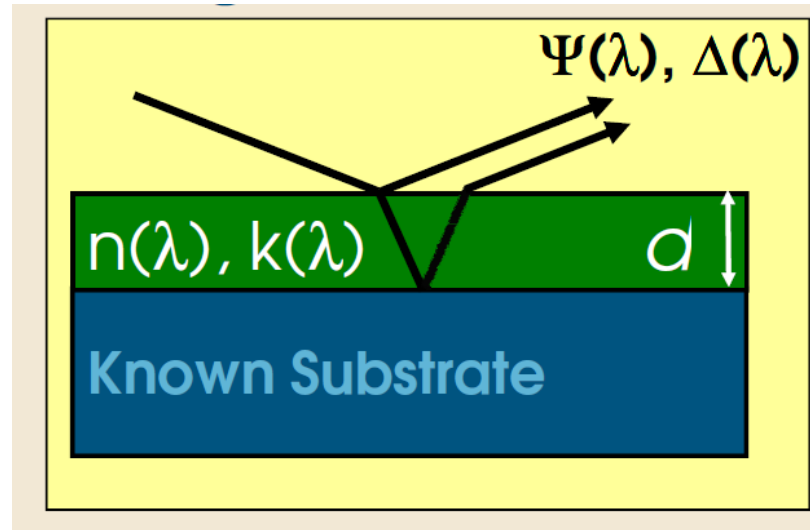
- pomocí korekce na drsnost povrchu lze obdržet již reálné hodnoty  $k$  v oblasti zakázaného pásu
- tyto hodnoty lze velmi zpřesnit, pokud se navíc započte i propustnost materiálu (citlivost na malé hodnoty  $k$  oproti reflexním metodám)



- v oblasti zakázaného pásu (pod 3 eV) by měla  $\Delta$  být nula nebo 180 st., jelikož jsou Fresnelovy koeficienty reálné
- $\Delta$  má hodnoty v této oblasti až 20 stupňů, což je způsobeno právě povrchovou drsností cca 2 nm.
- Toto dává představu o citlivosti elipsometrie. Jelikož  $\Delta$  se standardně měří s přesností na 1 stupeň až 0.1 stupně, elipsometrie je v principu citlivá na vrstvy tlusté v řádu desetin nanometru.

# určení $n$ , $k$ , i $d$ u tenké vrstvy

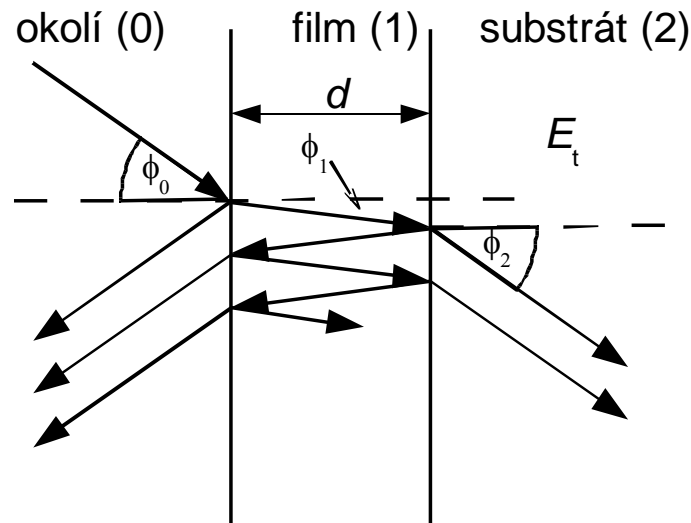
- Klasická úloha v optice tenkých (transparentních) vrstev: urči optické konstanty (reálnou a imag. část indexu lomu-  $n, k$ ) u vrstvy, jejíž tloušťku  $d$  neznáme. K určení optických konstant potřebujeme určit tloušťku. Toto je ovšem třetí parametr, který ze dvou  $\Psi$  a  $\Delta$  již neurčíme.



- Řešení: zjistí další nezávislou informaci nebo zmenší neznámé parametry
- Zmenšení neznámých parametrů: v případě transparentní oblasti je  $k \sim 0$ , potom určíme  $d$ , které použijeme na analýzu netransparentní oblasti. Materiál však nemusí mít transparentní oblast: co pak?

# Mnohaúhlová elipsometrie: nástroj na určení $n$ , $k$ , i $d$

- Při různých úhlech dopadu však obdržíme v principu další dvě nezávislé hodnoty díky různé optické dráze ve vrstvě (faktoru  $\beta$  v interferenčních formulích) => VASE (variable angle spectroscopic ellipsometry)



$$r_p^{\text{tot}} = \frac{r_{01p} + r_{12p} e^{i2\beta}}{1 + r_{01p} r_{12p} e^{i2\beta}}, \quad r_s^{\text{tot}} = \frac{r_{01s} + r_{12s} e^{i2\beta}}{1 + r_{01s} r_{12s} e^{i2\beta}}$$

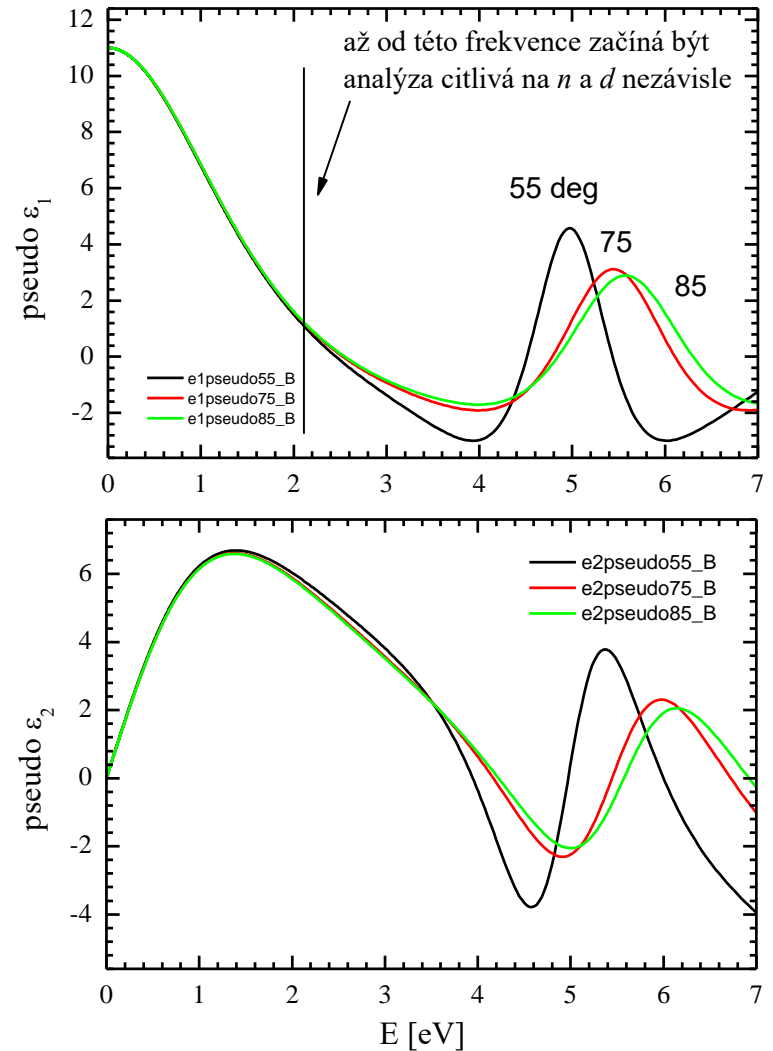
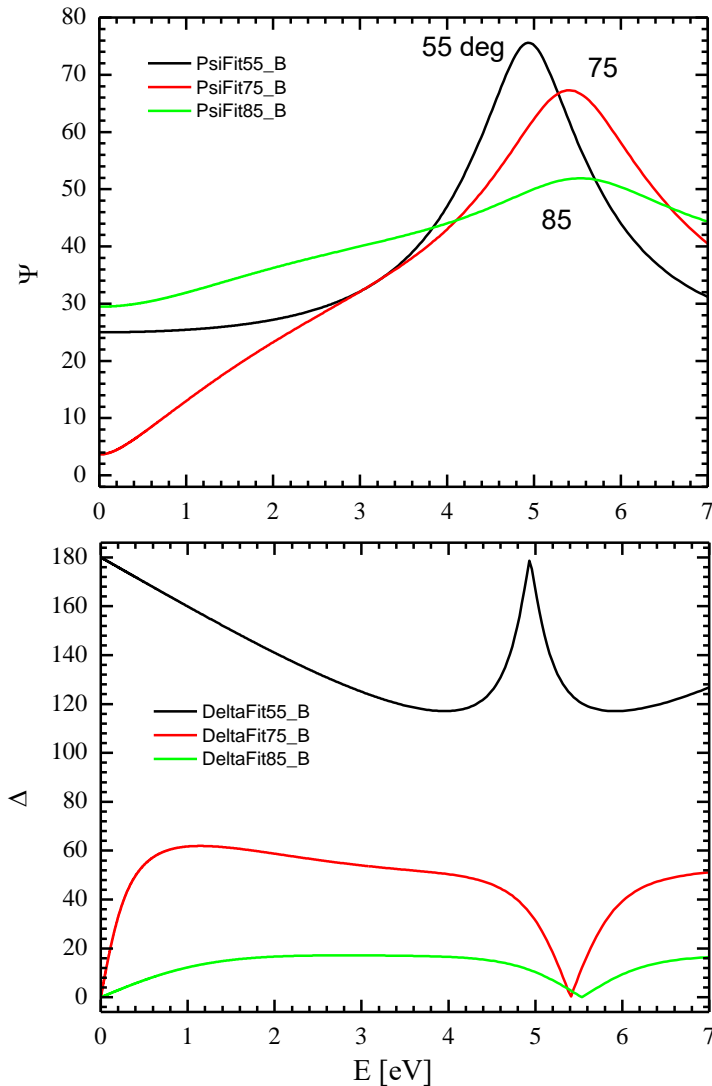
$$t_p^{\text{tot}} = \frac{t_{01p} t_{12p} e^{i2\beta}}{1 + r_{01p} r_{12p} e^{i2\beta}}, \quad t_s^{\text{tot}} = \frac{t_{01s} t_{12s} e^{i2\beta}}{1 + r_{01s} r_{12s} e^{i2\beta}}$$

$$\beta = 2\pi \frac{d_1}{\lambda} N_1 \cos \theta_1 = 2\pi \frac{d_1}{\lambda} (N_1^2 - N_0^2 \sin^2 \theta_0)^{1/2}$$

- Avšak index lomu a tloušťka vrstvy mohou být (jsou) korelované. Korelace se sejme pouze pokud měříme (alespoň částečně) v oblasti první destruktivní interference  $dN/\lambda \sim 1/2$ , tzn. vrstva je dostatečně tlustá nebo měříme s dostatečně malou vlnovou délkou. Pro UV ( $\lambda=200\text{nm}$ ),  $N=2$ , dostáváme zhruba  $d \sim 50 \text{ nm}$ .

- Citlivost na tloušťku je v konkrétním případě kvantifikovaná chybou obdrženou při inverzní úloze. Korelace mezi různými parametry pak korelační maticí.

# simulace odezvy vrstvy 50nm $n=1.5$ na substrátu $n=3.42$



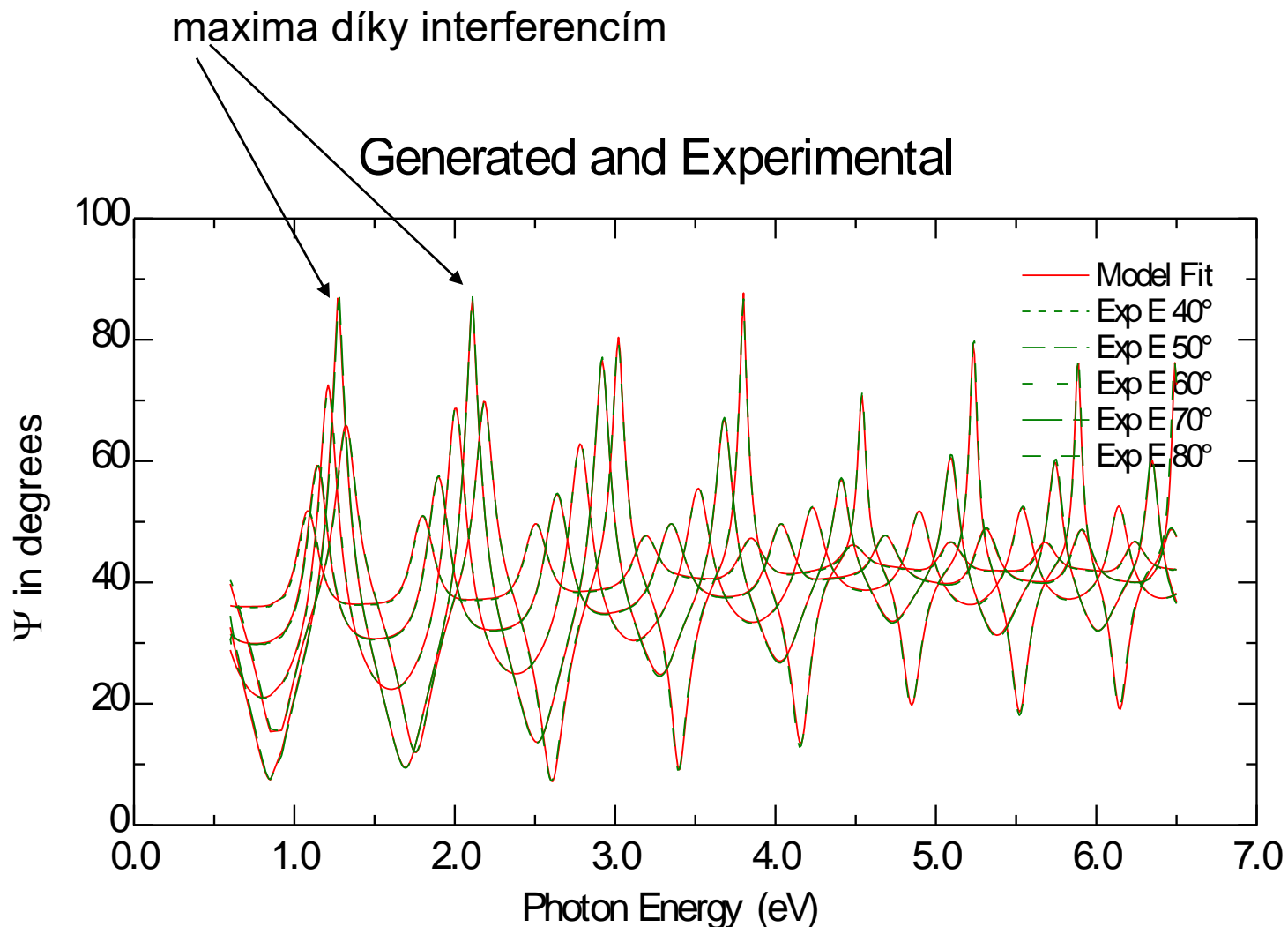
- Převod na pseudo dielektrickou funkci ukazuje „množství“ nezávislé informace v různých úhlech dopadu. Pseudodielektrická funkce je dielektrická funkce vypočtená za předpokladu izotropního polonekonečného vzorku
- Úhlová závislost pseudodielektrické funkce může být způsobena také anizotropií

# metody zvýšení přesnosti určení tloušťky vrstvy (a tedy i její dielektrické funkce)

- víceúhlová elipsometrie – určení tloušťku typicky do oblasti 10-50nm na každé vlnové délce
- naměření další nezávislé informace: odrazivost, propustnost
- modelování dielektrické funkce vrstvy Kramers-Kronigovsky konzistentní funkcí: tloušťku již neurčujeme z každé frekvence nezávisle ale globálně pomocí modelové funkce



# NIR-UV příklad 1: SiO<sub>2</sub> vrstva na Si

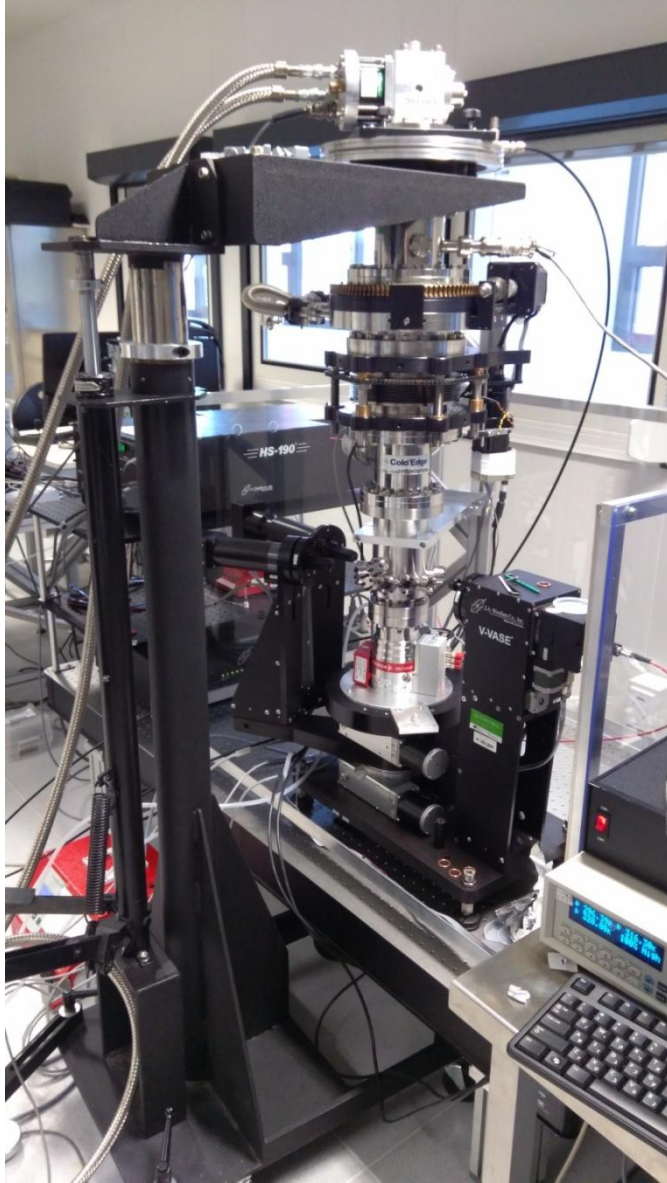


- fitováno modelem izolující vrstvy (Cauchy model) na Si substrátu  $d=659 \pm 0.8\text{nm}$
- relativně tlustá vrstva, spektrum obsahuje několik interferenčních maxim, velmi dobře definovaný fit, malá chyba tloušťky

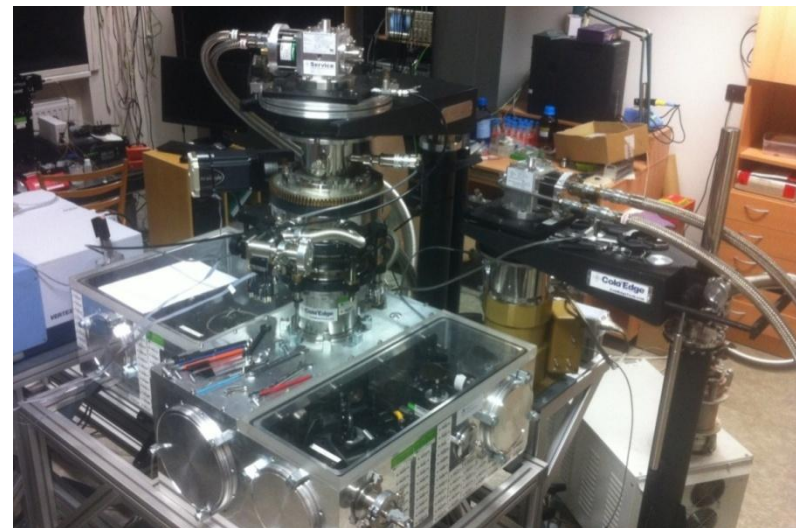
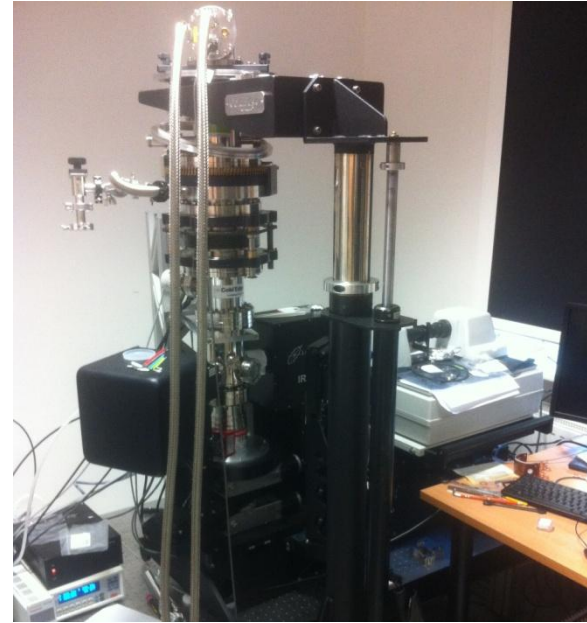
# Our experimental equipment thanks to



Woollam VASE, NIR-UV range+  
closed He cryostat 7-400 K



Woollam IR-VASE, mid infrared range  
far-infrared ellipsometer



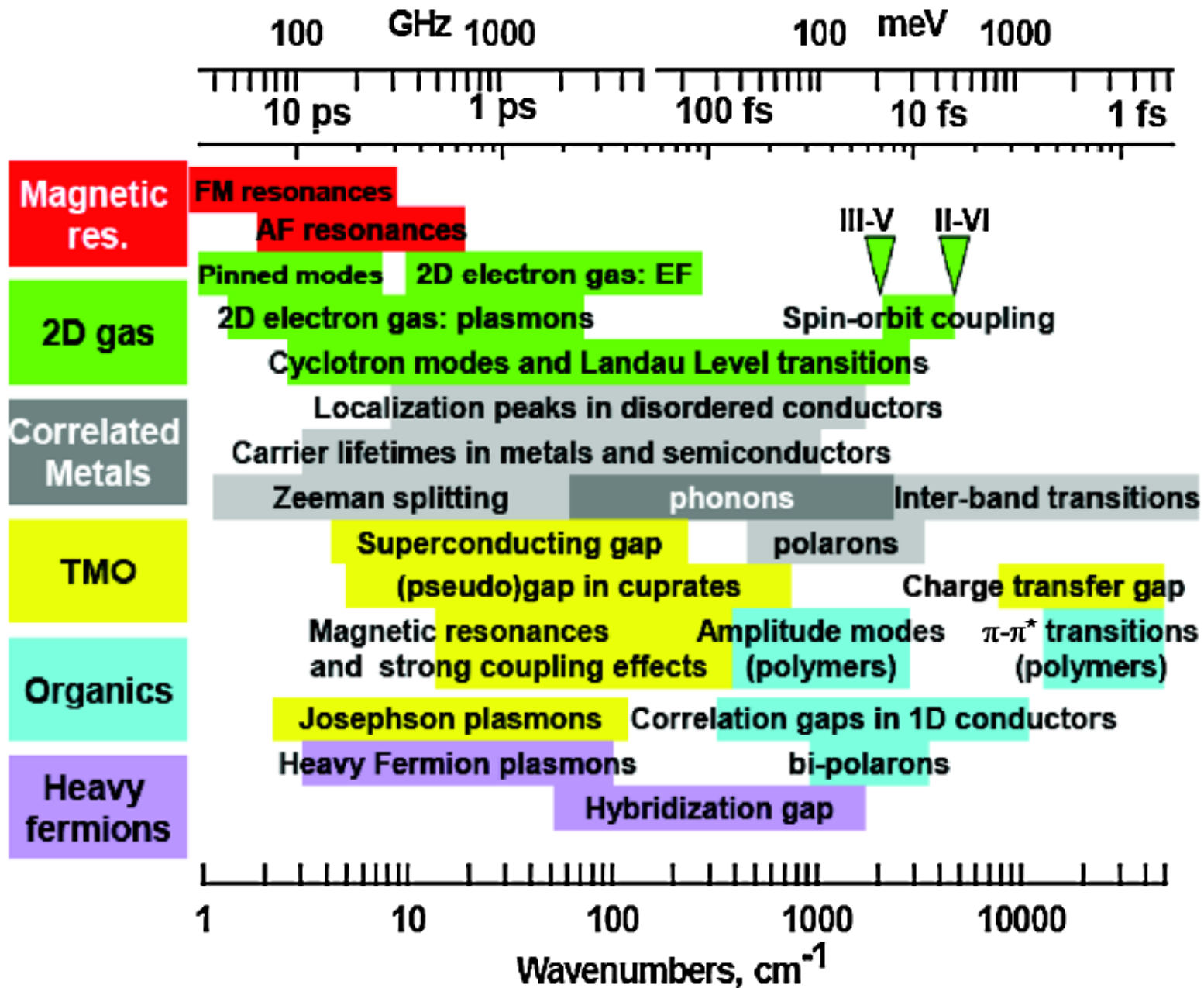
# Optická spektroskopie

určení optické vodivosti  $\sigma(\omega) = -i\omega\epsilon_0(\epsilon(\omega) - 1)$

reálná část vodivosti - absorpce  
elmag. vlny na jednotku frekvence:  $\sigma_1(\omega) \quad (= \omega\epsilon_0\epsilon_2(\omega))$

sumační pravidlo:  $\int_0^\infty \sigma_1(\omega) d\omega = \frac{\pi}{2} \frac{nq^2}{\epsilon_0 m} = \text{const.}$

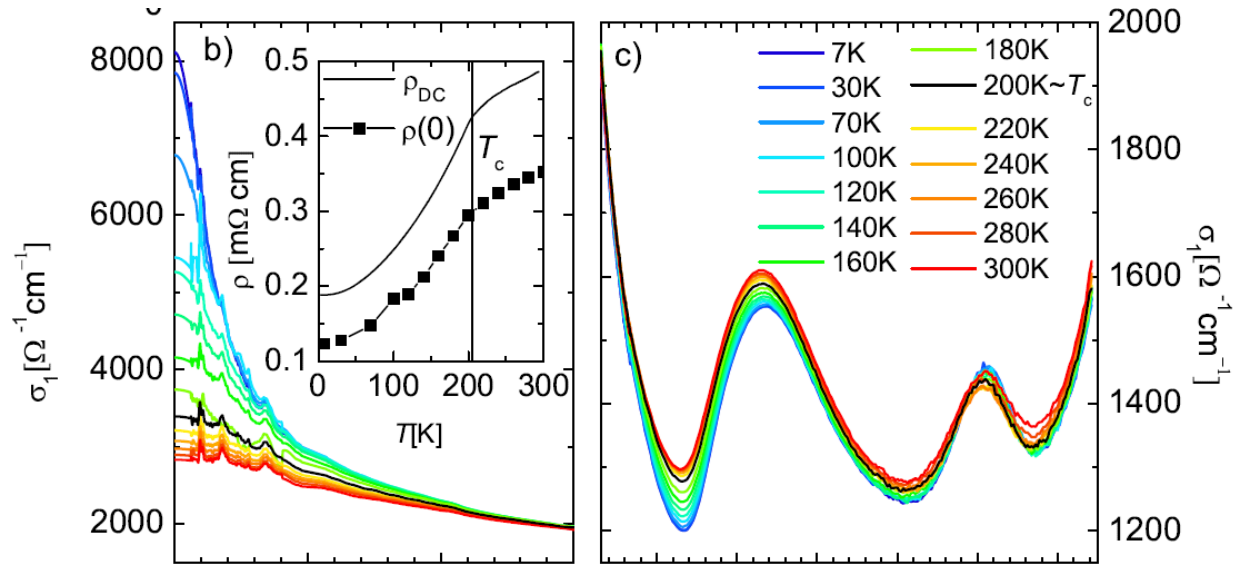
# Excitace mezi THz a UV oborem



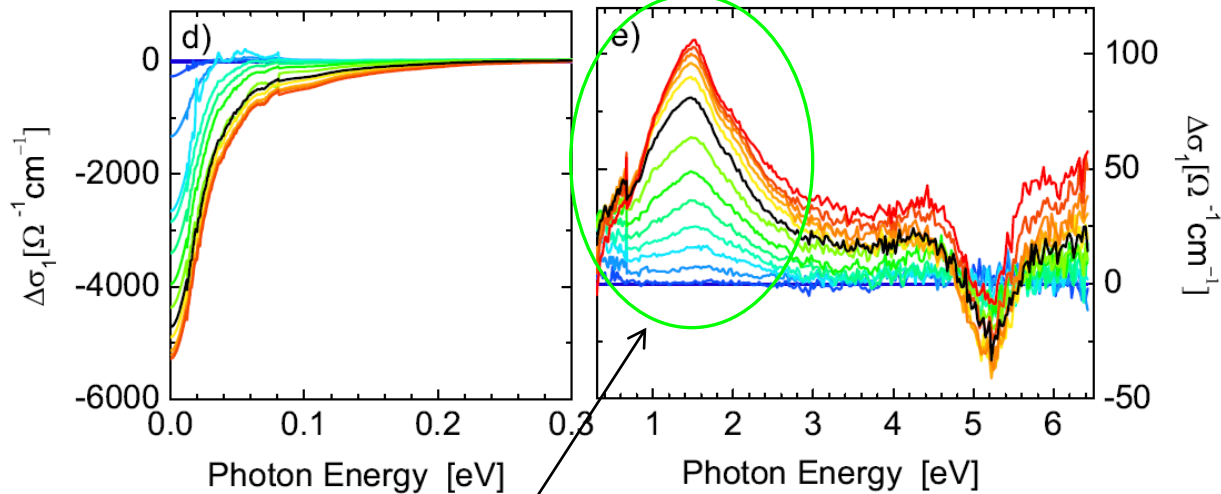
# Optical signatures of ferromagnetic state

$\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{CoO}_3$ ,  
 $T_c \sim 205$  K

Absolute optical  
conductivity



Optical conductivity  
relative to 7 K

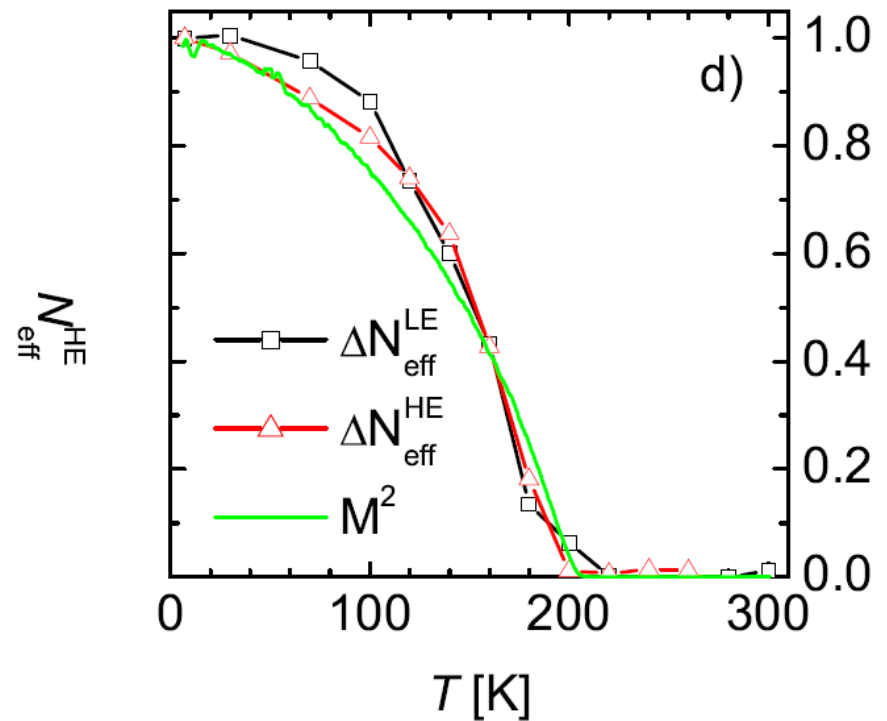
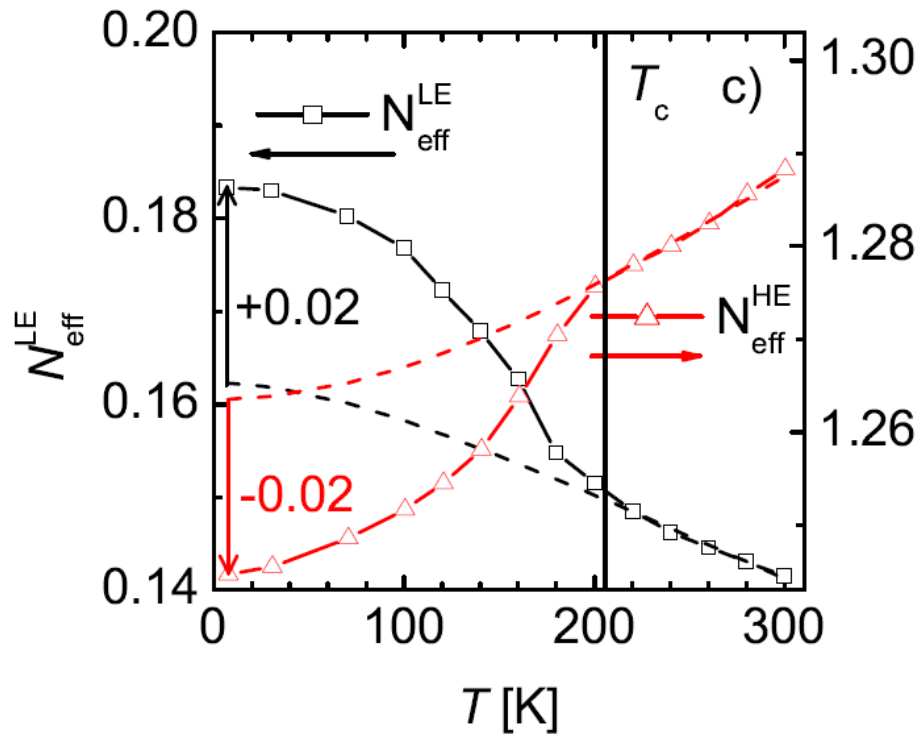


A candidate for „wrong-spin-transition“ at  $\sim 1.5$  eV

# Optical signatures of ferromagnetic state

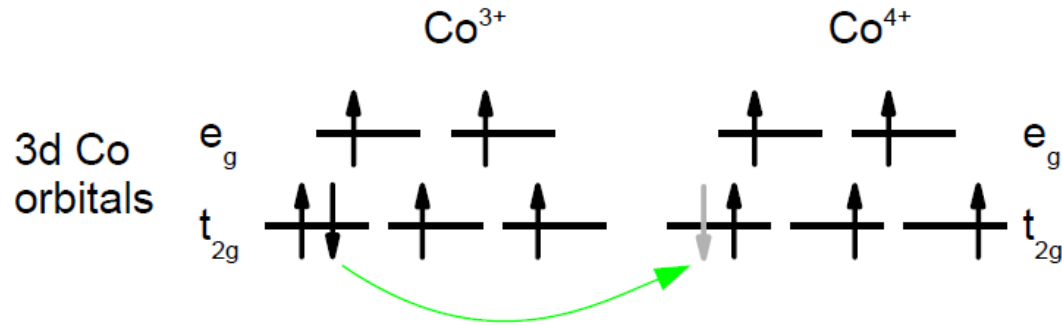
$\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{CoO}_3$ ,  $T_c \sim 205$  K

- The spectral weights (integral of  $\sigma_1$ ) of the Drude and the band track the magnetization of the sample
- They are intimately linked to the ferromagnetic mechanism – double exchange



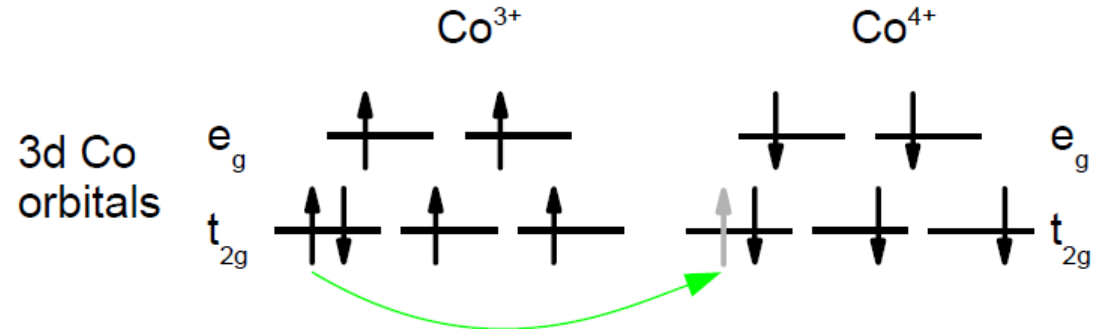
# Optical signatures of ferromagnetic transition

**ferromagnetic state**



- Double exchange mechanism of ferromagnetism
- Delocalization of electron is the driving force for the ferromagnetic spin alignment
- Leads to a conducting response

**paramagnetic state**



- Transition between Co ions with anti-parallel spins („wrong-spin-transition“)
- This transition has final state at higher energy than the initial (number of misaligned spins increased, violating Hund's rules)

# Měření magnetických vlastností látek



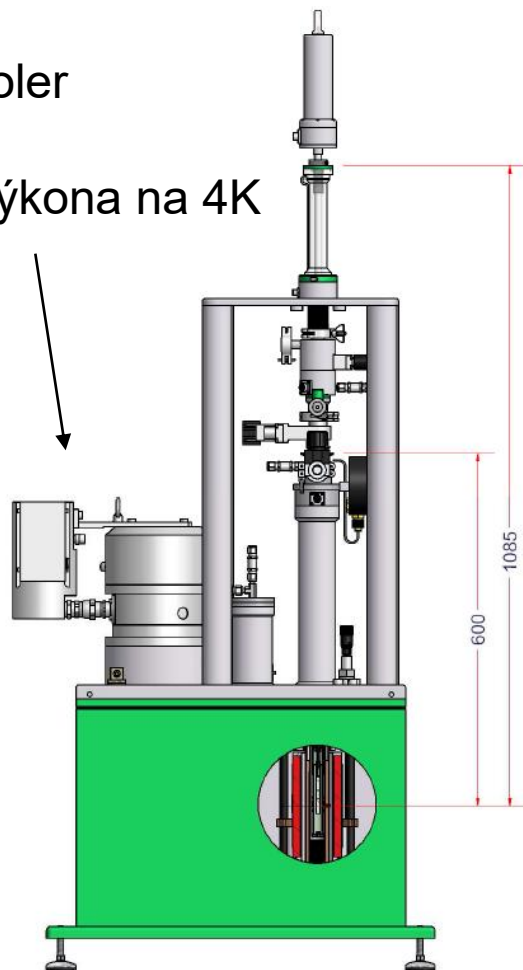
# Měření magnetických a transportních vlastností látek

- měření odporu, Hallova koeficientu, magnetické susceptibility a magnetizace
- 1.6 a 400 K v magnetickém poli  $\pm 9$  T

pulsní cryocooler

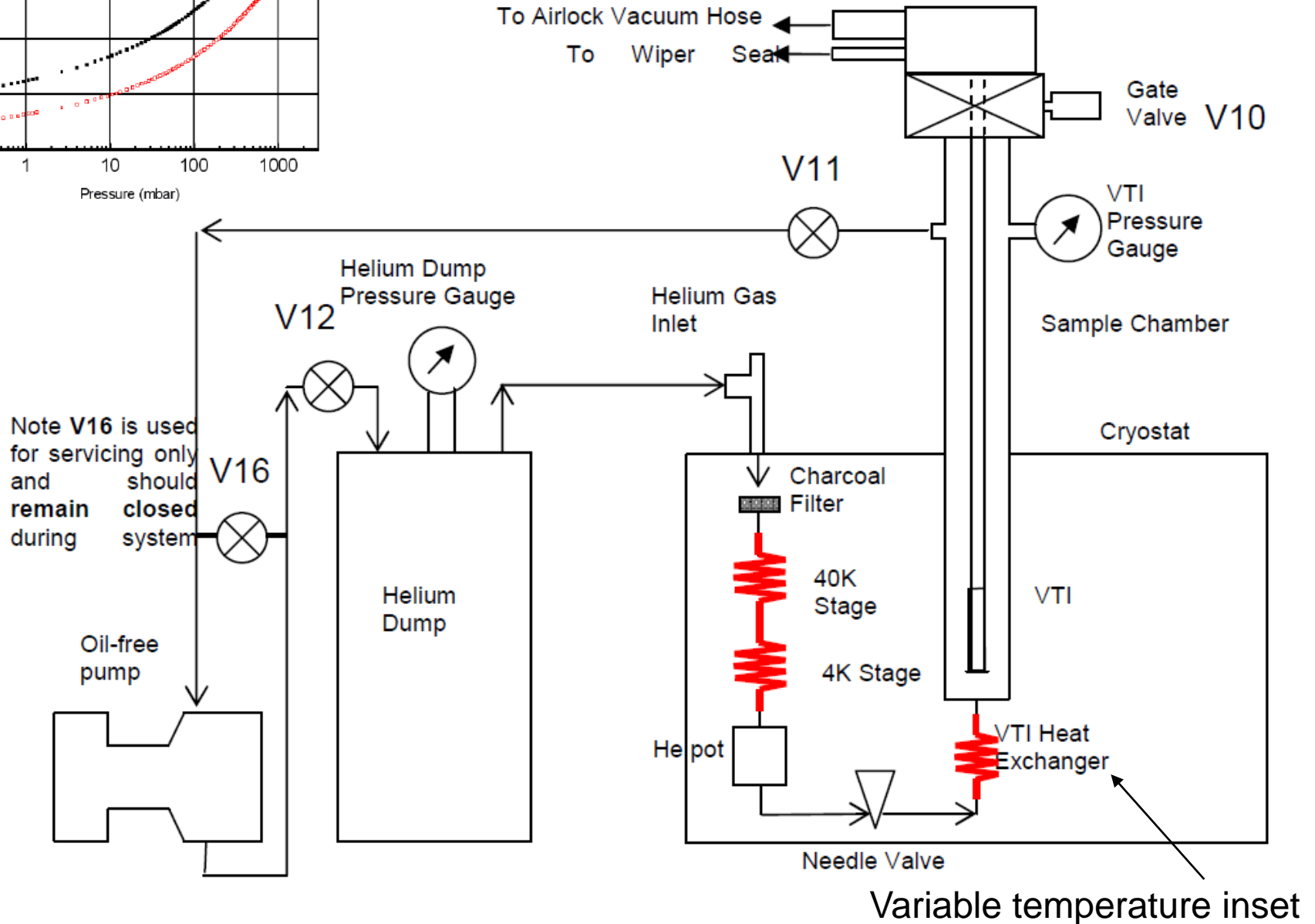
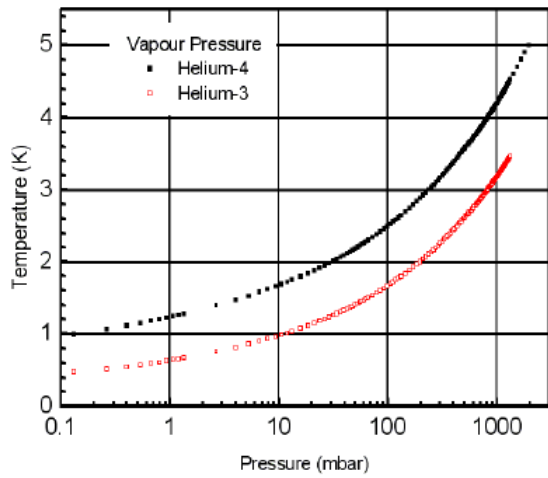
7kW příkon

1W chladící výkon na 4K



výrobce firma Cryogenics

# Schéma kryochladiče a kryostatu 1.6-400K



# VSM – vibrating sample magnetometer

- indukční technika měření magnetického momentu– vertikální pohyb vzorku ( $\sim 20\text{Hz}$ ) indukuje proud v cívkách
- dvě snímací cívky zapojeny v opačném pořadí – vliv vnějšího magnetického pole se ruší
- signál přichází na synchronní detektor (lock-in amplifier), výsledkem je amplituda a fáze signálu.

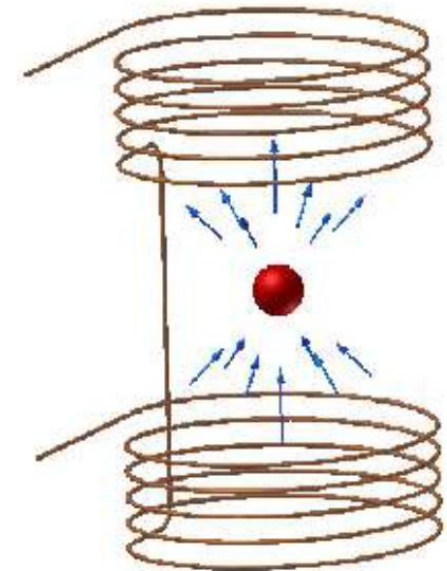
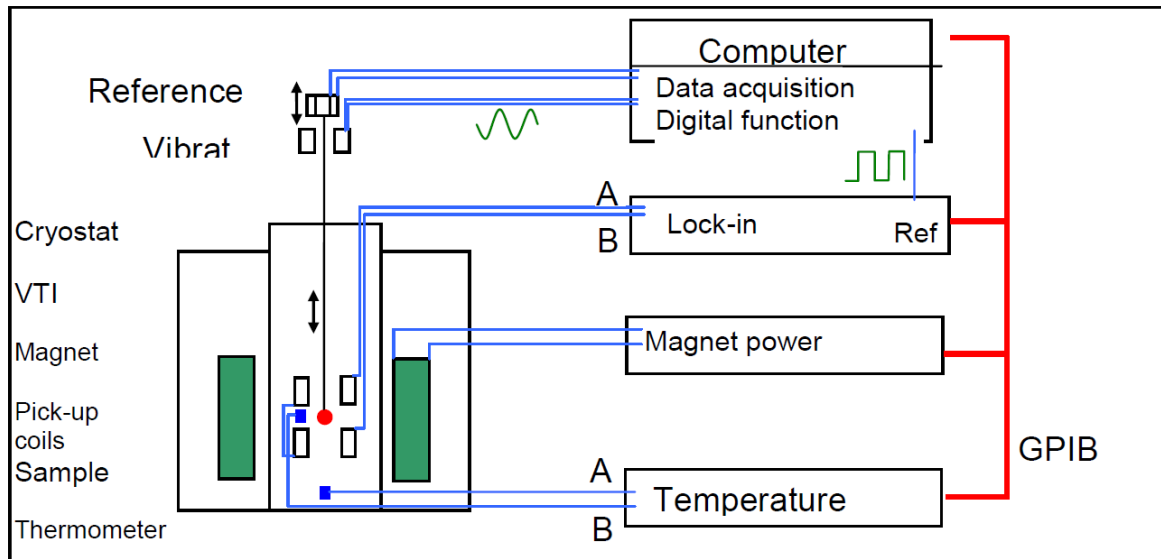


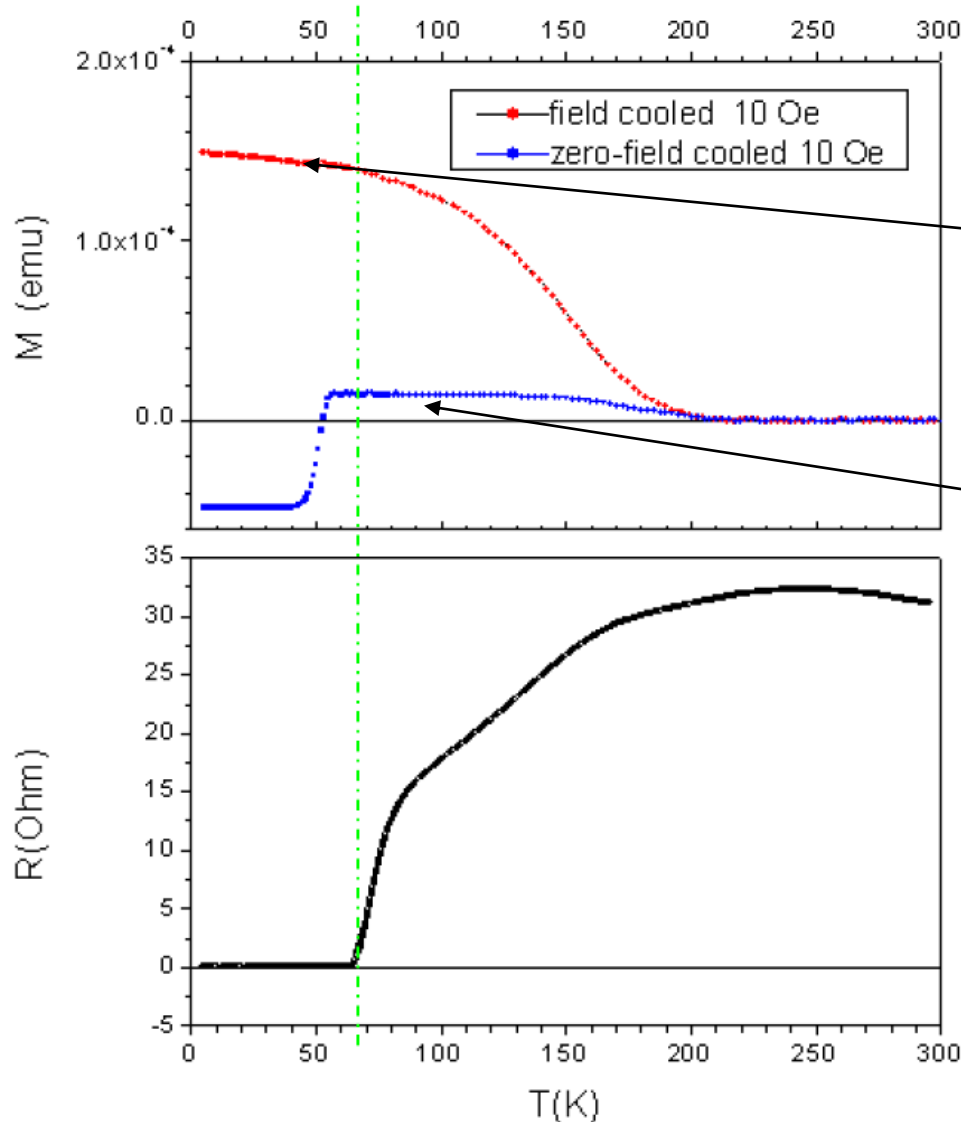
Figure 1-1 Schematic view of sample and VSM pick-up coils. Arrows indicate the direction of the dipole field.

# magnetický moment supermřížek YBCO/LCMO

$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{La}_{2/3}\text{Ca}_{1/3}\text{MnO}_3 : 300/100 \text{ \AA}$

v magnetometrii je standardně používána jednotka *cgs emu*.

$$1 \text{ emu} = 10^{-3} \text{ Am}^2$$



při chlazení v poli je magnetické pole již uvnitř supravodiče v podobě vortexů

při chlazení v nulovém poli je vidět Meissnerův jev

# magnetický moment feromagnetického $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{CoO}_3$

Magnetizace za nízkého pole 20mT  
 $T_c \sim 200$  K

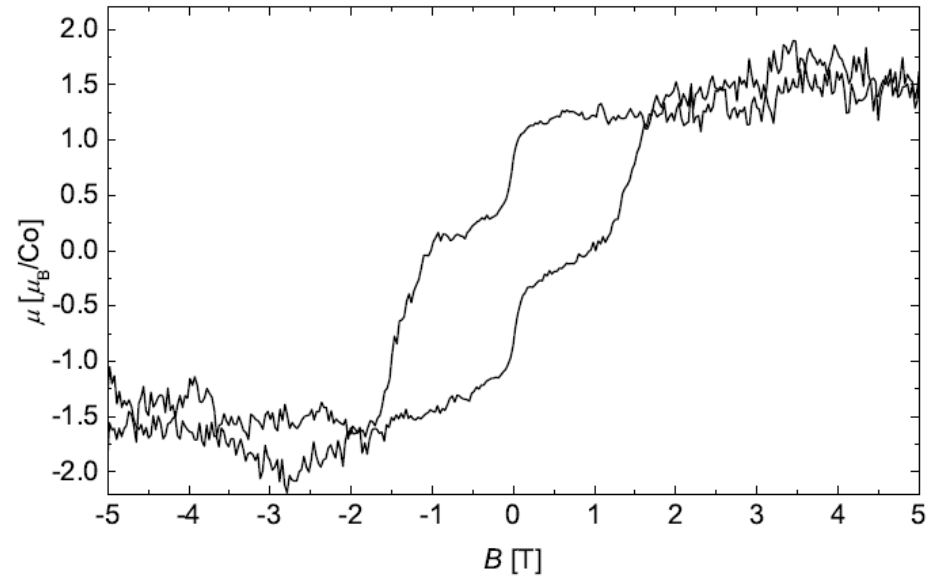
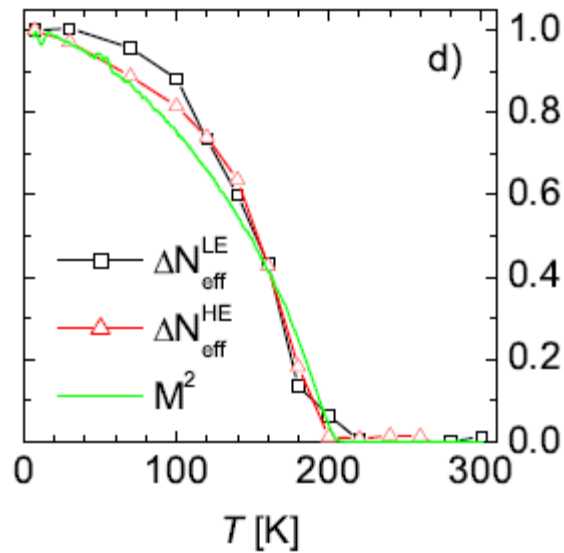
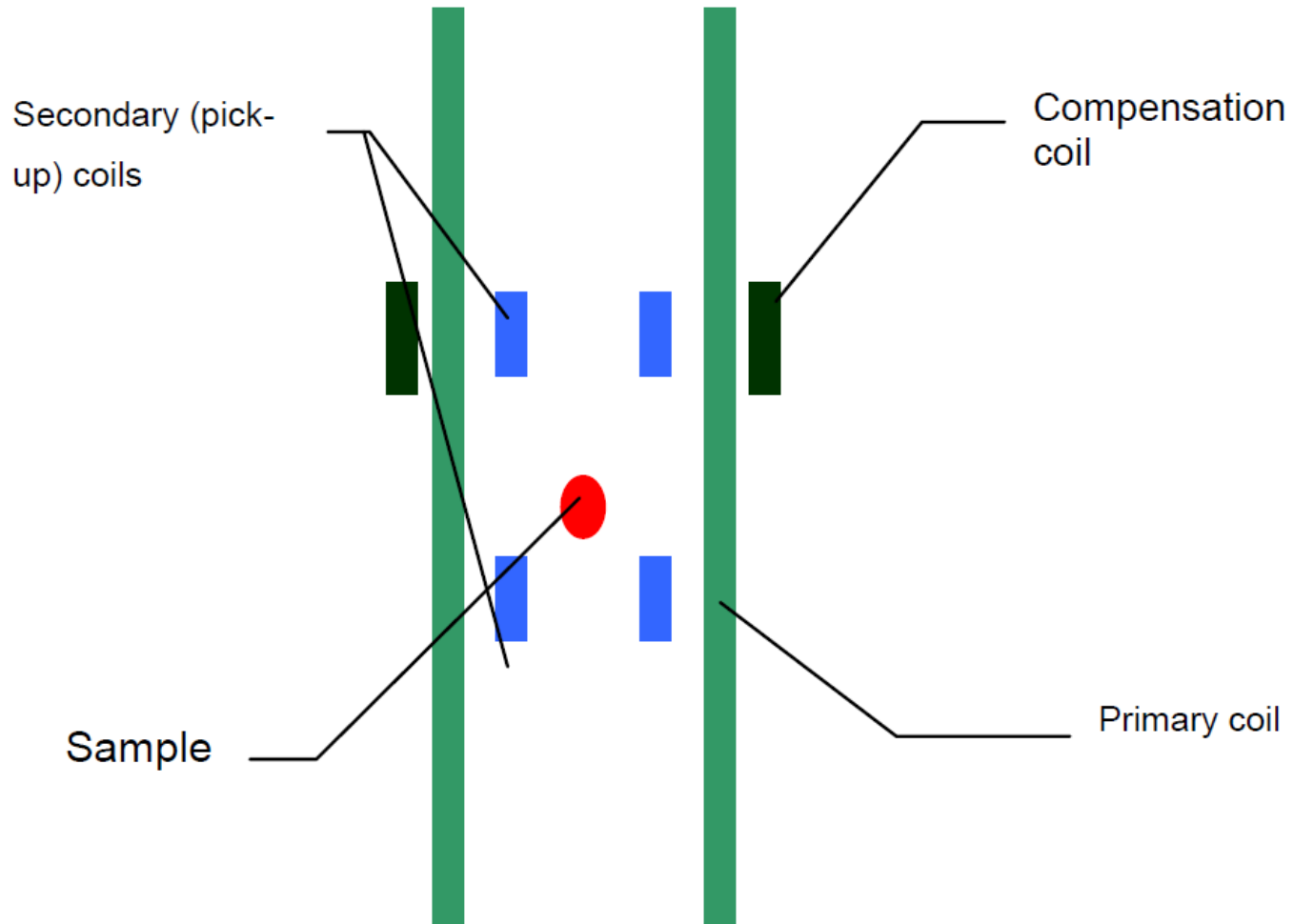


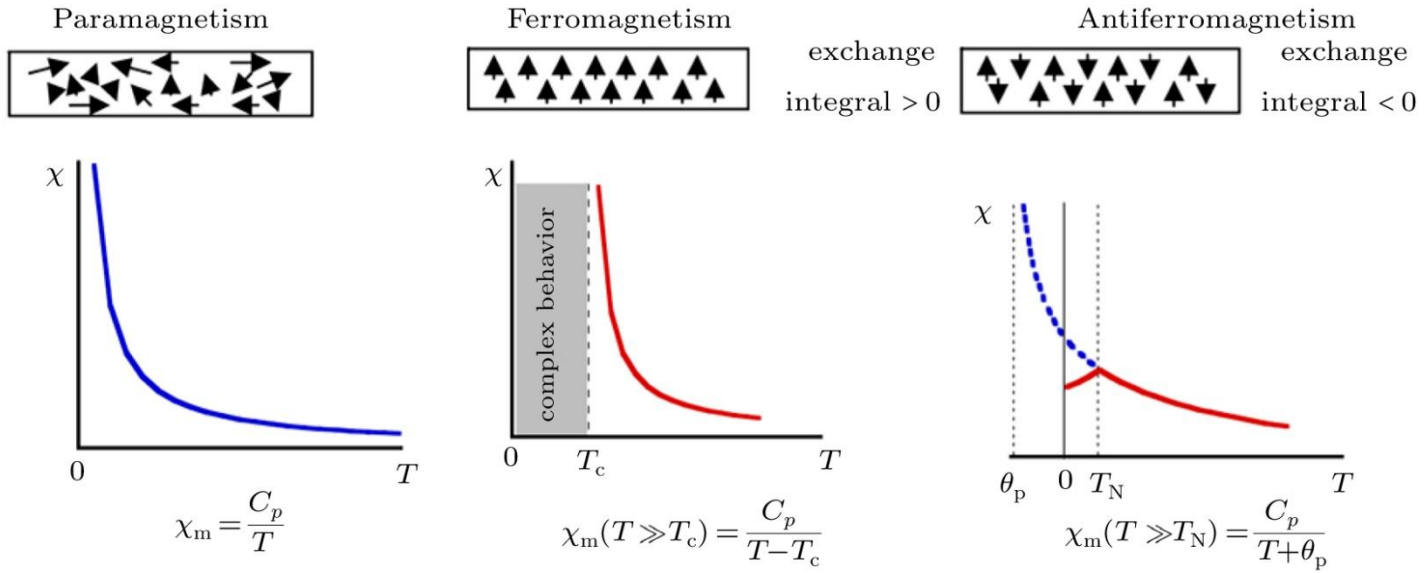
FIG. S4. Magnetic moment per Co site of the  $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{CoO}_3$  thin film at 4 K, as a function of the applied field, obtained using vibrating sample magnetometer.

# Měření AC magnetické susceptibility

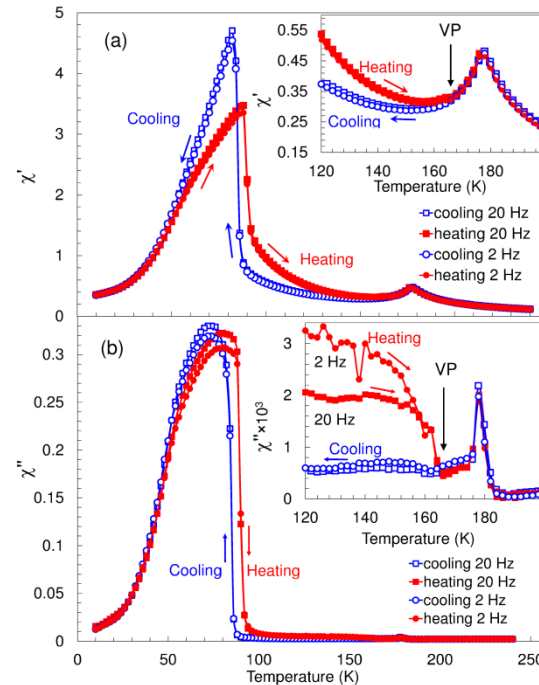
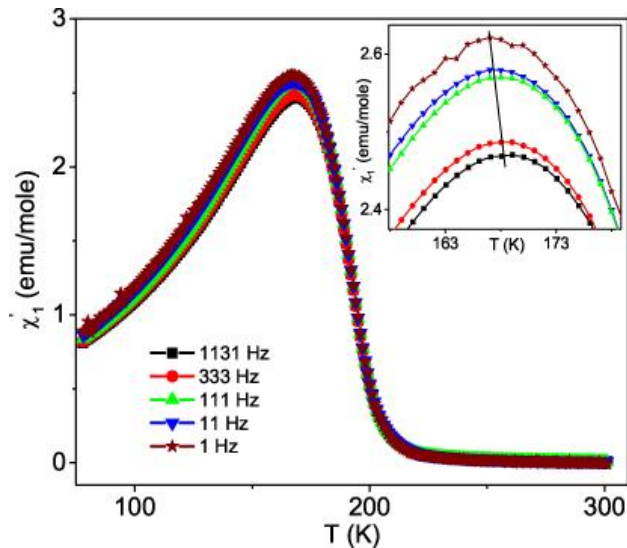
- Primární cívkou se vytváří AC magnetické pole typicky 1mT na 1-10 000 Hz
- pokud je vzorek v blízkosti jedné z cívek, pak měřený signál je úměrný reálné a imaginární části magnetické susceptibility



# magnetická susceptibilita



## Antiferromagnetic clusters in $\text{La}_{0.5}\text{Ba}_{0.5}\text{CoO}_3$



Antiferromag  
Dysprosium

I.Liubimova  
*Metals 2017*

# LEEM – Low energy electron microscopy

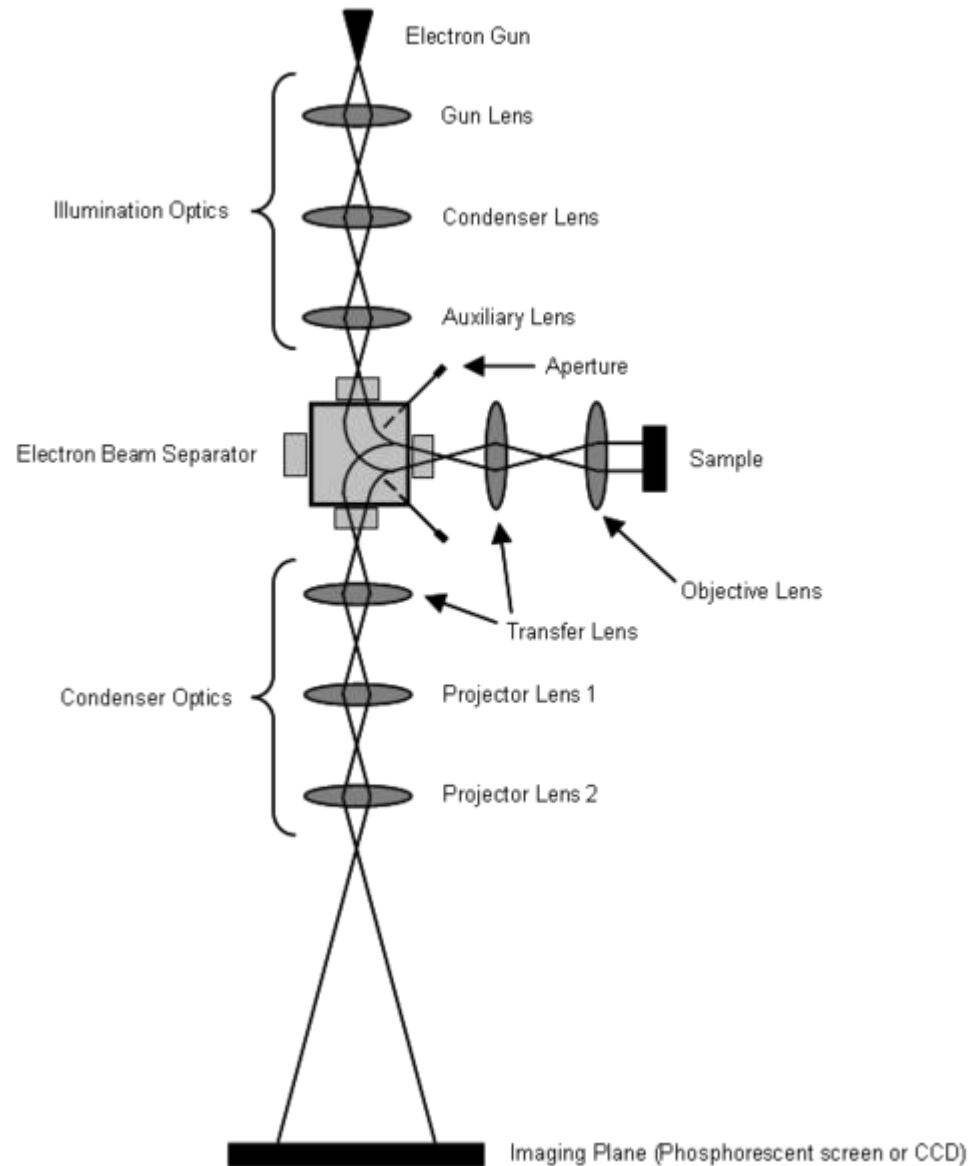


# LEEM – Low energy electron microscopy

- studium struktury povrchů
- vysoce energiové elektrony (15-20 keV) jsou zpomaleny na 1-100 eV a fokusovány na vzorek
- nízká energii lze měnit a tím měnit hloubku průniku do vzorku v řádu horní atomové vrstvy
- elasticky odražené elektrony jsou urychleny, prochází děličem svazků a dopadají na plošný detektor

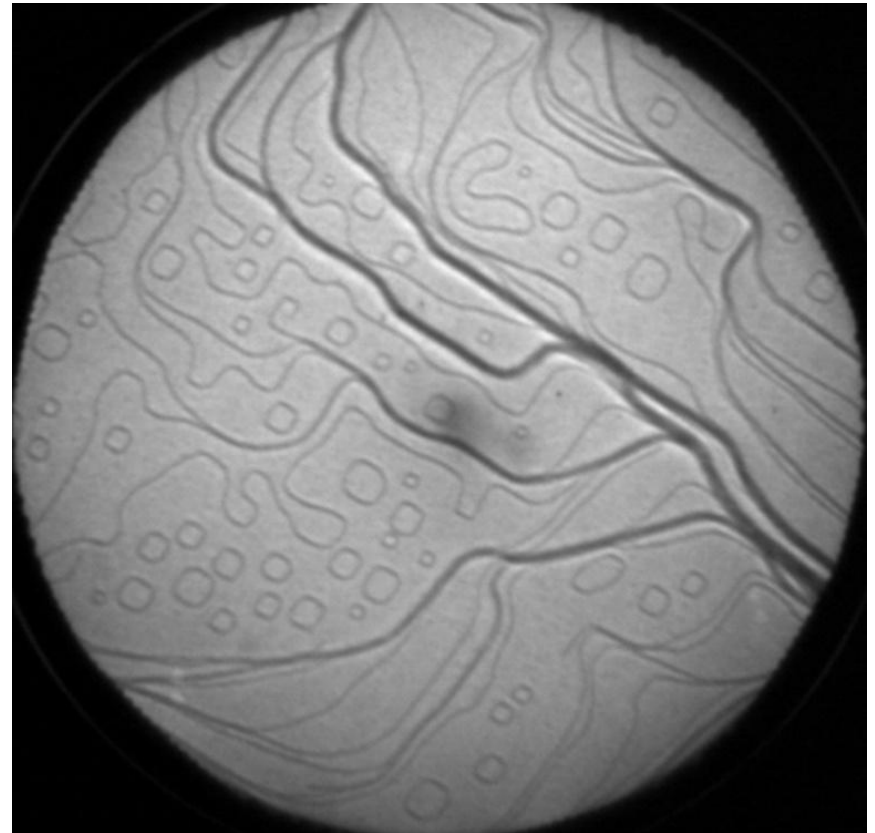
vlnová délka elektronu

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2mE}}; \quad \lambda[A] \approx \sqrt{\frac{150}{E[eV]}}$$

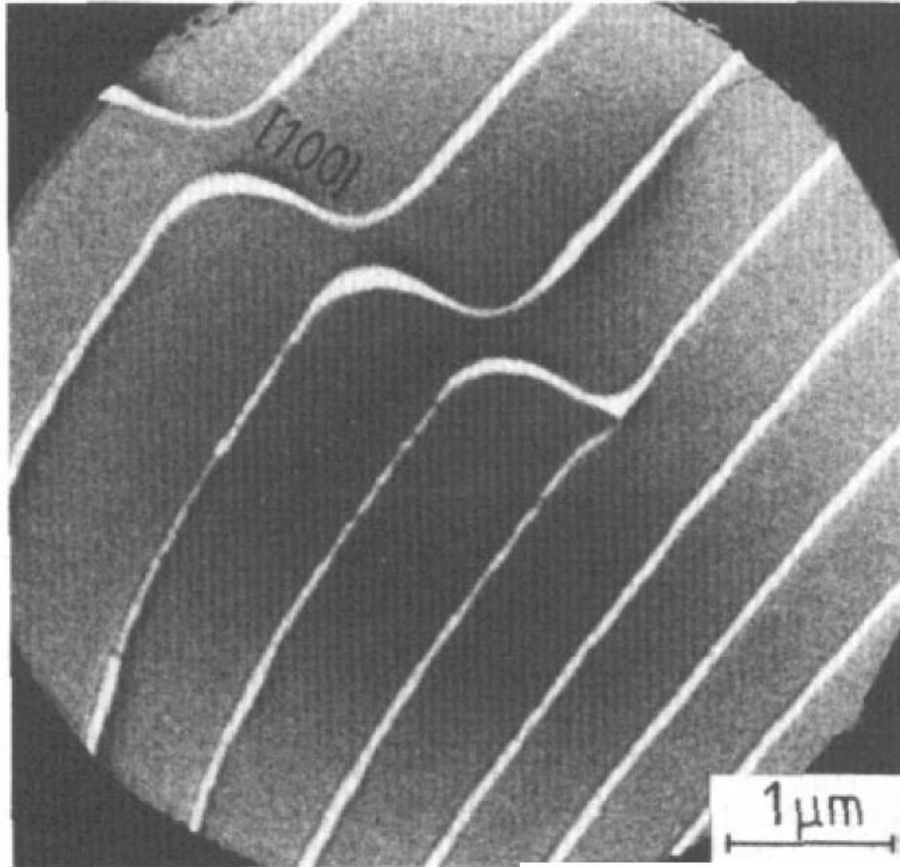


# LEEM – Low energy electron microscopy

- povrch Cr(100)
- viditelné atomové schodky
- velikost pohledu 5.6  $\mu\text{m}$ .



# LEEM – Low energy electron microscopy



**Figure 16.** Partially annealed slip trace along  $[001]$  on a  $\text{Mo}(110)$  surface, ending at a screw dislocation. Cu decoration.  $E=4\text{ eV}$ .

# LEIS – low energy ion scattering

# LEIS – low energy ion scattering

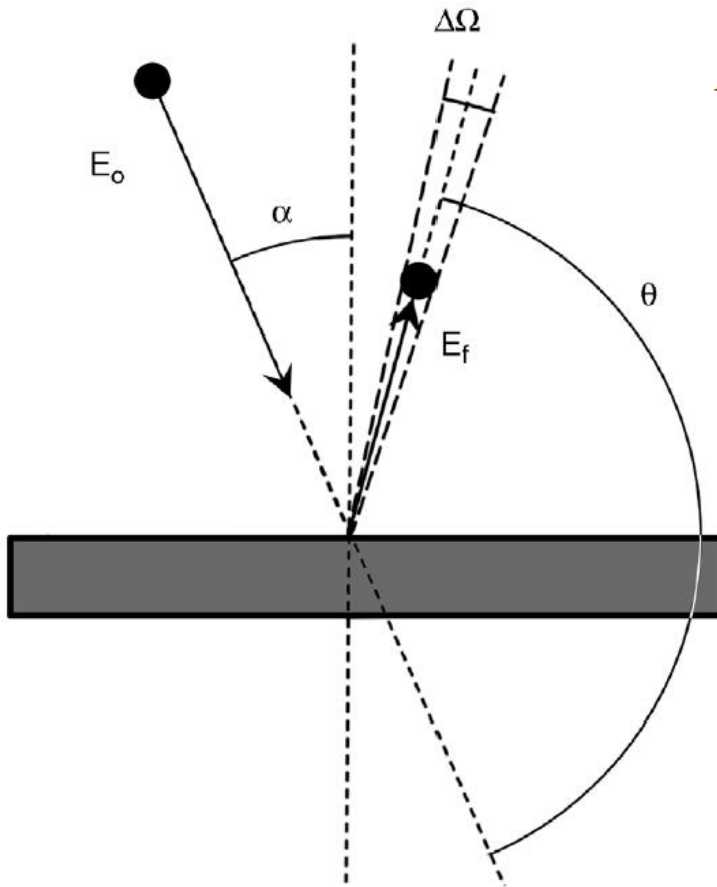
Energie dopadajícího iontu  $E_0$   
ze zákona zachování energie a hybnosti je  
energie odraženého iontu

$$E_F \equiv kE_0 = \left\{ \left[ \cos \theta + \sqrt{(r^2 - \sin^2 \theta)} \right] / (1 + r) \right\}^2 E_0$$

$$r = m_2 / m_1$$

řešení této rovnice je jen pro

$$m_2 > m_1$$



**Figure 4.** Diagram of the ion scattering process. The scattering angle  $\theta$ , polar angle  $\alpha$ , and acceptance angle  $d\Omega$  are indicated, as well as the incident energy  $E_0$  and scattered energy  $E_f$ .

# LEIS – low energy ion scattering

- nízkoenergiová varianta RBS (Rutherford back scattering), pracuje s energiemi 100eV-10 keV
- používá typicky ionty vzácných plynů He<sup>+</sup>, Ne<sup>+</sup>, Ar<sup>+</sup> and Kr<sup>+</sup>
- díky malé energii je citlivá jen na zcela první vrstvu atomů na povrchu
- energie zpětně odražených atomů určuje atomární složení vyjma H, He (studované atomy musí být těžší než použitá sonda)
- asymetrické ohony od linií určují i hloubkový profil (do 10nm)

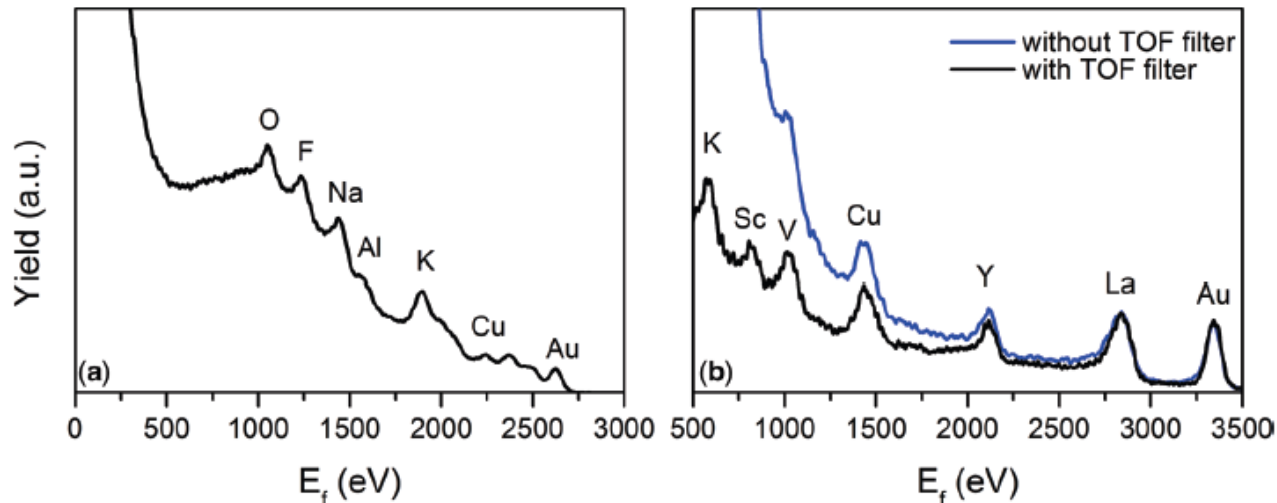
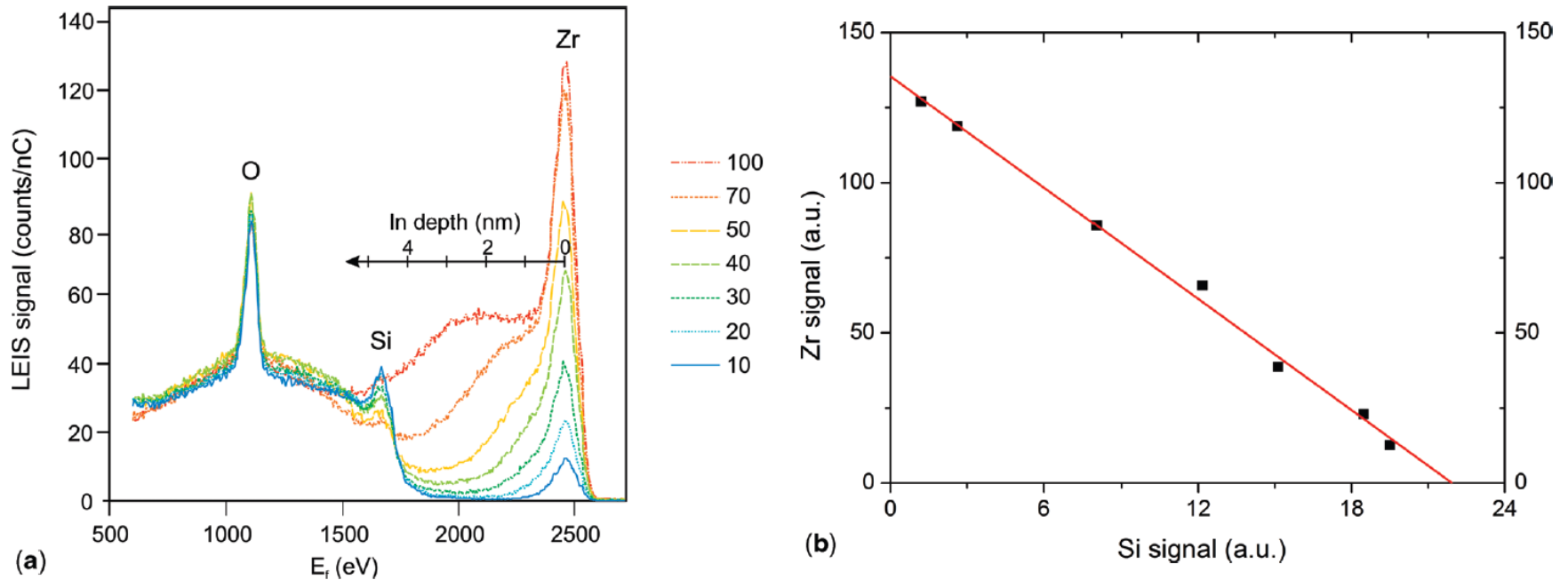


Figure 2. Energy spectra of (a)  $3 \text{ keV } ^4\text{He}^+$  and (b)  $5 \text{ keV } ^{20}\text{Ne}^+$  ions backscattered by a multicomponent sample. The scattering angle is  $145^\circ$ . The heavier  $\text{Ne}^+$  ions give a better mass separation, but cannot detect the lighter elements. The rising background at low energies is due to secondary (sputtered) ions. It can be reduced by time-of-flight filtering, thus enabling the detection and quantification of K, Sc, and V with  $\text{Ne}^+$  ions Reprinted from (Brongersma et al., 2010a), Copyright (2010), with permission from Elsevier.

# LEIS – low energy ion scattering

- asymetrické ohony od linií určují i hloubkový profil (do 10nm)

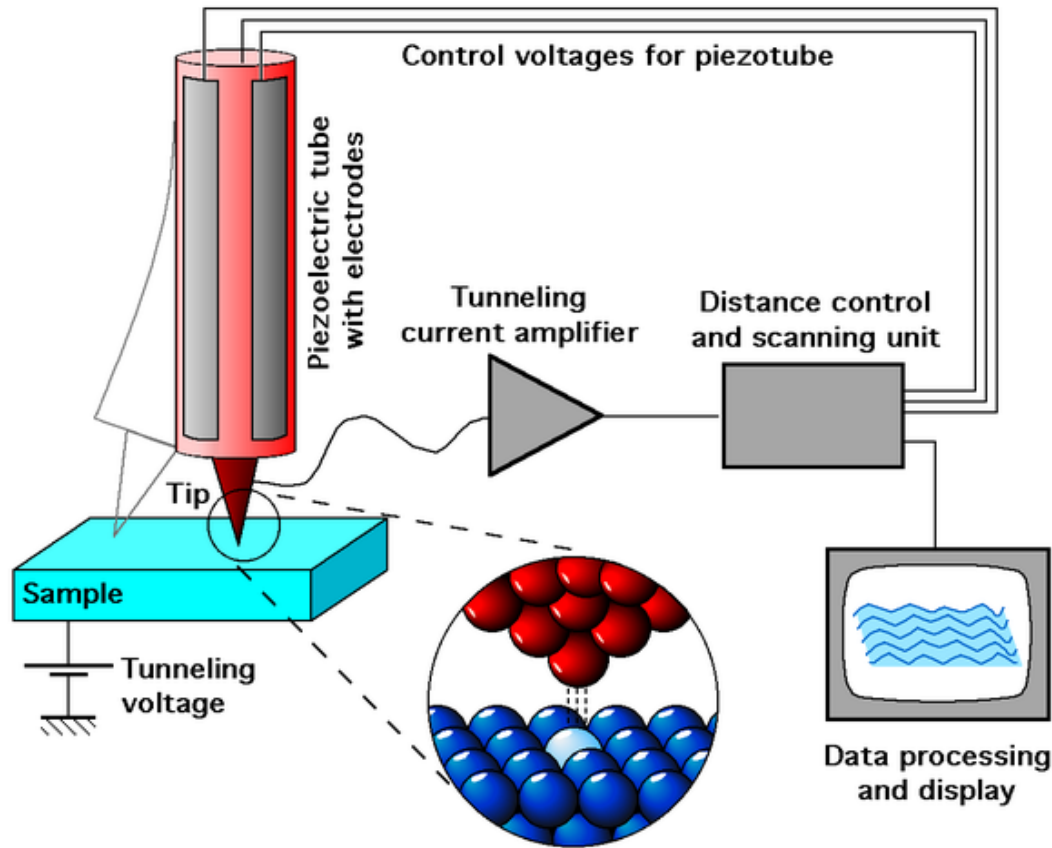


**Figure 3.** 3 keV  $\text{He}^+$  analysis of  $\text{ZrO}_2$  films grown by Atomic Layer Deposition (ALD) on a Si wafer (Puurunen et al., 2004). **(a)** In addition to the O and Zr surface peaks, an increasing tail is visible (2300–1700 eV) for the thicker layers. This is the depth profile of Zr. After 70 growth cycles, the pinholes (Si peak) in the layer are still visible. The organic contamination of the layers, as a result of transportation, has been removed with atomic oxygen. This treatment also oxidized the Si surface. **(b)** The Zr surface peak increases linearly with the  $\text{ZrO}_2$  coverage, while the Si peak decreases. This linear dependence (Equation 4) results from the unique monolayer sensitivity and the absence of matrix effects of LEIS.

# Skenovací tunelovací mikroskopie (STM)



# Skenovací tunelovací mikroskopie (STM)



tunelovací proud je exponenciálně závislý na vzdálenosti  $d$  a výstupní práci  $\phi$

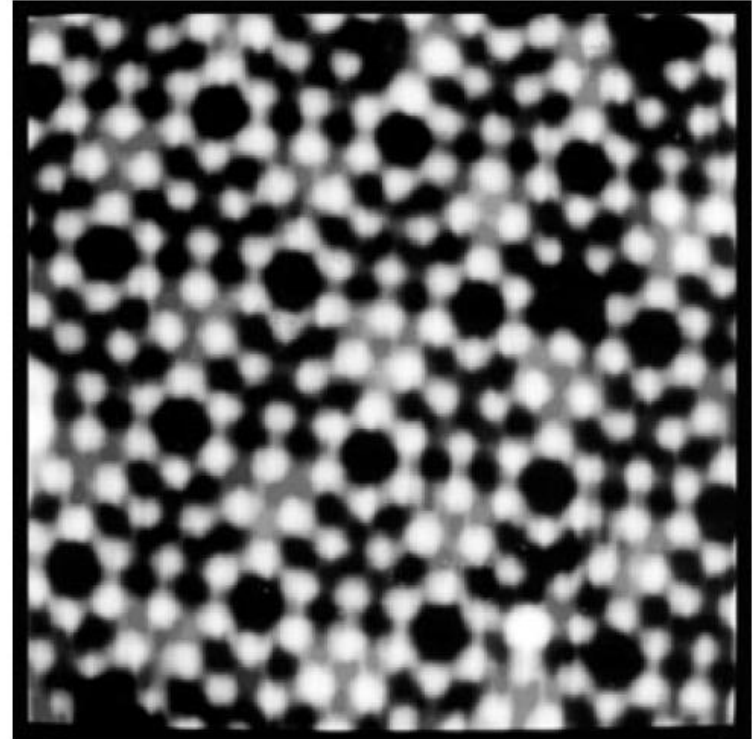
$$I_T \propto \frac{U}{d} \exp\left(-Kd\sqrt{\phi}\right)$$

$U$ ... napětí

- skenování povrchu podobně piezoposuvů (podobně jako při AFM), ale při konstantním tunelovacím proudu mezi hrotem a vzorkem.
- typická vzdálenost hrotu a vzorku 4-7Å
- lze dosáhnout atomárního rozlišení, ~1Å
- hroty typicky z wolframu nebo iridia zpeciálně zašpičatěné do stavu, kdy na konci je ideálně jen jeden atom
- Nobelova cena 1986

# Skenovací tunelovací mikroskopie (STM)

**Fig. VI.4** STM relief of the  $(7 \times 7)$  reconstructed Si(111) surface [VI.8]. The large unit mesh is discernible by the deep corner minima. The two halves of the unit mesh are not equivalent as evidenced by the different intensities of the minima and maxima



# manipulace s atomy pomocí STM

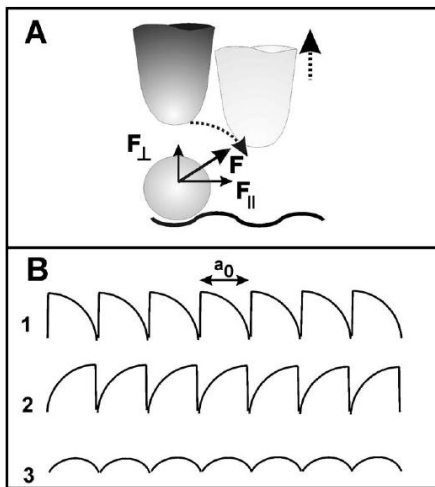
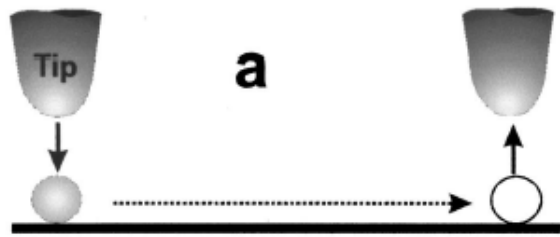
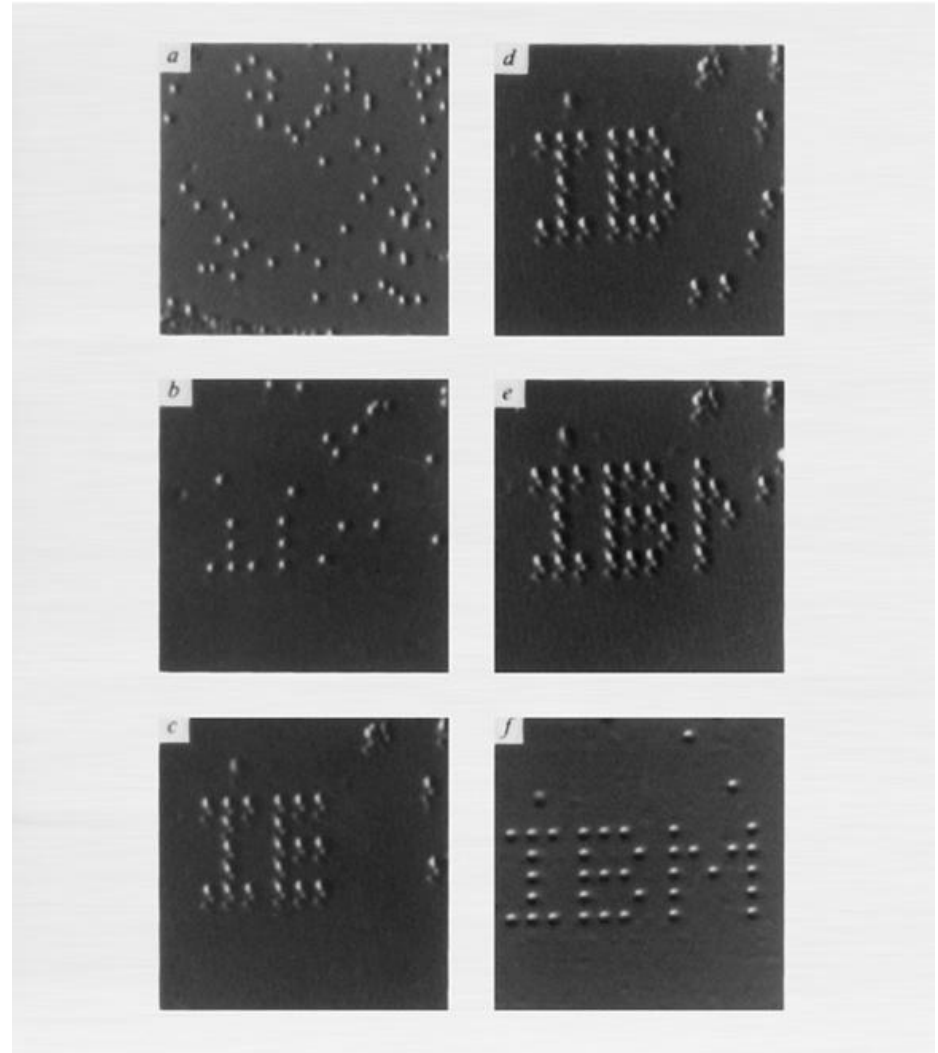


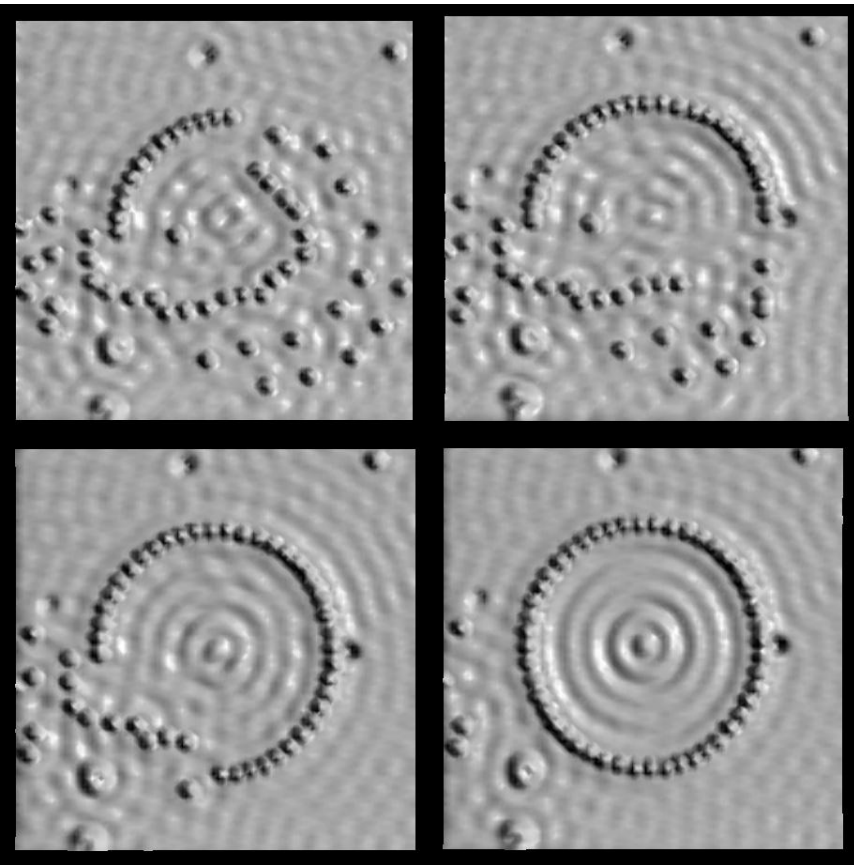
FIG. 5. (a) Demonstration of the vertical and parallel force components involved in LM. (b) STM tip-height manipulation curves correspond to (1) pulling, (2) pushing, and (c) sliding modes.



35 Xe atomů na Ni povrchu

Eigler, D. M. & Schweizer, E. K. *Nature* **344**, 524–526 (1990).

# Friedelovy oscilace pozorované s STM



- opět IBM, Fe on Cu (111)
- Friedelovy oscilace elektronové hustoty vzniklé díky interferenci elektronů blízko Fermiho meze

# STS - scanning tunneling spectroscopy

derivace tunelovacího proudu je úměrná lokální hustotě stavů  $\rho$

$$\frac{dI}{dV}(x, y, s, V) = A \exp\left(-\frac{s}{s_0}\right) \rho_s(x, y, eV)$$

s ... vzdálenost hrotu a vzorku

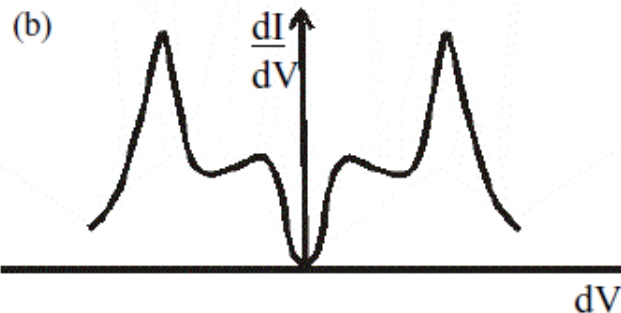
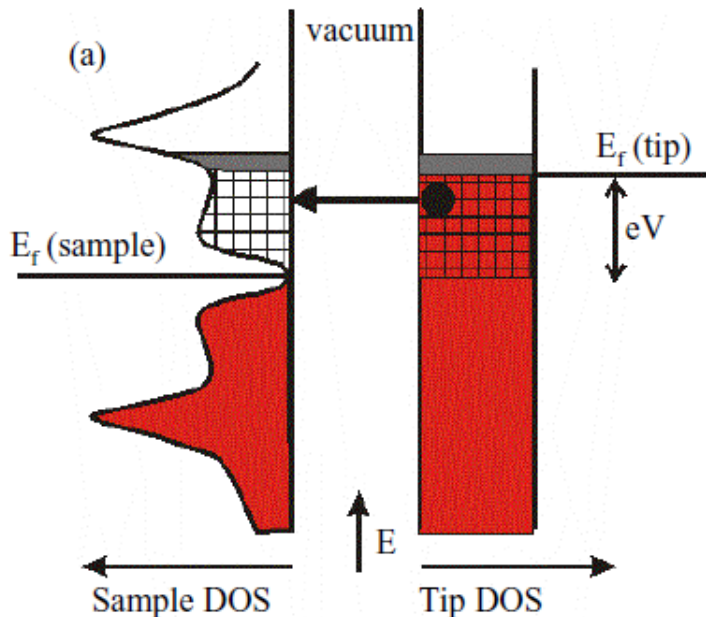
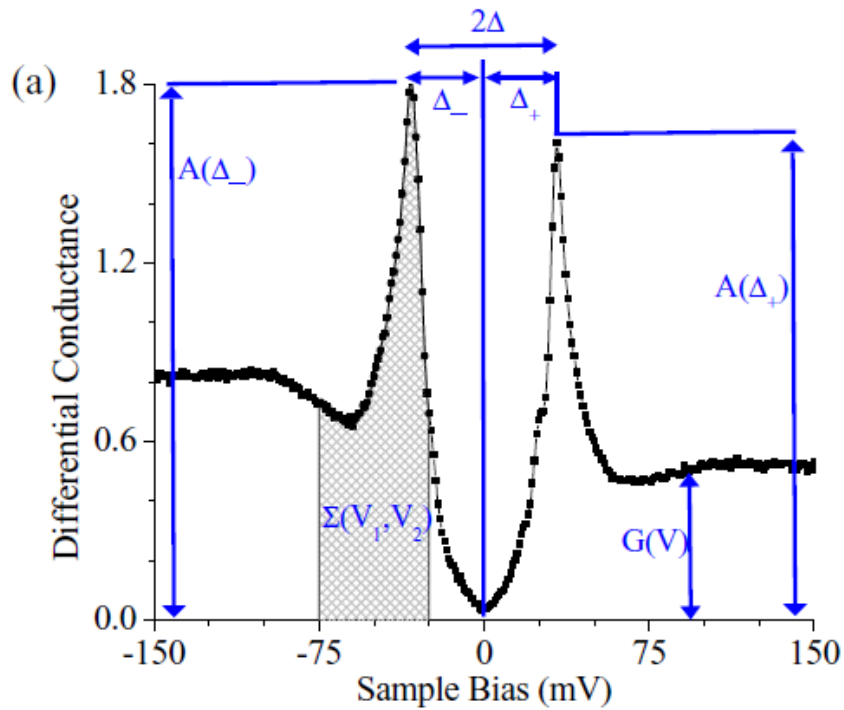


Figure 1.11: Technique for making a direct measurement of  $dI/dV$ .

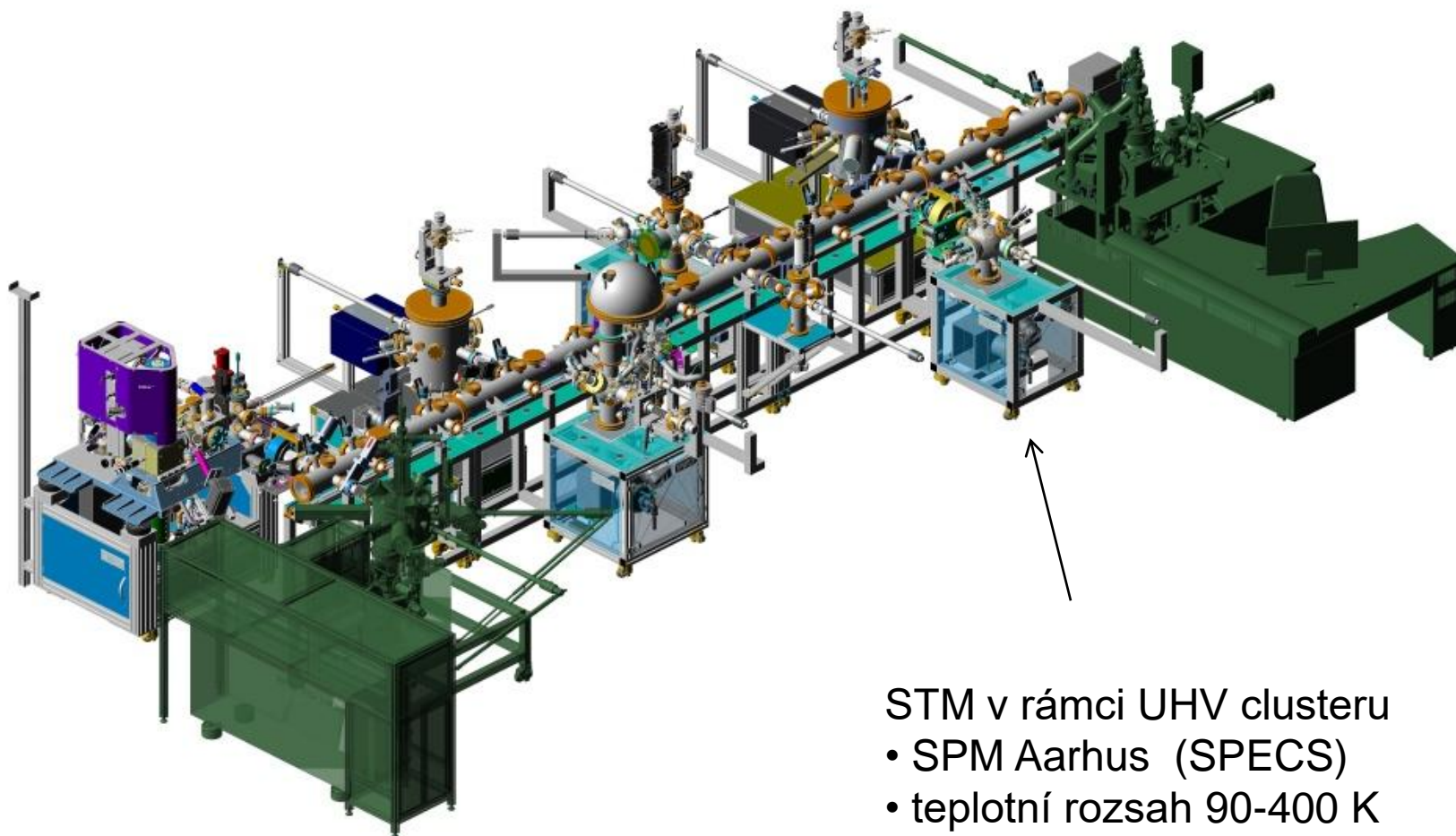
(a) Diagram indicating how to make a direct measurement of  $dI/dV$ . The black outlines indicate the density of states. Filled states are given in red. The total current which flows depends on the product of the hatched areas. When the bias is modulated by an amount given by the height of a gray shaded area, a modulated current signal is detected which is proportional to the product of the two gray shaded areas. Given knowledge of the magnitude of the bias modulation and the assumption that the tip LDOS is constant, the sample LDOS may then be determined from this measurement of the modulated current signal. (b) Shows the resulting plot of  $dI/dV$  vs.  $V$  which can be generated from such a direct measurement of differential conductance.

# STS - scanning tunneling spectroscopy



- supravodivá mezera v derivaci proudu v supravodiči  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+x}$

# STM na ceitecu



STM v rámci UHV clusteru

- SPM Aarhus (SPECS)
- teplotní rozsah 90-400 K
- možnost evaporace tří materiálů

SPECS<sup>®</sup>

# Ramanova a luminiscenční spektroskopie v rámci CEITECu



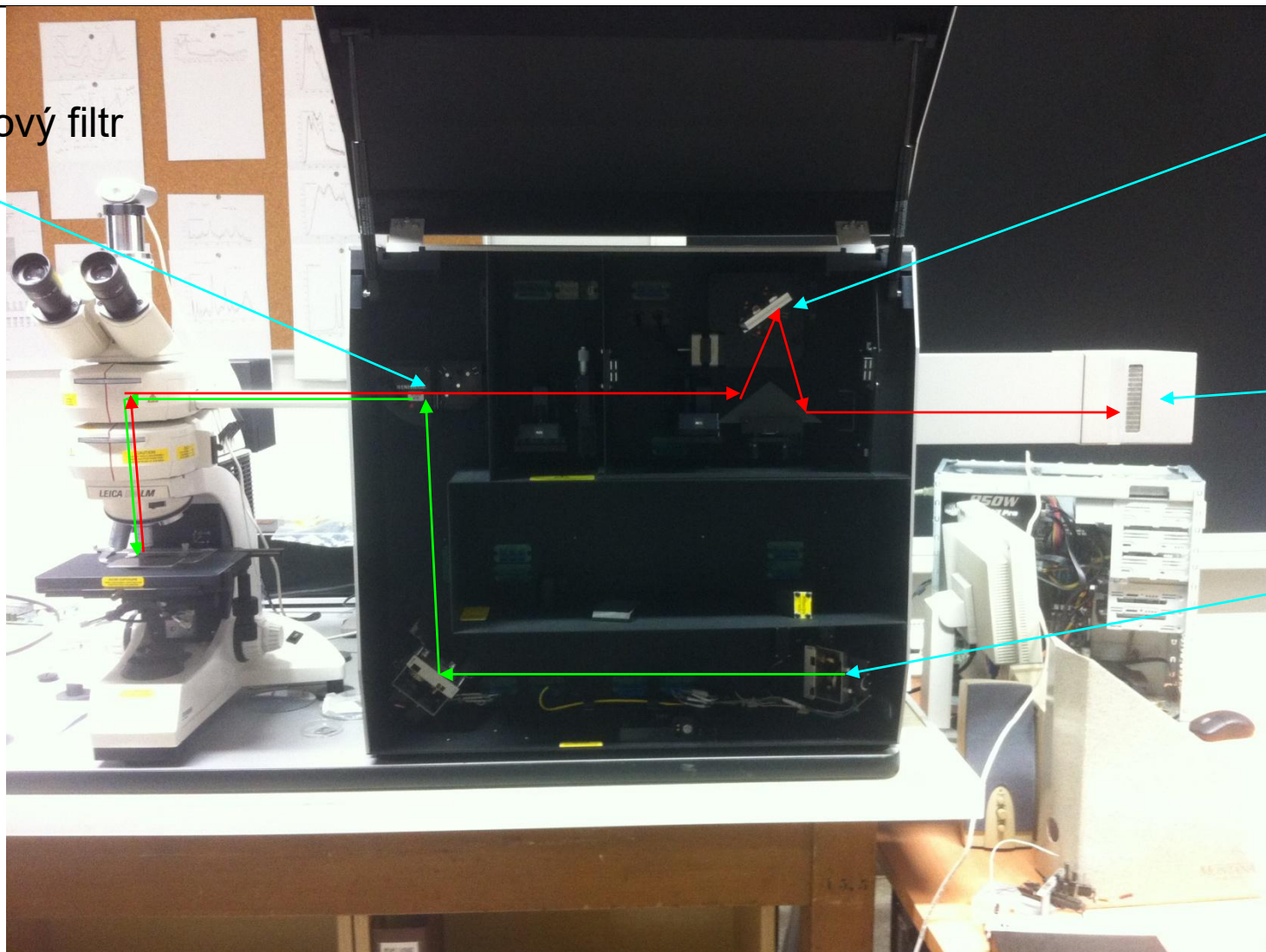
# Ramanský spektrometr Renishaw na UFKL

Hranový filtr

difrakční  
mřížka

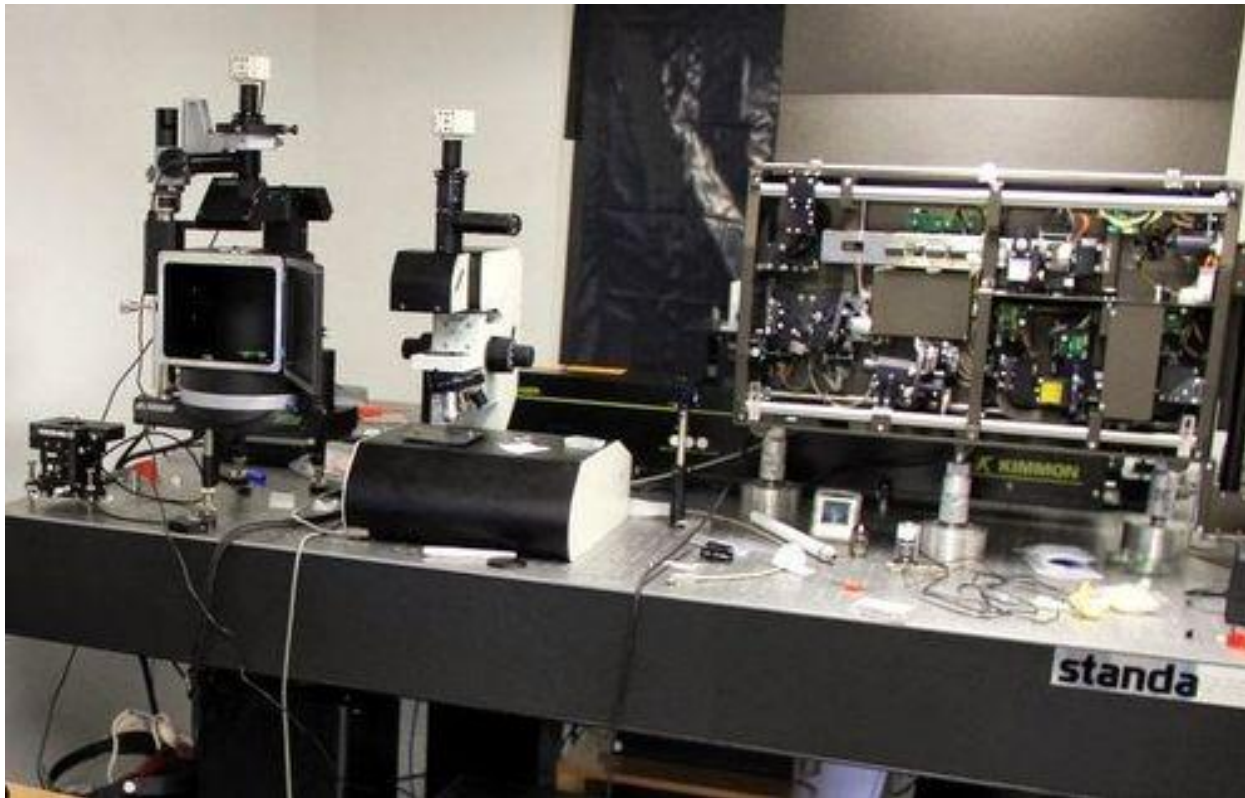
CCD  
chlazené  
Peltier. ef.

budící laser



- He-Ne laser - červený 632 nm
- zelený Ar laser (514 nm ?)
- Peltierem chlazené Si CCD

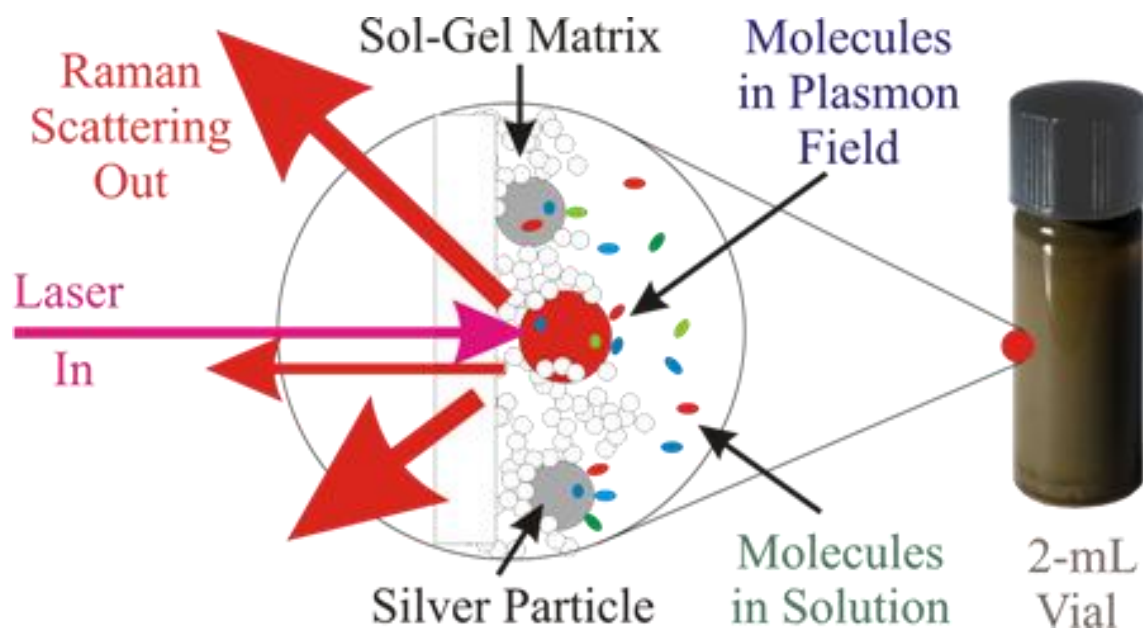
# Ramanská a luminiscenční aparatura + AFM, CEITEC



- Ramanský spektrometr + AFM
- možnost pro hrotem zesílenou Ramanskou spektroskopii TERS
- vybavení:
  - Lasery:
  - CCD: Si, back illuminated (až do UV)  
NIR linear array detector
- kryostat: tekutý dusík (77 K) , možnost chlazení tekutým He (4.2K)

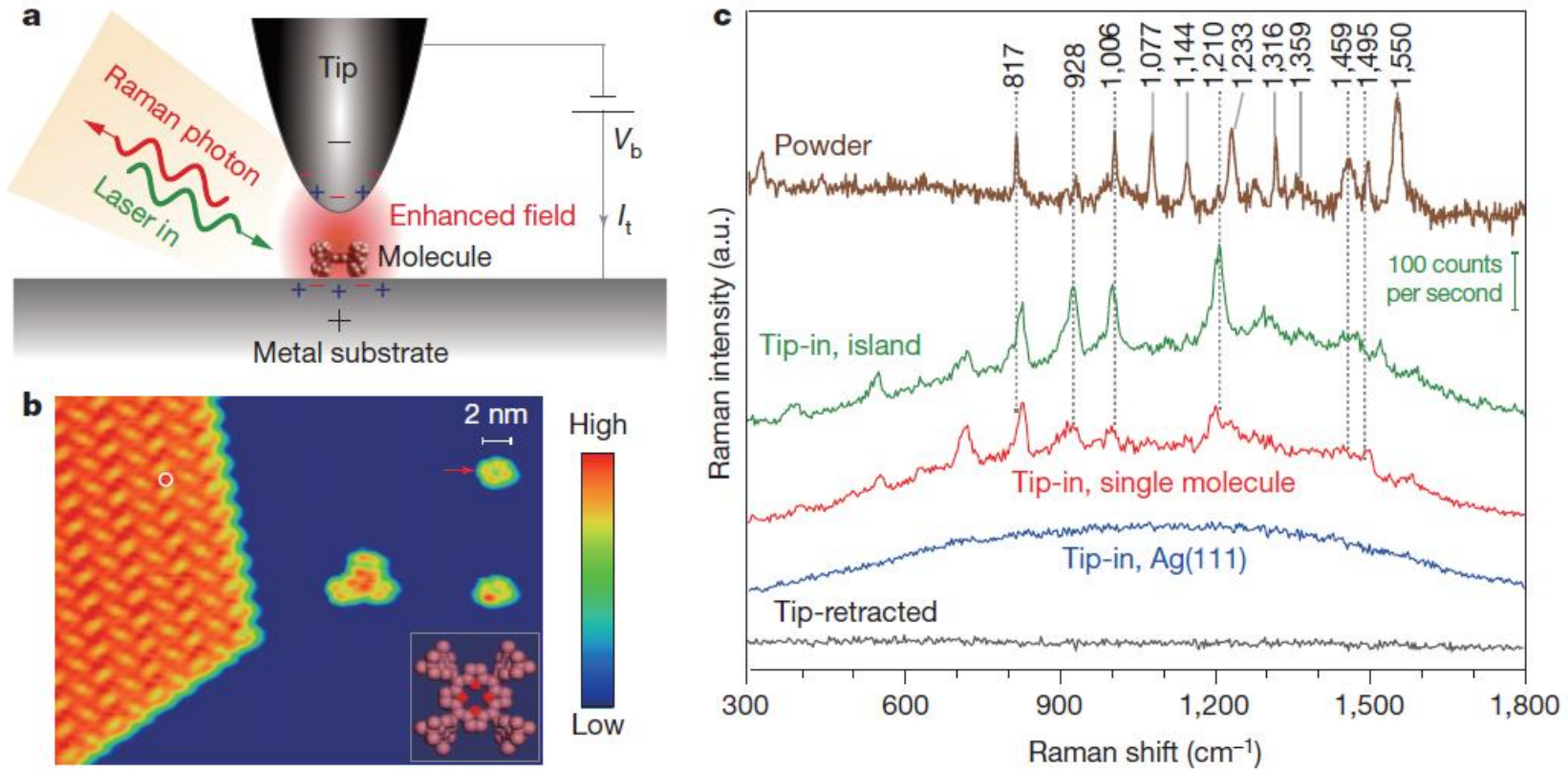
# SERS (surface enhanced Raman spectroscopy)

- Ramanský signál může být zesílen o mnoho řádů (až  $10^7$  i vyšší) když je detekovaný materiál v blízkosti strukturovaného kovového materiálu. Typicky se používá buď drsná kovová podložka nebo nanokuličky (zlato, stříbro).
- Světlo vybudí v kovu povrchový plazmon který na rezonanční frekvenci řádově zesílí pole a tedy i ramanský signál.



# TERS – tip enhanced raman spectroscopy

kombinace Ramanského spektrometru s AFM: řádové zesílení ramanského signálu mezi pozlaceným hrotem AFM a kovovou podložkou -

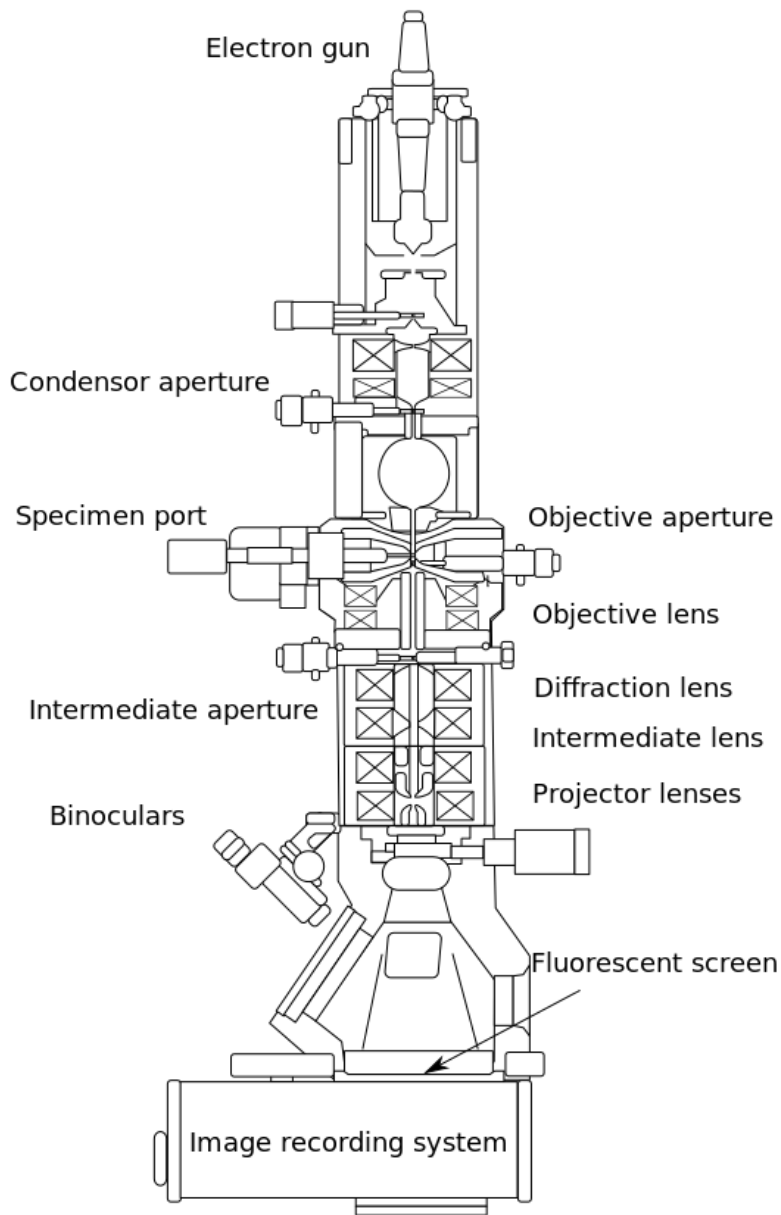


**Figure 1 | Clean TERS spectra using well-defined tip and sample.**  
**a**, Schematic tunnelling-controlled TERS in a confocal-type side-illumination configuration, in which  $V_b$  is the sample bias and  $I_t$  is the tunnelling current. **b**, STM topograph of sub-monolayered  $H_2TBPP$  molecules on  $Ag(111)$  (1.5 V, 30 pA,  $35 \text{ nm} \times 27 \text{ nm}$ ). The inset shows the chemical structure of  $H_2TBPP$  and the white circle indicates one representative site for TERS measurements on the molecular islands. **c**, TERS spectra for different conditions. The tip-in spectra were acquired at 120 mV, 0.5 nA and 3 s. The green spectrum is taken on top of

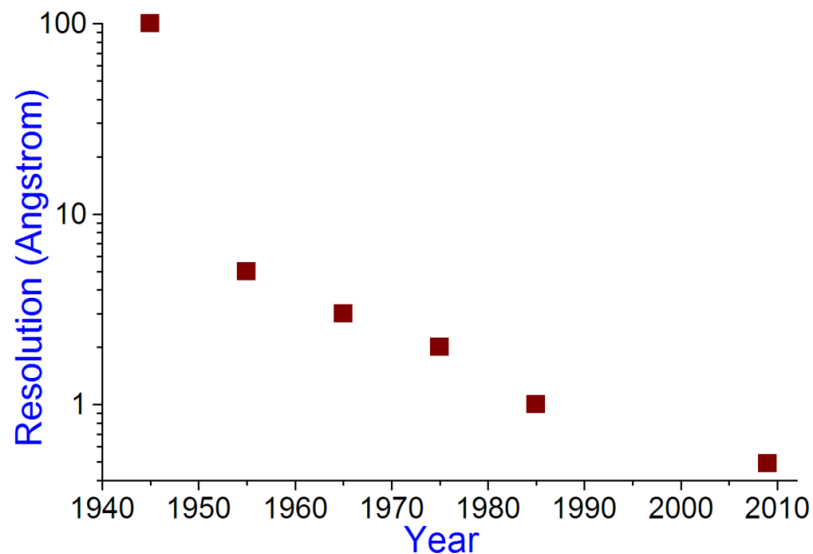
the molecular island (the green scale bar shows the signal level detected by charge-coupled device (CCD)). The red spectrum is taken on top of a single molecule (marked by the red arrow in **b**). The blue spectrum is taken on bare  $Ag(111)$ . The black spectrum is taken on top of the molecular island but with the tip retracted 5 nm from the surface (120 mV, 3 s). For comparison, a standard Raman spectrum (brown) is shown on the top for a powder sample of  $H_2TBPP$  molecules.

# transmisní elektronový mikroskop (TEM)

# transmisní elektronový mikroskop (TEM)

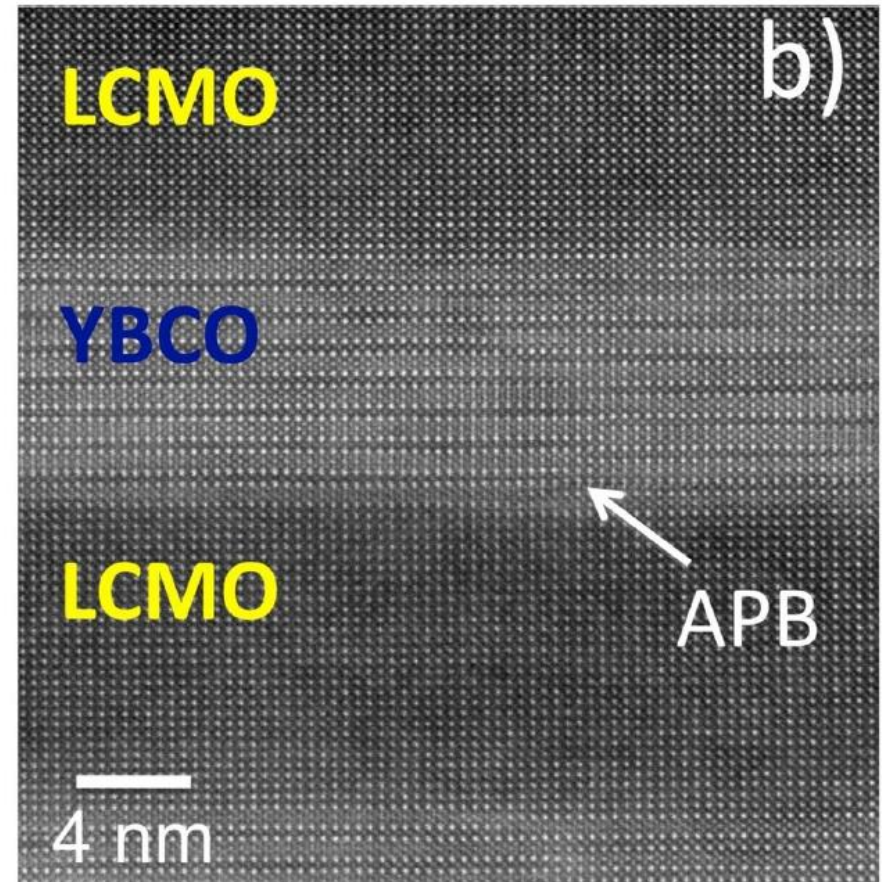
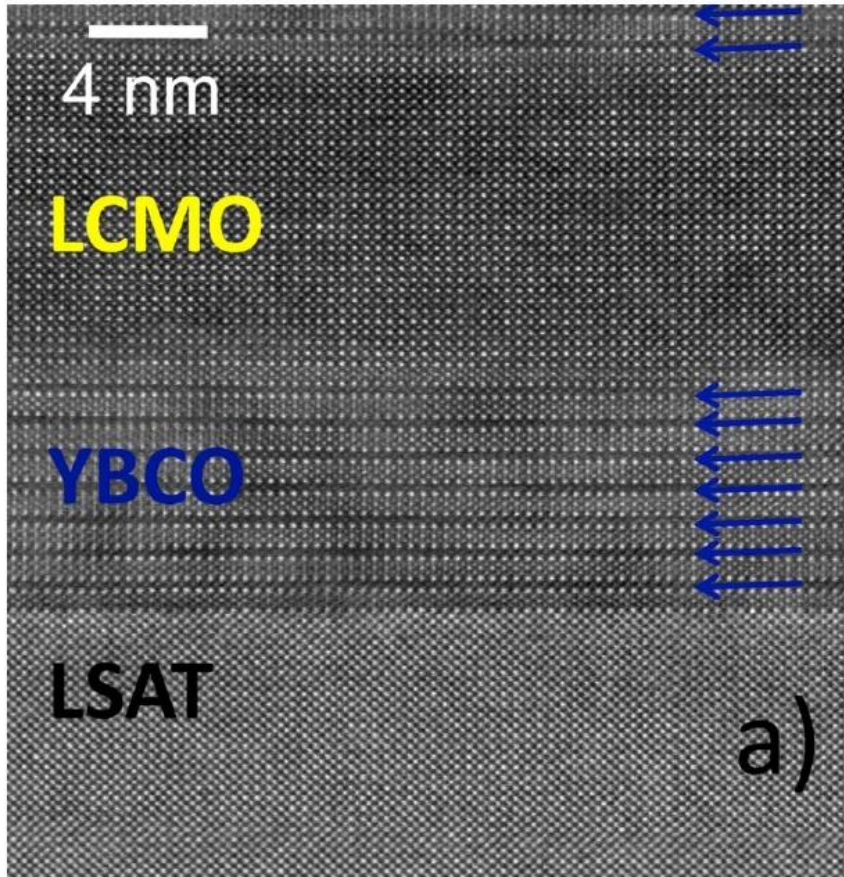


- průchod svazku elektronů vzorkem, dopad na luminiscenční stínítko a detekce pomocí CCD
- vzorky maximálně několik set nm tlusté - náročná příprava
- možné atomové rozlišení
- cena instrumentu s atomovým rozlišením ~ 100 MKč
- v Brně tři světoznámí producenti: Tescan, FEI, Delong Instruments



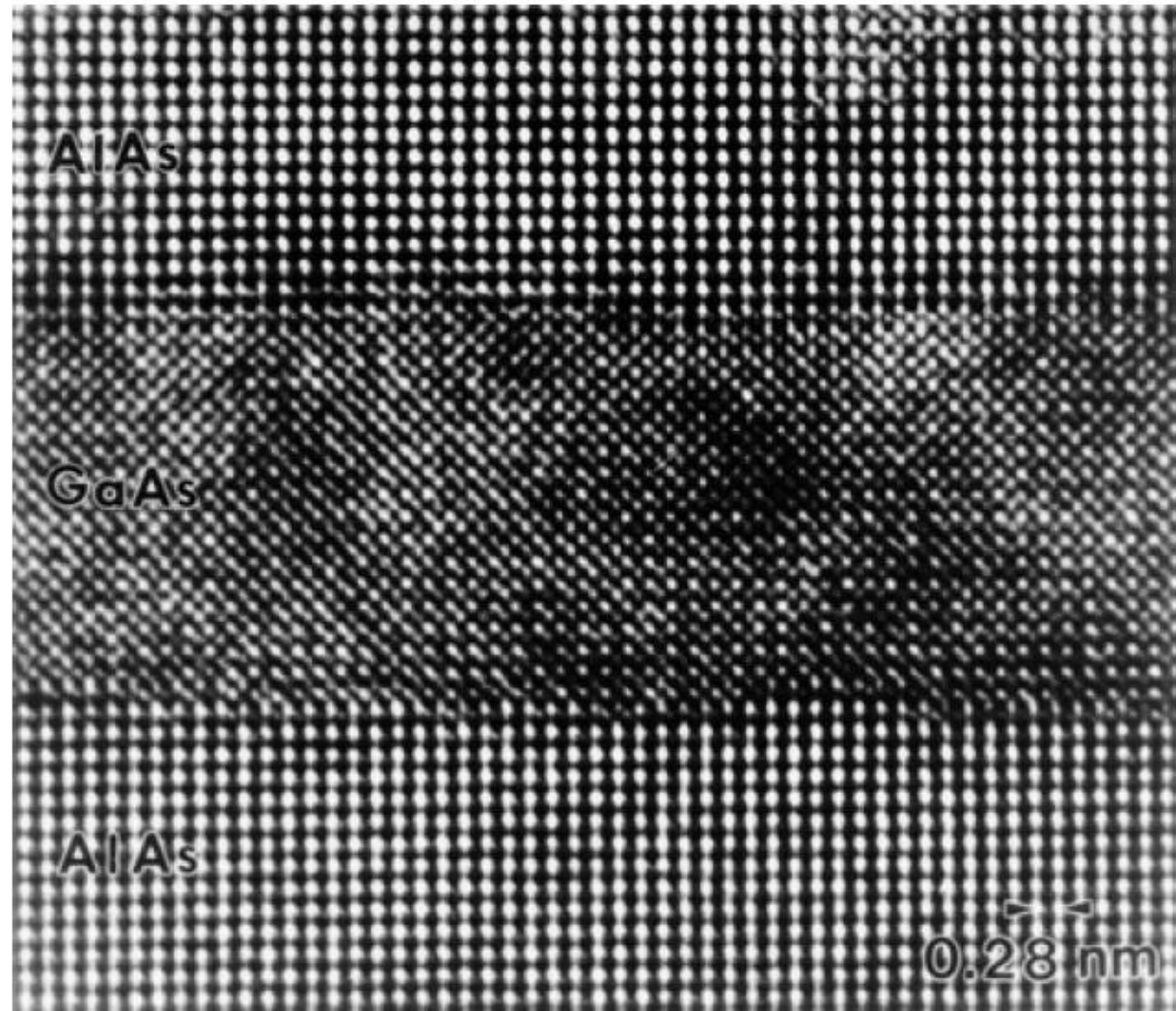
# multivrstvy $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7(n)/\text{La}_{0.7}\text{Ca}_{0.3}\text{MnO}_3(m)$

snímek z transmisního elektronového mikroskopu – atomární rozlišení



# snímek z transmisního elektronového mikroskopu – atomární rozlišení

**Fig. 3.32** High-resolution TEM of an AlAs/GaAs double heterostructure. The dark and bright points are correlated with single rows of atoms [3.28]

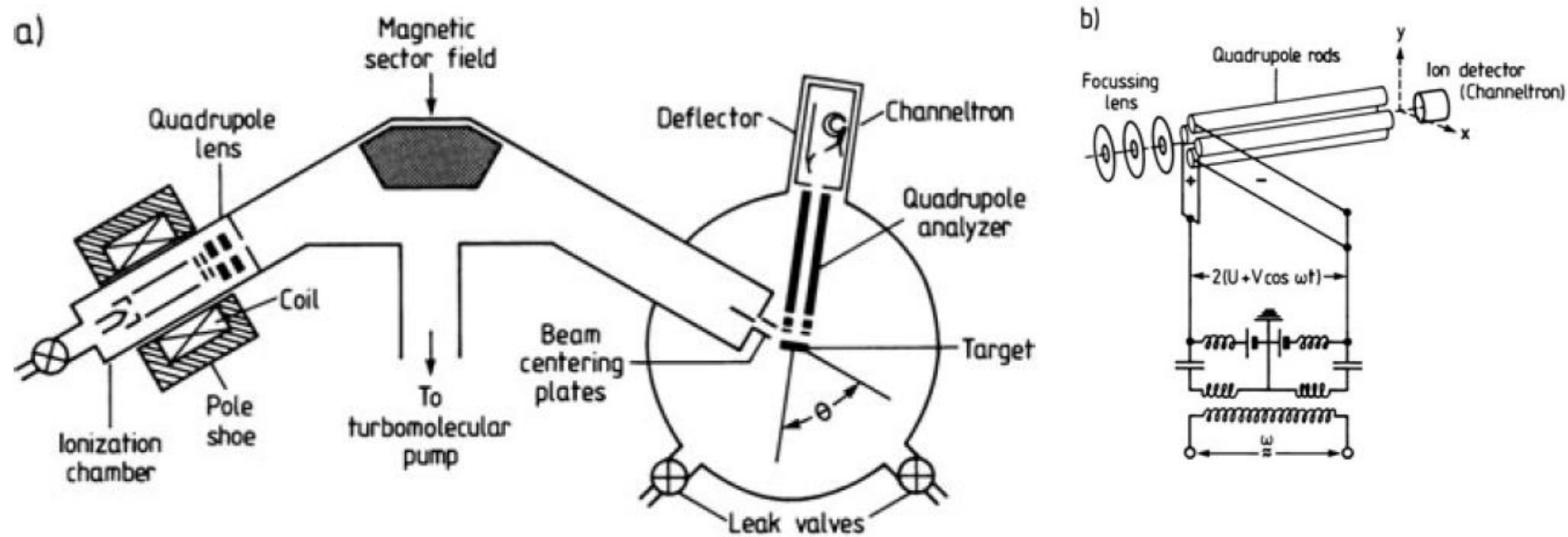




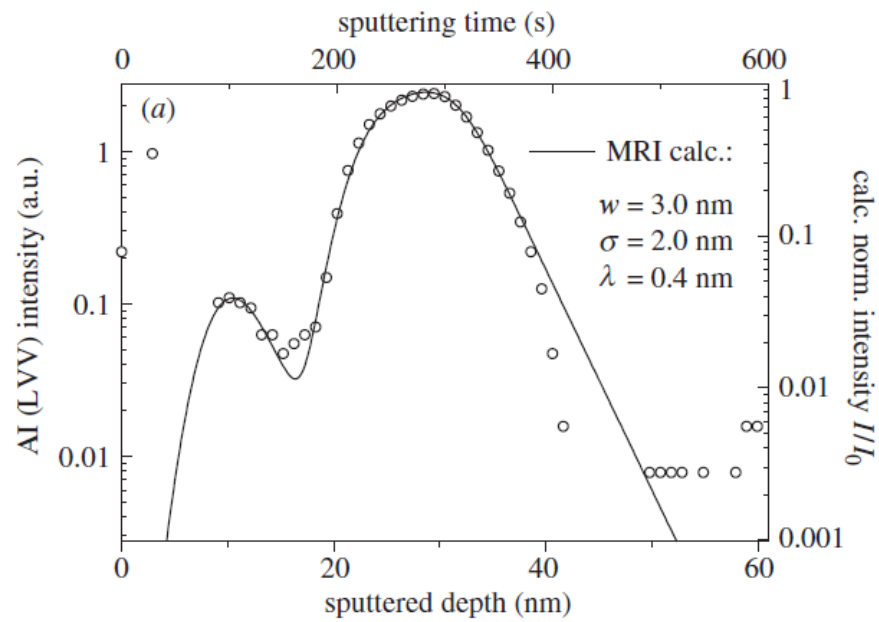
# **SIMS – secondary ion mass spectroscopy**

# SIMS – Hmotnostní spektroskopie sekundárních iontů

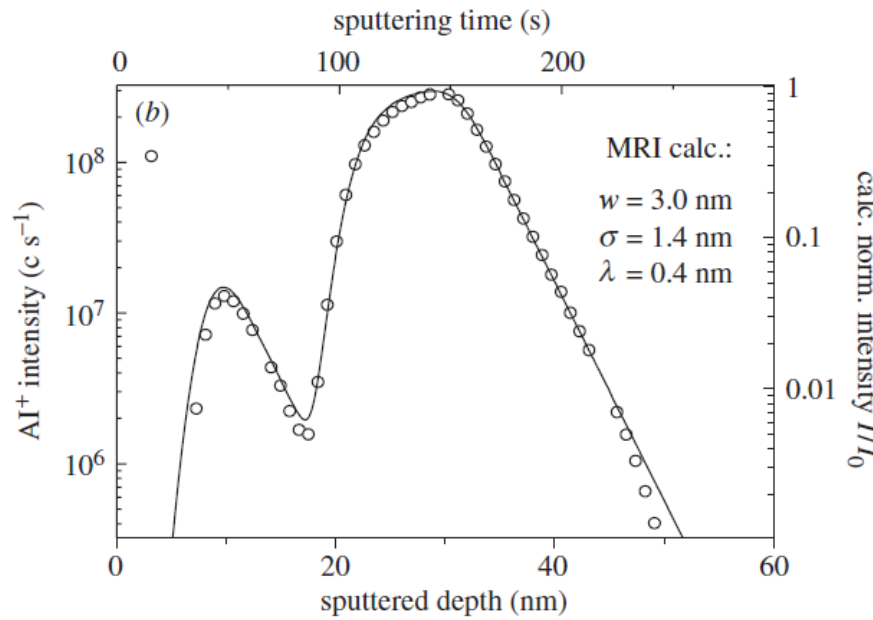
- odprašování vzorku a následná hmotnostní spektroskopie
- analýza složení látek, hloubkový profil
- velmi citlivá metoda, citlivost až 1ppm i 1ppb
- destruktivní metoda



**Fig. IV.1 a,b** Schematic view of the experimental set-up for Secondary Ion Mass Spectroscopy (SIMS). (a) General overview of the whole apparatus. The main components are: ion source consisting of ionization chamber and lens system, magnetic mass separator (sector field analyzer), sample contained in UHV chamber, quadrupole mass analyzer with channeltron as detector. (b) Components of a Quadrupole Mass Spectrometer (QMS)



AES – Auger electron spectroscopy - analýza odprášeného povrchu



SIMS – analýza odprášeného materiálu

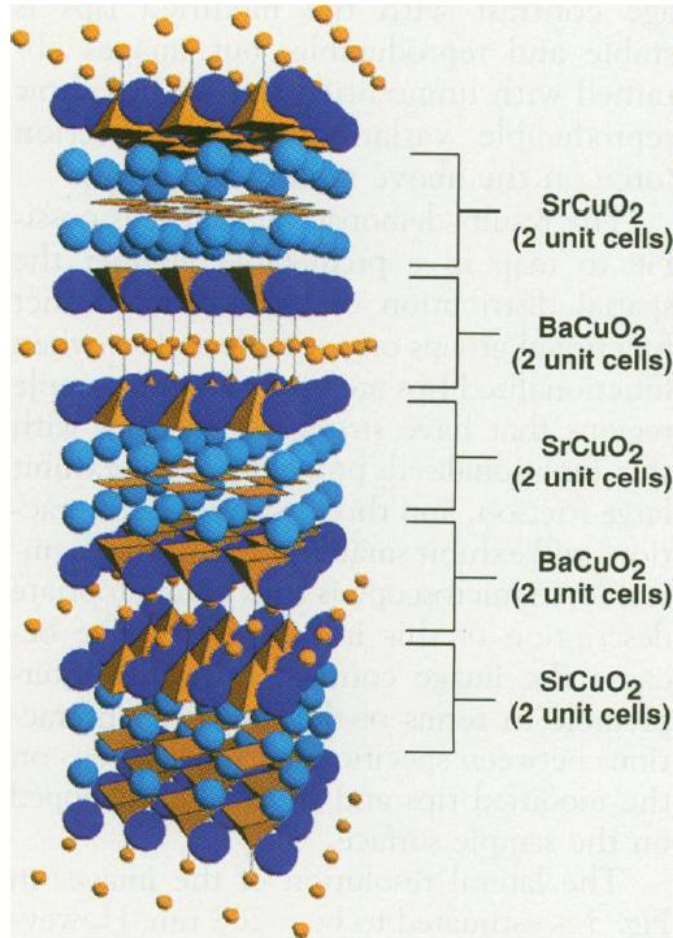
Figure 2. (a) AES (Al(LVV) intensity) and (b) SIMS (Al<sup>+</sup> intensity) depth profile of a double layer structure of AlAs (1 and 20 monolayers) in GaAs obtained with 3 keV Ar<sup>+</sup> ions at (a) 52° and (b) 58° incidence angles (open circles), and fitted by MRI calculation (solid line) with the parameters shown in the figure. (Adapted from Hofmann *et al.* (2001).)

**dodatky**

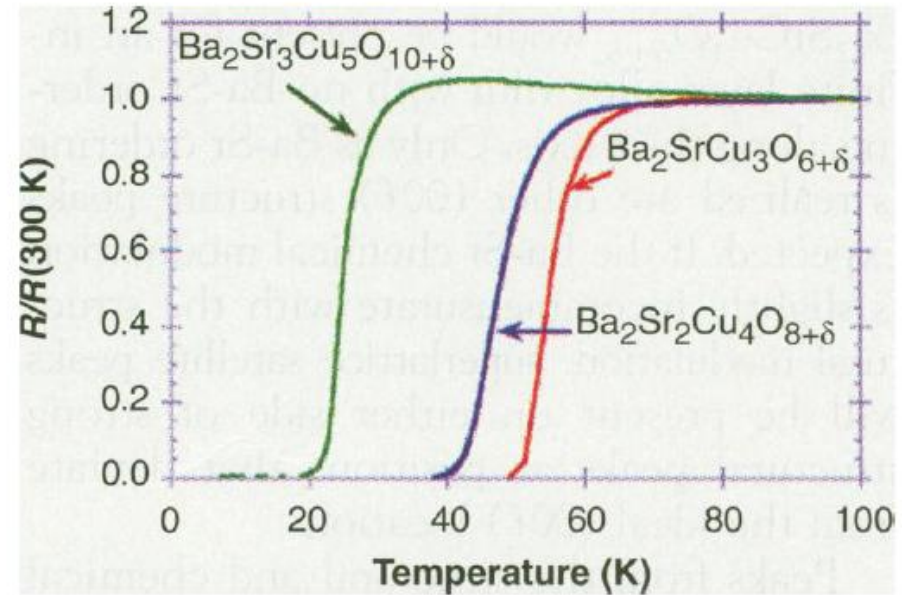
---

# Příklad z PLD růstu: nové supravodiče z $\text{BaCuO}_2$ a $\text{SrCuO}_2$

Norton et al, Science (1994)



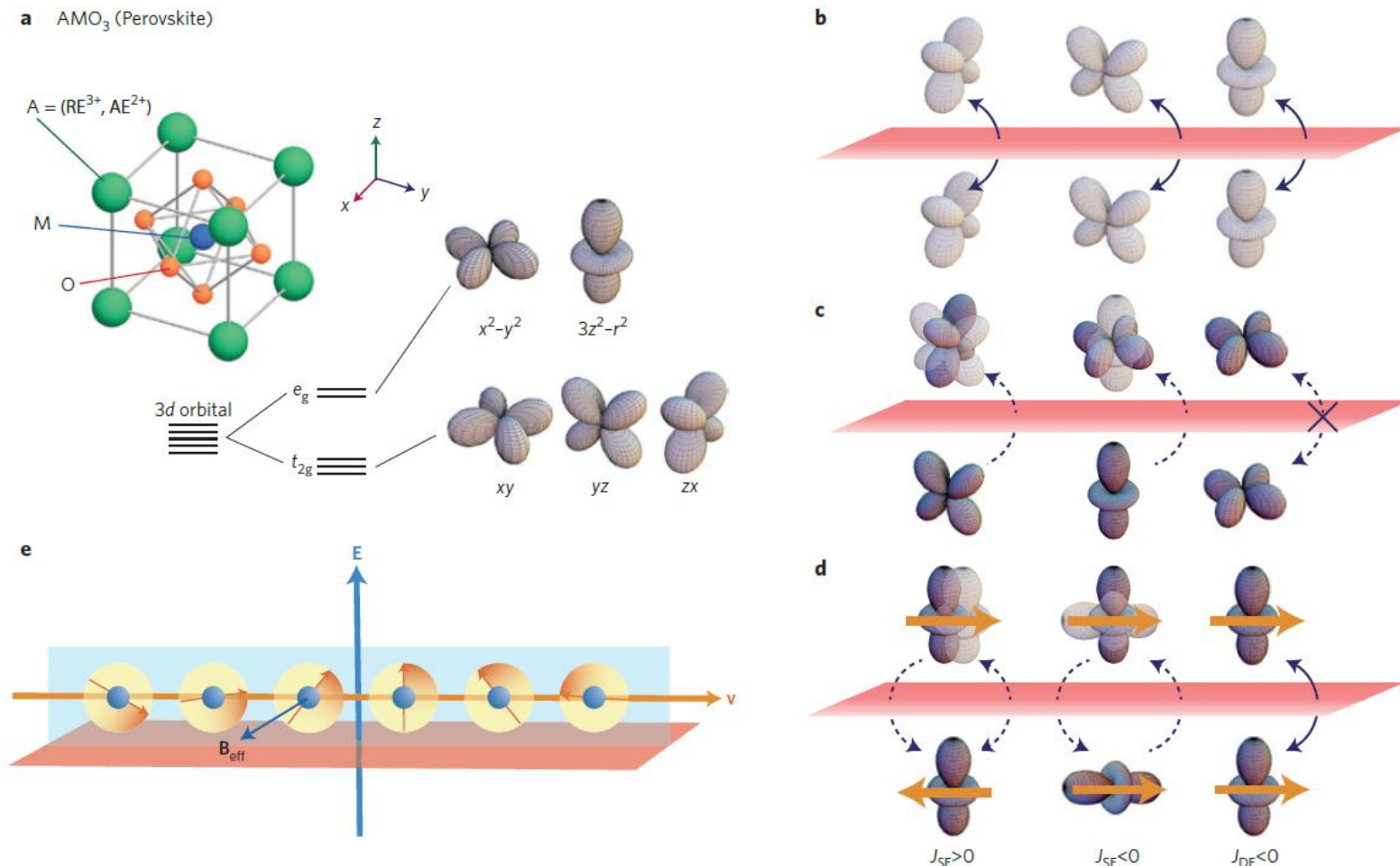
**Fig. 1.** Structural model of a  $2 \times 2$   $\text{SrCuO}_2$ - $\text{BaCuO}_2$  superlattice compound, also designated as  $\text{Ba}_2\text{Sr}_2\text{Cu}_4\text{O}_{8+\delta}$ . The Ba, Sr, and Cu atoms are represented by the large, medium, and small spheres, respectively. The  $\text{CuO}_4$  and  $\text{CuO}_5$  units are shown as shaded polyhedra.



**Fig. 3.** Normalized resistance plotted as a function of temperature for the  $n = 2, 3,$  and  $4$  members of the  $\text{Ba}_2\text{Sr}_{n-1}\text{Cu}_{n+1}\text{O}_{2n+2+\delta}$  series.

- materiály  $\text{BaCuO}_2$  a  $\text{SrCuO}_2$  samostatně nejsou supravodivé
- v supermřížce vykazují supravodivost až 50-60 K

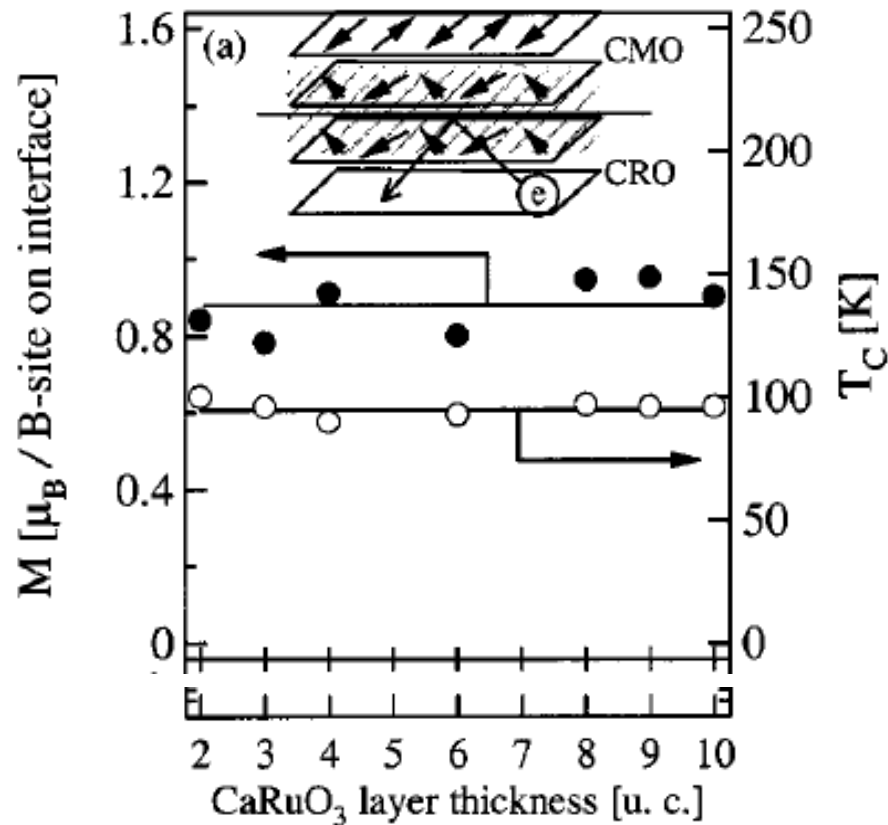
# 3d orbitals and interactions between them at interfaces



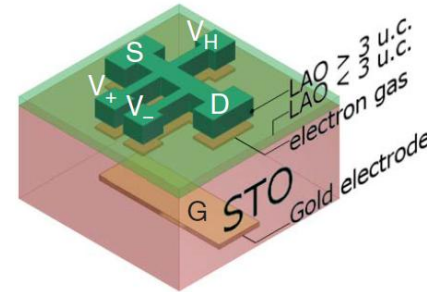
**Figure 2 | Orbital and spin configurations at interfaces.** **a**, Perovskite structure and orbital energy levels under the cubic crystal field due to oxygen ions. RE, rare earth elements; AE, alkaline earth elements. **b**, Allowed hopping matrix elements between orbitals across the interface (red). **c**, Allowed virtual hopping matrix elements across the interface. The lightly coloured orbitals are the destination of the virtual hopping process, while the electron is occupied in the darkly coloured orbital. **d**, Various exchange interactions across the interface ( $J > 0$ , antiferromagnetic;  $J < 0$ , ferromagnetic); left, antiferromagnetic super-exchange interaction ( $J_{SE} > 0$ ) using the same orbital in the intermediate state; middle, ferromagnetic super-exchange interaction between different orbitals; right, double-exchange interaction ( $J_{DE} < 0$ ) where the real hopping of the conduction electron between the two M ions mediates the ferromagnetic coupling. **e**, Rashba-type spin-orbit interaction (SOI); the internal or applied electric field can produce an effective magnetic field ( $B_{eff}$ ; dark-blue arrow) through the SOI to cause spin precession for the moving electron, or cycloidal spin modulation for localized spins.

# rozhraní mezi oxidy přechodových kovů získávají často jiné vlastnosti než objemové materiály:

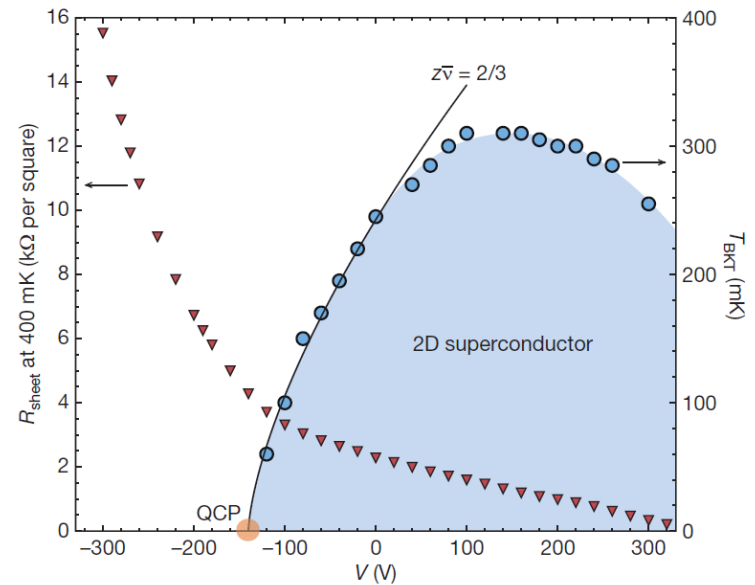
Ferromagnetické rozhraní mezi antiferomagnetem  $\text{CaMnO}_3$  a paramagnetickým kovem  $\text{CaRuO}_3$



2D supravodivost na rozhraní mezi izolátory  $\text{LaAlO}_3$  (LAO) a  $\text{SrTiO}_3$  (STO)



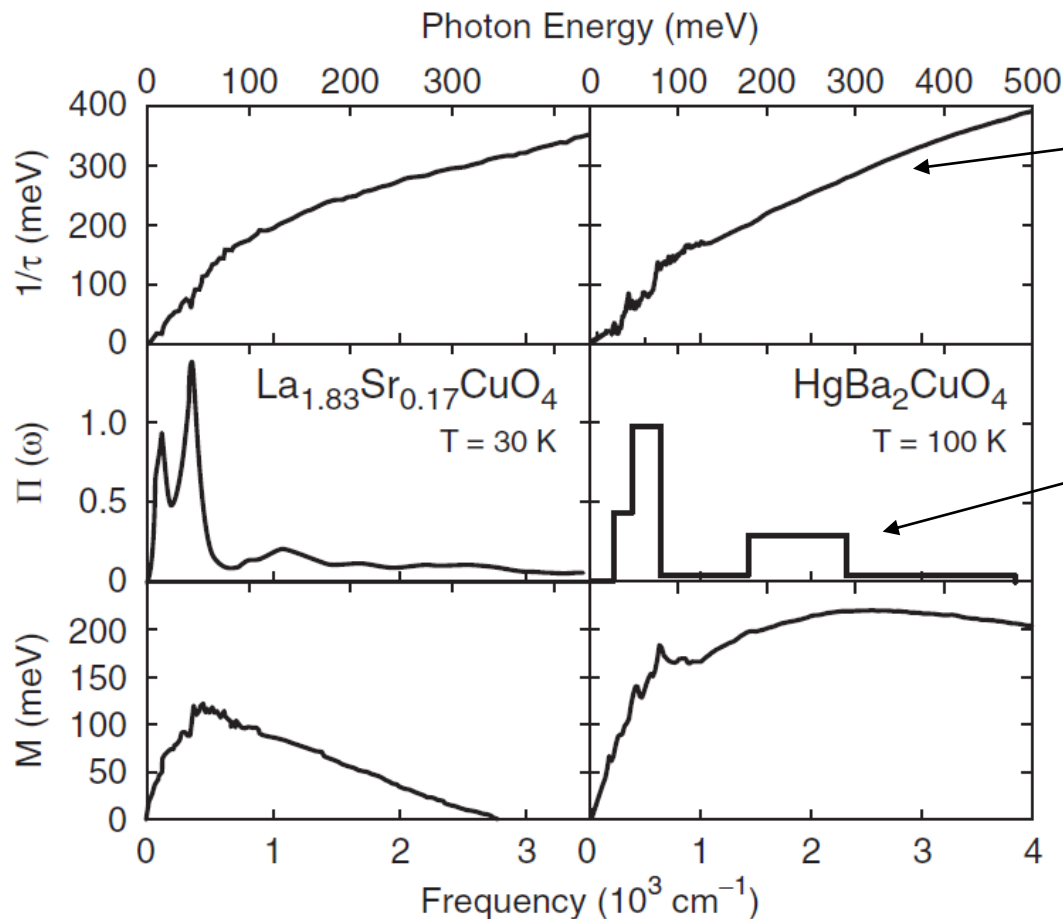
Cavaglia et al, Nature (2008)



**Figure 3 | Electronic phase diagram of the  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  interface.** Critical temperature  $T_{\text{BKT}}$  (right axis, blue dots) is plotted against gate voltage, revealing the superconducting region of the phase diagram. The solid line describes the approach to the quantum critical point (QCP) using the scaling relation  $T_{\text{BKT}} \propto (V - V_c)^{z\nu}$ , with  $z\nu = 2/3$ . Also plotted is normal-state sheet resistance, measured at 400 mK (left axis, red triangles) as a function of gate voltage.

Takahashi et al, APL, (2001)

# určení interakce mezi elektrony ve vysokoteplotných supravodičích



frekvenčně závislé  $\tau(\omega)$  značí interakci mezi elektrony

• frekvenčně závislé interakční funkce (glue-lepidlo) odvozená z dat.

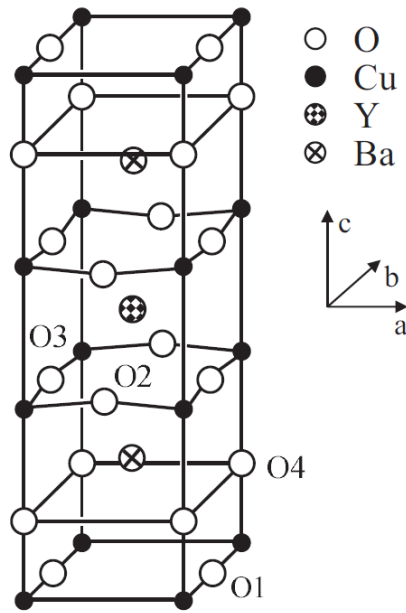
• Její složka na vysokých energiích 250 meV značí, že glue nemůže být pouze díky fononům.

• na základě tohoto glue byla vypočtena kritická supravodivost  $\sim 200$  K

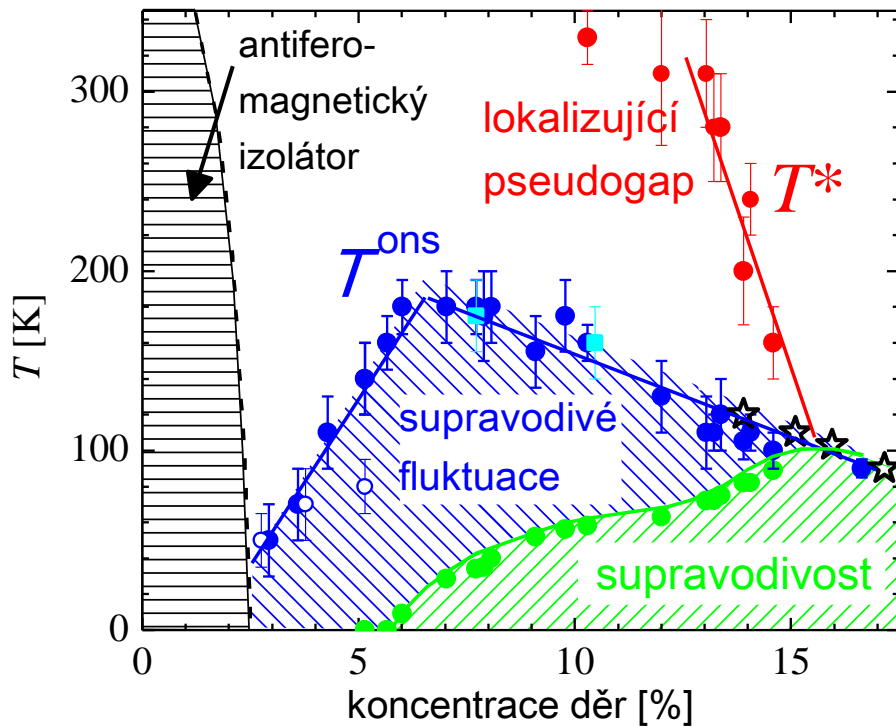
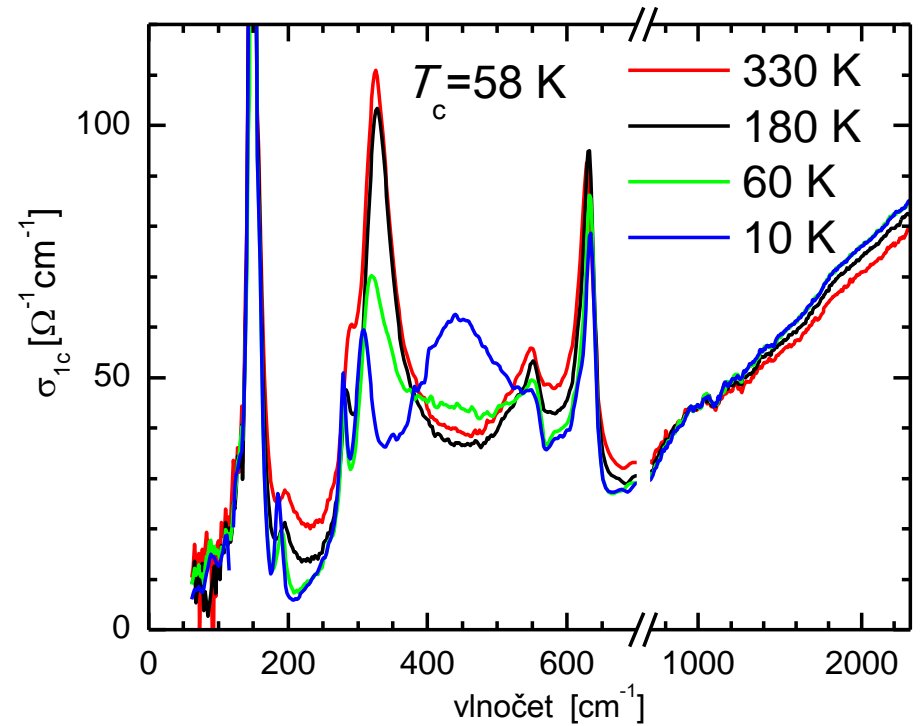
FIG. 13. Comparison at  $T \approx T_c$  of the imaginary part [ $1/\tau(\omega)$ ] and the real part [ $M(\omega)$ ] of the optical self-energy, and the electron-boson coupling functions of  $\text{La}_{1.83}\text{Sr}_{0.17}\text{CuO}_4$  ( $T_c = 31$  K) (Hwang *et al.*, 2008) and  $\text{HgBa}_2\text{CuO}_4$  ( $T_c = 97$  K). From van Heumen, Muhlethaler *et al.*, 2009.



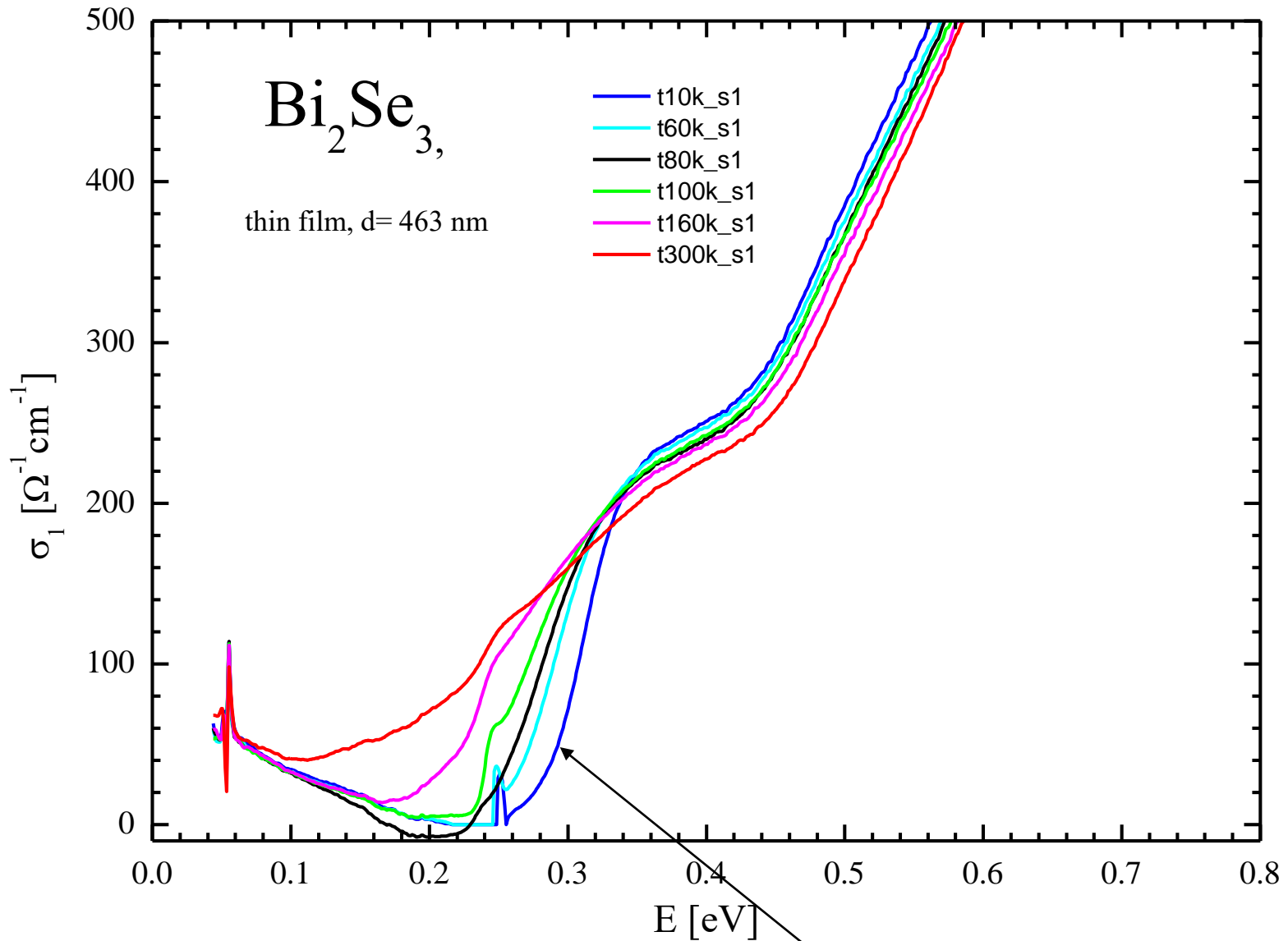
# supravodivé fluktuační ve $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-d}$



kritická  
teplota=92 K  
(v kuprátech  
max 135 K)



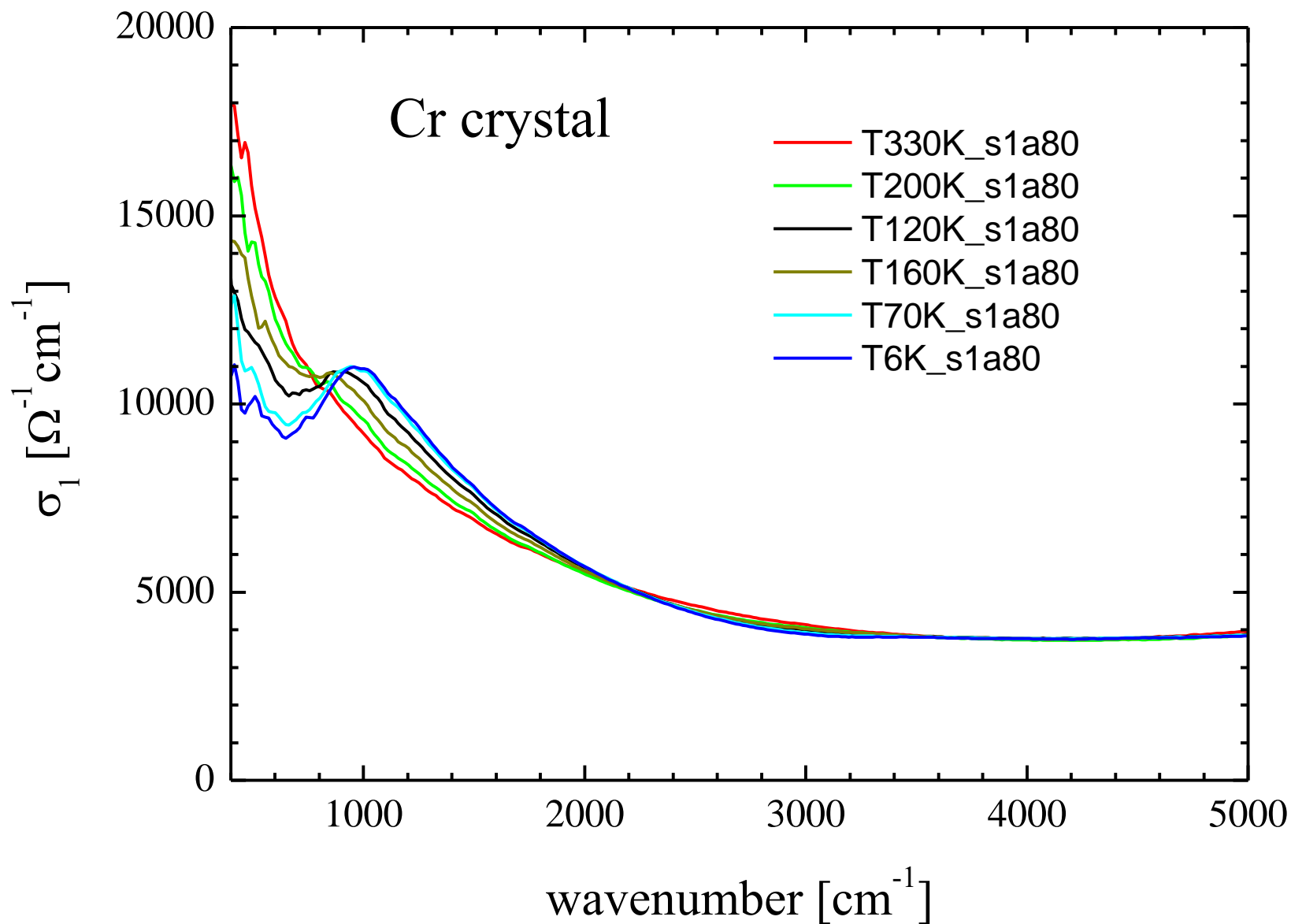
# absorpční hrana v topologickém izolátoru Bi<sub>2</sub>Se<sub>3</sub>



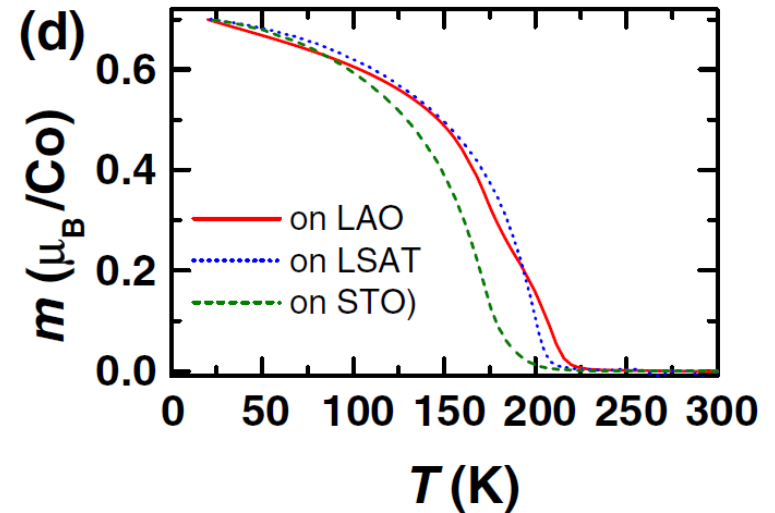
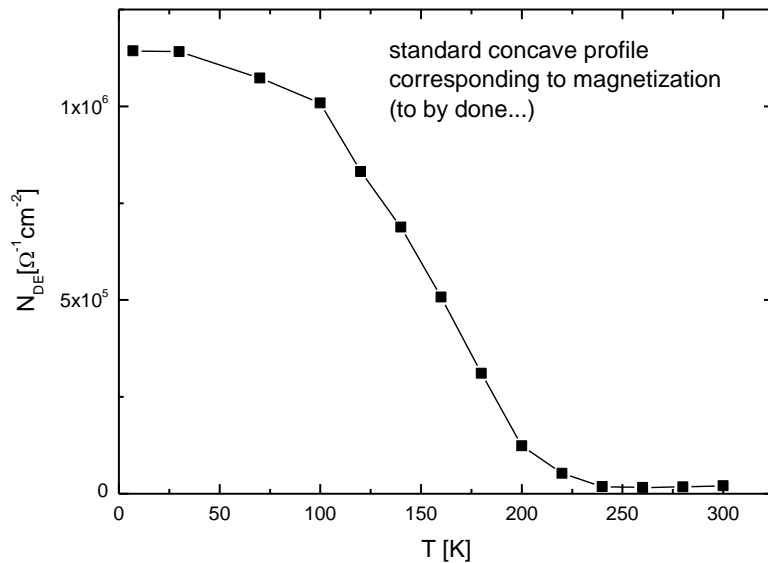
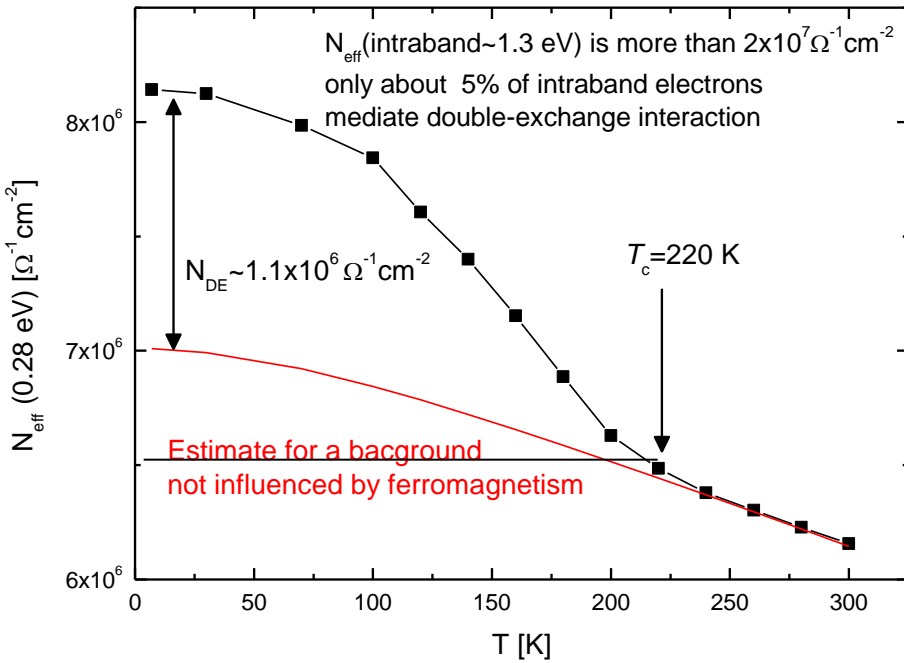
velká závislost na teplotě

mezipásový přechod

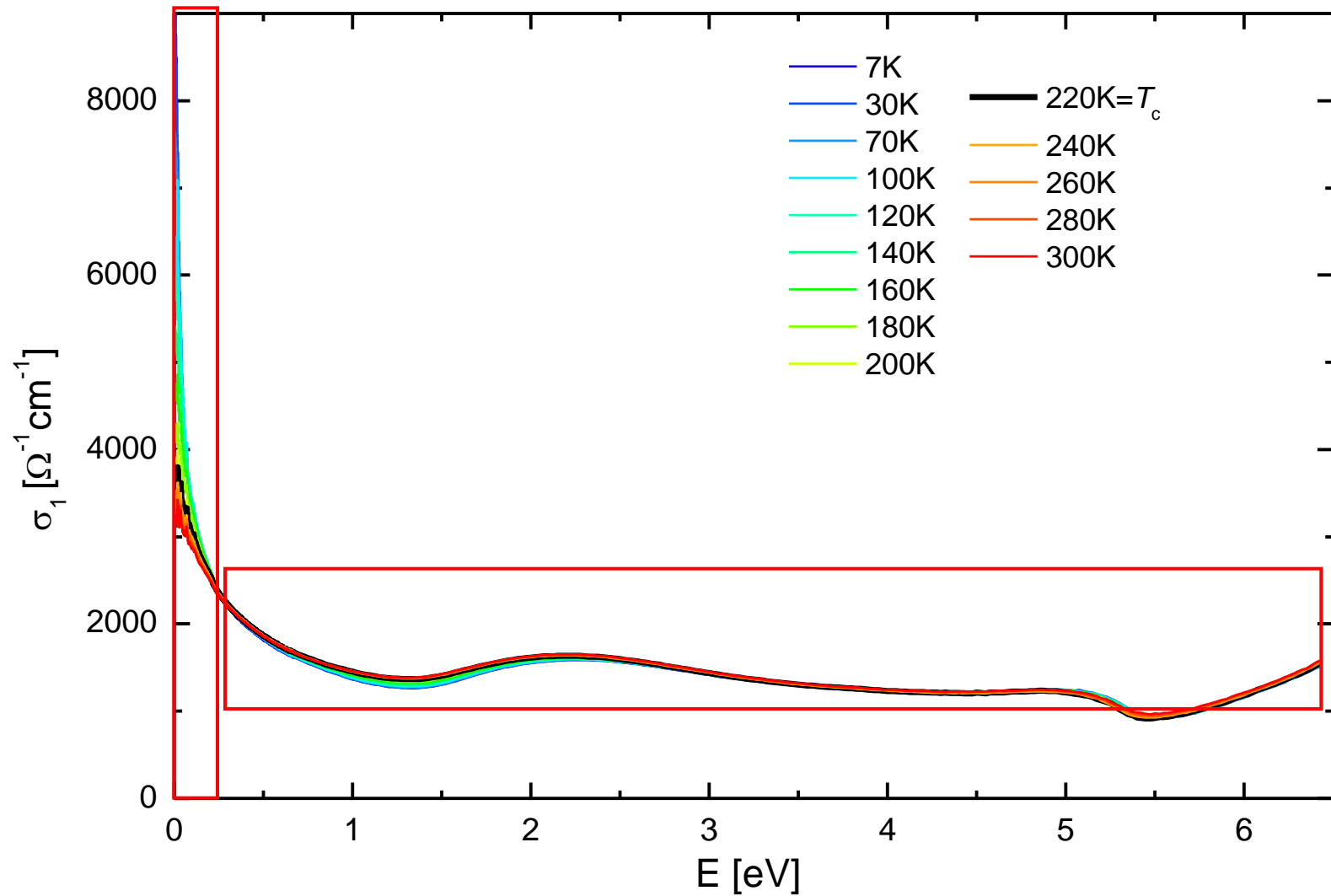
# vlna spinové hustoty v krystalu chromu, $T_c=310$ K



# Ferromagnetic cobaltates $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{CoO}_3$



# retrieved conductivity spectrum



# magnetická susceptibilita feromagnetického $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$

magnetická susceptibilita  
(anti)feromagnetu

$$\chi(T) = \frac{C}{T - \theta} + \chi_{core} + \chi_{VV} + \chi_{Pauli}$$

kritická teplota  $\theta$

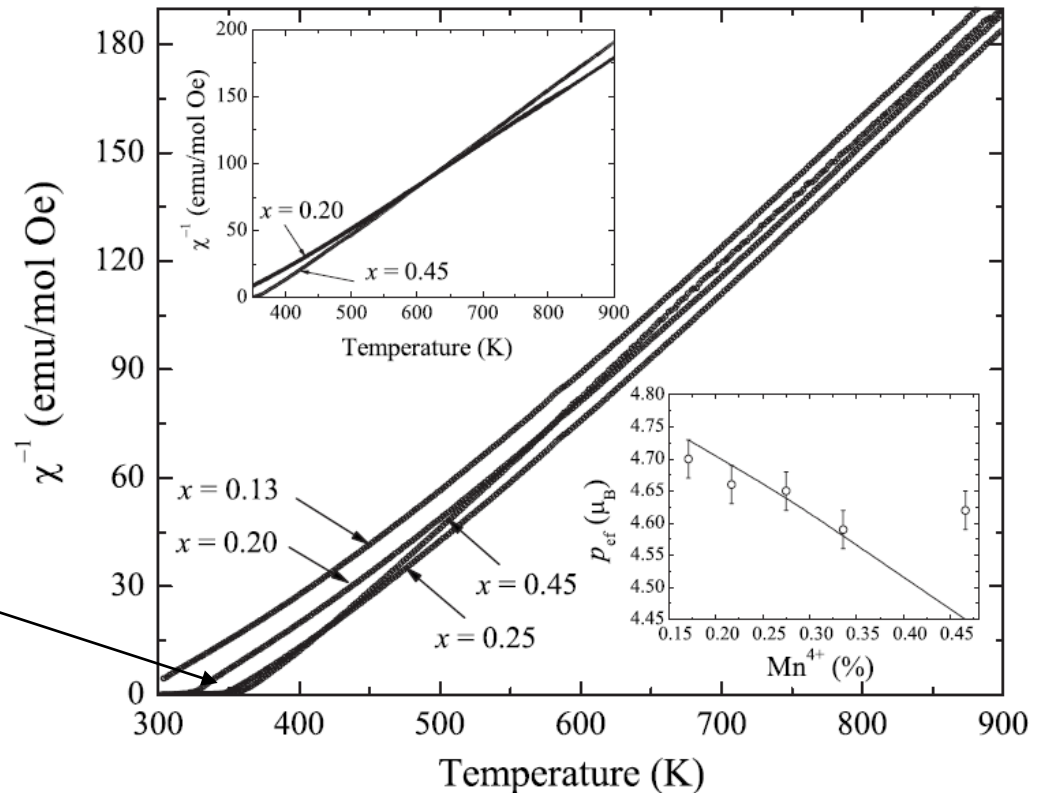


FIG. 6.  $\chi^{-1}$  versus  $T$  for Sr-doped samples with nominal concentrations of  $x=0.13$ ,  $0.20$ ,  $0.25$ , and  $0.45$ . The upper inset shows the warming and cooling curves of  $\chi^{-1}$  for  $x=0.20$  and  $0.45$ . The lower inset shows the obtained effective magnetic moment for the doped samples and the solid line indicates the expected values.