# YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-8</sub>薄膜微结构的同步辐射三维倒空间扫描研究<sup>\*</sup>

易栖如1) 熊沛雨2) 王焕华3) 李港1) 王云开1) 董恩阳1) 陈雨3) 沈

治邦"吴云"袁洁"金魁"高琛1)+

1) (中国科学院大学,物理科学学院,北京,101408)

2) (中国科学院物理研究所,北京,100190)

3) (中国科学院高能物理研究所,北京,100049)

#### 摘要

高温超导薄膜因其微波表面电阻低,可用于尖端高温超导微波器件的制作。 然而由于高温超导材料特殊的二维超导机制和极短的超导相干长度,高温超导材 料的微波表面电阻对微结构特别敏感。为了探究高温超导材料微结构和微波电阻 的联系,采用脉冲激光沉积(PLD)技术在(001)取向的MgO单晶衬底上生长了不 同厚度的YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub>(YBCO)薄膜。电学测量发现不同厚度的样品超导转变温 度、常温电阻差别不大,但超导态的微波表面电阻差异很大。同步辐射三维倒空 间扫描(3D-RSM)技术对YBCO薄膜微结构的表征表明: CuO<sub>2</sub>面平行于表面晶粒 (c晶)的多寡、晶粒取向的一致性是造成超导态微波表面电阻差异的主要原因。

关键词:三维倒空间扫描,YBCO薄膜,微结构 PACS: 61.05.cp, 68.65.-k,74.78.-w,

基金: 中央高校基本科研业务费专项资金资助 (批准号: E1E40207X2)

中国科学院大学高水平人才培育与稳定支持专项(批准号:E1EG0210X2、118900M018)

**† 通讯作者**. E-mail: gaochen@ucas.edu.cn

### 1 引言

先进功能薄膜的性能不仅取决于成分、晶体结构,还取决于微结构。例如铌 酸锂单晶的光学非线性并不强,但通过构建极化方向相反的周期性铁电畴,形成 铌酸锂铁电超晶格,可实现高效的准相位匹配<sup>[1-3]</sup>,获得极强的光学非线性,应 用于光学超晶格集成光子芯片<sup>[4]</sup>、高效非线性光束整形<sup>[5-7]</sup>等。再如,通过织构 化可以大幅提高无铅压电陶瓷的压电效应<sup>[8-9]</sup>等。高温超导薄膜的微波表面电阻 属于这类性质:高温超导薄膜的微波表面电阻不仅取决于由晶体结构决定的超导 转变温度,还强烈地依赖于晶粒取向、晶界多寡等微结构特性。

*YBa*<sub>2</sub>*Cu*<sub>3</sub>*O*<sub>7-δ</sub>(YBC0)<sup>[10-12]</sup>高温超导材料自1987年由美国休斯顿大学朱经武教 授和中国科学院物理研究所赵忠贤院士发现以来,在两个方面获得了应用:一是 以多晶线材输电为代表的强电应用<sup>[13-17]</sup>,二是以薄膜微波器件为代表的弱电应用 <sup>[18-21]</sup>。一方面,超导薄膜的微波表面电阻低,用其作为电极的微波器件具有插损 小、品质因子高、抗邻频干扰能力强等优势;另一方面,相比传统超导材料工作 的液氦温度,高温超导材料的工作温度处于液氮温区,因此,所需的制冷机体积 小、能耗低,有望在下一代移动通信、卫星微波通信中获得广泛应用。

由于超导体具有完全抗磁性,通常认为超导体内不能建立电磁场。但伦敦理 论证明:电磁场可以透入超导体一个有限的深度。对于高温超导材料,这个穿透 深度在100 nm量级、而根据超导的二流体模型,超导体中既存在超导电子,也存 在正常态的电子。对于静态场,伦敦理论要求超导体内的电场为零,正常态电子 不参与导电,超导体呈现出零电阻。但对于交变电磁场,超导体内的电场不再为 零。因此,穿透深度内的正常态电子在交变的微波电场作用下将会形成正常态的 电流,带来能量耗散,产生微波表面电阻。

对于YBCO,存在着强烈的超导各向异性:平行于*CuO*2面的相干长度(1.2-1.5 nm)远大于垂直于*CuO*2面的相干长度(0.1-0.3 nm)<sup>[22]</sup>,这就使得平行于*CuO*2 面的微波表面电阻和垂直于*CuO*2面的微波表面电阻差别很大。在实际的薄膜中,晶粒尺寸总是有限的,不可避免地存在晶界。晶界的存在一方面散射正常态电子,

另一方面在晶界厚度与超导相干长度相当时(YBC0恰恰属于这种情况)也会散射 超导电子对,抑制超导电流,两种过程都会引起微波表面电阻的上升。

在晶体结构方面,在YBCO的晶格常数a、b、c中,a、b相当,c约为a的三倍。 这就导致在微结构方面,YBCO薄膜中既存在c轴垂直于表面(*CuO*,面平行于表面, 微波表面电阻低)的晶粒(本文称为:c晶),也存在a轴、b轴垂直于表面(*CuO*, 面垂直于表面,微波表面电阻大)的晶粒(本文分别称为:a晶、b晶)。随着YBCO 薄膜厚度的增加,c晶的比例和薄膜的取向性会发生改变,特别是在不同生长工 艺下,薄膜微结构随着厚度的变化各不相同,临界电流密度也有较大差异<sup>[23-24]</sup>。 现有研究表明当YBCO薄膜的厚度超过1000nm时,它的临界电流密度急剧下降 <sup>[25-28]</sup>。对于c晶,晶粒在面内还可以有不同的取向,主要存在0°、45°两种取向(本 文分别称为:0°c晶、45°c晶),以及少量的无规取向。当两种面内取向的c晶都 存在的时候,它们之间必然会出现45°晶界,而此大角晶界会对薄膜的输运性能 产生较大的影响<sup>[29,52]</sup>。这样一来,即使晶体结构相同、超导转变温度相近,薄膜 的微波表面电阻也可以随c晶的含量、面内取向的一致性等差异而表现出很大的 差别。

因此,有必要深入研究YBCO薄膜的微结构,构建YBCO薄膜微结构和微波表面 电阻的关系,更好地指导薄膜沉积工艺的改进和优化,获得微波表面电阻更低的 YBCO薄膜。

迄今为止,人们已发展了很多微结构的表征方法,分为实空间和倒空间两大 类。电子显微镜、原子力显微镜和扫描隧道显微镜是实空间表征技术的典型代表。 透射电子显微镜的分辨率可达亚原子量级,并可直观地显示原子结构、晶界等信 息<sup>[33-36]</sup>。但是,电子显微镜的视场较小,且制样时需要切割或打磨样品。这样的 制样过程有可能扰动样品原始的结构、微结构。原子力显微镜、扫描隧道显微镜 虽然可以高分辨无损的测量样品,但获得的只是样品的表面形貌<sup>[37-40]</sup>。

倒空间微结构表征技术的代表是X射线衍射<sup>[41-45]</sup>。同实空间的成像一样,倒 空间的X射线衍射不仅可用于多晶的物相分析、单晶的晶体结构解析、也可用于 微结构的表征,而且具有视场大(统计平均性好)、无需制样等优势。近年来, 人们依托同步辐射发展了高分辨的快速二维倒空间扫描、三维倒空间扫描 (3D-RSM)等X射线衍射技术<sup>[46-50]</sup>,并将其用于BiFeO<sub>3</sub>/LaSrA10<sub>4</sub>(001)外延膜复杂 的相演化<sup>[51-52]</sup>、(PbTiO<sub>3</sub>/SrTiO<sub>3</sub>)<sub>n</sub>/SrTiO<sub>3</sub>超晶格中PbTiO<sub>3</sub>极化涡旋等的微结构<sup>[53]</sup>、 PMN-PT单晶的电畴翻转类型及比例,建立微结构和1oop形式应变-电场曲线的关 联<sup>[54]</sup>等的研究。

基于上述背景,本文利用基于同步辐射的3D-RSM研究了YBCO/MgO(001)薄膜 的微结构,特别是取向关系、c晶含量,并将其和薄膜的微波电阻联系起来,有 望对YBCO薄膜沉积工艺的改进、进而对高温超导微波器件性能的提升提供助力。

2 实验

实验使用的YBCO薄膜采用脉冲激光沉积(PLD)技术在(001)取向的MgO单晶 衬底上生长得到。所用靶材通过固相反应法合成,生长所使用的系统为自行设计 搭建,具有较小的生长腔室,方便在较短的时间内完成充氧过程。轰击靶材的激 光波长为355 nm。在沉积过程中,衬底被加热到750℃,生长腔内维持0.2-0.6 Torr 范围内的氧压。沉积结束后,腔体内充入一个大气压的纯氧,同时样品被降温至 650℃,并维持20分钟后再降至室温敢样。薄膜厚度通过激光脉冲数控制,预估 的数值与通过扫描电子显微镜(SEM)观测样品截面得到的结果基本一致。本文 中用到400 nm和1000 nm厚样品各一片,分别称为#1、#2样品。

YBCO/MgO(001)薄膜的 3D-RSM 表征在北京同步辐射装置 1W1A 实验站完成。 实验所用 X 射线的波长为 0. 15438 nm,主要实验装置有:Huber 五圆衍射、Pilatus 100K 面阵探测器(像素尺寸为 172 μm,像素数目 487×195)。样品放置在五圆 衍射仪的中心,样品-面阵探测器中心之间的距离约为 145 mm。实验的衍射几何 如图 1 所示,通过衍射仪 Φ、x、ω三个方向的转动,可以带动样品转动,使特 定指数的倒格点与 Ewald 球相交。面阵探测器一次可以采集倒易空间的一个弧面。 通过转动样品、面阵探测器,可以获得一系列倒易空间的弧面,由这些弧面可重 构成倒格点附近衍射强度的三维倒空间分布。用此方法,我们分别采集了 YBCO 薄膜(006)、(108)、(109)三个衍射位置附近的 3D-RSM。



图 1 3D-RSM 衍射几何的示意图

Fig.1. Schematic diagram of 3D-RSM

# 3 结果和讨论

## 3.1 YBCO 薄膜超导电性的测量

对样品直流特性的测量基于四端子法在物理性质测量系统 (PPMS)中进行,

2

通过样品电阻随温度的依赖关系,进而确定超导转变温度 *T*<sub>c0</sub>。#1,#2 样品的 *T*<sub>c0</sub> 分别是 90 K 和 92 K (见图 2(a))。根据 YBCO 氧含量和超导转变温度的物性相 图,两样品的氧含量都比较高,相应的晶体结构都属于 0I 正交相<sup>[12]</sup>。

表面电阻测量在谐振中心 9.375 GHz 的蓝宝石介质腔中进行、该腔体在室温 下的品质因数 *Q*为 45000, 蓝宝石圆柱体的中心有一个小孔, 专门设计用于 TE011 模式下的小样品测量。尺寸为 1-1.5 mm 的样品放在孔的中间,由一根非常细的 蓝宝石柱支撑,但与圆柱体隔离。空腔密封在浸有液氮的真空室中,蓝宝石柱(即 样品)的温度可控制在 77 K至 100 K之间,稳定性约为±1 mK,同时空腔保持 在 77 K。通过矢量网络分析仪(Agilent N5230C)测量薄膜和相同衬底上没有 薄膜样品的谐振频率及品质因数 *Q*的温度依赖性,根据两者的品质因数差得出微 波表面电阻(详细测量原理和方法可参加文献<sup>[55-56]</sup>):

其中 *A*<sub>s</sub>=0.00036 **Ω**<sup>\*</sup> 是样品的几何因子,由样品在温度大于 *T*<sub>c0</sub>时的电阻率值进 行校准。图 2(b)是由式(1)得到的#1、#2 样品在 10 GHz 频率下的微波表面电阻 随温度的变化情况。在 *T*=77 K时,#1 和#2 样品的表面电阻 *R*<sub>s</sub>分别为 17.65 mΩ 和 1.06 mΩ,相差超过一个量级,远大于正常态时的差异。暗示了两者的微结构 可能存在较大的差异。

=  $(Q_{with sample}^{-1} - Q_{without sample}^{-1}) / A_s$ 



temperature for sample 1#, sample 2#.

3.2 YBCO 薄膜中 c 晶的面内取向

YBCO薄膜中可能存在着a晶、b晶和c晶。由于YBCO的二维超导机制,对微 波电流而言,c晶晶粒因*CuO*2面平行于微波电流的方向而表现出极低的微波表面 电阻。相反地,a晶晶粒和b晶晶粒中的微波电流垂直于*CuO*2面,故表现出较大的 微波表面电阻、基于这一考虑,首先选择c晶特有的(108)衍射,分析c晶的面内 取向。



图 3 (a) 1#样品,和(b) 2#样品(108)衍射峰的 3D-RSM; (c) 1#样品,和(d) 2# 样品(108)衍射峰 3D-RSM 在水平面上的投影。

Fig.3. (a) 3D-RSM of (108) diffraction peaks for sample 1#, and (b) sample 2#; (c) projection of (108) 3D-RSM of sample 1#, and (d) sample 2# on the horizontal plane.

图3(a)、(b)分别给出了400 nm、1000 nm厚YBCO/MgO(001)薄膜(108) 衍射峰的3D-RSM。图3(c)、(d)分别是(a)、(b)在水平面上的投影。从图中可以 看出两点:一、应变已经释放。根据YBCO(108)衍射峰位置计算出来的面内晶格 常数(0.387 nm)和YBCO体相的值(a<sub>YBCO</sub>=0.382 nm、b<sub>YBCO</sub>=0.389 nm)非常接近, 而和MgO的0.420 nm差别较大。二、尽管应变已经释放,但薄膜和衬底间保持了 非常好的取向关系。在400 nm厚YBCO薄膜中,存在0°、45°方向两个强度接近的 衍射斑,并有一个较弱的衍射环,表明薄膜中主要有YBCO[100]||MgO[100]和 2 YBCO[110]||MgO[100]两种不同取向的晶粒(即0°c晶和45°c晶)和少量无规取向 的晶粒;而对1000nm厚的YBCO薄膜,衍射环消失,且两个方向衍射斑的强度也表 现出明显的差异,主要集中到了45°的方向上,表明薄膜中的晶粒基本都按 YBC0[110]||Mg0[100]进行取向,已不存在无规取向的晶粒。

接着,我们利用3D-RSM衍射峰的三维积分强度估算了几种取向晶粒的含量。 400 nm膜中,无规取向、0°方向和45°方向晶粒分别占比12%、34%和54%;而1000 nm膜中,0°方向和45°方向晶粒则分别占3%和97%。由此可见,和400 nm厚YBC0 薄膜相比,1000 nm厚薄膜中的45°晶粒明显增多,相应地45°晶界一定会明显减 少,这是其表面微波电阻低的原因。

3.3 YBCO 薄膜中的 a 晶占比

接下来,我们用YBCO的(200)衍射峰分析a晶的占比。如图4所示,400 nm和 1000 nm厚YBCO薄膜(200)衍射的3D-RSM都表现出两个峰,其中q<sub>z</sub>=5.24 nm<sup>-1</sup>处的 弱峰则对应a晶的(200),而q<sub>z</sub>=5.14 nm<sup>-1</sup>处的强峰对应于c晶的(006)和b晶的(020)。 由于c晶的(006)和b晶的(020)过于接近,本实验的条件无法将其区分开。



图 4 (a) 1 # 样品,和 (b) 2 # 样品 (200) 衍射峰的 3D-RSM。

Fig.4. 3D-RSM of (a) sample #1, and (b) sample #2 around the (200) diffraction peak.  $\frac{2}{2}$ 

同样根据3D-RSM衍射峰的三维积分强度估算: 400 nm厚YBCO薄膜中, a晶的

占比为2.7%,b晶、c晶合起来占97.3%;1000 nm厚YBCO薄膜中a晶的占比3.0%,b 晶、c晶合起来占97.0%。a晶的占比随着膜厚的增加变化不大。

3.4 YBCO薄膜中的c晶/b晶比

为了能够获得c晶/b晶的含量比,进而推算出c晶的占比,我们进一步分析了 YBCO(109)的3D-RSM。图5(a)、(b)分别是400 nm、1000 nm厚YBCO/MgO(001)薄膜 (109)的3D-RSM。图中同时给出了(108)的3D-RSM。同3.3节的分析一样,由于YBCO 晶胞参数b和c差别非常小,q<sub>z</sub>=7.71 nm<sup>-1</sup>处的衍射峰包含着c晶(109)和b晶(130) 的贡献。但是(108)只来自于c晶,这就让我们有可能通过YBCO(108)、(109)衍射 强度的比值,由(108)峰的强度推算(109)/(130)衍射峰中(109)的贡献,进而分 离出(130)的强度、确定c晶/b晶的相对含量。



(d) are vertical cross sections of (a) and (b) in the 45° direction.

表1列出了标准卡片(PDF Card 00-038-1433<sup>[57]</sup>)给出的相关衍射峰(及其 对称峰)的相对强度,可以看出:(108)、(018)峰的相对强度分别为13、5,而 (109)、(019)和(130)峰的相对强度分别为6、4和5。表1同时给出了不同厚度 2 样品各个衍射峰的实测强度。

	衍射峰实测三维积分强度		
	(108) (018)	(109) (019) (130)	
卡片上的相对强度	13 5	6 4 5	
YBCO 400nm	9.136 × 10 <sup>6</sup>	$5.974  imes 10^{6}$	
YBCO 1000nm	$11.503 \times 10^{6}$	$7.769 \times 10^{6}$	
根据以上分析,根据表 I <sub>10</sub> 计算出(109)/(130)峰中(1	表中(108)峰的实测强 $I_{19/108} = \frac{I_0(109) + I_0}{I_0(108) + I_0}$	<b>虽度I<sub>108</sub>,可由:</b> (019) (018) I <sub>108</sub> 分离后(109)、(130)峰的强	百度列
于表 2。式中 <i>I</i> <sub>0</sub> ( <i>hkl</i> )是卡月	上衍射峰的相对强度	度。有了两个峰的实测强度,	结合
下方上的相对强度,即可	$\frac{P_b}{P_c} = \frac{I_b/I_0(130)}{I_c/[I_0(019) + I_0]}$	)) <sub>0</sub> (019)]	
解算出 c 晶/b 晶比,列于: 薄膜的 b 晶, c 晶中, c 晶	表 2 的最后一列。由 的占比分别为 85%、	此推算出在 400 nm、1000 nm 87%。	I YBCO
表2由(109)、(	019)、(130)衍射峰的强	虽度计算出的 c 晶/b 晶比	

表1 YBC0(108)、(018)、(109)、(019)、(130)衍射峰的相对强度 Table 1. Relative intensities of YBCO (108), (018), (109), (019), (130) diffraction peaks

1 1.0 . . . . 0.1 (1.0.0) (010).

Table 2.	The c-crystal to	b-crystal ratio	calculated	from the	intensities	of the (	(109), (019),	, and (	(130)
			diffractio	n peaks					

样品厚度	衍射峰三维	,目作目以	
	(109)、(019)	(130)	
YBCO 400nm	$1.195  imes 10^{6}$	$0.180 \times 10^{6}$	6.639:1
YBCO 1000nm	$1.554 \times 10^{6}$	$0.276 \times 10^{6}$	5.630:1

综合起来,1000 nm 厚 YBCO 薄膜中 45° c 晶占比可由: c 晶、b 晶的总含量, 结合其中的 c 晶的占比,以及 45° 方向的比例确定,约为:97%×85%×97% = 80%,而 400 nm 厚 YBCO 薄膜中相应的比例为97.3%×87%×54% = 46%。因 此,可以得出:1000 nm YBCO 薄膜中 c 晶取向一致性好、相应的晶界少是其微 波表面电阻低的主要原因,而进一步提高 c 晶的含量也有进一步降低微波表面电 阻的潜力。

## 4 结论

本文利用同步辐射 3D-RSM 技术研究了不同厚度 YBCO/MgO(001)薄膜的微结构,发现:400 nm、1000 nm 厚 YBCO/MgO(001)薄膜中 c 晶的含量分别为:87%、85%;相对于 MgO 衬底,c 晶又有 0°、45°和随机三种面内取向。400 nm 厚 YBCO/MgO(001)薄膜中, N种面内取向的晶粒分别占比 34%、54%和 12%,而 1000 nm 厚 YBCO/MgO(001)薄膜中,0°、45°取向的晶粒占比 3%、97%,随机取向的晶粒消失。结合微波表面电阻测量,我们认为:c 晶取向一致性好、相应的大角晶界少是 1000 nm 厚 YBCO/MgO(001)薄膜微波表面电阻低的主要原因。因此,改进薄膜沉积工艺,进一步提高 c 晶的占比及其取向的一致性有望获得更低微波表面电阻的 YBCO 薄膜。

#### 参考文献

[1] Feng D, Ming N B, Hong J F, Yang Y S, Zhu J S, Yang Z, Wang Y N 1980 *Appl. Phys. Lett.* **37(7)** 607-609 2

[2]Zhu S N, Zhu Y Y, Zhang Z Y, Shu H, Wang H F, Hong J F, Ge C Z 1995 J. Appl.

Phys. 77(10) 5481-5483

[3] Zhu S N, Zhu Y Y, Ming N B 1997 Science 278(5339) 843-846

[4]Jin H, Liu F M, Xu P, Xia J L, Zhong M L, Yuan Y, Zhou J W, Gong Y X, Wang W,

Zhu S N 2014 Phys. Rev. Lett. 113(10) 103601.

[5]Wei D Z, Wang C W, Wang H J, Hu X P, Wei D, Fang X Y, Zhang Y, Wu D, Hu Y

L, Li J W, Zhu S N, Xiao M 2018 Nature Photonics 12(10) 596-600

[6]Xu T X, Switkowski K, Chen X, Liu S, Koynov K, Yu H H, Zhang H J, Wang J Y, Sheng Y, Krolikowski W 2018 Nature Photonics 12(10) 591-595

[7] Wei D Z, Wang C W, Xu X Y, Wang H J, Hu Y L, Chen P C, Li J W, Zhu Y Z, Xin C, Hu X P, Zhang Y, Wu D, Chu J R, Zhu S N, Xiao M 2019 *Nature Communications* 

**10(1)** 1-7

[8]Saito Y, Takao H, Tani T, Nonoyama T, Takatori K, Homma T, Nagaya T, Nakamura M 2004 *Nature* **432** 84-87

[9]Li P, Zhai J W, Shen B, Zhang S J, Li X L, Zhu F Y, Zhang X M 2018 Adv. Mater. 30 1705171

[10]Wu M K, Ashburn J R, Torng C J, Hor P H, Meng R L, Gao L, Huang Z J, Wang Y Q, Chu C W 1987 Phys. Rev. Lett. 58 908

[11]Zhao Z X, Chen L Q, Yang Q S, Huang Y Z, Chen G H, Tang R M, Liu G R, Cui

C G, Chen L, Wang L Z, Guo S Q, Li S L, Bi J Q 1987 Chin. Sci. Bull. 06 412-414 (in

Chinese) [赵忠贤,陈立泉,杨乾声,黄玉珍,陈赓华,唐汝明,刘贵荣,崔长

庚, 陈烈, 王连忠, 郭树权, 李山林<sup>2</sup>, 毕建清 1987 科学通报 06 412-414]

[12] Jorgensen J D, Veal B W, Paulikas A P, Nowicki L J, Crabtree G W, Claus H,

Kwok W K 1990 Phys. Rev. B 41 1863-1877

[13]Bondarenko S I, Koverya V P, Krevsun A V, Link S I 2017 Low Temp. Phys. 43

[14] Foltyn S R, Civale L, Macmanus-Driscoll J L, Jia Q X, Maiorov B, Wang H,

Maley M 2007 Nat. Mater. 6 631-642

[15] Obradors X, Puig T 2014 Supercond. Sci. Technol. 27 044003

[16]Larbalestier D, Gurevich A, Feldmann D M, Polyanskii A 2001 Nature 414 368-377

[17] Cai C B, Chi C X, Li M J, Liu Z Y, Lu Y M, Guo Y Q, Bai C Y, Lu Q, Dou W Z
2018 Chin. Sci. Bull. 64 827-841 (in Chinese) [蔡传兵,池长鑫,李敏娟,刘志勇,
鲁玉明,郭艳群,白传易,陆齐,豆文芝 2018 科学通报 64 827-841]
[18]Newman N, Lyons W G 1993 J. Supercond. 6 119-160

[19]Sun L, Li H, Zhang X Q, Li C G, Zhang Q, Wang J, Bian Y B, He Y S 2012 Sci.
Sin-Phys. Mech. Astron 42 767-792 (in Chinese) [孙亮,黎红,张雪强,李春光,张强, 王佳,边勇波,何豫生 2012 中国科学:物理学 力学 天文学 42 767-792]
[20]Bian Y B, Guo J, Gao C Z, Li C G, Li H, Wang B C, He X F, Li C, Li N, Li G Q,
Zhang Q, Zhang X Q, Meng J B, He Y S 2010 Physica C 470(15) 617-621

[21]He X F, Zhang X Q, Wang Y H, Gao L, Wang J, Cui B, Bian Y B, Yu Tao, Zhang

Q, Li H, Li C G, Li J J, Gu C Z, He Y S 2009 Physica C 469(21) 1925-1929

[22] Fuchs D, Brecht E, Schweiss P, Loa I, Thomsen C, Schneider R 1997 *Physica C* 280 167-177

[23] ZOU C M, ZOU C M, Lu S B, Cui X M, Ji H 2007 Journal of Funtional

Materials ans Devices 13(4) 301-305(in Chinese)[邹春梅, 左长明, 路胜博, 催旭

梅,姬洪 2007 功能材料与器件学报 13(4) 301-305]

[24]Shi D Q, Ko K R, Song K J, Chung J K, Choi S J, Park Y M, Shin K C, Yoo S I,

Park C 2004 Supercond. Sci. Technol. 17 S42-S45

[25] Li X, Rupich M W, Kodenkandath T, Huang Y 2007 IEEE Trans. Appl. Supercond. 17 3553

[26] Foltyn S R, Jia Q X, Arendt P N, Kinder L, Fan Y, Smith J F 1999 Appl. Phys.

Lett. 75 3692

[27] Rupich M W, Li X P, Sathyamurthy S, Thieme C L H, DeMoranville K, Gannon

J, Fleshler S 2013 IEEE Trans. Appl. Supercond. 23 6601205

[28] Jia Q X, Foltyn S R, Arendt P N, Smith J F 2002 Appl. Phys. Lett. 80 1601

[29] Eom C B, Marshall A F, Suzuki Y, Geballe T H 1992 *Physical Review B* 46(18)11902-11913

[30] Mastuda J S, Oba F, Murata T, Yamamoto T, Ikuhara Y 2004 *J. Mater. Res.* 19(9) 2674-2682

[31] Tang C Y, Cai Y Q, Yao X, Rao Q L, Tao B W, Li Y R 2007 J. Phys.: Condens.

Matter 19 076203

[32] Wang X, Cai Y Q, Yao X, Wan W, Li F H, Xiong J, Tao B W 2008 J. Phys. D:

Appl. Phys. 41 165405

[33]Krivanek O L, Dellby N, Hachtel J A, Idrobo J C, Hotz M T, Plotkin-Swing B,

Bacon N J, Bleloch A L, Corbin G J, Hoffman M V, Meyer C E, Lovejoy T C 2019

Ultramicroscopy 203 60-67

[34] Wang Y, Qiu L, Zhang L L, Tang D M, Ma R X, Wang Y Z, Zhang B S, Ding F,

Liu C, Cheng H M 2020 ACS Nano. 14(12) 16823-16831

[35]Zheng H, Cao F, Zhao L G, Jiang R H, Zhao P L, Zhang Y, Wei Y J, Meng S, Li K

X, Jia S F, Li L Y, Wang J B 2019 Microscopy 68(6) 423-433

[36]Tang M, Yuan W T, Ou Y, Li G X, You R Y, Li S D, Yang H S, Zhang Z, Wang Y

2020 ACS Catal. 10(24) 14419-14450

[37]Binning G, Rohrer H, Gerber C, Weibel E 1982 Appl. Phys. Lett. 40(2) 178-180

[38]Binning G, Quate C F, Gerber C 1986 Phys. Rev. Lett. 56(9) 930-933

[39]Song B, Zhao S, Shen W, Collings C, Ding S Y 2020 Frontiers in Plant Science 11 479

[40] Beekman C, Siemons W, Ward T Z, Chi M, Howe J, Biegalski M D, Balke N,
Maksymovych P, Farrar A K, Romero J B, Gao P, Pan X Q, Tenne D A, Christen H M
2013 Adv. Mater. 25 5561

[41] Zeches R J, Rossell M D, Zhang J X, Hatt A J, He Q, Yang C H, Kumar A, Wang C H, Melville A, Adamo C, Sheng G, Chu Y H, Ihlefeld J F, Erni R, Ederer C, Gopalan V, Chen L Q, Schlom D G, Spaldin N A, Martin L W, Ramesh R 2009 *Science* **326** 977 .

[42] Chen Z H, Prosandeev S, Luo Z L, Ren W, Qi Y J, Huang C W, You L, Gao C,

Kornev I A, Wu T, Wang J L, Yang P, Sritharan T, Bellaiche L, Chen L 2011 Phys.

*Rev. B* 84 094116

[43] Chen Z H, Luo Z L, Huang C W, Q<sup>2</sup> Y J, Yang P, You L, Hu C S, Wu T, Wang J L,

Gao C, Sritharan T, Chen L 2011 Adv. Funct. Mater. 21 133

[44] Luo Z, Chen Z, Yang Y, Liu H J, Huang C, Huang H, Wang H, Yang M M, Hu C,

Pan G, Wen W, Li X, He Q, Sritharan T, Chu Y H, Chen L, Gao C 2013 *Phys. Rev. B* 88 064103

[45] Fewster P F 1997 Crit. Rev. Solid State Mater. Sci. 22 69.

- [46] Li Y L, Hu S Y, Liu Z K, Chen L Q 2002 Acta Mater. 50 395
- [47] Xu G, Zhong Z, Hiraka H, Shirane G 2004 Phys. Rev. B 70 174109
- [48] Mariager S O, Schlepütz C M, Aagesen M, Sørensen C B, Johnson E, Willmott PR, Feidenhans'l R 2009 *Physica Status Solidi A* 206 1771
- [49] Cornelius T W, Carbone D, Jacques V L R, Schülli T U, Metzger T H 2011 J. Synchrotron Radiat. **18** 413

[50] Cornelius T W, Davydok A, Jacques V L R, Grifone R, Schülli T, Richard M I,
Beutier G, Verdier M, Metzger T H, Pietsch U, Thomas O 2012 *J. Synchrotron Radiat.* **19** 688

[51] Luo Z L, Huang H, Zhou H, Chen Z H, Yang Y, Wu L, Zhu C, Wang H, Yang M, Hu S, Wen H, Zhang X, Zhang Z, Chen L, Fong D D, Gao C 2014 *Appl. Phys. Lett.*104 182901

- [52]Xu H, Chen Z H, Zhang X Y, Dong Y Q, Hong B, Zhao J T, Chen L, Das S, Gao
- C, Zeng C G, Wen H D, Luo Z L 2019 AIP Adcances 9 205114

[53] Wang R X, Xu H, Yang B, Luo Z L, Sun E W, Zhao J T, Zheng L M, Dong Y Q,

- Zhou H, Yang R, Gao C, Cao W W 2016 Appl. Phys. Lett. 108 152905
- [54]Yang L F, Zhao Y G, Zhang S, Li P S, Gao Y, Yang Y J, Huang H L, Miao P X,

Liu Y, Chen A T, Nan C W, Gao C 2014 Scientific Reports 4 4591

[55] Sridhar S, Kennedy W L 1988 Rev. Sci. Instrum. 59(4) 531-536

[56] Barannik A A, Cherpak N T, He Y, Sun L, Zhang X, Vovnyuk M V, Wu Y 2018

Low Temp. Phys. 44(3) 247-251

[57]Wong-Ng W, McMurdie H F, Paretzkin B, Zhang Y M, Davis K L, Hubbard C R,

Dragoo A L, Stewart J M 1987 Powder Diffraction 2 3

Microstructure study of  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  thin film with Synchrotron-based Three-dimensional Reciprocal Space Mapping<sup>\*</sup>

YI Qiru<sup>1</sup>), XIONG Peiyu<sup>2</sup>), WANG Huanhua<sup>3</sup>), LI Gang<sup>1</sup>), WANG Yunkai<sup>1</sup>), DONG Enyang<sup>1</sup>), CHEN Yu<sup>3</sup>), SHEN Zhibang<sup>3</sup>), WU Yun<sup>2</sup>), YUAN Jie<sup>2</sup>), JIN Kui<sup>2</sup>), GAO Chen<sup>1</sup>)<sup>†</sup>

1) (School of Physical Sciences, University of Chinese Academy of Science, Beijing, 101408, China)

2) (Institute of Physics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100190, China)3) (Institute of High Energy Physics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China)

#### Abstract

High-temperature superconducting films can be used for the fabrication of cutting-edge high-temperature superconducting microwave devices because of their low microwave surface resistance. However, the microwave surface resistance of high-temperature superconducting materials is particularly sensitive to microstructure due to their special two-dimensional superconducting mechanism and extremely short superconducting coherence length. To investigate the correlation between microstructure and microwave surface resistance of high-temperature superconducting materials,  $YBa_2Cu_3O_{7.\delta}$  (YBCO) films with different thicknesses were grown on (001)-oriented MgO single-crystal substrates using pulsed laser deposition (PLD) technique. Electrical measurements revealed that their superconducting transition temperature and room temperature resistance do not show significant difference. However, their microwave surface resistance at superconducting state display a significant difference. The characterization of the microstructure of YBCO films by synchrotron radiation three-dimensional reciprocal space mapping(3D-RSM) technique shows that the number of the grains with  $CuO_2$  face parallel to the surface (c crystals), and the consistency of grain orientation are the main causes for the difference in microwave surface resistance.

Keywords: three-dimensional reciprocal space mapping, YBCO films, microstructures

\* Project supported by the Fundamental Research Funds for the Central Universities (Grant No: E1E40207X2) and UCAS (Grant No: E1EG0210X2, 118900M018)