

Diss. ETH No.12105

**Real crystal structure related to superconductor
properties of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ single crystals**

by

Kaichi SAITO

born 10. December 1963

citizen of Japan

A dissertation submitted for the degree of

Doctor of Natural Sciences

Swiss Federal Institute of Technology Zürich

1997

Approved by

referee: Prof. Dr. H.-U. Nissen

co-referee: Dr. W. Schauer

co-referee: Prof. Dr. G. Blatter

co-referee: Dr. C. Beeli

Zusammenfassung

Die Mikrostrukturen von fünf in verschiedener Weise gezüchteten Gruppen von Einkristallen von $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, darunter eine Gruppe mit wesentlich höheren Werten der Kritischen Stromdichte j_c als in allen anderen Kristallen, wurden durch Transmissions-Elektronenmikroskopie (TEM) sowie Scanning-Elektronenmikroskopie (SEM) und, damit kombiniert, Röntgenmikroanalyse untersucht. Die Ergebnisse gestatten eine Beschreibung und Unterscheidung der Auswirkungen (auf die Mikrostrukturen) der Dotierung mit Sr-Atomen sowie der verschiedenen Behandlungen in Sauerstoffatmosphäre, welche zu verschiedenen geordneten Sauerstoff-Verteilungen in der Kristallstruktur führen. Aufgrund dieser neuen Beobachtungen wird ein Versuch unternommen, möglicherweise vorhandene Beziehungen aufzuzeigen zwischen den j_c -Werten und den charakteristischen Mikrostrukturen des Zwillingsgefüges beziehungsweise der Art und Anordnung der Kristall Defekte.

Die Frequenz der verschiedenen Abstände der polysynthetischen Zwillingslamellen, wie sie sich sowohl aus TEM- als aus SEM-Messungen ergibt, werden in Form von Histogrammen für die verschiedenen Gruppen von Kristallen dargestellt. Dadurch erweisen sich die Kristalle der Gruppe 3, welche 1 Atom% Sr enthalten, als die Kristalle mit dem feinsten und regelmässigsten Zwillingsgefüge (mit einem mittleren Zwillingslamellen-Abstand von $130 \pm 80 \text{ nm}$). Die Ergebnisse der Untersuchungen mit hochauflösender Elektronenmikroskopie, in Kombination mit der Anwendung von Bildverarbeitungstechniken, machen sehr wahrscheinlich, dass die Grenzflächen der Zwillingslamellen in den Kristallen der Gruppe 3 mit einer grossen Zahl eng lokalisierter strain-Felder dekoriert sind und dass in der direkten Umgebung der Grenzflächen die Kristallstruktur in unregelmässig angeordneten, lokal begrenzten Bereichen deformiert ist. Diese Bereiche haben einen Durchmesser von etwa 20 \AA und einen mittleren Abstand von etwa 20 nm . Zusätzliche TEM-Beobachtungen an Kristallen mit unterschiedlicher Menge der Strontium-Dotierung erlauben den Schluss, dass nur eine begrenzte Menge von zugefügtem Strontium den beschriebenen charakteristischen Effekt an den Zwillingsgrenzen hat, ohne das Gitter in der (123)-Kristallstruktur zu deformieren. Kristalle der Gruppe 3 enthalten Stapelfehler, die durch Verdopplung der Lagen von CuO-Ketten charakterisiert sind; diese sind homogen verteilt und haben eine mittlere Ausdehnung von etwa 80 nm , während diese Ausdehnung für die anderen

Gruppen von Einkristallen mit tieferen j_c -Werten grösser ist (etwa $1 \mu\text{m}$).

Diese Resultate zeigen, dass die relativ hohen j_c -Werte in den Kristallen der Gruppe 3 gemeinsam auftreten mit spezifischen Eigenschaften der Mikrostrukturen, und es wird angenommen, dass diese speziellen Erscheinungen im lamellaren Zwillingsgefüge, wie die Dekoration mit lokalisierten strain-Bereichen, die Hauptursache für die relativ hohen j_c -Werte der Kristalle der Gruppe 3 sind.

Abstract

The microstructures of five differently produced types of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ single crystals, including a Sr-doped type of crystals having considerably higher j_c -levels than all other crystals, have been investigated in a comparative study by means of electron microscopy. Transmission electron microscopy (TEM) as well as scanning electron microscopy (SEM) in combination with X-ray microanalysis allowed to describe and differentiate the effects of doping by Sr-atoms as well as the effects of different oxydation treatments on the microstructures of these $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ single crystals. On the basis of these observations an attempt is made to find any existing relation between their j_c -values and characteristic features of the microstructures including twin textures as well as stacking faults.

Histograms of the frequency of twin spacings obtained from SEM as well as TEM measurements, provide evidence that crystals containing 1 atomic % Sr-atoms (high j_c -values), denoted as Batch 3 crystals, have the finest and most regular twin domain texture (twin spacing $130 \pm 80 \text{nm}$). The HRTEM observations combined with image processing methods additionally make it highly probable that crystals from Batch 3 have twin boundaries decorated by many small local strain fields and that in the vicinity of the interfaces distortion of the atomic structure frequently occurs in irregularly distributed local regions having an extension of 20\AA and an average interval of 20nm . TEM observations subsequently made for crystals with different amounts of Sr-doping allows the conclusion that only a limited amount of Sr-doping, e.g. 1 atomic %, could have the characteristic effect on the twin textures described above, without disturbing the lattice in the 123-structure. Crystals from Batch 3 have stacking faults due to double Cu-O chain layers homogeneously distributed with an average extension of 80nm , while this extension is larger (extension approx. $1 \mu\text{m}$) for the other types of crystals having lower j_c -values.

These results thus indicate that the relatively high j_c -values of Batch 3 crystals are associated with such characteristic microstructural features, and it is suggested that the characteristic features observed in the twin textures such as the decoration by strain fields are the main cause for the relatively high j_c -values measured for Batch 3 crystals.