

T.C.
BOLU ABANT İZZET BAYSAL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ



**KOBALT-DİFÜZYONUNUN, KONVANSİYONEL KATI HAL
REAKSİYONU TEKNİĞİ İLE ÜRETİLEN Bİ-2212
SÜPERİLETKEN SERAMİKLERİN MEKANİK,
SÜPERİLETKEN VE YAPISAL ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE
ETKİSİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

İLKER ÖZ

BOLU, EYLÜL - 2019

T.C.
BOLU ABANT İZZET BAYSAL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI



**KOBALT-DİFÜZYONUNUN, KONVANSİYONEL KATI HAL
REAKSİYONU TEKNİĞİ İLE ÜRETİLEN Bİ-2212
SÜPERİLETKEN SERAMİKLERİN MEKANİK,
SÜPERİLETKEN VE YAPISAL ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE
ETKİSİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

İLKER ÖZ

BOLU, EYLÜL - 2019

KABUL VE ONAY SAYFASI

İlker ÖZ tarafından hazırlanan “KOBALT DİFÜZYONUNUN KONVANSİYONEL KATI HAL REAKSİYONU TEKNİĞİ İLE ÜRETİLEN Bİ-2212 SÜPERİLETKEN SERAMİKLERİN MEKANİK,SÜPERİLETKEN VE YAPISAL ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE ETKİSİ” adlı tez çalışması Makine Mühendisliği Anabilim Dalında 6.09.2019 tarihinde savunularak **Bolu Abant İzzet Baysal Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü** Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

Danışman
Doç. Dr. Gürcaan YILDIRIM
Bolu Abant İzzet Baysal Üniversitesi

Üye
Prof. Dr. Vahdet UÇAR
Sakarya Üniversitesi

Üye
Prof. Dr. Murat PAKDİL
Bolu Abant İzzet Baysal Üniversitesi

İmza


.....

.....

.....

Prof. Dr. Ömer ÖZYURT

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü ✓



Aileme,

ETİK BEYAN

Abant İzzet Baysal Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Tez Yazım Kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;

- Tez içinde sunduğum verileri, bilgileri ve dokümanları akademik ve etik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- Tüm bilgi, belge, değerlendirme ve sonuçları bilimsel etik ve ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- Tez çalışmada yararlandığım eserlerin tümüne uygun atıfta bulunarak kaynak gösterdiğimi,
- Kullanılan verilerde herhangi bir değişiklik yapmadığımı,
- Bu tezde sunduğum çalışmanın özgün olduğunu,

bildirir, aksi bir durumda aleyhime doğabilecek tüm hak kayıplarını kabullendiğimi beyan ederim.

İlker ÖZ



ÖZET

KOBALT-DİFÜZYONUNUN, KONVANSİYONEL KATI HAL REAKSİYONU TEKNİĞİ İLE ÜRETİLEN Bi-2212 SÜPERİLETKEN SERAMİKLERİN MEKANİK, SÜPERİLETKEN VE YAPISAL ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE ETKİSİ

YÜKSEK LİSANS PROGRAMI

İLKER ÖZ

BOLU ABANT İZZET BAYSAL ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ

(TEZ DANIŞMANI: DOÇ. DR. GÜRCAN YILDIRIM)

(İKİNCİ DANIŞMAN: **PROF. DR. CABİR TERZİOĞLU**)

BOLU, EYLÜL - 2019

Bu tezin amacı, Bi-2212 süperiletken sistemine Co difüzyonu ile hazırlanan malzemenin mikroyapısal, elektriksel, mekanik ve süper iletkenlik özellikleri üzerindeki etkisini kütle yoğunluğu, X-ışını difraksiyonu (XRD), Dc dirençli (ρ -T), Vickers mikrosertliği ve taşıyım kritik akım yoğunluğu (J_c) yardımıyla belirlemektir. Dahası, bunun için hazırlana numuneler, 24 saatlik bir tavlama süresi boyunca 850 °C sabit sıcaklıkta geleneksel katı hal reaksiyon tekniği ile hazırlanır. Ayrıca, tüm deneysel bulgular, mikroyapısal, mekanik, elektriksel ve süper iletken özelliklerin, Bi-2212 süper iletken matrisindeki Co seviyesinin Co-2 malzemeye kadar artmasıyla geliştiğini göstermektedir. Bununla birlikte, bu seviyeden başlayarak, önemli özellikler, sadece Bi-2212 tabakaları ve tane sınırları arasındaki deformasyon değil, aynı zamanda Co konsantrasyon seviyesinin artmasıyla kristal yapısındaki bozukluk ve lokalizasyon (doldurma) problemi nedeniyle hızla azalır. Bu ifade, Bi-2212 süper iletken sistemindeki fazla Co penetrasyonunun, malzemenin daha önce belirtildiği gibi temel özelliklerine zarar verdiği gerçeğini göstermektedir. Sonuç olarak, Co-2 süper iletken numune, en yüksek süper iletken performansına, en yüksek kritik akım yoğunluğuna, en büyük tanecik boyutuna, en iyi kristalliğe ve süper iletken taneler arasındaki bağlantıya sahip olması nedeniyle üretilen numuneler arasında en iyi numune olarak belirlenir.

ANAHTAR KELİMELELER: Bi-2212 kristal sistemi, XRD, Vickers mikrosertliği, Co difüzyonu.

ABSTRACT

**EFFECT OF COBALT-DIFFUSION ON MECHANICAL,
SUPERCONDUCTING AND STRUCTURAL PROPERTIES OF BI-2212
SUPERCONDUCTING CERAMICS PRODUCED BY CONVENTIONAL
SOLID-STATE REACTION TECHNIQUE**

MASTER DEGREE

ILKER OZ

**BOLU ABANT IZZET BAYSAL UNIVERSITY GRADUATE SCHOOL OF
NATURAL AND APPLIED SCIENCES
MECHANICAL ENGINEERING**

(SUPERVISOR: ASSOC. PROF. DR. GURCAN YILDIRIM)

(CO-SUPERVISOR: PROF. DR. CABİR TERZİOĞLU)

BOLU, JULY 2019

The main aim of this thesis is to determine the effect of Co diffused Bi-2212 superconducting systems on the microstructural, electrical, mechanical and superconducting properties of prepared samples with bulk density, X-ray diffraction (XRD), Dc resistivity (ρ -T), Vickers microhardness and transport critical current density (J_c) experimental methods. Further, the samples for this work are prepared by the conventional solid state reaction technique at the constant temperature of 850 °C for the annealing duration of 24 h. Moreover, all the experimental findings display that the microstructural, mechanical, electrical and superconducting properties suppress with the increment of the Co level in the Bi-2212 superconducting matrix up to Co-2 material. Besides, starting from this level, the crucial characteristics diminish rapidly due to not only the deformation between the Bi-2212 layers and grain boundaries but also the disorder and localization (filling) problem in the crystal structure with the enhancement of Co concentration level. This statement simply illustrate the fact that excess Co penetration on the Bi-2212 superconducting system damages the basic characteristics of the material as mentioned before. Consequently, Co-2 superconducting sample is determined as the best sample between the samples produced due to having the greatest superconducting performance, highest critical current density, largest grain size, best crystallinity and connectivity between superconducting grains.

KEYWORDS: Bi-2212 crystal system, XRD, Vickers microhardness, Co doping.

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET.....	v
ABSTRACT	vi
İÇİNDEKİLER	vii
ŞEKİL LİSTESİ.....	ix
ÇİZELGE LİSTESİ.....	x
KISALTMA VE SEMBOLLER LİSTESİ	xi
TEŞEKKÜR	xiii
1. GİRİŞ.....	1
1.1 Süperiletkenliğin Keşfi.....	1
1.2 Süperiletkenliğin Tarihsel Gelişimi.....	1
1.3 Süperiletkenliğin Temel Parametreleri.....	4
1.3.1 Kritik Sıcaklık.....	4
1.3.2 Kritik Manyetik Alan.....	5
1.3.3 Kritik Akım ve Akım Yoğunluğu.....	6
1.3.4 Meissner-Ochsenfeld Etkisi.....	7
1.3.5 I. Ve II. Tip Süperiletkenler.....	8
2. SÜPERİLETKENLİK TEORİLERİ.....	10
2.1 London Teorisi	10
2.2 Ginzburg-Landau Teorisi	12
2.3 BCS Teorisi	13
3. DENEYSEL YÖNTEM	15
3.1 Numune Hazırlama.....	15
3.2 Deneysel Ölçümler	18
3.2.1 Elektriksel Özdirenç Analizi.....	18
3.2.2 X-ışınları Analizi	19
3.2.3 Vickers Sertlik Analizi.....	20
3.2.4 Taşıyıcı Kritik Akım Yoğunluğu Analizi	21
3.2.5 Kütle Yoğunluğu Analizi.....	21
4. SONUÇLAR ve TARTIŞMA	22
4.1 Elektriksel Özdirenç Ölçümleri.....	22
4.2 X-ışınları Ölçümleri	25
4.3 Vickers Mikrosertlik Ölçümleri	30
4.3.1 Deneysel mikrosertlik ölçüm sonuçları ve uygulanan test yükleri arasındaki strateji	36
4.3.2 Gerçek mikrosertlik değerlerinin teorik modellerle incelenmesi	37
4.3.2.1 Meyer Kanununa (MK) Dayalı İnceleme	37
4.3.2.2 Üretilen Numunelerin Orantılı Numune Direnci Modele (ONDM) Dayalı Mekanik Karakteristiklerinin İnceleme.....	40

4.3.2.3	Modifiyeli Orantılı Numune Direnci Modeli (MONDM) İle Üretilen Numunelerin Mekanik Karakteristiklerinin Değerlendirilmesi	43
4.3.2.4	Elastik/Plastik Deformasyon (EPD) Modeline Göre $\text{Bi}_{2.1}\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_{y+}$ Co seramik süperiletken Materyallerin Mekanik Özelliklerinin Değerlendirilmesi	45
4.3.2.5	Çalışılan Malzemelerin Mekanik Özelliklerinin Hays Kendall (HK) Yaklaşım ile İncelenmesi	47
4.3.2.6	Üretilen Malzemelerin Çentik-Kaynaklı Çatlak (ÇKÇ) Model ile Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi	49
4.4	Taşıyıcı Kritik Akım Yoğunluğu Ölçümleri	51
4.5	Kütle Yoğunluğu Ölçümleri	52
5.	SONUÇLAR VE ÖNERİLER	54
6.	KAYNAKLAR	56
	ÖZGEÇMİŞ	63



ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 1.1. Civa direncinin sıcaklığa bağlı değişimi	2
Şekil 1.2. Süperiletkenliğin Kronolojisi	3
Şekil 1.3. Süperiletken olan ve süperiletken olmayan malzemeler için öz direnç- sıcaklık grafiği.....	4
Şekil 1.4. Kritik manyetik alanın sıcaklığa bağlı değişimi	5
Şekil 1.5. Kritik yüzey faz diyagramı	6
Şekil 1.6. Meissner Etkisi	7
Şekil 1.7. I. Ve II. Tip süperiletkenlik	9
Şekil 2.1. Süperiletken içine manyetik alanın sızması.....	11
Şekil 2.2. Elektron-fonon etkileşimi kaynaklı Cooper çifti oluşumu	14
Şekil 3.1. XR 205SM-DR Precisa terazi.....	15
Şekil 3.2. Ball Milling Cihazı	16
Şekil 3.3 PROTHERM (Model PTF 12/75/200) programlanabilir kül fırın	16
Şekil 3.4. Agat Havan	17
Şekil 3.5. TSEK TÜMAS pres cihazı	18
Şekil 3.6. Kriyostat sistemi	19
Şekil 3.5. Rigaku X-Işını Kırınım Ölçeri.....	20
Şekil 4.1. Hazırlanan süperiletken malzemelerin 25 K-100 K sıcaklık aralığında sıcaklığa bağlı öz direnç grafikleri	22
Şekil 4.2. Saf, Co-1 ve Co-2 süperiletken malzemelerin XRD desenleri	26
Şekil 4.3. Co-3, Co-4, Co-5 ve Co-6 süperiletken malzemelerin XRD desenleri	27
Şekil 4.4. İncelediğimiz örneklerin Vickers(H_v) sertlik değerlerinin uygulanan girinti test yüküne göre farklılaşması	31
Şekil 4.5. $\ln F$ in $\ln d$ ile değişim grafiği	38
Şekil 4.6. Tez kapsamında çalışılan numunelerin çentik test yükünün (F/d) ortalama girinti köşegen uzunluğu (d) ile değişimine ait grafikleri	40
Şekil 4.7. $\text{Bi}_{2.1}\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_{y+}$ Co seramik süperiletken malzemelerin çentik yükünün (F) ortalama girinti köşegen uzunluğu (d) ile değişimine ait grafikleri	43
Şekil 4.8. Saf ve krital örgüsüne kobalt difüze edilmiş seramik materyallerin test yükünün ($F^{1/2}$) ortalama girinti köşegen uzunluğu (d_p) ile değişimleri	45
Şekil 4.9. Kobalt difüze edilmiş Bi-2212 süperiletken materyallerin uygulanan çentik test yükünün ($F^{1/2}$) ortalama girinti köşegen uzunluğu (d^2) grafikleri	47
Şekil 4.10. $\text{Bi}_{2.1}\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_{y+}$ Co perovskite süperiletken malzemelerin mikrosertlik değerlerinin $\ln(H_v)$ çentik test yükü $\ln(F^{5/3}/d^3)$ ile değişimi	49

ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 4.1. Hazırlanan numunelerin öz direnç sıcaklık grafiğinden elde edilen verilerin sayısal değerleri	23
Çizelge 4.2. Hazırlanan numunelerin X-ışınları, kritik akım yoğunluğu ve tane boyutu ölçüm sonuçlarının sayısal değerleri	28
Çizelge 4.3. Hazırlanan Co difüze edilmiş Bi-2212 süperiletken malzemeler için yüke bağlı elastik modülü (E), akma dayanımı (Y), kırılma tokluğu (KIC), elastik sertlik katsayısı(C11) ve parlaklık indeksi (B) parametrelerinin sayısal değerleri	34
Çizelge 4.4. Süperiletken numunelerin mikrosertlik ölçüm sonuçları ve uygulanan test yükleri arasındaki ilişkiler	36
Çizelge 4.5 Farklı modellerle hesaplanmış mikrosertlik parametreleri	39
Çizelge 4.6. Doygunluk limit bölgesinde yükten bağımsız mikrosertlik değerlerinin modellerin hesaplamaları (HPSR, HMPSR, HEPD, HHKand, HIIC.) ile karşılaştırılması	42

KISALTMA VE SEMBOLLER LİSTESİ

B	: Manyetik Akım Yoğunluğu
E	: Elektrik Alan
H	: Manyetik Alan
M	: Manyetizasyon (Mıknatıslanma)
R	: Direnç
V	: Gerilim
F_P	: Çivileme (Pinning) Kuvveti
F_L	: Lorentz Kuvveti
H_a	: Uygulanan Manyetik Alan
H_c	: Kritik Manyetik Alan
H_{c1}	: Alt Kritik Alan
H_{c2}	: Üst Kritik Alan
H*	: İlk Tam Nüfuz Alanı
H**	: İkinci Nüfuz Alanı
H*₀	: T=0'daki İlk Tam Nüfuz Alanı
H_{irr}	: Tersinmezlik Alanı
H_{AC}	: AC Manyetik Alan
H_{DC}	: DC Manyetik Alan
I_c	: Kritik Akım
J_c	: Kritik Akım Yoğunluğu
M_{rem}	: Tuzaklanan Manyetizasyon (Mıknatıslanma)
T_c	: Kritik Geçiş Sıcaklığı
T_{cm}	: Matris Kritik Sıcaklığı
T_{irr}	: Tersinmezlik Sıcaklığı
U₀	: Çivileme (Pinning) Potansiyeli
Φ	: Manyetik Akı
ω	: Açısal Frekans
τ	: Zaman sabiti
λ	: Nüfuz Derinliği
ε₀	: Boşluğun Dielektrik Katsayısı
μ₀	: Boşluğun Manyetik Geçirgenlik Katsayısı

ρ : Özdirenç
 ζ : Uyum Uzunluğu
 k : Boltzmann sabiti



TEŐEKKÜR

Öncelikle tez danışmanın olan hocam Doç. Dr. Gürcan YILDIRIM'a tez boyunca bana olan rehberliđi, değerli önerileri ve çalıştığım konu olan süperiletkenlik konusuyla ilgili çok faydalı bilgileri bana öğrettiđi için çok teşekkür ederim.

Bununla birlikte, bu çalışmayı geliştirmeye yönelik değerli yorum, fikir ve önerileri için tez komite üyelerime teşekkür ediyorum.

Son olarak, özellikle tez boyunca bana gösterdikleri cesaret, sabır ve duaları için aileme sonsuz teşekkür ederim.

1. GİRİŞ

1.1 Süperiletkenliğin Keşfi

Süperiletkenlik tarihte ilk kez Nobel Ödüllü Hollandalı Fizikçi H. Kamerling Onnes tarafından 1911 yılında keşfedildi. Gerçekleştirdiği deneyde Helyum (He) gazını sıvılaştırıp, sıcaklığını 4K kadar düşürmüş, sonrasında saf Cıvanın (Hg) direncini ölçmüş ve 4,19K'da direncinin sıfıra düştüğünü gözlemlemiştir. Metal ve alaşımların birçoğunda sıcaklık mutlak sıfıra (-273°C) yakın sıcaklıklara kadar düşürüldüğünde elektrik direnci aniden sıfıra düşer. Maddelerin karakteristik bir kritik sıcaklığın altındaki derecelere soğutulmasıyla ortaya çıkan, maddenin elektriksel direncinin sıfır olması ve manyetik değişim alanlarının ortadan kalkması olayına süperiletkenlik denir (Bilgili,2007).

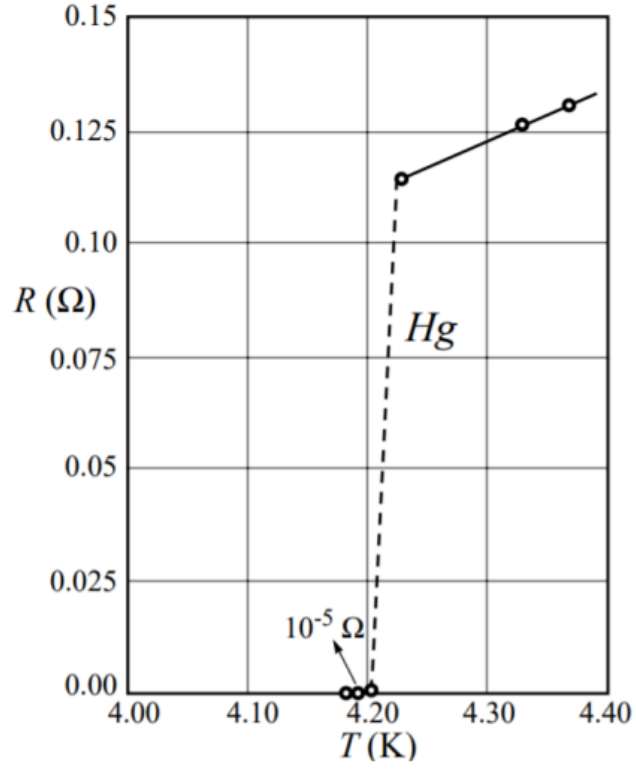
Cıvadan (Hg) sonra benzer çalışmalar Kalay (Sn), Kurşun (Pb) ve Niobiyum (Nb) gibi bazı metaller üzerinde denenmiştir. Sırasıyla 3,7K, 7,2K ve 9,2K' de dirençlerinin sıfıra düştüğü gözlemlenmiştir (Akça, 2010; Aydoğan, 2011).

Çalışmaların sonucunda her metal için farklılık gösteren ve elektriksel direncini sıfıra düşürüp, süperiletken duruma geçtiği sıcaklığa kritik sıcaklık (Tc) denir.

Sonraki yıllarda elementlerin dışında bileşik ve alaşımlarında süperiletken özelliğe sahip olduğu anlaşılmıştır. Kritik sıcaklığın 18K (Tc) olarak kalması 1970 yılında Nb₃Ge alaşımının 23,3K' e ulaştırılmasıyla aşılmıştır (Aydoğan, 2011).

1.2 Süperiletkenliğin Tarihsel Gelişimi

1911 yılında Cıva (Hg) metalinin direncinin Şekil 1.1'deki gibi 4,19K'de sıfıra düşmesinin gözlemlenmesiyle süperiletkenlik kavramı ortaya çıkmıştır.



Şekil 1.1. Civa direncinin sıcaklığa bağlı değişimi (Buckel ve Kleiner, 2004)

1986 yılında IBM Zürich Araştırma Laboratuvarında J.G. Bednorz ve K.A.Müller'in LaBaCuO bileşiğine ait kritik sıcaklığı 30K olarak bulmalarıyla birlikte yüksek sıcaklık süperiletkenler dönemi başlamıştır (Bednorz ve Müller, 1986).

1987 yılında C.W. Chu ve M. K. Wu Lantan (La) yerine İttriyum (Y) katkılı YBaCuO bileşiğine ait kritik sıcaklığı 93K olarak açıklamışlardır. Bu soğutma işlemi sıvı azotun sıcaklığından (77 K) yüksek olması sebebiyle önemlidir.

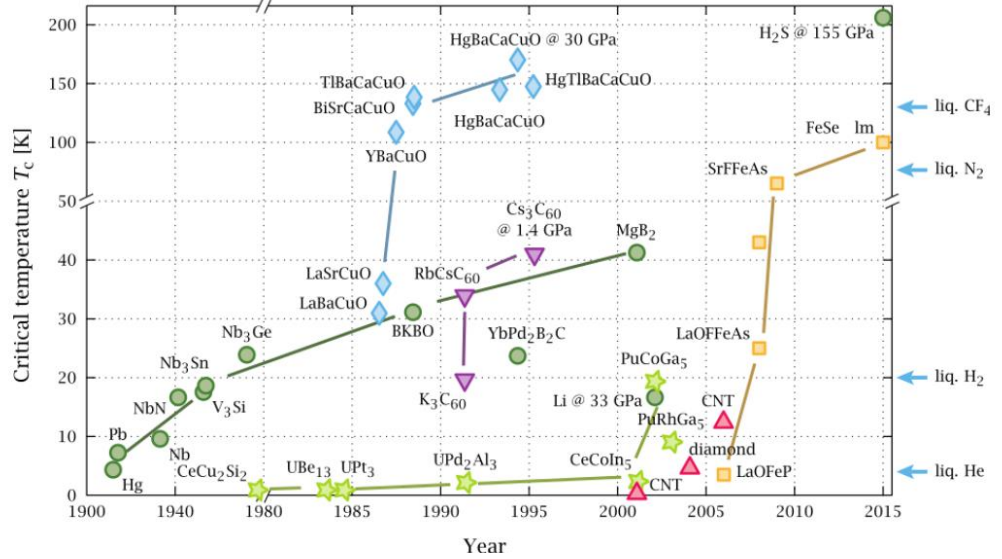
1988 yılında Bizmut (Bi) tabanlı süperiletkenler üzerine çalışılmaya başlanmıştır. Bi₂Sr₂Cu₁O_y bileşiğinin keşfinden sonra Maeda ve ark. Kalsiyum (Ca) katkılmasıyla BiSrCaCu₂O_y seramiğinin kritik sıcaklığı 105K olarak ölçülmüştür (Maeda ve ark.1988).

1988 yılında Talyum (Tl) tabanlı bileşiklerden Tl-Ba-Cu-O sisteminin kritik sıcaklığı 90K, Tl-Ba-Ca-Cu-O sisteminin ise kritik sıcaklığı 120 K olarak gözlemlenmiştir (Z. Z. Sheng ve A. M. Hermann).

1993 yılında Civa (Hg) tabanlı Hg-Ba-Ca-Cu-O sisteminin 130K' de süperiletken duruma geçtiği gözlemlenmiştir. Yüksek basınç altında ise kritik sıcaklığın 150K'e olduğu görülmüştür (Schilling ve ark., 1993; Chu ve ark., 1993).

2001 yılında 39K'de süperiletken duruma geçen metalik süperiletken Magnezyum Diborür (MgB₂) Jun Nagamatsu ve ark. tarafından keşfedilmiştir (Nagamatsu ve ark., 2001).

2006 yılında ilk kez Demir (Fe) tabanlı LaOFeP bileşiği üzerine çalışılmış olup kritik sıcaklık 4K olarak raporlanmıştır. Sonrasında 2008 yılında LaFeAsO_{1-x}F_x bileşiğinin süperiletken duruma geçtiği sıcaklık 26K'olarak gözlemlenmiştir. Sm,Ce,Pr gibi elementlerinde kullanılmasıyla süperiletken sıcaklığı 55K'e kadar yükselmiştir (Hosono, 2008; Kamihara ve ark., 2008).



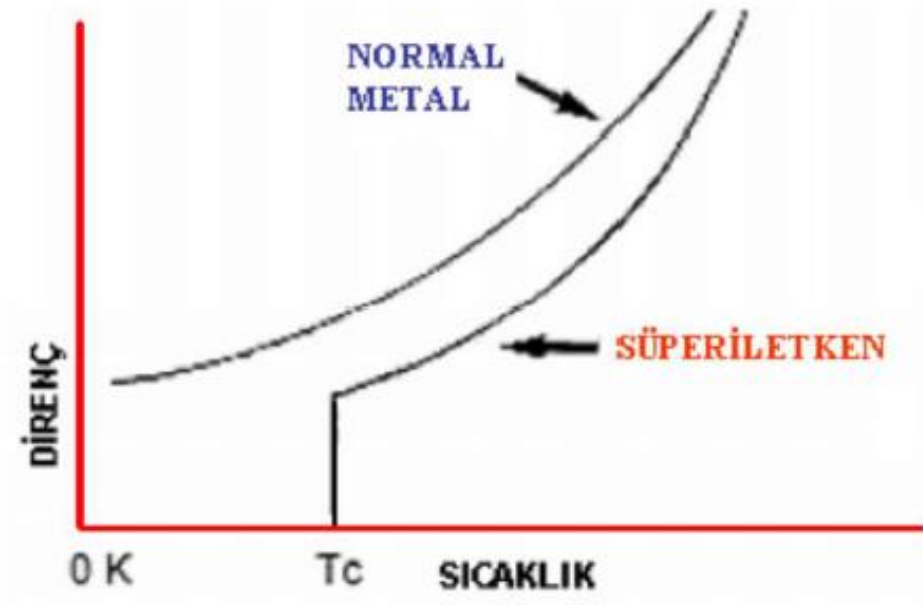
Şekil 1.2. Süperiletkenliğin Kronolojisi (Ray, 2015)

1.3 Süperiletkenliğin Temel Parametreleri

1.3.1 Kritik Sıcaklık

Birtakım metal, alaşım ve bileşiklerin belirli bir sıcaklık altında elektriksel dirençlerinin sıfır olup, süperiletken duruma geçtiği bu belirli sıcaklığa kritik(geçiş) sıcaklığı denir. T_c ile gösterilir.

Metaller küçük miktarlarda da olsa safsızlık içerdiğinden dolayı geçiş sıcaklıkları kesin değildir. Süperiletkenler başlangıç-bitiş olmak üzere iki farklı karakteristik sıcaklığa sahiptir. Özdirenç-sıcaklık eğrisinde direncin düşmeye başladığı ilk sıcaklık değeri, başlangıç sıcaklığı ya da diğer bir ismiyle onset sıcaklığıdır (T_c^{on}). Offset sıcaklığı, diğer bir ismiyle bitiş sıcaklığı (T_c^{off}) ise direncin sıfıra yaklaştığı sıcaklık değeridir. Bu sıcaklık değerine kritik sıcaklıkta denmektedir.



Şekil 1.3. Süperiletken olan ve süperiletken olmayan malzemeler için özdirenç-sıcaklık grafiği (Taylor, çev., 1996).

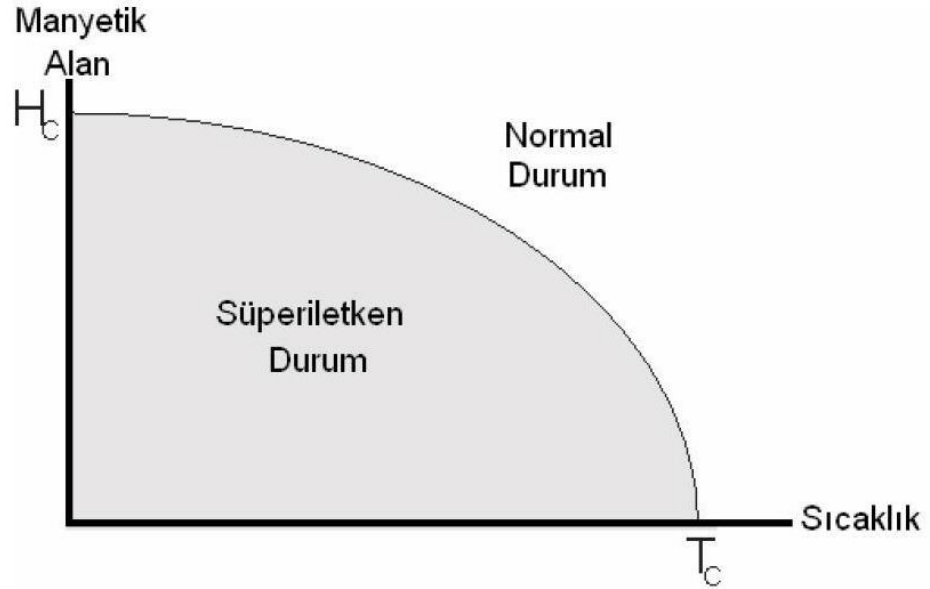
1.3.2 Kritik Manyetik Alan

Malzemelerin süperiletkenlik durumu yalnızca sıcaklığa bağlı değildir. Manyetik alan süperiletkenliğin bozulmasına sebep olabilir. Süperiletkenliğin bozulmaya başlayıp normal duruma geçtiği manyetik alan değerine kritik manyetik alan (H_c) denir.

Kritik manyetik alan ile kritik sıcaklık arasında deneysel olarak kanıtlanan bir bağıntı vardır.

$$H_c(T) = H_c(0)[1 - (T/T_c)^2] \quad (1.1)$$

Bu bağıntı, herhangi bir T sıcaklığında kritik manyetik alanın değerini göstermektedir. $H_c(0)$, 0 K sıcaklığındaki manyetik alan değerini belirtmektedir. Kritik manyetik alan $T=0$ K' de maksimum değerde iken, sıcaklık arttıkça manyetik alan şiddeti azalmaktadır.



Şekil 1.4. Kritik manyetik alanın sıcaklığa bağlı değişimi (Kadioğlu,2010)

1.3.3 Kritik Akım ve Akım Yoğunluğu

Malzemelerin süperiletkenlik durumunu sadece dış yüzeyine etkiyen değil, yüksek akımın etkisiyle iç yapısından geçen manyetik alanlarda bozabilir. Süperiletkenliği bozan bu akım şiddeti kritik akım olarak adlandırılır ve I_c ile gösterilir. Akımın şiddeti kritik seviyenin üstüne geçtiğinde direnç meydana gelir. Bu direnç malzemenin süperiletken durumdan normal duruma geçmesine neden olmaktadır. Malzemenin direncinin sıfır olduğu, yani süperiletken olduğu durumda taşıyabileceği maksimum akım şiddetine kritik akım yoğunluğu denir. J_c ile gösterilir. Bu durumda kritik akım;

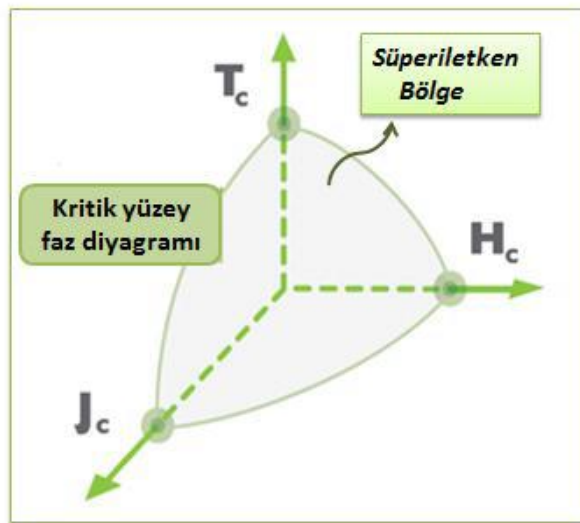
$$I_c = 2\pi r B_c / \mu_0 \quad (1.2)$$

Kritik akım yoğunluğu ise;

$$J_c = 2B_c / \mu_0 r \quad (1.3)$$

ile ifade edilmektedir.

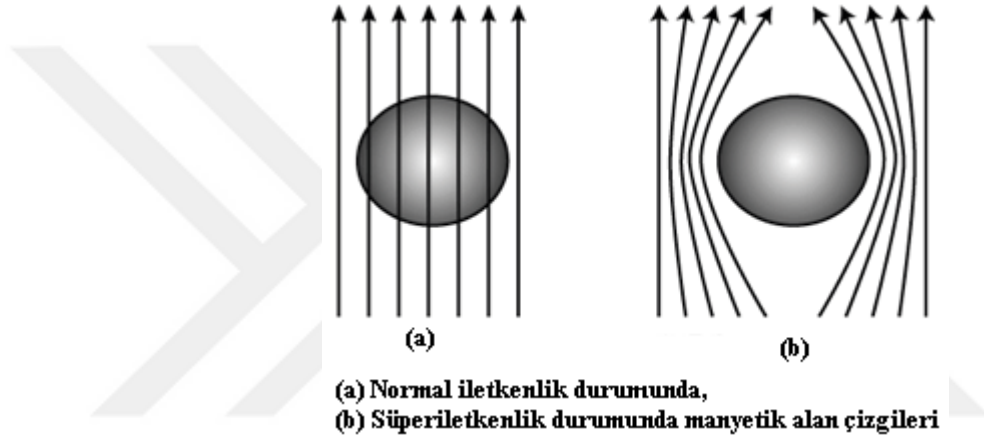
Süperiletkenliğin devamlılığının sağlanması için üç parametrenin kritik sınırın altında olması gerekmektedir. T_c , J_c ve H_c parametrelerinin faz diyagramı şekil 1.5'de gösterilmiştir.



Şekil 1.5. Kritik yüzey faz diyagramı (Cevizci, 2013)

1.3.4 Meissner-Ochsenfeld Etkisi

Süperiletkenlerin karakteristik özelliklerinden biri akıma karşı bir direnç göstermemesidir. Süperiletkenin iletkenlik kabiliyetiyle beraber diyamanyetik özellikleride mükemmeldir. Süperiletkenliğin keşfinden 22 yıl sonra 1933'de Walter Meissner ve Robert Ochsenfeld, kritik sıcaklığın altına kadar soğutulan bir süperiletkenin manyetik akıya karşı oluşturduğu perdeleme hareketine Meissner etkisi denmektedir.



Şekil 1.6. Meissner Etkisi

Önce soğutma işlemi uygulanıp sonrasında manyetik alan uygulanan ideal iletkenlerde manyetik alanın malzeme iç yapısına nüfuz etmediği ve manyetik alanın dışarılandığı görülmektedir. Fakat tam tersi işlem uygulandığında manyetik akının malzemeye nüfuz ettiği görülmüştür.

Süperiletkenlere ise soğutma işlemi uygulanıp, ardından manyetik alan uygulama işlemi yapılması veya tam tersi işlem yapılması durumunda manyetik akının perdelenme etkisi değişmez. İşlem sırasının pek bir önemi yoktur. Bu noktada her iletken süperiletken özellik göstermemektedir.

Manyetik alanı hesabı (Cevizci,2013);

$$B=\mu_0(H+M)=0 \quad (1.4)$$

Süperiletkenlik durumunda;

$$B=\mu_0(H+M)=0 \quad (1.5)$$

$$(H+M)=0$$

$$M= -H \quad (1.6)$$

1.3.5 I. Ve II. Tip Süperiletkenler

Süperiletkenler manyetik alan davranışlarına göre iki gruba ayrılmıştır.

1.tip süperiletkenler belirli bir kritik manyetik alan (H_c) değerine kadar manyetik alanı dışarlayarak diyamanyetik özellik gösterirler. Fakat kritik manyetik alan değerinin üzerine çıktığında süperiletken özellik ortadan kalkmaktadır. (Şahin,2013)

2. tip süperiletkenlerde ise iki farklı manyetik alan şiddetinde farklı davranış gösterir. Alt (H_{c1}) manyetik alan değerine kadar benzer şekilde davranır. Fakat (H_{c1}) değerini geçtikten sonra manyetik alan kısmen dışarlanır. Üst (H_{c2}) manyetik alan sınırından sonra ise manyetik alan malzeme içine nüfuz eder ve malzeme süperiletken olmaktan çıkar.

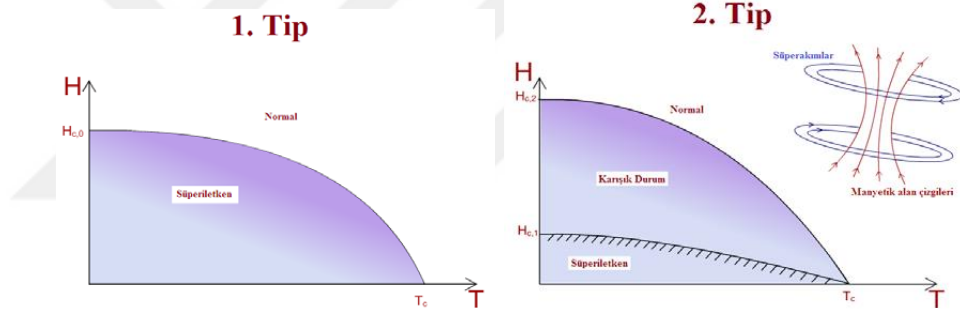
Niyobyum (Nb) ve Vanadyum elementleri dışında tüm metalik elementler I. tip süperiletkendir. Nb ve V elementleri ile süperiletken özellik gösteren tüm bileşik ve alaşımlar II. Tip süperiletkenlerdir. Bu sınıfa yüksek sıcaklık süperiletkenleri de denir (Yaşar, 2009).

2.tip süperiletkenler de malzeme içinde hem normal hem de süperiletken bölgenin bulunduğu karışık durum oluşur.

Karışık durum, süperiletken bir malzeme içinde ince çubuk şeklinde tüplerin veya küçük dairesel bölgelerin yer almasıyla oluşur. Bu bölgeler normal iletken durumundadırlar ve bu durumdaki küçük bölgelere “fluksoid” denir. Öyleki bu

tüplerin hepsi tek bir akı kuantumuna sahiptir. Bu akı tüplerinin merkezindeki manyetik alan süperiletkenliği yok edebilecek kadar yüksektir. Çünkü bu akı tüpleri girdap gibi dönen süper akımlarla çevrilmiştir ve bunlar “girdap” (vorteks) olarak adlandırılır. Ayrıca süperiletken malzeme içerisindeki bu girdapların kendi aralarındaki etkileşimi farklı vorteks fazlarının oluşmasına neden olur. Bu fazlar ise kendilerini bir kristal örgüde olduğu gibi düzenli bir şekilde sıralayarak “vorteks kristalleri” ni oluştururlar. (Poole, Jr. C.P., Datta)

Karışık durumda maddenin direnci 0 olabilir ve akı içine nüfuz edebilir. Malzemeye uygulanan manyetik alan alt kritik seviyeye geçtiğinde; girdaplı bölgeler normal kısımlardan oluşan fitil şeklinde olur. Alan şiddeti arttıkça fitil sayısı artacak ve en sonunda kritik alana ulaştığında numune normal hale geçer (Özkan, 2010).



Şekil 1.7. I. Ve II. Tip süperiletkenlik (Arslan, 2013)

2. SÜPERİLETKENLİK TEORİLERİ

2.1 London Teorisi

1935 yılında Fritz ve Heinz London kardeşler, süperiletkenliğin elektrodinamik özelliklerini açıklayan ilk teoridir. Süperiletkenliğin 2 temel parametresi olan diyamanyetizma ve sıfır direnç kavramlarını iki denklem ile açıkladı.

London teorisine göre, süperiletkendeki elektronlar iki grubun karışımı olarak, süper elektron grubunun yoğunluğu n_s normal elektron grubunun yoğunluğu n_n şeklinde tanımlanır. Bir süperiletkendeki toplam elektron yoğunluğu $n=n_s+n_n$ 'dir. Süperiletken kritik sıcaklığa kadar yükseltildiğinde süperelektron yoğunluğu n_s , n 'den sıfıra düşer. Bu model iki akışkan modeli olarak bilinir. Hareketli süperelektronlar direnç ile karşılaşmazlar. Malzeme içinden geçen akım elektrik alanı oluşturmaz. Eğer elektrik alan oluşuyor olsaydı, süperiletken içindeki elektronlar sürekli ivmelenirdi. Dolayısıyla durgun bir sistemde elektrik alan olmaksızın elektronlar hareketsizdir (Bilgili, 2007),

Süperiletken hareket denklemi;

$$m \frac{d\vec{v}_s}{dt} = -e\vec{E} \quad (2.1)$$

m elektron kütlesi; e elektron yükü; v süperakışkan hızıdır.

Elektronların oluşturduğu akımın yoğunluğu;

$$\vec{J}_s = -n_s e \vec{v}_s \quad (2.2)$$

Denklem 2.2, 2.1' de yerine yazılıp türev alındığında I. London denklemi ortaya çıkar.

I.London Denklemi;

$$\vec{E} = \frac{m}{n_s e^2} \frac{d\vec{J}_s}{dt} \quad (2.3)$$

Eşitliğin her iki tarafının rotasyonu alınıp Maxwell($\vec{\nabla} \times \vec{E} = -\frac{1}{c} \frac{\delta \vec{B}}{\delta t}$)denkleminde yararlanılarak tekrar düzenlendiğinde,

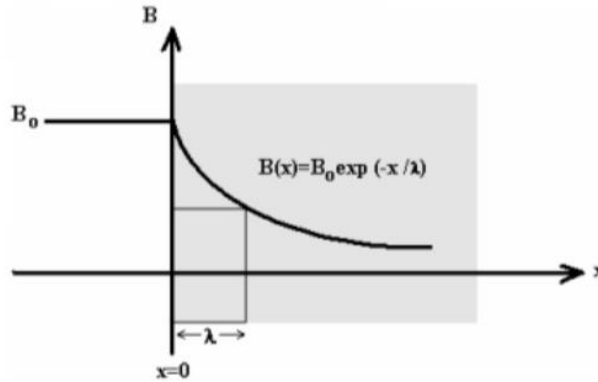
$$\frac{\partial}{\partial t} \left[\vec{\nabla} \times \vec{J}_s + \frac{n_s e^2}{m} \vec{B} \right] = 0 \quad (2.4)$$

denklemini elde edilmiş olur. İfade sıfıra eşitlendiğinde II. London Denklemi ortaya çıkmaktadır.

II.London Denklemi;

$$\vec{\nabla} \times \vec{J}_s = \frac{n_s e^2}{m} \vec{B} \quad (2.5)$$

Süperiletkenlerin iletkenlik ve diyamanyetizma özelliklerini London denklemleri açıklamaktadır. Süperiletkenlere manyetik alan uygulandığında, alanın malzeme içine ne kadar nüfuz edebileceğini ifade etmiştir. Süperiletkenlerin normal ve süperiletken durumlarında ara yüzey enerjisini pozitif açıklamasından dolayı I. tip süperiletken hareketlerini açıklar. Fakat II. tip süperiletken davranışını açıklayamaz.



Şekil 2.1. Süperiletken içine manyetik alanın sızması (Bilgili, 2007)

2.2 Ginzburg-Landau Teorisi

I.tip süperiletkenlerin ilk kuantum mekaniksel yaklaşımı 1950 yılında Ginzburg ve Landau tarafından ortaya çıkmıştır. Ortaya attıkları teori özellik bakımından makroskopik bir teori olup, düzen değişkeniyle süperiletkenliği açıklamaya çalışmışlardır. Normal durumdan daha düzenli olan süperiletken duruma geçiş ikinci derece faz geçişidir. Bu geçiş sistem simetrisi bozmaktadır. Düzen parametresi $T > T_c$ olduğunda sıfır, $T < T_c$ durumda ise sıfırdan olmalıdır. Bu parametre süperelektron yoğunluğu n_s ve etkin dalga fonksiyonu $\Psi(r)$ olmak üzere enerji yoğunluğu denklemi;

$$|\Psi(r)|^2 = \frac{n_s}{2} \quad (2.6)$$

şeklinde ifade edilir. Serbest enerji yoğunluğu $F_s(\vec{r})$, normal durumdaki enerji yoğunluğu $F_n(\vec{r})$ olmak üzere, manyetik alan altında homojen süperiletkenin serbest enerjisinin $|\Psi|^2$ cinsinden seri açılımı;

$$F_s(\vec{r}) = F_n(\vec{r}) - \alpha|\Psi|^2 + \frac{\beta}{2}|\Psi|^4 + \frac{1}{2m} \left| \left(-i\hbar\vec{\nabla} - \frac{q\vec{A}}{c} \right) \Psi \right|^2 - \int_0^{Ba} \vec{M} d\vec{B}_a \quad (2.7)$$

Şeklinde ifade edilir. Serbest enerji Ψ düzen parametresine göre Ginzburg-Landau denklemi minimize edildiğinde;

$$-\alpha\Psi + \beta|\Psi|^2\Psi + \frac{1}{2m} \left(-i\hbar\vec{\nabla} - \frac{q\vec{A}}{c} \right)^2 \Psi = 0 \quad (2.8)$$

ifadesi elde edilir. Ginzburg-Landau'nun ikinci denklemi olan akım yoğunluğu, A vektör potansiyeline minimize edildiğinde;

$$J_s(\vec{r}) = -\frac{iq\hbar}{2m} (\Psi^*\nabla\Psi - \Psi\nabla\Psi^*) - \frac{q^2}{mc} \Psi^*\Psi\vec{A} \quad (2.9)$$

ifadesi bulunur. Birinci denklemde $\beta|\Psi|^2 \ll \alpha$ ve $\vec{A} = 0$ kabulü yapıldığında,

$$\exp\left(ix/\sqrt{h^2/2m\alpha}\right)$$

olarak bulunur. Eşyuum uzunluğu (ξ) sabit bir sayıdır ve parantez içindeki ifadeyi belirtmektedir. G-L parametresi olan (κ), nüfuz derinliğinin sıcaklığa bağlı değişiminin (λ), eşyuum uzunluğuna oranıyla açıklanır.

$$\kappa = \frac{\lambda}{\xi} \quad (2.10)$$

Ginzburg- Landau parametresi süperiletken tipini belirlemede önemli bir rol oynar.

$\kappa < \frac{1}{\sqrt{2}}$ ise I.tip süperiletken, $\kappa > \frac{1}{\sqrt{2}}$ ise II.tip süperiletkendir.

2.3 BCS Teorisi

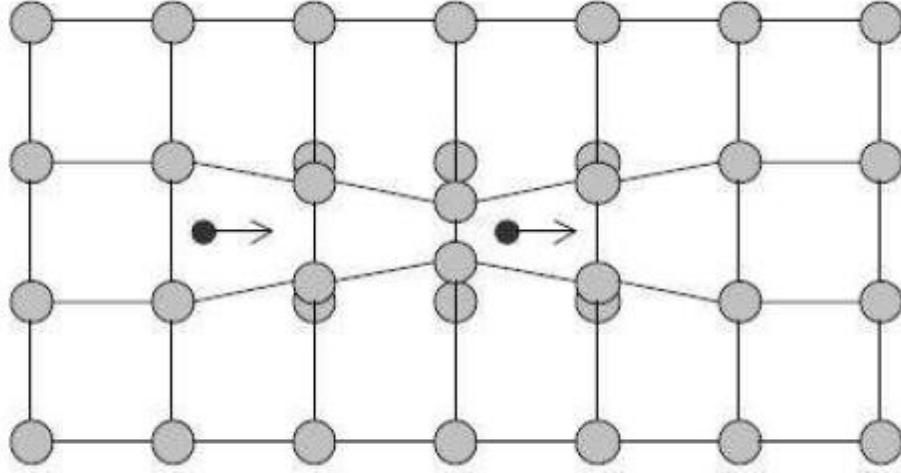
BCS teorisi süperiletkenlik tarihinin ilk mikroskopik teorisi özelliğini taşır. Cooper çiftinin bozon haline yoğunlaşmasından kaynaklanan etkiyi tanımlamaktadır. John Bardeen, Leon Cooper ve John Robert Schrieffer tarafından 1957 yılında hazırlanan teori 1972 yılında Nobel fizik ödülüne layık görüldü.

Teoriye göre negatif kutuplara sahip takım gibi görünen elektronların normalde birbirini itmesi gerekir. Cooper, bu elektronların Fermi yüzeyine yakın, bağlı halde olacağını göstermiştir. Cooper çiftleri, yani kritik geçiş sıcaklığı altında eşleşmiş elektronlar dirençsiz şekilde örgü içinde hareket eder. Lineer momentum bu teoriye göre sıfır olmak zorundadır. Cooper çiftini oluşturan neden, elektronlar arasındaki elektron-örgü-elektron etkileşmesidir. Her elektron dönme hareketi yapıyormuş gibi davranır ve buda lineer bir momentum sağlar. Spin olarak anılan bu durumda elektronlar birbirine zıt yönlüdür. Cooper çifti spini ve momentumu sıfır olan bir sistem oluşturur. Spini sıfır olduğu için bozon gibi davranırlar ve aynı kuantum durumunda bulunurlar. Bütün Cooper çiftleri momentumları sıfır olacak şekilde aynı kuantum durumuna sabitlenmişlerdir. Bunun sonucu olarak dirençsizlik meydana gelir. Çiftlere gereken miktarda enerji verilirse çiftler bozular, elektronlar serbest hale dönüşür (Yaşar, 2009).

Cooper çiftleri, süperiletken durumda yük taşıyan elektronlardır. Bu elektron çiftleri arasında Fermi enerji sınır bölgesinde etkileşim olduğunda süperiletken durumda en düşük uyarılmış durumla arasında süperiletkenlik enerji aralığı E_g mevcuttur. Kritik sıcaklığa bağlı olan bu enerji aralığı;

$$E_g = 2\Delta = 3,53k_B T_c \quad (2.11)$$

denklemleri ile ifade edilmektedir. BCS teorisi düşük kritik sıcaklık süperiletkenlerinde uygulanmasına karşın, yüksek kritik sıcaklık süperiletkenlerinde başarılı olamamıştır.



Şekil 2.2. Elektron-fonon etkileşimi kaynaklı Cooper çifti oluşumu (Şahin,2013)

3. DENEYSEL YÖNTEM

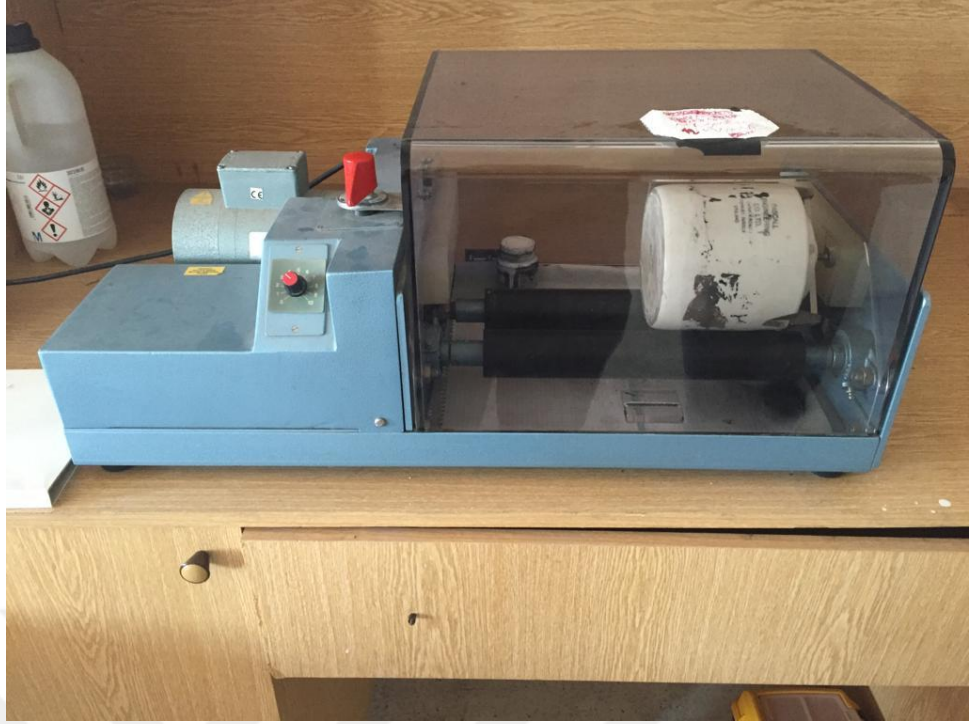
3.1 Numune Hazırlama

Co ile katkılandırılmış Bi-2212 süperiletken malzemeler katıhal reaksiyon yöntemi ile hazırlanmıştır. Kullandığımız kimyasal tozlar hassas terazide tartıldı (Şekil 3.1).



Şekil 3.1. XR 205SM-DR Precisa terazi

Daha sonra, homojen bir anayapı elde etmek için Co hariç diğer kimyasal tozlar öğütücü makinede (Şekil 3.2) 48 saat boyunca karıştırıldı. Elde edilen karışım PROTHERM-MODEL PTF 12/75/200 programlanabilir kül fırında (Şekil 3.2) 5°C/dk. ısıtma ve soğutma hızı ile 800°C’de 36 saat kalsinasyon işlemine tabi tutuldu.



Şekil 3.2. Ball Milling Cihazı



Şekil 3.3 PROTHERM (Model PTF 12/75/200) programlanabilir kül fırın

Kalsinasyon işleminden sonra çıkarılan tozların homojenitesi artması için agat havanda (Şekil 3.4) yaklaşık olarak yarım saat boyunca karıştırıldı. Daha sonra, elde edilen katkılı toz karışım 300 MPa basınç altında ve oda sıcaklığında kalıplar yardımıyla 1,5 cm × 0,5 cm × 0,2 cm boyutlarında dikdörtgen çubuk elde edebileceğimiz şekilde preslendi (Şekil 3.5). Numunelerin bir yüzü kobalt difüzesine bırakılmıştır. Daha sonra bu numuneler farklı sıcaklıklarda (600°C, 650°C, 700°C, 750°C 800°C, 850°C) ısıl işleme tabi tutulmuştur. Numuneler sırasıyla saf, Co-1, Co-2, Co-3, Co-4, Co-5 ve Co-6 olarak isimlendirildi.



Şekil 3.4. Agat Havan



Şekil 3.5. TSEK TUMAS pres cihazı

3.2 Deneysel Ölçümler

3.2.1 Elektriksel Özdirenç Analizi

Hazırladığımız numunelerin elektriksel özdirenç ölçümleri dört nokta yöntemi ile elde edildi. Dört nokta yöntemi özdirenç ölçme yöntemleri arasında en çok kullanılan yöntemlerin başında gelir. Dört nokta yönteminde malzeme yüzeyinde dört adet bağlantı noktası (uç) bulunur. Bu bağlantı noktalarından dış kısımda olanlarından akım geçirilirken içteki iki bağlantı noktası yardımıyla potansiyel fark ölçülür. Elde ettiğimiz veriler Keithley 2700 nano-voltmetre ve 5 mA doğru akım uygulayan

Keithley 220 programlanabilir akım kaynağı yardımıyla 35K-105K sıcaklık aralığında ve helyum gazı bulunan çevrimli bir kriyojenik soğutma sisteminde özdirenç ölçümleri gerçekleştirildi. Elde edilen sıcaklık-özdirenç eğrileri sayesinde oda sıcaklığı özdirenci, artık özdirenç, artık özdirenç oranı, derece genişlemesi, $\pm 0,01$ K sıcaklık hassasiyetinde offset ve onset kritik geçiş sıcaklık parametreleri belirlendi.



Şekil 3.6. Kriyostat sistemi

3.2.2 X-ışınları Analizi

Hazırladığımız örneklerin kristal yapı analizleri oda sıcaklığında 36 kV ve 26 mA gücünde 1,54 Å dalga boyuna sahip $K\alpha$ ışımına sahip X-ışınları yayarı Rigaku Multiflex +XRD 2 kW difraktometre ile gerçekleştirildi. Kırınım görüntüsündeki kırınım tepeleri $2^\circ/\text{dk}$ tarama hızında 0.02° aşama hızı ile 3° ve 60° arasındaki 2θ açılarında elde edildi. Örneklerin X-ışınları eğrilerinin tanımlanması işlemi, uluslararası kırınım verileri merkezi (JCPD-ICDD) veri tabanında bulunan 41-0317 ve 41-0374 numaralı JCPDS endeks kartlarına göre yapıldı. Bununla birlikte, X-

ışınları eğrileri yardımıyla numunelerin faz oranları, ortalama kristal boyutları, hareketli hol taşıyıcı konsantrasyonları, Lotgering indisleri ve örgü hücre parametreleri belirlendi.



Şekil 3.5. Rigaku X-ışını Kırınım Ölçeri

3.2.3 Vickers Sertlik Analizi

Co difüze edilmiş Bi-2212 süperiletken malzemelerin mekanik özelliklerinin belirlenmesi oda sıcaklığında ve hava ortamında SHIMADZU HVM-2 model dijital mikrosertlik cihazı kullanılarak yapılan Vickers sertlik ölçümleri yardımıyla gerçekleştirildi. Sertlik ölçümleri yapılırken dikdörtgen çubuk şeklinde hazırladığımız numuneleri dijital test cihazına dikey olarak yerleştirildi. Bununla birlikte, girinti test yükleri 10 s yükleme zamanı için 0,245 N-2,940 N aralığında çubuklara uygulandı. Malzeme yüzeyindeki izlerin ortalama değerleri, yaklaşık $\pm 0,1$ μm hassasiyetle malzeme yüzeyinde 8 farklı yerden yapılan ölçümlerden belirlendi. Hazırlanan tüm malzemeler için esneklik katsayısı, akma dayanımı, kırılma tokluğu, çekme dayanımı, esneklik katsayısı ve gevreklik indeksi gibi parametrelerin hesaplanması yapıldı. Ayrıca, numunelerden elde edilen deneysel veriler sayesinde Meyer Yasası, orantılı numune direnci modeli, modifiye orantılı numune direnci modeli, elastik/plastik

deformasyon modeli, Hays-Kendall yaklaşımı ve çentik etkisi ile çatlama modeli gibi altı farklı teorik yaklaşımla Vickers deneysel sonuçları incelendi.

3.2.4 Taşıyıcı Kritik Akım Yoğunluğu Analizi

Taşıyıcı kritik akım yoğunluğu ölçümleri dört nokta yöntemi kullanılarak sıfır manyetik alan altında ve 77 K sabit sıvı azot sıcaklığında ev yapımı bir sistemle gerçekleştirildi. Öz alanlı kritik akım değerleri 1 $\mu\text{V}/\text{cm}$ standart kriter sayesinde belirlendi. Sıcaklık değişimini gözlemek için $\pm 0,01$ K kesinlik ve hassasiyetle çalışan Lakeshore sıcaklık kontrol cihazı (Model:340) kullanıldı ve deneysel bulgular Labview yazılımı ile kayıt altına alındı.

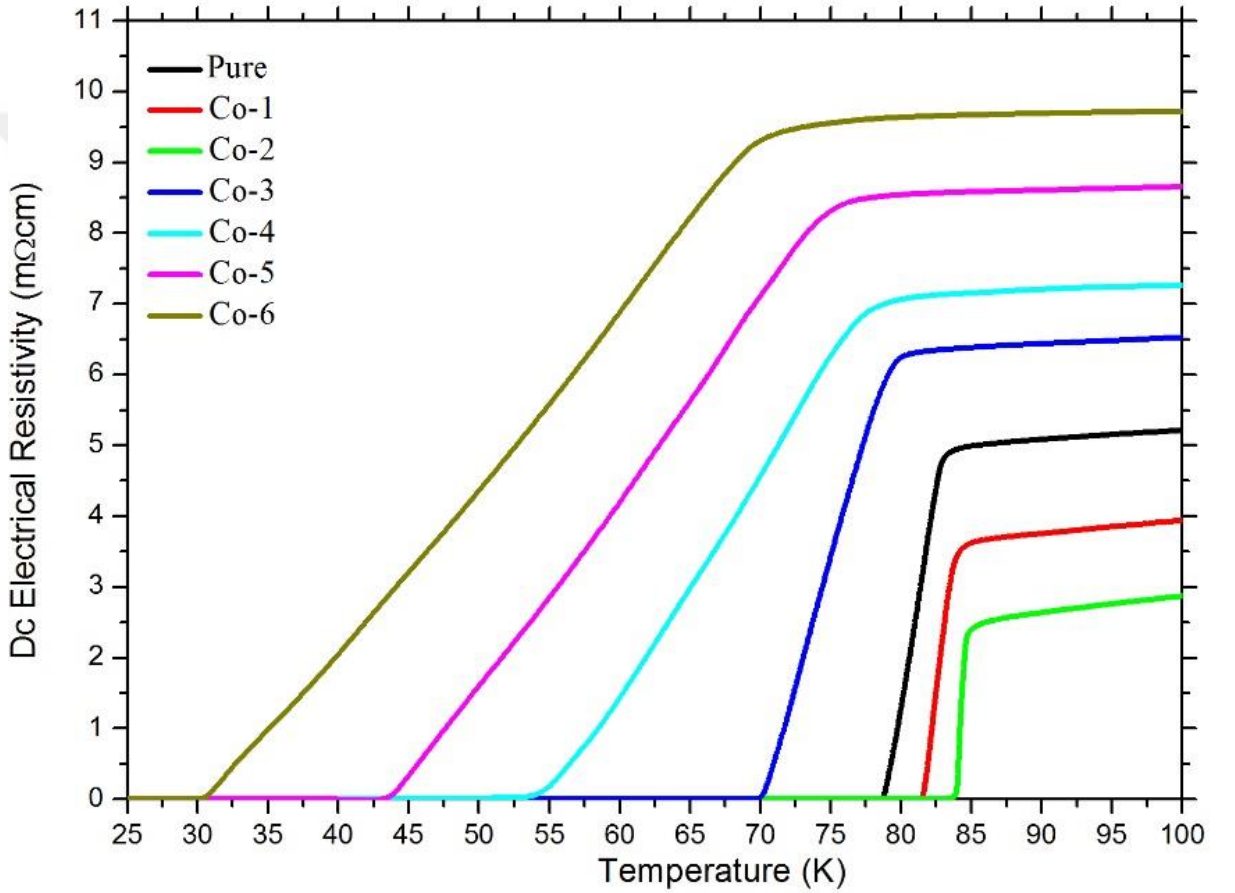
3.2.5 Kütle Yoğunluğu Analizi

Üretilen inorganik seramiklerin kütle yoğunluk analizleri Arşimed su yer değiştirme yöntemi ile deneysel olarak belirlendi. Literatürde tanecikli olma derecesi olarak bilinen gözeneklilik ve taneler arasındaki bağlantının gücü kütle yoğunluk analizi yardımıyla gerçekleştirildi.

4. SONUÇLAR ve TARTIŞMA

4.1 Elektriksel Özdirenç Ölçümleri

Bu çalışmada üretilen Co difüze edilmiş Bi-2212 malzemelerin süperiletkenlik özellikleri 25 K-100 K aralığında sıcaklığın bir fonksiyonu olarak dc elektriksel dirençliliğin değişmesi ile incelendi. Elde edilen veriler Şekil 4.1'de açıkça gösterilmektedir.



Şekil 4.1. Hazırlanan süperiletken malzemelerin 25 K-100 K sıcaklık aralığında sıcaklığa bağlı özdirenç grafikleri

Şekilden görüldüğü gibi, elde edilen özdirenç-sıcaklık eğrileri, süperiletken başlangıç sıcaklığının altındaki sıcaklıklarda süperiletken duruma geçişi göstermektedir. Bununla birlikte, hazırlanan tüm örneklerin özdirençin pozitif sıcaklık katsayısı ile T_c^{onset} değerlerinin üzerinde metalik davranış gösterdiği belirlenmiştir.

Ayrıca, çalıştığımız örneklerin normal durum özdirenci (300 K'de), Co difüzyonunun Co-2 (650 °C) numunesine kadar (Çizelge 4.1) artmasıyla azalır ve bu noktadan sonra özdirenç yavaşça artmaya başlar. Dahası, bu durum Bi-2212 anayapısına Co difüzyonu ile, aşırı katkılamamanın kristal yapıdaki holleri doldurmaya başlamasıyla ilişkilendirilebilir. Böylelikle, Bi-2212 anayapısının Cu-O düzlemindeki hol konsantrasyonu azalır ve sistemin normal durum özdirencinin artmasıyla sonuçlanır (Nagamatsu ve ark., 2001). Literatürden iyi bilindiği gibi, Bi-2201, Bi-2212 ve Bi-2223 gibi Bi-esaslı süperiletken sistemler doğal olarak holleri aşırı katkılayabilirken bu durum kimyasal katkılama/yerdeğiştirme işlemi yardımıyla optimal bir şekilde katkılı/düşük katlanmış duruma değiştirilebilir (Sarun ve ark., 2008).

Çizelge 4.1. Hazırlanan numunelerin özdirenç sıcaklık grafiğinden elde edilen verilerin sayısal değerleri

<i>Örnekler</i>	ρ_{300K} (<i>mΩcm</i>)	ρ_{res} (<i>mΩcm</i>)	<i>RRR</i> (ρ_{300K}/ρ_{90K})	ρ_{90K} (<i>mΩcm</i>)	T_c^{offset} (<i>K</i>)	T_c^{onset} (<i>K</i>)	ΔT_c (<i>K</i>)	ρ (<i>g/cm³</i>)	<i>P</i> (%)
Co-0	7,79	3,85	1,52	5,12	78,44	82,95	4,51	5,91	6,19
Co -1	7,59	2,13	2,02	3,75	81,42	83,75	2,33	5,98	5,07
Co -2	7,00	0,58	2,66	2,63	83,15	84,69	1,54	6,09	3,33
Co -3	8,08	5,47	1,25	6,44	69,28	79,20	9,92	5,88	6,66
Co -4	8,48	6,65	1,18	7,19	51,94	77,28	25,34	5,79	8,09
Co -5	9,59	8,21	1,11	8,61	43,03	74,73	31,7	5,70	9,52
Co -6	10,38	9,39	1,07	9,70	30,12	70,00	39,88	5,66	10,15

Ayrıca, normal durum özdirencinin değişimi, Co-2 numunesine kadar aşırı difüze edilmesinden, optimal difüzyon sıcaklığı seviyesine geçiş Bi-2223 sisteminin

taşıyıcı konsantrasyonundaki değişiminden kaynaklanır. Co-2'den başlayarak artan difüzyon sıcaklık değerlerinde ise normal durum özdirenci az katkılama durumunu belirten daha yüksek özdirenç değerlerine değişir (Yildirim ve ark., 2012; Biju ve ark., 2005; Prabitha ve ark., 2005). Ayrıca, üretilen numunelerin başlangıç kritik (T_c^{onset}) ve ofset kritik (T_c^{offset}) sıcaklıkları, Şekil 4.1'den elde edilen başka bir olası sonuçtur. Bu kritik sıcaklıklardan birincisi, izole edilmiş taneciklerin süperiletken duruma geçmesi ile ilgili iken, ikincisi ise Bi-2212 fazının hacim oranı ve/veya taneler arası bileşenin özellikleri ile ilgilidir (Yazici ve ark., 2012; Dogruer ve ark., 2012).

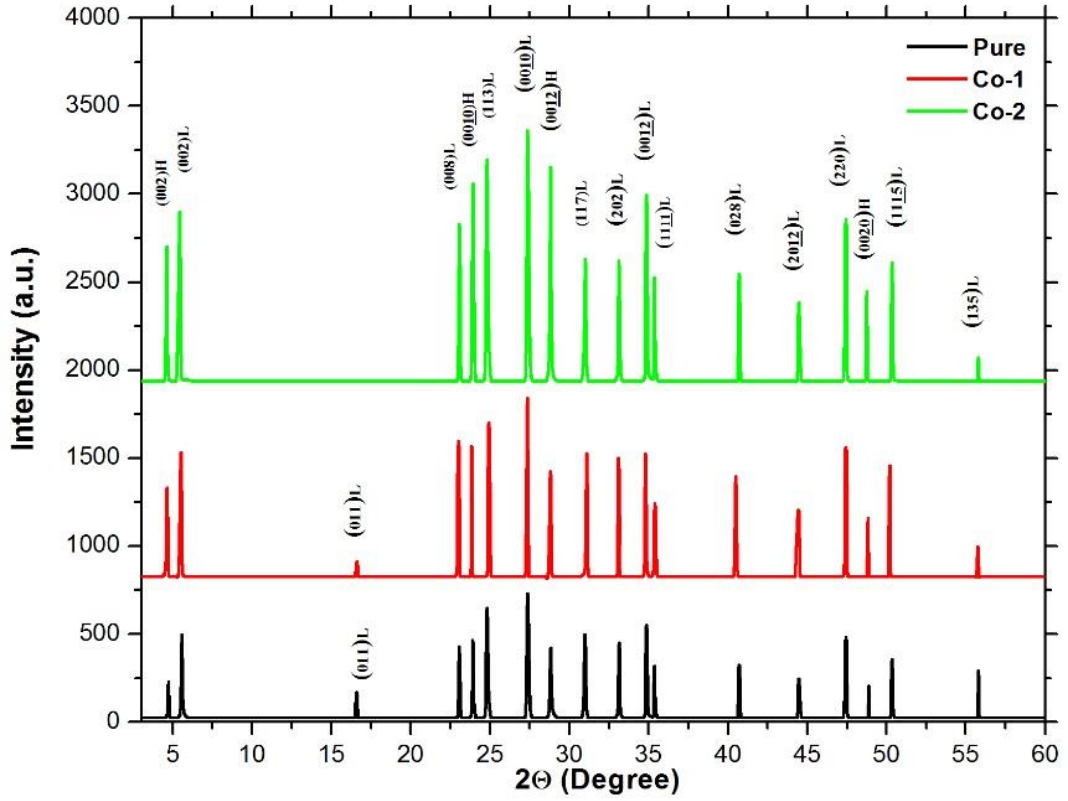
Dahası, Çizelge 4.1 Co difüze edilmiş Bi-2212 sisteminin T_c^{onset} ve T_c^{offset} değerlerinin değişimini göstermektedir. Elde edilen T_c^{onset} ve T_c^{offset} değerlerinin, Bi-2212 sistemine belli bir değere kadar difüze edilen kobalt miktarının (Co-2) artırılmasıyla ciddi oranda arttığı Şekil 4.1'den görülmektedir. Bu durum hem kristalliğin artması hem de tane boyutundaki artış ile değil, aynı zamanda da hazırlanan numunelerin hole konsantrasyonunun optimizasyonu ve örgü titreşimlerinin olası değişimleri ile ilgilidir. Ancak; Co-3 numunesinden itibaren, bu özellikler, hem kristalit boyutunun ve hol konsantrasyonunun azalması hem de taneler arasında zayıf bağların ve boşlukların artmasına bağlı olarak sistematik olarak yerel minimum noktalarına doğru azalmaya başlar (Ozturk ve ark., 2012; Guner ve ark., 2012). Bu durumda, Co-2 numunesi maksimum 84,69 K T_c^{onset} ve 83,15 K T_c^{offset} sıcaklığına sahip iken, minimum kritik sıcaklıklar öncekiler için 70,00 K ve sonrakiler için 30,12 K Co-6 numunesi için gözlemlenmiştir. Kısacası, aşırı Co difüzyonu Bi-2212 süperiletkenlik fazı oluşumu için uygun değildir. Bu durum, Şekil 4.1'den elde edilen ΔT_c ($T_c^{onset} - T_c^{offset}$)'nin değişimi ile yakından ilgilidir. Elde edilen ΔT_c değerleri Çizelge 4.1'de gösterilmektedir.

Çizelgeden de görüldüğü üzere, Bi-2212 sistemine Co difüzyonunun Co-2 malzemesine kadar artmasıyla ΔT_c değerinin belirgin bir şekilde 4,51 K'den 1,54 K'e kadar düştüğü açıktır ve ardından ilave miktarının bu noktadan itibaren artmasıyla ΔT_c değeri hızlı bir şekilde artarak maksimum 39,88 K'e yükselmeye başlar. Diğer bir ifadeyle, Co-3 numunesinden itibaren ΔT_c değeri süperiletken taneler arasındaki gözenekliliklerin ve zayıf bağların varlığı ve özellikle de hol konsantrasyonunun optimizasyonundan sapmanın bir sonucu olarak artan Bi-2212 süperiletken kristal sistemine difüzyon sıcaklığı ile arttığı açıkça gözlemlenmiştir (Ianculescu ve ark.

2006; Mangapathi Rao ve ark., 1993; Kocabas ve ark., 2010). Bilindiği gibi, iyi bir süperiletken malzemenin süperiletkenliğe geçiş sıcaklıkları arasındaki fark, potansiyel teknolojik ve endüstriyel uygulamalar için oldukça az olmalıdır. Bu çalışmada da hazırlanan tüm örnekler incelendiğinde, Co-2 numunesinde süperiletkenliğe geçiş sıcaklıkları arasındaki farkın minimum olmasından dolayı uygulamalar için en iyi örnek olduğu belirlenmiştir. Gözlemlenen sonuçlara göre, Bi-2212 sisteminde Co-2 için difüzyon sıcaklığının, optimum difüzyon sıcaklığı olduğu artan kritik geçiş sıcaklığı ile de belirlenmiştir. Co-3'ten başlayarak artan difüzyon sıcaklığı durumunda ise, optimum olmayan hol yoğunluğu, kristalit büyüklüğü, taneler arasındaki zayıf bağlar ve boşluk yeni süperiletken sistem için süperiletken özelliklerin kötüleşmesine neden olabilir.

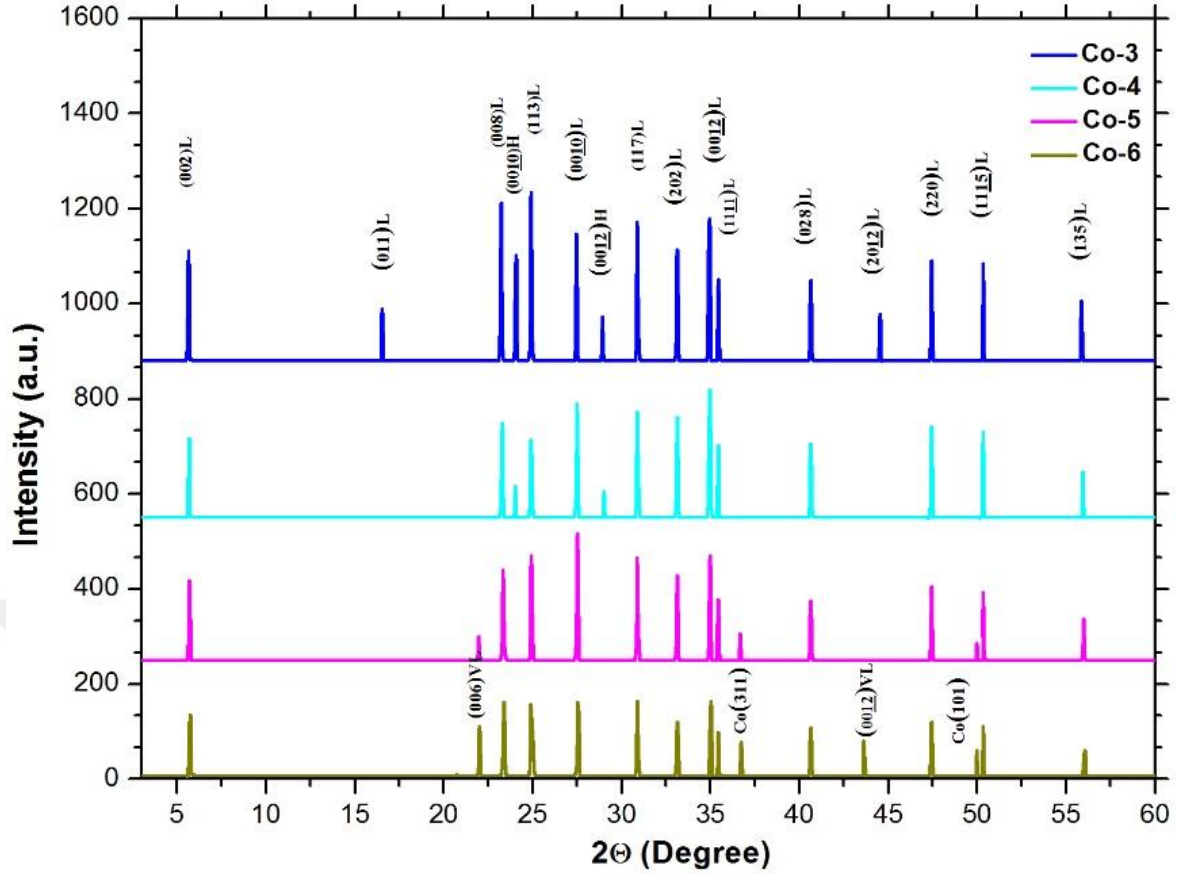
4.2 X-Işınları Ölçümleri

Süperiletken malzemeler için kırınım desenleri, doku, kristalit boyutu, faz analizi, düzlemler arası mesafeyi ve sabit örgü parametrelerini belirlemek için oldukça yararlı bir araçtır. Şekil 4.2 ve Şekil 4.3, $\text{Bi}_{2.1}\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_{y+}$ Co süperiletken seramikler için oda sıcaklığında toz X-ışını kırınımı (XRD) modellerini 3° ila 60° arasında gösterir.



Şekil 4.2. Saf, Co-1 ve Co-2 süperiletken malzemelerin XRD desenleri

Bi-2223 fazına ait karakteristik tepeler, desenler üzerinde (hkl)H Miller indisleri ile gösterilirken Bi-2212 fazının tepeleri, desenler üzerinde (hkl)L Miller indisleri ile işaretlenir. Ayrıca, (hkl)VL Miller indisleri ise Bi-2201 fazının tepe noktalarını belirtir. Bi-2212 ve Bi-2223 fazlarının oluşum hızının anayapıdaki Co parçacıklarına güçlü bir şekilde bağlı olduğu şekilden görülebilir. Bi-2223, Bi-2212 ve Bi-2201 fazlarını içeren hem saf hem de Co difüze edilmiş süperiletkenler kırınım çizgilerinin değişen yoğunluklarıyla polikristal süperiletken fazı gösterir. Bi-2223 fazının özellikle $002H$, $0010H$, $0012H$ ve $0020H$ gibi tüm karakteristik tepeleri Co-2'deki sıcaklık seviyesine kadar yavaş yavaş artarken Bi-2212 fazını içeren $002L$ ve $0010L$ karakteristik tepeler de artmaya başlar. Bu sıcaklık seviyesinden sonra artan difüzyon sıcaklığı ile yüksek faz (Bi-2223) azalırken ve dolayısıyla düşük faz (Bi-2212) artmaya başlar (Şekil 4.3).



Şekil 4.3. Co-3, Co-4, Co-5 ve Co-6 süperiletken malzemelerin XRD desenleri

Bununla birlikte, Co-2 numunesi Bi-2223 (yüksek) fazına ait en yüksek tepe yoğunluklarına sahipken Bi-2212 fazı Co-4 numunesinde diğer fazdan daha yoğun olduğu görülmüştür. Dahası, Co-5 ve Co-6 numunelerinde Bi-2201(çok düşük) süperiletkenlik fazı görülmekle birlikte, bu faz en yüksek değerini %9,95'lik değeri ile Co-6 malzemesi ile elde edilmiştir. Ayrıca, Şekil 4.2'den elde edilen bir başka önemli nokta da Co içeren başka bir faz veya başka bir katyonun gözlemlenmemesi Co parçacıklarının Bi-2223 kristal yapısının içerisine girdiğini doğrular (Vinu ve ark., 2008; Shabna ve ark., 2009). Bu durum, ürettiğimiz numunelerdeki kritik akım yoğunluğunun önemli ölçüde artmasına sebep olan difüzyon sıcaklıklarının Bi-2223 süperiletken malzemelerin tane sınırlarında nanoparçacıklar oluşturmasına katkıda bulunabilir (Shen ve ark., 2005). Öte yandan, Şekil 4.3'ten elde edilen bir başka önemli nokta da Co-5 ve Co-6 örnekleri için Co içeren fazın gözlemlenmesi bu örnekler için Co parçacıklarının Bi-2212 kristal yapısının içerisine girmedikini doğrular. Yani, Co

parçacıkları artık Bi-2212 anayapısı içerisine girmiyor ve dolayısıyla bu şekilde üretilen Bi-2212 süperiletken sistemine Co difüzyonunun da çözünürlük limitinin Co-4 malzemesindeki Co miktarı kadar olduğu açıkça gözlemlenmiştir.

Ayrıca, a ve c hücre parametreleri, tetragonal birim hücre yapısı için d değerleri ve (hkl) düzlemleri için en küçük kareler yöntemi yardımıyla hesaplanır. Elde edilen a ve c örgü parametreleri Çizelge 4.2.'de verilmiştir. Çizelgeden görüldüğü gibi, her iki parametrede de sistematik değişiklikler vardır. Yani, Co-2 numunesine kadar a ekseninde sistematik daralma gözlemlenirken c eksen uzunluğunda da düzenli bir artış görülür. Ayrıca, Co-3, Co-4, Co-5 ve Co-6 numuneleri için a uzunluğunda yavaş bir genişleme ve c uzunluğunda ise yavaş bir daralmaya yol açar. Bu, a örgü parametresinin Bi-2212 sisteminde karşılık gelen karşılık gelen bazal düzlemlerdeki boyutlardan sorumlu olan Cu-O₂ (düzlem içi) düzlemlerinde Cu-O bağ uzunluğu ile kontrol edildiği anlamına gelir (Sarun ve ark., 2009; Shabna ve ark., 2010; Biju ve ark., 2008; Nguyen-van-huong ve ark., 1997). Bu uzunluk elektronların bağönlere orbitale değişimiyle uzatılabilir veya kısaltılabilir.

Çizelge 4.2. Hazırlanan numunelerin X-ışınları, kritik akım yoğunluğu ve tane boyutu ölçüm sonuçlarının sayısal değerleri

<i>Örnekler</i>	<i>a</i> (Å)	<i>c</i> (Å)	<i>Hacim Oranı (≈%)</i>			<i>CoO₂</i>	<i>Ortalama Tane Büyüklüğü (nm)</i>	<i>J_c</i> (A.cm ⁻²)
			2212	2223	2201			
<i>Saf</i>	5,4430	31,7133	82,23	17,77	0	0	83,45928	68
<i>Co-1</i>	5,4428	31,8514	79,47	20,53	0	0	86,35646	75
<i>Co-2</i>	5,4405	31,9909	76,14	23,86	0	0	89,03303	83
<i>Co-3</i>	5,4437	31,5233	90,83	9,17	0	0	77,53356	63

Çizelge 4.2. (devam)

Co-4	5,4444	31,4565	94,87	5.12	0	0	72,29014	57
Co-5	5,4446	31,4020	93,78	0	2,21	4,01	69,36521	52
Co-6	5,4484	31,3078	83,12	0	9,95	6,93	59,54899	46

Hücre parametresi c 'ye gelince, oksijensiz eksik Bi-O düzlemlerindeki net pozitif yük, c eksen uzunluğundaki gibi Bi-O katmanındaki Bi-O bağlarının kovalentliğinin değişimiyle sonuçlanan şarj nötrünü sağlamak için Bi-O düzlemlerindeki oksijen seviyesinin değişimi ile değiştirilebilir. Elde edilen sonuçlara göre, Bi-2212 sistemindeki difüzyon sıcaklığı seviyesi Co-2 malzemesinin sahip olduğu seviyeye ulaştığında, süperiletken özelliklerde gelişme anlamına gelen maksimum c ve minimum a hücre parametresi olan sistem optimum şekilde katkılı hale gelir. Bu sonuçlara dayanarak, belirli bir konsantrasyon seviyesine bağlı olarak Bi-2223 fazının arttığı, Bi-2212 fazının Co parçacıklarının difüzyonunun artmasıyla azalmaya başladığı; ancak, Şekil 4.2 ve Şekil 4.3'ten de görüldüğü gibi, bu çalışmada hazırlanan tüm numuneler için Bi-2212 fazının baskın olduğunu açıkça ortaya koyulmaktadır. Ayrıca, XRD tepe noktalarının genişlemesi özelliği kullanılarak, nanometre ölçeğinde bulunan kristalit büyüklüğü, aşağıdaki formül (Yildiz ve ark., 2012) ile XRD modellerinden belirlenebilir;

$$t = 0.941\lambda / B \cos \theta_B \quad (4.1)$$

burada t , kristal kalınlığıdır; k , dalga boyunu gösterir, ve B mikronize edilmiş karşılık gelen tepe kullanılarak düzeltilen Bragg tepe noktasının maksimum yarısındaki (FWHM) tam genişliği belirtir ve θ_B , Bragg açısıdır. Ayrıca,

$$B^2 = B_m^2 - B_s^2 \quad (4.2)$$

burada da B_s , standart malzemenin yarı genişliğini radyan cinsinden temsil eder.

Üretilen tüm örneklerin XRD desenleri incelendiğinde, Co-2 numunesinin en dar FWHM değerini elde etmesi en büyük tane büyüklüğünü (89,03 nm) ve en iyi kristallığı ve taneler arasındaki bağlantıyı kanıtlar (bkz. Çizelge 4.2).

4.3 Vickers Mikrosertlik Ölçümleri

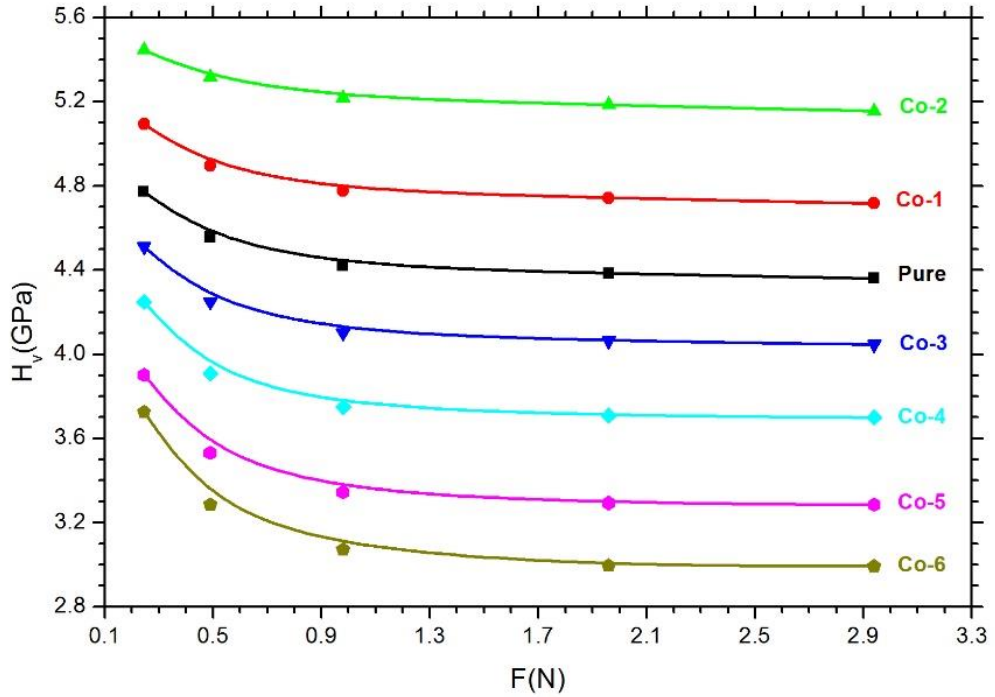
Oda koşullarında 0,245N- 2,940N yük uygulanan Co difüze edilmiş Bi-2212 süperiletken seramik malzemelerin mekanik karakteristik üzerindeki etkileri mikrosertlik cihazı (SHIMADZU HVM-2 model) ile yapılmıştır.

Bir malzemenin mekanik karakteristik özellikleri, malzemeye uygulanan yük ile malzeme meydana gelen deformasyon arasındaki ilişkiyi ifade eder. İç yapısında bulunan kusur, dislokasyon, çatlak gibi istenmeyen hatalar malzemenin mekanik performansını etkilemektedir. Malzeme kalitesi bu kusurlar sonucu düşmektedir. Isıl süreçler sonucunda bahsi geçen hatalar, katılaşma gösterirken, yine ısı işlem sonucu ani soğuma meydana geldiğinde, plastik şekil verme esnasında doğal olarak oluşmaktadır. Plastik şekil verme esnasında dışardan uygulanan bir kuvvet sonucu deformasyon enerjisi ortaya çıkar. Bu enerjinin küçük bir kısmı depo edilmekte olup, kalan büyük çoğunluğu ısı olarak ortaya çıkmaktadır. Malzeme içerisindeki hatalar bu depo edilen enerjiden dolayı oluştuğu bilinmektedir (Callister ve Rethwisch, 2013). Dislokasyonlar kristal iç yapı içerisinde farklı düzlemlerde ve farklı doğrultularda hareket edebilirler. Fakat dislokasyonların yöneldiği düzlemler atom yoğunluğunun en fazla olduğu bölgelerdir. Benzer dislokasyonlar atomların en sık dizilmiş olduğu doğrultuyu takip etmektedir. Takip edilen bu düzlem ve doğrultuya kayma sistemi denmektedir. Kayma sistemleri malzemelerinin kristal yapısındaki gevreklik ve süneklik hakkında bilgi ihtiva eder. Malzemenin sünekliği aktif kayma sistemi sayısı arttıkça artar. Tersine kayma sistemi sayısı arttıkça da malzemenin gevrek özelliği artar. Bu çalışmada Bi-2212 süperiletken sistemleri aktif kayma sistemi az olduğu için kırılma yapı göstermektedir. Deney sonuçlarında elde edilen bilgiye göre $x=0,03$ (650°C) Co difüzyonunda en iyi mekanik performans elde edilirken difüzyon sıcaklığı

arttırıldıkça malzemenin mekanik özelliklerinde ters orantılı bir şekilde düşüş gözlemlenmiştir. Bu noktada Co atomları dislokasyonların sebep olduğu çatlak hareketlerini engellediği ve doğrultularında değişikliğe sebep olduğu için 0,03 difüzyon sıcaklığına kadar kristal yapıda en iyi mekanik performans iyileşmesini elde etmiştir.

Bu çalışmadan yola çıkacak olursak Bi-2212 süperiletken malzemelerde yapısına optimum miktarda Co difüzyonunun kayma sistemlerindeki kayma olayının başlaması için gerekli gerilme miktarının artması gerektiğini göstermiştir. Kristal yapıdaki Co atomları süperiletken özellik gösteren gerekli doğrultulara yönlendirerek bası ve artık gerilmelerin yüzeyde oluşmasını sağlamaktadır. Malzeme içerisinde çeki artık gerilmesi mevcut ise mevcut olan çatlaklarda büyüme meydana gelir. Bası artık gerilmesi bu çatlakın büyümesini engelleyecektir. Optimum difüzyon sıcaklığında malzemelerde ise yüzeyde oluşan artık gerilmeler bası etkisi yaratacak ve malzemenin yorulma direncinin artmasına sebep olacaktır.

Vickers mikrosertlik değerinin $\text{Bi}_{2.1}\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_{y+\text{Co}}$ süperiletken malzemelerin yüzeylerinde (0,245 N-2,940 N aralığında) uygulanan yüke göre değişimi Şekil 4.4'te gösterilmektedir.



Şekil 4.4. İncelediğimiz örneklerin Vickers(H_v) sertlik değerlerinin uygulanan girinti test yüküne göre farklılaşması

Şekil 4.4'te görüldüğü üzere; Hazırlamış olduğumuz tüm numuneler için 0,245 N'den 2,940 N'ye değişen yükler uygulandığında kuvvet değeri arttıkça mikro sertlik değerinin azaldığı görülmektedir. Girinti boyutu etkisi (ISE) davranışı, uygulanan yük değerlerinin artmasıyla malzemedeki çatlamların meydana gelmesi, taneler arasındaki zayıf bağlar, gözeneklilik, yapıda bozulmaların olması, tanelerin yönelmelerinde değişmelerin olması sonucu malzemenin sertlik değerlerinin azalmasıyla ifade edilir (Gong ve ark., 1999; Khalil 2003; Elmustafa ve ark., 2003). Uygulanan yük arttıkça girinti boyutu etkisindeki mikrosertlik değerinde düşüş meydana gelir. Bunun sonucunda sertlik düşer ve numunenin elastik şekil değiştirme özelliği ortadan kalkmış olur. Sonrasında sadece plastik deformasyon görülür. Girinti boyutu etkisinin aksine yük artmasıyla mikrosertlik değerinin arttığı ve ters girinti boyutu etkisi (RISE) davranışı olarak bilinen durum söz konusudur (Sangwal ve ark., 2011; Gong ve ark., 1999).

Girinti boyutu etkisi faktörü Co-2 $x=0,03$ olan numunede iyileşme gösterir iken, kobalt difüzyonu bu değer üzerine çıkınca girinti boyutu etkisi faktöründe ciddi bir azalma oluşur. ISE davranışı, en yüksek difüzyon seviyesine sahip Co-6 numunesinde en kötü durumdadır. Şekil4.4'te görüldüğü üzere Co-2 numunesinde taneler arası iletkenlik ve kristallenme kaliteli olduğu için vickers mikrosertlik deneyi sonucu elde edilen 0,245N'den 2,940N'ye değişen yüklerde diğer numunelere göre daha yüksektir. Şekil 4.4 incelendiğinde $x=0,03$ Co-2 numunesinin optimum kobalt difüzyonlu malzeme olduğu görülmüştür. Diğer bütün numunelerde ISE davranışı gözlemlenmektedir. Kobalt difüzyon oranı düşük olan numunelerde vickers sertlik sonuçları iyi olduğu görülmektedir. Buna göre optimum kobalt difüzyon oranı çatlak oluşumu ve yayılması gibi kusurların oluşmasını engeller. Difüzyon oranı optimum seviyenin üzerine çıktıkça bahsedilen kusurda belirgin bir artış meydana gelir. Kusurların artması sonucu kristal yapının kalitesinin düşmesine neden olur. Bunun sonucunda çok küçük yüklerde oluşan çatlaklar bile kritik hıza ulaşıp aktifleşir.

Numunelerin mikro sertlik sonuçları incelendiğinde 2,00N'luk yük altında malzemenin plato bölgesinde olduğu görülmektedir. Bu da gösteriyor ki, numuneyi sertlik testi sırasında uygulanan kuvvetin az olması sonucu etkinin sadece malzeme yüzeyinde olmasına sebep oluyor. Yük miktarı arttıkça girintinin etkinliği ve derinliği artacak ve iç katmanlara etkisi görülecektir. Çizelge 4.3'te 2,00N'luk yük değerinin

üzerine çıkıldığında mikrosertlik değerinde bir değişiklik gözlenmemiştir (Mohammed ve ark., 2011).

Ayrıca, süperiletken malzemelerin endüstriyel uygulamalar için gerekli olan vickers sertlik değeri (H_v), elastik modülü (E), akma dayanımı (Y), kırılma tokluğu (K_{IC}), elastik sertlik katsayısı (C_{11}) ve parlaklık indeksi (B) parametrelerinin özellikleri (Zhao ve ark., 2004; Birajdara ve ark., 2009; Zhao ve ark., 2009; Ozturk ve ark., 2012). Aşağıda verilen deklemler yardımıyla bulunabilir:

$$H_v = 1854.4 \left(\frac{F}{d^2} \right) \quad (4.3)$$

$$E = 81.9635 H_v \quad (4.4)$$

$$Y \approx \frac{H_v}{3} \quad (4.5)$$

$$K_{IC} = \sqrt{2E\alpha} \quad (4.6)$$

$$B = \frac{H_v}{K_{IC}} \quad (4.7)$$

$$C_{11} = H_v^{7/4} \quad (4.8)$$

Formüller sonucu hesaplanan mikrosertlik sonuçları detaylı olarak Çizelge 4.3'te verilmiştir. Bulunan tüm değerlerin, uygulanan yüke ve difüzyon seviyesine bağlı olduğu görülmektedir. ISE davranışı gösteren örneklerde Young modülü ve akma dayanımı parametrelerinin yüke bağlı olarak azaldığı gözlemlendi. Benzer şekilde Co-2 difüzyon sıcaklığında akma dayanımı, Young's modülü, vickers mikrosertlik değerlerinin en fazla olduğu görüldü. Difüzyon oranı arttıkça bu değerlerin belirgin bir şekilde düştüğü görülmüştür. Bunun sebebi ise, tane büyüklüğündeki artış olduğu düşünülmektedir. RISE ve ISE özellikleri sırasıyla parlaklık indeksi ve kırılmak tokluğu özellikleri için negatif ve pozitif olduğu görüldü. Bunun sebebi ise yüzeydeki enerji farklılıklarından kaynaklanmaktadır (Cavdar ve ark., 2012).

Çizelge 4.3. Hazırlanan Co difüze edilmiş Bi-2212 süperiletken malzemeler için yüke bağlı elastik modülü (E), akma dayanımı (Y), kırılma tokluğu (KIC), elastik sertlik katsayısı(C11) ve parlaklık indeksi (B) parametrelerinin sayısal değerleri

Örnekler	F (N)	d(μm)	H _v (GPa)	E (GPa)	Y (GPa)	K _{ic} (MPam ^{1/2})	C ₁₁ (GPa) ^{7/4}	B (m ^{-1/2})
Saf	0,245	308,561	4,772	391,119	1,591	8,140	15,407	586,243
	0,490	446,612	4,556	373,387	1,519	7,953	14,205	572,799
	0,980	641,330	4,418	362,148	1,473	7,832	13,465	564,113
	1,960	910,590	4,383	359,281	1,461	7,801	13,279	561,876
	2,940	1118,270	4,360	357,337	1,453	7,780	13,154	560,353
Co-1	0,245	298,708	5,092	417,347	1,697	7,928	17,260	642,267
	0,490	430,781	4,897	401,334	1,632	7,774	16,118	629,825
	0,980	616,778	4,777	391,555	1,592	7,679	15,437	622,105
	1,960	875,339	4,744	388,801	1,581	7,652	15,247	619,913
	2,940	1075,191	4,716	386,545	1,572	7,630	15,093	618,112
Co-2	0,245	288,860	5,445	446,288	1,815	7,288	19,408	747,160
	0,490	413,474	5,315	435,636	1,772	7,200	18,605	738,190
	0,980	590,208	5,217	427,603	1,739	7,133	18,009	731,352
	1,960	837,261	5,185	424,970	1,728	7,111	17,815	729,097
	2,940	1028,394	5,155	422,525	1,718	7,091	17,636	726,996
Co-3	0,245	317,399	4,510	369,640	1,503	8,385	13,957	537,853
	0,490	462,447	4,249	348,254	1,416	8,139	12,574	522,062
	0,980	665,589	4,102	336,231	1,367	7,997	11,824	512,972
	1,960	945,739	4,064	333,072	1,355	7,959	11,631	510,556
	2,940	1160,750	4,046	331,661	1,349	7,942	11,545	509,473
Co-4	0,245	327,023	4,248	348,203	1,416	8,800	12,571	482,757
	0,490	482,147	3,909	320,377	1,303	8,441	10,866	463,066
	0,980	696,239	3,749	307,280	1,250	8,267	10,101	453,502
	1,960	990,006	3,708	303,952	1,236	8,222	9,910	451,039
	2,940	1214,068	3,699	303,169	1,233	8,211	9,865	450,458
Co-5	0,245	341,259	3,901	319,758	1,300	9,181	10,829	424,930
	0,490	507,295	3,531	289,400	1,177	8,734	9,095	404,256
	0,980	737,265	3,343	274,033	1,114	8,499	8,266	393,376
	1,960	1050,647	3,293	269,877	1,098	8,434	8,048	390,382
	2,940	1288,259	3,285	269,256	1,095	8,425	8,016	389,932

Çizelge 4.3. (devam)

	0,245	349,241	3,725	305,309	1,242	9,918	9,988	375,566
	0,490	525,921	3,285	269,264	1,095	9,314	8,016	352,700
	0,980	769,192	3,072	251,757	1,024	9,006	7,127	341,041
Co-6	1,960	1101,503	2,996	245,532	0,999	8,894	6,821	336,799
	2,940	1349,560	2,993	245,350	0,998	8,891	6,812	336,674

Ayrıca numunedeki kobalt difüzyon oranı arttıkça ölçülen değerlerde azalma görülmektedir.

Numerik değerler olarak, 0,490 N uygulama test yükünde saf numunen H_v değeri 4,556 GPa olarak bulunurken, Co-2 materyali için bu değer 5,315 GPa (maksimum değer) olarak hesaplanmıştır.

Daha sonra difüzyon miktarlarının artması ile H_v parametresi Co-3, Co-4, Co-5 ve Co-6 malzemeleri için sırası ile 4,249 GPa, 3,909 GPa, 3,531 GPa ve 3,285 GPa olarak hesaplanmıştır.

Tüm numunelerde yük miktarı arttıkça sertlikte düşüş meydana gelmiştir. Bu durumda malzemelerin ISE davranış gösterdiğini söyleyebiliriz. Çizelge 4.3'e bakacak olursak 2,993 GPa değeri ile Co-6 numunesi 2,940 N ile en düşük sertlik değerine sahip olduğu söyleyebiliriz. Benzer sonuçları elastisite modülleri (E) için gözlemleyebiliriz. En büyük elastisite modülü 446,288 GPa , 0,245 N kuvvet ile Co-2 numunesinde iken en düşük elastisite modülü ise 245,350 GPa, 2,940 N kuvvet ile Co-6 numunesinde ölçülmüştür. Yine benzer sonuçlar akma dayanımları içinde söz konusudur. En büyük akma dayanımı 1,815 GPa, 0,245 N kuvvet ile Co-2 numunesinde iken, en küçük akma dayanımı 0,998 GPa, 2,940 N kuvvet ile Co-6 numunesinde gözlemlenmiştir. Bulunan sonuçlar göz önünde bulundurularak deney sırasında uygulanan test yüküne en hassas olan numunenin Co-6 numunesi olduğu saptanmıştır. Aksine uygulamış olduğumuz test yüküne karşı en az hassasiyette olan numune ise Co-2 olarak bulunmuştur.

Numunelere kobalt difüzyonu grafikten elde edilen verilere bakıldığında plato bölgesinde ki etkisi görülmüştür. Yine Çizelge 4.3'e bakacak olursak her numunenin vickers mikrosertlik değeri belirli bir değerde hızlıca düşüş göstermiştir. Bu değerde

numune plato bölgesindedir. Uygulanan kuvvet daha da arttırılırsa yapı içindeki kusurlar ve problemlerde artış meydana gelecek ve sonucunda sertlik değeri sabit kalacaktır. Maksimum kobalt difüze edilmiş Co-6 numunesinde ise diğer numunelere oranla daha az yük değerlerine ulaşır. Malzemedeki kobalt difüzyon oranı arttıkça malzemenin akma dayanımı, mukavemeti, dayanımı gibi mekanik özelliklerinde belirgin düşüşe yol açar. Bunun tersine Co-2 numunesinde en fazla kuvvet uygulandığında plato bölgesi meydana gelir. Sonuç olarak en iyi sertlik sonucunun ise plato bölgesinde meydana geldiği gözlemlenmiştir. Co-2 numunesi en iyi mekanik özelliklere sahip malzemedir.

4.3.1 Deneysel mikrosertlik ölçüm sonuçları ve uygulanan test yükleri arasındaki strateji

Tezin bu kısmında, $Bi_{2.1}Sr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_{y+}$ Co numunelerin Deneysel sonuçlara göre uygulanan yük ile mikrosertlik arasındaki ilişkiyi gözlemleyeceğiz. Mikrosertlik değerleri ve uygulanan test yükü değerlerinin değişimini ortaya çıkaracak dördüncü dereceden uygun ($R^2=1$ olması için) denklemler türeteceğiz. Bu denklemler Çizelge 4.4'te detaylı olarak verilmiştir. Çizelgeden görüldüğü üzere denklemin dördüncü derecedeki terimi kobalt difüzyon oranını ifade eder. x^4 'lü terim optimum difüzyon sıcaklığında ($x=0,03$) 0,1112'dan 0,0556'ya düşerken, difüzyon sıcaklığı arttıkça x^4 'lü terim Co-3, Co-4, Co-5 ve Co-6 numuneleri için sırası ile 0,1620, 0,2431, 0,2530 ve 0,3162 olarak hesaplanmıştır.

Çizelge 4.4. Süperiletken numunelerin mikrosertlik ölçüm sonuçları ve uygulanan test yükleri arasındaki ilişkiler

Örnekler	Süperiletken numunelerin(Bi tabanlı,Bi-2212) mikrosertlik ölçüm sonucu ile uygulanan yük arasındaki ilişkiler
Saf	$y = 0,1174 x^4 - 0,8130 x^3 + 1,9683 x^2 - 2,0140x + 5,1587$
Co-1	$y = 0,1112x^4 - 0,7650 x^3 + 1,8320 x^2 - 1,8470x + 5,4453$
Co-2	$y = 0,0556x^4 - 0,4001 x^3 + 1,0190 x^2 - 1,1235x + 5,6648$

Çizelge 4.4. (Devam)

Co-3	$y = 0,1620 x^4 - 1,0996 x^3 + 2,5871x^2 - 2,5402x + 4,9925$
Co-4	$y = 0,2431x^4 - 1,6212 x^3 + 3,7112 x^2 - 3,4859x + 4,9025$
Co-5	$y = 0,2530 x^4 - 1,6943 x^3 + 3,9105 x^2 - 3,7299x + 4,6043$
Co-6	$y = 0,3162 x^4 - 2,0980 x^3 + 4,7829 x^2 - 4,4986x + 4,5697$

Bu deęişim, aşırı kobalt difüzyon sıcaklığının daha fazla sayıda çatlak ve daha serbet (rahat hareket eden) dislokasyon hareketlerine neden olur. Böylece, kritik gerilme, bükülme direnci, mekanik dayanım, plastik deformasyona karşı dayanıklılık ve sağlamlık gibi mekanik performans davranışlarını azaltması gibi temel karakteristik mekanik özellikler ciddi bir şekilde azalır. Diğer bir deyişle, Bi-2212 süperilekten kristal yapının aşırı kobalt difüzyonu yeni geometrik dislokasyonların ve dislokasyon artma bölgelerinin (dislokasyon birikim noktaları artar) oluşumuna neden olur.

4.3.2 Gerçek mikrosertlik deęerlerinin teorik modellerle incelenmesi

Bu bölümde II.Tip kuprat katmanlı seramik $Bi_{2.1}Sr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_{y+Co}$ perovskite süperiletken malzemelerin doygunluk-limit bölgesinde mikrosertlik ölçümleri yükten bağımsız olarak Orantılı Numune Direnci Modeli (ONDM), Modifiyeli Orantılı Numune Direnci Modeli (MONDM), Meyer Kanunu (MK), Elastik/Plastik Deformasyon (EPD), Hays Kendall (HK) ve Çentik-Kaynaklı Çatlak (ÇKÇ) gibi 6 farklı teorik modeller ile incelendi.

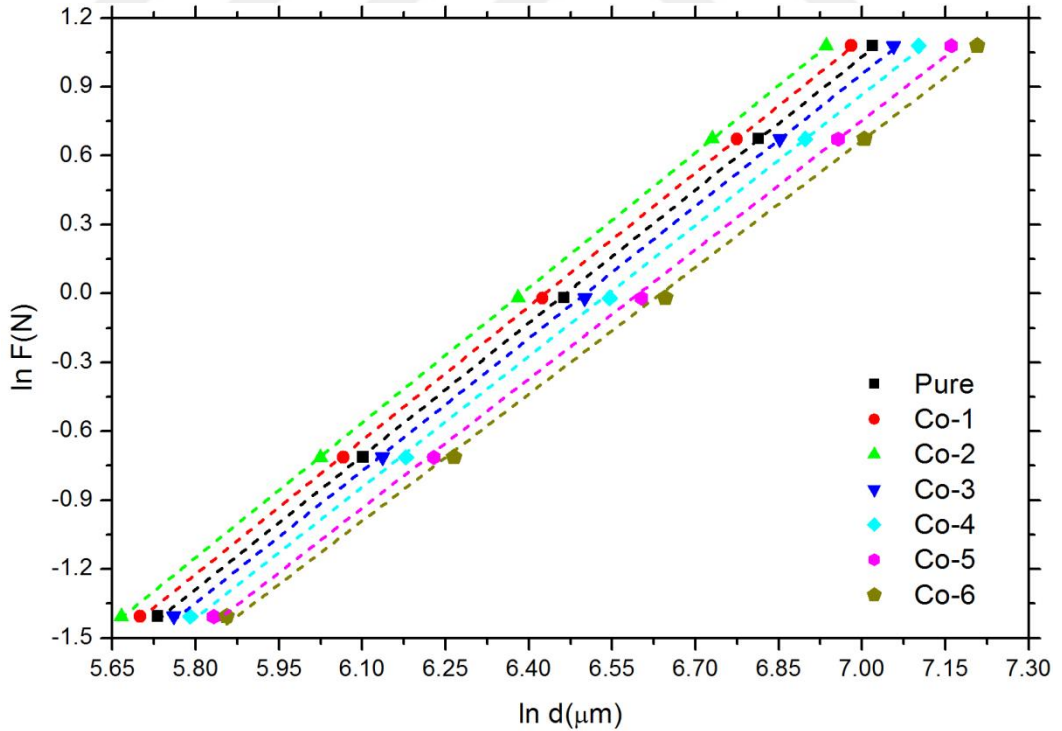
4.3.2.1 Meyer Kanununa (MK) Dayalı İnceleme

İncelemede kullanılmış olan teorik modellerden ilki Meyer kanunudur. Bu kısımda malzemelerin mikrosertlik ölçüm sonuçlarını yüke baęlı ve yükten bağımsız olarak inceleyeceęiz. Bu yöntem sayesinde malzemelerin mekanik karakteristikleri (ISE-RISE) incelemek sorunsuz olacaktır. Meyer sayısı materyallerin mekanik

özelliklerinde kullanılan çentik test yükü (F) ve girinti köşegen uzunluğu (d^n) arasındaki ilişkiye dayanır ve aşağıdaki formülde görülmektedir (Ling ve Yan,1988).

$$F = A_{Meyer}d^n \quad (4.9)$$

Denklemdaki n Meyer sayısını, A_{Meyer} ise mikrosertlik değerini gösterir. n değeri için literatürde 3 farklı çeşitlilik vardır. En temeli $n=2$ olanıdır. Buna göre materyalin n değeri, ekstrapolasyon ile 2'den büyük olduğu durumlarda malzeme ters çentik boyutu etkisi (RISE) davranışı gösterirken, 2'den küçük olduğu durumda ise tam tersine standart çentik boyutu etkisi (ISE) gösterir ve yüke bağlı olarak mikrosertlik değeri azalacaktır. Eğer Meyer sabiti 2'ye eşit olursa malzemenin mikrosertlik değerleri yüke bağımlı değildir (Mohammed ve ark.,2009). Çizelge 4.5'de bu incelemeye ait tüm materyallerin A_{Meyer} sayıları ekstrapolasyon yöntemi ile hesaplanan ve Şekil 4.5'de verilen $\ln F$ 'in $\ln d$ ile değişen grafiğinden elde edilen $x=0$ noktasında y eksenini kesen noktadan elde edilmiştir.



Şekil 4.5. $\ln F$ in $\ln d$ ile değişim grafiği

Çizelgeden de anlaşılacağı üzere hesaplanan n (Meyer Sayısı) değerleri malzeme içerisine nüfuz eden kobalt miktarına bağlıdır. Tüm hesaplanan n değerleri 2'den küçüktür. Buna göre yukarıda da bahsedildiği üzere tüm materyaller ISE davranışı göstermektedir (Dogruer ve ark.,2013). Buna bağlı olarak kobalt difüze edilmiş tüm materyaller hem elastik hem de plastik deformasyon gösterir. Kısacası malzeme üzerine uygulanan yük kalktığında sistem toparlanma eğilimi gösterir. Çizelgeden açıkça görüldüğü üzere, n katsayısı saf numune için 1,932 olarak hesaplanırken, optimum difüze edilmiş numune için 1,958 olarak bulunmuştur. Bu kritik difüzyon değerinden sonra n değerinde hızlı bir düşüş olmuş ve en küçük değer olarak 1,841 Co-6 malzemesi için hesaplanmıştır. Buradan çıkacak sonuç olarak ise standart ISE karakteristik davranışı optimum difüzyon oranında artarken, bu değer üzerine çıkıldığında ise ($x=0,30$) ISE davranışı düşüş göstermiştir. Bi-2212 süperiletken malzemelerde kobalt miktarındaki artış, uygulanan yüke olan hassasiyeti arttırmaktadır.

Çizelge 4.5 Farklı modellerle hesaplanmış mikrosertlik parametreleri

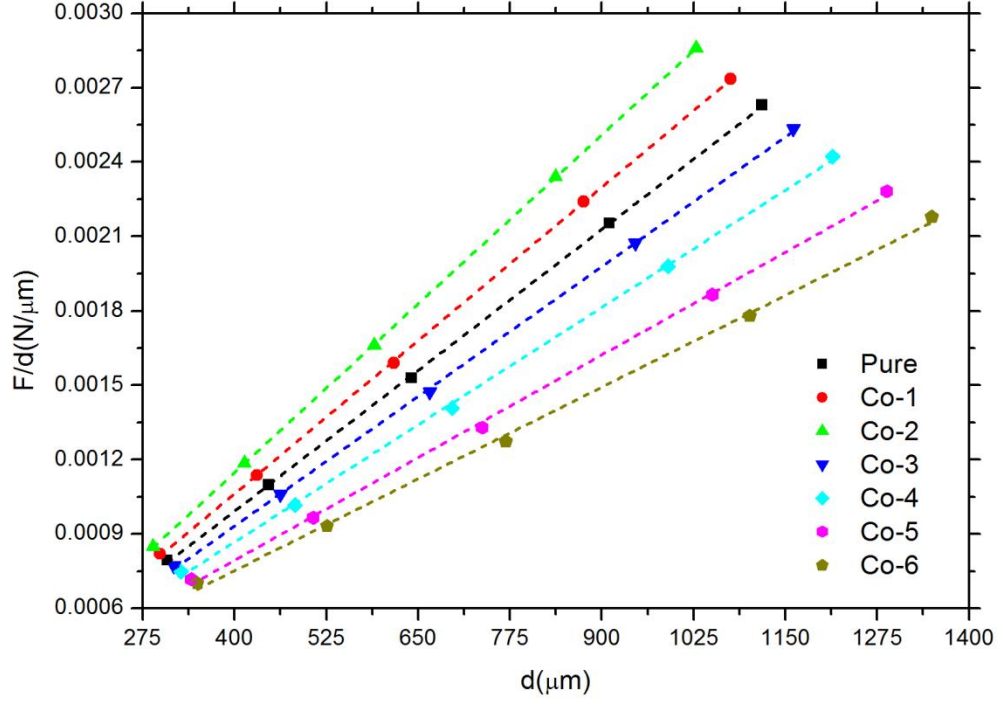
Örnekler	Meyer's Law		PSR Model		MPSR Model			EPD Model		HK Model		IIC Model	
	$A_{MEYER} \times 10^{-6}$ (N/ μ)m ²)	n	$\alpha \times 10^{-4}$ (N/ μ m ²)	$\beta \times 10^{-6}$ (N/ μ m ²)	$W \times 10^{-2}$ (N)	$A_{SR} \times 10^{-5}$ (N/ μ m)	$A_{IPSR} \times 10^{-6}$ (N/ μ m ²)	$d \times 10^{-1}$ (μ m)	$A_{2EPDX} \times 10^{-2}$ (N ^{1/2} / μ m)	$W \times 10^{-1}$ (N)	$A_{3HK} \times 10^{-6}$ (N/ μ m ²)	$K \times 10^{-4}$ (N ^{(3-5m)/3} / μ m ^(2-3m))	m
<i>Saf</i>	3,756	1,932	0,847	2,271	2,328	0,064	2,334	0,271	0,151	0,231	2,333	179,167	-0,285
<i>Co-1</i>	3,776	1,942	0,753	2,470	1,523	1,713	2,515	0,232	0,157	0,203	2,527	576,549	-0,230
<i>Co-2</i>	3,703	1,958	0,595	2,722	0,397	4,345	2,735	0,177	0,165	0,162	2,767	2648,743	-0,156
<i>Co-3</i>	3,816	1,919	0,951	2,093	3,509	2,906	2,181	0,315	0,145	0,260	2,162	43,555	-0,352
<i>Co-4</i>	4,032	1,898	1,112	1,892	5,392	7,279	2,018	0,383	0,138	0,301	1,972	6,873	-0,440
<i>Co-5</i>	4,273	1,874	1,318	1,657	6,577	8,135	1,795	0,478	0,129	0,377	1,746	0,736	-0,543
<i>Co-6</i>	4,930	1,841	1,611	1,480	8,015	8,957	1,635	0,607	0,122	0,481	1,584	11,096	-0,400

4.3.2.2 Üretilen Numunelerin Orantılı Numune Direnci Modeli (ONDM) Dayalı Mekanik Karakteristiklerinin İnceleme

Orantılı Numune Direnci Modeli (ONDM) 1993 yılında Li ve Bradt tarafından kullanılan II. tip seramik süperiletken malzemelerin yüke bağlı ve yükten bağımsız mikrosertlik özelliklerini kristal yapısına farklı molar oranlarda kobalt difüze edilmiş $\text{Bi}_{2.1}\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_{y+}\text{Co}$ perovskite süperiletken malzemeler incelenmiştir (Li ve Bradt, 1993). Bu modelde yapısal problemler üzerindeki enerji yayılımı hesaplanmıştır. Bu sayede model, malzemenin mekanik özellikleri ile yüzey enerjisi arasında ilişki kurar ve enerji değerini formüle eder. Bu hesaplama iki kısımdan oluşup ilki yüzey enerji değeri (α ile gösterilir), ikincisi ise mikrosertlik (β ile kısaltılır) değerleridir (Michels ve Frischat, 1982; Fröhlich ve ark., 1977). α değeri malzemenin mekanik karakteristiğini gösterir ve pozitif olması durumunda malzemenin tipik ISE davranışı sergilediğini açıklarken, negatif olması durumu ise RISE davranışı sergilediğini açıklamaktadır. Aşağıda verilen denklem sayesinde $\text{Bi}_{2.1}\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_{y+}\text{Co}$ seramik süperiletken malzemelerin yüzey enerjileri hesaplanabilir.

$$F = \alpha d + \beta d^2 \quad (4.10)$$

İncelenen tüm numunelerin çentik test yükü ile ortalama girinti köşegen uzunluğu değişimini gösteren (F/d) grafikler Şekil 4.6'da verilmiştir. Şekilde de görüldüğü gibi Bi-2212 süperiletken malzemelerde kobalt difüzyonu mekanik dayanımın, kritik gerilme değerinin, uygulanan yüke karşı mukavemetin değişimine bağlı olarak değişmesine sebep olmuştur. Yani kobalt difüzyon seviyesine bağlı olarak Bi-2212 bileşiklerinde kristal yapı sorunları artmış veya azalmıştır.



Şekil 4.6. Tez kapsamında çalışılan numunelerin çentik test yükünün (F/d) ortalama girinti köşegen uzunluğu (d) ile değişimine ait grafikleri

İncelenen tüm numunelerde α ve β değerleri hesaplanmış olup Çizelge 4.5'te yer almaktadır. Çizelge incelendiğinde tüm materyallerin α değerleri pozitif kısımda yer almış olup materyaller ISE karakteri göstermiştir. Buna bağlı olarak saf ve kobalt difüze edilmiş tüm materyaller hem elastik hem de plastik deformasyona uğramışlardır. Materyal üzerindeki yükler kaldırıldığında malzemenin hızlı toparlanması meydana gelir. Detaylı inceleyecek olursak saf numunede ki α katsayısı $0,847 \times 10^{-4}$ N/ μm olarak bulunurken, $x=0,03$ mol oranında difüzyon yapıldığında ise $0,595 \times 10^{-4}$ N/ μm 'ye düşmektedir. Fakat, bu seviyeden itibaren α bir anda $0,951 \times 10^{-4}$ N/ μm (Co-2 örneği için) değerine yükselmiştir. Difüzyon oranının artmasına bağlı olarak α değerinde artış gözlemlenmiştir. Bu durumda en fazla difüzyon oranında α sabiti $1,611 \times 10^{-4}$ N/ μm değerine kadar çıkmıştır. Mikrosertliğe bağlı değişken olan β katsayısında ise, kobalt difüze edilmemiş saf numunede β değeri $2,271 \times 10^{-6}$ N/ μm^2 iken, optimum difüzyon seviyesinde $2,722 \times 10^{-6}$ N/ μm^2 olarak hesaplanmıştır. Bu seviyeden sonra β katsayısı difüzyon seviyesi artışına bağlı olarak düşüş sergilemiştir.

Co-6 örneğinde en düşük β katsayısı $1,480 \times 10^{-6}$ N/ μm^2 olarak bulunmuştur. α ve β katsayılarının değişimleri (optimum değerde minimum α ve maksimum β ;

maksimum difüzyon seviyesinde maksimum α ve minimum β) optimum difüzyon seviyesinde Bi-2212 bileşiğinin mekanik dayanımı, kritik gerilme değerinin, uygulanan kuvvete karşı dayanıklılığının ve materyal sağlamlığının ciddi şekilde arttırdığı gözlemlenmiş olup, bu seviyenin üstündeki oranlarda ise mekanik özelliklerin ciddi bir düştüğü gözlemlenmiştir.

Bu model sayesinde $\text{Bi}_{2.1}\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_{y+}$ Co süperiletken malzemelerin de doygunluk limitindeki bölgede yüke bağlı olmadan mikrosertlik değerlerini aşağıdaki formül yardımıyla inceledik.

$$H_{PSR} = 1854.4\beta \quad (4.11)$$

Çizelge 4.6'da formüle göre tüm materyaller için hesaplanan değerler verilmiştir.

Çizelge 4.6. Doygunluk limit bölgesinde yükten bağımsız mikrosertlik değerlerinin modellerin hesaplamaları (H_{PSR} , H_{MPSR} , H_{EPD} , H_{HK} ve H_{IIC} .) ile karşılaştırılması

Örnekler	H_{PSR} (GPa)	H_{MPSR} (GPa)	H_{EPD} (GPa)	H_{HK} (GPa)	H_{IIC} (GPa)	H_v (GPa)
<i>Saf</i>	4,211	4,328	4,228	4,326	4,525	4,772-4,360
<i>Co-1</i>	4,580	4,664	4,571	4,686	4,880	5,092-4,716
<i>Co-2</i>	5,048	5,072	5,049	5,131	5,272	5,445-5,155
<i>Co-3</i>	3,881	4,044	3,899	4,009	4,191	4,510-4,046
<i>Co-4</i>	3,509	3,742	3,532	3,657	3,890	4,248-3,699
<i>Co-5</i>	3,073	3,329	3,086	3,238	3,438	3,901-3,285
<i>Co-6</i>	2,745	3,032	2,760	2,937	3,200	3,725-2,993

ONDM model ile doygunluk limitinde yüke bağlı olmayan mikrosertlik değerleri gerçek verilerden çok daha küçük kaldığı çizelge de açıkça görülmektedir. Dolayısıyla ONDM modeli, süperiletkenlerin mekanik karakteristiklerini ve

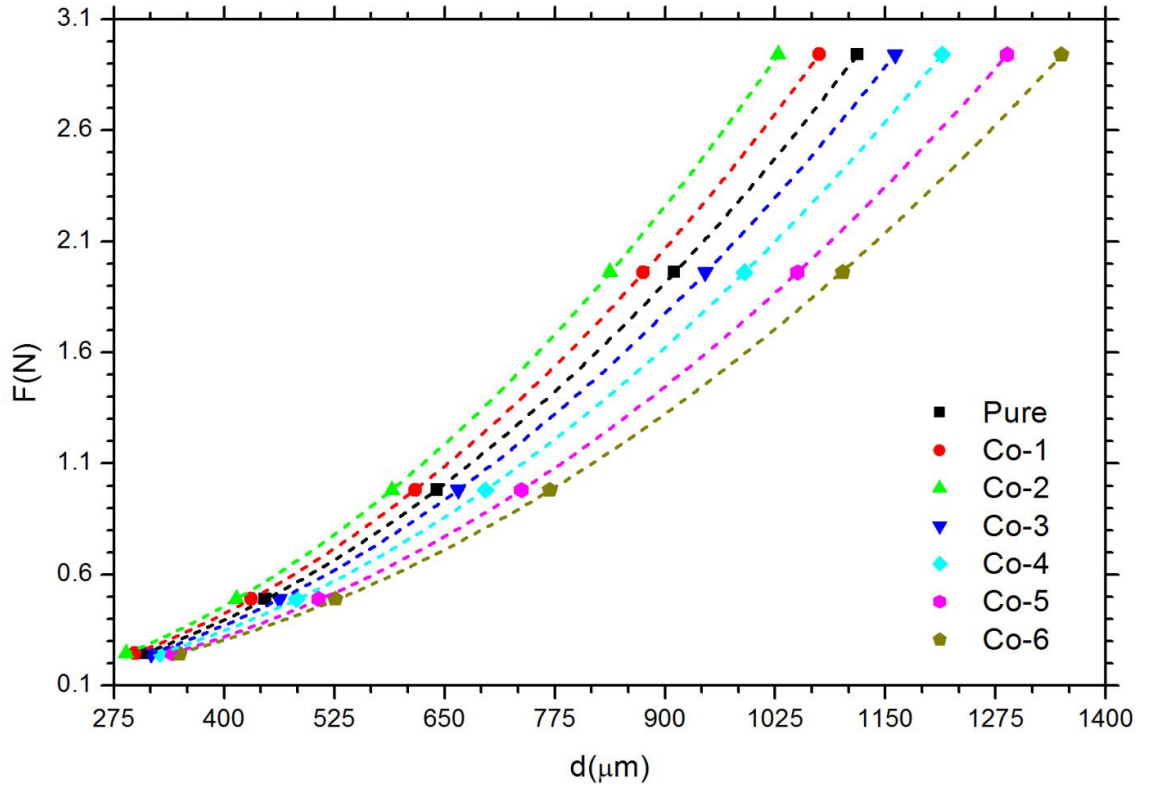
mikrosertlik kabiliyetlerini bulmada yeterli iken, plato bölgesindeki doğru mikrosertlik verilerini belirlemede yetersiz olmuştur.

4.3.2.3 Modifiyeli Orantılı Numune Direnci Modeli (MONDM) İle Üretilen Numunelerin Mekanik Karakteristiklerinin Değerlendirilmesi

Modifiyeli Orantılı Numune Direnci Modeli (MONDM) modelini kullanarak malzemelerin mikrosertlik özelliklerini ve plato limitinde yüke bağlı olmayan mikrosertlik değerlerini inceleyebiliriz. Bu modeldeki hesaplama minimum çentik test yükü (W_{MPSR}) ile material yüzeyinde girinti köşegen uzunluk izinin modifiye edilmesine dayanır. Bu hesap yardımı ile malzemelerin mekanik karakteristik özellikleri belirlenebilir. ONDM modeline ait formül aşağıdaki gibi açıklanabilir.

$$F = W_{MPSR} + A_{0MPSR}d + A_{1MPSR}d^2 \quad (4.12)$$

Denklemdaki A_{0MPSR} ve A_{1MPSR} sabitleri birim hacimdeki enerjinin plastik deformasyona bağlı parametresidir. Şekil 7.3'te tüm materyallere ait çentik test yükü (F), ortalama girinti köşegen uzunluğu (d) değişimi detaylı bir şekilde gösterilmiştir. Ekstrapolasyon ile materyallerin (W_{MPSR} , A_{0MPSR} ve A_{1MPSR}) parametresinin verileri şekildeki MONDM modeline ait eğrilerden bulunup Çizelge 4.5 içerisine aktarılmıştır.



Şekil 4.7. $\text{Bi}_{2.1}\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_y+\text{Co}$ seramik süperiletken malzemelerin çentik yükünün (F) ortalama girinti köşegen uzunluğu (d) ile değişimine ait grafikleri

Şekil 4.4'te Bi-2212 süperiletken materyalde $x=0,03$ mol oranında kobalt difüzyonu ile malzemenin ISE karakteristiği gelişmiş iken, bu değer üzerindeki difüzyon seviyesinde malzemenin ISE davranış karakteristiği azalmıştır. $x=0,03$ mol oranında yani maksimum difüzyon seviyesinde ISE davranışı minimum seviyeye düşmüştür. Dolayısıyla MONDM modelinde hem saf malzeme hem de kobalt difüze edilmiş tüm materyaller hem elastik hem de plastik deformasyona uğramıştır. Materyal üzerindeki yükler kaldırıldığında malzemenin hızlı toparlanması meydana gelir. Kısacası MONDM modeli, süperiletken materyallerin mikrosertlik özelliklerinin incelenmesinde başarılı olmuştur. Tüm bu veriler materyaller için hesaplanan minimum çentik test yükü (W_{MPSR}) verileriyle doğrulanmıştır. Buna göre MONDM modelinde bulunan W_{MPSR} değeri malzemenin mekanik karakteristik (ISE veya RISE) özelliğini gösterir. W_{MPSR} değeri pozitif ise üretilen materyalin mekanik karakteristiği ISE özelliği gösterirken, bu değer negatif ise materyal RISE özelliği göstermektedir.

A_{IMPSR} değerinde ise, $Bi_{2.1}Sr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_{y+}Co$ seramik süperiletken malzemelerin A_{IMPSR} sabiti difüzyon sıcaklığı $x=0,03$ olduğu zaman $2,334 \times 10^{-6} N/\mu m^2$ (saf numune için) değerinden $2,735 \times 10^{-6} N/\mu m^2$ değerine artış gösterirken, bu seviyeden sonra parametrede azalma görülmektedir. Maksimum difüzyon seviyesinde ise ($x=0,30$) A_{IMPSR} parametresi $1,635 \times 10^{-6} N/\mu m^2$ değerine kadar gerilemiştir. Yani Bi-2212 malzemesinin optimum kobalt difüzyonu seviyesinde mekanik dayanımını, kritik gerilme değerini, mikrosertliğini ve yüke karşı dayanımını ciddi bir oranda artırır. Sonuç olarak kristal yapıya optimum seviyede difüze edilen kobaltın Bi-2212 malzemelerin iç yapısındaki çatlak, dislokasyon gibi yapısal kusurlara karşı direnci ve yüke bağlı dayanımı arttırdığı gözlemlenmiştir.

Bununla birlikte MONDM modeli kristal yapısına kobalt difüze edilmiş Bi-2212 süperiletken malzemelerin doygunluk limit bölgesinde yüke bağlı olmadan mikrosertlik değerlerini inceleme aşağıdaki formül yardımıyla inceleme fırsatı verir.

$$H_{MPSR} = 1854.4 A_{IMPSR} \quad (4.13)$$

Çizelge 4.6'da hesaplanan tüm değerler görülmektedir. Çizelgeden de görüldüğü üzere doygunluk limitinde yüke bağlı olmayan mikrosertlik değerleri gerçek değerlerden daha düşük olarak bulunmuştur. ONDM modelinde her ne kadar gerçek değerlere yakın sonuçlar verse de genel olarak bulunan değerler olması gerekenden çok uzaktır. MONDM modeli, süperiletkenlerin mekanik karakteristiklerini ve mikrosertlik kabiliyetlerini bulmada yeterli iken, plato bölgesindeki doğru mikrosertlik verilerini belirlemede yetersiz olmuştur.

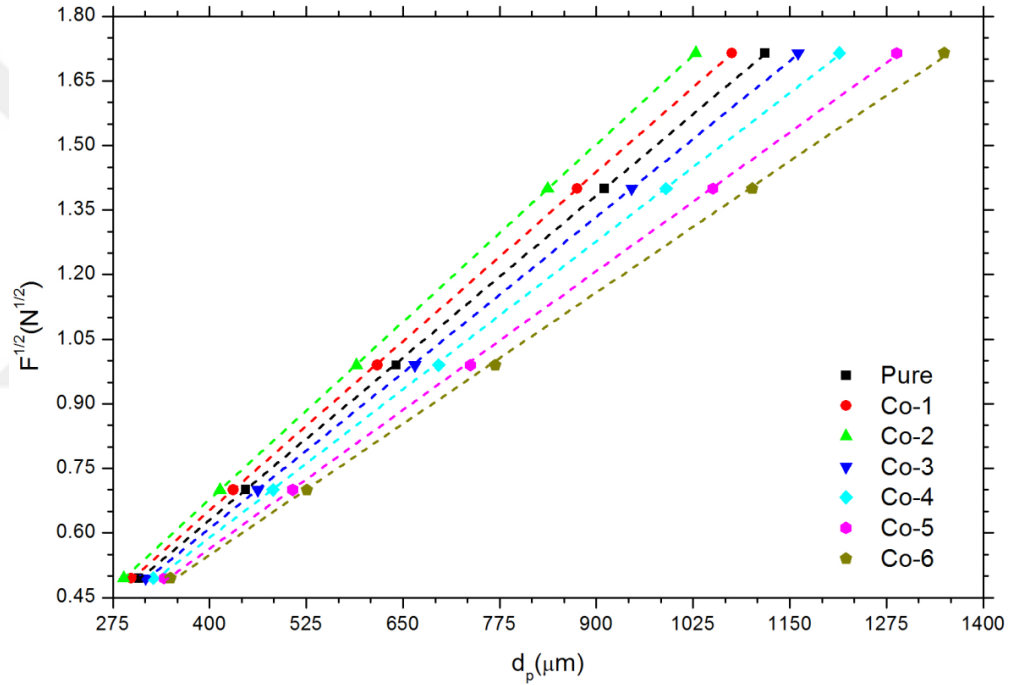
4.3.2.4 Elastik/Plastik Deformasyon (EPD) Modeline Göre $Bi_{2.1}Sr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_{y+}Co$ seramik süperiletken Materyallerin Mekanik Özelliklerinin Değerlendirilmesi

Bu kısımda Elastik/Plastik Deformasyon (EPD) yaklaşımı ile süperiletken malzemenin mekanik özelliklerini, mikrosertlik karakteristiğini ve plato bölgesinde oluşan gerçek mikrosertlik değerlerini inceleyeceğiz. Model ile açıklanan bir başka konu ise, çentik köşegen uzunluğu ile elastik toparlanma arasında güçlü bir ilişki

olduğudur. Buna bağlı olarak, plastik deformasyon için hesaplamalarda aşağıdaki formül kullanılır (Ozkurt, 2014).

$$F = A_{2EPD} (d_e + d_p)^2 \quad (4.14)$$

Yukarıdaki denklemdeki d_e ve A_{2EPD} katsayıları Şekil 4.8'deki ortalama girinti köşegen uzunluğunun (d_p), çentik test yükü ($F^{1/2}$) ile değişimi eğrilerinden ekstrapolasyon yöntemi ile elde edilmiş olup Çizelge 4.5'te gösterilmiştir.



Şekil 4.8. Saf ve kobalt difüze edilmiş seramik materyallerin test yükünün ($F^{1/2}$) ortalama girinti köşegen uzunluğu (d_p) ile değişimleri

d_e verileri tablodan da görüldüğü üzere tüm materyaller için pozitif çıkmıştır. Buna bağlı olarak tüm materyallerin standart ISE davranışı sergilediği söylenilebilir. Önceki modellerde de görüldüğü gibi tüm materyallerin kristal yapıları hem elastik hem de plastik deformasyon sergilendiği uygulanan yükün kaldırılması durumunda ise sistemin hızlıca toplanması gerçekleşmiştir. d_e katsayısı saf numunede 0,0271 μm olarak hesaplanırken, Co-2 numunesi için 0,0177 μm düşmüş olup, kobalt difüzyonu arttıkça d_e değerleride doğru orantılı olarak artmıştır. Buna bağlı olarak, Co-6

numunesi için d_e değeri 0,607 μm en yüksek değere sahiptir. Bu değer $x=0,02$ difüzyon seviyesinde azalması, uygulanan kuvvetin malzemeye etkisinin daha az olması anlamına gelir. Kısacası Co-2 numunesi en iyi mekanik karakteristiğe sahiptir denilebilir. Bu seviyeden sonra kobalt miktarının artması Bi-2212 süperiletken malzemelerde dayanımına, sertliğe, kritik gerilme değerine ve uygulanan yüke karşı mukavemete zarar vermiştir.

Aşağıdaki formül yardımı ile yine bu model üzerinde materyallerin doygunluk bölgesinde yüke bağlı olmayan mikrosertlik değerleri hesaplandı.

$$H_{EPD} = 1854.4A_{2EPD} \quad (4.15)$$

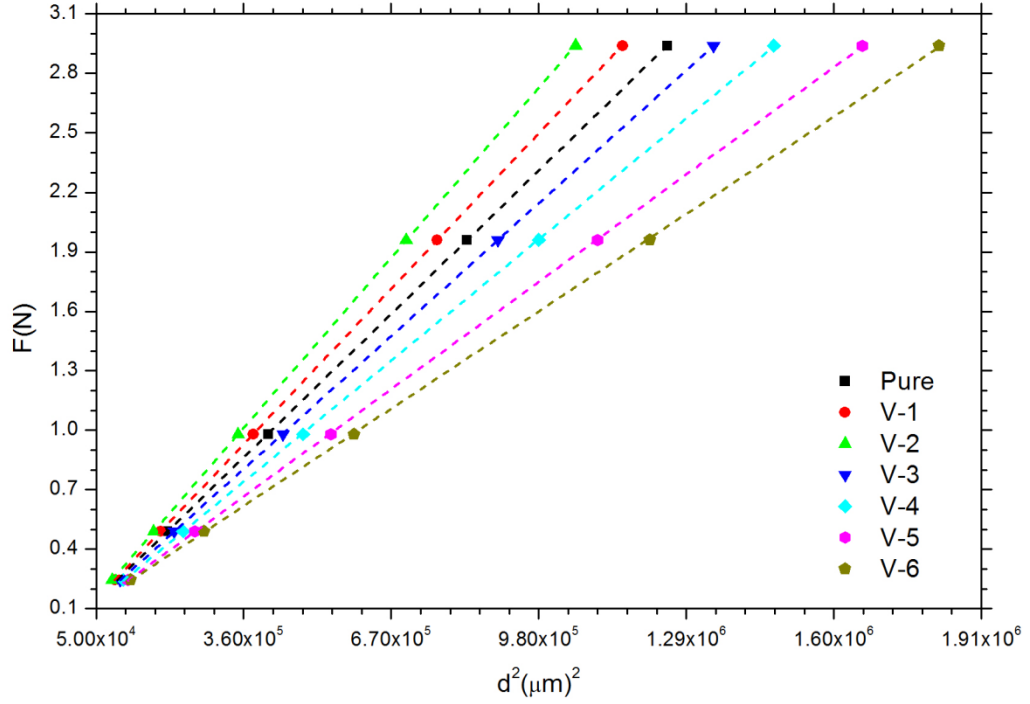
Denklemden çıkan veriler Çizelge 4.6'da gösterilmiştir. Çizelge üzerinde doygunluk limit bölgesinde yüke bağlı olmayan mikrosertlik değerlerine bakıldığında gerçek değerden daha küçük olduğu görülüyor. Buna bağlı olarak EPD modelinin, malzemelerin genel mekanik karakteristik özelliklerini tayin etmede başarılı olduğu halde, plato bölgesindeki mikrosertlik verilerini belirlemede başarılı olamamıştır.

4.3.2.5 Çalışılan Malzemelerin Mekanik Özelliklerinin Hays Kendall (HK) Yaklaşım ile İncelenmesi

HK modeli, malzemelerin mekanik özelliklerini, mikrosertlik karakteristiklerini ve plato limit bölgesinde yüke bağlı olmayan mikrosertlik değerlerini tayin etmede kullanılır. Bu modülde yüzey üzerine uygulanan kritik yüke (W) bağlı olarak yüzeyde meydana gelen elastik ve plastik deformasyona ait bir sabit içermektedir (Tarkanian, 1973). Yani çentik test yükü ile plastik deformasyon arasında ilişki kurabilen bir yük terimi içerir. $F_{eff} = F - W$ ile ifade edilir. Buna bağlı olarak HK modülünün formülü aşağıdaki gibidir.

$$F - W = A_{3HK}d^2 \quad (4.16)$$

Yukarıdaki denklemdeki A_{3HK} katsayıları Şekil 4.9'daki ortalama girinti köşegen uzunluğunun (d^2), çentik test yükü ($F^{1/2}$) ile değişimi eğrilerinden ekstrapolasyon yöntemi ile elde edilmiş olup Çizelge 4.5'te gösterilmiştir. Tablodan da görüldüğü üzere bütün kritik yükler (W) pozitif olarak bulunmuştur.



Şekil 4.9. Kobalt difüze edilmiş Bi-2212 süperiletken materyallerin uygulanan çentik test yükünün ($F^{1/2}$) ortalama girinti köşegen uzunluğu (d^2) grafikleri

Bu modelde de $Bi_{2.1}Sr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_{y+Co}$ süperiletken malzemelerin standart ISE davranışı sergilediği söylenilebilir. Önceki modellerde de görüldüğü gibi tüm materyallerin kristal yapıları hem elastik hem de plastik deformasyon sergilendiği uygulanan yükün kaldırılması durumunda ise sistemin hızlıca toplanması gerçekleşmiştir. Saf numune için kritik test yükü (W) 0,0231N olarak hesaplanırken, optimum difüzyon oranında 0,0162N olarak bulunmuştur. Malzemenin kristal yapısında kobalt oranı arttıkça kritik test yükü değerinde yükselmeye neden olmuştur. En fazla kobalt oranı içeren materyalde bu değer 0,0481N olarak hesaplanmıştır. Buna göre optimum kobalt difüzyonu oranında malzemenin en iyi mekanik özelliklere sahip olduğu görülürken, bu oran arttıkça malzemenin mekanik dayanımı, kritik gerilme değeri, sertliği ve uygulanan kuvvete karşı gösterdiği dirence kötü etkilemiştir. Bu modelde de tüm materyallerin mikrosertlik değerlerini doygunluk limit bölgesinde yüke bağlı olmadan incelememize olanak sağlamıştır.

$$H_{HK} = 1854.4A_{3HK} \quad (4.17)$$

Yukarıdaki formülden elde edilen H_{HK} verileri Çizelge 4.6' da verilmiştir. Bu değerlere bakacak olursak diğer modellere kıyasla doyumluk limit bölgesinde yüke bağlı olmayan mikrosertlik değerlerinin gerçek değerlere yakın olarak hesaplandığı ortaya çıkmıştır. Buna bağlı olarak, HK modülünün $Bi_{2.1}Sr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_{y+}Co$ materyallerinin mekanik karakteristikleri ve mikrosertlik özelliklerini belirlemede başarılı olduğunu söyleyebiliriz. Fakat aynı başarıyı doyumluk limit bölgesinde yüke bağlı olmayan mikrosertlik değerini belirlemede gösterememiştir. Ancak, diğer modellere nazaran HK yaklaşımının diğer modellerden üstün olduğunu söyleyebiliriz.

4.3.2.6 Üretilen Malzemelerin Çentik-Kaynaklı Çatlak (ÇKÇ) Model ile Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi

Son model olarak Çentik-Kaynaklı Çatlak (ÇKÇ) yaklaşımı $Bi_{2.1}Sr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_{y+}Co$ süperiletken malzemelerin mekanik karakteristiklerini ve plato limit bölgesinde yüke bağlı olmayan mikrosertlik verilerinin tanımlanmasında kullanılacaktır. Model dört temel bileşenden oluşmaktadır. Bunlar,

- i- Çentik sürtünmesi,
- ii- Elastik deformasyon,
- iii- Plastik deformasyon ve
- iv- çatlak mekanizmasıdır (Hays ve Kendall,1973; Sangwal, 2000).

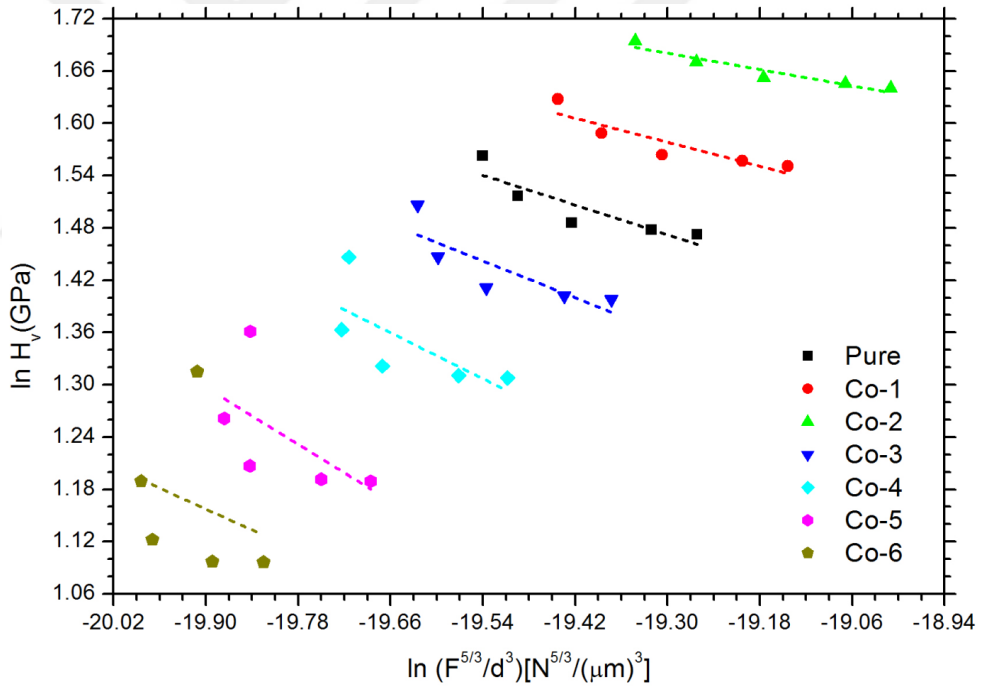
Bu bileşenlerin hepsi köşegen uzunluğunda oluşan ize karşı direnci ifade etmektedir. Kısaca, bileşenlerin hepsi materyallerin mekanik özelliklerini inceleme kullanılmaktadır. Bu modele göre aşağıdaki denklem yardımıyla malzemelerin yüke bağlı olmayan mikrosertlik değerleri hesaplanır.

$$H_{HC} = \lambda_1 K_1 (F/d^2) + K_2 (F^{5/3}/d^3) \quad (11)$$

Denklemdaki K_1 çentik geometrisi, K_2 ise çentik test yüküne bağlı bir sabit olup, λ_1 ise malzeme tipine bağlı bir sabiti ifade etmektedir. İdeal malzemeler için $\lambda_1=1$ olmalıdır. Bu değer 1'e eşit olduğunda ise $K_2 (F^{5/3}/d^3)$ ifadesi 0'a gider. Dolayısıyla yukardaki denklemin sağ tarafındaki $K_1 (F/d^2)$ ifadesi kalır. Bunun yanı sıra, malzeme kusursuz kırılğan bir yapıda ise $\lambda_1=0$ 'dır ve yukardaki formülde sadece $K_2 (F^{5/3}/d^3)$ ifadesi kalacaktır. İncelememizde kullanılan materyallerin kusursuz kırılğan olduğunu düşünecek olursak denklem $K_2 (F^{5/3}/d^3)$ indirgenir. Buna göre eşitlik,

$$H_{IC} = K \left(\frac{F^{5/3}}{d^3} \right)^m \quad (12)$$

halini alır. Denklemdaki k ve m değerleri yüke bağlı olmayan mikrosertlik değerleridir. Şekil 4.10'da bu mikrosertlik değerleri $\ln(H_v)$ ile çentik test yükü $\ln(F^{5/3}/d^3)$ ile değişimini ifade eden grafikten ekstrapolasyon yöntemi kullanılarak hesaplanmıştır.



Şekil 4.10. Bi_{2.1}Sr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_{y+} Co perovskite süperiletken malzemelerin mikrosertlik değerlerinin $\ln(H_v)$ çentik test yükü $\ln(F^{5/3}/d^3)$ ile değişimi

İnceleme kapsamındaki materyallerde k ve m verileri Çizelge 4.5'te gösterilmiştir. Çizelgede kritik bir m değerinin olduğu gözlemlenmiştir ($m=0,6$). Eğer $m<0,6$ ise, bu

materyallerde tipik çentik boyut etkisi (ISE) karakteristiğindedir ve yük arttıkça mikrosertlik azalan bir yol izlemektedir. Aksine, $m > 0,6$ olduğunda ise materyaller ters çentik boyut etkisi (RISE) karakteristiği göstermektedir. Buna göre, çizelgede hesaplanan verilerden yola çıkarak, II.tip kuprat katmanlı $\text{Bi}_{2.1}\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_{y+}$ Co süperiletken malzemelerin m değerleri $0,6$ 'dan küçük olduğu görülmektedir. Yani çalışılan tüm numuneler tipik ISE davranışı göstermişlerdir. Önceki modellerde de görüldüğü gibi tüm materyallerin kristal yapıları hem elastik hem de plastik deformasyon sergilendiği uygulanan çentik test yükünün kaldırılması durumunda ise sistemin hızlıca toplanması gerçekleşmiştir. Bu model de materyallerin doygunluk limit bölgesinde yüke bağlı olmayan mikrosertlik verileri incelendi. Hesaplanan tüm $H_{\text{ÇKÇ}}$ verileri Çizelge 4.6'da gösterilmiştir. Bu değerlere bakacak olursak doygunluk limit bölgesinde yüke bağlı olmayan mikrosertlik değerlerinin gerçek değerlerle uygun olduğu gözlemlenmiştir. Dolayısıyla $\text{Bi}_{2.1}\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_{y+}$ Co seramik süperiletken malzemelerin mekanik karakteristikleri, mikrosertlik özellikleri ve yüke bağlı olmayan mikrosertlik verilerini incelemede en başarılı model ÇKÇ olmuştur.

4.4 Taşıyıcı Kritik Akım Yoğunluğu Ölçümleri

Kritik akım yoğunluğu (J_c) ölçümleri, süperiletken malzemelerin sabitleme mekanizmasını incelemek için etkili bir yöntemdir (Yildirim ve ark., 2012). Bu çalışmada, Co parçacıklarının kritik akım yoğunluğu üzerindeki etkisi J_c ölçümleri ile araştırılmış ve elde edilen sonuçlar Çizelge 4.2'de verilmiştir. Kritik sıcaklıklara benzer şekilde kritik akım yoğunluğunun da Bi-2212 sistemindeki Co difüzyonuna sıkı bir şekilde bağlı olduğu elde edilen verilerden anlaşılmaktadır. Ayrıntılı inceleyecek olursak, J_c değeri başlangıçta Co-2 numunesine kadar maksimum değerine (83 A/cm^2) kadar yavaşça artar ve ardından kritik akım yoğunluğu değeri düzenli olarak azalmaya başlar ve en sonunda da için yerel minimum noktasına ulaşır. Saf numune için 68 A/cm^2 'lik bir J_c değeri bulunurken, 46 A/cm^2 'lik en küçük J_c değeri 77 K 'da Co-6 örneği için ölçülür. (Bkz. Çizelge 4.2) Diğer yandan, en yüksek J_c değeri 83 A/cm^2 'lik kritik akım yoğunluğu değeri ile Co-2 örneğine aittir. X-ışınlarının analiz edildiği bölümde, Co difüzyonunun tane sınırlarında nanoparçacıklar oluşturduğu sonucuna ulaşıldı. Dahası, bu nanoparçacıklar, Bi-2212 maddesindeki girdaplar için

çekirdeklenme (etkili akı sabitleme) merkezleri sağlayabilir ve daha sonra bu nanoparçacıklar merkeze sıkıca bağlanabilirler. Bu durum da Co-2 örneğinde kritik akım yoğunluğunda ciddi bir artışa sebep olduğunu söyleyebiliriz. Ancak; Co-2 numunesinden başlayarak artan difüzyon sıcaklığı seviyesinde ise, J_c değerindeki azalma sadece incelenen malzemedeki akı sabitleme merkezlerinin bozulmasıyla değil, aynı zamanda Bi-2212 kristal sistemine aşırı Co parçacıklarıyla tane sınırı zayıf bağların, gözenekliliğin ve tane sınırının öz direncin artışıyla da ilgilidir (Abou-Aly ve ark., 2010). Buna ilaveten, öz direnç ve kritik akım yoğunluğu ölçümlerinden çıkarılan başka bir bulguda kritik geçiş sıcaklığına kıyasla kritik akım yoğunluğunun, etkili sabitleme merkezlerinin hızlı bozulmasının bir sonucu olarak Bi-2212 matrisindeki Co parçacıklarına karşı daha hassas olmasıdır.

4.5 Kütle Yoğunluğu Ölçümleri

$\text{Bi}_{2.1-x}\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{Co}_x\text{O}_y$ süperiletken sistemindeki tane sınırlarının taşınım özellikleri Arşimed su yer değiştirme yöntemine dayanan yoğunluk ölçümleri ile karakterize edildi. Üstelik, teorik yoğunluk hesaplamalarında saf BSCCO sisteminin yoğunluğu yaklaşık olarak $6,302 \text{ g/cm}^3$ olarak kullanılmıştır (Kocabas ve ark., 2000; Yang ve ark., 1993). Elde edilen yoğunluk değerleri Çizelge 4.1'de gösterilmektedir. Çizelgeden, yeni sistemlerin kısmi yoğunluklarının $6,09 \text{ g/cm}^3$ 'ten (Co-2) $5,66 \text{ g/cm}^3$ 'e (Co-6) değiştiğini görülmektedir. Ayrıca, saf numune için $5,91 \text{ g/cm}^3$ yoğunluğu elde edilir. Elde edilen sonuçlara dayanarak, bu çalışmada incelenen örneklerin kütle yoğunluğu Bi-2212 matrisindeki Co parçacıklarının Co-2 seviyesine kadar artışıyla artmaktadır. Bu sıcaklık seviyesinden sonra, yoğunluk değeri süperiletken taneler arasındaki etkileşimin azalmasıyla beraber yerel minimum değerine doğru yavaşça azalmaya başlamaktadır. Dahası, süperiletken taneler bağlantının gücünü tanımlamak için tanecikliliğin derecesi olarak tanımlanan gözeneklilik parametresi incelendi. Bu çalışmada, hazırlanan numunelerin porozite değerleri açıklanan iki yöntem yardımıyla hesaplanmıştır. Hesaplanan gözeneklilik değerleri Çizelge 4.1'de verilmiştir. Çizelgeden de görüldüğü üzere, en küçük gözeneklilik değeri Co-2 numunesinde gözlemlenmiş olup bu seviyeye ulaşına kadar artan x değerine bağlı olarak değerinde belirgin bir düşüş gözlenmiştir. Ayrıca, Co-2 örneği için gözeneklilik %3,33'lük değeri ile incelenen numuneler arasında minimum değerdedir (Bkz. Çizelge 4.1). Bu

seviyeden sonra, gözeneklilikte hızlı bir artışın olduğu açıkça belirlenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre, Bi-2212 sistemine az miktarda Co difüzyonunun kısmen gözenekleri doldurduğu ve böylece Bi-2212 süper iletken malzemesinin mikroyapısal ve süperiletken özelliklerinin belirgin şekilde arttığı sonucuna varılmıştır. Bununla birlikte, Co ilavesi artırılması süperiletken taneler arasındaki etkileşimin bozulmasına neden olur.



5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Bu çalışmanın amacı, Bi-2223 kristal matrisine Co parçacıklarının içerik seviyesi ile elektriksel, mikroyapısal, mekanik ve süperiletkenlik özelliklerinin değişimini DC direnç(R-T), taşınım kritik akım yoğunluğu (J_c), X-ışını kırınımı (XRD), Vickers mikrosertliği (H_v) ve yoğunluk ölçümleri ile incelemektir. Direnç eğrilerinden, oda sıcaklığı direncine, başlangıçlı ve ofset geçiş kritik sıcaklığı ve numunelerin geçiş sıcaklığı değerlerinin değişimi incelenmiştir. Çalışılan numunelerin oda sıcaklığı direnci yavaşça Bi-2212 matrisindeki Co-2 örneğine kadar azalır; bunun ötesinde direnç, Bi-2212 sisteminin Cu-O düzlemindeki hol konsantrasyonunun optimizasyonundan sapması sonucu düzenli olarak artmaya başlar. Benzer şekilde hem T_c^{onset} hem de T_c^{offset} değerleri başlangıçta Co-2 numunesine kadar Co ilavesiyle gelişir ve bu noktadan sonra bu değerlerde kristallenme derecesine, tane büyüklüğü ve hol konsantrasyon durumuna bağlı olarak hızlı bir azalma görülür. Co-2 numunesi için en büyük 84,69 K T_c^{onset} ve 83,15 K T_c^{offset} gözlenir iken, Co-6 numunesi T_c^{onset} için minimum 70,00 K T_c^{offset} değeri için 30,12 K değerlerini alır. ΔT_c değerinin Co-2 ve Co-6 numunesi için sırasıyla yaklaşık 2,63 K ve 9,70 K olduğu bulunmuştur, bu da aşırı Co difüzyonunun Bi-2212 faz oluşumunun hızı için uygun olmadığını doğrular niteliktedir. Benzer şekilde, kritik akım yoğunluğu ölçümleri, akı sabitleme merkezlerinin ve süperiletken taneler arasındaki sınırın zayıf bağlarının değişimini belirlememize yardımcı olur. Ayrıca, hazırlanan numunelerin faz saflığı, kristal yapı, tane boyutu ve hücre parametresi XRD modellerinden analiz edilir. İçerik seviyesine bağlı olarak değişen kırınım çizgi yoğunlukları ve (a , c) örgü parametrelerine göre, Bi-2212 kristal sistemine giren Co ilaveleri tane sınırlarında nanoparçacıklar oluşturur. Bi-2212 anayapısındaki vorteksler için çekirdeklenme merkezi olarak davranan yüksek oranda dağılmış nanoparçacıklar merkezlere sıkı sıkıya bağlı olması, kritik akım yoğunluğu değerinin Co-2 numunesi difüzyon sıcaklık seviyesine kadar ciddi oranda artmasına sebep olmuştur. Bi-2212 matrisine difüzyon seviyesinin artmasıyla birlikte, hem malzemedeki akı sabitleme merkezlerinin bozulması hem de aşırı Co miktarı ile tane sınırı zayıf bağların ve tane sınırı öz direncinin artmasından dolayı J_c değerinde azalma gözlemlenmiştir. Böylece, incelenen numuneler arasında, Co-2 numunesi için en büyük tane boyutu, en düşük gözeneklilik, en iyi kristallenme ve en

iyi iletkenlik özelliđi gösterdiđi belirlenmiřtir. Vickers mikro sertlik ölçümleri, ISE davranıřı gösteren Co-2 malzemesinin en iyi sertlik deđerlerini gösterdiđi belirlenmiřtir. Öte yandan, diđerleri, tahıl sınırındaki zayıf bađlar, numune çatlama / gözeneklilik, düzensizlik, safsızlık fazları ve düzensiz tane yönelimi dađılımındaki artıştan dolayı ISE davranıřını sunmaktadır.



6. KAYNAKLAR

- Abou-Aly AI, Mahmoud SA, Awad R, Barakat MME (2010) “J. Supercond. Nov. Magn.”, 23: 1575–1588.
- Aydoğan Ş (2011) Katıhal fiziği 2. Baskı, Nobel Yayın Dağıtım, Ankara.
- Aksan M A, Yakinci M E, Kadowaki K (2010) “J. Supercond. Nov. Magn.”, 23: 371–380.
- Akkurt B, Yildirim G (2016) “Change of mechanical performance and characterization with replacement of Ca by Gd nanoparticles in Bi-2212 system and suppression of durable tetragonal phase by Gd”, Journal of Material Science Mater, 27: 13034–13043.
- Arslan A (2013) $\text{Bi}_{1.75}\text{Pb}_{0.25}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{3-x}\text{Sn}_x\text{O}_{10+\delta}$ süperiletken sisteminin termal, yapısal, mekanik, elektriksel ve manyetik özelliklerinde Cu-Sn kısmi yerdeğişimi etkisinin incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Bednorz G J, Müller K A (1986) “Possible high Tc superconductivity in the Ba-La-Cu-O system” Zeitschrift für Physik B-Condensed Matter, 64: 189–193.
- Bilgili Ö (2007) Bi-2223 Süperiletkenliklere Li Katkısı, Yüksek Lisans Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir
- Biju A, Aloysius R P, Syamaprasad U (2005) “Enhanced Critical Current Density in Gd-Added (Bi, Pb)-2212 Bulk Superconductor” Superconductor Science and Technology, 18: 1454–1459.
- Biju A., Sarun P.M., Aloysius R.P., Syamaprasad U. (2008) J. Alloys Compd., 454: 46–51.

- Bilgili O, Selamet Y, Kocabas K (2008) “Effects of Li Substitution in Bi-2223 Superconductors”, *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 21: 439–449.
- Brandt E H (1995) “The Flux-Line Lattice in Superconductors”, *Reports on Progress in Physics*, 58: 1465–1594.
- Buckel W, Kleiner R (2004) *Superconductivity: Fundamentals and applications 2*. Baskı, Wiley-Vch, Weinheim.
- Callister Jr. WD, Rethwisch DG (2013) *Materials Science and Engineering: An Introduction*, 9.baskı, Wiley Binder Version, USA
- Cevizci E (2013), *Ag Katkılı Bi-2223 Süperiletken Seramiklerin Mekanik Özelliklerinin Saptanması, Yüksek Lisans Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir*
- Chu C W, Gao L, Chen F, Huang Z J, Meng R L, Xue Y Y (1993) “Superconductivity above 150 K in $\text{HgBa}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{8+\delta}$ at high pressures”, *Nature*, 365: 323–325.
- Dew-Hughes D. (1974) “Flux pinning mechanisms in type II superconductors”, *Philosophical Magazine*, 30: 293–305.
- Dogruer M, Zalaoglu Y, Varilci A, Terzioglu C, Yildirim G, Ozturk O (2012) “Electrical and magnetic properties of Bi(Pb)SrCaCuO superconductor thin film produced by sputtering method” *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 25: 961–968.
- Dogruer M, Yildirim G, Ozturk O, Belenli I, Terzioglu C (2013) “Variation of mechanical properties of Cr doped Bi-2212 superconductors”, *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 26: 2949.

- Dogruer M, Gorur O, Karaboga F, Yildirim G, Terzioglu C (2013) “Zr diffusion coefficient and activation energy calculations based on EDXRF measurement and evaluation of mechanical characteristics of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ bulk superconducting ceramics diffused with Zr nanoparticles”, *Powder Technology*, 246: 553–560.
- Dou S X, Liu H K, Guo S J, Easterling K E, Mikael J (1989) “Superconductivity in the Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O system with oxide additions”, *Superconductor Science and Technology*, 2: 274–278.
- Fröhlich F, Grau P, Grellmann W, (1977) “Performance and analysis of recording microhardness tests”, *Physica Status Solidi (a)*, 42: 79.
- Gohring D, Vogt M, Wischert W, Kemmler-Sack S (1997) *Mater. Sci. Eng. B*, 48: 244–253.
- Guner S B, Gorur O, Celik S, Dogruer M, Yildirim G, Varilci A, Terzioglu C. (2012) “Effect of zirconium diffusion on the microstructural and superconducting properties of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ superconductors”, *Journal of Alloys and Compounds*, 540: 260–266.
- Hays C, Kendall E G (1973) “An analysis of Knoop microhardness”, *Metallography*, 6: 275–366.
- Hosono H (2008) “Layered Iron pnictide superconductors: Discovery and current Status” *Journal of the Physical Society of Japan*, 77: 1–8.
- Ianculescu A, Gartner M, Despax B, Bley V, Lebey Th, Gavrilă R, Modreanu M (2006) “Optical characterization and microstructure of BaTiO_3 thin films obtained by RF-magnetron sputtering”, *Applied Surface Science*, 253: 344–348.
- Kadıoğlu Y (2010) *Gd₂O₃ Katkılanmış Bi-2223 Süperiletken Seramiklerin Yapısal Karakterlerinin Saptanması, Yüksek Lisans Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir.*

- Kamihara Y, Watanabe T, Hirano M, Hosono H (2008) “Iron-Based Layered Superconductor $\text{La}[\text{O}_{1-x}\text{F}_x]\text{FeAs}$ ($x = 0.05 - 0.12$) with $T_c = 26 \text{ K}$ ”, *Journal of the American Chemical Society*, 130: 3296–3297.
- Kocabas K, Ozkan O, Bilgili O, Kadioglu Y, Yilmaz H (2010) “The Effects of Mg Substitution in Bi-2223 Superconductors”, *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 23: 1485–1492.
- Kocabas K, Ciftcioglu M (2000) “The Effect of Sb Substitution of Cu in $\text{Bi}_{1.7}\text{Pb}_{0.3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{3-x}\text{Sb}_x\text{O}_y$ Superconductors”, *Physica Status Solidi (a)* 177 (2): 539–545.
- Lim H J, Byrne J G (1997) “Positron annihilation study of the high- T_c (Bi, Pb) $_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ superconductor”, *Physica B*, 229: 294–300.
- Li H, Bradt R C (1993) “The microhardness indentation load/size effect in rutile and cassiterite single crystals”, *Journal of Material Science*, 28: 917–926.
- Li H, Bradt RC (1996) “The effect of indentation-induced cracking on the apparent microhardness”, *Journal of Material Science*, 31: 1065–1070
- Ling H C, Yan M F (1988) “Microhardness measurements on dopant modified superconducting $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ ceramics”, *Journal of Applied Physics*, 64: 1307.
- Maeda H, Tanaka Y, Fukutomi M, Asano T (1988) “A new high- T_c oxide superconductor without a rare earth element”, *Japanese Journal of Applied Physics*, 27 (2): 209–210.
- Malachevsky M T, Dovidio C A (2005) “SEM investigation of the critical current degradation onset in BSCCO-2223 multifilamentary tapes submitted to bending”, *Superconductor Science and Technology*, 18: 289–293.

- Mangapathi Rao D, Somaiah T, Haribabu V, Venudhar YC (1993) “Growth Kinetics of High-Tc and Low-Tc Phases in $\text{Bi}_{2-x}\text{Pb}_x\text{Ca}_2\text{Sr}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ Superconducting Compounds”, *Crystal Research and Technology*, 28: 285–298.
- Michels B D, Frischat G H (1982) “Microhardness of chalcogenide glasses of the system Se-Ge-As” *Journal of Material Science*, 17: 329–334.
- Mohammed N H, Abou-Aly A I, Ibrahim I H, Awad R, Rekaby M (2009) “Mechanical properties of $(\text{Cu}_{0.5}\text{Tl}_{0.5})\text{-1223}$ added by nano- SnO_2 ”, *Journal of Alloys and Compounds*, 486: 733–737.
- Nagamatsu J, Nakagawa N, Muranaka T, Zenitani Y, Akimitsu J (2001) “Quantum Statistical Theory of Superconductivity in MgB_2 ”, *Nature*, 410: 63–64.
- Nguyen-van-huong C, Hinnen C, Siffre J M (1997) “Superconductivity and X-ray photoelectron spectroscopy studies of $\text{Bi}_2\text{Sr}_{2-x}\text{La}_x\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ ” *Journal of Material Science*, 32: 1725–1731.
- Ozkurt B (2014) “The Influence of Na addition on the mechanical properties of Bi-2212 superconductors”, *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 27: 2407–2414.
- Ozturk O, Asikuzun E, Yildirim G (2012) “Vickers hardness measurements and some physical properties of Pr_2O_3 doped Bi-2212 superconductors” *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 255: 15–22.
- Poole Jr. CP, Datta D, Farach H A (1989) “Structural commonalities of high-temperature superconductors”, *Journal of Superconductivity*, 1: 289.
- Prabitha V G, Biju A, Abhilashkumar R G, Sarun P M, Aloysius R P, Syamaprasad U (2005) “Effect of Sm addition on (Bi,Pb)-2212 superconductor”, *Physica C*, 433: 28–36.
- Sangwal K (2000) “On the reverse indentation size effect and microhardness measurement of solids”, *Materials Chemistry and Physics*, 63:145–152.

- Şahin S (2013) Effect of Samarium Substitution with Bismuth on Transport and Magnetoresistance Properties of Bi-2223, Yüksek Lisans Tezi, Abant İzzet Baysal Üniversitesi Fizik Bölümü, Bolu
- Sarun P M, Vinu S, Shabna R, Biju A, Syamaprasad U (2008) "Highly enhanced superconducting properties of Eu-doped (Bi, Pb)-2212", *Materials Letters*, 62: 2725–2728.
- Sarun P M, Vinu S, Shabna R, Biju A, Syamaprasad U (2009) "Microstructural and superconducting properties of Yb-substituted (Bi, Pb)-2212 superconductor sintered at different temperatures" *Journal of Alloys and Compounds*, 472: 13–17.
- Sasakura H, Akagi Y, Tsukui S, Adachi M (2010) "New Pb-based Superconductor with the 1222 Structure in the $(\text{Pb}_{0.75}\text{Pb}_{0.25})\text{Sr}_2(\text{Eu}_{1.9-x}\text{Ce}_x\text{Sr}_{0.1})\text{Cu}_2\text{O}_z$ System", *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 23: 437–441.
- Shabna R, Sarun P M, Vinu S, Biju A, Syamaprasad U (2009) "Doping controlled metal to insulator transition in the (Bi, Pb)-2212 system" *Superconductor Science and Technology*, 22: 45016–045022.
- Shabna R, Sarun P M, Vinu S, Biju A, Syamaprasad U (2010) "Charge carrier localization and metal to insulator transition in cerium substituted (Bi, Pb)-2212 superconductor" *Journal of Alloys and Compounds*, 493: 11–16.
- Shen T M, Li G, Zhu X T, Cheng C H, Zhao Y (2005) "Magnetic properties and critical current density of bulk MgB_2 polycrystalline with Bi-2212 addition", *Superconductor Science and Technology*, 18: L49–L52.
- Sheng Z Z, Hermann A M (1988) "Bulk superconductivity at 120 K in the Tl-Ca/Ba-Cu-O system", *Nature*, 332: 138–139.
- Schilling A, Cantoni M, Guo J D, Ott H R (1993) "Superconductivity above 130 K in the Hg-Ba-Ca-Cu-O system", *Nature*, 363: 56–58.

- Tarkanian M L, Neumann J P, Raymond L (1973) “The Science of hardness testing and its research application”, American Society for Metals, 620.1: 126
- Taylor J R, Zafaritos C D (1996) Fizik ve Mühendislikte Modern Fizik, Arte Güven Yayınları, İstanbul:
- Vinu S, Sarun P M, Biju A, Shabna R, Guruswamy P, Syamaprasad U (2008) “The effect of substitution of Eu on the critical current density and flux pinning properties of (Bi, Pb)-2212 superconductor”, Superconductor Science and Technology, 21: 045001–045005.
- Vinu S, Sarun P M, Shabna R, Biju A, Syamaprasad U (2008) “Improved microstructure and flux pinning properties of Gd-substituted (Bi, Pb)-2212 superconductor sintered between 846 and 860° C”, Material Letters, 62: 4421–4424.
- Yaşar N (2009) Xrd Analiz Yöntemleriyle Bi-2223 Süperiletken Seramik Yapıların Faz Değişimlerinin Katkı Atomları İle İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir
- Yildirim G, Bal S, Yucel E, Dogruer M, Akdoğan M, Varilci A, Terzioğlu C (2012) “Effect of Mn addition on structural and superconducting properties of (Bi, Pb)-2223 superconducting ceramics”, Journal of superconductivity and novel magnetism, 25: 381–390.
- Yildiz A, Kocabas K, Akyuz G B (2012) “Dependence of the Structural, Electrical and Magnetic Properties of YBa₂Cu₃O_{7-δ} Bulk Superconductor on the Ag Doping”, Journal of superconductivity and novel magnetism, 25: 1459–1467.
- Zalaoglu Y (2012) ” “Investigation of Structural and Superconducting Properties of Cr Added Bi-2212 Superconducting Ceramics”, Journal of Superconductivity and Novel Magnetism, 25: 231–237.

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : İlker ÖZ
Doğum Yeri ve Tarihi : Bolu / 17.09.1987
Lisans Üniversite : Zonguldak Karaelmas Üniversitesi

Y. Lisans Üniversite (varsa):

Elektronik posta : ilkeroz14@gmail.com

İletişim Adresi : Borazanlar Mah. Lale Sok. Furkan Apt.
No:17/4 Merkez/BOLU

Yayın Listesi :

Ödüller :