

جمهورية العراق وزارة التعليم العالي والبحث العلمي جامعة بغداد / كلية التربية للعلوم الصرفة / أبن الهيثم قسم الفيزياء

# تحضير مركبات Y-Ba-Cu-O خائفة التوحيل وحراسة خدائدها التركيبية والكمربائية

رسالة مقدمة الى مجلس كلية التربية للعلوم الصرفة / ابن الهيثم - جامعة بغداد وهي جزء من متطلبات نيل درجة الماجستير في علوم الفيزياء

من قبل الطالبة مروة وليد عبد الرحمن

بإشراف أ. م . د . خاروق ابراميم حسين

1440هـ عام 2019

# بنسم ألله الرَّحْمَن الرَّحيم

﴿ اللَّهُ نُورُ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ مَثَلُ نُورِهِ - كَمِشْكُوةِ فِيهَا مِصْبَاحٌ ٱلْمِصْبَاحُ فِي زُجَاجَةً ٱلزُّجَاجَةُ كَأَنَّهَا كُوكُبُ دُرِّيٌّ يُوقَدُ مِن شَجَرَةٍ مُّبُرَكَةٍ زَنْتُونَةٍ لَّا شَرْقَيَّةٍ وَلَا غَرْبِيَّةٍ يَكَادُ زَنْتُهَا يُضِيءُ وَلَوْ لَمْ تَمْسَسُهُ نَارُ نُورٌ عَلَى نُورٌ يَهُدِى ٱللهُ لِنُورِهِ مَن يَشَاءُ وَيَضْرِبُ ٱللَّهُ ٱلْأَمْثُلُ لِلنَّاسِ وَٱللَّهُ بِكُلِّ شَيْءٍ



صدق الله العظيم

سوس النوس أنة ﴿ 35 ﴾

# إقرار المشرف

اقر بأن اعداد هذه الرسالة الموسومة (تحضير مركبات Y-Ba-Cu-O فائقة التوصيل ودراسة خصائصها التركيبية والكهربائية) قد جرى بإشرافي في قسم الفيزياء/ كلية التربية للعلوم الصرفة / ابن الهيثم - جامعة بغداد ، وهي جزء من متطلبات نيل شهادة الماجستير في علوم الفيزياء.

المشرهم

التوقيع

الاسم: د. فاروق ابراهيم حسين

المرتبة العلمية: أستاذ مساعد

العنوان: كلية التربية للعلوم الصرفة / ابن الهيثم جامعة بغداد

التاريخ: مع / 6 / 2019

# توصية رئيس القسم

بناء على التوصيات المتوافرة، أرشح هذه الرسالة للمناقشة

الاسم: د. سمير عطا مكى

المرتبة العلمية: أستاذ

العنوان : كلية التربية للعلوم الصرفة / ابن الهيثم ، جامعة بغداد

التاريخ: / / 2019

# إقرار لجنة المناقشة

Y-Ba-Cu-O تحضاء لجنة المناقشة أننا اطلعنا على الرسالة الموسومة (تحضير مركبات Y-Ba-Cu-O وقد حبد الرحمن) وقد وراسة خصائصها التركيبية والكهربائية ) المقدمة من قبل الطالبة (مروة وليد عبد الرحمن) وقد عدو الفيزياء عدورة بالقبول ومستوفية لمتطلبات نيل درجة الماجستير في علوم الفيزياء محتوياتها فوجدناها جديرة بالقبول ومستوفية لمتطلبات نيل درجة الماجستير في علوم الفيزياء محتوياتها فوجدناها جديرة بالقبول ومستوفية لمتطلبات نيل درجة الماجستير في علوم الفيزياء محتوياتها فوجدناها جديرة بالقبول ومستوفية لمتطلبات نيل درجة الماجستير في علوم الفيزياء محتوياتها فوجدناها جديرة بالقبول ومستوفية لمتطلبات نيل درجة الماجستير في علوم الفيزياء ومستوفية لمتطلبات نيل درجة الماجستير في القبول ومستوفية لمينا والمنابع المتحدد والمتحدد و

عضو اللجنة التوقيع:

الاسم: د. طارق جعفر علوان المرتبة العلمية: أستاذ مساعد

العنوان: الجامعة المستنصرية / كلية التربية التاريخ: 2019/ 9 / 45

عضو اللجنة ومشرفا التوقيع:

الاسم: د. فاروق ابراهيم حسين

المرتبة العلمية: أستاذ مساعد

العنوان: جامعة بغداد/ كلية التربية للعلوم الصرفة/ ابن الهيثم

التاريخ: 25/ 9 /2019

تحرير حد عبد النبي ثجيل

الرقة العلمية: أستاذ مساعد

مع الصرفة التربية للعلوم الصرفة ابن الهيثم

2019/ 9 /25 ===

عدد الهيثم - جامعة بغداد

عميد كلية التربية للعلوم الصرفة /ابن الهيثم

التعدد حسن احمد حسن

استة العلمية: أستاذ

ابن الهيثم التربية للعلوم الصرفة / ابن الهيثم

2019/ \./\

الاحبيبي النري لم يغاه دني يوما الارمز الرجولة والتضعية الاس وفعني الاالعلم وبه انزوا وافتخارا ... (أبي الميب

ال من كركته العطاء لأمام قرميها والشعة التي تئير ظلمة حياتي ... (لا مي المحيية)

الا دفيق ه دبي وسندي ومعنى سرس الدوب خطوة بخطوة ... (انني المحييب)

الا من هم اقرب اله من دوحي وبهم استسر يحزي واصراري ... (اننو ل تي المحييبات)

الاجميع زميدلاتي وزملاتي النزيق تحلول بالليخاء والوفاء وبرفقتم في هروب المحياة سرس وجعلهم اللن لاخول تي ولاخوتي في اللن ومن لأحبيبتهم وجمعول بين سعاحتي وحزني .

( ل كل القلوب ( المخلصة ( لت<sub>ى</sub> ترجو لٍ بالنجاح و( لتوفيق

مروهٔ



# شكر وتقدير

الحمد لله على إحسانه و الشكر له على توفيقه و امتنانه، بعد شكر الله سبحانه و تعالى على توفيقه لنا لإتمام هذا البحث أتقدم بجزيل الشكر إلى الوالدين العزيزين الذين أعانوني و شجعوني على الاستمرار في مسيرة العلم و النجاح، و اكمال در استى الماجستير، كما أتوجه بالشكر الجزيل إلى من شرفني بإشرافه على مشروع بحثى الدكتور " فاروق ابراهيم حسين" الذي لن تكفى حروف هذا المشروع لإيفائه حقه بصبره الكبير على ولتوجيهاته العلمية التي لا تقدر بثمن و التي ساهمت بشكل كبير في اتمام و استكمال هذا العمل، واتقدم بالشكر الجزيل الى عمادة كلية التربية للعلوم الصرفة (ابن الهيثم)/ جامعة بغداد لاتاحتها الفرصة لي لإكمال دراستي الماجستير، وكذلك شكري وتقديري إلى رئيس قسم الفيزياء وكل أساتذة قسم الفيزياء لاسيما (الدكتور كريم على جاسم والدكتور محمد عبد النبي ثجيل والدكتور عبد الحميد رحيم الصراف والدكتور حاتم عبد الرزاق طه والدكتور عادل اسماعيل كاظم) لما أبدوه من مساعدة علمية طوال مدة عملى ، كما أتوجه بخالص شكري و تقديري إلى قسم الكيمياء في كلية التربية ابن الهيثم على تعاونهم ومنحهم الفرصة لى على اكمال مشروع البحث في مختبرات القسم وايضا اتوجه بالشكر الجزيل لدائرة التعليم الديني والدراسات الاسلامية في ديوان الوقف السنى في حصولي على الاجازة الدراسية لغرض اكمال دراستي الماجستير، واخيرا اشكر كل من ساعدنى من زملائى وزميلاتى فى كلية التربية ابن الهيثم على تعاونهم اللامحدود معى على انجاز و اتمام هذا العمل وكانوا رفقاء الرحلة بكل ما فيها من مشقة وعناء وفرح وسرور.

#### الخلاصة

تم تحضير كل من المركبات (  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  ) الفائقة التوصيل ،  $YBa_5Cu_8O_{18-\delta}$  (  $YBa_5Cu_8O_{18-\delta}$  ) والسول  $Y_3Ba_5Cu_8O_{18-\delta}$  ) ذات بطريقتي تفاعل الحالة الصلبة (solid state reaction ) والسول  $Y_3Ba_5Cu_8O_{18-\delta}$  ) الاحتراق التلقائي، ودراسة مدى تحسن الخصائص التركيبية والكهربائية للمركبين ، وكذلك دراسة تأثير استبدال عنصر الايتريوم  $Y_3$  بعنصري الرصاص  $Y_3Ba_5Cu_8O_{18-\delta}$  ) في الخصائص التركيبية والكهربائية للحصول على المركب  $Y_3Ba_5Cu_8O_{18-\delta}$  ) وذلك بتحضيره بطريقتي تفاعل الحالة الصلبة والسول  $Y_3Ba_5Cu_8O_{18-\delta}$  ) وذلك بتحضيره بطريقتي تفاعل الحالة الصلبة والسول خات الاحتراق التلقائي .

تم تحضير العينات بطريقة تفاعل الحالة الصلبة (solid state reaction) وذلك من خلال استعمال اوزان مناسبة من أكاسيد المساحيق ، اذ تم خلط هذه المساحيق باستعمال الطاحونة اليدوية ولمدة ساعتين ،ثم تم كبس خليط المسحوق باستعمال المكبس الهيدروليكي تحت حمل اليدوية ولمدة ثلاث دقائق وبوزن (29) ,اذ تم تلبيد العينات بدرجة حرارة (850°C) ولمدة (140°C) وذلك لضمان عملية الانتشار وللحصول على مادة مترابطة، ومن ثم تبريد العينات بمعدل التسخين نفسه .

أما المرحلة الثانية فتم تحضير عينات المركبات أعلاه بطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي ، اذ تم استعمال اوكسيد الايتريوم وحامض النتريك ونترات كل من الرصاص والنحاس والنحاس والكالسيوم والباريوم وكذلك حامض الستريك بنسب وزنية مناسبة ، اذ تم الحصول على المسحوق النانوي الناتج من عملية الحرق الذي تم حرقه لمدة اربع ساعات فيما بعد تم وزن وكبس المسحوق الناتج تحت حمل (7ton) ولمدة ثلاث دقائق وبوزن ((29)) . اذ تم تلبيد العينات بدرجة حرارة ( $(850)^{\circ}$ ) ولمدة ((48 hr)) بعد اضافة كمية مناسبة من مسحوق اوكسيد الزئبق HgO لكل من المركبين ( $(850)^{\circ}$ ) ولمدة ( $(360)^{\circ}$ ) و $(360)^{\circ}$ ) وذلك لاضافة وترتيب الوكسجين داخل التركيب .

تم تحليل نتائج فحوصات حيود الاشعة السينية (XRD) اذ تم تحديد كل من نوع التركيب ومعاملات الشبيكة (a,b,c) وحجم وحدة الخلية ومعرفة الحجم البلوري بطريقتي ديباي شيرر (Debye Scherer) وويليامسون – هول (Williamson- Hall) اذ تشير النتائج الى ان المركبات (Y123) و (Y358) يمتلكان التركيب المعيني القائم (Y123)

وبالطريقتين، أما المركب ( $\mathrm{Pb}_{1.5}\mathrm{Cu}_{1.5}\mathrm{Ba}_5\mathrm{Ca}_5\mathrm{Cu}_8\mathrm{O}_{18-\delta}$ ) فانه يمتلك التركيب الرباعي القائم (tetragonal) والمحضر بالطريقتين، ووجد ايضا ان حجم البلورة المحسوبة باعتماد معادلة وليامسون- هول ( Williamson-Hall) أكبر قليلا من حجمها المحسوب باعتماد معادلة شيرر (Debye-Scherer) ولكلا الطريقتين. و تم فحص سطح العينات من خلال جهاز الماسح الالكتروني (SEM) للمركبات ( $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ ) و $(YBa_2Cu_3O_{7-\delta})$  والمحضرة بطريقة السول - جل ذات الاحتراق التلقائي اذ كان الحجم الحبيبي بضعة مايكرون. تم قياس المقاومية الكهربائية وتحديد درجة حرارة الانتقال الحرجة التي تنعدم المقاومية الكهربائية عندها اي اذ بینت النتائج ان المرکب (Pb<sub>1.5</sub>Cu<sub>1.5</sub>Ba<sub>5</sub>Ca<sub>5</sub>Cu<sub>8</sub>O<sub>18-δ</sub>) یمتلك اعلی درجة حرارة ( $\rho=0$ ) حرجة (122k) والمحضر بطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي اما المركبات Y123، Y358 فيمتلكان درجات حرارة حرجة (95k، 95k) على التوالي والمحضرة بطريقة السول-جل ذات الاحتراق التلقائي ، وتم الحصول على نتائج فحوصات الخواص العزلية والتي تشمل ( ثابت العزل الحقيقي (غ) وثابت العزل الخيالي ("ع) وظل الفقد العزلي ( $(\epsilon)$  والتوصيلية المتناوبة ( $\sigma_{ac}$ ) وذلك من خلال فحصها بجهاز (LCR-Meter) عند درجة حرارة الغرفة وبمدى تردد (5KHz – 1MHz) وتأثير الاستبدال في هذه الخواص اذ بينت النتائج ان كل من ثابت العزل الحقيقي والخيالي وظل فقد العزل لجميع المركبات التي تم تحضيرها تقل مع زيادة التردد ولكلتا الطريقتين أما التوصيلية المتناوبة فإنها تزداد مع ازدياد التردد للمركبات المحضرة نفسها ولكلتا الطريقتين . وأخيرا تم قياس ومعرفة محتوى الاوكسجين لكل من المركبات المحضرة بطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي اذ نلاحظ ان المركب يمتلك أعلى محتوى للاوكسجين من المركبين الاخريين وكانت ( $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18}$ ) (0.068548) والمحضر بطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي ، اما المركبات (٢١23) و (Y358) فيمتلكان محتوى اوكسجين (0.011198) , 0.054857) على التوالي

رقو الصفحة Page No.	Sequence	Subject	الموضوع
	مابقة	الفصل الاول: المقدمة والدراسات الس	
	Chapter or	ne: introduction and literature s	urvey
1	1-1		المقدمة
5	2-1		الدر اسات السابقة
7	3-1		الهدف من البحث

# الفصل الثاني: التوصيلية الفائقة بدرجات الحرارة العالية Chapter two: high temperature superconductivity

المقدمة	2-1	8
خصائص المواد فائقة التوصيل	2-2	8
درجة الحرارة الحرجة	1-2-2	8
المجال المغناطيسي الحرج	2-2-2	9
التيار الحرج	3-2-2	9
المقاومية الكهربائية	3-2	10
تأثير مازنر	4-2	11
أنواع الموصلات الفائقة	5-2	12
تأثير جوزيفسون	6-2	14
المعاملات الاساسية للتوصيلية الفائقة	7-2	14
أزواج كوبر	1-7-2	14
عمق الاختراق	2-7-2	15
طول التشاكه	3-7-2	16
كنزبرك لانداو	4-7-2	16
نظرية BCS	8-2	16
تأثير النظائر	9-2	18
نظريات الموصلات الفائقة بدرجات حرارة عالية	10-2	18
انموذج الطبقات البينية	1-10-2	18
انموذج الاكسايتون	2-10-2	18
انموذج ثلاثي الابعاد	3-10-2	19
تركيب البيروفسكايت	11-2	19
التركيب البلوري للنظام فائق التوصيل (YBCO)	12-2	20
طرائق تحضير مركب فائق التوصيل	13-2	22

22	1-13-2	طريقة تفاعل الحالة الصلبة
23	2-13-2	طريقة تجفيف – تجميد
23	3-13-2	الطريقة الحرارية المائية
24	4-13-2	طريقة السول- جل
24	5-13-2	طريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي
25	14-2	تطبيقات عن المواد فائقة التوصيل

# الفصل الثالث: الجزء العملي Chapter two: Experimental work

المقدمة	1-3	26
تهيئة المواد الاولية	2-3	26
تحضير العينات	3-3	27
طريقة تفاعل الحالة الصلبة	1-3-3	27
طريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي	2-3-3	29
الاختبارات والقياسات	4-3	34
اختبار حيود الاشعة السينية	1-4-3	34
قياس المقاومية كدالة لدرجة الحرارة	2-4-3	35
قياسات ثابت العزل مع ترددات مختلفة	3-4-3	37
المجهر الالكتروني الماسح	4-4-3	37
قياس محتوى الاوكسجين	5-4-3	38
المجهر الالكتروني الماسح	4-4-3	37

# الفصل الرابع: النتائج والمناقشات Chapter four: Result and discussion

40	1-4	المقدمة
41	2-4	نتائج حيود الاشعة السينية
41	1-2-4	طريقة تفاعل الحالة الصلبة
44	2-2-4	طريقة السول- جل
49	3-4	حساب الحجم الحبيبي حسب معادلة وليامسون هول
	<u> </u>	وديباي شيرر
52	4-4	نتائج فحوصات المجهر الالكتروني الماسح
54	5-4	نتائج فحوصات المقاومية بالنسبة لدرجة الحرارة
		المقاومية ودرجة الحرارة الحرجة للمركب Y123
55	1-5-4	والمحضر بطريقتي تفاعل الحالة الصلبة والسول- جل
		ذات الاحتراق التلقائي
		المقاومية ودرجة الحرارة الحرجة للمركب Y358
57	2-5-4	والمحضر بطريقتي تفاعل الحالة الصلبة والسول- جل
		ذات الاحتراق التلقائي

60	3-5-4	المقاومية ودرجة الحرارة الحرجة للمركب $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18}$ والمحضر بطريقتي تفاعل الحالة الصلبة والسول- جل ذات الاحتراق التلقائي
62	6-4	نتائج فحوصات الخواص العزلية
62	1-6-4	نتائج فحوصات ثابت العزل الحقيقي للمركبات 19Ba <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7</sub> نتائج فحوصات ثابت العزل الحقيقي للمركبات 19b <sub>1.5</sub> Cu <sub>1.5</sub> Ba <sub>5</sub> Ca <sub>5</sub> Cu <sub>8</sub> O <sub>18</sub> ، Y <sub>3</sub> Ba <sub>5</sub> Cu <sub>8</sub> O <sub>18</sub>
65	2-6-4	نتائج فحوصات ثابت العزل الخيالي للمركبات YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7</sub> ، نتائج فحوصات ثابت العزل الخيالي للمركبات Pb <sub>1.5</sub> Cu <sub>1.5</sub> Ba <sub>5</sub> Ca <sub>5</sub> Cu <sub>8</sub> O <sub>18</sub> ، Y <sub>3</sub> Ba <sub>5</sub> Cu <sub>8</sub> O <sub>18</sub>
69	3-6-4	نتائج فحوصات عامل ظل الفقد للمركبات YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7</sub> نتائج فحوصات عامل ظل الفقد للمركبات Pb <sub>1.5</sub> Cu <sub>1.5</sub> Ba <sub>5</sub> Ca <sub>5</sub> Cu <sub>8</sub> O <sub>18</sub> ، Y <sub>3</sub> Ba <sub>5</sub> Cu <sub>8</sub> O <sub>18</sub>
72	4-6-4	نتائج فحوصات التوصيلية الكهربائية المتناوبة للمركبات Pb <sub>1.5</sub> Cu <sub>1.5</sub> Ba <sub>5</sub> Ca <sub>5</sub> Cu <sub>8</sub> O <sub>18</sub> · Y <sub>3</sub> Ba <sub>5</sub> Cu <sub>8</sub> O <sub>18</sub> · YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7</sub>
76	7-4	نتائج فحص قياس محتوى الاوكسجين لكل من المركبات Pb <sub>1.5</sub> Cu <sub>1.5</sub> Ba <sub>5</sub> Ca <sub>5</sub> Cu <sub>8</sub> O <sub>18</sub> · Y <sub>3</sub> Ba <sub>5</sub> Cu <sub>8</sub> O <sub>18</sub> · YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7</sub>
78	8-4	الاستنتاجات
79	9-4	الدر اسات المستقبلية

વર્શ ફિંગ જેમ્લા	الرمز	TERM
يرجة الحرارة الحرجة	$T_c$	Critical temperature
التمغنط	M	Magnetization
القابلية المغناطيسية	$\chi_m$	Magnetic susceptibility
كثافة التدفق المغناطيسي داخل المادة	<b>B</b> int	Internal magnetic flux density
كثافة التدفق المغناطيسي الخارجي	Bext	External magnetic flux density
نفاذية الفضاء الحر	$\mu_{\scriptscriptstyle o}$	Permeability of free space
عمق اختر اق لندن	λ	London penetration depth
معامل لانداو كينزينبرك	K	Ginzburg-landau parameter
المقاومية الكهربائية	ρ	Resistivity
حيود الاشعة السينية	XRD	X-Ray diffraction
المجال المغناطيسي الحرج	$H_c$	Critical magnetic field strength
التيار الحرج	$I_c$	Critical Current
المجال المغناطيسي الخارجي	Н	External magnetic field
طول التشاكه	ξ	The coherence length
كتلة النظير	$M_o$	Isotopic masses
الحجم	V	Volume
الموصلات الفائقة عالية برجة الحرارة الحرجة	HTSC	High Temperature Superconductor
الموصلات الفائقة منخفضة درجة الحرارة الحرجة	LTSC	Low Temperature Superconductor
النظام فائق التوصيل YBCO	YBCO	YBaCuO
معاملات الشبيكة	a, b, c	Lattice parameters
معاملات ملر	hkl	Miller index
عدد افوكادر و	$\frac{N_A}{N_A}$	Avogadro's number
محتوى الاوكسجين	$\frac{1 \cdot \lambda_A}{\delta}$	oxygen content
التيار المار خلال العينة	I	the current passing through the sample
انخفاض الفولتية عبر الاقطاب	V	the voltage drop across the electrodes
سمك العينة طول العينة	t	thickness of the sample
طول العينة	L	length of the sample

عرض العينة	w	width of the sample
<i>ىرجة حرارة التحول الابتدائية</i>	T <sub>(onset)</sub>	onset of the transition temperature
درجة حرارة التحول النهائية (عندما المقاومية =صفر)	$T_{(offset)}$	offset of the transition temperature at the zero resistivity point
ثابت العزل الكهربائي الحقيقي	έ	Real dielectric constant
ثابت العزل الكهربائي الخيالي	ε"	Imaginary dielectric constant
ظل الفقد	tanδ	Loss tangent
التوصيلية الكهربائية المتناوبة	$\sigma_{a.c}$	Alternate electrical conductivity
تفاعل الحالة الصلبة	SSR	Solid state reaction
جهاز الماسح الالكتروني	SEM	Scanning electron microscopy
حجم دیبای شیرر	$D_{sh}$	Debye Scherer volume
حجم ویلیامسون هول	$D_{W ext{-}H}$	Williamson- Hall volume
أقصى عرض عند منتصف القمة	F.W.H.M	Full width half maximum
حيود الاشعة السينية	XRD	X-Ray Diffraction
المركب فائق التوصيل	Y123	$YBa_2Cu_3O_7$
المركب فائق التوصيل	Y358	$Y_3Ba_5Cu_8O_{18}$
مسعرية الماسح التفاضلية	DSC	Differential scanning calorimetry



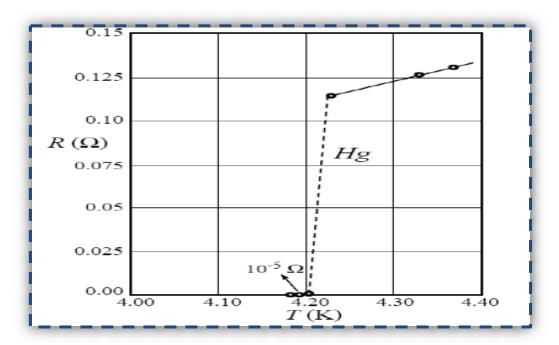
# Introduction and Literatures

Survey

# الغدل الأول معدمة في التوديلية الغائجة

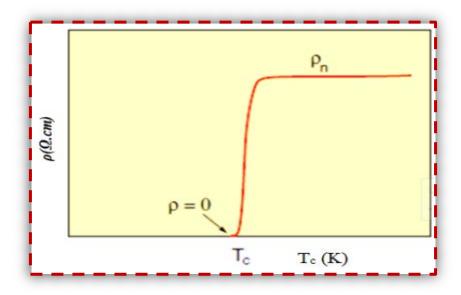
Introduction -: Introduction

تتميز ظاهرة التوصيلية الفائقة باقتراب المقاومية الكهربائية من الصفر ، في مختلف المعادن والسبائك والمركبات ، عندما يتم تبريدها تحت درجة الحرارة الحرجة العرام (Tc) (temperature) (Tc). لوحظت هذه الظاهرة لأول مرة في عام 1911 من قبل العالم الهولندي كاميرلنك أونيس ( Kamerlingh Onnes ) [1] الذي لاحظ أن مقاومية انبوب الزئبق المجمد انخفضت فجأة إلى الصفر عند تبريدها إلى درجة تحول غاز الهليوم الى سائل الزئبق المجمد انفضل لأونيس أيضًا في إدراك أن المادة في حالة التوصيل الفائق يمكن إعادتها إلى حالتها القياسية (غير فائقة للتوصيل) من خلال تعرضها لمجال مغناطيسي قوي ذي قيمة حرجة معينة أو تمرير تيار كبير عِبره . لنتائجه الهامة ، حصل أونيس على جائزة نوبل في الفيزياء لعام 1913 ،ويبين الشكل (1-1) المقاومة الكهربائية للزئبق عند درجة حرارة منخفضة.



الشكل (1-1) المقاومة الكهربائية للزئبق عند درجة حرارة منخفضة[2].

عند تبريد المادة بالهيليوم او النتروجين السائل فان سلوك المقاومية كدالة لدرجة الحرارة موضح بالشكل رقم (1-2) [3].



الشكل (1-2) سلوك المقاومية كدالة لدرجة الحرارة [3].

اكتشف مايسنر وأوخسنفاد (Meissner and Ochsenfeld) في عام 1933 [4] ، أن المواد فائقة التوصيل أظهرت مستوى عالياً غير معتاد من الدايامغناطيسية (Diamagnetism) (القدرة على صد المجالات المغناطيسية تمامًا). ويعرف الآن باسم تأثير مايسنر (Meissner) ، وهذه الخاصية من الموصلات الفائقة في كثير من الأحيان تظهر تجريبيا وملاحظتها عن طريق وضع المغناطيس على مادة فائقة التوصيل وعدم ملامسته له.

قدم كل من كاسيمير وكورتر (Casimir and Gorter) في عام 1934 [5] ، انموذج المائعين (Tow-Fluid Model) والذي يفسر ظاهرة التوصيل الفائق، اذ يفترض ان المائع الالكتروني في المادة الفائقة التوصيل من الممكن ان تصف كمجموعة من (مائع طبيعي ومائع فائق التوصيل). حيث ان الخواص للمكونات الطبيعية مشابهة للخواص في النظام الالكتروني للمعادن الطبيعية. اما المكونات فائقة التوصيل فتكون مسؤولة عن السلوك الفائق التوصيل.

تم اكتشاف النظرية الظاهرية الأولى للتوصيلية الفائقة في عام 1935 من قبل (Heinz) تشرح (London theory) ، التي تدعى نظرية لندن (Kritz London). تشرح معادلات لندن تأثير مايسنر وتتنبأ بمدى اختراق المجال المغناطيسي الخارجي الثابت إلى موصل فائق [6].

لقد عمل الفيزيائيون لسنوات عديدة للعثور على نظرية تشرح الموصلية الفائقة. في عام 1957، نشر كل من شريفر وكوبر وباردن (Schrieffer ، Cooper and Bardeen) [7] نظرية عن الموصلية الفائقة ، المعروفة باسم نظرية (BCS). وتتنبأ بأنه في ظل ظروف معينة ، فإن التجاذب بين إلكترونين موصلين بسبب تعاقب تفاعلات الفونون يمكن أن يتجاوز قليلاً التنافر الذي تمارسه بشكل مباشر على بعضهما البعض بسبب التفاعل الكولومي مع الشحنات المتشابهة. لذا فإن الإلكترونين مرتبطان ببعضهما البعض بشكل ضعيف لتشكيل ما يسمى زوج كوبر (pair). يعد هذا الزوج مسؤولا عن الموصلية الفائقة.

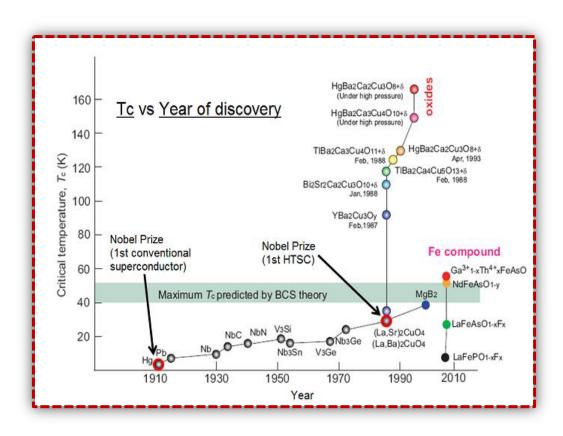
توقع جوزيفسون (Josephson) في عام 1962 [8] أنه في حالة وضع فلزين فائق التوصيل بجانب بعضهما البعض بفصل طبقة عازلة رقيقة بينهما (مثل طبقة أكسيد السطح الخاصة بهما) ، سيتدفق تيار في غياب أي جهد مطبق. ثم يمكن لأزواج الإلكترونات عبور التقاطع من موصل واحد فائق إلى الآخر دون الفصل. هذا هو المعروف باسم تأثير جوزيفسون (Josephson effect). وتوقع كذلك أن تطبيق جهد كهربائي صغير على هذا التقاطع من شأنه أن ينتج تيارًا متناوبًا صغيرًا ، وهو تأثير جوزيفسون ac. هاتان الميزتان لهما أهمية كبيرة في مجال الإلكترونيات والصناعات الحاسوبية.

أعلى درجة حرارة وجدت لبداية الموصلية الفائقة حتى عام 1973 كانت (23.3k) وظل هذا حتى [9]. كان هذا المركب عبارة عن مركب من النيوبيوم والجرمانيوم (Nb<sub>3</sub>Ge) ، وظل هذا حتى عام 1986 عندما قدم كل من بيدنورز ومولر (Muller and Bednorz) النتائج التي توصلوا إليها عن الموصلية الفائقة في أكسيد اللانثانيوم ، الباريوم والنحاس عند درجة حرارة (30k) [10].

سرعان ما طورت هذه الفكرة اذ من الممكن رفع درجة الحرارة بشكل أكبر عن طريق استبدال المواد المختلفة. إن اكتشاف الموصلية الفائقة بالقرب من (92k) في عينة الطور المختلط المحتوية على الإيتريوم والباريوم والنحاس والأكسجين كانت من قبل مجموعة تشو ( Group). [11].

يمكن الآن الحصول على التحولات فائقة التوصيل باستعمال السائل غير المكلف مثل النيتروجين السائل بدرجة غليان (77k) ، وهذا المبرد هو جزء من تكلفة التطبيقات التجارية للهليوم السائل اذ تبدو الآن أكثر واقعية. وقد أدى اكتشاف هذه المواد الجديدة إلى توليد فئة جديدة تمامًا من الموصلات الفائقة ، والتي تمت الإشارة إليها بشكل لا يوحي له كموصلات فائقة الحرارة ذات درجة الحرارة العالية. وقد تم تطوير العديد من أشكال نظام الأكسيد مع بلوغ

درجات الحرارة الانتقالية (164k) [12] التي تم الحصول عليها (تحت الضغط) للمركب القائم على الزئبق. ويبين الشكل (1-3) التسلسل التاريخي لتطور درجة الحرارة الحرجة للمواد منذ اكتشافها.



الشكل ( 1-3 ) التسلسل التأريخي لتطور درجة الحرارة الحرجة للمواد منذ اكتشافها [13].

# Literatures survey

#### (2-1) الدراسات السابقة:-

قام الباحث ( ${\bf P. Marguiller}$ ) وآخرون في عام ( ${\bf 2002}$ ) بتحضير أغشية من المركب ( ${\bf YBa_2Cu_3O_7}$ ) وذلك بطريقة السول- جل من أملاح الخلات (بوجود حامض الأسيتيك و الأمونيا) باستعمال الطلاء بالتغطيس على مادة معدنية تغطيها طبقة أكسيد الإيتريوم. تمت المعالجة الحرارية للنظام عند ( ${\bf 850C^0}$ ) . لقد تم ترسيب طبقة عازلة من أوكسيد الإيتريوم كيميائياً - كهربائيا على المادة المعدنية من خلط المحاليل التي تحتوي على نترات الإيتريوم .من الملاحظ في التركيب المجهري من المركب ( ${\bf YBa_2Cu_3O_7}$ ) ، تم العثور على درجة عالية من ترتيب وتوجيه المستويات عندما تم استعمال الطبقة العازلة من أوكسيد الإيتريوم [14] .

قام الباحث (Gaoyang Zhao) وآخرون في عام (2007) بتحضير المركب (YBCO) الفائق التوصيل ،والتي أكدتها تم الحصول على الفحص المجهري الإلكتروني (XRD) بشكل متكرر من خلال عملية sol-gel. وفحص حيود الاشعة السينية 20 (XRD) يشير الى ان طبقة YBCO المعدة كانت جيدة . وكانت طبقات YBCO ذات درجة حرارة انتقال فائقة التوصيل (TC) أعلى من X 88 التي تم الحصول عليها [15].

قام الباحث (Kareem) في عام (2012) بدر اسة العينات فائقة التوصيل ذو الدرجة قام الباحث (Kareem) في عام (2012) بدر اسة العينات فائقة التوصيل ذو الدرجة (Hg<sub>0.8</sub>Cu<sub>0.15</sub>Sb<sub>0.05</sub>Ba<sub>2</sub>Ca<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>8+-δ</sub>) مع درجات الحرارة تلبيد مختلفة من (HTSC) للمركب (1113 ، 1013 ، 1013 و 1133 ، 1113 ، 1073 لل (1113 ) فعند الدرجة ( $Tc_{(onset)} = 121, 128K$ ) و ( $Tc_{(onset)} = 121, 128K$ ) فان قيمة ( $Tc_{(onset)} = 121, 128K$ ) و ( $Tc_{(onset)} = 121, 128K$ ) في درجة حرارة (1133 لا 1133 ) فان ( $Tc_{(onset)} = 121, 128K$ ) و المعادن لأن قيمة ( $Tc_{(onset)} = 121, 128K$ ) سلوك المعادن لأن قيمة ( $Tc_{(onset)} = 121, 128K$ ) من نقطة النيتروجين السائل [ $Tc_{(onset)} = 121, 128K$ )

قام الباحثان (M.Sahoo, D.Behera) في عام (2012) بدراسة تأثير إضافة قام الباحثان (M.Sahoo, D.Behera) في عام الباحثان (M.Sahoo, D.Behera) بحجم دون الميكرون على التركيب البلوري وخصائص التوصيل الفائق للسيراميك  $Al_2O_3$   $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}+_x$   $Al_2O_3$  بشكل منهجي. فقد تم تحضير سلسلة من عينات  $(x=0.0,\,0.1,\,0.2,\,0.3,\,0.4,\,0.5,0.6\,\,\text{wt.}\%)$  وانخفضت معاملات الشبيكة قليلا مع إضافة  $Al_2O_3$ . لم يتم الحصول على أي تغيير في حالة التماثل الهيكلي. وكانت الصورة المجهرية بجاز فحص الـ SEM تكشف عن الاتجاه المتناقص

في حجم حبة العينات المركبة. ولوحظ انخفاض درجات الحرارة الانتقالية (Tc) التي تحددها طريقة التحقيق الأربعة القياسية وانخفضت بشكل حاد مع ارتفاع محتوى الألومينا [17].

قام الباحث (2013) وآخرون في عام (2013) بدراسة الخصائص التركيبية والمغناطيسية لـ (BaZrO $_3$  (BZO)) كمادة ركيزة ممكنة لإنتاج اغشية الخصائص التركيبية والمغناطيسية لـ (YBa $_2$ Cu $_3$ O $_{7-\delta}$  (YBCO) كمادة ركيزة ممكنة لإنتاج اغشية فائقة التوصيل (YBCO) (YBCO) تُظهر تحليلات حيود الأشعة السينية (Pm3m) و BZO يبلور كمجموعة بيروفسكايت مكعبة ، المجموعة الفضائية (221 #) (Pm3m). تم فحص الثبات الكيميائي والاقتران البلوري بين BZO و BZO من خلال وصف فحص الثبات الكيميائي والاقتران البلوري بين YBCO و والجريت التحليلات المورفولوجية والتركيبية من المركبات من خلال الماسح المجهر الإلكتروني، كشفت استجابة قياسات المغنطة أن BZO لا يؤثر على درجة حرارة الانتقال فائقة التوصيل (Tc = 90.2 K) من مادة فائقة التوصيل (YBCO) اغشية فائقة التوصيل [18].

قام الباحث (J. L. Pimentel Jr) وآخرون في عام (2014) بتحضير المركب فائق (x = 0.0597, 0.0625, 0.0925, 0.1225) عندما (Y3Ba5Cu8-xFexO18 عندما بطريقة تفاعل الحالة الصلبة ، وبواسطة فحص حيود الاشعة السينية تم تحديد معاملات الشبيكة والطور المتكون للعينات المحضرة ، وتم فحص الخصائص المغناطيسية للعينات متعددة التبلور ، اذ تم الحصول على درجة الانتقال الحرجة للمركب وكانت مايقارب (x = 0.0597, 0.0625, 0.0925, 0.1225)

قام الباحث (Brent A. Howe) في عام (2014) بدراسة التركيب البلوري وخصائص التوصيل الفائق لعينات  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  مع محتويات الأكسجين  $X \leq 0.21$  وخصائص المغناطيسية تتغير مع محتوى الأكسجين. وجد 0.67 لوحظ بأن التركيب البلوري والخصائص المغناطيسية تتغير مع محتوى الأكسجين. و و د ان جميع العينات يكون تركيبها البلوري معيني قائم . اما ثوابت الشبيكة a و a تزداد بينما المعامل a يقل مع نقصان محتوى الأوكسجين. يزداد حجم خلية الوحدة مع انخفاض محتوى الأكسجين . تم ملاحظة نقصان درجة الحرارة الحرجة (Tc) مع انخفاض محتوى الأكسجين . [20]

YBCO في عام (2015) بتحضير موصل فائق (Chandan Mahto) في عام (2015) بتحضير موصل فائق XRD بطريقة تفاعل الحالة الصلبة واجريت قياسات فحص حيود الاشعة السينية XRD والمقاومية XRD مقابل درجة الحرارة T والتيار T مقابل الفولتية T من الرسم البياني T فمنا بتحديد تشكيل الطور لعيناتنا ومن قياس T مقابل T وجد ان درجة حرارة الانتقال الحرجة للمركب الفائق

التوصيل بحدود (92.17 K). أخضعت أيضًا عينات عند درجات حرارة مختلفة (30 ، 35 ، 45 ، 50 كلفن) من خلال طريقة التحقيق الأربعة والتي تكون قادرة على معرفة كثافة التيار الحرجة ووجدنا انخفاضًا في كثافة التيار الحرجة مع زيادة درجة الحرارة [21].

قام الباحث (MARIA COLIE) بتحضير مسحوق فائق التوصيل  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  بواسطة الاحتراق التلقائي. كان الغرض من ذلك هو الحصول على التوصيل  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  بواسطة الاحتراق التلقائي. كان الغرض من ذلك هو الحصول على المركب مع بلورات نانوية ، وذلك باستخدام كميات من العناصر المتكافئة من أسيتات الإيتريوم مع الباريوم ونترات النحاس دون إضافة الوقود العضوي. وبفعل الاحتراق التلقائي تحول الهلام إلى مسحوق بني داكن ، أثناء تفاعل طارد للحرارة شديد الاشتعال ذاتيًا. واجراء عملية الكلسنة عند 900 درجة مئوية ، وتم تلبيد المسحوق الأسود الناتج عند 510 درجة مئوية. تم تحليل المادة النهائية بواسطة حيود الاشعة السينية (XRD) ، مسح الميكروسكوب الإلكتروني (SEM) اذ تم الحصول على درجة حرارة حرجة مايقارب (XRD) .

قام الباحث (İbrahim DÜZGÜN) في عام (2018) بتحضير المركب Y358 باستخدام تقنية تفاعل الحالة الصلبة. أشارت أطياف حيود الأشعة السينية إلى أن التركيب البلوري كان مطابقًا تقريبًا للهيكل Y123 ، ولكن يوجد اختلاف مع بعض قمم الشوائب. تم تحديد الحجم البلوري للموصل الفائق Y358 من خلال نتائج فحص حيود الاشعة السينية وكان حوالي 1.125 مرة أكبر من الموصل الفائق Y123.[23].

#### Aim of Research

# -: المدود من البحد -- المدود عن

1- تحضير مركبات ( $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ ) و ( $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ ) الفائقة التوصيل بطريقة تعاملات الحالة الصلبة (Solid state reaction) ومن ثم تحضيرها بطريقة السول- جل (Sol - Gel) ذات الاحتراق التلقائي و در اسة مدى تحسن الخصائص.

2- تحضير المركب (Pb  $_{1.5}$ Cu  $_{1.5}$ Ba $_5$ Ca $_5$ Cu $_8$ O $_{18-\delta}$ ) بطريقتي تفاعل الحالة الصلبة (Solid state reaction) وطريقة السول  $_{-}$  جل (Solid state reaction) وطريقة السول  $_{-}$  جل (Pb,Cu) ذات الاحتراق التلقائي من خلال استبدال عنصر الايتريوم (Y) بمادتي الرصاص والنحاس (Pb,Cu) وادخال عنصر الكالسيوم (Ca) للمركب ودراسة تأثير ها على الخصائص .

3- دراسة الخصائص التركيبية والكهربائية للمركبات أعلاه .

# الفدل الثاني

# التوصيلية الغائقة بدرجات الحرارة

العالية

High Temperature

Superconductor

# الغدا الثاني

# Introduction -: المجدمة (1-2)

حدث تقدم مفاجئ في عام 1986 عندما اكتشف كل من بدنورز ومولر . J.G. (درجة تقدم مفاجئ في عام 1986 التوصيلية الفائقة مع  $Tc_{(onset)}$  (درجة الحرارة الحرجة Bednorz and K.A. Muller) الابتدائية) (35K) رقما قياسيا جديدا في الطور المختلط لأوكسيد النحاس السيراميكي الذي يوجد في  $La_{2-x}Ba_xCuO_4$ . تميزت نهاية عام 1986 وبداية عام 1987 بتحضير أكاسيد المعادن الأرضية النادرة باكتشاف المركب ( $YBa_2Cu_3O_7$ ) ، والذي تبلغ درجة حرارته الحرجة حوالي (92K). وكان هذا إنجازًا مهمًا اذ شهد العالم لأول مرة وجود موصل فائق مع درجة حرارة حرجة (77K) أعلى من النيتروجين السائل (درجة غليانه 77K) [24].

### (2-2) خطائص المواح فائقة التوصيل :-

للتعرف على خصائص التوصيلية الفائقة من خلال ثلاثة عوامل مهمة : درجة الحرارة الحرجة  $(T_c)$  ، المجال المغناطيسي الحرج  $(H_c)$  ، كثافة التيار الحرجة  $(T_c)$ . يعتمد كل عامل من العوامل الثلاث بشدة على خصائص العاملين الآخرين.

# Critical Temperature -:(T<sub>c</sub>) حربة المرارة المربة (1-2-2)

تتميز ظاهرة التوصيلية الفائقة في اختفاء المقاومة الكهربائية للعينة عند تبريدها إلى درجة حرارة معينة. فوق درجة الحرارة هذه ، تكون المقاومة صغيرة ، ولكنها محدودة ، في حين أن المقاومة تحت هذه النقطة هي في الأساس صفر. تسمى درجة الحرارة التي يحدث فيها الانتقال "درجة الحرارة الحرجة" "Critical Temperature" ويشار إليها ( $T_c$ ) [25]. في هذه الدرجة يفترض أن العينات تمر بمرحلة انتقال من الحالة الطبيعية إلى حالة التوصيل الفائق ، تختلف درجة الحرارة الحرجة من مادة إلى أخرى ، وينبغي الإشارة إلى أن  $T_c$  لمواد فائقة التوصيل تقل مع زيادة كثافة التيار المطبق ، اذ تفقد جميع المواد فائقة التوصيل هذه الميزة من خلال استعمال خاصية تيار حرج معين لتلك المادة [26].

#### Magnetic Field

# $-:(H_c)$ المجال المغناطيسي الحرج (2-2-2)

ان تدفق التيار الفائق التوصيل لا ينتج عنه حرارة ، لذلك فإنه من المغري جداً استعماله للحصول على مجالات مغناطيسية قوية. ومع ذلك ، فان المواد فائقة التوصيل لا يمكنها إنشاء مجالات أقوى من المجال المغناطيسي الحرج. لذلك تم اكتشاف أن حالة التوصيل الفائق سيتم تدمير ها بوساطة مجال مغناطيسي عندما تصبح كثافة التدفق أكبر من المجال المغناطيسي الحرج [27].

$$H_C = H_0 [1 - (\frac{T}{T_C})^2]$$
....(2-1)

اذ  $H_0$  هي قيمة المجال الحرج عند  $(0\ K)$ ، T هي أي درجة حرارة أقل من  $T_c$ . ويمكن ملاحظة أن المادة في حالتها الطبيعية تكون فوق المنحنى وفائقة التوصيل أسفل المنحنى. يتم تعريف  $H_0$  على أنه المجال المغناطيسي الذي يدمر التوصيلية الفائقة عند درجة حرارة الصفر المطلق. قيمة  $H_c$  تذهب إلى الصفر عند  $T_c$  وتعتمد على المادة ودرجة الحرارة ، لكن درجة الحرارة  $T_c$  تقل كلما زاد المجال المغناطيسي الحرج  $T_c$  [26].

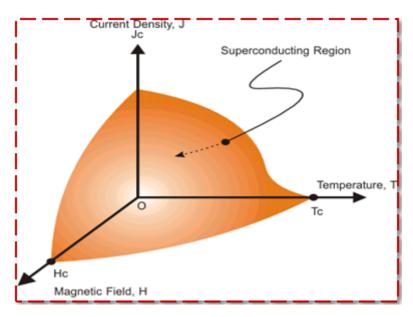
#### **Critical Current**

# -- (I<sub>c</sub>) التيار العرب (3-2-2)

يسمى الحد الأقصى للتيار الذي يمكن تمريره في عينة دون تدمير حالة التوصيلية الفائقة بكثافة التيار الحرج ( $I_c$ ) [28]. تختفي خصائص فائقية التوصيل للمواد فائقة التوصيل عند مرور تيار كثيف بما فيه الكفاية عبرها. وعندما يتدفق التيار من خلال موصل فائق التوصيل ، فإنه سيقوم بانشاء المجال المغناطيسي الذي يمكنه تدمير حالة التوصيل الفائق. وفقًا لقاعدة سيلسبى (Silsbee's rule )[29].

$$I_c = 2\pi r H_c$$
.....(2-2)

اذ  $I_c$  التيار الحرج ،  $H_c$  هو المجال الحرج ، r هو نصف قطر السلك . عادة ما يوصف التوازن بين التوصيل الفائق والحالات العادية بثلاث معاملات حرجة: درجة الحرارة الحرجة ، والمجال المغناطيسي الحرج وكثافة التيار الحرج. كما يظهر في الشكل (2- [30]).

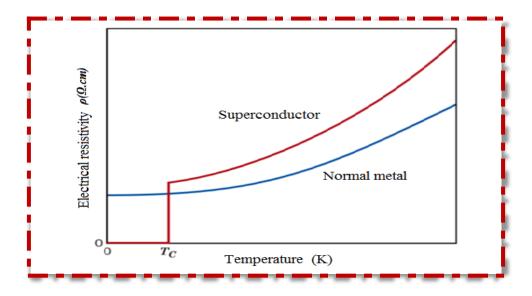


. [30]  $(T_C\,,\,I_C\,,\,H_C)\,$  العلاقة بين (1-2)

#### **Electrical Resistance**

# -:(ρ) المجاومية الكمربائية (3-2)

تنخفض المقاومية الكهربائية للموصلات الفائقة إلى الصفر عند درجة حرارة التحول. تمتلك الموصلات الفائقة المقاومية الصفرية تقريبًا والتوصيل اللانهائي في درجة حرارة أقل من الحرجة. يمكن قياس مقاومة الموصلات الفائقة من خلال تدفق التيار في عينة على شكل حلقة وملاحظة التيار كدالة للزمن. إذا كانت حلقة العينة في الحالة الطبيعية ، فإن التيار ينخفض بسرعة بسبب مقاوميته ولكن إذا كانت الحلقة ذات مقاومية صفرية ، فإن التيار سوف يتدفق دون أي انخفاض في قيمته. تسمى هذه الدوائر بالدوائر المستمرة [31]. درجة الحرارة الحرجة  $(T_c)$  للموصلات الفائقة هي درجة الحرارة التي تنخفض فيها المقاومية الكهربائية للمادة إلى الصفر كما هو موضح في الشكل (2-2).



 $T \leq 1$  العلاقة بين المقاومية الكهربائية ودرجة الحرارة للمواد الفائقة للتوصيل عندما  $T \leq 1$ .

#### **Meissner Effect**

### (4-2) تأثير مازنر:-

لاحظ كل من العالمين مازنر وأوخسنفلد (Meissner and Ochsenfeld) في عام 1933 أن تسليط مجال مغناطيسي خارجي على موصل فائق ، يتم طرد خطوط التدفق المغناطيسي من الداخل للموصل الفائق عندما يتم تبريد الموصلات الفائقة تحت درجة الحرارة الانتقالية. يسمى هذا التأثير بتأثير مازنر (Meissner Effect) [28]. يمكن فهم هذا التأثير على أساس أن عملية التحويل (في وجود مجال مغناطيسي خارجي) من الحالة الطبيعية إلى الحالة فائقة التوصيل تكون مصحوبة بتكوين سطوح تيارات لطرد المجال المغناطيسي من داخل الموصل الفائق [32].

تعطى كثافة المجال المغناطيسي داخل المادة في الحالة الطبيعية ( $B_{int}$ ) بوساطة :

$$= \mu_o H + \mu_o M$$

$$= \mu_o \ H + \mu_o \ H \ X_m$$

= 
$$\mu_0$$
 H (1+ $X_m$ ) .....(1-2)

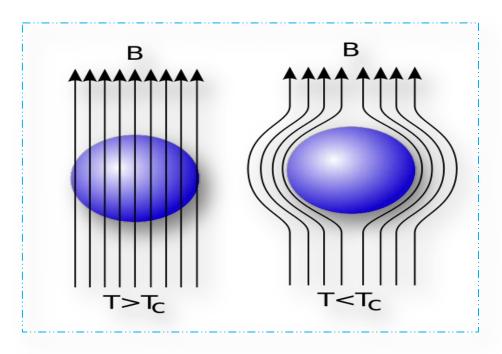
اذ  $\mu_0$  : نفاذية المساحة الخالية.

M: المغنطة

القابلية المغناطيسية  $X_{m}$ 

H : شدة المجال المغناطيسي الخارجي

بما أن  $B_{int}=0$  في الحالة الفائقة التوصيل ، فإن الوسط هو مادة دايامغناطيسية  $B_{int}=0$  مثالية لأن القابلية المغناطيسية  $(X_m=-1)$ . تأثير مازنر هو عملية عكسية ، أي عندما ترتفع درجة الحرارة فوق  $T_c$  يتدفق المجال المغناطيسي فجأة إلى العينة وتعود المادة إلى الحالة الطبيعية [33] ، كما مبين في الشكل (2-2).



الشكل (2-2) سلوك خطوط المجال المغناطيسي في حالة المادة الطبيعية والفائقة للتوصيل [25].

Types of Superconductors

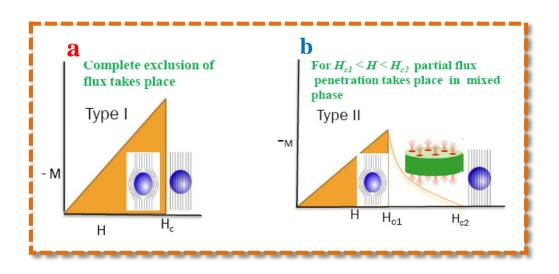
(5-2)أنواع الموحلات الغائقة :-

هنالك نوعان من الموصلات الفائقة وهي النوع الأول والنوع الثاني.

النوع الاول: - تصنف الموصلات الفائقة الأولية الأصلية مثل الزئبق والألمنيوم والزنك كنوع أول. ولديها مجال مغناطيسي واحد لأية درجة حرارة معينة كما هو موضح في الشكل (2-4  $\alpha$ )[34]. وتختفي الموصلية الفائقة فجأة عندما يكون المجال المغناطيسي الخارجي أكبر من القيمة الحرجة  $\alpha$ . لذلك يمكن للحقل المغناطيسي الخارجي من الختراق الموصل [35]. المواد من النوع الأول ، تكون في حالة التوصيل الفائق ، من النوع دايامغناطيسية (diamagnetic) تماماً ، بمعنى سيتم استبعاد كل حقل مغناطيسي خارجي من جسم المادة (تأثير مازنر)[24].

النوع الثاني من الموصلات الفائقة له مجالان مغناطيسيان كما هو موضح في الشكل (b 4-2) ، عندما يكون المجال المغناطيسي المسلط أضعف من الحقل المغناطيسي الأول ( $H_{c1}$ ) ، فإنها تظهر خصائص النوع الاول نفسه. إذا كان المجال المغناطيسي أعلى من المجال المغناطيسي الحرج الثاني ( $H_{c2}$ ) ، فإنها تتصرف مثل المعادن العادية. ومع ذلك ، إذا كان المجال المغناطيسي له قيمة بين المجالين المغناطيسيين الحرجين ، فعندئذ يكون لديهم مقاومة صفرية فضلا عن اختراق جزئي للمادة. النوع الثاني من الموصلات الفائقة هي سبائك ومركبات ، باستثناء نيوبيوم وفاناديوم [34].

عندما يكون المجال المغناطيسي بين المجالين المغناطيسيين الحرجين ، يقال أن النوع الثاني من الموصلات الفائقة يكون في حالة الدوامة. توجد عدة نوى من المواد الطبيعية محاطة بمادة فائق التوصيل. ومع زيادة المجال المغناطيسي ، تزداد الدوامات في الموصلية الفائقة إلى أن يتعذر إجراء المزيد منها ، ويعود الموصل الفائق إلى حالته الطبيعية [36]. ويبين الشكل (2-4) منحني التمغنط للموصلات الفائقة النوع الاول (a) والنوع الثاني (d)



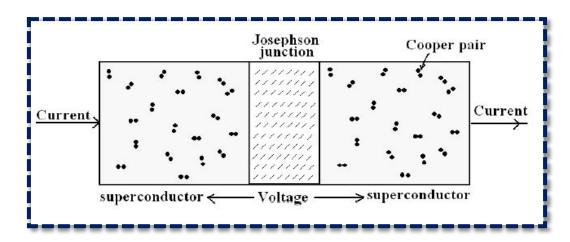
الشكل ( 2-4) منحني التمغنط للموصلات الفائقة النوع الأول (a) والنوع الثاني (b) [37].

#### Josephson Effect

### (6-2) تأثير جوزيفسون

لاحظ جوزيفسون بعض التأثيرات المرتبطة بنفق الإلكترونات الفائقة التوصيل من خلال عازل رقيق جداً (nm 3-1) محصور بين اثنين من الموصلات الفائقة التي يشار إليها باسم مفترق وتشكل هذه الطبقة العازلة حلقة ضعيفة بين الموصلات الفائقة التي يشار إليها باسم مفترق جوزيفسون كما في الشكل (2-5).

- تأثير dc جوزيفسون: تدفقات التيار dc عبر الوصلة دون أي تطبيق للجهد.
- تأثير ac جوزيفسون: يمكن أن يؤدي تطبيق جهد إلى جانب جهد التيار المستمر إلى تدفق التيار المباشر عبر الوصلة [25،38].



الشكل (2-5) يوضح مفترق جوزيفسون [39].

(7-2) المعاملات الاساسية للتوصيلية الغائبة

Fundamentals Parameters Of The Superconductivity

### The Cooper Pairs

# (2-7-1) أزولج كوبر

عندما يتم تبريد مادة فائقة التوصيل تحت درجة الحرارة الحرجة ، يحول غاز الإلكترون الحر من الحالة الطبيعية إلى سائل كمي من أزواج الإلكترونات المتشاكهة في الفضاء التبادلي. يتشكل كل زوج فردي عندما يتحد إلكترون واحد مع إلكترون آخر متعاكسين بالزخم والبرم ، مما يعطي زخما صافيا قدره صفر. تسمى هذه الناقلات للشحنة بأزواج كوبر Cooper (Pairs) [40].

#### Penetration Depth

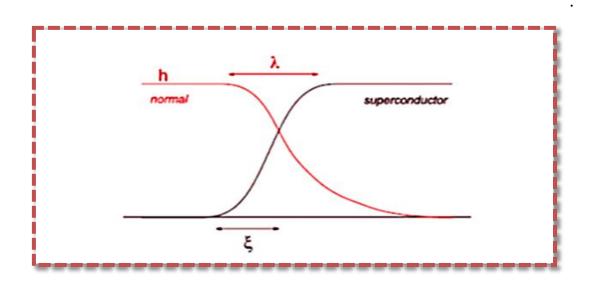
# $(\lambda)$ عمق الاحتراق $(\lambda)$ :

أثناء دراسة تأثير مازنر ، ذّكرنا أن الموصل الفائق يطرد المجال المغناطيسي (الضعيف) من داخله ، أي من داخل الموصل الفائق. وكشفت التجارب بصورة دقيقة أن المجال المغناطيسي الخارجي يخترق الموصل الفائق داخل طبقة سطحية رفيعة للغاية. عندما يتم تطبيق المجال الخارجي بشكل متوازٍ مع الحدود ، لا ينخفض المجال المطبق بشكل فجائي إلى الصفر على سطح الموصل الفائق كما موضح في الشكل (6-2) ، لكنه ينحل اسيا بموجب العلاقة [88].  $H_{(X)} = H_{(0)} \exp\left(-\frac{x}{\lambda}\right) \dots \dots (2-2)$ 

اذ  $\mathbf{H}_{(0)}$  هي قيمة المجال المغناطيسي على السطح و  $\lambda$  هي صفة للطول تعرف بعمق الاختراق ،  $\mathbf{H}_{(0)}$  هي المسافة التي يسقط فيها المجال  $\mathbf{H}$  من  $\mathbf{H}_{(0)}$  إلى  $\mathbf{H}_{(0)}$  . في معظم الموصلات الفائقة فان  $\lambda$  هو (  $\lambda$  80) . يعتمد على المادة وعلى درجة الحرارة ، هذا الاختلاف الأخير يعطى تقريبًا بوساطة العلاقة [41] :-

$$\lambda = \lambda_o \left[ 1 - (\frac{T}{T_c})^4 \right]^{-1/2} \dots \dots (2-3)$$

اذ  $\lambda_0$  هو عمق الاختراق عند درجة حرارة صفرية لمواد معينة وعادة ما يكون العمق (  $\lambda_0$ 



الشكل (2-6): العلاقة بين عمق الاختراق وطول التشاكه للنوعين الاول والثاني[42].

#### **The Coherence Length**

#### -:(٤) علول التشاكة (٤-7-2)

طول التشاكه هو المسافة التي يبقى فيها زوج كوبر معا ، لذا فإن حالة الموصلية الفائقة تعتمد بقوة على طول التشاكه. في عام (1953)، اقترح Pippad فكرة التشاكه [43]. واكتشف أن كثافة مادة الموصل الفائق تتغير مع تغير طول التشاكه. معظم معادن الموصلات الفائقة تقريبًا لها طول التشاكه حوالي ( 4-10سم). طول التشاكه هو مقياس المسافة بين إلكترونين موصلين فائقين كما هو محدد في المعادلة الاتية [42]:

اذ  $v_f$ : سرعة الإلكترون عند مستوى فيرمي الذي يحتوي على وحدات من  $v_f$ : فجوة الطاقة التي تحتوي على وحدات  $v_f$ .

#### Ginzburg-Landau Parameter

(4-7-2) كنزيرك النحاو (K) :-

 $\lambda$  يعرف هذا المعامل بأنه النسبة بين خصائص الطول  $\lambda$  و  $\lambda$ 

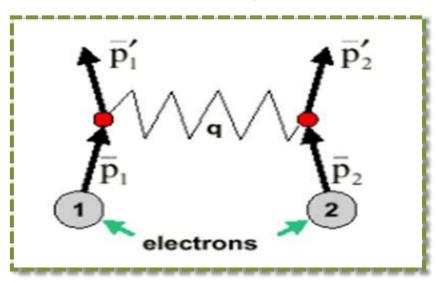
$$K = \lambda / \xi$$
 ..... (2-5)

اذا كان  $\sqrt{2}$  فان المادة فائقة التوصيل من النوع 1  $K < 1/\sqrt{2}$  اما اذا كان  $\sqrt{2}$  فان المادة فائقة التوصيل من النوع 2 [41,28].

# -: BCS نظرية (8-2)

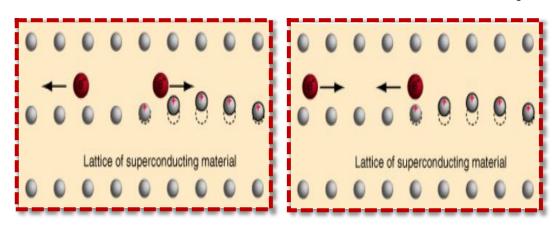
قدم كل من باردين ، كوبر وشريفر ( Bardeen, Cooper and Schrieffer ) في عام 1957، نظرية ميكروسكوبية للموصلية الفائقة ، التي قدمت تفسيرا مُرضيا لهذه الظاهرة. تُعرف هذه النظرية بنظرية BCS. إحدى السمات الأساسية لنظرية BCS هي تشكيل حالة ملزمة تسمى Cooper pair ، تتكون من إلكترونين لهما زخم وبرم متساوي ومتعاكس. ووفقًا للنظرية ، فإن أحد الإلكترونات سالبة الشحنة يمر بالقرب من الأيونات المشحونة في شبيكة الموصل الفائق الذي يؤدي الى تشوه الشبيكة. وهذا بدوره يؤدي إلى انبعاث الفونونات التي تشكل سحابة من الشحنات الموجبة حول الألكترون. قبل أن يمر الألكترون في الشبيكة وقبل عودتها إلى وضعها الطبيعي ، يتم سحب ألكترون ثان إلى السحابة. ومن خلال هذه العملية ، يوجد مثل هذين الألكترونين ، اللذين يجب أن يتنافر كل منهما الآخر. تتغلب القوى التي تمارسها الفونونات على تنافر الإلكترون. عندما يكون أحد الألكترونات التي تتكون منها ازواج كوبر ( Cooper

pairs) ويمر بالقرب من ألايون في الشبكة البلورية ، فإن الانجذاب بين الألكترون السالب والأيون الموجب يسبب اهتزازًا بالمرور من الأيون إلى الأيون حتى يمتص الألكترون الآخر للزوج الاهتزاز . التأثير الصافي هو أن ألكتروناً واحداً يبعث الفونونات التي يتم امتصاصعها بسرعة كبيرة من قبل الأخر كما هو موضح في الشكل (2-7).



الشكل (2-7) انبعاث الفونون (q) وامتصاصه بين الكتروني زوج كوبر في الموصل الفائق . [43]

وطبقا لنظرية (BCS) فان حركة الالكترونات السالبة تكون بوساطة الايونات الموجبة في المادة الفائقة التوصيل، لذا فان الشبيكة ستضطرب [44] . وهذا الاضطراب سوف يسبب انبعاثًا للفونونات وبشكل مستمر التي تشكل سحابة من الشحنات الموجبة حول الالكترونات ، والشكل (2-8) يوضح اضطراب الشبيكة بسبب انجذاب الايونات الموجبة نحو الالكترون المتحرك .



الشكل (2-8) يوضح تشكيل أزواج كوبر واضطراب الشبيكة عند حركته [45].

#### **Isotope Effect**

# (9-2) تأثير النطائر

تم اكتشاف تأثير النظائر قبل سنوات عدة من نظرية BCS. بسبب اعتماد ترددات الفونون على كتلة النظائر  $M_{\rm o}$  ، فإن درجة الحرارة الحرجة  $T_{\rm c}$  لهذه الموصلات الفائقة من المتوقع أن تكون متناسبة مع  $M_{\rm o}$  ، بالنسبة للعديد من الفلزات البسيطة ، وجد أن  $M_{\rm o}$  ، بالنسبة للعديد من الفلزات البسيطة ، وجد أن  $M_{\rm o}$  ، عالباً ما تكون أصغر. مع  $\alpha$  قريب من (0.5)، في حين أن المعادن فائقة التوصيل الانتقالية  $\alpha$  غالباً ما تكون أصغر. تأثير النظائر هو دليل تجريبي قوي لنموذج BCS [BCS].

#### : (HTSC) خاريات الموطلات الغائجة بدرجات مرارة عالية (10-2)

Theories of superconductor at high temperature

#### The Inter-layer Model

#### (1-10-2) انموذج الطبقات البينية :

وتتكون التراكيب البلورية للموصلات الفائقة ذات درجات حرجة عالية من طبقات أوكسيد النحاس (CuO) والتي تكون متعامدة على المحور العمودي (c) وتسمى أحيانًا مستويات التوصيل. يتم فصل هذه المستويات عن طريق العناصر الأخرى ، بما في ذلك الأكسجين [47].

اقترح هذا النموذج يحدث الازدواجية في الطبقة البينية من خلال التفاعل بين الألكترونات كلتا الطبقتين. هذا النموذج يحدث الازدواجية في الطبقة البينية من خلال التفاعل بين الألكترونات لمستويات أوكسيد النحاس المتجاورة من خلال تبادل الفونونات، وينتج عن هذا التفاعل تشكيل أزواج كوبر، التي تؤدي دورا هاما في استقرار حالة الموصلية الفائقة ورفع قيمة درجة الحرارة الحرجة Tc للموصلات الفائقة.

#### **Exciton Model**

### (2-10-2) انموذج الاكسايتون

اقترح فريمان وآخرون هذا النموذج كآلية جديدة لشرح سبب امتلاك بعض الموصلات الفائقة في درجات الحرارة العالية التوصيل الكهربائي، إن التجاذب بين الإلكترونات ينتج من خلال تأثير الاكسايتونات بدلاً من تأثير الفونونات [49]. ووفقاً لهذا النموذج، توجد اكسايتونات

تسبب استقطابًا قويًا في بُعد واحد بين مستويات التوصيل وحدوث تكرار بين الألكترونات لهذه المستويات وهي المسؤولة عن تكوين ظاهرة الموصلية الفائقة. تحدث هذه الازدواجية الأخيرة من خلال تبادل الإكسايتونات بين الإلكترونات الموصلة والألكترونات المتهيجة ، وتقود هذه الازدواجية لرفع قيمة درجة الحرارة الحرجة [24].

#### The Three Dimensional Model

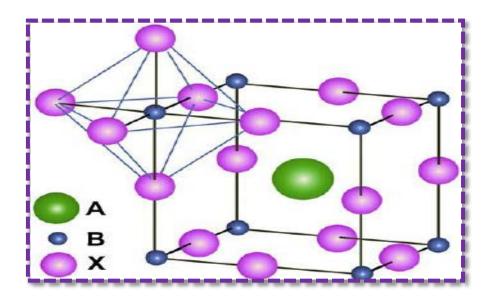
(3-10-2) انموذج ثلاثي الارجاد

لاحظ جيليكمان (geilikman) انه يمكن الحصول على درجة حرارة حرجة عالية في بعض الموصلات الفائقة ، وتم تبنيها في شرح ذلك على تشكيل النطاقات المركبة ، تمتلك الالكترونات في النطاقات [ A ، B ] على الكتلة الفعالة ، فضلاً عن ان موجة الدوال تكون مختلفة ، أن كلا النطاقين A ، B يمكن أن يمتلكان مستويات غير مملوءة بالإلكترونات مما يجعل التحولات الإلكترونية ممكنة الحدوث. التفاعلات الكولومية بين الإلكترونات الفرعية للحزم المختلفة تؤدي إلى زيادة التكرار بين الإلكترونات في الموصلات الفائقة عندما تكون قوة التجاذب بين الإلكترونات أكبر من القوة الكولومية وبالتالى تزيد درجة الحرارة الحرجة [35].

#### Perovskite Structure

# (11-2) تركيب البيروفسكايت

البيروفسكايت (Perovskites) هو المادة السيراميكية (المواد الصلبة التي تجمع بين العناصر المعدنية مع غير المعادن وعادة يكون عنصر الأوكسجين) التي لديها ترتيب ذري معين. في شكلها المثالي ، والذي وصف بوساطة الصيغة العامة  $ABX_3$  ، تتكون من مكعبات مكونة من ثلاثة عناصر كيميائية مميزة (A, B, C) موجودة في نسبة (A, B, C) الذرات A و A هي ايونات معدنية موجبة (metallic cations) و ذرات A هي ايونات غير معدنية سالبة (non-metallic anions) . الايونات الموجبة A (A cation) وهي من المعادن التي تقع في مركز كل مكعب ، وتحتل الايونات الموجبة A (A cations) جميع الزوايا الثمانية وتوضع الايونات السالبة (A cations) في منتصف النقاط في الحواف الإثنا عشر للمكعب (A 2-2).



الشكل (2-9) تركيب البيروفسكايت  $ABX_3$  [51] .

### (YBCO) التركيب البلوري للنظاء فائق التوصيل (12-2)

# Crystal structure of (YBCO)

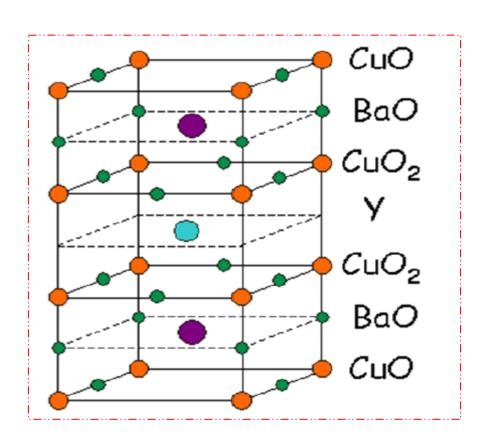
يتميز الهيكل البلوري لـ  $YBa_2Cu_3O_7$  (Y123) بترتيب مستويات وسلاسل النحاس و CuO-BaO-BaO-1 يتميز الهيكل البلورة YBCO على طول المحور (55]. يكون تسلسل طبقات (55] على طول المحور (55]

يؤدي تركيب YBCO دورا هاما في الموصلية الفائقة. لدى YBCO بنية تركيبية ذات طبقات تحتوي على مستويات الأكسجين والنحاس مع ذرات الإيتريوم والباريوم في البنية البلورية بالإضافة إلى ذلك. يرتبط التركيب البلوري التابع بالبيروفسكايت (pervoskite) مع خلية وحدة تتضمن مكعب ثابت من BaCuO<sub>3</sub> و YCuO<sub>3</sub>. في الشكلين (2-10) يوضح التركيب والترتيب الكيميائي للمستويات التي تشكلت. من الملاحظ أن هنالك اثنان من مستويات النحاس والأكسجين المختلفة. المستويات تحت وفوق ذرات الإيتريوم تحتوي على ذرتين من الأكسجين لكل نحاس حيث يكون للإيتريوم مستويات مغلقه بنحاس واحد لكل أكسجين.

يبدو أن التوصيل الفائق للنظام يرتفع بطبقات أكسيد النحاس هذه لأنها مشتركة مع الموصلات الفائقة لأكسيد النحاس. والمستويان منفصلان بوساطة ذرات من الإيتريوم ، على مسافة (3.2A). يمر التيار من خلال مستويات  $CuO_2$ . المسافة بين ذرة النحاس في هذه المستويات تجعل من السهل على الشحن المتوقع بين الأيونات من مستو إلى مستو آخر. بين هذه

طبقات التوصيل هنالك يوجد الباريوم والإيتريوم وأزواج أكسيد النحاس الإضافي. ومع ذلك ، فإن هذه الطبقات لا يتم فيها جريان التيار من خلال المادة ، بل تمثل دورًا مهمًا في الموصلية الفائقة [21].

ينتج عن تناقص محتوى الأكسجين x للمركب  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  تغييرات كبيرة في الخصائص الفيزيائية. وقد أظهرت العديد من الدراسات أن درجة الحرارة الحرجة والتركيب البلوري لـ  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  تتغير مع محتوى الأكسجين [54,55]. من داخل مستويات النحاس- الاوكسجين تنشأ الموصلية الفائقة. مع انخفاض محتوى الأكسجين لـ  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  كذلك  $T_c$ . تمر المادة بتغيير هيكلي وتختفي فائقية التوصيل للمادة عندما يكون محتوى الأكسجين أقل من (6.3).



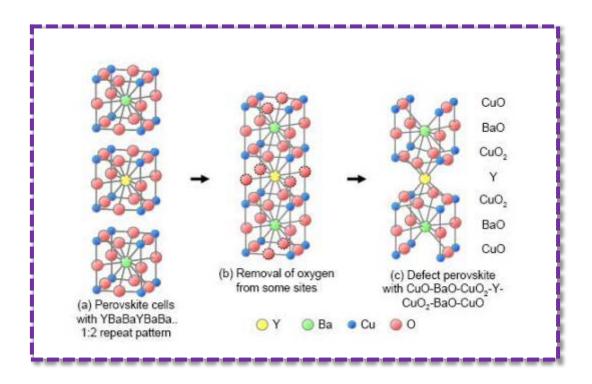
الشكل (a 10-2) يبين تركيب YBCO) يبين

حیث یمثل کل من :-

عنصر الايتريوم

عنصر النحاس

عنصر الباريوم



الشكل (2-10 b) يبين التركيب البلوري لـ YBCO وترتيب وحدة الخلية للمركب [56] .

### (13-2) طرائق تحضير مركب فائق التوصيل

#### Synthesis Methods of superconductor

يمكن تحضير مسحوق مركب فائق التوصيل باستعمال طرائق متعددة ، إذ تتفاوت هذه الطرائق من حيث الأهمية والكلفة ومنها الفيزيائية أو الكيميائية ، وفيما يأتي بعض منها:

#### (1-13-2) طريجة تغامل المالة السلبة: Solid State Reaction Method

هي طريقة شائعة الاستعمال ، ونعني بها أن التفاعل الكيميائي الذي يحدث بين المواد تكون في الحالة الصلبة ، وتستعمل هذه الطريقة على نطاق واسع في تحضير المواد السيراميكية متعددة التبلور ، وفي هذه الطريقة يتم اختيار المواد الأولية لتحضير المركب بصورة الاكاسيد او الكاربونات مثل كاربونات الباريوم (BaCO<sub>3</sub>) ، إذ تخضع المواد الأولية لعمليات متعددة وهي خلط المسحوق (mixing) وطحنه (milling) ، ثم الكلسنة (calcination)، والتي تحدث بدرجات حرارية عالية ؛ وذلك لأن التفاعل عندما يكون في الحالة الصلبة يحتاج إلى درجات عالية بغياب المذيبات ، وسوف يتم الحصول على المسحوق بالطور المطلوب، ومن محاسن هذه عالية بغياب المذيبات ، وسوف يتم الحصول على المسحوق بالطور المطلوب، ومن محاسن هذه

الطريقة هي سهولة الخطوات وكذلك قلة الكلفة، إلا أن المسحوق الذي تم الحصول عليه في هذه الطريقة فان له مساوئ أيضاً ، هي تكتل حبيبات المسحوق ، كذلك الحجم الحبيبي (grain size) الكبير لها والحاجة إلى درجات حرارة عالية لحدوث التفاعل فضلاً عن وجود الشوائب ، وعليه فانه من الصعب في استعمال هذه الطريقة الحصول على مسحوق ذي جودة عالية وحجم حبيبي يكون صغيراً مثل الحجم النانوي. [57]

#### Freeze Drying Method

#### الريقة تبغيغ - تبعيد (2-13-2)

وهي من الطرائق الكيميائية الرطبة (wet-chemical)، التي بإمكاننا الحصول على مسحوق المادة من خلال محلولها، فهي عملية تجفيف يكون عملها من خلال تجميد محلول المواد الأولية ، ثم بعد عملية التجميد يتم اختزال الضغط المحيط بالمادة لكي يسهل للماء المتجمد في المادة بالتحول مباشرة الى الحالة الغازية اي حدوث عملية التسامي (sublimate) ، وبذلك سوف يتم الحصول على المادة الصلبة المطلوبة، ومن مزايا هذه الطريقة فان الحجم الحبيبي للمسحوق يكون أقل من (20 nm) ، ولكنها طريقة ذات كلفة عالية جدا وتحتاج إلى مدة زمنية طويلة كذلك فأنها تحتاج إلى كميات كبيرة من المواد الأولية لكي تكتمل عملية التجفيف.[58] .

#### Hydrothermal Method

#### (2-13-2) الطريقة المرارية المائية

وهي إحدى الطرائق الكيميائية الرطبة والتي تستعمل في تحضير المواد الأحادية التبلور أو متعددة التبلور وذلك اعتماداً على الذوبانية (soluability) للمواد الأولية المعدنية والتي تستعمل في الماء الساخن وتحت تأثير ضغط عالٍ ، ويستعمل في هذه الطريقة إناء خاص يدعى الاوتوكلاف (autoclave)، وهو إناء خاص يستعمل لغرض اجراء التفاعلات الكيميائية تحت الضغط العالي وفي درجة حرارة معينة، ان فائدة استعمال هذه الطريقة هي الحصول على الأطوار المتبلورة غير المستقرة عند نقطة انصهارها اي تمكننا هذه الطريقة في الحصول على المواد ذات الضغط العالي للبخار عند نقطة انصهارها، وكذلك تمكننا هذه الطريقة في الحصول على على مسحوق متبلور دون الحاجة إلى إجراء عملية الكلسنة (calcination) ، وايضا يتم الحصول على حجم حبيبي نانوي يصل تقريبا (m) 100 ح)، ومن مساوئ هذه الطريقة فانها ذات كلفة عالية [57].

#### Sol- gel Method

#### (4-13-2) طريقة السول - جل

وهي من الطرائق الكيميائية الرطبة، التي تستعمل في تحضير كثير من المواد وكذلك الأكاسيد المعدنية مثل تيتانيت الباريوم (BaTiO<sub>3</sub>) ، ولا يقتصر استعمال طريقة السول - جل في تحضير المواد السيراميكية فقط ، بل تستعمل أيضاً في تحضير المواد البايولوجية (bio في تحضير المواد البايولوجية (organic materials) المعلول (organic materials) والمواد العضوية (sol) الذي هو عبارة عن شبكة متكاملة للمواد الأولية في داخل المحلول كما انه يعد الطور الابتدائي لتشكل المادة الهلامية (gel) ، ان المواد الأولية المطلوبة التحضير في طريقة السول - جل هي النترات (nitrates) ، والكلوريدات (Chlorides) ، والالكوكسيدات (Alkoxides) ، والاسيتات (Acetates) التي تخضع لتفاعلات التفكك الكيميائي (hydrolysis) وكذلك التكثيف المتعدد (poly condensation) ، فمن مزايا هذه الطريقة أنها قليلة الكلفة، كما أنها تنتج مسحوقاً ذا حجم نانوي يصل إلى مايقارب (40 nm) أو المساحيق أقل من ذلك ، وكذلك فانها تسمح بتحضير الأغشية الرقيقة (thin films) أو المساحيق فهي أن المسحوق الناتج يكون عالى التكتل (agglomeration) ، لذا يحتاج قبل إجراء الكلسنة فهي أن المسحوق الناتج يكون عالى التكتل (agglomeration) ، لذا يحتاج قبل إجراء الكلسنة إلى إجراء عملية الطحن البسيط لكى يتم الحصول على الطور المطلوب [60] ، 59].

#### (2-13-2) طريقة السول - جل خابع الاحتراق التلقائي

#### Sol-gel Auto Combustion Method

وهي من إحدى طرائق السول - جل وتعد طريقة الاحتراق التلقائي من المحلول من الطرائق الواسعة الاستعمال والمفيدة في تحضير المواد أحادية التبلور وكذلك المواد متعددة التبلور ، واساس عمل هذه الطريقة هي تفاعلات الأكسدة والاختزال (Redox reaction) بين العوامل المؤكسدة (oxidant agents) والوقود (fuel) في المحلول والذي هو عبارة عن وسط مائي (aqueous media) الذي يحتوي على النترات (nitrates) المائية أو اللامائية للمواد الأولية للمركب فضلاً عن وجود الوقود والعناصر المرتبطة بالمعادن (chelating agent)، إذ ان النترات تمثل عامل الأكسدة الذي بدوره يساعد البيئة أو المحيط لاحتراق الوقود، وبفعل التسخين واستمرار التفاعل يُكوّن المحلول والذي يكون منزوع الماء (dehydration solution) تركيبة معقدة مع الوقود تؤدي إلى تشكيل جل لزج في المرحلة النهائية، وباستمرار التسخين فان

هذا الجل اللزج ينتفخ (Swell) مع تفكك النترات (Nitrates decomposition) مما يؤدي في النهاية إلى احتراقه. ومن الملاحظ أن هنالك أنواع كثيرة من الوقود تستعمل في طريقة الاحتراق التلقائي، كذلك يمكننا القول: إن ظاهرة الاحتراق التلقائي في هذه الطريقة يمكن تفسيرها هو بسبب التفاعلات الكيميائية الباعثة للحرارة (Exothermic reaction) العالية التي تكون قادرة على ادامة نفسها، إذ ان بداية التفاعل الباعث للحرارة يكون عند درجة حرارة الاشتعال التي تبدأ بالتزايد إلى قيمتها العظمى الى ان تصل درجة حرارة الاحتراق والمؤدية أيضاً إلى تطاير الشوائب التي تكون نقطة غليانها منخفضة مما يزيد الحصول على مسحوق ذات نقاوة كبيرة ويكون جافاً في مدة قصيرة، كذلك فأن هذه الطريقة لا تحتاج إلى درجات حرارية عالية ، وبذلك سوف يتم الحصول على الطور المطلوب بخطوة واحدة وعدم الحاجة إلى الطرائق المعقدة والمكلفة [61].

#### (14-2) تطبيعات المواد فائعة التوصيل

#### Applications of superconductivity

أدى اكتشاف المواد فائقة التوصيل ذات درجات الحرارة العالية إلى توسيع التطبيقات المواد فائقة التوصيل أدناه:

1- يتميز الموصل الفائق بعدم فقدان الطاقة الذي أدى إلى إمكانية حمل تيار كبير في الاسلاك، لذلك أصبح من الممكن تصنيع مغناطيس فائق التوصيل أصغر من المغناطيس المقاوم [62].

2- يمكن استغلال حجم المادة فائقة التوصيل في محطات تنقية المياه باستعمال ظاهرة الفصل المغناطيسي ، اذ يمكن الحصول على أكثر من 100مرة من كفاءة التنقية من كفاءة التقنيات المستعملة حالياً [63].

3- تستعمل الموصلات الفائقة أيضًا في تصميم أنظمة التصوير الطبي ،أجهزة استشعار الأشعة
 تحت الحمراء وأجهزة الميكروويف [64].

4- بسبب حساسيتها العالية للتيارات الكهربائية والمجالات المغناطيسية ،يستعمل تقاطع جوزفسون Josephson في تصنيع موصل جيد لتوظيفه في الدماغ ونشاط كشف القلب [48].

5- دخول الموصلات الفائقة في صناعة القطارات ، سيوفر وسيلة تستطيع من خلالها تلك القطارات الطفو في الهواء والتحرك بسرعة هائلة التي يمكن من خلالها نقل المسافرين بين المدن البعيدة في وقت أقل وأقل استهلاك للطاقة [65].



الجزء العملي

Experimental work

الغراء العملي الثالث

# الغدا العملي

# Introduction -: المجدمة (1-3)

يتضمن هذا الفصل تحضير المركبات (YBa2Cu3O7-8) ، (YBa2Cu3O7-8) ، (YBa2Cu3O7-8) ، (Pb1.5 Cu  $_{1.5}$  Ba5 Ca5 Cu8 O $_{18-8}$ ) ، solid (Pb $_{1.5}$  Cu  $_{1.5}$  Ba5 Ca5 Cu8 O $_{18-8}$ ) الفائقة التوصيل بطريقتي تفاعلات الحالة الصلبة (state reaction والسول- جل (sol - gel) ذات الاحتراق التلقائي ،وقياس مدى تحسن الخصائص الفيزيائية ودراسة خصائصهم العامة ، وايضا يتضمن هذا الفصل قياسات وفحوصات  $(X-Ray\ Diffraction)$  ، و المقاومية الكهربائية كدالة لدرجة الحرارة الحرجة ،وفحوصات المجهر الالكتروني الماسح (LCR-Meter) ، وكذلك فحوصات (LCR-Meter) الكهربائية .

وقد تم تقسيم الجزء العملي في البحث على مراحل وهي :

- 1. تهيئة المواد الاولية لكل طريقة.
  - 2. تحضير العينات لكل طريقة .
- 3. اجراء الفحوصات للعينات لكل طريقة.

#### (2-3) تميئة المواد الاولية

تمت تهيئة المواد الاولية على شكل أكاسيد بحسب النظام فائق التوصيل (YBCO) وهي تمت تهيئة المواد الاولية على شكل أكاسيد بحسب النظام فائق التوصيل (YaO ، PbO ، CuO ، BaO ، Y2O3) كل من (YaBacCu3O3) ، (YBa2Cu3O30) و (YaBacCu8O18-8) بطريقة تفاعلات (YBa2Cu3O3030) ، (YBa2Cu3O3030) بطريقة الصلبة ، وكذلك تهيئتها على شكل نترات وهي كل من Y(NO3)3.6H2O لتحضيرها بطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي .

الجزء العملي الثالث

#### (3-3) تحضير العينات

## solid state reaction -: (SSR) عربية تغاغل العالة السلبة (1-3-3)

(Pb ،  $(Y_3Ba_5Cu_8O_{18-\delta})$  ،  $(YBa_2Cu_3O_{7-\delta})$  لتم تحضير المركبات الفائقة التوصيل  $_{1.5}$  Cu  $_{1.5}$  Ba $_5$ Ca $_5$ Cu $_{8}O_{18-\delta}$  ) باستعمال الميزان الحساس حسب الاوزان الجزيئية .

و الجداول (1-3) ، (2-3) ، (2-3) ، (2-3) ، والجداول (1-3) ، (2-3) ، (2-3) ، (1-3) والجداول (1-3) ، (2-3) ، (2-3) ، (2-3) ، (2-3) ، (2-3) . (Pb  $_{1.5}$  Cu  $_{1.5}$  Ba $_5$ Ca $_5$ Cu $_8$ O $_{18}$  ) ، (YBa $_2$ Cu $_3$ O $_{7-\delta}$ 

.  $(YBa_2Cu_3O_{7-\delta})$  الأوزان الذرية للاكاسيد المستخدمة لتحضير المركب (1-3) الأوزان

المادة	الاوزان الذرية ( غرام/ مول )	النقاوة	الشركة المصنعة
$Y_2O_3$	0.5[ ( 88.9058 * 2) ] + (15.999 * 3)] = 112.9043	99.9	Merck
BaO	2[137.327 + 15.999] = 306.654	99.5	BDH
CuO	3[63.546 +15.999] = 238.6362	99.5	BDH

.  $(Y_3Ba_5Cu_8O_{18-\delta})$  الأوزان الذرية للاكاسيد المستخدمة لتحضير المركب (2-3) الأوزان الذرية للاكاسيد المستخدمة المستخدم ال

المادة	الاوزان الذرية ( غرام/ مول )
$Y_2O_3$	3 * 0.5[ ( 88.9058 * 2) ] + (15.999 * 3)] = 338.7129
BaO	5 [137.327 + 15.999] = 766.63
CuO	8 [63.546 +15.999] = 636.36

الغراء العملي الثالث

(Pb  $_{1.5}$  Cu  $_{1.5}$  الأوزان الذرية للاكاسيد المستخدمة لتحضير المركب (3-3) الجدول (3-3) الأوزان الذرية للاكاسيد المستخدمة  $Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$  )

المادة	الاوزان الذرية ( غرام/ مول )	النقاوة	الشركة المصنعة
pbO	1.5 * [ 207.2 + 15.999] = 334.79	99.9	BDH
CuO	1.5 * [ 63.546 + 15.999] =119.317	99.5	BDH
BaO	5 * [ 137.327 + 15.999 ] = 766.63	99.5	BDH
CaO	5 * [ 40.078 + 15.999 ] = 280.385	99.0	Alfa
CuO	8 * [ 63.546 + 15.999 ] = 636.36	99.5	BDH

 $(Y_3Ba_5Cu_8O_{18-\delta})$  ،  $(YBa_2Cu_3O_{7-\delta})$  للمركبات للمركبات للمركبات ( $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta})$ 

- يستعمل الميزان الحساس (4) ارقام لقياس الاوزان المناسبة .
- خلط المساحيق معا باستعمال الطاحونة اليدوية لتجانس الخليط واستغرقت العملية (120min).
- تم ضغط المسحوق على شكل قرص قطره (15mm) وسمك (2mm) بوزن (2g) للعينة باستعمال قالب معدني ومكبس هيدروليكي تحت حمل (7 ton) لمدة ثلاث دقائق .
- عملية التلبيد عند (Carbolite) باستعمال فرن كهربائي (Carbolite) بمعدل عملية التلبيد عند ( $^{\circ}$ C) والتبريد إلى درجة حرارة الغرفة بنفس معدل التسخين ( $^{\circ}$ C/min) تسخين ( $^{\circ}$ C/min)

الغدل الثالث الجزء العملي

Sol – Gel auto - جل خاب الاحتراق التلقائين (2-3-3) combustion method

Pb و  $(Y_3Ba_5Cu_8O_{18-\delta})$  ( $(YBa_2Cu_3O_{7-\delta})$ ) و و  $(Y_3Ba_5Cu_8O_{18-\delta})$  و  $(Y_3Ba_5Cu_8O_{18-\delta})$  و و الترات والاكاسيد لكل من المركبات  $(1.5\ Cu_{1.5}\ Ba_5\ Ca_5\ Cu_8\ O_{18-\delta})$  و المركبات العلاه من خلال استعمال الميزان الحساس حسب الاوزان الجزيئية و تبين الجداول (3-4) (4-3) الاوزان الذرية لاكاسيد و نترات العناصر المستخدمة و كميات المواد المستعملة في تحضير المركبين ( $(Y_3Ba_5Cu_8O_{18-\delta})$ ) و  $(Y_3Ba_5Cu_3O_{7-\delta})$  بطريقة السول – جل ذات الاحتراق التلقائي . الجدول (3-4) الاوزان الذرية لأوكسيد و نترات العناصر المستخدمة .

المادة	الاوزان الذرية ( غرام/ مول )	النقاوة	الشركة المصنعة
$\mathbf{Y_2O_3}$	88.9058 *2 + 15.999 *3= 225.809	99.9	Merck
Ba(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	137.327 +2(14.0067 +15.999*3)=261.3368	98.0	BDH
Cu(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> .3H <sub>2</sub> O	63.546 +2(14.0067+15.999*3) +3(1.0098*2+15.999) =241.6014	99.0	BDH

، (YBa $_2$ Cu $_3$ O $_{7-\delta}$ ) حميات المواد المستعملة في تحضير المركبين ( $Y_3$ Ba $_5$ Cu $_8$ O $_{18-\delta}$ ) بطريقة السول – جل ذات الاحتراق التلقائي

المادة	YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-8</sub>	Υ <sub>3</sub> Βα <sub>5</sub> Cu <sub>8</sub> O <sub>18-δ</sub>	النقاوة	الشركة المصنعة
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (g)	1	4.4997	99.9	Merck
HNO <sub>3</sub> (ml)	حتى يتحول المحلول إلى لون شفاف	أضافة كمية من الحامض	99.9	BDH
Ba(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> (g)	3.063	5.6193	98.0	BDH
Cu(NO3)2.3H2O (g)	8.981	17.9627	99.0	BDH
Fuel Citric acid C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>7</sub> (g)	6.022	11.791	99.5	Alfa
Distilled water(ml)	50	100		

الغراء العملي الثالث

خطوات تحضير العينات للمركبات ( $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ ) ، ( $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ ) بطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي هي :

• تم وضع ماء مقطر بكمية (50 ml) للمركب ( $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ ) للمركب ( $Y_3Ba_5Cu_8O_{18-\delta}$ ) في دورق وتم وضعه على جهاز التحريك المغناطيسي (Magnetic sterrier) وتم رفع درجة حرارة الماء من خلاله 60-60 درجة مئوية .

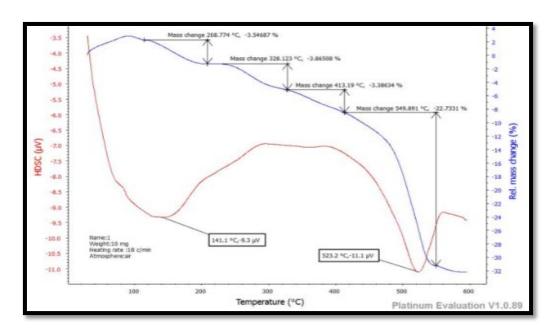
- وضع كمية من  $Y_2O_3$  فيه ليصبح لونه ابيض ثم نضع قطعة المغناطيس الدوار (Magnetic bar) داخل الدورق ليستمر بالدوران .
- وضع قطرات من  $HNO_3$  حتى يصبح لون السائل الابيض شفاف وذلك لتكوين نترات الايتريوم  $6H_2O$ .
- نضع كميات النترات المتبقية من الباريوم والنحاس المائية ويستمر بالدوران بسرعة مناسبة الى ان يمتزج ويذوب في المحلول بشكل تام بحيث لا يتبقى راسب ثم نضيف اليه الكمية المحسوبة من حامض الستريك ( $C_6H_8O_7$ ) فيصبح لون المحلول ازرق صافياً ، وبعد ذلك يتم تنظيم ال PH الى (7) وذلك باضافة الامونيا، ثم رفع درجة الحرارة بعد ذلك  $C_6H_8O_7$  درجة مئوية .
- يترك المحلول الى ان يصبح هلام (جل) ثم نوقف عملية الدوران الى ان يحترق بشكل تلقائي عندئذ نطفئ الجهاز ونجمع المسحوق الذي تم تحضيره كما في الشكل (3-1).
- يوضع المسحوق في بودقة سير اميكية في فرن بدرجة حرارة ( $^{\circ}$ C) ولمدة 4 ساعات.



 $(Y_3Ba_5Cu_8O_{18-\delta})$  ،  $(YBa_2Cu_3O_{7-\delta})$  الشكل (1-3): مرحلة تحضير المركبين المركبين بطريقة السول – جل ذات الاحتراق التلقائي .

الغدل الثالث الجزء العملي

من الملاحظ في العديد من البحوث السابقة والمتعلقة بتحضير المركب الفائق للتوصيل كانت تركز وبشكل اساسي على محتوى ووجود الاوكسجين وترتيبها في مواقعها داخل المركب الفائق للتوصيل لكونها تؤدي دوراً مهماً في جزيئة المركب وذلك عن طريق زيادة مدة الحرق الى الفائق للتوصيل لكونها تؤدي دوراً مهماً في جزيئة المركب وذلك عن طريق زيادة مدة الحرق الى ساعات طويلة قد تصل الى أكثر من (100h) وبدرجات حرارة أعلى من (900 °C)، ولعدم توفر هذه الامكانية في كليتنا تم ايجاد البديل عن هذه العملية بإضافة كمية (2g) من اوكسيد الزئبق OBBa (2g) من اوكسيد الزئبق (3 $^{\circ}$ 00°C) بتخليه عن لكل من المركبات النانوية ( $^{\circ}$ 00°C)، ( $^{\circ}$ 18 $^{\circ}$ 20°C) بتخليه عن ولمدة (48 h)، حيث وجدنا في بحوث سابقة [66] ان الزئبق يتبخر بدرجة ( $^{\circ}$ 00°C) بتخليه عن الاوكسجين وتركه المركب كما في الشكل (3 $^{\circ}$ 20°C) وبهذه الطريقة تم الاستفادة من اوكسيد الزئبق والحصول على نسبة من الاوكسجين داخل تركيب كل من المركبات ( $^{\circ}$ 3Ba (2u Cu Cu Cu)). ( $^{\circ}$ 3Ba (2u Cu)).



الشكل (2-3) يبين التحليل الحراري (DSC) للمسحوق أوكسيد الزئبق [66].

• يتم كبس المسحوق بوزن (2g) تحت حمل (7ton) ولمدة ثلاث دقائق ووضعه في الفرن لمدة (48) ساعة تحت درجة حرارة (850°C).

الغداء العملي الثالث

#### : خطوات تحضير العينات للمركب ( $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta})$ هي

• تم وضع ماء مقطر بكمية (200 ml) في دورق وتم وضعه على جهاز التحريك المغناطيسي (Magnetic sterrier) وتم رفع درجة حرارة الماء من خلاله ( 60 – 50 ) درجة مئوية .

- نضع كميات النترات من الرصاص والنحاس المائية والباريوم والكالسيوم ويستمر بالدوران بسرعة مناسبة الى ان يمتزج ويذوب في المحلول بشكل تام بحيث لا يتبقى راسب ثم نضيف اليه الكمية المحسوبة من حامض الستريك ( $C_6H_8O_7$ ) فيصبح لون المحلول ازرق صافياً ، وبعد ذلك يتم تنظيم ال PH الى (7) باضافة الامونيا ، ثم رفع درجة الحرارة بعد ذلك ( $C_6H_8O_7$ ) درجة مئوية .
- يترك المحلول الى ان يصبح هلاماً (جل) ثم نوقف عملية الدوران الى ان يحترق بشكل تلقائى عندئذ نطفئ الجهاز ونجمع المسحوق الذي تم تحضيره كما في الشكل (3-3).
- يوضع المسحوق في بودقة سيراميكية ويوضع في فرن بدرجة حرارة  $(850^{\circ}C)$  ولمدة اربع ساعات .
- يتم كبس المسحوق بكتلة (2g) تحت حمل (7ton) ولمدة ثلاث دقائق ووضعه في الفرن لمدة (24h) تحت درجة حرارة (850 $^{\circ}$ C).



الشكل (3-3): مرحلة تحضير المركب النانوي ( $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$ ) بطريقة الشكل (3-3): مرحلة تحضير المركب النانوي (المحتراق التلقائي السول – جل ذات الاحتراق التلقائي السول – جل ذات الاحتراق التلقائي المحتراق التلقائي السول – جل ذات الاحتراق التلقائي المحتراق التلقائي السول – جل ذات الاحتراق التلقائي المحتراق التلقائي المحترات ا

الغدل الثالث

تبين الجداول (3-3) ، (7-3) الأوزان الذرية لنترات العناصر المستخدمة وكمياتها لتحضير المركب (4-3) ، (9 $b_{1.5}$ Cu<sub>1.5</sub>Ba<sub>5</sub>Ca<sub>5</sub>Cu<sub>8</sub>O<sub>18-δ</sub>) بطريقة السول – جل ذات الاحتراق التلقائي .

جدول (3-6) الأوزان الذرية لنترات العناصر المستخدمة في تحضير المركب . و1.5 $Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$  بطريقة السول – جل ذات الاحتراق التلقائي .

المادة	الاوزان الذرية ( غرام/ مول )	النقاوة	الشركة المصنعة
Pb(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	207.2+(14.0067+15.999*3) *2=331.2074	98.0	Alfa
Cu(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> .3H <sub>2</sub> O	63.546 +2(14.0067+15.999*3) +3(1.0098*2+15.999) =241.6014	99.0	BDH
Ba(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	137.327 +2(14.0067 +15.999*3)=261.3368	98.0	BDH
Ca(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	40.078+(14.0067+15.999*3)*2=1 64.0854	99.9	Merck

جدول (7-3): كميات المواد المستعملة في تحضير ( $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$ ) بطريقة السول – جل ذات الاحتراق التلقائي

المادة	Pb <sub>1.5</sub> Cu <sub>1.5</sub> Ba <sub>5</sub> Ca <sub>5</sub> Cu <sub>8</sub> O <sub>18-δ</sub>	النقاوة	الشركة المصنعة
$Pb(NO_3)_2(g)$	1.5	98.0	Alfa
$Cu(NO_3)_2.3H_2O(g)$	21.7187	99.0	BDH
$Ba(NO_3)_2(g)$	6.325	98.0	BDH
$Ca(NO_3)_2(g)$	13.6072	99.9	Merck
Fuel Citric acid (C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>7</sub> ) (g)	21.5754	99.5	Alfa
Distilled water (ml)	200		

الغملي الثالث الجزء العملي

Tests and measurements

(4-3) الاختبارات والقياسات.

#### X-ray diffraction test

# (1-4-3) اختبار حيود الأشعة السينية:

تم استعمال تحليل حيود الأشعة السينية للتحقيق في التركيب البلوري للعينة المصنعة وكان نوع الجهاز المستعمل (Shimadzu 6000) الذي يوجد في كلية التربية ابن الهيثم، اذ ان الهدف من النوع (Cu-K $\alpha$ ) ومجهز بفولتية ( 40 kv )، وبتيار ( $\alpha$ 0 mA)، والطول الموجي ( 60- $\alpha$ 0 ( $\alpha$ 0 kv) وبتيار ( $\alpha$ 0 mA) و ( $\alpha$ 0 cu-K $\alpha$ 0 مدى زاوية الحيود في درجة حرارة الغرفة والتي أخذت من بيانات النتائج التي قورنت مع البيانات القياسية وذلك لايجاد قيم معاملات ميلر ( $\alpha$ 1 وتحديد اطوار المركب . تم حساب المسافة  $\alpha$ 1 باستعمال قانون براك [39] :

$$n\lambda = 2d \sin\theta$$
 .....(3-1)

اذ n: عدد صحيح ،  $\lambda$ : طول موجة المصدر (بوحدة الانكستروم  $A^{\rm o}$ ) ،  $\theta$ : المسافة التي تقصل بين المستويات البلورية (بوحدة الانكستروم  $A^{\rm o}$ ) ،  $\theta$ : الزاوية التي تقع بين حزمة السقوط وحزمة الحيود (بوحدة الدرجة).

تم حساب معاملات الشبيكة b ، a و b ، a فقا للمعادلة الاتية [67].

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

وتم حساب حجم وحدة الخلية V باستخدام المعادلة الاتية [68].

$$V = abc$$
 .....(3-3)

باعتماد العلاقة التالية ، تم حساب الكثافة النظرية ( $ho_{ ext{x-ray}}$ ) من الطيف حيود الأشعة السينية [69].

$$\rho_{x-ray} = \frac{z \, \textit{Mwt}}{\textit{NaV}} \, \dots \, \dots \, (3-4)$$

اذ أن z هو عدد الذرات في خلية الوحدة ، و Mwt الكتلة المولية و Na عدد افوكادرو.

وتم حساب حجم البلورة باعتماد معادلة ديباي شيرر ( Debye Scherer ) . [70]

الهجل الثالث الجزء العملي

$$D_{sh} = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta} \dots \dots (3-5)$$

اذ k ثابت حوالي (0.9) ،  $\lambda$  هو طول الموجة ويساوي (1.54 $\Lambda$ 0) ،  $\beta$  هو أقصى عرض لقمة (FWHM) يتم قياسه بوساطة (rad) ،  $\theta$  هو زاوية سقوط الأشعة السينية (درجة) .  $\theta$ 0 وكذلك تم حساب الحجم البلوري باعتماد معادلة وليامسون هول (Williamson- Hall) ) .  $\theta$ 1 التي تقيس الحجم المايكروي للشبيكة البلورية [71].

$$\beta \cos \theta = k \lambda / D_{W-H} + [4\varepsilon \sin \theta] \dots \dots (3-6)$$

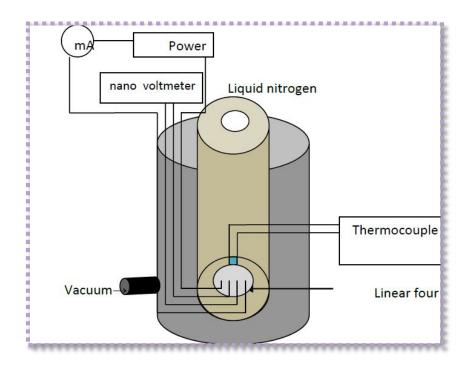
اذ أن  $\mathfrak s$  هو الانفعال ،  $D_{W-H}$  هو الحجم البلوري (nm)،  $\mathfrak s$  أقصى عرض في منتصف  $\mathfrak s$  الجزء العلوي  $\mathfrak s$  (rad)،  $\mathfrak s$  زاوية سقوط الأشعة السينية (deg)،  $\mathfrak s$  هو ثابت تقريبا (0.9).

#### (2-4-3) قياس المقاومية كدالة لدرجة العرارة:

#### Resistivity as a function of temperature measurement

تم استعمال تقنية المجسات الأربعة لحساب المقاومة كدالة لدرجة الحرارة المطلقة وتحديد درجة الحرارة التي تنخفض فيها المقاومة إلى درجة الصفر التي عادة ما تدعى درجة الحرارة الحرجة  $(Critical\ temperature)$ . (critical temperature) الحرجة الأربعة. اذ تتصل المجسات الخارجية مباشرة بمزود التيار بينما المجسات الداخلية تكون متصلة بجهاز الفولتميتر ، والمجسات الأربعة تتلامس مع العينة عبر صمغ الفضة. ويتم تثبيتها داخل الحجرة المبردة بوساطة النتروجين السائل ، وتوصيل جهاز التبريد هذا بمضخة التوجيه لجعل الضغط داخلها تقريبًا (mbar) ، وتوصل أيضًا إلى المزدوج الحراري من النوع (C-1) المخطط للدائرة الكهربائية لتقنية اختبار المجسات الأربعة.

الغراء العملي الثالث



الشكل (3-4) مخطط الدائرة الكهربائية لتقنية المجسات الاربعة [72].

تمت إضافة النيتروجين السائل إلى حجرة التبريد لتقليل درجة حرارته إلى (77 K) وقياس الفولتية كدالة لدرجة الحرارة. يتم حساب المقاومية من قيمة الفولتية لكل درجة حرارة من العلاقة الاتية [42].

$$\rho = \frac{V}{I} \frac{Wt}{L} \dots \dots \dots \dots (3-7)$$

اذ I: قيمة التيار على طول العينة (mA).

V : الجهد المقاس بين الأقطاب الكهر بائية (mV).

t : سمك العينة (cm).

L : الطول المؤثر بين الاقطاب (cm).

W : عرض العينة (cm).

بما أن جميع العينات لها سمك محسوب ثابت وطول وعرض ، لذلك يمكن أن نعبر عنها من خلال العلاقة الاتية :

$$\rho = 4.5324 \frac{V}{I} \dots \dots (3-8)$$

الغراء العملي الثالث

# Measurements : قياسات ثابت العزل مع ترحدات (3-4-3) of dielectric constant with different frequencies

تم قياس جميع العينات لاجراء الفحوصات الكهربائية باستعمال جهاز (LCR meter) عد والذي يوجد في كلية التربية ابن الهيثم ضمن ترددات مختلفة تتراوح بين (KHz-1 MHz) عند درجة حرارة الغرفة وهو من النوع ((5MHz, Taiwan, LRC-8105G(20)).

وتشمل القياسات  $(\varepsilon')$  ثابت العزل الحقيقي ،  $(\varepsilon'')$  ثابت العزل الخيالي ، $(\varepsilon')$  ثابت العزل القياسات  $(\sigma_{ac})$ ، التوصيلية الكهربائية المتناوبة، باستخدام المعادلات الاتية [73]:

$$\varepsilon' = \text{Cd/A} \ \varepsilon_0 \dots (3-9)$$

$$\tan \delta = \varepsilon'' / \varepsilon' \dots (3-10)$$

$$\sigma_{ac} = \varepsilon_0 \ \varepsilon'' * 2\pi f \dots (3-11)$$

اذ C سعة المتسعة (C سمك العينة (C سمك العينة (C سمك العينة (C سماحية الفراغ (C سماحية C التردد (C التردد (C التردد (C الفراغ (C سماحية الفراغ (C سماحية الفراغ (C التردد (C التردد (C التردد (C سماحية الفراغ (C سماحية المتسعة (C سماحية (C س

#### Scanning Electron Microscope (SEM) المجمر الإلكتروني الماسع (4-4-3)

يعد جهاز المجهر الالكتروني الماسح (SEM) من الاجهزة المهمة لرؤية الأجسام الدقيقة جداً والتي لا يمكن مشاهدتها بالمجاهر الاعتيادية وذلك عن طريق تسليط حزمة من الإلكترونات عالية الطاقة باتجاه العينة التي توضع داخل حجرة الجهاز الذي يكون مفرغاً من الهواء باستعمال سلسلة من العدسات المغناطيسية ، وتركيز حزمة الالكترونات على موضع محدد من سطح العينة ، وعندما تتفاعل الالكترونات مع ذرات العينة فانها تعكس أشعة والتي لها خصائص مختلفة لكل ذرة وتعطي صورة ثلاثية الأبعاد مفصلة ومكبرة باللونين الابيض الاسود ، مما يزودنا بمعلومات عن حجم الحبيبة وشكلها [74].

و عليه استعمل المجهر الإلكتروني الماسح من نوع (Inspect S50) الموضحة صورته في الشكل (5-3) الذي يوجد في كلية العلوم / جامعة النهرين، لأخذ صور للعينات ( solid ) الذي يوجد في كلية العلوم / جامعة النهرين، لأخذ صور للعينات (  $Y_3Ba_5Cu_8O_{18-\delta}$ ) ، ( $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ ) والمحضرة بطريقتي تفاعلات الحالة الصلبة ( state reaction ) والسول – جل ذات الاحتراق التلقائي.

الغدل الثالث الجزء العملي



الشكل (3-5) جهاز المجهر الالكتروني الماسح (SEM).

# Estimation of oxygen content

## $(\delta)$ وتياس محتوى الاوكسبين (5-4-3) وتياس محتوى الاوكسبين (5

تم تقدير محتوى الأوكسجين للعينات المحضرة بتنفيذ هذه الطريقة على النحو الاتي [75]:

2- نحل (3.17g) من يوديد البوتاسيوم (KI) في (2.5 ml) من الماء المقطر.

1- نأخذ كمية (45 mg) من العينة وطحنها في هاون عقيق.

3- نضع مسحوق العينة في دورق ونصب (2.5 ml) من محلول يوديد البوتاسيوم (KI) بالإضافة إلى (1.25 ml) من حمض الهيدروكلوريك (HCL) بتركيز (٪ 10) ، ثم امزج المسحوق مع هذين المحلولين جيداً بوضع الكأس على محرك مغناطيسي ووضع قضيب مغناطيسي داخل الدورق حتى يتحول إلى اللون البني الداكن وهذا دليل على إطلاق اليود.

4- يذاب (9.3 g) من ثيوسلفات الصوديوم  $(Na_2S_2O_3)$  في  $(Na_2S_2O_3)$  من الماء المقطر للحصول على تركيز تقريبًا (0.015 g/ml) ووضعه في سحاحة زجاجية تثبت فوق الكأس ، ثم تُضاف قطر ات من محلول ثيوسلفات الصوديوم إلى الدورق. حتى يتحول إلى اللون البنى الفاتح.

 $(C_6H_{10}O_5)$  من النشاء في  $(100\ ml)$  من الماء المقطر ثم يضاف محلول النشا  $(C_6H_{10}O_5)$  الماء الدورق حتى يصبح لون الخليط أزرق داكن.

6- إضافة قطرات محلول ثيوسلفات الصوديوم مرة أخرى ولكن ببطء حتى يتحول المحلول إلى اللون الأصفر. هذا دليل على انتهاء التفاعل.

الغمل الثالث البرء العملي

(V) من محلول ثيوسلفات الصوديوم المستخدم في التفاعل وإدراج قيمة (V) في المعادلة التالية ، ومنها يمكن الحصول على محتوى الأوكسجين  $(\delta)$ :

$$\delta = \frac{\left[\frac{M_A}{M_B}\right] - \left[\frac{3m_A}{CV}\right]}{\left[\frac{2m_A}{CV}\right] - \left[\frac{M_0}{M_B}\right]} \dots \dots \dots (3-12)$$

 $M_{A}$ : هي الوزن الجزيئي للمركب.

 $248.18 \text{ g/mol} = (Na_2S_2O_3.5H_2O)$  هي الوزن الجزيئي لثايوسلفات الصوديوم : $M_B$ 

 $M_0$ : هو الوزن الذري للأوكسجين =  $M_0$ 

:m<sub>A</sub> هو وزن العينة = (45 mg)

 $x=0.015 g \ / \ ml$  ، (Na $_2 S_2 O_3$ ) هو تركيز محلول ثايوسلفات الصوديوم (C

V: هو حجم ثايوسلفات الصوديوم ( $Na_2S_2O_3$ ) المستعملة في المعايرة.



Result and Discussion

#### الغدل الرابع

#### النتائج والمناقشة

Introduction -: المجدمة (1-4)

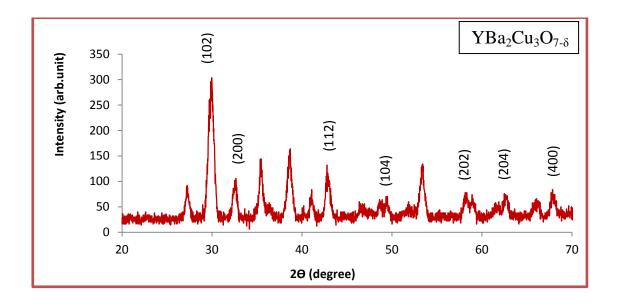
يتضمن هذا الفصل دراسة تحضير كل من المركبات (YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-8</sub>) و(Solid state reaction) بطريقتي تفاعل الحالة الصلبة (Y3Ba5Cu8O18-6) والسول – جل (sol - gel) ذات الاحتراق التلقائي و در اسة مدى تحسن الخصائص التركيبية و الكهربائية بين المركبين ، وكذلك دراسة تأثير استبدال عنصر الايتريوم (Y) بعنصرى الرصاص(Pb) والنحاس (Cu) وادخال عنصر الكالسيوم للمركب ( $Y_3Ba_5Cu_8O_{18-\delta}$ ) في الخصائص التركيبية والكهربائية للحصول على المركب (Pb<sub>15</sub>Cu<sub>15</sub>Ba<sub>5</sub>Ca<sub>5</sub>Cu<sub>8</sub>O<sub>18-δ</sub>) وذلك بتحضيره بطريقتي تفاعل الحالة الصلبة والسول- جل ذات الاحتراق التلقائي اذ تم تحليل نتائج فحوصات حيود الاشعة السينية (XRD) ، المتمثلة بتحديد كل من نوع التركيب ومعاملات الشبيكة (a,b,c) وحجم وحدة الخلية ومعرفة حجم البلورة بطريقتي ديباي شيرر (Debye Scherer) وويليامسون - هول (Williamson- Hall). و تم معرفة الحجم الحبيبي من خلال جهاز الماسح الالكتروني (SEM) للمركبات (YBa2Cu3O7-8) و (YBa2Cu3O7-8) والمحضرة بطريقتي تفاعل الحالة الصلبة والسول - جل ذات الاحتراق التلقائي وبعدها تم قياس المقاومية الكهربائية وتحديد درجة حرارة الانتقال الحرجة الابتدائية ( $T_{c(onset)}$ ) ودرجة حرارة الانتقال النهائية ( $\Gamma_{c(offset)})$  والتي تنعدم المقاومية الكهربائية عندها اي ( $\Gamma_{c(offset)}$ ) والتي تنعدم المقاومية الكهربائية فحوصات الخواص العزلية والتي تشمل (ثابت العزل الحقيقي (غ) وثابت العزل الخيالي ( $(\epsilon)$ ) وظل الفقد العزلي ( $\delta$  tan  $\delta$ ) والتوصيلية المتناوبة ( $\sigma_{ac}$ ) وذلك من خلال فحصها بجهاز (LCR-Meter) وتأثير الاستبدال في هذه الخواص. وأخيرا تم قياس ومعرفة محتوى الاوكسجين لكل من المركبات المحضرة بطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي.

X-ray diffraction analysis results

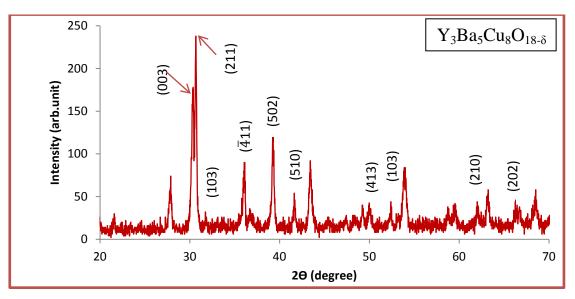
(2-4) نتائج حيوك الأشعة السينية:

#### (1-2-4) طريقة تغامل الدالة الطلبة:

تم تحضير ثلاث عينات للمركبات (YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7- $\delta$ </sub>) واستبدال (Y<sub>3</sub>Ba<sub>5</sub>Cu<sub>8</sub>O<sub>18- $\delta$ </sub>)) والنحاس (Pb) بعنصري الرصاص (Pb) والنحاس (Y358 لمركب النهائي (Pb<sub>1.5</sub>Cu<sub>1.5</sub>Ba<sub>5</sub>Ca<sub>5</sub>Cu<sub>8</sub>O<sub>18- $\delta$ </sub>) ، باستعمال طريقة تفاعل الحالة الصلبة ، المركب النهائي (Pb<sub>1.5</sub>Cu<sub>1.5</sub>Ba<sub>5</sub>Ca<sub>5</sub>Cu<sub>8</sub>O<sub>18- $\delta$ </sub>) لمدة (24h) عند الضغط الجوي الاعتيادي، وتمت كلسنة العينات المحضرة بدرجة (850°C) لمدة (24h) عند الضغط الجوي الاعتيادي، واجريت عليها الفحوصات التركيبية والتي تضمنت فحص طيف حيود الاشعة السينية (XRD) . (XRD) (YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7- $\delta$ </sub>) بطريقة تفاعل الحالة الصلبة بوساطة حيود الأشعة السينية (Pb<sub>1.5</sub>Cu<sub>1.5</sub>Ba<sub>5</sub>Ca<sub>5</sub>Cu<sub>8</sub>O<sub>18- $\delta$ </sub>)) وحصلنا على البيانات والمنحنيات لجميع العينات وتم تحليلها ومتابعة ثلاثة عوامل مهمة التي تشمل موقع القمم وشدتها وحدة القمة موضحة في الاشكال (4-1)،(4-2)).



الشكل (4-1) طيف حيود الاشعة السينية للعينة Y123 والمحضرة بطريقة تفاعل الحالة الصلبة.



الشكل (2-4) طيف حيود الاشعة السينية للعينة Y358 والمحضرة بطريقة تفاعل الحالة الصلبة.

من خلال انماط حيود الاشعة السينية ظهرت العينتان Y123 و Y358 متعددة التبلور وتبين انها تمتلك تركيباً معينياً قائماً (Orthorhombic)، ومن خلال انماط حيود الاشعة السينية للعينة Y123 تبين وجود سبعة قمم واضحة تعود للسطوح (102), (200), (200), (112), (200) منمن المدى الزاوي  $2\theta$ -20-20 وفيها ظهرت قمم واضحة للمركب, وخاصة عند  $2\theta$ -29.80.

وبتحضير العينة Y123 تم الحصول على معاملات الشبيكة وذلك من خلال استخدام وبتحضير العينة Y123 تم الحصول على معاملات الشبيكة وذلك من خلال استخدام معادلة (3-2) (a=3.82030 Å, b=3.88548 Å, c=11.68349 Å) وتم حساب حجم خلية الوحدة (V=173.4262 Å) باعتماد المعادلة (3-3) وهذا يتوافق مع الباحث [23] .

وكذلك ومن خلال انماط حيود الاشعة السينية للعينة Y358 تبين وجود عشر قمم واضحة تعود للسطوح (103),(211),(003),(211),(502)، وكذلك ظهرت لها قمة واضحة عند الزاوية  $2\Theta=30.6^0$ .

وكذلك بالنسبة للعينة المحضرة Y358 وجد ان معاملات الشبيكة b=3.824,c=30.690 وحجم خلية الوحدة ( $V=362.872~\text{Å}^3$ ) والكثافة النظرية باعتماد المعادلة ( $V=362.872~\text{Å}^3$ ) وهذا يتوافق مع الباحث [23] .

، (Y123) نتائج ثوابت الشبيكة وحجم خلية الوحدة والكثافة النظرية للمركبات (Y123)، الجدول (4-1) نتائج ثوابت الشبيكة وحجم خلية الوحدة والكثافة النظرية تفاعل الحالة الصلبة.  $(Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta})$ ، (Y123)

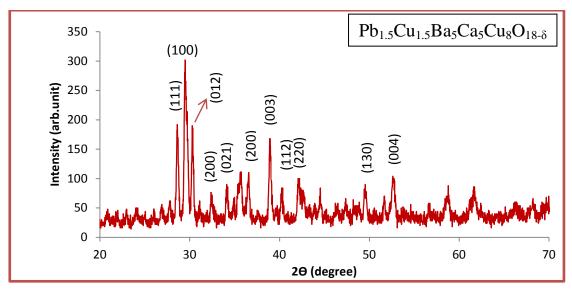
الطريقة	المادة	a (Å)	<b>b</b> (Å)	c (Å)	V (Å <sup>3</sup> )	ρ <sub>x-ray</sub> (g/cm <sup>3</sup> )
ોકંટ ction	YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-6</sub>	3.82	3.89	11.68	173.56	6.352
عل الحالة الص Rafe rea	$Y_3Ba_5Cu_8O_{18-\delta}$	3.092	3.824	30.690	362.872	6.361
ئبة Solid	$Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$	3.856	3.856	11.809	175.584	6.365

من خلال نتائج انماط حيود الاشعة السينية (X-Ray) والمبينة في جدول (1-1) تبين من خلال نتائج انماط حيود الاشعة السينية (Y358) وهو التركيب المعيني القائم المركب (Y123) وهو التركيب المعيني القائم (Orthorhombic) باستثناء عدد من سلاسل CuO ومستويات  $CuO_2$ ، والتي تتجاوز تلك الموجودة في Y123 وهذا ما يتوافق مع الباحث[76].

يختلف الهيكل البلوري لمجموعة YBCO فيما يتعلق بسلاسل  $CuO_2$  وعدد مستويات  $CuO_2$  المسؤولة عن الخصائص الفيزيائية المتنوعة ودرجات الحرارة الحرجة. يحتوي المركب  $CuO_2$  على سلسلة مفردة من  $CuO_2$  ومستويين  $CuO_2$ اما المركب  $CuO_2$  فانه يمتلك خمس مستويات  $CuO_2$  وثلاث سلاسل  $CuO_3$  مستويات  $CuO_3$  مفصولة بطبقات  $CuO_3$  وثلاث سلاسل  $CuO_3$  مستويات  $CuO_3$  مالخريين  $CuO_3$  الاخريين  $CuO_3$ .

كذلك من خلال نتائج جدول (4-1) نلاحظ اختلاف النتائج في معاملات الشبيكة للمركبين Y358 و Y358 لاسيما وبشكل كبير في المعامل (c) وذلك بسبب الاختلاف بعدد سلاسل  $T_c$  مستويات  $T_c$  المسؤولة عن الخصائص الفيزيائية المتنوعة ودرجات الحرارة الحرجة. اذ يمثل النقص في المعامل (c) الى ضغط هذا المحور والذي يسبب الاختزال في كثافة المستويات لطاقة فيرمي مما يقلل من درجة الحرارة الحرجة  $T_c$  الامر الذي يؤدي هذا الاختلاف في المعامل (c) للمركبين الى اختلاف حجم خلية الوحدة للمركبين المحضرين بطريقة تفاعل الحالة الصلبة. قد يعود هذا إلى الانكماش في المستوى القاعدي مع خلية الوحدة بسبب تقليل الشواغر أو مواقع الأكسجين[78].

 $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$  يبين لنا الشكل (4-3) نمط حيود الاشعة السينية للمركب والتي عندها تم استبدال عنصر الايتريوم (Y) بعنصري والمحضر بطريقة تفاعل الحالة الصلبة، والتي عندها تم استبدال عنصر الايتريوم (Pb).



الشكل (4-3) طيف حيود الاشعة السينية للعينة  $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$  والمحضرة بطريقة تفاعل الحالة الصلبة .

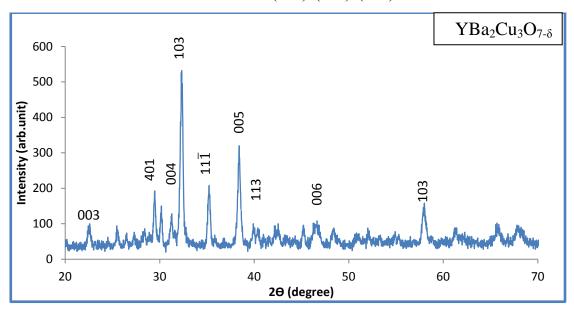
من خلال حيود الاشعة السينية تبين ان المركب  $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$  متعددة التبلور ويمتلك التركيب ذو الطور الرباعي (tetragonal)، ومن خلال انماط حيود الاشعة السينية للمركب تبين وجود احد عشر قمة واضحة تعود للسطوح (111),(100),(100),(012),(003)،(200)،(110),(130)،(220)،(130)،(220)،(200)،(200). وفيها ظهرت قمم واضحة للمركب لاسيما عند  $2\Theta=29.48^0$ .

## (2-2-4) طريقة السول- جل:

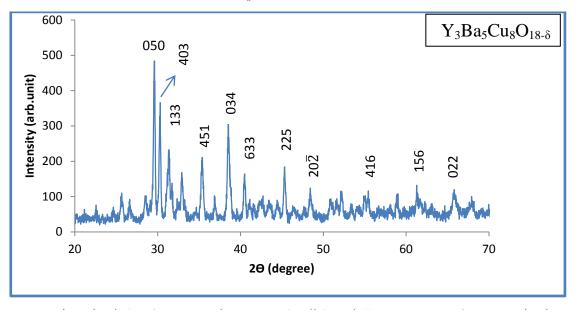
تم تحضير ثلاث عينات للمركبات ( $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ ) ، ( $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ ) ، باستعمال طريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي، ( $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$ ) وتمت كلسنة العينات المحضرة بدرجة ( $850^{\circ}C$ ) لمدة (48h) عند الضغط الجوي الاعتيادي، واجريت عليها الفحوصات التركيبية والتي تضمنت فحص طيف حيود الاشعة السينية ( $Y_3Ba_5Cu_8O_{18-\delta}$ )، ( $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ ) بطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي بوساطة حيود ( $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$ ))

الأشعة السينية (XRD). وحصلنا على البيانات والمنحنيات لكل العينات وتم تحليلها ومتابعة ثلاثة عوامل مهمة التي تشمل موقع القمم وشدتها وحدة القمة.

 $(YBa_2Cu_3O_{7-\delta})$  تم اضافة مادة اوكسيد الزئبق بكمية مناسبة للعينات  $(YBa_2Cu_3O_{7-\delta})$  بطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي وكانت الاضافة قبل اجراء  $(Y_3Ba_5Cu_8O_{18-\delta})$  عملية التلبيد ،اذ تبين الاشكال (4-4)، (4-4) انماط حيود الاشعة السينية للمركبات اعلاه.



الشكل (4-4) طيف حيود الاشعة السينية للعينة Y123 والمحضرة بطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي.



الشكل (4-5) طيف حيود الاشعة السينية للعينة Y358 والمحضرة بطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي.

من خلال حيود الاشعة السينية للعينتين Y123 و Y123 والمحضرتين بطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي ظهرت العينتان متعددة التبلور ولديها تركيب معيني قائم كما هو الحال في تحضير العينات بطريقة تفاعل الحالة الصلبة ولا يوجد اختلاف في التركيب، فمن خلال انماط حيود الاشعة السينية للعينة  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  تبين وجود ثمان قمم واضحة تعود للسطوح ((006),(401),(401),(003))، التي تشير الى تشكيل الطور المعيني القائم وفيها تظهر قمم واضحة لاسيما عند (006),(113),(003).

وبتحضير العينة Y123 تم الحصول على معاملات الشبيكة وذلك من خلال اتباع معادلة وبتحضير العينة Y123 وبتم على المعادلة (a=3.82030 Å, b=3.88548 Å, c=11.68349 Å) (3-2) وتم حساب حجم خلية الوحدة (V =173.4262 ų) باعتماد المعادلة (3-3) وهذا يتوافق مع الباحث [17] .

(a=3.092 Å, النسبة للعينة المحضرة Y358 حصلنا على معاملات الشبيكة (3-3) وكذلك بالنسبة للعينة المحضرة Y358 وحجم خلية الوحدة (V=366.6 Å Å) باعتماد المعادلة (V=366.6 Å وهذا يتوافق مع الباحث [79] .

وكذلك ظهرت للعينة Y358 قمة واضحة عند الزاوية  $2\Theta=29.5^0$ . ومن خلال انماط حيود الاشعة السينية للعينة Y358 ايضا تبين وجود احدى عشرة قمة واضحة تعود للسطوح Y358 ايضا تبين وجود احدى عشرة قمة واضحة تعود للسطوح (020),(156),(416),(20-2),(225),(633),(034),(451).

فالمسامية لها تأثير مهم في سلوك الموصل الفائق. يسمح وجودها للأكسجين بإثراء الحبيبات خلال عملية التلبيد مما تتسبب في استقطاب أيونات الأوكسجين في مستوى يحتوي على كل من الأوكسجين والنحاس داخل خلية الوحدة. هذا ما يفسر ترتيب الأوكسجين ، الذي له أهمية في تركيب هذا المركب السيراميكي فضلا عن قدرة أيون الزئبق على أداء دور مهم كمتبرع للأوكسجين بسبب الطاقة الحرة العالية لتكوين الأوكسيد مقارنة مع أيون النحاس[66].

الجدول (2-4) نتائج ثوابت الشبيكة وحجم خلية الوحدة والكثافة النظرية للمركبات (Y123) , (Y123) المحضرة بطريقة السول- جل ذات الاحتراق ( $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$ ) ، (Y358) التلقائي بعد اضافة اوكسيد الزئبق للمركبات (Y358) , (Y123) .

الطريقة	المادة	а (Å)	<b>b</b> (Å)	c (Å)	V (Å <sup>3</sup> )	ρ <sub>x-ray</sub> (g/cm <sup>3</sup> )
السول. -UTO- ON	YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-8</sub>	3.820	3.8854	11.6834	173.426	6.352
جن دات التلقائي GEL A	$\mathbf{Y}_{3}\mathbf{Ba}_{5}\mathbf{Cu}_{8}\mathbf{O}_{18-\delta}$	3.092	3.824	31.01	366.6	6.361
5 12	$Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$	3.856	3.856	11.809	175.584	6.365

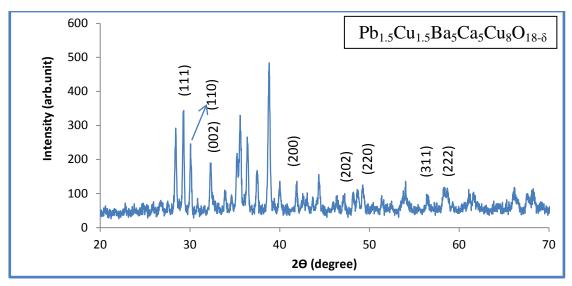
يختلف الهيكل البلوري لمجموعة YBCO تمامًا فيما يتعلق بسلاسل  $CuO_2$  وعدد مستويات  $CuO_2$  المسؤولة عن الخصائص الفيزيائية المتنوعة ودرجات الحرارة الحرجة. اذ يحتوي المركب Y358 على سلسلة مفردة من  $CuO_2$  ومستويين  $CuO_2$ . أما المركب Y358 ومتلك خمسة مستويات  $CuO_2$  وثلاث سلاسل  $CuO_3$  ، ثلاثة مستويات  $CuO_3$  مفصولة بطبقات  $CuO_3$  عن الاثنين الاخربين [77].

Y-358 و Y-3

فمن خلال تحضير المركبات بطريقتي تفاعل الحالة الصلبة والسول- جل ذات الاحتراق التلقائي نلاحظ لا يوجد تغيير في التركيب الهيكلي ولا في معاملات الشبيكة او الكثافة النظرية للمركبات الثلاثة ولكن توجد اختلافات طفيفة جدا في مواقع القمم يعود ذلك لاختلاف المدة

الزمنية لعملية الحرق وادخال عنصر الاوكسجين داخل التركيب البلوري للمركب من خلال اضافة مادة اوكسيد الزئبق الذي له دور مهم في ترتيب عنصر الاوكسجين وهروب عنصر الزئبق خلال عملية الحرق كما ذكر ، وهذا ما تم فعله في طريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي دون حدوثه في طريقة تفاعل الحالة الصلبة.

 $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$  يبين لنا الشكل (6-4) نمط حيود الاشعة السينية للمركب والمحضر بطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي التي عندها تم استبدال عنصر الايتريوم (Y) بعنصري الرصاص (Pb) والنحاس (Cu).

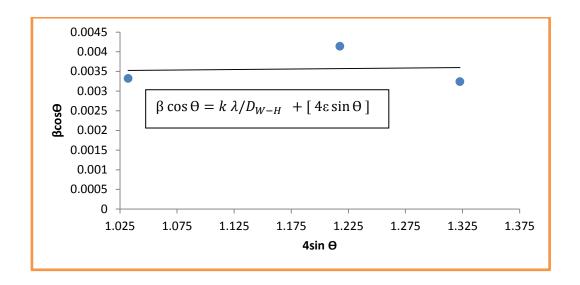


الشكل (6-4) طيف حيود الاشعة السينية للعينة  $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$  والمحضرة بطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي

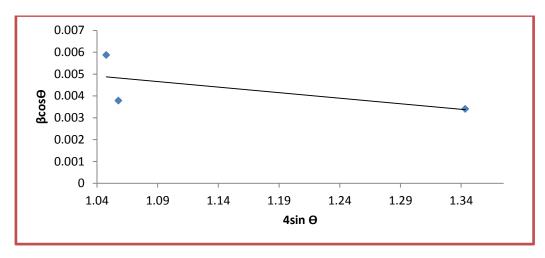
من خلال حيود الاشعة السينية تبين ان المركب  $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$  متعددة النبلور ويمتلك التركيب ذو الطور الرباعي (tetragonal)، ومن خلال انماط حيود الاشعة السينية للمركب تبين وجود احدى عشرة قمة واضحة تعود للسطوح (111),(110),(200), (200) ،(202)،(202)،(311)،(220) وفيها ظهرت قمم واضحة للمركب, لاسيما عند  $2\Theta=29.24^0$ .

# ( $D_{W-H}$ ) حسابه البعب البعب البعب البعب البعب معادلة وليامسون – سول ( $D_{W-H}$ ) وحيباي شيرر.

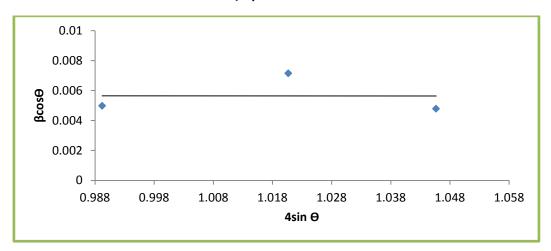
Williamson-) تم حساب معدل الحجم البلوري باستعمال معادلة وليامسون – هول (-Y358 ، Y123 ومعادلة ديباي- شيرر (Debye-Scherer) للعينات المحضرة (Y123 ،  $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$  الحالة الصلبة والسول- جل ذات الاحتراق التلقائي باعتماد المعادلات ((3-6) ، (3-6) ) على التوالي كما مبين في الاشكال ((3-6) ) اذ تم رسم مخطط بياني بين ((3-6) ) على المحور الصادي و((3-6) ) أما على المحور السيني فتم حساب معدل حجم البلورة وفقا لمعادلة وليامسون- هول ((3-6))، أما كيفية حساب حجم البلورة باستخدام معادلة ديباي شيرر يكون ذلك من خلال عرض القمة عند منتصف الشدة ((3-6)) وكذلك الموقع الزاوي ((3-6)) للقمة ذات الشدة الاكبر.



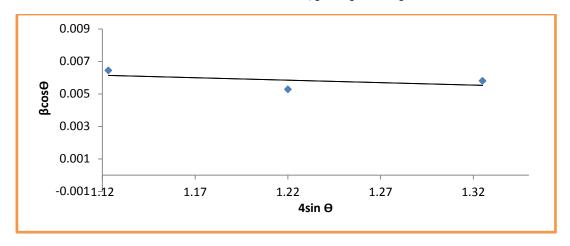
الشكل (4-7) حجم البلورة بطريقة ويليامسون هول للعينة 123 والمحضرة بطريقة تفاعل الصلبة .



الشكل (4-8) حجم البلورة بطريقة ويليامسون هول للعينة Y358 والمحضرة بطريقة تفاعل الصلية .

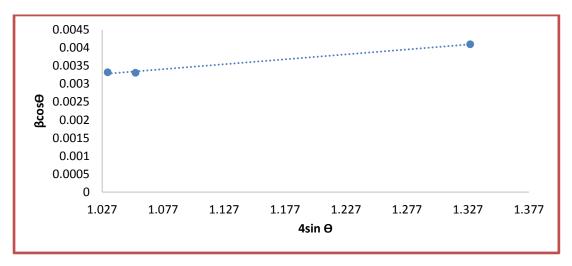


 $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$  الشكل (9-4) حجم البلورة بطريقة ويليامسون هول للعينة والمحضرة بطريقة تفاعل الحالة الصلبة

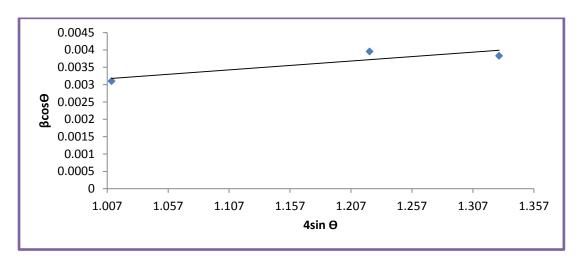


الشكل (4-10) حجم البلورة بطريقة ويليامسون هول للعينة 123 والمحضرة بطريقة السول-جل ذات الاحتراق التلقائي .

الغدل الرابع النتائج والمناقشة



الشكل (4-11) حجم البلورة بطريقة ويليامسون هول للعينة Y358 والمحضرة بطريقة السول-جل ذات الاحتراق التلقائي .



 $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$  الشكل (12-4) حجم البلورة بطريقة ويليامسون هول للعينة والمحضرة بطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي

الجدول (4-3) يبين الحجم البلوري بحسب معادلتي (ديباي شيرر) و (وليامسون هول) للعينات المحضرة  $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$  بطريقتي تفاعل الحالة المحضرة والسول- جل ذات الاحتراق التلقائي.

المادة	D <sub>Sh</sub> (nm)	D <sub>W-H</sub> (nm)	D <sub>Sh</sub> (nm)	D <sub>W-H</sub> (nm)	
material	تفاعل الحالة الصلبة solid state reaction		السول _ جل ذات الاحتراق التلقائي Sol – Gel auto- combustion		
YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-8</sub>	32.37734	32.6128	23.9235	24.7286	
Y <sub>3</sub> Ba <sub>5</sub> Cu <sub>8</sub> O <sub>18-δ</sub>	32.64286	34.729	29.1783	32.8867	
$\begin{array}{c} Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_{5}Ca_{5} \\ Cu_{8}O_{18-\delta} \end{array}$	33.38259	34.7580	33.0533	33.3265	

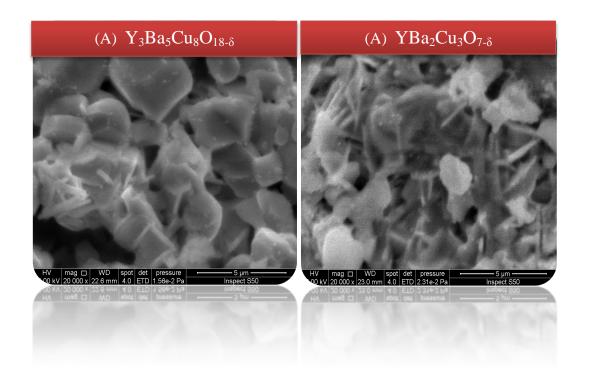
من خلال النتائج في الجدول (4-3) نلاحظ ان هنالك تغير بسيط اذ نلاحظ ان حجم البلورة المحسوبة باعتماد معادلة وليامسون- هول (Williamson-Hall) أكبر قليلا من حجمها المحسوب باعتماد معادلة شيرر (Debye-Scherer) ولكلا الطريقتين , يعود ذلك الى ان وليامسون- هول (Williamson-Hall) اخذ بالحسبان الانفعال الداخلي للشبيكة الذي يعد كمقياس لتشوه التركيب البلوري بسبب الاجهاد الناشئ في البلورة مما ينتج عنه تشوه في الشبيكة ، ويعود السبب في القمم الى حجم الحبيبات والانفعال الداخلي في آن واحد يكون صغيراً عند استعمال المساحيق [80].

## (SEM) بتائج فحوصات المجمر الالكتروني الماسح (4-4)

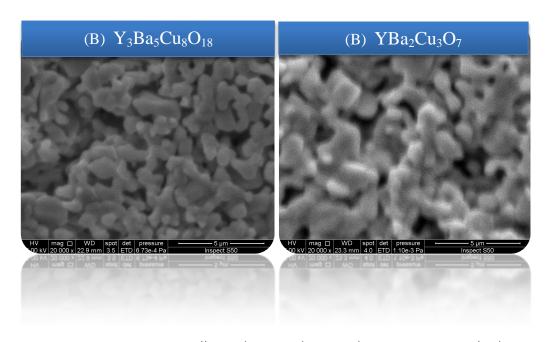
 $(Y_3Ba_5Cu_8O_{18-\delta})$  و  $(YBa_2Cu_3O_{7-\delta})$  و المحضرة بطريقتي تفاعلات الحالة الصلبة والسول – جل ذات الاحتراق التلقائي .

استعملت تقانة المجهر الالكتروني الماسح (SEM) لإجراء عملية الفحص وتصوير عينات المركبات (Y $_3$ Ba $_5$ Cu $_8$ O $_{18-\delta}$ ) والتي تم تحضيرها بطريقة تفاعل الحالة المركبات (Y $_3$ Ba $_5$ Cu $_8$ O $_{18-\delta}$ ) والتي تم تحضيرها بطريقة تفاعل الحالة الصلبة وطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي وذلك لمعرفة شكل الحبيبات ومقارنة معدل الحجم الحبيبي للعينات بالطرائق المحضرة ويوضح الشكل ( $_4$ - $_8$ 13-4) صور العينات باستعمال المجهر الالكتروني الماسح.

الغدل الرابع النتائج والمناقشة



 $(YBa_2Cu_3O_{7-\delta})$  صور المجهر الالكتروني الماسح للعينات (A 13-4) الشكل ( $(Y_3Ba_5Cu_8O_{18-\delta})$  والمحضرة بطريقة تفاعل الحالة الصلبة.



(YBa $_2$ Cu $_3$ O $_{7-\delta}$ ) صور المجهر الالكتروني الماسح للعينات (B13-4) الشكل (YBa $_2$ Cu $_3$ O $_{7-\delta}$ ) والمحضرة بطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي .

من خلال الصور في الشكل (4-A,B 13) نلاحظ ان جميع الصور اخذت بالمقياس المايكروي وذلك بسبب محدودية قدرة التكبير للمجهر المستعمل لهذا القياس وهو المجهر الالكتروني الماسح (SEM) واذا زيدت قدرة التكبير سيكون على حساب دقة الصورة (Resolution) ، فللحصول على صور للعينات بالمقياس النانوي يجب ان تكون تقانة مجهر الالكترون الماسح ذات قدرة تكبير أعلى وهو غير متوافر حاليا ، اذ ظهرت صور عينات المركبات اعلاه والمحضرة بطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي بشكل شبه كروي والذي تتخذه حبيبات مسحوق المركبات النانوية مع وجود تكتل للحبيبات ربما يعود السبب الى الطبيعة النانوية لحبيبات مساحيق العينات او طريقة التحضير [74]. لاحظنا ان العينات متجانسة واشكالها متشابهة والاحجام الحبيبية بحدود بضعة مايكرون .

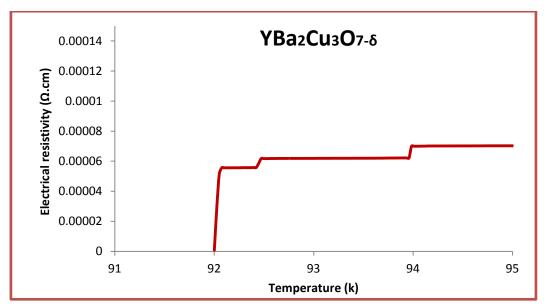
#### (4-4) نتائج فحوصات المقاومية بالنسبة لدرجة المرارة:

تم اعتماد تقنية المجسات الأربعة لتقدير درجة الحرارة الحرجة للعينات المحضرة بطريقتي تفاعل الحالة الصلبة والسول- جل ذات الاحتراق التلقائي ،ان المقاومية الكهربائية كدالة لدرجة الحرارة تعتبر واحدة من اهم خصائص المادة والتي تعطينا مؤشراً جيداً لتحديد درجة حرارة الانتقال الحرجة  $(T_c)$  ،ان المبدأ الاساسي في المواد الفائقة للتوصيل (Cuprats) هو ان أزواج كوبر او ازواج الالكترونات المقترنة ضرورية لحدوث الانتقال الفائق للتوصيل والحصول على درجة الانتقال الحرجة  $(T_c)$  ، وفي حالة التدهور فمن الممكن ان يصبح هذا التفاعل ضعيف ورنين التنفق خلال مراكز التموضع على طول المحور (c) بين طبقات (c) السبب او الشركاء في المركب بسبب عملية التطعيم او الاستبدال الجزئي او الكلي يكون أقل، والسبب يعود لكي تحدث عملية التنفق يجب ان تتوافر ما يلي : أو لا : لا نتاج كثافة الكترونية كافية عند مستوى فيرمي يجب ان يكون النقل عبر طبقات (c) والتقلبات في أزواج الفونون يجب ان الطاقة الصغيرة ،ثالثا : المط والامتداد في أواصر (c) والتقلبات في أزواج الفونون يجب ان تكون واطئة ، رابعا : اواصر (c) ) يجب ان تكون منتظمة ومرتبة [43] .

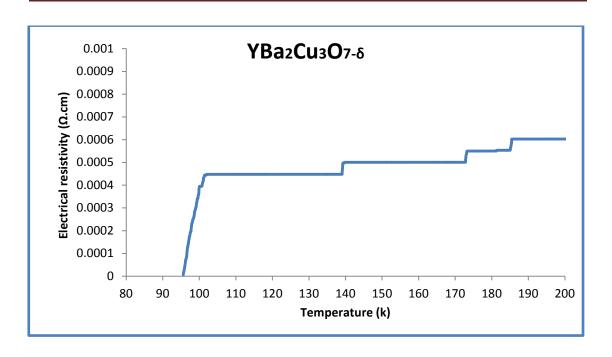
وممكن ان نضيف الى ان السبب في التغير الحاصل في درجة الحرارة الحرجة  $(T_c)$  هو التغير في توزيع كثافة الفجوات او كثافة الالكترونات الفائقة التوصيل والتي تعد هي المفتاح الاهم لفهم خواص (HTSC) [81].

# المهاومية وحرجة الحرارة الحرجة للمركب Y123 والمحضر بطريهتي Y123 المهاومية وحرجة الحرارة الحرجة المركب Y123 والسول جل خات الاحتراق التلهائي .

في نظام YBCO ، فأن خصائص النقل الكهربائي تتغير بشكل كبير بوساطة تأثير محتوى الأوكسجين وترتيب أيونات الأكسجين في مواقع سلسلة CuO والتي تؤثر في مستوى التشويب ، آلية التوصيل ، وخاصية تدوير النظام [82]. مما تفقد مركبات Y123 الأوكسجين بسهولة ، وبالتالي يفقد خاصية التوصيل الفائق والتي يمكن ملاحظتها من الخصائص اذ تصبح اقل استقراريه [83]. يحتوي المركب Y123 على مستويين من CuO<sub>2</sub> وسلسلة واحدة من المركب CuO<sub>2</sub> ، ويوضح الشكلين (4-15) و(4-16) منحني درجة الحرارة كدالة لمقاومية المركب Y123 والمحضر بطريقتي تفاعل الحالة الصلبة والسول- جل ذات الاحتراق التلقائي .



الشكل (4-15) درجة الحرارة الحرجة للعينة Y123 والمحضرة بطريقة تفاعل الحالة الصلبة.



الشكل (4-16) درجة الحرارة الحرجة للعينة 123 والمحضرة بطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي .

 $Tc_{(off)}$  و المحضرة بطريقة تفاعل الحالة الصلبة والسول- جل ذات الاحتراق للمركب (Y123) و المحضرة بطريقة تفاعل الحالة الصلبة والسول- جل ذات الاحتراق التلقائي.

المادة	الطريقة	Tc (off) (K)	Tc (on) (K)
	solid state reaction	92	92.4
YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-8</sub>	Sol – Gel auto- combustion	95	99

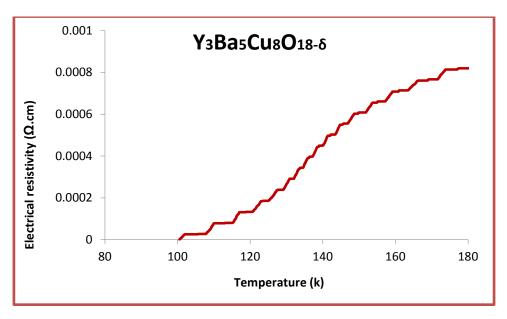
من الشكلين (4-15) و(4-16) والذي يوضح سلوك المقاومية كدالة لدرجة الحرارة فمن النتائج التي تم الحصول عليها كانت درجة الحرارة الحرجة للعينة Y123 والمحضرة بطريقة تفاعل الحالة الصلبة (8 k) والتي عندها ظهر سلوك فائقية التوصيل ،و نلاحظ انخفاض المقاومية الكهربائية بصورة تدريجية حتى تصل الى درجة مقاربة للصفر.

اما درجة الحرارة الحرجة للعينة Y123 والمحضرة بطريقة السول- جل فكانت (95k)، وكذلك ظهر عندها سلوك فائقية التوصيل ،وايضا نلاحظ انخفاض المقاومية الكهربائية بصورة تدريجية حتى تصل الى درجة مقاربة للصفر. وان الانتقالات المتعددة في منحني المقاومية كدالة لدرجة الحرارة هو اما بسبب بعض العيوب او وجود الشوائب البلورية.

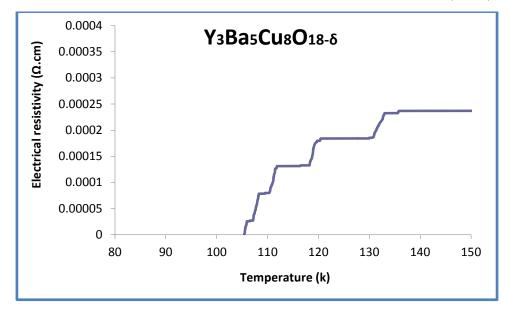
نلاحظ ان هنالك تغير بسيط في درجات الحرارة الانتقالية للعينة المحضرة بالطريقتين ، فمن خلال نتائج الجدول لاحظنا ان درجة الحرارة الانتقالية للعينة المحضرة بطريقة السول- جل أعلى من العينة المحضرة بطريقة تفاعل الحالة الصلبة والسبب يعود الى اختلاف طريقة التحضير وذلك لان الحبيبات المحضرة بطريقة السول- جل تكون نانوية اي سهولة اختراق ازواج كوبر وقلة المسامية على العكس من طريقة تفاعل الحالة الصلبة التي تكون حجم الحبيبات المحضرة بالمايكرو.

## المجاومية وحرجة الحرارة الحرجة للمركب Y358 والمحضر بطريقتي تغاغل الحالة الطبة والسول – جل خات الاحتراق التلقائي .

ان ارتفاع درجة الحرارة الحرجة  $(T_c)$  للمركب  $(T_c)$  الفائق المراكب  $(T_c)$  الفائق المركب  $(T_c)$  الفائق المركب المركب  $(T_c)$  الباحث  $(T_c)$  والذي يبين ان المركب  $(T_c)$  يمتلك تركيباً بلورياً مماثلاً للتوصيل درس من قبل الباحث  $(T_c)$  والذي يبين ان المركب  $(T_c)$  والذي يتجاوز تلك الموجودة في للمركب  $(T_c)$  باستثناء عدد سلاسل  $(T_c)$  مستويات  $(T_c)$  والتي تتجاوز تلك الموجودة في المركب  $(T_c)$  المركب  $(T_c)$  على مستويات  $(T_c)$  وسلسلة واحدة من  $(T_c)$  ويوضح في حين يحتوي المركب  $(T_c)$  على خمس مستويات  $(T_c)$  وثلاث سلاسل  $(T_c)$  ويوضح الشكلين  $(T_c)$  والمحضر  $(T_c)$  منحني درجة الحرارة كدالة لمقاومية المركب  $(T_c)$  والمحضر بطريقتي تفاعل الحالة الصلبة والسول - جل ذات الاحتراق التلقائي .



الشكل (4-17) درجة الحرارة الحرجة للعينة Y358 والمحضرة بطريقة تفاعل الحالة الصلبة.



الشكل (4-18) درجة الحرارة الحرجة للعينة ¥358 والمحضرة بطريقة السول- جل ذات الشكل (4-18) درجة الحرارة الحرجة العينة كالمحضرة بطريقة السول- جل ذات الشكل (4-18) درجة الحرارة الحرجة العينة كالمحضرة بطريقة السول- جل ذات الشكل (4-18) درجة الحرارة الحر

الجدول (4-5) يبين درجات الحرارة الحرجة الابتدائية  $Tc_{(on)}$  والنهائية  $Tc_{(off)}$  للمركب (4-5) يبين درجات الحرارة الحرامة الحرامة الصلبة والسول- جل ذات الاحتراق التلقائي.

المادة	الطريقة	Tc (off) (K)	Tc (on) (K)
	solid state reaction	102	107
Y <sub>3</sub> Ba <sub>5</sub> Cu <sub>8</sub> O <sub>18-δ</sub>	Sol – Gel auto- combustion	105	107

من خلال النتائج في الجدول (4-5) يتبين لنا ان درجة الحرارة الحرجة للمركب المحضر بطريقة السول – جل ذات الاحتراق التلقائي أعلى من الطريقة الاخرى والتي عندها ظهر سلوك فائقية التوصيل ، ففي المركب Y358 المحضر بطريقة تفاعل الحالة الصلبة تم الحصول على درجة حرارة حرجة (102K) و نلاحظ انخفاض المقاومية الكهربائية بصورة تدريجية حتى تصل الى درجة مقاربة للصفر .

تم التحقق من المقاومية الكهربائية للمركب Y358 والمحضر بطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي في درجات حرارة مختلفة من خلال الرسم في الشكل (4-18) ومن خلال نسبة السترات الى النترات 0.5 أي 0.5 c/n=0.5 نلاحظ انخفاض المقاومية الكهربائية بصورة تدريجية و ببطء من 300 حتى تصل الى درجة مقاربة للصفر عند ( $Tc_{(offset)}=105$ ). نلاحظ ان هنالك تغير بسيط في درجات الحرارة الانتقالية للعينة المحضرة بالطريقتين ، فمن خلال نتائج الجدول لاحظنا ان درجة الحرارة الانتقالية للعينة المحضرة بطريقة السول- جل أعلى من العينة المحضرة بطريقة تفاعل الحالة الصلبة. وان الانتقالات المتعددة في منحني المقاومية كدالة لدرجة الحرارة هو اما بسبب بعض العيوب او وجود الشوائب البلورية.

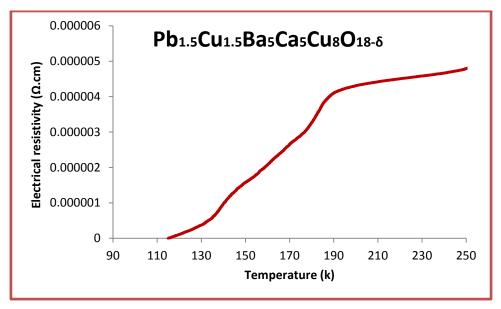
يبدو أن الزيادة في عدد مستويات  ${\rm CuO}_2$  ومواقع السلاسل  ${\rm CuO}$  لها تأثير إيجابي في قيمة درجة الحرارة الحرجة  ${\rm (T_c)}$  في المركبات التي اساسها عنصر الايتريوم  ${\rm (Y)}$ .ومن المعروف أن المور فولوجية تتأثر بشكل كبير بالخصائص الفيزيائية للموصلات الفائقة جدا. فمن المعروف أن ألاحجام الصغيرة للحبيبات تؤدي إلى إجهاد إضافي في الحدود الحبيبية وهذه الحدود هي أماكن مناسبة لمواقع العيوب والشوائب التي تؤدي لتعزيز المقاومة الكهربائية [84].

يعود التحسن في درجة الحرارة الحرجة  $(T_c)$  للمركب Y358 المحضر بطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي إلى انخفاض عدد الثقوب في سلاسل CuO نسبة إلى المركب Y358 والذي تم تحضيره بطريقة تفاعل الحالة الصلبة [79].

#### (3-4) المخاومية وحرجة الحرارة الحرجة للمركب

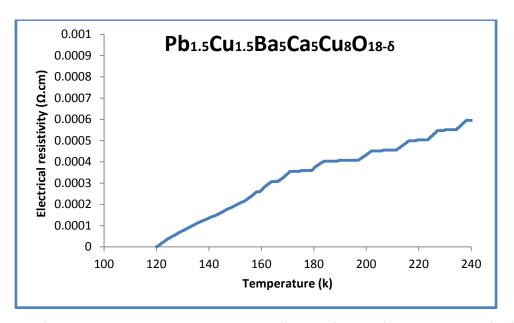
-والمحضر بطريةتي تغاغل الحالة الطبة والسول  $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$  والمحضر بطريةتي تغاغل الحالة الطبة والسول خارب الاحتراق التلقائي .

يبين لنا الشكلين (4-4) و (20-4) درجة الحرارة الحرجة للمركب يبين لنا الشكلين (19-4) و (19-4) و  $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$  و المحضر بطريقتي تفاعل الحالة الصلبة وطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي ، والتي عندها تم استبدال عنصر الايتريوم (Y) بعنصري الرصاص (Pb) والنحاس (Cu).



الشكل (4-4) درجة الحرارة الحرجة للعينة  $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$  والمحضرة بطريقة تفاعل الحالة الصلبة .

الغدل الرابع النتائج والمناقشة



الشكل (4-20) درجة الحرارة الحرجة للعينة  $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$  والمحضرة بطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي .

 $Tc_{(off)}$  الجدول (6-4) يبين درجات الحرارة الحرجة الابتدائية  $Tc_{(on)}$  والنهائية  $Tc_{(on)}$  يبين درجات الحرارة الحرجة الابتدائية والسول-  $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$  للمركب ( $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$ ) و المحضرة بطريقة تفاعل الحالة الصلبة والسول- جل ذات الاحتراق التلقائي.

المادة	الطريقة	Tc (off) (K)	Tc (on) (K)
Pb <sub>1.5</sub> Cu <sub>1.5</sub> Ba <sub>5</sub> Ca <sub>5</sub>	solid state reaction	117	132
Cu <sub>8</sub> O <sub>18-δ</sub>	Sol – Gel auto- combustion	122	142

من خلال النتائج في الجدول (6-4) يتبين لنا ان درجة الحرارة الحرجة للمركب الذي تم تحضيره بطريقة السول – جل ذات الاحتراق التلقائي أعلى من الطريقة الاخرى والتي عندها ظهر سلوك فائقية التوصيل ، ففي المركب  $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$  المحضر بطريقة تفاعل الحالة الصلبة تم الحصول على درجة حرارة حرجة (117K) و نلاحظ انخفاض المقاومية الكهربائية بصورة تدريجية حتى تصل الى درجة مقاربة للصفر.

اما درجة الحرارة الحرجة للمركب  $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$  والمحضرة بطريقة السول- جل فكانت (122K)، وكذلك ظهر عندها سلوك فائقية التوصيل ،وايضا نلاحظ انخفاض المقاومية الكهربائية بصورة تدريجية حتى تصل الى درجة مقاربة للصفر .

#### (4-4) نتائج فحوصات العولية

#### Results Of Dielectric Properties Tests

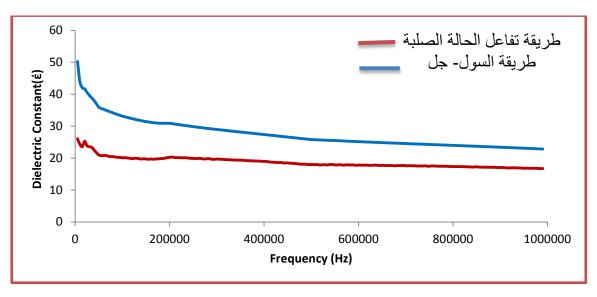
ان الخواص العزلية في المواد الصلبة تختلف بشكل كبير من مادة الى اخرى التي يكون تغير ها كدالة لكل من درجة الحرارة والرطوبة والتركيب البلوري وتردد المجال المطبق وغيرها من العوامل الخارجية [76].

تعد الخواص العزلية مهمة لكل من اشباه الموصلات والعوازل الكهربائية ، فعندما يتم وضع عازل كهربائي في مجال كهربائي خارجي ضعيف فانه يسبب استقطابا يتغير خطيا مع المجال [85] .

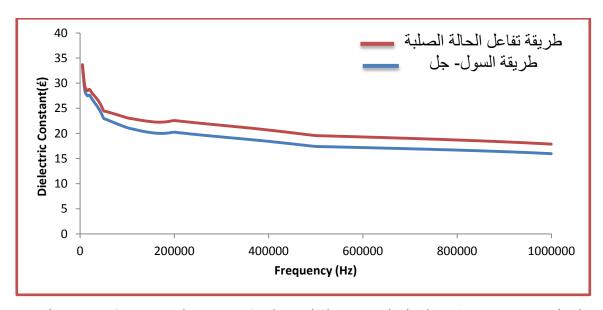
LCR- اعتمدنا في هذا العمل على قياس الخواص العزلية للعينات باستخدام جهاز (-LCR) ولمدى تردد (5KHz-1MHz) وذلك في درجة حرارة الغرفة ،وشملت القياسات (1Meter (14) أدر الحقيقي 15، ثابت العزل الخيالي 15، ظل الفقد العزلي (11) ، التوصيلية الكهربائية المتناوبة (13) وذلك باعتماد كل من المعادلات (11) 13، طرق المعادلات (13) وذلك باعتماد كل من المعادلات (14) وذلك باعتماد كل من المعادلات (15) .

، Y358 ،Y123 ، Y123 المركبات العزل المتيتي للمركبات (1-6-4) .  $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$ 

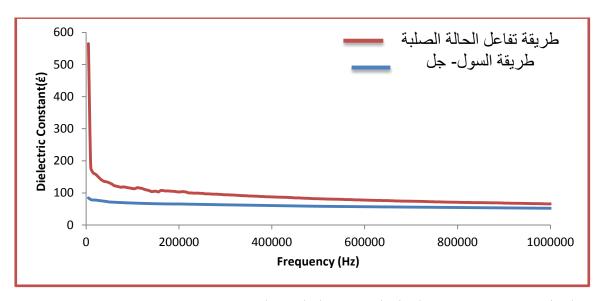
ان ثابت العزل الحقيقي (غ) يعطي مقدار جزء الطاقة المخزون ضمن المادة عند تعرضها الى مجال كهربائي خارجي. وان سلوك ثابت العزل الحقيقي في المواد الصلبة هو نقصانه بزيادة تردد المجال الكهربائي الخارجي المسلط [43] ، وان الجزء الحقيقي لثابت العزل هو مقدار الجزء المخزون من الطاقة عندما تتعرض المادة الى مجال كهربائي متناوب والاحتمال الاكثر لخزن الطاقة هو في داخل الحبيبات (Intra-granular sites) أما المادة بين الحبيبات فهي حدود نهاية البلورة وهذه المواقع تكون باتجاهات عشوائية بحيث تكون مجموع زخوم الدايبولات مساويا للصفر [86] . تبين الاشكال (4-21)،(4-22)،(4-23) تغير ثابت العزل الحقيقي كدالة لتردد العينات [86] . تبين الاشكال (4-21)،(4-22)،(6-23) تغير ثابت والمحضرة بطريقتي تفاعل الحالة الصلبة وطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي.



الشكل (4-21) تغير ثابت العزل الحقيقي كدالة لتردد العينة 123 والمحضرة بطريقتي تفاعل الشكل (4-11) الحالة الصلبة وطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي.



الشكل (4-22) تغير ثابت العزل الحقيقي كدالة لتردد العينة ¥358 والمحضرة بطريقتي تفاعل الشكل (4-21) تغير ثابت العزل الحقيقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي.



 $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$  الشكل (23-4) تغير ثابت العزل الحقيقي كدالة لتردد العينة وطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي.

الجدول (7-4) يبين نتائج ثابت العزل الحقيقي للعينات المحضرة 4123 ،  $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$  التلقائي.

المادة	έ solid state reaction		έ Sol – Gel auto- combustion	
	5KHz	1MHz	5KHz	1MHz
YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-8</sub>	50.2277	22.7772	26.0393	16.5978
Y <sub>3</sub> Ba <sub>5</sub> Cu <sub>8</sub> O <sub>18-δ</sub>	33.7055	17.8779	33.3287	15.9770
$Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5$ $Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$	564.877	65.9065	84.5154	52.1936

من خلال نتائج الجدول(4-7) نلاحظ اختلافا في قيم ثابت العزل الحقيقي للمركبات في الاشكال (4-21)، (22-4)، (23-4) والمحضرة بطريقتي تفاعل الحالة الصلبة والسول- جل ذات الاحتراق التلقائي ، اذ نلاحظ انخفاضا ملحوظا لثابت العزل الحقيقي من التردد 5KHz الى 25KHz المركبات 25KHz و 25KHz و 25KHz و 25KHz و 25KHz المركبات 25KHz و 25KHz و 25KHz و 25KHz و 25KHz المركبات 25KHz و 25KHz من التردد 25KHz و 25KHz من التردد 25KHz و 25KHz و 25KHz و 25KHz و 25KHz

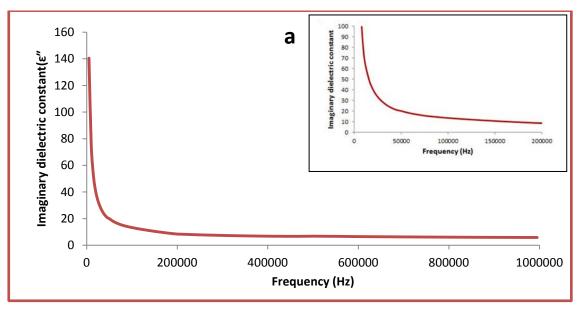
ففي التردد 1MHz نلاحظ تناقصا في ثابت العزل الحقيقي عما كان عليه عند التردد 5KHz وذلك نتيجة الغاء عمل بعض اليات الاستقطاب [43] .

ومن ملاحظة الرسم في كل من الاشكال أعلاه والتي تمثل تغير ثابت العزل الحقيقي كدالة لتردد المجال الكهربائي الخارجي المسلط للعينات المحضرة حيث نلاحظ ان ثابت العزل الحقيقي تقل قيمته مع زيادة تردد المجال الكهربائي المسلط ، من المعروف فيزيائيا فان لثابت العزل الحقيقي قيمة ابتدائية عالية ولكنها تبدأ بالانخفاض مع زيادة التردد، وسبب ذلك هو تأخر استجابة ثنائيات الاقطاب (الدايبولات) لمتابعة المجال الكهربائي المسلط عند التردد العالى ، اي ان ثنائيات الاقطاب (الدايبولات) تكون غير قادرة على متابعة التغير الحاصل في المجال الكهربائي الخارجي المسلط، ومن الملاحظ بأن قيم ثابت العزل الحقيقي هي محصلة لجميع انواع الاستقطاب (الدوراني ، الايوني ، الالكتروني ، الاتجاهي ) في الترددات الاقل من (10KHz) [87]. ولهذا فأن قيمة ثابت العزل الحقيقي تكون عالية وذلك لان ثنائيات الاقطاب (الدايبولات) تجد الوقت الكافي لتدور بأتجاه المجال الكهربائي الخارجي ، وذلك فان نسبة قيمة ثابت العزل الحقيقي العالية هي نتيجة نسبة الاستقطاب البيني العالية خاصة في المواد السير اميكية ،والتي تظهر بسبب العيوب في التشكيل او بسبب عدم التجانس في العينة او بسبب الفراغات او نتيجة وجود ذرات شائبة ،اذ انها تمثل مجموعة من الشحنات التي تتراكم في الفراغات او عند العيوب البلورية والتي تعمل على حث شحنات معاكسة مؤدية الى نشوء الدايبولات في المادة [88]. كذلك ان سبب هذا النقصان في ثابت العزل الحقيقي هو تغير طبيعة المادة ضمن المستويات الموصلة والتغير الذي يحدث في حاملات الشحنة للمركبات Y123 و Y358 و . [89]  $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$ 

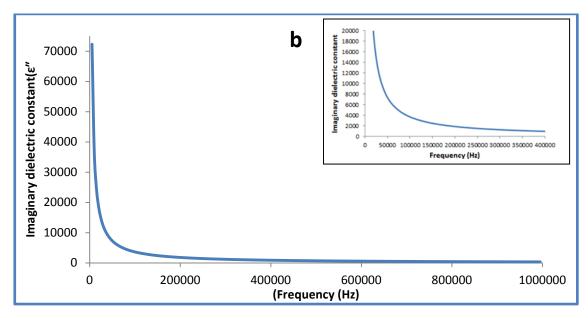
، Y358 ، Y123 بتائج فدوحات ثابت العزل الحيالي للمركبات (2-6-4) .  $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-6}$ 

يقصد بالجزء الخيالي من ثابت العزل هو امتصاص الطاقة وتشتيتها عند الفواصل (العيوب الموضعية ، الحدود الحبيبة ، وتكدس الشحنات الموضعي ) وذلك تحت تأثير المجال الكهربائي المتناوب ، ويتناقص ثابت العزل الخيالي بزيادة التردد كما هو موضح في الاشكال (4-42)، (4-25)، (4-26) التي تمثل سلوك ثابت العزل الخيالي كدالة لتردد العينات المحضرة، ونلاحظ ان الانخفاض في قيمة ثابت العزل الخيالي هو نتيجة حركة حاملات الشحنة وايضا

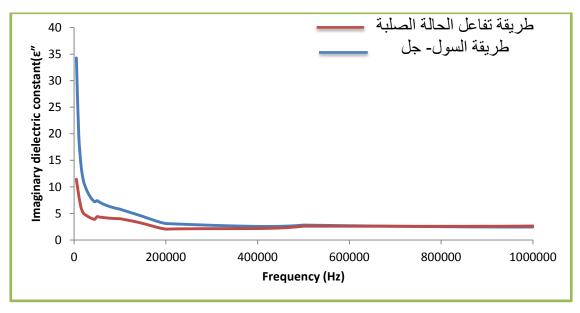
بسبب اعدادها الكبيرة خلال المادة فمن الممكن ان تقل حركتها عند تلاقي اي طور في المادة وبسبب تعدد الاطوار فمن الممكن ان تتناقص الطاقة الممتصة او المشتتة ،فلهذا نلاحظ تناقص وبسبب تعدد الاطوار فمن الممكن ان تتناقص الطاقة الممتصة او المشتتة ،فلهذا نلاحظ تناقص قيمة ثابت العزل الخيالي [90] . تبين الاشكال (4-24)، (4-25)، (4-26) تغير ثابت العزل الخيالي كدالة لتردد العينات  $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$  ، Y358 ، Y123 والمحضرة بطريقتي تفاعل الحالة الصلبة وطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي.



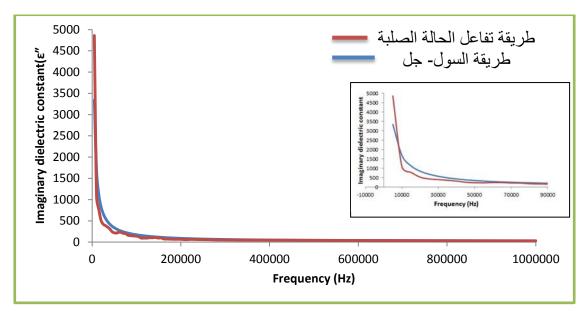
الشكل (4-42 a) تغير ثابت العزل الخيالي كدالة لتردد العينة 123 و المحضرة بطريقة تفاعل الشكل (4-42) الحالة الصلبة.



الشكل (4-42 b) تغير ثابت العزل الخيالي كدالة لتردد العينة 123 و المحضرة بطريقة الشكل (4-41 السول- جل ذات الاحتراق التلقائي.



الشكل (4-25) تغير ثابت العزل الخيالي كدالة لتردد العينة Y358 والمحضرة بطريقتي تفاعل الشكل (4-25) تغير ثابت العزل الخيالي كدالة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي.



 $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$  الشكل (26-4) تغير ثابت العزل الخيالي كدالة لتردد العينة وطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي.

الجدول (4-4) يبين نتائج ثابت العزل الخيالي للعينات المحضرة 4123 ،  $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$  بطريقتي تفاعل الحالة الصلبة والسول- جل ذات الاحتراق التلقائي.

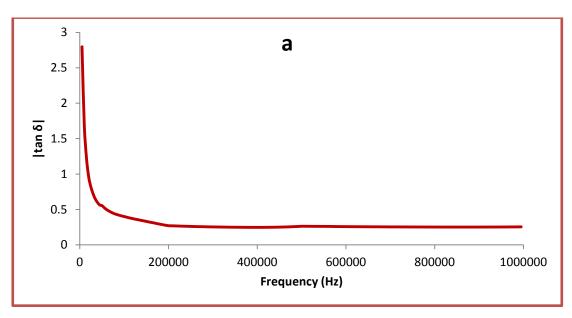
المادة	ε" solid state reaction		ε" Sol – Gel auto- combustion	
	5KHz	1MHz	5KHz	1MHz
YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-8</sub>	140.4969	5.8106	72321.65	361.0032
Y <sub>3</sub> Ba <sub>5</sub> Cu <sub>8</sub> O <sub>18-δ</sub>	11.4441	2.6535	34.2752	2.4649
Pb <sub>1.5</sub> Cu <sub>1.5</sub> Ba <sub>5</sub> Ca <sub>5</sub> Cu <sub>8</sub> O <sub>18-δ</sub>	4860	31.7762	3341	27.9230

نلاحظ من خلال نتائج الجدول (4-8) ان قيم ثابت العزل الخيالي تكون عالية عند التردد  $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$  ، Y358 ، Y123 والمحضرة بطريقتي الحالة الصلبة والسول- جل ثم تنخفض بسرعة وبمرحلة مبكرة مع زيادة التردد وصولا الى التردد 1MHz فعند الترددات العالية فان العينات التي تظهر تنبنبا مع تغير التردد فان هذا يعزى الى انتقال النظام الى حالة الفوضى ويلاحظ هذا النوع من الاختلاف موجود في العوازل ، اما في حالة انخفاض قيمة ثابت العزل الخيالي بتأثير التردد وكذلك استقرار ها عند قيم محددة وصغيرة وممكن ان تصل الى الصفر فهذا يشير الى ان ثابت العزل الخيالي يصبح مستقلا و عدم اعتماده على التردد و هذه الحالة توجد في العوازل وكذلك فان هذه الحالة تنسب الى الاستقطابية الالكترونية والايونية [91] .

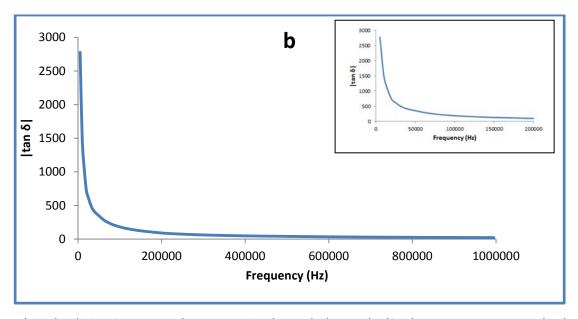
تنتج قيم ثابت العزل الخيالي نتيجة التخلف في الطور عن المجال الكهربائي المتناوب، وكذلك من الممكن ان تنتج عن التهيج الحراري والذي من الممكن أن يكون له تأثير في استقطابية المادة مما يؤثر في ثابت العزل الكهربائي ككل [92]. كذلك فان قيمة التغير في توزيع الحدود الحبيبية ضمن التركيب البلوري للمركب فسوف يؤثر بصورة كبيرة في قيمة ثابت العزل الخيالي [93].

. Y358 ، Y123 بتائج فحوصات عامل على الفقد المركبات (3-6-4). Pb<sub>1.5</sub>Cu<sub>1.5</sub>Ba<sub>5</sub>Ca<sub>5</sub>Cu<sub>8</sub>O<sub>18-6</sub>

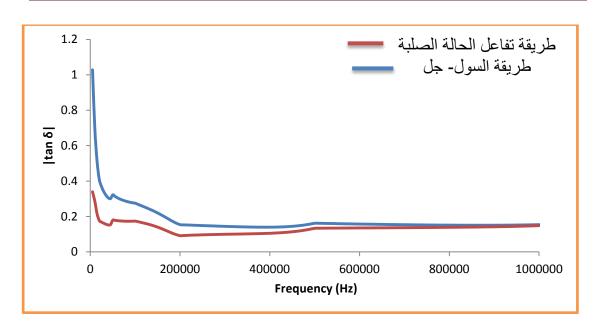
عند تسليط مجال كهربائي خارجي على أية مادة فان الطاقة المتبددة تكون على شكل حرارة في العوازل او في الموصلات لكن في المواد العزلة يكون التبدد في القدرة متغير والذي يعتمد على طبيعة المادة وشكلها الهندسي وكذلك على تردد المجال وان الخسارة في القدرة يسمى بالفقدان العزلي (Dielectric Loss) فمعنى الفقدان العزلي هو الضياع او الخسارة في القدرة تحت تأثير مجال كهربائي متناوب ، وينتج الفقدان العزلي في المادة اما بسبب تيار التسرب الي داخل المادة والناتج من زيادة تردد المجال الكهربائي المسلط او يحث نتيجة الاحتكاك الداخلي لثنائيات القطب، فمن خلال الاشكال (4-27)، (4-28)، (4-29) والممثلة بتغير ظل الفقد العزلي كدالة لتردد العينات ( $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$ ) (Y358) نلاحظ ان ظل الفقد العزلي يتناقص مع زيادة التردد لجميع العينات اذ ينتج الفقدان العزلي من التهيج الحراري والاحتكاك الذي يعمل على اعاقة توجيه ودوران ثنائيات الاقطاب (الدايبولات) مع المجال الكهربائي المسلط ،وبذلك فان زيادة التردد يزيد تيار التسرب الحجمي والسطحي والناتج من وجود الشوائب والرطوبة ، فضلا عن ذلك فان الاختلاف في قيم ظل الفقد العزلي يمكن ان يكون نتيجة اختلاف توزيع الحرارة على المادة داخل الفرن أثناء عملية التلبيد او بسبب عد تجانس توزيع الاطوار داخل المركب بسبب تغير نسب الاستبدال والاضافة [90] . تبين الاشكال (4-(27)،(28-4)) تغير عامل ظل الفقد كدالة لتردد العينات (29-4) تغير عامل ظل الفقد كدالة لتردد العينات والمحضرة بطريقتي تفاعل الحالة الصلبة وطريقة السول- جل P $b_{1.5}$ Cu $_{1.5}$ B $a_5$ Ca $_5$ Cu $_8$ O $_{18-\delta}$ ذات الاحتراق التلقائي.



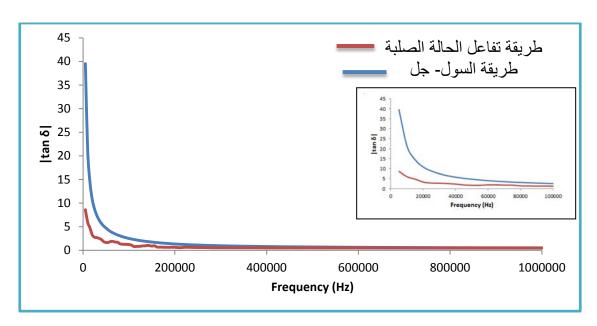
الشكل (4-27 a) تغير عامل ظل الفقد كدالة لتردد العينة 123 حيث و المحضرة بطريقة تفاعل الحالة الصلبة.



الشكل (4-42 b) تغير عامل ظل الفقد كدالة لتردد العينة 123 والمحضرة بطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي.



الشكل (4-28) تغير عامل ظل الفقد كدالة لتردد العينة Y358 والمحضرة بطريقتي تفاعل الصكل (4-18) الحالة الصلبة وطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي.



 $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$  الشكل (29-4) تغير عامل ظل الفقد كدالة لتردد العينة وطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي.

الجدول (9-4) يبين نتائج عامل ظل الفقد للعينات المحضرة 4358 ،  $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$  بطريقتي تفاعل الحالة الصلبة والسول- جل ذات الاحتراق التلقائي.

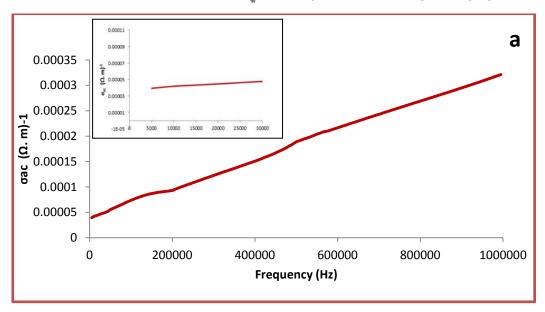
	tan δ		tan δ	
المادة	solid state reaction		Sol – Gel auto- combustion	
	5KHz	1MHz	5KHz	1MHz
YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-8</sub>	2.7972	0.2551	2777.4	21.75
Y <sub>3</sub> Ba <sub>5</sub> Cu <sub>8</sub> O <sub>18-δ</sub>	0.3395	0.1484	1.0284	0.1542
$Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5$ $Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$	8.6044	0.4821	39.536	0.5349

، Y123 بتائج فعومات التوحيلية الكمربائية المتناوبة للمركبات (4-6-4) . $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$ ، Y358

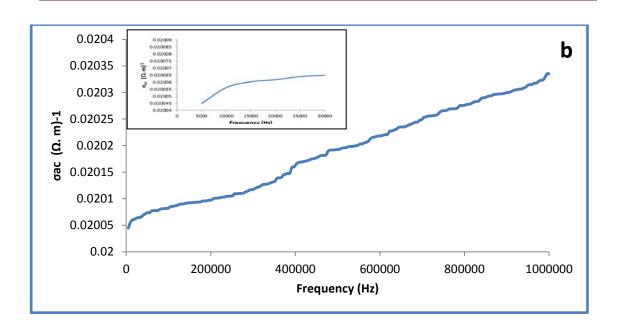
التوصيلية الكهربائية المتناوبة هي مقياس كمية الحرارة التي تتولد نتيجة الاحتكاك بين تثائيات الاقطاب (الدايبولات) اثناء دورانها في مواقعها او بسبب التصادم بين الجزيئات في المادة بتغير المجال الكهربائي المتناوب او بسبب اهتزاز الشحنات، فلهذا فان التوصيلية في العوازل لانقصد بها التوصيل الكهربائي كما في المواد الموصلة والمواد شبه الموصلة ،وانما تتصف بالقدرة المفقودة عند تسليط مجال كهربائي خارجي متناوب وهي ليست مقياس لكمية الشحنات المنتقلة خلال المادة من قطب الى آخر، وتنقسم التوصيلية الى نوعين وهي (مستمرة

ومتناوبة) حيث ان التوصيلية المستمرة تكاد تكون صغيرة جدا وانها لا تعتمد على تردد المجال الكهربائي المتناوب الخارجي المسلط ، أما التوصيلية المتناوبة فتمثل مقدار الفقدان في العازل نتيجة حركة ثنائيات القطب (الدايبولات) عند تسليط المجال الكهربائي المتناوب على المادة العازلة والتي يعبر عنه بالعلاقة ( $\sigma_{ac}=2\pi f \epsilon_0 \tilde{\epsilon}$ ) اذ نلاحظ من العلاقة اعتماد التوصيلية المتناوبة على كل من تردد المجال الكهربائي المسلط وكذلك اعتمادها على ثابت العزل الخيالي الذي يمثل امتصاص وتشتيت الطاقة تحت تأثير المجال الكهربائي المتناوب ، ومن الملاحظ بأن التوصيلية الكهربائية في المادة العازلة تنشأ من الالكترونات المنتقلة الى حزمة التوصيل بسبب تهيجها وكذلك الفجوات الموجودة في نطاق التكافؤ وتكون التوصيلية صغيرة عند الترددات الواطئة وكبيرة عند الترددات العالية [43].

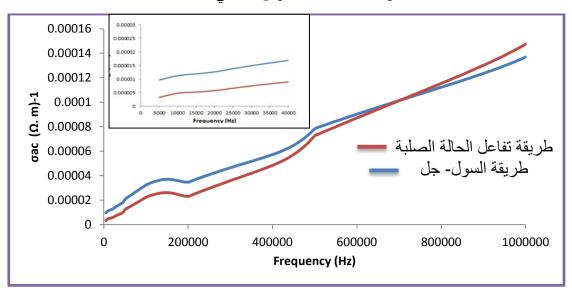
ان سبب القيمة الواطئة للتوصيلية المتناوبة  $(\sigma_{a.c})$  ممكن ان تكون نتيجة تأثير زمن التلبيد و درجة الحرارة اذ ان الزيادة لكلاهما يؤديان الى زيادة الكثافة وتناقص المسامية مما يشير ذلك الى تقليل الطاقة المتبددة بسبب الفجوات والعيوب وهذا يعني تقليل قيمة التوصيلية الكهربائية المتناوبة [91]. تبين الاشكال (30-4)، (31-4)، (31-4)0 تغير التوصيلية المتناوبة كدالة لتردد العينات (31-4)1 والمحضرة بطريقتي تفاعل الحالة الصلبة وطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي.



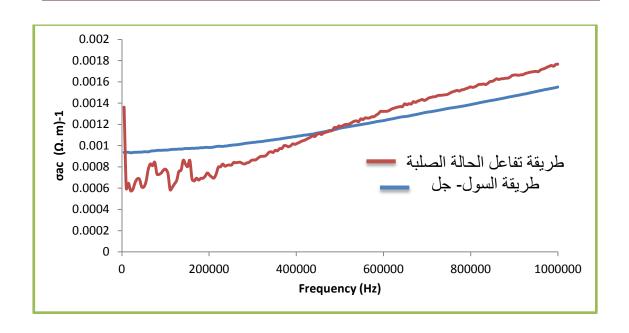
الشكل (4-30 a) تغير التوصيلية المتناوبة كدالة لتردد العينة Y123 حيث و المحضرة بطريقة تفاعل الحالة الصلبة.



الشكل (4-30 b) تغير التوصيلية المتناوبة كدالة لتردد العينة 123 حيث والمحضرة بطريقة الشكل (4-30 b) تغير التوصيلية المتناوبة كدالة لتردد العينة 123 حيث والمحضرة بطريقة الشكل (4-30 b) تغير التوصيلية المتناوبة كدالة لتردد العينة 123 حيث والمحضرة بطريقة الشكل (4-30 b) تغير التوصيلية المتناوبة كدالة لتردد العينة 123 حيث والمحضرة بطريقة المتناوبة كدالة التردد العينة 123 حيث والمحضرة بطريقة المتناوبة كدالة التردد العينة 123 حيث والمحضرة بطريقة المتناوبة كدالة التردد العينة 123 حيث والمحضرة 123 حي



الشكل (4-31) تغير التوصيلية الكهربائية المتناوبة كدالة لتردد العينة Y358 والمحضرة بطريقتي تفاعل الحالة الصلبة وطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي.



الشكل (4-32) تغير التوصيلية الكهربائية المتناوبة كدالة لتردد العينة  $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$  والمحضرة بطريقتي تفاعل الحالة الصلبة وطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي.

الجدول (4-4) يبين نتائج التوصيلية المتناوبة للعينات المحضرة Y358 ، Y123 ،  $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$  المحتراق التلقائي.

المادة	σ <sub>ac</sub> solid state reaction		σ <sub>ac</sub> Sol – Gel auto- combustion	
	5KHz	1MHz	5KHz	1MHz
YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-8</sub>	3.93*10 <sup>-5</sup>	0.0003	0.02005	0.02032
Y <sub>3</sub> Ba <sub>5</sub> Cu <sub>8</sub> O <sub>18-δ</sub>	3.21*10 <sup>-6</sup>	0.00014	9.61*10 <sup>-6</sup>	0.00013
$Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5$ $Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$	0.0013	0.0017	0.00093	0.0015

نلاحظ من خلال نتائج الجدول (4-10) ان قيم ظل الفقد العزلي تكون عالية عند التردد و نلاحظ من خلال نتائج  $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$  ، Y358 ، Y123 والمحضرة بطريقتي الحالة الصلبة والسول- جل ثم تتخفض مع زيادة التردد وصولا الى التردد 1MHz.

تغير التوصيلية الكهربائية المتناوبة ( $\sigma_{a.c}$ )، عند التردد ( $\sigma_{a.c}$ )، و المقاسة عند درجة حرارة الغرفة، اذ نلاحظ من خلال النتائج ان قيمة التوصيلية الكهربائية المتناوبة( $\sigma_{a.c}$ ) تزداد بزيادة التردد في جميع عينات المركبات ، اذ نجد ان الزيادة في قيمة التوصيلية الكهربائية المتناوبة الكهربائية المتناوبة العينات لم تتأثر بشكل كبير عند زيادة التردد ولاسيما في الترددات العالية ، وربما يعود السبب في زيادة قيمة التوصيلية الكهربائية المتناوبة( $\sigma_{a.c}$ ) بزيادة التردد للمركبات Y123 ، السبب في زيادة قيمة التوصيلية الكهربائية المتناوبة  $\sigma_{a.c}$ ) بزيادة التردد المركبات Y123 ،  $\sigma_{a.c}$ 0 بنيادة التردد المركبات Pb<sub>1.5</sub>Cu<sub>1.5</sub>Ba<sub>5</sub>Ca<sub>5</sub>Cu<sub>8</sub>O<sub>18-6</sub> ، Y358 يمن الطاقة بزيادة التردد خصوصاً ما تم ملاحظته عند الترددات العالية، وهذه الحركة ليست كحركة حاملات الشحنة أو اعادة توجيهها بين المستويات المحلية للحدود البلورية بتأثير زيادة تردد المجال الكهربائي المسلط على العينات [95]

،  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  بتائج فحص قياس معتوى الاوكسبين لكل من المركبات (7-4) .  $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$  ،  $Y_3Ba_5Cu_8O_{18-\delta}$ 

تم حساب محتوى او كسجين كل من المركبات (YBa2Cu3O7- $\delta$ ) (YBa2Cu3O7- $\delta$ ) والتي تم تحضيرها بطريقة السول- جل ذات الاحتراق (Pb1.5Cu1.5Ba5Ca5Cu8O18- $\delta$ ). أظهرت النتائج أن هناك علاقة وثيقة بين النلقائي بواسطة طريقة المعايرة (Iodometric). أظهرت النتائج أن هناك علاقة وثيقة بين درجة الحرارة الحرجة ومحتوى الأكسجين كما هو موضح في جدول رقم (11-4). وقد لوحظ هذا الارتباط من خلال نتائج درجة الحرارة الحرجة ومحتوى الأكسجين ، والذي قد يعود إلى أن زيادة ذرات الأكسجين في طبقات النحاس والتي تؤدي إلى خلق ثقوب في مستويات اوكسيد النحاس  $\delta$ 0 عما يؤدي إلى تقليل طول روابط  $\delta$ 10 درجة الحرارة الحرجة ، وان الحجم الأمثل محتوى الأكسجين ( $\delta$ 0) عندما تصل درجة الحرارة الحرجة إلى أعلى قيمة . إن الموصلات الفائقة حساسة للغاية لمحتوى الأكسجين ، ويمكن لهذا التأثير أن يغير العينة من أشباه الموصلات

الغدل الرابع النتائج والمناقشة

إلى الموصلات الفائقة أو من درجة حرجة منخفضة إلى درجة حرجة عالية دون أن تفقد تركيبتها البلورية [39].

فلهذا نلاحظ من نتائج الجدول رقم (11-4) زيادة محتوى الاوكسجين لكل من المركبات فلهذا نلاحظ من نتائج الجدول رقم (11-4) زيادة محتوى الاوكسجين لكل من المركبات ( $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ ) عن المركب ( $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$ ) الذي يمتلك اقل طبقات من اوكسيد النحاس  $Cu-O_2$  اعتمادا على المعادلة (2-13).

، Y358 ، Y123 ، بيين نتائج محتوى الأوكسجين للعينات المحضرة  $Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta}$  ، والمحتورة بالمحتورة والمحتورة التلقائي.

الطريقة	المادة	δ
السول- ج	YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-6</sub>	0.011198
السول- جل ذات الاحتر اق التلقائي	Y <sub>3</sub> Ba <sub>5</sub> Cu <sub>8</sub> O <sub>18-8</sub>	0.054857
تراق التلقائي Sol – Gel	Pb <sub>1.5</sub> Cu <sub>1.5</sub> Ba <sub>5</sub> Ca <sub>5</sub> Cu <sub>8</sub> O <sub>18-δ</sub>	0.068548

(8-4) الاستنتاجات : 8-4)

من خلال عملنا التجريبي في تحضير ودراسة كل من المركبات الفائقة للتوصيل من خلال عملنا التجريبي في تحضير ودراسة استبدال عنصر الرصاص والنحاس بعنصر  $(Y_3Ba_5Cu_8O_{18-\delta})$  ودراسة استبدال عنصر الرصاص والنحاس بعنصر الايتريوم المركب الفائق للتوصيل  $(Y_3Ba_5Cu_8O_{18-\delta})$  بطريقتي تفاعل الحالة الصلبة وطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي ، ودراسة مدى تحسن الخصائص من خلال الفحوصات المستخدمة للعينات ، تم الحصول و بنجاح على عينات فائقة للتوصيل وضمن ظروف التحضير المتوفرة للعمل ، ومن خلال النتائج التي تم الحصول عليها استطعنا ان نستنتج منها ما يلي :-

1- ان لطريقة التحضير دوراً مهماً جداً في الحصول على مركبات فائقة للتوصيل ، فمن خلال العمل كانت نتائج فحوصات المقاومية وقياس درجة الحرارة الحرجة للمركبات المحضرة بطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي أعلى من المركبات المحضرة بطريقة تفاعل الحالة الصلبة ولو بنسبة قليلة.

- 2- كان لطول زمن التلبيد لاسيما عند اضافة المركب اوكسيد الزئبق (HgO) الى المركبات Y123 و Y358 اثر كبير في تحسن وتشكيل المركب من خلال ادخال طبقات اضافية من أوكسيد النحاس (CuO) والمسؤولة عن انتقال ازواج كوبر في الموصلات الفائقة داخل التركيب الطبقى.
- $Y_{a}$  واثر  $Y_{a}$  واثر  $Y_{a}$  واثر المركب  $Y_{a}$  واثر كان لزيادة نسب كل من العناصر  $Y_{a}$  واثر كبير في تحسين الخصائص الكهربائية ودرجة الانتقال الحرجة .
- (Pb) عنصر (Y) بعنصري الرصاص (Pb) عنصر الايتريوم (Y) بعنصري الرصاص (Pb) والنحاس (Cu) في المركب (Cu) له أثر ايجابي في تحسن درجة الانتقال الحرجة .
- 5- أظهرت بيانات ونتائج حيود الاشعة السينية XRD بأن المركبات Y123 و Y358 تمتلك التركيب المعيني القائم (Orthorhombic) ، وان استبدال عنصر الايتريوم (Y) بعنصري الرصاص (Pb) والنحاس (Cu) فان التركيب تغير ليصبح رباعي قام (Tetragonal) .

#### **Future Studies**

### الدراسات المستقبلية (9-4)

- (1) نقتر ح تحضير متراكبات من المواد التي تم تحضير ها ( $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ ) ، نقتر ح تحضير المواد التي تم تحضير ها ( $Pb_{1.5}$   $Cu_{1.5}$   $Ba_5$   $Ca_5$   $Cu_8$   $O_{18-\delta}$ ) ، ( $Y_3Ba_5Cu_8O_{18-\delta}$ ) بطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي ودر اسة خصائصها الكهر بائية والتركيبية .
- والذي (Pb<sub>1.5</sub> Cu <sub>1.5</sub> Ba<sub>5</sub> Ca<sub>5</sub> Cu<sub>8</sub> O<sub>18- $\delta$ </sub>) والذي (2 تم تحضيره بطريقة السول جل ذات الاحتراق التلقائي .
  - (3) تحضير ودراسة تأثير استبدال عنصر الرصاص (pb) بعنصر الثاليوم (Tl) للمركب ( $Pb_{1.5}$  Cu  $_{1.5}$  Ba $_5$  Ca $_5$  Cu  $_{18-\delta}$ )



References

References الماحر

1. Z.M.Galasiewicz, "Superconductivity and Quantum Fluids" Vol.29, Pergamon ress Warszawa ,1970.

- 2. S. Lundqvist, "Physics 1901-1921", World Scientific, 1998
- 3. N. B. Kopnin "Introduction to the Theory of Superconductivity" Helsinki University of Technology, P 5, 2009.
- 4. W.Meissner and R.Ochsenfeld, "Ein neuer effekt bei eintritt der supraleitfähigkeit", Naturswiss chaften, Vol.21(44), pp787-788, 1933.
- 5. C. P. Poole, Jr. H.A. Farach," Superconductivity", Elsevier Ltd,2th edition, P 409, 2007.
- 6. F. London, "Superfluids," Wiley, New York, Vol. 1, 1950.
- 7. J.Bardeen, L.NCooper and J.R.Schrieffer, "Theory of Superconductivity", Phys.Rev., V108, p1175, 1957.
- 8. B.D.Josephson, "Possible new effects in superconductive tunneling", Physics letters, Vol.1(7),pp 251-253, 1962.
- B. A. Aljurani, "Characterization and Properties of the Superconducting Hg<sub>1-x-y</sub> Tl<sub>x</sub>Pb<sub>y</sub>Ba<sub>2</sub>Ca<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>8+δ</sub> System ", Ph.D., University of Baghdad college of Education for Pure Science (Ibn Al-Haitham),2007.
- 10.J. G. Bednorz, K. A. Müller ,"Possible highT c superconductivity in the Ba- La- Cu- O system", Zeitschrift für Physik B Condensed Matter, Vol.64(2), pp189-193, 1986.
- 11.M.K.Wu,J.R.Ashburn,C.J.Torng,P.H.Hor,R.L.Meng,L.Gao,Z.J.Hu ang,Y. Q.Wang and C.W.chu, "Superconductivity at 93 K in a new Mixed-Phase Y-Ba-Cu-O Compound System at Ambient Pressure", Phys.Rev.Lett., V.58, p.908, 1987.

- C. W. Chu, L. Gao, F. Chen, Z. J. Huang, R. L. Meng, and Y. Y. Xue, "Superconductivity above 150 K in HgBa<sub>2</sub>Ca<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>8+ δ</sub> at high pressures". Nature, Vol.365(6444), p323, (1993).
- 13. J . Zhao ," One Gap. Two Gaps. Universality in High Temperature Superconductors", PhD. thesis Dept. Physics , Graduate College , University of Illinois at Chicago, 2012.
- 14. D. Marguillier, R. Cloots, A. Rulmont, J.F. Fagnard, P. Vanderbemden and, M. Ausloos, "YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub> tapes prepared by sol–gel deposition techniques: microstructure and structural characterizations". Physica C: Superconductivity, Vol.372, pp.715-718, 2002.
- 15. G.Y. Zhao, H.L. Zhang, R.Z. Xue, Y.Q. Chen and L. Lei, "Preparation of YBCO Superconducting Films by Sol-Gel Process". In Materials Science Forum, Trans Tech Publications, Vol. 546, pp2007-2010, 2007.
- 16. K. A. Jassim, "Superconducting Properties of  $Hg_{0.8}Cu_{0.15}Sb_{0.05}Ba_2Ca_2Cu_3O_{8+\delta}$  Ceramic with Controlling Sintering Conditions", Journal of superconductivity and novel magnetism, Vol 25, pp 1713-1717, (USA), Issue 6, 2012.
- 17. M. Sahoo, and D. Behera, "Study of YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-8</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composite for Structural and Electrical transport Property". International Journal of Scientific and Research Publications, Vol. 2(9), pp1-6, 2012.
- 18. D. A. Landínez-Téllez, J. Roa-Rojas, and Peña-Rodríguez," Structural and magnetic properties of YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub>/BaZrO<sub>3</sub> composites", Materials Research, Vol.16(5), pp1002-1005, G, 2013.
- 19. J. L. Pimentel, D. M. Buitrago, I. Supelano, C. P. Vargas, F. R. Mesquita, and P. Pureur, "Synthesis and Characterization of the

- Superconductors Y  $_3$  Ba  $_5$  Cu  $_{8-x}$  Fe  $_x$  O  $_{18}$  (0.0597 $\leq$  x $\leq$  0.1255)", Journal of Superconductivity and Novel Magnetism, Vol 28(2), pp509-512, . 2015.
- 20. B. A. Howe, "Crystal structure and superconductivity of YBa2Cu3O7-x", M.Sc. Thesis, Minnesota State University, Mankato, 2014.
- 21. C. Mahto ,"Synthesis and characterization of YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-x</sub> superconductor", M.Sc. thesis Dept. Physics and astronomy, National Institute of Technology, Rourkela, Odisha, 2015.
- 22. M. Colie, D. Mihăiescu, A. Surdu, A. Ficai, D. Istrati, And E. Andronescu, "Sinteza YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub> Prin Reacţie De Autocombustie Modificată Synthesis Of YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub> By a Modified Autocombustion Method", Revista Română de Materiale/Romanian Journal of Materials, Vol.46(3), pp369-374, 2016.
- 23. İ. Düzgün, "The investigation of the lattice strains and crystallite sizes of Y358 and Y123 high-temperature superconductors", Turkish Journal of Physics, Vol.42(4), pp378-385, 2018.
- 24. S. H. Mahdi, "Synthesis and Study Strutural, Electrical and Mechanical Properties of Composite Superconductor", Ph.D., University of Baghdad college of Education for Pure Science (Ibn Al-Haitham),2015.
- 25. M. A. Omer, "Elementary Solid State Physic" (Superconductivity Ch.10) Addison-Wesley ,1974.
- 26. C. Dong, J. K. Liang, G. C. Che, S. S. Xie, Z. X. Zhao, Q. S. Yang, ... and G. R. Liu, "Superconductivity and crystal structure in

- the La-Ba-Cu-O system", Physical Review B, Vol.37(10), p5182, 1988.
- 27. H.P.Myers, "Introductory to Solid State physics" (Superconductivity Ch.13), Taylar and Francis ,1990.
- 28. A.C.Rose-Innes and E.M.Rhoderick, "Introduction to Superconductivity", McGraw-Hill, New York, 1978.
- 29. K. Kumar, T. Sreekanth, "Solid State Physics", Ch 10, pp214-216, 2005.
- 30. A. Khoryushin, "Improvement of current-carrying capabilities of high-temperature superconducting thin films and heterostructures", Ph.D. thesis, p8, 2011.
- 31. W. D. Callister and D. G. Rethwisch," Fundamentals of Materials Science and Engineering An Integrated Approach"3rd (edition, John Wiley & Sons, Inc.pp750-751, 2008.
- 32. R. Wesche, "Physical Properties of High-Temperature Superconductors", John Wiley and Sons, Ltd (2015).
- 33. S.O.Pillai, "Solid State Physics", Revised and Enlarged Edition, New Age International (p) Limited 1995.
- 34. A.Maqsood and M. Maqsood, "Proceeding of the International Workshop held at Rajshahi University", Bangladesh, edited by AKMA Islam, 1996.
- 35. V. Z. Kresin and S. A. Wolf, "Fundamentals of Superconductivity", Ch. 1, Plenum Press, New York, 1990.
- 36. V. L. Ginzburg and L. D. Landau, "Phenomenological theory", JETP(USSR), Vol.20, p1064, 1950.
- 37. S. Acharya, "Studies on Superconductor Nano Composite of Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>8</sub>/BiFeO<sub>3</sub>", (Doctoral dissertation), National Institute of Technology Rourkela, Odisha, 2012.

- 38. S. Mishra, "Synthesis And Characterization of Superconductors composite  $Bi_2Sr_2Ca_1Cu_2O_8/La_{0.85}Sr_{0.15}MnO_3$ ", Ph.D National Institute of Technology, Rourkela, India, 2012.
- 39. M. A. Ali, "Preparation and studying of radiation effect on  $Bi_{2-x}Pb_xSr_2Ca_{n-1}Cu_{n-y}Ni_yO_{2n+4+\sigma}$  high temperature superconductor", M.Sc. thesis, University of Baghdad college of Education for Pure Science (Ibn Al-Haitham), 2018.
- 40. C.S. Waing, "Electronic structure, Lattice Dynamics and magnetic Interations in High temperature Superconductivity", W. Lynn, springe 1990.
- 41. L. A. Mohammed, "Study and Compare Influence of the Partial Substitution of Cooper Nickel on the Physical Properties of Superconducting Compound", Ph.D., University of Baghdad college of Education for Pure Science (Ibn Al-Haitham), 2018.
- 42. 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 Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>Ca<sub>2-x</sub>Cd<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>10+δ</sub> System ", M.Sc. thesis, University of Baghdad college of Education for Pure Science (Ibn Al-Haitham), 2015.
- 43. H. Sahi, "Preparation and study the effective of addition In and La) on Bi<sub>2-x</sub>In<sub>x</sub>Sr<sub>2</sub>Ca<sub>2</sub>Cu<sub>3-y</sub>La<sub>y</sub>O<sub>10+δ</sub>) superconductor compound," Ph.D. University of Baghdad college of Education for Pure Science (Ibn Al-Haitham), 2017.
- 44. C. Kittel, "Introdution to solid state physics", 4th ed, John Wiley and Sons, 1971.
- 45. M.S. Subedi, "Superconductivity and Cooper Pairs", Himalayan Physics, Vol. 6 and 7, pp.104-107, 2017.

- 46. E. Maxwell, "Isotope effect in the superconductivity of mercury", Physical Review, Vol.78(4), p477, 1950.
- 47. S. Komaki, Y. Kourogi, T. Murano, A. Furushima, S. Maeda, Y. Sawada, B. Saya, Q. T. Meng, T. Tsuneoka, F. Ichikawa, K. Itoh;" Effect for Inhomogeneity by Pb Substitution on (Bi<sub>1-y</sub>Pb<sub>y</sub>)<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>Ca<sub>1-x</sub>Y<sub>x</sub>Cu<sub>2</sub>O<sub>8+δ</sub> Single Crystals",Materials Sciences and Applications, Vol.3, pp829-832, 2012.
- 48. N. Q. Fadhil, "Study the Effect of (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>,Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>,SrO) Substatution on the Structural and Electrical Properties of the HgBa<sub>2</sub>Ca<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>8+δ</sub> Superconductor Compound," M.Sc. thesis, University of Baghdad college of Education for Pure Science (Ibn Al-Haitham), 2016.
- 49. J. W. Lynn, "High Temperature Superconductivity", Springer-Verlag, 1990.
- 50. A. K. Saxena," High-Temperature Superconductors", 2nd Edition 2012.
- 51. G. Giorgi, J. I. Fujisawa, H. Segawa, and K. Yamashita, "Small photocarrier effective masses featuring ambipolar transport in methylammonium lead iodide perovskite: a density functional analysis", The journal of physical chemistry letters, Vol.4(24), pp4213-4216, 2013.
- 52. J. D. Jorgensen, M. A. Beno, D. G. Hinks, , L. Soderholm, K. J. Volin, R. L. Hitterman and M. S. Kleefisch, "Oxygen ordering and the orthorhombic-to-tetragonal phase transition in YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-x</sub>", Physical Review B, Vol.36(7), p 3608, 1987.
- J. J. Capponi, C. Chaillout, A. W. Hewat, P. Lejay, M. Marezio,
   N. Nguyen, B. Raveau, J. L. Soubeyroux, J. L. Tholence and R.
   Tournier, "Structure of the 100 K superconductor Ba2YCu3O7

- between (5÷ 300) K by neutron powder diffraction" Europhys. Lett. Vol.3, p1301, 1987.
- 54. J. M. Tranquada, S. M. Heald, A. R. Moodenbaugh, and Youwen Xu, "Mixed valency, hole concentration, and Tc in YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>6+ x</sub>", Phys. Rev B, Vol. 38, p8893 ,1988.
- 55. R. J. Cava, A. W. Hewat, E. A. Hewat, B Batlogg, M. Marezio, K. M. Marezio, K. M. Rabe, J. J. Krajewski, W. F. Peck, Jr., and L. W. Rupp, Jr.," Structural anomalies, oxygen ordering and superconductivity in oxygen deficient Ba2YCu3Ox", Physica C, Vol.165, pp419-433, 1990.
- S.I. Kim,"The Critical Current Density of YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-x</sub> Coated Conductors", Ph. D. Thesis, University of Wisconsin, Madiso, 2007.
- 57. N.B.Mahmood," Preparation and Characterization of Ferroelectric Compound Like Ba<sub>x</sub>Sr<sub>1-x</sub>TiO<sub>3</sub>", MSc, Department of physics, College of Science, Al-Nahrain University, 2012.
- 58. M. Basa, "Synthesis & Characterization of Silica Coated Iron oxide Nanoparticles by Sol-Gel Technique ",MSc,National Institute of Technology, Deemed University 2009.
- 59. P. Kumari, "State-of-theArt of Lead Free Ferroelectrics: A Critical Review", Advanced Materials Letters 6, Vol. 6, pp453-484, 2015.
- 60. O.V.Uche, "Sol-gel Technique: A Veritable Tool for Crystal Growth", J. Advances in Applied Science Research, Vol.4, ,pp.506-510, 2013.
- 61. A. Sutka, "Sol-gel Auto-Combustion Synthesis of Spinel-Type Ferrite Nano materials", J. Mater. Sci., Vol. 6, pp128-141, 2012.

- 62. B. A. W. Aljurani, "charectarization and properties of Hg1-x-yTlxPbyBa2Ca2Cu3O8+δ system, system," Ph.D. Thesis , University of Baghdad , College of Scince B, 2007.
- 63. E. K. A. Albeyaty, "Effect of n Variation on  $T_c$  of  $(Hg_{0.8}Tl_{0.2})Ba_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+2+\delta}$  compound, compound," MS.C. Thesis , University of Baghdad , College Of Scince, 2007.
- 64. K. Likharev, "Dynamics of Josephson junctions and circuits", Gordon and Breach science publishers, 1986.
- 65. K. Kitazawa, T. Ishiguro, "Advances in Superconductivity" Proceedings of the 1st International Symposium on Superconductivity (ISS '88), 1988.
- 66. A. R. M. Al-sarraf "Preparation and Study of a Superconducting Composite Based on Superconducting Ceramic System" progress in industrial Ecology-An Internetional Journal, accepted for publishing, 2019.
- 67. K. Sugioka, M. Meunier, and A. Piqué, eds., "Laser Precision Microfabrication", Springer, ,Vol. 135, 2010.
- 68. M. G. Yousif ,"Solid state physics", Vol.1, Ministry of Higher Education Printing presses , 1987.
- 69. F. I. H. Qader," Structure Rietveld Refinement Study of BaCo<sub>x</sub>Ti<sub>x</sub>Fe<sub>12-2x</sub>O<sub>19</sub> ferrite Using Powder XRD Analysis ",Ibn Al-Haitham Jour. for Pure & Appl.Sci, Vol.27(2), pp70-77, 2014.
- 70. V. S. Vinila, "XRD Studies on Nano Crystalline Ceramic Superconductor PbSrCaCuO at Different Treating Temperatures", Crystal Structure Theory and Applications, Vol.(3), pp1-9, 2014.
- 71. Y. T. Prabhu," X-Ray Analysis by Williamson-Hall and Size-Strain Plot Methods of ZnO Nanoparticles with Fuel Variation", World Journal of Nano Science and Engineering, Vol.(4), pp21-28, 2013.

- 72. E. K. A. Albeyaty , "Effect of n variation on  $T_c$  of  $(Hg_{0.8}Tl_{0.2})Ba_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+2+\delta}$  compounds" , MS. Thesis ,Baghdad University , College of Science , 2007.
- 73. V.Raghavan,"Material Science and Engineering", 5thed,New Delhi, p 414, 2010.
- 74. السعدي لؤي جعفر خضر عباس، "تحضير مسحوق الفضة النانوية بطريقة السول جل ودراسة خصائصها التركيبية "رسالة ماجستير ،جامعة بغداد ،كلية التربية للعلوم الصرفة قسم الفيزياء، 2014.
  - 75. W. Ciesielski and R. Z. Zewski " Iodimetric Tiration of Sulfur Compounds in Alkaline Medium " chem . Anal , Vol. 51 , p 653 , 2006.
  - 76. A. Aliabadi, Y.A. Forshchi, M. Akhavan, Anew Y-based HTSC with Tc above 100 K. Physica C: Superconductivity and its applications Physica C, Vol.469(22), pp.2012-2014, 2009.
  - 77. A. Tavana and M. Akhavan, "How T<sub>C</sub> can go above 100 K in the YBCO family" Eur Phys. J. B, Vol.73(1), pp.79-83, 2010.
  - 78. S.P.K. Naik, M. Santosh and, P.S. Raju, "Structural and Thermal Validations of Y<sub>3</sub>Ba<sub>5</sub>Cu<sub>8</sub>O<sub>18</sub> Composites Synthesized via Citrate Sol-Gel Spontaneous Combustion Method", Journal of Superconductivity and Novel Magnetism, Vol.31(5), pp.1279-1286..
  - 79. S. Gholipour, V. Daadmehr, A.T. Rezakhani, H. Khosroabadi, F.S. Tehrani and, R.H. Akbarnejad, "Y358 against Y123 structural phase in a Y-based superconductor", Journal Supercond Nov Magn, Vol.25, pp2253–2258, 2012.
  - 80. I. K. Batttisha," Structural, Magnetic and Dielectric Properties of Fe-CoCo-Doped Ba<sub>0.9</sub>Sr<sub>0.1</sub>TiO<sub>3</sub> Prepared by Sol-Gel Technique", New Journal of Glass and Ceramics, Vol. 4, pp 19-28, 2014.

- 81. O. Chmaissem, Q. Huang, E. V. Antipov, S. N. Putilin, M. Marezio, S. M. Loureiro, ... and, A. Santoro, "Neutron Powder Diffraction Study at Room Temperature and at 10 K of The Crystal Structure of The 133 K Superconductor HgBa<sub>2</sub>Ca<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>8+δ</sub>". Physica C: Superconductivity, Vol.217(3-4), pp 265-272, 1993.
- 82. H. Minami, H. Uwe, "Mobility of positive holes in YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-y</sub>-Effects of oxygen deficiency and light irradiation", Physica C, Vol. 282, pp 1193-1194, 1997.
- 83. U. Topal, M. Akdogan, "Structural and Superconducting Properties of YBaCuO Superconductors at Different atomic Compositions", Journal. Alloys Compd, Vol. 503(1), pp.1-5, 2010.
- 84. A.O. Ayaş, A. Ekicibil, S.K. Çetin, A. Coşkun, A.O. Er, Y. Ufuktepe, T. Fırat and, K. Kıymaç, " The Structural, Superconducting and Transport Properties of The Compounds Y<sub>3</sub>Ba<sub>5</sub>Cu<sub>8</sub>O<sub>18</sub> and Y<sub>3</sub>Ba<sub>5</sub>Ca<sub>2</sub>Cu<sub>8</sub>O<sub>18</sub>". Journal of superconductivity and novel magnetism, Vol. 24(8), pp 2243-2252, 2011.
- 85. J.D. Patterson, B.C. Bailey, "Solid-State Physics ",Springer ,p 509, 2007.
- 86.A.J. Kareem,N.F. Rihab, H.M.Shatha,"A study of the Structural, Mechanical and Dielectical Properties of LaBaCu<sub>2</sub>O<sub>y</sub>", IREPHY, Vol(8), N.3, 2014.
- 87. W.B. Michel: "Fundamentals of Ceramics", International Editions, The McGraw-Hill companies, Inc. New York. 1997.
- 88. M.Tinkham and C.J. Lobb, "Physical properties of the new superconductors. In Solid State Physics", In Solid State Physics, Vol.42, pp91-134, 1989.
- 89. S. F. Oboudi, M. Q. M. AL-Habeeb, "Dielectric and Transport Properties of Ag Nanoparticles added Bi<sub>1.7</sub>Pb<sub>0.3</sub>Sr<sub>2</sub>Ca<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>10+δ</sub> Superconductor Compound", AARJMD, Vol.3, Issue. 3, 2016.

- (La) و علي جاسم و حيدر حسين صاحي", الاستبدال الجزئي بعنصر اللانثانيوم (Bi $_2$ Sr $_2$ Ca $_2$ Cu $_3$  و اثره على الخصائص العزلية للنظام فائق التوصيل الكهربائي الخصائص عشر العدد  $_x$ La $_x$ O $_{10+\delta}$ ) (BSCCO) الثاني/علمي، ص $_x$ 18 محلة جامعة كربلاء العلمية، المجلد الخامس عشر العدد الثاني/علمي، ص $_x$ 18 محلة جامعة كربلاء العلمية، المجلد الخامس عشر العدد الثاني/علمي، ص $_x$ 18 محلة جامعة كربلاء العلمية المجلد الخامس عشر الثاني/علمي، ص
  - 91. R. Choudhary, R. Palai, S. Sharma," Structural, Dielectric and Electrical Properties of Lead Cadmium Tungstate Ceramics", Materials Science and Engineering, B, Vol.77(3), pp. 235–240, 2000.
  - 92. Y. Hussin, M. sgh r, M. nzoor, S. J ved, "AC-field Frequency Response of  $Cu_{0.5}Tl_{0.5}Ba_2(Ca_{2-q}Mg_q)Cu_3O_{10-\delta}$  Bulk Supercondutor", Journ 1 of Super conductivity and Novel Magnetism, Vol.24,Issue 4, pp.1327-1332, 2011.
  - 93. W.Ryan, "Clay Sand Ceramic Raw Material", Applied Science publishe -rs LTD ,Londan, 1979.
  - 94.I.J. Mccolm, "Ceramic Science for Materials Technologies", Leonard Hill, New York, 1983.
  - 95.M. M. Najim, "Synthesis and Study the Structural and Physical Properties of Nano-BaTiO<sub>3</sub>", PhD, University of Technology ,Department of Applied Sciences , 2013.

#### **Abstract**

In this work, both  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  and  $Y_3Ba_5Cu_8O_{18-\delta}$  superconductors were prepared in solid state reaction and and sol- gel auto-combustion reactions, the study of the improvement of structural and electrical properties for two compounds, Replace the element (Y) by lead (Pb) and copper (Cu) of the compound  $(Y_3Ba_5Cu_8O_{18-\delta})$  on the structural and electrical properties to obtain about the compound  $(Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta})$  by preparing for both solid state and auto-combustion reactions.

Initially, the samples were prepared in solid state reaction by using appropriate weights of powder oxides. These powders were mixed with a two-hour by agate mortar and the powder mixture was compressed using the hydraulic piston under a load (7ton) for (3) minutes and weighed (2g), The samples were sintered at a temperature of (850°C) for (24 hr) and a heating rate of (5 °C / min) to ensure the propagation process and to obtain a coherent material and then to cool the samples at the same rate of heating.

In the second stage, the samples of the above compounds were prepared sol- gel auto-combustion method. Yttrium oxide, nitric acid, lead nitrate, copper nitrate, calcium nitrate, barium nitrate, and citric acid were used with suitable weight, The resulting powder was obtained from the incineration process, which was burned for (4 hr). The powder was then weighed and compressed under a load (7ton) for (3) minutes and weighed (2g). The nanocrystalline powder obtained from the burning process The samples were sintered at (850°C) for (48 hr) after adding a suitable amount of HgO powder for YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub> and Y<sub>3</sub>Ba<sub>5</sub>Cu<sub>8</sub>O<sub>18-δ</sub> to add and arrange the oxygen inside the installation.

The results of x-ray diffraction tests (XRD) were analyzed. Both the type of structure and the (a ,b , c) and the size of the cell unit were determined and the size of the crystal was determined by Debye Scherer and Williamson-hall Where the results indicate that the compounds (Y123) and (Y358) have the existing structure of the existing (Orthorhombic) by the two methods. The compound (Pb<sub>1.5</sub>Cu<sub>1.5</sub>Ba<sub>5</sub>Ca<sub>5</sub>Cu<sub>8</sub>O<sub>18- $\delta$ </sub>) has tetragonal structure and is prepared in both methods, it was also found that the size of the crystal calculated by the Williamson-Hall equation is

slightly larger than that calculated by the Scherer equation (Debye-Scherer) and for both methods. The surface of the samples was examined by the electronic scanner (SEM) of the compounds (YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub>) and (Y<sub>3</sub>Ba<sub>5</sub>Cu<sub>8</sub>O<sub>18-δ</sub>) prepared by the sol-gel method auto- combustion, the particle size was a few microns. The electrical resistivity was measured and the critical transition temperature at which zero electrical resistivity was determined ( $\rho = 0$ ). The results showed that the compound  $(Pb_{1.5}Cu_{1.5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18-\delta})$  possessed the highest critical temperature (122k) prepared by the sol-gel with combustion method. The compounds Y123 and Y358 possess critical temperatures (95k, 105k), respectively, and are prepared in the sol-gel method with auto- combustion method, Dielectric constant (real & imaginary) ,loss tangent and alternating electrical conductivity) were studies by examining the LCR-Meter at room temperature of the frequency and range (5KHz - 1MHz) and the effect of substitution on these properties ,where the results showed that the dielectric constant (real & imaginary) ,Loss tangent for all the compounds that were prepared decreased with increasing frequency and both methods. The alternating conductivity increases with increasing frequency of the same prepared samples for both methods. Finally, the oxygen content of each of the prepared compounds was measured and measured by auto-combustion method. We note the compound  $(Pb_{1\cdot 5}Cu_{1\cdot 5}Ba_5Ca_5Cu_8O_{18\cdot \delta})$  has the highest oxygen content of the other two compounds (0.068548). The compounds (Y123) and (Y358) have oxygen content(0.011198, 0.054857) respectively.

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



# Preparation of superconducting Y-Ba-Cu-O compounds and study their structural and electrical properties

A thesis submitted to The Council of the College of Education for Pure Science (Ibn Al-Haitham)

University of Baghdad as a Partial Fulfillment of Requirements for Degree of Master in the Physics Science Submitted by the student

#### Marwa Waleed Abdul Rahman

Supervised by Ass. Prof. Dr. Farouq Ibrahim Hussain

1440 A.H.

2019 A.D.