

57786

KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

FİZİK ANABİLİM DALI

GÜMÜŞ KATKISININ  
Bi(Pb)-Sr-Ca-Cu-O SÜPERİLETKENİNE ETKİSİ

Fizikçi Süleyman BOLAT

Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünde  
“Yüksek Lisans (Fizik)”

Ünvanı Verilmek için Kabul Edilen Tezdir

T.C. YÜKSEKÖĞRETİM KURULU  
BÖLÜMLERİ BAŞKANLIĞI

Tezin Enstitüye Verildiği Tarihi : 12.01.1996

Tezin Sözlü Savunma Tarihi : 02.02.1996

Tezin Danışmanı : Doç. Dr. Ekrem YANMAZ

Jüri Üyesi : Prof. Dr. Mustafa ALTUNBAŞ

Jüri Üyesi : Prof. Dr. Tayyar DZHAFAROV

Enstitü Müdürü : Prof. Dr. Fazlı ARSLAN

Ocak 1996

TRABZON

## ÖNSÖZ

Bu çalışmada başlangıç kompozisyonu  $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{4-x}\text{Ag}_x\text{O}_{12}$  olarak hazırlanan numunelere, çeşitli oranlarda katılan Ag miktarının etkisi araştırıldı. Deneysel çalışmalar, K.T.Ü. Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü Katihal Fiziği Laboratuvarı'nda ve AC magnetik alınganlık ölçümleri de Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümü Katihal Fiziği Araştırma Labaratuvarı'nda yapıldı.

Yüksek lisans çalışmalarımın yürütülmesinde yardımlarını esirgemeyen danışman hocam Sayın Doç. Dr. Ekrem Yanmaz'a, deneysel çalışmalara yardım eden Sayın Doç. Dr. Hüseyin Cömert'e, Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümü'nde yapılan çalışmalarında yardımcı olan Sayın Yrd. Doç. Dr. Ali Gencer'e ve katkılarından dolayı Ankara Fen Fakültesi Fizik Bölüm Başkanı Sayın Prof. Dr. Arsin Aydınuraz'a, bazı çalışmalarda yardımlaştığım Sayın Prof. Dr. Yusuf Asadov'a, tezimin düzenlenmesine yardım eden Sayın Arş. Gör. Saffet Nezir'e ve katkılarından dolayı tüm arkadaşlarıma teşekkür ederim.

Trabzon, Ocak 1996

Süleyman BOLAT

## İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ.....	II
ÖZET.....	V
SUMMARY.....	VI
ŞEKİL LİSTESİ.....	VII
TABLO LİSTESİ.....	IX
SEMBOL LİSTESİ.....	X
1. SÜPERİLETKENLERİN FİZİKSEL ÖZELLİKLERİ.....	1
1.1 Giriş.....	1
1.2 Sıfır Direnç.....	2
1.3 Kritik Sıcaklık ( $T_k$ ).....	3
1.4 Süperiletkenlerin Magnetik Özellikleri.....	4
1.4.1 Meissner Olayı.....	4
1.4.2 Kritik Magnetik Alan ( $H_k$ ).....	5
1.5 I. ve II. Tip Süperiletkenler.....	6
1.6 Bardeen, Cooper ve Schrieffer (BCS) Teorisi.....	8
1.7 Bi-Sr-Ca-Cu-O Süperiletkenlerinin Kristal Yapısı.....	9
1.7.1 $Bi_2Sr_2CuO_6$ 'nin Kristal Yapısı.....	9
1.7.2 $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$ 'in Kristal Yapısı.....	11
1.7.3 $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ 'nin Kristal Yapısı.....	11
2. DENEYSEL ÇALIŞMA.....	14
2.1 Numunenin Hazırlanması.....	14
2.2 Kalsinasyon ve Sinterleme İşlemi.....	15
2.3 X-Işını Kırınım Ölçümleri.....	15
2.4 Direnç Ölçümleri.....	15
2.5 Kritik Akım Ölçümleri.....	17

2.6 Magnetik Alıngalık Ölçümleri.....	18
3. BULGULAR.....	23
3.1 X-Işını Kırınım Desenleri.....	23
3.2 Direnç Ölçümleri.....	31
3.3 Kritik Akım Yoğunluğu Ölçümleri.....	31
3.4 Magnetik Alıngalık Ölçümleri.....	33
4. TARTIŞMA ve SONUÇLAR.....	42
5. ÖNERİLER.....	46
6. KAYNAKLAR.....	47
7. ÖZGEÇMİŞ.....	50



## ÖZET

Bu çalışmada, yüksek kritik sıcaklığa sahip Bi(Pb)-Sr-Ca-Cu-O süperiletkenine gümüşün (Ag) etkisi incelendi. Başlangıç kompozisyonu  $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{4-x}\text{Ag}_x\text{O}_{12}$  ( $x=0, 0,1, 0,4, 0,7$  ve  $1,0$ ) olarak seçilen bu numune, katıhal tepkime yöntemi ile hazırlandı.

Bu yöntemle hazırlanan numunelerin, X-ışını kırınım desenleri incelendi ve numunelerin içerdiği fazlar tesbit edildi. Buna göre başlangıç kompozisyonunda Ag bulunmayan numunede ana fazın hemen hemen 2223 fazı olduğu,  $x=0,1$  oranında Ag katılarak üretilen numunede, çoğunlukla 2223 fazının olduğu ve bunun yanında 2212 fazının da çok az oranda olduğu,  $x=0,4$  oranında Ag katılarak üretilen numunede de her iki fazın olduğu fakat, 2212 fazının  $x=0,1$  oranında Ag katılan numuneye kıyasla daha çok olduğu,  $x=0,7$  oranında Ag katılarak üretilen numunede her iki fazı da yaklaşık eşit oranda içerdiği ve  $x=1,0$  oranında Ag katılarak üretilen numunede ana fazın 2212 olduğu saptandı. Kritik sıcaklık ölçümlerinde, süperiletkenlik geçiş sıcaklıkları; Ag katkısız numune için 110 K, 0,1 ve 0,4 oranında Ag katılan numuneler için 106 K, 0,7 oranında Ag katılan numune için 76 K ve 1,0 oranında Ag katılan numune için 72 K olarak bulundu. Bu sonuçlara göre, numuneye Ag katmakla, numune içerisinde 2223 fazı yanında 2212 fazının oluşumunun kolaylaştığı, katılan Ag oranı %17,5'den büyük olduğunda numune içerisinde 2212 fazının çoğunlukta olduğu ve bu nedenle de süperiletkenlik geçiş sıcaklığında gittikçe düşüşün olduğu tesbit edildi. Magnetik alınganlık ölçümlerinin de bu sonuçları desteklediği görüldü.

**Anahtar Kelimeler:** Yüksek Sıcaklık Süperiletkenliği, Bi(Pb)-Sr-Ca-Cu-O, Katkı, Kritik Sıcaklık, Kritik Akım Yoğunluğu, 2223 Fazı, 2212 Fazı, Magnetik Alınganlık.

## SUMMARY

### Effects Of Silver Addition To Bi(Pb)-Sr-Ca-Cu-O Superconductor.

In this study, the effects of the silver addition to the properties of Bi(Pb)-Sr-Ca-Cu-O superconductor, which has a high critical temperature, was investigated. The nominal composition chosen was  $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{4-x}\text{Ag}_x\text{O}_{12}$  and the samples were prepared by the solid state reaction method.

X-ray diffraction patterns of prepared samples were analysed and phases contained were determined. It is found that the nominal composition with no silver had the 2223 as the main phase, and the sample containing Ag at the proportion  $x=0.1$  was consist of 2223 phase and 2212 phase. The amount of 2212 phase was found to be very small. It is observed that the sample with Ag at the ratio  $x=0.4$  contained both phases, but the amount of the was increased with 2212 phase increasing the Ag addition to  $x=0.4$ . Both phases existed almost equally in the samples prepared using the proportion  $x=0.7$ , but the 2212 was found to be the main phase within the samples containing  $x=1.0$  Ag. Critical temperature measurements yielded superconducting transition temperatures 110 K, 106 K, 76 K and 72 K for the samples containing Ag at the respective proportions  $x=0.0$ ,  $x=0.1$ -  $x=0.4$ ,  $x=0.7$  and  $x=1.0$  respectively. Discussion of results showed that addition of Ag stimulated the formation of the 2212 phase as well as the 2223 phase, and when Ag ratio is quater than %17.5, the 2212 phase exceeded its critical amount and became the majority phase, and caused gradual fall in the superconducting transition temperature These results were supported by magnetic susceptibility measurements.

**Key Words:** High Temperature Superconductivity, Bi(Pb)-Sr-Ca-Cu-O Adding, Critical Temperature, Critical Curent Density, 2223 Phase, 2212 Phase, Magnetic Susceptibility.

## ŞEKİL LİSTESİ

Şekil 1. Bir metalde direncin sıcaklığa bağımlılığı.....	4
Şekil 2. Saf platin (Pt) ve saf civa (Hg)'da direncin sıcaklığa bağımlılığı.....	4
Şekil 3. Magnetik alan içinde normal ve süperiletken numunelerin davranışı.....	5
Şekil 4. Bir süperiletken için kritik alanın sıcaklığa göre değişimi.....	6
Şekil 5. I. ve II. tip süperiletkenlerin magnetizasyon değerlerinin alana göre değişimi.....	7
Şekil 6. $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CuO}_6$ 'nin kristal yapısı.....	10
Şekil 7. $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$ 'in kristal yapısı.....	12
Şekil 8. $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ 'nin kristal yapısı.....	13
Şekil 9. Düşük sıcaklık kriyostat sisteminin şematik gösterimi.....	16
Şekil 10. Dört nokta yöntemiyle kritik akım ölçüm devresi.....	17
Şekil 11. 7130 AC Alınganlık ölçüm sisteminin blok şeması.....	18
Şekil 12. Bobin sistemi.....	20
Şekil 13. $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$ başlangıç kompozisyonlu numunenin x-ışını kırınım desenleri.....	26
Şekil 14. $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{3,9}\text{Ag}_{0,1}\text{O}_{12}$ başlangıç kompozisyonlu numunenin x-ışını kırınım desenleri.....	27
Şekil 15. $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{3,6}\text{Ag}_{0,4}\text{O}_{12}$ başlangıç kompozisyonlu numunenin x-ışını kırınım desenleri.....	28
Şekil 16. $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{3,3}\text{Ag}_{0,7}\text{O}_{12}$ başlangıç kompozisyonlu numunenin x-ışını kırınım desenleri.....	29
Şekil 17. $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{3,0}\text{Ag}_{1,0}\text{O}_{12}$ başlangıç kompozisyonlu numunenin x-ışını kırınım desenleri.....	30
Şekil 18. Tüm numuneler için direncin sıcaklıkla değişimi.....	32
Şekil 19. Kritik sıcaklığın katılan Ag miktarına göre değişimi.....	32
Şekil 20. $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$ başlangıç kompozisyonlu numunenin magnetik alınganlığının AC alana bağımlılığı.....	37
Şekil 21. $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{3,9}\text{Ag}_{0,1}\text{O}_{12}$ başlangıç kompozisyonlu numunenin magnetik alınganlığının AC alana bağımlılığı.....	37

Şekil 22. $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{3,6}\text{Ag}_{0,4}\text{O}_{12}$ başlangıç kompozisyonlu numunenin magnetik alınganlığının AC alana bağımlılığı.....	38
Şekil 23. $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{3,3}\text{Ag}_{0,7}\text{O}_{12}$ başlangıç kompozisyonlu numunenin magnetik alınganlığının AC alana bağımlılığı.....	38
Şekil 24. $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{3,0}\text{Ag}_{1,0}\text{O}_{12}$ başlangıç kompozisyonlu numunenin magnetik alınganlığının AC alana bağımlılığı.....	39
Şekil 25. Tüm numuneler için alınganlık ölçümlerinden Bean Modeli'ne göre bulunan kritik akım yoğunluklarının sıcaklıkla değişimi.....	39
Şekil 26. Tüm numuneler için magnetik alınganlıkların sanal kısımlarının karşılaştırılması.....	40
Şekil 27. Tüm numuneler için magnetik alınganlıkların sanal kısımlarının karşılaştırılması.....	41



## TABLO LİSTESİ

Tablo 1. Başlangıç kompozisyonunun hazırlanmasında kullanılan bileşikler.....	14
Tablo 2. Başlangıç kompozisyonuna göre tartılan tozların miktarları.....	14
Tablo 3. Faz oranı ve örgü parametreleri.....	25
Tablo 4. Magnetik alanın artırılmasıyla diamagnetik geçiş sınırlarındaki değişimler..	34
Tablo 5. DC alan uygulanmayan ve uygulanan numunelerin diamagnetik geçiş sıcaklık aralıkları.....	36
Tablo 6. Kritik geçiş sıcaklıklarının karşılaştırılması.....	36



## SEMBOL LİSTESİ

$K$	: Isıl iletim.
$\sigma$	: Elektriksel iletkenlik.
$T$	: Sıcaklık.
$\rho$	: Özdirenç.
$B$	: Magnetik alan.
$H_k$	: Kritik magnetik alan.
$T_k$	: Kritik sıcaklık.
$H_{k1}$	: Alt magnetik alan.
$H_{k2}$	: Üst magnetik alan.
$\lambda$	: Girme derinliği.
$M$	: Magnetizasyon.
$\xi$	: Koherens uzunluğu.
$\hbar$	: Planck sabiti.
$V_F$	: Fermi yüzeyindeki elektronların hızı.
$E_g$	: Enerji aralığı.
$D(\epsilon_F)$	: Elektron yoğunluğu.
$U$	: Çekici etkileşme.
$q$	: Debye sıcaklığı.
$\chi$	: Magnetik alınganlık.
$H_{ac}$	: AC magnetik alan.
$S_1$	: Üst algı bobininin merkezi.
$S_2$	: Alt algı bobininin merkezi.
$V_1$	: Üst algı bobininin merkezinde ölçülen gerilim.
$V_2$	: Alt algı bobininin merkezinde ölçülen gerilim.
$V$	: Numunenin oluşturduğu akı değişiminden kaynaklanan gerilim.
$V_0$	: Magnetik alınganlık sisteminden kaynaklanan istenmeyen gerilim.
$V$	: Numunenin hacmi.
$m$	: Toplam magnetizasyon.
$\omega$	: Salınım frekansı.

- N** : Algı bobininin birim uzunluğundaki sarım sayısı.  
**L** : Algı bobininin uzunluğu.  
**d** : Algı bobininin çapı.  
**x** : Numuneye atomik oranda katılan Ag miktarı.



# 1. SÜPERİLETKENLERİN FİZİKSEL ÖZELLİKLERİ

## 1.1 Giriş

1911 yılında Hollanda'lı fizikçi H. K. Onnes saf civa'yı helyum sıcaklığına (4,2 K) soğutarak direncinin, numunenin oda sıcaklığındaki direncin  $10^{-16}$ 'sından daha düşük bir değere düştüğünü gözledi [1]. Bu olay, süperiletkenlik olarak adlandırıldı ve bu konuda daha sonra pek çok çalışma yapıldı.

Süperiletkenlerin diğer bir özelliği de ideal bir diamagnetiklik göstermesidir. 1933'te Meissner ve Ochsenfeld [2] süperiletken bir numuneyi magnetik alan içinde soğuttuklarında alanın numune içerisine girmediğini gözlediler. Bu olay, Meissner olayı olarak bilinir.

Ginzburg ve Landau [3], 1950 yılında normal hal ile süperiletken hal arasında bir düzen parametresinin varlığını ortaya attılar. Aynı yıllarda H. Fröhlich, teorik olarak ve Maxwell [4] deneysel olarak süperiletkenlik geçiş sıcaklığının, ortalama atomik kütlelerin artmasıyla düştüğünü gözlediler. Bu olayla da süperiletkenlerde elektron-fonon mekanizmasının varlığı ortaya çıktı.

Mikroskobik anlamda süperiletkenliğin teorisini J. Barden, L. Cooper ve J. R. Schrieffer 1957 yılında gerçekleştirdiler ve kısaca bu teoriye "BCS" teorisi adı verildi [5].

Daha sonra C.P. Bean [6] 1962 yılında bir süperiletkenin, süperiletkenlik özelliğini kaybetmeden önceki kritik akım yoğunluğunun ( $J_c$ ), alınganlık eğrilerinden bulunabileceğini gösterdi.

Yüksek sıcaklık süperiletkenleri ilk önce 1986 yılında J. G. Bednorz ve K. A. Müller tarafından La-Ba-Cu-O sisteminde gözlemlendi [7]. Bu olaydan sonra birçok araştırma grubu, bu konu üzerinde çalıştılar ve kritik geçiş sıcaklığını 40 K'den 52 K'e kadar çıkardılar. 1987 yılında La yerine yitrium konularak süperiletkenlik geçiş sıcaklığı 90 K'nin üzerine çıkarıldı [8, 9]. Bu sıcaklık, sıvı azot sıcaklığından (77 K) yüksek olması nedeniyle büyük önem taşır. Daha sonra Bi-Sr-Ca-Cu-O sisteminde 110 K ve Tl-Ba-Ca-Cu-O sisteminde de 125 K sıcaklığında süperiletkenlik gözlemlendi [10].

Günümüzde yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin teknolojide kullanılabilir hale getirilmesi için çeşitli işlemler yapılmaktadır. Bunlardan bir tanesi Ag katkısıdır. Kırılgan yapıya sahip bu süperiletkenlerin, istenilen biçime (tel veya bant haline) getirilerek üretilmesi çok önemlidir. Bunun için kullanılan yöntemlerden birisi “Tüp İçinde Toz Yöntemi”dir [11]. Bu yöntemle, süperiletken tozlar Ag’dan yapılmış tüpler içine konular ve istenilen boyutlarda tel ya da dikdörtgen kesitli şeritler haline getirilirler. Bunun yanında süperiletken çubuklar üzerine Ag buharlaştırma, Ag altlık kullanılarak süperiletken ince filmler elde etme ve merkezinde Ag tel bulunan süperiletken çubuklar yapma gibi değişik yöntemlerle de numuneler üretilmektedir [12]. Bu yöntemlerin hepsinde de Ag’ün etkisi göz ardı edilemeyecek kadar önemlidir.

Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin mekanik özelliklerinin iyileştirilmesi açısından, K.T.Ü Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü Katıhal Fiziği Laboratuvarı’nda da Ag’ün etkisinin incelenmesi için değişik çalışmalar yapıldı: Ag difüzyonunun BSCCO süperiletkenine etkisi [13, 14, 15] ve Ag katkısının YBCO süperiletkenine etkisi [16]. Ayrıca Ag difüzyonunun YBCO süperiletkenine etkisi araştırılmaktadır. Bu çalışmada da Ag katkısının BSCCO süperiletkenine etkisi incelenecektir.

## 1.2 Sıfır Direnç

Bütün metal ve alaşımların elektriksel dirençleri sıcaklık azaldıkça azalır. Bir iletkendeki akımı, malzeme içerisinde serbest hareket eden ve iletim elektronları adı verilen elektronlar taşır. Elektronlar dalga özelliğine sahiptir ve metal içerisinde hareket eden bir elektron aynı doğrultuda hareket eden bir düzlem dalga ile temsil edilebilir. Bir düzlem dalganın, saçılmaya uğramadan periyodik bir yapıdan geçme özelliği vardır. Böylece, elektron ilk doğrultusundaki momentumunda herhangi bir kayıp olmadan mükemmel bir kristalden geçebilir. Bir başka deyişle, eğer kusursuz bir kristalden akım geçirilirse akım bir dirençle karşılaşmaz.

Kristalin periyodikliğindeki bir kusur, elektron dalgalarını saçılıma uğratar ve direnç teşkil eder. Kristal örgüsünün periyodikliğini bozan iki etken vardır;

1. Mutlak sıcaklığın yukarısında atomların titreşmesi ve denge konumlarından uzaklaşması.

2. Periyodik düzende bozuklukların olması;

- a) Periyodik düzenin bir örgü noktasında atomun bulunmayışı, örgü boşluğunun meydana gelmesi.

- b) Periyodik düzen içerisinde atomların yabancı atomlarla yer değiştirmesi (yer değiştirmeli katı çözelti).

c) Periyodik düzenin içerisinde yabancı bir fazlalık atomun bulunması (araya yerleşmeli katı çözelti).

Sıcaklık düştüğünde atomların termal titreşimi azalır ve iletim elektronları daha az saçılmaya uğrarlar. İdeal saflıktaki metallerde elektron hareketi, sadece termal etkiyle engellenir. Mutlak sıfır sıcaklığında titreşim olmayacağından, elektron hareketini engelleyecek hiç bir etki de bulunmayacak ve direnç sıfır olacaktır. Belirli bazı metallere soğutuldukları zaman mutlak sıcaklığa ulaşmadan dirençleri sıfır olur. Bunlar süperiletken metallerdir [17].

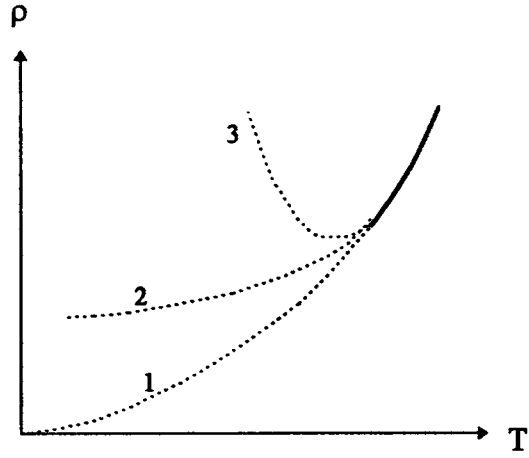
### 1.3 Kritik Sıcaklık ( $T_K$ )

Metallerin en belirgin özelliklerinden birisi, sıcaklığın artmasıyla elektriksel dirençlerinin de artmasıdır. Bir metalden akım geçirildiği zaman, iletim elektronlarının kristal örgü ile atomik boyutlarda esnek olmayan çarpışmaları sonucu, ısı açığa çıkar. Bir metal kristali bir noktadan ısıtılırsa, uçları arasında bir ısı farkı oluşur ve serbest elektronlar ısı enerjisini sıcak kısımdan soğuk kısma taşırlar. Serbest elektronların taşıdığı enerji, atomların taşıdığından fazla ise, metalin elektrik ve ısı iletimi arasında bir ilişki olması beklenir. Bu,  $K$  ısıl iletkenlik,  $\sigma$  elektriksel iletkenlik ve  $a$  bir sabit olmak üzere Wiedemann-Franz Kanunu olarak

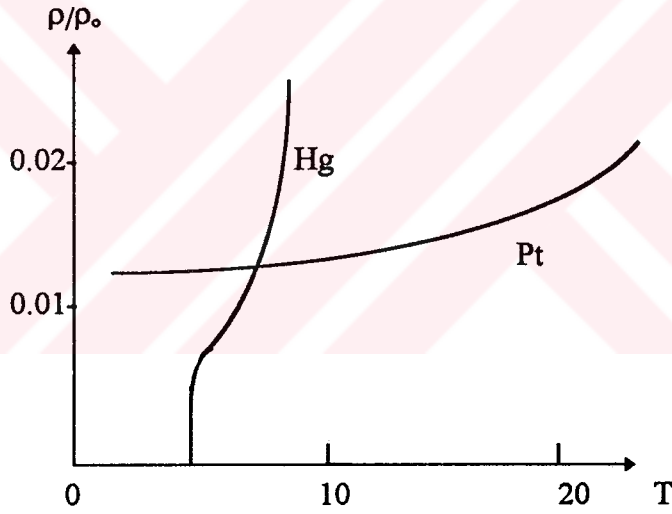
$$K/\sigma = a T \quad (1)$$

bilinir.

Metallerde direnç, kristalin atomik salınımı sonucu elektronların saçılması ile oluşuyorsa, belirli bir sıcaklıkta sıfıra düşmesi beklenir (Şekil 1, 1 nolu değişim). Eğer metalde, örgü bozukluğu veya katkı atomları varsa, direnç sabit bir değer gösterir (Şekil 1, 2 nolu değişim). Akım taşıyıcıları sayısında bir azalma oluyorsa, bu defa eğrinin bir minimumdan geçmesi beklenir (Şekil 1, 3 nolu değişim). Şekil 2’de sıvı helyum sıcaklığında saf platin (Pt) ve saf civa (Hg) için direnç-sıcaklık değişimi verilmiştir. Platin’in direnci, mutlak sıfır civarında belli bir değer olarak değişmektedir. Saflık derecesi iyi olan numunelerde bu deney yapıldığında fark görülmemiştir. Şekil 2’de bulunan diğer eğri ise, Kammerling Onnes tarafından [1], saf civa için düşük sıcaklıklarda bulunan direnç değerlerini göstermektedir ve eğriden de gözlemlendiği gibi, yaklaşık 4,2 K’de, daha yüksek sıcaklıklarda görülen sürekli azalma hızlı bir şekilde düşüş gösterip sıfıra inmektedir. İşte buradaki kritik sıcaklık, normal ve süperiletken durumları ayıran sıcaklık değeridir ( $T_K$ ).  $T_K$ ’nin üzerinde numune normal iletken durumda ve altında süperiletken durumda bulunur.



Şekil 1. Bir metalde direncin sıcaklığa bağımlılığı [17].



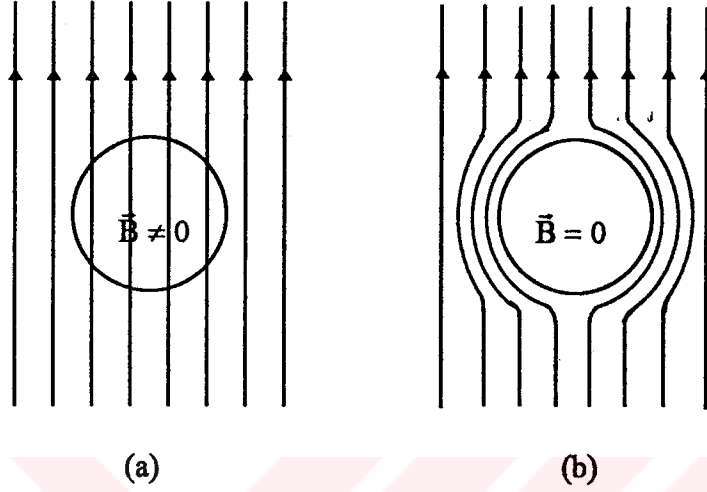
Şekil 2. Saf platin (Pt) ve saf civa (Hg)'da direncin sıcaklığa bağımlılığı.

## 1.4 Süperiletkenlerin Magnetik Özellikleri

### 1.4.1 Meissner Olayı

Süperiletken maddelerin bir başka özelliği de mükemmel diamagnetik olmalarıdır. Numune normal halden süperiletken hale geçişinde magnetik alan kuvvet çizgilerini dışarı doğru iter (Şekil 3). Bu dışarlama olayına Meissner olayı denir. 19. yy başlarına kadar elektrik ve magnetizma, iki ayrı olay olarak bilinirdi. Hollandalı fizikçi Oersted 1820

yılında bir telden akım geçirdi ve telin etrafında magnetik alanın oluştuğunu gözledi. Akımın bir süperiletken etrafında meydana getirdiği magnetik alandan faydalanılarak süperiletken mıknatıslar yapıldı.



Şekil 3. Magnetik alan içinde normal ve süperiletken numunelerin davranışı [2, 17].

Kritik sıcaklığının altına kadar soğutulmuş bir süperiletken numuneye üstten küçük, hafif fakat oldukça kuvvetli bir mıknatıs yaklaştırıldığında, mıknatısın süperiletken numune üzerinde havada kaldığı gözlenir. Mıknatıs süperiletkene yaklaştırıldığı zaman süperiletken numune üzerinde bir süperiletken akım meydana getirecektir. Magnetik alanın etkisiyle oluşan bu süperiletken akım dışardan uygulanan alana eşit fakat zıt doğrultuda bir magnetik alan oluşturur. Numune içerisinde oluşan bu magnetik alan da dışarıdan uygulanan magnetik alanın numune içerisine girmesini engelleyecektir. Bu engelleme sonucunda da süperiletken numune mıknatıs üzerinde havada kalacaktır. Bu olay numunenin süperiletkenliğinin devam ettiği müddetçe sürecektir.

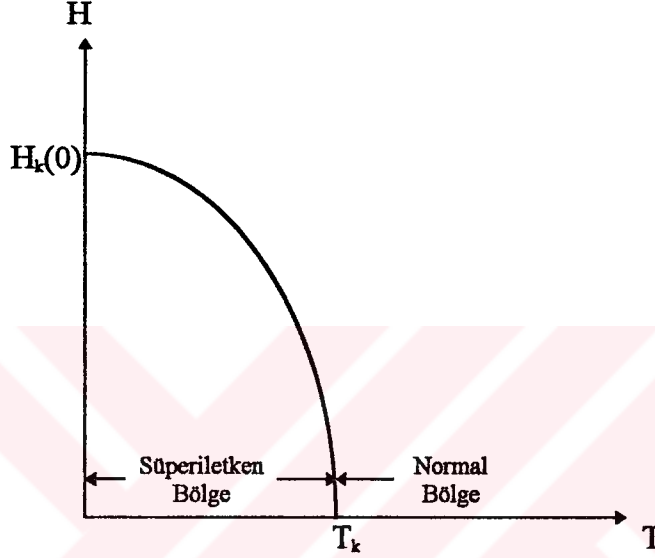
#### 1.4.2 Kritik Magnetik Alan ( $H_k$ )

Bir süperiletken kritik sıcaklığının altına kadar soğutulursa direnci sıfır olur. Yeterince büyük bir magnetik alan içinde kalan süperiletken, tekrar normal hale geçer. Süperiletken halden normal hale geçişteki magnetik alan  $H_k(T)$  ve mutlak sıcaklıktaki magnetik alan  $H_k(0)$  olmak üzere, kritik alanın sıcaklıkla değişimi aşağıdaki gibi verilmektedir:



$$H_k(T) = H_k(0)[1 - (T/T_k)^2] \quad (2)$$

Burada kritik alan  $H_k(T)$  hem malzemeye ve hem de sıcaklığa bağlıdır.  $T=T_k$  olduğun zaman  $H_k(T)=0$  olur ve sıcaklık düştükçe alanın değeri artar [17]. Bir süperiletken için kritik alanın sıcaklığın fonksiyonu olarak değişimi Şekil 4'de görülmektedir.

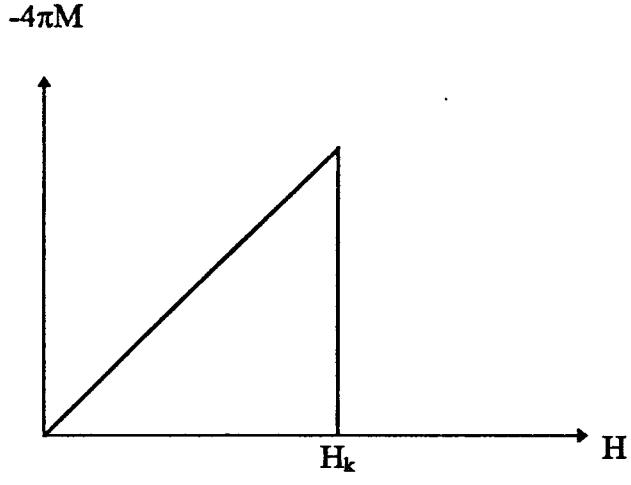


Şekil 4. Bir süperiletken için kritik alanın sıcaklığa göre değişimi.

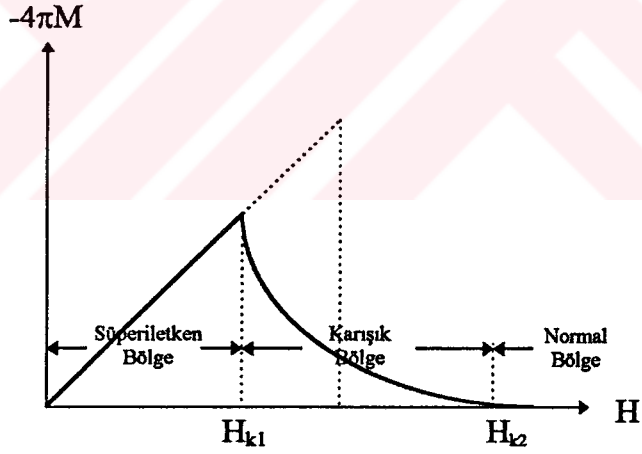
### 1.5 I. ve II. Tip Süperiletkenler

I. tip süperiletkenlerde magnetik alan numune içerisine, yüzeyden itibaren çok az bir mesafe hariç olmak üzere, giremez. Alanın girebildiği kısma girme derinliği ( $\lambda$ ) denir ve yaklaşık  $500\text{\AA}$  mertebesindeir. Şekil 5a'da süperiletken bir madde için, uygulanan magnetik alana bağlı olarak değişen magnetizasyon verilmiştir.

II. tip süperiletkenlerde magnetik alan, diamagnetikliğin kalktığı kritik değere ulaştığı zaman, magnetik akı çizgileri maddeye yavaş yavaş girmeye başlar fakat süperiletkenlik devam eder. Diamagnetik özelliğin ortadan kalktığı andaki magnetik alana alt magnetik alan denir ve  $H_{k1}$  ile gösterilir. Uygulanan magnetik alan daha da artırılırsa numune normal iletken hale dönüşecektir. Normal iletken durumdaki magnetik alana, üst magnetik alan denir ve  $H_{k2}$  ile gösterilir. Şekil 5b'de gösterilen süperiletken bölge ile normal bölge arasında kalan ve  $H_{k1}$  ile  $H_{k2}$  magnetik alanlarıyla sınırlandırılan bölgeye karışık bölge denir.



(a)



(b)

Şekil 5. I. ve II. tip süperiletkenlerin magnetizasyon değerlerinin alana göre değişimi [17].

### 1.6 Bardeen, Cooper ve Schrieffer (BCS) Teorisi

Süperiletkenliğin kuantum teorisinin temelleri Bardeen, Cooper ve Schrieffer (BCS) tarafından [6] ortaya konuldu. Bu teorisin başarıları şu şekilde özetlenebilir.

a) Elektronlar arasında çekici bir etkileşme taban ve uyarılmış durumlar arasında bir enerji aralığının oluşmasına neden olur. Kritik alan, ısıl özellikler ve elektromagnetik özelliklerin çoğu, enerji aralığının bir sonucudur. Bazı özel durumlarda süperiletkenlik, enerji aralığı olmadan da oluşabilir.

b) Elektron-örgü-elektron etkileşmesi, gözlenen büyüklükte bir enerji aralığını ortaya koyabilir.

c) Girme derinliği ve koherens uzunluğu teorisin sonuçları olarak ortaya çıkar. Burada, koherens uzunluğu, girme derinliği ile birlikte süperiletkenliği karakterize eden önemli bir özelliktir ve

$$\xi = \frac{2\hbar V_F}{\pi E_g} \quad (3)$$

şeklinde tanımlanır. Burada  $V_F$  Fermi yüzeyindeki elektronların hızı,  $E_g$  enerji aralığı ve  $\hbar$  Plank sabitidir.

d) Bir metalin ya da alaşımın geçiş sıcaklığını veren ifade, yörüngelerin Fermi düzeyindeki elektron yoğunluğuna ( $D(\epsilon_F)$ ) ve elektron örgü etkileşmesine ( $U$ ) bağlıdır.  $UD(\epsilon_F) \ll 1$  için, BCS teorisini

$$T_k = 1,14q e^{-\frac{1}{UD(\epsilon_F)}} \quad (4)$$

olması gerektiğini varsaymaktadır. Burada  $q$  Debye sıcaklığı ve  $U$  çekici etkileşmedir.  $T_k$  değeri, deneysel sonuçlarla uyum sağlamaktadır.

e) Süperiletken bir halkadan geçen magnetik akı kuantlaşmıştır ve etkin yük birimi  $e$  yerine  $2e$ 'dir.

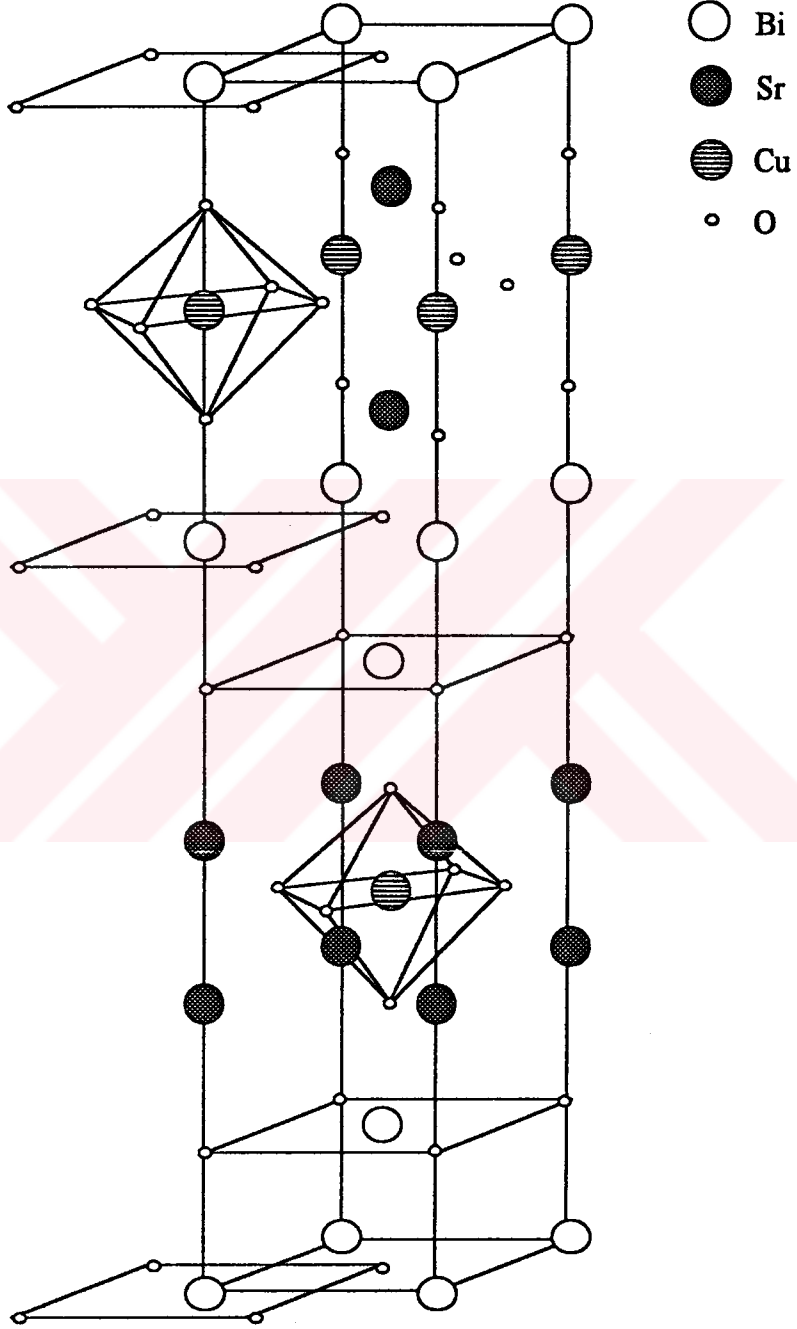
## 1.7 Bi-Sr-Ca-Cu-O Süperiletkenlerinin Kristal Yapısı

Bizmut (Bi) içeren süperiletkenler ilk defa 1987 yılında Michel ve arkadaşları [18] tarafından kritik geçiş sıcaklığı 22 K ve başlangıç kompozisyonu  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Cu}_2\text{O}_{7+8}$  olan numunede bulundu. Kalsiyum (Ca) içeren bizmutlu süperiletkenler ilk defa Maeda ve arkadaşları [8] tarafından 1988 yılında bulundu. 105 K'lik geçiş sıcaklığına sahip bu numunenin özdirenç-sıcaklık değişimi eğrisinde bir kuyruk gözlenmiş olup, özdirenç 80 K'de sıfır değerine ulaşmıştır. Bu kuyruk Takano ve arkadaşlarının [19] Bi yerine bir miktar kurşun (Pb) koymasıyla ortadan kaldırılmış ve kararlı süperiletken elde edilmiştir.

Bi içeren süperiletkenler,  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_y$  ( $n=1, 2$  ve  $3$ ) genel formülüne uygun olarak kristal yapıya hale gelmektedir. Burada  $n$ , CuO düzlemlerinin sayısını göstermektedir [20].

### 1.7.1 $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CuO}_6$ 'nin Kristal Yapısı

İlk kez Tarascon ve arkadaşları tarafından bulunan  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CuO}_6$  (2201) numunesinde bir Cu-O, iki Sr-O ve iki Bi-O düzlemi vardır [20]. Şekil 6'dan görüldüğü gibi Bi-O düzlemi tabanda, Cu-O düzlemi merkezde bulunmaktadır. Sr-O düzlemi ise Bi-O ile Cu-O düzlemi arasında yer almaktadır. Numunenin kristal yapısı, tetragonale çok yakın ortorombik yapıda olup, örgü parametreleri  $a=5,140 \text{ \AA}$ ,  $c=24,600 \text{ \AA}$ 'dur. X-ışını kırınımı deseninden karakteristik pikleri  $2\theta=21,9^\circ$  ve  $7,2^\circ$  değerinde gözlenmiştir [20, 21].



Şekil 6.  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CuO}_6$ 'nin kristal yapısı.

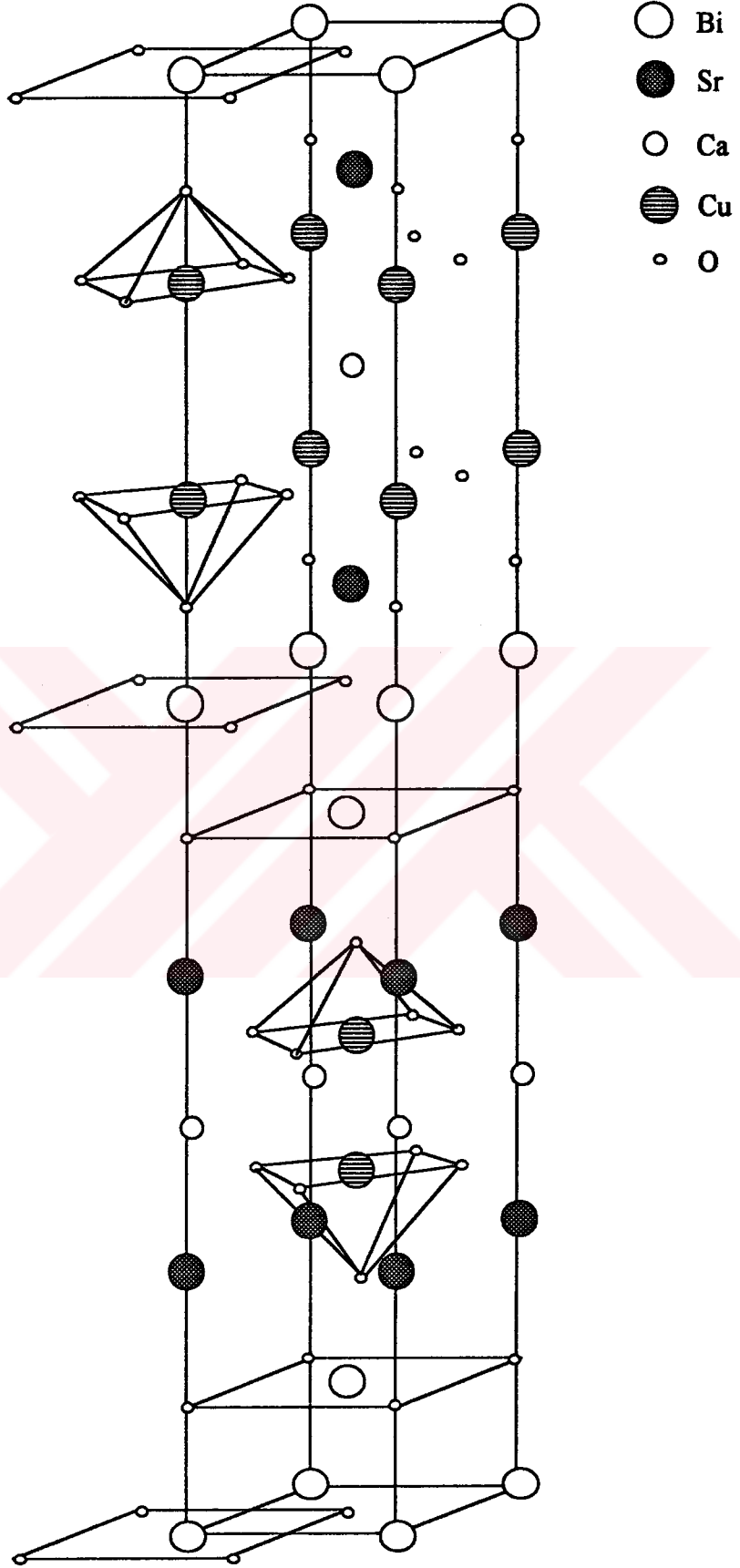
### 1.7.2 $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$ 'in Kristal Yapısı

Kritik sıcaklığın  $\sim 85$  K [20, 22] olduğu  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$  (2212) numunesinde bir Ca düzlemi, iki Cu-O düzlemi vardır. Şekil 7'den görüleceği gibi bu Ca düzlemi, Cu-O düzlemlerinin arasında yer almaktadır. Örgü parametreleri  $a=5,410$  Å,  $c=30,890$  Å [22],  $a=5,400$  Å,  $c=30,600$  Å [23] mertebesindedir. Karakteristik pikleri  $2\theta=5,7^\circ$ ,  $23,2^\circ$  ve  $27,5^\circ$  değerlerinde gözlenmiştir [24]. Cu atomu O atomlarıyla, 2201 kristal yapısında a-b düzlemi boyunca kare şeklinde bağlanırken, 2212 kristal yapısında piramit şeklinde bağlanmaktadır.

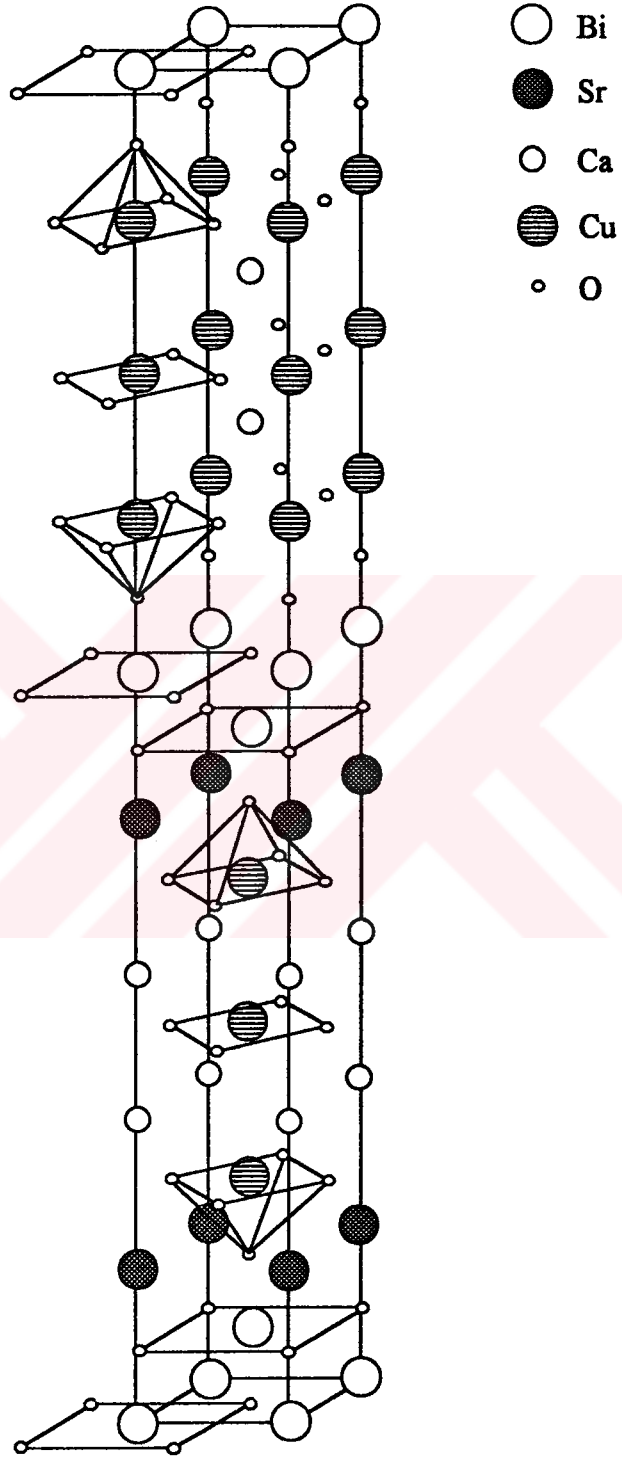
### 1.7.3 $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ 'nin Kristal Yapısı

110 K geçiş sıcaklığına sahip  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$  (2223) numunesinin iki Ca, üç  $\text{CuO}_2$  düzlemi bulunmaktadır. 2212 kristal yapısına ilave birer Ca ve  $\text{CuO}_2$  düzleminin gelmesi, c-eksenini  $37,100$  Å'a yükseltmiştir [20]. Koyama ve arkadaşları da [24] örgü parametrelerini  $a=b=5,396$  Å,  $c=37,180$  Å olarak hesaplamışlardır. Karakteristik pikleri  $2\theta=4,7^\circ$ ,  $23,9^\circ$  ve  $33,8^\circ$ 'de bulunmaktadır. Şekil 8'de 2223 fazının kristal yapısı verilmektedir. Sr-O düzlemleri ile kenarlarında O bulunmayan Ca düzlemi arasında yer alan Cu atomları O atomlarıyla piramit yapıda bağlanmıştır. İki Ca düzlemi arasında yer alan Cu atomları ise etrafında bulunan dört O atomu ile kare şeklinde bağlanmıştır.

Şekil 6, Şekil 7 ve Şekil 8'den görülebileceği gibi, birim hücrenin c-ekseninin yarısında  $a/2$  ve  $b/2$  kadarlık bir öteleme vardır.



Şekil 7.  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$ 'in kristal yapısı.



Şekil 8.  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ 'nin kristal yapısı.



## 2. DENEYSEL ÇALIŞMA

### 2.1 Numunenin Hazırlanması

Başlangıç kompozisyonu olarak aşağıdaki bağıntıya göre  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{PbO}$ ,  $\text{SrCO}_3$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{CuO}$  ve  $\text{AgNO}_3$  tozlarından uygun miktarlarda kullanıldı.



Burada  $x=0, 0,1, 0,4, 0,7$  ve  $1$  alındı. Kullanılan tozların molekül ağırlıkları ve saflık dereceleri Tablo 1’de verildi.

Tablo 1. Başlangıç kompozisyonunun hazırlanmasında kullanılan bileşikler.

Tozun Adı	Sembolü	Molekül Ağırlığı	Saflık Derecesi (%)
Bizmut oksit	$\text{Bi}_2\text{O}_3$	465,9598	99,9
Kurşun oksit	$\text{PbO}$	223,1894	99,9
Stronsiyum karbonat	$\text{SrCO}_3$	147,6282	98
Kalsiyum oksit	$\text{CaO}$	56,0794	99,95
Bakır oksit	$\text{CuO}$	79,5454	99,9
Gümüş nitrat	$\text{AgNO}_3$	169,888	99,9

25 gr malzeme hazırlamak için, bu tozlardan Tablo 2’de belirtilen miktarlarda tartıldı. Tartım işlemi, hassasiyeti  $100\mu\text{gr}$  olan elektronik terazide yapıldı. Tartılan bu tozlar, kabaca karıştırıldıktan sonra mekanik bir öğütücüde yaklaşık 2 saat kadar öğütüldü.

Tablo 2. Başlangıç kompozisyonuna göre tartılan tozların miktarları.

Başlangıç Kompozisyonu	$\text{Bi}_2\text{O}_3$	$\text{PbO}$	$\text{SrCO}_3$	$\text{CaO}$	$\text{CuO}$	$\text{AgNO}_3$
$\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$	7,4930	1,7945	5,9350	3,3818	6,3958	-
$\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{3,9}\text{Ag}_{0,1}\text{O}_{12}$	7,4389	1,7816	5,8922	3,3574	6,1909	0,3390
$\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{3,6}\text{Ag}_{0,4}\text{O}_{12}$	7,2814	1,7439	5,7674	3,2863	5,5937	1,3274
$\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{3,3}\text{Ag}_{0,7}\text{O}_{12}$	7,1304	1,7077	5,6477	3,2181	5,0212	2,2748
$\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{3,0}\text{Ag}_{1,0}\text{O}_{12}$	6,9856	1,6730	5,5330	3,1554	4,4720	3,1837

## 2.2 Kalsinasyon ve Sinterleme İşlemi

Öğütücüden alınan toz karışım, Lenton marka Euroterm 818 kontrol işlemcili fırında alümina ( $Al_2O_3$ ) pota içerisinde  $790\text{ }^{\circ}C$ 'de hava ortamında 20 saat kalsine edildi. Numune, fırına oda sıcaklığında konuldu ve  $5\text{ }^{\circ}C/dak$  hızla  $790\text{ }^{\circ}C$ 'ye ısıtıldı. 20 saatlik kalsinasyon işleminden sonra fırın kapatılarak numune oda sıcaklığına soğutuldu. Kalsinasyon işleminden sonra elde edilen bileşik, 2 saat daha öğütme işlemine tabi tutuldu.

Öğütülen numune, 300 MPa basınç altında, 13 mm çapında ve  $\sim 2$  mm kalınlığında tabletler halinde preslendi. Tabletler,  $825\text{ }^{\circ}C$ 'ye kadar ısıtılmış fırına doğrudan konularak 120 saat sinterlendi. Daha sonra fırın kapatılarak numuneler oda sıcaklığına soğutuldu. Tabletler öğütülüp, yeniden preslenerek  $825\text{ }^{\circ}C$ 'de 10 saat daha sinterlendi. İkinci sinterleme işleminden sonra fırın,  $1\text{ }^{\circ}C/dak$  hızla oda sıcaklığına kadar soğutuldu.

## 2.3 X-Işını Kırınım Ölçümleri

Üretilen numunelerin x-ışını toz kırınımı desenleri, Rikagu D/Max-III C X-ışını difraktometresinde  $CuK_{\alpha}$  ışınımı kullanılarak elde edildi. Ölçümler  $3^{\circ} < 2\theta < 70^{\circ}$  aralığında  $0,02^{\circ}$ 'lik adımlarla yapıldı. Ölçümler sırasında difraktometrenin çalışma şartları aşağıdaki şekilde ayarlandı:

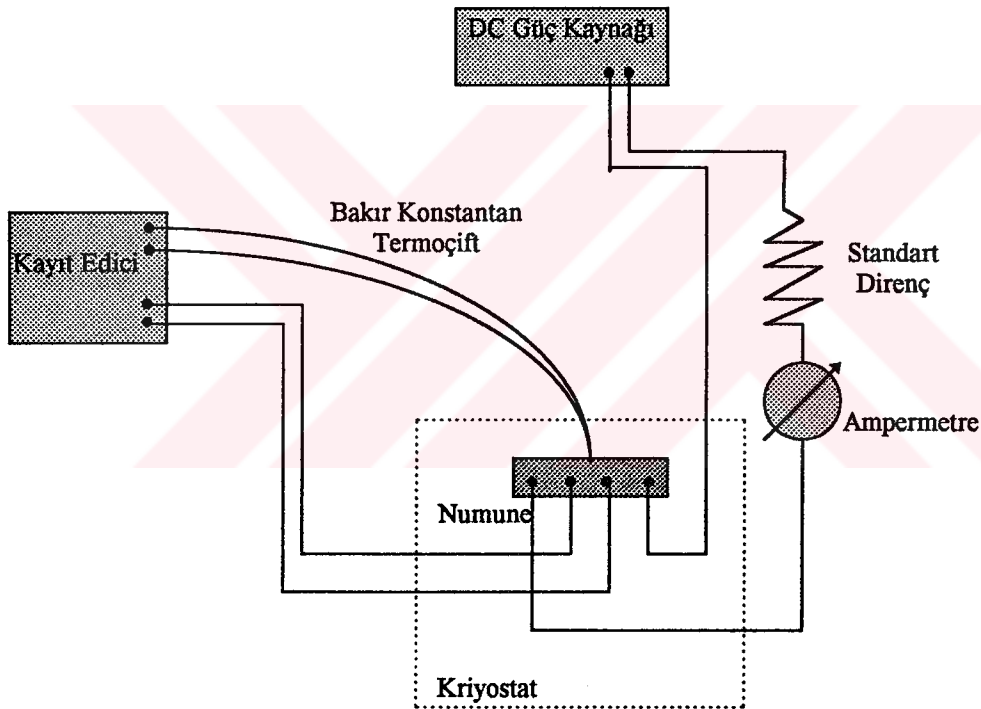
Kaynak	: Cu-Hedef
Voltaj ve Akım	: 40kV, 30mA
Örnekleme Aralığı	: $0,02^{\circ}$
Tarama hızı	: $5^{\circ}/s$

X-ışını kırınım desenlerinden örgü parametreleri  $\pm 0,001\text{ \AA}$  hata ile hesaplandı.

## 2.4 Direnç Ölçümleri

Düşük sıcaklık direnç ölçümleri Leybold marka kapalı devre kriyostat sisteminde, standart dört nokta yöntemi kullanılarak yapıldı. 13 mm çapındaki tabletlerden, yaklaşık olarak  $2mm \times 2,5mm \times 10mm$  boyutlarında parçalar kesildi. Daha sonra numunelere, bakır tel ve gümüş pasta kullanarak, kontaklar yapıldı.

Şekil 9, 10-300 K aralığında direnç ölçümlerinin yapıldığı düzeneğin şemasını göstermektedir. Şekilde görülen devre tamamlandıktan sonra, sistem bir rotary pompa yardımıyla vakumlanmaya başlandı. Vakum  $3 \times 10^{-2}$  mbar'a düştüğü zaman, sıvı helyum pompası devreye sokularak sistemin soğuması temin edildi. Standart dört nokta yöntemiyle, numunelerin dirençlerini ölçmek için, numunenin dış uçlarındaki kontaklardan, standart direnç yardımıyla, 10 mA'lık sabit bir akım geçirildi. Sıcaklık değişimlerinden etkilenmemek için, sistem yaklaşık olarak 10 K civarına kadar soğutulduktan sonra, yavaş ısıtılarak deneyler yapıldı. Kritik sıcaklık  $\pm 1$  K duyarlılık ile ölçüldü.

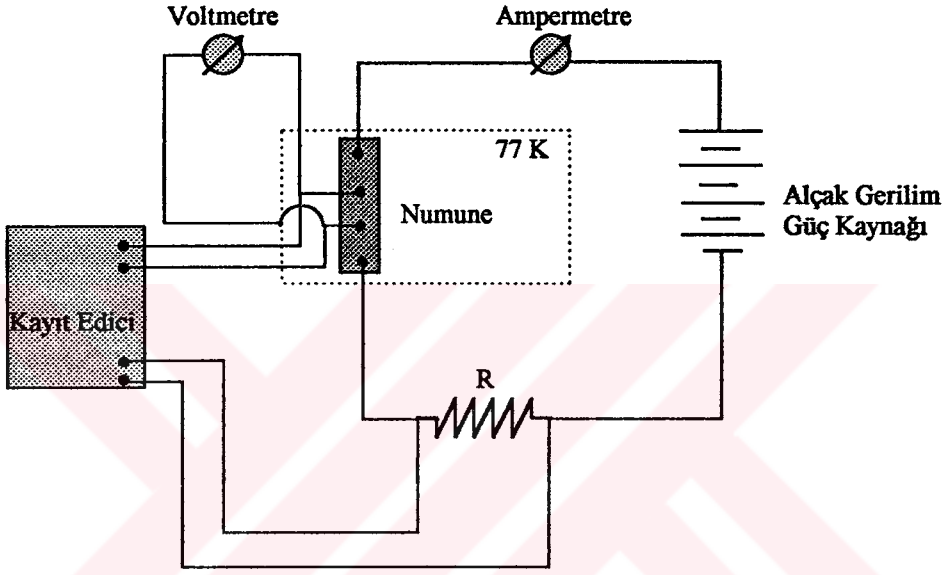


Şekil 9. Düşük sıcaklık kriyostat sisteminin şematik gösterimi.

Numuneye uygulanan akımın, numune üzerinde oluşturduğu gerilim, bir kaydediciye aktarıldı. Ortamın sıcaklığı, bir Bakır - Konstantan (%45 Cu - %55 Ni) termoçift ile ölçüldü. Kaydedicinin diğer ucuna bu termoçiftten gelen gerilimler aktarılarak, numunelerin dirençleri ölçüldü.

## 2.5 Kritik Akım Ölçümleri

Kritik akım ölçümleri standart dört nokta yöntemi kullanılarak sıvı azot sıcaklığında (77 K) gerçekleştirildi. Kritik akım ölçümleri için kullanılan devre şeması Şekil 10'da verildi.

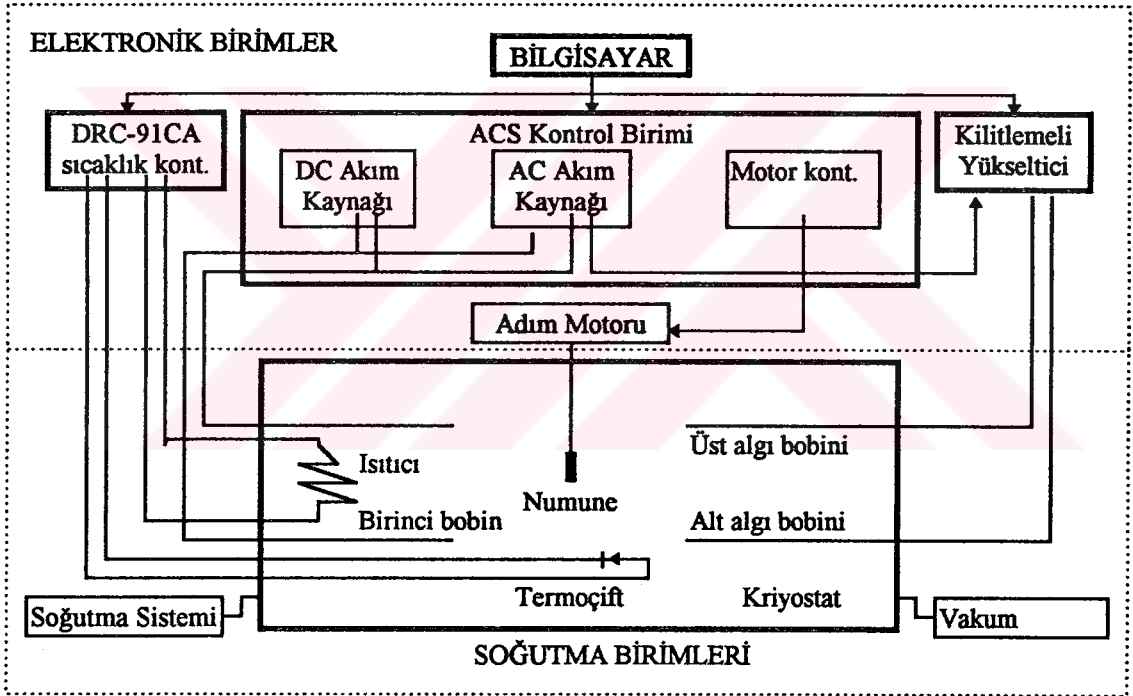


Şekil 10. Dört nokta yöntemiyle kritik akım ölçüm devresi

Numunenin dış uçlarına, bir güç kaynağından verilen akımın numune üzerinde oluşturduğu gerilim ile ölçüm devresine seri olarak bağlanmış olan R sabit direncin üzerinde oluşan gerilim bir kaydediciye aktarıldı. Numune süperiletken halde iken, iç uçlarından gözlenecek gerilimin değeri sıfır olacaktır. Süperiletken numuneye verilen akım, numuneyi normal hale döndürecek kadar yüksek olduğu zaman, numunenin iç uçlarında gerilim gözlenmeye başlayacaktır. Bu andaki akım yoğunluğu değerine, kritik akım yoğunluğu ( $J_k$ ) denir ve akım daha da artırılırsa numune süperiletken halden, normal hale dönüşecektir. Kritik akım yoğunlukları  $\pm 1 \text{ A/cm}^2$  duyarlılık ile ölçüldü.

## 2.6 Magnetik Alınganlık Ölçümleri

AC magnetik alınganlık ölçümleri, Lake Shore 7130 AC Susceptometer sisteminde yapılmıştır. Bu sistem, karşılıklı induktans ölçüm yöntemiyle magnetik alınganlık ölçen bir sistemdir. Magnetik alınganlığın gerçel (real) ve sanal (imaginer) kısımlarını; sıcaklığın, uygulanan AC alanının genliğinin ve frekansının fonksiyonu olarak ölçebilecek şekilde tasarlanmıştır. Sıvı helyum'a ihtiyaç duyulmadan kapalı devre bir soğutma sistemi ile 15-330 K arasında sıcaklık kontrolü sağlanabilmektedir (Şekil 11).



Şekil 11. 7130 AC Alınganlık ölçüm sisteminin blok şeması.

Magnetik alınganlık ( $\chi$ ), DC ölçüm tekniğinde numunenin toplam magnetik momenti'nin ( $M$ ), DC alan'a ( $H$ ) bölünmesiyle bulunur. Yani,

$$\chi = \frac{M}{H} \quad (5)$$

şeklindedir. DC ölçüm tekniğinde, numunenin magnetik momenti zamanla değişmezken AC ölçüm tekniğinde zamanla periyodik olarak değişir ve alınganlık,

$$\chi = \frac{dM}{dH_{ac}} \quad (6)$$

şeklinde tanımlanır [25, 26]. Numune,

$$H = H_0 \hat{\text{Im}}[e^{i\omega t}] \quad (7)$$

şeklinde bir dış sinüsoidal sürücü kuvvet etkisi altında kaldığı zaman, hacim başına magnetizasyon  $M(t)$ ,

$$M(t) = H_0 \hat{\text{Im}}[(\chi' - i\chi'')e^{i\omega t}] \quad (8)$$

$$M(t) = H_0(\chi' \cdot \sin \omega t + \chi'' \cos \omega t)$$

olacaktır. Burada  $\chi'$  alınganlığın gerçel (real),  $\chi''$  ise sanal (imaginer) kısmını göstermek üzere alınganlık

$$\chi = \chi' - i\chi'' \quad (9)$$

şeklinde tanımlanmıştır. Bu bağıntı yüksek sıcaklık süperiletkenleri için çizgisel olmadığı için magnetizasyon,

$$M(t) = H_0 \sum (\chi_n' \sin n\omega t + \chi_n'' \cos n\omega t) \quad (10)$$

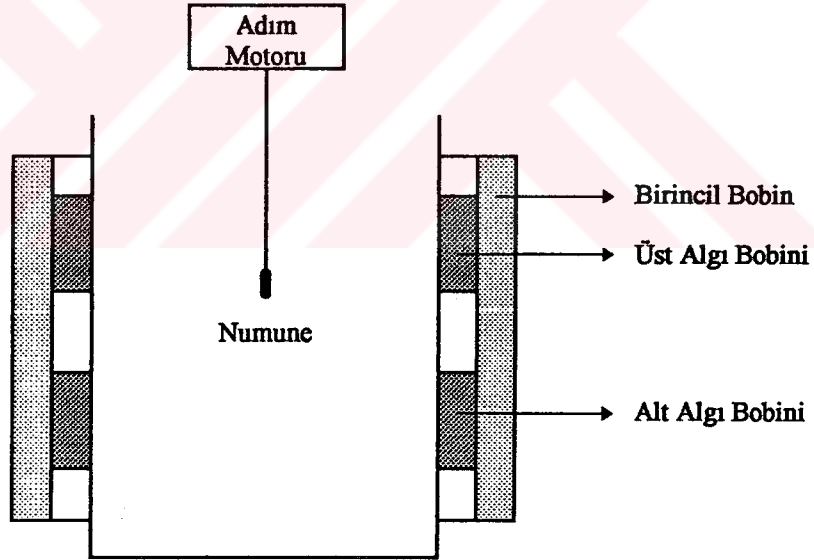
şeklinde olacaktır. Alınganlık bileşenleri de;

$$\chi_n' = \frac{1}{\pi H} \int_0^{2\pi} M(t) \sin n\omega t d\omega t \quad (11)$$

$$\chi_n'' = \frac{1}{\pi H} \int_0^{2\pi} M(t) \cos n\omega t d\omega t$$

şeklinde bulunur.  $n=1$  için temel alınganlık;  $n>1$  için ise harmoniklerini verir.  $n=\text{çift}$  bir değer için katkı gelmez [27].

Ölçüm tekniği, karşılıklı indüktans tekniğine dayanır. Eş eksenli iç içe geçmiş bobin sistemi; sürücü kuvveti uygulamaya yarayan birincil bobin ve indüklenen akıyı algılamaya yarayan ikincil bobinden oluşur. Sadece numuneden kaynaklanan indüklenmiş gerilimin okunabilmesi için, ikincil bobin birbirlerine göre ters bağlanmış iki özdeş bobinden oluşmuştur (Şekil 12).



Şekil 12. Bobin sistemi.

Her ölçümde numune adım motoru sayesinde üst algı bobininin merkezi ( $S_1$ ) ile alt algı bobininin merkezi ( $S_2$ ) arasında hareket ettirilerek buralarda gerilimlerin okunmasına imkan verir.  $S_1$  ve  $S_2$ 'deki gerilimler sırasıyla;

$$\begin{aligned} V_1 &= V + V_0 \\ V_2 &= -V + V_0 \end{aligned} \quad (12)$$

şeklindedir. Burada  $V$  numunenin oluşturduğu akı değişiminden kaynaklanan gerilimi,  $V_0$  ise sistemden kaynaklanan istenmeyen gerilimi göstermektedir. Sadece numuneden kaynaklanan gerilim;

$$V = \frac{V_1 - V_2}{2} \quad (13)$$

bağıntısından bulunur.

Dış sürücü kuvvet ile alıcı bobinlerden algılanan sinyal arasında faz farkı olacaktır. Bu faz farkı numunenin özelliğinden bağımsızdır ve sadece bobinlerin RL devresinden kaynaklanır. Faz farkı göz önüne alındığında magnetizasyon;

$$M(t) = H_0 \left\{ \sum (\dot{\chi}_n \sin n\omega t \cos\theta - \dot{\chi}_n \cos n\omega t \sin\theta) \right\} \quad (14)$$

şeklinde olacaktır. Alınanlığın, sürücü kuvvetiyle aynı fazda olan bileşenine faz (gerçek) bileşeni,  $90^\circ$  ilerdeki bileşenine de faz dışı (sanal) bileşeni denir. Faz bileşeni gerilimini  $V'$  ve faz dışı bileşenini  $V''$  ile gösterirsek;

$$\begin{aligned} V' &= V_0 \cos\theta + V_{90} \sin\theta \\ V'' &= V_{90} \cos\theta - V_0 \sin\theta \end{aligned} \quad (15)$$

olarak verilir. Burada  $V_0$  faz farkı yokken okunan gerilim  $V_{90}$  ise faz farkı  $90^\circ$  iken okunan gerilimdir. Hacim başına magnetizasyon  $M(t)$ , toplam magnetizasyon  $m(t)$  ve numunenin hacmi  $V$  ise, toplam magnetizasyon;

$$m(t) = V H_0 \left\{ \sum (\dot{\chi}_n \sin n\omega t \cos\theta - \dot{\chi}_n \cos n\omega t \sin\theta) \right\} \quad (16)$$

şeklindedir. Toplam magnetizasyonun zamana göre değişimi,



$$\frac{dm}{dt} = V\omega n H_0 \left\{ \sum (\chi_n' \cos n\omega t \cos\theta + \chi_n'' \sin n\omega t \sin\theta) \right\} \quad (17)$$

şeklinde.  $\alpha$  orantı katsayısı olmak üzere

$$\frac{dm}{dt} = \alpha \left\{ \sum (V_n' \cos n\omega t \cos\theta + V_n'' \sin n\omega t \sin\theta) \right\} \quad (18)$$

şeklinde düzenlenir.  $\alpha$  orantı katsayısının büyüklüğü ise

$$\alpha = \frac{10^8}{8\pi^2 NL \sqrt{L^2 - d^2}} \quad (19)$$

dir [28]. Burada N, algı bobinlerinin birim uzunluklarındaki sarım sayısı; L, algı bobininin uzunluğu ve d ise algı bobinlerinin çapıdır. (17) ve (18) denklemlerinden;

$$\begin{aligned} \alpha V_n' &= H_0 V \omega n \chi_n' \\ \alpha V_n'' &= H_0 V \omega n \chi_n'' \end{aligned} \quad (20)$$

eşitlikleri bulunur. Buradan da;

$$\begin{aligned} \chi_n' &= \frac{\alpha V_n'}{V H_0 n \omega} \\ \chi_n'' &= \frac{\alpha V_n''}{V H_0 n \omega} \end{aligned} \quad (21)$$

şeklinde bulunur.

Alışılmış katıhal tepkime yöntemiyle üretilmiş ve 825 °C'de toplam 130 saat tavllanmış olan numunelerin AC magnetik alınganlık ölçümleri için, yaklaşık 2×2,5×10 mm<sup>3</sup> boyutlarında parçalar kesildi. Bu parçalar yukarıda teorisi kısaca anlatılan yöntemle ölçüldü.

### 3. BULGULAR

Bu bölümde, başlangıç kompozisyonları  $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{4-x}\text{Ag}_x\text{O}_{12}$  ( $x=0, 0,1, 0,4, 0,7$  ve  $1,0$ ) olacak şekilde, katıhal tepkime yöntemi ile hazırlanan numunelerin magnetik ve elektriksel özellikleri tartışıldı.

X-ışını toz kırınımı ölçümleri yoluyla numunelerin içerdiği fazlar ve bu fazlara ait örgü parametreleri hesaplandı. Ayrıca kritik geçiş sıcaklıkları ( $T_k$ ) ve kritik akım yoğunlukları ( $J_k$ ) ölçüldü. AC magnetik alınganlık ölçümleri ile gerçel ve sanal kısımlar incelendi.

#### 3.1 X-ışını Kırınım Desenleri

Başlangıç karışımı olarak  $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$  alınıp,  $790\text{ }^\circ\text{C}$ 'de 20 saat kalsine edilen ve ardından  $825\text{ }^\circ\text{C}$ 'de 120 saat sinterlenen numunenin x-ışını kırınım deseni Şekil 13a'da görülmektedir. Yapılan bu ısıl işlemlerden sonra, numunenin büyük çoğunluğunun 2223 fazından oluştuğu gözlenirken, bunun yanında  $2\theta=17,6^\circ, 31,9^\circ$ 'de  $\text{Ca}_2\text{PbO}_4$  piklerine,  $2\theta=5,7^\circ, 23,1^\circ, 28,1^\circ$ 'de 2212 fazına ait piklere ve  $2\theta=16,4^\circ, 41,3^\circ, 57,7^\circ$  açılarında da tanımlanamayan piklere raslanıldı.  $825\text{ }^\circ\text{C}$ 'de 120 saat sinterlemenin ardından numune, toz haline getirilip, yeniden 300 MPa basınç altında tablet halinde preslendi. Daha sonra  $825\text{ }^\circ\text{C}$ 'de 10 saat daha sinterlenen numune,  $1\text{ }^\circ\text{C/dak}$  hızla oda sıcaklığına soğutuldu. Bu numuneye ait x-ışını kırınımı desenlerinin (Şekil 13b) incelenmesi sonucu,  $\text{Ca}_2\text{PbO}_4$  ve 2212 fazına ait piklerin şiddetlerinde azalma görülürken, daha önce  $2\theta=5,7^\circ$ 'de ki 002 ve  $2\theta=23,1^\circ$ 'de ki 008 gözlenmedi. Bunun yanında tanımlanamayan piklerin bir kısmının da şiddetleri sıfıra düştü.

Başlangıç kompozisyonunun hazırlanışında  $x=0,1$  oranında Ag katılan numunenin ara öğütme işleminden önce x-ışını kırınım deseni incelendiğinde (Şekil 14a), ana fazın 2223'den ibaret olduğu, bunun yanında  $\text{Ca}_2\text{PbO}_4$  ( $2\theta=17,6^\circ, 31,9^\circ$  ve  $56,4^\circ$ ), Ag

( $2\theta=38,1^\circ$ ), 2212 ( $2\theta=5,7^\circ$ ,  $23,2^\circ$ ,  $27,8^\circ$  ve  $31,4^\circ$ ) ve tanımlanamayan fazların da ( $15,5^\circ$ ,  $42,7^\circ$ ,  $51,6^\circ$  ve  $63^\circ$ ) bulunduğu tesbit edildi.  $825^\circ\text{C}$ 'de 10 saat sinterlemeden sonra hem 2212 fazına ait ve hem de  $\text{Ca}_2\text{PbO}_4$  fazına ait piklerin şiddetlerinde azalma olduğu görüldü. İkinci sinterleme işleminden sonra  $38,1^\circ$ 'de görülen Ag'ye ait pik ve tanımlanamayan piklere 10 saatlik tavlama işleminden sonra rastlanılmadı (Şekil 14b).

$\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{3,6}\text{Ag}_{0,4}\text{O}_{12}$  başlangıç kompozisyonlu numunenin x-ışını kırınım deseni incelendiğinde ana fazın yine 2223 olduğu görüldü (Şekil 15a). Bunun yanında 2212 fazına ait piklerin sayısında artış görülürken ( $2\theta=5,7^\circ$ ,  $23,1^\circ$ ,  $27,6^\circ$ ,  $31,4^\circ$ ,  $35,4^\circ$ ,  $44,8^\circ$ ,  $48^\circ$  ve  $50,7^\circ$ ),  $\text{Ca}_2\text{PbO}_4$  ( $2\theta=17,8^\circ$ ,  $31,9^\circ$ ), tanımlanamayan ( $2\theta=7,1^\circ$ ,  $27,9^\circ$  ve  $36,5$ ) ve Ag pikleriyle de ( $2\theta=38,1^\circ$ ,  $44,3$ ) karşılaşıldı. Ayrıca  $2\theta=7,2^\circ$  ve  $22,1^\circ$  açılarında, 2201 fazına ait piklere de rastlanıldı. Ara öğütme işleminden sonra bu numunenin x-ışını kırınım deseninden görüldüğü gibi, bazı tanımlanamayan piklerin ve 2201 fazına ait piklerin giderildiği, 2212 fazına ait piklere genel olarak bakıldığında, şiddetlerinde bir azalma olduğu,  $\text{Ca}_2\text{PbO}_4$  ve Ag piklerinin şiddetlerinde de aynı biçimde bir azalmanın olduğu görüldü (Şekil 15b).

Başlangıç karışımında,  $x=0,7$  oranında Ag kullanılan numunenin x-ışını kırınımı desenine bakıldığında, diğer numunelerden farklı olarak, ana fazın 2212'den ibaret olduğu görüldü (Şekil 16a). Bunun yanında 2223 fazına ait pikler  $2\theta=26,1^\circ$ ,  $33,7^\circ$  ve  $39^\circ$  açılarında bulunurken, yine diğer numunelerde olduğu gibi,  $\text{Ca}_2\text{PbO}_4$  piklerine ( $2\theta=17,6^\circ$  ve  $31,9^\circ$ ) ve Ag piklerine de ( $2\theta=38,1^\circ$ ,  $44,3^\circ$  ve  $64,4^\circ$ ) raslanıldı. Ara öğütmeden sonra numunenin x-ışını kırınım desenine bakıldığında dikkat çeken en önemli olay, daha önce  $2\theta=4,7^\circ$  ve  $28,8^\circ$  açıları civarında gözlenmeyen yüksek sıcaklık fazına ait piklerin oluşmasıdır. Diğer 2223 fazına ait piklere,  $\text{Ca}_2\text{PbO}_4$  ve Ag piklerine genel olarak bakıldığında, şiddetlerinin arttığı gözlemlendi (Şekil 16b).

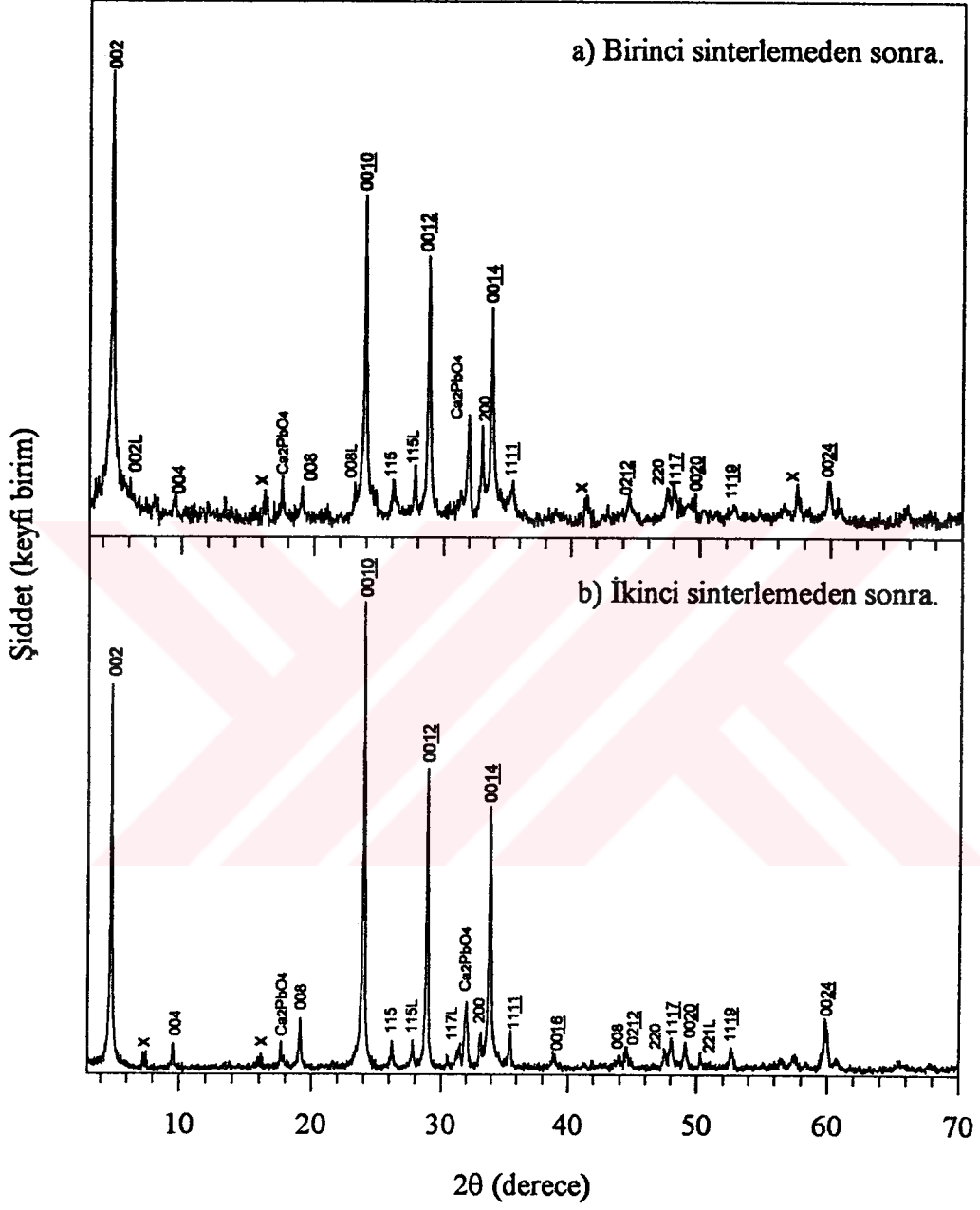
Maksimum oranda Ag katılan  $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{3,0}\text{Ag}_{1,0}\text{O}_{12}$  başlangıç kompozisyonlu numunenin x-ışını kırınımı desenine bakıldığında, ağırlıkta 2212 fazına ait piklerin olduğu görüldü. Bunun yanında, tanımlanamayan piklere ( $2\theta=8^\circ$ ,  $16,1^\circ$ ,  $18^\circ$ ,  $39^\circ$ ,  $40,6^\circ$ ,  $48,5^\circ$  ve  $65^\circ$ ),  $\text{Ca}_2\text{PbO}_4$  piklerine ( $2\theta=17,4^\circ$  ve  $31,9^\circ$ ), Ag piklerine ( $2\theta=38,1^\circ$  ve  $44,4^\circ$ ) ve Pb pikine ( $2\theta=36,2^\circ$ ) raslanıldı (Şekil 17a). Bununla birlikte, 2223 fazının en belirgin karakteristik piklerinden olan  $0010$  ( $2\theta=24,8^\circ$ ) pikini de içerdiği saptandı. İkinci sinterleme işleminden sonra yüksek faza ait  $0010$  pikinin ve hemen hemen tüm

tanımlanamayan piklerin şiddetlerinin sıfıra düştüğü görüldü (Şekil 17b). Bunun yanında  $\text{Ca}_2\text{PbO}_4$  ve Ag fazlarına ait piklerin şiddetlerinde de azalmaya rastlandı.

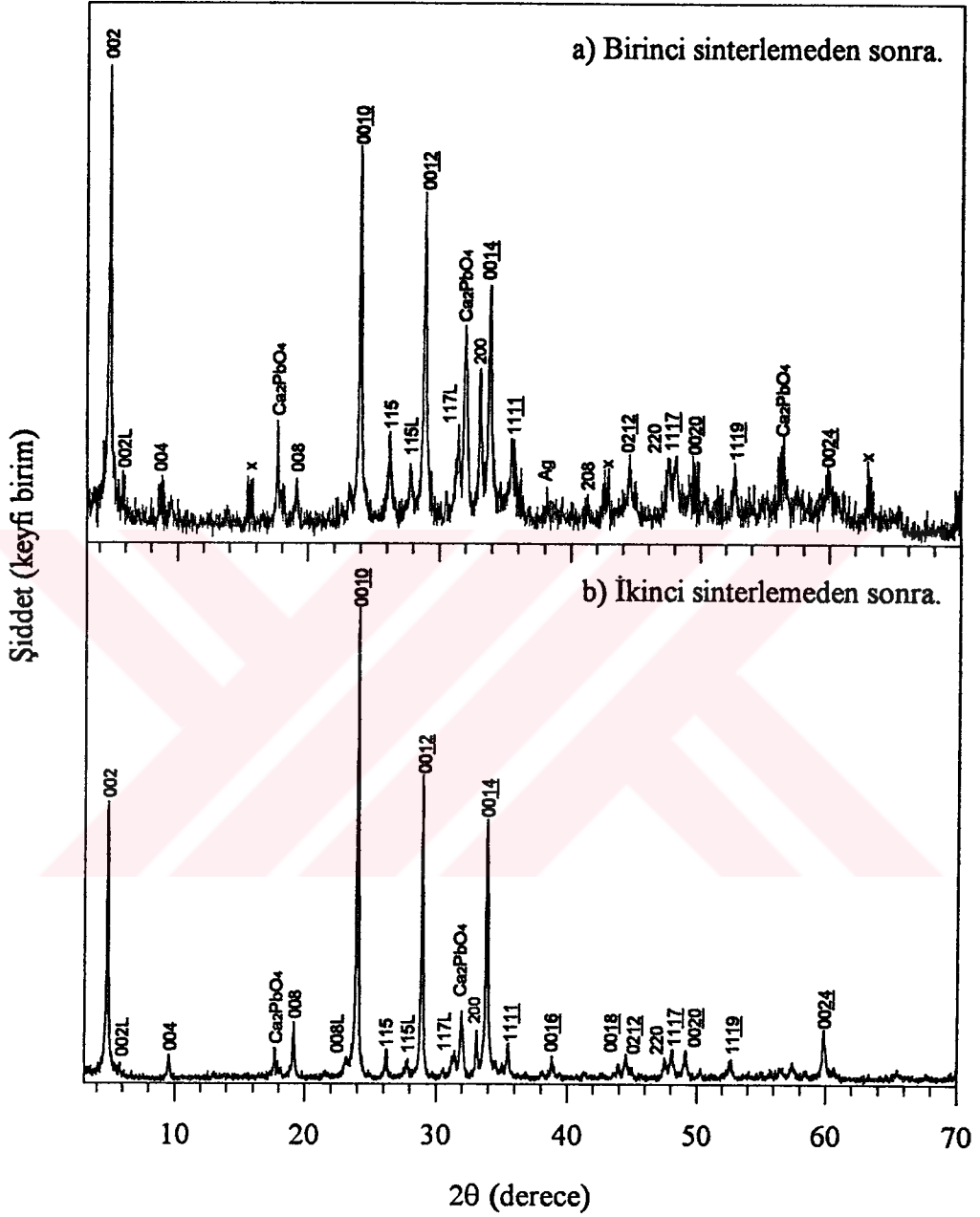
Ara öğütmeden sonra numunelerin x-ışını kırınım desenlerinden, numune içerisindeki faz oranları ve örgü parametreleri Tablo 3’de verildi. Buna göre numunelerin a örgü parametresi Ag katkıyla çok fazla değişikliğe uğramazken, c örgü sabitinin değeri gittikçe büyümektedir. Ayrıca Ag katkıyla da numune içerisindeki 2223 faz oranı da azalmaktadır.

Tablo 3. Faz oranı ve örgü parametreleri.

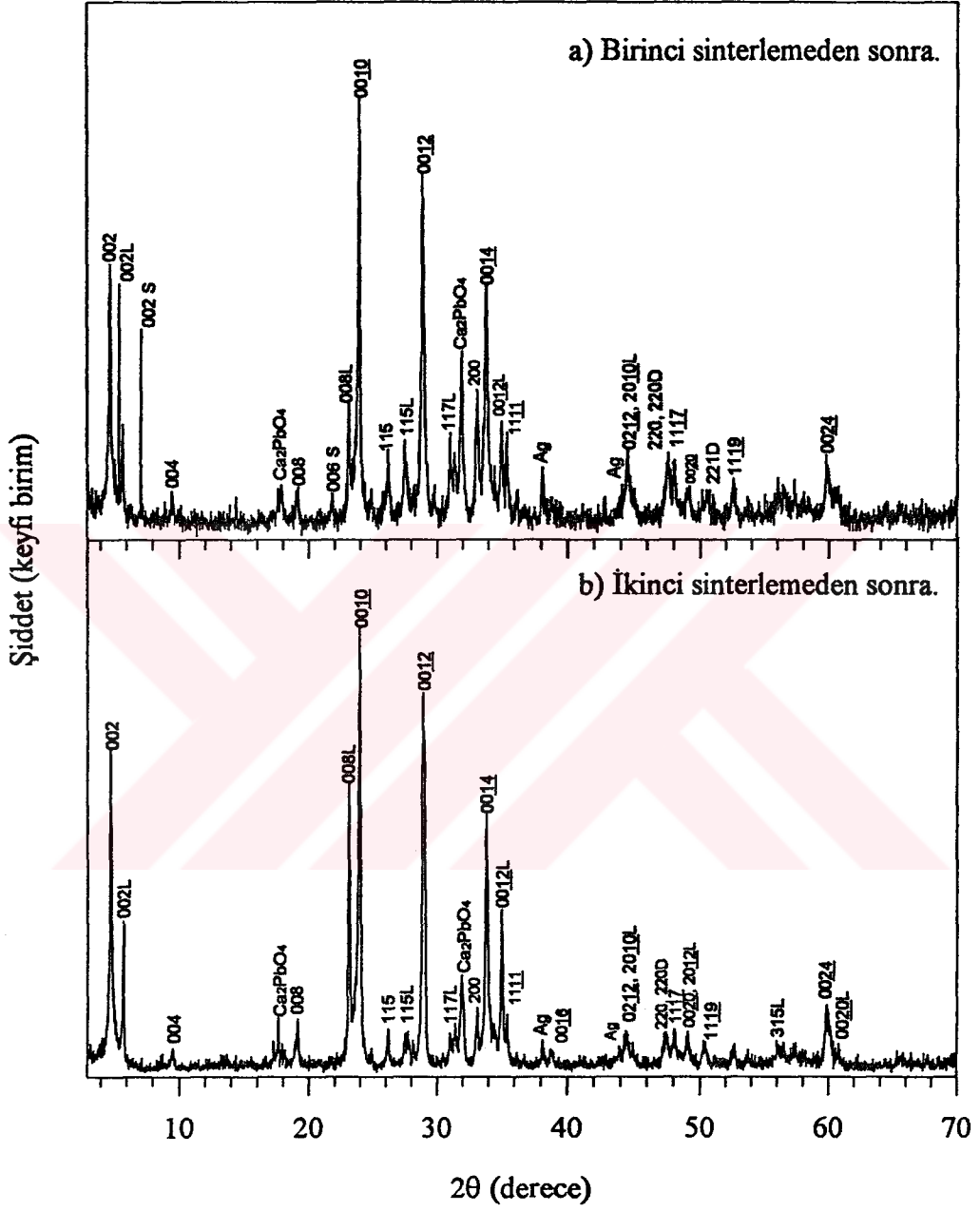
Başlangıç Kompozisyonu	2223 Faz Oranı	a=b (Å)	2223 c (Å)	2212 c (Å)
$\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$	~%100	5,412	36,886	-
$\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{3,9}\text{Ag}_{0,1}\text{O}_{12}$	~%95	5,408	37,093	-
$\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{3,6}\text{Ag}_{0,4}\text{O}_{12}$	~%65	5,414	37,103	30,723
$\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{3,3}\text{Ag}_{0,7}\text{O}_{12}$	~%42	5,410	37,215	30,888
$\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{3,0}\text{Ag}_{1,0}\text{O}_{12}$	~%0	5,393	-	30,819



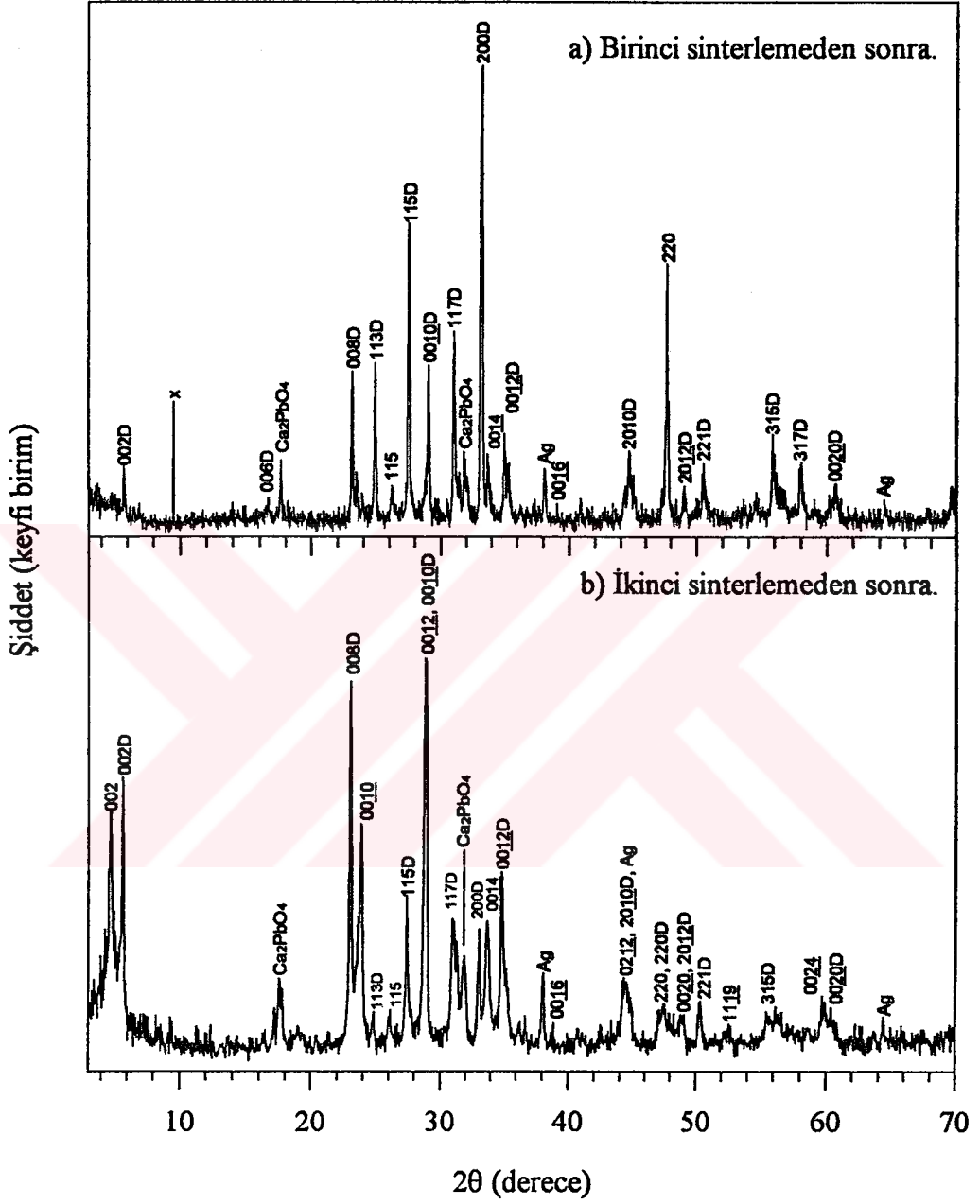
Şekil 13.  $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$  başlangıç kompozisyonlu numunenin x-ışını kırınım desenleri.



Şekil 14.  $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{3.9}\text{Ag}_{0.1}\text{O}_{12}$  başlangıç kompozisyonlu numunenin x-ışını kırınım desenleri.

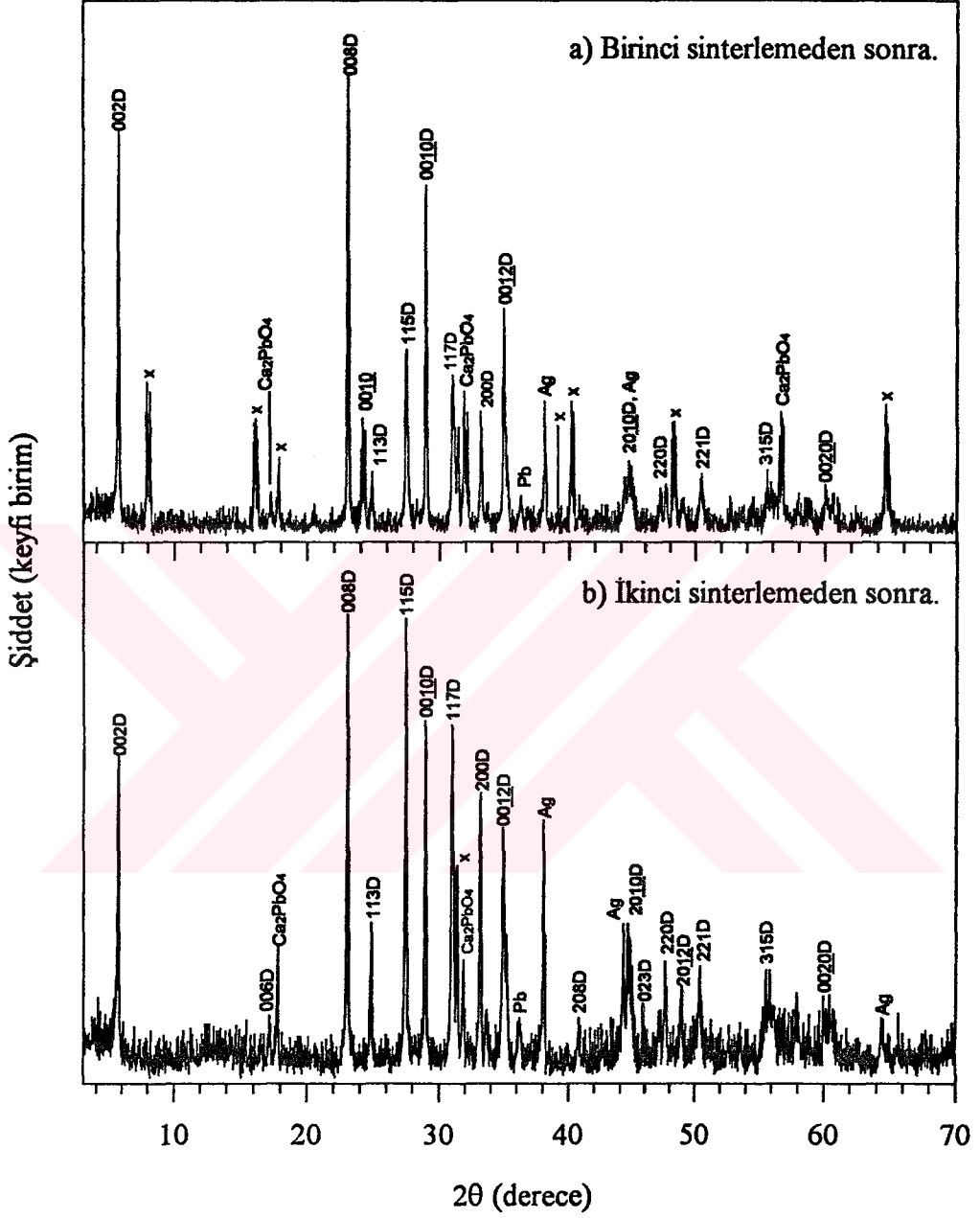


Şekil 15.  $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{3.6}\text{Ag}_{0.4}\text{O}_{12}$  başlangıç kompozisyonlu numunenin x-ışını kırınım desenleri.



Şekil 16.  $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{3,3}\text{Ag}_{50,7}\text{O}_{12}$  başlangıç kompozisyonlu numunenin x-ışını kırınım desenleri.





Şekil 17.  $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{3.0}\text{Ag}_{1.0}\text{O}_{12}$  başlangıç kompozisyonlu numunenin x-ışını kırınım desenleri.

### 3.2 Direnç Ölçümleri

Şekil 18, üretilen numunelerin, 10-300 K arasında ölçülen dirençlerin, 300 K'deki dirençlerine normalize edilerek bulunan değerlerin sıcaklıkla değişimini göstermektedir. İçinde Ag bulunmayan numunenin direncinin, yaklaşık olarak 126 K'den itibaren hızla azalmaya başladığı ve 110 K'de sıfıra düştüğü görüldü. İçinde 0,1 oranında Ag bulunan numunenin direncinin, Ag bulunmayan numuneden daha düşük sıcaklıkta (116 K civarında) azalmaya başladığı görüldü. Bu numunenin direnci ise 106 K de sıfır değerine düştü. Ag'ün katkı oranının  $x=0,4$ 'e artırılmasıyla  $T_k$  değerinde önemli bir değişiklik gözlenmedi (106 K).

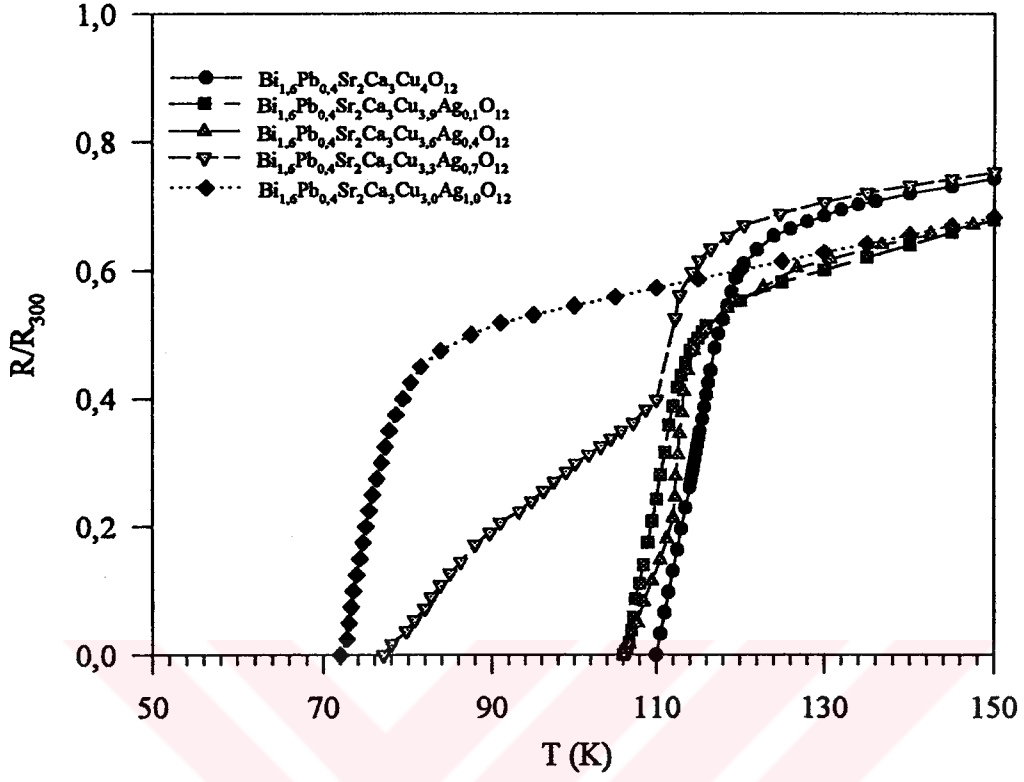
Başlangıç karışımında 0,7 oranında Ag kullanılarak üretilen numunenin, yaklaşık olarak 125 K civarında hızlı bir azalmanın ardından bir kuyruğun ortaya çıktığı ve direncin 76 K'de sıfıra düştüğü görüldü. Katılan Ag oranı 1,0 olan numunenin,  $T_k$  değerinin 72 K'e düştüğü gözlemlendi. 0,7 oranında Ag kullanılan numunede, normal durumdan süperiletken hale geçişte bir kuyruk gözlenmesine karşın 1,0 oranında Ag kullanılan numunede dönüşüm sırasında böyle bir kuyruğa rastlanmadı.

Bulunan kritik geçiş sıcaklıklarının, numunenin başlangıç kompozisyonunda katılan Ag oranına göre değişimi, bir kıyaslama için Şekil 19'da verildi.

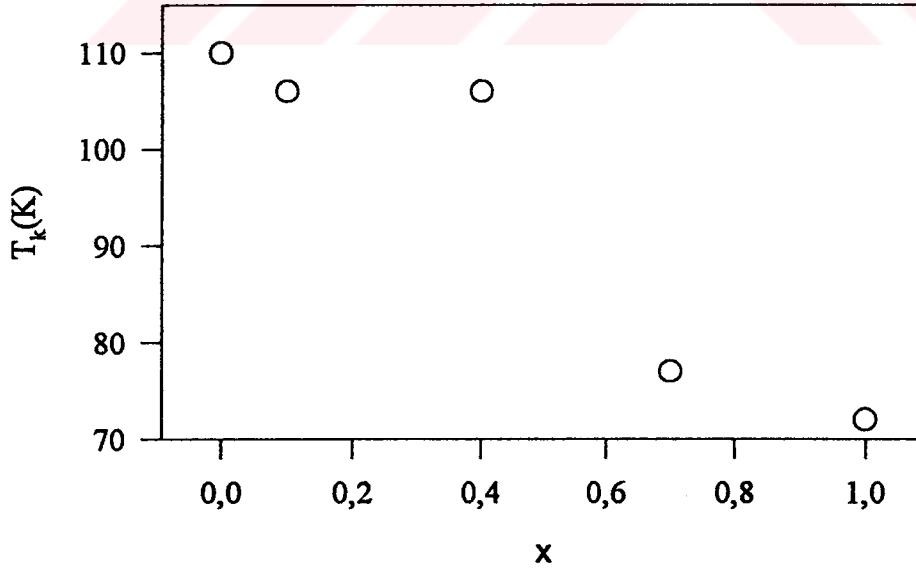
### 3.3 Kritik Akım Yoğunluğu Ölçümleri

Üretilen numunelerin kritik akım yoğunlukları Şekil 10'da gösterilen devrede sıvı azot sıcaklığında (77 K) ölçüldü. Başlangıç kompozisyonunda  $x=0,7$  ve 1,0 oranlarında Ag kullanılan numunelerin kritik geçiş sıcaklıkları 77 K'den düşük oldukları için  $J_k$  değerleri ölçülemedi.

Ag katılmamış numunenin  $J_k$  değeri, yaklaşık  $97 \text{ A/cm}^2$  olarak ölçüldü.  $x=0,1$  oranında Ag kullanılan numunede ise  $J_k$  değerinin  $61 \text{ A/cm}^2$ 'ye düştüğü görüldü. Ag oranının artırılması sonucunda ( $x=0,4$ )  $J_k$  değerinin de buna bağlı olarak azaldığı ve  $34 \text{ A/cm}^2$ 'ye düştüğü gözlemlendi.



Şekil 18. Tüm numuneler için direncin sıcaklıkla değişimi.



Şekil 19. Kritik sıcaklığın katılan Ag miktarına göre değişimi.

### 3.4 Magnetik Alınganlık Ölçümleri

Magnetik alınganlık ölçümleri, yüksek sıcaklık süperiletkenlerin magnetik yapısı hakkında bilgi veren deneysel tekniklerden birisidir. Bu amaçla, sıcaklığın ve magnetik alanın fonksiyonu olarak alınganlık ölçümleri yapıldı. Ölçümlerde frekans sabit tutulup (1000 Hz), uygulanan AC alan değiştirildi. Eğrilerde göze çarpan ortak özellik, magnetik alınganlığın sıcaklığın fonksiyonu olarak iki diamagnetik geçiş göstermesidir. Magnetik alınganlığın magnetik alana bağımlı ölçümlerinde, ilk diamagnetik geçiş ikinci diamagnetik geçişe göre magnetik alan şiddetine daha fazla bağımlıdır. Yüksek sıcaklıklarda gerçekleşen geçiş taneler içi diamagnetik geçişi ( $T_{k1}$ ), düşük sıcaklıklarda gerçekleşen geçiş de taneler arası diamagnetik geçişi ( $T_{k2}$ ) ifade etmektedir. Bu iki geçiş tamamlandığında, yani numune tamamen süperiletken hale geldiğinde, değişimin doğrusal olduğu gözlemlendi.

$Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_3Cu_4O_{12}$  başlangıç kompozisyonlu numunede AC alan şiddetinin değiştirilmesiyle taneler içi diamagnetik geçişde herhangi bir değişiklik gözlenmezken taneler arası diamagnetik geçişte farklılıklar gözlemlendi (Şekil 20). AC alan şiddeti artırıldıkça, taneler arası diamagnetik geçişin, sıcaklık değişimine göre daha yavaş bir şekilde olduğu tesbit edildi. Sanal kısımda ise, AC alanın artmasıyla piklerin alanlarında artış görüldü. Aynı özellikler  $x=0,1$  ve  $x=0,4$  oranında Ag kullanılan numunelerde de görüldü (Şekil 21 ve Şekil 22).

0,7 oranında Ag kullanılan numune yapı itibarıyla 2223 fazını ve 2212 fazını yaklaşık olarak yarı yarıya içerdiğinden gerçel kısımdaki değişim diğer numunelere kıyasla çok farklı bulundu (Şekil 23).  $x=0,1$  ve  $x=0,4$  oranında Ag kullanılarak hazırlanan numunelerde, taneler içi diamagnetik geçiş yaklaşık 108-100 K arasında oluşmasına karşın, bu numunede aynı geçişin 108-68 K arasında tamamlandığı saptandı.

Maksimum oranda Ag katılan ( $x=1,0$ ) numunenin sanal kısmında taneler içi diamagnetik geçiş, Şekil 24'den de görüldüğü gibi, diğer numunelerle karşılaştırıldığında daha hızlı bir şekilde tamamlandığı görüldü. Taneler arası diamagnetik geçiş, diğerlerine kıyasla farklı bir değişim göstermemektedir. Tüm numunelerin diamagnetik geçişleri Tablo 4'de verildi.

Tablo 4. Magnetik alanın artırılmasıyla diamagnetik geçiş sınırlarındaki değişimler.

Başlangıç Kompozisyonu	Uygulanan AC Alan (A/m)	$T_k$ (K)	$T_{k1}$ (K)	$T_{k2}$ (K)
$Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_3Cu_4O_{12}$	20	108	102	77.4
	40			70
	80			60
	160			50
	320			27
$Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_3Cu_{3,9}Ag_{0,1}O_{12}$	20	107	102	72.4
	40			67.5
	80			57
	160			45
$Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_3Cu_{3,6}Ag_{0,4}O_{12}$	20	106	102	50
	40			45
	80			40
	160			35
$Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_3Cu_{3,3}Ag_{0,7}O_{12}$	20	108	108-65	40
	40			<40
	80			<<40
$Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_3Cu_{3,0}Ag_{1,0}O_{12}$	20	66	60	30
	40			22
	80			<22

Magnetik alınganlık eğrilerinin sanal kısımlarında görülen piklerden faydalanılarak, Bean Modeli'ne göre kritik akım yoğunlukları hesaplandı [27, 29]. Bulunan kritik akım yoğunluklarının sıcaklıkla değişimi Şekil 25'de verildi. Şekilden de görüldüğü gibi sıcaklık düştükçe kritik akım yoğunluğu artmakta ve katılan Ag oranının artmasıyla da azalmaktadır.

Frekansı 1000 Hz ve uygulanan AC alanı 20 A/m olarak ölçümleri alınan numunelerin sanal kısımları Şekil 26a'da karşılaştırılmaktadır. Buna göre sanal kısımdaki piklerin şiddetleri, Ag katkı oranının artmasıyla küçüldüğü gözlemlendi. Bu numunelerin gerçel kısımlarına bakıldığında,  $x=0, 0,1$  ve  $0,4$  oranlarında Ag katılan numunelerde, Ag miktarı arttıkça tanelerin süperiletken hale geçme sürecinde bir değişiklik gözlenmedi, ama taneler arası bölgelerin süperiletken hale geçme sürecinde farklılık tesbit edildi (Şekil 27b). Bu iki süreç Ag katkısız numunede 108-77,5 K arasında,  $0,1$  Ag katkısı bulunan numunede 107-73 K sıcaklık aralığında ve Ag katkısı  $0,4$  olan numunede de 106-65 K

sıcaklık aralığında tamamlandığı görüldü..  $x=0,7$  oranında Ag katılan numunede tanelerin süperiletken hale geçme süreci 108-68 K sıcaklık aralığında gerçekleştiği gözlenirken, iki sürecin 108-41 K sıcaklık aralığında tamamlandığı saptandı. Taneler arası bölgelerin süperiletken hale geçme süreci katkısız numunede daha uzun süreçte, 0,1 ve 0,4 oranında Ag katılan numunelere kıyasla daha kısa süreçte tamamladı.. Maksimum oranda Ag katılan numunede ise tanelerin süperiletken hale geçme süreci çabuk bir şekilde oldu. Bu geçiş süreci de  $x=0,4$  oranında Ag katılan numuneye göre daha büyük, diğerlerine göre daha küçük sıcaklık aralığında gerçekleşti. Bu iki sürecin 66-36 K sıcaklık aralığında tamamlandığı tesbit edildi.

Bu numunelerin, dışardan ek olarak uygulanan bir DC alan karşısında davranışları da incelendi. Bu ölçümler, sabit frekans (1000 Hz) ve sabit AC alan ortamında (20 A/m), 1200 A/m şiddetinde bir DC alan uygulayarak yapıldı. Bu durumda, daha önce sanal kısımda gözlenmeyen ilk diamagnetik geçişe karşılık gelen pikler de görüldü. DC alan uygulandığında,  $x=0, 0,1$  sanal kısımlarında gözlenen ikinci piklerin şiddetleri, DC alan uygulanmadan alınan ölçümlere kıyasla, daha büyük olduğu gözlemlendi (Şekil 26). Başlangıç kompozisyonunda Ag katkı bulunmayan numunede taneler içi ve taneler arası diamagnetik geçiş 106-70,5 K sıcaklık aralığında gerçekleşirken, başlangıç kompozisyonunun hazırlanmasında  $x=0,1$  oranında Ag kullanılan numunede 106-67 K sıcaklık aralığında ve  $x=0,4$  oranında Ag kullanılan numunede de 107-61 K sıcaklık aralığında gerçekleştiği gözlemlendi (Şekil 27b). Başlangıç kompozisyonunda  $x=0,7$  oranında Ag kullanılarak hazırlanan numunede bu geçiş süreci, 108 K sıcaklığında başladığı ve 40 K sıcaklığının altında da tamamlandığı saptandı. Maksimum oranda ( $x=1,0$ ) Ag katılarak hazırlanan  $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{3,0}\text{Ag}_{1,0}\text{O}_{12}$  numunesinde taneler içi ve taneler arası diamagnetik geçiş 65-20,6 K sıcaklık aralığında tamamlandı. 1200 A/m DC alan uygulanan ve uygulanmayan numunelerdeki diamagnetik geçişlerin tamamlandığı sıcaklık aralığı Tablo 5'de verildi.

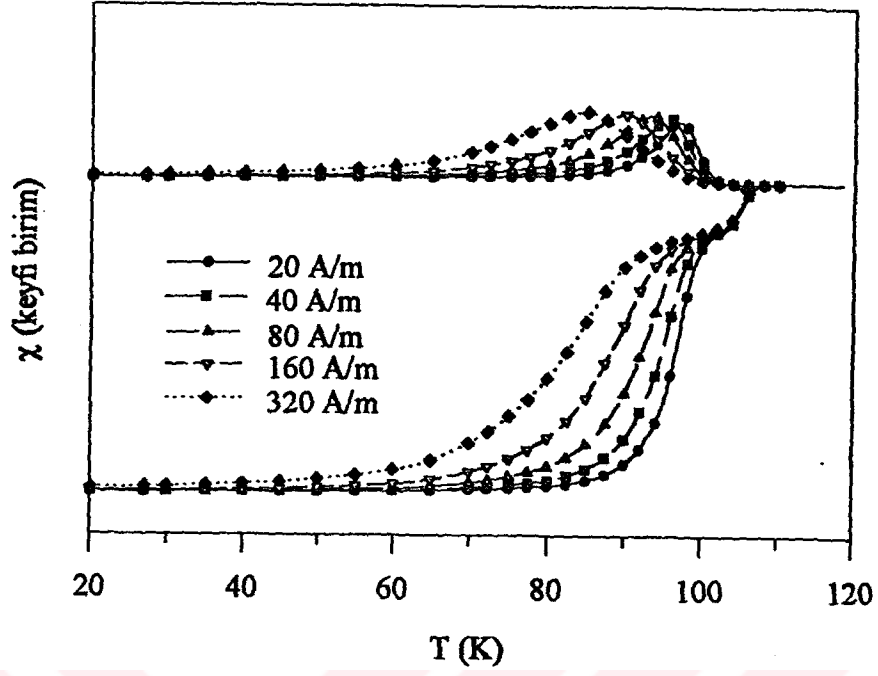
Ayrıca sabit frekansta (1000 Hz) ve AC alanda (20 A/m) yapılan alınganlık ölçümlerinden faydalanılarak numunelerin kritik geçiş sıcaklıkları bulundu. Daha önce dört nokta yöntemi ile ölçülen kritik sıcaklıklarla karşılaştırıldı (Tablo 6).

Tablo 5. DC alan uygulanmayan ve uygulanan numunelerin diamagnetik geiş sıcaklık aralıkları.

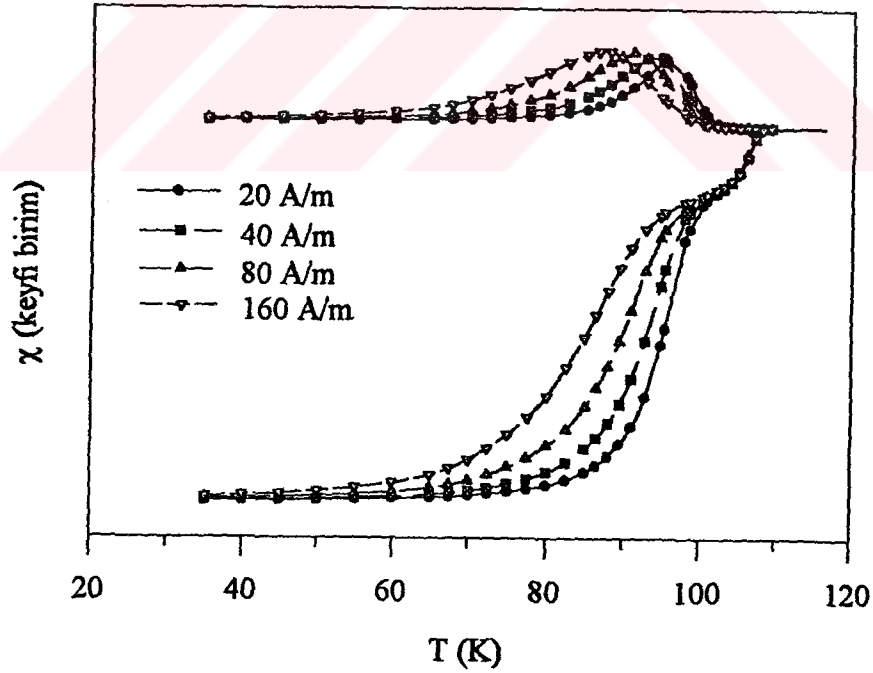
Başlangı Kompozisyonu	DC Alan Uygulanmayan	DC Alan Uygulanan (1200 A/m)
$\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$	108-77,5 K	106-70,5 K
$\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{3,9}\text{Ag}_{0,1}\text{O}_{12}$	107-73 K	106-67 K
$\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{3,6}\text{Ag}_{0,4}\text{O}_{12}$	106-65 K	107-61 K
$\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{3,3}\text{Ag}_{0,7}\text{O}_{12}$	108-41 K	108-<40 K
$\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{3,0}\text{Ag}_{1,0}\text{O}_{12}$	66-36 K	65-20,6 K

Tablo 6. Kritik geiş sıcaklıklarının karşılaştırılması.

Başlangı Kompozisyonu	Dört Nokta Yöntemiyle Bulunan $T_k$	Alınanlık Ölümlerinden Bulunan $T_k$
$\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$	110 K	108 K
$\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{3,9}\text{Ag}_{0,1}\text{O}_{12}$	106 K	107 K
$\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{3,6}\text{Ag}_{0,4}\text{O}_{12}$	106 K	106 K
$\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{3,3}\text{Ag}_{0,7}\text{O}_{12}$	76 K	108-65 K
$\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{3,0}\text{Ag}_{1,0}\text{O}_{12}$	72 K	66 K

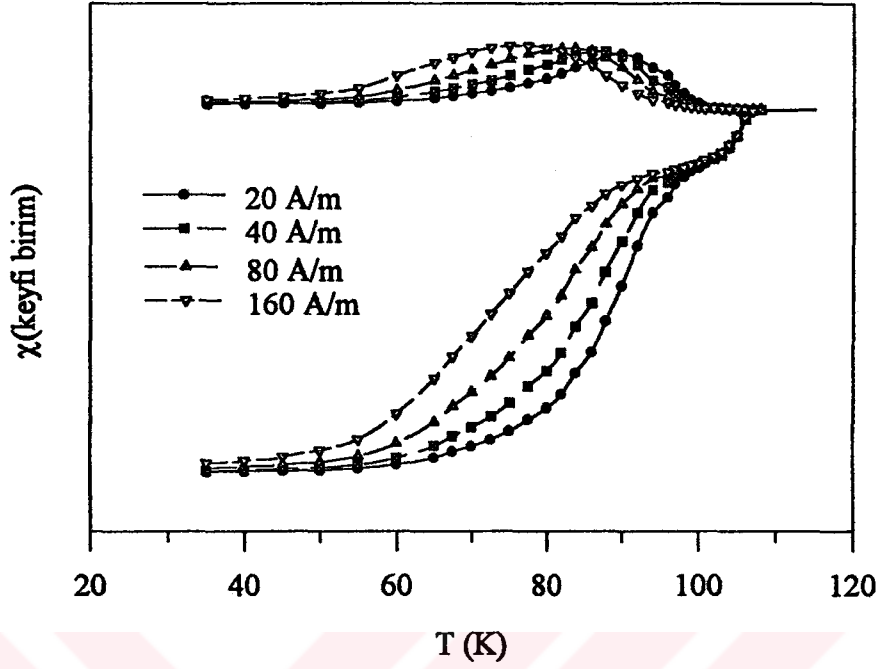


Şekil 20.  $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$  başlangıç kompozisyonlu numunenin magnetik alınganlığının AC alana bağımlılığı.

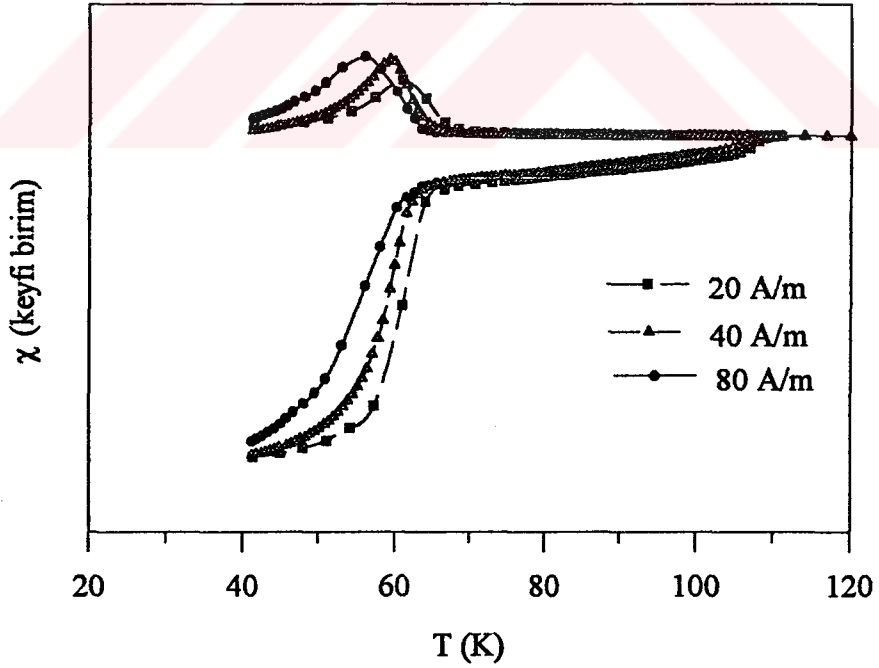


Şekil 21.  $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{3,9}\text{Ag}_{0,1}\text{O}_{12}$  başlangıç kompozisyonlu numunenin magnetik alınganlığının AC alana bağımlılığı.

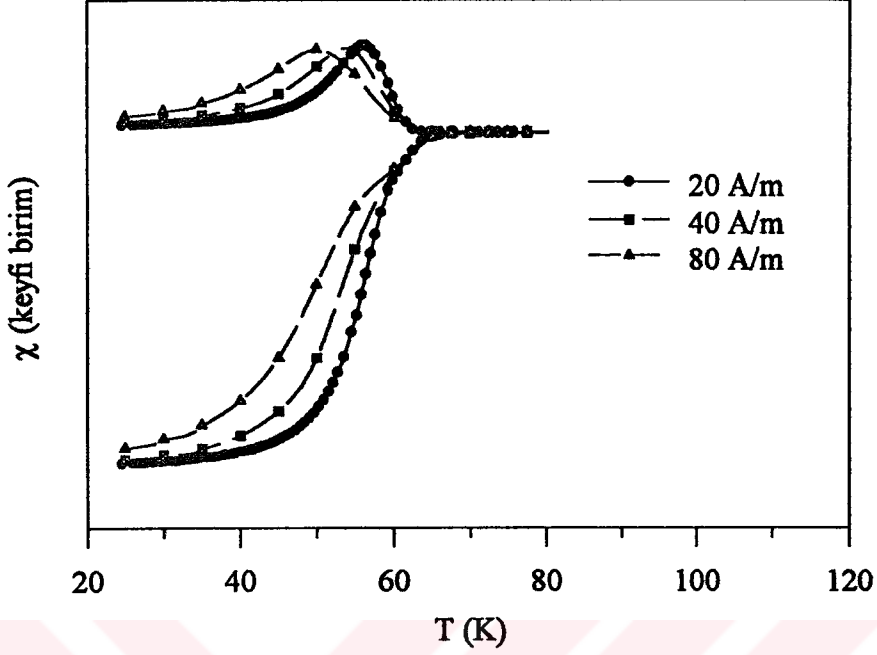




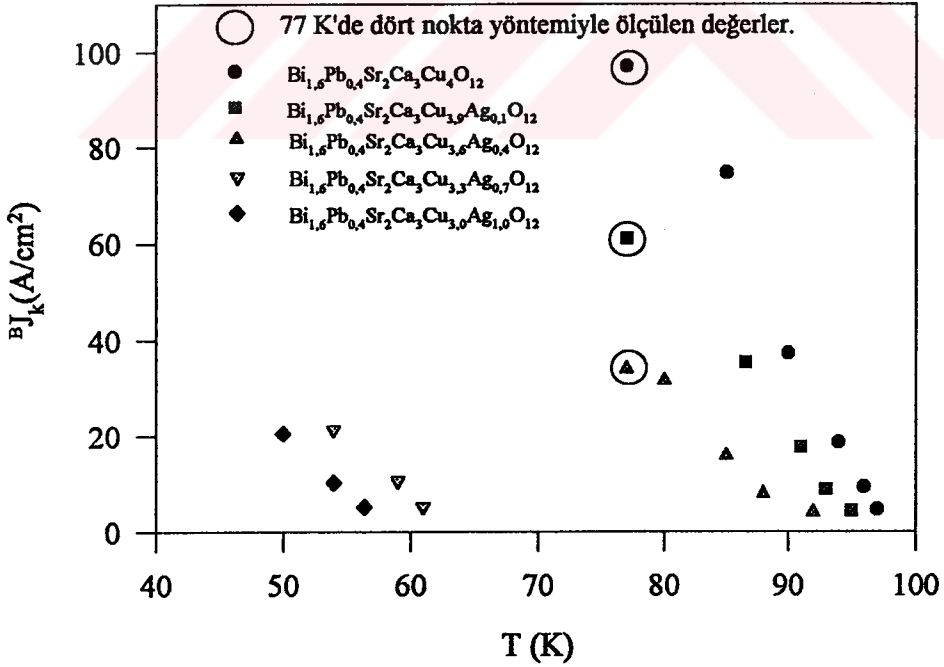
Şekil 22.  $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{3,6}\text{Ag}_{0,4}\text{O}_{12}$  başlangıç kompozisyonlu numunenin magnetik alınganlığının AC alana bağımlılığı.



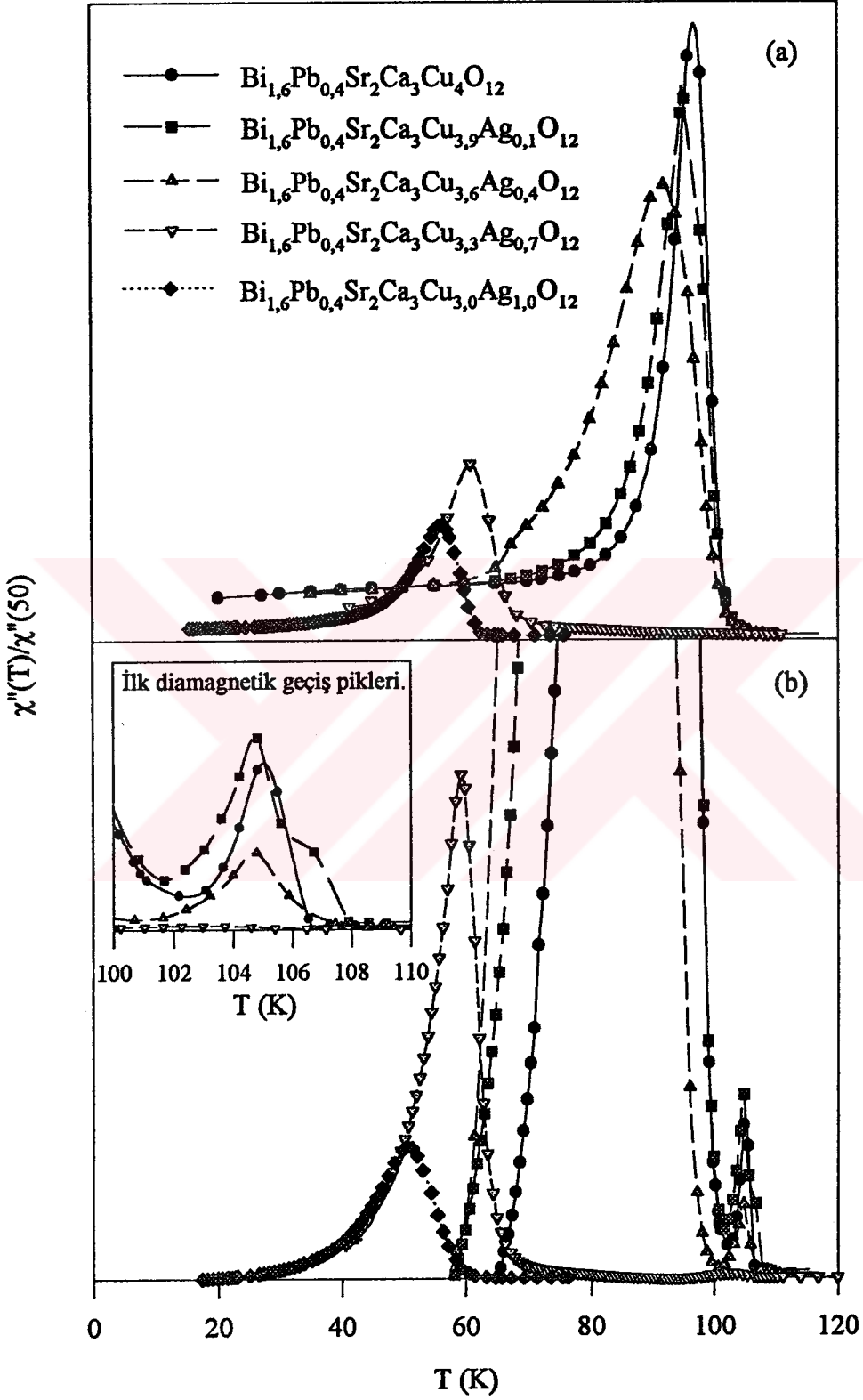
Şekil 23.  $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{3,3}\text{Ag}_{0,7}\text{O}_{12}$  başlangıç kompozisyonlu numunenin magnetik alınganlığının AC alana bağımlılığı.



Şekil 24.  $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{3,0}\text{Ag}_{1,0}\text{O}_{12}$  başlangıç kompozisyonlu numunenin magnetik alınganlığının AC alana bağımlılığı.



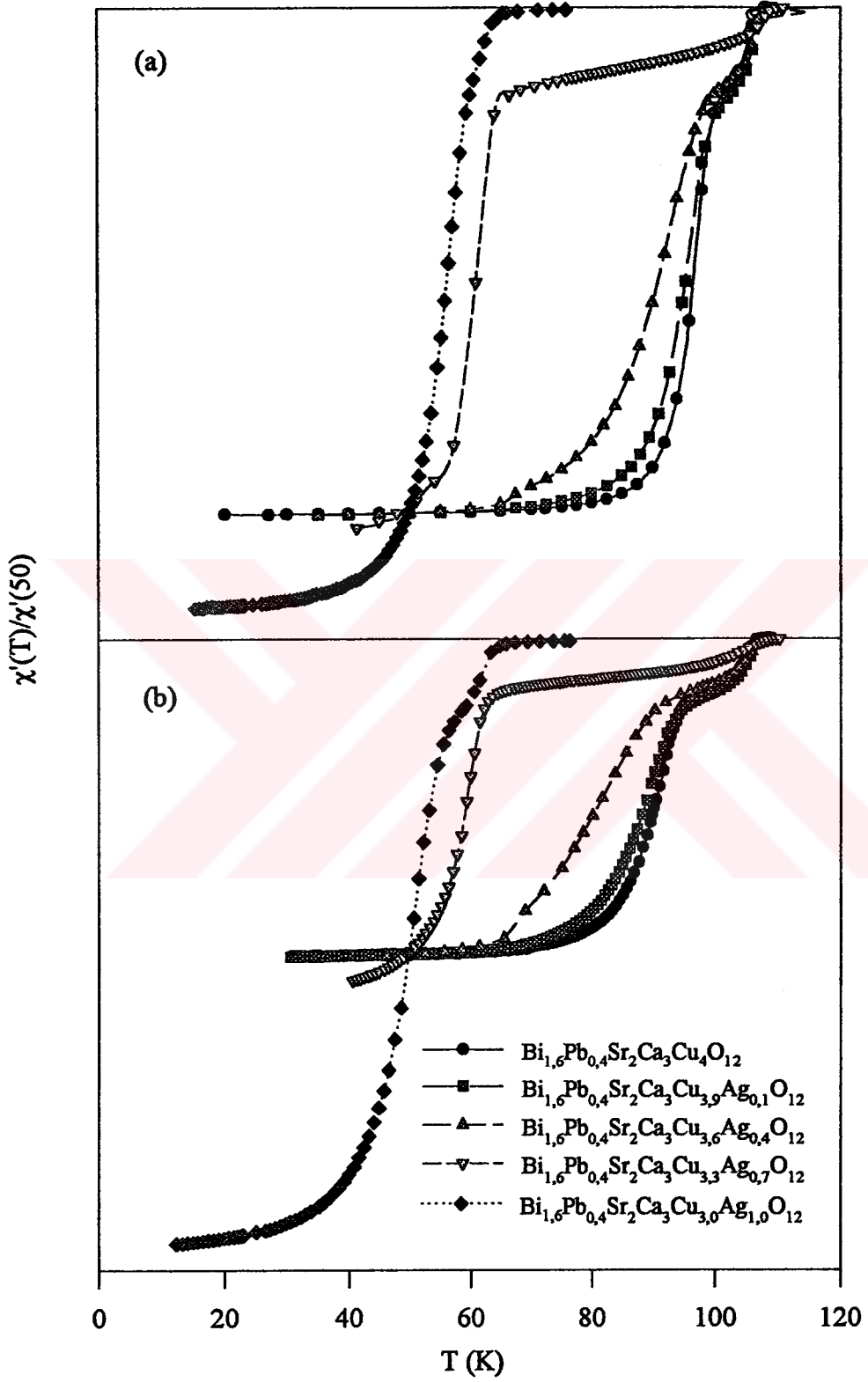
Şekil 25. Tüm numuneler için alınganlık ölçümlerinden Bean Modeli'ne göre bulunan kritik akım yoğunluklarının sıcaklıkla değişimi.



Şekil 26. Tüm numuneler için magnetik alınganlıkların sanal kısımlarının karşılaştırılması.

a) DC alan uygulanmayan.

b) 1200 A/m DC alan uygulanan.



Şekil 27. Tüm numuneler için magnetik alınganlıkların gerçel kısımlarının karşılaştırılması.

a) DC alan uygulanmayan.

b) 1200 A/m DC alan uygulanan.

#### 4. TARTIŞMA ve SONUÇLAR

Başlangıç kompozisyonu  $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{4-x}\text{Ag}_x\text{O}_{12}$  ( $x=0, 0,1, 0,4, 0,7$  ve  $1,0$ ) olacak biçimde, katıhal tepkime yöntemiyle hazırlanan numuneler,  $790\text{ }^\circ\text{C}$ 'de 20 saat kalsine edildikten sonra  $825\text{ }^\circ\text{C}$ 'de 120 saat sinterlendi. Sinterlenen numuneler öğütülüp tekrar preslendi ve  $825\text{ }^\circ\text{C}$ 'de 10 saat daha tavlandı. Ara öğütme işleminden önce  $x$ -ışını kırınım desenlerinde, 2212, 2223,  $\text{Ca}_2\text{PbO}_4$ , Ag ve tanımlanamayan piklere rastlandı. Ara öğütme işleminden sonra  $x$ -ışını kırınım desenlerinde tüm numunelerin ana faz oranında artma gözlenirken, diğerlerinde azalma gözlemlendi. Gao ve arkadaşları [30] tarafından yapılan çalışmada, ara öğütme işleminin süperiletkenler için önemi belirtildi ve bunun bir optimum süreye sahip olduğu bulundu. Optimum değerden sonra, numune bir deformasyona uğramadığı takdirde, tekrar tavlama işleminin bir fayda getirmeyeceğini saptadılar.

$x$ -ışını kırınım desenlerinin incelenmesi sonucu, numuneye katılan Ag miktarı arttırıldıkça, numune içerisinde hem 2212 fazına ait piklerin ve hem de Ag pikinin şiddetinde artma gözlenmektedir. Guo ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmalarda [31, 12], Ag atomlarının sadece 2223 fazının oluşum hızını arttırdığını, ancak sonuçta oluşacak numunenin faz oranlarını etkilemediğini buldular. Hem Matsushita ve arkadaşlarının [32], hem de Jones ve arkadaşları tarafından [33] yapılan çalışmalarda da, Ag katıldıkça numune içerisinde 2212 fazının oluştuğunu gözlediler.

Yufang ve arkadaşları [34],  $850\text{ }^\circ\text{C}$ 'de 200 saat sinterlenen numuneler üzerinde yaptıkları çalışmalar sonucu, Ag'nin numune içerisine girmediğini ve taneler arasına yerleşerek, taneler arası bağlantıları kuvvetlendirdiğini belirttiler. Ag atomları örgü içerisine giremedikleri için de  $c$  örgü sabitinin değişmediğini buldular. Yaptığımız çalışmada  $c$  örgü sabiti, katılan Ag miktarının arttırılmasıyla büyüdüğü gözlemlendi. Bunun, Ag atomlarının bir kısmının örgü içerisinde Cu atomlarıyla yer değiştirmesinden kaynaklandığı tahmin edildi.

Bi(Pb)-Sr-Ca-Cu-O yüksek sıcaklık süperiletkenlerinde Ag'nin etkisinin incelendiği çalışmalarda, bir uyumsuzluk olduğu Guo ve arkadaşları tarafından iddia edildi [12]. Buna göre Ren ve Wang [35], Bi(Pb)-Sr-Ca-Cu-O (2223) için  $T_k$ 'nın ( $R=0$ ), 107 K'den 62-86 K'e düştüğünü belirtirken, Oota ve arkadaşları [36], Ag katkısının  $T_k$ 'yı değiştirmedini belirttiler. Ishida ve arkadaşları [37] tarafından yapılan çalışmada da, Ag %10 hacimsel oranda katıldığı zaman,  $T_k$ 'nın optimum değerine ulaştığını saptadılar. Guo ve arkadaşları [12] yaptıkları çalışmada  $J_k$ 'nin, katılan Ag oranının artırılmasıyla düştüğünü gözlerlerken, Yoshida ve arkadaşları da [38] aynı şekilde  $J_k$ 'nin düştüğünü gözlediler. Bunun yanında, Gao ve arkadaşları [39], katılan Ag oranının artmasıyla  $J_k$ 'nin arttığını ve bu artışın da, 2223 fazına birkaç yönden bağlı olduğunu belirttiler. Belirtilen bu bağımlılıklar şu şekildedir: Yüksek sıcaklık fazı olan 2223 fazının numune içindeki oranına bağlı olduğu, bu fazın numune içerisindeki düzenlenişine bağlı olduğu ve birbirlerine iyi bir şekilde bağlanmış 2223 tanelerinin numune içindeki dağılımına bağlı olduğudur. Ayrıca kritik akım yoğunluğunun tavlama sıcaklığına, tavlama süresine ve presleme şartlarına da bağlı olduğu bilinmektedir [40]. Katılan Ag oranı ağırlıkça %0-%30 olan numuneleri, oksijen ortamında (1 atm basınçta) ve hava ortamında (0,209 atm basınçta) ısı işleme tabi tutan Dou ve arkadaşları [41] çalışmalarının sonucunda, Ag'ün numunenin süperiletkenliğini bozmadığını belirtirlerken, bir önceki çalışmalarıyla [42] ters bir sonuç bulduklarını ifade ettiler. Buna göre, hava ve oksijen ortamında ısı işlem yapılan numunelerin, Ag katkıyla geçiş sıcaklıklarının 110 K'den 60 K'e kadar düştüğünü saptadılar. Fakat aynı numuneler 840 °C'de 0,030-0,067 atm basıncında, oksijen ortamında tekrar tavlendiğinde  $T_k$ 'nın 110 K'den 112 K'e çıktığını buldular. Aynı çalışmada, Ag katkıyla kritik akım yoğunluğunun da düştüğünü belirtirlerken, 0,03-0,067 atm basınçta oksijen ortamında tavlendiğinde hemen hemen değişmediğini tesbit ettiler. Dou ve arkadaşlarının yapmış olduğu bu çalışmada sonuç olarak şunu belirtmişlerdir: Oksijen ve hava ortamında ısı işlem yapılan numunelerde, süperiletken taneler arasında bir oksit tabakası oluştuğunu ve bundan dolayı akımın geçmesini zorlaştırdığını ifade ettiler. Yine aynı ısı işlem koşullarında, yaklaşık 650 °C'de  $Ag_2O-PbO-CuO$  sıvı fazı oluştuğunu ve bu fazın, karışımda Pb ve Cu eksikliği yarattığını ve bu nedenle ana fazın 2212 fazına dönüşmesine neden olduğunu tesbit ettiler. Numunenin ana fazının 2212 fazına dönüşmesiyle de  $T_k$ 'nin düştüğünü saptadılar. Yaptığımız çalışmada, 790 °C'de 20 saat kalsine edilen, 825 °C'de 120 saat sinterlenen ve 825 °C'de 10 saat kadar tavlanan

numunelerde, dört nokta yöntemi ile yapılan direnç ölçümlerinden  $T_k$ 'nın, katılan Ag oranının artırılmasıyla 110 K'den 72 K'e kadar düştüğü bulundu. Yine aynı yöntemle ölçülen kritik akım yoğunluklarının da, katılan Ag oranlarının artırılmasıyla, düştüğü gözlemlendi. Bunun, katılan Ag oranının artırılmasıyla numune içerisinde gittikçe 2212 faz oranının artmasından, maksimum oranda Ag katıldığında da ( $x=1,0$ ) numunenin tamamen 2212 fazına dönüşmesinden ve ısı işlemlerin hava ortamında yapılması nedeniyle, taneler arasında  $Ag_2O$  tabakasının oluşmasından kaynaklanabileceği sonucuna varıldı.

Süperiletkenlerin uygulanan AC magnetik alan içindeki alınganlıkların, alan şiddetine ve frekansa bağlı olarak incelenmesi, bir çok araştırma grubu tarafından yapıldı [37, 43]. Araştırmalar sonucunda yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin küçük genlikli AC magnetik alanlarda verdiği tepkinin, büyük DC alanlarda verdiği tepkiyle özdeş olduğu görüldü. Yapılan çalışmalarda, uygulanan AC alanın değiştirilmesiyle taneler içi diamagnetik geçişte herhangi bir değişikliğin oluşmadığı, fakat taneler arası diamagnetik geçişin alana bağımlı olarak değiştiği tespit edildi [44]. Bu iki belirgin davranış yüksek sıcaklık süperiletkenlerinde taneler içi ve taneler arası zayıf etkileşmenin bir sonucudur [37, 45].

Numune  $T_k$  sıcaklığının hemen altına kadar soğutulduğu zaman, süperiletken tanelerin yüzeyinde akım oluşur. Bu akım, magnetik alanın süperiletken taneler içerisine girmesini önleyeceğinden dolayı da, alınganlığın sanal kısmında, tanelerin diamagnetik geçişlerine karşılık gelen, ilk diamagnetik geçiş pikinin gözlenmesi beklenir. İkinci diamagnetik geçiş piki ise taneler arası bölgelerin normal halden süperiletken hale geçişi ifade etmektedir ki bu çok küçük alanlarda bile gözlenebilmektedir. Her iki diamagnetik geçişin gözlenebilmesi için, magnetik alan şiddetinin taneler içi ( $H_{k1}$ ) ve taneler arası ( $H_{k2}$ ) kritik alan değerlerinden büyük olması gerekmektedir [46].

Bu çalışmalarda, magnetik alınganlık ölçümlerinden, yüksek sıcaklık süperiletkenleri hakkında genel olarak şu bulgular elde edildi:

a) Düşük alanlarda, numunenin yapısına bağlı diamagnetik geçişleri gösterdiği tespit edildi.

b) Diamagnetik geçiş sıcaklık aralıklarının magnetik alan şiddetiyle orantılı olduğu ve magnetik alanın artmasıyla bu sıcaklık aralığının da büyüdüğü tespit edildi.

c) Numunenin süperiletken olmaya başladığı sıcaklığın, magnetik alanın şiddetine bağlı olmadığı tespit edildi.

d) Sanal kısımda her iki diamagnetik geçişe karşılık gelen piklerin görülebilmesi, magnetik alanın şiddetine bağlı olduğu tespit edildi.

Tüm numunelerde gerçel kısımda gözlenen taneler içi diamagnetik geçişin alandan bağımsız olduğu saptandı. Fakat numunelerde diamagnetik geçiş sıcaklık aralığının, AC alanın artırılmasıyla büyüdüğü görüldü. Sabit frekans (1000 Hz) ve sabit AC alan (20 A/m) altında yapılan ölçümlerde,  $x=0, 0,1, 0,4$  ve  $0,7$  oranında Ag katılan numunelerin diamagnetik geçiş sıcaklık aralığının Ag katkısıyla büyüdüğü gözlemlendi. Maksimum oranda Ag katılan numunenin ( $x=1,0$ ) bu sıcaklık aralığının küçük olmasına karşın, daha düşük sıcaklıklarda bu geçişi tamamladığı tespit edildi. Başlangıç kompozisyonunda  $x=0$  ve  $1,0$  oranında Ag katılan numunelerin yapılarında sadece bir fazın olması, diamagnetik geçişin daha küçük sıcaklık aralığında olmasına, diğer numuneler içerisinde her iki fazın bulunmasının da geçişin daha büyük sıcaklık aralığında oluşmasına neden olduğu sanılmaktadır.

Yaptığımız çalışmada sonuç olarak şunlar belirtilebilir: Başlangıç kompozisyonunda katılan Ag miktarının artırılmasıyla, hem taneler arasında ve hem de yapıya giren Ag miktarının arttığı gözlemlendi. Ag katmakla numune içerisinde 2212 fazının oluşmasının kolaylaştığı ve bundan dolayı da kritik geçiş sıcaklığının  $110\text{ K}$ 'den  $72\text{ K}$ 'e kadar düştüğü tahmin edildi. Kritik akım yoğunluğunun da Ag oranının artmasıyla düşmesinin nedeni ise, ısıl işlemlerin hava ortamında yapılmasına bağlandı. Hava ortamında ısıl işlem yapıldığı için taneler arasında  $\text{Ag}_2\text{O}$  tabakalarının oluştuğu ve bu tabakaların taneler arasından akımın geçmesini zorlaştırdığı sonucuna varıldı.



## 5. ÖNERİLER

Yüksek sıcaklık süperiletkenleri kırılğan yapıya sahip olduklarından, bunların mekanik özelliklerinin iyileştirilmesi gerekmektedir. Bunun için yapılan işlemlerden bir tanesi de gümüş katkısıdır.

Yapılan çalışmalardan, gümüş katkıyla numunenin süperiletkenliğinin zayıflamasının, kalsinasyon sıcaklığına, sinterleme sıcaklığına, ısı işlemlerin yapıldığı oksijen ortamına ve hazırlama koşullarına bağlı olduğu bulundu.

Bundan sonra yapılacak çalışmada, öncelikle üretim teknikleri üzerinde durulabilir. Amonyum Nitrat Yöntemi, Eritme Döküm Yöntemi gibi. Farklı üretim metotları kullanılarak hazırlanan numunelerin değişik sıcaklıklarda kalsine edildikten sonra aynı sıcaklık koşullarında sinterlenmesi veya aynı kalsinasyon süreciyle hazırlanan numunelerin değişik sıcaklık veya zamanlarda sinterlenmesi ile elde edilen numuneler için elektrik ve magnetik özelliklerin incelenmesi daha iyi sonuçlar verebilir. Gümüş katkısının küçük oranlarda ve numunenin süperiletkenliğini bozuncaya kadar katılması, katkı oranı hakkında bir optimum değer verebileceği düşüncesindeyiz. Ayrıca, yapılacak çalışmanın daha kapsamlı olması açısından, gümüş katkısının numunenin mekanik özelliklerini ne derece etkilediği ile ilgili mekanik çalışmalar ve yapıda ne gibi değişiklikler olduğu ile ilgili SEM çalışmaları da yapılabilir.

## 6. KAYNAKLAR

1. Onnes, H.K., Comm.Phys. Lab. Univ. Leiden, (1911) 119-120.
2. Meissner, W. ve Ochsenfeld, R., Nature, 132, (1933) 931-935.
3. Cyrot, M. ve Pavuna, D., Introduction to Superconductivity and High-Tc Materials, World Scientific, New York, 1992.
4. Ginzburg, V.L. ve Kirzhnits, D.A., High Temperature Superconductivity, Consultants Bureau, New York, 1992.
5. Rose-Innes, A. C. ve Rhoderick, E. H., Introduction to Superconductivity, Second Edition, Pergamon Press, Oxford, 1978.
6. Bardeen, J., Cooper, L. N. ve Schriffer, J., Phys. Rev., 108, (1957) 1175-1204.
7. Bednorz, J. G. ve Muller, K. A., Z. Phys., 64, (1986) 189-193.
8. Maeda, H., Tanaka, Y., Fukutumi, M. ve Asano, T., Jpn. J. Appl. Phys., 27, (1988) 209-210.
9. Chu, C. W., Bechtold, J., Gao, L., Hor, P. H., Huang, Z. J., Meng, R. L., Sun, Y. Y., Wang, Y. O. ve Hue, Y. Y., Physical Rev. Lett., 60, (1988) 941.
10. Gapalakrishnan, I. K., Sastry, P., Gangodharan, K., Yakhnu, J. V., Phatak, G. M. ve Tyer, R. M., Paramana-J. Phys., 30, (1988) 1-11.
11. Shibutani, K., Egi, T., Hayashi, S., Ogawa, R. ve Kawate, Y., Jpn. J. Appl. Phys., 30, (1991) 3371-3376.
12. Guo, Y. C., Liu, H. K. ve Dou, S. X., Materials Letters, 18, (1994) 336-340.
13. Dzhafarov, T. D., Cömert, H., Altunbaş, M., Küçükömeroğlu, T. ve Kopya, A. İ., J. Alloys and Compounds, 221, (1995) 264-266.
14. Altunbaş, M., Dzhafarov, T. D., Küçükömeroğlu, T., Kopya, A. İ. ve Görür, O., Physica C, 249, (1995) 133-138.
15. Cömert, H., Altunbaş, M., Dzhafarov, T. D., Küçükömeroğlu, T., Asadov, Y. G. ve Karal, H., Supercond. Sci. Technol., 7, (1994) 824-827.
16. Yanmaz, E., Mutlu, İ. H., Küçükömeroğlu, T. ve Altunbaş, M., Supercond. Sci. Technol., 7, (1994) 903-907.

17. Durlu, T. N., Katıhal Fiziğine Giriş, İkinci Baskı, Set Ofset Ltd., Ankara, 1992.
18. Michel, C., Herviev, M., Borel, M. M., Grandin, A., Deslandes, F., Provost, J. ve Raveau, B., Z. Phys. B, 68, (1987) 421-423.
19. Takano, M., Takada, J., Oda, K., Kitaguchi, H., Miura, Y., Ikeda, Y., Tomii, Y. ve Mazaki, H., Jpn. J. Appl. Phys., 27, (1988) 1041-1043.
20. Tarascon, J. M., McKinnon, W. R., LePage, Y., Stoffel, N. ve Giroud, M., Phys. Rev. B, 38, (1988) 8885-8892.
21. Torardi, C. C., Subramanian, M. A., Calabres, J. C., Gopalakrishnan, J., McCarron, E. M., Morrissey, K. J., Askew, T. R., Flippen, R. B., Chowdhry, U. ve Sleight, A. W., Phys. Rev. B, 38, (1988) 225-231.
22. Sunshine, S. A., Sierist, T., Schneemeyer, L. F., Murphy, D. W., Cava, R. J., Batlogg, B., van Dover, R. B., Fleming, R. M., Glarum, S. H., Nakahara, S., Farrow, R., Krajewski, J. J., Zahurak, S. M., Waszczak, J. V., Marshall, J. H., Marsh, P., Rupp, L. W. ve Peck, W. F., Phys. Rev. B, 38, (1988) 893-896.
23. Onoda, M., Yamamoto, A., Takayama, E., Muromachi, E. ve Takekawa, S., Jpn. J. Appl. Phys., 27, (1988) 833-836.
24. Koyama, S., Endo, U. ve Kawai, T., Jpn. J. Appl. Phys., 27, (1988) 1861-1863.
25. Couch, M., Khoder, A. F. ve Monier, F., Crogenics, 25, (1985) 695-701.
26. Edgar, A. ve Quilty, J. W., Am. J. Phys., 61, (1993) 943-946.
27. Bean, C. P., Rev. Mod. Phys., 36, (1964) 31-37.
28. Khoder, A. F. ve Couach, M., Crogenics, 31, (1991) 763-772.
29. Krause, J. K. ve Bergen, J. R., High T<sub>c</sub> Research, Lake Share, Cryotronics Inc., 1991.
30. Gao, W. ve Vander Sande, J. B., Supercond. Sci. Technol., 5, (1992) 318-326.
31. Guo, Y. C., Liu, H. K. ve Dou, S. X., J. Mater. Res., 8, (1993) 2187-2190.
32. Matsushita, T., Suzuki, A., Kishida, T., Okuda, M. ve Naito, H., Supercond. Sci. Technol., 7, (1994) 222-226.
33. Jones, T. E., Schinder, J. W., Boss, R. D. Thibado, P. M. ve McGinnes, W. C., Phys. Rev. B, 41, (1990) 7197-7200.
34. Yufang, R., Zuotao, Z., Jian, M. ve Ping, H., Solid State Commun., 75, (1990) 625-627.

35. Ren, Z. ve Wang, J. H., J. Matter. Sci. Lett., 10, (1991) 1139-1141.
36. Oota, A., Horio, T., Ohba, K. ve Iwasaki, K., J. Appl. Phys., 71, (1992) 5997-6001.
37. Ishida, T. ve Mazaki, H., Jpn. J. Appl. Phys., 26, (1987) 8-13.
38. Yoshida, K., Sano, Y. ve Tomii, Y., Physica C, 206, (1993) 127-132.
39. Gao, W., Li, S. C., Rudman, D. A. ve Wander, J. B., Physica C, 167, (1990) 395-407.
40. Huang, Y. B., de la Fuente, G. F., Ruiz, M. T., Larrea, A., Badia, A., Lera, F., Rillo, C. ve Navarro, R., Cryogenics, 33, (1993) 117-123.
41. Dou, S. X., Song, K. H., Liu, H. K. ve Sorrell, C. C., Physica C, 160, (1989) 533-540.
42. Jin, S., Sherweed, R. C., Tiefel, T. H., Kommlert, G. W., Fastnacht, R. A., Davis, M. E. ve Zahirak, S. M., Appl. Phys. Lett., 52, (1988) 1628-1631.
43. Hein, R. A., Phys. Rev. B, 33, (1986) 11-17.
44. Goldfarb, R. B., Lelethal, M. ve Thompson, C. A., Alternating-Field Susceptometry and Magnetic Susceptibility of Superconductors, Plenum Press, New York, 1992.
45. Garcia, J., Rillo, C. ve Lera, F., J. Magnetizm and Magnetic Mat., 69, (1987) 45-57.
46. Özcan, Ş., YBCO Üstüniletkeninin Magnetik Özelliklerine Sinterleme Koşullarının Etkisi, Yüksek Lisans Tezi, Hacettepe Üniversitesi, Ankara, 1992.

T.C. YÜKSEKÖĞRETİM KURULU  
BİLİM VE TEKNOLOJİ BAKANLIĞI

## 7. ÖZGEÇMİŞ

1970 yılında Ankara'da doğdu. İlk, orta ve lise öğrenimini Ankara'da tamamladı. 1988'de K.T.Ü Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü'nde başladığı lisans öğrenimini, 1992 bahar yarıyılında tamamladı. 1992 yılında ikincilikle mezun oldu. Aynı yıl K.T.Ü Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı'nda yüksek lisans öğrenimine başladı. 1992-1993 Öğretim yılında yüksek lisans İngilizce hazırlık okudu. Haziran 1993'de, K.T.Ü Fen Bilimleri Enstitüsü kadrosunda araştırma görevlisi olarak Fizik Bölümü'nde göreve başladı. Evli ve Burak Talha adında bir oğlu olan araştırmacı İngilizce bilmektedir.

