جامعة الموصل

كلية العلوم

تحضير المركب $Bi_{2-x}Ag_xBa_{2-y}Sr_yCa_2CO_2Cu_3O_{10+\delta}$ الفائق التوصيل عند درجات الحرارة العالية ودراسة تأثير التلدين المتكرر على الخصائص التركيبية والكهربائية للمركب

مدثر محمد عبداللطيف عبيد السليفاني

رسالة ماجستير

علوم الفيزياء

بإشراف

الأستاذ الدكتور

محمود احمد حمود الجبوري

الأستاذ الدكتور

مازن احمد عبد غزال

1446هـ

2025م

الخلاصة

تم في هذه العمل تحضير مجموعة نماذج من المركب $Bi_{2-x}Ag_xBa_{2-y}Sr_yCa_2CO_2Cu_3O_{10+\delta}$ عن طريق تقنية (SSR)، حيث تم كبس العينات بضغط قدره ($7.5\ ton/cm^2$)، وقد استُخدمت طريقتان للتعامل الحراري خلال تحضير العينات: طريقة التلبيد التي استغرقت 24 ساعة (حيث تم رفع درجة الحرارة إلى 800 °C بمعدل 120°C/ساعة، ثم تثبيتها لمدة 10 ساعات، ثم تبريدها إلى درجة حرارة الغرفة بمعدل 30°C/ساعة)، وطريقة التلدين التي استغرقت 66 ساعة (حيث رُفعت درجة الحرارة إلى 600 °C، وثُبتت لمدة 10 ساعات، ثم رُفعت إلى 750 °C وثُبتت لمدة 20 ساعة، وبعدها تم تبريدها إلى 600 °C وتثبيتها لمدة 10 ساعات) ثم اجرى عملية التلدين المتكرر ولمدة 66 ساعة ايضاً.

تمت دراسة تأثير الاستبدال (التعويض) الجزئي ب Ag مع Bi على (الخصائص التركيبية والكهربائية) للمركب ($Bi_{2-x}Ag_xBa_2Ca_2CO_2Cu_3O_{10+\delta}$) عند نسب x=(0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4). وقد وضحت نتائج تقنية (XRD) أن جميع النماذج (العينات) تتشكل ضمن بنية بلورية رباعية، وبين هذا الأسلوب أن ثابت الشبيكة (c) يزداد fزيادة في تركيز Ag من x=0.1 إلى x=0.3، ولكنه يتناقص عند النسبة x=0.4.

استخدمت طريقة المجسات الاربع (Four Probe Method) لقياس المقاومة كدالة للدرجة الحرارة الحرجة ومن خلال ايجاد درجة الحرارة الحرجة (T_c) ، حيث أظهرت القياسات تحسنًا في (T_c) عند زيادة نسبة Ag (من x=0.1 إلى x=0.3)، ثم انخفضت (T_c) عند النسبة x=0.4. وكانت العينات من النوع الثاني من الموصلات الفائقة (Type-II) التي تمتلك درجتين حرجة، ارتفعت درجة الحرارة الحرجة من ($T_c(1)=127.5\ ^oK,\ T_c(2)=152.7\ ^oK$) إلى ($T_c(1)=135.1\ ^oK$,

$T_c(1)=133.9\ ^oK$, $T_c(2)=167.7\ ^oK$) بزيادة تركيز Ag من 0.1 إلى 0.3، ثم انخفضت إلى ($T_c(2)=165.1\ ^oK$) عند x=0.4. كما لوحظ أن نسبة الأوكسجين (δ) ازدادت مع (T_c).

وكذلك تم اجراء دراسة لتأثير (التعويض الجزئي المزدوج) للسترونتيوم Sr بنسب (y=0.1,0.2,0.3,0.4) والفضة Ag بنسبة (x=0.2) على (الخصائص الكهربائية والتركيبية) للمركب ($Bi_{2-x}Ag_xBa_{2-y}Sr_yCa_2CO_2Cu_3O_{10+\delta}$) . و وضحت(XRD) أن جميع النماذج تشكلت ضمن (بنية بلورية رباعية). وكانت أعلى زيادة في طول الضلع في الشبيكة (c) عند التركيز (x=0.2, y=0.1).

وقد أُجريت اختبارات المقاومة (R) باستخدام طريقة المجسات الأربع القياسية (Four Probe Method)، وأظهرت النتائج أن أعلى قيمة ل T_c عند التركيز (x=0.2, y=0.1) حيث كانت .($T_c(1)=139.2\ ^oK$, $T_c(2)=170.5\ ^oK$) ويعد هذا التعويض هو الأمثل لأن التركيب البلوري للمركب صار أكثر انتظامًا بزيادة (c) ونسبة الأوكسجين(δ). بعد هذا التركيز، انخفضت قيمة T_c إلى ($T_c(1)=136.6\ ^oK$, $T_c(2)=167.3\ ^oK$) عند (x=0.2, y=0.2)، ثم ارتفعت إلى ($T_c(1)=137.8$ ^oK , $T_c(2)=168.6\ ^oK$) عند (x=0.2, y=0.3)، قبل أن تنخفض مرة أخرى عند (x=0.2, y=0.4) إلى $T_c(2)=163.2\ ^oK$ $T_c(1)=134.9\ ^oK$). يُعزى هذا الانخفاض إلى وجود شوائب أوكسيد النحاس (Cu-O) التي أدت إلى تقليل انتظام التركيب البلوري وطول الآصرة (c).

تم اجراء عملية التلدين المتكرر المضاعف لعينتين من العينات اعلاه لغرض رؤية هل تزداد قيمة T_c ام تقل، بالنسبة للعينة الأولى (x=0.2، y=0.1) ، كانت درجات حرارة الانتقال الحرجة (Tc(1) $=139.2\ ^oK$، (Tc(2) $=172.2\ ^oK$)، مع عرض انتقال ($\Delta T = 33\ ^oK$). وتم تحديد محتوى الأكسجين δ ليكون 0.341. أما في العينة الثانية (x=0.2، y=0.3) فكانت درجات حرارة الانتقال

الحرجة ($Tc(1)=138.3^oK$، $Tc(2)=168.8^oK$، و $\Delta T=30.5^oK$)، مع تركيز الأكسجين 0.297. وعند المقارنة تبين ان التلدين المتكرر حسّن من الخصائص الكهربائية، كما وضحت في جدول (4-5).

تم تقييم الخصائص العازلة، بما في ذلك الثابت العازل الحقيقي ('ε) والثابت العازل التخيلي ("ε) فضلا عن ثابت الخسارة العزلية (tanσ)، باستخدام جهاز قياس LCR عبر نطاق ترددات يتراوح من 100 هرتز إلى 1 ميغا هرتز. عند x = 0.2 و y = 0.1، كانت قيم 'ε و "ε تساوي 13.91-30.0029 عند 100 هرتز و0.1757-0.0050 عند 1 ميغا هرتز. أما عند (x =0.2 ، y =0.3)، فكانت القيم 15.6183-46.1802 عند 100 هرتز و0.0188-0.0005 عند 1 ميغا هرتز. وتم العثور على انخفاض ملحوظ في الثوابت العازلة وثابت الخسارة العزلية (tanσ) مع زيادة التردد، حيث تراوحت القيم بين 2.1568 و0.0285 لـ x = 0.2، y = 0.1، وبين 2.9568 و0.0282 لـ (x =0.2 ، y=0.3). ويُعزى هذا السلوك إلى عمليات الاستقطاب، حيث تسود الاستقطابات الكاملة عند الترددات المنخفضة، بينما يستمر فقط الاستقطاب الإلكتروني عند الترددات العالية.

Abstract

In this study, samples of the compound ($Bi_2Ba_2Ca_2CO_2Cu_3O_{10+\delta}$) were prepared using solid-state technology, and the samples were compressed with a pressure of (7.5 tons/cm²). Two methods were used to prepare the samples: the sintering method, which took 24 hours (where the temperature was raised to 800 °C at a rate of 120 °C/hour, then held for 10 hours, then cooled to room temperature at a rate of 30 °C/hour), and the annealing method, which took 66 hours (where the temperature was raised to 600 °C, held for 10 hours, then raised to 750 °C and held for 20 hours, then cooled to 600 °C It was processed for 10 hours).The effect of partial silver (Ag) compensation was studied at ratios x= (0,0.1 0.2,0.3 and 0.4) to become the shape of the compound ($Bi_{2-x}Ag_xBa_2Ca_2CO_2Cu_3O_{10+\delta}$) on the structural and electrical properties of this compound. The results of the X-ray diffraction (XRD) technique showed that all samples formed within a tetragonal crystal structure. This method showed that the lattice constant (c) increased with increasing silver concentration from x=0.1 to x=0.3, but decreased at x=0.4.

The standard four-probe method was used to measure the electrical resistivity, where the measurements showed an improvement in the critical temperature (Tc) with increasing silver concentration (from x=0.1 to x=0.3), then the critical temperature decreased at x=0.4. The samples were type-II superconductors with two critical temperatures. The critical temperature increased from ($T_c(1)$=127.5 ^oK, $T_c(2)$=152.7 oK) to ($T_c(1)$=135.1 ^oK, $T_c(2)$=167.7 ^oK) by increasing the Ag concentration from 0.1 to 0.3, then decreased to ($T_c(1)$=133.9 ^oK, $T_c(2)$=165.1 ^oK) at x=0.4. It was also observed that the oxygen content (δ) increased with increasing the critical temperature (T_c).Then, the effect of the partial double replacement of Sr elements at (y=0.1, 0.2, 0.3, 0.4) and Ag at (x=0.2) was studied to form the complex ($Bi_{2-x}Ag_xBa_{2-y}Sr_yCa_2CO_2Cu_3O_{10+\delta}$) on the electrical and structural properties of this compound.

Abstract

The XRD results showed that all samples formed within a tetragonal crystal structure. The highest increase in the lattice constant (c) was at the concentration (x=0.2, y=0.1). The electrical resistivity tests were performed using the standard Four Probe Method, and the results showed that the greatest value of the T_c at the concentration (x=0.2, y=0.1) was ($T_c(1)$=139.2 ^oK, $T_c(2)$=170.5 ^oK). This compensation is considered optimal because the crystal structure of the compound became more regular with increasing c-axis length and increasing oxygen content (δ). After this concentration, the Tc value decreased to ($T_c(1)$=136.6 ^oK , $T_c(2)$=167.3 ^oK) at (x=0.2, y=0.2), then increased to ($T_c(1)$=137.8 ^oK , $T_c(2)$=168.6 ^oK) at (x=0.2, y=0.3), before decreasing again at (x=0.2, y=0.4) to ($T_c(1)$=134.9 ^oK) $T_c(2)$=163.2 ^oK). This decrease is attributed to the presence of copper oxide (Cu-O) impurities that reduced the regularity of the crystal structure and c-axis length. The samples were type II superconductors with two critical temperatures.

For the first sample (x = 0.2, y = 0.1), the critical transition temperatures were Tc(1) = 139.2 K, Tc(2) = 172.2 K, with a transition width ΔT = 33 K. The oxygen content (8) was determined to be 0.341. In the second sample (x = 0.2, y = 0.3), the critical transition temperatures were Tc(1) = 138.3 K, Tc(2) = 168.8 K, and ΔT = 30.5 K, with an oxygen concentration of 0.297. The reduced ΔT relative to the first sample indicates enhanced phase homogeneity resulting from superior oxygen ordering. The dielectric characteristics, comprising the real (ε') and imaginary (ε") dielectric constants, as well as the dielectric loss constant (tanσ), were assessed utilizing an LCR meter throughout a frequency range of 100Hz to 1MHz. At x = 0.2 and y = 0.1, ε' and ε" were 13.91-30.0029 at 100 Hz and 0.1757-0.0050 at 1 MHz. At x = 0.2 and y = 0.3, the values were 15.6183-46.1802 at 100Hz and 0.0188-0.0005 at 1MHz. A notable reduction in dielectric constants and loss tangent (tanσ) with ascending frequency was found, ranging from 2.1568 to 0.0285 for x = 0.2, y = 0.1, and 2.9568 to 0.0282 for x = 0.2, y =

Abstract

0.3. This phenomenon is ascribed to polarization processes, wherein complete polarization prevails at low frequencies, but only electronic polarization remains at high frequencies.

University of Mosul

College of Science

Preparation of the superconducting compound $Bi_{2-x}Ag_xBa_{2-y}Sr_yCa_2CO_2Cu_3O_{10+\delta}$ at high Preparation of the superconducting compound at high temperatures and studying the effect of repeated annealing on the structural and electrical properties of the compound.

Mudatheer Muhammed Abdul-Latif Obyed Slivani

M.Sc.

Science Physics

Supervised by

Prof. Dr.
Mahmoud Ahmed Hammoud Al-Hajji

Prof. Dr.
Mazin Ahmed Abed Ghazal

1446 A.H **2025 A.D**