جمهورية العراق
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
جامعة بغداد
كلية التربية للعلوم الصرفة (ابن الهيثم)

تأثير ظروف التحضير على المركب فائق التوصيل
$(Bi_2 Sr_2 Ca_2 Cu_3 O_{10+\delta})$

رسالة مقدمة
إلى/
مجلس كلية التربية للعلوم الصرفة (ابن الهيثم) - جامعة بغداد
لإكمال متطلبات نيل شهادة الماجستير في علوم الفيزياء

من قبل
فؤاد وحيد علي
بكالوريوس/**2001**

بإشراف
أ. د. كريم علي جاسم

1440هـ **2019 م**

بسم الله الرحمن الرحيم

(رَبِّ اشْرَحْ لِي صَدْرِي* وَيَسِّرْ لِي أَمْرِي* وَاحْلُلْ عُقْدَةً

مِّن لِّسَانِي * يَفْقَهُوا قَوْلِي)

صدق الله العظيم

طه/ 25

إقرار المشرف على الرسالة

أقر أن إعداد هذه الرسالة الموسومة (***تأثير ظروف التحضير على المركب فائق التوصيل*** $(Bi_2 Sr_2 Ca_2 Cu_3 O_{10+\delta})$ التي قدمها الطالب (فؤاد وحيد علي) تم بإشرافي في قسم الفيزياء/ كلية التربية للعلوم الصرفة / ابن الهيثم ، جامعة بغداد، وهي جزء من متطلبات نيل شهادة ماجستير علوم في الفيزياء.

التوقيع:

اسم المشرف : أ.د. كريم علي جاسم

المرتبة العلمية: أستاذ

التاريخ: 3/4/ 2019

توصية رئيس قسم الفيزياء

بناء على التوصية المقدمة من الأستاذ المشرف أحيل هذه الرسالة على لجنة المناقشة لبيان الرأي فيها.

التوقيع:

الاسم: أ. د. سمير عطا مكي

المرتبة العلمية: أستاذ

التاريخ: 3/4/ 2019

أقرار لجنة المناقشة

نحن أعضاء لجنة المناقشة الموقعين أدناه نقر ونشهد بأننا أطلعنا على هذه الرسالة الموسومة (*تأثير ظروف التحضير على المركب فائق التوصيل* $Bi_2 Sr_2 Ca_2 Cu_3 O_{10+\delta}$)والمقدمة من قبل الطالب (فؤاد وحيد علي) وقد ناقشنا الطالب في محتوياتها وفيما له علاقة بها و انها جديرة بالقبول لنيل درجة الماجستير في علوم الفيزياء (الصلبة والمواد) وبتقدير(امتياز) في يوم الاربعاء 2019/6/26 .

رئيس اللجنة

التوقيع :

الاسم : د. عماد سعدي عبد الكريم

المرتبة العلمية : أستاذ

العنوان : الجامعة التكنولوجية / قسم هندسة المواد

التاريخ: ٢٨ /٦/2019م

عضو اللجنة

التوقيع :

الاسم : د. محمد عبد النبي ثجيل

المرتبة العلمية : أستاذ مساعد

العنوان : جامعة بغداد/كلية التربية للعلوم الصرفة (أبن الهيثم) .

التاريخ: ٦ /٦/2019م

عضو اللجنة

التوقيع :

الاسم : د. شذى هاشم مهدي

المرتبة العلمية : مدرس

العنوان : جامعة بغداد/كلية التربية للعلوم الصرفة (أبن الهيثم).

التاريخ: ٦ /٦/2019م

عضو اللجنة(المشرف)

التوقيع :

الاسم : *د. كريم علي جاسم*

المرتبة العلمية : أستاذ

العنوان : جامعة بغداد/كلية التربية للعلوم الصرفة (أبن الهيثم) .

التاريخ: ٢٨ /٦/2019م

صدقت من قبل مجلس كلية التربية للعلوم الصرفة (أبن الهيثم)/جامعة بغداد.

التوقيع:

الاسم : د.حسن أحمد حسن

المرتبة العلمية : استاذ

العنوان :عميد كلية التربية للعلوم الصرفة (أبن الهيثم) .

التاريخ : ٨/ ٧/2019

الإهداء

الى من كان نوراُ، أضاء لي ظلمات الحياة

والى من كان نهراً من الحب والدفء والحنان

(والدي والدتي)

الى من كان فرحتي في السراء، وعوني في الضراء

الى من كلامهم دعاء ، و بسمتهم دواء ، ورمزاً للوفاء

(زوجتي الغالية)

الى جميع من أحببتهم وأحبوني اولادي(محمد وجنة ورضا)

أُهدي ثمرة جهدي المتواضع

فؤاد

شكر وتقدير

الحمد لله السميع البصير على لطفه معي طوال أيام الدراسة وتوفيقه على تجاوز كل الصعاب بحول منه وقوة وعلى إتمام هذه الرسالة واسأله ان يزيدنا من فضله ما احتجنا ومن علمه ما جهلنا.

والباحث إذ ينتهي من كتابة هذه الرسالة يجد من واجب الوفاء ان يوجه تحية اجلال وإكبار واعتزاز لبلدي العزيز العراق العظيم والشكر الجزيل والتقدير الى عمادة كلية التربية للعلوم الصرفة(ابن الهيثم)/جامعة بغداد لإتاحتها الفرصة لإكمال دراستي العليا وأخص بالذكر قسم الفيزياء متمثلا بالأستاذ الدكتور كريم علي جاسم الذي قام متفضلا بقبول الإشراف على هذه الرسالة ولم يبخل عليّ بالجهد والوقت وشملني برعايته العلمية.

وأقدم الشكر خالصاً الى رئيس لجنة المناقشة وأعضائها لتفضلهم بقبول قراءة موضوع الرسالة ومناقشتها.

و شكري وتقديري الى كل اعضاء الهيأة التدريسية في قسم الفيزياء في كلية التربية للعلوم الصرفة (ابن الهيثم) – جامعة بغداد – لما أبدوه لي من مساعدة طوال مدة دراستي.

كما أتقدم بوافر الشكر والتقدير إلى أخوتي وزملائي في الدراسات العليا في كلية التربية للعلوم الصرفة،ابن الهيثم.

ومن واجب الوفاء والعرفان والامتنان ان أتقدم بأسمى احساس من الشكر الى زوجتي الغالية لما تحملته معي من عناء وصبر جميل وتعاونها معي في تذليل الصعوبات التي واجهتني في مدة البحث.

وأخيراً اشكر كل من أسدى لي نصحاً أو عوناً أو رفع يده بالدعاء لي بالتوفيق و ارجو من الله العزيز الكريم ان اكون قد أوفيت الجميع حقهم وان قصرت أو نسيت فأن الله خير مجازٍ لهم عني خير الجزاء انه سميع مجيب.

الباحث

الخلاصة

يتضمن هذا البحث دراسة تأثير ظروف التحضير على المركب فائق التوصيل ($Bi_2 Sr_2 (Ca_2 Cu_3 O_{10+\delta})$ ،وان الهدف من هذه الدراسة هي إيجاد الظروف المثلى التي تشمل (أفضل ضغط كبس وأفضل زمن تلبيد وأفضل درجة حرارة للتلبيد) لتشكيل الطور العالي للنظام الفائق التوصيل (Bi-2223) ،والهدف الأخر الحصول على اعلى درجة حرارة انتقالية (Tc)،ودراسة نسب محتوى الأوكسجين (δ) لجميع نماذج المركب.تم العمل على تحضير النماذج بطريقة تفاعل الحالة الصلبة وذلك باستخدام الأوزان المناسبة من مساحيق الأوزان العالية النقاوة للمركب ($Bi_2 Sr_2 Ca_2 Cu_3 O_{10+\delta}$) ،ثم تتم عمليتا خلط وطحن المكونات (المساحيق) وخلطها على مرحلتين ، المرحلة الأولى بواسطة الهاون اليدوي لمدة (2hr)،والثانية باستخدام الخلاط الكهربائي لمدة (3hr).تم تشكيل النماذج المركب على شكل أقراص اسطوانية بواسطة قالب خاص بالكبس قطره (1.5cm) وسمك يتراوح بين (0.2cm) باستخدام جهاز المكبس الهيدروليكي .

اعتمد العمل على ثلاثة محاور ،المحور الأول يتضمن دراسة تأثير الضغط على المركب وذلك باستخدام أربعة نماذج بضغوط مختلفة هي (0.34,0.4,0.45,0.5)GPa عند ثبوت زمن التلبيد (120hr) ودرجة حرارة التلبيد (800ºC) وبمعدل تسخين(5ºc/min)،تم الفحص بجهاز (XRD) أظهرت النتائج أن النماذج لديها نظام بلوري معيني قائم مع ارتفاع في نسبة الطور العالي (Bi-2223) وأظهرت نسب من الطور الواطئ (Bi-2212) ، (Bi-2201) وبعض الشوائب ،تم أيجاد قيم درجات الحرارة الانتقالية لكل نموذج وكانت اعلى درجة حرارة انتقالية (Tc=110K)للنموذج عند الضغط (0.4GPa).

تضمن المحور الثاني دراسة تأثير زمن التلبيد على المركب ،باستخدام ثلاثة نماذج مختلفة الأزمان هي (70hr,100hr,130hr) بثبوت الضغط (0.4GPa)ودرجة حرارة (800Cº) ،وأظهرت نتائج فحوصات (XRD)ارتفاعا في نسبة الطور العالي وانخفاضا في نسب الطور الواطئ ونسب الشوائب ،كما تم الحصول على درجة حرارة انتقالية (Tc=110K) عند زمن التلبيد(130hr).

تضمن المحور الثالث دراسة تأثير درجة حرارة التلبيد على المركب ،باستخدام ثلاثة نماذج بدرجات حرارة مختلفة (820ºC,840ºC,860ºC)وذلك بثبوت الضغط عند (0.4GPa) وزمن تلبيد (130hr)، أيضا تم الحصول على نتائج ارتفاع الطور العالي وانخفاض الأطوار الأخرى

،كما تم الحصول على درجة حرارة انتقالية (Tc=112K)للنموذج ذي درجة حرارة التلبيد (840ºC) .

كما تضمن العمل دراسة نسب محتوى الأوكسجين (δ)لجميع النماذج وكانت تتراوح بين (0.09-0.21).إما بالنسبة إلى قياسات حيود الأشعة السينية فقد أظهرت إن جميع النماذج ولجميع المتغيرات (ضغط وزمن تلبيد ودرجة حرارة) ذات تركيب معيني قائم (orthorhombic) ناتج من تغير في ثوابت الشبيكة . أما بالنسبة لفحوصات التصوير بالمجهر الضوئي للسطح الخارجي فقد أظهرت ان النتائج إن جميع العينات تمتاز بان سطحها الخارجي متجانس .

بعد إجراء المقارنة على جميع النماذج تم الحصول على أفضل الظروف لتحضير المركب السيراميكي ($Bi_2\ Sr_2\ Ca_2\ Cu_3\ O_{10+\delta}$)وكانت النتيجة هي ضغط(0.4GPa) وزمن تلبيد(130hr) ودرجة حرارة التلبيد (840Cº)وقد تم الحصول في هذه الظروف على اعلى قيمة لدرجة الحرارة الانتقالية (Tc)في هذا البحث والتي كانت (112K).

قائمة المحتويات
List Of Contents

اسم الموضوع	التسلسل	رقم الصفحة
الفصل الاول – مقدمة عن التوصيل الفائق		
تاريخ الموصلية الفائقة	1-1	1
خواص التوصيل الفائق	1-2	4
درجة الحرارة الحرجة(Tc)	1-2-1	5
كثافة التيار الحرج(Jc)	1-2-2	6
المجال المغناطيسي الحرج(Hc)	1-2-3	6
تأثير مازنر	1-3	7
مميزات التوصيل الفائق	1-4	9
ازواج كوبر	1-4-1	9
طول التشاكه	1-4-2	9
تاثير الضغط	1-4-3	10
تاثير النظير	1-4-4	10
فجوة الطاقة	1-4-5	11
نظريات الموصل الفائق في درجات الحرارة الواطئة	1-5	12

معادلة لندن	1-5-1	12
نظرية كينزينبرك-لانداو	1-5-2	15
انواع المواد فائقة التوصيل	1-6	17
النوع الاول فائق التوصيل(Type-I)	1-6-1	17
النوع الثاني فائق التوصيل(Type-II)	1-6-2	18
تاثير جوزيفسون	1-7	19
نظرية (BCS)	1-8	20
تطبيقات المواد فائقة التوصيل	1-9	23
الفصل الثاني – التوصيلة الفائقة ذات درجات الحرارة العالية		
المقدمة	2-1	25
تراكيب البيروفسكايت	2-2	26
التركيب البلوري لنظام التوصيل الفائق(BSCCO)	2-3	27
نظريات الموصلات الفائقة ذات درجات الحرارة العالية	2-4	29
نموذج الطبقات البينية المزدوجة	2-4-1	29
نموذج الاكسيتون	2-4-2	30
نموذج تماثل الازواج	2-4-3	30
نموذج غودارد	2-4-4	31
نموذج نقص الاوكسجين	2-4-5	31

الدراسات السابقة	2-5	32
اهداف البحث	2-6	36
الفصل الثالث – الجانب العملي		
المقدمة	3-1	37
مرحلة تحضير المواد	3-2	37
مرحلة تصنيع النماذج	3-3	37
تهيئة الخلطة (المركب)	3-3-1	38
عملية خلط وطحن المسحوق	3-3-2	38
عملية تشكيل النماذج	3-3-3	39
القياسات والفحوصات	3-4	41
فحص حيود الاشعة السينية (XRD)	3-4-1	41
الحجم البلوري	3-4-2	42
فحوصات درجة الحرارة الحرجة(Tc)	3-4-3	42
حساب نسبة محتوى الاوكسجين (δ)	3-4-4	45
التصوير المجهري للسطح الخارجي	3-4-5	48
الفصل الرابع – النتائج والمناقشة		
المقدمة	4-1	49
تحضير النماذج بتأثير الضغط	4-2	50

فحوصات (XRD)للنماذج بتأثير الضغط	4-2-1	50
دراسة السطوح الخاضعة لـتأثير الضغط	4-2-2	56
تأثير الضغط على محتوى الأوكسجين (δ)	4-2-3	57
حساب درجة الحرارة الانتقالية (Tc)بتأثير الضغط	4-2-4	58
تحضير النموذج بتأثير زمن التلبيد(T1,T2,T3)	4 -3	60
فحوصات (XRD)للنماذج بتأثير زمن التلبيد	4-3-1	61
دراسة سطوح النماذج الخاضعة لتأثير زمن التلبيد	4-3-2	66
تأثير زمن التلبيد على محتوى الأوكسجين (δ)	4-3-3	68
حساب درجة الحرارة الانتقالية (Tc)بتأثير زمن التلبيد	4-3-4	69
تحضير النموذج بتأثير درجة الحرارة (D1,D2,D3)	4 -4	71
فحوصات (XRD)للنماذج بتأثير درجة حرارة التلبيد	4-4-1	72
دراسة سطوح النماذج بتأثير درجة حرارة التلبيد	4-4-2	76
تأثير درجة حرارة التلبيد على محتوى الأوكسجين (δ)	4-4-3	78
درجة الحرارة الانتقالية (Tc)للنماذج (D1,D2,D3)	4-4-4	79
مقارنة بين أفضل ظروف التحضير للمركب فائق التوصيل ($Bi_2 Sr_2 Ca_2 Cu_3 O_{10+\delta}$)	4 -5	81
الفصل الخامس – الاستنتاجات والتوصيات		
الاستنتاجات	5- 1	84
التوصيات	5- 2	85

List of Symbols قائمة الرموز

Term	الرمز	المعنى الفيزيائي
Critical temperature	T_c	درجة الحرارة الحرجة
Critical magnetic	H_c	المجال المغناطيسي الحرج
Magnetization	M	التمغنط
Magnetic susceptibility	χ_m	القابلية المغناطيسية
Internal magnetic flux density	B_{int}	كثافة التدفق المغناطيسي داخل المادة
External magnetic flux density	B_{ext}	كثافة التدفق المغناطيسي الخارجي
Permeability of free space	μ_o	نفاذية الفضاء الحر
Supercurrent density	J_s	كثافة التيار الفائق ا لحرج
London penetration depth	λ	عمق اختراق لندن
Ginzburg-landau parameter	k	معامل لانداو كينزبنبرك
Critical current density	Jc	كثافة التيار الحرج
Debye frequency	W_D	تردد ديباي
Boltzman constant	K_B	ثابت بولتزمان
Energy gap	Δ	فجوة الطاقة
Resistivity	ρ	المقاومية الكهربائية
X-Ray diffraction	XRD	حيود الاشعة السينية
Critical magnetic field	H_c	المجال المغناطيسي الحرج
Critical Current	I_c	التيار الحرج

المجال المغناطيسي الخارجي	H	External magnetic field
كتلة الالكترون	m	Mass of electron
الكتلة الفعالة للإلكترون	m^*	Effective mass of electron
الكثافة الموضعية للحاملات فائقة التوصيل	n_s	The local density of superconducting curriers
طول التشاكه	ξ	The coherence length
فجوة الطاقة فائقة التوصيل	E_g	Superconducting energy gap
كتلة النظير	M	Isotopic masses
الضغط	P	Pressure
الحجم	V	Volume
الموصلات الفائقة ذات درجات الحرارة العالية	HTSC	High Temperature Superconductor
النظام فائق التوصيل (BSCCO)	BSCCO	$Bi_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+4+\delta}$ System
معاملات الشبيكة	a, b, c	Lattice parameters
معاملات ميلر	hkl	Miller index
عدد افوكادرو	N_A	Avogadro's number
نسبة الاطوار	V_{ph}	volume fraction of the phases
محتوى الاوكسجين الاضافي	δ	Excess of oxygen content
الوزن الذري	W	Atomic Weight
الكثافة الكتلية	d_m	Density
التيار المار خلال العينة	I	the current passing through the sample
انخفاض الفولتية عبر الاقطاب	V	the voltage drop across the electrodes

سمك العينة	t	thickness of the sample
طول العينة	L	length of the sample
عرض العينة	w	width of the sample
درجة حرارة التحول الابتدائية	$T_{c\ onset}$	onset of the transition temperature
درجة حرارة التحول النهائي(ةتبدو المقاومية =صفر)	$T_{c\ offset}$	offset of the transition temperature at the zero resistivity point
تفاعل الحالة الصلبة	SSR	Solid state reaction
سرعة الالكترونات في مستوى فيرمي	V_f	The velocity of electrons at Fermi level
كثافة الحالة عند مستوى فيرمي	N(F)	Density of state at the Fermi level
دالة الموجة	ψ	Wave function

الفصل الأول

مقدمة عن التوصيل الفائق

INTRODUCTION TO SUPERCONDUCTIVITY

1-1 تاريخ الموصلية الفائقة : *History of superconductivity*

أن ظاهرة الموصلية الفائقة تحدث عند تبريد بعض المواد الى درجات حرارة منخفضة حيث تصبح المقاومة الكهربائية للمواد مساوية إلى الصفر عند درجه حرارة معينة تسمى بدرجة الحرارة ألحرجة أو الانتقالية (critical or transition temperature) وهي درجة الحرارة التي تحول فيها المادة من الحالة الطبيعة إلى حالة التوصيل الفائق عند التبريد [1,2]. آن أول من اكتشف ظاهرة التوصيل الفائق هو العالم الفيزياء الهولندي كاميرلنك اونيس (kamerlingh onnes) وذلك خلال دراسة الخصائص الكهربائية للزئبق(Hg) عند درجات الحرارة المنخفضة لاحظ ان الزئبق يفقد مقاومته الكهربائية إلى درجة حرارة جدا ضئيلة قريبة من الصفر عندما تكون درجة حرارتة اقل من(4.15K) [3,4]. في عام(1913) تم اكتشاف ان عنصر الرصاص يصبح مادة فائقة التوصيل عند درجة حرارة (7.2K) ، وفي عام (1933)اكتشف كل من العالمين مازنر و اوخسنفيلد (meissner&ochsenfeld) ظاهرة مهمة تعد واحدة من مميزات المواد فائقة التوصيل حيث ان المجال المغناطيسي الخارجي لا يخترق المواد فائقة التوصيل أي أن المادة تطرد هذا المجال المغناطيسي الضعيف عند التبريد إلى اقل من درجة الحرارة الحرجة و سميت هذه الظاهرة بتأثير مازنر (meissner Effect).[1,5,6]

عام (1935) تمكنا الأخوان لندن (F.&H.london)من تقديم دور مهم في ظاهرة التوصيلة الفائقة لفهم الديناميكية الكهربائية لهذه الظاهرة وذلك من خلال تقديم اشتقاق رياضي اعتمدت صيغته الرياضية لتوضيح ظاهرة التوصيل الفائق وتأثير مازنر،وبذلك فقد اكتشف العلماء عاملاً مهماً لظاهرة التوصيلية الكهربائية و الذي يدعى بعمق الاختراق(penetration Depth (λ)).[7]

ان معادلة لندن مهمة لوصف خاصية الدايا مغناطيسية في المواد فائقة التوصيل للمجال الخارجي الضعيف ، اما في حالة المجالات القوية فقد تم تفسيره من قبل العالمين كينزيرك-لانداو (Ginzburg - londau) عام (1950) وكان لها دور مهم لظاهرة التوصيلية الفائقة من خلال دراسة دالة الموجة في وصف سلوك الكترونات المواد فائقة التوصيل.[8]

عـــام (1957)وضـــعت نظريـــة مـــن قبـــل العلمـــاء الثلاثـــة بـــاردين و شـــوفر و كـوبر(Bardeen ,cooper, schiefer) وقـد سـميت هـذه النظريـة باسـمائهم (BSC theory) التـي بينـت ان زمـر الالكترونـات تتحـرك علـى شـكل أزواج تنجـذب مـع بعضـها فـي الموصـلات الفائقـة التوصـيل عنـد تبريـدها إلـى درجـة حـرارة اقـل مـن درجـة الحـرارة الحرجـــة ، وينـــتج عـــن هـــذا الجـــذب الـــزوج الالكترونـــي والتـــي تســـمى بـــأزواج كـوبر(cooper pair) و تقـع أزواج كـوبر للطاقـة فـي فجـوه الطاقـة علـى مسـتوى فيرمـي في حالة التوصيل الفائق . [9]

و فـي عـام (1962) وصـف جوزيفسـون (Brain Josephson)عنـد تحضـير المـواد فائقـة التوصـيل ذات ملتقـى رقيـق بـان عمليـة الاختـراق التنفقـي التـي تـدعى (Tunneling) يمكـن حـدوثها عبـر هـذا الملتقـى ،وان قسـماً مـن الأزواج الالكترونيـة تقـوم بحفـر نفـق خلالـه حيـث ان الإلكترونـات تصـبح كجسـيمات التـي لا يمكنهـا اختـراق الحـاجز ولكـن الموجـه ممكـن لهـا حصـول ذلـك ، وبـذلك مـن الممكـن اسـتخدام تيـار الاختـراق التنفقـي لدراسـة بعض الخواص الفيزيائية للمواد فائقة التوصيل .[10]

ان اغلـب المـواد فائقـة التوصـيل الكهربـائي تتكـون مـن مركبـات وسـبائك حيـث ان درجـة الحـرارة الحرجـة للمركـب او السـبيكة غالبـا مـا تكـون اعلـى مـن مكونـات السـبيكة، وان أول اوكسـيد اكتشـف لفـائق التوصـيل هـو فـي النظـام السـبيكي ($BaPb_{1-x}Bi_xO_3$) حيث وصلت فيه أعلى درجة حرارة حرجة هي (Tc=13K).[11]

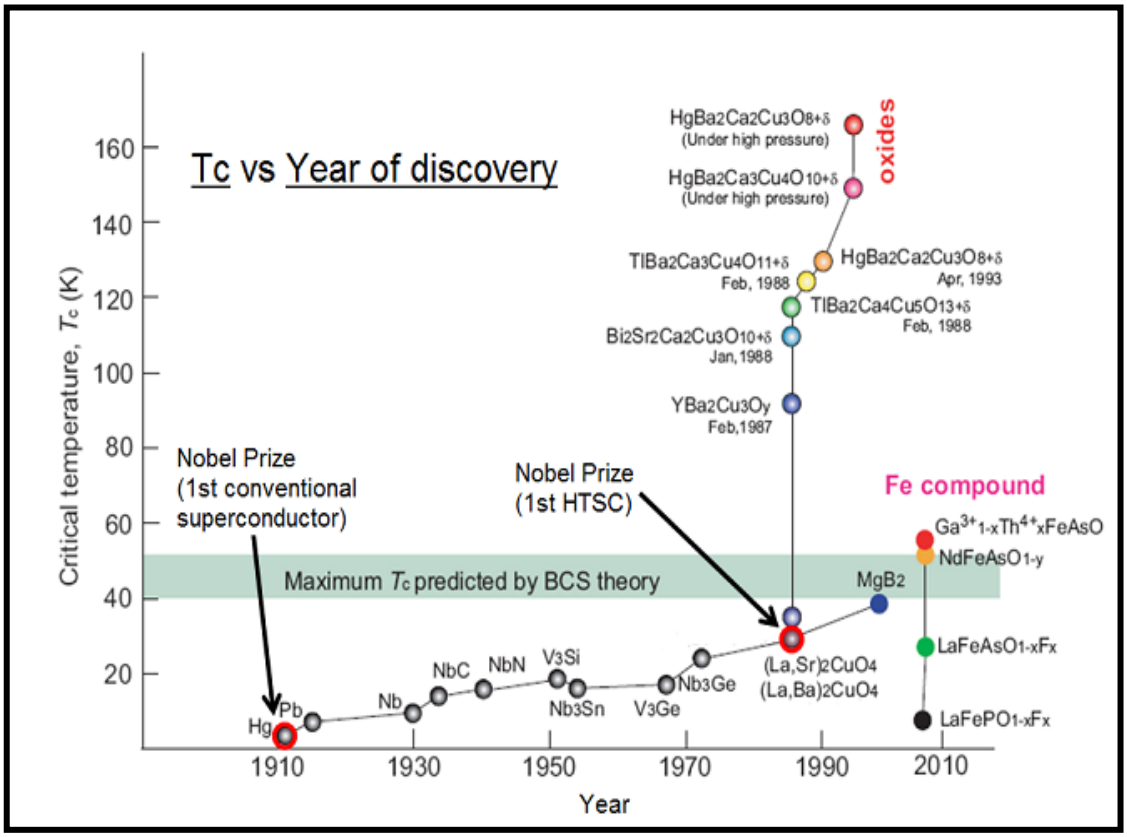
و فـــي عـــام (1973) اكتشـــف العـــالم كـــافلر (Gavaler) مجموعـــة مـــن الأغشـــية المصـــنوعة مـــن النيوبيـــوم - جرمـــانيوم (Nb_3Ce) تكـــون فائقـــة التوصـــيل الكهربـــائي عند(Tc=23K) .[12].

فـي عـام (1986) تـم الكشـف عـن نـوع جديـد مـن المـواد فائقـة التوصـيل التـي تحتـوي فـي أساسـها علـى اوكسـيد النحـاس مـن قبـل العـالمين بيـد نـورز ومـولر (Bednorz ,mullee) فـي نظـام فـائق التوصـيل للمركـب (Ba-la-Cu-O) حيـث يبقـى فائقـا للتوصـيل حتـى درجة الحرارة الحرجة (Tc=35K) .[13].

فـي عـام(1987) تمكـن كـل مـن العـالمين (C.W.CH) و (M.K.Wu)مـن أيجـاد عينـة للمركـب(Y-Ba-Cu-O) تكـون فائقـة التوصـيل فـي درجـة حـرارة(T=93k) و هـي أعلـى من درجة نقطة غليان النيتروجين السائل(77k). [14]

وقد اكتشف مايد واخرون (Maeda and other) في النظام فائق التوصيل للمركب السيراميكي (Bi-Sr-Ca-Cu-O) يمتلك درجة حرارة حرجة (Tc=110k) . [15]

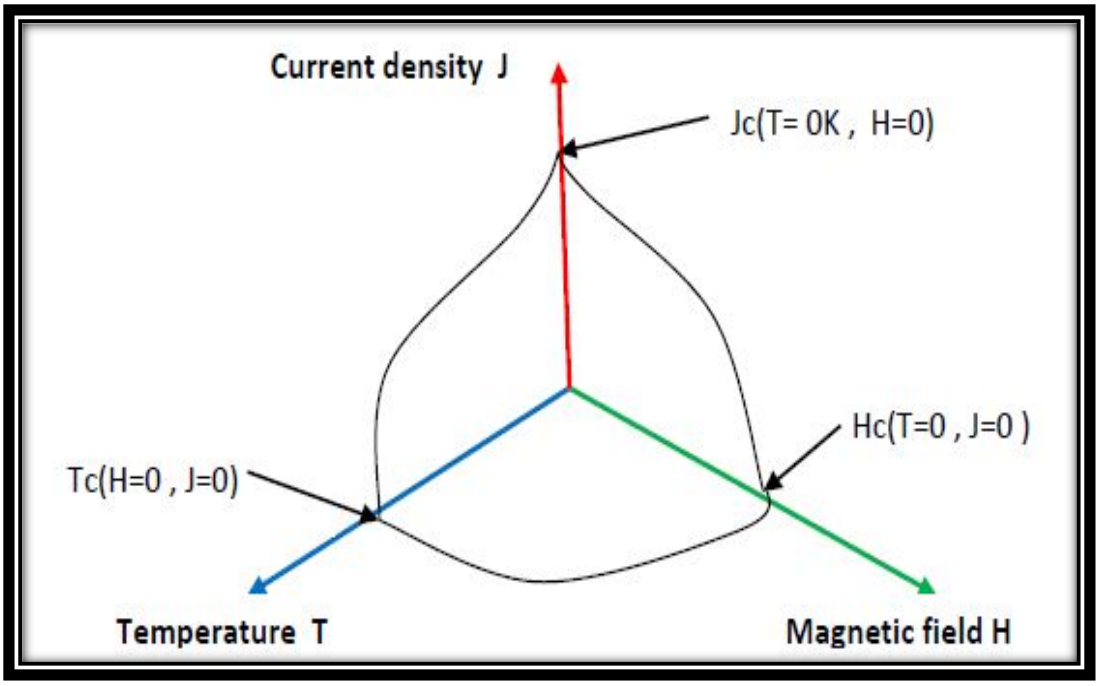
وقام كل من (Hermann,sheng) باكتشاف نظام فائقة التوصيل (TL-Ba-Ca-Cu-O) ذو درجة حرارة حرجة(Tc=125k) [16]. و في عام (1993)اكتشف العالم (putilin) آن المركب (Hg-base) الفائق التواصيل لديه درجة حرارة حرجة تصل إلى أكثر من (130k) ،وتصبح هذه الدرجة (165k)عند تحضير المواد في أفران ذات الضغط العالي [17]. الشكل (1 - 1) يمثل تسلسل وتاريخ التطور لدرجة حرارة الانتقال الحرجة في المواد فائقة التوصيل. [18]



الشكل (1-1) التسلسل التاريخي لزيادة درجات الحرارة الحرجة للمواد فائقة التوصيل منذ 1911.[18]

1-2 خواص فائقة التوصيل : *superconductor properties*

ان حالة التوصيل الفائقة الكهربائية يمكن أن تتميز بوساطة عدة عوامل هي : كثافة التيار الحرج (J_C) ، و المجال المغناطيسي الحرج (H_C)، ودرجة الحرارة الحرجة (T_C)، وان هذه العوامل تعتمد احدها على العاملين الآخرين ، في حالة التوصيل الفائق تظهر استجابة من العوامل الثلاثة حيث تكون تحت قيمة حرجة معينة وان اي اختلاف آو ارتفاع في قيمة إي عامل من هذه العوامل الحرجة فان حالة التوصيلية الفائقة تلغى وسوف ترجع المادة إلى حالتها الطبيعية ، كما موضح في الشكل (2-1) الذي يبين العلاقة بين العوامل الثلاثة (J_C, H_C, T_C) . [19]

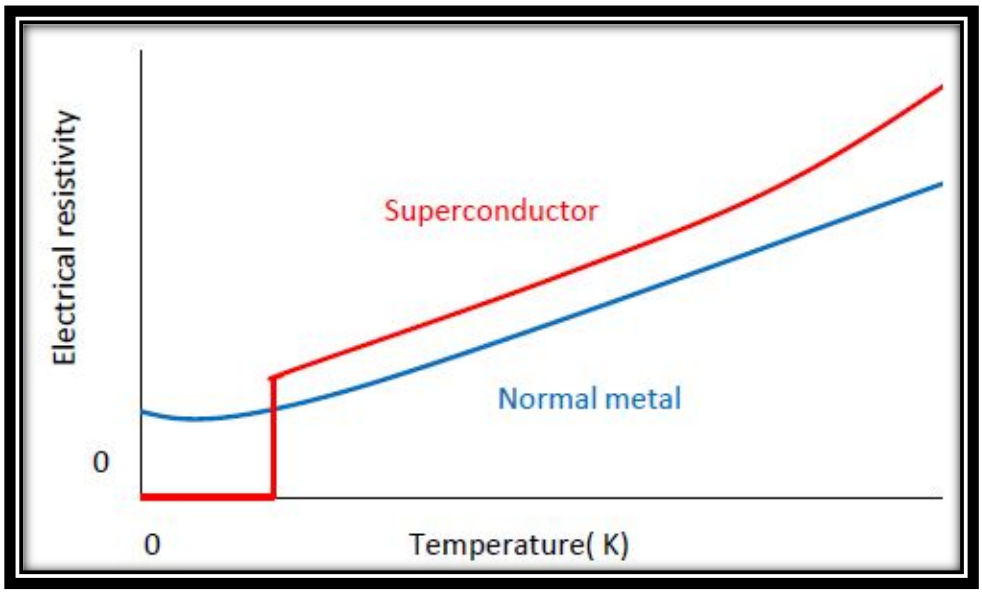


الشكل (2-1) العلاقة بين درجة الحرارة الحرجة وكثافة التيار الحرج والمجال المغناطيسي الحرج (J_C, H_C, T_C)][6].

1-2-1 درجة الحرارة الحرجة *Critical Temperature (TC)*

إن للمواد فائقة توصيل لها درجة حرارة حرجة (Tc) وهي الدرجة التي تنخفض عندها المقاومة النوعية للمادة إلى آن تصل إلى الصفر [19] .أن عملية الانتقال هذه تحدث بصورة مفاجئة جدا، وتكتمل عند ظهور المادة بطور جديد يسمى(طور فائق التوصيل) ويمكن وصف هذا الطور بوساطة نظرية (BCS)، وتتعرض عدة مواد الى الانتقال للطور فائق التوصيل عند درجات حرارة منخفضة، وان درجة حرارة الانتقال الأعلى كانت بحدود (23k)،الى حين اكتشاف المواد فائقة التوصيل ذات درجات الحرارة الحرجة العالية في عام 1986 كانت درجة الحرارة الحرجة العالية بحدود (120K) وأصبحت ذات أهمية واسعة جدا، حيث إنها تبقى في حالة فائقة التوصيل في درجات حرارة أعلى من نقطة غليان النيتروجين السائل (77k) [20]. ان الشكل(3-1) يوضح العلاقة بين درجات الحرارة والمقاومة النوعية للمواد الفائقة التوصيل الموضحة باللون الأحمر والمواد الغير فائقة التوصيل باللون الأزرق .

حيث نلاحظ المواد الفائقة ألتوصيل مقاومتيها تصبح صفراً عند درجة أعلى من الصفر المطلق وحسب تحضير المادة ونوعها.



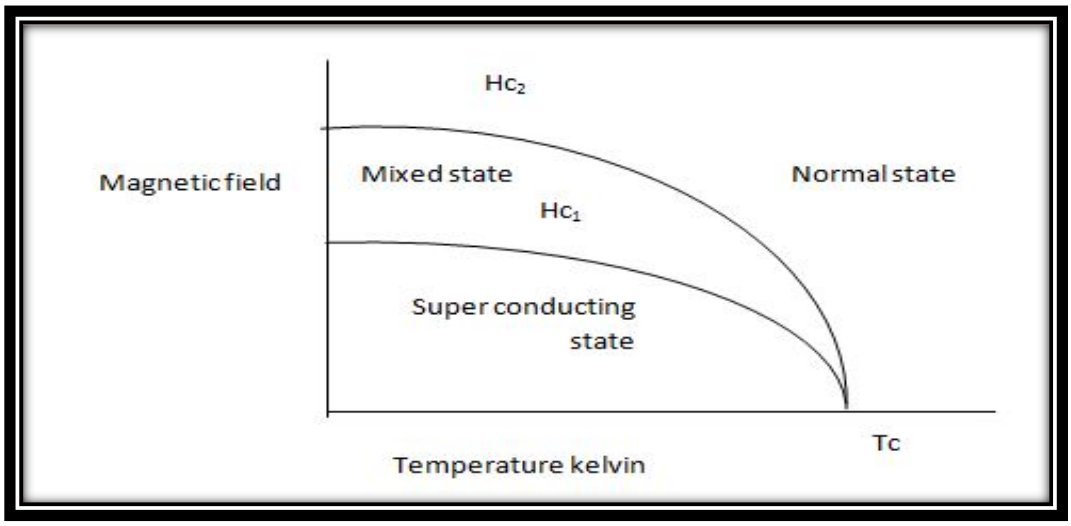
شكل(3-1) يمثل العلاقة بين درجة الحرارة والمقاومة النوعية للمواد فائقة التوصيل الموضحة باللون الأحمر والمواد غير فائقة التوصيل باللون الأزرق[6].

1-2-2 كثافة التيار الحرج(Jc) *Critical current Density*

تعتمد التوصيلية الفائقة على كثافة التيار الحرج (Jc)،والمتمثل بشدة التيار الذي ينتقل على سطح المواد الفائقة التوصيل، وان للتيار قيمة قصوى وفوق هذه القيمة فان التوصيلة الفائقة سوف تتوقف ، ان اندفاع تيار كبير جداً خلال المواد فائقة التوصيل اعلى من قيمة الحرجة تؤدي إلى رجوع المادة لحالتها الطبيعية حتى اذا كانت تحت درجة حرارتها الحرجة [20]. حيث ان هناك علاقة بين كثافة التيار الحرج(Jc) مع درجة ألحرارة الحرجة انه عند انخفاض درجة حرارة الموصل الفائق التوصيل فان التيار المنساب يكون أكبر ،كما موضح في الشكل (2–1).

1-2-3 المجال المغناطيسي الحرج (Hc) *Citrical magnetic field*

ان للمواد فائقة التوصيل ذات درجة حرارة حرجة (Tc) عندما تنخفض درجة حرارة المواد الفائقة التوصيل تحت تلك الدرجة (Tc) فأن المجال المغناطيسي يزداد ليصل إلى أعظم قيمة تسمى بالمجال المغناطيسي الحرج (Hc) ، وان الزيادة في المجال المغناطيسي أعلى من الحرج مما يجعل المواد فائقة التوصيل تذهب الى الحالة الطبيعية للمقاومة ، وفي المواد فائقة التوصيل هنالك منطقة من المجال المغناطيسي ودرجة الحرارة ضمن المادة هي التي تجعلها فائقة التوصيل وخارج هذه المنطقة تكون المادة طبيعية [21].ومن الشكل (4- 1) نلاحظ ان هنالك منطقة مختلطة(Mixed state) تفصل بين الحالة الطبيعية الى الحالة الفائقة وهذه الظاهرة تلاحظ في المواد غير المعدنية (السيراميكية).



الشكل (4 -1) العلاقة بين المجال المغناطيسي ودرجة الحرارة[21]

وقد بينت التجارب ان المجال المغناطيسي الحرج يعتمد على درجة الحرارة وذلك من خلال الصيغة الرياضية الاتية:

$$Hc(T) = Hc(0)\,[1 - (T/Tc)^2] \quad \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots (1\text{-}1)$$

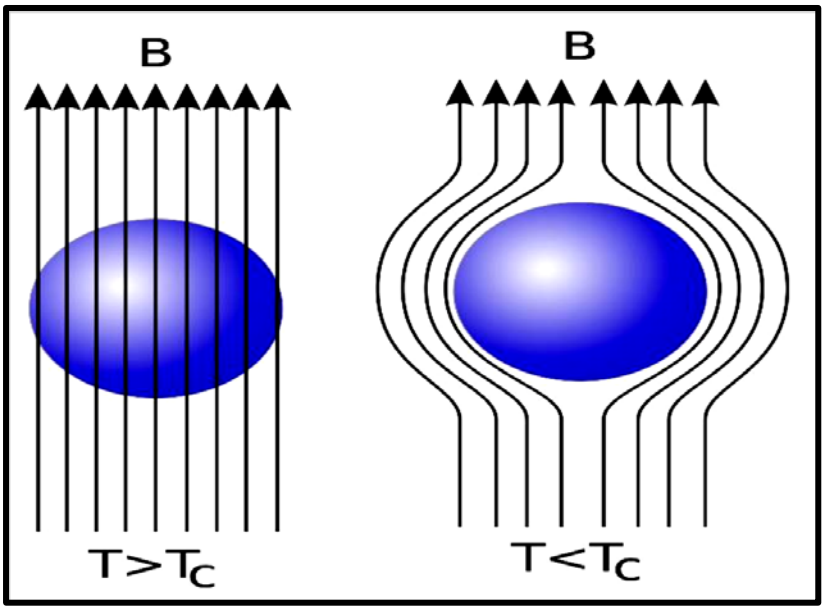
حيث ان $H_c(0)$ يمثل المجال المغناطيسي عندما تكون درجة الحرارة (T=0 K)

علما بان Hc(T) يمثل المجال المغناطيسي الحرج عند درجة الحرارة (T) .

1-3 تأثير مازنر : *Meissner Effect*

ان تأثير مازنر يعرف على انه طرد لأي تدفق مغناطيسي في داخل الموصل الفائق، وقد اكتشف هذا التأثير عام سنة(1933) على يد العالمين والتر مازنر و روبرت أوجنفيلد (Robert ochsenfeld& Walter meissner).[22]

ان الشكل (5-1) يبين خطوط المجال المغناطيسي في الحالة فائقة التوصيل والحالة الطبيعية للمادة، حيث يلاحظ من هذا الشكل بان خطوط المجال المغناطيسي تخترق المادة عندما تكون في حالتها الطبيعية كما موضح في الشكل (5a-1) .



(a) الحالة الطبيعية(الاعتيادية) (b)الحالة الفائقة التوصيل

ان الشكل (5-1) يمثل خطوط المجال المغناطيسي في الحالة الطبيعية(a) والحالة فائقة التوصيل(b) للمادة [23].

عندما يحصل تحول المادة من الحالة الطبيعية الى فائقة التوصيل فأنها تقوم بشكل فعال ونشيط على دفع المجال المغناطيسي وطرده من الداخل كما موضح في الشكل (1-5b).ومن هذا يتضح ان:

$$B_{in} = B_{ext} + B_{induced} \quad \text{.....(1 - 2)}$$

$$Bin = \mu_o H + \mu_o M \dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots (1-3)$$

$$Bin = \mu_o(1+\chi) \dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots (1-4)$$

B_{in}هو المجال المغناطيسي داخل فائق التوصيل

B_{ext}المجال المغناطيسي الخارجي

$B_{induced}$المجال المغناطيسي الداخلي

وكذلك يتمثل كل من(H)شدة المجال المغناطيسي الخارجي , (χ) هي التأثيرية المغناطيسية ,(M) تمغنط الوسط ،(μ_o)هي نفاذية الفراغ.

وعندما تكون المادة في حالة فائق التوصيل فأن:

$$B_{in} = 0$$

$$M=-H$$

$$\chi = -1$$

ان هذا المبدأ الذي حدث للموصل الفائق حيث جعل المجال المغناطيسي في داخله يساوي صفرا" وهذه الصفة مميزة عند المواد الدايا مغناطيسية والتي تنشأ عندما تكون المقاومية الكهربائية لها تساوي صفرا. [24]

ان أهم المعادلات النظرية لتأثير مازنر كانت من خلال معادلة لندن حيث أوضحت آن المجال المغناطيسي يتلاشى داخل الموصل الفائق عند مسافة (20-40 nm) وهذا ما يصف معنى عمق الاختراق لندن (Depth London penetration)

حيث آن تأثير مازنر يعد من المميزات المهمة للتوصيلية الفائقة وهو مايسمى بانتقال الطور .

1-4 مميزات التوصيل الفائق *Fundamentals of superconductivity*

1-4-1 أزواج كوبر *copper pairs*

عند تبريد المواد فائقة التوصيل إلى درجة حرارة اقل من درجة الحرارة الحرجة لها فأن الغاز الالكتروني سوف يتحول من الحالة الطبيعية إلى حالة من الأزواج الكترونية المتشاكهة ،وان كل زوج الكتروني يتشكل عندما يصاحب احد الالكترونات مع إلكترون أخر معاكس له في البرم والزخم أي انه يعطي زخما" مساويا" إلى الصفر، لذلك آن حاملات الشحنة في هذه الحالة تسمى (copper pairs). [25,26]

1-4-2 طول التشاكه *Coherence length* (ξ)

وهو اصغر مسافة أو بعد يعتمد عليه إمكانية تكوين التوصيل الفائق آو عدمها، أو المسافة التي تبقى فيها أزواج كوبر (copper pairs) سويا، .[19] ويعد واحدا من العوامل المهمة في تحديد أنواع المواد الفائقة التوصيل ،وفي عام (1953) أول من اقترح فكرة التشاكه هو ببيارد (pip pared) [27]. حيث بين بيبارد آن كثافة المواد فائقة التوصيل يمكن ان تتغير بشكل محسوس بالمسافة أو البعد وهذه المسافة سميت طول لتشاكه ((ξ) Coherence length) ان اغلب معادن فائقة التوصيل تكون لها طول التشاكه بحدود(10^{-4} cm) يمثل مقياس المسافة بين الكتروني التوصيل الفائق وهذا ممكن آن يعطى بالمعادلة الآتية:

$$\xi = \frac{\hbar V_f}{2\Delta} \quad \text{.....(1-5)}$$

حيث آن :

V_fتمثل سرعة الالكترونات في مستوى فيرمي

و2Δان تمثل فجوة الطاقة .

1-4-3 تأثير الضغط : *(pressure Effect)*

ان للضغط تأثيرا مهما على المواد فائقة التوصيل ،وذلك عند تسليط ضغط عالي جدا فان احتمالية ان تصل درجة الحرارة الحرجة (Tc) للمادة الفائقة التوصيل ان تقترب من درجة حرارة الغرفة، وهذا ما يقصد به عند زيادة الضغط على المواد الفائقة التوصيل فذلك يؤدي إلى الزيادة لدرجة الحرارة الحرجة (Tc)والخلاصة ان درجة حرارة الانتقال الحرجة تعتمد على مقدار الضغط في القيم العالية.[28]

1-4-4 تأثير النظير : *(Isotopic Effect)*

اظهرت الدراسات التجريبية في المواد فائقة التوصيل ان درجة حرارة الانتقال الحرجة (Tc)تتغير مع معدل كتلة النظير(M) وان السبب في اعتماد درجة الحرارة الحرجة يعود الى معدل كتلة النظير(M) الذي يدخل في اعتماد تردد الفوتون على كتلة النظير لذا فأن :

$$Tc \propto M^{-1\backslash 2} = constant \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots (1\text{-}6)$$

مثال على ذلك وجد في الزئبق ان (Tc) تتغير من درجة حرارة (4.185k) الى درجة حرارة (4.146k) مع التغير في معدل كتلة النظير من (199.5) الى (203.4)وحدة الكتلة الذرية [30 , 29] وقد اقترح في التجارب الحديثة على صيغة عامة هي:

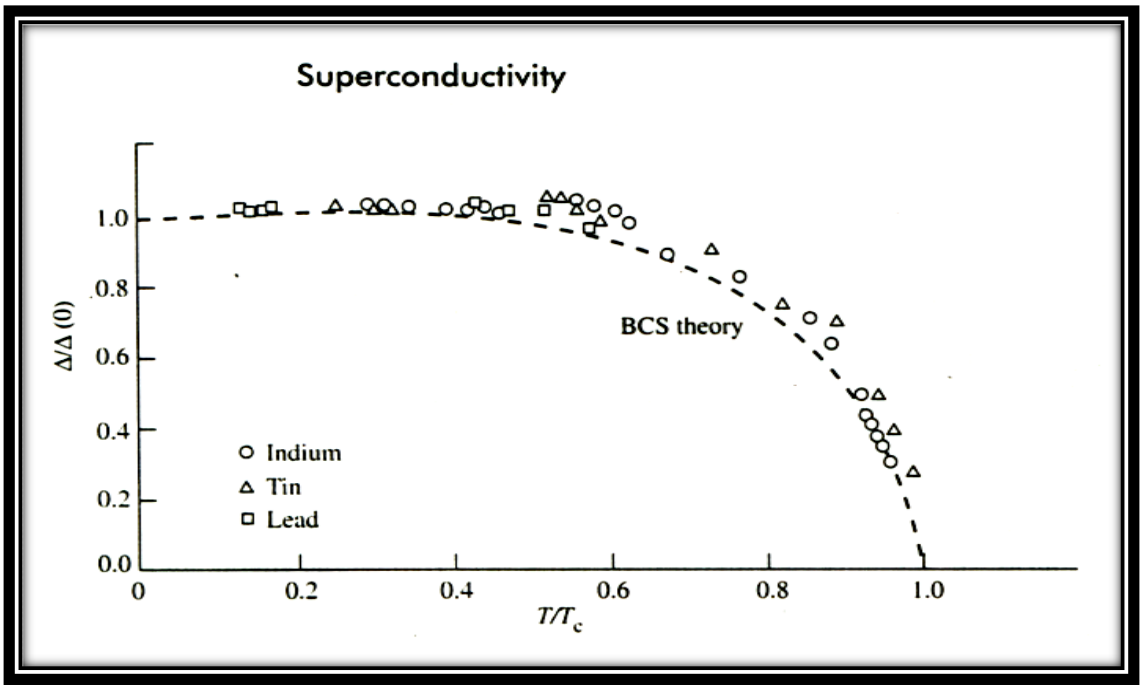
$$Tc \propto M^{-\alpha} \quad \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots (1\text{-}7)$$

حيث ان(α) تدعى معامل تأثير النظير [30]، ويتضح من المعادلة (1-7)ان التناسب بين كتلة النظير ودرجة الحرارة الانتقالية (Tc) هو تناسبا عكسيا ، علماً ان كتلة النظير هي خاصية من خواص الشبيكة البلورية ويمكن أن تؤثر على تردد اهتزاز الشبيكة وبالتالي تؤثرعلى حالة التوصيلية الفائقة وفقاً الى تأثير النظير.

1-4-5 فجوة الطاقة: *(Energy Gap)*

ان التجاذب الفعال الموجود بين الالكترونات للموصلات الفائقة يؤدي ذلك إلى ظهور فجوة في داخل طيف الطاقة تدعى (فجوة الطاقة) (Energy Gap) ويرمز لها (Eg)، فعندما يكون التردد عالي بصورة كافية فان عملية امتصاص سوف تحدث والتي تؤدي الى تهيج الالكترونات عبر هذه الفجوة (فجوة الطاقة) وهنا فان عملية ألازدواج للالكترونات لم تعد ذا فائدة وان أثار التوصيلية الفائقة سوف تختفي ،وهذا الرأي متوافق مع ما جاءت عليه نظرية (Bcs).[31]

ان القيمة المثالية للفجوة هي اقل من ($1mev^-$) علماً ان فجوة الطاقة لا يمكن آن تظهر بصورة مباشرة حيث ان قيمتها الفعلية عند درجة الحرارة الحرجة تساوي صفراً ، وان تغير فجوة الطاقة مع درجة الحرارة يستند على وفق نظرية (BCS) والشكل (1-6) يبين آن$\Delta(0)$هي قيمة فجوة الطاقة عند$(T=0)$ ،وان$\Delta(T)$ هي قيمة فجوة الطاقة عند أي قيمة لدرجة الحرارة .[31]



الشكل(1-6) تغير فجوة الطاقة$\Delta/\Delta(0)$ بدرجة حرارة (T=0) كدالة لدرجة الحرارة [31].(T\Tc)

1-5 نظريات التوصيل الفائق ذات درجات الحرارة الواطئة

Theories of Superconductor at low Temperature

ان اكتشاف ظاهرة التوصيل الفائق في النصف الأول من القرن العشرين اظهرت مشكلة التقلبات المشوشة للانتقال إلى التوصيلية الفائقة التي لم تأخذ بنظر الاعتبار العينات المحضرة بشكل كتل(Bulk) ، حيث أن الدرجة التي تفصل بين الطور الطبيعي والطور الفائق التوصيل للمادة هي درجة الحرارة الحرجة ، ومن الجدير بالذكر ان مثل هذا السلوك للخصائص الفيزيائية في الموصلات الفائقة تتوافق مع النظرية التي جاء بها كل من (Ginzburg-landau) والنظرية المهجرية (BCS) وهاتان النظرياتان توضحان ظاهرة التوصيل الفائق.[32]

1-5-1 معادلة لندن *(london Equation)*

تم وصف الالكترونات الموصلة في الحالة الطبيعية للمعدن بوساطة قانون اوم (ohm's low)الذي يعبر عنه بالصيغة الرياضية ($j=\sigma E$)ولكن بعد تعديل هذا الوصف وتأثير مازنر في حالة التوصيلية الفائقة فانه افترض ان كثافة التيار في حالة فائقة التوصيل تتناسب طردياً مع متجه الجهد (A) في المجال المغناطيسي ألموقعي ،وبما أن

$$B=\nabla\times A \text{ ……………………………………………….(1-8)}$$

ان قيمة ثابت التناسب ($-1/\mu_o\lambda^2_L$). [33]

$$j=(-1/\mu_o\lambda^2)A \text{……………………………………..(1-9)}$$

حيث أن λ تمثل ثابت الأبعاد من الطول ، وهذه هي معادلة لندن.

ويأخذ (curl) لكلا الطرفين فنحصل على ما يلي:

$$\nabla\times j=(-1\backslash \mu_o\lambda^2)B \text{ . ………………….(1-10)}$$

وباستخدام معادلات ماكسويل يتبين ما ياتي:

$\nabla \times B=\mu_o j$.....(1-11)

$\nabla \times \nabla \times B=\mu_o \nabla \times j$.....(1-12)

$\nabla \times \nabla \times B=\text{grad div}B-\nabla^2 B$.....(1-13)

$\nabla \times \nabla \times B=-\nabla^2 B$ (because divB=0).....(1-14)

$-\nabla^2 B= \mu_o \nabla \times j$.....(1-15)

$-\nabla^2 B=-[n_s e^2 \mu_o /m^*]B=-B/\lambda^2$.....(1-16)

$\lambda^2=(m^*/n_s e^2 \mu_o)$.....(1-17)

حيث ان (λ) تمثل عمق الاختراق للندن (حيث يرتبط مع مقدار العمق الذي يخترقه المجال المغناطيسي عند سطح الموصل الفائق) ، ان هذا التعريف عند جمعه مع صيغ كل من كورتر وكاسمير(GC) في كثافة الالكترونات للمواد الفائقة التوصيل ينتج عنها اعتماد درجة الحرارة على عمق الاختراق .[33]

$$\lambda (T)=\lambda(0)/ \sqrt{1 + t^4} \text{ .....(1-18)}$$

رغم آن هذه المعادلة لا تمتلك تبريراً آو تفسير مجهري عند درجات الحرارة الواطئة لذلك فهي تأخذ الصيغة الآتية:

$$\lambda (T)=\lambda(0)[(1+t^4/2)+0(t^8)] \text{.....(1-19)}$$

$$\lambda (T)=\lambda(0)[1-(T/Tc)^4]^{-1\backslash 2} \text{.....(1-20)}$$

حيث ان $\lambda(0)$ هي عمق الاختراق في درجة حرارة (T=0k)

ان المعادلة الأخيرة(1-20) تفسر عمق الاختراق ،حيث ينخفض المجال المغناطيسي بشكل كبير من السطح إلى الموصل الفائق مما يعني أن هنالك منطقة صغيرة ذات سمك معين بالقرب من السطح الذي يوجد فيه حقل مغناطيسي ملموس، وتعرف هذه المنطقة باسم عمق لندن للاختراق.[34]

حيث يمثل **عمق الاختراق (λ)(penetration Depth)**

من المميزات المهمة للتوصيل الفائق ،أن المجال المغناطيسي الموجود في داخل الموصل الفائق ينخفض آسيا من القيمة العظمى إلى أن يصل إلى الصفر بحسب العلاقة الاتية :[19,35]

$$B_X=B_0\, e^{-x/\lambda} \quad \text{.....(1-21)}$$

حيث تمثل كل من:

B_0المجال المغناطيسي عند السطح .

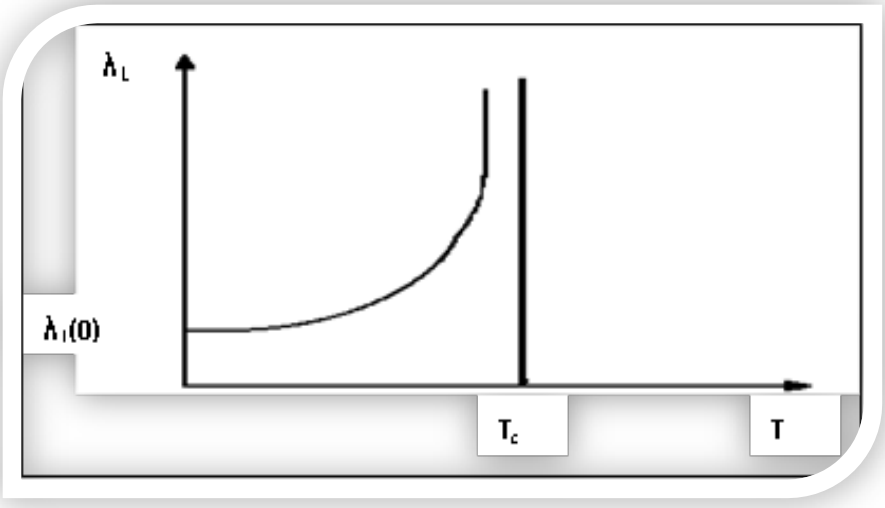
X هي المسافة من السطح إلى اي نقطة معينة داخل المادة .

λ هو عمق الاختراق وهو عامل لديه قيمة مثالية تتراوح بين (10-100 nm).

ان عمق الاختراق(λ) يتغير مع درجات الحرارة حسب العلاقة التجريبية التالية:

$$\lambda_{(T)} = \lambda_0[1 - (\frac{T}{T_c})^4]^{-\frac{1}{2}} \quad \text{.....(1-22)}$$

عندما تكون(T→Tc) فان النموذج يكون في حالة التوصيل الفائق ، وان المجال المغناطيسي عندما يخترق بعمق إلى داخل العينة فان العينة تكون في الحالة الطبيعية أي عندما (λ→∞) [35].وهذا مبين في الشكل(7-1) يمثل تغير درجة الحرارة (T) مع عمق الاختراق (λ) .[33].



الشكل (7-1) يبين تغير درجة الحرارة (T) مع عمق الاختراق (λ).[33]

1-5-2 نظرية كيزينبرك-لانداو : *Ginzburg-landau theory*

قام كل من كيزينبرك -لانداو باستعمال النظرة الجاهرية لعملية وصف انتقال المادة من حالتها الطبيعية إلى الحالة الفائقة التوصيل، وفق الأساس الثرموديناميكي للتحول ألطوري في المرتبة الثانية (second order phase transition).[36]

وقد قدمت هذه النظرية (Ψ) هو العامل للالكترونات فائقة التوصيل أما (n_s) فهو الكثافة الموضعية للالكترونات فائقة التوصيل وحسب العلاقة ($n_s=|\Psi|^2$) وطبقاً للنظرية فان التغير في مقدار الطاقة الحرة (F) ممكن أن يتطور إلى قوى المتسلسلة (Ψ) ومن هذه الحالة فان عمق الاختراق المغناطيسي(λ) والمسافة بين الالكترونات تمثلان أزواج كوبر وطول التشاكه الفائق التوصيل (ξ) ممكن أن يحسب بوساطة العلاقات الاتية:

$$\xi^2(T)= \hbar^2 /4m\alpha \quad \text{.....(1-22)}$$

$$\lambda^2(T)=mc^2/4\pi n_s e^2 \quad \text{.....(1-23)}$$

حيث ان α تمثل عاملا متغيرا في التجربة ويكون معتمداً على التقلبات الثرموداينامية في الطور فائق التوصيل،(n_s) الكثافة الموضعية للالكترونات ، (m) الكتلة الفعالة للإلكترون ($\hbar$) ثابت بلانك [37] .

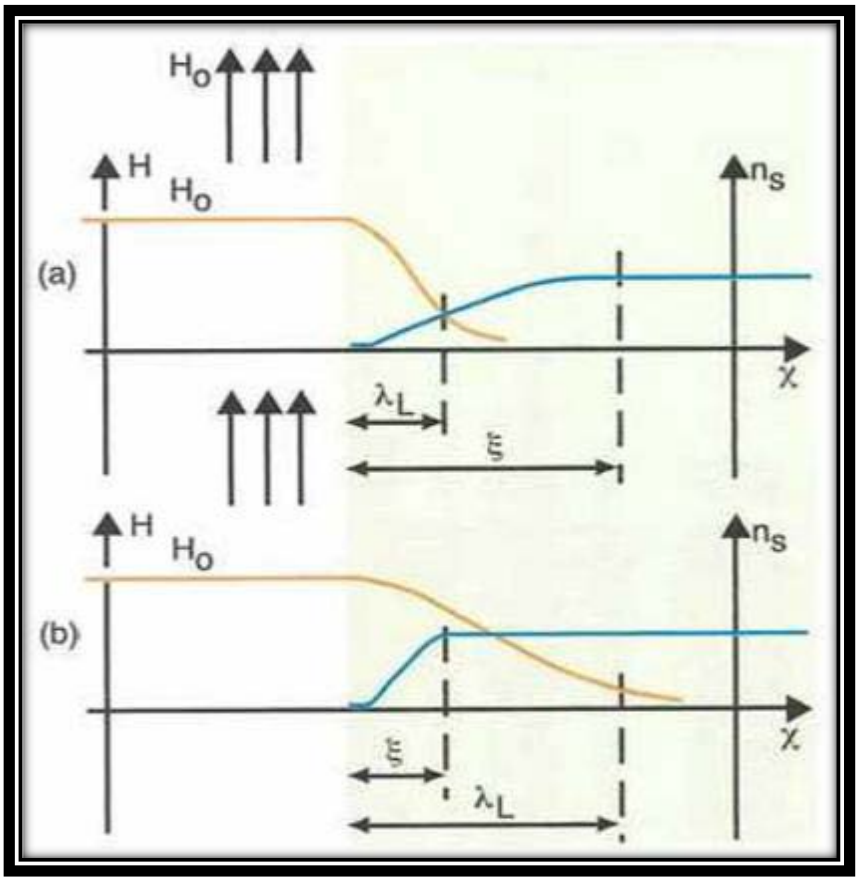
ان كل من العاملين (λ),(ξ) يتباعدان بالطريقة نفسها عندما يكون(T=Tc) وعندما تكون ($T \rightarrow Tc$) فان النسبة بين (λ),(ξ) تعطي عاملاً محدداً يسمى بعامل كينزينبرك -لانداو ويرمز له(K) وهو يمثل الخاصية التي تميز آو تفرق بين أنواع مواد فائقة التوصيل سواء كانت المواد الفائقة التوصيل من النوع الأول أو إلنوع الثاني ويمكن ان تمثل بالعلاقة الاتية لتعيين نوع الموصل الفائق :

$$K = \frac{\lambda}{\xi} \quad \text{.....(1-24)}$$

حيث ان :

K يمثل عامل كينزينبرك-لانداو.

وهو يكون في حالتين هما اذا كان($K < 1/\sqrt{2}$) فان المادة فائقة التوصيل هي من النوع الاول (Type-I)، أما اذا كانت ($K > 1\backslash\sqrt{2}$) فان المادة فائقة التوصيل هي من النوع الثاني (Type–II)،وان الشكل يوضح كل من عمق الاختراق وطور التشاكه.[38]كما موضح في الشكل (8-1)



الشكل(8-1): ان شدة المجال المغناطيسي تمثل كدالة لعدد الالكترونات الفائقة التوصيل وكذلك تمثل كدالة للمسافة بين الحدود الفاصلة للحالة الطبيعية والحالة الفائقة التوصيل حيث أن(a) النوع الأول للموصل الفائق ، (b)النوع الثاني للموصل الفائق[38] .

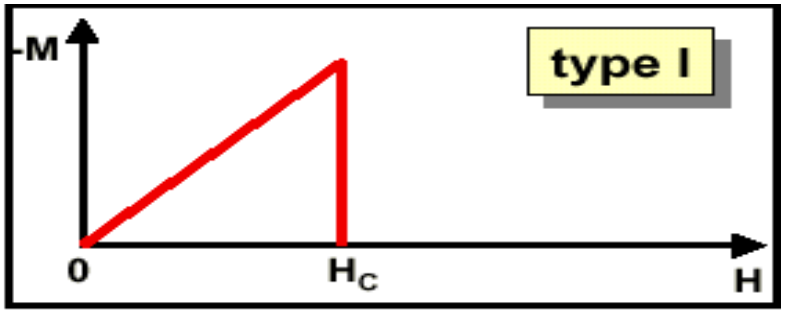
1-6 أنواع المواد الفائقة التوصيل *Type of superconductor*

تصنف المواد التوصيلية الفائقة إلى فئتين آو نوعين اعتماداً على استجابتها للحقول المغناطيسية ويشمل هذا التصنيف النوع الأول للمعادن فائقة التوصيل (Type-I superconductors) و الذي يسمى بالموصلات الفائقة الرخوة (soft-superconductors),أما النوع الثاني للمعادن الفائقة التوصيل (Type-II) والتي تسمى بالمواصلات الصلبة (Hard-superconductors)، وأن معامل كينزينبرك- لانداو (k) يؤدي دورا مهما في المقارنة بين هذين النوعين من الموصلات الفائقة فاذا كانت قيمة ($k<1/\sqrt{2}$)فأن الموصل الفائق يكون من النوع الأول، أما اذا كانت قيمة ($K>1/\sqrt{2}$) فأن الموصل الفائق يكون من النوع الثاني المصدر. [40,39]

(1-6-1)النوع الأول الفائق التوصيل: *Type-I superconductor*

في هذا النوع من المواد فائقة التوصيل انها تسلك سلوك مواد دايا مغناطيسية عندما تكون قيمة المجال المغناطيسي لها اقل من قيمه المجال المغناطيسي الحرج (Hc) لذالك فان المادة تكون فائقة التوصيل ، واعلى من هذه القيمة تكون في حالتها الطبيعية. [41,42]

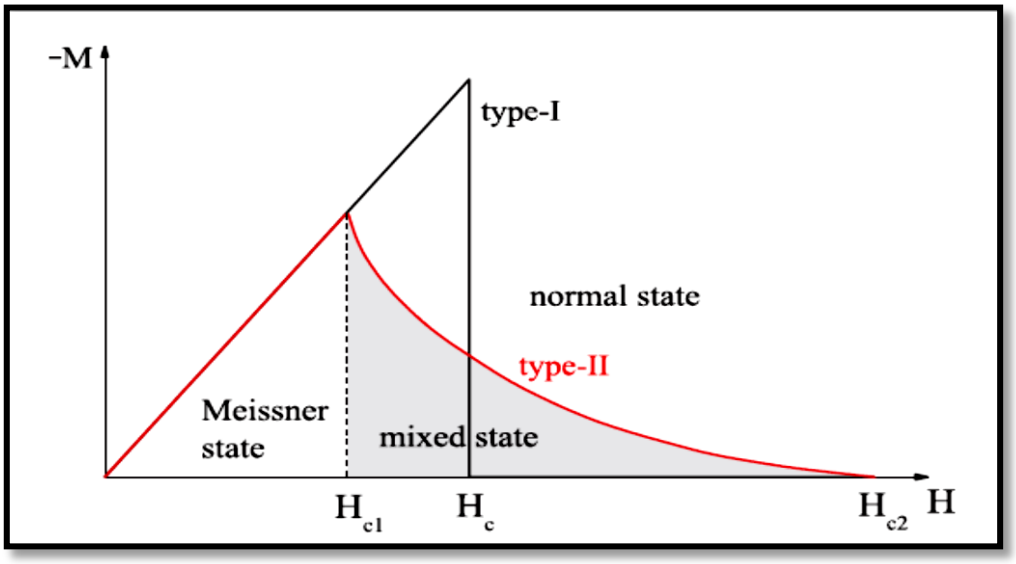
كما أنها تظهر استجابة تامة لتأثير مازنر. وهذا النوع له قيمة مجال مغناطيسي حرج (Hc)بحدود(Hc=0.1Tasl) [43] و هناك الكثير من العناصر المصنفة من النوع الأول هي الألمنيوم والزئبق كما في الشكل (1-9) النوع الأول لفائق التوصيل.



الشكل (1-9) يمثل النوع الاول من فائق التوصيل [44].

(1-6-2)النوع الثاني الفائق التوصيل: *Type-II superconductor*

ان هذا النوع توجد له قيمتان للمجال المغناطيسي الحرج (Hc1,Hc2)حيث تكون قيمة (Hc1) اقل من قيمة (Hc2) و يمكن أن تصل قيمة المجال المغناطيسي الحرج للنوع الثاني بحدود (100) مرة اكبر من المجال المغناطيسي الحرج النوع الأول ، كما ان هذا النوع لا تظهر فيه استجابة تامة لتأثير مازنر .[39,45] كما في الشكل(1-10) حيث يمثل منحني التمغنط النوع الأول و الثاني للمواد فائقة التوصيل.

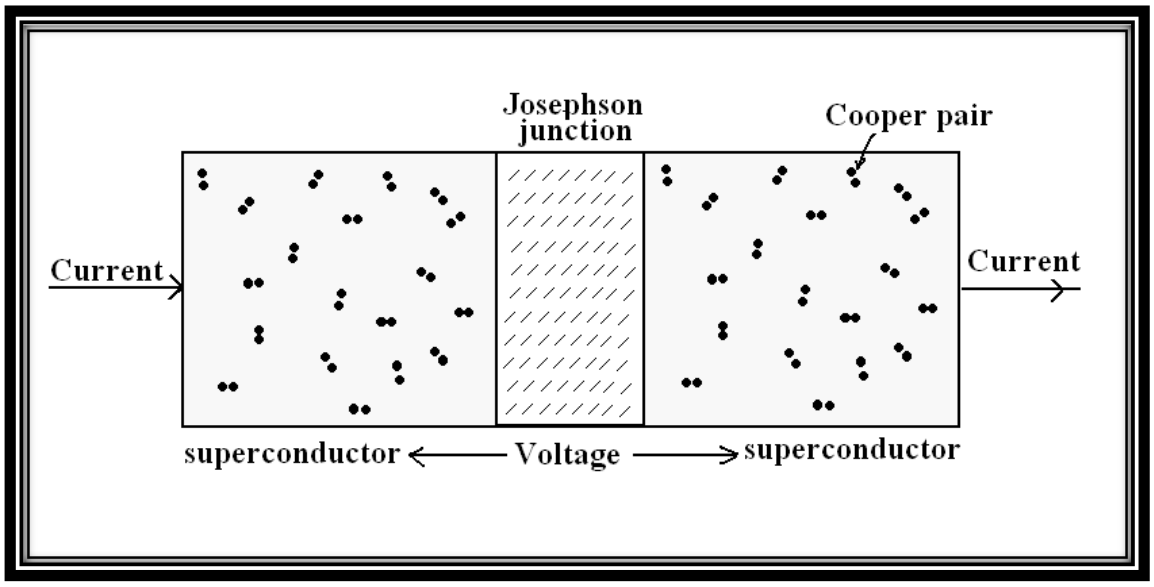


الشكل(1-10) منحني التمغنط للنوع الأول و الثاني للمواد فائقة التوصيل.[46]

كما ان في النوع الثاني من المواد فائقة التوصيل عندما يكون المجال المغناطيسي بين المجالين(Hc1,Hc2) فان الموصل الفائق يقع في الحالة المختلطة (mixed state) إي بين الحالة الطبيعية و الحالة فائقة التوصيل.[41]

1-7 تأثير جوزيفسون : *Josephson Effect*

ان هذا التأثير يبين الية تدفق التيار بين قطعتين من المادة فائقة التوصيل وتكون مفصولتين بطبقة رقيقة من أوكسيد عازل كما موضح في الشكل (1-11) أن هذا السمك للطبقة العازلة يساوي تقريباً (2nm) ،وفي هذه الحالة ان أزواج كوبر يمكن لها التدفق عبر الطبقة العازلة الرقيقة من الموصل الأول إلى الموصل الثاني للمادة فائقة التوصيل وفقاً لالية حفر الأنفاق(Tunneling)، وقد اكتشف هذا التيار النفقي تجريبياً عن طريق جيافير(1.Giaever) وان سلوك التيار خلال الطبقة العازلة بين الموصلين الفائقين فقد حلل لأول مرة نظرياً من قبل جوزيفسون(B,D.josephson)حيث يتبين آن التيار الفائق التوصيل يتمثل على شكل ازواج مرتبطة من الالكترونات وهذه الأزواج يمكنها التدفق عبر الفجوة العازلة بين الموصلين الفائقين اذا كانت المسافة صغيرة بما فيه الكفاية وتسمى هذه الطبقات العازلة او المفارق باسم الروابط الضعيفة (weak link). [47]



الشكل (1-11) تأثير جوزيفسون.[47]

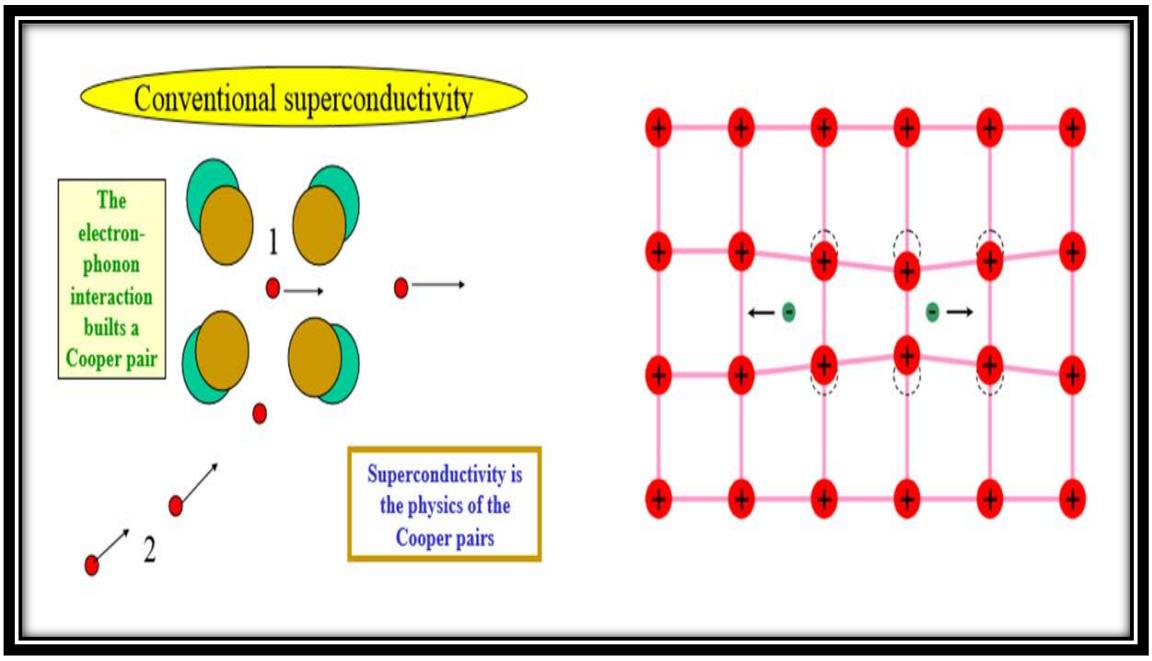
1-8 نظرية (BSC) : *(BSC) theory*

اصبحت فهم ظاهرة التوصيل الفائق أكثر وضوحا" من خلال النظرية (BSC) التي اعتمدت من قبل الفيزيائيين الثلاثة. (J.Bardeen , J.Schriffer, L.Cooper,) التي سميت بأسمائهم أن نظرية (BSC) قد بينت التوصيلية الفائقة عند درجات حرارة قريبة من درجة حرارة الصفر المطلق وكذلك أظهرت التوصيل الفائق التقليدي عند درجة حرارة الهليوم السائل والتي تمثل قدرة معادن معينة على توصيل الكهربائية في درجات حرارة واطئة دون أي مقاومة كهربائية ، كما افترضت ان الإلكترونات التي لها برم وزخم معاكس يمكن ان تزدوج لتكون ازواج كوبر(cooper pairt) آن هذه الأزواج من الالكترونات ممكن ان يكون لها سلوك مختلف عن الالكترونات المنفردة ، وقد تخضع لمبدأ باولي للا ستبعاد (Pauli exclusion principle) كما أن الأزواج الالكترونية وهي ممكن ان تتجمع في المستوى نفسه من الطاقة ، ان الأزواج الالكترونية تمتلك مستوى واطئا تقريبا من الطاقة وهي التي تترك فجوة طاقة اقل من طاقة اي منهم تقارب (1meV) والتي تمنع تفاعل التصادم الذي يسبب المقاومة الكهربائية العادية وذلك عند درجات الحرارة التي تكون فيها الطاقة الحرارية للمادة اقل من فجوة الطاقة لذلك فأن المادة تظهر مقاومية كهربائية تساوي صفراً[25].

فقد ادرك كوبر ان الاهتزازات في الشبيكة هي المسؤولة المباشرة على التيار وهي التي تحث الالكترونات على الازدواج كفريق يستطيع تجاوز كل العقبات التي تسبب مقاومة الموصل ،وان هذه التشكيلات او الفرق من الالكترونات تدعى ازواج كوبر [24,48](cooper pairs).

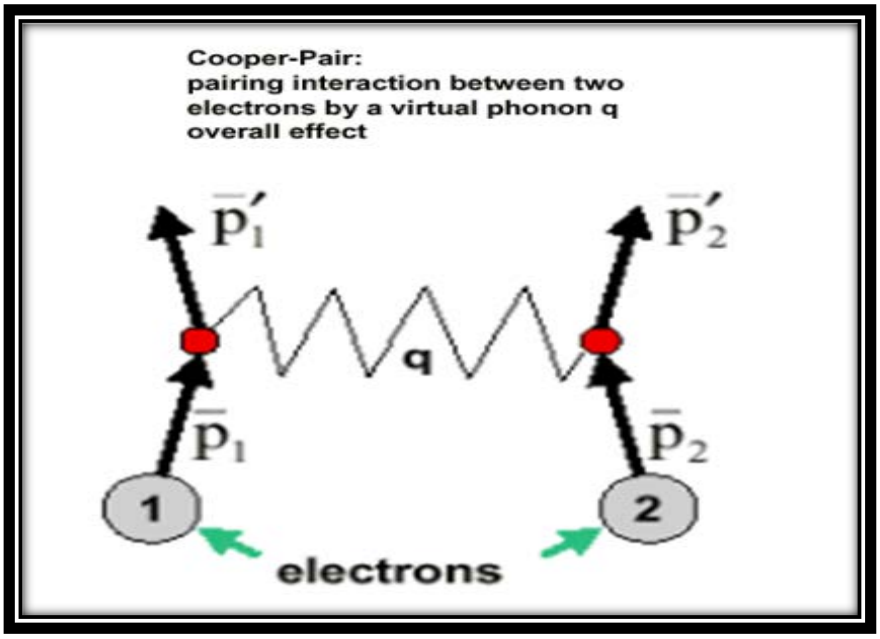
ومن الجدير بالذكر قيم كوبر وزملائه ان الالكترونات في الحالة الطبيعية للمادة هي عادة ما تتنافر أحداهما مع الأخرى يجب ان يظهر عليها التجاذب الشديد كما في حالة الموصلات الفائقة، وبذلك وجدوا حل لهذه المشكلة تكمن في الفونونات وفي حزم من الموجات الصوتية التي تؤدي الى حدوث اهتزازات في الشبيكة البلورية وان هذه الاهتزازات لا يمكن سماعها الا ان دورها مهم كوسيط ولا يمكن الاستغناء عنه وفقاً للنظرية ان حركة الالكترونات كشحنة سالبة في الشبيكة تحدث بوساطة الايونات الموجبة للمواد فائقة التوصيل، لذا فأن الشبكية سوف تضطرب.[21]

وان هذا الاضطراب يسبب انبعاثا مستمرا للفونونات والتي تشكل قاعدة من الشحنات الموجبة التي تحيط بالالكترونات ،وان الشكل (12-1)يوضح موجة الاضطراب للشبيكة بسبب الانجذاب نحو الإلكترون المتحرك .



الشكل (12-1) اضطراب الشبكية وتشكيل زوج كوبر عند حركة .[50,49]

ان النظرية (BSC) نجحت في وصف أن الإلكترونات ممكن ان تتجاذب خلا ل تفاعلها مع االشبيكة البلورية، وهذا يحصل على الرغم من أن الالكترونات لديها نفس الشحنة حيث أنه عندما تتذبذب الذرات في الشبيكة كمناطق سالبة وموجبة قان الزوج الالكتروني يتناوب في الدفع والسحب معا من دون تصادم وعند ارتباط الإلكترونات مع بعضها كأزواج فأنها تتحرك في المادة فائقة التوصيل في شكل منتظم[51].



الشكل (13-1) انبعاث الفونون (q) وامتصاصه بين الازواج كوبر الالكتروني في الموصل الفائق.[24]

في نظرية (BCS) إن أعلى درجة حرارة حرجة (Tc) يمكن أن تصل بحدود (30 – 40k) كما أن الطاقة الحرارية تسبب تفاعلات(الكترون- فونون) التي تسمح بتشكيل أزواج كوبر. ان النظرية (BCS) قد استنتج من خلالها العديد من التنبؤات والتوقعات المهمة التي تعتمد على تفاصيل التفاعل حيث بينت في العلاقة الآتية :[52]

$$Tc=1.14\hbar w_D/k_B \exp-(1/N(F)V)$$

حيث ان ؛

(K_B)هوثابت بولترمان

(WD) تردد ديباي

N(F) كثافة الحالة عند المستوى فيرمي

Vهو معدل تفاعل (الكترون- فونون)

1-9 تطبيقات المواد الفائقة التوصيل :

Application of superconductors

ان التطبيقات الحديثة للمواد الفائقة التوصيل كثيرة ومتعددة تستخدم فيها التكنولوجيا الحالية وان عملية تشغيل الأجهزة فاقئة التوصيل تتطلب ظروف خاصة و تقنيات متقدمة ومن هذه الظروف إنها تحتاج إلى تبريد اضافي و خارجي ،وذلك باستخدام عنصر النيتروجين السائل بدلا من عنصر الهليوم وذلك لتقليل الكلفة والخسارة كما ان عنصر الهليوم غالي الثمن و ان الأسلاك الكهربائية لمواد فائقة التوصيل تختلف اختلافا كلياً عن الأسلاك المستخدمة في تطبيقات الكهربائية الاعتيادية ،وبذلك تستخدم المواصلات الفائقة لقدرتها على تحمل ومقاومة المجال المغناطيسي العالي . وتستعمل الموصلات فائقة التوصيل ذات درجات الحرارة العالية(HTSC) بشكل كبير في تطبيقات الأغشية الرقيقة في صناعة أدوات المايكروويف المستعملة في الهواتف النقالة الأقمار الصناعية[53,47] كذلك تدخل في صناعة المغانط الحديثة الفائقة التوصيل و ذلك لأنها تتحمل تيار الكبير من دون خسارة في الطاقة.[35]

وعوضا" من ذلك يمكن القول ان التطبيقات الحالية تشمل وسائط الحماية المغناطيسية و من التطبيقات الطبية على سبيل المثال انظمة التصوير الطبي وسائط معالجة الإشارات المتماثلة و أجهزة الرنين الطبي المغناطيسي و غيرها [54]

ومن التطبيقات المهمة ايضا الحالية تستخدم الموصلات الفائقة التوصيل في انظمة تقنية الماء باستخدام تأثير العزل المغناطيسي حيث يمثل هذا النظام أكثر كفاءة من انظمة التقنية الحالية [55]

ومن الجدير بالذكر آن هناك تطبيقات مستقبلية من حيث أنتاج محولات عالية الأداء في مجال الطاقة الكهربائية وكذلك أجهزة خزن الطاقة والمحركات الكهربائية ونقل الطاقة الكهربائية .[56]

- و من اهم التطبيقات والاستخدامات لظاهره التوصيل الفائق نذكر ما ياتي:

١- تدخل في صناعة المولدات التي تحتوي على أسلاك فائقة التوصيل حيث تكون أكثر كفاءة من المولدات ذات أسلاك النحاس كما أن هناك مولدات ذات كفاءة على الحدود (99%) وحجمها يكون اصغر من حجم المولدات العادية .[57]

٢- في صناعة القطارات الحديثة وذلك باستخدام تقنية الطفو المغناطيسي المعتمدة على الموصلات الفائقة حيث تصنع مغانط فائقة التوصيل وتكون قوية جدا و هي تعمل بإزالة الاحتكاك بين القطار و السكك الحديدية . [58]

٣- التطبيقات الإلكترونية : حيث تعمل هذه التطبيقات على صنع مرشحات عالية الاداء وتبنى من سلك فائق التوصيل ذو مقاومه كهربائية قريبة من الصفر حيث تعمل على تحرير الترددات المرغوبة و رفض الترددات الغير المرغوبة مثل الترددات الراديوية كما في نظام الهواتف النقالة ،كذلك تستخدم في تطبيقات علمية مثل تطوير اجهزة الأشعة السينية (X-Ray detectors) و تطوير كاميرات بصرية عالية الحساسية والتي تسمى(scammers).[59]

الفصل الثاني

الموصلات الفائقة ذات درجات الحرارة العالية

HIGH TEMPERATURE SUPERCONDUCTER

(الموصلات الفائقة ذات درجات الحرارة العالية)

High Temprature Superconductor (HTSC)

2-1 المقدمة *Introduction*

يعد الموصل الفائق ذو درجات الحرارة العالية (HTSC) نوعا مهما من أنواع المركبات الكيميائية التي تشمل ذرات لعناصر مختلفة و مكونة من مركبات ذات تركيب سيراميكي وتستعمل الموصلات الفائقة ذات درجات الحرارة العالية في كثير من التقنيات الخاصة للمنتجات الكهربائية و التطبيقات الالكترونية ،ومن المعلوم أن الموصلات الفائقة ذات درجات الحرارة العالية لديها درجة حرارة حرجة (Tc) أعلى من نقطة غليان النيتروجين السائل(77K) . [60]

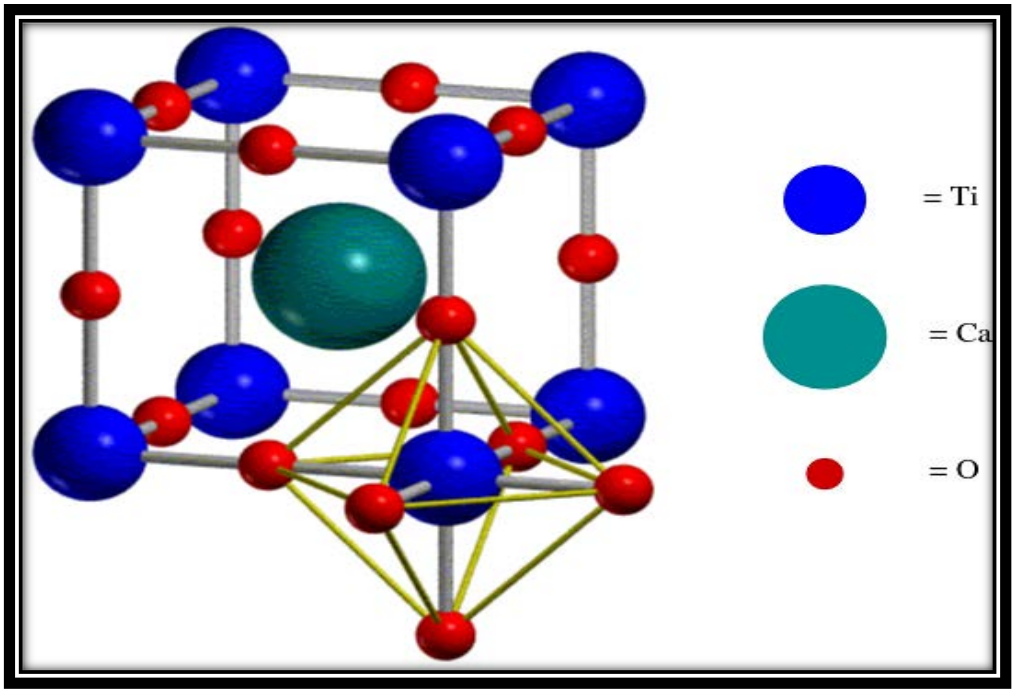
في عام 1988 (maeda) اكتشف نظام التوصيل الفائق الخاصة بالمركب السيراميكي (Bi-Sr-Ca-Cu-O)،او ما يسمى (BSCCO) للنظام الفائق التوصيل ذي الصيغة الكيميائية ($Bi_2 Sr_2 Ca_{n-1} Cu_nO_{2n+4+\delta}$) .[41،61]

عندما يضاف(Ca) إلى النظام الفائق التوصيل(BSCCO) ينتج منه مادة ذات درجة حرارة انتقال حرجة (Tc) وان النظام(BiSrCuO) لديه مميزات هي يمكن تلخيصها ما ياتي:

ان هذا المركب بصيغته الكيميائية ($Bi_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+4+\delta}$) حيث ان (n) هو عدد طبقات (Cu-O)وتأخذ القيم (n=1,2,3) وتزداد درجة الحرارة الحرجة بازدياد قيم (n) ،عندما (n=1) تكون درجة حرارة الانتقال الحرجة للنظام فائق التوصيل($Bi_2Sr_2Cu_1O_6$) بحدود(22-50K) ، وعند (n=2) تكون درجة حرارة الانتقال الحرجة للنظام فائق التوصيل ($Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$) ضمن المدى (80-85k) ، أما نظام فائق التوصيل ($Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$) تكون درجة حرارة الانتقال الحرجة له بحدود (110-118k)وذلك عندما (n=3). [62]

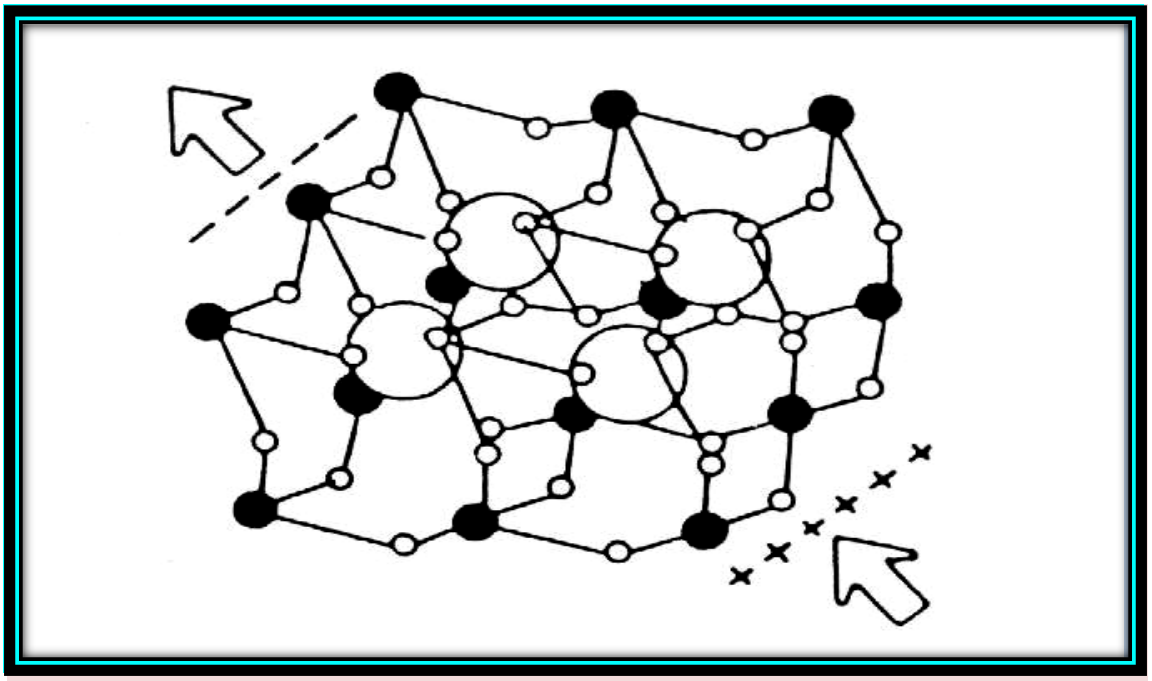
2- 2مركبات البيروفسكايت perovskite compounds

ان مركبات البيروفسكايت (perovskite) و هي من المواد السيراميكيه ذات تركيب (ABX_3) ، حيث تتكون من عناصر معدنية (A)و (B) وهالوجين(X_3) ، أما المواد المعدنية وتشمل(A-cation) ذو شحنة موجبة و حجم كبير يقع في مركز المكعب والعنصر الثاني (B-cation) فهو ذو شحنة موجبة و حجم اصغر يقع في الأركان الثمانية بينما تكون العناصر الأخرى غير المعدنية المتمثلة بالأكسجين او الهليوم او اليود او البروم تسمى (anoin) سالبة الشحنة وتقع في منتصف أضلاع المكعب . [63] كما موضح في الشكل (1-2) التركيب البلوري للبيروفسكايت .[63]



الشكل (1-2) :يمثل تركيب البيروفسكايت.[63]

ان معظم البيروفسكايت تكون مشوهة عندما يكون (A- cation) اصغر نسبيا من (B - cation) ، قد يحدث ميلان في التركيب البلوري لوحدة الخلية ، وهذا يؤدي إلى ان تكون الشحنات السالبة على جهة والشحنات الموجبة على جهة أخرى ،مما يؤدي إلى حدوث استقطاب قوي الذي يكون له الدور الأساسي في تفسير ظاهرة التوصيل الفائق كما مبين في الشكل (2-2) الذي يمثل الاستقطاب الحاصل في تركيب البيروفسكايت.[63]



الشكل (2-2): الاستقطاب الحاصل في البيروفسكايت .[63]

2-3 التركيب البلوري للنظام الفائق التوصيل (BSCCO)

crystal stracture of superconductor (BSCCO)

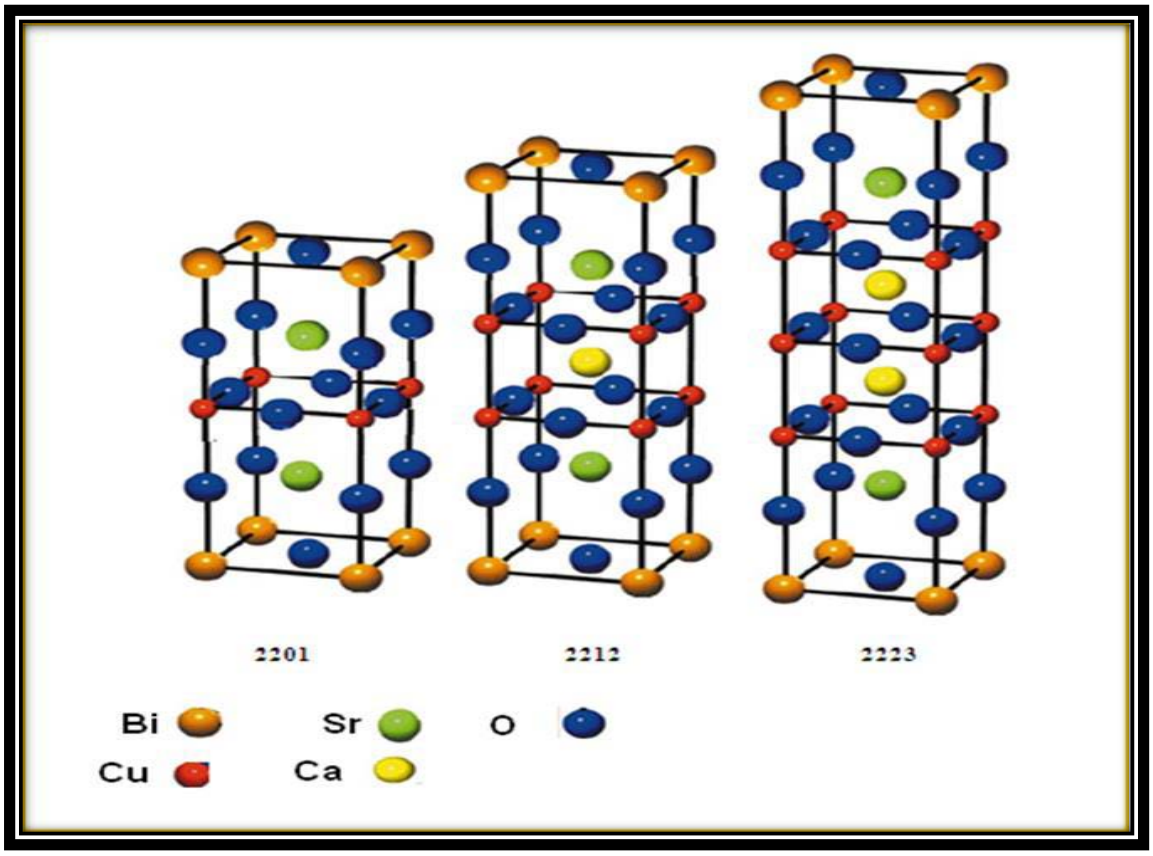
ان الصيغة الكيميائية ألعامة للنظام (BSCCO)هي مكونة ($Bi_2Sr_2Ca_{n-1}\ Cu_nO_{2n+4+\delta}$) حيث ان (n) هو عدد صحيح موجب يمثل(n=1,2,3) وفي هذا النظام هناك مجموعة من طبقات اوكسيد النحاس(CuO_2) و كل صبقتين مفصولة بذرة كالسيوم (Ca)من دون أوكسجين و يتكون النظام (BSCCO)من ثلاثة أطوار. [64,65]

ان الطور الأول من عائلة النظام(BSCCO) المعروف(Bi 2201) هو ذو المركب الكيميائي ($Bi_2Sr_2CuO_{6+\delta}$) يمثل درجة حرارة حرجة تتراوح (22-50K) ويكون مشروطا بوجود محتوى الأوكسجين ويحتوي على طبقة واحدة من (CuO_2) .[66]

اما الطور الثاني من النظام الفائق التوصيل (BSCCO) المعرف(Bi2212) ذو المركب الكيميائي($Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$) يمتلك درجة حرارة انتقال حرجة تتراوح بين(50-95k) مشروطا بوجود محتوى الأوكسجين ويحتوي هذا الطور على طبقتين من (CuO_2) مفصولة بطبقة من (Ca)اما الطور الثالث من النظام (BSCCO) المعروف(Bi 2223) فهو المركب الكيميائي ($Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10+\delta}$) هو طور ذو درجة حرارة حرجة بحدود(110-118k) وهذا

الطور يحتوي على ثلاث طبقات من طبقة (CuO_2) وطبقتين من الكالسيوم(Ca) كما الشكل(3-2) يمثل النظام فائق التوصيل ($Bi_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+4+\delta}$) عند قيم (n=1,2,3).[67,68]

ان الأطوار (2201) ،(2212)، (2223) تعتمد كثيراً على محتوى الأوكسجين.[69] ، ومن الجدير بالذكر هناك طور في النظام(BSCCO)هذا الطور هو (2234) حيث يتكون من أربع طبقات من النحاس و لكن هذا الطور لدية درجة حرارة حرجة اقل من درجة الحرارة ألحرجة الموجودة في الطور (2223) وان قيمتها تساوي(90K) ويستخدم هذا الطور في الأغشية الرقيقة. [70] باستخدام حيود الاشعة السينية(XRD) أظهرت معاملات الشبيكه لوحده الخلية الأولية للطور الأول(Bi-2201) القيم الاتية ($a=5.383A^{\circ}$, $b=5.376A^{\circ}$,$c=24.38A^{\circ}$) والطور الثاني (Bi-2212) ذو القيم الاتية ($a=5.395A^{\circ}$, $b=5.390A^{\circ}$,$c=30.65A^{\circ}$) ، اما الطور الثالث (Bi-2223)ذو القيم ($a=b=5.4A^{\circ}$,$c=37A^{\circ}$) وآن قيمة معاملات الشبيكة هذه تتغير وذلك بالاعتماد على نوع الايون الموجب الخاضع للاستبدال ،حيث ان عملية الاستبدال لها تأثير على عمل استقرارية الطور. [69,70,71]



الشكل(3-2) النظام الفائق التوصيل ($Bi_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+4+\delta}$) عندما قيم (n=1,2,3) .[67,68]

2-4 نظريات التوصيل الفائق ذات درجات حرارة الانتقال العالية *Theories of high Tc superconductor(HTSC)*

تعد آليات التوصيل الفائق ذات درجات الحرارة إلعالية من أكثر الصعوبات والمشاكل إلعالقة في مجال علوم الفيزياء الحديثة حيث ان الموصل الفائق التوصيل ذي درجة الحرارة العالية (HTSC) ومن المعتمد بصورة قوية على وجود إوكسيد النحاس(cuperates) اصبح من أهم المواد دراسا في مجال فيزياء الحالة الصلبة. [72]

وقد برز نوعان من وجهات النظر حول إلية الموصلات الفائقة في درجة الحرارة العالية (HTSC) لكثير من بحوث الفيزياء احدهما يعتقد أن الإثارة المغناطيسية تمثل دور أساسيا في الية الازدواج الذي سببه نمط الرنين المغناطيسي ، آما من جهة أخرى تفرض بأن اهتزازات الشبيكة تؤدي دورا مهما في الية الازدواج ، و يعزى سبب ذلك إلى تأثير النظير للمواد الفائقة التوصيل (cuprater) . [73]

2-4-1 انموذج الطبقات البينة المزدوجة *Interlayer couplig model*

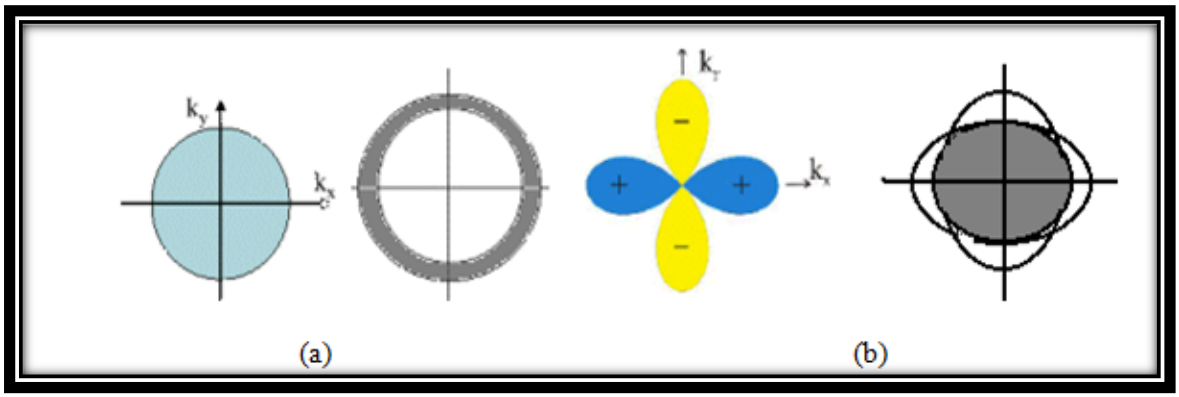
ان طبقات (Bi-O) لها طبيعة معدنية ممكن أن تكون ذات أهمية بالغة في تحقيق درجات الحرارة الانتقال العالية (Tc) ،حيث أن هذه الطبقات الموجودة في ($Bi_2Sr_2Ca_2Cu_30_{10+\delta}$) ترتبط ارتباطاً مباشراً في حساب الفجوات ضمن طبقات (C_u -O) حيث تكون سببا في انتقال الشحنة من واحد إلى الاخر، الأول يعزز الازدواج للطبقات البينية اما الأخير يمثل عاملا مهما لقوة ارتباط الالكترون ، وللتأكيد على تأثير الازدواج في الطبقات فأن طول التشاكة ($\xi = 4A^{\circ}$) يكون اقصر من المسافة الموجودة بين مستويين من اوكسيد النحاس (C_u-O) هي ($d_{cu-cu}=12.1A^{\circ}$) ،وان (ξ) طول التشاكه هو مشابه إلى المسافة بين (d_{cu-m}) التي هي ($4.4A^{\circ}$)من المستوى(Bi-O) ولذلك من الممكن أن تتدفق التيارات الفائقة بين طبقات(C_u-O) بوساطة الاستفادة من الحالة المعدنية للطبقات الفاصلة و التي تتم في الأساس بين طبقة (Cu-O) إلى طبقة (Cu-O) وذلك عن طريق حفر نفق خلال الطبقات المعدنية البينية .[74,75]

2-4-2 انموذج الاكسيتون : *Exition model*

بناء على هذا النموذج هنالك بعض التفاعلات التي تتضمن عملية الازدواج للالكيترونات التي تحدث بوساطة انموذج الاكسيتون (Exation) و ليس كما هو معروف من قبل الفوتونات وقد اقترح ان هناك نطاقي للتوصيل، حيث مثل اقتراح (Allander) نموذج الاكسيتون (Exiton model) لفهم الموصلية الفائقة في درجات الحرارة العالية ، وهذا الاقتراح انة اذا تم وضع المعدن في اتصال مباشر مع شبه موصل مستقطب فستتفاعل الالكترونات المعدنية مع اثارة الروابط الداخلية لاشباه الموصلات ، ونتيجة لتلك الاثارة الفعالة سيحدث الازدواج الالكتروني بالتاكيد وسيؤدي ذلك الى أضعاف قوى كولوم بين الالكترونات. [76,77]

2-4-3 أنموذج تماثل الأزواج : *Pairing symmetry*

تتضمن نظرية (BCS)أنموذج أزواج كوبر والتي من الممكن أن تشكل دالة لموجة مفرده ، وان مجالاً كروياً من الاحتمالية يمثل حلا لهذه الدالة الموجبة وذلك بالإشارة إلى مخطط لموقع الإلكترون الثاني مع تثبيت الإلكترون الأول في المركز وهذا ما يسمى بتماثل الموجة (S)كما موضح في الشكل(2-4a) والتي تتضمن فية نظرية (BCS) أزواج كوبر . آما النوع الثاني من التماثل فيسمى عادةً بتماثل الموجة (d) و الذي ينص على ان الإلكترون قابل للتحرك فقط بالاتجاه (45°) حولة أقطار المستوى كما في الشكل (2-4b) ، وهذا سيسمح للازدواج الكترونات بالابتعاد عن بعضهما ، وهذا يؤدي حتما إلى أضعاف التنافر الإلكترون الأول و الثاني بسبب زيادة البعد الخطي لهما مع السماح لهما بشكل زوج واحد .[78].



الشكل (2-4) أنموذج تماثل إلا زواج في النوع الأول (a) و(b) [78].

2-4-4 ا نموذج غودارد Goddard's Model

عـام 1988 اقتـرح ويلـيم غـودارد واخـرون انموذجـا جديـد فـي التوصـيل الفـائق بالاعتمـاد حركـة الالكترونـات خـلال اوكسـيد النحـاس للمركبـات الجديـدة وحسـب هـذا النمـوذج ان المـادة عنـدما تصـبح فائقـة التوصـيل سـوف تـزاح الكترونـات قليلـة مـن ذرات الأوكسـجين و تـؤدي الـى تمغـنط الـذرات ، حيـث تنسـحب ذرات النحـاس الـى خـط واحـد بسـبب التمغـنط وتنحسـر قسـم مـن الالكترونـات الـى رزم كميـة او تكـون بشـكل فجـوات الناشـئة مـن ذرات الاوكسـجين المزاحـة ، وبالنتيجـة فـأن هـذه العمليـة سـتكون فجـوات جديـدة تـؤدي الـى تـدفق الالكترونـات الـى اجـل غيـر مسـمى فـي حـال المحافظـة علـى درجـة الحـرارة الانتقالية.

ان هـذا النمـوذج تنبـأ بدرجـة حـرارة انتقاليـة للموصـلات الفائقـة التـي تحتـوي علـى مجموعـة اوكسـيد النحـاس(cuprater) بحـدود (-73° C) او (200°k) ومـن الممكـن تبريـد للمـادة المسـتخدمة فـي المصـانع الالكترونيـة التـي تسـتعمل الموصـلات الفائقـة فـي مجـال الاجهزة الطبية و العلمية والالكترونية ولكنها مكلفة جدا .[79]

2-4-5 أنموذج خلل الأوكسجين *Oxygen Defect Model*

ان فـي هـذا النمـوذج اعتمـاد حقيقـي علـى التحليـل الهيكلـي لوحـدة الخليـة والـذي يبـين وجـود فراغـات (Vacancies) للأوكسـجين فـي طبقـات اوكسـيد النحـاس (CuO) وقـد اقتـرح تركيـب خـاص لـنقص الأوكسـجين الـذي سـوف يتوافـق مـع امـتلاء الكترونـي لأزواج كـوبر والتـي تسـاعد علـى تعزيـز تفاعـل الأزواج وبشـكل مميـز فـي المـواد الفائقـة التوصـيل ذات درجـات الحـرارة العاليـة (HTSC) ،ان هـذه الفراغـات يكـون توزيعهـا بشـكل عشـوائي فـي مسـتويات اوكسـيد النحـاس ، وكـل إلكتـرون سـوف ينجـذب مـع الالكتـرون الأمـر الـذي يـؤدي إلـى تشـكيل أزواج مـن ايونـات النحـاس وان الالكترونـات لـديها احتمـال آن تتواجـد بـين ايـونين مـع ارتبـاط ببـرم منفـرد ومثـل هـذا السـلوك المشـابه لبـرم الزجـاج (spin glass) و الـذي يؤكـد أن الخـواص الفائقـة التوصـيل تعتمـد كثيـرا علـى محتـوى الأوكسـجين [80,81].

2-5 الدراسات السابقة : previous studies

ان الطور ذي درجة الحرارة العالية (High -Tc) يمثل الطور الثالث (Bi-2223) في نظام التوصيل الفائق (BSCCO) وهو ذو أهمية بالغة في جميع التطبيقات العلمية و من المواد المرغوبة في البيئة حيث انه يمتلك قدره التحمل العالية للمجالات المغناطيسية بالمقارنة مع الانظمة الكثيرة الفائقة التوصيل كم انه يمتلك كثافة التيار الحرج العالية لذا فأن هذا الطور اخذ القسم الأكبر في الدراسات والبحوث و التي سوف نتعرف على بعضها بايجاز:

في عام(1992) (De Biesi eT al) قدموا دراسة حول المواد فائقة التوصيل ومتعددة الإطوار التي أساسها إلبزموث (Bi) حيث استخدموا تقنيات امتصاص أشعة المايكروويف وتبين الاستنتاج آن نسبه الطور (Bi-2223) تزداد مع ازدياد زمن التلبيد حتى تصل إلى (224 hr)،وهذا الحد الأعلى حيث ان هذا الطور يبدأ بالاختفاء و التناقص عند زمن أكثر من هذا، أصبح من الواضح أن المواد الفائقة التوصيل خصائصها الفيزيائية تعتمد ليس فقط على مكونات المركب وإنما تعتمد على ظروف التحضير .[82].

في عام (2000) (Dawud)،بدأ بالدراسة تأثير مقدار التغير في قيمة (n) و اضافة (pd) في سلوك فائقة التوصيل (HTSC) للمركب السيراميكي($Bi_2Sr_2Ca_{n-1}\ Cu_nO_{2n+4+\delta}$) حيث تمت في هذه الدراسة تحضير نوعين من ألنماذج بطريقة تفاعل الحالة الصلبة كان النوع الأول خالي من اضافة (pbO) أما النوع الثاني فيحتوي على (PbO) بنسبة (%5) للمسحوق المكلسن وكانت النتيجة الحصول على درجة حرارة انتقال(Tc) عالية للنموذج الخالي من (Pb) حيث كانت (Tc=105K)،اما النموذج الذي يحتوي على(Pb) وكانت (Tc=130 K) عند درجة حرارة التلبيد(845ºC) ،ومستوى إلا وكسجين وأطىء ، وقد لوحظ بأن درجة الحرارة الحرجة للانتقال تزداد بزيادة قيمة (n)الى حد وصولها إلى(3.5) وان الزيادة في قيمة (n)اكثر من (4) تسبب تأثيرا سلبيا على قيم(Tc) . [83]

وفي عام (2001) (Hermiz)،بدأ بدراسة تحضير (HTSC) للتركيب الأساسي في النظام $(Bi_{1-x}Pb_x)_2(Sr_{1-y}Ba_yY)_2Ca_2Cu_3O_{10+\delta})$ ولقيم $(0 < x < 0.50)$ و $(0< y < 0.50)$ وذلك بطريقة تفاعل الحالة الصلبة (SSR)حيث تمت دراسة تأثير الاستبدال (pb) بدل (Bi) و(Ba) بدل عن (Sr)وتمت دراسة درجة الحرارة و زمن التلبيد و محتوى الأوكسجين على خواص فاقئة ألتوصيل للحصول على شروط التشكيل المثلى والاستقرارية في الطور العالي

(Bi 2223) وبعد الفحوصات بوساطة (XRD) تبين ان النماذج احتوت على طورين هما الأول(Bi2223) و الثاني(Bi2212) مع احتوائها على بعض الشوائب وجد ان أفضل قيم (Tc) هي (122K) في التركيب y=0.1 ,x=0.2 .[84].

عام (2003) (Leh Down)،درس الباحث بعض الخواص الكهربائية للمركب فائق التوصيل ($Bi_2Sr_2Ca\ Cu_2\ O_{8+\delta}$) و الذي يدعى بالمركب(Bi2212)، وقد تم الحصول على درجة حرارة انتقال حرجة (Tc=85k) كما انه تم الحصول على درجة حرارة انتقال حرجة (110K) للمركب فائق التوصيل ($Bi_2\ Sr_2Ca_2Cu_3O_{10+\delta}$) و الذي يدعى(Bi2223) والتي تعطى هذه الزيادة في درجة الحرارة الانتقالية ألحرجة (Tc) إلى التنظيم العالي في التركيب البلوري للنظام فائق التوصيل للمركب(Bi2223) .[85].

وفي عام (2004)قدم الباحث (Yuan) دراسة حول التعويضات الكافية للمركب الفائق التوصيل($Bi, pb_2)\ Sr2\ Ca_2\ Cu_3\ O_x$) ومن خلال هذا البحث تم التوصل الى اهمية درجة الحرارة في المعاملة الحرارة ،واعتبار درجة الحرارة (850ºC)هي درجة حرارة مثالية .[86]

عام (2005) (Kareem Ali Jassem)،قدم دراسة حول استبدال (Ba) و(Pb,Hg)بدلاً من (Sr)و(Bi) على التوالي للمركب فائق التوصيل ($Bi_{2-x}(Pb,Hg)_xSr_{2-y}Ba_yCa_2Cu_3O_{10+\delta}$) وقد أظهرت الفحوصات (XRD) ان جميع المركبات لديها زيادة في قيمة ثابت الشبكية (c) في العينات المستعمل فيها (Ba) مقارنة مع العينات الخالية منه ، بالنسبة لفحوصات المقاومية الكهربائية ودرجة حرارة الانتقال الحرجة (Tc=125k) للمركب($Bi_{1.75}Pb_{0.25}Sr_{1.9}Ba_{0.2}Ca_2Cu_3O_{10.20}$)،وان درجة الحرارة الحرجة (Tc=129k) فهي للمركب($Bi_{1.75}Hg_{0.25}Sr_{1.9}\ Ba_{0.10}Ca_2Cu_3O_{10.272}$) ،اما درجة الحرارة الحرجة (Tc=119k) فهي للمركب ($Hg_{0.75}Pb_{0.25}Sr_{1.75}\ Ba_{0.25}Ca_2Cu_3O_{8.3}$).[81].

في عام (2005) (Hayder Jawad) قدم دراسة على نظام المركب فائق التوصيل ($Bi_{2-x}Pb_xsr_2\ ca_2\ cu_3\ o_{10}$) حيث كانت قيم (x=0,0.1,0.2,0.3,0.4) قدم فيها دراسة حول استبدال (pb) بدلاً من (Bi)وتأثير هذا الاستبدال على الخواص التركيبيه والكهربائية للمركب ،وقد حضرت العينات بطريقه تفاعل ألحاله الصلبة(SSR) أذا ظهرت نتائج الفحص (XRD) ان العينات ذات تركيب البلوري (معيني قائم) و تحتوي على الأطوار (Bi2223,Bi2212,Bi2201) و أيضا" أظهرت نتائج الفحوصات الكهربائية ان درجة الحرارة الحرجة (Tc=123k) عندما تكون (x=0.4) .[87]

عام (2012) (Kareem Ali Jassem)، تمت فيها دراسة تأثير استبدال (La) على التركيب البلوري و نقاوة الطور والمقاومية الكهربائية الخاصة بالمركب السيراميكي فائق التوصيل ($Bi_2Sr_2la_x\ Ca_{2-x}\ Cu_3\ O_{10-x}$) وقد تم تحضير العينات بطراق تفاعل الحالة الصلبة كما وجد ان التركيب البلوري يتغير من المعيني القائم إلى الرباعي القائم بزيادة تركيز la كما ان نسبة الطور(Bi-2223) تتناقص و نسبة الطور (Bi-2212) تزداد و ان قيمة (Tc) تقل وان العينات اصبح سلوكها شبه موصل مع زيادة تركيز (La) .[88].

عام (2012)(Abbas et al)تمت فيها دراسة تأثير درجة الحرارة التلبيد على المركب السيراميكي الفائق التوصيل ($Bi_{2-x}\ Cu_x\ pb_{0.3}\ Sr_2\ Ca_2\ Cu_3\ O_{10-\delta}$) حيث($0\leq x\leq 0.5$) وقد تم تحضير العينات بطريقة تفاعل الحالة الصلبة وقد اظهرت النتائج ان درجة حرارة التلبيد المثلى هي (860° C) وأفضل زمن للتلبيد هو (140hr) ،كما أظهرت الفحوصات(XRD) ان العينات تمتلك تركيب معيني قائم وانها تحتوي على الاطوار (Bi2223) ،(Bi2212) وكذلك وجود الطور (Bi2201) في العينات عند (x=0.4) وان (Tc) تزداد مع زيادة قيمة الثابت الشبكة (c).[89]

اما في عام (2013) (Hermiz et al)،قام بدراسة تأثير الضغط اي (قوة كبس العينات)على إلمركب إلسيراميكي فائق التوصيل ($Bi_{1.6}\ pb_{0.4}sr_{1.8}Ba_{0.2}\ ca_2\ \ cu_{2.2}Ni_{0.8}\ o_{10-x}$) وجد ان افصل درجة حرارة حرجة هي (Tc=117k) .[90].

عام (2014)(Shatha .H.Mahdi)،تمت فيها دراسة تأثير الطبقات (Cao),(Cuo) على الخواص العزلية والتركيبية للمركب فائق التوصيل ($Bi_2Ba_2\ Ca_{n-1}\ Cu_n\ O_{2n+4+\delta}$) وقد حضرت العينات بطريقة تفاعل الحالة الصلبة وذلك بدرجة حرارة تلبيد(750ºC) ولمدة زمنية (120hr) وقد أظهرت نتائج الفحوصات XRD ان التركيب البلوري يمتلك تركيب معيني قائم وان التغير في الطبقات (Cao),(Cuo) ينتج عنه تغير لمعاملات الشبكة (a ,b ,c) مع نسبة(c/a) وان التغير في مقدار n ينتج عنه تغير في الخواص العزلية.[91]

في عام (2016)(shalaby et al) ،قام بدراسة خواص النظام فائق التوصيل للمركب ($Bi_2\ Sr_2\ Ca_2\ Cu_3\ O_x$) وتم تحضير العينات بطريقة تفاعل الحالة الصلبة بظروف مختلفة لدرجة حرارة و زمن تلبيد، وقد بينت نتائج الفحوصات (XRT)ان النماذج تحتوي على الاطوار (Bi-2223 ,Bi-2212 ,Bi-2201) و بعض الأطوال غير فائقة التوصيل مثل ($Sr_{8.5}\ Bi_6\ Ca_{2.4}\ O_{22}$)وقد أظهرت نتائج الفحوصات ان العينة عند درجه الحرارة (850ºC) وزمن تلبيد(24hr) كانت تحتوي على نسبة عالية من (Bi-2223) وان العينة الملبدة بدرجة حرارة(c° 850) وزمن (48hr)كانت تحتوي على أقل نسبة من(B-i2223) مع عدم وجود الطور (Bi-2201) حيث كانت النتائج تؤدي إلى أن التركيب للأطوار (Bi2223,Bi2212) هو تركيب معيني قائم أما التركيب البلوري للطور(Bi-2201) هو تركيب رباعي قائم اما العينة الثانية فأن الطور(Bi-2223) هو معيني قائم، في حين الطور (Bi-2212)رباعي قائم ،ان الاستنتاج الأخير هو أن أفضل طريقة لتحضير الطور (B-i2223) و تشكيلة هي طريقة تفاعل الحالة صلبة (SSR).[92]

عام (2017) ، (K. A.Jassim &Haider Sahi) قاموا بدراسة تأثير الاستبدال الجزئي للنحاس (Cu)بعنصر الليثيوم (La)على المركب ($Bi_2\ Sr_2\ Ca_2\ Cu_{3-x}\ La_x\ O_{10+\delta}$)

باستخدام طريقة تفاعل الحالة الصلبة (SSR)وبنسب (X=0.05,0.1,0.15,and 0.2)وقد بينت فحوصات (XRD)أن جميع العينات لديها تركيب معيني قائم (Orthorhombic) عند حساب درجة الحرارة الانتقالية (Tc)،وأظهرت أن العينات (X=0.05,0.1) تسلك سلوكا شبه موصل ،بينما العينات (X=,0.15, 0.2) أوضحت سلوك النظام الفائق التوصيل وذلك عند التبريد الشديد إلى درجة حرارة النيتروجين السائل حيث كانت درجة حرارة الانتقال الحرجة منK(115-110)

وقد استنتج ان الخواص التركيبية والخواص الفائقة التوصيل للنظام (BSCCO)تكون حساسة جدا عند استخدامها للتطعيم بالانثاليوم (La) حيث يؤدي الى تدهور والتقليل في الخواص فائقة التوصيل [93].

وفي عام (2018)، (K. A.Jassim &Mohammed) قدمت دراسة للمركب السيراميكي الفائق التوصيل ($Hg\ Ba_2\ Ca_2\ Cu_{3-x}\ Ni_x\ O_{8+\delta}$) بدراسة تأثير الاستبدال (Cu) في (Ni) عند القيم (X=0.2,0.4,0.6,and0.8) باستخدام طريقة تفاعل الحالة الصلبة (SSR) واستخدمت ظروف التحضير المعينة تحت ضغط ($7ton/cm^2$) ودرجة حرارة وزمن تلبيد ($850C^o$) و(24hr) على التوالي وكانت النتيجة درجة الحرارة الانتقالية للمركب بحدود (137K).[94]

2-6 أهداف البحـــث :

1 -تحضير المركب السيراميكي الفائق التوصيل ($Bi_2\ Sr_2\ Ca_2\ Cu_3\ O_{10+\delta}$) بطريقة تفاعل الحالة الصلبة (SSR) .

2 -دراسة تأثير الضغط وزمن التلبيد ودرجة حرارة التلبيد على المركب السيراميكي الفائق التوصيل ($Bi_2\ Sr_2\ Ca_2\ Cu_3\ O_{10+\delta}$)للحصول على أفضل درجة حرارة انتقالية (Tc) لكل شرط من شروط التحضير .

3 -إيجاد الظروف المثالى من حيث (الضغط ودرجة حرارة التلبيد وزمن التلبيد) لتحضير المركب الفائق التوصيل ($Bi_2\ Sr_2\ Ca_2\ Cu_3\ O_{10+\delta}$).

الفصل الثالث

الجانب العملي

EXPERIMENTAL WORK

الجانب العملي *Experimental Work*

3-1 المقدمة : *Introduction*

يتضمن الفصل شرحاً مفصلاً لطريقة تحضير المركب ($Bi_2 Sr_2 Ca_2 Cu_3 O_{10+\delta}$)،كذلك يتضمن شرح للفحوصات المهمة التي تم استخدامها للتحقق من عدة خصائص مثل فحوصات حيود الاشعة ألسينية (XRD)، وكذلك فحص ألمقاومية الكهربائية المتمثلة كدالة لدرجة الحرارة المطلقة ، ودراسة السطح الخارجي للنماذج ،إضافة إلى ذالك فحص وتحديد محتوى الأوكسجين ، كما تم تقسيم العمل الى عدة مراحل هي :

1 -مرحلة تحضير المواد.

2 -مرحلة تصنيع النماذج.

3 -مرحلة القياسات والفحوصات.

3-2 مرحلة تحضير المواد **Materials preparation step**

تم تهيئة المواد المستخدمة على شكل مساحيق (powder) تضمنت المكونات (Bi_2O_3,SrO,CaO,CuO) بهية اكاسيد عالية النقاوة ، تتطابق مع النظام الفائق التوصيل (BSCCO).

3-3 مرحلة تصنيع النماذج : **Specimens fabrication step**

تم استخدام طريقة تفاعل الحالة الصلبة (SSR) (solid state reaction)لتحضير جميع العينات حيث وصفت بعدة خطوات:

(3-3-1) تهيئة الخلطة (المركب)

بعد أن تم تهيئة المواد كاكاسيد عالية النقاوة يتم في هذه المرحلة اجراء حساب الأوزان لتحضير الخلطة آو المركب وذلك باستخدام الوزن الجزيئي (moleclation wight) لكل عنصر من عناصر المركب ليتم حساب كتلة المسحوق الكلية لكل مادة مطلوبة وحسب الجدول (3-1) الذي يمثل نسب الأوزان الذرية للاكاسيد المستخدمة .

الجدول (3-1) يمثل نسب الأوزان الذرية للاكاسيد المستخدمة للمركب

(Bi_2 Sr_2 Ca_2 Cu_3 $O_{10+\delta}$)

Powder material	Ratio Atomic Weight
Bi_2O_3	**[2 (208.9804)+3(15.9994)]**
SrO	**2*[87.62+15.9994]**
CaO	**2*[40.078+15.9994]**
CuO	**3*[63.546+15.9994]**

بعد حساب كتلة المسحوق لكل مادة من المواد المستخدمة (Bi_2O_3 ,SrO ,CaO ,CuO) وذلك عن طريق وزن نسب المسحوق حسب الحسابات باستخدام ميزان حساس جداً من نوع (KERN – 4 Digit) .

(3-3-2) عملية خلط وطحن المسحوق

تمت عملية الخلط والطحن على مرحلتين :

اولآ : استخدام الهاون اليدوي المصنوع من مادة العقيق ((Gate Mortar)) ،حيث تمت عمليتا الخلط والطحن لمدة ساعتين متتاليتين (2hr) .

ثانياً : استخدم في هذه المرحلة الخلط والطحن أيضا بوساطة الخلاط الكهربائي الهزاز مع إضافة كرات من الفولاذ الصلدة وعددها (6) كرات وبزمن (3hr).

(3-3-3) عملية تشكيل النماذج :

تم تشكيل المركب الناتج للمسحوق ($Bi_2\ Sr_2\ Ca_2\ Cu_3\ O_{10+\delta}$) ، على شكل أقراص اسطوانية باستخدام قالب خاص بالكبس قطره (1.5 cm) وسمك يتراوح بين (0.2 cm) وبوساطة استخدام جهاز المكبس الهيدروليكي الميكانيكي المحوري لمدة ثلاثة دقائق لكل نموذج واستخدمت فيه طريقة كبس محوري ذو اتجاهين من اجل الحصول على أعلى وأفضل قيمة للكثافة.وتم إدخال النماذج إلى الفرن الكهربائي لعملية التشكيل وإجراء الاختبارات عليها وفق ظروف معينة .

تمثل الاختبارات هي الخطوة المهمة في هذا البحث لدراسة تأثير ظروف التحضير على المركب فائق التوصيل ($Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10+\delta}$)، وذلك بعد عملية تشكيل النماذج حيث اعتمد العمل على ثلاثة محاور هي :

١- تضمن المحور الأول من العمل استخدام اربع عينات (p1 ,p2 ,p3 ,p4) حيث كانت بضغوط مختلفة (6 ton/cm^2 ,7 ton/cm^2,8 ton/cm^2,9 ton/cm^2) والتي تعادل (0.34GPa,0.4GPa,0.45GPa,0.5GPa) على التوالي بالنسبة لمساحة العينة ، وتم تلبيدها بدرجة حرارة وزمن ثابتين مقدارهما (800°C) (120hr) على التوالي وبمعدل تسخين (5°C/min)كما موضح في الجدول الأتي (2 - 3)الذي يمثل الاختبار الأول للنماذج ذات الضغط المختلف (P).

الجدول (2 - 3) يمثل الاختبار الاول للنماذج ذات الضغط المختلف (P1,P2,P3,P4)

sample	Pressure GPa	Time sintering hr	Temperature sintering ℃
P1	0.34	120	800
P2	0.4	120	800
P3	0.45	120	800
P4	0.5	120	800

2- يتضمن المحور الثاني من العمل استخدام ثلاثة نماذج (T1 ,T2 ,T3) ذات أزمان تلبيد مختلفة (T1= 70 hr ,T2=100 hr ,T3=130 hr) مع ثبوت كل من درجة حرارة التلبيد(800ºC) وضغط الكبس(0.4GPa)، كما موضح في الجدول (3 - 3) الذي يمثل الاختبار الثاني للنماذج ذات زمن تلبيد مختلف .

الجدول(3-3) يمثل الاختبار الثاني للنماذج ذات زمن التلبيد المختلف (T1 ,T2 ,T3)

sample	Pressure GPa	Time sintering hr	Temperature sintering °C
T1	0.4	70	800
T2	0.4	100	800
T3	0.4	130	800

3- المحور الثالث من العمل تم استخدام ثلاثة (D1 ,D2 ,D3)والتي كان المتغير فيها هي درجة حرارة التلبيد (D1=820 Cº ,D2=840 Cº ,D3=860 Cº) مع ثبوت كل من الضغط وزمن التلبيد (0.4 GPa , 130hr) ،كما موضح في الجدول (4 - 3) الذي يمثل الاختبار الثالث للنماذج المحضرة بدرجات حرارة تلبيد مختلفة .

الجدول (4_3) الاختيار الثالث ذات درجات حرارة مختلفة (D1 ,D2 ,D3).

sample	Pressure GPa	Time sintering hr	Temperature sintering °C
D1	0.4	130	820
D2	0.4	130	840
D3	0.4	130	860

4 -3 القياسات والفحوصات

(3 -4-1) فحص حيود الاشعة السينية (X-Ray diffraction test)

يتم فحص تركيب العينات الناتجة بوساطة استخدام جهاز فحص حيود الأشعة السينية من نوع (Shimadzu) ذوالمواصفات(length= 1.5406,Current: 35mA,Voltge:40Kv) في درجة حرارة ألغرفة.

بعد إجراء الفحص على العينات وظهور النتائج أظهرت تشخيص مجموعة من الأطوار المتكونة من هذه النماذج وكذلك تشخيص نسب هذه الأطوار من خلال البيانات والمعلومات الناتجة من هذه الفحص مثل(hkl ,d ,I,2θ) حيث تمت مقارنة كل فحص ناتج للعينة مع نظيرتها في الفحوصات القياسية وقد تمت معرفة التركيب البلوري هو معيني قائم (orthorhombic)وقد استعمل في حساب معاملات الشبكية (a,b,c) برنامج حسابي من خلال مخططات الأشعة السينية (X-Ray) وتم استخدام العلاقة الرياضية الاتية[95] :

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots (3-1)$$

حيث تمثل (h,k,l) معاملات ملر وبالاعتماد على العلاقة الرياضية لقانون براك :

$$n\lambda = 2d\ sin\theta \dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots (3-2)$$

حيث ان :n =عدد صحيح

λ = الطول الموجي للمصدر

d = تمثل المسافة الفاصلة بين المستويات البلورية

2θ = تمثل الزاوية المحصورة بين الحزمة الساقطة وحزمة الحيود من خلال حساب معاملات الشبكية (a,b,c) تم حساب حجم وحدة الخلية *(V)* من خلال المعادلة الآتية .[96]

*V= a .(b *c)……..(3 - 3)*

وكذلك بالاعتماد على البرامج الحسابية الماتلاب تم حساب نسب الأطوارالعالية والواطئة (Bi 2223,Bi 2201,Bi 2212) ونسب الشوائب وكل طور على حدة من خلال العلاقة ألرياضية الآتية[88]:

$$(VPh)\% = \frac{\sum I_0}{\sum I_1 + \sum I_2 + \sum I_n} * 100\% \dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots (3-4)$$

حيث ان قيمة (I)تمثل شدة القمم لكل طور .

تم حساب الكثافة الكتلية (mass densety)ويرمز لها (d_m) للعينة او النموذج من خلال العلاقة الرياضية الاتية[95]:

$$d_m = \frac{Wm}{V*Na} \qquad \dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots (3-5)$$

حيث ان:

(Wm) الوزن الجزيئي النموذج الخاص بالمركب ($Bi_2\ Sr_2\ Ca_2\ Cu_3\ O_{10+\delta}$)ويقاس بوحدات(amu).اما (V) يمثل حجم وحدة الخلية (cm^3). (Na)يمثل عدد افكادرو ويساوي ($6.022*10^{23}\ mol^{-1}$).

3-4-2الحجم البلوري (Crystallite Size) :تم استعمال معادلة شيرر ديباي .[88]

$$\tau = \frac{K\lambda}{d\cos\theta} \dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots\dots (3-6)$$

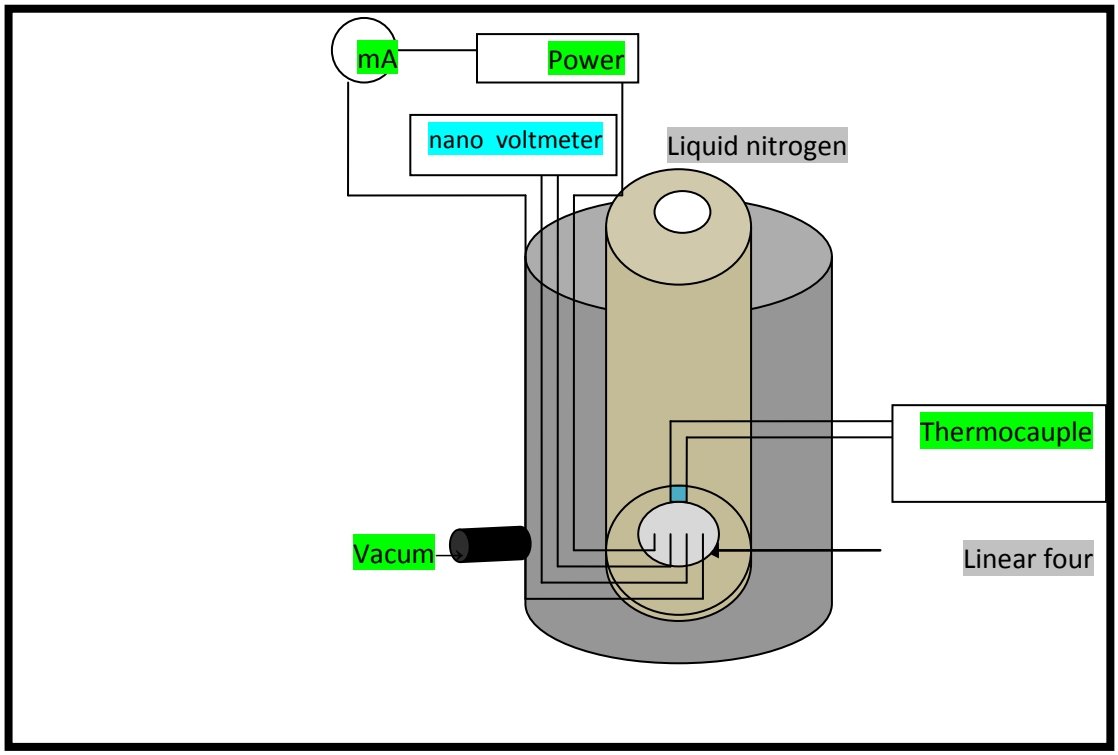
حيث ان : (τ) يمثل الحجم البلوري بوحدة قياس (nm) ، (λ) الطول الموجي ، (K=0.9)ثابث،(Ɵ) زاوية الحيود ،اما (d) يمثل عرض منتصف اقصى قمة (F.W.H.M) وتقاس (dagree).

3-4-3 فحوصات درجة الحرارة الحرجة (Tc) والمقاومية الكهربائية (ρ) :

تم في هذا الفحص استخدام تقنية المجسات الأربعة (four probes technique)لحساب المقاومة الكهربائية كدالة في درجة الحرارة المطلقة وتحديد درجة الحرارة التي انخفضت فيها المقاومة الكهربائية الى الصفر وتدعى هذه الدرجة باسم درجة الحرارة الحرجة (Tc) لكل عينة.

ان تقنية المجسات الأربعة تتضمن تيارا ثابتا مسلطا على العينة ووضعها في حجرة مبردة بوساطة النيتروجين السائل وتتصل حجرة التبريد بجهاز لتفريغ الهواء للحصول على ضغط بحدود (6×10^{-2}mbar) وكذالك تتصل حجرة التبريد بمقياس حراري مزدوج نوع (Type-K ,Thermocouple) حيث يكون بتماس مع العينة لتحديد درجة حرارتها ، وكذالك

تتصل هذه الأسلاك بأربع نقاط تدعى (المجسات) (Four points probe) ، حيث ان النقطتين في الأطراف تتصلان بمجهز قدرة خاص بالتيار المستمر (D.C) يحدد بوساطة جهاز الكتلي ،إما النقطتان في الوسط فتتصلان بجهاز النانوفولتميتر الرقمي (nano voltmeter)ويتم عن طريقة قياس انخفاض الفولتية للعينة إلى حدود (nv) . حيث يتم توصيل هذه الاسلاك او المجسات الأربعة مع العينة بواسطة معجون لاصق يدعى معجون الفضة (silver paste).وكما موضح في الشكل (3-1) الذي يمثل مخططا لتقنية المجسات الأربعة (Four points probe).



الشكل(3-1) المخطط الرمزي لتقنية المجسات الاربعة

[97].(Four-points probe)

الشكل (2-3) الصورة الحقيقية لاجهزة قياس درجة حرارة الانتقال الحرجة(Tc).

حيث يتم في هذه العملية إضافة النيتروجين السائل (Liquid Nitrogen) لكي يضمن تبريد العينة إلى درجة حرارة مقدارها (77 K) ويعتمد قياس الفولتية كدالة لدرجة الحرارة، وذلك عندما ينساب تيار في العينة مقداره (I) فان الفولتية سوف تهبط عبر هذه الأقطاب وبذلك يتم قياس المقاومة الكهربائية للعينة (ρ) وفق العلاقة الآتية . [98]

$$\rho = V/I * Wt/L \quad \text{.....(3-7).}$$

حيث ان قيمة (v) تمثل فولتية العينة ،(I) يمثل التيار المنساب خلال العينة ،(W) هو عرض العينة ،(t) سمك القرص ،إما (L) يمثل المسافة بين الأقطاب.

وباختصار تستخدم العلاقة الاتية :

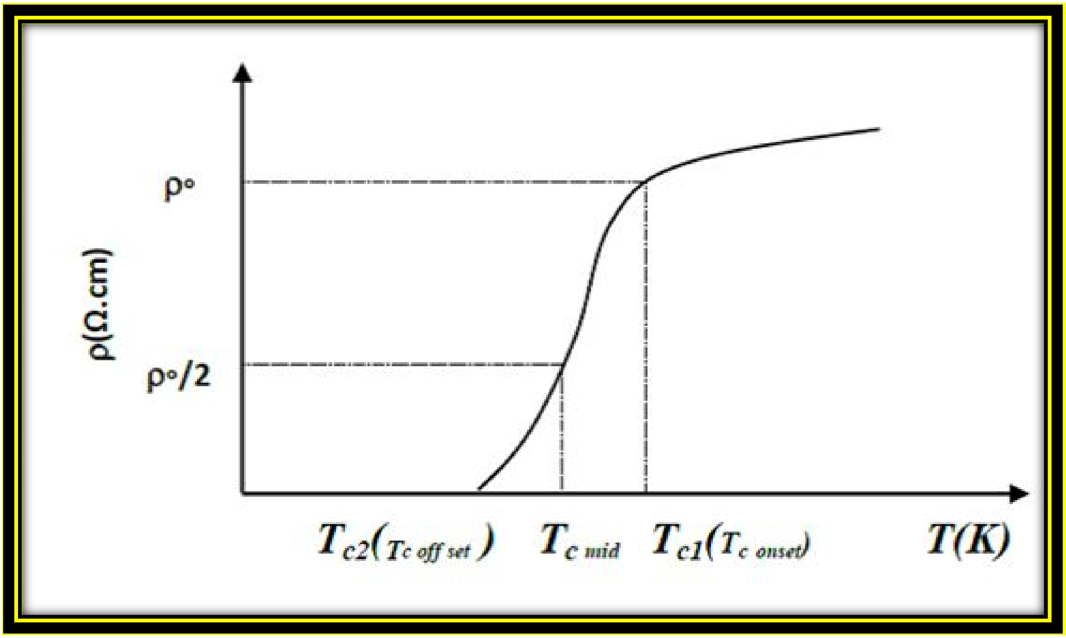
$$\rho = 4.5322\ V/I \qquad \text{(Linear foure points probe)} \qquad \text{.....(3-8)}$$

اما بالنسبة الى قياس درجة حرارة الانتقال الحرجة Tc(off) , Tc(on) عن طريق استخدام الرسم البياني لمنحني المقاومية الكهربائية كدالة الى درجة الحرارة وكذلك قياس عرض المنطقة الانتقالية (ΔT)عن طريق العلاقة الاتية :

$$\Delta T = Tc_{offset} - Tc_{onset} \quad \text{.......................................} (3-9)$$

حيث ان : Tc(on) تمثل درجة حرارة الانتقال الأولية .

Tc(off) تمثل درجة حرارة الانتقال النهائية عندما تقترب المقاومية إلى الصفر اي تصبح(ρ=0).[99] كما موضح في الشكل (3-3) .



الشكل (3-3) حساب درجة الحرارة الانتقالية (Tc)من منحني المقاومية. [99]

3-4-4 حساب نسبة محتوى الأوكسجين Oxygen content (δ) :

تم استخدام الطريقة الكيميائية المعروفة (titration)لحساب نسبة محتوى الأوكسجين لنماذج المركب (Bi_2 Sr_2 Ca_2 Cu_3 $O_{10+\delta}$) وتم التحضير والعمل حسب الخطوات الاتية:[100]

1-تؤخذ كمية من العينة مقدارها (45 mg) وطحنها في هاون عقيق ثم توضع في الدورق .

2- تحلل كمية (3.17 grm)من مركب يوديد البوتاسيوم (KI) في (2.5 ml) من الماء المقطر .

3- يوضع مسحوق العينة (45 mg) في دورق ويصب علية (2.5 ml) من محلول يوديد البوتاسيوم (KI) بالإضافة الى (1.25 ml) من (HCL) المخفف بنسبة 10% ثم يخلط المسحوق بوساطة محرك مغناطيسي ويتحول إلى اللون البني الداكن .كما في الشكل (3-4a)

4- يذاب (0.3 grm) من ثايوسلفات الصوديوم ($Na_2S_2O_3$) في (20 ml) من الماء المقطر ,للحصول على تركيز(0.015 grm/ml) ووضعه في انبوبة التصحيح فوق الكائس او الافلاكس . ثم يضاف قطرات من محلول ثايوسلفات الصوديوم الى الدورق ،حتى يتحول الى اللون البني الفاتح .كما في الشكل (3-4b)

5- يذاب (10gm) من مادة النشا الى (100ml) ثم يضاف محلول النشا ($C_6H_{10}O_5$) الى الدورق حتى يصبح اللون ازرق داكن .الشكل (3-4c)

6-يضاف محلول ثايوسلفات الصوديوم مرة أخرى ولكن بشكل بطيء حتى يتحول الى اللون الأصفر دليل على ردة الفعل الكامل .الشكل (3-4d)

7-يتم حساب قيمة الحجم (v) من ثايوسلفات الصوديوم ويستخدم في المعادلة الآتية :

$$\delta = \frac{\frac{MA}{MB} - \frac{3m}{CV}}{\frac{2m}{CV} - \frac{M0}{MB}} \quad \text{.....(3 - 10)}$$

حيث ان :

M_A -الوزن الجزئيي للعينة لحساب محتوى الأوكسجين (grm/mole) .

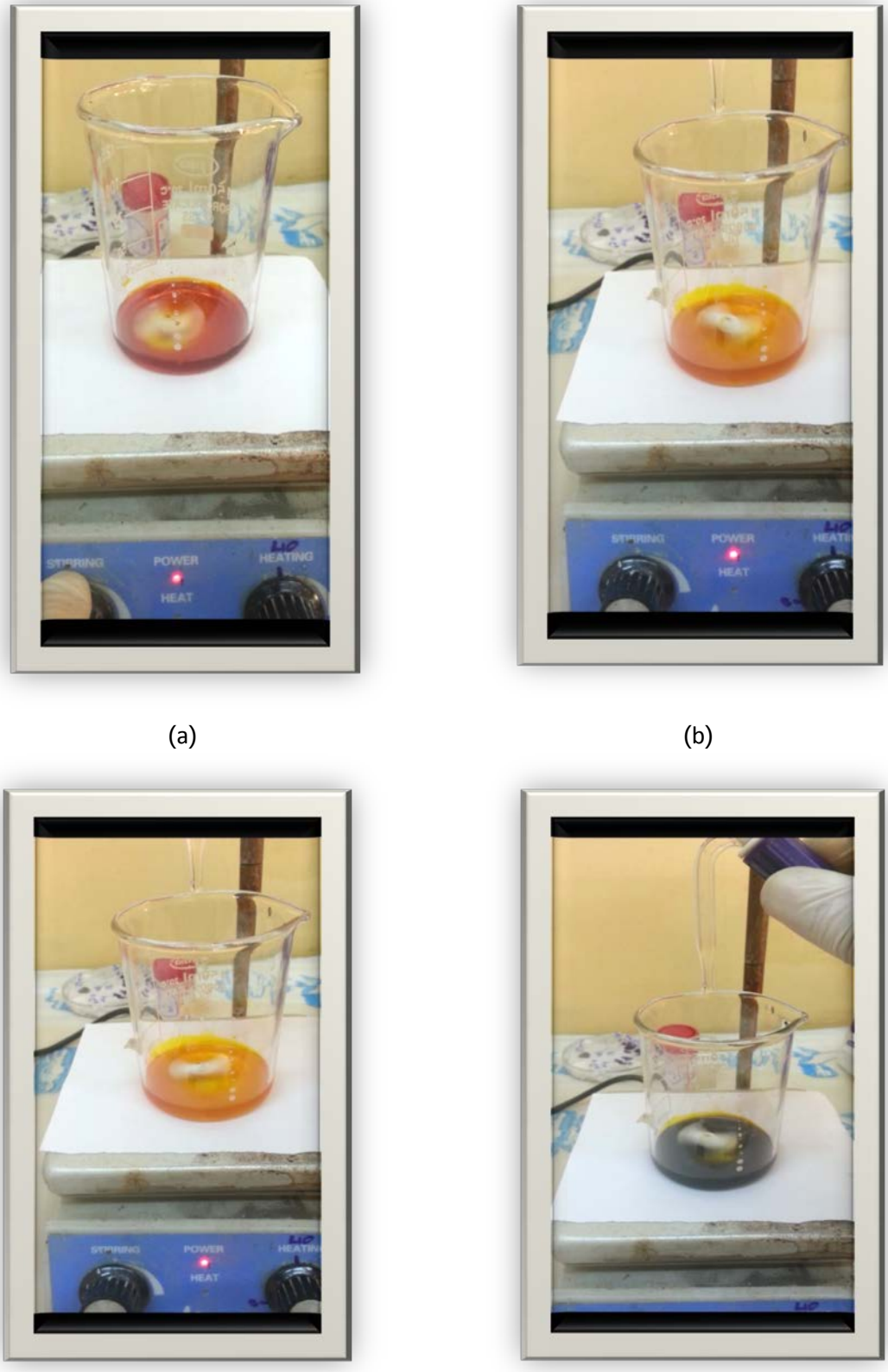
M_B -الوزن الجزئيي $Na_2S_2O_3$ والذي يساوي 248.18 grm/mole) .

M_O-الوزن الذري للاوكسجين والذي يساوي (15.999 grm/mole) .

m_A- كتلة العينة (sample mass) المستخدمة التي تساوي (45grm) .

C- تركيز ثايوسلفات الصوديوم $Na_2S_2O_3$ الذي يساوي (0.015 grm/ml)في هذة العملية .

v- حجم محلول ثايوسلفات الصوديوم $Na_2S_2O_3$ الناتج من عملية محتوى الأوكسجين .



(a) (b)

(d) (c)

الشكل (4-3) الصور الحقيقية لطريقة فحص محتوى الاوكسجين (δ).

3-4-5 التصوير المجهري للسطح الخارجي للعينة :

تم استخدام المجهر الضوئي من نوع (A.KRUSS OPTRONIC) قوة التكبير (X100) لتصوير السطح الخارجي لكل عينة او نموذج الناتج من كل اختبار وملاحظة التضاريس التي تحدث على السطح الخارجي للعينة .

الشكل (4- 3) المجهر الضوئي نوع (A.KRUSS OPTRONIC) ذي قوة التكبير (X100).

الفصل الرابع

النتائج والمناقشة

RESULTS

And

DISCUSSIONS

النتائج والمناقشة *Results and discussion*

4.1 المقدمة Introduction :

يتضمن هذا الفصل مناقشة نتائج الجانب العملي وتحليلها من البحث الخاص بدراسة تأثير ظروف التحضير على المركب فائق التوصيل ($Bi_2 Sr_2 Ca_2 Cu_3 O_{10+\delta}$) .

حيث تناول هذا الفصل تأثير ثلاثة عوامل مهمة هي الضغط والزمن التلبيد ودرجة حرارة التلبيد ، قسم العمل إلى ثلاثة أقسام او مراحل فتضمنت المرحلة الأولى دراسة تأثير الضغط (P) مع ثبوت كل من زمن التلبيد ودرجة الحرارة لأربع عينات ، والمرحلة الثانية دراسة تأثير زمن التلبيد (T) مع ثبوت درجة الحرارة و الضغط عند أفضل قيمة لأعلى درجة حرارة انتقالية لثلاث عينات ، اما المرحلة الثالثة دراسة تأثير درجة الحرارة (D) مع الثبوت على أفضل ضغط و زمن التلبيد.

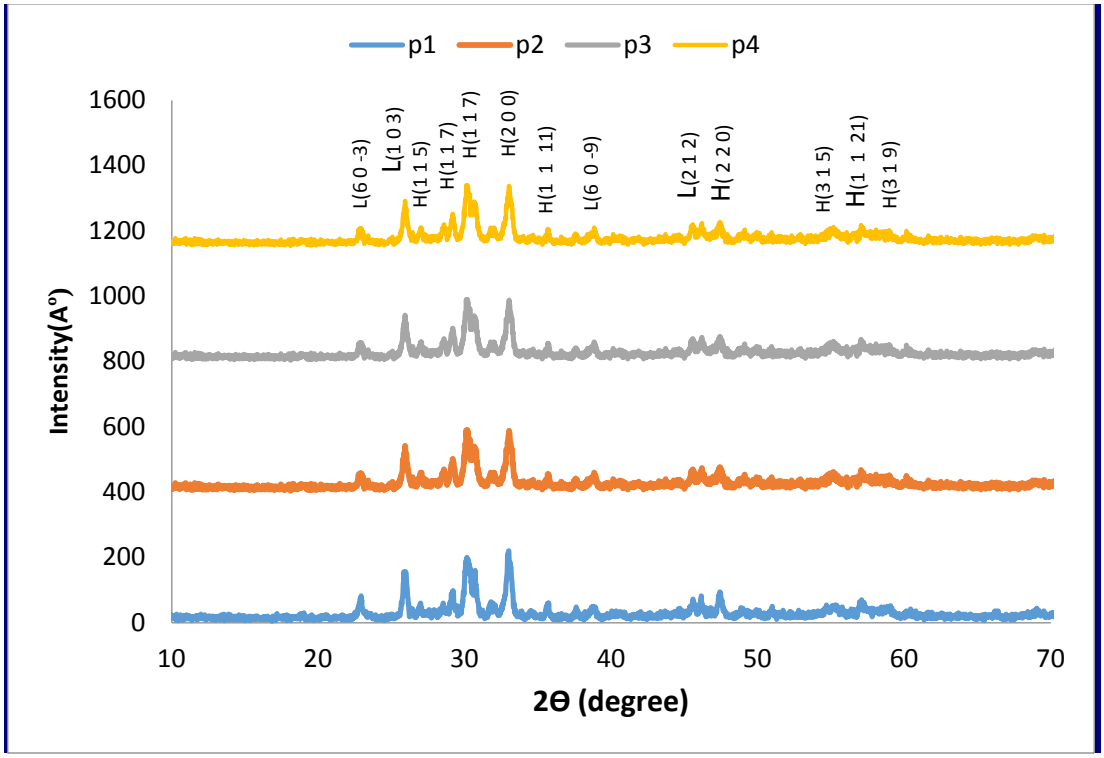
تم تحليل نتائج فحوصات (**XRD**) لكل العينات لمعرفة نوع التركيب ونسب الأطوار العالية والواطئة ومعاملات الشبكية (**a,b,c**) ونسبة عامل الكسر (**c/a**).كما تم دراسة ألمقاوميه الكهربائية كدالة لدرجة الحرارة ($\mathbf{T_c}$) ،حيث درست المقاومية الكهربائية في درجة حرارة الغرفة وتم تبريد انموذج (العينة)الى نقطة غليان النيتروجين السائل (Liquid nitrogen) وكان الغرض من هذا الفحص هو معرفة درجة الحرارة الانتقالية (درجة التحول) عند انحدار المقاومية ($\mathbf{T_{c(onset)}}$) وعندما تصبح المقاومية صفرا ($\mathbf{T_{c(offset)}}$) وعرض المنطقة الانتقالية ($\Delta\mathbf{T}$). كذلك تم استخدام طريقة التسحيح (**titration**) لجميع النماذج لمعرفة مدى محتوى الأوكسجين (**oxygen content (δ)**). كذلك تمت دراسة سطوح النماذج باستخدام المجهر الضوئي من نوع (A.KRUSS OPTRONIC) لمعرفة السطح الخارجي لكل أنموذج . لذا سوف نتطرق في هذا الفصل إلى هذه الفحوصات .

4.2 تحضير النموذج بتأثير الضغط :

تم تحضير النموذج من خلال الأوزان الجَزيئية لكل المكونات التي تدخل في تركيب النموذج ($Bi_2\ Sr_2\ Ca_2\ Cu_3\ O_{10+\delta}$) باستخدام ميزان حساس ومن ثم تم خلط وطحن هذه المكونات بوساطة هاون عقيق للحصول على خليط متجانس،حيث اخذ هذا الخليط وتم كبسه في المرحلة الأولى بضغوط مختلفة هي(0.34GPa,0.4GPa,0.45GPa,0.5GPa) على شكل قرص دائري إبعاده تتراوح(القطر 1.5 cm،وبسمك 0.2cm) تقريبا ،ثم تم وضع النماذج حسب تسميتها من الضغط الواطئ إلى العالي (p1 ,p2 ,p3 ,p4) في الفرن الكهربائي و تلبيدها بدرجة حرارة وزمن ثابتين مقدارهما (800°C) (120hr) . ثم أجراء الفحوصات.

4.2.1 فحوصات (XRD) للنماذج بتأثير الضغط :

تم تعريض النماذج (p1 ,p2 ,p3 ,p4) ذات الضغوط الختلفة تحت جهاز حيود الأشعة السينية (XRD) نوع (Shimadzu) ذي المواصفات Current:35mA ,Voltge:40Kv) (length= 1.5406 وبزاوية (2θ) من (10 -70)Aº و تم الحصول على مخططات توضح العلاقة بين الشدة وزاوية الحيود لابراك.كما في الشكل(4-1)



الشكل (4-1) علاقة الشدة (I) مع زاوية الحيود (2θ) لجميع النماذج الأربعة (p1 ,p2,p3 ,p4) ذات الضغوط (0.34GPa,0.4GPa,0.45GPa,0.5GPa).

حيث نلاحظ في المنحنيات ظهور الكثير من القمم مؤشر عليها معاملات ملر (Miller indices) (hkl) وسبب وجود هذه القمم المختلفة لهذا المخطط هو احتواء النماذج على أطوار عالية وأطوار واطئة حيث يرمز للطور العالي (Bi - 2223) والأطوار الواطئة (Bi - 2212) و (Bi - 2201) إضافة إلى أطوار بنسب صغيرة تمثل مجموعة من الشوائب في نهاية المخطط ،والتي تم حسابها من خلال المعادلة (4- 3) حيث نلاحظ ان :

1 -المخطط الأول يمثل النموذج عند الضغط (P1=0.34 GPa) المشار إليه باللون (الازرق) ان نسبة الطور العالي هي النسبة العليا والتي تقدر (55.6%) من نسبة الأطوار الكلية وهناك نسب قليلة من الأطوار الواطئة كانت بحدود (% 25.1) ، إضافة إلى نسب من الشوائب بحدود (% 19.3).

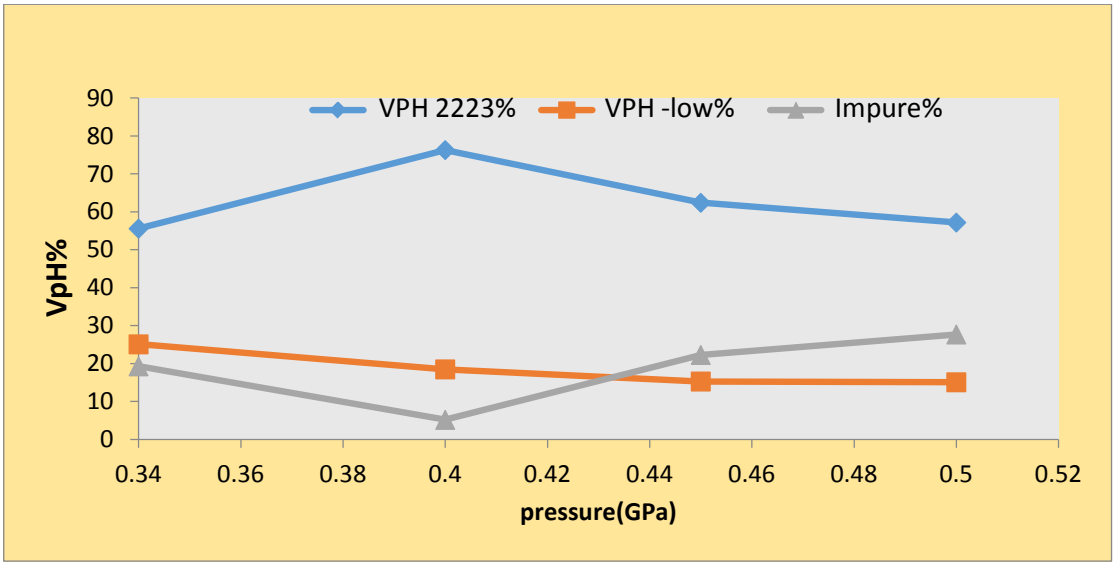
2 - المخطط الثاني يمثل النموذج عند الضغط (P2=0.4 GPa) المشار إليه باللون (الاحمر) ان نسبة الطور العالي هي النسبة العليا أيضا والتي تقدر (76.3%) من نسبة الأطوار الكلية وهناك نسب قليلة من الأطوار الواطئة كانت بحدود (% 18.5) ، إضافة إلى نسب من الشوائب بحدود (% 5.2).

3 - المخطط الثالث يمثل النموذج عند الضغط (P3=0.45GPa)المشار إليه باللون (الرصاصي) ان نسب الطور العالي كانت (64.4%) والواطئ بحدود(15.3%)والشوائب بحدود (% 20.3).

4 - المخطط الرابع يمثل النموذج عند الضغط (P4=0.5GPa) المشار إليه اللون (الاصفر) ان نسب الطور العالي كانت على تحو(% 57.2) والواطئ (% 15.1) والشوائب (% 27.7). كما موضح في الجدول(4 -1) والشكل (2 - 4) .

الجدول (1 – 4) : العلاقة بين الضغط ومعاملات الشبيكة (a,b,c) والنسبة (c/a) والحجم البلوري (V) ونسب الأطوار العالية والواطئة والشوائب

رمز العينة	P1	P2	P3	P4
Pressure	0.34GPa	0.4GPa	0.45GPa	0.5GPa
a (Aº)	5.436	5.402	5.397	5.419
b (Aº)	5.51	5.425	5.499	5.443
c (Aº)	36.72	37.192	36.413	36.32
c/a	6.754	6.88486	6.7469	6.702
$v(A^o)^3$	1099.85	1089.94	1080.67	1071.28
$V_{ph(2223)}$%	55.6	76.3	64.4	57.2
$V_{ph(low)}$%	25.1	18.5	15.3	15.1
V_{impur}%	19.3	5.2	20.3	27.7
d_m (g/cm^3)	1.545	1.559	1.572	1.586
Crys size(nm)	28.2474	28.520	25.111	18.985



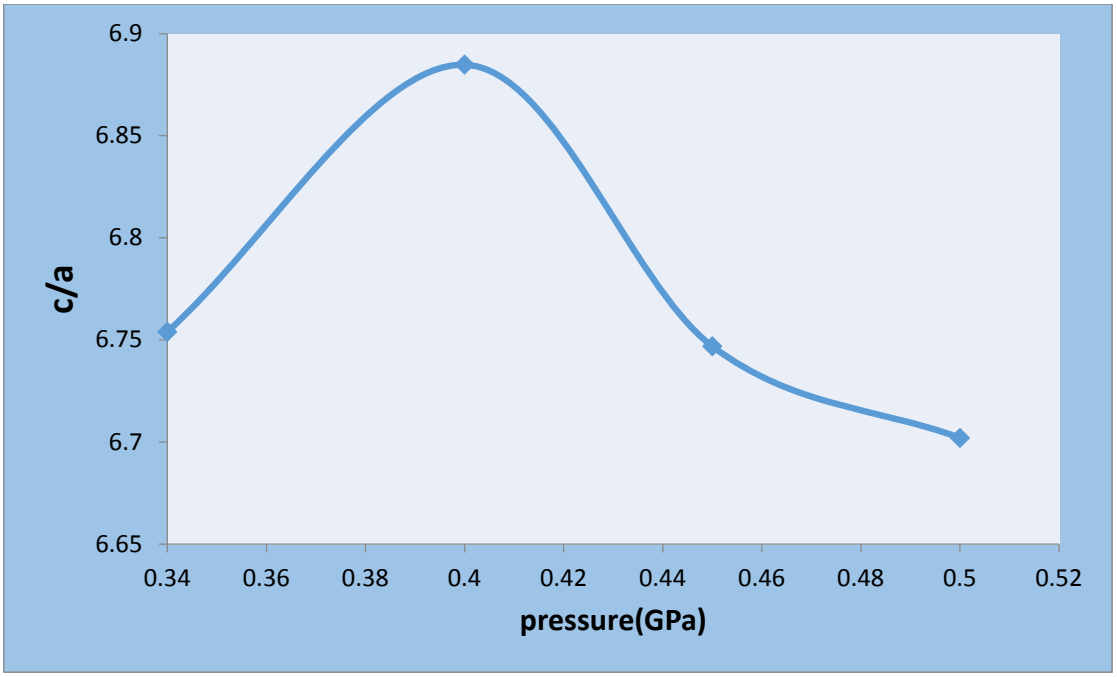
الشكل (2- 4) :يمثل تغير نسب الاطوار Vp_H والشوائب مع الضغط للعينات (p1,p2,p3,p4).

نلاحظ من خلال المخططات الأربعة ان المخطط الثاني الذي يمثل الضغط(P2=0.4GPa)هو افصل النماذج وذلك لوجود نسب عالية من الطور العالي (Bi 2223) والذي هو هدف البحث لذلك سوف نعده هو النموذج الأمثل بالنسبة للضغوط الأخرى .

كما آن تحليل حيود الأشعة السينية (XRD) المبين في الشكل (1 – 4) بأن النماذج الأربعة للضغوط المختلفة (0.34GPa,0.4GPa,0.45GPa,0.5GPa) ان هنالك تغيرا في شدد القمم إضافة الى تغير آو إزاحة نحو اليمين وهذا يدل على تغير في الخواص التركيبية للمركب فينتج عن ذلك تعدد في الأطوار حيث يوجد أكثر من طور واحد بالنسبة للمركبات المحضرة بطريقة تفاعل الحالة الصلبة (Solid state reaction).[101]

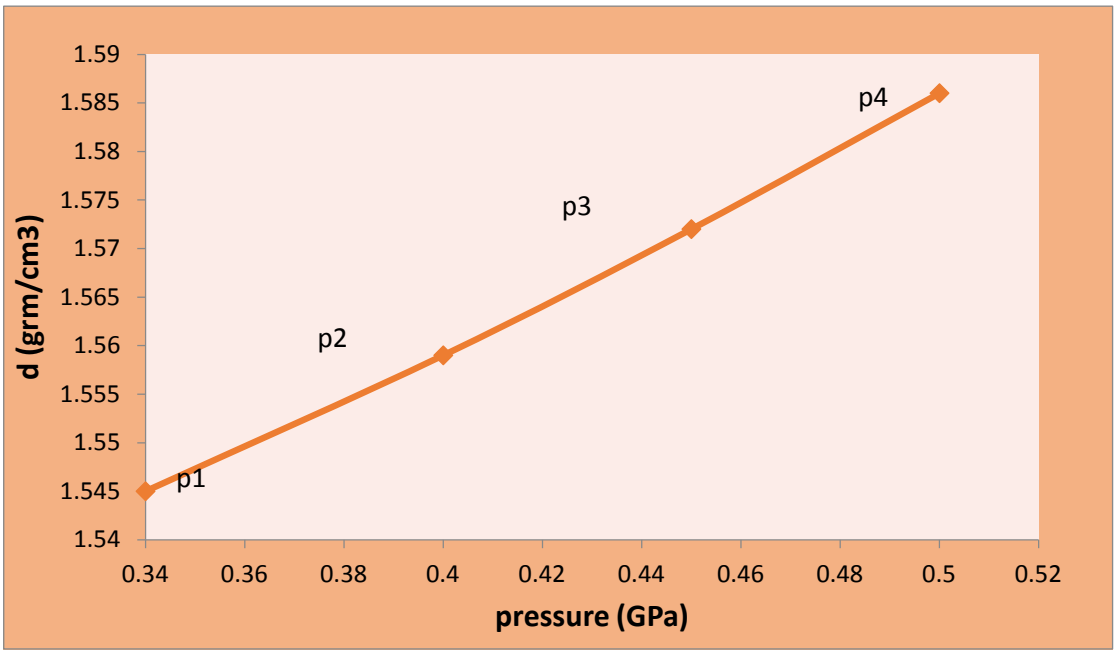
حيث يلاحظ في الشكل أعلاه ان نسب الطور العالي (Bi 2223) تكون عالية عند الضغط (P2=0.4GPa) مقارنتا مع الضغوط الأخرى ،كما يلاحظ أيضا انخفاض نسبة الطور الواطئ (Bi 2212) ، (Bi 2201) ابتداء من الضغط (P1=0.4GPa) إلى (P4=0.5GPa) ،ومن ناحية أخرى نلاحظ انخفاض نسب الشوائب (Impure%)عند الضغط (P2=0.4GPa) أكثر من باقي الضغوط ،وهذا جزء مهم من البحث يفسر لنا أن أفضل ضغط لكبس النماذج هو عند (P2=0.4GPa).وأن ظهور الأطوار المختلفة ونسب قليلة من الشوائب في النموذج ذي الضغط (P2=0.4GPa) بصورة خاصة وباقي النماذج بصورة عامة ،يعزى ذالك إلى عده أسباب منها تغير في نسبة الأوكسجين والحجم البلوري وهذا يؤدي إلى تغير في الخصائص الفيزيائية للمركب.[102,103]

ان الجدول (1- 4) الذي يوضح تأثير الضغط على كل من ثوابت الشبيكة (a,b,c)والنسبة (c/a) وحجم وحدة الخلية (V) ونسبة الطور (VpH)العالي والواطئ ونسبة الشوائب والكثافة الكتلية النظرية (d_m) التي تم حسابها باستخدام المعادلة (3-5) ، ومن خلال الاستفادة من مخطط حيود الأشعة السينية والجدول (1- 4) نلاحظ حدوث نقصان في قيمة ثابت الشبيكة (a)و(b)بينما هنالك زيادة في قيمة ثابت الشبيكة (c)عند النموذج (P2=0.4GPa)حيث تصل قيمة (37.192)ومن ثم يتم تناقصها عند زيادة الضغط أكثر من ذلك ،وكذلك بالنسبة إلى نسبة الكسر (c/a) .كما موضح في الشكل (3- 4) لذا تعد (P2=0.4GPa) أفضل النماذج والتي تتفق مع المصدر .[104]



الشكل (4-3): تغير النسبة (c/a) كدالة للضغط (pressure) للنماذج الأربعةp1,p2,p3,p4

أما بالنسبة إلى حجم وحدة الخلية (V)فنلاحظ نقصان في قيمة الحجم كلما ازداد الضغط ،بينما نلاحظ من الجدول(1- 4)والشكل (4- 4) زيادة في الكثافة الكتلية النظرية (mass density) كلما زاد الضغط.



الشكل (4- 4) : تغير الكثافة (mass density) كدالة للضغط (pressure) للنماذج الأربعة (p1,p2,p3,p4) .

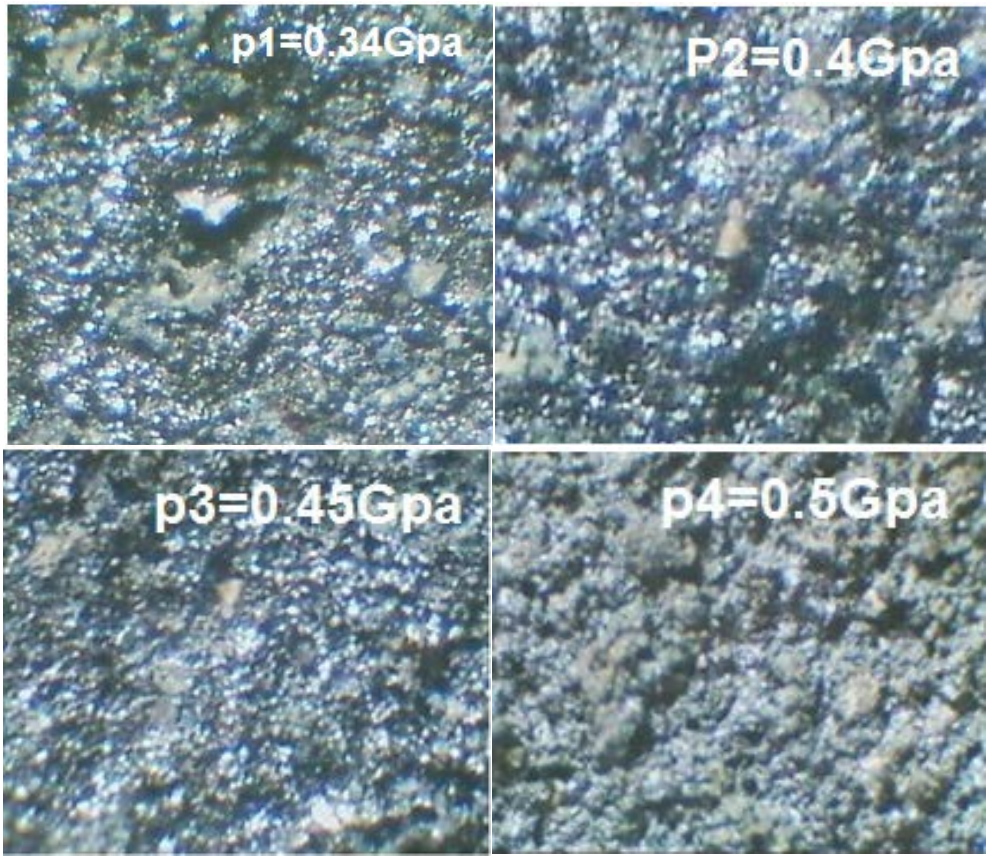
ان أفضل ضغط يمثل في هذه المرحلة هو عند (P2=0.4GPa) حيث يتم الحصول على أفضل انموذج من العينات المتراصة والحصول على الحجم البلوري الأمثل في عملية التلبيد ، وعلى اكبر فعالية كيميائية وأسرع ولهذا نحصل على الكثافة المناسبة التي تعمل على زيادة مساحة التلامس بين الحبيبات ، وتقلل من الخواص غير الايجابية مثل خاصية الهشاشة التي تمتاز بها هذه المركبات السيراميكية للمواد فائقة التوصيل.[105,106]

أن الزيادة في الضغط يتناسب طرديا مع الزيادة بالكثافة كما في الشكل (4- 4)،وهذا يعني تقليل المسافات البينية بين الجسيمات وغلق المسامات وتقليل العيوب البلورية ،وهذا له دور كبير في التأثير على درجة حرارة انتقال عالية (T_c)،وليس بالضرورة الزيادة في نسب الضغط أعلى من (0.4GPa) لأن ذلك يؤدي إلى عدم استقرارية التركيب البلوري .[106]

4.2.2 دراسة سطوح النماذج الخاضعة لتأثير الضغط :

تم استخدام المجهر الضوئي(A.KRUSS OPTRONIC) ذو قوة التكبير (X100) لجميع نماذج المركب السيراميكي ($Bi_2\ Sr_2\ Ca_2\ Cu_3\ O_{10+\delta}$) لدراسة السطح الخارجي للنماذج المحضرة بتأثير الضغط المختلف حسب تسميتها (p1 ,p2 ,p3 ,p4) ذات القيم (0.34GPa,0.4GPa,0.45GPa,0.5GPa) على التوالي ،حيث نلاحظ من خلال الشكل أدناه (5 - 4) الذي يبين صور النماذج الأربعة السطحية ان هنالك زيادة في تقريب الحبيبات وتجانسها مع قلة الفجوات والشقوق بتأثير الضغط ، وان أفضل تجانس للسطح يظهر عند الضغط (0.4GPa).

يبين في هذا النموذج أن المناطق الداكنة اكثر وضوحا من غيرها وهذا يدل على ارتفاع نسبة محتوى الأوكسجين (δ) والذي يؤدي الى زيادة في ادخال طبقات(CuO) مما يساعد على زيادة في درجة الحرارة الانتقالية (Tc) وهذا يتفق مع المصدر[107]كما موضحه في الشكل(5 -4).



الشكل (5- 4): السطح الخارجي للنماذج (العينات) ذات الضغوط المختلفة(0.34GPa,0.4GPa,0.45GPa,0.5GPa).

4.2.3 تأثير الضغط على محتوى الأوكسجين (δ) :

تم قياس محتوى الأوكسجين (δ) ،لكل نموذج من النماذج الأربعة التي هي(p1 ,p2 ,p3 ,p4) حسب الضغوط(0.34GPa,0.4GPa,0.45GPa,0.5GPa)وذلك باستعمال الطريقة الكيميائية المألوفة وتدعى بالتسحيح (Titration)،والموصوفة بالفصل الثالث بالمعادلة (3-10) .ذلك لأن نسبة الأوكسجين لا يمكن حسابها باستخدام (XRF)لان العدد الذري اقل من (18) وجميع العناصر التي عددها الذري اقل من (18) لا يمكن الكشف عنها عن طريق فلورة الأشعة السينية بسبب امتصاص الطاقات المنبعثة من هذه العناصر من قبل حجرة الجهاز التي تحوي على اركون ونيون ،لذا تم اعتمادنا على طريقة التسحيح حيث وجد ان نسبة الأوكسجين تتغير بتغير الضغط كما موضح في الجدول ادناه.

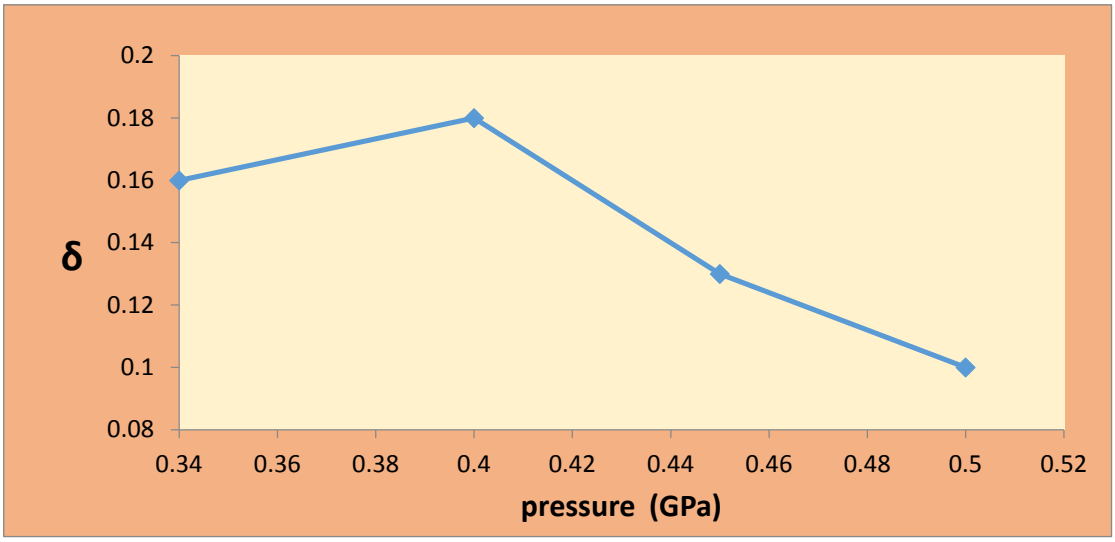
الجدول (2– 4) يمثل نسب محتوى الأوكسجين (δ) للنماذج تحت تأثير الضغط.

Sample	Pressure GPa	δ
P1	0.34	0.16
P2	0.4	0.18
P3	0.45	0.13
P4	0.5	0.10

ان نسبة الأوكسجين هي المحرك الأساسي لفائق التوصيل ،حيث ان زيادة محتوى الأوكسجين يؤدي الى حدوث تغير في المركب وتحويله الى معيني قائم المحاور (orthorhombic)،وان الشكل (6 – 4) الذي يمثل نسب محتوى الأوكسجين كدالة للضغط لنماذج المركب الفائق التوصيل ($Bi_2 Sr_2 Ca_2 Cu_3 O_{10+\delta}$) حيث نلاحظ اختلاف نسب محتوى الأوكسجين و ان هنالك ارتفاعا في نسبة الأوكسجين عند النموذج (P2) ذي الضغط (0. 4GPa) ،وان درجة الحرارة الانتقالية(Tc) تزداد مع زيادة محتوى الأوكسجين(δ)وسبب ذلك يعود إلى ان ذرات الأوكسجين (O)تشترك مع ذرات النحاس (Cu)لتشكل مستويات من طبقات اوكسيد النحاس (CuO)التي تكون المسؤولة عن استقرار المواد فائقة التوصيل وكذلك زيادة (Tc).[108]

ان هنالك نسبة معينة لمحتوى الأوكسجين تعد النسبة المثلى والتي تزداد فيها درجة الحرارة الانتقالية (Tc) إلى أعظم ما يمكن ،وهذه النسبة تعتمد على نوع المركب ونوع العناصر الداخلة

فيها حيث أن هذا المركب ($Bi_2\ Sr_2\ Ca_2\ Cu_3\ O_{10+\delta}$)يعطي نسبة الأوكسجين لحصول التشويه في التركيب وتحويله إلى نظام بلوري معيني قائم المحاور (orthorhombic) ،ووجود قيمة محتوى الأوكسجين (δ) هي المسؤولة عن هذا التحول والتي تسببت في وجود فجوات في داخل التركيب البلوري والتي تساعد في عملية انتقال الزوج الالكتروني.[109]



الشكل (6 – 4): نسب محتوى الاوكسجين (δ) كدالة للضغط الخاص بالنماذج المركب الفائق التوصيل ($Bi_2\ Sr_2\ Ca_2\ Cu_3\ O_{10+\delta}$).

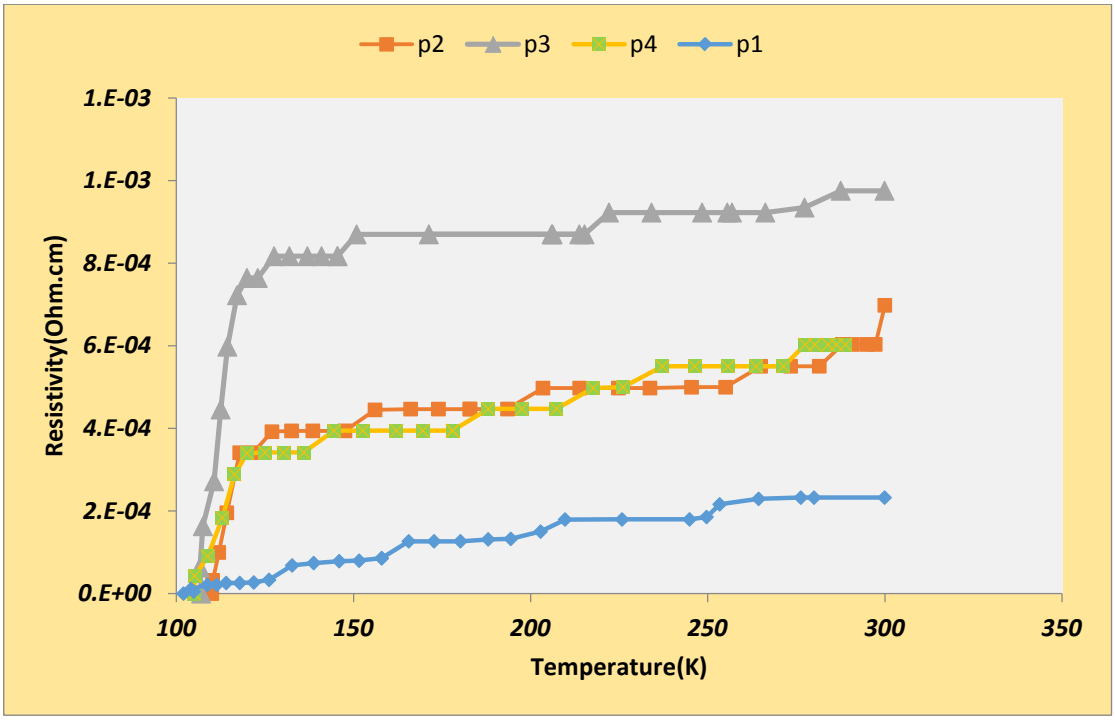
4 -2 -4 حساب درجة الحرارة ألانتقالية كدالة للضغط (Tc):

يمثل الشكل (7 – 4)المقاومية الكهربائية كدالة لدرجة الحرارة لأربع نماذج ذات الضغوط المختلفة (p1 ,p2 ,p3 ,p4) التي تم حسابها بتقنية المجسات الأربعة (Four points probe)

حيث يبين لنا الشكل (7 – 4) آن جميع النماذج المحضرة بتأثير الضغط هي ذات سلوك معدني آي آن هناك نقصانا في المقاومية مع انخفاض في درجة الحرارة حتى تصل إلى درجة حرارة

معينة بعدها تسمى (Tc_{onset}) ويكون هذا الانخفاض بشكل هبوط شبه حاد للمقاومية عند هذه الدرجات ،ثم بعد ذالك تهبط المقاومية إلى (الصفر) محدثة عملية التحول للمركب من الحالة الطبيعية(الاعتيادية) إلى الحالة فائقة التوصيل عند درجة الحرارة الانتقالية التي تسمى (Tc_{offset}) ،وان الانتقالات المتعددة في منحني المقاومية كدالة لدرجة الحرارة بسبب بعض

العيوب والشوائب البلورية وتعدد الأطوار ،اما الانتقال الحاد ويعزى الى ارتفاع نسبة الطور العالي ويكون كافيا لتشكيل سلسلة او شبكة من الحبيبات الموصلة .[110]كما في الشكل (7– 4).



الشكل (7 - 4) : علاقة المقاومية الكهربائية كدالة لدرجة الحرارة الانتقالية (Tc)

ومن خلال هذا الشكل نلاحظ ان الضغط يؤثر على المقاومية الكهربائية حيث ان زيادة الضغط تؤدي الى تغير في انحدار المقاومية الكهربائية مع انخفاض في درجة الحرارة ، وقد تم حساب درجات الحرارة الانتقالية للمركب ($Bi_2\ Sr_2\ Ca_2\ Cu_3\ O_{10+\delta}$) عند ($Tc_{(offset)}$) كانت (p1=102K,p2=110K,p3=106K,p4=104K)،وعند بداية انحدار المقاومية($Tc_{(onset)}$) كانت (p1=126K,p2=118K,p3=118K,p4=120K) حيث تم الحصول على أفضل قيمة لدرجة الحرارة الانتقالية للمركب ($Bi_2\ Sr_2\ Ca_2\ Cu_3\ O_{10+\delta}$) هي (110K) عند الضغط (P2=0.4GPa)،وذلك لان تأثير الضغط يؤدي حدوث تغير في كمية الفجوات الموجودة في المركب وهذا يؤثر على درجة الحرارة الانتقالية (Tc). [110]

ان الحصول على الضغط الأمثل الذي حصلنا عليه في بحثنا هذا عند (P2=0.4GPa) ، فعند زيادة الضغط أكثر من ذلك يؤدي إلى حدوث تشوه في التركيب مما يؤدي إلى تغير في قيمة الثوابت (a, b, c) عن القيم المثلى وهذا يسبب نقصانا في درجات الحرارة الانتقالية نتيجة تغير نسب الفجوات التي هي جزء من العيوب البلورية ، وكذلك تداخل محتويات المركب وهذا يؤدي إلى ظهور أكثر من طور واحد . [111]

الجدول (3- 4) :يمثل درجات الحرارة الانتقالية ($Tc_{(offset)}$) ، ($Tc_{(onset)}$)،وعرض منطقة الانتقال (ΔT) حسب الضغوط (0.34GPa,0.4GPa,0.45GPa,0.5GPa) لجميع النماذج .

Sample	Pressure GPa	$Tc_{(offset)}$(K)	$Tc_{(onset)}$ (K)	ΔT (K)
P1	0.34	102	126	24
P2	0.4	110	118	8
P3	0.45	106	118	12
P4	0.5	104	120	16

حيث نلاحظ من خلال الجدول(3- 4) هنالك تغير في قيمة عرض المنطقة الانتقالية (ΔT) التي تتأثر بتغير الضغط حيث ان نقصان هذه القيمة يدل على ان المادة او المركب يقترب من سلوك المواد الفائقة التوصيل نوع (Type - I) أما مقدار الزيادة في قيمة المنطقة الانتقالية (ΔT) فأن المركب يقترب من سلوك المواد الفائقة التوصيل نوع (Type -I I)،و نلاحظ أيضا في هذا الجدول أن قيمة (ΔT) تقل عند الضغط(P2=0.4GPa)ومن ثم تزداد بزيادة الضغط في النماذج الأخرى ،لذا فأن أفضل قيمة هي عند الضغط (0.4GPa) لذلك يوجد تحول شبه حاد في قيمة المقاومية عند الانتقال من الحالة الاعتيادية إلى الحالة فائقة التوصيل ،وهذا يجعل هذا النموذج أكثر تطبيقا في الأجهزة الطبية.[112,113]

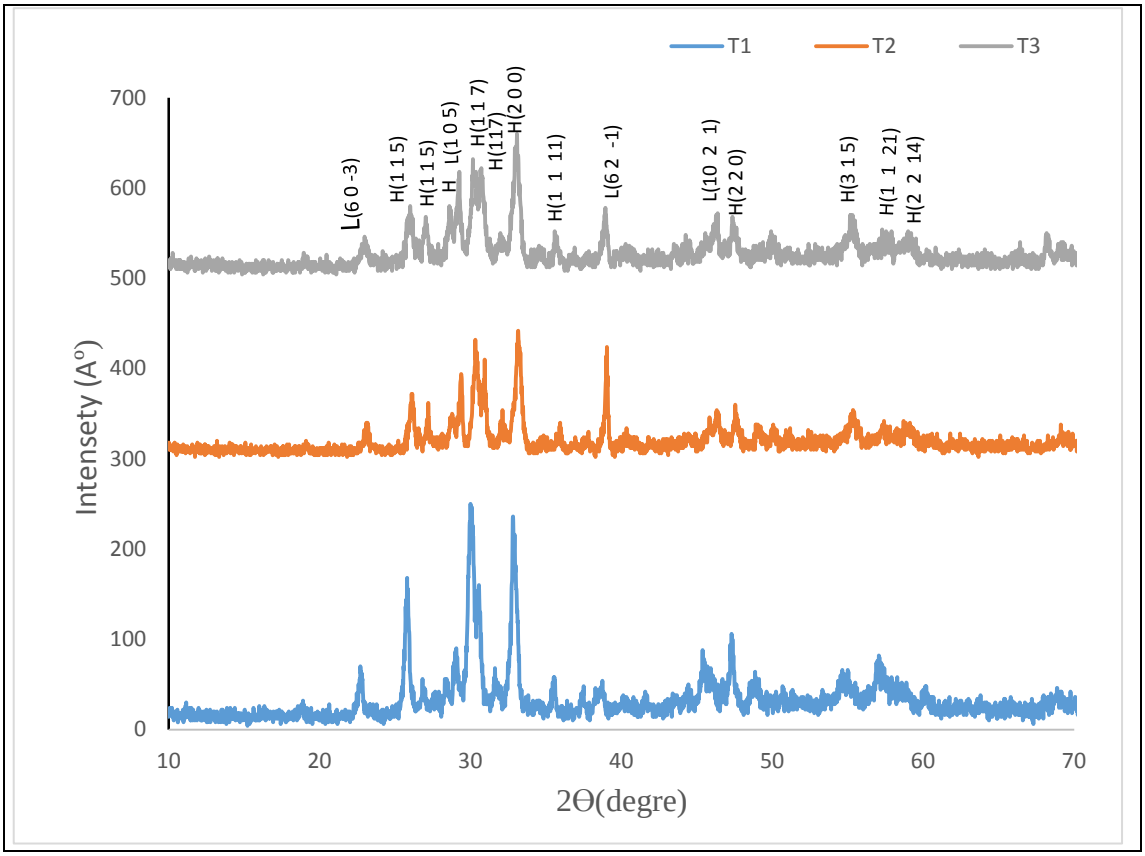
3 – 4 تحضير النموذج بتأثير زمن التلبيد (Time of Sintering):

بعد دراسة تأثير الضغط في المرحلة السابقة وملاحظة القياسات والحسابات السابقة ،تم اختيار الضغط (0.4GPa) كأفضل ضغط للمركب ($Bi_2\ Sr_2\ Ca_2\ Cu_3\ O_{10+\delta}$) وذلك لأن تم الحصول على أفضل درجة حرارة انتقالية (110 K) إضافة الى الحصول على قيم جيدة لثوابت الشبيكة (a,b,c) ،والحصول على اعلى نسبة للطور العالي (Bi2223) للمركب ($Bi_2\ Sr_2\ Ca_2\ Cu_3\ O_{10+\delta}$) والتي هي (76.3%)وهذه القيمة هي أفضل قيمة للمركب تم الحصول عليها بالنسبة إلى القيم الأخرى لذلك تم تحضير ثلاثة نماذج بثبوت الضغط (0.4GPa) بعد عمليتي الخلط والطحن لمكونات المركب أعلاه ،ومن ثم تم تلبيده بأزمان مختلفة (T1=70hr , ,T2=100hr ,T3=130hr)لمعرفة أفضل زمن تلبيد حيث وضعت النماذج في فرن كهربائي

بدرجة حرارة (800°C) وبمعدل تسخين(5°C/min) وكما هو مبين طريقة التحضير في الفصل الثالث ،وبعد إخراج النماذج من الفرن أجريت الفحوصات عليها كما موضحة ادناه .

4.3.1 فحوصات (XRD) للنماذج بتأثير زمن التلبيد :

تم تعريض النماذج مختلفة الأزمان (T1=70hr , T2=100hr ,T3=130) إلى جهاز حيود الأشعة السينية (XRD) نوع (Shimadzu) ذوالمواصفات (length= 1.5406,Current:35mA,Voltge:40Kv) وبزاوية (2θ) من Aº(70 - 10) وقد تم الحصول على النتائج المدرجة أدناه كما مبين في الشكل (4-8) الذي يوضح علاقة الشدة (I)مع زاوية الحيود (2θ) .



الشكل (4-8):يمثل فحوصات (XRD) للنماذج ذات الازمان المختلفة (T1=70hr , T2=100hr ,T3=130)

حيث نلاحظ في المخططات الظاهرة في الشكل (8- 4) ظهور الكثير من القمم مؤشر عليها معاملات ملر (hkl) والزاوية (2Ɵ) التي تم تحديدها بوساطة برامج حسابية. وقد أظهرت النتائج آن النماذج لديها تركيب بلوري (معيني قائم) (Orthorhombic) وذلك لحصولنا على قيم مختلفة من معاملات الشبيكة (a,b,c) .

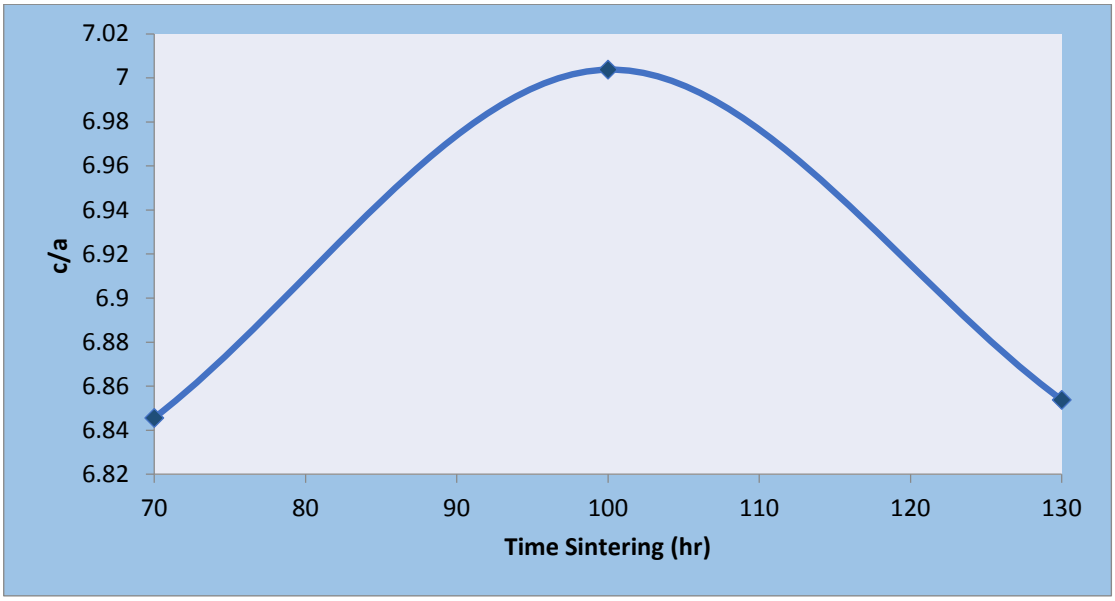
كما نلاحظ أيضا ان هنالك عدة قيم للأطوار منها أطوار عالية (Bi - 2223) وأطوار واطئة (Bi - 2212) و (Bi - 2201) اضافة إلى نسب صغيرة تمثل مجموعة من الشوائب في نهاية المخطط ،والتي تم حسابها من المعادلة (4- 3)،وكما موضحة في الجدول (4 - 4) يمثل العلاقة بين زمن التلبيد ومعاملات الشبيكة (a,b,c) والنسبة (c/a) والحجم البلوري ونسب الأطوار العالية والواطئة والشوائب V_{ph}عند الزمن (70hr,100hr,130hr).

كذلك نلاحظ من خلال المخططات الثلاثة اعلاه ان هنالك زيادة في نسبة الطور العالي (Bi 2223) للمركب عند زيادة زمن التلبيد بالنسبة إلى الأطوار الأخرى ،حيث أن زيادة زمن التلبيد تؤدي إلى زيادة في انتشار مكونات المركب بشكل عام ودخول طبقات (CuO) في داخل الأطوار الواطئة,(Bi 2212, Bi 2201) الأمرالذي يؤدي إلى تحولها إلى الطور العالي .[114].

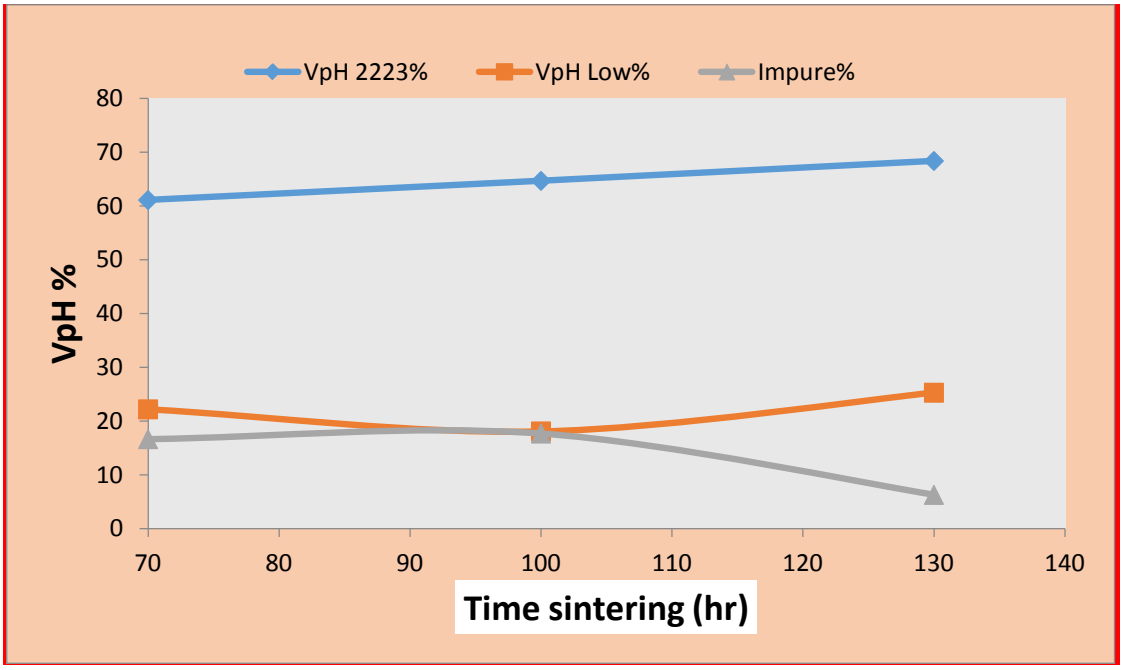
الجدول (4- 4) يمثل العلاقة بين زمن التلبيد ومعاملات الشبيكة (a,b,c) والنسبة (c/a) والحجم البلوري ونسب الأطوار العالية والواطئة والشوائب V_{ph}عند زمن التلبيد (70hr,100hr,130hr)

رمز العينة	T1	T2	T3
Time Sintering(hr)	70	100	130
a (Aº)	5.421	5.32	5.43
b (Aº)	5.302	5.421	5.39
c (Aº)	37.11	37.23	37.241
c/a	6.8456	6.9981	6.8534
$v(A^o)^3$	1066.62	1073.70	1089.95
$V_{ph(2223)}$%	61.13	64.7	70.4
$V_{ph(low)}$%	22.21	18.1	23.3
V_{impur}%	16.66	17.2	6.3
d_{the} (g/cm^2)	1.59365	1.58314	1.55953
Crys size (nm)	24.98	25.67	33.66

نلاحظ من خلال الجدول (4 -4)آن تأثير زمن التلبيد على كل النماذج أعطى نتائج مختلفة من حيث التأثير على معاملات الشبيكة (a,b,c) وكذلك على النسبة (c/a) ،حيث نلاحظ ارتفاع قيمة معامل الشبيكة (c)و(a)عند زمن التلبيد (T3=130 hr) ،كما نلاحظ ارتفاع في قيمة المحور (b) عند زمن التلبيد (T2=100 hr) مع ارتفاع نسبة الكسر (c/a) عند هذا الزمن كما في الشكل (4-9)،وليس بالضرورة ان هذا الارتفاع يدل على تكامل تشكيل التركيب البلوري في التوصيل الفائق ، بل أن هنالك عوامل أخرى مثل نسب الأطوار العالية والواطئة وكذلك الحجم البلوري ومحتوى الأوكسجين عند التحول في التركيب التي سوف يتم تفسيرها لاحقا لتمييز زمن التلبيد الأفضل .كما نلاحظ في الشكل (4 -9) الذي يبين العلاقة بين النسبة (c/a) وزمن التلبيد (70hr,100hr,130hr) .



الشكل (4-9): تغير النسبة (c/a) كدالة الى زمن التلبيد(T3=130, T2=100hr (T1=70hr,



الشكل (10- 4) : نسب الأطوار العالية والواطئة ونسب الشوائب كدالة الى زمن التلبيد (T1=70hr , T2=100hr ,T3=130)

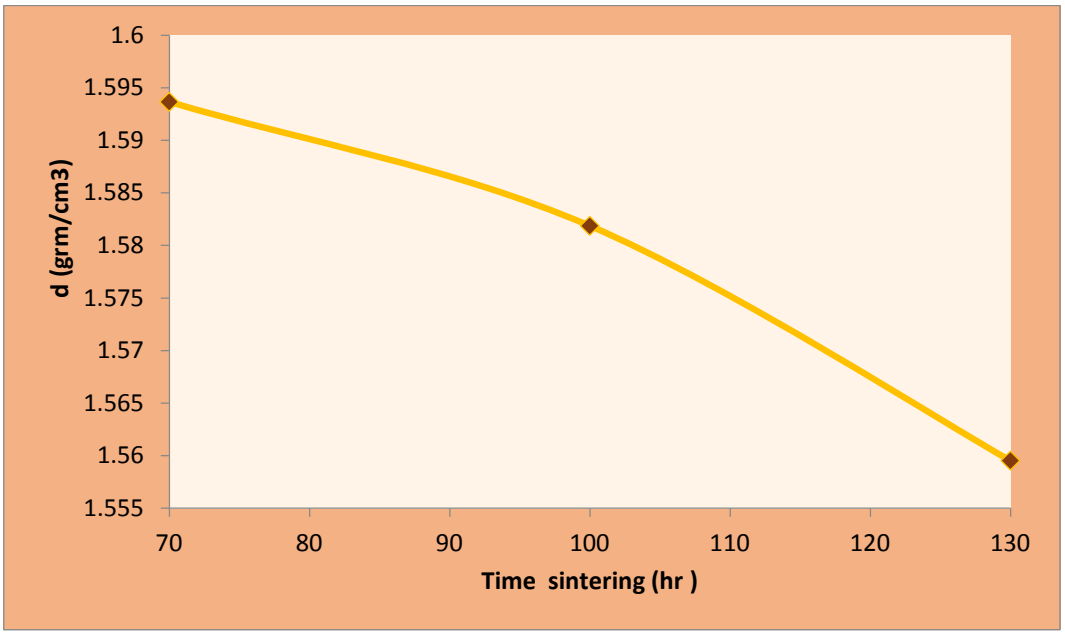
نلاحظ من خلال الجدول (4 -4) والشكل (10 -4) أن نسب الأطوار سوف تختلف مع ازدياد زمن التلبيد (Time sintering)وكما يلي:

1 - النموذج الأول ذو زمن التلبيد (T1=70 hr) الموضح في مخططات (XRD) باللون (الأزرق)تكون نسب الطور العالي فيه بحدود (61.13%) اعلى من نسب الطور الواطئ (22.21%) والنسبة الأقل هي الشوائب (16.66%).

2 - النموذج الثاني ذو زمن التلبيد (T2=100 hr)الموضح باللون(الأحمر) يمتلك نسبا من الطور العالي (64.7%)ونسبة الطور الواطئ (18.10%) ونسبة الشوائب بحدود (17.3%).

3 - أما النموذج الثالث ذو زمن التلبيد (T3=130 hr) الموضح باللون (البنفسجي)فأنه يمتلك النسبة العليا من الطور العالي بحدود (70.4%) ونسبة الطور الواطئ (23.3%) مع اقل نسبة من الشوائب بحدود (6.3%).

من خلال المخططات الثلاثة في الشكل (4-8) ونتائج الجدول (4-4) يتضح ان المخطط الثالث الذي يمثل زمن التلبيد (T3=130 hr) هو أفضل النماذج وذلك لوجود نسب عالية من الطور العالي (VpH_{2223}%)ونسب قليلة من الشوائب بالمقارنة مع المخططات الأخرى (T1,T2)،لذلك سوف نعد النموذج في زمن التلبيد (T3=130 hr) هو زمن التلبيد الأفضل بالنسبة قياسا إلى باقي ألازمان الأخرى (T2=100 hr)و(T1=70 hr).



الشكل (4-11): مخطط الكثافة النظرية (d_m) بالنسبة الى زمن التلبيد (T1=70hr , T2=100hr ,T3=130)

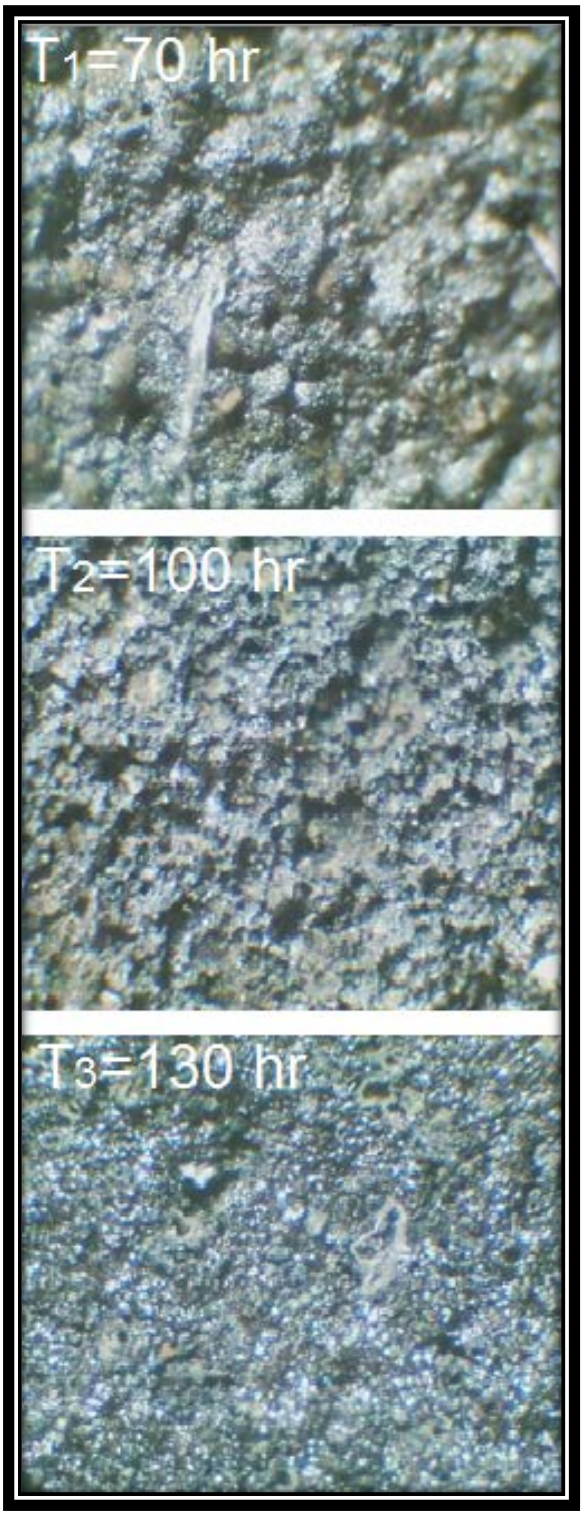
ومن خلال نتائج الجدول (4-4) والشكل (4- 11) نلاحظ أن زمن التلبيد له تأثيرا كبيرا على حجم وحدة الخلية (V) والحجم البلوري وعلى الكثافة الكتلية النظرية(d_m) ،حيث نلاحظ أن الحجم البلوري يزداد مع زيادة زمن التلبيد،وكذلك يزداد حجم وحدة الخلية فتكون اعلى قيمة للحجم هي ($1089.95A^{o3}$) عند زمن التلبيد (T3=130hr) وبالمقابل هنالك انخفاض للحجم عند زمن التلبيد ($T1=1066.62\ A^{o3}$,$T2=1073.70A^{o3}$) .كما ان هنالك انخفاض الكثافة (dm) للنماذج الثلاثة (T1=70hr , T2=100hr ,T3=130hr)عند زيادة زمن التلبيد ،وهذا يدل على أن الذرات بدأت تأخذ بالاصطفاف والتراص مع بعضها البعض ،كما موضح في الشكل (4-11)الذي يمثل مخطط الكثافة النظرية (dm) مع زمن التلبيد (T1=70hr,T2=100hr,T3=130hr)

من هذه النتائج آن زيادة قيم معاملات الشبيكة (a,c) في النموذج (T3) يؤدي إلى زيادة في الحجم البلوري عند زيادة زمن التلبيد وهذه الزيادة في الحجم البلوري سوف تؤدي الى زيادة في عدد الفجوات مما يسمح إلى دخول أزواج كوبر (cooper Pairs) وهي المسؤولة عن حالة التوصيل الفائق في أن تنتقل بحرية كبيرة واستطارة قلية في داخل التركيب البلوري الامر الذي يؤدي إلى تغير في درجة الحرارة الانتقالية الحرجة (Tc) لاحقا هذا ما يتفق مع ما جاء في المصدر [115].

2 -3 -4 دراسة سطوح النماذج الخاضعة لتأثير زمن التلبيد :

من خلال استخدام المجهر الضوئي نوع (A.KRUSS OPTRONIC) ذو قوة التكبير (X100) لجميع نماذج المركب السيراميكي ($Bi_2\ Sr_2\ Ca_2\ Cu_3\ O_{10+\delta}$) المحضرة بتأثير الزمن (T1=70hr , T2=100hr ,T3=130) عند ثبوت الضغط (0.4GPa) ودرجة الحرارة (800ºC) ، وتم وصف السطح الخارجي لكل نموذج ومن خلال ملاحظة الفروق بين النماذج الثلاثة ، حيث نلاحظ آن السطح الخارجي للعينة في الزمن (T3=130hr) تكون العينة ذات تجانس وقلة في الفجوات والشقوق من باقي العينات الأخرى (T1,T2) .

ان هذا التجانس والتكامل في التركيب البلوري الظاهر على شكل العينة يبين زيادة في نسبة الأوكسجين وزيادة في طبقة (CuO)مما يسبب زيادة في درجة الحرارة الانتقالية (Tc) ،أما باقي النماذج الأخرى وتكون غير منتظمة في التركيب والسطح الخارجي ،وان قلة نسبة الأوكسجين يمكن ان تؤدي الى انخفاض درجة الحرارة الانتقالية وهذا ما يتفق مع المصدر .[107]كما موضح في الشكل (12- 4) الذي يمثل صور للسطح الخارجي للنماذج المحضرة بتأثير زمن التلبيد.



الشكل (12- 4): السطوح الخارجية لثلاثة نماذج محضرة بتأثير زمن التلبيد (T1,T2,T3)

4-3-3 تاثير زمن التلبيد على محتوى الاوكسجين (δ) :

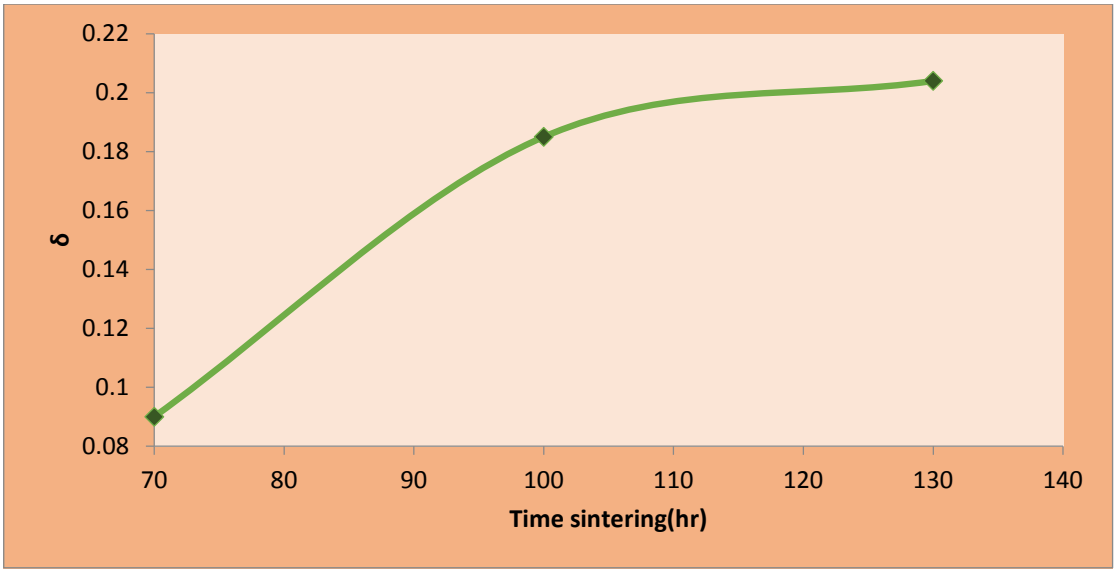
تم استخدام الطريقة الكيميائية المعروفة باسم التسحيح (titration) لفحص محتوى الأوكسجين (δ)لجميع النماذج الثلاثة (T1=70hr , T2=100hr ,T3=130) وباستخدام المعادلة (3-10) وكانت النتائج كما موضحة في الجدول (4-5) الذي يمثل نسب الأوكسجين (δ)للنماذج المحضرة بتأثير زمن التلبيد .

الجدول(4-5):يمثل نسب محتوى الاوكسجين(δ) للنماذج المحضرة بتاثير زمن التلبيد (T1=70hr , T2=100hr ,T3=130)

Sample	Time sintering	δ
T1	70hr	0.092
T2	100hr	0.185
T3	130 hr	0.204

من خلال الجدول (4-5) يتبين ان نتائج نسب محتوى الأوكسجين (δ) تزداد مع زيادة زمن التلبيد فتكون أعلى قيمة لمحتوى الأوكسجين عند الزمن (T3=130hr) تساوي (0.204) ، وإن من أهم عوامل التوصيل الفائق وشروط حدوثه هو نسبة محتوى الأوكسجين الموجودة في داخل المركب وذلك لان زيادة نسبة محتوى الأوكسجين عن قيمة الصفر يؤدي الى زيادة قيمة عدد الفجوات الموجودة في داخل المركب التي تساعد على انتقال الزوج الالكتروني من خلالها ، مما يؤدي الى تحول المركب من الحالة الاعتيادية الى الحالة فائقة التوصيل بالإضافة إلى تأثيره على درجة الحرارة الانتقالية للمركب [116]، لذا فان هذه الزيادة في نسبة محتوى الأوكسجين مع ازدياد زمن التلبيد عند تحول المركب السيراميكي ($Bi_2 Sr_2 Ca_2 Cu_3 O_{10+\delta}$) من الحالة الطبيعية (الاعتيادية) إلى حالة التوصيل الفائق تحتاج إلى زمن تلبيد مناسب، وان إعطاء الزمن الكافي (زمن التلبيد) للوصول إلى حالة التوصيل الفائق يساعد على اكتمال حدوث عملية التفاعل والترتيب بين مكونات المركب الأمر مما يؤدي إلى زيادة في محتوى الأوكسجين (δ) للمركب أيضا،وهذا يؤدي إلى زيادة درجة حرارة الانتقال الحرجة (Tc).[115] كما مبين في الشكل

(4-13)الذي يوضح نسب محتوى الأوكسجين (δ) يتاثير زمن التلبيد للنماذج (T2=100hr ,T3=130 , T1=70hr).



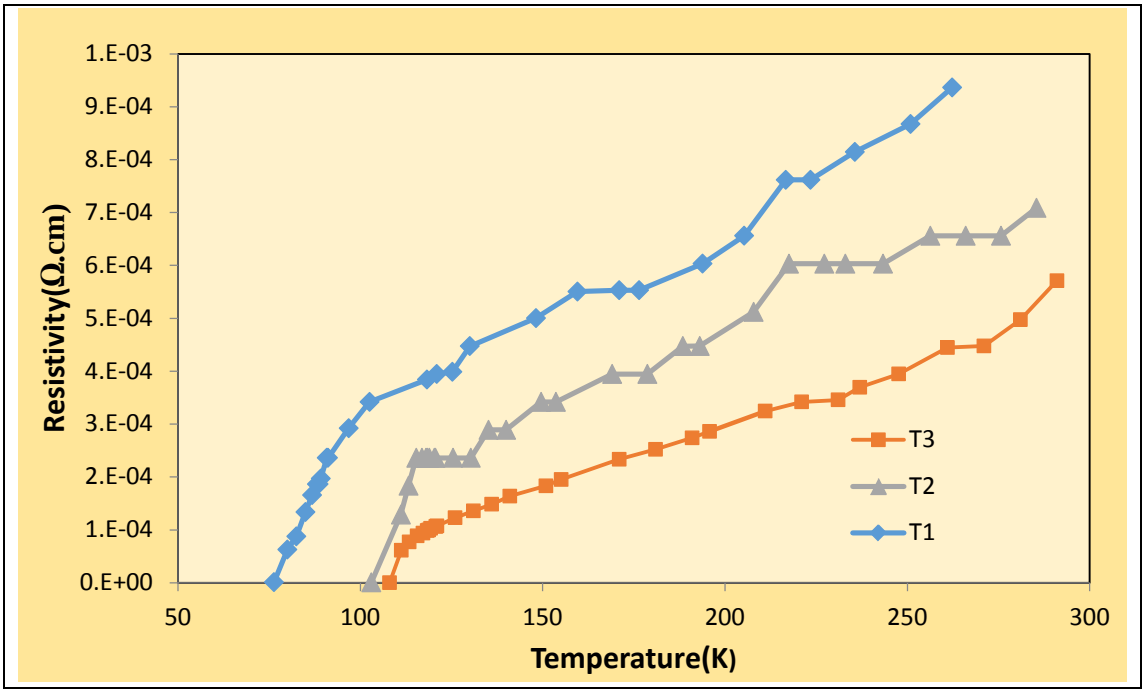
الشكل (4-13) نسب محتوى الأوكسجين (δ) مع زمن التلبيد للنماذج (T1=70hr , T2=100hr ,T3=130).

نلاحظ من خلال الشكل (13- 4) أن هنالك ارتفاعا سريعا في نسبة محتوى الأوكسجين عند زيادة زمن التلبيد من (70 hr) إلى (100 hr) وارتفاع بشكل تدريجي حتى يصل إلى (130 hr) وهذا يدل على أن زمن التلبيد بين (100 hr) و (130 hr) هي عملية وصول المركب إلى قيمة اكتمال التشكيل عند الزمن (100hr)ومن ثم يكتمل عند (130hr).

4-3-4 حساب درجة الحرارة الانتقالية (Tc) كدالة لزمن التلبيد :

تم استخدام تقنية مهمة لحساب درجة حرارة الانتقال الحرجة (Tc) هي تقنية المجسات الأربعة (four probes technique) الموصوفة في الفصل الثالث بالفقرة **(3.4.3)** ومن خلالها يتم حساب المقاومية الكهربائية كدالة لدرجة الحرارة ،وأن المواد التي لها سلوك مواد التوصيل الفائق يتم تبريدها باستخدام النيتروجين السائل أو الهليوم السائل .

الشكل (14- 4) يمثل العلاقة بين المقاومية الكهربائية كدالة لدرجة الحرارة ،حيث تم دراسة هذه النماذج الثلاثة ذات أزمان التلبيد المختلفة (T1=70hr,T2=100hr,T3=130hr) وذلك عند تبريد النموذج من درجة حرارة الغرفة إلى درجة حرارة النيتروجين السائل (77 k) .



الشكل (14- 4): العلاقة بين المقاومية الكهربائية كدالة لدرجة الحرارة للنماذج(T1=70hr,T2=100hr,T3=130hr)

نلاحظ من خلال الشكل (14- 4) ان هناك ثلاثة نماذج تمثل كل منها منحنيات مختلفة في زمن التلبيد (T1=70hr,T2=100hr,T3=130hr)، من خلال هذه المنحنيات أن جميع النماذج لها سلوك معدني أي حدوث نقصان في المقاومية الكهربائية مع انخفاض في درجة الحرارة ، هنالك جزأن من المنحني هما الجزء الأول يمثل انحدار بطيء في درجة الحرارة حتى تصل إلى درجة حرارة معينة تسمى درجة الحرارة الانتقالية (Tc_{onset}) وبعدها يكون هنالك انخفاض شبه حاد لتصل مقاومة النموذج إلى الصفر وفي هذه الدرجة تسمى درجة الحرارة الانتقالية (Tc_{offset})، كما بين المنحني الأول ذو زمن التلبيد (T1=70hr) وهو أكثر انحدارا ،ولكن ذات مقاومية عالية أعلى من النموذجين (T2,T3)، أما عند ازدياد زمن التلبيد فانه سوف يؤدي إلى نقصان في المقاومية بشكل عام حيث تتحول المقاومية عند بداية عملية التجربة من ($9.5*10^{-4}\Omega.cm$) للنموذج (T1) الى ($7*10^{-4}\Omega.cm$) للنموذج (T2) ومن ثم إلى ($5.6*10^{-4}\Omega.cm$) للنموذج (T3) . وهذا يدل على ان زمن التلبيد له تأثير كبير في تشكيل المركبات ذات التوصيل الفائق بالإضافة إلى ان هنالك زيادة في درجة الحرارة الانتقالية (Tc_{onset}) و (Tc_{offset}) عند ازدياد زمن التلبيد [117].

حيث ازدادت ما ياتي:

1 -من (77K) إلى (102K) للنموذج الأول (T1) .

2 -من (103K) إلى (119K) للنموذج الثاني(T2) .

3 -ومن (110K) إلى (115K)عند زيادة زمن التلبيد في النموذج الثالث (T3).

وان عرض منطقة الانتقال(ΔT) تتناقص من K(7, 16 ,25) عند زيادة زمن التلبيد من (70hr, 100hr, 130h) على التوالي والامر الذي يؤدي الى زيادة درجة الحرارة الانتقالية (Tc).وكما مبين في الجدول (6- 4) الذي يوضح زمن التلبيد (T1=70hr,T2=100hr,T3=130h) ودرجات الحرارة الانتقالية (Tc_{onset})و(Tc_{offset}).

الجدول (6- 4) الذي يوضح زمن التلبيد (T1=70hr,T2=100hr,T3=130h) ودرجات الحرارة الانتقالية (Tc_{onset})و(Tc_{offset}) وعرض منطقة الانتقال(ΔT)

Sample	Time sintering	Tc on(K)	Tc of(K)	ΔT(K)
T1	70 hr	102	77	25
T2	100hr	119	103	16
T3	130 hr	115	110	5

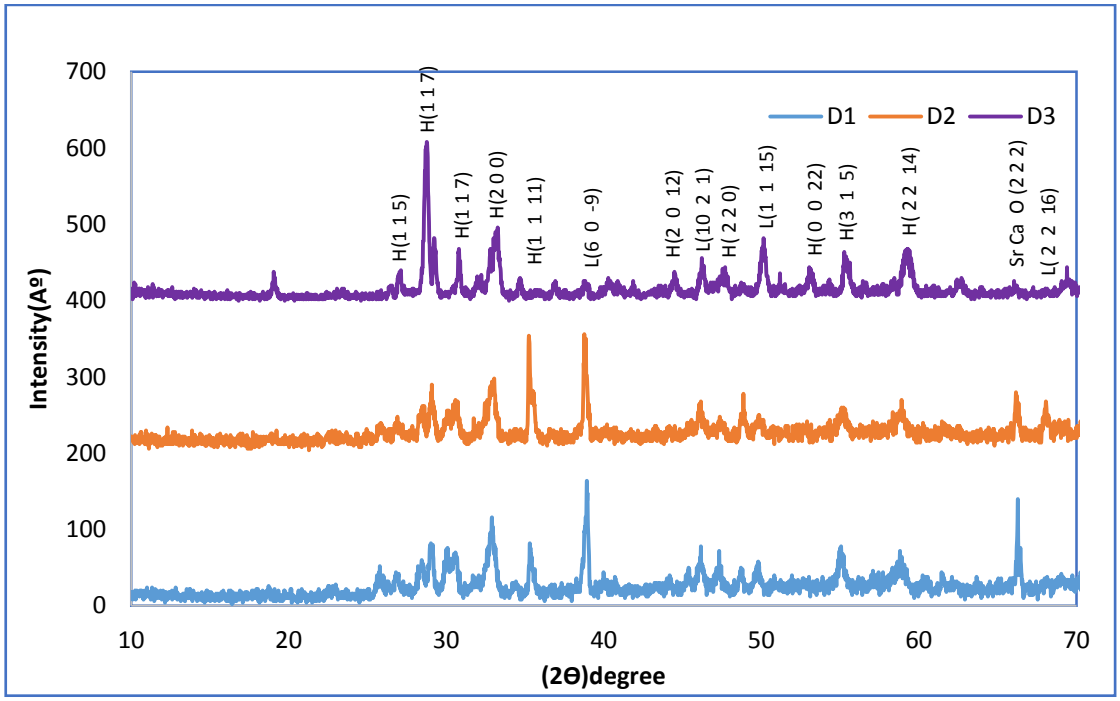
ونلاحظ في الجدول أعلاه (6-4)والشكل (14-4) ان أفضل نموذج تم الحصول فيه على أعلى درجة حرارة انتقالية هو النموذج (T3=130hr) لوجود منطقة ضيقة للانتقال في درجات الحرارة الحرجة كون هذه المنطقة أكثر تنظيما واستقرارية للمركب ($Bi_2\ Sr_2\ Ca_2\ Cu_3\ O_{10+\delta}$).[112]

4 – 4 تحضير النماذج بتأثير درجة حرارة التلبيد (Sintering temperature)

ان دراسة تأثير درجة حرارة التلبيد على المركب السيراميكي ($Bi_2 Sr_2 Ca_2 Cu_3 O_{10+\delta}$) يعد من العوامل المهمة لتحديد سلوك المواد فائقة التوصيل ،بعد ان تمت دراسة تأثير الضغط وتأثير زمن التلبيد من المراحل السابقة تم اختيار الضغط (0.4GPa) كأفضل ضغط لكبس النموذج وتم اختيار زمن التلبيد (130hr)كأفضل زمن تلبيد لنماذج المركب السيراميكي ($Bi_2 Sr_2 Ca_2 Cu_3 O_{10+\delta}$) لذا في هذه المرحلة سوف تتم دراسة واختيار أفضل درجة حرارة للتلبيد .حيث تم اختيار ثلاثة نماذج ووضعها داخل الفرن الكهربائي بدرجات حرارة مختلفة هي (D1=820ºC ,D2=840ºC ,D3=860ºC) تحت ضغط(0.4GPa) وزمن تلبيد(130hr) ثم تم اخراج النماذج من الأفران الكهربائية وأجريت عليها الفحوصات الاتية :

4-4-1 فحوصات (XRD) للنماذج بتأثير درجة حرارة التلبيد:

تم دراسة النماذج الثلاثة ذات درجات حرارة التلبيد المختلفة وفقا للتسميات الاتية (D1=820ºC,D2=840ºC ,D3=860ºC) تحت جهاز حيود الاشعة السينية (XRD)، بزاوية حيود (2Θ) وبمدى من (10-70)Aº كما مبينة في الشكل (4-15) الذي يوضح العلاقة بين الشدة (I) مع زاوية الحيود (2Θ).



الشكل(4-15)يمثل مخططات (XRD) للنماذج ذات درجات الحرارة المختلفة (D1=820Cº,D2=840Cº ,D3=860Cº).

من خلال المخططات وتحديد معاملات ملر (hKL)مع الزاوية (2Θ) تظهر قمم مختلفة من الأطوار العالية والواطئة ونسب من الشوائب يرمز للطور العالي بالرمز (H) والطور الواطئ بالرمز (L) وان نسب هذه الأطوار تختلف من انموذج إلى اخر ، نتيجة التفاوت في درجة حرارة التلبيد ، كما موضح بالشكل (4-15) والجدول (4-7) الذي يمثل النماذج الثلاثة

بتأثر درجة حرارة التلبيد (D1=820ºC,D2=840ºC ,D3=860ºC) ومعاملات الشبيكة (a,b,c) والنسبة (c/a) ونسب الأطوار (Vp_H) ونسب الشوائب والحجم البلوري والكثافة الكتلية النظرية (d_m).

الجدول (4-7) الذي يمثل النماذج الثلاثة بتأثر درجة حرارة التلبيد (D1=820Cº,D2=840Cº ,D3=860Cº) ومعاملات الشبيكة (a,b,c) والنسبة (c/a) ونسب الاطوار (Vp_H) ونسب الشوائب والحجم البلوري والكثافة الكتليةالنظرية (d_m)

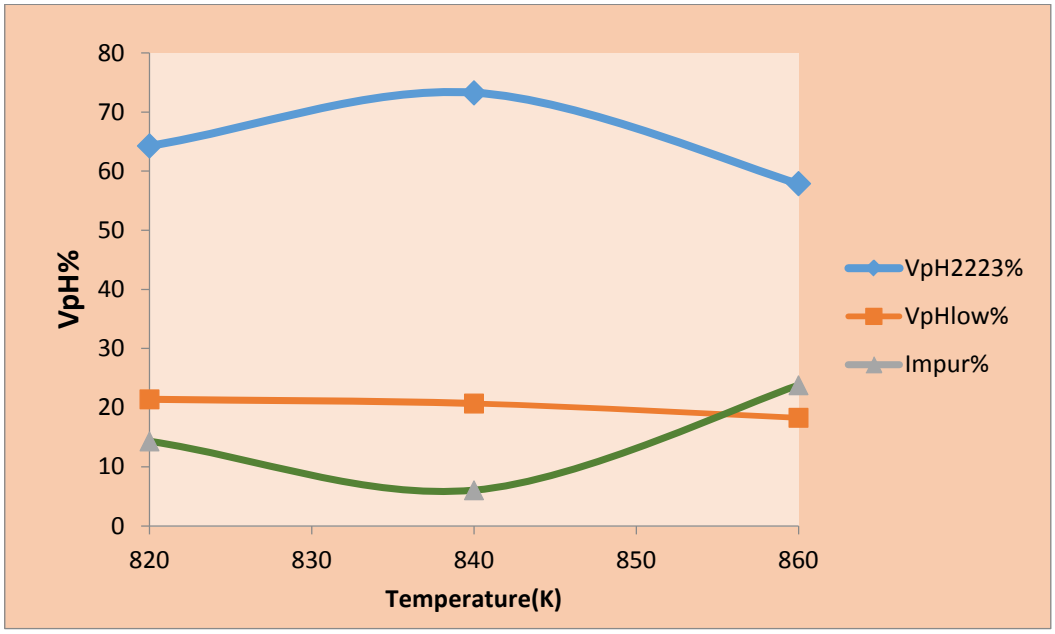
رمز العينة	D1	D2	D3
Sintering temperature(Cº)	820	840	860
a (Aº)	5.37	5.37	5.41
b (Aº)	5.38	5.42	5.49
c (Aº)	37.33	37.49	37.517
c/a	6.9515	6.9813	6.9347
v$(A^o)^3$	1078.48	1091.16	1114.28
$V_{ph(2223)}$%	64.28	73.25	57.9
$V_{ph(low)}$%	21.42	20.71	18.3
V_{impur}%	14.3	6.04	23.8
d_m (g/cm^3)	1.57612	1.55781	1.52548
Crys size (nm)	27.04	44.45	25.65

من خلال الشكل (4-15)والجدول (4-7)نلاحظ النتائج الاتية :

1 -إن النموذج الأول ذو درجة حرارة التلبيد (D1=820ºC) الموضح في مخططات (XRD) يمثل باللون الأزرق وتكون نسبة الطور العالي (64.28) والطور الواطئ (21.42) ونسب الشوائب(14.3).

2 - النموذج الثاني ذو درجة حرارة التلبيد (D2=840Cº) الموضح في مخططات (XRD) يمثل باللون الأحمر تكون نسبة الطور العالي فيه (73.25) والطور الواطئ (20.71) ونسبة الشوائب(6.04).

3 - أما النموذج الثالث ذو درجة حرارة التلبيد (D2=860ºC) الموضح في مخططات (XRD)يمثل باللون البنفسجي تكون نسبة الطور العالي (57.9) والطور الواطيء (18.3) ونسب الشوائب(23.8).حيث ان الشكل (16-4)يمثل نسب الاطوار العالية والواطئة لكل نموذج (D1,D2,D3).

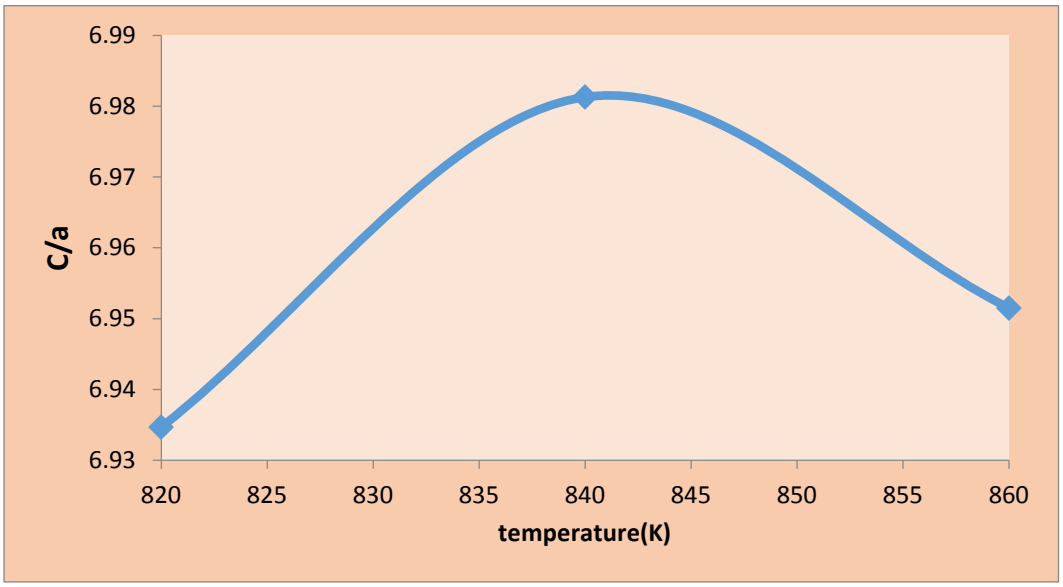


الشكل(16-4) نسب الأطوار العالية والواطئة ونسب الشوائب للنماذج مع درجة حرارة التلبيد(D1=820Cº,D2=840Cº ,D3=860Cº).

ان سبب زيادة نسب الأطوار العالية في النماذج التابعة للمركب السيراميكي ($Bi_2 Sr_2 Ca_2 Cu_3 O_{10+\delta}$)المحضر بطريقة تفاعل الحالة الصلبة (SSR)، يعزى الى ان الزيادة الحاصلة في درجة حرارة التلبيد تعطي طاقة عالية إلى الكتلة المنتقلة لكي يحصل تداخل بين جزيئات المركب على حساب الحجم البلوري ،كما ان تأثير زمن التلبيد ضروري حتى يتم الحصول على أطوار متزنة ثرموداينميكيا ،وهذا ما يدل على ان اختيار زمن التلبيد المناسب بحدود (130hr) هو زمن ضروري لاضافة وإدخال طبقات من (CuO)و(CaO) في المركب السيراميكي ($Bi_2 Sr_2 Ca_2 Cu_3 O_{10+\delta}$) الذي يمتاز بطبيعة تركيبه بشكل طبقات ،وهذا سبب أخر لكي يعطي نسب عالية من الطور (Bi-2223) [118,119].

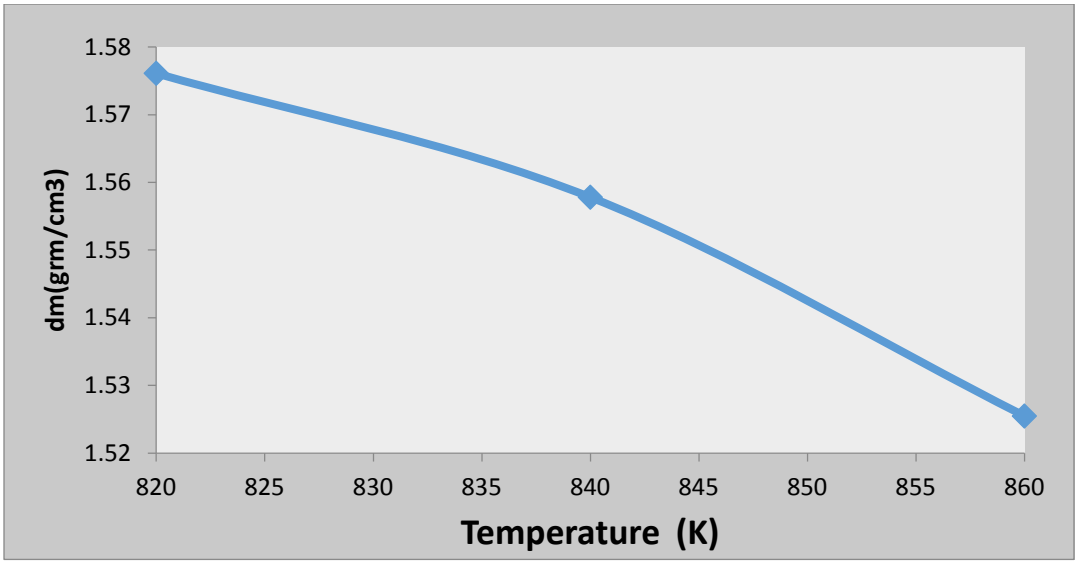
من ناحية أخرى فان سبب نقصان الطور العالي وبالمقابل حدوث زيادة في الأطوار الواطئة ونسب الشوائب في بعض النماذج يعود إلى تكون بعض العيوب البلورية في التركيب البلوري الداخلي [88].

وبالمقارنة بين النماذج الثلاثة السابقة (D1=820Cº,D2=840Cº ,D3=860Cº) من حيث نسب الأطوار ونسب الشوائب حيث نلاحظ النموذج الثاني(D2=840 Cº) هوالنموذج الأمثل من حيث نسبة الطور العالي (Bi-2223) وقلة نسب الأطوار الواطئة (Bi-2201) و(Bi-2212) وكذلك نسب قليلة جدا من الشوائب كانت بحدود(6.3%).



الشكل(17-4): يمثل العلاقة بين النسبة (c/a) كدالة لدرجة حرارة التلبيد للنماذج (D1=820Cº,D2=840Cº ,D3=860Cº).

ومن خلال الشكل (17-4)الذي يمثل العلاقة بين النسبة (c/a) كدالة لدرجة حرارة التلبيد للنماذج (D1=820Cº,D2=840Cº ,D3=860Cº)، حيث نلاحظ ازدياد النسبة (c/a) عند درجة حرارة تلبيد النموذج الثاني (D2=840ºC)وذلك لاحتمال زيادة في عدد الفجوات للمركب ،مما يؤدي الى توسع التركيب البلوري وهذا يؤدي الى زيادة في الحجم البلوري بالمقابل هنالك نقصان في الكثافة الكتلية النظرية (d_m)عند زيادة درجة حرارة التلبيد.[120] ،كما موضح في الشكل (18-4)الذي يمثل تغير الكثافة الكتلية النظرية كدالة لدرجة حرارة التلبيد.

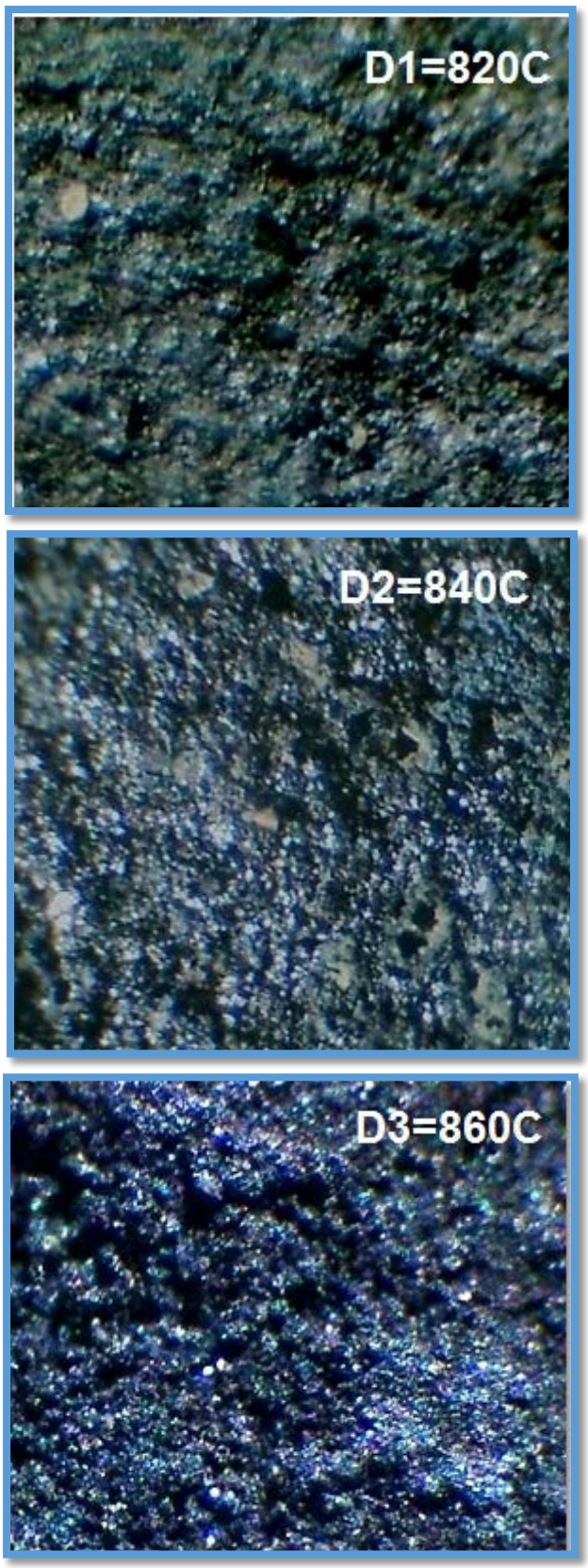


الشكل (4-18) يمثل تغير الكثافة الكتلية النظرية كدالة لدرجة حرارة التلبيد للنماذج.

كما نلاحظ في الجدول السابق (4-7) ان هنالك تغيرات في معاملات الشبيكة (a,b,c)للنماذج (D1=820ºC,D2=840ºC ,D3=860ºC)ويعزى سبب ذلك الى عدة عوامل منها تغير نسب محتوى الأوكسجين او تغير في ظروف التحضير (درجة حرارة التلبيد او زمن التلبيد)وهذا يؤدي إلى تغير نسب الأطوار ($V_{PH\ \%}$)وتغيرفي قيم معاملات الشبيكة (a,b,c)للنماذج وهذا ما يعطي تركيب بلوري معيني قائم(orthorhombic)،وهذا يتفق مع المصدر [121].

4-4-2 دراسة سطوح النماذج الخاضعة لتأثير درجة حرارة التلبيد :

تم فحص السطوح الخارجية للنماذج الخاضعة لتغير درجة حرارة التلبيد (D1=820ºC,D2=840ºC ,D3=860ºC)باستخدام المجهر الضوئي نوع (A.KRUSS OPTRONIC) بقوة (100X)حيث تمت ملاحظة تواجد شقوق وفجوات على سطوح جميع النماذج ولكن بنسب متفاوتة تختلف من عينة إلى أخرى بسب اختلاف درجة حرارة التلبيد مع ثبوت الضغط (0.4GPa) وثبوت زمن التلبيد (130hr) ،وان السطح الخارجي للنموذج الأول (D1=820Cº,) يكون أكثر خشونة وأكثر شقوقا، إما النموذج الثاني (D2=840Cº)فان سطحه يمتاز بملمس ناعم وقلة الفجوات والشقوق وهذا يدل على تراص التركيب البلوري ومدى تأثيره على السطح الخارجي ،وان النموذج الثالث تكثر فيه ظهور الفجوات ،وهذه ناتجة عن الارتفاع في درجات حرارة التلبيد كما مبينه في الشكل (4-19)الذي يوضح السطح الخارجي للنماذج الثلاثة(D1=820ºC,D2=840ºC ,D3=860º)بدرجات حرارة تلبيد مختلفة باستخدام المجهر الضوئي .



الشكل (4-19) يوضح السطح الخارجي للعينات الثلاثة بدرجات حرارة تلبيد مختلفة (D1=820Cº,D2=840Cº ,D3=860C º)باستخدام المجهر الضوئي .

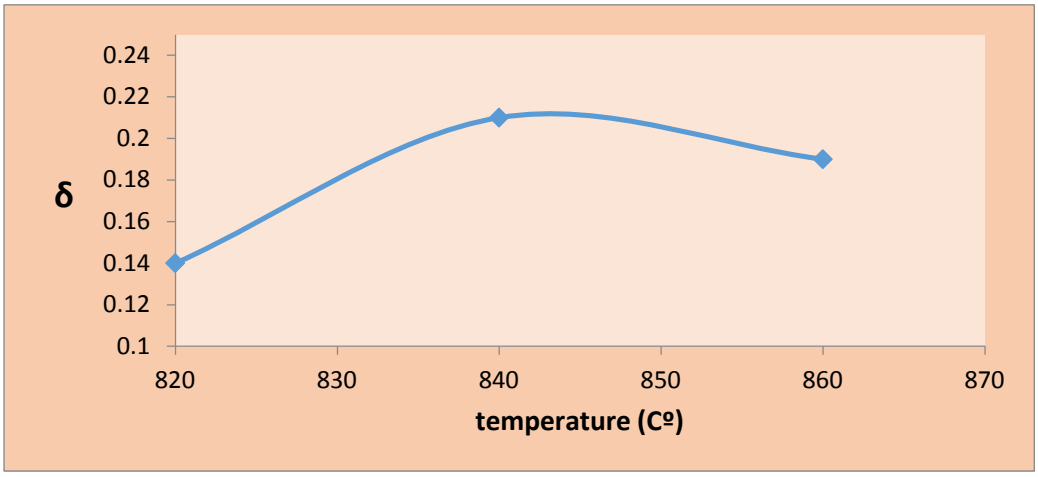
4-4-3 تأثير درجة حرارة التلبيد على محتوى الأوكسجين (δ):

ان قياس محتوى الأوكسجين (δ) للمركب السيراميكي ($Bi_2\ Sr_2\ Ca_2\ Cu_3\ O_{10+\delta}$) للنماذج المحضرة بتأثير درجة حرارة التلبيد هي(D1=820ºC,D2=840ºC ,D3=860ºC) تحت ضغط (0.4GPa) وزمن تلبيد (130hr) يتم قياس المحتوى بطريقة التسحيح (titration) ، وبعد إجراء هذا الاختبار تم الكشف على نسب محتوى الاوكسجين كما مبين في الجدول (4-8) الذي يوضح نسب محتوى الأوكسجين (δ) للنماذج المحضرة بتأثير درجة حرارة التلبيد هي (D1,D2,D3).

الجدول (4-8) يوضح نسب محتوى الأوكسجين (δ) للنماذج المحضرة بتأثير درجة حرارة التلبيد (D1,D2,D3).

Sample	Sintering of temperature^{o} C	δ
D1	820	0.14
D2	840	0.21
D3	860	0.19

نلاحظ من خلال نتائج فحص نسب محتوى الأوكسجين عند زيادة درجة حرارة التلبيد للمركب السيراميكي ($Bi_2\ Sr_2\ Ca_2\ Cu_3\ O_{10+\delta}$) انه يزيد من تفاعل الحالة الصلبة بين مكونات المركب مما يؤدي إلى زيادة محتوى الأوكسجين للمركب عند زيادة درجة حرارة التلبيد من (820Cº) إلى وصولا إلى حد معين عند درجة حرارة التلبيد(840Cº) ثم بعدها يتناقص محتوى الأوكسجين عند التلبيد بدرجة حرارة أعلى من(860Cº) .كما مبين في الشكل (4-20) الذي يمثل التغير بنسب محتوى الأوكسجين(δ) كدالة لدرجة حرارة التلبيد.



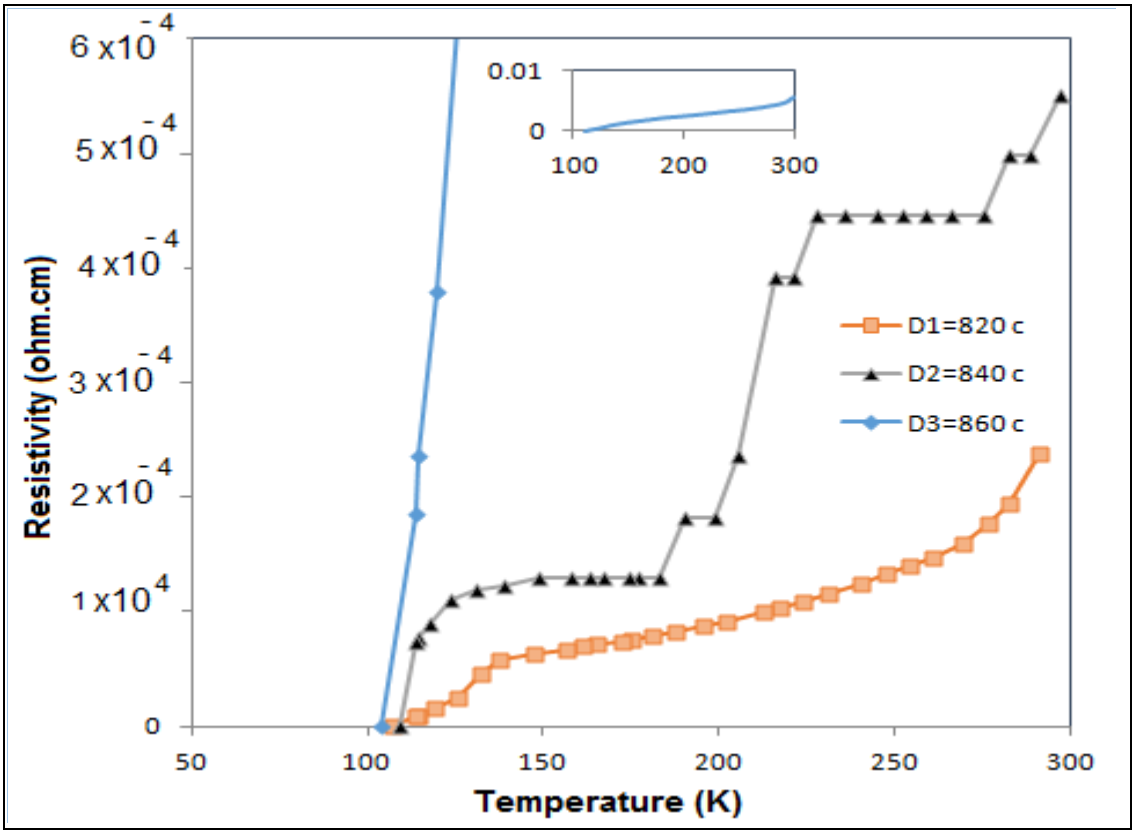
الشكل(4-20) يمثل التغير بنسب محتوى الاوكسجين(δ) كدالة لدرجة حرارة التلبيد.

ان نسبة محتوى الأوكسجين عند درجة الحرارة (840Cº) تكون عالية وانها تساعد على زيادة عملية التفاعل والترتيب بين مكونات المركب ،وعلى زيادة الفجوات التي تؤدي إلى زيادة سرعة انتقال الزوج الاليكتروني مما يزيد من حدوث حالة التوصيل الفائق [122].

4-4-4 حساب درجة الحرارة الانتقالية (TC) كدالة لدرجة حرارة التلبيد:

يمثل الشكل (21 – 4)المقاومية الكهربائية كدالة لدرجة الحرارة لثلاثة نماذج من المركب السيراميكي (Bi_2 Sr_2 Ca_2 Cu_3 $O_{10+\delta}$) ذات درجة حرارة التلبيد المختلفة (D1=820Cº,D2=840Cº ,D3=860Cº) عند ثبوت زمن التلبيد(130hr)وضغط (0.4GPa).

تم استخدام تقنية المجسات الأربعة (Four points probe) في آلية العمل لفحص درجة الحرارة الانتقالية (Tc) الى المركبات الفائقة التوصيل التي تكمن في تبريد النموذج من درجة حرارة الغرفة إلى درجة حرارة النيتروجين السائل (77K) ،ومن خلال نتائج الفحص كما مبينة بالشكل (21-4)الذي يمثل المقاومة الكهربائية كدالة لدرجة الحرارة.

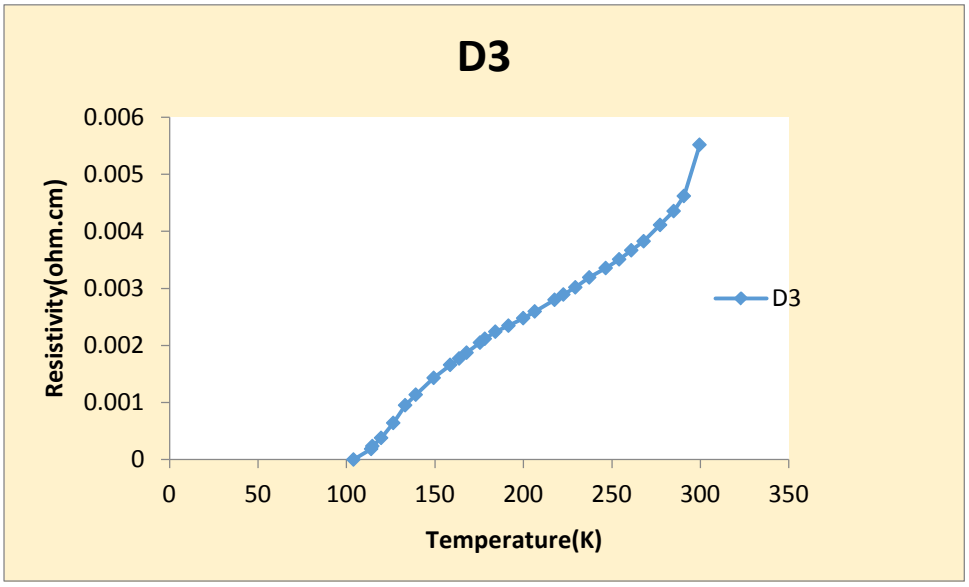


الشكل(21-4) المقاومية الكهربائية كدالة لدرجة الحرارة لثلاثه نماذج من المركب السيراميكي (Bi_2 Sr_2 Ca_2 Cu_3 $O_{10+\delta}$) ذات درجة حرارة التلبيد المختلفة (D1=820Cº,D2=840Cº ,D3=860Cº).

يبين الشكل (4-21) أن جميع النماذج لديها سلوك معدني أي نقصان في المقاومية الكهربائية مع انخفاض درجة الحرارة وهذا يتفق مع المصدر [123] .وقد اظهر شكل المنحنيان (D1,D2) آن هنالك جزئيين للانحدار هما،الأول هو انحدار بطيء في درجة الحرارة حتى تصل إلى درجة حرارة معينة تسمى درجة الحرارة الانتقالية (Tc_{onset}) بعدها يكون هنالك انحدار شبه حاد لتصبح مقاومة النموذج تساوي صفرا وعندها تكون درجة الحرارة الانتقالية (Tc_{offset}) . أما المنحني الثالث (D3) وهو أيضا لديه سلوك التوصيل الفائق لكن مقاومته عالية كما مبين في أعلى الشكل (4-21).

أن المنحني الأول الذي يمثل النموذج (D1=820Cº) هنالك انخفاض حاد من ($2.3*10^{-4}\Omega.cm$) عند درجة حرارة (291K) ثم تصبح المقاومية (صفرا) عند درجة حرارة (107k) وهي درجة الحرارة الانتقالية (Tc_{offset})،اما (Tc_{onset}) فكانت بحدود (137K).

آما المنحني الثاني الذي يمثل النموذج (D2=840Cº) فيكون هنالك هبوط في المقاومية من($5.5*10^{-4}\Omega.cm$)عند درجة حرارة (297K)إلى ان تصل المقاومية إلى الصفر عند درجة الحرارة (112K) وهذا الفرق في المقاومية هو أعلى من من النموذج الأول (D1).علما إن هنالك انخفاضا تدريجيا بطيئا بين الثبوت والانحدار حتى يصل إلى درجة الحرارة (124K)وهي درجة الحرارة الانتقالية (Tc_{onset}) ومن ثم تنخفض المقاومية إلى الصفر عند درجة الحرارة الانتقالية (Tc_{offset}) والتي تساوي (112K) .



الشكل (4-22) يمثل منحني المقاومية الكهربائية كادالة لدرجة الحرارة لنموذج D3

اما المنحني الثالث الذي يمثل النموذج (D3=860Cº) المبين في الشكل (4-22)انه يمتلك مقاومة عالية في درجة حرارة الغرفة والتي تساوي ($5.4*10^{-3}\Omega.cm$) وعند تبريد النموذج تنخفض المقاومية من نقطة البداية الى نقطة النهاية والتي يصبح فيها الموصل فائق التوصيل وذات مقاومة صغيرة جدا وتساوي صفر عند درجة الحرارة الانتقالية (103K)والتي هي (Tc_{offset}) في حين هناك صعوبة في الحصول على (Tc_{onset}) بدقة ،والتي تم تقديرها من خلال الرسم بحدود (135K) ،كما موضح في الجدول (4-9) .

الجدول (4-9) يمثل درجات الحرارة الانتقالية (Tc_{offset}) و(Tc_{onset}) وعرض منطقة الانتقال (ΔT) .

Sample	Sintering temprater	Tc on(K)	Tc of(K)	ΔT(K)
D1	820º C	137	107	30
D2	840º C	124	112	12
D3	860ºC	135	103	32

من خلال الشكل (4-21) والجدول (4-9)نلاحظ أن أفضل نموذج من النماذج الثلاثة (D1=820Cº,D2=840Cº ,D3=860Cº) للمركب السيراميكي ($Bi_2\ Sr_2\ Ca_2\ Cu_3\ O_{10+\delta}$) والذي ينطبق عليه سلوك التوصيل الفائق هو النموذج الثاني (D2=840Cº) وذلك نتيجة الهبوط التدريجي للمقاومة الكهربائية ،كذلك إمكانية حساب درجة الحرارة الانتقالية (Tc_{onset})، (Tc_{offset}) وهذا يجعل النموذج اكثر تطبيقا لوجود مدى ضيق في المنطقة الانتقالية (ΔT) كما موضح في الجدول (4-9) والتي يعتمد عليها في كثير من التطبيقات التي تعمل باستخدام أنظمة التوصيل الفائق.

4-5 مقارنة بين أفضل ظروف التحضير للمركب الفائق التوصيل ($Bi_2\ Sr_2\ Ca_2\ Cu_3\ O_{10+\delta}$) :

ان وضع دراسة للمقارنة بين النماذج التي تم أجراء الاختبارات عليها في المرحلة الاولى عندما تم استخدام الضغوط المختلفة لأربع نماذج ($P1=6\ ,P2=7,P3=8,P4=9)ton/cm^2$) التي تعادل ($P1=0.34GPa,P2=0.4GPa,P3=0.45GPa,P4=0.5PGa$) بالنسبة لمساحة العينة، بثبوت كل من زمن التلبيد (120hr) ودرجة حرارة التلبيد (800Cº) ،من خلال النتائج التي تم الحصول عليها في الفقرة (4-1) الخاصة بفحوصات (XRD) ومحتوى الأوكسجين (δ) ودرجة الحرارة الانتقالية (Tc) وفحص السطح الخارجي باستخدام المجهر الضوئي بقوة

(100X). حيث تم الحصول على اعلى نسب للطور العالي (Bi-2223) عند النموذج ذي الضغط (0.4GPa)والضغط(0.45GPa) حيث كانت (76.3%)و(64.5%) على التوالي وهي نسب عالية بالنسبة الى باقي النماذج الاخرى (0.34GPa 0.5GPa,) ، بالاضافة الى ذلك فقد امتاز النموذج ذي الضغط (P2=0.4GPa)بازدياد الحجم البلوري وارتفاع نسبة محتوى الأوكسجين (δ) بحدود (0.18) وهي نسبة جيدة لان ذالك يعود الى تداخل ذرا ت (O) مع ذرات (Cu) للحصول على طبقات من (CuO) وهي التي تساعد على الحصول على استقرارية حالة التوصيل الفائق ، كذلك امتاز النموذج ذي الضغط (P2=0.4GPa) على أفضل درجة حرارة انتقالية حرجة هي (Tc=110 K) بالنسبة للنماذج ذات الضغوط المختلفة .

اما المرحلة الثانية وكان المتغير هو زمن التلبيد، فقد استخدم ثلاثة نماذج مختلفة في زمن التلبيد هي (T1=70hr,T2=100hr ,T3=130hr) مع ثبوت كل من الضغط (0.4GPa) ودرجة حرارة التلبيد(800Cº) ،ومن خلال نتائج الفحوصات والمخططات (XRD)نلاحظ ارتفاعا في نسبة الطور العالي للمركب الفائق التوصيل ($Bi_2 Sr_2 Ca_2 Cu_3 O_{10+\delta}$)عند النموذج (T3=130hr) والتي بحدود (70.4%)عن باقي النماذج الاخرى (T1,T2) ، كما امتاز النموذج(T3=130hr) بانخفاض نسبة الطور الواطئ (Bi-2212) و(Bi-2201) ونسب الشوائب (6.3%) ،ومن خلال شكل منحني المقاوميه كدالة لدرجة الحرارة كانت درجات الحرارة الانتقالية للنماذج (T1,T2,T3)هي (77,103,110 K)على التوالي ، عند زمن التلبيد (T3=130hr) تم الحصول على أفضل درجة حرارة انتقالية، وذلك لأن الانحدار في منحني المقاوميه (Tc_{onset})عند درجة الحرارة (115K) ثم يبدأ انحدار شبه حاد الى ان يصل الى (Tc_{onset}) عند درجة الحرارة الانتقالية الحرجة (110K)،وان وجود الفرق في عرض منطقة الانتقال (ΔT) حيث كانت جدا قليلة في النموذج (T3=130hr) بحدود(ΔT=5K) وهي اقل منطقة انتقال بينما تكون عند النموذجين (T1,T2) بحدود (25K,16K)على التوالي وهذان النموذجان يقتربان من النوع (Type- II) للمركب الفائق التوصيل[112] .

ان نسبة محتوى الأوكسجين للنماذج الثلاثة (T1=70hr,T2=100hr ,T3=130hr) هي (0.09,0.18,0.20) على التوالي فان نسبة محتوى الأوكسجين عند زمن التلبيد (130hr)هي أفضل نسبة من باقي النماذج ، وهذا يدل على إن محتوى الأوكسجين جدا فعال في عملية خلق الفجوات التي يمنحها المركب فائق التوصيل لكي يتحول من الحالة الاعتيادية إلى حالة التوصيل الفائق.ومن خلال التصوير السطح الخارجي للنماذج (T1,T2,T3) نلاحظ تميز النموذج الثالث بقلة ظهور الشقوق والفجوات على السطح الخارجي مما يبين حالة التجانس العالية للمركب عند

زمن التلبيد (T3=130hr) ،ومن هذه المميزات هناك سمات أخرى فيما يخص الحجم البلوري والكثافة الكتلية النظرية ذكرت مسبقا نستنتج ان زمن التلبيد الأفضل هو (T3=130hr) .

تحت دراسة ومقارنة بين النماذج الثلاثة التي يكون فيها المتغير درجة حرارة التلبيد (D1=820Cº,D2=840Cº ,D3=860Cº) مع ثبوت الضغط (0.4GPa) وزمن التلبيد (130hr)،وذلك للحصول على أفضل درجة حرارة تلبيد ويرجع سبب ذلك لاهمية درجة الحرارة في عملية تشكيل المركب الفائق التوصيل ،لأن ارتفاع درجات الحرارة تؤدي الى اهتزازات في المركب وتعمل على زيادة تفاعل المادة وانتشار العناصر مع بعضها البعض لتكوين الطور المرغوب [113]. وهذا واضح لدينا عند حساب نسب الاطوار العالية حيث تظهر الزيادة في الطور العالي (73.25%) عند النموذج ذي درجة حرارة التلبيد (D2=840Cº) وهذا يدل على ان هنالك استقرارية في نسبة الطور العالي بالنسبة الى باقي النماذج الأخرى (D1,D2)والتي هي (64.2%,57.9%)على التوالي .

من جانب آخر تمت دراسة المقاوميه الكهربائية كدالة لدرجة الحرارة الانتقالية حيث كانت نتيجة فحص درجة الحرارة الانتقالية (Tc) الى النماذج الثلاثة (D1,D2,D3) هي (107,112,103K) حيث نلاحظ ان اعلى قيمة لدرجة الحرارة الانتقالية هي (112K)عند النموذج المحضر بدرجة حرارة التلبيد (D2=840Cº) ،كما نلاحظ أن نسبة محتوى الأوكسجين للنماذج الثلاثة هي (D1=0.14,D2=0.21,D3=0.19) وان نسبة محتوى الاوكسجين تكون عالية عند النموذج (D2)وبعدها للنموذج (D3) وهي نسب جيدة تسهم في سرعة تشكيل الطورالفائق التوصيل العالي للمركب السيراميكي ($Bi_2 Sr_2Ca_2Cu_3O_{10+\delta}$). وان هنالك استنتاجات عديدة من خلال دراسة هذه المقارنة لمعرفة تأثير ظروف التحضير على المركب فائق التوصيل ($Bi_2 Sr_2 Ca_2 Cu_3 O_{10+\delta}$) والمعتمد على ضغط الكبس للنموذج زمن التلبيد ودرجة حرارة التلبيد وبالنتيجة فان أفضل ضغط يمكن ان يستخدم ويعطي نتائج ايجابية للمركب فائق التوصيل (0.4GPa).إما بالنسبة إلى أفضل زمن تلبيد للنموذج داخل الفرن الكهربائي فإنها تحتاج إلى زمن تلبيد يتراوح بين (130hr -120hr) . وان أفضل درجات حرارة التلبيد للحصول على الطور العالي(Bi-2223) للمركب السيراميكي فائق التوصيل ($Bi_2 Sr_2 Ca_2 Cu_3 O_{10+\delta}$) هي بحدود (820Cº,830Cº,840Cº) .وان هذه ظروف التحضير اعلاة يمكن أن تعطي نتائج ودرجات حرارة انتقالية عالية تساعد في تطور ظاهرة التوصيل الفائق .

الفصل الخامس

الاستنتاجات والتوصيات

CONCLUSIONS AND FUTURE WORK

الفصل الخامس

الاستنتاجات والتوصيات *Conclusion and Future works*

5-1 الاستنتاجات: *Conclusion*

بعد مراجعة نتائج الاختبارات المختلفة وتفسيرها ومناقشتها يمكن استنتاج الحقائق من الامور الاتية:

1 - ان أفضل طريقة سهلة واقتصادية لتحضير المركب السيراميكي الفائق التوصيل ($Bi_2 Sr_2 Ca_2 Cu_3 O_{10+\delta}$) هي طريقة تفاعل الحالة الصلبة (SSR)

2 - آن أفضل ضغط يستخدم لكبس نماذج المركب السيراميكي فائق التوصيل ($B_{i2} S_{r2} C_{a2} C_{u3\ O10+\delta}$) يجب ان يكون بحدود ($7\ tan/cm^2$)اي (0.4GPa).لان ذلك يعطي نتائج ايجابية من حيث الحجم البلوري وتحديد التركيب البلوري والحصول على درجة حرارة الانتقالية عالية.

3 - تم الاستنتاج إلى أن المركب السيراميكي فائق التوصيل ($Bi_2 Sr_2 Ca_2 Cu_3 O_{10+\delta}$)يحتاج إلى زمن تلبيد يتراوح بين (120hr-130hr)وذلك للحصول على نسب جيدة لتشكيل الطور العالي للمركب ،كما تم الحصول على درجات حرارة انتقالية تتراوح بين (110K-112K)عند زمن التلبيد (120hr-130hr) على التوالي .

4 - آن أفضل درجة حرارة لتلبيد المركب في الفرن الكهربائي كانت (840ºC) ،لأنها تساعد في زيادة سرعة التفاعل وزيادة درجة الحرارة الانتقالية تصل الى (112K).

5 - ان الحصول على نسبة محتوى الأوكسجين (0.21)للمركب السيراميك ($Bi_2 Sr_2 Ca_2 Cu_3 O_{10+\delta}$) ساهمت في زيادة درجة الحرارة الانتقالية.

6 - الحصول على اعلى درجة حرارة انتقالية للمركب ($Bi_2 Sr_2 Ca_2 Cu_3 O_{10+\delta}$) هي (Tc=112K) عند ظروف التحضير بضغط مقداره ($7tan/cm^2$) وزمن تلبيد (130hr) ودرجة حرارة تلبيد ($840C^o$)وهذه هي الظروف المثلى التي تم الحصول عليها بطريقة تفاعل الحالة الصلبة.

7 - ان استخدام زمن تلبيد اقل من (100hr) في تحضير المركب فائق التوصيل ($Bi_2 Sr_2 Ca_2 Cu_3 O_{10+\delta}$) هو غير كافي ، لأنه يقلل من درجة الحرارة الانتقالية (Tc).

5-2 التوصيات *Future work*

نذكر بايجاز جملة من التوصيات على وفق ما ياتي :

1 - استخدام أزمان تلبيد اعلى من (130hr) من خلال الملاحظة ان هنالك زيادة وارتفاع في قيمة درجة الحرارة الانتقالية (Tc) عند زيادة زمن التلبيد.

2 - دراسة درجة حرارة التلبيد بين (830C – 860C) وذلك لحصولنا على أفضل سلوك للتوصيل الفائق عند الدرجة (840C) .للاستخدام في منظومة أسلاك جهاز الرنين المغناطيسي الطبي .

3 - دراسة الخصائص الميكانيكية للمركب الفائق التوصيل ($Bi_2\ Sr_2\ Ca_2\ Cu_3\ O_{10+\delta}$) وفق ظروف مختلفة لتكون هنالك قاعدة بيانات ، يستفيد الطلبة والباحثون والعامة التطبيقات العلمية .

4 - دراسة الخصائص العزلية والتوصيلية على وفق أفضل الظروف التي تم الحصول عليها لهذا المركب .

5 - دراسة الخصائص الفيزيائية لهذا المركب ($Bi_2\ Sr_2\ Ca_2\ Cu_3\ O_{10+\delta}$) (المتانة ،الصلادة ،العيوب والتشوهات ، المسامية ،المرونة ،وغيرها).

6 - استخدام وصناعة أسلاك توصيل من المركب فائق التوصيل ($Bi_2\ Sr_2\ Ca_2\ Cu_3\ O_{10+\delta}$)ويستخدم في المجالات الصناعية والطبية ومنظومة الاتصالات والاجهزة اللاسلكية الحديثة.

المصادر

REFERENCES

REFERENCES

[1] Alexander al tland and ben simons " concepts of theoretical solid state .physics" p 254 , 2001.

[2] Martin dressel and George gruner " electrodynamics of solid " , Cambridge , p 173 , 2003.

[3] Charles kittel , " introduction to solid state physics ", ed – john wiley , inc united states of America , p 335 , 2005 .

[4]H. k. onnes , comm. Phys . lab . univ. leiden , nos . pp 119, 120 , 122 , 1911.

[5] Charles p. poole , jr , horacio a . farach , Richard j . creswick , ruslan prozorov , " superconductivity " , second edition , P 24 , 2007 .

[5] Halliday &resnick " principles of physics " ninth edition , p697 , 2011

[6] William D . Callister , Jr . " Materials science and Engineering " 7th ed , 2007.

[7] F.London and H.London; Superfluids, 1(1950) 152.

[8] V.L.Ginzburg and L.D.Landau ; JETP (USSR), 20 (1950) 1064

[9]J.Barden, L.N.Cooper and J.R.Schrieffer; Phys .Rev., 106 (1957)62.

[10]B.D.Josephson; Phys.Rev.Lett ., 1(1962) 251.

[11]A. W. Sleight, J. L. Gillson, and P. E. Bierstedt: *Solid State Commas*, V. 17 (1975) , P. 27.

[12]J.R.Gavaler; Appl . Phys. Lett ., 23 (1973) 480.

[13] Bednorz J.G and Muller K , A . " Possible High(Tc Superconductivity
in the" Ba-La-Cu-O system" Z. Phys. B , volume 64 , p189 , 1986 .

[14]Paul Chu; Phys. Rev. Lett., 58 (1987) 405.

[15]H.Maeda,Y.Tanaka, M.Fukutomi and T.Asamo; Jap.J.Appl. Phys. 27 (1988), L209.

[16] Z. Z. Sheng and A. M. Hermann; Nature, 332 (1988) 55.

[17]S. N. Putilin, E. V. Antupov, O. chmaissem and M. Marezio, Nature,V. 362 (1993) 226.

[18]Junjing. Zhao, PhD. thesis Dept. Physics , Graduate College , University of Illinois at Chicago, (2012).

[19]A.Maqsood and M.Maqsood."proceeding of the international workshop held at Rajshahi university", Bangladesh, edited by AKMA Islam,28 Oct-1Nov.(1996).

[20]R.S. Liu, J.M. Liang, S.F. Wu, Y.T.Huang and P.T.Wu: *Physica* C 159, (1981) , 385-390.

[21]C. Kittel, "Introduction to solid state physics", 4th ed, John Wiley and sons, (1971).
[22]W.Meissner, and R.Ochsenfeld; Naturwiessenchaften, 21(1933) 787.
[23]S.O.Pillia , " Solid state physics " , Revised and Enlarged Edition ,(1995) .
[24]J. C. Phillips ''Physics of High-T_c Superconductors'' Printed in the U.S.A. (1992).
[25]J.Bardeen ,L.N. Cooper, and J.R.Schrieffer,"Theory of Superconductivity" , Phys. Rev, Vol.108 , N. 5, (1957) , p1175 .
[26]C.S.Waing," Electronic structure , Lattice Dynamics and magnetic Interations in High temperature Superconductivity ", W.Lynn , springer , (1990) .
[27]A.B.Pippard, Proc. Roy. Soc., (London) A216, 547, (1953), in Ref.26.

[28]K .Kumar , T. Sreekanth "Solid State Physics" Ch 10 ,(2005) ,PP214-216

[29]M.A.Wahab " Solid State Physics" 2nd edition, Ch 17,(2005) ,PP534-558.
[30]E.Maxwell, Phys.Rev.V.78, (1950) , P.477.

[31] L.Solymar and D.walsh," Electrical Properties of Materials ", Oxford University Press, (1998).
[32]J . D. Patterson , B. C. Bailey, "Solid-State Physics , Introduction to the Theory", Springer, Ch10(2007) ,P 461.
[33]Ruslan Prozorov, Russell. W. Giannetta ; " Magnetic Penetration Depth in Unconventional Superconductors ", Topical review. To be published in "Superconductor Science and technology",(2006) ,p3.

[34]R.D A. SERWAY, C. J. MOSES, and C. A. MOYER ," Modern Physics" THOMSOM ,BROOKS/COIL,3th eddition,(2005), p446.

[35]V.Z.Kresin and S.A.Wolf, “Fundamentals of Superconductivity”, Plenum Presses, New York, (1990).

[36]F.London ,H. London," The Electromagnetic Equations of the Superconductor , Proc. R. Soc. London, Vol.149, (1935), p71.

[37]A.A. Ginzburg, Zh. Eksp. Teor. Fiz. **32**, 1442 (1957).

[38]Ginzburg and Andryushin, Superconductivity;(1998),p 63.

[39] A. M. Ibraheim, "Effect Of Preparation MethodS On The Structural , Mechanical and Electrical Properties Of Effect Of Preparation MethodS On The Structural , Mechanical and Electrical Properties of Bi2Sr2Ca2-xCdxCu3O10+δ System," M.S.C. thesis , university of baghdad , college of education (IBN AL-HAITHAM), 2015.

[40]A,Vladimir, Z.kresin and Stuart"Fundamentals of Superconductivity " Wolf plenum, pp. 22-24, 1992.

[41]S.H Mahdi, Synthesis andstudy structural,electoral and mechanical properties of composite superconductor,.Ph.D thesis ,University of Baghdad/College of Education for Pure Science (Ibn-AL-Haitham),2015.

[42]Y. A. Hamam, A. El Ali (Al-Dairy), K. D. Alazawi and S. M. Mamand., "Effect of Sintering and Annealing Temperatures on the Critical Temperature and Electrical Resistivity of Bi2Ba2Ca2Cu3O10+δ"," Jordan Journal of Physics, vol. 2, pp. 165-170, 2009.

[43]S.o,pilla in solid state physics Revisd and Enlarged Edition,New Age International .1995.

[44]C. Kittel, in " Introduction to solid state physics", Seventh edition, 2004, p.17.

[45]W.C.S,EIectronic structure,Lattic Dynamics and magnetic interations in High temperature superconductivity,springe W.Lynn,r,1990.

[46]Werner Buckel , and Reinhold Kleiner " Superconductivity fundamentals and Applications " , Second Edition , Wiley,(2004) , p 160 .

[47]P. A . Tipler , R. A. Llewlly " Modren physics " fourth edition , freeman New York , pp 487 - 495 , (2003).

[48]J. C. Philips" Physics of high Tc superconductor", Ch 1 united states of America AT and T Bell laboratories Murray H.11, New Jersey (1998).
[49]Zhao-Sheng Wang;" Superconducting Properties of Iron-Based Ba-122 by Transport Measurements and Scaning Nano-SQUID Microscopy"; University Joseph-Fourier - Grenoble I,(2012) ,P 6.
[50]R. Baquero" Brief Introduction to Superconductivity" ,(2005),p13.

[51]P. W. Anderson ‘’Spin-charge Separation is the Key to the High-Tc Cuprates’’ *Physica C*, 9-10, November(2000), 341-348.

[52]J.C.Phillips, Physics of High-Tc Superconductors , Academic press Inc., Ch1 (1989).

[53]V. L. Ginzburg and L. D. Landau, JETP(USSR), V.20,(1950), p1064

[54]P.Komarck, Supercond.Sci Technol.V.13, P.456. (2000).
[55]Shoji. Tanaita "High-temperature superconductivity: History and out look" SAP international,V.10-13, No. 4 (2001).

[56]P.J Ford and G.A.Saunders " high temperature superconductors Eten years on " contemporary .Phys ,J ,V.38, No.1, (1997) ,P63.
.
[57]K.Aka, M. Saito,M.Ito, K. Nakan and Heromiunoki “ Advances in superconductivity” Kitazawa, Ishigguro{EDS} Aug. (1988),p225 - 227.
[58]M. R. Beasley “ Advances in superconductivity” Kitazawa, Ishiguro (EDS) 3- 15 (1988).
[59] Oka-Ridge ,National Laboratory.Oran Facilities and Equipment for use in High-Temperature Superconductivity Research and Development (2004)
[60] M.A.Wahab " Solid State Physics structure and properties of material" , Second Edition , New Delhi, (2010), pp 555 - 556.
[61]G. Haertling, "DEVELOPMENT OF HIGH Tc (>ll0K) Bi, TI and Y-BASED MATERIALS AS SUPERCONDUCTING CIRCUIT ELEMENTS," clemone university, pp. 2,3, 1994.
[62]H.Maeda, Y.Tanaka, M.Fukutomi and T.Asamo; Jap.J.Appl. Phys., 27 (1988) L209.

[63]. Tinkham M., *"Introduction to Superconductivity"*. Dover, secondedition, (2004).
[64]J.M.Tarascon, , LePage, Y. Greene, L.H. Bagley, B.G., Barboux, P., Hwang, D.M.Hull, G.W.McKinnon. and Giroud, M., "Origin of the 110-K superconducting transition in the Bi-Sr-Ca-Cu-O system," in Physical Review B, 1988, pp.2504..
[65]M. a. hapeep, "Phase Transition of High Temperature Superconductor Bi2-x Pbx Sr2-y (Ba,Sb)y Ca2 Cu3 O10 System .," university of bahgdad , college of scince ,Ph.D thesis , 2006.
[66]J . B .lace, Torrance , Y . Tdkura and J. Lap, solid state comm, vol. 66, pp. 703-706, 1988.
[67]Z. Hong, M. wang, G. Xiong and X. Fan, Physica C, vol. 288, pp. 82, 1997
[68]N. Q. Raoof, the impact of preparation conditions and Li substitution on Bi2-x LixPb0.3 Sr2Ca2Cu3O10+ δ compound, University of Baghdad college of scince .MCS thesis, 2014.
[69]Z. Hong, M. wang, G. Xiong and X. Fan : Physica C, V. 288, , P. 82,(1997).
[70]H. Khosroabadi, M.R .Mohammadi Zadeh and M.Akhavan :Physica C 370, (2002) , 85-93.

[71]H. Zhang , H. Sato: Physica C, V. 214,(1993) , P. 265.
[72] Todor Mihaylov Mishonov , "On The Theory of High - Temperature Superconductivity " , Thesies university of sofia, , (2007), p . 1.
[73]Stephen D.wilson el at,Nature physics , Vol .442, (2006) , pp 59 - 62.
[74]B.Batlog,T.T.M.Palstra,L.F.Schneemeyer, R.B.Van Dover and R.J.Cava:Physica C , V.(153-155),(1988), p1062.
[75]S.A.Sunshine, T.Siegrist, L.F.Schneemeyer, D.W.Murphy, R.J.Cava: Phys. Rev. B, V.38, (1988), p893.
[76]B. A. W. A. Jorani, "Characterization and Properties of the Superconducting system," ph.D theaisis ,university of baghdad, pp. 120-121, 2007
[77]D.Allender, J.Bray and J.Bardeen, Phys.Rev., B, vol. 7, p. 1020, 1973.
[78]V.L.Ginzburg, Sov.:Phys.-Usp.13, (1970) , 335.
[79]V.Z.Kresin and S.A.Wolf " Fundamentals of superconductivity" plenum press New York (1990).

[80]A.K.Jassim;" Fabrication and Characterization of (Hg,Bi)-Doped of Tl Based Superconducting Systems"Ph.D,thesis, University Of Baghdad Collage Of Science, (2007).
[81]K.A.Jassim,Ph.D,Thesis,University Of Baghdad Collage Of Science,(2005).
[82]R.S.DeBiasi, S.M.V.Araujo; J.of magnetism and magnetic materials, 104.(1992)471.
[83]Dawud, Azhar, "The effect of n variation on the high-Tc super. behavior of the Bi2Sr2Can-1CunO2n+4 system", Ph.D. Thesis, Al-Nahrin University, College of Science, (2000).
[84]G. Y. Hermiz, "Thermal Analysis and Phase Transformation HTSc of (Bi1-xPbx)2(Sr1-yBay)2Ca2Cu3O10+δ compound", Ph.D. Thesis, University of Baghdad, College of Science, (2001).
[85]. Down J.D. and Lehmann M., "Phil Mag", 83, 527 (2003).
[86]. Yuan, Y, Jiag J. and Gai X.Y.. "Applied Physics Letters", 84, 12 ,PP.2127-2129 March 22 (2004).
[87]H.J.Maktoof,M.D,Thesis,University Of Baghdad Collage Of Sience.(2005).
[88]Kareem Ali Jassim " Structure and electrical properties of Lanthanum doped $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10+\delta}$ superconductor " , Turk J phys , Vol 36 , (2012) , pp 245 - 251 .
[89]L.K.Abbas, M.M.Abbas and O.S.Mahdi ,Journal of Al- Nahrain University, Vol. 15, . 2 (2012) 113-120.
[90]G.Y.Hermiz , " Effect of Pressure on the Superconducting and MechanicalPropertiesof$Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr_{1.8}Ba_{0.2}Ca_2Cu_{2.2}Ni_{0.8}O_{10+\delta}$ system" , advance in material physics and chemistry , vol 3,(2013) , pp 42-47 .
[91]ShathaHashimMahdi,J.Chem.Bio.Phy.Sci,Sec.C.Vol.4,No.3,(2014).
[92]M.S.Shalby,et,al,Journal Of Radiation Research and applied. Sciences.9.(2016)345-351.
[93]K.A.Jassim,H.S.Hussein,"Effect of Partial Substitution of Lanthanum(La) on the Structure and Electric Properties of ($Bi_2Sr_2Ca_2Cu_{3-x}La_xO_{10+\delta}$)",Ibn AL-Haitham Journal for Pure and Applied Science,VOL.30,Issue 3,2017.
[94] K A Jasim, L. A. Mohammed. The partial substitution of copper with nickel oxide on the Structural and electrical properties of HgBa2 Ca2 Cu3xNix O 8+δ superconducting compound. Conf. Series: Journal of Physics: Conf. Series 1003 012071, *P.1-9*.2018.

[95]د. مؤيد جبرائيل يوسف "فيزياء الحالة الصلبة"، ج2، مطابع وزارة التعليم العالي,(1989).
[96]د. مؤيد جبرائيل يوسف , "فيزياء الحالة الصلبة" , الجزء الأول , جامعة بغداد , (1987).
[97] Ebtisam Khalil Alwan Al-beyaty ; "Effect of n variation on Tc of (Hg0.8Tl0.2)Ba2Can-1CunO2n+2+δ compounds" , MS. Thesis ,Baghdad university , college of science ,pp 38-39, (2007)
[98]Moussa, Muna, "Effect of the Electron Beam and Laser Radiation on Tc of Y1-x(Gd,Pr)XBa2-ySryCu3O7-δ compounds", Ph.D. Thesis, Baghdad University, College of Science, (2003).
[99]S. R. Ghorbani, "Structural and Electrical Transport properties of Doped Nd-123 Superconductors" Ph.D. Thesis, Royal Institute of Technology, Solid state physics, Department of physics and IMIT, Stockholm, (2002).
[100]Witold Ciesielski and Robert Zakr Zewski " Iodimetric Tiration of Sulfur Compounds in Alkaline Medium " chem . Anal . Vol 51 , p 653 , (2006).
[101] Kassim M. Wadi, Aqeel N. Abdulateef Auday H. Shabanb, Kareem A. Jasim Improvement of superconducting properties of Bi2Ba2Ca2Cu3O10+δ Ceramic by prepared under different pressures. –22722Energy Procedia 57 (2019) P. 2.2019.
[102]B.Solunke, P.U. Sharma, M. P. Pandya, V. K. Lakhani, K.B. Modi, P. Venugopl Reddy and S. S. Shah .Indian Academy of Sciences, | joul of physicsm, V.12, N.32, P. 1(2005).
[103]S.Koyama, U.Endo and T. Kawai :Jap.J. Appl. Phys, 27, 10, L1861,(1988).
[104] Kareem. A. Jasim Anaam W. watan and. Suad H. Aleabi. Improved thermal and mechanical properties of CdBa2-x SrxCa2Cu3O8+δ superconducting compounds. Energy Procedia 57 (2019) P. 234–240.
[105]G.Y.Hermiz , " Effect of Pressure on the Superconducting and Mechanical Properties of $Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr_{1.8}Ba_{0.2}Ca_2Cu_{2.2}Ni_{0.8}O_{10+\delta}$ system" , advance in material physics and chemistry , vol 3,(2013) , pp 42-47 .
[106]G.Xing, M.Wang, X.Fan and X.Tang,: Appl.Phys. A56, P.99 (1993).
[107] K. H. Razeg , Abdul-Majeed E. Al-Samar; ai , A. D. Ali Physics department, Effect of Partial Substitution of Hg.sr on Structure and Electrical of High Temperature Bi2-xHgxBa2-

ysryCa2Cu3O10+δ Super conductor, College of Education, University of Tikret , Tikret ,Iraq.2011.

[108]حسين علـــي محمد , "دراســـة تأثير درجـــة حـــرارة التلبيد علـــى مركبـــات الفائقة التوصيلية" , رسالة ماجستير , جامعة تكريت , كلية التربية , $Bi_2Ba_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+4}$.(2004)

[109] Kareem A. Jasim, Tariq J. Alwan. Effect of Oxygen Treatment on the Structural and Electrical Properties of Tl0.85Cd0.15Sr2CuO5−*δ*, Tl0.85Cd0.15Sr2Ca2Cu2O7−*δ* and Tl0.85Cd0.15Sr3Ca2Cu3O9−*δ* Superconductors. J Supercond Nov Magn (2017) 30:3451–3457.

[110]A.I shii,T.Hatano, physicaC,340, (2000),P.173 .

[111]. Noor S. Abed 1, Sabah J. Fathi 1, Kareem A. Jassim2& Shatha H. Mahdi2. Partial substitution of Zn Effects on the Structural and Electrical Properties of High Temperature Hg0.95Ag0.05Ba2Ca2Cu3O8+δ Superconductors. IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conf. Series 1003 012098. 2018.

[112]T.M.Salamati,et.al, Iranian Journal Of Physics Reaserch. Vol.10 .N.2.(2010).

[113] . Kareem. A. Jasim, Tariq J. Alwan .Effect of pressure on the structural and electrical characteristics of $TL_{0.8}Sb_{0.2}Sr_2Ca_2Cu_3O_{9-\delta}$. Materials Science and Technology (MS&T) October 25-29, 2009, Pittsburgh, Pennsylvania • Copyright © 2009 MS&T'09® General Poster Session, (USA).2009.

[114] Kareem A. Jasim · Tariq J. Alwan · H.K. Al-Lamy ·H.L. Mansour. Improvements of Superconducting Properties of $Hg_{0.6}Pb_{0.25}Sb_{0.15}Ba_2Ca_2Cu_3O_{8+\delta}$ Ceramic *by controlling the sintering Time* , Journal of superconductivity and nove. Journal of superconductivity and novel magnetism , 24:1963–1966 , (USA).2011.

[115]K.Kocabas : J. Appl. Phys. , Vol.22 , No.11 , P.437 , (1998).

[116] Kareem A Jasim, Raghad S Al-Khafaji, The Effect of Oxygen Flow on the Transition Temperature of Hg0.75Pb0.25Sr2-yBayCa2Cu3O8+ δ Superconductors. IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conf. Series 1003 012096.2018.

[117] Kassim M. Wadi, Aqeel N. Abdulateef, Kareem A. Jasim .The effect of simultaneous doping of Sb in Bi-O layer of Bi2-xSbx Ba2Ca2Cu3O10+ δ superconductors. Energy Procedia 57 (2019) P.

[118]A. Octa, A.Kirihigashi, Y.Sasaki and K.Ohba:Jap.J.Appl.Phys, V.27, No.12, P.L2289,(1988) .
[119] Y. Mizauno, A. Sawa, H. Obara, M. Umeda, and H. Yamasaki, Physica C 2255, (1997) 282-287.

[120] Kareem A. Jasim Tariq J. Alwan, Ilham K. Onees Preparation and Physical Properties of Doped Bi2-x Sbx Sr2 Ca2 Cu3 O10+ δ Superconductors .3th INTERNATIONAL CONFERENCE ON ENERGY,ENVIRONMENT AND APPLIED SCIENCE.p.316-322.2016.

[121]M.O.Yilmazar,H.Aydin,M.Akdogan and C.Terzioglu,"The effect of Sm→Ca substitution on mechanical properties of BSCCO superconductors", chin.phy,45(2), ,(2007),P128.

[122]. Bilal A. Omar, Sabah J. Fathi, and Kareem A. Jassim.Effect of Zn on the structural and electrical properties of high temperature HgBa2Ca2Cu3O8+δ superconductor. AIP Conference Proceedings 1968, 030047 .2018.

[123] Laheeb A. Mohammed Kareem A. Jasim. Improvement the Superconducting properties of TlBa2 Ca2 Cu3xNix O 9-δ superconducting compound by partial substitution of copper with nickel oxide on the. Energy Procedia 57 (2019) P. 135–242 .

Abstract

This study includes the study of the effect of preparation conditions On superconducting composite(Bi_2 Sr_2 Ca_2 Cu_3 $O_{10+\delta}$) , And the aim of this study is to find the optimal conditions that include (best user pressure, best sintering time and best temperature for sintering) To form the higher phase of the superconducting system (Bi-2223), The other objective is to obtain the highest transition temperature (Tc) And study the ratios of oxygen content(δ), For all models of the compound. The models were prepared in a solid state reaction using the appropriate weights of the high purity powder of the compound(Bi_2 Sr_2 Ca_2 Cu_3 $O_{10+\delta}$) The two components are then mixed and grinded (powders), The first stage by the manual mortar for a period of(2hr), The second using the electric mixer for a period(3hr), The models are formed in the form of cylindrical discs by a mold for pressing a drop(1.5cm) and Thickness (0.2cm) using a hydraulic press .

The work is based on three axes. The first axis includes the study of the effect of pressure on the compound using four models with different pressures (0.34,0.4,0.45,0.5 GPa) When the sintering time is established(120hr) and Sintering temperature(800C°) and heating temperature (5℃/min), In the scanner (XRD) The results showed that the models had a hybrid crystalline system with a high phase ratio (Bi-2223), And the appearance of ratios of the slow phase(Bi-2212)(Bi-2201) And some impurities The temperature values for each model were found and were the highest transition temperatures (Tc=110K) Of the model when pressed(0.4GPa)or(7ton/cm^2). .

The second axis included the study of the effect of the time of sintering on the compound, using three different time models (70hr, 100hr, 130hr) In the pressure constant (0.4 GPa) and the temperature of (800 ° C), the results of the XRD tests showed a high phase ratio, low phase ratios and impurity ratios, and a transition temperature (Tc = 110K) At the time of sintering (130 hr).

The third axis included the study of the effect of the temperature of the sintering on the compound, using three models at different temperatures (820ºC, 840ºC, 860ºC) at(7 ton / cm^2)or(0.4 GPa) and sintering time (130hr), The results of the high phase rise and the reduction of the other phases were also obtained, and a transition temperature (Tc = 112K) was obtained for the model with the temperature of the sintering (840ºC).

The study also included study of oxygen content ratios (δ) for all models and ranged from(0.09-0.21). .

As for X-ray measurements, it showed that all models and all variables (pressure, sintering and temperature) have an existing characteristic structure(orthorhombic) With a change in the constants. The results showed that all the samples showed a degree of homogeneity and the lack of external cracks.

After comparing all models, the best conditions were obtained for the preparation of the ceramic compound(Bi_2 Sr_2 Ca_2 Cu_3 $O_{10+\delta}$) The result was pressure (7ton/cm^2) or(0.4 GPa) Sintering time (130 hr) and sintering temperature (840ºC) , In these circumstances it was obtained Highest value of transition temperature (Tc) In this research they were(Tc=112K).

Republic of Iraq
Ministry of Higher Education and
Scientific Research
University of Baghdad
College of Education for Pure Science
Ibn-AL-Haitham

Effect of preparation conditions on superconducting compound ($Bi_2 Sr_2 Ca_2 Cu_3 O_{10+\delta}$)

A Thesis

Submitted to University of Baghdad \College of Education for Pure Science (Ibn-AL-Haitham) in partial Fulfillment of the Requirements for the Degree of Master of Science in Physics

By

Fouad Waheed Ali

B.Sc Physics 2001

Supervised by

Prof.Dr.Kareem Ali Jasim

م 2019