



جامعة قاصدي مرياح ورقلة

كلية الرياضيات وعلوم المادة

قسم الفيزياء

مذكرة ماستر أكاديمي

مجال: علوم المادة

شعبة: فيزياء

تخصص: فيزياء المواد

من إعداد الطالبين: تريش رحمة - تريش الهام

العنوان:

## تحضير وتشخيص الطور $Bi-2212$ المطعم باللانتانيوم

نوقشت علنا بتاريخ: 15 / 06 / 2022

أمام اللجنة المكونة من الأساتذة:

رئيساً

أستاذ مساعد أ

بوراس ناصر

مناقشاً

أستاذ مساعد أ

بعطوش منى

مشرفة

أستاذ محاضر أ

بلعكروم كريمة

السنة الجامعية 2022/2023



## الإهداء

لحمد لله وكفى والصلاة على الحبيب المصطفى وأهله ومن وفى اما بعد:

الحمد لله الذي وفقنا لثمين هذه الخطوة في مسيرتنا الدراسية بمذكرتنا هذه ثمرة الجهد والنجاح بفضلته  
تعالى مهداة الى الوالدين الكريمين حفظهما الله وادامهما نورا لدرينا.

لكل اخواتنا الذين ساندونا: صبرين، صفاء ومروة، بيان، اسيل

الى رفيقات المشوار اللاتي قاسمنا لحظاته رعاهم الله ووفقهم: الضاوية وحسناء وكريمة.

والى الزميل عبد العزيز

الى كل من كان لهم أثر على حياتنا

الهام ورحمة



## تشكرات

نشكر الله سبحانه وتعالى ونحمده على توفيقنا الى ما سعينا اليه، فإننا ما كنا بالغين ما بلغنا الى بفضلته وعظيم كرمه.

فيطيب لنا بعد شكر الله عز وجل ان نتقدم بالشكر وعظيم الامتنان والتقدير الى استاذتنا الفاضلة "بلعكروم كريمة" لتفضلها مشكورة بالإشراف على هذه الرسالة داعين الله تعالى ان يمتعها بوافر الصحة والعافية وجزاها الله كل خير.

كما نتقدم بالشكر والاحترام للسادة أعضاء اللجنة المناقشة الموقرين الأستاذة الفاضلة "منى بعطوش" كمناقشة والأستاذ الفاضل "ناصر بوراس" كرئيس على ما ابدوه من ملاحظات ومقترحات قيمة تثري رسالتي.

عندما يكون العمل رائعا والعطاء مميزا سيصبح الشكر واجبا والثناء للجهد لازما: الأستاذ ميموني مراد يسرني ان أتقدم لك بوافر الشكر والتقدير لكل ما قدمته لنا اسأل الله تعالى ان يبارك في جهودك ويسدد على درب الخير خطاك.

كما نتقدم بالشكر الى مخبر استغلال وتثمين المصادر الطاقوية الصحراوية (LEVRES) جامعة الشهيد حمه لخضر بالوادي.

والى مركز (CRAPC) جامعة قاصدي مرباح ورقلة

الهام ورحمة

I.....	الاهداء
II.....	التشكرات
III.....	فهرس المحتويات
VI.....	فهرس الاشكال
VIII.....	فهرس الجداول
IX.....	فهرس الرموز والمصطلحات
2.....	المقدمة العامة
4.....	مراجع المقدمة العامة

### الفصل الأول: عموميات حول النواقل الفائقة وتطعيمها

6.....	1 مقدمة:
6.....	1-1 تعريف ظاهرة الناقلية الفائقة
7.....	2-1 تفسير ظاهرة الناقلية الفائقة
8.....	1-2-1 خصائص ظاهرة النواقل الفائقة:
8.....	1-1-2-1 الخصائص الكهربائية:
9.....	2-1-2-1 الخصائص المغناطيسية:
10.....	2-2-1 خواص المواد فائقة التوصيل
11.....	3-2-1 المقادير الحرجة:
11.....	1-3-2-1 درجة الحرارة الحرجة $T_c$ :
12.....	2-3-2-1 المجال المغناطيسي الحرج $H_c$ :
13.....	3-3-2-1 كثافة التيار الحرج $J_c$ :
14.....	4-3-2-1 السطح الحرج $S_c$ :
14.....	3-1 النظريات المتعلقة بالناقلية الفائقة:

- 14.....1-3-1 نظرية الاخوة لندن:.....
- 15.....2-3-1 نظرية غانزبورغ -لندو:.....
- 16.....1-2-3-1 مسافة التوافق:.....
- 17.....2-2-3-1 عمق الاختراق :.....
- 18.....3-3-1 ازوج كوبر :.....
- 18.....4-3-1 نظرية BCS:.....
- 20.....4-1 أنواع النواقل الفائقة:.....
- 20.....1-4-1 النوع الأول: .....
- 20.....2-4-1 النوع الثاني.....
- 21.....5-1 النواقل الفائقة ذات درجة الحرارة الحرجة العالية (HTCS):.....
- 21.....6-1 البنية البلورية لطور Bi-2212 :.....
- 24.....7-1 اثار التطعيم على البنية فائقة الناقلية:.....
- 25.....1-7-1 العلاقة بين عملية التطعيم p ودرجة الحرارة الحرجة  $T_c$ :.....
- 25.....8-1 تموج البنية البلورية.....
- 28.....9-1 مراجع الفصل الأول .....

### الفصل الثاني: طرق تحضير وتشخيص العينات

- 34.....2مقدمة:.....
- 34.....1-2 طرق تحضير النواقل الفائقة :.....
- 34.....1-1-2 مسار الرطب (الكيميائي) :.....
- 34.....1-1-1-2 تقنية محلول هلام (Sol-Gel) بمختلف اصنافها:.....
- 37.....2-1-1-2 الطرق ترسب الطبقات الذرية (ALD):.....
- 38.....3-1-1-2 طريقة الانحلال الكيميائي الحراري:.....
- 38.....2-1-2 المسار الجاف:.....

39.....	1-2-1-2 طريقة مسحوق الاكسدة داخل أنبوب (OPIT):
39.....	2-2-1-2 طريقة النمو من خلال الانصهار الجزئي:
39.....	3-2-1-2 طريقة التفاعل الصلب:
43.....	2-2 تقنيات تشخيص العينات:
43.....	1-2-2 انعراج الاشعة السنية (DRX):
44.....	1-1-2-2 مبدا عمل تقنية الاشعة السينية:
45.....	2-1-2-2 جهاز الانعراج:
46.....	2-2-2 المجهر الالكتروني الماسح (M.E.B):
48.....	3-2 مراجع الفصل الثاني .....

### الفصل الثالث: العمل التجريبي ومناقشة النتائج

51.....	3 المقدمة.....
51 .....	1-3 العمل التجريبي:
51 .....	1-1-3 تحضير العينات:
58 .....	2-3 نتائج انعراج الاشعة السنية (DRX):
60 .....	3-3 نتائج التحسين:
66 .....	4-3 نتائج المجهر الإلكتروني الماسح:
71.....	5-3 مراجع الفصل الثالث .....
74.....	6-3 خاتمة عامة.....
77.....	7-3 الملاحق .....
83.....	8-3 الملخص .....

## فهرس الاشكال

### الفصل الأول: عموميات حول النواقل الفائقة وتطعيمها

- الشكل (1-1): يمثل مقاومة الناقلية الفائقة بدلالة درجة الحرارة ..... 7
- الشكل (2-1): مرور الالكترونات خلال شبكة البلورية..... 8
- الشكل (3-1): تغيرات للمقاومية الكهربائية بدلالة درجة الحرارة..... 9
- الشكل (4-1): سلوك المجال المغناطيسي للمواد في حالة العادية والحالة الفائقة ..... 10
- الشكل (5-1): العلاقة بين  $(TC, Hc, Jc)$  ..... 11
- الشكل (6-1): العلاقة بين المجال المغناطيسي ودرجة الحرارة..... 13
- الشكل (7-1): العلاقة بين الفولتية والتيار للموصل الفائق..... 14
- الشكل (8-1): انبعاث الفونون (q) وامتصاصه بين الكتروني زوج كوبر في الموصل الفائق ..... 19
- الشكل (9-1): يوضح تشكل ازواج كوبر واضطراب الشبكية عند حركته..... 19
- الشكل (10-1): توزيع المستويات الذرية في بنية ال طور Bi-2212 ..... 22
- الشكل (11-1): يوضح البنية البلورية لذرة النحاس..... 24
- الشكل (12-1): تطعيم النحاس..... 25
- الشكل (13-1) خاصية التموج في مواضع بعض ذرات الطور Bi-2212 ..... 26

### الفصل الثاني: طرق تحضير وتشخيص العينات

- الشكل (1-2): مراحل طريقة محلول هلام على العينة المدروسة..... 36
- الشكل (2-2): رسم تخطيطي يوضح عملية الترسيب الطبقات الذرية..... 37
- الشكل (3-2): رسم تخطيطي يوضح عملية الترسيب بواسطة الرش بالانحلال الحراري..... 38
- الشكل (4-2): طريق الكبس (الضغط) الجاف..... 41
- الشكل (5-2): اهم المراحل لتحضير قطعة خزفية بطريقة التفاعل في الحالة الصلبة..... 43
- الشكل (6-2): مخطط يوضح انعكاس الاشعة السينية عبر عدة مستويات ضمن شرط براغ..... 44
- الشكل (7-2): مخطط وظيفي لجهاز انعراج الاشعة السينية..... 45

الشكل (2-8): صورة لجهاز انعراج الأشعة السنية المستعمل في دراسة العينات.....46

الشكل (2-9): تفاعل الأشعاع الالكتروني والمادة.....46

الشكل (2-10): صورة لجهاز المجهر الالكتروني الماسح المستعمل.....47

### الفصل الثالث: العمل التجريبي ومناقشة النتائج

الشكل (3-1):مخطط يلخص الية تشكل الطور  $Bi2212$ .....52

شكل (3-2): المسحوق المتجانس بعد عملية المزج والسحق (LEVRES).....53

الشكل (3-3):ميزان إلكتروني OHAUS (LEVRES).....53

الشكل (3-4): وضعية المساحيق في لفرن تحضير لبدا معالجة الكلسنة (LEVRES).....54

الشكل (3-5): مخطط المعالجة الحرارية التي تخضع لها العينات في مرحلتي الكلسنة وتليبيد.....54

الشكل (3-6): (أ)القالب المستعمل في تشكيل الأقراص، (ب) القرص في تشكيل النهائي).....56

الشكل (3-7): الأقراص المشكل داخل الفرن تحضيراً لعملية تليبيدها (LEVRES).....57

الشكل (3-8): مخطط لمراحل تحضير العينات بطريقة التفاعل في حالة الصلب.....57

الشكل (3-9): طيف الحيود الأشعة السنية لمرحلة تليبيد  $La00$ ،  $La01$ ،  $La02$ ،  $La03$ .....59

الشكل (3-10): مظهر التحسين للعيونة  $La00$ .....60

الشكل (3-11): مظهر التحسين للعيونة  $La01$ .....61

الشكل (3-12): مظهر التحسين للعيونة  $La02$ .....61

الشكل (3-13): مظهر التحسين للعيونة  $La03$ .....62

الشكل (3-14): منحنى تغيرات ثابتي الشبكة  $a$  و  $b$  بدلالة نسبة التطعيم  $x(La)$ .....64

الشكل (3-15): منحنى تغيرات الثابت  $c$  بدلالة نسبة التطعيم  $x(La)$ .....65

الشكل (3-16): منحنى تغير نسبة تواجد الطور  $Bi-2212$  بدلالة نسبة التطعيم.....66

الشكل (3-17): صورة البنية المجهرية للعينات: (A) $La00$ ،(B) $La01$ ،(C) $La02$ ،(D) $La03$ .....67

الشكل (3-18): أطياف EDX للعينات: (أ)  $La00$ ، (ب)  $La01$ ، (ج)  $La02$ ، (د)  $La03$ .....69



## فهرس الجداول

### الفصل الأول: عموميات حول النواقل الفائقة وتطعيمها

- الجدول (1-1): احداثيات الذرات في الخلية الأساسية لطور Bi-2212 [37] ..... 23
- الجدول (2-1): شعاع التموج لأطوار النظام  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4+d}$  ..... 27

### الفصل الثالث: العمل التجريبي ومناقشة النتائج

- جدول (1-3): تسمية المساحيق المكلسنة عند  $800^\circ\text{C}$  خلال 12 ساعة ..... 55
- الجدول (2-3): جدول يوضح ظروف تلييد الأقراص ..... 58
- الجدول (3-3): القيم المحسنة لثوابت الشبكة البلورية للعينات المحضرة ..... 63
- الجدول (4-3): النسبة الذرية لكل عنصر في العينات ..... 70

الحروف اللاتينية

أحد وسائط الشبكة البلورية (Å)	<b>a</b>
حد أشعة الفضاء المعكوس	<b>*a</b>
الحقل المغناطيسي (Tesla)	<b>B</b>
أحد وسائط الشبكة البلورية (Å)	<b>b</b>
أحد أشعة الفضاء المعكوس	<b>*b</b>
أحد وسائط الشبكة البلورية (Å)	<b>C</b>
أحد أشعة الفضاء المعكوس	<b>*c</b>
الحيود عن الستوكيومترية	<b>d</b>
ثلاثي الأبعاد	<b>D3</b>
المسافة بين المستويات الشبكية (Å)	<b>d<sub>hkl</sub></b>
طاقة الفجوة (ev)	<b>E<sub>g</sub></b>
المجال المغناطيسي (Tesla) ويمثل أيضا شعاع الموضع لشبكة المعكوسة	<b>H</b>
المجال المغناطيسي الحرج (Tesla)	<b>H<sub>c</sub></b>
التيار الحرج (A)	<b>I<sub>c</sub></b>
كثافة التيار الحرج (A/m <sup>2</sup> )	<b>J<sub>c</sub></b>
التمغنط (A/m)	<b>M</b>
شعاع التموج	<b>q</b>
حجم الحبيبات (nm)	<b>t</b>
درجة الحرارة (°C) أو (k)	<b>T</b>
درجة الحرارة الحرجة (k)	<b>T<sub>c</sub></b>
درجة الحرارة الحرجة البدئية (k)	<b>T<sub>c</sub><sup>onest</sup></b>
الإحداثية الأولى لموضع الذرات في الشبكة	<b>X</b>
الإحداثية الثانية لموضع الذرات في الشبكة	<b>Y</b>
الإحداثية الثالثة لموضع الذرات في الشبكة	<b>Z</b>

الحروف اليونانية

ثوابت الشبكة  $\gamma \beta \alpha$

عرض الانتقال من الحالة العادية إلى الحالة الفائقة (k)	$\Delta T$
(°) زاوية الانعراج الزاوية بين الإشعاع الوارد والمستوي (°) و أيضا تمثل الزاوية بين الإشعاع الوارد و المستوي hkl	$\theta$
طول الموجي للأشعة السينية (Å)	$\lambda$
عمق الاختراق (m)	$\lambda_L$
المقاومة الكهربائية ( $\Omega.m$ )	$\rho$
قابلية المغنطة	$\chi$

### الوحدات

الأمبير	A
أنجستروم	Å
درجة سلسيوس	C°
غرام	g
درجة كالفن	K
متر	m
دقيقة	min
أوم	$\Omega$
تسلا وحدة قياس المجال المغناطيسي	Tesla
طن	Tonnes
دورة/دقيقة	tr/min
فولط	V

### الثوابت الفيزيائية

سرعة الضوء في الفراغ ( $3 * 10^8$ m/s)	C
ثابت بلانك ( $6.62 * 10^{-34}$ J.s)	h
شحنة الإلكترون ( $1.60219 * 10^{-19}$ c)	e
معامل شيرر k=0.94	K
ثابت بولتزمان ( $1.380664 * 10^{-23}$ J/K)	$K_B$

$\mu_0$	( $4 * 3.14 * 10^{-7}$ H/M) سماحية الفراغ
$\hbar$	( $1.0541 * 10^{-34}$ J.s) ثابت ديراك
المؤشرات	
hkl	قرائن ميلر
الاختصارات	
HTS	النواقل الفائقة عالية الحرارة
LTS	النواقل الفائقة التقليدية
BCS	نظرية باردين وكوبر وشريفير
Bi-2212	إختصار للمركب المدرس
BSCCO	النظام Bi-Sr-Ca-Cu-O
IRM	الرنين المغناطيسي
RMN	الرنين المغناطيسي النووي
LEVRES	مخبر إستغلال وتثمين المصادر الطاقوية الصحراوية
OPIT	مسحوق الأكاسيد داخل أنبوب
DRX	إنعراج الأشعة السينية
FTIR	مطيافية الأشعة تحت الحمراء
SEM	المجهر الإلكتروني الماسح
Sol-Gel	محلول - هلام
EDTA	حمض ثنائي أمين الإيثيلين رباعي الأسيتيك

# مقدمة عامة

## مقدمة عامة

تقسم المواد حسب توصيلها الكهربائي إلى عوازل وهي التي تمنع مرور التيار الكهربائي من خلالها مثل الخشب والزجاج، والموصلات وهي المواد التي تسمح بمرور تيار الكهربائي من خلالها مثل الحديد والنحاس، اشباه الموصلات هي مواد موصلة وعازلة في نفس الوقت حسب الظروف المحيطة بها مثل السليكون (Si) والجرمانيوم (Ge). كل هذه المواد تشترك بشيء واحد وهو أن لها مقاومة ضد التيار تسبب خسائر في القدرة [1].

الناقلية الفائقة طبيعة مميزة لبعض المواد عند درجات حرارة معينة، إذا تعدم بعدها المقاومة الكهربائية، بعدما كان الاعتقاد السائد هو استحالة انعدام المقاومة الكهربائية والتي تنشأ إثر حيود البلورات الحقيقية عن سلوك الشبكة البلورية المثالية للمواد. قبل عام 1911م كان يعتقد ان جميع المواد تصبح فائقة الناقلية للكهرباء فقط عند درجة حرارة الصفر المطلق، ولكن في نفس السنة أثبت العالم الهولندي هيك كامرلينغ أونيس [2] بتجربته الشهيرة التي كان يقوم بها بالصدفة لقياس المقاومة الكهربائية للزئبق النقي أن هذه الأخيرة تنهار بشكل فجائي وتؤول الى الصفر تقريبا. ولذا أطلق عليها ظاهرة الناقلية الفائقة لان النقل الكهربائي يصل الى ما لانهاية عند هذه الدرجة. وقد كان هذا الاكتشاف مثيرا لاهتمام الكثير من العلماء من اجل إيجاد تفسير علمي له خاصة بعد اكتشاف ان هناك مواد تتمتع بخاصية النقل الفائقة عند تبريدها الى ما دون درجات حرارة معينة تسمى حرجة ويرمز لها Tc. في عام 1933 اكتشف العلمان مايسنرو أوشفيلد ان هذه المواد أيضا تطرد المجال المغناطيسي المطبق عليها الى الخارج وذلك عند تبريدها حتى درجة الحرارة الحرجة [3].

لقد تم في هذا الدراسة تحضير الطور Bi-2212 فائق الناقله والذي ينتمي لعائلة المركبات BSCCO بطريقة التفاعل في الحالة الصلبة وتطعيمه بعنصر اللونثان (La) وهو أحد العناصر الترابية النادرة في موضع السترونشيوم (Sr).

في هذا الإطار تندرج إشكالية بحثنا وهي ما مدى تأثير تطعيم المركب  $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$  والذي يعرف بالطور Bi-2212 على خواصه الفيزيائية والبنوية؟  
تنقسم المذكورة إلى ثلاثة فصول رئيسية هي:

**في الفصل الأول:** سنعرض جزءا نظريا نتعرف من خلاله على ظاهرة الناقلية الفائقة، أنواعها، اهم نظرياتها وتفسيرها مع إعطاء اهم خصائصها، ثم سنشرح البنية البلورية للمركب المدروس، وما مدى تأثير التطعيم على مركبات فائقة الناقلية واهم تطبيقاتها.

**في الفصل الثاني:** سنقوم بعرض أهم الطرق المستعملة لتحضير المركب Bi-2212 بالإضافة الى مختلف التقنيات التي استعملت خلال هذا العمل بهدف تشخيص العينات (انعراج الاشعة السينية والمجهر الالكتروني الماسح ومطيافية تشتت الطاقة بالأشعة السينية).

**في الفصل الثالث:** قمنا بعرض طريقة تحضير العينات (طريقة التفاعل الصلب) ومختلف النتائج المتحصل عليها ومناقشتها.

## مراجع المقدمة العامة

---

### مراجع العربية:

[1] م. علي كاظم بدر، ح. خزعل عبد علي "مواد فائقة التوصيل الكهربائي" بكالوريوس في علوم الكيمياء

جامعة القادسية، العراق، 2016.

### مراجع اجنبية:

[2] H. kamerlingh Onnes, Leiden comm, 119b, 124c (1911)

[3] W. Meissner et R. Ochsenfeld, "Ein neuer Effekt bei eintritt der Supraleitfähigkeit, Naturwissenschaften 2, P787-788, (1711).





الفصل الأول عموميات

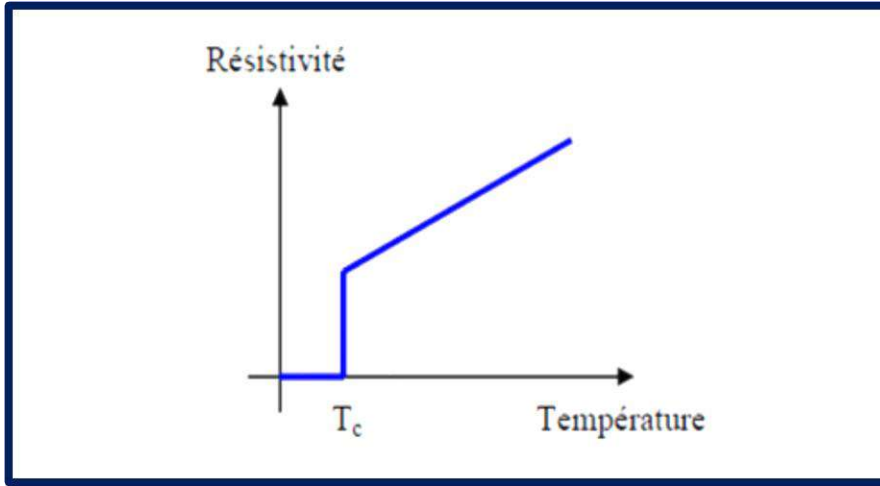
حول النواقل الفائقة

**1 مقدمة:**

من المعلوم ان المقاومة الكهربائية في جميع المواد العادية هي سبب في ضياع وفقدان الكثير من الطاقة الكهربائية وهي السبب أيضا في عطل الكثير من الأجهزة الكهربائية وارتفاع درجة حرارتها، واما المواد الفائقة فمقومتها تقول للصفر عند درجة الحرارة الحرجة [1]. من جهة ثانية فالمجال المغناطيسي اعتاد على تغلغل في جميع المواد العادية دون استثناء، اما في حالة الناقل الفائق فهو يطرد المجال المغناطيسي المطبق عليه مدام بصورة فائقة كما هو في المواد الدماغنطاطيسية [2-3] ان الظاهرة الناقل الفائقة مثيرة في جميع جوانبها سواء ما يتعلق بدراستها او ما يتعلق بتطبيقاتها [2]، وعليه فسنحاول في هذا الفصل ان نعطي بعض العموميات عن هذا الظاهرة وتفسيرها النظري.

**1-1 تعريف ظاهرة الناقلية الفائقة**

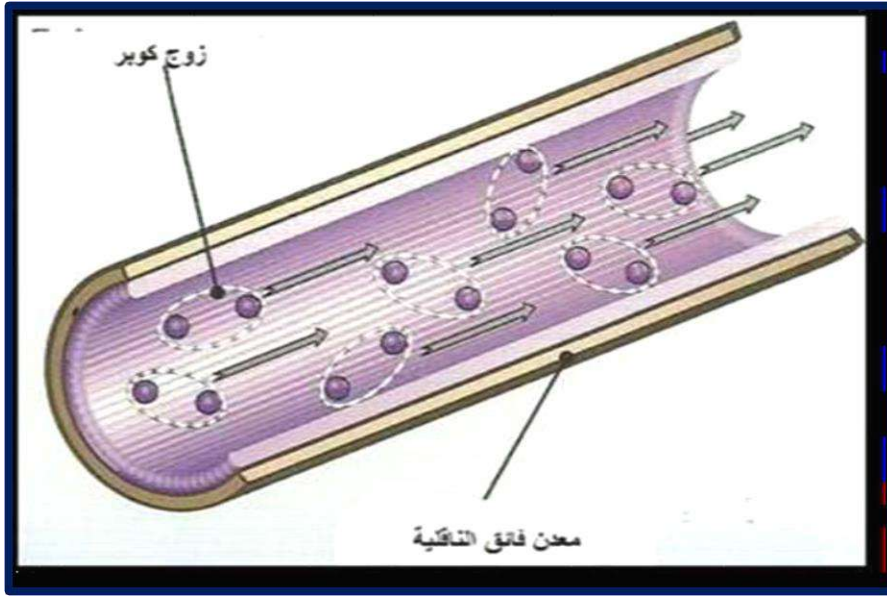
الناقلية الفائقة هي قدرة المعدن علي نقل التيار الكهربائي دون ضياع للطاقة، ويمكن ان يكون لها تطبيقات مذهلة. دراسة هذه الظاهرة يتطلب تدخل مختلف مجالات الرياضيات، وهي ظاهرة تتميز بغياب المقاومة الكهربائية عند درجة حرارة معينة الشكل (1-1)، وطرد المجال المغناطيسي (أثر مايسنر). تاريخيا فان الناقلية الفائقة التي اكتشفت اول مرة والتي عرفت باسم الناقلية الفائقة التقليدية، تجلت في درجات حرارة منخفضة جدا قريبة من الصفر المطلق أي بجوار  $-273.15^{\circ}\text{C}$  [4]. فقدان الطاقة خلال ناقلها له إمكانية التطبيق بشكل استراتيجي.



الشكل (1-1): يمثل مقاومة الناقلية الفائقة بدلالة درجة الحرارة [5]

## 2-1 تفسير ظاهرة الناقلية الفائقة.

ان المقاومة الكهربائية ناتجة عن تغير اتجاه اندفاع الإلكترونات الحرة بعد كل تصادم سواء مع شبكة او مع عيوب الشبكة، اما في حالة الناقلية الفائقة فيمكن تفسير المقاومة الكهربائية بانها ناشئة عن تفاعلات معقدة بين الذرات والإلكترونات الحرة تؤدي الى ظهور أزواج مرتبطة من الإلكترونات تدعى بأزواج كوبر Cooper pairs [6]. اذ ان تشكل هذي الأزواج يخفض من طاقة هذه الإلكترونات. قد يبدو غريبا ان يترابط الكترونان يحملان شحنة كهربائية من نفس نوع، بما ان الإلكترونات تسبح ضمن شبكة بلورية الشكل (1-2). يمكن تفسير هذا التزاوج بانه عند مرور الإلكترونات ضمن الشبكة البلورية فانه يؤدي هذا الاضطراب الى توليد فونون يمتصه الكترون اخر [6].



الشكل (2-1): مرور الالكترونات خلال شبكة البلورية [7].

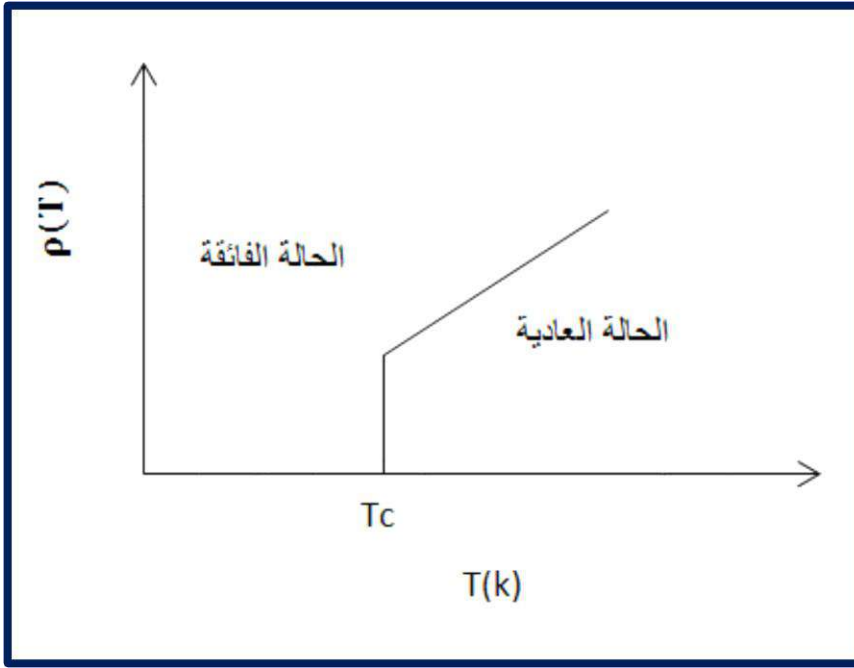
كما يرتبط تفسير هذه ظاهرة ارتباط وثيقا بالخصائص الكمية للمادة. ففي حين ان الالكترونات هي فرميونات فستتصرف هذه الأزواج من الالكترونات مثل البوزونات ذات سبين معدوم وستكون مكثفة في نفس الحالة الكمية، وتكون على شكل مائع من ازواج كوبر [4]. يمكن فهم انعدام المقاومة على انه ناتج من اندفاع الكلي لزوج الالكترونات يبقى محفوظا ومن ثم لا يتأثر الزوج بالتصادمات. يحدد اندفاع زوج الالكترونات التيار المار في الجسم، وعندما تتجاوز هذه الكثافة قيمة محدد تدعى كثافة التيار الحرج ينفصل زوج الالكترونات ويعود الجسم الى حالته

الطبيعية [6]

## 1-2-1 خصائص ظاهرة النواقل الفائقة:

### 1-1-2-1 الخصائص الكهربائية:

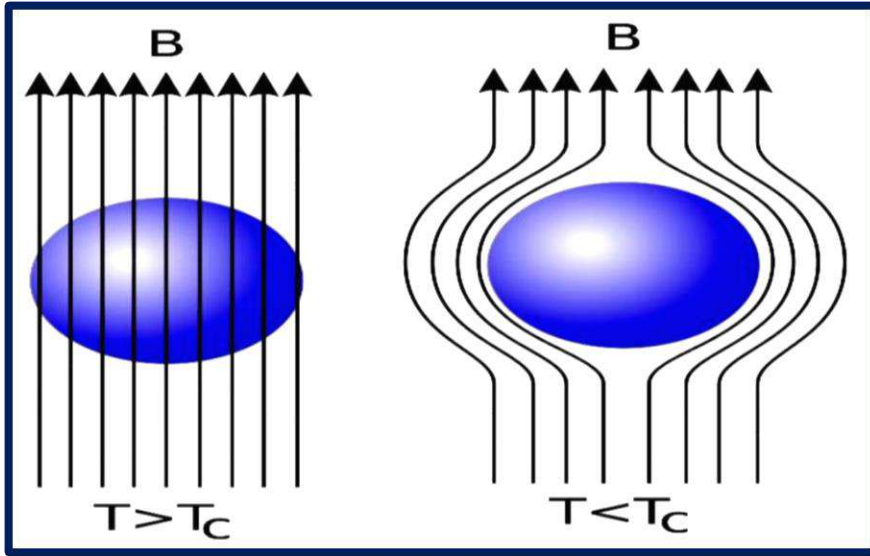
من المعلوم انه عند درجة حرارة معينة تعرف بدرجة حرارة التحول تصبح مقاومة المواد للتيار الكهربائي تقول للصفر ( $10^{-25} \Omega m <$ ) في التيار المستمر، وهي الظاهرة الأكثر اثارا للاهتمام لتعلقها بنقل الطاقة الكهربائية بين الشكل (1-3) تغيرات المقاومة الكهربائية بدلالة درجة الحرارة [4].



الشكل (3-1): تغيرات للمقاومية الكهربائية بدلالة درجة الحرارة [8]

### 2-1-2-1 الخصائص المغناطيسية:

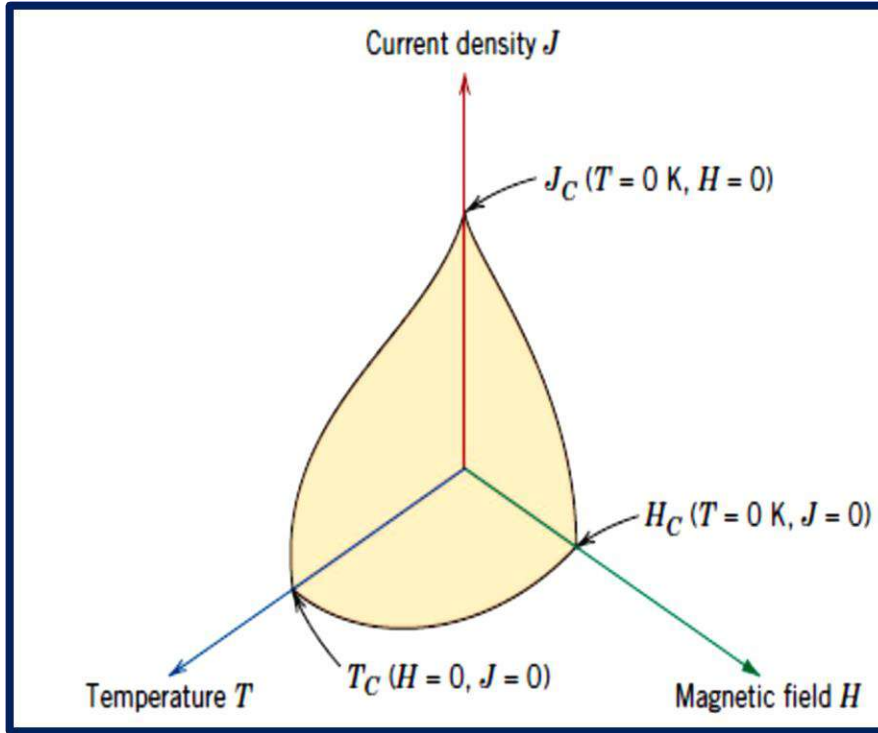
ان المواد عند درجة حرارة التحويل تطرد المجال المغناطيسي الخارجي أي تعكسه مهما ضعفت شدته ، وتفسير ذلك انه انتقال المادة من لحالة العادية الى حالة الفائق الناقل فأنتها تنشأ خلال العملية تيارات سطحية بسبب التغير المفاجئة للروابط الذرية و الجزيئية في المادة الناقلة تؤدي هذه التيارات الى الغاء المجال المغناطيسي وينشأ تأثير مغناطيسي  $\chi$  عكسي على أي جسم وهو يقترب من الموصل ، أي طرد لتدفق المغناطيسي وهو ما يسمى بفعل مايسنر (Effect Meissner) يبين الشكل (4-1) سلوك مجال المغناطيسي للمواد في الحالة العادية والحالة الفائق الناقلة .



الشكل (4-1): سلوك المجال المغناطيسي للمواد في حالة العادية والحالة الفائقة [3]

### 2-2-1-2 خواص المواد فائقة التوصيل

ان اغلب الخواص الفيزيائية للمواد فائقة التوصيل تتفاوت من مادة الى اخرى، ومنها على سبيل المثال الحرارة النوعية ودرجة الحرارة الحرجة التي عندها تتحطم التوصيلية الكهربائية الفائقة ومن ناحية اخرى هناك صنف من خواص لا تعتمد على نوع المادة، وبالنسبة لكل المواد فائقة التوصيل الكهربائي فأنها تمتلك مقاوميه كهربائية نوعية تساوي صفره تماما للتيارات المطبقة المنخفضة عندما لا يوجد مجال مغناطيسي. ان حالة التوصيلية الكهربائية الفائقة تتميز بواسطة عوامل مهمة هي درجة الحرارة ( $T_c$ )، والمجال المغناطيسي الحرج ( $H_c$ ) وكثافة التيار الحرج ( $J_c$ )، وكل هذه العوامل يعتمد كل واحد منها على العاملين الاخرين بصورة كبيرة، ان حالة التوصيلية الفائقة تتطلب ان تكون العوامل الثلاثة السابقة تحت قيمة حرجة معينة واي اختلاف او ارتفاع في قيمة أي عامل منها عن قيمة الحرجة فان حالة التوصيل الفائقة تلغي وترجع المادة الى الحالة الطبيعية، والمخطط الطوري في الشكل (1-5) يبين العلاقة بين هذه العوامل او الخواص الثلاث ( $T_c, H_c, J_c$ ) [9].



الشكل (5-1): العلاقة بين  $(T_C, H_C, J_C)$  [10].

### 3-2-1 المقادير الحرجة:

هناك أربعة معايير أساسية تحكم وتوثر على حالة فائقة الناقلية:

- درجة الحرارة الحرجة  $T_C$
- الحقل المغناطيسي الحرج  $H_C$
- كثافة التيار الحرجة  $J_C$
- السطح الحرج  $S_C$

### 1-3-2-1 درجة الحرارة الحرجة $T_C$ :

ان الدرجة الحرارة للمواد فائقة التوصيل هي درجة الحرارة التي عندها تنخفض المقاومة النوعية للمادة الى الصفر [9]، ان هذا الانتقال يحدث بصورة مفاجئة جدا ويكتمل عندما تظهر المادة بطور جديد هو الطور فائق

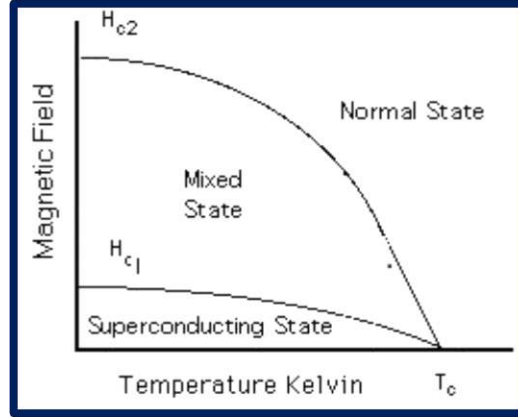
التوصيل وهذا الطور يوصف بوساطة نظرية (BCS)، وتعرض عدة مواد الى الانتقال للطور فائق التوصيل عند درجات حرارة منخفضة، وان درجة حرارة الانتقال الأعلى كانت بحدود ( $23^{\circ}\text{K}$ ) حتى اكتشاف المواد فائقة التوصيل ذات درجات الحرارة الانتقال الحرجة العالية في المدى ( $120^{\circ}\text{K}$ ) قد اخذت كثير من الانتباه ولأهمية، وذلك لأنها تبقى في حالة فائقة التوصيل في درجات حرارة اعلى من نقطة غليان النيتروجين السائل ( $77^{\circ}\text{K}$ ) [11].

تغير قيمة درجة الحرارة الحرجة تبعاً لمكونات مادة ناقل الفائقة.

### 2-3-2-1 المجال المغناطيسي الحرج $H_c$ :

عندما تنخفض درجة حرارة المادة فائقة التوصيل تحت درجة حرارة الانتقال الحرج ( $T_c$ ) والمجال المغناطيسي يزداد حوله فان المجال المغناطيسي يبقى محيطاً من الخارج بالمادة الفائقة التوصيل، وان زيادة في المجال المغناطيسي تعطينا إشارة الى ان المادة فائقة التوصيل سوف تذهب الى ان الحالة الطبيعية للمقاومية، وان قيمة القصوى للمجال المغناطيسي عند درجة الحرارة المعطاة له يسمى بالمجال المغناطيسي الحرج والذي يرمز له برمز ( $H_c$ ). ولكل المواد التوصيل توجد منطقة من درجة الحرارة والمجال المغناطيسي ضمن المادة التي تجعلها فائقة وخارج هذه المنطقة فان المادة تكون في حالة الطبيعية والشكل (1-6) يوضح العلاقة بين درجة الحرارة والمجال المغناطيسي.





**الشكل (6-1):** العلاقة بين المجال المغناطيسي ودرجة الحرارة. [12]

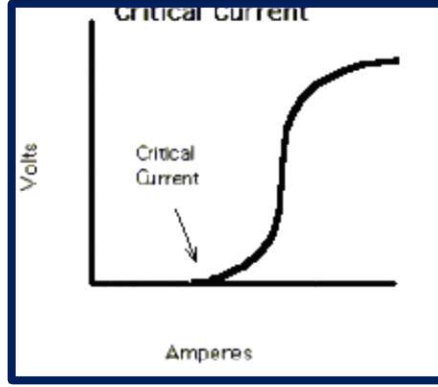
وقد اظهرت التجارب اعتماد المجال المغناطيسي الحرج على درجة الحرارة التي يمكن وصفها بالصيغة الرياضية الآتية:

$$H_c(T) = H_c(0) \left[ 1 - \left( \frac{T}{T_c} \right)^2 \right] \quad (1 - 1)$$

حيث ان  $H_c(0)$  هو المجال المغناطيسي عندما تكون  $(T=0K)$

### 3-3-2-1 كثافة التيار الحرج $J_c$

هناك قيمة للتيار لهذه المواد التي يمكن ان ينتقل خلالها ، فوق هذه القيمة فان التوصيلية الفائقة سوف تتوقف . واذنا اندفع تيار كبير جدا خلال الموصل الفائقة فانه سوف يرجع المادة الي حالتها الطبيعية حتى لو كان تحت درجة حرارته الحرج [11] ، وان قيمة كثافة التيار الحرج ( $J_c$ ) كدالة لدرجة الحرارة الحرجة هو انه كلما انخفضت درجة حرارة الموصل الفائقة كان التيار المناسب اكبر، الشكل (7-1) يوضح العلاقة بين الفولتية والتيار للموصل الفائقة.



الشكل (7-1): العلاقة بين الفولتية والتيار للموصل الفائق [11].

### 1-2-3-4 السطح الحرج $S_c$ :

يمكن للنواقل الفائقة ان يفقد تأثير ما يسر في الحالات التالية:

✓ اذا تجاوزت درجة الحرارة الحرجة  $T_c$

✓ اذا تجاوز المجال المغناطيسي الخارجي المطبق قيمة حرجة المسمى الحقل الحرج  $H_c$

✓ اذا فاقت كثافة التيار داخله كثافة التيار الحرج  $J_c$

هذه المعايير,  $(T_c)(H_c)(J_c)$  وتمكن من تحديد المجال فائق الناقلية والذي بعده يعود الى الحالة العادية [13].

### 3-1 النظريات المتعلقة بالناقلية الفائقة:

#### 1-3-1 نظرية الاخوة لندن:

وضعت اول نظرية تشرح ظواهر الناقلية عام 1935م من الاخوة لندن حيث افترض الاخوة ان كثافة التيار

يتناسب مع الكمون  $\vec{A}$  المجال المغناطيسي المحلي بالعلاقة [14]:

$$\vec{J} = \frac{1}{\mu_0 \lambda_L^2} \vec{A} \quad (1 - 2)$$

هذه العلاقة تؤدي الى اول معادلة للندن حيث

$$\vec{\nabla} \times \vec{J} = -\frac{1}{\mu_0 \lambda_L^2} \vec{B} \quad (1-3)$$

$\mu_0$ : سماحية الفراغ

$\lambda_L$ : عمق الاختراق للندو.

هذا الأخير يعني انه وجود مجال المغناطيسي، سيتشكل حلقات للتيار في الناقل الفائقة معاكسة له في الاتجاه

وباستخدامهم لمعادلات ماكسويل، ووجود العلاقة التي تعبر عن تأثير ما يسرر تتكتب كالتالي:

$$\nabla^2 \vec{B} = -\frac{1}{\lambda_L^2} \vec{B} \quad (1-4)$$

يشير حل هذه المعادلة الأخيرة الى وجود مجال المغناطيسي مستمر يعمل على اختراق الناقل الفائقة وذلك في حدود

المسافة  $\lambda_L$  والمعرفة بعمق الاختراق للندو. والذي يعتمد على كثافة الإلكترونات فائقة الناقلية ( $n_S$ )، ودرجة

الحرارة  $T$  والحقل المغناطيسي  $H$ ، والكتلة ( $m$ ) والشحنة الإلكترون ( $q$ ). كما تبينه العلاقة التالية:

$$\lambda_L(T.H) = \sqrt{\frac{m}{\mu_0 n_S(T.H) q^2}} \quad (1-5)$$

### 1-3-1 نظرية غانزبورغ-لندو:

في عام 1935م كتب الاخوة لندن معادلات الكهرومغناطيسية لوصف التيارات المستمرة وأثر مايسنر لحالة الناقلية

الفائقة للمادة وفي عام 1950م سجل عنصر النيوبيوم درجة الحرارة  $9^\circ K$  مما ساعد العالمان من اكمال العمل

وشرح خصائص النواقل الفائقة. في النظرية الأولى المتعلقة بعلم ظاهرة الناقلية الفائقة على المستوى العياني. [42]

وصف العالمان حالة الموصلية الفائقة كأنها حالة منظمة من الإلكترونات المكثفة جزئيا في مع دون احتكاك. وقد

أعطت هذه النظرية تعريف لدالة موجية ومربعها يمثل الكثافة حاملات الشحنة في حالة فائقة الناقلية (إلكترونات

ازواج كوبر).

$$n_s = |\psi|^2 \quad (1 - 6) \quad \text{أي}$$

وقد تم في هذه الدراسة أيضا التعريف بالمقدار  $K$  ويسمى بمعامل جيزنبير -غلاندو [15]، والذي يلعب دور

أساسي في حساب الطاقة السطحية ويثبت ان هذه الطاقة إيجابية إذا كان  $K < 1/\sqrt{2}$  وسلبية إذا كان  $K >$

$1/\sqrt{2}$ . ان هذا المعيار يمكن من تميز بين النواقل الفائقة من نوع الأول والثاني [16]

بحيث يعطى بالعلاقة التالية

$$K = \frac{\lambda_L}{\xi} \quad (1 - 7)$$

$\lambda_L$  عمق الاختراق للندو

$\xi$  تمثيل مسافة التوافق

كما اشارت هذه النظرية الى مقدارين هامين تميز النواقل الفائقة هما:

### 1-2-3-1 مسافة التوافق:

تعرف المسافة بين المنطقة العادية وفائقة الناقلية بمسافة التوافق يرمز لها ب  $\xi$  كما تمثل أيضا البعد المكاني لزوج كوبر

(الناقلية الفائقة)، الحد الأدنى للطول الذي يمكن للناقلية الفائقة حتى تختفي، حيث قابلة للمقارنة مع المقادير

المميزة للشبكة البلورية (بعض النانومتر) [17].

$$\xi = \frac{\hbar V_F}{\pi |\Delta|} \quad (1 - 8)$$

حيث:

$V_F$  : سرعة فيرمي

طاقة ترابط الزوج الالكتروني

كما ان المسافة تتغير بدلالة درجة الحرارة بعلاقة غانز بورغ ولاندو ونكتب كتالي

$$\xi(T) = \xi_{GL} = 0.74 \left[ 1 - \frac{T}{T_C} \right]^{-1/2} \quad (1 - 9)$$

### 2-2-3-1 عمق الاختراق :

ان المجال المغناطيسي داخل الموصل الفائق المثالي ينخفض اسيا من قيمته الخارجية الى الصفر طبقا الى علاقة الاتية

[28-17]

$$B(x) = B_0 e^{-x/\lambda} \quad (1 - 10)$$

**حيث B:** هي قيمة المجال المغناطيسي عند السطح.

**X:** هي المسافة من السطح الى نقطة معينة داخل المادة.

**$\lambda$ :** هي عامل يسمى عمق الاختراق وقيمته المثالية تتراوح بين (10-100nm)

ان عمق الاختراق يتغير مع درجة الحرارة طبقا للعلاقة التجريبية:

$$\lambda_{(T)} = \lambda_0 \left[ 1 - \left( \frac{T}{T_C} \right)^4 \right]^{-\frac{1}{2}} \quad (1 - 11)$$

حيث:  $\lambda_0$  هو عمق الاختراق عند ( $T=0$ ). ومنه نحن نرى ان ( $\lambda \rightarrow \infty$ ) عندما ( $T = T_C$ ) فضلا

عن ذلك فانه عندما ( $T \rightarrow T_C$ ) فان النموذج هو في حالة فائقة التوصيل، و المجال المغناطيسي يخترق

كامل العينة ( $\lambda \rightarrow \infty$ ) و العينة تصبح في الحالة الطبيعية [18]

وممكن استعمال المعادلة الاتية لتحديد نوع الموصل الفائق، هل هو م+ن النوع الأول ام من النوع الثاني:

$$K = \frac{\lambda}{\xi} \quad (1 - 12)$$

حيث: K هو عامل كينزينبرك-لانداو وإذا كان ( $K < 1/\sqrt{2}$ ) فان المادة هي موصل فائق من النوع

الأول

وإذا كان  $(K > 1 / \sqrt{2})$  فإن المادة هي موصل فائق من النوع

### 3-3-1 أزواج كوبر :

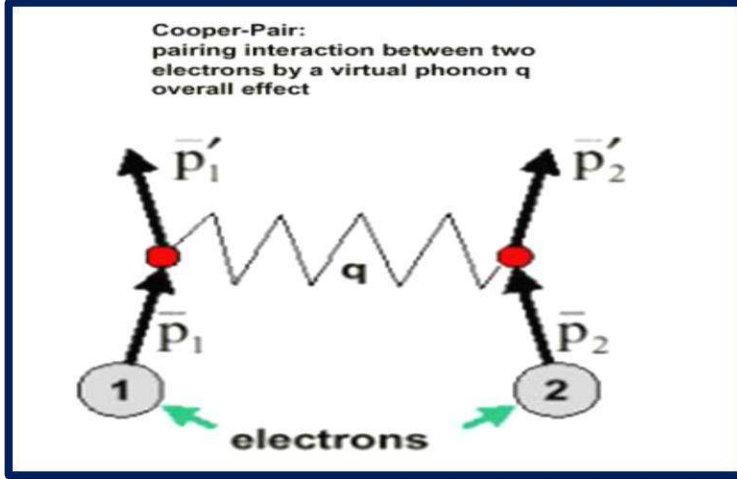
عندما يتم تبريد مادة فائقة التوصيل تحت درجة الحرارة الحرجي، يحول غاز الاكترونات الحر من الحالة الطبيعية الى سائل كمي من الأزواج تاتكترونية المتشاكهه في الفضاء التبادلي يتشكل كل زوج فردي عندما يتحد الكترون اخر متعاكسين بالزخم والبرم ممايعطي زحما صافيا قدره صفر .تسمى هذه الناقلاتللشحنة بازواج كوبر (Pairs) [19] (Cooper).

### 4-3-1 نظرية BCS:

كل من باردين ،كوبر وشريفير (Baedeen-Cooper-Scheieffer)(BCS)[20-21] في عام 1957م ،نظرية ميكروسكوبية للموصلية الفائقة ،التي قدمت تفسيراً مرضياً لهذه الظاهرة. تعرف هذه نظرية بنظرية BCS احدى السمات الأساسية لنظرية BCS هي تشكيل حالة ملزمة تسمى Cooper pair ، تتكون من الكترونين لهما زخم وبرم متساوي ومتعاكس .ووفقاً للنظرية ،فان احدى الإلكترونات سالبة الشحنة ويمر بالقرب من الايونات المشحونة في شبكة الموصل الفائق الذي يؤدي الى تشوه الشبكة .وهذا بدوره يؤدي الى انبعث الفونونات التي تشكل سحابة من الشحنات الموجبة حول الإلكترون .قبل ان يمر الالكترن في شبكة وقبل عودتها الى وضعها الطبيعي ، يتم سحب الالكترن ثاني الى السحابة .ومن خلال هذه العملية ن يوجد مثل هذين الالكترنين ،الذين يجب ان يتنافر كل منها الاخر. تتغلب القوة التي تمارسها الفونونات على تنافر الالكترن . عندما يكون احدى الالكترونات التي تتكون منها ازواج كوبر (Cooper pair) ويمر بالقرب من الايون في شبكة البلورية، فان الانجذاب يبين الكترون السالب والايون الموجب يسبب اهتزاز بالمرور من الى الايون حتى يمتص

الالكترون الاخر للزوج الاهتزاز. التأثير الصافي هو ان الكترونا واحد يبعث الفونونات التي يتم امتصاصها بسرعة

كبيرة من قبل الاخر كما هو موضح في الشكل (8-1)



الشكل (8-1): انبعاث الفونون ( $q$ ) وامتصاصه بين الكتروني زوج كوبر في الموصل

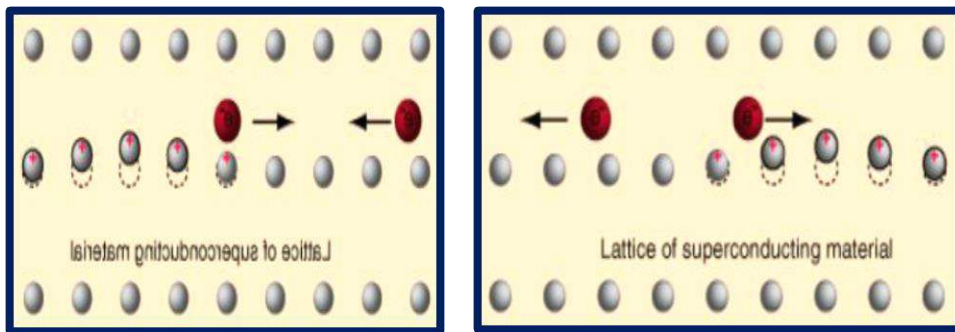
الفائق [22]

وطبقا لنظرية (BCS) فان حركة الالكترونات السالب تكون بوساطة الايونات الموجبة في المادة الفائقة

التوصيل، لذا فان حركة الشبكة ستضطرب [23]. وهذا الاضطراب سوف يسبب انبعاث للفونونات وبشكل

مستمر التي تشكل سحابة من الشحنات الموجبة حول الالكترونات، والشكل (9-1) يوضح اضطراب الشبكة

بسبب انجذاب الايونات الموجبة نحو الالكترون المتحرك.



الشكل (9-1): يوضح تشكل ازواج كوبر واضطراب الشبكية عند حركته [24]

## 1-4 أنواع النواقل الفائقة:

هناك نوعان من الموصلات الفائقة وهي النوع الأول والنوع الثاني.

### 1-4-1 النوع الأول:

تصنف الموصلات الفائقة الأولية الاصلية مثل الزئبق والالمنيوم والزنك كنوع اول. ولديها مجال مغناطيسي واحد لأية درجة حرارة معينة كما هو موضح في الشكل (1-17) [25]. وتحتفي الموصلية الفائقة فجأة عندما يكون المجال المغناطيسي الخارجي أكبر من القيمة الحرج ( $H_c$ ). لذلك يمكن الحقل المغناطيسي الخارجي من اختراق الموصل [26]. المواد من نوع الأول، تكون في حالة التوصيل الفائق، من النوع ديامغناطيسية (diamagnetic) تماما بمعنى سيتم استبعاد كل حقل المغناطيسي خارجي من جسم المادة (تأثير مازنر) [27].

### 1-4-2 النوع الثاني:

من الموصلات الفائقة له مجالان مغناطيسيان كما هو موضح في شكل (1-18)، عندما يكون المجال المغناطيسي المسلط اضعف من الحقل المغناطيسي الأول ( $H_{c1}$ ) ، فأنها تظهر خصائص النوع الأول نفسه. اذا كان المجال المغناطيسي اعلى من المجال المغناطيسي الحرج الثاني ( $H_{c2}$ ) ، فأنها تتصرف مثل المعادن العادية ومع ذلك ، اذا كان المجال المغناطيسي له قيمة بين المجالين المغناطيسيين الحرجين فعندئذ يكون لديها مقاومة صفرية فضلا عن الاختراق جزئي للمادة. النوع الثاني من الموصلات الفائقة هي سبائك ومركبات باستثناء نيوبيوم وفاناديوم [25].

عندما يكون المجال المغناطيسي بين المجالين المغناطيسيين الحرجين، يقال ان النوع الثاني من الموصلات الفائقة يكون في حالة الدوامة. توجد نوى من المواد الطبيعية محاطة بمادة فائقة التوصيل. ومع زيادة المجال المغناطيسي، تزداد الدوامات في الموصل الفائق الى ان يتعذر اجراء المزيد منها، ويعود الموصل الفائق الى حالته الطبيعية [28]. ويبين الشكل (1-17) منحنى التمهنت للموصلات الفائقة من النوع الأول (a) ومن النوع الثاني (b).

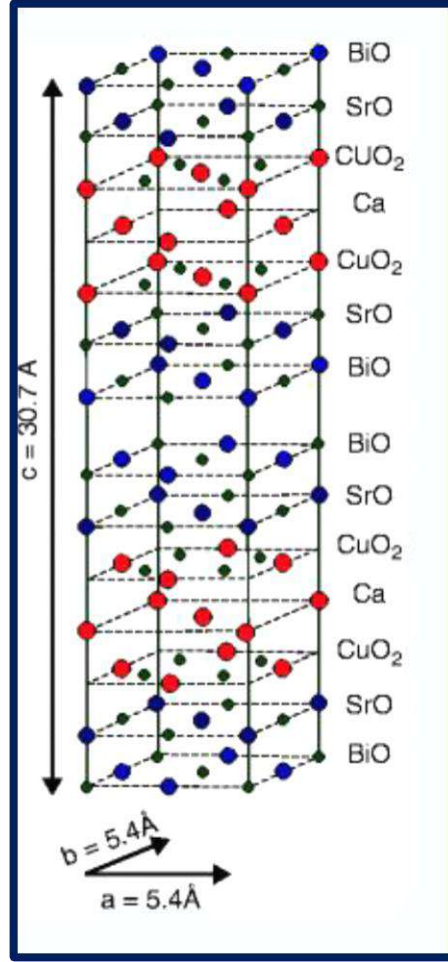


## 5-1 النواقل الفائقة ذات درجة الحرارة العالية (HTCS):

اكتشف الفيزيائيان الالمانيان يوهانس بيدنورتز والسويسري كارل مولر انه يمكن لمادة النحاس السيراميكية ان تصعب نافلا فائق عند درجة حرارة حيث  $T_c=35k$  ( $-238C^\circ$ ) [29]، ومثال على ذلك المركب  $(CuO_4)$   $(La; Ba)_2(LBCO)$  وهو اول ناقل فائق ذات درجة حرارة عالية (HTCS)، حيث تقدر درجة الحرارة الحرجة ( $T_c$ ) الى  $30k$  [30]، وكما وجد علماء اخرون موادا تبدي ناقلية فائقة عند درجات حرارة اعلى ، وذلك عند دراجة حرارة ( $-135C^\circ$ ) أي  $138K$ . والتي اكتشفت من قبل علماء كوربين سنة 1996 وقد تم تخصيص جزء كبير من البحث HTCS لبنيتها البلورية . حيث تمثل معرفة هذه البنية نقطة بداية نحو فهم خصائص هذه المواد الجديد . وهي مركبات مكونة من شرائح ذرية من اكاسيد النحاس مفصولة بطبقات تتكون من شرائح ايونات الانتقال او اكاسيد أخرى. ان العنصر الأساسي المشترك لجميع مركبات HTCS هو وجود صفائح النحاس الاكسجين ( $CuO_2$ ). ولذلك أطلق عليها باسم نحاس فائق الناقلية [31].

## 6-1 البنية البلورية للطور Bi-2212: تتكون المستويات في الطور Bi-2212 مفصولة بمستويات

مكونة من ذرات الكالسيوم Ca التي لا تحتوي على الاوكسجين O، كما تكون المستويات  $CuO_2$  ومستويات (Ca) محصور بين المستويات  $SiO$  والمحصورة بدورها بين المستويات  $BiO$  كما يبين الشكل (10-1) [32].



**الشكل (10-1):** توزيع المستويات الذرية في بنية ال طور Bi-2212 [32].

تحديد ينيه هذه المركبات صعب جدا نظرا لصعوبة فصل الأطوار الثلاثة في نفس العينة بعد عمليات والتحضير عموما، لذلك فان ظروف التحضير تلعب دورا هاما في على عينات تحوي طور واحد وعليه يتم الاستعانة بعدة تقنيات إضافية لتحديد بنيتها مثل MET، MEB، HREM [34-33-32]. يظهر الشكل (10-1) البنية الداخلية للطور Bi-2212 المتحصل عليه باستعمال المجهر الإلكتروني عالي الدقة .HREM. هذا الأخير يبين موضع التراص Sr-Cu-Ca-Cu-Sr الطبقي يبين السلاسل المكون من ذرات البسموث (Bi) [36-35].

عموما فان السلاسل المزدوج Bi-O تحيط دائما بالطبقة ذات الصيغة العامة فمثلا في حالة الطور Bi-2212

فان السلاسل Bi-O تتناوب مع الوحدة نبين في الجدول (1-1) احداثيات الذرات في الخلية الأساسية الطور

Bi-2212 [37].

الجدول (1-1): احداثيات الذرات في الخلية الأساسية الطور Bi-2212 [37].

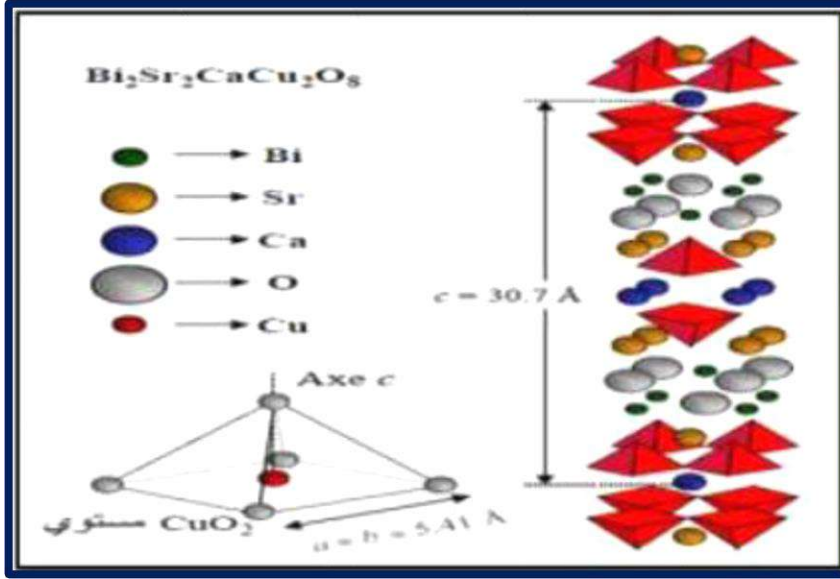
الذرات	X	Y	Z
Bi	0.000	0.239	0.4454
Ca	0.000	0.750	0.2500
Sr	0.000	0.737	0.3586
Cu	0.000	0.264	0.3041
O	0.250	-0.011	0.3109
O	0.250	0.496	0.2905
O	0.000	0.269	0.3772
O	0.378	0.359	0.4397

يتكون محيط ذرات النحاس (Cu) من ذرات الاوكسجين (O) كما يبين الشكل (1-25) وبذلك ستكون فيما

بينما خماسيات الوجوه حيث يتواجد النحاس في مركز الوجه القاعدي، وتكون ذرات الاوكسجين بدورها رؤوس

خماسي الوجه الشكل (1-26) تتصل خماسيات الوجه مع بعضها البعض بالرؤوس (ذرات الاوكسجين) وعليه

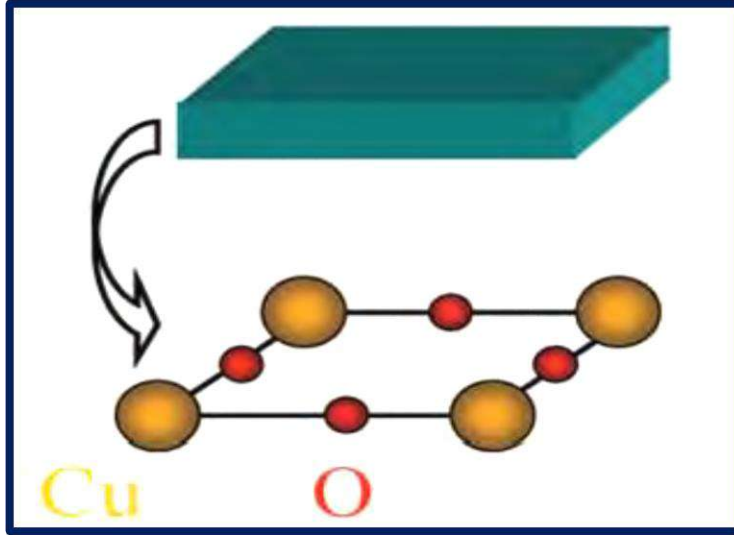
ستكون سلاسل متوازية إذا اسقطناها على المستوي (001) [37]. تلخص بنية الطور في الشكل (1-11)



الشكل (11-1): يوضح البنية البلورية لذرة النحاس [38].

### 7-1 اثار التطعيم على البنية فائقة الناقلية:

ان المتفق بشكل عام، ان عملية التطعيم تملك التأثير الأكبر على الخواص فوق الناقلية في مركبات النحاسيات من الناحية المبدئية، هناك طريقتين من اجل زيادة عدد ناقلات الشحنة بطريقة كيميائية في النحاسيات عن طريق استبدال الذرات المعدنية الموجود في الخزانات الشحنة بواسطة ذرات تملك تكافؤ الكتروني أكبر وتغير عدد ذرات الاكسجين [39].



الشكل (12-1): تطعيم النحاس

### 1-7-1 العلاقة بين عملية التطعيم $p$ ودرجة الحرارة الحرجة $T_c$ :

في المواد فائقة الناقلية الاعتيادية ، تتزايد درجة الحرارة الحرجة  $T_c$  مع تزايد تركيز ناقلات الشحنة الكهربائية أي  $T_c \propto p$  ، بينما في الكبريت لا تتغير  $T_c(p)$  كما في حالة الاعتيادية ، حيث تكون في معظم الكبريت المطعمة بواسطة الثقوب عبارة عن شكل يشبه شكل الناقوس ، ويمكن تقريب [40] بواسطة العلاقة (12-1)

$$(p) \approx T_{c,max} [1 - 82.6(p - 0.16)^2] \quad (1 - 13)$$

حيث  $T_{c,max}$  الى درجة الحرارة الحرجة العظمى لمركب معين ، مع العلم ان الناقلية الفائقة تظهر في مجال تطعيم محدد بدقة  $0.05 \leq p \leq 0.27$  والتي تختلف بشكل صغير جدا بين مركبات الكبريت المختلف

### 8-1 . تموج البنية البلورية

تتميز هذه المركبات بخاصية التموج والتي تعرف بأطياف حيود تحتوي على قمم تابعة (satellite) وتحتاج الى أربعة قرائن لتعريفها خلافا للقمم الاساسية بسبب الاضطراب في مواضع الذرات (الشكل 1-13) مما يولد تموج في البنية البلورية حيث تنزاح الذرات وفق لشعاع يسمى بشعاع التموج  $q$  وهو تركيب لأشعة الفضاء العكسي ويكون عموديا على الاشعة الأساسية للفضاء المباشر (abc) كما تبينه العلاقة (1-12)[41] :

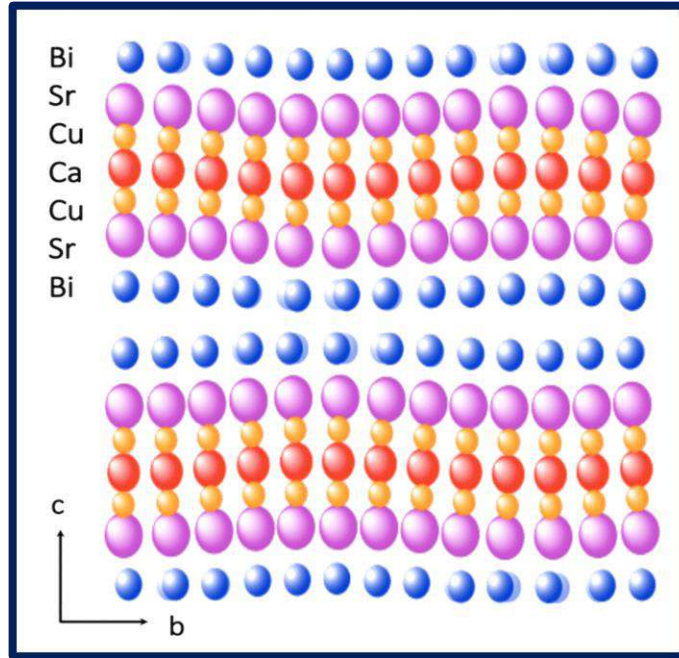
$$\vec{q} = \alpha a^* + \beta b^* + \gamma c^* \quad (1-14)$$

حيث:  $(\alpha, \gamma, \beta)$  اعداد حقيقية  $(a^*, b^*, c^*)$  الاشعة الأساسية للفضاء المعكوس.

ومنه فان هذه المركبات تعرف مواضع القمم بالشعاع H كما في العلاقة (1-13)[41]:

$$H = ha^* + kb^* + lc^* + mq \quad (1-15)$$

اعداد صحيحة  $(h, k, l, m)$



الشكل (1-13) خاصية التموج في مواضع بعض ذرات الطور Bi-2212 [43]

بينت اغلب نتائج الأبحاث السابقة ان شعاع التموج لأطوار النظام  $\text{Bi}_2 \text{Sr}_2 \text{Ca}_{n-1} \text{Cu}_n \text{O}_{2n+4+d}$  له مركبات

وفق  $a^*$  و  $b^*$  و  $c^*$  كما هو مبين في الجدول التالي:

الجدول (2-1): شعاع التموج لأطوار النظام  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4+d}$

الشعاع q	الطور
$0.2a^*+0.45c^*$	Bi-2201
$0.21a^*$	Bi-2212
او $0.21b^*$	Bi-2223
او $0.21b^*+c^*$	

## قائمة المراجع

### مراجع اجنبية:

- [1] T. P. Sheahen, Introduction to High-Temperature Superconductivity, Western Technology Incorporated Derwood, Maryland (2002).
- [2] H. K. Onnes, The Resistance of Pure Mercury at Helium Temperatures, Commun. Phys. Lab. Univ. Leiden. **12**,1 (1911).
- [3] W. Meissner et R. Ochsenfeld, Naturwissenschaften. **2**,787-788 (1933).
- [4] W. D. Callister, " Il s'agit du Hg Ba<sub>2</sub> Ca<sub>2</sub> Cu<sub>3</sub> O<sub>8</sub> ", Modulo Editeur, .62, (2001).
- [5] K. Berger, " Etudes des phénomènes couplés magnétothermiques dans les supraconducteurs à haute température critique, "Thèse de doctorat ", Univ Poincaré, p 9 (2006).
- [7] J. Rowell, High temperature Superconductivity, Physics Today, **44**, (June 1991).
- [8] J. Duron, "Modélisation de Matériaux supraconducteurs-application à un limiteur de courant", N°3469 (2006).
- [9] A. Maqsood and M. Maqsood."proceeding of the international workshop held at Rajshahi university", Bangladesh, edited by AKMA Islam,28 Oct-1Nov. (1996).



- [10] W. D. Callister, Jr. " Materials Science and Engineering " ,7th ed, (2007).
- [11] R.S. Liu, J.M. Liang, S.F. Wu, Y.T. Huang and P.T. Wu: Physica C159, (1981), 385-390.
- [12] C. Kittel, "Introduction to solid state physics", 4th ed, John Wiley and sons, (1971).
- [13] R.C. Duckorth, "Contact resistance and normal zone formation in coated Ytterium Barium Copper Oxide Superconductors ", University of Wisconsin- Madison, (2001).[ [23] L. Solymar and D. walsh, "Electrical Properties of Materials", Oxford University Press, (1998).
- [14] P. Christophe, Université Joseph Fourier, Grenoble (2003).
- [16] M. Tinkaam, "Introduction to superconductivity ", Ed-McGRAW-HILLInc, (1996).
- [17] S. Savard, "Mémoire Maîtrisées-sciences ", Université de Sherbrooke, Canada (2004).
- [18] V.Z. Kresin and S.A. Wolf, "Fundamentals of Superconductivity", Plenum Presses, New York, (1990).
- [19] C.S. Waing, " Electronic structure, Lattice Dynamics and magnetic Interations in High temperature Superconductivity", W. Lynn, springe 1990.
- [20] Z.M. Galasiewicz, "Superconductivity and Quantum Fluids" Vol.29, Pergamon ress Warszawa ,1970.

- [21] B. A. Aljurani, "Characterization and Properties of the Superconducting  $\text{Hg}_{1-x-y}\text{Tl}_x\text{Pb}_y\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{8+\delta}$  System ", Ph.D., University of Baghdad college of Education for Pure Science (Ibn Al-Haitham),2007.
- [22] H. Sahi, "Preparation and study the effective of addition in and La) on  $\text{Bi}_{2-x}\text{In}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{3-y}\text{La}_y\text{O}_{10+\delta}$  ) superconductor compound," Ph.D. University of Baghdad college of Education for Pure Science (Ibn Al-Haitham), 2017.
- [23] C. Kittel, "Introduction to solid state physics", 4th ed, John Wiley and Sons, 1971.
- [24] M.S. Subedi, "Superconductivity and Cooper Pairs", Himalayan Physics, Vol. 6 and 7, pp.104-107, 2017.
- [25] A. Maqsood and M. Maqsood, "Proceeding of the International Workshop held at Rajshahi University", Bangladesh, edited by AKMA Islam, 1996.
- [26] V. Z. Kresin and S. A. Wolf, "Fundamentals of Superconductivity", Ch. 1, Plenum Press, New York, 1990.
- [27] 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.
- [28] V. L. Ginzburg and L. D. Landau, " Phenomenological theory", JETP(USSR), Vol.20, p1064, 1950.
- [30] J. G. Bednorz and K. A. Muller, Phys. B, vol. 64, p. 189, (1986).
- [31] G. J. McIntyre, A. Renolt. G. Collin. Phys.Rev.B.37,5148 (1988).

- [32] E. T. Muromachi and al, Jap. J. Appl. Phys, 27, L365, (1988).
- [33] X. S. Wu and J. Gao, Physica C 329, N°4, P285, (2000).
- [34] S. S. P. Parkin and al, Phys.Rev. Lett.61, P750, (1988).
- [35] R. M. Hazen and al, Phys.Rev. Lett.60, P1657, (1988).
- [36] H. W. Zandbergen and al, Nature.332, P 620, (1988).
- [37] P. Bordet, J. J. Capponi, C. Chaillout and J. Chenavas, "Studies of high Temperature superconductors", (1991).
- [38] J. schlesimger et al. Phys. Rev. Lett, 65, P801, (1990).
- [40] M. R. Presland et al, Physica C. **176**, 95 (1991).
- [41] B. Z, M. Zhang, R.Y. Wang, Y.L. Jiang, H. Wang, Y. Qi, Journal of Alloys and Compounds, N, 430-650, (2015).
- [42] F. London, H. London, "The Electromagnetic Equations of the Superconductor", Proc. Roy. Soc. London 149 (1935) 71-88.
- [43] Andrey A. Ivanov. Valentin G. Ivanov. Alexey P. Menushenkov.  
Fabrice Wilhelm. Andrei Rogalev. Alessandro Puri. Bobby Joseph.  
Wei Xu. Augusto Marcelli. Antonio Bianconi. 2, (2017).

### المراجع باللغة العربية:

[6] م حسين مالك، "دراسة التوصيلية الكهربائية الفائقة في المواد و التطبيقات"، مذكرة البكالوريوس في الفيزياء، جامعة القادسية، العراق، (2017).

[15] م. علي كاظم بدر، خزعل عبد علي، "مواد فائقة التوصيل الكهربائي"، بكالوريوس في علوم الكيمياء، جامعة القادسية، العراق، (2016).

[29] زاوش مروة، صياد فاطمة "تحضير وتشخيص الطور Bi-2212 المطعم بالباريوم " مذكرة ماستر جامعة الشهيد حمه لخضر بالوادي (2018).

[39] ع. بوديار، "دراسة خواص مميزة في الاكاسيد Etude des Propriétés remarquables des oxydes"، أطروحة دكتوراه علوم، جامعة باجي مختار عنابة الجزائر، (2014).



الفصل الثاني طرق

تحضير العينات

وتقنيات التشخيص

## 2مقدمة:

الخزفيات هي مواد مصنعة لاهي معدنية ولا عضوية يتم الحصول عليها من مواد أولية (أكاسيد كربونات) بعد معالجتها حراريا. اما بنيتها فهي متعددة ابسطها احتواء مادة خزافية على طور واحد صلب بلوري او زجاجي واعتقادها على شكل مركب مكون من طور مختلف [1-2]. هناك عدد كبير من الطرق لإنتاج أكاسيد وظيفية الكريستال، اما ففي شكل مساحيق اما في الشكل مساحيق اما في السيراميك المضغوط، او الطبقات رقيقة السمكية استخدمنا طريقة تفاعل الحالة الصلب لتركب عينتنا، التي لديها ميزة البساطة وتسمح بالتحكم الجيد من قياس العناصر الموجبة. في هذا الفصل سوف نقدم طريقة تحضير العينات وتقنيات تشخيصها.

## 1-2 طرق تحضير النواقل الفائقة :

هناك العديد من الطرق لتحضير عينات الفائقة الناقلة، والتي يمكن تصنيف هذه طرق الى مسارين

❖ مسار رطب

❖ مسار جاف

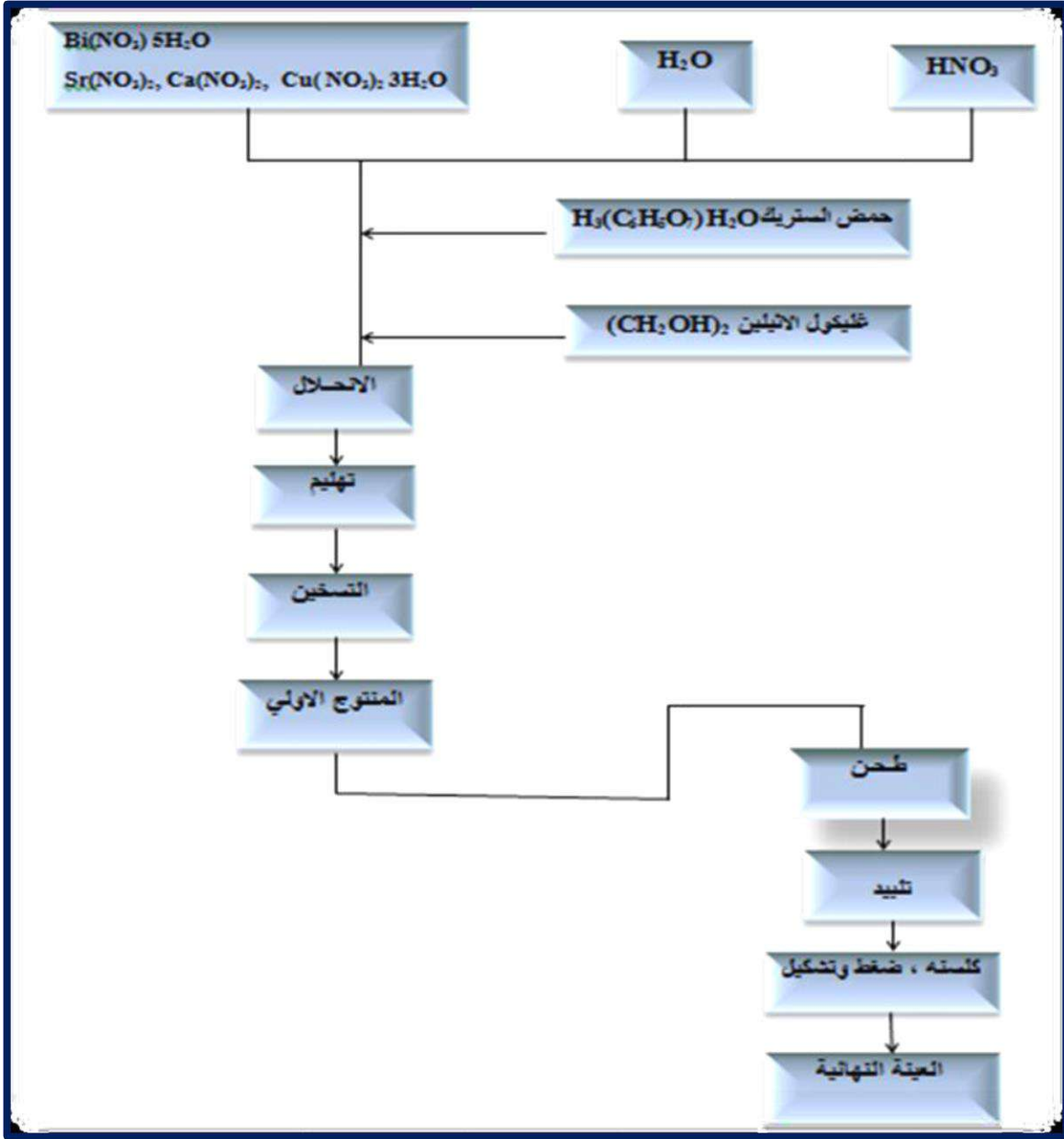
## 1-1-2 مسار الرطب (الكيميائي) :

يسمح بتشكيل مسحوق أكثر تجانسا مع حبيبات جد دقيقة، يعتمد مبدؤها على التحليل، الترسب ثم تخفيف ومن اهم

هذه الطرق

## 2-1-1-1 تقنية محلول هلام (Sol-GeL) بمختلف اصنافها:

استخدم تقنية (Sol-GeL) نظرا الى ما تتمتع به من مميزات عديدة فالمواد المحضرة نقيه اذ تقل نسبة تشكل الشوائب غير المرغوب فيها عند التحضير بتلك الطريقة، كما انها سهلة وغير مكلفة فهي لا تحتاج الى تخبية او درجة حرارة عالية. تستخدم هذه تقنية بشكل واسع في التطبيقات العلمية كتصنيع المرايا الباردة والساخنة والعدسات ومجزئات الحزمة الضوئية الى غيرها من التطبيقات بشكل أفضل وبسعة أكبر وتكلفة اقل. تعتمد تقنية (SoL-GeL) على مفهوم كيمياء المحاليل او ما يسمى بالكيمياء الرطب، إذا تجري فيها معالجة الطور السائل المعلق (SoL) وتحويله الى طور الصلب (GeL) [3].



الشكل (1-2): مراحل طريقة محلول هلام على العينة المدروسة [4]



2-1-1-2 الطرق ترسب الطبقات الذرية (ALD):

هي طريق ترسيب كيميائية لطبقات رقيقة من الطور الغازي، وتعتمد على أساس كيميائي سطحي تسلسلي تكون فيها مصادر مفصولة عن بعضها من خلال عملية التنظيف وتتألف عملية تنمية العادية من تكرار لدورات التسرب الذري الطبقي بالشكل التالي:

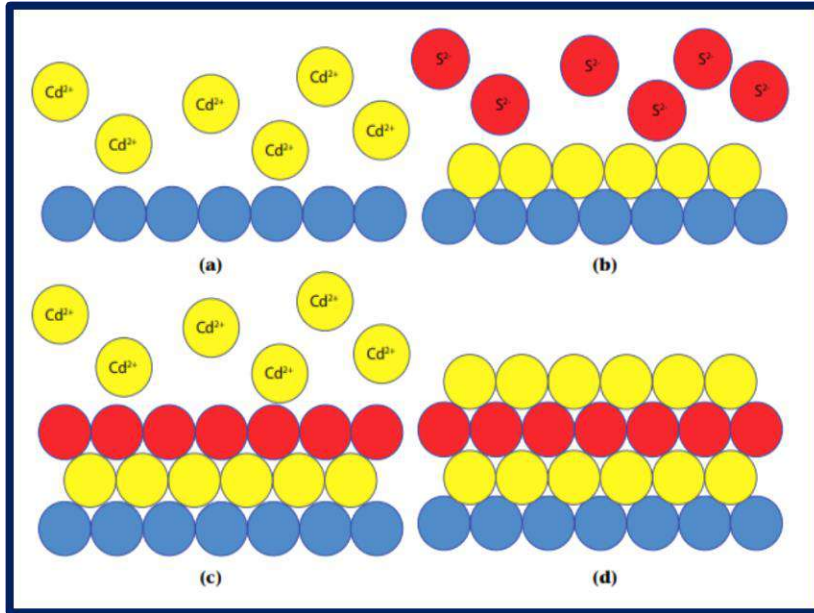
1. ادخال الى حجرة التنمية ابخره من المصدر الأول.

2. تنظيف المفاعل بغاز حيادي مثال النتروجين. الازالة الغاز الغير ممتص من المصدر الأول.

تعاد هذه العملية بالنسبة للمصدر الثاني الذي يتفاعل مع المصدر الأول على سطح الغشاء، هذا يعني ان دورة

الترسب الذي الطبقي للمصادر المتفاعل تلتقي مع بعضها البعض فقط على سطح الركيزة والتي هي مبينة في

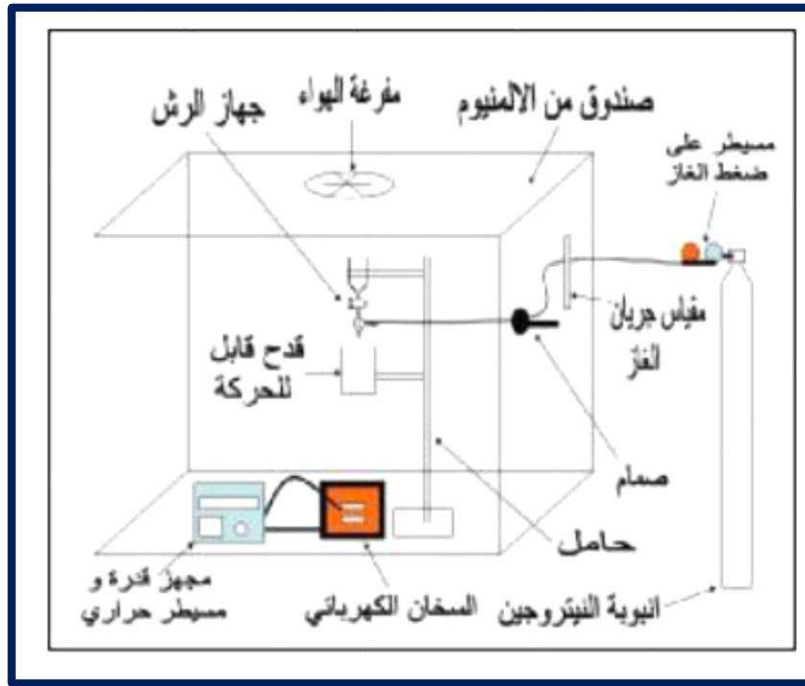
الشكل (2-2) [5].



الشكل (2-2): رسم تخطيطي يوضح عملية الترسيب الطبقات الذرية [6].

### 2-1-1-3 طريقة الانحلال الكيميائي الحراري:

تتلخص هذه الطريقة برش محلول المادة المراد تحضير الغشاء منها على قواعد ساخنة وبدرجة حرارة معينة تعتمد على نوع المادة المستخدمة اذ يحدث تفاعل كيميائي حراري بين ذرات المادة والقاعدة الساخنة [7]. ومن مميزات هذه الطريقة اقتصادية نظرا لقلّة تكاليف الأجهزة المستخدمة ولا تحتاج الى أجهزة معقدة..... [8] وشكل (2-3) يوضح هذه العملية



الشكل (2-3): رسم تخطيطي يوضح عملية الترسيب بواسطة الرش بالانحلال الحراري [7]

### 2-1-2 المسار الجاف:

يعتمد على طريقة التفاعل الصلب في املاح العناصر الأساسية للعينة، أهمها طريقة مسحوق الاكسيد داخل أنبوب (OPIT) طريقة النمو من خلال الانصهار الجزئي وطريقة التفاعل الصلب.

### 2-1-2-1 طريقة مسحوق الاكسدة داخل أنبوب (OPIT):

يتم خلالها تعبئة أنبوب من الفضة (Ag) بواسطة خليط من المساحيق الأولية الاكاسيد العناصر المكونة لمركب العينة، ثم بثلاثة مراحل أخرى وهي: المعالجة الحرارية تليها الضغط ثم مرحلة الطرق (Laminage) من شروط هذه الطريقة انه يجب خلط كميات مضبوطة ومحسوبة من الاكسدة الأولية لعدم إمكانية تغييرها بعد عملية التعبئة [9].

### 2-2-1-2 طريقة النمو من خلال الانصهار الجزئي:

تستخدم هذه طريقة للحصول على عينات ذات حبيبات مجهرية، والذي سيحسن خصائص نقل التيار الكهربائي أي رفع كثافة التيار المار في العينة. من بين الباحثين الذين استعملوا هذه الطريق هو (T. Hasebe et al) [10] حيث تمكنوا من متابعة عملية نمو العينات انطلاقا من الانصهار باستخدام كاميرا خاصة ركبت داخل الفرن المستعمل (in situ) تسمح هذه الطريقة بالحصول على عينات ذات بنية مجهرية موجهة.

### 2-2-1-3 طريقة التفاعل الصلب:

تمر طريقة التفاعل في حالة الصلبة بعدة مراحل عديدة وهي:

#### (أ) مرحلة الخلط والسحق:

تتم هذه المرحلة باستخدام الهاون اليدوي المصنوع من مادة العتيق (Gate Mortar) حيث تم العملية لمدة ساعة للحصول على خليط متجانس، وهي مرحلة مهمة في دور تحضير الخزفيات (السيراميك) [11].

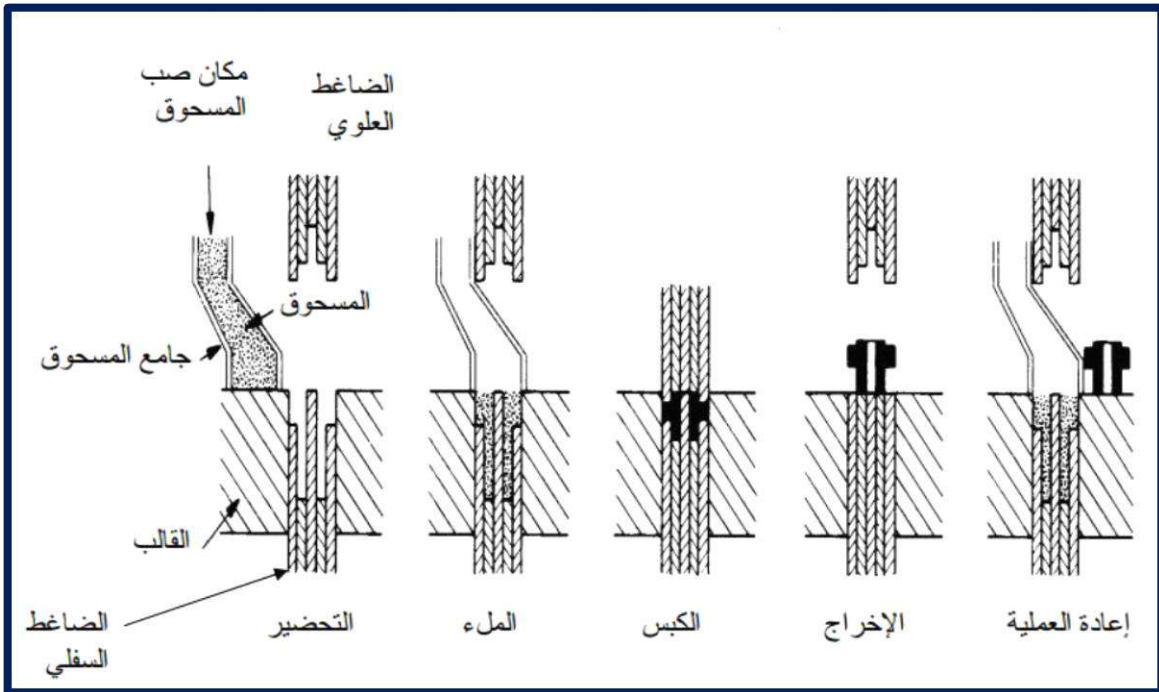
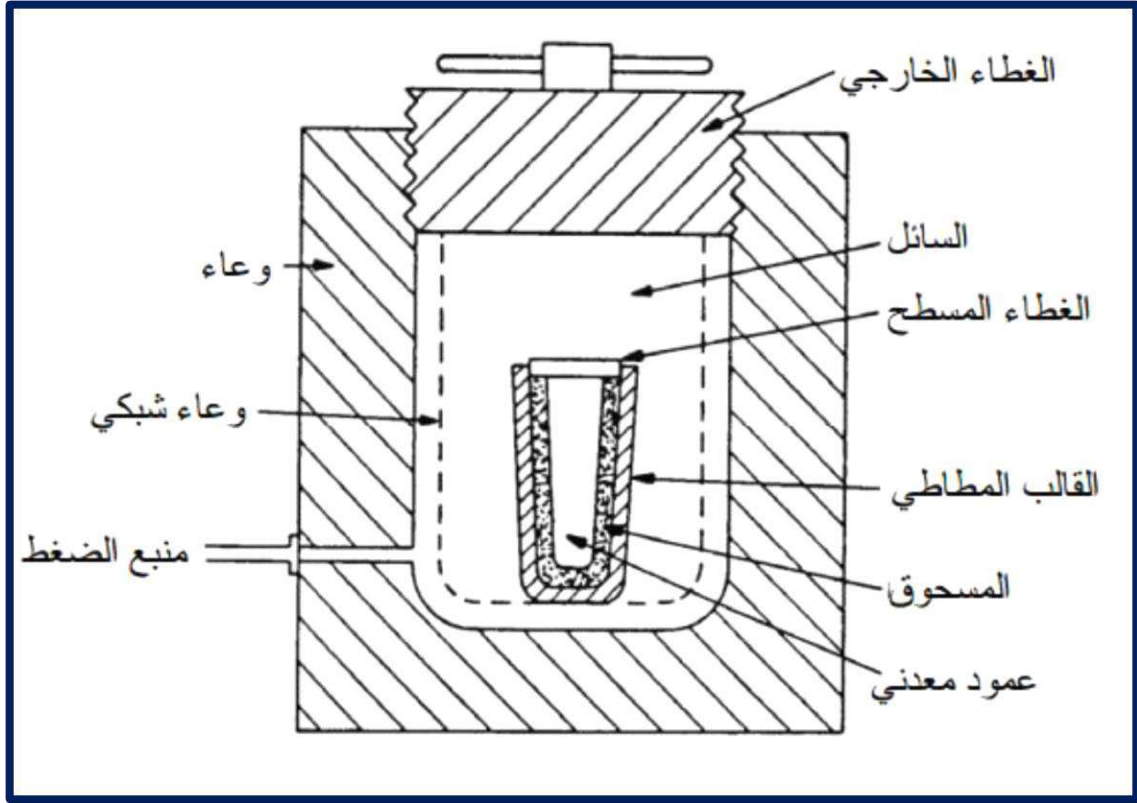
(ب) مرحلة الكلسنة:

هذه العملية تهدف لتحويل الخليط الى طبيعة مبلورة وقوية يتم نزع الكربون من المزيج في درجة حرارة ملائمة، وذلك بانطلاق غاز ( $CO_2$ )، ان درجة حرارة التفكك والزمن مرتبط بعدة عوامل منها الوسط المحيط بالمادة خلال المعالجة حيث كلما قل ضغط ( $CO_2$ ) كلما كانت درجة حرارة التفكك اللازمة لذلك اقل [2].

(ج) مرحلة التشكل:

الهدف من هذه المرحلة هو إعطاء المادة الأولية التشكل النهائي للقطعة الخزفية وهو مرحلة مهمة يجب إعطاؤها عناية خاصة لتحسين بعض العيوب التي يمكن ازالتها بواسطة التلييد، ومن بين الجوانب الواجب مراعاتها درجة نعومة السطح وانتظامه المطلوب في بعض العينات، كما يجب مراقبة ابعاد وكثافة العينة لمعرفة مدى التقلص الحاصل.

توجد عدة طرق لتشكيل القطعة الخزفية على هيئتها النهائية منها طريق الصلب او طريقة الكبس الجاف او طريقة الاستخراج فطريقة الكبس الجاف احادي المحور تعد التقنية الأكثر اقتصادا والأكثر شيوعا وهذا راجع لتنوع الاشكال التي يمكن تحضيرها وسيولتها، وتتم بالكبس الهيدروستاتيكي في القوالب كتومة للحصول على اشكال معقدة في يعددين او ثلاثة ابعاد (2-4)



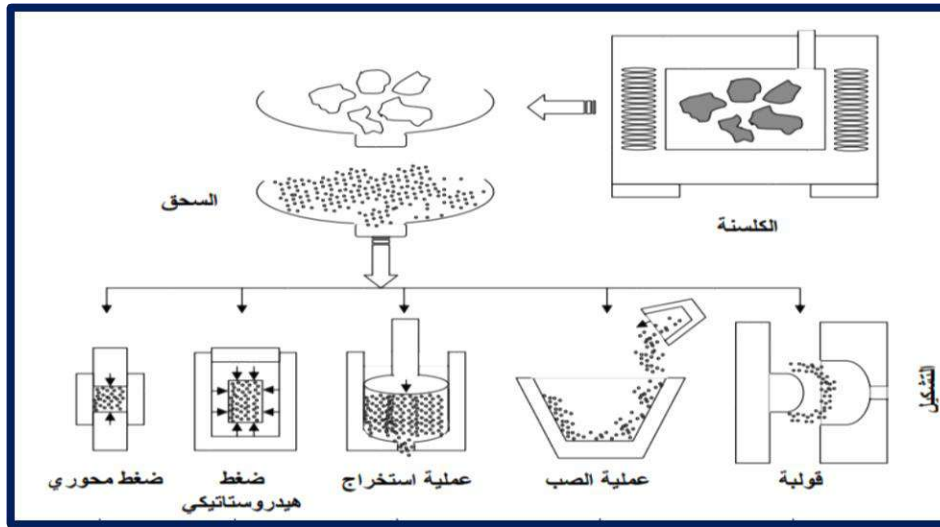
الشكل (2-4): طريق الكبس (الضغط) الجاف

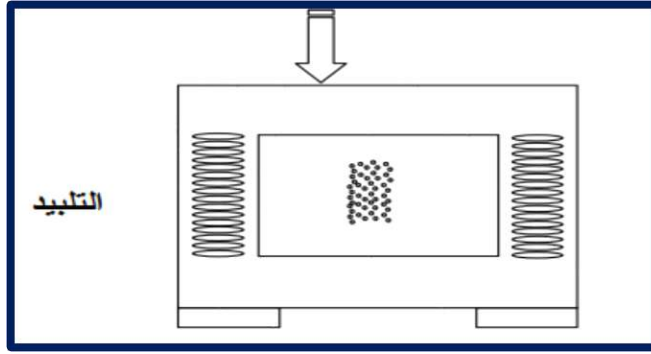
اما طريقة الاستخراج فيتم فيها كبس العجينة الخزفية واستخراجها من القالب على شكلها النهائي اما طريقة الصب فتتم بصب الخليط (مسحوق + ماء) في قالب سامي له شكل العينة المراد تحضيرها هذا قالب يعمل على امتصاص الماء من المزيج حتى يجف الخليط ليستخرج بعد ذلك [1-2-11].

### (د) مرحلة التلييد:

وهي اخر مرحلة من مراحل تحضير القطعة الخزفية وتغير خلالها ابعاد المادة حيث يكون هذا التغير مرتبط بعوامل أساسية منها ما هو متعلق بطبيعة المادة في حد ذاتها وابعاد وشكل حبيباتها ووجود الطور السائل..... الخ، ومنها ما هو متعلق كذلك بشروط التلييد من الضغط ودرجة الحرارة وزمن المعالجة، ويمكن تعريف التلييد على انه عملية معالجة حرارية تسمح لمجموعة من الحبيبات بالتكثيف.

نلخص في الشكل (2-5) مراحل طريقة التفاعل في الحالة الصلبة.





الشكل (2-5): اهم المراحل لتحضير قطعة خزفية بطريقة التفاعل في الحالة الصلبة [11]

## 2-2 تقنيات تشخيص العينات:

تستعمل طرق التحليل الفيزيائية التجريبية بغية دراسة المواد وتحليلها حيث يتم اثاره المواد المدروسة بواسطة تقنيات أساسية وهي:

-انعراج الاشعة السينية (DRX).

-المجهر الإلكتروني الماسح (M.E.R).

## 2-2-1-2 انعراج الاشعة السينية (DRX):

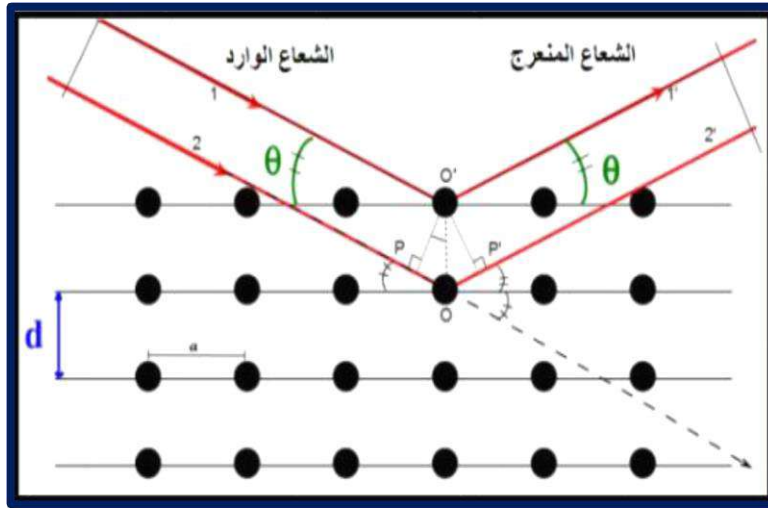
اكتشفت الاشعة السينية من طرف رونتنجن عام 1895، حيث وجد انها تناسب بخط مستقيم وبسرعة متساوية لسرعة الضوء ولا تتأثر بوجود حقل مغناطيسي او كهربائي وهذا ما يدل على انها لا تحمل شحنة كهربائية [12]، تستخدم تقنية انعراج الاشعة السينية لمعرفة طبيعة التركيب البلورة الاطوار البلورية الرئيسية والاتجاه السائد للأغشية المحضرة عند ظروف

معينة ودراسة الترتيب الذري لها [13]

2-2-1-1-1 مبدأ عمل تقنية الأشعة السينية:

يعتمد مبدأ تحليل هذه التقنية على توجيه حزمة أحادية الطول الموجي من الأشعة السينية على المادة، حيث تعمل هذه الأخيرة على انعكاس جزء من هذه الأشعة من قبل مستوياتها الذرية ويعتمد مبدأ قياس حيود هذه الأشعة على علاقة براغ [14]. فمن خلال هذا القانون وجد براغ انه يمكن تبيان موضع الحزم المنعرجة للأشعة السينية بواسطة البلورة بنموذج بسيط، حيث يفترض ان الأشعة السينية تنعكس بانتظام من المستويات المختلفة للذرات في البلورة. ووجد ان الأشعة المنعرجة توجد فقط في مواضع تتداخل عندها الأشعة المنعكسة عند المستويات المتوازية تداخل بناء كما يوضحها الشكل

[15] (6-2)



الشكل (6-2): مخطط يوضح انعكاس الأشعة السينية عبر عدة مستويات ضمن شرط براغ [16]

والشرط اللازم لحدوث هذا التداخل البناء يمثل في علاقة براغ والذي يعطى بالعلاقة التالية [15]

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda$$



$d_{hkl}$  : تمثل المسافة الفاصلة بين عائلة المستويات الذرية المحددة من قبل قرائن ميلر (h, k, l)

$\theta$  : زاوية سقوط الأشعة.

$n$  : عدد صحيح يمثل رتبة الانعكاس.

$\lambda$  : الطول الموجي للأشعة السينية.

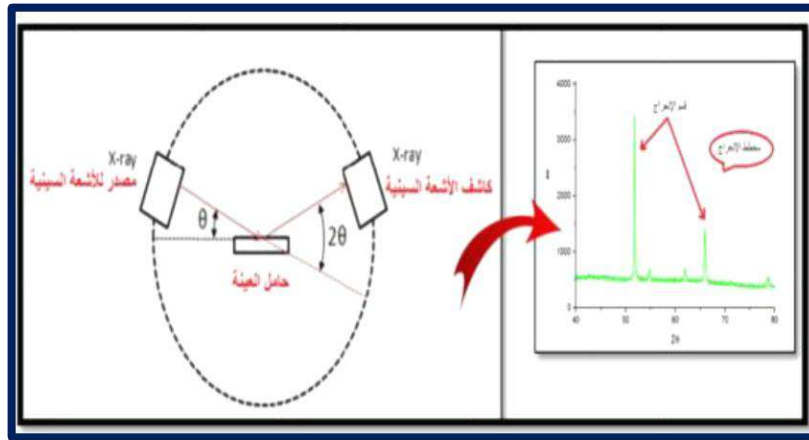
### 2-1-2-2 جهاز الانعراج:

يمكن جهاز الانعراج من قياس شدة الاشعاع (X) (الوارد من المهبط عن طريق العينة ) بدلالة الزاوية ( $2\theta$ ) المتشكلة مع

حزمة هذه الاشعة بدلالة مخططات الانعراج تدعى (Diffractogramme) والتي تمثل شدة الفوتونات المنعرجة ب

( $2\theta$ ) بمساعدة الجدول الموجود في بنك المعطيات (بطاقة الجمعية الامريكية لاختيار المواد)، يمكننا وصول الى تحديد الطور

ووسائط الخلية الموافقة لهذه المخططات [17]



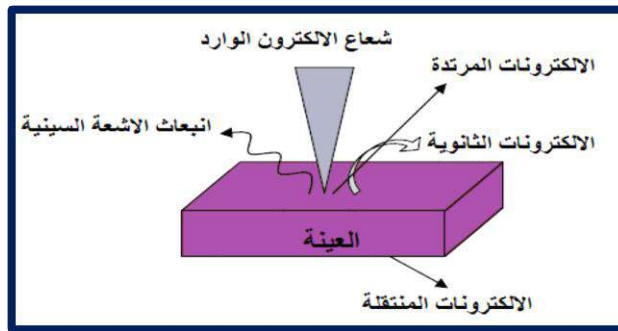
الشكل (7-2): مخطط وظيفي لجهاز انعراج الاشعة السينية [17]



الشكل (2-8): صورة لجهاز انعراج الاشعة السينية المستعمل في دراسة العينات

### 2-2-2 المجهر الالكتروني الماسح (M.E.B):

للتعرف على البنية المرفولوجية للعينات تم استخدام المجهر الالكتروني الماسح، تعتمد نظرية عمل المجهر الالكتروني الماسح على استخدام حزمة الكترونية عالية الطاقة تصطدم بسطح العينة المدروسة عموديا حيث تحدث عملية مسح نقطة بنقطة لسطح العينة، ومن ثم تجمع الإشارات المنعكسة والصادرة من العينة باستخدام الكواشف المختلفة، ومن بين اهم نتائج تفاعل الاشعاع الالكتروني مع المادة هو انتاج الالكترونات الثانوية بحيث الإشارة الملتقطة من طرف الكاشف تمكن من رسم صورة لسطح العينة على شاشة مرفقة كما يوضحه الشكل (2-9)، هذه الصورة يمكن ان تصل دقتها الى بعض العشرات من النانومتر.



الشكل (2-9): تفاعل الاشعاع الالكتروني والمادة [18]

تستعمل هذه التقنية لأنها سريعة وليست لها اثار سلبية على العينة، وهي فعالة عندما يكون سطح العينة ناقلا، وفي الحالات الأخرى التي يكون فيها السطح غير ناقلا يتوجب تغطيته بغشاء رقيق من مادة ناقلة كالذهب مثلا سمكها في حدود 30nm تقريبا [19]. من اجل الحصول على صورة طبوغرافية والمجهرية للعينات بعد مرحلة التليد ثم استخدام المجهر الالكتروني الذي يسمح بمسح كامل سطح العينات المدروسة، والميزة الرئيسية لهذا المجهر هي إمكانية التحليل النوعي والكمي باستخدام تشتت الطاقة X، كما يظهر صورة لتوزيع العناصر الكيميائية المكونة لها.

جهاز المجهر الالكتروني الماسح (MEB) الذي استعمل لتشخيص العينات المدروسة هو من نوع TESCAN (والمتواجد بجامعة بسكرة) والمزود أيضا بتقنية مطيافية تشتت الطاقة بالأشعة السينية (EDX) والموضح في الشكل (2-9) والذي يعمل بالشروط التالية:

- جهد التسارع يتراوح بين 25KV و 30KV.

- تكبير الصورة 5000 مرة.



الشكل (2-10): صورة لجهاز المجهر الالكتروني الماسح المستعمل.

مراجع اجنبية:

- [6] By John L. Stickney, Electrochemical Atomic Layer Deposition, The Electrochemical Society Interface, 2011.
- [7] Olusegun J. Ilegbusi, S.M. Navid Khatami, Leonid I. Trakhtenberg, Spray Pyrolysis Deposition of Single and Mixed Oxide Thin Films, Materials Sciences and Application, 2017, 8, 153-169.
- [9] H. W. Zandbergen and al, Nature. **332**, 620 (1988).
- [10] Jacky Ruste, "La Microscopie Electronique à Balayage", GN-MEBA-EDP Sciences (2008).
- [12] S. Benramache, A. Rahal, B. Benhaoua, the effects of solvent nature on spray-deposited ZnO thin film prepared from  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$  Optik 125, 2014.
- [14] 4]-A. Rahal, A. Benhaoua, C. Boozed, B. Benhaoua, B. Gasmi, Effect of antimony doping on the structural, optical and electrical properties of  $SnO_2$  thin films prepared by spray ultrasonic, Superlattices and Microstructures 76 (2014).
- [16] A. Rahal, S. Benramache, B. Benhaoua, Substrate Temperature Effect on Optical property of ZnO Thin Films, ENGINEERING JOURNAL 2013.
- [17] F. Urbach, Phys. Rev. 92(1953)1324.
- [18] N. Menguy, "Microscopie électronique", Univ Paris 7 Diderot (2013).
- [19] V. J. Styve, J. Geny, J. K. Meen and D. Elthon, Preprint of HTcSU, published in MRS (1999).

### المراجع باللغة العربية:

- [1] غويل بوجمعة، " تحضير ودراسة مساند لأغشية انطلاقا من مواد خزفية "، جامعة باتنة، (2010).
- [2] زنيخري فهيمة، "تحضير ودراسة مرشحات وحواملها انطلاقا من مواد أولية محلية "، جامعة منتوري قسنطينة، (2008).
- [3] ش مصري، ع.ع. الزغبي، ب. عباس، تحضير بودرة واغشية رقيقة من مادة (YIG) بتقانة (SOL-GEL)، مجلة جامعة دمشق للعلوم الأساسية المجلد 30 العدد الثاني -2014.
- [4] زواوش مروة، صياد فاطمة، تحضير وتشخيص الطور Bi-2212 المطعم بالباريوم، جامعة حمه لخضر بالوادي 2018.
- [5] دن. متوج، العيوب في الأفلام الرقيقة من النوع (ZnO) المنمات بطريقة الترسيب الذري الطبقي، سلسلة العلوم الهندسية المجلد 37 العدد 3، 2015.
- [8] الأغشية الرقيقة، رسالة لنيل بكالوريوس في علوم الكيمياء، جامعة القادسية، 2017
- [11] بلعمري جمال، " دراسة خصائص الهيدروكسياتيايت المستخلصة من عظم البقر " مذكرة مقدمة لنيل شهادة الدكتوراه، جامعة منتوري قسنطينة.
- [13] خ.ع. مشجل، ه.ن. عبد، الخصائص التركيبية والانتقالات الالكترونية لأغشية ZnO: Cd
- [15] م.ع. منصور، دراسة الخواص التركيبية والبصرية لأغشية (ZnO: Cu) المحضرة بطريقة APCVD، المجلة الأردنية للفيزياء المجلد 5، العدد 2، 2012.



الفصل الثالث العمل

التجريبي ومناقشة

النتائج

### 3 المقدمة

في هذا الفصل سنعرض اهم النتائج التجريبية التي توصلنا اليها والخاصة بالعينات المحضرة وذلك عن طريق استخدام انعراج الاشعة السينية (DRX)، والمجهر الإلكتروني الماسح EDX.

### 1-3 العمل التجريبي:

#### 1-1-3 تحضير العينات:

من اجل الحصول  $Bi_2212$  على فائق الناقلية يتوجب معرفة اية تشكله العينات المدروسة هي عينات للمركب

$Bi - Sr - CaCu_2O_8$  المعروف بالطور  $Bi_2212$  فائق الناقلية والذي ينتمي لعائلة النظام  $Bi - Sr$

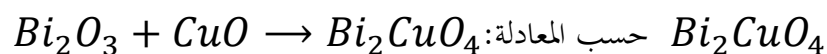
$Ca - Cu - O$  والتي تم تحضيرها باستعمال طريقة التفاعل الصلب انطلاقا من الاكاسيد التالية  $CuO$  ،

$Bi_2O_3$  ،  $SrCo_3$  ،  $CaCo_3$  بنسب مولية

$$Bi / Sr / Ca / Cu = 2 / 2 / 1 / 2$$

يتم تشكيل  $Bi_2212$  بثلاثة مراحل على النحو التالي [1]:

• **المرحلة الأولى:** يتفاعل أكسيد البسموت  $Bi_2O_3$  مع أكسيد النحاس لتشكيل المركب

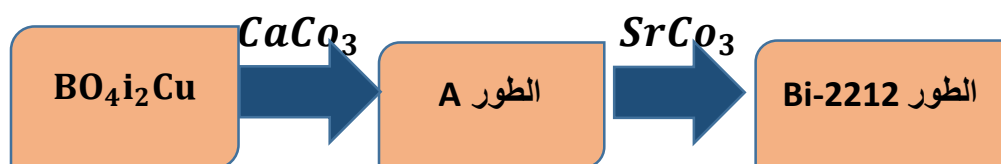


• **المرحلة الثانية:** يتفاعل هذا الناتج ( $Bi_2CuO_4$ ) مع كربونات الكالسيوم  $CaCo_3$  لتشكيل طور يرمز

له بالرمز A متكونة من العناصر  $Bi - Ca - Cu - O$

- **المرحلة الثالثة:** يتفاعل الطور A بدوره مع كربونات السترنسويم  $SrCo_3$  لتشكيل الطور  $Bi2212$

ويمكن تلخيص هذه الالية على المخطط التال



الشكل (1-3):مخطط يلخص الية تشكل الطور  $Bi2212$

### 3-1-1-1 التحضير:

قد تم تحضير عيناتنا بطريقة تفاعل الصلب حسب التفاصيل التالية:

### 3-1-1-2 تحضير المساحيق:

بغرض دراسة اثر تطعيم على الطور  $Bi2212$  الاثانوم له رمز (La) فقد تم تحضير 4 عينات للمركب  $Bi_2Sr_2La_xCaCu_2O_8$  بحيث يتم إضافة العنصر الاثانوم (La) بنسبة x تتغير بين 0.1 الى 0.3 في

موضع Sr

### ▪ السحق:

تم وزن الكتل المناسبة للحصول على 2g من المواد الأولية بواسطة ميزان حساس من نوع OHAUS دقته تصل

إلى  $(10^{-4}g)$ . سحق الكتلة الموزونة سابقا في هاون من الاغات (Mortier en Agate) كما هو مبين في

شكل (2-3) حتى الحصول على مسحوق متجانس لونه رمادي.





شكل (2-3): المسحوق المتجانس بعد عملية المزج والسحق (LEVRES).



الشكل (3-3): ميزان إلكتروني OHAUS (LEVRES).

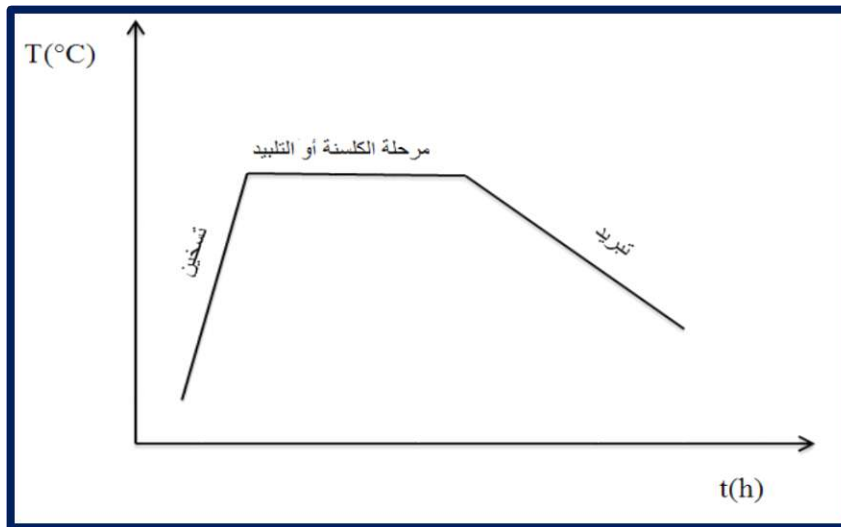
■ الكلسنة:

هي معالجة حرارية الهدف منها نزع عنصر الكربون من المسحوق الناتج من مزج المركبات الأولية وذلك بتبخير غاز خلالها، تدوم هذه المعالجة الحرارية في حالة التفاعل صلب وللمركبات فائقة الناقلية عدة ساعات  $CO_2$  (من 10 إلى 20

ساعة) [2]. ولذلك فقد تمت كلسنة مساحيق عينات داخل حاويات من الالين  $Al_2O_3$  ، الكلسنة الأول في درجة الحرارة وهي  $700^{\circ}C$  خلال 12 ساعة ، الكلسنة الثانية في درجة حرارة  $800^{\circ}$  خلال 12 ساعة في فرن من نوعية Nobertherm الشكل (3-4) و سحق بعد كل معالجة حسب المخطط المين في شكل (3-5).



الشكل (3-4): وضعية المساحيق في لفرن تحضير لبدأ معالجة الكلسنة (LEVRES) ..



الشكل (3-5): مخطط المعالجة الحرارية التي تخضع لها العينات في مرحلتي الكلسنة وتليد.

نوضح في الجدول (1-2) تسمية المساحيق المكلسنة حسب نسبة التطعيم

جدول (1-3): تسمية المساحيق المكلسنة عند  $800^{\circ}\text{C}$  خلال 12 ساعة.

الصيغة الكيميائية	نسبة التطعيم	الرمز
$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$	0.0	La00
$\text{Bi}_2\text{Sr}_{1.9}\text{La}_{0.1}\text{CaCu}_2\text{O}_8$	0.1	La01
$\text{Bi}_2\text{Sr}_{1.8}\text{La}_{0.2}\text{CaCu}_2\text{O}_8$	0.2	La02
$\text{Bi}_2\text{Sr}_{1.7}\text{La}_{0.3}\text{CaCu}_2\text{O}_8$	0.3	La03

#### ■ التشكيل:

تمت عملية تشكيل الأقراص انطلاقاً من المساحيق المكلسنة باستعمال آلة ضغط هيدروستاتيكية تحت ضغط

قدره  $3\text{Tonnes}/\text{cm}^2$  باستعمال قالباً مصنوع في المختبر. هذه العملية تمكن من الحصول على أقراص

قطرها 13mm وبسمك يتراوح بين 1mm و3mm وذلك حسب المسحوق الموضوعة في القالب كما

يبينه الشكل (3-6)



(أ)



(ب)

الشكل (3-6): (أ) القالب المستعمل في تشكيل الأقراص، (ب) القرص في تشكيل النهائي (LEVRES).

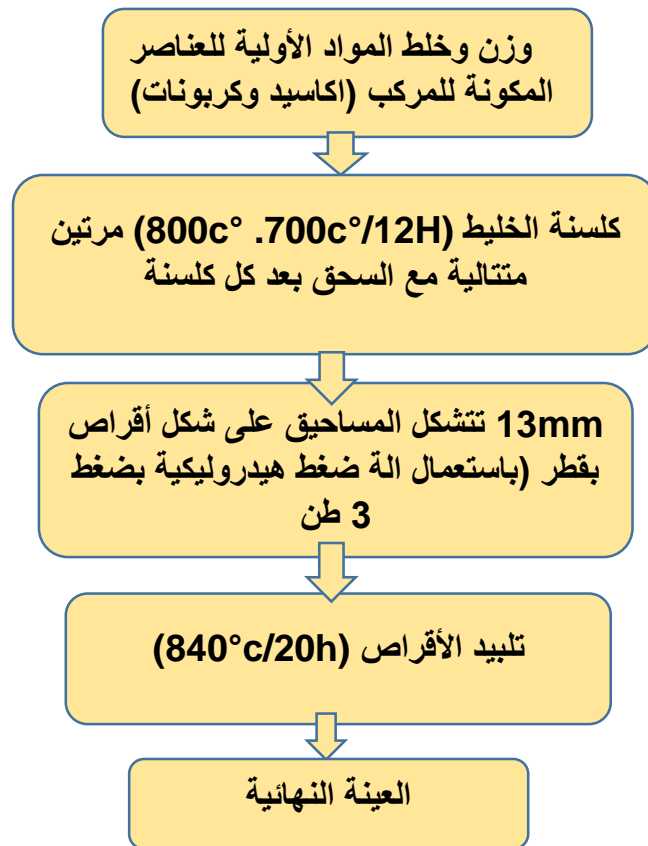
#### ■ التلييد:

هي أيضا معالجة حرارية عند درجات حرارة قريب من درجة الانصهار ، تمكن مرحلة التلييد من نمو حبيبات المسحوق المكلسن والتقليل بذلك من الفجوات داخل العينة أي الحصول على عينات مكثفة وأيضا فان التلييد لساعات طويلة (من 10 الى 72 ساعة في حالة المركبات فائقة الناقلية ) يقلل بكثيرة من الاطوار الشائبة ، وتعتبر هذه المرحلة أساسية وضرورية في حالة المركبات فائقة الناقلية لان التقليل من فجوات بين الحبيبات يحسن من خصائص النقل فتزداد كثافة التيار الكهربائي  $J_c$  المار في العينة [3] . بنسبة لعيناتنا فقد تمت عملية التلييد في درجة  $840^{\circ}\text{C}$  خلال زمن قدره 20 ساعة داخل نفس الفرن السابق كما يبينه الشكل (3-7).



الشكل (3-7): الأقرص المشكل داخل الفرن تحضيراً لعملية تليدها (LEVRES)..

ملخص لمراحل التي مرت بها عملية تحضير العينات المدروسة بطريقة التفاعل الصلب في الشكل (3-8)



الشكل (3-8): مخطط لمراحل تحضير العينات بطريقة التفاعل في حالة الصلب.

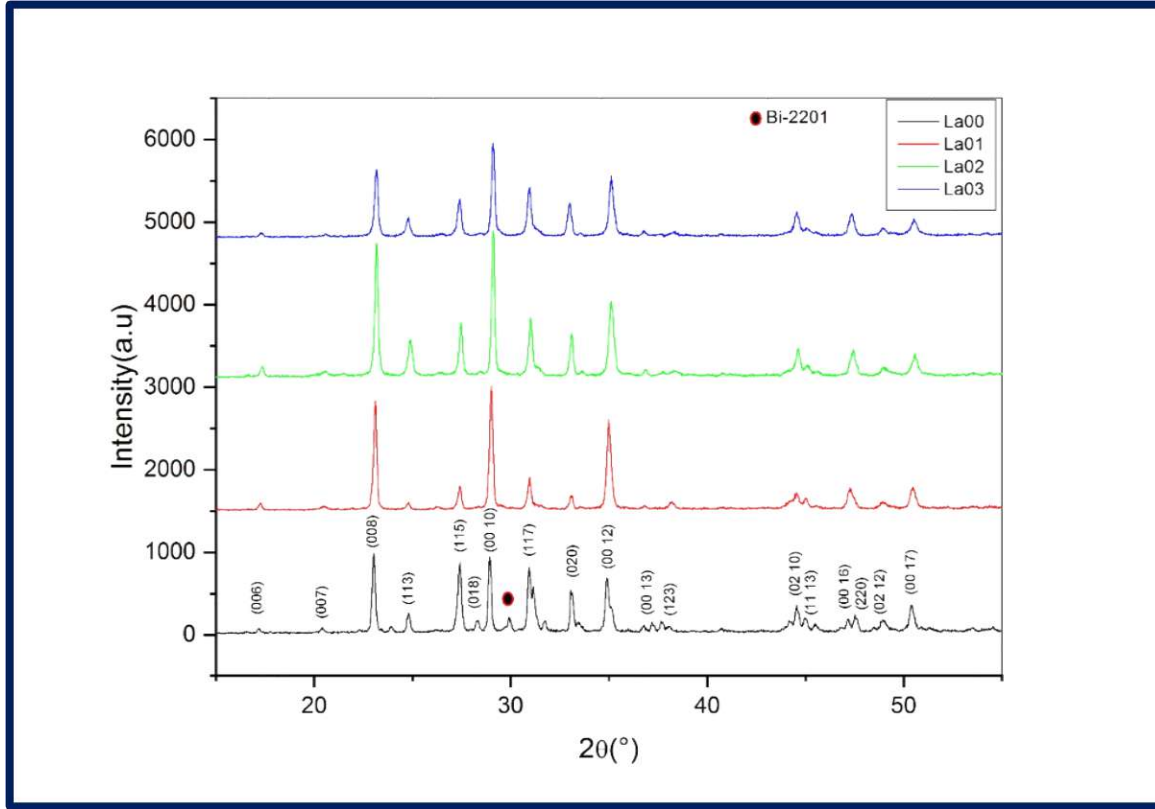
يوضح الجدول (2-3) ترميز الأقراص المبدلة حسب نسبة تطعيمها الانتانيوم.

الجدول (2-3): جدول يوضح ظروف تلييد الأقراص

الرمز	نسبة التطعيم	الصيغة الكيميائية
La00	0.0	$Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$
La01	0.1	$Bi_2Sr_{1.9}La_{0.1}CaCu_2O_8$
La02	0.2	$Bi_2Sr_{1.8}La_{0.2}CaCu_2O_8$
La 03	0.3	$Bi_2Sr_{1.7}La_{0.3}CaCu_2O_8$

### 2-3 نتائج انعراج الأشعة السينية (DRX):

تم استخدام تقنية حيود الأشعة السينية لدراسة الخصائص البنيوية للمركب  $Bi_2Sr_{2-x}La_xCaCu_2O_8$  حيث تم تحضير العينات المعرفة في الجدول (2-3) بتلييدها عند درجة حرارة  $840C^\circ$  ولمدة 20h، بهدف تحديد الأطوار المتواجدة في العينات وتحديد الثوابت الشبكية ( $\alpha$ ;  $\beta$ ;  $\gamma$ ; a; b ;c) وكذلك مركبات شعاع التموج  $q$  . يجدر الإشارة إلى أن عملية التعرف على الأطوار المتواجدة تم باستخدام برنامج Highscore plus [4]، ولتحسين هذه الثوابت استعملنا برنامج Jana2006 [5]. يبين الشكل (3-10) أطياف الإنعراج للعينات النهائية.

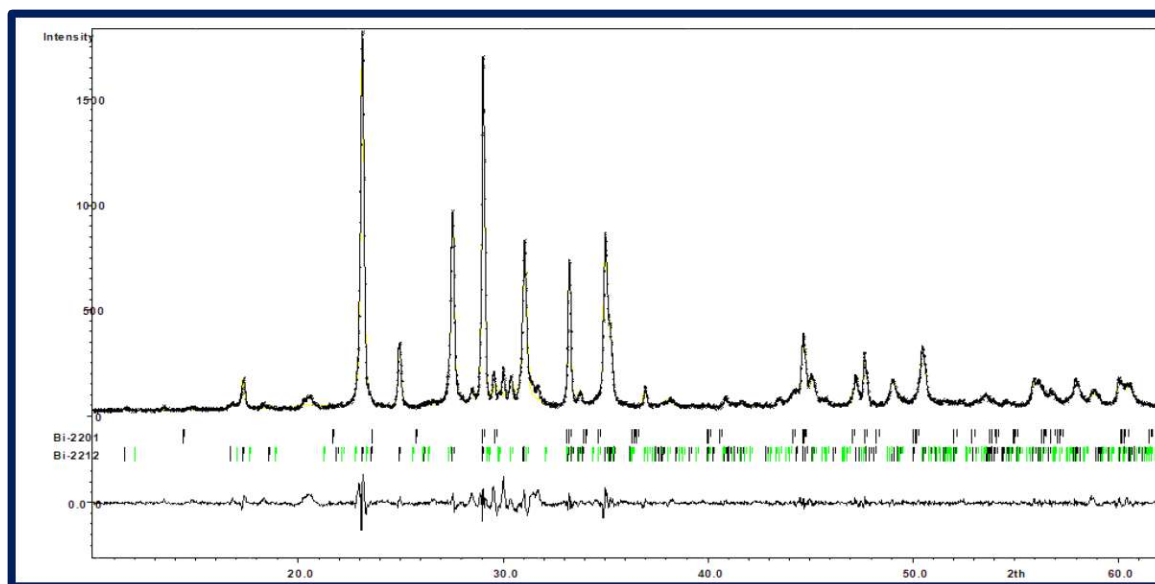


الشكل (3-9): طيف الحيود الاشعة السينية لمرحلة تلييد La03، La02، La 01،La00

نلاحظ من أطياف الانعراج للعينات الأربعة ان عملية تحضير عينات Bi-2212 قد نجحت وهذا بسبب غالبية الطور Bi-2212 في أطياف الانعراج الاشعة السينية الموضحة في الشكل أعلاه، مع تسجيل وجود الطور الشائب Bi-2201 في العينة غير المطعمة، بالإضافة إلى ما سبق فإننا سجلنا نتيجة مهمة والتي تتمثل في أننا تمكنا من الحصول على الطور Bi-2212 بعد مرحلة واحدة من التلييد أي في زمن قصير مقارنة بالزمن اللازم للحصول على نفس الطور بطرق تحضير أخرى وخاصة طريقة تفاعل الحالة الصلبة [6]، وهذا يعني أن التطعيم بالانتانوم حفز عملية تكوين الطور Bi-2212 باقتصاد كبير في الطاقة والزمن.

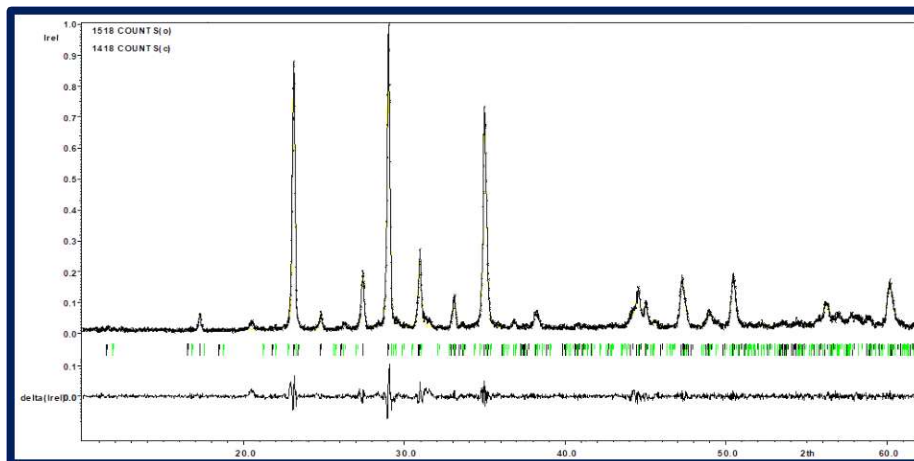
### 3-3 نتائج التحسين:

إن الهدف من تحسين النتائج هو الحصول على قيم دقيقة وقريبة بقدر الإمكان لثوابت الشبكة البلورية ولمركبات شعاع الترموج  $q$  الحقيقية للعينات المحضرة، ومن أجل ذلك تم استعمال البرنامج الذي يعالج المركبات التي تمتلك خاصية الترموج في بنيتها البلورية، وهو برنامج Jana2006 [2] والذي يعتمد على إدخال القيم الخاصة لطيف انعراج قريب من طيف العينة المدروسة عن طريق باستخدام المقارنة بين الطيف التجريبي والأطياف الخاصة بالأطوار الموجودة بقاعدة البيانات في برنامج High score plus [4]، مع إدخال القيم الخاصة للطور الشائب. وقد تم الحصول على نتائج ثوابت الشبكة المحسنة ( $a, b, c$ ) مع تحديد مركبات شعاع الترموج  $q$  اعتماداً على الدالة Pseudo-Voigt لوصف شكل القمم المحصل عليها في طيف الإنعراج. تبين الأشكال (10-3)، (11-3)، (12-3)، (13-3) أدناه، نتيجة التحسين المحصل عليه لكل عينة.

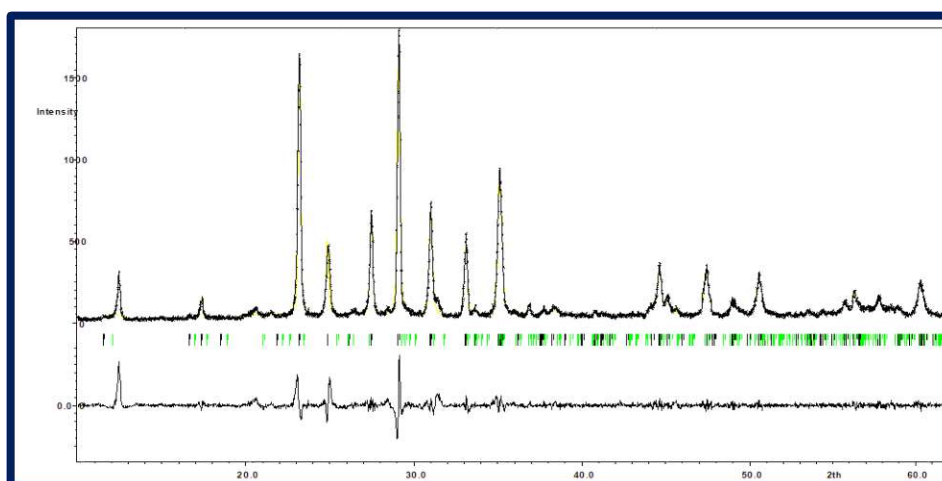


الشكل (10-3): مظهر التحسين للعينه La00

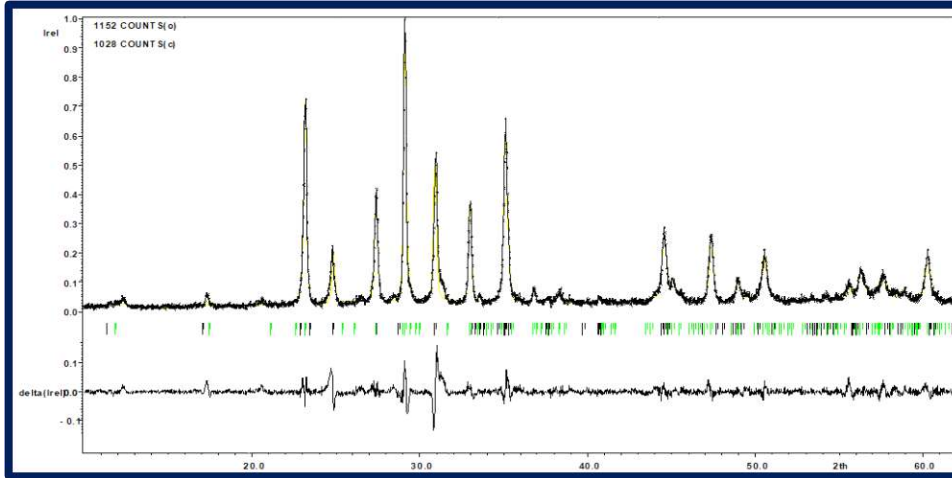




الشكل (3-11): مظهر التحسين للعيينة La01



الشكل (3-12): مظهر التحسين للعيينة La02



الشكل (3-3): مظهر التحسين للعيينة LaO3

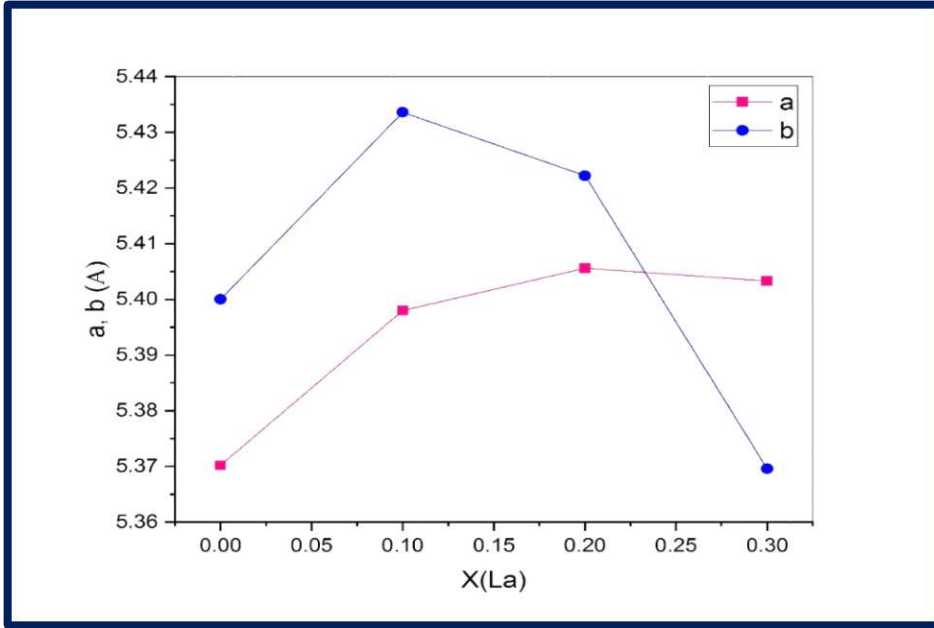
يلخص الجدول (3-3) القيم المحسنة لثوابت الشبكة البلورية وشعاع التموج وحجم الحبيبات [10] لكل

عيينة من العينات المدروسة.

الجدول (3-3): القيم المحسنة لثوابت الشبكة البلورية للعينات المحضرة.

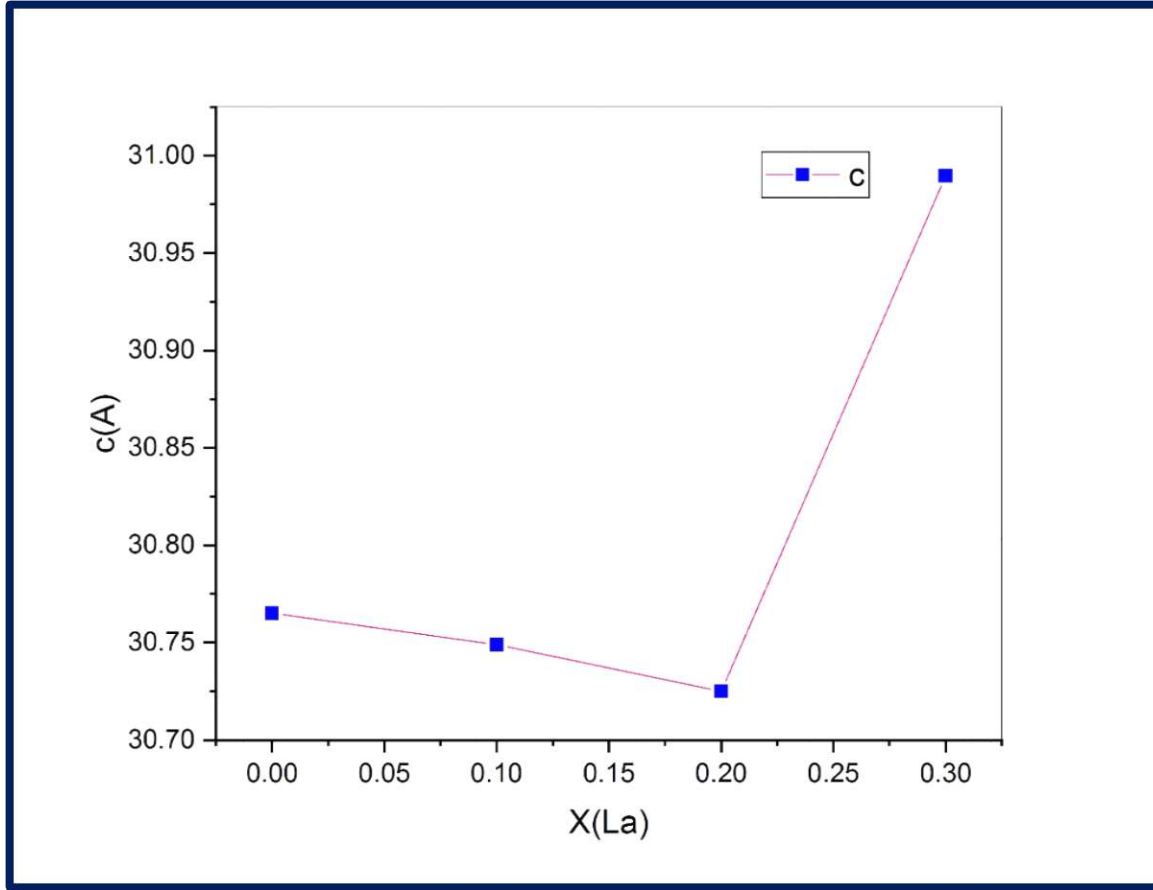
<i>q</i>	<i>c</i>	<i>b</i>	<i>a</i>	العينة
0.2063(4)	30.7652(25)	5.4000(4)	5.3708(5)	La00
GOF=1.19	R <sub>p</sub> =8.09	D <sub>00</sub> =7.5	R <sub>wp</sub> =11.73	
0.1914(4)	30.7489 (30)	5.4336(4)	5.3980(4)	La01
GOF=1.25	R <sub>p</sub> =10.97	D <sub>01</sub> =5.3	R <sub>wp</sub> =15.12	
0.2146(4)	30.7205(34)	5.4222(6)	5.406(8)	La02
GOF=1.76	R <sub>p</sub> =12.46	D <sub>02</sub> =5.2	R <sub>wp</sub> =17.95	
0.2156(4)	30.9897(47)	5.3696(7)	5.4033(5)	La03
GOF=1.58	R <sub>p</sub> =13.58	D <sub>03</sub> =9.7	R <sub>wp</sub> =18.48	

تبيين الاشكال (10-3)، (11-3)، (12-3)، (13-3): التمثيل البياني للقيم الموجودة في الجدول (3-3)



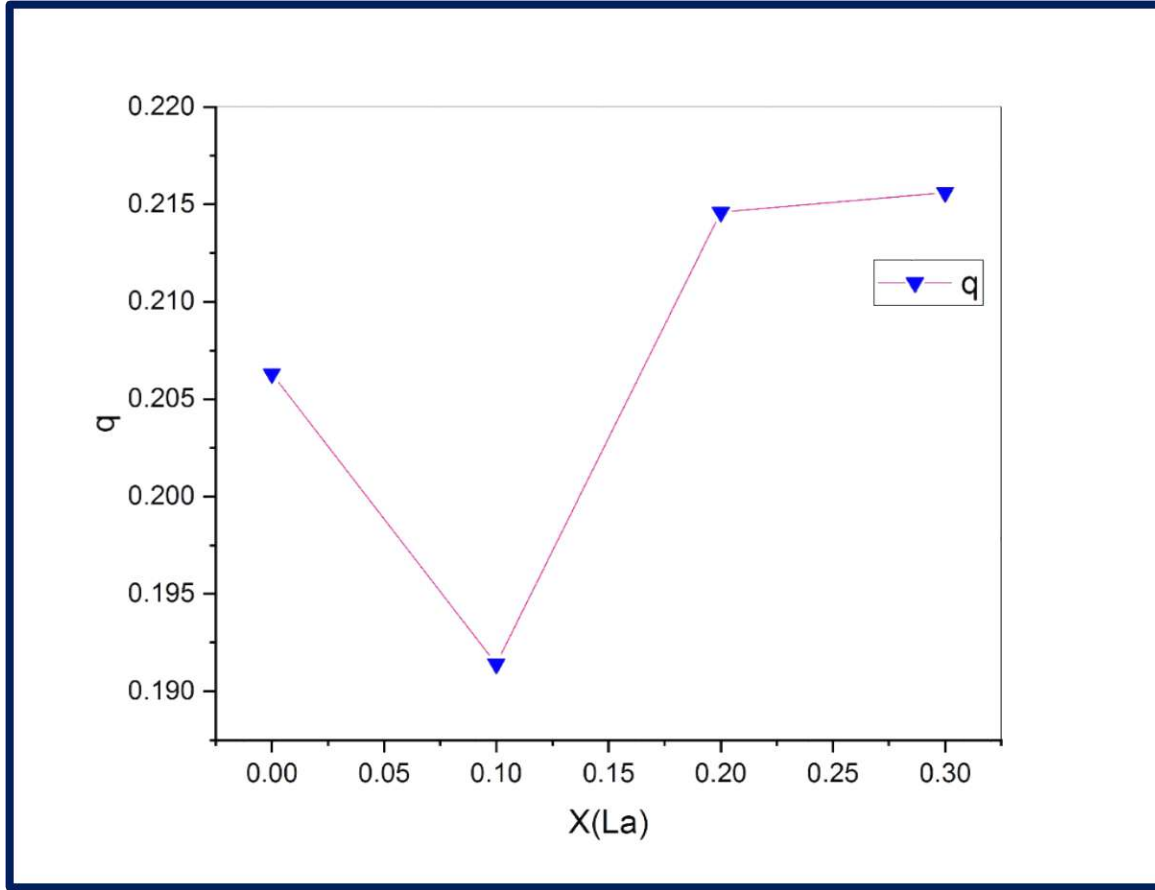
الشكل (3-14): منحنى تغيرات ثابتي الشبكة  $a$  و  $b$  بدلالة نسبة التطعيم  $x(La)$

نلاحظ من الشكل (3-14) أن جميع العينات لا تغير من نظامها البلوري (معين قائم) لان  $a$  لا يساوي  $b$  عند أي قيمة للتطعيم. نلاحظ أيضا زيادة الثابتين  $a$  و  $b$  بعد اول تطعيم  $x=0.00$  وفي مجال التطعيم من  $x=0.20$  الى  $x=0.30$  يتغيران بشكل متعاكس حيث يتزايد الثابت  $a$  ويتناقص الثابت  $b$  وهذا يعني تمدد المستويات البلورية الافقية.



الشكل (3-15): منحنى تغيرات الثابت  $c$  بدلالة نسبة التطعيم  $x(\text{La})$

من الشكل (3-15) نلاحظ ان الثابت  $c$  يتناقص من  $x=0.00$  الى  $x=0.20$  وهذا راجع الى فرق لنصف القطر الايوني لعنصر الانتانوم  $\text{La}$  وعنصرسترونشيوم  $\text{Sr}$ ، حيث ان نصف القطر الايوني الانتانوم هو  $0.16\text{A}$  وهو اقل من نصف القطر الايوني للسترونشيوم الذي يساوي  $1.18\text{A}$  [8]. بالإضافة إلى ذلك، نلاحظ ان الثابت  $c$  يتزايد بعد  $x=0.20$  وهذا التزايد يعود الى زيادة نسبة الاكسجين في العينة [9].



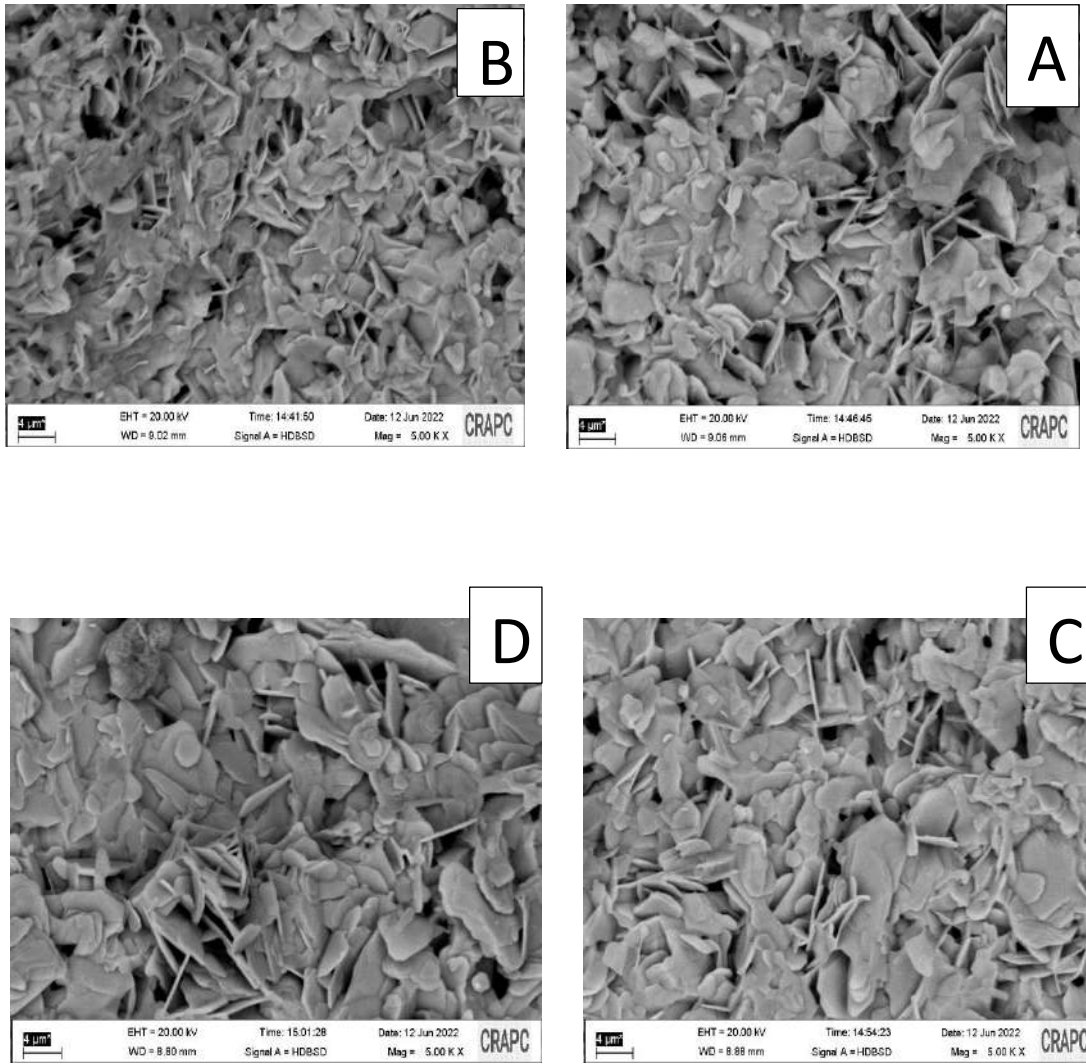
الشكل (3-16): منحنى تغير نسبة تواجد الطور Bi-2212 بدلالة نسبة التطعيم.

نلاحظ من الشكل (16-1) ان التطعيم يتناقص من  $x=0.00$  الى  $x=0.10$ ، ويزيد ابتداء من القيمة  $x=0.10$ .

التطعيم بالقيمة  $x=0.10$  يقلل من تموج البنية البلورية عكس ما يحدث عند القيم  $x=0.20$  و  $x=0.30$ .

### 3-4 نتائج المجهر الإلكتروني الماسح:

بغية تتبع البنية المجهرية للعينات باستعمال المجهر الإلكتروني الماسح فتحصلنا على النتائج التالية:



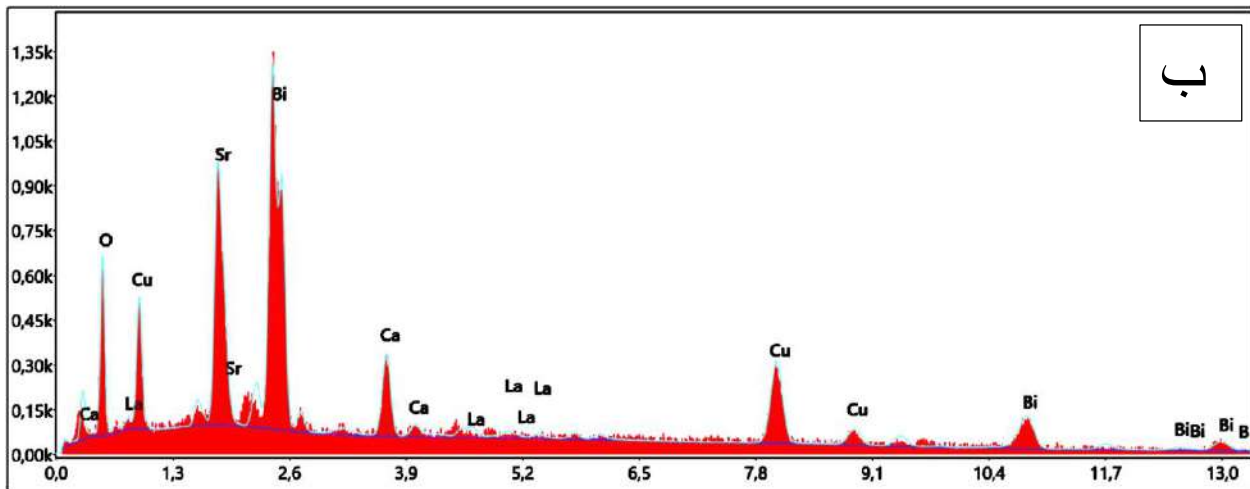
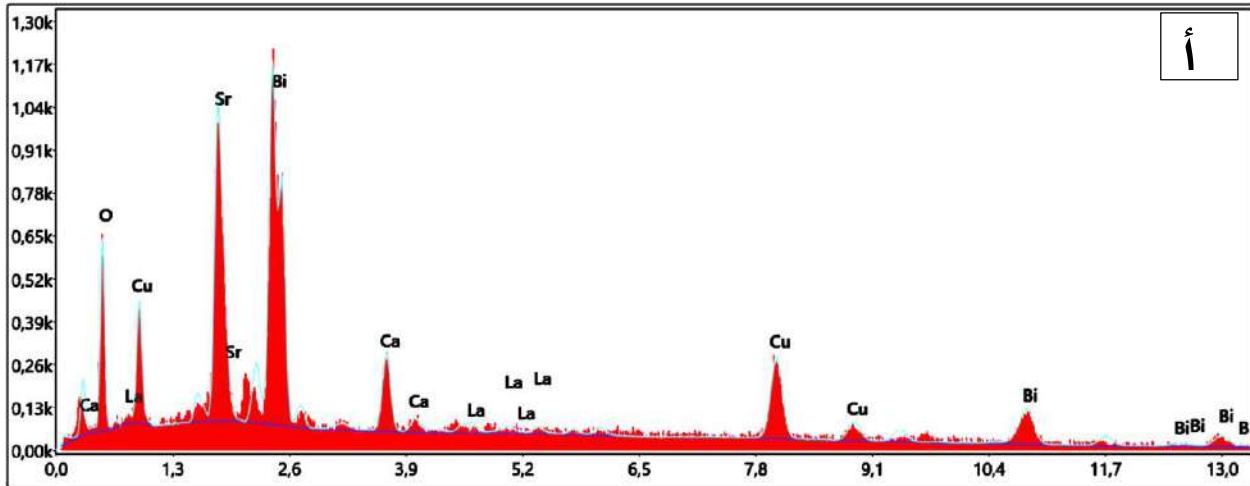
الشكل (3-17): صورة البنية المجهرية للعينات حيث: (A)La00,(B)La01,(C)La02,(D)La03.

نلاحظ ان صورة المجهر الإلكتروني الموضح في الشكل (3-17) ان حبيبات اللعينات تزداد حجمها حيث تنمو الحبيبات نظرا لتحفيز ظاهرة انتشار الذرات بزيادة درجة الحرارة وعليه فسنقترب من بعضها البعض أكثر (التقليل من الفراغات والفجوة بينهما) وستكون أكثر ارتباطا الذي من أسبابه هو التغير في درجة الانصهار للعينة [11].

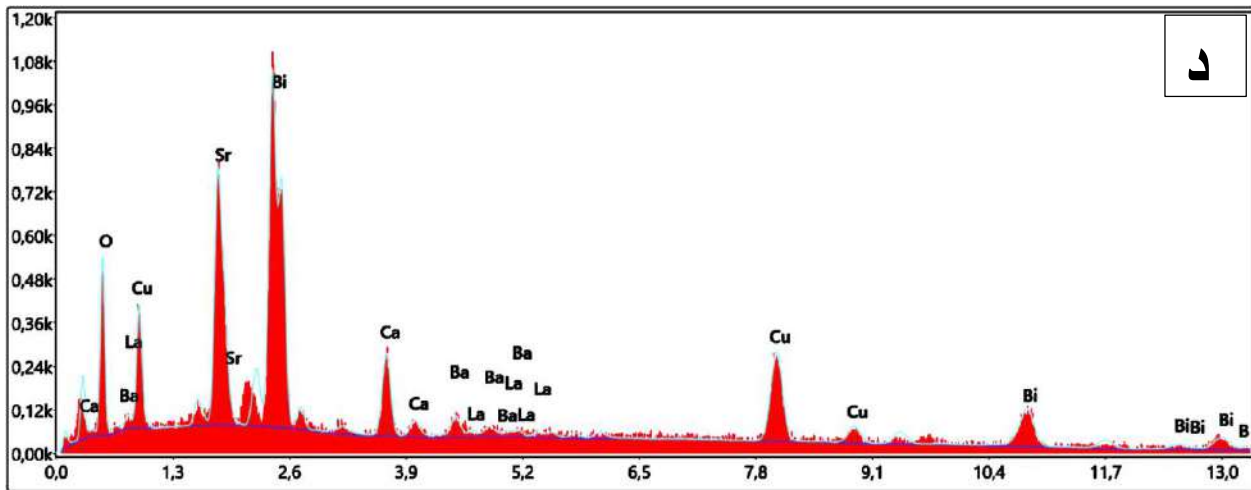
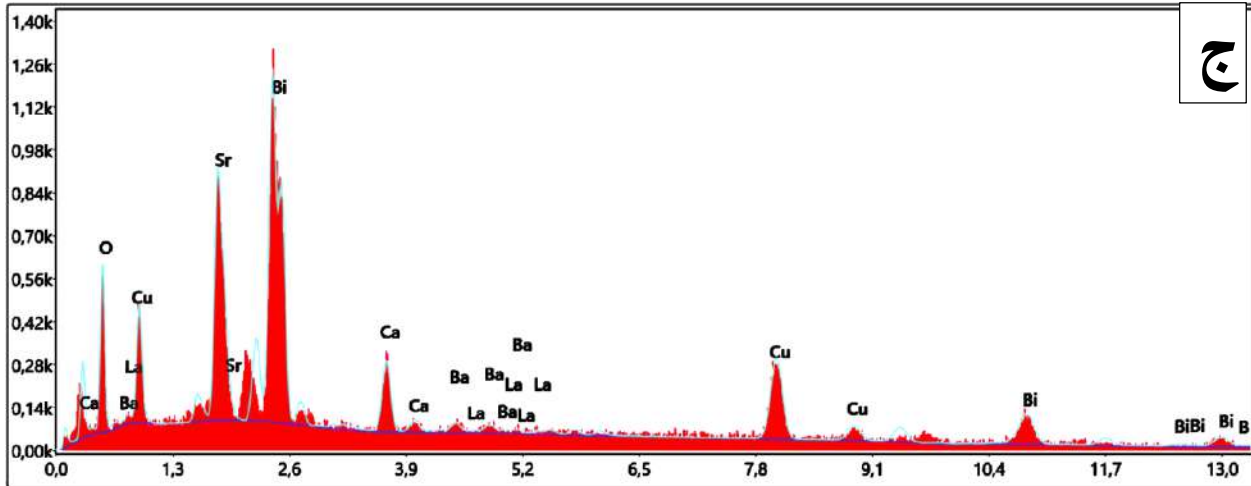
يلاحظ أيضا ظهور بعض المناطق الناصعة كأنها طبقة تغطي بعض الحبيبات العينات النهائية والتي تظهر عادة في العينات التي يتم تطعيمها بعنصر اللانثانوم La الذي يتميز بتكوين طبقة خارجية على الحبيبات والتي يؤدي عادة إلى انخفاض في قيمة درجة الحرارة الحرجة Tc كما في حالة الطور [12] Bi2223.

نتائج التحليل بمطيافية تشتت الطاقة بالأشعة السينية:

باستعمال جهاز المجهر الإلكتروني الماسح نفسه وتقنية EDX تحصلنا على الشكل التالي:







الشكل (3-18): أطياف EDX للعينات: (أ) La00، (ب) La01، (ج) La02، (د) La03،

انطلاقاً من أطياف الشكل (3-18) يلخص الجدول (3-4) نسبة تواجد كل عنصر في كل عينة.

الجدول (3-4): النسبة الذرية لكل عنصر في العينات.

[at.]	La0.1	La0.1	La0.2	La0.3
O	54.66	53.65	52.71	51.37
Sr	11.90	10.49	10.67	10.30
Bi	9.47	10.05	10.10	9.73
Ca	7.52	8.40	7.71	8.29
La	0.75	0.76	0.16	0.44
Cu	15.70	16.65	17.75	18.08
Ba	0	0	0.90	1.79

الامر الأبرز من هذه النتائج هو زيادة نسبة اللثانيوم (La) في العينات وهذا دليل على تغلغله

المراجع الأجنبية:

- [1] M. Jang and J. H. Moon, J. Mater. Res, Vol.6, N°5, P916 (1991).
- [2] J. Benard, “ METALLURGIE GENERALE ”, Ed-Masson et Cie, P538 (1969).
- [3] S. A. Seddiqi, B. Akhtar, Int. J. Modern. Phys B. Vol 9, N°28, (1995). [4] V. Petricek, M. Dusek and L. Palatinus, Z. kristallogr. 229 N°5, 345- 352, 2014.
- [5] V. Petricek, M. Dusek and L. Palatinus, "Crystallographic computing system JANA2006: general features", z. kristallogr,229(5), 345,201
- [6] W. Abdeen, S. Marahba, R. Awad, A. I. Abdou Alya, I. H. Ibrahim, M. Matar, Electrical and mechanical properties of (Bi, Pb) -2223 substituted by holmium, J. Adv. Ceramics vol. 5(1), 54–69, 2016.
- [7] F. James, J.F. Shackelford and W. Alexander, "Material science an engineering hand book",3th edition, CRC press LLC, NewYork, USA, ,2001.
- [8] A. Amira, F. Bouaicha, N. Boussouf and M.F. Mosbah, "Substitution of Sr<sup>2+</sup> by Eu<sup>3+</sup> in Bi-2201 ceramics, effects on structure and physical properties Solid State Sciences,12, 699-705, 2010
- [9] k. ALdahash, "Study of sintering temperature on (Y Ba<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub>-) High superconductors", Baghdad University, Baghdad, 106, 1997.
- [10] <http://gwyddion.net>
- [11] A. Amira, M.F. Mosbah, P. Molinié and A. Leblanc, "The formation of Bi-2212 phase depending on synthesis conditions", Solid State Sci, 7, 53,2005.

[12] M. Mimouni, M. S. Mahboub, N. Mahamdioua, M.- F. Mosbah, G. Rihia, S. Zeroual, M. Ghougali, S. P. Altintas and A. Alhussein Structural and magnetoelectrical properties of  $\text{Bi}_{2-x}\text{Sm}_x\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$  high Tc superconductor prepared by Pechini method", J. Superconductivity and Novel Magnetism, Vol. 33, 3321–3331, 2020.



# الخلاصة العامة

لقد تم في العمل التجريبي تحضير عينات للطور Bi-2212 والذي ينتمي للنواقل الفائقة ذات درجة حرارة عالية وتطعيمه باللونتان (La) في موضع السترونشيوم (Sr)، بمقادير  $x=0.0-0.4$ ، بطريقة التفاعل الصلب وتشخيصها باستعمال طريقة انعراج الأشعة السينية (DRX) والمجهر الالكتروني الماسح (MEB) و(EDX). حيث تحصلنا على النتائج حسب كل تقنية كمايلي:

### ● التحليل باستعمال الأشعة السينية

- دلت النتائج على ان الطور الغالب في جميع العينات هو الطور Bi-2212 مع وجود نسبة قليلة جدا من الطور Bi-2201 قبل التطعيم.
- الحصول على الطور المدروس بعملية تلييد واحدة، أي في وقت قصير مما يعني اقتصاد كبير في الطاقة.
- انخفاض في قيمة ثابت الشبكة c راجع إلى نصف القطر الايوني لعنصر اللونتان (La) اقل من عنصر السترونشيوم (Sr)، اما زيادته فهي راجعة الى زيادة الأكسجين.
- انطلاقا من النتائج GOF في الجدول رقم (3-1) وما تبينه من نتائج حول ثوابت الشبكة (a, b, c, q) وجودة العينة، احسن قيمة لتطعيم اللانثانوم La في مواضع سترونشيوم Sr هي القيمة  $x=0.10$ . مما يعود إيجابا على خواص الناقلية الفائقة درجة الحرارة الحرجة  $T_c$ ، وكثافة التيار  $J_c$ .

### ● التحليل المجهر الالكتروني الماسح

بين ان الحبيبات تملك بنية طبقية مع حجم حبيبي يقدر ببعض الميكرومترات.

### الافاق المستقبلية

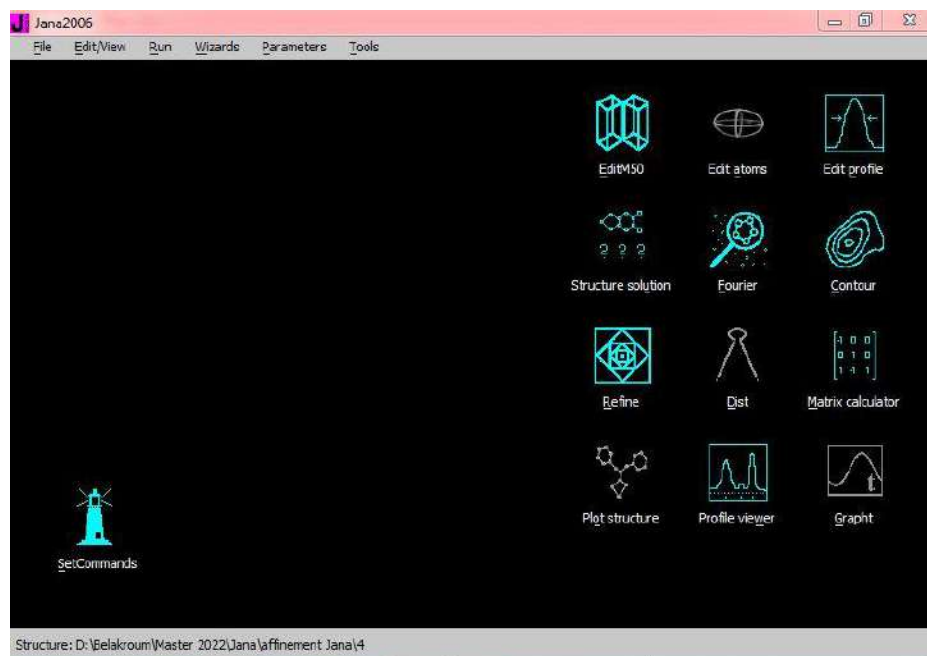
نأمل مستقبلا بالقيام بأعمال أخرى منها

- تحضير عينات أخرى للطور Bi-2212 مطعمة بعناصر ترابية نادرة أخرى مثل السيريوم (Ce) الاوربيوم (Er) و السماريوم (Sm) بطريقة تفاعل الصلب .
- القيام بقياسات الكهربائية والمغناطيسية للعينات المدروسة.

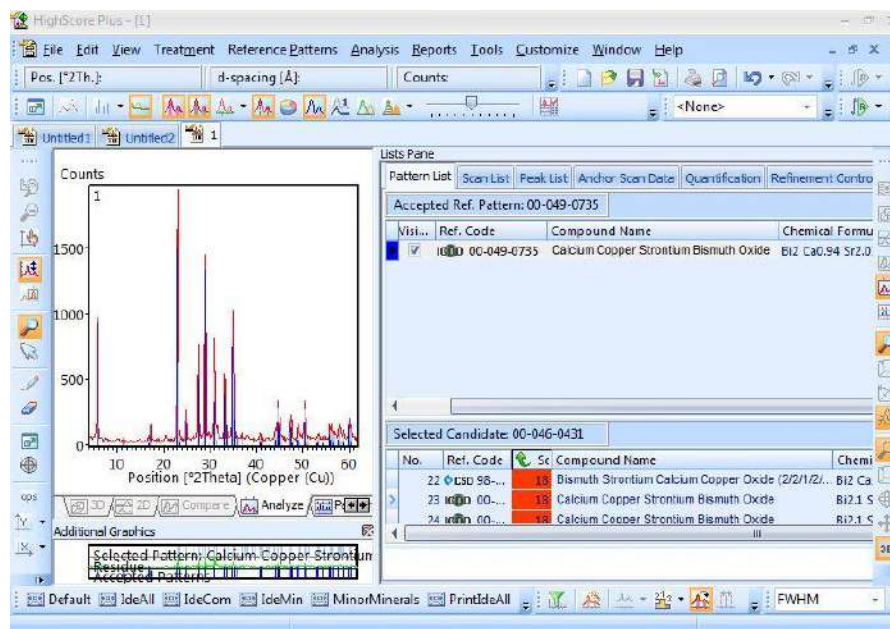
# الملاحق



## الملحق A



الشكل (A-1): صورة لبرنامج jana2006 المستعمل لإيجاد وتحسين ثوابت الشبكة.



الشكل (A-2): صورة لبرنامج Highscore المستعمل لإيجاد الطور الأقرب مقارنة مع قاعدة البيانات.

## B الملحق

## بطاقة مرجعية للعينة غير المطعمة

**Name and formula**

Reference code:	00-049-0735
Compound name:	Calcium Copper Strontium Bismuth Oxide
PDF index name:	Calcium Copper Strontium Bismuth Oxide
Chemical formula:	$\text{Bi}_2\text{Ca}_{0.94}\text{Sr}_{2.01}\text{Cu}_{1.92}\text{O}_{7.87+x}$

**Crystallographic parameters**

Crystal system:	Orthorhombic
Space group:	Amaa
Space group number:	66

a (Å):	5.4090
b (Å):	5.4070
c (Å):	30.8740
Alpha (°):	90.0000
Beta (°):	90.0000
Gamma (°):	90.0000

Volume of cell (10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>): 902.96

RIR: -

**Subfiles and quality**

Subfiles:	Corrosion Inorganic Superconducting Material
Quality:	Star (S)

**Comments**

Creation Date:	1/1/1970
Modification Date:	1/1/1970
Sample Preparation:	Prepared by solid state reaction of Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , CaCO <sub>3</sub> , SrCO <sub>3</sub> and CuO by extensive heatings and grindings with temperatures up to 950 C.

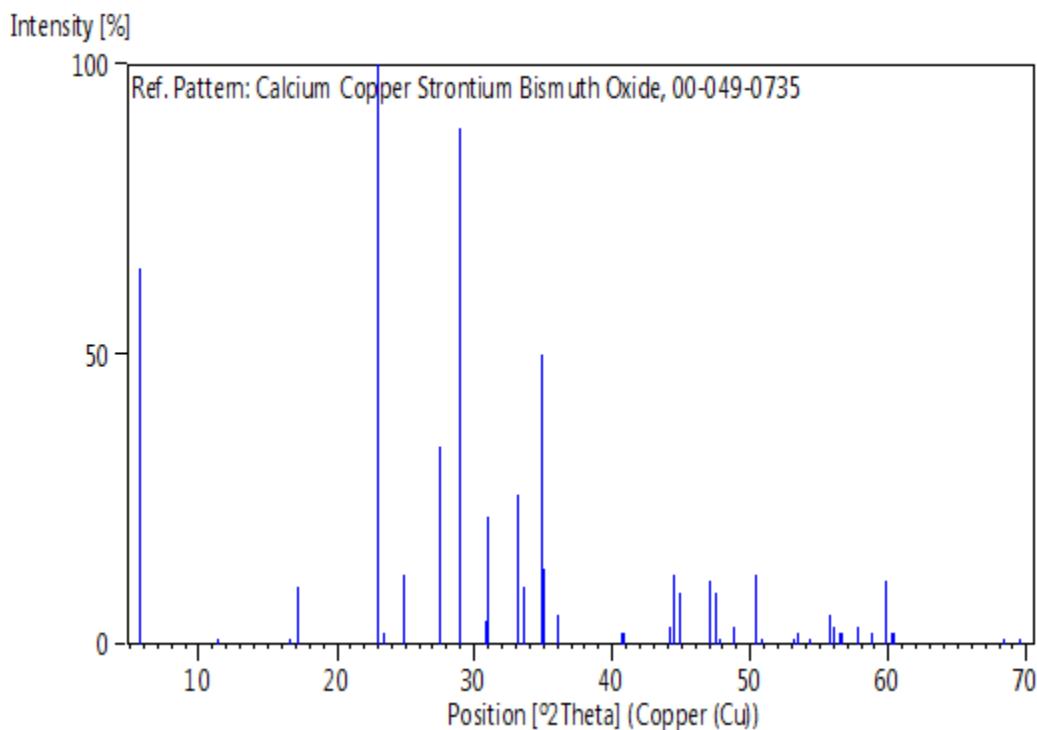
**References**

Primary reference:

Idink, H., Gotz, D., Hahn, Th., Woermann, E., Boekholt, M.,  
*Physica C: Superconductivity*, **204**, 267, (1993)**Peak list**

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	0	0	2	15.41180	5.730	65.0
2	0	0	4	7.71130	11.466	1.0
3	0	1	1	5.32570	16.633	1.0
4	0	0	6	5.14650	17.216	10.0
5	0	0	8	3.85800	23.035	100.0
6	1	1	1	3.79810	23.403	2.0
7	1	1	3	3.58560	24.811	12.0
8	1	1	5	3.25120	27.411	34.0
9	0	0	10	3.08710	28.898	89.0
10	0	1	9	2.90010	30.807	4.0
11	1	1	7	2.88870	30.931	22.0
12	0	2	0	2.70350	33.109	26.0
13	2	0	2	2.66530	33.597	10.0
14	0	0	12	2.57280	34.843	50.0
15	1	1	9	2.55430	35.104	13.0
16	0	1	11	2.49000	36.041	5.0
17	2	0	8	2.21470	40.707	2.0
18	0	0	14	2.20510	40.892	2.0
19	1	2	8	2.05100	44.119	3.0
20	0	2	10	2.03370	44.515	12.0
21	1	1	13	2.01830	44.873	9.0
22	0	0	16	1.92950	47.059	11.0
23	2	2	0	1.91210	47.514	9.0
24	1	2	10	1.90260	47.766	1.0
25	2	0	12	1.86440	48.807	3.0
26	0	2	12	1.86350	48.832	3.0
27	1	1	15	1.81210	50.312	12.0
28	2	2	6	1.79200	50.917	1.0
29	0	1	17	1.72180	53.152	1.0
30	0	0	18	1.71480	53.386	2.0
31	3	1	3	1.68820	54.295	1.0
32	3	1	5	1.64820	55.726	5.0
33	1	1	17	1.64130	55.981	3.0
34	1	2	14	1.62860	56.456	2.0
35	2	2	10	1.62500	56.593	2.0
36	0	3	9	1.59600	57.716	3.0
37	0	2	16	1.56990	58.769	2.0
38	0	0	20	1.54400	59.854	11.0
39	2	2	12	1.53500	60.242	2.0
40	1	3	9	1.53010	60.455	2.0
41	1	1	21	1.37200	68.311	1.0
42	0	4	0	1.35180	69.477	1.0

**Stick Pattern**



### بطاقة مرجعية للعينة المطعمة

#### **Name and formula**

Reference code:	00-049-0735
Compound name:	Calcium Copper Strontium Bismuth Oxide
PDF index name:	Calcium Copper Strontium Bismuth Oxide
Chemical formula:	$\text{Bi}_2\text{Ca}_{0.94}\text{Sr}_{2.01}\text{Cu}_{1.92}\text{O}_{7.87+x}$

#### **Crystallographic parameters**

Crystal system:	Orthorhombic
Space group:	Amaa
Space group number:	66
a (Å):	5.4090
b (Å):	5.4070
c (Å):	30.8740
Alpha (°):	90.0000
Beta (°):	90.0000
Gamma (°):	90.0000

Volume of cell ( $10^6 \text{ pm}^3$ ): 902.96

RIR: -

### **Subfiles and quality**

Subfiles: Corrosion  
Inorganic  
Superconducting Material  
Quality: Star (S)

### **Comments**

Creation Date: 1/1/1970  
Modification Date: 1/1/1970  
Sample Preparation: Prepared by solid state reaction of  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{SrCO}_3$  and  $\text{CuO}$  by extensive heatings and grindings with temperatures up to 950 C.

### **References**

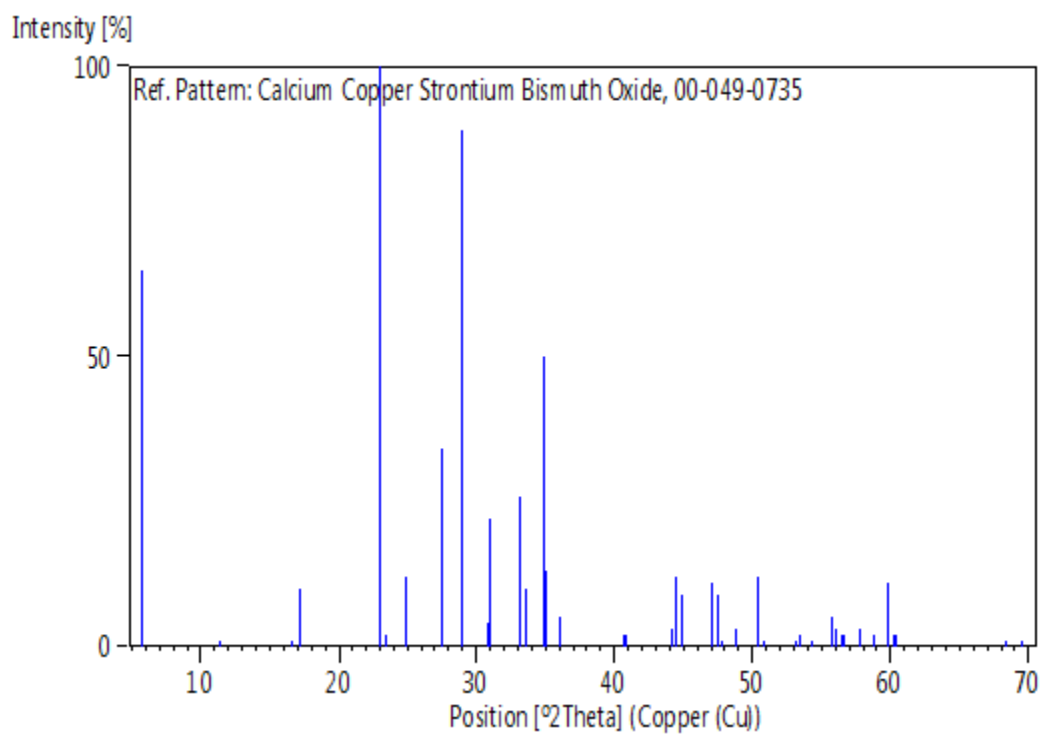
Primary reference: Idink, H., Gotz, D., Hahn, Th., Woermann, E., Boekholt, M., *Physica C: Superconductivity*, **204**, 267, (1993)

### **Peak list**

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	0	0	2	15.41180	5.730	65.0
2	0	0	4	7.71130	11.466	1.0
3	0	1	1	5.32570	16.633	1.0
4	0	0	6	5.14650	17.216	10.0
5	0	0	8	3.85800	23.035	100.0
6	1	1	1	3.79810	23.403	2.0
7	1	1	3	3.58560	24.811	12.0
8	1	1	5	3.25120	27.411	34.0
9	0	0	10	3.08710	28.898	89.0
10	0	1	9	2.90010	30.807	4.0
11	1	1	7	2.88870	30.931	22.0
12	0	2	0	2.70350	33.109	26.0
13	2	0	2	2.66530	33.597	10.0
14	0	0	12	2.57280	34.843	50.0
15	1	1	9	2.55430	35.104	13.0
16	0	1	11	2.49000	36.041	5.0
17	2	0	8	2.21470	40.707	2.0
18	0	0	14	2.20510	40.892	2.0
19	1	2	8	2.05100	44.119	3.0
20	0	2	10	2.03370	44.515	12.0
21	1	1	13	2.01830	44.873	9.0
22	0	0	16	1.92950	47.059	11.0
23	2	2	0	1.91210	47.514	9.0
24	1	2	10	1.90260	47.766	1.0

25	2	0	12	1.86440	48.807	3.0
26	0	2	12	1.86350	48.832	3.0
27	1	1	15	1.81210	50.312	12.0
28	2	2	6	1.79200	50.917	1.0
29	0	1	17	1.72180	53.152	1.0
30	0	0	18	1.71480	53.386	2.0
31	3	1	3	1.68820	54.295	1.0
32	3	1	5	1.64820	55.726	5.0
33	1	1	17	1.64130	55.981	3.0
34	1	2	14	1.62860	56.456	2.0
35	2	2	10	1.62500	56.593	2.0
36	0	3	9	1.59600	57.716	3.0
37	0	2	16	1.56990	58.769	2.0
38	0	0	20	1.54400	59.854	11.0
39	2	2	12	1.53500	60.242	2.0
40	1	3	9	1.53010	60.455	2.0
41	1	1	21	1.37200	68.311	1.0
42	0	4	0	1.35180	69.477	1.0

### Stick Pattern



## المخلص:

يهدف هذا البحث إلى تحضير عينات فائقة الناقلية ذات درجة حرارة حرجة عالية للمركب  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$  والمعروف بالطور Bi-2212. مطعم بالانتانوم (La) بطريقة التفاعل الصلب ودراسة مدى تأثير هذا التطعيم على الخواص البنيوية للطور Bi-2212 المحضر. بينت نتائج تحسين انعراج الاشعة السينية ان الطور الغالب هو Bi-2212 والتي تم الحصول عليها بعد مرحلة واحدة فقط من التلييد مع وجود نسبة ضئيلة للطور Bi-2201 في العينة غير المطعمة. بالإضافة إلى تسجيل تغير في ثوابت الشبكة **a**، **b** و **c** بتغير نسبة التطعيم. أما نتائج المجهر الإلكتروني الماسح أوضحت ان للتلييد تأثير واضح على زيادة حجم الحبيبات مع ظهور طبقات ناصعة ترجع عادة الى اللوتتان

الكلمات المفتاحية: الطور Bi-2212 ، النواقل الفائقة ذات درجة حرارة عالية ، التطعيم ، طريقة التفاعل الصلب.

## Résumé

Cette recherche vise à préparer des échantillons supraconducteurs à haute température critique pour le composé  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$  connu sous le nom de phase Bi-2212. Dopé Lanthane (La) par voie de réaction solide et étudier l'effet de ce dopage sur les propriétés structurales de la phase Bi-2212 préparée. Les résultats de la diffraction des rayons X ont montré que la phase prédominante est le Bi-2212 qui a été obtenu après une seule étape de frittage avec un faible pourcentage de phase Bi-2201 dans l'échantillon pur. En plus d'enregistrer un changement dans les constantes de réseau a, b et c avec le changement du taux de vaccination. Quant aux résultats du microscope électronique à balayage, il a été montré que le frittage a un effet net sur l'augmentation de la taille des grains avec l'apparition de couches brillantes, généralement dues aux Lanthane

**Mot clés :** la phase Bi-2212, supraconductivité à haute température critique, dopage, réaction à l'état solide

## Abstract

This research aims to prepare superconducting samples with high critical temperature for the compound  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$  known as the Bi-2212 phase. Doped with Lanthanum (La) by solid reaction method and study the effect of this doping on the structural properties of the prepared Bi-2212 phase. The results of X-ray diffraction optimization showed that the predominant phase is Bi-2201, which was obtained after only one stage of sintering with a small percentage of Bi-2201 phase in the pur sample. In addition to recording a change in the network constants a, b and c with the change in the rate of vaccination. As for the results of the scanning electron microscope, it was shown that sintering has a clear effect on increasing the size of the grains with the appearance of bright layers, usually due to the two Lanthanum

**Key words:** Bi-2212 phase, superconductivity at high critical temperature, doping, solid state reaction