



**HAL**  
open science

# Etude de la texture cristallographique de ceramiques et de couches minces supraconductrices $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-d}$ en relation avec les proprietes physiques

Daniel Chateigner

► **To cite this version:**

Daniel Chateigner. Etude de la texture cristallographique de ceramiques et de couches minces supraconductrices  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-d}$  en relation avec les proprietes physiques. Physique [physics]. Université Joseph-Fourier - Grenoble I, 1994. Français. NNT: . tel-00281560v2

**HAL Id: tel-00281560**

**<https://theses.hal.science/tel-00281560v2>**

Submitted on 26 Oct 2010

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# THESE

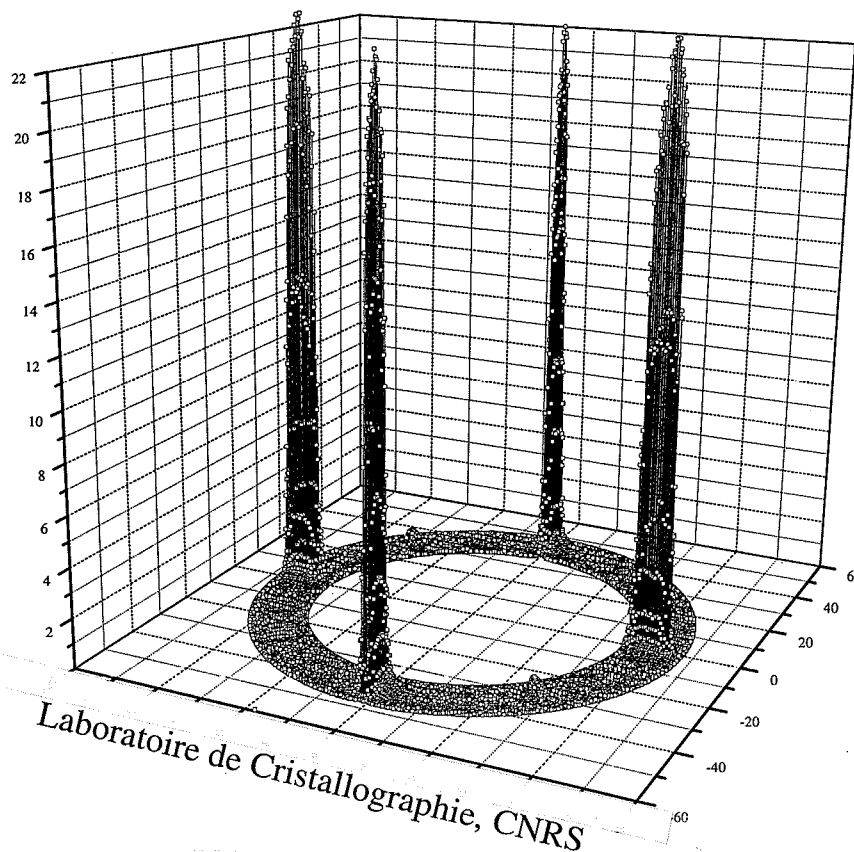
présentée par

**Daniel CHATEIGNER**

pour obtenir le titre de

**DOCTEUR de l'Université Joseph Fourier - Grenoble**

**spécialité physique**



## **Etude de la texture cristallographique de céramiques et de couches minces supraconductrices $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ en relation avec les propriétés physiques**

soutenue le 12 octobre 1994 devant la commission d'examen :

Président : B. Raveau  
Examineurs : P. Dubots  
P. Germi  
J. Pannetier  
M. Pernet  
R. Wenk

# SOMMAIRE

<b>INTRODUCTION</b>	1
---------------------	---

## **CHAPITRE I : SUPRACONDUCTIVITE ET PHASE $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$**

### **1. : La supraconductivité**

1.1. : Annulation de la résistivité, température critique	6
1.2. : Effet Meissner et champs critiques	6
1.3. : Équation de London et profondeur de pénétration	8
1.4. : Chaleur spécifique électronique	9
1.5. : Les apports de la théorie BCS	10
1.6. : Longueur de cohérence, paramètre de Ginzburg-Landau, et fluxoïdes	10
1.7. : Densité de courants critiques, modèle de Bean	12
1.8. : Mesures de la densité de courant critique	
1.8.1. : <i>Cycles d'hystérésis</i>	16
1.8.2. : <i>Mesures d'écrantage : Susceptibilité alternative en champ faible</i>	17
1.8.3. : <i>Mesures de transport</i>	17

### **2. : La phase $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$**

2.1. : Description structurale	19
2.2. : Influence de l'oxygénation sur la structure	22
2.3. : Macles	23
2.4. : Diagramme de phase $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-BaO-CuO}$	24
2.5. : Anisotropie cristalline et propriétés physiques d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$	27

<b><u>3. : Conclusion</u></b>	30
-------------------------------	----

## **CHAPITRE II : ANALYSE DE TEXTURE**

<b><u>1. Définition cristallographique de la texture</u></b>	31
--	----

<b><u>2. Analyse de texture par des techniques de diffraction</u></b>	32
---	----

### **3. : Principe et établissement des figures de pôles**

3.1. : Principe	32
3.2. : Procédure expérimentale	33
3.3. : Tracé d'une figure de pôles	33
3.4. : Textures et figures de pôles type	36
3.5. : Normalisation des figures de pôles	38

### **4. : Analyse de texture par diffraction de rayons X**

4.1. : Générateur	39
4.2. : Monochromateur	40
4.3. : Collimation et divergence du faisceau	40
4.4. : Goniomètre	41
4.5. : Limitations du goniomètre	42

### **5 : Corrections de défocalisation**

5.1. : Rappels	44
5.2. : Cas des matériaux massifs	
5.2.1. : <i>Échantillon standard</i>	46
5.2.2. : <i>Courbes de défocalisation et de calibration</i>	48
5.2.3. : <i>Correction classique des figures de pôles</i>	51
5.2.4. : <i>Correction 'directe'</i>	52
5.3. : Échantillons minces	52

### **6. : Nécessité du monochromateur**

6.1. : Émission du cuivre filtrée au nickel	
6.1.1. : <i>Échantillons minces</i>	53
6.1.2. : <i>Échantillons massifs très texturés</i>	55
6.2. : Effet subsistant en rayonnement monochromatique	56

### **7. : Conclusion**

## **CHAPITRE III : ANALYSE DE TEXTURE D'ÉCHANTILLONS MASSIFS**

### **1. Analyse de texture dans le système Y-Ba-Cu-O**

## **2. Echantillon R102 (CRPHT-Orléans)**

2.1. : Description de l'échantillon	59
2.2. : Texture de la phase '123'	62
2.3. : Relation plans cristallographiques/fissures	63
2.4. : Texture de la phase '211'	63

## **3. : Echantillon P85 (LCS-Bordeaux)**

3.1. : Description de l'échantillon	66
3.2. : Discussion	68

## **4. : Echantillon 11B (ISMRA, Crismat-Caen)**

4.1. : Description de l'échantillon	68
4.2. : Texture de la phase '123'	69
4.3. : Relation plan cristallographiques/fissures	70

## **5 : Echantillon VP1 (ISSN-Minsk)**

5.1. : Description de l'échantillon	71
5.2. : Texture de la phase '123'	71
5.3. : Texture de la phase '211'	72

## **6. : Echantillons XC1 et XC2 (Matformag, CNRS-Grenoble)**

6.1. : Technique utilisée et description de l'échantillon	73
6.2. : Texture de la phase '123'	73
6.3. : Texture de la phase '211'	75

## **7. : Echantillon FZ8 (Matformag, CNRS-Grenoble)**

7.1. : Technique utilisée et description des échantillons	75
7.2. : Texture de la phase '123'	76
7.3. : Texture de la phase '211'	79
7.4. : Courant critique de transport	82

## **8. : Echantillon d'Alcatel-Alsthom Recherche (AAR-Marcoussis)**

8.1. : Description des échantillons	82
8.2. : Jc, phase '211' et texture	83

8.3. : Analyse de texture de l'échantillon P83	
8.3.1. : <i>Etude par diffraction des rayons X</i>	84
8.3.2. : <i>Etude par diffraction des neutrons</i>	88
<b><u>9. : Discussion-Conclusion</u></b>	92
 <b>CHAPITRE IV : ANALYSE DE TEXTURE D'ÉCHANTILLONS MINCES</b>	
<b><u>1. Introduction</u></b>	95
<b><u>2. Description de la texture de films d'YBCO</u></b>	
2.1. : Modèle NCSL "Near Coincidence Site Lattice"	96
2.2. : Effet du substrat	
2.2.1. : <i>Substrats MgO orientés (100)</i>	98
2.2.2. : <i>Substrats (100)-SrTiO<sub>3</sub></i>	108
2.2.3. : <i>Substrats (012)-LaAlO<sub>3</sub></i>	110
2.3. : Fractions volumiques des orientations secondaires	112
2.4. : Analyse de texture par diffraction d'électrons	
2.4.1. : <i>Diagrammes de Kikuchi</i>	117
2.4.2. : <i>Pseudo-lignes de Kikuchi</i>	117
2.4.3. : <i>Résultats</i>	118
<b><u>3. : Effet de l'épaisseur, films déposés sur (100)-MgO</u></b>	120
<b><u>4. : Texture et propriétés physiques (J<sub>c</sub>, R<sub>s</sub>)</u></b>	123
<b><u>5 : Texture des précipités de CuO dans les échantillons MOCVD</u></b>	128
<b><u>6. : Texture de pré-dispositifs Josephson</u></b>	132
<b><u>7. : Conclusion</u></b>	133
<b>CONCLUSION GÉNÉRALE</b>	134
<b>BIBLIOGRAPHIE</b>	136

## Résumé

Ce travail traite de l'analyse de la texture cristallographique de céramiques et de couches minces du composé  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ , et de l'effet de cette texture sur les propriétés supraconductrices, principalement la densité de courant critique ( $J_c$ ).

La diffraction des rayons X a été surtout utilisée, complétée pour certains échantillons par la diffraction des neutrons et la rétrodiffusion des électrons. Dans le cas de l'utilisation des rayons X et de la géométrie de Schulz par réflexion, les corrections de défocalisation indispensables à l'analyse quantitative des orientations préférentielles dans des couches minces et des multicouches ont été développées. Par ailleurs les conditions expérimentales adaptées à l'étude d'échantillons très texturés, massifs ou minces ont été précisées.

Les échantillons massifs les plus texturés ont été élaborés par des méthodes dérivées de la technique *Melt Texture Growth*. En général, les échantillons texturés en volume présentent deux orientations proches l'une de l'autre permettant d'expliquer les valeurs relativement faibles des densités de courant critique mesurées. La phase "verte"  $\text{Y}_2\text{BaCuO}_5$  ne semble pas texturée dans les échantillons étudiés. L'importance de la texture sur  $J_c$  est clairement mise en évidence dans ce type d'échantillons, même si l'établissement d'une relation quantitative reste délicate.

Pour les couches minces hétéro-épitaxiées, l'utilisation d'un substrat monocristallin MgO orienté (001) entraîne une interface très perturbée pouvant expliquer les mauvaises propriétés supraconductrices des couches déposées (par rapport aux dépôts réalisés sur des substrats offrant un meilleur accord de maille avec YBCO). La densité de courant critique est reliée quantitativement au degré de texture des films. De faibles pourcentages d'orientations secondaires diminuent  $J_c$  de façon importante, inversement la présence de précipités de CuO peut avoir un effet bénéfique.

Enfin l'analyse de la texture de dispositifs expérimentaux a permis la caractérisation quantitative des orientations imposées artificiellement et nécessaires à la création de jonctions Josephson.

**Mots-clés :** analyse de texture, défocalisation,  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ,  $\text{Y}_2\text{BaCuO}_5$ , CuO, densité de courant critique, NCSL, joints de grain, effet Josephson.

## INTRODUCTION

Peu de domaines de recherche auront déclenché en si peu de temps un engouement tel que l'étude des supraconducteurs à haute température critique. Il faut dire que, si le phénomène nommé "supraconductivité" a été observé dans l'élément Hg pour la première fois en 1911 par K. Onnes [1], il aura fallu attendre environ 50 ans pour qu'un alliage capable de transporter des courants intenses sous des champs magnétiques élevés ( $\text{Nb}_3\text{Sn}$ ) soit découvert. Ce dernier ne possède qu'une température critique ( $T_c$ ) de 23K, température considérée alors comme une limite quasiment théorique d'après les travaux de Bardeen, Cooper et Schrieffer [2] (en fait la "théorie BCS" prédit plutôt une  $T_c$  maximum voisine de 30K). De même, une preuve directe de l'existence de paires de Cooper (prédites aussi par cette théorie) ne sera relatée qu'en 1993 [3]. Cependant l'espoir d'obtenir des  $T_c$  supérieures à 23K se réalise, en 1986, lorsque J.G. Bednorz et A. Müller [4] découvrent qu'un nouvel oxyde ternaire ( $\text{La}_{2-x}\text{Ba}_x\text{CuO}_4$ ) devient supraconducteur juste au-dessous de 35K, pour  $x=0.15$  environ, infirmant partiellement la théorie BCS. Cette découverte déclenchera le formidable regain d'intérêt pour la recherche de nouveaux composés supraconducteurs, en particulier dans les oxydes d'intercroissance. C'est ainsi que successivement de nombreuses phases à  $T_c$  élevée seront découvertes. Parmi celles-ci soulignons les phases occupant une place importante :  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  ( $T_c=92\text{K}$  pour  $\delta \approx 0$ ) synthétisée par M.K. Wu et al. [5] début 1987,  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CuO}_6$  ( $T_c=20\text{K}$ ) découverte par C. Michel et al. [6] plus tard dans l'année, et en 1988  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$  ( $T_c=80\text{K}$ ) et  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$  ( $T_c=110\text{K}$ ) découvertes par H. Maeda et al. [7], puis  $\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$  ( $T_c=110\text{K}$ ) et  $\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$  ( $T_c=125\text{K}$ ) par Z.Z. Scheng et al. [8], enfin en 1993, dans le système Hg-Ba-Ca-Cu-O,  $\text{HgBa}_2\text{CuO}_{4+\delta}$  ( $T_c=94\text{K}$ ) par S. Putilin & al. [9], une phase (de  $T_c > 130\text{K}$ ) par A. Schilling & al. [10] et  $\text{HgBa}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{8+\delta}$  ( $T_c > 150\text{K}$ ) par C.W. Chu & al. et M. Nuñez-Regueiro & al. [11,12].

Les potentialités d'applications de ces composés justifient fort bien cet engouement, mais ces applications se font attendre, et l'origine fondamentale de la supraconductivité est encore mal comprise dans ce type de matériaux, malgré tous les efforts fournis.

Néanmoins, la fabrication de certains de ces matériaux a aujourd'hui fortement progressé, que ce soit pour l'obtention d'échantillons massifs, de rubans ou de films minces, laissant envisager différents domaines d'applications et facilitant les études fondamentales. Parmi cette multitude de nouvelles phases,  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  a focalisé dès le début l'attention des chercheurs, naturellement puisqu'elle fût la première phase découverte présentant une  $T_c$  supérieure à 77K, mais aussi parce qu'elle est chimiquement plus "simple" (avec "seulement" trois types de cations) et qu'elle ne contient pas d'éléments nocifs (à l'inverse des composés au Thallium ou au Mercure). Le travail dont il est question ici traitera par conséquent uniquement de l'étude de cette phase, préparée selon différents processus expérimentaux.



Très tôt au sein du Laboratoire de Cristallographie s'est formée une équipe dont l'activité s'est orientée vers les déterminations structurales précises de tous ces composés, grâce à l'utilisation de diverses techniques de diffraction et de diffusion. Parallèlement est apparue la nécessité de dominer les problèmes de joints de grains dans ces céramiques, afin de pouvoir bénéficier au maximum de leurs propriétés physiques (très anisotropes). Dans de tels cas, la détermination de la taille des cristallites (ou granulométrie) et la caractérisation de leurs orientations préférentielles (ou texture) deviennent indispensables. Ces deux types de caractérisations macroscopiques sont aussi possibles par des méthodes de diffraction de rayonnements, ce qui a naturellement conduit P. Germe et M. Pernet, qui avaient déjà développé la granulométrie au sein du Laboratoire, à étendre leurs activités vers l'analyse de texture des matériaux.

Si les caractérisations granulométriques de la phase  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  massive, pure ou dopée avec divers éléments, ont été étudiées en détail dans un travail antérieur, l'analyse de la texture des échantillons n'avait été qu'abordée [13]. Au début de notre travail les films minces de ce matériau n'avaient pas suscité autant d'intérêt qu'actuellement.

Nous avons choisi d'adapter une technique classique d'analyse de texture (par diffraction des rayons X et tracé de figures de pôles) à l'étude des composés minces, dans le but de l'appliquer au système  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ . Après quelques rappels importants sur le phénomène de supraconductivité, la cristallographie et les grandeurs physiques caractérisant ce matériau (chapitre 1), nous aborderons de nombreux problèmes spécifiques liés à l'analyse de la texture des échantillons, et décrirons les solutions que nous avons apportées, à la fois pour les films minces et les échantillons massifs très texturés (chapitre 2). Nous donnerons dans ce même chapitre les limites de notre technique. Nous détaillerons ensuite l'étude de la texture d'échantillons massifs (chapitre 3), puis d'échantillons minces (chapitre 4), fabriqués par différentes méthodes, en essayant d'en tirer les conséquences pratiques pour un des paramètres importants du point de vue des applications pratiques du matériau  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  : la densité de courant critique.

Au cours des trois années passées au Laboratoire qui ont permis la concrétisation de ce travail, nous avons été confrontés à de multiples problèmes, ayant trait bien sûr à la méthode de caractérisation de la texture par diffraction des rayons X, mais aussi à l'emploi d'autres sources de rayonnement (neutrons et synchrotron), ainsi que d'autres méthodes d'investigation plus microscopiques (ECP, EBSD). L'intérêt indispensable porté aux caractérisations physiques (détermination des densités de courant critique par exemple), ainsi qu'aux nombreuses méthodes de fabrication des échantillons (MTG, MOCVD ...) nous a conduit à étendre notre champ d'intérêt ce qui fut grandement facilité par des collaborations. En effet, devant la complexité et la diversité des méthodes de préparation et de caractérisation des échantillons (en elles-mêmes affaires de spécialistes), le travail en collaborations efficaces est un garant de la qualité des résultats.

Ce travail a été initié au sein du Groupement Scientifique "Supraconducteurs à haute température critique - applications en électrotechnique", constitué en 1987, qui réunissait plusieurs laboratoires publics (Le CRISMAT-ISMRA de Caen, le LCS de Bordeaux, le CRTBT et le Laboratoire de Cristallographie de Grenoble) et des laboratoires industriels (le Centre de recherche d'Alcatel-Alsthom de Marcoussis et le Centre de Recherche de Rhône-Poulenc d'Aubervilliers). Son financement a été assuré conjointement par le CNRS et Alcatel-Alsthom-Recherche, et j'ai pu profiter au cours de ma thèse de nombreuses collaborations fructueuses, même après l'échéance de ce Groupement.

# **CONCLUSION**

Nous nous sommes attachés au cours de ce travail à décrire la texture cristallographique de nombreux échantillons d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  sous forme de céramiques ou de couches minces fabriqués par des techniques très diverses et souvent sophistiquées. Ce travail n'aurait pu aboutir sans les nombreuses collaborations qu'entretient le Laboratoire de Cristallographie avec d'autres laboratoires publics et industriels.

Avant d'aborder l'étude de la texture d'échantillons très texturés, nous avons dû adapter la technique d'analyse à ce type d'échantillons. En particulier, nous avons développé les méthodes de corrections pour l'analyse de couches minces pas nécessairement de type YBCO. Ces corrections sont indispensables pour une détermination précise des diverses composantes de la texture.

Certaines limitations instrumentales sont apparues dans notre dispositif, intrinsèques à la mécanique du goniomètre. Elles seront certainement surmontées par l'acquisition d'un nouveau goniomètre plus performant.

En ce qui concerne les échantillons massifs d'YBCO, les techniques d'élaboration de type MTG fournissent des échantillons très texturés. Nous avons pu mettre en évidence plusieurs faits :

- lorsque la géométrie de l'échantillon le permet, des textures se développent en surface sans conduire nécessairement à une texturation en volume de l'échantillon.

- deux orientations proches l'une de l'autre sont fréquemment rencontrées dans ces échantillons. Nous pensons que ces deux orientations proviennent d'un processus de polygonisation du matériau. Ces orientations, même faibles, peuvent entraîner une diminution des propriétés supraconductrices de transport.

- la texture des précipités de phase verte n'a pas été mise en évidence dans ces composés. Cette texture est cependant difficile à observer par diffraction des rayons X, et des études par diffraction de neutrons deviennent indispensables.

- si de façon globale on peut observer une corrélation nette entre le degré de texture et le courant critique dans ces échantillons, il est difficile de relier quantitativement ces deux grandeurs, la comparaison entre plusieurs échantillons restant délicate.

Dans le cas des couches minces, l'établissement de textures type a permis une étude quantitative. En particulier nous avons pu montrer l'adaptation cristallographique des couches d'YBCO sur les substrats de  $\text{MgO}$ , corrélée aux propriétés supraconductrices. L'existence d'une zone très perturbée à l'interface peut expliquer la détérioration des propriétés supraconductrices des couches déposées sur ce type de substrat (par rapport aux dépôts réalisés sur  $\text{SrTiO}_3$ ).

Nous avons montré la corrélation quantitative entre la densité de courant critique et la texture des couches. Cette étude a révélé l'effet catastrophique de la présence des orientations secondaires, même en très faibles pourcentages.

La comparaison entre des films élaborés par deux techniques différentes a mis en évidence l'effet bénéfique sur le courant critique des précipités de CuO, eux-mêmes texturés selon plusieurs orientations préférentielles.

Nous avons enfin démontré la faisabilité et l'importance de l'analyse de la texture de prédispositifs pour l'électronique. Nous espérons pouvoir bénéficier des avantages du rayonnement synchrotron pour affiner ce type d'analyse et atteindre l'échelle de la microtexture.

# **BIBLIOGRAPHIE**

-----  
**CHAPITRE 1**  
 -----

- [1] : K. Onnes, Comm. Phys. Lab.-University of Leiden, n°122b, (1911).
- [2] : J. Bardeen, L.N. Cooper & J.R. Schrieffer, Phys. Rev. **106**, 162 (1957).
- [3] : P. Lafarge, P. Joyez, D. Esteve, C. Urbina & M.H. Devoret, Nature **365**, 422 (1993).
- [4] : J.G. Bednorz et K.A. Müller, Z. für Phys. **B64**, 189 (1986).
- [5] : M.K. Wu, J.R. Ashborn, C.J. Torng, P.H. Hor, R.L. Meng, L. Gao, Z.J. Huang, Y.Q. Wang & C.W. Chu, Phys. Rev. Lett. **58**, 908 (1987).
- [6] : C. Michel, M. Hervieu, M.M. Borel, A. Grandin, F. Deslandes, J. Provost & B. Raveau, Z. für Phys. **B68**, 421 (1987).
- [7] : H. Maeda, Y. Tanaka, M. Fukutumi & T. Asano, Jap. J. Appl. Phys. **27**, L209 (1988).
- [8] : Z.Z. Scheng & A.M. Hermann, Nature **332**, 138 (1988).
- [9] : S.N. Putilin, E.V. Antipov, O. Chmaissem & M. Marezio, Nature **362**, 226 (1993).
- [10] : A. Schilling, M. Cantoni, J.D. Guo & H.R. Ott, Nature **363**, 56 (1993).
- [11] : C.W. Chu, L. Gao, F. Chen, Z.J. Huang, R.L. Meng & Y.Y. Xue, Nature **365**, 323 (1993).
- [12] : M. Nuñez-Regueiro, J.L. Tholence, E.V. Antipov, J.J. Capponi & M. Marezio, Science **262**, 97 (1993).
- [13] : M. Ingold, Thèse de l'Université Joseph Fourier, Grenoble, 1990.
- [14] : R. Chevrel, M. Sergent & J. Prigent, J. Sol. Stat. Chem. **3**, 515 (1971).
- [15] : J.M. Williams, A.J. Schultz, U Geiser, K.D. Carlson, A.M. Kini, H.H. Wang, W.K. Kwok, M.H. Whangbo & J.E. Schirber, Science **252**, 1501 (1991).
- [16] : W.A. Little, Phys. Rev. **134 (6A)**, 1416 (1964).
- [17] : Z. Iqbal, R.H. Baughman, B.L. Ramakrishna, S. Khare, N.S. Murthy, H.J. Bornemann & D.E. Morris, Science **254**, 826 (1991).
- : K. Tanigaki, T.W. Ebbesen, S. Saito, J. Misuki, J.S. Tsai, Y. Kubo & S. Kuroshima, Nature **352**, 222 (1991).
- [18] : N.F. Mott, Contemporary Phys. **31**, 373 (1990).
- [19] : V.L. Ginzburg, Contemporary Phys., **33**, 15 (1992).
- [20] : D.M. Newns, C.C. Tsuei, P.C. Pattnaik & C.L. Kane, Comments Cond. Mat. Phys. **15**, 273 (1992).
- [21] : W. Meissner & Ochsenfeld, Naturwiss. **21**, 787 (1933).
- [22] : C. Kittel, "Physique de l'état solide", 5<sup>e</sup> édition Dunod Université, p387 (1983).
- [23] : F. London & H. London, Proc. Roy. Soc. **A149**, 72 (1935).
- [24] : M. Tinkham, "Introduction to superconductivity", International Student Editor, Mc Graw Hill (1975).
- [25] : J. Bardeen, L.N. Cooper & J.R. Schrieffer, Phys. Rev. **108**, 1175 (1957).
- [26] : V.L. Ginzburg & L.D. Landau, J. Exp. Theo. Phys. USSR **20**, 1064 (1950).
- [27] : B.S. Deaver & W.M. Fairbank, Phys. Rev. Lett. **7**, 43 (1961).
- : R. Doll & M. Nabauer, Phys. Rev. Lett. **7**, 51 (1961).
- [28] : A.A. Abrikosov, Soviet. Phys. JETP **5**, 1174 (1957).
- [29] : P.L. Gammel, D.A. Huse, R.N. Kleiman, B. Batlogg, C.S. Oglesby, E. Bucher, D.J. Bishop, T.E. Mason & K. Mortensen, Phys. Rev. Lett. **72**, 278 (1994).
- [30] : U. Ullmaier, Com. in Sol. Stat. Phys. **5**, 81 (1973).
- [31] : K. Harada, T. Matsuda, H. Kasai, J.E. Bonevich, T. Yoshida, U. Kawabe & A. Tonomura, Phys. Rev. Lett. **71**, 3371 (1993).
- [32] : D.A. Huse, Phys. Rev. **B46**, 8621 (1992).
- [33] : J.R. Clem, Phys. Rev. **B43**, 7837 (1991).
- : W. Gerhäuser, G. Ries, H.W. Neumüller, W. Schmidt, O. Eibl, G. S-Ischenko & S. Klaumüser, Phys. Rev. Lett. **68**, 879 (1992).
- [34] : K.G. Frase & D.R. Clarke, Adv. Ceram. Mat. **2**, 3B 295 (1987).
- [35] : C.P. Bean, Phys. Rev. Lett. **8**, 250 (1962).
- : C.P. Bean, Rev. Mod. Phys. **36**, 31 (1964).
- [36] : J.W.C. de Vries, G.M. Stolmann & M.A.M. Gijs, Phys. C **157**, 406 (1989).
- [37] : E. Meilikhov & Y. Gershanov, Phys. C **157**, 431 (1989).
- [38] : J.F. Kwak & E.L. Venturini, Phys. Rev. B **16**, 9749 (1988).
- [39] : J. Fick, E. Mossang, O. Thomas, F. Weiss, D. Boursier, R. Madar, J.P. Senateur, S.K. Agarwal & C. Schlenker, "High Tc Superconductor Thin Films", L. Corraera editor, Elsevier Science Publishers p79 (1992).
- [40] : F. Weiss, J. Fick, J. Hudner, E. Mossang, P.Q. Phô, O. Thomas & J.P. Senateur, Cryogenics **33**, 497 (1993).
- [41] : T. Ishida & H. Mazaki, J. Appl. Phys. **52**, 6798 (1981).
- [42] : J.H. Claassen, M.E. Reeves & R.J. Soulen, Rev. Sci. Instr. **62**, 996 (1991).

- [43] : E. Mossang, thèse de l'Université Joseph Fourier, Grenoble, 1993.
- [44] : N. Pellerin, thèse de l'Université d'Orléans, 1992.
- [45] : P. Marchet, thèse de l'Université de Limoges, 1992.
- [46] : M. Schwerdtfeger, Thèse de l'Université de Grenoble, (1993).
- [47] : B. Raveau, C. Michel & M. Hervieu, "Modern Perspectives in Inorganic Crystal Chemistry", édité par E. Parthé, NATO ASI Serie C, KAP, vol.382, p233 (1992).
- [48] : M. Guillaume, P. Allenspach, J. Mesot, B. Roessli, U. Staub, P. Fisher & A. Furrer, Z. Phys. B **90**, 13 (1993).
- [49] : J.M. Tarascon, L.H. Greene, B.G. Bagley & W.R. Mc Kinnon, Novel Superconductivity, editeur S.T. Wolf, V.Z. Kresin, Plenum Press, p705 (1987).
- [50] : J.J. Capponi, C. Chaillout, A.W. Hewat, P. Lejay, M. Marezio, N. Nguyen, B. Raveau, J.L. Soubeyroux, J.L. Tholence & R. Tournier, Europhys. Lett. **3**, 1301 (1987).
- [51] : F. Beech, S. Miraglia, A. Santoro & R.S. Roth, Phys. Rev. B **35**, 8778 (1987).
- [52] : J.E. Greedan, A.H. O'Reilly & C.V. Stager, Phys. Rev. B **35**, 8770 (1987).
- [53] : Y. LePage, W.R. McKinnon, J.M. Tarascon, L.H. Greene, G.W. Hull & D.M. Hwang, Phys. Rev. B **35**, 7245 (1987).
- [54] : W.H. Zachariassen, J. Less Comm. Met. **62**, 1 (1978).
- [55] : J.B. Goodenough & A. Manthiram, J. Sol. Stat. Chem. **88**, 115 (1990).
- [56] : P. Strobel, J.J. Capponi, C. Chaillout, M. Marezio & J.L. Tholence, Nature **327**, 306 (1987).
- [57] : P. Strobel, J.J. Capponi, M. Marezio & P. Monod, Sol. Stat. Comm. **64**, 513 (1987).
- [58] : E.D. Specht, C.J. Sparks, A.G. Dhere, J. Brynestad, O.B. Cavin, D.M. Kroeger & H.A. Oye, Phys. Rev. B **37**, 7426 (1988).
- [59] : J.D. Jorgensen, B.W. Veal, A.P. Paulikes, L.J. Nowicki, G.W. Crabtree, H. Claus & W.K. Kwok, Phys. Rev. B **41**, 1863 (1990).
- [60] : J.L. Hodeau, C. Chaillout, J.J. Capponi & M. Marezio, Sol. Stat. Comm. **64**, 1349 (1987).
- [61] : P. Skjjerpe, A. Olsen, J. Tafto, M. Suenaga, Y. Zhu & R. Moodenbaugh, Philo. Mag. B **65**, 1067 (1992).
- [62] : K. Osamura & W. Zhang, Z. Metallkunde **82**, 408 (1991).
- [63] : P. Bordet, J.J. Capponi, C. Chaillout, D. Chateigner, J. Chenavas, T. Fournier, J.L. Hodeau, M. Marezio, M. Perroux, G. Thomas & A. Varela-Losada, Phys. C **193**, 178 (1992).
- [64] : J. Wang, L. Tessler, G. Desgardin, A. Maignan, J. Provost & B. Raveau, J. Phys. III **2**, 225 (1992).
- [65] : E. Kaldis, P. Fisher, A.W. Hewat, E.A. Hewat, J. Karpinsky & S. Rusiecki, Phys. C **159**, 668 (1989).
- [66] : A.W. Hewat, P. Fisher, E. Kaldis, J. Karpinsky, S. Rusiecki & E. Jilek, Phys. C **167**, 579 (1990).
- [67] : K. Dembinski, M. Gervais, P. Odier & J.P. Coutures, J. Less Com. Met. **164**, 177 (1990).
- [68] : M. Murakami, "Material and structural aspects of high temperature superconductivity", édité par E. Kaldis, NATO ASI Serie C, KAP, vol.383, p (1993).
- [69] : W.E. Lawrence & S. Doniach, Proceedings of LT12, 361 (1971), Editeur E. Kanda, Academic press of Japan.
- [70] : J.R. Clem, Physica C **162-164**, 1137 (1989).
- [71] : A. Umezawa, G.W. Crabtree, J.Z. Liu, J.Z. Moran, T.J. Malik, S.K. Numez, L.H. Kwok & W.L. Sowers, Phys. Rev. B **38**, 2843, (1988).
- [72] : C.J. Liu, Thèse de l'Université de Grenoble, 1992.
- [73] : G.V.S. Rao & U.V. Varadaraju, Chemistry of HTcS, edited by C.N.R. Rao (World scientific, Singapore, 1991), p126.
- [74] : M. Lei, J.L. Sarrao, W.M. Visscher, T.M. Bell, J.D. Thompson, A. Migliori, U.W. Welp & B.W. Veal, Phys. Rev. B **47**, 6154, (1994).
- [75] : K.B. Lyons, S.H. Liou, M. Hong, H.S. Chen, J. Kwo & T.J. Negran, Phys. Rev. B **36**, 5592, (1987).
- [76] : M.D. Kirk, D.P.E. Smith, D.B. Mitzi, J.Z. Sun, D.J. Webb, K. Char, M.R. Hahn, M. Naito, B. Oh, M.R. Beasley, T.H. Geballe, R.H. Hammond, A. Kapitulnik & C.F. Quate, Phys. Rev. B **35**, 8850, (1987).
- [77] : J.R. Kirtley, Int. J. Mod. Phys. **4**, 201, (1990).
- [78] : D. Dimos, P. Chaudhari, J. Mannhart & F.K. Legoues, Phys. Rev. Lett. **61**, 219, (1988).
- [79] : D. Dimos, P. Chaudhari & J. Mannhart Phys. Rev. B **41**, 4038, (1990).
- [80] : T.K. Worthington, W.J. Gallagher & T.R. Dinger, Phys. Rev. Lett. **59**, 1160, (1987).
- [81] : S. Jin & J.E. Graebner, Mat. Sci. and Eng. B **7**, 243, (1987).



-----  
**CHAPITRE 2**  
-----

- [82] : H.R. Wenk, "Preferred orientation in deformed metals and rocks : an introduction to modern texture analysis", edited by H.R. Wenk, Academic press Inc., 1985.
- [83] : H.J. Bunge & C. Esling, "Quantitative texture analysis", H.J. Bunge editor, DGM, (1982).
- [84] : International Tables for Crystallography Volume A, space group symmetry, edited Theo Hahn IUCr, p4, (1983).
- [85] : H.J. Bunge, "Experimental techniques in texture analysis", H.J. Bunge editor, DGM, (1985).
- [86] : J.R. Holland, Adv. X-ray Anal. **7**, 86, (1964).
- [87] : L.G. Schulz, J. Appl. Phys. **20**, 1030, (1949).
- [88] : J.C. Couterne & G. Cizeron, J. Appl. Cryst. **4**, 461, (1971).
- [89] : B. Gale & D. Griffiths, J. App. Phys. **11**, 96, (1960).
- [90] : W.P. Chernock & P.A. Beck, J. Appl. Phys. **23**, 341, (1952).
- [91] : C. Feng, J. Appl. Phys. **36**, 3432, (1965).
- [92] : E. Tenckhoff, J. App. Phys. **41**, 3944, (1970).
- [93] : Powder Diffraction File JCPDS-ICDD.
- [94] : E.M.C. Huijser-Gerits & G.D. Rieck, J. Appl. Cryst. **7**, 286, (1974).
- [95] : Y. Iijima, K. Onabe, N. Futaki, N. Tanabe, N. Sadakata, O. Kohno & Y. Ikeno, J. Appl. Phys. **74**, 1905, (1993).
- [96] : E. Narumi, L. Song, C. Li, Y.H. Kao, S. Patel, D.T. Shaw, S. Shue & K. Fujino, Jap. J. Appl. Phys., **30**, 585, (1991).
- [97] : H.R. Wenk, J. Appl. Cryst. **25**, 524, (1992).

-----  
**CHAPITRE 3**  
-----

- [98] : D. Delagnes, N. Pellerin, A.R. Fert, P. Odier, A. Mari, X. Bozec & J.P. Redoules, Physica C**211**, 355, (1993).
- [99] : P.J. Kung, M.P. Maley, M.E. McHenry, J.O. Willis, M. Murakami & S. Tanaka, Phys. Rev. B**48**, 13922, (1993).
- [100] : C.B. Eom, A.F. Marshall, Y. Suzuki, T.H. Geballe, B. Boyer, R.F.W. Pease, R.B. Van Dover & J.M. Phillips, Phys. Rev. B**46**, 11902, (1992).
- [101] : M. Murakami, M. Morita & N. Koyama, Jap. J. Appl. Phys. **28**, L1125, (1989).
- [102] : M. Murakami, S. Gotoh, N. Koshisuka, S. Tanaka, T. Matsushita, S. Kambe & K. Kitazawa, Cryogenics **30**, 390, (1990).
- [103] : C. Magro, Thèse de l'Université de Bordeaux I, (1992).
- [104] : I. Monot, M. Leprore, J. Provost, G. desgardin, B. Raveau, D. Bourgault, J.M. Barbut, D. Braithwaite & R. Tournier, Supercond. Sci. Technol. **5**, 712, (1992).
- [105] : V. Pankov, T. Fournier, M. Pernet, V.N. Shambalev & N.A. Kalanda, Mat. Res. Bull. **28**, 9, (1993).
- [106] : P. de Rango, M. Lees, P. Lejay, A. Sulpice, R. Tournier, M. Ingold, P. germi & M. Pernet, Nature **349**, 770, (1991).
- [107] : P. de Rango, Thèse de l'Université Joseph Fourier de Grenoble, (1992).
- [108] : D. Chateigner, P. Germi, M. Ingold & M. Pernet, Physica C**185-189**, 2411, (1991).
- [109] : J.M. Barbut, M. Barrault, F. Boileau, M. Ingold, D. Bourgault, P. de Rango & R. Tournier, to be published in J. Phys. III, (1994).
- [110] : D. Bourgault, J.M. Barbut, J. Ayache, D. Chateigner, R. Tournier, F.J. Gotor, C. Bahezre, P. Germi & M. Pernet, acceptée dans Physica C (proceedings de conférence M2S-HTSC IV).
- [111] : J. Bénard, A. Michel, J. Philibert & J. Talbot, "Métallurgie générale", Masson éditeur, p143 (1985).

-----  
**CHAPITRE 4**  
-----

- [112] : H.J. Scheel, M. Berkowski & B. Chabot, *J. Cryst. Growth* **115**, 19, (1991).  
[113] : D.G. Brandon, B. Ralph, S. Ranganathan & M.S. Wald, *Acta Met.* **12**, 813, (1964).  
[114] : R.W. Balluffi, A. Brokman & A.H. King, *Acta Met.* **30**, 1453, (1982).  
[115] : T.X.T. Sayle, C.R.A. Catlow, D.C. Sayle, S.C. Parker & J.H. Harding, *Phil. Mag.* **A68**, 565, (1993).  
[116] : D. Chambonnet, C. Fages, C. Belouet, H. Moriceau, M. Schwerdtfeger, J.C. Villégier & D. Keller, *J. All. Comp.* **195**, 243, (1993).  
[117] : C. Dubourdieu, G. Delabouglisse, O. Thomas, J.P. Senateur, D. Chateigner, P. Germi, M. Pernet, S. Hensen, S. Orbach & G. Müller, *Actes de congrès, EUCAS 93*.  
[118] : B. Stritzker, J. Schubert, U. Poppe, W. Zander, U. Kruger, A. Lubig & C. Buchal, *J. Less Com. Met.* **164-165**, 279 (1990).  
[119] : D.M. Hwang, T.S. Ravi, R. Ramesh, S.W. Chan, C.Y. Chen & L. Nazar, *Appl. Phys. Lett.* **57**, 1690, (1990).  
[120] : H. Suzuki, Y. Fujiwara, Y. Hirotsu, J. Chen, K. Nakajima & T. Yamashita, *Physica C* **190**, 75, (1991).  
[121] : J.D. Budai, R. Feenstra & L.A. Boatner, *Phys. Rev.* **B39**, 12355, (1989).  
[122] : J.C. Villegier, H. Moriceau, H. Boucher, R. Chicault, L. DiCioccio, A. Jäger, M. Schwerdtfeger, M. Vabre, C. Villard, *IEEE Trans. Magn.* **27**, 1552, (1991).  
[123] : F. Maurice, L. Meny & R. Tixier, "Microanalyse et Microscopie Electronique à Balayage", les éditions de physique, école d'été de St Martin d'Hères 11-16 septembre 1978, p395-415.  
[124] : J.P. Eberhart, "Analyse structurale et chimique des matériaux", Dunod éditeur, (1989), p270-274.  
[125] : A. Neminsky, J. Dumas, B.P. Thrane, C. Schlenker, H. Karl & B. Stritzker, *Phys. Rev.* **B50**, 3307, (1994).  
[126] : D.N. Matthews & K.H. Müller, *J. Appl. Phys.* **72**, 2964, (1992).  
[127] : P. Xavier, Thèse de l'Université de Grenoble, (1993).  
[128] : T.L. Hylton, A. Kapitunlnik, M.R. Beasley, J.P. Carini, L. Drabeck & G. Gruner, *Appl. Phys. Lett.* **53**, 1343, (1988).  
[129] : S.S. Laderman, R.C. Taber, R.D. Jacowitz, J.L. Moll, C.B. Eom, T.L. Hylton, A.F. Marshall, T.H. Geballe & M.R. Beasley, *Phys. Rev.* **B43**, 2922, (1991).

## **Abstract**

This work deals with crystallographic texture analysis of ceramics and thin layers of  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ , and with the texture effect on the superconducting properties, particularly on the critical current density ( $J_c$ ).

X-ray diffraction was chiefly used, completed for specific samples by neutron diffraction and electron backscattering diffraction. We have developed the defocusing corrections needed for quantitative texture analysis of thin samples and multilayers, in the case of X-ray diffraction using the Schulz reflection geometry. Experimental conditions adapted to highly textured samples are detailed.

Highly textured bulk samples were elaborated by derived Melt Texture Growth technics. Under certain conditions, the texture is developed from the free surfaces of the sample. Generally, bulk textured samples exhibit two nearly oriented textures, which explains the relatively low measured critical current densities. The "green"  $\text{Y}_2\text{BaCuO}_5$  phase does not seem textured in these samples. The texture and  $J_c$  relationship is clearly demonstrated in bulk samples, even if a quantitative description of the texture influence is still hard to establish.

In thin hetero-epitaxial layers, the observation of typical textures described in terms of near coincidence site lattices, allowed a quantitative texture analysis. Using a MgO (001) oriented single crystalline substrate, the interface region is very perturbed, giving rise to relatively bad superconducting properties of the layer (compared with other substrates offering better lattice matching with YBCO). The critical current density is quantitatively correlated to the texture degree of the films. Only weak volumic percentages of misorientations are necessary to strongly diminish  $J_c$ , while CuO precipitates can act in the opposite way.

Finally, texture analysis of experimental dispositives allows a quantitative characterization of artificially generated misorientations, needed for the elaboration of Josephson junctions.

**Keywords** : texture analysis, defocusing,  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ,  $\text{Y}_2\text{BaCuO}_5$ , CuO, critical current density, NCSL, grain boundaries, Josephson effect.