

**KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

FİZİK ANABİLİM DALI

**Nd:YVO₄ DİYOT POMPALAMALI LAZER İLE RADYASYONA TABİ TUTULAN
MgB₂ KÜLÇE SÜPERİLETKENLERİN YAPISAL VE MANYETİK
ÖZELLİKLERİNİN KARAKTERİZASYONU**

DOKTORA TEZİ

Özge ERDEM

**HAZİRAN 2014
TRABZON**

KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

FİZİK ANABİLİM DALI

**ND:YVO₄ DİYOT POMPALAMALI LAZER İLE RADYASYONA TABİ
TUTULAN MgB₂ KÜLÇE SÜPERİLETKENLERİN YAPISAL VE MANYETİK
ÖZELLİKLERİNİN KARAKTERİZASYONU**

Özge ERDEM

**Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünde
"DOKTOR (FİZİK)"
Unvanı Verilmesi İçin Kabul Edilen Tezdir.**

**Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 02.06.2014
Tezin Savunma Tarihi : 24.06.2014**

Tez Danışmanı : Prof. Dr. Ekrem YANMAZ

Trabzon 2014

Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Ana Bilim Dalında

Özge ERDEM Tarafından Hazırlanan

ND:YVO₄ DİYOT POMPALAMALI LAZER İLE RADYASYONA TABİ
TUTULAN MgB₂ KÜLÇE SÜPERİLETKENLERİN YAPISAL VE MANYETİK
ÖZELLİKLERİNİN KARAKTERİZASYONU

başlıklı bu çalışma, Enstitü Yönetim Kurulunun 03/ 06/ 2014 gün ve 1556 sayılı
kararıyla oluşturulan jüri tarafından yapılan sınavda

DOKTORA TEZİ

olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

Başkan :Prof. Dr. Münevver SÖKMEN

Üye :Prof. Dr. Ekrem YANMAZ

Üye :Prof. Dr. Sultan ÖZTÜRK

Üye :Prof. Dr. Mehmet ERTUĞRUL

Üye :Doç. Dr. Kemal ÖZTÜRK



Prof. Dr. Sadettin KORKMAZ

Enstitü Müdürü

ÖNSÖZ

200°C’de sıcak presleme ve kapalı tüp içinde tablet yöntemiyle üretilen MgB₂ külçe süperiletkenlerin Nd:YVO₄ diyot pompalamalı lazer ile etkileşiminin incelendiği bu doktora tez çalışmasında, bana her konuda yol gösteren, değerli bilgi birikimini ve tecrübelerini benden esirgemeyen danışmanım Sayın Prof Dr. Ekrem YANMAZ ’a,

İspanya’da Zaragoza Üniversitesi Aragon Malzeme Bilimleri Enstitüsü ICMAE Lazer Uygulama Laboratuvarı’nda bulunduğum süre içerisinde bana her konuda yardımcı olan ve her türlü araştırma imkânını sağlayan Sayın Prof. Dr. Xerman de la Fuente Leis’e, Prof. Dr. Luis Alberto Angurel’e, Dr. Francisco Rey Garcia’ya, Dr. Ruth Lahoz’a ve Dr. Isabel de Fransisco’ya,

Fizik Bölümü Laboratuvarlarında her türlü olanakları kullanmama izin veren bölüm başkanımız Sayın Prof. Dr. Belgin KÜÇÜKÖMEROĞLU’na, tez çalışmalarım sırasında benden değerli görüş ve yardımlarını esirgemeyen saygıdeğer hocalarımdan başta Sayın Prof. Dr. Mustafa ALTUNBAŞ ve Doç. Dr. Kemal ÖZTÜRK olmak üzere Karadeniz Teknik Üniversitesi Fizik Bölümü’ndeki tüm hocalarıma ve Recep Tayyip Erdoğan Üniversitesi’nden değerli hocam Doç. Dr. Şükrü Çelik’e,

Çalışmalarım sırasında bana her konuda destek olan değerli arkadaşım Arş. Gör. Sait Barış Güner’e ve nişanlım Arş. Gör. Murat ABDİOĞLU’na,

Yurt dışında tezimle ilgili inceleme ve araştırma yapmak üzere burs imkânı sağlayan Yüksek Öğretim Kurulu’na,

Hayatım boyunca ve akademik çalışmalarımın her evresinde bana inanan, bu günlere gelmem için maddi ve manevi desteklerini benden hiçbir zaman esirgemeyen sevgili aileme

Teşekkür Ederim.

Özge ERDEM

Trabzon 2014

TEZ BEYANNAMESİ

Doktora Tezi olarak sunduđum “Nd:YVO₄ Diyot Pompalamalı Lazer ile Radyasyona Tabi Tutulan MgB₂ Kle Speriletkenlerin Yapısal ve Manyetik zelliklerinin Karakterizasyonu” bařlıklı bu alıřmayı bařtan sona kadar danıřmanım Prof. Dr. Ekrem YANMAZ’ın sorumluluđunda tamamladıđımı, deneyleri ve analizleri ilgili laboratuarlarda yaptıđımı, bařka kaynaklardan aldıđım bilgileri metinde ve kaynakada eksiksiz olarak gsterdiđimi, alıřma srecinde bilimsel arařtırma ve etik kurallara uygun olarak davrandıđımı ve aksinin ortaya ıkması durumunda her trl yasal sonucu kabul ettiđimi beyan ederim. 02/06/2014


zge ERDEM

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa No</u>
ÖNSÖZ.....	III
TEZ BEYANNAMESİ.....	IV
İÇİNDEKİLER.....	V
ÖZET	IX
SUMMARY	X
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	XI
TABLolar DİZİNİ.....	XVI
SEMBOLLER DİZİNİ	XVII
1. GENEL BİLGİLER.....	1
1.1. Giriş	1
1.2. MgB ₂ Süperiletken Sistemi	7
1.2.1. Kristal Yapısı	7
1.2.2. Band Yapısı ve Fermi Yüzeyi	8
1.2.3. Geçiş Sıcaklığı.....	10
1.2.4. Faz Diyagramı	12
1.2.5. İzotop Etkisi.....	16
1.2.6. Anizotropi.....	17
1.2.7. Koherens (Uyum) Uzunluğu.....	18
1.2.8. Basınç ve Sıcaklığa Bağlı Özellikler	19
1.2.8.1. Basınca Bağlı Özellikler	19
1.2.8.2. Sıcaklığa Bağlı Özellikler.....	22
1.2.9. Temel Parametreler.....	23
1.3. MgB ₂ Külçe Süperiletkenlerin Üretilmesi.....	25
1.3.1. Katıhal Reaksiyon Metodu (Solid State Reaction Method)	26
1.3.2. Mg Difüzyon Metodu (Mg Diffusion Method)	27
1.3.3. Reaktif sıvı Mg sızma tekniği (Reactive Liquid Mg Infiltration (Mg-RLI) Technique)	28
1.3.4. Kapalı Tüp İçinde Toz Yöntemi (Powder in Closed Tube (PICT) Method)....	29
1.3.5. Kıvılcım-Plazma Sinterleme Tekniği (Spark-Plasma Sintering (SPS) Technique)	30
1.3.6. Mekanik Alaşımlama Yöntemi (Mechanical Alloying (MA) Method).....	32
1.3.7. Yüksek Basınçta Sinterleme Yöntemi (High Pressure (HP) Sintering)	33

1.3.8.	Sıcak Presleme Yöntemi (Hot Pressing (Hot-P) Method).....	34
1.4.	MgB ₂ Külçe Süperiletkenlerde Yapısal Kusurlar ve İkincil Fazların Süperiletkenlik Özellikleri Üzerine Etkisi.....	36
1.5.	MgB ₂ Külçe Süperiletkenlerin Uygulama Alanları	38
1.6.	Lazerler	43
1.6.1.	Lazerin Tarihçesi	45
1.6.2.	Lazer Işığının Özellikleri.....	46
1.6.3.	Lazer Çeşitleri.....	47
1.6.3.1.	Katıhal Lazerler	48
1.6.3.1.1.	Katıhal Lazer için Tipik Performans Parametreleri.....	49
1.6.3.1.2.	Nd:YVO ₄ Lazer	52
1.6.4.	Lazer ile Malzeme İşleme.....	53
1.6.4.1.	Lazer Ablasyon ile Yüzey Üzerinde Desen Oluşturma (Laser-Patterning) İşlemi	57
1.6.4.2.	Malzeme İşleme Sırasında Gerçekleşen Fiziksel Olaylar	63
1.6.4.2.1.	Işık-Madde Etkileşmesinin Optik Özellikleri.....	63
1.6.4.2.2.	Işık-Madde Etkileşmesinin Termal Özellikleri	66
1.6.5.	Lazerlerin Uygulama Alanları	67
1.6.6.	Literatür Özeti.....	69
2.	YAPILAN ÇALIŞMALAR.....	75
2.1.	MgB ₂ Külçe Süperiletken Örneklerin Üretimi.....	75
2.2.	MgB ₂ Örneklerin Nd:YVO ₄ Lazer ile Radyasyona Tabi Tutulması.....	78
2.2.1.	MgB ₂ Örneklerin Yüzeyinde Farklı Derinliklerde Nokta Şekilli Erimiş Bölgeler Oluşturulması.....	79
2.2.2.	MgB ₂ Örneklerin Yüzeyinde Farklı Yoğunluklarda Nokta Şekilli Erimiş Bölgeler Oluşturulması.....	81
2.2.3.	Farklı Sıcaklıklarda Üretilen MgB ₂ Örnek Yüzeylerinin Sürekli Modda Çalışan Nd:YVO ₄ Lazer ile Radyasyona Tabi Tutulması	83
2.3.	Yapılan Ölçümler.....	84
2.3.1.	Diferansiyel Termal Analiz (DTA) Ölçümü.....	84
2.3.2.	Yoğunluk Ölçümleri	85
2.3.3.	X-Işını Kırınımı Ölçümleri	86
2.3.4.	Optik Mikroskop Ölçümleri	87
2.3.5.	Alan Yayınlı Taramalı Elektron Mikroskobu (FESEM) Ölçümleri.....	87
2.3.6.	Eş Odaklı Lazer Taramalı Mikroskop (Confocal Laser Scanning Microscope) Ölçümleri	89
2.3.7.	Düşük Sıcaklık Direnç Ölçümleri.....	91
2.3.8.	Düşük Sıcaklık Manyetizasyon Ölçümleri	92

3.	BULGULAR VE TARTIŞMA.....	95
3.1.	Giriş	95
3.2.	Nd:YVO ₄ Lazer ile Radyasyona Tabi Tutulan MgB ₂ Külçe Örneklerin Yapısal, Elektriksel ve Manyetik Özellikleri.....	95
3.2.1.	Saf MgB ₂ Örneğin Özellikleri	95
3.2.2.	Nd:YVO ₄ Puls Lazer Kullanılarak Yüzeylerinde Farklı Derinliklerde Erimiş Bölge Oluşturulan Örneklerin Yapısal ve Elektromanyetik Özellikleri.....	98
3.2.2.1.	XRD Analizi	98
3.2.2.2.	Optik Mikroskop Analizi.....	101
3.2.2.3.	Eş Odaklı Lazer Taramalı Mikroskop Analizi.....	103
3.2.2.4.	Alan Yayınımlı Taramalı Elektron Mikroskobu (FESEM) Analizi	106
3.2.2.5.	Sıcaklığa Bağlı Manyetizasyon Ölçümü ve Kritik Geçiş Sıcaklığı Özellikleri	108
3.2.2.6.	Manyetik Alana Bağlı Manyetizasyon Ölçümü	110
3.2.2.7.	Manyetik Alana Bağlı Kritik Akım Yoğunluğu Hesabı.....	112
3.2.2.8.	Manyetik Alana Bağlı Hacimsel Çivileme Kuvveti Hesabı.....	116
3.2.3.	Nd:YVO ₄ Puls Lazer Kullanılarak Yüzeylerinde Farklı Yoğunluklarda Erimiş Bölge Oluşturulan Örneklerin Yapısal ve Elektromanyetik Özellikleri	121
3.2.3.1.	XRD Analizi	121
3.2.3.2.	Optik Mikroskop Analizi.....	123
3.2.3.3.	Eş Odaklı Lazer Taramalı Mikroskop Analizi.....	124
3.2.3.4.	Alan Yayınımlı Taramalı Elektron Mikroskobu (FESEM) Analizi	126
3.2.3.5.	Sıcaklığa Bağlı Manyetizasyon Ölçümü ve Kritik Geçiş Sıcaklığı Özellikleri	127
3.2.3.6.	Manyetik Alana Bağlı Manyetizasyon Ölçümü	129
3.2.3.7.	Manyetik Alana Bağlı Kritik Akım Yoğunluğu Hesabı.....	132
3.2.3.8.	Manyetik Alana Bağlı Hacimsel Çivileme Kuvveti Hesabı.....	134
3.2.4.	Sürekli Modda Çalışan Nd:YVO ₄ Lazer ile Radyasyona Tabi Tutulan Farklı Sinterleme Sıcaklıklarında Üretilmiş MgB ₂ Örneklerin Yapısal ve Elektromanyetik Özellikleri.....	138
3.2.4.1.	XRD Analizi	138
3.2.4.2.	Alan Yayınımlı Taramalı Elektron Mikroskobu (FESEM) Analizi	140
3.2.4.3.	Direnç Ölçümü ve Kritik Geçiş Sıcaklığı Özellikleri.....	143
3.2.4.4.	Tersinmezlik Alanı (H _{irr}) ve Üst Kritik Alan (H _{c2}) Değerleri ile Mikroskobik Parametrelerin Belirlenmesi.....	147
3.2.4.5.	Aktivasyon Enerjilerinin Belirlenmesi	150
3.2.4.6.	Sıcaklığa Bağlı Manyetizasyon Ölçümü ve Kritik Geçiş Sıcaklığı Özellikleri	153

3.2.4.7.	Manyetik Alana Bağlı Manyetizasyon Ölçümü	156
3.2.4.8.	Manyetik Alana Bağlı Kritik Akım Yoğunluğu Hesabı.....	160
3.2.4.9.	Manyetik Alana Bağlı Hacimsel Çivileme Kuvveti Hesabı.....	164
4.	SONUÇLAR.....	169
5.	ÖNERİLER.....	175
6.	KAYNAKLAR	177
ÖZGEÇMİŞ		

Doktora Tezi

ÖZET

Nd:YVO₄ DİYOT POMPALAMALI LAZER İLE RADYASYONA TABİ TUTULAN MgB₂
KÜLÇE SÜPERİLETKENLERİN YAPISAL VE MANYETİK ÖZELLİKLERİNİN
KARAKTERİZASYONU

Özge ERDEM

Karadeniz Teknik Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı
Danışman: Prof. Dr. Ekrem YANMAZ
2014, 192 Sayfa

Bu çalışmada, 200°C’de sıcak presleme ve devamında kapalı tüp içinde gerçekleştirilen tek adımda sinterleme yöntemi ile disk şeklinde MgB₂ örnekler üretildi. Sinterleme işlemi 650°C ve 850°C’lik iki farklı sıcaklıkta 3’er saat süreyle gerçekleştirildi. Üretilen MgB₂ örneklerin yapısal, elektriksel ve manyetik özellikleri üzerine lazer ışık radyasyonunun etkisini araştırmak için, MgB₂ örnekler Nd:YVO₄ diyot pompalı lazer ile radyasyona tabi tutuldu. 850°C’de üretilen örneklerin alt ve üst yüzeylerinde Nd:YVO₄ lazer ile farklı derinliklerde ve farklı yoğunluklarda nokta şekilli erimiş bölgeler oluşturuldu. Ayrıca, 650°C ve 850°C’lik iki farklı sıcaklıkta üretilen MgB₂ örneklerin birer yüzeyi, sürekli modda çalışan Nd:YVO₄ lazer ile tarandı. Radyasyona tabi tutulan örneklerin yapısal (XRD, optik mikroskop, eş odaklı lazer taramalı mikroskop, FESEM), elektriksel (R-T) ve manyetik (M-T, M-H) karakterizasyonları yapılarak, radyasyonun MgB₂ örneklerin süperiletkenlik performansı üzerine etkisi araştırıldı. Lazer ışık radyasyonunun tane boyutunu arttırdığı ve gözenekliliği azalttığı bulundu. Örnek yüzeylerinde oluşturulan erimiş bölge derinliği ve yoğunluğunun belli bir değeri için kritik akım yoğunluğu ve çivileme kuvvetinin arttığı görüldü. Ayrıca, radyasyon sonucu örneklerin çivileme mekanizmasının değiştiği de tespit edildi. Bu sonuçlardan, erimiş bölgelerde oluşan kusurların yapı içinde çivileme merkezi olarak davrandığı anlaşıldı. Radyasyon etkisinin farklı sıcaklıklarda sinterlenen örnekler için, örneklerin ilk faz yapısı, tane büyüklüğü ve yoğunluk gibi özelliklerine bağlı olduğu belirlendi.

Anahtar Kelimeler: MgB₂, Nd:YVO₄ lazer, , Kritik akım yoğunluğu, Üst kritik manyetik alan, Tersinmezlik alanı, Aktivasyon enerjisi, Çivileme kuvveti.

PhD. Thesis

SUMMARY

STRUCTURAL AND MAGNETIC CHARACTERISATIONS OF MgB₂ BULK
SUPERCONDUCTORS IRRADIATED BY Nd:YVO₄ DIODE PUMP LASER

Özge ERDEM

Karadeniz Technical University
The Graduate School of Natural and Applied Sciences
Physics Graduate Program
Supervisor: Prof. Ekrem YANMAZ
2014, 192 Pages

In this study, disk shaped MgB₂ samples were produced by hot pressing at 200°C and followed by sintering in a closed tube at two different temperatures of 650°C and 850°C for 3 h. The sintered samples were irradiated by Nd:YVO₄ diode pumped laser to investigate the effect of laser beam irradiation on the structural, electrical and magnetic properties of the MgB₂ samples. The dot shaped melted regions with different depths and densities were formed by Nd:YVO₄ laser on the upper and lower surfaces of the samples produced at 850°C. Also, one of the surfaces of the MgB₂ samples produced at 650°C and 850°C were scanned by Nd:YVO₄ laser working in continuous mode. The effect of irradiation on the superconducting performance of the MgB₂ samples was carried out via structural (XRD, optical microscope, confocal microscope, FESEM), electrical (R-T) and magnetic (M-T, M-H) measurements. It was found that the irradiation increased the grain size and decreased the porosity. It was observed that the critical current density and pinning force increased for a certain depth and density of the melted regions. Also, it was observed that the pinning mechanism of the samples changed after irradiation. It was concluded from these results that the defects formed on the melted regions serves as the pinning centres in the MgB₂ structure. It was determined that the effect of the irradiation depends on the properties of the samples sintered at different temperatures, such as initial phase composition, grain size and density.

Key Words: MgB₂, Nd:YVO₄ laser, Critical current density, Upper critical magnetic field, Irreversibility field, Activation energy, Pinning force.

ŞEKİLLER DİZİNİ

	<u>Sayfa No</u>
Şekil 1.1. Süperletkenliğin keşfinden günümüze kadar kritik sıcaklığın yıllara göre değişimi (Li, 2010).	3
Şekil 1.2. Mg'nin hekzagonal sıkı paket tabakaları tarafından ayrılmış grafit tipi B tabakaları içeren MgB ₂ 'nin kristal yapısı (Buzea ve Yamashita, 2001).	8
Şekil 1.3. (a) MgB ₂ 'nin kristal yapısı üzerinde, σ (tabaka içi band) ve π (tabaka arası band) badnlarının gösterimi (Schober vd., 2002). (b) MgB ₂ 'nin 4 K'de Fermi yüzeyindeki süperiletken enerji aralığı (Choi vd., 2002).	10
Şekil 1.4. (a) 1 atm, (b) 1 Torr, (c) 1 mTorr basınç altında Mg-B sisteminin sıcaklık-kompozisyon faz diyagramları. "Katı, Sıvı, Gaz" etiketleri sırasıyla Mg bakımından zengin katı, sıvı ve gaz fazlarını temsil etmektedir (Liu vd., 2001).	14
Şekil 1.5. 850°C' de Mg-B sisteminin basınç-kompozisyon faz diyagramı (Liu vd., 2001).	15
Şekil 1.6. $x_{Mg}/x_B \geq 1/2$, Mg:B atomik oranı için basınç-sıcaklık faz diyagramı (Liu vd., 2001).	15
Şekil 1.7. MgB ₂ sisteminde izotopların T _c üzerindeki etkisi (Buzea ve Yamashita, 2001).	17
Şekil 1.8. MgB ₂ 'nin kritik sıcaklığının uygulanan basınca bağlı değişimi (Buzea ve Yamashita, 2001).	20
Şekil 1.9. Sıfır basınçtaki normalize örgü parametrelerinin uygulanan basınca göre değişimi. İçteki grafik, düşük basınçtaki verileri daha geniş ölçeklendirme ile verir. Her bir yazar tarafından kullanılan basınç ortamları lejantta gösterildi (Buzea ve Yamashita, 2001).	21
Şekil 1.10. MgB ₂ 'nin kritik sıcaklığının birim hücre hacmine göre değişimi. Grafikteki veriler Şekil 1.8 ve Şekil 1.9'dan hesaplandı. Her bir yazar tarafından kullanılan basınç ortamları lejantta gösterildi (Buzea ve Yamashita, 2001). ...	22
Şekil 1.11. a ve c eksenleri boyunca normalize termal genleşme. İçteki şekiller B-B ile Mg-B bağlarını göstermektedir (Jorgensen vd., 2001).	23
Şekil 1.12. Kıvılcım-Plazma Sinterleme (SPS) mekanizması (Locci vd., 2006).	32
Şekil 1.13. Sıcak presleme fırınının şematik çizimi. 1: örnek, 2: piston, 3:alümina tüp, 4: ısıtıcı ve 5: termoçift (Shinohara vd., 2008).	36
Şekil 1.14. MgB ₂ külçe süperiletkenlerin uygulama alanları (Giunchi vd., 2011).	39
Şekil 1.15. ASG Superconductors şirketi tarafından MRI uygulamaları için geliştirilen (0,5 T) mıknatıs (Modica vd., 2007).	40
Şekil 1.16. Halka şeklinde ilave kalıcı mıknatıslar (PM) kullanılan yeni külçe-külçe süperiletken yataklamanın temel yapısı (Patel vd., 2012).	42

Şekil 1.17. Nd:YAG lazer sistemi (URL-1, 2014).	44
Şekil 1.18. Dört enerji düzeyi olan bir atomik sistemde, uyarılmış ışığa ile optik kazanç elde ederek lazer ışığı üretilmesi (URL-2, 2014).	45
Şekil 1.19. Yüksek şiddetli lazer pulsu malzeme yüzeyine düşürüldüğünde gerçekleşen (a) erime, (b) buharlaşma ve (c) plazma oluşum süreçlerinin şematik gösterimi (Akman, 2007).	56
Şekil 1.20. (a), (b). Seramik $PbTi_{1-x}Zr_xO_3$ (PZT) üzerinde XeCl-lazer radyasyonu ile oluşturulan iki farklı desenin SEM fotoğrafları (Eyett vd., 1987).	58
Şekil 1.21. Bölgesel KrF-lazer-indüklenmiş ablasyon ile polimid (PI) yüzeyinde oluşturulan olukların (holes) atomik kuvvet mikroskobu (AFM) ile ölçülen derinlik profili (Bäuerle vd., 2003).	58
Şekil 1.22. KrF lazer akısının fonksiyonu olarak (100) MgO altlık üzerine çökeltilen $YBa_2Cu_3O_7$ ince film üzerinde oluşturulan yüzey ablasyonu. Yüzey üzerindeki farklı lazer-demeti spot hacimleri (2ω) grafik üzerinde farklı şekillerle gösterilmiştir. Lazer ışık akısı $\phi < 0,04 \text{ Jcm}^{-2}$ için film üzerinde fark edilebilir bir iz oluşmamıştır (Heitz vd., 1990).	60
Şekil 1.23. 100 μm kalınlıklı çelik folyoda 780 nm dalga boylu Ti:Safir lazer radyasyonu ile oluşturulan oluğun (hole) SEM fotoğrafı. (a) $\tau=3,3 \text{ ns}$ ve $\phi=4,2 \text{ Jcm}^{-2}$ (b) $\tau=200 \text{ fs}$ ve $\phi=0,5 \text{ Jcm}^{-2}$ (Chichkov vd., 1996).	61
Şekil 1.24. Polimid (PI) malzemesinde oluşturulan ablasyon derinliğinin çeşitli I_0 şiddetli ve 302 nm puls süreli Ar^+ -puls lazerin puls uzunluğuna bağlılığı. Lineer interpolasyon düz çizgi ile gösterilmiştir (Bäuerle, 1996).	61
Şekil 1.25. Işığın malzemedan geçerken soğurulması (Goca, 1993).	65
Şekil 1.26. Belirli bir dalga boyu aralığında çeşitli malzemelerin optik soğurma derinlikleri (Lide, 2001).	66
Şekil 1.27. Lazerlerin Uygulama Alanları (Majumdar ve Manna, 2003).	69
Şekil 2.1. Presleme aşamasında kullanılan DC güç kaynağı, otomatik presleme aleti ve ısı ceketli presleme kalıbından oluşan presleme sistemi.	77
Şekil 2.2. (a) Örneklerin sinterlenmesi aşamasında kullanılan krom tüpler. Dış çapı 40 mm ve iç çapı 35 mm olan 65 cm uzunluğundaki büyük krom tüp (üstte) ile dış çapı 25 mm ve iç çapı 21 mm olan 130 mm uzunluğundaki küçük krom tüp (altta) (b) Örneklerin sinterlenmesinde kullanılan tüp fırın ve Ar tüpünden oluşan ısıl işlem sistemi.	78
Şekil 2.3. MgB_2 külçe örnek yüzeylerinin radyasyona tabi tutulmasında kullanılan Nd:YVO ₄ lazer sistemi ve bileşenleri. Otomatik konumlama sistemi, tek boyutta ($\pm x$ yönünde), lazer demeti yönlendirme sistemi ise iki boyutta ($\pm xy$ düzleminde) hareket eder.	80
Şekil 2.4. Diferansiyel Termal Analiz (DTA) aleti.	85
Şekil 2.5. Arshimed yoğunluk ölçüm düzeneği.	86
Şekil 2.6. Rigaku D/Max-III marka X-Işını difraktometresi.	87
Şekil 2.7. Zeiss Supra 55 marka alan yayınımlı taramalı elektron mikroskobu	89

Şekil 2.8.	Eş odaklı lazer taramalı mikroskobun temel düzeneği. Tarayıcı aynalar yardımıyla, lazer ışığı numuneyi boydan boya tarar. Flüoresans olayı sonucu oluşan ışık, dedektöre giden yol üzerindeki ekranda bulunan küçük delikten geçer (Semwogerere and Weeks, 2005).	90
Şekil 2.9.	SENSOFAR TS 140 marka eş odaklı lazer taramalı mikroskop.....	91
Şekil 2.10.	Dört nokta metodu ile direnç ölçüm sistemi.....	92
Şekil 2.11.	(a) Quantum Design PPMS sistemi (b) PPMS sistemindeki VSM modülünün sıvı azot ceketli sıvı helyum tankındaki konumları. Üst taraf gradiyometre, alt taraf ise algılama bobininin büyütülmüş halini göstermektedir (URL-8, 2014).	94
Şekil 3.1.	(a) MgB ₂ süperiletken örneğin başlangıç toz bileşiminden alınan DTA ve DTG eğrisi (b) Mg ve B toz karışımının XRD deseni. Mg ve MgB ₂ fazları sırasıyla + ve * sembolleri ile gösterildi.....	97
Şekil 3.2.	(a) 850R, (b) S20, (c) S26 ve (d) S28 örneklerinin X-ışını kırınım deseni. MgB ₂ ve MgO fazları sırasıyla * ve ■ sembolleri ile gösterildi.....	99
Şekil 3.3.	(a) S20, (b) S26 ve (c) S28 örneklerinin polarize optik mikroskop fotoğrafları	102
Şekil 3.4.	(a) S20, (b) S26 ve (c) S28 örneklerinin eş odaklı lazer taramalı mikroskop görüntüleri (solda) ve optik görüntüleme profilleri (sağda).	105
Şekil 3.5.	S20, S26 ve S28 örneklerinin FESEM görüntüleri.....	107
Şekil 3.6.	850R, S20, S26 ve S28 örneklerinin T = 20 - 45 K sıcaklık aralığında ve H = 100 Oe'lik alan şiddeti için manyetizasyon değerlerinin sıcaklığa göre değişimi.....	109
Şekil 3.7.	850R, S20, S26 ve S28 örneklerinin (a) T = 5 K ve (b) T = 20 K'de ölçülen manyetik alana bağlı manyetizasyon eğrileri	112
Şekil 3.8.	850R, S20, S26 ve S28 örneklerinin (a) T = 5 K ve (b) T = 20 K'de ölçülen manyetik alana bağlı kritik akım yoğunluğu eğrileri.....	115
Şekil 3.9.	850R, S20, S26 ve S28 örneklerinin (a) T = 5 K ve (b) T = 20 K'deki hacimsel çivileme kuvvetinin (F _p) manyetik alana bağlılığı.....	117
Şekil 3.10.	850R, S20, S26 ve S28 örneklerinin (a) T = 5 K ve (b) T = 20 K'deki çivileme kuvvet yoğunluklarının manyetik alana bağlılığı (f _p (b)).....	120
Şekil 3.11.	(a) 850R, (b) S25 ve (c) S100 örneklerinin X-ışını kırınım desenleri. MgB ₂ ve MgO fazları sırasıyla * ve ■ sembolleri ile gösterildi.	122
Şekil 3.12.	(a) S25 ve (b) S100 örneklerinin polarize optik mikroskop fotoğrafları	124
Şekil 3.13.	(a) S25 ve (b) S100 örneklerinin eş odaklı lazer taramalı mikroskop görüntüleri (solda) ve optik görüntüleme profilleri (sağda).	126
Şekil 3.14.	100X ve 5KX büyütme altında (a), (b) S25 ve (c), (d) S100 örneklerinin FESEM görüntüleri.....	127
Şekil 3.15.	850R, S25 ve S100 örneklerinin T = 20 - 45 K sıcaklık aralığında ve H = 100 Oe'lik alan şiddeti için manyetizasyon değerlerinin sıcaklığa göre değişimi. 128	

Şekil 3.16. 850R, S25 ve S100 örneklerinin (a) T = 5 K ve (b) T = 20 K’de ölçülen manyetik alana bağlı manyetizasyon eğrileri	131
Şekil 3.17. 850R, S25 ve S100 örneklerinin (a) T = 5 ve (b) T = 20 K’deki kritik akım yoğunluklarının manyetik alanla değişimi.....	133
Şekil 3.18. 850R, S25 ve S100 örneklerinin T = 5 K ve T = 20 K’deki hacimsel çivileme kuvvetinin (F_p) manyetik alana bağlılığı	135
Şekil 3.19. 850R, S25 ve S100 örneklerinin (a) T = 5 K ve (b) T = 20 K’deki çivileme kuvvet yoğunluklarının manyetik alana bağlılığı ($f_p(b)$)	137
Şekil 3.20. 650R ve 650L örneklerinin X-ışını kırınım desenleri. MgB ₂ , Mg ve MgO fazları sırasıyla *, + ve ■ sembolleri ile gösterildi	139
Şekil 3.21. 850R ve 850L örneklerinin X-ışını kırınım desenleri. MgB ₂ , Mg ve MgO fazları sırasıyla *, + ve ■ sembolleri ile gösterildi	140
Şekil 3.22. (a) 650R ve (b) 850R örneklerinin FESEM görüntüleri.....	142
Şekil 3.23. (a), (b) 650R ve (c), (d) 650L örneklerinin FESEM görüntüleri	142
Şekil 3.24. (a), (b) 850R ve (c), (d) 850L örneklerinin FESEM görüntüleri	143
Şekil 3.25. 650R ve 650L örneklerinin sıfır manyetik alanda direnç değerlerinin sıcaklığa göre değişimi	146
Şekil 3.26. 650R örneğinin ab-düzlemine (lazerli yüzeyine) dik olarak uygulanmış H = 0-15 kOe farklı manyetik alanlarda direncin sıcaklığa göre değişimi....	146
Şekil 3.27. 650L örneğinin ab-düzlemine (lazerli yüzeyine) dik olarak uygulanmış H = 0-15 kOe farklı manyetik alanlarda direncin sıcaklığa göre değişimi....	147
Şekil 3.28. 650R ve 650L örneklerinin presleme yüzeyine dik uygulanan manyetik alanlar için sıcaklığın fonksiyonu olarak üst kritik manyetik alanların H _{c2} (T) değişimi.....	149
Şekil 3.29. 650R ve 650L örneklerinin presleme yüzeyine dik uygulanan manyetik alanlar için sıcaklığın fonksiyonu olarak tersinmezlik alanlarının H _{irr} (T) değişimi.....	149
Şekil 3.30. (a) 650R ve (b) 650L örneklerinin presleme yüzeyine dik uygulanan manyetik alanlar için normalize edilmiş direncin Arrhenius grafikleri.....	152
Şekil 3.31. 650R ve 650L örneklerinin presleme yüzeyine dik uygulanan manyetik alanlar için akı akış aktivasyon enerjisinin manyetik alana göre değişimleri	153
Şekil 3.32. 650R ve 650L örneklerinin T = 20 - 45 K aralığı ve H = 100 Oe’lik alan şiddeti için manyetizasyon değerlerinin sıcaklığa göre değişimi	155
Şekil 3.33. 850R ve 850L örneklerinin T = 20 - 45 K aralığı ve H = 100 Oe’lik alan şiddeti için manyetizasyon değerlerinin sıcaklığa göre değişimi	155
Şekil 3.34. 650R ve 650L örneklerinin (a) T = 5 K, (b) T = 10 K ve (c) T = 15 K’de ölçülen M-H eğrileri	158
Şekil 3.35. 850R ve 850L örneklerinin (a) T = 5 K, (b) T = 10 K ve (c) T = 15 K’de ölçülen M-H eğrileri	159
Şekil 3.36. 650R ve 650L örneklerinin (a) T=5 K, (b) T=10 K ve (c) T=15 K’deki kritik akım yoğunluklarının manyetik alanla değişimi.....	162

- Şekil 3.37. 850R ve 850L örneklerinin (a) T=5 K, (b) T=10 K ve (c) T=15 K'deki kritik akım yoğunluklarının manyetik alanla değişimi..... 163
- Şekil 3.38. 650R ve 650L örneklerinin T = 5, 10 ve 15 K'deki hacimsel çivileme kuvvetinin (F_p) manyetik alana bağlılığı 165
- Şekil 3.39. 850R ve 850L örneklerinin T = 5, 10 ve 15 K'deki hacimsel çivileme kuvvetinin (F_p) manyetik alana bağlılığı 166
- Şekil 3.40. 650R, 650L, 850R ve 850L örneklerinin (a) T = 5 K, (b) 10 K, (c) 15 K'deki çivileme kuvvet yoğunluklarının manyetik alana bağlılığı ($f_p(b)$)..... 168

TABLolar DİZİNİ

	<u>Sayfa No</u>
Tablo 1.1. MgB ₂ 'nin T _c değeri diğer bor alaşımlarının T _c değeri ile kıyaslanması (Nagamatsu vd., 2001; Gasparov vd., 2001).	11
Tablo 1.2. Külçe, yönlendirilmiş tozlar ve ince filmler üzerinde yapılmış deneylerden alınan üst kritik alan ve koherens uzunluğunun anizotropi değeri (Buzea ve Yamashita, 2001)	18
Tablo 1.3. MgB ₂ 'nin süperiletkenlik parametreleri (Buzea ve Yamashita, 2001).	24
Tablo 1.4. Nd:YVO ₄ lazerin bazı özellikleri (URL-6, 2013).	53
Tablo 2.1. 850°C'de üretilen diskten kesilerek S20, S26 ve S28 olarak adlandırılan örnekler üzerine uygulanan lazer parametreleri	81
Tablo 2.2. 850°C'de üretilen diskten kesilerek S25 ve S100 olarak adlandırılan örnekler üzerine uygulanan lazer parametreleri	82
Tablo 2.3. 650 ve 850°C'de üretilen disklerden kesilerek 650L ve 850L olarak adlandırılan örnekler sürekli moda çalışan Nd:YVO ₄ lazer ile uygulanan lazer parametreleri	84
Tablo 3.1. 850R, S20, S26 ve S28 örneklerinin a ve c örgü parametreleri ile FWHM değeri	100
Tablo 3.2. 850R, S20, S26 ve S28 örneklerinin kritik geçiş sıcaklığı değeri	109
Tablo 3.3. 850R, S20, S26 ve S28 örneklerinin sıcaklığa ve manyetik alana bağlı kritik akım yoğunluğu ve hacimsel çivileme kuvveti değeri	116
Tablo 3.4. 850R, S25 ve S100 örneklerinin örgü parametreleri ile FWHM değeri	123
Tablo 3.5. 850R, S25 ve S100 örneklerinin kritik geçiş sıcaklığı değeri	129
Tablo 3.6. 850R, S25 ve S100 örneklerinin sıcaklığa ve manyetik alana bağlı kritik akım yoğunluğu ve hacimsel çivileme kuvveti değeri	134
Tablo 3.7. 650R ve 650L örneklerinin normalize direnç eğrilerinden belirlenen T _{c,başlangıç} , T _{c,sıfır} ve ΔT _c değeri	145
Tablo 3.8. 650R, 650L, 850R ve 850L örneklerinin kritik geçiş sıcaklığı değeri	156
Tablo 3.9. 650R, 650L, 850R ve 850L örneklerinin sıcaklığa ve manyetik alana bağlı kritik akım yoğunluğu ve hacimsel çivileme kuvveti değeri	164

SEMBOLLER DİZİNİ

- a, b, c : Örgü parametreleri
AC : Alternatif akım
B : Manyetik indüksiyon (manyetik akı yoğunluğu)
C : Isı kapasitesi (ısı sığası)
c : Özgül ısı
C_p : Sabit basınçtaki ısı kapasitesi
D : Isısal nüfuz etme derinliği
DC : Doğru akım
E_{2g} : Yüksek enerjili bir optik fonon kipi
E_F : Fermi enerjisi
F_p : Akı çivileme kuvveti
f_p(b) : Akı çivileme kuvvet yoğunluğu
H : Dış manyetik alan
H_c : Kritik manyetik alan
H_{c2} : Üst kritik manyetik alan
H_{c2}^{//ab}(T): T sıcaklığında ab-düzlemine paralel üst kritik manyetik alan
H_{c2}^{//c}(T): T sıcaklığında c-eksenine paralel üst kritik manyetik alan
HIP : Sıcak izostatik presleme
H_{irr} : Tersinmezlik alanı
HP : Yüksek basınçta sinterleme
HTS : Yüksek sıcaklık süperiletkenleri
I₀ : Gelen ışığın şiddeti
I_c : Kritik akım
J_c(B) : Manyetik alana bağlı kritik akım yoğunluğu
k : Sönüm katsayısı
k_B : Boltzman sabiti
M : Manyetizasyon
n : Işığın içinden geçtiği ortamın kırıcılık indisi
N(E_F) : Fermi düzeyindeki elektron durum yoğunluğu
n_s : Taşıyıcı yoğunluğu

PPMS	: Fiziksel özellik ölçüm sistemi
R	: Yansıma katsayısı
R_H	: Hall katsayısı
RRR	: Artık direnç oranı
SQUID	: Süperiletken kuantum girişim cihazı
TAFF	: Termal olarak uyarılmış akı akışı
T_c	: Kritik sıcaklık
t_l	: Isısal zaman sabiti
U_0	: Aktivasyon enerjisi
ν	: Puls başına ortalama ablasyon hızı
VSM	: Titreşim örnekleme manyetometre
w	: Spot yarıçapı
W_A	: Ablasyon oranı
ZFC	: Manyetik alan uygulanmaksızın soğutma
α	: İzotop katsayısı
γ	: Anizotropi değeri
δ	: Optik nüfuz etme ya da soğurma derinliği
Δh	: Ablasyona uğrayan tabaka kalınlığı
Θ_D	: Debye Sıcaklığı
κ	: Isıl iletkenlik katsayısı
λ	: Girme derinliği
ξ	: Koherens (uyum) uzunluğu
ξ_0	: Öz (intrinsic) koherens uzunluğu
$\xi_{ab}(T)$: T sıcaklığındaki ab düzlemi boyunca koherens uzunluğu
$\xi_c(T)$: T sıcaklığındaki c eksenine boyunca koherens uzunluğu
ρ	: Özdirenç
σ	: Elektriksel iletkenlik
τ_{puls}	: Puls genişliği
τ_s	: Puls süresi
ϕ	: Lazer ışık akısı
Φ_0	: Akı kuantumu
ϕ_{th}	: Lazer ışık akısı eşik değeri
ΔT_c	: Süperiletkenliğe geçiş sıcaklık aralığı

$\Delta(0)$: Mutlak sıfır sıcaklığındaki enerji aralığı

$2w$: Spot hacmi

1. GENEL BİLGİLER

1.1. Giriş

Süperiletkenlik, geçiş sıcaklığı altında sıfır direnç gösteren kusursuz diyamanyetik malzemelerle ilgili katıhal fiziğinin bir dalıdır. Süperiletkenlik tarihi, 1908 yılında Hollanda'nın Leiden Üniversitesinde Danimarkalı fizikçi Heike Kammerling Onnes'in kaynama sıcaklığı 4,2 K olan helyumu sıvılaştırması ile başlar. Onnes'in, 1911 yılında sıvılaştırılmış helyum gazını kullanarak soğuttuğu metalik cıvanın elektriksel direncini ölçümü sırasında (Onnes,1911), sonlu bir sıcaklık değerinde cıva direncinin $120 \mu\Omega$ 'dan $3 \mu\Omega$ 'a ani düşüşünü gözlemlemesi, asırlık bir buluş olan süperiletkenlik kavramını ortaya çıkardı. Böylece, belli bir sıcaklık değerinin altında direnç göstermeyen malzemeler süperiletken olarak adlandırıldı. Direncin sıfır olduğu sıcaklık değerine ise kritik sıcaklık (T_c) dendi.

Süperiletkenliğin keşfinden sonra bu alandaki çalışmalar önemli bir yoğunluk kazandı. Yapılan çalışmaların çoğu, süperiletkenlik mekanizmasının anlaşılmasına yönelikti. 1933 yılında W.Meissner ve R. Ochsenfeld'in süperiletkenlerin manyetik özelliklerini incelemeleri sırasında, manyetik alan altında soğutulan bir süperiletken malzemenin kritik sıcaklık değerinin altındaki sıcaklıklarda manyetik akıyı dışarıladığını gözlemlemeleri (Meissner ve Ochsenfeld, 1933) süperiletkenlik alanındaki ikinci büyük gelişmedir. Bu olay, mükemmel diyamanyetizmaya iyi bir örnektir ve Meissner olayı olarak bilinir. Bu olay, süperiletken malzemelerde kritik manyetik alan (H_c) kavramını ortaya koyar.

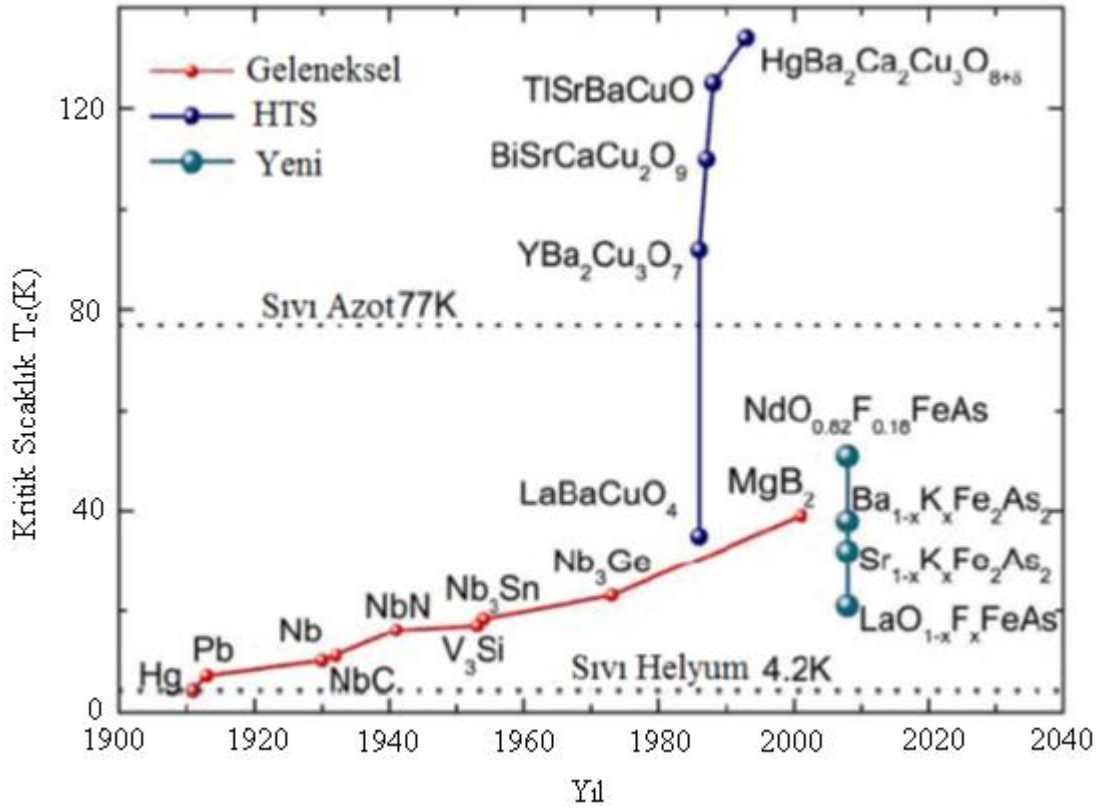
Süperiletkenliğin elektrodinamik özelliklerini açıklayan ilk makroskobik teori London teorisidir. 1935 yılında London kardeşler, bu teori ile süperiletkenliğin temel özelliği olan diyamanyetizma ve sıfır direnç özelliğini Maxwell denklemlerine dayandırarak açıkladılar. Manyetik akının süperiletken malzemeye girebileceğini ve girme derinliği (λ) kavramını ortaya koydular (London ve London, 1935). Süperiletkenliğin ikinci makroskobik teorisi, 1950 yılında Ginzburg ve Landou tarafından ortaya atılan ve süperiletken hal ile normal hal arasında bir düzen parametresinin varlığını kabul eden Ginzburg-Landou teorisidir (Ginzburg ve Kirznits, 1982). Bu teori, bir düzen parametresi yardımıyla süperiletkenlerin elektrodinamik denklemlerini ortaya koyar (Tinkham, 1996)

ve süperiletkenliğin makroskobik bir kuantum durumu olduğunu ileri sürer. Aynı yıllarda yapılan teorik ve deneysel pek çok çalışma, süperiletkenlik geçiş sıcaklığının, ortalama izotropik kütlelenin artmasıyla düştüğünü gösterdi. İzotop olayı olarak bilinen bu gözlem, örgü hareketlerinin süperiletkenlik mekanizmasında önemli bir rol oynadığını göstermekle birlikte elektron-fonon etkileşme mekanizmasının varlığını da ortaya koydu.

Süperiletkenlik teorisi mikroskobik anlamda 1957 yılında John Bardeen, Leon Cooper ve J. Robert Schrieffer tarafından açıklandı (Bardeen vd., 1957). BCS teorisi olarak bilinen bu teorinin ana teması, iki elektron arasındaki çekici potansiyelin ortaya çıkmasına neden olan zayıf bir elektron-fonon etkileşmesidir ve bu etkileşim sırasında ‘cooper çiftleri’ olarak bilinen bağlı bir durum oluşur. 1962 yılında ise, Bean tarafından, bir süperiletkenin, süperiletkenlik özelliğini kaybetmeden önceki kritik akım yoğunluğunun, alınganlık ve manyetizasyon eğrilerinden elde edilebileceği gösterildi (Bean, 1962).

Süperiletkenlik alanı, 1986 yılında Bednordz ve Müller tarafından yüksek kritik sıcaklık değeri gösteren La-Ba-Cu-O seramik süperiletkeninin ($T_c = 30$ K) (Bednordz ve Müller, 1986) ve 1987 yılında Wu ve arkadaşları tarafından 92 K geçiş sıcaklığı olan $YBa_2Cu_3O_{7.8}$ seramik süperiletkeninin (Wu vd., 1987) keşfi ile daha geniş kitleler tarafından araştırılmaya başlandı ve katıhal fiziği alanındaki en popüler konulardan biri oldu. Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin keşfi ile süperiletken malzemeleri soğutmak için sıvı helyum gibi pahalı bir soğutucu yerine daha ucuz olan sıvı azot sisteminin kullanılmaya başlanması bu alandaki çalışmalara ivme kazandırdı. Aynı yıllarda, 110 K geçiş sıcaklığı olan $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ ile 125 K geçiş sıcaklığı olan $Tl_2Ba_2Ca_2Cu_3O_{10}$ seramik süperiletkenleri bulundu. 1993 yılında keşfedilen ve geçiş sıcaklığı atmosfer basıncında 133 K (yüksek basınç altında yaklaşık 164 K) olan Hg-Ba-Ca-Cu-O süperiletken sistemi, günümüzde en yüksek geçiş sıcaklığına sahip sistemdir (Gao vd., 1994).

Süperiletkenlik tarihindeki en yakın gelişmeler, 2001 yılında Jun Akimitsu ve ekibi tarafından 39 K geçiş sıcaklığına sahip MgB_2 metalik alaşımında süperiletkenliğin keşfi (Akimitsu, 2001) ile 2008 yılında Hideo Hosono ve ekibi tarafından La-O-F-Fe-As ($T_c = 26$ K) süperiletken ailesinin keşfidir (Kamihara vd., 2008). Şekil 1.1, farklı geçiş sıcaklığına sahip süperiletken malzemelerin keşfinden günümüze kadar kritik sıcaklıkta meydana gelen değişimi yıllara göre vermektedir (Li, 2010).



Şekil 1.1. Süperiletkenliğin keşfinden günümüze kadar kritik sıcaklığın yıllara göre değişimi (Li, 2010).

MgB_2 , yaklaşık 1950’li yıllardan beri bilinen ikili metalik bir alaşımdır. 10 Ocak 2001 yılında Japonya’nın Sendai kentinde düzenlenen “Symposium on Transition on Metal Oxides” kongresinde MgB_2 ’de süperiletkenliğin keşfedilmesi (Akimitsu, 2001; Nagamatsu vd.,2001) katıhal fiziğinde büyük bir heyecan uyandırdı. MgB_2 bileşiğinin, basit hekzagonal bir yapıya sahip olması ve kritik sıcaklığının (39 K) intermetalik bileşikler içinde şimdiye kadar bilinen en yüksek değere sahip olması süperiletkenlik alanındaki ilginin bakır oksit içermeyen ve bor içeren bileşikler üzerine yoğunlaşmasını sağladı. MgB_2 ’nin keşfine kadar BCS tipi olarak bilinen veya bakır oksit içermeyen süperiletkenlerde geçiş sıcaklığının limiti Nb_3Ge bileşiğinde $T_c = 23$ K idi.

100 K’nin üzerinde geçiş sıcaklığı gösteren pek çok yüksek sıcaklık süperiletkeni olmasına rağmen MgB_2 gibi basit bir yapıya sahip bir bileşikte gözlenen süperiletkenliğin yoğun ilgi görmesinin nedenleri aşağıda verilen özelliklerle açıklanabilir;

- MgB_2 bileşiğinin geçiş sıcaklığı, intermetalik süperiletkenlerdeki en yüksek geçiş sıcaklığı değerinin yaklaşık iki katıdır (Nb_3Ge , $T_c = 23$ K) ve düşük sıcaklık

süperiletkenleri içinde en yüksek geçiş sıcaklığına sahiptir (Buzea ve Yamashita, 2001). Yüksek geçiş sıcaklığının nedeni ise, bor atomlarının düşük kütlesidir.

- MgB_2 , iki elementten yani magnezyum ve bordan meydana gelir. Yüksek sıcaklık süperiletkenlerine (HTS) göre oldukça az sayıda elemente sahip olması basit bir yapısının olmasını sağlar. Bu özellik MgB_2 süperiletkeninin, HTS'lere kıyasla, daha kolay ve ucuza sentezlenmesini sağlar. Ayrıca doğal kaynaklardan kolayca elde edilir. MgB_2 'nin sabit bir bileşim ve yapıya sahip olması, süperiletkenliğe geçiş sıcaklığının çokça değişimini engeller. İnce film ve tel şeklindeki üretimler için de uygun bir süperiletkendir.
- MgB_2 , yüksek T_c gösteren bakır oksit ailelerinin performansını sınırlayan zayıf bağ (weak-link) yapısı içermez (Buzea ve Yamashita, 2001; Balamurugan vd., 2004; Liu vd., 2003; Caplin, vd., 2004). Ayrıca MgB_2 'de hızlı akı sürüklenmesinin de olmadığı yapılan çalışmalar ile ortaya konmuştur (Thompson vd., 2001). Böylece, HTS'lerin aksine MgB_2 'de J_c , zayıf bağ etkileri olmadan akı çivileme (flux pinning) özellikleri ile belirlenir.
- MgB_2 , HTS'lerden daha düşük anizotropiye (γ) sahiptir (Buzea ve Yamashita, 2001). Bu durum MgB_2 'nin manyetik alan davranışını ve akım taşıma kapasitesini etkiler.
- MgB_2 , bakır temelli süperiletkenlerden daha uzun koherens (uyum) uzunluğuna (ξ) sahiptir (Zhu vd., 2001). Bu durum, MgB_2 'nin eklem (junction) uygulamaları için kullanılabilirliğini artırır.
- MgB_2 süperiletkeni, diğer bazı süperiletkenlere (Nb_3Ge , Nb_3Sn , $LaBaCuO$, $YBaCuO$ vb.) göre süper akımları daha iyi taşıdığından dolayı yüksek kritik akım yoğunluğuna sahiptir. MgB_2 'de, güçlü bir şekilde bağlı tane sınırları ve akı merkezleri ile belirlenebilen akım yoğunluğu bakır tabanlı süperiletkenlere benzemez (Zhu ve Volkov, 2001). MgB_2 düşük sıcaklıklarda yüksek kritik akım yoğunluğu (J_c) ve yüksek tuzaklanmış manyetik alan (H_c) gösterir. (Buzea ve Yamashita, 2001).

Yukarıda sayılan özelliklerin yanında, MgB_2 bileşiği çok güçlü higroskopik davranış sergilemesi nedeniyle oda sıcaklığında bile $Mg(OH)_2$, $MgCO_3$ ve B_2O_3 oksitlerine dönüşebilir (Sen vd., 2002). Bu durum, basit bir yapıya sahip olan MgB_2 süperiletkeninin üretimini zorlaştırır. MgB_2 bileşiği kullanılarak yapılacak uygulamalarda oksitlenmeyi önlemek ve malzemenin kararlılığını korumak için, süperiletkenin uygun koruyucu bir tabaka ile kaplanması gerekir (Dou vd., 2001).

MgB₂ bileşiğinde süperiletkenliğin keşfi ve bu bileşiğin diğer süperiletkenlerden ayrılan pek çok özelliği nedeniyle, süperiletkenlik alanında oksit tabanlı süperiletkenlere yönelmiş olan ilgi, yeniden basit yapıdaki alaşım ve bileşik sistemlerine yöneldi. MgB₂ süperiletkeninin keşfi ile 2010 yılında birkaç ay içinde 1000'e yakın çalışma yapıldı. Bu çalışmalarda MgB₂ özellikle külçe, ince film, tek kristal, tel ve şerit olarak incelendi. Ayrıca MgB₂ bileşiğinde izotop etkisi ve Hall olayı, ölçümleri, kritik akım yoğunluğu ve manyetik alan ilişkisi, termodinamik özellikler, mikrodalga ve tünelleme özellikleri ile elektronik ve manyetik özelliklerin sıcaklık ve frekans bağımlılıkları da araştırıldı.

MgB₂ süperiletkeninde kritik akım yoğunluğunun, manyetik alana ve sıcaklığa bağlılığı, yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin aksine, zayıf bağ etkisiyle (weak-link effect) değil akı çivileme özellikleriyle tanımlanır. MgB₂'de akı çivileme özelliği manyetik alana oldukça bağlıdır (Buzea ve Yamashita, 2001). Düşük manyetik alanlarda katkılama yapılmamış MgB₂'nin kritik akım yoğunluğu yüksek olmasına rağmen çivileme merkezlerinin (pinning centers) eksikliği ve düşük üst kritik manyetik alan (H_{c2}) nedeniyle, artan manyetik alanla kritik akım yoğunluğu hızlı bir şekilde düşer. MgB₂'nin pratik uygulamalardaki tercih edilebilirliğini arttırmak için manyetik alan altındaki kritik akım yoğunluğu değerinin iyileştirilmesi gerekir. Kritik akım yoğunluğunun artması, tane iletkenliğinin, çivileme kuvvetinin ve üst kritik manyetik alanın artmasını sağlar (Sandu vd., 2011).

MgB₂ süperiletkeninin keşfinden günümüze kadar yapılan pek çok çalışma, MgB₂'de üst kritik manyetik alan, tersinmezlik alanı (H_{irr}) ve manyetik alana bağlı kritik akım yoğunluğu ($J_c(B)$, $B = \mu_0 H$) gibi parametreleri iyileştirmeye yöneliktir. Bunun için en etkili yollardan biri, MgB₂'ye kimyasal katkı yapmaktır. Çalışmalar, MgB₂'nin koherens uzunluğu mertebesinde büyüklüğe sahip katkı maddesi ile MgB₂ içerisine akı çivileme merkezleri yerleştirmenin mümkün olduğunu gösterir (Vajpayee vd., 2008). MgB₂'ye günümüze kadar başta C (Yeoh vd., 2007; Katsura vd., 2007; Cheng vd., 2003) ve SiC (Wang vd., 2004; Gozzelino vd., 2007; Zhang Xion Ping vd., 2007; Dou, S. X. vd., 2002) olmak üzere pek çok katkı yapılmıştır. MgB₂'nin süperiletkenlik özelliklerini, üretim koşullarını değiştirerek de iyileştirmek mümkündür. Mekanik alaşımlama (Gümbel vd., 2003) ve yüksek sıcaklıkta izostatik presleme (HIP) (Serquis vd., 2002) gibi yöntemlerle MgB₂ tane boyutunun azaltılması ile tane sınırı yoğunluğunun artırılması, yapı içinde akı çivileme merkezleri olarak davranan dislokasyonların oluşturulması, Mg'un yüksek buharlaşma özelliğinden kaynaklanan gözenekli yapının ortadan kaldırılması ile taneler

arası bağların iyileştirilmesi ve yapıda tane sınırlarında birikmiş halde bulunan MgO fazının MgB₂ matriksi içine yayılması ile daha fazla dislokasyon oluşturulması mümkündür. Böylece MgB₂'nin süperiletkenlik performansının iyileştirilebildiği bilinmektedir. MgB₂'de stokiyometri kaymaları da süperiletkenliği etkileyen önemli bir faktördür. Serquis ve arkadaşları (2001), MgB₂'de Mg eksikliği ile örgü zorlanması ve T_c arasında lineer bir ilişkinin olduğunu rapor etmiştir.

Proton, elektron, nötron ve gama radyasyonu da MgB₂'nin süperiletkenlik özelliklerinin arttırmak için kullanılan yöntemlerden biridir. Yüksek enerjili parçacıklarla MgB₂'nin radyasyona tabi tutulması ile yapıda nanometre boyutunda amorf kusurların oluşması (Martinelli vd., 2008), yapıdaki MgO fazının MgB₂ taneleri arasına göç etmesi ile taneler arası bağların kuvvetlenmesi (Obaidat vd., 2009) ve taneler içinde oksijen ile ilgili kusurların oluşması (Obaidat vd., 2009) gibi etkilerin kritik akım yoğunluğunu arttırdığı bilinmektedir. Radyasyon sonucu yapı içinde indüklenen ve çivileme merkezi olarak davranan hareketli kusurların ve süperiletken taneler arasında daha güçlü oluşan Josephson akım yolunun da kritik akım yoğunluğunu iyileştirdiği bulunmuştur.

Radyasyonun fiziksel mekanizması oldukça basittir; süperiletken malzeme içinden geçen yüksek enerjili parçacıklar, atomları denge örgü konumlarından oynatarak örgü içinde çeşitli nokta kusurların (boşluklar (vacancies) ve ara atom (interstitial) yerleşimleri gibi) oluşmasına neden olurlar (Verdin vd., 2007). Böylece, MgB₂'de önemli derecede kusur yoğunluğu oluşturularak çivileme merkezi sayısı artırılır. Lazerlerin süperiletken malzemelere uygulanması ile süperiletken yapısında yukarıda belirtilen etkilerin oluşturulması mümkündür. Çeşitli lazerler (CO₂, Nd, yakut lazer) kullanılarak yüksek sıcaklık süperiletken tabletlerin radyasyona tabi tutulması ile yoğunluğun artırılabilirdiği ve 2,5-3 kez daha büyük J_c elde edildiği rapor edilmiştir (Luticiv vd., 2002). Yine lazer kullanılarak yüksek sıcaklık süperiletkenlerinde yapısal parametreler ve kritik sıcaklık önemli oranda değiştirilmeden, manyetik ve transport kritik akım yoğunluğu artırılabilmiştir (Roul, 1993). Literatürde lazerlerin HTS'lere ve MgB₂ ince filmine uygulanması ile ilgili pek çok çalışma yer almasına rağmen külçe haline uygulanması ile ilgili herhangi bir çalışma bulunmamaktadır.

Bu tez çalışmasında, Nd:YVO₄ lazer ile radyasyona tabi tutulan MgB₂ külçe süperiletkenlerde gerçekleşen yapısal, elektriksel ve manyetik değişimlerin belirlenmesi amaçlandı. Bu amaç için, disk şeklinde MgB₂ süperiletken örnekler üretildi. MgB₂ örnek yüzeylerinde lazer yardımıyla farklı yoğunluk ve derinliklere sahip noktasal şekilli ve

homojen dağılımlı erimiş bölgeler oluşturuldu. Erimiş bölge derinliği ve yoğunluğu ile erimiş bölgelerde oluşan yapısal değişimin MgB_2 örneklerin süperiletkenlik özellikleri üzerine etkisi incelendi. Ayrıca lazer ışık radyasyonunun farklı sinterleme sıcaklıklarında üretilen MgB_2 örnekler üzerindeki etkisi de araştırıldı. Böylece, MgB_2 örneklerin süperiletkenlik performansını arttıran uygun lazer parametreleri ve lazer işlemleri belirlenmeye çalışıldı.

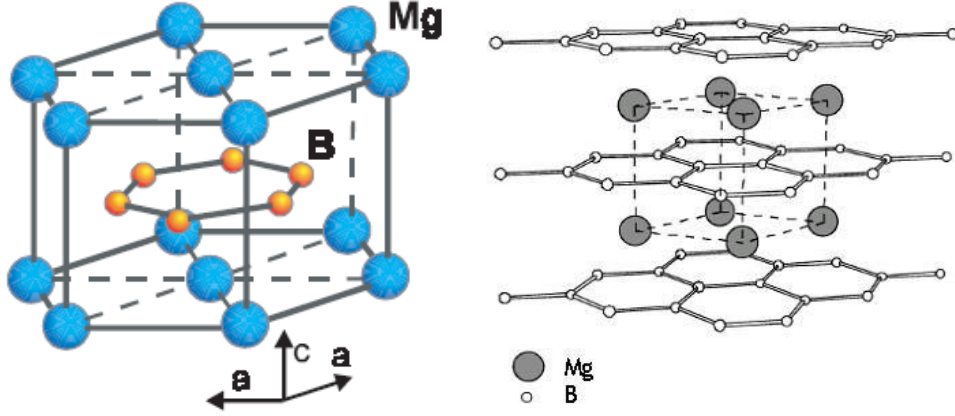
1.2. MgB_2 Süperiletken Sistemi

1.2.1. Kristal Yapısı

MgB_2 ikili bileşiğinin kristal yapısı ilk kez 1953 yılında, nikel filtreli CuK_{α} ışınımlı X-Işınları difraktometresi (XRD) kullanılarak analiz edilmiştir (Jones ve Marsh, 1954). MgB_2 , boratlar arasında yaygın olan AlB_2 tipinde basit hegzagonal bir yapıya sahiptir, $P6/mmm$ uzay grubunda ve $6/mmm$ Laue simetri sınıfında yer alır. Hidrostatik basınç gibi herhangi bir dışsal kuvvetin etkisi altında olmayan MgB_2 bileşiğinde, a örgü parametresi 3,083 Å ile 3,086 Å arasında değişir (Jones ve Marsh, 1954; Jorgensen vd., 2001; Mori vd., 2002; Tsirelson vd., 2003). Buna karşılık c örgü parametresi genellikle aynı değerde kalır. Oda sıcaklığında $c=3,524$ Å'dır. Kayma doğrultuları (slip directions), ab düzleminde genellikle $[\bar{1}\bar{1}0]$, $[2\bar{1}0]$, $[\bar{1}20]$ 'dır. Mg ve B atomları için (x,y,z) kesirsel koordinatları ise, sırasıyla (000) 1a bölgesi ve (1/3, 2/3, 1/2) 2d bölgesidir (Mori vd, 2002; Tsirelson vd., 2003; Kazakov vd., 2005).

MgB_2 bileşiğinin yapısı Şekil 1.2'de gösterildiği gibi, iyonize olmuş Mg^{2+} iyonlarının oluşturduğu altıgen sıkı paket tabakalar tarafından ayrılmış grafit tipi (petek benzeri) B tabakalarından oluşur (Buzea ve Yamashita, 2001). MgB_2 'deki bu B tabakaları, grafitteki hegzagonal C tabakalarına benzer (King, 2002). Şekilden görüldüğü gibi Mg atomları altıgen şekilde biçimlenmiş B yüzeylerinin merkezine yerleşir ve yapının köşeleri ile alt ve üst yüzey merkezlerinde bulunur. B atomları ise yapının hacim merkezinde düzlemsel bir yapıya sahiptir. Mg atomları, elektronlarını bor düzlemlerine vererek B atomları ile üç boyutlu π iyonik bağlarını (tabakalar arası zayıf band) oluşturur. B tabakaları ise sp^2 hibrit orbitalleri oluşturur ve kendi aralarında anizotropik olan iki boyutlu σ kovalent bağını (tabaka içi güçlü band) oluşturur (Buzea ve Yamashita, 2001). Bağ uzunluk değerleri; Mg-B bağı için 0,25017 nm, B-B bağı için 0,17790 nm ve Mg-Mg

için 0,3086 nm'dir (Xu vd., 2004 (a)). MgB_2 grafitte benzer şekilde B-B düzlemlerinde kuvvetli bir anizotropi gösterir. Bor düzlemleri arasındaki mesafe, B düzleminde B-B arasındaki mesafeden daha uzundur. Bu nedenle, metalik B tabakaları MgB_2 'nin süperiletkenliğinde önemli bir rol oynar (Buzea ve Yamashita, 2001).



Şekil 1.2. Mg'nin hekzagonal sıkı paket tabakaları tarafından ayrılmış grafit tipi B tabakaları içeren MgB_2 'nin kristal yapısı (Buzea ve Yamashita, 2001).

1.2.2. Band Yapısı ve Fermi Yüzeyi

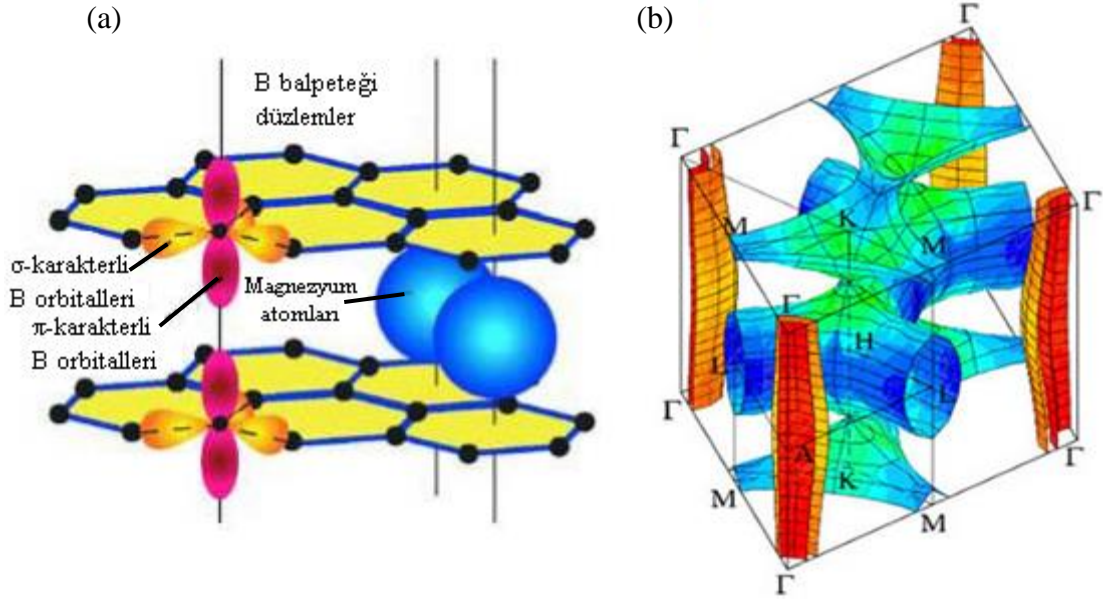
MgB_2 süperiletkeninde iki farklı enerji aralığı (2,3 meV ve 7,1 meV) vardır (Iavarone vd., 2002). Bu iki aralık, yük yoğunluklarındaki farklı simetriler nedeniyle aralarında son derece küçük bandlar arası safsızlık saçılmasına sahip iki bandın (bor elektronlarının σ ve π bandları) varlığı sonucu oluşur (Mazin vd., 2002). Fermi seviyesini (E_F) kesen bu bandlar iki farklı karakter sergiler. MgB_2 'de band yapısı hesaplamaları, Fermi seviyesindeki bandların esasen tamamen iyonize olmuş Mg atomları nedeniyle B orbitallerinden kaynaklandığını ve dört tane iletkenlik bandı olduğunu gösterir. Bunlardan iki tanesi, borun σ bağıyla bağlı $2s/2p_{x,y}$ orbitallerinden kaynaklanan σ bandları, diğer ikisi π bağı ve zıt-bağı $2p_z$ orbitallerinden kaynaklanan π bandlarıdır (An ve Pickett, 2001; Kortus vd., 2001). Şekil 1.3 (a), MgB_2 bağ yapısının detaylarını gösterir. Şekilden görüldüğü gibi σ bandı, B-B bağı boyunca yönelmiş iki bor atomunun sp^2 hibrid orbitalleri arasındaki kovalent bağlardan oluşur, π bandı ise, borun p_z orbitalleri ile magnezyumun s orbitallerinin üst üste gelmesiyle oluşur. Mg, dış yörüngesindeki iki elektronunu, iki komşu B atomlarının boş olan p_z orbitallerine yani her bir π bandına vererek iyonize olur. Böylece Mg atomları elektron, B atomları ise delik kaynağı gibi davranır. Mg zıt iyonlarından bor

tabakalarına doğru gerçekleşen bu elektron transferi, bor tabakaları üzerindeki negatif yükü kontrol eder. Mg^{+2} iyonlarının çekici potansiyeli, bir p_z elektronu tarafından σ bandındaki elektronlardan çok daha güçlü hissedilir. Böylece π bandının enerjisi düşer ve elektronlar σ bandından π bandına geçer. Bu durumda σ bandında delikler (hole) oluşur ve iki boyutlu özellik gösteren bu delikler bor düzlemlerine yerleşirler. Böylece, π bandı üzerindeki elektronlar ve delikler tüm kristal üzerine delokalize olur (Mijatovic, 2004(a)). Bunun sonucunda, iki boyutlu (2D) ve silindirik şekilli olan lokalize σ bandları iki delik (hole) tipi, üç boyutlu (3D) ve tünel biçimindeki π bandları ise bir elektron tipi ve bir delik tipi özellik gösterir (Mazin ve Antropov, 2003). MgB_2 için Hall katsayısı (R_H), yüksek sıcaklık süperiletkenlerine benzer olarak pozitif bir değerdir. Bu durum, MgB_2 yapısı içinde yükün delikler tarafından taşındığını gösterir.

MgB_2 'nin iki bandlı yapısı, bu bileşiğin süperiletkenlik özellikleri açısından bir avantajdır. Tek bandlı düşük sıcaklık süperiletkenlerinde, 0 K sıcaklıktaki üst kritik manyetik alan ($H_{c2}(0)$) değerindeki bir artış, örgü taşıyıcılarının örgü yapısı içindeki safsızlıklardan saçılması ile tahmin edilir. Yük saçılması, koherens uzunluğunu azaltarak $H_{c2}(0)$ değerinin artmasını sağlar. İki bandlı bir süperiletken olan MgB_2 ise, farklı saçılma oranları ile üç farklı saçılma kanalına sahiptir. Bunlar σ ve π bandları içindeki band-içi saçılmalar ile σ ve π bandları arasındaki band-arası saçılmalardır. Bu band içi ve bandlar arası saçılma oranlarının ayarlanması, NbTi ve Nb₃Sn süperiletkenlerine kıyasla, MgB_2 'de çok daha yüksek üst kritik alan değerlerinin elde edilmesini sağlar (Vinod, 2010).

Bor düzlemleri içinde oluşan iki boyutlu σ bandlarındaki kuvvetli elektron-fonon etkileşimi ile bor düzlemleri arasında oluşan üç boyutlu π bandlarındaki zayıf etkileşim, MgB_2 'de iki farklı enerji aralığı oluşturur. Süperiletkenlik, kuvvetli elektron-fonon çiftleniminin olduğu σ bandı tarafından belirlenir (Canfield ve Crabtree, 2003). 4 K'de MgB_2 'nin Fermi yüzeyindeki süperiletken enerji aralığı Şekil 1.3 (b)'de gösterilmiştir. Bu şekilden, MgB_2 'nin Fermi enerji yüzeyinin dört farklı tabakadan oluştuğu görülür. Bunlardan silindir şeklindeki iki tabaka σ bandlarından ve tünel şeklinde olan tabakalar ise π bandlarından kaynaklanır. σ bandlarından kaynaklanan iki tabaka, silindir şeklinde sekiz parçaya bölünür ve Γ - Γ çizgisi etrafında dikey olarak oluşur. π bandlarından kaynaklanan diğer iki tabaka ise, K-M ve H-L çizgileri etrafında tünel şeklinde bir oluşum sergiler (en üstteki ve en alttaki K-M çizgileri eşittir). Süperiletken enerji aralığı, kırmızı ile gösterilen daha dar σ silindirik tabaka üzerinde yaklaşık 7,2 meV'dir, turuncu ile gösterilen daha geniş σ silindirik tabaka üzerinde yaklaşık 6,4-6,8 meV'dir (Γ yakınında maksimum, A

yakınında minimumdur). Yeşil-mavi ile gösterilen π tabakaları üzerinde ise enerji aralığı 1,2-3,7 meV arasındadır. Fermi enerjisindeki durumların yoğunluğunun %44'ü σ tabakalarından, %56'sı ise π tabakalarından kaynaklanır (Choi vd., 2002).



Şekil 1.3. (a) MgB₂'nin kristal yapısı üzerinde, σ (tabaka içi band) ve π (tabaka arası band) bantlarının gösterimi (Schober vd., 2002). (b) MgB₂'nin 4 K'de Fermi yüzeyindeki süperiletken enerji aralığı (Choi vd., 2002).

1.2.3. Geçiş Sıcaklığı

MgB₂ süperiletkeni, HTS'lerden daha düşük bir T_c değerine sahiptir. Bununla birlikte MgB₂, hem alaşımlar ve saf metallere hem de diğer bor alaşımlarından daha yüksek bir T_c sergiler. Tablo 1.1'de, MgB₂'nin T_c değerinin diğer bor alaşımlarının T_c değerlerinden ne kadar yüksek olduğunun anlaşılması için bir karşılaştırma verilmiştir (Nagamatsu vd., 2001; Gasparov vd., 2001).

Tablo 1.1. MgB₂'nin T_c değerinin diğer bor alaşımlarının T_c değerleri ile kıyaslanması (Nagamatsu vd., 2001; Gasparov vd., 2001).

MATERYAL	T _c (K)
MgB ₂	39,8
YPd ₂ B ₂ C	23
LuNi ₂ B ₂ C	16,1
YNi ₂ B ₂ C	15,6
ScNi ₂ B ₂ C	15,6
LuRh ₄ B ₄	11,76
YRh ₄ B ₄	11,34
TmNi ₂ B ₂ C	11
ErNi ₂ B ₂ C	10,5
YPt ₂ B ₂ C	10
LaPt ₂ B ₂ C	10
TmRh ₄ B ₄	9,86
YRu ₂ B ₂ C	9,7
Y(Rh _{0,85} Ru _{0,15}) ₄ B ₄	9,56

MgB₂'de süperiletkenliğin keşfi, hafif elementleri içeren bileşiklerdeki yüksek T_c tahminlerini doğrular (BCS teorisi). BCS teorisinde T_c, üç parametreye bağlıdır. Bunlar; Fermi yüzeyindeki elektron durum yoğunluğu (N(E_F)), Debye frekansındaki fononların enerjisi ve elektron-fonon etkileşim potansiyelidir (Canfield ve Crabtree, 2003). Bilindiği gibi, MgB₂'de süperiletken duruma katılan elektron sayısı arttıkça T_c yükselir. d-atomik kabukları kısmen işgal edilmiş geçiş metalleri için N(E_F) değeri yüksektir. MgB₂, d-atomik orbitallerine sahip olmadığından N(E_F) değeri düşüktür. Ayrıca MgB₂, T_c değeri daha düşük olan diğer borürler ile ya da daha hafif elementli bileşikler ile kıyaslandığında daha düşük fonon enerjisine sahiptir (Canfield ve Crabtree, 2003). Buna göre MgB₂'nin yüksek T_c özelliği, yukarıda bahsedilen ilk iki parametre ile açıklanamamaktadır.

MgB₂'nin yüksek T_c özelliği, σ-bandındaki elektronlarla yüksek enerjili bir optik fonon kipinin (E_{2g}) kuvvetli etkileşimine dayanır (Canfield ve Bud'ko, 2005; Canfield ve Crabtree, 2003). MgB₂'de T_c değeri ππ ile σσ bandlar içi (intraband) ve πσ ile σπ bandlar arası (interband) süperiletkenlik çiftlenim sabitlerinin maksimum özdeğerleri ile ilişkilidir (Mazin ve Antropov, 2003). B düzlemlerindeki σ bağları çok güçlü olduğundan, σ

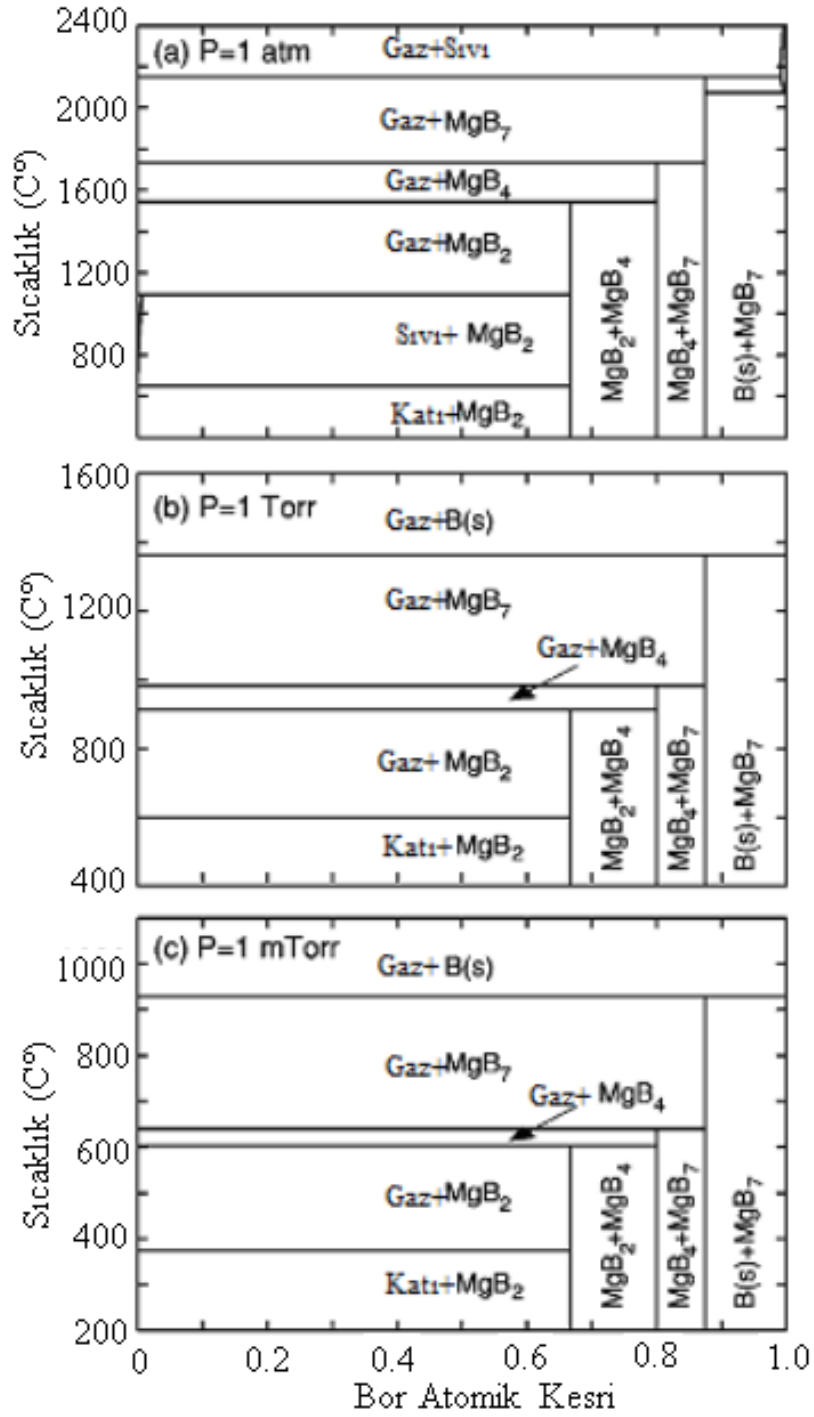
boşlukları (holleri) ile düzlem içi σ bağ titreşimleri (hafif B atomlarının yüksek titreşimsel E_{2g} fonon kipleri) çok güçlüdür. σ bağ titreşim enerjisi 0,2 eV mertebesinde (Suzuki, S. vd., 2001). π -bağ durumları ise, bu titreşim kipine güçlü bir şekilde bağlı değildir (Choi vd., 2002). $\sigma\sigma$ band içi çiftlenme durumunda çiftlenme sabiti değerinin diğer çiftlenme sabitlerine göre yüksek olması, MgB_2 'de T_c değerinin σ -bandının özelliğinden etkilendiğini gösterir (Mazin ve Antropov, 2003). MgB_2 'de B düzlemlerindeki σ bağlarının tümü dolu değildir ve σ -bandı B-B eksenini boyunca yoğunlaşmış yüke sahiptir. B atomları düzlem içinde hareket ettiğinde, yük dağılımı değişeceğinden fonon (örgü) bozukluğu oluşur. Örgü bozukluğunun elektronlar ile güçlü şekilde etkileşmesi ise, T_c değerinin yüksek olmasını sağlar. Elektron-fonon etkileşiminin çok fazla olması durumunda ise, farklı bir yapıya faz geçişi olur ve süperiletken özellikleri kötüleşir (Canfield ve Crabtree, 2003).

MgB_2 'de T_c değeri, yüksek enerjili E_{2g} fonon frekansı, Fermi enerji seviyesindeki σ bandlarının durum yoğunluğu ve B-B bağının uzaması ile ilişkili deformasyon potansiyeli tarafından bastırılır. Özellikle düzlemlerde basınç zorlanmasından kaynaklanan örgü bozukluğu, örgü parametrelerini azaltarak örgü hacminin küçülmesine, durum yoğunluğunun azalmasına ve E_{2g} fononunun sertleşmesine neden olur. Bu durumda T_c değeri düşer (Mazin ve Antropov, 2003).

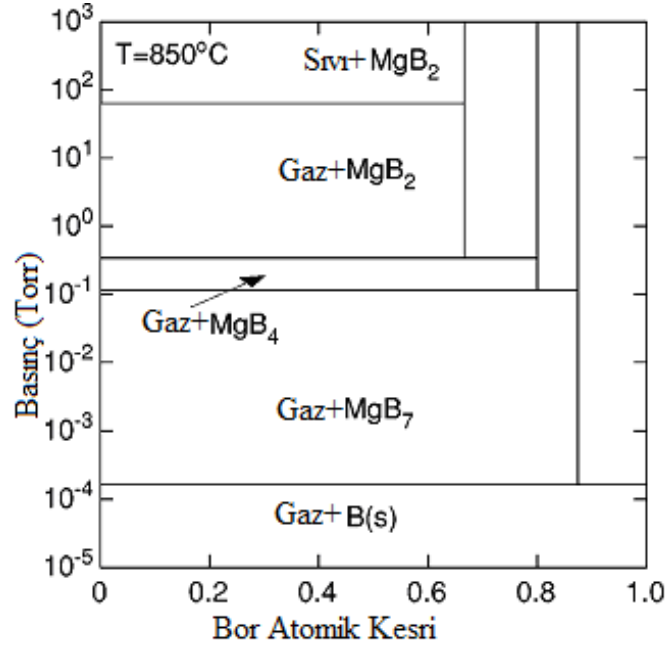
1.2.4. Faz Diyagramı

Mg-B sisteminin faz diyagramı ilk kez 1952 yılında araştırıldı ve yapılan çalışmada dört tane borid fazı bulundu. Bunlar; MgB_2 , MgB_4 , MgB_6 ve MgB_{12} 'dir. MgB_2 'de süperiletkenliğin keşfi ile Mg-B sisteminin faz diyagramının detaylı bir şekilde araştırılmasına karşı olan ilgi arttı. Yapılan birçok çalışma ile Mg-B sisteminde kararlı fazların; MgB_2 , MgB_4 ve MgB_7 olduğu gösterildi (Ropp, 2013). Liu ve arkadaşları (2001), CALPHAD bilgisayar programı yardımıyla faz diyagramı modelleme tekniğini kullanarak Mg-B sisteminin termodinamiğini çalıştılar ve farklı koşullar altında sıcaklık-kompozisyon, basınç-kompozisyon ve basınç-sıcaklık faz diyagramlarını elde ettiler. Şekil 1.4 (a), (b) ve (c), farklı basınçlar altında Mg-B sisteminin sıcaklık-kompozisyon faz diyagramını gösterir. Şekil 1.4 (a)'dan görüldüğü gibi $1545^\circ C$ 'nin altında ve 1:2'den büyük Mg:B atomik oranı için MgB_2 fazı, farklı sıcaklıklarda Mg bakımından zengin katı, sıvı ve gaz fazlarıyla birlikte bulunur. $1545^\circ C$ 'nin üstünde MgB_2 fazı, MgB_4 ve Mg buharının bir

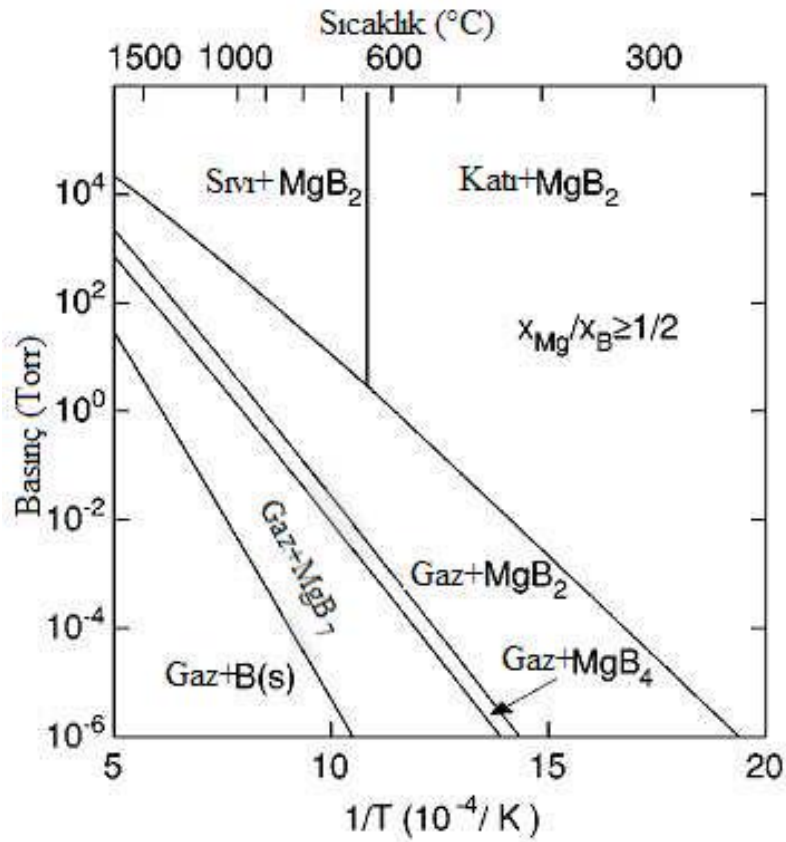
karışımına ayırır. Basınç, Mg'nin basıncından (650°C 'de 2,93 Torr) daha düşük olduğunda, Mg'nin sıvı fazı tamamen kaybolur. Bu durum Şekil 1.4 (b)'den görülmektedir. MgB_2 'nin 1 Torr'da 912°C olan ayrışma sıcaklığı, basınç azaldıkça azalır ve 1 mTorr'da 603°C olur (Şekil 1.4 (c)). Şekil 1.5, 850°C 'de Mg-B sisteminin basınç-kompozisyon faz diyagramını gösterir. 850°C 'de MgB_2 fazının sadece 340 mTorr'luk Mg kısmi basıncının üzerinde kararlı olduğu ve bu basınç değeri altında MgB_2 fazının ayrışıp Mg buharı, MgB_4 , MgB_7 veya katı B elde edildiği görülür. Şekil 1.6, Mg-B sistemi için basınç-sıcaklık faz diyagramını gösterir. Şekilde gösterildiği gibi, yüksek sıcaklıkta ve düşük Mg buhar basıncında faz bileşimi, gaz fazı ve B'dir. Buhar basıncı sıcaklıkla birlikte arttıkça denge fazı önce gaz ve MgB_7 olur, daha yüksek basınçta MgB_4 fazı oluşur. Mg buhar basıncı daha da artarsa MgB_2 fazı oluşur. Buradan MgB_2 fazının, Mg'un yüksek uçuculuk özelliği nedeniyle, sadece yüksek Mg kısmi basıncı altında termodinamik kararlılık sergilediği görülür. Ayrıca, arzulanan MgB_2 fazını elde etmek ve stokiyometri kontrolü için yetersiz Mg miktarından kaçınmak gerektiği ve Mg eksikliğinin, MgB_4 , MgB_7 veya katı B fazlarının oluşumuna neden olduğu da anlaşılır.



Şekil 1.4. (a) 1 atm, (b) 1 Torr, (c) 1 mTorr basınç altında Mg-B sisteminin sıcaklık-kompozisyon faz diyagramları. “Katı, Sıvı, Gaz” etiketleri sırasıyla Mg bakımından zengin katı, sıvı ve gaz fazlarını temsil etmektedir (Liu vd., 2001).



Şekil 1.5. 850°C' de Mg-B sisteminin basınç-kompozisyon faz diyagramı (Liu vd., 2001).



Şekil 1.6. $x_{Mg}/x_B \geq 1/2$, Mg:B atomik oranı için basınç-sıcaklık faz diyagramı (Liu vd., 2001).

1.2.5. İzotop Etkisi

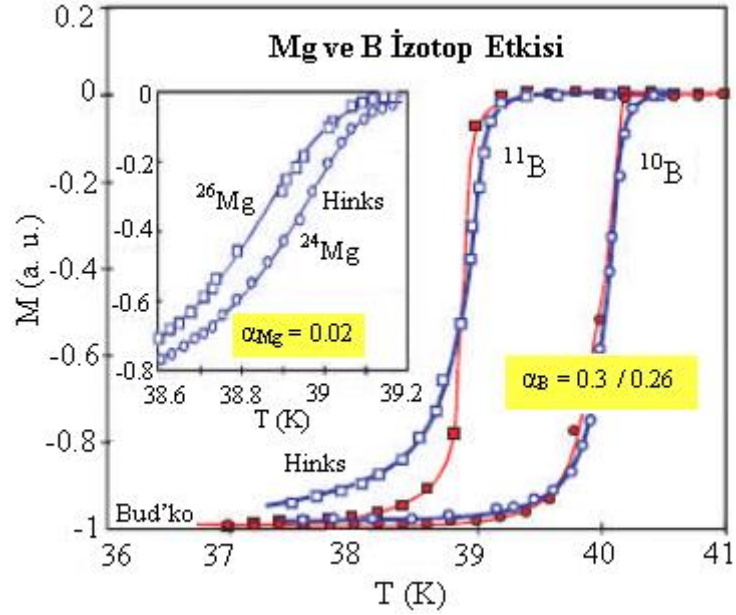
1950 yılında Maxwell ve Reynolds, süperiletken bileşikleri meydana getiren elementlerin izotropik ağırlıklarının geçiş sıcaklığı değerlerinde etkili olduğunu buldular. BCS teorisine göre bu durum, aşağıdaki (1.1) denklemi ile tanımlanır.

$$T_c M^\alpha = C \quad (1.1)$$

Burada, α izotop katsayısı, M atomik kütle, C ise sabit bir değerdir. Süperiletkenliğin elektron-fonon çiftlenimi ile gerçekleştiği geleneksel süperiletkenlerdeki BCS teorisi izotop katsayısını 0,5 olarak kabul eder. MgB₂'de izotop etkisinin varlığı, süperiletken çift oluşumunun fonon etkisi ile olduğunun önemli bir göstergesidir. MgB₂ için ²⁴Mg, ²⁶Mg, ¹¹B, ¹⁰B izotoplarının bütün kombinasyonları çalışılmıştır (Hinks vd., 2001).

Şekil 1.7, MgB₂ sisteminde izotopların T_c üzerindeki etkisini gösterir (Buzea ve Yamashita, 2001). MgB₂'de süperiletkenliğin yüksek sıcaklıkta oluşumunda asıl katkısı sağlayan ¹¹B elementi daha hafif izotopu ¹⁰B elementi ile yer değiştirdiğinde geçiş sıcaklığının 1 K arttığı gözlemlendi (Bud'ko vd., 2001). Bu sonuç, MgB₂'de hafif izotopun daha yüksek fonon titreşim frekansı üretmesinden dolayı, çiftlenimde BCS teorisi tarafından öngörülen fonon etkisinin varlığını destekleyerek MgB₂'de süperiletkenliğin BCS tipi olduğunu kanıtlar. Yapılan çalışmalar ile bor izotop katsayılarının $\alpha_B \approx 0,26$ (Bud'ko vd., 2001) ve $\alpha_B \approx 0,3$ (Hinks vd., 2001) olduğu, magnezyum için ise $\alpha_{Mg} \approx 0,02$ (Hinks vd., 2001) olduğu bulundu. Buradan anlaşılacağı gibi Mg izotoplarının T_c'ye olan etkisi (0.1 K), B izotoplarının etkisinden 10 kat daha düşüktür (Buzea ve Yamashita, 2001). Bu değerler, süperiletkenlik oluşumunda B elementinin katkısının Mg elementinin katkısından daha fazla olduğunu gösterir.

MgB₂ şu ana kadar toplam izotop katsayısının tam olarak hesaplanabildiği birkaç yapıdan biridir. MgB₂ için toplam izotop katsayısının ($\alpha_T = \alpha_B + \alpha_{Mg} \approx 0,3$) BCS tipi süperiletkenler için beklenen 0,5 değerinden düşük olmasının nedenleri, materyalin kompleks özellikleri ve elektron-fonon çiftlenim sabiti ile elektron-elektron itici etkileşiminin basit metallerdeki değerine göre daha büyük olmasıdır (Hinks vd., 2001).



Şekil 1.7. MgB_2 sisteminde izotopların T_c üzerindeki etkisi (Buzea ve Yamashita, 2001).

1.2.6. Anizotropi

Süperiletkenlikte anizotropi, kritik manyetik alan ve iletkenlik değerlerinin kristal eksenlerine göre farklılık göstermesinden kaynaklanır. Anizotropi değeri (γ), süperiletkenin üretim yöntemine ve koşullarına, üretim sıcaklığına, kristal yapısına, saflığına ve ölçüm metotlarına göre farklılık gösterir. Bu nedenle, aynı süperiletken için farklı gruplar tarafından farklı anizotropi değerleri elde edilebilmektedir. Anizotropi ölçümlerinde en güvenilir değerler ise tek kristal yapılardan elde edilir. Anizotropi, MgB_2 'nin tek kristal formunda mevcut olduğu gibi, film ve şerit şeklindeki formlarında da mevcuttur. Detaylı inceleme yapıldığında MgB_2 'nin σ ve π bandlarının anizotropi değerlerinin çok farklı olduğu görülür. Genellikle σ -bandı π -bandına göre daha fazla anizotropi gösterir.

MgB_2 , HTS'lere kıyasla daha düşük anizotropi gösterir. Bu durum, MgB_2 'nin çivileme ve kritik akım yoğunluğu performansı açısından önemlidir. MgB_2 'nin külçe, yönlendirilmiş toz ve ince film formlarında yapılan deneylerden elde edilen üst kritik alan ve koherens uzunluğunun anizotropi değerleri Tablo 1.2'de verilmiştir (Buzea ve Yamashita, 2001). Tablodan görüldüğü gibi, külçe MgB_2 için üst kritik manyetik alanda ve koherens uzunluğunda gözlenen anizotropi oranları aynıdır ve 1,1 değerindedir.

Tablo 1.2. Külçe, yönlendirilmiş tozlar ve ince filmler üzerinde yapılmış deneylerden alınan üst kritik alan ve koherens uzunluğunun anizotropi değerleri (Buzea ve Yamashita, 2001)

Şekil	$H_{c2}^{//ab}(0)$ (T)	$H_{c2}^{//c}(0)$ (T)	$\xi_{ab}(0)$ (nm)	$\xi_c(0)$ (nm)	γ
Külçe	12	11	5,5	5,0	1,1
Yönlendirilmiş tozlar	11	6,5	7,0	4,1	1,7
	12,5	7,8	6,5	4,0	1,6
Filmler	30	24	3,7	3,0	1,25
	26,4	14,6	4,7	2,6	1,8
	22,5	12,5	5,0	2,8	1,8
	24,1	12,7	5,0	2,6	1,9
	39	19,5	4,0	2,0	2

1.2.7. Koherens (Uyum) Uzunluğu

Süperiletkenliğin temel parametrelerinden biri olan koherens uzunluğu (ξ), üzerinde süperiletkenliğin oluşabileceği en küçük mesafe ya da Cooper çiftindeki elektronların bir arada bulunabildiği mesafe olarak tanımlanır (Tinkham, 1996). Süperiletken malzemelerde, koherens uzunluğu malzemenin kalitesini belirten önemli bir faktördür. Süperiletken malzemenin koherens uzunluğu ne kadar büyükse, malzeme o kadar iyi bir süperiletkendir. BCS teorisinde koherens uzunluğu, Cooper çiftlerinin birbirleri ile bağlı kalabildiği mesafe ile doğrudan ilişkilidir. Bilindiği gibi I. ve II. Tip süperiletkenler için koherens uzunluğu; $\xi \approx (\xi_0 l)^{1/2}$ bağıntısı ile ifade edilir. Burada; ξ_0 öz (intrinsic) koherens uzunluğu, l ise ortalama serbest yoldur. Buradan anlaşılacağı üzere bir süperiletkenin koherens uzunluğu, saflık derecesi ile doğrudan ilişkilidir. Malzeme içerisinde safsızlıklar olduğunda elektron saçılmasından dolayı elektronun çarpışmadan alabileceği ortalama serbest yol azalacağından koherens uzunluğu da azalır. Saf malzemeler için koherens uzunluğu değeri, elektronların çarpışmadan aldıkları ortalama serbest yolun büyük olmasından dolayı daha uzundur.

MgB₂ süperiletkeninde, Ginzburg-Landau teorik denklemleri kullanılarak ab-düzlemi ve c-ekseni boyunca koherens uzunluğu değerleri belirlenebilir (Tinkham, 1996). c-ekseni boyunca uygulanan manyetik alan ($H_{c2}^{//c}$) için (1.2) eşitliği ve ab-düzlemi boyunca uygulanan manyetik alan ($H_{c2}^{//ab}$) için ise, (1.3) denklemleri kullanılarak sırasıyla ab-düzlemi ve c-ekseni boyunca ξ_{ab} ve ξ_c koherens uzunlukları belirlenir.

$$H_{c_2} //c (T) = \frac{\Phi_0}{2\pi\xi_{ab}^2(T)}, \text{ c-ekseni boyunca uygulanan manyetik alan için} \quad (1.2)$$

$$H_{c_2} //ab (T) = \frac{\Phi_0}{2\pi\xi_{ab}(T)\xi_c(T)}, \text{ ab-düzlemi boyunca uygulanan manyetik alan için} \quad (1.3)$$

Burada Φ_0 akı kuantumudur ve değeri $\Phi_0=2,067833636 \times 10^{-15} \text{ Tm}^2$ 'dir. Literatüre göre MgB_2 için koherens uzunlukları $\xi_{ab}(0) = 3,7 - 12,8 \text{ nm}$ ve $\xi_c(0) = 1,6 - 5 \text{ nm}$ aralığında değişir. MgB_2 , HTS'lere kıyasla daha büyük koherens uzunluğu değerlerine sahiptir. Özellikle c-ekseni boyunca koherens uzunluğu değeri, HTS'lerinkinden 10 kat daha fazladır (Kim vd., 2001). Koherens uzunluğunun varlığı MgB_2 'nin BCS teorisine uyduğunu gösteren bir delildir. Ayrıca, koherens uzunluğu değerlerinin HTS'lere kıyasla daha büyük olması, MgB_2 süperiletkeninin saflığına işaret eder.

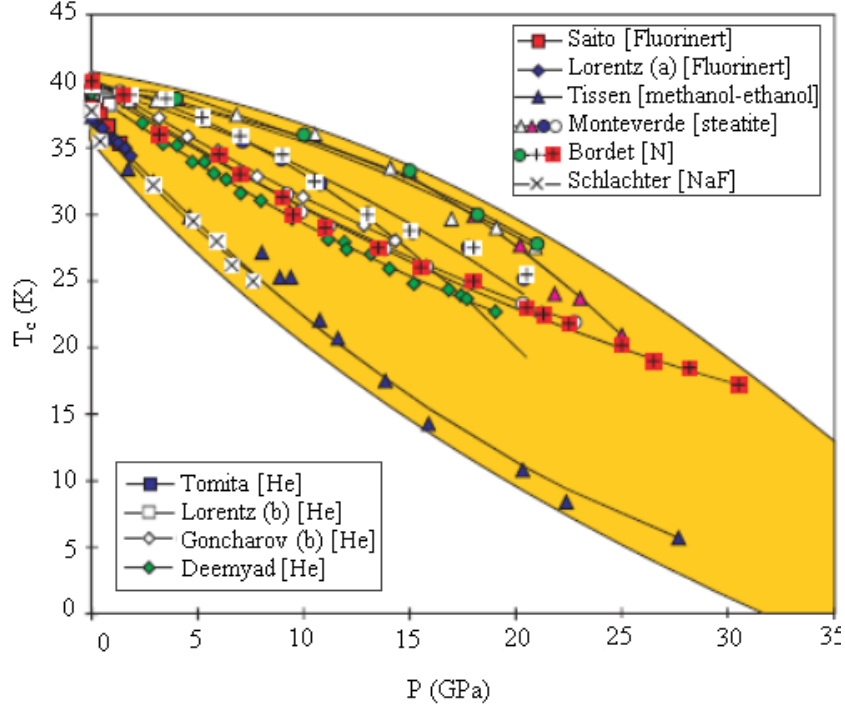
1.2.8. Basınç ve Sıcaklığa Bağlı Özellikler

1.2.8.1. Basınca Bağlı Özellikler

MgB_2 'nin kristal yapısının basınca verdiği tepki, süperiletkenlik mekanizmasına dair teorik modellerin testi ve MgB_2 'ye yapılan kimyasal katkılara ait önemli ipuçları vermesi açısından önemlidir. Şu ana kadar çalışılan en yüksek basınç değerine kadar MgB_2 basınca olumsuz tepki verdi ve süperiletkenlik geçiş sıcaklığı azaldı. Şekil 1.8, MgB_2 'nin geçiş sıcaklığının basınca bağlılığını gösterir. Şekilden de görüldüğü gibi pek çok grubun yaptığı çalışmalarda, MgB_2 'nin geçiş sıcaklığı basınca bağlı olarak farklı azalma oranları ($-dT_c/dP$) ile daha düşük değerlere kayar. Ayrıca sıfır basınçta daha düşük geçiş sıcaklığına sahip örneklerin $T_c(P)$ bağılıklarının yüksek geçiş sıcaklığı gösteren örneklere göre daha dik olduğu da görülür. Basınç altında T_c değerinde görülen düşüş, MgB_2 'de B elementinden kaynaklanan yüksek fonon frekanslı BCS tipi çiftlenim olduğu tahmini ile uyumludur. Bu durum, B-B ve B-Mg bağlarının kısılmasından kaynaklanan Fermi enerji seviyesindeki durum yoğunluğu azalmasının, T_c 'de artış sağlayan fonon titreşim frekansındaki artışa karşın daha baskın olduğunu gösterir (Buzea ve Yamashita, 2001).

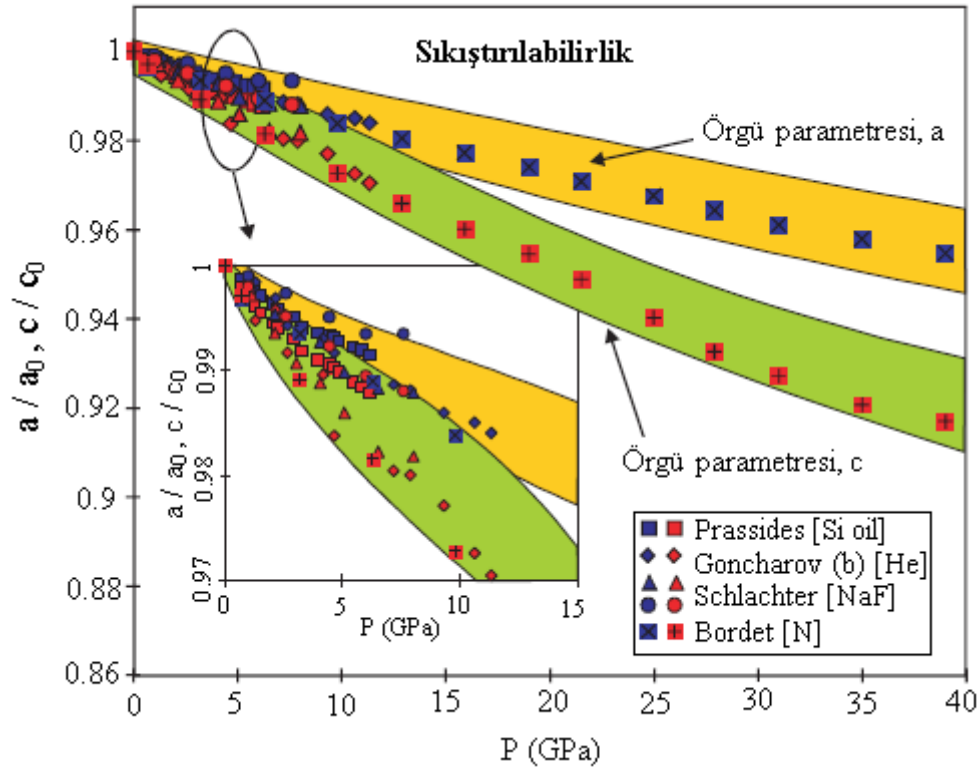
MgB_2 'de iletimin boşluklar (hole) ile sağlandığını kabul eden teorik yaklaşım, artan basınçla düzlem içi B-B bağ mesafesinin kısalarak boşluk yoğunluğunun artacağını ve bu

durumun T_c 'yi arttıracığını öngörür. Fakat deneysel sonuçlar bu tahmin ile uyuşmaz (Buzea ve Yamashita, 2001).



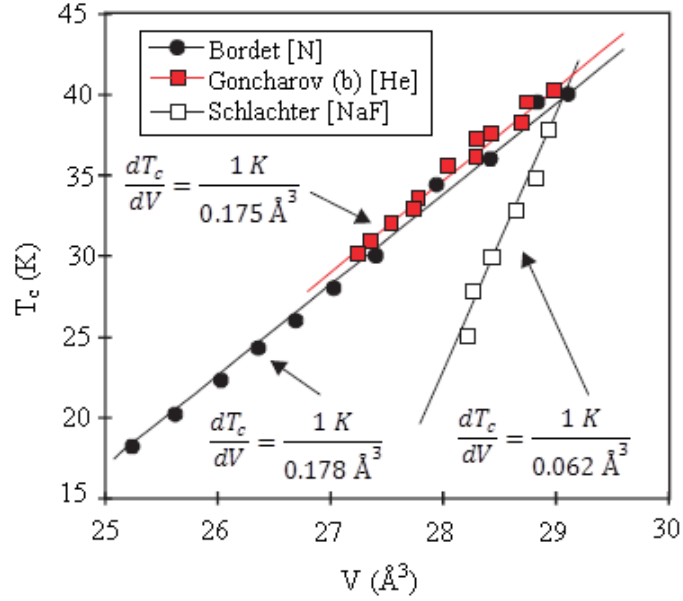
Şekil 1.8. MgB_2 'nin kritik sıcaklığının uygulanan basınca bağlı değişimi (Buzea ve Yamashita, 2001).

Yüksek basınç çalışmaları, basınç etkisiyle MgB_2 'nin hekzagonal yapısının bozulmadığını ve yapısal herhangi bir dönüşümün gözlenmediğini ortaya koyar. Ayrıca yapılan çalışmaların hepsi, MgB_2 'nin bağ yapısında belirgin bir anizotropinin varlığını gösterir. a ve c normalize hekzagonal örgü sabitlerinin basınçla değişimi Şekil 1.9'da verilmiştir. Şekilden görüldüğü gibi, basıncın etkisiyle c-ekseninde görülen düşüş, a-eksenine kıyasla daha keskindir. Bu durum c-ekseni boyunca uzunluğu belirleyen düzlem dışı Mg-B bağlarının düzlemdeki Mg-Mg bağlarından daha zayıf olduğunu gösterir. Bu durum, örgü parametrelerinin sıcaklıkla değişiminde de gözlenir (Buzea ve Yamashita, 2001).



Şekil 1.9. Sıfır basınçtaki normalize örgü parametrelerinin uygulanan basınca göre değişimi. İçteki grafik, düşük basınçtaki verileri daha geniş ölçeklendirme ile verir. Her bir yazar tarafından kullanılan basınç ortamları lejantta gösterildi (Buzea ve Yamashita, 2001).

Buzea ve Yamashita, T_c 'nin uygulanan basınca bağlılığını sıkıştırılabilirlik (compressibility) verileri ile destekleyerek T_c 'nin birim hücre hacmine (V) bağlılığını hesaplayıp Şekil 1.10'da verilen $T_c(V)$ grafiğini çizdiler (2001). Birim hücre hacmindeki küçük değişimlere karşın T_c 'de meydana gelen büyük değişim, Mg-B ile B-B bağları arasındaki mesafenin MgB_2 'nin süperiletkenliğindeki önemini belirtir.

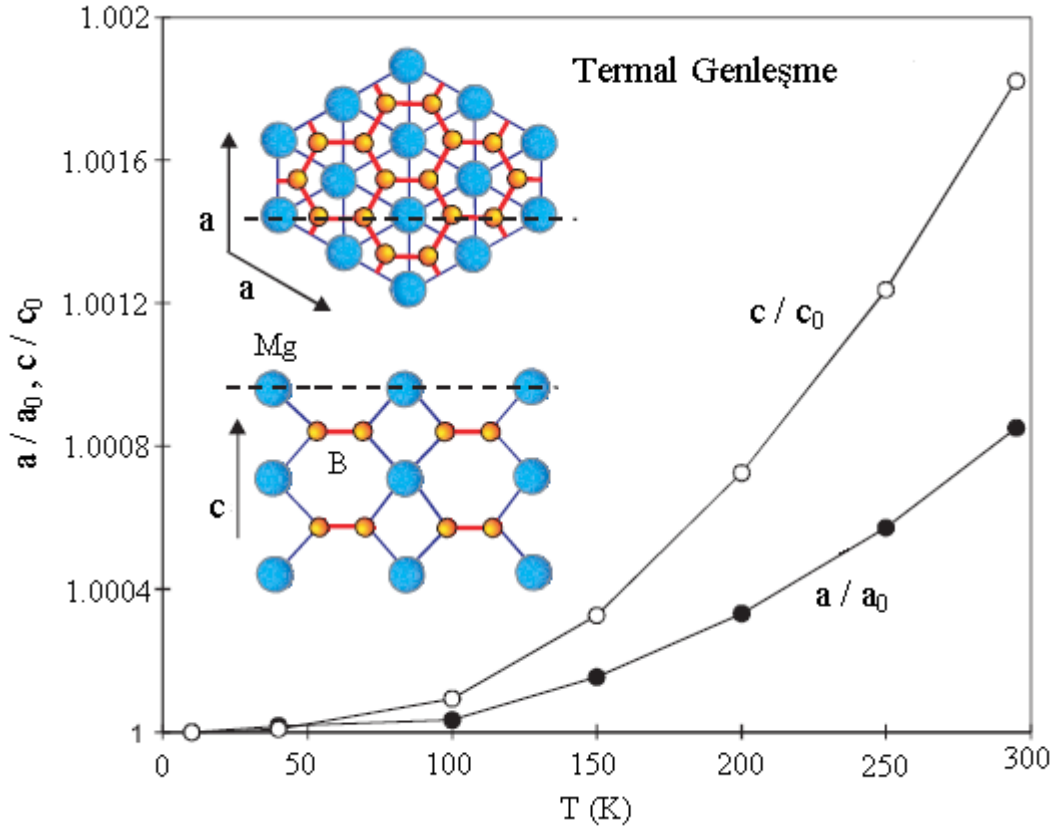


Şekil 1.10. MgB₂'nin kritik sıcaklığının birim hücre hacmine göre değişimi. Grafikteki veriler Şekil 1.8 ve Şekil 1.9'dan hesaplandı. Her bir yazar tarafından kullanılan basınç ortamları lejantta gösterildi (Buzea ve Yamashita, 2001).

1.2.8.2. Sıcaklığa Bağlı Özellikler

MgB₂ süperiletkeninde sıcaklığa bağlı olarak örgü parametrelerinde termal genişleme gerçekleşir. Sıkıştırılabilirliğe benzeyen termal genişleme, MgB₂'de belirgin bir anizotropi sergiler ve c eksenine a eksenine göre daha çok tepki verir. Şekil 1.11'den görüldüğü gibi aynı sıcaklıkta, c eksenindeki örgü parametreleri a eksenindekilere göre iki kat daha hızlı artar (Jorgensen vd., 2001). Bu durum, düzlem dışı Mg-B bağlarının düzlemdeki Mg-Mg bağlarından daha zayıf olduğunu gösterir (Buzea ve Yamashita, 2001).

Band yapısı hesaplamaları, MgB₂ yapısında B-B güçlü kovalent bağları sabit kalırken Mg'nin iyonlaşmasını ve iki elektronunu B'den oluşan iletim bandına verdiğini açıkça ortaya koyar (Kortus vd., 2001). Buna göre, MgB₂'de süperiletkenliğin iki boyutlu (2D) B-tabakalarının metalik doğasından kaynaklandığı ve hafif B atomlarının yüksek titreşim frekansının bu bileşiğin T_c değerinin yüksek olmasını sağladığı kabul edilir (Buzea ve Yamashita, 2001).



Şekil 1.11. a ve c eksenleri boyunca normalize termal genleşme. İçteki şekiller B-B ile Mg-B bağlarını göstermektedir (Jorgensen vd., 2001).

1.2.9. Temel Parametreler

Günümüzde tel, şerit, külçe, ince film gibi pek çok şekilde üretilen ve yapısı itibari ile diğer süperiletkenlere göre pek çok avantaja sahip olan MgB₂ için en önemli süperiletkenlik parametreleri Buzea ve Yamashita tarafından Tablo 1.3'deki gibi listelendi (2001).

Tablo 1.3. MgB₂'nin süperiletkenlik parametreleri (Buzea ve Yamashita, 2001).

PARAMETRELER	DEĞERLER
Kritik Sıcaklık	$T_c = 39-40$ K
Hekzagonal Örgü Parametreleri	$a = 0,3086$ nm, $c = 0,3524$ nm $V = 0,02906$ nm ³
Teorik Yoğunluk	$P = 2,55$ gcm ⁻³
Basınç Katsayısı	$dT_c/dP = -1,1-2$ K(GPa) ⁻¹
Taşıyıcı Yoğunluğu	$n_s = 1,7-2,8 \times 10^{23}$ boşluk cm ⁻³
İzotop Etkisi	$\alpha_T = \alpha_{Mg} + \alpha_B = 0,3 + 0,02$
T _c Yakınındaki Özdirenç	$\rho(40$ K) = 0,4 - 16 $\mu\Omega$ cm
Artık Özdirenç Oranı	$RRR = \rho(300$ K) / $\rho(40$ K) = 1 - 27
Üst Kritik Alan	$H_{c2}^{//ab}(0) = 14 - 39$ T $H_{c2}^{//c}(0) = 2 - 24$ T
Alt Kritik Alan	$H_{c1}(0) = 27 - 48$ mT
Tersinmezlik Alanı	$H_{irr}(0) = 6 - 35$ T
Girme (Nüfuz Etme) Derinliği	$\lambda(0) = 85 - 180$ nm
Koherens (Uyum) Uzunluğu	$\xi_{ab}(0) = 3,7 - 12$ nm $\xi_c(0) = 1,6 - 3,6$ nm
Enerji Aralığı	$\Delta(0) = 1,8 - 7,5$ meV
Debye Sıcaklığı	$\Theta_D = 750 - 880$ K
Kritik Akım Yoğunlukları	$J_c(4,2$ K, 0 T) > 10 ⁷ Acm ⁻² $J_c(4,2$ K, 4 T) = 10 ⁶ Acm ⁻² $J_c(4,2$ K, 10 T) > 10 ⁵ Acm ⁻² $J_c(25$ K, 0 T) > 5x10 ⁶ Acm ⁻² $J_c(25$ K, 2 T) > 10 ⁵ Acm ⁻²

1.3. MgB₂ Külçe Süperiletkenlerin Üretilmesi

Yaklaşık yarım asrı aşkın bir süredir bilim dünyasında yerini alan MgB₂, HTS'lere kıyasla, basit bir bileşik olması, daha az bileşen içermesi ve üretim maliyetinin düşük olması nedeniyle daha kolay üretilebilen intermetalik bir bileşiktir. MgB₂ külçe süperiletkenler, laboratuvar ortamında istenilen kompozisyonlarda Mg ve B tozları kullanılarak sentezlenebileceği gibi piyasadan bileşik haline getirilmiş hazır toz hali alınarak da elde edilebilir. Ticari olarak satın alınan hazır MgB₂ tozu kullanılarak yapılan işlemler "ex-situ metot", ayrı ayrı Mg ve B elementlerinden MgB₂ elde edilerek yapılan işlemler ise "in-situ metot" olarak ifade edilir. In-situ ve ex-situ metodun genel hatları ile kısa bir karşılaştırması aşağıda maddeler halinde verildi.

- In-situ metotla MgB₂ üretimi başlıca iki zorluğa sahiptir. Bunlar, Mg'nin yüksek buharlaşma özelliği ve oksitlenme eğilimidir. Bu nedenle in-situ MgB₂'nin yoğunluğu, ex-situ MgB₂'ye göre daha düşüktür.
- Persolasyon (percolation) teorisinde, ex-situ MgB₂ örneklerin yüksek külçe yoğunlukları nedeniyle taneler arası bağlarının güçlü (%30'dan fazla) olması beklenir. Fakat ex-situ külçelerde rapor edilen normal-durum taneler arası bağ kuvvetinin %10'dan daha az olduğudur. Bunun nedeni olarak, ex-situ MgB₂'nin, in-situ MgB₂'ye kıyasla, daha zayıf taneler arası bağlara sahip olması gösterilebilir (Tanaka vd., 2012).
- Isıl işlem görmüş ex-situ MgB₂'nin kritik akım yoğunluğu değeri genellikle in-situ MgB₂'ninkinden daha yüksek değildir. Bunun nedeni olarak, ex-situ MgB₂'deki taneler arası zayıf bağlar gösterilebilir (Tanaka vd., 2012).
- Ex-situ MgB₂'de safsızlık elementi katkısında bazı sınırlamalar vardır. In-situ metod, tüm katkılamalar için kullanışlıdır.
- In-situ metot ile MgB₂ üretimi için, ex-situ yöntemle kıyasla, daha düşük sıcaklıklarda daha kısa süren ısıl işlem yeterlidir.

MgB₂'nin toz, tel, şerit, külçe, ince film gibi birçok formu hem in-situ hem de ex-situ sentezleme yöntemleri ile elde edilebilir. Literatür incelendiğinde genellikle araştırma grupları tarafından in-situ metodun daha çok tercih edildiği görülür. Ayrıca MgB₂ üretiminde kullanılan pek çok yöntem olduğu da anlaşılır. Bu bölümde, başlıca MgB₂ külçe sentezleme yöntemlerinden ve bu yöntemlerin MgB₂'nin süperiletkenlik özelliklerine etkisinden bahsedilmiştir.

1.3.1. Katıhal Reaksiyon Metodu (Solid State Reaction Method)

Katıhal reaksiyon metodu, hem kolaylığı hem de maliyeti düşük olduğu için pek çok çalışma grubunun en çok tercih ettiği yöntemlerden biridir (Dou vd., 2001; Soltanian vd., 2003; Wang vd., 2003). Bu metotta, başlangıç olarak yüksek saflıktaki Mg tozları ile amorf B tozları stokiometrik kompozisyonda karıştırılarak homojen bir karışım elde edilir. Bu aşamada tozların oksitlenmesini önlemek için, karıştırma işleminin hidrojen ya da argon atmosferi altında gerçekleştirilmesi gerekir. Karıştırma işlemi sonunda elde edilen homojen toz karışım, uygun basınç altında tablet (pellet) haline getirilir. Tablet, vakumda ya da hidrojen/argon atmosferi altında Nb, Ta, Fe, SS veya quartzdan oluşan tüplere/folyolara konarak tüpün/folyonun ağzı sıkıca kapatılır ve 650-1000°C aralığında değişen bir sıcaklıkta, 30 dakika ile 240 saat süresince ısıtılma tabii tutulur. Bu metotta, MgB₂ kompozisyonuna belli bir miktar ekstra Mg tozu eklenerek, Mg'nin ısıtılma sırasında buharlaşıp yapıdan ayrılması ve oksitlenmesi gibi durumlardan kaynaklanabilecek stokiometri kaymaları, yüksek gözenekli yapı oluşumu ve düşük yoğunluk gibi olumsuzluklar giderilebilir. Isıtılma sırasında yapı içerisinde meydana gelebilecek iç gerilmeyi önlemek için ise, soğuma sürecinin düşük soğuma hızında yapılması gerekir.

Yukarıda anlatılan metotta, ayrı ayrı Mg ve B tozlarından MgB₂ elde edildiği için bu metoda aynı zamanda "in-situ Reaction Method" ya da "Reactive Sintering Method" da denir.

Katıhal tepkime metodu ile üretilen MgB₂ örnekler oksijen kirliliğine karşı çok duyarlıdır. Sinterleme sıcaklığı ve zamanı arttıkça tane boyutu ve MgO miktarı artar (Dou vd., 2001). Bu yöntem ile üretilen MgB₂ örneklerin yoğunluğu Mg'nin yüksek uçuculuğu nedeniyle oluşan gözenekli yapı nedeniyle teorik yoğunluğun %50'si kadardır (Zeng vd., 2010). Bu yöntemde, düşük sıcaklıklarda sentezleme yapılarak ısıtılma sırasında MgB₂'de tane büyümesi bastırılabilir ve böylece üst kritik alan (H_{c2}) değerinin iyileşmesi sağlanır (Dou vd., 2004). Awana ve arkadaşları (2008), 850°C'de Ar atmosferi altında katıhal tepkime yöntemiyle ürettikleri MgB₂ örneğin üst kritik alan değerini 21,5 K'de H_{c2}=80 kOe buldular. Zhao ve arkadaşları (2009), tek adımlı katıhal reaktif sinterleme metodu ile elde ettikleri MgB₂ örneğin 10-20 nm yarıçaplı nanoparçacıklar içerdiğini ve 20 K'deki manyetik histerizis eğrisinden hesaplanan kritik akım değerinin düşük alanlarda 1,8 x 10⁵ Acm⁻² olduğunu buldular. Yamamoto ve arkadaşları (2005), 600°C gibi düşük bir

sıcaklıkta katıhal tepkime yöntemi ile ürettikleri MgB_2 örneğin zayıf kristalilik yapıya sahip olduğunu buldular. Bu durumun, H_{irr} , H_{c2} ve yüksek alanlardaki J_c gibi süperiletkenlik parametrelerini iyileştirdiğini gözlemlədiler. Elde edilen $3,93 \times 10^5 \text{ Acm}^{-2}$ lik J_c değeri, bu yöntemin yüksek kritik akım performansına sahip MgB_2 örnekler elde etmek için uygun olduğunu gösterir. Pol ve arkadaşları (2006), RAPET (Reaction under autogenic pressure at elevated temperature) adını verdikleri hızlı, tekrar edilebilir ve katı hal tepkime reaksiyonu kapsamında sayılabilecek yöntemle, kapalı hacimde Mg'nin içsel basıncından yararlanarak, tek aşamalı ısıl işlem ile kaliteli külçe MgB_2 elde ettiler. Paslanmaz çelikten yapılmış tepkime kabına doldurulan Mg ve B toz karışımı, 750°C 'de 3 saatlik ısıl işleme tabi tutuldu. % 85 verimle elde edilen siyah renkli MgB_2 tozun geçiş sıcaklığının $T_c \sim 38 \text{ K}$ olduğu, nanoparçacıklı bir yapı sergilediği ve taneler arası kritik akım yoğunluğunun ($5 \text{ K'de } 0 \text{ T ve } 1 \text{ T'lık alan altında } J_c \geq 10^8 \text{ Acm}^{-2}$), literatürde MgB_2 'nin külçe formu için verilen değerlere göre daha yüksek olduğu tespit edildi. Taneler arası kritik akım yoğunluğunun yüksek olmasının nedeni olarak, amorf B ve kristal Mg arasında içsel basınçtan yararlanarak gerçekleştirilen bu reaksiyonun ağırlıkça %3'den daha küçük oranda oksidasyon ile sonuçlanması, parçacık boyut dağılımının (40-80 nm) yoğun MgB_2 elde edilmesine imkân sağlaması ve MgB_2 parçacıkların kuvvetli bağlanmaları gösterildi.

1.3.2. Mg Difüzyon Metodu (Mg Diffusion Method)

MgB_2 süperiletkeninin teknolojiye aktarımında (örneğin kablo, magnet, bobin v.b.) külçe, tel ve şerit üretimi gerekmektedir. Ancak, MgB_2 'nin kırılğan bir yapıya sahip olması üretim yöntemini önemli hale getirir. Mg difüzyon metodu ile hem film üretimi hem de katı, toz, tel ve şerit üretimi yapılır. Bu metotta Mg ve B tozları istenen kompozisyonda karıştırılarak uygun basınç altında preslenip tablet haline getirilir. Tablet, Katıhal Reaksiyon Metodunda bahsedildiği gibi Nb, Ta, Fe, SS veya quartz gibi Mg ve B ile reaksiyona girmeyen malzemedan yapılmış bir tüpe yerleştirilir. Tüpe belirli bir miktar ekstra Mg tozu da konarak $800\text{--}900^\circ\text{C}$ aralığında hidrojen/argon atmosferi altında ısıl işlem uygulanır. Isıl işlem süresince Mg tozu, tablet içerisine difuz eder ve MgB_2 formunda yapılaşır.

Mg-difüzyon metodu, yüksek basınç yöntemini kullanmadan yüksek yoğunlukta MgB_2 üretimini mümkün kılan önemli birkaç metottan biridir. Zeng ve arkadaşları (2010), bu metodu kullanarak teorik yoğunluğun %80'i yoğunlukta MgB_2 örnekler ürettiler.

Üretilen örneklerde, MgB_2 'deki akım taşıyıcı etkin alanın arttığını ve böylece taneler arası bağın iyileştiğini gözlediler. $850^\circ C$ 'de 10 saat ısıtılma tabii tutulan örnek için ise, 20 K'de sıfır alan altında $1,2 MAcm^{-2}$ 'lik yüksek bir J_c değeri buldular. Bu değer, geleneksel katı-hal reaksiyonu ile üretilen düşük yoğunluklu MgB_2 'nin J_c değerinden iki kat daha büyüktür.

1.3.3. Reaktif sıvı Mg sızma tekniği (Reactive Liquid Mg Infiltration (Mg-RLI) Technique)

EDISON R&D laboratuvarında geliştirilen ve diğer bazı yazarlar tarafından "International Mg Diffusion (IMD)" olarak da adlandırılan (Giunchi vd., 2011) Mg sıvı sızma tekniğinin aşamaları Giunchi (2003) tarafından aşağıda verildiği gibidir.

1. Metal bir tüpe iki büyük Mg parçası, yoğunluğu teorik yoğunluğun %50'sinden fazla olan tablet haline getirilmiş kristalik B (toplam mol oranı $Mg / B = 0,633$ (Giunchi, 2003)-0,551 (Giunchi vd., 2004)) ortalarında kalacak şekilde doldurulur.

2. Ar atmosferi altında yüksek sıcaklık rezistif tekniği ile (Tungsten İnert Gaz (TIG) gibi) tüp kaynak yapılarak kapatılır.

3. Tüp, geleneksel fırında dik pozisyonda, $750-950^\circ C$ sıcaklık aralığında 30 dakika ile birkaç saat arasında, maksimum 3-4 atm'lik basınç altında tavllanır ve fırın kendiliğinden soğumaya bırakılır. Isıl işlem sırasında Mg, B tableti içine birkaç cm kadar difuz eder (Giunchi vd., 2003).

4. Sonuçta yüksek yoğunluklu tablet halinde MgB_2 ($2,40 gcm^{-3}$) elde edilir.

Bu yöntemde; B kristalinin tane büyüklüğü, Mg külçesinin yoğunluğu ve kullanılan tüpün cinsi üretilen MgB_2 külçe örneklerin süperiletkenlik özelliklerini etkileyen kritik parametrelerdir (Giunchi vd., 2003). Ayrıca, bu yöntemde kristalik B yerine, mikrometre boyutunda tane büyüklüğüne sahip amorf B kullanılırsa, B'nin Mg tarafından ıslanabilirliği (wettability) daha zor gerçekleşir ve bunu iyileştirmek için daha fazla sızma basıncı gerekir (Giunchi vd., 2004).

Yüksek yoğunlukta MgB_2 üretimini sağlayan yüksek basınçta (HP) sinterleme tekniğine kıyasla, Mg sıvı sızma tekniği herhangi bir dış basınca gerek kalmaksızın külçe MgB_2 'nin yüksek yoğunlukta üretimini garantiler. Bu metotla üretilen MgB_2 örneklerin süperiletkenlik özellikleri, sıcak presleme ile üretilen örneklerinkine benzerdir (Giunchi vd., 2006). Ayrıca maliyeti düşük olan bu yöntem, büyük hacimlerde silindirik tablet veya

içi boş silindir şeklinde MgB_2 külçe üretimine imkân verir (Giunchi, 2003; Giunchi vd., 2011). Mg sıvı sızma tekniği ile üretilen MgB_2 , birkaç on mikrometre büyüklüğünde taneli (polikristal) bir yapı sergiler (Giunchi vd., 2003) ve çok düşük tane sınırı bariyeri nedeniyle süperakımların geçişi, dolayısıyla yüksek kritik akım yoğunluğu engellenmez (Giunchi vd., 2011). Üretilen bu örneklerin, motorlarda süperiletken kalıcı mıknatıs olarak, manyetik kaldırma, manyetik yataklama ve manyetik perdeleme uygulamalarında ve akım sınırlayıcılarda (fault current limiter) kullanımı mümkündür (Giunchi vd., 2003). Bu yöntemle üretilen en iyi numune $2,40 \text{ gcm}^{-3}$ yoğunlukta olup transport akım yoğunluğu 9 T ve $4,2 \text{ K}$ 'de 3 kAcm^{-2} (Giunchi vd., 2003), T_c değeri (rezistif ölçüm ile) $39\text{-}40 \text{ K}$, geçiş sıcaklık aralığı $\Delta T_c = 0,5 \text{ K}$, artık direnç oranı (RRR) ise yaklaşık 14 'dür (Giunchi, 2003). Mg-RLI yöntemiyle üretilen disk şeklindeki külçe MgB_2 örneklerin yüzey merkezinde tuzaklanan manyetik alan $5,6 \text{ T}$ 'da $0,99 \text{ T}$ 'lık dış alana karşın $0,92 \text{ T}$ ve 15 K 'de $1,386 \text{ T}$ 'lık uygulanan alan altında $1,27 \text{ T}$ 'dir (Giunchi vd., 2011). Bu değerler, Mg-RLI yöntemiyle üretilen MgB_2 örneklerin teknolojik uygulamalarda kullanılabilir olduğuna işaret eder.

1.3.4. Kapalı Tüp İçinde Toz Yöntemi (Powder in Closed Tube (PICT) Method)

Pratik uygulamalar için yüksek faz saflığına ve yüksek yoğunluğa sahip, kabul edilebilir süperiletkenlik özellikleri olan MgB_2 külçeler üretmek gerekir. Kapalı tüp içinde toz metodu (PICT), geleneksel in-situ reaksiyon yöntemi kullanılarak üretilen örneklerle kıyasla, yüksek yoğunlukta ve yüksek kritik akım yoğunluğuna sahip MgB_2 üretimini mümkün kılar.

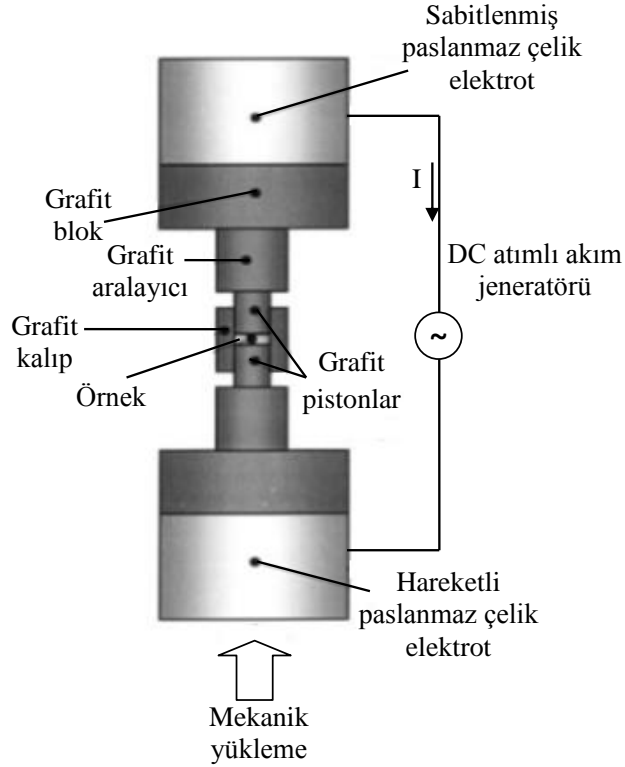
Yüksek saflıktaki Mg ve amorf B tozu istenilen kompozisyonda hazırlanıp öğütülerek homojen hale getirilen toz karışımı, yüksek sıcaklıklarda Mg ve B ile reaksiyona girmeyen bir ucu preslenerek kapatılmış metal tüpe (uzunluk = $5 / 10 \text{ cm}$, dış çap = $12 / 10 / 8 \text{ mm}$, iç çap = $10 / 8 / 6 \text{ mm}$) doldurulur. Tüpün açık ucu, tüp içinde kalan boş hacmin tümünü içine alacak şekilde ve ilk ucun preslenen uzunluğuna eşit olacak şekilde aynı basınç uygulanarak preslenir. Tüpün toz karışımı ile dolu olan orta bölgesi de preslenerek kalın şerit şekilli MgB_2 elde edilmesi sağlanır. Tüpün her iki ucunun aksenal olmayan basınçla kapatılması ile Mg'nin buharlaşarak yapıyı terk etmesinin önlenmesi, bu yöntemin en önemli özelliğidir (Yamamoto vd., 2004). Son olarak, tüpün her iki ucu ark kaynağı ile kapatılarak mühürlenir. Böylece karışımın, tüp içinde sıkıca paketlenmesi

sağlanır. Kaynak sırasında toz karışımının ısınmasını önlemek için tüp nemli bir bez yardımıyla soğutulur (Varghese vd., 2009). Tüp içindeki örnekler genellikle hava ortamında, 670-900°C sıcaklık aralığında 0,5-10 saat ısıtılma tabii tutulur (Vinod, 2010). Isıl işlem sonunda fırın soğutması ile oda sıcaklığına soğutulan metal tüpün dış katmanı mekaniksel yöntem ile kesilerek çubuk şeklindeki MgB_2 yapısı elde edilir. Transport ve manyetik ölçümler, bu yöntemle üretilen MgB_2 'nin keskin bir süperiletkenlik geçişi gösterdiğini ($\Delta T_c < 1$ K) ve geçiş sıcaklığının 38-39 K aralığında olduğunu gösterdi. Keskin geçişin gözlenmesi, üretilen örneğin homojen ve iyi bir kristal yapıya sahip olduğunu gösterir (Vinod, 2010; Varghese vd., 2009). Üretilen MgB_2 örneklerin XRD pik analizinde MgB_4 ve MgB_7 gibi bor zengini piklerin olmayışı, Mg'nin ısıtılma sırasında buharlaşıp yapıyı terk etmesinin önlendiğini gösterir (Varghese vd., 2009). 5 K'de 2 T'nin altında yapılan manyetik ölçümlerde ise, literatürle uyumlu olarak termo-manyetik akı atlama (flux jump) gözlenmesi, örneğin yüksek kritik akıma ve yüksek manyetik difüzyon gücüne sahip olduğunu ve ısı kapasitesinin düşük olduğunu belirtir. Bu yöntemle üretilen örneklerin tersinmezlik alanının, 5 K'de 8 T'den büyük bir değer (Vinod, 2010) olması da literatürle uyumlu olarak bu yöntemde kaliteli ve yüksek süperiletkenlik özellikleri gösteren külçe MgB_2 örneklerin üretilebileceğini gösterir.

1.3.5. Kıvılcım-Plazma Sinterleme Tekniği (Spark-Plasma Sintering (SPS) Technique)

Bu metotta, başlangıç tozu olarak genellikle ticari olarak satılan yüksek saflıktaki MgB_2 tozu kullanılır. İstenilen ağırlıkta tartılan toz grafit kalıba doldurulur ve kompakt bir tablet haline gelmesi için preslenir (2-3 Pa) (Dancer vd., 2009). Sentezleme sürecinden sonra oluşan MgB_2 örneğini kalıptan kolayca çıkarabilmek için kalıbın içine, tozun altına ve üstüne yüksek saflıkta grafit folyo konur (Locci vd., 2006). Grafit kalıba, Ar atmosferi altında veya vakumda yüksek DC elektrik akım (1200 A-1500 A (Sandu vd., 2013)) uygulanır ve aynı anda kalıp MPa büyüklüğünde aksel olmayan yüksek basınçla mekaniksel olarak yüklenir (Lee vd., 2003). Bu metotta kullanılan SPS mekanizması Şekil 1.12'de verildiği gibidir (Locci vd., 2006). Örnek, uygulanan elektrik akımı yardımıyla yüksek sıcaklıklarda 15 dakika gibi kısa bir sürede sinterlenir. Sinterleme sürecinin sonunda uygulanan akım kesilerek basınç kaldırılır (Lee vd., 2003).

Bilindiği gibi, yüksek sıcaklıkta uzun süreli sinterleme işlemlerinde Mg kaybı ve MgO fazının oluşumu artar. SPS tekniği, yüksek sıcaklıklarda ve çok kısa bir zaman dilimi içinde uygulandığı için bu olumsuzlukları gidermesinin yanı sıra, tane büyümesini bastırarak daha yoğun tane sınırı elde edilmesini sağlar (Sandu vd., 2013). Bu yöntemde, PICT yöntemine kıyasla, daha yoğun örnekler üretilir. Ayrıca bu yöntemle üretilen örneklerin süperiletkenlik özellikleri, yüksek basınç yöntemiyle üretilen örneklerle kıyaslanabilir düzeydedir (Locci vd., 2006). Gazzoline ve arkadaşları (2011), SPS tekniği ile disk şeklinde ürettikleri MgB₂ örneklerde manyetik alan perdeleme özelliklerini araştırdılar. Düşük alan altında ve geçiş sıcaklığına yakın bir sıcaklık değerinde literatürle uyumlu olarak $5,3 \times 10^8 \text{ Am}^{-2}$ 'lik kritik akım değeri elde ettiler. Aldica ve arkadaşları (2012), SPS tekniği ile ürettikleri örneklerde yüksek morfolojik düzenlilik, mikro ölçekte akı atlama ve yüksek Vickers sertliği gözlediler. Park ve Ahn (2012), in-situ yöntemle ürettikleri örneklerin düşük manyetik alanlarda, ex-situ yöntemle ürettikleri örneklere göre, daha yüksek J_c değeri gösterdiklerini ve yüksek alanlarda çok daha hızlı bozduklarını gözlediler. Ayrıca her iki yöntemle de üretilmiş örneklerin sıcaklığa bağlı manyetizasyon, M(T) ölçümlerinde normalize e.m.u değerlerinin, geleneksel yöntemle sinterlenmiş numunelerden bir derece daha yüksek olduğunu gözlediler. Bu durum, SPS tekniği ile daha temiz örnekler sentezlendiğini ve sıkı paketlenmiş örnek hacminin Mg'nin oksitlenmesini azalttığını gösterir.



Şekil 1.12. Kıvılcım-Plazma Sinterleme (SPS) mekanizması (Locci vd., 2006).

1.3.6. Mekanik Alaşımlama Yöntemi (Mechanical Alloying (MA) Method)

Mekanik alaşımlama yöntemi ile MgB_2 üretmek için, öncelikle uygun stokiometrik oranda tartılan yüksek saflıktaki kristalik Mg ve amorf B tozları, Ar atmosferi altında, tungsten karbitten (WC) yapılmış bilyeli öğütücü sisteme belli bir bilye-toz oranında (10:1, 24:1, 36:1 gibi) doldurulur. Uygun bir dönme hızında uzun bir zaman dilimi boyunca (50 saat, 200 saat gibi) yüksek enerjili bilyeli öğütme gerçekleştirilir. Öğütme işleminden sonra elde edilen toz karışım incelendiğinde kısmen MgB_2 faz oluşumunun gerçekleştiği gözlenir (Gümbel vd., 2002). Öğütme işleminden elde edilen toz, bilinen birçok MgB_2 sentezleme yönteminden herhangi biri uygulanarak külçe haline getirilebilir.

MgB_2 'de süperiletkenlik özelliklerine etki eden pek çok faktör vardır. Bunlar arasında, başlangıç tozlarının kalitesi (Zhou vd., 2004), tozların tane boyutu ve sinterleme yöntemi sayılabilir. Mekanik alaşımlama yönteminde bilyeli öğütme işlemi, Mg ve B başlangıç tozlarının tane boyutunun küçülmesini, nanokristalik bir yapının elde edilmesini ve karışımın homojenitesinin artmasını sağlar. Bu durum, toz karışımının presleme sırasında daha sıkı paketlenmesini ve ısıl işlem süreci sonunda geleneksel yöntemle göre daha yoğun

bir yapı kazanmasını sağlar. Böylece, MgB_2 'de tane sınırlarının sayısı artar, dolayısıyla tane sınırının akı çivileme özelliği arttığı (Gümbel vd., 2003) için yüksek J_c değeri elde edilir. Gümbel ve arkadaşları (2003), mekaniksel alaşımlama ve ardından sıcak presleme yöntemi ile ürettikleri yüksek yoğunluktaki nanokristalik MgB_2 örneklerin 20 K ve 2,1 T'de $1 \times 10^5 \text{ Acm}^{-2}$ gibi yüksek J_c değeri gösterdiğini (bu değer nanokristalik ince filmlerden elde edilen değerden daha yüksektir) ve geleneksel yöntemle üretilmiş külçe örnekler için $H_{irr} \approx 0,5 H_{c2}(T)$ olan tersinmezlik manyetik alan değerinin daha yüksek alan değerlerine doğru kayarak $H_{irr} \approx 0,8 H_{c2}(T)$ değerine ulaştığını rapor ettiler. Yanmaz ve arkadaşları (2009), 24, 72 ve 140 saat bilyeli öğütme yaptıkları MgB_2 örneklerin süperiletkenlik özelliklerini inceledikleri çalışmada, öğütme süresi arttıkça J_c değerinin arttığını tespit ettiler. Ayrıca öğütme zamanı arttıkça akı çivileme kuvvetinin maksimum değerinin arttığı ve çok yüksek öğütme zamanları için yapı içinde oluşan fazlalık kusurlar nedeniyle kritik sıcaklık değerinin ve dolayısıyla akı çivileme kuvvetinin azaldığı bulundu (Gümbel vd., 2004). Lorenz ve arkadaşları (2006), mekanik alaşımlama ile ürettikleri nanokristalik yapıdaki MgB_2 'de, standart yöntemle üretilen örneklere kıyasla daha büyük olan σ enerji aralığının (%40) azaldığını ve daha küçük olan π enerji aralığının arttığını buldular. Ayrıca, bandlar arası saçılmayı arttıran kusurların oluştuğunu gözlemlediler. Mekanik alaşımlama ile üretilmiş örneklerde σ -enerji aralığının kusur oluşumu nedeniyle azalması, T_c değerinin daha düşük sıcaklık değerlerine kaymasını açıklar.

1.3.7. Yüksek Basınçta Sinterleme Yöntemi (High Pressure (HP) Sintering)

Yüksek süperiletkenlik özelliklerine sahip kaliteli külçe MgB_2 üretim yöntemlerinden biri de, yüksek basınç altında sinterleme yöntemidir. Bu yöntem, MgB_2 örneklerin yoğunluğunu, süperiletkenlik (kritik akım yoğunluğu, tersinmezlik alanı) ve mekaniksel (mikrosertlik, çatlaklar) özelliklerini iyileştirir. Bu yöntemde, uygun stokiometrik oranda karıştırılan Mg ve B homojen toz karışımı, Ar atmosferi altında yüksek sıcaklıklarda Mg ve B ile reaksiyona girmeyen tantalyum (Ta), platinyum (Pt) gibi bir elementten yapılmış folyoya sarılır. Folyo, hekzagonal bor nitrür (BN) ya da monoklinik ZrO_2 'den yapılmış potaya (Prikhna vd., 2002) konarak profilitten yapılan kübik yüksek basınç aletine yerleştirilir. Toz karışımın folyoya sarılmasının nedeni, ısıl işlem sırasında BN ya da ZrO_2 'den kaynaklanabilecek kirliliği önlemektir. Karışım 3,5-6 GPa'lık yüksek basınç altında ve 900-1000°C arası yüksek sıcaklıkta 1-2 saat arasında ısıl

işleme tabi tutulur (Toulemonde vd., 2002). Yüksek basınç yanında yüksek sıcaklıktan da yararlanan bu yöntem “Yüksek basınç yüksek sıcaklık yöntemi” olarak da bilinir.

HP yönteminde yüksek basınç, ısı işlem sırasında Mg'nin buharlaşmasını ve oksitlenmesini önleyerek mekaniksel olarak kararlı yoğun bir yapı elde edilmesini sağlar (Prikhna vd., 2011). Malzemenin yoğun yapısı, kritik akım yoğunluğu kadar tersinmezlik alanını da etkiler. Narozhnyi ve arkadaşları (2002), farklı üretim yöntemleri ile sentezledikleri MgB₂ külçe örneklerin süperiletkenlik özelliklerini karşılaştırdıkları çalışmada, yüksek basınç altında ve mekanik alaşımlama ile ürettikleri MgB₂ külçe örneklerin üst kritik alan değerlerini, H_{c2}(0) sırasıyla 23 T ve 22 T buldular. Bu değer, standart yöntemle üretilen MgB₂ örnekler için 18 T'dir. Her iki yöntemle üretilen örneklerin tersinmezlik alanlarını, H_{irr}(T) ise 0,7 H_{c2}(T) - 0,8H_{c2}(T) değerinde buldular. Bu değer, standart yöntemle üretilen örnekler için H_{irr}(T) ≈ 0,5H_{c2}(T)'dir. Bu çalışma, MgB₂'nin temel parametrelerinin üretim yöntemlerine bağlı olarak geliştirilebileceğini göstermesi bakımından önemlidir. Prikhna ve arkadaşları (2011), sıcak presleme (Hot-P), SPS ve HP yöntemleri ile ürettikleri MgB₂ örneklerin süperiletkenlik özelliklerini karşılaştırdıkları çalışmada, 20 K ve 30 K'de 2 GPa basınç altında HP yöntemiyle üretilen örneğin en yüksek J_c değerine ve maksimum yoğunluğa sahip olduğunu buldular. Aynı çalışmada ex-situ MgB₂ tozundan HP yöntemiyle sinterlenen örneklerin, Mg ve B tozundan (in-situ) aynı yöntemle sentezlenen örneklere kıyasla daha düşük J_c değeri gösterdiği tespit edildi. Bunun nedeni, ex-situ MgB₂ tozundan sinterlenen örneklerde büyük MgB₂ kümeleşmelerinin olması ve oksijen zengini fazların bu kümeleşme içine homojen olarak dağılmaması sonucu homojenitenin azalması, dolayısıyla taneler arası bağların zayıflaması ve çivileme merkezlerinin homojen dağılımının engellenmesidir.

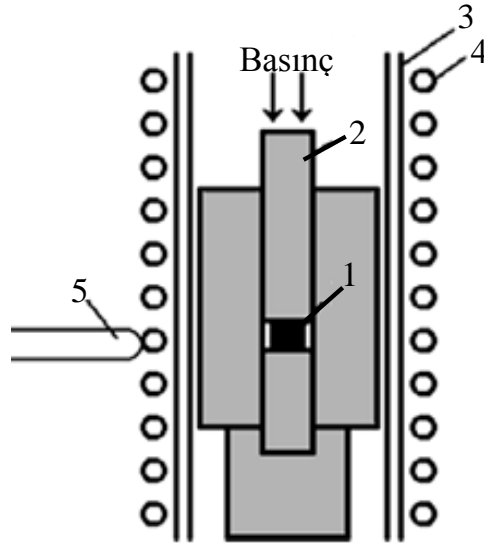
1.3.8. Sıcak Presleme Yöntemi (Hot Pressing (Hot-P) Method)

Bilindiği gibi, külçe MgB₂ süperiletkeninde kritik akım yoğunluğunun, yüksek manyetik alan altında hızlı bir şekilde düşmesinin nedeni, MgB₂'nin düşük külçe yoğunluğudur. Bu nedenle sıcak presleme yöntemi gibi pek çok yöntem yoğun yapıda MgB₂ üretimini hedefler. Shinohara ve arkadaşları (2008), PICT yöntemi ile sentezledikleri MgB₂ külçe örneği, Şekil 1.13'de gösterilen sıcak presleme fırınındaki alümina tüp içinde bulunan pistonla yerleştirilerek Ar atmosferi altında 2 saat boyunca oda sıcaklığından presleme sıcaklığına (670-730°C) kadar ısıtıldılar. Bu sıcaklıkta preslenen

örnek 2 saat basınç altında tutuldu ve 6 saat içinde presleme sıcaklığından oda sıcaklığına soğutuldu. Elde edilen örneğin, PICT yöntemi ile elde edilen örnekten %40 daha yoğun olduğu bulundu. Yine bu yöntemde presleme sıcaklığı arttıkça sabit presleme basıncı altında MgB_2 'nin yoğunluğundaki değişimin çok az olduğu ve basınç arttıkça yoğunluğun arttığı gözlemlendi. Bu durum, MgB_2 'nin yoğunluğuna etki eden boşlukların yok olmasının presleme sıcaklığına bağlı olmaksızın presleme basıncıyla değiştiğini gösterir. Kritik akım yoğunluğu ölçümlerinde ise, sabit presleme basıncı altında presleme sıcaklığı arttıkça J_c değerinin arttığı gözlemlendi. Bu durumun nedeni, sıcaklığın artması ile MgB_2 kristal tanelerinin yoğunluğunun artmasıdır.

Durrell ve arkadaşları (2012), eksenel olmayan sıcak presleme ile teorik yoğunluğun %91'i yoğunlukta ve %10 oranında kristalik MgO içeren disk şeklinde 3 μm büyüklüğünde taneli bir MgB_2 örneği elde ettiler. Ayrıca, 20 K ve 17,5 K sıcaklıklarda 5 T'lik dış alan uygulanarak örneklerin soğutulup merkezi Hall sensörü yardımıyla tuzaklanan manyetik alan ölçümlerinin yapıldığı bu çalışmada, 17,5 K'de 3,14 T ve 20 K'de 2,6 T'lik manyetik alan tuzakladıkları bulundu. Bu değerler, şimdiye kadar rapor edilen değerlerden önemli derecede büyüktür. Örneklerin, 17,5 K'de yapılan mıknatıslanma ölçümlerinde sıfır manyetik alanda J_c değerleri $7-8 \times 10^8 \text{ Am}^{-2}$ bulundu. Bu değer, diğer araştırmacılar tarafından rapor edilen kaliteli MgB_2 örnekler ile karşılaştırılabilir bir değerdir.

Shields ve arkadaşları (2002) ticari MgB_2 tozundan sıcak izostatik presleme ile 100 MPa basınçta ve $950^\circ C$ 'de sinterledikleri MgB_2 örneklerin mikroyapısal ve süperiletkenlik özelliklerini araştırdıkları çalışmada, %100 yoğunlukta ($2.63 \pm 0.02 \text{ gcm}^{-3}$) ve 37,5 K'de keskin süperiletkenlik geçişine sahip MgB_2 yapısı elde ettiler. 20 K'de yaptıkları mıknatıslanma ölçümlerinde ise sıfır alanda $1,3 \text{ MAcm}^{-2}$ ve 1 T'de $9,3 \times 10^5 \text{ Acm}^{-2}$ 'lik yüksek J_c değeri elde ettiler.



Şekil 1.13. Sıcak presleme fırınının şematik çizimi. 1: örnek, 2: piston, 3: alümina tüp, 4: ısıtıcı ve 5: termoçift (Shinohara vd., 2008).

1.4. MgB_2 Külçe Süperiletkenlerde Yapısal Kusurlar ve İkincil Fazların Süperiletkenlik Özellikleri Üzerine Etkisi

MgB_2 bileşiğinin fiziksel, elektriksel ve manyetik özellikleri üretim yöntemine, sinterleme sıcaklığı, sinterleme zamanı ve basıncı gibi üretim koşullarına ve stokiyometri kaymaları, başlangıç tozlarının kalitesi (boyutu, safsızlığı, vb.) gibi diğer etkenlere sıkı sıkıya bağlıdır. MgB_2 yapısında tüm bu etkenlere bağlı olarak pek çok oksit fazının ve süperiletken olmayan MgB_4 , MgB_7 , MgB_{12} gibi B zengini fazların oluşumu yapıda gözenekliliği arttırarak çeşitli kusurların oluşumuna neden olur.

Xiao ve arkadaşları (2003), katı hal tepkime yöntemi ile $900^\circ C$ 'de 2 saat ve $640^\circ C$ 'de 30 saat sinterledikleri MgB_2 örneklerde Mg eksikliğinin süperiletkenlik parametreleri üzerine etkisini incelediler. Her iki sinterleme sıcaklığı için de yapıda Mg eksikliği arttıkça a parametresinin lineer olarak azaldığı ve c parametresinin lineer olarak arttığı gözlemlendi. Ayrıca örneklerin artık direnç oranlarından (RRR), az miktardaki Mg eksikliğinin malzemenin normal durum geçiş (transport) özelliklerinde dikkate değer bir etki oluşturmadığı bulundu. Ma ve arkadaşları (2013), Mg fazlalığının düşük sıcaklıkta ($575^\circ C$ 'de 5 ve 10 saat) katı hal tepkime yöntemi ile sinterlenen MgB_2 örneklerin kritik akım yoğunluğuna etkisini araştırdıkları çalışmada, fazlalık Mg'nin, sinterleme mikroyapısının daha homojen ve yoğun olmasını sağladığını, örgü kusurlarını ve mekaniksel zorlanmayı arttırdığını buldular. Zhang ve arkadaşları (2009), katı hal

yöntemiyle 800°C’de 60 saatte sinterledikleri $Mg_{1-x}B_2$ ($x = 0,9-1,3$) bileşiklerinde, $x = 0,9$ ’dan $1,1$ ’e değiştiğinde saf MgB_2 fazının arttığını, x ’in daha büyük değeri için ise azaldığını gözlediler. Ayrıca, $Mg_{1,1}B_2$ bileşiğinin yüksek ve düşük alanların her ikisi için de en yüksek J_c değeri gösterdiği bulundu. a örgü parametresi x miktarındaki değişimden hemen hemen etkilenmezken, c örgü parametresinin ise artan x miktarı ile azaldığı gözlemlendi. c örgü parametresinin $x = 0,9$ için ideal değerinden ($c = 0,3521$ nm) daha küçük olması, örnek yapısında büyük miktarda boşluk (vacancy) olduğunun göstergesidir. $x = 1,3$ için c örgü parametresinin ideal değerinden daha küçük olması ise; Mg eksikliğinin ortadan kalkması ve B’nin yapı içinde yeterli miktardan daha fazla olması nedeniyle B atomlarının MgB_2 örgüsüne ara atom olarak difuz etmesinden kaynaklanır. Jung ve Lee (2007), aynı stokiometriye sahip farklı zaman aralıkları için öğütülmüş Mg parçaları ve B tozundan oluşan karışımı üç farklı sıcaklıkta (950-1000°C, 900°C, 850°C) sentezleyerek farklı miktarlarda reaksiyona girmemiş Mg elementi içeren MgB_2 örnekler elde ettiler. 850°C’de sinterlenen örneğin diğer örneklerle göre, daha yoğun ve daha iri parçalı reaksiyona girmemiş Mg tanecikleri içerdiği ve bu durumun külçe çivilemesini azalttığı bulundu.

Gözenekli yapının MgB_2 ’nin akım taşıma alanını ve dolayısıyla J_c ’yi azalttığı bilinmektedir. Buna karşılık, Grinenko ve arkadaşlarının (2006), gözenekli MgB_2 örneklerde yaptıkları çalışma oldukça dikkat çekicidir. Bu çalışmada gözeneklilik arttıkça örgü parametrelerinin ve kritik sıcaklığın azaldığı bulunmasına rağmen, 20 K ve 0 T’de $J_c \sim 3 \times 10^5$ Acm⁻² olarak hesaplanan kritik akım değeri, yoğun MgB_2 örnekler için hesaplanan değerlerle karşılaştırılabilir bir büyüklüktedir. Bu çalışma, gözenekli yapılarda zayıf bağ durumunun süperiletkenlik özellikleri üzerine görülebilir bir etkisi olmadığını ve tane sınırlarının akıma karşı geçirgen özellik sergilediğini gösterir.

MgB_2 süperiletkeninde, kritik akım yoğunluğu ve tersinmezlik alanı yapı içinde çivileme merkezi sayısının artırılması ile iyileştirilebilir. Bu nedenle, nanoboyutta birçok katkılama (doping) ve ekleme (adding) yapılması gibi işlemler gerçekleştirilmiştir. Bunlar içinde, Mg’nin yüksek buharlaşma özelliğinden dolayı oksitlenme eğilimi düşünüldüğünde, oksit fazları ile ilgili çalışmalar dikkat çekicidir. Kovak ve arkadaşları (2004), MgO katkısı ile J_c ve H_{irr} değerlerinde iyileşme olduğunu, T_c ’nin yaklaşık olarak sabit kaldığını fakat, taneler arası bağların kötüleştğini rapor ettiler. Perner ve arkadaşları (2005) ise, ağırlıkça %5 oranında MgO eklenen MgB_2 örneklerde yapı içinde homojen bir safsızlık dağılımı oluştuğunu ve taneler arası bağlar kötülemeden J_c değerinin 7,5 K ve sıfır alanda $1,3 \times 10^6$ Acm⁻²’lik bir değere arttığını buldular. Ma ve arkadaşları (2009), 5 ve

15 saat öğütülmüş orijinal Mg ve B tozunu 2 saat hava ortamında bırakarak homojen bir şekilde oksitlenmelerini sağladılar. 5 saat öğütülmüş tozdan elde edilen nanokristal yapıdaki MgB₂ taneler içinde dislokasyonlar ve homojen olarak dağılmış nanoboyutta MgO parçacıkları bulunduğu, bu durumun J_c'de anormal bir artış sağladığı ve 20 K'de 3,5 T alan altında 1 x 10⁴ Acm⁻²'lik J_c değeri elde edildiği rapor edildi.

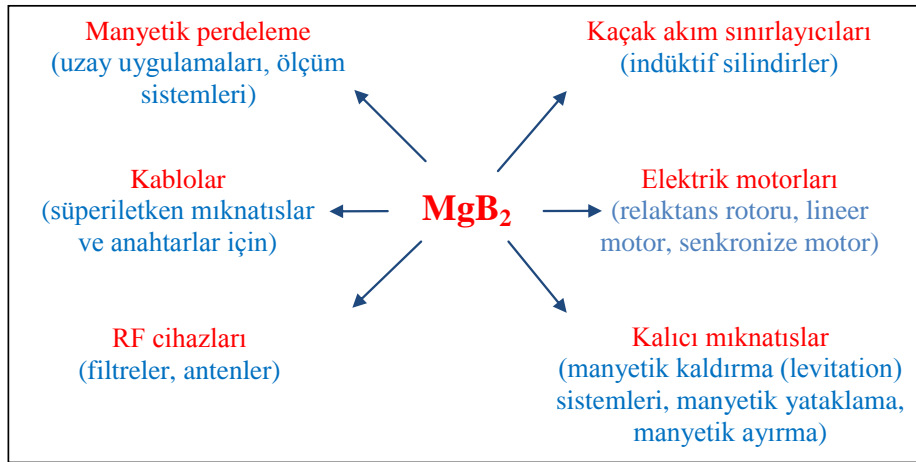
Serquis ve arkadaşları (2002), sıcak izostatik presleme (HIP) ile ürettikleri MgB₂'nin süperiletkenlik özellikleri üzerine mikroyapı ve kusurların etkisini inceledikleri bir çalışmada, sıcak preslemenin tane sınırlarında biriken MgO'nun tane boyutunu nanometre mertebesine küçülttüğünü ve MgO'nun yapı içine dağılıp hem gözenekli yapıyı iyileştirdiğini hem de yapıda daha fazla dislokasyon oluşturduğunu gözlemlediler. Bu durum ise, akı çivilemesini iyileştirip kritik akım yoğunluğunu arttırdı. Serquis ve arkadaşları (2003) yaptıkları başka bir çalışmada, katı hal tepkime yöntemi ile üç farklı sinterleme koşulunda MgB₂ örnekler ürettiler. Örneklerin taramalı ve geçirmeli mikroskop analizlerinde, ısıl işlemde sonraki yavaş soğutma sırasında, yüksek sentezleme sıcaklıklarında külçe MgB₂ içinde çözünmeden bulunan oksijenin ayrışabildiğini ve MgB₂ anafazı içinde nanometre boyutunda çökelti oluşturduğunu buldular. Manyetizasyon ölçümleri, bu çökeltilerin etkin akı çivileme merkezi gibi davrandığını ve tane-içi (intra-grain) kritik akım yoğunluğunu önemli derecede arttırdığını gösterdi. Zhu ve arkadaşları (2001), Mg buhar basıncından yararlanarak sinterledikleri polikristal yapıdaki MgB₂ külçe örneklerde MgO fazının yapı içinde ikinci büyük faz olarak yer aldığını, bunun yanında MgB₄ ve MgB₇ fazlarının varlığını tespit ettiler. MgO parçacık boyutunun 10-500 nm olması ve bu fazın MgB₂ anafazı ile eşleşmemesi (mismatch) yapı içindeki dislokasyonların kaynağı olarak düşünüldü. Liao ve arkadaşları (2004), katı hal tepkime yöntemi ile ürettikleri MgB₂'nin sentezleme şartlarına bağlı olarak çeşitli kristal kusuru, Mg eksikliği, koherent çökelti, örgü zorlanmaları, vida dislokasyonları ve oksijen safsızlığı içerdiğini buldular.

1.5. MgB₂ Külçe Süperiletkenlerin Uygulama Alanları

Bir süperiletkenin pratik uygulamaları için, geçiş sıcaklığı, kritik akım ve kritik manyetik alan değerleri ve manyetik alan tuzaklama kapasiteleri gibi pek çok süperiletkenlik parametresi belli kriterleri karşılamalıdır. MgB₂'nin, intermetalik süperiletkenler arasında en yüksek geçiş sıcaklığına (T_c = 39 K) sahip olması ve çalışma

sıcaklığının 20-30 K gibi yüksek bir değer olması, soğutma işlemi için maliyeti yüksek olan 4 K'lık soğutucu sistemleri kullanma gerekliliğini ortadan kaldırır. Bakır tabanlı süperiletkenlere kıyasla, MgB_2 'nin düşük üretim maliyeti, kolay elde edilebilirliği ve daha iyi mekaniksel özellikler göstermesi ile 4,2 K'de 1 T'nin üzerinde (Cavallin vd., 2006) ve 13,3 K'de 0,85 T'ye kadar (Perini vd., 2007) manyetik alan perdeleme performansı MgB_2 'yi birçok uygulama alanı için aday yapar.

MgB_2 süperiletkenlerin birçok uygulama alanı mevcuttur. Giunchi ve arkadaşları (2011), külçe MgB_2 'nin kullanım alanlarını Şekil 1.14'deki gibi özetler. Şekilde belirtilen bu uygulamaların hiçbiri için dışarıdan akım sağlayıcı bir kaynağa ihtiyaç duyulmaz. MgB_2 'nin şarj olması, soğutucu sistemin dışında ve klasik elektromanyetik sistemlerle yapılabilir. Günümüzde marketlerde MgB_2 süperiletkeninden yapılan akım kablolarını bulmak mümkündür.



Şekil 1.14. MgB_2 külçe süperiletkenlerin uygulama alanları (Giunchi vd., 2011).

Son birkaç on yılda, süperiletkenlerin manyetik enerji depolamada ve manyetik olarak havalanmış trenlerde kullanımı büyük dikkat çeker. Burada üretilen manyetik alanın büyüklüğü 2-5 T arasındadır. Bu kullanım alanları için oldukça büyük bobinlerde enerji depolanması gerekir. Bu durum ise, bobin yapımında kullanılacak süperiletken telin maliyetine dikkat çeker. MgB_2 süperiletkenler, düşük maliyetli tel yapımına imkan vermesi yönünden önemlidir (Tomsic vd., 2007).

İndüksiyon ısıtıcılarda verimi arttırmayı amaçlayan ALUHEAT projesi geleneksel indüksiyon ısıtıcılarda kullanılan ve verimlilikleri genellikle %55-60 civarında olan bakır AC bobinler yerine MgB_2 'den yapılmış bobinleri kullanır. Bu yeni konseptte, ısıtılması

gereken metal çubuk, MgB_2 bobinleri tarafından üretilen DC manyetik alan içinde döndürülür. Rotasyon, metal çubukta istenen sıcaklık dağılımını sağlayan eddy akımlarını indükler. Oluşturulan bu ısıtıcının verimliliği, motor verimliliği ve bobin soğutması tarafından tanımlanır ve %90 civarındadır (Stenvall, 2008).

İtalya'daki ASG Superconductors şirketi, MgB_2 iletkenlerin kullanımına dayanan açık MRI mıknatıs tasarımını başlatmıştır. Şekil 1.15 (Modica vd., 2007)'de görülen mıknatısın nominal çalışma akımı 90 A'ya ve merkezindeki alan 0,5 T'ye ulaşır. Cambridge Massachusetts Teknoloji Enstitüsündeki Francis Bitter Mıknatıs Laboratuvarı gibi dünyadaki diğer birçok araştırma laboratuvarında MgB_2 tabanlı MRI sistemi geliştirilmeye çalışılmaktadır. Yapılan denemeler sonuçlandığında, MgB_2 tabanlı aletler MRI marketlerde yerini alacaktır (Ma ve Liu, 2011).



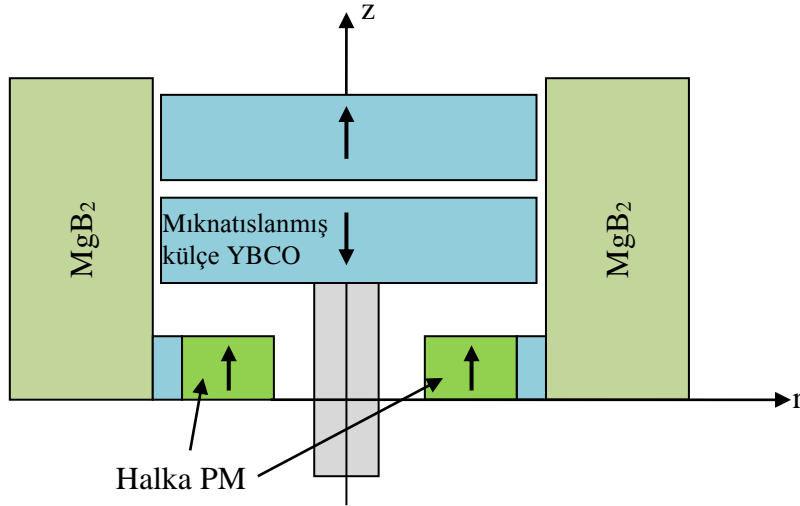
Şekil 1.15. ASG Superconductors şirketi tarafından MRI uygulamaları için geliştirilen (0,5 T) mıknatıs (Modica vd., 2007).

Süperiletken kaçak akım sınırlayıcılar son 20 yıldır araştırılmakta ve geliştirilmektedir. Bunların ana avantajları, normal çalışma koşullarında elektrik ağı üzerindeki etkilerinin ihmal edilebilir olması, pratik olarak anlık sınırlama özellikleri ve dış tetikleyici olmaksızın otomatik cevap verme özellikleridir. Resistif ve indüktif olmak üzere iki tip akım sınırlayıcı vardır. MgB_2 süperiletkenlikten normal hale keskin geçiş gösterme özelliği ile ideal bir resistif kaçak akım sınırlayıcıdır (Tomsic vd., 2007). İtalyan LIMSAT projesinde, son zamanlarda birçok MgB_2 kaçak akım sınırlayıcı üretilmiştir. Bu aletlerin

test sonuçları, iletkenlerin transport özelliklerinden tahmin edilen değerlerle uyum içindedir. (Ma ve Liu, 2011).

Hidrojen, günümüz dünyasında en önemli sorun haline gelen artan enerji ihtiyacını karşılayabilecek en önemli adaylardan biridir. Bilindiği gibi hidrojenin sıvı fazı, bu yakıtın depolanması, transferi ve sirkülasyonu için uygundur. Sıvı hidrojenin atmosferik kaynama noktasının 20 K olması, süperiletken uygulamalar için gereken kriyojenik ortamın elde edilmesini sağlar. Bu nedenle, Nakamura ve arkadaşları (2012) sıvı hidrojen sirkülasyon pompası olarak kullanılabilir indüksiyon/senkronize motor geliştirdiler. Motorun kafes sargısında MgB_2 teller kullanılarak hem HTS'lere kıyasla düşük maliyetli tel sarım üretildi hem de daha küçük hacimli motor üretimi sağlandı. Ayrıca bu motorda demir çekirdek kullanıldığı için MgB_2 tellerin kritik akım yoğunluğunun manyetik alan bağımlılığının, motor performansında zararlı herhangi bir etkiye neden olması engellendi.

İtalya'daki EDISON şirketi, sıcak presleme (Hot-P) yöntemi ile üretilen yüksek yoğunluktaki kaliteli MgB_2 külçe süperiletkenleri daha az karmaşık bir yöntem olan Mg-RLI yöntemi ile üreterek birkaç on santimetre boyutunda büyük külçe örnekler elde etmiştir (Giunchi vd., 2006). Bu yöntemle üretilen MgB_2 örneklerin, manyetik kaldırma ve motor sistemlerinde süperiletken mıknatıs olarak kullanımı için yeterli süperiletkenlik özelliklerinin olduğu öngörülmektedir (Giunchi vd., 2003). Külçe süperiletkenlerin motor yataklama sistemlerinde kullanılması ile sürtünmesiz bir rotasyonun sağlanması ve böylece enerji kaybının azaltılması sağlanabilir. HTS'lerin kullanıldığı basit bir sürtünmesiz manyetik yataklama sistemi için, genel düzende süperiletken sabit bir şekilde dururken, mıknatıs onun üzerinde temas olmaksızın dönmektedir. Patel ve arkadaşları (2012), içi oyuk silindir şeklinde MgB_2 ve mıknatıslanmış YBCO külçe süperiletkenler ile halka şeklinde ilave kalıcı mıknatıslar (PM) kullanarak Şekil 1.16'da gösterilen yeni bir süperiletken manyetik yataklama modeli geliştirdiler. Bu sistemde, tuzaklanan akı modelinin HTS'ler için geçerli olduğu kabul edilerek, yataklama sisteminin farklı konfigürasyonları için elde edilen maksimum kaldırma kuvveti değerleri analiz edildi. Geleneksel kalıcı mıknatıslar yerine mıknatıslanmış (RE)BCO külçe süperiletkenlerin kullanıldığı bu çalışmada kaldırma kuvveti yoğunluğunda önemli bir artış sağlandığı görüldü.



Şekil 1.16. Halka şeklinde ilave kalıcı mıknatıslar (PM) kullanılan yeni külçe-külçe süperiletken yataklamanın temel yapısı (Patel vd., 2012).

Manyetik perdeleme, süperiletken malzemelerin uygulama alanları arttıkça önemli hale gelmiştir. Süperiletken mıknatısların yüksek manyetik alanlarından insanları ve aletleri korumak ve süperiletken manyetik sensörlerin (SQUID gibi) elektromanyetik gürültülerini önlemek için manyetik perdeleme sistemleri geliştirilir. En gelişmiş manyetik perdeleme sistemleri uzay projelerinde kullanılır. Klasik manyetik perdeleme, özel alaşımlar kullanılarak yapılmaktadır. Bu alaşımların düşük sıcaklıklardaki geçirgenliklerinin düşük olması perdeleme potansiyellerini kısıtlar (Rabbers vd., 2010). Bu gibi durumlarda, süperiletkenlerin manyetik perdeleme alanında kullanımı birçok yönden avantaj sağlar. Düşük frekanslı manyetik alanı azaltmak için kullanılan manyetik perdeleme sistemleri, aktif ve pasif perdeleme olmak üzere iki çeşittir. Aktif perdeleme, eklemeli mıknatıs bobinlerden oluşan sisteme akım enjeksiyonu ile yapılır. NMR VE MRI sistemlerde kullanılan perdeleme sistemi bu türdendir. Pasif perdeleme ise, ferromanyetik ve süperiletken malzemelerin özelliklerinden yararlanılarak gerçekleştirilir. Ferromıknatıslar kenar (fringing) alanlarını kendi içinde yoğunlaştırarak azaltır. Süperiletkenler ise, iç bölgelerini manyetik alandan koruyan süperakımları oluşturarak manyetik alanı dışarılar. Bu iki çeşit malzemenin eş zamanlı olarak manyetik alana verdikleri cevap ile pasif perdeleme gerçekleştirilir (Gozzelino vd., 2012). Gozzelino ve arkadaşları (2012), MgB_2 ve Fe kaplardan oluşan eşeksenli hibrit manyetik perdeleme sistemi geliştirdiler. Bu sisteme, belli bir büyüklükte dış manyetik alan uygulayarak kap eksenine boyunca farklı pozisyonlarda indüksiyon alan zayıflaması ölçümleri yaptılar.

Böylece, sistemin pasif manyetik perdeleme performansı analiz edildi. Deney sonuçları, 0,4-0,6 T'lık alan uygulandığında, hibrit sistemin verdiği perdeleme çarpanının, sadece MgB₂ kabın kullanıldığı sisteminkinden 20 K ve 30 K'de sırasıyla 3 ve 4 kez daha büyük olduğunu gösterdi. Böyle bir hibrit manyetik alan perdeleme sistemi, uzay bölgelerindeki manyetik alanın güçlü zayıflatılmasında kullanılabilir sistemler için örnek teşkil eder.

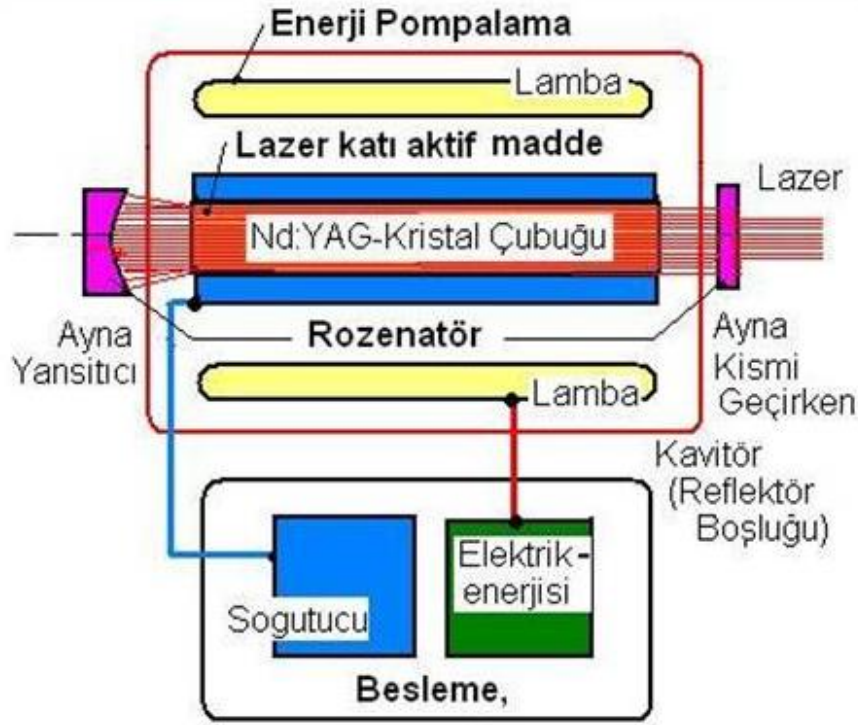
1.6. Lazerler

Lazer kelimesi, “Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation” cümlesinin baş harflerinden türetilmiştir ve uyarılmış radyasyon yayılımı ile ışığın güçlendirilmesi demektir. Bilindiği gibi kuantum anlayışında ise, ışık soğurma katsayısı sıfırdan küçük olan ortamlardan geçerken güçlenebilir. Bu olay, *negatif soğurma* olarak bilinir ve uyarılmış ışımaya olayı ile birlikte lazerin temelini oluşturur.

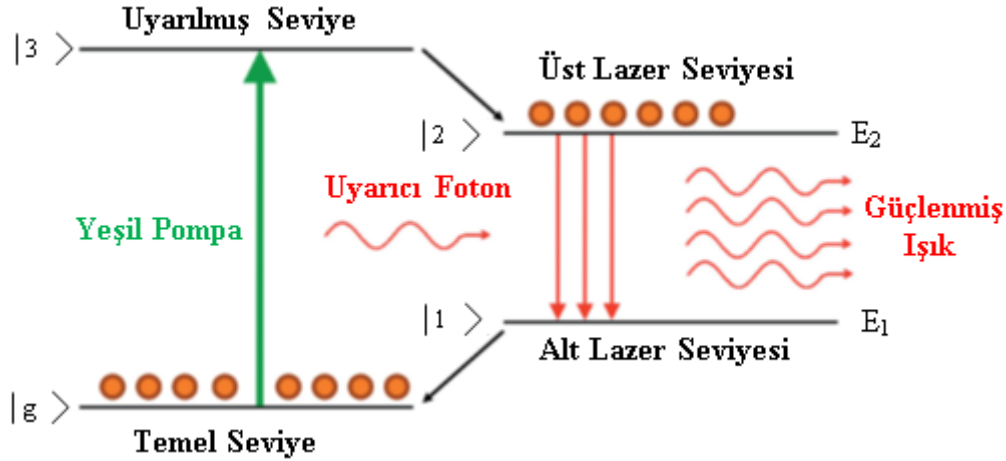
Bir lazer, Şekil 1.17 (URL-1, 2014)'de gösterildiği gibi optik kavite (rekleftör boşluğu) içerisine konulan aktif ortam (kazanç ortamı, kristal çubuk gibi), aktif ortama enerji pompalamakta kullanılan kimyasal, optik ya da elektriksel pompalama sistemi ile yansıtıcı ve kısmen yansıtıcı aynalardan (rezonatör) oluşur. Lazer aktif ortamı, lazer enerjisinin kaynağıdır ve aktif ortamın cinsi lazerin adını belirler (CO₂, Nd:YAG, Nd:YVO₄ gibi). Endüstride enerji pompalamakta kullanılan en yaygın uyarılma yöntemi yani pompalama sistemi, CO₂ lazerlerde kullanılan yüksek frekanslı elektrik akımı ve katı hal lazerlerde (Nd:YAG, İterbiyum Fiber gibi) kullanılan flaş lamba veya diyotlardır (Chang, 2005). Şekil 1.18'de dört enerji seviyeli bir lazer sisteminde optik kazanç elde ederek lazer ışığı üretme sürecinde gerçekleşen fiziksel olaylar şematize edilmiştir (URL-2, 2014). Optik kavite içerisinde yer alan aktif ortamın taban enerji seviyesinde ($|g\rangle$) bulunan atom ve moleküller pompalama sistemi yardımıyla gönderilen fotonlarla uyarılır. Bu fotonlar, aktif ortamdaki atom ve moleküllerin enerji seviyelerini uyarıp $|3\rangle$ enerji seviyesine çıkmalarını sağlar. Bu olaya pompalama denir. Pompalama yardımıyla üst enerji seviyelerindeki atomların sayısı artırılır, böylece nüfus terslenmesi gerçekleştirilir. $|3\rangle$ enerji seviyesindeki atomlar kendiliğinden ışımaya ile $|2\rangle$ alt enerji seviyesine geçerler. Bu enerji seviyesindeki atomlar fotonlar yardımıyla uyarılarak uyarıcı foton ile eş fazda (koherent) foton salıp $|1\rangle$ enerji seviyesine geçiş yaparlar. Bu olaya uyarılmış ışımaya denir (URL-2, 2014). Eğer aynalar arası mesafe (L), elektromanyetik dalga dalgaboyunun yarısının tam katları ($L=m\lambda/2n$) ise, faz rezonans koşulu sağlanacak ve bu bölgede bulunan

fotonlar güçlendirilecektir. Burada, λ elektromanyetik dalganın dalga boyu, n kazanç bölgesinin kırılma indisi, m (1,2,3...) ise tam değer alan dalga boyu parametresidir. Bu durum, pozitif geri besleme koşuludur. Yani, fotonların birbirine paralel yüksek yansıtma özelliğine sahip aynalardan defalarca yansıyıp salınım (osilasyon) hareketi yapmaları sonucu foton sayısı ve dolayısıyla ışık şiddetinin artması ile optik kazanç sağlanır. Eğer böyle bir döngüdeki optik kazanç, eşik kazanç değerini sağlarsa yani, foton kazancı kayıplardan (tüp duvarlarından kaynaklanan kayıplar, lazer ortamındaki safsızlıklardan kaynaklanan foton emilimleri, yansıtıcı aynaların yansıtma katsayılarının yetersizliği gibi) fazla ise optik salınım başlar. Işık şiddetinin yeteri kadar artması sonucu ise monokromatik lazer ışınması gerçekleşir.

Bir lazer sisteminde eşik kazancını (threshold gain) etkileyen birçok faktör vardır. Bunlar arasından; kullanılan ana kristalin kalitesi, pompalama oranı (yani çıkış gücü), aynaların ışığı yansıtma oranı ve aktif ortamının uzunluğu sayılabilir.



Şekil 1.17. Nd:YAG lazer sistemi (URL-1, 2014).



Şekil 1.18. Dört enerji düzeyi olan bir atomik sistemde, uyarılmış ışığa ile optik kazanç elde ederek lazer ışığı üretilmesi (URL-2, 2014).

1.6.1. Lazerin Tarihçesi

Lazer sisteminin kuramsal temelleri, ilk olarak 19. yüzyılın başlarında Albert Einstein tarafından “uyarılmış ışığa” kavramıyla atıldı (Einstein,1917). 1928 de Rudolph W. Landenburg, Einstein’ in öngördüğü uyarılmış ışığının varlığını kanıtladı ve negatif soğurma kavramını ortaya attı. 1940’da Valentin A. Fabrikant, negatif soğurma katsayılı ortam oluşturma (diğer bir deyişle sayı yoğunluğu tersinimi olma olasılığı) kuralını açıkladı (Goca, 1993; URL-3, 2006). 1947’de Willis E. Lamb ve R.C. Retherford, hidrojen spektrasında açık uyarılmış yayılımı buldular ve uyarılmış ışığının ilk gösterisini yaptılar (Willis ve Retherford, 1947). Uyarılmış ışınımdan faydalanmaya yönelik ilk çalışmalar ise, 1950’li yılların başlarında mikrodalga alanında yapıldı. Elektromanyetik tayfin mikrodalga bölgesinde 1,25 cm dalga boyunda ışık yayan MASER (Microwave Amplification of Stimulated Emission of Radiation) aleti geliştirildi (URL-4, 2006; Townes, 1964). 1964 yılında Nobel Fizik Ödülünü alan bu çalışma ile moleküllerin mm mertebesinde dalga boyuna sahip ışık yayabileceği sonucu elde edildi. 1960’da Amerikan fizikçi T.H. Maiman, yükselteç olarak silindirik yakut (ruby) kristali ve nüfus terslenmesi oluşturmak için pompalama kaynağı olarak flaş lambası kullanarak çıkış (output) dalga boyu 694 nm olan ilk lazeri keşfetti (Steen, 2003; Silfvast, 2008). 1961 yılında ise, yakut lazerden tek bir atılım (single pulse) şeklinde çıkış elde edilmesini sağlayan Q-anahtarlama (Q-switching) geliştirildi. Q-anahtarı, flaşlambalı pulslu lazerlerde lazerin çalışmasını koruyan optik bir kapaktır (optical shutter). Böylece lazer ışığının oluşması için gereken nüfus terslenmesi daha yüksek değerlere ulaşmıştır (Koechner ve Bass, 2003).

Lazerler (CO₂, He-Ne, Nd:YAG gibi), 1960'lı yıllardan beri çeşitli optik yükselteçlerle elektromanyetik spektrumun birçok bölgesinde (kızılaltı, görünür vs.) ışınım yapabilecek şekilde üretilirler. Ayrıca lazerler katı, sıvı, gaz ile plazma hallerinden, farklı dalga boylarında (ArF Gaz lazeri, 193 nm-Er:Glass Katıhal Lazeri, 1540 nm) ve farklı uygulama alanlarında (bilim, mühendislik, otomotiv ve uzay sanayi, savunma donanımları, tıp, meteoroloji ve holografi gibi) kullanılmak üzere geliştirilmektedirler.

1.6.2. Lazer Işığının Özellikleri

Lazerler, zamansal ve uzaysal olarak eş fazlı ışık kaynağıdır. Lazer ışığı (Poisson istatistiği), termal lamba (Bose-Einstein istatistiği) tarafından üretilen ışık ile kıyaslandığında, eş fazlı olması, monokromatiklik (tek renklilik), yönlendirilebilirlik, şiddet, kısa ve ultrakısa atımlar (pulslar) halinde üretilebilme gibi özellikleri yönünden farklılık gösterir (Rubahn, 1999).

Rezonatörden çıkan dalgalar aynı fazda olduğundan ve her foton kendine özdeş $h\nu_{21} = E_2 - E_1$ enerjili bir foton ürettiğinden sadece frekansı $\nu_0 = (E_2 - E_1) / h$ olan (yani gelen foton ile aynı enerji ve frekansa sahip) elektromanyetik dalga çıkışı olur. Bir elektromanyetik dalganın dalga cephesi üzerinde aralarında faz farkı olan iki nokta dikkate alındığında zaman değişimine karşın bu iki nokta arasındaki faz farkı değişmiyorsa zamansal yönden uyumlu oldukları söylenir. Üretilen elektromanyetik dalgaların zamansal uyumluluğu, güçlü monokromatik özellik ile sonuçlanır. Monokromatikliğin derecesi, spektral (tayfsal) çözünürlük ifadesi ile tanımlanır. İç içe geçmiş ışık filtreleri kullanarak şiddette önemli herhangi bir kayıp olmaksızın spektral çözünürlüğü arttırmak mümkündür (Rubahn, 1999). İstenen frekanstaki çok sayıda dalga, monokromatiklik özelliğinden dolayı lazer ışığı üzerine bindirilerek haberleşmede iyi bir sinyal jeneratörü olarak iş görür. Ayrıca holografi ve ölçüm biliminde de yararlanır.

Lazer ışığının diğer özelliği, uyarılan atomların her yön yerine tercihli bir yönde hareket etmesi nedeniyle bir doğrultu boyunca, birbirine paralel olarak, dağılmadan hareket edebilmesi ve yön verilebilmesidir. Lazer ışığının bu özelliği hem uyarılmış yayılma ile hem de rezonatörün etkisi ile ilgilidir. Ayrıca lazer ışığının uzaysal eş fazlılığı ve paralellikten sapma açısının çok küçük olması da lazer ışığının yüksek derecede yönelimli olmasını sağlar (Candan, 2008). Lazer ışığının doğrultusu uygun optik sistemler

yardımıyla değiştirilebilir ve istenen doğrultuya yeniden yönlendirilebilir. Lazer ışığının bu özelliğinden yararlanılarak lazer ile mesafe ölçme teknolojisi geliştirilmiştir.

Lazerlerin pik gücü, sürekli işlemler sırasında 10^5 W'ı, atımlı işlemler sırasında ise 10^{11} W'ı kolaylıkla geçer. Lambalar ise, ancak kilowattan biraz daha fazla güce ulaşabilir. Lazerlerin bu yüksek pik gücü, lazer-malzeme etkileşmesinin kolayca gerçekleşmesini sağlar. Bir ışık kaynağının şiddeti, bir yüzeye birim zamanda düşen güç ile tanımlanır. Işımanın şiddeti, pompalama ışımasının gücü ile orantılı bir artış gösterir. Kendiliğinden ışımaya katılan atomların sayısındaki artış, yarı kararlı durumdaki atomların sayısı ile orantılı olduğundan ışık şiddetindeki artış sınırlıdır (Rubahn, 1999). Lazer ışığının yüksek enerjisinden malzeme işleme amacıyla kesme, kaynak ve delme endüstrisinde yararlanır.

Termal bir ışık kaynağından lamba voltajının mekaniksel kapaklama ya da elektriksel anahtarlama yolu ile ışık pulsu elde edilebilir. Bu yöntem, akım kesici aletin mekaniksel kararlılığı tarafından sınırlanır ve birkaç mikrosaniye (μ s) uzunluğunda puls ile sonuçlanır. Lazerlerde ise, mod çiftleşme ya da Q-anahtarlama yoluyla sürekli lazer üreten sistemlerden, femtosaniye (fm) ve pikosaniye (pm) mertebesinde ultra kısa lazer pulsarı üretilebilir (Rubahn, 1999). Bu özellik, kayıpsız yüksek enerji nakli ve yüksek uzaysal çözünürlük ile parçacık hareketlerinin haritalanmasını sağlar.

1.6.3. Lazer Çeşitleri

Lazerler, kazanç ortamlarına, yayılımlarına ve dalgaboylarına göre üç farklı şekilde sınıflandırılabilirler (Çelik, 2011). Bunlar;

a) Kazanç ortamlarına göre: Katıhal Lazerler (Ruby, Nd:YAG ve Nd:Cam lazer gibi, 0,17-7,2 μ m dalga boylu), Yarıiletken Lazerler (GaAs lazer gibi), Gaz Lazerler (Atom (He-Ne gibi), iyon ve molekül (CO_2 , N_2 gibi) lazerler), Sıvı Lazerler (Boya lazerleri).

b) Yayılımlarına göre: Sürekli Lazerler (CO_2 lazer, Ar^+ lazer gibi), Puls Lazerler (Nd:YAG, Nd:Glass, Nd:YVO₄ lazer gibi).

c) Dalga boylarına göre: X-Işını Bölgesi, Morötesi (Ultraviolet), Görünür Bölge, Kızılötesi (Infrared), Mikrodalga.

1.6.3.1. Katıhal Lazerler

Katı-hal lazerleri, aktif ortam olarak titanyum, vanadyum, krom, mangan, demir, nikel, kobalt gibi geçiş metalleri ile neodyum, seryum, erbiyum, tulyum, holmiyum, iterbiyum gibi lantanit ve uranyum gibi aktinit grubu paramanyetik iyonlar ile katkılanmış kristal veya cam maddeleri kullanan lazerlerdir. Katkı maddesi olarak genellikle nadir toprak elementleri kullanılır. Çünkü bu tür elementlerin iyonlarının uyarılmış durumları, kristal örgülerinin (fononların) termal titreşimleri ile kolaylıkla çiftleşmez ve çalışma eşiklerine düşük şiddetteki lazer pompalama ile ulaşılabilir (URL-5, 2013). Katıhal lazerlerde sistemin verimini arttırmak için, iyi bir mekaniksel, termal ve optik özelliği olan ana kristal, serbest iyon elektronik konfigürasyonu olan aktifleştirici iyonlar ve düzenli bir geometri ile spektral parlaklığa (irradiance) sahip optik pompalama kaynağı birbirleriyle uyumlu olacak şekilde seçilmelidirler (Koechner ve Bass, 2003).

Katıhal lazerlerin ilki yakut lazerdir. Yakut, az miktarda krom ihtiva eden alüminyum oksit ($\text{Cr}^{3+} : \text{Al}_2\text{O}_3$) kristalidir. Kırmızı lazer ışığı yayan, bu kristal içindeki krom atomlarıdır. Yakut lazer, oda sıcaklığında sadece kısa atımlı lazer ışığı yayar, fakat kriyojenik sıcaklıklarda sürekli ışık yayabilir. Yakut lazer, 15 yıl gibi uzun bir zaman için üniversitelerde yüksek güç radyasyonu olarak temel bir araştırma aracı olmuştur. Günümüzde hala kullanılan bu lazer, düşük güç sağladığı ve düşük atılım tekrarı (her birkaç saniyede bir) olduğu için endüstriyel alanda kullanımı sınırlıdır (Koechner ve Bass, 2003). Katıhal lazerlerin ilk keşfinden bugüne kadar, birçok aktif ortam ve pompalama sistemi geliştirilerek lazer çeşitliliği artırılmıştır. En çok kullanılan katıhal lazerleri; Nd (Nd: . . . $4f^4 5s^2 5p^6 6s^2$, element no: 60, taban durumu: $^4I_{9/2}$) katkılı itriyum alüminyum garnet ($\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$) (Nd:YAG), Nd katkılı cam (Nd:Cam), iterbiyum katkılı camlar ve seramiklerdir (URL-5, 2013).

Lazerlerin endüstride kullanımı J. Geusic tarafından 1964 yılında geliştirilen Nd:YAG lazerler ile arttı. Bu tarihlerde katıhal lazerlerin ortalama gücü birkaç wattan ancak birkaç on watta kadardı. Üretilen ilk Nd:YAG lazer sistemleri tungsten flamanlı lambalarla pompalandı. Bu sistemlerde, lamba-yaşam süresi (40 saat) az olduğundan ve Q-anahtarlama kullanılan yüksek hızlı motorların yataklaması sık sık eskidiğinden güvenilirlik önemli bir konuydu. Sonraki sistemlerde mekaniksel Q-anahtarlama yerine optik filtreli Q-anahtarlama ve tungsten flamanlı lambalar yerine kripton ark lambalar kullanıldı. 1960'ların sonunda sürekli pompalamalı ve 100 wattlar mertebesinde çıkış

gücüne sahip Nd:YAG lazerler üretilerek bu lazerler ticari olarak elde edilebilir hale geldi. Yine aynı tarihlerde Nd:YAG ve Nd:Cam lazerlerde kısa atılımlar elde edildi. Pompalama kaynağı olarak zenon doldurulmuş flaş lambalar ve kripton ark lambalar geliştirildi ve lazer diyotları ideal pompalama kaynağı olarak tanımlandı. Flaş lambalar ile yeterli pompalamanın sağlanamadığı Nd:YVO₄ gibi yeni lazer malzemeleri diod pompalama için uygun bir aday oldu. Diod-pompalama, sistem güvenilirliği ve verimini arttırdı. Ayrıca diod-pompalama kullanılarak katıhal lazerler farklı şekillerde tasarlandı. Lazer diyot ışımalarının paralelleştirilebilmesi, katıhal lazerlerde pompa ışığının yönlendirilmesi ve lazer ortamının şekli ile ilgili esnek bir tasarım yapılmasını sağladı. Katıhal lazerleri ve sistemleri, günümüzde bir milyon dolarlık bir endüstriyi temsil eder ve bu lazerler araştırma, endüstri, medikal ve askeri uygulamalarda en çok kullanılan lazer çeşididir (Koechner ve Bass, 2003).

1.6.3.1.1. Katıhal Lazer için Tipik Performans Parametreleri

Katıhal lazerleri, diğer lazerler ile karşılaştırıldıklarında çıkış karakteristikleri yönünden en iyi çok amaçlı (versatile) radyasyon kaynaklarıdır. (Koechner ve Bass, 2003). Günümüzde katıhal lazerlerini endüstride imalat işlemlerinde, tıpta terapötik, estetik ve cerrahi süreçlerde, araştırma fakültelerinde tanısal aletlerin bir parçası olarak ve askeri sistemlerde menzil bulucu, hedef tasarımcı olarak bulmak mümkündür. Katıhal lazer sistemlerinin yukarıda sayılan birçok alana uyumluluğu bazı önemli özelliklerinden kaynaklanır. Katıhal lazerlerde,

- Aktif malzemenin şekli ve boyutu özel bir performansa uygun olarak seçilebilir.
- Farklı kazanç, enerji depolama ve dalga boyu özellikleri olan aktif malzemeler kullanılabilir.
- Çıkış enerjisi, yükseltici eklenerek arttırılabilir.
- Çıkış ışımalarının (output beam) zamansal, uzaysal ve tayfsal profilini şekillendirebilecek aktif ve pasif bileşenler mevcuttur (Koechner ve Bass, 2003).

Bu bölümde, katıhal lazer sistemlerinin performansını ve birçok alanda kullanılabilirliğini etkileyen temel parametrelerden bahsedildi.

1. Ortalama Çıkış Gücü

Işık demetini sürekli dalga biçiminde üreten sürekli lazerlerde ölçülen güç, ortalama güç olarak adlandırılır. Işık demetini periyodik pulslar şeklinde üreten puls lazerlerde ise

güç, puls başına ortalama güç ve pulsun tepe gücü olarak iki biçimde ölçülmektedir. Ortalama güç puls periyodunda (T), tepe gücü ise puls süresince (τ) ölçülür. Lazer demetinin monokromatik olması ve koherens özelliği, demetin çok küçük bir alana odaklanmasını ve çok büyük bir tepe gücü yoğunluğunun elde edilmesini sağlar.

Lazer ışık demeti ile malzeme üzerinde işlem yapmak için lazer gücü ya da lazer ışık şiddeti yerine, malzemenin birim alanına düşen güç dikkate alınmalıdır. Bu parametre güç yoğunluğu (Wcm^{-2}) olarak tanımlanır. Burada gelen lazer gücü W ve aydınlatılan alan cm^2 cinsinden verilir. Ticari olarak elde edilebilen katıhal lazerlerin büyük bir bölümü için çıkış gücü $20 W$ 'ın altındadır. Çıkış gücü büyük olan ($5 kW$ 'a varan) katıhal lazerler, nokta kaynak, kesme, delme ve yüzey işlemlerinde kullanılmaktadır. Yüksek çıkış gücü, işlem hızını artırır ve daha kalın malzemelerin işlenmesini sağlar (Koechner ve Bass, 2003).

2. Pik Gücü

Birim zamanda puls başına harcanan enerjiye pik gücü denir. Lazer pulsları bir τ süresince düzgün (uniform) olmadığından sağlıklı bir güç ölçümü yapmak oldukça zordur. Bu yüzden pik şiddetini göz önüne almak daha doğrudur. Pik şiddeti, puls boyunca lazer gücünün gerçek değişiminin kaba bir ölçümüdür. Bir pulsun genişliği, o pulsun pik şiddetini belirler. Buna göre, bir pulsun pik şiddeti, birim alan başına düşen pik enerjisinin puls genişliğine oranı olarak tanımlanır.

$100 \mu s$ mertebesindeki puls genişliği olan birkaç joulelik enerjili bir puls sistemi, üretim sürecinde delik açmada kullanılır. Bu tür sistemlerin pik gücü, birkaç on kilowatt mertebesinde dir. Aslında puls-pompalamalı ve Q-anahtarlamalı katı hal lazerlerle daha büyük pik gücü elde edilebilir. Örneğin, menzil bulucu ve hedef belirleyici gibi askeri sistemlerde kullanılan lazerlerin çıkış enerjisi $10 mJ$ 'den $200 mJ$ 'ye kadar değişir, puls genişliği ise $10-20 ns$ kadardır. Bu sistemlerin pik gücü ise, birkaç megawatt mertebesinde dir. Katı hal lazerlerden en yüksek pik gücü, füzyon deneylerinde kullanılan büyük Nd:Cam lazerlerde üretilir. Bu sistemlerin daha büyükleri için enerji çıkışı $100 kJ$ civarındadır ve puls genişliği $1 ns$ 'dir. Bu puls genişliği, $100 TW$ 'lık pik gücü elde edilmesini sağlar (Koechner ve Bass, 2003).

3. Puls Uzunluğu

Katıhal lazerlerde, sürekli dalgalar şeklinde lazer demeti üretilebildiği gibi, pompalama pulsunun uzunluğu ayarlanarak lazer frekansının bir döngüsü kadar kısa olan pulslar ($1 fs$ mertebesinde) ile milisaniye ya da mikrosaniye mertebesinde uzun pulslar da üretilir. Metallerde, boşluk delme ve yüzey sertleştirme işlemleri tipik olarak $100 \mu s$

civarındaki pulslar ile gerçekleştirilir. Sürekli pompalamalı, Q anahtarlama Nd:YAG lazerlerde, genişliği 100 nanosaniyeler mertebesinde olan pulslar üretilebilir. Puls-pompalamalı ve Q-anahtarlama lazerlerde puls genişliğinde bir azalma sağlanabilir. Bu tür lazerlerin puls genişliği birkaç nanosaniyeden 20 nanosaniyeye kadar uzanır. Bu durum, puls-pompalamalı sistemlerde daha fazla kazanç elde edilmesini sağlar. Mod-kilitleme tekniği ile, Nd lazerlerde pikosaniye mertebesinde puls üretimi de sağlanır. Puls genişliği ve kazanç-band genişliği ters orantılı olduğundan, geniş spektrumları nedeniyle ayarlanabilir (tunable) lazerler ile daha kısa pulslar elde dileyebilir. Örneğin Ti:Safir lazerler, femtosaniyelik pulslar üretirler. Bu kısa pulslar, kimyasal reaksiyonlar sırasında gerçekleşen dinamik süreçlerin araştırılmasına olanak sağlar (Koechner ve Bass, 2003).

4. Puls Tekrar Oranı

Puls tekrar oranı, birim zamanda üretilen puls miktarıdır. Askeri menzil bulucularda ve hedef belirleyicilerde kullanılan lazerler, saniyede 20 puls üretir. Bazı kaynak yapma ve delme makineleri, saniyede birkaç yüz puls tekrarlama oranı ile puls üretimi gerçekleştirir. Sürekli pompalamalı ve Q-anahtarlama lazerler, 5 ile 100 kHz arasında sürekli bir puls üretimi sağlar. Malzeme işleme uygulamalarının büyük bir çoğunluğu, bu lazerleri kullanır. Mod-kilitleme sistemi, birkaç yüz megahertz tekrarlama oranı ile puls üretir. Bu sistemler malzeme üretim uygulamalarında, malzemenin ablasyon (ablation) yoluyla kesilip çıkartılmasını sağlar. Böylece, her bir puls üretimi sırasında oluşan ısının civar bölgelere sızması engellenir (Koechner ve Bass, 2003).

5. Tayf Aralığı (Spectral Range)

Nd-tabanlı sistemler gibi en iyi geliştirilmiş ve en verimli lazerler, dalga boyu radyasyon kaynaklarını genellikle 1 μm 'lik bir çıkışa sabitleyebilirler. Harmonik jeneratörlerde kullanılan lineer olmayan kristaller, görülebilir ve ultraviyole spektrumda çıkış üretirler. Ultraviyole bölgedeki katıhal lazerler için spektral bölgenin sınırları, dörtlü Nd lazerler ile 266 nm civarına ulaşır. 1-2 μm 'de çalışan neodyum ya da erbiyum lazerler tarafından kullanılan güç seviyelerinde en uzun dalga boyu 4 μm civarında üretilir. Bir lazerin dalga boyu ile özel bir malzemenin pik absorpsiyonunu eşleştirerek çok tabakalı yapıların en üst tabakası, altındaki tabakalara zarar vermeden çıkarılabilir (Koechner ve Bass, 2003).

1.6.3.1.2. Nd:YVO₄ Lazer

Yüksek enerji yoğunluğunun gerektiği malzeme işleme sürecinde en çok kullanılan lazerden biri, pozitif yüklü Nd³⁺ iyonları ile katkılanan itriyum vanadat, Nd:YVO₄ lazeridir. Nd³⁺ iyonları (Nd³⁺: . . . 4 f³5s²5p⁶), lazerlerde kullanılan ilk üç değerlikli nadir toprak iyonlarıdır. Vanadat kristalleri iterbiyum, erbiyum, tulyum, holmiyum gibi diğer nadir toprak iyonları ile de katkılanabilir. Nd:YVO₄ lazer, puls üretiminde düşük eşik değeri gösterir. Bununla birlikte, vanadat kristalinin çeşitli büyütülme sorunları, kristal ile yapılan ilk lazer çalışmalarını güçleştirmiştir. Diod-pompalama sisteminin geliştirilmesi ile küçük kristallerin lazer üretiminde kullanılabilir olması ile Nd:YVO₄ lazer önemli katihal lazerlerinden biri olmuştur (Koechner ve Bass, 2003). Bu lazer, genellikle diod-pompalıdır fakat lamba-pompalı olanları da vardır (URL-6, 2013). Nd:YVO₄ puls lazerin tipik lazer emisyon dalga boyu 1064 nm'dir ve çıkış gücü maksimum 150 mJ'dir (Weber, 1999). Tablo 1.4, Nd:YVO₄ lazerin bazı özelliklerini vermektedir (URL-6, 2013).

Nd:YVO₄ lazer, diod-pompalama özelliği ile ilgili pek çok spektroskopik özelliğe sahiptir. En önemli iki özellik; Nd:YAG lazerden 5 kez daha büyük olan uyarılmış emisyon kesit yüzeyine sahip olması ve 809 nm'de güçlü geniş band absorpsiyonudur (809 nm, pik pompalama dalgaboyudur) (Koechner ve Bass, 2003). Nd:YAG lazer ile karşılaştırıldığında, çok daha büyük pompalama absorpsiyonu ve kazanç elde edilmesini sağlar. Ayrıca Nd:YVO₄'ün termal iletkenliği daha düşüktür, daha kısa üst-durum yaşam zamanı (çok yüksek olmayan neodyum konsantrasyonları için ≈100 μs) vardır, kazanç band genişliği (yaklaşık 1 nm) daha fazladır ve pompalama eşik gücü daha düşüktür (URL-6, 2013). Bunun yanında, Nd:YVO₄ lazerin verimi, büyük pompalama band genişliği sayesinde diyet pompalama sıcaklığına karşı daha toleranslıdır (Koechner ve Bass, 2003). Q-anahtarlamalı lazerlerde, Nd:YVO₄ lazerin daha düşük üst-durum yaşam zamanı ve yüksek kazanç verimi olduğundan enerji depolama kapasitesi Nd:YAG lazerden daha düşüktür. Bu nedenle Nd:YVO₄ lazer, Nd:YAG lazer kadar yüksek puls enerjileri için izinli değildir. Diğer taraftan, Nd:YVO₄ lazeri yüksek puls tekrarlama oranları için daha uygundur ve oldukça kısa Q-anahtarlamalı pulsların üretimine izin verir (URL-6, 2013).

Tablo 1.4. Nd:YVO₄ lazerin bazı özellikleri (URL-6, 2013).

Özellik	Değer
Kimyasal formül	Nd ³⁺ :YVO ₄
Kristal Yapısı	tetragonal
Kütle Yoğunluğu	4.22 g/cm ³
Nd yoğunluğu (%1 katkı için)	1,24 × 10 ²⁰ cm ⁻³
Erime Noktası	1810°C
Termal İletkenlik	≈ 5 W (m K) ⁻¹
Termal Genleşme Katsayısı	11 × 10 ⁻⁶ K ⁻¹ (c yönünde) 4,4 × 10 ⁻⁶ K ⁻¹ (a yönünde)
Tipik Dalga boyu	1064 nm
Pik Soğurma Dalga boyu	810 nm
Optik Geçirme Aralığı	400 nm-3800 nm
Geçirgenlik Oranı	0,3–2,5 μm
Flüoresans Ömrü	90 μs
Soğurma Kesit Yüzeyi (808 nm için)	60 × 10 ⁻²⁰ cm ² (c yönünde kutuplanma)
Emisyon Kesit Yüzeyi (1064 nm için)	114 × 10 ⁻²⁰ cm ² (c yönünde kutuplanma)

1.6.4. Lazer ile Malzeme İşleme

Günümüz dünyasındaki gelişmeler sanayi, sağlık, askeri savunma ve uzay endüstrisi gibi birçok alanda mikrometre veya nanometre boyutunda farklı pek çok malzemenin kullanımını gerekli kılmaktadır. Gelişen teknolojiye kaynaklanan bu ihtiyaç, özellikle bilim adamlarının, mühendislerin ve malzeme üreticilerinin dikkatini malzemelerin lazer ile işlenmesi konusuna çekmektedir. Nedeni ise, malzemenin cinsine ve yüzeye uygulanacak işleme en uygun lazer sisteminin seçilmesi ve birçok lazer parametresinin uygun biçimde değiştirilmesi ile çok küçük alanların minimum zarar ile işlenebilmesidir.

Lazer sistemleri, geleneksel tekniklerle karşılaştırıldığında pek çok özelliği yönünden avantajlıdır. Bu avantajlar, kısaca aşağıda belirtilmiştir (Bauerle, 1996).

1. Lazerlerin işlem hızı, diğer yöntemlere (mekanik aletler, geleneksel ısı kaynakları gibi) kıyasla daha yüksektir. Böylece uygulamalarda zamandan tasarruf edilir.

2. Lazerler yardımıyla yüzeylerin temas olmaksızın işlenmesi sağlanır. Böylece, uygulanan işlem sırasında enerji kayıplarını minimuma indirir ve lazer enerjisinin büyük bir kısmının hedef malzemeye aktarılmasını sağlar. Böylece işlem kalitesi artar.

3. Lazer kullanılarak numune yüzeyinde gerçekleştirilen işlemler, aynı lazer parametreleri ile tekrarlanabilir niteliktedir.

4. Lazer ışığının yüksek uzaysal ve zamansal uyumu, lazerlerin çok küçük alanlara odaklanabilmesini ve yönlendirilebilmesini sağlar. Böylece, yoğun bölgesel ısıtma sayesinde komşu alanların ısısal zarara uğraması ve kirlilik minimum düzeye indirgenir.

5. Lazer ışığının monokromatik oluşu, malzeme yüzeyinde gerçekleştirilen ısı işlemin derinlik kontrolünü sağlar.

Lazerlerin malzeme işlemede kullanımı, radyasyon enerjisinin ısı enerjisine bölgesel (lokal) dönüşümü üzerine temellendirilmiştir. Uygun optik düzeneklerle birleştirilen lazerler yardımıyla, malzemenin sadece istenen bölgesine yüksek şiddette (10^{12} Wcm⁻² gibi) ısı akışı sağlanarak istenilen işlem gerçekleştirilebilir. Ayrıca, lazerler yardımıyla gerçekleştirilen işlemler ile ısı iletkenlik nedeniyle gerçekleşen ısı kaybının ihmal edilebilir bir düzeye indirgenmesi sağlanır (Ifflander, 1990).

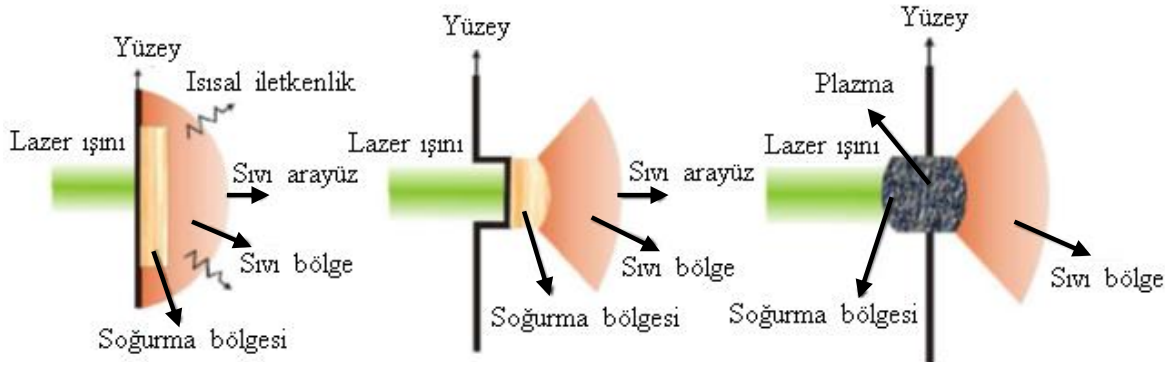
Lazerler yüksek yoğunluklu enerji kaynağı olarak polimerler, yalıtkanlar ve metaller gibi pek çok farklı malzemenin işlenmesinde kullanılmaktadır. Lazer ile bu tarz malzemelerin yüzeyinde gerçekleştirilen başlıca işlemler Rubahn tarafından aşağıda verildiği gibidir (Rubahn, 1999).

1. Temel lazer-yüzey işlemleri
 - a) Isıtma ve eritme
 - b) Plazma Üretimi
2. İleri Düzey İşlemler
 - a) Tavlama
 - b) Ablasyon
 - c) Yüzey temizleme
 - d) Yüzeyde indüklenen periyodik yapılar oluşturma
 - e) Kimyasal buharda çökertme (CVD)

f) Puls Lazer Depolama (PLD)

Bauerle (1996) ise, lazer işlemlerini geleneksel lazer işlemleri ve lazer kimyasal işlemleri (Laser Chemical Processing-LCP) olarak iki gruba ayırır. Geleneksel lazer işlemleri genel olarak asal gaz (inert) atmosferi altında gerçekleştirilir ve malzemenin kimyasal kompozisyonu üzerinde herhangi bir değişikliğe neden olmaz. Bu durum, geleneksel lazer işlemi ile lazer kimyasal işlemi arasındaki en büyük farktır. Geleneksel lazer işleminde daha çok kızıl ötesi (infrared) lazer ışığı kullanılır. Böylece metaldeki serbest elektronların ya da yalıtıkandaki titreşimlerin uyarılması sağlanır. Yarıiletken malzemede ise iki tip uyarılma da gerçekleşir. Malzemeye aktarılan bu uyarılma enerjisi malzeme içerisinde çok kısa zamanda ısıya dönüşür. Böylece, genellikle orta ve düşük şiddetteki lazer ışığı, malzeme yüzeyinde ve hacminde sıcaklık artışı sağlayan bir ısı kaynağı olarak düşünülebilir. Malzeme içinde sıcaklık dağılımı malzemenin optik ve termal özellikleri ile faz geçişleri (kristalleşme, erime ve kaynama gibi) sırasındaki enerji dönüşümleri tarafından tanımlanır. Lazer ışık şiddeti malzemede önemli oranda buharlaşmaya neden olan belli bir eşik değerine ulaştığında, malzeme yüzeyinde bir buhar çıkışı gerçekleşir. Böylece ablastasyon işlemi malzemenin yüzeyden sıvı, buhar ya da plazma halde uzaklaştırılması ile gerçekleştirilmiş olur. Şekil 1.19 (Akman, 2007), malzeme yüzeyinde gerçekleşen erime, buharlaşma ve plazma oluşum süreçlerini gösterir. Bu tip işlemlerde genellikle enerji yoğunluğu 10^3 - 10^8 Wcm⁻² arasındadır. İşlem derinliği ise birkaç on angström (Å) ile birkaç santimetre arasında değişir. Daha yüksek şiddetlerde buhar çıkışı önemli bir dereceye ulaşır ve belli bir şiddet değerinde buhar çıkışı bir plazma oluşturur (Bauerle, 1996). Plazmanın soğurma katsayısı lazer dalga boyuna bağlıdır (Russo vd., 2002). Tipik olarak plazma soğurması daha uzun dalga boylarında daha büyüktür (Liu vd., 1999; Russo vd., 2002). Oluşan bu plazma lazer ışığını absorbe ederek lazer ile malzeme arasındaki etkileşimi azaltır. Bu tip lazer işlemleri arasında, tavlama, yeniden kristalleştirme ve camlama (glazing) sayılabilir (Bauerle, 1996).

Lazer kimyasal işlemi ise, malzemenin kimyasal kompozisyonundaki ya da kimyasal reaksiyonun aktivasyonundaki değişiklik ile karakterize edilir. Bu tarz işlemler arasında desenleme, kaplama, sentezleme, dağlama, ablastasyon, PLD, metalizasyon, polimerizasyon ve katı yüzeylerin fizikokimyasal değişimi sayılabilir (Bauerle, 1996).



Şekil 1.19. Yüksek şiddetli lazer pulsu malzeme yüzeyine düşürüldüğünde gerçekleşen (a) erime, (b) buharlaşma ve (c) plazma oluşum süreçlerinin şematik gösterimi (Akman, 2007).

Lazer ışımalarının şiddetine bağlı olarak malzeme yüzeyinde gerçekleştirilebilecek işlemler Ifflander tarafından aşağıda verildiği gibi beşe ayrılır (Ifflander,1990).

1. $10^4-10^5 \text{ Wcm}^{-2}$

Isıtma: Malzemenin erime sıcaklığına ulaşılmadan sadece ısıtılması, sertleştirme, oksidasyon.

2. $10^5-10^7 \text{ Wcm}^{-2}$

Eritme: Katılaştırma, nokta kaynak, işaretleme, kristal büyütme, eritip kesme, yüzey işlemleri. Burada, malzeme yüzeyinde hızla erime sıcaklığına ulaşılır. İstenilen numune hacmi eriyene kadar şiddet sabit tutulur.

3. $10^6-10^7 \text{ Wcm}^{-2}$

Buharlaştırma: Delme, süblimleştirerek kesme, oyma, şoklama ile sertleştirme. Burada, genellikle yüksek şiddeteki pulslarla malzeme hızlıca buharlaşır.

4. $10^8-10^9 \text{ Wcm}^{-2}$

Plazma kalkanlama: Şiddet arttıkça buharlaşan malzeme tarafından bir plazma oluşturulur.

5. $10^{10}-10^{12} \text{ Wcm}^{-2}$

Gaz bozunumu: Yüksek gaz şiddeti atmosferde bir gaz bozunumu indükler.

Lazer ile malzeme yüzeylerinin işlenmesinde,

- Malzemenin geometrisi, dayanıklılığı, yüzey kompozisyonu, erime ve buharlaşma sıcaklıkları, yoğunluğu, ısı iletkenliği ve absorpsiyon katsayısı,
- Kullanılacak lazerin dalgaboyu, ışık şiddeti ve kalitesi, odak uzaklığı, işlem frekansı, puls gücü, puls sayısı, puls üretim süresi, puls tekrarlama oranı,

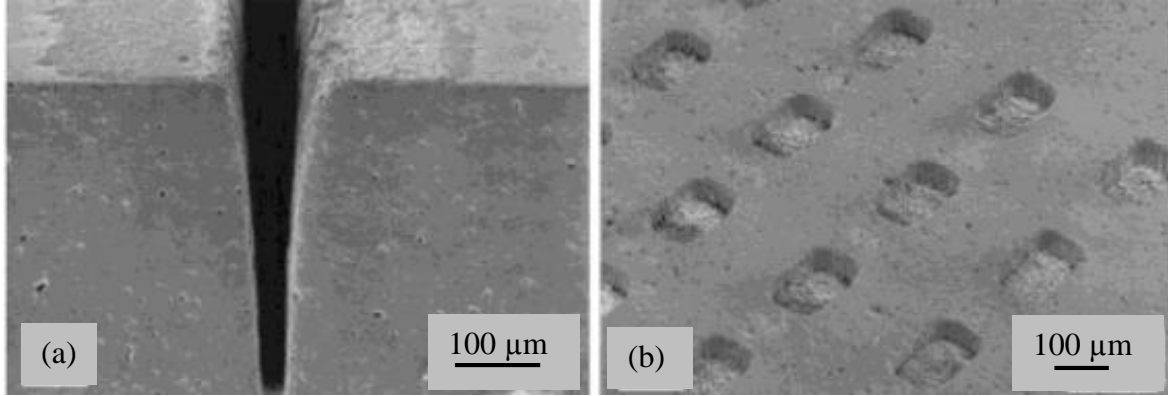
- Uygulanan işlemle ilgili olarak çalışılan mesafe, oksitlenmeyi giderici gaz kullanımı, kesme ya da kaynak derinliği, işlem hızı ve tekrar oranı

gibi parametreleri ve birbirleriyle ilişkisini belirlemek gerekir (Ifflander, 1990).

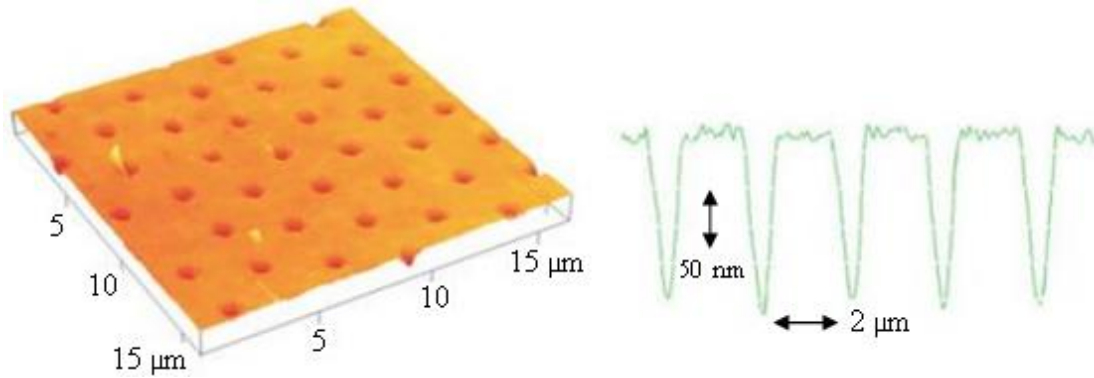
Bu bölümde lazer ablasyon yöntemi ile yüzey işaretleme işleminden ve malzemenin lazer demeti ile etkileşmesi sırasında gerçekleşen fiziksel olaylardan bahsedildi.

1.6.4.1. Lazer Ablasyon ile Yüzey Üzerinde Desen Oluşturma (Laser-Patterning) İşlemi

Bir malzeme (polimer, yalıtkan, metal vb) üzerinde istenen desenin elde edilmesi için iki temel yol vardır. Bunlardan birincisi, yüzeyin bilgisayar kontrollü lazer sistemi ile direkt taranmasıdır. Bu durumda oluşturulan desen direkt olarak yüzeye işlenir. Bu teknik çok yaygındır ve maliyeti yüksektir. Desen oluşturmanın diğer yolu ise, oluşturulmak istenen desenin şeklinde kesilmiş yansıtıcı bir maske kullanmaktır. Bu maske malzeme yüzeyine konur ve lazer ile taranır. Yeterince güçlü pulslar üretebilen bir lazer yardımıyla ışığın tümünün maskenin hacmine kadar genişletilmesi sağlanır ve böylece yüzey tek bir pulsa maruz bırakılır. Bu teknik çok ekonomiktir, fakat yaygın olarak kullanılmaz (Çolpan, 2008). Lazer desenleme işlemine örnek olarak, Şekil 1.20 ve Şekil 1.21 incelenebilir. Şekil 1.20 (a) ve (b), seramik $PbTi_{1-x}Zr_xO_3$ (PZT) üzerinde XeCl lazer radyasyonu ile oluşturulan farklı desenleri gösterir (Eyett vd., 1987). Şekil 1.20 (a)'da oluşturulan desen duvarlarının civarında herhangi bir morfoloji değişimi ya da malzeme dönüşümü tespit edilmemiştir. Desenlerin hemen bitişiğinde üst yüzeyde görülen karmaşa, kullanılan düşük ışık akısından ve/veya lazerle indüklenmiş plazmadan kaynaklanır. Şekil 1.20 (b)'de ise malzeme yüzeyi maskelenerek çizgisel odaklama ile taranmıştır. Şekil 1.21 ise, iki boyutlu (2D) SiO mikrofiber örgüsü kullanılarak polimid malzeme üzerinde oluşturulan olukları ve bu olukların atomik kuvvet mikroskobu (AFM) ile ölçülen derinlik profilini gösterir (Bäuerle vd., 2003). Bu şekillerden, lazer ablasyon yönreminde uygun lazer parametrelerinin belirlenmesi ile ilgilenilen örnek yüzeylerinde istenilen derinlikte desen oluşturmanın mümkün olduğu görülür.



Şekil 1.20. (a), (b). Seramik $PbTi_{1-x}Zr_xO_3$ (PZT) üzerinde XeCl-lazer radyasyonu ile oluşturulan iki farklı desenin SEM fotoğrafları (Eyett vd., 1987).



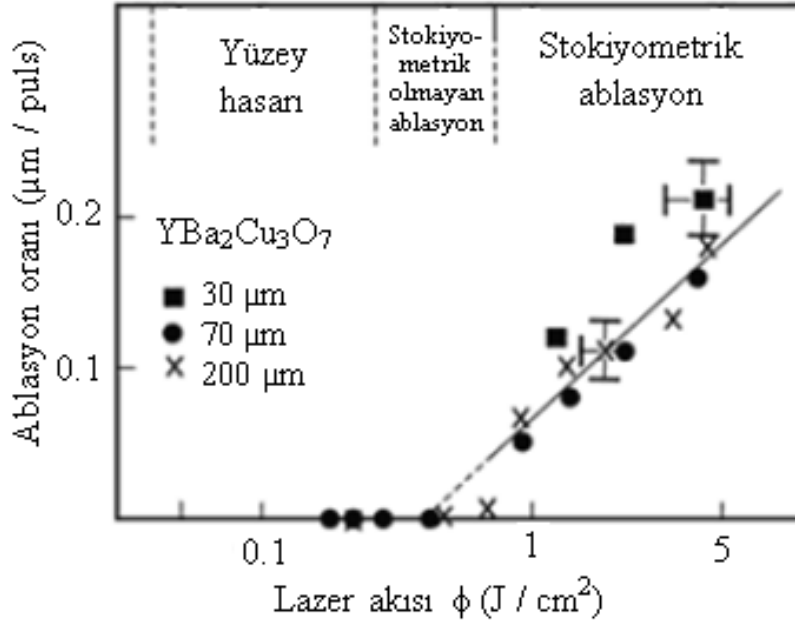
Şekil 1.21. Bölgesel KrF-lazer-indüklenmiş ablasyon ile polimid (PI) yüzeyinde oluşturulan olukların (holes) atomik kuvvet mikroskobu (AFM) ile ölçülen derinlik profili (Bäuerle vd., 2003).

Lazer ışığı malzeme üzerine düşürüldüğünde, soğurulan lazer enerjisi hedef malzemeyi ısıtır. Isınan malzeme önce sıvı hale sonra gaz hale geçer ve malzeme gaz halde kavitenin dışına tahliye olur. Bu işleme ablasyon denir (Yalukova vd., 2006; Tokarev vd., 2000). Kısaca ablasyon, yüzeyden malzeme uzaklaştırma işlemidir. Malzeme yüzeyinin lazer ile işaretlenmesi sırasında son iki şekilden görüleceği gibi ablasyon gerçekleşir. Ablasyon süreci dengeden uzak gerçekleşen bir süreçtir, termal veya termal olmayan mekanizmalara dayanır. Uygun ışık şiddetinin kullanılması ile yüzeydeki madde miktarının çok azının yüzeyden uzaklaşması sağlanabilir yani ablasyon oranı azaltılabilir. Malzeme ablasyonunun kısa süreli lazer pulsları ile gerçekleştirilmesi ise, uyarma enerjisinin malzemenin ablasyona tabi tutulan hacmi dışına harcanmasını engeller (Bäuerle vd., 1996). Ablasyon, eğer lazer ışık akısı (ϕ) belli bir eşik değerinin (threshold fluence, ϕ_{th}) üstüne çıkarsa gerçekleşir. Bu durum, Şekil 1.22'de net olarak görülmektedir. KrF lazer ile

ablasyona tabi tutulan (100) MgO altlık üzerine çökeltilen $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ ince filmde ışık akısı $0,04 \text{ Jcm}^{-2}$ değerinden küçük olduğu durumda ablasyonun gerçekleşmediği görülür. Ayrıca daha büyük spot hacimleri kullanıldığında ablasyonun gerçekleşmesi için daha büyük ışık akısına ihtiyaç olduğu da şekilden görülmektedir (Heitz vd., 1990).

Malzeme yüzeyinde oluşturulan desene ait ablasyon oranı (W_A , $\mu\text{m/puls}$), puls başına ortalama ablasyon hızı ($v \equiv \Delta h/\tau$, $\mu\text{m/s}$) tarafından belirlenirse $W_A \equiv \Delta h$ olur. Yani, ablasyon oranı lazer pulsu başına ablasyona uğrayan tabaka kalınlığına (Δh) denk olur. Ablasyon oranı puls başına ablasyona uğrayan hacim ile belirlenirse $W_A \equiv \Delta m/\rho$ ($\mu\text{m}^3/\text{puls}$) olur. Burada Δm kütle kaybı, ρ ise malzemenin yoğunluğudur. Genellikle ablasyona neden olan ışık akısı, malzemenin özelliklerine (mikroyapısı, konsantrasyonu, fiziksel ve kimyasal kusurları, absorpsiyon katsayısı gibi) ve kullanılan lazer parametrelerine (lazer dalgaboyu, puls üretim süresi gibi) bağlı olarak $0,1 \text{ Jcm}^{-2}$ ile birkaç Jcm^{-2} değerleri arasında değişir. Karşılık gelen ablasyon oranları ise, $0,01 \mu\text{m/puls}$ ile birkaç $\mu\text{m/puls}$ arasındadır. Ablasyon oranı lazer akısına bağlı olduğu kadar; lazer dalga boyu, foton enerjisi, puls sayısı, puls uzunluğu, puls tekrarlama süresi (çalışma frekansı), odak noktasındaki demet genişliği, spot hacmi (2ω), ısı veya optik işlem derinliği gibi diğer lazer parametrelerine de bağlıdır. Ayrıca, malzemenin erime ve buharlaşma sıcaklığı, absorpsiyon ve yansıtıcılık katsayısı, ısı iletkenlik katsayısı, buharlaşma entalpisi gibi malzeme parametrelerine de bağlılık gösterir (Bäuerle, 1996).

Ablasyon genişliği, lazer ışık akısına ve enerjisine önemli derecede bağlıdır, lazer puls sayısından ise bağımsızdır (Bäuerle, 1996). Lazer enerjisi arttıkça ablasyon derinliği ve genişliği artar. Kullanılan puls sayısı ise etkinin derinliğini artırır, fakat genişliğini etkilemez. Odak noktasındaki spot hacmi de oluşturulan desenin genişliğini ve plazma demetinin genişlemesini belirler (Bäuerle, 1996). Puls tekrarlama (shot) sayısı da ablasyon sürecine etki eder. Artan tekrarlama sayısı, zarar eşik değerini (damage threshold) azaltır (Rubahn, 1999).

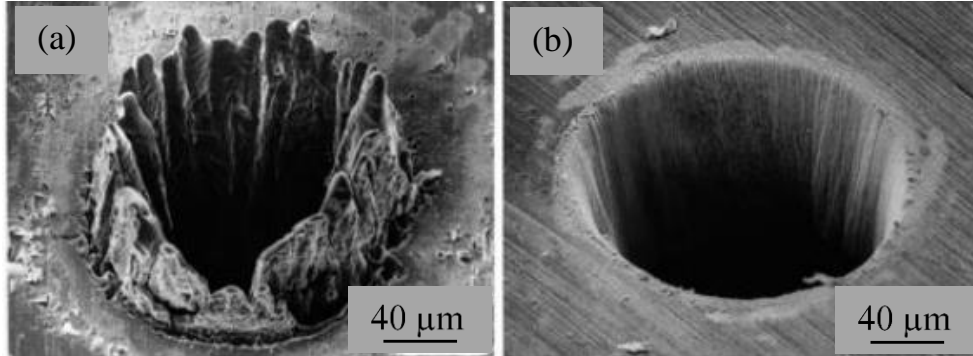


Şekil 1.22. KrF lazer akısının fonksiyonu olarak (100) MgO altlık üzerine çöktürülen $YBa_2Cu_3O_7$ ince film üzerinde oluşturulan yüzey ablasyonu. Yüzey üzerindeki farklı lazer-demeti spot hacimleri (2ω) grafik üzerinde farklı şekillerle gösterilmiştir. Lazer ışık akısı $\phi < 0,04 Jcm^{-2}$ için film üzerinde fark edilebilir bir iz oluşmamıştır (Heitz vd., 1990).

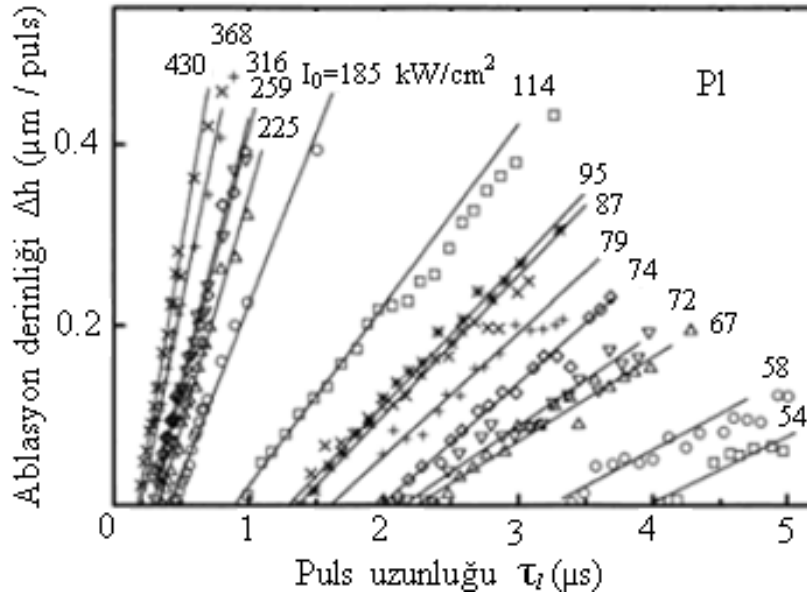
Pikosaniyeli ve femtosaniyeli pulslar ile yapılan ablasyon, termal olarak yüksek iletkenliğe, yüksek yayılım katsayısına ve geniş band boşluğuna sahip malzemelerin daha az güç ile ve daha az zarar ile desenlenmesi için çok güçlü bir tekniktir. Nano saniyeli pulslar ile gerçekleştirilen ablasyon işleminde, ablasyona uğrayan hacim dışına ısı transferi nedeniyle gerçekleşen erimeden dolayı heat affected zone (HAZ) denen bir bölge oluşur. Şekil 1.23 (a) ve (b)'den (Chichkov vd., 1996), Ti:Safir lazer ile ablasyona uğratılan çelik folyoda oluşan nokta şekilli oyukların duvar kısımlarında gözlenen HAZ bölgelerinin kullanılan puls uzunluğu ve ışık akısına göre değişimi verilmiştir. Ultrakısa pulslar ile HAZ bölgesinin genişliğinin azaltılabildiği şekilden görülmektedir.

Puls uzunluğu, elektron-fonon gevşeme (relaksasyon) zamanını geçtiğinde HAZ bölgesinin genişliği ısıl girme derinliği ile ilişkili olarak tahmin edilebilir. HAZ genişliği sadece malzeme parametrelerine ve puls uzunluğuna bağlı olmayıp aynı zamanda lazer akısına ve puls tekrarlama oranına da bağlıdır (Bäuerle, 1996). Puls süresi, elektron-fonon etkileşme zamanından kısa olan bir lazer ile işlem yapıldığında, ısı örgülere aktarılmaz, foton-malzeme etkileşmesinin sadece yüzeyde gerçekleşmesi sağlanır ve malzemede ısıl zarar gözlenmez. Ancak pratikte bu etkinin tam olarak gerçekleştirilmesi zordur.

Femtosaniye mertebesinde çok kısa pulslar kullanılsa dahi erimiş katmanlar asla sıfır yapılamaz ve ancak mikron mertebesindeki çok ince malzemelerin işlenmesinde en aza indirgenebilir (Knowles vd., 2007). Şekil 1.24, polimid malzemesinde oluşturulan ablasyon oranının Ar^+ -puls lazerin puls uzunluğuna bağlılığını gösterir (Bäuerle, 1996). Şekilden, puls uzunluğu azaldıkça artan I_0 lazer şiddeti sonucu ablasyon derinliğinin arttığı görülür.



Şekil 1.23. 100 μm kalınlıklı çelik folyoda 780 nm dalga boyulu Ti:Safir lazer radyasyonu ile oluşturulan oluğun (hole) SEM fotoğrafı. (a) $\tau=3,3$ ns ve $\phi=4,2$ Jcm^{-2} (b) $\tau=200$ fs ve $\phi=0,5$ Jcm^{-2} (Chichkov vd., 1996).



Şekil 1.24. Polimid (PI) malzemesinde oluşturulan ablasyon derinliğinin çeşitli I_0 şiddetli ve 302 nm puls süreli Ar^+ -puls lazerin puls uzunluğuna bağlılığı. Linear interpolasyon düz çizgi ile gösterilmiştir (Bäuerle, 1996).

Pulslu lazer ablasyon işlemi ışık akısına bağlıdır (Di Palma et al., 1995) ve temel olarak termal (pyrolitik), fotofiziksel ve fotokimyasal (fotolitik) ablasyon diye aşağıda verildiği gibi üç kategoriye ayrılır (Bäuerle, 1996).

Termal (pyrolitik) ablasyon: Lazer-uyarımlı ısıtma ve buharlaşmaya dayalı bir süreçtir. Bu sistemde uyarma enerjisi kaybı çok hızlıdır. Uzun dalga boylu (IR) lazerler küçük foton enerjisine sahiptir ve termal tepkimeye neden olur.

Fotofiziksel ablasyon: Termal olmayan uyarımlar ile ablasyon oranı etkilenir. Bu sistemde elektronik olarak uyarılmış malzemelerde elektron-boşluk (hole) çifti, enerji transferinden önce yüzeyi terk eder.

Fotokimyasal (fotolitik) ablasyon: Hem fotoçözünme hem de bozukluk veya safsızlıklar üzerinde dolaylı enerji transferiyle termal olmayan bağ kırılması sistemine dayanır. Kısa dalga boylu (UV) lazerler büyük foton enerjisine sahiptir ve fotokimyasal tepkimeye neden olur.

Malzemenin ablasyona tabi tutulan bölgesinde katı plazma etkileşme sürecinde bazı problemler meydana gelir. Bunlardan bazıları; malzeme tarafından lazer enerjisinin soğurulması sonucu buharlaşma, plazma ısınması ve iyonlaşması, ablasyon sırasında erimiş parçacıkların ilgilenilen hacim dışına sıçraması ve erime bölgesindeki hidrodinamikler olarak sıralanabilir (Bäuerle, 1996). Malzemenin özellikleri de ablasyon sürecini etkiler. Örneğin, nanosaniyeli pulsların kullanıldığı bir ablasyon sürecinde, metal malzemelerin termal difüzyon uzunluğu ($\approx 1\mu\text{m}$), polimerik malzemelere göre, optik girme derinliğinden ($\approx 10\text{ nm}$) daha büyük olduğundan ablasyonla oluşturulan desenin sınırları termal iletkenlik nedeniyle erir ve absorbe edilen lazer enerjisi malzeme hacmi içinde kaybolur. Eğer femtosaniyeli pulslar kullanılırsa, malzemenin termal iletkenlik özelliği ablasyon sürecinde daha önemsiz bir rol oynar. Böyle bir durumda ablasyon oranı, polimerler için verilen (1.4) eşitliği ile tanımlanır (Rubahn, 1999).

$$\text{Ablasyon oranı} = \text{Malzemenin absorpsiyon katsayısı}^{-1} \ln \frac{\text{Kullanılan lazer akısı}}{\text{Lazer akısının eşik değeri}} \quad (1.4)$$

Ablasyon sürecinde malzemedeki oluşan hasarın tipi ve derecesi, lazer parametrelerine ve malzemenin mikroyapısı, safsızlığı, iç basıncı, termal difüzyon uzunluğu, yansıtıcılık katsayısı gibi özelliklerine bağlıdır. Ablasyona maruz kalan yüzeyin düzgünlüğü de ablasyon sürecini etkiler. Akı belli bir eşik değerinin üzerinde ise kabaca bir yüzey deseni elde edilebilir, ancak daha yüksek lazer ışık akısı veya daha kısa pulslarla desenlerin daha

düzgün oluşturulması sağlanır. Bu sonuçlar, UV ve görünür bölgede kısa pulslu lazerlerin uygulamadaki önemini net bir şekilde ortaya koyar (Bäuerle, 1996). Reaktif ve reaktif olmayan gazlar ile oluşturulan ortam atmosferi de ablasyona uğratılan yüzeyin fiziksel ve kimyasal özelliklerinin değişmesine neden olur.

Lazer ablasyon yöntemi, birçok geleneksel yöntemle göre (fotolitografi tekniği) göre daha avantajlıdır. Bu nedenle, pulslu lazer ablasyon tekniğinin günümüzde birçok uygulama alanı mevcuttur. Bu uygulamalardan bir kısmı aşağıda verilmiştir.

- Kompleks stokiyometrik ince filmlerin üretimi (Bäuerle, 1996; Lunney and Jordan, 1998).
- Sert, kırılgen ve ısıya duyarlı maddelerin yüzey mikro desenlemesi, tel izolasyonunun soyulması, yüzey temizleme, yüzey desenleme işlemleri (Bäuerle, 1996).
- Mikroanaliz işlemleri (Kools vd., 1991).
- Metal külçelerden (Ag, Au, Pt, Pd, Cu gibi) metal yığını elde edilmesi (Rubahn, 1999).
- Mikroelektronikler ve dolgu endüstrisi (Rubahn, 1999).

1.6.4.2. Malzeme İşleme Sırasında Gerçekleşen Fiziksel Olaylar

Lazerler yardımıyla malzemelerin yüzey özelliklerinin değiştirilmesi, istenen herhangi bir uygulama için malzeme özelliklerinin optimize edilmesi açısından önemlidir. Çok büyük miktardaki lazer enerjisinin çok kısa bir zamanda malzemenin yüzeyine yakın belirli bir bölgesine aktarılabilmesi, malzemenin bölgesel yüzey özelliklerinin tüm hacmine kıyasla kontrol altında tutulmasını gerektirir. Lazer ile malzeme işleme sürecinde lazer-yüzey etkileşme dinamiğinin anlaşılabilmesi için malzeme özelliğinin ve gerçekleşebilecek fiziksel ve kimyasal olayların bilinmesi gerekir. Böylece lazer ile malzeme işleme sınırları belirlenebilir. Bu nedenle, bu bölümde ışık ile madde arasındaki etkileşimden bahsedildi.

1.6.4.2.1. Işık-Madde Etkileşmesinin Optik Özellikleri

Lazer ışığının malzeme ile etkileşmesinin başında, malzeme üzerine düşen lazer ışığının soğurulması ve yansıtılması ile malzemede meydana gelen erime ve buharlaşma süreçleri gelir. Lazer demetinin malzeme tarafından soğurulması lazer ışımalarının dalga

boyu, enerjisi, şiddeti, puls tekrarlama süresi ve malzeme yüzeyine gelme açısı gibi özelliklerine bağlı olduğu kadar malzemenin yansıtıcılık ve soğurma katsayıları, özısı, ısı kapasitesi (ısı sığası) ve kalınlık gibi özelliklerine de bağlıdır.

Metal bir malzeme yüzeyine çarpan ışık için, metalin yansıtıcılığı yansıyan ışın yoğunluğunun gelen ışın yoğunluğuna oranı olarak tanımlanır ve Eşitlik (1.5) ile verilen Beer Denklemi ile tanımlanır.

$$R = \frac{(n-1)^2+k^2}{(n+1)^2+k^2} \quad (1.5)$$

Bu eşitlikte n, ışığın içinden geçtiği ortamın kırıcılık indisi ve k sönüm katsayısıdır (yalıtkanlarda k=0). Yansıma katsayısı birimsizdir ve genellikle gelen ışığın yüzdesi olarak verilir. Yansıma katsayısı elektriksel iletkenlikle (σ) ilişkilendirilirse büyük dalga boyları (λ) için Eşitlik (1.6) elde edilir. Burada c, ışık hızıdır (Çolpan, 2008).

$$R = 1 - 2\sqrt{\frac{c}{\sigma\lambda}} \quad (1.6)$$

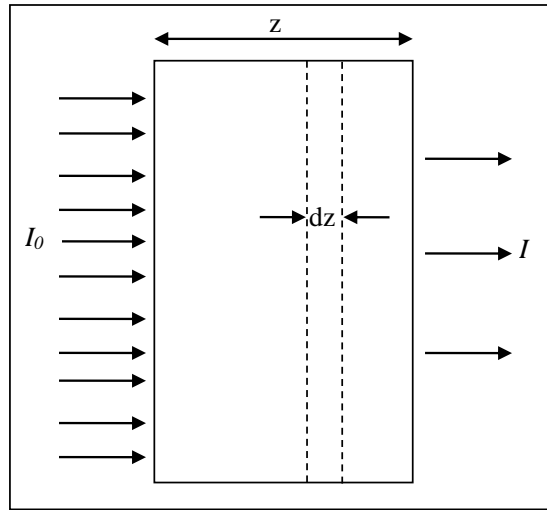
Bir malzeme yüzeyi lazer ışığı (elektromanyetik dalga) ile etkileştiğinde, yansıma dışında ışığın içinden geçtiği malzemenin lineer soğurma katsayısına (α , cm^{-1}) ve kalınlığına bağlı olarak soğurulması da gerçekleşir. Soğurma katsayısı genelde dalga boyunun ve sıcaklığın bir fonksiyonudur. Şekil 1.25, ışığın z kalınlığındaki bir tabakadan geçerken soğurma sürecini gösterir (Goca, 1993). I_0 gelen ışığın şiddeti ve α sabit bir soğurma katsayısı olmak üzere tabakadan geçen ışığın şiddeti $I(z)$, Eşitlik (1.7)'de verilen Beer-Lambert Kanunu ile ifade edildiği gibi, içinden geçtiği ortamın kalınlığına bağlı olarak exponansiyel bir azalma gösterir (Brown ve Arnold, 2010).

$$I(z) = I_0 e^{-\alpha z} \quad (1.7)$$

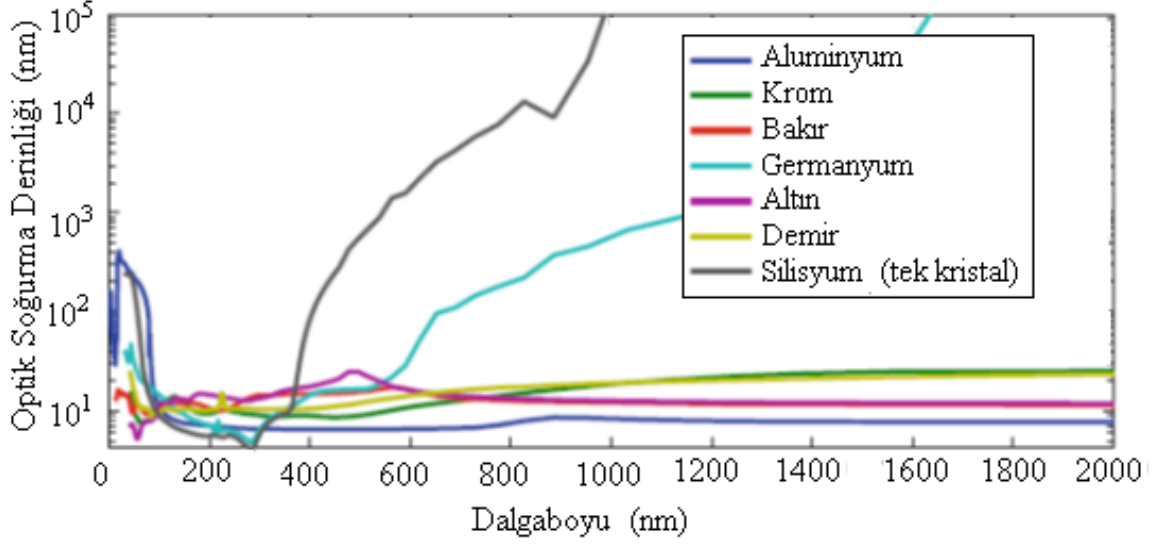
Malzeme içinde ilerleyen ışık dalga şiddetinin ilk değerinin $1/e$ 'sine ya da % 37'sine düştüğü mesafe Optik nüfuz etme ya da soğurma derinliği (δ , μm veya nm boyutunda) olarak tanımlanır. Nüfuz etme derinliği, soğurma katsayısınının çarpmaya göre tersine eşittir ve $\delta = 1 / \alpha$ ile verilir. Ayrıca, Eşitlik (1.8)'deki gibi ifade edilir.

$$\delta = \frac{\lambda}{4\pi k} \quad (1.8)$$

Bu eşitlikte λ kullanılan ışığın dalga boyu, k ise sönüm katsayısıdır (Çolpan, 2008). Malzemelerin elektriksel özellikleri soğurma işlemi belirlediğinden lazer ışığının dalga boyuna göre soğurulması değişiklik gösterir. Şekil 1.26, alüminyum, krom, bakır gibi pek çok malzemenin optik soğurma derinliklerini dalga boyunun fonksiyonu olarak gösterir (Lide, 2001). Şekilden anlaşıldığı üzere, bir malzemenin tüm hacmine zarar vermeksizin sadece belirli bir bölgesinde işlem yapılmak istendiğinde, optik soğurma derinliği kısa olan dalga boylarının seçilmesi gerekir (Brown ve Arnold, 2010). Soğurulan elektromanyetik dalga enerjisi, malzeme içinde hemen ısı gibi başka bir enerji türüne çevrilir. Böylece malzemenin sıcaklığı artar (Goca, 1993)



Şekil 1.25. Işığın malzemeden geçerken soğurulması (Goca, 1993).



Şekil 1.26. Belirli bir dalga boyu aralığında çeşitli malzemelerin optik soğurma derinlikleri (Lide, 2001)

1.6.4.2.2. Işık-Madde Etkileşmesinin Termal Özellikleri

Hedef malzeme üzerine düşürülen lazer ışığının bir kısmı yansır ve bir kısmı soğurulur. Soğurulan lazer ışığı enerjisi direkt ısı enerjisine dönüştürülmez, öncelikle band elektronlarının uyarılma enerjisine ve serbest yük taşıyıcıları ile fononların kinetik enerjisine dönüşür. Örgü fononlarının bu titreşim enerjisi, malzemenin bütün hacmine yayılır ve sonuçta ısı enerjisine dönüşür. Bunun sonucunda, malzemede sıcaklık artışı gözlenir.

Soğurulan lazer enerjisinin miktarı malzeme içindeki ısı akışına bağlıdır. Isı akışı ise, malzemenin ısıl iletkenlik katsayısı (κ), ısı kapasitesi (ısı sığası) (C) ve özgül ısı (c , birim kütle başına düşen ısı kapasitesi, birimi J/gK) gibi özelliklerine bağlılık gösterir. Bir malzemenin *ısıl iletkenlik katsayısı*, Eşitlik (1.9) ile verilir.

$$\kappa = k\rho C_p \quad (1.9)$$

Burada ρ malzemenin yoğunluğu, k ısıl yayılım katsayısı ve C_p malzemenin sabit basınçtaki ısı kapasitesidir. Bu k ısıl yayılma katsayısı, bir malzemenin ısısal enerjii ne kadar hızlı kabul ettiğini ve iletildiğini niteler (Candan, 2008; Akman, 2007; Charschan, 1993). Belirli bir t zamanında ısının malzemenin ne kadar derinliğine nüfuz edeceği ise Eşitlik (1.10) ile ifade edilen ısısal nüfuz etme derinliği, D ifade edilir (Charschan, 1993).

$$D = (4kt)^{1/2} \quad (1.10)$$

Isının malzeme içinde derinlemesine ilerlemesi için ısı dağılımının az olması gerekir. Isı dağılımı fazla olduğunda ise, ısı yüzeyden hızlı bir şekilde malzeme hacmine dağılır. Bu durumda malzemenin işlem yapılan bölgesinde erime miktarı azalır ve ısı etkisi daha büyük bir hacimde hissedilir (Candan, 2008; Akman, 2007; Weckman, 1997).

Isı akışını etkileyen bir diğer önemli değişken ise ısısal zaman sabitidir (t_l). Isısal zaman sabiti, malzemenin üzerine bir puls düştüğünde arka yüzey sıcaklığının, ön yüzey sıcaklığının %37'si olana kadar geçen zamandır ve kısaca ısının belirli bir derinliğe ilerlemesi için gereken zaman olarak tanımlanır. Isısal zaman sabiti, Eşitlik (1.11) ile ifade edilir.

$$t_l = x^2/4k \quad (1.11)$$

Bu eşitlikte x malzemenin tabaka kalınlığıdır. Bu sabit, ısının derinlemesine nüfus etmesi için gereken zaman aralığının tahmin edilmesini sağlar (Charschan, 1993).

Düz bir malzeme yüzeyine dik olarak gelen lazer ışığı için bir boyutta zamana bağlı olarak malzemede gerçekleşen ısı akışı, Eşitlik 1.12 ile ifade edilir. Burada z malzemenin yüzeyinden itibaren derinliği ifade eder, V ise örnek hacmidir. Isı akışı ile malzemede bir ΔT sıcaklık değişimi gerçekleşir ve bu artış ile malzemede ısınma, erime veya buharlaşma gibi çeşitli termodinamik süreçler gözlenir (Charschan, 1993). Malzemenin ilgilenilen hacminin ısınıp erimesi ve artan ısı enerjisiyle buharlaşması sürecinde hedef malzemede oluşturulan delikten buhar halinde bir miktar malzeme dışarı atılırken, bir kısmı da delikten dışı doğru oluşan buhar basıncı ile eriyik halinde atılır (Akman, 2007; Weckman, 1997). Böylece, malzemede bölgesel oluklar oluşur.

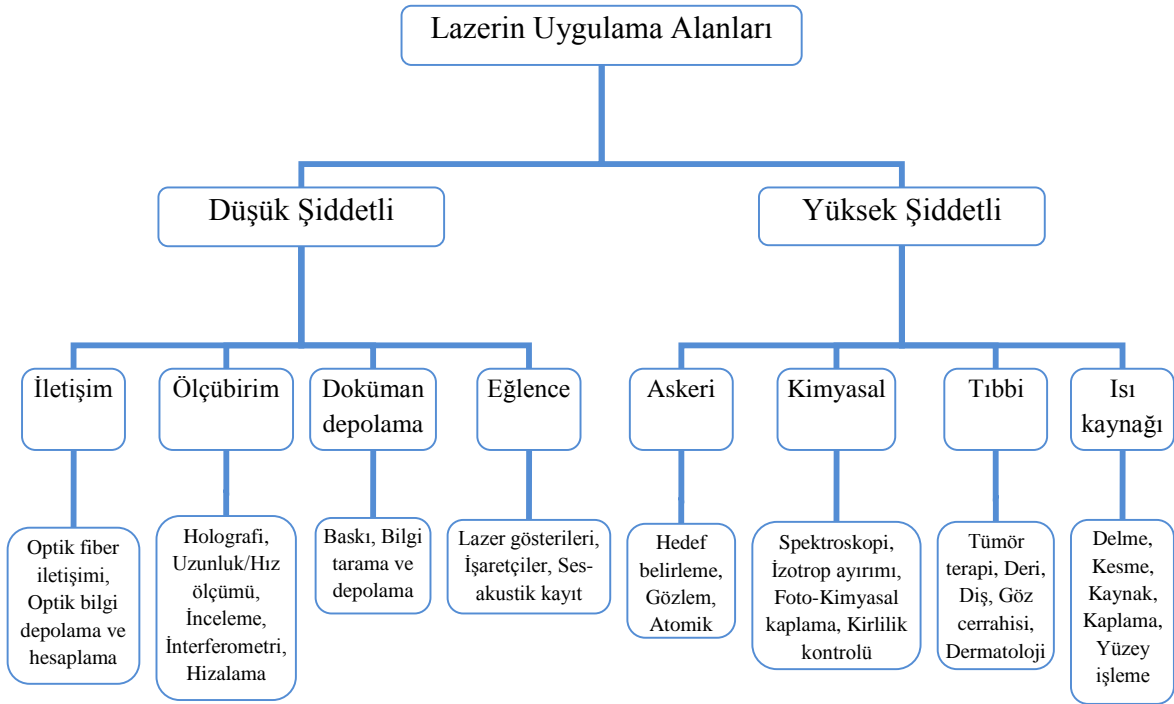
$$\frac{\partial}{\partial z} \left(K \cdot \frac{\partial T}{\partial z} \right) = \left(\frac{c_p}{V} \right) \cdot \left(\frac{\partial T}{\partial t} \right) \quad (1.12)$$

1.6.5. Lazerlerin Uygulama Alanları

Lazerlerin 1960 yılında keşfinden sonra endüstrideki ilk kullanımı bir puls rubby lazer ile kablo çekmek olmuştur. Bu çalışmada 4,7 mm çapında ve 2 mm derinliğinde bir

deliğın 15 dakika civarında delindiğı rapor edilmiştir. Bu işlem mekanik bir sistem kullanılarak 24 saatte ancak gerçekleştirilebilirdi (Çolpan, 2008). Lazer günlük hayatta ilk olarak 1974 yılında süpermarketlerin barkot okuyucularında kullanılmıştır. 1982 yılında ortaya çıkan lazer disk okuyucu ve kompakt disk çalarlar ise ilk lazer donanımlı cihazlardır (URL-7, 2013). Şekil 1.27 (Majumdar ve Manna, 2003), lazerlerin uygulama alanlarını gösterir. Lazerler günümüzde; otomotiv, uzay ve havacılık endüstrisi, savunma sanayi, iletişim, bilimsel arařtırmalar ve tıp gibi pek çok alanda çeşitli amaçlarla (mesafe ölçme, hedef bulma, kesme ve kaynak yapma, terapatik ve estetik süreçlerde tedavi etme ve tanı koyma gibi) kullanılmaktadır. Örneğın yakut lazer, holografının kaynağı olarak ve daha çok arařtırma amaçlı kullanılmaktadır. U.S. M-60 tank menzil bulucu sistemlerde de yakut lazer kullanılır. Özellikle tıpta hastalıkların teşhis ve tedavisinde (göz hastalıklarının tedavisi, mikro cerrahi uygulamalar gibi) lazerler yaygın olarak kullanılmaktadır.

Lazerler, bilimsel arařtırmalarda daha çok, mikromekanik, metalurji, opto-elektronik ve kimyasal mühendislik alanları ile elektronik alet ve yarıiletken üretimi, sensör teknolojisi gibi konularda kullanılır. Ayrıca, lazerler ince film, güneş pili gibi malzeme üretimi ve karakterizasyonu (lazer spektrometreler, interferometreler gibi) çalışmalarında da kullanılır. Türkiye’de özellikle Kocaeli’de Lazer Teknolojileri Arařtırma ve Uygulama Merkezinde (LATARUM), Ankara’da Ulusal Nanoteknoloji Arařtırma Merkezinde (UNAM) ve Konya’da İleri Teknolojiler Arařtırma ve Uygulama Merkezinde lazer sistemlerinin geliştirilmesi ve bilimsel arařtırma çalışmalarında kullanımı hız kazanmaktadır. Lazer sistemleri geliştikçe ve lazerlerin malzeme ile etkileşmesinin doğası anlaşıldıkça lazerlerin kullanım alanlarının her geçen gün artması beklenmektedir.



Şekil 1.27. Lazerlerin Uygulama Alanları (Majumdar ve Manna, 2003)

1.6.6. Literatür Özeti

MgB₂ süperiletkeninin bulunuşundan günümüze kadar bu intermetalik bileşiğin süperiletkenlik özelliklerinin iyileştirilmesi amacıyla pekçok çalışma yapılmıştır. Bu çalışmaların en temel amacı, MgB₂'nin üst kritik alan, tersinmezlik alan, kritik akım yoğunluğu ve manyetik alan altındaki akı çivileme performansının artırılmasıdır.

Bilindiği gibi, MgB₂ süperiletkeninde akım, yüksek sıcaklık süperiletkenlerinden farklı olarak, zayıf bağlı (weak-link) tane sınırları tarafından sınırlanmaz (Dou vd., 2004). Bu durum MgB₂'nin uygulamalardaki tercih edilebilirliğini artırır. Fakat MgB₂ yapısı içindeki akı çivileme merkezi gibi davranan doğal kusurların eksikliği, bu süperiletkende kritik akım yoğunluğunun uygulanan dış manyetik alandaki artış ile ani bir düşüş göstermesine neden olur (Kim vd., 2006). Literatüre bakıldığında, bu olumsuzlukların ortadan kaldırılması ve MgB₂'nin yüksek alan performansının artırılması için kullanılan yöntemlerden bazıları aşağıdaki gibidir.

- MgB₂ yapısına C, Si, Al, Zn, Sn, C₆H₆ (benzen), C₄H₆O₅ (malik asit), C₆H₁₂O₆ (şeker), MgO, Fe₂O₃, Ho₂O₃, DyB₄, Y₂O₃, Pr₆O₁₁, SiC ve SiCl₄ gibi pek çok kimyasalın katkılanması: Bu işlem ile yapıda homojen olarak dağılmış ve tane büyümesini bastıran süperiletken olmayan nanoboyutta ikincil fazlar oluşur. Böylece, yapıda akı çivileme

merkezlerinin ve yer deęiřtirme örgü kusurlarının oluřturulması ve elektron saçılma merkezlerinin artması saęlanır.

- Mekaniksel alařımlama yönteminin kullanılması: Bu yöntem ile küçük tane boyutlu MgB₂ sentezlenmesi ile tane sınırı yoğunluęunun arttırılması ve yapısal deformasyon ile kalıcı içsel zorlanma (residual internal strain) oluřturulması (Gümbel vd., 2003) saęlanır. Böylece akı çivileme performansı arttırılır.

- Sıcak presleme (HP), sıcak izostatik presleme (HIPed) (Serquis vd., 2002), kapalı tüp içinde sinterleme (PICT) ve Mg reaktif sıvı sızma teknięi (Mg-RLI) gibi deęiřik yöntemlerin kullanılması: Bu yöntemler ile gözenekli yapının (porosity) azaltılması sonucu yoğun yapıda MgB₂ elde edilmesi ve böylece tane sınırı baęlarının (connectivity) arttırılması saęlanır.

- MgB₂'nin nötronlar (Martinelli vd., 2008), iyonlar (Chikumoto vd., 2003), elektronlar, protonlar ve gama ışınları (Verdin vd., 2007) ile radyasyona tabi tutulması: Radyasyon ile yapıdaki atomların uyarılması neticesinde atomlar denge örgü konumlarını terk eder ve örgü içinde vortekslerin hareketini engelleyen çivileme merkezleri olarak davranan boşluklar (Verdin vd., 2007) ile interstisyel (ara yerleřim) kusurlar (Verdin vd., 2007) gibi kristal düzensizlikleri, örgü kusurları ve nanometrik amorf kusurlar oluřur (Martinelli vd., 2008).

Bu bölümde proton, nötron, elektron, iyon ve gama gibi çeřitli yüksek enerjili parçacıklar kullanılarak MgB₂ süperiletkenlerin radyasyona tabi tutulması sonucu MgB₂'nin yapısal, elektriksel ve manyetik özelliklerinde meydana gelen deęiřimlerden ve lazerlerin süperiletken malzemelere uygulanması ile ilgili bazı önemli çalıřmalardan bahsedildi.

2.5 MV'luk hızlandırıcı gerilim ile elde edilen 5×10^{17} e/cm²'lik elektron akısı ile radyasyona uğratılan külçe MgB₂'nin süperiletkenlik özelliklerinin incendięi bir çalıřmada (Okayasu vd., 2002 (a); Okayasu vd., 2002 (b)), taneler arası sınırların birleřme enerjisinin, içteki kristallerden atomları sökmek için gereken baęlanma enerjisinden daha küçük olması nedeniyle elektron radyasyonunun taneler arası sınırlara zarar verdięi bulundu. Bu durum, MgB₂ taneleri boyunca süperiletkenlik çiftleniminin bozulmasına ve akı girdaplarının örneęin iç kısımlarına daha kolay girmesine neden olur. Perdeleme akımları azalır ve bu durum yüzey akı çivilemesini azaltır. Bu nedenlerden dolayı, radyasyon sonucu zayıf manyetik alan altındaki J_c deęerlerinde çok küçük bir deęiřim olurken, güçlü manyetik alanlarda J_c deęerlerinde bir düşüř gözlemlendi. Okayasu ve arkadaşlarının (2002 (a)) 3.54

GeV enerjili Xe iyonları kullanarak 1×10^{11} iyon/cm²'lik iyon akısı ile radyasyona tabi tuttukları MgB₂ örnekler üzerindeki çalışmalar, radyasyon sonucunda yüksek manyetik alandaki akı çivilenmesinin arttığını ve B_{irr} değerinin yüksek alan bölgelerine doğru kaydığını göstermiştir. MgB₂ yapısında oluşan sütun kusurlar (columnar defects) ise, bu değişimin nedeni olarak düşünülmüştür.

10^{10} , 5×10^{10} , 10^{11} ve 2×10^{11} iyon/cm²'lik dört farklı Pb-iyon akısı ile radyasyona tabi tutulan yüksek yoğunluktaki MgB₂ külçe örneklerde düşük alanlardaki kritik akım yoğunluğu değerlerinde düşüş gözlenmiştir. Radyasyon sonucu tane sınırı bağlarının bozulması (degradation) ve/veya yaşlanma etkisi (aging effect) bu düşüşün nedeni olarak görülmüştür. Yüksek alanlarda ve daha düşük sıcaklıklarda ise kritik akım yoğunluğunda ve B_{irr} değerinde belirgin bir artış olduğu rapor edilmiştir. İyon radyasyonu sonucu oluşan sütun kusurların yapıda aktif çivileme merkezleri gibi görev yapmasının J_c'deki bu artıştan sorumlu olduğu belirtilmiştir. 10^{11} iyon/cm²'den daha büyük iyon akısı dozlarında ise yüksek alan bölgesindeki J_c değerlerinde gözlenen düşüş, MgB₂'nin süperiletken hacim kesrindeki azalmaya bağlanmıştır (Chikumoto vd., 2002; Chikumoto vd., 2003).

Farklı şiddetlerde nötron radyasyonuna tabi tutulan, tek adımda sinterleme metodu ile hazırlanmış polikristal Mg¹¹B₂ örneklerin TEM analizini yapan Martinelli ve arkadaşları (2008) tarafından, nötron radyasyonunun, kristal örgüsü içinde koherens uzunluğu mertebesinde nanometrik amorf kusurlar oluşturduğu ve bu kusurların yoğunluğunun nötron akısı ile arttığı gözlenmiştir. Düşük sıcaklık ve yüksek manyetik alanlardaki J_c değerinde önemli bir artışın olması bu kusurların yapı içinde çivileme merkezi olarak davrandığının bir göstergesi olarak kabul edilmiştir. 3 T civarında alana bağlı J_c değerinde geniş bir maksimum gösteren $5,5 \times 10^8$ n/cm²'lik radyasyona tabi tutulan örneğin 5 K'deki B_{c2} değerinde referans örneğine göre 3.3 T'lık bir artış olmuştur. Bu örneklerde direnç grafiğinden tanımlanan T_c değerlerinin radyasyon dozuna bağlı olarak azaldığı ve 40 K'deki direnç değerlerinin ise arttığı gözlenmiştir. Ayrıca, normalize çivileme kuvvetinin (F_p/F_{p,max}) 5 K'de indirgenmiş alana (H/H_{irr}) bağlı grafiğinin yüksek alanlara doğru maksimum bir kayma göstermesi, nötron radyasyonunun yapıda flakson (fluxon) çivilenmesi için uygun büyüklükte kusurların oluşmasını sağladığının bir işaretidir.

Mezzetti ve arkadaşları (2002) tarafından, in-situ metotla üretilen yüksek yoğunluktaki MgB₂ örneklerde 0.8×10^{16} p/cm²'lik proton radyasyonunun (6 MeV) etkileri incelenmiştir. Toplam örnek hacminin yaklaşık %56'sında radyasyon etkisi gözlenmiştir.

Protonun örneğe verdiği zararın, hedef çekirdek ile örneğin ilgilenilen parçası arasındaki Coulomb saçılmasından kaynaklandığı bulunmuştur. Ayrıca, örneğin T_c değerinde çok küçük bir değişim (0,03 K) gözlenmiştir. Özellikle 28 K'den yüksek sıcaklık değerleri ile 36 K arasındaki sıcaklık bölgesinde yapıda nokta şeklinde oluşan kusurların, MgB_2 'nin alana bağlı J_c değerinde gözlenen düşüşü engellemekte aktif olmadıkları rapor edilmiştir. Bu durum, sıcaklık arttıkça nokta şekilli kusurların çivileme enerjisinin sıfıra doğru gitmesinden kaynaklanır (Balents ve Kardar, 1994). Bu özellik, yüksek indirgenmiş sıcaklıklarda (T/T_c), radyasyonun yapıya verdiği zararın analiz edilmesinde faydalıdır (Mezetti vd., 2002).

Düşük dozda gama ışınları, protonlar ve elektronlar ile radyasyona uğratılan sıcak izostatik presleme ile üretilmiş yüksek yoğunluktaki MgB_2 örneklerde (Durán vd., 2008), T_c değerinin değişmediği ($T_c \sim 38,5$ K) ve örneklerin manyetik histerizis eğrilerinde akı atlama (flux jump) gibi magnetotermal kararsızlık gözlendiği rapor edilmiştir. Bu kararsızlığın, ısı yayılımı, akı çizgileri hareketi ve yüksek yoğunluktaki kusurların birbirleri ile olan sıkı etkileşimi gibi nedenlerden kaynaklandığı tahmin edilir. Atomik düzensizliğin belli bir oranı için MgB_2 yapısında etkin akı çivileme merkezi olarak görev yapan bölgesel ve yüzeysel kusurların radyasyon sonucu yeniden dağılımı ile alana bağlı kritik akım yoğunluğunda artış gözlenmiştir. Elektron ve proton radyasyonunun kritik akım yoğunluğu üzerindeki etkisi benzer olmasına rağmen gama ışını radyasyonunun kritik akım yoğunluğunu önemli derece arttırdığı bulunmuştur. Bunun nedeni, elektron ve proton radyasyonunun MgB_2 'de yüzeysel kusurlar oluşturması, fakat daha yüksek enerjili olan gama radyasyonunun örneğin içinden geçerek önemli miktarda örgü kusuru oluşturabilmesidir.

Obaidat ve Albiss (2008) tarafından, 10, 20 ve 100 MR'lık farklı dozlardaki Co^{60} gama ışın kaynağı kullanılarak radyasyona tabi tutulan MgB_2 külçe örneklerde, artan radyasyon dozunun normal durum direncini arttırdığı, geçiş sıcaklığı bölgesinde küçük bir genişlemeye neden olduğu gözlemlendi. Buna rağmen örneklerin geçiş sıcaklıkları 38-39 K arasında bulundu. Ayrıca, artık direnç oranının (RRR) 3,96'dan 2,64'e azaldığı rapor edildi. Bu durumun, artan radyasyon dozu ile MgB_2 yapısında daha fazla düzensizliğin oluşmasından kaynaklandığı düşünülmüştür. Bu çalışma, MgB_2 süperiletkeninde elektron-fonon etkileşiminin önemini belirtmesi açısından önemlidir. Obaidat ve arkadaşları (2009) tarafından tane boyutu 10-30 μm arasında olan polikristal MgB_2 'nin gama ışınları ile radyasyonunun çalışıldığı benzer bir çalışmada, J_c değerinin artan gama ışını dozu ile

lineer bir artış gösterdiği bulundu. J_c 'deki bu artışın, sıcaklık arttıkça daha önemsiz hale geldiği ve 31 K'nin üstündeki sıcaklık değerlerinde ise gama ışınının J_c üzerinde herhangi bir etkisinin olmadığı tespit edildi. Sekkina ve ElSabawy (2002) tarafından MgB_2 polikristal örneklerde yer alan az miktardaki MgO ve B fazlarının 20 MR'lık gama radyasyonundan sonra, taneler arası bölgede kaybolduğu rapor edildi. Zhu ve arkadaşları (2001) tarafından ise MgO'nun MgB_2 'nin taneleri içerisinde istiflenme hatası olarak yer alabildiği ve mikrozorlanmalar yarattığı gösterildi. Obaidat ve arkadaşları (2009), bu iki çalışmaya dayalı olarak kritik akım yoğunluğundaki artışı, gama radyasyonunun yapıdaki MgO fazının MgB_2 taneleri arasına göç etmesine neden olması ile taneler arasındaki bağlarının kuvvetlenmesine ve taneler içinde oksijen ile ilgili kusurların oluşmasına bağladılar. Ayrıca, örgü yapısında meydana gelen değişiklikler sonucu atomik düzensizliğin oluşması ve tane sınırlarında oksijen ayrışması ile girdap (vortex) akı çivilenmesinin artması da belirtilen diğer nedenlerdir. Bu çalışmada elde edilen sonuçlar, MgB_2 'de baskın olan çiftlenim mekanizmasının fonon-aracılı etkileşim olduğunu öngören Testardi ve Mooij kuralları ile uyumludur.

Kayed vd. (2013) tarafından 3 yıllık bir sürede 5000 MR'a kadar yüksek gama radyasyona tabi tutulan 950°C 'de 3 h sinterlenmiş külçe örneklerin normal durum direncinde küçük bir artış gözlenirken T_c değerinde herhangi bir değişim görülmemiştir. Kritik akım (I_c) değerinde ise, 1000 MR'dan küçük radyasyonlar için azalma gözlenirken, daha yüksek radyasyon dozları için referans örneğinin I_c değerini geçmeyen bir artış gözlenmiştir.

Hotta ve arkadaşları (2001) tarafından, kalsine edilmiş Bi-2223 tozundan 294 MPa basınçta preslenerek oluşturulan 2 mm kalınlığında ve 10 mm çapındaki tablet yüzeyinin yarısı, CO_2 lazer ile farklı lazer parametreleri kullanılarak (çıkış gücü: 130-180 W, tarama hızı: 7-13 mm/dak., tarama tekrarı: 1-5 atım ve oksijen gaz basıncı: 0-49 kPa) tarandı. DC dört nokta yöntemi ile yapılan sıcaklığa bağlı direnç ölçümlerinde, lazer radyasyonuna tabi tutulan bölgenin direncinin oda sıcaklığında 70 m Ω olduğu, referans bölgesinin direncinin ise birkaç yüz ohm olduğu bulundu. Bu sonuç, lazer radyasyonuna tabi tutulan yüzeylerde süperiletken faz oluşumunun bir göstergesidir. Bu çalışmada, oluşan süperiletken tabaka kalınlığının 400 μm olduğu ve tarama yönünde yönlenmiş süperiletken kristal oluşumunun gözlemlendiği rapor edildi. En iyi süperiletkenlik performansı, 49 kPa oksijen gaz basıncı altında 10 mm/dak.'lık tarama hızı kullanılarak 1 kez taranan örnek yüzeyinden elde edildi. Hotta ve arkadaşlarının (2005) Bi sistemi ile yaptıkları benzer bir çalışmada, süperiletken

tabakanın üst yüzeyde yer alan eriyip yeniden katılaşmış bölgenin (recast layer, 600-900 µm kalınlığında yarıiletken bir bölge) hemen altında oluştuğu gözlemlendi.

Luticiv ve arkadaşları (2002), Nd, CO₂ ve yakut lazer radyasyonlarına tabi tuttıkları katı-hal seramik metodu ile hazırlanmış Y-123, Bi-2212 ve Bi-2223 yüksek sıcaklık süperiletken tabletlerin yüzeyine yakın tabakalarda meydana gelen değişimi incelediler. Çalışmada artan Nd-lazer radyasyon şiddetinin, Y-123 taneleri arasındaki bölgede erimeyi arttırdığı ve taneler arasındaki karbon gruplarını yok ettiği bulundu. Lazer işleminden sonra gerçekleştirilen ısı işlemi ile taneler arası bağların ve oksijen içeriğinin iyileştirilmesi sağlanarak Y-123 süperiletkeni için yoğunluk artırıldı ve referans örneğine göre 2,5-3 kez daha büyük kritik akım yoğunluğu elde edildi.

Roul'un (1993), 694 nm dalga boylu ve Q-anahtarlamalı yakut lazer kullanarak Sm-Ba-Cu-O seramik süperiletkenini lazer radyasyonuna tabi tuttuğu çalışmada, lazer radyasyonunun süperiletkenin yapısal parametrelerini ve kritik sıcaklığını önemli oranda değiştirmedeği, fakat manyetik ve transport kritik akım yoğunluğunda önemli bir artış sağladığı rapor edildi. SEM analizleri, lazer uygulamasından sonra örneğin tane sınırlarında kısmi erimeler olduğunu ve lazer uygulamasından sonra sinterlenen örnekte taneler arası bağ yapısının arttığını gösterdi. Bu olayın, fiziksel yoğunlaşmadan ve süperiletken taneler arasındaki zayıf bağ yapısının azalmasından kaynaklandığı tahmin edilmiştir. Lazer işleminden sonra J_c'de gözlenen artışın, radyasyon sonucu yapı içinde indüklenen hareketli kusurların çivileme merkezi olarak davranması ve süperiletken taneler arasında daha oluşan güçlü Josephson akım yolu ile ilişkili olduğu belirtildi.

CO₂ lazer ile sinterlenmiş YBa_xSr_{2-x}Cu₃O_{7-x} süperiletkenini radyasyona tabi tutan Okutomi vd. (2000) tarafından, sadece yüzey tabakasında ani bir erime ile yeniden kristalleşmiş bir bölge oluşturulmaya çalışıldı. Lazer işleminden sonra süperiletken yüzeyde tane sınırları arasında yer alan gözenek ve mikroçatlakların yok olduğu, yüzey tabakasında tercihli yönelmiş büyük kristal tanelerinin oluştuğu ve böylece yüzey sertliğinin 2 kat arttığı rapor edildi. Ayrıca, radyasyondan sonra J_c değerinin 25 kat arttığı da belirtildi.

2. YAPILAN ÇALIŞMALAR

Bu bölümde, doktora tez çalışmasında kullanılan MgB₂ külçe süperiletken örneklerin üretimi ve bu örneklerin lazer ile işlenme süreci hakkında ayrıntılı bilgi verilerek çalışmada kullanılan deneysel ölçüm yöntemleri tanıtıldı.

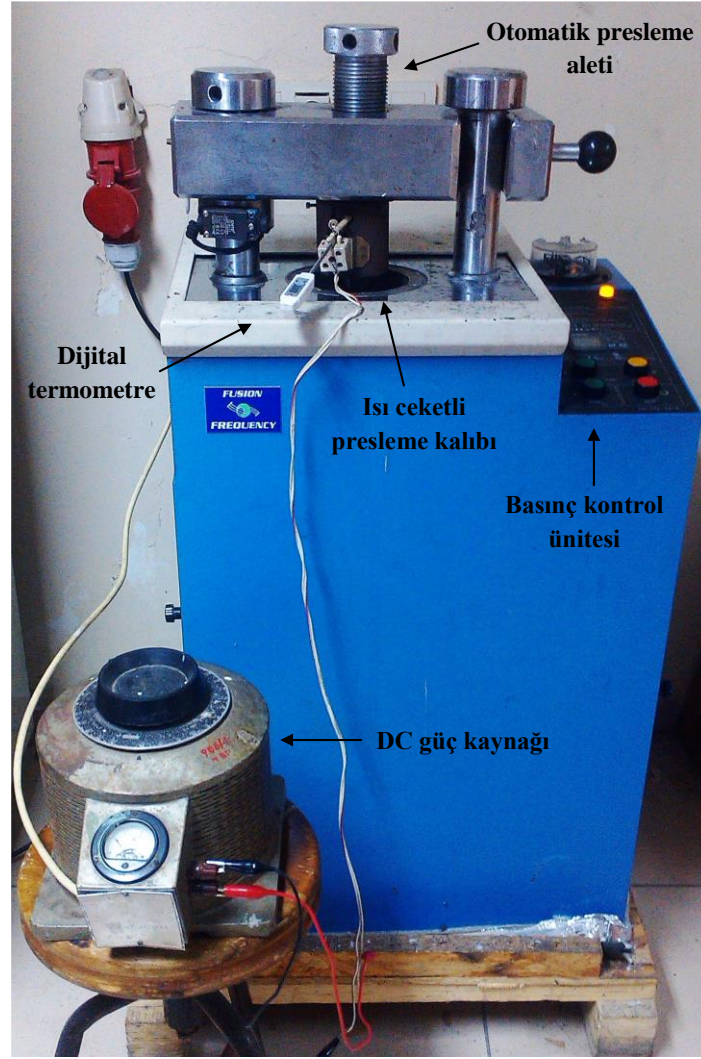
2.1. MgB₂ Külçe Süperiletken Örneklerin Üretimi

MgB₂ süperiletkenlerinin üretimi, basit bir yapıya sahip olmaları ve az sayıda elementten oluşmaları nedeniyle kolay olmasına rağmen, bileşiğin yüksek higroskopik (havadan su emme) özellik sergilemesi, Mg'nin yüksek buharlaşma özelliği nedeniyle bileşik yapısında heterojen dağılım gösteren oksit fazlarının oluşumu ve stokiyo-metride meydana gelen kaymalar kaliteli MgB₂ süperiletken üretimini sınırlar. Belirtilen bu olumsuzlukları minimum düzeye indirmek için çalışmada kullanılacak örnekler hem sıcak presleme yapılarak tablet haline getirildi hem de küçük bir kapalı hacim içinde sinterlendi. Dolayısıyla, burada kullanılan üretim yöntemi, sırasıyla 1.3.1, 1.3.2, 1.3.4, 1.3.7 ve 1.3.8 bölümlerinde tanıtılan katıhal reaksiyon metodu, Mg difüzyon metodu, kapalı tüp içinde toz (PICT) yöntemi, yüksek basınçta sinterleme ve sıcak presleme yöntemlerinin birleşimidir.

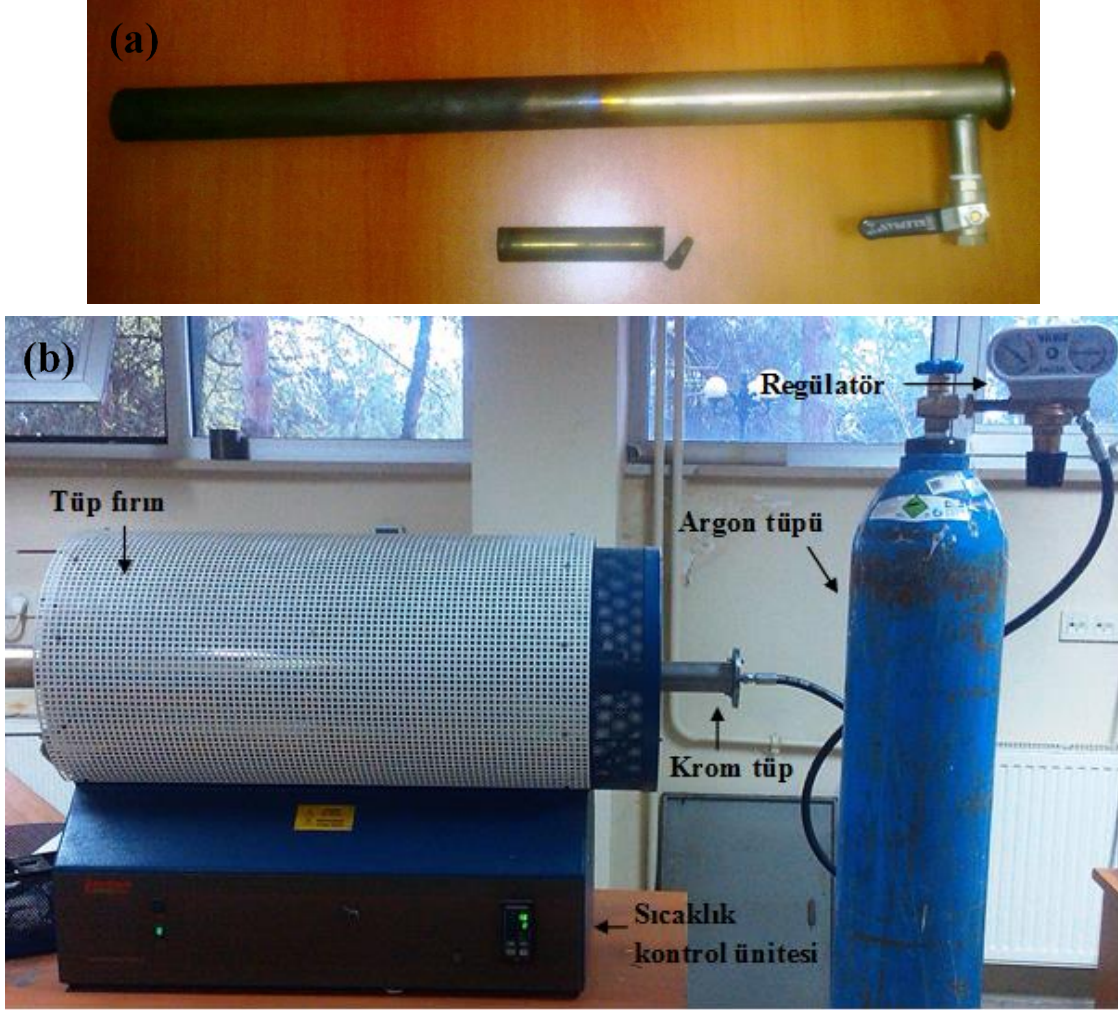
Bu çalışmada, Alfa-Aesar şirketinden temin edilen 44 µm (-325 mesh) tane boyutuna sahip %99,8 saflıktaki Mg tozu ile Pavezyum şirketinden temin edilen atomik ağırlıkça % 98'den daha fazla B elementi içeren amorf nano B tozu kullanıldı. 1:2 atomik oranında karıştırılan 1 gr'lık Mg ve B toz karışımına, ısıl işlem sürecinde Mg'nin yüksek buharlaşma özelliği nedeniyle yapıyı terk etmesi durumunda oluşacak stokiyo-metri kaymasını engellemek ve Mg'nin buhar basıncından yararlanmak için ağırlıkça %1 oranında ekstra Mg eklendi. Bilindiği gibi, ekstra Mg eklemesi, hem taneler arası bağlantıyı artırıcı hem de mikroçatlakları azaltarak iletkenliği artırıcı bir rol alır (Serquis vd., 2003). Toz karışımı, 1 saat boyunca agat havanda hava ortamında elle öğütülerek homojen bir karışım elde edildi. Bu karışım, Şekil 2. 1'de gösterilen ısı ceketli silindirik presleme kalıbına konularak Fusion Frequency marka otomatik presleme cihazı yardımıyla 5 tona preslendi. Basınç altındaki kalıp, DC akım kaynağına bağlanıp 2 A'lik akım uygulanarak ısıtıldı. Isıtma süresince ısı ceketli kalıbın sıcaklığı, kalıbın dışından dijital

termometre ile ölçüldü. Kalıbın sıcaklığı 200°C'ye ulaştığında basınç 10 tona arttırıldı ve akım kesilerek kalıp basınç altında soğumaya bırakıldı. Soğuyan kalıptan çıkarılan 2,8 mm kalınlığında ve 18,5 mm çapındaki MgB₂ örneği parlak ve düz yüzeyle bir disk şeklinde elde edildi. Bu disk, Şekil 2. 2 (a)'da gösterilen dış çapı 25 mm, dilim kalınlığı 4 mm ve uzunluğu 130 mm olan küçük hacimli bir krom tüpe yerleştirildi. Tüpün açık ucu, kaynak makinesi yardımıyla kapatıldı. Kaynak işlemi sırasında tüp içindeki örneğin ısınmasını önlemek için tüp, nemli bir bez ile soğutuldu. Tüp, sinterleme işlemi için dış çapı 40 mm ve dilim kalınlığı 5 mm olan 65 cm uzunluğundaki krom tüpe konarak Şekil 2.2 (b)'de gösterilen Lenton marka Protherm kontrol ünitesi tüp fırın içine yerleştirildi. Isıl işlem sürecinde, 10°C/dak ısıtma hızıyla istenilen sinterleme sıcaklığına çıkıldı ve bu sıcaklıkta 3 saat süreyle sinterleme gerçekleştirildi. Sinterleme süresince, büyük hacimli krom tüp 10 barlık Ar atmosferi altında tutuldu. Fırın soğutması ile oda sıcaklığına soğutulan örnek, tüpün bir ucu mekaniksel yolla kesilerek tüpten çıkarıldı.

Bu çalışmada, üretim aşamasındaki tüm koşullar sabit tutularak 650°C ve 850°C'lik iki farklı sinterleme sıcaklığı altında MgB₂ süperiletken diskler üretildi.



Şekil 2.1. Presleme aşamasında kullanılan DC güç kaynağı, otomatik presleme aleti ve ısı ceketli presleme kalıbından oluşan presleme sistemi.



Şekil 2.2. (a) Örneklerin sinterlenmesi aşamasında kullanılan krom tüpler. Dış çapı 40 mm ve iç çapı 35 mm olan 65 cm uzunluğundaki büyük krom tüp (üstte) ile dış çapı 25 mm ve iç çapı 21 mm olan 130 mm uzunluğundaki küçük krom tüp (altta) (b) Örneklerin sinterlenmesinde kullanılan tüp fırın ve Ar tüpünden oluşan ısıl işlem sistemi.

2.2. MgB₂ Örneklerin Nd:YVO₄ Lazer ile Radyasyona Tabi Tutulması

Bu bölümde, MgB₂ külçe örneklerin süperiletkenlik özellikleri üzerine lazerin etkisini belirlemek için, elektromanyetik spektrumun yakın infrared bölgesinde çalışan PowerLine E-Rofin marka 1064 nm dalga boylu Nd:YVO₄ diyod pompalamalı puls lazer kullanılarak 850°C'de üretilen örnek yüzeylerinde farklı yoğunluk ve derinliklerde erimiş bölgeler oluşturuldu. Böylece lazer ışık radyasyonu ile örnek yüzeylerinde oluşturulan nokta şekilli erimiş bölgelerin yoğunluk ve derinlik değişimlerinin örneklerin süperiletkenlik performansı üzerine etkisi araştırıldı. Ayrıca, lazerin MgB₂ süperiletkeni üzerindeki etkisinin sinterleme sıcaklığına göre değişimini incelemek için 650°C ve

850°C’de üretilen örnek yüzeyleri, sürekli modda çalıştırılan Nd:YVO₄ lazer ile taranarak analiz edildi.

MgB₂ külçelerin lazer ile işleme sürecinde, bir önceki adımda üretilen 18,5 mm çapındaki süperiletken disklerden manyetizasyon ölçümlerine uygun büyüklükte kesilen örnekler, uygulanabilecek uygun lazer işlemlerini ve parametrelerini belirlemek için deneme numuneleri olarak kullanıldı. Belirlenen lazer işlemleri ise, 850°C ve 650°C’de üretilen son iki diskin sırasıyla 7 ve 4 parçaya bölünmesi ile elde edilen küçük boyutlu örnekler uygulandı. Bu tez çalışmasında, sadece bu örneklerin karakterizasyonuna yer verildi.

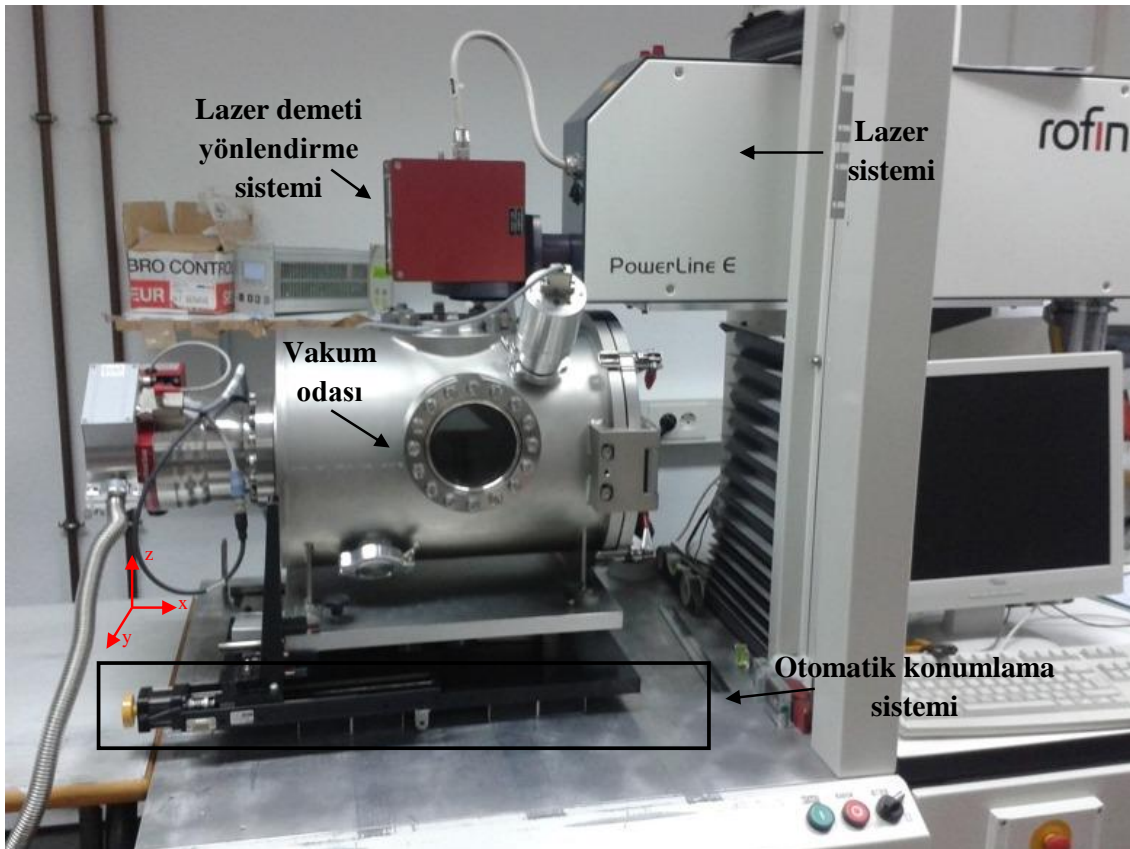
2.2.1. MgB₂ Örneklerin Yüzeyinde Farklı Derinliklerde Nokta Şekilli Erimiş Bölgeler Oluşturulması

MgB₂ örneklerin yüzeyinde farklı derinliklerde nokta şekilli erimiş bölge oluşumunu sağlayan uygun lazer çalışma akımını, frekansını, yüzey tarama hızını, taranacak yüzey sayısını ve tarama tekrarını belirlemek için, deneme örneklerinin yüzeylerine, yüksek vakum altında farklı parametrelerde çeşitli lazer işlemleri uygulandı. Bu işlemler için kullanılan lazer sistemi Şekil 2. 3’de gösterildi. Radyasyon kaynağı olarak kullanılan Nd:YVO₄ lazerin özellikleri “1.6.3.1.2. Nd:YVO₄ Lazer” başlığı altında ayrıntılı olarak verildi. Radyasyona tabi tutulacak örnek, Şekil 2.3’de gösterilen tek boyutta ($\pm x$ yönünde) hareket edebilen otomatik konumlama sistemi üzerinde yer alan vakum odasındaki bir plaka üzerine yerleştirildi ve vakum odası 10⁻⁶ mbar’lık yüksek vakuma alındı. İlgilenilen örnek yüzeylerinde oluşturulacak nokta desenleri ve noktalar arası mesafe uygun bir bilgisayar programı yardımıyla ayarlandı. İlgilenilen örneğin preslemeye dik yüzeyi (a x b yüzeyi), iki boyutta (xy düzlemi) 90°’lik açı ile hareket eden lazer demeti yönlendirme sistemi ile istenilen lazer işleme tabi tutuldu. Uygulanan tüm işlemler ve kullanılan lazer parametreleri bilgisayar yardımıyla kontrol edildi.

Deneme örneklerine uygulanan lazer işlemleri sonucu örnek yüzeylerinde oluşturulan nokta şekilli erimiş bölgelerin yüzeyde oluşturdukları deformasyon ve yüzeyden olan derinlikleri, optik mikroskop ve eş odaklı lazer taramalı mikroskop ile incelenerek belli bir derinliğe sahip erimiş bölge oluşumunu sağlayan en uygun lazer işlemleri tespit edildi. Belirlenen bu işlemler, 850°C’de üretilen diskten kesilerek S20, S26 ve S28 olarak adlandırılan 3 örneğe uygulandı. Burada S20, S26 ve S28 ifadeleri, farklı

lazer çalışma akımları uygulanan örnekleri belirtir. Yine 850°C’de üretilen diskten kesilen ve 850R olarak adlandırılan örneğe ise, lazer işlemi uygulanmadı ve referans örneği olarak kullanıldı.

Örnek yüzeylerinde farklı derinliklere sahip erimiş bölge oluşumunu gerçekleştirmek için kullanılan lazer parametreleri ile lazer işlemlerinin uygulandığı örnekler Tablo 2.1’de verildi. Tablodan lazer tarama hızı, çalışma frekansı, taranan yüzey sayısı ve yüzey tarama tekrarının her bir örnek için sabit tutulduğu görülür. Ayrıca, erimiş bölge yoğunluğunun etkisini ortadan kaldırmak için örnek yüzeylerinde erimiş bölge oluşumu, aralarında 100 μm mesafe olan 20 nokta x 20 noktalık bir desen oluşturularak gerçekleştirildi. Böylece Tablo 2.1’de belirtilen örneklere uygulanan lazer işleminde, sadece çalışma akımı ve dolayısıyla lazer puls şiddeti değiştirilerek bu değişimin hem erimiş bölge derinliğine etkisi ve hem de erimiş bölge derinliğinin MgB_2 ’nin süperiletkenlik performansı üzerine etkisi araştırıldı.



Şekil 2.3. MgB_2 külçe örnek yüzeylerinin radyasyona tabi tutulmasında kullanılan Nd:YVO_4 lazer sistemi ve bileşenleri. Otomatik konumlama sistemi, tek boyutta ($\pm x$ yönünde), lazer demeti yönlendirme sistemi ise iki boyutta ($\pm xy$ düzleminde) hareket eder.

Tablo 2.1. 850°C’de üretilen diskten kesilerek S20, S26 ve S28 olarak adlandırılan örneklere uygulanan lazer parametreleri

Örnekler	S20	S26	S28
Dalga boyu, λ (nm)	1064	1064	1064
Çalışma Akımı, I (A)	20	26	28
Pik gücü, P (W)	0,16	0,64	0,82
Çalışma Frekansı, f (kHz)	1	1	1
Puls enerjisi, E (J)	$1,6 \times 10^{-4}$	$6,4 \times 10^{-4}$	$8,2 \times 10^{-4}$
Spot yarıçapı, w (μm)	7,5	7,5	7,5
Pik ışık akısı, Φ (Jcm^{-2})	90	362	464
Puls genişliği, τ_{puls} (ns)	20	20	20
Pik şiddeti, I_{pik} (Wcm^{-2})	$0,45 \times 10^{10}$	$1,81 \times 10^{10}$	$2,32 \times 10^{10}$
Lazer Tarama Hızı, V_{lazer} (mm/s)	150	150	150
Taranan Yüzey Alanı, A (mm^2)	2,8 x 3,0	2,8 x 3,0	2,8 x 3,0
Yüzeydeki nokta sayısı	20 x 20	20 x 20	20 x 20
Noktalar arası mesafe, d (μm)	100	100	100
Taranan yüzey sayısı	2	2	2
Puls tekrarı	2	2	2

2.2.2. MgB₂ Örneklerin Yüzeyinde Farklı Yoğunluklarda Nokta Şekilli Erimiş Bölgeler Oluşturulması

MgB₂ külçe örneklerin yüzeyinde farklı yoğunluklarda erimiş bölgeler oluşturmaya yarayan en uygun noktalar arası mesafeyi belirlemek için deneme örneklerinin preslemeye dik yüzeylerinde, 26 A’lik lazer çalışma akımı kullanılarak, aralarında farklı mesafeler olan nokta şekilli erimiş bölgeler oluşturuldu. Bunun için, örneklerin yaklaşık 2,8 x 3,0 mm² olan preslemeye dik yüzeyleri (a x b yüzeyi), iki boyutta ($\pm xy$ düzlemi) 90°’lik açı ile hareket ettirilen lazer demeti yönlendirme sistemi ile istenilen lazer işlemine tabi tutuldu. Bu çalışmada noktalar arası mesafe dışında diğer tüm lazer parametreleri sabit tutularak MgB₂’nin süperiletkenlik özellikleri üzerine sadece erimiş bölge yoğunluğunun etkisi araştırıldı. Deneme örneklerine uygulanan lazer işlemlerinin örnek yüzeylerinde oluşturduğu nokta şekilli erimiş bölgelerin üst üste gelme durumu optik mikroskop ile incelenerek uygulanabilecek en uygun noktalar arası mesafe tespit edildi. Tablo 2.2’de

850°C’de üretilen diskten kesilerek S25 ve S100 olarak adlandırılan örneklere uygulanan lazer parametreleri verildi. Burada S25 ve S100 ifadeleri, yüzeylerinde oluşturulan ardışık erimiş bölgeler arası mesafenin sırasıyla 25 µm ve 100 µm olduğu örnekleri temsil eder. Tablodan görüldüğü gibi, her iki örnek için de taranan yüzey alanı sabit tutuldu. Sadece yüzeyde oluşturulan erimiş bölgeler arası mesafe değiştirilip birim alan başına düşen erimiş bölge miktarı yani erimiş bölge yoğunluğunun etkisi incelendi. Bu bölümde referans örneği olarak, 2.2.1 bölümünde kullanılan 850R örneğinden yararlanıldı.

Bu bölümde kullanılan spot yarıçapının (6 µm), 2.2.1 bölümünde Tablo 2.1’de belirtilen değerden (7,5 µm) daha düşük seçilmesinin nedeni, örnek yüzeylerinde oluşturulacak nokta şeklindeki erimiş bölgelerin minimum çapa sahip olmasını sağlamaktır. Ayrıca yine bu bölümde kullanılan 26 A’lik çalışma akımı bir önceki bölümden elde edilen verilere dayanılarak seçilmiştir.

Tablo 2.2. 850°C’de üretilen diskten kesilerek S25 ve S100 olarak adlandırılan örneklere uygulanan lazer parametreleri

Örnekler	S25	S100
Dalga boyu, λ (nm)	1064	1064
Çalışma Akımı, I (A)	26	26
Pik gücü, P (W)	0,64	0,64
Çalışma Frekansı, f (kHz)	1	1
Puls enerjisi, E (J)	$6,4 \times 10^{-4}$	$6,4 \times 10^{-4}$
Spot yarıçapı, w (µm)	6	6
Pik ışık akısı, Φ (Jcm ⁻²)	565	565
Puls genişliği, τ_{puls} (ns)	20 ns	20 ns
Pik şiddeti, I_{pik} (Wcm ⁻²)	$2,83 \times 10^{10}$	$2,83 \times 10^{10}$
Lazer Tarama Hızı, V_{lazer} (mm/s)	150	150
Taranan Yüzey Alanı, A (mm ²)	2,8 x 3,0	2,8 x 3,0
Yüzeydeki nokta sayısı	100 x 100	25 x 25
Noktalar arası mesafe, d (µm)	25	100
Taranan yüzey sayısı	2	2
Puls tekrarı	15	15

2.2.3. Farklı Sıcaklıklarda Üretilen MgB₂ Örnek Yüzeylerinin Sürekli Modda Çalışan Nd:YVO₄ Lazer ile Radyasyona Tabi Tutulması

Lazer ışık radyasyonunun farklı sıcaklıklarda sinterlenen örneklerin süperiletkenlik performansı üzerine etkisini incelemek için, 650°C ve 850°C'lik iki farklı sıcaklıkta üretilen deneme örneklerinin yüzeyleri, farklı lazer parametreleri ve tarama hızları kullanılarak sürekli modda çalıştırılan Nd:YVO₄ lazer yardımıyla tarandı. Tarama işlemi, otomatik konumlama sistemi üzerindeki vakum odası ve dolayısıyla vakum odasındaki örnek hareket ettirilerek gerçekleştirildi. $\pm y$ yönünde 500 mm/s hızla hareket ettirilen lazer demeti yönlendirme sistemi ile $\pm x$ yönünde 0.08 mm/s hızla hareket ettirilen örneğin tüm yüzey alanı tarandı. Farklı tarama hızlarında uygulanan lazer işlemlerinin örnek yüzeylerinde oluşturduğu deformasyon, optik mikroskop ile incelenerek uygun lazer parametreleri belirlendi. Belirlenen lazer parametreleri, farklı sıcaklıklarda üretilen disklerden kesilerek 850L ve 650L olarak adlandırılan örnek yüzeylerine uygulandı. Burada 850L ve 650L ifadeleri, sırasıyla 850°C ve 650°C'de üretilen ve yüzeylerine lazer işlemleri uygulanan örnekleri belirtir. Tablo 2.3'de kullanılan lazer parametreleri ve örnekler verildi. Referans örnekleri olarak, 2.2.1 ve 2.2.2 bölümlerinde kullanılan 850R örneği ile yüzeyine lazer işlemi uygulanmayan ve 650R olarak adlandırılan örnek kullanıldı.

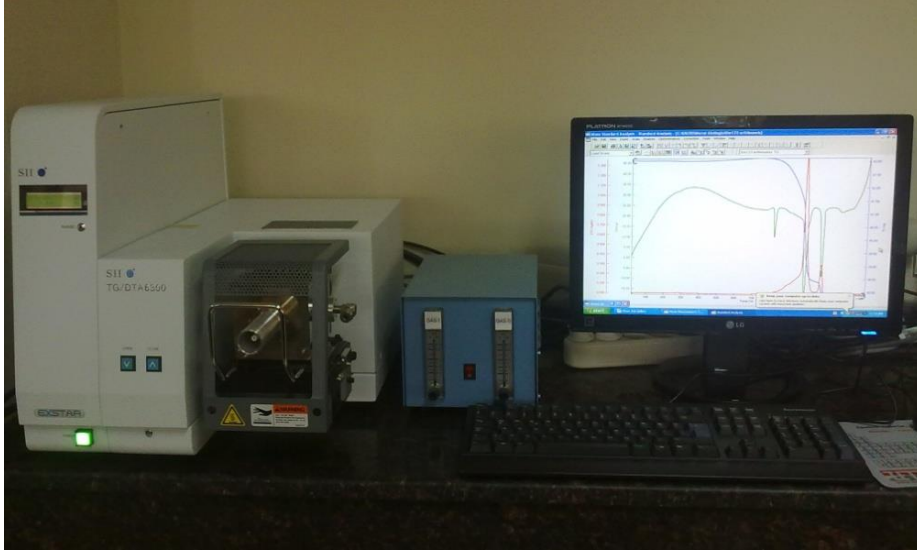
Tablo 2.3. 650 ve 850°C’de üretilen disklerden kesilerek 650L ve 850L olarak adlandırılan örneklere sürekli modda çalışan Nd:YVO₄ lazer ile uygulanan lazer parametreleri

Örnekler	850L	650L
Dalga boyu, λ (nm)	1064	1064
Çalışma Akımı, I (A)	30	30
Ortalama Çıkış Gücü, P (W)	9,76	9,76
Çalışma Frekansı, f (kHz)	0	0
Spot yarıçapı, w (μ m)	6	6
Puls genişliği, τ_{puls} (ns)	20 ns	20 ns
Işık şiddeti, $I_{sürekli}$ (Wcm ⁻²)	8,63 x 10 ⁶	8,63 x 10 ⁶
Lazer Tarama Hızı, V_{lazer} (mm/s)	500	500
Örnek Hareket Hızı, $V_{örnek}$ (mm/s)	0,08	0,08
Taranan Yüzey Alanı, A (mm ²)	2,8 x 3,0	2,8 x 3,0
Taranan yüzey sayısı	1	1
Tarama tekrarı	2	2

2.3. Yapılan Ölçümler

2.3.1. Diferansiyel Termal Analiz (DTA) Ölçümü

Örneklerin endotermik ve ekzotermik reaksiyonlarının sıcaklığa göre değişimini ve faz geçiş sıcaklıklarını belirlemek amacıyla Şekil 2.4’ de gösterilen Exstar SII marka Diferansiyel Termal Analiz (DTA) cihazı kullanıldı. Bu cihaz ile Mg, B ve extra Mg tozlarının uygun stokiometrik oranlarda karıştırılması ve 1 saat öğütülmesi ile elde edilen başlangıç toz karışımı analiz edildi. Cihazda bulunan iki platin potadan birine DTA ölçümü alınacak toz koyuldu. Diğer potaya herhangi bir referans tozu koyulmadı. Ölçüm, 20°C - 900°C sıcaklık aralığında 10°C/dak fırın çıkış hızı ile ve her 0,5 saniyede bir veri alınarak gerçekleştirildi.



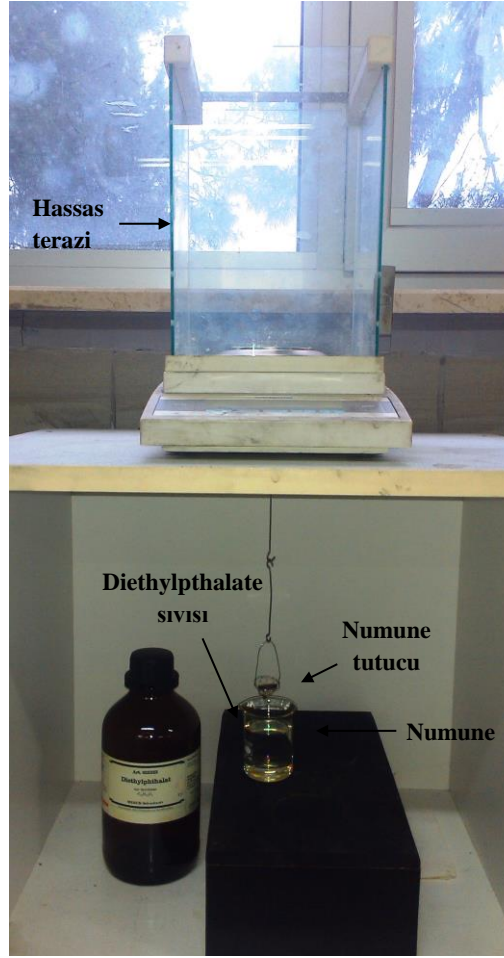
Şekil 2.4. Diferansiyel Termal Analiz (DTA) aleti

2.3.2. Yoğunluk Ölçümleri

Aynı üretim koşulları altında üretilen ve 650°C ile 850°C’de sinterlenen MgB₂ örneklerin yoğunluk tayini, Archimed yoğunluk ölçme sistemi yardımıyla yapıldı. Bu deney düzeneği Şekil 2.5’de gösterildiği gibi, yoğunluğu 15°C’de 1,122 g.cm⁻³ olan diethylphthalate sıvısına kısmen batırılmış numune tutucu ile Sartorius BP 110S marka dijital mikrobalsans kontrollü bir teraziden oluşur.

Yoğunluk ölçümünde, örneğin havadaki (m_h) ve sıvıdaki (m_s) kütlesi ölçülerek Denklem 2.1 yardımıyla yoğunluk değerleri hesaplandı. Burada, ρ_n numunenin yoğunluğu, ρ_s ise sıvının yoğunluğudur. Sıvı içindeki ölçümler 30 s bekledikten sonra alındı.

$$\rho_n = \rho_s \frac{m_h}{m_h - m_s} \quad (2.1)$$



Şekil 2.5. Arshimed yoğunluk ölçüm düzeneği.

2.3.3. X-Işını Kırınımı Ölçümleri

Çalışmada kullanılan başlangıç toz karışımının, referans örneklerinin ve yüzeylerine farklı lazer işlemleri uygulanan örneklerin kristal özellikleri ile faz kompozisyonlarını karakterize etmek için X-ışını kırınım (XRD) ölçümleri alındı. İlgili ölçümler, Şekil 2.6'da gösterilen Rigaku D/Max-IIIIC marka difraktometre ile $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda=1,5418 \text{ \AA}$, 40 kV, 30 mA) ışınımı kullanılarak elde edildi. Ölçümler $20^\circ \leq 2\theta \leq 80^\circ$ aralığında $2^\circ/\text{dak.}$ tarama hızında ve $0,03^\circ$ örnekleme aralığında yapıldı. Elde edilen piklerin indislenmesi ise Jade programı ile yapıldı.



Şekil 2.6. Rigaku D/Max-III C marka X-Işını difraktometresi.

2.3.4. Optik Mikroskop Ölçümleri

Çalışmada kullanılan lazer işlemleri örneklerin yüzey mikroyapıları, polarize ışıklı Nikon ECLIPSE ME600 marka polarize optik mikroskop yardımıyla incelendi. Mikroskopta 20X büyütme, 10X göz büyütmesi ve Nikon Coolpix 995 model dijital fotoğraf makinesinin (3,2) dijital büyütme özelliğinden faydalanılarak optik çekimler gerçekleştirildi.

2.3.5. Alan Yayınımlı Taramalı Elektron Mikroskopu (FESEM) Ölçümleri

Genel olarak, bir taramalı elektron mikroskopunda görüntü oluşumu; elektron demetinin incelenen örneğin yüzeyi ile yaptığı fiziksel etkileşmelerin (elastik, elastik olmayan çarpışmalar ve diğerleri) sonucunda ortaya çıkan sinyallerin toplanması ve incelenmesi prensibine dayanır. Alan Yayınımlı Taramalı Elektron Mikroskopu, (Field Emission Scanning Electron Microscope-FESEM), termoiyonik elektron yayıcısı kullanan SEM cihazından farklı olarak, alan yayınımlı tabancası (FEG) kullanan bir cihazdır. Alan yayınımlı, çok ince bir uca (yarıçapı ≤ 100 nm) sahip olan katoda negatif potansiyel

uygulanarak elektronların potansiyel bariyerlerinin küçültülmesi ve daraltılmasını sağlayan alternatif bir yöntemdir. FESEM cihazı, yüksek elektriksel potansiyel altında katot yüzeyden sökülen birincil elektronların, yüksek vakum ortamında ve yüksek elektriksel alan gradyentinde hızlandırılarak, yoğunlaştırıcı elektromanyetik merceklerle (condenser lense) toplanması, elektronik lensler yardımıyla yönlendirilip odaklanarak dar bir tarama demetine dönüştürülmesi ve elektromanyetik saptırıcı bobinlerle örnek yüzeyinde tarama işleminin (scanning) gerçekleştirilmesi prensibine göre çalışır. Alan yayılım tabancası ile oluşturulan elektron demetinin şiddeti, termiyonik tabanca ile oluşturulandan tungsten filament kullanıldığında 10^4 kat, lantanyum hekzaborür filament kullanıldığında ise 10^2 kat daha yüksektir. Yüksek hızlı elektron demeti ile bombardıman edilen malzemenin ikincil elektronlar yayınlanır. Bu ikincil elektronların açısı ve hızı, malzemenin yüzey yapısı ile ilişkilidir. Katodoluminesans dedektörleri yardımıyla ikincil elektronlar toplanarak elektronik bir sinyal üretilir. Bu sinyal yükseltilerek dijital sinyallere dönüştürülüp bilgisayar monitörüne aktarılır. FESEM ile SEM cihazından elde edilenden çok daha yüksek çözünürlükte ikincil elektron görüntü (SEI) ve geri yansıyan elektron görüntüsü (BSEI) elde edilir.

Yüzeyine farklı lazer işlemleri uygulanan MgB_2 örneklerin tanecik ve yüzey mikroyapılarının belirlenmesi için Şekil 2.7'de gösterilen Zeiss Supra 55 marka FESEM cihazı kullanıldı. Örnekler bu ölçümler için, yüksek vakumda platin ile kaplandı. FESEM görüntüleri, 5 kV'luk potansiyel altında 28X, 100X, 5KX, 10KX ve 25KX farklı büyütme yapıları elde edildi.



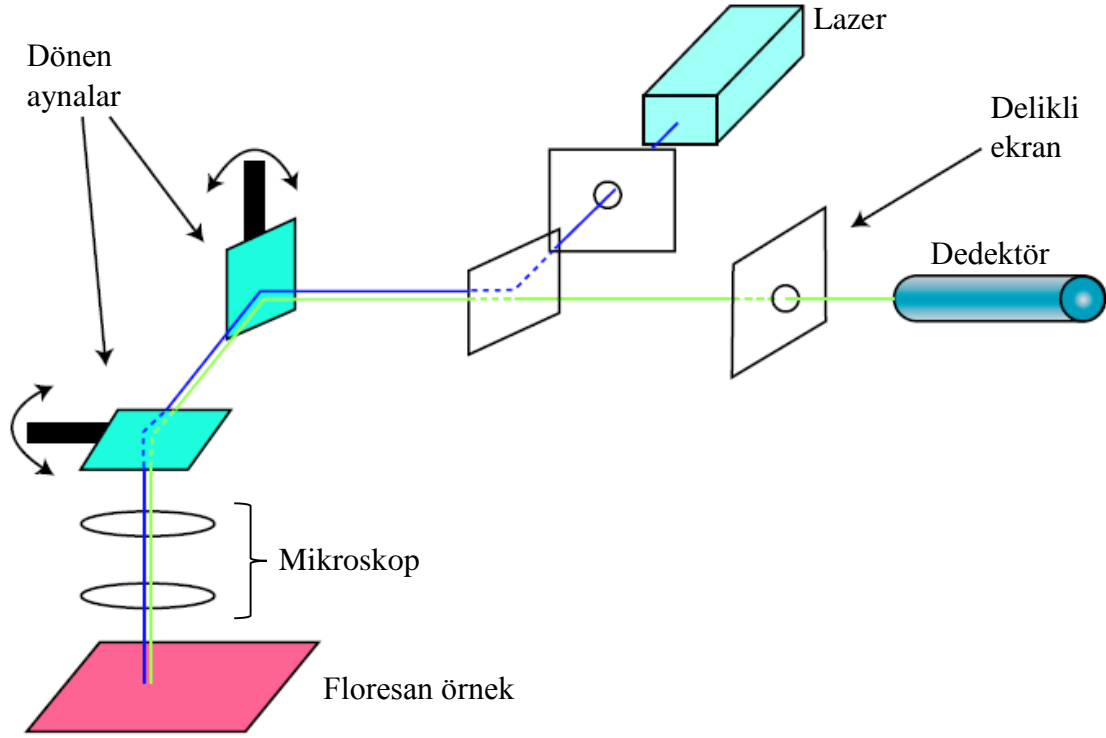
Şekil 2.7. Zeiss Supra 55 marka alan yayınlı taramalı elektron mikroskobu

2.3.6. Eş Odaklı Lazer Taramalı Mikroskop (Confocal Laser Scanning Microscope) Ölçümleri

Eş odaklı lazer taramalı mikroskop, çalışma prensibi temel olarak flüoresans olayına dayanan, geleneksel mikroskoplardan daha net görüntü sağlayan bir cihazdır. Bu cihaz ile ince örneklerin üç boyutlu analizini yapmak mümkündür. Temel bir confocal mikroskop sistemi Şekil 2.8’de gösterildi (Semwogerere and Weeks, 2005). Şekilden görüldüğü gibi sistem; lazer, iki renkli (dichroic mirror) yansıtıcı ayna, tarayıcı (yönlendirici) aynalar, mikroskop, ekran ve perdeden oluşur. Eş odaklı lazer taramalı mikroskopta incelenmek istenen örneğin atom ve moleküllerini uyarıcı ışık bir lazer yardımıyla elde edilir. Yüksek şiddet ve enerjideki lazer ışığı (mor renk), iki renkli aynadan yansıtılarak yönlendirici aynalar yardımıyla örnek yüzeyine düşürülür. Örneğin atom ve moleküllerinin lazer ışığı ile etkileşmesi sonucu gerçekleşen fotoluminesans olayı sonrasında örnek yüzeyinden yayınlanan belirli renkteki ışık, tekrar aynalardan geçerek ekran üzerindeki küçük bir delikten detektöre ulaşır. Ekran üzerindeki bu delik, sadece lenslerin odak noktalarına

gelen ışığın dedektöre ulaşmasına izin verir ve sadece bu ışınlar görüntü oluşumunu sağlar. Bu özellik, mikroskobun optik seçim kapasitesini belirtir.

Bu çalışmada, örnek yüzeylerinde oluşturulan erimiş bölgelerin şeklini, aralarındaki mesafeyi, çap ve derinliklerini belirlemek için Şekil 2.9’ da gösterilen SENSOFAR TS 140 marka eş odaklı lazer taramalı mikroskop kullanıldı. Görüntüler, 20X büyütme yapılarak elde edildi.



Şekil 2.8. Eş odaklı lazer taramalı mikroskobun temel düzeneği. Tarayıcı aynalar yardımıyla, lazer ışığı numuneyi boydan boya tarar. Flüoresans olayı sonucu oluşan ışık, dedektöre giden yol üzerindeki ekranda bulunan küçük delikten geçer (Semwogerere and Weeks, 2005).



Şekil 2.9. SENSOFAR TS 140 marka eş odaklı lazer taramalı mikroskop

2.3.7. Düşük Sıcaklık Direnç Ölçümleri

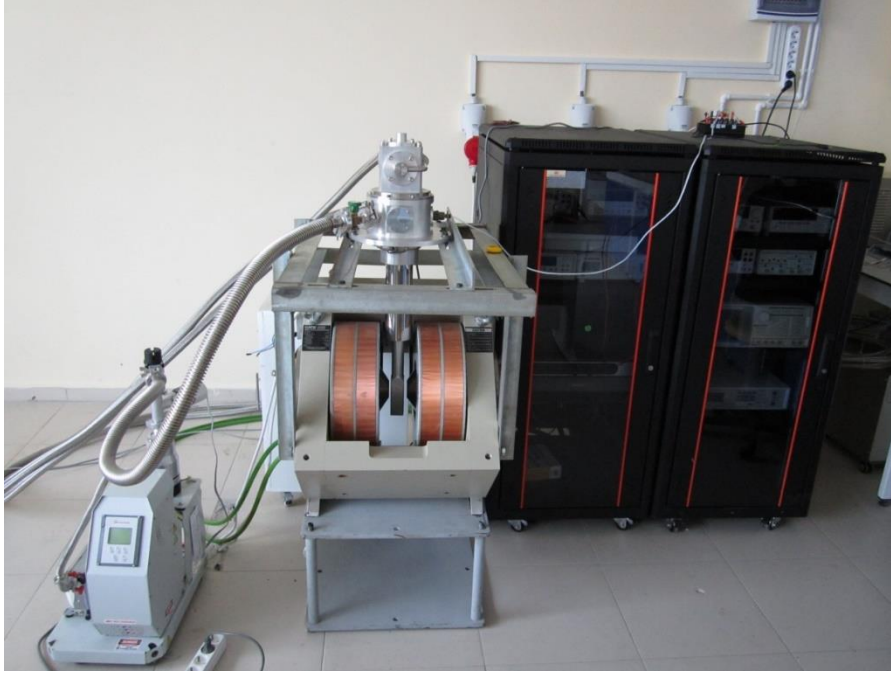
Örneklerin direnç ölçümleri dört nokta metodu ile gerçekleştirilerek transport geçiş sıcaklıkları tayin edildi. Ayrıca, normalize direncin %10 ve %90 kriterleri kullanılarak örneklerin sırasıyla, tersinmezlik (B_{irr}) ve üst kritik alan (B_{c2}) değerleri belirlendi. Üst kritik alan değerleri yardımıyla ise koherens uzunlukları hesaplandı.

Şekil 2.10, dört nokta metodu ile direncin sıcaklıkla değişimini ölçmeye yarayan ölçüm sistemini gösterir. Bu sistem, 4-325 K sıcaklık aralığında çalışabilen kapalı döngü He soğutucu (kryostat) sistemi, kapalı devre su soğutma sistemi, turbo moleküler pompa, Lakeshore 336S sıcaklık kontrolcüsü, Keithley 6221 AC ve DC akım kaynağı ile Keithley 2182A nanovoltmetreden oluşur. Bu sistemde, direnç ölçümleri bilgisayar programı tarafından kontrol edilerek yapılır.

Dört nokta metodu ile direnç ölçümü yapılacak örneklere gümüş pasta ile bakır teller kullanılıp dört nokta kontak yapıldı. Kontakların direncinin 0,2-0,6 Ohm gibi düşük bir değer olmasına dikkat edildi. Kontak yapılan örnekler soğutucu kafa üzerindeki örnek tutucuya yerleştirildi. Direnç ölçümü 5-50 K sıcaklık aralığında gerçekleştirildi. Tüm direnç ölçümleri alansız soğutma (Zero Field Cooling-ZFC) altında yapıldı. Ölçümler sırasında dıştaki kontaklara 10 mA'lık sabit bir akım uygulandı. Sistemin sıcaklığı 5 K'e düşürülürken (sıcaklık hassasiyeti 0,05 K) malzemenin direnç değişimi içteki kontaklar

arası voltaj farkından (voltaj okuma hassasiyet 20 nV) belirlenip sıcaklığa bağılı direnç grafiğı elde edildi.

Farklı manyetik alanlar (0,00; 0,25; 0,50; 0,75; 1,00; 1,25; 1,50 T) uygulanarak yapılan direnç ölçümlerinde ise manyetik alan, örneklerin presleme yüzeylerine (aynı zamanda lazerli yüzeydir) dik uygulandı. Bu ölçümler de, sıfır alan soğutmasından (zero-field-cooled) sonra gerçekleştirildi.



Şekil 2.10. Dört nokta metodu ile direnç ölçüm sistemi.

2.3.8. Düşük Sıcaklık Manyetizasyon Ölçümleri

Üretilen örneklerin manyetik alan ve sıcaklık değişimine karşı gösterdikleri manyetizasyon davranışını belirlemek ve kritik akım yoğunluğu değerlerini hesaplamak için Şekil 2.11 (a)'da verilen Quantum Design Fiziksel Özellik Ölçüm Sistemi (PPMS) kullanıldı. Bu sistem, manyetik alan akım kaynağı, sıvı azot ceketli helyum tankı ve tüm bu bileşenleri hassas bir şekilde kontrol edebilen Quantum Design Model 6000 ana kontrolcüsünden meydana gelir. Ana kontrolcü; sıcaklık kontrolcüsü (1,9 K – 400 K) ile manyetik alan kontrolcüsünü (± 9 T) içermekte olup, bilgisayar tarafından CAN (açık network protokolü) veri iletişim kartı yardımıyla tamamen kontrol edilebilmektedir. Bu deney sistemi, ilgili modül değiştirilerek çeşitli ölçüm sistemlerine dönüştürülebilir.

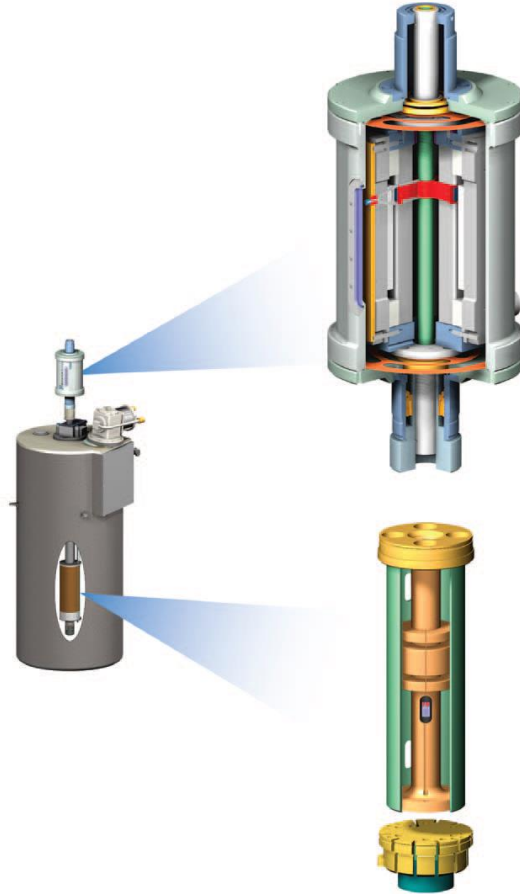
Laboratuarda mevcut olan modüller, direnç ölçüm modülü ile titreşim örnekleme manyetometre (VSM) modülüdür. Manyetizasyon ölçümünde, sisteme monte edilerek DC manyetometre kontrolüyle çalışan Model P525 VSM sistemi kullanılır. Bu sistemde, örneğin lineer titreşimi, optik lineer kod çözücü kullanan VSM motor modülü tarafından sağlanır ve titreşim frekansı 40 Hz'dir. Titreşim hareketi yapılmadan önce örneğin başlangıç konumu (touch centering), sistem tarafından otomatik olarak veya kullanıcı tarafından belirlenir. VSM algılama bobininin hassasiyeti sıvı helyum tankı içindeki Nd süperiletken telden oluşan bobine akım uygulanmasıyla elde edilen manyetik alanın büyüklüğünden etkilenmez. Manyetik alanın hassasiyeti ise 0,01 mT'dır.

VSM'in çalışma prensibi, bir algılama bobininin yakınında titreşen örneğin bobinin aksel yönünde titreştirilmesi sırasında eşzamanlı olarak algılama bobininde etki ile voltaj oluşması ve bu voltajın sistem tarafından ölçülmesi esasına dayanır. VSM algılama bobini, standart PPMS örnek yerleştirme çubuğu kullanılarak PPMS örnek odasına yerleştirilir. Algılama bobiniyle birleşik, bağıl osilasyon genliği 1-3 mm ve frekansı 40 Hz olan gradiyometre kullanıldığında, sistem 1 Hz veri hızında 10^{-6} emu'dan daha az değişimleri algılayabilmektedir. VSM sistemindeki algılama bobini ve gradiyometre birimleri Şekil 2.11 (b)'de verildi. Algılama bobininde indüktif voltaj yükseltildikten sonra, VSM algılama modülünde ölçülür. Eş zamanlı algılama için VSM algılama bobini, referansa göre konum çözücü sinyali kullanır. Bu çözücü sinyal ise VSM lineer motor hareketini sağlayan modülden gelen ham sinyalleri dönüştüren VSM motor modülünden elde edilir. VSM algılama modülü, algılama bobininden gelen belirli fazdaki sinyalleri algılar. Bu sinyallerin ortalaması alınarak CAN ara yüzeyi aracılığıyla bilgisayardaki programa komut karşılığı olarak gönderilir.

Bu çalışmada üretilen örneklerin sıcaklığın fonksiyonu olarak ölçülen manyetizasyon (M-T) eğrileri, alansız soğutma (ZFC) altında soğutulan örneklere 100 Oe'lik sabit bir DC alan uygulanması ile 5 - 50 K sıcaklık aralığında elde edildi. Örneklerin manyetizasyon (M-H) ölçümleri ise, alansız soğutma (ZFC) işlemi sonrasında örneklere 5, 10, 15 ve 20 K'lik sabit sıcaklıklarda, 1000 Oe/s'lik ve 100 Oe/s'lik süpürme hızında sırasıyla ± 5 T ve ± 7 T'lik manyetik alanlar uygulanarak yapıldı. Ölçümler sırasında dış manyetik alan, boyutları yaklaşık olarak 2,8 x 3,0 x 3,0 mm³ olan örneklerin presleme yüzeylerine (aynı zamanda lazerli yüzeylerdir) dik olarak uygulandı.



(a)



(b)

Şekil 2.11. (a) Quantum Design PPMS sistemi (b) PPMS sistemindeki VSM modülünün sıvı azot ceketli sıvı helyum tankındaki konumları. Üst taraf gradiyometre, alt taraf ise algılama bobininin büyütülmüş halini göstermektedir (URL-8, 2014).

3. BULGULAR VE TARTIŞMA

3.1. Giriş

Bu bölümde, 200°C’de sıcak presleme ve kapalı tüp içinde tablet metodu ile üretilen MgB₂ örneklerin yüzeylerinde, radyasyon kaynağı olarak kullanılan Nd:YVO₄ diyod pompalamalı lazer ile oluşturulan yapısal değişim incelendi. Ayrıca, bu değişimin örneklerin elektriksel ve manyetik özellikleri üzerine etkisi belirlenmeye çalışıldı.

Üretilen örneklerin yapısal özellikleri X-ışını kırınım analizi, optik mikroskop, eş odaklı lazer taramalı mikroskop ve alan yayınlı taramalı elektron mikroskobu ölçümleriyle incelendi. Örneklerin elektromanyetik özellikleri ise, kapalı döngü He soğutucusu kullanılarak yapılan sıcaklığa bağlı direnç ölçümleri (R-T) ve PPMS sistemi kullanılarak yapılan manyetik alan ile sıcaklığa bağlı manyetizasyon ölçümleriyle incelendi. Manyetik alan uygulanarak yapılan düşük sıcaklık direnç ölçümlerinden örneklerin kritik geçiş sıcaklıkları, 0 K’deki ab-düzlemine (yani; presleme yüzeyine ve aynı zamanda lazerli yüzeye) dik üst kritik manyetik alan, $H_{c2}^{//c}(0)$ ve tersinmezlik alan, $H_{irr}(0)$ değerleri ve farklı alanlardaki aktivasyon enerjileri, U_0 hesaplandı. Hesaplanan üst kritik manyetik alan değerlerinden ab-düzlemindeki süperiletken koherens uzunluğu, $\xi_{ab}(0)$ elde edildi. Sıcaklığın fonksiyonu olarak yapılan manyetizasyon ölçümlerinden örneklerin geçiş sıcaklıkları tayin edildi. Örneklerin manyetik alana bağlı manyetizasyon ölçümlerinden yararlanılarak kritik akım yoğunlukları (J_c) hesaplandı. Kritik akım yoğunluklarından ise, örneklerin çivileme kuvveti ve çivileme mekanizmaları belirlendi. Elde edilen sonuçlar diğer çalışmalardaki sonuçlarla karşılaştırıldı.

3.2. Nd:YVO₄ Lazer ile Radyasyona Tabi Tutulan MgB₂ Külçe Örneklerin Yapısal, Elektriksel ve Manyetik Özellikleri

3.2.1. Saf MgB₂ Örneğin Özellikleri

200°C’de hot pres ve tüp içinde tablet yöntemiyle üretilecek olan MgB₂ bileşiğine uygun olarak hazırlanan başlangıç toz karışımından, örneğin endotermik ve ekzotermik reaksiyonlarının sıcaklığa göre değişimini ve faz geçiş sıcaklıklarını belirlemek için 20°C - 900°C sıcaklık aralığında DTA ölçümü alındı. Ayrıca, yine toz karışımının faz yapısını ve

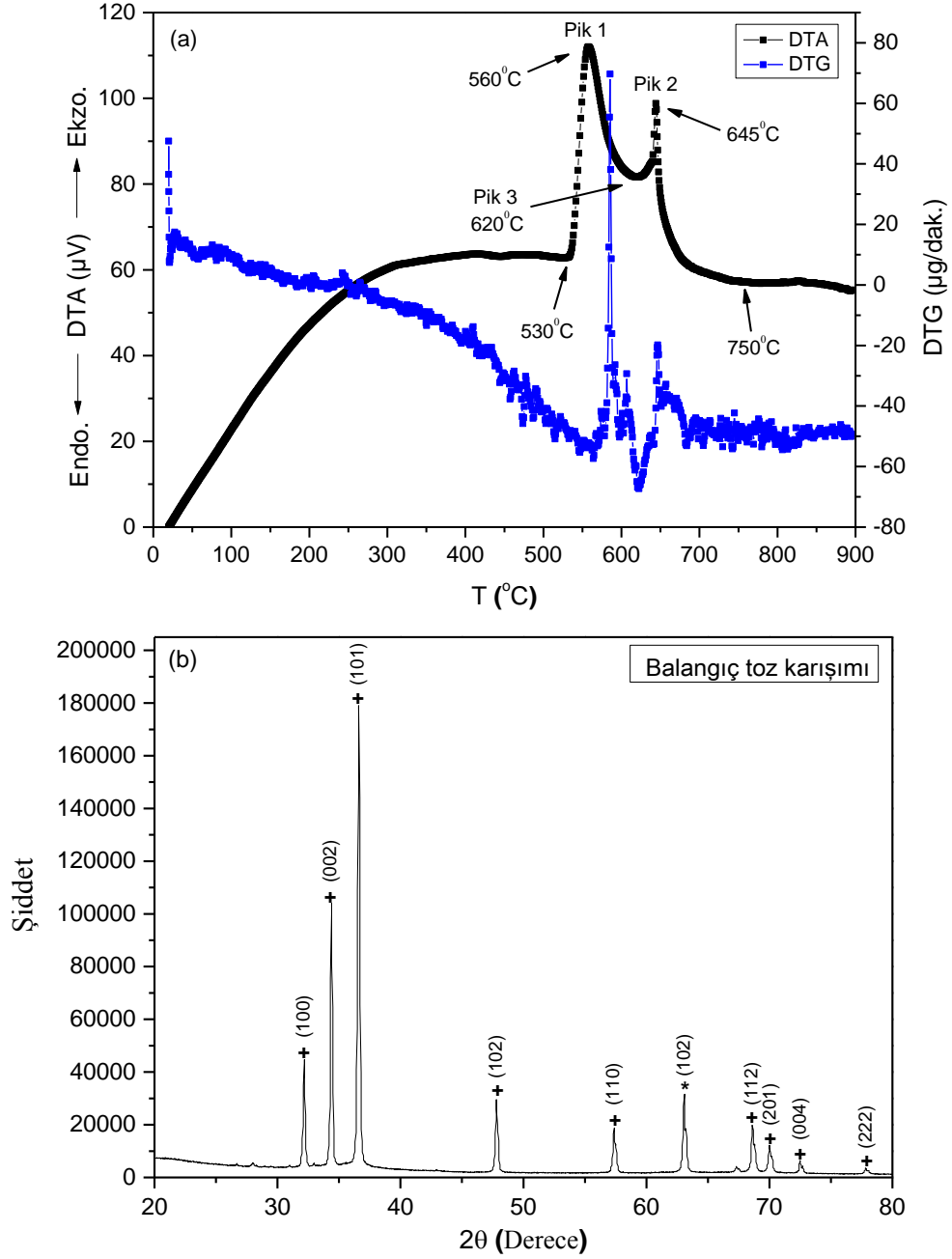
başlangıç tozundaki safsızlıkları belirlemek için XRD ölçümü alındı. Ayrıca üretilen referans örneklerinin yoğunluk tayinleri yapıldı.

Şekil 3.1 (a), başlangıç toz karışımının DTA ve DTG (diferansiyel termogravimetri) analizini gösterir. Şekil incelendiğinde DTA eğrisinden 530°C'ye kadar olan ısı işlem sürecinde herhangi bir katıhal faz geçişinin olmadığı görülür. Ancak DTG eğrisi 560°C'ye kadar toz karışımdan hızlı bir kütle kaybı olduğunu gösterir. Bu durumun, başlangıç toz karışımından salınan oksijen nedeniyle gerçekleştiği düşünülmektedir. Mg ve B arasındaki ilk reaksiyon 530°C'de başlar. 560°C'deki ekzotermik pik (Pik 1), katı haldeki Mg ve B arasındaki reaksiyona işaret eder. Mg, 620°C'de eriyene kadar Mg ile B arasındaki katı-katı reaksiyonu devam eder. Bu sıcaklık aralığında DTG eğrisinde gözlenen pik, Mg'nin erimesi sırasında oksitlenmenin olduğunu belirtir. Mg'nin erimesi ile 620°C'de endotermik bir pik (Pik 3) oluşur. Mg eridikten sonra, sıvı fazdaki Mg akışı, atomların difüzyon hızını arttırarak bu reaksiyon için gereken iletişim alanını genişletir (Shi vd., 2007). Reaksiyondaki 645°C'de gözlenen ikinci ekzotermik pik (Pik 2), sıvı-katı reaksiyonuna aittir ve erimiş Mg ile geri kalan B tozunun reaksiyonunu belirtir. Buradan MgB₂ fazının, saf Mg'nin erime sıcaklığının altındaki bir sıcaklık değerinde oluştuğu anlaşılır. Sıcaklık 750°C'yi geçtiğinde ikinci ekzotermik pik kaybolur. Bu durum, Mg ile B arasındaki reaksiyonun tamamlanarak MgB₂ fazı oluştuğuna işaret eder. DTA analizinden ve literatürden yararlanarak üretilen MgB₂ örnekler için sinterleme sıcaklıkları 650°C ve 850°C olarak seçildi. 650°C, sıvı Mg ile katı B arasındaki peritektik reaksiyon sıcaklığının hemen üstünde bir değer olduğu için, 850°C ise; literatürde genel olarak tercih edilen MgB₂ üretim sıcaklığı olması nedeniyle kullanıldı.

Şekil 3.1 (b), başlangıç toz karışımından elde edilen XRD desenini gösterir. Şekilden başlangıç tozlarının 1 saat öğütülmesi ile yapıda MgB₂ fazının oluşmaya başladığı görülür. Ancak, tozları karıştırma süresinin Mg ve B arasındaki reaksiyonu başlatmak için tam olarak yeterli olmadığı da anlaşılır. Çalışmada kullanılan B amorf olduğu ve nano boyutta olduğu için XRD piklerinde B fazına rastlanmadı. Başlangıç toz karışımının XRD deseninde herhangi bir oksit ya da safsızlık piki de gözlenmedi. Buradan, kullanılan Mg ve B tozunun yeterli saflıkta olduğu anlaşılır.

İki farklı sinterleme sıcaklığında üretilen MgB₂ referans örneklerinin yoğunlukları Archimed prensibine göre belirlendi. 650°C ve 850°C'de üretilen örneklerin deneysel yoğunlukları sırasıyla 1,392 ve 1,575 g/cm³ olarak belirlendi. Bu yoğunluk değerleri, MgB₂'nin teorik yoğunluk değerinin (2,55 g/cm³ (Buzea ve Yamashita, 2001)) sırasıyla

%55 ve %62'sidir. Yüksek sıcaklıkta sinterleme işleminin tane bağlarını (grain connectivity) iyileştirdiği (Li, 2003) ve tane büyümesini arttırdığı (Varghese vd., 2003) bilinir. Buna göre, 850°C'de üretilen örneğin daha yoğun olması da literatürle uyumludur. Karşılaştırmada kolaylık olması açısından MgB_2 referans örneklerinin diğer özellikleri lazer işlemleri uygulanan örneklerin özellikleri ile kıyaslanarak sonraki başlıklar altında verildi.



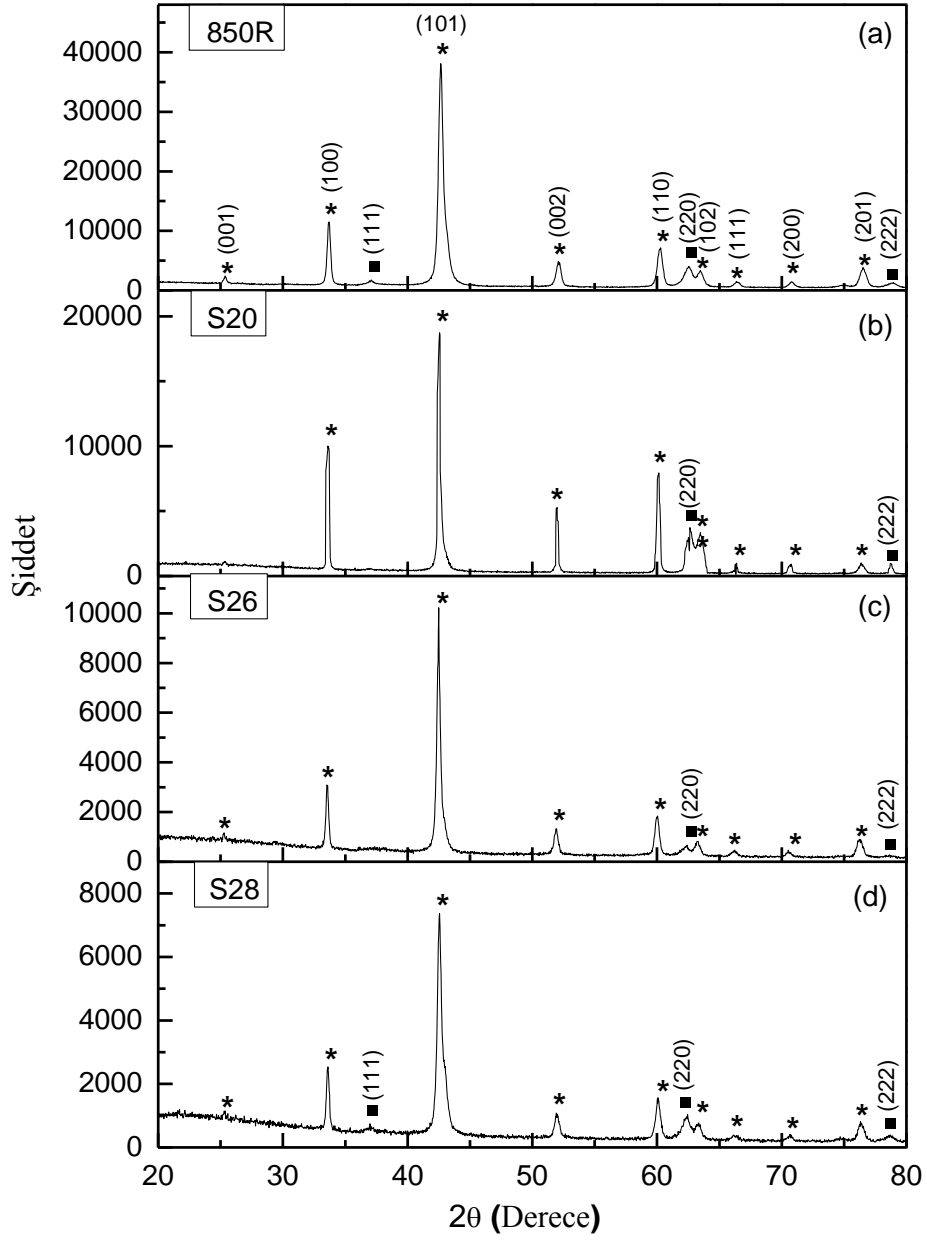
Şekil 3.1. (a) MgB_2 süperiletken örneğin başlangıç toz bileşiminden alınan DTA ve DTG eğrisi (b) Mg ve B toz karışımının XRD deseni. Mg ve MgB_2 fazları sırasıyla + ve * sembolleri ile gösterildi.

3.2.2. Nd:YVO₄ Puls Lazer Kullanılarak Yüzeylerinde Farklı Derinliklerde Erimiş Bölge Oluşturulan Örneklerin Yapısal ve Elektromanyetik Özellikleri

3.2.2.1. XRD Analizi

Bu bölümde, 850R olarak adlandırılan referans örneği ile farklı çalışma akımlarında ve dolayısıyla farklı puls şiddetlerinde lazer demeti kullanılarak yüzeylerinde farklı derinliklerde erimiş bölge oluşturulan S20, S26 ve S28 örneklerinin X-ışını kırınım desenleri incelendi.

Şekil 3.2, 850R, S20, S26 ve S28 örneklerinin X-ışını kırınım desenlerini gösterir. Şekil 3.2 (a)'dan, 850°C'de sinterlenen 850R referans örneğinin yapısında MgB₂ süperiletken faz oluşumunun gerçekleştiği ve (111), (220) ve (222) piklerinden yapıda az miktarda MgO oksit fazı olduğu görülür. Şekil 3.1 (a)'dan hatırlanacağı gibi, başlangıç toz karışımı oksit fazı içermemektedir. Dolayısıyla, 850R örneği için XRD deseninden gözlenen oksit fazlarının, kullanılan sıcak presleme yönteminden ve sinterleme işleminde kullanılan krom tüpün uçlarının kaynakla kapatılması sırasında tüp içine hapsolan oksijenden kaynaklandığı tahmin edilmektedir. Bilindiği gibi, MgB₂ yapısında Mg eksikliği stokiometri kaymasına neden olur ve MgB₄ baskın safsızlık fazı olarak oluşur (Hinks vd., 2002). 850R örneğinin XRD desenlerinden MgB₄ ve MgB₇ gibi yüksek bor içeren fazlara ait pikler gözlenmemiştir. Bu durum, ısıl işlem sürecinde Mg elementinin buharlaşarak yapıyı terk etmediğinin bir göstergesidir. Şekil 3.2 (b), (c), (d)'den lazerli örneklerin XRD desenleri görülür. Bu örneklerdeki MgB₂ ve MgO faz şiddetlerinin lazer çalışma akımına bağlı olarak azaldıkları ve bu azalmanın en fazla S28 örneğinde olduğu görülür. Lazerli örneklerde MgB₂ pik şiddetlerindeki azalmanın, lazer işlemi ile örnek yüzeyine aktarılan ısı enerjisinin örnek stokiometrisinde meydana getirdiği değişimden kaynaklandığı düşünülmektedir. Ayrıca bu azalma, X-ışınlarının örnek atomları tarafından daha fazla emildiğini ve termal olarak uyarılan örgü titreşimlerinde koherent saçılmanın azaldığını gösterir. Lazer işleminden sonra, XRD desenlerinde herhangi bir süperiletken olmayan faz oluşumuna rastlanması, lazer ışık radyasyonunun MgB₂ süperiletken örneğin faz yapısını değiştirmedeğini gösterir.



Şekil 3.2. (a) 850R, (b) S20, (c) S26 ve (d) S28 örneklerinin X-ışını kırınım deseni. MgB₂ ve MgO fazları sırasıyla * ve ■ sembolleri ile gösterildi.

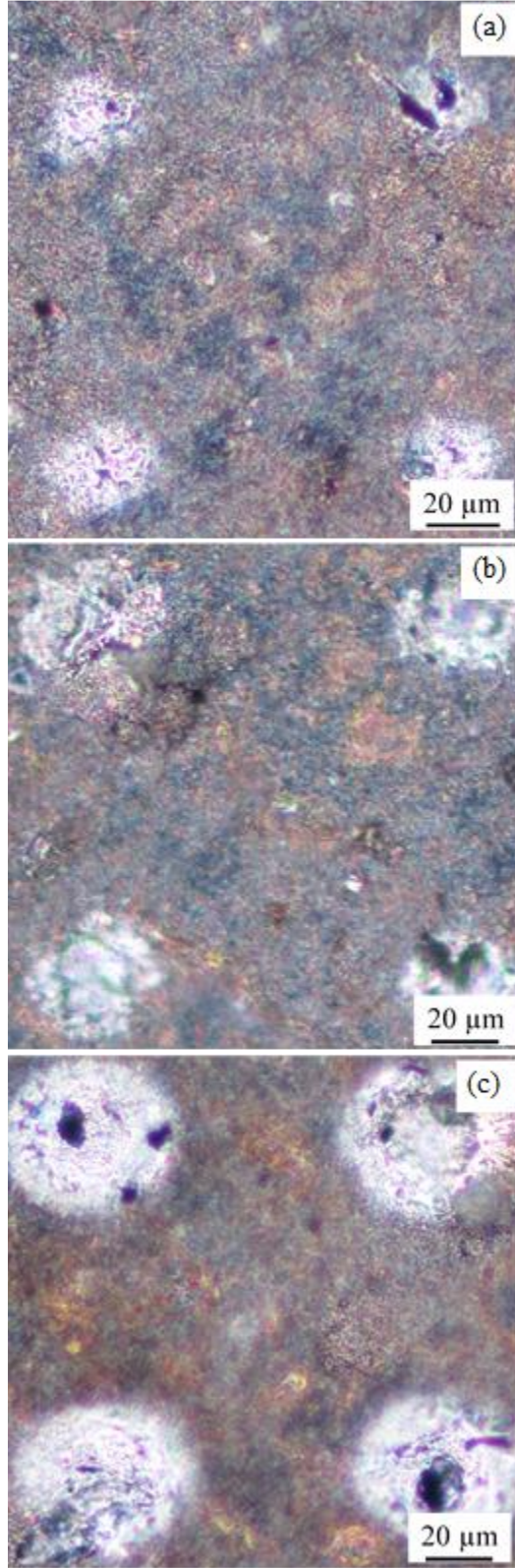
Tablo 3.1, 850R, S20, S26 ve S28 örneklerinin sırasıyla, yaklaşık $2\theta = 33,5^\circ$ ve $51,8^\circ$ 'de gözlenen (100) ve (002) piklerinden hesaplanan a ve c örgü parametreleri ile aynı piklerden hesaplanan yarı pik genişliklerini (FWHM) gösterir. Tablodan 850R referans örneğinin literatüre göre daha düşük a ve c değerleri gösterdiği görülür. Bilindiği gibi literatürde a ve c değerleri sırasıyla 3,086 ve 3,524'dür (Buzea ve Yamashita 2001). Ayrıca yine literatürden, MgB_2 yapısında gözeneklilik arttıkça örgü parametrelerinin azaldığı da bilinir (Grinenko vd., 2006). Referans örneğinin literatüre göre düşük a ve c değerleri göstermesi, bu örnek yapısında belli miktarda gözeneklilik (porosity) olmasından kaynaklanır. Tablo 3.1'deki a ve c örgü parametrelerinin yüzeylerine lazer işlemi uygulanan S20, S26 ve S28 örnekleri için, referans örneğine kıyasla, daha büyük olduğu görülür. Yüksek şiddette nötron radyasyonuna uğratılan MgB_2 örneklerin a ve c örgü parametrelerinde de sırasıyla %0,4'den daha az ve %1'den fazla olan bir artış gözlenmiştir. Böylece örnek hacminde %1.7'lik anizotropik bir genişleme rapor edilmiştir (Putti vd., 2008). Örgü parametrelerindeki bu artış, lazer işlemi ile örnek yüzeylerine aktarılan ısı enerjisi sonucunda tane boyutunun arttığı ve gözenekli yapının azaldığı şeklinde yorumlanabilir. Literatür ile en uyumlu örgü parametresi değerleri 26 A çalışma akımı altında lazer işlemine tabi tutulan S26 örneği için elde edilmiştir. Tablo 3.1'de referans ve lazerli örnekler için verilen FWHM değerleri incelendiğinde, lazerli örneklerde FWHM değerlerinde bir düşüş olduğu görülür. Bilindiği gibi, FWHM değerinde gözlenen düşüş, tane boyutunun arttığına işaret eder (Varghese vd., 2009). Dolayısıyla lazerli örneklerin FWHM değerlerinde gözlenen azalma, bu örnekler için a ve c örgü parametrelerindeki ve böylece tane boyutundaki artışı destekler niteliktedir.

Tablo 3.1. 850R, S20, S26 ve S28 örneklerinin a ve c örgü parametreleri ile FWHM değerleri

	850R	S20	S26	S28
a (Å)	3,071	3,075	3,084	3,079
c (Å)	3,508	3,513	3,522	3,518
FWHM (°) (100) piki için	0,295	0,238	0,233	0,241
FWHM (°) (002) piki için	0,399	0,343	0,325	0,397

3.2.2.2. Optik Mikroskop Analizi

Yüzeylerinde farklı derinliklerde erimiş bölge oluşturulan S20, S26 ve S28 örneklerinin, lazer işlemi sonucunda yüzeylerinde oluşturulan erimiş bölgeler ve oluşan deformasyon optik mikroskop ile incelendi. Şekil 3.3 (a), (b), (c), sırasıyla S20, S26 ve S28 örneklerinin optik mikroskop fotoğraflarını gösterir. Şekilden çalışma akımı ve dolayısıyla puls enerjisi ve şiddeti arttırıldıkça, lazer işlemi ile örnek yüzeylerinde oluşturulan nokta şekilli erimiş bölgelerin hem çaplarının ve HAZ bölgelerinin arttığı hem de yüzeyde daha belirgin hale gelerek belli bir derinliğe sahip oldukları görülür. Bu durum özellikle, Şekil 3.3 (c)'de oldukça belirgindir. Şekil 3.3 dikkatle incelendiğinde lazer işlemi ile örneklerin yüzeylerinde oluşturulan nokta desenlerinin merkezleri arası mesafenin yaklaşık olarak 100 μm olduğu görülür. Noktaların çapları ise S20, S26 ve S28 örnekleri için sırasıyla yaklaşık olarak 28, 35 ve 48 μm 'dir. Belirlenen bu çap değerlerinin HAZ bölgesini de içerdiğine dikkat edilmelidir. Lazer çalışma akımı arttırıldıkça HAZ bölgesinin arttığı özellikle S28 örneğinde (Şekil 3.3 (c)) oldukça belirgindir. Kullanılan lazer nanosaniyeli pulslar ürettiği için, lazer işlemi sırasında örnek yüzeyine aktarılan ısı enerjisinin örneğin ilgilenilen hacmi dışına transferi nedeniyle geniş HAZ bölgesinin (lazer işleminin örnek yüzeyinde etkisinin hissedildiği geniş alan "heat effected zone") oluşması, lazer işleminden etkilenen bölgenin büyümesine ve erimiş bölge çapının artmasına neden olmuştur. Bu durum ise, lazer demeti puls süresinin (20 ns), MgB_2 'nin elektron-fonon etkileşme zamanından daha uzun olması nedeniyle ısı enerjisinin örgüye aktarıldığını gösterir. Literatüre göre femtosaniye mertebesinde çok kısa pulslar kullanılarak lazer işlemi yapılsa dahi erimiş katmanlar asla sıfır yapılamayacağı (Knowles vd., 2007) için HAZ bölgesi oluşumu engellenemez. Ancak örnek kalınlığı mikron mertebelerine azaltılarak erimiş katmanlar en aza indirgenebilir (Knowles vd., 2007).



Şekil 3.3. (a) S20, (b) S26 ve (c) S28 örneklerinin polarize optik mikroskop fotoğrafları

3.2.2.3. Eş Odaklı Lazer Taramalı Mikroskop Analizi

Bu bölümde, S20, S26 ve S28 örneklerinin yüzeylerinde farklı çalışma akımları ve dolayısıyla farklı puls şiddetlerinde 100 µm aralıklarla oluşturulan nokta şekilli erimiş bölgelerin yüzeyden olan derinlikleri eş odaklı lazer taramalı mikroskop kullanılarak incelendi.

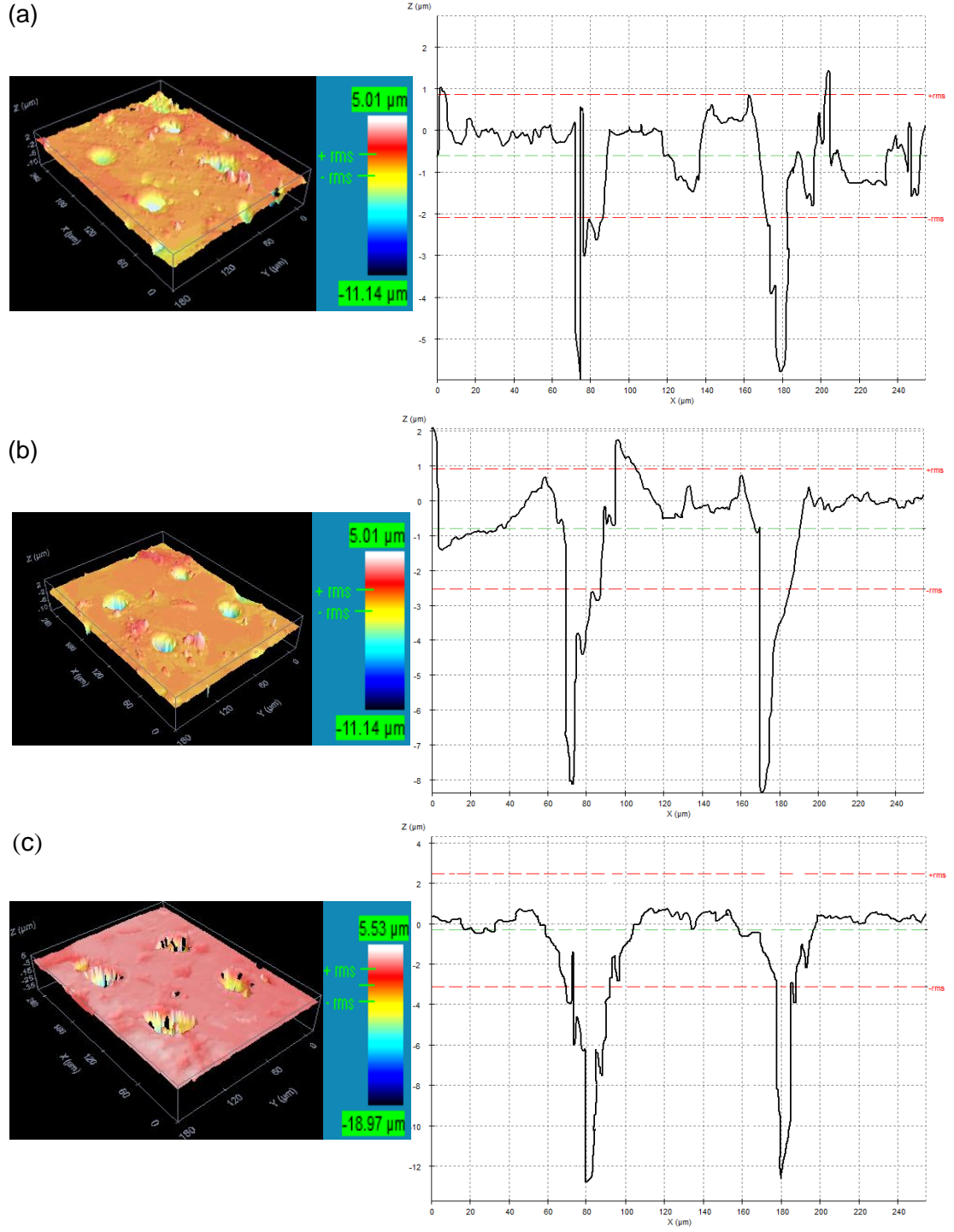
Şekil 3.4 (a, b, c), S20, S26 ve S28 örneklerinin yüzey morfolojilerini (sol taraf) ve erimiş bölgelerin yüzeyden olan derinlik profillerini (sağ taraf) gösterir. Şekilden örneklerin yüzeylerinde oluşturulan erimiş bölgeler net olarak görülür. Farklı renklerde görülen bu bölgelerin derinlikleri, görüntülerin yan tarafında yer alan renk çizelgesinden tayin edilebilir. Şekildeki renk çizelgesine göre kırmızımsı-turuncumsu görünen bölgeler örneklerin üst yüzeyleridir. Mavi tonlarında görünen nokta desenleri ise, lazer ile oluşturulan erimiş bölgelerdir. Sarı renkteki birkaç küçük bölge ise, erimiş bölgelerden çıkan ve etrafa sıçrayan eriyik haldeki parçacıklar tarafından hasar gören alanlardır.

Örneklerin yüzeylerindeki erimiş bölgelerin eş odaklı lazer taramalı mikroskop ile çekilen görüntüleri renk çizelgeleri ile birlikte değerlendirildiğinde, Şekil 3.4 (a)'dan S20 örneğindeki erimiş bölge derinliklerinin, Şekil 3.4 (b) ve (c)'den görülen S26 ve S28 örnek yüzeylerindeki bölge derinliklerinden çok daha az olduğu anlaşılır. Bu durumun nedeni, S20 örneği için kullanılan puls şiddetinin, diğer lazerli örneklerinkine kıyasla küçük olmasıdır. Her bir örnek için nokta çaplarının örnek yüzeylerinden iç kısımlara doğru gidildikçe daraldığı da yine görüntülerdeki renk değişiminden anlaşılmaktadır. Bu durumun nedeni, bir önceki bölümde bahsedilen HAZ bölgesi oluşumudur.

Şekil 3.4'de (sağ tarafta) gösterilen eş odaklı lazer taramalı mikroskop ile elde edilen optik görüntüleme profilleri incelendiğinde S20, S26 ve S28 örnek yüzeylerindeki erimiş bölge derinliklerinin sırasıyla 6 µm, 8 µm ve 12 µm civarında oldukları görülür. Bilindiği gibi, nokta derinliği kullanılan puls enerjisine ve örneğin ısı iletkenlik parametrelerine oldukça bağlıdır. Literatürden puls akısı azaltıldığında erimiş bölge derinliğinin azaldığı bilinmektedir (Verhaeghe ve Hilton, 2005). S20, S26 ve S28 örnekleri için erimiş bölge derinliklerinde gözlenen artış, çalışma akımı arttırıldıkça (20 A'den 26 A'e) puls şiddetinin artmasına bağlı olarak lazer demetinin nüfuz etme derinliğindeki artıştan kaynaklanır. Şekil 3.4'deki profillerden, preslemeden kaynaklanan yüzey pürüzlülüğünün tüm örnekler için maksimum ±1-2 µm olduğu görülür. Profillerdeki x eksenini incelenirse, nokta

derinliklerinin $x = 80$ ve $180 \mu\text{m}$ aralıklarında oluştuğu dikkat çeker. Bu durum, ardışık erimiş noktalar arası mesafenin $100 \mu\text{m}$ olduğunu belirtir.

Bu bölümde örneklerin yüzeylerine 2 atımda aktarılan toplam puls enerjisini, (örneğin, S20 örneği için $2 \times 0,45 \times 10^{10}$ J) tek bir pulsle aktarmak da mümkündür. Fakat bu uygulama yapılırdı saçılma bölgesi, HAZ genişliği ve nokta çapı artar (Candan, 2008) ve nokta derinliği azalır (Çelik, 2011). Sonuç olarak, eş odaklı lazer taramalı mikroskop ile elde edilen görüntüler, lazer demeti ile taranan yüzeylerde çalışma akımı ve dolayısıyla puls enerjisi arttıkça oluşturulan erimiş bölge derinliklerinin de arttığını gösterir.



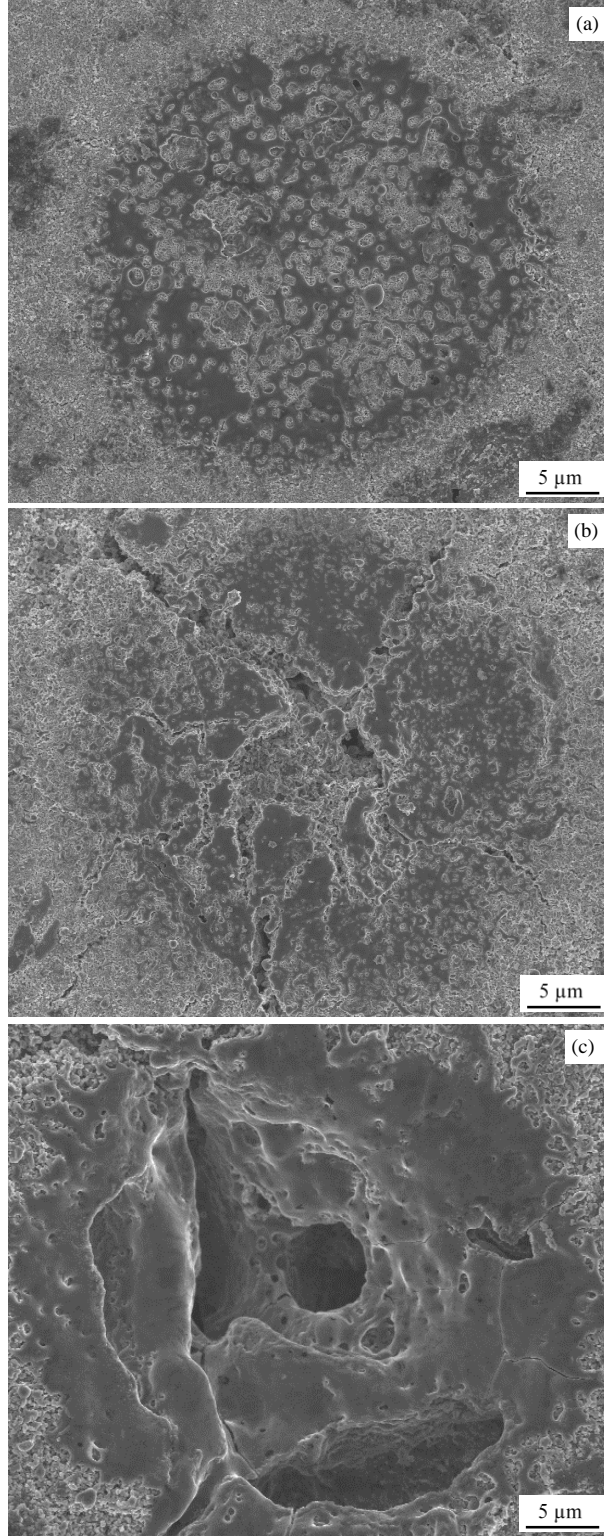
Şekil 3.4. (a) S20, (b) S26 ve (c) S28 örneklerinin eş odaklı lazer taramalı mikroskop görüntüleri (solda) ve optik görüntüleme profilleri (sağda).

3.2.2.4. Alan Yayımlı Taramalı Elektron Mikroskobu (FESEM) Analizi

850°C’de üretilen ve yüzeylerinde farklı lazer çalışma akımları kullanılarak 100 µm aralıklarla farklı derinliklerde nokta desenli erimiş bölgeler oluşturulan S20, S26 ve S28 örneklerinin yüzey morfolojilerini belirlemek ve erimiş bölgelerin yüzeyden olan derinliği hakkında genel bir bilgi edinmek amacıyla alan yayımlı taramalı elektron mikroskobu (FESEM) kullanıldı.

Şekil 3.5 (a), (b), (c) sırasıyla S20, S26 ve S28 örneklerinin yüzeylerinde oluşturulan nokta desenlerinin 1 KX büyütme altındaki görüntülerini gösterir. Şekilden görüldüğü gibi lazer çalışma akımı arttıkça örneklerin yüzeylerinde oluşturulan erimiş bölgeler hem daha belirgin hale gelmiş hem de gerçekleşen ablasyon olayı sonucu yüzeyden belli bir derinliğe ulaşmışlardır. Çalışma akımı arttıkça yüzeyde oluşan deformasyon da artmıştır. Şekil 3.5 (b) ve (c)’den yüzeyde farkedilir büyüklükte çatlakların ve tabakalar halinde erimiş bölgelerin oluştuğu gözlenir. Şekilden S20, S26 ve S28 örnekleri için erimiş bölge çapları sırasıyla 25, 35 ve 45 µm olarak belirlenmiştir. Bu değerler, saçılma ve HAZ bölgelerini de içerir. Yani, erimiş bölgelerin gerçek çap değerleri değildir. Burada bulunan çap değerleri, optik mikroskoptan bulunan çap değerlerinden (28, 35, 48 µm) burada belirtilen çap değerlerinden daha küçüktür. FESEM analizi ile belirlenen çap değerlerinin daha doğru olduğu düşünülmektedir.

Özetle, örneklerin FESEM görüntülerinden yüzeyde oluşturulan nokta şekilli erimiş bölge derinliklerinin ve yüzey deformasyonunun, kullanılan çalışma akımı arttıkça arttığı görülür. Örnek yüzeylerinde oluşan deformasyon S20 örneğinde daha az olduğundan, bu örneğin kritik akım yoğunluğunun yüksek olması beklenmektedir.



Şekil 3.5. S20, S26 ve S28 örneklerinin FESEM görüntüleri

3.2.2.5. Sıcaklığa Bağlı Manyetizasyon Ölçümü ve Kritik Geçiş Sıcaklığı Özellikleri

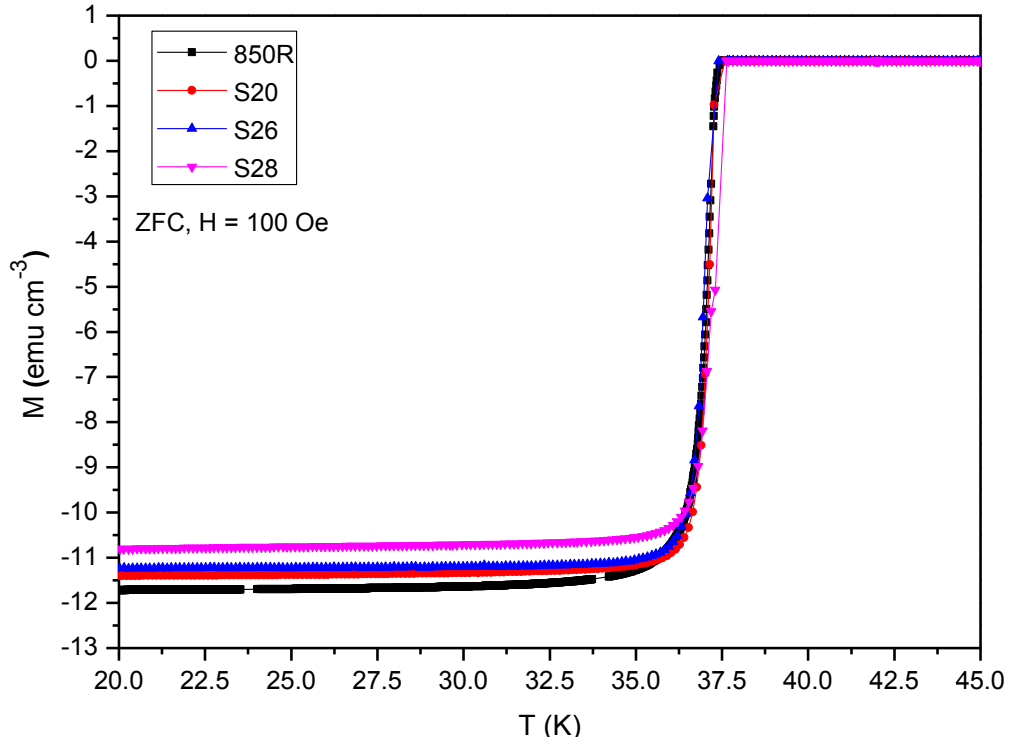
Şekil 3.6, 850R, S20, S26 ve S28 örneklerinin $T = 20 - 45$ K sıcaklık aralığındaki $H = 100$ Oe'lik alan şiddeti için manyetizasyon-sıcaklık, $M(T)$ eğrilerini gösterir. Genel olarak, tüm örneklerin manyetizasyon değerlerinin birbirine çok yakın olduğu görülür. 850R örneği, diğer örneklerle kıyasla en büyük manyetizasyon değerini gösterirken, en düşük manyetizasyon değerini ise, lazerli örneklerle göre daha yüksek akımda radyasyona tabi tutulan S28 örneği göstermiştir. 5×10^{17} e/cm²'lik elektron radyasyonuna tabi tutulan MgB₂ örneğin sıcaklığa bağlı alınganlık eğrisinde de benzer azalma gözlenmiştir (Okayasu vd., 2002 (b)).

Manyetizasyon-sıcaklık grafiklerinin 5 K'deki en büyük manyetizasyon değerlerine normalize edilmesi ile elde edilen normalize manyetizasyon eğrilerinin %10 ve %90 değerlerine karşılık gelen sıcaklık değerleri örneklerin sırasıyla $T_{c,başlangıç}$ ve $T_{c,sıfır}$ değerleri olarak alındı. Elde edilen kritik sıcaklık değerleri ile geçiş sıcaklığı aralıkları ΔT_c ($\Delta T_c = T_{c,başlangıç} - T_{c,sıfır}$) Tablo 3.2'de verildi. Tablodan görüldüğü gibi, 850R, S20 ve S26 örneklerinin $T_{c,başlangıç}$ değerleri aynıdır. Fakat S28 örneğinin $T_{c,başlangıç}$ değeri referans örneğinkinden 0,3 K daha büyüktür. Lazerli örneklerin $T_{c,sıfır}$ değerleri de referans örneğinkinden yaklaşık olarak 0,2-0,5 K daha büyüktür. Lazerli örneklerin süperiletkenlik geçiş aralıkları ise, referans örneğine göre, belirgin oranda dardır. T_c değerlerindeki küçük değişimlerin stokiyoetrideki bir değişimden değil safsızlık etkilerinden ve gerilimden kaynaklandığı bilinmektedir (Hinks, 2002). Buna göre geçiş aralığının daralması ve geçiş sıcaklıklarında gözlenen iyileşmenin, lazer işleminden sonra taneler arasında zayıf bağ görevi yapan MgO fazlarının azalmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Ayrıca, XRD analizinden elde edilen lazerli örneklerin örgü parametrelerindeki ve FWHM değerlerindeki büyüme, lazer işleminin tane boyutunu arttırdığına işaret ettiğinden geçiş aralığındaki daralmanın diğer nedeni lazerli örneklerde tanelerin büyümesi ile gözenekliliğin azalmasıdır. Buradan lazerli örneklerin süperiletkenlik kalitesinin arttığı anlaşılır.

Bilindiği gibi, manyetik alan altında ısıtılan örneğe dış manyetik alan öncelikle zayıf bağlantı içeren tane sınırlarından nüfuz eder. Zayıf bağlı tane sınırlarında süperiletkenlik bozulur ve bu durum süperiletkenliğe geçiş sıcaklığının azalmasına neden olur. Literatürde, radyasyona tabi tutulan örneklerin kritik geçiş sıcaklıklarının değişimi ile ilgili pek çok farklı sonuç bulunmaktadır. Örneğin, gama ve ağır iyon (heavy ion) radyasyonundan sonra

T_c 'nin deđiřmediđi (Chikumoto vd., 2003; Kayed vd., 2013) fakat, n6tron radyasyonundan sonra T_c 'nin azaldıđı (Eisterer vd., 2002) rapor edilmiřtir.

Bu b6l6mde radyasyona tabi tutulan 6rneklerin daha keskin ge6iř g6stermesi, lazer iřleminin 6rneklerin k6l6e 6zelliklerini iyileřtirdiđinin bir kanıtıdır. Bu durum, daha d6ř6k 6alıřma akımı dolayısıyla daha d6ř6k puls řiddeti ile radyasyona tabi tutulan S20 6rneđinin ge6iř sıcaklıđı deđerlerinden net olarak anlařılır.



řekil 3.6. 850R, S20, S26 ve S28 6rneklerinin $T = 20 - 45$ K sıcaklık aralıđında ve $H = 100$ Oe'lik alan řiddeti i6in manyetizasyon deđerlerinin sıcaklıđa g6re deđerimi.

Tablo 3.2. 850R, S20, S26 ve S28 6rneklerinin kritik ge6iř sıcaklıđı deđerleri

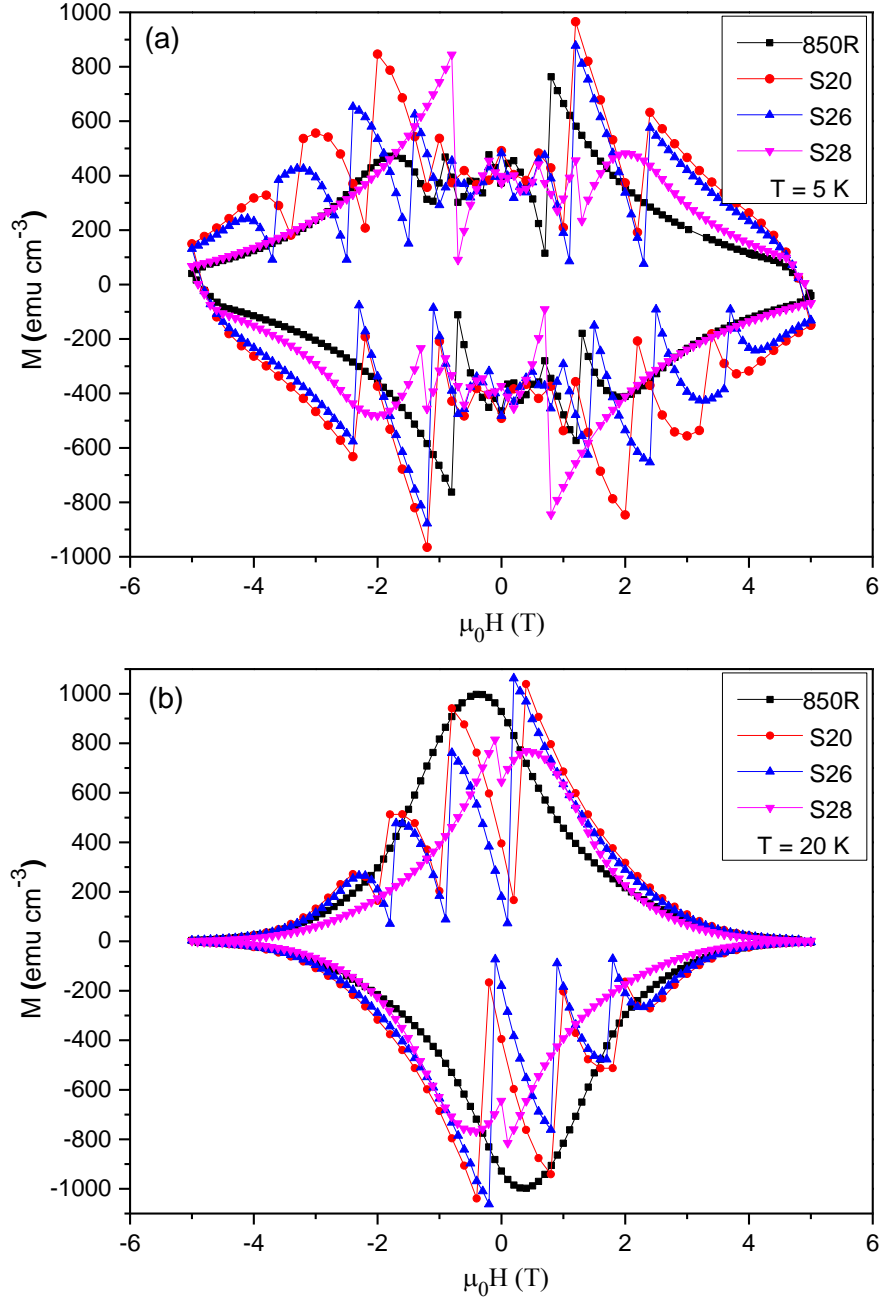
	850R	S20	S26	S28
$T_{c, \text{bařlangi6}} \text{ (K)}$	37,3	37,3	37,3	37,6
$T_{c, \text{sifir}} \text{ (K)}$	36,1	36,6	36,4	36,6
$\Delta T_c \text{ (K)}$	1,2	0,7	0,9	1,0

3.2.2.6. Manyetik Alana Bağlı Manyetizasyon Ölçümü

850R, S20, S26 ve S28 örneklerinin manyetizasyon ölçümleri (M(H) eğrileri) 5 ve 20 K'lik sabit sıcaklıklarda, 1000 Oe/s'lik süpürme hızında ve -5 T ile +5 T arasında manyetik alan uygulanarak yapıldı. Her ölçüm öncesinde örnekler, akı tuzaklanmasına karşın T_c 'nin üzerindeki sabit bir sıcaklığa (50 K) ısıtıldıktan sonra alan uygulanmadan (ZFC), ölçüm sıcaklığına soğutuldu. Manyetizasyon ölçümlerinde, manyetik alan değişimleri dört aşamada gerçekleştirildi: 1. aşama (0T) - (+5T), 2. aşama (+5T) – (0T), 3. aşama (0T) - (-5T), 4. aşama (-5T) – (0T) şeklindedir. Ölçüm süresince manyetik alan, boyutları yaklaşık olarak $2.8 \times 3 \times 3 \text{ mm}^3$ olan örneklerin lazer işlemi uygulanan yüzeylerine (aynı zamanda presleme yüzeyi) dik olarak uygulandı. Örneklerin manyetik moment değerleri, VSM sisteminde kullanılan manyetometre ile "emu" cinsinden ölçüldü ve örneklerin hacimlerine bölünerek "emu.cm⁻³" cinsinden birim hacimdeki manyetik dipol momentlerin bileşkesi olan manyetizasyona dönüştürüldü. Böylece, örneklerin 5 K ve 20 K sıcaklıkta Şekil 3.7 (a) ve (b)'de gösterilen manyetik alana bağlı manyetizasyon eğrileri elde edildi. Şekillerden örneklerin diyamanyetik davranış sergiledikleri görülür. 5 K'deki manyetizasyon eğrileri (Şekil 3.7 (a)), karşılaştırıldığında S20 ve S26 örneklerinin, 850R ve S28 örneklerine kıyasla, uygulanan dış alana karşı daha büyük manyetizasyon gösterdikleri görülür. Bilindiği gibi, manyetizasyon ilmek genişliği ile malzeme içerisindeki akı çivileme merkezi sayısı orantılıdır (Feng vd., 1998). Buradan, lazer işlemi ile S20 ve S26 örneklerindeki akı çivileme merkezlerinin arttığı anlaşılır. Literatürden, MgB₂ yapısındaki bazı kusurların akı çivileme merkezi olarak görev yaptıkları bilinir. Chikumoto ve arkadaşları (2002), ağır iyon radyasyonunun MgB₂ örneklerde indüklediği sütun kusurların (columnar defects) çivileme merkezi olarak çalıştığını rapor etmiştir. Gama radyasyonu ise, MgB₂ taneleri içindeki MgO'nun göçüne ve tane sınırları içinde oksijen ayrışmasına (segregation) neden olmuştur (Obaidat vd., 2008). Tane sınırlarında oksijen ayrışmasının ise, akı çivilenmesine önemli derecede katkı sağladığı rapor edilmiştir (Larbalestier vd., 2001). S20 ve S26 örneklerinin 20 K'de ölçülen manyetizasyon eğrilerinde (Şekil 3.7 (b)), referans örneğine göre çok küçük bir düşüş olduğu görülür. S28 örneğinde bu düşüşün daha fazla olması dikkat çekicidir. Bu durumun nedeninin, yüksek çalışma akımı kullanılarak uygulanan lazer işlemi sürecinde yüksek enerjili fotonlar ile örnek atomlarına aktarılan enerjinin, örneğin tane sınırlarındaki bağ yapısını bozması ve bu nedenle külçe çivileme özelliklerinin kötüleşmesi olduğu tahmin edilmektedir. Bununla

birlikte, 20 K'deki manyetizasyon değerlerinin 5 K'deki manyetizasyon değerlerine göre daha büyük olduğu görülür. Bu durum özellikle düşük alan bölgesinde daha belirgindir. Bu davranışın nedeni, Şekil 3.7 (a)'da görülen şiddetli akı atlamasıdır (flux jump). MgB₂'nin düşük sıcaklıklarda güçlü akı kararsızlığı gösterdiği literatürden bilinmektedir (Yanmaz vd., 2009; Kimishima vd., 2007; Gümbel vd., 2002). Manyetik akı atlaması genellikle kritik alan H_{c1}'in üstünde örneğe giren (penetrate) akı çizgilerinin (vortekslerin) termomanyetik kararsızlığı, örnek içinde bölgesel sıcaklık artışı olması ve düşük ısı kapasitesi ile ilgilidir. Akı atlamasının oluşma nedeni, düşük sıcaklıklarda MgB₂ örneğinin manyetik difüzyon oranının termal difüzyon oranından daha büyük olması nedeniyle manyetik akının ani hareketidir (Kimishima vd., 2007). Burada manyetik alana bağlı manyetizasyon ölçümlerinin 1000 Oe/s'lik yüksek tarama hızında yapılması ise, akı atlamasının daha şiddetli bir şekilde oluşmasına neden olmuştur (Yanmaz vd., 2009). Genel olarak, akı atlaması kritik akım yoğunluğu yüksek örneklerde görülür (Xu vd., 2004 (b); Awana vd., 2006). S20 ve S26 örneklerinde düşük alanlarda ve 20 K'de dahi gözlenen şiddetli akı atlaması, bu örneklerin kritik akım yoğunluğu değerlerinin diğer iki örneğe göre daha yüksek olacağını düşündürür.

Özet olarak, lazer ile örnek yüzeylerinde oluşturulan farklı derinliklerdeki erimiş bölgelerin, örneklerin alana bağlı manyetizasyon özellikleri üzerinde farklı etkiler oluşturduğu görülür. Erimiş bölge oluşumu manyetizasyon değerini artırırken bu bölgelerin derinliği arttıkça manyetizasyon değerleri azalmıştır. Buradan, çalışma akımının artmasıyla örnek yüzeylerinde oluşan kusur yoğunluğunun arttığı ve kusur yoğunluğu belli bir değeri aştıktan sonra, süperiletkenliği azaltacak biçimde davrandıkları anlaşılır. Tarantini ve arkadaşlarının (2007), nötron akı yoğunluğunu (fulence) $1,0 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$ 'den $1,4 \times 10^{20} \text{ cm}^{-2}$ 'ye kadar değiştirerek radyasyona tabi tuttıkları MgB₂ külçe örneklerde, $5,5 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}$ 'den daha büyük akı yoğunluklarının uygulandığı örneklerde T_c, H_{c2} ve J_c değerlerinin basıldığını rapor etmeleri, yukarıda yapılan yorumu destekler niteliktedir.



Şekil 3.7. 850R, S20, S26 ve S28 örneklerinin (a) $T = 5 \text{ K}$ ve (b) $T = 20 \text{ K}$ 'de ölçülen manyetik alana bağlı manyetizasyon eğrileri

3.2.2.7. Manyetik Alana Bağlı Kritik Akım Yoğunluğu Hesabı

Süperiletkenlerin teknolojik uygulamalarda kullanımı gün geçtikçe artan enerji ihtiyacının karşılanması bakımında önemlidir. Bir süperiletkenin pratik olarak teknolojiye entegre edilebilmesi, o süperiletkenin manyetik alan varlığında akım taşıma kapasitesine bağlıdır (Lambalestier, vd., 2001(a)). Bu bölümde, lazer işlemi ile örnek yüzeylerinde oluşturulan ani erimiş ve katılaşmış nokta şekilli bölgelerde indüklenen kusurların ve örnek

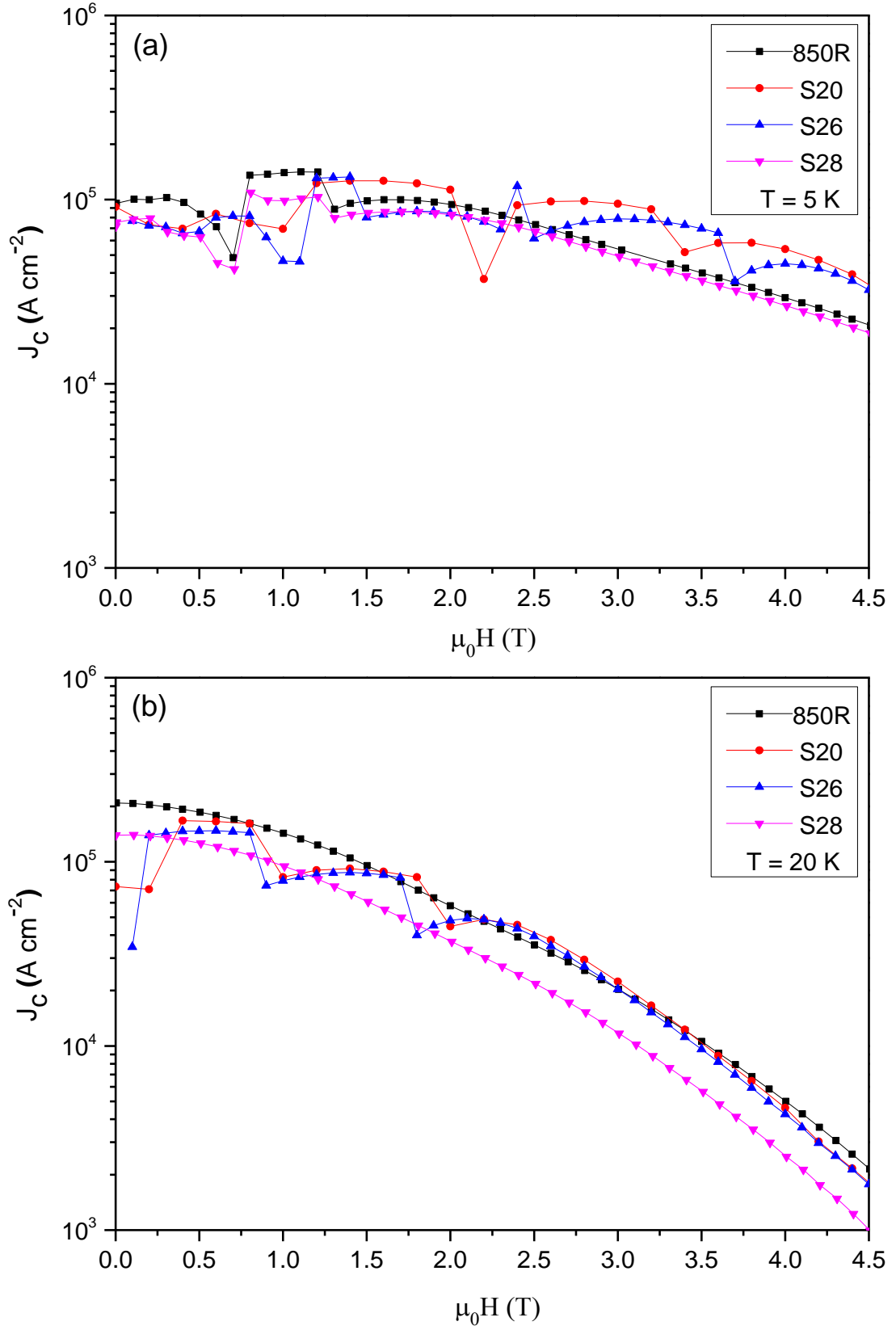
atomlarının yüksek enerjili fotonlarla etkileşimi sonucu oluşan örgü kusurlarının yapıda çivileme merkezi olarak davranıp davranmadıkları incelendi. Bunun için $T = 5$ ve 20 K için ölçülen manyetizasyon eğrilerinden, manyetik alan arttırılırken ve azaltılırken örneklerin gösterdikleri pozitif ve negatif manyetizasyon değerleri kullanılarak kritik akım yoğunlukları (J_c , Acm^{-2}) hesaplandı. Hesaplamalar, Bean'in kritik durum modeline (Bean, 1962) dayandırılmış Eşitlik 3.1'den (Campbell ve Evetts, 1972; Chen ve Goldfarb, 1989) yararlanılarak yapıldı. Burada, a ve b (cm) uygulanan manyetik alana dik doğrultudaki kısa ve uzun kenarlardır ($b > a$) ve ΔM (emu/cm^3) manyetizasyon eğrisindeki ikinci ve beşinci ilmekler arasındaki farktır. Bir önceki bölümde manyetik alana bağlı manyetizasyon ölçümleri dört çevrimde alındığından bu bölümde örneklerin ΔM değerleri, 1. ve 2. çevrimlerden hesaplandı.

$$J_c(H, T) = 20 \frac{\Delta M}{a} \left(1 - \frac{a}{3b}\right)^{-1} \quad (3.1)$$

Örneklerin Eşitlik 3.1 kullanılarak elde edilen manyetik alana bağlı kritik akım yoğunluğu değişimleri Şekil 3.8'de gösterildi. Şekilden görüleceği gibi, sabit sıcaklıkta uygulanan manyetik alan arttıkça kritik akım yoğunluğu azalır ve ölçüm sıcaklığı azaldıkça kritik akım yoğunluğu artar. Bu durum, örneklerin akı çivileme özelliklerinin kademeli olarak iyileştiğini gösterir (Fengvd., 1998). 5 K sıcaklıkta 850R ve S28 örnekleri, diğer lazerli örneklerle kıyasla, dış manyetik alana karşı daha duyarlı bir davranış sergilerler ve J_c değerleri dış manyetik alandaki artıştan daha çok etkilenir. Literatürden bilindiği gibi, J_c değeri yüksek örneklerde şiddetli akı atlama gözlenir (Xu vd., 2004(b); Awana vd., 2006). S20 ve S26 örneklerinin J_c değerleri, 850R ve S28 örneklerinden daha büyük olduğundan akı atlama bu örneklerde daha şiddetlidir. S28 örneğinde oluşturulan erimiş bölgeler hem çapsal olarak daha geniş hem de derinlik bakımından daha derin olduğundan bu bölgelerde oluşan kusurların örneğin külçe çivileme özelliklerini kötüleştirdiği ve bu nedenle S28 örneğinde J_c artışı gözlenmediği düşünülmektedir.

Tablo 3.3'de, 850R, S20, S26 ve S28 örnekleri için düşük alanlardaki akı atlama nedeniyle sadece 3 T ve 4 T'daki J_c değerleri verilmiştir. Tablodan 850R, S20 ve S26 örnekleri için 5 K ve 4 T'daki kritik akım yoğunluğu değerlerinin sırasıyla, $2,94 \times 10^4$, $5,42 \times 10^4$ ve $4,49 \times 10^4$ Acm^{-2} olduğu görülür. Buradan lazer işlemi sonucu J_c artışının referans örneğinin 1.5 katından fazla olduğu görülür. J_c değerindeki artış en fazla S20

örneğinde görülmüştür. J_c değerlerindeki bu artış, lazer işlemi ile örneklerin yüzeylerinde oluşturulan erimiş bölgelerde ani erime-katılma süreci nedeniyle gerçekleşen yapısal yeniden düzenlenimin indüklediği kusurların çivileme merkezi olarak davrandığını gösterir. 3,54 GeV'luk ve 1×10^{11} iyon cm^{-2} 'lik Xe radyasyonuna tabi tutulan MgB_2 örneklerin süperiletkenlik özelliklerinin incelendiği bir çalışmada radyasyondan sonra kritik akım yoğunluğunda benzer bir artış gözlenmiştir (Okayasu vd., 2002(a)). Tablodan S28 örneğinin J_c değerinin tüm alan değerleri için her iki sıcaklıkta da referans örneğinin J_c değerlerinden daha az olduğu görülür. Bu azalış, örnek yüzeyinde oluşturulan erimiş bölge çaplarının ve derinliklerinin fazla olması nedeniyle yüksek yoğunlukta kusur oluşumundan kaynaklanabileceği gibi, tane sınırı bağlarının radyasyon sonucunda kötüleştirmiş olmasından da (Chikumoto vd., 2002) kaynaklanmış olabilir.



Şekil 3.8. 850R, S20, S26 ve S28 örneklerinin (a) $T = 5$ K ve (b) $T = 20$ K’de ölçülen manyetik alana bağlı kritik akım yoğunluğu eğrileri

Tablo 3.3. 850R, S20, S26 ve S28 örneklerinin sıcaklığa ve manyetik alana bağlı kritik akım yoğunluğu ve hacimsel çivileme kuvveti değerleri

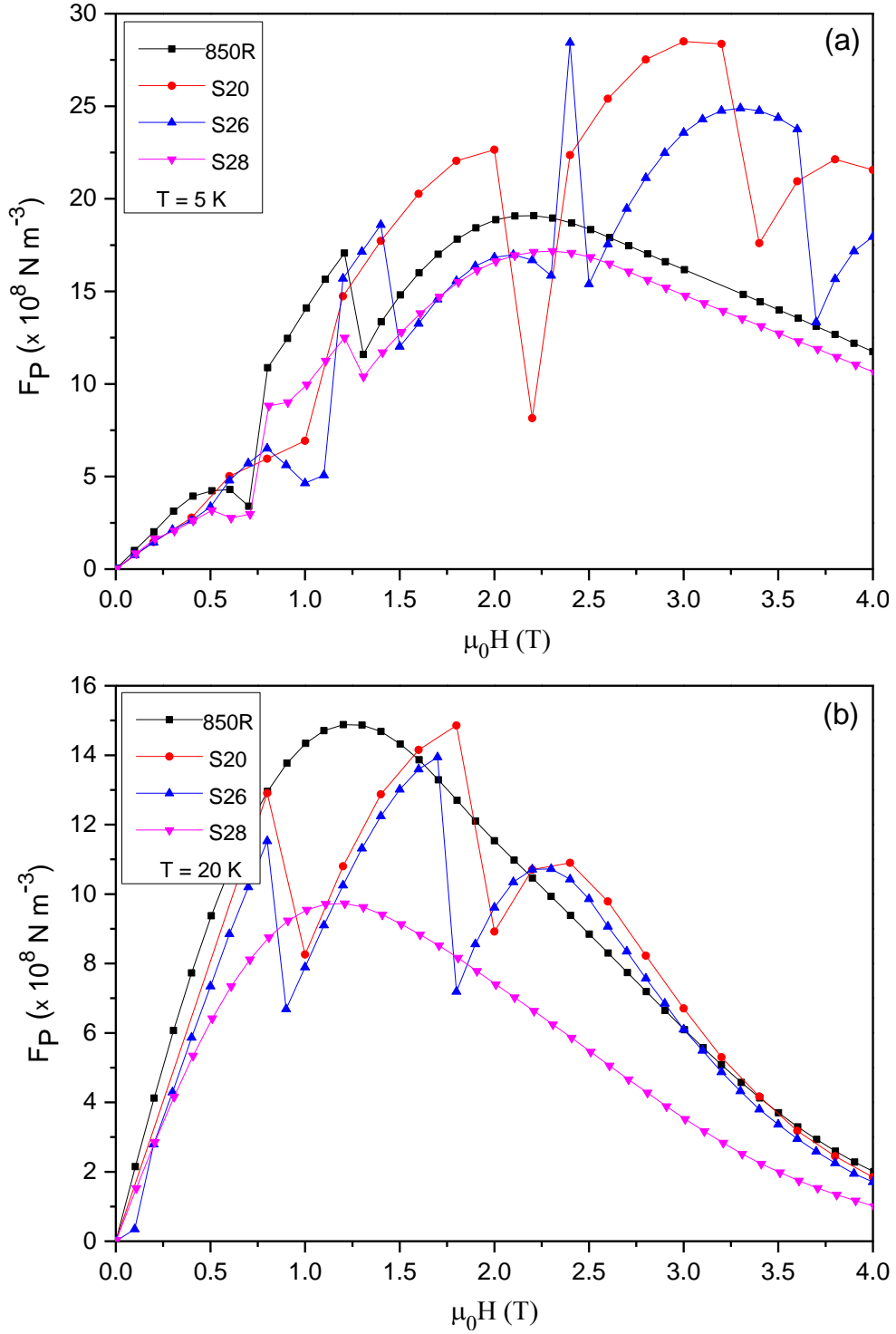
Örnekler	850R	S20	S26	S28
J_c (5 K, 3 T) (Acm^{-2})	$5,38 \times 10^4$	$9,52 \times 10^4$	$7,83 \times 10^4$	$4,92 \times 10^4$
J_c (20 K, 3 T) (Acm^{-2})	$2,03 \times 10^4$	$2,23 \times 10^4$	$2,04 \times 10^4$	$1,18 \times 10^4$
J_c (5 K, 4 T) (Acm^{-2})	$2,94 \times 10^4$	$5,42 \times 10^4$	$4,49 \times 10^4$	$2,68 \times 10^4$
J_c (20 K, 4 T) (Acm^{-2})	$5,01 \times 10^3$	$4,62 \times 10^3$	$4,26 \times 10^3$	$2,54 \times 10^4$
F_{pmak} , 5 K (Nm^{-3})	$19,11 \times 10^8$	$28,50 \times 10^8$	$28,44 \times 10^8$	$17,17 \times 10^8$
F_{pmak} , 20 K (Nm^{-3})	$14,90 \times 10^8$	$14,85 \times 10^8$	$13,94 \times 10^8$	$9,72 \times 10^8$

3.2.2.8. Manyetik Alana Bağlı Hacimsel Çivileme Kuvveti Hesabı

Bu bölümde çalışılan örneklerin çivileme mekanizmasını daha iyi anlamak için örneklerin manyetik alana bağlı kritik akım yoğunluğu değerlerinden $F_p = J_c \times B$ ($B = \mu_0 H$) eşitliği yardımıyla hacimsel çivileme kuvvetleri (F_p) hesaplanarak hacimsel çivileme kuvvetinin manyetik alana bağlılığı araştırıldı.

Şekil 3.9 (a) ve (b), 850R, S20, S26 ve S28 örneklerinin sırasıyla 5 ve 20 K'de manyetik alana bağlı hacimsel çivileme kuvvetlerini gösterir. Her iki şekilden de görüleceği gibi, F_p düşük alan bölgesinde dış manyetik alan arttıkça artar ve belli bir alan değeri için maksimum bir değer (F_{pmak}) gösterir. Şekilden, F_{pmak} değerleri ve bu maksimum değerlerin gözlendiği manyetik alan değerlerinin, 850R ve S28 örnekleri için yaklaşık aynı olduğu ve 5 K'de 2,2 Tesla, 20 K'de ise 1,2 Tesla civarında olduğu görülür. S20 ve S26 örnekleri için gözlenen şiddetli akı atlama nedeniyle bu değerleri tam olarak tespit etmek zordur. Ancak şekilden bu değerlerin 5 K'de yaklaşık olarak 3,2 Tesla ve 20 K'de ise 1,7 Tesla olduğu tahmin edilmektedir. Bu sonuçlardan, lazer işleminden sonra F_{pmak} değerlerinin her iki ölçüm sıcaklığı için de yüksek alan değerlerine doğru kaydığı görülür. Bu durum, S20 ve S26 örneklerinde akı çivileme mekanizmasının iyileştiğini gösterir. Tablo 3.3, bu bölümde çalışılan örneklerin F_{pmak} değerlerini verir. Tablodan 850R ve S28 örnekleri ile S20 ve S26 örneklerinin 5 K'deki F_{pmak} değerlerinin birbirine çok yakın olduğu görülür. S20 ve S26 örneklerinin F_p değerlerinde diğer örneklere kıyasla görülen artış, lazer işleminden sonra birim hacim başına düşen çivileme merkezlerinin sayısının arttığını gösterir. Bu durum, lazer işlemi sonucu örneklerin çivileme performansında ve dolayısıyla kritik akım yoğunluğunda $T = 5$ K için iyileşme olduğunu belirtir. 20 K'de,

S20 ve S26 örneklerinin F_{pmax} değerleri referans örneği ile yaklaşık aynıdır. S28 örneği için ise durum bunun tam tersidir. Lazer işlemi ile S28 örneğinin çivileme performansının kötüleşmesi, yapıda indüklenen kusurların birleşmesi ile birim hacim başına düşen çivileme merkezi sayısının azalması şeklinde yorumlanabilir.



Şekil 3. 9. 850R, S20, S26 ve S28 örneklerinin (a) $T = 5 \text{ K}$ ve (b) $T = 20 \text{ K}$ 'deki hacimsel çivileme kuvvetinin (F_p) manyetik alana bağılılığı.

Bu bölümde ilgilenilen örneklerin çivileme mekanizmalarının çeşitliliği hakkında ayrıntılı bilgi sahibi olmak için çivileme kuvvet yoğunluğunun manyetik alana bağlılığı $f_p(b)$ araştırıldı. Burada f_p normalize edilmiş çivileme kuvvet yoğunluğudur ve $f_p = F_p / F_{p_{\max}}$ ile ifade edilir. b ise, normalize edilmiş manyetik alandır ve $b = B / B_{\max}$ ile gösterilir. B_{\max} , F_p değerinin maksimumuna karşılık gelen manyetik alan değeridir. Şekil 3.10 (a) ve (b), 850R, S20, S26 ve S28 örneklerinin $T = 5$ ve 20 K'deki normalize edilmiş çivileme kuvvet yoğunluğunun normalize edilen manyetik alana göre değişimini gösterir. Bilindiği gibi, $f_p - b$ ölçeklendirmesi Eşitlik (3.2), (3.3) ve (3.4) ile verilen sırayla $\Delta\kappa$, normal nokta ve yüzey çivileme mekanizmaları tarafından analiz edilir (Shigeta vd., 2003; Higuchi vd., 1999). Bu çivileme mekanizmaları Şekil 3.10'daki grafiklerde sırasıyla (1), (2) ve (3) sayılarıyla gösterilmiştir.

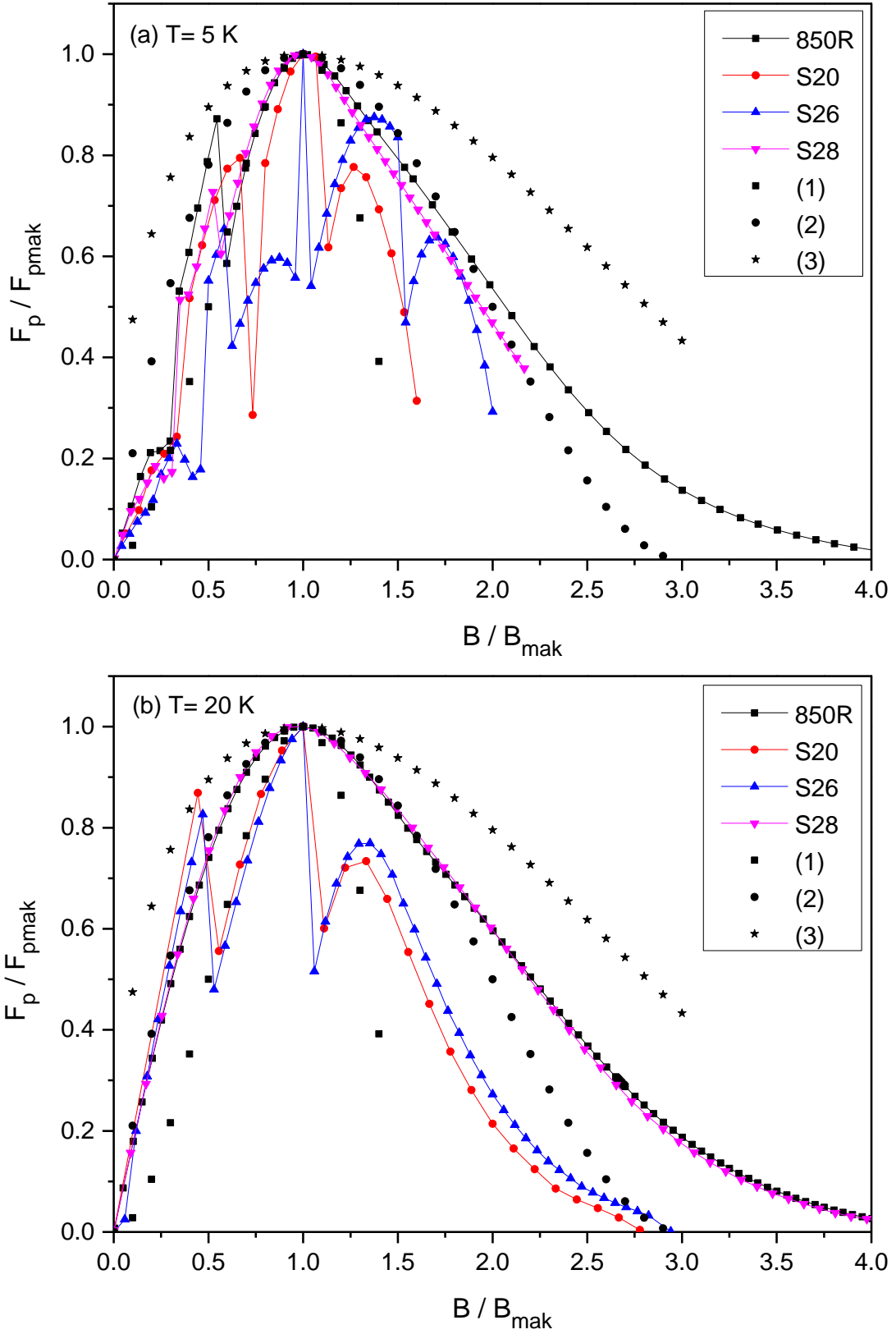
$$f(b) = 3b^2 \left(1 - \frac{2b}{3}\right), \Delta\kappa \text{ çivilemesi için} \quad (3.2)$$

$$f(b) = \frac{9}{4}b \left(1 - \frac{b}{3}\right)^2, \text{ normal nokta çivilemesi için} \quad (3.3)$$

$$f(b) = \frac{25}{16}\sqrt{b} \left(1 - \frac{b}{5}\right)^2, \text{ yüzey çivilemesi için} \quad (3.4)$$

Şekil 3.10 (a) incelendiğinde 5 K'de genel olarak tüm örneklere ait eğrilerde $B / B_{\max} < 1$ bölgesinde görülen akı atlama nedeniyle düşük alan bölgesinde örneklerin çivileme mekanizması hakkında net bir yorum yapılamaz. 5 K'de ve $B > B_{\max}$ için 850R ve S28 örneklerinde normal nokta çivilemesi baskın iken $B = 2B_{\max}$ değerinden sonra 850R örneğinde normal nokta çivilemesi yanında yüzey çivilemesi de gözlenir. S20 ve S26 örneklerinde ise $B > B_{\max}$ için $\Delta\kappa$ çivilemesi ile normal nokta çivilemesinin baskın olduğu görülür. Şekil 3.10 (b)'den, 20 K'de ve düşük alanlarda, 850R ve S28 örneklerinde normal nokta çivilemesi gözlenirken diğer lazerli örnekler için $B = 0,5B_{\max}$ değerine kadar normal nokta çivilemesi gözlenir ve $B > 0,5B_{\max}$ değerinde ise $\Delta\kappa$ çivilemesi baskın hale gelir. Daha büyük indirgenmiş alan değerlerinde ise, S20 ve S26 örneklerine ait eğriler, $\Delta\kappa$ çivilemesi ile normal nokta çivilemesi arasında yer alırken 850R ve S28 örneklerinin eğrileri ise normal nokta çivilemesi ile yüzey çivilemesi arasında yer alır. Lazer işlemi sonucunda S20 ve S26 örneklerinde, referans örneğinden farklı olarak, yüksek alan

bölgesinde gözlenen $\Delta\kappa$ ve normal nokta çivilemeleri, lazer işleminin çivileme mekanizmasını değiştirdiğinin bir göstergesidir. 5 K'de özellikle yüksek alan bölgesinde S20 ve S26 örneklerinin kritik akım yoğunluğu değerlerinde gözlenen artışın nedeni de bu çivileme mekanizmasındaki değişimdir. Bilindiği gibi, yüksek alanlarda akı çivileme kuvveti düzen parametrelerindeki değişimden kaynaklanan $\Delta\kappa$ çivilemesi tarafından yönetilir (Tarantini vd., 2007). 850R ve S28 örneklerinde yüksek alan bölgesinde normal nokta çivilemesi ile yüzey çivilemesinin baskın olması, kritik akım yoğunluğunun manyetik alan artışıyla diğer iki örneğe kıyasla daha hızlı bir şekilde azalmasını destekler niteliktedir.



Şekil 3.10. 850R, S20, S26 ve S28 örneklerinin (a) $T = 5 \text{ K}$ ve (b) $T = 20 \text{ K}$ 'deki çivileme kuvvet yoğunluklarının manyetik alana bağlılığı ($f_p(b)$)

3.2.3. Nd:YVO₄ Puls Lazer Kullanılarak Yüzeylerinde Farklı Yoğunluklarda Erimiş Bölge Oluşturulan Örneklerin Yapısal ve Elektromanyetik Özellikleri

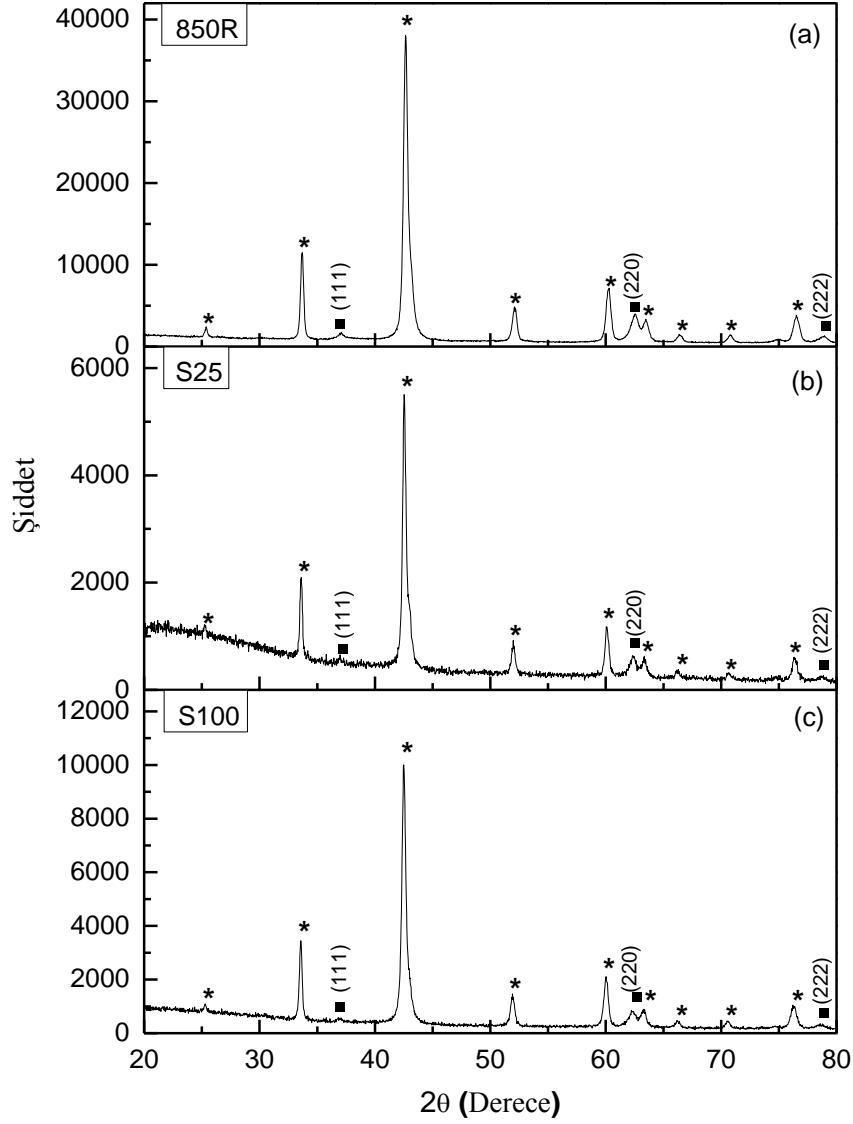
3.2.3.1. XRD Analizi

Bu bölümde, 850°C’de sinterlenen diskten kesilen ve yüzeylerinde 25 ve 100 µm aralıklarla farklı yoğunlukta erimiş bölgeler oluşturulan S25 ve S100 örneklerinin X-ışını kırınım desenleri incelendi.

Şekil 3.11 (a), (b) ve (c) sırasıyla, 850R, S25 ve S100 örneklerinin X-ışını kırınım desenlerini gösterir. S25 ve S100 örneklerinin XRD desenleri 850R referans örneği ile karşılaştırıldığında lazer işleminden sonra MgB₂ faz yapısının korunduğu ve MgO fazı dışında herhangi bir safsızlık fazı oluşmadığı görülür. XRD desenlerinden görülen (111), (220) ve (222) MgO piklerinin oluşma nedeni, bir önceki derinlik serisinde belirtildiği gibi, sinterleme işleminde kullanılan krom tüpün uçlarının kaynakla kapatılması sırasında tüp içine hapsolan oksijendir. Şekil 3.11 (b)’de S25 örneğinin XRD desenlerinde art alanın (background) daha yüksek sinyal verdiği görülür. Bunun nedeninin, S25 örneğinde maksimum yoğunlukta erimiş bölge oluşturulması ile artan yüzey pürüzlülüğü ve stokiometri değişimi olduğu tahmin edilmektedir.

Şekil 3.11 (b) ve (c)’den, lazer işlemi ile hem MgO pik şiddetlerinde hem de MgB₂ pik şiddetlerinde azalma olduğu ve bu azalmanın en fazla S25 örneğinde olduğu görülür. Bilindiği gibi, S25 ve S100 örneklerinin yüzeylerinde sırasıyla 25 µm ve 100 µm aralıklarla erimiş bölgeler oluşturuldu. Bu durum, yüzey tahribatının en fazla S25 örneğinde olmasına neden olur. Dolayısıyla, S25 örneğinin lazer işlemi uygulanan yüzeyinde, yüzeye aktarılan ısı enerjisi nedeniyle MgB₂ fazının azalması beklenen bir durumdur. Tablo 3.4, referans ve lazerli örneklerin örgü parametreleri ile FWHM değerlerini gösterir. Tablodan lazer işlemi sonrasında, derinlik serisindeki lazer işlemlerinde olduğu gibi, örgü parametrelerinin artarak literatürdeki değerlere yaklaştığı görülür. Her iki örneğe de 26 A’lik çalışma akımı uygulanmasına rağmen S25 örneğinde erimiş bölgeler 25 µm’de bir oluşturulduğundan S25 örneğinin yüzeyine aktarılan enerjinin daha fazla olması, bu örneğinin örgü parametrelerindeki artışın S100 örneğine kıyasla daha az olmasına neden olur. Lazerli örneklerin örgü parametrelerinde referans örneğine kıyasla görülen artış, yapıdaki gözeneklilik miktarının azaldığını belirtir (Grinenko vd., 2006). Tabloda referans ve lazerli örnekler için verilen FWHM değerleri incelendiğinde, lazerli

örneklerde FWHM değerlerinin azaldığı görülür. FWHM'deki azalma, tane boyutunun arttığını belirtir (Varghese vd., 2009). Literatürden bilindiği gibi, sinterleme sıcaklığı arttıkça FWHM değeri azalır (Varghese vd., 2009). Dolayısıyla, lazer işlemi sırasında örnek yüzeylerine aktarılan enerjinin örnek tarafından ikinci sinterleme süreci gibi algılanmasından dolayı, tane boyutunun artması beklenen bir durumdur.



Şekil 3.11. (a) 850R, (b) S25 ve (c) S100 örneklerinin X-ışını kırınım desenleri. MgB₂ ve MgO fazları sırasıyla * ve ■ sembolleri ile gösterildi

Tablo 3.4. 850R, S25 ve S100 örneklerinin örgü parametreleri ile FWHM değerleri

	850R	S25	S100
a (Å)	3,071	3,078	3,080
c (Å)	3,508	3,516	3,521
FWHM (°) (100) piki için	0,295	0,200	0,249
FWHM (°) (002) piki için	0,399	0,304	0,352

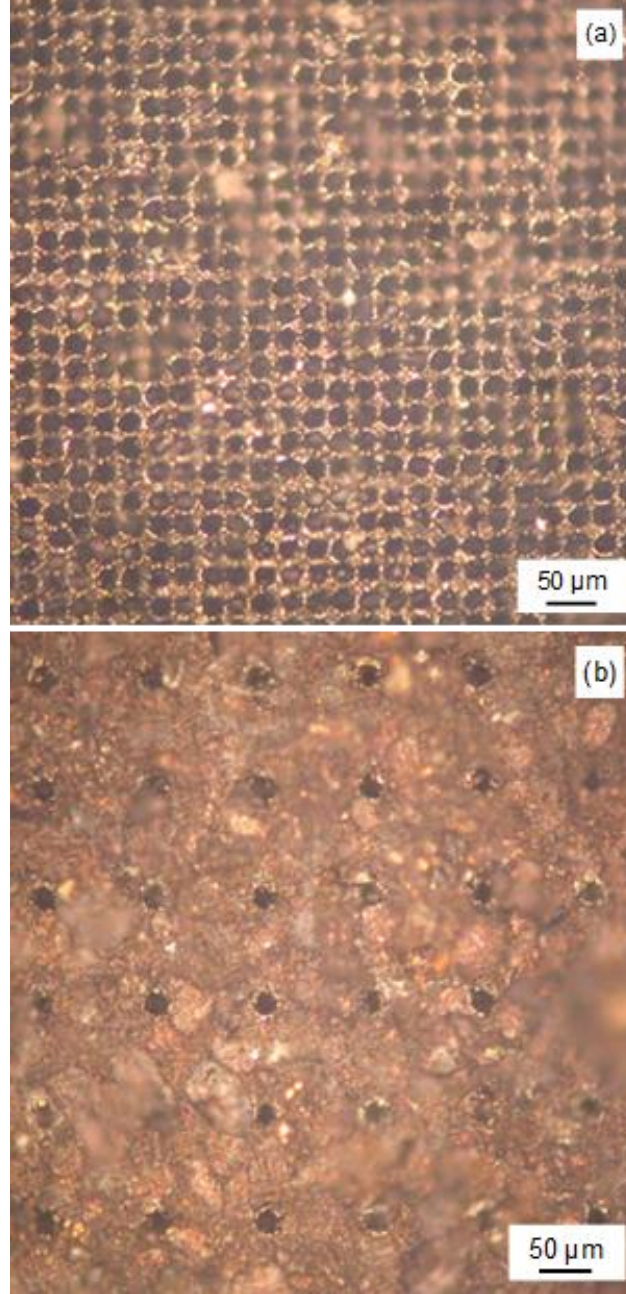
3.2.3.2. Optik Mikroskop Analizi

Yüzeylerinde farklı yoğunluklarda erimiş bölgeler oluşturulan S25 ve S100 örneklerinin, hem erimiş bölge yoğunluklarını hem de oluşturulan erimiş bölgelerin çaplarını belirlemek için optik mikroskop kullanıldı.

Şekil 3.12, S25 ve S100 örneklerinin optik mikroskop fotoğraflarını gösterir. Şekilden lazer işlemi ile her iki örnek yüzeyinde oluşturulan nokta şekilli erimiş bölgeler görülür. Şekil 3.12 (a) ve (b) dikkatle incelendiğinde lazer işlemi ile S25 ve S100 örneklerinin yüzeylerinde oluşturulan erimiş bölgelerin merkezleri arası mesafenin sırasıyla, yaklaşık olarak 25 μm ve 100 μm olduğu görülür. Bu bölgelerin çapları ise, her iki örnek için yaklaşık 15 μm civarındadır. İki örneğe de aynı lazer akısı ile lazer işlemi uygulandığından nokta çaplarının her iki örnek için de aynı olması beklenen bir durumdur. Burada belirlenen çap değerlerinin HAZ bölgesini içerdiği unutulmamalıdır. Dolayısıyla lazer demetinin örnek yüzeyine temas ettiği bölge yani erimiş bölgelerin gerçek çap değerlerinin yukarıda belirtilen değerden daha az olduğu düşünülmektedir.

Şekil 3.12 (a)'dan S25 örneğinin yüzeyindeki nokta desenleri, aralarında hiç boşluk bırakılmadan oluşturulmuş gibi görünürler. Bu durum, yüzeyde oluşturulacak nokta şekilli erimiş bölgelerin yoğunluğunu arttırmak için seçilen noktalar arası mesafenin (25 μm) noktaların üst üste gelmesini önleyen fakat aynı zamanda birbirlerine çok yakın olmalarını sağlayan uygun bir değer olduğunu gösterir. Şekil 3.12 (a) ve (b) karşılaştırıldığında erimiş

bölge yoğunluğunun S25 örneğinde S100 örneğine göre yaklaşık dört kat fazla olduğu anlaşılır.



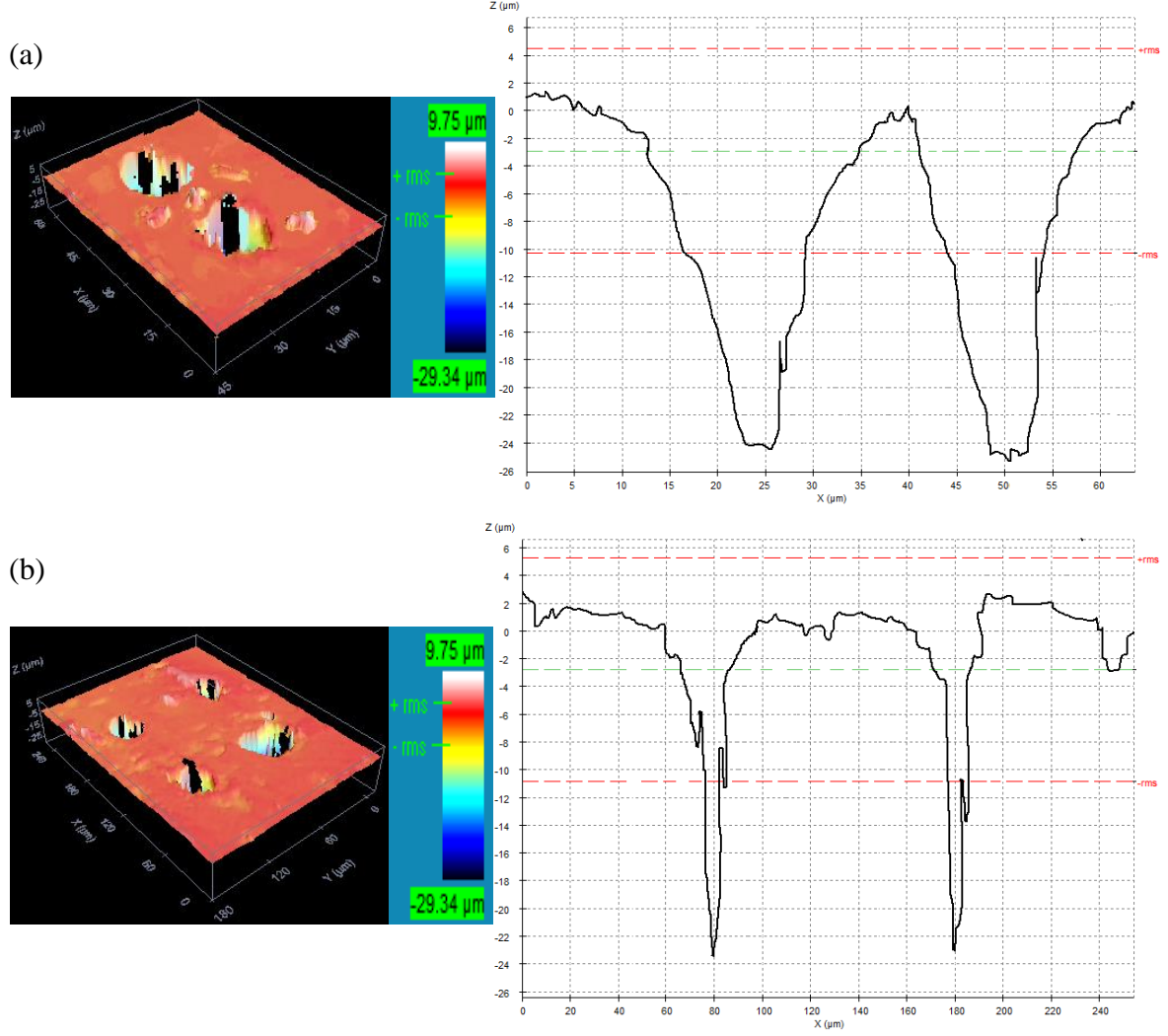
Şekil 3.12. (a) S25 ve (b) S100 örneklerinin polarize optik mikroskop fotoğrafları

3.2.3.3. Eş Odaklı Lazer Taramalı Mikroskop Analizi

Bu bölümde, yüzeyinde 25 µm ve 100 µm aralıklarla nokta şekilli erimiş bölgeler oluşturulan S25 ve S100 örneklerinin yüzey morfolojileri ve erimiş bölge derinlikleri eş

odaklı lazer taramalı mikroskop kullanılarak incelendi. Şekil 3.13 (a) ve (b)'nin sol tarafındaki şekillerde, S25 ve S100 örneklerinin üç boyutlu (3D) yüzey görüntüsü ve örneklerin yüzeylerinde oluşturulan erimiş bölgeler gösterildi. Şekillerdeki erimiş bölgelerin derinlik serisindeki lazerli örneklere göre daha belirgin olması, bu serideki örneklerde puls tekrar sayısının arttırılmasından (15 vuruş) kaynaklanır.

Şekil 3.13 (a) ve (b)'nin sağ tarafındaki grafiklerde, örneklerin yüzey pürüzlülüğü ile oluşturulan nokta desenlerinin yüzeyden olan derinliği gösterildi. Bu grafiklerden, örneklerin yüzey pürüzlülüğünün $\pm 2 \mu\text{m}$ civarında olduğu görülür. Nokta desen derinliği ise her iki örnek için aynı ve yaklaşık $24 \mu\text{m}$ 'dir. Bilindiği gibi nokta derinliği kullanılan puls enerjisine ve puls tekrarına oldukça bağlıdır. Bu bölümdeki erimiş bölge derinliklerinin bir önceki derinlik serisine göre daha fazla olmasının nedeni, lazer puls tekrarının arttırılmış olmasıdır. Sağ taraftaki grafiklerin x eksenleri incelenirse, nokta derinliklerinin $x = 25$ ve $50 \mu\text{m}$ ile $x = 80$ ve $180 \mu\text{m}$ aralıklarında oluştuğu görülür. Bu durum, ardışık noktalar arası mesafenin S25 ve S100 örnekleri için sırayla 25 ve $100 \mu\text{m}$ olduğunu gösterir. Bu sonuç, optik mikroskoptan bulunan sonucu destekler.



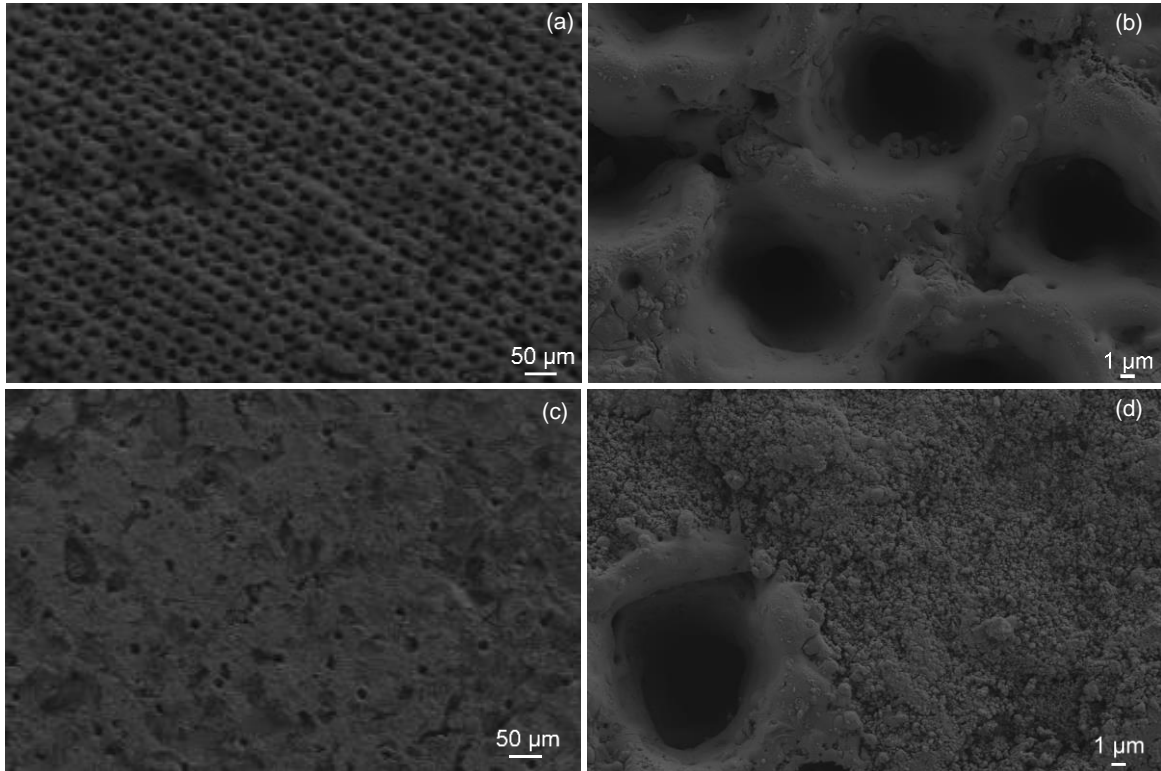
Şekil 3.13. (a) S25 ve (b) S100 örneklerinin eş odaklı lazer taramalı mikroskop görüntüleri (solda) ve optik görüntüleme profilleri (sağda).

3.2.3.4. Alan Yayınımlı Taramalı Elektron Mikroskobu (FESEM) Analizi

Yüzeylerinde farklı yoğunluklarda enokta desenli erimiş bölge oluşturulan S25 ve S100 örneklerinin yüzey morfolojilerini belirlemek için alan yayınımlı taramalı elektron mikroskobu (FESEM) kullanıldı.

Şekilden 3.14 (a, b) ve (c, d) sırasıya S25 ve S100 örneklerinin yüzeylerinde oluşturulan nokta desenlerini göstermektedir. Şekil 3.14 (a) ve (c) 100X büyütme ile, Şekil 3.14 (b) ve (d) ise 5KX büyütme ile çekilmiştir. Şekil 3.14 (a) ve (c)'den sırasıyla S25 örneğinin yüzeyindeki noktaların merkezleri arasında 25 μm olduğu ve S100 örneğinde ise 100 μm olduğu görülür. Ayrıca, Şekil 3.14 (b)'den S25 örneğinin yüzeyinde oluşturulan erimiş bölgelerin saçılma ve HAZ bölgelerinin birleştiği görülür. Şekil 3.14 (d)'den ise,

S100 örneği için noktalar arası mesafe 4 kat daha büyük olduğundan bu durum gözlenmez. Ayrıca Şekil 3.14 (b) ve (d)'den S25 ve S100 örnekleri için erimiş bölge çaplarının $12\ \mu\text{m}$ olduğu görülür. Bu serideki erimiş bölge çaplarının derinlik serisine göre daha küçük olması spot çapının azaltılması ile ilişkilidir. Bilindiği gibi, spot çapı azaltılırsa hem lazer demetinin istenen noktaya daha iyi odaklanması sağlanır hem de güç yoğunluğu artacağı için lazer demetinin girme derinliği artar. Böylece oluşturulan bölgelerin çapları da daralır (Verhaeghe ve Hilton, 2005).

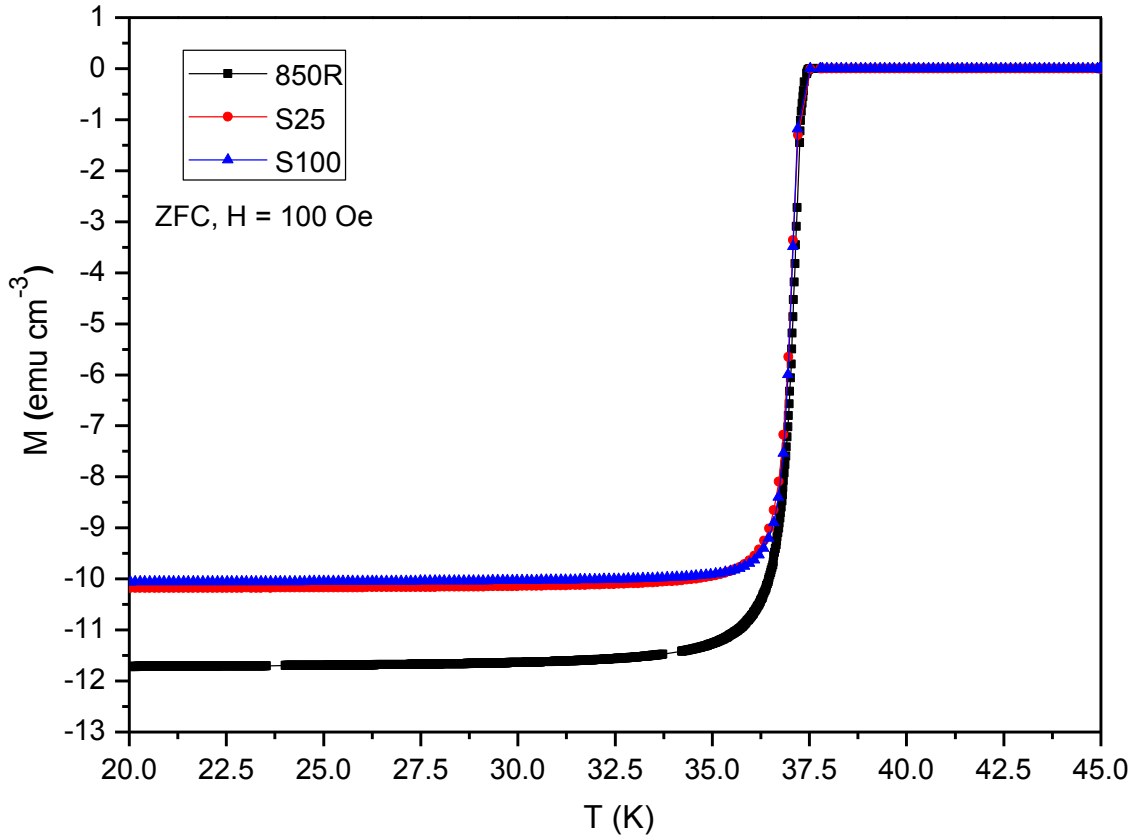


Şekil 3.14. 100X ve 5KX büyütme altında (a), (b) S25 ve (c), (d) S100 örneklerinin FESEM görüntüleri

3.2.3.5. Sıcaklığa Bağlı Manyetizasyon Ölçümü ve Kritik Geçiş Sıcaklığı Özellikleri

Şekil 3.15 850R, S25 ve S100 örneklerinin $T = 20 - 45\ \text{K}$ sıcaklık aralığındaki $H=100\ \text{Oe}$ 'lik alan şiddeti için manyetizasyon-sıcaklık eğrilerini gösterir. Şekilden en büyük manyetizasyon değerinin 850R örneği için elde edildiği görülür. Lazerli örneklerin manyetizasyon eğrileri ise birbirine çok benzerdir.

Örneklerin 5 K'deki en büyük manyetizasyon değerlerine normalize edilen manyetizasyon-sıcaklık grafiklerinden belirlenen süperiletkenlik geçiş sıcaklıkları $T_{c,başlangıç}$ ve $T_{c,sıfır}$ ile geçiş sıcaklığı aralıkları ΔT_c ($\Delta T_c = T_{c,başlangıç} - T_{c,sıfır}$) Tablo 3.5'de verildi. Tablodan görüldüğü gibi, üç örneğin de $T_{c,başlangıç}$ değerleri aynıdır. Fakat $T_{c,sıfır}$ ve ΔT_c değerleri arasında 0,2 – 0,5 K'lik bir fark vardır. Ayrıca, lazer işlemi uygulanan örneklerin süperiletkenliğe geçiş aralıkları, referans örneğine kıyasla, daha dardır. $T_{c,sıfır}$ değeri en yüksek olan (36,6 K) ve en keskin geçişi gösteren ($\Delta T_c = 0,7$ K) örnek ise S100 örneğidir. Bir önceki derinlik serisinde olduğu gibi bu seride de radyasyona tabi tutulan örneklerin daha keskin geçiş göstermesi, lazer işleminin örneklerin külçe özelliklerini iyileştirdiğinin bir kanıtıdır. Diğer seriye benzer şekilde bu serideki örneklerin de lazer işleminden sonra örgü parametrelerinde gözlenen artmanın, örneklerde gözenekliliği azaltarak, daha yoğun bir yapı oluşturduğu ve böylece geçişin daha keskin olduğu anlaşılır.



Şekil 3.15. 850R, S25 ve S100 örneklerinin $T=20 - 45$ K sıcaklık aralığında ve $H=100$ Oe'lik alan şiddeti için manyetizasyon değerlerinin sıcaklığa göre değişimi.

Tablo 3.5. 850R, S25 ve S100 örneklerinin kritik geçiş sıcaklığı değerleri

	850R	S25	S100
T_c , başlangıç (K)	37,3	37,3	37,3
T_c , sıfır (K)	36,1	36,4	36,6
ΔT_c (K)	1,2	0,9	0,7

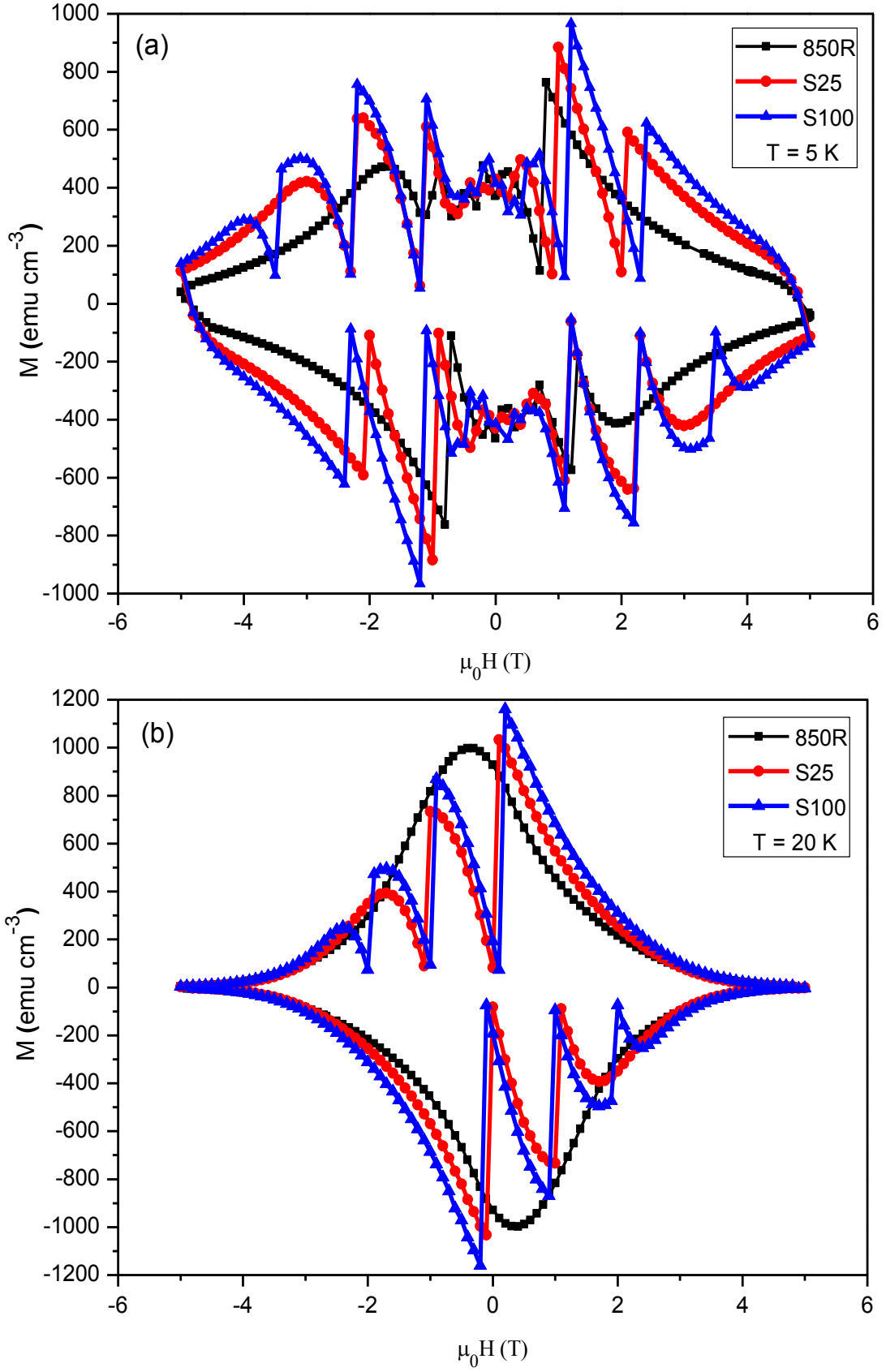
3.2.3.6. Manyetik Alana Bağlı Manyetizasyon Ölçümü

Çalışmada üretilmiş olan 850R, S25 ve S100 örneklerinin manyetik alana bağlı manyetizasyon ölçümleri (M(H) eğrileri) 5 ve 20 K'lik sabit sıcaklıklarda, 1000 Oe/s'lik süpürme hızında ve -5 T ile +5 T arasında manyetik alan uygulanarak yapıldı. Ölçümler derinlik serisindeki gibi manyetik alana bağlı manyetizasyon ölçümleri dört çevrimde alınarak gerçekleştirildi. Ölçümlerde manyetik alan, boyutları yaklaşık olarak 2.8 x 3 x 3 mm³ olan örneklerin lazer işlemi yapılan yüzeylerine (aynı zamanda presleme yüzeyi) dik olarak uygulandı.

Şekil 3.16 (a) ve (b), 850R, S25 ve S100 örneklerinin T = 5 ve 20 K sıcaklıklarında manyetik alana bağlı manyetizasyon eğrilerini gösterir. Şekilden S100 örneğinin manyetizasyon ilmek genişliğinin her iki sıcaklık değeri için de diğer iki örnekten daha fazla olduğu görülür. Manyetizasyon ilmek genişliğinin örnek içerisindeki akı çivileme merkezleri sayısı ile orantılı olduğu (Feng vd., 1998) düşünüldüğünde, lazer işleminin yapıdaki çivileme merkezleri sayısını arttırdığı anlaşılır. Bu artışın, derinlik serisinde olduğu gibi, radyasyon ile oluşturulan erimiş bölgelerin yeniden katılaşması sürecinde yapıda indüklenen kusurlardan ve yüksek enerjili parçacıkların MgB₂ atomları ile etkileşmesi sonucu oluşan örgü kusurlarından kaynaklandığı düşünülmektedir. Bilindiği gibi yüksek enerjili nötronlar, ağır iyonlar ve gama ışınları ile bombardıman edilen MgB₂ örneklerde nano boyutta kusurlar (Martinelli vd., 2007), nokta kusurlar (Obaidat vd., 2008) ve sütun (columnar) kusurlar (Okayasu vd., 2002(a)) indüklenmiştir ve bu kusurlar yapıda kritik akım yoğunluğunu artırıcı bir rol oynamıştır.

Şekilden sıcaklık 5 K'den 20 K'ne arttırıldığında örneklerin manyetizasyon değerlerinin arttığı görülür. Bu durumun nedeni, 5 K'de gözlenen akı atlamasıdır (flux jump). Derinlik serisinin manyetizasyon analizi bölümünde belirtildiği gibi, düşük

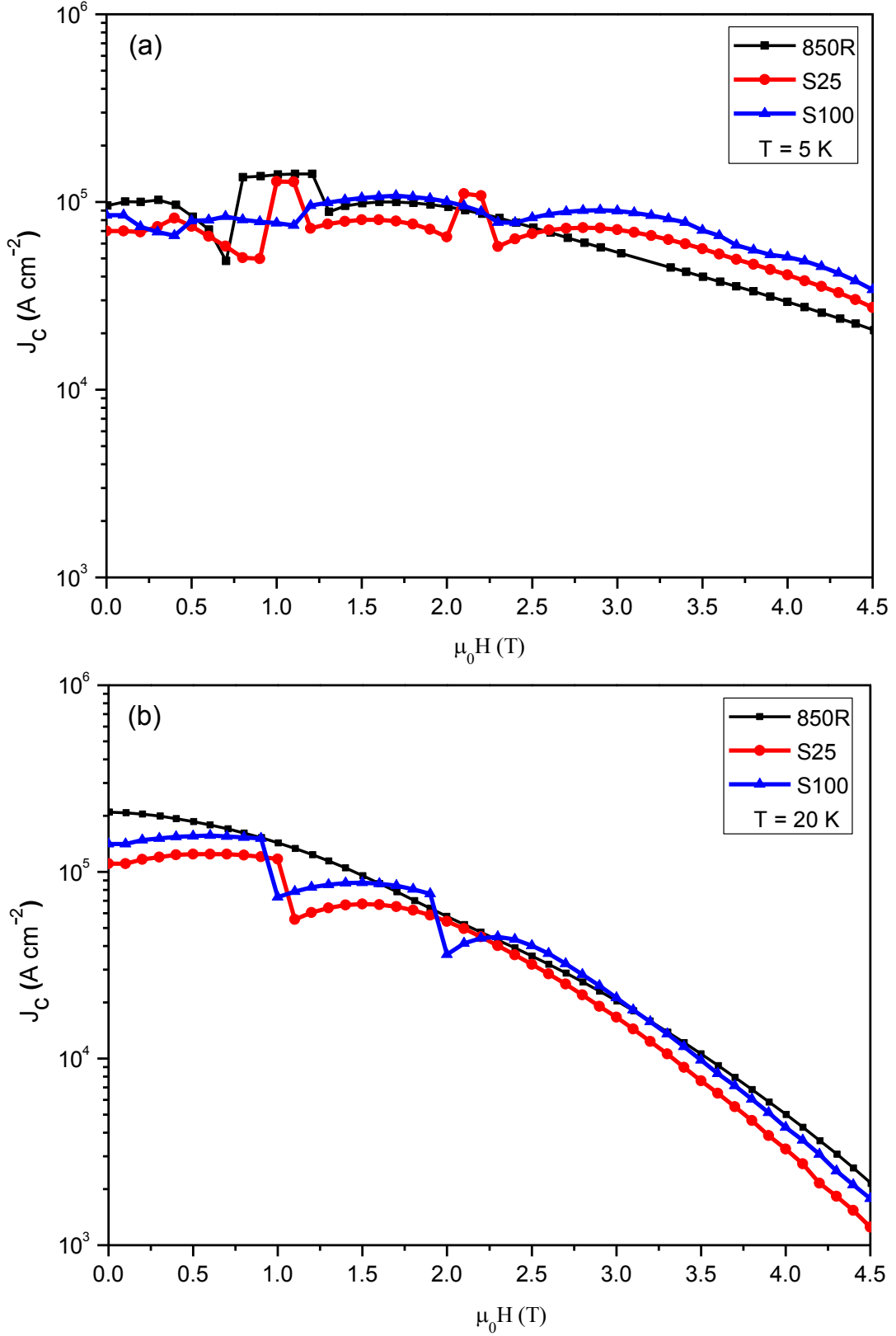
sıcaklıklarda ve düşük alan altında akı atlamaının üç örnek için de yoğun olarak gözlenmesi (Şekil 3.16 (a)), örneklerin düşük sıcaklıklarda güçlü akı kararsızlığı göstermesinden kaynaklanır. Şekil 3.16 (b)'den görüldüğü gibi, lazer işlemi uygulanan örneklerde 20 K'de dahi önemli oranda akı atlamaı gerçekleşmesi, elektron, proton, gama gibi radyasyon kaynakları ile radyasyona tabi tutulan MgB₂ örneklerde gözlenen akı atlamaı ile benzerdir (Verdin vd., 2007). Bu durumun nedeni, manyetik akının, optik uyarılma sonucu süperiletken özelliđi azalan ya da kaybolan bölgelerdeki düşük süperakım nedeniyle örnek içine doğru sızmasının engellenememesidir (Tonouchi, 2002).



Şekil 3.16. 850R, S25 ve S100 örneklerinin (a) $T = 5 \text{ K}$ ve (b) $T = 20 \text{ K}$ 'de ölçülen manyetik alana bağlı manyetizasyon eğrileri

3.2.3.7. Manyetik Alana Bağlı Kritik Akım Yoğunluğu Hesabı

Yüzeylerinde lazer ile farklı yoğunluklarda erimiş bölgeler oluşturulan örneklerin $T = 5$ ve 20 K için manyetizasyon ölçümlerinden hesaplanan kritik akım yoğunluklarının (J_c) manyetik alana bağlı değişimleri Şekil 3.17 (a) ve (b)'de gösterildi. Şekilden sabit sıcaklıkta uygulanan manyetik alan arttıkça kritik akım yoğunluğunun üç örnek için de azaldığı görülür. Bu azalış tüm süperiletken örnekler için beklenen bir durumdur. Ölçüm sıcaklığı arttıkça düşük manyetik alandaki kritik akım yoğunluğunun artması dikkat çekicidir. Bu durumun nedeni, 5 K'deki şiddetli akı atlama sonucu gerçekleşen enerji kaybı nedeniyle 5 K'deki kritik akım yoğunluğunun beklenen değerinden daha düşük çıkmasıdır. Şekil 3.17 (a)'dan 5 K'deki kritik akım yoğunluğunun lazer işlemleriyle örneklerde daha büyük olduğu görülür. Tablo 3.6'da 850R, S25 ve S100 örneklerinin sıcaklığa ve manyetik alana bağlı kritik akım yoğunlukları verilmiştir. Tablo 3.6'dan, 5 K ve 3 T'deki kritik akım yoğunluğunun 850R referans örneği için $5,38 \times 10^4$ Acm⁻²'den S25 ve S100 örnekleri için sırasıyla $7,11 \times 10^4$ ve $8,96 \times 10^4$ Acm⁻²'ye arttığı görülür. Lazer işlemi ile MgB₂ yapısında gerçekleşen yapısal yeniden düzenlenim ile oluşan kusurların J_c değerlerindeki bu artıştan sorumlu oldukları düşünülmektedir. Şekil 3.17 (b)'den 20 K'deki kritik akım yoğunlukları incelendiğinde, lazerli örneklerde 2 T'ya kadar gözlenen akı atlama nedeniyle kritik akım yoğunluğu karşılaştırması yapmak doğru değildir. 2 T'dan büyük manyetik alan değerlerinde özellikle S25 örneğinin manyetik alana karşı daha duyarlı davrandığı görülür. Lazer işlemi ile örnek yüzeylerine aktarılan enerji arttıkça kusur yoğunluğunun arttığı, bu kusurların yapıda çivileme merkezleri olarak davrandığı fakat belli bir değerden sonra bu kusurların örneğin külçe özelliğini bozduğu ve taneler arası bağ yapısına zarar verdiği düşünülmektedir. Dolayısıyla, S25 örneğinde 20 K'de gözlenen kritik akım yoğunluğundaki azalma, bu örnekteki erimiş bölge yoğunluğunun maksimum olmasından kaynaklanır.



Şekil 3.17. 850R, S25 ve S100 örneklerinin (a) $T = 5$ ve (b) $T = 20$ K'deki kritik akım yoğunluklarının manyetik alanla değişimi

Tablo 3.6. 850R, S25 ve S100 örneklerinin sıcaklığa ve manyetik alana bağlı kritik akım yoğunluğu ve hacimsel çivileme kuvveti değerleri

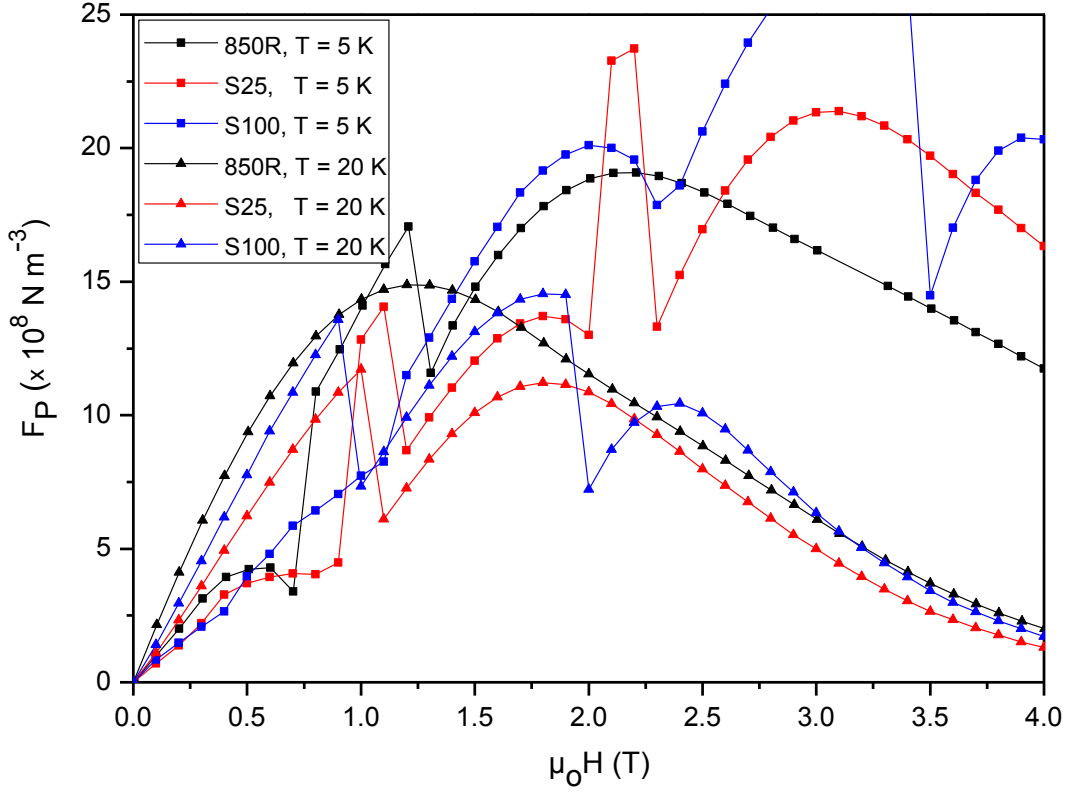
Örnekler	850R	S25	S100
J_c (5 K, 3 T) (Acm^{-2})	$5,38 \times 10^4$	$7,11 \times 10^4$	$8,96 \times 10^4$
J_c (20 K, 3 T) (Acm^{-2})	$2,03 \times 10^4$	$1,66 \times 10^4$	$2,11 \times 10^4$
J_c (5 K, 4 T) (Acm^{-2})	$2,94 \times 10^4$	$4,08 \times 10^4$	$5,08 \times 10^4$
J_c (20 K, 4 T) (Acm^{-2})	$5,01 \times 10^3$	$3,27 \times 10^3$	$4,28 \times 10^3$
F_{pmak} , 5 K (Nm^{-3})	$19,11 \times 10^8$	$23,73 \times 10^8$	$27,14 \times 10^8$
F_{pmak} , 20 K (Nm^{-3})	$14,90 \times 10^8$	$11,72 \times 10^8$	$14,55 \times 10^8$

3.2.3.8. Manyetik Alana Bağlı Hacimsel Çivileme Kuvveti Hesabı

850R, S25 ve S100 örneklerinin çivileme mekanizmasını ayrıntılı incelemek için 3.2.2.8 numaralı bölümde belirtilen eşitlik kullanılarak örneklerin manyetik alana bağlı kritik akım yoğunluğu değerlerinden hacimsel çivileme kuvvetleri (F_p) hesaplandı.

Şekil 3.18, 850R, S25 ve S100 örneklerinin manyetik alana bağlı hacimsel çivileme kuvvetlerini gösterir. Şekilden, her iki ölçüm sıcaklığında da özellikle lazerli örneklerde görülen yüksek akı atlama nedeniyle F_p eğrilerinin düzgün çıkmadığı görülür. Genel olarak, düşük manetik alan bölgesinde alan arttıkça tüm örnekler için F_p 'nin de artarak maksimum bir değer gösterdiği ve bu değerden sonra alanın artması ile F_p 'nin azaldığı görülür. F_p 'nin maksimum olduğu alan değeri, ölçüm sıcaklığı arttıkça sola doğru yani düşük alan değerlerine doğru kayar. Şekil 3.18 (a)'dan görüldüğü lazerli örneklerin 5 K'deki maksimum F_p çivileme kuvvetleri, 850R örneğinden yaklaşık 1,5 kat daha büyüktür. Bu artış, örneklerin J_c değerlerinde gözlenen artışa denk gelir. Tablo 3.6'dan F_p değerlerindeki değişimi görmek mümkündür. Şekil 3.18 (b)'den sıcaklığın artmasıyla örneklerin F_p değerlerinin azaldığı ve S25 örneğinin en düşük F_p değeri gösterdiği görülür. 5 ve 20 K'de gözlenen bu iki durum, lazer ile erimiş bölge oluşturulması sırasında yapıda indüklenen kusurların her iki lazerli örnek için de düşük sıcaklıklarda akı çivilemesini arttıracak şekilde davrandığına işaret eder. Fakat S25 örneğinde erimiş bölge yoğunluğunun daha fazla olması nedeniyle yapıda oluşan yüksek yoğunluktaki kusurların daha yüksek sıcaklıkta çivileme kuvvetleri azaldığından örnek içine akı akışını engelleyemedikleri görülür. Buna rağmen, lazerli örnekler için maksimum F_p değerlerinin

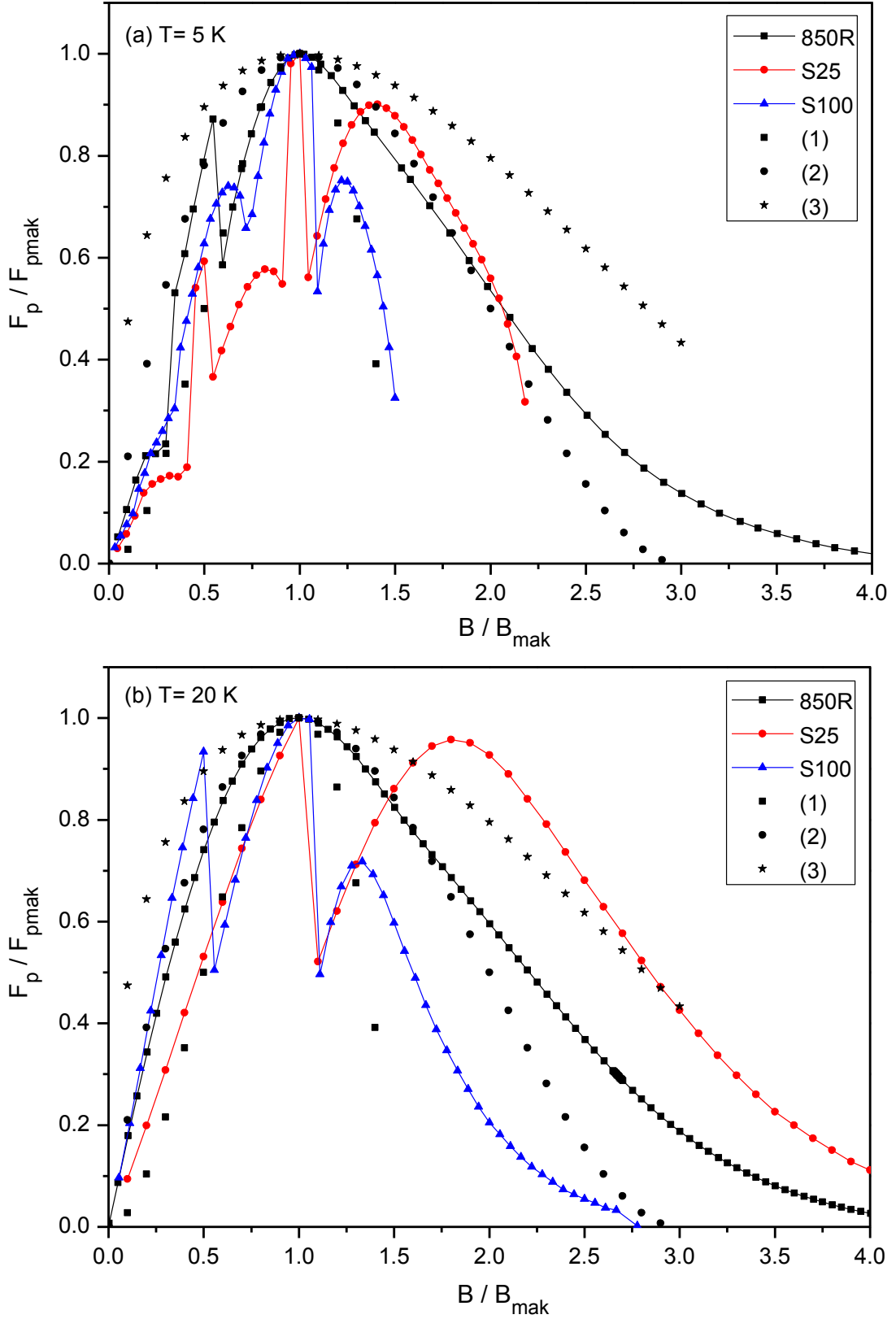
850R referans örneğine kıyasla, her iki ölçüm sıcaklığı için de daha yüksek manyetik alan değerlerine doğru kaymaları dikkat çekicidir.



Şekil 3.18. 850R, S25 ve S100 örneklerinin $T = 5 \text{ K}$ ve $T = 20 \text{ K}$ 'deki hacimsel çivileme kuvvetinin (F_p) manyetik alana bağlılığı

Şekil 3.19 (a) ve (b), sırayla $T = 5$ ve 20 K için örneklerin normalize çivileme kuvvet yoğunluklarının manyetik alanla değişimini $f_p(b)$ gösterir. Şekilde (1), (2) ve (3) ile sırasıyla $\Delta\kappa$, normal nokta ve yüzey çivileme mekanizmaları gösterilmiştir. Şekilden, özellikle lazerli örneklerde görülen akı atlamasının $f_p(b)$ eğrilerinde de ortaya çıktığı görülür. 5 K 'de genel olarak tüm örneklere ait eğrilerde $B / B_{\text{mak}} < 1$ bölgesinde görülen akı atlaması nedeniyle düşük alan değerlerinde örneklerin çivileme mekanizması hakkında bir yorum yapmak mümkün değildir. 5 K 'de ve $B > B_{\text{mak}}$ için 850R ve S25 örneklerinde normal nokta çivilemesi baskın iken $B = 2B_{\text{mak}}$ değerinden sonra 850R örneğinde normal nokta çivilemesi yanında yüzey çivilemesi de gözlenir. S100 örneğinde ise tüm alan değerleri için $\Delta\kappa$ çivilemesi baskındır. 20 K 'de ve düşük alan bölgesinde, 850R örneğinde normal nokta çivilemesi gözlenirken lazerli örnekler için akı atlaması akı çivileme çeşidinin tahminini zorlaştırır. 20 K 'de ve $B / B_{\text{mak}} > 1$ değeri için, örneklerin üçünde de

farklı çivileme mekanizmaları gözlenir. 850R örneğinin $f_p(b)$ eğrisi normal nokta çivilemesi ile yüzey çivilemesi arasında yer alır. S25 örneğinde yüzey çivilemesi baskın iken, S100 örneğinin $f_p(b)$ eğrisi $\Delta\kappa$ çivilemesi ile normal nokta çivilemesi arasındadır. Tüm bu sonuçlar, lazer işleminin sonucunda örneklerin çivileme mekanizması çeşidinin lazer ile oluşturulan erimiş bölge yoğunluğuna, ölçüm sıcaklığına ve manyetik alana bağlı olarak değiştiğini gösterir. Genel olarak, lazer ile oluşturulan erimiş bölge yoğunluğu maksimum olduğunda normal nokta çivilemesi ve yüzey çivilemesi baskın iken erimiş bölge yoğunluğu az olan örnekte $\Delta\kappa$ çivilemesi ile normal nokta çivilemesinin baskın olduğu anlaşılır. S100 örneğinin diğer iki örneğe göre manyetik alana karşı daha dirençli davranmasının nedeni de örneklerin çivileme mekanizmaları arasındaki bu farktır.



Şekil 3.19. 850R, S25 ve S100 örneklerinin (a) $T = 5 \text{ K}$ ve (b) $T = 20 \text{ K}$ 'deki çivileme kuvvet yoğunluklarının manyetik alana bağlılığı ($f_p(b)$)

3.2.4. Sürekli Modda Çalışan Nd:YVO₄ Lazer ile Radyasyona Tabi Tutulan Farklı Sinterleme Sıcaklıklarında Üretilmiş MgB₂ Örneklerin Yapısal ve Elektromanyetik Özellikleri

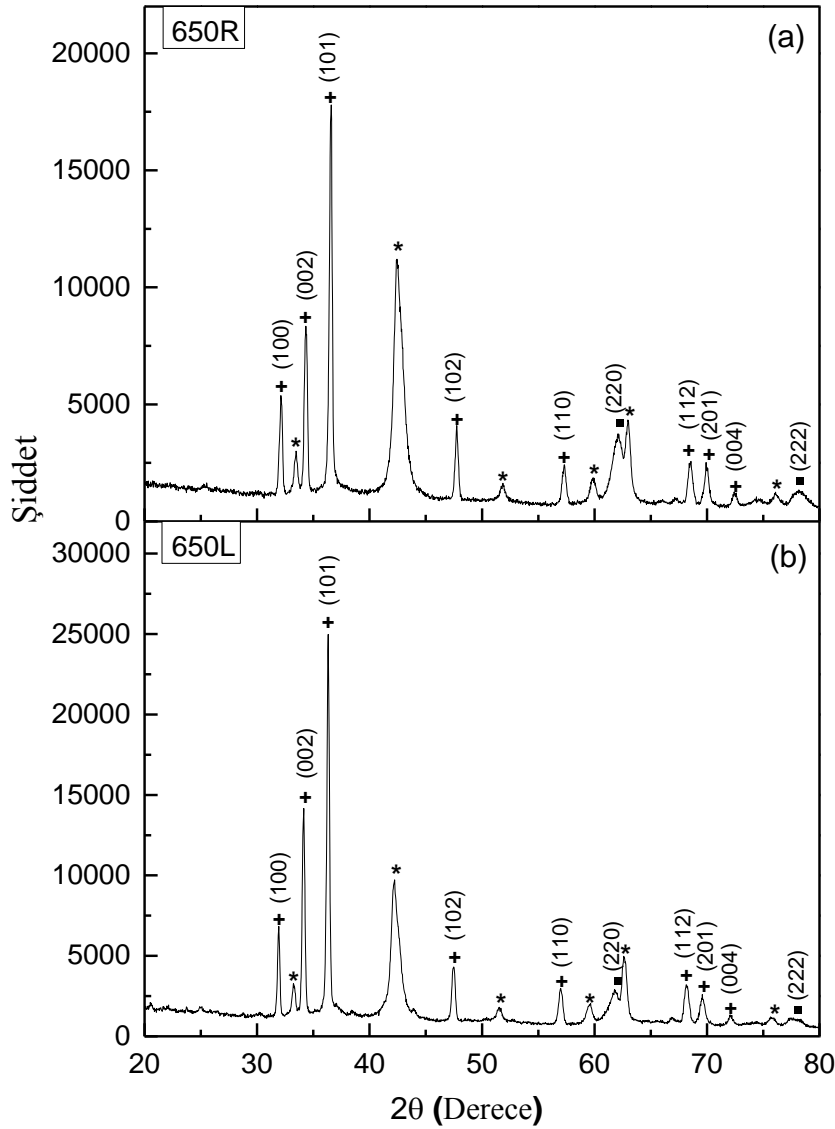
3.2.4.1. XRD Analizi

Bu bölümde, 650°C ve 850°C'lik iki farklı sıcaklıkta üretilen 650R ve 850R referans örnekleri ile yüzeylerine aynı parametreler kullanılarak lazer işlemi uygulanan 650L ve 850L örneklerinin X-ışını kırınım desenleri incelendi.

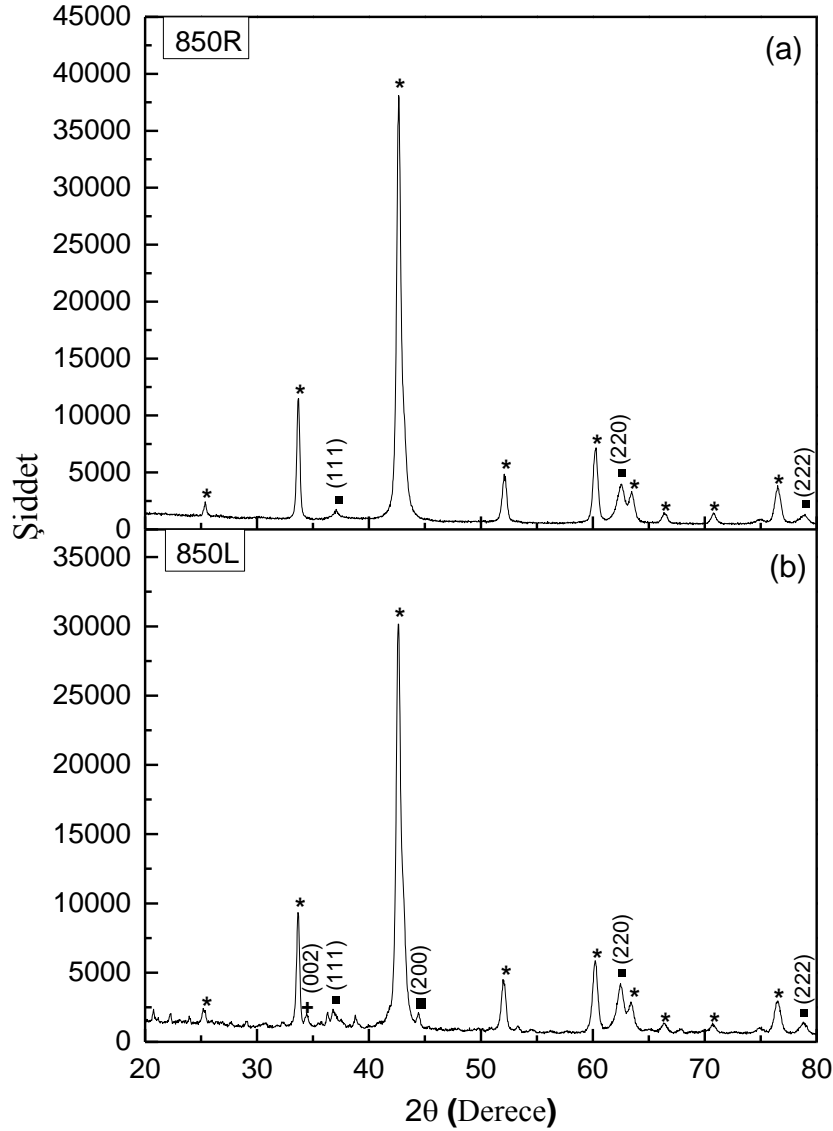
Şekil 3.20 (a) ve (b) sırasıyla, 650R ve 650L örneklerinin X-ışını kırınım desenlerini gösterir. Şekil 3.20 (a) incelendiğinde; 650R örneğinin X-ışını deseninde (100), (002), (101), (102), (110), (112), (201) ve (004) Mg piklerinin olduğu gözlenir. Bu durum, yapıda MgB₂ reaksiyonuna katılmayan Mg elementinin varlığını belirtir. Yapıda, MgB₄ ve MgB₇ gibi süperiletken olmayan safsızlık fazlarına rastlanmamıştır. Fakat (220) ve (222) MgO var olduğu görülür. MgB₂ fazına ait karakteristik (100), (101), (002), (110), (102), (201) pik şiddetleri, Mg pik şiddetinden oldukça düşüktür. Bu durum, sinterleme sıcaklığı ya da sinterleme zamanının MgB₂ ana fazının oluşumu için yeterli olmadığını gösterir. Şekil 3.20 (b), yüksek vakum altında uygulanan lazer işleminden sonra elde edilen 650L örneğinin X-ışını desenlerini gösterir. Şekil incelendiğinde, lazer işleminin yapıda herhangi yeni bir faz oluşumuna neden olmadığı görülür. Genel olarak, lazer işlemi, yoğunluk ve derinlik serisinde olduğu gibi, bu örnekte de MgB₂ pik şiddetlerinde ve MgO pik şiddetlerinde azalmaya neden olmuştur. 650L örneğinin XRD desenlerinde, diğer örneklerden farklı olarak, referans örneğine göre sola doğru kayma gözlenmiştir. Pik şiddetlerinin azalarak daha küçük açılara doğru kaymasının yapıda lazer işlemi sonucu oluşan mikrozorlanmalardan kaynaklandığı tahmin edilmektedir.

Şekil 3.21 (a) ve (b), 850R ve 850L örneklerinin X-ışını kırınım desenlerini gösterir. Yüksek sinterleme sıcaklığında üretilen bu örneklerde MgB₂ piklerinin, Şekil 3.20'den farklı olarak, daha keskin ve daha şiddetli olduğu ve yapıda saf Mg fazının olmadığı görülür. Bu durum, faz saflığı ve kristalitenin sinterleme sıcaklığı ile arttığına işaret eder (Varghese vd., 2009). Ayrıca bu durum, artan sinterleme sıcaklığının faz oluşumu ve faz içeriğini belirlediğini gösterir (Dou vd., 2001). Lazer işleminden sonra Şekil 3.21 (b)'den görüldüğü gibi 850L örneğinde, 650L örneğine benzer şekilde, MgB₂ faz şiddetinin azaldığı görülür. Ayrıca, yine lazer işlemi sırasında 850L örneğinde (002) Mg ile (200) MgO fazlarının oluştuğu görülür.

Tüm bu sonuçlar her iki sinterleme sıcaklığında üretilen örnekler için, lazer ışık radyasyonunun genel olarak MgB_2 faz yapısına etki etmediğini ve yani faz oluşumuna neden olmadığını gösterir. Lazer işlemi ile örneklere aktarılan ısı enerjisinin, MgB_2 yapısındaki Mg'nin bir kısmının bileşikten ayrılmasına neden olarak MgB_2 süperiletkenlik hacim kesrini azalttığı söylenebilir. Ayrılan Mg'nin bir kısmının O ile birleşerek MgO fazını oluşturduğu ve diğer kısmının ise herhangi bir bileşik oluşturmadan yapıda saf halde kaldığı da X-ışını piklerinin analizlerinden tahmin edildi. Buradan, sürekli modda çalışan lazer ile yapılan işlemlerde kullanılan enerji yoğunluğunun ($8,63 \times 10^6 \text{ Wcm}^{-2}$) MgB_2 yapısındaki bağları koparabilecek büyüklükte olduğu düşünülmektedir.



Şekil 3.20. 650R ve 650L örneklerinin X-ışını kırınım desenleri. MgB_2 , Mg ve MgO fazları sırasıyla *, + ve ■ sembolleri ile gösterildi



Şekil 3.21. 850R ve 850L örneklerinin X-ışını kırınım desenleri. MgB₂, Mg ve MgO fazları sırasıyla *, + ve ■ sembolleri ile gösterildi

3.2.4.2. Alan Yayımlı Taramalı Elektron Mikroskobu (FESEM) Analizi

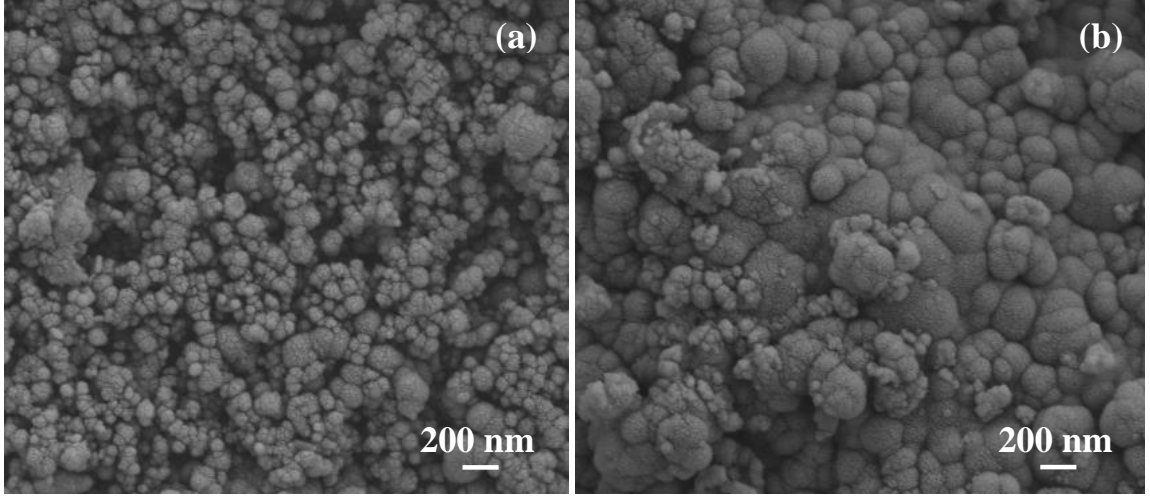
650 ve 850°C'lik iki farklı sıcaklıkta sinterlenen disklerden kesilen 650R ve 850R referans örnekleri ile yüzeylerine lazer ile taranan 650L ve 850L örneklerinin yüzey morfolojisi ve tane büyüklüğündeki değişimleri belirlemek için alan yayımlı taramalı elektron mikroskobu (FESEM) kullanıldı.

Şekil 3.22 (a) ve (b), sırasıyla 650R ve 850R referans örneklerinin FESEM görüntülerini gösterir. 650R örneğinin tane boyutu genel olarak 50 nm iken, 850R örneğinin tane boyutu ise 50-250 nm arasında değişen geniş bir değer aralığındadır ve tekdüze (uniform) olmayan bir yapı sergiler. Buradan, sinterleme sıcaklığı arttıkça tane

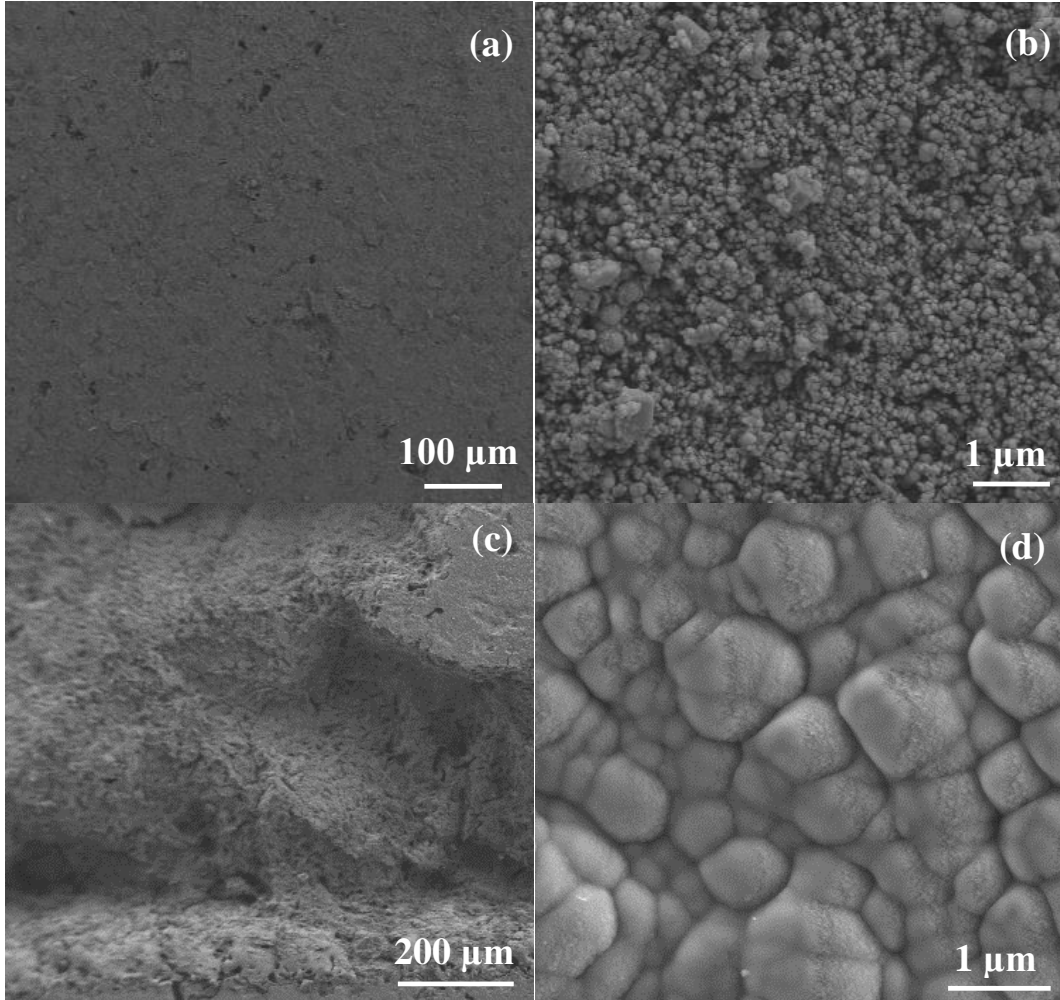
boyutunun arttığı (Varghese vd., 2009; Lim vd., 2009) ve taneler arası bağların iyileştiği görülür. İlgili şekilden, örneklerin farklı yoğunluklara sahip oldukları ve 850R örneğinin daha yoğun bir yapıda olduğu da görülür.

Şekil 3.23 (a, b) ve (c, d) sırasıyla 650R ve 650L örneklerinin, Şekil 3.24 (a, b) ve (c, d) ise sırasıyla 850R ve 850L örneklerinin FESEM fotoğraflarını gösterir. Şekil 3.23 (a) ve Şekil 3.23 (c) karşılaştırıldığında 650R saf örneğinin düzgün yüzey görünümünün lazer işleminden sonra 650L örneği için erimiş ve yeniden katılmış engibeli bir yüzeye dönüştüğü görülür. Ayrıca erimiş bölgenin bir kısmının örnek yüzeyinden ayrılması (ablasyon olayı) ile yüzeyde belli bir derinliğin oluştuğu da görülmektedir. Benzer durum Şekil 3.24 (a) ve Şekil 3.24 (c)'de gösterilen 850R ve 850L örnekleri için de geçerlidir. Şekil 3.23 (b) ve (d) karşılaştırıldığında, lazer işleminden sonra tane boyutunun önemli oranda arttığı ve 650L örneği için yaklaşık 0,2 - 0,8 μm olduğu görülür. Şekil 3.24 (b) ve (d) incelendiğinde ise 850°C'de üretilen saf örneğin tane boyutunun lazer işleminden sonra büyüyerek 1 μm 'den daha büyük olduğu görülür.

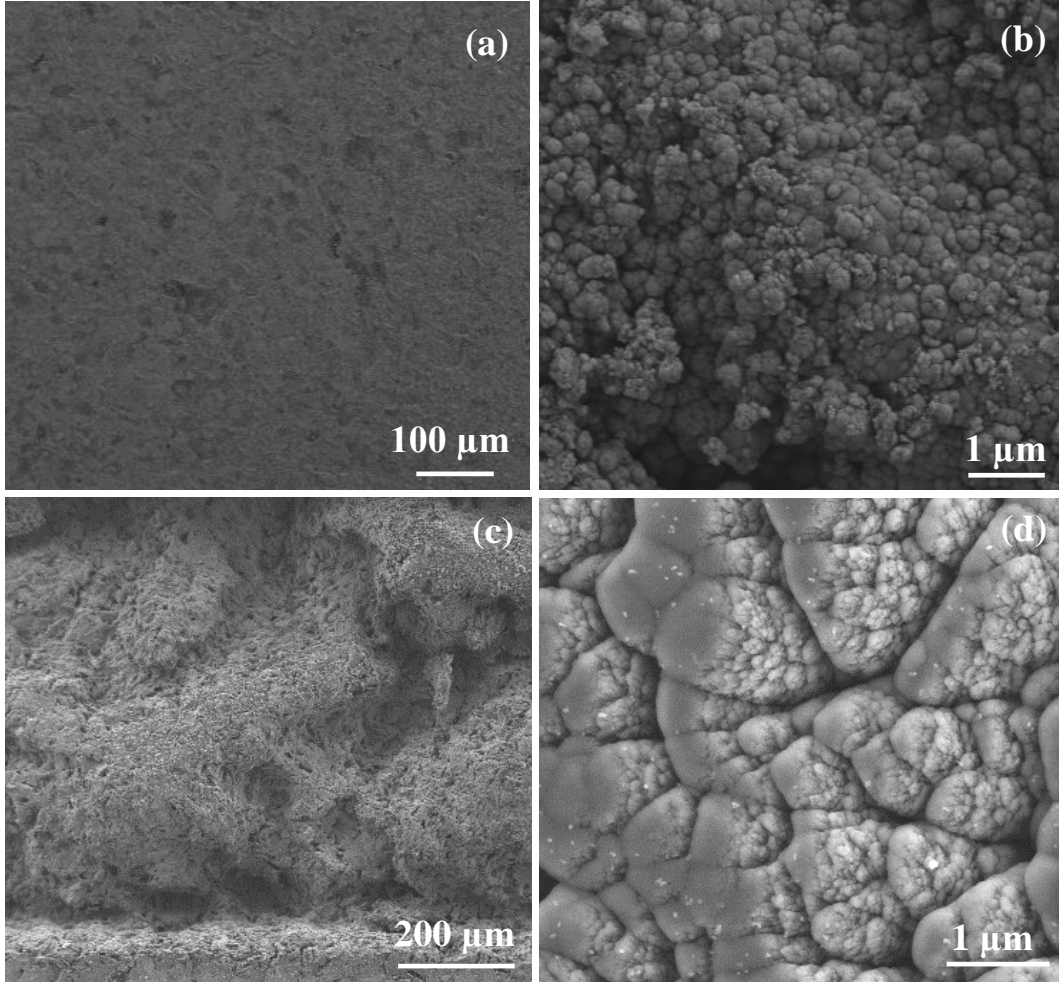
Lazer işleminden sonra örneklerin yüzeylerinde belirli bir derinliğe sahip erimiş bölge oluşması ve bu bölgelerdeki tane boyutlarının önemli miktarda artması, lazer işlemi sırasında örneklerin yüzeylerine aktarılan ısı enerjisinin bir sonucudur. Bu durum, lazer işleminin örnekler tarafından ikinci sinterleme süreci gibi algılanmasından kaynaklanır. Şekil 3.23 (d) ve Şekil 3.24 (d) dikkatlice incelendiğinde lazer işleminden sonra büyüyen tanelerin tercihli bir yönelim gösterdikleri görülür. Buradan, tanelerin lazer tarama yönünde büyüdükleri tahmin edilmektedir. Hotta ve arkadaşlarının (2001), Pb katkılı Bi-2223 sisteminde CO₂ lazer ile radyasyona tabi tuttıkları bölgelerde lazer demeti tarama yönünde yönlendirilmiş süperiletken kristaller gözlemleri, buradaki tahminimizi destekler niteliktedir. Ayrıca bu şekillerden, lazer işleminin 650L örneği için tane büyümesini arttırarak taneler arası bağlantıyı iyileştirdiği ve bunun sonucunda, referans örneğine kıyasla, gözenekli yapının azaldığı görülür. Lazer işleminden sonra tanelerin büyüyerek gözenekliliği azalması, Okutomi ve arkadaşlarının (2000) YBa_xSr_{2-x}Cu₃O_{7-y} seramik oksit süperiletkenini CO₂ lazer radyasyonuna tabi tuttıkları çalışmada da gözlenmiştir. 850L örneği için, lazerin tane büyümesini arttırdığı fakat büyüyen tanelerin birbirlerinden ayrıldığı görülür. Bu sonuç, lazer işleminden önce yoğun yapıda olduğu ve tane büyümesi ile taneler arası bağların doyuma ulaştığı gözlenen bu örnekte lazer işlemi ile aktarılan enerjinin yapıya kısmen zarar verdiğini gösterir. Bu sonuçlardan, 650L örneği için kritik akım yoğunluğunun artacağı ve 850L örneği için ise azalacağı tahmin edilmektedir.



Şekil 3.22. (a) 650R ve (b) 850R örneklerinin FESEM görüntüleri



Şekil 3.23. (a), (b) 650R ve (c), (d) 650L örneklerinin FESEM görüntüleri



Şekil 3.24. (a), (b) 850R ve (c), (d) 850L örneklerinin FESEM görüntüleri

3.2.4.3. Direnç Ölçümü ve Kritik Geçiş Sıcaklığı Özellikleri

Bu bölümde üretilen 650R referans örneği ile 650L lazer işlemlili örneklerin direnç ölçümleri dört nokta kontak metodu ile farklı manyetik alanlar uygulanarak yapıldı. Ölçümler sırasında, örneklerin presleme yüzeylerine (aynı zamanda lazer işlemi uygulanan yüzey) dik olacak şekilde 0; 5; 7,5; 10; 12,5 ve 15 kOe'lik manyetik alanlar uygulandı. Ölçümlerin hepsi, artık manyetizasyon olmaması için sıfır alan soğutmasından sonra (ZFC) ve örnekler ısıtılırken gerçekleştirildi. 650R ve 650L örneklerinin direnç değerlerinden $R = \rho l / A$ (A ve l sırasıyla, örnek yüzeyinde akımın aktığı alan ve uzunluk değerleridir) eşitliği kullanılarak örneklerin ρ öz direnç değerleri elde edildi ve sıcaklığın fonksiyonu olarak öz direnç değişimi incelendi.

Şekil 3.25, 650R ve 650L örneklerinin sıfır alandaki öz direnç değerlerinin sıcaklıkla değişimini gösterir. Şekilden görüldüğü gibi, 650L örneği daha düşük direnç değeri

göstermektedir. Bu durum, lazer işlemi sırasında 650L örneğine aktarılan ısı enerjisinin süperiletken taneler arasındaki gözenekliliği, 650R örneğine kıyasla, azaltmasının bir sonucudur (Bakınız Şekil 3.23 (b) ve (d)). Burada görülen direnç azalması, Sekkina ve Elsabayw'nin (2004), 10 Wcm⁻² (60 dak.) ve 20 Wcm⁻² (120 dak.) şiddetteki puls lazer ile radyasyona uğrattıkları terbiyum ve neodyum katkılı 2223-BPSCCO yüksek sıcaklık süperiletkenlerinde rapor edilen direnç düşüşü ile uyumludur.

Şekil 3.26 ve Şekil 3.27, sırasıyla 650R ve 650L örneklerinin presleme yüzeylerine (aynı zamanda lazerli yüzey) dik olarak uygulanan $H = 0-15$ kOe'lik farklı manyetik alanlarda normalize direncin sıcaklığa göre değişimini gösterir. Bu şekillerdeki direnç değerlerinin tümü, her bir örneğin 40 K ve 0 kOe'deki direnç değerlerine normalize edilerek elde edilen normalize direnç eğrilerinin % 90 ve % 10 kriterleri kullanılıp sırasıyla $T_{c,başlangıç}$ ve $T_{c,sıfır}$ değerleri elde edildi. Bu değerler kullanılarak ΔT_c ($\Delta T_c = T_{c,başlangıç} - T_{c,sıfır}$) süperiletkenliğe geçiş aralığı bulundu.

Bilindiği gibi manyetik alan ab-düzlemine dik (yani c eksenine paralel) uygulandığında elde edilen geçiş sıcaklık değerleri, alan ab-düzlemine paralel (yani c-eksenine dik) uygulandığı durumdakinden daha hızlı azalır ve süperiletkenliğe geçiş aralığı daha geniş olur (Zhao vd., 2006(a); Eltsev vd., 2002). Bu durum, MgB₂'de anizotropik süperiletkenlik olduğunu gösterir. Bu bölümde, manyetik alan sadece örneklerin presleme yüzeylerine yani ab-düzlemlerine dik uygulandığı için, geçiş sıcaklığındaki anizotropi oranı incelenmedi.

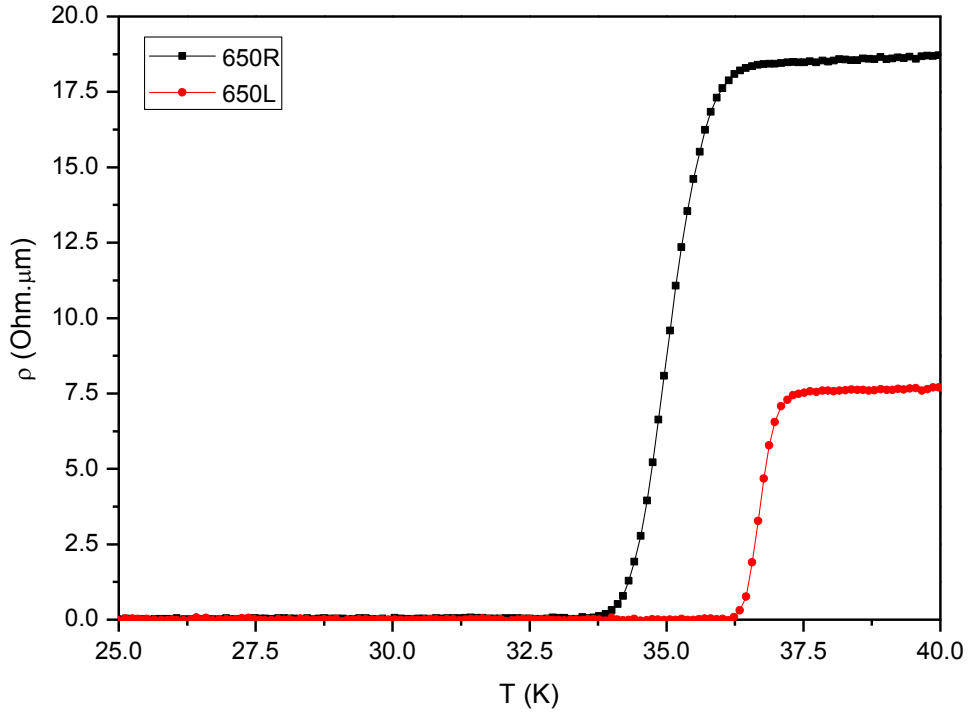
Uygulanan manyetik alan, süperiletken örneğin öncelikle zayıf bağ içeren tane sınırlarına nüfuz ederek süperiletkenliği bozar ve örnek yüzeyinde indüklenen yüzey akımlarının dış manyetik alanı yok edecek şekilde ters yönde bir manyetik alan oluşturması şeklinde tanımlanan Meissner etkisini ortadan kaldırır. Bu durum ise, dış manyetik alan varlığında geçiş sıcaklık değerlerinin azalmasına neden olur. Tablo 3.7, 650R ve 650L örneklerinin geçiş sıcaklık değerlerini gösterir. Tablodan görüldüğü gibi, artan manyetik alanla, her iki örneğin de normal halden süperiletkenliğe geçiş sıcaklıkları daha düşük değerlere doğru kaymakta ve ΔT_c sıcaklık aralığı genişlemektedir. Yine tablodan 650L örneğinin, 650R örneğine kıyasla, tüm alan değerleri için daha keskin süperiletkenlik geçişi gösterdiği ve farklı manyetik alanlardaki $T_{c,başlangıç}$ ile $T_{c,sıfır}$ değerlerinin daha büyük olduğu görülür. Birim hacme düşen akı çivileme bölgeleri az olduğu durumda, uygulanan dış alanın oluşturacağı Lorentz kuvveti (F_L) akı çivileme kuvvetinden (F_P) büyük olur. $F_L > F_P$ olması durumunda ise akı çizgileri hareket eder ve böylece elektriksel direnç oluşur

(Xu, Y vd., 1990). Bu durumda direncin sıfır olması ($F_L = F_P$) daha düşük bir süperiletkenlik geçiş sıcaklığında gerçekleşir. Buradan, 650R referans örneğinde, lazerli örneğe kıyasla, gözlenen düşük sıcaklık değerleri ve geniş geçiş sıcaklık aralıklarının bu örnekteki akı çivileme bölgelerinin lazerli örneğe göre daha az olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

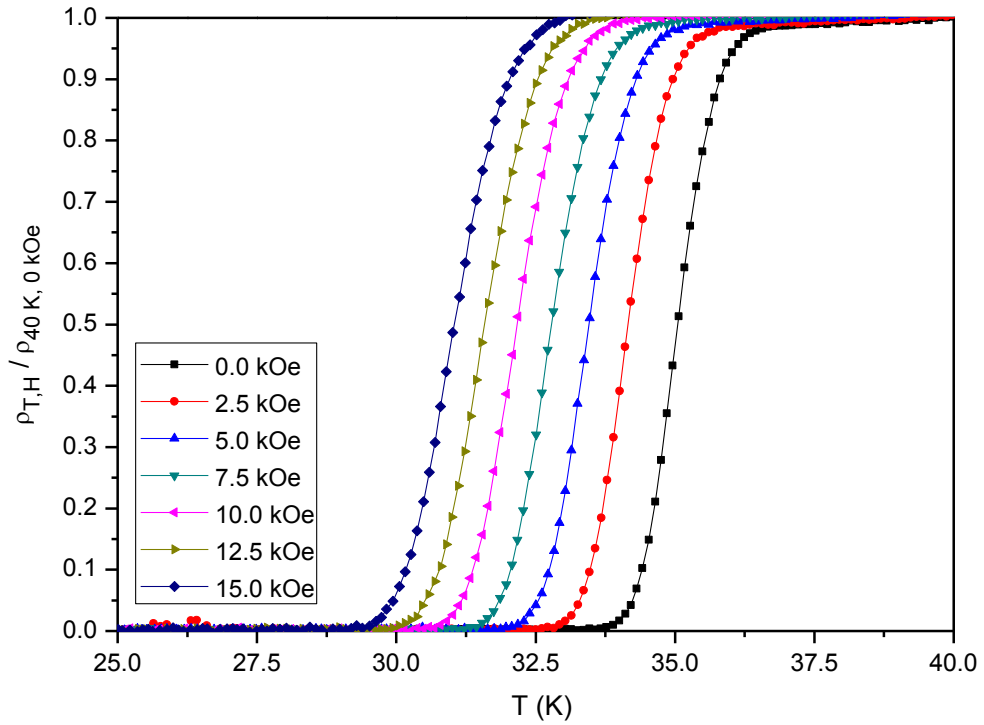
Bilindiği gibi, dış manyetik alan varlığında yapılan direnç ölçümleri, örneğin tanecikli yapısının, yapıdaki safsızlıklar ve kusurların manyetik alandan etkilenme oranının bir göstergesidir. Uygulanan dış manyetik alan varlığında 650L örneğinin geçiş sıcaklık değerlerinin daha yüksek olması, lazer işleminden sonra büyüyen tanelerin gözenekli yapıyı azaltmasından, tane bağlarının iyileşmesinden ve böylece yoğunluğun artmasından kaynaklanır. Bunun yanında, her iki örneğin de artan alanla birlikte süperiletkenliğe geçiş sıcaklıklarının azalması ve direnç eğrilerinin sola doğru kayması örneklerin taneli yapıya sahip olmalarının bir sonucudur. Ayrıca, artan alanla birlikte örneklerin geçiş sıcaklık aralığında gözlenen genişlemenin ana mekanizması, aktivasyon enerjisi olarak isimlendirilen U_0 enerji bariyerinin üzerindeki farklı çivileme merkezleri arasındaki girdapların termal olarak uyarılması ve akı çizgileri hareketinin engellenememesidir (Termal olarak uyarılmış akı akışı (TAFF)) (Kim vd., 2001(a)). Bu durum, aktivasyon enerjisi ile ilgili bölümde daha ayrıntılı ele alınarak örneklerin manyetik alana bağlı aktivasyon enerjileri belirlenmeye çalışıldı.

Tablo 3.7. 650R ve 650L örneklerinin normalize direnç eğrilerinden belirlenen $T_{c,başlangıç}$, $T_{c,sıfır}$ ve ΔT_c değerleri

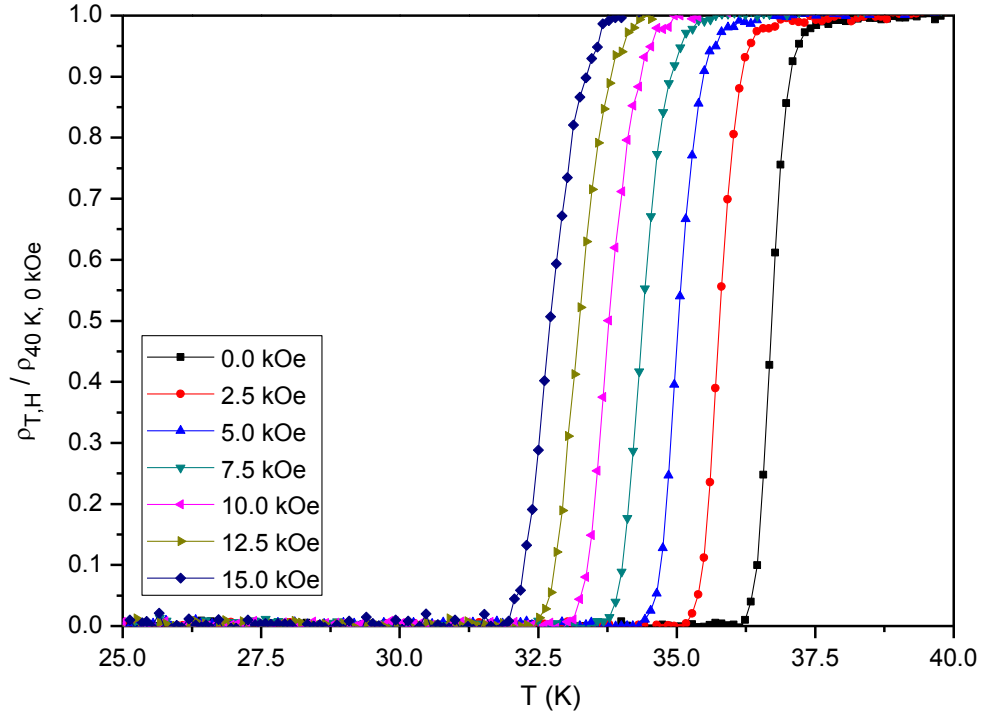
650R örneği	0,0 Oe	2,5 Oe	5,0 Oe	7,5 Oe	10,0 Oe	12,5 Oe	15,0 Oe
$T_{c,başlangıç}$ (K)	35,8	35,0	34,3	33,7	33,1	32,6	32,1
$T_{c,sıfır}$ (K)	34,4	33,5	32,7	32,1	31,4	30,8	30,2
ΔT_c (K)	1,4	1,5	1,6	1,6	1,7	1,8	1,9
650L örneği	0,0 Oe	2,5 Oe	5,0 Oe	7,5 Oe	10,0 Oe	12,5 Oe	15,0 Oe
$T_{c,başlangıç}$ (K)	37,1	36,2	35,5	34,9	34,3	33,8	33,4
$T_{c,sıfır}$ (K)	36,5	35,5	34,7	34,0	33,4	32,8	32,2
ΔT_c (K)	0,6	0,7	0,8	0,9	0,9	1,0	1,2



Şekil 3.25. 650R ve 650L örneklerinin sıfır manyetik alanda direnç değerlerinin sıcaklığa göre değişimi



Şekil 3.26. 650R örneğinin ab-düzlemine (lazerli yüzeyine) dik olarak uygulanmış $H = 0\text{-}15$ kOe farklı manyetik alanlarda direncin sıcaklığa göre değişimi



Şekil 3.27. 650L örneğinin ab-düzlemine (lazerli yüzeyine) dik olarak uygulanmış $H = 0-15$ kOe farklı manyetik alanlarda direncin sıcaklığa göre değişimi

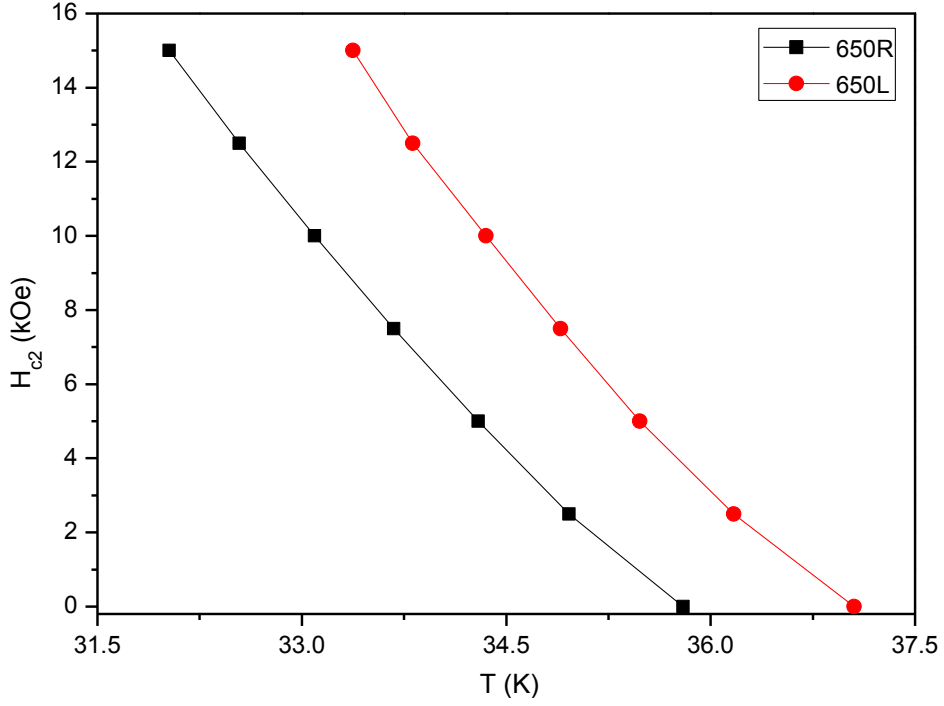
3.2.4.4. Tersinmezlik Alanı (H_{irr}) ve Üst Kritik Alan (H_{c2}) Değerleri ile Mikroskobik Parametrelerin Belirlenmesi

Farklı manyetik alanlarda gerçekleştirilen düşük sıcaklık direnç ölçümlerinden elde edilen sıcaklığa bağlı normalize direnç eğrilerinin (Şekil 3.26 ve Şekil 3.27) %90 (Zhao vd., 2006(a); Hossain vd., 2008) ve %10 (Hossain vd., 2008) kriterleri yani $H_{c2} = 0.9R_n(T_c)$ ve $H_{irr} = 0.1R_n(T_c)$ (R_n = normalize direnç) eşitlikleri kullanılarak her sıcaklık değeri için, sırasıyla, 650R ve 650L örneklerinin belli bir sıcaklıktaki üst kritik alan, $H_{c2}(T)$ ve tersinmezlik alan, $H_{irr}(T)$ değerleri belirlendi. Ayrıca, bulunan $H_{c2}(T)$ ve $H_{irr}(T)$ değerlerinin lineer extrapolasyonu ile $H_{c2}(0)$ ve $H_{irr}(0)$ değerleri yani $T = 0$ K'deki üst kritik manyetik alan ve tersinmezlik alan değerleri hesaplandı.

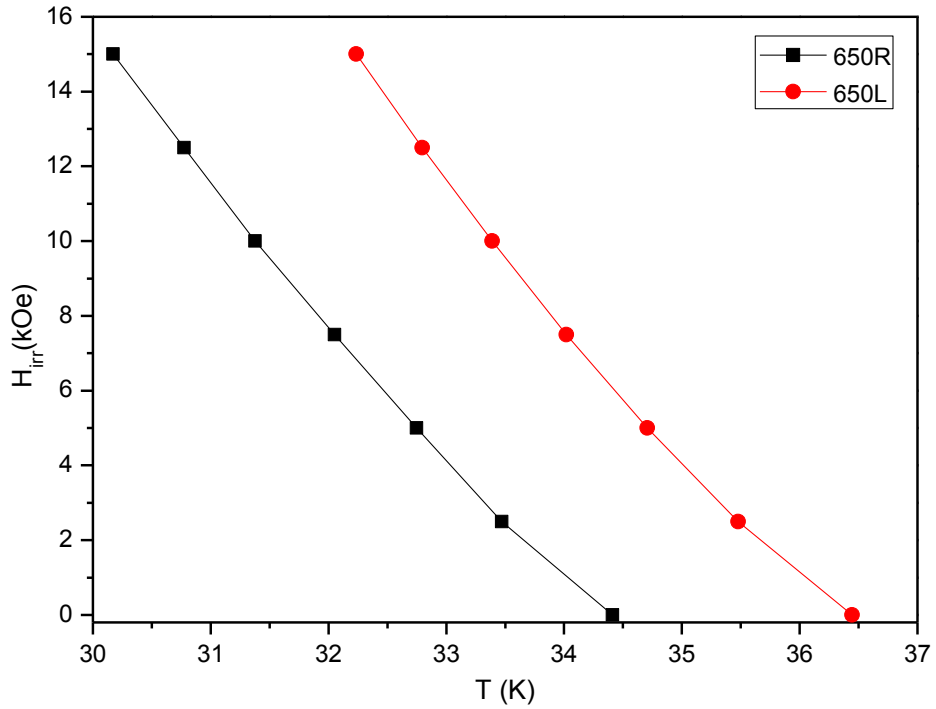
Şekil 3.28 ve Şekil 3.29, 650R ve 650L örneklerinin presleme yüzeyine dik uygulanan manyetik alanlar için sıcaklığın fonksiyonu olarak sırasıyla $H_{c2}(T)$ ve $H_{irr}(T)$ değerlerini gösterir. Her iki şekilden de görüldüğü gibi, lazer işleminden sonra $H_{c2}(T)$ ve $H_{irr}(T)$ değerleri artmıştır. $H_{c2}(T)$ değerlerinin lineer extrapolasyonu ile bulunan $H_{c2}^{//c}(0)$ ve $H_{irr}(0)$ değerleri 650R örneği için sırasıyla, 143 kOe ve 122 kOe ve 650L örneği için sırasıyla 151 kOe ve 130 kOe'dir. Literatüre göre külçe MgB_2 için $H_{c2}^{//c}(0)$ değeri ve

$H_{irr}(0)$ deęerleri sırasıyla 20-240 kOe ve 60-350 kOe deęerleri arasındadır (Buzea ve Yamashita, 2001). Buna gre, elde edilen sonular literatr ile uyumludur. Manyetik alan deęerlerindeki bu artıř, 650L rneęinde lazer iřleminden sonra akı ivileme merkezlerinin arttıęının bir gstergesidir. Bir speriletkende ivileme kuvveti artıřının ise kritik alan B_{c2} deęerini arttırdıęı bilinmektedir (Sandu vd., 2011). Burada alan deęerlerinde gzlenen artıřlar, Chikumoto ve arkadaşları tarafından (2002) aęır-iyon radyasyonuna tutulan MgB_2 rneklerde ve Bugoslavsky vd. (2001) tarafından proton radyasyonuna tutulan MgB_2 rneklerde de gzlenmiřtir.

1.2.7 blmnde Denklem 1.2 ve Denklem 1.3 ile verilen Ginzburg-Landau teorik denklemleri yardımıyla (Tinkham, 1996) bir speriletkenin anizotropik koherens uzunluk (ζ_{ab} , ζ_c) deęerleri bulunabilir. Bu denklemlerde yer alan Φ_0 akı kuantumu ($\Phi_0 = 2,067833636 \times 10^{-15} \text{ Tm}^2$), $\zeta_{ab}(T)$ ve $\zeta_c(T)$ sırasıyla ab-dzlemi ve c-ekseni boyunca sıcaklıęa baęlı koherens uzunluklarıdır. Denklem 1.2 kullanılarak, 650R ve 650L rneklerinin $\zeta_{ab}(0)$ deęerleri bulundu. Bu deęerler 650R rneęi iin $\zeta_{ab}(0) = 4,8 \text{ nm}$ ve 650L rneęi iin $\zeta_{ab}(0) = 4,67 \text{ nm}$ 'dir. Literatre gre $\zeta_{ab}(0) = 3,7 - 12 \text{ nm}$ aralıęında deęiřir (Buzea ve Yamashita, 2001). Dolayısıyla elde edilen koherens uzunlukları literatr ile uyumludur. 650R ve 650L rneklerinin koherens uzunlukları karřılařtırıldıęında, 650L rneęinin koherens uzunluęunun daha kk olduęu grlr. Bu durum 650L rneęi iin, sperlektronlara eřlik eden dalga fonksiyonunun saılıma uęramadan alabileceęi mesafenin kısaldıęını gsterir. Bu durumun nedeni ise, lazer iřlemi ile rnek yapısında indklenen kusurlardır.



Şekil 3.28. 650R ve 650L örneklerinin presleme yüzeyine dik uygulanan manyetik alanlar için sıcaklığın fonksiyonu olarak üst kritik manyetik alanların $H_{c2}(T)$ değişimi



Şekil 3.29. 650R ve 650L örneklerinin presleme yüzeyine dik uygulanan manyetik alanlar için sıcaklığın fonksiyonu olarak tersinmezlik alanlarının $H_{irr}(T)$ değişimi

3.2.4.5. Aktivasyon Enerjilerinin Belirlenmesi

650R ve 650L örnekleri için sırasıyla Şekil 3.26 ve Şekil 3.27’de verilen sıcaklığa bağlı normalize direnç grafiklerinin yardımıyla farklı alanlardaki aktivasyon enerjileri hesaplandı. Bunun için, Eşitlik (3.5) ile verilen Arrhenius denklemi kullanılarak örneklerin farklı alanlardaki aktivasyon enerjileri (U_0) hesaplandı (Palstra vd.,1989; Palstra vd., 1990).

$$\rho(T, H) = \rho_0 e^{(-U_0/k_B T)} \quad (3.5)$$

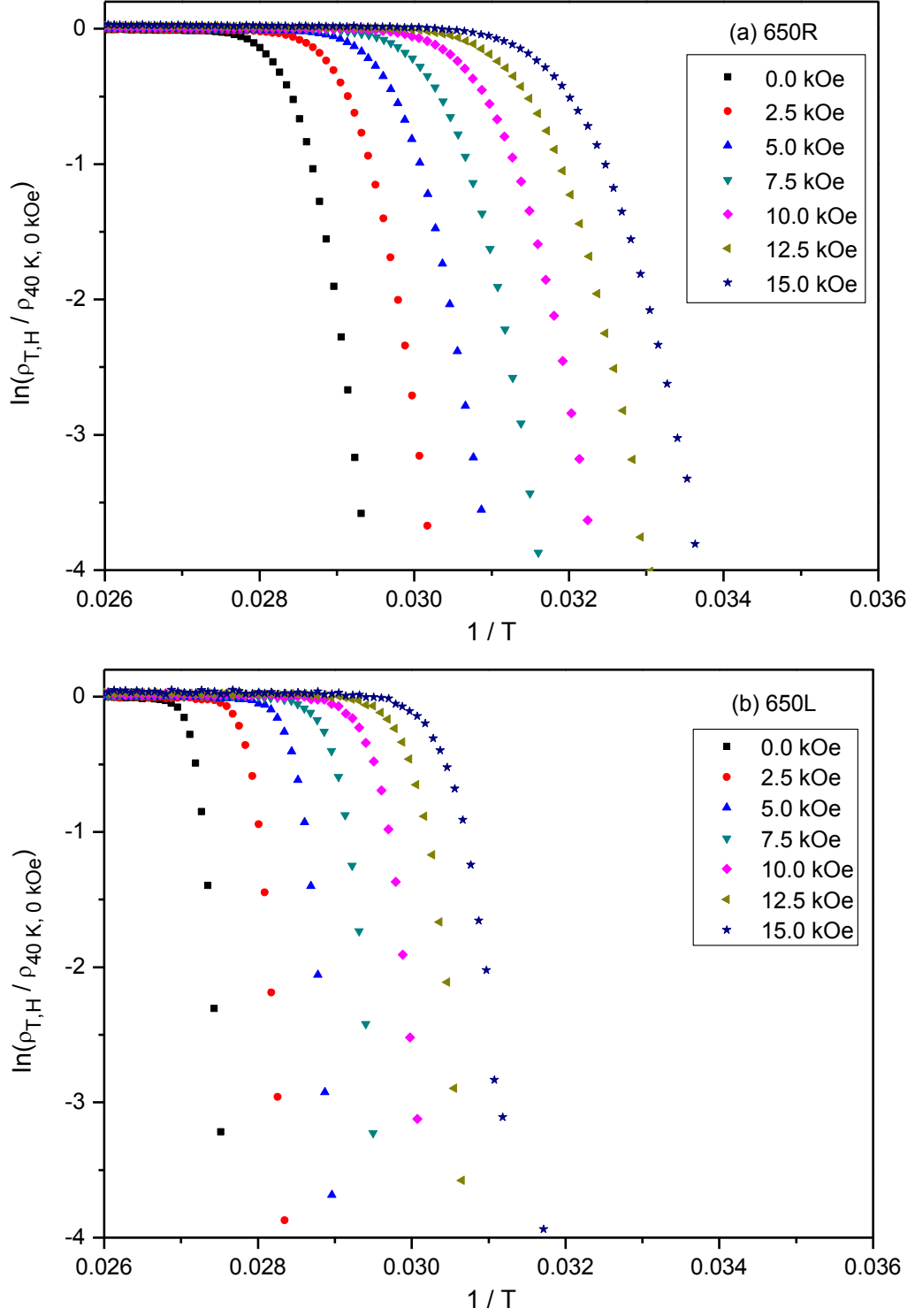
Bu ifadede U_0 , uygulanan dış manyetik alan altındaki örnekte termal olarak uyarılmış akı akışının (Thermally activated flux flow = TAFF) olması için gereken aktivasyon enerjisidir. k_B , $1,3806488 \times 10^{-23} \text{ m}^2\text{kg s}^{-2}\text{K}$ değerindeki Boltzman sabitidir; $\rho(T, H)$, H manyetik alan altındaki ve T sıcaklığındaki örneğin öz direncidir ve ρ_0 , 40 K sıcaklık ve 0 kOe manyetik alan altındaki öz direnç değeridir.

Şekil 3.30 (a) ve (b), sırasıyla 650R ve 650L örnekleri için Şekil 3.26 ve Şekil 3.27’den elde edilen normalize direncin doğal logaritmasının $(\ln(\rho / \rho_0))$ 1 / T’ye göre değişimini yani Arrhenius eğrilerini gösterir. Bu eğrilerdeki her bir lineer parça, termal olarak uyarılmış akı akışına karşılık gelir (Zhao vd., 2006(b)). Eğrilerin her bir lineer doğru parçasının eğimi Arrhenius eşitliğinden de anlaşılacağı gibi $-U_0 / k_B$ değerine eşittir. Böylece, Şekil 3.30 (a) ve (b)’deki eğrilerden yararlanılarak hesaplanan eğimler $-1 / k_B$ değeri ile çarpılıp eV cinsinden akı akış aktivasyon enerjilerine dönüştürüldü. Böylece elde edilen manyetik alana bağlı aktivasyon enerjileri 650R ve 650L örnekleri için sırasıyla Şekil 3.31’de gösterildi.

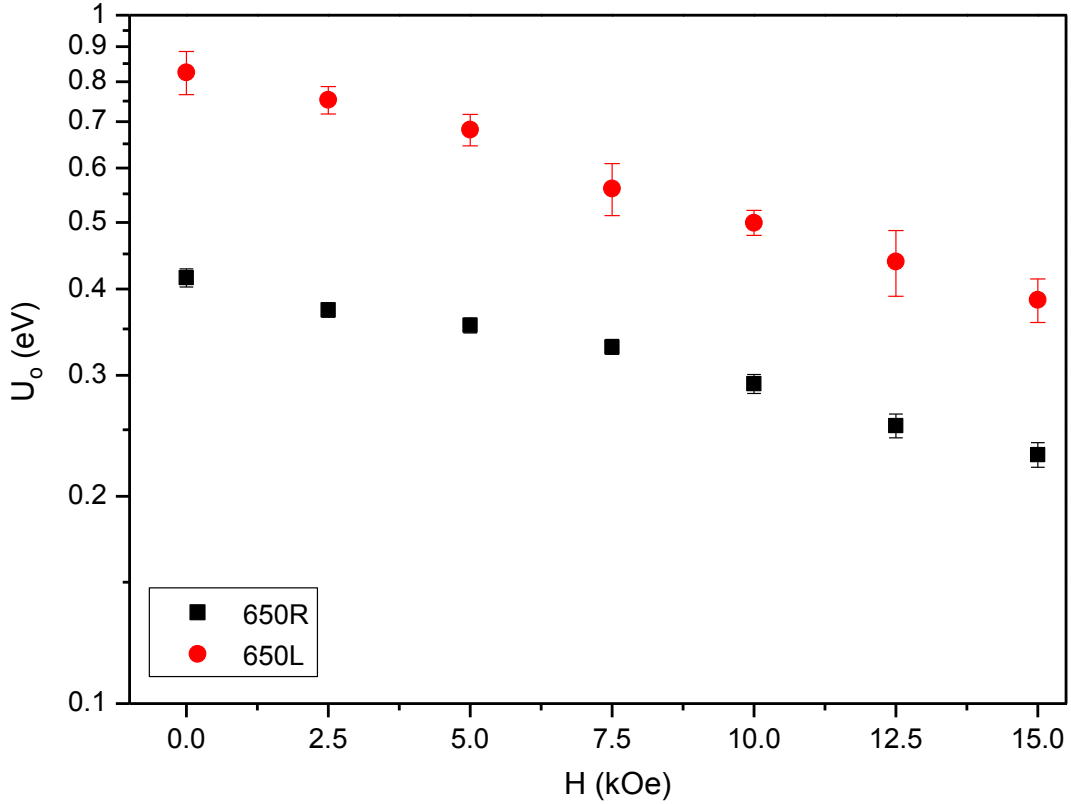
Şekil 3.31’den görüldüğü gibi, 650L örneğinin aktivasyon enerjisi 650R örneğinkinden daha büyüktür. Özellikle 7,5 kOe’e kadar düşük manyetik alanlarda her iki örneğin aktivasyon enerjileri arasındaki fark daha belirgindir. 650L örneğinin aktivasyon enerjisinin 650R örneğinden daha büyük olması, 650L örneğinin çivileme kapasitesinin ve dolayısıyla kritik akım yoğunluğunun 650R örneğine göre iyileştiğinin bir göstergesidir. Literatürden bilindiği gibi aktivasyon enerjisi U_0 , manyetik alana $U_0 \sim B^{-n}$ şeklinde bağlıdır (Palstra vd., 1990; Yang vd., 2002). Şekil 3.31’den görüldüğü gibi manyetik alan arttıkça örneklerin aktivasyon enerjileri azalır. Aktivasyon enerjisinin uygulanan alan arttıkça her iki örnek için de azalması, manyetik alan artışıyla çivileme

kuvvetinin zayıflaması sonucu kritik akım yoğunluğunun azaldığını gösterir (Ansari vd., 2010). 650L örneğinin aktivasyon enerjisinin yüksek manyetik alan değerleri için de 650R örneğinkinden daha büyük olması, lazer işlemi ile 650L örneğinin yoğunluğunun artması ile külçe çivileme özelliklerinin iyileştiğini ve dolayısıyla uygulanan dış manyetik alana karşı daha dirençli hale geldiğini gösterir. Ayrıca, lazer işlemi oluşturulan kusurların yüksek alanlarda da akı çivileme görevi yaptığını belirtir.

Aktivasyon enerjisinin manyetik alan örnek yüzeyine dik uygulandığı zaman, paralel uygulanma durumuna kıyasla, daha hızlı düştüğü bilinmektedir (Zhao, 2005). Bu bölümde manyetik alan sadece örneklerin presleme yüzeyine (aynı zamanda lazerli yüzey) dik uygulandığı için bu tartışmaya yer verilmedi.



Şekil 3.30. (a) 650R ve (b) 650L örneklerinin presleme yüzeyine dik uygulanan manyetik alanlar için normalize edilmiş direncin Arrhenius grafikleri



Şekil 3.31. 650R ve 650L örneklerinin presleme yüzeyine dik uygulanan manyetik alanlar için akı akış aktivasyon enerjisinin manyetik alana göre değişimleri

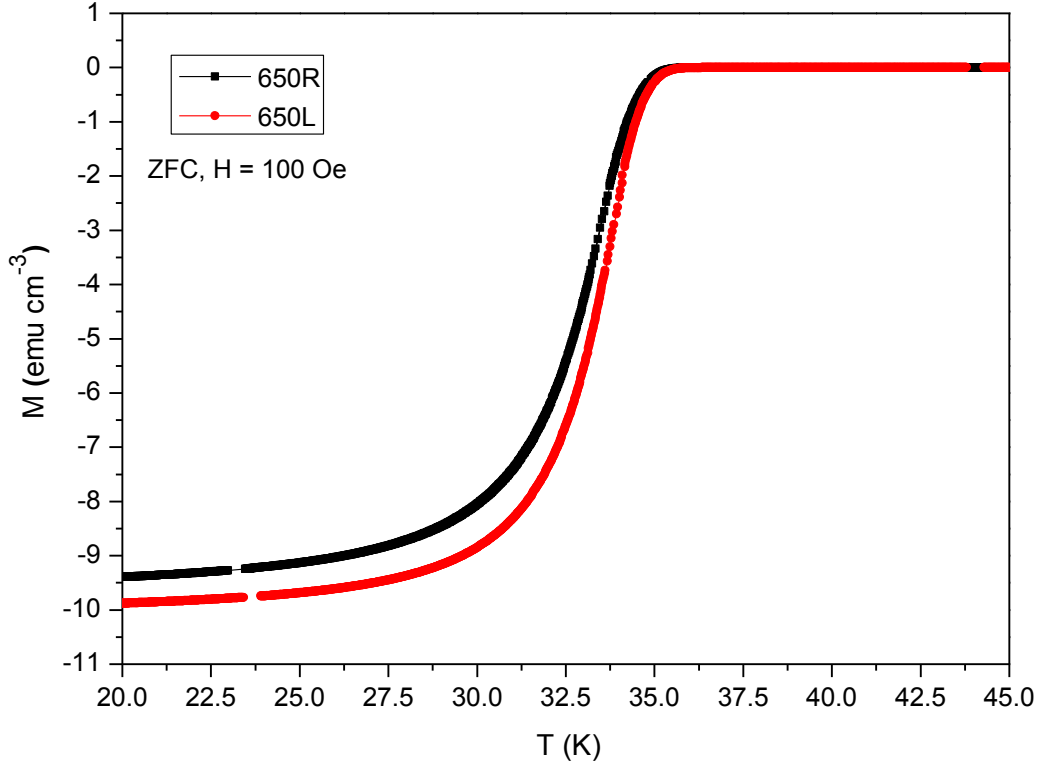
3.2.4.6. Sıcaklığa Bağlı Manyetizasyon Ölçümü ve Kritik Geçiş Sıcaklığı Özellikleri

Şekil 3.32 ve Şekil 3.33 sırasıyla, 650R ve 650L örnekleri ile 850R ve 850L örneklerinin $T = 20 - 45$ K sıcaklık aralığındaki $H=100$ Oe'lik alan şiddeti için manyetizasyon-sıcaklık eğrilerini gösterir. Her iki şekil karşılaştırıldığında, en büyük manyetizasyon değerinin (örneğin $T = 5$ K için) 850R örneği için elde edildiği görülür. Ayrıca 650°C 'de üretilen örnekler çok geniş bir geçiş aralığı gösterirken, 850°C 'de üretilen örnekler ise çok daha dar bir geçiş gösterirler. Bu durumun nedeni, örneklerin XRD analizlerinden anlaşıldığı üzere 650°C 'lik bir sinterleme sıcaklığının faz saflığını sağlayacak kadar yeterli olmamasıdır.

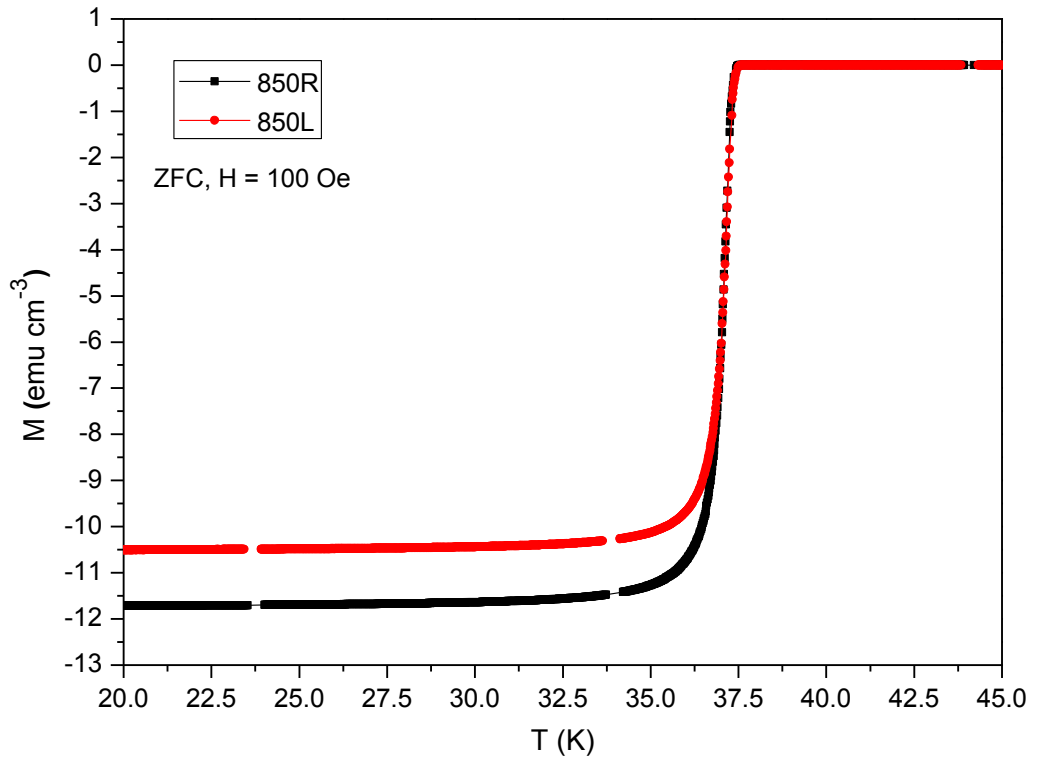
Şekil 3.32'den 650°C 'de üretilen referans ve lazerli örneklerin manyetizasyon değerleri karşılaştırıldığında, lazer işleminden sonra 650L örneği için manyetizasyon eğrisinde, 650R referans örneğine kıyasla, iyileşme olduğu görülür. 850°C 'de üretilen örneklerde ise Şekil 3.33'den görüldüğü gibi tam tersi bir durum söz konusudur. Lazer işleminden sonra 850L örneğinin manyetizasyon değeri, 850R örneğine kıyasla azalır.

Manyetizasyon-sıcaklık grafikleri yardımıyla dört örnek için elde edilen süperiletkenlik geçiş sıcaklıkları $T_{c,başlangıç}$ ve $T_{c,sıfır}$ ile geçiş sıcaklığı aralıkları ΔT_c ($\Delta T_c = T_{c,başlangıç} - T_{c,sıfır}$) Tablo 3.8’de verildi. Tablodan görüldüğü gibi, 650°C’de üretilen referans örneğinin (650R) geçiş sıcaklığı değerleri, daha yüksek sıcaklıkta üretilen referans örneğinkinden (850R) daha düşüktür. Aynı zamanda 650°C’de üretilen referans örneğinin süperiletkenliğe geçiş aralığı da oldukça geniştir. Bu farklılıkların nedeni, 650°C’de gerçekleştirilen sinterleme sürecinde sıcaklığın ve/veya sinterleme zamanının MgB_2 faz yapısının tam olarak oluşması için yeterli olmayışdır. Bilindiği gibi, iyi kristalize olmuş ve safsızlıkların minimum seviyede olduğu süperiletkenler için geçiş sıcaklık aralığı en fazla birkaç Kelvin mertebesinde dir. 650°C’de üretilen örneklerden lazer işlemi uygulanan 650L örneğinin $T_{c,başlangıç}$ ve $T_{c,sıfır}$ değerleri 650R örneğinkinden daha büyüktür, ΔT_c değerleri ise 650R örneğine kıyasla daha küçüktür. Bu durum, lazer işleminin 650L örneğinin yoğunluğunun artmasını sağlayarak külçe özelliklerini iyileştirdiğini ve bunun sonucu olarak daha keskin bir süperiletkenlik geçişi sağladığını gösterir. 850°C’de üretilen örneklerde ise, lazer işlemi uygulanan 850L örneğinin $T_{c,başlangıç}$, $T_{c,sıfır}$ ve ΔT_c değerleri 850R örneğinkine ile yaklaşık aynıdır. Bu durum, 850°C’de üretilip lazer işlemi uygulanan örneğin lazer işlemine karşı duyarsız olduğunu gösterir. Nedeni ise, 850°C’lik sinterleme sıcaklığı ve zamanının MgB_2 külçe üretimi için yeterli olması ve örneğin külçe yapısının sinterleme süreci sonunda doyuma ulaşmış olmasıdır.

Bir örneğin manyetik T_c değerinin, transport T_c ’den her zaman daha küçük olduğu bilinir. Bu bölümde de, Tablo 3.7 ve Tablo 3.8 karşılaştırıldığında, manyetizasyon ölçümlerinden elde edilen kritik sıcaklık değerlerinin örneklerin direnç ölçümlerinden elde edilen T_c değerlerinden daha düşük olduğu görülür. Bu fark, direnç ölçümlerindeki T_c ’nin, yüzey etkilerinden dolayı manyetizasyondaki T_c ’den daha fazla etkilenmesinden kaynaklanır (Zhao vd., 2004).



Şekil 3.32. 650R ve 650L örneklerinin $T = 20 - 45$ K aralığı ve $H = 100$ Oe'lik alan şiddeti için manyetizasyon değerlerinin sıcaklığa göre değişimi



Şekil 3.33. 850R ve 850L örneklerinin $T = 20 - 45$ K aralığı ve $H = 100$ Oe'lik alan şiddeti için manyetizasyon değerlerinin sıcaklığa göre değişimi

Tablo 3.8. 650R, 650L, 850R ve 850L örneklerinin kritik geçiş sıcaklığı değerleri

	650R	650L	850R	850L
T_c , başlangıç (K)	34,3	34,5	37,3	37,3
T_c , sıfır (K)	28,4	29,5	36,1	36,2
ΔT_c (K)	5,9	5,0	1,2	1,1

3.2.4.7. Manyetik Alana Bağlı Manyetizasyon Ölçümü

650R, 650L ve 850R, 850L örneklerinin manyetik alana bağlı manyetizasyon ölçümleri 5, 10 ve 15 K'lik sabit sıcaklıklarda, 100 Oe/s'lik süpürme hızında ve -7 T ile +7 T arasında manyetik alan uygulanarak yapıldı. Her ölçüm öncesinde örnekler, akı tuzaklanmasına karşın T_c 'nin üzerindeki sabit bir sıcaklığa (50 K) ısıtıldıktan sonra alan uygulanmadan (ZFC), ölçüm sıcaklığına soğutuldu. Manyetizasyon ölçümlerinde, manyetik alan değişimleri beş aşamada gerçekleştirildi: 1. aşama (0T) - (+7T), 2. aşama (+7T) - (0T), 3. aşama (0T) - (-7T), 4. aşama (-7T) - (0T), 5. aşama (0T) - (+7T) şeklindedir. Ölçüm süresince manyetik alan, boyutları yaklaşık olarak 2,8 x 3 x 3 mm³ olan örneklerin lazer işlemleri uygulanan yüzeylerine (aynı zamanda presleme yüzeyi) dik olarak uygulandı.

Şekil 3.34'de 650R ile 650L örnekleri için ve Şekil 3.35'de 850R ile 850L örnekleri için $T = 5, 10$ ve 15 K'de ölçülen manyetik alana bağlı manyetizasyon eğrileri gösterildi. Her iki şekilden de örneklerin diyamanyetik davranış sergiledikleri görülür. Her iki şekildeki referans örnekleri karşılaştırıldığında 650R örneğinin 850R örneğine göre uygulanan dış alana karşı düşük manyetizasyon gösterdiği görülür.

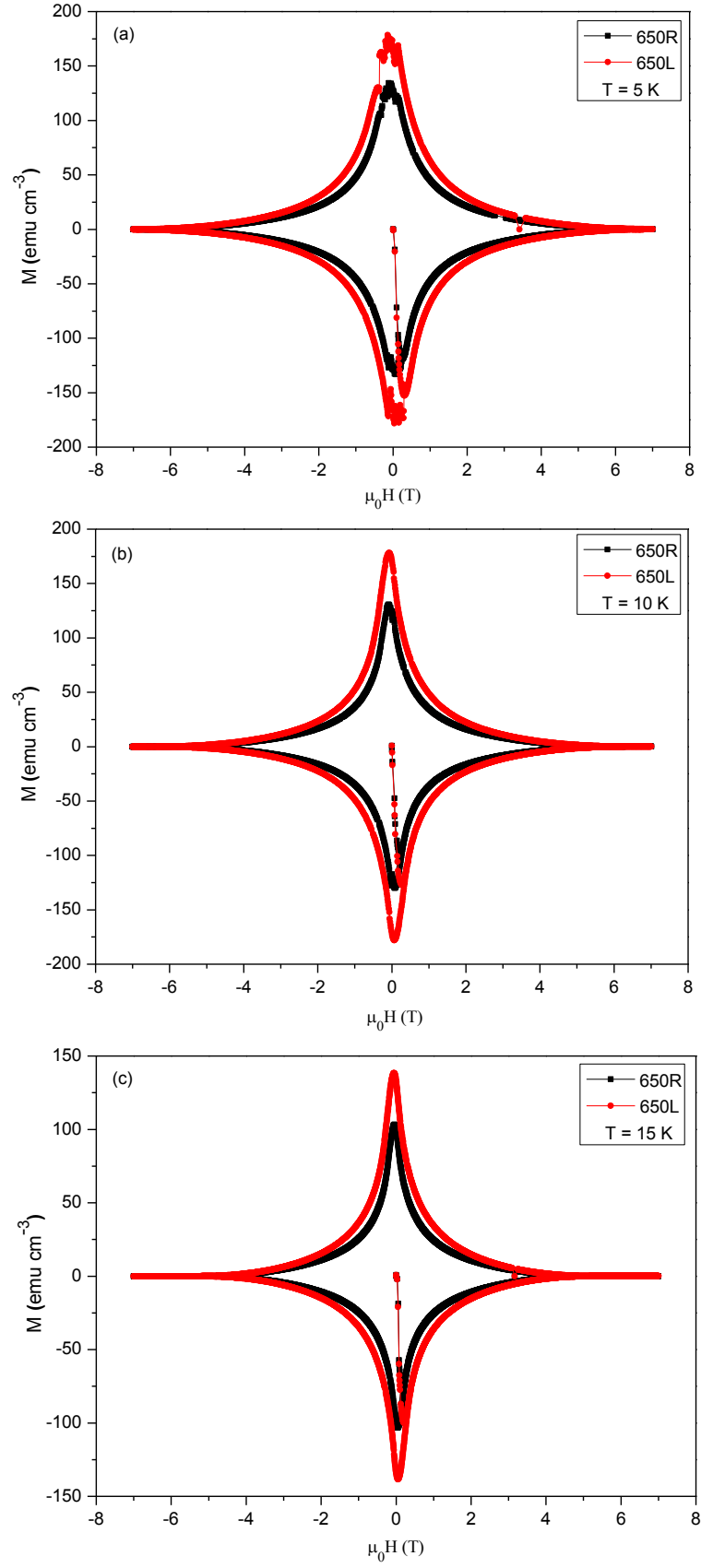
Şekil 3.34'den 650R ve 650L örnekleri için ölçüm sıcaklığı 5 K'den daha yüksek sıcaklıklara arttırıldığında manyetizasyon değerleri azalmasına rağmen, Şekil 3.35'den 850R ve 850L örneklerinde sıcaklık 5 K'den 10 K'e arttırıldığında manyetizasyon değerlerinin arttığı görülür. Bu durum özellikle düşük alan bölgesinde daha belirgindir. Bu davranışın nedeni, Şekil 3.35 (a)'dan görüldüğü gibi, 850R ve 850L örneklerinin 5 K'de düşük manyetik alan değerlerinde şiddetli akı atlaması (flux jump) göstermeleridir (Yanmaz vd., 2009; Kimishima vd., 2007). Akı atlaması kritik akım yoğunluğu yüksek örneklerde görüldüğünden (Xu vd., 2004(b); Awana vd., 2006), 850R ve 850L

örneklerinde gözlenen akı atlaması, bu örneklerin kritik akım yoğunluğu değerlerinin, diğer iki örneğe kıyasla, daha yüksek olduğunu destekler.

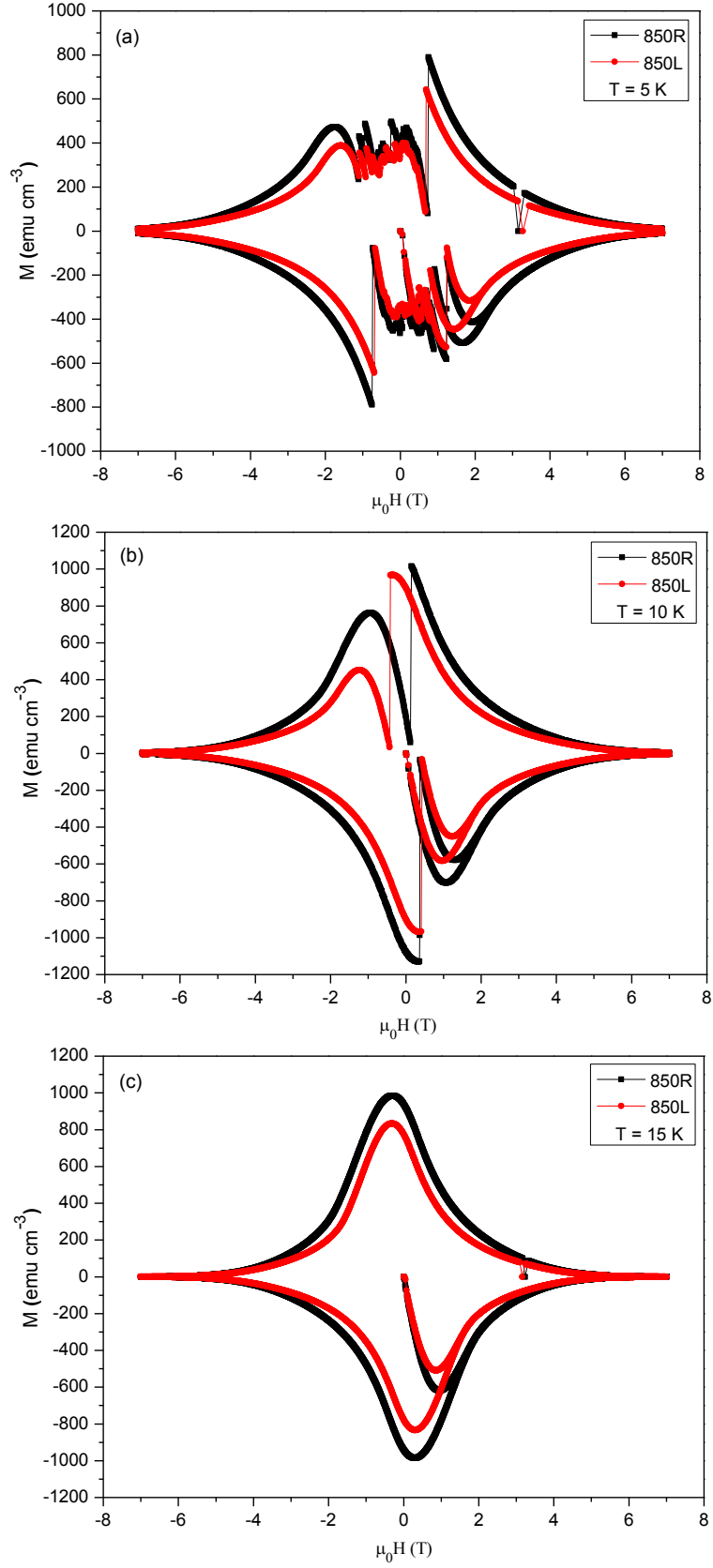
Bilindiği gibi, manyetizasyon ilmek genişliği ile malzeme içerisindeki akı çivileme merkezi sayısı orantılıdır (Feng vd., 1998). Şekil 3.34'deki üç şekilden görüldüğü gibi, lazer işleminden sonra tüm ölçüm sıcaklıklarında 650L örneğinin ΔM genişliği 650R referans örneğinkinden daha büyüktür. Lazer işlemi ile 650L örneğine aktarılan ısı enerjisinin örnek tarafından ikinci sinterleme süreci gibi algılanması sonucu, süperiletken taneler büyüyerek gözeneklilik azalmış ve taneler arası temas iyileşmiştir. Bu durumun, yoğunluğu arttırdığı ve külçe çivileme özelliklerini iyileştirdiği düşünülmektedir. Ayrıca, lazer işlemi sonucunda 650L örneğinde gerçekleşen yapısal yeniden düzenlenmenin yapıda kusur oluşumuna neden olduğu ve bu kusurların çivileme merkezi olarak davrandıkları düşünülmektedir. Bilindiği gibi, MgB_2 yapısındaki bazı kusurlar akı çivileme merkezi olarak görev yapar. Chikumoto ve arkadaşları (2002), ağır iyon radyasyonunun MgB_2 örneklerde indüklediği sütun kusurların (columnar defects) çivileme merkezi olarak çalıştığını rapor etmiştir. Obaidat ve arkadaşları (2008), gama radyasyonunun MgB_2 taneleri içindeki MgO 'nun göçüne ve tane sınırları içinde oksijen ayrışmasına (segregation) neden olduğunu bildirmiştir. Tane sınırlarında oksijen ayrışmasının ise, akı çivilenmesine önemli derecede katkı sağladığı rapor edilmiştir (Larbalestier vd., 2001).

Şekil 3.35'deki üç şekilden, lazer işleminden sonra tüm ölçüm sıcaklıklarında 850L örneğinin ΔM genişliğinin 850R referans örneğinkine göre daha dar olduğu görülür. Bu durumun nedeni, lazer işlemi sürecinde yüksek enerjili fotonlar ile 850L örneğinin atomlarına aktarılan enerji nedeniyle, örneğin tane sınırlarındaki bağ yapısının kısmen bozulması ve bunun sonucu külçe çivileme özelliklerinin kötüleşmesidir. Bu durum, 850R ve 850L örneklerinin alan yayınlı taramalı elektron mikroskobu fotoğraflarından da (Şekil 3.24 (b) ve (d)) gözlenmiştir. Literatürde elektron (Okayasu vd., 2002(b)) ve ağır-iyon (Chikumoto vd., 2003) radyasyonlarından sonra külçe MgB_2 örneklerde kritik akım yoğunluğu değerlerinin azaldığının rapor edilmesi, bu çalışmadaki manyetizasyon ilmek genişliğinin azalmasını destekler niteliktedir.

Özet olarak, bu çalışmada lazer işleminin farklı sıcaklıklarda üretilen örneklerin alana bağlı manyetizasyon özellikleri üzerinde farklı etkiler oluşturduğu görülür. Bu durum, örneklerin farklı sinterleme sıcaklıkları nedeniyle başlangıçta sahip oldukları kusurların, tane boyutlarının, tane sınırı bağlarının, faz yapılarının ve yoğunluk gibi özelliklerinin farklı olmasından kaynaklanır.



Şekil 3.34. 650R ve 650L örneklerinin (a) $T = 5 \text{ K}$, (b) $T = 10 \text{ K}$ ve (c) $T = 15 \text{ K}$ 'de ölçülen M-H eğrileri



Şekil 3.35. 850R ve 850L örneklerinin (a) $T = 5 \text{ K}$, (b) $T = 10 \text{ K}$ ve (c) $T = 15 \text{ K}$ 'de ölçülen M-H eğrileri

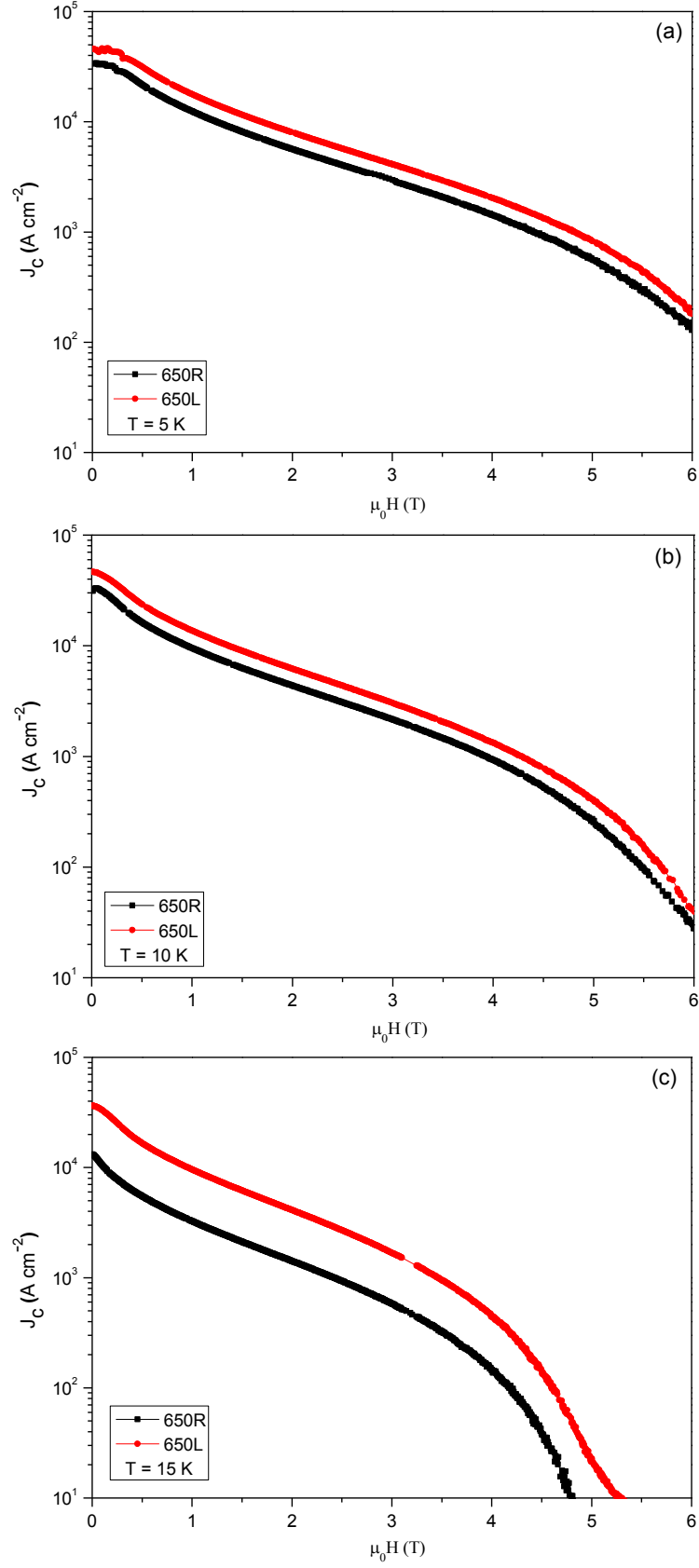
3.2.4.8. Manyetik Alana Bağlı Kritik Akım Yoğunluğu Hesabı

650°C ve 850°C sinterleme sıcaklıklarında üretilen ve yüzeyleri lazer demeti ile taranan örneklerin $T = 5, 10$ ve 15 K için manyetizasyon ölçümlerinden hesaplanan kritik akım yoğunluklarının (J_c) manyetik alana göre değişimleri sırasıyla, Şekil 3.36 ve Şekil 3.37'de gösterildi. Şekil 3.36'dan görüleceği gibi 650°C'de üretilen örneklerin sıfır manyetik alan altındaki maksimum J_c değerleri üç ölçüm sıcaklığı için de 10^4 Acm⁻² mertebesinde iken, Şekil 3.37'den 850°C'de üretilen örneklerin J_c değerinin 10^5 Acm⁻² mertebesinde olduğu görülür. J_c değerlerinde gözlenen bu fark, sinterleme sıcaklıklarının farklılığından kaynaklanır. Ayrıca, her iki şekilden de örneklerde akı atlama olduğu ve 850°C'de üretilen örnekler için akı atlama çok daha belirgin olduğu görülür. Bu durumun nedeni, yüksek sıcaklıkta üretilen örneklerin kritik akım yoğunluğu değerlerinin, 650°C'de üretilen örneklere kıyasla, daha büyük olmasıdır (Xu vd., 2004(b); Awana vd., 2006).

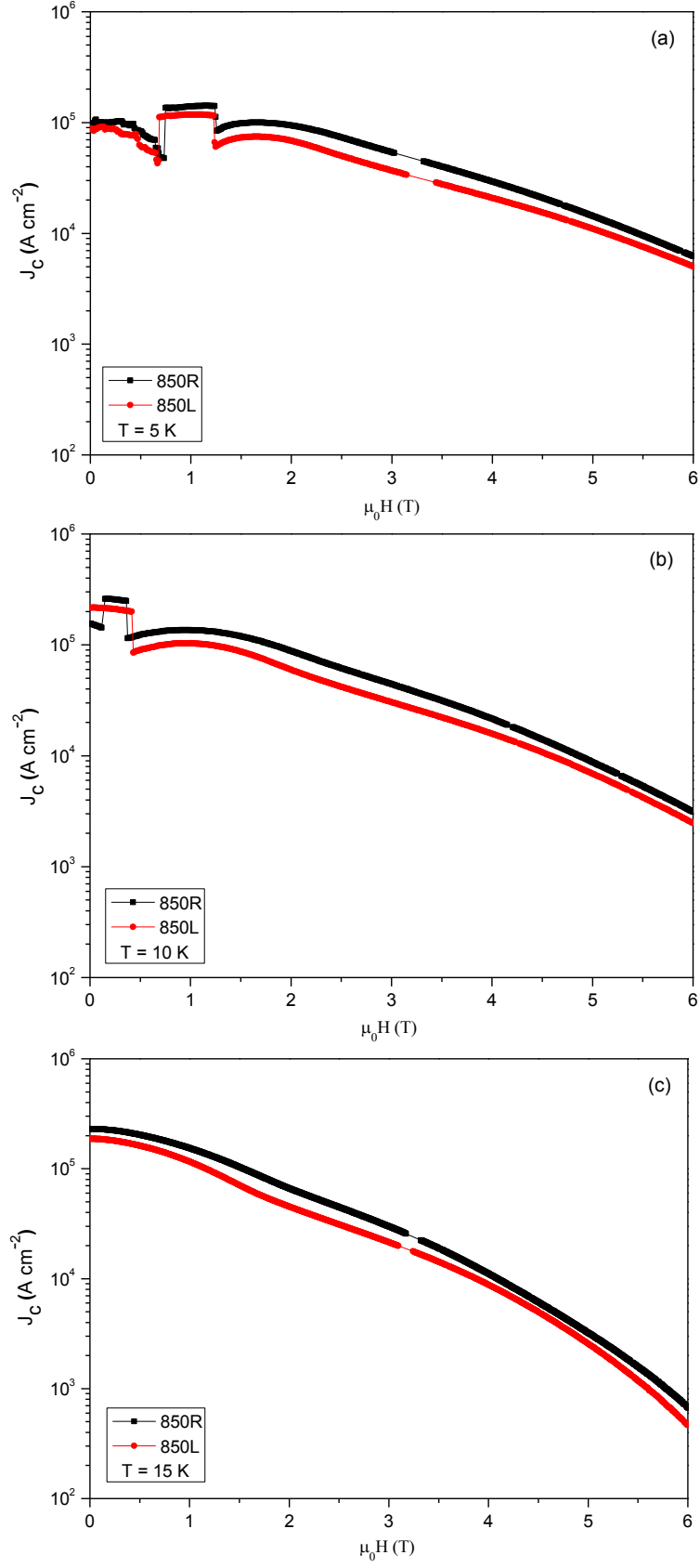
Şekil 3.36 (a), (b) ve (c)'de gösterilen 650R ve 650L örneklerinin üç farklı sıcaklıktaki manyetik alana bağlı kritik akım yoğunluğu grafikleri incelendiğinde, lazer işleminden sonra 650L örneğinin kritik akım yoğunluğunda, 650R örneğine kıyasla, artış olduğu görülür. Bu artış, 5 ve 10 K'de yaklaşık 1,5 kat iken 15 K'de yaklaşık 3 kattır. Bu artış, Tablo 3.9'da her iki örnek için verilen 0 T ve 3 T'daki J_c değerlerinden görülebilir. Bu artışın nedeni, bir önceki bölümde de belirtildiği gibi, lazer işlemi sonucu 650L örneğinin yapısında meydana gelen değişimdir. Ayrıca, lazer işlemi sırasında yüksek enerjili fotonların MgB₂ atomları ile etkileşimi sonucu örgü kusurlarının oluştuğu ve çivileme merkezleri olarak davrandıkları düşünülmektedir. 3.54 GeV'luk ve 1×10^{11} iyon cm⁻²'lik Xe radyasyonuna tabi tutulan MgB₂ örneklerde de radyasyon sonucu kritik akım yoğunluğunda bir artış olduğu gözlenmiştir (Okayasu vd., 2002(a)). Şekil 3.36 (a)'da gösterilen 5 K'de gerçekleştirilen ölçüm incelendiğinde; 0,5 T'dan daha düşük sıcaklıklarda her iki örnek için de küçük miktarda akı atlama olduğu ve 650L örneğinde akı atlama çok daha belirgin olduğu görülür. Bunun nedeni, 650L örneğinde J_c değerinin 650R örneğine göre daha büyük olmasıdır (Bakınız Tablo 3.9). Bir süperiletken çivileme kuvveti artışı kritik alan B_{c2} değerini de artırır (Sandu vd., 2011). 650L örneğinin manyetik alana bağlı düşük sıcaklık direnç ölçümlerinde üst kritik alan (H_{c2}) değerinin, 650R örneğine kıyasla yüksek çıktığı ilgili bölümde görülmüştür (Bakınız Şekil 3.28).

Böylece, lazer işleminin 650L örneği için kritik akım yoğunluğunu arttırıcı bir etkisinin olduğu anlaşılır.

Şekil 3.37 (a), (b) ve (c)'de gösterilen 850R ve 850L örneklerinin üç farklı sıcaklıktaki manyetik alana bağlı kritik akım yoğunluk grafikleri incelendiğinde, lazer işleminin 850L örneği için kritik akım yoğunluğunda küçük bir düşüşe neden olduğu görülür. 850R örneğinin 10 K ve 3 T'daki J_c değeri $4,42 \times 10^4 \text{ A cm}^{-2}$ iken 850L örneği için $3,03 \times 10^4 \text{ A cm}^{-2}$ 'dir. Bu azalışın nedeni, tane sınırı bağlarının radyasyon sonucunda kötüleşmesi olabilir (Chikumoto vd., 2002). 850R ve 850L örneklerinin 5 ve 10 K'deki kritik akım yoğunluğu grafiklerinde görülen akı atlama, çivileme merkezleri tarafından tuzaklanmadan aniden örneğin içine sızan vortekslerden kaynaklanır. Elektron, proton ve gama radyasyonuna tabi tutulan örneklerde, düşük sıcaklıkta ve 4 T gibi yüksek alanlarda dahi akı atlama olduğu rapor edilmiştir (Verdin vd., 2007). Bu durum, tane sınırlarındaki zayıf bağlar boyunca çiftlenimin (coupling) azaldığını gösterir (Okayasu vd., 2002(b)). Akı atlama düşük sıcaklıklarda ve düşük manyetik alan altındaki J_c değerlerini azalttığı da görülmüştür. Örneğin, 5 K ve 0 T'da 850L örneği için J_c değeri $8,82 \times 10^4 \text{ A cm}^{-2}$ iken 10 K ve 0 T'da $2,17 \times 10^5 \text{ A cm}^{-2}$ 'dir (Bakınız Tablo 3.9). 850L örneğinin yüksek alandaki kritik akım yoğunluğunda manyetik alan artışına bağlı olarak gözlenen düşüşte bir azalma olması ise dikkat çekicidir. Yani, yüksek alanlarda 850L örneğinin kritik akım yoğunluğu eğrisi, 850R örneğinkine yaklaşıyor. Bu durum, 850L örneğinin 10-12 T gibi yüksek alanlarda ve düşük sıcaklıklarda kritik akım yoğunluğu değerlerinin, 850R örneğinkinden daha yüksek olacağını düşündürür. 1×10^{11} iyon cm^{-2} 'lik Pb iyon radyasyonuna tabi tutulan MgB_2 örneklerde düşük alanlarda kritik akım yoğunluğunda düşüş gözlenirken, yüksek alanlarda ve özellikle 10-25 K gibi sıcaklıklarda belirgin bir artış gözlenmesi (Chikumoto vd., 2002; Chikumoto vd., 2003) 850L örneğinin kritik akım yoğunluğu değerinin yüksek alanlarda 850R örneğinkinden daha büyük olacağı düşüncesini destekler niteliktedir. Bugoslavsky ve arkadaşlarının (2001) proton radyasyonuna tabi tuttukları MgB_2 örneklerde J_c değerinin 3 T gibi belli bir alan değerine kadar basılması ve 5-6 T gibi yüksek alanlarda referans örneğine kıyasla yüksek J_c göstermesi de yine bu düşüncüyü destekler.



Şekil 3.36. 650R ve 650L örneklerinin (a) $T=5$ K, (b) $T=10$ K ve (c) $T=15$ K'deki kritik akım yoğunluklarının manyetik alanla değişimi



Şekil 3.37. 850R ve 850L örneklerinin (a) $T=5$ K, (b) $T=10$ K ve (c) $T=15$ K'deki kritik akım yoğunluklarının manyetik alanla değişimi

Tablo 3.9. 650R, 650L, 850R ve 850L örneklerinin sıcaklığa ve manyetik alana bağlı kritik akım yoğunluğu ve hacimsel çivileme kuvveti değerleri

Örnekler	650R	650L	850R	850L
J_c (5 K, 0 T) (Acm^{-2})	$3,36 \times 10^4$	$4,60 \times 10^4$	$9,55 \times 10^4$	$8,82 \times 10^4$
J_c (10 K, 0 T) (Acm^{-2})	$3,14 \times 10^4$	$4,65 \times 10^4$	$1,56 \times 10^5$	$2,17 \times 10^5$
J_c (15 K, 0 T) (Acm^{-2})	$1,32 \times 10^4$	$3,63 \times 10^4$	$2,30 \times 10^5$	$1,87 \times 10^5$
J_c (5 K, 3 T) (Acm^{-2})	$2,96 \times 10^3$	$4,10 \times 10^3$	$5,38 \times 10^4$	$3,66 \times 10^4$
J_c (10 K, 3 T) (Acm^{-2})	$2,15 \times 10^3$	$3,03 \times 10^3$	$4,42 \times 10^4$	$3,03 \times 10^4$
J_c (15 K, 3 T) (Acm^{-2})	$5,74 \times 10^2$	$1,67 \times 10^3$	$2,98 \times 10^4$	$2,14 \times 10^4$
F_{pmak} , 5 K (Nm^{-3})	$1,24 \times 10^8$	$1,78 \times 10^8$	$19,11 \times 10^8$	$14,22 \times 10^8$
F_{pmak} , 10 K (Nm^{-3})	$0,96 \times 10^8$	$1,38 \times 10^8$	$18,34 \times 10^8$	$13,08 \times 10^8$
F_{pmak} , 15 K (Nm^{-3})	$0,33 \times 10^8$	$0,96 \times 10^8$	$16,01 \times 10^8$	$11,69 \times 10^8$

3.2.4.9. Manyetik Alana Bağlı Hacimsel Çivileme Kuvveti Hesabı

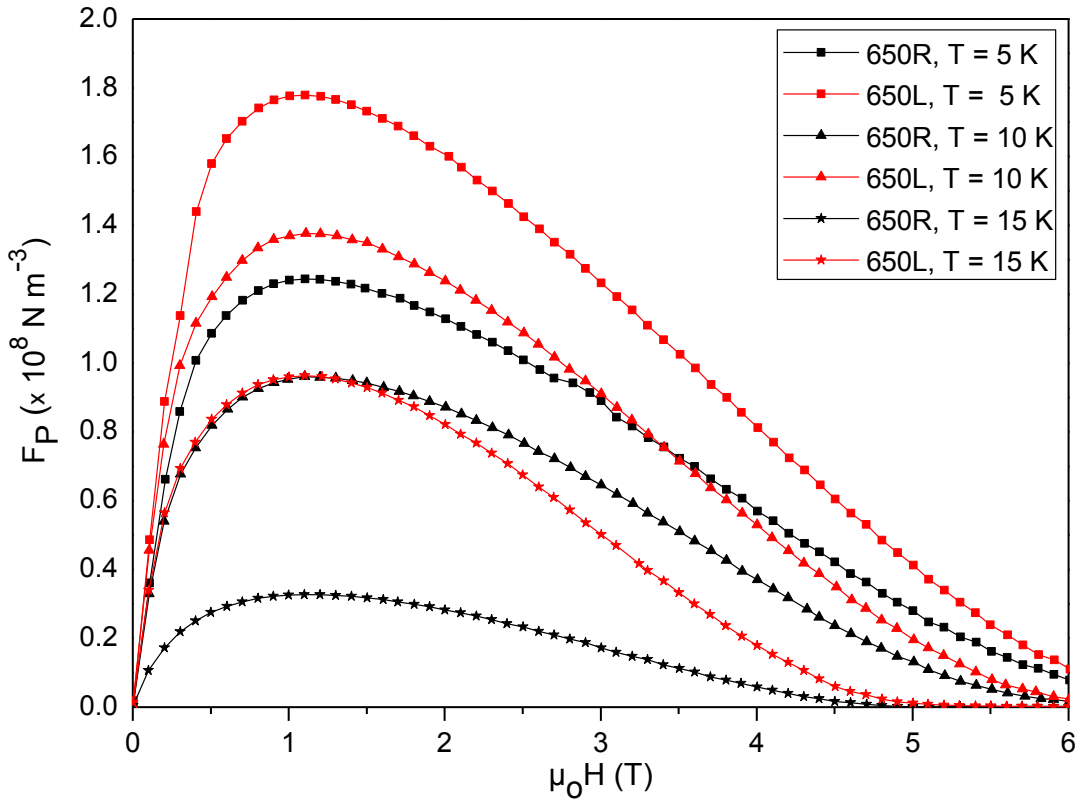
Sürekli modda çalıştırılan Nd:YVO₄ lazer ile radyasyona tabi tutulan örneklerin çivileme mekanizmasını araştırmak için manyetik alana bağlı kritik akım yoğunluğu değerlerinden yararlanılıp hacimsel çivileme kuvvetinin manyetik alana bağlılığı araştırıldı.

Şekil 3.38, 650R ile 650L örneklerinin ve Şekil 3.39, 850R ile 850L örneklerinin manyetik alana bağlı hacimsel çivileme kuvvetlerini gösterir. Her iki şekilden de görüleceği gibi, F_p diğer iki seride (derinlik ve yoğunluk serileri) olduğu gibi, düşük alan bölgesinde dış manyetik alan arttıkça artar ve alanın belli bir değeri için bir maksimum gösterir. Maksimum değerden sonra, artan alan ile birlikte F_p azalır. Ayrıca, maksimum F_p 'nin pik pozisyonu artan sıcaklıkla birlikte düşük alana doğru kayar. Bu kayma, 850°C'de üretilen örnekler için çok belirgindir. Yüksek sıcaklıkta sinterlenen örneklerin maksimum F_p değerleri, 650°C'de sinterlenen örneklerin F_p değerlerinin 10 katından daha fazladır. Bu durum, sinterleme sıcaklığına bağlı olarak örneklerin kaliteleri arasındaki farktan kaynaklanır.

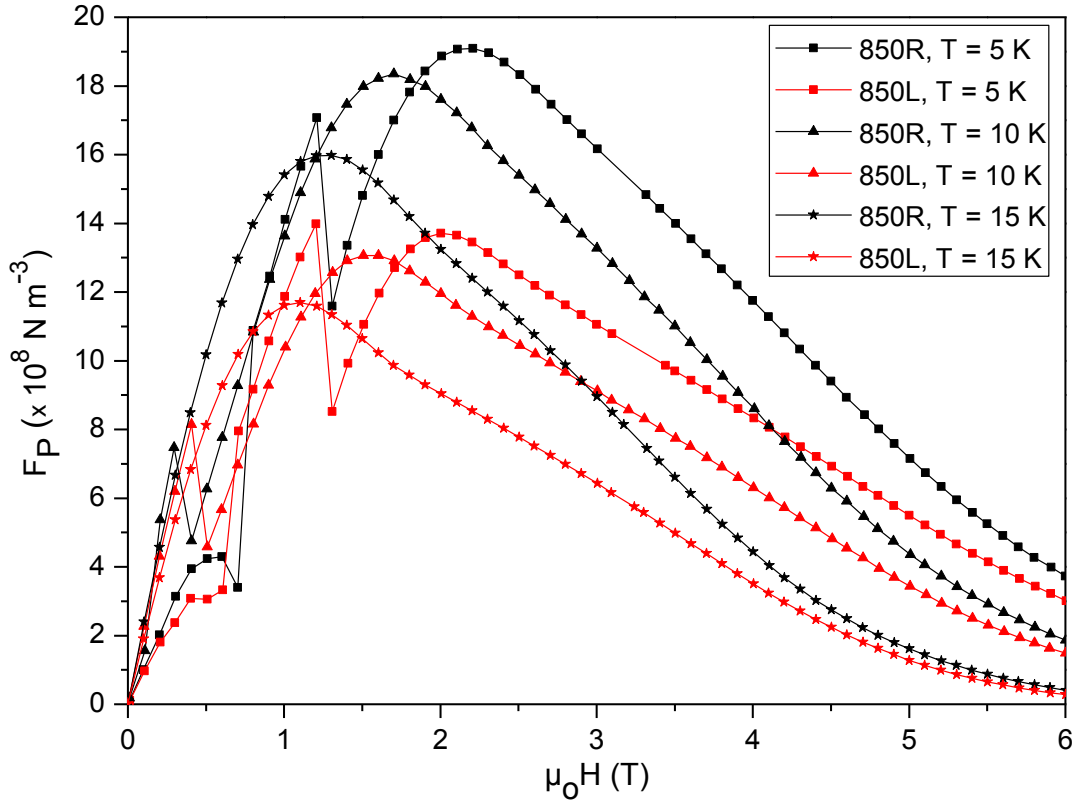
650L örneğinin 5, 10 ve 15 K'deki maksimum F_p değerleri, Şekil 3.38'den görüldüğü gibi 650R örneğinden daha büyüktür. Örneklerin F_{pmak} değerleri Tablo 3.9'da verilmiştir. 650L örneği için 5, 10 ve 15 K'deki maksimum F_p değerleri sırasıyla $1,78 \times 10^8$; $1,38 \times 10^8$ ve $0,96 \times 10^8 \text{ Nm}^{-3}$ iken 650R örneği için $1,24 \times 10^8$; $0,96 \times 10^8$ ve $0,33 \times 10^8 \text{ Nm}^{-3}$ 'tür.

650L örneğinin F_p değerlerindeki bu artış, lazer işleminden sonra birim hacim başına düşen çivileme merkezleri sayısının, 650R örneğine kıyasla, arttığını gösterir. Bu ise, lazer işlemi sonucu örneğin çivileme performansında ve dolayısıyla kritik akım yoğunluğunda gözlenen artışın kaynağıdır.

Şekil 3.39 incelendiğinde 850L örneği için tam tersi bir durum olduğu görülür. 850L örneğinin maksimum F_p değerleri, 850R örneğinkinden daha küçüktür. 850L örneğinin 5, 10 ve 15 K'deki maksimum F_p değerleri sırasıyla $14,22 \times 10^8$; $13,08 \times 10^8$ ve $11,69 \times 10^8 \text{ Nm}^{-3}$ iken 850R örneği için $19,11 \times 10^8$; $18,34 \times 10^8$ ve $16,01 \times 10^8 \text{ Nm}^{-3}$ 'tür (Bakınız Tablo 3.9). Lazer işlemi ile 850L örneğinin çivileme performansı, birim hacim başına düşen çivileme merkezleri azaldığı için kötüleşmiştir. Çivileme merkezlerinin, lazer işleminin örnek hacmi içinde çivileme merkezi olarak davranan normal bölgelerin birleşmesine neden olması sonucu azaldığı düşünülmektedir.



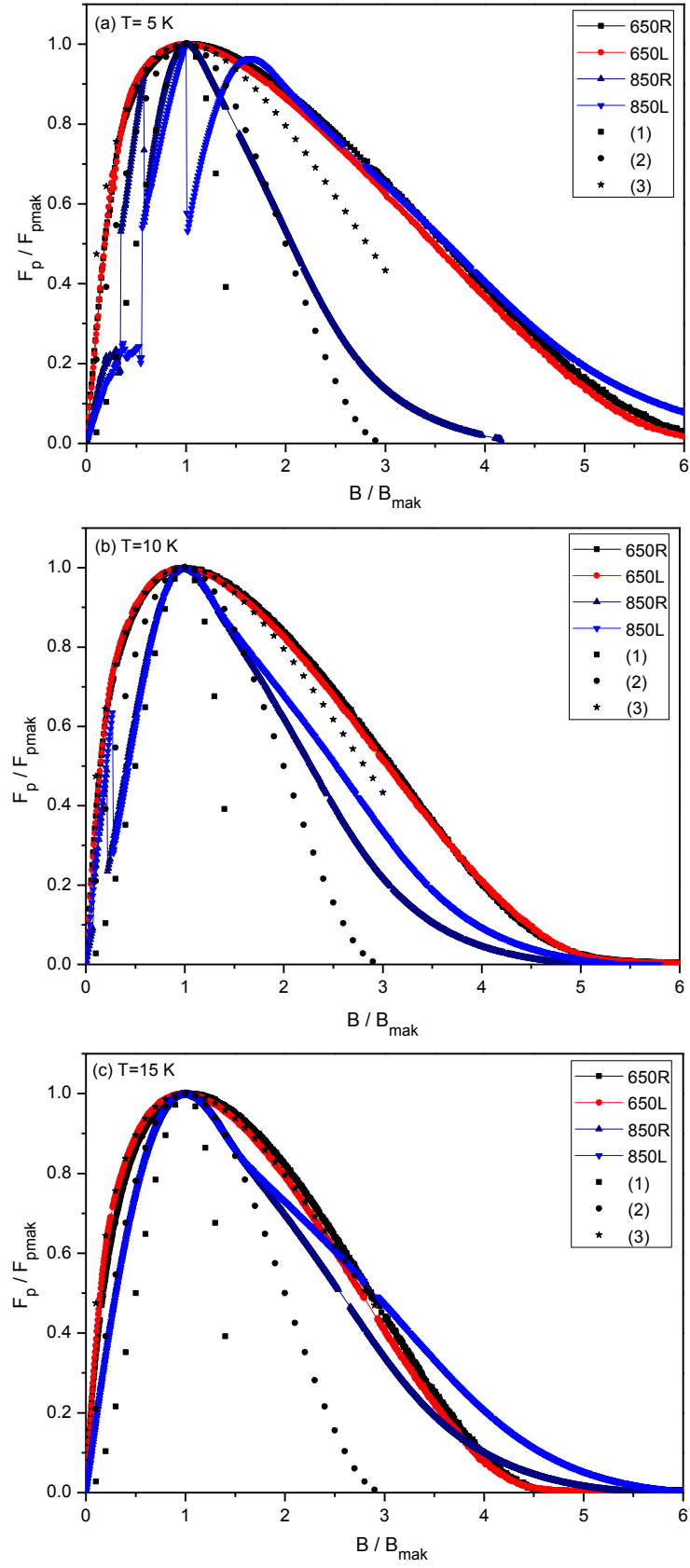
Şekil 3.38. 650R ve 650L örneklerinin $T = 5, 10$ ve 15 K 'deki hacimsel çivileme kuvvetinin (F_p) manyetik alana bağlılığı



Şekil 3.39. 850R ve 850L örneklerinin $T = 5, 10$ ve 15 K'deki hacimsel çivileme kuvvetinin (F_p) manyetik alana bağlılığı

Farklı sinterleme sıcaklıklarında üretilen ve lazer işlemi uygulanan örneklerin çivileme mekanizmalarını ayrıntılı incelemek için çivileme kuvvet yoğunluğunun manyetik alana bağlılığı $f_p(b)$ araştırıldı. Şekil 3.40, 650R, 650L, 850R ve 850L örneklerinin $T = 5, 10$ ve 15 K'deki normalize edilmiş çivileme kuvvet yoğunluğunun normalize edilen manyetik alana göre değişimini gösterir. Şekilde (1), (2) ve (3) ile sırasıyla, $\Delta\kappa$, normal nokta ve yüzey çivileme mekanizmaları temsil edilmiştir. Şekil 3.40 (a), (b) ve (c) incelendiğinde 650R ve 650L örnekleri için tüm manyetik alan değerlerinde ve $T = 5, 10$ ve 15 K sıcaklıklarda yüzey çivileme mekanizmasının baskın olduğu görülür. Özellikle 15 K'de, bu iki örneğe ait normalize çivileme kuvvet yoğunlukları yüzey çivileme eğrisi ile son derece uyumludur. 850R ve 850L örneklerinde, 5 ve 10 K sıcaklıklarda ve düşük alanlarda ($B / B_{\text{mak}} < 1$) görülen akı atlaması nedeniyle bu aralıkta örneklerin çivileme mekanizmaları hakkında yorum yapmak uygun değildir. Ancak, 15 K'de ve $B / B_{\text{mak}} < 1$ olduğu alan değerlerinde her iki örnekte de normal nokta çivilemesi görülür. Uygulanan alan değeri B_{mak} değerini aştığında, 5 K'de ve yüksek alan değerlerinde 850R örneğinde normal nokta çivilemesi baskın iken 850L örneğinde yüzey çivilemesi baskındır. 10 K'de ise her iki örnek için eğriler tek bir ana eğri üzerinde olmayıp normal nokta ve yüzey

çivileme eğrileri arasında yer alır. 15 K'de ve $B / B_{\text{mak}} > 1$ değeri için, 850R ve 850L örneklerinin her ikisi için de normal nokta çivilemesi baskın iken $B / B_{\text{mak}} > 2,5$ değeri için, 850L örneğinde çivileme mekanizmasının normal nokta çivilemesinden yüzey çivilemesine doğru keskin bir geçiş yaptığı görülür. $B = 4B_{\text{mak}}$ değerinden sonra ise her iki örnekte yüzey çivilemesi baskın olur. Tüm bu sonuçlar, 650°C'de üretilen örneklerin çivileme mekanizma çeşitlerinin lazer işlemi sonucunda değişmediğini, bunun yanında 850°C'de üretilen örneklerde lazer işlemi sonucunda çivileme çeşidinin değiştiğini gösterir. Bu durum, farklı sinterleme sıcaklıklarında üretilen örneklerde uygulanan aynı lazer işleminin, sinterleme sıcaklığına bağlı olarak, örneklerin süperiletkenlik özellikleri üzerinde farklı etkiler oluşturduğunun bir kanıtıdır. Ayrıca, derinlik ve yoğunluk serilerinde çalışılan örneklerde lazer işleminden sonra baskın olarak görülen $\Delta\kappa$ çivilemesinin bu örneklerde gözlenmeyişi, hem kullanılan lazer parametreleri arasındaki farktan hem de sürekli modda çalışan lazer ile işlem yapılmasından kaynaklanır.



Şekil 3.40. 650R, 650L, 850R ve 850L örneklerinin (a) $T = 5 \text{ K}$, (b) 10 K , (c) 15 K 'deki çivileme kuvvet yoğunluklarının manyetik alana bağlılığı ($f_p(b)$)

4. SONUÇLAR

Bu çalışmada, 200°C’de sıcak presleme ve devamında kapalı tüp içinde 650°C ve 850°C’lik iki farklı sıcaklıkta gerçekleştirilen tek adımda sinterleme yöntemi ile disk şeklinde MgB₂ süperiletken örnekler üretildi. 850°C’de üretilen MgB₂ örnekler, elektromanyetik tayfin yakın kızılötesi bölgesinde çalışan Nd:YVO₄ diyot pompalamalı lazer ile radyasyona tabi tutularak yüzeylerinde farklı derinliklerde ve farklı yoğunluklarda erimiş bölgeler oluşturuldu. 650°C ve 850°C’lik iki farklı sıcaklıkta üretilen MgB₂ örneklerin ise tüm yüzeyleri, Nd:YVO₄ lazer ile tarandı. Yüzeyleri lazer ışık radyasyonuna tabi tutulan örneklerin yapısal özellikleri X-ışını kırınımı analizi, optik mikroskop, eş odaklı lazer taramalı mikroskop ve alan yayınlı taramalı elektron mikroskobu (FESEM) ile analiz edildi. Örneklerin elektriksel özellikleri kapalı döngü He soğutucu kullanılarak sıcaklığa bağlı direnç ölçümleri (R-T) ile incelendi. Manyetik özellikleri ise, fiziksel özellikler ölçüm sistemi (PPMS) kullanılarak yapılan, sıcaklığa ve manyetik alana bağlı manyetizasyon ölçümleri (M-T, M-H) ile araştırıldı. Böylece, lazer ışık radyasyonunun MgB₂ süperiletkeni ile etkileşme süreci ve radyasyonun MgB₂ örneklerin süperiletkenlik performansı üzerine etkisi araştırıldı. Yüzeyi lazer ile taranan 650°C’de sinterlenen örneklerin sıcaklığa bağlı manyetizasyon ölçümlerinden ve düşük sıcaklık direnç ölçümlerinden örneklerin geçiş sıcaklıkları bulundu. Örneklerin, farklı sıcaklıklarda ab-düzlemine dik üst kritik manyetik alan değerleri, H_{c2}(T) ile tersinmezlik alan değerleri, H_{irr}(T) ve farklı manyetik alanlardaki aktivasyon enerjileri, U_o hesaplandı. Örneklerin mutlak sıfır sıcaklığındaki üst kritik manyetik alan değerlerinden yararlanılarak c-ekseni boyunca koherens uzunlukları $\zeta_c(0)$ bulundu. Farklı sıcaklıklardaki manyetizasyon ölçümlerinden manyetik alana bağlı kritik akım yoğunluğu değerleri (J_c(B), B = $\mu_0 H$) belirlendi. Kritik akım yoğunluğu değerlerinden yararlanılarak örneklerin çivileme kuvvetleri hesaplandı ve çivileme mekanizmaları analiz edildi.

Elde edilen ölçümler ve incelemeler sonucunda bulunan sonuçlar aşağıda maddeler halinde verildi:

1. Örneklerin XRD desenleri incelendiğinde,

650°C’de üretilen örneklerde XRD desenlerinde Mg pikine rastlanması, sinterleme sıcaklığı ve/veya zamanının MgB₂ ana faz oluşumu için yeterli olmadığını gösterdi. 850°C’de üretilen örneklerde ana fazın MgB₂ olduğu ve bunun yanında az miktarda MgO

safsızlık fazı içerdiği görüldü. Bu sonuçlardan, faz saflığı ve kristalitenin sinterleme sıcaklığı ile arttığı ve artan sinterleme sıcaklığının faz oluşumu ve faz içeriğini belirlediği anlaşıldı.

850°C’de üretilen ve yüzeylerinde puls lazer kullanılarak farklı derinliklerde ve farklı yoğunluklarda nokta şekilli erimiş bölgeler oluşturulan örneklerde, aynı sıcaklıkta üretilen referans örneğine kıyasla MgB₂ ve MgO pik şiddetlerinin düştüğü, yapıda yeni bir faz oluşumunun gerçekleşmediği, a ve c örgü parametreleri ile yarı pik genişliklerinin (FWHM) arttığı gözlemlendi. İki farklı sıcaklıkta üretilerek yüzeyleri sürekli modda çalışan lazer ile taranan örnekler için de lazer işleminin MgB₂ ve MgO pik şiddetlerini azalttığı gözlemlendi. Bu sonuçlardan, lazer ışık radyasyonunun genel olarak MgB₂ faz yapısına etki etmediği ve tane büyümesini artırarak yapıdaki gözenekliliği azalttığı sonucuna varıldı. Düşük sıcaklıkta (650°C) üretilen örnek için lazer işleminden sonra XRD pik şiddetlerinin azalarak küçük açılara doğru kaymalarından, yapıda lazer işlemi sonucu mikrozorlanmalar olduğu anlaşıldı

2. Örneklerin optik mikroskop görüntüleri incelendiğinde,

Lazer ışık radyasyonunun örnek yüzeyinde ilgilenilen alan dışında komşu bölgeleri de etkilediği ve bu durumun geniş HAZ bölgelerine neden olduğu belirlendi. Bu sonuçtan, lazer demeti puls süresinin (20 ns), MgB₂’nin elektron-fonon etkileşme zamanından daha uzun olması nedeniyle ısı enerjisinin örgüye aktarıldığı anlaşıldı. Derinlik serisindeki örneklerin görüntülerinden, lazer puls şiddeti arttıkça HAZ bölgesinin genişlediği görüldü. Yoğunluk serisindeki örneklerin görüntülerinden ardışık iki erimiş bölge arasındaki mesafe azaldıkça hem HAZ bölgelerinin çakıştığı hem de örnek yüzeyinde radyasyona uğrayan alanın arttığı görüldü.

3. Örneklerin eş odaklı lazer taramalı mikroskop görüntüleri incelendiğinde,

Derinlik serisindeki örnekler için, puls şiddeti arttıkça lazer ışık demetinin örnek yüzeyinden daha derinlere nüfuz ettiği görüldü. Yoğunluk serisindeki örnekler için, küçük spot hacmi kullanıldığından, puls tekrar sayısı artmasına rağmen, artan puls enerji yoğunluğu ve daha iyi odaklanan lazer demeti sayesinde daha küçük HAZ bölgelerinin olduğu tespit edildi. Yine yoğunluk serisindeki örnekler için, derinlik serisindeki örneklere kıyasla, puls tekrar sayısı (vuruş sayısı) arttırıldığından aynı puls şiddeti için daha derin erimiş bölgeler elde edildiği görüldü. Bu sonuçlardan, lazer puls şiddeti, puls tekrar sayısı ve spot hacminin erimiş bölge çap ve derinliğini belirleyen en önemli parametreler olduğu anlaşıldı.

4. Örneklerin alan yayınlı taramalı elektron mikroskobu ölçümleri incelendiğinde, 650°C’de üretilen örneklerde tane boyutunun 50 nm civarında olduğu ve taneler arası gözenekli bir yapı olduğu görüldü. 850°C’de üretilen örneklerde tane büyüklüğünün 50-250 nm arasında değiştiği ve artan sinterleme sıcaklığı ile taneler arası bağların iyileştiği görüldü.

Derinlik serisindeki örnekler için artan puls enerjisi ile hem HAZ bölgesinin genişlediği hem de lazer demetinin örnek yüzeyinden daha derinlere nüfuz ettiği görüldü.

Yoğunluk serisindeki örnekler için, ardışık erimiş bölgeler arası mesafe azaldıkça HAZ bölgelerinin üst üste geldiği ve örnek yüzeyinde daha büyük bir alanın radyasyona maruz kaldığı belirlendi.

650°C’de üretilen ve yüzeyleri sürekli lazer ile taranan örneklerde tane boyutunun arttığı (~0,2-0,8 μm) ve taneler arası bağların iyileşerek yapının daha homojen ve daha yoğun bir görünüm kazandığı görüldü. 850°C’de üretilen ve yüzeyleri sürekli lazer ile taranan örneklerde ise, tane boyutundaki artışa (>1 μm) karşın tanelerin birbirlerinden ayrıldığı gözlemlendi. Buradan, lazer ışık radyasyonunun iki farklı sinterleme sıcaklığında üretilen örnekler için farklı etkiler oluşturduğu anlaşıldı. Örneklerin ilk faz yapıları, tane büyüklükleri gibi etkenlerin radyasyonun etkisini değiştirdiği belirlendi.

5. Örneklerin sıcaklığa bağlı manyetizasyon ölçümlerinden,

Yüksek sıcaklıkta üretilen örneklerin daha homojen bir yapıda olmasından dolayı geçiş sıcaklıklarının, düşük sıcaklıkta üretilen örneklerle kıyasla, daha yüksek olduğu ve daha keskin bir geçiş gösterdikleri görüldü.

Yüzeylerinde farklı derinliklerde erimiş bölgeler oluşturulan örneklerde, bölgelerin derinliği azaldıkça geçiş sıcaklıklarının ve geçiş aralığının iyileştiği görüldü. Yoğunluk serisindeki örneklerde ise, erimiş bölge yoğunluğu azaldıkça geçiş sıcaklık değerlerinde artış gözlemlendi.

Yüzeyleri sürekli modda çalışan lazer ile taranan örneklerden düşük sıcaklıkta üretilenler için lazer işleminin geçiş sıcaklıklarını iyileştirdiği ve keskin bir geçiş sağladığı, fakat yüksek sıcaklıkta üretilen örnekler için herhangi bir değişime neden olmadığı görüldü.

Bu sonuçlardan genel olarak, lazer ışık radyasyonunun geçiş sıcaklığı üzerinde iyileştirici bir etkisinin olduğu anlaşıldı.

6. Örneklerin farklı manyetik alanlardaki (H=0-15 kOe) düşük sıcaklık direnç ölçümlerinden,

Düşük sıcaklıkta sinterlenen örnekler için radyasyonun direnci azalttığı ve geçiş sıcaklık değerlerini arttırarak keskin bir geçiş sağladığı görüldü. Normalize direnç eğrilerinden hesaplanan üst kritik manyetik alan H_{c2} ve tersinmezlik alan H_{irr} değerlerinden lazer işlemleriyle örneklerin manyetik alana karşı daha dayanıklı hale geldiği ve kritik alan değerlerinin arttığı görüldü. Düşük sıcaklıktaki referans örneği için $H_{c2}^{//c}(0)$ ve $H_{irr}(0)$ değerlerinin sırasıyla, 143 kOe ve 122 kOe olduğu ve karşılık gelen lazerli örnek için sırasıyla 151 kOe ve 130 kOe olduğu bulundu. Yine bu örnekler için hesaplanan koherens uzunlukları referans örneği için $\zeta_{ab}(0) = 4,8$ nm ve lazerli örnek için $\zeta_{ab}(0) = 4,67$ nm olarak hesaplandı. Bu örnekler için hesaplanan aktivasyon enerjilerinden ise lazer işlemi ile belirgin oranda artış olduğu görüldü. Bu durumdan lazer işlemi sonucu, örneğin çivileme performansının arttığı anlaşıldı.

7. Örneklerin farklı sıcaklıklarda uygulanan manyetik alanın fonksiyonu olarak ölçülen manyetizasyon eğrileri incelendiğinde,

Örneklerin tümünün, tersinmez II. tip süperiletkenlerdeki manyetizasyonunun dış manyetik alana karşı değişimini gösteren $M(H)$ eğrileri ile aynı davranışı sergiledikleri gözlemlendi. Yüksek sıcaklıkta üretilen örneklerin manyetizasyon ilmek genişliklerinin tüm ölçüm sıcaklıklarında, düşük sıcaklıkta üretilen örneklerle kıyasla, arttığı gözlemlendi. Derinlik serisindeki örneklerde, puls şiddetindeki artışa paralel olarak artan derinlik miktarı ile ilmek genişliğinin 5 K'de önce belirgin oranda arttığı sonra ise azaldığı gözlemlendi. Yoğunluk serisindeki örneklerde, erimiş bölge yoğunluğu arttıkça manyetizasyon genişliklerinin 5 K'de önce arttığı sonra ise azaldığı görüldü. Farklı sıcaklıklarda üretilen ve yüzeyleri lazer ile taranan örneklerden düşük sıcaklıklarda üretilenlerde tüm ölçüm sıcaklıkları için lazer işlemi sonucu ilmek genişliği artarken, yüksek sıcaklıkta üretilen örneklerde tüm ölçüm sıcaklıklarında ilmek genişliğinde küçük bir daralma olduğu gözlemlendi.

Bu sonuçlardan, lazer ışık radyasyonu ile üretilen erimiş bölgelerde gerçekleşen yapısal yeniden düzenlenim ile indüklenen kusurların genel olarak düşük sıcaklıklarda çivileme merkezi olarak görevi yaptığı anlaşıldı.

8. Örneklerin farklı sıcaklıklardaki kritik akım yoğunluğu eğrilerinden,

Düşük sıcaklıkta üretilen örneklerde akı atlama gözlenmezken, yüksek sıcaklıkta üretilen örneklerde düşük ölçüm sıcaklıklarında ve düşük alan bölgesinde şiddetli akı atlama olduğu görüldü. Akı atlama yüksek sıcaklıkta üretilen örneklerde

gözlenmesinin, bu örneklerin manyetik alana karşı gösterdikleri yüksek J_c performansından kaynaklandığı anlaşıldı.

Lazerli örneklerin tümünde 5 K'deki J_c değerlerinde düşük alan bölgesinde akı atlaması gözlemlendi. Buradan, lazer ışık radyasyonunun düşük sıcaklık ve düşük alan bölgesinde örneklerin manyetik alana karşı kararsız bir yapı seğılemelerine neden olduğu anlaşıldı. Lazerli örnekler içinde en yüksek J_c artışı 5 K'de ve yüksek alan değerlerinde erimiş bölge derinliği ve yoğunluğu az olan örneklerde (S20 ve S100) gözlemlendi.

Farklı sıcaklıklarda sinterlenen örneklerden yüksek sıcaklıkta üretilenler için lazer işleminden sonra J_c değerinin tüm ölçüm sıcaklıklarında azaldığı gözlenirken düşük sıcaklıklarda üretilen örnekler için J_c değerinin tüm ölçüm sıcaklıklarında arttığı gözlemlendi.

Bu sonuçlardan, radyasyon etkisiyle oluşturulan erimiş bölgelerin belli bir derinliği ve çapı için yapıda oluşan kusurların çivileme merkezi olarak davrandıkları ancak erimiş bölge derinliği ve çapı arttıkça artan kusur yoğunluğunun J_c 'yi azaltıcı yönde etki ettiği görüldü. Ayrıca, lazer ışık radyasyonu ile çivileme merkezi oluşturmanın kullanılan puls enerjisine, puls tekrar sayısına ve spot hacmine bağlı olduğu kadar örneğin faz yapısına ve tane büyüklüğü gibi niceliklerine de bağlı olduğu anlaşıldı.

9. Örneklerin farklı sıcaklıklardaki alana bağlı çivileme kuvveti (F_p) eğrileri ile çivileme kuvvet yoğunluğu ($f_p(b)$) eğrileri incelendiğinde,

Yüksek sıcaklıkta üretilen örneklerin çivileme kuvveti değerleri, düşük sıcaklıkta üretilen örneklerden 10 kat daha fazla çıktı. Buradan, örnek kalitesinin sinterleme sıcaklığı ile arttığı anlaşıldı.

Erimiş bölge derinliği ve yoğunluğu az olan örneklerin çivileme kuvvetleri, örneklerin J_c artışına paralel olarak, referans örneğine kıyasla daha büyük çıktı. Bu örneklerde maksimum çivileme kuvvet değerlerinin yüksek alanlara doğru kayması örneklerin manyetik alana bağlı çivileme performanslarının iyileştiğini gösterdi. J_c değeri yüksek çıkan örneklerde $B > B_{mak}$ bölgesinde özellikle normal nokta ve $\Delta\kappa$ çivilemesinin görülmesi, referans örneklerinde ise daha çok yüzey çivilemesi ile nokta çivilemesinin baskın olması radyasyon ile örneklerin çivileme mekanizmalarının değiştiğini gösterdi.

Düşük sıcaklıkta üretilen örnekler için lazer işleminden sonra çivileme kuvveti artmasına rağmen çivileme mekanizması sabit kaldı. Bu örnekler için tüm sıcaklıklarda yüzey çivilemesinin baskın olduğu görüldü. Yüksek sıcaklıklarda üretilen örnekler için lazer işleminden sonra çivileme kuvveti azaldı. Bu örneklerde genel olarak nokta ve yüzey çivilemelerinin baskın olduğu görüldü.

Bu sonuçlardan, örneklerin çivileme kapasitesinin özellikle puls lazer ile radyasyona tabi tutulan örneklerde daha fazla arttığı anlaşıldı. Ayrıca, radyasyon sonucu örneklerin çivileme mekanizmalarının değiştiği ve yüksek alanlarda yüksek J_c gösteren örnekler için normal nokta ve $\Delta\kappa$ çivilemesinin görüldüğü belirlendi.

Tüm bu sonuçlar, uygun lazer parametreleri kullanıldığında MgB_2 örneklerde lazer ışık radyasyonu ile süperiletkenlik performansının artırılabilceğini gösterir.

5. ÖNERİLER

Bu çalışmada, MgB₂ külçe süperiletkeni ile lazer etkileşmesi incelendi. Literatür taraması yapıldığında, bu çalışmanın orijinal bir çalışma olduğu anlaşılır. Dolayısıyla bu tez çalışmasında incelenen konulara ek olarak MgB₂-lazer etkileşmesine dayanan pek çok yeni konu incelenebilir.

Aşağıda tez çalışması kapsamında araştırılan konuya ve yapılan ölçümlere ilaveten yapılabilecek diğer çalışmalar belirtilmiştir.

1. Bu çalışmada üretilen örneklerin tümünün direnç ölçümleri dış manyetik alan örnek yüzeylerine dik ve paralel uygulandığı durumlarda yapılabilir. Böylece, örneklerin her biri için üst kritik alan ve tersinmezlik alan değerleri belirlenip, koherens uzunluğu ve manyetik anizotropi oranı gibi mikroskobik parametreler ile aktivasyon enerjileri hesaplanabilir.

2. Çalışmada üretilen örneklerin manyetik alana bağlı manyetizasyon ölçümleri 10-14 T gibi yüksek manyetik alan altında gerçekleştirilebilir. Böylece lazer işleminin yüksek alandaki etkisi incelenebilir.

3. Çalışmada üretilen lazer işlemleri örneklerin ayrıntılı TEM analizleri yapılarak lazer ışık radyasyonundan sonra yapıda indüklenen kusurlar ve çeşitleri tespit edilebilir.

4. Örneklerin yüzeyine lazer uygulanarak oluşturulan erimiş bölge çapları çok büyük olduğu ve lazer işleminden sonra yüzey engebesi arttığı için, lazer işleminden sonra örnek yüzeyleri zımparalanarak daha küçük çapta erimiş bölgelerin olduğu alt katmanlara ve daha düzgün yüzeylere ulaşıp manyetik alana bağlı manyetizasyon ölçümleri yeniden gerçekleştirilebilir. Bu durumda örneklerin kritik akım yoğunluklarının artması muhtemeldir.

5. Bu çalışmada, lazer işleminin örneklerde akı atlamasını teşvik ettiği görülmüştür. Örneklerin yüzeylerinde oluşturulan erimiş bölgelerde manyetik akı sızması incelenerek radyasyon sonucu akı atlamasının nedenleri detaylı şekilde araştırılabilir.

6. Bu çalışma, Nd:YVO₄ nanosaniyeli puls üreten diyot pomplamalı lazer ile gerçekleştirildi. Daha kısa pulslar üreten femtosaniye ya da pikosaniye lazerler ile MgB₂ etkileşimi incelenebilir. Bu durumda uygun lazer parametreleri belirlenerek hem örnek yüzeyinde oluşturulan deformasyon azaltılabilir hem de daha kısa pulslar üretilip lazer

demetinin yüzeyden daha derinlere daha küçük çapta nüfuz etmesi sağlanabilir. Böylece, elde edilen örneklerin daha yüksek kritik akım yoğunluğu göstermeleri beklenir.

7. Bu çalışmada sabit tutulan lazer parametreleri de (çalışma frekansı gibi) değiştirilerek lazer-MgB₂ etkileşmesine hangi parametrelerin nasıl etki ettiği ayrıntılı incelenebilir.

8. Örnek yüzeylerine uygulanan lazer işlemi uygun bir maskeleme malzemesi kullanılarak yapılabilir. Bu durumda maskeleme malzemesi bir katkı (doping) malzemesi olarak kullanılabilir. Lazer işlemi uygulanarak hem MgB₂'ye katkı yapılması sağlanır hem de yapılan katkının sadece yüzeye homojen olarak dağılması sağlanabilir. Bilindiği gibi, süperakımlar örnek yüzeyinden akarlar. Katkı malzemesinin örnek hacminde değil örnek yüzeyinde olması sağlanarak kritik akım yoğunluğu artırılabilir.

9. Farklı kalınlıklardaki MgB₂ külçe örnekler ile lazer etkileşmesi incelenebilir.

10. Aynı üretim yöntemi ile üretilen ve farklı oranlarda Mg içeren MgB₂ örneklerin lazer ile etkileşimleri incelenebilir.

11. Farklı üretim yöntemleri ile üretilen MgB₂ örneklerin lazer ile etkileşimleri incelenebilir.

12. Lazer işlemleri reaktif ve reaktif olmayan gazlar ile oluşturulan ortam atmosferlerinde yapılabilir.

13. Lazer-MgB₂ etkileşmesi sadece külçe örneklerle sınırlandırılmayıp MgB₂'nin ince film ve şerit gibi formları için de bu etkileşme incelenebilir. Örneğin, lazer ile ince filmelere desenleme (litografi) yapılarak Josaphson eklemeleri gibi süperiletken elektroniği için uygulamalar yapılabilir.

6. KAYNAKLAR

- Akimitsu, J., 2001. Superconductivity of metallic boron in MgB_2 , Symposium on Transition Metal Oxides, January, Sendai, Japan.
- Akman, E., 2007. Ti6Al4V Titanyum Alaşımlarının Atımlı Nd:YAG Lazer Kullanılarak Kaynak Edilmesi ve Kaynak Parametrelerinin Belirlenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Kocaeli Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kocaeli.
- Aldica, G., Batalu, D., Popa, S., Ivan, I., Nita, P., Sakka, Y., Vasyilkiv, O., Miu, L., Pasuk, I. ve Badica, P., 2012. Spark plasma sintering of MgB_2 in the two-temperature route, Physica C, 477, 43–50.
- An, J. M. ve Pickett, W. E., 2001. Superconductivity of MgB_2 : Covalent Bonds Driven Metallic, Physical Review Letters, 86, 19, 4366-4369.
- Ansari, I. A., Shahabuddin, M., Alzayed, N. S., Vajpayee, A., Awana, V. P. S. ve Kishan, H., 2010. Enhancement of activation energy in nano diamond doped MgB_2 superconductor, Physica C, 470, 7-8, 369-372.
- Awana, V. P. S., Isobe, M., Singh, K. P., Takayama-Muromachi, E. ve Kishan, H., 2006. Fluxoid jump coupled high critical current density of nano- Co_3O_4 doped MgB_2 , Superconductor Science and Technology, 19, 6, 551-555.
- Awana, V. P. S., Vajpayee, A., Mudgel, M., Ganesan, V., Awasthi, A. M., Bhalla, G. L. ve Kishan, H., 2008. Physical property characterization of bulk MgB_2 superconductor, European Physical Journal B, 62, 281–294.
- Balamurugan, S., Nakamura, T., Osamura, K., Muta, I. ve Hoshino, T., 2004. Structural and superconducting properties of PIT processed sintered MgB_2/Fe wires, Physica C, 412-414, 1184-1188.
- Balducci, G., Brutti, S., Ciccio, A., Gigli, G., Manfrinetti, P., Palenzona, A., Butman, M. F. ve Kudin, L., 2005. Thermodynamics of the intermediate phases in the Mg-B system, Journal of Physics and Chemistry of Solids, 66, 292–297.
- Balents, L. ve Kardar, M., 1994. Disorder-induced unbinding of a flux line from an extended defect, Physical Review B, 49, 18, 13030-13048.
- Bardeen, J., Cooper, L. N. ve Schrieffer, J. R., 1957. Theory of Superconductivity, Physical Review, 108, 5, 1175-1204.
- Bäuerle, D., Denk, R., Pedarnig, J. D., Piglmayer, K., Heitz, J. ve Schrems, G., 2003. Perspectives of laser processing and chemistry, Applied Physics A, 77, 203-207.
- Bäuerle, D., 1996. Laser processing and chemistry, Second Edition, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, Germany.

- Bean, C. P., 1962. Magnetization of Hard Superconductors, Physical Review Letters, 8, 6, 250-253.
- Bednorz, J. G. ve Müller, K. A., 1986. Possible High- T_c Superconductivity in the Ba-La-Cu-O System, Zeitschrift für Physik B, 64, 189-193.
- Brown, M.S. ve Arnold, C.B., 2010. Laser Precision Microfabrication, Chapter 4: Fundamentals of Laser-Material Interaction and Application to Multiscale Surface Modification, Editörler: Sugioka, K., Meunier, M. ve Piqué, A., Springer Series in Materials Science, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Germany.
- Bud'ko, S. L., Lapertot, G., Petrovic, C., Cunningham, C. E., Anderson, N. ve Canfield, P. C., 2001. Boron isotope effect in superconducting MgB_2 , Physical Review Letters, 86, 1877-1880.
- Bugoslavsky, Y., Cohen, L. F., Perkins, G. K., Polichetti, M., Tate, T. J., Gwillian, R. ve Caplin, A. D., 2001. Enhancement of the high-magnetic-field critical current density of superconducting MgB_2 by proton irradiation, Nature, 411, 561-563.
- Buzea, C. ve Yamashita, T., 2001. Review of the superconducting properties of MgB_2 , Superconductor Science and Technology, 14, R115-R146.
- Campbell, A. M. ve Evetts, J. E., 1972. Flux Vortices and Transport Currents in Type II Superconductors, Advances in Physics, 21, 90, 199-428.
- Candan, L., 2008. Karbon-Fiber Takviyeli Kompozitler ve Polikarbonat Malzemelerin Lazerle Delme Parametrelerinin Belirlenmesi, Doktora Tezi, Kocaeli Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kocaeli.
- Canfield, P. C. ve Bud'ko, S. L., 2005. Low-Temperature Superconductivity is Warming Up, Scientific American, 292, 80-87.
- Canfield, P. C. ve Crabtree, G. W., 2003(a). Magnesium diboride: better late than never, Physics Today, 56, 3, 34-40.
- Caplin, A. D., Bugoslavsky, Y., Cohen, L. F. ve Perkins, G. K., 2004. The Current-Voltage Relationship in Crystals and Conductors, Physica C, 401, 1-6.
- Cavallin, T., Quarantiello, R., Matrone, A. ve Giunchi, G., 2006. Magnetic shielding of MgB_2 tubes in applied DC and AC field, Journal of Physics: Conference Series, 43, 1015-1018.
- Chang, W., 2005. Principles of Lasers and Optics, Cambridge University Press, New York, USA.
- Charschan, S., S., 1993. Guide to Laser Materials Processing, Laser Institute of America, USA.
- Chen, D. X. ve Goldfarb, R. B., 1989. Kim Model for Magnetization of Type-II Superconductors, Journal of Applied Physics, 66, 6, 2489-2500.

- Cheng, C. H., Zhang, H., Zhao, Y., Feng, Y., Rui, X. F., Munreo, P., Zeng, H. M., Koshizuka, N. ve Murakami, M., 2003. Doping effect of nano-diamond on superconductivity and flux pinning in MgB₂, Superconductor Science and Technology, 16, 1182-1186.
- Chichkov, B. N., Momma, C., Nolte, S., vonAlvensleben, F. ve Tunnermann, A., 1996. Femtosecond, picosecond and nanosecond laser ablation of solids, Applied Physics A- Material Science Processing, 63, 2, 109-115.
- Chikumoto, N., Yamamoto, A., Konczykowski, M. ve Murakami, M., 2002. Magnetization behavior of MgB₂ and the effect of high energy heavy-ion irradiation, Physica C, 378–381, 1, 466–469.
- Chikumoto, N., Yamamoto, A., Konczykowski, M. ve Murakami, M., 2003. Effect of heavy-ion irradiation on the pinning properties of MgB₂, Physica C, 388–389, 167–168.
- Choi, C. H., Roundy, D., Sun, H., Cohen, M. L. ve Louie, S. G., 2002. The origin of anomalous superconducting properties of MgB₂, Nature, 418, 758-760.
- Çelik, B., 2011. Nanosaniye Lazer Kullanarak PVC Malzeme Üzerinde Mikro Ölçekli Deliklerin Optimum Parametrelerinin Taguchi Metodu ile Belirlenmesi, Doktora Tezi, Kocaeli Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kocaeli.
- Çolpan, M. H., 2008. Lazer Gücünün Fonksiyonu Olarak Lazer Yüzey İşleme Üzerine Bir Çalışma, Yüksek Lisans Tezi, Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya.
- Dancer, C. E. J., Prabhakaran, D., Başoğlu, M., Yanmaz, E., Yan, H., Reece, M., Todd, R. I. ve Grovenor, C. R. M., 2009. Fabrication and properties of dense ex situ magnesium diboride bulk material synthesized using spark plasma sintering, Superconductor Science and Technology, 22, 9, 095003 (7s).
- Di Palma, T. M., Orlando, S., Giardini-Guidoni, A., Paul, A. J., Hastie, J. W. ve Mele, A., 1995. Composition and gas dynamics of laser ablated AlN plumes, Applied Surface Science, 86, 68-73.
- Dou, S. X., Braccini, V., Soltanian, S., Klie, R., Zhu, Y., Li, S., Wang, X. L. ve Larbalestier, D., 2004. Nanoscale-SiC doping for enhancing J_c and H_{c2} in superconducting MgB₂, Journal of Applied Physics, 96, 7549-7553.
- Dou, S. X., Pan, A. V., Zhou, S., Ionescu, M., Liu, H. K. ve Munroe, P. R., 2002. Substitution-induced pinning in MgB₂ superconductor doped with SiC nanoparticles, Superconductor Science and Technology, 15, 1587-1591.
- Dou, S. X., Wang, X. L., Horvat, J., Milliken, D., Li, A. H., Konstantinov, K., Collings, E. W., Sumption, M. D. ve Liu, H. K., 2001. Flux jumping and a bulk-to-granular transition in the magnetization of a compacted and sintered MgB₂ superconductor, Physica C, 361, 2, 79-83.

- Durán, A., Verdín, E., Galván, D. H., Romero-Salazar, C., Morales, F., Adem, E., Rickards, J., Maple, M. B., ve Escudero, R., 2008. Magnetic instability in irradiated MgB₂ dense samples, Journal of Applied Physics, 104, 093917 (6s).
- Durrell, J. H., Dancer, C. E. J., Dennis, A., Shi, Y., Xu, Z., Campbell, A. M., Hari Babu, N., Todd, R. I., Grovenor, C. R. M. ve Cardwell, D. A., 2012. A trapped field of >3 T in bulk MgB₂ fabricated by uniaxial hot pressing, Superconductor Science and Technology, 25, 11, 112002 (5s).
- Einstein, A., 1917. On the Quantum Theory of Radiation, Physikalische Zeitschrift, 18, 121–128.
- Eisterer, M., Zehetmayer, M., Tönies, S., Weber, H. W., Kambara, M., Hari Babu, N., Cardwell, D. A. ve Greenwood, L. R., 2002. Neutron irradiation of MgB₂ bulk superconductors, Superconductor Science and Technology, 15, 2, L9-L12.
- Eltsev, Yu., Lee, S., Nakao, K., Chikumoto, N., Tajima, S., Koshizuka, N. ve Murakami, M., 2002. Anisotropic superconducting properties of MgB₂ single crystals probed by in-plane electrical transport measurements, Physical Review B, 65, 140501, 1 - 4.
- Eyett, M., Bäuerle, D, Wersing, W. ve Thomann, H., 1987. Excimer-laser-induced etching of ceramic PbTI_{1-x}Zr_xO₃, Journal of Applied Physics, 64, 4, 1511-1514.
- Feng, Y., Zhou, L., Wen, J.G., Koshizuka, N., Sulpice, A., Tholence, J.L., Vallier, J.C. ve Monceau, P., 1998. Fishtail Effect, Magnetic Properties and Critical Current Density of Gd-Added PMP YBCO, Physica C, 297, 1-2, 75-84.
- Gao, L., Xue, Y. Y., Chen, F., Xiong, Q., Meng, R. L., Ramirez, D. ve Chu, C. W., 1994. Superconductivity up to 164 K in HgBa₂Ca_{m-1}Cu_mO_{2m+2+δ} (m=1,2,3) under quasihydrostatic pressures, Physical Review B, 50, 6, 4260-4263.
- Gasparov, V. A., Sidorov, N. S., Zver'kova, I. I. ve Kulakov, M. P., 2001. Electron Transport in Diborides: Observation of Superconductivity in ZrB₂, Journal of Experimental and Theoretical Physics Letters, 73, 10, 532-535.
- Ginzburg, V. L., Kirznits, D. A. ve Birman, J. L., 1982. High-Temperature Superconductivity, Consultant Bureau, Plenum, New York, USA.
- Giunchi, G., 2003. High Density MgB₂ Obtained By Reactive Liquid Mg Infiltration, International Journal of Modern Physics B, 17, 04n06, 453-460.
- Giunchi, G., Albisetti, A. F., Malpezzi, L., Saglietti, L. ve Perini, E., 2011. High Performance Bulk MgB₂ Obtained by the Reactive Mg-Liquid Infiltration Process: New Advancements and Solutions, Proceedings of 2011 IEEE International Conference on Applied Superconductivity and Electromagnetic Devices, Sydney, Australia, December 14-16, 2011.
- Giunchi, G., Ceresara, S., Ripamonti, G., Chiarelli, S. ve Spadoni, M., 2003. MgB₂ Reactive Sintering From the Elements, IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 13, 2, 3060-3063.

- Giunchi, G., Ripamonti, G., Cavallin, T. ve Bassani, E., 2006. The reactive liquid Mg infiltration process to produce large superconducting bulk MgB₂ manufactures, Cryogenics, 46, 2-3, 237–242.
- Giunchi, G., Ripamonti, G., Raineri, S., Botta, D., Gerbaldo, R. ve Quarantiello, R., 2004. Grain size effects on the superconducting properties of high density bulk MgB₂, Superconductor Science and Technology, 17, S583–S588.
- Goca, N., 1993. Optik, Çeviren: Çakır, C., Aktif Yayınevi, Erzurum.
- Gozzelino, L., Agostino, A., Gerbaldo, R., Ghigo, G. ve Laviano, F., 2012. Magnetic shielding efficiency of superconducting/ferromagnetic systems, Superconductor Science and Technology, 25, 11, 115013 (5s).
- Gozzelino, L., Minetti, B., Gerbaldo, R., Ghigo, G., Laviano, F., Lopardo, G., Giunchi, G., Perini, E., Cavallin, T. ve Mezzetti, E., 2007. Pinning properties in pure and SiC doped MgB₂ bulk obtained by reactive Mg liquid infiltration technique, Physica C, 460-462, 1, 604-605.
- Gozzelino, L., Minetti, B., Gerbaldo, R., Ghigo, G., Laviano, F., Lopardo, G., Plapcianu, C., Agostino, A., Cagliero, S., Truccato, M., Zilberti, L. ve Mezzetti, E., 2011. Magnetic Characterization of MgB₂ Bulk Superconductor for Magnetic Field Mitigation Solutions, Journal of Superconductivity and Novel Magnetism, 24, 307–312.
- Grinenko, V., Krasnoperov, E. P., Stoliarov, V. A., Bush, A. A. ve Mikhajlov, B. P., 2006. Superconductivity in porous MgB₂, Solid State Communications, 138, 461–465.
- Gümbel, A., Eckert, J., Fuchs, G., Nenkov, K., Müller, K.-H. ve Schultz, L., 2002. Improved superconducting properties in nanocrystalline bulk MgB₂, Applied Physics Letters, 80, 15, 2725-2727.
- Gümbel, A., Perner, O., Eckert, J., Fuchs, G., Nenkov, K., Müller, K.-H. ve Schultz, L., 2003. High Density Nanocrystalline MgB₂ Bulk Superconductors with Improved Pinning, IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 13, 2, 3064-3067.
- Han, J. ve Li, Y., 2011. Lasers-Applications in Science and Industry, Chapter 6: Interaction between Pulsed Laser and Materials, Editör: Jakubczak, K., InTech.
- Heitz, J., Wang, X. Z., Schwab, P., Bäuerle, D. ve Schultz, L., 1990. KrF laser-induced ablation and patterning of Y-Ba-Cu-O films, Journal of Applied Physics, 68, 5, 2512-2514.
- Higuchi, T., Yoo, S. I. ve Murakami, M., 1999. Comparative study of critical current densities and flux pinning among a flux-grown NdBa₂Cu₃O_y single crystal, melt-textured Nd-Ba-Cu-O, and Y-Ba-Cu-O bulks, Physical Review B, 59, 2, 1514-1527.

- Hinks, D. G., Claus, H. ve Jorgensen, J. D., 2001. The complex nature of superconductivity in MgB₂ as revealed by the reduced total isotope effect, Nature, 411, 457-460.
- Hinks, D. G., Jorgensen, J. D., Zheng, H. ve Short, S., 2002. Synthesis and Stoichiometry of MgB₂, Physica C, 382, 2-3, 166-176
- Hossain, M. S. A., Kim, J. H., Xu, X., Wang, X. L. ve Dou, S. X., 2008. Effect of sintering temperature on structural defects and superconducting properties in MgB₂ + C₄H₆O₅, Journal of Physics: Conference Series, 97, 012066 (6s).
- Hotta, K., Miyazawa, H., Furuya, S. ve Hirose, H., 2005. Preparation of superconductive layer on the press formed bulk from Bi system superconductor powder by laser irradiation, Physica C, 426-431, 1, 568-572.
- Hotta, K., Miyazawa, H., Ogue, T., Nihei, K., Wu, P., Sugawara, K. ve Hirose, H., 2001. Effect of laser beam irradiation on the surface of the bulk of press formed superconductor powder, Physica C, 357-360, 1, 654-656.
- Iavarone, M., Karapetrov, G., Koshelev, A. E. Kwok, W. K., Crabtree, G.W. ve Hinks, D.G., 2002. Two-Band Superconductivity in MgB₂, Physical Review Letters, 89, 18, 187002 (4s).
- Ifflander, R., 2001. Solid-State Lasers for Materials Processing, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, Germany.
- Jones, M. E. ve Marsh, R. E., 1954. The Preparation and Structure of Magnesium Boride, MgB₂, Journal of the American Chemical Society, 76, 1434-1436.
- Jorgensen, J. D., Hinks, D. G. ve Short, S., 2001. Lattice properties of MgB₂ versus temperature and pressure, Physical Review B, 63, 224522 (5s).
- Junga, C. U. ve Lee, S.-I., 2007. Effect of unreacted Mg on the pinning properties of MgB₂, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 310, 2, 501–503.
- Kamihara, Y., Watanabe, T., Hirano, M. ve Hosono, H., 2008. Iron-Based Layered Superconductor La[O_{1-x}F_x]FeAs (x=0.05-0.12) with T_c=26 K, Journal of the American Physical Society, 130, 11, 3296-3297.
- Katsura, Y., Yamamoto, A., Ueda, S., Iwayama, I., Horii, S., Shimoyama, J. ve Kishio, K., 2007. Flux pinning properties of undoped ve C-doped MgB₂ bulk with controlled grain sizes, Physica C, 460-462, 1, 572-573.
- Kayed, T. S., Ercan, İ. ve Alagha, O., 2013. γ Irradiation of bulk MgB₂ superconductor, Journal of Superconductivity and Novel Magnetism, 26, 3419-3422.
- Kazakov, S. M., Puzniak, R., Rogacki, K., Mironov, A. V., Zhigadlo, N. D., Jun, J., Soltmann, C., Batlogg, B. ve Karpinski, J., 2005. Carbon substitution in MgB₂ single crystals: Structural and superconducting properties, Physical Review B, 71, 024533 (10s).

- Kim, H. J., Kang, W. N., Choi, E. M., Kim, M. S., Kim, K. H. P. ve Lee, S. I., 2001(a). High current-carrying capability in c-axis-oriented superconducting MgB₂ thin films, Physical Review Letters, 87, 087002.
- Kim, J. H., Yeoh, W. K., Xu, X., Dou, S. X., Munroe, P., Rindfleisch, M. ve Tomsic, M., 2006. Superconductivity of MgB₂ with embedded multiwall carbon nanotube, Physica C, 449, 2, 133-138.
- Kimishima, Y., Takami, S., Okuda, T., Uehara, M., Kuramoto, T. ve Sugiyama, Y., 2007. Complete flux jump in bulk MgB₂ sintered under high pressure, Physica C, 463-465, 281-285.
- King, R. B., 2002. Chemical bonding topology of superconductors. 5. The similarities between magnesium diboride and cuprate superconductors and the role of subvalent magnesium, Polvhedron, 21, 2347-2350.
- Knowles, M. R. H., Rutterford, G., Karnakis, D. ve Ferguson, A., 2007. Micro-machining of metals, ceramics and polymers using nanosecond lasers, International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 33, 1-2, 95-102.
- Koechner, W. ve Bass, M., 2003. Solid-State Lasers: A Graduate Text, Springer-Verlag, New-York, USA.
- Kools, J. C. S, Brongersma, S. H., van de Riet, E. ve Dieleman, J., 1991. Concentrations and Velocity Distributions of Positive Ions in Laser Ablation of Copper, Applied Physics B, 53, 125-130.
- Kortus, J., Mazin, II, Belashchenko, K. D., Antropov, V. P. ve Boyer, L. L., 2001. Superconductivity of Metallic Boron in MgB₂, Physical Review Letters, 86, 20, 4656-4659.
- Kovac, P., Husek, I., Melisek, T., Grivel, J.C., Pachla, W., Strbik V., Diduszko, R., Homeyer, J. ve Andersen, N.H., 2004. The role of MgO content in *ex situ* MgB₂ wires, Superconductor Science and Technology, 17, 10, L41-L46.
- Larbalestier, D., Gurevich, A., Feldmann, D. M. ve Polyanskii, A., 2001. High-T_c superconducting materials for electric power applications Nature (London), 414, 368-377.
- Lee, S. Y., Yoo, S. I., Kim, Y. W., Hwang, N. M. ve Kim, D. Y., 2003. Preparation of Dense MgB₂ Bulk Superconductors by Spark Plasma Sintering, Journal of the American Ceramic Society, 86, 10, 1800–802.
- Li, W., 2010. Explorations of superconductivity mechanism and high critical current performance of MgB₂, PhD Thesis, Wollongong University, Institute of Superconducting & Electronic Materials, Faculty of Engineering, Australia,
- Liao, X. Z., Serquis, A., Zhu, Y. T., Peterson, D. E., Mueller, F. M. ve Xu, H. F., 2004. Strain effect on the critical superconducting temperature of MgB₂, Superconductor Science and Technology, 17, 8, 1026–1030.

- Lim, J. H., Shim, H. H., Choi, J. H., Park, J. H., Kim, W., Joo, J. ve Joong Kim, C., 2009. Effects of nano-carbon doping and sintering temperature on microstructure and properties of MgB_2 , Physica C, 469, 15-20, 1182-1185.
- Liu, C. F., Yan, G., Du, S. J., Xi, W., Feng, Y., Zhang, P. X., Wu, X. Z. ve Zhou, L., 2003. Effect of Heat Treatment Temperatures on Density and Porosity in MgB_2 Superconductor, Physica C, 386, 603-606.
- Liu, H.C., Mao, X.L., Yoo, J.H. ve Russo, R.E., 1999. Early phase laser induced plasma diagnostics and mass removal during single-pulse laser ablation of silicon, Spectrochimica Acta B, 54, 11, 1607-1624.
- Liu, Z. K., Schlom, D. G., Li, Q. ve Xi, X. X., 2001. Thermodynamics of the Mg-B system: Implications for the deposition of MgB_2 thin films, Applied Physics Letters, 78, 3678-3680.
- Locci, A. M., Orru, R., Cao, G., Sanna, S., Congiu, F. ve Concas, G., 2006. Synthesis of Bulk MgB_2 Superconductors by Pulsed Electric Current, AIChE Journal, 52, 7, 2618-2626.
- London, F. ve London, H., 1935. The Electromagnetic Equations of the Superconductor, Proceeding of the Royal Society of London A, 149, 866, 71-88.
- Lorenz, B., Perner, O., Eckert, J. ve Chu, C. W., 2006. Superconducting properties of nanocrystalline MgB_2 , Superconductor Science and Technology, 19, 9, 912-915.
- Lunney, J.G. ve Jordan, R., 1998. Pulsed laser ablation of metals, Applied Surface Science, 127-129, 941-946.
- Luticiv, R., Plewa, J., Vasyuk, M., Solski, I., Vashook, V., Tolochko, O., Munser, N. ve Altenburg, H., 2002. Improvement of HTSC-materials by treatment with laser, Physica C, 372-376, 2, 1195-1199.
- Ma, Z. Q. ve Liu, Y. C., 2011. Low-temperature synthesis of MgB_2 superconductors, International Materials Reviews, 56, 5-6, 267-286.
- Ma, Z., Liu, Y., Cai, Q. ve Yu, L., 2013. Significant improvement in the critical current density of MgB_2 bulks in situ sintered at low temperature by excess Mg addition, Physica C, 496, 49-52.
- Majumdar, J., D. ve Manna, I., 2003. Laser Processing of Materials, Sadhana Academy Proceedings in Engineering Sciences, 28, 3&4, 495-562.
- Martinelli, A., Tarantini, C., Lehmann, E., Manfrinetti, P., Palenzona, A., Pallecchi, I., Putti, M. ve Ferdeghini, C., 2008. Direct TEM observation of nanometric-sized defects in neutron-irradiated MgB_2 bulk and their effect on pinning mechanisms, Superconductor Science and Technology, 21, 1, 012001 (4s).

- Mazin, I. I., Andersen, O. K., Jepsen, O., Dolgov, O. V., Kortus, J., Golubov, A. A., Kuzmenko, A. B. ve van der Marel, D., 2002. Superconductivity in MgB₂: Clean or Dirty?, Physical Review Letters, 89, 10, 107002 (4s).
- Mazin, I. I. ve Antropov, V. P., 2003. Electronic structure, electron-phonon coupling and multiband effects in MgB₂, Physica C, 385, 49-65.
- Meissner, W. H. ve Ochsenfeld, R., 1933. Upper Critical Field of High T_c Superconducting Y-Ba-Cu-O, Nature, 132, 931-935.
- Mezzetti, E., Botta, D., Cherubini, R., Chiodoni, A., Gerbaldo, R., Ghigo, G., Giunchi, G., Gozzelino, L. ve Minetti, B., 2002. Low energy proton irradiation on MgB₂ bulk, Physica C, 372–376, 2, 1277–1282.
- Mijatovic, D., 2004. MgB₂ Thin Films and Josephson Devices, PhD Thesis, University of Twente, Enschede, the Netherlands.
- Milonni, P. W., Eberly, J.H., 2006. Lazerler, Çeviren: Okur, İ., Değişim Yayınları, İstanbul.
- Modica, M., Angius, S., Bertora, L., Damiani, D., Marabotto, M., Nardelli, D., Perrella, M., Razeti, M. ve Tassisto, M., 2007. Design, Construction and Tests of MgB₂ Coils for the Development of a Cryogen Free Magnet, IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 17, 2, 2196–2199.
- Monticone, E., Rajteri, M., Portesi, C., Bodoardo, S. ve Gonnelli, R. S., 2003. MgB₂ Superconducting Films for Bolometer Applications, IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 13, 2, 3242-3244.
- Mori, H., Lee, S., Yamamoto, A., Tajima, S. ve Sato, S., 2002. Electron density distribution in a single crystal of Mg_{1-x}B₂ [x=0.045(5)], Physical Review B, 65, 092507 (5s).
- Nagamatsu, J., Nakagawa, N., Muranaka, T., Zenitani, Y. ve Akimitsu, J., 2001. Superconductivity at 39 K in magnesium diboride, Nature, 410, 63-64.
- Nakamura, T., Nishio, H., Amemiya, N., Kajikawa, K. ve Wakuda, T., 2012. Performance of Induction/Synchronous Motor Having MgB₂ Cage Windings for Liquid Hydrogen Circulation Pump, IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 22, 3, 5200404 (4s).
- Narozhnyi, V. N., Fuchs, G., Handstein, A., Gümbel, A., Eckert, J., Nenkov, K., Hinz, D., Gutfleisch, O., Walte, A., Bogacheva L. N., Kostyleva, I. E., Müller, K.-H. ve Schultz, L., 2002. Comparative Study of Dense Bulk MgB₂ Materials Prepared by Different Methods, Journal of Superconductivity: Incorporating Novel Magnetism, 15, 6, 599-601.
- Obaidat, I. M., Albiss, B. A., Gharaibeh, M. ve Hasan, M. K., 2009. Enhancing the pinning strengths in polycrystalline MgB₂, Crystal Research and Technology, 44, 3, 281 – 285.

- Obaidat, I. M. ve Albiss, B. A., 2008. Correlation between the residual resistivity ratio and the powerlaw of the normal-state resistivity in MgB₂, Crystal Research and Technology, 43, 1, 83 – 86.
- Obaidat, I. M., Goeckner, H. P., Albiss, B. A. ve Kouvel, J. S., 2008. Point and extended defects in superconductors, Crystal Research and Technology, 43, 8, 837-844.
- Okayasu, S., Ikeda, H. ve Yoshizaki, R., 2002 (b). Electron irradiation effects on MgB₂ bulk samples, Physica C, 378–381, 1, 462–465.
- Okayasu, S., Sasase, M., Hojou, K., Chimi, Y., Iwase, A., Ikeda, H., Yoshizaki, R., Kambara, T., Sato, H., Hamatani, Y. ve Maeda, A., 2002 (a). Irradiation effects on MgB₂ bulk samples and formation of columnar defects in high-T_c superconductor, Physica C, 382, 1, 104–107.
- Okutomi, M., Nomura, H., Tsukamoto, T., Dahotre, N. B. ve Shen, H., 2000. Surface modification and characterization of functional oxide ceramics using CO₂ laser, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 169, 6-11.
- Onnes, H. K., 1911. Superconductivity and Magnetism, Comm. Phys. Lab. Univ. Leiden, 119-120.
- Palstra, T. T. M., Batlogg, B., van Dover, R. B., Schneemeyer, L. F. ve Waszczak, J. V., 1989. Critical current and thermally activated flux motion in high-temperature superconductors, Applied Physics Letters, 54, 8, 763-765.
- Palstra, T. T. M., Batlogg, B., van Dover, R. B., Schneemeyer, L. F. ve Waszczak, J. V., 1990. Dissipative flux motion in high-temperature superconductors, Physical Review B, 41, 10, 6621-6632.
- Park, J. ve Ahn, J. H., 2012. Superconducting Properties of Spark Plasma Sintered MgB₂, Reviews on advanced materials science, 28, 181-184.
- Patel, A., Palka, R. ve Glowacki, B. A., 2012. New bulk – bulk superconducting bearing concept using additional permanent magnets, PRZEGLĄD ELEKTROTECHNICZNY (Electrical Review), ISSN 0033-2097, R. 88 NR 6/2012, 108-110.
- Perini, E., Ginocchio, S., Giunchi, G., Gambardella, U., Pace, S., Matrone, A., Quarantiello, R., Cavaliere, V. ve Cavallin, T., 2007. The Magnetic Characterization of a MgB₂ Superconducting Hollow Cylinder, at Variable Temperatures up to T_c, IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 17, 2, 2730-2733.
- Perini, E., Giunchi, G., Saglietti, L., Albisetti, A. F., Matrone, A. ve Cavaliere, V., 2011. Magnetic Field Trapping in MgB₂ Bulks and Inserts, IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 21, 3, 2690-2693.

- Perner, O., Eckert, J., Haßler, W., Fischer, C., Müller, K.-H., Fuchs, G., Holzapfel, B. ve Schultz, L., 2004. Microstructure and impurity dependence in mechanically alloyed nanocrystalline MgB₂ superconductors, Superconductor Science and Technology, 17, 10, 1148–1153.
- Perner, O., Haßler, W., Eckert, J., Fischer, C., Mickel, C., Fuchs, G., Holzapfel, B. ve Schultz, L., 2005. Effects of oxide particle addition on superconductivity in nanocrystalline MgB₂ bulk samples, Physica C, 432, 1-2, 15–24.
- Pol, V. G., Pol, S. V., Felner, I. ve Gedanken, A., 2006. Critical current density in the MgB₂ nanoparticles prepared under autogenic pressure at elevated temperature, Chemical Physics Letters, 433, 115–119.
- Prikhna, T. A., Gawalek, W., Surzhenko, A. B., Moshchil, V. E., Sergienko, N. V., Savchuk, Ya. M., Melnikov, V. S., Nagorny, P. A., Habisreuther, T., Dub, S. N., Wendt, M., Litzkendorf, D., Dellith, J., Schmidt, Ch., Krabbes, G. ve Vlasenko, A.V., 2002. High-pressure synthesis of MgB₂ with and without tantalum additions, Physica C, 372–376, 3, 1543–1545.
- Prikhna, T., Gawalek, W., Savchuk, Y., Soldatov, A., Sokolovsky, V., Eisterer, M., Weber, H. W., Noudem, J., Serga, M., Turkevich, V., Tompsic, M., Tkach, V., Danilenko, N., Goldacker, W., Karau, F., Fesenko, I., Rindfleisch, M., Dellith, J., Wendt, M., You, S., Meerovich, V., Dub, S., Moshchil, V., Sergienko, N., Kozyrev, A., Habisreuther, T., Schmidt, C., Litzkendorf, D., Nagorny, P. ve Sverdun, V., 2011. Effects of High Pressure on the Physical Properties of MgB₂, Journal of Superconductivity and Novel Magnetism, 24, 137–150.
- Prikhna, T., Moshchil, V., Dub, S., Nagorny, P., Borimsky, A., Gawalek, W., Habisreuther, T., Sandiumenge, F., Surzhenko, A., Melnikov, V., Kovylayev, V. ve Shaetzle, P., 2000. Functional Materials: EUROMAT99, Editörler: Grassie, K., Teuckhoff, E., Wegner, G., Haußelt, J. ve Hanselka, H., 13, 153-158, Wiley-VCH Verlag GmbH, Weinheim, Germany.
- Putti, M., Vaglio, R. ve Rowell, J. M., 2008. Radiation effects on MgB₂: a review and a comparison with A15 superconductors, Superconductor Science and Technology, 21, 043001 (25s).
- Rabbers, J. J., Oomen, M. P., Bassani, E., Ripamonti, G. ve Giunchi, G., 2010. Magnetic shielding capability of MgB₂ Cylinders, Superconductor Science and Technology, 23, 12, 125003 (4s).
- Ropp, R. C., 2013. Encyclopedia of the Alkaline Earth Compounds, 486, Elsevier, Spain.
- Roul, B. K., 1993. Magnetic and transport critical current density of laser-irradiated Sm-Ba-Cu-O superconductor at 4.2 K, Journal of Superconductivity, 6, 2, 93-98.
- Rubahn, H. G., 1999. Laser Applications in Surface Science and Technology, John Wiley & Sons Ltd, Great Britain.
- Russo, R.E., Mao, X., Liu, H., Gonzalez, J. ve Mao, S. S., 2002. Laser ablation in analytical chemistry-a review, Talanta, 57, 3, 425-451.

- Sandu, V., Aldica, G., Damian, R., Guo, Z. C. ve Suo, H. L., 2013. One-Step Synthesis and Sintering of MgB_2 by Spark Plasma Sintering, Journal of Superconductivity and Novel Magnetism, 26, 361–369.
- Sandu, V., Aldica, G., Popa, S., Badica, P., Cimpoiasu, E., Dumitrache, F. ve Sandu, E., 2011. Transport properties of superconducting MgB_2 composites with carbon-encapsulated Fe nanospheres, Journal of Applied Physics, 110, 123921.
- Schober, H., Renker, B. ve Heid, R., 2002. Unravelling superconductivity in MgB_2 , The Institut Laue-Langevin Scientific Coordination Office, Annual Report, France.
- Sekkina, M. M. A ve Elsabawy, K. M., 2004. High energy Nd-laser irradiation effect on optimally co-doped terbium-neodymium BPSCCO bismuth cuprate superconductor, Physica C, 402, 3, 303-308.
- Sekkina, M. M. A., ve Elsabawy, K. M., 2002. Two dimensional γ -irradiations for promoted structural properties of MgB_2 superconductors, Physica C, 377, 4, 411-415.
- Semwogerere, D. ve Weeks, E. R., 2005. Encyclopedia of Biomaterials and Biomedical Engineering, Confocal Microscopy, Taylor & Francis, USA.
- Sen, S., Aswal, D. K, Singh, A., Chandrasekhar Rao, T. V., Muthe, K. P., Vyas, J. C., Gupta, L. C., Gupta, S. K. ve Sahni, V. C., 2002. Preparation and Characterization of MgB_2 Superconductor, Pramana-Journal of Physics, 58, 867-870.
- Serquis, A., Liao, X. Z., Civale, L., Zhu, Y. T., Coulter, J. Y., Peterson, D. E. ve Mueller, F. M., 2003. The Influence of Structural Defects on Intra-Granular Critical Currents of Bulk MgB_2 , IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 13, 2, 3068-3071.
- Serquis, A., Liao, X. Z., Zhu, Y. T., Coulter, J. Y., Huang, J. Y., Willis, J. O., Peterson, D. E., Mueller, F. M., Moreno, N. O., Thompson, J. D., Nesterenko, V. F. ve Indrakanti, S. S., 2002. Influence of microstructures and crystalline defects on the superconductivity of MgB_2 , Journal of Applied Physics, 92, 1, 351-356.
- Serquis, A., Zhu, Y. T., Peterson, E. J., Coulter, J. Y., Peterson, D. E. ve Mueller, F. M., 2001. Effect of lattice strain and defects on the superconductivity of MgB_2 , Applied Physics Letters, 79, 26, 4399-4401.
- Shi, Q. Z., Liu, Y. C., Zhao, Q. ve Ma, Z. Q., 2008. Phase formation process of bulk MgB_2 analyzed by differential thermal analysis during sintering, Journal of Alloys and Compounds, 458, 553-557.
- Shields, T. C., Kawano, K., Holdom, D. ve Abell, J. S., 2002. Microstructure and superconducting properties of hot isostatically pressed MgB_2 , Superconductor Science and Technology, 15, 2, 202–205.

- Shigeta, I., Abiru, T., Abe, K., Nishida, A. ve Matsumoto, Y., 2003. Temperature and field dependence of magnetization of MgB₂ polycrystals, Physica C, 392-396, 1, 359-363.
- Shinohara, K., Futatsumori, T. ve Ikeda, H., 2008. Effect of a hot-press method on the critical current density of MgB₂ bulk samples, Physica C, 468, 15-20, 1369–1371.
- Silfvast, W. T., 2008. Laser Fundamentals, Second Edition, Cambridge University Press, USA.
- Soltanian, S., Horvat, J., Wang, X. L., Munroe, P. ve Dou, S. X., 2003. Effect of nano-carbon particle doping on the flux pinning properties of MgB₂ superconductor, Physica C, 390, 3, 185-190.
- Steen, W. M., 2003. Laser Material Processing, Third Edition. Springer-Verlag, USA.
- Stenvall, A., 2008. An Electrical Engineering Approach to the Stability of MgB₂ Superconductor, PhD Thesis, Tampereen Teknillinen Yliopisto, Tampere University of Technology, Finland.
- Suzuki, S., Higai, S. ve Nakao, K., 2001. Two-Dimensional σ -Hole Systems in Boron Layers: A First-Principles Study on Mg_{1-x}Na_xB₂ and Mg_{1-x}Al_xB₂, Journal of the Physical Society of Japan, 70, 5, 1206-1209.
- Tanaka, H., Yamamoto, A., Shimoyama, J., Ogino, H. ve Kishio, K., 2012. Strongly connected ex situ MgB₂ polycrystalline bulks fabricated by solid-state self-sintering, Superconductor Science and Technology, 25, 11, 115022 (7s).
- Tarantini, C., Aebbersold, H. U., Bernini, C., Braccini, V., Ferdeghini, C., Gambardella, U., Lehmann, E., Manfrinetti, P., Palenzona, A., Pallecchi, I., Vignolo, M. ve Putti, M., 2007. Neutron irradiation on MgB₂, Physica C, 463-465, 211-215.
- Thompson, J. R., Paranthaman, M., Christen, D. K., Sorge, K. D., Kim, H. J. ve Ossandon, J. G., 2001. High temporal stability of supercurrents in MgB₂ materials, Superconductor Science and Technology, 14, L17-L20.
- Tinkham, M., 1996. Introduction to Superconductivity, Second Edition, Mc Graw-Hill Book Co., New York, USA.
- Tokarev, V., N., Lopez, J., Lazare, S. ve Weisbuch, F., 2003. High-Aspect-Ratio Microdrilling of Polymers with UV Laser Ablation: Experiment with Analytical Model, Applied Physics A, 76, 3, 385-396.
- Tomsic, M., Rindfleisch, M., Yue, J., McFadden, K., Phillips, J., Sumption, M. D., Bhatia, M., Bohnenstiehl, S. ve Collings, E. W., 2007. Overview of MgB₂ Superconductor Applications, International Journal of Applied Ceramic Technology, 4, 3, 250–259.
- Tonouchi, M., 2002. Optical magnetic flux generation in superconductor, PRAMANA-Journal of Physics, 58, 5-6, 1153-1157.

- Toulemonde, P., Musolino, N., Suo, H. L. ve Flukiger, R., 2002. Superconductivity in High-Pressure Synthesized Pure and Doped MgB₂ Compounds, Journal of Superconductivity: Incorporating Novel Magnetism, 15, 6, 613-619.
- Townes, C. H., 1964. Production of coherent radiation by atoms and molecules, Nobel Lecture, 58-86.
- Tsirelson, V., Stash, A., Kohout, M., Rosner, H., Mori, H., Sato, S., Lee, S., Yamamoto, A., Tajima, S. ve Grin, Y., 2003. Features of the electron density in magnesium diboride: reconstruction from X-ray diffraction data and comparison with TB-LMTO and FPLO calculations, Acta Crystallographica Section B-Structural Science, 59, 575-583.
- URL-1, <http://www.dr-huso.com/makale/makale95.htm>, 27 Mayıs 2014
- URL-2, <http://home.ku.edu.tr/~asennar/2010-BT-3.pdf>, 16 Mart 2014.
- URL-3, <http://www.bylaser.com.au/live/content/view/3/3/>, 11 Mart 2006.
- URL-4, <http://latarum.kou.edu.tr/dokumanlar.html>, 20 Nisan 2006.
- URL-5, http://en.wikipedia.org/wiki/Solid-state_laser, 21 Haziran 2013.
- URL-6, http://www.rp-photonics.com/vanadate_lasers.html, 21 Haziran 2013.
- URL-7, http://tr.wikipedia.org/wiki/Lazer#Kullan.C4.B1m_alanlar.C4.B1, 15 Temmuz 2013.
- URL-8, http://www.qdusa.com/sitedocs/appNotes/vsmappnote_5-09.pdf, 28 Ocak 2014
- Vajpayee, A., Awana, V. P. S., Bhalla, G. L. ve Kishan, H., 2008. Superconductivity of the bulk MgB₂ + nano(n)-SiC composite system: a high field magnetization study, Nanotechnology, 19, 125708.
- Varghese, N., Vinoda, K., Rao, A., Kuo, Y.K. ve Syamaprasada, U., 2009. Enhanced superconducting properties of bulk MgB₂ prepared by in situ Powder-In-Sealed-Tube method, Journal of Alloys and Compounds, 470, 63-66.
- Verdin, E., Romero, C., Morales, F., Escudero, R., Adem, E., Rickards, J., Duran, A., Galvan, D. H. ve Maple, M. B., 2007. Flux jumps in irradiated MgB₂ dense samples, Revista Mexicana Fisica S, 53, 7, 7-11.
- Verhaeghe, G. ve Hilton, P., 2005. The Effect of Spot Size and Laser Beam Quality on Welding Performance When Using High-Power Continuous Wave Solid-State Lasers, In: Proc. ICALEO conference, Miami, Florida, LIA.
- Vinod, K., 2010. Studies on development of MgB₂ superconductor with improved in-field critical current density, PhD Thesis, Cochin University of Science and Technology (CUSAT), Kerala, India.

- Wang, X. L., Soltanian, S., James, M., Qin, M. J., Horvat, J., Yao, Q. W., Liu, H. K. ve Dou, S. X., 2004. Significant enhancement of critical current density and flux pinning in MgB₂ with nano-SiC, Si and C doping, Physica C, 408-410, 63-67.
- Wang, X. L., Zhou, S. H., Qin, M. J., Munroe, P. R., Soltanian, S., Liu, H. K. ve Dou, S. X., 2003. Significant enhancement of flux pinning in MgB₂ superconductor through nano-Si addition, Physica C, 385, 4, 461-465.
- Weber, J. M., 1999. Handbook of Laser Wave Lengths, CRC Press, LLC, USA.
- Weckman, D., C., Kerr, H., W. ve Liu, J., T., 1997. The Effects of Process Variables on Pulsed Nd:YAG Laser Spot Welds: Part II. AA 1100 Aluminum and Comparison to AISI 409 Stainless Steel, Metallurgical and Materials Transactions B, 28, 4, 687-700.
- Willis E. L. ve Retherford, R. C., 1947. Fine Structure of the Hydrogen Atom by a Microwave Method, Physical Review, 72, 3, 241-243.
- Wu, M. K., Ashburn, J. R., Torng, C. J., Hor, P. H., Meng, R.L., Gao, L., Huang, Z. J., Wang, Y. Q. ve Chu, C. W., 1987. Superconductivity at 93 K in a New Mixed-Phase Y-Ba-Cu-O Compound System at Ambient Pressure, Physical Review Letters, 58, 9, 908-910.
- Xiao, H., Peng, W., Song, W. H., Ma, R. C., Zhang, L., Du, J. J. ve Sun, Y. P., 2003. Influence of Mg deficiency on the properties of MgB₂, Physica C, 386, 648–652.
- Xu, G. J., Grivel, J.-C., Abrahamsen, A. B. ve Andersen, N. H., 2004 (b). Enhancement of the irreversibility field in bulk MgB₂ by TiO₂ nanoparticle addition, Physica C, 406, 1-2, 95-99.
- Xu, G. J., Grivel, J. C., Abrahamsen, A. B., Chen, X. P. ve Andersen, N. H., 2004 (a). Superconducting properties of Zn and Al double-doped Mg_{1-x}(Zn_{0.5}Al_{0.5})_xB₂. Physica C, 403, 113-118.
- Yalukova, O. ve Sárady, I., 2006. Investigation of Interaction Mechanisms in Laser Drilling of Thermoplastic and Thermoset Polymers Using Different Wavelengths, Composites Science and Technology, 66, 1289 – 1296.
- Yamamoto, A., Shimoyama, J., Ueda, S., Katsura, Y., Horii, S. ve Kishio, K., 2004. Synthesis of high J_c MgB₂ bulks with high reproducibility by a modified powder-in-tube method, Superconductor Science and Technology, 17, 921–925.
- Yamamoto, A., Shimoyama, J., Ueda, S., Katsura, Y., Horii, S. ve Kishio, K., 2005. Improved critical current properties observed in MgB₂ bulks synthesized by low-temperature *solid-state* reaction, Superconductor Science and Technology, 18, 1, 116–121.

- Yanmaz, E., Savaşkan, B., Başoğlu, M., Taylan Koparan, E., Dilley, N. R. ve Grovenor, C. R. M., 2009. Complete flux jumping in nano-structured MgB₂ superconductors prepared by mechanical alloying, Journal of Alloys and Compounds, 480, 203–207.
- Yeoh, W. K., Kim, J. H., Horvat, J., Xu, X. ve Dou, S. X., 2007. Enhancement of critical current density and irreversibility field by nano-carbon substitution in MgB₂, Physica C, 460-462, 568-569.
- Zeng, R., Zhou, S., Lu, L., Li, W. X. ve Dou, S. X., 2010. Synthesis and characteristics of MgB₂ bulks with different densities, Physica C, 470, 669-670.
- Zhang, X.P., Ma, Y. W., Gao, Z. S., Yu, Z. G., Wang, D. L., Watanabe, K. ve Guo, J. D., 2007. Fabrication and superconducting properties of nano-SiC doped MgB₂ tapes, Chinese Science Bulletin, 52, 18, 2477-2480.
- Zhang, Y., Lu, C., Zhou, S.H., Chung, K. ve Li, W. X., 2009. Optimization of Nominal Mixing Ratio of Mg to B in Fabrication of Magnesium Diboride Bulk, IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 19, 3, 2775-2779.
- Zhao, Q., Liu, Y., Shi, Q., Ma, Z. ve Gao, Z., 2009. Characteristic and synthesis mechanism of MgB₂ nanoparticles in solid-state reactive sintering. Journal of Alloys and Compounds, 470, 443–447.
- Zhao, Y., Dou, S. X., Ionescu, M. and Munroe, P., 2006(b). Significant improvement of activation energy in MgB₂/Mg₂Si multilayer films, Applied Physics Letters, 88, 012502.
- Zhao, Y., 2005. Fabrication and characterization of superconducting PLD MgB₂ thin films, PhD Thesis, Wollongong University, Institute of Superconducting & Electronic Materials, Faculty of Engineering, Australia.
- Zhao, Y., Ionescu, M., Horvat, J., Li, A. H. ve Dou, S. X., 2004. Si addition in in situ annealed MgB₂ thin films by pulsed laser deposition, Superconductor Science and Technology, 17, 11, 1247–1252.
- Zhao, Y., Qin, M.J., Dou, S.X., Ionescu, M. ve Munroe, P., 2006(a). Transport properties of multilayered MgB₂/Mg₂Si superconducting thin film, Journal of Applied Physics, 99, 08M503, 1-3.
- Zhou, S., Pan, A. V., Horvat, J., Qin, M. J. ve Liu, H. K., 2004. Effects of precursor powders and sintering processes on the superconducting properties of MgB₂, Superconductor Science and Technology, 17, 9, S528.
- Zhu, Y., Wu, L., Volkov, V., Li, Q., Gu, G., Moodenbaugh, A. R., Malac, M., Suenaga, M. ve Tranquada, J., 2001. Microstructure and structural defects in MgB₂ superconductor, Physica C, 356, 4, 239-253.

ÖZGEÇMİŞ

24 Temmuz 1985 yılında Manisa'da doğdu. İlk, orta ve lise öğrenimini Manisa'da tamamladı. 2003 yılında Karadeniz Teknik Üniversitesi Fatih Eğitim Fakültesi Fizik Öğretmenliği Bölümü'nde başladığı eğitimini 2008 yılında bölüm ikincisi olarak bitirdi. 2004 yılında aynı üniversitede Fen-Edebiyat Fakültesi Matematik Bölümünde başladığı çiftanadal programından 2007 yılında mezun oldu. 2008 yılında Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Ana Bilim Dalı'nda lisans sonrası direkt doktora programına başladı. 2009 yılında Bayburt Üniversitesi Eğitim Fakültesi İlköğretim Bölümü'nde Araştırma Görevlisi olarak göreve başladı. 2012 yılında Yüksek Öğretim Kurulu tarafından verilen yurt dışı doktora araştırma bursunu (3 aylık) kazanarak Zaragoza Üniversitesi Aragon Malzeme Bilimleri Enstitüsü (Instituto de Ciencia de Materiales de Aragon (ICMA), Universidad de Zaragoza) Lazer Uygulama Laboratuvarı'na gitti ve doktora tez konusu ile ilgili çalışmalarının bir kısmını burada gerçekleştirdi. Uluslararası alan indeksleri tarafından taranan bilimsel dergilerde yayınlanmış bir ve baskıda olan iki SCI makalesi ile uluslararası hakemli dergilerde yayınlanmış bir makalesi vardır. Ayrıca yurt içinde yayınlanmış birçok bildirisi bulunmaktadır. Halen Bayburt Üniversitesinde görevine devam etmekte olan Özge ERDEM iyi derecede İngilizce bilmektedir.