

# MAL KAS T (C4H6O5) KATKILI MgB2 SÜPER LETKEN N N MEKAN KSEL ÖZELL KLER

# Sadık ERYILMAZ

Yüksek Lisans Tezi Fizik Anabilim Dalı Prof. Dr. U ur KÖLEMEN 2015 Her hakkı saklıdır GAZ OSMANPA A ÜN VERS TES

# FEN B L MLER ENST TÜSÜ

# F Z K ANAB L M DALI

YÜKSEK L SANS TEZ

# MAL KAS T (C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>5</sub>) KATKILI MgB<sub>2</sub> SÜPER LETKEN N N MEKAN KSEL ÖZELL KLER

Sadık ERYILMAZ

# **TOKAT**

2015

Her hakkı saklıdır

T.C

### **TEZ ONAY SAYFASI**

Prof. Dr. Uğur KÖLEMEN danışmanlığında, Sadık ERYILMAZ tarafından hazırlanan bu çalışma 23.12.2015 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Fizik Anabilim Dalı'nda yüksek lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Başkan: Prof.Dr. Telhat ÖZDOĞAN

Üye: Prof.Dr. Uğur KÖLEMEN

Üye: Doç.Dr. Sertaç ÖZTÜRK

imza: <u>Stemm</u>g2 imza: <u>Stemm</u>g2 imza:

Yukaridaki avlarım Prof. Dr. M. Ali SAKIN Enstitü Müdürü 24./12/2015

# **TEZ BEYANI**

Tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu tezin yazılmasında bilimsel ahlak kurallarına uyuldu unu, ba kalarının eserlerinden yararlanılması durumunda bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunuldu unu, tezin içerdi i yenilik ve sonuçların ba ka bir yerden alınmadı ını, kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapılmadı ını, tezin herhangi bir kısmının bu üniversite veya ba ka bir üniversitedeki ba ka bir tez çalı ması olarak sunulmadı ını beyan ederim.

Sadık ERYILMAZ

## ÖZET

#### Y.Lisans Tezi

# MAL K AS T (C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>5</sub>) KATKILI MgB<sub>2</sub> SÜPER LETKEN N N MEKAN KSEL ÖZELL KLER

#### Sadık ERYILMAZ

Gaziosmanpa a Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Anabilim Dalı

### Danı man: Prof. Dr. U ur KÖLEMEN

Bu çalı mada a ırlıkça farklı miktarlarda (0, %2 ve % 4) Malik asit içeren MgB<sub>2</sub> süperiletkeni katıhal tepkime metodu kullanılarak üretildi. Numunelerin mekaniksel özellikleri Berkovich uçlu ultra dinamik nano çentik testi kullanılarak karakterize edildi. 100, 200, 300, 400 ve 500 mN yükler uygulanarak çentme testlerinden yük-girme derinli i e rileri elde edildi ve daha sonra mekaniksel özelliklerin (sertlik ve elastisite modülü) belirlenmesi için Oliver-Pharr yakla ımı kullanıldı. Çentik deneylerinden elde edilen sertlik ve elastisite modülü de erlerinin yükün artması ile birlikte azaldı 1 eklinde yüke ba lı bir davranı gösterdi i tespit edildi. Malzemelerin gerçek sertlik de erleri Geli tirilmi Orantılı Numune Direnci (GOND) modeli ile hesaplandı. Malzemelerin gerçek sertlik de erleri sırasıyla, katkısız MgB<sub>2</sub>, %2 katkılı MgB<sub>2</sub> ve %4 katkılı MgB<sub>2</sub> için, 1.15 GPa, 1.98 GPa ve 1.66 GPa bulundu. Malik asit (C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>5</sub>) katkısı ile birlikte sertlik ve indirgenmi elastisite modülü de erlerinde bir artı gözlendi. ndirgenmi elastisite modülü de erleri sırasıyla, katkısız MgB<sub>2</sub>, %2 katkılı MgB<sub>2</sub> ve %4 katkılı MgB<sub>2</sub> için, 35.4-24.27 GPa, 62.37-52.22 GPa ve 52.37-34.13 GPa aralıklarında elde edildi. Elde edilen sonuçların literatürde di er yöntemlerle üretilen malzemelerin sertliklerine göre daha dü ük oldu u ve böylece bu çalı mada üretilen malzemelerin esnek olmalarını gerektiren tel, erit ve ince film gibi malzemelerin üretiminde kullanılmasının uygun oldu u önerilebilir. Ayrıca, yük girme derinli i e rilerinden yapılan hesaplamalar sonucunda MgB<sub>2</sub> numunesinin iç sürtünme miktarlarının Malik asit miktarının artması ile birlikte arttı 1 gözlendi. lk ve 14'üncü döngüler arasında elde edilen iç sürtünme de erleri katkısız MgB<sub>2</sub> için 0.0256' dan 0.0067' e, %2 katkılı MgB<sub>2</sub> için 0.0432' den 0.0143' e ve %4 katkılı MgB<sub>2</sub> için 0.0444' den 0.0161' e kadar de i mi tir.

2015, 86 sayfa

**Anahtar Kelimeler:** Süperiletken, MgB<sub>2</sub>, Nanoçentme, GOND Modeli, Mekaniksel Özellikler, Malik Asit.

#### ABSTRACT

# THE MECHANICAL PROPERTIES OF MgB<sub>2</sub> SUPERCONDUCTOR WITH MALIC ACID (C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>5</sub>) ADDITION

Sadık ERYILMAZ

Gaziosmanpa a University Graduate School of Natural and Applied Sciences Department of Physics

#### Supervisor: Prof. Dr. U ur KÖLEMEN

In this research,  $MgB_2$  superconductors including different amount of malic acid (0, 2 and 4 wt.%) were prepared by using solid state method. Mechanical properties of the samples were characterized by using a dynamic ultra nano indentation test with Berkovich tip. The loadpenetration depths with the loads of ranging 100, 200, 300, 400 and 500 mN were obtained from the indentation tests, and then analyzed using Oliver-Pharr approach in order to determine the mechanical properties, namely hardness and reduced elastic modulus. The indentation experiments revealed that the hardness and reduced elastic modulus exhibited peak-load dependence, in other words, decreased with increasing load. The true hardnes values were calculated by Modified Proportional Specimen Resistance (MPSR) Model. The true hardness values were found to be 1.15GPa, 1.98GPa and 1.66 GPa for undoped MgB<sub>2</sub>, doped MgB<sub>2</sub> with 2% and 4% malic acid, respectively. It was also observed that the change of indentation hardness and reduced elastic modulus values showed an increasing trend with Malic Acid  $(C_4H_6O_5)$  addition. Elasticity modulus values were obtained between 35.4-24.27 GPa, 62.37-52.22 GPa and 52.37-34.13 GPa for undoped MgB<sub>2</sub>, doped MgB<sub>2</sub> with 2% and 4% malic acid, respectively. The obtained results of hardness values were lower than those obtained using other models in the literature to produce materials, thus, the produced materials in this study could be suggested that they are useful in producing materials such as wire, tape, and thin film required being flexible. Moreover, we found that internal friction of the MgB<sub>2</sub> samples, which was calculated form load-penetration depth, increased with increasing amount of malic acid. Internal friction values obtained through the first to 14<sup>th</sup> cycle ranged from 0.0256 to 0.0067 for undoped  $MgB_2$ , 0.0432 to 0.0143 for doped  $MgB_2$  with 2% and 0.0444 to 0.0161 for 4% malic acid.

2015, 86 pages

**Keywords:** Superconductor, MgB<sub>2</sub>, Nano indentation, MPSR Model, Mechanical properties, Malic Acid.

# ÖNSÖZ VE TE EKKÜR

Yüksek Lisans e itimim süresince tez çalı mama yapmı oldu u katkılarından ve desteklerinden dolayı hiçbir ekilde ilgisini esirgemeyen tez danı manım Prof. Dr. U ur KÖLEMEN' e en içten te ekkürleri bir borç bilirim.

Yüksek lisans çalı mamdaki numuneleri üreten Karadeniz Teknik Üniversitesinde Ö retim üyesi olarak görev yapan Yrd. Doç. Dr. Burcu AVA KAN' a ve Bülent Ecevit Üniversitesinde Ö retim üyesi olarak görev yapan Yrd. Doç. Dr. Ezgi Taylan KOPARAN' a te ekkür ederim. Bu çalı mada, TÜB TAK tarafından desteklenen 113T008 nolu proje kapsamında elde edilen numuneler kullanılmı tır.

Ayrıca, çalı malarım boyunca SEM ölçümlerinin alınmasını sa layan Bülent Ecevit Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi Dekanı Prof. Dr. Orhan UZUN' a ve Uzman Cengiz TEM Z' e te ekkür ederim.

Lisansüstü çalı mam boyunca görü lerinden yararlandı ım ve bana her konuda yardımcı olan hiçbir zaman ilgisini esirgemeyen bölümümüz elemanlarından çalı an Ar . Gör. Dr. Fikret YILMAZ' a ve Uzman Dr. Semra ERGEN' e te ekkür ederim.

Son olarak, yüksek lisans ö renimi boyunca göstermi oldukları ilgiden dolayı ev arkada larıma ve hayatımın tüm a amalarında maddi, manevi desteklerini ve yardımlarını hiçbir zaman esirgemeyen babama, anneme ve kız karde ime ükranlarımı borç bilirim.

Sadık ERYILMAZ Aralık, 2015

# Ç NDEK LER

ÖZET	i
ABSTRACTi	i
ÖNSÖZii	i
Ç NDEK LERiv	V
S MGELER VE KISALTMALAR D Z Nv	i
EK LLER D Z Nix	ζ
Ç ZELGELER D Z Nxi	i
1. G R	l
2.KURAMSAL TEMELLER	7
2.1. Süperiletkenlik	7
2.2. Süperiletkenlerin Temel Özellikleri	7
2.2.1. Kritik Sıcaklık (T <sub>c</sub> )	7
2.2.2.Kritik Manyetik Alan (H <sub>c</sub> )	3
2.2.3. Kritik Akım Yo unlu u (J <sub>c</sub> )	)
2.3. I ve II. Tip Süperiletkenler	)
2.4. MgB <sub>2</sub> 'nin Kristal Yapısı	2
2.5. Mekaniksel Özellikler	3
2.5.1. Sertlik	1
2.5.1.1.Vickers Sertli i	1
2.5.1.2.Brinell Sertli i	5
2.5.1.3. Rockwell Sertli i	5
2.5.1.4. Knoop Sertli i	7
2.5.1.5. Berkovich Sertli i	3
2.5.2. Elastisite Modülü	)
2.5.3. ç Sürtünme Katsayısı ( S)	)
2.5.4. Yı ılma (pile-up) ve Çökme (sink-in) Davranı ları	l
2.6. Malzemelerin Mekaniksel Özelliklerini Belirlemede Kullanılan Deneysel Yöntem	2
2.6.1. Derinlik Duyarlı Çentik Testi (DDÇ)	2
2.6.2. Çentik Boyut Etkisi (ÇBE) ve Sebepleri	5

2.7.	Malzemelerin Mekaniksel Özelliklerini Belirlemede Kullanılan Teorik Yöntemler	27
2.7.1.	Oliver-Pharr Metodu	27
2.7.2.	Meyer's Kanunu	30
2.7.3.	Hays-Kendal Yakla 1m1	30
2.7.4.	Elastik/Plastik Deformasyon Modeli	31
2.7.5.	Orantılı Numune Direnci (OND) Modeli (Proportional Specimen Resistance; PSR)	32
2.7.6.	Geli tirilmi Orantılı Numune Direnci (GOND) Modeli	33
2.7.7.	Enerji Yakla 1m1 Modeli	33
3.MA	TERYAL VE YÖNTEM	36
3.1. N	Jumunelerin Üretilmesi	36
3.2. N	Alzemelerin Hazırlanması ve Parlatılması	36
3.3. N	Ialzemelerin Mekaniksel Özelliklerinin ncelenmesi	38
3.4. T	aramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi	40
3.5. X	X-I ını Kırınımı (XRD) Analizi	41
<b>4. BU</b>	LGULAR VE TARTI MA	42
4.1. X	X-1 1n1 K1r1n1m1 (XRD) Analizleri	42
4.2. S	EM Analizleri	44
4.3. N	Iekanik Karakterizasyon (Nanoçentme Analizi)	46
4.4. Ç	evrim (cycle) Testi Analizi	59
5. SO	NUÇLAR	64
KAY	NAKLAR	65
ÖZG	ЕÇМ	70

# S MGELER VE KISALTMALAR D Z N

Simge	Açıklama
T <sub>c</sub>	Kritik sıcaklık
J <sub>c</sub>	Kritik akım yo unlu u
H <sub>c</sub>	Kritik magnetik alan
H <sub>c1</sub>	Alt kritik magnetik alan
H <sub>c2</sub>	Üst kritik magnetik alan
Hg	Civa
Pt	Platin
Gd	Gadolinyum
La	Lantan
Ba	Baryum
(a,c)	Örgü parametreleri
Κ	Kelvin
R	Direnç
М	Mıknatıslanma
	Özdirenç
Mg	Magnezyum
В	Bor
С	Karbon
E	Elastite Modülü
$H_{\rm v}$	Vickers sertlik de eri
H <sub>B</sub>	Brinell sertlik de eri
$H_{BE}$	Berkovich sertlik de eri
H <sub>K</sub>	Knoop sertlik de eri
d	zin kö egen uzunlu u
D	Bilya Çapı
h <sub>p</sub>	Plastik derinlik, (Kontak derinli
Р	Uygulanan yük
Er	ndirgenmi elastiklik modülü

i)

Simge	Açıklama
ν	Poisson oranı
	Konik uç için geometrik sabit
Н	Malzemenin sertli i
S	ç Sürtünme Katsayısı
S	Kontak katılı 1
δΡ	Yükteki artı
δh	Yer de i tirmedeki artı
A <sub>c</sub>	Kontak alanı
n	Meyer üssü (index)
W	Numunede kalıcı deformasyon olu turabilmek için gerekli minimum yük
P <sub>maks</sub>	Uygulanan maksimum yük
h <sub>c</sub>	Kontak derinli i
H <sub>HK</sub>	Hays- Kendall yakla 1m1 için yükten ba 1msız sertlik de eri
H <sub>EP</sub>	Elastik/Plastik deformasyon modeli için yükten ba 1msız sertlik de eri
ho	Elastik geri kazanımdan dolayı h <sub>c</sub> 'ye eklenen düzeltme terimi
k	Çentici geometrisine ba lı sabit
h	Yükün uygulandı 1 herhangi bir andaki toplam yer de i tirme
hs	Kontak çevresindeki yüzeyin yer de i tirmesi
3	Konik uç için geometrik sabit

Kısaltmalar	Açıklama
AFM	Atomik Kuvvet Mikroskobu
ÇBE	Çentik Boyut Etkisi
DDÇ	Derinlik Duyarlı Çentik Testi
ЕМК	Elektromotor kuvvet
FC	Alan So utma
OND	Orantılı Numune Direnci
GOND	Geli tirilmi Orantılı Numune Direnci
PSR	Orantılı Numune Direnci
MPSR	Geli tirilmi Orantılı Numune Direnci
H <sub>PSR</sub>	Orantılı numune direnci modeli için yükten ba ımsız sertlik de eri
H <sub>MPSR</sub>	Düzeltilmi orantılı numune direnci modeli için yükten ba ımsız sertlik de eri
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
TÇBE	Ters Çentik Boyut Etkisi
SPM	Taramalı Uç Mikroskobu
XRD	X-I ini Kirinimi
ZFC	Sıfır Alan So utma

# EK LLER D Z N

ekil 1.1.	Hg metalinin direnç-sıcaklık e risi1
ekil 1.2	Süperiletkenin manyetik alana kar 1 davranı2
ekil 2.1.	Süperiletken ve süperiletken olmayan iki malzeme için direncin sıcaklıkla de i imi
ekil 2.2.	Kritik H <sub>c</sub> alanının sıcaklıkla de i imi9
ekil 2.3.	Süperiletkenlik için faz diyagramı10
ekil 2.4.	I. tip (a) ve II. tip (b) süperiletkenlerin mıknatıslanma e rileri ve I. tip (c) ve II. tip (d) süperiletkenlerin faz diyagramları11
ekil 2.5.	MgB <sub>2</sub> süperiletkenin kristal yapısı12
ekil 2.6.	Vickers çentici ve izin diagonal boyu15
ekil 2.7.	(a) Brinell çentici (b) zin çapı16
ekil.2.8.	Rockwell çenticinin ematik gösterimi17
ekil 2.9.	Knoop çenticinin ematik gösterimi17
ekil 2.10.	Berkovich çenticinin geometrisi
ekil 2.11.	Çekme etkisinde eksenel ve yanal ekil de i tirme19
ekil 2.12.	Vickers çentici ile yapılan bir çentik testinde a) kusursuz plastik deformasyon b) yı ılma ve c) cökme dayranı 1
ekil 2.13.	Tipik bir çentme testi için a) Yükleme profili b) Yük-yer de i tirme e risi
ekil 2.14.	Elastiklikteki farklılıkları gösteren yük yerde i tirme e rileri a) deal elastik b) Elasto-plastik c) Katı plastik numune23
ek 2.15.	Mikrosertli in test yüküne göre de i imi
ekil 2.16.	(a) Çenti in yatay kesiti (b) Oliver-Pharr metodunda kullanılan yük-yer de i tirme e risinin ematik gösterimi
ekil 2.17.	ematik P-h e risi üzerinde W <sub>T</sub> , W <sub>P</sub> , W <sub>E</sub> enerjilerinin gösterimi34
ekil 3.1.	Kullanılan kalıp malzemeleri ve kalıplanmı numune örne i
ekil. 3.2.	Parlatma cihazı
ekil 3.3.	Nano-çentik test cihazı (UMT/NH-2, Bruker)
ekil 3.4.	Taramalı elektron mikroskobu40

ekil 3.5.	X-1 ınları difraktometresi	41
ekil 4.1.	X-1 ınları kırınım desenleri	43
ekil 4.2.	Katkısız (a,b), %2 Malik asit katkılı (c,d), %4 Malik asit katkılı (e,f) MgB <sub>2</sub> numunelerine ait dü ük (500X) ve yüksek büyütmelerde (2500X) alınan SEM görüntüleri	45
ekil 4.3.	Katkısız MgB <sub>2</sub> numunesinin 100 mN yük-yer de i tirme e risi	46
ekil 4.4.	Katkısız MgB <sub>2</sub> numunesinin 200 mN yük-yer de i tirme e risi	47
ekil 4.5.	Katkısız MgB <sub>2</sub> numunesinin 300 mN yük-yer de i tirme e risi	47
ekil 4.6.	Katkısız MgB <sub>2</sub> numunesinin 400 mN yük-yer de i tirme e risi	48
ekil 4.7.	Katkısız MgB <sub>2</sub> numunesinin 500 mN yük-yer de i tirme e risi	48
ekil 4.8.	%2 Malik asit katkılı MgB <sub>2</sub> numunesinin 100 mN yük-yer de i tirme e risi	49
ekil 4.9.	%2 Malik asit katkılı MgB <sub>2</sub> numunesinin 200 mN yük-yer de i tirme e risi	49
ekil 4.10.	%2 Malik asit katkılı MgB <sub>2</sub> numunesinin 300 mN yük-yer de i tirme e risi	50
ekil 4.11.	%2 Malik asit katkılı MgB <sub>2</sub> numunesinin 400 mN yük-yer de i tirme e risi	50
ekil 4.12.	%2 Malik asit katkılı MgB <sub>2</sub> numunesinin 500 mN yük-yer de i tirme e risi	51
ekil 4.13.	%4 Malik asit katkılı MgB <sub>2</sub> numunesinin 100 mN yük-yer de i tirme e risi	51
ekil 4.14.	%4 Malik asit katkılı MgB <sub>2</sub> numunesinin 200 mN yük-yer de i tirme e risi	52
ekil 4.15.	%4 Malik asit katkılı MgB <sub>2</sub> numunesinin 300 mN yük-yer de i tirme e risi	52
ekil 4.16.	%4 Malik asit katkılı MgB <sub>2</sub> numunesinin 400 mN yük-yer de i tirme e risi	53
ekil 4.17.	%4 Malik asit katkılı MgB <sub>2</sub> numunesinin 500 mN yük-yer de i tirme e risi	53
ekil 4.18.	Sertli in yüke ba lı de i imi	54
ekil 4.19.	ndirgenmi elastisite modülünün yüke ba lı de i imi	55
ekil 4.20.	Katkısız MgB <sub>2</sub> numunesine ait P-h <sub>c</sub> ' göre grafi i	.57

ekil 4.21.	%2 Malik asit katkılı MgB <sub>2</sub> numunesine ait P-h <sub>c</sub> ' göre grafi i	58
ekil 4.22.	%4 Malik asit katkılı MgB <sub>2</sub> numunesine ait P-h <sub>c</sub> ' göre grafi i	58
ekil 4.23.	Katkısız MgB <sub>2</sub> numunesine ait çevrim testlerinden elde edilen yük-yer de i tirme e risi	60
ekil 4.24.	%2 Malik asit katkılı MgB <sub>2</sub> numunesine ait çevrim testlerinden elde edilen yük-yer de i tirme e risi	61
ekil 4.25.	%4 Malik asit katkılı MgB <sub>2</sub> numunesine ait çevrim testlerinden elde edilen yük-yer de i tirme e risi	61
ekil 4.26.	Katkısız MgB <sub>2</sub> numunesine ait 1'inci ve 14'üncü çevrimlerinden olu an ilmek alanlar	62
ekil 4.27.	Katkısız, %2 ve %4 Malik asit katkılı MgB <sub>2</sub> numunelerine ait iç sürtünme katsayısı de erleri	62

# Ç ZELGELER D Z N

Çizelge 4.1.	Katkısız, %2 ve %4 parametreleri, örgü p	Malik Asit katkılı MgB <sub>2</sub> tabletlerinin örgü arametrelerinin oranları, hücre hacimleri ve	
	yarı maksimumdaki t	am geni lik (FWHM) de erleri	.43
Çizelge 4.2.	Katkısız ve malik asi sertlik ve elastisite m	t katkılı MgB <sub>2</sub> numunelerine ait odülü de erleri	.56
Çizelge 4.3.	Literatürden alınmı elastisite modülü de	farklı numunelere ait sertlik ve erleri	.59

### 1. G R

Süperiletkenlik, 1911 yılında H. Kamerlingh Onnes ve arkada ları tarafından ke fedilmi ve özellikle belli iletkenlerin (Pt, Hg) sıfır DC elektriksel direnç göstermesiyle açıklanmı tır (Onnes, 1911).

Onnes, 1911 yılında civa (Hg) metali ile yaptı 1 bir çalı mada, 4.2 °K'de civa metali direncinin aniden sıfıra dü tü ünü gözlemlemi tir ( ekil 1.1). Bu durum süperiletkenlik olarak adlandırılmı tır.



ekil 1.1. Hg metalinin direnç-sıcaklık e risi

Süperiletkenli i belirleyen iki belirleyici özellik vardır. Bunlar sıfır direnç ve diamanyetik özelliklerdir. Sıfır direnç özelli i, devrede elektrik akımının ilke olarak kayıpsız akaca ıdır. Normal bir metalde, örgüden saçılma ve örgü kirlili i gibi nedenlerden dolayı iletim elektronlarına kar ı direnç olu ur. Buna kar ılık süperiletken malzemelerde elektronlar çiftler olu turarak örgüden saçılmadan yük ta ıdıkları teorik ve deneysel olarak açıklanmı tır (Borden ve ark., 1957).

Süperiletkenler aynı zamanda ideal diamanyetik özellik göstererek manyetik alanı dı larlar. W. Hans Meissner ve Robert Ochsenfeld 1933 yılında yaptıkları çalı mada, süperiletkenlerin manyetik özelliklerini incelediler ve manyetik alanda so utulan süperiletkenin, kritik sıcaklık (T<sub>c</sub>) altında manyetik akıyı dı arladı ını buldular (Meissner ve Ochsenfeld, 1933).



ekil 1.2. Süperiletkenin manyetik alana karsı davranı 1

Süperiletkenli in ke finden günümüze kadar bu alanda birçok çalı ma yapılmı tır. Bu çalı malar neticesinde yüksek sıcaklık süperiletkenleri ke fedilmeye ba lanmı tır. J. G. Bednorz ve K.A. Müller (Bednorz ve Müller, 1986) tarafından 1986 yılında, ilk yüksek sıcaklık süperiletkeni olan LaBaCuO (LBCO) sisteminde 40 °*K*' de süperiletkenli e ula ılmasından sonra, özellikle oksit süperiletkenler üzerinde çalı malar hız kazanmı tır. M.K. Wu ve arkada ları, 1987 yılında YBaCuO (YBCO) sisteminde 90 °*K*' de süperiletkenli e ula mı lardır. 1988 yılında H. Maeda ve arkada ları (Maeda ve ark., 1988) tarafından, 110 °*K*' de BiSrCaCuO (BSCCO) ve aynı yılda Sheng ve arkada ları (Sheng ve ark., 1988 ) tarafından, 125 °*K*' de TIBaCaCuO (TBCCO) sistemlerinin, süperiletken özellik gösterdikleri gözlenmi tir. 1993 yılında, Putilin ve arkada ları (Putilin ve ark., 1993) tarafından, en yüksek geçi sıcaklı ına sahip olan, HgBaCaCuO (HBCCO) sisteminde 134 °*K*' de süperiletkenli e ula ılmı tır (Ate 2001). Veerender ve ark., (1994),  $Bi_{2-x}Pb_xCa_2Sr_2Cu_3O_y$  süperiletkeninin mekaniksel özellikleri (sertlik ve elastite modülü) üzerine ara tırma yapmı lardır. Numune üzerine Pb katkısının (x=0; 0,1; 0,25; 0,3; 0,35 ve 0;4) etkisini incelemi lerdir. Ara tırmalar sonucunda katkı miktarı ile birlikte sertli in belirgin bir ekilde arttı ını gözlemlemi lerdir.

Uzun ve ark., (2005), farklı pik yükleri altında (0,49; 0,73; 0,98 ve 1,22 N) polikristal YBaCuO süperiletken malzemesi üzerinde derinlik duyarlı Vickers çentme deneyleri yapmı lardır. Elde ettikleri yük-yerde i tirme e rilerini kullanarak bu malzemelerin mekaniksel özelliklerini (elastiklik modülü ve sertlik) analiz etmi lerdir. Analizlerinde kontak katılı ını düzelterek, enerji-denge modeli ile yükten ba ımsız sertlik ve elastiklik modülü de erlerini elde etmi lerdir.

Kölemen ve ark., (2006), Bi<sub>1.6</sub>Pb<sub>0.4</sub>Sr<sub>2</sub>Ca<sub>2-x</sub>Sm<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>y</sub> (x=0,0; 0,001; 0,005 ve 0,1) süperiletken malzemelerini katıhal tepkimesi yöntemi ile elde etmi lerdir. Çalı malarında sertlik de erlerinin artan yük miktarı ile birlikte eksponansiyel olarak azalan bir davranı gösterdi ini tespit etmi lerdir. Gözlenen Çentik Boyut Etkisi (ÇBE) davranı ının analizini yapmak ve gerçek sertlik de erini bulabilmek için Kick yasası, Hays-Kendall yakla ımı ve Geli tirilmi Orantılı Numune Direnci (GOND) modelini kullanmı lardır. Bu incelemeler sonucunda, BSCCO süperiletkeninin gerçek sertli inin bulunması için en uygun modelin GOND modeli oldu unu ortaya koymu ladır.

Kölemen ve ark., (2006), derinlik duyarlı Vickers çentme deneylerini kullanarak yaptıkları çalı mada, MgB<sub>2</sub> süperiletken numunesinin yük-yer de i tirme e rilerini Oliver-Pharr (1992) metodu ile analiz etmi lerdir. Sertlik ve elastik modüllerinin yüke ba lı olarak de i ti ini gözlemi lerdir. Ayrıca, farklı yüklerdeki  $h_f / h_m$  ( $h_f$ ; son derinlik  $h_m$ ; maksimum derinlik) de erlerinin ortalamasını literatürde verilen kritik de erden (0,7) daha dü ük olarak bulmu lar ve buna göre MgB<sub>2</sub> numunesinin çökme (sink-in) davranı ı gösterdi ini ortaya koymu lardır.

Uzun ve ark., (2008), MgB<sub>2</sub> süperiletkeninin yük-yer de i tirme e rilerinin üzerine analizler yapmı lardır. Ara tırmalarında, enerji modeli ile Oliver-Pharr modeli arasında kar ıla tırma yaparak malzemenin do ru sertli ini tespit etmi ler ve ayrıca malzemeyi karakterize edecek bazı enerji sabitleri ortaya koymu lardır.

Uzun ve ark., (2008),  $MgB_2$  süperiletkenlerinde 300'den 1500 mN'a kadar de i en aralıktaki yükleri uygulayarak oda sıcaklı ında Vicker's mikro iz testlerini

yaptılar. Yük-girme derinli i e rileri ve enerji datalarını mekanik özelliklerini belirlemede kullandılar. Sertlik ve elastik modül de erleri Oliver-Pharr modeli ile oldukça uyum içerisinde oldu unu rapor ettiler.

Aydın ve ark., (2009),  $Bi_{1.8}Pb_{0.35}Sr_{1.9}Ca_{2.1}Cu_3Gd_xOy$  süperiletken numunelere x = 0.0, 0.1, 0.3 ve 0.5 olmak üzere Gd katkısı yaparak Vickers sertli inin (H<sub>v</sub>) yüke ba ımlı oldu unu rapor ettiler. Yükten ba ımsız (gerçek) mikrosertlik de erlerini Kick's kanunu, Orantılı Numune Direnci (OND) modeli, Geli tirilmi Orantılı Numune Direnci (GOND) modeli ve Hays-Kendall yakla ımıyla inceledi ve sonuçlarını kar ıla tırdı. Sonuç olarak Gd katkısının süperiletkenlik ve mekanik özellikleri kötüle tirdi ini rapor etti.

Karaca ve ark., (2009), BSCCO süperiletkenlerine Zn ilavesinin etkilerini mikrosertlik ölçüm yöntemi ile mekanik özellikler üzerindeki etkisini ara tırdılar. Mikro sertlik ölçümlerinin deneysel sonuçlarını Oliver-Pharr modeli ile incelediler. Yapılan inceleme sonucunda Zn ilavesinin artı miktarına ba lı olarak iz boyutu etkisini gösterdi ini rapor ettiler..

Sava kan ve ark., (2014), Hacimsel (Bulk) MgB<sub>2</sub> numunesine farklı miktarlarda malik asit katkısı (a . %0, 2, 4, 6, 8, 10, 12, 15) yaparak kaldırma kuvvetinin etkisini incelemi lerdir. Örneklerin hepsi, magnezyum tozu, amorf bor tozu, malik asit (C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>5</sub>), ve toluen kullanılarak, katıhal tepkime metodu ile hazırlamı lardır. Sıfır alan so utma (ZFC) ve alan so utma (FC) rejimleri için, yatay ve dikey kaldırma kuvveti ölçümleri farklı (24, 28 ve 32 °K) sıcaklıklarda gerçekle tirmi lerdir. Uygun malik asit miktarı eklenmesiyle, kaldırma özellikleri üzerine olumlu bir etkiye sahip oldu u tespit edilmi tir. a . % 4 ve % 6 malik asit katkılı numuneler için 24 ve 28 °K' de, yüksek kaldırma 18.60 N' a kar ılık gelmektedir. Katkısız numunede ZFC rejimi için 24 °K'de 16.95 N oldu unu gösterir. Bu çalı mada, MgB<sub>2</sub> numunesine eklenen malik asit katkısı, kaldırma kuvvetine özelliklerine arttırıcı yönde etkisi olmu tur.

Toplu ve ark., (2015), BSCCO süperiletkenine Zn katkısı yaparak malzemenin mekaniksel özelliklerini incelemi lerdir. Bu incelemelerde Zn katkılı BSCCO süperiletkenin gerçek sertlik de erini ara tırmı lardır. Bu incelemeler sonucunda ara tırmacılar üretilen malzemenin gerçek sertlik de erini belirlemede kullanılacak en ideal modelin Geli tirilmi Orantılı Numune Direnci Modeli (GOND) oldu unu ortaya koymu lardır. 1950'li yıllarda kullanılmaya ba layan MgB<sub>2</sub> bile i inin ilk kez süperiletkenlik özelli i Akimitsu ve arkada ları tarafından 2001 yılında 39 °K geçi sıcaklı ına sahip oldu u bulunmu tur. MgB<sub>2</sub> bile i i ala ım ve metaller içinde en yüksek kritik geçi sıcaklı ına sahip olması, bollu u ve ucuz maliyeti açısından günümüzde teknolojik uygulamalar için yo un ekilde çalı ılan bir malzeme konumuna gelmi tir. Özellikle, en çekici özellikleri yüksek kritik akım yo unlu una sahip olmalarıdır.

Son zamanlarda yapılan çalı malarda Malik asit'in ( $C_4H_6O_5$ ) MgB<sub>2</sub> malzemesine katkılanması ile birlikte kritik akım yo unlu u ve akı tuzaklanması de erlerindeki artı bilimsel camiada bu malzemeler üzerine olan ilginin daha da artmasına sebebiyet vermi tir (Hossain ve ark., 2007; Maeda ve ark., 2011; Sava kan ve ark., 2014). Fakat MgB<sub>2</sub> numunesine malik asit katkısı yapılan mevcut çalı malarda katkı miktarlarının etkilerinin olumlu veya olumsuz olarak tartı malı olması bu malzemelere yapılacak olan optimum katkı miktarlarını belirlemeyi gündeme getirmi tir. Bu sebeple optimum katkı miktarların belirlenmesi noktasında daha iyi sonuçların ortaya konulması amacı ile MgB<sub>2</sub> malzemesine % 2, 4, oranında Malik asit katkısı yapılmı tır. Bu çalı mada, malik asit'in MgB<sub>2</sub> malzemesinin mekaniksel özellikleri üzerindeki etkileri incelenerek, optimum katkı miktarlarını belirlenmesine katkı sa layacak bilgilere ula ılması amaç edinilmi tir. MgB<sub>2</sub> numunesinin fiziksel, elektriksel ve manyetik özelliklerini incelemek için numuneye birçok katkılama yapılmı tır. Bu çalı mamızda, MgB<sub>2</sub> numunesine Malik asit katkılaması yapılarak numunenin mekaniksel özelliklerini incelenmesi amaçlanmı tır.

Genel olarak, malzemenin ham halden (bulk formundan) endüstride kullanılabilecek formlara (plaka, levha, tel) getirilmesi i leminde, mekaniksel özellikler (sertlik, elastite modülü, iç sürtünme) en belirleyici unsur olarak kar ımıza çıkmaktadır. Genellikle, bir dı kuvvet etkisi altında malzemelerin davranı larını inceleme esasına dayanan mekanik karakterizasyon teknikleri, endüstrinin ihtiyacı olan uç ürünlerin performans de erlendirilmelerinde kullanılan ba lıca yöntemlerdir (Uzun ve ark., 2004).

Özellikle süperiletken malzemelerin teknolojik alanda tel, erit ve film yapımında kullanılmak istenmesi süperiletken malzemelerin mekaniksel özelliklerini incelenmesini kaçınılmaz kılmaktadır. Malzemelerin mekaniksel özelliklerini belirlemek için sıklıkla kullanılan yöntem sertlik testidir (Gong ve ark., 2001). En do ru

sertlik ölçme yöntemlerinden birisi, dinamik sertlik olarak bilinen Derinlik Duyarlı Çentik Testi (DDÇ) yöntemidir (Cann, 2004). Bu çalı mada kullandı ımız DDÇ testi geleneksel çentme testine göre daha avantajlıdır (Kölemen ve ark., 2004). DDÇ yöntemiyle malzemelerin sertli inin yanı sıra elastisite modülü belirlenebilmektedir. DDÇ tekni iyle yük-çentme derinli i verilerinin sürekli olarak kaydedilmesi bu çentme testinin en büyük avantajıdır. Geleneksel çentme testlerinde çentik çapının ölçülmesi sırasında hata payı çok yüksektir. Ancak, DDÇ tekni i, aletsel ve gözlemleyiciden kaynaklanan hataların azaltılmasına olanak sa lar.

Bu çalı mada, malzemelerin mekanik özelliklerini (sertlik ve elastisite modülü) belirlemede Oliver-Pharr modeli kullanılmı tır. Bu model, DDÇ deneyinden elde edilen yükleme (load)-bo altma (unload) e rilerinin kullanılmasına dayanmaktadır. DDÇ tekni iyle elde edilen veriler analiz edilerek malik asit katkılı MgB<sub>2</sub> numunelerinin gerçek sertlik de erlerinin Geli tirilmi Orantılı Numune Direnci (GOND) modeli ile belirlenmesi ve malzemede gözlenen ÇBE davranı ının açıklanması amaç edinilmi tir.

### 2. KURUMSAL TEMELLER

Bu bölümde, süperiletkenlerin genel özellikleri ve mekaniksel özelliklere ili kin bilgiler yer almaktadır.

#### 2.1.Süperiletkenlik

Süperiletkenlik, belirli bir kritik sıcaklı ın ( $T_c$ ) altında malzemelerin dirençsiz olarak elektrik akımı ta ımalarına denir. Süperiletken bir malzemeye elektrik akımı verildi inde hiçbir ekilde dirençle kar ıla mayaca ı için bu akım süperiletken numunede sonsuza kadar dola abilir. Ancak, sıcaklı ın kritik sıcaklı ın altında olması ve akımında belirli bir kritik de eri geçmemesi gerekir.

## 2.2.Süperiletkenlerin Temel Özellikleri

Malzemelerin süperiletkenlik özelli ini koruyabilmesi üç önemli parametreye ba lıdır. Bunlar, kritik sıcaklık ( $T_c$ ), kritik manyetik alan ( $H_c$ ), kritik akım ( $J_c$ ) yo unlu udur. Ancak, süperiletken malzemeler bu özelliklerden herhangi birinin kritik de erini a ması durumunda süperiletkenlik özelli ini yitirmektedir.

## 2.2.1 Kritik Sıcaklık (T<sub>c</sub>)

Bir malzemede süperiletkenli in oldu u en yüksek sıcaklık de eridir. Bu sıcaklı a kritik sıcaklık veya geçi sıcaklı ı denilmektedir. Bu kritik sıcaklık de erinin altında bir malzemenin direnci sıfıra dü mekte ve malzeme diamanyetik duruma geçerek, uygulanan manyetik alanı dı arladı ı görülmektedir. ekil 2.1' de özdirencin sıcaklıkla de i imi e risi gösterilmektedir.



ekil 2.1. Özdirencin sıcaklıkla de i imi.

### 2.2.2. Kritik Manyetik Alan (H<sub>c</sub>)

Süperiletkenli in bir di er önemli özelli i ise kritik manyetik alandır ve  $H_c$  ile ifade edilmektedir. Bir malzeme, kritik sıcaklık de eri altında süperiletkenlik özelli i gösterirken, kritik sıcaklık de erinin üstünde ise normal iletken gibi davranır. Kritik manyetik alan içinde aynı durum geçerlidir. Yani, süperiletkene uygulanan dı manyetik alan bu kritik de erin altında oldu u zaman süperiletken durum, üstünde oldu u zaman ise normal durum söz konusudur. ekil 2.2' de Kritik  $H_c$  alanının sıcaklıkla de i imi gösterilmektedir.

Kritik manyetik alanın sıcaklı a ba lılı 1 a a ıdaki e itlik ile ifade edilir.

$$H_{c}(T) = H_{c}(0) \left[ 1 - \left(\frac{T}{T_{c}}\right)^{2} \right]$$
(1)



ekil 2.2. Kritik Hc alanının sıcaklıkla de i imi

## 2.2.3. Kritik Akım Yo unlu u (J<sub>c</sub>)

Kritik akım yo unlu u, süperiletken malzemeler için kritik sıcaklık ve kritik manyetik alan kadar önemlidir. Kritik akım yo unlu u bir süperiletkenin dirençsiz olarak ta ıyabilece i elektrik akımının maksimum de eridir. Bu de ere kritik akım yo unlu u denir ve  $J_c$  ile ifade edilir. Cooper çiftleri kritik akım yo unlu unu belirleyen etmenlerden biridir.

Cooper çiftleri bozulursa bunların yo unluklarına ba lı olarak numunede normal iletken davranı ı gözlemlenebilmektedir. Kritik sıcaklık, kritik manyetik alan, kritik akım yo unlu u süperiletkenlik için önemli özelliklerdir. Süperiletkenlik için bu üç parametre birbirlerine çok ba lıdır. ekil 2.3.'de süperiletkenlik faz diyagramı gösterilmektedir.



ekil 2.3. Süperiletkenlik faz diyagramı

Bu özelliklerin herhangi biri kritik de erin üstüne çıktı 1 takdirde ekil 2.3.'de görüldü ü gibi süperiletkenlik durumu bozulmaktadır.

# 2.3. I. ve II. Tip Süperiletkenler

Süperiletkenlerin 1950 yılına kadar tek tip oldu u dü ünülmekteydi. Ginzburg ve ark., (1950) yılında geli tirdikleri teoriye göre, süperiletkenlerin manyetik alan altındaki davranı larına ba lı olarak II. Tip süperiletkenli in varlı ını ortaya çıkarmı lardır. ekil 2.4'de I. ve II. Tip süperiletkenlere ait mıknatıslanma e rileri (M-H) ve faz diyagramları gösterilmi tir.



**ekil 2.4.** I. tip (a) ve II. tip (b) süperiletkenlerin mıknatıslanma e rileri ve I. tip (c) ve II. tip (d) süperiletkenlerin faz diyagramları.

I.ve II. tip süperiletkenlerde, süperiletkenlik mekanizması arasında hiçbir farklılık yoktur. Sadece, Meissner etkisi farklılık göstermektedir. I. tip süperiletkenlik grubunu Saf metaller veya elementler olu turur. Bu tip süperiletkenlerde tek bir kritik manyetik alan de eri vardır. Bu de erin altına numune Meissner etkisi davranı 1 göstererek manyetik alanı dı larlar. Bu de erin (kritik manyetik alan de eri) üstünde süperiletkenlik yok olarak numune normal iletken gibi davranmaya ba lar.

II. tip süperiletkenlik grubu, ala ım ve bile iklerden olu maktadır. Örne in, MgB<sub>2</sub>, YBaCuO, BiSrCaCuO vb. bile ik ve ala ımlar II. Tip süperiletkenlik grubuna aittir. I. tip süperiletkenlerde tek bir kritik manyetik alan de eri varken, II. tip süperiletkenlerde H<sub>c1</sub> ve H<sub>c2</sub> (alt ve üst kritik manyetik alan de eri) olmak üzere iki tane kritik manyetik alan de eri vardır. II. tip süperiletkenler, H<sub>c1</sub> kritik manyetik alan de erine kadar I. tip süperiletkenlik özelli i gösterirler ve H<sub>c1</sub> de erine kadar manyetik alanı dı arıda tutarak negatif yönde mıknatıslanırlar. Burada, H<sub>c1</sub> de erine alt kritik

manyetik alan denir.  $H_{c1}$  de erinin üstünde malzeme uygulanan alanın bir kısmını dı lamakta, bir kısmı da malzemeye nüfuz edebilmektedir. Bu durumda malzeme süperiletkenlik özelli ini sürdürmektedir. ekil 2.4' de (d) ıkkından da görüldü ü gibi  $H_{c1}$ < H <  $H_{c2}$  de erleri arasındaki bu duruma karı ık durum denilmektedir. Karı ık durumda malzeme süperiletken durumda ve sıfır dirence sahiptir. Alan çizgileri malzemenin içindeki bazı bölgelere nüfuz edebilmektedir (Annet, 2003). Manyetik alan de eri  $H_{c2}$  dedi imiz üst kritik manyetik alan de erine ula tı 1 anda, ekil 2.4' de (d) ıkkından da görüldü ü gibi uygulanan manyetik alan malzemeye nüfuz ederek süperiletkenlik durumunun yok olmasına neden olur.

### 2.4. MgB<sub>2</sub>'nin Kristal Yapısı

MgB<sub>2</sub> bile i i P6/mmm uzay grubuna dahil olan, basit Hekzagonal yapıya sahip bile iktir. Bu yapı Mg (Magnezyum) atomlarının Hekzagonal tabakaları ile B (Bor) atomlarının Hekzagonal düzlem tabakalarından olu maktadır. MgB<sub>2</sub>' deki B tabakaları grafitteki Hekzagonal C (karbon) tabakalarına benzer yapıdadır (King, 2002).



ekil 2.5. MgB<sub>2</sub> süperiletkenin kristal yapısı

Birim hücre parametreleri a=3,086 Å, c=3,524 Å olarak bulunmu tur. Bor düzlemleri arasındaki mesafe B-B arasındaki mesafeden uzundur. MgB<sub>2</sub>'nin süperiletkenli inde B tabakaları önemli rol oynar (Buzea ve Yamashita, 2001).

# 2.5. Mekaniksel Özellikler

Süperiletken maddelerin mekaniksel özelliklerini incelemekteki amac. mekaniksel özelliklerin süperiletken durum ile olan ba lantısı, uygulanan zor altındaki mekaniksel kararlılık ve zorun süperiletken özellikleri üzerindeki etkisini anlayabilmektir. Süperiletken maddelerin mekaniksel özellikleri, onların hazırlanı metoduyla ve malzemelerin kimyasal özellikleri ile son derece ilgilidir. Bunlar; bile ik, ala 1m, mikroyapı, faz saflı 1, malzeme hazırlama geçmi i; elastik, plastik ve çatlak özellikleri dikkate alınıp hesaba katılarak alınması gereken önemli sınır ko ullarıdır. Süperiletkenler için T<sub>c</sub>, H<sub>c</sub>, J<sub>c</sub> parametrelerinin iyile tirilmesine kadar önemli ise, bu malzemelerin do rudan teknolojik alanda kullanılmak istenilmesinden dolayı malzemelerin mekaniksel özelliklerini belirlemekte bir o kadar önemlidir.

Malzemenin uygulanan bir kuvvete kar ı gösterdi i tepki mekanik davranı, dı kuvvetlerin etkisi altında de i ik zorlamalar kar ısında malzemede olu an ekil de i iklikleri ve malzemenin gösterdi i dayanma gücü özelliklerine mekanik özellik adı verilir. Cisimler artan yük altında önce ekil de i tirirler, daha sonra dayanımını yitirerek kırılmaya ba larlar.

Malzemelerin mekaniksel özellikleri neden önemlidir;

- Malzemelerin endüstride kullanabilirli ini belirleyen ba lıca faktörlerden biri olması,
- b. Hacimsel (Bulk) özelliklerin, aslında çok daha küçük boyutlardaki (mikro-nano) yapılar ve etkile imler tarafından belirleniyor olması
- c. Geli en teknoloji ile birlikte gittikçe artan minyatirüzasyon talebi do rultusunda üretilen küçük boyutlu malzemelerin deformasyon karakteristiklerinin belirlenebilmesi

### 2.5.1 Sertlik

Sertlik testi, malzemeye hasar vermemesi ve yapılı ının basit olmasından dolayı malzeme üzerine yapılan en genel mekanik deneylerden biridir. Malzeme özelli i olarak ele aldı ımızda sertlik, malzemelerin çizilmeye, kesilmeye, sürtünmeye ve plastik deformasyona kar ı gösterdi i direncin bir ölçüsüdür. Bilimsel alanda ise dislokasyon hareketine kar ı malzemenin gösterdi i direnç olarak tarif edilebilir. Sertlik testi genellikle belirli bir uç yardımıyla ölçülmek istenen numunenin yüzeyine seçilen bir yük altında belirli bir süre batırılması ile olu an izin kö egen uzunluklarının ölçülmesinden ibarettir.

Sertlik ölçümünde dikkat edilmesi gereken bazı hususlar vardır. Örne in; malzemelerin ölçme yüzeylerinin düzgün ve birbirine paralel olması gerekir. Malzemenin kalınlı 1, iz derinli inin en az on katı olması gerekir. Batıcı uç, numunenin kenarlarına yakın bölgede uygulanması ve izler arasında iz çapının veya ortalama kö egen uzunlu unun en az 2-3 katı kadar bir uzaklık bulunmalıdır. Malzemenin sertli i, uygulanan yüke ba lı olarak, numune yüzeyinde olu an kalıcı izin yüzey alanına veya batıcı ucun batma derinli ine göre belirlenir. Genelde sertlik, uygulanan yükün numunede olu an kalıcı izin yüzey alanına bölünmesiyle belirlenir (Sava kan, 1999).

En genel sertlik ölçme yöntemleri; Vickers, Brinell, Rockwell, Knoop ve Berkovich'dir. Sertlik ölçümleri yapılırken, numune üzerinde birçok ölçüm yapılıp bu ölçümlerin ortalaması alınmalıdır.

### 2.5.1.1 Vickers Sertli i

Sertlik deneyinde kullanılan batıcı uç elmastan yapılmı piramit biçimindedir. Piramidin tepe açısı 136°'dir. Söz konusu Vickers sertlik deneyi; kullanılan batıcı ucun numunenin yüzeyine, uygulanan yük altında belirli bir süre batırılması ile olu an izin kö egen uzunluklarının ölçülmesine dayanır. ekil 2.6.' dan görüldü ü gibi olu an iz dikdörtgen biçimindedir.



ekil 2.6. Vickers çentiçi ve izin diagonal boyu

Vickers sertlik de eri a a ıdaki e itlikle belirlenir.

$$H_{V} = 1.8544 \frac{P}{d^{2}}$$
(2)

Burada, P; uygulanan yük, d; izin ortalama  $(d=(d_1+d_2)/2)$  kö egen uzunlu udur.

# 2.5.1.2 Brinell Sertli i

Brinell sertlik yönteminde, kullanılan uç bir bilye olup belirli bir yük (P) ile malzemenin yüzeyine batırılır, olu an izin çapı (d) ölçülerek P yükü, izin yüzey alanına bölünerek Brinell sertlik de eri hesaplanır.



ekil 2.7. (a)Brinell çentiçi (b) zin çapı

ekil 2.7.' den görüldü ü gibi, d olu an izin çapı, D bilya çapı olmak üzere Brinell sertlik de eri a a ıdaki e itlikle belirlenir.

$$H_B = \frac{2P}{fD\left(D - \sqrt{D^2 - d^2}\right)} \tag{3}$$

### 2.5.1.3 Rockwell Sertli i

Rockwell sertlik ölçümünde kullanılan batıcı uç bilya veya koni eklindedir. Bu uçlar belirli bir yük ile numune yüzeyine batırılıp, olu an izin derinli i ölçülerek sertlik de eri elde edilir. Numunenin yüzey pürüzlülü ü sertlik de erini etkileyebilir. Bunun için bir ön yükleme uygulayarak cihaz sıfır düzeyine getirilir.



ekil 2.8. Rockwell Çentiçinin ematik Gösterimi

ekil 2.8.'den görüldü ü gibi deney yükü belirli bir hızda uygulandıktan sonra kaldırılır. Daha sonra olu an izin derinli i ölçülür. Ancak, Rockwell sertlik testinde olu an izin derinli i yerine buna kar ılık gelen bir sayı belirtilir. Elde edilen sertlik de erleri R<sub>a</sub>, R<sub>b</sub>,....vb. gibi simgelerle ifade edilir. Bu sayılar 0-100 arasında bir de er alır. Bu sertlik testi pratik olmasının yanında endüstride çok yaygın olarak kullanılan bir testtir.

### 2.5.1.4 Knoop Sertli i

Knoop sertlik testi, çok ince malzemeler için Vickers sertlik testine alternatif olarak kullanılır. Knoop sertlik testi geometrisi, Vickers sertlik testi geometrisinden farklıdır.



ekil 2.9. Knoop Çenticinin ematik Gösterimi

ekil 2.9.'dan görüldü ü gibi çentici e kenar dörtgen tabanlı piramit eklindedir. Çentici arasındaki açılar birbirinden farklıdır. Büyük açı 172,30° ve küçük açı 130°'dir. Knoop sertlik de eri a a ıdaki e itlikle ifade edilir.

$$H_{K} = \frac{F}{\frac{1}{2}Lw} = \frac{2F}{L^{2}\cot(r_{L}/2)\tan(r_{T}/2)} = 14.229\frac{F}{L^{2}}$$
(4)

E itlik 4'de bulunan F uygulanan kuvvet, L, w,  $_{L, T}$  ise ekil 2.9.'da gösterilmi tir.

### 2.5.1.5 Berkovich Sertli i

Berkovich sertli inde kullanılan batıcı uç üç kö e tabanlı piramit eklindedir. Bu batıcı uç mikro ve nanoçentme deneylerinde kullanılır.



ekil 2.10. Berkovich çenticinin geometrisi

$$H_{BE} = \frac{P_{maks}}{A_{c}} = \frac{P_{maks}}{24.5h_{c}^{2}}$$
(5)

Berkovich uç için sertlik de eri E itlik (5) ile hesaplanır (Peng, ve ark., 2004).

#### 2.5.2. Elastisite Modülü

Elastisite modülü, malzemenin dayanımının (mukavemetinin) bir ölçüsü olarak tanımlanmaktadır. Bazı kaynaklarda Young modülü diye geçmektedir. Bir malzemenin elastisite modülü de erleri büyük ise, malzemenin dayanıklılı 1 yüksek ve ekil de i imine kar 1 o kadar dirençlidir. Elastisite modülü, birim uzama ba ına olu an gerilme miktarını gösterir. Birim uzama ile normal gerilme arasındaki ili ki Elastisite modülünü verir. Çekme halinde  $\sigma$  gerilmesi ile olu an  $v_x$  ekil de i tirmesi arasındaki oran lineer elastik cisimlerde sabittir ve bu sabite *E* elastisite modülü denir. Aynı gerilme altında olu an yanal ekil de i tirme  $v_y$  eksenel ekil de i tirme  $v_x$  ile orantılı olup orantı sabitine Poisson oranı denir ( ekil 2.11). Çekme yanal ekil de i tirmesi eksi i aretlidir.



ekil 2.11.Çekme etkisinde eksenel ve yanal ekil de i tirme

Poisson oranı artı i aretli bir malzeme sabiti oldu undan denkleme (-) i areti konmu tur. (Aymak, 2006).

Poisson orani; 
$$v = -\frac{V_y}{V_x}$$
,  $v > 0$  (6)

Elastisite modülü; 
$$E = \frac{\dagger}{v_x}$$
 (7)

#### 2.5.3. ç Sürtünme Katsayısı (S)

Çentik testleri küçük hacimli malzemelerin mekanik özelliklerini belirlemenin en uygun yoludur. Derinlik duyarlı çentik testi ise malzemelerin mekanik özelliklerini belirlemenin en geli mi yöntemlerinden birisidir. Nanoçentme testi ise küçük hacimli malzemelerin sertlik, elastisite modülü ve di er mekaniksel özelliklerini belirlenmesinde standart hale gelmi tir (Chudoba ve Richter, 2001; Fıscher-Crıpps, 2004).

Dinamik çentik testi sırasında yüksek frekanslarda dü ük genlikli osilosyon güç sinyaline uygulanır. Bu osilosyona bir reaksiyon olarak, çentik derinli i de aynı frekansta bir osilosyon gösterir. Bu metotla incelenen malzeme viskoelastik karaktere sahip ise, yük ile derinlik arasında bir faz farkı meydana gelmektedir. Meydana gelen bu faz farkı sıcaklı a ve frekansa ba lıdır. Viskoelastik bir malzemenin ç sürtünme (S) de eri a a ıdaki e itlikle ifade edilir (Mano ve ark., 2004).

$$S = Sinu \approx \tan u \tag{8}$$

Burada S; iç sürtünme, << 1 ise çentik derinli i ile yük arasında olu an açıdır. Bu dinamik metodun prensibi çok basittir, fakat de erinin kaydedilmesi için çok hassas derinlik ölçen bir cihaza ihtiyaç duyulmaktadır. (Raman ve Beniche, 1992).

Her yükleme bo altma çevriminde yapılan çentme için yapılan i in bir kısmı kaybolmaktadır. Bu kaybolan enerji kaybının nedeni iç sürtünmeden kaynaklanmaktadır.
ç sürtünmenin de eri a a ıdaki e itlikle bulunmaktadır.

$$S = \frac{1}{2f} \frac{\Delta W}{W} \tag{9}$$

Burada  $\Delta W$ ; her bir çevrimde kaybolan enerjiyi, W ise dı zor tarafından yapılan toplam i i temsil eder (Mano ve ark., 2004).

### 2.5.4. Yı ılma (Pile-Up) ve Çökme (Sink-in) Davranı ları

DDM ölçümlerinin en zayıf yanı, malzeme iz etrafında yı ıldı ında veya çöktü ünde ortaya çıkar (McElhaney ve ark., 1998).



**ekil 2.12**. Vickers çentici ile yapılan bir çentik testinde a)kusursuz plastik deformasyon b) yı ılma ve c) çökme davranı ı

ekil 2.12.' de yı ılma ve çökme davranı larının ematik gösterimi verilmi tir. Oliver-Pharr (1992) yakla ımı, çentik esnasında elastik-plastik kontak oldu unu kabul eder. Kontak derinli i  $h_c$ 'nin do rulu u, kontak etrafında geri kazanımın tamamıyla elastik oldu u kabulünün do rulu una ba lıdır. Malzeme yı ıldı ında veya çöktü ünde, kontak alanına göre plastik deformasyon ku a ı etkilenecek ve Oliver-Pharr yakla ımı kullanılarak yapılan hesaplamaların hatalı çıkmasına sebep olacaktır. Bahr ve ark., (1998), göre yı ılma ve çökme olayları çentici altındaki dislokasyonların numune yüzeyine çapraz kaymasıyla açıklanmı tır. Çökme genellikle yüksek zorlanma kapasitesine sahip malzemelerde (iyi tavlanmı) görülür. Çünkü bu tür malzemelerde, deformasyon geni derinliklere e it olarak yayılabilir. Di er taraftan, i lem sertle meli malzemeler gibi dü ük zorlanma kapasitesine sahip malzemelerde, zorlanmalar malzeme içerisinde da ılamaz ve malzeme yüzeyinin dı arı do ru itilmesine (yı ılma) sebep olur (Yılmaz, 2008)

### 2.6. Malzemelerin Mekanik Özelliklerini Belirlemede Kullanılan Deneysel Yöntem

#### 2.6.1. Derinlik Duyarlı Çentik Testi (DDÇ)

Numunelerin sertlik analizleri için genellikle çentme testleri kullanılır. Derinlik Duyarlı Çentik (DDÇ) testlerinde, belirli bir çentici ile belirli bir yük uygulanıp kaldırıldıktan sonra kontak alanını belirlemek için olu an iz optiksel olarak ölçülür. Çentme i leminde uygulanan yükün, izin kontak alanına oranı sertlik olarak adlandırılır.

$$H_{makro} = \frac{P_{uygulanan}}{A_{kalan}} \tag{10}$$

E itlik (10)' dan elde edilen sertlik de erleri, numunenin uygulanan yüke gösterdi i plastik tepki olarak tanımlanır. Kontak alanının daha iyi bir ekilde belirlenebilmesi için Taramalı Uç Mikroskobu (SPM) veya Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) kullanılması gerekmektedir. Ancak, nanometre boyutundaki ölçümlerde genellikle, Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) kullanılması gerekmektedir.

Yer de i tirme verilerini daha do ru bir ekilde ölçen ve yükün daha hassas bir biçimde uygulanmasını sa layan test yöntemleri, çentme i lemi yapılan bölgede mikroskobik yöntemlerle incelenme gereklili ini ortadan kaldırmaktadır. Ayrıca, geleneksel tekniklerle numune yüzeyinde kalan plastiklik ölçülmesine ra men, DDÇ tekni i ile yük kaldırıldıktan sonra ortaya çıkan elastik geri kazanım ve ba langıç elastikli i de ölçülebilir hale gelmi tir (ahin, 2006).

Nanoçentme deneylerinde, yükün uygulanması ve kaldırılması sırasında yer de i tirme verileri sürekli olarak kaydedilmektedir (Baker ve Burnham, 2000).



ekil 2.13. Tipik bir çentme testi için a) Yükleme profili b) Yük-yer de i tirme e risi

ekil 2.13'de DDÇ için yükleme profili ve yük-yer de i tirme e rileri gösterilmektedir. Burada, yük kaldırıldıktan sonra girme derinli indeki geri kazanım miktarı, do rudan numunenin elastiklik derecesi ve geri kazanılmı elastik deformasyonla ilgilidir.



ekil 2.14. Yük-yer de i tirme e rileri a) deal elastik b) Elasto-plastik c) Katı plastik numune

ekil 2.14. a' dan görüldü ü gibi elastik olarak deforme olmu bir numunede, yükleme sırasında olu an iz, yük kaldırıldıktan sonra ortadan kalkarak ilk konumuna geri döner. Bu durumda numune ideal elastiklik bir durum sergiler. ekil 2.14. b' de elasto-plastik numuneye ait yük-yer de i tirme e risi gösterilmektedir. Bu tür davranı sergileyen numuneler hem elastik hem de plastik davranı ın karı ımını sergilemektedir.

ekil 2.14. c' de ise katı plastik davranı sergileyen numuneye ait yük- yer de i tirme e risi gösterilmektedir. Bu tür davranı ta, plastik olarak deforme olmu numunede hiçbir geri kazanım gözlenmez.

Geleneksel çentme testleriyle belirlenemeyen elastiklik özelli i, DDÇ test yöntemiyle belirlenebilmektedir ve büyük bir avantaj sunmaktadır.

Yükleme-bo altma e risinin her bölümü için farklı teknikler geli tirilmi tir. Yükleme kısmı hem elastikli i hem de plastikli i içeren bir model gerektirir. Yükü tutma kısmı sürünme (creep) davranı ını incelemek için kullanılır. Nanoçentme deneylerinden elde edilen verilerin yorumlanması amacıyla kullanılan teknikler, genel olarak dört varsayım üzerine kurulmu tur.

Buna göre; (i) çenticinin e rilik yarıçapı numune yüzeyi ile kar ıla tırıldı ında çok küçük oldu u, (ii) çenticinin ve numune boyutlarının kontak alanına kıyasla çok büyük oldu u, (iii) çentik boyutunun, tüm sistemle kar ıla tırıldı ında çok küçük oldu u, (iv) kontak halindeki cisimlerin sürtünmesiz oldu u ve sadece normal do rultudaki kuvvetin numuneye iletildi i kabul edilmektedir ( ahin, 2006).

Çentme i lemlerinden elde edilen yük-yer de i tirme verilerinin yorumlanması için birçok ara tırma grupları tarafından çalı malar yapılmı tır. Stillwell ve Tabor, 1961 yılında yaptıkları çalı mada konik çenticiler kullanarak elastik toparlanmayı ve bunların mekaniksel özellikleri incelemi lerdir (Tabor, 1961). Bulychew ve ark. (1975) yılında yaptıkları çalı mada ilk kez kontak alanını, yük- yer de i tirme e rilerinin bo altma kısmını kullanarak belirlediler (Bulychew ve ark., 1975). Doerner ve Nix (1986), çentik boyutunun optiksel aletler kullanarak ölçülemeyecek kadar küçük oldu unu söylediler ve milinewton (mN) aralı ında DDÇ tekni ini ilk kez kullanmı lardır (Doerner ve Nix, 1986). Oliver ve Pharr (1992) yılında bu tekni i düzelterek kullanı lı hale getirmi lerdir. Yukarıda özetlenen çentme teknikleri, idealize edilmi bir küre ile düz yüzeyin konta ının incelenmesine dayanır.

Sneddon (1965) yılında çe itli geometrilerdeki katı çenticiler ile kontak alanı için bir ifade geli tirerek, kontak katılı ını (Contact Stiffness; S), yükteki artı ın (uP), yer de i tirmedeki artı a (uh) oranı olarak tanımlamı tır.

$$S = \frac{\mathsf{u} P}{\mathsf{u} h} \bigg|_{elastik} \tag{11}$$

Yük-yerde i tirme e risindeki yükün kaldırılması kısmının ba langıcı ile ili kili olan bu oran, bo altma kısmının ba langıcının tamamen elastik oldu u kabulüne dayanır. Ço u malzeme, hem elastik hem de plastik tarzda deforme olsa da, yükün bo altılmasına ba lı geri kazanımın büyük bir kısmının elastik oldu u varsayılır. Geride kalan (artık) deformasyon, en son derinlikle ( $h_p$ ) ilgili olan plastikli i temsil eder. Aynı zamanda, çentici ucun ideal bir katı oldu u varsayılır. Bununla birlikte, çenticide meydana gelebilecek herhangi bir elastik deformasyonun, indirgenmi elastiklik sabitinin hesaplanmasında dikkate alındı ının hatırlanması yararlı olacaktır.

Bu ba lamda, kontak katılı 1, maksimum yükteki indirgenmi elastiklik modülü ve kontak alanının ( $A_c$ ) bir fonksiyonu olarak a a 1daki ekilde ifade edilir (Sneddon, 1965).

$$S = \frac{2}{\sqrt{f}} E_r \sqrt{A_c} \tag{12}$$

E itlik (12)' ye Sneddon'un katılık denklemi denir. Kontak alanı (A<sub>c</sub>), kullanılan çentici ucunun ekline ba lıdır. E itlik (12)' den görüldü ü gibi bo altma e risinin e imi, kontak alanının karekökü ve elastiklik sabitiyle orantılıdır.

Nanoçentme deneylerinden elde edilen yük-yerde i tirme e rileri kullanılarak sertlik ve elastiklik sabitinin belirlenmesi amacıyla, literatürde farklı metotlar geli tirilmi tir. Bunlardan en yaygın olarak kullanılanı Oliver-Pharr metodudur ( ahin, 2006).

### 2.6.2. Çentik Boyut Etkisi (ÇBE) ve Sebepleri

Son yıllarda yapılan çalı malarda çentik testleri üzerine ilginin artmasına sebebiyet vermi tir. Bunun nedeni ise, küçük yüklerde büyük sertlik de erlerinin elde edilmesinden kaynaklanmaktadır.

Küçük çentik test yüklerinde plastik deformasyon a amalarının dikkatli takibi, çentik testlerinin iyi anla ılmasına yardımcı olacaktır. Çentik testleri üzerine ilginin artması, hem çentik yükü/deformasyon davranı ı hem de çentme i leminden sonra numune yapısının gözlemlenmesinde (test aletlerinin duyarlı hale gelmesinden dolayı) bu zamana kadar yapılan çalı malara yeni bir boyut kazandırmı tır (Armsrong et al., 2006).

Literatürde farklı numuneler üzerine yapılan çalı malarda, mikrosertli in uygulanan test yüküne ba lı oldu u gözlemlenmi tir (Gong et al., 1999, 2000, 2001, 2004; Uzun et al., 2004, 2005; ahin et al., 2005, 2006).



ek 2.15. Mikrosertli in test yüküne göre de i imi

ekil 2.15.' den görüldü ü gibi mikro sertlik; çentik test yükünün (çentik boyutu) artması ile azalan çentik boyut etkisi (ÇBE) ve çentik test yükünün artması ile artan ters çentik boyut etkisi (TÇBE) davranı 1 görülmektedir. Belirli bir yük de erinden sonra numunenin sertli i sabit kalmaktadır.

Çentik Boyut Etkisinin Sebepleri;

- Çenti in elastik toparlanması (Tate, 1945; Mott, 1956),
- Çentme i lemi sırasında olu an i lem sertle mesi (Mott, 1956; Bückle 1973),
- Plastik deformasyonun olu abilmesi için gerekli olan minumum yük (Hays ve Kendall, 1973),

- Çentme i lemi sırasında olu an dislokasyon ilmeklerinin büyüklü ü (Upit ve Varchenya, 1973),
- Malzemelerin elastik/plastik deformasyona tepkisi (Bull ve ark., 1989),
- Çentici/numune arasındaki sürtünme direncinin elastik direnç ile ili kisi (Li ve Bradt, 1993; Li ve Han, 1994),
- Yüzeysel izlerde (derin olmayan), çentici kö elerinin plastik bir mente e gibi hareketi (Ma ve Clarke, 1995),
- Yüzeyde meydana gelen oksitlenme veya kimyasal kirlilikler (Sargent, 1986; Liu ve Ngan, 2001)
- Sıcaklık (Ren ve ark., 2002),
- Çentici etrafında olu an yı ılma (pile-up) ve çökme (sink-in) (Ren ve ark., 2002) gibi sebeplerden dolayı çentme testleri sırasında bir takım kusurlar meydana gelebilmektedir.

# 2.7. Malzemelerin Mekaniksel Özelliklerini Belirlemede Kullanılan Teorik Yöntemler

### 2.7.1. Oliver-Pharr Metodu

Oliver-Pharr 1992 yılında yaptıkları çalı malarında ekil 2.16.(a)' da yatay kesiti verilen çentici için bazı parametreler kullanmı lar ve elde ettikleri verileri E itlik (13) ile yorumlamı lardır.

$$E_r = \frac{\sqrt{f}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_c}} \tag{13}$$

E itlik (11)' de verilen  $S = \frac{dP}{dh}$ , yük- yerde i tirme e risinin bo altma kısmının ba langıcından deneysel olarak ölçülebilmektedir. Burada, E<sub>r</sub>, indirgenmi elastite modülü, A<sub>c</sub>, elastik konta ın iz dü üm alanıdır. Ba langıçtaki kontak katılı 1 (S) ve kontak alanı (A<sub>c</sub>) (optik olarak ölçülen iz dü üm alanına e it oldu u varsayımı ile) belirlenerek indirgenmi modül de eri türetilmi tir (Oliver ve Pharr, 1992).



**ekil 2.16.** (a) Çenti in yatay kesiti (b) Oliver-Pharr metodunda kullanılan yük-yer de i tirme e risinin ematik gösterimi

Kontak alanı; maksimum yükteki kontak derinli i  $(h_c)$  ve çentici geometrisi kullanılarak belirlenebilir. Maksimum yükteki iz dü üm kontak alanı a a ıdaki E itlik (14) ile ifade edilir.

$$A = F(h_c) \tag{14}$$

Burada F'nin fonksiyon türü analiz yapılmadan önce belirlenmelidir. ekil 2.16. (a)' da yatay kesiti verilen çentici ile malzemeye uygulanan yükün toplam yer de i tirmesi

$$h = h_c + h_s \tag{15}$$

ile ifade etmi lerdir. Burada,  $h_{c;}$  kontak derinli i,  $h_{s;}$  kontak çevresindeki yüzeyin yer de i tirmesidir. ekil 2.16. (b)'den görüldü ü gibi maksimum yük  $P_{maks}$ , yükteki yer de i tirme  $h_{maks}$  ve çentici numuneden kaldırıldıktan sonra numune yüzeyinde olu an izin derinli i de  $h_p$ ' dir. Deneysel kontak derinli i E itlik (16) ile ifade edilir.

$$h_c = h_{maks} - h_s \tag{16}$$

burada,  $h_{maks}$  deneysel olarak ölçülebilir. Burada belirleyici olan, kontak çevresindeki yüzeyin yer de i tirmesi hs'nin nasıl belirlenece idir. Kontak çevresinde olu an yüzeyin e rili i, çentici geometrisine ba lıdır.

Sneddon (1965) tarafından konik çentici için, kontak dı ındaki yüzey alanını E itlik (17) ile vermi tir.

$$h_{s} = \frac{(f-2)}{f} (h-h_{p})$$
(17)

Sneddon tarafından üretilen bu çözüm, yer de i tirmenin elastik bile imi için uygulandı ında denklemdeki (h- $h_p$ )ifadesi, h yerine kullanılmı tır. Sneddon, konik çenticiler için yük-yer de i tirme ili kisini E itlik (18) ile ifade etmi tir.

$$(h-h_p) = 2\frac{P_{maks}}{S} \tag{18}$$

Burada, S; katılık sabitidir. Katılık (S), katının deformasyona kar ı direncinin bir ölçüsüdür. E itlik (18) ifadesi, E itlik (17) 'de yerine konulursa maksimum yükteki kontak alanı a a ıdaki E itlik (19) ile ifade edilir.

$$h_s = \varepsilon \frac{P_{maks}}{S} \tag{19}$$

burada,  $\varepsilon$ ; konik uç için geometrik bir sabit de eri olup [2/f (f-2)] ya da 0.72'dir. Bu de er E itlik (16)'de yerine yazılırsa kontak derinli i E itlik (20) ile ifade edilir.

$$h_c = h_{maks} - \varepsilon \frac{P_{maks}}{S} \tag{20}$$

Oliver-Pharr metodu ile elastiklik modülü hesaplanaca 1 gibi sertlik de eri de hesaplanabilir. Buna göre sertlik, malzemelerin belirli bir yük altında dayanabilece i basınç olarak ifade edilir. Bu tanıma göre sertlik de eri, E itlik (21) ile hesaplanabilir.

$$H = \frac{P_{maks}}{A} \tag{21}$$

burada A, A=F(A<sub>c</sub>) ile tanımlanan maksimum yükteki iz dü üm alanıdır.

#### 2.7.2. Meyer's Kanunu

Meyer's kanunu,  $h_c$  girme derinli i ve çentme test yükü  $P_{maks}$  arasındaki ifadeyi belirleyen basit bir deneysel ifadedir.  $P_{maks}$  ve  $h_c$  arasındaki ili ki E itlik (22) ile ifade edilmektedir (Tabor, 1951).

$$P_{maks} = C h_c^n \tag{22}$$

E itlik (22) ifadesinde C; bir sabit, n ise Meyer's indisidir. Malzemeler genel olarak n<2 ise Çentik Boyut Etkisi (ÇBE), n>2 ise Ters Çentik Boyut Etkisi (TÇBE) davranı 1 görülmektedir. E er n=2 ise Meyer's kanunu E itlik (23) ile verilen Kick yasasına dönü ür.

$$P_{maks} = C h_c^2 \tag{23}$$

### 2.7.3. Hays-Kendal Yakla ımı

Bu yakla ıma göre numune üzerinde kalıcı bir deformasyon olu abilmesi için minimum bir yük de erinin (W) olması gerekti i ileri sürülmü tür (Hays ve Kendall., 1973).

Uygulanan yük direnci a amaz ise numune üzerinde kalıcı bir deformasyon meydana gelmeyece ini, sadece elastik deformasyon olu aca ını ileri sürmü lerdir. Bu yakla ıma göre, numune üzerinde olu acak kalıcı deformasyona sebep olacak etkin yük de erini E itlik (24) ile ifade etmi lerdir.

$$P_{etkin} = P_{maks} - W = C_1 h_c^2 \tag{24}$$

E itlik (24)' de ifade edilen C<sub>1</sub>; yüke ba lı bir sabit, W ise kalıcı deformasyon için gerekli olan minimum yük de eridir. Kontak derinli i ( $h_c$ ) ve uygulanan maksimum yük ( $P_{maks}$ ) kullanılarak elde edilen sertlik de eri;

 $(H=0.0408 \frac{P_{maks}}{h_c^2})$ , E itlik (24)' de P<sub>maks</sub> yerine P<sub>etkin</sub> de eri yerine konulursa, E itlik (25)' den görüldü ü gibi yükten ba 1msız sertlik de eri elde edilir.

$$H_{HK} = 0.0408 \frac{(P_{maks} - W)}{h_c^2} = 0.0408 C_1 \tag{25}$$

#### 2.7.4. Elastik / Plastik Deformasyon Modeli

Çentme testlerinde olu an çenti in boyutu, çentici kaldırıldıktan sonra ölçülür. Elastik geri kazanım, batıcı uç numune yüzeyinden kaldırıldıktan sonra kalan çentik izi etrafında ortaya çıkar. Bu durumda olu an izin boyutu belirli bir dereceye kadar ölçülür. (Tarkanian ve ark., 1973), yaptıkları çalı mada bu etkileri dikkate alarak yükten ba ımsız sertlik de erinin elde edilmesi için ölçülen çentik boyutuna yeni bir terimin eklenmesini önermi lerdir.

$$H_{EP} = k \frac{P_{maks}}{\left(h_c + h_0\right)^2} \tag{26}$$

E itlik (26)' da verilen  $h_0$ ; elastik geri kazanımdan dolayı  $h_c$ ' ye eklenen düzeltme terimi, k; çentici geometrisine ba lı bir sabittir. Mikrosertlik de erlerini inceleyebilmek için E itlik (26) ile verilen parametreler E itlik (27) eklinde düzenlenebilir.

$$P_{maks}^{\frac{1}{2}} = t^{\frac{1}{2}}h_c + t^{\frac{1}{2}}h_0$$
(27)

E itlik (27) ile verilen  $\chi = \frac{H_{EP}}{k}$  ile ifade edilir ve k; (Berkovich uç için 1/24.5=0.0408) yükten ba ımsız sertlikle ilgili bir sabittir (Peng ve ark., 2004). E itlik (27) ile verilen t ve  $h_o$ 'de erlerini,  $P_{\text{maks}}^{\frac{1}{2}} - h_c$ ' ye göre grafi i çizilerek elde edilebilir.

### 2.7.5. Orantılı Numune Direnci (OND) Modeli

Bu model, Hays-Kendall yakla ımının geli tirilmi eklidir. Li ve Bradt (1993), tarafından ortaya konulmu tur. Bu modele göre çentik derinli inin do rusal olarak artı gösterdi i ve numune direncinin sabit olmadı 1 kabul edilir.

$$W = a_1 h_c \tag{28}$$

Buna göre çentme yükü ile girme derinli i arasında;

$$P_{etkin} = P_{maks} - W = P_{maks} - a_1 h_c = a_2 h_c^2$$
<sup>(29)</sup>

ili kisi vardır. E itlik (29) ile verilen  $a_1$  ve  $a_2$  parametreleri, Li ve Brandt'e göre malzemenin elastik ve plastik özellikleri ile ilgili sabittir.  $a_2$  de eri, yükten ba ımsız sertli in ölçüsüdür. Mikroçentme deneyinde Berkovich çentici ile yapılan deney için H<sub>PSR</sub> de eri direkt olarak  $a_2$ 'den elde edilebilir.

$$H_{OND} = \frac{P_{etkin}}{24.5h_c^2} = \frac{P_{maks} - a_1h_c}{24.5h_c^2} = \frac{a_2}{24.5}$$
(30)

E itlik (29), a a ıdaki E itlik (31) eklinde yeniden düzenlenebilir.

$$\frac{P_{maks}}{h_c} = a_1 + a_2 h_c \tag{31}$$

Buradaki  $a_1$  ve  $a_2$  parametreleri,  $P_{max}/h_c$ - $h_c$  göre grafi i çizilerek elde edilebilir. Çentik Boyut Etkisi (ÇBE) deneylerinde, OND modelinin uygulanabilirli i;

$$(H_{OND})_1 = (\frac{P_{maks} - a_1 h_c}{24.5 h_c^2})$$
 ve  $(H_{OND})_2 = a_2/24.5$  E itliklerinden elde edilen H<sub>PSR</sub>

de erleri kar ıla tırılabilir.

#### 2.7.6. Geli tirilmi Orantılı Numune Direnci (GOND) Modeli

Çentik boyut etkisi (ÇBE) davranı larının açıklanması için önerilen bu model PSR modelinin geli tirlmi ekli Gong ve ark., (1999) yılında E itlik (32) ile ifade etmi lerdir.

$$P_{maks} = a_o + a_1 h_c + a_2 h_c^2 \tag{32}$$

E itlik (32) ile verilen,  $a_0$ ; yüzey i lemlerinin neden oldu u artık zor ile ilgili sabit,  $a_1$  ve  $a_2$  parametreleri, (Bkz. Bölüm 2.7.5.) OND modelinde açıklanan aynı fiziksel anlama sahip parametrelerdir. GOND modelinde yükten ba ımsız sertlik de erini hesaplamak için iki yol vardır.

$$(H)_{\text{GOND } I} = (P_{maks} - a_o - a_1 h_c) / (24.5 h_c^2)$$

$$(H)_{\text{GOND } 2} = a_2 / 24.5$$
(33)

Meyer kanunu dı ındaki modellerde, sertli in yüke ba ımlı kısmından, yükten ba ımsız kısmı ayrılmaya çalı ılmı tır. Bu nedenle, her bir modelde numunelerin sertli ini tanımlayan sabitlerin bulunması a ırtıcı de ildir. Ayrıca, farklı kristallerin ÇBE davranı ını açıklamak için yapılan çalı malar, bu modellerden herhangi birinin en iyi olarak kabul edilemeyece ini göstermi tir (Sangwal ve ark., 2003).

#### 2.7.7. Enerji Yakla ımı Modeli

Bu model, çentik deneylerinde harcanan enerji ya da çentme sırasında yapılan i olarak tanımlanır. Enerjiler, yükleme-bo altma e risinin integrali alınarak hesaplanır. ekil 2.17. 'dan görüldü ü gibi yükleme e risinin altında kalan alan, çentme sırasındaki toplam  $W_T$  i i (enerjiyi), bo altma e risinin altında kalan ise elastik i i ( $W_E$ ) verir.



ekil 2.17. ematik P-h e risi üzerinde  $W_T$ ,  $W_P$ ,  $W_E$  enerjilerinin gösterimi

Plastik i i ise E itlik (34) ile ifade edilir.

$$W_P = W_T - W_E \tag{34}$$

Stilwell ve Tabor, (1961) yılında çalı malarında enerji yakla ımıyla ilk kez malzemenin sertlik de erinin hesaplanabilece ini önermi lerdir. Buna göre geleneksel sertlik ifadesindeki yükün, olu an izin iz dü üm alanına oranı,  $W_P$ 'nin plastik olarak deforme olmu hacmine ( $V_P$ ) bölümüne e it oldu unu göstermi lerdir.

$$\frac{Y\ddot{u}k, P(N)}{Plastik \ Alan(m^2)} = \frac{Plastik \ Enerji, \ W_P(J)}{Plastik \ Hacim, \ V_P(m^3)}$$
(35)

 $W_T$ , yükleme e risinin integrali alınarak elde edilebilir. Genellikle, keskin bir çentici ile yapılan bir çentme deneyinde elastik-plastik bir malzemenin yükleme davranı 1

 $P=Ch^2$ denklemine uyar. Burada C bir sabit, h ise girme derinli idir (Beegan ve ark., 2005).

$$W_{T} = \int_{0}^{h_{maks}} P(h)dh = \int_{0}^{h_{maks}} Ch^{2}dh = \frac{P_{maks}h_{maks}}{3}$$
(36)

Elastik ve plastik enerjinin toplamı,  $W_T$  toplam enerjiye e ittir. Stilwell ve Tabor (1961),  $h_f/h_{maks}$ 'ın oranının  $W_P/W_T$ 'ye e it oldu unu göstermi lerdir. Bu ili ki E itlik (37) ile ifade edilir.

$$\frac{W_E}{W_T} = 1 - \frac{W_P}{W_T} = 1 - \frac{h_f}{h_{maks}}$$
(37)

Tuck ve ark. (2001), yaptıkları çalı mada sertli in enerji yakla ımı ile hesaplanabilece ini göstermi lerdir.

$$H_{W} = \frac{|P_{maks}|^{3}}{9W_{P}^{2}}$$
(38)

E itlik (38) ile verilen bir sabit olup Berkovich çentici için 0,0408'e, Vickers çentici için 0,0378'e e ittir. Ayrıca indirgenmi elastik modülü hesabı için E itlik (39) öne sürülmü tür (Oliver ve Pharr, 2004; Mukhopadhyay ve ark., 2001).

$$\frac{W_E}{W_T} = 5 \left(\frac{H}{E_r}\right) \tag{39}$$

Hesaplamalarda kontak derinli ine ihtiyaç duyulmaması bu yakla 1m için büyük avantaj sa lar. Bu avantaj sayesinde sertlik (H) ve indirgenmi elastite modülü ( $E_r$ ) hesaplamaları, çentme i lemi sırasında olu an yı ılma ve çökme durumlarından etkilenmez.

### **3.MATERYAL VE YÖNTEM**

### 3.1. Numunelerin Üretilmesi

Numunelerin tamamı amorf B (Bor) tozu, Malik asit ( $C_4H_6O_5$ ) tozu (katı formda) ve tolüen (çözücü olarak kullanılan sıvı) kullanılarak hazırlanmı tır. Ba langıçta B, Malik asit ve tolüeni cam kapta karı tırılmı tır. Tolüenin sıvı formda olması nedeniyle çamurumsu bir görünümü sahip olacak ekildedir. Cam kapları ilk ısıl i lem için, 150 °C sıcaklı ındaki vakumlu etüv fırın altında 3 saat bekletilmi tir. So uyunca ö ütüp uygun miktarda ki Mg tozu (%5 ilave Mg) eklenmi tir. Homojen karı ım 1 saat karı tırılmı ve 10 ton basınç altında külçe eklinde preslenmi tir.

kinci ısıl i lem için numuneler tüp fırına (Ta folyaya sararak) yerle tirilmi tir. 650° C de 2 saat bekletilmi tir. Tüm ısıl i lem boyunca 12 bar Ar gazı sürekli olarak verilmi tir. So uduktan sonra tekrar 1,5 saat ö ütülmü ve 10 ton basınç altında preslenmi tir. Üçüncü ısıl i lem için numuneleri Ta folyaya sarılarak 850 °C de yarım saat bekletilmi tir. Numunelere Malik asit katkısı a ırlıkça % 2, 4, oranında yapılmı tır (Sava kan ve ark., 2014) bu tez çalı masında kullanılan numuneler katkısız, %2 ve %4 malik asit katkılı olmak üzere 3 adettir.

### 3.2. Malzemenin Hazırlanması ve Parlatılması

Numunelere çentme testi yapılmadan önce bir takım i lemlerden geçmek zorundadır. Bu i lemler kalıplama ve parlatma i lemi olarak iki a amadan olu maktadır.

**Kalıplama:** Numunelerin çentme i leminden önce ilk olarak so uk kalıplama i lemine tabi tutulurlar. Bu a amada, 15 birim epoksi ve 2 birim sertle tirici karı ım haline getirilerek, karı ım 15 dakika boyunca karı tırıldı. Elde edilen bu karı ım, önceden kalıp içine konulmu numunelerin üzerine döküldü ve sertle mesi için yakla ık 8 saat bekletildi.



ekil 3.1. Kullanılan kalıp malzemeleri ve kalıplanmı numune örne i

**Parlatma:** Çentme i lemine ba lamadan önce numune yüzeylerinin parlatılması büyük bir önem arz etmektedir. Parlatma i leminin yapılı 1 birkaç adımdan olu maktadır. Parlatma i leminde, numune yüzeyinde olu an deformasyonu en aza indirebilmek için her adımda bir öncekinde kullanılan a ındırıcıdan daha ince a ındırıcı kullanıldı. Parlatma i lemi ekil 3.2' de gösterilen Gripo-2V cihazında yapıldı. Ik olarak numuneler sırasıyla 1000, 1200, 2400 meshlik zımpara kâ ıtlarına tutuldu. Bu i lemler sırasında, numunenin ısınmasını engellemek için zımpara kâ ıtlarına sürekli su tatbik edildi. Numuneler zımpara kâ ıtlarına tabi tutulduktan sonra, parlatma i lemi için suyla süspansiyon halinde bulunan farklı tane boyutlarına sahip elmas tanecikler kullanıldı. Sırasıyla, 3µm ve 1µm boyutlarındaki elmas süspansiyonları farklı çuhaların üzerine uygulandı. Bütün parlatma i lemlerinde çarkın devir hızı 320 devir/dk. Olarak ayarlandı. lemler sonrasında numune yüzeyinde kalan parçacıkların çizici etkisini engellemek için, numuneler bol suyla yıkandı.



ekil. 3.2. Parlatma cihazı

### 3. 3. Malzemelerin Mekaniksel Özelliklerin ncelenmesi

Numunelerin mekanik karakterizasyonu ekil 3.3' de gösterilen nano-çentme (UMT-NH2, Bruker) test cihazı kullanıldı. Çentik testinde Berkovich uç kullanılmı tır. Cihazın yük ve yer de i tirme hassasiyeti sırasıyla  $\pm 0,1$  µN ve  $\pm 0,02$  nm' dir. Analizler yükleme-bo altma (load-unload) modunda yapılmı tır. Yükleme-bo altma analizleri, 100, 200, 300, 400 ve 500 mN'luk yükler, uygulanarak malzemeye ait sertlik (H) ve indirgenmi elastik modülü (E<sub>r</sub>) de erleri elde edilmi tir. Elde edilen de erlerin güvenirli i artırmak için, her bir malzeme için ölçümler 5 defa tekrarlanmı tır. Ayrıca, iç sürtünme ölçümleri 50-500 mN yük aralı ında gerçekle tirildi.



ekil 3.3. Nano-çentik test cihazı (UMT/NH-2, Bruker)

### 3.4. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi

Tez kapsamında üretilen numunelerin yapısal özellikleri, mikro yapılarının daha net görülebilmesi için taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmi tir. Bu mikro yapı analizlerine yönelik incelemeler Bülent Ecevit Üniversitesi Bilimsel Ara tırma Merkezi laboratuarında yapılmı olup, SEM foto rafları, QUANTA FEG 450 model Taramalı Elektron Mikroskobuyla 20 kV potansiyeli altında alındı (ekil 3.4).



ekil 3.4. Taramalı elektron mikroskobu

## 3.5. X-I ını Kırınım (XRD) Analizi

X-1 111 kırınımı analizi, Karadeniz Teknik Üniversitesi'nde Rigaku D/Max-IIIC difraktometresi (ekil 3.5.) kullanılarak yapıldı. Deneyde CuK 1 111111 (40 kV, 30 mA) kullanıldı ve ölçümler ölçüm aralı 1 20° 2 80° ve tarama hızı  $0.2^{\circ}$ /dak. olacak ekilde seçildi (Sava kan ve ark., 2014).



ekil 3.5. X-1 ınları difraktometresi

### 4. BULGULAR ve TARTI MA

Tez kapsamında, farklı miktarlarda (a .% 0, 2, 4) Malik asit içeren MgB<sub>2</sub> süperiletken numuneleri katıhal tepkime metodu ile üretildi. Numunelerin mekaniksel özellikleri Berkovich uçlu ultra dinamik nano çentik test cihazı kullanılarak karakterize edildi. Mekaniksel özelliklerin belirlenebilmesi için numunelere 100, 200, 300, 400, 500 mN'luk yükler uygulayarak yük-yer de i tirme e rileri elde edildi. Mekaniksel özelliklerin (sertlik ve indirgenmi elastisite modülü) belirlenmesi için Oliver-Pharr modeli kullanıldı. Oliver-Pharr modelinden elde edilen sertlik-yük de i imlerinin ÇBE davranı 1 gösterdi i gözlendi. Malzemelerin gerçek sertli inin belirlenebilmesi amacı ile literatürde hacimsel (bulk) malzemeler için ço unlukla tercih edilen GOND modeli kullanıldı. ç sürtünme davranı nını belirlenmesi için 50-500 mN yük aralı ında 15 tekrarlı çevrim (cycle) testi yapılarak, numunelerin iç sürtünme katsayısı de erleri tespit edildi. Ayrıca, numunelere ait XRD ve SEM analizleri yapıldı. Elde edilen bu sonuçlar mekaniksel özellikler ile kar ıla tırılmalı olarak tartı ıldı.

### 4.1. X-1 INI KIRINIMI (XRD) Analizleri

Katkısız MgB<sub>2</sub> ile a .%2 ve %4 Malik Asit ( $C_4H_6O_5$ ) katkılı MgB<sub>2</sub> numunelerinin X-1 ınları kırınımı desenleri ekil 4.1'de gösterilmektedir. ekil 4.1'den görüldü ü üzere, 2 =62.2°' ki küçük pik haricinde, di er piklerinin tamamı P6/mmm uzay grubuna ait hegzagonal MgB<sub>2</sub>' ye aittir. MgO safsızlık fazı bütün numunelerde görülmektedir (Singh ve ark., 2014). ekil 4.1' den hesaplanan örgü parametreleri, c/a oranları, hücre hacimleri ve yarı maksimumdaki tam geni lik (FWHM) de erleri Çizelge 4.1.'de listelenmektedir. Çizelge 4.1.' den görüldü ü üzere malik asit oranıyla birlikte a ve c parametreleri azalmaktadır. c/a oranındaki de i me ise oldukça küçüktür. Literatürde, örgü parametrelerinde görülen bu azalma C atomlarının B bölgelerine yerle mesiyle açıklanmaktadır. Bunun ise ısıl i lem esnasında  $C_4H_6O_5$ 'ın bozunmasıyla ortaya çıkan C atomlarının MgB<sub>2</sub> örgüsüne yerle mesiyle gerçekle ti i ortaya konulmu tur (Kim ve ark., 2007; Hossain ve ark., 2007; Vajpayee ve ark., 2009; Maeda ve ark., 2011; Sava kan ve ark., 2014). Ayrıca, karbonun atom çapının borunkinden küçük olması sebebiyle, C atomunu B bölgesine yerle ti inde "a" örgü parametresinde do al olarak bir azalma gözlenir (Qin ve ark., 2015). C' nun B ile yer de i tirmesi FWHM de erlerinden de anla ılabilmektedir (Çizelge 4.1.) Malik asit katkılı numunelerin FWHM de erleri katkısız numuneninkine göre bir miktar artmaktadır. Katkısız numunede 59,88'de görülen (110) pikinin, a .%4 malik asit katkılı numunede daha yüksek 60,04°' ye kayması, a-örgü parametresindeki azalmayı desteklemektedir (Sava kan ve ark., 2014).



4.1. Katkısız ve Malik asit katkılı numunelerine ait X-1 ınları kırınım desenleri

Malik asit ( $C_4H_6O_5$ ) katkısı (a . %)	Kafes parametreleri		c/a	Hücre hacimleri	FWHM (°)		
	a (Å)	c (Å)		$(\text{\AA})^3$	(002)	(110)	(100)
0	3.0876	3.5320	1.1439	29.16	0.286	0.295	0.222
2	3.0807	3.5256	1.1444	28.98	0.320	0.382	0.271
4	3.0801	3.5206	1.1430	28.92	0.312	0.375	0.242

**Çizelge 4.1**. Katkısız ve Malik Asit katkılı  $MgB_2$  tabletlerinin örgü parametreleri, örgü parametrelerinin oranları, hücre hacimleri ve yarı maksimumdaki tam geni lik (FWHM) de erleri

### 4.2. SEM Analizi

ekil 4.2.' de numunelere ait dü ük (500X) ve yüksek büyütmelerde (2500X) alınan SEM görüntüleri verilmektedir. Katkısız numunenin büyük taneli bir mikro yapıya sahip oldu u görülmektedir ( ekil 4.2a,b). ekil 4.2 c,d'de gösterilen a .%2 Malik asit katkılı numunede ise tane boyutunun büyük oranda azaldı 1 görülmektedir. Malik asit katkısı a .%4'e çıktı ında tane boyutunun ( ekil 4.2 e,f), Katkısız numune ile a .%2 katkılı numune arasında oldu u saptanmı tır. Söz konusu sonuçlar Debye-Scherrer formülü (E itlik 40) ile uyum içerisindedir.

$$t = \frac{0.9\}}{B\cos_{"}}$$
(40)

Burada, B; yarı maksimumdaki tam geni lik, t; tane boyutu, ; gelen 1 min dalga boyudur. Bu denkleme göre yorum yapıldı ında x-1 inları sonuçları ile SEM sonuçları uyum içerisindedir. X-1 inları sonuçları incelendi inde %2 ve % 4 Malik asit katkılı numunelerdeki yarı maksimumdaki tam geni li in arttı 1 görülmü tür. Buna göre de kristalin tane boyutu Katkısız numuneye göre azalaca 1 beklentisi SEM analizleri ve Debye-Scherrer formülü ile de desteklenmektedir. Katkısız, %2 ve %4 Malik asit katkılı numune yüzeylerinde görülen beyaz noktaların, XRD kırınım desenlerinde tespit edilen MgO fazına ait oldu unu dü ünmekteyiz. Ayrıca, numunelerin mikro yapılarında görülen bo lukların malik asit katkılı numunelerde büyük oranda azaldı 1 görülmektedir.



ekil 4.2. Katkısız (a,b), %2 Malik asit katkılı (c,d), %4 Malik asit katkılı (e,f)  $MgB_2$  numunelerine ait dü ük (500X) ve yüksek büyütmelerde (2500X) alınan SEM görüntüleri

### 4.3. Mekanik Karakterizasyon (Nanoçentme Analizi )

ekil 4.3-4.17.'de her bir numune için farklı maksimum yüklerdeki (100, 200, 300, 400 ve 500 mN) yük-yer de i tirme e rileri gösterilmektedir. Numunelerin farklı bölgelerinden elde edilen yük-yer de i tirme e rileri incelendi inde hepsinin benzer bir davranı (elasto-plastik) sergiledi i görülmektedir. Bunun yanında bazı ölçümlerde malzemelerde ortaya çıkan mikro çatlakların sebep oldu u süreksizliklerde gözlenmi tir.



ekil 4.3. Katkısız MgB2 numunesinin 100 mN yük-yerde i tirme e risi



ekil 4.4. Katkısız MgB2 numunesinin 200 mN yük-yerde i tirme e risi



ekil 4.5. Katkısız  $MgB_2$  numunesinin 300 mN yük-yerde i tirme e risi



ekil 4.6. Katkısız MgB2 numunesinin 400 mN yük-yerde i tirme e risi



ekil 4.7. Katkısız  $MgB_2$  numunesinin 500 mN yük-yerde i tirme e risi



ekil 4.8. %2 Malik asit katkılı MgB2 numunesinin 100 mN yük-yerde i tirme e risi



ekil 4.9. %2 Malik asit katkılı MgB2 numunesinin 200 mN yük-yerde i tirme e risi



ekil 4.10. %2 Malik asit katkılı MgB2 numunesinin 300 mN yük-yerde i tirme e risi



ekil 4.11. %2 Malik asit katkılı MgB2 numunesinin 400 mN yük-yerde i tirme e risi



ekil 4.12. %2 Malik asit katkılı  $MgB_2$  numunesinin 500 mN yük-yerde i tirme e risi



ekil 4.13. %4 Malik asit katkılı MgB $_2$ numunesinin 100 mN yük-yerde $\,i\,$  tirme e  $\,$ risi



ekil 4.14. %4 Malik asit katkılı MgB2 numunesinin 200 mN yük-yerde i tirme e risi



ekil 4.15. %4 Malik asit katkılı MgB2 numunesinin 300 mN yük-yerde i tirme e risi



ekil 4.16. %4 Malik asit katkılı MgB2 numunesinin 400 mN yük-yerde i tirme e risi



ekil 4.17. %4 Malik asit katkılı MgB2 numunesinin 500 mN yük-yerde i tirme e risi

Numunelerin sertlik ve indirgenmi elastisite modülü de erleri, yük-yer de i tirme e rilerinin Oliver-Pharr yakla ımıyla analiz edilmesinden hesaplanmı tır. Yapılan hesaplamalar sonucunda sertli in yüke ba lı de i imi ekil 4.18.'de gösterilmektedir.



ekil 4.18. Sertli in yüke ba lı de i imi

ekil 4.18.'den görüldü ü gibi sertlik de erlerinin artan yükle birlikte eksponansiyel bir biçimde azaldı 1 görülmektedir. Bu olay literatürde iyi bilinen çentik boyut etkisi (ÇBE) davranı 1 olarak bilinmektedir (Nix ve Gao, 1998; Elmustafa ve Stone, 2002; Kölemen, 2006). Bu davranı biçimi tipi sadece süperiletken malzemelere ait bir davranı de ildir. Aynı zamanda, ala ım, tek kristal ve seramik malzemelerde de gözlenmi tir (Uzun ve ark., 2005; ahin ve ark., 2008, 2008). Numunelere ait sertlik de erlerindeki de i imi etkileyen nedenler; batıcı uçun körlü ü, malzeme yüzeyinde olu an oksitlenmeler, cihazın kalibrasyon yetersizli i, yüzey pürüzlülü ü, parlatma i lemi sırasında uygulanan zorlamalar, malzeme yüzeyinde meydana gelen i lem sertle mesi olarak gösterilmektedir (Uzun ve ark., 2010) ekil 4.18. ayrıca incelendi inde malik asit katkılı numunelerin, Katkısız MgB<sub>2</sub> numunesinden daha yüksek sertlik de erine sahip oldu u görüldü. ekilden görüldü ü gibi a .%2 katkılı numunenin sertlik de eri, a .%4 katkılı numunenin sertlik de erinden daha yüksek oldu u görülmektedir.



ekil 4.19. ndirgenmi Elastisite modülünün yüke ba lı de i imi

Numunelere ait indirgenmi elastisite modülünün yüke ba lı de i imi ise ekil 4.19.' da gösterilmektedir. Sertli in yüke ba lı de i iminden gözlenen eksponansiyel azalma davranı ı indirgenmi elastisite modülü de erlerinde de gözlenmektedir. Malzemelerin sertlik ve indirgenmi elastisite modülü davranı larındaki de i imin benzer e ilimi göstermesi literatürde var olan çalı malar da gözlenen bir sonuçtur (Kölemen ve ark., 2006; ahin ve ark., 2008).

ekilden görüldü ü gibi uygulanan yük arttıkça, indirgenmi elastisite modülü de erlerinde azalma oldu u görülmektedir. Aynı zamanda, malik asit katkısıyla birlikte indirgenmi elastisite modülü de erlerinde bir artı söz konusudur. Sertlik ve indirgenmi elastisite modülünün yüke ba lı de i iminden ( ekil 4.18 ve ekil 4.19), a .%2 katkılı numunenin, a .%4 katkılı numuneye göre daha yüksek sertlik ve indirgenmi elastisite modülü de erlerine sahip oldu u görülmektedir (Çizelge 4.2.).

Literatürden bilindi i üzere malzemelerin mekaniksel özellikleri tane boyutuna ba lı olarak de i mektedir. nce taneli bir yapıya sahip olan malzemenin mukavemeti, kaba taneli bir yapıya sahip olan malzemeden daha yüksek de ere sahiptir. Bu yüksek de ere sebebiyet veren özellik, ince yapılı tanelere sahip olan kristallerin tane sınırlarının fazla olu udur. Bununla beraber malzemelerdeki bu tane sınırları, dislokasyonların hareketini engellemeye çalı an birer bariyer olarak görev yapar. Buna göre, malzemelerde tane sınırının fazla olması, dislokasyon birikmesine neden olacaktır. Dislokasyon birikmesi fazlala tıkça, malzemelerin mukavemetinde artı olması beklenen bir sonuçtur. Dolayısıyla a .%2 Malik asit katkılı numunenin en yüksek sertlik de erinde olması, di er malzemelere göre daha ince taneli yapıya sahip olmasından kaynaklanmaktadır. Bu sonuç, SEM görüntüleriyle (bkz. ekil 4.2) desteklenmektedir.

Uygulanan	Katkısız	Katkısız	a .%2 Malik	a. %2 Malik	a.%4	a. %4 Malik
Yük	$MgB_2$	$MgB_2$	asit katkılı	asit katkılı	Malik asit	asit katkılı
(mN)	numunesinin	numunesinin	$MgB_2$	$MgB_2$	katkılı MgB <sub>2</sub>	$MgB_2$
	Sertlik	ndirgenmi	numunesinin	numunesinin	numunesinin	numunesinin
	de eri	elastisite	Sertlik	ndirgenmi	Sertlik	ndirgenmi
	(GPa)	modülü	de eri	elastisite	de eri	elastisite
		(GPa)	(GPa)	modülü	(GPa)	modülü
				(GPa)		(GPa)
100	2.1202	35.4016	2.5663	62.3712	2.2862	52.3780
200	1 8266	29 2676	2 3356	58 1090	2 0602	46 2426
200	1.0200	29.2070	2.3330	50.1070	2.0002	10.2120
200	1 5270	26 2767	2 1106	51 6992	1 9629	11 5 17 1
300	1.5579	20.2707	2.1190	54.0005	1.0030	41.3471
	1.0100		1.0504		1 = 2 < 0	20.420.6
400	1.3130	25.8998	1.9794	53.7175	1.7368	39.4396
500	1.1621	24.2785	1.9654	52.2241	1.6875	34.1366

Çizelge 4.2. Katkısız ve Malik asit katkılı MgB2numunelerine ait sertlik ve elastisite modülü de erleri

ekil 4.18'deki sertlik de erlerindeki gözlenen de i im, üzerinde çalı tı ımız malzemelerin tek bir sertlik (do ru sertlik) de erinin belirlenmesi ihtiyacını ortaya çıkarmı tır.
Literatürde, Kölemen ve ark., 2006; Toplu ve ark., 2015; Barakat ve ark., 2015 yaptı 1 ara tırmalarda seramik malzemelerin bir ço unda da buna benzer davranı gözlemi ve gerçek sertlik de erinin bulunması için GOND modelini uygulamı lardır. ekil 4.20-4.22' de numunelere ait P-h e rileri gösterilmektedir. GOND modeline göre gerçek sertlik de eri P'nin hc' ye göre grafi i çizilerek elde edilen e rinin fit de eri (a2), kullanılarak E itlik (32) ile hesaplanmı tır. Yapılan hesaplamalardan elde edilen gerçek sertlik de erleri sonuçları % 0, %2 ve %4 Malik asit katkılı malzemeler için sırasıyla 1.15GPa, 1.98GPa ve 1.66GPa eklindedir. Literatürdeki ara tırmalardan sertlik de erlerinin artan yükle beraber azaldı 1 ve daha sonra büyük yük de erlerinde ise platoya ula acak ekilde bir davranı sergiledi i bilinmektedir. Bu plato bölgesine kar ılık gelen sertlik de erinin ise gerçek sertlik de eri oldu u (Quinn ve Quinn, 1997; Kölemen ve ark., 2006) ve bunun GOND modelinden elde edilen sertlik de erine kar ılık geldi i belirtilmi tir (Kölemen, 2006;, Kölemen ve ark., 2006). Dolayısıyla çalı mamızda GOND modelinden elde etti imiz 1.15GPa, 1.98GPa ve 1.66GPa sertlik de erlerinin ekil 4.18' deki plato de erlerine yakın bir de er de oldu u açıkça görülmektedir.



ekil 4.20 Katkısız MgB2 numunesine ait P-hc ' göre grafi i



ekil 4.21. %2 Malik asit katkılı MgB $_2$  numunesine ait P-h  $_{\rm c}$  ' göre grafi  $\,$  i



ekil 4.22. %4 Malik asit katkılı MgB2 numunesine ait P-hc ' göre grafi i

Çizelge 4.3' de numunelerimize ve literatürden alınan farklı MgB<sub>2</sub> numunelere ait sertlik de erleri gösterilmektedir. Çizelge 4.3' den görüldü ü gibi üzerinde çalı tı ımız numunelerin sertlik de erleri, bir çok numuneye kıyasla daha dü ük sertlik de erine sahiptir. Bilindi i üzere malzemelerin sertlik de eri yükseldikçe, daha kırılgan bir yapıya sahip olmaktadır. Bu nedenle üzerinde çalı tı ımız numunelerin sertlik de erlerinin dü ük olması, literatürde üzerinde çalı ma yapılan di er numunelere kıyasla daha e ilebilir ve bükülebilir bir yapıya sahip oldu unu açıkça göstermektedir. Bu yüzden üzerinde çalı tı ımız malzemelerin uygulama alanında, tel ve erit yapımında daha faydalı olaca ı sonucu açık bir ekilde görülmektedir.

Malzeme	Literatür	Ölçüm	Yük	Sertlik	Gerçek	Elastisite
		Methodu	Aralı 1	(GPa)	sertlik	Modülü
			(mN)		de eri	(GPa)
					(GPa)	
MgB <sub>2</sub>	Sunulan çalı ma	Nanoçentme	100-500	2.12-1.16	1.15	35.40-24.27
$\begin{array}{c}a~.\%2\\C_4H_6O_5+\\MgB_2\end{array}$	Sunulan çalı ma	Nanoçentme	100-500	2.56-1.96	1.98	62.37-52.22
$\begin{array}{c}a .\%4\\C_4H_6O_5+\\MgB_2\end{array}$	Sunulan çalı ma	Nanoçentme	100-500	2.28-1.68	1.66	52.37-34.13
MgB <sub>2</sub>	Uzun ve ark., 2008	Dinamik Ultra Mikro Sertlik	300- 1500		1.59	13.27
MgB <sub>2</sub> ince filmi	Ozmetin ve ark., 2015	Nanoçentme	100-400		11.72	178.13
MgB <sub>2</sub>	Kölemen, 2006	Dinamik Ultra Mikro Sertlik	300- 1500	10.29-4.33		

Çizelge 4.3. Literatürden alınmı farklı numunelere ait sertlik ve elasitisite modülü de erleri

#### 4.4. Çevrim (Cycle) Testi Analizi

Çevrim testinde, batıçı uç belirli bir minumun (50 mN) ve maksimum (500 mN) yük de erlerinde malzeme yüzeyine batırılır ve çıkarılır. Çevrim testi i leminden sonra, her çevrimde kaybolan enerji hesaplanabilmektedir. Her çevrimde kaybolan enerji, malzemenin darbe (damping) sönümleme özelli i hakkında bilgi verir. Çevrim testlerinde darbe sönümleme özelli iyle ili kili olan iç sürtünme katsayısı hesaplanabilinmektedir (Nagy ve ark., 2004; Uzun ve ark., 2010). Her çevrim i leminden sonra bir miktar enerji kaybı görülmektedir. Bu enerji kaybının nedeni (bkz. Bölüm 2.5.3.) iç sürtünme (S) de erleriyle ili kilidir. ekil 4.23., ekil 4.24., ekil 4.25.'de Katkısız, %2 ve %4 Malik asit katkılı MgB<sub>2</sub> numunelerine ait çevrim testlerinden elde edilen yük-yer de i tirme e rileri verilmektedir.



ekil 4.23. Katkısız MgB<sub>2</sub> numunesine ait çevrim testlerinden elde edilen yük-yer de i tirme e risi



ekil 4.24. %2 Malik asit katkılı MgB $_2$  numunesine ait çevrim testlerinden elde edilen yükyer de i tirme e risi



ekil 4.25. %4 Malik asit katkılı  $MgB_2$  numunesine ait çevrim testlerinden elde edilen yük-yer de i tirme e risi

Her çevrimde elde olu an ilmek (loop) alanlarının, çevrim sayısı arttıkça azaldı 1 görülmektedir. Olu an ilmek alanları, her çevrimde numune tarafından so urulan enerjiyi göstermektedir. ekil 4.26'de Katkısız MgB<sub>2</sub> numunesine ait 1'inci ve 14'üncü çevrimlerinden olu an ilmek alanları gösterilmektedir. Imek alanlarının giderek azaldı 1, 14'üncü çevrimde doyuma ula tı 1 görülmektedir. Bu doyumun nedeni, çevrimden sonra meydana gelen i lem sertle mesinden kaynaklanmaktadır.



ekil 4.26. Katkısız MgB<sub>2</sub> numunesine ait 1'inci ve 14'üncü çevrimlerinden olu an ilmek alanlar

ekil 4.27'de Katkısız MgB<sub>2</sub>, %2 ve %4 Malik asit katkılı MgB<sub>2</sub> numunelerine ait iç sürtünme katsayısı de erleri gösterilmektedir.



ekil 4.27. Katkısız, %2 ve %4 Malik asit katkılı  $MgB_2$  numunelerine ait iç sürtünme katsayısı de erleri

ekil 4.27'den görüldü ü gibi çevrim sayısı arttıkça numunelere ait iç sürtünme katsayısı de erlerinde bir azalı oldu u ve 6'ıncı çevrimden sonra doyuma ula arak de i medi i görülür. ekil 4.27.' den görülen iç sürtünme katsayısı sırasıyla, Katkısız MgB<sub>2</sub> için 0.0256-0.0067, %2 Malik asit katkılı numune için 0.0432-0.0143 ve %4 Malik asit katkılı numune için 0.0444-0.0161 de erleri arasında de i mektedir. Malik asit katkısıyla birlikte iç sürtünme katsayısı de erlerinde artı oldu u görülmektedir. ç sürtünme katsayısı, darbe sönümleme karakterinin bir ölçüsü olup, de eri yükseldikçe malzemenin darbe sönümleme kabiliyetinin daha iyi olması anlamına gelir (Gül, 2015). Buna göre, %4 Malik asit katkılı MgB<sub>2</sub> numunesi, Katkısız MgB<sub>2</sub> ve %2 Malik asit katkılı MgB<sub>2</sub> numunesine göre, yüksek darbe sönümleme kabiliyetine sahip oldu unu görülmektedir. Çevrim sayısı arttıkça sönümleme hızı azalır, %4 katkılı numunenin sönümleme hızı, di er numunelere oranla daha yüksek de ere sahiptir.

### **5. SONUÇLAR**

• Katkısız ve Malik asit katkılı (%2, %4) MgB<sub>2</sub> numunelerinin sertlik ve indirgenmi elastik modülü de erlerinin açık bir ekilde yüke ba lı oldu u gözlenmi tir.

• Artan yükle beraber sertlik ve indirgenmi elastik modülü de erlerinin azaldı 1 tespit edilmi tir.

• Sertlik ve indirgenmi elastik modülü de erlerinin yüke ba lı davranı ekillerinin birbirine benzer ekilde olu u sonuçların literatür ile uyum içerisinde oldu unu göstermektedir.

• SEM görüntüleri ve XRD sonuçlarına bakıldı ında mekaniksel özellikler ölçüm sonuçlarıyla uyum içerisindedir.

• Malik asit katkısıyla birlikte sertlik ve indirgenmi elastik modülü de erlerinin arttı 1 gözlenmi tir.

• Katkısız ve Malik asit katkılı (%2, %4) MgB<sub>2</sub> numunelerinin iç sürtünme de erlerinin döngü (cycle) sayısının artmasıyla birlikte azalma gösterdi i gözlenmi tir.

• 6.döngüden sonra Malik asit katkılı  $MgB_2$  numunelerinin iç sürtünme de erlerinin Katkısız numuneye göre daha belirgin bir ekilde arttı 1 gözlenmi tir.

• Geli tirilmi Orantılı Numune Dirençi (GOND) modeli ile hesaplama yapılarak elde edilen gerçek sertlik de erlerinin plato bölgesine yakın de erler oldu u tespit edilmi tir.

• Üzerinde çalı tı ımız malik asit katkılı MgB<sub>2</sub> numuneleri literatürde çalı ılan di er MgB<sub>2</sub> numunelerine göre daha dü ük sertlik de erlerine sahiptir.

• Çalı mamızda üretilen malzemelerin sertlik de erlerinin literatürdeki di er malzemelerin sertlik de erlerinden küçük olması, uygulama alanında kullanılan süperiletken tel, erit ve filmlerin yapımında daha kolaylıklar sa layacaktır.

Bu tez çalı masında yapılan katkılara ek olarak de i ik yüzdelerde Malik asit katılarak optimum artların belirlenmesine gidilebilir. Mekaniksel özelliklerin belirlenmesi üzerine yapılan deneysel çalı maların (yükleme-bo altma ve çevrim testi) yanında yükleme-bekleme-bo altma, kademeli-yükleme-bo altma testleri yapılabilir.

64

### KAYNAKLAR

- Annet, J.F., 2003. "Superconductivity, Superfluids and Condesates", Oxford University Press University of Bristol, 138p.
- Aymak, E., 2006. MgB<sub>2</sub> Süperiletkeninin Gerçek Sertlik De erinin Dinami Mikrosertlik Tekni iyle ncelenmesi. (Y.Lisans Tezi), Gaziosmanpa a Üniversitesi Fizik Bölümü, Tokat
- Armstrong, R.W., Ferrantilouis, J.R. ve Thadhani Naresh, N., 2006. Elastic/palstic/crackin indentation behaviour of hard materials. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 24 (1-2), 11-16.
- Ate, H., 2001, "Y0.4V0.6Ba2Cu3Oz süperiletken sisteminin karakterizasyonu", II.Ulusal Yüksek Sıcaklık Süperiletkenler Sempozyumu, Malatya.
- Aydin H., Cakiroglu O., Nursoy M. ve Terzio lu, C., 2009. Superconducting Properties of the Bi1.8 Pb0.35Sr1.9Ca2.1Cu3GdxOy System, Chinese Journal of Physics, vol. 47, 2.
- Baker, S. P. ve Burnham, N., 2000. Measuring Mechanical Properties in the Nanometer Range. In Materials Research Society-Tutorial, Boston
- Bardeen, J., Cooper, L. N ve Schrieffer, J. R., 1957. Theory of Superconductivity, Phys. Rev. ,108, 5,1175-1204.
- Barakat, ME.M., Abou, A.I., Awad, R., Aly, N.S. ve Ibrahim, S., 2015. Mechanical properties Y3-xNdxBa5-xCaxCu8O18- samples. Journal of Alloys and Compounds, 652, 158-166
- Bednorz, J.G. ve Müller, K.A., 1986, "Possible High-T<sub>c</sub> Superconductivity in Ba-La-CuO System", Z. Phys B, 64, 189.
- Beegan, D., Chowdhury, S. ve Laugier, M.T., 2005. Work of indentation methods for determining copper film hardness. Surf. Coat. Technol., 192 (1), 57–63.
- Buckle, H., Westbrook, J.H. ve Conrad (eds.), H., 1973. The Science of Hardness Testing and its Research Application, ASME, Metals Park, OH, pp. 199.
- Bull, S. J., Page, T.F. ve Yoffe, E.H., 1989. Phil. Mag. Lett. 59 281-288.
- Bulychev, S.I., Alekhin, V.P., Shorshorov, M.K.H., Ternovskii, A.P. ve Shnyrev, G.D., 1975. Determination of Young's modulus from the indenter penetration diagram Zavod. Lab, 41 (9), 1137-1140.
- Buzea, C. ve Yamashita, T. 2001. Review of superconducting properties of MgB<sub>2</sub>. Superconductors, Science & Technology.
- Chudoba, T. ve Richter, F., 2001. Surf. Coat. Technol. 148 (2–3), 191.
- Doerner, M. F. ve N1x, W. D., 1986. A method for interpreting the data depth-sensing indentation instruments. Journal of Materials Research, 1 (4), 601-609.
- Elmustafa, A. ve A.Stone, D.S., 2002. Indentation size effect in polycrystalline F.C.C. metals, Acta Materialia, Volume 50, Issue 14, 16 August 2002, Pages 3641-3650
- Fischer-Cripps, A.C., 2004. Mater. Sci. Eng. A 385 74.
- Gül, S., 2015. Yüksek Enerjili Bilyeli Ö ütme Tekni i ile Üretilen Ötektik Üstü AL-Si-Fe Ala ımlarının Yapı ve Mekanik Özelliklerinin ncelenmesi. (Y.Lisans Tezi), Gaziosmanpa a Üniversitesi Fizik Bölümü, Tokat.
- Gong, J., Miao, H., Zhao, Z. ve Guan, Z., 2001. Load-dependence of the measured hardness of Ti(C,N)-based cermets. Materials Sci. Eng A. 303,179-186.
- Gong, J., Wu, J.ve Guan, Z., 1999. Examination of the indentation size effect in low load Vickers hardness testing of ceramics. Journal of the European Ceramic Society, 19, 2625-2631.

- Gong, J., Zhao, Z., Guan, Z., Miao, H. 2000. Load-dependence of Knoop hardness of Al2O3-TiC composites. Journal of the European Ceramic society,20, 1895-1900.
- Gong, J., Wang, Q. M., Wu, Y. N., Ke, P. L., Cao, H. T., Sun, C. ve Wen, L. S., 2004. Hot corrosion behavior of AIP NiCoCrAlY(SiB) coatings on nickel base superalloys Surface and Coatings Technology, 186, 3, 389-397.
- Hossain, M.S.A., Kim, J. H., Xu, X., Wang, X.L., Rindfleisch, M., Tomic, M., Sumption, M.D., Collings, E.W. ve Dou, S.X., 2007. Supercond. Sci. Technol. 20 L51- L54.
- Hays, C. ve KendalL, E.G., 1973. Metall. 6 275-282.
- Karaca, I., Uzun, O., Kölemen, U., Yılmaz, F. ve ahin O., 2009. Effects of ZnO addition on mechanical properties of Bi1.84Pb0.34Sr1.91Ca2.03Cu3.06O10 prepared by a wet technique Journal of Alloys and Compunds, 476, 1-2, 486-491
- Kim, J.H., Dou, S X., Hossain, M.S.A., Xu, X., Wang., J.L., Shi , Nakane. D.Q.T. ve Kumakura, H., 2007. Supercond. Sci.Technol. 20, 715-719.
- King, R.B., 2002. The similarities between magnesium diboride and cuprate superconductors and the role of subvalent Magnesium, Polyhedron, 21, 2347-2350.
- Kölemen, U., Çelebi, S., Yoshino, Y. ve Öztürk, A., 2004. Mechanical properties of YBCO and YBCO+ZnO polycrystalline superconductors using Vickers hardness test at cryogenic temperatures. Pyhsica C, 406, 20-26.
- Kölemen, U., Uzun, O., Yılmazlar, M., Güçlü N. ve Yanmaz, E., 2006. Hardness and microstructural analysis of Bi1.6Pb0.4Sr2Ca2-xSmxCu3Oy polycrystalline Superconductors. Alloys and Compaunds. 415, 1,2, 300-306
- Kölemen U., 2006. Analysis of ISE in microhardness measurment of bulk MgB<sub>2</sub> superconductor using different models, Journal of Alloys and Compaunds 425, 429-435
- Kölemen, U., Uzun, O., Aksan, M.A., Güçlü, N. ve Yakıncı, E., 2006. An analysis of load depth data in depth- sensing microindentation experiments for intermetallic MgB<sub>2</sub>, Journal of Alloys and Compaunds, 414, 294-299
- Li, H. ve Bradt, R. C., 1993. The microhardness indentation load/size effect in rutile and cassiterite single crystals. Journal of Materials Science, 28, 917-926.
- Li, H., Han, Y. H. ve Bradt, R. C., 1994. Mater, J., Sci. 29, 5641-5645
- Liu, Y. ve Ngan, A.H.W., 2001. Depth dependence of hardness in copper single crystalsmeasured by nanoindentation. Scripta Materialia, 44, 237–241.
- Maeda, M., Kim, J.H., Kumakura, H., Heo, Y.U., Zhao, Y., Nakayama, Y., Rindfleisch, M. ve Dou, S.X., 2011. ScienceDirect 64, 1059-1062.
- Mano, J.F., Sencadas, V., Mello Costa, A., Lanceros-Mendez, S., 2004. Mater. Sci. Eng. A 370, 336.
- Meissner, W. ve Ochsenfeld, R., 1933. Superconductivity, Nature, 132, 931-935.
- Maeda, H., Matsui, Y., Tanaka, Y., Takayama-Muromachi, E., Takekawa, S., ve Horiuchi, S., 1988. "Twins and Intergrowth Defects in High-Tc Bi-Sr-Ca-Cu-O Superconductor Examined by High-Resolution Electron Microscopy" National Institute for Research in Inorganic Materials, National Research Institute for Metals, Tsukuba Laboratory
- McCann, M.M., 2004. Nanoindentaion of Gold Single Crystals, Virginia Polytechni Institue and State University, Ph. D. Thesis, Virginia.

- Mott, B. W., 1956. Microindentation Hardness Testing. (London, Butterworths Scientefic) pp. 101-139.
- Ma, Q., ve Clarke, D.R. Mater, J., 1995. Res. 10, 853-863.
- McElhaney, K.W., Vlassak, J.J. ve Nix, W.D., 1998. Determination of indenter tip geometry and indentation contact area for detph-sensing indentation experiments. J. Mater. Res., 13, 1300–1310..
- Mukhopadhyay, N.K., Weatherly, G.C. ve Embury, J.D., 2001. An analysis of microhardness of single-quasicrystals in the Al–Cu–Co–Si system. Mater. Sci. Eng. A, 315 (1-2), 202-210.
- Nagy, P.M., Juhasz, A., Vörös, Gy., Toth, A. ve Ujvari, T., 2004. Internal friction measurement on polymers by low-requency cyclic Vickers microindentation test, Materials Science and Engineering A, 387-389, 25-530.
- Nix, W.D. ve Gao, H., 1998. Indentation size effects in crystalline materials: A law for strain gradient plasticity, Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 46 (3), 411 425.
- Oliver, W. C. ve Pharr, G.M., 2004. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: advances in understanding and refinements to methodology. J. Mater. Res., 19 (1), 3–20
- Oliver, W.C. ve Pharr, G.M., 1992. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. J. Mater. Res, 7 (6), 1564–1583.
- Onnes, H.K., 1911. Disappearence of The Electrical Resistance of Mercury of Helium Temperature. Akad Van Wetenschappen, Amsterdam, 14, 113.
- Peng, Zhijian., Gong, Jianghong. ve Miao Hezhuo., 2004. On the description of indentation s,ze effect in hardness testing for ceramic : Analysis of the nanoindentation data. Journal of the European Ceramics 24, 2193-2201.
- Ren, X. J., Hooper, R. M., Griffiths, C., ve Henshall, J. L., 2002. Indentation-size effect in single-crystal MgO. Philosophical Magazine A, 82 (10), 2113-2120.
- Putilin, S. N., Antipov, E. V., Chmaissem, O.ve Marezio, M., 1993, Nature 362, 226-228p.
- Raman, V. ve Beniche, R.J., 1992. Mater. Res. 7 627.
- Sheng, Z.Z., Hermann, A.M. ve Hermann, Z.Z., 1988. "Superconductivity in the rareearth- free Tl-Ba-Cu-O system above liquid-nitrogen temperature", Nature 332, 6159, 55.
- Savaskan, T., 1999. Malzeme Bilgisi ve Muayenesi, Derya kitabevi, Karadeniz Teknik Üniversitesi Makina Mühendisligi Bölümü.
- Savaskan, B., Taylan Koparan, E., Celik, S., Öztürk, K. ve E. Yanmaz., 2014. Physica C 502, 63-69
- Sangwall, K., Surowska B. ve Blaziak P., 2003. Mater. Chem. Phys. 80, 428-437.
- Sargent, P. M., 1986. Use of the indentation Size Effect on Microhardness for Materials Chracterization, ASTM STP 889 Philadephia, PA: American Society for Testing materials, pp. 160-174.
- Singh, D. K., Tiwari, B., Jha, R., Kishan, H. ve Awana V.P.S., 2014. Role of MgO impurity on the superconducting properties of MgB<sub>2</sub>. Pyhsica C, 505, 104-108.

- Sneddon, I.N., 1965. The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq' problem for a punch of arbitrary profile. International Journal of Science Engineering, 3, 47-57.
- Stillwell, N.A. ve Tabor, D., 1961. Elastic recovery of conical indentations. Phys. Proc. Soc., 78 (2), 169–179
- ahin, O., 2006. -Sn Tek Kristallerinin Bazı Mekaniksel Özellikleri ile Kristal Yönelimi Arasındaki li ki, Doktora Tezi, Süleyman Demirel Üniversitesi, Isparta.
- ahin, O., Uzun, O., Kölemen, U., Duzgun, B. ve Ucar, N., 2005. Indentation size effect and microhardness study of  $\beta$ -Sn single crystals, Chin. Phys. Lett.22,3137-3140.
- ahin, O., Uzun, O., Kölemen, U. ve Uçar, N., 2008. Analysis of ISE in dynamic hardness measurments of Sn single crystals using a depth-sensing indentation teachniqu, Materials Characterization, 59 (6), 729-736
- ahin, O., Uzun, O., Kölemen, U. ve Uçar, N., 2008. Mechanical characterization of Sn single crystals using nanoindentation tests, Materials Characterization, 59 (4), 427-434
- ahin, O., Uzun, O., Sapicko-Lizer, M., Göçmez, H. ve Kölemen, U., 2008. Dynamic hardness and elastic modulus calculation of porous SiAlON ceramics using depth-sensing indentation technique, Journal of the European Ceramic Society 28 (6), 1235-1242
- Tabor, D., 1951. The Hardness of Metals, London: Oxford University Pres; 1996, Philosophical Magazine. A 74, 1207
- Tabor, D. 1961. Elastic Recovery of conical indentations. Phys. Proc. Soc., 78 (2), 169
- Tarkanian, M.L., Neumann, J.P., ve Raymond, L., 1973. Determination of the temperature dependence of {100} and {112} slip in tungsten from Knoop hardness measurements. In the Science of Hardness Testing and Its Research Applications, ed. J. H. Westbrook and H. Conrad. American Society for Metals, Metal Park, OH, pp. 187-198.
- Tate, D.R., 1945. A comparision of microhardness indentation test. Transaction of American ceramic society. Transactions Of American Society For Metals 35,374–375
- Toplu, A., Karaca, . ve Kölemen, U., 2015. Calculation of true hardness value of Zn added BiPbSrCaCuO superconductor by different models Ceramics International, 41, 953-96.
- Tuck, J. R., Korsunsky, A. M., Bull, S. J. and Davidson, R. I., 2001. On the application of the work of indentation approach to depth sensing indentation experiments in coated systems. Surf. Coat. Technol., 137, 217–224.
- Upit, G.P., Varchenya, S.A. ve Westbrook, J.H., 1973. H. Conrad (Eds.), The Science of Hardness Testing and Its Research Applications, ASME, Metal Park, OH, pp.135.
- Uzun, O., Güçlü N., Kölemen, U. ve Sahin, O., 2008. "Analysis of data on indentation load against penetration depth for bulk MgB2 crystal using indentation work and Oliver-Pharr approaches " Materials Chemisrty and Phyiscs
- Uzun, O., Karaaslan T., Gögebakan, M. ve Keskin M., 2004. Hardness and microstructural characteristics of rapidly solidified Al-8-16 wt.%Si Alloys, J. Alloys and Compd. 376, 149-157.

- Uzun, O., Kölemen, U., Çelebi, S. ve Güçlü, N. 2005. Modulus and hardness evaluation of polycrystalline superconductors by dynamic microindentation technique. Journal of European Ceramic Society, 25 (6), 969-977.
- Uzun, O., Ba man, N., Alkan, C., Kölemen, U. ve Yılmaz, F., 2010. Depth sensing indentation analysis of electrochemically synthesized polythiophene, Materials Chemistry and Physics, 124 (1), 196-202.
- Qin, Fengming., Cai, Qi. ve Chen, Huiqin., 2015. Journal of Alloys and Compounds, Partial dissolution of MgO and the effect on critical current density in urea doped MgB<sub>2</sub> bulks, 633 201-206
- Quinn, J.B., ve Quinn, G.D., 1997. Indentation Brittlleness of Ceramics: A Fresh Approach, J.Mater. 32, 4331-4346.
- Veerender, C., Dumke, V. R. ve Nagabhooshanam, M., 1994. Hardness and Elastic Moduli of Bi2-xPbxCa2Sr2Cu3Oy. Phys. Stat. Sol. (a), 144, 299-309.
- Vajpayee, A., Awana, V.P.S., Bhalla, G.L., Bhobe, P.A., Nigam, A.K. ve Kishan, H., 2009. Supercond. Sci. Technol. 22 015016.
- Wu, M. K., Ashburn, J. R., Torng, C. J., Hor, P., Meng, R. L., Gao, L., Huang, Z.J., Wang, Y. Q., Cu, C. W., 1987. Superconducting at 93 K in New Mixed-Phase Y-Ba-Cu-O compound system at Ambiant Pressure. Phys. Rev. Lett., 48, 908.
- Yılmaz, F., 2008. Nanokristal Al-Si-Sb Ala ımlarının Enerji Yakla ımı ile Mikromekanik Karakterizasyonu. (Y.Lisans Tezi), Gaziosmapa a Üniversitesi Fizik Bölümü, Tokat

# ÖZGEÇM

# Ki isel Bilgiler

Adı Soyadı	: Sadık ERYILMAZ			
Do um Yeri ve Yılı	: Altında / 1987			
Yabancı Dili	: ngilizce			
Medeni Hali	: Bekar			
TC Kimlik No	: 42667954890			
Telefon	: (536) 250 64 87			
e-mail	: eryilmaz_sadik@hotmail.com			

### E itim

Derece	E itim Birimi	Mezuniyet Tarihi
Lise	Ankara Mamak Gülveren Lisesi	2005
Lisans	Gaziosmanpa a Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü	2012
	Gaziosmanpa a Üniversitesi E itim Fakültesi Pedagojik Formasyon E itimi	2012

# Katılım Belgesi Sertifikalı Programları:

Türk Fizik Derne i 31. Uluslararası Fizik Kongresi (21 - 24 Temmuz 2014 / Bodrum)