



**RuSr₂RECu₂O₈ (RE = Eu, Gd ve Ho)
Süperiletkenlerinin Mekaniksel
Özelliklerinin Nanoçentme ve Atomik
Kuvvet Mikroskobu ile İncelenmesi**

Utkan ALP

**Yüksek Lisans Tezi
Fizik Anabilim Dalı
Doç. Dr. Uğur KÖLEMEN
2011
Her hakkı saklıdır**

**T.C.
GAZIOSMANPAŞA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK ANABİLİM DALI**

Y. LİSANS TEZİ

**RuSr₂RECu₂O₈ (RE = Eu, Gd ve Ho) SÜPERİLETKENLERİNİN
MEKANİKSEL ÖZELLİKLERİNİN NANOÇENTME VE ATOMİK
KUVVET MİKROSKOBU İLE İNCELENMESİ**

Utkan ALP

**TOKAT
2011**

Her Hakkı Saklıdır

Doç. Dr. Uğur KÖLEMEN danışmanlığında, Utkan ALP tarafından hazırlanan bu çalışma 08.08.2011 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Fizik Anabilim Dalı'nda yüksek lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Başkan: Prof. Dr. Orhan UZUN

İmza :


Üye: Prof. Dr. Ahmet SARI

İmza :

Üye: Doç. Dr. Uğur KÖLEMEN

İmza :

Yukarıdaki sonucu onaylarım


Doç. Dr. Naim ÇAĞMAN
08.08.2011
Enstitü Müdürü

TEZ BEYANI

Tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu tezin yazılmasında bilimsel ahlak kurallarına uyulduğunu, başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunulduğunu, tezin içerdığı yenilik ve sonuçların başka bir yerden alınmadığını, kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapılmadığını, tezin herhangi bir kısmının bu üniversite veya başka bir üniversitedeki başka bir tez çalışması olarak sunulmadığını beyan ederim.

Utkan ALP
Ağustos, 2011

ÖZET

Y. Lisans Tezi

RuSr₂RECu₂O₈ (RE = Eu, Gd ve Ho) Süperiletkenlerinin Mekaniksel Özelliklerinin Nanoçentme ve Atomik Kuvvet Mikroskobu ile İncelenmesi

Utkan ALP

Gaziosmanpaşa Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı

Danışman: Doç.Dr. Uğur KÖLEMEN

Bu çalışmada amonyum nitrat eritme tekniği kullanılarak üretilen RuSr₂RECu₂O₈ (RE = Eu, Gd ve Ho) süperiletkenlerinin mekaniksel özellikleri nanoçentme tekniği ile incelendi. Numunelerin karakterizasyonu için XRD, AFM, EDAX ve SEM analizleri yapıldı. RuSr₂RECu₂O₈ (RE = Eu, Gd ve Ho) numunesinin yük-yerdeğiştirme eğrileri, 10'dan 400 mN'a kadar değişen farklı pik yükü seviyelerinde elde edildi. Yük-yerdeğiştirme eğrilerinden hesaplanan sertlik ve elastik modülü değerleri yüke bağlı bir davranış (çentik boyutu etkisi) gösterdi. Çentik boyut etkisi davranışı (ÇBE), Meyer Yasası, Hays-Kendall yaklaşımı, elastik/plastik deformasyon modeli, orantılı numune direnci modeli (PSR) ve geliştirilmiş PSR modelleri ile analiz edildi. Sonuç olarak, RuSr₂RECu₂O₈ (RE = Eu, Gd ve Ho) süperiletkenlerinin sertliğinin belirlenmesinde en uygun modelin modifiye edilmiş PSR modeli olduğu bulundu.

2011, 66 sayfa

Anahtar kelimeler: Süperiletkenler, Mekaniksel özellikler, Çentik boyutu etkisi (ÇBE).

ABSTRACT

Ms. Thesis

Investigation of Mechanical Properties of $\text{RuSr}_2\text{RECu}_2\text{O}_8$ (RE = Eu, Gd and Ho)
Superconductors with Nanoindentation and Atomic Force Microscopy

Utkan ALP

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

Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Uğur KÖLEMEN

In this study, the mechanical properties of $\text{RuSr}_2\text{RECu}_2\text{O}_8$ (RE = Eu, Gd and Ho) superconductors prepared by using the ammonium nitrate melt technique were investigated with nanoindentation technique. XRD, AFM, EDAX and SEM were used for characterization of the samples. The indentation load-displacement curves of the $\text{RuSr}_2\text{RECu}_2\text{O}_8$ (RE = Eu, Gd and Ho) samples were drawn by different peak load levels ranging from 10 to 400 mN. Elastic modulus and hardness values calculated from loading–unloading curves exhibited peak load dependence, i.e., indentation size effect. The indentation size effect (ISE) was analyzed by using the Meyer’s law, the Hays-Kendall approach, the Elastic / Plastic Deformation model, the Proportional Specimen Resistance model (PSR), and the Modified PSR models. Consequently, Modified PSR model was found to be the most effective one for determination of hardness of the $\text{RuSr}_2\text{RECu}_2\text{O}_8$ (RE = Eu, Gd and Ho) superconductors.

2011, 66 pages

Keywords: Superconductors, Mechanical properties, Indentation size effect (ISE).

ÖNSÖZ

Tez çalışmam süresince bana rehberlik eden, bilgi ve deneyimini benimle paylaşan değerli danışmanım Doç. Dr. Uğur KÖLEMEN'e en içten saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Bölümümüze kazandırdığı 2003K120510 nolu DPT projesinin imkânlarından faydalandığım bölümümüz öğretim üyesi sayın Prof. Dr. Orhan UZUN' a teşekkürü bir borç bilirim. Bunun yanında, üzerinde çalıştığımız numuneleri üreten, TÜBİTAK UME' de çalışmalarını sürdüren Dr. Uğur TOPAL'a, çalışmalarımın deneysel aşamasında bana yardımcı olan çok değerli mesai arkadaşım Arş. Gör. Fikret YILMAZ' a ve tez yazım aşamasında desteklerinden dolayı sayın Yrd. Doç. Dr. Erhan ESER' e teşekkür ederim.

Son olarak, hayatımın tüm aşamalarında maddi manevi yardımlarını esirgemeyen annem Hatice ve babam Aydın ALP'e, eşimin annesi Hatice ve babası Hayrettin Safa ARDAHANLI'ya, ablam Meral ve kız kardeşim Güneş ARICA'ya ve biricik eşim Esin ALP'e şükranlarımı borç bilirim.

Utkan ALP

Ağustos 2011

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET	i
ABSTRACT.....	ii
ÖNSÖZ	Hata! Yer işareti tanımlanmamış.
İÇİNDEKİLER	i
SİMGE VE KISALTMALAR DİZİNİ.....	ii
ŞEKİLLER DİZİNİ	iii
ÇİZELGELER DİZİNİ	x
1. GİRİŞ	1
2. GENEL BİLGİLER	6
2.1 Sertliğin Tarihsel Gelişimi.....	6
2.1.1 Vickers Sertlik Testi.....	13
2.1.2 Brinell Sertlik Testi.....	14
2.1.3 Rockwell Sertliği.....	15
2.1.4 Knoop Sertliği.....	16
2.1.4 Berkovich Sertliği.....	17
2.2 Derinlik Duyarlı Mikro Çentme (DDM).....	18
2.3 Oliver-Pharr Metodu.....	19
2.4 Çentik Boyut Etkisi (ÇBE) ve Sebepleri.....	23
2.5 ÇBE Davranışını Açıklayan ve Gerçek Sertlik Değerinin Bulunmasını Sağlayan Modeller.....	23
2.5.1 Meyer ve Kick Yasası.....	24
2.5.2 Hays-Kendall Yaklaşımı.....	24
2.5.3 Elastik/Plastik Deformasyon Modeli.....	25
2.5.4 Orantılı Numune Direnci (Proportional Specimen Resistance; PSR) Modeli.....	25
2.5.5 Geliştirilmiş PSR (Modified Proportional Specimen Resistance; MPSR) Modeli.....	26
2.6 Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM).....	26
2.7 Taramalı Elektron Mikroskobu (Scanning Electron Microscope-SEM).....	30
2.8 X-ışını Toz Kırınımı.....	31
3. MATERYAL VE METOT	32
3.1 Malzemelerin Üretimi.....	32
3.2 Malzemelerin Hazırlanması.....	32
3.2.1 Malzemelerin Kalıplanması.....	32
3.2.2 Malzemelerin Parlatılması.....	32
3.3 Nanoçentme ve Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) Analizi.....	34
3.4 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi.....	35
3.5 Renkli Haritalama (RH) ve Enerji Dağılımlı X-ışınları (EDAX) Analizi.....	35

4. BULGULAR VE TARTIŞMA	36
4.1. Yükleme – Boşaltma Verilerinin Analizi.....	36
4.2. Sertlik ve Elastik Modülünün Yüke Bağlı Değişimi.....	38
4.3. Meyer Yasasına Göre Analiz.....	41
4.4. Hays-Kendall Yaklaşımına Göre Analiz.....	43
4.5. Elastik-Plastik Deformasyon Modeline Göre Analiz.....	45
4.6. PSR Modeline Göre Analiz.....	47
4.7. MPSR Modeline Göre Analiz.....	48
4.8. Renkli Haritalama Analizi.....	51
4.9. AFM Analizi.....	52
4.10. SEM Analizi	53
4.11 XRD Analizi.....	55
5. SONUÇ ve ÖNERİLER	57
KAYNAKLAR	59
ÖZGEÇMİŞ	65

SİMGE VE KISALTMALAR DİZİNİ

Simgeler	Açıklama
A_c	Kontakt alanı
C	Deforme edilebilir plastik bölge
Cu	Bakır
E	Elastite modülü
E_r	İndirgenmiş elastiklik modülü
Eu	Evropyum
Gd	Gadolinyum
H	Malzemenin sertliği
h	Yükün uygulandığı herhangi bir andaki toplam yerdeğiştirme
h_c	Kontakt derinliği
Ho	Holmiyum
h_p	Plastik derinlik, (Kontakt derinliği)
h_s	Kontakt çevresindeki yüzeyin yerdeğiştirmesi
\dot{h}_h	Yükün tutulduğu en son noktadaki ucun yerdeğiştirmesi
Hv	Vickers sertlik değeri
J_c	Kritik akım yoğunluğu
n	Meyer üssü (index)
P	Uygulanan yük
P_{maks}	Uygulanan maksimum yük
Ru	Rutenyum
S	Kontakt katılığı
Sr	Stronsiyum
T_c	Kritik sıcaklık
δh	Yerdeğiştirmedeki artış
δP	Yükteki artış

Kısaltmalar	Açıklama
AFM	Atomik Kuvvet Mikroskobu
ÇBE	Çentik Boyut Etkisi
DDM	Derinlik Duyarlı Mikrosertlik
TÇBE	Ters Çentik Boyut Etkisi
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
TEM	Geçirimli Elektron Mikroskobu
FIB	Odaklı İyon Yük Tekniği
IFM	Arayüz Kuvvet Mikroskobu
SPM	Taramalı Uç Mikroskobu
STM	Taramalı Tünelleme Mikroskobu

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil	Sayfa
Şekil 1.1. Civanın öz direncinin sıcaklıkla değişimi.....	1
Şekil 1.2.(a) Normal iletken ve (b) süperiletken faz için $T \leq T_c$ sıcaklığında manyetik alan dışarlanması.....	2
Şekil 1.3. II. tip süperiletkenler için, kritik alanların sıcaklığın fonksiyonu olarak değişimi.....	3
Şekil 2.1. Vickers çentiği ve izin köşegenleri.....	14
Şekil 2.2. Brinell çentici ve izin çapı.....	15
Şekil 2.3. Rockwell Çentisinin Şematik Gösterimi.....	16
Şekil 2.4. Knoop Çentisinin Şematik Gösterimi.....	17
Şekil 2.5. Berkovich çentisinin şematik gösterimi.....	18
Şekil 2.6. (a) Çentigin yatay kesiti (b) Oliver-Pharr metodunda kullanılan yük yerdeğiştirme eğrisinin şematik gösterimi.....	20
Şekil 2.7. AFM'nin çalışma prensibi.....	27
Şekil 2.8. a) 1000 büyütmede b) 3000 büyütmede taramalı elektron mikroskopuyla çekilmiş AFM ucu.....	28
Şekil 2.9. AFM ucu ve numune yüzeyi arasındaki kuvvetlerin mesafeye bağlı değişimi.....	29
Şekil 3.1. Parlatma cihazı.....	33
Şekil 3.2. AFM ve Nanoçentme Cihazı.....	34
Şekil 3.3. Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM).....	35
Şekil 4.1. Oda sıcaklığında $RuSr_2EuCu_2O_8$ süperiletkenine ait yük-yerdeğiştirme eğrisi.....	37
Şekil 4.2 Oda sıcaklığında $RuSr_2GdCu_2O_8$ süperiletkenine ait yük-yerdeğiştirme eğrisi.....	37
Şekil 4.3. Oda sıcaklığında $RuSr_2HoCu_2O_8$ süperiletkenine ait yük-yerdeğiştirme eğrisi.....	38
Şekil 4.4. Sertliğin uygulanan maksimum yüklerle değişimi.....	39
Şekil 4.5. Elastik modülünün uygulanan maksimum yüklerle değişimi.....	40
Şekil 4.6. $\ln P - \ln h_c$ grafikleri.....	42
Şekil 4.7. Hays-Kendall yaklaşımına göre, P_{maks} ' in h_c^2 ye göre eğrisi.....	44

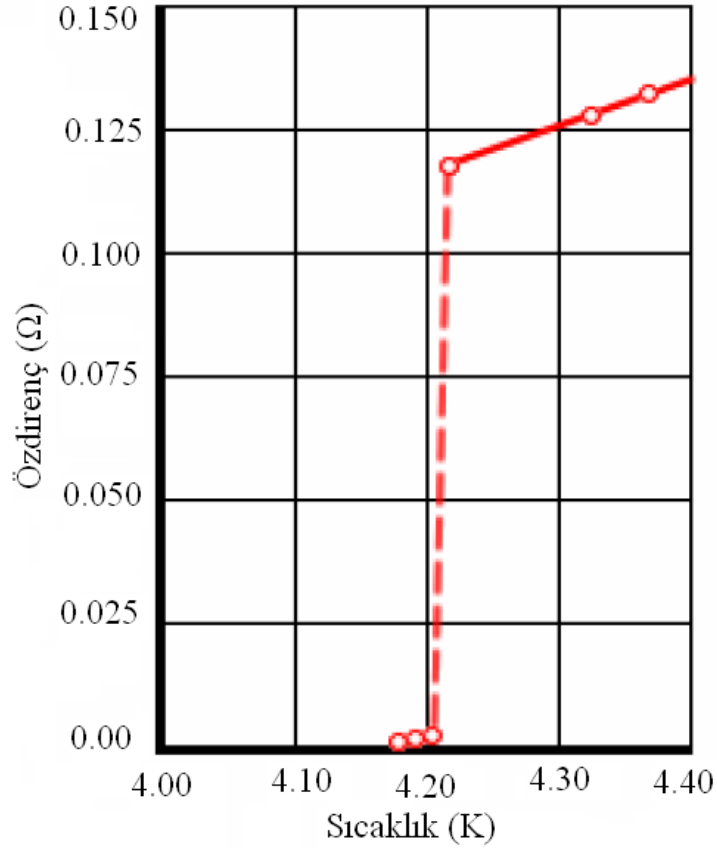
Şekil 4.8. 10 mN'luk maksimum yük altındaki RuSr ₂ EuCu ₂ O ₈ numunesinin yük-yerdeğiştirme eğrisi.....	45
Şekil 4.9. Elastik/Plastik deformasyon modeline göre $P_{maks}^{1/2} - h_c$ grafiği.....	46
Şekil 4.10. RuSr ₂ RECu ₂ O ₈ (RE = Eu, Gd ve Ho) numuneleri için $P_{maks} / h_c - h_c$ grafiği..	48
Şekil 4.11. RuSr ₂ RECu ₂ O ₈ (RE = Eu, Gd ve Ho) numuneleri için $P_{maks} - h_c$ grafiği.....	49
Şekil 4.12. Renkli haritalama analiziyle elde edilmiş yüzey fotoğrafları.....	51
Şekil 4.13. Numunelere Ait AFM Görüntüleri a) RuSr ₂ EuCu ₂ O ₈ b) RuSr ₂ GdCu ₂ O ₈ c) RuSr ₂ HoCu ₂ O ₈	53
Şekil 4.14. Numunelere ait SEM fotoğrafları a) RuSr ₂ GdCu ₂ O ₈ b) RuSr ₂ EuCu ₂ O ₈ c) RuSr ₂ HoCu ₂ O ₈	54
Şekil 4.15. Numunelere ait 400 mN yük ile açılan izlerin fotoğrafları (a) RuSr ₂ GdCu ₂ O ₈ , (b) RuSr ₂ HoCu ₂ O ₈	55
Şekil 4.16. Numunelere ait X-ışınları kırınım desenleri.....	56

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge	<u>Sayfa</u>
Çizelge 2.1. Farklı test metotları, çentici şekilleri, çentik izleri, sertlik denklemleri ve girme derinliği denklemleri.....	10
Çizelge 4.1. Meyer üssü değerleri	42
Çizelge 4.2. Hays-Kendall modelinden elde edilen parametreler	45
Çizelge 4.3. Elastik-Plastik Deformasyon modelinden elde edilen parametreler.....	47
Çizelge 4.4. $\text{RuSr}_2\text{RECu}_2\text{O}_8$ (RE = Eu, Gd ve Ho) numuneleri için PSR Modelinden elde edilen a_2 ve sertlik değerleri.	48
Çizelge 4.5. Literatürden alınmış farklı yüksek sıcaklık süperiletkenlerine ve numunelerimize ait sertlik ve elastik modülü değerleri.....	50

1. GİRİŞ

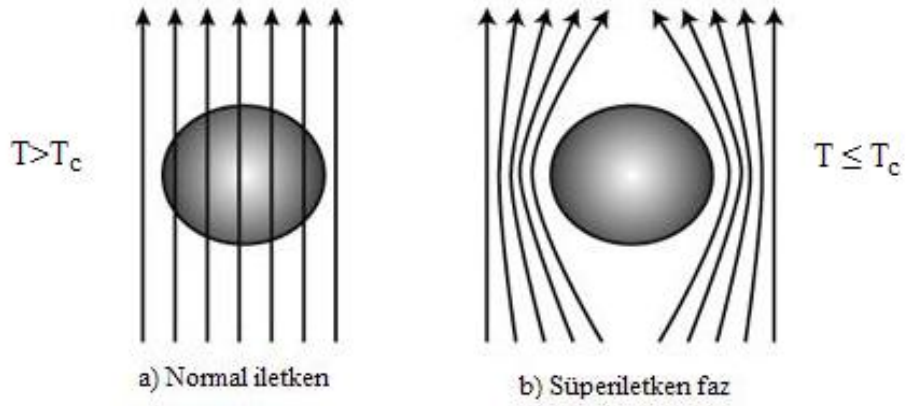
Temel bilimlere olan yakınlığı ve pek çok teknik uygulamaya sahip olması bakımından süperiletkenlik olayı günümüzde yaygın olarak kullanılmaktadır. Süperiletkenlik, kritik bir sıcaklığın altında direncin sıfıra düşmesidir. Bu olay ilk olarak 1911 yılında Kamerlingh Onnes ve öğrencileri tarafından saf cıvanın düşük sıcaklıklarda öz direncinin ölçümü yapılırken keşfedildi ve daha sonra Onnes ve öğrencileri cıvayı sıvı helyum sıcaklığına (4.2 K) kadar soğuttuğunda cıvanın direncinin aniden sıfıra düştüğünü gözlemlediler (Şekil 1.1). Bu deneysel gözlemden sonra süperiletkenlik üzerine çok yoğun bir ilgi oluştu. Süperiletkenliğin yeni bir faz, yeni bir durum ve birtakım ilginç özelliklere sahip olduğu daha sonraki yıllarda yapılan çalışmalarda anlaşıldı.



Şekil 1.1. Cıvanın öz direncinin sıcaklıkla değişimi

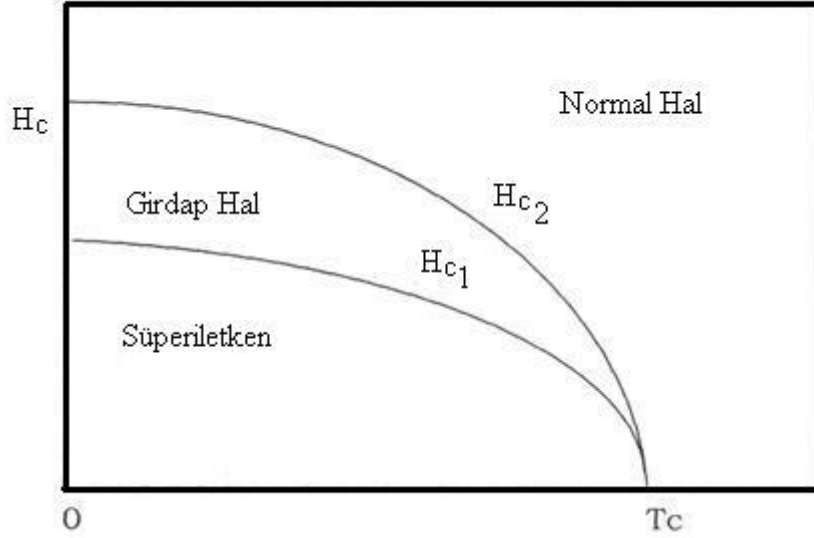
Daha sonra 1933 yılında Meissner ve Ochsenfeld, süperiletkeni kritik sıcaklığın altına kadar manyetik alan altında soğutup manyetik alanın süperiletkene nüfuz etmediğini gördü. Bu olaya Meissner olayı denildi.

Ayrıca, süperiletkenliğin, dış manyetik alanın belli bir H_c kritik değerini geçince ortadan kaybolduğunu gözlemlemişlerdir. Yani süperiletkenlik fazı için belli bir kritik sıcaklığın ve manyetik alanın altında olmak gerekir.



Şekil 1.2. (a) Normal iletken ve (b) süperiletken faz için $T \leq T_c$ sıcaklığında manyetik alan dışarlanması

1950 yılında da Ginzburg ve Landau (Ginzburg ve Landau, 1950) normal durum ve süperiletken durum arasında bir düzen parametresinin olduğunu ortaya attı. II. tip süperiletken malzemeler, Şekil 1.3 de H_{c1} ve H_{c2} olarak gösterilen iki kritik alan tarafından belirlenmektedir. Uygulanan alan, H_{c1} alt kritik alanından küçükse, madde tam olarak süperiletkendir ve I. tip süperiletkenlerde olduğu gibi hiçbir akı maddeye nüfuz edemez. Uygulanan alan, H_{c2} üst kritik alanı aştığında, akı numunenin tamamına nüfuz eder ve süperiletken hal ortadan kalkar. Fakat H_{c1} ile H_{c2} arasındaki alanlar için malzeme “Girdaplı hal” olarak bilinen karışık halde bulunur.



Şekil 1.3. II. tip süperiletkenler için, kritik alanların sıcaklığın fonksiyonu olarak değişimi

Bardeen, Cooper ve Schrieffer ise 1957 yılında süperiletkenliğin mikroskobik teorisini ortaya çıkardı (Bardeen, 1957) ve bu çalışmalarından dolayı 1972 yılında Nobel ödülüne layık görüldüler. Bu teori kısaca BCS teorisi olarak bilinmekte olup, adını bilim adamlarının soyadlarının baş harflerinden almıştır. BCS teorisi, geçiş sıcaklığı mutlak sifıra yakın değerlerde olan elementleri ve basit alaşımları (1. tip süperiletkenler) açıklamakla birlikte, yüksek sıcaklık süperiletkenlerini açıklamakta yetersiz kalmaktadır. Daha sonra Bean, bir süperiletkenin, süperiletkenlik özelliğini kaybetmeden önce kritik akım yoğunluğu değerlerinin alınganlık eğrilerinden bulunabileceğini gösterdi (Bean, 1962).

1970-1980 yılları arasında süperiletken keşifleri devam etmiştir. Bunlardan bazıları ağır fermiyon (UBe_{13} , $U_{1-x}Th_xBe_{13}$ ve UPt_{13} gibi) ve organik süperiletkenler ($(TMTSF)_2PF_6$ ve C_{60} gibi) olarak isimlendirilmiştir (Stewart 1984, Ott ve ark., 1985, Heffner 1994, Fisher 1989). 1984 yılında L. S. Brizhik ve A. S. Davydov “bisoliton” modelini organik süperiletkenlerin mekanizmasını açıklamak için kullanılmışlardır. Bu modele göre “Cooper çiftleri elektron fonon etkileşmesinden dolayı bir boyutlu uyarılmalar ile oluşur” düşüncesi baz alınmıştır.

Yüksek sıcaklık süperiletkenliği ilk defa 1986 yılında Bernordz ve Müller tarafından bulunan La-Ba-Cu-O sisteminde bulundu. Bu sistemde geçiş sıcaklığı 35 K olarak saptandı.

Yüksek sıcaklık süperiletkenler sınıfında yer alan Rutenyum tabanlı $RuSr_2RECu_2O_8$ süperiletkenlerin (RE; Rare Earth) ferromagnetik ve süperiletkenlik özelliğinin bir arada bulunmasına dair pek çok çalışma yer almaktadır. Bu bileşik ilk olarak 1995 yılında L. Bauernfeind tarafından sentezlenmiştir (Bauernfeind ve ark., 1995). Süperiletkenliğe geçiş sıcaklığının üstünde ferromagnetik özellik göstermesi sebebiyle eşsiz bir süperiletkenidir. Bundan dolayı son yıllarda bilim adamları bu malzemeye önem vermektedirler (Kramer ve ark., 2002).

Rutenyum tabanlı $RuSr_2RECu_2O_8$ süperiletkeni yaklaşık olarak 50 K altında süperiletkenlik ve 130 K'nin üzerinde de ferromagnetik özellik göstermektedir (Papageorgiou ve ark., 2007). Şimdiye kadar bilim adamları tarafından yapılan çalışmalarda bu süperiletkenin pek çok fiziksel özelliği incelenmiştir (Meng ve ark., 2001, Topal ve Dorosinskii, 2007, Doria, 2004, Klamut ve ark., 2001, Ling ve ark., 2007, Mele ve ark., 2003, Hata ve ark., 2008). Nadir toprak elementleri katkılanarak farklı metotlarla hazırlanan bu malzemenin, süperiletkenliğin en önemli özelliklerinden olan kritik akım yoğunluğu, kritik manyetik alan ve kritik geçiş sıcaklıkları gibi özelliklerinin geliştirilmesi amaçlanmıştır. Bunun yanı sıra süperiletken bir malzemenin teknolojiye yaygın olarak kullanılabilmesi için elektriksel ve manyetik özelliklerinin yanında mekaniksel özelliklerinin de ayrıntılı bir biçimde incelenmesi gerekmektedir.

Teknolojik uygulamalar açısından bir süperiletkenin mekaniksel özellikleri (sertlik, elastiklik modülü, elastik geri kazanım, süneklik ve kırılma tokluğu) elektriksel ve manyetik özellikleri kadar önemlidir. Bundan dolayı uygulamalarda istenilen yapıyı meydana getirebilmek için bu malzemelere farklı katkılar yapılarak mekaniksel özelliklerinin geliştirilmesi amaç edinilmiştir.

Diğer taraftan, bir malzemenin endüstride kullanılabilmesi için mekaniksel özelliklerin, malzemenin kullanılacağı forma (tel, şerit, plaka, vb) uygun özelliklere sahip olması

gerekmektedir. Genellikle, dış kuvvet etkisi altında malzemelerin davranışlarını inceleme esasına dayanan mekaniksel karakterizasyon teknikleri (statik ve dinamik), endüstrinin ihtiyacı olan ürünlerin performans değerlendirmelerinde başlıca yöntemlerdir (Uzun ve ark., 2005).

Malzemelerin mekanik özelliklerinden en önemlileri; sertlik ve elastiklik sabitidir. Özellikle, son yıllarda sertlik üzerine yapılan çalışmalarda, çeşitli malzemelerin sertliğinin uygulanan yükü değiştirdiği gözlenmiştir. Bu durum literatürde, Çentik Boyutu Etkisi (ÇBE) olarak bilinmektedir (Gong ve ark., 1999, 2001, Sangwall ve ark., 2003, Kölemen ve ark., 2004, 2006, Uzun ve ark., 2005, Şahin ve ark., 2005). Seramiklerden ince filmlere kadar uzanan çok geniş bir yelpazedeki malzemeler üzerinde pek çok çalışma vardır. Fakat süperiletkenlerde bu alanda yapılmış çalışma sayısı oldukça azdır. Ayrıca, az sayıdaki bu çalışmalarda, mikrosertlik genellikle statik yöntemle incelenmiştir. Özellikle, son 20 yıl içerisinde derinlik duyarlı nano-mikrosertlik cihazlarının geliştirilmesi ile malzemelerin tüm tribolojik özellikleri daha hassas olarak belirlenebilmektedir.

Mekanik özellikler malzemenin üretim şartlarına ve dolayısıyla nano-mikro yapısına bağlıdır. Yapılacak en ufak bir katkı malzemelerin mekaniksel özelliklerinde değişimlere sebep olacaktır (Kölemen ve ark., 2006).

Bu çalışmada, amonyum nitrat eritme tekniği ile hazırlanmış $RuSr_2RECu_2O_8$ (RE=Eu, Ho ve Gd) süperiletkenlerinin SEM fotoğrafları, AFM fotoğrafları, renkli haritalama analizi ve X-ışını analizleri ile yapısal özellikler ve dinamik nanosertlik ölçümleri ile mekaniksel özellikleri incelenerek karakterizasyonu sağlanmıştır. Tez çalışmamıza konu olan malzemelerin nanomekanik özellikleri üzerine literatürde yapılmış bir çalışmaya rastlanmamıştır. Bu bağlamda, sunulan bu çalışma ile literatüre küçük de olsa bir katkı sağlanacağı düşünülmektedir.

2. GENEL BİLGİLER

2.1 Sertlik Kavramının Tarihsel Gelişimi

Bugüne kadar sertlik kavramı üzerine çeşitli teoriler ortaya atılmıştır. Aristo'ya göre (M.Ö. 384-322) eğer bir cisim dış basınç altında şekil değiştirmiyorsa serttir (Bekker, 1829). Sertlik testlerini, meydana gelen deformasyon açısından kesme ve kesmeme olarak iki gruba ayırdığımızda, ilk çalışmalarda deformasyonun kesme şeklinde olduğu varsayımı kullanılmıştır.

Kesme metodu, köşeli veya iğne şeklinde belli bir referans malzemesiyle numunenin çizilmesi esasına dayanır. Kesmeme metotlarında ise numune yüzeyine dik olacak şekilde yükleme hücrelerine bağlı bir çentici veya momentumu bilinen bir kurşun kullanılır. Bu metotlardan türetilen sertlik değerlerinin birbiriyle tam olarak uyum içinde olmaması şaşırtıcı değildir. Çünkü testlerin içerdiği fiziksel süreçler birbirinden tamamen farklıdır. Mikroskobik ölçekte bu süreçleri anlayabilme, sertlik değerlerini daha karşılaştırılabilir hale getirme ve sertliği malzemenin değişmeyen bir özelliği olarak hesaplayabilmek için geçmişte pek çok çalışma yapılmıştır (Turner, 1886; Pöschl, 1909; Terstsch, 1949; Tabor, 1951; Mott, 1956; Glazov ve ark., 1962, 1971; Juskin, 1971; Petty, 1971; Grigorovic, 1976; Fischer-Cripps, 2004).

Sertliği malzemenin karakteristik bir özelliği olarak almak ve analizlerde kullanabilmek için bazı aşamaların anlaşılması zorunludur. Bu çalışmada, bunlardan bazılarında bahsedilecektir. Yukarıda bahsi geçen Aristo'nun genel kabulünden farklı olarak, 17. y.y.'in sonlarına doğru, insanoğlu çeşitli mineral ve malzemelerin mekanik yüklemeye karşı ve özellikle çizilmeye karşı dirençleri hakkında bilgi sahibiydiler. Huygnes (1960), tebeşirin yarıma düzleminin, bıçak ileri doğru hareket ettirildiğinde çizilebileceğini ve ters yönde hareket ettirildiğinde çizilmeyeceği gerçeğini fark etti. Reaumur (1722), sertliği kademelere ayıran bir bar kullanarak, çeliğin kalitesini derecelendirmiştir. Buna göre, numunenin sertliği, bar sisteminde bulunan malzemelerden ilk olarak çizebildiği malzemeye göre belirlenir.

Linne (1768, 1793) katıların mekanik özellikler terminolojisiyle alakalı çeşitli terimleri öne sürmüştü ve bu terimler daha sonra gelen araştırmacılar tarafından da benimsenmiştir. Werner (1774) malzemenin bir bıçakla veya mineralle çizildiğinde gösterdiği davranışa göre, sertliği dört gruba ayırmıştır (sert, yarısert, yumuşak ve çok yumuşak). Daha sonra Haüy (1801) mineralleri birbirlerini çizme kabiliyetlerine göre sınıflandırarak, kuartz, cam, tebeşiri çizebilen veya tebeşiri çizemeyen olarak dört sınıfa ayırmıştır. Mohs (1812) diğer bazı özelliklerle birleştirilerek, sertliğin katıların ayırt edici bir özelliği olarak kullanılabileceğini önermiştir. Daha sonra Mohs, sertlik tanımı esasına dayanarak kendi anlayışına uygun on aşamalı sertlik ölçeği önermiştir (Mohs, 1822). Frankenheim (1829, 1831) sabit yük altında, farklı yönelimdeki düzlemler ve kristalografik olarak farklı düzlemler üzerinde çizimin yönden bağımsız (anizotropik) özelliklerini derinlemesine incelemiştir. El ile çizikler yaparak, çizimin özelliklerinin aynı zamanda kantağın topolojisine ve çizilme hızına da bağlı olduğunu anlamıştır. Böylece, çizik sertliğinin göreceli ölçümlerinin kullanılmasını önermiştir.

1833 yılına kadar geçen zamanda malzemeler üzerine uygulanan yük tam olarak hassas bir şekilde belirlenemedi. Seebach (1833) uygulanılan yüklerin tanımlanmasına olanak sağlayan bir cihaz tasarladı. Sertlik, yüzeye dik olarak uygulanan minimum yüke orantılı olarak elde edilir ve bu yük altında yüzey yatay olarak kaydırıldığında fark edilebilir bir çizik meydana gelir. Franz (1850) çentiginin, sabitlenmiş bir kristal boyunca hareket etmesini sağlayan Seebach' den bağımsız benzer bir metot geliştirdi. Çizme metodu daha sonra çizme geometrisi geliştirilerek daha nicel bir temel üzerine oturtuldu. Grailich ve Pekarek (1854) temelde Seebach' in cihazını kullanarak mekanik parçalar ve çizimin optiksel denetimini geliştirdiler ve bu cihazı sertlik ölçer diye adlandırarak 1968'de piyasaya sürdüler. Bu cihazın yardımı sayesinde Exner (1873) sertliğin anizotropisi üzerine detaylı veri sağladı. Bazı zamanlar alternatif tanımlar ileri sürüldü. Örneğin sertlik; numuneyi, uygulanan yük altında hareket ettirmek için gerekli olan yanıl kuvvete ters orantılı olarak tanımlandı (Franz, 1850; Grailich ve Pekarek 1854). Her halükarda, bu yolla elde edilen sertlik değeri, görülebilir bir çizik oluşturabilmek için gerekli olan minimum yük değeri üzerinden alındığı için sertlik değerinin oldukça üst limit değerindeydi. Ancak, bununla birlikte çizimin görünebilmesi numunenin yüzey durumuna ve çizimi kaydeden optik metoda çok fazla bağlıdır. Bu

belirsizliđi azaltmak için, Pöschl (1909) çizik genişliğinin yük büyüklüğü yerine yük deđişimine karşı deđişimini ölçmeyi önerdi. Martens (1898) çizik genişliđi ve uygulanan yükü ölçmek için mekanik mühendisleri tarafından çok kullanılan bir çizik ölçme aleti ileri sürdü. Martens, bir çizige neden olan normal yükü sertlik olarak ele almıştır. Nano çizme üzerine yapılan son çalışmalar belirli sayıda materyal için yanıl kuvvet ve (normal kuvvet)^{3/2} arasında bir orantı olduğunu göstermektedir (Kaupp ve ark., 2004).

Günümüzde hala aşınma direncini çalışmak için kullanılan çizik testine ilave olarak, 19. yüzyılda sertlik deđerlendirmesi üzerine yapılan diđer yaklaşımlardan da kısaca bahsedilmelidir. Bunlara örnek rendeleme, delme ve öğütmedir. Rendeleme yaklaşımı Pfaff tarafından geliştirildi. Pfaff (1883) bir çizik derinliğini, işlemi aynı çizgi boyunca “n” kez tekrar ederek hatta aynı zamanda yan yana birkaç kez elmas çenticiyle uygulayarak doğru bir ölçüm süreci belirlenebileceđini ileri sürdü. Numunenin kütle yoğunluđunu ve taranan alanı bilmek, çizik derinliğinin rendelemeden sonraki ađırlık kaybından hesaplanmasını sağlar. Çeşitli minerallerin veya aynı mineralin farklı düzlem ve yönelimlerinin bađıl sertlikleri, yük ve hız gibi parametrelerini sabit tutarak ters rendeleme derinliklerinin oranından elde edilebilir. Pfaff (1884) ve Jaggar (1898), sertlik analizlerinde elmas dörtüzlü yardımıyla delme işlemini önermişlerdir. Burada sertlik, elmasın verilen bir derinliğe girmesi için gerekli dönme sayısıyla verilmektedir. Standardize edilmiş tozlarla öğütme yaparken, sertlik belli bir tabakayı çıkarmak için ihtiyaç duyulan zamanla doğru orantılı veya öğütme esnasındaki hacim kaybıyla ters orantılı olarak alınmalıdır (Jannettaz ve Goldberg, 1895; Rosiwal, 1896). Daha sonra Engelhardt ve Haussühl (1960) öğütmeye karşı direncin “serbest yüzey/arayüzey” enerjisi ile deđiştini gösterdi.

Kesmenin olmadığı metoda geri geldiğimizde, metalin göreceli sertlik deđerini bulmak için erken bir girişimden bahsedilmektedir. Bu girişimde ABD ordu gereçleri bölümü memuru 1856’ da bir piramidi metal üzerine bastırdı. Bu esnada çentici hacmini kaydetti ve ölçüm standardı olarak da bronz kullanıldı (Turner, 1886). Daha sonra Calvert ve Jhonson (1859) bir çelik koniyi daha önceden belirlenmiş bir çentik derinliğine kadar uygulamayı başardı. Sertlik test metodunun sonraki gelişmeleri büyük

ölçüde hızlı bir şekilde gelişen metalürji sayesinde oldu. Sertlik düşüncesinin dönüm noktası, katının sertliğini elastikiyet limitinde küçük bir dairesel alandaki kontak basıncı olarak tanımlayan Hertz (1882) tarafından yayınlanan yaklaşımdır. Bu tanım yumuşak katıların yanında kırılğan katılar için de kullanıldı. Bununla birlikte, kırılğan katıların elastikiyet limiti çatlamanın başlangıcındaki basınçtan belirlenebilse de deneysel doğrulamalarda zorluklar ortaya koydu. Budurum günümüz sertlik testinin önemli bir parçası olan kontak mekaniğinin ortaya çıkmasını sağladı (Jhonson, 1996). Plastik deformasyonun başlangıcını açıkça hesaplayabilmek için Prandtl (1920; 1921), Mises (1913) tarafından yapılan bir öneriyi kullanarak çentici altında iki temel zorun farkı olan makaslama zorunu belirleyici bir öneri olarak ileri sürdü.

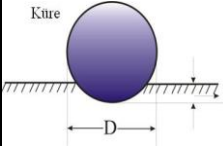
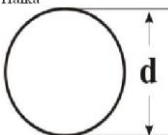
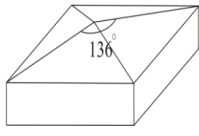
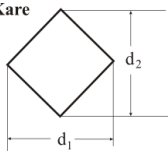
Hertz' in tanımının temeli üzerinde, Auerbach (1890; 1891) kırılğan katıların sertliğini yük altında kristal kuartz ve camda oluşan çatlakları izleyerek optik olarak belirledi. Bir çatlağın ilk ortaya çıkışı olarak tanımlanan sertliğin, çenticiinin eğriliği ile bir değişime maruz kaldığını kabul etti. Çekme geriliminin altında çatlaklar oluştuğu için yüzey koşullarının çatlak çekirdeklenmelerini etkilemiş olabileceğini düşündü. Kaya tuzu, kalsit ve kalsiyum florür gibi biçimlendirebilir saydam katıların ölçümlerini oluşturdukları yerde yaparak deneyimlerini arttıran Auerbach sertliğin hemen hemen sabit bir kontak basıncıyla gösterilen plastik akmanın başlangıcındaki Hertz' in basıncı olarak alınabileceğini önerdi. Metale karartılmış bir çentici uygulanılarak kontak alanı belirlendi (Auerbach, 1900).

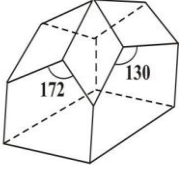
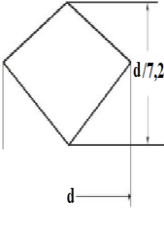
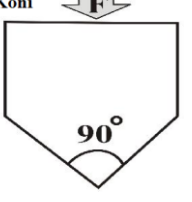
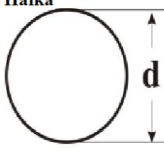
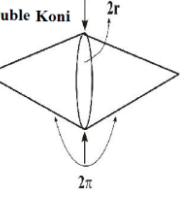
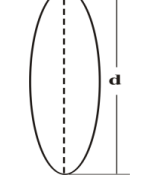
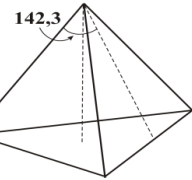
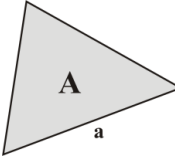
2 N'nin altında yük kullanılarak elde edilen makro ve mikro sertlikler arasındaki ayrım oldukça keyfi olsa da mikro sertlik olarak adlandırılır. Yine de bir mikro sertlik testi daha yüksek optik çözünürlüğe ihtiyaç duyulduğundan dolayı daha farklıdır. Lips, Sack (1936) ve Lips (1937) ışık mikroskobuna numuneyi piramit biçiminde yayla tutturulmuş elmas vickers çenticiye doğru hareket ettirerek çok fazlı alaşımların küçük taneleri üzerine çentik açabilen bir cihaz eklediler ve bunu piyasaya sürdüler. Vickers çenticide karşıt yüzeyler arasındaki açı 136° dir. Buradaki açı, 0.375D çaplı bir izin (Burada "D" Brinell testinde kullanılan bilyenin çapıdır) kontak noktasından çenticiinin çevresine çizilen teğetin sonucudur. Smith ve Sandland (1925) uygulanacak yükün 0.375D'lik bir Brinell izi oluşturacak şekilde ayarlandığında, Brinell bilyesi ve Vickers çenticiyle elde

edilen sertlik değerlerinin hemen hemen birbirine eşit olacağını söyledi. İlk sertlik cihazını Vickers çentici ile yapan Vickers Limited Şirketi bu yöntemle bulunan sertliği Vickers sertliği olarak adlandırdı. Mikroskoplu mikrosertlik cihazlarının piyasaya çıkmasından sonra 10µm'lik çentici çapı ölçülebilmeye başlandı (Glazov ve Vigdorovic, 1962; 1971). Geleneksel bir mikro veya makrosertlik testinde, batma derinliği $h=10^1-10^3$ µm ve F kuvveti $10^{-2}-10^2$ N aralığında oluşurken bir nanosertlik deneyinde hem h batma derinliği hem de F uygulanan kuvvet çok daha küçüktür ($F < 10$ mN, $h < 10$ µm) ve bu esnada $F(h)$, yükleme boşaltma döngüsü boyunca kaydedilmektedir (Fischer- Cripps, 2004).

Çentme deneylerinde değişik çentimler kullanılmaya başlandı. Küresel çentimlerle birlikte koni (Ludwik, 1908; Rockwell, 1922), çift koni (Grodzinski, 1951), üç köşeli prizma (Mukhopadhyay ve Paufler, 2006) veya piramit çentimler (dörtgen: Smith ve Sandland, 1925; ortorombik: Knoop ve ark., 1939; üç köşeli: Berkovic, 1951) gibi değişik şekildeki çentimlerin farklı birçok amaç için kullanışlı olduğu keşfedildi. Auerbach (1891), çentici şeklinin sertlik değerleri üzerinde bir etkiye sahip olduğunu belirledi. Çentici geometrisi ile sertlik değerleri arasındaki ilişki ve çentici şekilleri çizelge 2.1'de gösterilmiştir.

Çizelge 2.1. Farklı test metotları, çentici şekilleri, çentik izleri, sertlik denklemleri ve girme derinliği denklemleri

Test Metodu	Çentici Şekilleri	Çentik İzleri	Sertlik Denklemleri	Girme Derinliği Denklemleri
Brinell			$H_c = \frac{2F}{\pi D^2 \left\{ 1 - \left[1 - \left(\frac{d}{D} \right)^2 \right]^{\frac{1}{2}} \right\}^2}$ Brinell sertlik numarası = BHN	$t = D \left(1 - \left[1 - \left(\frac{d}{D} \right)^2 \right]^{\frac{1}{2}} \right) = d^2 2D$
Vickers		 $d = [d_1 + d_2] / 2$	$H_c = \frac{2F \sin 68}{d^2} = \frac{1,8544 F}{d^2}$ Vickers Sertlik Numarası = VHN [F]=kg, [d]=mm	$t = \frac{d}{7}$

K n o o p	<p>Ortorombik Piramit</p> 	<p>Rhombus</p> 	$H_K = \frac{F}{A} = \frac{14,40 F}{d^2}$ <p>Knoop sertlik Numarası = KHN; [F]=kg, [d]=mm</p>	$t = \frac{d}{30,6}$
L u d v i k	<p>Koni</p> 	<p>Halka</p> 	$H_L = \frac{4F \sin 45}{\pi d^2} = \frac{0,9 F}{d^2}$	$t = \frac{d}{2}$
G r a d z i n s k i	<p>Duble Koni</p> 		$H_G = \frac{F}{A_t} = \frac{6rF}{\pi d^2} = \frac{0,9F}{\tan\left(\frac{\alpha}{2}\right) d^2}$ $\text{HGN} = \frac{2,77F}{d^3} \cdot 10^6$	$t = \frac{d}{80}$
B e r k o v i c h	<p>Üçgen piramit</p> 	 $A = \frac{a^2 \sqrt{3}}{2}$	$H_B = \frac{F}{A} = \frac{2 F}{a^2 \sqrt{3}}$	$t = 0,19a$

Çizelgede günümüzde kullanılan çentme sertliğinin hesaplanma yöntemleri verilmektedir. Bir çentici uygulanan F yükü altında katı bir malzemenin yüzeyine battığını, çentici ile yüzey arasında oluşan kontak alanının da A olduğunu kabul edersek, katı malzemenin H sertlik değerini aşağıdaki gibi tanımlayabiliriz:

$$H = \frac{F \text{ (Yüzeye Dik Uygulanan Kuvvet)}}{A_c \text{ (Kontak Alanı)}} \quad (2.1)$$

Eğer A çentisinin kavisli alanı olarak kabul edilirse, H sertliği çentisinin şekline fazlasıyla bağlı olur. Bundan dolayı Brinell, Ludwik, Grodzinski, Rockwell, Vickers veya Knoop sertlik değerleri değişiklik gösterir.

A, kontak alanının izdüşümü olarak alındığında H sertlik değerine daha fazla fiziksel bir anlam yüklenir. Bu tanım, çentici yüzeyi ile numune arasındaki sürtünme ihmal edildiğinde, fiziksel anlamı çentik üzerindeki ortalama kontak basıncı p olan Meyer sertliği (Meyer, 1908) olarak bilinmektedir. Uygulanan kuvvet numune yüzeyine diktir. Simetriden dolayı, numune yüzeyi üzerindeki kuvvetin yatay bileşenleri sıfırdır. Bu kuvvetin dikey bileşeni Toplam F kuvvetine eşittir ve aşağıdaki gibi hesaplanır:

$$\int_0^r p 2\pi x dx = p\pi r^2 = pA_p = F \quad (2.2)$$

Burada x kontak alanı halkasının yarıçapı, πr^2 ise çentisinin izdüşümü alanıdır. Buradan $H_{meyer}=p$ sonucuna varılır. Herhangi bir test metodunda, kontak alanı geometrisinin bilinmesiyle sertlik değeri H_{meyer} sertlik değerine dönüştürülebilir. Son zamanlarda, Pohlenz ve ark. (2001) taban ve katman sertliklerini tanımlamak için mikro ve nanoçentme için kullanışlı farklı sertlik tanımları çalışmıştır. Malzbender (2003), konik ve küresel çentimlerle elde edilen elastik modülü ve sertlik değerleri üzerine detaylı bir çalışma yaptı ve konik ile küresel çentimden elde edilen değerler arasındaki farkların belirlenebilmesi ve birbirlerine dönüştürülebilmesine olanak sağlayacak bir bağıntı elde etmek için bir kıyaslama yaptı.

Malzeme bilimi ve pek çok diğer bilim dallarında da sürekli olarak geniş bir şekilde kullanılan makro, mikro ve nanoçentme sertlik testi daha önceden bilim adamları tarafından incelenmiştir (Westbrook ve Conrad, 1973; Blau ve Lawn, 1986; Baker ve ark., 1995; Drory ve ark., 1995; Gerberich ve ark., 1996; Biswas ve ark., 1996; Cammarata ve ark., 1997; Moody ve ark., 1998; Vinci ve ark., 1999; Ozakan ve ark., 2001; Fischer-Cripps, 2000; 2004).

Çentme işlemi boyunca ve çentme işleminden sonra malzemenin çentmeye karşı göstermiş olduğu tepkinin incelenmesiyle ilgili çok fazla çalışma yapılması ilginçtir. Bu

çalışmalar, geleneksel optik mikroskoba ek olarak taramalı elektron mikroskobu (SEM), geçirmeli elektron mikroskobu (TEM), odaklı iyon yük tekniği (FIB), arayüz kuvvet mikroskobu (IFM), atomik kuvvet mikroskobu (AFM), akustik mikroskop, akustik yayılım tekniği ve Raman spektroskopisini de kapsamaktadır (Brown ve ark., 1988; Boldt ve ark., 1992; Muraki ve ark., 1997; Ray ve ark., 1999; Wolf ve Paufler, 1999a,b; Kiely ve ark., 1999; Mukhopadhyay ve ark., 2001; Tymiak ve ark., 2004). Bhushan ve Li ince filmlerin mekanik özelliklerini belirleyebilmek için nanoçentme tekniklerini, data analizi ve nanoçentme test cihazlarını farklı bir bakış açısıyla detaylı bir şekilde incelemiştir (Bhushan ve Li, 2003).

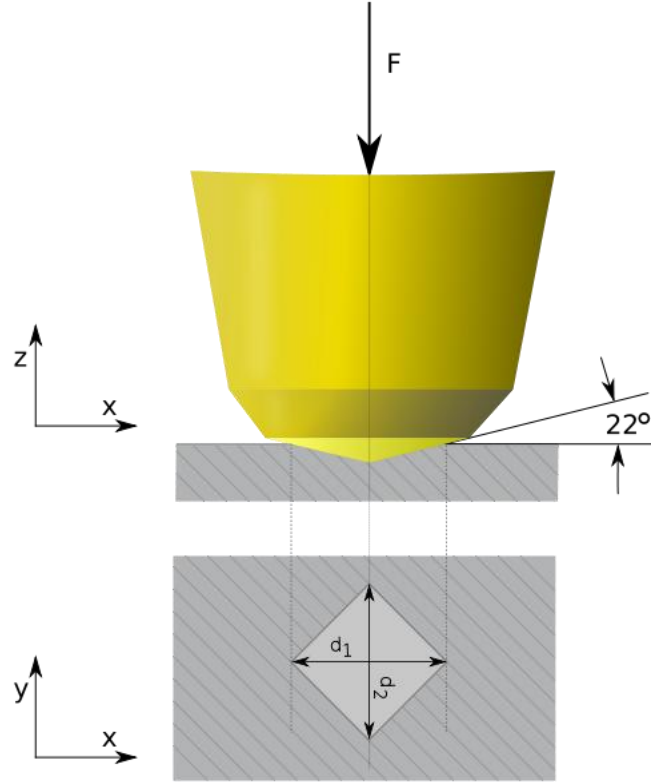
Günümüzde endüstriyel uygulamalar için çentme teknikleri en uygun sertlik testleri olarak bilinmektedir. Aşağıda tanıtılacak olan endüstriyel sertlik ölçme yöntemleri malzeme üzerinde standart bir uçla belirli koşullar altında oluşturulan plastik izin büyüklüğüne dayanır. Kullanılan standart batıcı ucun biçimine, uygulanan yüke ve oluşan izin değerlendirme yöntemine göre geliştirilen çeşitli sertlik ölçme yöntemleri vardır. Bunlar; Vickers, Brinell, Rockwell, Knoop ve Berkovich sertlikleridir. Sertlik ölçme yöntemleri deney koşullarına çok bağlı olduğundan ancak aynı koşullar altında elde edilen sonuçlar birbiri ile karşılaştırılabilirler.

2.1.1 Vickers Sertlik Testi

Vickers sertlik testi Brinell testine alternatif olarak 1924 yılında Smith Sandland tarafından malzemelerin sertliklerini ölçmek için geliştirildi. Piramit şeklinde olan uç elmastan yapılmakta ve piramidin tepe açısı 136° dir. Vickers sertlik testinde uç, malzemenin cinsine göre seçilen bir yükte malzeme yüzeyine batırılır ve oluşan izin köşegen uzunluklarının ölçülmesi ile sertlik değeri

$$H_v = 1.8544 \frac{F}{d^2} \quad (2.3)$$

bağıntısı ile verilir. Burada; F uygulanan yük olup, d izin ortalama $(d_1+d_2)/2$ köşegen uzunluğudur (Şekil 2.1).



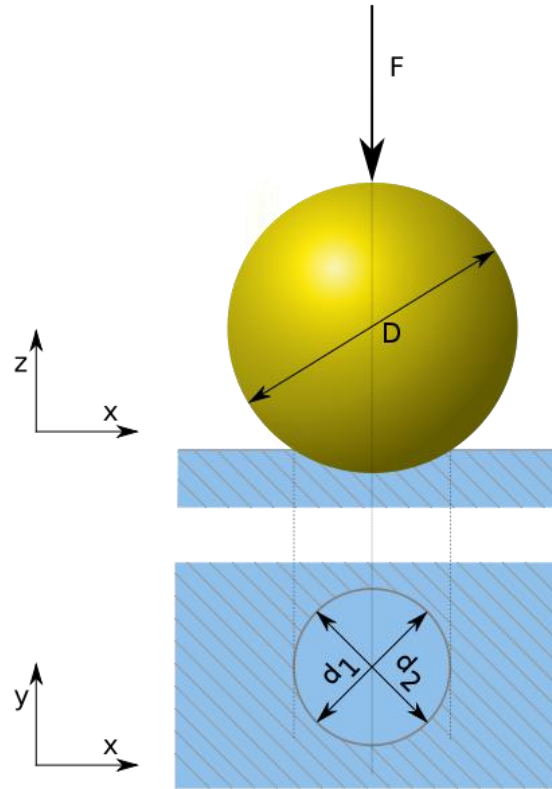
Şekil 2.1. Vickers çentiği ve izin köşegenleri

2.1.2. Brinell Sertliği

İsveçli mühendis Johan August Brinell tarafından 1900 yılında önerilen Brinell sertlik testi mühendislikte ve metalürjide en geniş kullanılan ve standartlaştırılan ilk sertlik testidir (Şekil 2.2). Brinell sertlik testinde bir malzemenin sertlik ölçümü malzeme üzerine batırılan ucun girme derinliğinin ölçülmesi ilkesine dayanır. Standard Brinell sertlik ölçümünde 10 mm çaplı bilya, 3000 kg (29 kN) yükü 30 saniye süre ile bastırılır. Kuvveti küresel yüzey alanına bölerek Brinell sertlik değeri,

$$H_B = \frac{2P}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (2.4)$$

bağıntısı ile elde edilir. Burada P uygulanan yük, D brinell çentecinin çapı ve d ise oluşan izin çapıdır. Yumuşak malzemeler için daha düşük yük değeri uygulanırken sert malzemeler için tungsten karbayt çentici kullanılır.



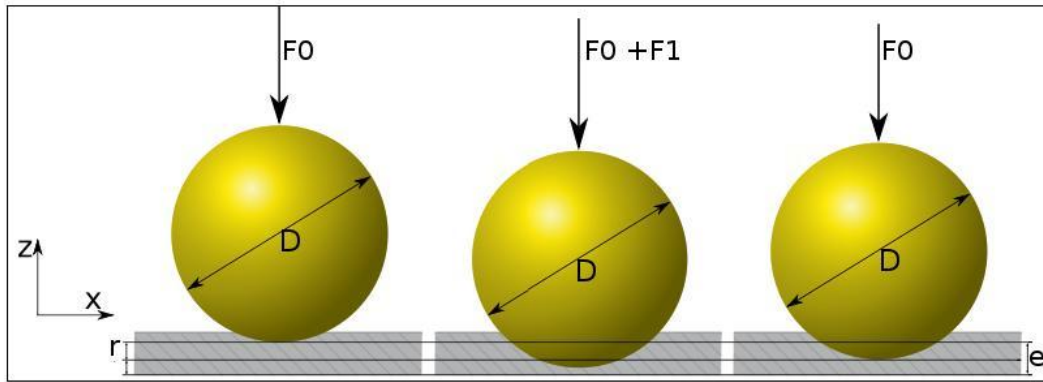
Şekil 2.2. Brinell çentici ve izin çapı

2.1.3. Rockwell Sertliği

Bilye veya koni şeklinde olan standart bir uç belirli bir yük altında malzeme yüzeyine batırılır ve oluşan plastik izin derinliği ölçülerek Rockwell sertliği değeri saptanır. Rockwell çentecinin iz baskı şeması (Şekil 2.3)'de verilmiştir. Ancak bu yöntemde batma derinliği ölçüleceği için yüzey pürüzlülüğü sonuçları etkileyebilir. Bu sakıncayı

gidermek için önce ön yük uygulanarak alet sıfır düzeyine ayarlanır. Daha sonra deney yükü belirli hızla uygulanıp kaldırılır. Deney yükünün oluşturduğu plastik batma derinliği ölçülür. Ancak uygulamada Rockwell sertlik değeri belirli koşullarda elde edilen batma derinliği yerine ona karşı gelen boyutsuz bir sayı ile belirtilir.

Değişik deney koşullarında elde edilen farklı düzeylerdeki sertlik değerleri RA, RB, RC gibi simgeler verilir. Bu sayılar 0 ile 100 arasında bir değer alır. En sert metallerin Rockwell sertliği konik bir uçla 150 kgf yük uygulanarak ölçülür ve sonuçlar RC ile belirtilir. Örneğin su verilmiş çok sert çeliğin sertliği 60-65 RC arasında bulunur. Pratik olması nedeni ile Rockwell sertlik ölçme yöntemi endüstride çok yaygın olarak uygulanır.



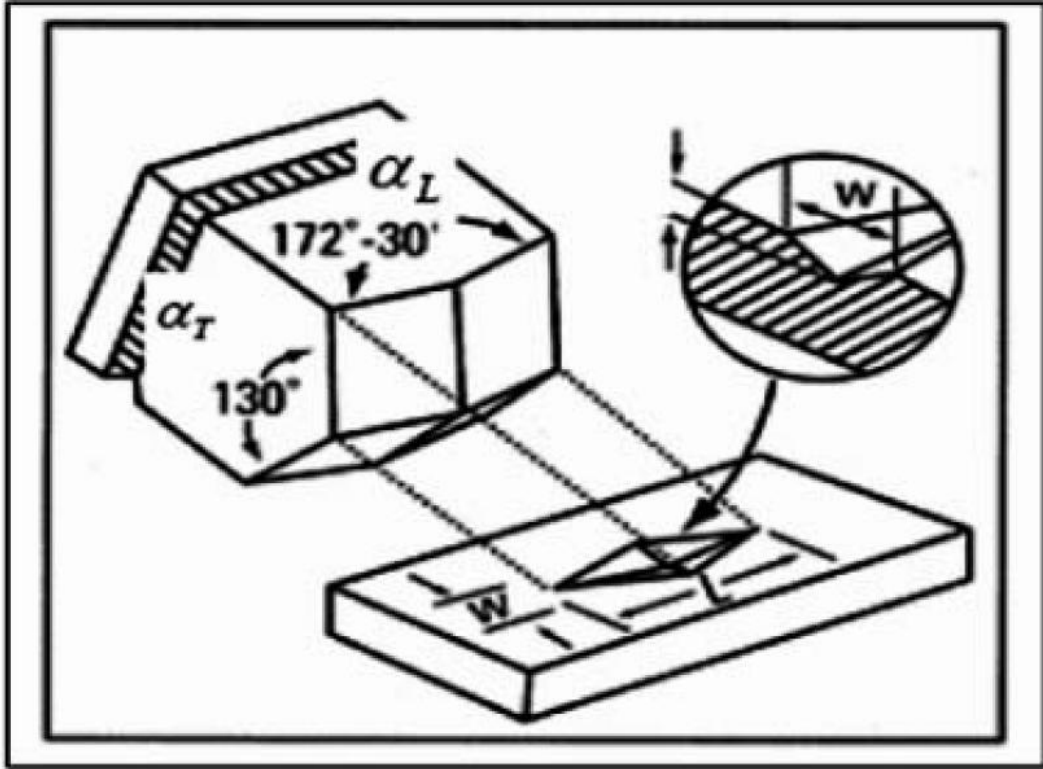
Şekil 2.3. Rockwell çentisinin şematik gösterimi

2.1.4. Knoop Sertliği

Özellikle çok ince malzemeler için Vickers sertlik testine alternatif olarak kullanılan Knoop sertlik testi (Knoop ve ark., 1939), Vickers sertlik testinden hem çentisinin geometrisi hem de sertlik tanımının özelliğinden dolayı farklıdır (Şekil 2.4). Knoop çentici eşkenar dörtgen tabanlı piramit şeklindedir ve çentecin zıt yüzeylerinin iki çifti arasındaki açılar eşit değildir. Büyük açı $172^{\circ}30'$ ve küçük açı 130° dir. Knoop sertliği uygulanan yükün kalıcı izin temas yüzey alanına oranı olarak;

$$H_K = \frac{F}{\frac{1}{2}Lw} = \frac{2F}{L^2 \cot(\alpha_L/2) \tan(\alpha_T/2)} = 14.299 \frac{F}{L^2} \quad (2.5)$$

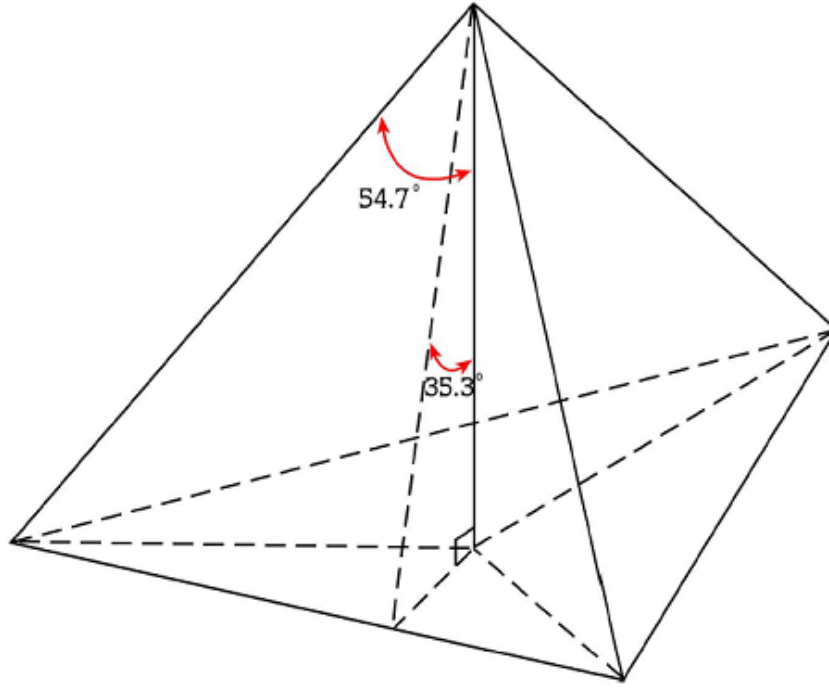
şeklinde hesaplanır. Burada L , w , α_L ve α_T şekil 2.4'de gösterilmiştir.



Şekil 2.4. Knoop çentcinin şematik gösterimi

2.1.5. Berkovich Sertliği

Berkovich çentci üç köşe tabanlı piramittir ve ideal derinlik kesit oranı Vickers sertlik testi ile benzerdir. Bu uç küçük boyutlarda ideal şekle çok yakın olduğu için mikro ve nanoçentme deneylerinde kullanılır (Şekil 2.5).



Şekil 2.5. Berkovich çentisinin şematik gösterimi

2.2. Derinlik Duyarlı MikroÇentme (DDM)

Çentme testleri, yaygın olarak malzemelerin sertlik analizi için kullanılmaktadır. Geleneksel sertlik testleri ile Derinlik Duyarlı Mikrosertlik (*DDM*) analizleri arasında farklılıklar olsa da, her ikisinde de amaç aynıdır. Geleneksel sertlik testlerinde, çentici vasıtasıyla uygulanan yükün kaldırılmasından sonra geride kalan iz, kontak alanını belirlemek amacıyla optik olarak ölçülür. Uygulanan yükün, numune üzerinde oluşturduğu izin kontak alanına oranı, sertlik olarak tanımlanır.

$$H = \frac{P_{uygulanan}}{A_{kalan}} \quad (2.6)$$

Bu ifadeden elde edilen sertlik değeri, malzemenin uygulanan yüke gösterdiği plastik tepkidir. Kontak alanının hassas bir şekilde belirlenebilmesi, izi görüntülemek için kullanılan mikroskobun ayırma gücüne bağlıdır. Optik mikroskobun ayırma gücünden

daha küçük ölçeklerde, Taramalı Elektron Mikroskobu (*SEM*) ya da Taramalı Uç Mikroskobu (*SPM*; Statistical Parametric Mapping) kullanılması gerekir. Nanometre boyutundaki ölçümler için ise bu tekniklerin hiçbirisi uygun olmayıp, daha çok Atomik Kuvvet Mikroskopları (*AFM*) kullanılmaktadır.

Yerdeğiştirme miktarını doğru bir şekilde ölçen ve yükün çok hassas bir biçimde uygulanmasını sağlayan yeni test yöntemleri, çentilen bölgenin mikroskobik yöntemlerle incelenme gerekliliğini de ortadan kaldırmaktadır. Ayrıca, geleneksel tekniklerle sadece numune yüzeyinde kalan plastiklik ölçülmesine rağmen, DDM tekniği ile yükün kaldırılması (boşaltma) esnasında ortaya çıkan elastik geri kazanım ve başlangıç elastikliği de ölçülebilir hale gelmiştir.

2.3. Oliver-Pharr Metodu

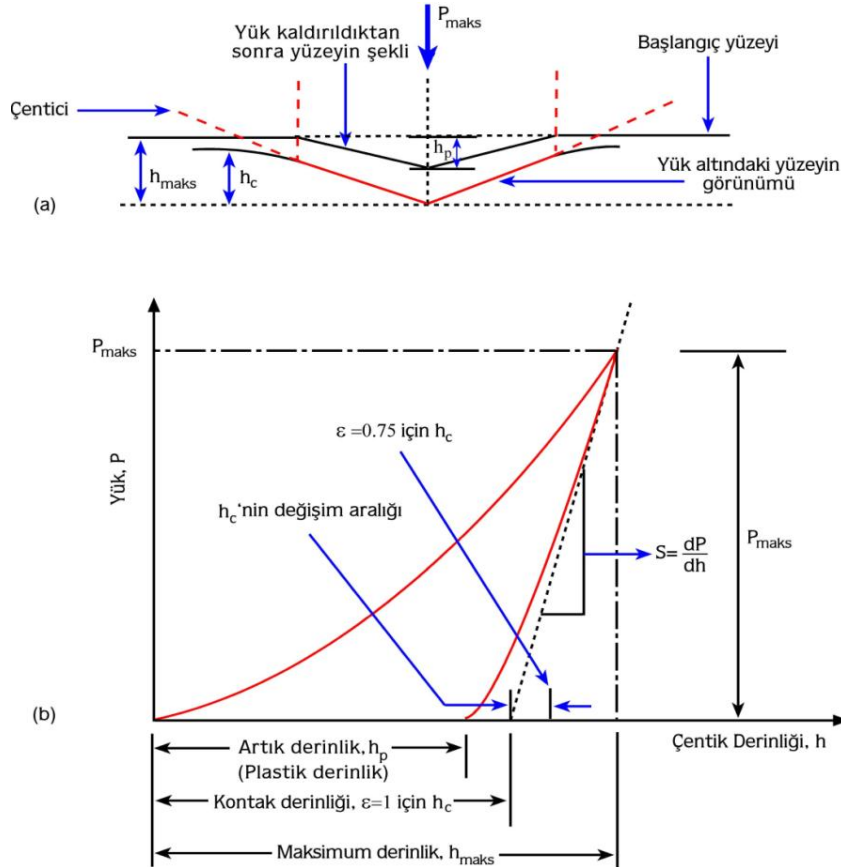
1970'li yılların başlarında Ternovskii ve ark. (1973), Bulychev ve ark (1975; 1976; 1987) ve Shorshorov ve ark (1982) DDM deneylerinden elde ettikleri yük-yerdeğiştirme eğrilerini, elastiklik modülünün elde edilmesinde kullanmışlardır.

1986 yılında Dorner ve Nix tarafından, yük-yerdeğiştirme eğrilerini analiz etmekte kullanılan yeni bir yöntem geliştirilmiştir. Oldukça yoğun ilgi gören bu yöntemde, boşaltma eğrisinin başlangıç kısmı lineer kabul edilir ve çentinin (*indenter*) kontak derinliği, boşaltma eğrisinin başlangıç kısmına çizilen teğetin, yerdeğiştirme eğrisini kestiği nokta dikkate alınarak hesaplanır. Bu şekilde oldukça basit lineer bir yaklaşımla elde edilen verilerden hesaplanan sertlik ve elastiklik modülü değerleri, bazı durumlarda (Çentik boyutu etkisi sebebi ile) olası değerden oldukça büyük çıkmaktadır (Franco ve ark., 2004).

1992'de Oliver ve Pharr, yaptıkları çalışmalarında Şekil 2.6 (a)' da yatay kesiti verilen bir çentici için farklı parametreler kullanarak, elastiklik sabiti hesabı için,

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_c}} \quad (2.7)$$

denklemini önermişlerdir. Denklemdaki $S = \frac{dP}{dh}$, Şekil 2.6 (b)'den de görüleceği gibi, yük-yerdeğiştirme eğrisinin boşaltma kısmının başlangıcından deneysel olarak ölçülmektedir. Denklemdaki E_r , indirgenmiş elastik modülünü A_c ise elastik kontakın izdüşüm alanını göstermektedir. Başlangıç kontak katılığı (S) ve kontak alanı (A_c) (optik olarak ölçülen izdüşüm alanına eşit olduğu kabulü ile) belirlenerek indirgenmiş elastik modülü değeri türetilmiştir (Oliver and Pharr, 1992).



Şekil 2.6. (a) Çentigin yatay kesiti (b) Oliver-Pharr metodunda kullanılan yük yerdeğiştirme eğrisinin şematik gösterimi

Kontak alanı; çentici geometrisi ve maksimum yükteki kontak derinliği h_c , kullanılarak belirlenebilir. Çentici önemli şekilde deforme olmadığı takdirde, maksimum yükteki izdüşüm kontak alanı,

$$A = F(h_c) \quad (2.8)$$

ile hesaplanabilir. F ' nin fonksiyon türü, analiz yapılmadan önce belirlenmelidir. Şekil 2.6 (a)' da yatay kesiti verilen bir çentici ile numuneye yükün uygulandığı herhangi bir anda toplam yerdeğiştirme h 'yi,

$$h = h_c + h_s \quad (2.9)$$

şeklinde ifade etmişlerdir. h_c , kontak derinliği, h_s ise kontak çevresindeki yüzeyin yerdeğiştirmesidir. Maksimum yük P_{maks} , bu yükteki yerdeğiştirme h_{maks} 'dir. Çentici üzerindeki yük kaldırıldığında, elastik yerdeğiştirmenin toparlandığında ve çentici tamamen numuneden geri çekildiğinde, numune yüzeyinde kalan iz derinliği h_p 'dir (Şekil 2.6(b)). Deneysel kontak derinliği,

$$h_c = h_{maks} - h_s \quad (2.10)$$

şeklinde belirlenir. h_{maks} , deneysel olarak ölçülebilmektedir. Bu durumda, analiz için belirleyici olan, yük-yerdeğiştirme eğrisinden kontak çevresindeki yüzeyin yerdeğiştirmesi h_s 'nin nasıl belirleneceğidir. Kontak çevresindeki yüzeyin eğriliği, çentici geometrisine bağlıdır. Konik bir çentici için, kontak dışındaki yüzey alanı Sneddon (1965) tarafından,

$$h_s = \frac{(\pi - 2)}{\pi} (h - h_p) \quad (2.11)$$

ifadesi ile verilmiştir. Sneddon'un çözümü, yerdeğiřtirmenin sadece elastik bileřeni için uygulandıđından Denklem (2.11)'deki $(h-h_p)$ niceliđi, h yerine kullanılmıřtır. Buna ilave olarak, Sneddon tarafından yük-yerdeğiřtirme iliřkisi konik çenteciler için,

$$h-h_p = 2 \frac{P_{maks}}{S} \quad (2.12)$$

řeklinde ifade edilmiřtir. Burada S , katılık sabiti olup, katının deformasyona karřı direncinin bir ölçüsüdür. Denklem (2.10) denklem (2.12)'de yerine yazılarak maksimum yükteki kontak alanı,

$$h_s = \varepsilon \frac{P_{maks}}{S} \quad (2.13)$$

elde edilir. Denklem (2.13)'de ε , konik uç için geometrik sabit olup $[\frac{2}{\pi} (\pi-2)]$ ya da 0.72 dir. Bu deđer Denklem (2.12)'de yerine yazılırsa, kontak derinliđi,

$$h_c = h_{maks} - \varepsilon \frac{P_{maks}}{S} \quad (2.14)$$

řeklinde elde edilmiř olur. Oliver-Pharr metodu ile elastiklik modülüne ilave olarak sertlik de hesaplanabilmektedir. Bu metotta sertlik, materyallerin yük altında dayanabileceđi basınç olarak tanımlanmıřtır. Bu tanım ile sertlik,

$$H = \frac{P_{maks}}{A} \quad (2.15)$$

denklemleri ile hesaplanılmaktadır. Denklemlerdeki A , Denklem (2.8) ile hesaplanan maksimum yükteki izdüşüm alanıdır. Diđer taraftan, Denklem (2.15) ile hesaplanan sertlik deđeri, çentik boyutunun direkt ölçülmesi (geleneksel metot) ile hesaplanan sertlik deđerinden farklı olabilir. Bu durum, yük altında bazı malzemelerin, kontak alanının belirli oranda plastik olarak deforme olmamasından kaynaklanmaktadır. Bunun sonucunda, geleneksel metot kullanılarak ölçülen kontak alanı (çentik atıldıktan sonra

geriye kalan izin optik yolla ölçülmesi), maksimum yükte belirlenen kontak alanından daha küçük olabilmektedir. Bu durum Oliver-Pharr tarafından geniş bir şekilde tartışılmıştır (Oliver-Pharr, 1992).

2.4. Çentik Boyut Etkisi (ÇBE) ve Sebepleri

Çentik testleri üzerindeki ilginin son yıllarda artma sebeplerinden birisi, plastik deformasyonun başlangıç aşamalarında, nasıl bir rol üslendiğinin yorumlanmasından kaynaklanmaktadır. Diğer bir nedeni ise, genellikle küçük yüklerde (küçük çentik boyutlarında) büyük sertlik değerlerinin elde edilmesinin (çentik boyutu etkisi) nedenlerinin araştırılmasıdır.

Diğer yandan, küçük çentik test yüklerinde plastik deformasyonun başlangıç aşamalarının dikkatli takibi, çentik testlerinin temel doğasının daha iyi anlaşılmasına yardımcı olacaktır. Çentik testleri üzerindeki bu ilgi; hem çentik yükü/deformasyon davranışı hem de çentik atılan materyalin yapısının gözlemlenmesinde (günümüzdeki test aletlerinin oldukça duyarlı hale gelmesinden dolayı) şu ana kadar yapılan çalışmalara yeni bir boyut kazandırmıştır (Armstrong ve ark., 2006).

2.5. ÇBE Davranışını Açıklayan ve Gerçek Sertlik Değerinin Bulunmasını Sağlayan Modeller

- Meyer ve Kick Yasası
- Hays-Kendall Yasası
- Elastik Plastik Deformasyon Modeli
- Orantılı Numune Direnci Modeli (PSR)
- Modifiye Edilmiş PSR modeli (MPSR)

2.5.1. Meyer ve Kick Yasası

Meyer kanunu, çentme yükü P_{maks} ve girme derinliği h_c arasındaki ilişkiyi veren, basit deneysel bir ifadedir. Buna göre P_{maks} ve h_c arasındaki ilişki,

$$P_{maks} = Ch_c^n \quad (2.16)$$

şeklinindedir (Tabor, 1951). Denklemden C bir sabittir ve n ise Meyer indisidir. Genel olarak malzemeler $n < 2$ ise ÇBE ve $n > 2$ ise ters çentik boyutu etkisi (TÇBE) davranışı sergilemektedirler. $n = 2$ ise Meyer kanunu denklem (2.17)'de verilen Kick yasasına dönüşür. Böylece, Kick yasasına Meyer kanununun özel bir hali olarak bakılabilir.

$$P_{maks} = Ch_c^2 \quad (2.17)$$

2.5.2. Hays-Kendall Yaklaşımı

Hays ve Kendall, numunede kalıcı deformasyon oluşturabilmek için minimum bir yük değerinin (W) olması gerektiğini ileri sürmüşlerdir (Hays and Kendall., 1973). Eğer uygulanan yük bu direnci aşamaz ise kalıcı deformasyon oluşmaz ve sadece elastik deformasyon meydana gelir. Hays-Kendall bu durumu dikkate alarak numunede kalıcı deformasyona sebep olan etkin yükü,

$$P_{etkin} = P_{maks} - W = C_1 h_c^2 \quad (2.18)$$

denklemini ile ifade etmişlerdir. Burada C_1 yüke bağlı bir sabit olup W , kalıcı deformasyon oluşturmak için gereken minimum yüküdür. Berkovich çentici için yükten bağımsız sertlik değeri ise;

$$H_{HK} = \frac{(P_{maks} - W)}{24.5 h_c^2} = \frac{C_1}{24.5} \quad (2.19)$$

denkleminde hesaplanır.

2.5.3. Elastik/Plastik Deformasyon Modeli

Geleneksel çentik testlerinde, çentiğin boyutu, çentici numune üzerinden kaldırıldıktan sonra ölçülür. Elastik geri kazanım, uç kaldırıldıktan sonra kalan çentik izi etrafında ortaya çıkar. Böylece çentik boyutu belli bir dereceye kadar küçülür. Tarkanian ve ark. (1973), bu etkiyi dikkate alarak yükten bağımsız sertlik değeri elde etmek için ölçülen çentik boyutuna yeni bir terimin eklenmesini önermişlerdir.

$$H_{EP} = k \frac{P_{maks}}{(h_c + h_0)^2} \quad (2.20)$$

Burada h_0 , elastik geri kazanımdan dolayı h_c 'ye eklenen düzeltme terimi k , çentici geometrisine bağlı bir sabittir. Sertlik verilerini inceleyebilmek için Denklem (2.20) aşağıdaki gibi yeniden düzenlenebilir.

$$P_{maks}^{\frac{1}{2}} = \chi^{\frac{1}{2}} h_c + \chi^{\frac{1}{2}} h_0 \quad (2.21)$$

Denklemden, $\chi = \frac{H_{EP}}{k}$ olup, $(k = \frac{1}{24.5})$ yükten bağımsız sertlikle ilgili sabittir.

Denklem (2.21)'daki χ ve h_0 değerleri h_c nin $P_{maks}^{\frac{1}{2}}$ ye göre grafiklerinden elde edilebilir. Bu modele göre, yükten bağımsız sertlik değeri hesaplanmasının iki yolu vardır. Bunlardan birincisi, doğrudan denklem (2.20)'i kullanmak, diğeri ise $\chi = \frac{H_{EP}}{k}$ ifadesini kullanmaktır.

2.5.4. Orantılı Numune Direnci (Proportional Specimen Resistance; PSR) Modeli

Li ve Bradt (1993) tarafından ortaya konan orantılı numune direnci modeli, Hays-Kendall yaklaşımının geliştirilmiş şekli olarak düşünülebilir. Bu modelde numune direncinin sabit olmadığı ve çentik derinliğinin doğrusal olarak arttığı kabul edilir.

$P_{maks} = a_1 h_c + a_2 h_c^2$ denklemi ile verilir. Burada a_1 ve a_2 parametreleri malzemenin elastik ve plastik özellikleri ile ilişkili parametrelerdir.

ÇBE analizlerinde, orantılı numune direnci modelinin uygulanabilirliği

$H_{PSR} = \left(\frac{P_{maks} - a_1 h_c}{24.5 h_c^2} \right)$ ve $H_{PSR} = a_2 / 24.5$ denklemlerinden elde edilen H_{PSR} değerleri

karşılaştırılarak yapılabilir.

2.5.5. Geliştirilmiş PSR (Modified Proportional Specimen Resistance; MPSR) Modeli

Gong ve arkadaşları (Gong ve ark., 1999), farklı malzemelerde ÇBE davranışının açıklanması için önerilen PSR modelinin,

$$P_{maks} = a_0 + a_1 h_c + a_2 h_c^2 \quad (2.22)$$

şeklinde geliştirilmesini önermişlerdir. Denklemden a_0 , yüzey işlemlerinin sebep olduğu artık zor ile ilgili sabit, a_1 ve a_2 denklem (2.21)'de verilenler ile aynı fiziksel anlama sahip parametrelerdir. MPSR modelinde de, PSR modeline benzer şekilde yükten bağımsız sertliği hesaplamak için iki farklı yol izlenebilir. Bunlar,

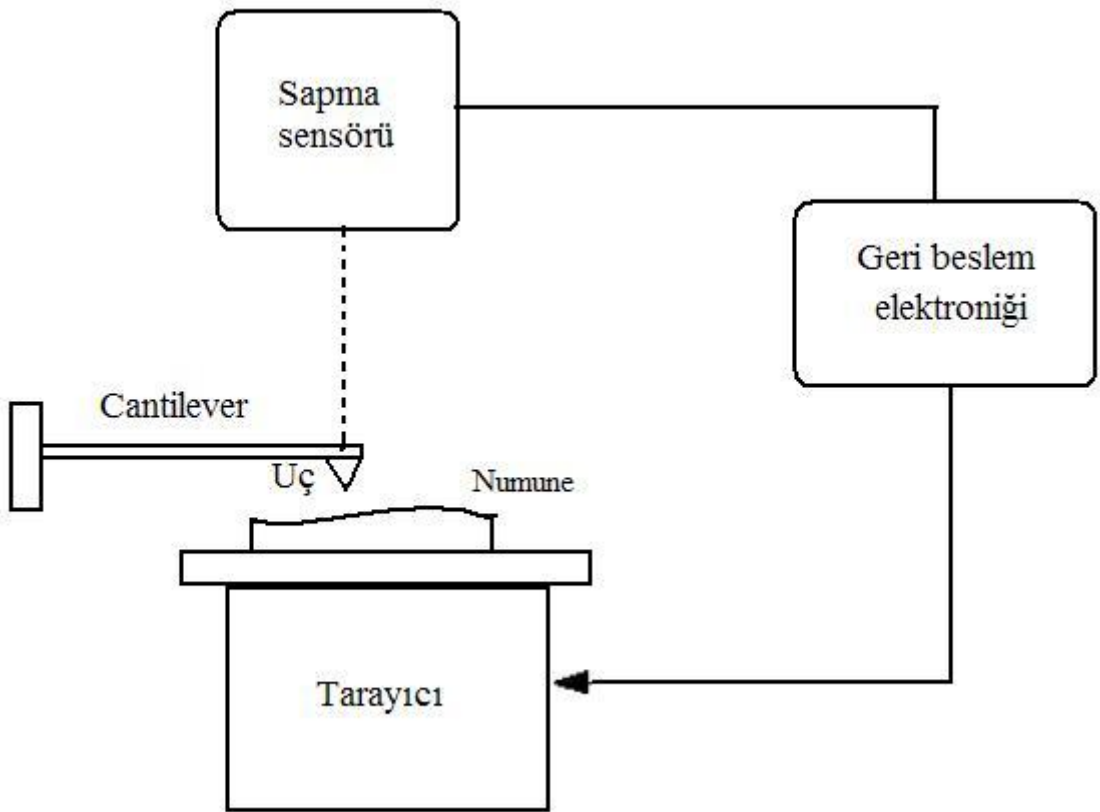
$$H_{MPSR} = (P_{maks} - a_0 - a_1 h_c) / (24.5 h_c^2) \quad (2.23)$$

$$H_{MPSR} = a_2 / 24.5 \quad (2.24)$$

2.6. Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM)

Taramalı tünelleme mikroskobu (STM) sayesinde pek çok iletken malzemenin yüzeyi atomik ölçekte incelenebilmektedir. STM ilk olarak Zürih'te 1982 yılında Binnig ve arkadaşları tarafından icat edilmiş ve 1986 yılında Binnig ve Rohrer fizik dalında Nobel Ödülünü kazanmışlardır. STM her ne kadar iletken malzemelerin yüzey morfolojisini

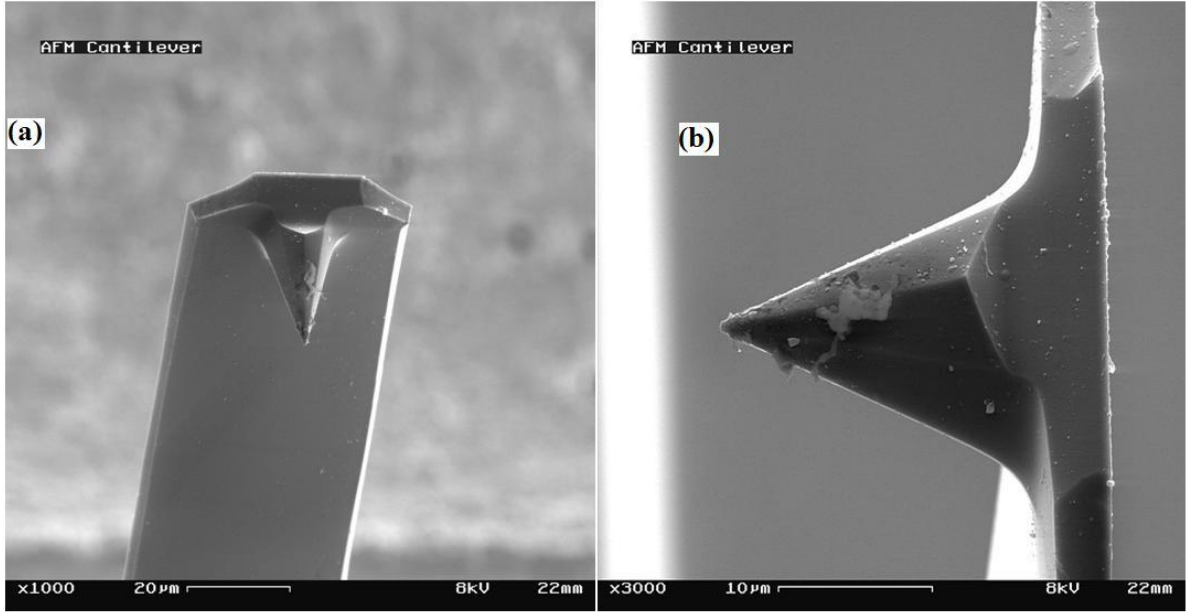
atomik ölçekte inceleme imkânı verse de, iletken olmayan malzemelerin de yüzeylerinin incelenebilmesi için yeni taramalı uç mikroskoplarının geliştirilmesi gerekmektedir. Bu taramalı uç mikroskoplarından biri olan atomik kuvvet mikroskobu (AFM) 1986'da Binnig, Quate ve Gerber tarafından icat edilmiştir. AFM'nin icadıyla birlikte hem iletken hem de iletken olmayan pek çok malzemenin yüzeyi incelenmeye başlandı. Çalışma prensibi uç ile numune yüzeyi arasındaki atomlar arası etkileşim kuvvetlerine dayanır. Şekil 2.7 de tipik bir AFM'nin çalışma prensibi görülmektedir.



Şekil 2.7. AFM'nin çalışma prensibi

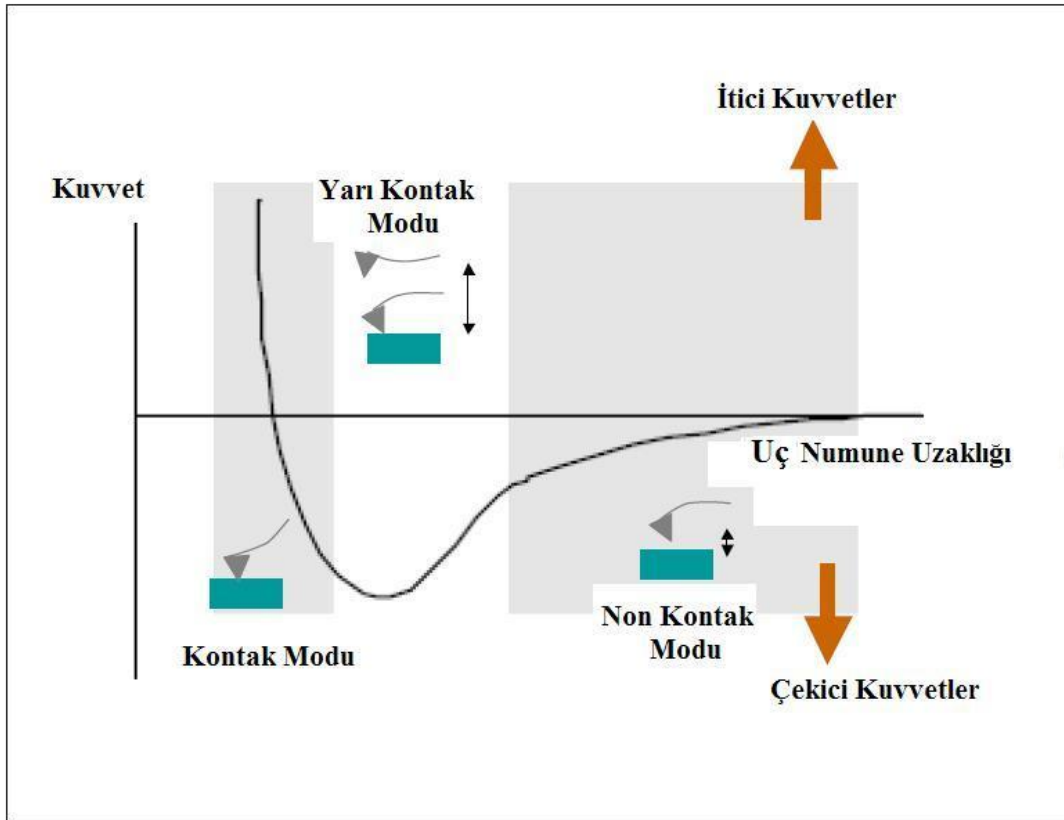
Şekil 2.7 de görüldüğü gibi cantileverin sonuna sabitlenmiş olan uç ile yüzey taranır. Tarama esnasında uç ile numune yüzeyi arasında meydana gelen atomik etkileşimlerden dolayı cantilever saptmaya uğrar ve bu sapma bir sensör tarafından kaydedilip yüzeyin haritası çıkarılır. Bu sayede numune yüzeyindeki pürüzlülüğü, kusur tiplerini ve kusur yoğunluğu hakkında bilgi edinilebilir.

Şekil 2.8 de bir cantilever ve ucun taramalı elektron mikroskopuyla çekilmiş fotoğrafı bulunmaktadır. Bir AFM ucu, 100-200 μm uzunluğunda bir cantileverin ucuna sabitlenmiş 2-3 mikron uzunluğunda ve çapı da yaklaşık olarak 20 nm den daha azdır.



Şekil 2.8. a) 1000 büyütmede b) 3000 büyütmede taramalı elektron mikroskopuyla çekilmiş AFM ucu

AFM ölçümleri kontak, non-kontak ve yarı kontak olmak üzere üç ayrı modda yapılmaktadır. İşlemin modu uç ile numune arasındaki mesafeye göre belirlenir. Uç numune yüzeyine yaklaştırıldığında numune ile uç arasında etkileşim kuvvetleri meydana gelir. Şekil 2.9 incelendiğinde sağ tarafta yaklaştıkça etkileşim kuvveti de sıfıra gider. Uç numuneye yaklaştığında çekici van der-Waals kuvveti tarafından yavaş yavaş yüzeye doğru çekilir. Uç-numune mesafesinin azalmasıyla bu çekim, uç ve numune yüzeylerindeki atomların elektron bulutlarının birbirlerini elektrostatik olarak itmeye başladığı mesafeye kadar artar. Mesafenin biraz daha azalması durumunda itici kuvvet artar ve net kuvvet kimyasal bağ uzunluğu mertebesinde (birkaç \AA) bir mesafede sıfır olur. Numune ile uç kontak etmeye başlar ve bundan sonra net kuvvet itici olur.



Şekil 2.9. AFM ucu ve numune yüzeyi arasındaki kuvvetlerin mesafeye bağlı değişimi

Kontakt modda uç ile numune arasındaki mesafe birkaç Å mesafesindedir. Numune ve uç kontak halinde olduklarından, itici kuvvetlerle birbirlerini iterler. Yüzeyi tipografisi ya kantilevırın titreşimleriyle veyahut cantilevır sabit tutularak yüzey yükseklik farkından elde edilebilir. Non-kontakt modda ise uç-numune mesafesi yaklaşık 50-150 Å mertebesinde. Bu durumda uç zayıf çekici kuvvetlere tabiidir. Bu çekici kuvvet kontak moddaki kuvvetlerden daha zayıftır ve kuvvet mesafe eğrisinden de görüleceği üzere yüzey yükseklik değişimine daha az duyarlıdır. Bu yüzden bu modda yüzey topografisini elde etmek için kontak moddakinden farklı bir mekanizma kullanılır. Cantilever, rezonans frekansına yakın bir frekansta titreştirilir. Uç numuneye yaklaştırıldığında frekans veya genlikteki değişimler saptanır. Non-kontakt ölçümler dış titreşimlerden, uç ve cantilever kalitesinden çok etkilenir. Yarı-kontakt mod non-kontakt modun biraz değişik şeklidir. Bu modda cantilever kendi rezonans frekansında

titreştirilir. Uç her bir salınımda numune yüzeyi ile anlık fiziksel temas sağlar. Numuneye yaklaşma durumunda salınının şiddetinde meydana gelen değişim esas alınır.

2.7. Taramalı Elektron Mikroskobu (Scanning Electron Microscope-SEM)

Elektrooptik prensipler çerçevesinde tasarlanmış taramalı elektron mikroskobu, elektronik ve optik sistemlerin birlikte kullanımı ile yüksek büyütmelerde üzerinde işlem ve analizler yapılabilen görüntülerin elde edildiği cihazlardan birisidir. Taramalı Elektron Mikroskobu, araştırma-geliştirme çalışmalarının yanında mikro elektronikte, sanayinin değişik kollarında hata analizlerinde, biyolojik bilimler, tıp ve kriminal uygulamalar gibi birçok dalda kullanılmaktadır. İlk ticari taramalı elektron mikroskobu 1965'de kullanılmaya başlanmış, bundan sonra teknik gelişmeler birbirini izlemiştir. Taramalı Elektron Mikroskobunda (SEM) görüntü, yüksek voltaj ile hızlandırılmış elektronların numune üzerine odaklanması, bu elektron demetinin numune yüzeyinde taratılması sırasında elektron ve numune atomları arasında oluşan çeşitli girişimler sonucunda meydana gelen etkilerin uygun algılayıcılarda toplanması ve sinyal güçlendiricilerinden geçirildikten sonra bir katot ışınları tüpünün ekranına aktarılmasıyla elde edilir. Modern sistemlerde bu algılayıcılardan gelen sinyaller dijital sinyallere çevrilip bilgisayar monitörüne verilmektedir. Gerek ayırım gücü (resolution), gerek odak derinliği (depth of focus) gerekse görüntü ve analizi birleştirebilme özelliği, taramalı elektron mikroskobunun kullanım alanını genişletmektedir. (Anonim, 2011)

Taramalı Elektron Mikroskobu Optik Kolon, Numune Hücresi ve Görüntüleme Sistemi olmak üzere üç temel kısımdan oluşmaktadır. Optik kolon kısmında; elektron demetinin kaynağı olan elektron tabancası, elektronları numuneye doğru hızlandırmak için yüksek gerilimin uygulandığı anot plakası, ince elektron demeti elde etmek için yoğunlaştırıcı mercekler, demeti numune üzerinde odaklamak için objektif merceği, bu merceğe bağlı çeşitli çapta apatürler ve elektron demetinin numune yüzeyini taraması için tarama bobinleri yer almaktadır. Mercek sistemleri elektromanyetik alan ile elektron demetini

inceltmekte veya numune üzerine odaklamaktadır. Tüm optik kolon ve numune 10^{-4} Pa gibi bir vakumda tutulmaktadır. Görüntü sisteminde, elektron demeti ile numune girişimi sonucunda oluşan çeşitli elektron ve ışınları toplayan dedektörler, bunların sinyal çoğaltıcıları ve numune yüzeyinde elektron demetini görüntü ekranıyla senkronize tarayan manyetik bobinler bulunmaktadır. (Anonim, 2011)

2.8. X-ışını Toz Kırınımı

X-ışını toz kırınımı, rasgele düzenlenmiş toz örneklerden saçılan monokromatik x ışınından, x-ışını kırınım açısı ve şiddetinin ölçümü ile malzemenin kristal yapısını belirlemede kullanılan bir yöntemdir. Bu kırınım işleminde, kristali oluşturan atomlardaki elektronlar, gelen x-ışını ile titreşir ve x-ışını esnek saçılmaya uğrar. Kristal örnekten alınan kırınım deseni her kristal türü için özeldir. Grafit ile elmasın ikisi de karbon atomlarından yapılmasına rağmen, grafitin kırınım deseni ile elmasın kırınım deseni birbirinden farklıdır. X-ışını toz kırınım deseni, malzemenin kristal sistemi, uzay grubu simetrisi, birim hücre parametreleri hakkında bilgi içerdiği için, x-ışını toz kırınımı ile nicel ve nitel faz analizi yapılabilir.

X-ışını kırınımı, kırınım deseninden kristal yapıyı belirlemede kullanılan en yaygın yöntemdir. X-ışını kırınımı; malzemenin içerdiği fazları belirlemede, nicel ve nitel faz analizinde, sıcaklık, basınç gibi fiziksel parametrelere bağlı faz değişimlerinde, tanecik boyutunu belirlemede ve örgü sabitlerini bulmada kullanılır.

3. MATERYAL ve METOT

3.1. Malzemelerin Üretimi

$RuSr_2-RECu_2O_8$ (RE = Eu, Gd ve Ho) süperiletken seramik numuneleri Amonyum Nitrat Eritme Tekniği ile hazırlanmıştır (Topal ve Dorosinskii, 2007). Söz konusu literatürde numunelerin amonyum nitrat eritme tekniği ile hazırlanışı kısaca aşağıda belirtilen şekilde verilmiştir.

Uygun miktarlarda RuO_2 , $SrCO_3$, RE_2O_3 ve CuO karıştırıldıktan sonra sıvı amonyum nitrat çözeltisinin içerisine yerleştirildi. Daha sonra çözelti yoğun koyu mavi bir sıvı kıvamına gelinceye kadar $160^\circ C$ de sinterlendi ve $210-270^\circ C$ sıcaklığına kadar ısıtıldı. Son ürün, yanık bir kâğıdın küllerine benzer şekilde, siyah ince taneli toz haline geldi ve son olarak, bu tozlar pelet haline getirildi ve oksijen akışı içinde ilk olarak $950^\circ C$ 'de daha sonra $1050^\circ C$ ' de 20 saat tavlandı. İki tavlama aşaması arasında, ara öğütme ve 2000 kg/cm^2 basınçta peletleme işlemleri yapıldı.

3.2. Malzemenin Hazırlanması

Numuneler çentme işleminden önce kalıplama ve parlatma işlemi olmak üzere iki aşamadan geçirildi.

3.2.1. Malzemelerin kalıplanması

Öncelikle, numuneler epoksi malzemesiyle yaklaşık 24 saat bekletilerek 3 cm çapında ve 9 mm yüksekliğinde tabletler halinde kalıplandı.

3.2.2. Malzemelerin parlatılması

Zımparalama, mekanik parlatma işleminin ön basamağıdır. Hem mikroskopik incelemeler (Optik, Taramalı Elektron Mikroskobu; SEM ve Atomik Kuvvet Mikroskobu; AFM) ve hem de çentme işlemleri için numunelerin parlatılmaları gerekmektedir.

Parlatma işlemlerinde Metkon marka otomatik kafalı Forcipol 2V cihazı kullanıldı (Şekil 3.1). İlk olarak numuneler sırasıyla 1000, 1200, 2400 ve 4000 meshlik zımpara kâğıtlarına tutuldu. Bu işlemler esnasında, numunenin ısınmasını önlemek için zımpara kâğıtlarına sürekli su tatbik edildi. Daha sonra, nihai parlatma için suyla süspansiyon halinde bulunan farklı tane boyutlarına sahip elmas tanecikler kullanıldı. Sırasıyla, 6, 3, 1 ve 0.25 μm boyutlarındaki elmas süspansiyonları farklı çuhaların üzerine uygulandı. Bu aşamada malzemenin ısınmasını önlemek için su yerine lubricant sıvısı kullanıldı.



Şekil 3.1. Parlatma cihazı

3.3. Nanoçentme ve Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) Analizi

Nanoçentme deneyleri oda sıcaklığında 10, 20, 30, 40, 50, 100, 150, 200, 250, 300, 350 ve 400 mN kuvvet aralığında Berkovich uç kullanılarak yapıldı. Her numuneden bütün yük değerlerinde farklı bölgelerden 10 ölçüm alındı. AFM analizleri ise dalga modunda (wave, non-contact) ve 1 Hz tarama hızında yapıldı. Numunelere ait 3-boyutlu yüzey görüntüsü ve derinlik profili grafiği elde edildi.



Şekil 3.2. AFM ve Nanoçentme cihazı

3.4. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi

SEM fotoğrafları, İnönü Üniversitesi SEM laboratuvarında Leo Evo 40VP model Taramalı Elektron Mikroskobuyla 20 kV hızlandırma voltajı altında alındı (Şekil 3.3).



Şekil 3.3. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

3.5. Renkli Haritalama (RH) ve Enerji Dağılımlı X-Işınları (EDAX) Analizi

Analizler, SEM cihazına bağlı Röntec Xflash detektöre sahip Quantax Mikroanaliz sistemiyle yapıldı (Şekil 3.3). Yüzey haritaları, X flash detektörüyle algılanan malzemelere ait karakteristik X-Işınları bilgisayar yazılımı tarafından her bir elemente göre renklendirilmesiyle, EDAX analizleri ise algılanan bu X-ışınlarının kantitatif olarak ölçülmesiyle oluşturuldu.

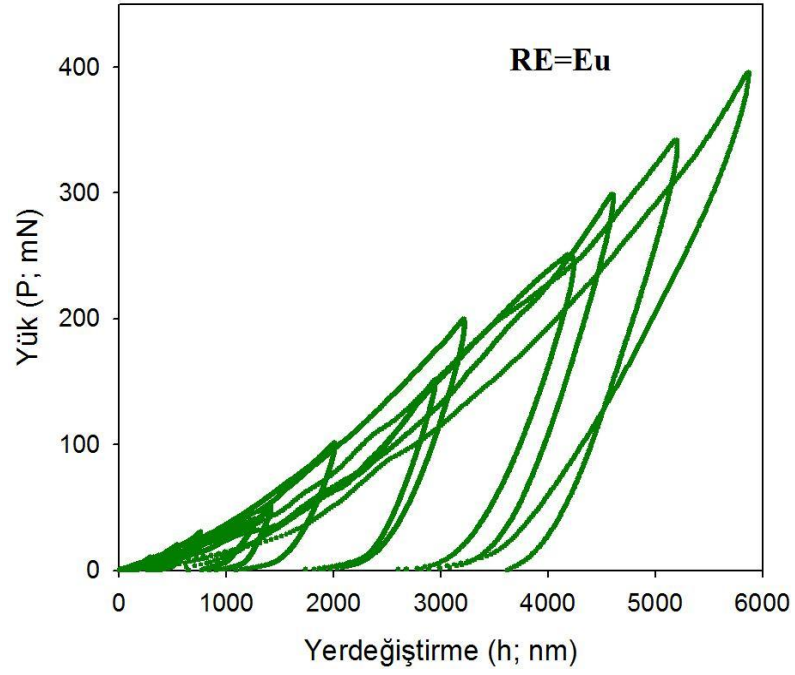
4. BULGULAR VE TARTIŞMA

Bu çalışmada, amonyum nitrat eritme tekniği ile hazırlanmış, $T_c=72$ K kritik geçiş sıcaklığının altında süperiletkenlik ve $T_m=125$ K üstünde de ferromagnetik özellik gösteren $RuSr_2RECu_2O_8$ (RE = Eu, Gd ve Ho) bulk süperiletkenlerinin elastiklik modülü ve gerçek sertlik gibi mekaniksel özellikleri araştırıldı. Yük yer değiştirme verileri kullanılarak malzemeler için gerçek sertlik değerini en doğru şekilde veren model ortaya konuldu. Atomik Kuvvet Mikroskobu ile yüzey analizi yapıldı. X- ışınları difraksiyonu (XRD) taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve renkli haritalama analizleri ile yapısal analizler yapıldı.

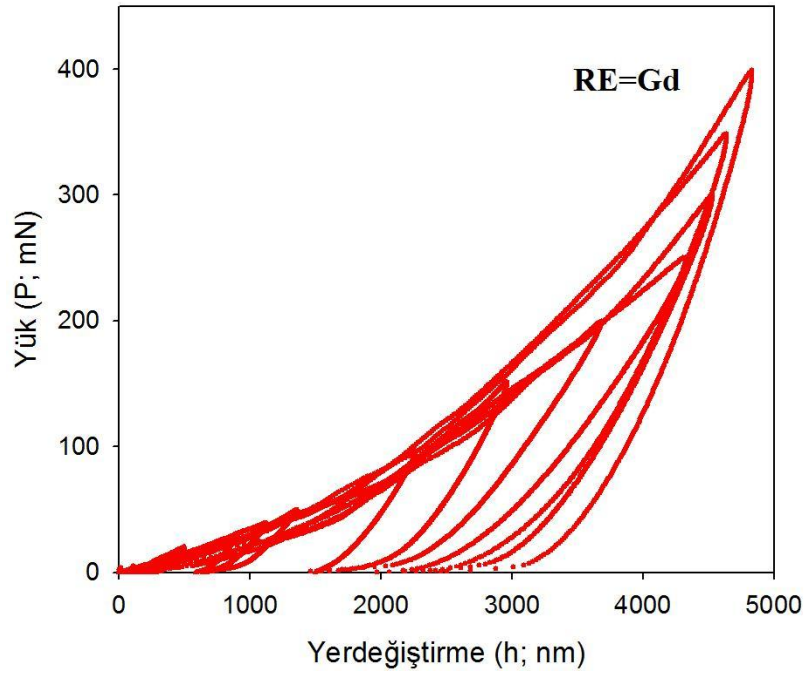
4.1.Yükleme – Boşaltma Verilerinin Analizi

$RuSr_2-RECu_2O_8$ (RE = Eu, Gd ve Ho) süperiletken seramik numunelerinin yük yerdeğiştirme eğrileri şekil 4.1, 4.2 ve 4.3’de verilmiştir. Şekiller incelendiğinde Eu ve Gd katkılı numunelerde P-h eğrilerinin üst üste binme özelliğinin zayıf olduğu açıkça görülmektedir (Şekil 4.1 ve 4.2). Bu durum, numunelerin homojen olmayan bir mikroyapıya sahip olduğunu göstermektedir. Ayrıca, malzeme içerisindeki boşluklar ve taneler arası zayıf bağlar da bu özelliği olumsuz yönde etkileyebilir. Öte yandan, Ho katkılı numuneye ait P-h eğrilerinin, neredeyse bütün yükler altında, üst üste bindiği görülmektedir. Artan yükler için P-h eğrilerinin üst üste binme özelliği, malzemenin homojen bir yapıya sahip olmasının bir göstergesi olarak bilinmektedir (Kölemen, 2006).

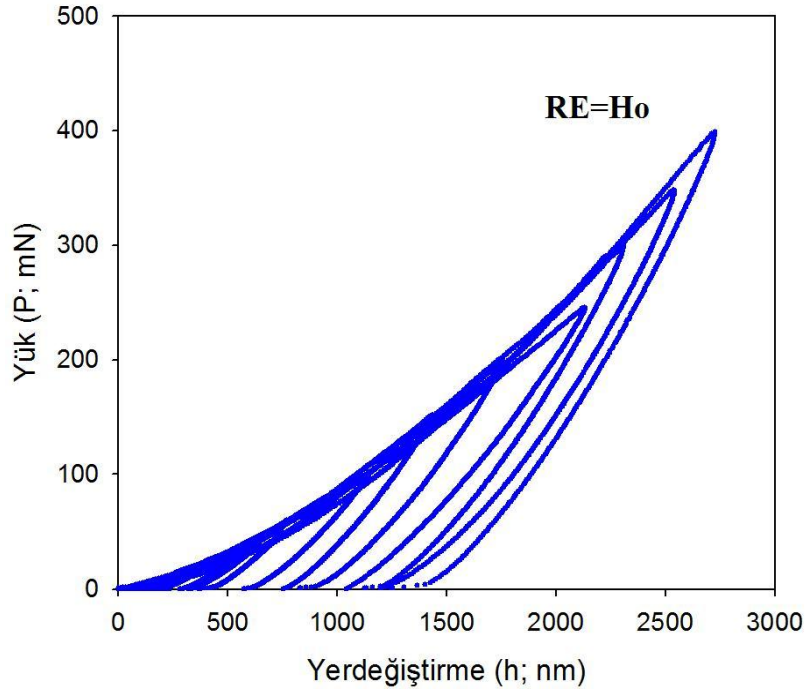
Başka bir ifadeyle Ho katkılı numunenin, bütün yükler için benzer elastik ve plastik deformasyon karakteristiği gösterdiğini söyleyebiliriz. Bu nedenle P-h eğrilerine bakarak, Ho katkılı numunenin, diğerlerine göre daha homojen bir mikroyapıya sahip olduğu sonucunu çıkarabiliriz. Bu konuda daha kesin bir yargıya varabilmek, ancak numunelerin mikroyapı incelemelerinin bir mikroskop altında incelenmesi ile mümkündür. Bu nedenle, SEM incelemeleri bölümünde (Bölüm 4.10) bu konuya tekrar değinilecektir.



Őekil 4.1. Oda sıcaklıęında $\text{RuSr}_2(\text{RE}=\text{Eu})\text{Cu}_2\text{O}_8$ süperiletkenine ait yük-yerdeęiřtirme eęrisi



Őekil 4.2. Oda sıcaklıęında $\text{RuSr}_2(\text{RE}=\text{Gd})\text{Cu}_2\text{O}_8$ süperiletkenine ait yük-yerdeęiřtirme eęrisi



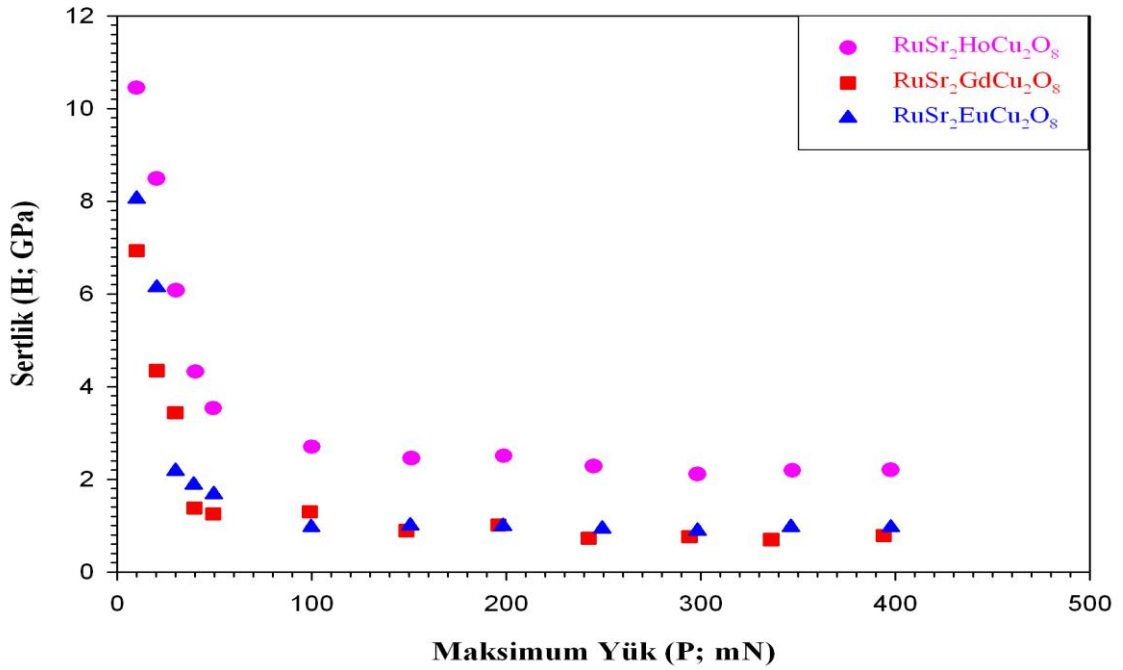
Şekil 4.3. Oda sıcaklığında $\text{RuSr}_2(\text{RE}=\text{Ho})\text{Cu}_2\text{O}_8$ süperiletkenine ait yük-yerdeğiştirme eğrisi

4.2. Sertlik ve Elastik Modülünün Yüke Bağlı Değişimi

Numunelerin, sertlik ve elastik modülü değerleri Oliver-Pharr yaklaşımı kullanılarak hesaplanmıştır. Numunelerin farklı yükler (10, 20, 30, 40, 50, 100, 150, 200, 250, 300, 350 ve 400 mN) altındaki sertlik değerlerinin değişimi şekil 4.4’de gösterilmektedir. Şekil incelendiğinde, sertliğin artan yükle birlikte lineer olmayan bir davranış sergilediği görülmektedir. Sertlik, 100 mN’a kadar hızla azalmış daha sonraki yüklerde ise yaklaşık olarak sabit kalmıştır.

Bu olay literatürde çok iyi bilinen çentik boyut etkisi (ÇBE) davranışı olarak açıklanmaktadır (Nix ve Gao, 1998; Elmustafa ve Stone, 2002; Kölemen, 2006). Bu davranış tipi sadece süperiletkenlerde değil tek kristal, alaşım ve seramik türü pek çok malzeme çeşidi içinde gözlenmiştir. (Uzun ve ark., 2005; Şahin ve ark., 2008; Şahin ve ark. 2008; 2011). Sertlik değerlerinde gözlenen bu davranış, numunelerin gerçek sertlik değerlerinin ne olacağı sorusunu akla getirmektedir. Literatürde, bu sorunun

cevabını bulabilmek için pek çok yaklaşım öne sürülmüştür. Bunlar arasında en iyi bilinenleri; Meyer yasası (Mott, 1956), Hays-Kendall yaklaşımı (Hays and Kendall, 1973), elastik-plastik deformasyon modeli (Tarkanian ve ark., 1973), Orantılı numune direnci (Proportional Specimen Resistance; PSR, (Li ve ark., 1994) ve modifiye edilmiş Orantılı numune direnci (Modified Proportional Specimen Resistance; MPSR) (Gong ve ark., 1999) modelleridir.

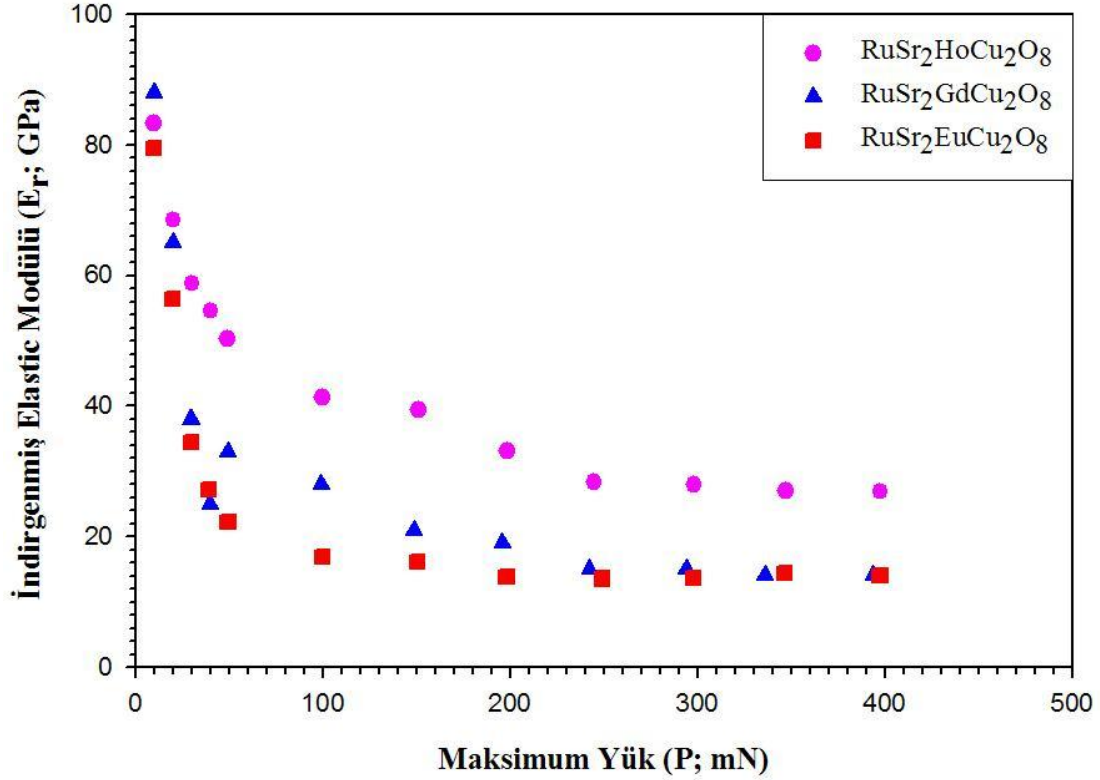


Şekil 4.4. Sertliğin uygulanan maksimum yükü deęiřimi

Şekil 4.5’de malzemelerin elastik modülü deęerleri verilmektedir. Sertlik deęerlerinde yükün artması ile birlikte gözlenen eksponansiyel azalma davranıřı, elastik modülü deęerlerinde de gözlenmektedir. Literatürden bilindięi üzere, malzemelerin sertlik ve elastik modülü davranıřı genellikle aynı eęilimi gösterirler. Bu açıdan bakıldıęında elde edilen sonuçlar, literatürle uyum ierisinde (Kölemen ve ark., 2006; Şahin ve ark., 2008).

Öte yandan, literatürde elastik modülünün uygulanan yüke göre deęiřimi ile ilgili alıřmalar yapılmıř, bu deęiřimin muhtemel sebepleri ortaya konularak řu sonuçlara varılmıřtır; yüksek yüklerde numunede meydana gelebilecek mikro atlaklar ve farklı

faz yapıları uygulanan yüklerle beraber elastik modülü değerlerinin değişebileceğini göstermiştir (Şahin ve ark., 2008).



Şekil 4.5. İndirgenmiş elastik modülünün uygulanan maksimum yüklerle değişimi

Ayrıca, değişik ölçüm yöntemlerine göre her bir döngüde meydana gelen işlem sertleşmesi de Elastik modülünün değişimini etkileyen faktörler arasında yer almaktadır. Ayrıca, elastik modülünü etkileyen faktörler arasında dislokasyonların sebep olduğu ters plastiklik de (reverse plasticity) vardır. Ters plastiklik, yük altındaki malzemede var olan iç zorlardan dolayı meydana gelir. Yük kaldırıldığında dislokasyonlar gevşer, tane sınırları ayarlanır (düzenlenir) ve hatta faz geçişi olabilir. Bu sonuçlarla birlikte elastik modülünün ölçülen değerlerinde değişiklikler meydana gelebilir (Shuman ve ark., 2007).

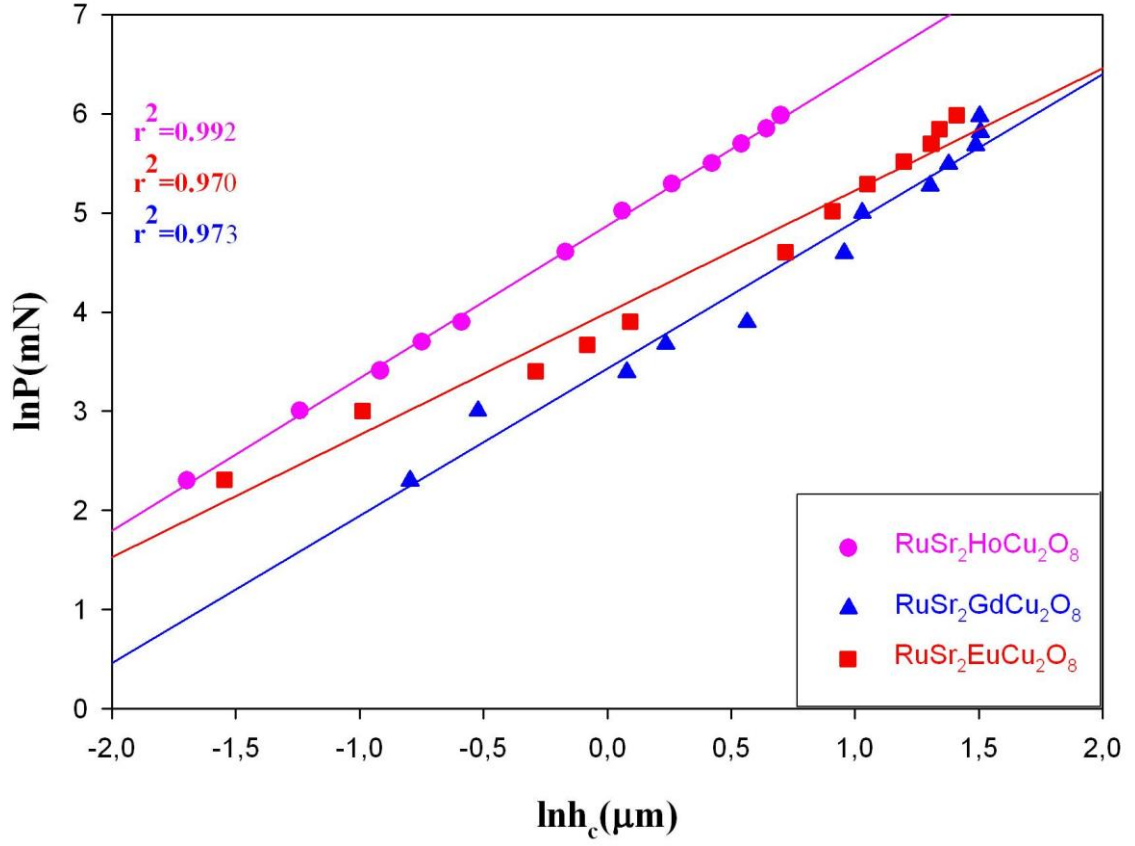
Üzerinde çalıştığımız malzemeye gelince, özellikle küçük yüklerde (< 10 mN) elde edilen elastik modülü değerlerindeki değişimlerin sebebi; ihmal edilemeyen uç

kusurları, uç körlüğü, uç ya da cihazın kalibrasyon yetersizliği, yüzey pürüzlülüğü yada başlangıç kontak noktası belirsizliği gibi deneysel belirsizlikler, malzeme yüzeyinde oluşan yerel oksitlenme (özellikle süperiletken malzemeler oksite karşı oldukça duyarlıdır) ya da yaşlanma bölgelerinin olması, malzemeleri parlatma esnasında uygulanan zorlarla beraber malzeme yüzeyinde meydana gelen işlem sertleşmeleri olarak gösterilebilir. Bunun gibi etkiler sertliğin yükükle değişimini etkileyen faktörler arasındadır. Ayrıca, elastik modülünün sertlikle benzer davranış göstermesi dolayısıyla elastik modülü değerlerinde uygulanan yükükle beraber karşımıza çıkan değişimler yukarıda sözü geçen sebeplerle açıklanabilir (Uzun ve ark., 2010).

Şekil 4.5 incelendiğinde, yaklaşık 250 mN'dan sonra malzemelerin indirgenmiş elastik modülü (E_r) değerlerinin değişmediği görülmektedir. Bu yükten sonraki değişmeyen değerler malzemelerin gerçek E_r değeri olarak düşünülebilir. Bu açıdan bakıldığında H_o katkılı numunenin E_r değerinin ($E_r \approx 30$ GPa), G_d ve E_u katkılı numunelere ($E_r \approx 15$ GPa) göre yaklaşık 2 kat daha fazla olduğu görülmektedir. Elastik modülü, doğrudan atomlar arası bağ kuvvetleriyle ilişkili olduğundan, H_o katkısının, süperiletken malzemedeki atomlar arası bağ kuvvetlerini büyük oranda arttırdığı sonucunu çıkarabiliriz.

4.3. Meyer Yasasına Göre Analiz

Meyer yasasına göre yapılan analizde $\ln P - \ln h_c$ grafikleri çizildi ve Meyer üssü (n) grafiğin eğiminden elde edildi (Çizelge 4.1.). “ n ” üssü ÇBE'nin bir ölçüsü olarak bilinmektedir. Şekil 4.6'de verilen grafiğe göre üç numunenin de Meyer üssünün 2'den küçük olduğu tespit edilmiştir. Bu sonuç ise malzemelerde çentik boyutu etkisinin etkin olduğunu göstermektedir. Bu nedenle Meyer yasasının, nanoçentme verilerini açıklamada başarılı olduğunu göstermektedir. Öte yandan, Meyer yasası malzemenin gerçek sertlik değerinin bulunmasında yeterli olmamaktadır.



Şekil 4.6. $\ln P$ - $\ln h_c$ grafikleri

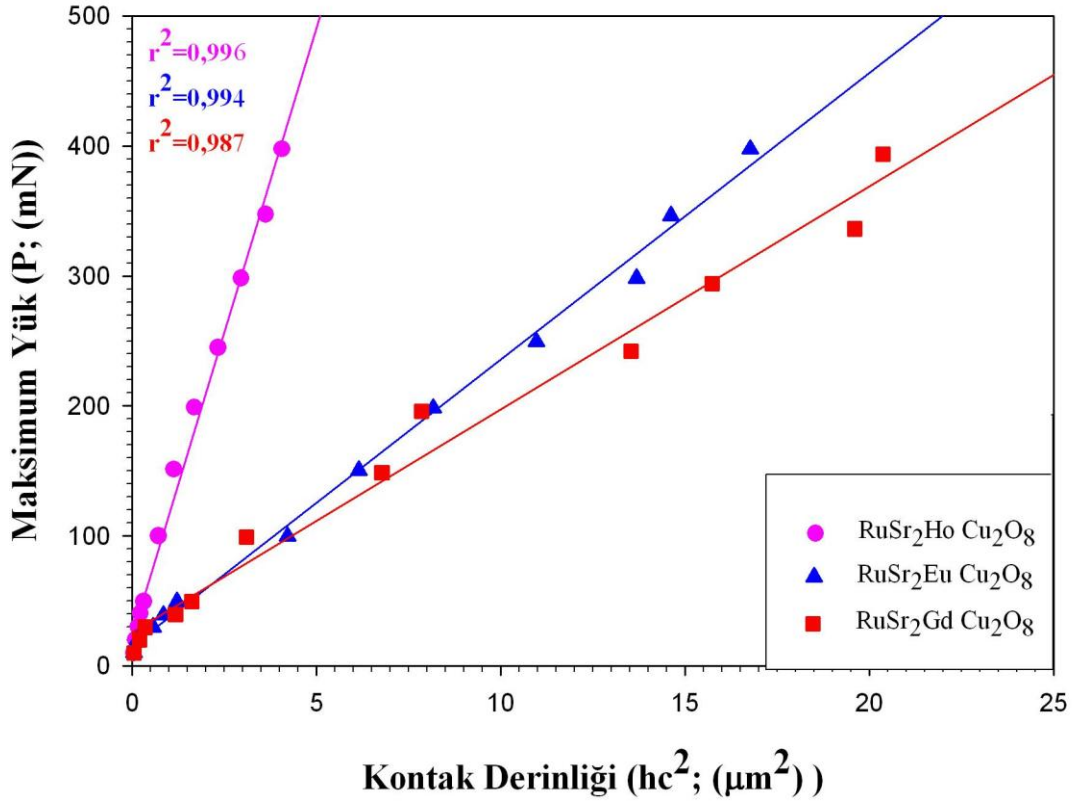
Çizelge 4.1. Meyer üssü değerleri

Numune	Meyer Üssü (n)	r^2
RuSr ₂ EuCu ₂ O ₈	1.23	0,970
RuSr ₂ GdCu ₂ O ₈	1.48	0,973
RuSr ₂ HoCu ₂ O ₈	1.53	0,992

4.4. Hays-Kendall Yaklaşımına Göre Analiz

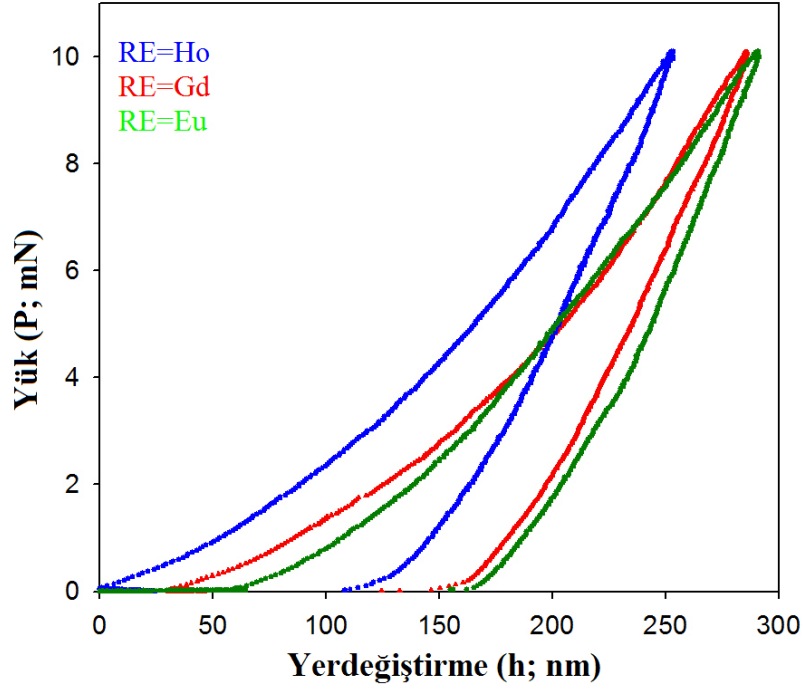
Hays ve Kendall (1973) tarafından çok sayıda malzeme üzerinde yapılan sertlik testlerinde gözlenen ÇBE davranışı için, uygulanan test yükünün belirli bir limit değerinin altında sadece elastik deformasyon, bu değer üstünde ise plastik deformasyon meydana geldiği ortaya konulmuştur. Bu durum Gane ve Bowden (1968) tarafından farklı malzemelerde çentiginin kritik bir yük değerine kadar numuneye girmemesi (bu değerden sonra aniden girmesi) şeklinde gözlenmiştir. Ayrıca, test yükünün artmasına rağmen kritik yük değerine ulaşmadan izin büyüklüğünün artmadığı gözlenmiştir. Hays-Kendall (1973) tarafından, deneysel olarak ölçülen izin büyüklüğünün, uygulanan test yükü P_{maks} yerine etkin yük $P_{ektin} = P_{maks} - W$ ile orantılı olduğu denklem (2.18)' da verilmiştir. Bu denkleme göre $P_{maks} - \frac{h^2}{c}$ grafiği lineer bir doğru verecektir.

Şekil 4.7'de $RuSr_2RECu_2O_8$ (RE = Eu, Gd ve Ho) numuneleri için verilen bu grafiğin uyum (korelasyon) katsayıları oldukça yüksektir ($r^2=0.994, 0.987$ ve 0.996). Grafikten elde edilen değerlere göre Evropyum, Gadolinyum ve Holmiyum katkılı numuneler için kalıcı deformasyonu meydana getirmek için minimum yük değerleri sırasıyla 15.2, 25.6 ve 22.3 mN'dur (Çizelge 4.2). Bu değerlerin doğruluğunu kontrol etmek için, $RuSr_2RECu_2O_8$ (RE = Eu, Gd ve Ho) numuneleri üzerinde 10 mN'luk maksimum pik yükü için deneyler yapılmıştır.



Şekil 4.7. Hays-Kendall yaklaşımına göre, P_{maks} ' in h_c^2 ye göre eğrisi

Şekil 4.8'den görüleceği üzere, 10 mN' luk bir maksimum yükün uygulanması sonucunda numuneler üzerinde belirgin bir şekilde plastik deformasyon meydana gelmiştir. Şekilden elde edilen bu sonuç, Hays-Kendall modelinin uygulanması sonucu elde edilen plastik deformasyon için gerekli olan minimum yük değerleriyle (15.2, 25.6 ve 22.3 mN) karşılaştırıldığında bu modelden elde edilen değerlerin büyük olduğu ve sertlik değerlerinin hesaplanmasında bu değerlerinin kullanılmasının doğru sonuçlar vermeyeceği sonucuna varılmıştır.



Şekil 4.8. 10 mN'luk maksimum yük altındaki $\text{RuSr}_2\text{RECu}_2\text{O}_8$ (RE = Eu, Gd ve Ho) numunelerinin yük-yerdeğiştirme eğrisi

Çizelge 4.2. Hays-Kendall modelinden elde edilen parametreler

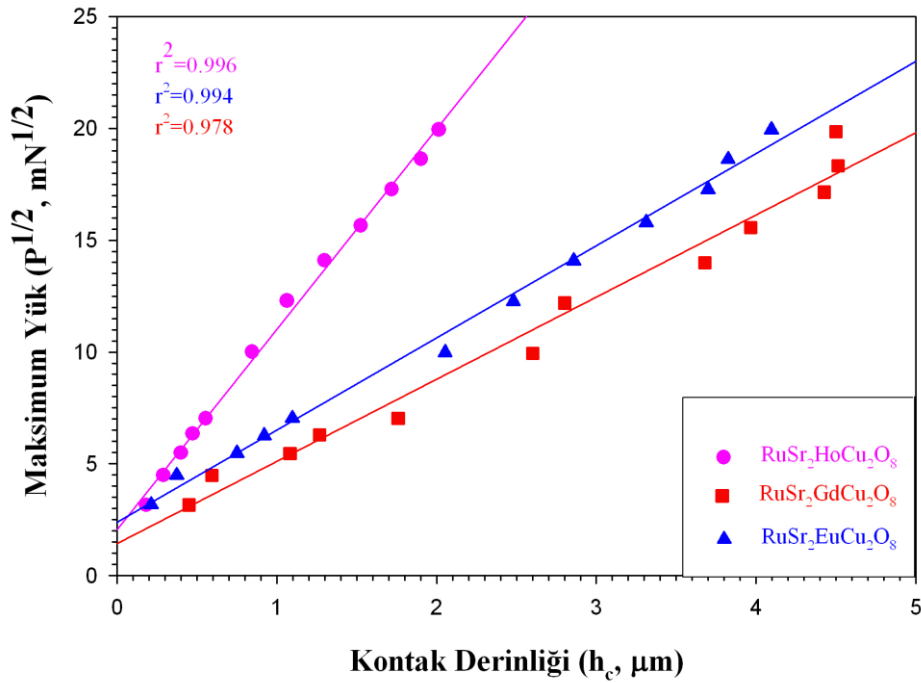
Numune	r^2	W (mN)	C_1 (mN/nm ²)	Sertlik (GPa)
$\text{RuSr}_2\text{EuCu}_2\text{O}_8$	0,994	15.2	22.05	0.9
$\text{RuSr}_2\text{GdCu}_2\text{O}_8$	0,987	25.6	17.2	0.7
$\text{RuSr}_2\text{HoCu}_2\text{O}_8$	0,996	22.3	93.6	3.82

4.5. Elastik-Plastik Deformasyon Modeline Göre Analiz

Çentik testleri esnasında kaydedilen yük-yerdeğiştirme eğrilerinden elde edilen girme derinliği, h_c elastik geri kazanımdan sonra ölçülen çentik boyutu olarak düşünülebilir. Literatürde, elastik geri kazanım ve çentici körlüğünden dolayı, çentik boyutuna ilave bir terim, h_0 düzeltme terimi eklenilmesi gerektiği öne sürülmüştür (Weiss, 1987; Bull

ve ark., 1989; Peng ve ark., 2004). Elastik toparlanma sebebi ile ifade edilen düzeltme teriminin pozitif olması gerektiği vurgulanmaktadır. Bu durum çentik boyutunun küçülmesi anlamına gelmektedir.

Elastik-plastik deformasyon modeline göre, Şekil 4.9’da verilen $P_{maks}^{1/2} - h_c$ grafiğinden h_0 ve χ parametreleri elde edilebilir (Çizelge 4.3). Çizelge 4.3 incelendiğinde h_0 değerlerinin h_c kontak derinliğine çok yakın değerler aldığı görülmektedir. h_0 değerlerinin h_c değerlerine yakın değerlerde olması, yani karşılaştırılabilir ölçüde olması düzeltme terimi olarak kullanılmasını mümkün kılmamaktadır. Dolayısıyla bu sonuç, elastik-plastik deformasyon modelinin numunelerimizin gerçek sertlik değerlerini hesaplamak için uygun olmadığını ortaya koymaktadır.



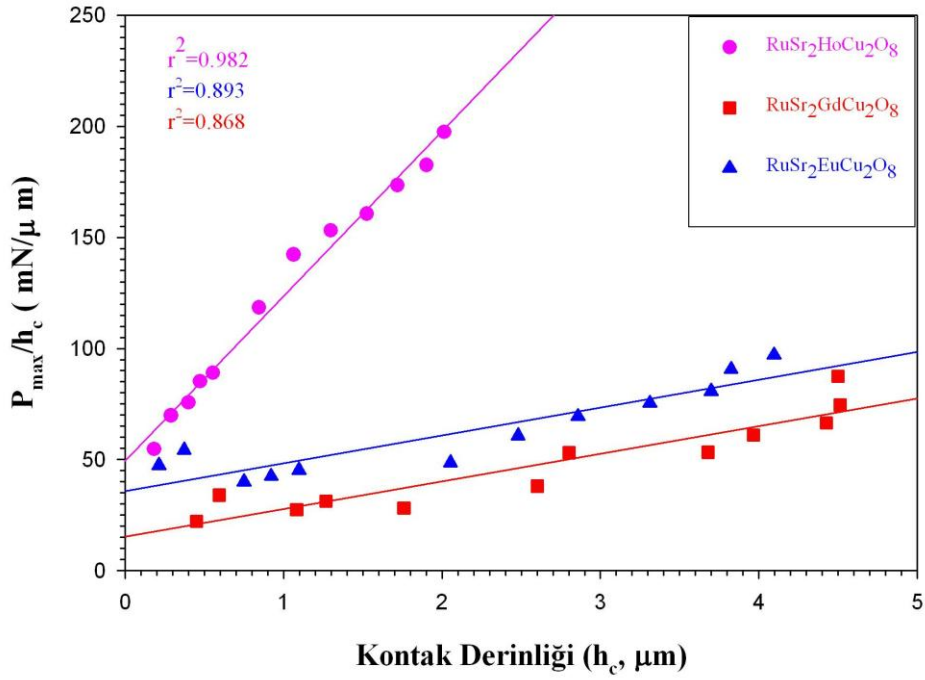
Şekil 4.9. Elastik/Plastik deformasyon modeline göre $P_{maks}^{1/2} - h_c$ grafiği

Çizelge 4.3. Elastik-Plastik Deformasyon modelinden elde edilen parametreler

Numune	r^2	χ (mN/ μm^2)	h_c (nm) (10mN)	h_0 (nm)	Sertlik (GPa)
RuSr ₂ EuCu ₂ O ₈	0,994	17	372	574	0.69
RuSr ₂ GdCu ₂ O ₈	0,978	13.5	451	385	0.55
RuSr ₂ HoCu ₂ O ₈	0,996	80.1	183	229	3.27

4.6. PSR Modeline Göre Analiz

PSR modeli, ÇBE davranışını analiz etmek için kullanılan Hays-Kendall yaklaşımını geliştirilmiş bir şeklidir. Bu model kalıcı deformasyona karşı numune direncini çentik boyutunun bir fonksiyonu olarak (yani $W=a_1h_c$) tanımlar. Li ve arkadaşları (1994), bu modelin farklı malzemeler için mikrosertlik testlerinde gözlenen ÇBE davranışının orijinini başarılı bir şekilde açıklayabileceğini ortaya koymuşlardır. Modelin denklemleri 2.5.4'te verilmektedir. Şekil 4.10 bu modelin denklemlerine göre elde edilen sertlik değerlerini ve uyum katsayılarını göstermektedir. Bunun yanında, sertliğin yüke bağlı davranışında gözlenen plato bölgesine karşılık gelen sertlik değerinin yükten bağımsız sertlik değerini verdiği literatürden bilinmektedir (Quin ve Quin, 1997). Bu bilgiler ışığında elde edilen veriler incelendiğinde modelden elde edilen sertlik değerlerinin plato bölgesine karşılık gelen değerlerden uzak olduğu görülmektedir. Ayrıca, grafiğin uyum katsayılarının da oldukça düşük olması (Çizelge 4.4) bu modelin numunelerimizin sertlik değerlerini belirlemek için uygun olmadığı sonucunu ortaya koymaktadır.



Şekil 4.10. RuSr₂RECu₂O₈ (RE = Eu, Gd ve Ho) numuneleri için $P_{\text{maks}}/h_c - h_c$ grafiği

Çizelge 4.4. RuSr₂RECu₂O₈ (RE = Eu, Gd ve Ho) numuneleri için PSR modelinden elde edilen a_2 ve sertlik değerleri

Numune	a_2 (mN/ μm^2)	r^2	Sertlik (GPa)
RuSr ₂ EuCu ₂ O ₈	12.5	0,893	0.51
RuSr ₂ GdCu ₂ O ₈	12.5	0,868	0.51
RuSr ₂ HoCu ₂ O ₈	74	0,982	3.02

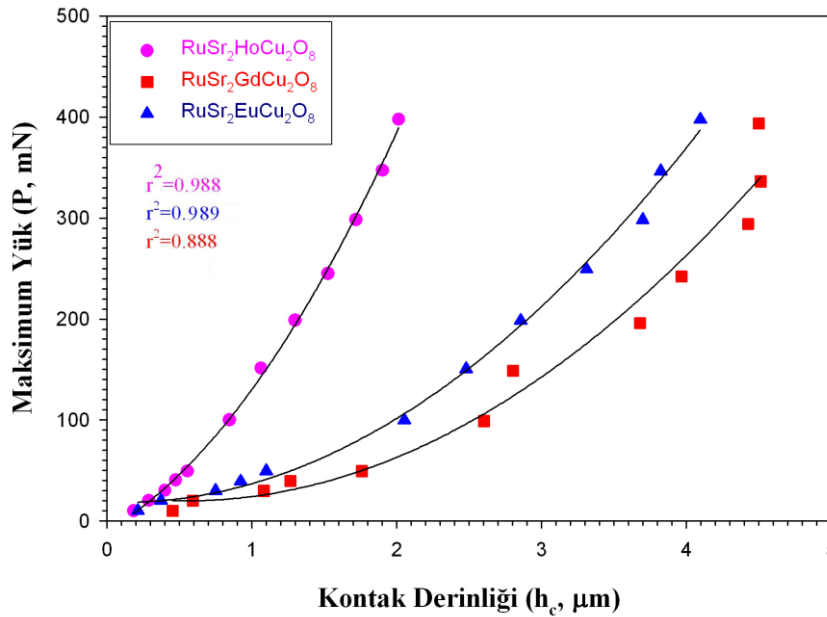
4.7. MPSR Modeline Göre Analiz

PSR modeline göre $h_c=0$ olduğu zaman, test numune direnci ($W=a_1 h_c$) sıfır olur. Bu da malzemede kalıcı deformasyon üretebilmek için gerekli olan minimum yükün sıfır olması gerektiğini ifade eder. Oysaki, Gong ve ark. (1999) bu durumun uygun

olmayacağını ve zımparalama ve parlatma işlemine tabi tutulan test numune yüzeyinin sıkıştırılmış bir yay gibi düşünülebileceğini rapor etmişlerdir.

Ek olarak, PSR modelindeki ($P_{maks} - h_c$) grafiğindeki lineerlikten sapmanın plastik deformasyona karşı test numune direncinin yanlış tanımlanmasından kaynaklanabileceğini ve bu yüzden PSR modelinin modifiye edilebileceğini önermişlerdir.

ÇBE davranışını analiz etmek için modifiye PSR modelinin uygulanabilirliği ile ilgili birçok çalışma yapılmıştır (Gong ve ark., 1999, 2001, Sangwall ve ark., 2003, Kölemen ve ark., 2004, 2006, Uzun ve ark., 2005, Şahin ve ark., 2005). Bu modele göre, a_1 ve a_2 parametreleri PSR modelindeki a_1 ve a_2 parametreleriyle aynı fiziksel anlama sahiptir. Bu yüzden, bu iki parametre daha önce bahsedilen PSR modelindeki gibi iki farklı yükten bağımsız sertlik değerleri elde etmemizi sağlar. a_1 ve a_2 parametreleri deneysel olarak elde edilen P_{maks} 'ın h_c 'ye göre grafiğinden hesaplanabilir. P_{maks} 'ın h_c 'ye göre grafiği şekil 4.11 de verilmiştir.



Şekil 4.11. RuSr₂RECu₂O₈ (RE = Eu, Gd ve Ho) numuneleri için $P_{maks} - h_c$ grafiği

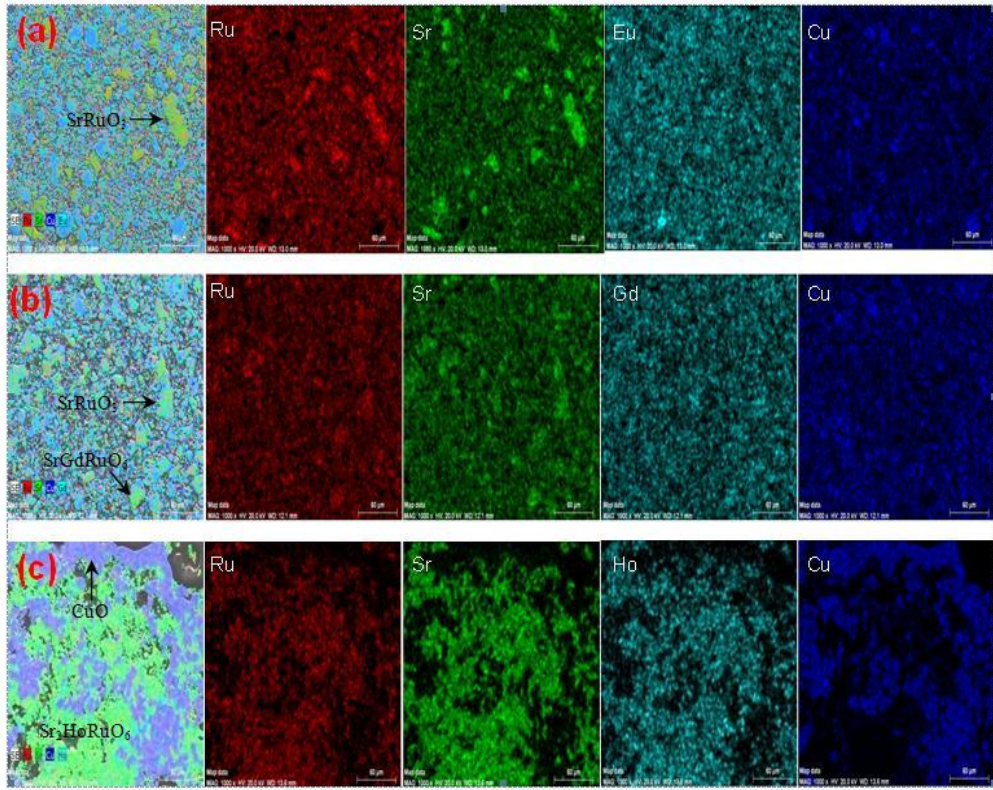
Çizelge 4.5'te bizim numunelerimize ve literatürden alınmış yüksek sıcaklık süperiletkenlerine ait sertlik ve indirgenmiş elastik modülü değerleri bulunmaktadır. Çizelgeden görüleceği gibi yükten bağımsız sertlik değerleri birbirleriyle uyum içerisindedir ve aynı zamanda plato bölgesi değerlerine, PSR modelinden elde edilen yükten bağımsız sertlik değerlerinden daha yakın olduğu için en uygun model olarak görülebilir. $\text{RuSr}_2\text{GdCu}_2\text{O}_8$ numunesine ait sertlik değeri (0,83 GPa) Saleh ve ark. (2007) tarafından yapılan çalışmadaki değerlerle (0.35 – 0.55 GPa) karşılaştırılabilir ölçüdedir. Sertlik değeri arasındaki bu küçük farkın üretim metodundaki farklılıktan kaynaklandığını düşünmekteyiz.

Çizelge 4.5. Literatürden alınmış farklı yüksek sıcaklık süperiletkenlerine ve numunelerimize ait sertlik ve elastik modülü değerleri

Malzeme	Literatür	Ölçüm Metodu	Yük Aralığı (mN)	Sertlik (GPa)	İndirgenmiş Elastik Modülü (GPa)
$\text{RuSr}_2\text{HoCu}_2\text{O}_8$	Sunulan çalışma	Nanoçentme	10–400	2,33	27
$\text{RuSr}_2\text{GdCu}_2\text{O}_8$	Sunulan çalışma	Nanoçentme	10–400	0,94	14,3
$\text{RuSr}_2\text{EuCu}_2\text{O}_8$	Sunulan çalışma	Nanoçentme	10–400	0,83	14
$\text{RuSr}_2\text{GdCu}_2\text{O}_8$	Saleh ve ark., (2007)	Statik Sertlik	250–980	0,35–0,55	43–45
Y123	Roa ve ark., (2007)	Nanoçentme	5–100	9,8–11	192–200
Y211	Roa ve ark., (2007)	Nanoçentme	5–100	16,7–20	189–209
YBCO	Foerster ve ark., (2008)	Nanoçentme	2,5–320	8	180
YErBaCuO	Pinheiro ve ark. (2010)	Nanoçentme	1.6–400	7,4	158
Bi-2212(F_{\parallel} (a,b))	Ionescu ve ark., (1998)	Nanoçentme	?–10	3.78	46,3
Bi-2212(F_{\perp} (a,b))	Ionescu ve ark., (1998)	Nanoçentme	?–10	0.78	15,4
BiPbSrCaCuO	Karaca ve ark., (2009)	Dinamik ultra mikro sertlik	200–1800	0.47	23
BiPbSrCaSmCuO	Kölemen ve ark., (2006)	Statik Sertlik	245–2940	0.55	-

4.8. Renkli Haritalama Analizi

Renkli haritalama analizi, bileşiği oluşturan bileşenlerin mikroyapı içerisindeki dağılımının daha kolay gözlenebilmesine olanak sağlayan oldukça kullanışlı bir yöntemdir. Şekil 4.12’de $\text{RuSr}_2\text{RECu}_2\text{O}_8$ (RE = Eu, Gd ve Ho) numunelerine ait renkli haritalama analiz fotoğrafları görülmektedir. Numunelerin yapısında bulunan her bir element bilgisayar yazılımı tarafından farklı renklerle gösterilmiştir.



Şekil 4.12. Renkli haritalama analiziyle elde edilmiş yüzey fotoğrafları

Elde edilen sonuçlar, XRD analizleri ile birlikte değerlendirilerek numunelerde oluşan bileşikler tespit edilmeye çalışılmıştır. Eu ve Gd katkılı numuneler için ana faz, $\text{EuSr}_2\text{RuCu}_2\text{O}_8$ ve $\text{GdSr}_2\text{RuCu}_2\text{O}_8$ olarak tespit edilmiştir. Bunun dışında SrRuO_3 bileşiği, her iki numunede de mevcut olup, morfolojilerinin ve numune içerisindeki dağılımlarının neredeyse aynı olduğu görülmektedir. Bu tür ikincil fazlar, malzemelerin mekanik özelliklerini etkileyen en önemli etmenlerdir. Bu ise Eu ve Gd katkılı

numunelerin mekaniksel özelliklerinin benzerlik göstermesinin sebebi olarak görülebilir.

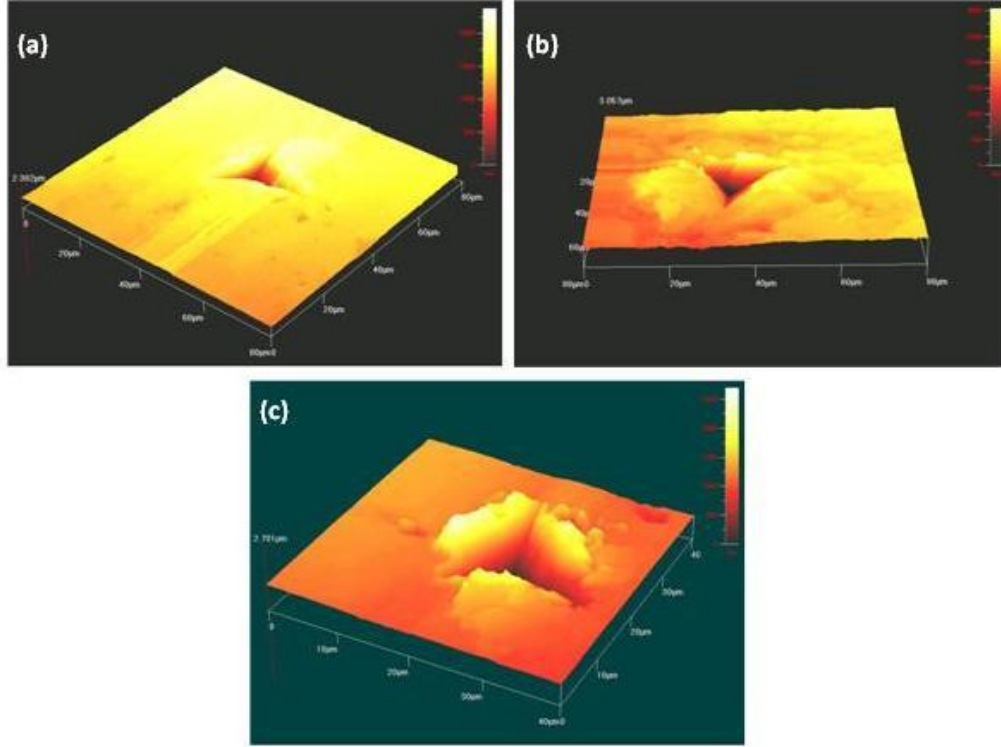
Ho katkılı numunede anafaz, $\text{Sr}_2\text{HoRuO}_6$ olarak belirlenmiştir. Bunun dışında, mikroyapının büyük bir kısmında CuO fazı oluşmuştur. Ancak, diğer numunelerde olduğu gibi herhangi bir SrRuO_3 fazı oluşmamıştır. Bölüm 4.2’de bahsedildiği gibi Ho katkılı numunenin sertliklerinin, Eu ve Gd katkılı numunelere kıyasla oldukça yüksek çıkmasının sebebinin mikroyapıda var olan CuO fazından kaynaklandığını düşünmekteyiz.

4.9. AFM Analizi

Son yıllarda sıkça tercih edilen DDÇ testlerinde, malzemelerin mekanik özelliklerini belirlemek için izin doğrudan ölçülmesine gerek yoktur. Malzemelerin sertlik, elastik modülü, sürünme gibi pek çok özelliği DDÇ testinden elde edilen $P-h$ eğrilerinin analiziyle dolaylı olarak hesaplanabilmektedir. Ancak, bazı malzemelerde izin etrafında meydana gelen yığılma (pile-up) veya çökme (sink-in) davranışı, teorik olarak hesaplanan değerlerin hatalı çıkmasına sebep olmaktadır (Mencik, 2006).

İz etrafındaki yığılmaları optik yollarla tespit etmek mümkündür, ancak yığılmanın miktarının belirlenmesi olanaksızdır. Bu nedenle son yıllarda, triboloji analizlerinde kullanılan AFM cihazlarının, DDÇ cihazlarıyla birlikte kullanılması yaygınlaşmıştır (Tuck, 2001; Beegan, 2005; Zhou, 2007). Şekil 4.13’de $\text{RuSr}_2\text{RECu}_2\text{O}_8$ (RE = Eu, Gd ve Ho) numunelerinin Berkovich uçla açılan izlerin 3-boyutlu AFM görüntüleri verilmektedir. Eu ve Gd katkılı numunelerde, iz etrafında belirgin bir yığılma gözlenmezken, Ho katkılı numunede yığılmanın oldukça fazla olduğu görülmektedir. Yığılma davranışı yumuşak ve sünek metallerde (Al, Cu gibi) çoğunlukla gözlenirken, seramik temelli yüksek sıcaklık süperiletkenlerinde sıklıkla rastlanan bir durum değildir. Bu nedenle Ho katkılı numunede gözlenen bu yığılma davranışının, numunenin tamamının değil yerel bir bölgesinin özelliklerini temsil ettiği kanaatindeyiz. AFM topoğrafya görüntülerinden, taranan bölgenin yerel elementel

analizlerinin yapılması mümkün değildir. Bu nedenle, bahsedilen bölgenin, bakırca zengin bir faza ait olduğu kanaatindeyiz.

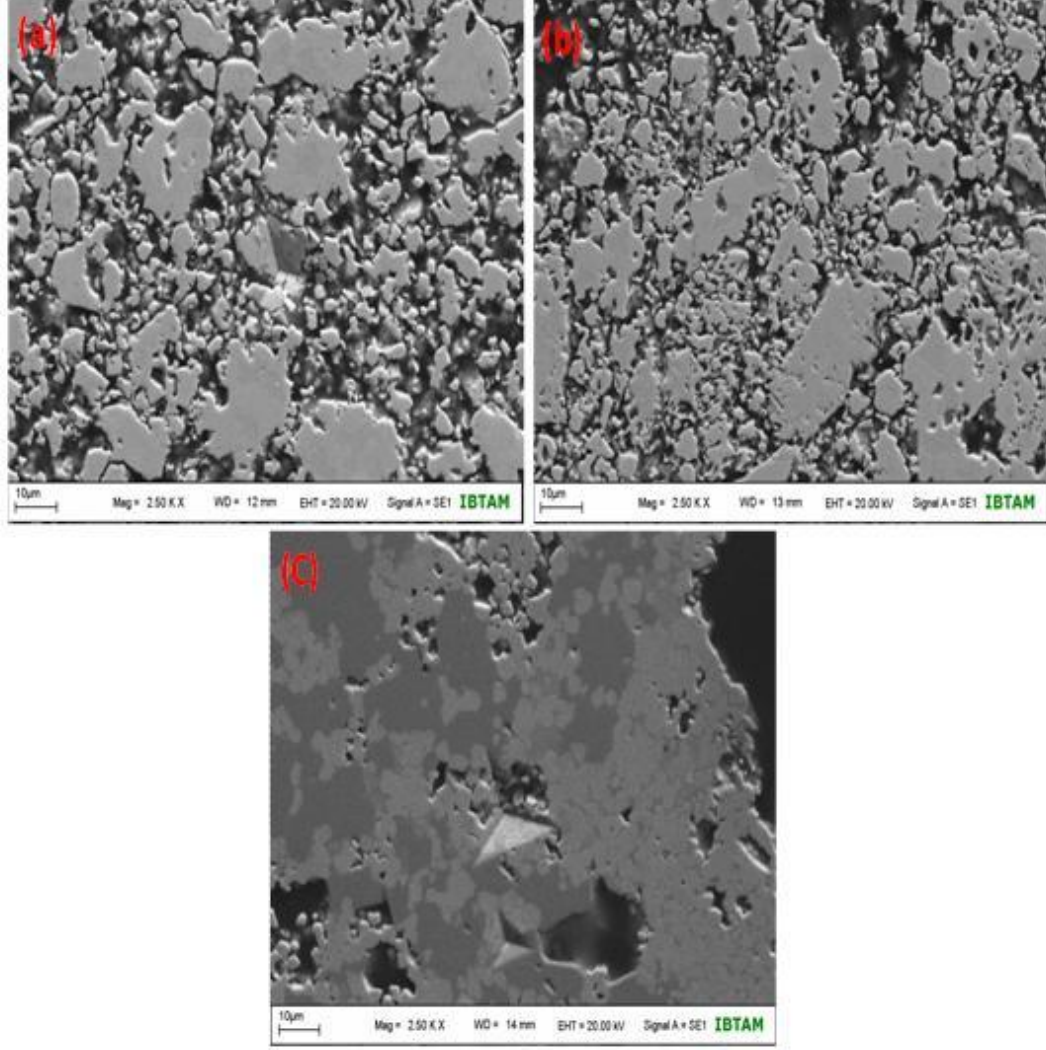


Şekil 4.13. AFM Görüntüleri a) $\text{RuSr}_2\text{EuCu}_2\text{O}_8$ b) $\text{RuSr}_2\text{GdCu}_2\text{O}_8$ c) $\text{RuSr}_2\text{HoCu}_2\text{O}_8$

4.10. SEM Analizi

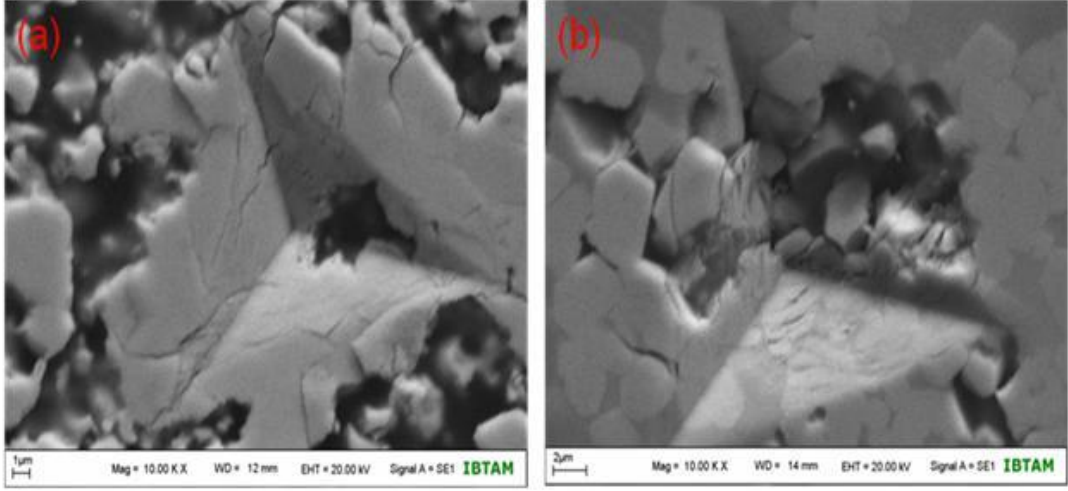
Numunelere ait SEM fotoğrafları ve şekil 4.14'te verilmektedir. Bütün mikroyapı fotoğrafları 10000X büyütmede alınmıştır. Eu ve Gd katkılı numunelerde, küçük boyutlu taneler bulunmakla birlikte büyük tanelerin mikroyapı içerisindeki yüzdesinin daha fazla olduğu görülmektedir. Ayrıca numunelerin mikroyapılarının oldukça porozlu olduğu görülmektedir. Bu iki durumun malzemelerin mekaniksel özelliklerini önemli bir şekilde olumsuz yönde etkilediğini söyleyebiliriz. Ho katkılı numune de ise mikroyapının tamamen farklı olduğu görülmektedir (Şekil 4.14.c). Burada mikroyapı tamamıyla büyük taneli fazlardan oluştuğu ve bu fazların mikroyapı içerisinde oldukça homojen olarak dağıldığı sonucuna varılmıştır. Ayrıca, mikroyapıda porozitenin

oldukça az olduğu görülmektedir. Belirtilen bu özellikler, Ho katkılı numunenin sertlik değerlerindeki artışın sebebi olarak görülmektedir.



Şekil 4.14. Numunelere ait SEM fotoğrafları a) RuSr₂GdCu₂O₈ b) RuSr₂EuCu₂O₈ c) RuSr₂HoCu₂O₈

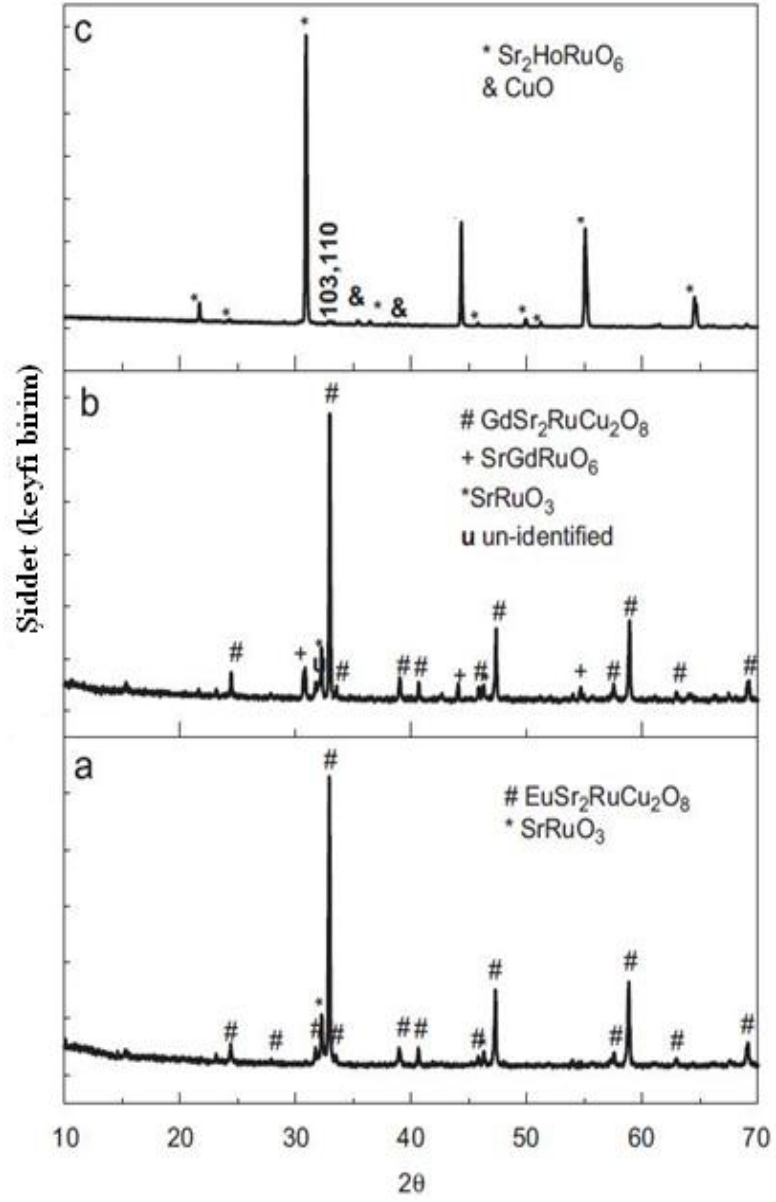
Şekil 4.15 te RuSr₂GdCu₂O₈ ve RuSr₂HoCu₂O₈ numunelerine ait 400 mN yük altında oluşturulan izlerin fotoğrafları görülmektedir. Yapılan incelemede RuSr₂EuCu₂O₈ süperiletkenine ait iz fotoğrafı bulunamamıştır.



Şekil 4.15. (a) $\text{RuSr}_2\text{GdCu}_2\text{O}_8$, (b) $\text{RuSr}_2\text{HoCu}_2\text{O}_8$ numunelerine ait 400 mN yük altında oluşturulan izlerin fotoğrafları

4.11. XRD Analizi

Numunelerin X ışınları analizi Siemens D-500 cihazıyla, $\text{CuK}\alpha$ ışınları ($\lambda=0.154$ nm) kullanılarak alındı. Numunelerin üçünüde tetragonal yapıya sahip olduğu ve $\text{RuSr}_2\text{EuCu}_2\text{O}_8$ ve $\text{RuSr}_2\text{GdCu}_2\text{O}_8$ numunelerinde az miktarda SrRuO_3 safsızlığının olduğu görülmektedir (Şekil 4.16). $\text{RuSr}_2\text{GdCu}_2\text{O}_8$ numunesinde SrRuO_3 ' e ek olarak SrGdRuO_6 safsızlığının da olduğu görülmektedir (Topal ve Dorosinskii, 2007). Bu safsızlıkların geleneksel katıhal reaksiyon metoduyla üretilmiş numunelerde de ortaya çıktığı bilinmektedir (Felner ve ark. 1999).



Şekil 4.16. Numunelere ait X-ışını kırınım desenleri (Topal ve Dorosinskii, 2007)

5. SONUÇ ve ÖNERİLER

Bu çalışmada, üç farklı nadir toprak elementi $\text{RuSr}_2\text{RECu}_2\text{O}_8$ (RE = Eu, Gd ve Ho) ile üretilmiş süperiletkenlerin mekaniksel özellikleri nanoçentme ve Atomik Kuvvet Mikroskobu kullanılarak incelendi. Analizlerden elde edilen sonuçlar aşağıda verilmektedir:

1. Diğer süperiletkenlere benzer şekilde $\text{RuSr}_2\text{RECu}_2\text{O}_8$ (RE = Eu, Gd ve Ho) süperiletkenlerinin ÇBE davranışı sergilediği gözlemlendi.
2. Elastik-Plastik deformasyon modelinden elde edilen h_0 (düzeltme terimi) değerlerinin kontak derinliği ile karşılaştırılabilir ölçüde büyük olduğu tespit edildi.
3. Numunelerimizin Meyer üssü (n) değerinin 2' den küçük olduğu ve bu sonuçun ise deneylerimizde gözlenen ve literatürde çentik boyut etkisi olarak bilinen davranışına karşılık geldiği ortaya konuldu.
4. Hays-Kendall modelinden elde edilen ve plastik deformasyon oluşturmak için gerekli olan yük (W) değerinden daha düşük yüklerde de plastik deformasyonun oluşabileceği 10 mN da yapılan deneylerle birlikte gözlemlendi.
5. Orantılı Numune Direnci (PSR) modelinden elde edilen sertlik değerlerinin yükten bağımsız sertlik değerlerinden (Platoya karşılık gelen) uzak olduğu gözlemlendi.
6. Çalışmamızda kullanılan malzemelerin yükten bağımsız sertlik değerleri literatürde diğer süperiletken malzemeler (YBCO, BSCCO ve MgB_2) için kullanılan geliştirilmiş orantılı numune direnci (MPSR) modeli ile hesaplandı.
7. Holmiyum katkılı $\text{RuSr}_2\text{HoCu}_2\text{O}_8$ süperiletkeninin Evropyum ve Gadolinyum katkılı olan süperiletkenlerle karşılaştırıldığında sertlik değerinin ve elastik modülü değerlerinin daha yüksek olduğu gözlemlendi. Ho katkılı numunenin sertliklerinin, Eu ve Gd katkılı numunelere kıyasla oldukça yüksek çıkmasının sebebinin mikroyapıda var olan CuO fazından kaynaklandığı düşünüldü.
8. Numunelerin tetragonal yapıya sahip olduğu belirlendi. $\text{RuSr}_2\text{EuCu}_2\text{O}_8$ ve $\text{RuSr}_2\text{GdCu}_2\text{O}_8$ numunelerinde az miktarda SrRuO_3 safsızlığının varlığı tespit edilirken (Şekil 4.16), $\text{RuSr}_2\text{GdCu}_2\text{O}_8$ numunesinde ise SrRuO_3 ' e ek olarak SrGdRuO_6 safsızlığının da oluştuğu gözlemlendi.

Bu arařtırmalar sonucunda hem bu alıřmanın devamı olabilecek hemde yeni alıřmalara nderlik yapabilecek yeni neriler ortaya konulacak olursa;

1. Nanoentme testleri, malzemenin hacimsel mekanik zelliklerinden ziyade lokal blgenin mekaniksel zellikleri belirlediđi iin bu alıřmaya ek olarak numunelerimizin hacimsel mekanik zelliklerinin belirlenmesi alıřmalarıda (farklı lm sistemleri kullanılarak rneđin Brinell) yapılarak malzemelerin uygulama alanındaki kullanım aralıkları belirlenebilir.
2. Malzemelerin tel, řerit ve benzeri formlara dnřtrlmesi oda sıcaklıđında gerekleřtiđinden numunelerimizin mekaniksel zellikleri oda sıcaklıđında incelenmiřtir. Fakat speriletken malzemelerin speriletkenlik zelliđi, bilindiđi gibi ok dřk sıcaklıklarda meydana gelmektedir. Bu yzden, numunelerimizin mekaniksel zelliklerinin speriletkenlik zellik gsterdikleri sıcaklık blgesinde alıřılması mekaniksel zellikler bakımından daha byk nem arz edecektir.
3. alıřmamızda kullandığımız retim tekniđinin (Amonyum nitrat eritme) dıřında, farklı retim teknikleri ile (katıhal tepkime, sol-gel ve cam- seramik) retilecek olan bu numunelerin mekaniksel zellikleri incelenerek ne gibi deđiřimlerin olduđu gzlenip retim teknikleri arasındaki avantajlar ve dezavantajlar ortaya konulabilir.
4. Ykten bađımsız sertlik deđerlerinin elde edilmesi iin literatrde ortaya konulan farklı yntemler denenerek (rneđin enerji metodu) sunulan alıřmadaki sertlik deđerleri ile karřılařtırılma yapılabilir.
5. Sunulan alıřmada elde edilen deneysel veriler teorik modelleme ile elde edilerek deneysel sonularla teorik sonuların karřılařtırılması yapılabilir.
6. Sunulan alıřmadaki numunelere farklı katkılar yapılarak bu malzemeler zerinde atomik katkılarının etkileri incelenebilir.

KAYNAKLAR

- Anonim, 2011. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM). <http://www.selcukiltek.com/veriler/SemMuracaaFormu.doc>. (10.08.2011).
- Auerbach, F., 1890. Nachr. v. d. Königl. Gesellsch. d. Wiss. zu Göttingen, No.16, 518–541.
- Auerbach, F., 1891. Absolute hardness, Ann. Phys. Chem., 43, 61–100.
- Baker, S.P., Cook, R.F., Coecoran, S.G., Moody, N.R., 2000. Fundamentals of nanoindentation and nanotribology II, Materials Research Society, MRS Symp. Proc. 649, Pittsburgh, PA.
- Baker, S.P., Ross, C.A., Townsend, P.H., Volkert, C.A., Boegesen, P., 1995. Thin films, stresses and mechanical properties, Materials Research Society, MRS Symp. Proc. 356, Pittsburgh, PA.
- Bardeen, J., Cooper, L.N VE Schrieffer, J.R., 1957. Theory of Superconductivity, Phys. Rev., 108, 5,1175-1204.
- Bauernfeind, L., Widder, W., Braun, H. F., 1995. Ruthenium-based layered cuprates $\text{RuSr}_2\text{LnCu}_2\text{O}_8$ and $\text{RuSr}_2(\text{Ln}_{1+x}\text{Ce}_{1-x})\text{Cu}_2\text{O}_{10}$ (Ln=Sm, Eu and Gd), Physica C 254, 151.
- Bean, C. P. 1962. Magnetization of Hard Superconductors, Phys. Rev. Lett. 8 (6), 250-253.
- Bednorz, J.G. and Muller, K.A., 1986. Possible High T_c Superconductivity in the Ba-La-Cu-O System, Z.Phys. B-Condensed Matter, 64, 189-193.
- Bekker, I., 1829. Aristotelis meteorologica, Berolini Typis Academicis.
- Berkovic, E.S., 1951. Ind. Diam. Rev., 11, 129–132.
- Bhushan, B., Li, X., 2003. Nanomechanical characterisation of solid surfaces and thin films, Int. Mater. Rev., 49, 125-142.
- Binnig, G.; Rohrer, H.; Gerber, Ch.; Weibel, E., 1982. Vacuum Tunneling, Phys. Rev. Lett, 49, 57.
- Binnig, G., Quate, C. F., Gerber, Ch., 1986. Atomic Force Microscope, Phys. Rev. Lett., 56, 930.
- Biswas, S.K., Venkatesh, K., Bobji, M.S., Sebastian, K.S., 1996. Nanoindentation, Trans. Indian Inst. Met., 49, 725–738.
- Blau, P.J., Lawn, B.R., 1986. Microindentation techniques in materials science and engineering, ASTM STP 889, Philadelphia, PA, USA, ASTM.
- Boldt, P.H., Embury, J.D., Weatherly, G.C., 1992. Room temperature microindentation of single-crystal MoSi_2 , Mater. Sci. Eng., A155, 251–258.
- Brown, L.M., Khan, M.Y., Chaudhri, M.M., 1988. Quenching of cathodoluminescence at the center of hardness indentations on a (100) face of MgO Philos. Mag. A 57, 187–196.
- Calvert, F.C., Johnson, R., 1859. Über die harte der metalle und legierungen, Ann. Phys. Chem., 108, 575– 582.
- Cammarata, R.C., Nastasi, M.A., Busso, E.P., Oliver, W.C., 1997. Thin films: stresses and mechanical properties VII, MRS Symp. Proc. 505, Pittsburgh, PA, Materials Research Society.
- Davydov and, S., Ermakov, V. N., 1990. One-particle excitations in a bisoliton model of superconductivity of ceramic oxides, Supercond. Sci. Technol. 3, 315.
- Doria, M.M., 2004. Magnetic regions inside a superconductor and its effects on the vortex matter, Physica C 404, 145–152.

- Drory, M.D., Bogy, D.B., Donley, M.S., Field, J.E., 1995. Mechanical behaviour of carbon and other forms of carbon, MRS Symp. Proc. 383, Pittsburgh, PA, Materials Research Society.
- Elmustafa, A. 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.
- Exner, F. 1873. *Unter suchung enüber die Harte an Krystallflächen*. K.k. Hof-u. Staatsdruckerei, Vienna.
- Fischer-Crips, A.C., 2004. *Nanoindentation*, 2nd edn, New York, Springer.
- Fisher, R. A., 1989. *Phys. Rev. Lett.*, 62, 332.
- Foerster, C.E., Lima, E., Rodrigues, P. Jr., Serbana, F.C., Lepienski, C.M., Cantao, M.P., Jurelo, A.R., Obradors, X., 2008. Mechanical properties of Ag-doped top-seeded melt-grown YBCO pellets. *Braz. J. Phys.* 38, 341–345.
- Frankeenheim, M.L., 1829. *De crystallorum cohaesione*, Diss. Vratislaviae.
- Frankeenheim, M.L., 1831. *Z. Phys. Math.*, 9, 94–106, 194–208, 332–357.
- Franz, R., 1850. *De corporum duritieeam quemetiendi methodo*, Diss. inaug. Bonnae 1850. Also in: *Ann.d. Physik u. Chemie*, 80, 37–55.
- Gerberich, W.W., Gao, H., Sundgren, J.-E., Baker, S.P., 1996. Thin films: stresses and mechanical properties VI. MRS Symp. Proc. 436, Pittsburgh, PA, Materials Research Society.
- Ginzburg, V. L., Landau, L. D., 1950. On the theory of superconductivity. *Zh. Eksp. Teor.Fiz.* 20: 1064.
- Glazov, V.M., Vigrdorovic, V.N., 1971. *Microhardness of metals and semiconductors*. New York, Consultants Bureau.
- Glazov, V.M., Vigrdorovic, V.N., 1962. *Mikrotverdost Metallov*. Gos.Naucn.-techn. zd.Lit. Cern. Čvetn. Metall., Moscow.
- Gong, J., Miao, H., Zhao, Z., 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., Guan, Z., 1999. Examination of the indentation size effect in low-load Vickers hardness testing of ceramics. *Journal of European Ceramic Society*, 19 (15), 2625-2631.
- Grailich, J., Pekarek, F., 1854. *Sitzungsber. d. kaiserl. Akademied. Wiss., Math.-Naturw. Cl.*, Vienna, 13, 410–436.
- Grigorovic, V.K., 1976. *Tverdosti mikrotverdost metallov*. Izd. Nauka, Moscow.
- Grodzinski, P., 1951. *Mikroskopie* 6, 118–120, *J. Sci. Instrum.*, 28, 117–121.
- Hata, Y., Uragami, Y., Yasuoka, H., 2008. Phase purity and superconductivity of $\text{RuSr}_2\text{Gd}_{1.5}\text{Ce}_{0.5}\text{Cu}_2\text{O}_{8-\delta}$, *Physica C* 468, 23922398.
- Haüy, R.J., 1801. *Traite' de mineralogie*, Tome Premier, 268–271, Paris, Louis.
- Hays, C., Kendall, E. G., 1973. An analysis of Knoop microhardness. *Metallography*, Volume 6, Issue 4, Pages 275-282.
- Heffner, R. H., 1994. Muon spin relaxation studies of the interplay between magnetism and superconductivity in heavy fermion systems, *J. Alloys and Compounds*, 213-214, 232.
- Hertz, H., 1882. *Verh. d. phys. Gesellsch. in Berlin*, 1, 67–69.
- Huygens, C.H.R., 1690. *Traite de la lumiere*. 70. Gressner and Schramm, Lipsiae.
- Ionescu, M., Zeimet, B., Dou, S., 1998. Effects of mechanical deformation on critical current of Bi-2223/Ag tapes, *Physica C* 306, 213–217.
- Jaggard, T.A., 1898. *Z. Kristallogr.*, 29, 262–275.

- Jannettaz, P., Goldberg, M., 1895. Assoç franç p l'avanc. d. sc. 9 Aug, Abstract in: Z. Kristallogr., 28 1897 103.
- Johnson, K.L., 1996. Contact mechanics, Cambridge, Cambridge University Press.
- Juskin, N.P., 1971. *Mechaniceski esvojtva mineralov*, Izd. Nauka, Leningrad.
- Karaca, I., Uzun, O., Kölemen, U., Yılmaz, F., Şahin, O., (2009), Effects of ZnO addition on mechanical properties of $\text{Bi}_{1.84}\text{Pb}_{0.34}\text{Sr}_{1.91}\text{Ca}_{2.03}\text{Cu}_{3.06}\text{O}_{10}$ prepared by a wet technique, *J. Alloy. Compd.* 476, 486–491.
- Kaupp, G., Naimi-Jamal, M.R. 2004. The exponent 3/2 at pyramidal nanoindentations. *Z. Metallkd.*, 95, 297–305.
- Kiely, J.D., Jarausch, K.F., Houston, J.E., Russel, P.E., 1999. Initial stages of yield in nanoindentation, *J. Mater. Res.*, 14, 2219–2227.
- Klamut, P.W., Dabrowski, B., Mini, S.M., Maxwell, M., Kolesnik, S., Mais, J., Shengelaya, A., Khasanov, R., Savic, I., Keller, H., Graber, T., Gebhardt, J., Viccaro, P.J., Xiao, Y., 2001. Magnetic properties of $\text{RuSr}_2\text{RECu}_2\text{O}_8$ (RE=Gd, Eu) and $\text{Ru}_{1-x}\text{Sr}_2\text{RECu}_{2+x}\text{O}_{8-y}$ superconductors, *Physica C* 364-365, 313-319.
- Knoop, F., Peters, C.G., Emerson, W.B., 1939. *Natl. Bur. Stand.*, 23 (1), 39.
- Kölemen, U., 2006. Analysis of ISE in microhardness measurements of bulk MgB_2 superconductors using different models, *Journal of Alloys and Compounds* 425, 429-435.
- Kölemen, U., Çelebi, S., Yoshino Y., 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., Yanmaz, E., 2006. Hardness and microstructural analysis of $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{2-x}\text{Sm}_x\text{Cu}_3\text{O}_y$ polycrystalline Superconductors. *Alloys and Compd.*, 415, 300-306.
- Kölemen, U., Uzun, O., Aksan, M. A., Güçlü, N., Yakıncı, E., 2006. An analysis of load-depth data in depth-sensing microindentation experiments for intermetallic MgB_2 *Journal of Alloys and Compounds* 415 294-299.
- Kramer, S., Williams, G.V.M., 2002. Oxygen nuclear magnetic resonance study of $\text{RuSr}_2\text{RECu}_2\text{O}_8$, *Physica C* 377, 282-291.
- Li, H., Han, Y. H., Bradt, R. C., 1994. The Frictional Component of the Indentation Size Effect in Low Load Microhardness Testing, *Mater. J. Sci.* 29 5641-5645.
- Ling, D.C., Chen, C.H., Chen, Y.Y., Chang, B.C., Ku, H.C., 2007. The interplay between weak ferromagnetism and superconductivity in $\text{RuSr}_2\text{EuCu}_2\text{O}_8$, *Physica C* 460-462, 518-519
- Linne, C., 1768. *Systema naturae*, Tom. III, Holmiae.
- Linne, C., 1793. *Systema naturae*, Tom. III, 13th edn, J.F. Gmelin, Lipsiae.
- Lips, E.M.H., 1937. Hardness measurements of structural components *Z. Metallkd.*, 29, 339–340.
- Lips, E.M.H., Sack, J., 1936. *Nature*, 138, 328–329.
- Ludwik, P., 1908. *Die Kegelprobe*, Berlin, Springer.
- Malzbender, J., 2003. Comment on hardness definitions, *J. Eur. Ceram. Soc.*, 23, 1355–1359.
- Martens, A., 1898. *Handbuch der Materialienkunde für den Maschinenbau*, Vol. I, 241, Berlin, Springer.
- Mele, P., Artini, C., Masini, R., Costa, G.A., Hu, A., Chikumoto, N., Murakami, M., 2003. Synthesis and superconductive characterisation of $\text{RuSr}_2\text{Nd}_x\text{Gd}_{1-x}\text{Cu}_2\text{O}_8$ ($x=0, 0.09, 0.18, 0.35$), *Physica C* 391, 49-54.

- Meng, R.L., Lorenz, B., Wang, Y.S., Cmaidalka, J., Xue, Y.Y., Chu, C.W., 2001. Synthesis and physical properties of superconducting $\text{RuSr}_2\text{EuCu}_2\text{O}_8$, *Physica C* 353, 195-199.
- Meyer, E., 1908. Untersuchungen über Härte prüfung und Härte, *Zeitschrift des Vereines Deutscher Ingenieure*, Vol. 52, No. 17, pp. 645- 654, 740-748, 835-844.
- Mohs, F., 1812. Versuch einer Elementar-Methode zurnaturhistorischen Bestimmungund Erkennung der Foßilien, ErsterTheil, 9–10, Vienna, Camesinische Buchhandlung.
- Mohs, F., 1822. Grund-Riß der Mineralogie, ErsterTheil, 374–382, Dresden, Arnoldische Buchhandlung.
- Moody, N.R., Gerberich, W.W., Burnhan, N., Baker, S.P., 1998. Fundamentals of nanoindentation and nanotribology, *MRS Symposium Proc. 522*. Pittsburgh, PA, Materials Research Society.
- Mott, B. W., 1956. *Microindentation Hardness Testing*. (London, Butterworths Scientific) pp. 101-139.
- Mukhopadhyay, N.K., Weatherly, G.C., Embury, J.D., 2001. *Material Sci. Eng. A*, 315, 202–210.
- Mukhopadhyay, N.K., and Paufler, P., 2006. Micro- and nanoindentation techniques for mechanical characterisation of materials, *Inter. Mater. Rev.*, 51, 4 209-245.
- Muraki, N., Katagiri, G., Sergo, V., Pezzotti, G., Nishida, T., 1997. Mapping of residual stresses around an indentation in beta- Si_3N_4 using Raman spectroscopy, *J. Mater. Sci.*, 32, 5419–5423.
- Nix, W. D., 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.
- Onnes, H.K., 1911. Disappearance of The Electrical Resistance of Mercury of Helium Temperature. *Akad Van Wetenschappen, Amsterdam*, 14, 113.
- Ott, H. R., Rudigier, H., Fisk, Z., Smith, J. L., 1985. Superconductivity and magnetism in heavy-electron U intermetallics, *Phys. Rev. B*, 31, 1651.
- Ozakan, C.S., Cammarata, R.C., Freund, L.B., Gao, H., 2001. Thin films: stresses and mechanical properties IX, *MRS Symp. Proc. 695*, Pittsburgh, PA, Materials Research Society.
- Papageorgiou, T.P., Casini, E., Braun, H. F., Herrmannsdörfer, T., Bianchi, A. D., Wosnitza, J., 2007. Superconducting properties of $\text{RuSr}_2\text{RECu}_2\text{O}_8$ (RE=Eu, Gd), *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 310, 520–522.
- Petty, E.R., 1971. *Techniques of metals research*, (ed. R.F. Bunshah), Vol. 5, Part 2, 157–221, John Wiley.
- Pfaff, F., 1884. *Sitzungsber. d. math.-phys. Classe d. k.b. Akademie d. Wiss. München* 14, 255; Abstract in *Z. Kristallogr.*, 1885, 10, 531–532.
- Pfaff, F., 1883. *Sitzungsber. d. math.-phys. Classe d. k.b. Akademie d. Wiss. München* 13, 55–68 and 372; Abstract in *Z. Kristallogr.*, 1885, 10, 528–531.
- Pohlentz, F., Hermann, K., Seemann, R., Menelao, F., 2001. Comparison of Different Hardness Definitions Usable for Micro- and Nanoindentation, *Z. Metallkd.*, 92, 9–31.
- Pöschl, V., 1909. *Die Harte der festen Körper und ihre physikalisch-chemische Bedeutung*, Dresden, Steinkopff.
- Prandtl, L., 1920. *Göttinger Nachr. Math. Phys. KL.* 74, 37.

- Prandtl, L., 1921. *Z. Angew. Math. Mech.*, 1, 15–20.
- Ray, A.K., Das, G., Mukhopadhyay, N.K., Bhattacharya, D.K., Dwarakadasa, E.S., Parida, N., 1999. Studies on Indentation Fracture Toughness on Ceramic and Ceramic composite using acoustic emission technique, *Bull. Mater. Sci.*, 22, 25–32.
- Reamur, R.A.F., 1722. *Lart de convertir le fer forge en acier, et lartdadoucir le fer fondu*, Paris, Michel Brunet.
- Roa, J.J., Capdevila, X.G., Martinez, M., Espiell, F., Segarra, M., 2007. Nanohardness and Young's modulus of YBCO samples textured by the Bridgman technique Nanotechnology, 18-385701 (6pp).
- Rockwell, S.R., 1922. *Trans. Am. Soc. Steel Treat.*, 2, 1013.
- Rosiwal, A., 1896. *Verhandl. d. k. k. geolog. Reichsanst. Wien*, 17, 475.
- Saleh, S.A., Khalil, S.M., İbrahim, E.M.M., 2007. Influence of sintering temperature on thermopower and hardness of $\text{RuSr}_2\text{GdCu}_2\text{O}_8$, *Supercond. Sci. Technol.* 20 372–376
- Sangwall K., Surowska B., Blaziak, P., 2003. *Mater. Chem. Phys.* 80, 428-437.
- Seebeck, A., 1833. *Prüfungs-Programm des Cölnischen Realgymnasiums*, Berlin.
- Shuman, D.J., Costa, A. L. M., Andrade, M. S., 2007. Calculating the elastic modulus from nanoindentation and microindentation reload curves, *Materials Characterization*, Volume 58, Issue 4, Pages 380-389.
- Smith, R., Sandland, G., 1925. *J. Iron Steel Inst.*, 111, 285–294.
- Stewart, G. R., 1984. *Rev. Mod. Phys.* 58, 755.
- Şahin O., Uzun, O., Kölemen, U., Düzgün, B., Uçar, N., 2005. Indentation size effect and microhardness study of β -Sn single crystals, *Chin. Phys. Lett.* 22, 3137-3140.
- Şahin, O. Uzun, O., Kölemen, U., Uçar, N., 2008. Analysis of ISE in dynamic hardness measurements of β -Sn single crystals using a depth-sensing indentation technique, *Materials Characterization*, 59 (6), 729-736.
- Şahin, O. Uzun, O., Kölemen, U., Uçar, N., 2008. Mechanical characterization for β -Sn single crystals using nanoindentation tests , *Materials Characterization*, 59 (4), 427-434.
- Şahin, O., Uzun, O., Sopıcka-Lizer, M., Göçmez, H., 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*, Oxford, Clarendon Press.
- Tarkanian, M. L., Neumann, J. P., and 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.
- Tertsch, H., 1949. *Die Festigkeitserscheinungen der Kristalle*, Vienna, Springer-Verlag, 171–257.
- Topal, U., Dorosinskii, L., 2007. Phase formation and magnetic anomalies in $\text{RuSr}_2\text{RECu}_2\text{O}_8$ (RE = Eu, Gd, Ho) samples, *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 68, 1969–1972.
- Turner, T., 1886. *Proc. Philos. Soc. Birmingham*, 5, 282–312.

- Tymiak, N.I., Daugela, A., Wyrobek, T.J., Warren, O.L., 2004. Acoustic emission monitoring of the earliest stages of contact-induced plasticity in sapphire, *Acta Mater.*, 52, 533–563.
- Uzun, O., Başman, N., Alkan, C., Kölemen, U., Yılmaz, F., 2010. Depth sensing indentation analysis of electrochemically synthesized polythiophene, *Materials Chemistry and Physics*, 124 (1), 196-202.
- Uzun, O., Kölemen, U., Çelebi, S., Güçlü, N., 2005. Modulus and hardness evaluation of polycrystalline superconductors by dynamic micro indentation technique, *Journal of the European Society* 25, 969-977.
- Uzun, O., Yılmaz, F., Kölemen, U., Başman, N., 2011. Sb effect on micro structural and mechanical properties of rapidly solidified Al–12Si alloy, *Journal of Alloys and Compounds*, 509 (1), 21-26.
- Quinn, J. B., Quinn G. D., 1997. Indentation Brittleness of Ceramics: A Fresh Approach, *J. Mater. Sci.* 32, 4331–4346.
- Vinci, R., Kraft, O., Moody, N., Besser, P., Shaffer, E., 1999. Thin films: stresses and mechanical properties VIII, *MRS Symp. Proc.* 594, Pittsburgh, PA, Materials Research Society.
- Von Engelhardt, W., Haussühl, S., 1960. *Kolloid-Zeitschr.*, 173, 20–35.
- Vonmises, R., 1913. *Nachr. v. d. Königl. Gesellsch. d. Wiss. zu Göttingen, math.-phys. Klasse* 582–592.
- Werner, G.A., 1774. *Von den äußerlichen Kennzeichen der Fossilien*, Leipzig, S.L. Crusius.
- Wesbrook, J.H., Conrad, H., 1973. *The science of hardness and its research applications*. Metals Park, OH, ASTM.
- Wolf, B., Paufler, P., (1999a). Mechanical Properties of Icosahedral AlPdMn Probed by Indentation at Variable Temperatures, *Phys. Status Solidi (a)*, 172, 341–361.
- Wolf, B., Paufler, P., (1999b). Mechanical properties of quasicrystals investigated by indentation and scanning probe microscopes, *Surf. Interface Anal.*, 27, 592–599.

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Adı Soyadı : Utkan ALP
Doğum Tarihi ve Yeri : 11.05.1978 / Siirt
Yabancı Dili : İngilizce
e-mail : utkanalp@gop.edu.tr

Eğitim

Derece	Fakülte/Program	Üniversite	Yıl
Lisans	Fen Edebiyat Fakültesi/ Fizik	Gaziosmanpaşa Üniversitesi	2008
Y. Lisans	Fen Bilimleri Enstitüsü/ Fizik	Gaziosmanpaşa Üniversitesi	2011

İş Deneyimi

Görev Unvanı	Görev yeri	Yıl
Araş. Gör.	Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi	2008– 2011
Araş. Gör.	Hitit Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi	2011-

ESERLER

A. Uluslararası Toplantı, Kongre ve Sempozyumlarda Sunulan ve Bildiri Kitabında Özet Olarak Basılan Bildiriler (Poster Sunu):

A1. Alp U., Uzun O., Topal U., Yılmaz F. And Kölemen U., “Hardness and Modulus of $RuSr_2RECu_2O_8$ (RE=Eu, Gd) by Nanoindentation and AFM”, Turkish Physical Society 26th International Physics Conference, Bodrum/Turkey, P. 403, (2009).

A2. Alp U., Uzun O., Topal U., Yılmaz F. And Kölemen U., “Investigation of Mechanical Properties of $\text{RuSr}_2\text{RECu}_2\text{O}_8$ (RE=Eu, Gd, Ho) Bulk Superconductors with Different Models”, **ICSM 2010**, Antalya/Türkiye, P 22, (2010)

A3. U., ALP, O., UZUN, U., TOPAL, F., YILMAZ, U., KÖLEMEN, “ISE Behavior of $\text{RuSr}_2\text{RECu}_2\text{O}_8$ (RE = Eu, Gd and Ho) Superconductors”, **Turkish Physical Society 28th International Physics Conference**, Bodrum/Turkey, P 5, (2011)

B. Ulusal Bilimsel Toplantılarda Sunulan ve Bildiri Kitaplarında Basılan Bildiriler (Sözlü Sunu, Özet Metin):

B1. Alp U., Uzun O., Topal U., Yılmaz F. And Kölemen U., Mechanical Properties of $\text{RuSr}_2\text{RECu}_2\text{O}_8$ (RE=Eu) Superconductor”, **4. Ulusal Süperiletkenlik Sempozyumu**, Trabzon, S. 55, (2009).

C. Ulusal Bilimsel Toplantılarda Sunulan ve Bildiri Kitaplarında Basılan Bildiriler (Poster Sunu, Özet Metin):

C1. Alp U., Uzun O., Topal U., Yılmaz F. Ve Kölemen U., “ $\text{RuSr}_2\text{RECu}_2\text{O}_8$ (RE=Eu) Süperiletkenin Mekaniksel Özelliklerinin Enerji Metodu ile İncelenmesi”, **16. Yoğun Madde Fiziği-Ankara Toplantısı**, Gazi-Ankara P 76, (2009).

C2. U. Alp, O. Uzun, F. Yılmaz, U. Topal, U. Kölemen., “AFM and SEM investigations of the morphology features and local mechanical properties of $\text{RuSr}_2\text{RECu}_2\text{O}_8$ (RE = Eu, Gd and Ho) superconductors”, **5. Ulusal Süperiletkenlik Sempozyumu**, İzmir, S. 74, (2011).