

T.C.
İNÖNÜ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YBCO SÜPERİLETKEN ÖRNEKLERİN TÜP METODU (PITM) İLE
HAZIRLANMASI, Cd VE Ga KATKILANMASININ SİSTEM ÜZERİNE
ETKİLERİ

131179

SERKAN ALAGÖZ

YÜKSEK LİSANS TEZİ
FİZİK ANABİLİM DALI

131179

MALATYA
Temmuz 2003

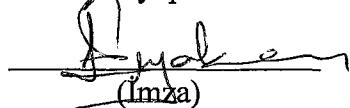
T.C. YÜKSEKÖĞRETİM KURULU
DOKUMANTASYON MERKEZİ

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürlüğü'ne,

Bu çalışma jürimiz tarafından Fizik Anabilim dalında YÜKSEK LİSANS olarak kabul edilmiştir.

Başkan

Prof. Dr. M. Eyüphan YAKINCI


(İmza)

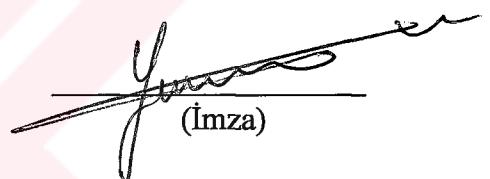
Üye

Prof. Dr. Selçuk ATALAY


(İmza)

Üye

Yrd. Doç. Dr. Yakup BALCI


(İmza)

Onay

Yukarıdaki imzaların adı geçen öğretim üyelerine ait olduğunu onaylarım.

28.8.2003


T.C. YÜKSEK
EĞİTİM VE İŞLETME MERKEZİ



Doç. Dr. Ali SAHİN
Enstitü Müdürü

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

YBCO SÜPERİLETKEN ÖRNEKLERİN TÜP METODU (PITM) İLE HAZIRLANMASI, Cd VE Ga KATKILANMASININ SİSTEM ÜZERİNE ETKİLERİ

Serkan ALAGÖZ

İnönü Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı

xiii+81

2003

Danışman : Yrd. Doç. Dr. Yakup BALCI

Bu çalışmada, $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ ve $Y_{0.5}X_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ ($X=Ga, Cd$) bileşığının Powder-In-Tube metodu ile sentezi ve yeni sistemin elektriksel ve fiziksel özelliklerinin değişimi incelenmiştir.

Kimyasal formülleri verilmiş olan bileşikler bir araya getirilerek homojen ve çok küçük parçaçık boyutuna sahip olaçak şekilde iyice karıştırılmıştır. Hazırlanmış olan ham bileşim $970^{\circ}C$ de kalsinasyon işlemine tabi tutulmuştur. Kalsinasyon işlemi esnasında toz halindeki numuneye $500^{\circ}C$ sıcaklığı ulaşıldığında oksijen gazı verildi. Powder-In-Tube metodu kullanılarak 30 mm uzunlukta ve 5 mm yarıçapa sahip Ag tüplerin içerisine hazırlanmış olan kimyasal bileşikler yerleştirildi. Hazırlanmış olan numunelerin tamamı oksijen ortamında ıslı işleme tabi tutulmuştur.

3, 5, 9 ton basınç altında hazırlanmış olan $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$, $Y_{0.5}Cd_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ ve $Y_{0.5}Ga_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ numunelerinin x-ışını kırınım desenleri, direnç ölçümüleri, SEM ve EDAX analizi ölçümleri yapılmıştır.

X-ışını kırınım sonuçlarında, $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ kompozisyonunda hazırlanan numunelerin karakteristik YBCO piklerine oldukça şiddetli ve belirgin bir şekilde sahip

olduğu ve bunun sonucunda numunelerin yüksek saflığa sahip olduğu anlaşılmıştır. Uygulanan basıncın etkisi ile pik şiddetlerinde belirgin bir azalma gözlenmiştir. $Y_{0.5}Cd_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ kompozisyonunda ise, YBCO sisteminden farklı olarak değişik konumlarda piklerin yapıda mevcut olduğu görülmüştür. Cd katkısının $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ yapısını çok fazlı bir sisteme taşıdığı ve süperiletkenlik durumunu olumsuz yönde etkilediği gözlenmiştir. $Y_{0.5}Ga_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ kompozisyonunda ise, Ga katkısının süperiletken fazlar üzerinde tamamen olumsuz bir etki meydana getirdiği ve süperiletkenlik durumunu ortadan kaldırdığı anlaşılmıştır.

Direnç ölçüm sonuçlarında, $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ numunelerinin farklı manyetik alanlar altında direnç ölçümleri alınmış ve yapının çok kaliteli ve homojen olduğu anlaşılmıştır. Bu sistem için süperiletkenlik geçiş sıcaklığı (T_c) 93 K olarak bulunmuştur. Cd ve Ga katkılararak hazırlanmış olan numunelerde ise, Ga katkısının yapıyı tamamen süperiletken özellikten uzaklaştırdığı görülmüştür. Bunun yanında Cd katkısının Ga katkısına oranla sistem üzerinde daha olumlu sonuçlar verdiği görülmüştür. Cd katkılanması sonucunda numunelerin geçiş sıcaklıkları 85-90 K arasında değiştiği gözlenmiştir.

SEM ve EDAX analizi sonuçlarında ise, $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ kompozisyonu için klasik YBCO sisteminin granüler formasyonu ve kısmi olarak erimiş klasik yapılanma çok açık bir şekilde ortaya çıkmıştır. EDAX analizi sonuçlarında, yapının oldukça kaliteli ve homojen olduğu anlaşılmıştır. Cd katkılı numunelerin SEM sonuçlarına göre, numunelerin yüzeyindeki kısmi erimenin YBCO sistemine göre çok daha fazla olduğu ve yarı erimiş bölgeler arasında çok geniş boşlukların bulunduğu gözlenmiştir. Bu sistemin EDAX analizi sonuçlarında ise, YBCO sistemine göre elektriksel özelliklerin olumsuz yönde etkilendiği anlaşılmıştır. Ga katkılı numunelerin SEM sonuçlarına göre, Cd katkıları sisteme oranla olumsuz sonuçlar elde edilmiştir. Yapıda yaklaşık aynı büyülükte farklı geometrik şekillerde tam granüler (erimemiş) yapılışma oluşmasından dolayı süperiletkenlik gözlenmemiştir. Bu sistemin EDAX analizi sonuçlarında ise, yapı içerisindeki bakırın farklı bölgelerde öbekler halinde reaksiyona girmeden kalabileceği sonucuna ulaşılmıştır.

ANAHTAR KELİMELER: Powder-In-Tube (PIT) metodu, YBCO, Katıhal-reaksiyon yöntemi

ABSTRACT

MS.c. Thesis

PREPARATION OF YBCO SUPERCONDUCTOR SAMPLES BY TUBE METHOD (PITM), EFFECT OF Cd AND Ga SUBSTITUTION ON THE SYSTEM

Serkan ALAGÖZ

Inonu University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Physics

xiii+81

2003

Supervisor : Associated Prof. Yakup BALCI

In this study, $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ and $Y_{0.5}X_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ ($X=Ga, Cd$) compounds were synthesised by Powder-In-Tube method and electrical and physical properties of system were investigated.

After getting together the compounds that chemical formulas are given, they were mixed in order to have homogen and small granular size. This raw compound was calcinated to 970 °C. While the calcination process, oxygen gas was given to powder sample at 500 °C. Chemical compounds were put into 30 mm lenght and 5 mm diameter Ag tubes. All of the obtained samples were heated in oxygen atmosphere.

$Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$, $Y_{0.5}Cd_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ and $Y_{0.5}Ga_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ samples were prepared under 3, 5, 9 tons and X-ray difractions, electrical resistance, SEM and EDAX analysis measurements were done.

In the results of X-ray difraction, it is seen that samples which are prepared from $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ composition exhibit quite clear characteristic of YBCO peaks and as a consequence of this, samples have high purity. Decrease in magnitude of peaks by effect of applied pressure was observed. In the $Y_{0.5}Cd_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ composition, peaks

which reside in different positions from those of YBCO system were seen in the structure. It was observed that Cd substitution into $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ structures to multi-phase system and effect its superconductivity state worse. In the $\text{Y}_{0.5}\text{Ga}_{0.5}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ composition, it was understood that Ga substitution in $\text{Y}_{0.5}\text{Ga}_{0.5}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ caused negative effects on superconductor phases and terminated its superconductivity state.

In the result of resistance measurements, resistance of $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ samples were measured under various magnetic field and it was understood that $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ structure was in quite good quality and homogen. Superconductivity transition temperature (T_c) of this system was found to be 93K. For the Cd and Ga substitution samples, it was seen that Ga substitution led structure entirely lose its superconductivity property. Beside that, it was seen that Cd substitution produced better results on the system than those of Ga substitution. After Cd doping, it was observed that superconducting transition temperature varied in the range 85-90K.

In the result of SEM and EDAX analysis, granular formation of classical YBCO and partial melted classical structuring were seen for $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ composition. In the result of EDAX analysis, it was understood that the structure was in good quality and quite homogen. According to SEM results of Cd substitution samples, it was observed that partial melting on the surface of the samples was much more than that of the YBCO system and there existed very wide gaps between half melted areas. In the results of EDAX analysis of this system, it was understood that electrical properties were badly effected respect to YBCO system. According to SEM results of Ga substitution samples, worse results than those of Cd substitution system were obtained. Superconductivity was vanished in structure. Hence, complete granular structuring in approximiatly the same volume and different shape was took place in the structure. In the result of EDAX analysis of his system, it was concluded that Cu could locally remain in various areas without reacting any material.

KEYWORDS: Powder-In-Tune method, YBCO, solid-state reaction method

TEŞEKKÜR

Bu çalışmamın gerçekleşmesinde yardımları ve sürekli desteği için tez yöneticisi Sayın Hocam Yrd. Doç. Dr. Yakup BALCI' ya,

Deneysel ölçüm çalışmalarım süresince gösterdiği ilgi ve yardımlarından dolayı Sayın Prof. Dr. M. Eyüphan YAKINCI' ya,

Çalışmalarım süresince gösterdiği ilgi için Bölüm Başkanımız Sayın Prof. Dr. Selçuk ATALAY' a,

Deneysel ölçümlerimin alınmasında yardımcı olan Arş. Grv. M. Ali AKSAN ve Uzman Kadir TOY' a,

Direnç ölçümlerinin bir kısmının alınmasında yardımcı olan ANKARA ÜNİVERSİTESİ Fizik bölümüne,

SEM ve EDAX analizi ölçümlerinin alınmasında yardımcı olan ERCİYES ÜNİVERSİTESİ Fizik bölümüne,

Bana bu çalışmam süresince maddi ve manevi yardımlarını esirgemeyen babam İbrahim ALAGÖZ, annem Semihha ALAGÖZ, ağabeyim B. Baykant ALAGÖZ, kardeşim S. Onur ALAGÖZ' e ve arkadaşlarına ;

Sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

ÖZET	i
ABSTRACT	iii
TEŞEKKÜR	v
İÇİNDEKİLER	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ	ix
TABLOLAR DİZİNİ	xii
SEMBOLLER	xiii
1. GİRİŞ	1
2. SÜPERİLETKENLİK ÖZELLİKLERİ VE KAVRAMLAR	3
2.1. Süperiletkenliğin Tarihçesi	3
2.2. Sıfır Direnç	6
2.3. Kritik Mağnetik Alan	8
2.4. Geçiş Sıcaklığı	9
2.5. Meissner Etkisi	10
2.6. Kritik Akım Yoğunluğu	12
2.7. Uyum (Koherans) Uzunluğu	13
2.8. Sızma Derinliği	13
2.9. Ginzburg-Landau Parametresi	15
2.10. İzotop Etkisi	15
2.11. I. Tip ve II. Tip Süperiletkenler	16
2.12. Josephson Etkisi	17
2.13. Süperiletkenliğe Geçişin Termodinamigi	19
2.13.1. Süperiletkenlik Durumunun Entropisi	19
2.13.2. Adyabatik Manyetizasyon	21
3. SÜPERİLETKENLİĞİN TEORİKSEL YAKLAŞIMLARI	23
3.1. Bardeen Cooper Schrieffer (BCS) Teorisi	24
3.2. Rezonans Valans Band (RVB) Teorisi	27
4. YBaCuO YÜKSEK SICAKLIK SÜPERİLETKENLERİ VE POWDER-IN- TUBE (PIT) METODU	28
4.1. $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ Bileşiginin Kristal Yapısı	28
4.2. Faz Geçişi	32

4.3.	YBaCuO Yapının Oluşumu	33
4.4.	Diğer Yüksek Sıcaklık Süperiletken Sistemlerin Yapıları	34
4.5.	Powder-In-Tube (PIT) Metodu	35
4.6.	YBaCuO Süperiletken numunelerin Powder-In-Tube Metodu ile Sentezi.	40
5.	YÜKSEK SICAKLIK SÜPERİLETKENLERİ İÇİN NUMUNE HAZIRLAMA YÖNTEMLERİ	48
5.1.	Katıhal Reaksiyon Yöntemi	48
5.2.	Sol-Jel Yöntemi	49
5.3.	Cam-Seramik Yöntemi	49
6.	DENEYSEL YÖNTEMLER	51
6.1.	Örneklerin Hazırlanması.....	51
6.2.	Elektriksel Direnç Ölçümleri.....	53
6.3.	X-Işınları Difraktogram Analizi.....	54
6.4.	Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) ve Enerji Dağılımlı X-Işınları Analizi (EDAX).....	55
7.	DENEYSEL ÖLÇÜM SONUÇLARI.....	56
7.1.	X-Işınları Kırınım Sonuçları.....	56
7.1.1.	3-5-9 Ton Basınç Altında Powder-In-Tube (PIT) Metodu ile Hazırlanmış $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ Kompozisyonu.....	56
7.1.2.	3-5-9 Ton Basınç Altında Powder-In-Tube Metodu İle Hazırlanmış $Y_{0.5}Cd_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ Kompozisyonu.....	57
7.1.3.	3-5-9 Ton Basınç Altında Powder-In-Tube Metodu İle Hazırlanmış $Y_{0.5}Ga_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ Kompozisyonu.....	59
7.2.	Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) ve Enerji Dağılımlı X-Işınları Analizi (EDAX) Sonuçları.....	60
7.2.1.	3-5-9 Ton Basınç Altında Powder-In-Tube Metodu ile Hazırlanmış $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ Kompozisyonu.....	60
7.2.2.	3-5-9 Ton Basınç Altında Powder-In-Tube Metodu ile Hazırlanmış $Y_{0.5}Cd_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ Kompozisyonu.....	61
7.2.3.	3-5-9 Ton Basınç Altında Powder-In-Tube Metodu ile Hazırlanmış $Y_{0.5}Ga_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ Kompozisyonu.....	62
7.3.	Direnç Ölçüm Sonuçları.....	64

7.3.1.	3-5-9 Ton Basınç Altında Powder-In-Tube Metodu ile Hazırlanmış $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ Kompozisyonu.....	64
7.3.2.	3-5-9 Ton Basınç Altında Powder-In-Tube Metodu ile Hazırlanmış $Y_{0.5}Cd_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ Kompozisyonu.....	68
7.3.3.	3-5-9 Ton Basınç Altında Powder-In-Tube Metodu ile Hazırlanmış Hazırlanmış $Y_{0.5}Ga_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ Kompozisyonu.....	70
8.	SONUÇLARIN YORUMU VE TARTIŞMA	72
8.1.	X-Işını Kırırm Sonuçları.....	72
8.2.	Direnç Ölçüm Sonuçları.....	73
8.3.	SEM Sonuçları.....	75
8.4.	Genel Değerlendirme.....	76
9.	KAYNAKLAR.....	77
10.	ÖZGEÇMİŞ.....	81

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1.	Süperiletkenliğin tarihsel gelişimi	5
Şekil 2.2.	Bir süperiletken için özdirencin sıcaklığa karşı grafiği	6
Şekil 2.3.	Süperiletkenliğe geçişe yakın bir sıcaklıkta özdirencin sıcaklığa bağlı grafiği; (a) Saf Sn metal (b) Saf olmayan Sn metal	7
Şekil 2.4.	Bir süperiletkenin kritik mağnetik alanın $[H_c(T)]$ sıcaklığa bağlı değişimini gösteren faz diagramı	8
Şekil 2.5.	Bir süperiletken örneğin direncinin sıcaklıkla değişimini	9
Şekil 2.6.	Meissner Etkisi. a) Normal durum b) Süperiletken durum	11
Şekil 2.7.	Bir süperiletken içerisindeki magnetizasyonun mağnetik alan ile değişimi	11
Şekil 2.8.	Dışarıdan uygulanan bir mağnetik alanın süperiletken numune içerisinde girişi.....	15
Şekil 2.9.	a) I. tip süperiletkenlik ve b) II. tip süperiletkenliğin uygulanan alana karşı sıcaklık eğrisi	17
Şekil 2.10.	Bir yalıtkanla ayrılmış süperiletken malzeme	19
Şekil 2.11.	Süperiletken ve normal numunenin Entropi-Sıcaklık değişim grafiği..	21
Şekil 3.1.	Bir metal içinde fermi yüzeyine yakın bir noktadaki iki elektron arasındaki etkileşme	24
Şekil 3.2.	İki elektron arasında örgü bozulmasından dolayı ortaya çıkan çekici etkileşme	25
Şekil 3.3.	Elektron-elektron etkileşmesi sonucu r dalga vektörlü bir fononun yayılması	26
Şekil 4.1.	$YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ bileşığının kristal yapısı	29
Şekil 4.2.	$YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ bileşığının; a) Ortorombik b) Tetragonal yapısı	31
Şekil 4.3.	(0,1/2,0) ve (1/2,0,0) düzlemlerinde yapıya yerleşen oksijen atomları oranını ve oksijen içeriğini belirten δ parametresinin sıcaklığa bağlı grafiği	33
Şekil 4.4.	Perovskite birim hücre	33
Şekil 4.5.	3 tane $BaCuO_3$ perovskite birim hücresinin üst üste yerlesimi ile meydana getirilmiş olan $YBaCuO$ birim hücresi	34
Şekil 4.6.	Üretimi tamamlanmış Y-123 süperiletken şerit	36

Şekil 4.7.	Püskürme yöntemi ile toz numune hazırlama düzeneği	37
Şekil 4.8.	Powder-In-Tube metodunun şematik gösterimi	39
Şekil 4.9.	Powder-In-Tube (PIT) metodu ıslı işlem şeması	39
Şekil 4.10.	Kanal yöntemi ile Y-123 bazlı süperiletken kablo hazırlama	41
Şekil 4.11.	Powder-In-Tube yöntemi ile Y-123 bazlı süperiletken kablo hazırlama	42
Şekil 4.12.	Dikdörtgen metal çubuk kullanılarak Y-123 süperiletken kablo hazırlama yöntemi	43
Şekil 4.13.	Powder-In-Tube metodu ile hazırlanmış Y-123 fazlı süperiletkenin kesitinin optik fotoğrafı	43
Şekil 4.14.	Taramalı elektron mikroskopu (SEM) kullanılarak fotoğrafı çekilmiş Y-123 süperiletken örneğin mikroyapısı	44
Şekil 4.15.	Farklı Y-123/Ag kablo numunelerin kritik akım (I_c) grafiği	45
Şekil 6.1.	Örneklerin tavlama sıcaklığı grafiği	52
Şekil 6.2.	Crogenic Q3398 Düşük Sıcaklık Elektriksel ve Manyetik Parametreler ölçüm sistemi.....	53
Şekil 6.3.	Numunelerin bir örnek tutucu ile tutturulduğu düzenek.....	54
Şekil 7.1.	a) 3 ton b) 5 ton c) 9 ton basınç altında hazırlanmış $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ numunelerine ait X-ışını kırınım desenleri.....	57
Şekil 7.2.	a) 3 ton b) 5 ton c) 9 ton basınç altında hazırlanmış $Y_{0.5}Cd_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ numunelerine ait X-ışını kırınım desenleri.....	58
Şekil 7.3.	a) 3 ton b) 5 ton c) 9 ton basınç altında hazırlanmış $Y_{0.5}Ga_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ numunelerine ait X-ışını kırınım desenleri.....	59
Şekil 7.4.	a) 3 ton b) 5 ton c) 9 ton basınç altında Powder-In-Tube metodu ile hazırlanan $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ numunelerin yüzey resimleri, d) Şekil 7.4.b deki yüzeyin ($160\mu m^2$) EDAX sonucu.....	60
Şekil 7.5.	a) 3 ton b) 5 ton c) 9 ton basınç altında Powder-In-Tube metodu ile hazırlanan $Y_{0.5}Cd_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ numunelerin yüzey resimleri, d) Şekil 7.5.b deki yüzeyin ($160\mu m^2$) EDAX sonucu.....	62
Şekil 7.6.	a) 3 ton b) 5 ton c) 9 ton basınç altında Powder-In-Tube metodu ile hazırlanan $Y_{0.5}Ga_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ numunelerin yüzey resimleri, d) Şekil 7.6.b' deki yüzeyin ($160\mu m^2$) EDAX sonucu.....	63

Şekil 7.7.	3-ton basınç altında PIT metodu ile hazırlanan $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ kompozisyonuna uygulanan manyetik alanlara karşı elde edilmiş direnç-sıcaklık eğrilerinin karşılaştırılması.....	65
Şekil 7.8.	5-ton basınç altında PIT metodu ile hazırlanan $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ kompozisyonuna uygulanan manyetik alanlara karşı elde edilmiş direnç-sıcaklık eğrilerinin karşılaştırılması.....	66
Şekil 7.9.	9-ton basınç altında PIT metodu ile hazırlanan $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ kompozisyonuna uygulanan manyetik alanlara karşı elde edilmiş direnç-sıcaklık eğrilerinin karşılaştırılması.....	67
Şekil 7.10.	3, 5, 9 ton basınç altında PIT metodu ile hazırlanmış olan $Y_{0.5}Cd_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ sistemine ait elde edilmiş olan direnç-sıcaklık eğrilerinin karşılaştırılması.....	69
Şekil 7.11.	3, 5, 9 ton basınç altında PIT metodu ile hazırlanmış olan $Y_{0.5}Ga_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ sistemine ait elde edilmiş olan direnç-sıcaklık eğrilerinin karşılaştırılması.....	70
Şekil 8.1.	3, 5, 9 ton basınç altında hazırlanmış $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ numunelere uygulanan manyetik alana karşı elde edilmiş olan $T_c(0)$ sıcaklık değerlerinin karşılaştırılması.....	74

TABLOLAR DİZİNİ

Tablo 2.1.	Bazı alaşım ve metalik bileşiklerin süperiletken geçiş sıcaklığı	10
Tablo 4.1.	Ortorombik yapıdaki $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ süperiletken bileşiginin birim hücre boyutları	31
Tablo 4.2.	Powder-In-Tube metodunda kullanılan ısıl işlem değişkenleri	40
Tablo 4.3.	77 Kelvin sıcaklıkta Powder-In-Tube metodu ile hazırlanmış gümüş kaplı Y-123 iletkenin farklı termal işlem adımlarında ölçülmüş kritik akım yoğunluğu (J_c , Acm^{-2}) değerleri	46
Tablo 6.1.	Örneklerde uygulanan tonaj, ısıl işlem sıcaklığı ve ısıl işlem zamanı.....	52
Tablo 7.1.	3, 5, 9 ton basınç altında hazırlanmış $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ numunelerin a, b, c örgü parametreleri.....	56
Tablo 7.2.	3-ton basınç altında Powder-In-Tube metodu ile hazırlanmış $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ kompozisyonuna uygulanan dış manyetik alan ile elde edilmiş olan T_c ve $T_c(0)$ sıcaklık değerleri.....	64
Tablo 7.3.	5-ton basınç altında Powder-In-Tube metodu ile hazırlanmış $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ kompozisyonuna uygulanan dış manyetik alan ile elde edilmiş olan T_c ve $T_c(0)$ sıcaklık değerleri.....	66
Tablo 7.4.	9-ton basınç altında hazırlanmış $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ kompozisyonuna uygulanan dış manyetik alan ile elde edilmiş olan T_c ve $T_c(0)$ sıcaklık değerleri.....	68
Tablo 7.5.	3, 5, 9 ton basınç altında Powder-In-Tube metodu ile hazırlanmış $\text{Y}_{0.5}\text{Cd}_{0.5}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ numunelerin T_c ve $T_c(0)$ sıcaklık değerleri.....	69

SEMBOLLER

T_c	Süperiletkenliğin geçiş sıcaklığı
$T_c(0)$	Sıfır direnç sıcaklığı
B_c	Kritik magnetik alan
M	Manyetizasyon
B	Manyetik indiksiyon
J_c	Kritik akım yoğunluğu
H_c	Kritik magnetik alan
ΔT_c	Geçiş sıcaklık bölge genişliği
H	Dış magnetik alan
BSSCO	Bismut bazlı süperiletken
YBCO	Yitrium bazlı süperiletken
DTA	Termal Diferansiyel Analiz
XRD	X-Işınları kırınm desenleri
ρ	Öziletkenlik
χ	Manyetik alınganlık
ξ	Uyum (Koherans) uzunluğu
ξ_0	Özulum uzunluğu
V_f	Fermi enerjisindeki elektronların hızı
E_g	Enerji aralığı
λ	Sızma derinliği
n_s	Süperiletimi meydana getiren elektronların yoğunluğu
κ	Ginzburg-Landau parametresi
g_n	Metalin normal durumdaki serbest enerji yoğunluğu
g_s	Süperiletken durumdaki metalin serbest enerji yoğunluğu
U	İç enerji
S	Entropi
V	Hacim
ε_F	Fermi enerjisi

1.GİRİŞ

1989'dan günümüze, yüksek akım taşıma kabiliyetine sahip kablo üretimi yapan firmalar Avrupa topluluk (BRITE/EURAM) programlarını kullanmakta olup, toprak altında 77 Kelvin sıcaklığında çalışabilen yüksek sıcaklık süperiletken (HTS) teller kullanılarak hazırlanmış olan güç kabloları konusuna yönelmişlerdir. Bu kablolar güc kaybını minimuma indirmekte ve ticari amaçlı kullanılan aynı yarıçaplı bakır tellerle karşılaşıldığında düşük voltaj seviyelerinde yüksek güç sağlamaktadır. Yüksek güç sağlamak, toprak altına açılmış olan özel kanallara yüksek akım taşıma kabiliyetine sahip süperiletken kabloların yerleştirilmesi ile mümkün olmaktadır. Yapılan bu işlem ile, yeryüzünde meydana gelmiş olan düzensiz elektromanyetik alanların ortadan kaldırılması sağlanmış olup, büyük oranda çevresel faydalar elde edilmiş olur [1].

Yapılan çalışmalarda genellikle süperiletken kablo üretiminden ziyade, süperiletken kablo tasarım ve teknikleri üzerinde durulmuştur. BRITE/EURAM projesinin başlangıcında test kablolarının yapısı, temel materyal araştırma ve geliştirme programına uygun olmadığı düşünülmektedir. Fakat dünya genelinde yüksek sıcaklık süperiletken alanındaki hızlı gelişmeler, yüksek sıcaklık süperiletkenler yardımcı ile hazırlanmış test kablolarının da programa dahil edilmesini gerekli hale getirmiştir.

Son 4 yılda yüksek sıcaklık süperiletkenlerde (HTS) önemli gelişmeler kaydedilmiştir. Özellikle "Powder-In-Tube" (PIT) metodu ile hazırlanmış olan (Bi,Pb)-2223 fazından elde edilen sonuçlar, önemli gelişmeler olarak yayımlanmıştır [2]. Yapılmış olan çalışmalarla 77 Kelvin sıcaklığında ölçülmüş olan en yüksek kritik akım yoğunluğu (J_c) değeri $7.6 \times 10^8 \text{ A.m}^{-2}$ dir [3]. Numune üretimi esnasında, numuneler presleme metodu ile küçük parçalar halinde üretilmiştir. Yapılmış olan çalışmalarla (Bi,Pb)-2223 iletkeninin yüksek akım taşıma potansiyeline sahip olduğu görülmüş olup, ticari amaçlı uygulama alanlarında kullanılabileceği anlaşılmıştır. Uzun mesafeli olarak üretilmiş olan (100 metre) en iyi kablo örneğinin kritik akım yoğunluğu (J_c) değeri $1.7 \times 10^8 \text{ A.m}^{-2}$ değerine kadar ulaşmakta olup, kendi üzerine katlanabilir ve sarılabilir özellik taşıyabilme kabiliyetine sahiptir [4]. Nitekim son gelişmelerde Y-123 ince film numunelerinde 75 Kelvin sıcaklığında kritik akım yoğunluğu (J_c) değeri $1.3 \times 10^{10} \text{ A.m}^{-2}$ olarak ölçülmüş olup önemli bir sonuç olarak yayımlanmıştır [5].

Günümüzde yapılmakta olan projelerdeki hedef; 77 Kelvin sıcaklığında 100 Amper kritik akım (I_c) taşıma kabiliyetine sahip kabloların dizaynı ve üretimidir. Bu

amaca yönelik olarak, yüksek sıcaklık süperiletkenler kullanılarak uzun mcsafeli süperiletken kablo üretiminde en iyi yöntem PITM metodudur. Ayrıca, PITM metodu kullanılarak fiziksel olarak daha farklı yapıda kablo üretimi ve teknikleri geliştirmek mümkündür.



2. SÜPERİLETKENLİK ÖZELLİKLERİ VE KAVRAMLAR

2.1. Süperiletkenliğin Tarihçesi

Bir metale voltaj farkı uygulandığında iletim elektronları yapı içerisinde hareket etmeyece başlar. Bu hareket sırasında, iletim elektronları örgü ile etkileşerek var olan enerjilerinin bir kısmını kaybederler. İletim elektronları örgü atomları ile ne kadar az çarışma yaparsa, çarışmalar arasında kazanacağı hız da o kadar büyük olur. O halde, daha az çarışma yapan elektronlar daha büyük bir akım oluştururlar; yani, metalik yapının özdirenci daha az olur. Bununla birlikte yapı içerisinde yapıdan kaynaklanan kusurlar da mevcut ise, iletim elektronlarının karşılaştığı direnç daha da fazla olur. Eğer metalik yapı kritik sıcaklığın altına kadar soğutulursa, iletim elektronlarının karşılaştığı direnç ortadan kalkar ve elektronlar yapı içerisinde örgü ile hiçbir etkileşmeye girmeden rahatlıkla hareket ederler. Böylece metalik yapının direnci kritik sıcaklığın altında aniden sıfıra düşer. Kritik sıcaklığın altında bu maddeye süperiletken denir.

Düşük sıcaklık fiziğinin tarihi, 1908 yılında Hollandalı fizikçi Heike Kamerlingh Onnes'in kaynama sıcaklığı 4.2 Kelvin olan helyumu sıvılaştırması ile başlamıştır. Üç yıl sonra 1911' de Onnes ve yardımcılarından birisi metallerin düşük sıcaklık direncini incelerken süperiletkenlik olayını keşfetti [6]. H. Kamerlingh Onnes, civanın elektriksel direncinin sıcaklığa bağlı değişimi üzerine çalışmaları esnasında 4.15 Kelvin' de civanın direncinin çok keskin bir şekilde düşerek, ölçülemeyecek kadar küçük değerlere ulaştığını buldu [7].

Süperiletkenlerin manyetik özelliklerinin anlaşılması oldukça zordur. Bu magnetik özelliklerin bir kısmı doğrudan elektrik özelliklerinden kaynaklanır. Süperiletken bir malzemenin direci sıfır olduğu için, süperiletken malzemenin içerisindeki elektrik alan daima sıfır olur. Aksi takdirde, akım sonsuz olurdu. O halde elektrik alan sıfır olduğuna göre B değişmez; yani, süperiletken içinde magnetik alan sabit olmalıdır.

Süperiletkenliğin keşfinden 25 yıl sonra 1933' de W. Hans Meissner ve Robert Ochsenfold süperiletkenlerin manyetik özelliklerini incelediler ve manyetik alanda soğutulan bir süperiletkenin, kritik sıcaklık (T_c) altına inildiğinde, manyetik akımı dışarıladığını buldular. Meissner etkisinin açıklanmasından sonra 1935 yılında London kardeşler, Meissner etkisini ve sızma derinliğini "dışarıdan uygulanan bir manyetik akı süperiletken malzemeye nüfuz edebilir" şeklinde açıkladılar [8]. 15 yıl sonra 1950' de

Ginzburg ve Landau, bir düzen parametresi yardımı ile süperiletkenliği açıkladılar [9]. Ancak, süperiletkenliğin asıl doğası ve kökeni; Barden, Cooper ve Schrieffer tarafından ilk defa 1957' de açıklanmıştır [10]. BCS teorisi olarak bilinen bu teorinin ana teması, iki elektron arasında “Cooper Çiftleri” olarak bilinen bağlı bir halin oluşmasıdır.

1971 yılında 21 Kelvin geçiş sıcaklığına sahip Nb_3Ga [11], 1973 yılında da 23.2 Kelvin geçiş sıcaklığına sahip Nb_3Ge [12] süperiletkenler keşfedildi. 1986 yılında oksit süperiletkenler üzerine çalışmalar yapan Bednorz ve Müller La-Ba-Cu-O sisteminde 35 Kelvin' de süperiletkenliği keşfetti. Böylece yüksek sıcaklık (High- T_c) süperiletkenliği başlamış oldu. Yüksek sıcaklık süperiletkenleri denilen bu maddeler bakır oksit düzlemlerden oluşan tabaka yapısında kristallerdir ve kritik sıcaklıklarını 100 Kelvin civarındadır [13].

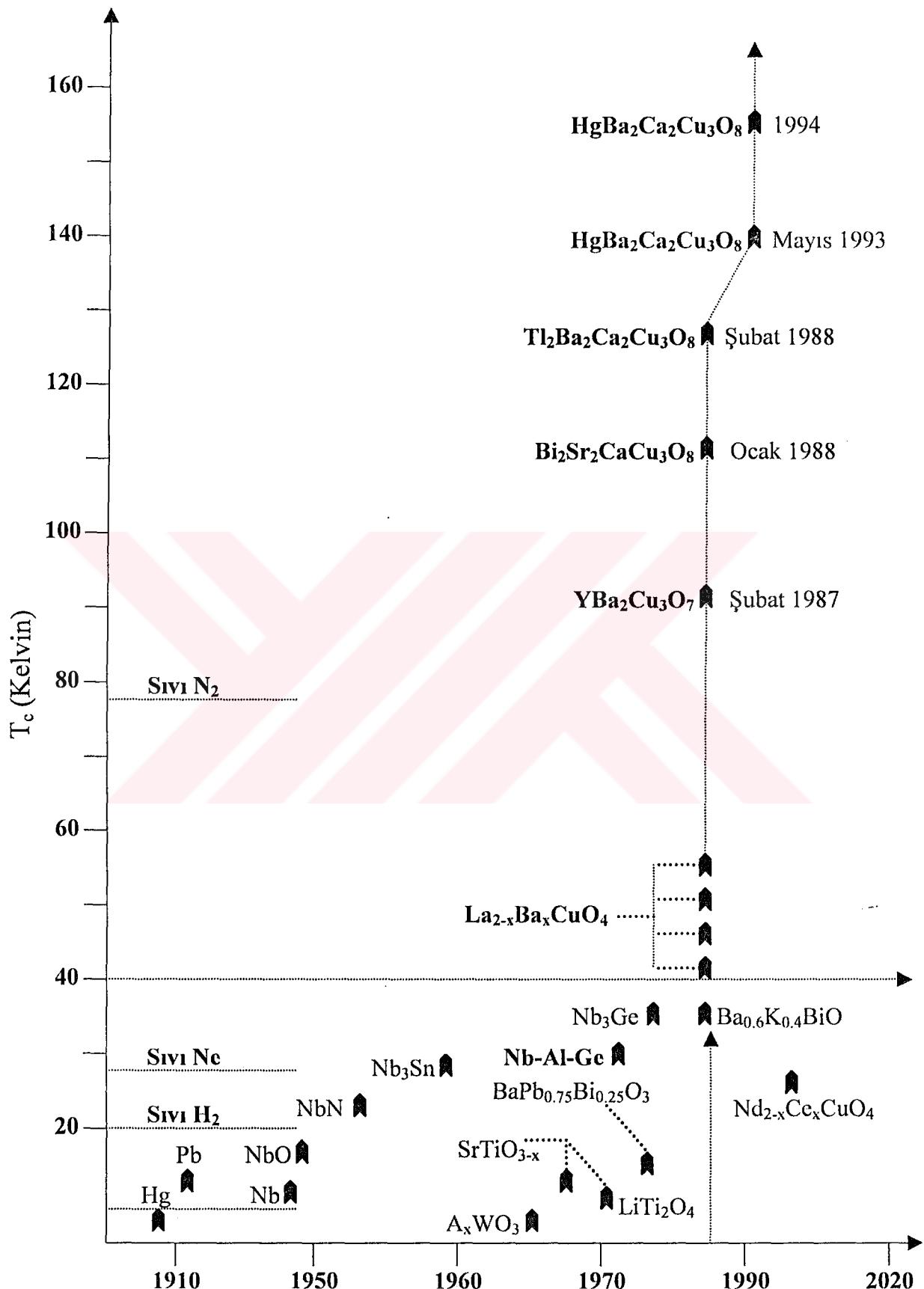
1987 yılında Mitchell, 7-20 Kelvin arasında bir geçiş sıcaklığına sahip Bi-Sr-Cu-O süperiletkenleri keşfetti [14]. Aynı yıl içerisinde Wu ve arkadaşlarının 91 Kelvin geçiş sıcaklığına sahip Y-Ba-Cu-O süperiletkenlerini keşfetmesi oksit süperiletkenler üzerine yapılmış olan çalışmalara hız kazandırdı [15].

Oksit süperiletkenler üzerine yapılan çalışmaları, 1988 yılında Maeda ve arkadaşlarının Bi-Sr-Cu-O sistemine Ca ekleyerek geçiş sıcaklığını 110 Kelvin' e yükseltmeleri [16] ve Hazen ve arkadaşlarının $T_c=120$ Kelvin' de Tl-Ba-Ca-Cu-O süperiletken sistemini keşfi takip etmiştir [17]. Son olarak 1993 yılında Hg-Ba-Ca-Cu-O süperiletken sistemi keşfedildi.

Bilinen süperiletkenler arasında birçok metal (kalay, alüminyum, kurşun, vb.) olup bunların kritik sıcaklıkları 10 Kelvin' in altıdadır. Diğer metalik bileşikler de ($NbTi$, $PbMoS$, vb.) yaklaşık 23 Kelvin sıcaklığın altında süperiletken özellik gösterir [13].

Direnci sıfır olan maddelerin teknolojide ne kadar önemli uygulamaları olacağı açıktır. Bugüne kadar belki de en başarılı uygulama süperiletken teller kullanılarak çok kuvvetli elektromıknatıс yapımı olmuştur. Halen araştırılmakta olan diğer bir uygulama elektrik santrallerinden enerji ileten hatlarda ısı kayıplarını önlemektir. Fakat süperiletken telleri soğutmanın maliyeti enerji kazancının çok üstünde olduğundan bir tasarruf sağlanamamıştır. Ancak, yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin bulunusuyla soğutma maliyeti azalıp ekonomik çözümler bulunabilecektir.

Süperiletkenliğin tarihsel gelişimi şekil.2.1' de görülmektedir.

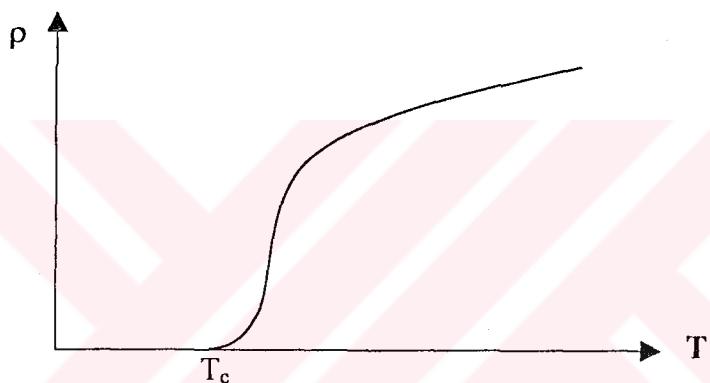


Şekil 2.1. Süperiletkenliğin tarihsel gelişimi

2.2. Sıfır Direnç

Süperiletkenlik olayı ve sıfır direnç özelliği ilkdefa, 1911 yılında düşük sıcaklıklarda metallerin elektrik iletkenliği üzerine çalışmalar yapan Alman fizikçi H. K. Onnes tarafından gözlenmiştir. K. Onnes yapmış olduğu çalışmada 4.2 Kelvin'de civanın özdirencinin limit bir değere gittiğini gözlemiştir. Onnes'in gözlemiş olduğu 4.2 Kelvin sıcaklığının üzerinde özdirenç sınırlı ve küçük olmasına karşın bu sıcaklığın altında ölçülemeyecek kadar çok küçük (genellikle sıfır) olmaktadır. Şekil 2.2.

Onnes, kritik sıcaklığın altında maddelerin yeni bir duruma geçiş konusunda haklıydı ve bu durumu süperiletkenlik olayı olarak açıkladı.



Şekil 2.2. Bir süperiletken için özdirencin sıcaklığa karşı grafiği. Özdirenç $T \leq T_c$ sıcaklığında sıfır olmaktadır.

Kritik sıcaklığın üzerinde ($T > T_c$) madde bilinen normal durumda, fakat kritik sıcaklığın altında ($T < T_c$) madde, süperiletken duruma geçiş yapar [18]. Bu geçiş diğer bilinen faz geçislerine, örneğin curie noktasında ferromağnetik geçiş veya buharlaşma sıcaklığı noktasındaki buhar-sıvı geçişine benzemektedir.

Bir metalin özdirenci, serbest elektron modeline göre;

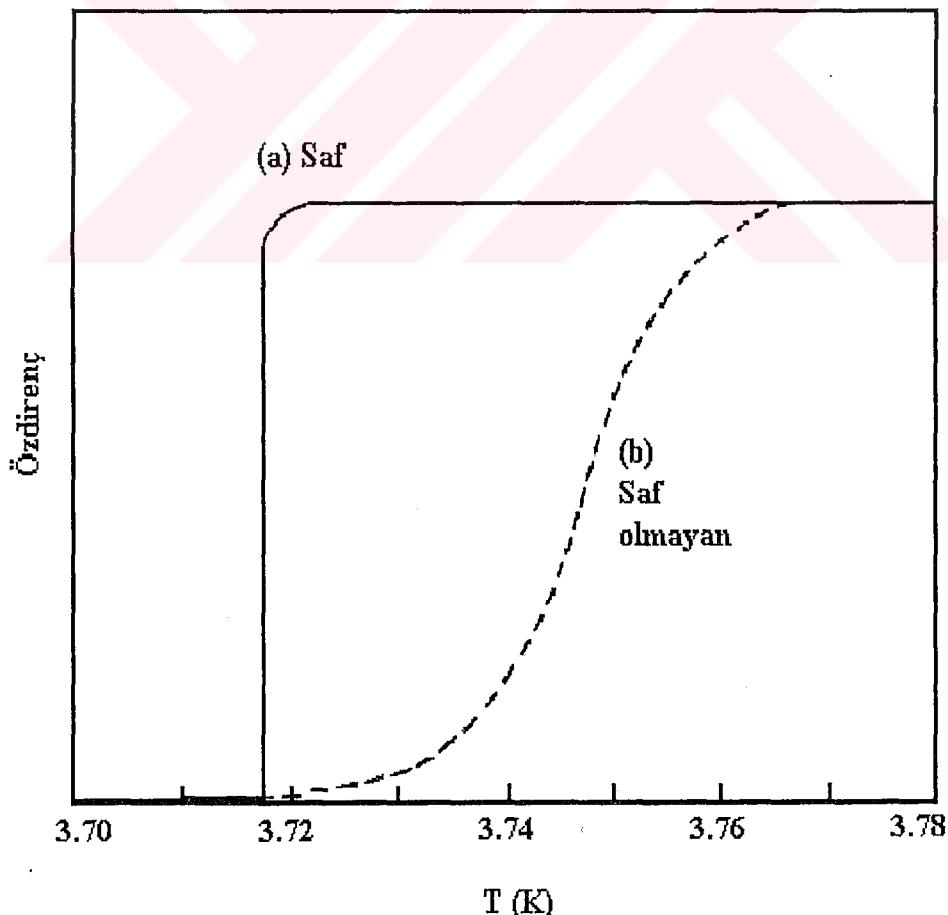
$$\rho = \frac{m}{n \cdot e^2 \cdot \tau} \quad (2.1)$$

Burada τ çarpışma zamanıdır ve öz-iletkenliğin (ρ) azalması, sıcaklığın (T) azalmasını işaret eder. Sıcaklığın azalması ile örgü titresimleri durmaya başlar ve bundan dolayı elektronların saçılması azalır. Bu sonuçlar öz-iletkenliğin (ρ) küçük

değerlerinde ve uzun τ zamanında meydana gelmektedir. Eğer çarpışma zamanı (τ) düşük sıcaklıklarda çok büyük değere sahip olursa, özdirenç (ρ) tamamen kaybolur ve bu durum süperiletkenlik olarak adlandırılır.

Bir süperiletkenin özdirencinin ölçülmesinin en yaygın yöntemi, halka şeklindeki metal bir örneğin içinden geçen akımı zamanın fonksiyonu olarak incelemektir. Eğer örnek normal durumda ise, metal halkanın sahip olduğu dirençten dolayı akım hızlı bir şekilde kaybolur. Eğer metal halka sıfır direnç'e sahip ise, akımın şiddetinde hiçbir azalma olmaksızın halka içinde akışına devam eder. Birçok araştırmacının bu yöntem ile yapmış olduğu çalışmalar sonucunda, ölçülmüş olan süperiletken kurşun bir halkanın özdirencinin maksimum değeri 10^{-25} Ohm/m dir.

Saf ve saf olmayan numunelerin süperiletkenlik geçisi biribirinden farklılık gösterir. Şekil 2.3.a,b' de gösterildiği üzere eğer numune metalik elementlerden yapılmış, saf ve yapıcı kusursuz ise süperiletkenlik geçisi genellikle keskin olur [19].

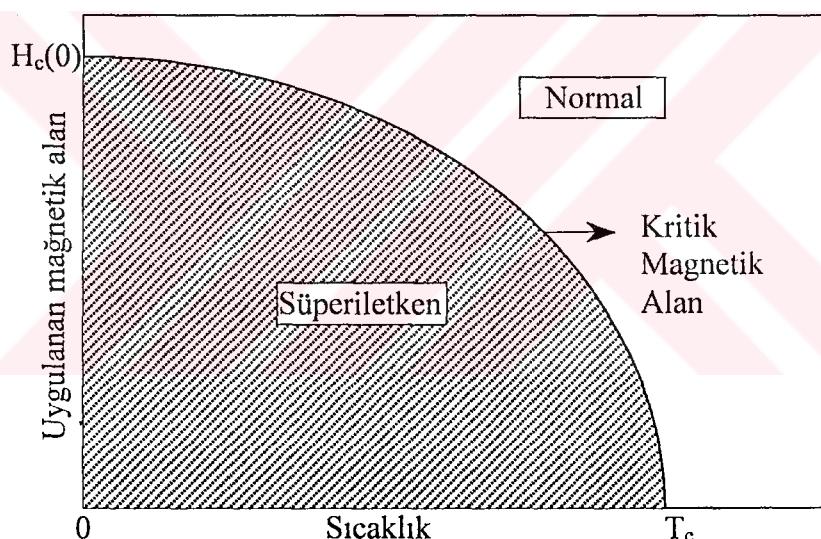


Şekil 2.3. Süperiletkenliğe geçiş yakın bir sıcaklıkta özdirencin sıcaklığına bağlı grafiği
(a) Saf Sn metal (b) Saf olmayan Sn metal [19].

2.3. Kritik Mağnetik Alan

Süperiletkenliğin 1911 yılındaki keşfinden kısa bir süre sonra, dışarıdan uygulanan bir mağnetik alanının, süperiletken bir numunenin süperiletkenlik özelliğini ortadan kaldırıldığı ve numunenin normal bir iletken gibi davranışının gözlemlendi. Süperiletken durumdan normal duruma geçişin başladığı zamanda uygulanmış olan manyetik alan değeri, “Kritik Mağnetik Alan (B_c)” olarak adlandırılır. Eğer süperiletken bir numuneye yeterince kuvvetli bir manyetik alan (B_c) uygulanırsa, kritik sıcaklığın altındaki ($T < T_c$) sıcaklıklarda da numune normal direnç özelliği gösterir.

Eğer bir süperiletken numunenin kritik mağnetik alanı ölçülecek olursa, şekil 2.4’ de gösterildiği üzere, mağnetik alanın sıcaklığın bir fonksiyonu olduğu görülür.



Şekil 2.4. Bir süperiletkenin kritik mağnetik alanının sıcaklığa bağlı değişimini gösteren faz diağramı.

İyi bir yaklaşım olarak kritik mağnetik alanın [$H_c(T)$] sıcaklığa bağlılığı aşağıdaki gibidir.

$$H_c(T) = H_c(0) \cdot \left[1 - \left(\frac{T}{T_c} \right)^2 \right] \quad (2.2)$$

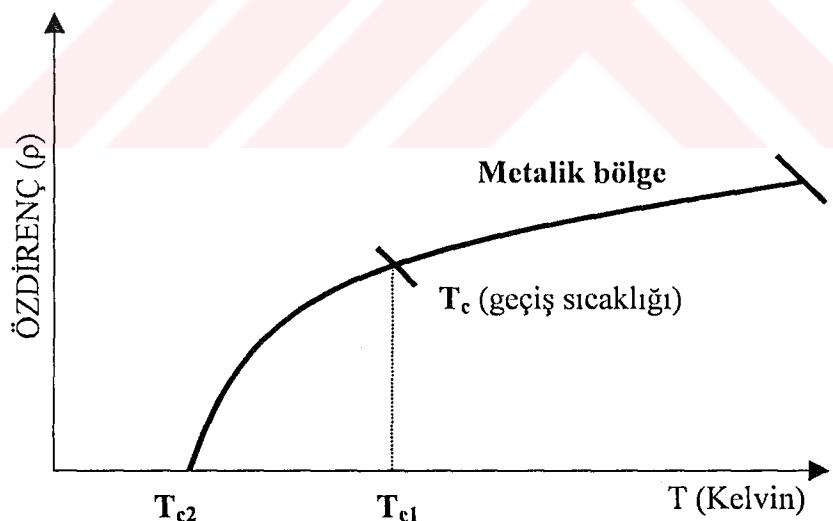
Burada $H_c(0)$, verilen bir malzemede süperiletkenliğin ortadan kaldırılması için gereken maksimum mağnetik alandır. Uygulanan mağnetik alan $H_c(0)$ değerini aşarsa, metal hiçbir sıcaklıkta süperiletken olamaz. Kritik mağnetik alan, $T=0$ sıcaklığında

maksimum değerini alır ve $T=T_c$ sıcaklığında da sıfır olur. Bu durum beklenen bir sonuçtur. Çünkü $T=T_c$ sıcaklığında numune zaten normal durumdadır [18].

Süperiletkenliği sadece dışarıdan uygulanan mağnetik alan bozmadır. Aynı zamanda süperiletken halka içinden geçen akımdan dolayı oluşan manyetik alan kritik değerine ulaştığında süperiletkenlik bozulur.

2.4. Geçiş Sıcaklığı

Bir iletkenin direncinin kaybolduğu sıcaklık, o iletkenin geçiş sıcaklığı veya kritik sıcaklık (T_c) olarak adlandırılır. Bu sıcaklık her metal için farklıdır. Şekil 2.5' de gösterildiği gibi, geçiş sıcaklığından sonra metalin direnci sıfıra düşer. Metalin direncinin düşmeye başladığı sıcaklık (T_{c1}) ve direncin tamamen sıfır olduğu sıcaklık (T_{c2}) arasındaki aralık ΔT_c olarak adlandırılır. Bir örneğin süperiletkenlik özellikleri ΔT_c aralığının genişliği ile tesbit edilmektedir. Eğer ΔT_c aralığı geniş ise, örneğin saf bir süperiletken olmadığı (2. tip süperiletken) anlaşılmır. ΔT_c aralığı ne kadar küçük olursa, süperiletken yapının saf, kaliteli ve homojen olduğu anlaşılmır.



Şekil 2.5. Bir süperiletkenin direncinin sıcaklıkla değişimi.

Genel olarak, geçiş sıcaklığı küçük miktardaki safsızlıklara karşı çok duyarlı değildir, mağnetik safsızlıklar geçiş sıcaklığını düşürmektedir. İridium ve molybdenum gibi birkaç metal saf durumda iken çok düşük geçiş sıcaklığına sahip olmasına karşın, küçük miktardaki mağnetik safsızlıklar geçiş sıcaklığını önemli ölçüde değiştirebilmektedir.

Bütün saf metaller süperiletken özellik taşımamaktadır. Örneğin; bakır, demir ve sodyum çok düşük sıcaklıklarda bile süperiletken özellik göstermediği gözlenmiştir. Düşük sıcaklıklarda yapılan deneysel çalışmalar bilinmeyen yeni süperiletkenlerin keşfinde etkili olmasına karşın, bütün metallerin mutlak sıfır sıcaklığında neden süperiletken özellik göstermediğini açıklayamamaktadır. Tablo 2.1’ de bazı合金 ve metalik bileşiklerin süperiletkenlik geçiş sıcaklıkları gösterilmiştir [19].

Tablo 2.1. Bazı合金 ve metalik bileşiklerin süperiletken geçiş sıcaklığı [19].

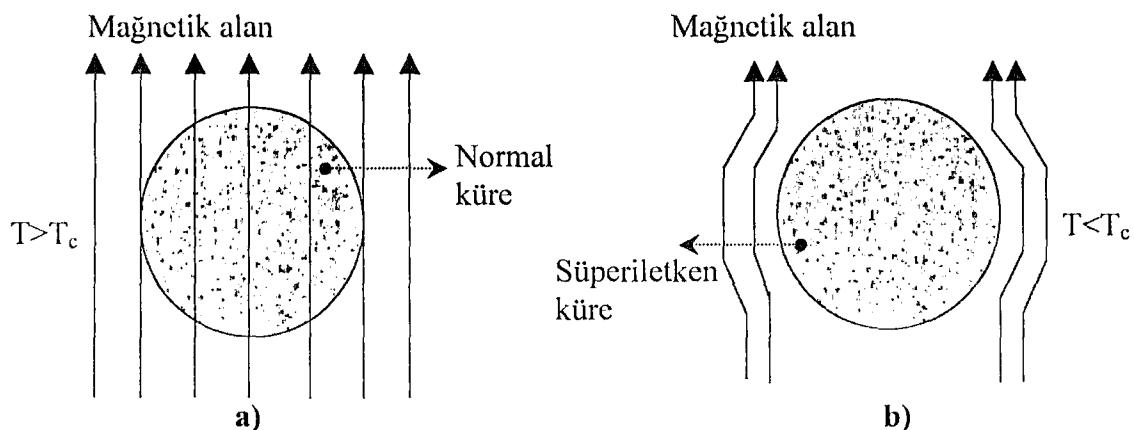
	Ta-Nb	Pb-Bi	3Nb-Zr	Nb ₃ Sn	Nb ₃ Ge
T _c (°K)	6.3	8	11	18	23
	Nb	Pb	Ta	Sn	Zr

	Nb	Pb	Ta	Sn	Zr
T _c (°K)	9.3	7.2	4.5	3.7	0.8

Farklı iki metalik element süperiletken olmamasına karşın, elementlerin meydana getirebileceği合金lar süperiletken özellik gösterebilmektedir (örneğin; Bi-Pb). Niobium yüksek geçiş sıcaklığına ($T_c=9.3$ Kelvin) sahip bir metalik element olmasına karşın, tablo 2.1’ den de görüleceği üzere bazı合金ları ve metalik bileşikleri yüksek sıcaklıklarda bile süperiletken özellik gösterebilmektedir. Yüksek geçiş sıcaklığına sahip böyle合金lar süperiletkenliğin mühendislik uygulamalarında büyük öneme sahiptir.

2.5. Meissner Etkisi

1933 yılında Meissner ve Ochsenfeld; zayıf bir mağnetik metal süperiletken olduğunda, madde içinde her noktada manyetik akının tamamen dışarılandığını ($\vec{B} = 0$) keşfettiler ve bu olayı “Meissner Etkisi” olarak adlandırdılar. Süperiletken silindirlerle yapmış oldukları deneysel çalışmalarla, kritik sıcaklığın (T_c) altındaki sıcaklıklarda manyetik akının tamamen ve aniden süperiletken durumdaki numuneden dışarılandığını göstermişlerdir (Şekil 2.6). Ayrıca, bu etkinin tersine çevrilebilir olduğunu; kritik sıcaklığın üzerine çıktıığında manyetik akının aniden numune içine nüfuz ederek, numunenin süperiletken durumdan normal duruma geçiş yaptığı belirtmişlerdir.



Şekil 2.6. Meissner Etkisi. a) Normal durum b) Süperiletken durum

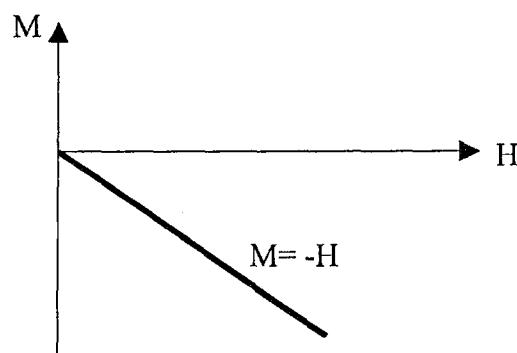
Bir madde içindeki manyetik indiksiyon denklem 2.3' de verildiği gibidir.

$$\vec{B} = \mu_0 \cdot (\vec{H} + \vec{M}) = \mu_0 \cdot (1 + \chi) \cdot \vec{H} \quad (2.3)$$

Burada \vec{H} dış manyetik alan şiddeti, \vec{M} ortamındaki manyetizasyon ve χ manyetik alınganlıktır. Bir numune içerisinde süperiletkenlik durumunda $\vec{B} = 0$ olduğuna göre denklem 2.3' den;

$$\vec{M} = -\vec{H} \quad (2.4)$$

İfadeleri elde edilir. Denklem 2.4 eşitliğinin anlamı; numune içerisindeki manyetizasyon, dış manyetik alana eşit ve zit yöndedir. Bundan dolayı numune diamagnetik ve alınganlığı $\chi = -1$ dir [18]. Bir süperiletken içerisindeki manyetizasyonun dış manyetik alan ile değişimi şekil 2.7' da gösterildiği gibidir.



Şekil 2.7 Bir süperiletken içerisindeki manyetizasyonun dış manyetik alan ile değişimi.

2.6. Kritik Akım Yoğunluğu

Süperiletkenlik durumunu bozan sadece dışarıdan numuneye uygulanmış olan mağnetik alan değildir. Aynı zamanda, bir süperiletken içerisindeki akım yoğunluğu, kritik akım yoğunluğu (J_c) olarak adlandırılan bir değeri aşlığı zaman da süperiletkenlik durumu bozulur. Bu Silsbee etkisi olarak adlandırılır [20]. Kritik akım yoğunluğu değeri, geçiş sıcaklığında ($T=T_c$) artmaya başlar ve $T=0$ sıcaklığında maksimum değerine ulaşır.

Kritik akım yoğunluğu değeri, özdirenç metodu yardımı ile deneyel olaraq doğrudan ölçülebilir. Bu metod ile, numuneye uygulanan küçük bir voltaj ($1\mu V$) değerinden dolayı meydana gelen akım ölçülerek kritik akım yoğunluğu hesaplanır: J_c değerini hesaplamak için diğer bir yöntem de, mağnetizasyonun mağnetik alana karşı çizilen histerisis eğrisini kullanarak yarı teorik olarak akım yoğunluğunun hesaplanmasıdır. Akım yoğunluğu hesaplanmasında kullanılan üç denklem aşağıda verilmiştir:

$$J_c = \frac{30 \cdot (\Delta M)}{d} A \cdot cm^{-2} \quad (2.5)$$

$$J_c = \frac{20 \cdot (\Delta M)}{a \cdot \left(1 - \frac{a}{3b}\right)} A \cdot cm^{-2} \quad (2.6)$$

$$J_c = \frac{1}{1 + \left(\frac{B_a}{B_0}\right)^3} A \cdot cm^{-2} \quad (2.7)$$

Denklem 2.5 ve denklem 2.6 Bean's formülü, denklem 2.7 Müller formülü olarak adlandırılır [21]. Burada $\Delta M = M_+ - M_-$, elektromağnetik birim sistemine göre santimetre küp başına birim hacimdeki mağnetizasyondur (M_+ pozitif mağnetizasyon ve M_- negatif mağnetizasyondur). Denklemlerde kullanılan d ; numunenin santimetre cinsinden büyüklüğü, a ve b ; dikdörtgen numunenin boyutları, B_a ; uygulanan mağnetik alan, B_0 ; ilk mağnetik alandır.

2.7. Uyum (Koherans) Uzunluğu (ξ)

Süperiletkenlik ile ilgili önemli bir parametre de uyum (koherans) uzunluğu olarak ξ dir. Bir süperiletkenin uyum uzunluğu;

- 1- Üzerinde süperiletkenliğin yaratılabilıldığı veya yok edilebilıldığı en küçük boyut olarak tanımlanabilir.
- 2- Copper çiftindeki elektronların birarada bulunabileceği mesafe olarak tanımlanabilir.
- 3- Bir süperiletken içerisinde konuma bağlı mağnetik alanın varlığında elektron yoğunluğunun yaklaşık olarak sabit kaldığı uzunluktur.
- 4- Süperiletken bir materyalin, normal ve süperiletken durum arasındaki orta tabakanın minimum genişliği olarak tanımlanabilir.

Süperiletken özelliklerini tanımlamak için kullanılan uyum uzunluğu ξ , özellikle II. tip süperiletkenlerin belirlenmesinde önemli bir rol oynar. II. tip süperiletkenlerin özuyum uzunluğu (ξ_0), Pippard denklemi ile verilen $\xi_0 = 0.39 \cdot h \cdot V_f / \pi \cdot E_g$, I. tip süperiletkenlerin özuyum uzunluğundan daha kısaltır [22]. Burada V_f ; fermi enerjisindeki elektronların hızı, E_g ; enerji aralığı $E_g = [(h^2/2m)k_f q_0]$ olarak tanımlanır.

Yapılan analizler sonucu uyum uzunluğu, normal bir metalin elektronlarının ortalama serbest yoluna bağlı olduğunu göstermiştir. Bir metaldeki ortalama serbest yol, metale safsızlıklar katılarak azaltılabilir. Böylece metale safsızlıklar eklendikçe, elektron saçılımasından dolayı uyum uzunluğu azalır. Uyum uzunluğu denklem 2.8' de verilen ortalama serbest yola bağlıdır.

$$\frac{1}{\xi} = \frac{1}{\xi_0} + \frac{1}{\ell} \quad (2.8)$$

Burada ℓ ; ortalama serbest yoldur.

2.8. Sızma Derinliği (λ)

I.tip süperiletkenlerde oluşan yüzey akımları, numunenin iç kısımlarındaki manyetik alanların dışarılanmasını sağlamaktadır. Yüzey akımları yalnızca numunenin

yüzeyindeki çok ince tabakada oluşmaz. Tersine bu akımlar yüzeyden maddeye şekil 2.8' de gösterildiği üzere nüfuz ederek, numunenin iç kısımlarına kadar dağılır ve sonra sıfır düşer. B alanı, ince tabakalarda derinlikle [19];

$$B(x) = B_0 \cdot e^{-\frac{x}{\lambda}} \quad (2.9)$$

şeklinde değişir. Yani, yüzeydeki B_0 mağnetik alan değeri üstel olarak azalarak sıfır değerine düşer. Burada dış manyetik alan numune yüzeyine paralel olup x , numune yüzeyinden olan uzaklıktır. Buradaki λ ise sızma derinliğidir. Sızma derinliği (λ), dışarıdan uygulanmış olan mağnetik alanın süperiletken içerisinde girebilme derinliğinin bir ölçüsü veya dış mağnetik alanın değerinin süperiletken içerisinde e^{-1} değerine düşüğü uzaklık olarak tanımlanabilir.

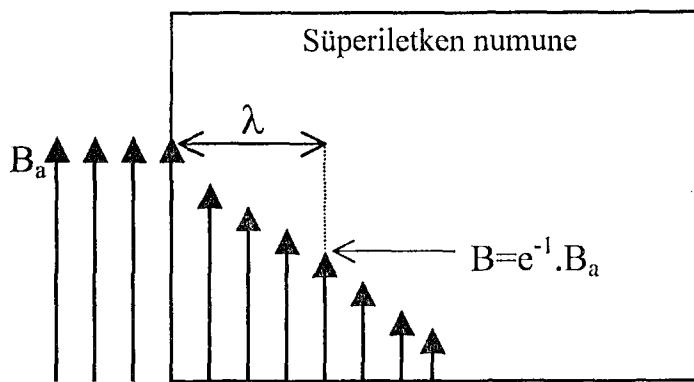
Süperiletkenlikteki mağnetik alanların ve akımların sadece yüzeyin λ kalınlıklı bir tabakasında meydana gelebileceği gözlenmiştir ve sızma derinliği teorik olarak da;

$$\lambda = \left[\frac{m \cdot c^2}{4\pi \cdot n_s \cdot e^2} \right]^{\frac{1}{2}} A \quad (2.10)$$

ifadesi ile açıklanır [22]. Burada n_s ; süperiletimi meydana getiren elektronların yoğunluğu, m ; elektronun kütlesidir. Aynı zamanda denklem 2.10 ifadesinde görüleceği üzere sızma derinliği (λ), süperiletimi meydana getiren elektron yoğunluğuna (n_s) bağlı olmasından dolayı sıcaklığı da bağlıdır [23]. İyi bir yaklaşımla sızma derinliğinin sıcaklığa bağlı ifadesi;

$$\lambda(T) = \frac{\lambda(0)}{\left[1 - \left(\frac{T}{T_c} \right)^4 \right]^{\frac{1}{2}}} \quad (2.11)$$

bağıntısı ile verilir. Burada $\lambda(0)$, $T=0$ Kelvin sıcaklığındaki sızma derinliğidir.



Şekil 2.8. Dışarıdan uygulanan bir mağnetik alanın süperiletken numune içerisinde girişi.

2.9. Ginzburg-Landau Parametresi

Ginzburg-Landau parametresi κ , sızma derinliği λ 'nin uyum uzunluğu ξ 'ye oranıdır ($\kappa = \lambda/\xi$). Süperiletkenler, κ parametresinin $1/\sqrt{2}$ den küçük veya $1/\sqrt{2}$ den büyük değerler almasına bağlı olarak I.tip veya II.tip süperiletken olarak sınıflandırılırlar. Eğer $\kappa < 1/\sqrt{2}$ ise materyalin I.tip süperiletken, $\kappa > 1/\sqrt{2}$ ise materyalin II.tip süperiletken olduğunu anlarız.

2.10. İzotop Etkisi

Fononun aracılık ettiği süperiletkenlik için geleneksel test izotop etkisidir. Bir element için geçiş sıcaklığı T_c ile, atomik kütle M arasındaki bağıntı denklem 2.12 verildiği gibi orantılıdır.

$$T_c M^\alpha = sbt \quad (2.12)$$

Burada α , temel süperiletkenlerde elektron-fonon çifflenimi için $1/2$ 'dir. Çok atomlu bileşikler için, kompleks bir yapı içerisinde geçiş sıcaklığının (T_c) izotopun kütlesine nasıl bağlı olduğunu tahmin etmek oldukça zor olmasına karşın izotop etkisi bileşiklerde gözlenmiştir. Araştırmacılar, LaSrCuO'ya ^{18}O eklenmesi ile $0.1 < \alpha < 0.35$ arasında değişen pozitif izotop etkisi gösterdiğini bulmuşlardır [24-25]. YBaCuO ile yapılan çalışmalarda ise, tam tersine negatif izotop etkisi gösterdiği bulunmuştur.

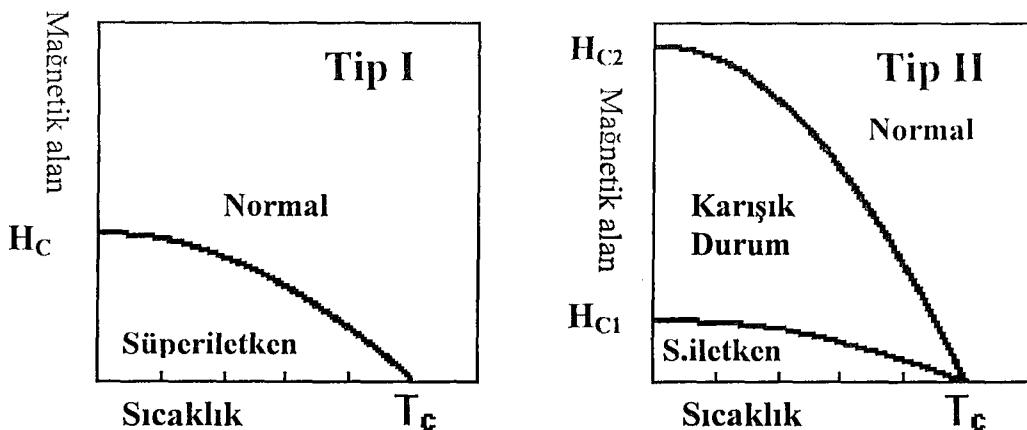
$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ ve LaBaCuO bileşiklerinde ^{18}O yerine ^{16}O koyulması ile $\alpha=0$ olduğu bulundu [26]. Zenginleştirilmiş ^{63}Cu , ^{65}Cu , ^{135}Ba , ^{138}Ba elementleri ile hiçbir izotop etkisi gözlenmemiştir [27]. Bunun ile birlikte ^{18}O yerine ^{16}O 'nın konulması ile geçiş sıcaklığında 0.2-0.5 Kelvin arasında düşüş (%70-90'lık azalma) görülmüştür[26]. Aynı değişim dört oksit süperiletken olan $\text{BaBi}_{0.25}\text{Pb}_{0.75}$ ($T_c=11$ Kelvin), $(\text{La}_{0.925}\text{Ca}_{0.75})_2\text{CuO}_4$ ($T_c=20$ Kelvin), $(\text{La}_{0.925}\text{Sr}_{0.75})_2\text{CuO}_4$ ($T_c=37$ Kelvin) ve $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ ($T_c= 92$ Kelvin) sistemlerinde görülmüştür.

2.11. I. ve II. Tip Süperiletkenler

Genel olarak süperiletken malzemeler mağnetik alan içindeki davranışlarına göre I. tip ve II. tip süperiletkenler olmak üzere iki gruba ayrırlar. Nb dışındaki tüm süperiletken elementlerin saf örnekleri ve BCS modeline uyan malzemeler I. tip süperiletken davranış gösterirler ve onların süperiletkenliği uygulanan düşük bir mağnetik alan ile bozulabilir. Süperiletken halde ve kritik mağnetik alandan küçük alanlarda, dışarıdan uygulanan mağnetik alan I. tip süperiletkenlere nüfuz edemez. Bu durumda I. tip süperiletkenlerde yüzey akımları mevcut olup, mükemmel bir diamağnet gibi davranışları. Ancak dışarıdan uygulanan mağnetik alan, kritik alan değerini (H_c)'yi aşındığında numune normal duruma döner (Şekil 2.9.a). Bu durumda dış mağnetik alan numuneye tam olarak nüfuz eder ve numunenin direnci sıfırdan farklı olur. Burada numunenin normal duruma geçiği; dış mağnetik alanın artışı sonunda, artan mağnetik alan enerjisinin normal ve süperiletken durumlar arasındaki enerji farkını eşitlemesiyle meydana gelmektedir [28].

Sadece Nb saf halde iken II. tip süperiletken olmasına rağmen, diğer elementler alışım yoluyla elektron ortalama serbest yolu yeterli derecede küçüldüğü zaman genellikle II. tip süperiletken durumuna gelirler. II. tip süperiletkenler I. tip süperiletkenlere oranla mekanik olarak daha sağlam bir yapıya sahiptir. II. tip süperiletkenler H_{c1} ve H_{c2} olarak gösterilen iki kritik alan tarafından belirlenmektedir. Uygulanan dış mağnetik alan, H_{c1} alt kritik alanından küçükse, numune tam olarak süperiletke dir ve I. tip süperiletkenlerde olduğu gibi hiçbir akı numuneye nüfuz edemez. H_{c1} değeri geçildiğinde mağnetik alan çizgileri kısmen numuneye nüfuz eder ama numune hala süperiletke dir. Uygulanan dış mağnetik alan, H_{c2} değerine ulaştığında mağnetik alan çizgileri tümü ile numuneye girer ve süperiletkenlik durumu

ortadan kalkar (şekil 2.9.b). H_{c1} ve H_{c2} değeri arasındaki bölgeye karışık durum (Girdaplı hal) denir. Karışık durumda numune sıfır dirence sahip olabilir ve akı kısmen nüfuz edebilir.



Şekil 2.9. a) I. tip süperiletkenlik ve b) II. tip süperiletkenliğin uygulanan alana karşı sıcaklık eğrisi.

2.12. Josephson Etkisi (Tünelleme Olayı)

İki süperiletken malzeme şekil 2.10' da gösterildiği üzere çok ince yalıtkan bir tabaka ($\approx 0.10\mu\text{m}-20\mu\text{m}$) ile birbirinden ayrılsa, çok küçük bir potansiyel fark oluştugunda bile yalıtkan tabaka içinden bir akım geçebilir [29]. İşte 1961 yılında Brian Josephson, Cooper çiftlerinin de elektronlar gibi tünellenebileceğini göstermiştir [30]. Josephson, Cooper çiftlerinin hiçbir direnç ile karşılaşmadan tünellenerek bir d.c. akımı oluşturacağını öngörmüştür. Üstelik bu akım hiçbir gerilim farkı uygulanmadan da vardır. Josephson ayrıca, ekleme bir d.c. gerilim uygulandığında; ikinci bir olay olarak bir a.c. akımının ortaya çıkacağını göstermiştir.

Süperiletken bir numune ince bir yalıtkan ile iki kısma ayrıldığı zaman, Cooper çiftleri birinci süperiletkenin fermi yüzeyinden ikinci süperiletkenin fermi yüzeyine geçemeye. Şayet süperiletken kısımlardan birisine çok küçük bir gerilim uygulandığında o bölgedeki elektron konsantrasyonu artacağından elektronlar diğer süperiletken kısma doğru geçme eğilimine girecektir. Bu geçiş ancak tünelleme yolu ile mümkün değildir. Yani elektronlar iki süperiletken kısım arasındaki ince yalıtkan bariyerden kuantum mekaniksel bir tünelleme olayı ile geçiş yapar. Bu olay süperiletkenlikte Josephson etkisi olarak bilinir. Ancak uygulanan gerilimin limit bir değeri vardır ve bu limit değer

aşıldığı zaman tünelleme etkisi ortadan kalkar. Tünelleme olayı üç şekilde meydana gelebilir.

1- D.C.-Josephson etkisi: Süperiletken kısımlardan birisine D.C. voltaj uygulandığında eklem boyunca bir D.C. akımının akmasıdır. Bir süperiletkende çiftler $\Psi = \Psi_0 e^{i\Phi}$ dalga fonksiyonu ile temsil edilebilir. Burada Φ , her çift için aynı olan fazı göstermektedir. Bir eklemdeki süperiletkenlerden birinin fazı Φ_1 , diğerinin fazı Φ_2 olmak üzere Josephson, sıfır gerilim farkı altında eklemde;

$$I_s = I_m \cdot \sin(\Phi_2 - \Phi_1) = I_m \cdot \sin \delta \quad (2.13)$$

ile verilen bir süperakımının geçtiğini göstermiştir. Burada I_m sıfır gerilim altında eklemde geçen maksimum akımı göstermektedir. I_m 'in değeri süperiletkenlerin temas yüzeylerinin alanına bağlıdır.

2- A.C.-Josephson etkisi: Süperiletken kısımlardan birisine A.C. voltaj uygulandığında eklem boyunca bir sinüzoidal akım akmasıdır. Bu A.C. akım

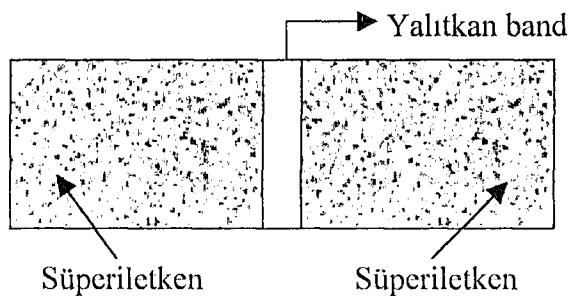
$$I_s = I_m \cdot \sin(\delta - 2\pi f t) \quad (2.14)$$

ile veilir. Burada δ , $t=0$ daki faz olup sabittir. f de Josephson akımının

$$f = \frac{2eV}{h} \quad (2.15)$$

ile verilen frekansıdır.

3- Makroskopik kuantum girişim olayları: İki eklemden oluşan süperiletken malzemeye bir D.C. mağnetik alan uygulandığında mağnetik alan şiddetine bağlı olarak girişim olayı sonucu maksimum süper akım oluşmasıdır.



Şekil 2.10. Bir yalıtkanla ayrılmış süperiletken malzeme

2.13. Süperiletkenlige Geçişin Termodinamigi

Süperiletken durumun normal duruma göre serbest enerjisi, kalorimetri veya mağnetik yöntemlerle ölçülebilir. Kalorimetri yönteminde serbest ve normal durumlar arasındaki ısı sıgası farkı bize süperiletken durumun dengedeki serbest enerjisini verir. Mağnetik yöntemde, dengedeki serbest enerji sabit sıcaklıkta süperiletken durumu yok eden dış mağnetik alandan bulunur.

2.13.1. Süperiletkenlik Durumunun Entropisi

Bir metalin normal durumındaki serbest enerji yoğunluğu (g_n) uygulanan H_a mağnetik alanının gücüne bağlıdır ve uygulanan mağnetik alan süperiletken durumındaki metalin serbest enerji yoğunluğunu (g_s), $\frac{1}{2} \cdot \mu_0 \cdot H_a^2$ kadar artırır [19]. H_c , normal durumun üzerindeki süperiletkenlik durumunun serbest enerjisini artırmak için gerekli olan alan kuvvetidir. Uygulanan H_a mağnetik alanda, süperiletken durum ve normal durum arasındaki serbest enerji farkı;

$$g_n - g_s(H_a) = \frac{1}{2} \cdot \mu_0 \cdot (H_c^2 - H_a^2) \quad 2.16$$

Manyetik bir cismin serbest enerjisi;

$$G = U - T \cdot S + p \cdot V - \mu_0 \cdot H_a \cdot M \quad 2.17$$

Burada U iç enerji, S entropi, p basınç, V hacim, H_a uygulanan mağnetik alan ve M mağnetik momenttir. Eger basınç ve uygulanan mağnetik alan sabit alınarak sıcaklık dT kadar değiştirildiğinde serbest enerjideki değişim;

$$dG = dU - T \cdot dS - S \cdot dT + p \cdot dV - \mu_0 \cdot H_a \cdot dM \quad 2.18$$

Termodynamığın ilk yasasına göre ;

$$dU = T \cdot dS - p \cdot dV + \mu_0 \cdot H_a \cdot dM \quad 2.19$$

İfadesi denklem 2.18' de yerine yazılırsa;

$$dG = -S \cdot dT \quad \text{ve} \quad S = -\left(\frac{\partial G}{\partial T}\right)_{p, H_a} \quad 2.20$$

bağıntısı elde edilir. Birim hacim başına entropi ifadesi ise;

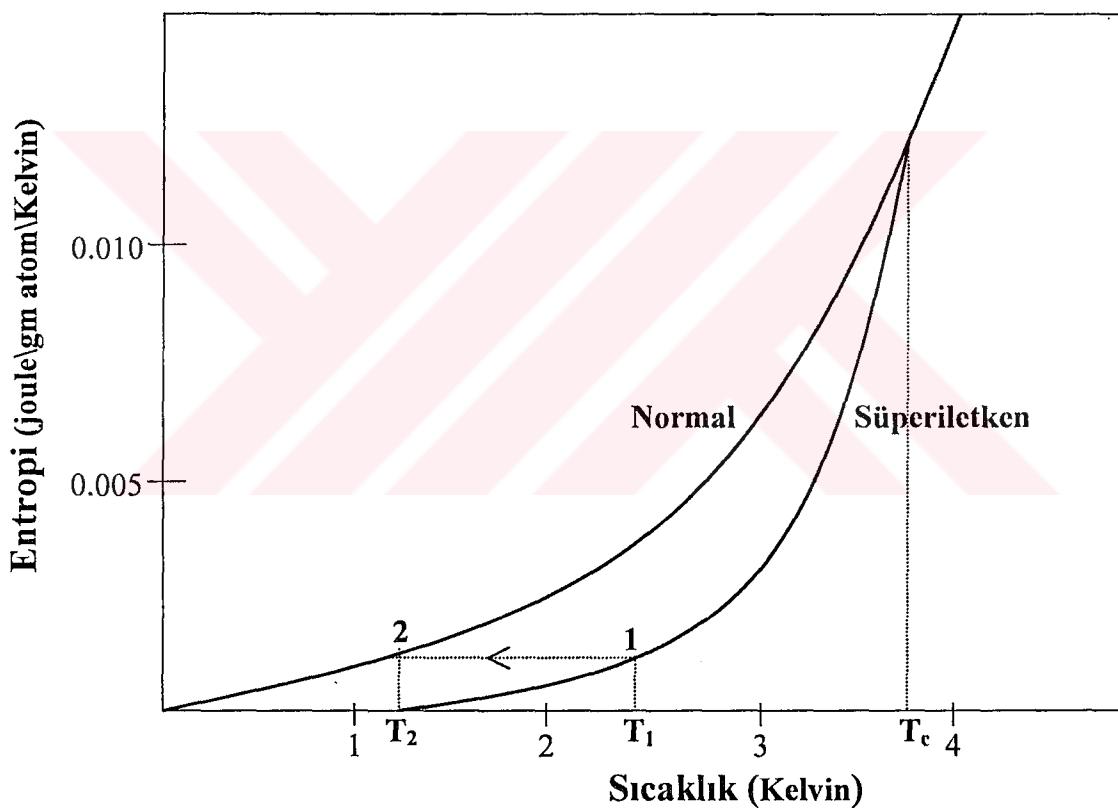
$$s = -\left(\frac{\partial g}{\partial T}\right)_{p, H_a} \quad 2.21$$

Bir süperiletken için elde ettiğimiz bu bağıntıyı ve denklem 2.16 ifadesini kullanarak

$$s_n - s_s = -\mu_0 \cdot H_c \cdot \frac{dH_c}{dT} \quad 2.22$$

bağıntısı elde edilir. Kritik mağnetik alan daima sıcaklığın artışıyla azalmakta olup, nitekim dH_c/dT ifadesinin daima negatif olmasından dolayı denklem 2.22 ifadesinin sağ tarafı pozitif olmalıdır. Termodinamik nedenlerden dolayı bilinen kritik alanın sıcaklıkla değişimi sonucu, süperiletken durumun entropisinin normal durum entropisinden daha küçük olduğu sonucuna varırız. Bu ise süperiletken durumun normal duruma göre yüksek derecede düzenlenmeye sahip olduğunu gösterir.

Sıcaklık T_c değerine doğru yaklaşığı zaman kritik alan (H_c) sıfıra düşer, bundan dolayı denklem 2.22' e göre normal ve süperiletken durumlar arasındaki entropi farkı bu sıcaklıkta kaybolur. Bununla beraber termodinamiğin 3. yasasına göre $T = 0$ sıcaklığında s_n terimi s_s terimine eşit olmalıdır. Süperiletken ve normal durumların entropisinin $T = 0$ ' da aynı olması gereğinden faydalananarak kritik alan H_c ' nin sıfır olmadığı, dH_c/dT ' nin 0 Kelvinde sıfır olması gerektiği sonucuna ulaşırız. Bu durum bütün süperiletkenler için yapılmış deneyel gözlemler ile uyum içerisindeidir. Entropinin sıcaklıkla değişimi şekil 2.11' de gösterildiği gibidir.



Şekil 2.11. Süperiletken ve normal numunenin Entropi-Sıcaklık değişim grafiği. T_1 ve T_2 adyabatik manyetizasyon geçişini göstermektedir.

2.13.2. Adyabatik Manyetizasyon

Kritik sıcaklığın altındaki sıcaklıklarda gizli bir ısı (Latent heat) vardır ve bu durumda numunenin normal durumunun entropisi süperiletken durumunun entropisinden daha büyütür. Sıradan bir mağnetik malzemeye mağnetik alanın

uygulanması, malzemenin entropisini azaltır. Çünkü atomik dipoller uygulanan alan yönünde dizilirler. Manyetik alan gücü ile entropideki bu azalma temel sıcaklık düşürme olarak bilinen “Adiabatic Demagnetization” dur ve burada termal olarak izole edilmiş numunenin sıcaklığı uygulanan mağnetik alanın azaltılmasına rağmen düşer. Bununla beraber, bir süperiletken metale yeterince kuvvetli bir manyetik alanın uygulanması numuneyi normal duruma geçmeye zorlayacak ve bulunduğu sıcaklıkta süperiletken duruma göre daha yüksek bir entropiye sahip olacaktır. Eğer numune termal olarak izole edilerek hiçbir ısı girişine izin verilmmez ise, geçişin gizli ısısı kristal örgünün termal enerjisinden gelmek zorundadır. Sıcaklık düşüşü de bu nedenden dolayıdır. Bu nedenle paramagnetik bir malzemenin tersine bir süperiletken “adiabatic demagnetization” yardımı ile soğutulur. Şekil 2.11’de gösterildiği üzere eğer süperiletken T_1 sıcaklığında iken mağnetik alan tarafından süperiletkenlikteki adyabatik tıhrip ile numune 1. noktadan 2. noktaya geçecek ve aynı zamanda sıcaklıkta T_2 değerine düşmüş olacaktır.

3. SÜPERİLETKENLİĞİN TEORİKSEL YAKLAŞIMLARI

Normal bir metalin özdirencinin bir kısmı, serbest elektronlarla metal örgüdeki ısıl olarak yerlerinden ayrılmış iyonlar arasındaki çarpışmalardan kaynaklanmaktadır. Metal içinde hareket etmekte olan elektronlar, safsızlıklarla ve diğer kusurlarla karşılaşabilirler. Metallerde elektronlar her zaman çarpışmaya ugrayacaklarından, süperiletkenlik olayı klasik modelle açıklanamamaktadır. Aynı zamanda süperiletkenlik olayı, tek bir elektronu madde içinde yayılan dalga olarak gözönüne alan basit mikroskopik kuantum mekaniksel modelle de anlaşılamaz.

Bugüne kadar bütün süperiletkenleri kapsayacak genel bir teori kurulamamış olup, yapılmış olan teoriler düşük-sıcaklık süperiletkenleri kapsamaktadır. Süperiletkenlik ile ilgili teorik ve deneyel çalışmalar 1908 yılında başlamasına rağmen ilk teorik yaklaşım ancak 1935 yılında London kardeşler tarafından Maxwell denklemlerinin süperiletkenlere göre düzenlenmesi ile yapılmıştır [22]. Bu teoride süperiletkenliğin diamağnetik karakterinin elektron çiftlenmesinden kaynaklandığını ileri sürmüştür [8]. Süperiletkenliğin kuantum mekaniksel yaklaşımı ise, Landau ve Ginzburg tarafından ortaya atılmıştır [31]. Landau ve Ginzburg bir düzen paremetresi yardımı ile süperiletkenliği tanımlayıp, London denklemlerini türeterek geliştirmiştir.

1950 yılında pek çok araştırma grubunun yapmış olduğu çalışmalar sonucunda, özellikle aynı elementin farklı izotoplarının geçiş sıcaklıklarının farklı olduğunu ve atomik kütleler arttıkça geçiş sıcaklığının azaldığını buldular. İzotop olayı olarak bilinen bu gözlem, örgü hareketlerinin süperiletkenlik mekanizmasında önemli bir rol oynadığını göstermektedir.

Süperiletkenlik ile ilgili asıl teori 1954 yılında Barden, Cooper ve Schrieffer tarafından, BCS teorisi olarak isimlendirilen bir teori geliştirmiştir [10]. Bu teori $T=0$ ' da fermi yüzeyine yakın dar bir enerji aralığında bulunan elektronların çekim etkileşmesi üzerine kurulmuştur. Ayrıca süperiletkenlik içinde genelde fonon çiftlenim mekanizmasının etkili olduğunu öngörmektedir. BCS teorisi metalik süperiletkenliği anlatmakta olup, süperiletkenliğin mikroskopik tabiatının anlaşılmasına olanak sağlamaktadır. Daha sonra Anderson "Rezonans Valans Band (RVB)" teorisini ortaya attı [32]. RVB teorisinin temel fikri kuvvetli elektron-elektron bağlılığıdır. Fakat bütün bu teoriler sadece düşük-sıcaklık süperiletkenlerdeki iletim mekanizmasını açıklamada

başarılı olmuştur. Bunun yanında yüksek-sıcaklık ve bakır oksit süperiletkenlerin mekanizmasını açıklayan tam bir teorik model geliştirilememiştir.

Genel olarak teorik yaklaşımı 3 bölüme ayıralım;

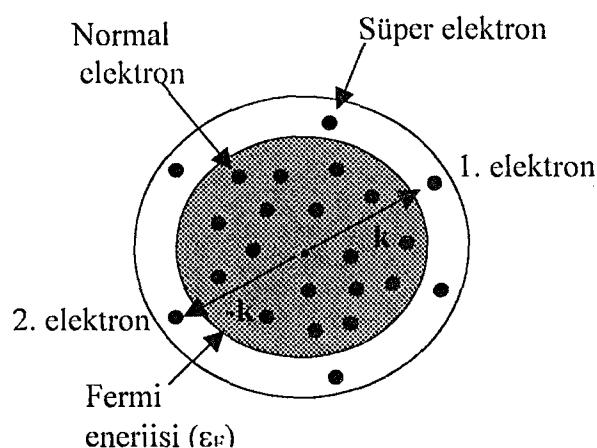
- 1- Çiftlenim mekanizması
- 2- Elektronik yapı
- 3- Termofiziksel özellikler

Çiftlenim mekanizması, süperiletkenlik durumlarının meydana gelmesinde sorumlu olan temel mikroskopik mekanizmaları inceler. Elektronik yapı hesaplaması, K-uzayı içinde anizotropi, durum yoğunluğu ve iletim işlemleri hakkında bilgi içeren hesaplamaları inceler. Termofiziksel özellikler ise, tetragonal-ortorombik faz geçişlerin dinamiği, bu fazların dengesinin sıcaklık ve konsantrasyona bağlılığı, fonon dispersiyonu ve katı modlarla ilgili çalışmaları inceler.

3.1. Bardeen Cooper Schrieffer (BCS) Teorisi

1957 yılında Bardeen, Cooper ve Schrieffer tarafından ortaya atılan mikroskopik teori, süperiletkenlerin değişik özelliklerinin anlaşılmasıında başarılı olmuştur. Bu teorinin ana teması, aralarında bir tür çekici etkileşme bulunan iki elektronun Cooper çiftleri olarak bilinen bağlı durumlar oluşturmasıdır.

Bir metal içerisindeki fermi küresinde bulunan elektronları göz önüne alalım. Şekil 3.1’ de görüldüğü üzere fermi yüzeyi içinde iki elektron Coulomb etkileşmesinden dolayı birbirlerini itmeleri gerekektir. Fakat bu Coulomb kuvveti, fermi küresi içerisindeki var olan diğer elektronların perdelemesinden dolayı önemli ölçüde zayıflamaktadır.

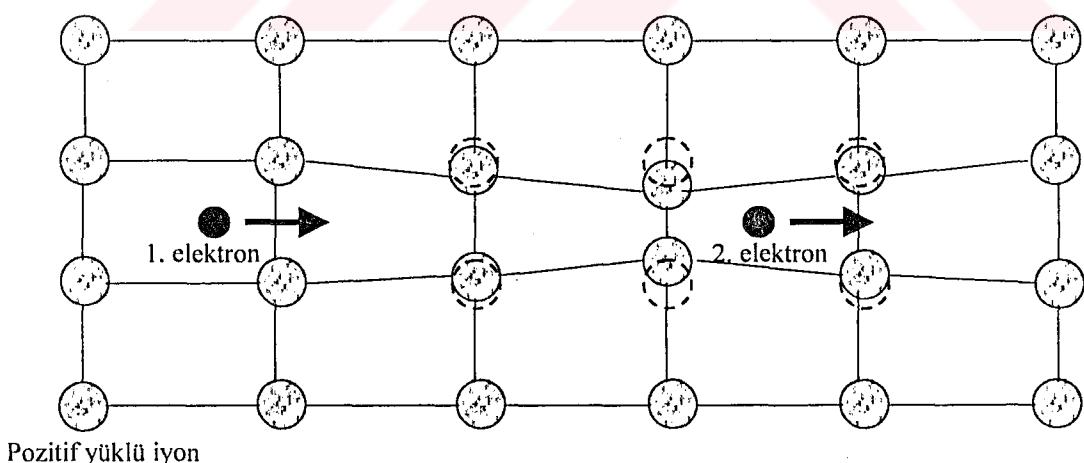


Şekil 3.1. Bir metal içinde fermi yüzeyine yakın bir noktadaki iki elektron arasındaki (1. ve 2. elektron) etkileşme.

PerdeLENmeden sonra, iki elektron arasındaki etkileşim hemen hemen ortadan kalkmakta olup geriye, küçük bir itici kuvvet kalmaktadır. Böylece iki elektron bir bağ durumu oluşturmaktadır. Elektron çiftleri ancak sisteme iki elektronu birbirine bağlamak için gerekli olan enerji miktarına eşit bir enerji uygulandığında ayrılabilmektedir.

Elektronların benzer yüke sahip olmalarından dolayı birbirlerini itmeleri gerekmektedir. Ancak bir örgü noktası civarından geçen elektronun neden olduğu örgü bozuklukları, iki elektron arasında net bir çekici etkileşme elde edilmesine neden olmaktadır. Şekil 3.2'de gösterildiği üzere birinci elektronun sağ tarafa doğru hareketinden dolayı, o civardaki iyonların elektrona doğru hareketine neden olur. Bu da o bölgedeki pozitif yük konsantrasyonunun az bir miktarda artmasına neden olur. Pozitif iyonlar denge konumuna dönme şansını elde etmeden önce, o bölgeden geçen başka bir elektron (Cooper çiftinin ikinci elektronu) bozulmaya uğramış pozitif yüklü bölgeye doğru çekilir. Cooper çiftini oluşturan neden, iki elektron arasındaki çekici bir elektron-orgü-elektron etkileşmesidir. Burada kristal örgü de çekici kuvvetin oluşmasına neden olmaktadır.

Süperiletken durumun kararlılığı Cooper çiftleri arasındaki uyuma belirgin bir şekilde bağlıdır.

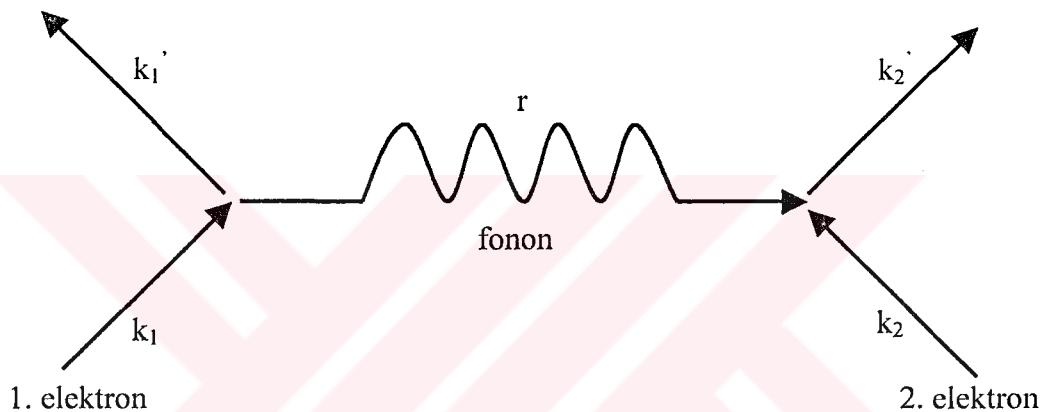


Şekil 3.2. İki elektron arasında örgü bozulmasından dolayı ortaya çıkan çekici etkileşme

Bir Cooper çifti, eşit fakat zıt moment ve spinlere sahip iki elektronundan oluşmaktadır. Dolayısıyla bir süperiletken içerisinde akım olması halinde, Cooper çifti toplam momentumu ve spini sıfır olan bir sistem oluşturur. BCS teorisinde taban

durum, tüm elektron bağlı çiftler oluşturacak şekilde kurulur. Yani tüm çiftler sıfır momentumlu aynı kuantum durumundadır.

Dalga vektörü k_1 olan bir elektron r dalga vektörlü bir fonon yayar ve $k'_1 = k_1 - r$ dalga vektörlü bir duruma geçer (Şekil 3.3). Yayılan r dalga vektörlü fonon k_2 dalga vektörlü bir fonon tarafından soğurulur. Böylece ikinci elektronun dalga vektörü $k'_2 = k_2 + r$ olur. Bu etkileşim sonunda iki elektron Cooper çiftini oluştururlar.



Şekil 3.3. Elektron-elektron etkileşmesi sonucu r dalga vektörlü bir fononun yayılması.

Bir süperiletkenin E_g enerji aralığı, Cooper çiftlerinden birinin kırılması için gereken enerji aralığını temsile olup, 0 kelvindeki enerji aralığı $kT_c (\approx 10^{-3} eV)$ mertebesindedir. BCS teorisi, enerji aralığının kritik sıcaklığı $T = 0$ Kelvin de

$$E_g = 3.53 \cdot kT_c \quad (3.1)$$

şeklinde bağlıdır. Dolayısıyla, büyük enerji aralığına sahip olan süperiletkenler daha yüksek kritik sıcaklığına sahiptir.

BCS teorisinin başarılı olabilmesi için üç temel unsur vardır.

- 1- Ortamın serbest elektron gazı olması gereklidir ki bağlı boson durumuna ulaşılabilir.
- 2- Cooper çiftleri arasındaki uzaklık yaklaşık olarak 100 nm boyutunda olmalıdır.
- 3- İletim elektron yoğunluğunun fazla olması gereklidir. Aksi takdirde çekici Coulomb etkileşmeleri elektron-fonon- elektron etkileşmesini perdeleyebilir.

3.2. Rezonans Valans Band (RVB) Teorisi

Yüksek sıcaklık süperiletkenler için önerilen teorilerden birisi rezonans-valans-band teorisidir. Bu teori Anderson tarafından öngörülmüştür. Anderson 1973 yılında üç köşeli örgü için rezonans valans band (RVB) teorisini önermiş ve daha sonra Cu-O düzlemli yeni süperiletkenler için iki boyutlu kare örgü RVB durumunu açıklamıştır [33]. RVB teorisinin temel fikri, kuvvetli elektron-elektron bağılılığına dayanmakta olup çiftlenim mekanizmasının asıl kökeni manyetik bir mekanizmaya bağlıdır ve BCS teorisi ile uyumlu değildir.

RVB modelinde tek elektron spinleri örgü noktalarında bulunmaktadır ve bu elektron spinleri birbirleri ile etkileşerek antiferromağnetik bir düzenleme oluşturmaktadır. Örgü noktalarına yerleşmiş olan, komşu elektronlar arasında net bir çekim etkileşmesi meydana gelmektedir. İki elektron arasındaki etkileşimden dolayı, elektron çiftleri net sıfır spine sahip olacağından boson tipi bir şekillenim oluştururlar. Eğer bu orgüye bir alıcı iyon yerleştirilirse holler lokalize elektron çiftleri ağında ortaya çıkacaktır [22]. Yani Cooper çiftleri orgü noktalarında lokalize olacaklardır ve bundan dolayı süperiletkenlik durumu ortaya çıkacaktır.

RVB durumu, $E_g = 2\Delta$ enerji aralıklı nötral solitonların Cooper çiftlerinin bir boson yoğunluğu olarak da düşünülebilir. Burada E_g , bir bağı kırmak için gerekli olan enerjidir. Soliton tek bir dalgadır ki etkileşimlerde bile şeklini koruma özelliğine sahiptir [20]. RVB durumu için $E_g/k \cdot T_c$ oranı hesaplandığında, BCS teorisi gereği hesaplanan değerden $(E_g/k \cdot T_c = 3.53)$ daha küçük bir değere sahip olduğu görülmektedir.

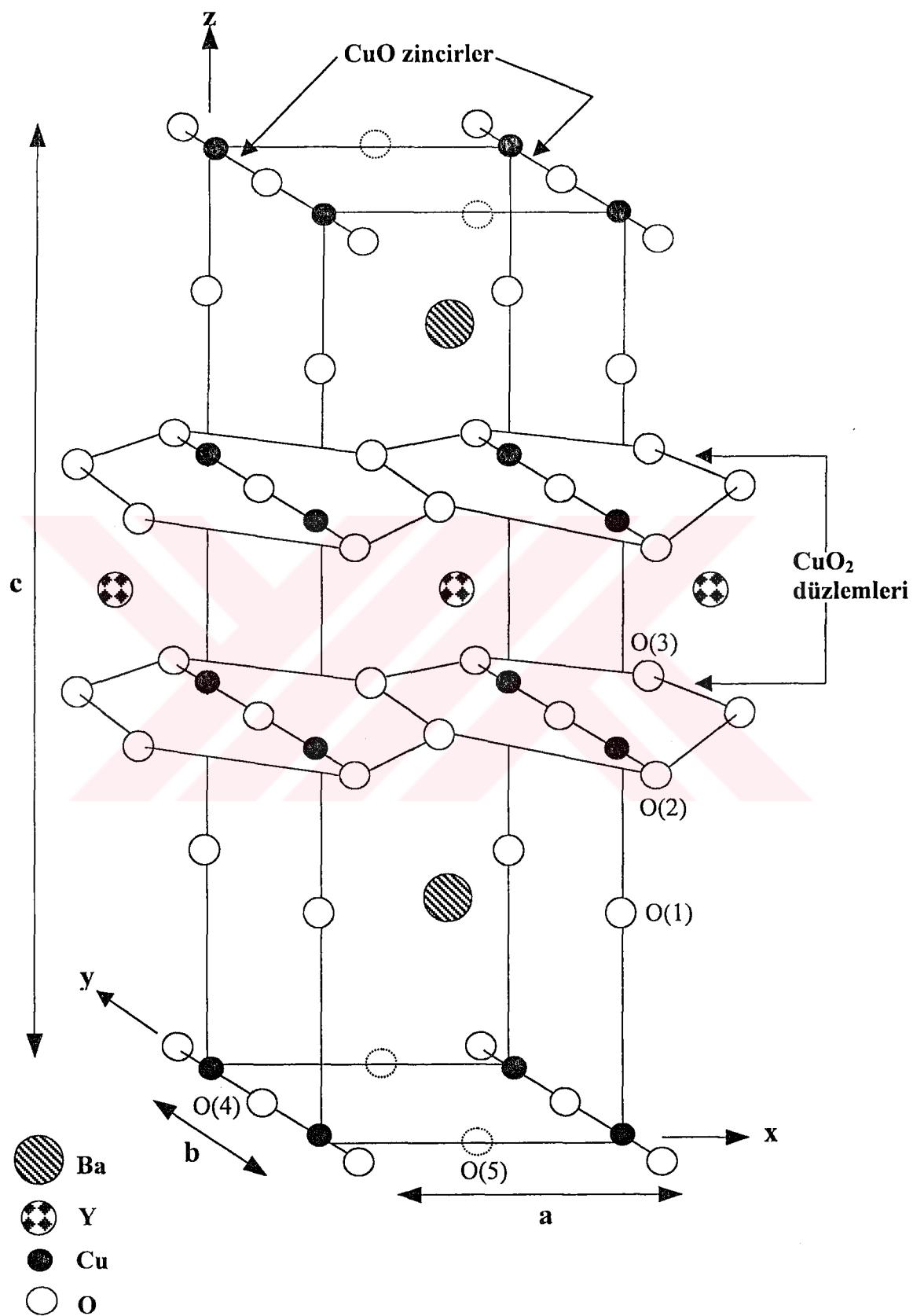
4. YBaCuO YÜKSEK SICAKLIK SÜPERİLETKENLERİ VE POWDER IN TUBE (PIT) METODU

4.1. $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ Bileşinin Kristal Yapısı

$Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ süperiletken bileşigi ilk olarak Wu ve arkadaşları tarafından bulunmuştur [15]. YBaCuO bileşigi ile yapılan ilk çalışmalarda prototip birim hücresi içerisinde 9 tane oksijen atomu bulundurmasından dolayı, kimyasal formül olarak $Y_1Ba_2Cu_3O_{9-\delta}$ ifadesi kullanılmaktaydı. Daha sonraki yapılmış olan çalışmalarda, birim hücresi içerisinde 14 atom bulunan YBaCuO bileşininin 8 oksijen atomu içeriği görülmüş ve $Y_1Ba_2Cu_3O_{8-\delta}$ ifadesi yaygın bir şekilde kullanılmaya başlanmıştır. Yapı üzerinde yapılmış olan ayrıntılı çalışmalarda bir oksijen atomunun bulunduğu alanın boş olduğu görülmüş ve YBaCuO bileşigi için en uygun kimyasal formül ifadesinin $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ olduğu belirlenmiştir [20].

YBaCuO bileşinin ve diğer yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin önemli kristalografik özelliği, bu bileşiklerin katmanlı bir yapıya sahip olmasıdır. $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ bileşininin kristal yapısı Şekil 4.1.' de gösterilmiştir. Bu yapıda Cu ve O atomlarının CuO_2 biçiminde meydana getirmiş oldukları düzlemler bulunmaktadır [34]. Süperiletkenlik, hemen hemen tümüyle iki-boyutlu CuO_2 düzlemlerinde gerçekleşmektedir. Kritik sıcaklık (T_c) değeri 50 Kelvin üzerinde olan benzer süperiletkenlerinde CuO_2 veya NiO_2 düzlemleri içeriği görülmektedir. $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ bileşiginde CuO_2 düzlemleri Yitrium atomlarının her iki tarafına yerleşmişlerdir. $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ bileşiginde bulunan Cu atomlarının iki rolü bulunmaktadır. Bunlardan CuO_2 düzlemlerinde bulunan Cu atomu, düzlemler arasındaki iletkenlikte kritik rol oynamaktadır. Bununla beraber CuO zincirinde bulunan Cu atomu ise CuO_2 düzlemlerindeki yük miktarını ve kritik sıcaklık (T_c) değerini kontrol etmektedir.

$Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ bileşinin normal durumdaki elektrik direnci oldukça anizotropuktur. $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ bileşigi içerisinde akım z ekseni yönünde akarken direnç çok yüksek, bunun yanında akım x-y düzleminde akarken direnç çok daha azdır. Bu durum, normal olarak iletimin baskın biçimde CuO_2 düzlemlerindeki taşıyıcılardan kaynaklandığını göstermektedir.



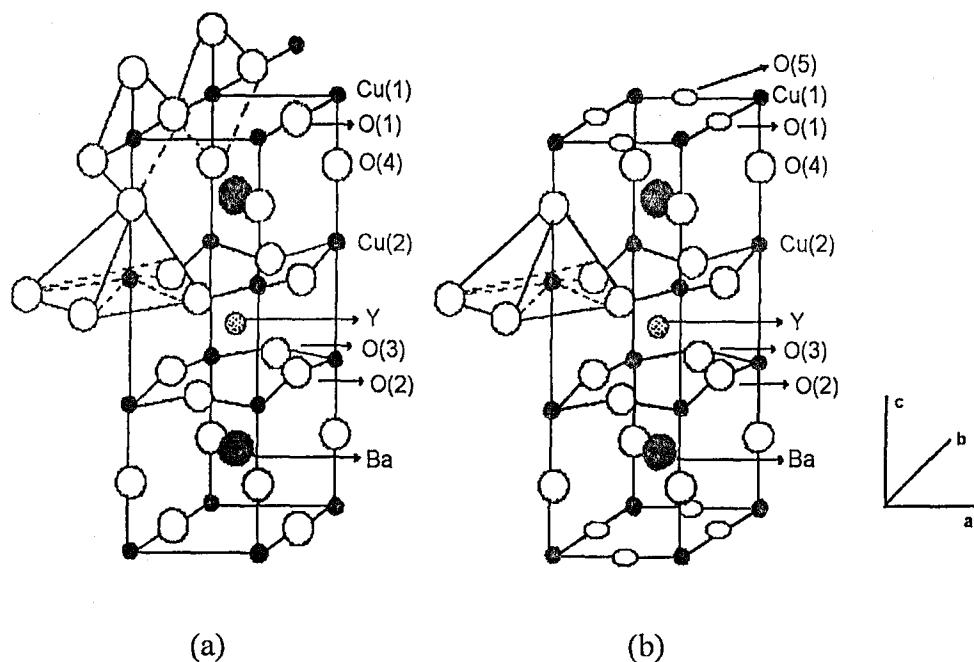
Şekil 4.1. $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ bileşığının kristal yapısı.

X-işinleri ve nötron kırınım çalışmalarları, $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ süperiletken bilcisiğinin oksijen stokiyometresine göre ortorombik veya tetragonal olmak üzere iki farklı kristal simetrisine sahip olduğunu göstermiştir. Yapılmış olan çalışmalararda $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ süperiletken bileşliğinde bulunan oksijen miktarının 6 ile 7 arasında değiştiği gözlenmiştir [20,35]. Kristal yapı içerisinde bulunan oksijen miktarı 6.5 değerinin altında bulunduğuunda yapı tetragonal fazda geçmektedir ki bu fazda yapı süperiletken özellik göstermemektedir. Oksijen miktarı 7 değerine yaklaşlığında kristal yapı ortorombik simetriye sahip olmaktadır ve bu fazda 90 Kelvin de süperiletkenlik geçiği gözlenmektedir. Oksijen miktarı 6.5 değerinde olduğunda ise 60 Kelvin de süperiletkenlik geçiği gözlenmektedir.

Bilindiği üzere ortorombik faz, süperiletken özellik göstermektedir. Bununla beraber ortorombik faz ile ilgili yapılmış olan çalışmalararda elde edilmiş olan bazı istisna durumlar bulunmaktadır.

- 1) Bakır zinciri düzlemlerine Galyum katılanması, 81 Kelvin gibi yüksek bir T_c değerinde bile ortorombik-tetragonal faz geçişine neden olmaktadır [36].
- 2) Bir oksijen atomuyla sülfürün yerdeğiştirmesi, geçiş sıcaklığında küçük bir değişimeye (92 Kelvinden 85 Kelvine düşüş) neden olmakla birlikte aynı ortorombik-tetragonal faz geçişini vermektedir.
- 3) Bir oksijen atomuyla iki flor (Fluorine) atomunun yerdeğiştirmesi sonucu oluşan $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_6\text{F}_2$ bileşiği, yüksek T_c değerli tetragonal bir yapıya sahiptir [37].

Tetragonal birim hücre ile ortorombik birim hücre arasındaki farkın, Şekil 4.2.'de gösterildiği üzere süperiletken yapı içerisindeki oksijen konumlarındaki değişmeden kaynaklanmaktadır. Buna göre, ortorombik yapıda Şekil 4.2.a' da görülen O(5) konumunun tamamen boş olduğu ve O(1) konumunun ise tamamen veya kısmen dolu olduğu, tetragonal yapıda ise oksijen konumlarının eşit doldurma olasılıklarına sahip olduğu belirtilmiştir [38,39]. Şekil 4.2.a' da görüleceği gibi bakır atomları Cu(1) ve Cu(2) olmak üzere iki farklı konuma sahiptir. Cu(1) atomu, O(4) ve O(1) konumlarındaki oksijen atomlarıyla birim hücrenin alt ve üst kısımlarında meydana getirdikleri kare düzlemsel yapının köşelerinde yerleşmiştir. Cu(1) ve O(1) atomları ortorombik yapıda görülen b-örgü parametresi boyunca uzanan zincir yapıyı oluşturmaktadır. Ortorombik fazda görülen bu zincir yapı tetragonal fazda gözlenmemektedir.



Şekil 4.2. $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ bileşığının, a) Ortorombik b) Tetragonal yapısı [35].

Ortorombik yapıdaki $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ bileşигine ait birim hücre boyutları, belirtilen bazı δ değerleri için Tablo 4.1.'de gösterildiği gibidir [20]. Tetragonal yapıdaki $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ bileşigine ait birim hücre boyutları $a=3.9018\text{\AA}^\circ$ ve $c=11.9403\text{\AA}^\circ$ dur [40].

Tablo 4.1. Ortorombik yapıdaki $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ süperiletken bileşığının birim hücre boyutları [20].

δ	$a(\text{\AA}^\circ)$	$b(\text{\AA}^\circ)$	$c(\text{\AA}^\circ)$
0.62	3.85	3.86	11.78
0.57	3.85	3.87	11.77
0.47	3.84	3.88	11.75
0.28	3.8237	3.8874	11.6570
0.19	3.8231	3.8864	11.6807
0.15	3.8282	3.8897	11.6944
0.10	3.9195	3.9195	11.8431

$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ bileşigi içerisinde bulunan $\text{Cu}(2)$ atomu 4 oksijen atomu ile çevrelenmiştir. Bunlardan ikisi $\text{O}(2)$, diğer ikisi de $\text{O}(3)$ olmak üzere 4 oksijen atomu ile kare düzlemsel bir yapıdadır. Yapıda bulunan Yitrium atomu, Cu-O düzlemlerinin arasında $(1/2, 1/2, 1/2)$ konumunda bulunmakta olup, iki Baryum atomu 4 oksijen atomu ile kare düzlemsel bir yapı göstermektedir. Cu-O düzlemleri, a-b düzlemine göre

bir açı yapmaktadır. Bunun nedeni, baryum atomunun yttrium atomuna göre daha büyük iyonik yarıçapı sahip olması ve CuO düzlemlerini yttrium atomuna doğru itmesidir.

$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ bileşigi içerisindeki oksijen miktarı 6.5 olduğunda b-ekseni boyunca Cu-O zincirleri oluşturmaya başlamakta ve yaklaşık 60 Kelvin de süperiletken özellik göstermektedir. Bununla beraber yapı içerisindeki oksijen miktarı 6.5 olduğunda tam bir zincir yapı oluşturamamakta, kısa erişimli oksijen boşluk düzeni oluşturmaktadır. $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ bileşığında ortalama bakır değerliği +2.3 olmaktadır. Bununla beraber Cu-O düzlemlerinde Cu atomu +2 değerlikte, ortorombik yapıda Cu-O zincirlerinde +3 ve +1 değerliklerinde, tetragonal yapıda ise Cu atomu +1.67 değerliğine sahip olmaktadır.

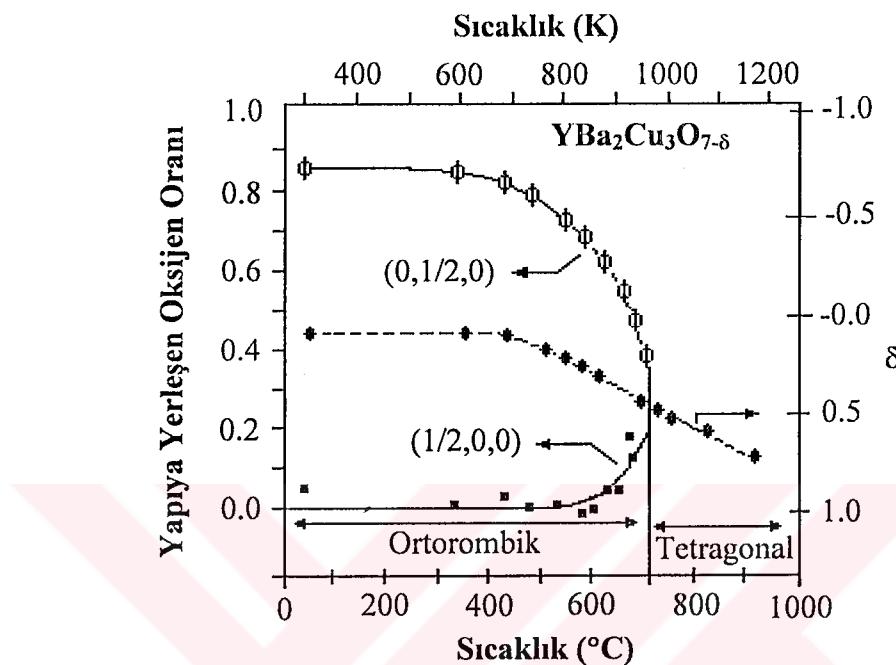
4.2. Faz Geçişi

YBaCuO bileşigi yüksek sıcaklıklarda tetragonal faz'a sahiptir ve yaklaşık 700°C sıcaklıkta ikinci bir faz geçişine sahip olmakla birlikte, bu sıcaklığın altındaki sıcaklıklarda ortorombik faz'a sahiptir [41,42,43].

Numunenin oda sıcaklığında soğutulması, Şekil 4.2.b' de gösterildiği üzere tetragonal fazın ortayamasına neden olmaktadır. Yüksek sıcaklık fazında temel düzlem ($z=0$) üzerindeki oksijen atomları düzensiz olmasına karşın, düşük sıcaklıklarda bu oksijen atomları düzenli zincir yapılar oluşturmaktadırlar.

Temel düzlem içindeki ((0,1/2,0) ve (1/2,0,0) düzlemleri) yapıya yerleşen oksijen atomları oranının, oksijen ortamında hazırlanmış numunenin ısıtma sıcaklığı fonksiyonuna bağlılığı Şekil 4.3'de gösterildiği gibidir [39]. Ortorombik bölge içindeki merkez eğri, a ve b eksenlerindeki oksijen atomlarının ayrımsal yerleşim oranını belirtmektedir. Aynı zamanda bu eğri $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ formül ifadesindeki δ 'nın değerinde belirtmektedir. Şekil 4.3' de belirtilen oksijen atomlarının eksenlere yerleşim oranını gösteren eğriler, farklı oksijen basınçlarındaki ısıl işlem için elde edilmiştir. Kesikli çizgilerle belirtilmiş olan grafik iki düzlemdeki ortalama oksijen yerleşimini göstermektedir. YBaCuO bileşığının süperiletkenlik geçişindeki ortorombik şeklär bozukluğunda belirlenmiş olan anormallik anizotropik çiftlenmeye bir kanıt olarak yorumlanmıştır [44].

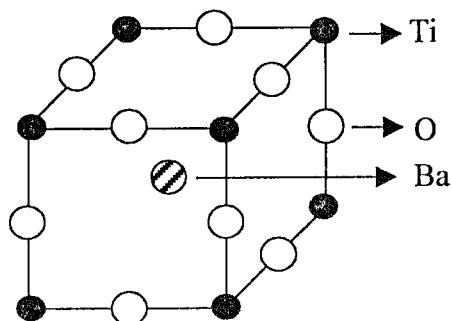
YBaCuO bileşiginin ortorombik 123 fazı süperiletken yapıyı meydana getirmektedir. Tetragonal faz, geçiş fazı üzerinden sogutma işlemi ile oda sıcaklığında elde edilebilir ve bu faz yarıiletken olur.



Şekil 4.3. $(0,1/2,0)$ ve $(1/2,0,0)$ düzlemlerde yapıya yerleşen oksijen atomları oranını ve oksijen içeriğini belirten δ parametresinin sıcaklığına bağlı grafiği. Kesikli çizgilerle belirtilmiş olan grafik iki düzlemdeki ortalama yerleşimi göstermektedir [20].

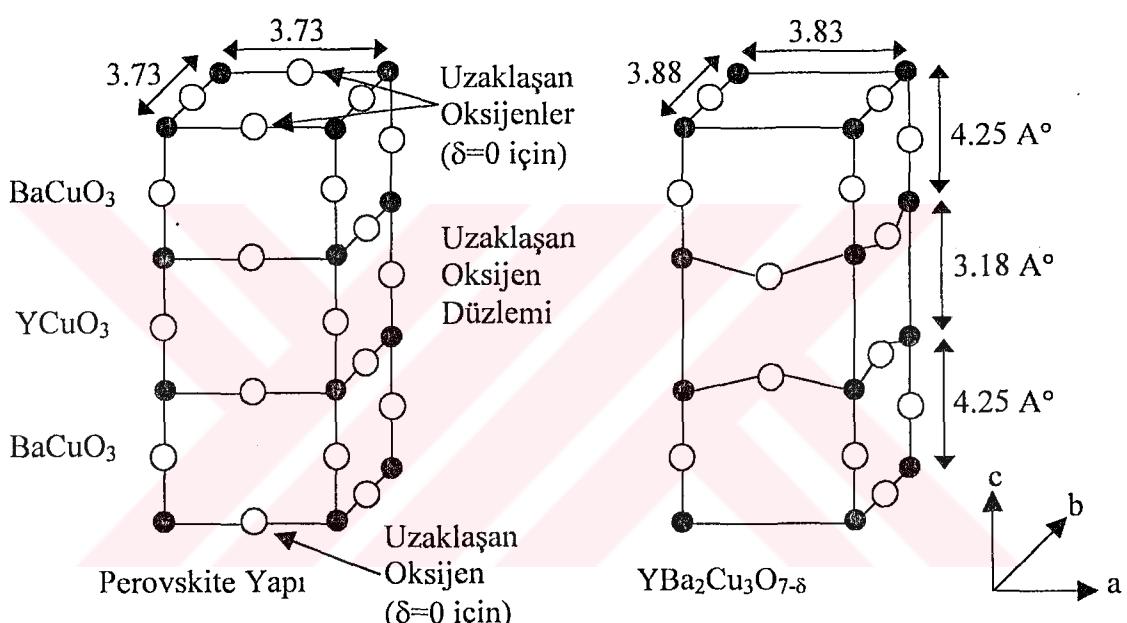
4.3. YBaCuO Yapının Oluşumu

YBaCuO tetragonal yapısı Şekil 4.4' de gösterilen üç prototip fcc oksijen birim hücre modelinden türetilerek elde edilebilir. Bu tetragonal yapı, prototip birim hücrelerin z-ekseni veya c-ekseni yönünde üst üste dizilmesiyle oluşmaktadır.



Şekil 4.4. Perovskite birim hücre. Titanyum atomu köşelerde, oksijen atomları kenarların orta noktalarında ve barium atomu kübik yapının merkezinde bulunmaktadır.

Şekil 4.5' de gösterilmiş olan YBaCuO bileşığının tetragonal birim hücresinin oluşumu, ortadaki kübik birim hücre içerisindeki baryum atomunun yttrium atomuyla yerdeğiştirmesi ve ortada bulunan kubik birim hücrenin kenar orta noktalarındaki oksijen atomlarının yapıdan uzaklaşması sonucu meydana gelmektedir. Bu değişim sonucunda, yapıdan uzaklaşan oksijenlerin ilk konumlarının boş kalmasından dolayı meydana gelen yapıdaki kısalma ve yttrium atomunun diğer atomlara oranla daha küçük iyonik yarıçapı sahip olmasından dolayı, orta noktada bulunan merkez kübik birim hücre c-ekseni boyunca sıkışarak kısalır ve şekil bozukluğuna uğrar.



Şekil 4.5. 3 tane BaCuO_3 perovskite birim hücresinin üst üste yerleştirilmesi ile meydana getirilmiş olan YBaCuO birim hücresi [20].

4.4. Diğer Yüksek Sıcaklık Süperiletken Sistemlerin Yapıları

1987 yılında Mitchell ve arkadaşlarının BiSrCuO süperiletken sistemini keşfetmelerinin ardından 1988 yılında Maeda ve arkadaşları sisteme Ca ekleyerek Bi-Sr-Ca-Cu-O (BSCCO) sistemlerinde süperiletkenliği keşfetmişlerdir [45]. Maeda ve arkadaşlarının yapmış olduğu çalışmalar sonucunda BSCCO sisteminin geçiş sıcaklığını 85K' den 110K' e yükseltmeyi başardılar ve sistemin genel formülünü $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_n\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4+y}$ olarak tanımladılar. Bi-Sr-Ca-Cu-O sistemlerinde üç süperiletken faz bulunmakla beraber yapıdaki bu üç fazın n sayısına bağlı olduğu bilinmektedir. Burada

n ' yi belirleyen, yapı içerisindeki CuO düzlemlerinin sayısıdır. Artan Cu-O tabakalarının sayısı, yapının kritik sıcaklık değerini önemli ölçüde artırmaktadır. $n=1$ için 20K kritik sıcaklığa ve bir CuO düzlemine sahip $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Cu}_n\text{O}_{6+y}$ (2201) düşük sıcaklık fazı, $n=2$ için 80K kritik sıcaklığa ve iki CuO düzlemine sahip $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_n\text{O}_{8+y}$ (2212) yüksek sıcaklık fazı, $n=3$ için 110K kritik sıcaklığa ve üç CuO düzlemine sahip $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+y}$ (2223) yüksek sıcaklık fazları elde edilmiştir [46].

BSCCO süperiletken sistemlerinin keşfinden sonra, Shang ve Hermann tarafından yapılan çalışmalar sonucu TI-Ba-Ca-Cu-O süperiletken sistemi keşfedilmiştir [47]. Daha sonraki yapılan çalışmalar sonucunda TI-Ba-Ca-Cu-O süperiletken sisteminin geçiş sıcaklığı 125K olarak gözlenmiştir [48]. $\text{TI}_m\text{Ba}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4+y}$ genel formülüne ile verilen TI-Ba-Ca-Cu-O sistemi, $\text{TI}\text{Ba}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+3+y}$ ($m=1$) ve $\text{TI}_2\text{Ba}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4+y}$ ($m=2$) olmak üzere iki ana grupta toplanmaktadır. Bunlardan tek TI tabakası içeren $\text{TI}\text{Ba}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+3+y}$ sistemi için $n=1,2,3,4,5$ fazları, iki TI tabakası içeren $\text{TI}_2\text{Ba}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4+y}$ sistemi için ise $n=1,2,3$ fazları elde edilmiştir [49]. $\text{TI}\text{Ba}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+3+y}$ sistemi içerisindeki fazların kritik değerleri; $n=1$ için süperiletken özellik göstermemekte, $n=2$ için 90K, $n=3$ için 110K, $n=4$ için 112K ve $n=5$ için 115K olarak bulunmuştur. $\text{TI}_2\text{Ba}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4+y}$ içerisindeki fazlar için kritik sıcaklık değerleri ise; $n=1$ için 10K, $n=2$ için 80K ve $n=3$ için 125K dir.

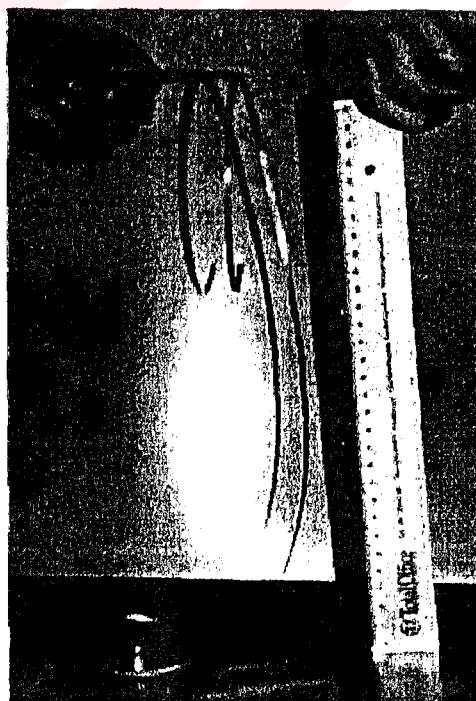
Civa içeren ilk süperiletkenler S.N. Putilin ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmalar sonucunda 94K kritik sıcaklığa sahip $\text{HgBa}_2\text{CuO}_{4+\delta}$ bileşliğini keşfetmeleriyle ortaya çıkmıştır [50]. Daha sonra A. Schilling ve arkadaşları Hg-Ba-Cu-O sistemine Ca ilave ederek $\text{HgBa}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+2+\delta}$ genel formülüne sahip bileşikler hazırlayarak $n=1,2,3$ olmak üzere üç farklı fazın olduğunu göstermişlerdir [51]. Bu fazlardan $n=1$ için kritik sıcaklık 64K ve yapı içerisinde bir CuO düzlemi bulunduğu, $n=2$ için kritik sıcaklık 128K ve yapıda iki CuO düzlemi bulunduğu, $n=3$ için kritik sıcaklık 135K ve yapıda üç CuO düzlemi bulunduğu gözlenmiştir. Bi ve Tl' lu süperiletken sistemlerine benzer olarak Hg' li süperiletken sistemlerinde de artan Cu-O düzlemi ile kritik sıcaklık değeri artmaktadır.

4.5. Powder In Tube (PIT) Metodu

1986'da yüksek sıcaklık süperiletkenlerin (HTS) keşfinden sonra, değişik süperiletken sistemler ve değişik numune hazırlama yöntemleri kullanılarak süperiletkenliğin geliştirilmesi için yoğun çalışmalar yapılmaktadır. Özellikle

süperiletkenlerin teknolojik uygulamasında büyük öneme sahip akım yoğunluğunun artırılması için farklı yöntemler kullanılmaktadır. Bu yöntemlerden bir tanesi de halen günümüzde kullanılan PITM (Powder-in-tube method) metodudur. Bu metod; özellikle süperiletken kablo, şerit, ince tel, kalın film v.b gibi malzeme üretimi için büyük kolaylık sağlar. Ayrıca bu metod kullanılarak hazırlanmış numunelerin süperiletken özelliklerinde de olumlu yönde etkilendiği bir çok araştırmacı tarafından gözlenmiş ve teknolojide kullanılmaya başlanmıştır. Bu metodun en büyük avantajı, kaplama kusurları nedeniyle meydana gelebilecek olan kusurların ortadan kaldırılabilceği gibi yüksek kritik akım yoğunluğu taşıma kabiliyetine sahip numunelerin geliştirilebilmesine imkan sağlamasıdır.

Son yıllarda yapılmış olan çalışmalar sonucunda, M.Muhammed (Department of Inorganic Chemistry at KTH) ve Dr.Balachandran (Argonne National Labs, USA) [52] Şekil 4.6’ da görüldüğü üzere Y-123 ve Y-124 kompozisyonlarına ait 1 metre uzunluğunda süperiletken şerit üretimini başarılı bir şekilde gerçekleştirmiştir. Y-124 kompozisyonuna herhangi bir yüksek dış basınç uygulanmaksızın “solid state mixing method” kullanılarak hazırlanması yanında çökeltme yöntemiyle de başarılı bir şekilde hazırlanmıştır. Y-123 ve Y-124 kompozisyonlarına PITM yöntemi uygulandığında süperiletken örneğin kritik akım yoğunluğunun (J_C) arttığı gözlenmiştir.

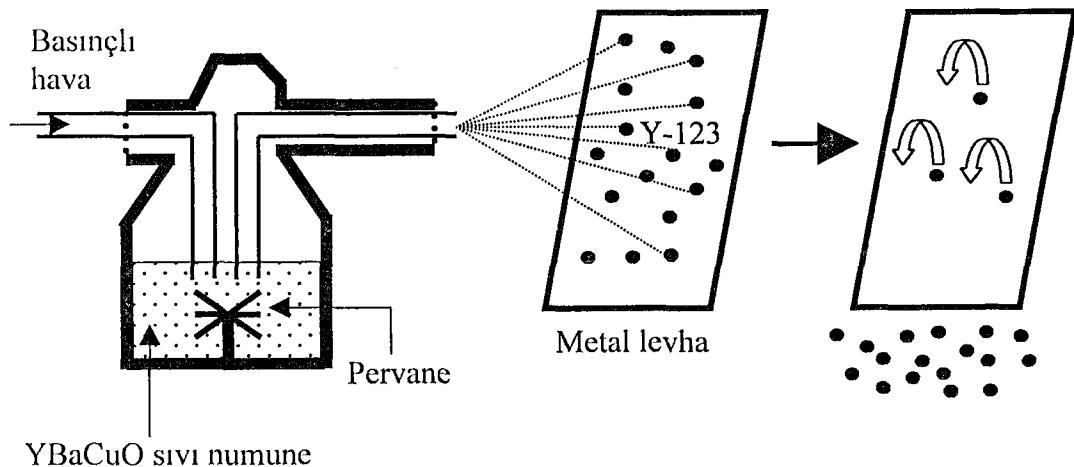


Şekil 4.6. Üretimi tamamlanmış Y-123 süperiletken şerit [52].

PITM metodu ile yüksek kritik akım yoğunluğuna sahip numune hazırlamada yaygın olarak bir çok araştırmacı tarafından kullanılan 2 yöntem vardır. Birinci yöntemde belirli sitokiometrik oranlarda elementler biraraya getirilir, karıştırılır ve yapı homojen olacak şekilde iyice ezilir. Daha sonra toz numune gümüş (Ag) borunun içerisine yerleştirilerek gerekli mekanik işlem (presleme, bükmeye, burma v.b gibi) ve ısıl işlem adımlarının yapılması ile süperiletken numunc elde edilir.

İkinci yöntemde ise, yine belirli sitokiometrik oranlarda biraraya getirilen sıvı haldeki toz numune, püskürtme tabancası ile temiz bir yüzey üzerine püskürtülür [53].

Yüzey üzerine püskürtülmüş olan numune, kurutma işlemi tamamlandıktan sonra yüzey üzerinden alınarak gümüş tüp içerisinde yerleştirilir. Gümüş tüp içerisindeki numuncye gerekli mekanik ve ısıl işlem adımları uygulanarak süperiletken kablo, şerit veya tel numune elde edilir. İkinci yöntem, süperiletken toz numunedeki istenilen faz oranlarının ve küçük tanecik boyutunun elde edilmesinde etkili bir yöntemdir. Yani bu yöntem ile, yüzey üzerine püskürtülmüş olan toz numunenin tek bir faz'a sahip olması sağlanır. Böylelikle yapı içerisindeki istenmeyen faz oranlarının ortadan kaldırılması sağlanmış olur. Püskürtme yöntemi ile homojen toz numune hazırlama düzeneği Şekil 4.7' de gösterildiği gibidir.



Şekil 4.7. Püskürtme yöntemi ile toz numune hazırlama düzeneği.

İkinci yöntem kullanılarak PITM metodu ile hazırlanmış süperiletken numunelerin, birinci yöntem kullanılarak PITM metodu ile hazırlanmış olan

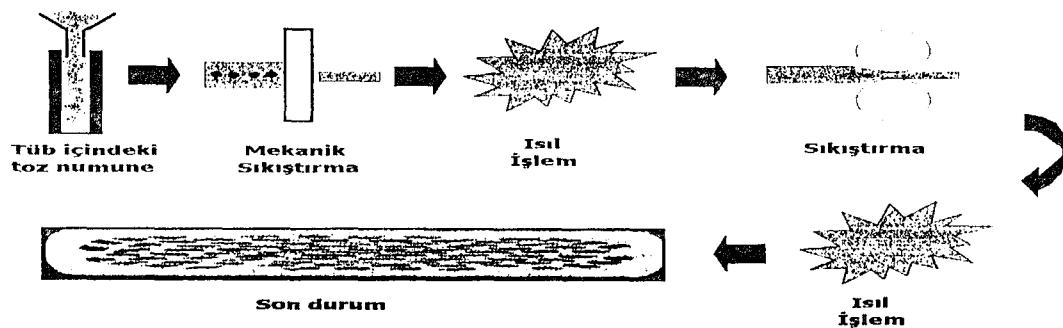
süperiletken numunelere oranla daha yüksek kritik akım yoğunluğuna sahip olduğu görülmüştür.

Genel olarak toz biçiminde hazırlanmış olan süperiletken numunelerin süperiletkenlik özelliklerinin ölçümü ve tayini oldukça zordur. Bu ölçümlerin alınabilmesi için yaygın olarak kullanılan yöntemlerden biri de Powder-In-Tube (PITM) metodudur. Bu metod ile hazırlanmış olan süperiletken numunelerin, toz biçiminde hazırlanmış olan numunelere oranla süperiletkenlik özelliklerinin ölçümü daha sağlıklı ve kolaydır. Ayrıca PITM metodu ile, süperiletken numune yapımı için kullanılan süperiletken toz numune oranı minumuma indirilir.

PITM metodu gümüş (Ag) ile kaplanmış multifilamentary süperiletken numunelerin üretimi için kullanılır. Bu metod $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_x$ (Bi_{2212}) / Ag tip süperiletkenlerin üretiminde başarılı bir şekilde uygulanmaktadır [54]. PITM metodu ile üretimi yapmak istenilen süperiletken numuneler amaca yönelik olarak hava, saf oksijen veya istenilen bir gaz ortamında mekanik ve ıslık işlemlere tabi tutulur. Yapılan çalışmalar sonucunda oksijen ortamında üretilmiş olan süperiletken numunelerin diğer ortamlarda üretimi yapılmış olan süperiletken numunelere oranla daha yüksek kritik akım yoğunluğu taşıma kabiliyetine sahip olduğu görülmüştür. PITM metodu Şekil 4.8' de gösterildiği üzere 4 temel basamaktan oluşmaktadır.

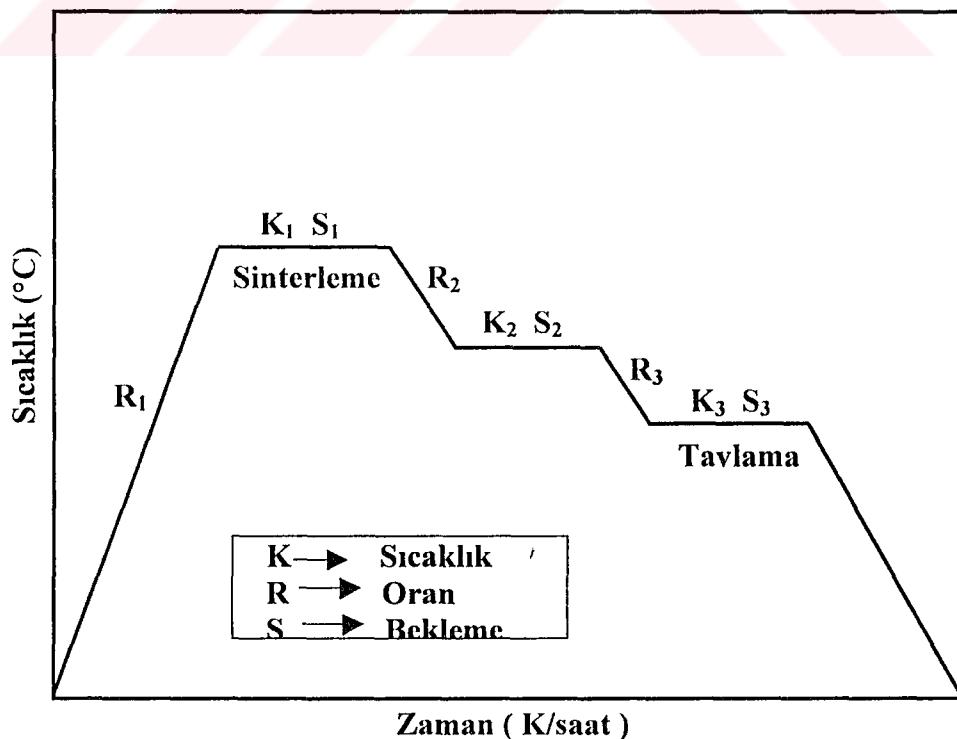
- 1) Üretimi yapılacak olan süperiletken kompozisyon hazırlanarak küçük parçaçık boyutuna sahip olacak şekilde öğütülerek toz haline getirilir.
- 2) Homojen olarak hazırlanmış olan toz numune gümüş tüp içerisinde yerleştirilir ve amaca uygun olarak mekanik işlem (presleme, burma, bükmeye v.b gibi) uygulanır.
- 3) Mekanik işlem uygulananmiş olan tüp içerisindeki toz numuneye amaca uygun olarak ıslık işlem uygulanır.
- 4) Son aşama olarak tekrar numuneye mekanik ve ıslık işlem adımları uygulanarak süperiletkenlik ölçümelerinin alınabilmesi için hazır duruma getirilir.

Genel olarak üretimi yapılan süperiletken numunelerde (özellikle toz numunelerde), üretim esnasında meydana gelebilecek olan kırıklar, çatlaklar ve kaplama kusurları nedeni ile meydana gelebilecek olan hatalar PITM metodu ile ortadan kaldırılabilir.



Şekil 4.8. Powder In Tube metodunun şematik gösterimi.

Powder In Tube metodunda yaygın olarak kullanılan ıslı işlem adımları Şekil 4.9' da, bu metod içerisinde kullanılan ıslı işlem adımlarına ait ıslı işlem değişkenleri ise Tablo 4.2' de gösterildiği gibidir [53].



Şekil 4.9. PITM metodu ıslı işlem şeması [53].

Şekil 4.9. da Powder In Tube metodu ıslı işlem şemasında belirtildiği üzere, numuneye uygulanan ıslı işlem adımlarında dikkat edilmesi gereken 2 önenli nokta vardır. Bunlar numuneye uygulanan sinterleme ve tavlama sıcaklığıdır. Numunenin daha kararlı bir yapıya ulaşabilmesi için ilk basamak olan sinterleme işleminde yüksek sıcaklık, son basamak olan tavlama işleminde ise düşük sıcaklık uygulanmalıdır. Uygulanan ıslı işlem adımlarında numunenin kimyasal ve fiziksel özellikleride göz önünde bulundurularak erime sıcaklığına yakın ama numunenin karekteristik özelliklerini bozmayan uygun bir sıcaklıkta çalışılması gereklidir.

Tablo 4.2. Powder In Tube metodunda kullanılan ıslı işlem değişkenleri.

DEĞİŞKEN	ORAN	BİRİM
R ₁	100	K/saat
K ₁	920	°C
S ₁	10-60	saat
R ₂	200	K/saat
K ₂	700	°C
S ₂	1	saat
R ₃	30-100	K/saat
K ₃	375-440	°C
S ₃	10-60	saat
R ₄	100	K/saat

4.6. YBaCuO Süperiletken Numunelerin Powder In Tube Metodu İle Sentezi

Yüksek sıcaklık süperiletkenlerin (HTS) pratik uygulama alanlarındaki zorluklar, süperiletken seramik tel ve kabloların geliştirilmesiyle önemli ölçüde azaltılmıştır. Son yıllarda yapılmış olan çalışmalar sonucunda, birçok uygulama alanında kullanılan süperiletken kablolar PITM metodu ile başarılı bir şekilde üretilmiştir [2,55,56].

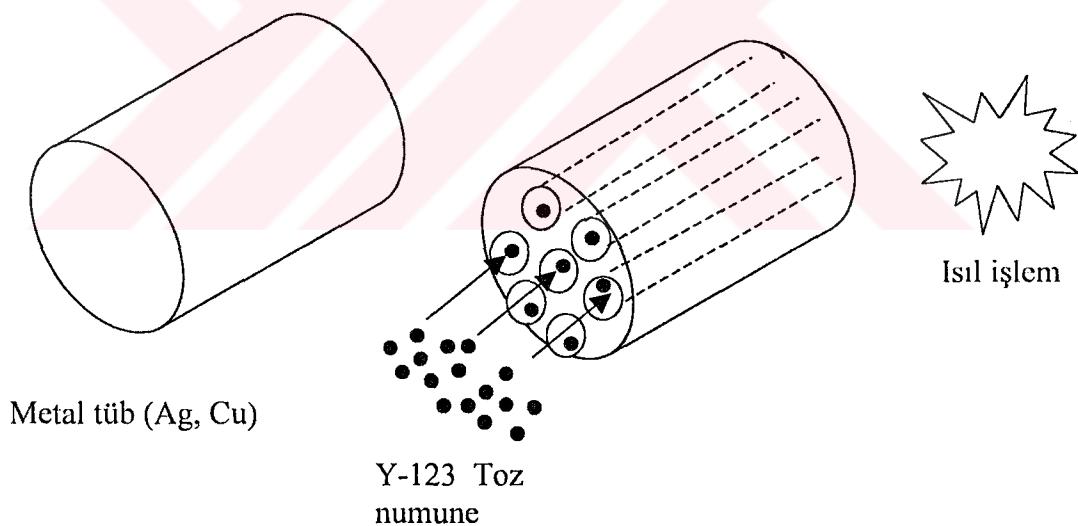
Yapılmış olan çalışmalarda maksimum kritik akım yoğunluğu sıfır manyetik alanda multifilamentary Bizmut temelli seramik süperiletkenler için 5×10^4 A.cm⁻²

olarak tesbit edilmiştir. Yitrium temelli seramik süperiletken kablolar, Bismut temelli süperiletken kablolara oranla daha düşük kritik akım yoğunluğu değerine sahip olmasına karşın, ticari uygulama alanlarında mekanik özelliklerinin güçlü olması yönyle tercih edilmektedir [57].

Son dönemlerde yapılmış olan çalışmalarda hava ortamında 920°C ’de 72 saat ısıl işleme tabi tutulmuş olan Y-123 kompozisyonuna ait kritik sıcaklık değeri $T_c=85$ Kelvin, 850°C ’de 100-120 saat ısıl işleme tabi tutulmuş olan Bi-2223 kompozisyonuna ait kritik sıcaklık değeri $T_c=105$ Kelvin olarak tesbit edilmiştir [53].

Yitrium Bazlı iletkenlerde kanal sistemli kablo üretmek mümkündür. Bu işlem 2 farklı yöntem kullanılarak gerçekleştirilebilir.

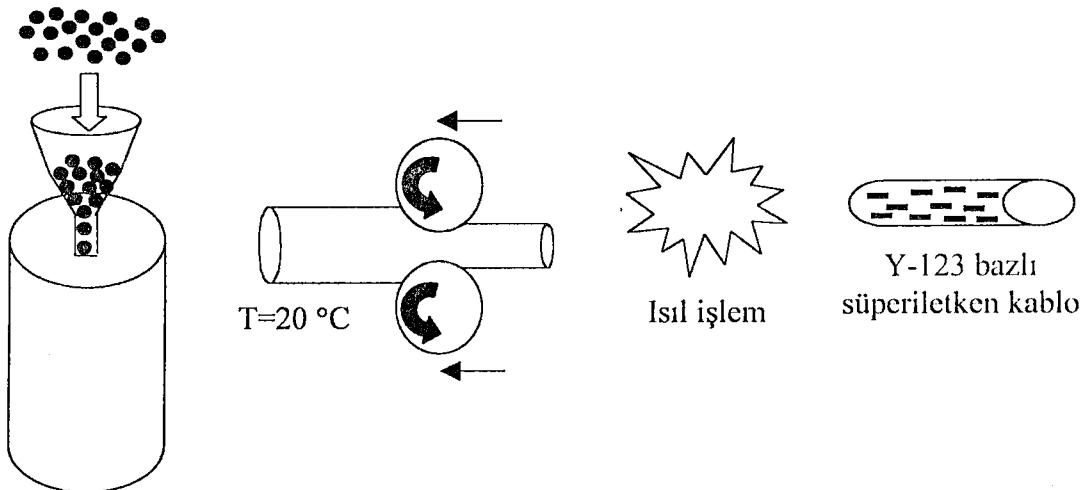
- 1) Kullanılan iletkende, Şekil 4.10’da görüldüğü üzere metal tüb (Ag, Cu) içerisinde mekanik olarak kanal yapısının oluşturulması ve bu kanallara yüksek akım taşıma kabiliyetine sahip Y-123 toz numunenin yerleştirilmesi yöntemi kullanılarak kablo hazırlamadır.



Şekil 4.10. Kanal yöntemi ile Y-123 bazlı süperiletken kablo hazırlama.

- 2) İkinci yöntemde ise Şekil 4.11’de görüldüğü gibi pürüzsüz bir metal tüb iç yüzey duvarı üzerine Y-123 toz numunenin yerleştirilmesi veya püskürtülmesinden sonra mekanik ve ısıl işlemlerin uygulanması yöntemi ile süperiletken kablo hazırlamadır.

Y-123 toz numune



Şekil 4.11. Powder In Tube yöntemi ile Y-123 bazlı süperiletken kablo hazırlama.

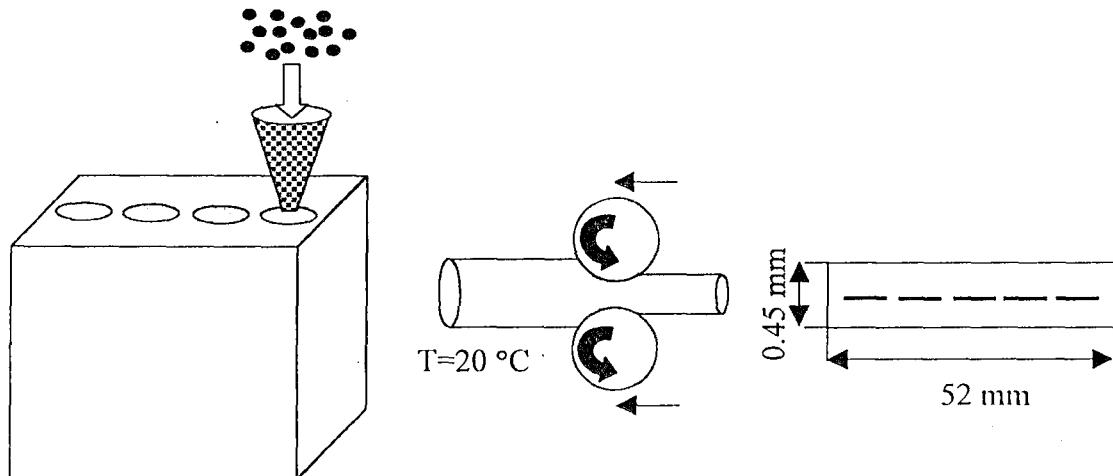
Y-123 fazı kullanılarak Şekil 4.10 ve Şekil 4.11' de belirtilen süperiletken kablo hazırlama yöntemleri haricinde esnek ve yüksek akım taşıma yoğunluğuna sahip kablo hazırlamak için kullanılan diğer bir yöntem de, dikdörtgen metal çubuk (Ag, Cu) kullanılarak istenilen örneklerin hazırlanmasıdır.

Bu yöntemde süperiletken toz numunelerin dikdörtgen metal çubuk içerisine yerleştirilebilmesi için metal çubuk üzerinde paralel 4 tane kanal açılır. Daha sonra süperiletken toz numune (Y-123) kanallara boşaltılır ve metal bir plaka ile üst yüzeyi kapatılır. Bir sonraki aşamada ise süperiletken toz numune ile kanalları doldurulmuş olan dikdörtgen metal çubuk oda sıcaklığında presleme işlemi ile ortalama çapı 0.45 mm ve uzunluğu 52 mm olacak şekilde yuvarlatılır. Şekil 4.12' de görüleceği üzere bu yöntemde hazırlanmış olan örneğe herhangi bir ısıl işlem adımı uygulanmamaktadır.

Y-123 seramik süperiletken kablo üretimi esnasında dikkat edilmesi gereken önemli noktalardan birtanesi de kaplama olarak kullanılan tüp malzemenin (Ag, Cu) süperiletken toz numune ile birleştirilmesi işlemidir.

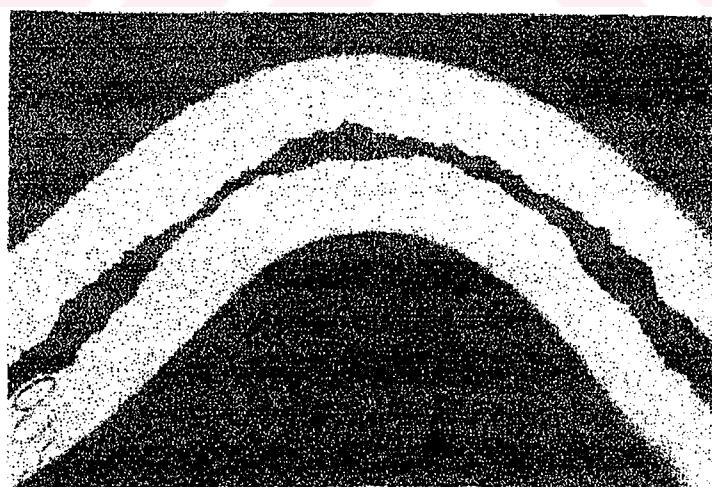
Süperiletken toz numunenin kaplama için kullanılan tübün iç yüzeyine sağlam ve homojen bir şekilde tutturulabilmesi için hazırlanmış olan örneğe elektrik arkı uygulanır. Birleştirme için kullanılan elektrik akımı 80 Amper düzeyinde ve ortalama hızı 2 m/dakika olmalıdır [58].

$\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}$ toz numune



Şekil 4.12. Dikdörtgen metal çubuk kullanılarak Y-123 süperiletken kablo hazırlama yöntemi [58].

Powder In Tube metodu ile hazırlanmış Y-123 fazlı süperiletkenlerde tek bir süperiletken seramik çekirdeği Şekil 4.13' de görüleceği üzere maksimum kalınlığı 30-40 μm olan mercek şeklinde bir yapıya sahiptir.



Şekil 4.13. Powder In Tube metodu ile hazırlanmış Y-123 fazlı süperiletkenin kesitinin optik fotoğrafı [58].

Şekil 4.13' de görüleceği üzere Y-123 süperiletken seramik örneğin farklı bölgelerinde kalınlığı değişmektedir. Bu düzensizliği yok etmek için hazırlanmış olan örneğin farklı sıcaklıklarda ısıl işleme tabi tutulması gerekmektedir. Yapılan çalışmalarda kaplama malzemesi olarak kullanılan gümüş veya bakır ile süperiletken toz numune arasında ısıl işlem aşaması boyunca herhangi bir kimyasal tepkime olmadığı görülmüştür. ısıl işleme tabi tutulmuş olan Y-123 seramik süperiletkenin mikroyapısı Şekil 4.14' de görüleceği üzere sürekli ve düzenli dikdörtgen tane yapısına dönüşmektedir.



Şekil 4.14. Taramalı elektron mikroskopu kullanılarak fotoğrafı çekilmiş Y-123 süperiletken örneğin mikroyapısı [58].

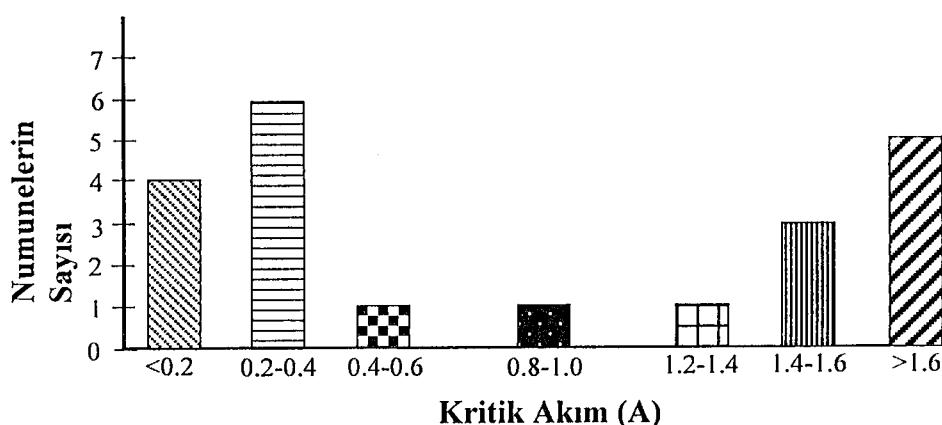
Yttrium ve Bismut temelli seramik numunelerde kritik akım yoğunluğu değeri (J_c), ısıl işlem uygulanarak yapı içerisindeki termal difüzyonun gerçekleştirilmesi ile yükseltilmektektir. Yapılan çalışmalarda sıfır manyetik alanda ve 77 Kelvin de kritik akım yoğunluğu değeri; $J_c=1760 \text{ A.cm}^{-2}$ ($I_c=14 \text{ Amper}$), 4.2 Kelvin de $J_c=1.1\times 10^4 \text{ A.cm}^{-2}$ ($I_c=88 \text{ Amper}$) olarak ölçülmüştür [59].

Y-123 fazı kullanılarak süperiletken kablo hazırlamada toz numune kullanımı yerine birçok araştırmacı sıvılaştırılmış Y-123 fazını kullanmışlardır [60-67]. Yapılmış olan çalışmalarda Y-123 fazının kullanılmasının sebebi; yapılan çalışmada istenilen faz oranlarının daha homojen bir şekilde ayarlanabilmesi ve küçük parçalık boyutunun elde edilebilmesidir. Bunun yanında sıvılaştırılmış Y-123 numune hazırlama işleminin uzun olması ve kullanılan numune oranının fazla olması dezavantajları arasında gösterilebilir.

Sıvı Y-123 fazında hazırlanmış olan numunenin $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ deki ısıl işleminden sonra yaklaşık kütle kaybı %18 oranındadır. Bu kayıp ısıl işlem sırasında oksijen atomunun yapı içerisinde uzaklaşmasından kaynaklanmaktadır [53].

Sıvı Y-123 fazı temiz metal bir yüzeye püskürtülerek hazırlanmış olan homojen Y-123 toz nunume, 69 MPa basınç altında 6.10 mm yarıçaplı pelet örnekler olarak hazırlanır. Hazırlanmış olan pelet örnekleri, dış yarıçapı 9.50 mm ve iç yarıçapı 6.35mm olan gümüş tüp içerisinde 100 $^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta yerleştirilir ve pelet yüzeyleri arasında boşluk kalmayacak şekilde üstüste preslenerek iyice sıkıştırılır. Gümüş tüp içerisinde pelet örneklerin belirtilen şekilde yerleştirilmesi ve 100 $^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta çalıştırmasının sebebi, tüb ve yapı içerisindeki istenmeyen gazların yok edilmesidir. Hazırlanmış olan tüb numunenin yarıçapı 3.81 mm olacak şekilde 450 $^{\circ}\text{C}$ de silindirik presleme işlemine tabi tutulur. Daha sonra aynı presleme işlemi tüb numunenin yarıçapı 1.52 mm olana kadar tekrar uygulanarak istenilen örnek hazır hale getirilir.

Şekil 4.15' de görüleceği üzere değişik Y-123/Ag kablo numunelerine ait kritik akım değerleri belirtilmiştir [53]. Belirtilmiş olan değerler, ısıl işlem aşamasından sonra $1\text{ }\mu\text{V.cm}^{-1}$ kriteri, sıfır manyetik alan ve 77 Kelvin' de ölçülmüş olan değerlerdir. Bazı numunelerde akımın başlangıç anında omik davranış gözlenmiştir. Bunun yanında bazı yüksek akım değerlerinde numunelerin voltaj-akım (V-I) eğrisi keskin bir şekilde yükselse eğiliminde olduğu görülmüştür. Bu davranış, bir süperiletkenin normal karekteristik iletken davranışını olarak açıklanabilir. Ayrıca yapılmış olan kaplamanın zayıf olması veya süperiletken numune yüzeyi üzerindeki çatlak ve kırıklar aynı karekteristik davranışını göstermesine neden olabilir.



Şekil 4.15. Farklı Y-123/Ag kablo numunelerin Kritik akım (I_c) grafiği [53].

Tablo 4.3' de belirtilmiş olan değerler 77 Kelvin de Y-123 fazı kullanılarak Powder In Tube metodu ile hazırlanmış numunelere ait kritik akım yoğunluğu değerlerini göstermektedir. Yapılan çalışmalar sonucunda bu numunelerin kritik akım yoğunluğu değerleri, zamanla termal difüzyon işlemi ve atmosferin etkisi ile artırılabilecegi görülmüştür.

Tablo 4.3' de belirtildiği üzere O_2 ortamında ısıl işleme tabi tutularak hazırlanmış olan numunelerin, hava ortamında ısıl işleme tabi tutularak hazırlanmış olan numunelere oranla daha yüksek kritik akım yoğunluğu taşıma kabiliyetine sahiptir. Bununla beraber Azot (N) ortamında ısıl işleme tabi tutularak hazırlanmış olan numunelerin, diğer atmosfer ortamlarına oranla daha yüksek kritik akım yoğunluğu taşıma kabiliyetine sahip olduğu tesbit edilmiştir [59,68,69,70].

Tablo 4.3. 77 Kelvin sıcaklıkta Powder In Tube metodu ile hazırlanmış gümüş kaplı Y-123 iletkenin farklı termal işlem adımlarında ölçülmüş kritik akım yoğunluğu (J_c , $A.cm^{-2}$) değerleri [68,69,70].

Numune	Termal İşlem ($^{\circ}C$ /saat,ortam)	J_c ($A.cm^{-2}$)
Y-123/Ag (Pürüzsüz tüb, 16mm yarıçaplı)	920 $^{\circ}C$ / 48 saat, Hava	250
	920 $^{\circ}C$ / 72 saat, Hava	620
Y-123/Ag (Pürüzsüz tüb, 16mm yarıçaplı)	945 $^{\circ}C$ / 10 saat, Azot (N)	3300
	945 $^{\circ}C$ / 10 saat, $N+O_2$	2200
Y-123/Ag (Pürüzlü, dalgalı tüb, 16mm yarıçaplı)	920 $^{\circ}C$ / 48 saat, Hava	190
	920 $^{\circ}C$ / 72 saat, Hava	220
Y-123/Ag (Pürüzlü, dalgalı tüb, 16mm yarıçaplı)	910 $^{\circ}C$ / 24 saat, O_2	575
	910 $^{\circ}C$ / 48 saat, O_2	1000
	910 $^{\circ}C$ / 72 saat, O_2	1760

Yapılan çalışmalar sonucunda elde edilen verilerin analizine göre, kritik akım (I_c) değerini etkileyen 2 önemli faktörün olduğu gözlenmiştir. Bu faktörler, oksijen ortamında hazırlanmış olan numunenin tavlama sıcaklığı ve sinterleme zamanıdır. Bunun yanında deneysel aşamalarda yapılan yanlışlıklar kritik akım değeri üzerinde önemli ölçüde etkide bulunduğu gözlenmiştir. Örneğin, kablo üretimi esnasında kontrol edilemeyecek değişkenler üzerinde meydana gelen hatalar, üretimi tamamlanmış olan kablonun küçük parçalara kesilmesi sırasında meydana gelebilecek hatalar, üretimi yapılan kabloların tamamının aynı koşullarda üretilememesi gibi nedenler kritik akım üzerinde olumsuz yönde etkide bulunmaktadır.

5. YÜKSEK SICAKLIK SÜPERİLETKENLERİ İÇİN NUMUNE HAZIRLAMA YÖNTEMLERİ

Bakır oksit bileşiklerin süperiletkenlik özellikleri, hazırlama yöntemine ve ıslı işlem adımlarına oldukça duyarlıdır. Alışılmış yöntemlerin kullanılmasıyla çok fazla numuneler hazırlamak kolay olmasına rağmen, yüksek geçiş sıcaklığına sahip tek faz içeren numunelerin hazırlanması oldukça zor olmaktadır. Yüksek geçiş sıcaklığına sahip tek faz içeren numunelerin hazırlanmasında, atmosferin etkisi, stokiyometrik oran, sıcaklık kontrolü, tanecik büyüklüğü, tavlama işlemi ve peletleme işlemi gibi faktörler önemli rol oynamaktadır.

Süperiletken numune hazırlamak için kullanılan üç yöntem bulunmaktadır; Katıhal-reaksiyon yöntemi, cam-seramik yöntemi ve sol-jel yöntemidir.

5.1. Katıhal Reaksiyon Yöntemi

Katıhal reaksiyon yöntemi diğer yöntemlere oranla geniş kullanım alanına sahip olması, istenilen numunelerin kolay bir şekilde hazırlanması ve düşük maliyet gerektirmesi nedeniyle süperiletkenlik çalışmaları yapan bir çok araştırma grubu tarafından en sık kullanılan yöntemdir. Bu yöntemin en büyük avantajlarından bir tanesi de, herhangi bir kimyasal işleme ihtiyaç duyulmaksızın bileşiklerin biraraya getirilerek karıştırılması sonucu süperiletken numune elde edilebilmesidir.

Katıhal reaksiyon yönteminde başlangıç maddeleri olarak yüksek saflikta oksitli, karbonatlı ve nitratlı bileşikler kullanılmaktadır. Başlangıç maddeleri, hazırlanacak olan numuneye göre uygun atomik oranlarda hassas bir şekilde tartılır ve karıştırılır. Biraraya getirilmiş olan toz bileşikler küçük parçacık boyutuna sahip olacak şekilde agad havanda iyice öğütülür. Oda sıcaklığında kararlı olan öğütülmüş karışım, hazırlanmak istenilen süperiletken sistemine bağlı olarak BSCCO ve TBCCO sistemi için 775-850°C de, YBCO sistemi içinde 850-920°C de uygun bir kroze içerisinde kalsine edilir. Kalsine işlemi ile, yapı içerisindeki istenilmeyen karbonatın ve nitratin yapıdan uzaklaştırılması sağlanmış olur.

Kalsine işleminden sonra numune tekrar küçük parçacık boyutuna sahip olacak şekilde agad havanda öğütülür ve tekrar kalsine edilir. Öğütme ve kalsine işlemleri birkaç kez tekrarlandıktan sonra, öğütülmüş olan numune pelet (tablet) yapılarak yine süperiletken sisteme bağlı olarak farklı sıcaklık ve sürelerde tavlanır. Bu tavlama işlemi,

homojen ve istenilen yoğunlukta numunc elde edilinceye kadar uygulanır. Tavlama işlemi ile istediğimiz fazın belirli bir yüzdesi kristalleşir. Tavlama işlemi numunenin kristalleşme sıcaklığı sınırında yapılmalıdır. Tavlama işleminin birkaç kez tekrarlanmasıyla da, yapıdaki kristalleşme yüzdesi artırılmış olur. Isıl işlem süresince, hazırlanan sisteme ve amaca göre ortama oksijen gazi veya argon gazi verilir.

Bu yöntemde dikkat edilmesi gereken önemli noktalardan biri, isıl işlem sonunda numunenin yavaşça soğutulmasıdır. Çünkü hazırlanmış olan peletlerin yüksek sıcaklıklarda ısıtılması sonucunda, numune içerisinde iç zorlanmalar meydana gelmekte ve bunun sonucunda çatlamalar ve kırılmalar oluşmaktadır.

5.2. Sol-Jel Yöntemi

Sol-jel yöntemi ile diğer yöntemlere oranla daha küçük parçacık boyutlarına sahip (≈ 0.01) tozlar elde edilebildiği için daha homojen numuneler hazırlanabilmektedir. Bununla beraber, istenilen kompozisyonun atomik oranlarının elde edilmesindeki güçlük, bu yöntemin en büyük dezavantajları arasında gösterilmektedir [71].

Bu yöntemde başlangıç maddeleri olarak nitratlı ve asetatlı bileşikler kullanılmaktadır. Başlangıç maddeleri istenilen atomik oranlarda tartaşarak biraraya getirilir ve 2-10 saat arasında karıştırılır. Bu karışım 60-120°C arasında ısıtılarak viskoz bir çözelti elde edilir. Daha sonra bu viskoz çözelti 90-150°C arasında ısıtılır ve oda sıcaklığına kadar yavaş yavaş soğutularak ıslak bir jel elde edilir.

Elde edilen jel yapı içerisinde kalan su, amonyak ve nitrat gruplarını yapıdan uzaklaştırmak için numune 10 dakika ile 5 saat arasında 250-500°C sıcaklığa kadar ısıtılır. Son işlem olarak da elde edilen küçük parçacık boyutuna sahip tozlar tabletler haline getirilerek yüksek sıcaklıklarda farklı atmosferlerde isıl işlemlere tabi tutularak istenilen süperiletken faz'a sahip numuneler elde edilir.

5.3. Cam-Seramik Yöntemi

Cam-seramik yöntemi ile süperiletken numune hazırlamak, katıhal reaksiyon yöntemi ile numunc hazırlamak kadar kolaydır. Bununla beraber bu yöntemin katıhal reaksiyon yöntemine oranla en büyük avantajı, yapı içerisindeki gözenekleri azaltarak

yüksel yoğunlukta homojen, değişik şekil ve büyüklükte numune hazırlanmasına imkan sağlamaasıdır. Bu yöntemin katıhal reaksiyon yöntemine göre en büyük dezavantajı ise, yüksek sıcaklıklarda eritme kabı ile süperiletken numune arasında oluşabilecek kimyasal reaksiyondan dolayı numune içerisinde oluşan safsızlık fazlarının ortaya çıkmasıdır [72].

Bu yöntemde başlangıç maddeleri olarak oksitli, nitratlı ve karbonatlı bileşikler kullanılmaktadır. Yüksek saflıktaki başlangıç maddeleri uygun stokiyometrik oranlarda tartılarak 2-3 saat süreyle iyice karıştırılarak öğütülür. Daha sonra bu karışım, hazırlanmak istenilen süperiletken sistemi özelliklerine göre yüksek sıcaklıklara dayanıklı, numune ile kimyasal reaksiyona girmeyen bir kroze (Alümina veya Platin kroze) içerisinde 1000-1250°C arasında bir sıcaklıkta eritilir.

Bu eriyik, çok kısa bir süre içerisinde soğuk bir metal plaka (bakır, çelik) üzerine dökülür ve yine soğuk bir plaka ile preslenerek numunenin hızla soğutulması sağlanır. Bu işlem sonucunda kalınlığı 0.05-3mm arasında değişen camsı yapı elde edilir. Bu amorf maddeler istenilen atmosfer, sıcaklık ve zaman aralıklarında ısıl işleme tabi tutularak süperiletken özellik gösteren numune elde edilir. Bu yöntemde yapı içerisindeki kristal yoğunluğu, katıhal reaksiyon yöntemine göre daha yüksek olmaktadır.

6. DENEYSEL YÖNTEMLER

6.1. Örneklerin Hazırlanması

Bu çalışmada kullanılan örnekler katıhal reaksiyon yöntemi ile hazırlanmıştır. Örnek hazırlamada başlangıç maddeleri olarak, %99.99 saflığa sahip Y_2O_3 , %99 saflığa sahip BaCO_3 , %99.99 saflığa sahip CuO , %99.99 saflığa sahip Ga_2O_3 ve %99.99 saflığa sahip Cd_2O_3 tozları kullanılmıştır.

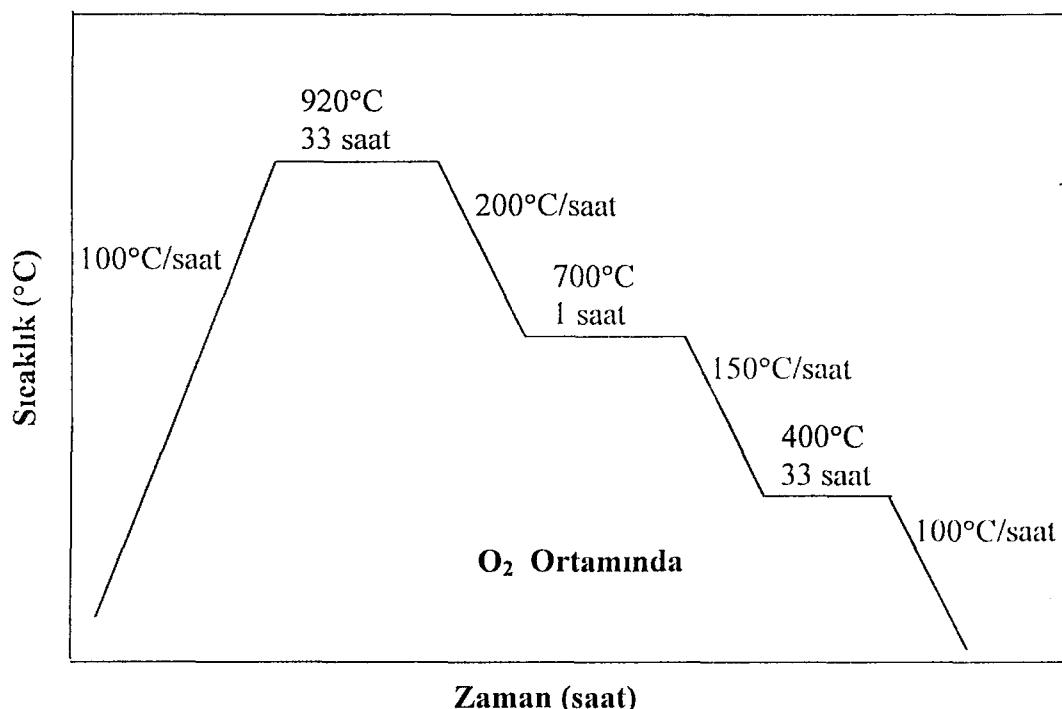
Başlangıcta belirlenmiş olan sitokiyometrilere göre, uygun oranlarda tartılan toz kimyasallar mümkün olabildiğince homojen bir karışım elde edilebilmesi için agad havan içerisinde 1 saat süresince karıştırılıp iyice ögütüldü.

İlk olarak $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ (YBCO) sitokiyometrisine sahip süperiletken numune üretildi. Ham bileşimin karıştırılma işleminden sonra 18 saat süre ile 970°C de kalsinasyon işlemeye tabi tutuldu. Kalsinasyon esnasında toz halindeki numuneye 500°C sıcaklığı ulaşıldığında oksijen gazi verildi.

İlk kalsinasyon işleminden sonra örnek fırından çıkarılarak, ince toz haline gelecek şekilde ögütülerek aynı şartlarda bir kere daha kalsinasyon işlemi uygulanmıştır. Aynı örnek 3. kez aynı şartlarda kalsinasyon işlemeye tabi tutulduktan sonra tekrar ögütülerek 30 mm uzunluğa ve 5 mm çapa sahip 3 adet gümüş boru içeresine yerleştirilerek iki ucu kapatıldı. Gümüş borulara sırası ile 3, 5 ve 9 ton basınç uygulanarak Şekil 6.1' de verilen tavlama profiline göre 3 kez tavlandı. Tavlama işleminin tamamı oksijen ortamında gerçekleştirildi.

İkinci olarak Galyum ve Kadmiyum' un Yitrium yerine katkılaması işlemeye geçildi. Galyum ve Kadmiyum, $\text{Y}_{1-x}\text{Cd}_x\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ ve $\text{Y}_{1-x}\text{Ga}_x\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ ($x=0.5$) oranında katılarak elde edilen kompozisyonlar, $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ örneğinin hazırlanmasında uygulanan ıslı işlem adımları benzer şekilde uygulanmıştır

Örneklerin ıslı işlemleri tek bölge ısıtmalı Carbolit TC 1200 model tüp fırında (kuartz tüp içerisinde) gerçekleştirılmıştır.



Şekil 6.1. Örneklerin tavlama sıcaklığı profili.

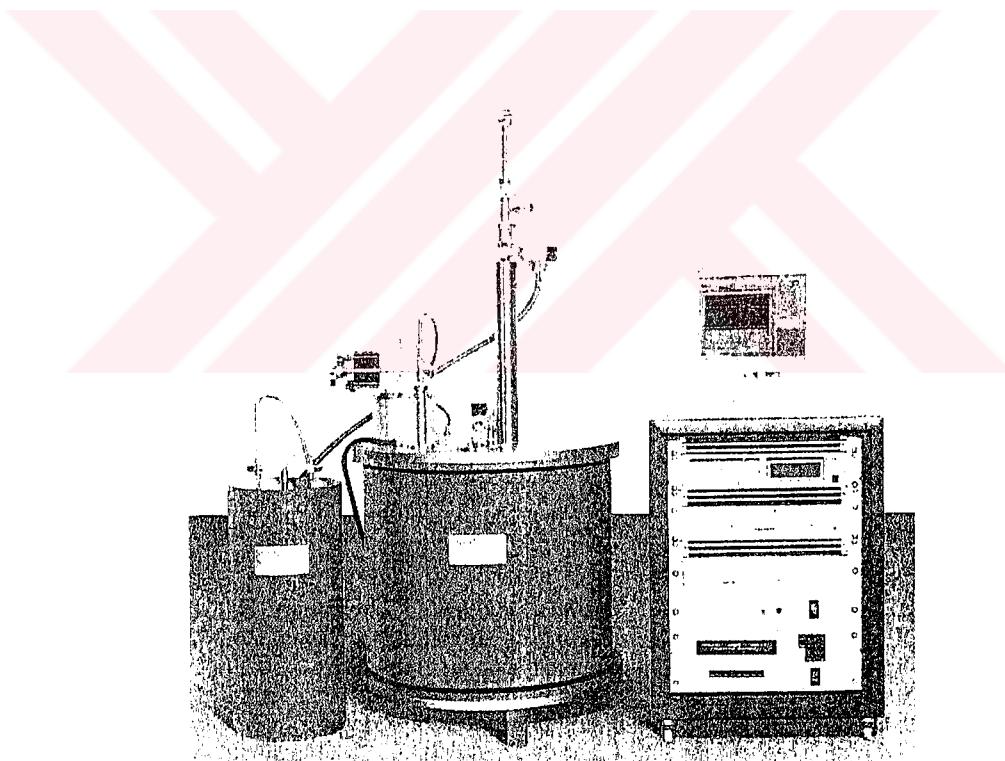
Şekil 6.1'de verilen tavlama sıcaklığı profiline göre hazırlanan örneklerde uygulanan basınç değerleri, ıslı işlem sıcaklığı değerleri ve ıslı işlem zamanı değerleri Tablo 6.1'de verilmiştir. Tabloda gösterilen bu numuneler oksijen atmosferinde ıslı işlemeye tabi tutulmuştur.

Tablo 6.1. Örneklerde uygulanan basınç, ıslı işlem sıcaklığı ve ıslı işlem zamanları.

Örnek No	Örnek	Basınç Ton	İslı İşlem Sıcaklığı (°C)	İslı İşlem Zamanı (Saat)
1	YBa ₂ Cu ₃ O _{7-δ}	3	920	33 Saat
2	YBa ₂ Cu ₃ O _{7-δ}	5	920	33 Saat
3	YBa ₂ Cu ₃ O _{7-δ}	9	920	33 Saat
4	Y _{0.5} Ga _{0.5} Ba ₂ Cu ₃ O _{7-δ}	3	920	33 Saat
5	Y _{0.5} Ga _{0.5} Ba ₂ Cu ₃ O _{7-δ}	5	920	33 Saat
6	Y _{0.5} Ga _{0.5} Ba _{0.5} Cu ₃ O _{7-δ}	9	920	33 Saat
7	Y _{0.5} Cd _{0.5} Ba ₂ Cu ₃ O _{7-δ}	3	920	33 Saat
8	Y _{0.5} Cd _{0.5} Ba ₂ Cu ₃ O _{7-δ}	5	920	33 Saat
9	Y _{0.5} Cd _{0.5} Ba ₂ Cu ₃ O _{7-δ}	9	920	33 Saat

6.2. Elektriksel Direnç Ölçümleri

$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ numunelerinin direnç ölçümleri, d.c. dört kontak yöntemi kullanılarak Şekil 6.2' de gösterilen Crogenic Q3398 Düşük Sıcaklık Elektriksel ve Manyetik Parametreler ölçüm sisteminde, numunelere 0, 3, 5 ve 7 Tesla manyetik alan uygulayarak 10-120K arasında gerçekleştirılmıştır. Ga ve Cd katkılı numunelerin direnç ölçümleri Ankara Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümünde mevcut olan 7000 Serisi Susceptometer/Magnetomer ölçüm sisteminde, numunelere manyetik alan uygulanmadan gerçekleştirılmıştır. Laboratuvarımızda gümüş tüp içerisinde farklı basınç değerleri altında hazırlanmış olan $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ numuneler uygun boyutta kesildikten sonra kontaklar yüksek iletkenliğe sahip gümüş boyası ile numunelerin yüzeyine iyi temas sağlayacak şekilde yapılmıştır.

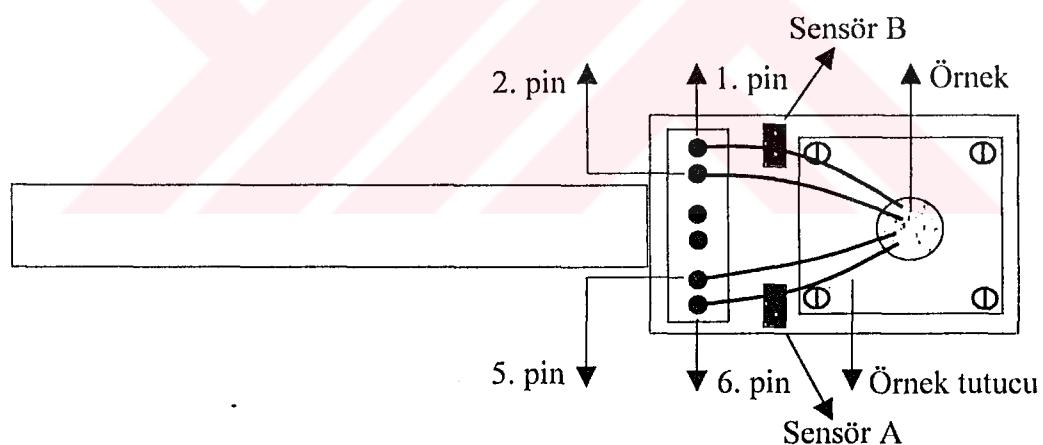


Şekil 6.2. Crogenic Q3398 Düşük Sıcaklık Elektriksel ve Manyetik Parametreler ölçüm sistemi.

Şekil 6.2' de gösterilen ölçüm sistemi, temel olarak dört kısımdan oluşmaktadır. Vakum sistemi, soğutucu ünite, veri girme-toplama ve manyetik alan kaynağı sistemidir. Vakum sisteminde 10^{-6} Torr'a kadar vakum yapabilen turbo moleküler

pompa kullanılmaktadır (Leybold). Soğutma sistemi için 1.6-300 Kelvin arasında soğutma yapabilen Sumitomo CSW-71 helyum kompresörü kullanılmaktadır. Manyetik alan kaynağı olarak 0-7.5 Tesla arasında manyetik alan oluşturabilen “Crogenic Magnet Güç Kaynağı” sistemi kullanılmıştır. Veri girme-toplama sistemi ise elektronik ölçüm cihazları ve bilgisayar olmak üzere iki kısımdan oluşmaktadır. Tüm ölçümler boyunca Keithley 2400 Source Meter, Keithley 7001 Switch System, Keithley 2182 Nanovoltmeter ve Lakeshore 340 Temperature Controller cihazları kullanılmıştır. Bu cihazlar yardımıyla okunan sıcaklık ve direnç değerleri, Cryogenic Software programı kullanılarak bilgisayara aktarılmış ve daha sonra bu değerler grafiğe geçirilerek ölçümler tamamlanmıştır.

Direnç ölçümlerinde numune üzerindeki dış kontaktardan sabit akım kaynağından 10 mA akım uygulanmış ve iç kısımdaki kontaktardan ise gerilimler okunmuştur. Şekil 6.3’ de direnç ölçümünün alınmasında kullanılan ve ölçümleri alınacak olan numunelerin bir örnek tutucu ile tutturulduğu düzenek gösterilmiştir. Burada 1. ve 2. pinlere sabit akım kaynağından 10 mA akım uygulanmış ve 5. ve 6. pinlerden gerilimler okunmuştur.



Şekil 6.3. Numunelerin bir örnek tutucu ile tutturulduğu düzenek. Sensör A(VTI sıcaklığını algılayıcı), Sensör B (Isıtıcı)

6.3. X-Işınları Difraktogram Analizi

X-Işınları diffraktogram analizi kristal yapıların aydınlatılmasında, incelenmesinde ve kristal fazların belirlenmesinde kullanılan önemli bir yöntemdir. Katıhal reaksiyon yöntemi ile hazırlanmış olan numunelerin kırınım desenleri $2\theta=1-$

170° arasında 0.001° hassasiyet ile, kesikli yada sürekli ölçüm yapabilen Rigaku Rad B model bilgisayar kontrollü Cuk_α ($\lambda=1.50456\text{ \AA}^{\circ}$) ışınımı veren toz difraktometresi ile alınmıştır.

Hazırlanmış olan numuneler toz haline getirilerek bir cam çerçeve üzerine preslenmiştir ve ölçüm süresince difraktometrede elde edilen sonuçlar Jade 5 programı yardımıyla bilgisayarda değerlendirilmiştir. Numunelerin kırınım desenleri $2\theta=3^{\circ}$ ile 60° arasındaki açılarda 6° lik tarama hızında gerçekleştirilmiştir. Numunelerin birim hücre parametreleri ise Jade 5 plus programı kullanılarak bilgisayar yardımcı ile hesaplanmıştır.

6.4. Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) ve Enerji Dağılımlı X-Işınları Analizi (EDAX)

Elektron mikroskopu çalışmaları Leo 430 model elektron mikroskopu sisteminde alınmıştır. Örneklerin yüzeyleri herhangi bir işleme tabi tutulmadan, elektron mikroskopunun özelliğinden dolayı altın veya karbon kaplama yapılmadan direkt olarak alınmıştır. Her bir örnek 20kW' ta $\times 1500$ büyütmede alınmıştır. Ayrıca bilgi vermesi açısından saf YBCO örneklerin kesitleride (elle kırılarak) yine 20kW' ta ve $\times 1500$ büyütmede kaplama yapılmadan alınmıştır.

EDAX analizleri ise, O_K, Cu_K, Y_L, Ba_L, Ga_L, Cd_L enerji spekturumları kullanılarak herbir büyütme alınan yüzeyden $160\text{ }\mu\text{m}^2$ alan üzerinden alınmıştır. ZAF düzeltmesi 3 iterasyon ile otomatik olarak yapılmış ve bu yüzeylerin atomik konsantrasyonları %98 doğrulukla bulunmuştur. En az 3 farklı bölgeden sonuçlar alındıktan sonra ortalama değerler hesaplanmıştır ancak çalışılan sistemin sıvı azot probleminden dolayı sadece 5 ton basınç altında hazırlanmış olan numunelerin EDAX analizleri yapılmıştır.

7. DENEYSEL ÖLÇÜM SONUÇLARI

7.1. X-Işınları Kırınım Sonuçları

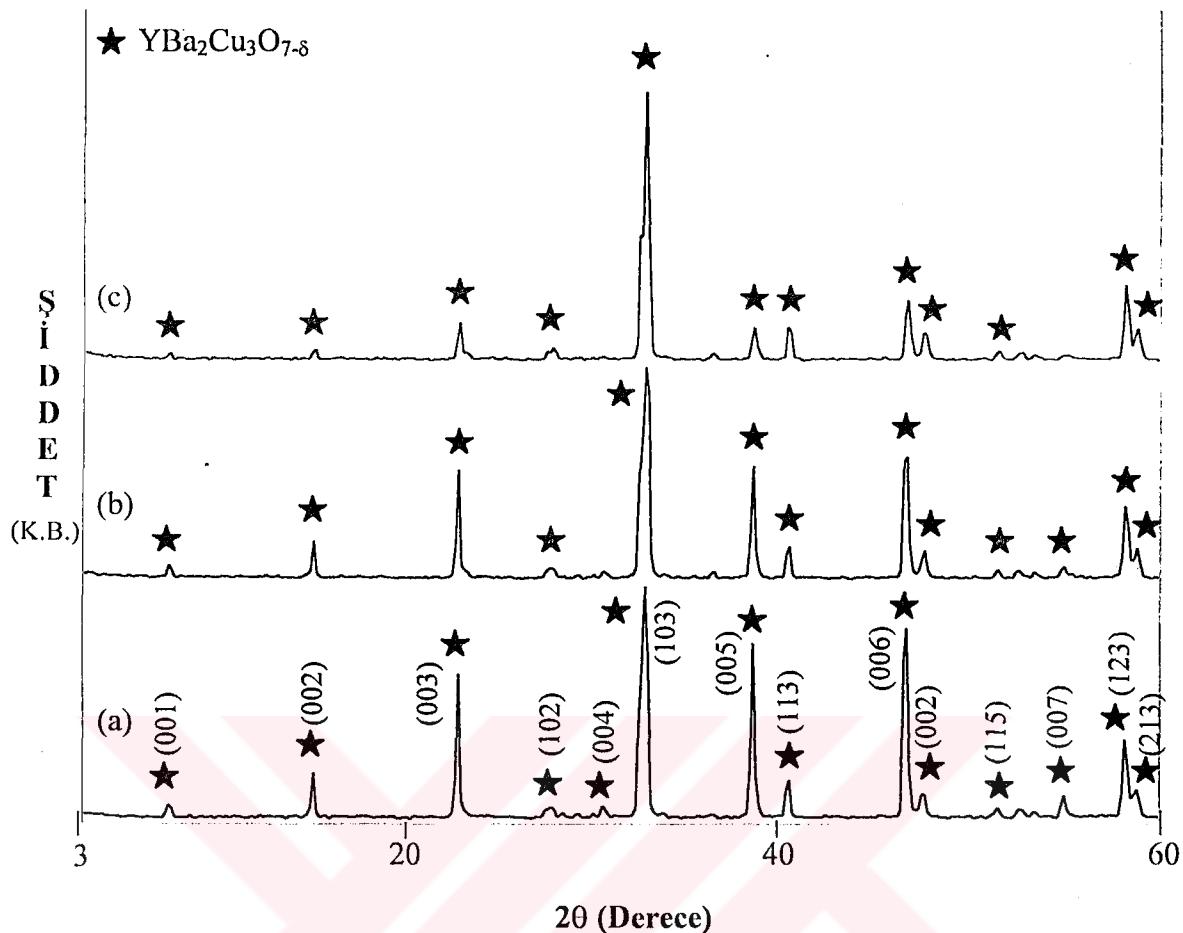
7.1.1. 3-5-9 Ton Basınç Altında Powder-In-Tube (PIT) Metodu ile Hazırlanmış $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ Kompozisyonu

PIT metodu ile 3, 5 ve 9 ton basınç değerleri altında hazırlanarak 920°C ' de ıslı işlem uygulanan $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ numunelerine ait X-işını kırınım sonuçları Şekil 7.1.a,b,c' de verilmiştir. Farklı basınç değerleri altında hazırlanmış olan $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ numunelerinin hesaplanan a, b, c örgü parametreleri Tablo 7.1' de verilmiştir. Sistemin birim hücre parametreleri $a=3.821 \text{ \AA}$, $b=3.888 \text{ \AA}$ ve $c=11.693 \text{ \AA}$ olarak hesaplanmıştır. Birim hücre parametrelerinden yola çıkarak hesaplanan (h k l) değerleri numunelerin \hat{c} eksenini yönünde yönelime ve yapının ortorombik bir simetriye sahip olduğunu göstermiştir. Bu sonuçların, literatürde bu yapı için verilen sonuçlarla tamamen uyuşum içinde olduğu bulunmuştur [73, 74].

Şekil 7.1.a,b,c' de verilmiş olan farklı basınç değerlerinde hazırlanmış olan $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ numunelerin X-işını kırınım desenlerinden de görüleceği üzere, karakteristik $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ pikleri oldukça şiddetli ve belirgin bir şekilde elde edilmiş olup, üretilen numunelerin saflığını ortaya koymuştur.

Tablo 7.1. 3, 5, 9 ton basınç altında hazırlanmış $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ numunelerin a, b, c örgü parametreleri.

Numunelere Uygulanan Basınç Şiddeti	a(Å)	b(Å)	c(Å)	Simetri
3 Ton	3.821	3.888	11.693	Ortorombik
5 Ton	3.821	3.888	11.693	Ortorombik
9 Ton	3.821	3.888	11.693	Ortorombik



Şekil 7.1. a) 3 ton b) 5 ton c) 9 ton basınç altında hazırllanmış $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ numunelerine ait X-ışını kırınım desenleri.

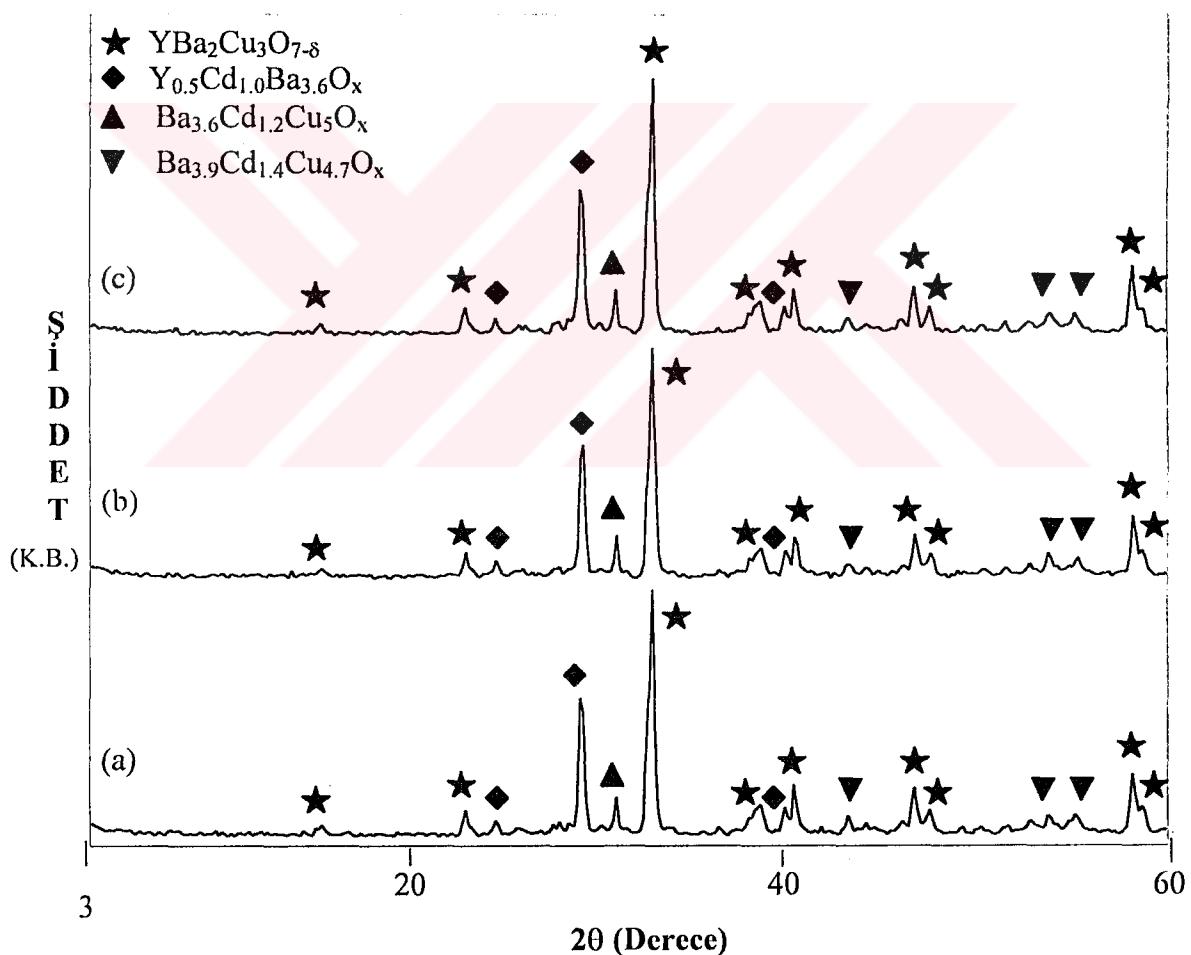
7.1.2. 3-5-9 Ton Basınç Altında Powder-In-Tube Metodu İle Hazırlanmış $\text{Y}_{0.5}\text{Cd}_{0.5}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ Kompozisyonu

Çalışmanın bu kısmında $\text{Y}_{1-x}\text{Cd}_x\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ kompozisyonunda $x=0.5$ oranında Cd katılarak 3, 5 ve 9 ton basınç değerleri altında PIT metodu kullanılarak $\text{Y}_{0.5}\text{Cd}_{0.5}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ numuneler hazırlandı. 920°C 'de ışıl işlem uygulanan $\text{Y}_{0.5}\text{Cd}_{0.5}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ numunelerine ait X-ışını kırınım sonuçları Şekil 7.2.a, b, c'de verilmiştir. Cd katkılı sistemde safsızlık fazlarının çokluğu dikkat çekmektedir. Dolayısıyla bu durum sistemin birim hücre parametrelerinin hesaplanması zora sokmuştur ve numunelerin birim hücre parametreleri hesaplanamamıştır.

3, 5 ve 9 ton basınç altında hazırlanmış olan $\text{Y}_{0.5}\text{Cd}_{0.5}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ kompozisyonunun Şekil 7.2.a,b,c'de verilen x-ışınları sonuçlarına bakıldığında,

$\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ yapısı ile tamamen aynı olmadığı görülmüştür. Yapıya katılan Cd miktarından dolayı değişik fazlara ait pikler ($\text{Y}_{0.5}\text{Cd}_{1.0}\text{Ba}_{3.6}\text{O}_x$, $\text{Ba}_{3.6}\text{Cd}_{1.2}\text{Cu}_5\text{O}_x$, $\text{Ba}_{3.9}\text{Cd}_{1.4}\text{Cu}_{4.7}\text{O}_x$) gözlenmiştir.

Farklı basınç şiddetleri altında hazırlanmış olan numunelerin Şekil 7.2.a,b,c' de verilmiş olan x-ışınları kırınım desenlerinden de görüleceği üzere, pik şiddetlerinde önemli bir değişikliğin olmadığı görülmüştür. Cd katkısı $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ yapısını çok fazlı bir sisteme taşımakta ve süperiletkenlik durumunu olumsuz yönde etkilemektedir. Bununla beraber yapıya uygulanan izostatik basınçın sistem üzerine fazla bir etkisinin olmadığı da görülmüştür.

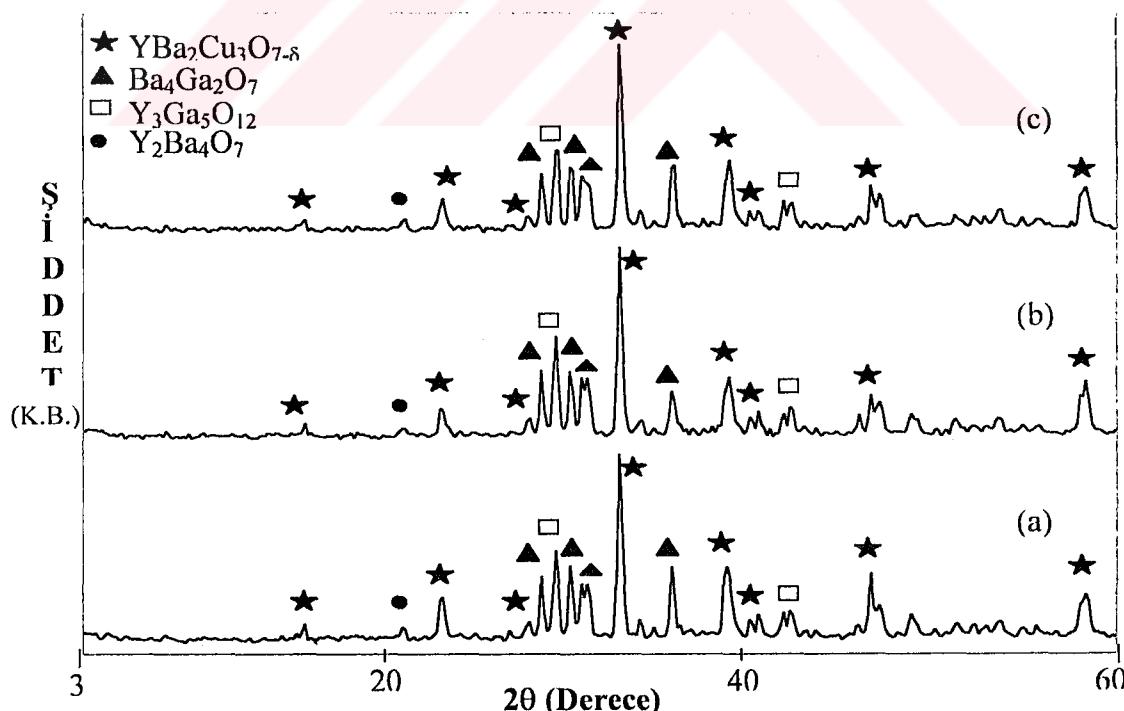


Şekil 7.2. a) 3 ton b) 5 ton c) 9 ton basınç altında hazırlanmış $\text{Y}_{0.5}\text{Cd}_{0.5}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ numunelerine ait X-ışını kırınım desenleri [29].

7.1.3. 3-5-9 Ton Basınç Altında Powder-In-Tube Metodu İle Hazırlanmış $\text{Y}_{0.5}\text{Ga}_{0.5}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ Kompozisyonu

3, 5 ve 9 ton basınç değerleri altında PIT metodu ile hazırlanmış olan $\text{Y}_{0.5}\text{Ga}_{0.5}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ numunelerinin X-ışını kırınım sonuçları Şekil 7.3.a, b, c' de verilmiştir. Sisteme yapılan Ga katkısı, $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ kompozisyonunun karakteristik piklerinin sayısını ve şiddetini azaltmakta, yapıyı tamamen çok fazlı bir sisteme taşımaktadır.

Ga katkılı sistemde safsızlık fazlarının çokluğu, Cd katkılı sistemde olduğu gibi bu sistemin de birim hücre parametrelerinin hesaplanması zorlaştırdığından, sistemin kristal parametreleri hesaplanamamıştır. Ancak elde edilen safsızlık fazlarının literatürdeki mevcut çalışmalarla karşılaştırıldığında $\text{Ba}_4\text{Ga}_2\text{O}_7$, $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ ve $\text{Y}_2\text{Ba}_4\text{O}_7$ olduğu tespit edilmiştir. Yapıda ortaya çıkan bu safsızlık fazları, galyumun süperiletken faz üzerinde olumsuz bir etki meydana getirdiğini göstermiştir. Numunelere uygulanan izostatik basıncın 5 tondan sonra sistem üzerinde olumlu bir etkide bulunmadığı da gözlenmiştir.

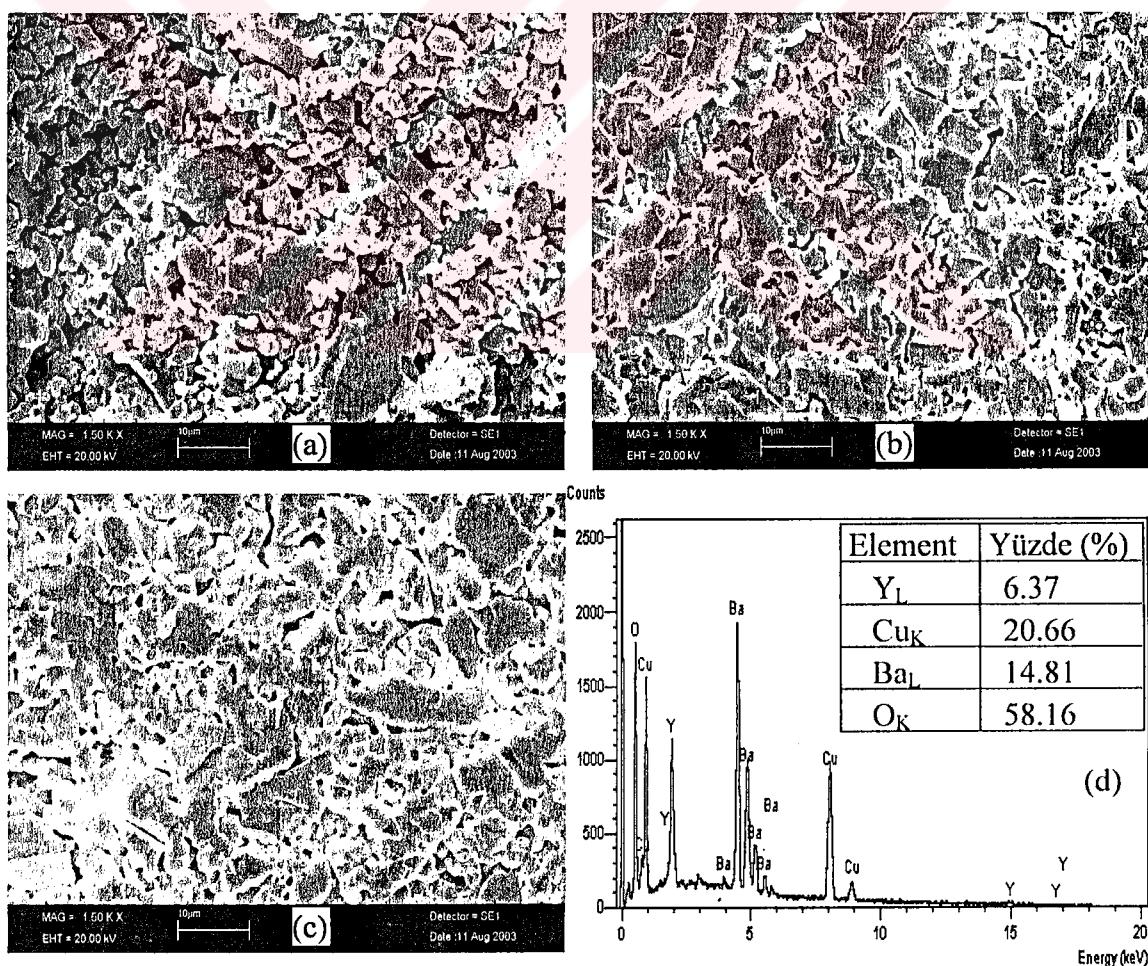


Şekil 7.3. a) 3 ton b) 5 ton c) 9 ton basınç altında hazırlanmış $\text{Y}_{0.5}\text{Ga}_{0.5}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ numunelerine ait X-ışını kırınım desenleri.

7.2. Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) ve Enerji Dağılımlı X-Işınları Analizi (EDAX) Sonuçları

7.2.1. 3-5-9 Ton Basınç Altında Powder-In-Tube Metodu ile Hazırlanmış $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ Kompozisyonu

Şekil 7.4.a, b, c' de sırası ile 3, 5 ve 9 ton basınç altında hazırlanan numunelerin yüzey resimleri gösterilmektedir. Şekil 7.4.a' da klasik YBCO' nun granüler formasyonu çok açık bir şekilde ortaya çıkmaktadır. Yaklaşık büyülükleri $2\mu\text{m}$ ile $15\mu\text{m}$ arasında değişen kısmi olarak erimiş klasik yapılanma net olarak elde edilmişdir. Ayrıca tanecikler arasında boşlukların da olduğu görülmektedir. Bu tamamen örneklerin hazırlanması sırasında uygulanan basıncın düşük tutulmasından kaynaklanmaktadır.



Şekil 7.4. a) 3 ton b) 5 ton c) 9 ton basınç altında Powder-In-Tube metodu ile hazırlanan $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ numunelerin yüzey resimleri, d) Şekil 7.4.b deki yüzeyin ($160\mu\text{m}^2$) EDAX sonucu.

Şekil 7.4.b' de ise 5 ton' luk basınç altında tanecikler arasındaki boşluğun kapanmaya başladığı, buna bağlı olarak küçük boyutlu taneciklerin yüzey temaslarının artırılması sonucu taneciklerin birbirine daha iyi kenetlendiği görülmektedir.

9 ton' luk basınç altında yapılan örnekte ise, Şekil 7.4.c, 5 ton' luk örneğe göre çok fazla bir değişikliğin olmadığı ancak uygulanan basınçtan dolayı yer yer daha yoğun tanecikler arası kenetlenmenin olduğu gözlenmiştir. Bu sistemin EDAX sonuçlarında ise (azot probleminden dolayı sadece 5 ton' luk örneginki alınabilmiştir), Şekil 7.4.d, $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ yapısına uygun sonuçlar elde edilmiştir. Saf YBCO sistemine genel olarak baktığımızda, x-işni kırınım sonuçlarından da gördüğümüz gibi safsızlık fazlarının bulunmaması numunelerin oldukça kaliteli ve homojen olduğunu göstermektedir.

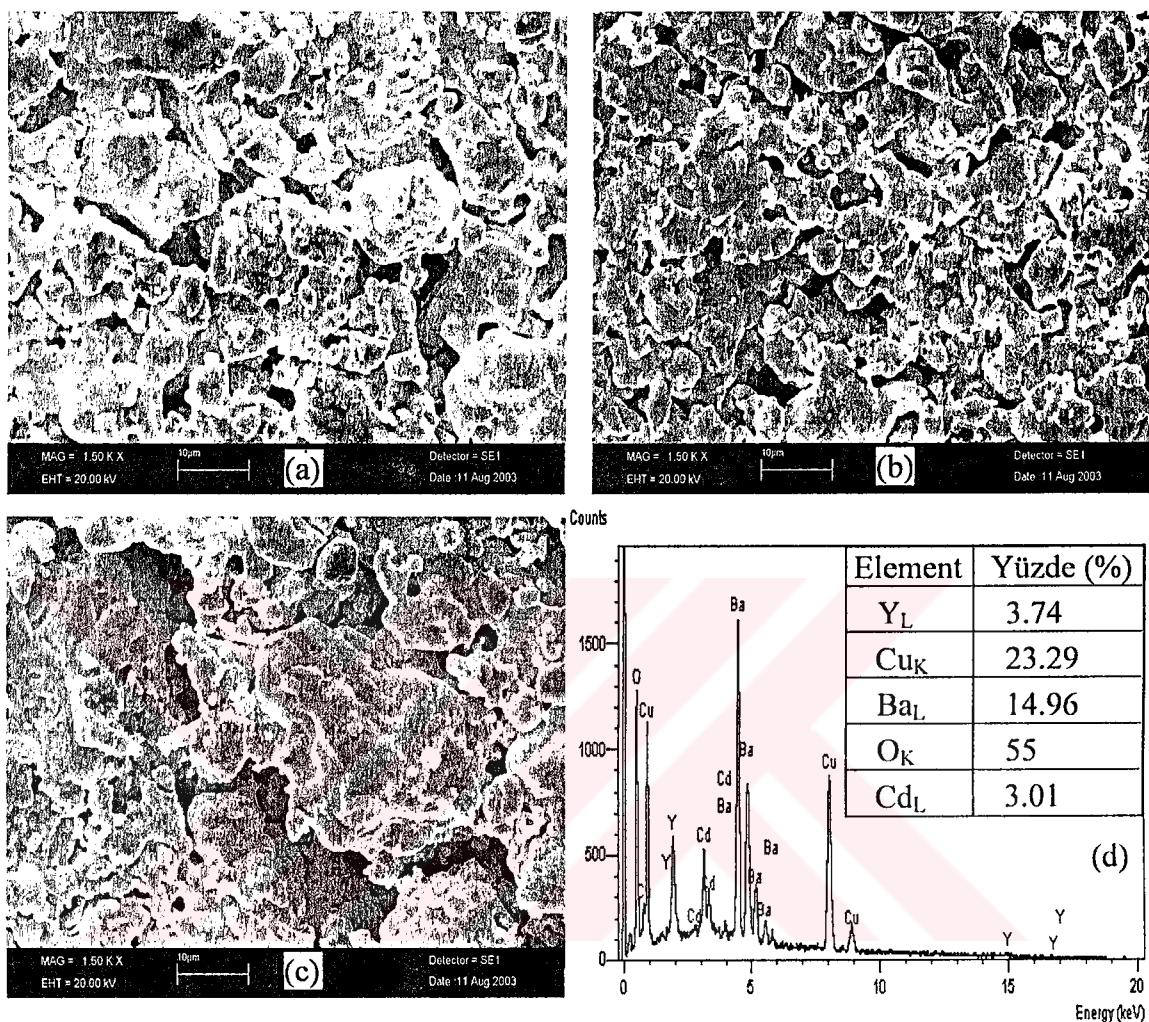
7.2.2. 3-5-9 Ton Basınç Altında Powder-In-Tube Metodu ile Hazırlanmış $Y_{0.5}Cd_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ Kompozisyonu

Şekil 7.5.a, b, c' de Y yerine Cd_{0.5} katılan örneklerin yüzey resimleri verilmektedir. Saf YBCO sistemi ile karşılaştırıldığında, yüzey formasyonunun önemli farklılıklar gösterdiği görülmektedir. Örneğin, Şekil 7.5.a, 3 ton' luk basınç altında hazırlanan numunenin yüzeyinde kısmi erimenin YBCO sistemine göre çok daha fazla olduğu ancak yaklaşık 10-20 μm arası büyülüğe sahip yarı erimiş kristal bölgeler arasında çok geniş boşlukların bulunduğu gözlenmektedir. Bu da elektriksel özelliklerin daha önce tartışıldığı gibi bozulmasında önemli rol oynadığı düşünülmektedir. Ayrıca kısmi erimedenden dolayı faz yapılanmasının da yer yer farklılıklar gösterdiği tespit edilmiştir.

Aynı örneğin 5 ton basınç altında işlem yapılmış olannya ise basıncın etkisi ile erimenin daha belirginleştiği ancak tanecikler arasındaki boşlukların aynen kaldığını açık olarak görebilmekteyiz. Bu sonuç 9 ton' luk basınç altında yapılan örnekte daha belirgin şekilde ortaya çıkmaktadır, Şekil 2.c.

5 ton' luk örneğin EDAX sonucunda oksijen konsantrasyonun da saf YBCO sistemine göre belirli bir miktar azalmanın olduğu gözlenmiştir. Bu YBCO sistemi için elektriksel özellikleri doğrudan etkileyen parametrelerden en önemlididir. Çünkü

oksijen konsantrasyonuna çok hassas olan YBCO sisteminin oksijen dengesi Cd ilavesi ile Şekil 7.5.d' de görüldüğü gibi bozulmaktadır.



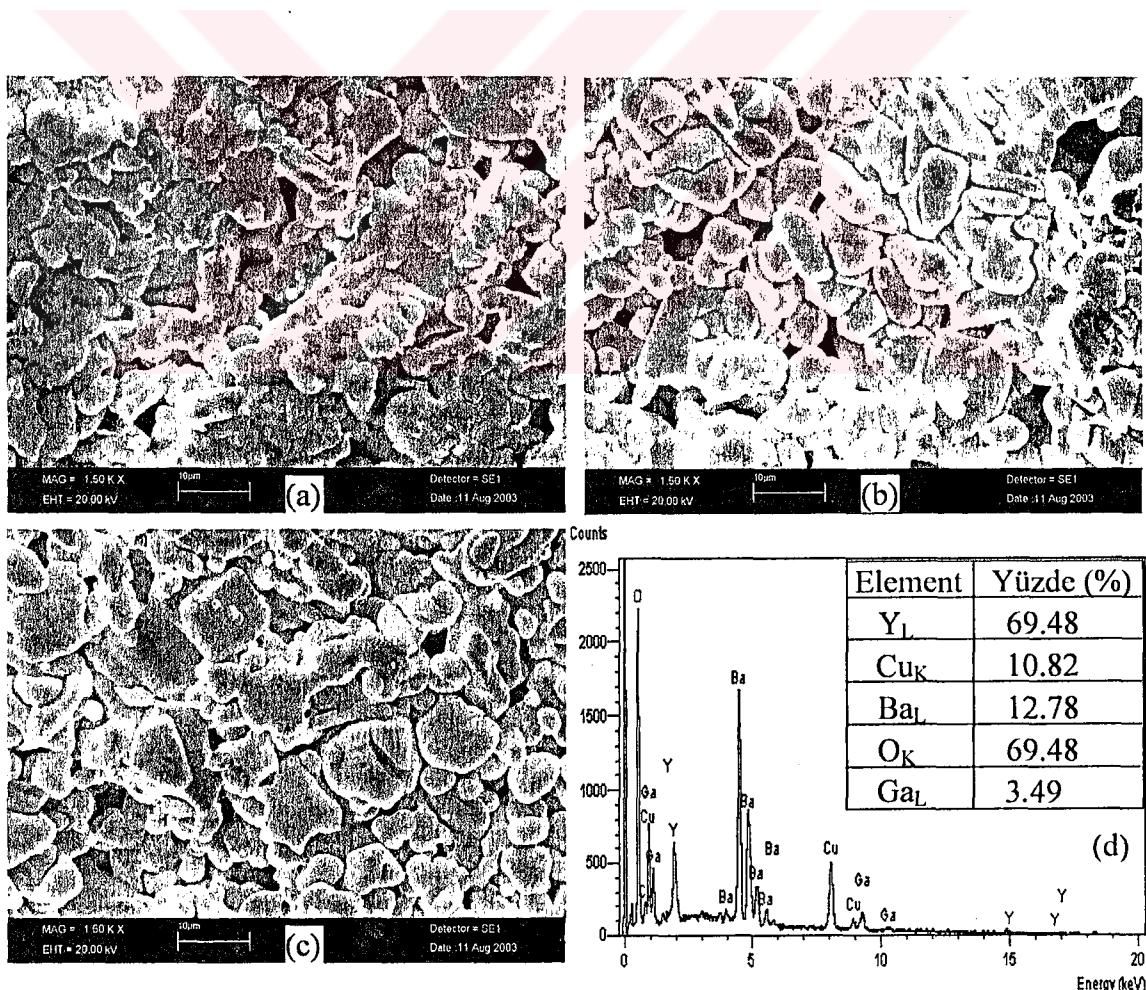
Şekil 7.5. a) 3 ton b) 5 ton c) 9 ton basınç altında Powder-In-Tube metodu ile hazırlanan Y_{0.5}Cd_{0.5}Ba₂Cu₃O_{7-δ} numunelerin yüzey resimleri, d) Şekil 7.5.b deki yüzeyin (160μm²) EDAX sonucu.

7.2.3. 3-5-9 Ton Basınç Altında Powder-In-Tube Metodu ile Hazırlanmış Y_{0.5}Ga_{0.5}Ba₂Cu₃O_{7-δ} Kompozisyonu

HTSC süperiletkenlerde yapılan incelemeler sonucunda yaklaşık aynı büyüklükte farklı geometrik şekillerde tam granüler (erimemiş) yapılışma, süperiletken özellik vermemesinden dolayı istenmeyen bir yapılışmadır. Ga katkılı örneklerimizde literatürde sıkça bahsedilen bu tip yapılışma net olarak görülmektedir. Şekil 7.6.a, b, c' de gösterildiği üzere, Ga katkılanması ile (Ga' un vizkositeyi artırma özelliğinden

dolayı) kısmi erimenin daha fazla olması gerekmeye rağmen, YBCO sisteminde bu durumun gözlenmediği buna karşılık granüler yapışmanın daha da arttığı bulunmuştur. Cd katkılı örnek ile karşılaştırıldığında tanecikler arasında boşlukların daha az olması bu örneklerin genel bir özelliği olarak ortaya çıkmıştır. Basıncın etkisi ise sadece 3 ve 5 ton basınç altında hazırlanmış olan numuneler arasında farkedilebilir boyuttadır. Ancak 5 ton üzerindeki basınçta (9 ton) granüler yapı üzerinde önemli bir değişikliğin olmadığı bulunmuştur.

EDAX analizi ise, Şekil 7.6.d, Ga ilavesi ile oksijen konsantrasyonunun çok yükseldiğini (saf YBCO ile karşılaştırıldığında) buna bağlı olarak bakır konsantrasyonun da ise belirgin bir azalmanın ortaya çıkması $160\mu\text{m}^2$ lik bölgeler içerisinde bakırın farklı kısımlarda öbekler halinde reaksiyona girmeden (iyonik difüzyonun zorlaşmasından dolayı) kalabileceği sonucuna götürmektedir. Bu durum x-ışını kırım ve elektriksel ölçüm sonuçlarında elde edilen verilerle uyuşmaktadır.



Şekil 7.6. a) 3 ton b) 5 ton c) 9 ton basınç altında Powder-In-Tube metodu ile hazırlanan $\text{Y}_{0.5}\text{Ga}_{0.5}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ numunelerin yüzey resimleri, d) Şekil 7.6.b' deki yüzeyin ($160\mu\text{m}^2$) EDAX sonucu.

7.3. Direnç Ölçüm Sonuçları

7.3.1. 3-5-9 Ton Basınç Altında Powder-In-Tube Metodu ile Hazırlanmış $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ Kompozisyonu

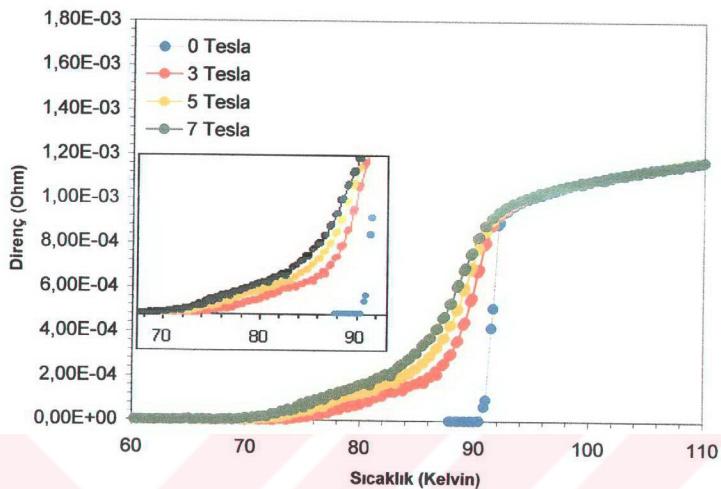
3-ton basınç altında hazırlanmış olan $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ kompozisyonunun direnç ölçümleri 0,3,5 ve 7 tesla şiddetlerindeki manyetik alan değerleri altında alınmıştır. $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ sistemine ait (R,T) eğrileri Şekil 7.7' de ve uygulanan manyetik alana karşı elde edilen T_c ve $T_c(0)$ sıcaklıklarları Tablo 7.2' de verilmiştir. Tablo 7.2' de görüldüğü gibi numuneye uygulanan manyetik alan şiddetinin artması ile T_c ve $T_c(0)$ sıcaklık değerleri sürekli olarak azalmıştır.

Bilindiği üzere bir süperiletken numune, Meissner etkisi geregi yapı içerisindeki manyetik alanı tamamen dışarılamaktadır. Bu dışarılama, numune yüzeyinde var olan yüzey akımlarının dışarıdan uygulanan manyetik alana karşı ters yönde bir manyetik alan oluşturulması olarak da ifade edilebilir. Manyetik alanın tamamen süperiletken örnekten dışarılandığı durumda, numune yapısal olarak en yüksek T_c ve $T_c(0)$ sıcaklık değerlerine sahip olur. Fakat dışarıdan uygulanan manyetik alanın şiddetinin sürekli olarak artırılması, süperiletken yapı içerisinde bozulmalara ve bunun sonucunda da T_c ve $T_c(0)$ sıcaklık değerlerinde azalmaya neden olur.

Şekil 7.7' de verilen direnç-sıcaklık eğrileri grafiklerinden de görüldüğü gibi numuneye uygulanan manyetik alan şiddetinin artması ile T_c ve $T_c(0)$ sıcaklık değerlerinde düşüş gözlenmiştir.

Tablo 7.2. 3-ton basınç altında PIT metodu ile hazırlanmış $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ kompozisyonuna uygulanan dış manyetik alan ile elde edilmiş olan T_c ve $T_c(0)$ sıcaklık değerleri.

Numuneye Uygulanan Manyetik Alan	T_c	$T_c(0)$
0 Tesla	93 K	91 K
3 Tesla	94 K	73 K
5 Tesla	93 K	70 K
7 Tesla	92 K	67 K



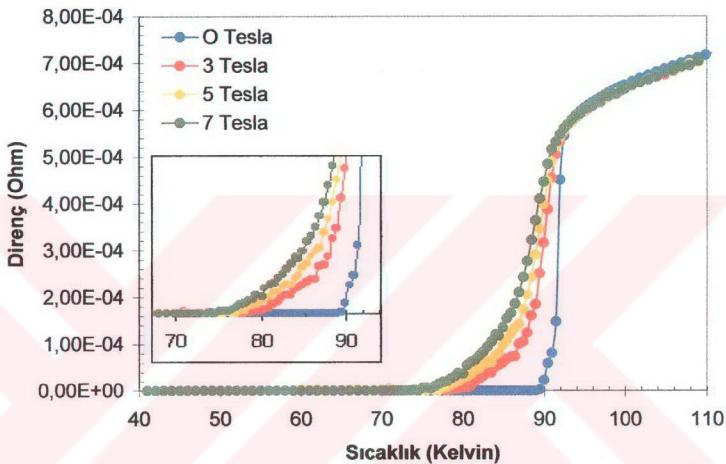
Şekil 7.7. 3-ton basınç altında PIT metodu ile hazırlanan $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ kompozisyonuna uygulanan manyetik alanlara karşı elde edilmiş direnç-sıcaklık eğrilerinin karşılaştırılması.

5 ton basınç altında hazırllanmış olan $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ kompozisyonunun sıcaklığı karşı direnç ölçümüleri 0, 3, 5 ve 7 Tesla'lık manyetik alan değerleri altında alınmıştır. $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ sistemine ait (R, T) eğrileri Şekil 7.8' de ve uygulanan manyetik alanına karşı elde edilen T_c ve $T_c(0)$ sıcaklıklar Tablo 7.3' de verilmiştir. Tablo 7.3' de görüldüğü üzere numuneye uygulanan manyetik alan şiddetinin artması ile T_c ve $T_c(0)$ sıcaklık değerleri sürekli olarak azalmıştır.

3 ton basınç altında hazırllanmış olan numuneye kıyasla 5 ton basınç altında hazırllanmış olan numunenin farklı manyetik alanlar altında elde edilmiş olan $T_c(0)$ sıcaklık değerlerinde belirgin oranda yüksek sıcaklıklara doğru bir artış gözlenmiştir. $T_c(0)$ sıcaklık değerlerindeki bu artışın sebebi; numuneye uygulanan basınç şiddetinin artması ile yapı içerisindeki taneciklerin (grain) daha düzenli bir yapı oluşturacak şekilde birbirlerine doğru yaklaşması ve iletişim elektronlarının yapı içerisinde daha rahat bir şekilde hareket edebilmesinden dolayıdır. Bununla beraber dışarıdan uygulanan manyetik alanın şiddetinin artırılması ile 3 ton basınçta üretilen örnekte olduğu gibi bu

örnekte de süperiletken yapı içerisinde bozulmalara ve bunun sonucunda da T_c ve $T_c(0)$ sıcaklık değerlerinde azalmaya neden olmuştur.

Şekil 7.8' de verilen direnç-sıcaklık eğrilerinden de görüldüğü gibi numuneye uygulanan manyetik alan şiddetinin artırılması ile T_c ve $T_c(0)$ sıcaklık değerlerinde azalma gözlenmiştir.

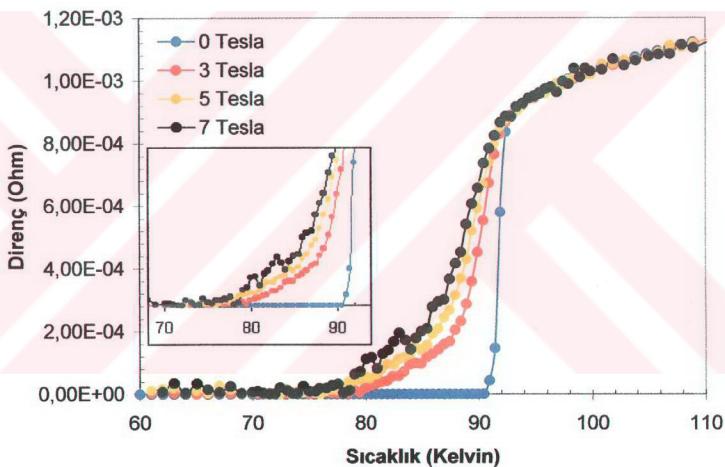


Şekil 7.8. 5-ton basınç altında PIT metodu ile hazırlanan $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ kompozisyonuna uygulanan manyetik alanlara karşı elde edilmiş direnç-sıcaklık eğrilerinin karşılaştırılması.

Tablo 7.3. 5-ton basınç altında PIT metodu ile hazırlanmış $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ kompozisyonuna uygulanan dış manyetik alan ile elde edilmiş olan T_c ve $T_c(0)$ sıcaklık değerleri.

Numuneye Uygulanan Manyetik Alan	T_c	$T_c(0)$
0 Tesla	93 K	88 K
3 Tesla	92 K	78 K
5 Tesla	91 K	75 K
7 Tesla	91 K	74 K

9 ton basınç altında hazırlanmış olan $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ kompozisyonunun da sıcaklığı karşı direnç ölçümüleri 0, 3, 5 ve 7 Tesla'lık manyetik alan değerleri altında alınmıştır. $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ sistemine ait (R, T) eğrileri Şekil 7.9'da ve uygulanan manyetik alana karşı elde edilen T_c ve $T_c(0)$ sıcaklıklarları Tablo 7.4.'da verilmiştir. Tablo 7.4' de görüldüğü gibi numuneye uygulanan basıncın artırılması ile 5 ton basınç altında hazırlanmış olan örneğe göre T_c sıcaklık değerlerinde kısmen, $T_c(0)$ sıcaklık değerlerinde ise belirgin bir artma gözlenmiştir. T_c ve $T_c(0)$ değerlerindeki bu değişim, numunenin yüksek basınçta preslenmesi sonucu yapı içerisindeki taneciklerin birbirine doğru daha çok yaklaşarak daha düzenli bir mikroyapı oluşturması ve uygulanan dış manyetik alanın yapı içerisinde daha az nüfuz edebilmesi olarak açıklanabilir.



Şekil 7.9. 9-ton basınç altında PIT metodu ile hazırlanan $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ kompozisyonuna uygulanan manyetik alanolara karşı elde edilmiş direnç-sıcaklık eğrilerinin karşılaştırılması.

Tablo 7.4. 9-ton basınç altında hazırlanmış $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ kompozisyonuna uygulanan dış manyetik alan ile elde edilmiş olan T_c ve $T_c(0)$ sıcaklık değerleri.

Numuneye Uygulanan Manyetik Alan	T_c	$T_c(0)$
0 Tesla	93 K	90 K
3 Tesla	92 K	79 K
5 Tesla	92 K	76 K
7 Tesla	92 K	76 K

7.3.2. 3-5-9 Ton Basınç Altında Powder-In-Tube Metodu ile Hazırlanmış $Y_{0.5}Cd_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ Kompozisyonu

Kadmiyum katkılı $Y_{0.5}Cd_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ sistemine ait direnç-sıcaklık eğrileri Şekil 7.10.'da verilmiştir. 3 ton basınç altında hazırlanmış Cd katkılı sistemde geçiş sıcaklığı 90K' de başlamış ve aniden azalarak $T_c(0)=78K$ ' de sıfır direnç konumuna ulaşılmıştır.

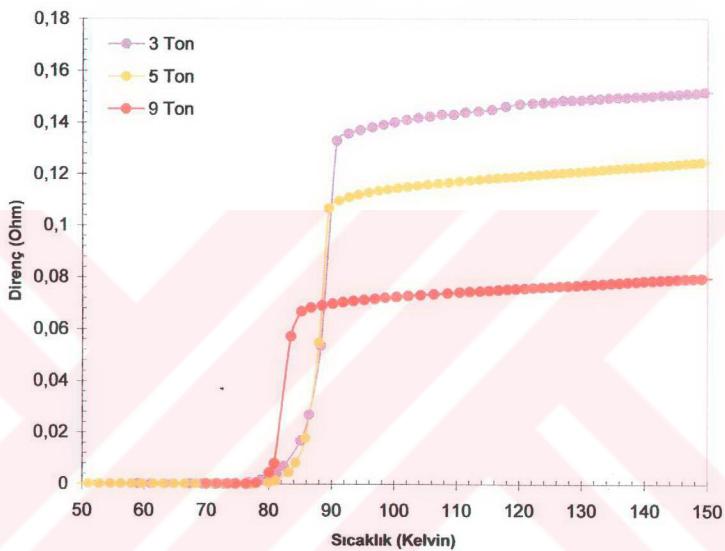
5 ton basınç altında hazırlanmış olan $Y_{0.5}Cd_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ sistemine ait (R,T) eğrisinden de görüldüğü üzere, geçiş sıcaklığı 88K' de başlamış ve $T_c(0)=80K$ ' de sıfır direnç konumuna ulaşmıştır. 9 ton basınç altında hazırlanmış olan $Y_{0.5}Cd_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ sisteminde ise geçiş sıcaklığı 85K' de başlamış ve $T_c(0)=78K$ ' de direnç sıfır olarak belirlenmiştir.

Tablo 7.5' de Cd katkılı numunelere uygulanan farklı basınç değerlerine karşılık elde edilmiş olan T_c ve $T_c(0)$ sıcaklık değerleri verilmiştir. Özellikle T_c sıcaklık değerlerindeki azalma önceki bölümde incelendiği gibi Cd katkılama sonucunda sistemin tek fazlı yapıdan çok fazlı (safsızlık fazları) yapıya doğru kaymasından kaynaklanmaktadır. Katkılama sonucu ortaya çıkan bu safsızlık fazları özellikle Cu-O tabakasının elektronik düzende etkili olduğundan ayrıca Cd-Y iyonik yarıçaplarında birbirlerinden farklı olması sonucu kristal yapı koordinasyonundan bozulması T_c değerlerinin değişmesinde etkili olmuştur.

Bununla beraber numunelere uygulanan basınç şiddetinin artırılması yapıyı daha düzenli bir duruma getirecektir fakat atomlar arası mesafedeki artış mikro boyutta yapı

îçerisinde daha etkin bir rol oynadığı için numunelere uygulanan basınç şiddetinin T_c sıcaklığı üzerinde önemli bir etki yaratamayacağı da gözlenmiştir.

Şekil 7.10.'da verilen direnç-sıcaklık eğrilerinden de görüleceği gibi tüm örnekler süperiletken özellik göstermekte ve örneklerin geçiş sıcaklıkları (T_c) 85-90K aralığında değişmektedir.



Şekil 7.10. 3, 5, 9 ton basınç altında PIT metodu ile hazırlanmış olan $Y_{0.5}Cd_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ sistemine ait elde edilmiş olan direnç-sıcaklık eğrilerinin karşılaştırılması.

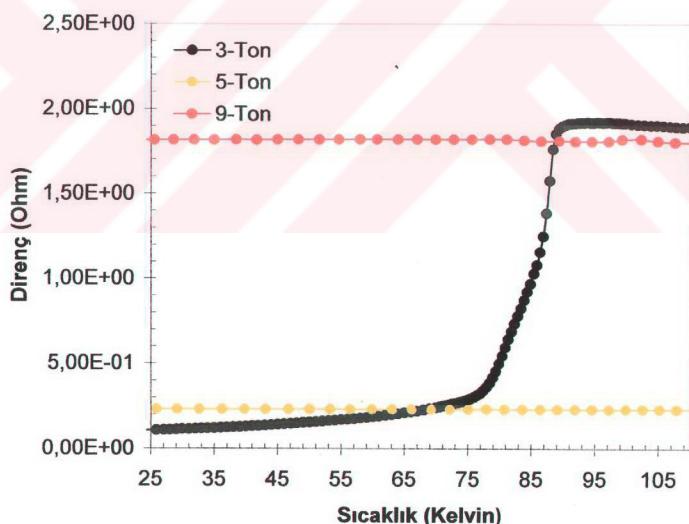
Tablo 7.5. 3, 5, 9 ton basınç altında PIT metodu ile hazırlanmış $Y_{0.5}Cd_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ numunelerin T_c ve $T_c(0)$ sıcaklık değerleri.

Numuneye Uygulanan Basınç Şiddeti	T_c	$T_c(0)$
3 Ton	90 K	78 K
5 Ton	88 K	80 K
9 Ton	85 K	78 K

7.3.3. 3-5-9 Ton Basınç Altında Powder-In-Tube Metodu ile Hazırlanmış $\text{Y}_{0.5}\text{Ga}_{0.5}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ Kompozisyonu

Şekil 7.11' de 3, 5 ve 9 ton basınç altında Powder-in-Tube metodu ile hazırlanmış $\text{Y}_{0.5}\text{Ga}_{0.5}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ sistemine ait numunelerin (R,T) eğrilerini göstermektedir. $\text{Y}_{0.5}\text{Ga}_{0.5}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ sistemine ait (R,T) eğrilerinden de görüleceği üzere Ga katkısının, uygulanan basınçın etkisi ile birlikte sistemi tamamen süperiletken özellikten uzaklaştırdığı görülmüştür.

Ga^{+3} , un iyonik yarıçapının (0.62 \AA), Y^{+3} , un iyonik yarıçapına (1.02 \AA) oranla daha küçük olması, kristal yapıda bir bozulmaya neden olur. Bu da sistemin elektronik konfigürasyonunda bir bozulmaya sebep olacaktır. İyonik yarıçaplar arasındaki bu farklılık atomlar arası mesafeyi artıracak ve dolayısıyla tabakalar arasında, özellikle Cu-O, oksijen konsantrasyonunun değişik olması süperiletkenlik durumu olumsuz yönde etkilemiştir.



Şekil 7.11. 3, 5, 9 ton basınç altında PIT metodu ile hazırlanmış olan $\text{Y}_{0.5}\text{Ga}_{0.5}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ sistemine ait elde edilmiş olan direnç-sıcaklık eğrilerinin karşılaştırılması.

Ga'ının elektronik konfigürasyonuna bakıldığından ($..3d^{10} 4s^2 4p^1$), $4s^2$ ve $4p^1$ yörüngelerindeki (özellikle en dış yörüngedeki $4p^1$) elektronların bağ yapma isteği Y' a oranla daha fazla olacaktır. Y' un elektronik konfigürasyonuna bakıldığından ($..4d^1 5s^2$), Ga' ya oranla daha az bağ yapma isteğine sahip olacağından (sadece $5s^2$), galyum $Y_{0.5}Ga_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ kompozisyonunda oksijen atomlarıyla daha fazla bağ yapma isteğinde olacaktır ve süperiletken yapı içerisindeki Cu-O düzlemlerinde oksijen azalmasına neden olacaktır. Bunun sonucunda yarıiletken özelliğe sahip olan Ga, kendi özelliğini yapıya vermiş olacaktır. Yani sisteme yapılan Ga katkısı, yapı içerisindeki elektronik konfigürasyonu tamamen değiştirmiş olacaktır.

Şekil 7.11' de verilmiş olan direnç-sıcaklık eğrilerinden de görüldüğü üzere hazırlanmış olan numuneler süperiletken özellik göstermemektedir. 3 ton basınç altında hazırlanmış olan numunedede 89K' de geçiş sıcaklığı görülmeye karşın, numunenin 2K'e kadar soğutulmasına rağmen sıfır direnç sıcaklığına sahip olmadığı görülmüştür. 5 ve 9 ton basınç altında hazırlanmış olan $Y_{0.5}Ga_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ numunelerinin, soğutma süresince dirençlerinin hemem hemen sabit kaldığı tespit edilmiştir.

Bu durumun bir diğer sebebi de Ga katkılanması sonucunda çok fazlı yapının oluşmasıdır. Y' e göre çok daha aktif olan Ga iyonlarının özellikle $Ba_4Ga_2O_7$, $Y_3Ga_5O_{12}$ ve $Y_2Ba_4O_7$ safsızlık fazlarını oluşturmaması sistemin süperiletken faz oluşumunu tamamen etkilemektedir.

8. SONUÇLARIN YORUMU VE TARTIŞMA

Bu çalışmada, sıvı azot sıcaklığının (77K) üzerinde ilk süperiletken ve kararlı bir bileşik olan $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ kompozisyonunun “Powder-In-Tube“ metodu ile sentezi üzerine çalışılmıştır. Ayrıca, Cd ve Ga katkılanmasının $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ sisteminin süperiletkenlik ve mikroyapısal özellikleri üzerine etkisi incelenmiştir. Bu amaçla 3, 5, 9 ton basınç altında hazırlanmış olan $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$, $Y_{0.5}Cd_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ ve $Y_{0.5}Cd_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ numunelerinin X-ışını kırınım desenleri, manyetik alan altında direnç ölçümleri, SEM ve EDAX analizleri yapılmıştır.

8.1. X-İşını Kırınım Sonuçları

Bu araştırma süresince Powder-In-Tube metodu ile, 3, 5, 9 ton basınç altında gümüş tüpler içerisinde hazırlanan $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$, $Y_{0.5}Cd_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$, $Y_{0.5}Ga_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ kompozisyonlarının kristal yapıları ve YBCO sistemine yapılan Cd ve Ga katkılanmasının sistemin mikro yapısında ne gibi değişimler yaptığı x-ışını kırınım desenleri ve SEM-EDAX analizlerine bakılarak anlaşılmaya çalışıldı. X-ışını desenlerindeki pik pozisyonlarından sistemlere ait birim hücre parametreleri hesaplanmaya çalışıldı.

Çalışmanın ilk aşamasında PIT metodu ile, $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ sistemi kullanılarak gümüş tüp içerisinde 3, 5, 9 ton basınç altında hazırlanmış numunelerin x-ışını kırınım desenleri incelendi. Ölçüm sonuçları, hazırlanmış olan numunelerin sadece karakteristik $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ piklerine sahip olduğunu ve bunun sonucunda hazırlanan numunelerin yüksek saflıkta olduğunu ortaya koymuştur. Bütün katkısız numunelerin c-ekseni yönünde belirgin bir yönelime sahip olduğu bulunmuştur. Yapının ortorombik bir simetriye sahip olduğu da tesbit edilmiştir. Bununla beraber 3, 5, 9 ton basınç altında PIT metodu ile hazırlanmış olan numunelerde, artan basınç etkisi ile pik siddetlerinde belirgin bir artma gözlenmemiştir.

İkinci aşamada $Y_{0.5}Cd_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ sistemi için hazırlanmış numunelerin x-ışını kırınım desenleri incelendi. $Y_{0.5}Cd_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ sistemi kullanılarak hazırlanmış olan numunelerin x-ışını kırınım deseni sonuçlarına bakıldığından, YBCO sisteminden farklı olarak değişik konumlarda piklerin yapıda mevcut olduğu görülmüştür. Cd katkısının $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ yapısını çok fazlı bir sisteme taşıdığı ve özellikle

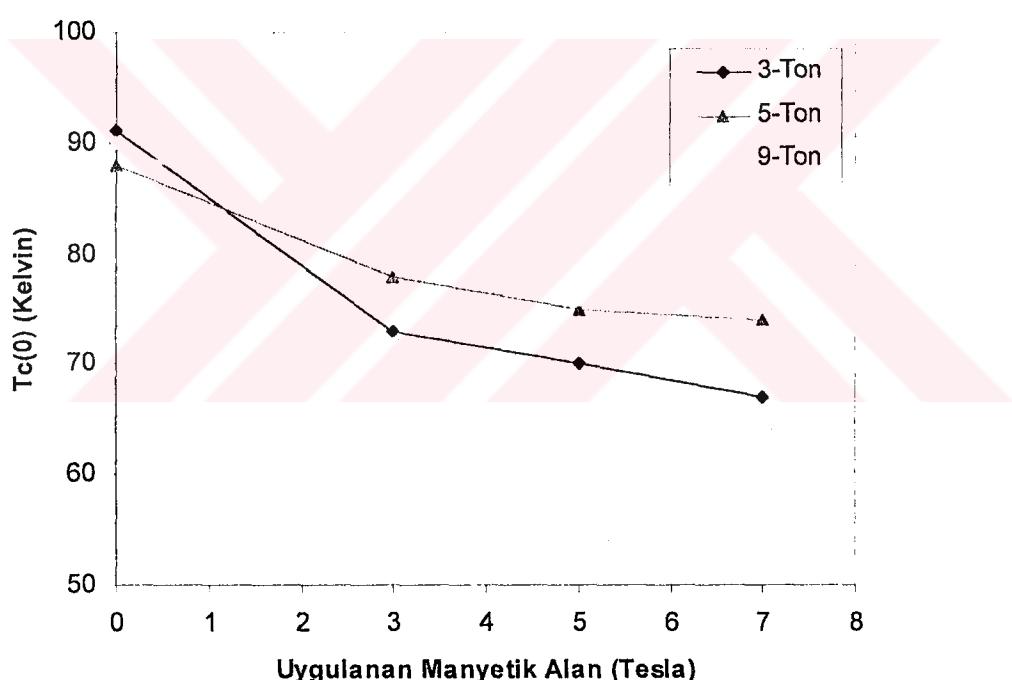
$Y_{0.5}Cd_{1.0}Ba_{3.6}O_x$, $Ba_{3.6}Cd_{1.2}Cu_5O_x$ ve $Ba_{3.9}Cd_{1.4}Cu_{4.7}O_x$ fazlarının süperiletkenlik durumunu olumsuz yönde etkilediği gözlenmiştir. Bu durum Cd iyonlarının YBCO sistemin optimum hazırlama şartlarında diğer iyonlar ile istenilen düzeyde kimyasal reaksiyona giremediğini ve safsızlık fazlarını oluşturduğu bulunmuştur. Bununla beraber farklı basınç değerleri altında hazırlanmış olan numunelerin x-ışını kırınım desenlerinden, izostatik basınçın sistem üzerine fazla bir etkisinin olmadığı da görülmüştür. Ayrıca numunelerin belli bir eksensel yönelime sahip olmadığı da gözlenmiştir. Sistemin çok fazlı bir yapıya sahip olması nedeni ile bu sisteme ait kristal yapı parametrelerinin hesaplanması mümkün olmamıştır. Ancak safsızlık fazları grafikten kaldırıldığında geriye kalan YBCO piklerinin pozisyonlarında değişiklik olmadığı tesbit edilmesi sonucunda yapının kristal simetrisinin ortorombik olduğu ortaya çıkmaktadır. Bu da iyonik difüzyonun ya çok daha uzun süre gerektirdiği yada daha yüksek sıcaklıklarda ıslık işlem gereği sonucunu ortaya çıkarmaktadır. Ancak her iki durumda da YBCO' nun özellikle oksijen simetrisi (bağlara bağlı olarak) değişeceğinden bu tip ıslık işlemler çalışma boyunca tercih edilmemiştir.

Üçüncü aşamada, $Y_{0.5}Ga_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ sistemi kullanılarak gümüş tüp içerisinde 3, 5, 9 ton basınç altında hazırlanmış olan numunelerin x-ışını kırınım desenleri incelendi. Sisteme yapılan Ga katkısı, $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ kompozisyonunun karakteristik piklerinin sayısını ve şiddetini azaltmakta ve yapıyı tamamen çok fazlı bir sisteme taşımaktadır. Ayrıca $Y_{0.5}Ga_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ sisteminde ortaya çıkan safsızlık fazları, Ga' un süperiletken fazlar üzerinde olumsuz bir etki meydana getirdiğini göstermiştir. Özellikle yarıiletken olarak bilinen Ga, sistemde oluşan her safsızlık fazında yüksek oranda bulunması Cd gibi Ga' da YBCO sisteminde iyonik difüzyon problemi ortaya çıkardığı net olarak gözlenmiştir. Bu da YBCO sisteminin faz koordinasyonunu tamamen bozmaktadır.

8.2. Direnç Ölçüm Sonuçları

Powder-In-Tube metodu ile gümüş tüpler içerisinde 3, 5, 9 ton basınç değerleri altında hazırlanmış olan $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ sistemine ait numunelerin direnç ölçümü 0, 3, 5, ve 7 tesla şiddetlerinde manyetik alan altında alınmıştır. Bilindiği üzere bir süperiletken numune "Meissner Etkisi" gereği manyetik alanı yapı içerisinde tamamen dışarılamaktadır. Fakat kritik bir manyetik alan değerinden sonra süperiletken yapı

îçerisinde bozulmalara neden olacağından T_c ve $T_c(0)$ sıcaklık değerlerinde azalma meydana gelir. Bu azalma üretilen süperiletken numunenin kalitesi, fiziksel ve yapısal özellikleri ile ters orantılıdır. Özellikle hazırlanmış olan numunelerde gözlenen çok fazlılık, fazlar arasındaki koordinasyon eksikliği, boşluklar ve diğer yapı kusurları manyetik alanın numune içerisinde daha derinlere nüfuz etmesine neden olmaktadır. Katkısız $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ kompozisyonunun Şekil 8.1.'de verilmiş olan $T_c(0)$ değerlerinden de görüleceği gibi yüksek manyetik alanlarda bile sıfır direnç sıcaklığında çok büyük bir düşüşün olmadığı gözlenmiştir. Bu durum tamamen saf ve tek fazlı olan bir süperiletkenin en genel karakteristiği olarak ortaya çıkmaktadır. Numunelere uygulanan basınç değerlerinin artması ile birlikte, manyetik alanın numune üzerinde daha az etkili ve geçiş sıcaklığındaki düşüşün de minimuma indiği gözlenmiştir.



Şekil 8.1. 3, 5, 9 ton basınç altında hazırlanmış $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ numunelere uygulanan manyetik alana karşı elde edilmiş olan $T_c(0)$ sıcaklık değerlerinin karşılaştırılması.

Genel olarak PIT metodu ile hazırlanmış $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ kompozisyonuna ait numunelere uygulanan basınç etkisinin sıfır direnç sıcaklığı üzerinde olumlu bir etkide bulunduğu tesbit edilmiştir ki bu da zaten beklenen bir sonuçtur.

Çalışmanın ikinci aşamasında $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ sisteminde Y yerine 0.5 mol oranında Cd ve Ga katkılanarak, 3, 5, 9 ton basınç altında hazırlanmış olan numunelerin sıcaklığı karşı direnç ölçümleri yapılmıştır. Ga katkısının, uygulanan basınçın etkisi ile birlikte sistemi tamamen süperiletken özellikten uzaklaştırdığı görülmüştür. Sisteme yapılan Ga katkılanması, yapı içerisinde Cu-O düzlemlerini ve yapının elektronik konfigürasyonunu tamamen bozduğundan hazırlanmış olan numuneler süperiletken özellik göstermemiştir. Bunun yanında Cd katkısının Ga katmasına oranla sistem üzerinde daha olumlu sonuçlar verdiği görülmüştür. Yapılan Cd katkılanması sonucunda numunelerin geçiş sıcaklıkları 90-85K arasında değiştiği gözlenmiştir. Bununla beraber numunelere uygulanan basınç şiddetinin artırılması yapıyı daha düzenli bir duruma getirecektir. Fakat Ga' un iyonik yarıçapının Y' un iyonik yarıçapından küçük olmasından dolayı atomlar arası mesafedeki artış mikro boyutta yapı içerisinde daha etkin bir rol oynadığı için numunelere uygulanan basınç şiddetinin T_c sıcaklığı üzerinde önemli bir etki yaratmadığı bulunmuştur.

Genel olarak $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ sistemine yapılan Cd ve Ga katkılanmasının sistem üzerinde geçiş sıcaklığı ve sıfır direnç sıcaklığı değerlerinde olumlu bir etki yaratmadığı, basınç etkisinin de bu durumu değiştirmediği bulunmuştur.

8.3. SEM Sonuçları

3, 5 ve 9 ton basınç altında PIT medodu ile hazırlanmış numunelerinin SEM ölçümleri sonucuna göre, $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ kompozisyonu için klasik YBCO sisteminin granüler formasyonu ve yaklaşık büyüklükleri $2\mu\text{m}$ ile $15\mu\text{m}$ arasında değişen kısmi olarak erimiş klasik yapılanma çok açık bir şekilde ortaya çıkmıştır. Bununla beraber numunelere uygulanan artan basınç etkisi ile tanecikler arasındaki boşlukların kapanmaya başladığı ve buna bağlı olarak taneciklerin yüzey temaslarının artırılması sonucu birbirlerine daha iyi kenetlendiği görülmüştür.

Bu sistemin EDAX analizi sonuçlarında ise, (sadece 5-ton basınç altında hazırlanan $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ numunesi) tamamen YBCO yapısına uygun sonuçlar elde edilmiş ve numunelerin oldukça kaliteli ve homojen olduğu anlaşılmıştır.

Y yerine 0.5 mol oranında Cd katılan numunelerin SEM sonuçlarına bakıldığından, 3 ton basınç altında hazırlanan numunenin yüzeyinde kısmi erimenin YBCO sistemine göre çok daha fazla olduğu ve yarı erimiş bölgeler arasında çok geniş

boşlukların bulunduğu gözlenmiştir. Numunelere uygulanan basıncın etkisi ile erimenin daha da belirginleştiği fakat tanecikler arası boşlukların değişmediği tesbit edilmiştir. Ayrıca kısmi erimeden dolayı faz yapılanmasında yer yer farklılıkların meydana geldiği ve buna bağlı olarak elektriksel özelliklerde bozulmaların olduğu gözlenmiştir.

Bu sistemin EDAX analizi sonuçlarında ise, (sadece 5-ton basınç altında hazırlanan $Y_{0.5}Cd_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ numunesi) saf YBCO sistemine göre oksijen konsantrasyonunda belirli bir miktar azalmanın olduğu ve buna bağlı olarak elektriksel özelliklerin olumsuz yönde etkilendiği anlaşılmıştır.

Benzer olarak Y yerine 0.5 mol oranında Ga katılan numunelerin SEM sonuçlarına bakıldığından, Cd katılan sisteme oranla olumsuz sonuçların elde edildiği görülmüştür. Yapıda yaklaşık aynı büyülükte farklı geometrik şekillerde tam granüler (erimemiş) yapılışma oluşmasından dolayı süperiletkenlik gözlenmemiştir. Cd katkılı sistem ile karşılaşıldığında, granüler yapılanmanın daha da artığı, buna karşılık yapı içerisindeki boşluk konsantrasyonun da azalma olduğu tesbit edilmiştir.

Bu sistemin EDAX analizi sonuçlarında ise, (sadece 5-ton basınç altında hazırlanan $Y_{0.5}Ga_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ numunesi) oksijen konsantrasyonunun çok yükseldiği, buna karşılık bakır konsantrasyonunun belirgin bir şekilde azaldığı gözlenmiştir. Bu da bize bakırın farklı bölgelerde öbekler halinde reaksiyona girmeden kalabileceği sonucuna götürmüştür. Bu da sistemlerde iyonik difüzyonun bir eksikliği olarak ortaya çıkmaktadır.

Bütün sistemler için hazırlanan numunelerden alınan SEM ve EDAX sonuçlarının X-ray ve direnç ölçüm sonuçları ile uyum içerisinde olduğu görülmüştür.

8.4. Genel Değerlendirme

Elde edilen tüm veriler ışığında Y yerine Ga ve Cd katılanmasının YBCO sistemi için olumlu herhangi bir etkide bulunmadığı gözlenmiştir. Ancak PIT metodu ile hazırlanan numunelerde gümüş difüzyonuna rastlanmaması bu tip malzemeler hazırlanırken gümüş boruların tercih edilmesinin doğru olacağını göstermektedir.

9. KAYNAKLAR

- [1] T. P. Beales, C. M. Friend, L. Le Lay, M. Mölgg, C. Dineen, D. M. Jacobson, S. R. Hall, P. F. Herman, **Supercond. Sci. Techol.** 8 (1995) 909-913
- [2] Tenbrink J., Wilhelm M., Heine K and Krauth H, **IEEE Trans. Magn.** 27 (1991) 1239
- [3] Larbalestier D. C., Cai X. Y., Feng Y., Edelman H., Umezawa A., Riley G. N. Jr. and Carter W. L., **Physica C** (1994) 221 229
- [4] Minot M. J., Carter W. L., Gannon J. J. Jr, Hamilton R. S., Miles P. K., Parker D. R., Riley G. N. Jr, Rupich M., Teplitsky M. R., Thompson E. D. and Zafar K., **Adv. Cryo. Eng.** (1994) 40 131
- [5] Foltyn S. Proc. MRS Spring Meeting (1995)
- [6] H. K. Onnes, *Leiden comm.* 120b, 122b, 124c (1911)
- [7] Kamerling O., *Lieden commun.* 122b, 124 (1911)
- [8] F. London and H. London, **Prof. Roy. Soc.** (London), A149 71 (1935)
- [9] Tinkham M., *Introduction to Superconductivity*, Pergaman Press, Oxford, New York (1982)
- [10] J. Bardeen, L. N. Cooper and J. R. Schrieffer, **Phys. Rev.** 108 1175 (1957)
- [11] Kittel C., *Introduction to Solid State Physic*, Willey, New York (1976)
- [12] Chapnik I. M., **J. Of Matt. Science Lett.** 4 (1985) 370
- [13] John R. Taylor ve Chris D. Zafaritos, *Fizik ve Mühendislikte Modern Fizik* (1996) 448
- [14] Mitchel C. W., Hervieu M., Borel M. M., Grandin A., Deslandes F., Provost J. And Raveau B., **Z. Phys.**, (1987) B68, 421
- [15] Whu M. K., Asheburn J. R., Torng C. J., Hor P. H., Meng R. L., Gao L., Huangz J., Wang Y. Q. and Chu C. W., **Phys. Rev. Lett.** 58 (1987) 908-1002
- [16] Maeda H., Tanaka Y., Fukutumi M. And Asono J., **Jpn. J. Appl. Phys.** 27 (1988) L209
- [17] Hazen M. R., Finger L. W., Angel R. J., Prewith T. C., Ross R. L. and Hermann A. M., **Phys. Rev. Lett.** 60 (1998) 657
- [18] M. A. Omar, *Elementary Solid State Physics: Principles and Applications* 1974
- [19] A. C. Rose-Innes and E. H. Rhoderick, *Introduction to Superconductivity*; 2nd ed. (Pergamon Press, New York, 1978) p.7.
- [20] Charles P. Poole, Jr. Timir Datta, Horacio A. Farach, *Copper Oxide Superconductors*, July, 1988
- [21] Kumakura H., Uehara M. Ve Tagano K., **Appl. Phys. Lett.** 51, 1557 (1987)

- [22] M. Ali Aksan, *BiSrCaCuO(2223) Cam-seramik Süperiletken Sistemine Küçük Yarıçaplı İyonların Katılması ve Sistemin Fiziksel ve Elektriksel Özelliklerine Etkilerinin İncelenmesi*, Yüksek Lisans Tezi, MALATYA (1998)
- [23] V.V. Schmidt, *Physics of Superconductors*, Nauka Publisher, Moskau 1982
- [24] B. Batlogg, Cava R. J., Jayaraman A., Sunshine S., Murphy O. W., White A., Rietman E. A. ve Müşcü A. M., *Phy. Rev. Lett.* 58, 2223 (1987)
- [25] Cohen M. L., Morris D. E., Stacy A. M. ve Zettl A., *J. Phys. F* 17, L179 (1989)
- [26] Bourne L. C., Crammie M. F., Zettl A., Stacy A. M., Cohen M. L. ve Morris D.E., *Phys. Rev. Lett.* 58, 2337 (1987)
- [27] Katayama H., Hiroka T., Sasahi T., Otchiai A., Suzuki T., Ciszek T., ve Deb. S. K., *Jpn. J. Of Appl. Phys.* 26L, 2085 (1987)
- [28] Kittel C., *Katthal Fiziğine Giriş (Türkçe Tercüme)*, Bilgitek Yayıncılık, İstanbul (1996)
- [29] H. Ateş, *Yüksek Sıcaklık YBaCuO Süperiletken Sisteminde Yitriyum Yerine Yaklaşık Yarıçaplı Farklı Oksitlerin Katılması ve Yeni Sistemin Özelliklerinin Belirlenmesi*, Yüksek Lisans Tezi, MALATYA, 1998
- [30] Josephson B. D., *Phys. Lett.* 1, 251 (1962)
- [31] V. L. Ginzburg and L. D. Landau, *24 Eksp. Fiz.* 20 1064, (1950)
- [32] Anderson P. W., *Science* 235, 1196 (1987)
- [33] J. E. Hirsch, *Phys. Rev. B* 31, 4403 (1985)
- [34] J. R. Hook and H. E. Hall, *K.F Katthal Fiziği*, , Mart 1999 İstanbul
- [35] J. W. Lynn, *High Temperature Superconductivity*, Springer Verlag, New York, (1990)
- [36] G. Xiao, M. Z. Cieplka, A. Gavrin, F. H. Streitz, A. Bakhshai, and C. L. Chien, *Phys. Rev. Lett.* 60, 1446 (1988)
- [37] I. Felner and B. Barbara, *Phys. Rev. Lett.* B 37, 5820 (1988)
- [38] M. Matsui, K. Ohmori, T. Shimizu and M. Doyama, *Physica* 148B, 432, (1988)
- [39] T. A. Sasaki, Y. Baba, N. Masaki and I. Jakano, *Jpn. J. Appl. Phys.* 10L 1569, (1987)
- [40] J. D. Jorgensen, M. A. Beno, D. G. Hinks, L. Soderholm, K. J. Volin, R. L. Hitterman, J. D. Grace, I. K. Schuller, C. U. Segre, K. Zhang and M .S. Kleefisch, *Phys. Rev.* B36, 3608 (1987)
- [41] H. Bakker, D.O. Weleh and O.W. Lazareth, *Jr. Sol. St. Comm.* 64.237 (1987)
- [42] M. O. Eatough, D. S. Ginley, B. Morosin and E. L. Venturini, *Appl. Phys. Lett.* 51, 367 (1987)

- [43] C. C. Torardi, E. M. Mc Carron, P. E. Bierstedt, A. W. Sleight and D. E. Cox, **Sol. St. Comm.** 64,497 (1987)
- [44] P. M. Horn, D. T. Keane, G. A. Held, J. L. Jordan-Sweet, D. L. Kaiser, F. Holtzberg and T. M. Rice, **Phys. Rev. Lett.** 59, 2772 (1987)
- [45] Maeda H., Tanaka Y., Fukutami M. and Asano T., **Jpn. J. Appl. Phys. Lett.** 4, L209 (1988)
- [46] M. J. Tarascon, Y. Le Page, P. Borboux, B. G. Bagley, L. H. Greene, W. R. McKinnon, G. W. Hull, M. Giroud and D. M. Hwang, **Phys. Rev. Lett.** B 37, 9382, (1988)
- [47] Z. Z. Sheng and A. M. Hermann, **Nature (London)** 332, 138, (1988)
- [48] S. S. Parkin, V. Y. Lee, E. M. Engler, A. I. Nazzal, T. J. Huang, G. Gorman, R. Savoy and R. B. Beyers, **Phys. Rev. Lett.** 60, 2539, (1988)
- [49] M. A. Subramanian, C. C. Torard, J. Gopalakrishnan, J. C. Calabrese, K. Morrissey, T. R. Askew and A. W. Sleight, **Physica C** 153, 608, (1988)
- [50] S. N. Putilin, E. V. Antipov, O. Chmaissem, M. Marezio (Letters to Nature)
- [51] A. Schilling et al. (**Nature (London)** 363, 56, (1993); L. Gao et al., **Physica C** 213, 261, (1993)
- [52] web.kth.se/fakulteler/TFY/cmp/annual_report.html
- [53] J. C. Bowker, G A Whitlow **Supercond. Sci. Technol.** 6 (1993) 106-111
- [54] K. Thangaraj, A. N. Iyer, L. Zhang and K. Salama **Supercond. Sci. Technol.** 13 (2000) 1035-1041
- [55] Shwartz J. et al 1991 **IEEE Trans. Magn.** 27-1247
- [56] Sato K. et al 1991 **IEEE Trans. Magn.** 27-1231
- [57] Ziemek G et al 1991 FRG Patent DE 4006094 A1 29.08.1991
- [58] V. E. Synnikov, V. A. Mitrokhin, P. I. Dolgosheev, N. V. Polyakova, I. P. Radchenko **Supercond. Sci. Technol.** 7 (1994) 115-11 .
- [59] Muller P. et al 1991 **Z. Metallk.** 82-731
- [60] Kodas T. T. et al 1988 Aerosol flow reactor production of fine $Y_1Ba_2Cu_3O_7$ powder: Fabrication of superconducting ceramics **Appl. Phys. Lett.** 52 1622-4
- [61] Tsvchida K., Miura Y., Tsudo H. And Kato A. 1989 Superconductivity of the $YBa_2Cu_3O_y$ -Ag system **J. Less-common Met.** 146 19-24
- [62] Zachariah M. R. and Huzarewicz S. 1991 Aerosol processing of $YBaCuO$ superconductors in a flame reactor **J. Mater. Res.** 6 264-8

- [63] Pebler A. and Charles R. G. 1989 Synthesis of superconducting oxides by aerosol pyrolysis of metal-EDTA solution **Mater. Res. Bull.** 24 1069-76
- [64] Tohge N., Tsumisago M., Minami T., Okuyama K., Adachi M. and Kousaka Y. 1988 Direct preparation of uniformly distributed $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\text{x}}$ powders by spray-pyrolysis Japan, **Appl. Phys.** 27 L 1086-8
- [65] Henry R. L., Cukauskas E. J., Qadri S. B., Kllein P. H. and Campisi G. G. 1988 Thin film growth of $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ by spray pyrolysis **J. Cryst. Growth** 92 348-53
- [66] Kawai M., Kawai T., Masuhira H. and Takahasi M. 1987 Formation of Y-Ba-Cu-O superconducting film by a spray pyrolysis method Japan **J. Appl. Phys.** 26 L 1740-2
- [67] Pebler A. and Charles R. G. 1988 Synthesis of small particle size $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\text{x}}$ by a vapor phase process **Mater. Res. Bull.** 23 1337-44
- [68] P. Paturi, J. Raittila, J. C. Grivel, H. Huhtinen, B. Seifi, R. Laiho, N. H. Andersen, Preparing superconducting nanopowder based YBCO/Ag tapes, **Physica C** 372-376 (2002) 779-781
- [69] V. E. Sytnikov, V. A. Mitrokhin, P. I. Dolgosheev, N. V. Polyakova, I. P. Radchenko, G. G. Svalov and G. Ziemek, An experimental study of the transport properties of a flexible high- T_c superconducting cable, **Supercond. Sci. Technol.** 7 (1994) 115-118
- [70] N.-L. Wu et al, **Physica C** 241 (1995) 198
- [71] Tanaka K., Nazue A. And Kamiya K., Preparation of BiPbSrCaCuO Superconductor by Sol-Gel Method. **Jour. Of Mat. Science** 3553-3556 (1990)
- [72] Paul W. and Baumann T., **Physica C**, 175, 102 (1991)
- [73] Yaozhang R., Xuelong H., Young Z., Yitai Q., Zuyao C., Ruiping W. and Qirui Z., Sol. St. Commun. 64, 467 (1987)
- [74] Combescot R., and Leyranas X., Phys. Rev. B 54 (1996)

ÖZGEÇMİŞ

02.06.1978 tarihinde Malatya' da doğdu. İlk öğrenimini Adana' da orta ve lise öğrenimini Malatya' da tamamladı. 2000 yılında İstanbul Teknik Üniversitesi Fizik Mühendisliği Bölümünden nezun oldu. 2001 yılında İnönü Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalında yüksek lisansa başladı. Halen İnönü Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümünde Araştırma Görevlisi olarak görev yapmaktadır.

