

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

رقم الترتيب:.....
رقم التسلسل:.....



جامعة الشهيد حمه لخضر بالوادي
كلية العلوم الدقيقة
قسم الفيزياء
مذكرة تخرج مقدمة لنيل شهادة



ماستر أكاديمي

مجال: علوم المادة
تخصص: فيزياء تطبيقية إشعاعات وطاقة

من إعداد:

زاوش مروة

صياد فاطمة

الموضوع

تحضير وتشخيص الطور Bi-2212 المطعم بالباريوم

نوقشت يوم: 2018/06/09.
أمام لجنة المناقشة المكونة من الأساتذة:

| | | | |
|-----------|--------------|------------------|-------------------|
| الرئيس | جامعة الوادي | استاذ تعليم عالي | بوراس فتحي |
| المناقش 1 | جامعة الوادي | استاذ مساعد-أ. | بسر الزبير |
| المناقش 2 | جامعة الوادي | أستاذ محاضر-أ. | محبوب محمد الصادق |
| المشرف | جامعة الوادي | أستاذ مساعد-أ. | ميموني مراد |

الموسم الجامعي: 2018/2017

المخبر إستغلال وتنمين المصادر الطاقوية الصحراوية



شكر و عرفان

الحمد لله الواحد القهار، العزيز الغفار المقدر الأقدار.

نحمده ونشكره على توفيقه وعونه لنا ومد الطاقة والبصيرة لإنجاز بحثنا.

نتقدم بجزيل الشكر ووافر الامتنان إلى الأستاذ الفاضل: «ميموني مراد». على كرم

قبوله الإشراف على مذكرتنا وعلى جهده الدؤوب في مساعدتنا على إتمامها وقطف

ثمرة البحث، أدامه الله ذخرا للعلم وأطال الله في عمره .

كما نتقدم بعظيم الشكر إلى كل أساتذة قسم الفيزياء بجامعة الشهيد حمه لخضر...

ونشكر كل من تفضل بتقديم هذه الدراسة ومناقشتها...

وكل من ساعدنا وأرشدنا...

وكل من قدم لنا يد العون ولو بالكلمة الطيبة.



الإهداء

إلى كل من كان طيب النفس، طيب
الخلق... طيب العمل
لهدي هذا العمل المتواضع إليهم
عسى أن نكون نخبتنا لهم منهم ومعهم

المخلص:

لقد قمنا في عملنا هذا بدراسة ماهية المواد فائقة الناقلية التي تتميز بأهمية تكنولوجية كبيرة وتطور واكتشاف مستمرين، حيث تطرقنا في هذا العمل إلى دراسة تأثير التطعيم بالباريوم على أحد المركبات الخزفية من العائلة Bi-Sr-Ca-Cu-O وهو أحد مركبات الطور Bi-2212 على الخواص البنيوية وذلك باستعمال تقنية إنعراج الأشعة السينية على المساحيق بهدف تتبع تكون الطور Bi-2212 والأطوار الأخرى التي يمكن أن تتواجد في العينات من مرحلة تحضير إلى أخرى وذلك باستعمال قاعدة البيانات وبرنامج Winploter. ولدراسة أطياف إنعراج الأشعة X وإيجاد قيم ثوابت الشبكة وتحسينها وقرائن ميلر (hkl) استعمالنا برنامج JADE5. كما استعمل المجهر الإلكتروني الماسح بغرض الحصول على صورة للبنية المجهرية لحبيبات بعض العينات المدروسة ومدى تلاحم حبيبات الطور وتكاثفها فيها. وقد توصلنا إلى أن القيمة $x=0,3$ هي قيمة حرجة حيث يتناقص الثابتين a و b قبل $x=0,3$ ثم يعودان ليزدادان بعده وهو عكس ما يحدث تماما للثابت c. أيضا وجدنا أن التطعيم لا يؤثر بشكل كبير على شكل الحبيبات ولكن يؤثر تأثير طفيفا على كثافة بعض العينات.

الكلمات المفتاحية: الطور Bi-2212، التفاعل في الحالة الصلبة، إنعراج الأشعة السينية، النظام Bi-Sr-Ca-Cu-O، التطعيم بالباريوم، الخزفيات فائقة الناقلية.

Abstract :

In this work, we examined the effect of barium doping in one of the ceramic compounds of the Bi-Sr-Ca-Cu-O family who is the Bi-2212 phase on the structural properties. We had Used X-ray diffraction technique to follow the formation of the Bi-2212 phase and other phases may be existing in samples from one preparation step to another using the comparison with database files and Winploter software. To study X-ray diffraction spectra and to find the lattice constants and the hkl indices, we used JADE 5 software. The scanning electron microscope was used to obtain a picture of the microscopic structure of the grains of some studied samples there binding and condensation.

We found that the value of $x = 0,3$ is a critical value, where the constants a and b decrease before $x = 0,3$ and then return to increase after it, which is exactly the opposite in the case of constant c. We also found that the barium doping does not significantly affect the grains shape but slightly affects the density of some samples.

Key words: Bi-2212 phase, solid state reaction, DRX, Bi-Sr-Ca-Cu-O system, Barium doping, superconducting ceramics.

فهرس المحتويات

| | |
|--|---|
| I | فهرس الاشكال |
| IV | فهرس الجداول |
| V | فهرس الرموز |
| 1 | مقدمة عامة |
| الفصل الاول: عموميات على النواقل الفائقة وتطعيمها . | |
| 3 | 1-I مقدمة |
| 3 | 2-I تاريخ النواقل الفائقة |
| 5 | 3-I تعريف النواقل الفائقة |
| 6 | 1-3-I تفسير الظاهرة |
| 6 | 2-3-I خصائص ظاهرة النواقل الفائقة |
| 7 | 1-2-3-I المقاومة المعدومة |
| 8 | 2-2-3-I المغنطة |
| 9 | 3-2-3-I المقادير الحرجة |
| 9 | 1-3-2-3-I درجة الحرارة الحرجة (Tc) |
| 10 | 2-3-2-3-I الحقل المغناطيسي الحرج (Hc) |
| 10 | 3-3-2-3-I كثافة التيار الحرج (Jc) |
| 11 | 4-3-2-3-I السطح الحرج (Sc) |
| 11 | 4-I أنواع النواقل الفائقة |
| 11 | 1-4-I النواقل الفائقة من النوع الأول |
| 12 | 2-4-I النواقل الفائقة من النوع الثاني |
| 13 | 1-2-4-I بنية الدوامات |
| 15 | 2-2-4-I تثبيت الدوامات |
| 15 | 5-I أهم نظريات الناقلية الفائقة |
| 15 | 1-5-I نظرية الإخوة لندن |
| 16 | 2-5-I نظرية غانز بورغ – لندن |
| 16 | 1-2-5-I مسافة التوافق |
| 17 | 2-2-5-I عمق الإختراق |
| 18 | 3-5-I نظرية الBCS |
| 20 | 6-I النواقل الفائقة ذات درجة الحرارة العالية (HTCS) |
| 20 | 7-I مركبات النظام Bi-Sr-Ca-Cu-O |
| 21 | 1-7-I البنية البلورية للطور Bi-2212 |
| 25 | 2-7-I أثر التطعيم على البنية البلورية |
| 26 | 8-I تطبيقات النواقل الفائقة |
| 26 | 1-8-I تطبيقات الخصائص الكهربائية |
| 27 | 2-8-I تطبيقات الخصائص المغناطيسية |

الفصل الثاني: تحضير العينات وطرق تشخيصها.

| | |
|----|---|
| 30 |1-II المقدمة |
| 30 |2-II تحضير النواقل الفاتقة |
| 31 |1-2-II طريقة محلول - هلام (Sol-Gel) |
| 32 |2-2-II طريقة التفاعل الصلب |
| 32 |1-2-2-II مرحلة الخلط و السحق |
| 32 |2-2-2-II مرحلة الكلسنة |
| 33 |3-2-II -2-II مرحلة التشكيل |
| 33 |4-2-2-II -2-II مرحلة التلييد |
| 34 |3-II العمل التجريبي |
| 34 |1-3-II تحضير العينات |
| 35 |2-3-II التحضير |
| 40 |4-II تقنيات تشخيص العينات |
| 40 |1-4-II تقنية إنعراج الأشعة السينية (DRX) |
| 40 |1-1-4-II انتاج الاشعة السينية |
| 41 |2-1-4-II مبادا إنعراج الاشعة السينية |
| 42 |2-4-II المجهر الإلكتروني الماسح (M.E.B) |

الفصل الثالث: تحليل النتائج ومناقشتها.

| | |
|----|--|
| 46 |1-III نتائج إنعراج الأشعة السينية (DRX) |
| 46 |1-1-III اطياف الانعراج لمرحلة الكلسنة |
| 50 |2-1-III اطياف مرحلة التلييد |
| 57 |3-1-III تأثير التطعيم على ثوابت الشبكة |
| 60 |2-III نتائج المجهر الإلكتروني الماسح |
| 63 |الخاتمة العامة |
| 65 |قائمة المراجع |
| 72 |الملاحق |

فهرس الجداول

| الصفحة | عنوان الجدول | ترتيب الجدول |
|---------------------|--|--------------|
| الفصل الأول | | |
| 4 | يمثل ملخص عن أهم التواريخ المتعلقة بالنواقل الفائقة الناقلية. | (1-I) |
| 9 | مقارنة بين السلوك المغناطيسي لناقل مثالي و ناقل فائق. | (2-I) |
| 21 | بعض المعلومات البنيوية لمركبات العائلة $\text{Bi}_2 \text{Sr}_2 \text{Ca}_{n-1} \text{Cu}_n \text{O}_{2n+2}$ | (3-I) |
| 23 | يمثل إحداثيات ذرات الخلية الأساسية للطور Bi-2212. | (4-I) |
| 25 | أهم الآثار التي يحدثها التطعيم في النواقل الفائقة للبسموث. | (5-I) |
| الفصل الثاني | | |
| 38 | تسمية المساحيق المكلسنة عند 800 C° خلال 12 ساعة. | (1-II) |
| 40 | جدول يوضح ظروف تلييد الاقراص. | (2-II) |
| الفصل الثالث | | |
| 46 | تعريف المساحيق المكلسنة | (1-III) |
| 49 | النسبة المئوية للطور Bi-2212 في المساحيق المكلسنة (1، 2، 3، 4، 5 و6). | (2-III) |
| 51 | رموز الأقراص الملبدة. | (3-III) |
| 54 | الأطوار المتواجدة في العينات المحضرة بعد مرحلة التلييد لـ 30 ساعة. | (4-III) |
| 54 | نسبة تواجد الطور Bi-2212 في العينة بعد مرحلة التلييد. | (5-III) |
| 58 | ثوابت الشبكة للعينات المدروسة. | (6-III) |

فهرس الأشكال

| الصفحة | عنوان الأشكال | ترتيب الأشكال |
|--------------------|--|---------------|
| الفصل الأول | | |
| 5 | يمثل مقاومة الناقلية الفائقة بدلالة درجة الحرارة | (1-I) |
| 6 | شكل لمرور الإلكترونات خلال الشبكة البلورية | (2-I) |
| 7 | الرفض التام للمجال المغناطيسي في النواقل الفائقة | (3-I) |
| 7 | تغيرات المقاومة الكهربائية بدلالة درجة الحرارة | (4-I) |
| 8 | فعل ما يسر في المجال فائق الناقلية | (5-I) |
| 8 | مغناطيس يطفو فوق جسم فائق الناقلية | (6-I) |
| 10 | درجة حرارة الحرجة وسنة اكتشاف بعض المواد فائقة الناقلية | (7-I) |
| 11 | يمثل السطح الحرج الذي يحد المنطقة فائقة الناقلية | (8-I) |
| 12 | منحنى تغير المغنطة بدلالة المجال المغناطيسي للنوع الأول | (9-I) |
| 12 | منحنى تغير المغنطة بدلالة المجال المغناطيسي للنوع الثاني | (10-I) |
| 13 | رسم توضيحي لبنية الدوامة | (11-I) |
| 14 | يمثل توزع الدوامات في الحالة المختلطة | (12-I) |
| 14 | يمثل شبكة أبركسوف للدوامات ناقل فائق الكلاسيكية من النوع الثاني | (13-I) |
| 15 | يمثل حركة الدوامات في النواقل الفائقة | (14-I) |
| 17 | مسافة التوافق بين المنطقة العادية وفائقة الناقلية | (15-I) |
| 17 | منحنى يوضح تغيرات λ بدلالة T | (16-I) |
| 18 | الشبكة البلورية | (17-I) |
| 19 | رسم توضيحي لأزواج كوبر الإلكترونية | (18-I) |
| 19 | تغير كثافة أزواج كوبر الإلكترونية | (19-I) |
| 20 | التطور الزمني لدرجة الحرارة الحرجة للمواد الفائقة | (20-I) |
| 21 | البنية البلورية لأطوار العائلة $\text{Bi}_2 \text{Sr}_2 \text{Ca}_{n-1} \text{Cu}_n \text{O}_{2n+4+d}$ | (21-I) |
| 22 | توزيع المستويات الذرية في البنية الطور Bi-2212 | (22-I) |
| 23 | صورة الطور Bi-2212 المتحصل عليها باستعمال المجهر الإلكتروني عالي الدقة HREM | (23-I) |

| | | |
|---------------------|--|---------|
| 24 | تموضع ذرات النحاس والأوكسجين داخل الخلية الأساسية للطور Bi-2212 | (24-I) |
| 24 | خماسيات الوجوه المشكلة من ذرات النحاس والأوكسجين داخل الخلية الأساسية للطور Bi-2212 | (25-I) |
| 25 | يوضح البنية البلورية Bi-2212 لذرة النحاس | (26-I) |
| 26 | يمثل الكابلات | (27-I) |
| 26 | يمثل محددات التيار | (28-I) |
| 27 | IRM | (29-I) |
| 27 | القوة المغناطيسية هي التي تسمح برفع القطار | (30-I) |
| 28 | قطار MEGLEV (552) كم / ساعة | (31-I) |
| الفصل الثاني | | |
| 31 | صورة التفاعل الكيميائي خلال التحضير بطريقة محلول-هلام | (1-II) |
| 32 | مراحل طريقة محلول - هلام للحصول على العينة المدروسة | (2-II) |
| 33 | طريقة الكبس (الضغط) الجاف | (3-II) |
| 34 | أهم المراحل لتحضير قطعة خزفية بطريقة التفاعل في الحالة الصلبة | (4-II) |
| 35 | مخطط يلخص آلية تشكل الطور Bi-2212 | (5-II) |
| 35 | مخطط الأطوار للنظام Bi ₂ O ₃ -SrO-CaO-CuO | (6-II) |
| 36 | إسقاط لمخطط الأطوار الثلاثي للنظام Bi ₂ Sr ₂ O ₅ -CaO-CuO | (7-II) |
| 36 | (أ) الأكاسيد والكربونات الأولية (ب) الميزان الإلكتروني المستعمل | (8-II) |
| 37 | المسحوق المتجانس بعد عملية المزج و السحق | (9-II) |
| 38 | وضعية المساحيق في الفرن تحضيراً لبدأ معالجة الكلسنة | (10-II) |
| 38 | مخطط المعالجات الحرارية التي تخضع لها العينات في مرحلتي الكلسنة والتلييد | (11-II) |
| 38 | (أ) القالب المستعمل في تشكيل الأقراص (ب) القرص في شكله النهائي | (12-II) |
| 39 | الأقراص المشكلة داخل الفرن تحضيراً لعملية تلييدها | (13-II) |
| 39 | مخطط لمراحل تحضير العينات بطريقة التفاعل في الحالة الصلبة | (14-II) |
| 41 | رسم توضيحي لأنبوبة كوليديج للأشعة السينية | (15-II) |
| 41 | يوضح هندسة براغ للحيود | (16-II) |

| | | |
|---------------------|---|----------|
| 42 | صورة لجهاز الحبود المستعمل في دراسة العينات | (17-II) |
| 43 | تفاعل الاشعاع الالكتروني و المادة | (18-II) |
| 43 | صورة للمجهر الالكتروني الماسح المستعمل | (19-II) |
| الفصل الثالث | | |
| 47 | طيف إنعراج الأشعة X للمساحيق: 1، 2 و 3 المكلسنة عند $C^{\circ}800$ خلال h12 | (2-III) |
| 48 | طيف إنعراج الأشعة X للمساحيق 4، 5 و 6 المكلسنة عند $C^{\circ}800$ خلال h12 | (2-III) |
| 50 | نسبة تواجد الطور Bi-2212 في المساحيق المكلسنة | (3-III) |
| 51 | طيف الانعراج X للقرص غير المطعم والملبد في $C^{\circ}820$ خلال 30 ساعة | (4-III) |
| 52 | أطياف الانعراج X للأقراص 2، 3 و 4 الملبدة في $C^{\circ}820$ خلال 30 ساعة | (5-III) |
| 53 | أطياف الانعراج X للأقراص 5 و 6 الملبدة في $C^{\circ}820$ | (6-III) |
| 55 | تغير نسبة تواجد الطور Bi-2212 مع تغير مقدار التطعيم x بالباريوم | (7-III) |
| 56 | مقارنة أطياف الانعراج X للأقراص المطعمة بالباريوم | (8-III) |
| 56 | إنزياح الزاوية بتغير مقدار التطعيم (هنا التكبير شمل المنطقة بين $20^{\circ}2 = 2\theta$ إلى $27^{\circ}2 = 2\theta$) | (9-III) |
| 57 | مخطط تحديد وتحسين ثوابت الشبكة باستعمال برنامج JADE5 | (10-III) |
| 58 | تغير ثابتي الشبكة a و b بدلالة مقدار التطعيم x من الباريوم | (11-III) |
| 59 | تغير ثابت الشبكة c بدلالة مقدار التطعيم x من الباريوم | (12-III) |
| 60 | صور المجهر الالكتروني الماسح لبعض العينات بعد التليبد | (13-III) |

فهرس الرموز

الحروف اللاتينية

- A : الكمون الكهربائي (V).
 B : الحقل المغناطيسي (Tesla).
 d : الحيود عن الستوكيو مترية .
 d_{hkl} : التباعد بين المستويات البلورية.
 2D : ثنائي البعد.
 Eg : طاقة الفجوة (ev).
 F : قوة لورنتز (N).
 H : المجال الخارجي (Tesla).
 Hc : المجال المغناطيسي الحرج (Tesla).
 H_{c1} : المجال المغناطيسي الأول (Tesla).
 H_{c2} : المجال المغناطيسي الثاني (Tesla).
 I : التيار الكهربائي (A).
 Ic : التيار الحرج (A).
 J : كثافة التيار (A/m^2).
 K : معامل غانز بورغ لندو.
 L : البعد بين السلكين (m).
 m : الكتلة (kg).
 M : التمعنط (A/m).
 n : تحدد النسبة المولية.
 n_s : كثافة الإلكترونات (m^{-3}).
 n_0 : تمثل كثافة الإلكترونات عند k_0 (m^{-3}).
 t : الزمن (h).
 T : درجة الحرارة (k) أو (C°).
 Tc : درجة الحرارة الحرجة (k).
 T_{on} : درجة حرارة بداية التحول (k).
 v_F : سرعة فيرمي (m/s).
 X : الإحداثية الأولى للذرات في الشبكة البلورية.
 Y : الإحداثية الثانية للذرات في الشبكة البلورية.
 Z : الإحداثية الثالثة للذرات في الشبكة البلورية

الحروف اليونانية

- α : ثابت .
 ξ : مسافة التوافق (m).
 $\xi(T)$: نصف قطر الدوامة (m).
 ξ_{GL} : مسافة التوافق لغانز بورغ ولندو (m).

- λ : عمق الإختراق (m).
 λ_0 : عمق الإختراق عند k_0 (m).
 λ_L : عمق الإختراق للندو (m).
 $\Psi(r)$: دالة الموجة.
 θ : الزاوية بين الإشعاع الوارد والمستوي ($^\circ$).
 $|\Delta|$: طاقة ترابط الزوج الإلكتروني (ev).
 $\vec{\nabla}$: تدرج دالة .
 ρ : المقاومة الكهربائية ($\Omega.m$).
 ΔT : عرض الإنتقال من الحالة العادية إلى الحالة الفائقة (k).

المؤشرات (الدلالات)

- hkl: قرائن ميلر.
ka1: الطبقة الأولى لذرات الهدف.
الاختصارات
BCS: نظرية باردين وكوبر وشريفر.
PROTO MANUFACTORY : اسم لجهاز الإنعراج .
DRX: انعراج الأشعة السينية.
HREM: المجهر الإلكتروني عالي الدقة.
IRM: الرنين المغناطيسي.
OPIT: مسحوق الأكسيد داخل أنبوب.
MEB: المجهر الإلكتروني الماسح.
MET: المجهر الإلكتروني النافذ.
MAGLEV: قطار ماجليف.
RE: الترابيات النادرة.
RMN: الرنين المغناطيسي النووي.
Sol-Gel: محلول-هلام.
Sm: عنصر السامريوم.
Tescan : مجهر الكتروني ماسح من نوع فيليبس.
Bi-2212: اختصار للمركب المدروس.
PCPDFWIN: اسم لقاعدة البيانات لبعض المركبات.
HTCS: النواقل الفائقة ذات درجة الحرارة العالية.
LTS: النواقل الفائقة التقليدية
HTS: النواقل الفائقة عالية الحرارة
MTGP : طريقة النمو بالانصهار الجزئي
Nobetherm: اسم الفرن المستعمل .
EDX: مطيافية تشتت الطاقة بالأشعة السينية .

ثوابت فيزيائية

c : سرعة الضوء في الفراغ ($2.997925 \cdot 10^8$ m/s).

e : شحنة الإلكترون ($1.60219 \cdot 10^{-19}$ c).

\hbar : ثابت ديراك ($1.0541 \cdot 10^{-34}$ J.s).

μ_0 : سماحية الفراغ ($4\pi \cdot 10^{-7}$ H/m).

K_B : ثابت بولتزمان ($1.380664 \cdot 10^{-23}$ J/K).

مقدمة عامة

مقدمة عامة

تتعدد أنواع الجوامد فقد تكون بلورية تتشكل من المعادن والمواد العازلة و أشباه الموصلات و الموصلات الفائقة وغيرها. هذه الأخيرة هي المعنية ببحثنا، والتي تعتبر من المواد التي تحظى باهتمام كبير من طرف العديد من الباحثين.

تعتبر الناقلية الفائقة من الخصائص المميزة لبعض المواد عند درجات حرارة معينة، إذ تنعدم في هذه المواد مقاومة التيار الكهربائي بشكل كامل. وقد حاول العديد من العلماء إكتشاف سرها إلى غاية القرن العشرين، حيث كان الاعتقاد السائد قبل عام 1911م أن جميع المواد تصبح فائقة الناقلية للكهرباء فقط عند درجة حرارة الصفر المطلق، ولكن في نفس السنة أثبت العالم الهولندي هيك كامرلينغ أونيس [1] بتجربته الشهيرة التي كان يقوم بها بالصدفة لقياس المقاومة الكهربائية للزئبق النقي فوجد أن هذه الأخيرة تنهار بشكل فجائي وتؤول إلى الصفر تقريبا، ولذا أطلق عليها بظاهرة الناقلية الفائقة لأن النقل الكهربائي يصل إلى ما لانهاية عند هذه الدرجة، ولقد كان هذا الإكتشاف مثيرا لإهتمام الكثير من العلماء من أجل إيجاد تفسير علمي له وخاصة بعد أن أكتشف أن هناك مواد تتمتع بخاصية التوصيل الفائق عند تبريدها إلى ما دون درجات حرارة معينة تسمى حرجة و يرمز لها بالرمز T_c ، وفي عام 1933م اكتشف العالمان الألمانيان مايسنرو أوشنفيلد أن هذه المواد تطرد المجال المغناطيسي المطبق عليها إلى الخارج وذلك عند تبريدها حتى درجة الحرارة الحرجة في وجود المجال المغناطيسي [2].

وتعتمد ظاهرة التوصيل الفائق على التركيب البلوري ومثال ذلك ما يحدث في عنصر البزموت (Bi)، والذي يتواجد في عدد من الصور البلورية ذات التوصيل الفائق عند درجات حرارة حرجة تميز كل صورة منها، ومن بين المركبات التي تملك درجة حرارة حرجة عالية هي عائلة المركبات التي تحوي عنصر البزموت (Bi) والتي يمكن أن تتأثر خصائصها البنيوية والفيزيائية بالعديد من العوامل ومن بينها التطعيم، وفي هذا الصدد تندرج إشكالية بحثنا وهي: ما مدى تأثير تطعيم المركب $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$ والذي يعرف بالطور Bi-2212 بالباريوم على خواصه الفيزيائية والبنيوية؟ فالهدف من هذه الدراسة هو الإجابة عن هذه الإشكالية وفقا لمذكرة تتضمن ثلاثة فصول رئيسية.

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

وفي الفصل الثاني سنقدم بعض طرق تحضير المركب $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$ وذكر أهم المراحل التي حضرت بها العينات المدروسة لهذا المركب وكذلك التعرف على التقنيات التي استعملت في تشخيص هذه العينات.

في الفصل الثالث سنعرض ونحلل النتائج التجريبية المتحصل عليها، ثم نختم العرض بملخص عامة.

الفصل الأول

عموميات على النواقل
الفائقة وتطعيمها

1-I مقدمة :

إن ظاهرة الناقلية الفائقة التي تظهر عند درجة حرارة منخفضة لبعض مواد العناصر حيث تفقد هذه الأخيرة مقاومتها الكهربائية ابتداءً من قيمة تسمى حرجة لدرجة الحرارة هي مثيرة في جميع جوانبها سواء في دراستها أو في تطبيقاتها، حيث فتحت طريقاً جديداً للبحث في كيمياء الحالة الصلبة، فهي تتميز بخاصيتين مهمتين أولاهما كهربائية تتمثل في انعدام المقاومة الكهربائية والثانية مغناطيسية تتمثل في ظاهرة الطفو أو طرد المجال المغناطيسي المطبق، تلعب فيه البنية البلورية لهذه المواد دوراً مهماً في هذه الظاهرة [3]، وعليه فسنحاول في هذا الفصل أن نعطي بعض العموميات عن هذه الظاهرة و تفسيرها النظري.

2-I تاريخ النواقل الفائقة :

في عام 1908م نجح العالم الهولندي الشهير هيك كامرلين أونيس (H. K. Onnes) في إسالة غاز الهليوم والذي وصلت درجة حرارته 4.2 K ($-268\text{ }^\circ\text{C}$)، وبعدها بثلاث سنوات وبالتحديد في عام 1911م أثناء دراساته حول مقاومة بعض العناصر الكيميائية النقية وتغييرها بدلالة درجة الحرارة، لاحظ انعدام المقاومة الكهربائية لعنصر الزئبق النقي عندما تقترب درجة حرارته من الصفر المطلق، فاصطلح بعد ذلك على تسمية درجة الحرارة التي تفقد المادة عندها مقاومتها وتتحول من مادة عادية إلى ناقل فائق بدرجة الحرارة الحرجة (Critical Temperature)، ويرمز لها بالرمز T_c . وأطلق على تلك المواد حينها بالمواد فائقة الناقلية [4].

وبعد هذا الاكتشاف استمر العلماء بالبحث عن مواد ذات درجات حرجة أعلى . غير أن هذا البحث استمر لفترة طويلة دون كسر حاجز العشر درجات كالفن حتى اكتشف مركب النيوبيوم NbN في أول الأربعينيات حيث وصلت الدرجة الحرجة إلى حوالي 15 k ، واستمرت كذلك ولمدة ثلاثين سنة وبالتحديد حتى عام 1973 حيث أضيف مركب جديد هو سبيكة من النيوبيوم والجرمانيوم (Nb_3Ge) درجته الحرجة تصل إلى 23 K . فحصلت بعد ذلك قفزة نوعية في سجل المواد فائقة الناقلية في عام 1986 عندما قام الألمانيان جورج بدنورز وكارل ميولار (G. Bernoz and C. Muller) بنشر مقال علمي حول نجاحهما في تحضير مركب سيراميكي هو La-Ba-Cu-O درجة تحوله الحرجة في حدود 30 k . وسرعان ما قاد ذلك الاكتشاف مجموعة البحث في جامعة هيوستن بالتعاون مع مجموعة مماثلة في جامعة ألاباما الأمريكيتين في عام 1987 إلى استبدال عنصر الانثانيوم بعنصر اليتريوم للحصول على السيراميك Y-Ba-Cu-O والذي فاقت حرارة تحوله الحرجة ولأول مرة في التاريخ درجة الغليان للنيتروجين السائل والبالغة 77 K . حيث وصلت الحرارة الحرجة في هذا المركب إلى أكثر من 90 K .

وباكتشاف المركبات التي تفوق حرارتها 77 k وهي درجة حرارة النيتروجين السائل، دخلنا عصراً جديداً من النواقل وهو ما اصطلح على تسميته بالنواقل الفائقة عالية الحرارة High Temperature Superconductors واختصاراً يرمز له HTS في حين حملت الفئات السابقة لذلك التاريخ اسم : النواقل الفائقة منخفضة الحرارة Low Temperature Superconductors واختصاراً يرمز له LTS [5].



العالم الهولندي اونيس [6].

جدول (I-1): يمثل ملخص عن أهم التواريخ المتعلقة بالنواقل الفائقة الناقلية [6].

| السنة | الحدث |
|-------|---|
| 1908 | تمبيع الهليوم |
| 1911 | كاميرلينغ-أونيس- اكتشاف الناقلية الفائقة للزئبق تحت الدرجة 4.2 k . |
| 1933 | أوشسنفيلد و مايسنر اكتشافا الديامغناطيسية الكاملة المرتبطة بحالة الناقلية الفائقة. |
| 1935 | نظرية لندن للسلوك الكهروديناميكي للنواقل فائقة الناقلية. |
| 1957 | (باردين - كوبر - شريفير) اقترحوا تفسيراً كميًا للنواقل الفائقة (نظرية BCS). |
| 1961 | إثبات تجربة لقيمة التدفق الكمي، وهو ما أثبت وجود أزواج كوبر . |
| 1962 | توقع جوزفون نظرياً للفعل النفقي لأزواج كوبر عبر طبقة رقيقة عازلة (أوكسيد). |
| 1965 | صناعة أسلاك فائقة الناقلية من NbTi. |
| 1987 | اكتشاف الناقلية الفائقة عند الدرجة 92K للمركب δ -YBa ₂ Cu ₃ O ₇ . |
| 1993 | Tc=135k للمركب δ -HgBa ₂ Ca ₂ Cu ₃ O ₈ . |
| 2001 | اكتشاف خصائص الناقلية الفائقة للمركب MgB ₂ . |

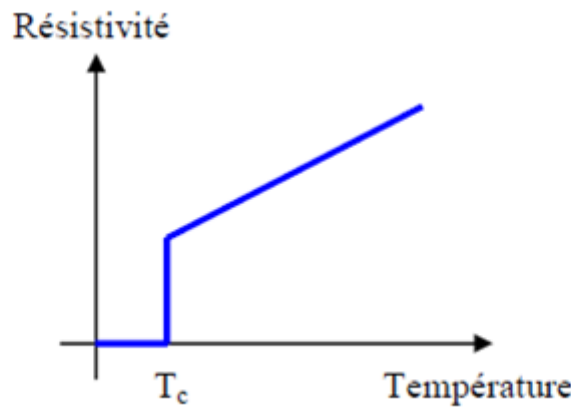
I-3 تعريف النواقل الفائقة :

الناقلية الفائقة هي قدرة المعدن على نقل التيار الكهربائي دون ضياع للطاقة ، ويمكن أن يكون لها تطبيقات مذهلة . دراسة هذه الظاهرة يتطلب تدخل مختلف مجالات الرياضيات، وهي ظاهرة تتميز بغياب المقاومة الكهربائية عند درجة حرارة معينة الشكل (I-1)، وطرده المجال المغناطيسي (أثر مايسنر) . تاريخيا فإن الناقلية الفائقة التي اكتشفت أول مرة والتي عرفت باسم الناقلية الفائقة التقليدية، تجلت في درجات حرارة منخفضة جدا قريبة من الصفر المطلق أي بجوار -273.15°C [7]. عدم فقدان الطاقة خلال نقلها له إمكانية التطبيق بشكل استراتيجي.

في النواقل الفائقة التقليدية ، تحدث تفاعلات معقدة بين الذرات والالكترونات الحرة وتؤدي إلى ظهور أزواج مرتبطة من الإلكترونات تدعى بأزواج كوبر. تفسير الناقلية الفائقة يرتبط ارتباطا وثيقا بالخصائص الكمية للمادة. ففي حين أن الإلكترونات هي فرميونات، فستتصرف هذه الأزواج من الإلكترونات مثل البوزونات ذات سبين معدوم وستكون مكثفة في نفس الحالة الكمية، وستكون على شكل مائع من أزواج كوبر.

إذا قارنا المائع المكون من أزواج كوبر في النواقل الفائقة بالموائع العادية يتدفق دون مقاومة فإن إحداث أي اضطراب صغير في هذا الأخير يجعله لا يتوقف ابدا. وبنفس الطريقة فإن أزواج كوبر ستتحرك دون مقاومة في الناقل الفائق.

هناك أيضا فئات أخرى من المواد فائقة الناقلية، تعرف باسم النواقل الفائقة غير التقليدية، وخصوصا فئة (SHTC) [7] أو النواقل الفائقة ذات درجة حرارة عالية ، وأغلبها يكون من فئة النحاسيات، أي التي تحتوي على عنصر النحاس (Cu) والتي تم اكتشافها في عام 1986 [7]، حيث تتميز بأن لديها خصائص فائقة الناقلية عند درجات حرارة أعلى بكثير من درجات النواقل الفائقة التقليدية ، ومع ذلك فإن ما يسميه الفيزيائيون "ارتفاع درجة الحرارة" لا تزال منخفضة للغاية مقارنة مع درجات الحرارة العادية حيث تبقى. في حدود -140°C أي 133K كحد أقصى [7].



الشكل (I-1): يمثل مقاومة الناقلية الفائقة بدلالة درجة الحرارة [8] .

I-3-1 تفسير الظاهرة :

يمكن تفسير هذه الظاهرة للناقلية الفائقة بإنخفاض مقاومة المعادن عند انخفاض درجة الحرارة بشكل مفاجئ دون حدوث انقطاع في الخواص الكهربائية، فمن المعروف أن مصدر هذه المقاومة الكهربائية في المعادن هو تصادم الإلكترونات الحرة سواءً مع الشبكة البلورية أو عيوب الشبكة مما يؤدي إلى تغير اتجاه اندفاع الإلكترون بعد كل تصادم، أما في حالة الناقلية الفائقة فإن الإلكترونات تتربط فيما بينها لتشكل أزواجاً من الإلكترونات تدعى أزواج كوبر إذ أن تشكل هذه الأزواج يخفض من طاقة هذه الإلكترونات . ويصبح لها مسار داخل المادة بدون أن تعاني من تصادمات مع أنوية الذرات وذلك لأن عند مرور الإلكترون ضمن الشبكة البلورية يولد اضطراباً ضمن هذه الشبكة الشكل (I-2) ويؤدي هذا الاضطراب إلى توليد فونون (كم اهتزاز الشبكة) يمتصه الكترون آخر [9].

إن السلوك الكهربائي للمواد فائقة الناقلية (عدم مقاومة للتيار) والمغناطيسي (رفض المجال المغناطيسي) جعل منها مواد ذات تطبيقات غير محدودة، فمن المعلوم أن مقاومة التيار الكهربائي في جميع المواد العادية هي السبب في ضياع وفقد الكثير من الطاقة الكهربائية، ومن جهة ثانية فالمجال المغناطيسي يتغلغل في جميع هذه المواد العادية دون استثناء أما في حالة المواد فائقة الناقلية وفي ظروف معينة لا يمكنه اختراقها [2].



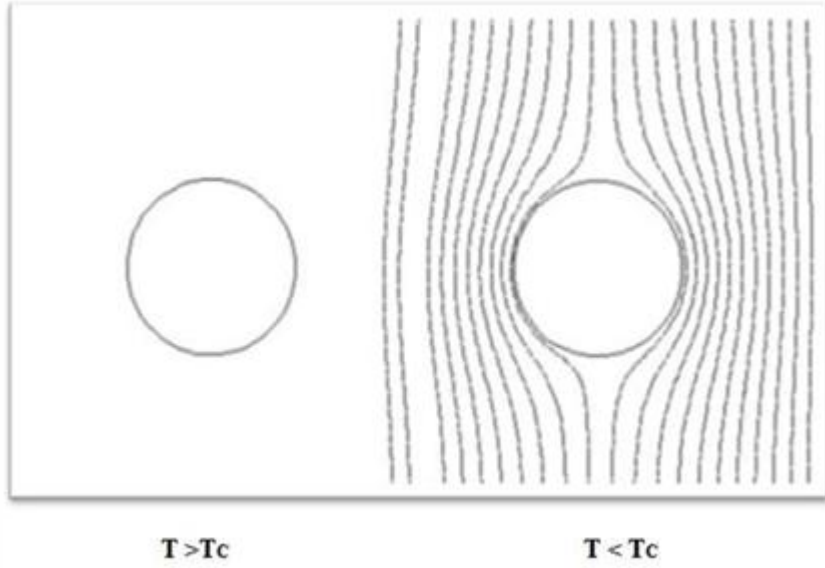
الشكل (I-2): شكل لمرور الإلكترونات خلال الشبكة البلورية [10].

I-3-2 خصائص ظاهرة النواقل الفائقة :

إن الناقلية الفائقة، التي تظهر فقط تحت درجة حرارة حرجة معينة، ومجال مغناطيسي مطبق معين تتميز ببعض الخصائص المحددة وهي:

- انعدام المقاومة ($< 10^{-25} \Omega \cdot m$) في التيار المستمر، وهي الظاهرة الأكثر إثارة للاهتمام لتعلقها بنقل الطاقة الكهربائية.

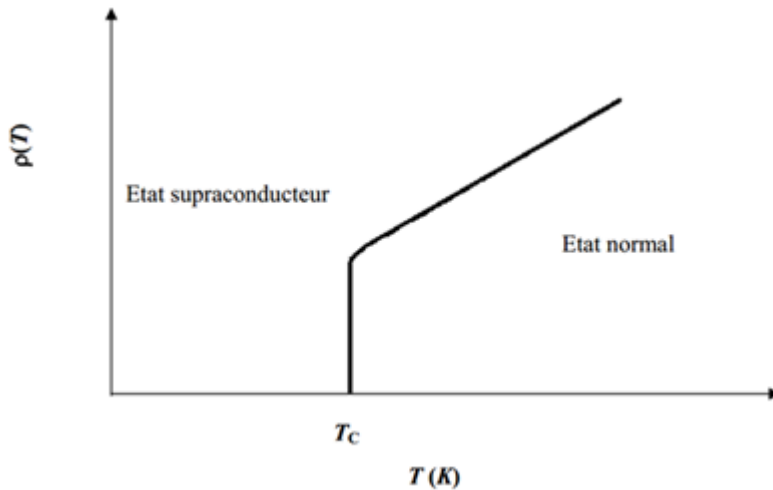
- الرفض الكلي للمجال المغناطيسي والذي يعتبر جانب آخر مهم، ويحدث ذلك عندما يتم تبريد الناقل الفائق إلى درجة تكون أقل من درجة حرارة حرجة ووضعه في حقل مغناطيسي فيتم طرد هذا الأخير من العينة القابلة المغناطيسية χ عندئذ تكون مساوية للقيمة -1 (الطرد التام للمجال المغناطيسي المطبق) وهو ما يسمى بفعل مايسنر (Effect Meisner)، ويحدث هذا الأمر بسبب ظهور تيارات سطحية الشكل (I-3) التي لا تسمح للمجال المغناطيسي أن يخترق المادة فائقة الناقلية [7].



الشكل (3-I): الرفض التام للمجال المغناطيسي في النواقل الفائقة. [7]

1-2-3-I المقاومة المعدومة:

أول دليل على الطبيعة فائقة الناقلية للمادة هو مقاومته الصفرية تحت درجة حرارة معينة تسمى درجة الحرارة الحرجة ويرمز لها بالرمز T_c والتي تتجلى عن طريق الانتقال السريع والمفاجئ من الحالة العادية إلى الحالة فائقة الناقلية للمادة، وبالتالي سيفصل بين الحالتين نطاق لدرجة الحرارة والذي تتغير فيه المقاومة بشكل مفاجئ الشكل (4-I). فهو أقل من 10^{-5} K في الغاليوم النقي جدا مثلا [11]. هذا يشير إلى أن الحالة فائقة الناقلية هي حالة جديدة من حالات المادة، وبعبارة أخرى الحالة التي تتوافق مع ترتيب معين للإلكترونات. لذلك يمكننا أن نقول أن تعدي درجة حرارة الحرجة يتوافق مع انتقال طوري [7].

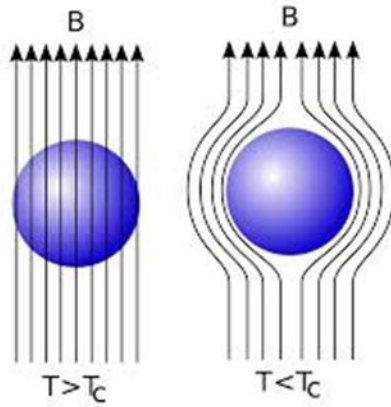


الشكل (4-I): تغيرات المقاومة الكهربائية بدلالة درجة الحرارة [12].

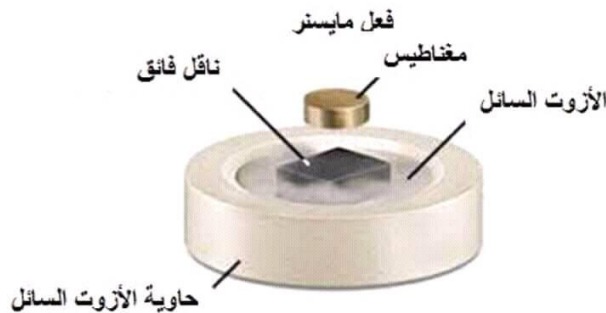
I-3-2-2 المغنطة :

المواد فائقة الناقلية ليست مجرد نواقل مثالية فقط، ففي الحالة العادية تكون غير ممغنطة، ولا يتغير سلوكها بوجود مجال مغناطيسي. ومن ناحية أخرى و تحت درجة الحرارة الحرجة، تصبح ديامغناطيسية ويكون لها مغنطة سالبة موافقة لقيم المجال المغناطيسي الأقل من قيمة H_c معينة تسمى المجال المغناطيسي الحرج . هذه الديامغناطيسية و في ظل ظروف معينة يمكن أن تكون كلية وحينئذ فإن الناقل الفائق يطرد كلية المجال المغناطيسي المطبق، وتكون بذلك القابلية المغناطيسية χ تساوي 1- . وهي الظاهرة المعروفة بفعل مايسنر الشكل(5-I). هذا السلوك الديامغناطيسي يميز المواد فائقة الناقلية عن المواد الناقلة المثالية.

المواد التي تختفي فيها المقاومة (الناقل المثالي) يظهر تباطؤا مغناطيسيا في مجال تزايد الحقل المغناطيسي. هذه المواد سوف تنصرف مثل ناقل فائق حيث تنشأ تيارات على السطح وتعمل على طرد الحقل المغناطيسي الخارجي، وبالمقابل عندما يتناقص المجال المغناطيسي ابتداء من قيمة حرجة H_c فإن هذه التيارات التي يسببها في ناقل مثالي سوف تعارض الحثية المغناطيسية (قانون نلز) في حين أنها ستندعم (تلغي بعضها البعض) في حالة الناقل الفائق [12] .
يبين الشكل(6-I)، مغناطيسا يطفو فوق ناقل فائق.



الشكل (I-5): فعل مايسنر في المجال فائق الناقلية [2].



الشكل (I-6): مغناطيس يطفو فوق جسم فائق الناقلية [2].

نوضح في جدول (I-2) مقارنة بين تعامل ناقل مثالي وناقل فائق مع المجال المغناطيسي المطبق عليهما.

الجدول (I-2): مقارنة بين السلوك المغناطيسي لناقل مثالي و ناقل فائق [12].

| | $T=300K$ $B_c \neq 0T$ | $T < T_c$ $B_c \neq 0T$ | $T < T_c$ $B_c = 0T$ |
|------------|---------------------------|----------------------------|-------------------------|
| ناقل مثالي | | | |
| ناقل فائق | | | |

I-3-2-3 المقادير الحرجة:

أربعة معايير أساسية تحكم وتؤثر على الحالة فائقة الناقلية:

- درجة الحرارة الحرجة T_c .
- الحقل المغناطيسي الحرج H_c .
- كثافة التيار الحرجة J_c .
- السطح الحرج S_c .

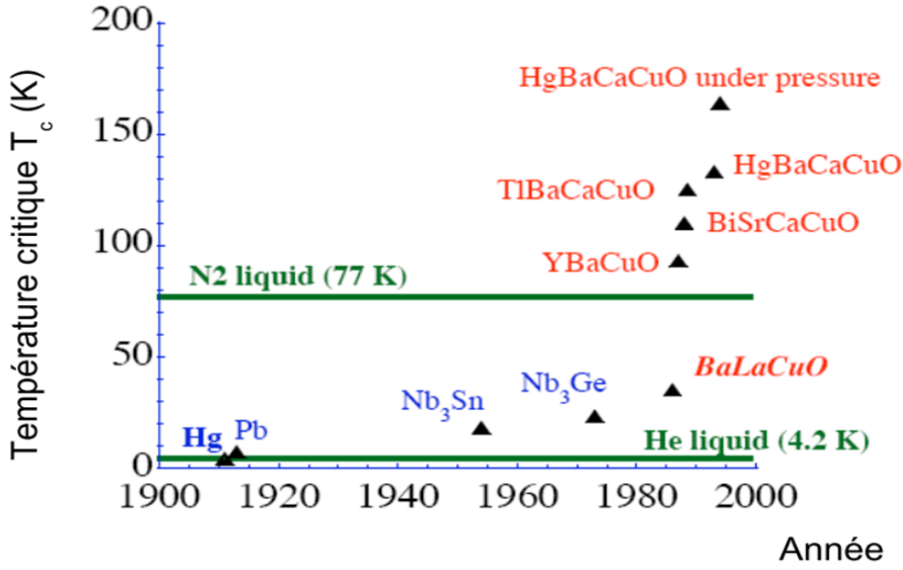
كما ذكرنا سابقا بأن الناقلية الفائقة لا تظهر إلا عندما تكون درجة الحرارة أقل من قيمة حرجة معينة، ولكنها ليست وحدها التي تميز الناقلية الفائقة لمادة ما. بل هناك قيم أخرى حرجة تتميز بها النواقل الفائقة ومنها المجالات المغناطيسية الحرجة، كثافة التيار الحرجة و السطح الحرج [13].

I-3-2-3-I درجة الحرارة الحرجة (T_c):

درجة الحرارة الحرجة هي درجة الحرارة التي تحتها تظهر خاصية الناقلية الفائقة (انعدام المقاومة الكهربائية). وهي أقل من 23K للمواد التي تعرف بدرجة حرارة حرجة منخفضة وفي حدود 100K للنواقل الفائقة المعروفة بالنواقل الفائقة ذات درجة حرارة عالية (HTS).

تتغير قيمة درجة الحرارة الحرجة تبعا لمكونات مادة الناقل الفائق.

يبين الشكل (I- 7) بعض درجات الحرارة الحرجة لبعض المواد فائقة الناقلية وسنة اكتشافها .



الشكل (I- 7): درجة حرارة الحرجة وسنة اكتشاف بعض المواد فائقة الناقلية [13].

I-3-2-3-2 الحقل المغناطيسي الحرج (Hc) :

تعتبر قيمة المجال المغناطيسي الحرج بمثابة المقدار الثاني الحرج الذي يميز المواد فائقة الناقلية وهو القيمة التي إذا تجاوزها الحقل المطبق تختفي على اثره الناقلية الفائقة و تعطى عبارة الحقل المغناطيسي داخل المادة من خلال العلاقة التالية: [13]

$$B = \mu_0 (H+M) \quad (1-I)$$

حيث

μ_0 : هي السماحية المغناطيسية في الفراغ.

H: هو المجال المغناطيسي داخل المواد.

M: هي المغنطة.

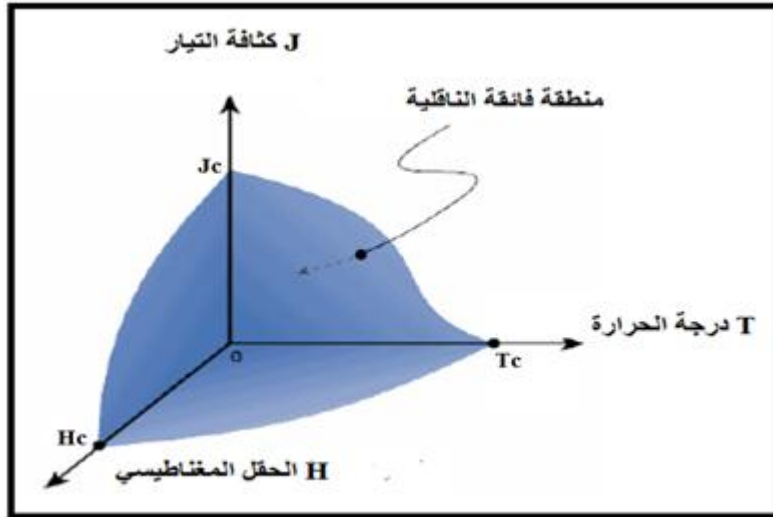
I-3-2-3-3 كثافة التيار الحرج (Jc) :

في الناقل الفائق ترتبط كثافة التيار الحرج بالمجال المغناطيسي الحرج H_c ، فالتيار المتدفق في الناقل الفائق ينتج حقل مغناطيسي على سطح الناقل. إن التيار الحرج هو التيار الذي ينتج عنه المجال المغناطيسي المساوي للمجال المغناطيسي الحرج في الناقل الفائق. فان تعريف كثافة التيار الحرج أكثر تعقيدا وذلك بسبب الإختراق الجزئي للمجال في المواد وفق مرحلتين : عادية وفائقة الناقلية. عندما يتجاوز التيار قيمة حرجة ، فإنه يخترق الناقل الفائق، ولذلك تتغير المقاومة فجأة من قيمة صفر إلى قيمة غير صفرية [13] .

I-3-2-3-4: السطح الحرج (Sc):

يمكن للنواقل الفائقة أن يفقد تأثير مايسنر في الحالات التالية:

- إذا تجاوزت درجة الحرارة الحرجة (T_c) .
 - إذا تجاوز المجال المغناطيسي الخارجي المطبق قيمة حرجة المسمى الحقل الحرج (H_c) .
 - إذا فاقت كثافة التيار داخله كثافة التيار الحرج (J_c) .
- هذه المعايير الثلاثة (T_c) ، (H_c) و (J_c) ، و تمكن من تحديد المجال فائق الناقلية والذي بعده يعود إلى الحالة العادية كما هو مبين في الشكل (I-8) .



الشكل (I-8) : يمثل السطح الحرج الذي يحد المنطقة فائقة الناقلية [14].

I-4 أنواع النواقل الفائقة :

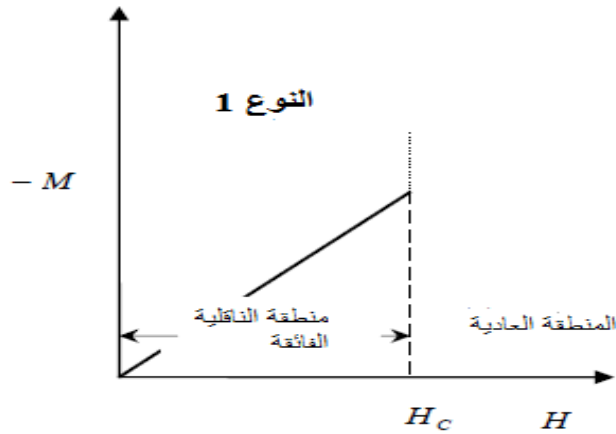
هناك نوعان من النواقل الفائقة تختلف بحسب سلوكها مع المجال المغناطيسي الخارجي H المطبق، هما على التوالي النواقل الفائقة من النوع الأول والثاني.

I-4-1 النواقل الفائقة من النوع الأول:

النوع الأول من النواقل الفائقة تتميز بحقل مغناطيسي حرج H_c واحد ، عند هذه القيمة يرفض الناقل فائق المجال المغناطيسي الخارجي [15]، وبعده مباشرة تختفي خاصية الطفو تماما وبشمل أي، أي أن التميغنت ينعدم بصورة فجائية [16] ، يمكن للمجال المغناطيسي أن يخترق سما في الناقل الفائقة يسمى مسافة الاختراق للندن λ_L والتي تنشأ فيها التيارات الفائقة.

سلوك هذا النوع من النواقل الفائقة بسيط لأن هناك حالتين فقط كما يبينه الشكل (I-9) وهما الحالة العادية التي تتوافق مع مميزات القيمة عالية من المقاومة الكهربائية والحالة فائقة الناقلية تتميز بمقاومة صفرية وديا مغناطيسية مثالية للناقل الفائقة.

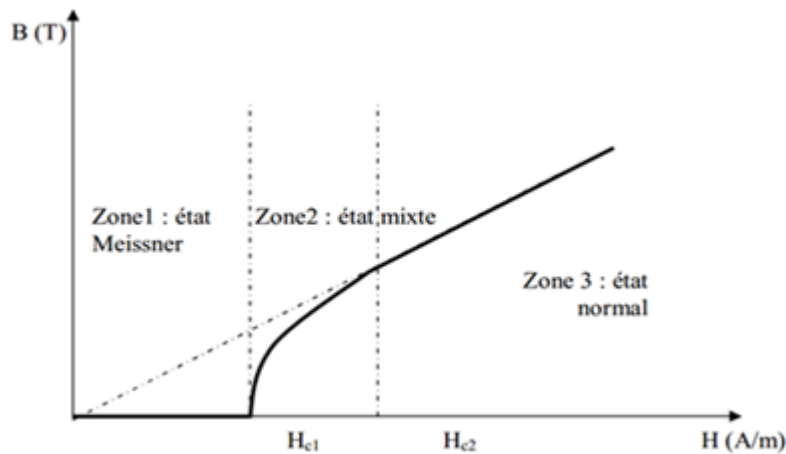
تطبيقات هذا النوع من المواد محدودة، وهذا يرجع إلى ارتفاع تكلفة التبريد، من جهة ومن جهة أخرى، هذه المواد محدودة في قيمة المجال المغناطيسي، فهي لا تتجاوز قيمة 0.2 تسلا [13].



الشكل (9- I): منحنى تغير المغنطة بدلالة المجال المغناطيسي للنوع الأول [17].

2-4-I النواقل الفائقة من النوع الثاني :

يتميز هذا النوع من النواقل الفائقة بامتلاكه لمجالان مغناطيسيان حرجان هما H_{c1} و H_{c2} ، بحيث تكون قيمة الحقل المغناطيسي H_{c2} أكبر بكثير من القيمة الأولى H_{c1} بالإضافة إلى ذلك، لديها قيم كبيرة للمجال المغناطيسي الحرج، ودرجة حرارة و تيار حرجان كبيران بالمقارنة مع النوع الأول من النواقل الفائقة. في هذا النوع فإن الناقلية الفائقة لا تفقد بشكل تام ومفاجئ، وإنما يتحول جزء من الناقل الفائق إلى ناقل عادي، وهذا بسبب تكون بؤر تسمى دوامات (Vortex) موزعة بصورة منتظمة على طول وعرض الناقل بحيث يمكن للمجال المغناطيسي أن يخترقها. سلوك ناقل فائق من النوع الثاني في وجود مجال مغناطيسي يوضحه المنحنى في الشكل (10-I).



الشكل (10- I): منحنى تغير المغنطة بدلالة المجال المغناطيسي للنوع الثاني [13].

حيث يتميز بثلاث مناطق مختلفة وهي كالتالي:

● المنطقة 1:

هي المنطقة المتواجدة في المجالات التي تكون أقل من H_{c1} ، وفيها تكون المادة في حالة فائقة الناقلية حيث يكاد يكون التأثير الديامغناطيسي مثاليا .

● المنطقة 2:

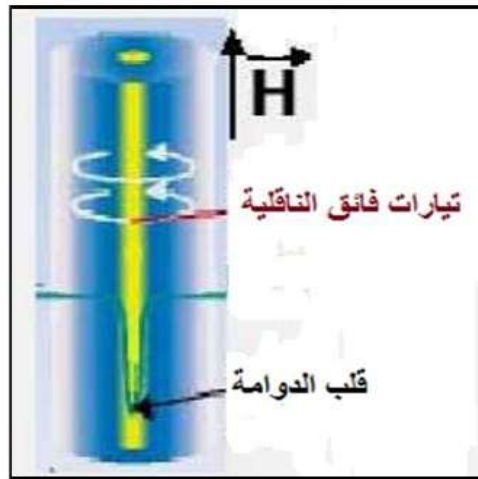
هي المنطقة المتواجدة بين المجالين H_{c1} و H_{c2} وفيها تكون المادة في حالة مختلطة بحيث تكون الديامغناطيسية جزئية، حينها فإن المجال المغناطيسي المطبق سيخترق الناقل في قنوات على شكل أنابيب رقيقة مجهرية تسمى الدوامات (Vortex) [16].

● المنطقة 3:

هي المنطقة المتواجدة بعد المجال H_{c2} أين تتحول مادة الناقل إلى الحالة العادية مع مقاومة كهربائية عالية، ولقيم أكبر من المجال المغناطيسي . إن النواقل الفائقة من هذا النوع هي أساسا سبائك أو معادن لها مقاومة عالية في الحالة الطبيعية وحقول حرجة عالية تتناسب مع العديد من الاستخدامات العملية، خاصة في مجال الهندسة الكهربائية [13].

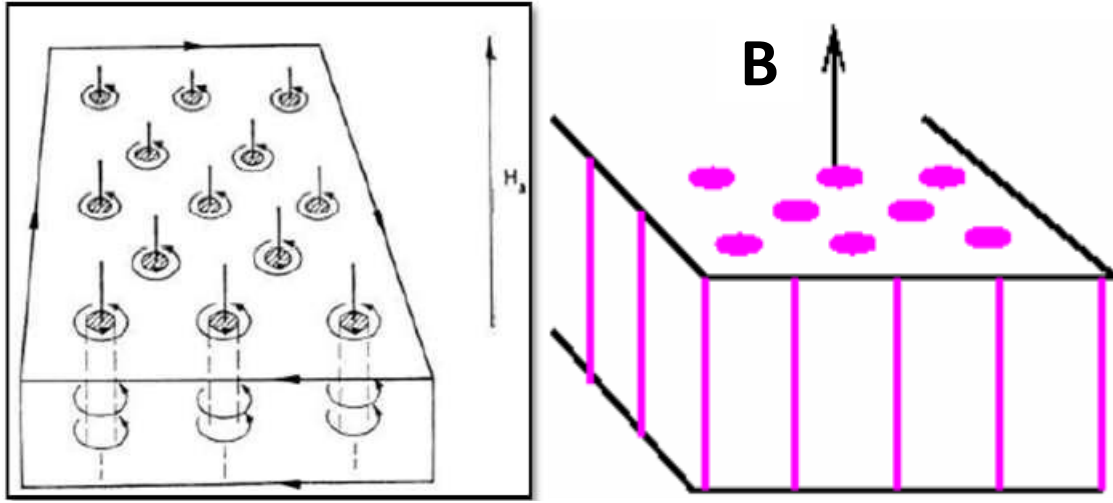
I- 4-2-1 بنية الدوامات :

النواقل الفائقة من النوع الثاني هي المواد الأكثر دراسة سواء في مجال الفيزياء الأساسية أو التطبيقية وذلك راجع الى خصائص حالتها المختلطة التي تنتج عوامل حرجة ذات قيم عالية (H_c, J_c, T_c). بين الفيزيائي أبريكسوف بطريقة تحليلية أن المجال المغناطيسي يخترق الناقل من النوع الثاني بشكل دوراني نانوي ، يحتوي كل منها على نفس كمية التدفق المغناطيسي ، حيث تسمى كل منها بالدوامة الموضحة في الشكل (I - 11). تتكون الدوامة من القلب نصف قطره (T) ξ والذي يشبه أسطوانة ، وحوله تحوم تيارات فائقة وفق اسطوانة ثانية قطرها λ [18-20].



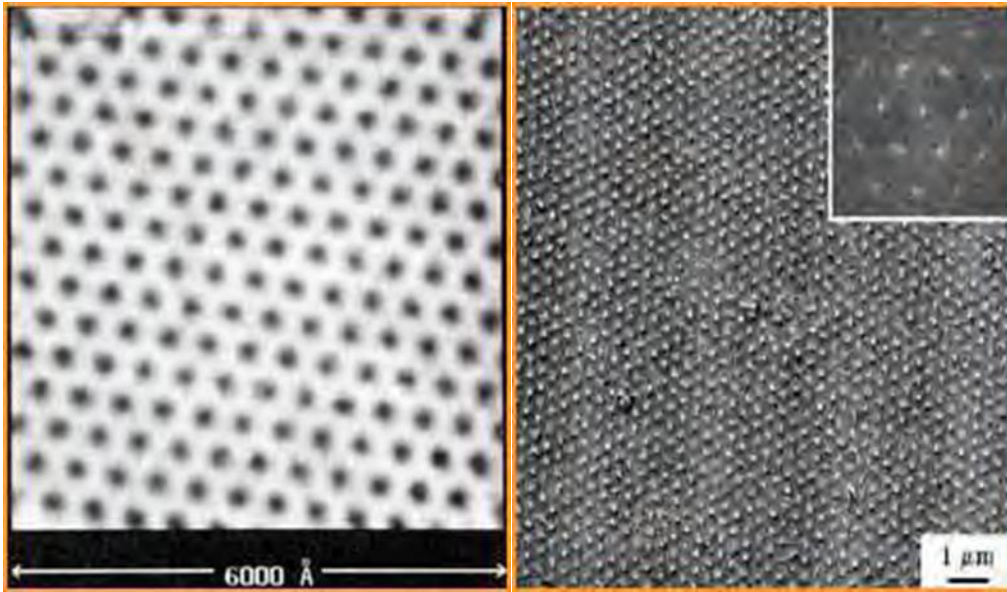
الشكل (I - 11): رسم توضيحي لبنية الدوامة [21].

تتوزع هذه الدوامات على شكل شبكة مثلثية كما هو موضح في الشكل (I- 12) كالتالي :



الشكل (I- 12): يمثل توزيع الدوامات في الحالة المختلطة [21] [22].

يمثل الشكل (I- 13) صورة بالمجهر الإلكتروني عالي الدقة شبكة أبريكوسوف لتوزيع الدوامات في الناقل الفائق..

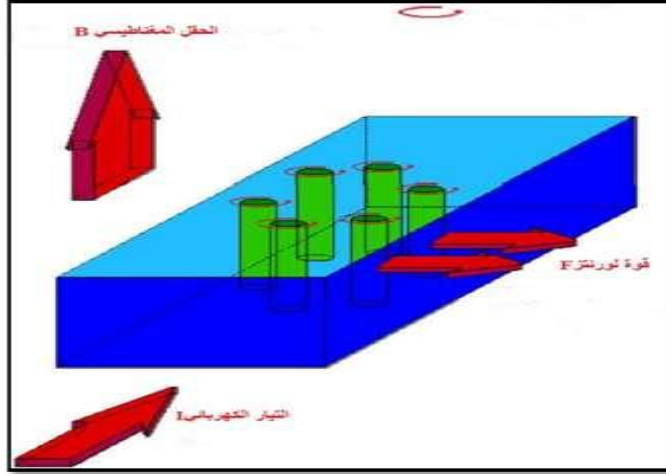


الشكل (I- 13):-يمثل شبكة أبريكوسوف للدوامات ناقل فائق الكلاسيكية من النوع الثاني [23].

ويطلق على البؤرة الواحدة باسم فور تكس (Vortex)، ويطلق على الناقل الذي هو في الحالة الجامعة للنقل الفائق والعادي بأنه في الحالة المختلطة Vortex State. إن عدد البؤر الطبيعية تزداد كلما زاد المجال المغناطيسي الخارجي ابتداءً من القيمة H_{C1} وتستمر في الزيادة حتى يأتي المجال على الناقل بكامله محولاً إياه إلى ناقل عادي عند المجال الحرج الثاني H_{C2} . حيث يكون هذا المجال كبير جداً مقارنة بالمجال الحرج للنواقل من النوع الأول. تظل جميع الخواص المميزة للنقل الفائق موجودة أثناء الحالة المختلطة، و تستمر حتى الوصول إلى مجالات عالية جداً، وبالمقابل نجد ان الدوامات تبدأ في الحركة عندما يمر تيار بقربها بسبب قوة لورانتس محدثة ضياعاً في الطاقة، ولذلك نلجأ إلى تثبيت هذه الدوامات [24-25].

I-4-2-2 تثبيت الدوامات:

يعرّف التيار الحرج I_C على أنه التيار الذي تنتجه قوة لورنتز، ولتحريك الدوامة من الضروري أن تكون هذه القوة أكبر من قوى تثبيت الدوامات، إذا كانت قوة لورنتز تفوق عطالة الدوامة فإن هذه الأخيرة ستبدأ في التحرك كما يبينه الشكل (I-14)، والذي يترتب عنه تدهور في النقل الفائق، ولتجنب هذا الأمر يجب العمل على تثبيت هذه الدوامات. لكون معظم المواد غير مثالية أي تحتوي على عيوب (الشوائب، عدم التجانس ..)، يمكن أن تستخدم هذه الأخيرة كمراكز تثبيت للدوامات وتكون أكثر فاعلية عندما تكون أبعاد هذه العيوب بنفس رتبة أبعاد الدوامة وبما أن شكل شبكة توزيع الدوامات هو مثلثي فإنه يكفي تثبيت البعض منها حتى تثبت كلها.



الشكل (I-14): يمثل حركة الدوامات في النواقل الفائقة [21].

I-5-1 أهم نظريات الناقلية الفائقة :

I-5-1-1 نظرية الإخوة لندن :

افترض الإخوة لندن أن كثافة التيار يتناسب مع الكمون \vec{A} للمجال المغناطيسي المحلي بالعلاقة: [26].

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

هذه العلاقة تؤدي إلى أول معادلة للندن :

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

حيث

μ_0 : يمثل سماحية في الفراغ.

λ_L : بعد لندن.

هذا الأخير يعني أنه في وجود مجال مغناطيسي، فإنه ستتشكل حلقات للتيار في الناقل الفائق معاكسة

له في الإتجاه وباستخدامهم لمعادلات ماكسويل، وجدوا العلاقة التي تعبر عن تأثير مايسنر تكتب كالتالي :

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

يشير حل هذه المعادلة الأخيرة إلى وجود مجال مغناطيسي مستمر يعمل على اختراق الناقل الفائق وذلك في حدود المسافة λ_L والمعروفة بطول الإختراق للندن، والذي يعتمد على كثافة الإلكترونات فائقة التوصيل (n_s) ، ودرجة الحرارة T والحقل المغناطيسي H ، والكتلة (m) والشحنة الإلكترون (q). كما تبينه العلاقة التالية:

$$\lambda_L(T, H) = \sqrt{\frac{m}{\mu_0 n_s(T, H) q^2}} \quad (5-I)$$

2-5- I نظرية غانز بورغ – لندن:

إن جزء كبير من الدراسات النظرية تركز على الخصائص المغناطيسية للناقلية الفائقة والتي تعتمد على نظرية الظواهر غانز بورغ - لندن والتي يعود تاريخها إلى 1950م ، وقد أعطت هذه النظرية تعريف لدالة موجية ($\Psi(r)$ ، وهي أن مربعها Ψ^2 يمثل كثافة حاملات الشحنة في الحالة فائقة الناقلية (إلكترونات أزواج كوبر) .

وقد تم في هذه الدراسة أيضا التعريف بالمقدار K والذي يسمى بمعامل غانز بورغ - لندن [22] ، والذي يلعب دورا أساسيا في حساب الطاقة السطحية و يثبت أن هذه الطاقة إيجابية إذا كان $K < 1/\sqrt{2}$ وسلبية إذا كان $K > 1/\sqrt{2}$. إن هذا المعيار يمكن من التمييز بين النواقل الفائقة من النوع الأول والثاني [27]. بحيث يعطى بالعلاقة التالية :

$$K = \frac{\lambda_L}{\xi} \quad (6-I)$$

حيث :

λ_L : عمق الإختراق للندو .

ξ : تمثل مسافة التوافق .

بينت أيضا هذه النظرية أن للنواقل الفائقة مقدارين هاميين هما:

1-2-5- I مسافة التوافق :

وتعرف على أنها المسافة الفاصلة بين منطقة العادية وفائقة الناقلية الشكل (1-15). عندما يكون الناقل في الحالة المختلطة الشكل (15-I) [28] ، وكما يمثل البعد المكاني لزوج كوبر (الناقلية الفائقة) ، وهو الحد الأدنى للطول الذي يمكن للناقلية الفائقة أن تختلف حتى تختفي، حيث ξ قابلة للمقارنة مع المقادير المميزة للشبكة البلورية (بعض النانومتر) [21]. وتعطى بالعلاقة التالية :

$$\xi = \frac{\hbar v_F}{\pi |\Delta|} \quad (7-I)$$

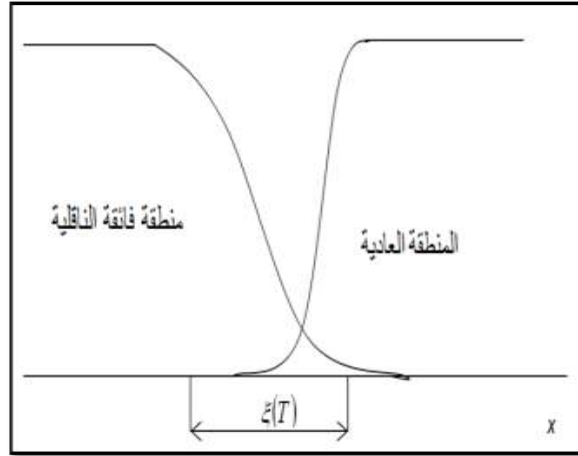
حيث تمثل

v_F : سرعة فيرمي .

$|\Delta|$: طاقة ترابط الزوج الإلكتروني.

كما أن هذه المسافة تتغير بدلالة درجة الحرارة بعلاقة غانز بورغ و لنندو وتكتب كالتالي [28]:

$$\xi(T) = \xi_{GL} = 0.74 \left[1 - \frac{T}{T_c} \right]^{-1/2} \quad (8-I)$$



الشكل (I-15): مسافة التوافق بين المنطقة العادية وفائقة الناقلة [29].

2-2-5- I عمق الإختراق :

يعرف عمق الإختراق λ ، بالطول الذي يمكن أن يغير من الحث المغناطيسي في مادة فائقة الناقلة [26]، وذلك عند تطبيق مجال مغناطيسي خارجي ، فإن قيمته ستتناقص خلال إختراقه للناقل الفائق ابتداءً من سطح هذا الأخير إلى أن ينعدم بعد مسافة معينة داخله، هذه المسافة تعرف بعمق الإختراق ويرمز لها بالرمز λ_L ، وفي هذه الطبقة ستنشأ التيارات السطحية التي تكوّن الحقل المضاد [30]، كما يسمى أيضا بطول لندن. حيث تكون قيمته بين بضعة عشرات و بضعة مئات من نانومتر [26]. ويعطى عمق الإختراق بالعلاقة التالية:

$$\lambda_L = \frac{c}{e} \left(\frac{m}{4\pi n} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (9-I)$$

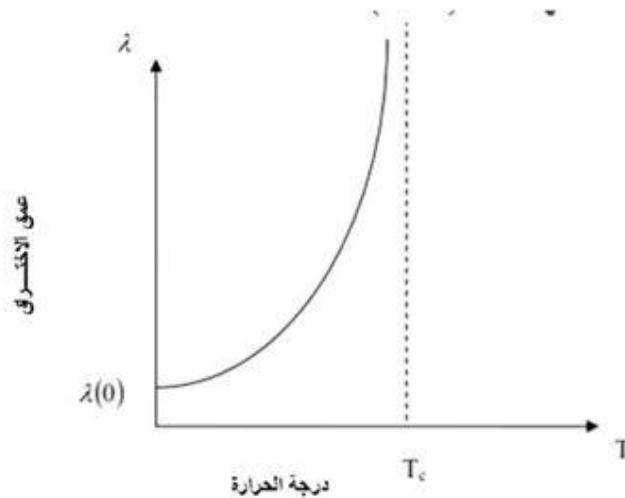
حيث n : تمثل تركيز حاملات الشحنة (كثافة الإلكترونات) وهي تتغير بدلالة درجة الحرارة بالعلاقة :

$$n = n_0 \left(1 - \frac{T}{T_c} \right)^{-1/2} \quad (10-I)$$

ويرتبط عمق الإختراق بدرجة الحرارة بعلاقة لندو :

$$\lambda_L = \lambda_0 \left[1 - \left(\frac{T}{T_c} \right)^4 \right]^{-1/2} \quad (11-I)$$

يمكن تمثيل هذه العلاقة في الشكل (I-16) .



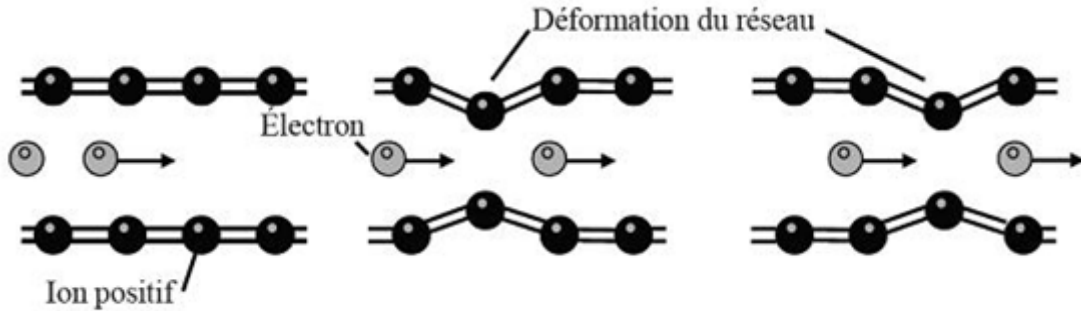
الشكل (I-16): منحنى يوضح تغيرات λ بدلالة T [31].

I-5-3 نظرية ال BCS:

هي نظرية أكتشفت من طرف العلماء الثلاثة "Bardeen" و "Cooper" و "Schrieffer" فاختصرت بهذا الإسم BCS. إن هذه النظرية التي وضعت في عام 1957 استطاعت أن تفسر معظم جوانب النواقل الفائقة التقليدية.

وإنه من المعلوم أن نقل التيار في النواقل يتم عادة بواسطة الإلكترونات الحرة، ومصدر المقاومة في النواقل عادة هو من تصادم تلك الإلكترونات مع إلكترونات أخرى ومع الأيونات والذرات التي تخرج عادة عن النظام الدوري الشبكي المنتظم للمادة.

أهم أساس قامت عليه النظرية هو فكرة الأزواج الإلكترونية (Cooper Pairs) أو أزواج كوبر نسبة إلى العالم كوبر أحد مؤسسيها. ومن المعلوم أن الإلكترونات تحمل ذات الشحنة وبالتالي فحسب قانون كولوم يفترض أن تتنافر عن بعضها قدر المستطاع. إلا أن الظروف المواتية تعكس نتيجة القانون بميكانيكية خاصة لوحظت بسبب اعتماد الناقلية الفائقة على أثر النظائر. فقد وجد أنه كلما زاد العدد الذري لنظير كلما قلت (اقتربت من الصفر المطلق) درجة تحوله. وكان في هذا دليل كاف بأن الإلكترونات المسؤولة عن الناقلية الفائقة لا بد وأنها تتفاعل بطريقة أو أخرى مع الشبكة البلورية بحيث تكون المحصلة لصالح الإلكترونات نفسها. فجاءت فكرة الأزواج لتفسر الأمر. فعندما يمر الإلكترون الأول بين الأيونات فإنه ولزمن قصير جداً يؤدي إلى انجذابها إليه ولكنه يمر بسرعة فيتركها وهي مازالت متقاربة من بعضها الشكل (I-17) مما يؤدي إلى زيادة تركيز الشحنة الموجبة لحظياً في المنطقة. تلك الشحنة المركزة بدورها تجذب إلكترونات أخرى إليها. بحيث يكون الاثنان في وضع ارتباط دائم بصورة زوج. وهذا ما يطلق عليه حسب النظرية الكمية بمبدأ تبادل التفاعل من خلال الفونون الذي هو وجه عملة آخر للقول بأن الإلكترون الأول يؤدي إلى اهتزاز الأيونات لصالح الإلكترون الثاني [32].



الشكل (I-17): الشبكة البلورية [33].

بالطبع الأزواج الإلكترونية تحمل شحنة مساوية إلى ضعف شحنة الإلكترون الفردي ($-2e$) ولغاً مغزلياً مساوياً للصفر. وكما هو معلوم عندما يكون اللف رقماً صحيحاً بما في ذلك الصفر؛ فإنه يجوز أن يجتمع عدد غير محدود من الجسيمات الأولية في نفس الحالة كما في الفوتونات التي تجتمع فتشكل أشعة الليزر. وتسمى الجسيمات من هذا النوع بالبوزونات.

إن وضع الأزواج الإلكترونية جعل الشبكة البلورية لا تؤثر في حركتها على الإطلاق وبالتالي فهي تتحرك دون مقاومة. فإذا هي تصبح العلة الكامنة وراء حصول ظاهرة الناقلية الفائقة بمجرد التبريد إلى درجة حرارة معينة.

وكان من جراء فكرة الأزواج الإلكترونية أن تنقسم الإلكترونات إلى جزء فائق وآخر عادي فتتكون فجوة في طاقة الناقل بين الحالات الحاوية للأزواج وتلك الحاوية للإلكترونات العادية. وهذه الفجوة E_g هي ميزة خاصة بالنواقل الفائقة قيمتها في حدود 1meV . وهذه الطاقة تمثل الطاقة اللازمة لكسر الرابطة بين الزوجين الإلكترونيين.

وتتنبأ نظرية BCS بالعلاقة التي تربط بين طاقة الفجوة وبين الدرجة الحرجة للناقل عند درجة الصفر المطلق وهي: [16].

$$E_g = 3.53 K_B T_c \quad (12-I)$$

حيث k_B : ثابت بولتزمان.

إن هذه العلاقة من أهم ما جاءت به النظرية. وهي تنص على أن طاقة الفجوة مرتبطة مباشرة بدرجة التحول. بمعنى آخر فإنه لكي نحصل على مواد فائقة الناقلية ذات درجة حرارة عالية فعلينا أن نوفر نواقل تملك طاقات فجوة كبيرة. من جهة ثانية تعطي نظرية BCS علاقة تتوقع قيمة للمجال المغناطيسي الحرج للنواقل الفائقة التقليدية وهي كالتالي :

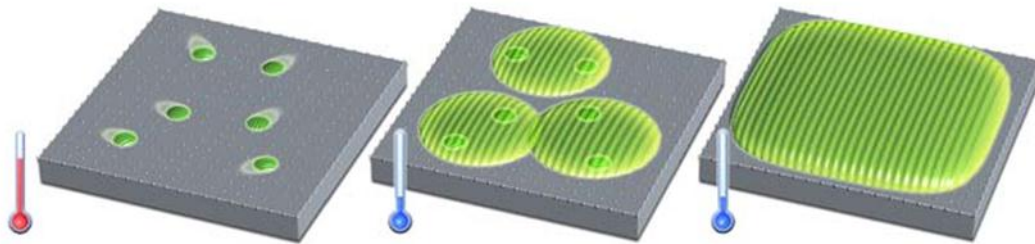
$$H_c(T) = H_{c(0)} \left[1 - \alpha \left(\frac{T}{T_c} \right)^2 \right]. \quad (13-I)$$

حيث α : ثابت

$H_{c(0)}$: المجال الحرج عند $0k$ (درجة الصفر المطلق).



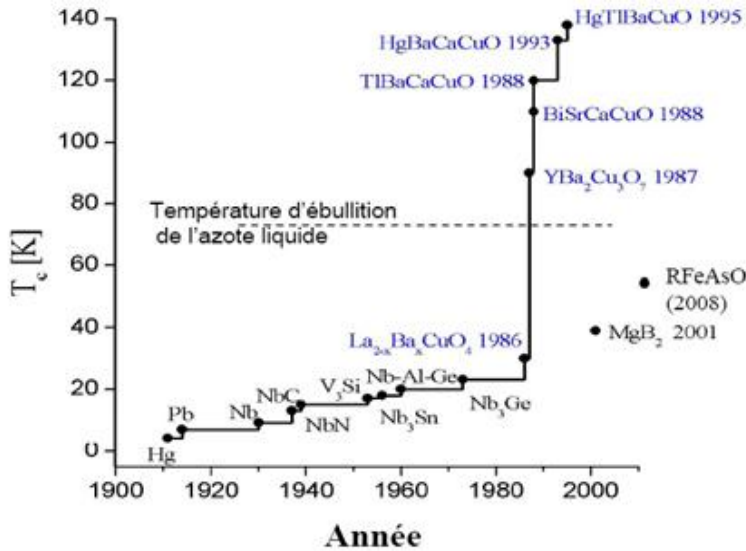
الشكل (I - 18) : رسم توضيحي لأزواج كوبر الإلكترونية [34].



الشكل (I - 19) : تغير كثافة أزواج كوبر الإلكترونية. [35].

I-6 النواقل الفائقة ذات درجة الحرارة العالية (HTCS):

لسنوات عديدة، افترض العلماء أن الناقلية الفائقة تحدث فقط عند درجات الحرارة المنخفضة. ولكن في عام 1986م، اكتشف الفيزيائيان الألمانيان يوهانس بيدنورتز والسويسري كارل مولر أنه يمكن لمادة النحاس السيراميكية أن تصبح ناقلا فائقا عند درجات حرارة حيث $T_c = 35K$ ($-238C^\circ$) [36]، ومثال على ذلك المركب $(La; Ba)_2 CuO_4$ (LBCO)، وهو أول ناقل فائق ذات درجة حرارة عالية (HTCS)، حيث تقدر درجة حرارته الحرجة (T_c) إلى 30K [37]، وكما وجد علماء آخرون موادا تبدي ناقلية فائقة عند درجات حرارة أعلى، وذلك عند درجة حرارة $(-135C^\circ)$ أي 138 K. والتي اكتشفت من قبل علماء كوريين سنة 1996 الشكل (I-20). وقد تم تخصيص جزء كبير من البحث في HTCS لبنيتها البلورية. حيث تمثل معرفة هذه البنية نقطة بداية نحو فهم خصائص هذه المواد الجديدة. وهي مركبات مكونة من شرائح ذرية من أكاسيد النحاس مفصولة بطبقات تتكون من شرائح أيونات الانتقال أو أكاسيد أخرى. إن العنصر الأساسي المشترك لجميع مركبات HTCS هو وجود صفائح النحاس الأكسجين (CuO_2). ولذلك أطلق عليها باسم النحاسيات فائقة الناقلية [38].

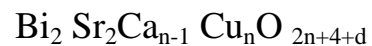


الشكل (I-20): التطور الزمني لدرجة الحرارة الحرجة للمواد الفائقة [22].

I-7 مركبات النظام Bi-Sr-Ca-Cu-O:

إن اكتشاف الناقلية الفائقة عند درجات الحرارة العالية لأكاسيد النحاس فتح طريقا جديدا للبحث في كيمياء الحالة الصلبة، حيث أكتشفت عائلة جديدة من المركبات فائقة الناقلية تملك درجات حرارة حرجة عالية تحوي أساسا على عنصر البسموث (Bi).

يتميز هذا النظام بالصيغة الكيميائية العامة التالية: [39]



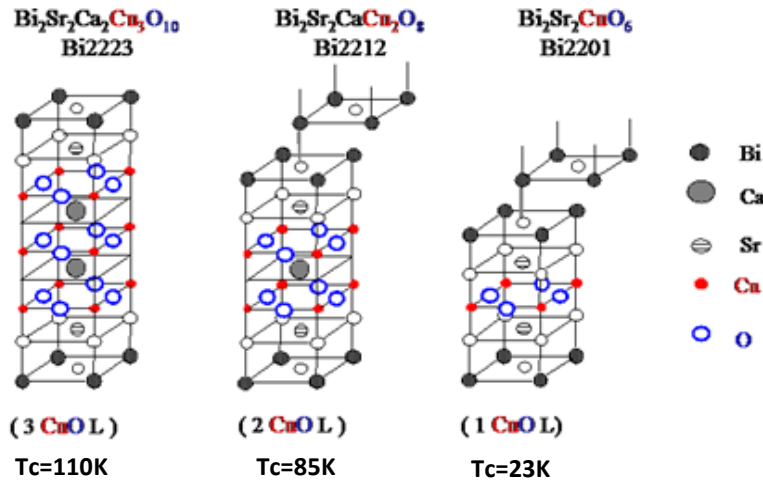
أين $n = 1, 2$ أو 3 ويوافق الأطوار 2201-Bi، 2212-Bi، 2223-Bi ذات درجات الحرارة الحرجة 23K، 85 K و 110 k على الترتيب. قيمة الحيود عن الستوكيو مترية.

هذه المركبات التي تنتمي للنظام Bi-Sr-Ca-Cu-O تشمل طورين لهما أهمية كبيرة وهما: [40]

- الطور $Bi_2 Sr_2 Ca_2 Cu_3 O_{10+d}$ ذو درجة حرارة حرجة $T_c = 110K$ الذي يرمز له بالرمز

.Bi-2223

- الطور $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+d}$ ذو درجة حرارة حرجة $T_c=85\text{K}$ الذي يرمز له بالرمز Bi-2212. بنية هذه الأطوار تختلف حسب عدد المستويات CuO_2 ، و تتناقص المسافة بين السلاسل Cu-O مع زيادة عدد هذه المستويات (الشكل 1-20). المستويات CuO_2 هي المسؤولة عن الناقلية الفائقة، وتلعب السلاسل Cu-O دور خزان الشحنات التي تزود هذه الأكاسيد بالحاملات الفائقة [41].



الشكل (I-21): البنية البلورية لأطوار العائلة $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4+d}$ [22].

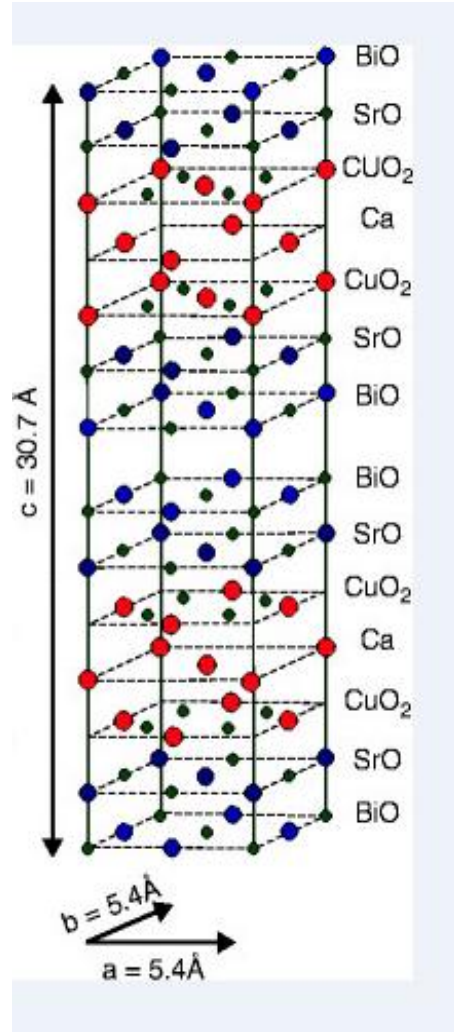
نبين أيضا في الجدول (I-3) التالي النظام البلوري للعائلة $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+2}$.

الجدول (I-3): بعض المعلومات البنيوية لمركبات العائلة $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+2}$. [42].

| الطور | النظام البلوري | ثوابت الشبكة (Å) | الدرجة الحرجة T_c (K). |
|---------|----------------|-------------------|--------------------------|
| Bi-2201 | رباعي | $a=3.828;c=24.63$ | 23 |
| Bi-2212 | رباعي | $a=3.830;c=30.76$ | 85 |
| Bi-2223 | رباعي | $a=3.830;c=37.13$ | 110 |

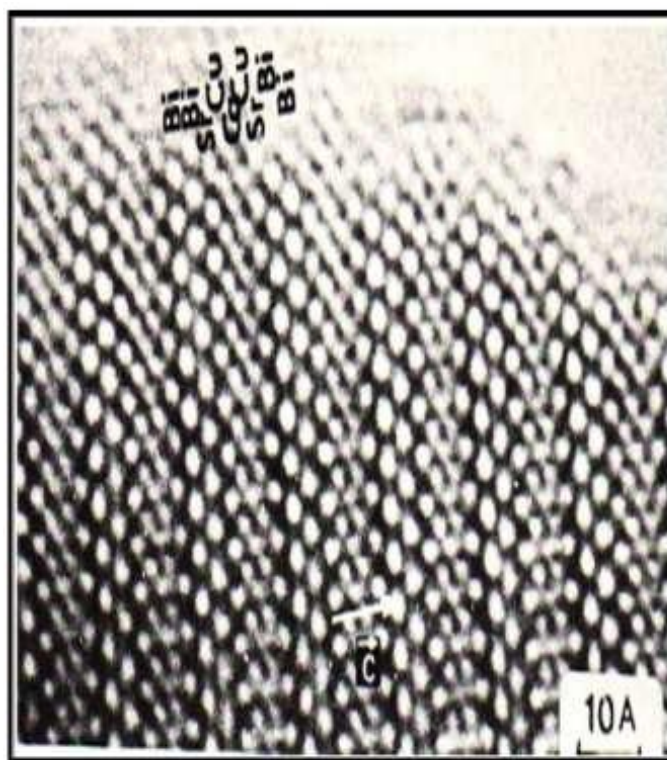
I-7-1 البنية البلورية للطور Bi-2212:

تكون المستويات CuO_2 في الطور Bi-2212 مفصولة بمستويات مكونة من ذرات الكالسيوم (Ca) التي لا تحتوي على الأوكسجين (O)، كما تكون المستويات CuO_2 ومستويات (Ca) محصورة بين المستويات SrO والمحصورة بدورها بين المستويات BiO كما يبينه الشكل (I-22) [43].



الشكل (I-22): توزيع المستويات الذرية في البنية الطور [43]Bi-2212.

تحديد بنية هذه المركبات صعب جدا نظرا لصعوبة فصل الأطوار الثلاثة في نفس العينة بعد عمليات التحضير عموما، لذلك فإن ظروف التحضير تلعب دورا هاما في الحصول على عينات تحوي طور واحد، وعليه يتم الاستعانة بعدة تقنيات إضافية لتحديد بنيتها مثل MET، MEB، HREM [43،45،46]. يظهر الشكل (I-23) البنية الداخلية للطور Bi-2212 المتحصل عليها بإستعمال المجهر الإلكتروني عالي الدقة HREM. هذا الأخير يبين موضع التراص الطبقي Sr-Cu-Ca-Cu-Sr بين السلاسل المكونة من ذرات البسموث (Bi) [47،48].

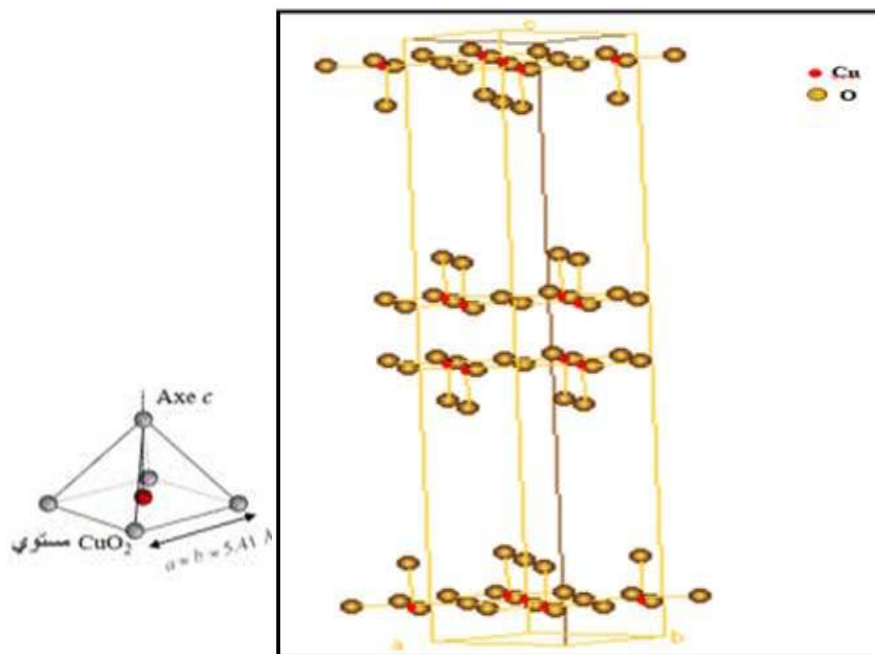


الشكل (I-23): صورة الطور Bi-2212 المتحصل عليها باستعمال المجهر الإلكتروني عالي الدقة HREM [47].

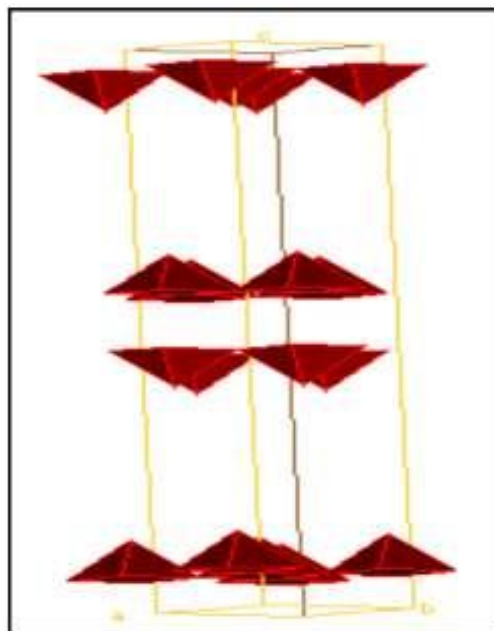
عموما فإن السلاسل المزدوجة Bi-O تحيط دائما بالطبقة ذات الصيغة العامة $Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+2}$ ، فمثلا في حالة الطور Bi-2212 فإن السلاسل Bi-O تتناوب مع الوحدة $Sr_2CaCu_2O_6$.
 نبين في الجدول (I-4) إحداثيات الذرات في الخلية الأساسية للطور Bi-2212
 الجدول (I-4): يمثل إحداثيات ذرات الخلية الأساسية للطور Bi-2212 [49].

| 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 الأوكسجين (O) كما يبين الشكل (I-24)، وبذلك ستكوّن فيما بينها خماسيات الوجوه حيث يتواجد النحاس في مركز الوجه القاعدي، وتكوّن ذرات الأوكسجين بدورها رؤوس خماسي الوجوه الشكل (I-25). تتصل خماسيات الوجوه مع بعضها البعض بالرؤوس (ذرات الأوكسجين)، وعليه ستكون سلاسل متوازية إذا اسقطناها على المستوي (001) [49].

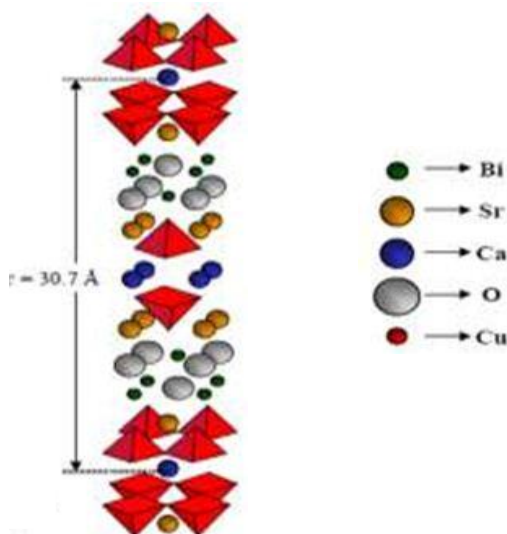


الشكل (I-24): تموضع ذرات النحاس والأوكسجين داخل الخلية الأساسية للطور Bi-2212.



الشكل (I-25): خماسيات الوجوه المشكلة من ذرات النحاس والأوكسجين داخل الخلية الأساسية للطور Bi-2212.

تلخص بنية الطور Bi-2212 في الشكل (I-26).



الشكل (I-26): يوضح البنية البلورية لـ Bi-2212 لذرة النحاس [50].

I - 7-2 أثر التطعيم على البنية البلورية:

للتطعيم تأثير كبير على الخصائص الفيزيائية للنواقل الفائقة وكذلك على البنية البلورية لها فقد بينت الأبحاث أن التطعيم بالترايبات النادرة مثلاً في مركبات $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{1-x}\text{RE}_x\text{Cu}_2\text{O}_{8+\delta}$ ، تؤثر بشكل واضح على الخواص الفيزيائية والبنوية وخاصة على درجة الحرارة الحرجة التي تنخفض بزيادة تركيز العنصر المطعم [51]، كما أن للتطعيم بعناصر معدنية أيضاً له آثار واضحة عليها. نلخص في الجدول (I-5)، أهم التأثيرات التي تطرأ على المركبات فائقة الناقلية للبسموث حسب العنصر المطعم به.

جدول (I-5): أهم الآثار التي يحدثها التطعيم في النواقل الفائقة للبسموث.

| العنصر المطعم | الصيغة الكيميائية | الآثار |
|---------------|---|--|
| Pr | $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{1-x}\text{Pr}_x\text{Cu}_2\text{O}_y$ | تغير ثوابت الشبكة بزيادة نسبة التطعيم في مكان Ca فترتفع قيمة الثابت a وتنخفض قيمة c. |
| V | $\text{Bi}_{1,6-y}\text{V}_y\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_d$ | ارتفاع كثافة التيار بزيادة قيمة y [52] |
| Al | $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{3-x}\text{Al}_x\text{O}_{10}$ | انخفاض الحجم فائق الناقلية في العينة بزيادة نسبة الألمنيوم [53] |
| Cd | $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{2-x}\text{Cd}_x\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ | ارتفاع Tc بانخفاض x وتحول الطور من 2223 إلى الطور 2212 عندما $x=0.02$ [54] |
| Pb | $\text{Bi}_{2-x}\text{Pb}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ | استقرار الطور 2223 من أجل كميات لا تتجاوز 20% في مكان Bi |

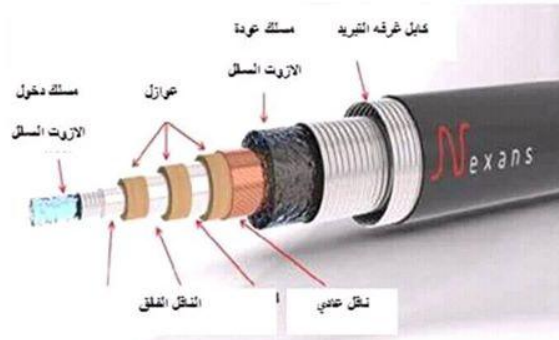
I-8 تطبيقات النواقل الفائقة:

إن للمواد فائقة الناقلية تطبيقات عديدة في مختلف المجالات التكنولوجية وذلك حسب خصائصها الكهربائية و المغناطيسية ، ومن هنا سوف نتطرق إلى البعض منها كما يلي :

I-8-1 تطبيقات الخصائص الكهربائية :

إن من أهم التطبيقات التي تستعمل فيها النواقل الفائقة هي :

* صناعة اسلاك وخطوط يمكنها ان تنقل تيارات عالية دون ضياع في الطاقة وتسمى كابلات القدرة الشكل(I-27) : لقد وجد أن المواد الفائقة تتحمل تيارات كهربائية عالية مما أدى إلى تصنيع كابلات من المواد الفائقة بحيث تتمكن هذه الكابلات من حمل تيارات كهربائية تصل إلى خمسة أضعاف ما يتحمله كابل من النحاس بنفس الابعاد والمواصفات وبالتالي تتمكن هذه الكابلات من نقل الطاقة من مكان لآخر بدون أي فقد يذكر .كما يوضحه الشكل التالي : [55]



الشكل (I-27): يمثل الكابلات [22]

*صناعة الدارات المدمجة التي لا تضيع الطاقة عن طريق مفعول جول.
*الآلات الكهربائية: استخدام المواد فائقة الناقلية لهذا التطبيق يزيد من المجال المغناطيسي وتحسين الانتاج مع انخفاض في الخسائر وانخفاض الوزن والحجم والكفاءة المتزايدة لنفس القوة، يسهل تطوير المحركات فائقة التوصيل في التطبيقات المدمجة. [56]
*محددات التيار: [56]



الشكل (I-28): يمثل محددات التيار [56]

I-8-2 تطبيقات الخصائص المغناطيسية:

* تستعمل النواقل الفائقة في مجال التصوير الإشعاعي كالتصوير بالرنين المغناطيسي (IRM) ، والرنين المغناطيسي النووي (RMN) الشكل (I-29) [57]



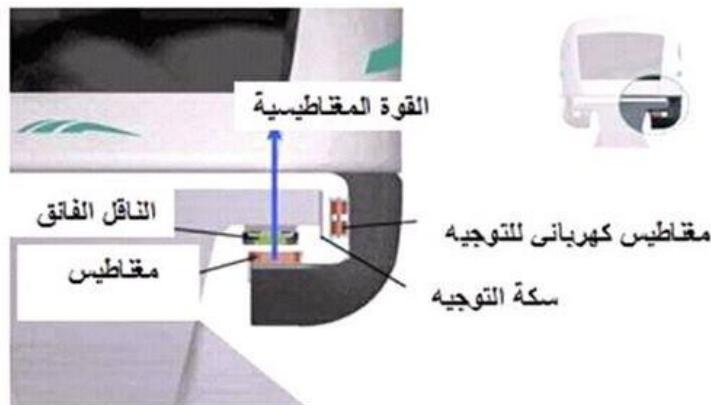
الشكل (I-29): IRM.

*المغناطيس الفائق:

تستخدم المواد فائقة الناقلية في تصميم المغناطيس الفائق بحيث يتم تبريد المغناطيس الفائق في الهليوم السائل بحيث تكون المقاومة الكهربائية للملفات مساوية للصفر مما يجعل الطاقة المفقودة مساوية للصفر حتى عن تسخين الأسلاك ومن هنا فإن مصدر تيار منخفض يكون مناسب لمرور التيار بشرط المحافظة على درجة حرارة الهليوم السائل وبالتالي فإنه يمكن الحصول على مجالات مغناطيسية تفوق المغناطيس المصنوع من النواقل بعشرات المرات [58]

*القطار الفائق :

القطارات الحديثة والتي يطلق عليها اسم MEGLEV بنيت فكرة تصميم هذه القطارات على خاصية طرد المجال المغناطيسي للنواقل الفائقة ، حيث تطفو أو تعوم عجلات القطارات المصنوعة من المواد فائقة على مغناطيس فائق شديد وبالتالي يندفع الاحتكاك بين عجلات القطارات و القضبان مما يساعد في زيادة سرعة القطارات ولذا سميت بالقطارات العائمة أو الفائقة، والتي تصل سرعتها لأكثر من 500 كلم في الساعة كما يبينه كل من الشكل (I-30) و الشكل (I-31) [59].



الشكل (I-30): القوة المغناطيسية هي التي تسمح برفع القطار [56].



الشكل (I-31): قطار MEGLEV (552 كم / ساعة). [22]

الفصل الثاني

تحضير العينات وطرق

تشخيصها

II-1 المقدمة:

بعد أن اكتشف العالم "أونيس" المواد التي أطلق عليها مواد ذات الناقلية الفائقة، وبعد اكتشافات عدة لمركبات جديدة بعده لكل منها درجة حرارة خاصة، حصلت قفزة في سجل المواد فائقة الناقلية عام 1986 حين اكتشف العالمان "جورج برنودز و كارل ميولار" (J-Georg Bednorz et Karl Alex Muler) أول مركب خزفي "La-Ba-Cu-O" التي تبدأ درجة تحوله عند 30K، وهكذا توالى المركبات الخزفية [4].

الخزفيات هي مواد مصنعة لا هي معدنية و لا عضوية يتم الحصول عليها من مواد أولية (أكاسيد، كربونات) بعد معالجتها حرارياً. أما بنيتها فهي متعددة أبسطها احتواء مادة خزفية على طور واحد صلب بلوري أو زجاجي و أعقدها على شكل مركب مكون من أطوار مختلفة [60-61].

II-2 تحضير النواقل الفائقة:

هناك طرق مختلفة لتحضير النواقل الفائقة، ويمكن تصنيف هذه الطرق إلى مسارين:

- مسار كيميائي (رطب).
- مسار جاف.

المسار الأول يسمح بتشكيل مسحوق أكثر تجانساً مع حبيبات جد دقيقة، ويعتمد التحضير فيه على التحليل و الترسيب، والتجفيف.

المسار الثاني يعرف بالمسار الجاف ويعتمد أساساً على طريقة التفاعل الصلب، التي تعتبر سهلة التنفيذ وأيضاً قلة الوسائل المادية الضرورية لذلك.

فيما يلي مجموعة من الطرق الأكثر استخداماً لتحضير النواقل الفائقة:

-طريقة **MTGP (Melt Textured Growth Process)**.

-طريقة التدفق.

-طريقة محلول-هلام (Sol-Gel).

-طريقة الانحلال الحراري.

-طريقة الترسيب.

-طريقة السترات.

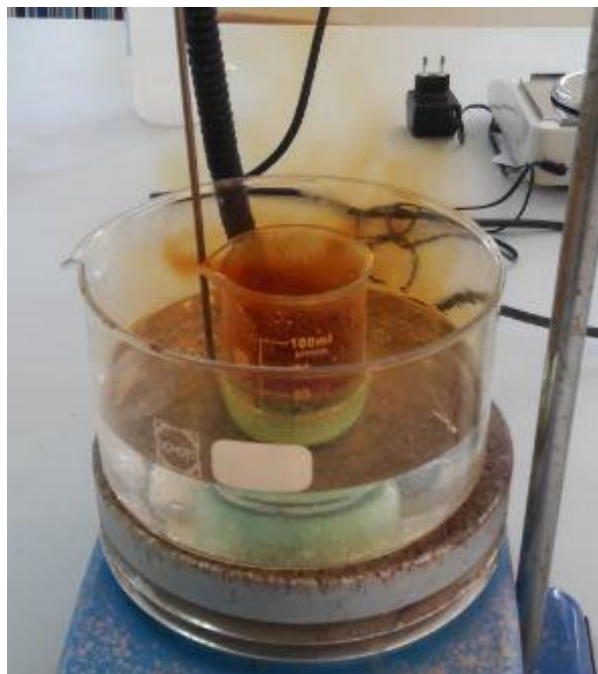
-طريقة التفاعل الصلب.

وتعد طريقة Sol-Gel وطريقة التفاعل في الحالة الصلبة من أهم هذه الطرق:

II- 2- 1- طريقة محلول - هلام (Sol-Gel):

في هذه الطريقة يتم الانطلاق بداية بالمرحلة الأولى عادة من نترات العناصر المكوّنة لعينة المركب كمواد أولية، فمثلا في حالة المركبات من عائلة Bi-Sr-Ca-Cu-O نستعمل كل من: نترات البيسموث ($\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) ونترات السترونسيوم ($\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$) و نترات الكالسيوم $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ بالإضافة إلى نترات النحاس ($\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) حيث تحضر محاليل مائية منها، مع الأخذ بعين الاعتبار أنه خلال تحضير المحلول المائي لنترات البيسموث يجب إضافة بعض القطرات من حمض النتريك (HNO_3) الذي يعمل على تذويب ملح نترات البيسموث في الماء والحصول على محلول متجانس.

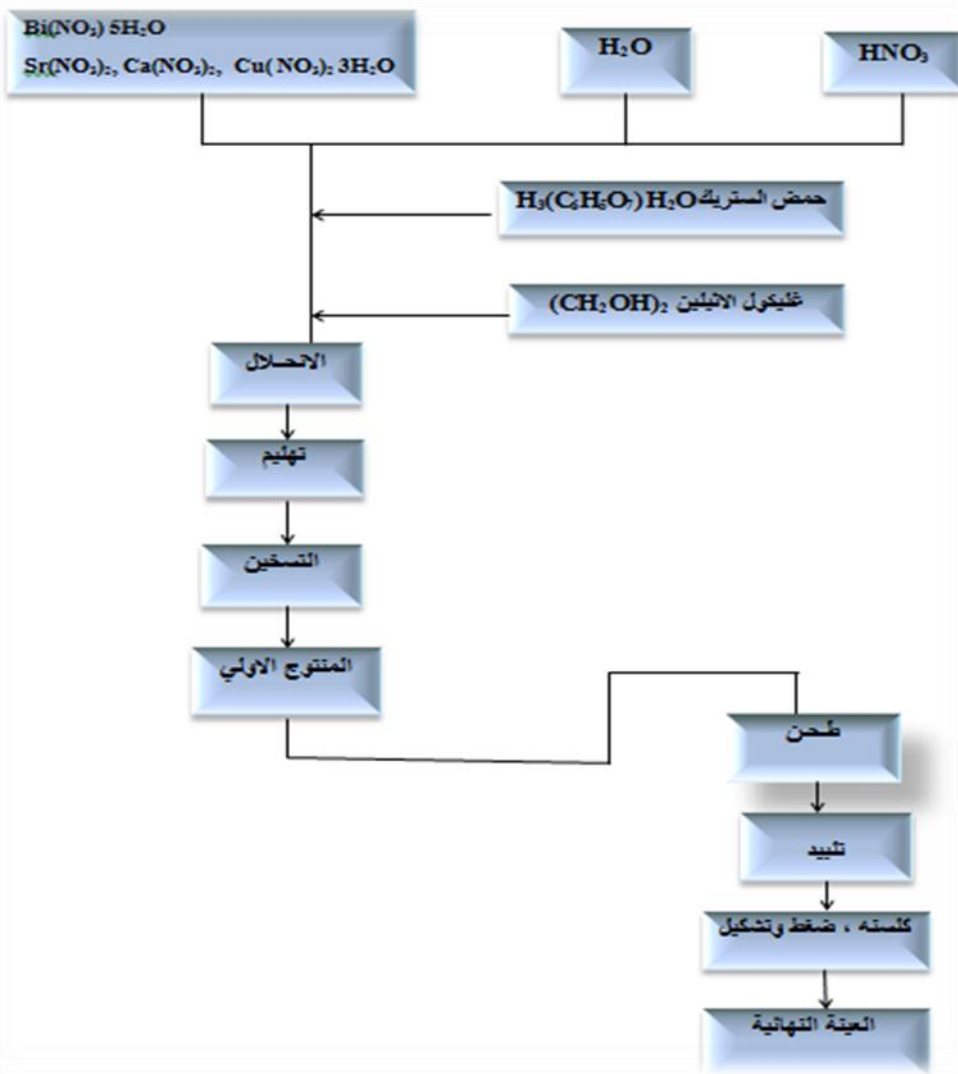
في المرحلة الثانية تمزج أحجام من هذه المواد لتحقيق التناسب المولي المراد الحصول عليه بإستعمال جهاز الرج المغناطيسي وفي درجة حرارة تقارب 70°C ، وعند تحقق الذوبان الكلي لجميع المحاليل نحصل على محلول متجانس لونه أزرق فاتح يتم إضافة كمية من حمض الستريك ($\text{H}_3(\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7)\text{H}_2\text{O}$) بنسبة قدرها ربع كتلة العينة و كمية من غليكول الايثيلين ($\text{CH}_2\text{OH})_2$ للحصول على الهلام.



الشكل (II-1): صورة التفاعل الكيميائي خلال التحضير بطريقة محلول-هلام.

أما في المرحلة الثالثة يسخن الهلام بزيادة 10 درجات مئوية كل 5 دقائق كي يتصلب ثم يسحق جيدا للحصول على المسحوق الابتدائي الذي يتبع بدوره بمعالجتي الكلسنة والتليبد.

نلخص مراحل هذه الطريقة في الشكل (II-4) للحصول على العينة [62].



الشكل (II- 2) : مراحل طريقة محلول - هلام للحصول على العينة المدروسة.

II- 2-2 طريقة التفاعل الصلب:

تمر طريقة التفاعل في الحالة الصلبة بعدة مراحل عديدة وهي:

II- 2-2-1 مرحلة الخلط و السحق:

هي مرحلة مهمة في دورة تحضير الخزفيات (السيراميك) وتهدف إلى الحصول على خليط متجانس عن طريق السحق في الهاون يدويا أو آليا [63].

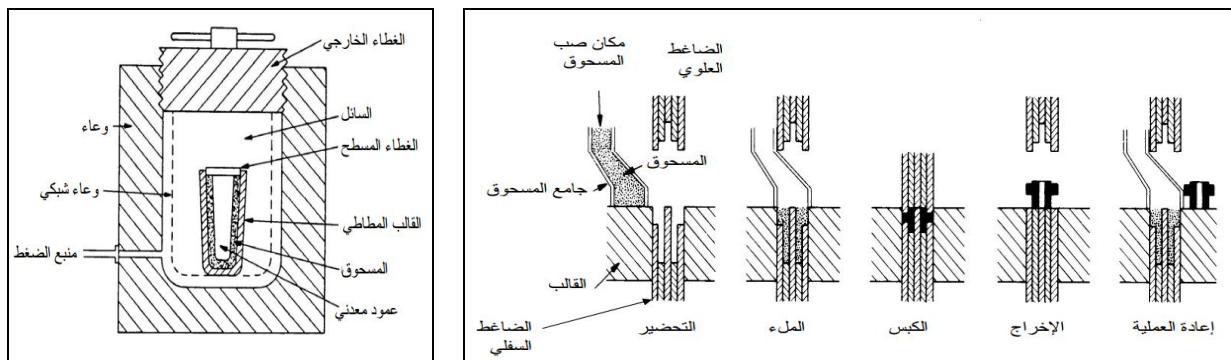
II- 2-2-2 مرحلة الكلسنة:

هذه العملية تهدف لتحويل الخليط إلى طبيعة مبلورة وقوية، حيث يتم فيها نزع الكربون من المزيج في درجة حرارة ملائمة، وذلك بانطلاق غاز CO_2 . إن درجة حرارة التفكك و الزمن اللازم لذلك مرتبط بعدة عوامل منها الوسط المحيط بالمادة خلال المعالجة حيث كلما قل ضغط CO_2 كلما كانت درجة حرارة التفكك اللازمة لذلك أقل [61].

II-2-2-3 مرحلة التشكيل:

الهدف من هذه المرحلة هو إعطاء المادة الأولية التشكيل النهائي للقطعة الخزفية، وهي مرحلة مهمة يجب إعطاؤها عناية خاصة لتحسين بعض العيوب التي لا يمكن إزالتها بواسطة التلييد، و من بين الجوانب الواجب مراعاتها درجة نعومة السطح و انتظامه المطلوب في بعض العينات، كما يجب مراقبة أبعاد و كثافة العينة لمعرفة مدى التقصص الحاصل.

توجد عدة طرق لتشكيل القطعة الخزفية على هيئتها النهائية منها طريقة الصب أو طريقة الكبس الجاف أو طريقة الاستخراج. فطريقة الكبس الجاف أحادي المحور تعد التقنية الأكثر اقتصادا و الأكثر شيوعا وهذا راجع لتنوع الأشكال التي يمكن تحضيرها وسهولتها، وتتم بالكبس الهيدروستاتيكي في قوالب كتومة للحصول على أشكال معقدة في بعدين أو ثلاثة أبعاد. (الشكل II - 3)



الشكل (II - 3) : طريقة الكبس (الضغط) الجاف.

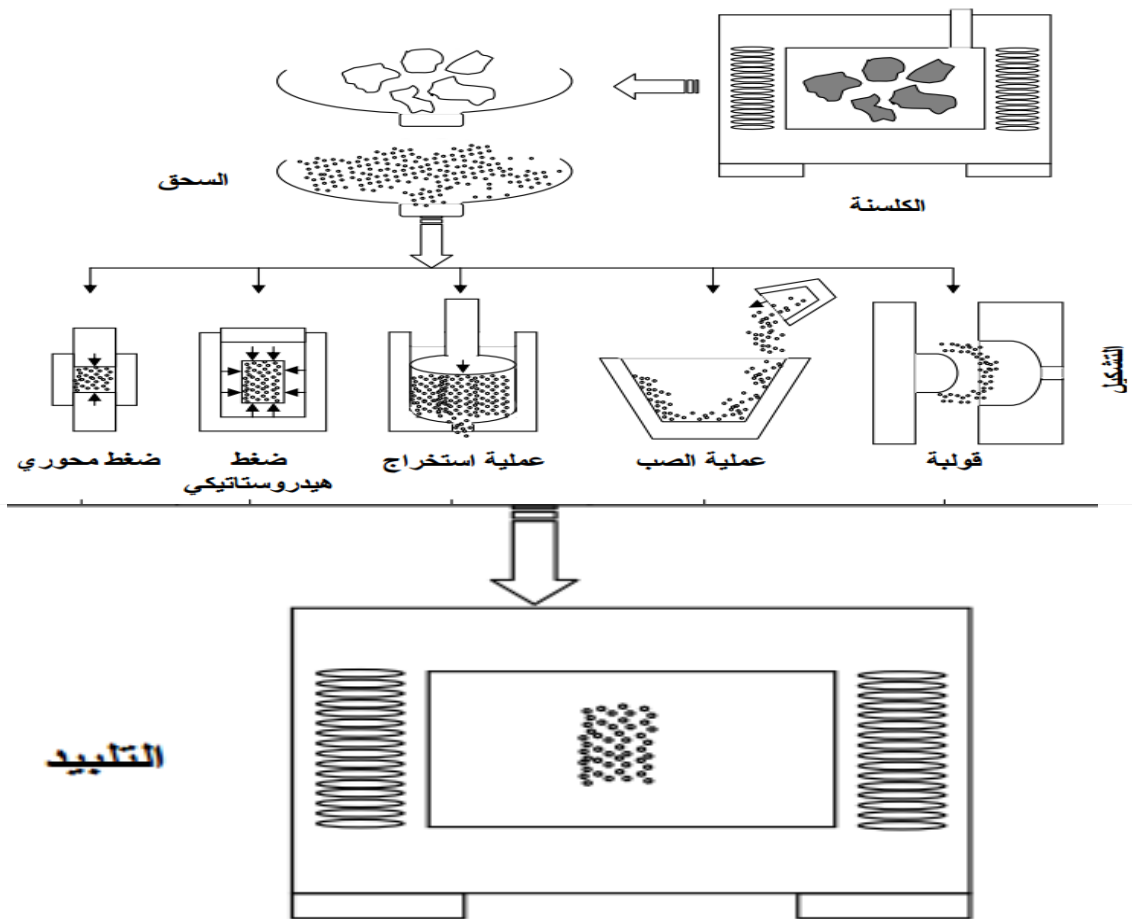
أما طريقة الاستخراج فيتم فيها كبس العجينة الخزفية واستخراجها من القالب على شكلها النهائي.

أما طريقة الصب فتتم بصب الخليط (مسحوق + ماء) في قالب سامي له شكل العينة المراد تحضيرها هذا القالب يعمل على امتصاص الماء من المزيج حتى يجف الخليط ليستخرج بعد ذلك [60-61-63].

II-2-2-4 مرحلة التلييد:

وهي آخر مرحلة من مراحل تحضير القطعة الخزفية وتتغير خلالها أبعاد المادة حيث يكون هذا التغير مرتبط بعوامل أساسية منها ما هو متعلق بطبيعة المادة في حد ذاتها و أبعاد و شكل حبيباتها و وجود الطور السائل... إلخ، و منها ما هو متعلق كذلك بشروط التلييد من ضغط و درجة الحرارة و زمن المعالجة، و يمكن تعريف التلييد على أنه عملية معالجة حرارية تسمح لمجموعة من الحبيبات بالتكثيف.

نلخص في الشكل (II - 4) مراحل طريقة التفاعل في الحالة الصلبة.



الشكل (II-4): أهم المراحل لتحضير قطعة خزفية بطريقة التفاعل في الحالة الصلبة [63]

II-3 العمل التجريبي:

II-3-1 تحضير العينات :

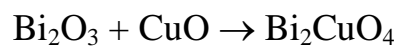
للتمكن من تحضير عينات الطور Bi-2212 فائق الناقلية يتوجب معرفة آلية تشكل هذا الطور.

العينات المدروسة هي عينات للمركب $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$ المعروف بالطور Bi-2212 فائق الناقلية والذي ينتمي لعائلة النظام Bi-Sr-Ca-Cu-O والتي تم تحضيرها بإستعمال طريقة التفاعل الصلب انطلاقاً من الأكاسيد التالية: Bi_2O_3 , SrCO_3 , CaCO_3 , CuO بنسب مولية $\text{Bi/Sr/Ca/Cu} = 2/2/1/2$.

إن تشكل الطور Bi-2212 يمر بثلاثة مراحل من التفاعلات الكيميائية وهي [64]:

- المرحلة الأولى:

يتفاعل أكسيد البسموث Bi_2O_3 مع أكسيد النحاس CuO لتشكيل المركب Bi_2CuO_4 حسب المعادلة:



- المرحلة الثانية:

يتفاعل هذا الناتج (Bi_2CuO_4) مع كربونات الكالسيوم CaCO_3 لتشكيل طور يرمز له بالرمز A متكون من العناصر Bi-Ca-Cu-O.

• المرحلة الثالثة:

يتفاعل الطور A بدوره مع كربونات السترنسويم $SrCO_3$ لتشكيل الطور Bi-2212.

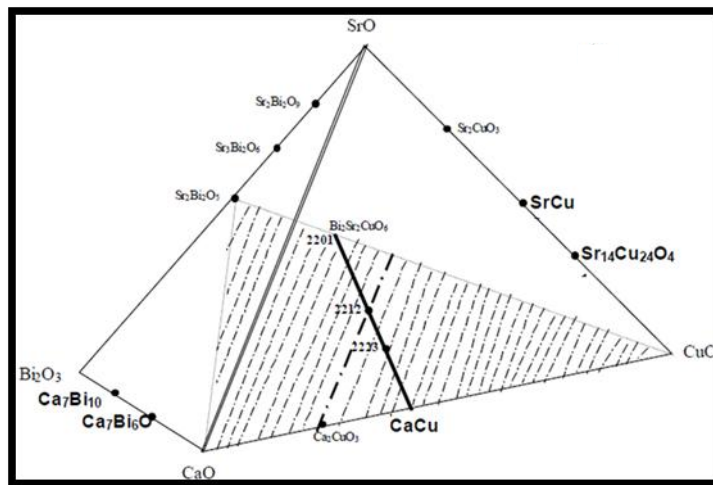
ويمكن تلخيص هذه الآلية على المخطط التالي:



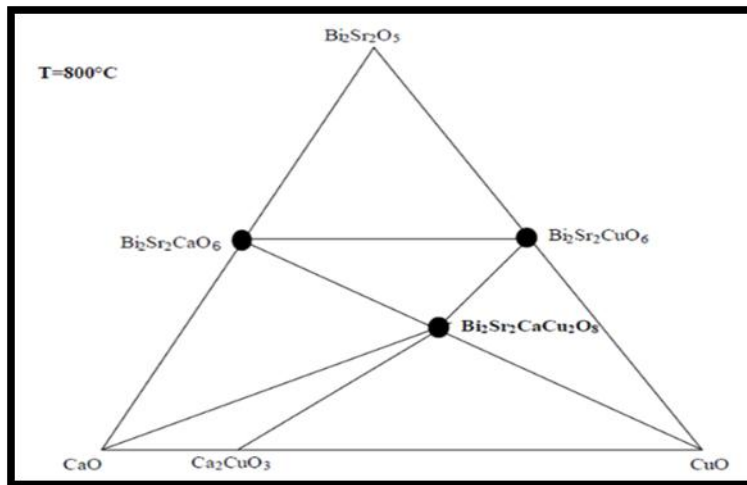
الشكل (II-5): مخطط يلخص آلية تشكل الطور Bi-2212.

II-3-2 التحضير:

يمكن معرفة الظروف الملائمة لدرجات حرارة المعالجات الحرارية لتحضير عينات الطور Bi-2212 إنطلاقاً من مخطط الأطوار للخليط المستعمل الشكل (II-6) و الشكل (II-7)، بحيث يبين هذا الأخير أن مختلف الأطوار التي تنتج من النظام $Bi_2O_3-SrO-CaO-CuO$ تتواجد وتتشكل بين $825^\circ C$ و $1100^\circ C$ وذلك حسب تركيز كل مكون من المكونات السابقة [65].



الشكل (II-6): مخطط الأطوار للنظام $Bi_2O_3-SrO-CaO-CuO$. [65]



الشكل (II-7): إسقاط لمخطط الأطوار الثلاثي للنظام $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{O}_5\text{-CaO-CuO}$ [65].

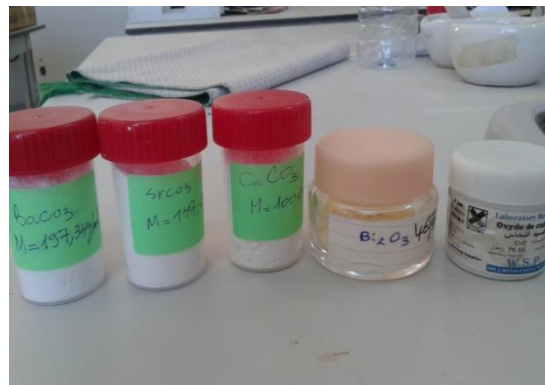
وعليه فقد تم تحضير عيناتنا بطريقة التفاعل الصلب حسب التفصيل التالي:

• تحضير المساحيق:

بغرض دراسة أثر التطعيم على الطور Bi-2212 بالباريوم فقد تم تحضير 6 عينات للمركب $\text{Bi}_2\text{Sr}_{2-x}\text{Ba}_x\text{CaCu}_2\text{O}_8$ بحيث تم وزن كتل مناسبة للأكاسيد والكربونات الابتدائية وهي Bi_2O_3 , SrCO_3 , BaCO_3 , CaCO_3 , CuO بميزان دقته 1mg. الشكل (II-8) وبنسبة مولية $\text{Bi/Sr/Ca/Cu} = 2/2/1/2$ ويتم إضافة عنصر الباريوم (Ba) بنسبة x تتغير بين 0,1 إلى 0,5 في موضع Sr.



(ب)



(أ)

الشكل (II-8): (أ) الأكاسيد والكربونات الأولية، (ب) الميزان الالكتروني المستعمل.

• السحق:

يتم سحق الكتل الموزونة سابقا في هاون من الأغات (Mortier en Agate) كما هو مبين في الشكل (II-9) حتى الحصول على مسحوق متجانس لونة رمادي.



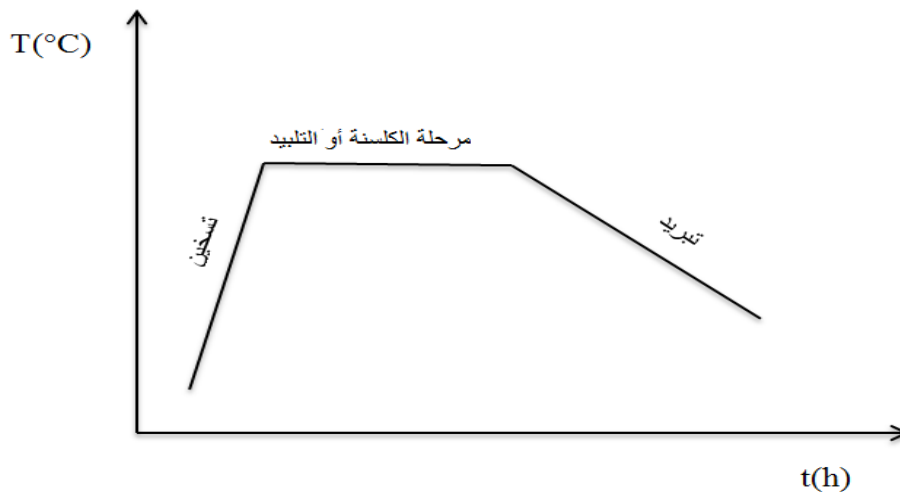
الشكل (II-9): المسحوق المتجانس بعد عملية المزج و السحق

• الكلسنة:

هي معالجة حرارية الهدف منها أساسا هو نزع عنصر الكربون من المسحوق الناتج من مزج المركبات الأولية وذلك بتبخر غاز CO_2 خلالها، تدوم هذه المعالجة الحرارية في حالة التفاعل الصلب وللمركبات فائقة الناقلية عدة ساعات (من 10 إلى 20 ساعة) [66]. ولذلك فقد تمت كلسنة مساحيق عيناتنا داخل حاويات من الاليمين (Al_2O_3) و في نفس درجة الحرارة وهي $800^\circ C$ خلال 12 ساعة في فرن من نوعية Nobertherm الشكل (II-10) ولثلاث مرات متتالية وسحق بعد كل معالجة حسب المخطط المبين في الشكل (II-11).



الشكل (II-10): وضعية المساحيق في الفرن تحضيريا لبدأ معالجة الكلسنة.



الشكل (II-11): مخطط المعالجات الحرارية التي تخضع لها العينات في مرحلتَي الكلسنة والتليد. نوضح في الجدول (II-1) تسمية المساحيق المكلسنة حسب نسبة التطعيم. جدول (II-1): تسمية المساحيق المكلسنة عند 800°C خلال 12 ساعة.

| رقم المسحوق | نسبة التطعيم (x) | الصيغة الكيميائية | الرمز |
|-------------|------------------|--|--------|
| 1 | 0,0 | $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$ | Pdr0 |
| 2 | 0,1 | $\text{Bi}_2\text{Sr}_{1,9}\text{Ba}_{0,1}\text{CaCu}_2\text{O}_8$ | Pdr0.1 |
| 3 | 0,2 | $\text{Bi}_2\text{Sr}_{1,8}\text{Ba}_{0,2}\text{CaCu}_2\text{O}_8$ | Pdr0.2 |
| 4 | 0,3 | $\text{Bi}_2\text{Sr}_{1,7}\text{Ba}_{0,3}\text{CaCu}_2\text{O}_8$ | Pdr0.3 |
| 5 | 0,4 | $\text{Bi}_2\text{Sr}_{1,6}\text{Ba}_{0,4}\text{CaCu}_2\text{O}_8$ | Pdr0.4 |

• التشكيل:

تمت عملية تشكيل الأقراص إنطلاقاً من المساحيق المكلسنة باستعمال آلة ضغط هيدروستاتيكي تحت ضغط قدره 4Tonnes/cm² وباستعمال قالباً مصنوع في المخبر. هذه العملية تمكن من الحصول على أقراص قطرها 13mm وبسمك يتراوح بين 1mm و3mm وذلك حسب كمية المسحوق الموضوعة في القالب كما يبينه الشكل (II-12).



(ب)



(أ)

الشكل (II-12): (أ) القالب المستعمل في تشكيل الأقراص، (ب) القرص في شكله النهائي.

• التلييد:

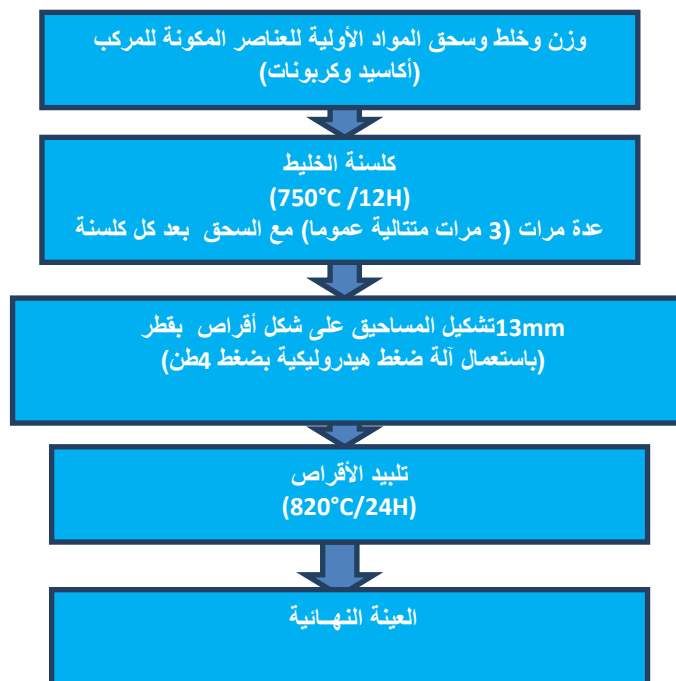
هي أيضا معالجة حرارية عند درجات حرارة قريبة من درجة الانصهار، تمكّن مرحلة التلييد من نمو حبيبات المسحوق المكلسن والتقليل بذلك من الفجوات داخل العينة أي الحصول على عينات مكثفة وأيضا فإن التلييد لساعات طويلة (من 10 إلى 72 ساعة في حالة المركبات فائقة الناقلية) يقلل بكثير من الأطوار الشائبة، وتعتبر هذه المرحلة أساسية وضرورية في حالة المركبات فائقة الناقلية لأن التقليل من الفجوات بين الحبيبات يحسن من خصائص النقل فتزداد بذلك كثافة التيار الكهربائي J_c المرار في العينة [67].

بالنسبة لعيناتنا فقد تمت عملية التلييد في درجة 820°C خلال زمن قدره 30 ساعة داخل نفس الفرن السابق كما يبينه الشكل (II-13).



الشكل (II-13): الأقراس المشكلة داخل الفرن تحضيراً لعملية تلييدها.

نلخص في الشكل (II-14) جميع المراحل التي مرت بها عملية تحضير العينات المدروسة بطريقة التفاعل الصلب.



الشكل (II-14): مخطط لمراحل تحضير العينات بطريقة التفاعل في الحالة الصلبة.

نوضح أيضا في الجدول (2-II) ترميز الأقراص الملبدة حسب نسبة تطعيمها بالباريوم.

الجدول(2-II): جدول يوضح ظروف تلييد الاقراص

| رقم القرص | نسبة التطعيم (x) | الصيغة الكيميائية | الرمز |
|-----------|------------------|--|-------|
| 1 | 0,0 | $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$ | Ba0.0 |
| 2 | 0,1 | $\text{Bi}_2\text{Sr}_{1.9}\text{Ba}_{0.1}\text{CaCu}_2\text{O}_8$ | Ba0.1 |
| 3 | 0,2 | $\text{Bi}_2\text{Sr}_{1.8}\text{Ba}_{0.2}\text{CaCu}_2\text{O}_8$ | Ba0.2 |
| 4 | 0,3 | $\text{Bi}_2\text{Sr}_{1.7}\text{Ba}_{0.3}\text{CaCu}_2\text{O}_8$ | Ba0.3 |
| 5 | 0,4 | $\text{Bi}_2\text{Sr}_{1.6}\text{Ba}_{0.4}\text{CaCu}_2\text{O}_8$ | Ba0.4 |

II-4 تقنيات تشخيص العينات:

تم تشخيص العينات باستخدام تقنيين أساسيتين والأكثر استعمالا في حالة النواقل الفائقة وهي:

- ✓ انعراج الأشعة السينية (DRX) .
- ✓ المجهر الإلكتروني الماسح (M.E.B).

II-4-1 تقنية انعراج الأشعة السينية (DRX):

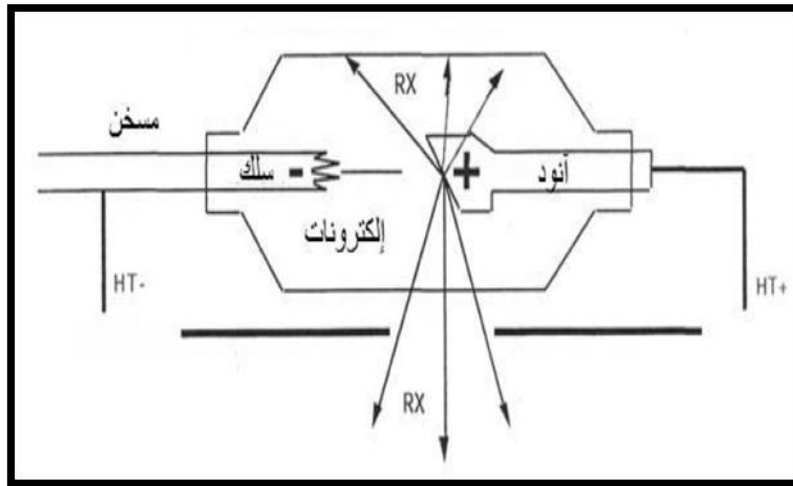
II-4-1-1 إنتاج الاشعة السينية:

تنتج الاشعة السينية كلما تعرضت الالكترونات ذات الطاقة العالية لفقد فجائي للطاقة، وتقوم اجهزة انتاج الاشعة بزيادة سرعة الالكترونات الى سرعة عالية جدا ثم جعلها تصطدم بقطعة من مادة صلبة تسمى الهدف كما في انبوبة كوليدج، حينئذ تبطئ الالكترونات فجأة بسبب اصطدامها بالذرات في الهدف ويتحول جزء من طاقتها الى اشعة سينية.

تحول بعض الالكترونات ذات الطاقة العالية طاقتها إلى الكترونات اخرى فتترك مواقعها المعتادة في ذرات الهدف، وعندما تعود هذه الالكترونات الى مواقعها او تحتل هذه المواقع الكترونات اخرى، تنتج اشعة سينية اخرى.

ان انابيب إنتاج الاشعة السينية تكون مفرغة من الهواء وبداخلها الكترودين أي قطبين كهربائيين احدهما موجب والاخر سالب، مثبتان داخليا بأحكام ويحتوي المهبط الباعث للإلكترونات سلكه مصنوع من مادة التانغستان، بينما يتكون المصعد الذي يمثل الهدف من كتلة مادة معدنية (نحاس أو كوبالت أو موليبدان) ويمكن ان يتحمل درجات الحرارة العالية.

عندما يسري تيار كهربائي خلال المهبط يتسبب في توهج السلك حتى يصير ابيض بسبب الحرارة، والتي تتسبب بدورها في انطلاق الكترونات من المهبط، فيما يسلط جهد عالي جدا بين المسريين والذي ينتج عنه تحريك للإلكترونات بسهولة خلال الفراغ الموجود بينهما، وعندما تصطدم الالكترونات بالهدف تنتج الاشعة السينية في اتجاهات معينة مصحوبة بانطلاق حرارة، وتعتمد طاقة أو قوة اختراق الأشعة السينية التي تنتجها الانبوبة على قيمة الجهد الكهربائي بين المهبط والهدف، فكلما زادت سرعة الالكترونات أصبحت هذه الأشعة أكثر اختراقا ويتم التحكم برفع أو خفض الجهد عن طريق صندوق التحكم، كما يبينه الشكل [68](II-15)



الشكل (II-15): رسم توضيحي لأنبوبة كوليديج للأشعة السينية [68].

II-4-1-2 مبدأ إنعراج الأشعة السينية:

حيود الأشعة السينية هي من أهم طرق التشخيص المستعملة حيث تسمح بتحليل العينات لمعرفة مدى جودتها، وكما تسمح بتحديد حجم وتوجيه حبيبات هذه المادة وكذلك تحديد الأطوار الكيميائية المختلفة التي قد تكون موجودة في العينة وذلك بمقارنة الطيف الناتج بقاعدة البيانات المختلفة وأيضاً تسمح بحساب ثوابت الشبكة البلورية والنظام البلوري.

يتم الحصول على طيف الأشعة السينية بواسطة أجهزة الحيود (Diffractomètre) والتي تعمل بمبدأ قانون براغ للحيود:

$$2d\sin\theta = n\lambda \quad (1-II)$$

حيث:

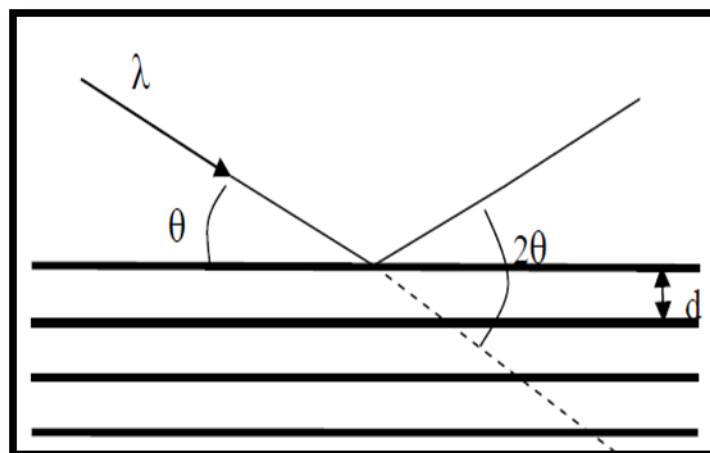
d: التباعد بين المستويات البلورية (h k l).

θ : الزاوية بين الأشعاع الوارد والمستوي (h k l).

λ : طول موجة الأشعاع السيني المستعمل.

n: عدد صحيح.

العلاقة السابقة تعني أن كل عائلة مستويات تحقق المساواة ستظهر لها قمة في طيف الأشعة المنعرجة من العينة المبينة في الشكل (II-16).



الشكل (II-16): يوضح هندسة براغ للحيود [69].

بالنسبة للعينات المدروسة فقد تم استخدام جهاز انعراج من نوع PROTO MANUFACTORY كما يبين الشكل (II-17) وتحت الظروف التالية:

- 1- تصدر هذه الأشعة الواردة من أنبوب مهبطه من النحاس.
- 2- طول موجة الإشعاع المستعمل هو: $\lambda_{CuK\alpha 1} = 1,54060 \text{ \AA}$.

مجال تغير الزاوية 2θ هو $[10^\circ - 80^\circ]$ بخطوة قدرها $0,1^\circ/s$.

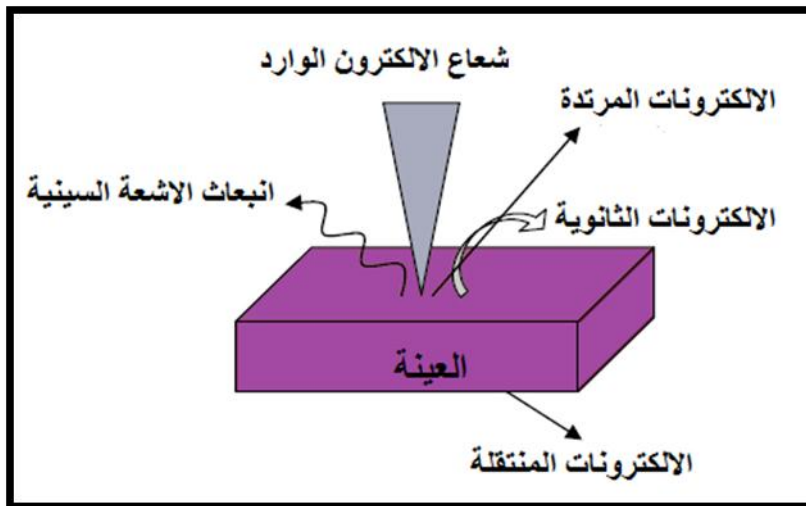
لتحديد الأطوار الموجودة في العينة تمت مقارنة قمم طيف الانعراج مع قاعدة البيانات ICDD [70] JCPDS.



الشكل (II-17): صورة لجهاز الحيود المستعمل في دراسة العينات.

II 4-2 المجهر الإلكتروني الماسح (M.E.B):

يستعمل المجهر الإلكتروني الماسح إشعاعا الكترونيا بحيث يقوم بمسح سطح العينة بالكامل، و من بين أهم نتائج تفاعل الإشعاع الإلكتروني مع المادة هو انتاج الالكترونات الثانوية بحيث الاشارة الملتقطة من طرف الكاشف تمكن من رسم صورة لسطح العينة على شاشة مرفقة كما يوضحه الشكل (II-18)، هذه الصور يمكن أن تصل دقتها إلى بعض العشرات من النانومتر.



الشكل (II-18): تفاعل الأشعاع الإلكتروني والمادة.

تستعمل هذه التقنية لأنها سريعة وليست لها آثار سلبية على العينة، وهي فعالة عندما يكون سطح العينة ناقلاً، وفي الحالات الأخرى التي يكون فيها السطح غير ناقلاً يتوجب تغطيته بغشاء رقيق من مادة ناقلة كالذهب مثلاً سمكها في حدود 30nm تقريباً [71].

من أجل الحصول على صورة طبوغرافية والمجهريّة للعينات بعد مرحلة التليد تم استخدام المجهر الإلكتروني 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 المكوّنة لها جهاز الـ MEB الذي استعمل لتشخيص العينات المدروسة هو من نوع فيليبس Tescan الشكل (II-19) والذي يعمل بالشروط التالية:

- ❖ جهد التسارع يتراوح بين 25KV و 30 KV.
- ❖ تكبير الصورة مليون مرة.



الشكل (II-19): صورة للمجهر الإلكتروني الماسح المستعمل.

الفصل الثالث

تحليل النتائج
ومناقشتها

في هذا الفصل سنقدم أهم النتائج التجريبية لعينات المركب Bi- 2212 التي توصلنا إليها خلال الدراسة باستعمالنا إلى طرق التشخيص التي تتمثل في إنعراج الأشعة السينية، وصور المجهر الإلكتروني الماسح.

III-1 نتائج إنعراج الأشعة السينية (DRX) :

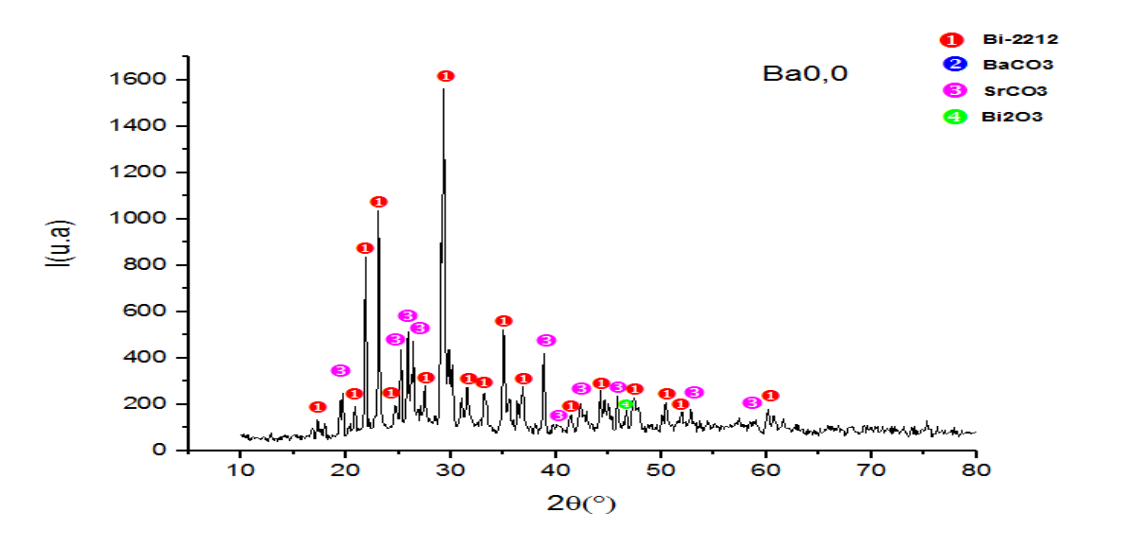
تم استخدام تقنية إنعراج الأشعة السينية X من أجل تتبع الأطوار التي تتواجد في العينات من مرحلة تحضير إلى أخرى في مرحلة أولى ثم في مرحلة ثانية لتحديد العوامل البلورية من ثوابت الشبكة وقرائن ميلر (h k l) للمستويات البلورية المشاركة في الحيود وغيرها باستعمال برنامج [72] JADE5 للعينات المطعمة بالباريوم لاستنتاج مدى تأثير التطعيم على الخصائص البلورية.

III-1-1 أطيف الانعراج لمرحلة الكلسنة:

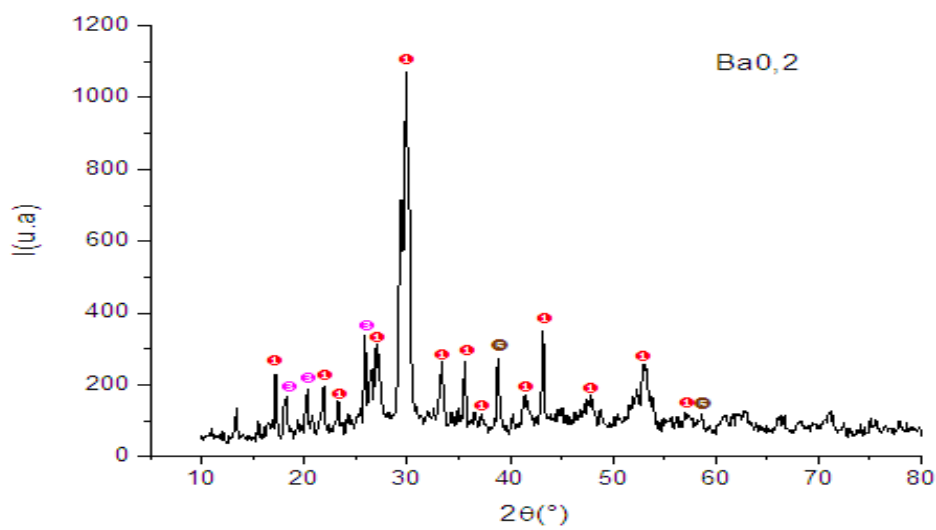
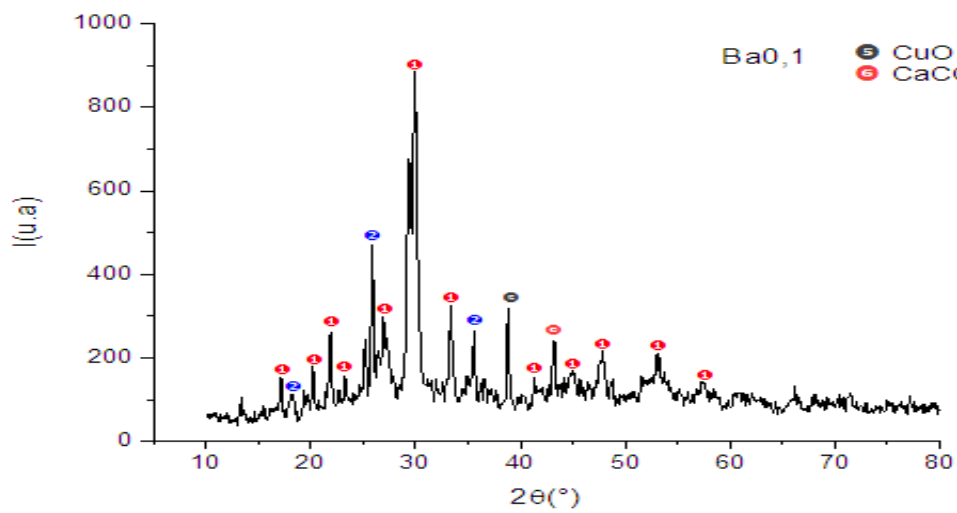
نعرض في الشكلين (III-1) و (III-2) أطيف إنعراج الأشعة السينية للمساحيق المكلسنة لثلاث مرات متتالية في درجة حرارة 800°C خلال 12 ساعة حيث يطحن المسحوق في كل مرة قبل إعادة كلسنته للمرة الثانية وأيضاً قبل المرة الثالثة. يبين الجدول (III-1) تعريفاً لكل مسحوق.

الجدول (III-1): تعريف المساحيق المكلسنة

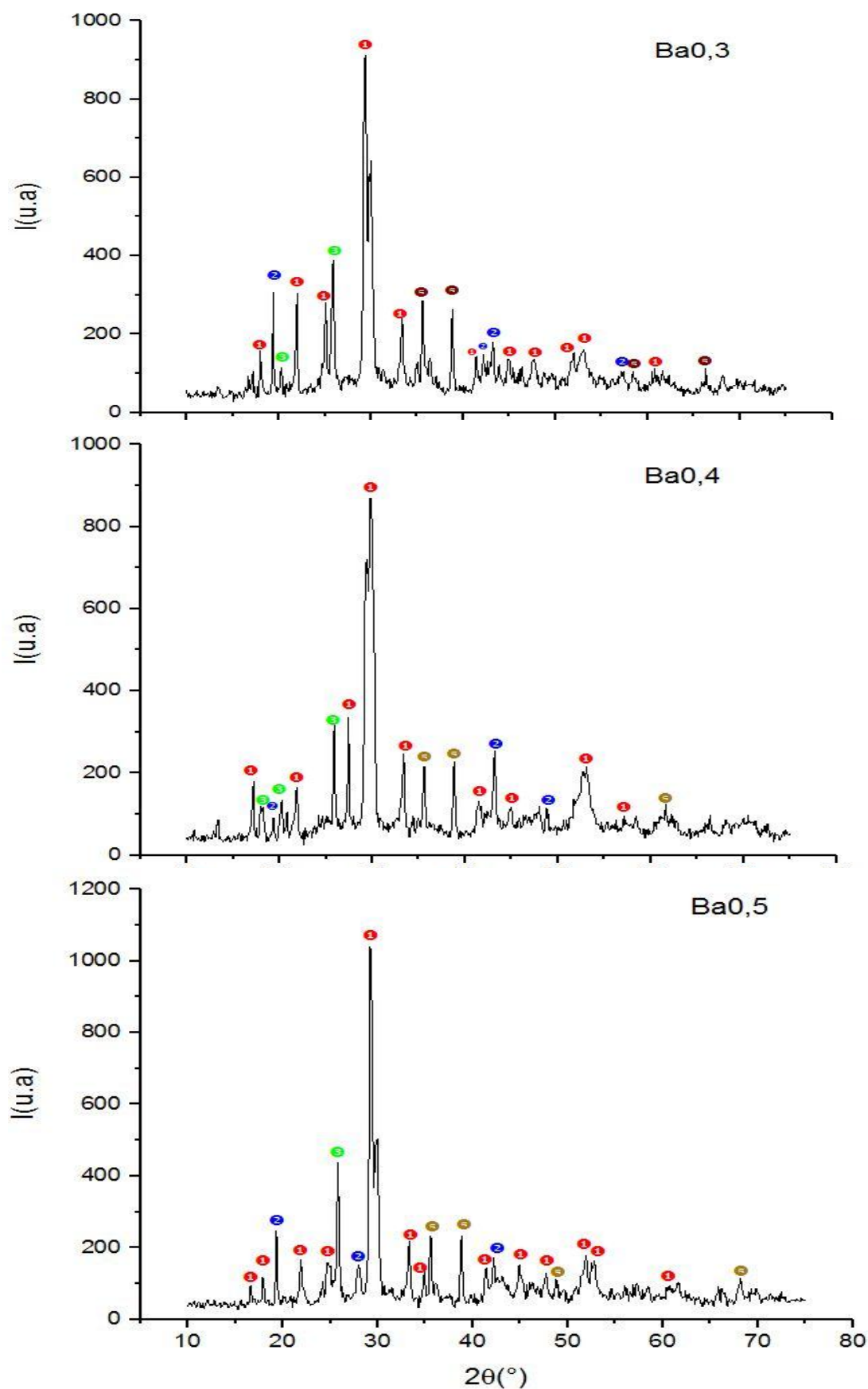
| الرمز | نسبة التطعيم x بالباريوم | الصيغة الكيميائية للمسحوق | رقم المسحوق |
|-------|-----------------------------|---|-------------|
| Ba0,0 | 0,0 | $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$ | 1 |
| Ba0,1 | 0,1 | $\text{Bi}_2\text{Sr}_{1,9}\text{Ba}_{0,1}\text{CaCu}_2\text{O}_8$ | 2 |
| Ba0,2 | 0,2 | $\text{Bi}_2\text{Sr}_{1,8}\text{Ba}_{0,2}\text{CaCu}_2\text{O}_8$ | 3 |
| Ba0,3 | 0,3 | $\text{Bi}_2\text{Sr}_{1,7}\text{Ba}_{0,3}\text{Ca Cu}_2\text{O}_8$ | 4 |
| Ba0,4 | 0,4 | $\text{Bi}_2\text{Sr}_{1,6}\text{Ba}_{0,4}\text{Ca Cu}_2\text{O}_8$ | 5 |
| Ba0,5 | 0,5 | $\text{Bi}_2\text{Sr}_{1,5}\text{Ba}_{0,5}\text{Ca Cu}_2\text{O}_8$ | 6 |



1



الشكل (1-III): طيف إنعراج الأشعة X للمساحيق: 1، 2 و3 المكلسنة عند 800°C خلال h12.



الشكل (2-III): طيف إنعراج الأشعة X للمساحيق 5،4 و6 المكلسنة عند 800°C خلال 12h.

✓ تحليل أطياف الكلسنة:

من خلال الشكلين (1-III) و (2-III) السابقين يتبين لنا مايلي:

أنه بعد ثلاث مرات من الكلسنة المتوالية وبالطحن المتكرر، يمكننا الحصول على الطور Bi-2212 بغالبية جد مقبولة في جميع العينات المحضرة. وهذا دليل على أن الكلسنة المتكررة هي أيضا عامل محفز للحصول على الطور المرغوب فيه، مع وجود بعض الشوائب والتي هي أساسا نسب صغيرة أو آثار للمركبات الأولية (أكاسيد و كربونات) التي استعملت لتحضير العينات مما يدل على عدم إكمال تحللها التام و التي يمكن أن تختفي عموما بعد عملية التلييد [73].

نلاحظ أيضا أن المركب الأولي BaCO₃ يظهر في كل حالات التطعيم ما عدا في حالة النسبة x=0,2.

نلاحظ أيضا أن شدة القمم الخاصة بالطور Bi-2212 في مرحلة الكلسنة تختلف بين العينة غير المطعمة والأخرى المطعمة بالباريوم حيث تكون الشدة أكبر في حالة العينة غير المطعمة.

إنطلاقا من العلاقة التالية [74] يمكن حساب نسبة تواجد الطور في كل مسحوق :

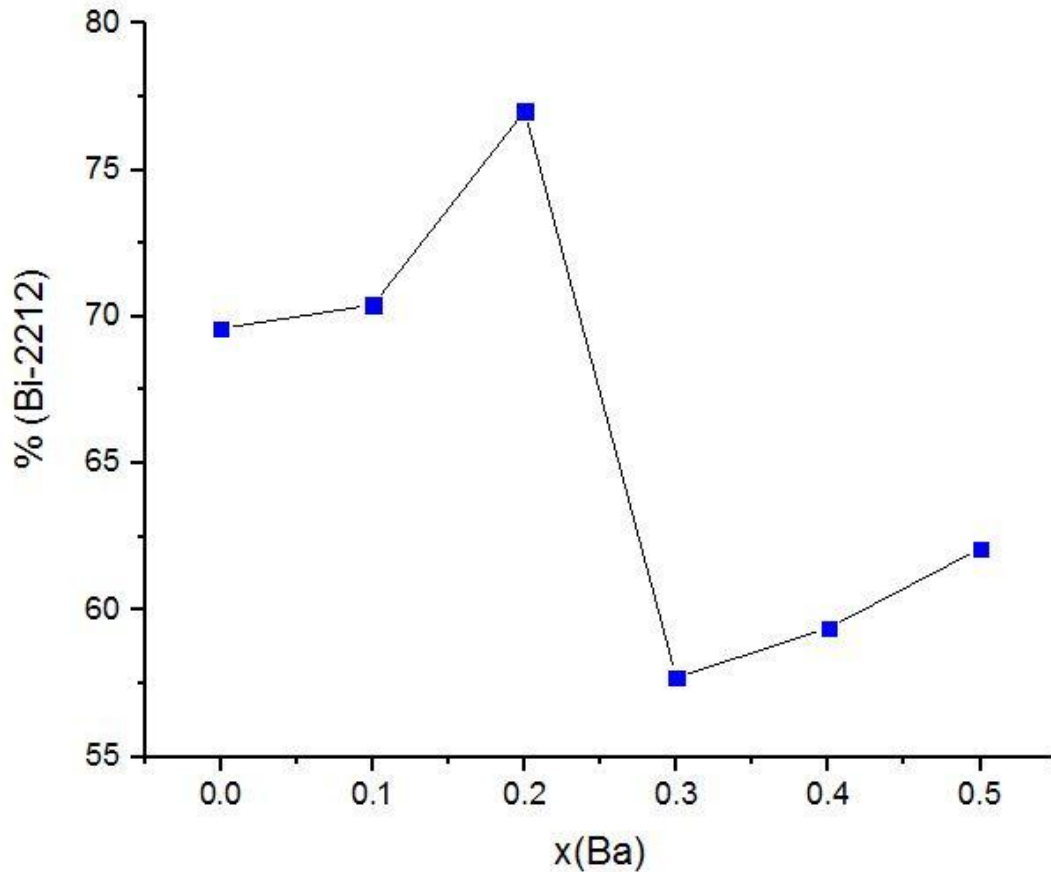
$$Bi - 2212 \% = \frac{\sum I(2212)}{\sum I(all\ phases)}$$

نبين في الجدول (2-III) النسبة المئوية للطور Bi-2212 في كل مسحوق بعد مرحلة الكلسنة.

جدول (2-III): النسبة المئوية للطور Bi-2212 في المساحيق المكلسنة. (1، 2، 3، 4، 5 و 6).

| المسحوق | العينة Ba(x) | النسبة المئوية للطور (%) |
|---------|--------------|--------------------------|
| 1 | Ba0.0 | 69.9 |
| 2 | Ba0.1 | 70.4 |
| 3 | Ba0.2 | 77.0 |
| 4 | Ba0.3 | 57.7 |
| 5 | Ba0.4 | 59.4 |
| 6 | Ba0.5 | 62.1 |

نلاحظ أن للتطعيم تأثير واضح على نسبة تواجد الطور Bi-2212 سواء ذلك بالزيادة كما في Ba0.1 و Ba0.2 بنسبة % 70.4 و % 77.0 على التوالي، أو بالنقصان مثلما في Ba0.3 بنسبة % 57.7 ، لتعود لتزداد مرة أخرى في العينات Ba0.4 و Ba0.5 بنسبة % 59.4 ، % 62.1 على الترتيب. نبين في الشكل (3-III) منحنى تغير نسبة تواجد الطور Bi-2212 في المساحيق المكلسنة بدلالة نسبة التطعيم.



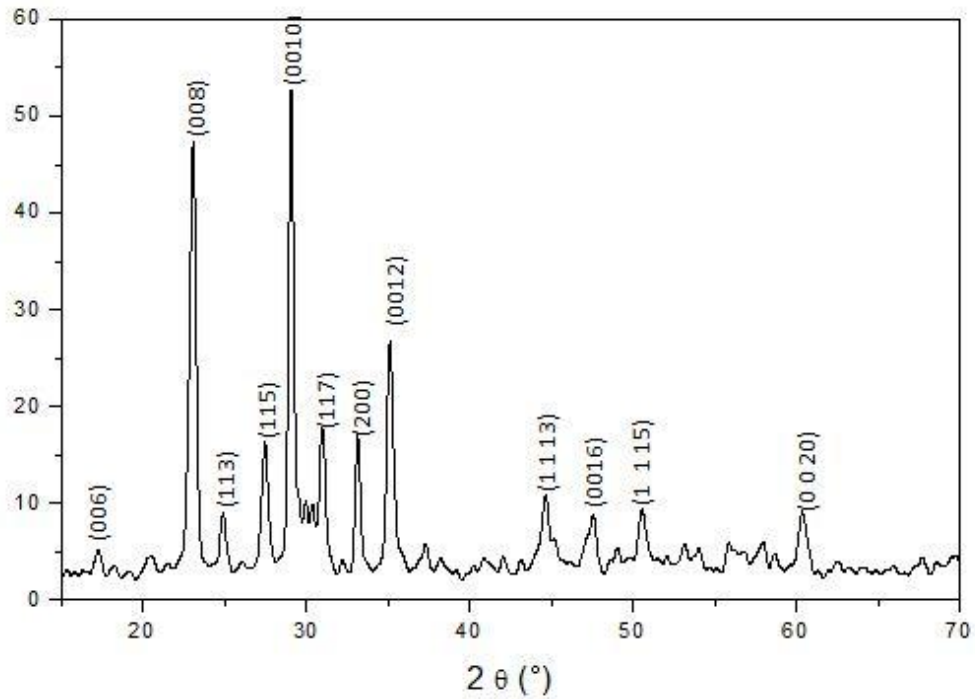
الشكل (3-III): نسبة تواجد الطور Bi-2212 في المساحيق المكلسنة

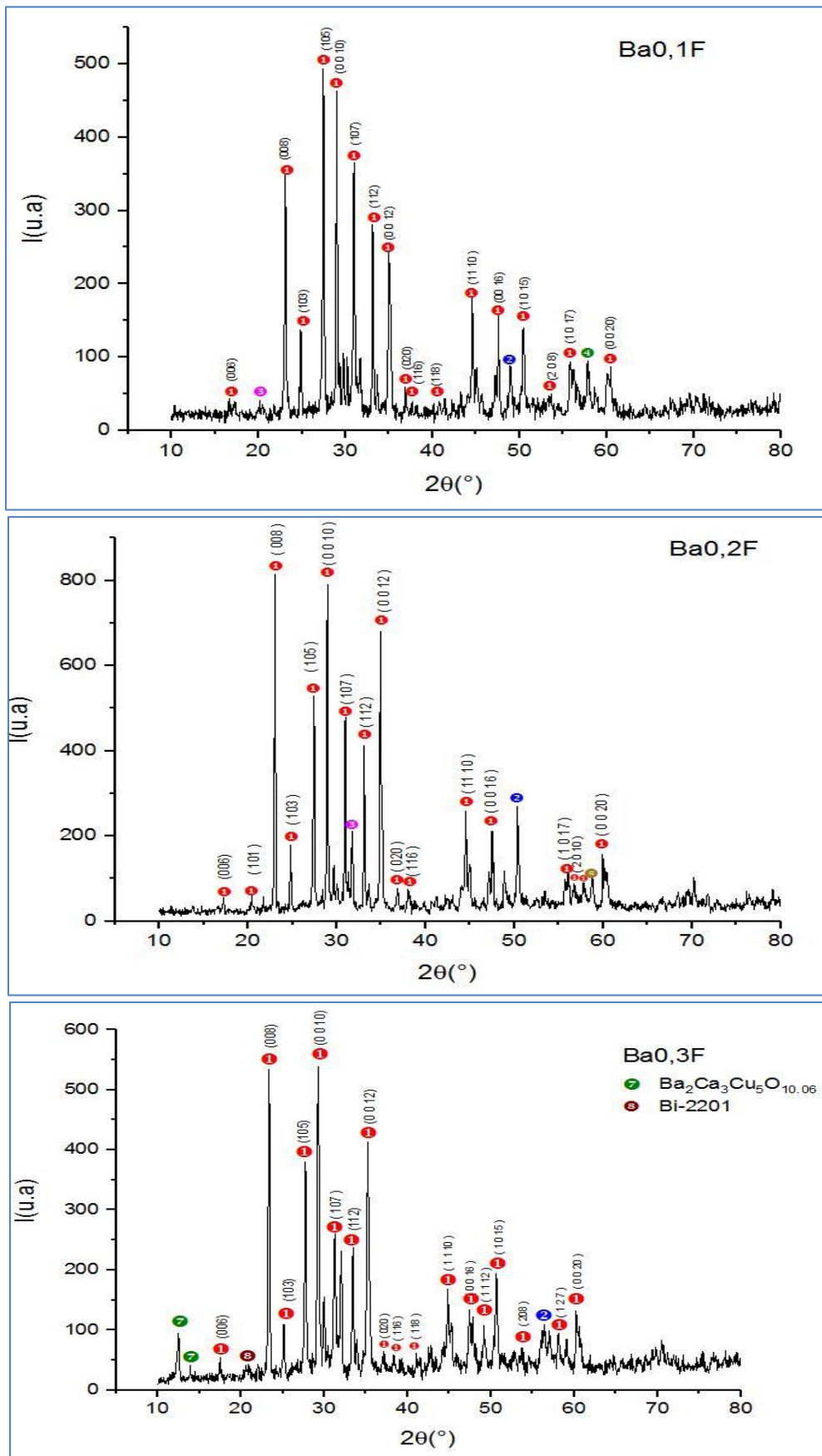
2-1-III اطياف مرحلة التلييد:

يبين الشكل (4-III) للقرص غير المطعم والمشكل من المسحوق 1، أما الشكلين (5-III) و (6-III) فيبين ان اطياف إنعراج الأشعة X للأقراص المشكلة إنطلاقاً من المساحيق السابقة باستعمال آلة ضغط هيدروستاتيكي تحت ضغط قدره 4Tonnes/cm^2 وباستعمال قالباً مصنوع في المخبر. هذه العملية تمكن من الحصول على أقراص قطرها 13mm وبسمك يتراوح بين 1mm و 3mm وذلك حسب كمية المسحوق الموضوعة في القالب. تمت عملية التلييد في نفس الظروف من درجة حرارة وزمن التلييد، حيث كانت في 820°C خلال زمن قدره 30 ساعة. ولتفريق الأقراص عن المساحيق تم إعطاء ترميز جديد للأقراص كما يبين الجدول (3-III).

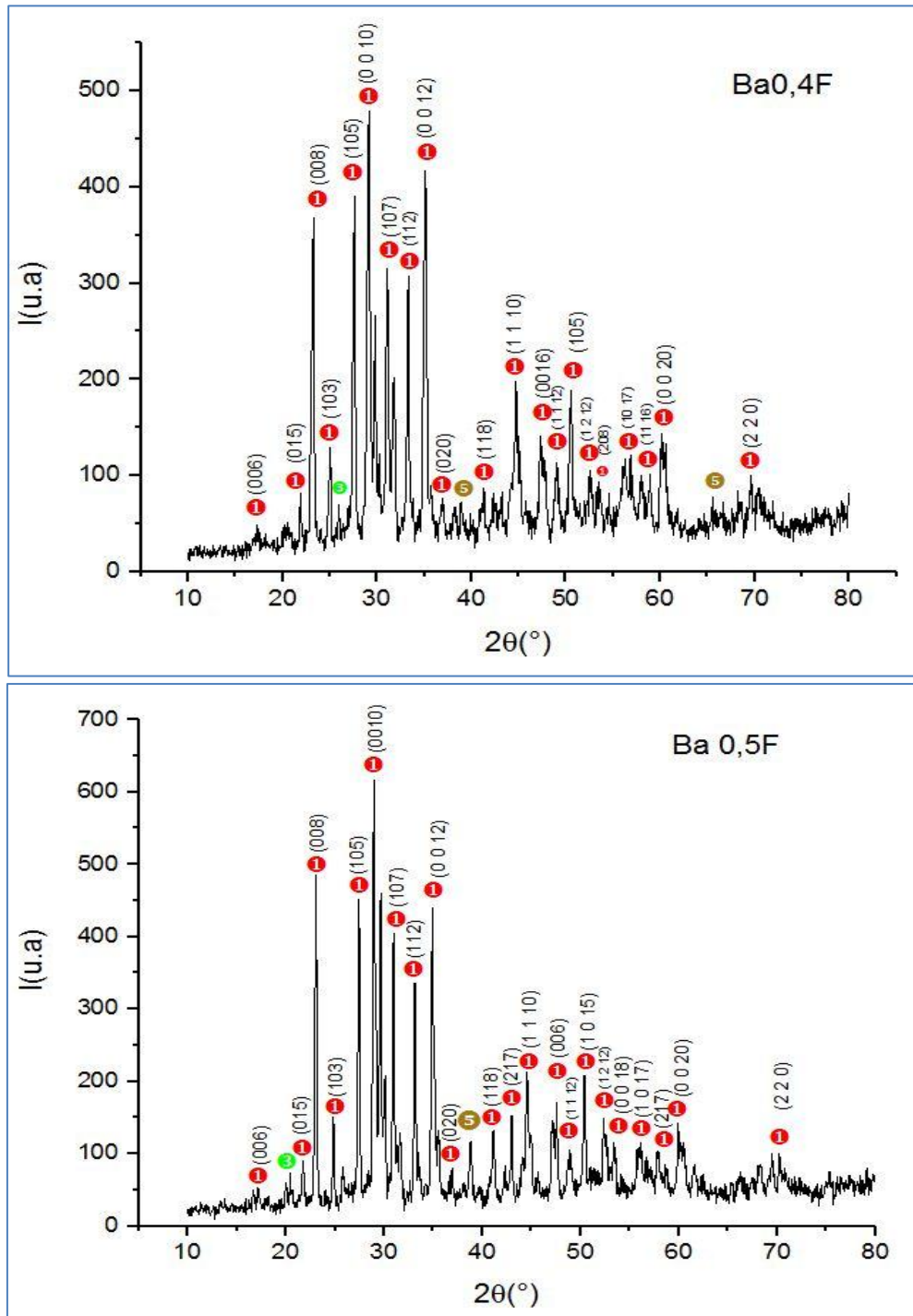
الجدول III-3: رموز الأقراص الملبدة

| رمز القرص | نسبة التطعيم x بالباريوم | رقم المسحوق |
|-----------|--------------------------|-------------|
| Ba0,0F | 0,0 | 1 |
| Ba0,1F | 0,1 | 2 |
| Ba0,2F | 0,2 | 3 |
| Ba0,3F | 0,3 | 4 |
| Ba0,4F | 0,4 | 5 |
| Ba0,5F | 0,5 | 6 |

الشكل III-4: طيف الانعراج X للقرص غير المطعم والملبد في 820°C خلال 30 ساعة.



الشكل III-5: أطياف الانعراج X للأقراص 2، 3 و4 الملبدة في 820°C خلال 30 ساعة.



الشكل III-6: أطياف الانعراج X للأقرص 5 و 6 الملبدة في 820°C خلال 30 ساعة.

إنطلاقاً من أطياف إنعراج الأشعة X للأقرص الملبدة في 820°C خلال 30 ساعة و المشكلة من مختلف المساحيق المكلسنة السابقة، فإننا نلاحظ تنقية للعينات من أغلب الأطوار الشائبة ليهيمن الطور Bi-2212 في جميع العينات مع تسجيل بعض الآثار للمركبات الأولية من جهة وتكون أطوار جانبية أخرى وبنسبة قليلة جداً كما يبين الجدول التالي:

الجدول III-4: الأطوار المتواجدة في العينات المحضرة بعد مرحلة التلييد لـ 30 ساعة.

| الأيونات المتواجدة | العينة |
|---|---------------------|
| Bi-2212, SrCO ₃ , CaCO ₃ | Ba _{0,0} F |
| Bi-2212, BaCO ₃ , SrCO ₃ , Bi ₂ O ₃ | Ba _{0,1} F |
| Bi-2212, BaCO ₃ , SrCO ₃ , CuO | Ba _{0,2} F |
| Bi-2212, Ba ₂ Ca ₃ Cu ₅ O _{10,06} , Bi-2201, BaCO ₃ | Ba _{0,3} F |
| Bi-2212, SrCO ₃ , CuO | Ba _{0,4} F |
| Bi-2212, SrCO ₃ , CuO | Ba _{0,5} F |

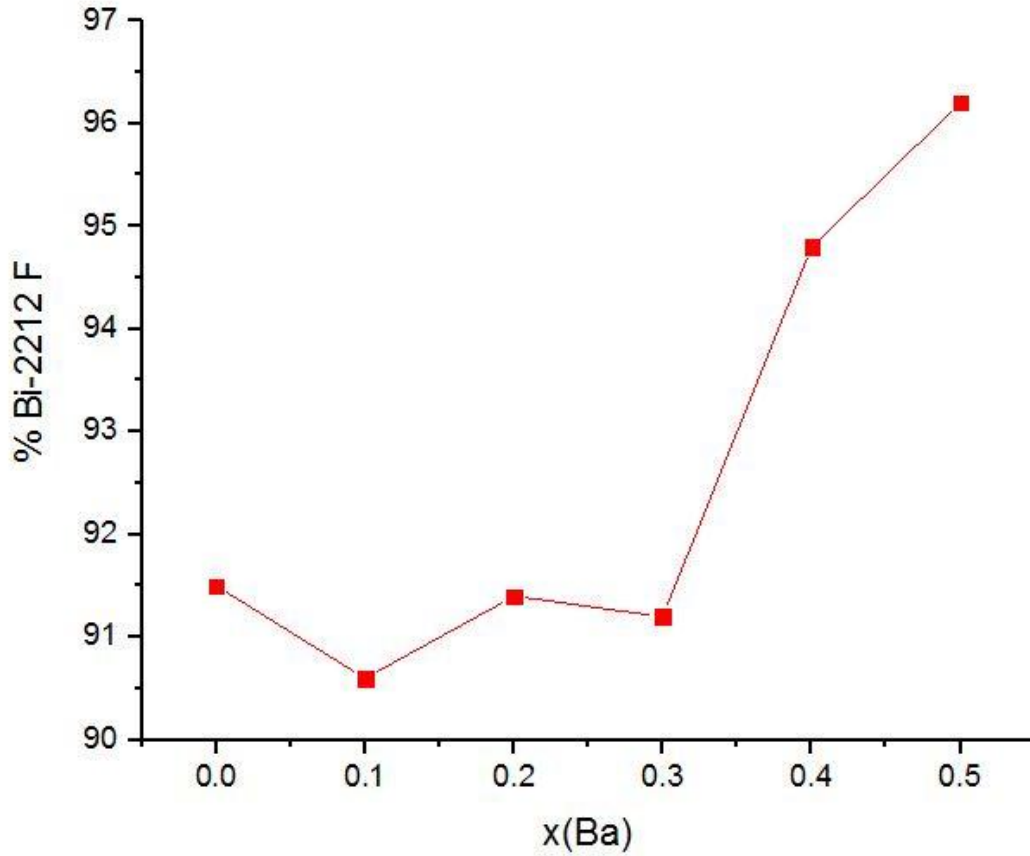
وباستعمال العلاقة السابقة الخاصة بحساب نسبة تواجد الطور Bi-2212 فإننا سنجد أن نسبة تواجد الطور ترتفع بعد التلييد مقارنة بمرحلة الكلسنة كما يبينه الجدول (III-5) التالي:

الجدول (III-5): نسبة تواجد الطور Bi-2212 في العينة بعد مرحلة التلييد.

| النسبة المئوية للطور (%) | العينة Ba(x) |
|--------------------------|---------------------|
| 91.5 | Ba _{0.0} F |
| 90.6 | Ba _{0.1} F |
| 91.4 | Ba _{0.2} F |
| 91.2 | Ba _{0.3} F |
| 94.8 | Ba _{0.4} F |
| 96.2 | Ba _{0.5} F |

الجدول أعلاه يبين أن نسبة التواجد للطور Bi-2212 ترتفع تدريجياً مع مقدار التطعيم إلى غاية $x=0,3$ أين تنخفض إلى 91.2%، وهذا راجع لتكون أطوار شائبة جديدة في العينة كما بينه الجدول (III-4). ثم تعود لترتفع من جديد عند زيادة x إلى أن تبلغ قيمة قصوى تقدر بـ 96,2% عندما تكون مقدار التطعيم هي $x=0,5$.

نبين في الشكل (III-7) كيف تتغير نسبة تواجد الطور Bi-2212 مع تغير مقدار التطعيم x بالباريوم.

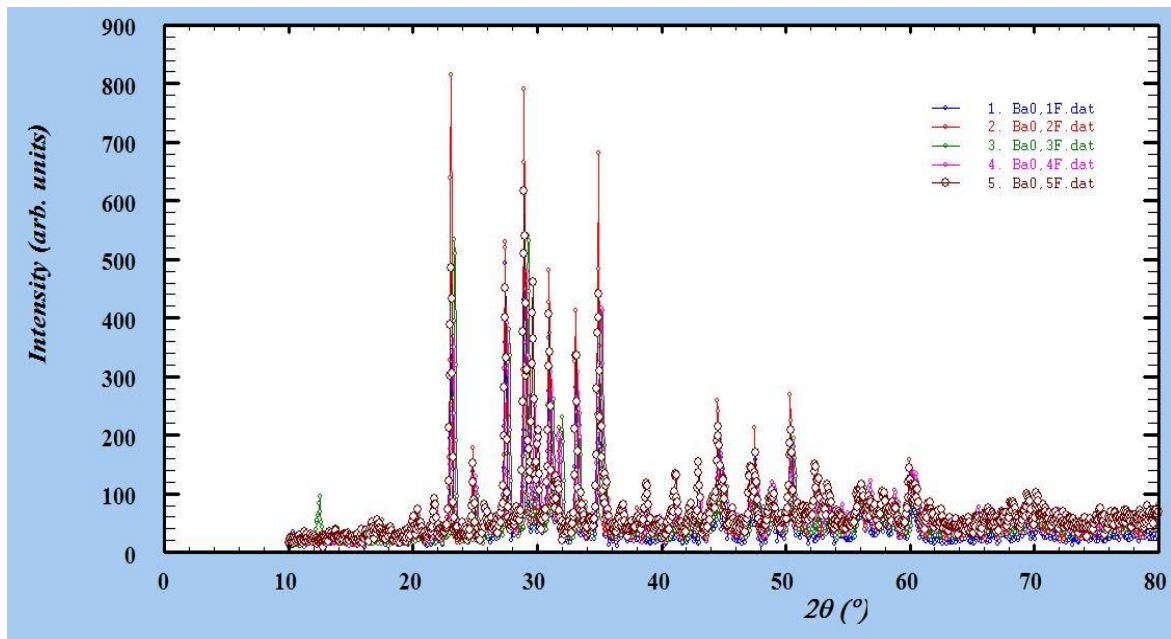


الشكل (7-III) : تغير نسبة تواجد الطور Bi-2212 مع تغير مقدار التطعيم x بالباريوم.

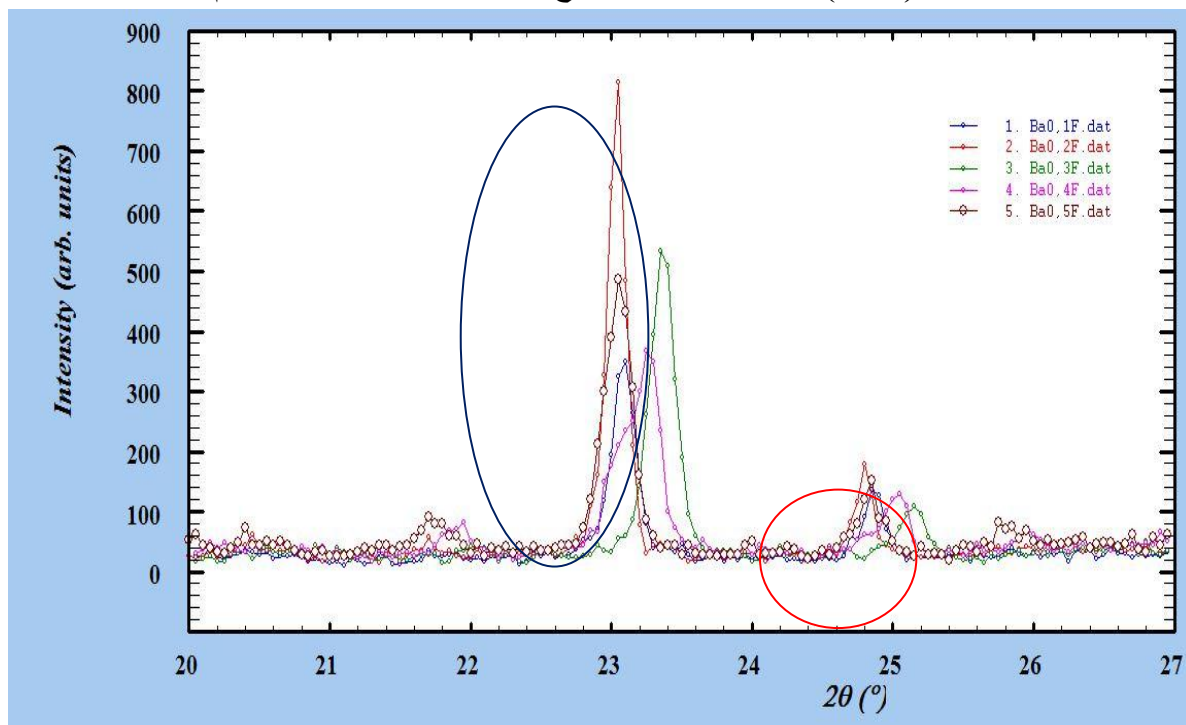
باستعمال برنامج Winploter [75] يمكننا أن نقارن بين أطياف الإنعراج للعينات المطعمة والذي سيعطينا الشكل (8-III) التالي والذي يبين أن هناك إختلاف في مواضع الزاوية 2θ بحيث نلاحظ أن الأطياف غير متطابقة وأن هناك إزاحة بالنسبة للزوايا 2θ بتغير مقدار التطعيم x. إذا قمنا بتكبير منطقة معينة من الشكل السابق لنحصل على الشكل (9-III) فإنه سيظهر بشكل جلي مايلي:

عندما يتغير x من 0,1 إلى 0,3 فإن الزاوية 2θ تنزاح نحو الزوايا الكبيرة (يمينا) وبعد القيمة 0,3 إلى 0,5 يصبح إنزياح الزاوية 2θ نحو الزوايا الصغيرة أي كأن المقدار $x=0,3$ يمثل نقطة إنعطاف بالنسبة لإنزياح الزوايا 2θ ، وهذا الأمر يتكرر في جميع زوايا براغ في الطيف كله. ولعل ذلك يؤكد أيضا تغير نسبة التواجد للطور Bi-2212 حيث كان يزداد قبل المقدار 0,3 ثم انخفض عنده ثم عاد ليزداد بعد هذا المقدار (الجدول 5-III).

يمكن إذا استنتاج أن المقدار $x(\text{Ba})=0,3$ هو مقدار حرج بالنسبة لعينات الطور Bi-2212 المطعم بالباريوم. وهذا أيضا ما تؤكد أطياف إنعراج أشعة X للأقراص الملبدة حيث تظهر أطوار جديدة تختلف عن المواد الأولية من أكاسيد وكربونات إلا عند المقدار $x=0,3$.



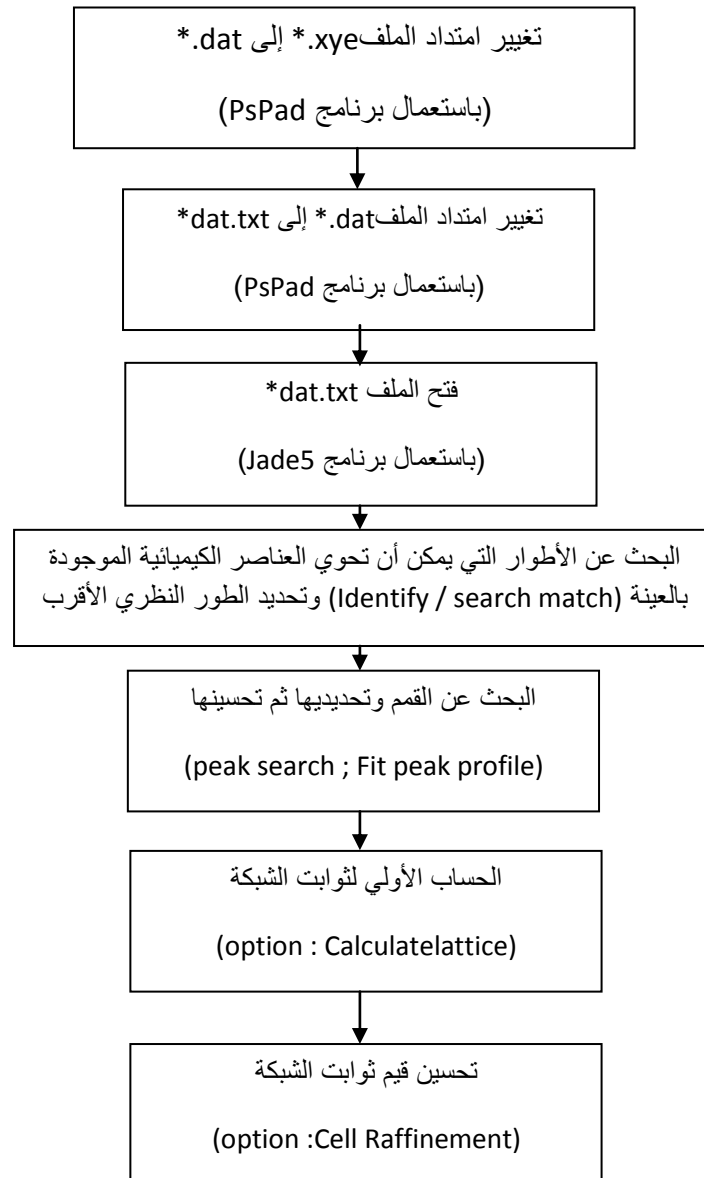
الشكل (8-III): مقارنة أطياف الانعراج X للأقرص المطعمة بالباريوم



الشكل (9-III): إنزياح الزاوية بتغير مقدار التطعيم
(هنا التكبير شمل المنطقة بين 20° إلى 27°)

III-1-3 تأثير التطعيم على ثوابت الشبكة:

بغرض معرفة تأثير تطعيم الطور Bi-2212 بالباريوم على ثوابت الشبكة إستعملنا برنامج خاص بتحسين نتائج إنعراج الأشعة السينية وهو برنامج JADE5. يمكن هذا البرنامج من مقارنة الطيف التجريبي مع أطيف نظرية لتحديد أقرب طور يمكن أن ينطبق مع الطيف التجريبي وكذلك تحديد الأطوار الأخرى الشائبة بفضل قاعدة البيانات PCPDFWIN[76] المثبتة في نفس الجهاز. يتم إيجاد ثوابت الشبكة وتحسينها باتباع الخطوات المبينة في المخطط الموضح في الشكل (III-10) التالي:



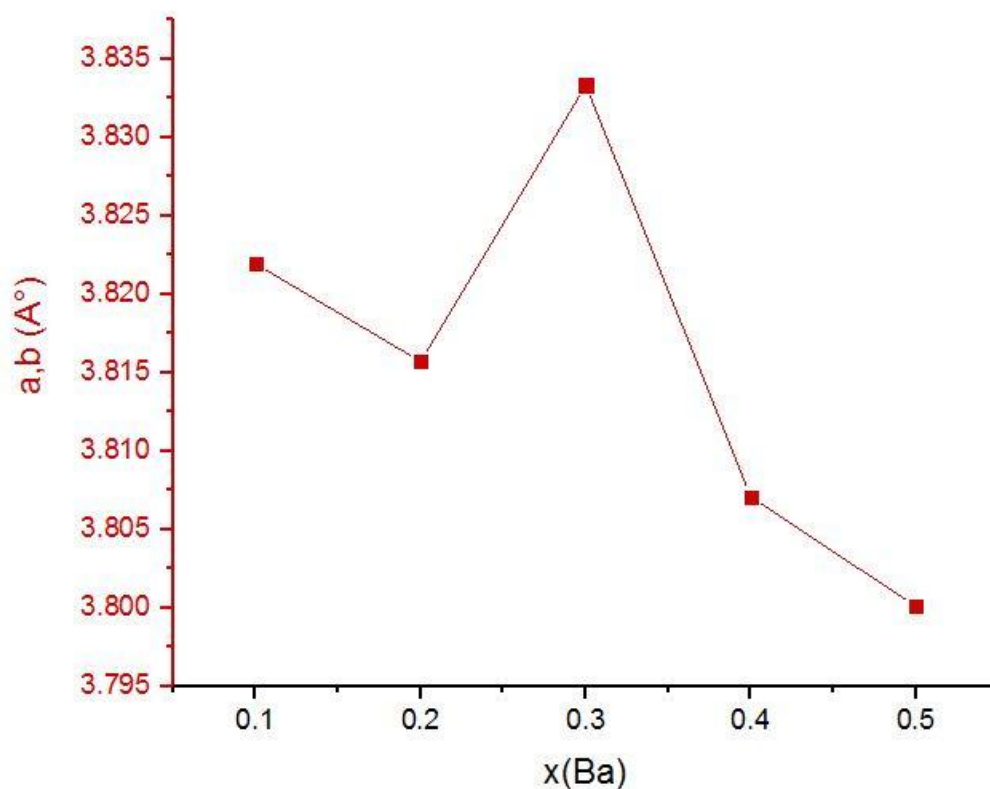
الشكل (III-10): مخطط تحديد وتحسين ثوابت الشبكة باستخدام برنامج JADE5.

بعد تحسيننا لثوابت الشبكة لكل عينة بأخذ العينة المرجع هي $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$ ذات البطاقة رقم [77] 46-0545 التي تتبلور في النظام الرباعي وذات ثوابت الشبكة $a=b=3,82\text{\AA}$ و $c=30,6\text{\AA}$ وجدنا النتائج التالية المبينة في الجدول أدناه:

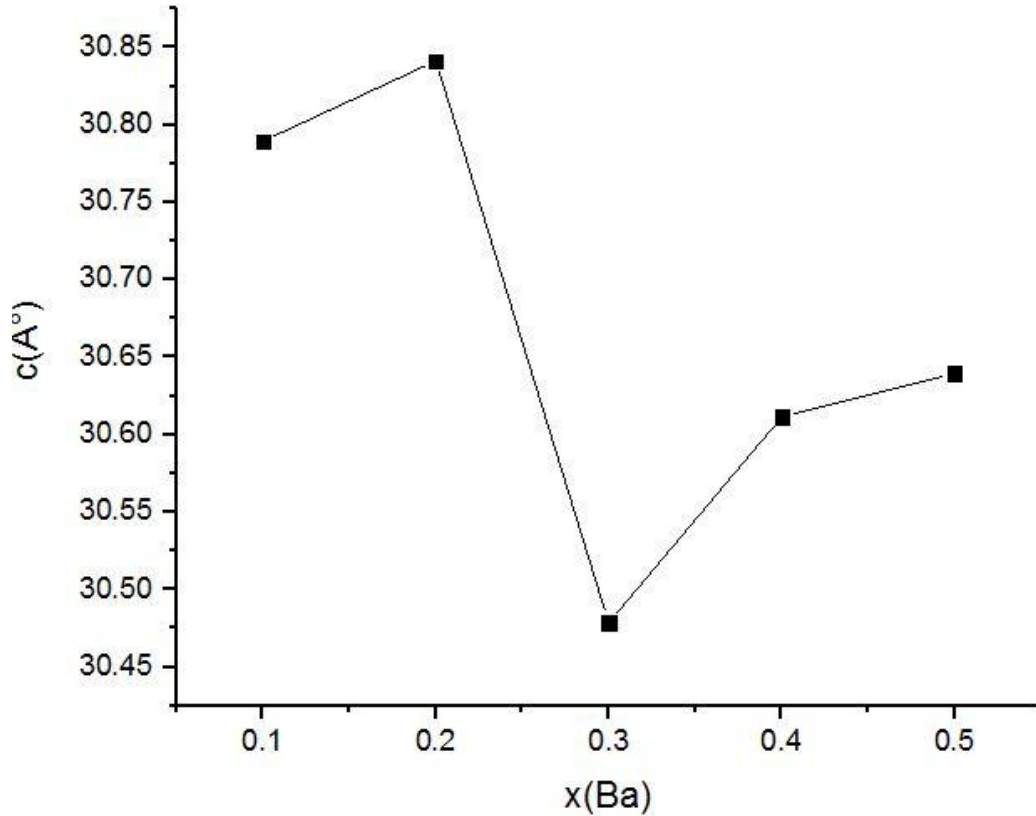
الجدول (III-6): ثوابت الشبكة للعينات المدروسة.

| العينة | a,b(Å) | c(Å) |
|---------------------|---------|----------|
| Ba _{0,1} F | 3.82194 | 30.78946 |
| Ba _{0,2} F | 3.8157 | 30.84135 |
| Ba _{0,3} F | 3.83332 | 30.47843 |
| Ba _{0,4} F | 3.80708 | 30.61146 |
| Ba _{0,5} F | 3.80008 | 30.63951 |

من خلال هذا الجدول يمكن تمثيل بيان لتغير ثوابت الشبكة بدلالة مقدار التطعيم x من الباريوم والذي هو مبين في الشكل (III-11) والشكل (III-12) التاليين:



الشكل (III-11): تغير ثابتي الشبكة a و b بدلالة مقدار التطعيم x من الباريوم



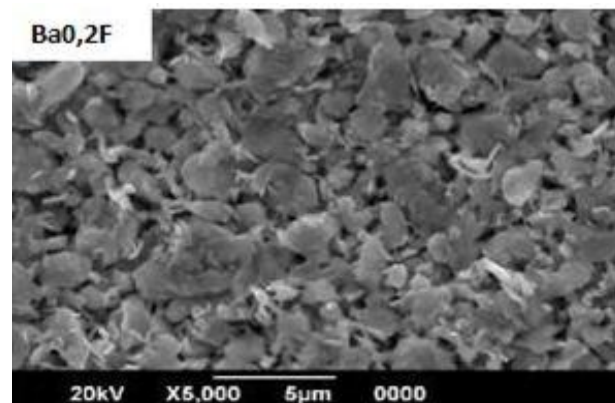
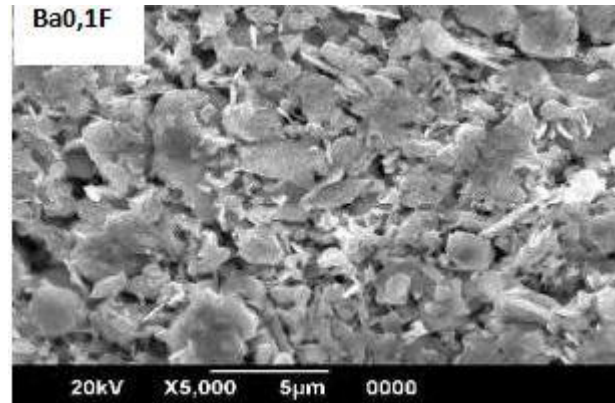
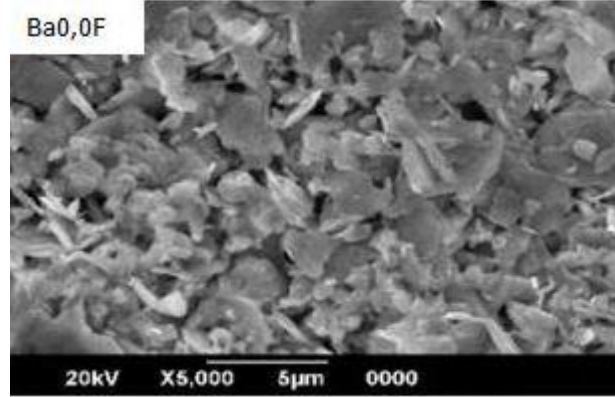
الشكل(III-12): تغير ثابت الشبكة c بدلالة مقدار التطعيم x من الباريوم.

أهم ملاحظة يمكن أن تلفت الإنتباه وهي أن البيانيين متناظرين وأن نقطة التحول بهما هي الموافقة للمقدار $x=0,3$ ، فالبيان الأول الشكل (III-11) يبين أن الثابتين a و b ينخفضان بين $x=0,1$ و $x=0,2$ ثم يزدادان بشكل فجائي بين $0,2$ و $x=0,3$ ثم يعودان لينخفضان بشكل أبطأ إلى غاية $x=0,5$. أما البيان الثاني الشكل (III-12) فيظهر العكس تماما وفي نفس مجالات تغير المقدار x، فالثابت c يزداد بنفس النسبة التي ينخفض به الثابتين a و b بين $x=0,1$ و $x=0,2$ لينخفض فجأة بين $0,2$ و $x=0,3$ ثم يعود ليزداد بشكل أبطأ إلى غاية $x=0,5$ وبفس المقدار الذي ينخفض به الثابتان a و b بعد $x=0,3$. أي أن ما ينخفض به الثابتين a و b يزداد به الثابت c والعكس صحيح.

وعليه فإننا نشهد تمردا وانضغاطا للخلية الأساسية للعينة المطعمة بالباريوم .

III-2 نتائج المجهر الإلكتروني الماسح:

للتعمق في معرفة البنية المجهرية لبعض عيناتنا لجأنا إلى تشخيص بعضها بواسطة المجهر الإلكتروني الماسح للحصول على صورة مكبرة لها. وقد أعطت النتائج الصور التالية:



الشكل (III-13): صور المجهر الإلكتروني الماسح لبعض العينات بعد التلييد

تبين صور الـ MEB لبعض الأقراص المطعمة بالباريوم أن للحبيبات تحافظ على الشكل المسطح الواضح في العينة غير المطعمة.

نلاحظ أن التطعيم بالباريوم يؤدي إلى انخفاض طفيف في حجم الحبيبات وزيادة طفيفة في عدد الفراغات داخل العينة (انخفاض طفيف في الكثافة) وهذا راجع إلى زيادة تفاعل $BaCO_3$ خلال مرحلة التلييد [78].

الشكل المسطح للحبيبات (شكل 2D)، هي خاصية تتمتع بها أطوار اليزموث مع حجم الحبيبات يتراوح بين 1 و $3\mu\text{m}$.

مظهر العينة المطعمة ب $x=0.2$ هو أكثر إنتظاما وتجانسا، أما في العينة المطعمة بمقدار $x=0.1$ فإن الحبيبات تظهر تموضعا عشوائيا، ووجود تجمعات لها لون فاتح حجمها أقل من $1\mu\text{m}$ و موزعة عشوائيا وهذا راجع عادة إلى عدم إكمال تحلل المواد الأولية تماما [79]، الأمر الذي يؤكد طيف إنعراج الأشعة X لنفس العينة بعد التليد.

وكخلاصة فإن التطعيم بالباريوم في الطور Bi-2212 لا يغير بشكل ملحوظ على شكل الحبيبات.

يمكن معرفة مدى دخول الباريوم في الحبيبات باستعمال تقنية مطيافية تشتت طاقة الأشعة X (EDX) التابعة للمجهر الإلكتروني الماسح، والتي يمكنها أن توضح لنا نسبة كل عنصر في الحبيبة .

الخاتمة

العامّة

في هذا العمل تمكنا من تحضير الطور Bi-2212 الذي ينتمي للنواقل الفائقة ذات درجة حرارة عالية و تطعيمه بالباريوم (Ba) في مواضع السترونسيوم (Sr) بمقادير مختلفة من 0,5 - 0,0 x بطريقة التفاعل الصلب إنطلاقا من الأكاسيد CuO و Bi₂O₃، والكاربونات الأولية SrCO₃ ، CaCO₃ ، BaCO₃ ثم تشخيصه باستعمال طريقة إنعراج الأشعة السينية (DRX) والمجهر الإلكتروني الماسح (MEB) .

من منحنيات الأشعة السينية المتحصل عليها بعد عملية الكلسنة المتكررة لهذه العينات يتبين لنا جليا هيمنة الطور الأساسي Bi-2212 بنسبة كبيرة مع وجود أطوار أخرى تتمثل في المواد الأولية أساسا بنسب ضئيلة، أما بعد عملية التليد التي كانت عند درجة حرارة 820 C° خلال زمن قدره 30 ساعة، لاحظنا وجود الطور Bi-2212 بغالبية أكبر وتكون المركبين Bi-2202 ، Ba₂Ca₃Cu₅O_{10.06} مرفوقا بآثار جد ضئيلة بعض المركبات الأولية و التي تناقص وجودها بزيادة تركيز الباريوم حتى إختفائها تقريبا.

باستعمال برنامج JADE5 بهدف معرفة مدى تأثير تطعيم الطور Bi-2212 بالباريوم على ثوابت الشبكة ، تبين أن الطور هو من النوع الذي يتبلور في النظام الرباعي وأن ثوابت الشبكة تتغير بشكلين مختلفين قبل وبعد المقدار x=0,3 حيث يتناقص الثابتين a و b قبل x=0,3 ثم يعودان ليزدادان بعده وهو عكس ما يحدث تمام للثابت c، مما يبين أن المقدار x=0,3 يعتبر مقدارا حرجا في حالة تطعيم الطور Bi-2212 بالباريوم.

بينت المشاهدات بالمجهر الإلكتروني الماسح لبعض العينات بأن التطعيم بالباريوم في الطور Bi-2212 لا يغير بشكل ملحوظ في شكل الحبيبات وأن البنية مسطحة وواضحة في العينة غير المطعمة و أن التطعيم بالباريوم يؤدي إلى إنخفاض طفيف في حجم الحبيبات وزيادة طفيفة في عدد الفراغات داخل العينة أي انخفاض طفيف في الكثافة وهذا راجع إلى زيادة تفاعل BaCO₃ خلال التليد.

آفاق مستقبلية: نأمل مستقبلا أن:

1- بإتمام دراسة الخصائص الفيزيائية لنفس العينات السابقة وذلك بقياس :

• المقاومة الكهربائية ρ بدلالة T.

• الحساسية المغناطيسية γ بدلالة T .

ومعرفة مدى تأثير التطعيم عليهما .

2- تحضير عينات لها نفس الطبيعة الكيميائية السابقة بطريقة محلول-هلام (Sol Gel) ومقارنة نتائجها والنتائج المحصل عليها في عملنا.

3- تحضير الطور السابق وغيره من عائلة المركبات فائقة الناقلية التي تحتوي على البزموت و تطعيمها بعناصر كيميائية أخرى.

والأعمال البحثية التي يقوم بها العلماء مجرد افتراضات ونماذج يضعونها للمساعدة على تفسير ودراسة هذه الظواهر ولكن تبقى التجربة خير برهان .

قائمة

المراجع

قائمة المراجع:

المراجع باللغة الأجنبية :

- [1] H. kamerlingh Onnes , Leiden comm , 119b, 124c (1911).
- [2] W. Meissner et R.Ochsenfeld, "Ein neuer Effekt bei eintritt der Supraleitfähigkeit , Naturwissenschaften 2, P787-788, (1933).
- [6] B. Fethi, " Modélisation des matériaux supraconducteurs ", thèse de Master Université Kasdi Merbah , Ouargla (2012).
- [7] W. D. Callister, " Il s'agit du Hg Ba₂ Ca₂ Cu₃ O₈ ", Modulo Editeur, p.62,(2001).
- [8] K. Berger, " Etudes des phénomènes couplés magnétothermiques dans les supraconducteurs à haute température critique, "Thèse de doctorat ", Univ Poincaré, p 9 (2006).
- [10] J. M. Tarascon, L. H. Green, B. Greene, B. G. Agley, W. R. McKinnon, P. Barboux, G.N Hull: "In Novel Superconductivity", Plenum Edition, New York 1987, p.705 .(1987).
- [11] M. Mahteli, " caractérisation de structures supraconductrices ", Thèse de Doctorat, Université de Constantine, 2010.
- [12] J. Duron, " Modélisation de Matériaux supraconducteurs-application à un limiteur de courant ", N°3469 (2006).
- [13] K. Ben Alla, "Etude de système de guidage magnétique à base de supraconducteur HTc", 2012.
- [14] R.C. Duckorth, "Contact resistance and normal zone formation In coated Ytterium Barium Copper Oxide Superconductors ", University Of Wisconsin-Madison, (2001).
- [15] B. Yamina, " Modélisation des Phénomènes Electromagnétique et Mécaniques Couplés par la Méthode des Volumes Finis, Univ de Batna Memoire de Magister, 2012.

- [17] Ph. Mangin, " Supraconductivité: un condensat de physique", Ecole des Mines de Nancy, Sèminaire IFR matériaux, (2003).
- [18] J. Bardeen, R.kummel and A.E.Jacobs, L.Tewordt, Phys. Rev, 187, P556-569 (1969).
- [19] C. Caroli, P.G.de Gennes, J. Matricon, Phys.Rev.lett9, P307-309, (1964).
- [20] A.Abrickosov, Zh. Eksp. Teor.Fiz 32, (1957).
- [21] I. Klutsch, " Modélisation de supraconducteurs et Mesures", " Thèse de doctorat ", Instit Grenoble, P15-17, (2003).
- [22] M. Tinkaam, " Introduction to superconductivity ", Ed-McGRAW-HILL Inc, (1996).
- [23] S. Serfaty, E. Sandier, " Configurations de vortex dans le modèle de Ginzburg-Landau de la supraconductivité ", France (2008).
- [26] P.Christophe, « Thèse de doctorat », Université Joseph Fourier, Grenoble, (2003).
- [27] S. Savard, « Mémoire Maîtrise ès-sciences », Université de Sherbrooke, Canada (2004).
- [28] I. Akhiezer, « Electromagnétisme et ondes électromagnétiques », Ed- Mir . Moscou, P308, (1989) .
- [29] C. Simon, " Les supraconducteurs à haute température critique ", CRISMATISMRA, France (2000).
- [30] J. D. Doss, " Engineer's guide to high temperature superconductivity", Ed-john Willey .Son. Inc, P 50-55 ,(1989).
- [31] N. Weist-Million, J. Lemoine, E. Solt, " Les matériaux supraconducteurs, rapport d'épistémologie" (Juillet 2002).
- [32] B. D. Josephson, "Possible new effects in superconductive tunneling", Physics Letters, (1962).

- [33] A.C. Rose-Innes, E. H. Rhoderick, " Introduction to superconductivity", 2^{ème} Edition, p. 21 (1994).
- [34] J. Bardeen, L. N. Cooper, and J. R. Schrieffer. , "Theory of superconductivity", Phys . Rev., vol. 108, N°5, p 1175-1204, Dec 1957.
- [35] J. Rowell, "High temperature Superconductivity", Physics Today, Vol. 44, (June 1991).
- [37] J. G. Bednorz and K. A. Muller, Phys. B, vol. 64, p. 189,(1986).
- [38]G. J. McIntyre, A. Renolt. G. Collin. Phys.Rev .B.37,5148 (1988).
- [39] F. Kazzoula, " Thèse de magister", Université de Constantine (1996).
- [40]T. Leventouni and al, " High-Temperature Superconductors", Vol.1 Ed-DGM P245, (1991).
- [41] Y. Matsui and al, " Studies of high temperature superconductors ", Vol.5, Ed-Nova- Science (1990).
- [42] Techniques de l'Ingénieur, "Traité d'Électronique", p 111-356, (1995).
- [43] E. T. Muromachi and al, Jap. J. Appl. Phys, 27, L365, (1988).
- [44] D .Suchet, "Supraconductivité: un Résumé des théories", (August 2013).
- [45] X. S. Wu and J. Gao, Physica C 329, N°4, P285, (2000).
- [46] S. S. P. Parkin and al, Phys.Rev.Lett.61, P750, (1988).
- [47] R. M.Hazen and al, Phys.Rev.Lett.60, P1657, (1988).
- [48] H. W. Zandbergen and al, Nature.332, P 620, (1988).
- [49] P. Bordet, J. J. Capponi, C. Chaillout and J. Chenavas, "Studies of high Temperature superconductors", (1991).
- [50] J. schlesinger et al. Phys. Rev. Lett, 65, P801, (1990) .
- [51] H. W. Zandbergen, W. A. Groen, A. Smit and G. Van Tandeloo, Physica C.168 , P426, (1990).

- [52] I. H. Gul, M. A. Rahman, M. Ali and A. Maqsood, *Physica C*, 432, p 71-80 (2005).
- [53] F. Bouaicha, M. –F. Mosbah and M. Hamel, *J. Superconductivity News*, Nov 2012.
- [54] I. Hamadneh, A. Agil, A. K. Yahya and S. A. Halim, *Physica C*, 463, p 207-210 (2007).
- [55] C. Franck, M. Offiner, A. Kramer, L. Mex and J. Muller, *Supercond.Sci.Technol.*11, p 1311(1998).
- [56] C. H. Bonnard and J. J. Ransfr, "Transformateur Limiteur de courant supraconducteur à haute température critique", (2010).
- [57] N. Lemoine et J. S. Edward, "Les matériaux supraconducteurs", Rapport d'Epistémologie Wiest-Million, (Juillet 2002).
- [58] J. William, *Modern Physics from A to Z* , Ed-wiely (1994).
- [62] I. Shimono and Y. Hamaguchi, *J. Ceram. Soc. Jpn.* Vol.101, P10-18, (1993).
- [64] H. M. Jang and J. H. Moon, *J. Mater. Res*, Vol.6, N°5, P916 (1991) .
- [65] P. Strobel, J. C. Tolédano, D. Morin, J. Schneck, G. Vacquier, O. Monnereau, J. Primot and T. Fourier, *Physica C*.201, P27, (1992).
- [66] J. Benard, “ METALLURGIE GENERALE ”, Ed-Masson et Cie, P538, (1969).
- [67] S. A. Seddiqi, B. Akhtar, *Int. J. Modern. Phys B.* Vol 9, N°28, (1995).
- [69] F.Hatert, "compléments de crystallographie", Univ de liege ,(2013).
- [70] Iccdd Jcpds-International Center for Diffraction Data (1997).
- [71] V J. Styve, J. Geny, J. K. Meen and D. Elthon, Preprint of Tc SUH, published in MRS (1999).
- [72] MDI, Material Data JADE INC, XRD Pattern Processing, © 1995-2018.
- [73] N. J. Azman, H. Abdullah and R. Abd-Shukor, *Advances in Condensed Matter Physics*, p8, (2014).

- [74] A. Zelati, A. Amirabadizadeh, A. Kompany, H. Salamati and J. Sonier, Indian Journal of Science and Technology, Vol7(2), p123-134, (2014).
- [75] T. Roisnel and J. Rodriguez-Carvajal, Institut des Sciences Chimiques de Rennes CNRS, Université de Rennes, (2017).
- [76] ICDD JCPDS-International Center for Diffraction Data (1997).
- [77] S. -G. Jin et all, Solid State Communications, V74, p1087 (1990).
- [78] Y. Shi, N. Maribabu, k. Lida and D.A. Cardnell , Supercond. Sci.Thecnol, 20, p38-43, (2007).
- [79] T. Kawai and all ,Japanese Journal of Applied physics,127,p2296-2299(1988).

المواقع الالكترونية:

- [9] <http://www.marefa.org/index.php>
- [24] <http://www.phys-sa.com/showthread.php>
- [25] <http://mazinalshamery.-- # 1042 # وصله ممنوعه /t2510-topic>.
- [36] <http://www.explainthatstuff.com/superconductors.htm>.
- [59] <http://www.didyouknow.cd/whatsnew/trains.htm>

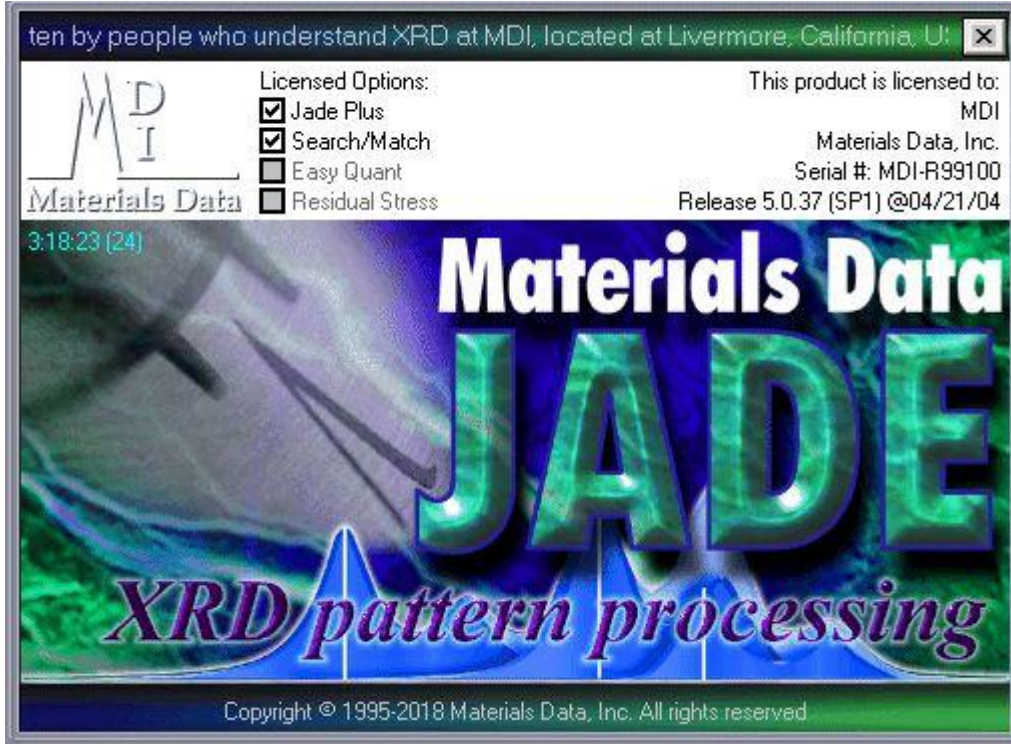
المراجع باللغة العربية:

- [3] شيحاني مروة .عروة مروة، "دراسة أثر ظروف التحضير على الخواص البنيوية و فائقة الناقلية للمركب $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$ ", مذكرة ماستر أكاديمي، جامعة حمه لخضر الوادي، 2017.
- [4] محاضرة الدكتور أحمد صدقي "نبذة عن المواد فائقة التوصيل وتطبيقاتها"، القاهرة.
- [5] أ. د . محمد أمين سليمان، أ. د . أحمد فؤاد باشا، أ. د . شريف أحمد خيري "فيزياء الجوامد" دار الفكر العربي، 2005 .
- [16] د. ناصر صالح الزايد، مجلة علم المواد، العدد27، ص41-44، (نوفمبر1998) .
- [60] غويل بوجمعة، " تحضير و دراسة مساند للأغشية انطلاقا من مواد خزفية"، جامعة باتنة، (2010) .
- [61] زنيخري فهيمة، " تحضير و دراسة مرشحات و حواملها انطلاقا من مواد أولية محلية"، جامعة منتوري قسنطينة، (2008).

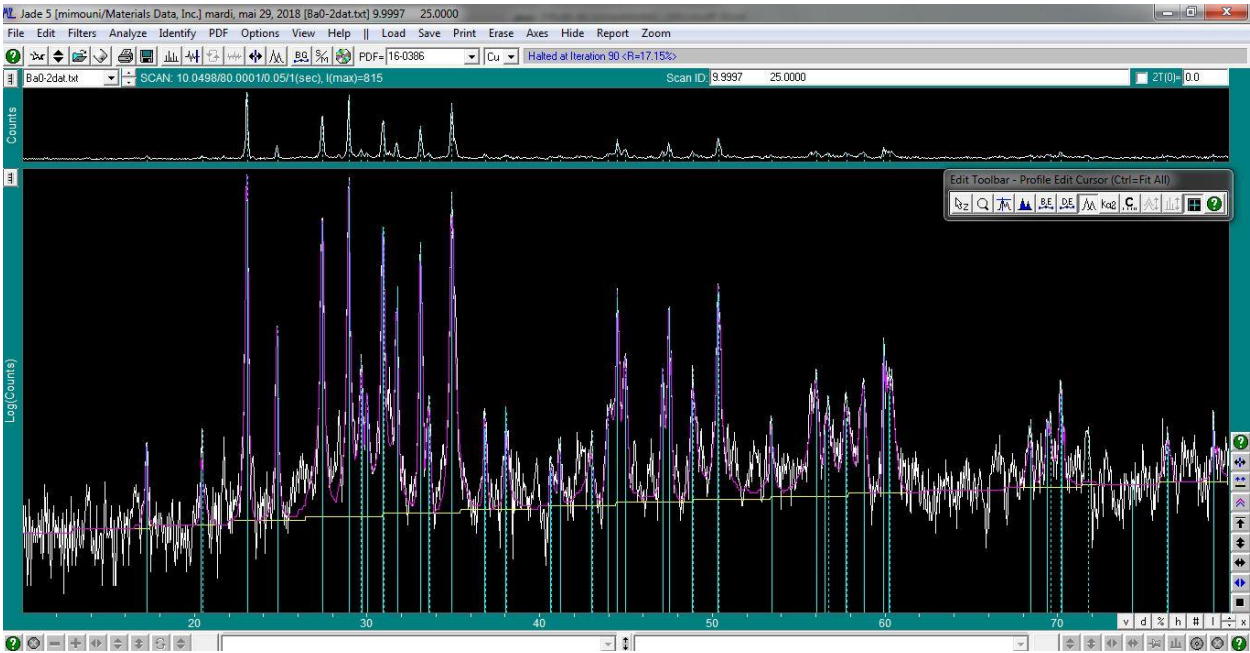
- [63] بلعمري جمال، " دراسة خصائص الهيدروكسياتنايت المستخلصة من عظم البقر"، مذكرة مقدمة لنيل شهادة الدكتوراه، جامعة منتوري قسنطينة.
- [68] علاء النعيمي وآخرون، " الفيزياء التطبيقية الحديثة "، دار الجيل للطبع والنشر والتوزيع.

المحقق

الملحق A

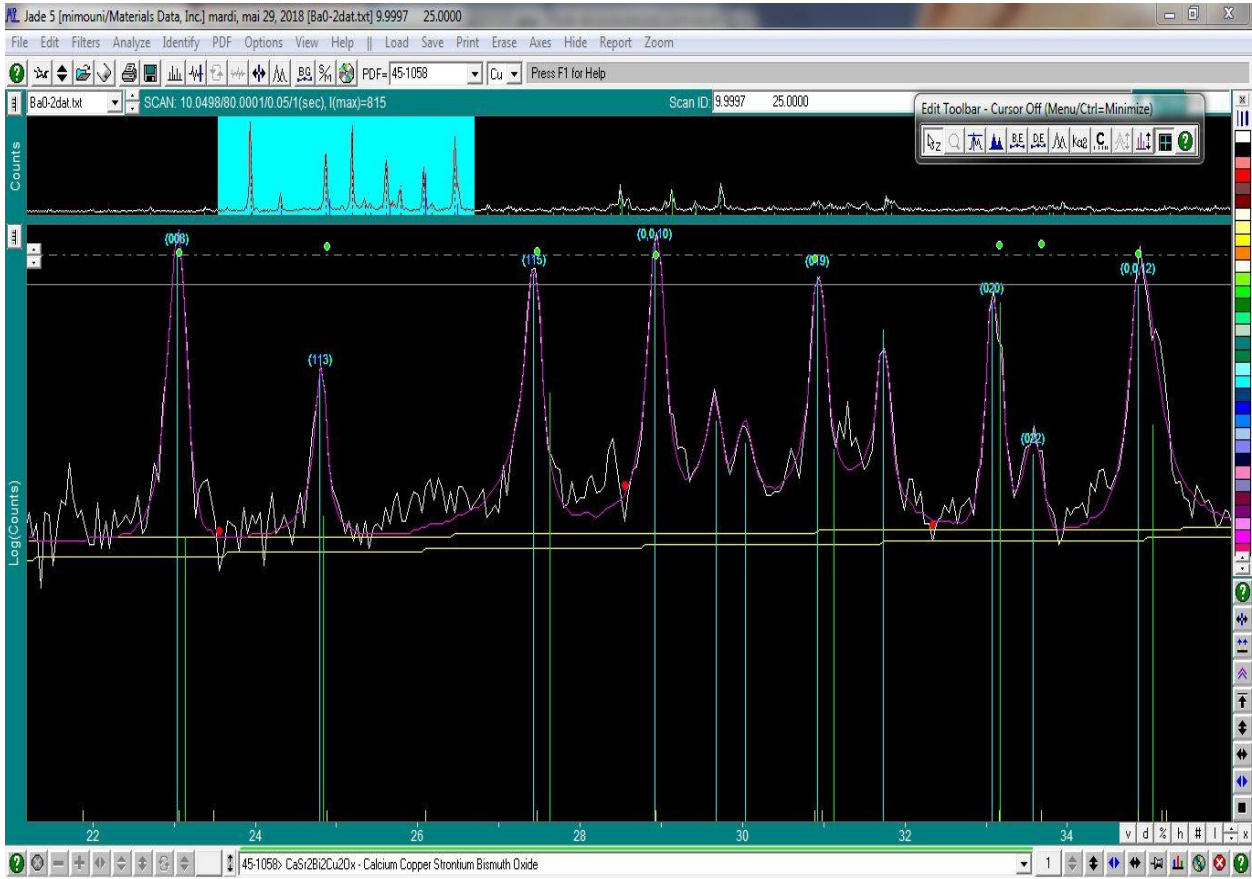


الشكل A-1: صورة لبرنامج JADE 5 المستعمل لإيجاد وتحسين ثوابت الشبكة



الشكل A-2: نتيجة تحسين طيف انعراج الأشعة X لأحد العينات وهي Ba0,2F ببرنامج JADE 5

الملحق A



الشكل A-3: نتيجة تدليل القمم بقرائن ميلر المناسبة

الملحق B

USER: Ba0-1
 JADE: Cell Refinement Report
 DATE: lundi, mai 21, 2018 11:37a
 FILE: [Ba0-1dat.txt] 9.9997 19.0000
 SCAN: 10.0498/80.0001/0.05/1(sec), Cu, I(max)=353, 05/19/18 12:56
 PEAK: 11-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%, BG=3/1.0, Peak-Top=Summ
 NOTE: Intensity = Counts, 2T(0)=0.0(°), Wavelength to Compute d-Spacing =
 1.54056A(Cu/K-alpha)

Cell Type = Tetragonal(I-Center), (Unknown)
 Refined Cell = 3.82194(0.000496), 30.78946(0.003577) <>
 Vol= 449.75 A³, Density(c)= 3.2800 (Chemical Formula =Bi2Sr2CaCu2O8, Z=1.0)
 2-Theta Error Window = 0.3(°), Zero Offset = 0.0(°), Displacement = 0.0(°)
 ESD of Fit = 0.0249(°), |Delta 2-Theta| = 0.0173(°), |Delta d| = 0.00166(A), F(15)
 13.1(66)
 Intensity Weighting = sqrt(I%), 2-Theta Range = 10.05/80.0(°), (x) Outlier Rejecti
 at 2.0 sigmas
 2T(cor) = 2T(cal) + Zero Offset + Displacement (cal=Calculated, obs=Observed,
 cor=Corrected)

| h | k | l | 2T(cal) | 2T(cor) | 2T(obs) | Delta | d(cal) | d(cor) | d(obs) | Del-d | ? |
|---|---|----|---------|---------|---------|--------|--------|--------|--------|---------|---|
| 0 | 0 | 4 | 11.486 | 11.486 | --- | | 7.6974 | 7.6974 | --- | | |
| 0 | 0 | 6 | 17.266 | 17.266 | 17.312 | -0.046 | 5.1316 | 5.1316 | 5.1181 | 0.0135 | |
| 0 | 0 | 8 | 23.090 | 23.090 | 23.081 | 0.009 | 3.8487 | 3.8487 | 3.8502 | -0.0016 | |
| 1 | 0 | 1 | 23.435 | 23.435 | --- | | 3.7928 | 3.7928 | --- | | |
| 1 | 0 | 3 | 24.838 | 24.838 | 24.861 | -0.022 | 3.5817 | 3.5817 | 3.5785 | 0.0031 | |
| 1 | 0 | 5 | 27.443 | 27.443 | 27.446 | -0.003 | 3.2473 | 3.2473 | 3.2470 | 0.0003 | |
| 0 | 0 | 10 | 28.976 | 28.976 | 28.977 | -0.001 | 3.0789 | 3.0789 | 3.0788 | 0.0001 | |
| 1 | 0 | 7 | 30.971 | 30.971 | 30.962 | 0.009 | 2.8850 | 2.8850 | 2.8858 | -0.0009 | |
| 1 | 1 | 0 | 33.120 | 33.120 | 33.120 | 0.001 | 2.7025 | 2.7025 | 2.7026 | -0.0001 | |
| 1 | 1 | 2 | 33.642 | 33.642 | --- | | 2.6618 | 2.6618 | --- | | |
| 0 | 0 | 12 | 34.941 | 34.941 | 34.944 | -0.004 | 2.5658 | 2.5658 | 2.5655 | 0.0003 | |
| 1 | 1 | 4 | 35.165 | 35.165 | --- | | 2.5499 | 2.5499 | --- | | |
| 1 | 0 | 9 | 35.178 | 35.178 | --- | | 2.5490 | 2.5490 | --- | | |
| 1 | 1 | 6 | 37.584 | 37.584 | --- | | 2.3912 | 2.3912 | --- | | |
| 1 | 0 | 11 | 39.888 | 39.888 | --- | | 2.2582 | 2.2582 | --- | | |
| 1 | 1 | 8 | 40.763 | 40.763 | --- | | 2.2117 | 2.2117 | --- | | |
| 0 | 0 | 14 | 41.005 | 41.005 | --- | | 2.1992 | 2.1992 | --- | | |

الشكل B-1: نتيجة تحسين ثوابت الشبكة للعينة Ba0,1F ببرنامج JADE 5

الملحق B

USER: Ba0-2
 JADE: Cell Refinement Report
 DATE: lundi, mai 21, 2018 11:52a
 FILE: [Ba0-2dat.txt] 9.9997 25.0000
 SCAN: 10.0498/80.0001/0.05/1(sec), Cu, I(max)=815, 05/19/18 14:24
 PEAK: 13-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%, BG=3/1.0, Peak-Top=Summi
 NOTE: Intensity = Counts, 2T(0)=0.0(°), Wavelength to Compute d-Spacing =
 1.54056A(Cu/K-alpha)

Cell Type = Tetragonal(I-Center), (Unknown)
 Refined Cell = 3.8157(0.001661), 30.84135(0.017222) <>
 Vol= 449.04 A³, Density(c)= 3.2852 (Chemical Formula =Bi2Sr2CaCu2O8, Z=1.0)
 2-Theta Error Window = 0.3(°), Zero Offset = 0.0(°), Displacement = 0.0(°)
 ESD of Fit = 0.0588(°), |Delta 2-Theta| = 0.0436(°), |Delta d| = 0.00226(A), F(25)
 9.4(61)
 Intensity Weighting = sqrt(I%), 2-Theta Range = 10.05/80.0(°), (x) Outlier Rejection
 at 2.0 sigmas
 2T(cor) = 2T(cal) + Zero Offset + Displacement (cal=Calculated, obs=Observed,
 cor=Corrected)

| h | k | l | 2T(cal) | 2T(cor) | 2T(obs) | Delta | d(cal) | d(cor) | d(obs) | Del-d | ? |
|---|---|----|---------|---------|---------|--------|--------|--------|--------|---------|---|
| 0 | 0 | 4 | 11.467 | 11.467 | --- | | 7.7103 | 7.7103 | --- | | |
| 0 | 0 | 6 | 17.237 | 17.237 | 17.232 | 0.005 | 5.1402 | 5.1402 | 5.1416 | -0.0014 | |
| 0 | 0 | 8 | 23.051 | 23.051 | 23.035 | 0.016 | 3.8552 | 3.8552 | 3.8577 | -0.0026 | |
| 1 | 0 | 1 | 23.473 | 23.473 | --- | | 3.7868 | 3.7868 | --- | | |
| 1 | 0 | 3 | 24.869 | 24.869 | 24.824 | 0.046 | 3.5772 | 3.5772 | 3.5837 | -0.0065 | |
| 1 | 0 | 5 | 27.463 | 27.463 | 27.425 | 0.038 | 3.2450 | 3.2450 | 3.2494 | -0.0044 | |
| 0 | 0 | 10 | 28.926 | 28.926 | 28.926 | 0.000 | 3.0841 | 3.0841 | 3.0841 | 0.0000 | |
| 1 | 0 | 7 | 30.978 | 30.978 | 30.925 | 0.053 | 2.8844 | 2.8844 | 2.8892 | -0.0048 | |
| 1 | 1 | 0 | 33.176 | 33.176 | 33.075 | 0.101 | 2.6981 | 2.6981 | 2.7061 | -0.0080 | |
| 1 | 1 | 2 | 33.695 | 33.695 | 33.587 | 0.108 | 2.6577 | 2.6577 | 2.6661 | -0.0083 | |
| 0 | 0 | 12 | 34.880 | 34.880 | 34.875 | 0.005 | 2.5701 | 2.5701 | 2.5704 | -0.0003 | |
| 1 | 1 | 4 | 35.211 | 35.211 | --- | | 2.5467 | 2.5467 | --- | | |
| 1 | 0 | 9 | 35.170 | 35.170 | --- | | 2.5496 | 2.5496 | --- | | |
| 1 | 1 | 6 | 37.620 | 37.620 | --- | | 2.3890 | 2.3890 | --- | | |
| 1 | 0 | 11 | 39.866 | 39.866 | --- | | 2.2594 | 2.2594 | --- | | |
| 1 | 1 | 8 | 40.787 | 40.787 | 40.606 | 0.180 | 2.2105 | 2.2105 | 2.2199 | -0.0094 | x |
| 0 | 0 | 14 | 40.933 | 40.933 | 41.228 | -0.295 | 2.2030 | 2.2030 | 2.1879 | 0.0151 | x |

الشكل B-2: نتيجة تحسين ثوابت الشبكة للعينة Ba0,2F باستخدام برنامج JADE 5

الملحق B

USER: Ba0-3
 JADE: Cell Refinement Report
 DATE: lundi, mai 21, 2018 11:57a
 FILE: [Ba0-3dat.txt] 9.9997 9.0000
 SCAN: 10.0498/80.5591/0.0504/1(sec), Cu, I(max)=539, 05/19/18 14:24
 PEAK: 15-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%, BG=3/1.0, Peak-Top=Summi
 NOTE: Intensity = Counts, 2T(0)=0.0(°), Wavelength to Compute d-Spacing =
 1.54056A(Cu/K-alpha1)

Cell Type = Tetragonal(I-Center), (Unknown)
 Refined Cell = 3.83332(0.004031), 30.47843(0.023634) <>
 Vol= 447.86 Å³, Density(c)= 3.2938 (Chemical Formula =Bi2Sr2CaCu2O8, Z=1.0)
 2-Theta Error Window = 0.3(°), Zero Offset = 0.0(°), Displacement = 0.0(°)
 ESD of Fit = 0.1266(°), |Delta 2-Theta| = 0.1101(°), |Delta d| = 0.0065(Å), F(20) =
 2.6(69)
 Intensity Weighting = sqrt(I%), 2-Theta Range = 10.05/80.56(°), (x) Outlier Rejecti
 at 2.0 sigmas
 2T(cor) = 2T(cal) + Zero Offset + Displacement (cal=Calculated, obs=Observed,
 cor=Corrected)

| h | k | l | 2T(cal) | 2T(cor) | 2T(obs) | Delta | d(cal) | d(cor) | d(obs) | Del-d | ? |
|---|---|----|---------|---------|---------|--------|--------|--------|--------|---------|---|
| 0 | 0 | 4 | 11.604 | 11.604 | --- | | 7.6196 | 7.6196 | --- | | |
| 0 | 0 | 6 | 17.444 | 17.444 | 17.548 | -0.105 | 5.0797 | 5.0797 | 5.0497 | 0.0301 | |
| 0 | 0 | 8 | 23.329 | 23.329 | --- | | 3.8098 | 3.8098 | --- | | |
| 1 | 0 | 1 | 23.369 | 23.369 | 23.462 | -0.093 | 3.8034 | 3.8034 | 3.7885 | 0.0148 | |
| 1 | 0 | 3 | 24.804 | 24.804 | --- | | 3.5865 | 3.5865 | --- | | |
| 1 | 0 | 5 | 27.463 | 27.463 | --- | | 3.2450 | 3.2450 | --- | | |
| 0 | 0 | 10 | 29.278 | 29.278 | 29.399 | -0.121 | 3.0478 | 3.0478 | 3.0356 | 0.0122 | |
| 1 | 0 | 7 | 31.058 | 31.058 | --- | | 2.8772 | 2.8772 | --- | | |
| 1 | 1 | 0 | 33.019 | 33.019 | --- | | 2.7106 | 2.7106 | --- | | |
| 1 | 1 | 2 | 33.553 | 33.553 | 33.612 | -0.059 | 2.6687 | 2.6687 | 2.6641 | 0.0046 | |
| 0 | 0 | 12 | 35.309 | 35.309 | 35.377 | -0.068 | 2.5399 | 2.5399 | 2.5352 | 0.0047 | |
| 1 | 1 | 4 | 35.110 | 35.110 | --- | | 2.5538 | 2.5538 | --- | | |
| 1 | 0 | 9 | 35.336 | 35.336 | 35.442 | -0.106 | 2.5380 | 2.5380 | 2.5306 | 0.0073 | |
| 1 | 1 | 6 | 37.580 | 37.580 | 37.376 | 0.204 | 2.3914 | 2.3914 | 2.4040 | -0.0126 | |
| 1 | 0 | 11 | 40.122 | 40.122 | --- | | 2.2456 | 2.2456 | --- | | |
| 1 | 1 | 8 | 40.823 | 40.823 | --- | | 2.2086 | 2.2086 | --- | | |
| 0 | 0 | 14 | 41.442 | 41.442 | 41.309 | 0.134 | 2.1770 | 2.1770 | 2.1838 | -0.0067 | |

الشكل B-2: نتيجة تحسين ثوابت الشبكة للعينة Ba0,3F بيرنامج 5 JADE

الملحق B

USER: Ba0-4
 JADE: Cell Refinement Report
 DATE: lundi, mai 21, 2018 12:01p
 FILE: [Ba0-4dat.txt] 9.9997 19.0000
 SCAN: 10.0498/80.0001/0.05/1(sec), Cu, I(max)=479, 05/02/18 22:31
 PEAK: 15-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%, BG=3/1.0, Peak-Top=Summi
 NOTE: Intensity = Counts, 2T(0)=0.0(°), Wavelength to Compute d-Spacing =
 1.54056A(Cu/K-alpha1)

Cell Type = Tetragonal(I-Center), (Unknown)
 Refined Cell = 3.80708(0.001258), 30.61146(0.017924) <>
 Vol= 443.68 Å³, Density(c)= 3.3248 (Chemical Formula =Bi2Sr2CaCu2O8, Z=1.0)
 2-Theta Error Window = 0.3(°), Zero Offset = 0.0(°), Displacement = 0.0(°)
 ESD of Fit = 0.1509(°), |Delta 2-Theta| = 0.1206(°), |Delta d| = 0.00656(Å), F(20)
 2.5(66)
 Intensity Weighting = sqrt(I%), 2-Theta Range = 10.05/80.0(°), (x) Outlier Rejection
 at 2.0 sigmas
 2T(cor) = 2T(cal) + Zero Offset + Displacement (cal=Calculated, obs=Observed,
 cor=Corrected)

| h | k | l | 2T(cal) | 2T(cor) | 2T(obs) | Delta | d(cal) | d(cor) | d(obs) | Del-d | ? |
|---|---|----|---------|---------|---------|--------|--------|--------|--------|---------|---|
| 0 | 0 | 4 | 11.553 | 11.553 | --- | | 7.6529 | 7.6529 | --- | | |
| 0 | 0 | 6 | 17.367 | 17.367 | --- | | 5.1019 | 5.1019 | --- | | |
| 0 | 0 | 8 | 23.227 | 23.227 | 23.251 | -0.024 | 3.8264 | 3.8264 | 3.8225 | 0.0039 | |
| 1 | 0 | 1 | 23.529 | 23.529 | 23.266 | 0.263 | 3.7780 | 3.7780 | 3.8201 | -0.0421 | |
| 1 | 0 | 3 | 24.943 | 24.943 | 25.033 | -0.091 | 3.5669 | 3.5669 | 3.5542 | 0.0127 | |
| 1 | 0 | 5 | 27.567 | 27.567 | 27.595 | -0.027 | 3.2330 | 3.2330 | 3.2299 | 0.0031 | |
| 0 | 0 | 10 | 29.148 | 29.148 | 29.149 | -0.001 | 3.0611 | 3.0611 | 3.0611 | 0.0001 | |
| 1 | 0 | 7 | 31.121 | 31.121 | 31.075 | 0.046 | 2.8714 | 2.8714 | 2.8756 | -0.0042 | |
| 1 | 1 | 0 | 33.253 | 33.253 | 33.291 | -0.037 | 2.6920 | 2.6920 | 2.6891 | 0.0029 | |
| 1 | 1 | 2 | 33.779 | 33.779 | --- | | 2.6513 | 2.6513 | --- | | |
| 0 | 0 | 12 | 35.150 | 35.150 | 35.045 | 0.105 | 2.5510 | 2.5510 | 2.5584 | -0.0074 | |
| 1 | 1 | 4 | 35.314 | 35.314 | --- | | 2.5395 | 2.5395 | --- | | |
| 1 | 0 | 9 | 35.358 | 35.358 | --- | | 2.5364 | 2.5364 | --- | | |
| 1 | 1 | 6 | 37.752 | 37.752 | --- | | 2.3809 | 2.3809 | --- | | |
| 1 | 0 | 11 | 40.102 | 40.102 | --- | | 2.2466 | 2.2466 | --- | | |
| 1 | 1 | 8 | 40.957 | 40.957 | --- | | 2.2017 | 2.2017 | --- | | |
| 0 | 0 | 14 | 41.254 | 41.254 | 41.346 | -0.092 | 2.1865 | 2.1865 | 2.1819 | 0.0046 | |

الشكل B-4: نتيجة تحسين ثوابت الشبكة للعينة Ba0,4F ببرنامج JADE 5

الملحق B

USER: Ba0-5
 JADE: Cell Refinement Report
 DATE: lundi, mai 21, 2018 12:04p
 FILE: [Ba0-5dat.txt] 9.9997 17.0000
 SCAN: 10.0498/80.5591/0.0504/1(sec), Cu, I(max)=617, 05/19/18 14:25
 PEAK: 13-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%, BG=3/1.0, Peak-Top=Summi
 NOTE: Intensity = Counts, 2T(0)=0.0(°), Wavelength to Compute d-Spacing =
 1.54056A(Cu/K-alpha1)

Cell Type = Tetragonal(I-Center), (Unknown)
 Refined Cell = 3.80008(0.000468), 30.63951(0.00366) <>
 Vol= 442.45 A³, Density(c)= 3.3341 (Chemical Formula =Bi2Sr2CaCu2O8, Z=1.0)
 2-Theta Error Window = 0.3(°), Zero Offset = 0.0(°), Displacement = 0.0(°)
 ESD of Fit = 0.0177(°), |Delta 2-Theta| = 0.0155(°), |Delta d| = 0.00097(A), F(19)
 18.9(65)
 Intensity Weighting = sqrt(I%), 2-Theta Range = 10.05/80.56(°), (x) Outlier Rejecti
 at 2.0 sigmas
 2T(cor) = 2T(cal) + Zero Offset + Displacement (cal=Calculated, obs=Observed,
 cor=Corrected)

| h | k | l | 2T(cal) | 2T(cor) | 2T(obs) | Delta | d(cal) | d(cor) | d(obs) | Del-d | ? |
|---|---|----|---------|---------|---------|--------|--------|--------|--------|---------|---|
| 0 | 0 | 4 | 11.543 | 11.543 | --- | | 7.6599 | 7.6599 | --- | | |
| 0 | 0 | 6 | 17.351 | 17.351 | --- | | 5.1066 | 5.1066 | --- | | |
| 0 | 0 | 8 | 23.205 | 23.205 | 23.187 | 0.018 | 3.8299 | 3.8299 | 3.8329 | -0.0029 | |
| 1 | 0 | 1 | 23.572 | 23.572 | --- | | 3.7712 | 3.7712 | --- | | |
| 1 | 0 | 3 | 24.981 | 24.981 | 24.960 | 0.021 | 3.5615 | 3.5615 | 3.5645 | -0.0030 | |
| 1 | 0 | 5 | 27.598 | 27.598 | 27.580 | 0.017 | 3.2295 | 3.2295 | 3.2315 | -0.0020 | |
| 0 | 0 | 10 | 29.121 | 29.121 | 29.104 | 0.017 | 3.0640 | 3.0640 | 3.0657 | -0.0018 | |
| 1 | 0 | 7 | 31.142 | 31.142 | 31.121 | 0.021 | 2.8695 | 2.8695 | 2.8714 | -0.0019 | |
| 1 | 1 | 0 | 33.316 | 33.316 | 33.327 | -0.011 | 2.6871 | 2.6871 | 2.6862 | 0.0008 | |
| 1 | 1 | 2 | 33.840 | 33.840 | 33.764 | 0.077 | 2.6467 | 2.6467 | 2.6525 | -0.0058 | x |
| 0 | 0 | 12 | 35.117 | 35.117 | 35.136 | -0.019 | 2.5533 | 2.5533 | 2.5520 | 0.0013 | |
| 1 | 1 | 4 | 35.371 | 35.371 | --- | | 2.5356 | 2.5356 | --- | | |
| 1 | 0 | 9 | 35.369 | 35.369 | --- | | 2.5357 | 2.5357 | --- | | |
| 1 | 1 | 6 | 37.801 | 37.801 | --- | | 2.3779 | 2.3779 | --- | | |
| 1 | 0 | 11 | 40.104 | 40.104 | --- | | 2.2465 | 2.2465 | --- | | |
| 1 | 1 | 8 | 40.996 | 40.996 | --- | | 2.1997 | 2.1997 | --- | | |
| 0 | 0 | 14 | 41.215 | 41.215 | 41.396 | -0.181 | 2.1885 | 2.1885 | 2.1794 | 0.0092 | x |

الشكل B-5: نتيجة تحسين ثوابت الشبكة للعينة Ba0,5F بيرنامج JADE 5