

**ÇUKUROVA ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**İbrahim ERGİN**

**Cs KATKISININ BSCCO SÜPERİLETKENİNİN FİZİKSEL  
ÖZELLİKLERİ ÜZERİNDEKİ ETKİLERİNİN  
ARAŞTIRILMASI**

**FİZİK ANABİLİM DALI**

**ADANA-2019**

**ÇUKUROVA ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**Cs KATKISININ BSCCO SÜPERİLETKENİNİN FİZİKSEL  
ÖZELLİKLERİ ÜZERİNDEKİ ETKİLERİNİN ARAŞTIRILMASI**

**İbrahim ERGİN**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**FİZİK ANABİLİM DALI**

Bu Tez 07/01/2019 Tarihinde Aşağıdaki Jüri Üyeleri Tarafından  
Oybirliği/Oyçokluğu ile Kabul Edilmiştir.

.....  
Prof.Dr. Bekir ÖZÇELİK  
DANIŞMAN

.....  
Prof.Dr.Hamide KAVAK  
ÜYE

.....  
Doç.Dr. Berdan ÖZKURT  
ÜYE

Bu tez Enstitümüz Fizik Anabilim Dalında hazırlanmıştır.  
**Kod No:**

**Prof. Dr. Mustafa GÖK**  
**Enstitü Müdürü**

**Bu çalışma Ç.Ü. Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi Tarafından Desteklenmiştir.**  
**Proje Numarası: FLY-2018-9926**

**Not:** Bu tezde kullanılan özgün ve başka kaynaktan yapılan bildirişlerin, çizelge, şekil ve fotoğrafların kaynak gösterilmeden kullanımı, 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunundaki hükümlere tabidir.

ÖZ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Cs KATKISININ BSCCO SÜPERİLETKENİNİN FİZİKSEL  
ÖZELLİKLERİ ÜZERİNDEKİ ETKİLERİNİN ARAŞTIRILMASI

İbrahim ERGİN

ÇUKUROVA ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ  
FİZİK ANABİLİM DALI

Danışman : Prof. Dr. Bekir ÖZÇELİK  
Yıl: 2019, Sayfa: 61  
Jüri : Prof. Dr. Bekir ÖZÇELİK  
: Prof. Dr. Hamide KAVAK  
: Doç. Dr. Berdan ÖZKURT

Bu çalışmada  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{1-x}\text{Cs}_x\text{Cu}_2\text{O}_{8+\delta}$  yapısındaki bulk ve fiber numuneleri katıhal ve LFZ tekniği kullanılarak  $x=0, 0.025, 0.05, 0.075, 0.1, 0.125, 0.15$  konsantrasyonlarında üretildi. Bi-2212 süperiletkenlerde Ca yerine Cs katkılayarak süperiletkenlik özellikleri XRD, SEM, DC manyetik ölçümler yaparak belirlendi. Kritik geçiş sıcaklığı ( $T_C$ ) değerleri M-T ölçümlerinde Cs içeriğine bakılarak bulk numunelerinde çok fazla değişim göstermediğini ve tüm bulk numunelerinde 80 K civarında bir değerde bulundu. Fiber örnekler ise 90 K civarında  $T_C$  sıcaklığına sahipti. Manyetik histerisis eğrileri, bulk numuneler için Cs konsantrasyonun artışıyla daraldığı, fakat fiber örneklerinde en geniş histerisis eğrisine sahip olan numunenin  $x=0.05$  Cs katkılı numune olduğu bulundu. Ek olarak, kritik akım yoğunluğu ( $J_C$ ), tüm numuneler için Bean modeli kullanılarak hesaplandı.

**Anahtar Kelimeler:** Seramik Süperiletkenler, katkılama, XRD, SEM, DC manyetik ölçümler, kritik geçiş sıcaklığı, Bi-2212

## ABSTRACT

### MSc THESIS

# EFFECTS OF Cs SUBSTITUTION ON PHYSICAL PROPERTIES OF BSCCO SUPERCONDUCTOR

İbrahim ERGİN

ÇUKUROVA UNIVERSITY  
INSTITUTE OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES  
DEPARTMENT OF PHYSICS

Supervisor : Prof. Dr. Bekir ÖZÇELİK  
Year: 2019, Pages: 61  
Jury : Prof. Dr. Bekir ÖZÇELİK  
: Prof. Dr. Hamide KAVAK  
: Assoc Prof. Dr. Berdan ÖZKURT

In this study, bulk and fiber superconductors of  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{1-x}\text{Cs}_x\text{Cu}_2\text{O}_{8+\delta}$  ( $x= 0.0, 0.025, 0.05, 0.075, 0.10, 0.125, \text{ and } 0.15$ ) were produced by a solid-state and LFZ techniques. The variations of superconducting properties by Cs substituting for Ca in Bi-2212 superconductors have been studied via X-ray diffraction (XRD), Scanning Electron Microscopy (SEM), DC magnetic measurements ( $M-H$  and  $M-T$ ). The critical transition temperature,  $T_C$ , values were not significantly changed by increasing Cs content and from M-T measurements it was found as around 80 K for all bulk samples and 90 K for all fiber samples. It is observed from the XRD patterns that the major phase is Bi-2212 for all samples. The magnetic hysteresis results indicate that by increasing Cs doping the loop widths decrease for bulk samples, but in fiber samples the widest hysteresis loop is  $x=0.05$ . Additionally, the critical current densities,  $J_c$ , of samples have been calculated by using the Bean's critical state model.

**Keywords:** Ceramic Superconductors, Substitution, XRD, SEM, DC Magnetic Measurements, Critical Transation Temperature, Bean Model, Bi-2212

## GENİŞLETİLMİŞ ÖZET

Süperiletken sınıfı içerisindeki yüksek sıcaklık süperiletkenlerinden olan BSCCO yapısındaki Ca yerine Cs katkılarak katıhal ve LFZ tekniği ile hazırladığımız bulk ve fiber numunelerinin süperiletkenlik özellikleri ve yapısal özellikleri incelendi. Bu özelliklerin belirlenmesinde XRD (X-ışını kırınımı), SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu), EDX (Enerji Yayımlı X-ışını) ve DC manyetik ölçümleri, VSM (Titreşimli Örnek Magnetometresi) cihazında sıcaklığa karşı manyetizasyon (M-T) ve uygulanan manyetik alana karşı manyetizasyon (M-H) ölçümleri yapıldı. M-T ölçümlerinde tüm numuneler, 100 Oe manyetik alan altında gerçekleştirildi. M-H ölçümlerinde ise 10 K sıcaklığında tüm numunelerin manyetik histerisis eğrileri oluşturuldu.

XRD analizinde faz çeşitliği, Cs katkısına göre birim hücre parametreleri ( $a$ ,  $b$  ve  $c$ ) belirlendi. Bu analizde faz durumu için Bi-2212 fazı, Cs katkısından bağımsız olarak ana faz olarak belirlendi.

SEM analizinde, tanecik yapılarının büyüklüğü ve yönlenmesi gözlemlendi. Bulk numuneler için tanecik boyutu Cs konsantrasyonuna bağlı olarak artmakta ve boşluk yapıları olan porozite de artmakta idi.

EDX analizinde her bir numunenin % atomik sayısına bağlı olarak elemental analiz ile faz çeşidi yorumlandı. Genel olarak bu analiz XRD analizini doğrular nitelikte idi.

M-T ölçümlerinde fiber ve bulk numunelerinin normal durumdan süperiletken duruma geçtiği kritik geçiş sıcaklığı ( $T_C$ ), fiber ve bulk numuneler için ayrı ayrı belirlendi. Kritik geçiş sıcaklığı fiber numuneleri için 87 K civarında iken bulk numuneleri 80 K civarında ölçüldü.

M-H ölçümlerinde, bulk numuneler için Cs katkısının artışıyla manyetik histerisis genişliği azalmakta idi. Fiber örnekler için ise Cs katkısının artışıyla histerisis eğrilerinin genişliği,  $x=0.05$  Cs katkılı numuneye kadar artmaktaydı ve ardından daha sonraki konsantrasyonlarda genişlik azalmaktaydı. M-H eğrileri

yardımıyla kritik akım yoğunlukları  $J_C$ , Bean modeli kullanılarak fiber ve bulk numuneler için hesaplandı. Fiber numuneler için  $J_C$ ,  $25 \times 10^4 \text{ A/cm}^2$   $x=0.05$  Cs katkılı numune iken bulk numuneler için  $23 \times 10^3 \text{ A/cm}^2$  dir. Sonuç olarak bulk ve fiber numunelerin aynı faz türüne sahip olup  $J_C$  yüksek değerleri, fiber numunelerinin bulk numunelerinden yaklaşık 10 kat daha fazla akım taşıma kapasitesine sahip olduğu bulundu.



## TEŐEKKÜR

Çalıőmalarım boyunca bilgisine ve tecrübelerine inandıđım danıőmanım Prof. Dr. Bekir ÖZÇELİK'e sonsuz teőekkürlerimi sunarım.

Çalıőmalarım boyunca yardımlarını esirgemeyen baőta Dr. Onur NANE olmak üzere, Arő. Gör. Mehmet GÜRSUL ve Arő. Gör. Gizem ÇETİN hocalarıma ve arkadaşlarıma, aynı zamanda maddi ve manevi yardımlarını esirgemeyen aileme çok teőekkür ederim.



## İÇİNDEKİLER

## SAYFA

ÖZ .....	I
ABSTRACT.....	II
GENİŞLETİLMİŞ ÖZET .....	III
TEŞEKKÜR.....	V
İÇİNDEKİLER .....	VI
ÇİZELGELER DİZİNİ .....	VIII
ŞEKİLLER DİZİNİ .....	X
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	XIV
1. GİRİŞ .....	1
1.1. Sıfır Direnç .....	2
1.2. Mükemmel Diyamanyetizma .....	3
1.3. I. ve II. Tip Süperiletkenler .....	4
1.4. Bean Modeli .....	8
2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR .....	11
3. MATERYAL VE METOD .....	21
3.1. Giriş.....	21
3.2. Katıhal Tepkime Yöntemi .....	21
3.3. Laser Floating Zone (LFZ) Tekniği .....	22
3.4. Fiber ve Bulk Bi-2212 Cs Katkılı Bileşikli Numunelerin Hazırlanması .....	24
3.5. XRD (X-ray Diffractometer) ölçümleri .....	25
3.6. Manyetizasyon Ölçümleri .....	26
3.7. SEM (Scanning Electron Microscopy) ve EDX (Energy Dispersive X-Ray) Ölçümleri.....	27
4. ARAŞTIRMA VE BULGULAR .....	29
4.1. Giriş.....	29
4.2. Bulk Numunelerin Deneysel Analiz Sonuçları .....	30
4.2.1. XRD Analizi.....	30



4.2.2. SEM Analizi .....	31
4.2.3. VSM Ölçümleri .....	38
4.2.3.1. M-T Sonuçları .....	38
4.2.3.2. M-H Sonuçları .....	39
4.2.3.3. $J_c$ Hesaplama.....	40
4.3. Fiber Numunelerinin Deneysel Analiz Sonuçları.....	41
4.3.1. XRD Analizi.....	41
4.3.2. SEM Analizi .....	42
4.3.3. VSM Ölçümleri .....	49
4.3.3.1. M-T Sonuçları .....	49
4.3.3.2. M-H Sonuçları .....	50
4.3.3.3. $J_c$ Hesaplama.....	51
5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER .....	53
KAYNAKLAR .....	55
ÖZGEÇMİŞ .....	61

## ÇİZELGELER DİZİNİ

## SAYFA

Çizelge 4.1. Bulk numunelerin birim hücre $a$ , $b$ ve $c$ parametreleri .....	30
Çizelge 4.2. Bulk numunelerinin kritik geçiş sıcaklıkları.....	39
Çizelge 4.3. Bulk numunelerin kalıcı mıknatıslanması ( $M_R$ ) ve kritik manyetik alan ( $H_{C1}$ ) .....	39
Çizelge 4.4. Bulk numunelerin 1000 Oe de en yüksek akım yoğunlukları.....	41
Çizelge 4.5. Fiber numunelerin birim hücre $a$ , $b$ ve $c$ parametreleri.....	41
Çizelge 4.6. Fiber numunelerinin kritik geçiş sıcaklıkları .....	49
Çizelge 4.7. Fiber numunelerin kalıcı mıknatıslanması ( $M_R$ ) ve kritik manyetik alan ( $H_{C1}$ ) .....	50
Çizelge 4.8. Fiber numunelerin 1000 Oe de en yüksek akım yoğunlukları .....	51
Çizelge 5.1. Tüm bulk numunelerinin kritik sonuçları .....	54
Çizelge 5.2. Tüm fiber numunelerinin kritik sonuçları.....	54



## ŞEKİLLER DİZİNİ

## SAYFA

Şekil 1.1.	Normal iletken ile karşılaştırıldığında, süperiletkenin $T_c$ kritik sıcaklık altında sıfır direnç göstermesi. (Nane, 2013).....	2
Şekil 1.2.	Sıcaklık düşerken, manyetik duygunluğun pozitif değerden $T_C$ altında ideal diyamanyetik değere düşmesi. (Nane, 2013).....	2
Şekil 1.3.	Süperiletkenlerde soğutma sonrasında malzeme içerisinde meydana gelen manyetiklik durumu (Nane, 2013) .....	3
Şekil 1.4.	I. tip süperiletkenlerin, (a) H(T) süperiletkenlik durumu (b) M(H) süperiletkenlik durumu ( $S_M$ : Meissner Süperiletkenlik Bölgesi, N: Normal iletkenlik bölgesi) (Nane, 2013).....	4
Şekil 1.5.	II. tip süperiletkenlerin, (a) H(T) süperiletkenlik durumu (b) M(H) süperiletkenlik durumu ( $S_M$ : Meissner Süperiletkenlik Bölgesi, $S_G$ : Girdap süperiletkenlik bölgesi, N: Normal iletkenlik bölgesi).....	5
Şekil 1.6.	Malzeme yüzeyinde meydana gelen girdap manyetik alan (siyah) ve girdap akımlarının gösterimi (yeşil) .....	5
Şekil 1.7.	Süperiletkenliğin sıcaklık, manyetik alan ve akım yoğunluğu değişkenleriyle sınırlandığı bölgenin gösterimi (www.azom.com).....	6
Şekil 1.8.	BSCCO ailesinin birim kristal yapıları (a) n=1 fazı, (b) n=2 fazı, (c) n=3 fazı (www.istec.or.jp) .....	7
Şekil 1.9.	$Bi_2O_3$ , CaO, CuO ve SrO dörtlü faz diyagramı (Majevski, 1997).....	8
Şekil 1.10.	Bean Modeli; (a) dış manyetik alan $B_A$ , d kalınlıklı süperiletken içerisine nüfuzu sonucu oluşan kritik akım yoğunluğu durumu. (b) (2) ve (3) durumlarında manyetik alan artışı ve manyetik alanın süperiletken içerisine nüfuzu ve kritik akım yoğunluğu durumu. (Nane, 2013) .....	9

Şekil 1.11.	Saf Bi-2212 numunesinin 10 K sıcaklığındaki belli manyetik alandaki ( $H_a$ ) mıknatıslanması ( $M_1$ ve $M_2$ ).....	10
Şekil 3.1.	LFZ(Lazer Floating Zone Melting) Uygulaması (Garnier, 1999).....	24
Şekil 3.2.	Fiber ve Bulk numunelerinin sinterleme sıcaklığı ve süresi programı .....	25
Şekil 3.3.	Bragg kırınım deseni .....	26
Şekil 3.4.	SEM nda elektron elektron etkileşimi sonucu meydana gelen olayların gösterimi ( <a href="https://www.metalurjik.net">https://www.metalurjik.net</a> ) .....	28
Şekil 4.1.	Tüm Cs katkılı bulk numunelerinin XRD analizi (+: karakteristik Bi-2212 fazı, *: ikincil fazlar) .....	30
Şekil 4.2.	Saf Bi-2212 bulk numunesinin 1000x büyütmedeki SEM görüntüsü ve EDX analizi .....	31
Şekil 4.3.	Bi-2212 yapısına $x=0.025$ Cs katkılanan bulk numunenin 1000x büyütmedeki SEM görüntüsü ve EDX analizi .....	32
Şekil 4.4.	Bi-2212 yapısına $x=0.05$ Cs katkılanan bulk numunenin 1000x büyütmedeki SEM görüntüsü ve EDX analizi .....	33
Şekil 4.5.	Bi-2212 yapısına $x=0.075$ Cs katkılanan bulk numunenin 1000x büyütmedeki SEM görüntüsü ve EDX analizi .....	34
Şekil 4.6.	Bi-2212 yapısına $x=0.1$ Cs katkılanan bulk numunenin 1000x büyütmedeki SEM görüntüsü ve EDX analizi .....	35
Şekil 4.7.	Bi-2212 yapısına $x=0.125$ Cs katkılanan bulk numunenin 1000x büyütmedeki SEM görüntüsü ve EDX analizi .....	36
Şekil 4.8.	Bi-2212 yapısına $x=0.15$ Cs katkılanan bulk numunenin 1000x büyütmedeki SEM görüntüsü ve EDX analizi .....	37
Şekil 4.9.	Tüm Cs katkılı bulk numunelerinin M-T sonuçları.....	38
Şekil 4.10.	Tüm Cs katkılı bulk numunelerinin 10 K deki M-H sonuçları.....	39
Şekil 4.11.	Tüm Cs katkılı bulk numunelerinin 10 K deki $J_c$ -H grafiği .....	40

Şekil 4.12. Tüm Cs katkılı fiber numunelerin XRD analizi (+: karakteristik Bi-2212 fazı, *: ikincil fazlar) .....	41
Şekil 4.13. Saf Bi-2212 fiber numunesinin SEM görüntüsü ve EDX analizi.....	42
Şekil 4.14. Bi-2212 yapısına $x=0.025$ Cs katkılanan fiber numunenin 1000x büyütmedeki SEM görüntüsü ve EDX analizi .....	43
Şekil 4.15. Bi-2212 yapısına $x=0.05$ Cs katkılanan fiber numunenin 1000x büyütmedeki SEM görüntüsü ve EDX analizi .....	44
Şekil 4.16. Bi-2212 yapısına $x=0.075$ Cs katkılanan fiber numunenin 1000x büyütmedeki SEM görüntüsü ve EDX analizi .....	45
Şekil 4.17. Bi-2212 yapısına $x=0.1$ Cs katkılanan fiber numunenin 1000x büyütmedeki SEM görüntüsü ve EDX analizi .....	46
Şekil 4.18. Bi-2212 yapısına $x=0.125$ Cs katkılanan fiber numunenin 1000x büyütmedeki SEM görüntüsü ve EDX analizi .....	47
Şekil 4.19. Bi-2212 yapısına $x=0.15$ Cs katkılanan fiber numunenin 1000x büyütmedeki SEM görüntüsü ve EDX analizi .....	48
Şekil 4.20. Tüm Cs katkılı fiber numunelerinin M-T sonuçları .....	49
Şekil 4.21. Tüm Cs katkılı fiber numunelerinin 10 K deki M-H sonuçları .....	50
Şekil 4.22. Tüm Cs katkılı bulk numunelerinin 10 K deki $J_c$ -H grafiği .....	51



## SİMGELER VE KISALTMALAR

A	: Amper
AC	: Alternatif Akım
B	: Malzeme içerisinde oluşan manyetik alan
Bi-2212	: $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_y$ yapısı
Bi-2201	: $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Cu}_1\text{O}_y$ yapısı
Bi-2223	: $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ yapısı
BSCCO	: BiSrCaCuO bileşiği
DC	: Doğru Akım
EDX	: Elektron X-ışını Saçılımı
G	: Manyetik alan birimi, Gauss
GPa	: Basınç birimi, Giga Pascal
$H_c$	: Kritik manyetik alan
$J_c$	: Kritik akım yoğunluğu
K	: Sıcaklık birimi, Kelvin
LFZ	: Lazer Floating Zone
M	: Manyetizasyon, mıknatıslanma
Oe	: Manyetik alan birimi, Oersted
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu
T	: Manyetik alan birimi, Tesla
$T_c$	: Kritik sıcaklık
XRD	: X-ışını kırınımı
VSM	: Titreşimli örnek manyetometresi
(hkl)	: Miller indisleri
$\chi(T)$	: Sıcaklığa bağlı duygunluk
$\rho(T)$	: Sıcaklığa bağlı özdirenç
$\Delta M$	: Belli bir manyetik alanda manyetizasyon değişimi





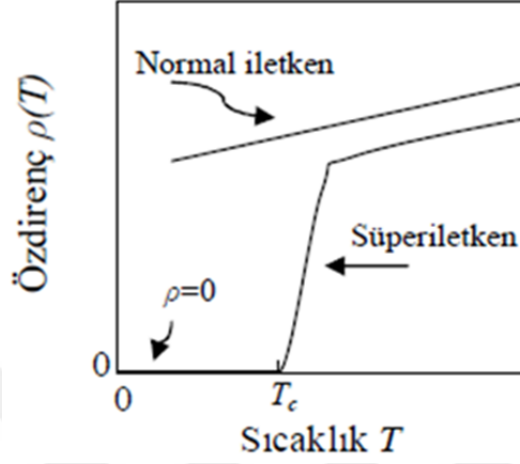
## 1. GİRİŞ

Elektriksel iletkenlik, metal içerisindeki serbest eletronlarının veya suda çözülmüş tuz iyonlarının birbirleriyle olan etkileşimi sonucu iki mesafe arasındaki potansiyel meydana gelmesiyle oluşur. Bu durum normal iletkenliğin bir açıklamasıdır. Yarıiletkenlik veya iletken olmayan durumlar, elektron bant aralıklarındaki mesafenin uzun veya kısa olmasıyla açıklanabilmektedir. Son olarak süperiletkenlikte ise böylesi bir açıklama getiren birçok yaklaşım mevcuttur.

Yüksek sıcaklık süperiletkenleri, belirgin düzlemler halinde dizilen ve yapıyı oluşturan elementlerden meydana gelmektedir. Birçok araştırmacı, süperiletken malzemedeki bu düzlemlerin, elektronların her düzlem içinde serbest hareket etmesine izin vererek bir süperiletken durum meydana getirdiğini iletmektedir. Ancak bu durumun nasıl oluştuğu, halen araştırma konusudur. Bu konuda hala teorik araştırmalar devam ettiği için ve elde edilen sonuçlar yeterli olmadığı için araştırmacılar yeni yüksek sıcaklık süperiletken aile araştırmalarında belirli bir sistematik ve/veya teori kullanmadığından rastgele birçok denemede bulunmaktadır. Bu durum oda sıcaklığında bir süperiletken aile keşfinin ütopya olmasına sebep olmaktadır. Hiç kimse böyle bir malzemenin bulunup bulunamayacağını, bulunursa ne zaman bulunabileceğini bilmemektedir. Şu bir gerçektir ki oda sıcaklığında çalışan bir süperiletken malzeme, ticari uygulamalarda yeni bir çağ başlatabilir. Örneğin, mevcut teknolojik uygulamalarda kullandığımız elektro-mıknatıslardan (2 Tesla) yüzlerce kat güçlü mıknatıslar günlük hayatımıza girebilir. (Kaku, 2008)

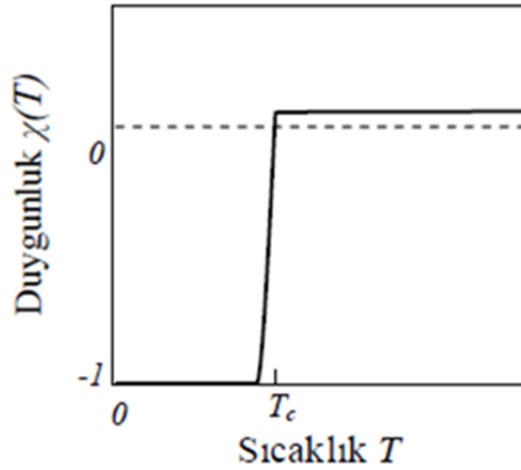
Leiden de K. Onnes in sıvı azotun düşük sıcaklığındaki iletkenliğini ölçmesinden bu yana bilim insanları süperiletkenlik araştırmalarını hızlandırdı ve bu güne kadar süperiletkenlik, çeşitli uygulama alanları meydana getirdi. Bunlar genel olarak iki temel süperiletkenlik özelliğini kullandılar. Birincisi sıfıra yaklaşan elektriksel direnç değeri ise mükemmel diyamanyetik davranıştır.

## 1.1. Sıfır Direnç



Şekil 1.1. Normal iletken ile karşılaştırıldığında, süperiletkenin  $T_c$  kritik sıcaklık altında sıfır direnç göstermesi. (Nane, 2013)

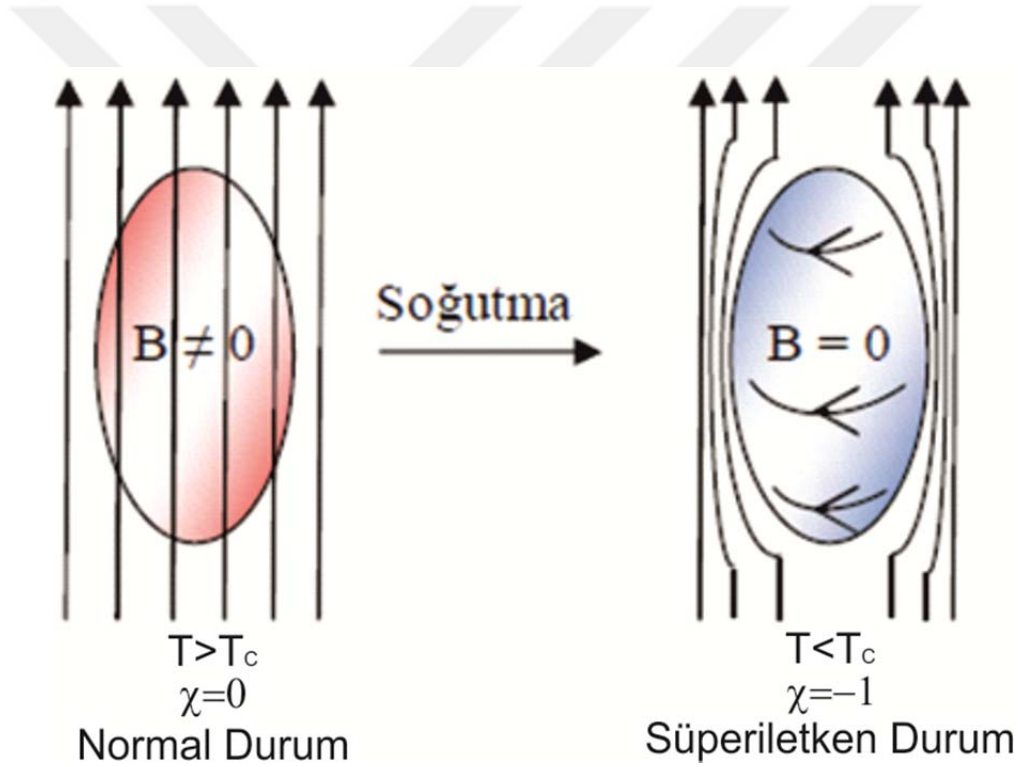
Şekil 1.1. den de anlaşılacağı üzere süperiletken malzeme, sıcaklık düştükçe bir yere kadar aynı normal iletken malzeme gibi davranış göstermektedir. Daha sonrasında ise sıfır dirence yaklaşmaktadır.



Şekil 1.2. Sıcaklık düşerken, manyetik duygunluğun pozitif değerden  $T_c$  altında ideal diyamanyetik değere düşmesi. (Nane, 2013)

## 1.2. Mükemmel Diyamanyetizma

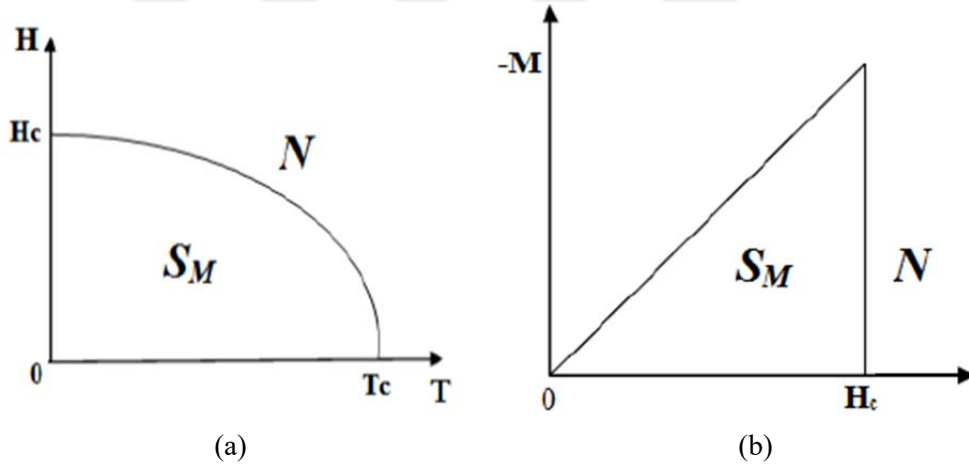
Manyetik duygunluk, uygulanan manyetik alanın manyetizasyona oranıdır. Kritik sıcaklık olan  $T_c$ , üzerindeki  $\chi$  değerinin, küçük pozitif paramanyetik bir değerden ( $\chi < 0$ ),  $T_c$  altında negatif değere düşmesi ( $\chi = -1$ ) durumu, mükemmel diyamanyetizma olarak adlandırılır. Bu özelliği Leiden de K. Onnes'ın sıvının düşük sıcaklıktaki iletkenliğini ölçmesinden 22 yıl sonra Meissner ve Ochsenfeld, kritik geçiş sıcaklığın yakınlardaki sıcaklıklarda manyetik alan uygulayarak keşfettiler. Bu durum Meissner-Ochsenfeld etkisi olarak anılmaya başlandı.

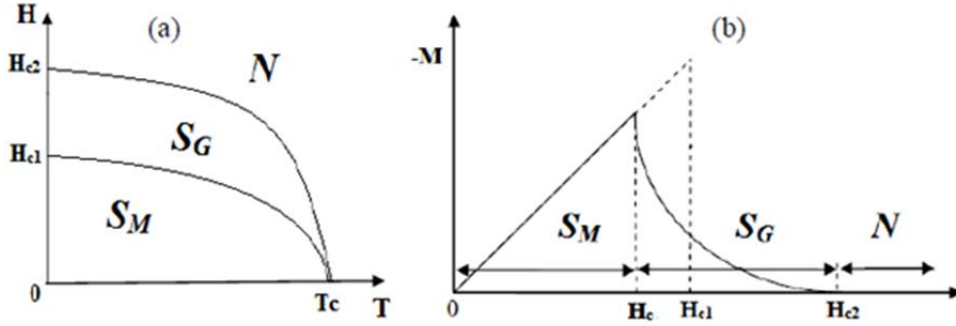


Şekil 1.3. Süperiletkenlerde soğutma sonrasında malzeme içerisinde meydana gelen manyetiklik durumu (Nane, 2013)

### 1.3. I. ve II. Tip Süperiletkenler

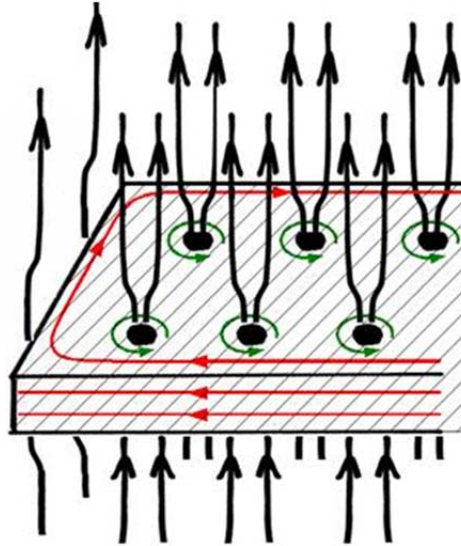
Süperiletkenlerin manyetik alan altındaki manyetizasyon cevaplarına göre iki çeşidi vardır. I. tip olanları kritik manyetik alan ( $H_c$ ) altında manyetizasyon orantısız olarak artmasından yani mıknatıslanmanın da manyetik alanla orantılı olarak artmasıdır. II. tip süperiletkenler ise I. tip süperiletkenlerden farklı olarak kritik manyetik alan iki tanedir. Bunlara  $H_{c1}$  ve  $H_{c2}$  diyebiliriz. II. tip süperiletkenlerde manyetik alan 0 dan  $H_{c1}$  e kadarki manyetizasyon I. tip süperiletken gibidir. Daha sonrasında ise manyetizasyon azalmaktadır ve  $H_{c2}$  den sonrası manyetizasyon negatif değerlere gitmektedir. Bu durumu Şekil 1.4 ve Şekil 1.5 te gösterilmiştir.





Şekil 1.5. II. tip süperiletkenlerin, (a)  $H(T)$  süperiletkenlik durumu (b)  $M(H)$  süperiletkenlik durumu ( $S_M$ : Meissner Süperiletkenlik Bölgesi,  $S_G$ : Girdap süperiletkenlik bölgesi,  $N$ : Normal iletkenlik bölgesi)

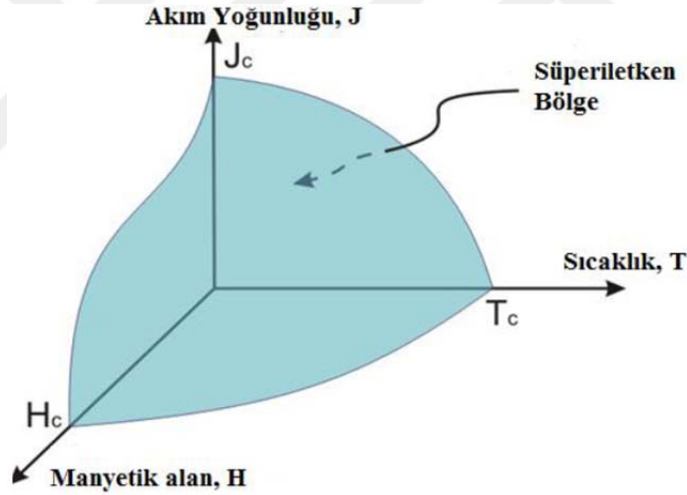
Şekil 1.5. te gösterilen girdap süperiletkenlik durumu düşük kritik manyetik alan olan  $H_{c1}$  den sonra manyetik alan, Meissner-Ochsenfeld etkisini ta ki yüksek kritik manyetik alan olan  $H_{c2}$  ye kadar malzeme içerisinde manyetik girdap alanlarına bırakır (Şekil 1.6). Buradan sonraki manyetik alan uygulaması yerini Normal duruma dönüştürür.



Şekil 1.6. Malzeme yüzeyinde meydana gelen girdap manyetik alan (siyah) ve girdap akımlarının gösterimi (yeşil)  
(<http://www.supraconductivite.fr/en/index.php?p=supra-levitation-vortex-more>)

Şekil 1.6. da manyetik alana dik yüksek girdap akımları (yeşil) meydana gelir. Bu akımlar Lorentz kuvvetini oluşturarak malzeme içerisinde girdapların hareket etmesiyle elektriksel direnç meydana getirirler. Bu durum malzemenin akım taşıma kapasitesini diğer bir değişle akım yoğunluğunu düşürmektedir. Bu durumu azaltmak veya daha yüksek akım yoğunluğu elde etmek için malzeme içerisine katkılama yaparak girdapların sabitlenmesi gerekir. Yani malzemenin de akım taşıma kapasitesi de belli bir kritik değer alır.

Şekil 1.4. deki (a) grafiğine 3. boyutu da eklemekte haksızlık olmaz. Bu durumda, kritik geçiş sıcaklığı  $T_c$ , uygulanan kritik manyetik alan ve kritik akım yoğunluğu grafiğine bakacak olursak, süperiletkenlik bölgesi bu üç değişkenle sınırlandırılır (Şekil 1.7).

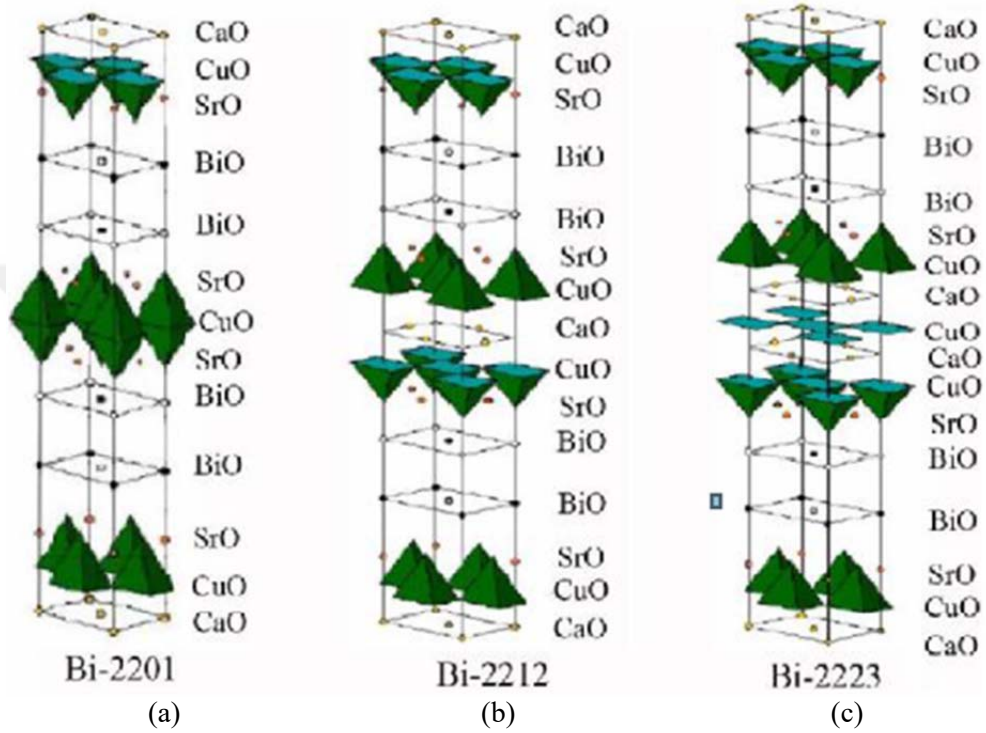


Şekil 1.7. Süperiletkenliğin sıcaklık, manyetik alan ve akım yoğunluğu değişkenleriyle sınırlandığı bölgenin gösterimi (www.azom.com)

### 1.1. BSCCO Süperiletken Ailesi

LaSrCuO, YBCO, TBCCO, HgBaCaCuO süperiletken ailelerinin yanında BSCCO yapısı, 1987 yılında Mitchell ve arkadaşlarının bulduğu bu yapı temel üç oksitli seramik yapıda üretilebilmektedir. Şekil 1.8. de görüldüğü gibi merkezindeki Cu-O tabakası sayısına göre n=1, 2 ve 3 fazları sırasıyla, Bi-2201,

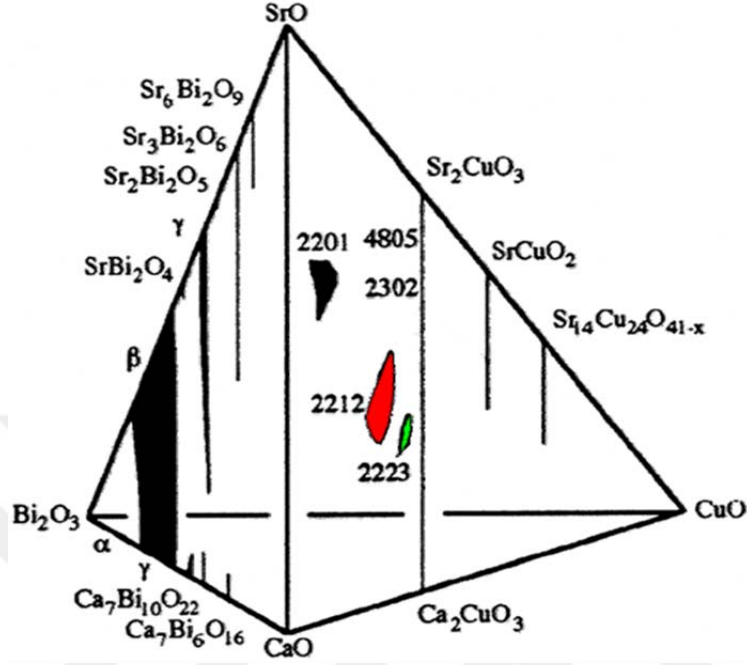
Bi-2212 ve Bi-2223 tür. Buradaki Bi tan sonraki rakamlar Bi, Sr, Ca ve Cu ın sitokiyometrik oranlarıdır.



Şekil 1.8. BSCCO ailesinin birim kristal yapıları (a) n=1 fazı, (b) n=2 fazı, (c) n=3 fazı (www.istec.or.jp)

Bu fazların eldesi için Majevski ve arkadaşlarının yaptığı bir çalışmada (1997),  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ , CaO, CuO ve SrO 4 lü faz diyagramını  $850\text{ }^\circ\text{C}$  de açık hava ortamında araştırarak oluşturmuşlardır (Şekil 1.9.). Bu çalışma istenilen fazların eldesi için önemli bir çalışma olarak görülmektedir.

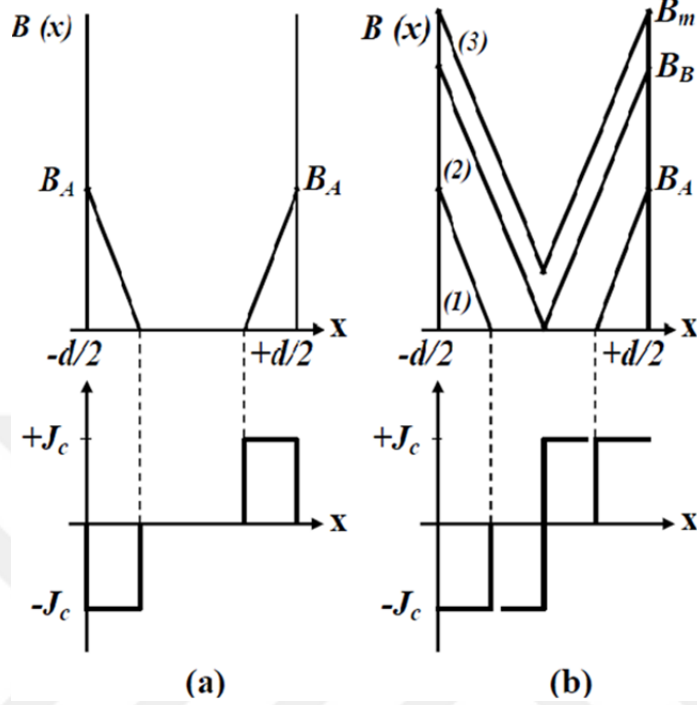




Şekil 1.9.  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{CuO}$  ve  $\text{SrO}$  dörtlü faz diyagramı (Majevski, 1997)

#### 1.4. Bean Modeli

Kritik akım yoğunluğunun hesaplanması için Bean 1962 yılında hesaplanması kolay bir metod geliştirdi. Metoda göre, kritik akım yoğunluğu olan  $J_c$ , uygulanan manyetik alan  $B$  ve bu alanın süperiletken maddeye nüfuz olma derinliği olan  $r$  mesafesine bağlıdır. Bean'e göre, uygulanan manyetik alanın girebildiği her bölgede, sabit bir akım yoğunluğu ( $J_c$ ) oluşmaktadır. Kritik akım yoğunluğu, dış manyetik alana, manyetik alanın yönüne ve süperiletken malzemenin boyutlarına göre değişme gösterebilmektedir.



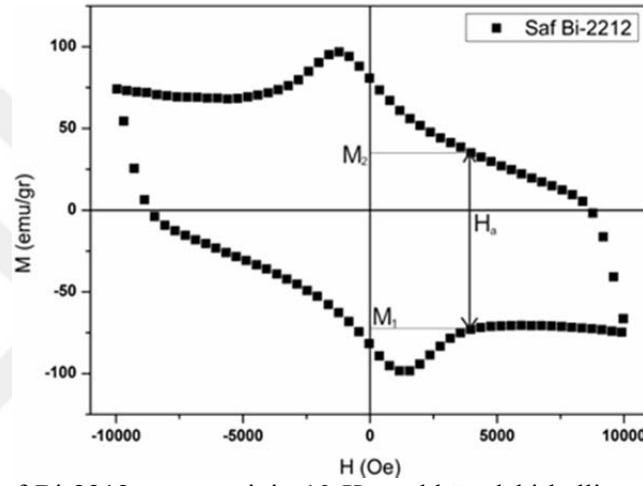
Şekil 1.10. Bean Modeli; (a) dış manyetik alan  $B_A$ ,  $d$  kalınlıklı süperiletken içerisine nüfuzu sonucu oluşan kritik akım yoğunluğu durumu. (b) (2) ve (3) durumlarında manyetik alan artışı ve manyetik alanın süperiletken içerisine nüfuzu ve kritik akım yoğunluğu durumu. (Nane, 2013)

Şekil. 1.10 dan da anlaşılacağı üzere ortamdaki manyetik alanın varlığında ve süperiletken içerisine nüfuz ettiği derinliğe bağlı kalmadan oluşan kritik akım yoğunluğu ( $J_c$ ), sabit bir değer almaktadır.

Bean modeli, II. tip süperiletkenlerin kritik akım yoğunluğunun kullanımında oldukça etkili bir modeldir. Fakat yüksek manyetik alanlara ulaşıldığında model sonuçlarının deneysel sonuçlardan farklı olduğu görülmüştür. I. Tip süperiletkenler için bu farklılığın sebebi, kritik akım yoğunluğunun manyetik alanla olan bağlantısı ile anlaşılmaktadır. Anderson ve Kim 1964 yılında,  $J_c$  yi, kendinden manyetik akım yoğunluğuna bağlı olacak bir ifadeyle anlamlandırarak Bean modelini iyileştirdiler.

$$J_C(T, B) = \frac{J_0(T)}{1+B/B_0} \quad (1.1)$$

Burada,  $J_0(T)$  sıfır manyetik alan altındaki akım yoğunluğu, B kendi manyetik akım yoğunluğu ve  $B_0$  deneysel olarak belirlenen manyetik akı parametresidir.



Şekil 1.11. Saf Bi-2212 numunesinin 10 K sıcaklığındaki belli manyetik alandaki ( $H_a$ ) mıknatıslanması ( $M_1$  ve  $M_2$ )

Uygulanan manyetik alana karşı süperiletkende meydana gelen mıknatıslanma eğrisinde Şekil. belli bir manyetik alan altında ( $H_a$ ) manyetizasyon farkı  $\Delta M$  olsun ve manyetik alanın süperiletken malzeme üzerindeki nüfuz ettiği en yüksek derinlik ise  $d$  olsun. Böylece Bean modeline göre kritik akım yoğunluğu,

$$J_C = 30 \left( \frac{\Delta M}{d} \right) \quad (1.2)$$

formülünden hesaplanabilir. Ayrıca bu model, farklı geometrili yarı deneysel yöntemlerde de uygulanabilmektedir.

## 2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

Rentscher ve arkadaşları (1992), Bi-2212  $\text{Bi}_{2-w}\text{Pb}_w\text{Sr}_{2-x}\text{Ca}_{1-y}\text{Nd}_{x+y}\text{Cu}_2\text{O}_{8+z}$  yapısındaki seramiğin süperiletkenlik özellikleri üzerinde Nd katkısının etkilerini çalıştılar. Burada Nd,  $\text{Bi}_{2-w}\text{Pb}_w\text{Sr}_{2-x}\text{Ca}_{1-y}\text{Nd}_{x+y}\text{Cu}_2\text{O}_{8+z}$  yapısının farklı konsantrasyonlarda saf yalıtılmış çivileme merkezlerini açıklamak için Sr ya da Ca un yerine eklenmiştir. x ya da y=0.2 konsantrasyonuna bağlı olarak ortalama Nd-Nd mesafesi ile a ve b düzlemleri arasındaki coherence (eş faz) uzunluğu arasındaki mesafe oldukça uyumlu olarak buldular. Fakat akı çivilenmesinin açık kanıtı olan  $\text{Pb}^{+2}$  iyonu sisteme yük karşılamak için uygundu. Yani kısaca önemli ölçüde  $\text{Nd}^{+3}$  ve  $\text{Pb}^{+2}$  iyonların katkılanması, Bi-2212 süperiletkeninin akı çivilenmesi özelliğini iyileştirdiği kanıtlandı.

Bouzerar ve arkadaşlarına göre (1994), Bi-2212 tek kristal süperiletkenin manyetik tersinmezlik çizgileri üzerindeki Pb nin etkilerini araştırdılar. Bu durumda Pb li veya Pb siz manyetik tersinmezlik çizgileri Bi-2212 tek kristal süperiletken üzerinde gerçekleşti. Tersinmezlik alan çizgileri ( $B_{\text{irr}}(T)$ )  $x=0$  ve  $x=0.4$  için neredeyse aynıydı. Fakat düşük sıcaklıklarda  $B_{\text{irr}}(T) \propto 1/T^\alpha$  nın güç yasa uyumu  $\alpha$  nın  $\alpha=6$  için Pb siz numune ve  $\alpha=4$  için Pb katkılı numune durumları farklı üsler sağlar. Yüksek sıcaklıklarda bir düzen değişimi gözlediler. Her iki örnekte ve  $B_{\text{irr}}$ ,  $x=0$  için  $B=1$  ve  $x=0.4$  için  $B=0.37 (T_c-T)^B$  olarak gözden kayboldu. Bu sonuçlara göre girdap sistem davranışının boyutsal geçişinin bir olasılığını hesaba katarak TAFF ve girdap akı modellerine ulaştılar.

Noetzel ve arkadaşları (1996), Cu pozisyonu üzerinde molar %2 Fe, Ni, Co ve Zn katkılanması yapmış olup Bi-2212 tek kristallerin tersinmezlik manyetizasyonunu ve AC duyarlılığını ölçtüler. Tipik olarak molar %1 in altındaki katkılanmış olan elementlerin düşük konsantrasyonları, kesinlikle daha yüksek alanlara doğru manyetik alan çizgilerini değiştirdi ve çivileme güç yoğunluğu arttı. Bunun aksine daha yüksek konsantrasyonlar, gücü bir şekilde kritik akım yoğunluğunu ve tersinmezlik alanlarını bastırdı. Buldukları katkılanan elementlerin

düşük konsantrasyonlarında bile düşük sıcaklık durumu yani 10 K civarında özel bir durum meydana geldi.

Li ve arkadaşlarına göre (1997), Ti katkılı Bi-2212 tek kristallerini, sabit olmayan yüzen bölge tekniği kullanarak büyüttüler. Cu miktarına bağlı olarak yaklaşık %1 ve %2 konsantrasyonlu numuneler de,  $T_c$  değerlerinin 85 K den 73 K e düşmesine neden oldu. Yüksek çözünürlüklü mikroskop, yüksek yoğunlukta  $a$  ve  $c$  düzlemlerine paralel düzlemsel hataların olduğunu gösterdi. Yüksek sıcaklıklardaki akı çivilenmesi özellikleri, önemli ölçüde tek kristalli yapılara kıyasla iyileştiğini gördüler.

Liu ve arkadaşları (1998), Bi-2212/Ag ince filmlerin yüksek manyetik alan altında ara yüzey etkilerini araştırdılar. Yani Bi-2212/Ag ince filmleri 10 T gibi bir manyetik alan altında eritme işlemine tabi tuttular. Sıvı fazda Bi-2212 tane yönelmesi, manyetik alan altında kontrol edilebilir olması ile üretilen Bi-2212 tanelerinin  $c$  eksenine manyetik alan yönüne daima paraleldi ve Bi-2212 ara yüzey yönlendirilmesine bağlı değildi. Bir sonuç olarak, 10 T gibi bir manyetik alan Bi-2212 tane yönelmesini gerçekleştirmektedir ve ince filmler için yapıyı iyileştirmektedir.

Wang ve arkadaşları (2001),  $(\text{Bi}_{1.64}\text{Pb}_{0.36})\text{Sr}_2\text{Ca}_{1-x}\text{Y}_x\text{Cu}_2\text{O}_{8+y}$  ( $x=0, 0.05, 0.11, 0.33$ ) tek kristal numunelerini hazırlayıp süperiletkenlik özelliklerini incelediler ve manyetik ölçüm karakterizasyon tekniklerini kullandılar. XRD analizinde Y katkılama seviyesi arttıkça  $c$  örgü parametresi sistematik olarak azaldığını gözlemlədiler. Süperiletkenlik geçiş sıcaklığı  $T_c$ , katkılamaya bağlı olarak 80 K den 30 K e düşüş olduğunu gözlemlədiler.

Uthayakumar ve arkadaşları (2002), daldırılmış yüzer bölge tekniğini kullanarak kristal büyümenin  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}(\text{Cu}_{2-x}\text{Mn}_x)\text{O}_y$  bulk yapı üzerindeki Mn katkısının etkilerini araştırdılar. Saf olan Bi-2212 ve Mn kristallerin özellikleri kıyaslandı. X-ışını kırınım sonuçları gösterdi ki Mn konsantrasyonunun artışıyla  $c$  örgü parametreleri ve yapı yüzdesi düşmekteydi. SEM çalışmaları,  $x=0.4$  Mn

konsantrasyonu için hücrenel büyüme çizgilerini meydana getirdi. Süperiletkenlik taşınım sıcaklığı Mn konsantrasyonuna bağlı olarak düşmekteydi.

Ilyushechkin ve arkadaşları ise (2010), Bi-2212/Ag şeritlerine MgO nanopartikül karışımının, süperiletkenlik ve mikroyapı üzerindeki etkilerini araştırdılar. MgO nanoparçacıklar ve üzerine karıştırılan Bi-2212/Ag şeritleri manyetik alanda akı çivileme merkezi olarak şeritlerin taşınım özelliklerinin önemli ölçüde iyileştirdi. Bi-2212/Ag şeritlerde Mg yanmasıyla elde edilen çok küçük MgO parçacıklarının eklenmesi etkileri, manyetik alanda şeritlerin kritik akım yoğunluklarını iyileştirmek için bu konuyu araştırdılar. MgO parçacıklarının şeritlere karşı dağılımının homojenliği ve MgO konsantrasyonunun iyileştirilmesini de araştırdılar. Şeritlerin  $J_C$  si, Bi-2212 seramik katmanlarının mikroyapısı ağırlıkça % 4 ün üzerindeki konsantrasyonlarda MgO eklenmesiyle arttı. Daha yüksek MgO konsantrasyonları,  $J_C$  değerlerinin eş zamanlı olarak düşmesine ve numunelerin mikroyapısında bozulmalara neden olmaktaydı.

Altın ve arkadaşları (2012), tek kristal yapıdaki Bi-2212 iplikçikleri (whiskers), eritilmiş olarak ön Bi-2223 yapılu süperiletkenini ürettiler. İplikçikleri kalınlıkları 6-15  $\mu\text{m}$ , 60-95  $\mu\text{m}$  genişliğinde, 3-9 mm uzunluğunda ürettiler. Kristalizasyon aktivasyon enerjisini ( $E_a$ ) Kissinger metodunu uygulayarak hesapladılar. Farklı sıcaklık işlemlerin bir sonucu olarak yapısal ve mikroyapısal özelliklerin belirlenmesinde SEM, XRD ve EDX analizleri yaptılar. Ga iyonları, iplikçiklerin yapısı üzerinde bir difüzyon olayı gerçekleştirmedi. Ga iyonları, kütle geçişi olarak iplikçiklerin üzerine yerleşerek iplikçiklerin büyümesini sağladı ve bu durumu hızlandırdı. XRD sonuçlarına göre iplikçiklerin, yüksek oranda c ekseninde yönelmiş tek kristalli Bi-2212 fazından meydana geldiğini öğrendiler. SEM e göre iplikçiklerin yüzeyi dislokasyon ve çatlakın olmadığı oldukça pürüzsüz bir yapıya sahip olduğunu gördüler. İplikçiklerin  $T_c$  değerini 93.1 K buldular. Manyetizasyonun manyetik alana etkisi olan M-H eğrilerini 10, 20, 30 K de gerçekleştirdiler. İplikçiklerin  $J_c$  değerini Bean eşitliğinden hesaplayarak 10, 20, 30 K da sırasıyla 2.27, 1.99,  $0.81 \times 10^6$  A/cm<sup>2</sup> olarak hesapladılar.

Özkurt çalışmasında (2013), Bi-2212 seramiğinin süperiletkenlik özelliklerini Ni katkılayarak araştırmıştır. Burada katkıladığı Ni konsantrasyonu molar olarak 0 - 0.25 aralığında Sr yerine katkılamıştır. Numuneleri hazırlarken katıhal metodu kullanmıştır. Kalıcı manyetizasyonu daha iyi tane yapısına sahip olmamasına rağmen 0.25 Ni katkısında gözledi.  $J_c$  yi Bean modelini kullanarak hesapladı. Sonuç olarak 0.25 Ni katkılı numunenin, en büyük tane boyutu ve aynı zamanda en yüksek kritik akım yoğunluğuna sahip olduğu gözlemlendi.

Özçelik ve arkadaşlarının çalışmasında (2015), Bi-2212 yapısındaki süperiletken malzemeye Ca yerine molar olarak 0.05, 0.075 0.1, 0.15 ve 0.2 Na koyarak malzemenin manyetik, elektriksel ve yapısal özelliklerini incelediler. Bu çalışmada kullandıkları karakterizasyon cihazları XRD, SEM ve VSM dir. XRD sonuçlarına göre Na konsantrasyonundan bağımsız olarak ana fazın birisi Bi-2212 dir. SEM sonuçlarına göre örneklerin mikro yapısı incelendiğinde Na katkısıyla tane yapısı büyümekte idi. Direnç sıcaklık ölçümlerinde 0.2 ye kadar olan Na konsantrasyonlarının kritik geçin sıcaklığının 92 K dan biraz daha yüksek olduğunu buldular. Ayrıca manyetik ölçümlerde Na konsantrasyonunun artışıyla histerisis genişliğinin de arttırdığını gördüler. Bean modeli kullanılarak hesaplanan en yüksek  $J_c$  değeri 0.075 Na katkılı örneğin 1000 Oe manyetik alan altında  $1 \times 10^7$  A/cm<sup>2</sup> olarak buldular.

Kızılaslan ve arkadaşlarına göre (2015), cam-seramik tekniği kullanılarak üretilen Bi-2223 yapılı bileşiğe Cu yerine Mo ilavesi yapılarak malzemenin manyetik davranışını incelediler. Öncelikle hazırlanan Mo konsantrasyonuna bağlı olan numunelerin manyetik histerisis eğrilerine baktılar. Burada Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>Ca<sub>2</sub>Cu<sub>3-1</sub>Mo<sub>1</sub>O<sub>10+y</sub> bileşiği, en geniş histerisis eğrisi gösterdiği daha sonrasında bu numunenin düşük belli sıcaklıklarda histerisis eğrilerine bakarak manyetizasyonun en yüksek değerini 5 K da olduğunu belirlediler. Daha sonrasında Bean modelini kullanarak  $J_c$ -H grafiği elde ettiler. Burada yine 5 K da en yüksek değerli numune molar 1 Mo katkılı süperiletkeni.

Aytekin ve arkadaşı (2015), varolan  $\text{Bi}_{1.8}\text{Sr}_2\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.1}\text{O}_y$  bileşimli seramik süperiletken malzemeyi yüksek 1.5-6 GPa basınç değerleri altında pelet yaparak ürettiler. Yüksek pelletizasyon değerleri altında örneklerin manyetik ve yapısal özellikleri üzerindeki etkilerini incelediler. Bunları yaparken XRD, SEM, DC elektriksel direnç, manyetik histerisis eğri ölçüm cihazları ve Vickers mikrosertlik ölçüm aletlerini kullandılar. Numunelerin oda sıcaklığı dirençleri, basıncın artmasıyla önemli derecedeki düşüşünü gözlemlediler. M-H ölçümlerini sırasıyla 10 K ve 25 K da gerçekleştirdiler. Numunelerin kritik akım yoğunluğunu ( $J_c$ ) belirlemek için Bean modelini kullandılar. 6 GPa pelletizasyon sıcaklığına sahip olan numune tüm manyetik alanda manyetizasyon değerinin en yükseğine sahip olduğunu gözlemlediler. Bu durum taneler arası bağlantının iyi olmasından kaynaklıdır. Ek olarak, tüm numunelerin manyetik özelliklerini karakterize ettiler. Mikrosertlik değerleri kadar  $T_c/J_c$  değerleri de 6 GPa pelletizasyon sıcaklığına sahip olan numunesi, diğer numunelere kıyasla taneler arasındaki bağlantıların daha kuvvetli olduğunu belirlediler.

Özkurt ve arkadaşları (2015), Bi-2212 faz yapısındaki seramiğin yapısal, elektriksel ve manyetik özelliklerini Yb katkılayarak etkilerini araştırdılar. XRD çalışmalarındaki ana piklerin Bi-2212 fazına denk geldiğini gördüler. SEM görüntülerinde ise açıkça tüm örnekler benzer tane morfolojisini korurken, Yb miktarının artışıyla ikincil fazların sayısında bir artış olduğunu gözlemlediler. Tüm örneklerin manyetik analizini manyetik histerisis ölçümleri olarak tamamladılar. Bu ölçümlerde düşük bir Yb katkılama ile elde edilen M-H genişliğini arttırdığını gördüler. Tüm örneklerin kritik akım yoğunluğunu Bean model kullanılarak M-H eğrilerinden hesapladılar. Burada en yüksek kritik akım yoğunluğuna sahip 0.05 Yb katkılı örnekti.

Kahraman ve arkadaşları (2015), sol-jel yöntemi ile hazırlanan Bi-2212 süperiletken malzemeye ağırlıkça % 0-3 oranlarında belirli kompozisyonlarda Ag ekleyerek kompozit malzeme yaptılar ve süperiletkenlik özelliklerini incelediler. Burada yapısal ve mikroyapısal çalışmalara bakarsak, Bi-2212/Ag kompoziti, saf



olanından daha iyi tane dizilimi, daha büyük tane boyutu ve daha az ikincil faz meydana gelmesine neden olmaktadır. Bu farklı mikroyapısal özellikler elektriksel özelliklere de yansımaktadır ki Ag eklendiğinde oda sıcaklığındaki direnç ve geçiş genişliğindeki azalma  $T_c$  değerinde değişme olmaksızın açıklanabilir. Dahası manyetik özellikler gösterdi ki Ag ilavesi artışıyla M-H histerisiz genişliği artması ve buna bağlı olarak  $J_c$  değerinin saf olandan daha yüksek olması malzemenin manyetik özelliklerinin iyileştirmesine neden olmaktadır. Bu durum metalik Ag ile zayıf tane bağlantılarına ek olarak yerleşmesiyle tane sınırlarının azalması sonucu mikroyapısal özelliklerin iyileşmesine yardımcı olması ile açıklanır.

Lu ve arkadaşları (2015), Bi-2212 süperiletkeninin Yb katkılıandıktan sonrası kritik akım yoğunluğunun etkilerini araştırdılar. Bu çalışmada  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{1-x}\text{Yb}_x\text{Cu}_2\text{O}_{8+y}$  tek kristal yapısına  $x=0, 0.005, 0.01$  ve  $0.02$  numuneleri kendi-akı metoduyla hazırlandı. Latis yapılarında dislokasyonların dönüşümü üzerinde Yb katkısının etkisi ve aynı zamanda ilişkili akım taşıma kapasitesi araştırıldı. SQUID ölçüm ve Bean model hesaplamalarına göre ritik sıcaklık ve taşıyıcı konsantrasyonu, en uygun bölgede olmamasına rağmen en yüksek kritik akım yoğunluğu  $x=0.01$  Yb katkısıyla elde edildi. Cu-O<sub>2</sub> ve Ca-O tabakalarının yüksek çözünürlüklü geçirimli elektron mikroskobu (HRTEM) analizlerine dayanarak Cu-O<sub>2</sub> tabakalarındaki en uygun dislokasyon yoğunlukları her birim alanda dislokasyonların sayısına göre belirlendi. Ayrıca dislokasyonların büyüklüğü ve Bi-2212 tek kristallerdeki akım taşıma kapasitesi artışı üzerindeki etkinlik Yb katkısıyla sağlandı.

Özçelik ve arkadaşlarının çalışmasında (2016), Bi-2212 yapısına Ca eksilti olarak yapılan molar 0, 0.05, 0.075, 0.1 ve 0.2 Y katlı örneklerini LFZ tekniği ile çubuklar halinde hazırladılar ve bu numunelerin fiziksel ve süperiletkenlik özelliklerini araştırdılar. Ca<sup>+2</sup> ve Y<sup>+3</sup> ün etkilerini XRD, SEM, EDX ve DC manyetizasyon karakterizasyon cihazları ile manyetik histerisiz eğrileri ve Bean metodu kullanılarak hesaplanan kritik akım yoğunluğunu hesapladılar. Toz numunelerin XRD analizlerine göre ana faz, yoğunluklu Bi-2212 fazıydı. LFZ

yöntemiyle hazırlanan süperiletkenler için, çubuk eksen uzunluğu boyunca tanelerin çok iyi yönlendiğini gördüler. En iyi kritik sıcaklık, 50 Oe doğru akım manyetik alan altında, alan soğutmalı modda 0.15 Y katkılı örneğin 92.9 K olduğunu buldular. Artan Y katkısı ile düşen kritik akım yoğunluğu gözlemlendi. Bu değerlere kıyasla bulunan maksimum  $T_c$  değeri, katkısız numune için  $2.37 \times 10^5$  A/cm<sup>2</sup> ydi.

Nane ve arkadaşlarına göre (2016) ise, Bi-2212 süperiletkeninin molar olarak Ca dan eksiltiilerek  $x=0, 0.05, 0.075, 0.1$  ve  $0.2$  eksiltiilerek yerine Na katkılanmasının LFZ tekniği ile hazırlanmış fiber numunelerinin süperiletkenlik ve fiziksel özelliklerini araştırdılar.  $Ca^{+2}$  iyonu için  $Na^+$  iyonu katkısının etkilerini XRD, SEM, EDX, taşınım ölçümleri, DC manyetizasyonu ve manyetik histerisis eğrileri kullanılarak kritik manyetik akım yoğunluğu hesaplaması ile araştırdılar. Toz numunelerinin XRD analizlerine göre Bi-2212 fazı Na konsantrasyonundan bağımsız olarak ana fazdı. En iyi kritik sıcaklık  $T_c$ , 0.075 Na katkılı numunenin M-T grafiklerinden 93.3 K olarak bulundu. En yüksek kritik akım yoğunluğu  $J_c$ ,  $1.35 \times 10^5$  A/cm<sup>2</sup> olarak 10 K de 0.1 Na katkılı numunede buldular. Maksimum taşınan kritik akım yoğunluğu doğrudan  $1.3 \times 10^3$  A/cm<sup>2</sup> olarak 77 K de 0.05 Na katkılı numunede buldular.

Kır ve arkadaşları (2016),  $Bi_2Sr_2K_xCaCu_{1.75}Na_{0.25}O_y$  seramiğine  $x=0, 0.05, 0.1$  ve  $0.25$  K-Na eş katkılanmayı katıhal yöntemini uygulayarak hazırladılar. XRD verilerine göre belirledikleri Bi-2212 faz karakteristik pikleri tüm numunelerde gözlemlenildi. Direnç ölçümüne göre  $T_c$  değeri orantısal olarak K katkısının artışıyla yükseldiğini belirlediler. Ayrıca K-Na eş katkılanmasının etkisinin önemli ölçüde Bi-2212 fazı için tane boyutunu etkilediğini belirlediler.  $J_c$  değeri, manyetik alanın bir fonksiyonu olan M-H histerisis eğrisinden belirlenen Bean kritik model kullanılarak hesaplanan değerler, katkılanan numunelerin daha yüksek olduğunu gösterdi.

Kırat ve arkadaşları (2016),  $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_{3-x}Er_xO_{10+y}$  ( $x=0.0, 0.5, 1.0$ ) numunelerini geleneksel cam seramik yöntemini kullanarak ürettiler. Burada

üretmiş olan numunelerin yapısal, manyetik ve akı çivilenmesi özellikleri üzerinde çalıştılar. Er ilavesiyle diyamanyetik onset sıcaklığında düşüş olduğunu gözlemladiler.  $x=0.5$  Er katkılı numune mükemmel diyamanyetik davranış gösterdi. Bu durumu açıklarsak, kristal yapıdaki çivileme merkezleri olarak görev alan ikincil fazlara katkı sağlayan Er dir. Numunelerin  $J_c$  değerlerini Bean eşitliğini kullanarak hesapladılar ve en yüksek  $J_c$  değerini  $x=0.5$  Er katkılı numuneden elde ettiler. Bu da yaklaşık olarak  $1.3 \times 10^5$  A/cm<sup>3</sup> tür. Daha sonra bu numunelerin sıcaklığa bağlı olarak gösterdiği  $J_c$  değerleri de grafiğe döktüler. Burada sıcaklığa bağlı olarak  $J_c$  değerlerinin düştüğünü gözlemladiler. Sonuç olarak ise Bi-2223 yapısındaki malzeme içerisinde Er iyonlarının  $T_c/J_c$ 'nin artmasına neden olan çivileme merkezleri olarak görev aldığını göstermekteydi.

Shengnan ve arkadaşları (2017), Bi-2212 süperiletkeninin süperiletken özelliklerini ve faz dönüşümü üzerinde öncelikli tozlardan olan Cu katkısının etkilerini araştırdılar. Bu çalışmada yüksek sıcaklık süperiletkeni olan Bi-2212 yapısındaki Cu in  $\text{Bi}_{2.1}\text{Sr}_{1.96}\text{CaCu}_x\text{O}_{8+y}$  sabit molar değerlikli  $x=2, 2.1, 2.2, 2.4$  farklı konsantrasyonlarında düzenlenmiş bir ön hazırlık süreciyle ürettiler. Sinterleme boyunca faz dönüşüm süreci üzerinde Cu oranlarının etkisi incelendi. Bi-2212 ince filmler ve tek filament şeritler doldurma kaplama yöntemi ve tüp süreçteki toz ile ürettiler. Sonuçlar gösterdi ki, Cu oranı Bi-2212 fazının termodinamik özelliklerini etkileyebilirdi. Cu oranının artışıyla AEC (toprak alkali  $\text{CuO}_2$ ) faz içeriği artarken Bi-2201 faz içeriği de azalmaktaydı. En yüksek akım yoğunluğu, daha iyi yapılar ve faz dönüşüm özelliğine göre film ve şeritler için eşzamanlı olarak  $x=2.2$  olan numune seçildi.

Özçelik ve arkadaşları (2017),  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Cu}_2\text{O}_y$  yapısına ağırlıkça % 1,3 ve 5 Ag katkılardılar ve bunu sol-jel yöntemiyle yaptılar. Ardından LFZ yöntemini uygulayarak belli bir yönde tanelerin yönlenmesini sağladılar. Daha sonrasında süperiletkenlik ve yapısal özelliklerini incelediler. Toz XRD ölçümlerinde tüm numuneler neredeyse tek Bi-2212 fazının olduğunu gözlemladiler. SEM görüntüleri ve XRD sonuçları onayladı ki büyük oranda ana faz olan Bi-2212 idi.

Az da olsa içeriğinde Bi olmayan (Sr,Ca)CuO<sub>2</sub> ve metalik Ag fazları içeriği vardı. Manyetik sonuçlara göre Ag nin kritik sıcaklığa etkisinin olmadığı fakat önemli derecede manyetik histerisis genişliğini arttırdığını gördüler. Genişliğin artışıyla  $J_c$  de, ağırlıkça % 3 Ag içeren örneğin en yüksek değeri aldığını ve 10 K de  $2.1 \times 10^5$  A/cm<sup>2</sup> ye ulaşan bu örneklerin daha büyük tane yapısına sahip olması olarak açıklanabilir. Dahası Ag ilavesi ayrıca 3 nokta eğme testi ile belirlenen mekanik özelliklerini de iyileştirdiğini kanıtladılar. En yüksek eğme direncine yine ağırlıkça % 3 Ag ilavesi yapılmış olan numunedir.

Fallah-Arani ve arkadaşları (2018), geniş ölçekli uygulamalar için bileşiğin performansının iyileştirmek amacıyla katıhal yöntemini uygulayarak BSCCO (Bi-2212) çok kristalli numunelere B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ilavesi yaptılar. İlk adım olarak katı hal yöntemi parametrelerinden biri olan sinterleme sıcaklığını uygun mikro yapıya sahip saf Bi-2212 örnekleri elde etmek için DTA ve TG yi kullanarak belirlediler. Sonrasında Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>B<sub>x</sub>O<sub>y</sub> bileşiğinde x=0.05, 0.1, 0.2 polikristal malzemelerin birkaç karakterizasyon tekniği kullanılarak manyetik ve fiziksel özelliklerin belirlenmesi için çalıştılar. Burada sonuç olarak X=0.05 numaralı örneğin manyetik histerisiz genişliğinin saf Bi-2212 numunesine göre daha geniş olduğunu ve kritik akım yoğunluğunun ise  $3.71 \times 10^5$  A/cm<sup>3</sup> olduğunu belirlediler. Kritik akım yoğunluğunun be değeri iyi istiflenmiş ve yönlendirilmiş tanelerin korunması bakımından literatürde kıyaslanabilir en iyi değerler arasında yer almaktaydı.



### 3. MATERYAL VE METOD

#### 3.1. Giriş

Yüksek sıcaklık süperiletkende kullanılan malzeme hazırlama metodları, üretilen bu süperiletken malzemenin atomik bağ çeşitlerini, kristal yapısını, yapı içerisindeki safsızlıkları, nokta kusurlarını ve dislokasyon özelliklerini doğrudan etkilemektedir. Bu amaçla üretilen malzemenin istenen yapıda (tek kristal veya büyük ve düzgün tabaka yapıları polikristal) olması, tek faz ve iyi süperiletken özellikler göstermesi için değişik koşullar altında, çok farklı metodlar denenmektedir. Yaygın kullanılan katıhal tepkime ve eritme-dökme yöntemlerinin yanında son yıllarda, çözelti teknikler (wet routes) olarak isimlendirilen sol-jel ve polimer v.b. yöntemleri de çok sıklıkla kullanılan yöntemlerdir. Bu kısımda, kullandığımız malzeme hazırlama yöntemi ve parametreleri hakkında bilgi verilecektir. Ayrıca kullandığımız deneysel ölçüm teknikleri anlatılacaktır.

#### 3.2. Katıhal Tepkime Yöntemi

Katı-hal tepkime yöntemi, kolaylığı ve ucuzluğu bakımından süperiletkenlik araştırmacıları tarafından en geniş kullanım alanına sahip olan konudur. Bu yöntemde bileşikler, oksitli, karbonatlı, nitratlı gibi başlangıç malzemeleri ile hazırlanır. Başlangıç malzemelerinin saflığı yaklaşık sonuçlar sağlama için şarttır. Başlangıç malzemeleri, belli stokiyometrik oranlarda karıştırılır ve boyutsal olarak çok küçük tozlar haline getirilebilmek için havanda öğütme işlemine tabi tutulur (amaç homojen bir karışım elde etmek ve parçacık boyutunu küçültmek). Öğütme işleminden sonra malzeme üzerindeki ilk ısı işlem olan kalsinasyon aşamasına geçilir. Bu işlemin amacı öğütme sırasında toz karışım içerisinde giren yabancı maddelerin, oksit ve karbondioksitlerin yüksek sıcaklık ile ayrışması ve esas yapıyı oluşturacak ilk taneciklerin açığa çıkmasını ve daha sonraki ısı işlem için çekirdeklenmelerin oluşmasını sağlamaktır. Bu durum geleneksel katıhal tepkime yönteminin temelini oluşturmaktadır. Kalsinasyon için

tozlar bir potaya konularak sıcaklığı ayarlanabilir fırın içerisinde belirli sıcaklıklarda belirli sürelerde ısı işleme tabi tutulur. Ardından fırından çıkan tozlar yeniden havanda öğütülür (ara öğütme) ve bu işlem birçok kez tekrarlanabilmektedir. Kalsinasyon işleminin ardından sinterleme ısı işlemi öncesi belli bir şekle getirmek ve toz tanecikleri arası mesafeyi yakınlılaştırarak difüzyon olayını kolaylaştırmak için toz numuneler sıkıştırılır. Bu işlem presleme işlemidir. Presleme için BSCCO yapısında genellikle 300-500 N/mm<sup>2</sup> arası basınç uygulanarak tozlar tablet biçimini alır. Son aşama ise istenilen fazı elde etmek, karışımı oluşturan atomlar arası kovalent bağlarını güçlendirmek, çok kristalli yapıları oluşturmak, süperiletkenliğe geçiş sıcaklığını ( $T_c$ ) arttırmak ve bazı yapı kusurlarını en aza indirmek için oksijenli ortamda ya da hava ortamında erime sıcaklığının hemen aşağı bir sıcaklıkta daha önceden belirlenmiş sürelerde tabletleri ısı işleme tabi tutmaktır. Bu işlem, numunenin sıcaklığının oda sıcaklığından belirlenen sıcaklığa kadar belli oranda yükseltilmesi ve belirli süre bekledikten hemen sonra yine belli bir oranda yavaşça ya da hızla oda sıcaklığına soğutulmasını içermektedir. Katıhal tepkime yönteminde ara öğütme (Sing, 1998), optimum tavlama süresi ve sıcaklığı (Asada vd., 1988) ile soğutma oranları çok önemlidir (Kase vd., 1990). Dikkat edilmesi gereken başka bir nokta ise kalsinasyon yapılan kabının uygun olması gerekmektedir. Çünkü yüksek sıcaklıklarda yapılan ısıtma işlemleri boyunca kabın kimyasal içeriğinden süperiletken malzeme içerisine difüzyon oluşabilir. Bu yöntemde numunenin öğütülme, ısı işleme süresi ve sıcaklığı süperiletken malzeme ailesine göre değişme gösterebilir. Kalsinasyon sıcaklığı, BSCCO süperiletken aileleri için 750 – 800 °C arasında değişmektedir.

### 3.3. Laser Floating Zone (LFZ) Tekniği

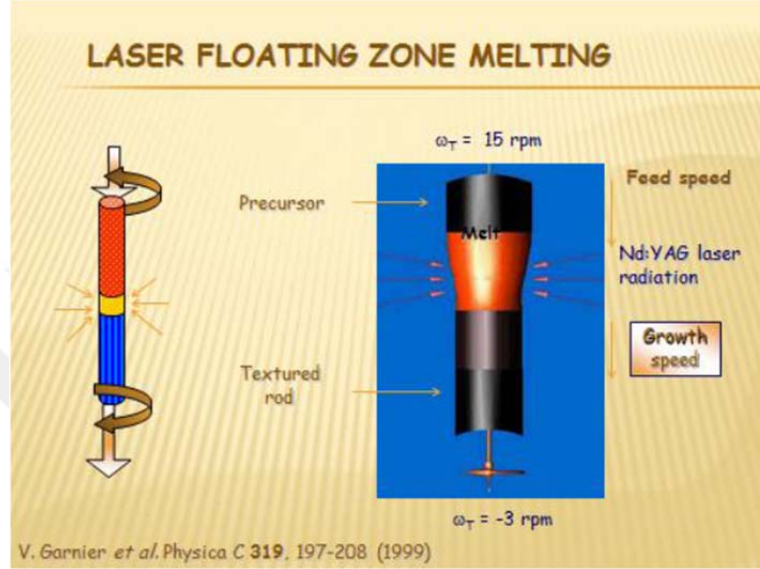
Yüksek sıcaklık süperiletkenlerini katmanlaştırmak için lazerli eritme yöntemleri kullanılır. Lazer işlemleri metodlar, Bi-2212 katmanlı malzemelerin üretimini dikey yönde akan bir sıvı hacminin katılaşması ile olur. Bi-2212

kristallerinin *a-b* yatay düzlemi ve dikey *c* eksenindeki büyüme hızının yüksek belirli bir yönde yönelme (anizotropi) sayesinde katılaştırma işlemi sırasında bu tanecikler *c* eksenine dik olarak büyüme eğilimindedirler (Angurel, 1997). Ayrıca Bi-2212 fazı, uçmaya karşı dirençli ve süperiletken fazın yüksek derecede kararlı yapıda olmasından dolayı lazer ile uygun koşullarda eritme işlemi sonucunda oluşur. Bi-2212 düzensiz bir erime davranışı sergiler. (Angurel, 1997, Majewski, 2000, Costa, 1999) ve bu nedenle eğer hızlı tabakalandırma hızı uygulanacak olursa faz dengeden uzaklaşır ve maddede çoklu fazlar meydana gelir. İşlem esnasında Bi-2212 fazı, 860 - 900 °C sıcaklık aralığında kısmi olarak eritilir. Hızlı katılma nedeniyle çok fazla sayıda farklı faz meydana gelir.  $Sr_{1-x}Ca_xCuO_2$  oksitli fazı katılmanın ilk yapısı olarak gözlemlenir. Tanecikler, neredeyse büyüme yönüne paralel olarak geometrik eksen boyunca büyür (Feigelson, 1988, Costa, 1999). Bi-2212 fazı, sinterleme ısı işlemi sonrası  $Sr_{1-x}Ca_xCuO_2$  fazının difüzyonu sonucunda ortamdaki Bi yoğunluğuna bağlı olarak tekrar ana faz olur.

Yapmış olduğumuz bu tez kapsamında LFZ tekniği de kullanıldı. LFZ eriyik tekniklerini, Bi-2212 fiber numunelerini üretmek için 120 W cwNd:YAG lazeri kullanıldı (Angurel, 1997). Önceki çalışmalardan da öğrendiğimiz gibi yüksek  $J_c$  değerlerinin eldesi için taneciklerin belli bir yöndeki yönelimi, yönleri arasındaki açıları ve büyüklükleri önemli rol oynamaktadır. Düzenli tanecik yapılarını oluşturmada en önemli yöntemlerden birisi de LFZ (Laser Floating Zone) tekniğidir. LFZ tekniğinin en önemli avantajı, süperiletken taneciklerin dizilme şeklidir. Taneciklerin *a-b* düzlemleri, *c* eksenine paralel olarak yerleşir. Bu dizilim süperiletkenlerin belli bir yönde yönlenmiş tanecik yapısı düşünüldüğünde iyi istiflenmiş düzenli bir tanecik yapısının oluşmasında ve yapı içerisinde dislokasyonların oluşup yapı kusurlarının indirgenmesi açısından önemli bir role sahip olduğu görülmektedir. Şekil 3.1 de LFZ methodunun kabataslak bir şeması bulunmaktadır. Görüldüğü gibi feed ve seed bölümlerinin toplam 18 rpm dönüş hızına sahiptir. Bu merkezdeki eriyik kısmın merkezde kalması için en uygun değerlerdir. Feed-Seed kısımlarının farklı yönlerde dönmesinin sebebi, eriyik kısmı



merkezde tutmak içindir. LFZ tekniğinde diğer bir önemli parametre de örneğin büyüme hızıdır.

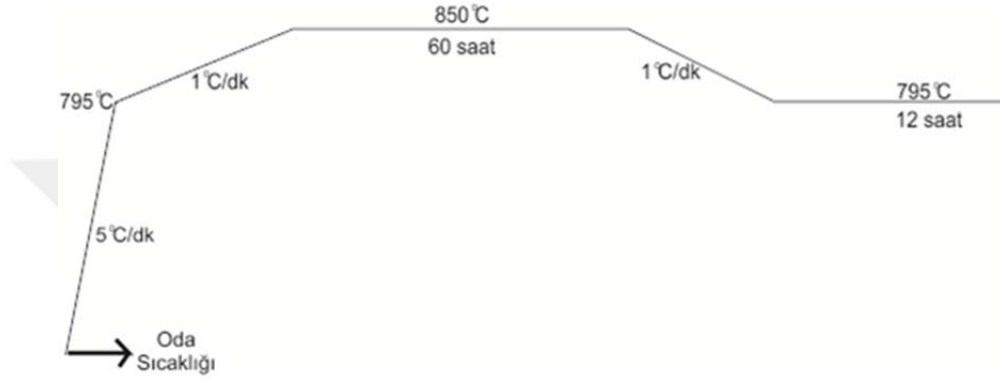


Şekil 3.1. LFZ(Lazer Floating Zone Melting) Uygulaması (Garnier, 1999).

#### 3.4. Fiber ve Bulk Bi-2212 Cs Katkılı Bileşik Numunelerin Hazırlanması

Katılal yöntemiyle hazırlanmış  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{1-x}\text{Cs}_x\text{Cu}_2\text{O}_y$  bileşiği  $x=0, 0.025, 0.05, 0.075, 0.1, 0.125$  ve  $0.15$  konsantrasyonlarında üretildi. Üretim süreci ise;  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  (Sigma-Aldrich, 99.9%),  $\text{CaCO}_3$  (Sigma-Aldrich, >99%),  $\text{SrCO}_3$  (Sigma-Aldrich, +98%),  $\text{Cs}_2\text{O}$  (Sigma-Aldrich, +98%) ve  $\text{CuO}$  (Sigma-Aldrich 99%) tozları belli oranlarda karıştırılıp elle agat havanda öğütüldü. Sonra bu tozlar  $750$  ve  $800$  °C de kalsinasyon işlemine tabi tutulup yine elle agat havanda ara öğütmeler yapıldı. Buraya kadarki kısımda her konsantrasyondaki numunelerin yarısı pellet haline getirildi. Diğer yarısı ise LFZ tekniği ile fiber numuneler haline getirildi. Öğütülmüş peletlenecek olan numunelerin her konsantrasyon grubundan yaklaşık olarak  $0.9$  gr alarak  $13$  mm çapında  $1-1.5$  mm kalınlığında silindirik bulk numuneler sinterleme işlemi için hazır hale getirildi. LFZ tekniği ile hazırlanan fiber numuneler de sinterleme için hazır hale getirildi. Daha sonrasında

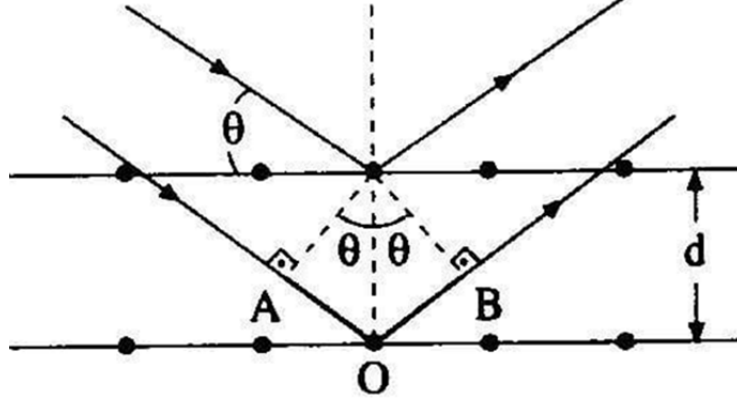
numunelerin konsantrasyon dağılımı homojen olacak şekilde krozelere yerleştirilen numuneler 3 gün 4 saat 26 dakika boyunca sinterleme işlemine tabi tutuldu. Sinterleme işlemi (Şekil 3.2) fiber ve bulk numuneler için ayrı ayrı 3 gün 4 saat 26 dakika sürdü.



Şekil 3.2. Fiber ve Bulk numunelerinin sinterleme sıcaklığı ve süresi programı

### 3.5. XRD (X-ray Diffractometer) ölçümleri

XRD'nin çalışma prensibi Bragg kanununa ( $n \cdot \lambda = 2 \cdot d_{hkl} \cdot \sin \theta$ ) dayanır. Belli açılarda gönderilen  $\lambda$  dalga boyuna sahip x ışınları kristal yüzeyden yansır (Şekil 3.3). Yansıyan bu dalgaların faz farkına göre toplam şiddet birbirinden farklıdır. Eğer ki faz farkı dalga boyunun tam katları ( $n=1,2,3,\dots$ ) ise şiddetin toplamı en yüksek, buçuklu katları ( $n=0.5, 1.5,\dots$ ) ise toplam şiddet 0 olur. Burada toplam şiddetin en yüksek olması için 2. ışının yol aldığı toplam mesafe (IAOI + IOBI), dalga boyunun tam katları olması gerekmektedir. Buradan anlaşılacağı üzere malzeme yüzeyine çarpan x-ışınının dalga boyu ve geliş açısı sistemde bilinen parametrelerdir. Burada hesaplaması gereken sadece düzlemler arası mesafe ( $d_{hkl}$ ) dir.



Şekil 3.3. Bragg kırınım deseni

Sinterlenmiş peletlerden elde edilen çok fazla öğütülmemiş toz halindeki numunelerin kristalografik analizleri için Rigaku Miniflex bilgisayar kontrollü  $\text{CuK}\alpha = 1,5405$  dalga boyuna ( $\lambda$ ) ait x-ışını difraktometresi kullanılmıştır. Ölçümler, tüm numuneler için  $3^\circ/\text{dk}$  olacak şekilde  $2\theta = 5-70$  ye kadar alınmıştır. Verilerin analizleri için, kullanılan XRD cihazının .pdf katalogları ve ücretsiz Xpowder programı kullanılmıştır. Bu analizler, faz çeşitliliği, kristal örgü parameterlerinin belirlenmesi ve ortalama kristal büyüklüğü analizleridir.

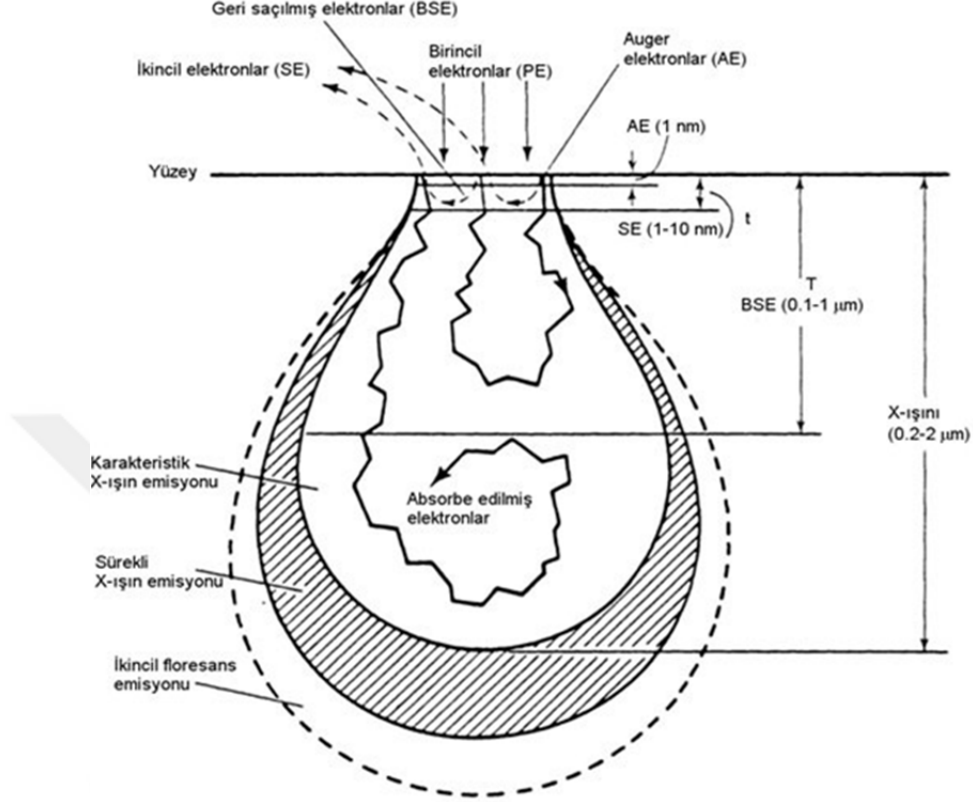
### 3.6. Manyetizasyon Ölçümleri

Fiber ve bulk süperiletken numunelerinin manyetik alana karşı gösterdikleri manyetizasyon (M-H) ve sıcaklığa karşı manyetizasyon (M-T) ölçümleri yaparak malzemenin hangi manyetik özellikleri gösterdiğini ve hangi sıcaklık değerinde numunelerin süperiletken faza geçiş yaptığını öğrenmek için laboratuvarımızda mevcut bulunan LakeShore 7304 Model Vibration Sample Magnetometer (VSM) kullanılmıştır. Bu cihazda 9-300 K arası sıcaklıkta ve 0-10000 Oe manyetik alan aralıklarında sıcaklık ve manyetik alan parametreleri değişkenliğinde manyetik duygululuk deneyleri yapılabilir. Manyetik alana karşı manyetizasyon (M-H) ölçümleri bu tez kapsamında 10 K de her bir numune için ayrı ayrı yapılmıştır. Bu eğrilerden yararlanılarak kritik akım yoğunluğu Bean

modeline göre hesaplanmıştır. Sıcaklığa bağlı manyetizasyon (M-T) ölçümlerinde ise her bir numune sabit 100 Oe manyetik alan altında sıfır alan soğutmalı (ZFC) modda yapılmıştır.

### **3.7. SEM (Scanning Electron Microscopy) ve EDX (Energy Dispersive X-Ray) Ölçümleri**

Hızlandırılmış elektron demeti, malzeme yüzeyindeki atomların elektronlarına çarpması veya malzeme içerisinde birbirinden farklı elektron etkileşimi meydana getirir. Bu etkileşimleri algılayan SEM cihazında dedektörler bulunur ve etkileşimleri sinyale çevirir. Bu sinyaller de malzemenin topolojik ve elemental analizinde kullanılır. Buradaki elektron etkileşimlerinin birkaçına bakacak olursak, elektronlar, atomun son yörüngesindeki elektronları ile elastik olmayan çarpışması sonucu meydana gelen Auger elektronları malzemenin topolojik bilgilerini taşır. Bu da Auger spektroskopisinin çalışma prensibidir. Elektron demetinin malzeme içerisindeki 10 nm yolculuğu sonucu malzeme yüzeyinde biriken elektronlar ikincil elektronlar olarak adlandırılır. Bu ikincil elektronlar malzemenin yüksek çözünürlüklü topografik yapısı hakkında bilgi verir. Yine elektron demeti ve numune atomları arasındaki etkileşimden karakteristik x-ışını ve çeşitli ışınlar meydana gelir. Bunun sonucunda dalga boyu uzunluğu ve enerji dağılımı bir araya geldiğinde malzemenin kimyasal bileşimi ve elemental analizi gerçekleşir. Bu da EDX ölçümlerinin çalışma prensibidir.



Şekil 3.4. SEM nda elektron elektron etkileşimi sonucu meydana gelen olayların gösterimi (<https://www.metalurjik.net>)

Fiber ve bulk numuneleri Zaragoza Üniversitesi (İsyanya)'nde Maria Madre tarafından: SEM görüntüleri, 20 kV gücünde, 42x büyütme ile 1000x yakınlaştırma aralıklarında alındı. EDX analizleri, 1000x büyütmedeki bölgesel odaklı % atom konsantrasyonları sonucu belirlendi.

#### 4. ARAŐTIRMA VE BULGULAR

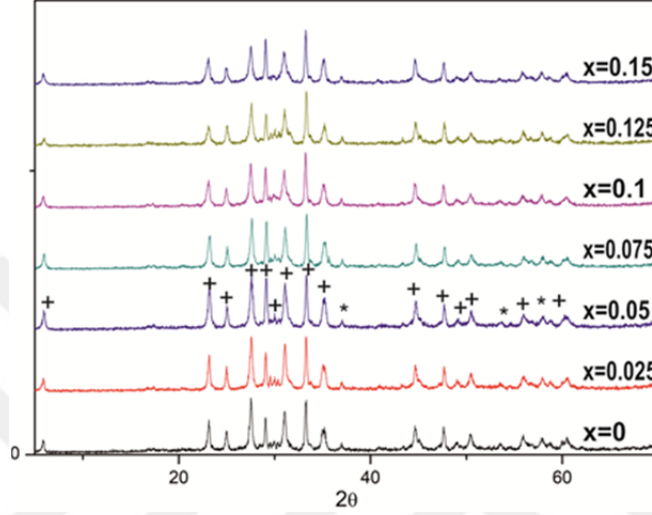
##### 4.1. GiriŐ

Bu blmde Bi-2212 yapısına katkılanan Cs un artan konsantrasyonlarında fiber ve bulk numunelerinin ayrı ayrı fiziksel, manyetik ve speriletkenlik zelliklerin incelenmesi yapılacaktır. Bu zelliklerin belirlenmesinde XRD, SEM, VSM karakterizasyon teknikleri kullanılacak ve buradan ıkacak sonulara gre faz ieriĐi, safsızlık, tane boyutu, geiŐ sıcaklıkları, kritik akım yoĐunluĐu belirlenecek ya da hesaplanacaktır ve bu sonular tartiŐılacaktır.

Tavlama iŐleminden hemen sonra gzle gzlem yapıldıĐında her iki farklı tr numunelerin  $x=0.025$  Cs konsantrasyonlarından sonraki konsantrasyonlarda blgesel erimelerin meydana geldiĐi gzlemlendi. Bu durum Cs katkısının tanecik sınırlarında sinterleme sıcaklıĐında sıvı faza sebep olmasından kaynaklanabilir.

## 4.2. Bulk Numunelerin Deneysel Analiz Sonuçları

### 4.2.1. XRD Analizi



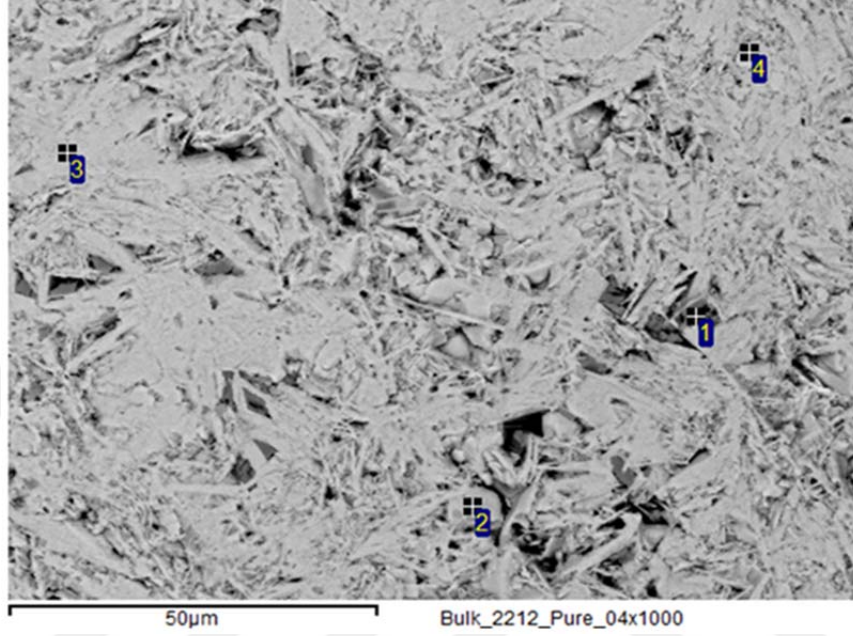
Şekil 4.1. Tüm Cs katkılı bulk numunelerinin XRD analizi (+: karakteristik Bi-2212 fazı, \*: ikincil fazlar)

Çizelge 4.1. Bulk numunelerin birim hücre  $a$ ,  $b$  ve  $c$  parametreleri

	x=0	x=0.025	x=0.05	x=0.075	x=0.1	x=0.125	x=0.15
$a=b$	5.4061	5.4052	5.4053	5.4009	5.4111	5.4054	5.4066
$c$	30.6674	30.6982	30.7376	30.6939	30.7042	30.6994	30.6862

Çizelge 4.1 de tetragonal yapıdaki Bi-2212 yapısındaki  $a=b=5.3979$  ve  $c=30.6850$  parametrelerinin bulk numuneleri, Cs katkısına göre değişimi ücretsiz Xpowder programına göre belirlendi. Dikkat edilirse x-ışını desenleri Cs konsantrasyonuyla belirgin bir biçimde değişim göstermemiştir. Bulduğumuz sonuçlar literatüreden az da olsa farklılık göstermektedir. Bunun nedeni; Ca elementinin iyonik yarıçapının ( $1.00 \text{ \AA}$ ) yerine koyduğumuz Cs elementinin iyonik yarıçapından ( $1.74 \text{ \AA}$ ) küçük olması nedeniyle örgü yapısında genişlemeye yol açmasıdır.

## 4.2.2. SEM Analizi

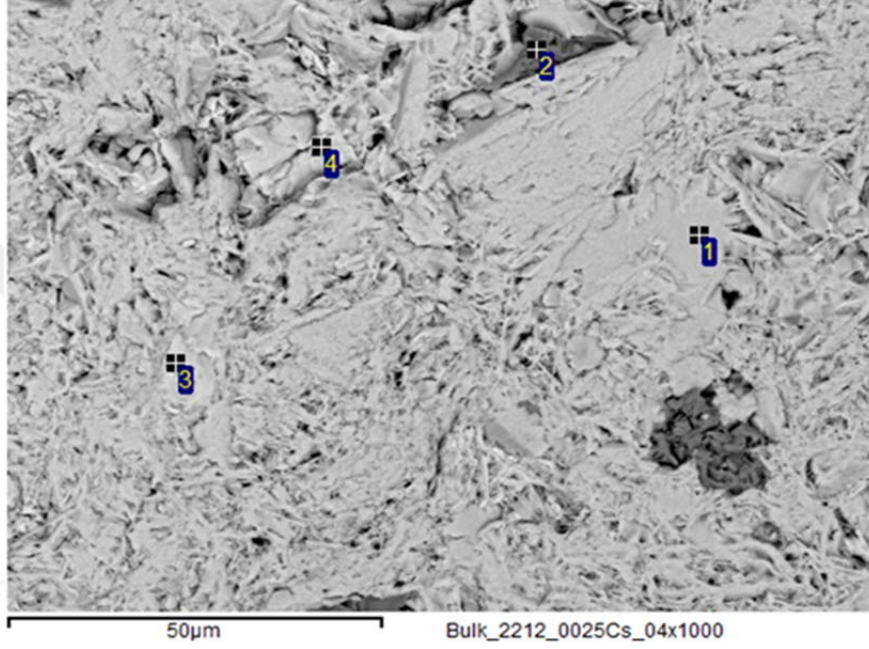


Spectrum	In stats.	O	Ca	Cu	Sr	Bi
1	Yes	55.70	5.02	26.73	11.42	1.13
2	Yes	50.09	6.05	14.79	11.83	13.80
3	Yes	58.37	5.24	11.82	11.48	13.09
4	Yes	54.97	7.60	3.22	15.55	14.41
Max.		58.37	7.60	26.73	15.55	14.41
Min.		50.09	5.02	3.22	11.42	1.13

Şekil 4.2. Saf Bi-2212 bulk numunesinin 1000x büyütmedeki SEM görüntüsü ve EDX analizi



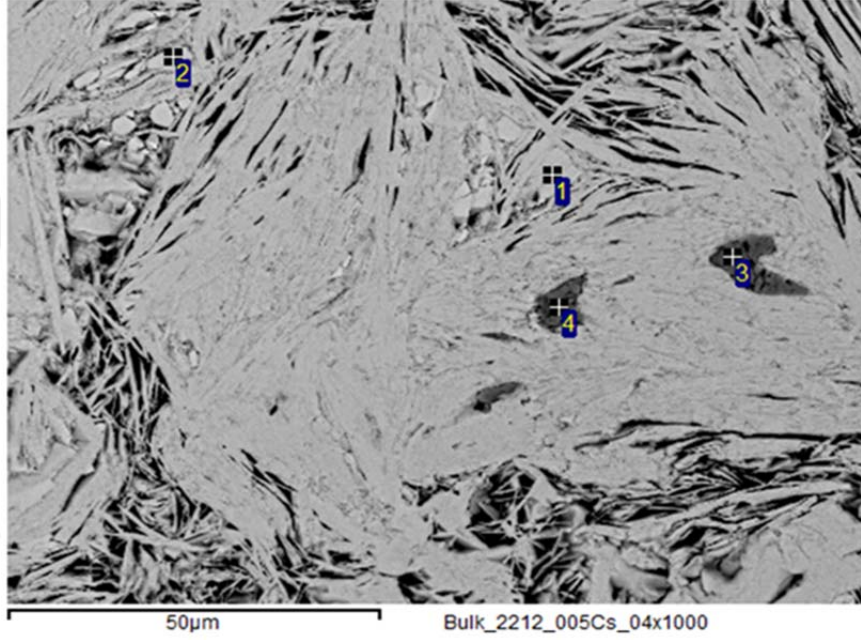
Burada açık gri faz (4), Bi yoğunluklu  $\text{Bi}_2(\text{Sr,Ca})_4\text{O}_{6+d}$  yapısına benzediği ve Cu içermediği fazdır. Ana faz olan Bi-2212 fazı (2,3)  $\text{Bi}_{2.3}\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_{2.1}\text{O}_y$  yapısındaki gri fazdır. Koyu gri faz (1) ise Bi içermeyen  $(\text{Sr,Ca})_{14}\text{Cu}_{24}\text{O}_{41-x}$  fazıdır.



Spectrum	In stats.	O	Ca	Cu	Sr	Bi
1	Yes	60.06	5.13	11.15	11.19	12.47
2	Yes	64.49	4.87	21.07	9.56	
3	Yes	62.09	7.12	0.97	16.05	13.78
4	Yes	51.49	6.25	14.66	12.79	14.80
Max.		64.49	7.12	21.07	16.05	14.80
Min.		51.49	4.87	0.97	9.56	12.47

Şekil 4.3. Bi-2212 yapısına  $x=0.025$  Cs katkılanan bulk numunenin 1000x büyütmedeki SEM görüntüsü ve EDX analizi

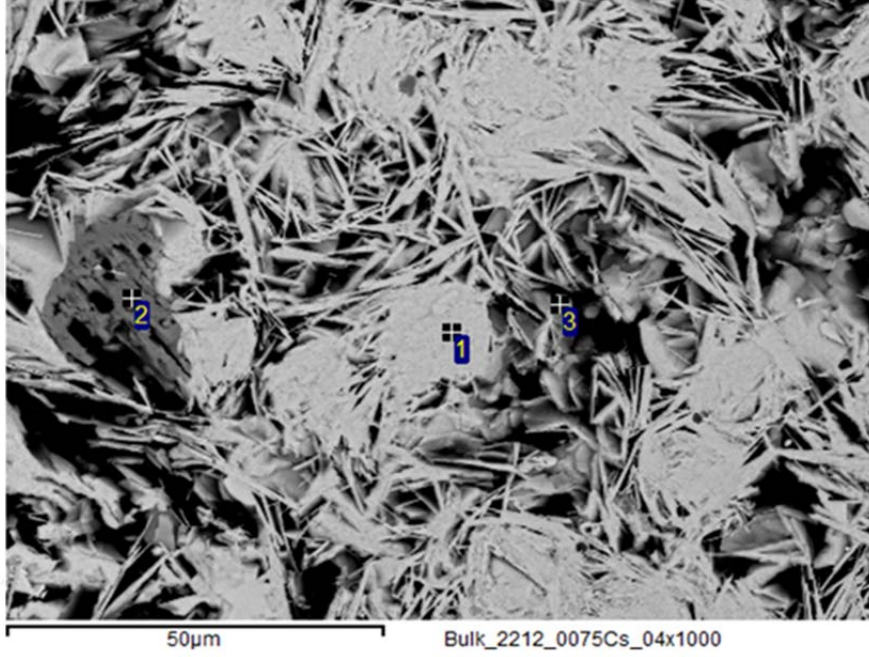
Buradaki analizde ise, açık gri faz (3), Bi yoğunluklu  $\text{Bi}_2(\text{Sr,Ca})_4\text{O}_{6+d}$  yapısına benzediği ve Cu içermediği fazdır. Ana faz olan Bi-2212 fazı (1,4)  $\text{Bi}_{2.2}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.9}\text{Cu}_2\text{O}_y$  yapısındaki gri fazdır. Koyu gri faz (2) ise Bi içermeyen  $(\text{Sr,Ca})_{14}\text{Cu}_{24}\text{O}_{41-x}$  fazıdır.



Spectrum	In stats.	O	Ca	Cu	Sr	Bi
1	Yes	59.99	5.54	9.91	11.68	12.88
2	Yes	61.50	7.57	0.86	15.89	14.18
3	Yes	54.72		45.28		
4	Yes	54.21		45.79		
Max.		61.50	7.57	45.79	15.89	14.18
Min.		54.21	5.54	0.86	11.68	12.88

Şekil 4.4. Bi-2212 yapısına  $x=0.05$  Cs katkılanan bulk numunenin 1000x büyütmedeki SEM görüntüsü ve EDX analizi

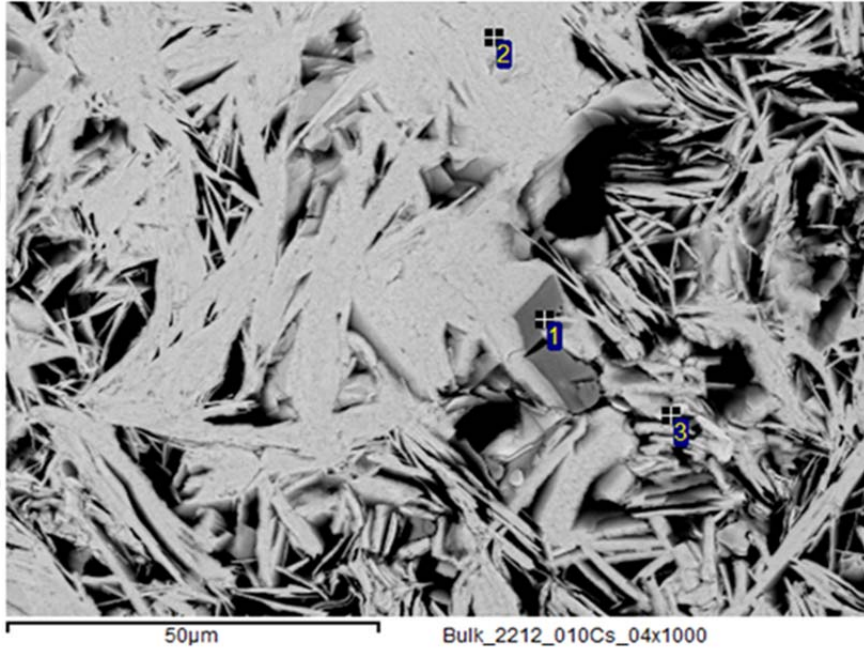
Buradaki analizde ise, açık gri faz (2), Bi yoğunluklu  $\text{Bi}_2(\text{Sr,Ca})_4\text{O}_{6+d}$  yapısına benzediği ve Cu içermediği fazdır. Ana faz olan Bi-2212 fazı (1)  $\text{Bi}_{2.2}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.9}\text{Cu}_{1.7}\text{O}_y$  yapısındaki gri fazdır. Koyu gri faz (3,4) ise CuO bileşimidir.



Spectrum	In stats.	O	Ca	Cu	Sr	Cs	Bi
1	Yes	57.21	5.09	11.89	11.83	0.06	13.92
2	Yes	55.17	5.47	28.01	11.36	-0.01	
3	Yes	52.07	9.53	3.38	17.77	-0.31	17.56
Max.		57.21	9.53	28.01	17.77	0.06	17.56
Min.		52.07	5.09	3.38	11.36	-0.31	13.92

Şekil 4.5. Bi-2212 yapısına  $x=0.075$  Cs katkılanan bulk numunenin 1000x büyütmedeki SEM görüntüsü ve EDX analizi

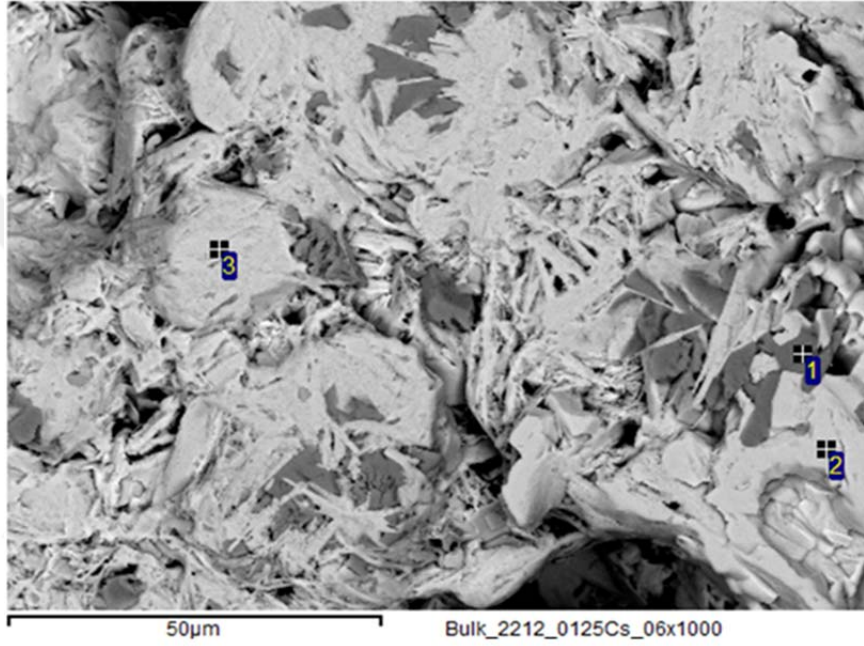
Buradaki analizde ise, açık gri faz (3), Bi yoğunluklu  $\text{Bi}_2(\text{Sr,Ca})_4\text{O}_{6+d}$  yapısına benzediği ve Cu içermediği fazdır. Ana faz olan Bi-2212 fazı (1)  $\text{Bi}_{2.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.9}\text{Cu}_2\text{O}_y$  yapısındaki gri fazdır. Koyu gri faz (2) ise Bi içermeyen  $(\text{Sr,Ca})_{14}\text{Cu}_{24}\text{O}_{41-x}$  fazıdır. Buradaki Cs varlığı Bi-2212 fazında görülmeye başlanmıştır.



Spectrum	In stats.	O	Ca	Cu	Sr	Cs	Bi
1	Yes	58.04	5.06	25.83	11.07	-0.01	
2	Yes	56.81	5.43	11.94	11.84	-0.02	14.01
3	Yes	61.51	0.90	7.66	13.07	0.04	16.82
Max.		61.51	5.43	25.83	13.07	0.04	16.82
Min.		56.81	0.90	7.66	11.07	-0.02	14.01

Şekil 4.6. Bi-2212 yapısına  $x=0.1$  Cs katkılanan bulk numunenin 1000x büyütmedeki SEM görüntüsü ve EDX analizi

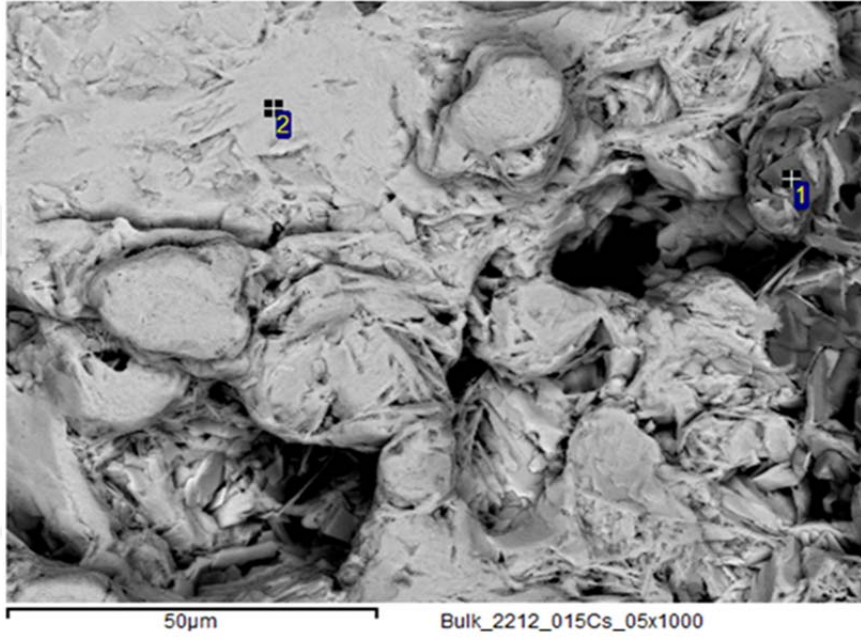
Buradaki analizde ise, açık gri faz (3), Bi yoğunluklu  $\text{Bi}_2(\text{Sr,Ca})_4\text{O}_{6+d}$  yapısına benzediği ve Cu içermediği fazdır. Ana faz olan Bi-2212 fazı (2)  $\text{Bi}_{2.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.9}\text{Cu}_2\text{O}_y$  yapısındaki gri fazdır. Koyu gri faz (1) ise Bi içermeyen  $(\text{Sr,Ca})_{14}\text{Cu}_{24}\text{O}_{41-x}$  fazıdır.



Spectrum	In stats.	O	Ca	Cu	Sr	Cs	Bi
1	Yes	54.11	3.71	28.59	13.65	-0.06	
2	Yes	60.43	7.19	0.61	17.25	-0.13	14.66
3	Yes	58.09	4.89	11.89	11.86	-0.01	13.28
Max.		60.43	7.19	28.59	17.25	-0.01	14.66
Min.		54.11	3.71	0.61	11.86	-0.13	13.28

Şekil 4.7. Bi-2212 yapısına  $x=0.125$  Cs katkılanan bulk numunenin 1000x büyütmedeki SEM görüntüsü ve EDX analizi

Buradaki analizde ise, açık gri faz (2), Bi yoğunluklu  $\text{Bi}_2(\text{Sr,Ca})_4\text{O}_{6+d}$  yapısına benzediği ve Cu içermediği fazdır. Ana faz olan Bi-2212 fazı (3)  $\text{Bi}_{2.2}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.8}\text{Cu}_2\text{O}_y$  yapısındaki gri fazdır. Koyu gri faz (1) ise Bi içermeyen  $(\text{Sr,Ca})_{14}\text{Cu}_{24}\text{O}_{41-x}$  fazıdır.



Spectrum	In stats.	O	Ca	Cu	Sr	Cs	Bi
1	Yes	57.38	4.44	26.25	11.92	0.00	
2	Yes	58.70	5.09	11.42	11.45	0.01	13.33
Max.		58.70	5.09	26.25	11.92	0.01	13.33
Min.		57.38	4.44	11.42	11.45	0.00	13.33

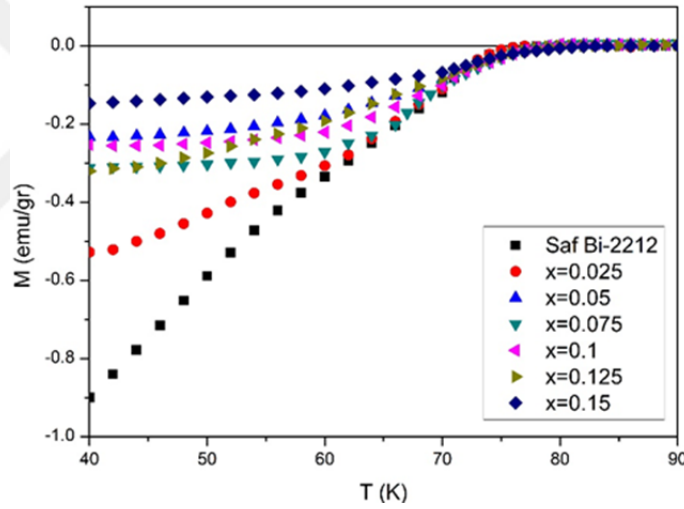
Şekil 4.8. Bi-2212 yapısına  $x=0.15$  Cs katkılanan bulk numunenin 1000x büyütmedeki SEM görüntüsü ve EDX analizi

Buradaki analizde ise, ana faz olan Bi-2212 fazı (2)  $\text{Bi}_{2.3}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.9}\text{Cu}_2\text{O}_y$  yapısındaki gri fazdır. Koyu gri faz (1) ise Bi içermeyen  $(\text{Sr,Ca})_{14}\text{Cu}_{24}\text{O}_{41-x}$  fazıdır.

Şekil 4.2., 4.3., 4.4, 4.5., 4.6., 4.7. ve 4.8 den anlaşılacağı üzere saf Bi-2212 yapısından Cs katkılama artışına göre SEM ve EDX analizinde, ana fazın Bi-2212 fazına denk geldiği bulk numuneler için geçerlidir. Tane yapısı, konsantrasyonun artışıyla büyümektedir ve taneler arası boşluklar (porozite) da artmaktadır. Bi ve Cu yoğunluğuna bağlı olarak farklı fazlar meydana gelmiştir.

### 4.2.3. VSM Ölçümleri

#### 4.2.3.1. M-T Sonuçları



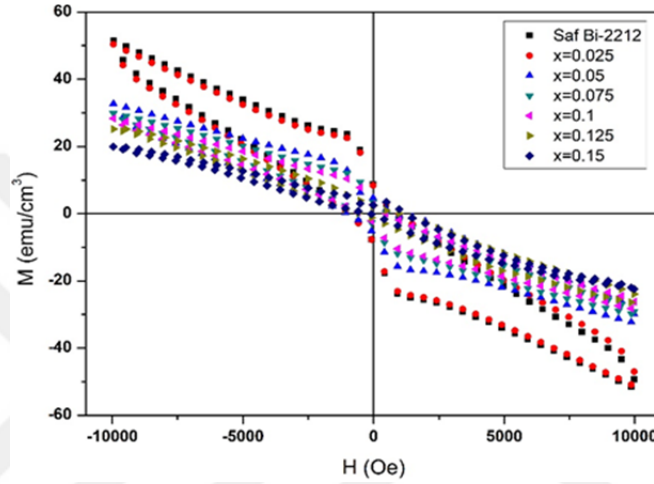
Şekil 4.9. Tüm Cs katkılı bulk numunelerinin M-T sonuçları

Tüm bulk numuneler 100 Oe manyetik alan altında alan soğutmalı (FC) modda sıcaklığa bağlı manyetizasyon ölçüm sonucu için, Cs konsantrasyonuna bağlı olarak kritik geçiş sıcaklıklarında ( $T_c$ ) iyileşme gözlemlendi. Fakat sistematik olarak bir değişim Çizelge 4.2 den de anlaşılacağı üzere söz konusu değildir. Bu durum için, Saf Bi-2212 örneğinin kritik geçiş sıcaklığı 80 K iken  $x=0.15$  Cs katkılı örneğin 84 K dir.

Çizelge 4.2. Bulk numunelerinin kritik geçiş sıcaklıkları

	x=0	x=0.025	x=0.05	x=0.075	x=0.1	x=0.125	x=0.15
$T_C$ (K)	80	78.61	80.32	79.46	79	82	84

## 4.2.3.2. M-H Sonuçları



Şekil 4.10. Tüm Cs katkılı bulk numunelerinin 10 K deki M-H sonuçları

Şekil 4.10 da tüm bulk Cs katkılı ve saf Bi-2212 numunelerinin 10 K sıcaklıktaki uygulanan manyetik alana karşı manyetizasyon grafiği verilmiştir. Burada en geniş histerisis eğrisine sahip olan numune saf Bi-2212 bulk numunesidir. Daha sonraki Cs konsantrasyonunun artmasıyla sistematik olarak histerisis eğrilerindeki genişlik de azalmaktadır. Kalıcı mıknatıslanma ve kritik manyetik alan değerleri Çizelge 4.3. te verilmiştir.

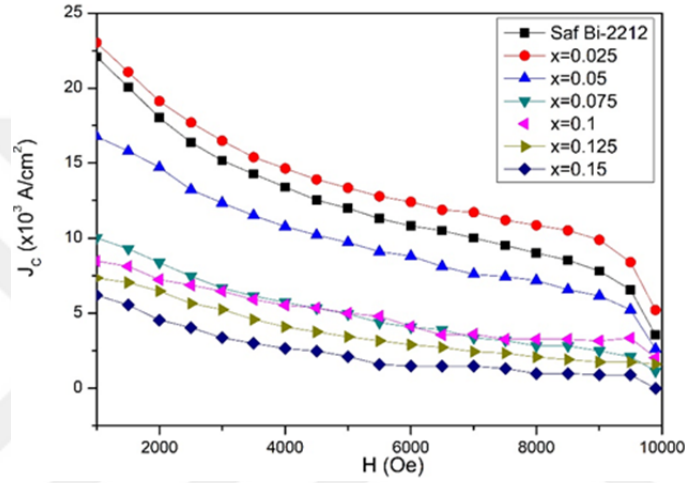
Çizelge 4.3. Bulk numunelerin kalıcı mıknatıslanması ( $M_R$ ) ve kritik manyetik alan ( $H_{C1}$ )

	x=0	x=0.025	x=0.05	x=0.075	x=0.1	x=0.125	x=0.15
$M_R$ (emu/V)	9.07	8.97	5.93	3.39	2.79	1.44	0.39
$H_{C1}$ (Oe)	1113	1006	910	814	803	514	129



Çizelge 4.3. ten de görüleceği üzere  $x=0.025$  örneğin değerleri hemen hemen saf numunenin değerleri ile aynı olup, artan konsantrasyonlar ile birlikte bu değerler azalmaya başlamaktadır.

#### 4.2.3.3. $J_c$ Hesaplama



Şekil 4.11. Tüm Cs katkılı bulk numunelerinin 10 K deki  $J_c$ -H grafiği

Şekil 4.11 daki grafiği oluşturmak için 4.1 formülünde verilmiş olan Bean modeli kullanılmıştır. Şekil 4.9 daki belli bir manyetik alandaki manyetizasyon değişimi ve VSM cihazına ölçüm için hazırladığımız dikdörtgen prizma halindeki numunelerin  $a$ ,  $b$  ve  $c$  boyutları ile hesaplandı. Sonuç olarak her manyetik alan değerinde, en yüksek kritik akım yoğunluğuna sahip olan numune  $x=0.025$  olup, 1000 Oe manyetik alan altında  $x=0.025$  Cs katkılı örnek için  $23.02 \times 10^3 \text{ A/cm}^2$  örneklendirilebilir. Diğer numunelerin 1000 Oe alan altında  $J_c$  ler Çizelge 4.4 te verilmiştir.

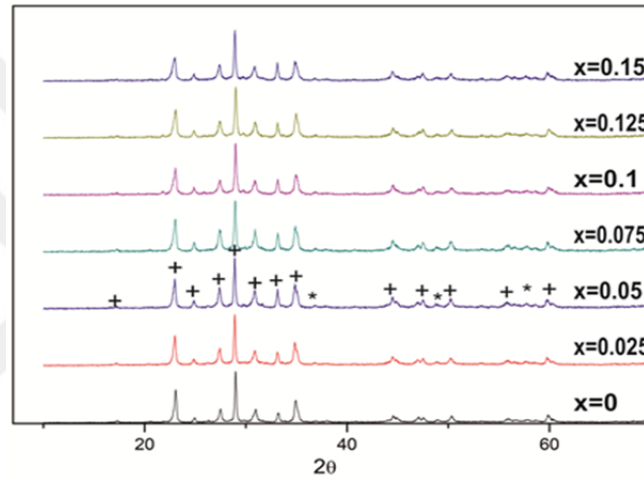
$$J_c = 20 \left( \frac{\Delta M}{a(1-\frac{a}{3b})} \right) \quad (4.1)$$

Çizelge 4.4. Bulk numunelerin 1000 Oe de en yüksek akım yoğunlukları

	x=0	x=0.025	x=0.05	x=0.075	x=0.1	x=0.125	x=0.15
$J_c$ ( $\times 10^{3A}/\text{cm}^2$ )	22.07	23.02	16.77	10.01	8.47	7.34	6.2

### 4.3. Fiber Numunelerinin Deneysel Analiz Sonuçları

#### 4.3.1. XRD Analizi



Şekil 4.12. Tüm Cs katkılı fiber numunelerin XRD analizi (+: karakteristik Bi-2212 fazı, \*: ikincil fazlar)

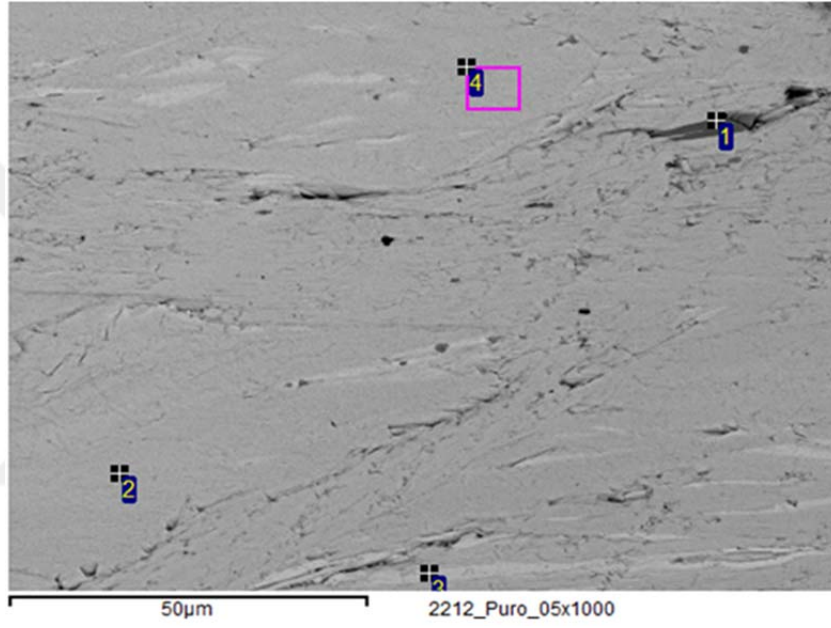
Çizelge 4.5. Fiber numunelerin birim hücre  $a$ ,  $b$  ve  $c$  parametreleri

	x=0	x=0.025	x=0.05	x=0.075	x=0.1	x=0.125	x=0.15
$a=b$	5.4144	5.4101	5.4161	5.4090	5.4092	5.4071	5.4112
$c$	30.6637	30.6976	30.6664	30.7360	30.7337	30.7008	30.6992

Çizelge 4.5 de tetragonal yapıdaki Bi-2212 yapısındaki  $a=b=5.3979$  ve  $c=30.6850$  parametrelerinin fiber numuneleri, Cs katkısına göre değişimi ücretsiz Xpoder programına göre belirlendi. Yine aynı şekilde fiber örneklerinin x-ışını deseninde ana faz Bi-2212 ve Cs konsantrasyonu ile bu durum değişmemektedir. Bulduğumuz sonuçlar literatüreden az da olsa farklılık göstermektedir. Bunun

nedeni; Ca elementinin iyonik yarıçapının (1.00 Å) yerine koyduğumuz Cs elementinin iyonik yarıçapından (1.74 Å) küçük olması nedeniyle örgü yapısında genişlemeye yol açmasıdır.

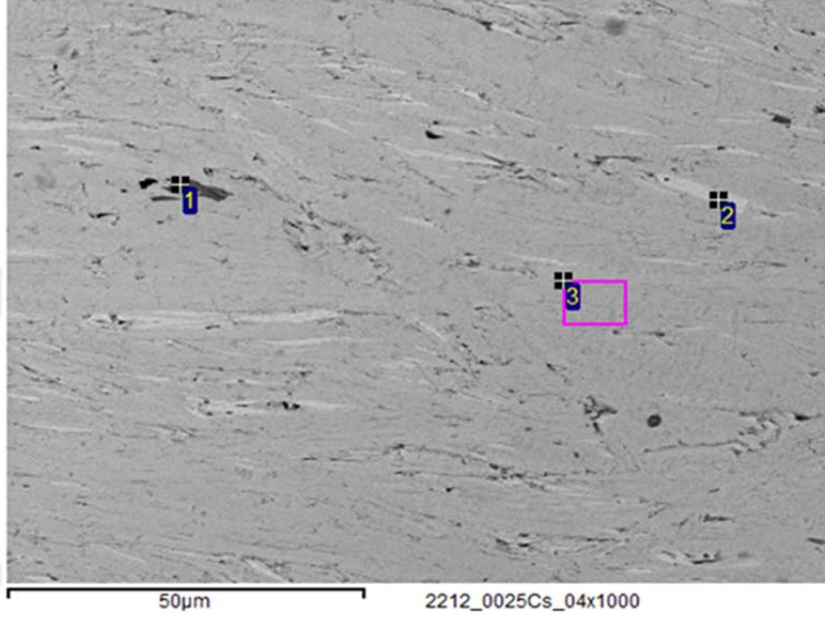
#### 4.3.2. SEM Analizi



Spectrum	In stats.	O	Ca	Cu	Sr	Bi
1	Yes	58.77	7.97	19.30	12.40	1.56
2	Yes	59.21	4.53	11.66	11.68	12.91
3	Yes	63.70	1.69	7.24	11.66	15.72
4	Yes	59.19	4.51	11.39	11.69	13.23
Max.		63.70	7.97	19.30	12.40	15.72
Min.		58.77	1.69	7.24	11.66	1.56

Şekil 4.13. Saf Bi-2212 fiber numunesinin SEM görüntüsü ve EDX analizi

Buradaki analizde, beyaz faz (3), Bi yoğunluklu  $\text{Bi}_{2.2}(\text{Sr,Ca})_{1.8}\text{CuO}_{6+d}$  yapısındaki fazdır. Ana faz olan Bi-2212 fazı (2,4)  $\text{Bi}_{2.2}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.8}\text{Cu}_2\text{O}_y$  yapısındaki gri fazdır. Koyu gri faz (1) ise Bi içermeyen  $(\text{Sr,Ca})\text{CuO}_2$  fazıdır.



Spectrum	In stats.	O	Ca	Cu	Sr	Bi
1	Yes	62.29	8.78	17.45	11.48	
2	Yes	60.87	2.70	7.84	11.46	17.13
3	Yes	56.90	4.84	12.21	12.24	13.81
Max.		62.29	8.78	17.45	12.24	17.13
Min.		56.90	2.70	7.84	11.46	13.81

Şekil 4.14. Bi-2212 yapısına  $x=0.025$  Cs katkılanan fiber numunenin 1000x büyütmedeki SEM görüntüsü ve EDX analizi

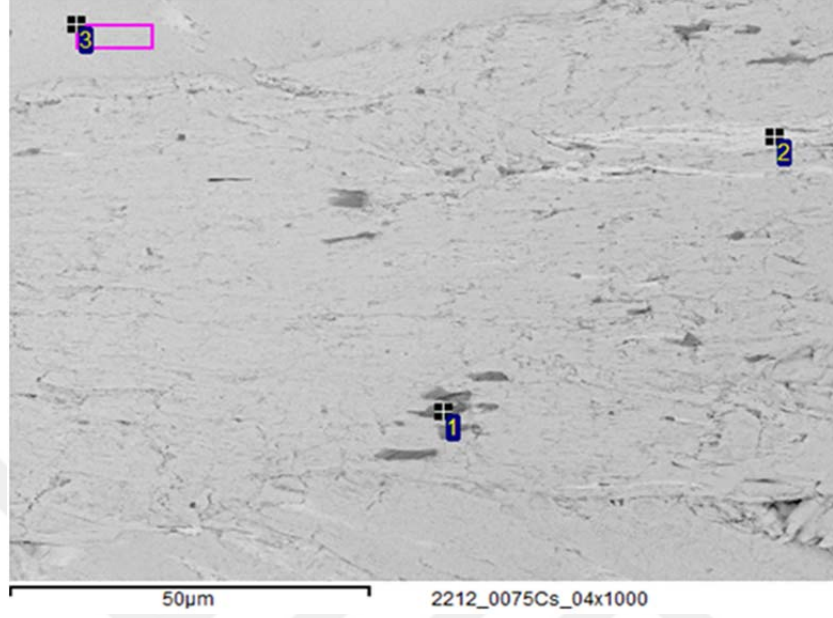
Buradaki analizde ise, beyaz faz (2), Bi yoğunluklu  $\text{Bi}_{2.2}(\text{Sr,Ca})_{1.8}\text{CuO}_{6+d}$  yapısındaki fazdır. Ana faz olan Bi-2212 fazı (3)  $\text{Bi}_{2.2}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.8}\text{Cu}_2\text{O}_y$  yapısındaki gri fazdır. Koyu gri faz (1) ise Bi içermeyen  $(\text{Sr,Ca})\text{CuO}_2$  fazıdır.



Spectrum	In stats.	O	Ca	Cu	Sr	Bi
1	Yes	56.45	9.19	21.02	13.34	
2	Yes	62.29	1.18	7.32	12.41	16.80
3	Yes	60.60	4.54	10.59	11.25	13.02
Max.		62.29	9.19	21.02	13.34	16.80
Min.		56.45	1.18	7.32	11.25	13.02

Şekil 4.15. Bi-2212 yapısına  $x=0.05$  Cs katkılanan fiber numunenin 1000x büyütmedeki SEM görüntüsü ve EDX analizi

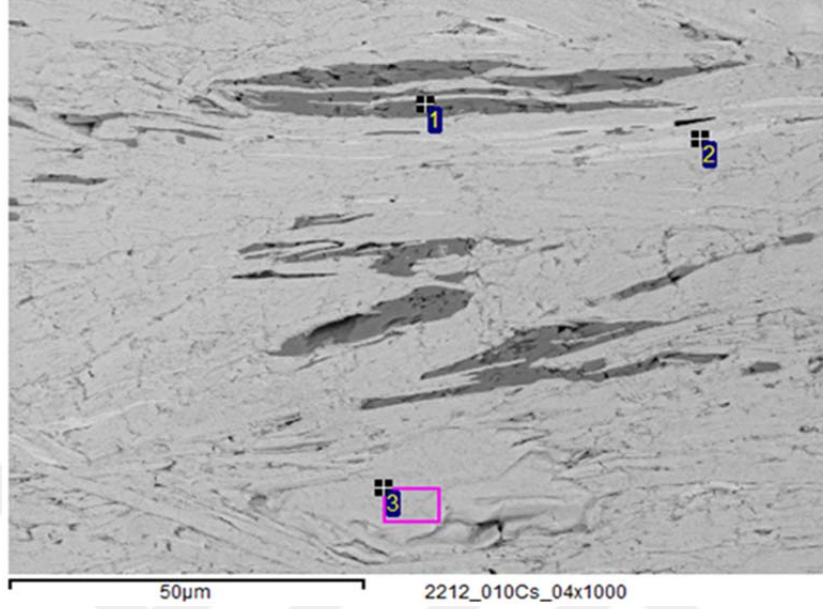
Buradaki analizde ise, beyaz faz (2), Bi yoğunluklu  $\text{Bi}_{2,3}(\text{Sr,Ca})_{1,9}\text{CuO}_{6+d}$  yapısındaki fazdır. Ana faz olan Bi-2212 fazı (3)  $\text{Bi}_{2,3}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0,8}\text{Cu}_{1,9}\text{O}_y$  yapısındaki gri fazdır. Koyu gri faz (1) ise Bi içermeyen  $(\text{Sr,Ca})\text{CuO}_2$  fazıdır.



Spectrum	In stats.	O	Ca	Cu	Sr	Bi
1	Yes	59.51	8.06	19.74	12.70	
2	Yes	61.02	1.62	8.09	12.12	17.15
3	Yes	62.17	3.83	9.91	11.53	12.57
Max.		62.17	8.06	19.74	12.70	17.15
Min.		59.51	1.62	8.09	11.53	12.57

Şekil 4.16. Bi-2212 yapısına  $x=0.075$  Cs katkılanan fiber numunenin 1000x büyütmedeki SEM görüntüsü ve EDX analizi

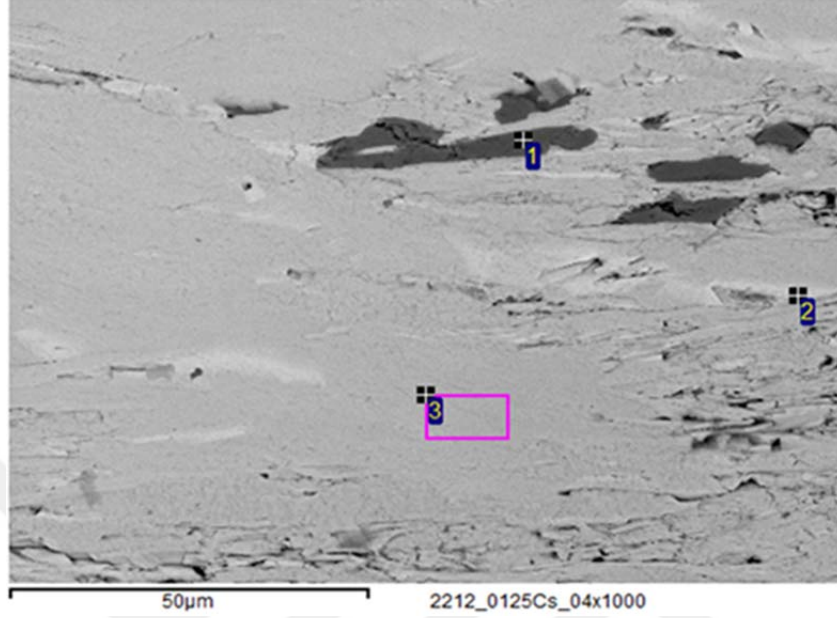
Buradaki analizde ise, beyaz faz (2), Bi yoğunluklu  $\text{Bi}_{2.1}(\text{Sr,Ca})_{1.7}\text{CuO}_{6+d}$  yapısındaki fazdır. Ana faz olan Bi-2212 fazı (3)  $\text{Bi}_{2.2}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.7}\text{Cu}_{1.7}\text{O}_y$  yapısındaki gri fazdır. Koyu gri faz (1) ise Bi içermeyen  $(\text{Sr,Ca})\text{CuO}_2$  fazıdır.



Spectrum	In stats.	O	Ca	Cu	Sr	Bi
1	Yes	55.93	5.02	26.39	11.47	1.19
2	Yes	60.98	1.00	8.43	12.73	16.86
3	Yes	56.71	4.58	12.39	12.43	13.89
Max.		60.98	5.02	26.39	12.73	16.86

Şekil 4.17. Bi-2212 yapısına x=0.1 Cs katkılanan fiber numunenin 1000x büyütmedeki SEM görüntüsü ve EDX analizi

Buradaki analizde ise, beyaz faz (2), Bi yoğunluklu  $\text{Bi}_2(\text{Sr,Ca})_{1.6}\text{CuO}_{6+d}$  yapısındaki fazdır. Ana faz olan Bi-2212 fazı (3)  $\text{Bi}_{2.2}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.7}\text{Cu}_{1.9}\text{O}_y$  yapısındaki gri fazdır. Koyu gri faz (1) ise Bi içermeyen  $(\text{Sr,Ca})_{14}\text{Cu}_{24}\text{O}_{41}$  fazıdır.

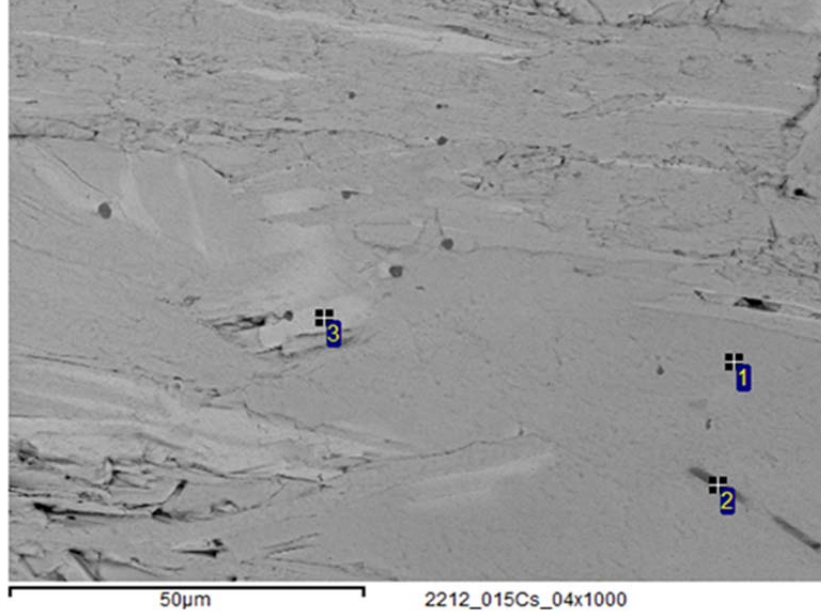


Spectrum	In stats.	O	Ca	Cu	Sr	Cs	Bi
1	Yes	55.66		44.35		-0.01	
2	Yes	60.21	4.87	8.49	8.71	-0.02	17.74
3	Yes	59.57	5.03	10.97	11.26	0.02	13.15
Max.		60.21	5.03	44.35	11.26	0.02	17.74
Min.		55.66	4.87	8.49	8.71	-0.02	13.15

Şekil 4.18. Bi-2212 yapısına  $x=0.125$  Cs katkılanan fiber numunenin 1000x büyütmedeki SEM görüntüsü ve EDX analizi

Buradaki analizde ise, beyaz faz (2), Bi yoğunluklu  $\text{Bi}_{2.1}(\text{Sr,Ca})_{1.6}\text{CuO}_{6+d}$  yapısındaki fazdır. Ana faz olan Bi-2212 fazı (3)  $\text{Bi}_{2.3}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.9}\text{Cu}_{1.9}\text{O}_y$  yapısındaki gri fazdır. Koyu gri faz (1) ise CuO fazıdır. Cs katkısının varlığı ana faz olan Bi-2212 fazında belirginleştiği gözlemlendi.





Spectrum	In stats.	O	Ca	Cu	Sr	Cs	Bi
1	Yes	57.04	5.10	12.75	11.67	-0.02	13.47
2	Yes	58.10	7.81	17.48	12.66	0.03	3.92
3	Yes	59.52	1.44	8.21	12.85	-0.06	18.04
Max.		59.52	7.81	17.48	12.85	0.03	18.04

Şekil 4.19. Bi-2212 yapısına  $x=0.15$  Cs katkılanan fiber numunenin 1000x büyütmedeki SEM görüntüsü ve EDX analizi

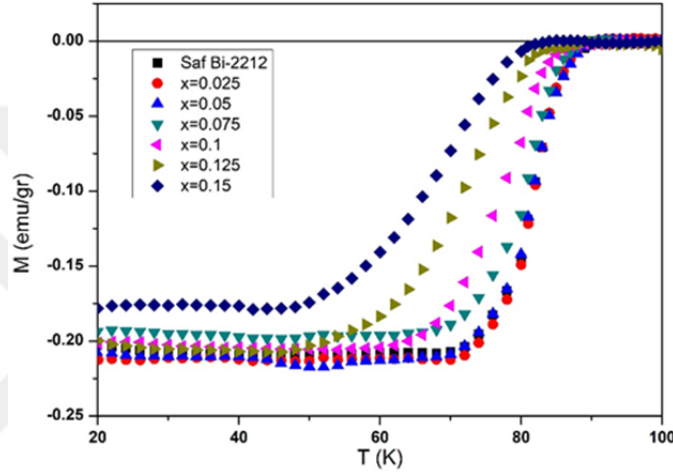
Buradaki analizde ise, beyaz faz (2), Bi yoğunluklu  $\text{Bi}_{2,3}(\text{Sr,Ca})_{1,9}\text{CuO}_{6+d}$  yapısındaki fazdır. Ana faz olan Bi-2212 fazı (3)  $\text{Bi}_{2,3}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0,9}\text{Cu}_{2,2}\text{O}_y$  yapısındaki gri fazdır. Koyu gri faz (1) ise Bi içermeyen  $(\text{Sr,Ca})_{14}\text{Cu}_{24}\text{O}_{41}$  fazıdır.

Şekil 4.13., 4.14., 4.15, 4.16., 4.17., 4.18. ve 4.19 den anlaşılacağı üzere saf Bi-2212 yapısından Cs katkılama artışına göre SEM analizi, ana faz EDX analizinde, ana faz Bi-2212 yapısına denk geldiği fiber numuneler için de geçerlidir. Tane yapısı Cs konsantrasyonuna bağlı olarak çok fazla

değişmemektedir. Bi ve Cu yoğunluğuna bağlı olarak farklı fazlar meydana gelmiştir. Ana faz ve farklı fazların tane yönelmesi gözlenmiştir.

### 4.3.3. VSM Ölçümleri

#### 4.3.3.1. M-T Sonuçları



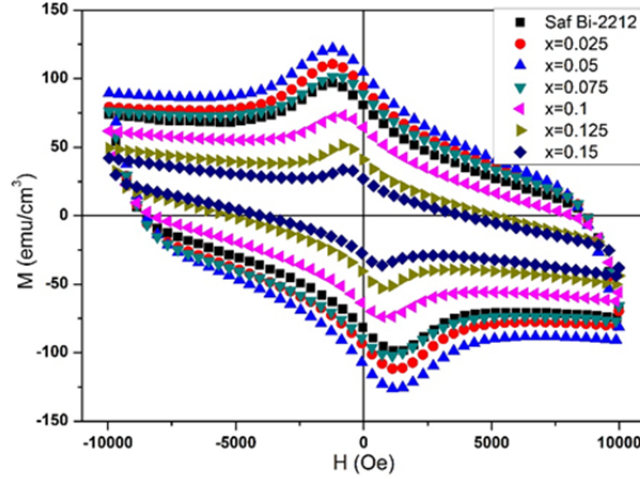
Şekil 4.20. Tüm Cs katkılı fiber numunelerinin M-T sonuçları

Şekil 4.20. da tüm fiber örnekleri 100 Oe manyetik alan altında alan soğutmalı (FC) sıcaklığa bağlı mıknatıslanma grafiği verilmiştir. Tüm Cs katkılı fiber numunelerinin kritik geçiş sıcaklıkları arasındaki bağıntıda, en yüksek kritik geçiş sıcaklığına sahip olan numune saf Bi-2212 ve x=0.025 numunelerine sahip olup 92 K dir (Bakınız Çizelge 4.6). Daha sonraki Cs katkısının artışıyla sistematik olarak geçiş sıcaklığında düşme meydana gelmektedir.

Çizelge 4.6. Fiber numunelerinin kritik geçiş sıcaklıkları

	x=0	x=0.025	x=0.05	x=0.075	x=0.1	x=0.125	x=0.15
T <sub>c</sub> (K)	92	92	91	89	89.05	89.03	84.5

## 4.3.3.2. M-H Sonuçları



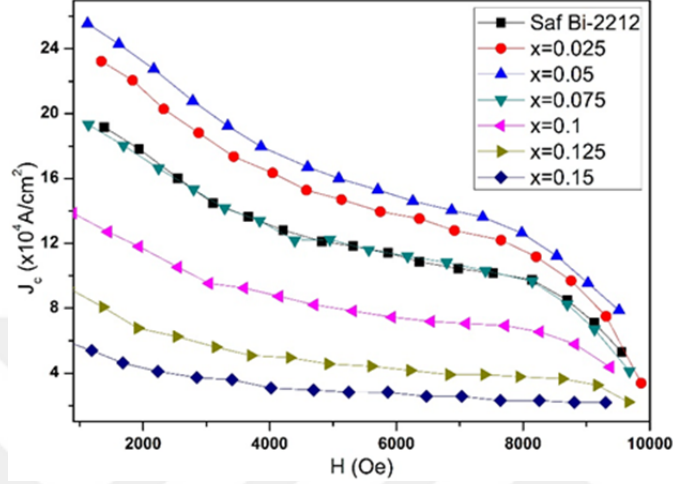
Şekil 4.21. Tüm Cs katkılı fiber numunelerinin 10 K'deki M-H sonuçları

Şekil 4.21 de tüm Cs katkılı fiber numuneleri 10 K sıcaklıkta uygulanan manyetik alana karşı mıknatıslanma grafiği verilmiştir. Bu histeresis eğrisinde Cs konsantrasyonuna bağlı olarak katkısız Bi-2212 numunesinden  $x=0.05$  Cs katkısına kadarki genişlik artışı gözlemlendi. Ve yine sistematik olarak genişlikte azalma meydana gelmiştir.

Çizelge 4.7. Fiber numunelerin kalıcı mıknatıslanması ( $M_R$ ) ve kritik manyetik alan ( $H_{C1}$ )

	$x=0$	$x=0.025$	$x=0.05$	$x=0.075$	$x=0.1$	$x=0.125$	$x=0.15$
$M_R$ (emu/V)	80.49	93.27	104	89.18	64.13	40.62	27.33
$H_{C1}$ (Oe)	1106	1129	1167	1101	794	671	548

Çizelge 4.7 den görüleceği üzere kalıcı mıknatıslanma ve kritik alan değerleri  $x=0.05$  örneğine kadar artmakta ve daha sonra azalma eğilimi göstermektedir.

4.3.3.3.  $J_c$  HesaplamaŞekil 4.22. Tüm Cs katkılı bulk numunelerinin 10 K'deki  $J_c$ -H grafiği

Şekil 4.22'deki grafiği oluşturmak için aynı bulk numunesinde yaptığımız gibi Bean modeli kullanıldı. Burada fiber numunelerinin geometrik şekillerinden dolayı Bean modelinde  $a$ ,  $b$  ve  $c$  kesit parametreleri yerine silindir uzunluk parametresi olan  $d$  parametresi kullanıldı. Formül 4.2'de verilen bağıntı kullanılarak hesaplanan  $J_c$  değerleri Çizelge 4.8'de verilmiştir. Burada en yüksek akım taşıma kapasitesine sahip olan numune  $x=0.05$  Cs katkılı numunedir.

$$J_c = 30 \left( \frac{\Delta M}{d} \right) \quad (4.2)$$

Çizelge 4.8. Fiber numunelerin 1000 Oe'de en yüksek akım yoğunlukları

	$x=0$	$x=0.025$	$x=0.05$	$x=0.075$	$x=0.1$	$x=0.125$	$x=0.15$
$J_c (x10^4 \text{ A/cm}^2)$	19.13	23.27	25.62	19.32	13.87	9.14	5.82



**5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER**

- Fiber ve bulk numunelerinin hazırlanma süreci, maliyeti ve sahip olunabilirliği bakımından karşılaştırıldığında bulk numunelerin katıhal tepkime yöntemi lazer yöntemine göre daha yapılabilir olduğu görüldü.
- XRD analizinde bulk numunelerinin sonuçları, fiber numunelerine göre daha keskin piklere sahip olmadığı görüldü.
- SEM analizlerinden, fiber numunelerinin tane yapısı bulk numunelerine göre daha düzenli bir yapıda olduğu ve ana faz Bi-2212 fazı olduğu her iki tür numunede de gözlenmiştir.
- M-T sonuçlarından, saf Bi-2212 numunelerinin  $T_c$  geçiş sıcaklıkları için, bulk numunelere göre fiber numunelerin  $T_c$  değerleri yaklaşık 10 K daha yüksek olması dikkat çekicidir.
- M-H analizinde, fiber numunelerinin bulk numunelere göre daha geniş histerisis eğrisine sahip olduğu gözlemlendi.
- $J_c$  değerlerinden fiber numunelerin bulk numunelerine kıyasla 10 kat daha fazla akım taşıma kapasitesine sahip olabileceği sonucuna varıldı.

Gerek bulk gerekse fiber örneklerin ölçülen ve hesaplanan parametreleri Çizelge 4.9 ve 4.10 da verilmiştir.

Çizelge 5.1. Tüm bulk numunelerinin kritik sonuçları

Bulk	x=0	x=0.025	x=0.05	x=0.075	x=0.1	x=0.125	x=0.15
$a=b$ ( $^{\circ}$ A)	5.4061	5.4052	5.4053	5.4009	5.4111	5.4054	5.4066
$c$ ( $^{\circ}$ A)	30.6674	30.6982	30.7376	30.6939	30.7042	30.6994	30.6862
$T_C$ (K)	80	78.61	80.32	79.46	79	82	84
$J_C$ ( $\times 10^3$ A/cm $^2$ )	22.07	23.02	16.77	10.01	8.47	7.34	6.2
$H_{C1}$ (Oe)	1113	1006	910	814	803	514	129
$M_S$ (emu/cm $^3$ )	9.07	8.97	5.93	3.39	2.79	1.44	0.39

Çizelge 5.2. Tüm fiber numunelerinin kritik sonuçları

Fiber	x=0	x=0.025	x=0.05	x=0.075	x=0.1	x=0.125	x=0.15
$a=b$ ( $^{\circ}$ A)	5.4144	5.4101	5.4161	5.4090	5.4092	5.4071	5.4112
$c$ ( $^{\circ}$ A)	30.6637	30.6976	30.6674	30.7360	30.7337	30.7008	30.6992
$T_C$ (K)	92	91.45	91	89	89.05	89.03	84.5
$J_C$ ( $\times 10^4$ A/cm $^2$ )	19.13	23.27	25.62	19.32	13.87	9.14	5.82
$H_{C1}$ (Oe)	1106	1129	1167	1101	794	671	548
$M_S$ (emu/cm $^3$ )	80.49	93.27	104	89.18	64.13	40.62	27.33

- Fiber numunelerinin bulk numunelerine kıyasla; tane yönlenmesi, faz içeriği ve daha az çeşit kristal yapı bulundurması,  $T_C$  geçiş sıcaklığı, kalıcı mıknatıslanması ve kritik akım yoğunluğunun yüksek olması nedeniyle fiber numunelerinin manyeto-direnç ölçümleri yapılabilir. Aynı zamanda fiber örneklerinin mikro-sertlik ölçümleri ile uygulama alanların genişletilmesi amacıyla mekanik özelliklerinin araştırılması yapılabilir.

## KAYNAKLAR

- Altın, S., Aksan, M.A. ve Yakinci, M.E., 2012. Fabrication of single crystalline Bi-2212 whiskers from Ga added  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$  composition and their thermal, structural, electrical and magnetic properties. *Materials Chemistry and Physics*, 133:706-712s.
- Angurel, L. A., De la Fuente, G. F., Badía, A., Larrea, A., Diez, J. C., Peña, J. I., ... & Navarro, R., 1997. Textured BSCCO superconductors obtained via laser induced directional solidification. *Studies of High Temperature Superconductors*, 1-32.
- Asada, M., Miura, Y., Osaka, A., Oukam, K. ve Nakamura, S., 1988. Hydroxyapatite crystal growth on calcium hydroxyapatite ceramics. *Journal of Materials Science*, 23:3202-3205s.
- Aytekin, M.E., Özkurt, B. ve Sugözü, I., 2015. Physical, magnetic and mechanical properties of Bi-2212 superconductors prepared by high pelletization pressure. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 26:1799-1805s.
- Bouzerar, R., Mettout, B., Savary, H., Schneck, J. ve Toledano, J.C., 1994. Influence of lead substitution on the magnetic irreversibility line of 2212 superconducting single crystals. *Physica C: Superconductivity*, 223:259-266s.
- Costa, F.M., Silva, R.F. ve Viera, J.M., 1999. Phase transformation kinetics during thermal annealing of LFZ Bi-Sr-Ca-Cu-O superconducting fibers in the range 800–870°C. *Physica C: Superconductivity*, 323:23-41s.
- Coşkun, A., 2004. BSCCO süperiletken sistemine farklı konsantrasyonlarda godalanyum katkılmasının malzemenin yapısal, elektriksel ve manyetiksel özellikleri üzerindeki etkisi. Doktora Tezi, Adana, 201s.



- Fallah-Arani, H., Baghshahi, S., Sedghi, A., Stornaiuolo, D., Tafuri, F. ve Riahi-Noori, N., 2018. Enhancement in superconducting properties of  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_{8+\delta}$  (Bi-2212) by means of boron oxide additive. *Physica C: Superconductivity and its Applications*, 548:31-39.
- Feigelson, R.S., Gazit, D., Fork, D.K. ve Gaballe, T.H., 1988. Superconducting Bi-Ca-Sr-Cu-O Fibers Grown by the Laser-Heated Pedestal Growth Method. *Science*, 240:1642-1645s.
- Gündoğmuş, H., 2013. Lazer tekniği ile üretilen katkılı bssco süperiletkenlerin fiziksel özelliklerinin araştırılması. Doktora Tezi, Adana, 134s.
- Gürsul, M., 2013. Na katkılı BSCCO süperiletkeninin aktivasyon enerjisine sinterleme sıcaklığı etkisinin araştırılması. Yüksek Lisans Tezi, Adana, 135s.
- Ilyushechkin, A.Y., Agranovski, I.E., Altman, I.S. ve Choi, M., 2010. Effect of MgO nanoparticles embedded into Bi-2212/Ag tapes on the microstructure and superconducting properties. *Materials Science and Engineering: B*, 167:60-64s.
- Kahraman, F., Sotelo, A., Madre, M.A., Diez, J.C., Özkurt, B. ve Rasekh, Sh., 2015. Relationship between microstructure and superconducting properties in hot-pressed Bi-2212/Ag ceramic composites. *Ceramics International*, 41(B):14924-14929s.
- Kaku, M., 2008, *Physics of the Impossible*, Doubleday, New York, 329s.
- Kase, J., Irisawa, N. ve Morimoto, T., 1990. Improvement in critical current density of  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_x$  tapes synthesized by doctor-blade casting and melt growth. *Applied Physics Letters*, 56:970.
- Kır, M.E., Özkurt, B. ve Aytekin, M.E., 2016. The effect of K-na co-doping on the formation and particle size of Bi-2212 phase. *Physica B: Condensed Matter*, 490:79-85s.

- Kırat, G., Kızılaslan, O. ve Aksan, M.A., 2016. Effect of the Er-substitution on critical current density in glass-ceramic  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2(\text{Cu}_{3-x}\text{Er}_x)\text{O}_{10+\delta}$  superconducting system. *Ceramics International*, 42:15072-15076s.
- Kızılaslan, O., Kırat, G. ve Aksan, M.A., 2015. Magnetic relaxation behavior in the  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{3-x}\text{Mo}_x\text{O}_{10+\delta}$  system fabricated by glass-ceramic technique. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 384:186-191s.
- Li, T.W., Drost, R.J., Kes, P.H., Træholt, C., Zandbergen, H.W., Hien, N.T., Menovsky, A.A. ve Franse, J.J.M., 1997. Enhanced flux pinning in Bi-2212 single crystals by planar defects introduced via Ti-substitution. *Physica C: Superconductivity*, 274:197-203s.
- Liu, H.B., Ferreira, P.J. ve Sande, J.B.V., 1998. Processing Bi-2212/Ag thick films under a high magnetic field: on the Bi-2212/Ag interface effect. *Physica C: Superconductivity*, 303:161-168s.
- Lu, T., Zhang, C., Gou, S., Wu, Y., Li, C. ve Zhou, L., 2015. The influence of critical current density of Bi-2212 superconductors by defects after Yb-doping. *Physica C: Superconductivity and its Applications*, 519:24-27s.
- Majevski, P., 1997. Phase diagram studies in the system Bi - Pb - Sr - Ca - Cu - O - Ag. *Superconductor Science and Technology*, 10:7.
- Majewski, P., 2000. Materials Aspects of the High-temperature Superconductors in the System  $\text{Bi}_2\text{O}_3\text{-SrO-CaO-CuO}$ . *Journal of Materials Research*, 15:854-870s.
- Nane, O., 2013. Atımlı lazer yığılımı (PLD) tekniği kullanılarak üretilen BSCCO ince filmlerin fiziksel özelliklerinin araştırılması. Doktora Tezi, Adana 134s.
- Nane, O., Özçelik, B., Amaveda, H., Sotelo, A. ve Madre, M.A., 2016. Improvement of structural and superconducting properties of Bi-2212 textured rods by substituting sodium. *Ceramics International*, 42:8473-8477s.

- Noetzel, R., vom Hedt, B. ve Westerholt, K., 1996. Magnetic irreversibility lines and critical currents of Bi(2212) single crystals doped by Fe, Ni, Co and Zn. *Physica C: Superconductivity*, 260:290-296s.
- Özçelik, B., Gürsul, M., Sotelo, A. ve Madre, M.A., 2015. Improvement of superconducting properties in Na-doped *BSCCO* superconductor. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 26:441-447s.
- Özçelik, B., Nane, O., Sotelo, A. ve Madre, M.A., 2016. Effect of Yttrium substitution on superconductivity in Bi-2212 textured rods prepared by a LFZ technique. *Ceramics International* 42(B):3418-3423s.
- Özçelik, B., Nane, O., Sotelo, A., Amaveda, H. ve Madre, M.A., 2017. Effect of Na substitution and Ag addition on the superconducting properties of Bi-2212 textured materials. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 28:6278-6283s.
- Özkurt, B., 2013. Nickel substitution effect on superconducting properties of Bi-2212 ceramics. *Journal of Alloys and Compounds*, 579:132-137s.
- Özkurt, B., Özçelik, B., Madre, M.A., Sotelo, A. ve Diez, J.C., 2015. Effect of Yb substitution in Bi-2212 ceramics prepared by laser floating zone technique. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 26:5761-5766s.
- Rentschler, T., Kemmler-Sack, S., Hartman, M., Hübener, R.P., Kessler, P. ve Lichte, H., 1992. Influence of Nd substitution on the superconducting properties of ceramics in the 2212 system  $\text{Bi}_{2-w}\text{Pb}_w\text{Sr}_{2-x}\text{Ca}_{1-y}\text{Nd}_{x+y}\text{Cu}_2\text{O}_{8+z}$ . *Physica C: Superconductivity*, 200:287-295s.
- Shengnan, Z., Chengshan, L., Quigbin, H., Jiangqing, F. ve Pingxiang, Z., 2017. Influence of Cu Content in Precursor Powders on the Phase Evolution and Superconducting Properties of Bi-2212 Superconductors. *Rare Metal Materials and Engineering*, 46:585-590s.
- Türk, N., 2012. Tungsten katkılı bscco süperiletken malzeme üretimi ve üretilen malzemenin fiziksel özelliklerinin araştırılması. Yüksek Lisans Tezi, Adana, 110s.

- Uthayakumar, S., Srinivasan, E., Jayavel, R. ve Subramanian, C., 2002. Substitutional effect of Mn on floating zone growth Bi-2212 bulk textured crystals. *Physica C: Superconductivity*, 383:122-126s.
- Wang, X.L., Liu, H.K., Dou, S.X., Horvat, J. ve Millikon, D., 2001. Superconductivity and flux pinning in Y and heavily Pb codoped Bi-2212 single crystals. *Journal of Applied Physics*, 89:7669.
- Yazıcı, D., 2010. Tek fazlı BSCCO süperiletken malzeme üretimi ve malzemenin fiziksel özelliklerinin araştırılması. Doktora Tezi, Adana, 156s.





## ÖZGEÇMİŞ

12 Kasım 1992 de Adana'nın Tufanbeyli ilçesinde doğdu. İlköğrenimini ve ortaöğrenimini Adana Töbank İlkokulu ve Ortaokulu'nda 2006 yılında tamamladı. Lise öğrenimini 2011 yılında Adana Hacı Ahmet Atıl Lisesi'nde tamamladı. Lisans öğrenimini Ondokuz Mayıs Üniversitesi'nde Malzeme Bilimi ve Mühendisliği bölümünde 2015 yılında tamamladı. 2016 yılında Çukurova Üniversitesi Fizik Anabilim Dalı Başkanlığı'nda Yüksek Lisans öğrenimine başladı.

