

**KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

**FARKLI ÖZELLİKTE BOR TOZLARI KULLANILARAK ÜRETİLEN MgB_2 KÜLÇE
SÜPERİLETKENLERİNİN YAPISAL VE SÜPERİLETKENLİK ÖZELLİKLERİNİN
ARAŞTIRILMASI**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Muhammet Volkan BAHADIR

**ARALIK 2022
TRABZON**



KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

FARKLI ÖZELLİKTE BOR TOZLARI KULLANILARAK ÜRETİLEN MgB_2 KÜLÇE
SÜPERİLETKENLERİNİN YAPISAL VE SÜPERİLETKENLİK ÖZELLİKLERİNİN
ARAŞTIRILMASI

Muhammet Volkan BAHADIR

Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünce
"YÜKSEK LİSANS (METALURJİ VE MALZEME YÜKSEK MÜHENDİSİ)"
Unvanı Verilmesi İçin Kabul Edilen Tezdir.

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 01 / 12 / 2022

Tezin Savunma Tarihi : 26 / 12 / 2022

Tez Danışmanı : Prof. Dr. Hamdullah ÇUVALCI

İkinci Danışman : Doç. Dr. Burcu SAVAŞKAN

Trabzon 2022

ÖNSÖZ

“Farklı Özellikte Bor Tozları Kullanılarak Üretilen MgB_2 Külçe Süperiletkenlerinin Yapısal ve Süperiletkenlik Özelliklerinin Araştırılması” başlıklı bu yüksek lisans tezi 2020-31-07-20E-002 numaralı BOREN projesi kapsamında hazırlanmıştır.

Yüksek lisans eğitimim boyunca yol gösterici bilgi ve deneyiminden faydalandığım danışman hocam Prof. Dr. Hamdullah ÇUVALCI'ya, akademik bilgi birikiminden ve tecrübelerinden çokça yararlandığım ayrıca bu tez çalışmasına konu olan BOREN projesinin yürütücüsü ve ikinci danışman hocam Doç. Dr. Burcu SAVAŞKAN'a, laboratuvar çalışmalarım boyunca desteğini esirgemeyip yol gösterici tecrübelerinden sıklıkla faydalandığım hocam Recep Tayyip Erdoğan Üniversitesi öğretim üyesi Doç. Dr. Sait Barış GÜNER'e teşekkür ederim. Çalışmalarım boyunca yardımını esirgemeyen Arş. Gör. Abdullah Hasan KARABACAK ve Arş. Gör. Serhatcan Berk AKÇAY'a teşekkür ederim.

Ayrıca tüm yaşamım boyunca sevgi ve ilgilerini her an hissettiğim, eğitim hayatım boyunca maddi ve manevi desteklerini esirgemeyen aile fertlerimin her birine teşekkür ederim.

Muhammet Volkan BAHADIR

Trabzon 2022

TEZ ETİK BEYANNAMESİ

Yüksek Lisans Tezi olarak sunduğum “Farklı Özellikte Bor Tozları Kullanılarak Üretilen MgB_2 Külçe Süperiletkenlerinin Yapısal ve Süperiletkenlik Özelliklerinin Araştırılması” başlıklı bu çalışmayı baştan sona kadar danışmanım Prof. Dr. Hamdullah ÇUVALCI’nın sorumluluğunda tamamladığımı, verileri/örnekleri kendim topladığımı, deneyleri/analizleri ilgili laboratuvarlarda yaptığımı/yaptırdığımı, başka kaynaklardan aldığım bilgileri metinde ve kaynakçada eksiksiz olarak gösterdiğimi, çalışma sürecinde bilimsel araştırma ve etik kurallara uygun olarak davrandığımı ve aksinin ortaya çıkması durumunda her türlü yasal sonucu kabul ettiğimi beyan ederim. 26/12/2022

Muhammet Volkan BAHADIR

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa No</u>
ÖNSÖZ	III
TEZ ETİK BEYANNAMESİ.....	IV
İÇİNDEKİLER.....	V
ÖZET	VII
SUMMARY	VIII
ŞEKİLLER DİZİNİ	IX
TABLolar DİZİNİ.....	XI
SEMBOLLER DİZİNİ	XII
1. GİRİŞ.....	1
1.1. Süperiletkenliğe Genel Bir Bakış	1
1.2. Kritik Sıcaklık.....	6
1.3. Kritik Manyetik Alan.....	6
1.4. Kritik Akım Yoğunluğu.....	7
1.5. Süperiletken Malzemeler	8
1.6. Yüksek Sıcaklık Süperiletkenleri.....	11
1.7. I. ve II. Tip Süperiletkenler.....	11
1.8. MgB ₂ 'nin Süperiletkenliği ve Avantajları	13
1.9. MgB ₂ 'nin Kristal Yapısı	16
1.10. MgB ₂ Üretim Yöntemleri	18
1.10.1. In-situ Yöntemi.....	20
1.10.2. Ex-situ Yöntemi.....	20
1.10.3. Basınç	21
1.11. Bor Tozlarının Üretilmesi	21
2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	24

2.1.	Kullanılan Mg ve B Tozları	24
2.2.	MgB ₂ Örneklerinin Üretimi	25
2.3.	Analizler.....	31
2.3.1.	X-ışını Kırınım (XRD) Ölçümü.....	31
2.3.2.	Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Görüntülemesi	32
2.3.3.	Enerji Dağılımlı X-ışınları (EDX) Analizi	33
2.3.4.	Manyetik Kaldırma Kuvveti Ölçümü	34
3.	BULGULAR	37
3.1.	XRD Sonuçları.....	37
3.2.	SEM-Mikroyapıların İncelenmesi	40
3.3.	Enerji Dağılımlı X-ışınları (EDX) İncelemeleri	43
3.4.	Manyetik Kaldırma Kuvveti Analizleri	48
3.4.1.	Alansız Soğutma Ölçümleri.....	48
3.4.2.	Alanlı Soğutma Ölçümleri	50
3.4.3.	Yatay Manyetik Kuvvet Ölçümleri.....	53
3.5.	Manyetik Alana Bağlı Manyetizasyon Ölçümleri	55
3.5.1.	Kritik Akım Yoğunluğu Hesaplamaları.....	55
4.	SONUÇLAR	59
5.	KAYNAKLAR.....	61

ÖZGEÇMİŞ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ÖZET

FARKLI ÖZELLİKTE BOR TOZLARI KULLANILARAK ÜRETİLEN MgB_2 KÜLÇE SÜPERİLETKENLERİNİN YAPISAL VE SÜPERİLETKENLİK ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Muhammet Volkan BAHADIR

Karadeniz Teknik Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı
Danışman: Prof. Dr. Hamdullah ÇUVALCI
2022, 66 Sayfa

Bu tez çalışmasında magnezyum tozu ve farklı özellikteki bor tozları kullanılarak katı hal tepkime ve sıcak presleme yöntemi kullanılarak silindirik MgB_2 külçe süperiletkenleri üretildi. Tane boyutu, saflık ve kristallik özellikleri farklılık gösteren dokuz farklı bor tozu tek tip magnezyum tozu ile belli stokiyometrik oranda agat havanda karıştırılarak, 250°C sıcaklık ve 14 ton basınç altında preslendi. Çalışmada farklı özellikteki bor tozlarının MgB_2 bileşiğinin süperiletken özellikleri üzerine etkisinin anlaşılabilmesi için aynı sıcaklık değeri ve aynı ısıtma-soğutma hızlarında sinterleme işlemi tüp fırında gerçekleştirildi. Örneklerin yapısal analizleri XRD, SEM ve EDX ölçümleri ile süperiletkenlik özellikleri ise manyetik kaldırma kuvveti ve manyetizasyonu ölçümleri ile gerçekleştirildi. Yapılan ölçüm ve analizler sonucunda MgB_2 üretiminde kullanılan bor tozunun bileşiğin süperiletken özellikleri üzerine etkileri araştırılarak optimum özellikte bor tozu belirlendi.

Anahtar Kelimeler: MgB_2 , Süperiletken, Katı Hal Sinterleme, Sıcak Pres, Manyetik Kaldırma Kuvveti, Kritik Akım Yoğunluğu

MASTER THESIS

SUMMARY

INVESTIGATION OF THE STRUCTURAL AND SUPERCONDUCTIVE PROPERTIES OF MgB_2 BULK SUPERCONDUCTORS PRODUCED USING DIFFERENT PROPERTIES OF BORON POWDERS

Muhammet Volkan BAHADIR

Karadeniz Technical University
The Graduate School of Natural and Applied Sciences
Metallurgy and Material Engineering Program
Supervisor: Prof. Hamdullah ÇUVALCI
2022, 66 Pages

In this thesis, MgB_2 bulk superconductors were produced by hot-press and solid state sintering method using Mg powder and B powders with different properties. Nine different boron powders, which differ in grain size, purity and crystallinity, were mixed with a single type of magnesium powder in a agate mortar in appropriate sizes for a certain period of time, and each mixture was pressed in the hot press mold used for the experimental study. In order to understand the effects of boron powders with different properties on superconductivity, the sintering process was carried out in a tube furnace at the same temperature and heating-cooling rates. For each sample, XRD, SEM, EDX and magnetic levitation analysis were performed. As a result of the measurements and analyzes, the effects of the boron powder used in the production of MgB_2 on the superconducting properties of the compound were investigated and the optimum boron powder was determined.

Key Words: MgB_2 , Superconductor, Solid State Sintering, Hot Press, Magnetic Levitation, Critical Current Density

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa No

Şekil 1. Süperiletken olan ve olmayan malzemelerin dirençlerinin sıcaklık ile değişimi [1].....	2
Şekil 2. Süperiletken bir malzemenin manyetik davranışı [4].....	3
Şekil 3. Kritik sıcaklığın geçmişten günümüze kadar yıllara göre değişimi [9].	5
Şekil 4. Süperiletkenlerin kullanıldığı bazı uygulamalar	9
Şekil 5. I. tip süperiletkenlerin (a) ve II. tip süperiletkenlerin (b) davranışı [18].....	11
Şekil 6. Farklı geometrilerde üretilmiş süperiletken örnekler	13
Şekil 7. MgB_2 'nin kristal yapısı [28].....	16
Şekil 8. (a) Mg-B sisteminin faz diyagramı, (b) MgB_2 'nin sıcaklık-basınç faz diyagramı[31].	18
Şekil 9. In-situ veya ex-situ yönteminde sinterleme sürecinde boyun bölgesi oluşumunun şematik gösterimi [31].	19
Şekil 10. Agat havanda karıştırılan magnezyum ve bor tozları.....	26
Şekil 11. Mg ve B tozlarının 250°C'de preslenmesi	26
Şekil 12. Hot press haznesinden çıkarılan bir MgB_2 örneği.....	27
Şekil 13. In-situ yöntem için tasarlanmış olan krom tüp ve tüpün teknik çizimi.....	28
Şekil 14. Titanyum folyo hazne içine yerleştirilen MgB_2 örnekleri.....	28
Şekil 15. Fırın içine yerleştirilen krom tüpün vakum alınması	29
Şekil 16. MgB_2 örneklerinin sinterleme işlemine ait ısıtım işlem grafiği	30
Şekil 17. X-ışını kırınımı temel prensibi	31
Şekil 18. MgB_2 örnek yüzeylerinin SEM analizinden önce altın ile kaplanması.....	32
Şekil 19. Mikro yapı incelemesinde kullanılan taramalı elektron mikroskobu (SEM)	33
Şekil 20. Manyetik kaldırma kuvveti ölçüm sistemi	35
Şekil 21. MgB_2 örneklerine ait x-ışını kırınım desenleri (a) ve (b).....	38
Şekil 22. Tüm külçe MgB_2 örneklerine ait 250x büyütme SEM fotoğrafları	41
Şekil 23. Tüm külçe MgB_2 örneklerine ait 1000x büyütme SEM fotoğrafları	41
Şekil 24. Tüm külçe MgB_2 örneklerine ait 3000x büyütme SEM fotoğrafları	42
Şekil 25. Tüm külçe MgB_2 örneklerine ait 12000x büyütme SEM fotoğrafları	42
Şekil 26. MgB_2 örneklerinin EDX elementel haritalama görüntüleri (a), (b) ve (c)	45

Şekil 27. MgB ₂ örneklerinin ZFC rejimi altında 25 K’de ölçülen, örnekler ile kalıcı mıknatıs arasındaki dikey mesafeye (z) karşı dikey kaldırma kuvveti (F_z) grafikleri	49
Şekil 28. MgB ₂ örneklerinin FC rejimi altında 25 K’de ölçülen kalıcı mıknatıs ve örnekler arasında dikey mesafeye (z) karşı dikey kaldırma kuvveti (F_z) grafikleri	51
Şekil 29. Örneklere ait maksimum itici kuvvet ve maksimum çekici kuvvet değerlerinin grafiksel gösterimi.....	53
Şekil 30. MgB ₂ örneklerinin T=25 K sıcaklıkta yatay uzaklığa (x) karşı yatay manyetik kuvvet (F_x) grafikleri	54
Şekil 31. (a) 25 K sıcaklığında MgB ₂ örneği için ölçülen tipik bir M-H döngüsü, (b) Silindirik örnekten bu ölçüm için kesilmiş numune.....	56
Şekil 32. Örneklerin 25 K’de manyetik alana bağlı kritik akım yoğunlukları	57

TABLÖLAR DİZİNİ

Sayfa No

Tablo 1. Pavezyum (PAVTEK) firmasından temin edilen bor tozlarının saflık, tane boyutu ve kristallik özellikleri	24
Tablo 2. ZFC ve FC rejimlerinde, 25 K sıcaklıkta ölçülen, örneklerin maksimum itici kuvvet ve maksimum çekici kuvvet değerleri	52



SEMBOLLER DİZİNİ

Ag	:	Gümüş
Al	:	Alüminyum
Au	:	Altın
B	:	Bor
B ₂ O ₃	:	Boron Trioksit
B ₂ H ₆	:	Diboran
BCS	:	BCS Teorisi
B _c	:	Manyetik Alan Şiddeti
B _T	:	Tuzaklanan Alan
cm ³	:	Santimetreküp
C	:	Karbon
Cr	:	Krom
Cu	:	Bakır
DC	:	Doğru Akım (Direct current)
DOS	:	Durum Yoğunluğu (Density of states)
emk	:	Elektromotor Kuvvet
F _x	:	Yanal Kuvvet
F _z	:	Manyetik Kaldırma Kuvveti
FC	:	Alanlı Soğutma
g	:	Gram
HCl	:	Hidroklorik Asit
He	:	Helyum
HF	:	Hidrojen Florür

H_c	:	Kritik Manyetik Alan
Hg	:	Cıva
H_{irr}	:	Tersinmezlik Alanı
HTS	:	Yüksek Sıcaklık Süperiletkeni
In	:	İndiyum
I_c	:	Kritik Akım
J_c	:	Kritik Akım Yoğunluğu
K	:	Kelvin
KBF_4	:	Potasyum Tetrafloroborat
KF	:	Potasyum Florür
km	:	Kilometre
LaBaCuO	:	Lantanyum Baryum Bakır Oksit
LTS	:	Düşük Sıcaklık Süperiletkeni
Maglev	:	Manyetik Levitasyon (Magnetic levitation)
Mg	:	Magnezyum
MgB_2	:	Magnezyum Diborür
MgO	:	Magnezyum Oksit
$Mg(BO_2)_2$	:	Magnezyum Metaborat
$Mg_3(BO_3)_2$	:	Magnezyum Borat
MRI	:	Manyetik Rezonans Görüntüleme (Magnetic Resonance Imagery)
mm	:	Milimetre
Nb	:	Niyobyum
Nb_3Ge	:	Niyobyum Germanid
Nd-Fe-B	:	Neodyum Mıknatıs (Neodymium Magnet)

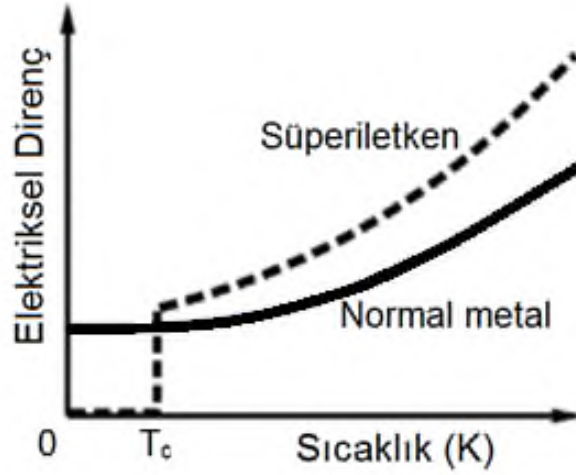
nm	:	Nanometre
NMR	:	Nükleer Manyetik Rezonans (Nuclear Magnetic Resonance)
Pb	:	Kurşun
r	:	Yarıçap
SHS	:	Kendiliğinden Yayılan Yüksek Sıcaklık Sentezi
Sn	:	Kalay
T	:	Tesla
TIG	:	Tungsten İnert Gaz Kaynağı
T _c	:	Kritik Sıcaklık
Ti	:	Titanyum
U	:	Uranyum
YBaCuO	:	İtriyum Baryum Bakır Oksit
ZFC	:	Alansız Soğutma
Å	:	Angström
ρ	:	Özdirenç
μm	:	Mikrometre
π	:	Pi Sayısı
°C	:	Selsiyus Derece
ξ	:	Koherens Uzunluğu
λ	:	Girme Derinliği

1. GİRİŞ

1.1. Süperiletkenliğe Genel Bir Bakış

Bir malzemenin elektriksel iletkenliği öz direnç (ρ) ile karakterize edilir ve malzemeler genel olarak iletkenler ve yalıtkanlar olarak ayrılırlar. Sırasıyla gümüş (Ag), bakır (Cu) ve altın (Au) elektriksel iletkenlikleri en yüksek metaller olmalarına rağmen süperiletken özellik göstermezler. Ancak, alüminyum (Al), kurşun (Pb) ve cıva (Hg) gibi elektriksel iletkenliği daha düşük metaller ise süperiletkenlik özellik gösterirler [1].

Süperiletkenlik; bir malzemenin, kritik sıcaklık altına soğutulduğunda elektriksel olarak sıfır direnç göstermesi ve malzemeye uygulanan manyetik alanı tümüyle dışlaması olarak tanımlanmaktadır. Süperiletkenlik ilk olarak Hollandalı bilim insanı Heike Kamerlingh Onnes tarafından 1911 yılında Leiden Laboratuvarında keşfedilmiştir. Bu keşfe giden çalışmalar süperiletkenliğin keşfinden üç yıl önce 1908 yılında başlamıştır. Düşük sıcaklık fiziği 4,2 K kaynama sıcaklığına sahip helyumu, Heike Kammerling Onnes'in sıvılaştırması ile başlamıştır. Onnes'in çalışmaları sayesinde birkaç Kelvin'lik sıcaklıklara ulaşmak için gerekli olan soğutma yöntemi ortaya çıkmıştır. 1911 yılında Onnes, cıvanın 4,2 K sıcaklık altına soğutulduğunda, elektriksel direncinin birdenbire sıfıra düştüğünü gözlemlemiş ve bu fenomen olayı "Süperiletkenlik" olarak adlandırmıştır. Bu keşfin en dikkat çekici kısmı, sıcaklığın azalması ile direncin kademeli olarak değil de birdenbire ortadan kalkmasıdır. Süperiletkenliğe geçişin aniden meydana geldiği sıcaklığa "kritik sıcaklık" denilir ve " T_c " ile gösterilmektedir. Cıvada süperiletkenliğin keşfedilmesinin ardından indiyum (In), kalay (Sn), alüminyum (Al), kurşun (Pb), ve niyobyumda (Nb)'da süperiletkenlik bulunmasıyla birçok alaşım ve intermetalik (ara) bileşiğin süperiletken olduğu ortaya çıkmıştır. Süperiletken durumun ortadan kaldırılması yalnızca numuneyi ısıtarak değil, aynı zamanda zayıf bir manyetik alana yerleştirmek suretiyle de gerçekleştirilebileceği bulunmuştur. Bu alan malzemenin "kritik manyetik alanı" olarak isimlendirilir ve H_c ile ifade edilmektedir [2].

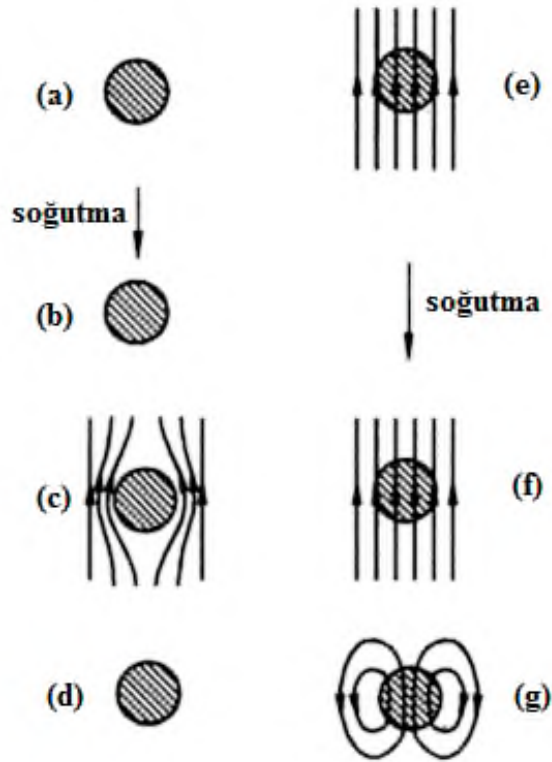


Şekil 1. Süperiletken olan ve olmayan malzemelerin dirençlerinin sıcaklık ile değişimi [1].

Normal bir metalin öz direnci, sıcaklığın azalmasıyla birlikte sıcaklıktan bağımsız olarak neredeyse sabit bir değere ulaşır. Bir süperiletkende ise öz direnç kritik sıcaklık üzerinde yüksek sıcaklıktaki bir metalden daha büyüktür. Bu durum düşük elektrik iletkenliğine sahip bir metal davranışı olarak tanımlanır [1]. Her süperiletken malzemenin kendine has kritik sıcaklığı (T_c), kritik manyetik alanı (H_c) ve kritik akım yoğunluğu (J_c) vardır. Ayrıca süperiletken malzemenin sıcaklığı ile kritik manyetik alan birbiriyle ilişkilidir. Onnes'in bu keşfinin ardından süperiletkenlik üzerine çalışmalara diğer bilim insanlarının da yoğunlaşmış ve kurşunun (Pb) 7,2K'de, niyobyumun (Nb) 9,2K'de süperiletken davranış sergilediği keşfedilmiştir.

Süperiletkenlerle ilgili olarak bahsedilmesi gereken önemli bir konu da "Meissner etkisi"dir. Bir metale manyetik alan uygulandığında bu alan metale nüfuz eder, ardından metal soğutulduğunda süperiletken halde yapıdaki manyetik alan dışarlanır. Manyetik alanın gücü, süperiletkenin sıcaklığa bağlı kritik alanından daha düşük olursa manyetik alan dışarlanır ve bu durum Meissner etkisi olarak adlandırılmaktadır [3]. Süperiletken bir malzemeyi diğer malzemelerden ayıran ikinci önemli özelliği Meissner etkisinin sonucu olarak mükemmel diyamanyetik olmasıdır. Manyetik kaldırmanın sebebi açıkça Meissner etkisidir [1]. Belirli sıcaklık altında elektriksel direncin aniden ortadan kalkması, bilim dünyasında yıllarca süren bir meraka yol açmıştır. 4,2 K'nin üzerindeki sıcaklıklarda cıvada meydana gelen elektriksel direncin, bu sıcaklığın altında aniden ortadan kalkması bilim insanlarını bu durumu açıklamaya itmiştir.

Meissner ve Ochsenfeld 1933'te harici bir manyetik alanın-süperiletken tarafından dışlandığını ortaya çıkarmıştır. Süperiletkenlik geçiş sıcaklığı altına soğutulan kalay ve kurşun örnekleri manyetik alan içerisinde iken, örneklerin dışındaki manyetik akı dağılımını ölçtüler. Aslında elde ettikleri sonuçlar süperiletken malzemenin yalnızca dirençsiz bir metal olduğu fikriyle açıklanamamaktadır. Mükemmel iletkenlik durumundaki bir iletken, elektriksel alanını sürdüremez ve bu nedenle malzeme üzerinde hiçbir elektromotor kuvvet (emk) gelişmez. Bu durum Michael Faraday'ın elektromanyetik indüksiyon kanunundaki, içinden geçen manyetik indüksiyonun zamanla değişmeyeceği anlamına gelmektedir. Bu şekildeki bir malzeme manyetik alana yerleştirildikten sonra süperiletken hale geldiği sıcaklığın altına soğutulduğunda, uygulanan manyetik alan donar ve sonradan uygulanan alan değişmez. Bu durum Şekil 2'de gösterilmiştir [4].



Şekil 2. Süperiletken bir malzemenin manyetik davranışı [4].

Şekil 2'ye göre bir dış manyetik alan yokken, numune (a)'dan (b)'ye soğuduğunda elektrik direncini kaybetmektedir. (c)'de dirençsiz bir numuneye dış manyetik alan uygulanmakta ve (d)'de manyetik alan kaldırılmaktadır. (e)'den (f)'ye numune dış manyetik alan varken dirençsiz hale gelerek (g)'de dış manyetik alan kaldırılmaktadır. Bu aşamadan sonra (d) ve (g) karşılaştırması yapılarak mükemmel iletkenlik gösteren bir numunenin içindeki manyetik alanın onun geçmişteki haline bağlı olduğu sonucuna varılmaktadır [4].

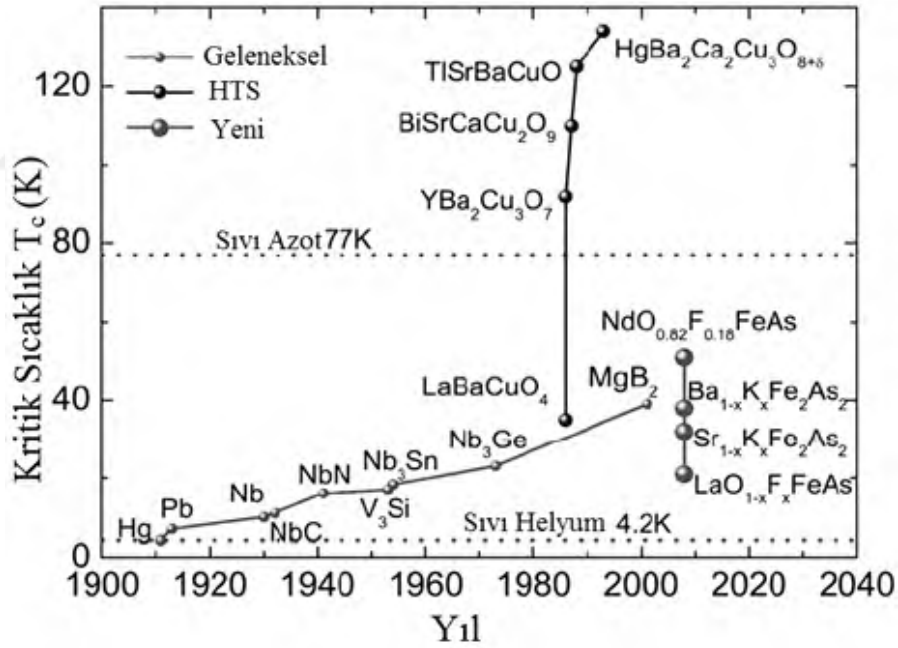
Süperiletken malzemelerin mükemmel diyamanyetik özelliklerinin keşfinden sonra da önemli buluşlar ortaya çıkmaya devam etti. 1935 yılında, Heinz ve Fritz London kardeşler "London Teorisi" adını verdikleri bir buluşu duyurdular. London kardeşler Ohm yasasını elektriksel iletkenlik ve Meissner olayını I. tip süperiletkenler için açıklamaya çalışmışlardır [5].

Ginzburg-Landau tarafından 1950 yılında önerilen teoride, girme derinliği λ 'nın koherens uzunluğu ξ 'ye oranı bir parametre ile tanımlanmıştır. Ginzburg ve Landau genel ikinci dereceden faz geçişleri teorisi içinde bir düzen parametresi olarak karmaşık bir dalga fonksiyonunu tanıtmıştır [6].

1957 yılına gelindiğinde süperiletkenlik, John Barden, Leon Cooper ve J. Robert Schrieffer tarafından BCS teorisi adıyla tanımlanmıştır. Bu teorinin temel konusu zayıf bir elektron-fonon etkileşmesi sonucunda, iki elektron arasındaki çekici potansiyelin ortaya çıkması ve bunun sonucunda "Cooper çiftleri" oluşmasıdır [7]. MgB_2 'nin süperiletkenliğide BCS teorisi ile açıklanmıştır.

1962 yılında Brian D. Josephson tarafından geliştirilen teoriye göre; iki süperiletken malzeme arasında, ince bir yalıtkan katman var iken bir elektrik akımının akabileceği öngörüsüdür. Yapı itibariyle süperiletken-yalıtkan-süperiletken biçiminde bir sandviç yapıdır. Yalıtım tabakası oldukça ince olup, yaklaşık olarak 10-15 Å kadardır. Bu yapıda iki süperiletkenin bağlı olduğu varsayıldığında voltaj farkı olmasa dahi, bir süper akımın yalıtkan bağlantıdan akacağına dair öngörüde bulunmuştur. Bu akan akım bağlantıdan geçen manyetik alan ile bağlantılı olmaktadır [4]. Bu fikir bir süre sonra doğrulanmış ve şimdilerde "Josephson etkisi" olarak bilinen bu tünelleme olayına dayanan süperiletken teknolojisi yavaş yavaş gelişerek, günümüzde çok düşük manyetik alanları ölçebilecek cihazların temeli oluşturulmuştur.

Süperiletkenliğin gözde bir çalışma alanı haline gelmesini sağlayan gelişme, Bednorz ve Müller'in 1986'da yüksek kritik sıcaklığa sahip olan seramik malzemeleri keşfetmesiyle başlamıştır. Bu sistemin geçiş sıcaklığı 35 K'dir. Bednorz ve Müller'in keşfettiği La-Ba-Cu-O malzemesi, çok yüksek geçiş sıcaklığına sahip olmasa bile yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin keşfedilmesine katkı sağlamıştır. Bu sıcaklıkta seramik bir malzemenin süperiletken özellik göstermesi bilim dünyasında ses getirmiştir. 1987 yılına gelindiğinde, M. K. Wu ve arkadaşları tarafından 92 K'de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ (YBCO) bileşiğinde süperiletkenlik özelliği keşfedilmiştir. Bu sayede helyumla çalışan soğutucuların yerini, kaynama sıcaklığı 77 K olan azot kullanılan soğutucular almıştır ve bu soğutucular ile süperiletkenlik alanında çalışmak daha kolay hale gelmiştir [8]. 1993 yılına gelindiğinde, atmosfer basıncında geçiş sıcaklığı 133 K ve yüksek basınç altında ki geçiş sıcaklığı yaklaşık olarak 164 K olan Hg-Ba-Ca-Cu-O bileşiğinde süperiletkenlik keşfedilmiştir [10].



Şekil 3. Kritik sıcaklığın geçmişten günümüze kadar yıllara göre değişimi [9].

MgB_2 'nin süperiletken olduğunu 2001 yılında Jun Akimitsu, Japonya'da gerçekleştirilen "Symposium on Transition Metal Oxides" kongresinde açıklamıştır.

İntermetalik bir bileşik olan MgB_2 , 39 K geçiş sıcaklığında süperiletken özellik göstermektedir [45]. Şekil 3'te farklı geçiş sıcaklıklarındaki süperiletkenlerin, geçmişten bu güne kadar olan değişimi yıllara göre verilmiştir.

1.2. Kritik Sıcaklık

Günümüzde süperiletken malzemeler kritik sıcaklıklarına göre sınıflandırılırlar. Bu sıcaklık malzemenin direnç ve manyetik ölçümlerdeki ani değişimlerine karşılık gelen sıcaklık olup normal bir iletkenin iletken durumdan süperiletkene geçtiği sıcaklık ifadesi ile tanımlanır ve T_c ile gösterilir. Süperiletkenliğe geçen malzeme, kritik sıcaklığın altında süperiletken özellik göstermektedir [16]. Süperiletken malzemeler kendileri için geçerli olan kritik sıcaklık altında soğutulduklarında malzemede direnç aniden sıfıra iner ve tam olarak diyamanyetik duruma geçerek uygulanan manyetik alanı dışladığı gözlenir.

1.3. Kritik Manyetik Alan

Süperiletken malzemelerde süperiletkenlik geçişini etkileyen bir diğer unsur kritik manyetik alandır. Kritik sıcaklığa benzer şekilde süperiletken durumda olan bir malzeme, bir dış manyetik alan uygulandığında, bu alanın belirli bir değerine kadar malzeme süperiletkenliğini muhafaza ederken, yeterli güçte bir manyetik alanın uygulanması durumunda süperiletkenlik durumu ortadan kalkabilir. Süperiletkenlik özelliğinin kaybedilmesine sebep olan manyetik alan kuvvetine kritik manyetik alan kuvveti denir ve H_c ile gösterilir. Sıcaklık T_c 'nin altında iken, H_c sıcaklıktaki düşüşe bağlı olarak artış gösterir [16]. Süperiletkenliğin kaybedilmesi sonucunda malzemenin normal direnci tekrar ortaya çıkabilir. Kritik manyetik alanın sıcaklıkla bağımlılığı:

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

ile ifade edilmektedir.

Bu bağıntı ile herhangi bir T sıcaklığında kritik manyetik alanın değeri ifade edilmektedir. 0 K sıcaklığındaki manyetik alan değeri $H_c(0)$ ile ifade edilmektedir. $T=0$ K’de kritik manyetik alan en yüksek seviyede iken, sıcaklığın artmasıyla manyetik alan şiddeti azalmaktadır.

1.4. Kritik Akım Yoğunluğu

Malzemelerin süperiletkenlik durumunu etkileyen bir diğer faktör ise kritik akımdır. Süperiletken bir malzemede akımın dirençle karşılaştığı andaki büyüklüğü şeklinde tanımlanır ve I_c ile gösterilir. Akım şiddeti kritik seviyenin üzerine çıktığında direnç meydana gelir ve bu direncin ortaya çıkması malzemenin süperiletken durumdan normal duruma geçmesine neden olur.

Direncin sıfır olduğu süperiletkenlik durumunda malzemenin taşıyabileceği en yüksek akım yoğunluğu kritik akım yoğunluğu olarak tanımlanır ve J_c ile ifade edilir [54]. Ayrıca bir süperiletkende kritik akım değeri, akım yoğunluğu tarafından geçilir ise süperiletkenlik ortadan kalkacaktır. Kritik akım yoğunluğu J_c ‘nin değeri $T = T_c$ ’de sıfır değerinden, 0 K’de maksimum J_c değerine kadar artmaya eğilimlidir. J_c değeri hem deneysel hem de yarı teorik olarak iki yöntemle bulunabilmektedir. Yöntemlerin birincisi akım – gerilim (I - V) karakteristiklerinden hesaplanabilen yöntem, diğeri M - H histeresiz eğrileridir. Histeresiz eğrileri ile yarı teorik akım yoğunluğunu hesaplamak için Bean formülü adıyla bilinen denklemler kullanılmaktadır [17].

$$J_c = \frac{30\Delta M}{d} \quad (1.2)$$

$$J_c = \frac{20\Delta M}{\left(1 - \frac{a}{3b}\right)_{a,b,c}} \quad (1.3)$$

Formüldeki $\Delta M = M^+ - M^-$ örneğin manyetizasyonu, a, b ve c örneğe ait boyutlar ve d tanecik boyutudur. Örneğin boyutuna göre yapılan hesaplamalarda denklem (1.3) kullanılır. Denklem (1.2) tanecik boyutuna bağlı ölçüm hesaplamalarında kullanılmaktadır. Bu denklemler neticesinde elde edilen değerler çoğunlukla yarı teorik olarak kabul edilmesinin yanı sıra, kritik akım yoğunluğunun hesaplanması için en çok tercih edilen denklemlerdir. Kritik akım yoğunluğu (J_c), bir süperiletkenin direnç göstermeden taşıyabildiği maksimum akım yoğunluğu şeklinde ifade edilir. Cooper çiftlerinin bozulması, bir süperiletkende kritik akım yoğunluğunu belirleyen durumlardan biridir. Bu durumda, bozulan Cooper çiftlerinin yoğunluklarıyla orantılı olarak örnekte kısmen normal iletken davranış görülür. Cooper çiftlerinin II. tip süperiletkenlerde bozulmasının haricinde kritik akım yoğunluğuna girdapların hareketi de etki edebilmektedir.

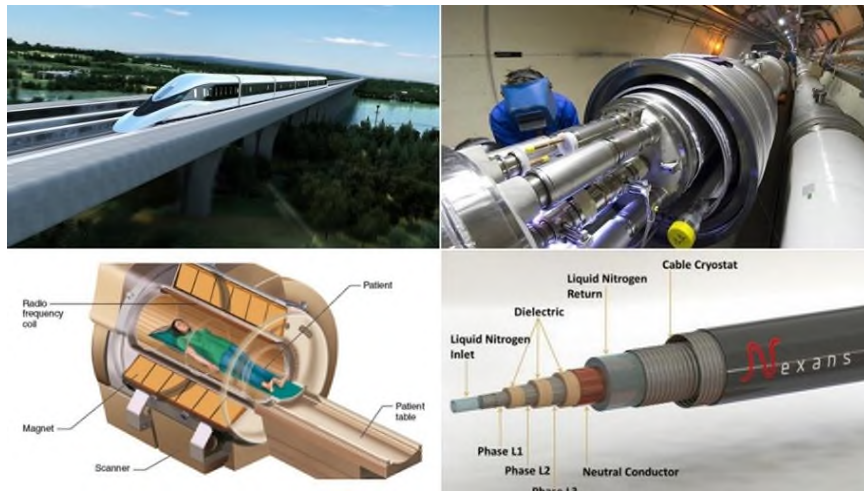
1.5. Süperiletken Malzemeler

Metalik elementlerin yirmiden fazlası süperiletken özellik gösterir ve en yaygın olarak bilinenleri alüminyum, kalay, kurşun ve cıvadır. Bilinen süperiletkenlerin çoğu bileşik veya alaşımdır. Kendini oluşturan elementler süperiletken olmasa dahi bir bileşiğin süperiletken olması mümkündür. Süperiletken malzemeleri teknolojik açıdan önemli kılan bazı temel özellikleri mevcuttur. Bu özelliklerin en başında elektriksel açıdan doğru akıma (DC) sıfır direnç göstermeleridir. Doğru akıma karşı sıfır direnç göstermeleri normal iletkenlerle kıyaslandığında, süperiletkenlerin yüksek akım taşıma kabiliyetine sahip olmalarını sağlamaktadır. Bu önemli özellik sayesinde süperiletkenler elektrik akımını taşımada, depolamada ve güçlü mıknatısların imal edilmesinde çok önemli bir yere sahiptir. Ayrıca yüksek frekanslarda gösterdikleri çok düşük direnç, devre elemanları üzerinde ve cihazlarda ısınma sorununa sebep olmamakla birlikte neredeyse ışık hızına yakın hızlarda sinyal taşıyabilme kabiliyeti ile haberleşme ve savunma sanayinde ciddi önem arz etmektedir.

Süperiletkenlerin en bilinen kullanım alanlarından biri süper-mıknatıslardır. Bir süperiletken, süperiletkenlik geçiş sıcaklığı T_c 'nin altında uygulanan bir manyetik alan tarafından manyetize edildiğinde, kalıcı bir mıknatıs gibi davranabilir. Manyetizasyon işlemi sırasında örnek yüzeyinde indüklenen eş merkezli süper akımlar, dış alan sıfıra düşürüldüğünde bile akmaya devam ederler. Bu akımlar sonucunda meydana gelen manyetik

alan oldukça yavaş azalır ve kararlı bir manyetik alana yol açar. Bu manyetik alan “Tuzaklanan manyetik alan” olarak adlandırılır. Bununla birlikte tuzaklanan manyetik alan büyüklüğü genellikle geleneksel Nd-Fe-B esaslı geleneksel mıknatıslar kullanılarak elde edilenden çok daha büyük olmaktadır. Bu nedenle bu tür mıknatıslar nükleer manyetik rezonans görüntüleme (NMR) ve parçacık hızlandırıcılar gibi yüksek manyetik alanın istendiği durumlarda mükemmel bir seçenektir [26].

Mıknatıs olarak günlük yaşamdan verilebilecek en temel örnekler, insan vücudunu görüntülemeye yarayan manyetik rezonans görüntüleme (MRI) cihazları ve manyetik olarak havalanmış (Maglev) trenlerdir. Günümüz dünyasında nüfusun artması ve yaşam alanlarının genişlemesi gibi sebepler göz önüne alındığında hali hazırdaki toplu taşıma araçlarının mevcut ulaşım talebini karşılayamayacak hale geleceği açıkça bellidir. Bununla birlikte modern dünyada ulaşımın daha hızlı ve güvenilir bir biçimde yapılabilmesi gerekliliği her geçen gün artmaktadır. Fosil yakıtlı ulaşım araçları ile kıyaslandığında çevre dostu oluşu ve ulaşım maliyetinin daha düşük olacağı da unutulmamalıdır. Geleneksel bir trene göre Maglev treni tekerlekler yerine elektromıknatıslar kullanarak kılavuz yol üzerinde havaya kalkar ve zemine temas olmaksızın elektromekanik olarak itme kuvveti üretilerek hareket edebilmektedir. Bu sebeplerden dolayı Maglev trenlere olan ihtiyaç gün geçtikçe daha fazla hissedilir olmuş ve bu konuda bilimsel çalışmalar hız kazanmıştır. Bu teknolojinin yalnızca tren uygulamaları için değil, uçak ve uzay aracı fırlatma sistemleri için de kullanılabileceği düşünülmektedir [11]. Şekil 4’te süperiletkenlerin bazı kullanım alanları görülmektedir.



Şekil 4. Süperiletkenlerin kullanıldığı bazı uygulamalar

Özellikle son yıllarda demiryolu taşımacılığındaki süperiletken uygulamaları oldukça popüler hale gelmiştir. Mevcut geleneksel demiryolu taşımacılığı düşünüldüğünde, aynı mesafeler için kimi durumda karayolu taşımacılığa kimi durumda ise havayolu taşımacılığına alternatif olabildiği söylenemez. Yüksek hızlı trenlerin güvenlik gerekçeli hız kısıtlamaları sebebiyle 400 km'yi aşan mesafelerde havayolunun daha hakim olacağı düşünülmektedir. Halen geliştirilmeye devam edilen Maglev sistemleri, karayolu ulaşımının ve hatta havayolu ulaşımının yerine, insanların demiryolunu tercih etmesi için mükemmel bir seçenektir. Japonya'nın Tokyo-Osaka arasında Shinkansen hattını 210 km/sa işletme hızıyla açması demiryolunun kara taşımacılığında, yüksek hızlı tren konseptini başlatmıştır. Bu çalışmanın ardından altyapının geliştirilmesi ve gelişmiş vagonlar sayesinde bu hattın işletme hızı 240, 270 ve ardından 300 km/sa hıza kadar yükseltilmiştir. Bu hattın 2017 yılı itibariyle yılda 400.000'den fazla yolcu taşıdığı belirtilmiştir. Benzer şekilde Fransa'da işletme hızı 270 km/sa'e ulaşan Paris-Lyon hattı 417 km uzunluğa sahip olarak kullanıma açılmıştır. Ardından 2001 yılında Marsilya- Lyon hattı 330 km/sa hıza ulaşan seyir hızı ile açılmış olmasıyla birlikte demiryolu taşımacılığı ön plana çıkarak, günümüzde geliştirilen Maglev sisteminin önemini artırmaktadır [12].

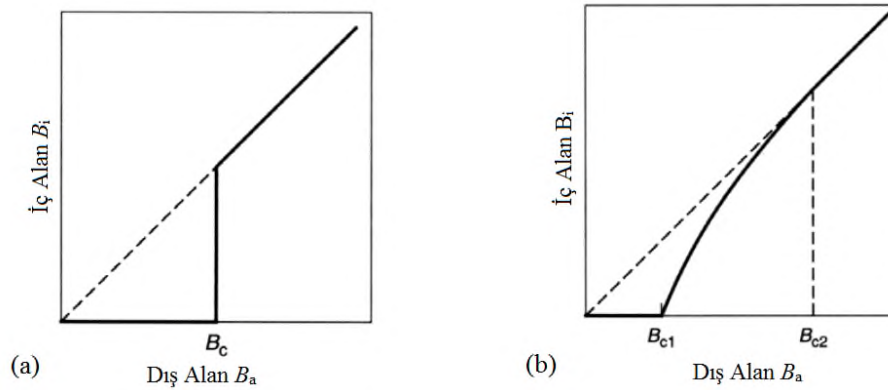
Yakın bir tarihte 1,5 ve 3,0 T MRI sistemlerinin MgB_2 mıknatısların kavramsal tasarımları üzerine çalışma yapılmıştır. MgB_2 'nin 2001 yılındaki süperiletkenlik özelliğinin keşfinden sonra, MgB_2 süperiletken telin geliştirilmesinde ilerleme kaydedilmiş ve birkaç yüz amperlik akımı destekleyebilen, 1 cm^2 'den daha küçük kesit alanına sahip olan süperiletken tel üretmek mümkün olmuştur. MgB_2 süperiletken telin 10 km uzunluğunda üretilmesi mümkündür. Bu şekilde süperiletken tel üretilerek, MRI mıknatıs bobinlerine benzer boyutlara ve akımlara sahip mıknatıs bobinleri elde edilebilir. MgB_2 süperiletken telin boyutu $1,19 \times 1,81 \text{ mm}^2$ olup, 1.5 T mıknatıs için %10 MgB_2 ve %27 Cu içeren tel ve 3 T mıknatıs için %15 MgB_2 ve %42 Cu içeren tel üretilmiştir. Tasarlanan bu MgB_2 mıknatısların mevcut MRI sistemlerinde soğutma işlemi de düşünüldüğünde 1.5 T ve 3.0 T manyetik alan üreten NbTi'nin yerine geçebileceği düşünülmektedir [13,27].

1.6. Yüksek Sıcaklık Süperiletkenleri

Yüksek sıcaklık süperiletkenleri (HTS), basit kriyojenik soğutucu olarak kabul edilen sıvı azotun, kaynama sıcaklığı olan 77 K'den daha yüksek sıcaklıklarda süperiletken özellik gösteren malzemeler olarak tanımlanmaktadır. Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin bir kısmı seramik malzemelerdir. 39 K geçiş sıcaklığına sahip MgB_2 bileşiği de yüksek sıcaklık süperiletkeni olarak kabul edilir. Ancak geçiş sıcaklığının düşük olması sebebiyle soğutma aracı olarak sıvı azot yerine sıvı helyum kullanılması uygundur [41].

1.7. I. ve II. Tip Süperiletkenler

Ginzburg – Landau teorisinin aracılığıyla yüzey enerjisini inceleyen bilim insanı Abrikosov, II. tip süperiletkenlerin var olduğu öngörüsünde bulunmuştur. 1960'lardan beridir keşfedilen bileşikler II. tip süperiletkenlerdir. I. tip süperiletkenlerde koherens uzunluğu (ξ), girme derinliğinden (λ) daha küçük iken, II. tip süperiletkenlerde bu durum tam tersidir [17]. Yüksek manyetik alan, süperiletkenliği ortadan kaldırır ve normal iletken durum geri gelmiş olur. Bu değişkenliğin karakterine bağlı olarak süperiletkenler, tip I ve tip II olarak ayrılmaktadır. Meissner etkisi sebebiyle kimi süperiletkenlerin, süperiletkenlik özelliği aniden ortadan kalkarken kimi süperiletkenlerde ise süperiletkenlik durumu kısmi olarak ortadan kaybolmaktadır.



Şekil 5. I. tip süperiletkenlerin (a) ve II. tip süperiletkenlerin (b) davranışı [18].

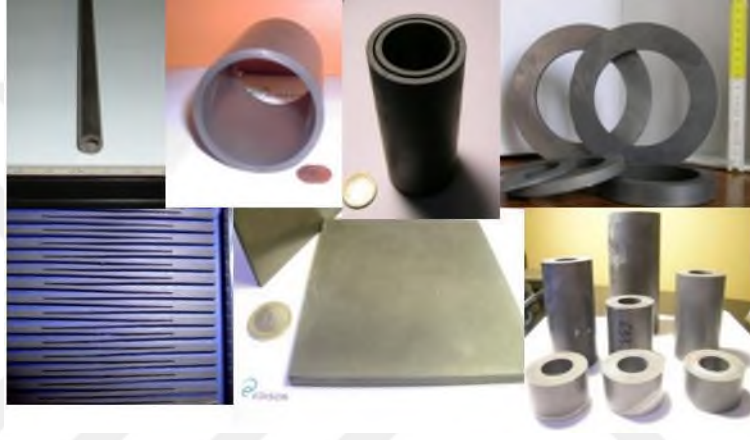
Şekil 5. (a)'da, uygulanan manyetik alanın artışı ile iç manyetik alan kuvveti B_i gösterilmektedir. Burada ani geçişin ortaya çıktığı kritik manyetik alan B_c 'ye ulaşana kadar, Meissner etkisi sebebiyle iç alan sıfır olmaktadır. Bu durum sebebiyle uygulanan alan iç kısma nüfuz etmektedir. İşte Meissner etkisi ile süperiletkenlik durumunu aniden kaybeden bu süperiletkenler “tip I süperiletken” olarak adlandırılır. Uygulanan manyetik alana bundan farklı tepki veren süperiletkenlere ise “tip II süperiletkenler” denilmektedir. Tip II süperiletkenlerin durumu Şekil 5. (b)'deki grafikte gösterilmiştir. Grafikte sıfır noktasından artan bir manyetik alan sonrasında, iki kritik alan vardır. Manyetik alan B_{c1} 'de süperiletkenin içine nüfuz eder fakat bu noktada süperiletkenlik kaybolmaz ve korunmaya devam eder. B_{c2} 'nin üzerinde ise süperiletkenlik kaybolur. B_{c1} ve B_{c2} aralığında uygulanan manyetik alan süperiletkene kısmi olarak nüfuz edebilmektedir. Teknolojik olarak ele alacak olursak, tip II süperiletkenler tip I'e kıyasla ikinci kritik alanın yüksek olması sebebiyle daha kullanışlıdır. Örneğin Nb_3Sn 'den (niyobyum kalay) imal edilmiş olan teller 24,5 Tesla gibi yüksek bir ikinci kritik alana (B_{c2}) sahiptir. Bu sayede MRI (manyetik rezonans görüntüleme) gibi yüksek manyetik alan gerektiren cihazlarda bu süperiletkenlerin kullanımını mümkün kılar [18].

Ti, Al, Hg, Pb gibi metaller kritik sıcaklıkların altına soğutulduklarında, normal durumda gösterdikleri elektriksel direnç tamamen ortadan kalkarak süperiletken özellik gösterirler. Süperiletken olarak keşfedilen ilk metaller bunlar olup, daha sonra I. tip süperiletkenler olarak adlandırılmışlardır [19].

II. tip süperiletkenler ise Rus bilim insanı Abrikosov tarafından Ginzburg – Landau teorisiyle ilişkilendirilmiştir. Çalışmaya göre bu süperiletkenler manyetik alana maruz kaldığında, alt kritik alan değerinden üst kritik alan değerine kadar devamlı olarak artacak şekilde süperiletkene akı nüfuz edeceğini ifade etmiştir. Metalik kimyasal elementlerden oluşan I. tip süperiletkenlere karşın, II. tip süperiletkenler metal alaşımları veya oksit bileşiklerden oluşabilmektedir. II. tip süperiletkenlere dahil olan metal ve metal alaşımlar 15 K ve altı sıcaklıklarda süperiletken özellik göstermekte olup, düşük sıcaklık süperiletkenleri adını alırlar. Oksit süperiletkenler ise 30 K üzerinde süperiletkenlik geçiş sıcaklığı T_c 'ye sahip olup yüksek sıcaklık süperiletkenleri adını alırlar [19].

1.8. MgB₂'nin Süperiletkenliği ve Avantajları

MgB₂ bileşiği 1950'lerden bu yana bilim insanları tarafından bilinen inter-metalik bir bileşiktir. Özellikle son 15 yıldır bilim dünyasında büyük ilgi görmekte ve teknolojik uygulamalar için mükemmel bir seçenek olmakla birlikte tek kristal, ince film, şerit, tel ve külçe gibi farklı geometri ve boyutlarda üretimi mümkündür. Şekil 6'da farklı geometrilere üretilmiş MgB₂ örnekleri görülmektedir.



Şekil 6. Farklı geometrilere üretilmiş MgB₂ örnekler

Uzun yıllardır araştırmacılar tarafından bilinmesine rağmen, MgB₂'nin süperiletkenliğine dair bir bilgi yoktu. 2001 yılında süperiletkenliğinin keşfinin ardından hem deneysel hem de teorik çalışmalar hız kazanmıştır. 100 K üzerinde geçiş sıcaklığına sahip olan pek çok yüksek sıcaklık süperiletkeni mevcuttur. Ancak MgB₂'ye gösterilen ilginin bazı sebepleri vardır. Geçiş sıcaklığı intermetalik bileşikler arasında Nb₃Ge'nin T_c=23 K'lik geçiş sıcaklığından daha yüksektir. Yüksek sıcaklık süperiletkenlerini oluşturan element sayısı fazla olduğundan hem sentezlenmesi hem de kimyasal yapıları karmaşık olup, MgB₂ ile kıyaslandığında avantajlı durumdadırlar. Daha yüksek kritik akım yoğunluğuna (J_c) sahip olan MgB₂, bazı süperiletkenler ile karşılaştırıldığında süperiletken akımları daha iyi taşımaktadır [20].

MgB₂ temel olarak yüksek kritik sıcaklık, yüksek kritik akım yoğunluğu, basit kristal yapı gibi özelliklere sahiptir ve bu özellikler, süperiletkenlik teknolojisi için MgB₂'nin ümit

verici bir aday olduğunu ortaya koymaktadır. Ayrıca benzersiz ikili bant yapısı süperiletkenlik mekanizması hakkında bilgi sunmaktadır. MgB_2 'nin 2001 yılında süperiletken özelliği keşfinin hemen ardından, tane sınırlarının bu malzemede süperakımlara engel olmadığı anlaşıldı. Bu bilgi çok önemli bir avantajdır. Çünkü bakır tabanlı yüksek sıcaklık süperiletkenlerinde (örneğin YBCO, GdBCO) kritik akım yoğunluğu, tane sınırı yönelim açısı ile eksponansiyel olarak azalmaktadır. Bu nedenle bakır tabanlı yüksek sıcaklık süperiletkenlerinde özel üretim yöntemlerine ihtiyaç duyulmaktadır.

Bununla birlikte MgB_2 'nin kritik sıcaklığı, yüksek sıcaklık süperiletkenlerine (HTS) kıyasla iki-üç kat kadar daha düşük olduğu bilinmektedir. MgB_2 'nin HTS malzemelere göre bir başka avantajı ise MgB_2 'nin polikristal durumda, HTS'den daha yüksek kritik akım yoğunluğu sergilemesidir [21].

MgB_2 'ye gösterilen yoğun ilginin sebebi ve MgB_2 'nin avantajları aşağıda maddeler halinde sıralanmıştır:

- 39 K'lık yüksek geçiş sıcaklığı
- Uzun koherens uzunluğu (~ 6 nm)
- Düşük hammadde maliyeti
- Düşük yoğunluk yani hafiflik ($2,6 \text{ g/cm}^3$); YBCO için ($6,38 \text{ g/cm}^3$)
- Nispeten kolay üretim kolaylığı
- Düşük anizotropi
- Polikristal örneklerde güçlü akı akışı nedeniyle yüksek J_c
- Bakır tabanlı süperiletken malzemelerden farklı olarak; ince film, bulk, şerit gibi farklı geometri ve büyük boyutlu üretime uygun olması
- Bakır tabanlı yüksek sıcaklık süperiletkenlerinde görülen, taneler arası zayıf bağlantı sorununun olmaması.

MgB_2 , bor ve magnezyum olmak üzere iki elementten meydana gelir ve oksit süperiletkenlere kıyasla az sayıda elementten oluşur. Meydana geldiği element sayısının az olması sebebiyle bileşiğin oluşturulması kolay olmakla birlikte kimyasal yapıları basittir. Bu sayede kolay ve ucuza üretilebilir.

MgB₂'nin koherens uzunluğunun bakır tabanlı süperiletkenlerden (kupratlar) daha uzun olduğu (~ 6 nm) tespit edilmiştir [23]. Bu nedenle yapı içindeki kusurlar, boşluklar, tane sınırları ve safsızlıklar akı çivileme merkezi olarak görev yapar.

MgB₂'yi elektronik uygulamaları için uygun yapan özellikleri arasında; yüksek geçiş sıcaklığına sahip bakır tabanlı süperiletkenlere kıyasla düşük geçiş sıcaklığına sahip olması, Josephson bağlantıları (tünelleme) üretilmesi için uygun olacağı rapor edilmiştir. Bunun nedeni olarak daha az anizotropiye, daha az arayüz sorununa ve daha az malzeme karmaşasına sahip olmaları gösterilmiştir [22,24].

Günümüzde yüksek sıcaklık süperiletkeni olarak kabul edilen, düşük sıcaklık süperiletkenleri ile kıyaslandığında yukarıda belirtilen avantajlara sahip olmasına rağmen MgB₂'nin endüstriyel kullanımını sınırlayan iki temel problem vardır. Bunlardan birincisi yüksek külçe yoğunluğuna sahip MgB₂ üretiminin zorluğudur. Bunun başlıca nedeni; Mg elementinin yüksek buharlaşma özelliği ve oksitlenme eğilimidir. MgB₂'nin süperiletkenlik özelliklerini üretim koşullarını değiştirerek iyileştirmek mümkündür. Son 15 yılda literatürde yüksek külçe yoğunluğuna sahip, dolayısıyla kaliteli külçe MgB₂ üretimi için; Yüksek basınçlı sinterleme [60,61], Spark plazma [62], ve İnfiltrasyon [63] gibi çeşitli üretim yöntemleri geliştirilmiş veya katı hal tepkime gibi geleneksel üretim yöntemleri optimize edilmiştir. Yüksek külçe yoğunluğu, yüksek J_c , yüksek manyetik akı tuzaklama kabiliyeti ve iyi manyetik kaldırma performansı ile sonuçlanır.

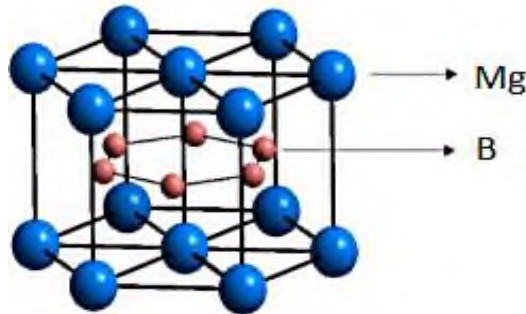
Literatürde pek çok çalışmada, MgB₂'nin zayıf noktasının manyetik alan altında kritik akım yoğunluğunda $J_c(B)$, hızlı düşüş olduğu vurgulanmaktadır. Alansız J_c ($\sim 10^6$ A/cm²) yüksek olmasına rağmen çivileme merkezlerinin eksikliği, kritik alanlardaki anizotropi ve düşük üst kritik manyetik alan (H_{c2}) nedeniyle, artan manyetik alanla J_c hızlı bir şekilde düşer [38,64]. Endüstriyel uygulamalar için gerekli en önemli iki parametre olan Tuzaklanan Alan ($B_T = J_c r$) ve Manyetik Kaldırma Kuvveti ($F_z = J_y \times B_x$), kritik akım yoğunluğuna güçlü şekilde bağlıdır. Bu nedenle, çalışma şartlarında soğutucu olarak pahalı He gerektiren Nb esaslı LTS malzemelerinin yerini alması için MgB₂'nin alan altındaki performansını arttırmak son derece önemlidir. Literatür araştırması yapıldığında, bu sorunun etkili çözüm yollarından birinin MgB₂'ye kimyasal katkılama (doping) veya ekleme (adding) olduğu görülür. Özellikle karbon (C) ya da karbon içeren bileşiklerin katkısının MgB₂'nin süperiletken özelliklerinin iyileştirilmesinde basit fakat oldukça etkili bir yol olduğu birçok çalışmada vurgulanmıştır [26,38,39,65,66].

Karbon, MgB_2 sistemi içinde bor ile yer değiştirebilen tek elementtir ve çivileme merkezi (pinning centre) gibi davranarak J_c 'de belirgin bir artışa neden olduğu bulunmuştur. Ayrıca C katkısı, anizotropiyi azaltıp, kristaliniteyi bozarak MgB_2 'de üst kritik manyetik alan (H_{c2}) ve alan altında $J_c(B)$ 'yi arttırmak için umut verici bir aday olduğu kanıtlanmıştır.

Bununla birlikte Ti katkılı MgB_2 örnekler üretilmiş ve 20 K'de yüksek bir J_c değerine ulaşılmıştır. J_c 'deki bu artış taneler arasındaki bağlantının çok iyi olmasıyla ve MgO nano parçacıkları tarafından sağlanan yüksek yoğunluklu iğneleme merkezleri sayesinde açıklanmıştır [14]. SiO_2 nano parçacıkları eklenerek MgB_2 , katı hal reaksiyonu ile üretilmiş ve T_c biraz azalmış, J_c ise önemli ölçüde iyileştirilmiştir. Mikro yapısal analiz ile MgB_2 taneleri içinde yüksek yoğunluklu MgSi_2 nano parçacıklarının (10-50nm) bulunduğu ve bu yapının nano kompozit süperiletken oluşumunu sağladığı bilgisine ulaşılmıştır [15].

1.9. MgB_2 'nin Kristal Yapısı

MgB_2 bileşiğinin bilinirliği 1953 yılına dayanmasına rağmen, süperiletkenlik özelliği yaklaşık elli yıl sonra keşfedilmiştir. Magnezyum diborid (MgB_2), ikili bir intermetalik bileşik olup basit kristal yapılıdır. MgB_2 bileşiği basit kristal yapılı ikili bir intermetalik bileşiktir ve yapısı AlB_2 olarak adlandırılır [24]. MgB_2 katmanlı bir yapıya sahip olmakla birlikte bor atomları altıgen katmanlardan oluşur ve magnezyum atomları bu altıgenlerin merkezlerinin üstünde, bor düzlemlerinin arasına yerleşir [25]. Şekil 7'de MgB_2 'nin kristal yapısı görülmektedir.



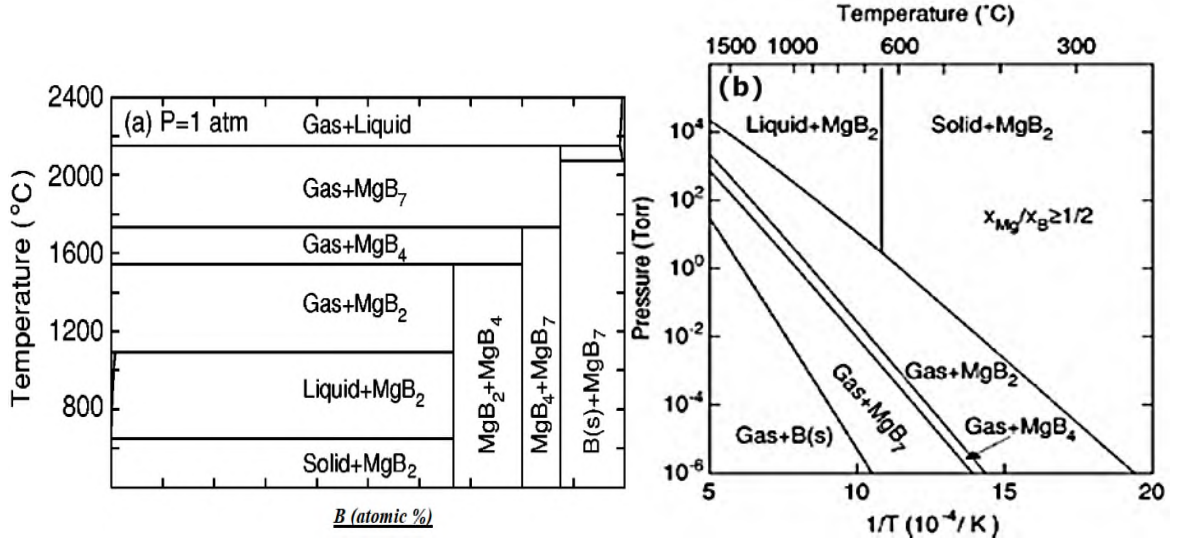
Şekil 7. MgB_2 'nin kristal yapısı [28].

MgB₂, magnezyum katmanları ile ayrılmış petek boron katmanlarından oluşmaktadır. Mg atomları iyonizedir ve MgB₂, karbon petek katmanlarını oluşturan grafit için izoelektronik olmakla birlikte MgB₂'nin yapısı grafitte benzemektedir [29].

Basit bir ikili bileşik olan MgB₂, boratlar (borides) arasında sık görülen basit hegzagonal AIB₂ tipi yapıya (P6/mmm uzay grubu) sahiptir. Örgü sabitleri ise $a = 3.083 \text{ Å}$ ve $c = 3.5213 \text{ Å}$ olarak tespit edilmiştir [24]. Mg (0, 0, 0); B (1/3, 2/3, 1/2) ve (2/3, 1/3, 1/2) ile P6 /mm uzay grubunda karakterize edilmektedir. MgB₂, Mg'un oluşturduğu hegzagonal sıkı paket tabakaları tarafından ayrılmış grafit tipi (petek benzeri) bor tabakalarından meydana gelen hegzagonal kristal yapıya sahiptir. MgB₂ bileşiğindeki B tabakaları grafitteki hegzagonal karbon tabakaları ile benzerdir. Grafit yapıda olduğu gibi MgB₂'deki B tabakaları da sp^2 hibrit orbitallerini oluşturur ve bu orbitaller aracılığıyla B atomları kendi aralarında σ bağı oluşturmaktadır. Mg atomları altıgen şeklinde biçimlenmiş bor yüzeylerinin merkezine yerleşmişlerdir ve elektronlarını bor düzlemlerine vererek iyonik bağ oluşturmuşlardır. Yapının köşelerinde, üst ve alt yüzey merkezlerinde Mg bulunurken, yapının hacim merkezinde bulunan B düzlemsel bir yapıya sahiptir. Grafitte benzer olarak MgB₂, B-B uzunluklarında güçlü bir anizotropi göstermektedir. Bor düzlemleri arasındaki mesafe, B düzleminin içindeki B-B arası mesafeye kıyasla uzundur. Bu nedenle, MgB₂'nin süperiletkenliğinde metalik B tabakaları önemli bir rol oynamaktadır [20].

Yapılan çalışmalarda kovalent B-B ve iyonik B-Mg bağlarıyla birlikte tutulan MgB₂'nin tipik bir durum yoğunluğu (DOS) ile elektronik olarak bir sp metali olduğu tespit edilmiştir [30]. Geçiş sıcaklığı da yaklaşık olarak ikili süperiletkenlerdeki en yüksek T_c 'nin iki katıdır. Kristal yapının bir şeması; B petek kafesinde alternatif Mg katmanları şeklinde görülmekte olup bu özellik süperiletkenlik özelliklerde anizotropiye neden olmaktadır.

Mg-B ikili sistemi için faz diyagramı Şekil (8.a.)'da ve Mg:B oranı için 0,5'ten büyük Mg-B sistemi için sıcaklık-basınç faz diyagramı Şekil (8.b.)'deki grafiklerde açıkça görülmektedir. Şekil (8.a.) üç peritektik reaksiyonu (MgB₂, MgB₄, ve MgB₇ fazını oluşturmak için) ve başka bir fazda birbirinin ihmal edilebilir çözünürlüğünü gösterir. Bununla birlikte Mg₂B₂₅, MgB₂₀, Mg₂B₁₀ gibi bor zengini allotroplar nedeniyle yarı kararlı fazlardır. MgB₂'nin kararlılığı basıncın düşmesi ile azalır. Bu durum Mg'nin yüksek buhar basıncı ile açıklanabilmektedir [31].



Şekil 8. (a) Mg-B sisteminin faz diyagramı, (b) MgB₂'nin sıcaklık-basınç faz diyagramı[31].

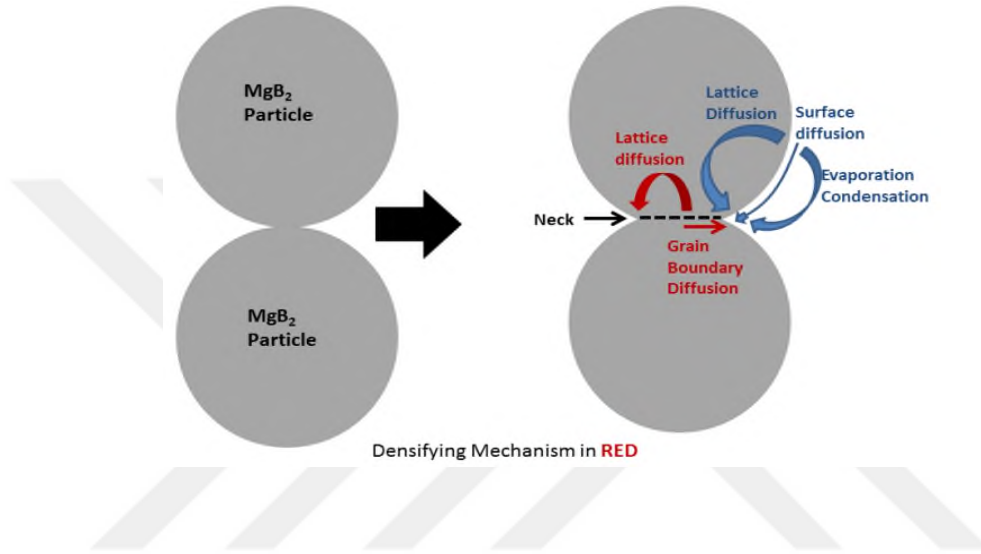
1.10. MgB₂ Üretim Yöntemleri

MgB₂ genel olarak iki farklı yöntemle üretilmektedir. Bunlardan ilki in-situ olarak adlandırılan Mg ve B tozlarının karıştırılması ve ardından ısıtılması, ex-situ olarak adlandırılan diğer yöntem ise MgB₂ tozlarının sinterlenmesidir. In-situ yöntemde sinterlenmiş MgB₂'nin yoğunluğu düşüktür. Ex-situ yöntemde ise MgB₂ kristallerinin zayıf bağlanması sebebiyle kırılgandır. Bu durum ise ancak sinterleme aşamasında yüksek sıcaklık ve yüksek basıncı uygulanarak iyileştirilebilmektedir [32].

MgB₂ üretimi için geliştirilen in-situ ve ex-situ yöntemlerden yaygın olarak kullanılanı in-situ yöntemidir. Bu yöntem temelde basitçe karıştırılan Mg ve B tozlarından oluşturulmakta, güçlü tane bağlanması ve yüksek J_c değerine kolayca ulaşılabilir. Bu yöntemde Mg tanelerinin eriyerek B tanelerine yayılması ile düşük kütle yoğunluğu ve düşük bağlantı ile boşluklar meydana gelir. Diğer taraftan, ex-situ yöntemde MgB₂ tozu önceden reaksiyona sokulmuş olup yığın yoğunluğu açısından uygun olduğu ve yüzde yetmiş beşe yakın bir atomik paketlenme faktörünün beklenebileceği bildirilmiştir. Soğuk işlemin ardından yapılan ısıtılma işlemi ile taneler arası bağların güçlendirilmesi, J_c 'yi iyileştirme açısından etkili olabilmektedir. Ayrıca ısıtılma işlemi görmüş ex-situ MgB₂'nin J_c değeri, taneler

arası birleştirmenin yetersiz oluşundan dolayı in-situ yöntemle üretilen MgB_2 'ninkinden daha düşüktür [33].

Sinterlemede itici güç, katı-buhar ara yüzleri ile ilişkili olan fazla enerjidir. Bu sebepten dolayı sistem, katı-buhar ara yüzünü azaltıp katı-katı arayüzü elde etmek için tane sınırları oluşturarak Şekil 9'da görüldüğü gibi bir aşama elde eder.



Şekil 9. In-situ veya ex-situ yönteminde sinterleme sürecinde boyun bölgesi oluşumunun şematik gösterimi [31].

Yüzey-hacim oranı azalarak tanecik boyutu artar. Sinterlemenin ilk kısmında boyun oluşumu ortaya çıkarak boyunda iç bükey bir eğrilik meydana gelir. Ara evrede boyun, malzeme taşınması sonucunda büyür. Tane sınırından boyun bölgesine hareket eden atomlar (kırmızı ile gösterilen) yoğunlaşmaya yol açar ve bununla birlikte yüzeyden boyun bölgesine göç eden atomlar (mavi ile gösterilen) mevcut değildir. Son evrede ise, dışbükey parçacık ve içbükey boyundan kaynaklanan buhar basıncı farkı atomları boyun bölgesine hareket ettirir [31].

Sinterleme işlemindeki olumsuzluklar üzerinde yüksek basınç kullanımının etkisi olsa da, yüksek basınçlı kap kullanma ihtiyacı MgB_2 örneklerinin üretimine sınırlama getirmektedir.

MgO gibi safsızlık fazlarının varlığı MgB_2 'de J_c 'nin azalmasına neden olabilmektedir. Üstelik çatlaklar, boşluklar ve diğer süperiletken olmayan fazların varlığı süperakım akışını engelleyebilir. Sonuç olarak yüksek yoğunlukta MgB_2 üretimi ilgi çekici olmakla birlikte, aşılması gereken bir üretim problemi de karşımıza çıkmaktadır.

1.10.1.In-situ Yöntemi

Mg ve B tozlarının stokiometrik oranlarda karıştırılarak 600 – 800 °C arasında ısıtılma işlemi tabi tutulduğu geleneksel ve literatürde en çok kullanılan yöntemdir. In-situ yöntemde Mg taneleri erir ve B tanelerine yayılır [33]. Ancak Mg elementinin yüksek uçuculuğu ve MgB_2 oluşumundaki büzülme nedeniyle bu yöntemle üretilen MgB_2 örnekleri yaklaşık teorik yoğunluğun %50'sine sahiptir. Bu yöntemde üretim MgO oluşumunu engellemek için inert atmosfer altında gerçekleştirilir ve tane sınırları oldukça temizdir. Bu nedenle in-situ örnekler düşük artık direnç ve yüksek elektriksel direnç gösterirler. Görülen bu özelliklerin nedeni; tane sınırlarının yeni oluşan MgB_2 yüzeyleri tarafından oluşturulmuş olması sebebiyledir. Bu yöntemdeki en önemli dezavantaj üretilen örneklerin genellikle yoğunluklarında meydana gelen düşüştür. Bunun birinci nedeni ısıtılma sürecinde Mg ve B tozlarının MgB_2 oluşumundaki büzülmesi ve ikinci neden ise Mg'nin yüksek uçuculuğu nedeniyle örnek içerisinde büyük boşlukların oluşabilmesidir. Bu uçuculuk sebebiyle MgB_2 oluşumunda ayrıca hacim daralmasının meydana gelmesi de beklenir [31].

1.10.2.Ex-situ Yöntemi

Önceden sentezlenmiş MgB_2 tozu nispeten yüksek sıcaklıklarda sinterlenmesiyle MgB_2 üretiminde, in-situ yönteminden sonra en çok kullanılan geleneksel yöntemdir. Bu yöntem Mg uçuculuğu ve reaksiyona bağlı büzülme gibi sorunların ortaya çıkmaması gibi sebeplerden dolayı tercih edilebilmektedir [34].

Bu yöntem ile üretilen örnekler in-situ yöntemle kıyasla oldukça yoğundur. Ayrıca reaksiyon kinetiğinde gelişim sağlamak adına daha yüksek sıcaklık (~1000°C), yüksek basınç veya bilyalı öğütme gibi diğer tekniklerde sıklıkla kullanılabilmektedir [31].

Öğütme işlemiyle MgB_2 tozunun kristal boyutu küçülür ve yeni tane yüzeyleri meydana gelir. Bu oluşan reaktif yüzeyler ısıtılarda taneler arasında daha iyi bir bağlanma sağlamaktadır. Ancak bununla birlikte öğütme süresi artırılırsa, tozun reaktivitesi artabilir ve tavlama esnasında MgB_2 , Mg ve MgB_4 'e ayrışabilmektedir [34]. Bu yöntemde MgB_2 tozunun yüzeyi MgO gibi nano boyutta oksit tabakası içermekte olduğundan, örneklerin yoğunlukları yüksek olmasına karşın taneler arası düşük bağlantı gözlenmektedir [31].

1.10.3.Basınç

Basınç kullanımı iki şekilde kategorize edilebilir: ilki başlangıç tozları külçe haline getirilirken genellikle gözenekli yapıyı en aza indirmek ve parçacıklar arası teması arttırmak için in-situ ve ex-situ sinterleme metotlarında yüksek basınç tercih edilir [31]. Diğer bir yöntem ise örnek yoğunluğunu artırmak için ısıtıl işlem boyunca basınç kullanımıdır. Basınç kullanımı ile kalıp içinde Mg buharı üretilir ayrıca toz akışı yoluyla gözenekli yapı en aza indirilir. Böylece yapı içindeki kusurların pinning (akı çivileme) merkezi olarak görev yapmasına neden olur [59]. Yüksek basınç altında sinterlenen örneklerin külçe yoğunluğu basınç ile artar ancak bu artış lineer değildir.

1.11. Bor Tozlarının Üretilmesi

Elementel bor tozları dört kimyasal yolla üretilmektedir.

a) Mg ile (Metallothemat İndirgeme) veya Moissan Yöntemi

Moissan yöntemi olarak da bilinen bu yöntem, bor oksit tozu ile magnezyumun toz veya yonga şeklinde indirgenmesine dayanmaktadır. Bu son derece yüksek ekzotermik süreç, “Kendiliğinden Yayılan Yüksek Sıcaklık Sentezi” (SHS) denir. Bu, amorf borun endüstriyel üretimi için en önemli ve yaygın biçimde kullanılan işlemdir.

Stokiyometrik reaksiyon, borat yan ürünlerine yol açan yan tepkimeler şu denklemler ile temsil edilir;



MgO ve boratların uzaklaştırılması HCl ile sıcak asit liçi, ardından süzme yıkama ve kurutmaya gerçekleştirilir. Amorf bor tozunun nihai verimi %86 ile %88 olup borid, bor oksit ve suboksit safsızlıklarında halen magnezyum (%10-12) içerir. Moissan yöntemi aracılığı ile erişilebilecek maksimum saflık %90-92 ile sınırlıdır. Kalan miktar Mg (%4-6) ve bor oksitlerden meydana gelmektedir. Şimdiye dek endüstriyel işlemler aracılığı ile ulaşılabilen en uygun standart olan %95-97 gibi daha yüksek saflık dereceleri elde edebilmek için, elementel klor veya KBF_4 , HF veya KF ile daha fazla işlem gereklidir. Moissan Yöntemi ile üretilen bor tozları tamamı ile amorf değildir fakat önemli miktarda kristal fraksiyon içerir.

b) SHS boronun kimyasal modifikasyonu

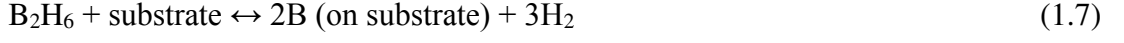
Bu teknik aracılığıyla üretilen bor tozu yaklaşık 900°C 'de erimiş tuz akışı ile kimyasal modifiye edilir ve parçacık boyut dağılımı 1 mikron değerinin altına düşürülür.

c) SHS borun tavlama

SHS yöntemi ile üretilen bor tozu, koruyucu argon atmosferinde, yüksek sıcaklıklarda ($T > 1000^\circ\text{C}$) tavlama ve nihai kütle çeşitli boyutta eleklerde ezilir ve elenir.

d) Bor hidritlerin pirolizi (boranlar)

Sıcaklık aralığına bağlı, reaksiyona uygun olarak diboranın substratlar üzerinde gaz fazı pirolizi ile yüksek sıcaklıkta amorf (<1000°C) veya yarı kristalli bor üretilir.



Yukarıda boran yolu aracılığıyla üretilen elementel bor tozu >%99 bor içerip magnezyum içermez ve parçacık boyutu dağılımı 400nm'nin (d₉₉) altındadır. Bu tez çalışmasında kullanılan bor tozları Pavezyum Kimya tarafından Moissan yöntemi kullanılarak üretilmiştir.

2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

2.1. Kullanılan Mg ve B Tozları

Bu çalışmada Alfa-Aesar firmasından temin edilen 44µm tane boyutuna sahip (325 mesh), %99,8 saflıktaki magnezyum (Mg) tozu ile Pavezyum firmasından temin edilen farklı tane boyutu ve saflık derecesine sahip dokuz farklı özellikte bor (B) tozu kullanılmıştır.

Tablo 1. Pavezyum (PAVTEK) firmasından temin edilen bor tozlarının saflık, tane boyutu ve kristallik özellikleri

Örnek Adı	Bor Tozu Özelliği	Kristalinite	Tane Boyutu	Saflık
B1	Bor 86 Standart Bor 86	Amorf	d50<1.5 mikron	%86-88B, <12% Mg
B2	Bor 86 M Modifiye Bor 86	Amorf	d50<1 mikron	%86-88 B, <12% Mg
B3	Bor 86 S	Amorf	d50<1 mikron	%87-89 B, <11% Mg
B4	Bor 90 Standart Bor 90	Amorf	d50<1 mikron	%90-92 B, <6% Mg
B5	Bor 90 S	Amorf	d50<800 nm	%91-93 B, <5% Mg
B6	Bor 95 Standart Bor 95	Amorf	d50<1 mikron	%95-97 B, <1.5% Mg
B7	Bor 95 M Modifiye Bor 95	Amorf	d50<800 nm	%95-97 B, <1.5% Mg
B8	Bor 95 K	Kristal	d50<800 nm	%95-97 B, <1.5% Mg
B9	Nanobor Standart	Amorf	d50<400 nm	%99 B

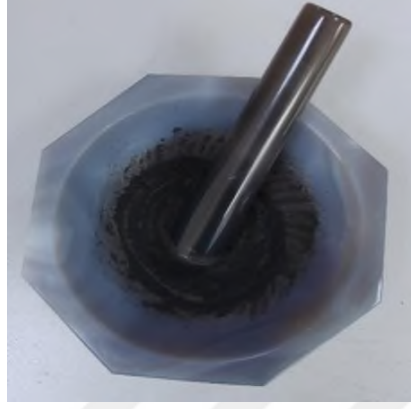
Çalışmada kullandığımız bor tozlarının sekiz tanesi amorf bir tanesi ise kristal yapılıdır. Üretim yöntemi olarak “Sıcak Presleme” (hot press) ve “In-situ” yöntemi birlikte kullanılarak çift ısı işlem uygulanmıştır. Bor tozlarına ait ayrıntılı bilgi Tablo 1’de verilmiştir.

2.2. MgB₂ Örneklerinin Üretimi

MgB₂’yi meydana getiren elementlerin sayısının az olması ve bu bileşiğin karmaşık bir kristal yapıya sahip olmaması sayesinde, MgB₂ bileşiğinin üretimi nispeten kolaydır. Ancak, teknolojik uygulamalarda kullanılacak kaliteli bir MgB₂ süperiletkeninin üretilmesini engelleyebilecek bazı sorunlar mevcuttur. MgB₂ bileşiği yüksek higroskopik (havadan su emme) özelliktedir. Ayrıca, magnezyumun yüksek buharlaşma özelliğinden dolayı, bileşik yapısında heterojen dağılan oksit fazlarının oluşumu ve stokiometrideki kaymalar, yüksek külçe yoğunluğunda üretimini zorlaştırmaktadır. Fakat bu olumsuz durum literatürde yaygın bir biçimde uygulanan yöntem olan; bileşiğe fazla Mg eklenmesi ile giderilmeye çalışılmıştır. Literatürden edinilen bilgiye göre; fazladan Mg eklenmesi ile taneler arasındaki bağlantı artmakta ve aynı zamanda mikro çatlakların azalmasıyla iletkenliği arttırdığı bilinmektedir [8]. Ayrıca bileşiğe fazladan Mg eklenerek iletkenliğin gelişmesi ile düşük alan J_c değerlerini artırdığı ve 750°C’de sinterlenmiş %10 fazladan Mg eklenmiş numunelerin düşük alan J_c değeri, normal MgB₂ numuneleriyle kıyaslanınca üç kat daha yükseldiği çalışmalarda belirlenmiştir. Fazla Mg eklenmesi, MgB₂ kafes yapısına oksijenin katılması için katkı sağlayıp sistemdeki MgO’nun varlığını azaltır, bağlanabilirliği iyileştirir ve bu sayede kritik akım yoğunluğunun artmasını sağlayarak, üçüncü bir elementin sisteme dahil olmasına ihtiyaç duymadan fazladan Mg ilavesi ile J_c ’nin artırılması için çözüm olarak sunulmuştur [36].

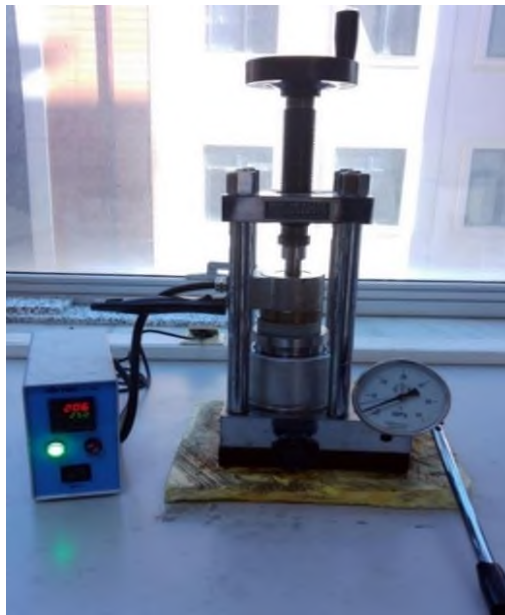
MgB₂ külçe örneklerinin hazırlanmasında dokuz farklı özellikte bor tozu kullanıldı. Bu çalışmada üretilcek her bir örneğin 1,5 gr olması istenmiştir. Öncelikle bor ve magnezyum tozları stokiometrik oranda karıştırıldı ve 1,5 gr’lık örnekler elde edebilmek için her bir örneğin üretim aşamasında bor ve magnezyum tozları hassas terazide titizlikle tartıldı. Bununla birlikte magnezyumun yüksek buharlaşma özelliği de dikkate alınarak toplam miktar üzerinden %10 daha fazla magnezyum eklendi ve toz kütlesi 1,65 gr’a

yükseltildi. Tartım işlemi tamamlanan tozlar, homojen bir karışım elde edilinceye dek Şekil 10'da görüldüğü gibi agat havanda hava ortamında 30 dakika karıştırıldı.



Şekil 10. Agat havanda karıştırılan magnezyum ve bor tozları

Hazırlanan toz karışım, Şekil 11'deki Col-Int Tech – Vivtek TC-508 model sıcak presleme cihazının 20 mm çapındaki haznesine; iki disk plaka arasına dökülerek hidrolik pres altına sıkıca yerleştirildi. Sıcak pres cihazı 250°C'ye ayarlandı. İstenilen sıcaklığa ulaşılmasının ardından hidrolik pres manuel olarak sıkıştırılarak 14 ton/cm² basınca ulaşıldı.



Şekil 11. Mg ve B tozlarının 250°C'de preslenmesi

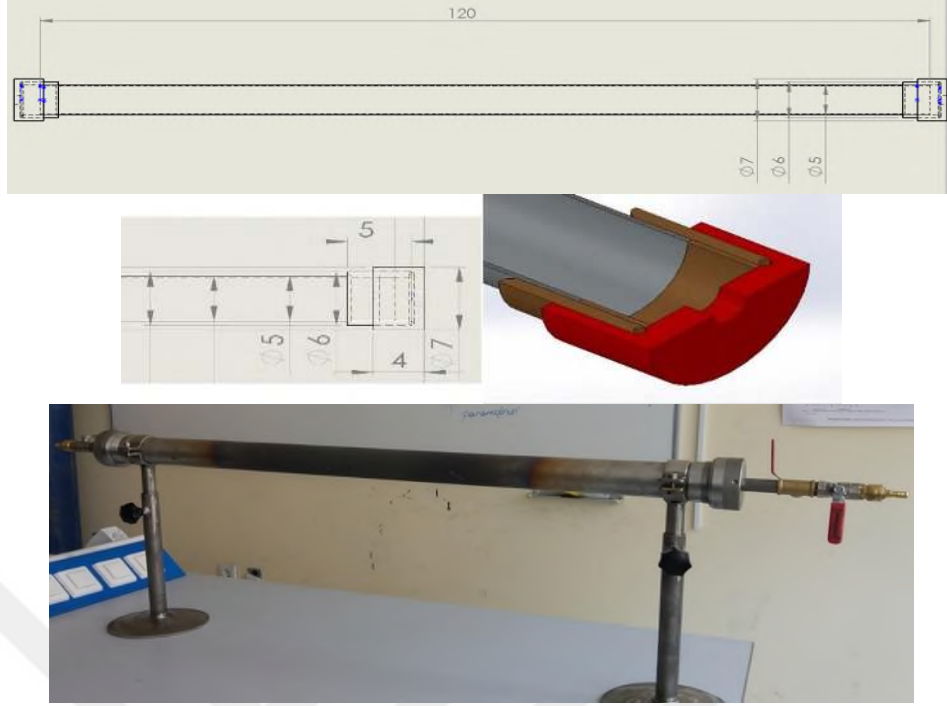
Uygulanan bu basınç 10 dakika sonunda kaldırıldı ve hot press cihazının sıcaklık ayarı düşürülerek sistem, ortam sıcaklığında soğumaya bırakıldı. Cihaz üzerindeki sıcaklık değerinin 60°C'yi göstermesinin ardından mevcut aparatlar kullanılarak MgB_2 örneği kalıp içerisinden dikkatli bir biçimde çıkarıldı. Soğuyan kalıptan çıkarılan yaklaşık 3,5 mm kalınlığında ve 20 mm çapındaki MgB_2 örnekleri, Şekil 12'de görüldüğü gibi parlak yüzeyli bir disk olarak üretildi.



Şekil 12. Hot press haznesinden çıkarılan bir MgB_2 örneği

Külçe MgB_2 örneklerin üretimi için; fırın içine yerleştirdiğimiz, hem vakum alınıp ortam atmosferinden arındırılarak argon atmosferi oluşturmamızı sağlayan hem de sinterleme esnasında yüksek uçuculuk gösteren Mg'nin sistem dışına çıkışını engellemek amacıyla silindirik paslanmaz krom (Cr) tüp imal ettirildi. Hazırlanan sistemde in-situ yöntem için, MgB_2 örneklerinin içine konulduğu krom tüpe ait teknik çizim, örnek görsel ve kullanıma hazır son hali Şekil 13'te verilmiştir.

Görselde gri renkli krom tüp ile kahverengi dış kaplama birbirine TIG kaynağı ile kaynatılmış ve dış kısma dış açılmıştır. En dışta görülen kırmızı kısmın içine de kılavuz açtırılarak, dişe monte edilip sökülebilir bir biçimde yaptırılmıştır. Kırmızı parçanın yan yüzeyinde görülen delikli kısımlara iki yandan da basınç altında gaz kaçağı olmayacak biçimde küresel vanalar monte ettirilmiştir. Bunlar vasıtasıyla, vakum alınıp hem krom tüp içindeki hava boşaltılabilmekte hem de sinterleme işleminde krom tüp içerisine argon gazı verilerek sinterleme işlemi yapılabilmektedir.



Şekil 13. In-situ yöntem için tasarlanmış olan krom tüp ve tüpün teknik çizimi

MgB₂ üretimi için imal ettirilen silindirik Cr tüp, tüp fırının tam merkezine gelecek şekilde ve fırının seramik iç yapısına her taraftan eşit mesafede olacak şekilde titizlikle yerleştirildi. Hazırlanan külçe MgB₂ örneklerinin sinterleme aşamasında, Mg'nin uçuculuğu göz önüne alınarak, önceden hazırlamış olduğumuz titanyum folyo hazneye Şekil 14'te görüldüğü gibi yerleştirildi.

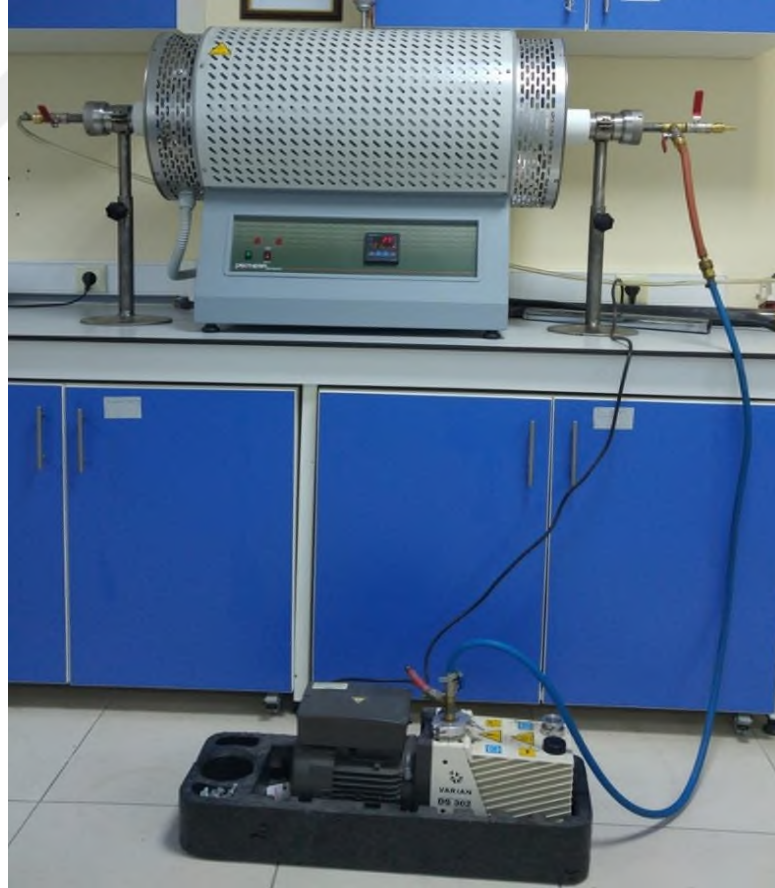


Şekil 14. Titanyum folyo hazne içine yerleştirilen MgB₂ örnekleri

Hazırlamış olduğumuz titanyum folyo haznesi sayesinde sinterleme aşamasında buharlaşan magnezyumun tüp içine yayılımının kısıtlanması ve bu sayede magnezyum buharının folyo içinde yoğunlaşması amaçlandı. İşlem boyunca MgB_2 örnekleri yoğun bir şekilde magnezyum buharına maruz bırakıldı. Yüksek uçuculuğu düşünüldüğünde, magnezyumun hazne içinde yoğunlaşması ve yüksek Mg buhar basıncı oluşturmada etkili bir yöntem olmuştur.

Titanyum folyodan yaptığımız haznenin üst kapağı kapatılarak hazne, silindirik tüpün merkezine gelecek şekilde dikkatle yerleştirildi ve tüpün ağzı sıkıca kapatıldı. Sinterleme işlemine başlamadan önce VARIAN DS 302 model vakum pompası aracılığıyla silindirik tüp ve bağlantı boruları vakum (10^{-2} bar) alındı.

Örneklerin sinterleme işlemi için Şekil 15'te görülen Protherm marka tüp fırın kullanıldı. Ölçüm öncesinde fırının kalibrasyonu yapıldı.

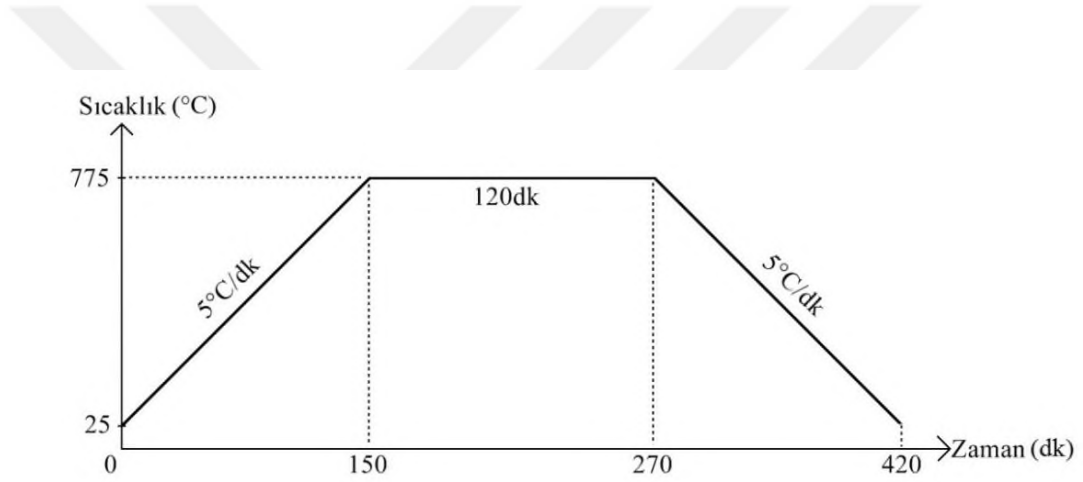


Şekil 15. Fırın içine yerleştirilen krom tüpün vakum alınması

Tüp fırının başlangıç sıcaklığı 25°C ve sinterleme sıcaklığı 775°C olacak şekilde ayarlandı. Ayrıca başlangıç sıcaklığından sinterleme sıcaklığına $5^{\circ}\text{C}/\text{dk}$ hızla çıkıp yine aynı hızda başlangıç sıcaklığına soğuyacak şekilde programlandı. Sinterleme işleminin başında tüp içerisine 2 bar basınçta argon gazı verilmeye başlandı.

İşlemin sonuna kadar sisteme argon gazı verilmeye devam edilerek sinterlemenin argon atmosferinde gerçekleşmesi sağlandı.

Şekil 16'da sinterleme aşamasına ait sıcaklık- zaman grafiği verilmiştir. Grafikten de anlaşılacağı üzere ortam sıcaklığından sinterleme sıcaklığına ulaşma ve tekrar soğuma aşamalarının her biri 150dk, bununla birlikte 775°C 'de sinterleme aşaması ise 120dk sürdü.



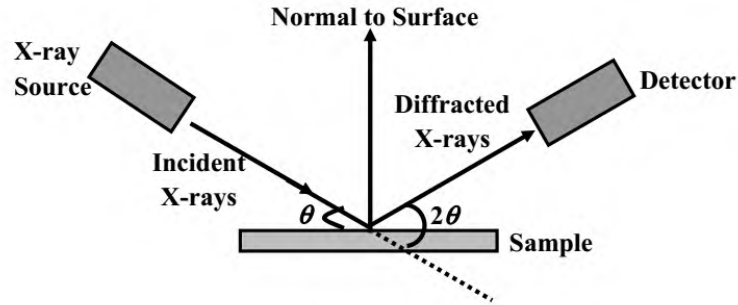
Şekil 16. MgB_2 örneklerinin sinterleme işlemine ait ısı işlem grafiği

Bu çalışmada farklı bor tozlarının etkileri incelenecek olduğundan, tozların karışma oranı, presleme sıcaklığı ve basıncı, sinterleme süresi ve sıcaklığı değeri gibi işlem aşamalarının tümü diğer külçe MgB_2 örneklerinin üretilmesinde de aynı şekilde uygulandı.

2.3. Analizler

2.3.1. X-ışını Kırınım (XRD) Ölçümü

X-ışınlarının enerjileri yaklaşık olarak 100eV ile 10MeV arasında değişmekte ve dalga boyu 10 ila 10^{-3} nm arasında değişmektedir [40]. X-ışını kırınım yöntemi (XRD) örneklerin kristal özelliklerinin ve faz kompozisyonlarının analizi amacıyla kullanılır. Her kristal fazın kendine özel atomik dizilimleriyle bağlantılı olarak x-ışınlarını kırması üzerine gerçekleşir. Bu kırınım profilleri her bir faz için ayrı bir tanımlamadır. X-ışını kırınım yöntemi, numuneyi tahrip etmeden analiz eder ve çok az miktardaki numuneleri de analiz edebilmektedir. XRD analiz işlemi ile fazların miktarı, kristal boyutu, kafes parametreleri, kristal yönelmesi gibi yapısal bilgilere ulaşılır. Temelde x-ışınları kristal üzerine gelir ve elektronlar tarafından soğurularak salınım yapılmaya başlar. Salınan bu elektronlar ile her yöne x-ışını fotonları yayılır ve bu fotonlar bir dedektör vasıtasıyla toplanarak ölçülebilen bir x-ışını şiddeti oluşturur. Şekil 17’de XRD’nin temel çalışma prensibi görülmektedir.



Şekil 17. X-ışını kırınımı temel prensibi

MgB₂ külçe örneklerinin x-ışını kırınım desenleri, Rigaku D/Max–III difraktometresinde CuK α ($\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$, 40 kV, 30 mA) ışıını ile birlikte tespiti yapıldı. Tüm ölçümler $20^\circ \leq 2\theta \leq 80^\circ$ aralığında 0,2°/dk tarama hızında ve oda sıcaklığında yapıldı.

2.3.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Görüntülemesi

Taramalı elektron mikroskobu temel olarak elektron tabancası, dedektörler ve manyetik lenslerden oluşur. Hızlandırılmış elektronlar elektron tabancasından çıkar ve manyetik lensler aracılığıyla odaklanarak numune üzerine gönderilir. Yüksek enerjiye sahip bu elektronlar numune ile etkileşim göstererek numunenin yüzeyindeki kompozisyon ve topografiyle ilgili bilgi içeren sinyaller oluşturur. Taramalı elektron mikroskobunda görüntü elde edebilmek amacıyla elektron demetinin uyardığı, numune atomlarının yaydığı ikincil elektronlardan yararlanılır. Numune üzerinde değişik yerlerden kopan ikincil elektronların sayısındaki farklılık demet-yüzey açısına bağlıdır. Elektronlar farklı açılardan saçılır ve dedektör vasıtasıyla toplanarak elde edilen sinyaller taramalı elektron mikroskobunun yazılımı tarafından işlenerek mikro ve nano mertebesinde görüntüler elde edilir. Taramalı elektron mikroskobu ile sıvı özellik taşımayan iletken ve yalıtkan numuneler incelenebilmekle beraber, yalıtkan numuneler iletken bir malzeme ile kaplanmak suretiyle incelenebilir hale getirilir.



Şekil 18. MgB_2 örnek yüzeylerinin SEM analizinden önce altın ile kaplanması

Taramalı elektron mikroskobu ile görüntülenecek numuneler, öncesinde Metkon Micracut 150 marka kesme cihazı kullanılarak kesildi. Ardından elde edilen parçalar taramalı elektron mikroskobu cihazının tutucusu üzerine çift taraflı bir bant yardımıyla

tutturuldu. Net bir görüntü elde edebilmek amacıyla, tutucu üzerindeki numuneler Şekil 18’de görülen SPI-Module Sputter Coater cihazı aracılığıyla Au (altın) ile kaplandı.

MgB₂ örneklerinin her biri için Şekil 19’da görülen Zeiss Evo LS 10 marka taramalı elektron mikroskobu kullanılarak farklı büyütmelerde SEM fotoğrafları alındı.



Şekil 19. Mikro yapı incelemesinde kullanılan taramalı elektron mikroskobu (SEM)

2.3.3. Enerji Dağılımlı X-ışınları (EDX) Analizi

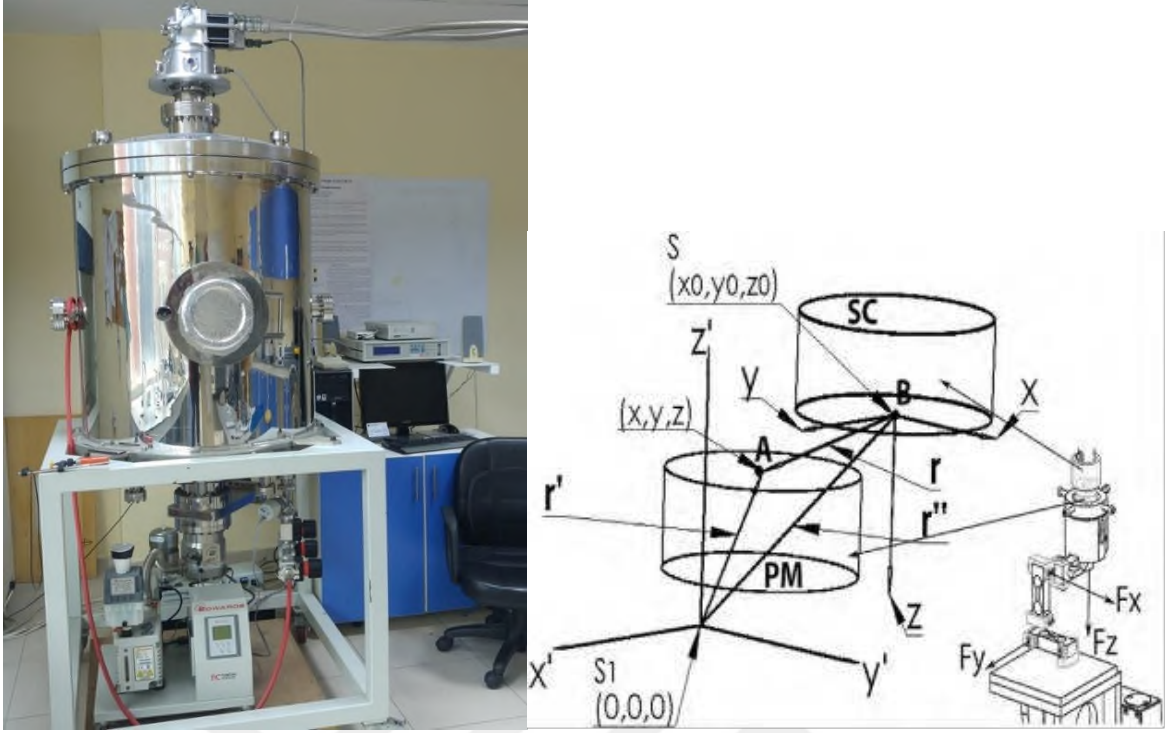
EDX analizi taramalı elektron mikroskobu ve geçirimli elektron mikroskobuna eklenebilen ve elementlerin enerjilerinden faydalanmak suretiyle kimyasal analiz yapmak amacıyla kullanılır. EDX analizinde numune yüzeyine yüksek enerjili elektronlar gönderilir ve numuneden bazı elektronlar kopar. Kopan bu elektronlar eğer çekirdeğe yakın yörüngelerin birinden kopmuşsa atomlar kararlılıklarını kaybedecektir.

Atomların tekrar kararlı hale gelebilmesi için dış yörüngelerden kopan elektronun yerine doğru hareket olacaktır. Ancak bu geçiş esnasında dış elektronların enerjileri yüksektir ve geçiş esnasında bir miktar enerji kaybederler. Bu enerji x-ışını olarak ortaya çıkar. Bu x-ışını yayıldığı elementin karakteristik özelliğidir. Ortaya çıkan x-ışınları elektronik alıcılar vasıtasıyla algılanarak bilgisayarda her bir elemente ait pikler oluştururlar. Elementlerin örnek içindeki yüzdeleri, bu piklerin altlarında kalan alan ile orantılıdır.

İşte bu şekilde numune içinde yörünge değiştiren elektronlardan elde edilen x-ışını, EDX analizinin kaynağını oluşturur. EDX sistemi temel olarak yüksek enerjiye sahip bir radyasyon kaynağı, katı hal dedektörü ve sinyal işleme ünitesinden meydana gelir. Elektrondan yayılan x-ışını örnek hakkında temel bilgi vermek için EDX dedektörü ile tespit edilir. Dedektörün algıladığı x-ışınları elektrik sinyali haline dönüştürülerek histogram elde edilir. Histogram sayesinde malzemedeki her elementin türü ve miktarına dair bilgi sağlanır. X-ışınları tüm yönlerde yayılabilir olduğundan, ölçme olasılığı x-ışınının enerjisine ve detektöre ulaşana kadarki geçilen malzemenin bileşimine ve yoğunluğuna bağlıdır. X-ışını enerji değerleri, bilinen karakteristik x-ışını değerleri ile karşılaştırılarak örnek içinde var olan elementin türü belirlenir. Bu şekilde bordan (B) uranyuma (U) kadar değişen farklı atom numarasına sahip elementler tespit edilebilir.

2.3.4. Manyetik Kaldırma Kuvveti Ölçümü

Üretilen külçe MgB_2 örneklerinin düşük sıcaklıklarda manyetik kaldırma kuvveti (F_z) ve yanal (kılavuzlayıcı) kuvvet (F_x) ölçümleri, TÜBİTAK tarafından desteklenen “Manyetik Kaldırma Kuvveti Ölçüm Sistemi” kullanılarak Recep Tayyip Erdoğan Üniversitesi, Süperiletkenlik Araştırma Laboratuvarında gerçekleştirildi. Manyetik kaldırma kuvveti ölçüm sisteminde; Edwards Next400d model turbo moleküler pompa, vakum odası, Varian DS302 model rotary pompa, Micos marka 3 boyutta hareket edebilen hareket sistemi, Lakeshore 336 model sıcaklık kontrolörü, 3 adet yük sensörü, kriyostat kafası ve helyum kompresörü ile kapalı devre su soğutma sistemi vardır. Sistem Şekil 20’de görülmektedir.



Şekil 20. Manyetik kaldırma kuvveti ölçüm sistemi

Manyetik kaldırma kuvveti ölçümünde içten dişli tutucuya yerleştirilerek özel yapıştırıcı ile yapıştırılmıştır. Ardından kriyostat içindeki yuvaya yerleştirilmiştir. Alan sağlayıcı olarak kullanılan mıknatıs ve süperiletken örneğinin arasındaki mesafe alanlı soğutma (FC) ve alansız soğutma (ZFC) usullerine göre belirlenen mesafe, ölçüm sistemine bağlı olarak bilgisayar kontrolünde titizlikle ayarlandı ve kriyostat kapatıldı. Ön vakum almak için ölçüm sistemine bağlı Rotary pompa vasıtasıyla 10^{-2} torr vakum alındı ve sonra turbo moleküler pompa ile kaba vakum 10^{-5} - 10^{-6} torr alındı. Kapalı devre su soğutma işlemi açılarak kompresör devreye sokuldu. Bu aşama esnasında soğutma işleminin durumuna göre veriler sisteme bağlı donanım ve bilgisayar yardımıyla ayarlanarak ölçümler alındı. Manyetik alana kaynak olarak MgB_2 süperiletkeninin altında eksenel ve radyal yönde hareket eden NdFeB silindirik mıknatısı (çapı 19mm ve yüksekliği 10mm) kullanıldı. Mıknatısın üst yüzey merkezi ve MgB_2 örneğinin alt yüzey merkezi arasındaki düşey mesafe ile bağlantılı olarak, düşey manyetik kuvvet (F_z) bilgisayar kontrolü ile ölçüldü.

MgB₂ örnekleri mıknatıstan 50mm üstte iken düşey ZFC ölçümleri için oda sıcaklığından aşağıya doğru soğutularak, mıknatıs ve örnek arasındaki en düşük mesafe 1,5 mm oluncaya dek yükseltip ilk pozisyona indirildi. Yapılan birinci ölçüm 35 K’de alınıp süperiletkene ait kaldırma kuvveti test edildi. Yapılan bu deneme işleminin sebebi, oluşabilecek kuvvetlerin kriyostat sistemini zorlayabileceği hatta sistemi bozabileceğinden dolayıdır. Bu sayede sisteme zarar verebilecek durumlar önceden fark edilebilmektedir.

FC ölçümleri ise örnek ve mıknatıs arasındaki mesafe 1,5 mm’deyken soğutma yapılmak suretiyle, aralarındaki mesafenin 50 mm’ye kadar artışının ardından yine 1,5 mm’ye düşürülmesi esnasında alındı.

Süperiletken ile mıknatıs arasında bulunan manyetik kuvvetin, süperiletkenin manyetik alan altında ve alansız soğutma (ZFC) rejimine de bağlı olarak değişkenlik gösterdiğini ifade eden pek çok çalışma literatürde mevcuttur. Dikey kaldırma kuvveti ölçümleri, alansız soğutma ölçümü (ZFC) ve alanlı soğutma ölçümü (FC) rejimleri altında 25 K sıcaklıkta ölçüldü.

3. BULGULAR

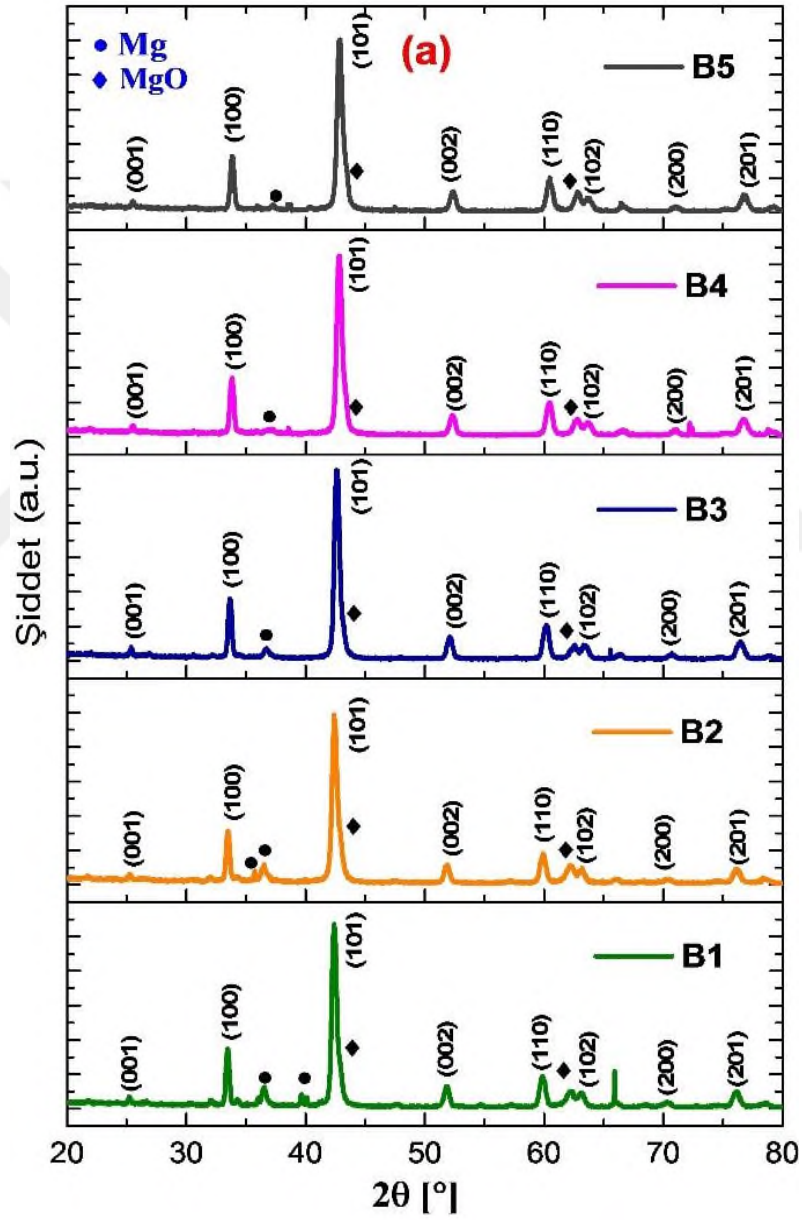
3.1. XRD Sonuçları

Şekil 21, dokuz farklı özellikte bor tozu kullanılarak üretilen MgB_2 külçe örneklerinin x-ışını kırınımı desenlerini göstermektedir. Tüm örneklerde MgB_2 süperiletken faz oluşumunun gerçekleştiği ve yapıda az miktarda MgO ve reaksiyona girmemiş Mg safsızlık fazlarının olduğu gözlemlendi. Bu durum, yapıda MgB_2 reaksiyonuna katılmayan Mg elementinin varlığını gösterir. MgO tüm sentezleme işlemlerinde yaygın olarak görülmekte olan safsızlık olup oksijeni MgB_2 'nin herhangi bir sentezinin dışında tutmak mümkün değildir [55]. MgB_2 yapısında Mg eksikliği stokiometri kaymasına ve dolayısıyla borca zengin safsızlık fazları oluşmasına neden olur. Örneklerin XRD desenleri incelendiğinde; MgB_4 ve MgB_7 gibi yüksek bor içeren ve süperiletken olmayan safsızlık fazlarına ait pikler gözlenmemiştir. Bu durum başlangıçta tüm örneklerde fazlardan ağırlıkça %10 Mg eklenmesinin borca zengin faz oluşumunu engellediğini göstermektedir. Ayrıca Mg 'un yüksek bir buhar basıncına sahip olması nedeniyle B parçacıkları ile Mg buharı arasındaki bir reaksiyonun sonucu da olabilir.

Şekil 21 incelendiğinde, B8 örneğinde yani kristal bor tozu kullanılarak üretilen örnekte MgB_2 fazına ait (101) ana pik şiddetinin diğer örneklerle kıyasla oldukça düşük olduğu ve ana pik şiddetinde diğer örneklerle kıyasla genişleme olduğu gözlenmiştir. Aynı örnekte MgB_2 fazına ait (101), (002) ve (110) pik şiddetlerinde de belirgin azalma ve düşük açılara doğru kayma görülmüştür. Pik şiddetlerinin azalarak daha küçük açılara kayması ve pik genişlemesi yapı içinde örgü bozukluklarının ve örgü geriliminin arttığını gösterir. Açıkça görülmektedir ki amorf bor için reaksiyon kinetiği genellikle daha hızlıdır ve kristal bor tozundan farklı olarak herhangi bir ara faz oluşumu olmadan MgB_2 fazı oluşur [31]. Giunchi çalışmasında kristal borun amorf bora göre düşük reaktivitesinin önemini vurgulamıştır [57]. Ayrıca B3, B4, B6 ve B9 örneklerinde MgB_2 fazına ait (101) ana pik şiddetinin diğer örneklerle kıyasla daha yüksek olduğu gözlenmiştir.

B9 örneğinde yani %99 saflıkta amorf nano bor kullanılarak üretilen MgB_2 örneğinde, MgB_2 piklerinin daha keskin ve şiddetli olduğu ve yapıda saf Mg fazının olmadığı görülmektedir. Bu durum, faz saflığı ve kristalinitenin bor tozunun saflığına ve tane

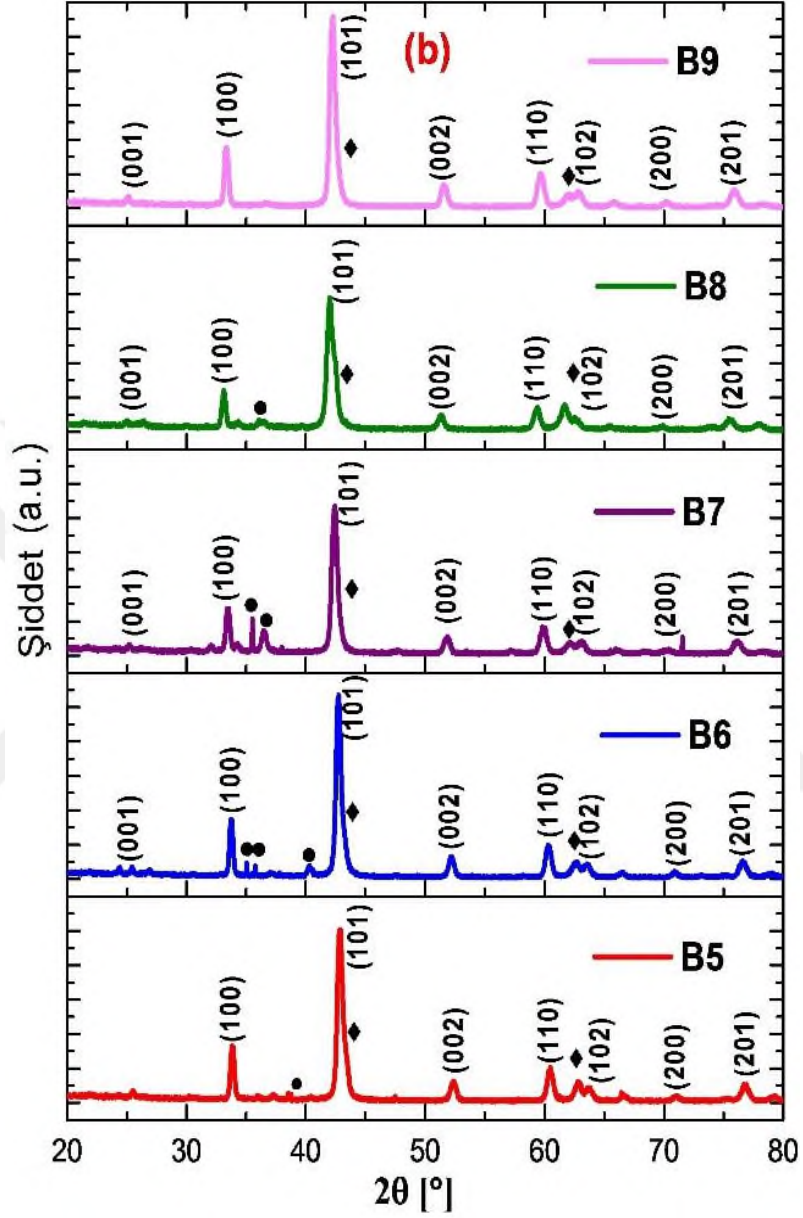
boyutuna bağlı olduğunu yani yüksek saflık ve nano boyutta kullanılan bor tozunun faz oluşumunu ve faz içeriğini belirlediğini göstermektedir. XRD sonuçları incelendiğinde tüm örneklerdeki MgO faz miktarının hemen hemen aynı olduğu gözlenmiştir. Sinterleme işlemi argon gazı atmosferinde gerçekleştiğinden magnezyumun düşük miktarlarda oksitlendiği ancak genel olarak oksitlenme olmadan kaldığı düşünülebilir.



(a)

Şekil 21. MgB₂ örneklerine ait x-ışını kırınım desenleri (a) ve (b)

Şekil 21'in devamı

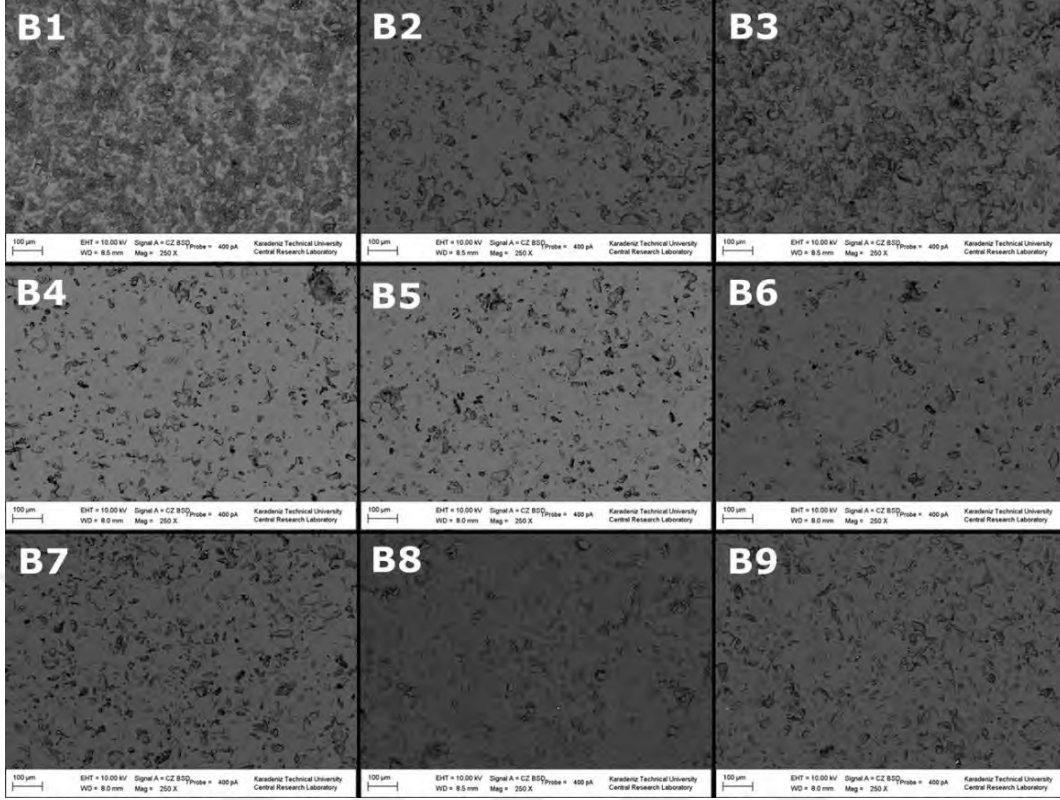


Yapılan bir çalışmada ağırlıkça fazladan %10 ve %15 Mg eklenmiş örneklerin kritik akım yoğunluğu (J_c), manyetik kaldırma (F_z) ve kılavuzlayıcı kuvvet (F_x) değerlerinde belirgin bir iyileşme gözlenmiştir [46]. Benzer şekilde, araştırmacılar 2007 ve 2014 yıllarında yaptıkları çalışmalarda aşırı Mg eklenmesi ile MgO miktarında belirgin bir azalma gözlediler ve Mg'nin, MgB₂ örgüsündeki oksijen alımını kolaylaştırdığı, tane bağlantısını

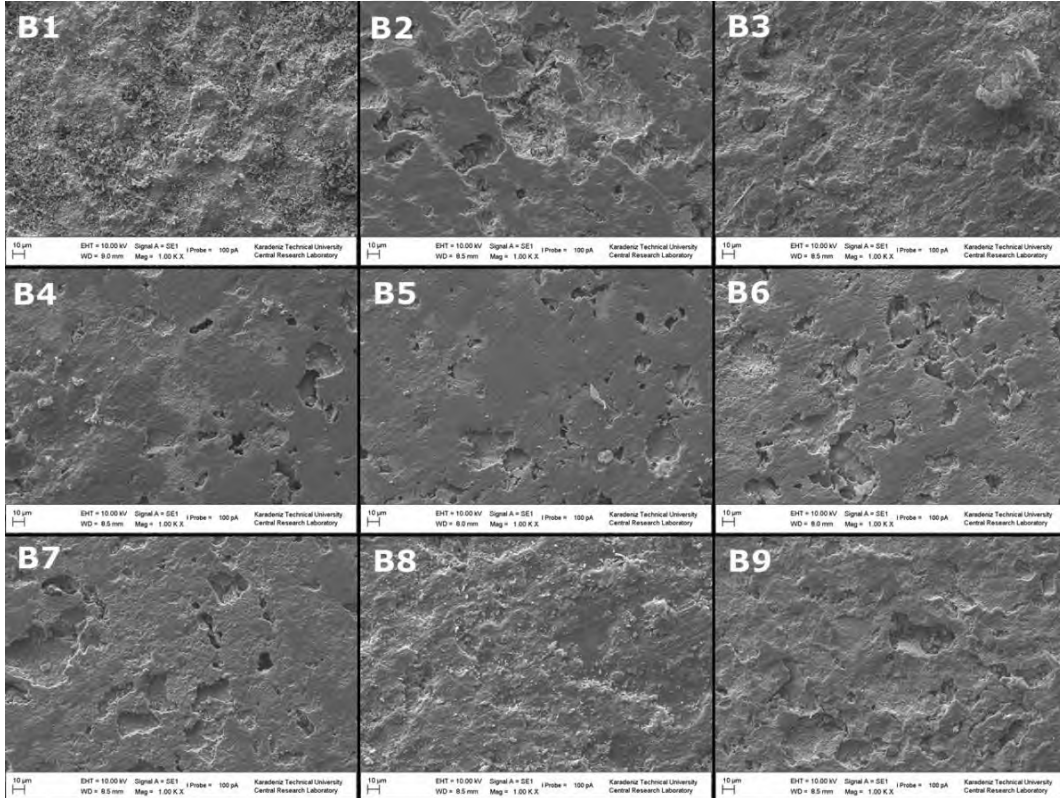
iyileştirdiği ve bu sayede J_c 'yi arttırdığı sonucuna vardılar [48,49]. 2022 yılında yapılan bir çalışmada, ağırlıkça % 10 fazla Mg eklenmiş örnekte hiç eklenmemiş örneğe kıyasla MgB_4 miktarında %11 den 0'a çarpıcı bir düşüş ile yoğunlukta % 68 den % 79'a önemli bir artış gözlemlendi [47]. Bu sonucu Le Chatelier prensibi "reaksiyon koşullarındaki bir değişiklik dinamik dengeyi bozarsa, denge konumu bu değişikliğe karşı koyar" düşüncesi ile açıkladı. Bu durumda $2MgB_2 (k) \leftrightarrow MgB_4 (k) + Mg (g)$ ayrışma reaksiyonunda fazladan Mg eklenmesi olmadığı durumda, MgB_2 dinamik dengeye ulaşmaya kadar $MgB_4 (k)$ ve $Mg (g)$ 'ye ayrışır. Tüm sonuçlar bize fazla Mg eklenmesinin, Mg'nin düşük sıcaklıklarda buharlaşması nedeniyle MgB_2 'den buharlaşmasını engelleyen pozitif bir Mg buhar basıncı oluşturduğunu gösterir.

3.2. SEM-Mikroyapıların İncelenmesi

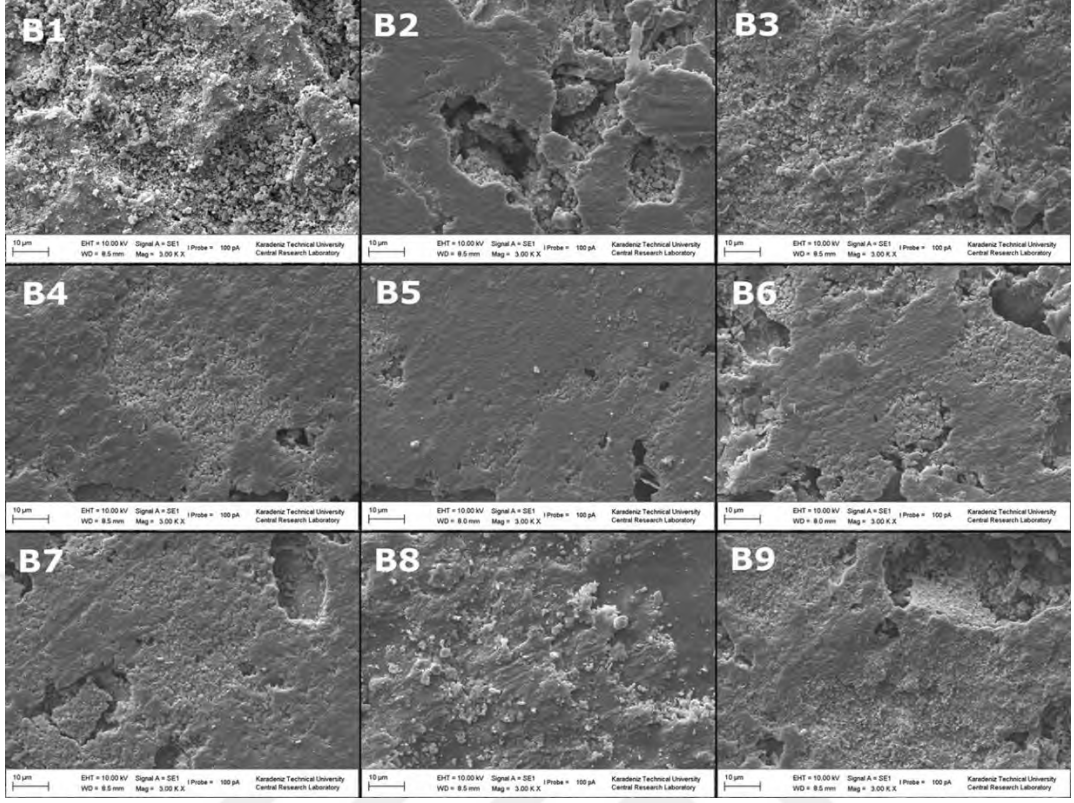
Üretilen örneklerle ait taramalı elektron mikroskobu analiz görüntüleri Şekil 22, 23, 24 ve 25'te verilmiştir. Taramalı elektron mikroskobu ile dokuz farklı külçe MgB_2 örneklerinin mikro yapısal özellikleri incelendi ve yapı içinde oluşabilecek safsızlık fazlarının, yapı kusurlarının ve boşlukların nasıl bir yapılaşma oluşturduğu belirlenmeye çalışıldı. Elde edilen görüntüler Karadeniz Teknik Üniversitesi, Merkezi Araştırma Laboratuvarında Zeiss Evo LS10 model taramalı elektron mikroskobu vasıtasıyla elde edildi. Bu çalışmada dokuz farklı örneğe ait SEM fotoğrafları alınacağından, örnek yüzeylerinde farklı büyütmelerde görüntüler alınarak daha sağlıklı bir yorum yapılabilmesi amaçlandı. Bu sebeple her bir örneğin farklı büyütme oranlarına ait görüntüler, verilen fotoğraflar yardımıyla kıyaslanabilmektedir. Bu çalışmadaki her bir görüntü 10kV hızlandırma voltajında farklı büyütme oranları ile fotoğraflanmıştır. SEM fotoğrafları incelendiğinde tüm örneklerin MgB_2 'nin karakteristik yapısı olan tanecikli bir mikro yapı sergilediği görülmektedir.



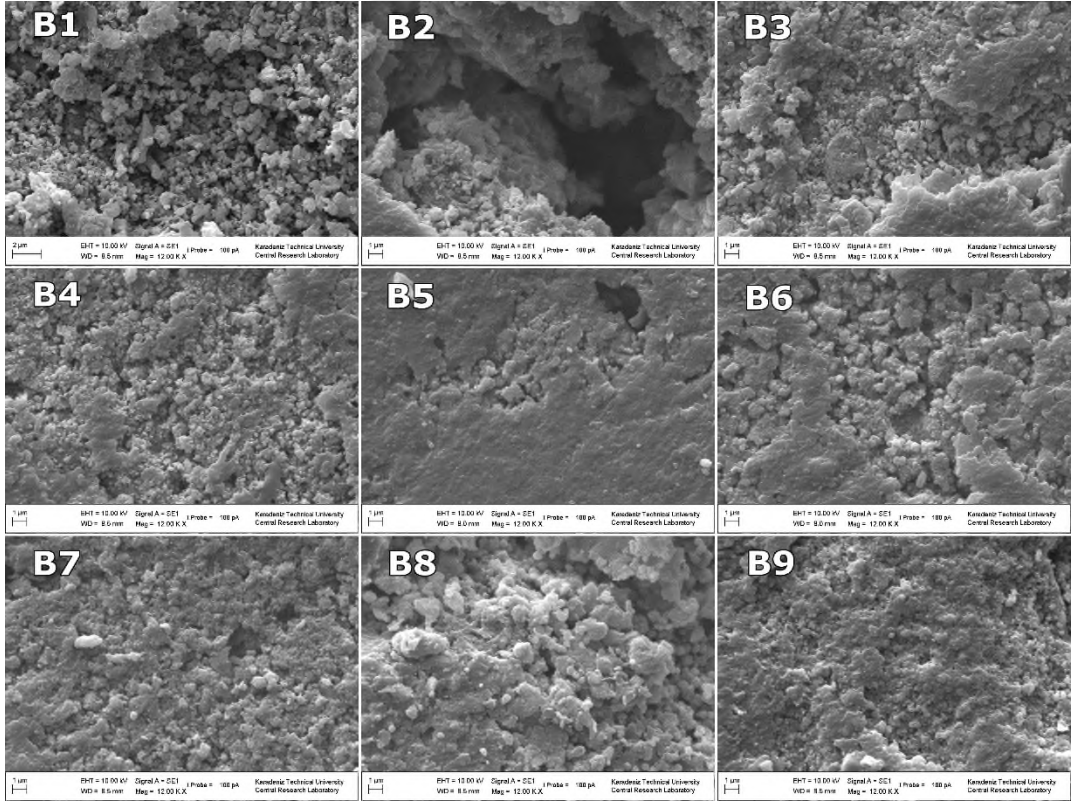
Şekil 22. Tüm külçe MgB_2 örneklerine ait 250x büyütme SEM fotoğrafları



Şekil 23. Tüm külçe MgB_2 örneklerine ait 1000x büyütme SEM fotoğrafları



Şekil 24. Tüm külçe MgB₂ örneklerine ait 3000x büyütme SEM fotoğrafları



Şekil 25. Tüm külçe MgB₂ örneklerine ait 12000x büyütme SEM fotoğrafları

SEM fotoğrafları incelendiğinde tanelerin düzensiz şekilli bir yapıdan meydana geldiği söylenebilir. Yüksek büyütme oranına sahip SEM fotoğraflarında daha açık bir şekilde görülebilen, bazı yüzey çukurları mevcuttur. Oluşan bu çukurların tüp fırında sinterleme esnasında magnezyumun elemental erime sıcaklığı olan 650°C'nin üzerine çıkılması üzerine, Mg'un buharlaşarak numune yapısını terk etmesi sonucu olduğu düşünülebilir. Ancak %10 fazla Mg eklendiği dikkate alındığında bu durumun yüzey bölgelerinde ve magnezyumun küçük kümelenme noktalarında olduğu kanaatine varılmaktadır. Örneklerin titanyum folyo ile tüp fırına yerleştirildiği düşünülünce, fazla magnezyumun folyo içinde magnezyum buhar basıncı sağlaması sayesinde yapıdan Mg'nin uzaklaşması büyük ölçüde engellenmiş ve sinterleme Mg atmosferinde gerçekleşmiştir.

B1 örneğine ait SEM fotoğrafları incelendiğinde gözenekliliğin fazla ve tanecikli bir yapının hakim olduğu, B3 örneğinin ise B1'e kıyasla daha az gözenekli fakat diğer örneklerle kıyasla daha fazla gözenekli yapıya sahip olduğu söylenebilir. Düşük büyütme SEM fotoğraflarında daha geniş bir alan görüntülendiğinden, en düşük yüzey pürüzlülüğünün B4 örneğinde olduğu görülebilmektedir. Bununla birlikte tanecikler arası kaynaşmanın ise, daha küçük boyutlu bor tozu kullanılan örneklerde daha yüksek olduğu yüksek büyütme SEM fotoğraflarından ayırt edilebilmektedir. B1 örneğinin yüzeyinde diğer örneklerle kıyasla tanecikler arası kaynaşma zayıftır. Bu durumun bor tane boyutunun diğer örneklerle göre daha büyük olmasının sebep olabileceği düşünülmüştür. Nitekim nano bor tozu kullanılan B9 örneği ile kıyaslandığında B1 örneğinin tanecikleri arasındaki bağlanmanın zayıf olduğu daha iyi anlaşılabilmektedir. B4 ve B5 örneklerine ait farklı büyütme SEM fotoğraflarında taneler arası etkileşimin diğer örneklerle göre daha fazla olduğu ve bu nedenle düşük gözeneklilik görülmektedir. Yine benzer şekilde nano boyuta sahip olması sebebiyle B9 örneğine ait farklı büyütme görüntülerde, tanecikler arası kaynaşmanın yüksek olduğu, gözlenen tane boyutunun diğer örneklerle kıyasla küçük olduğu ve tane yapısının diğer örneklerle göre daha düzgün olduğu görülmektedir.

3.3. Enerji Dağılımlı X-ışınları (EDX) İncelemeleri

Üretilen külçe MgB₂ örneklerine ait Enerji Dağılım X-ışınları (EDX) analizi sonuçları verilmiştir. Bu sonuçlara göre her bir örneğin içindeki elementlerin türü ve miktarına dair

bilgiler sağlanmıştır. Bu çalışmada örneklerin EDX analizi için Jeol JSM-6610 serisi taramalı elektron mikroskobu kullanıldı.

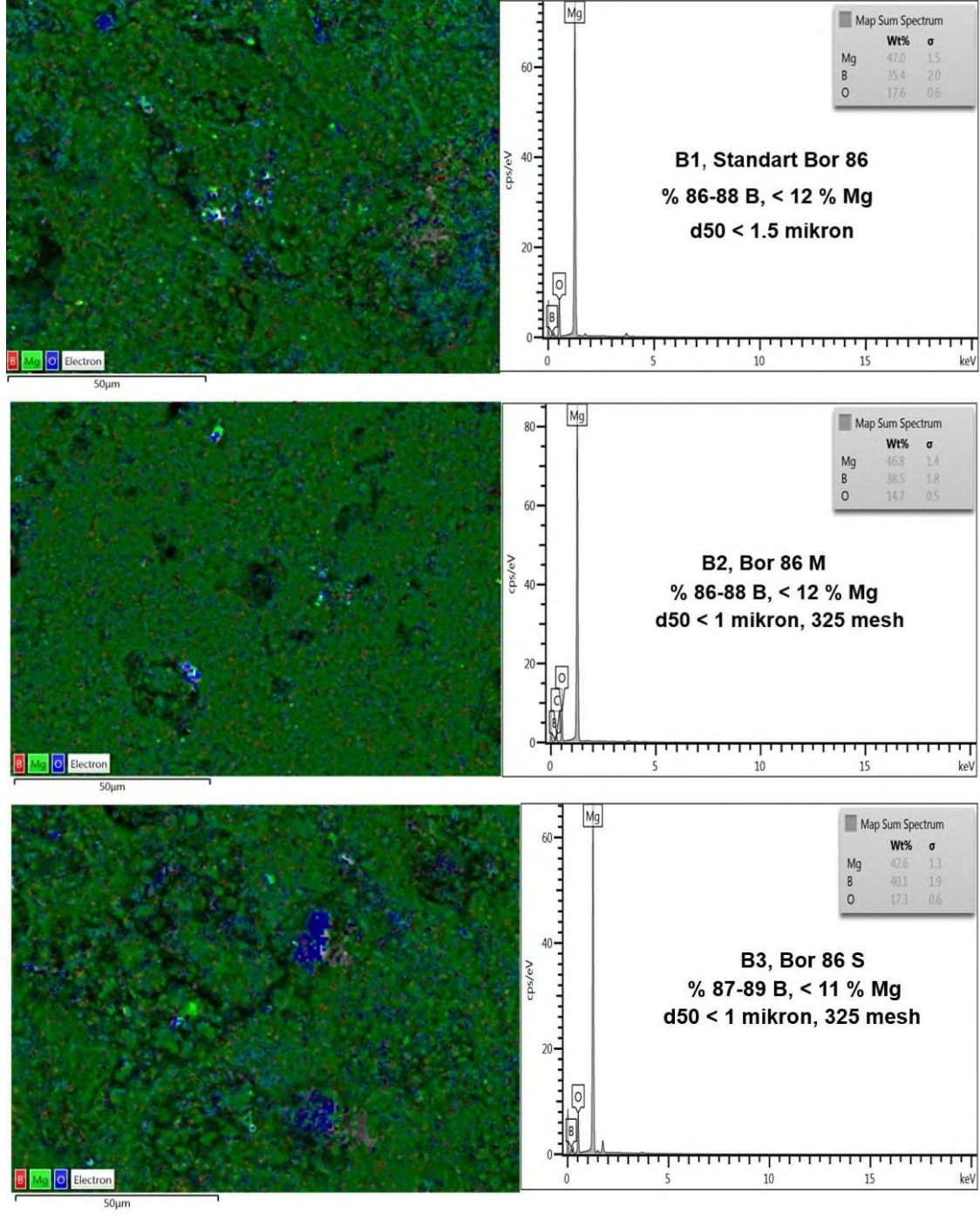
Magnezyum ve bor elementlerinin yapıya nasıl dağıldığını tespit etmek amacıyla elementel haritalama yapılarak görüntüler elde edildi ve Şekil 26'da verildi. Her bir örneğe ait elde edilen görüntülerde, örneklerin içerdiği elementler ayrı ayrı verilmek yerine tek bir fotoğraf üzerinde birlikte verildi. Yeşil renk magnezyumu, kırmızı renk boru ve mavi renk oksijeni temsil etmek üzere renklendirildi. Her bir örneğin yapısında bulunan elementlere ait ağırlıkça yüzdelere grafiklerde verilmiştir. Grafiklerde elementlerin analizi esnasında x-ışınları aracılığı ile hangi enerji seviyesinden yayımlandığı belirlenebilir ve alıcılar aracılığı ile bilgisayar tarafından grafikte görülen pikler oluşturuldu. Grafiklerde magnezyuma ait $K\alpha$ ve $L\alpha$ enerji seviyelerine karşılık gelen pikler görülürken, bor ve oksijene ait $K\alpha$ enerji seviyesine karşılık gelen değerler görülmektedir.

EDX görüntüleri incelendiğinde B4 ve B8 örneklerinde bor taneciklerinin yer yer yoğunlaştığı ve bu bölgelerde yapıdaki borun küçük heterojenlikler oluşturduğu görülmektedir. Bununla birlikte örneklerin tamamında borun yapıya homojen bir şekilde dağıldığı açıkça söylenebilir. Grafiklerde bora ait piklerin küçük olarak görülmesi, EDX analizinde borun tam olarak tespit edilebilmesinde yaşanan zorluktan kaynaklanmakta olduğu düşünülmektedir. Ancak yine de tespit edilen bor alanları göz önüne alındığında, borun yapıda homojen bir dağılım sergilediği görülmektedir.

Yapıyı oluşturan diğer element magnezyum ise, yapıda bazı küçük heterojenlikler göstererek yoğunlaşma meydana getirmiş olsa bile magnezyumun üretilen tüm örneklerde oldukça homojen bir dağılım sergilediği görülmektedir. Görüntülerde magnezyumun oldukça geniş bir alanda varlığını göstermesinde, bor tozlarının üretilmesi aşamasında Mg kullanılması ve nihai ürünlerde az miktarda da olsa magnezyumun mevcut olmasının payı olduğu düşünülmektedir.

Örneklerdeki oksijen varlığı mavi renkli kısımlarda görülmektedir. Fazladan magnezyum eklenmesiyle her ne kadar magnezyum oksit (MgO) oluşma ihtimali en aza indirilse dahi, analiz sonucu tespit edilen oksijen görüntülerinin MgO 'in oluşması sonucunda görüntülediği düşünülmektedir. Örnekler, üretimden analiz işlemlerine dek geçen sürede her ne kadar hava ortamından uzak tutulup oksitlenmemesi konusunda gayret edilse de, magnezyumun azda olsa oksitlenebileceği malumdur. Bu nedenle analiz

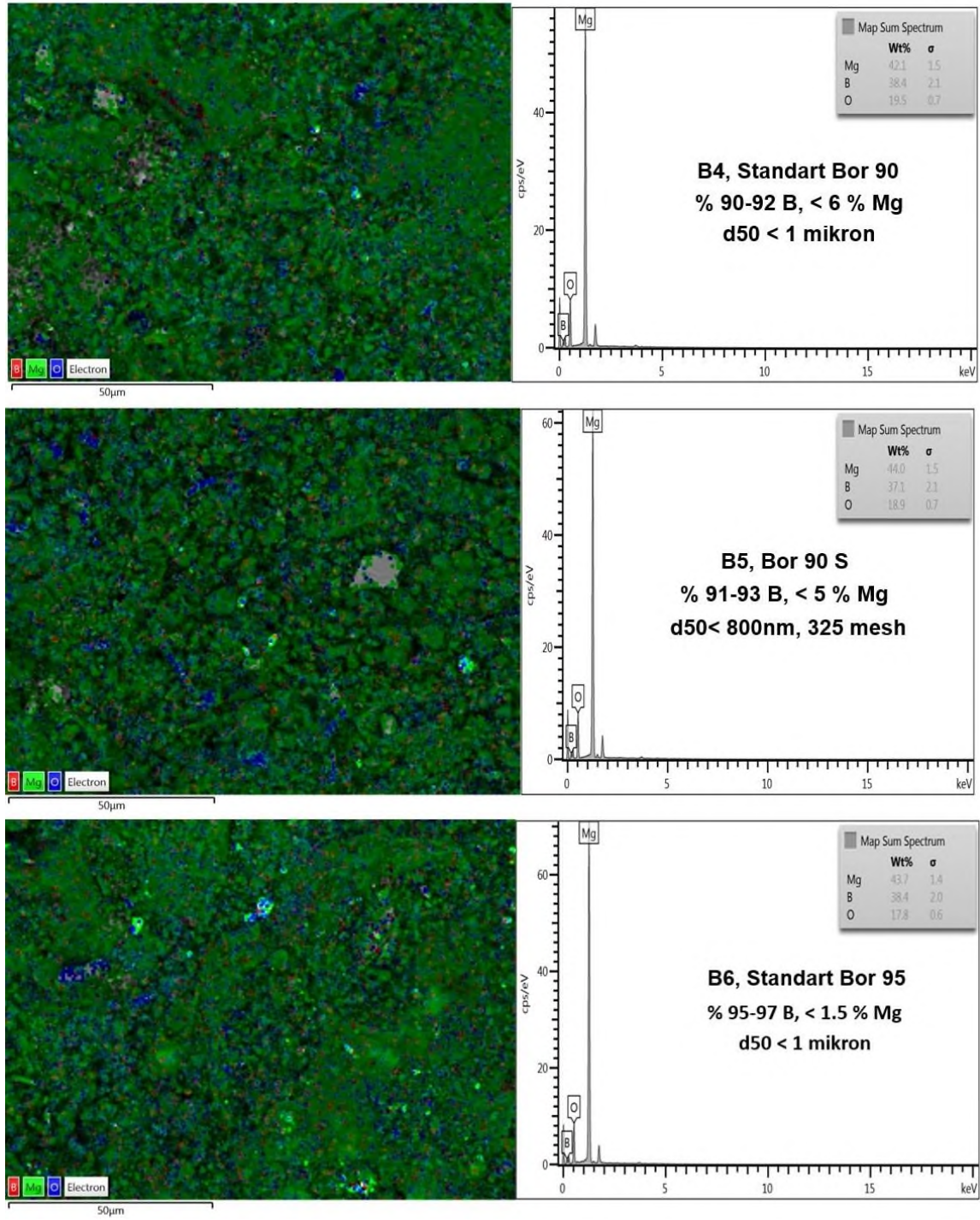
görüntülerinde oksijenin tespit edilmesi olağan bir durumdur. Bazı analiz görüntülerinde gri renkli bölgeler göze çarpmaktadır. Bu alanlar cihaz tarafından düzgün okunamayarak elementel tanımlama yapılamayan alanlardır.



(a)

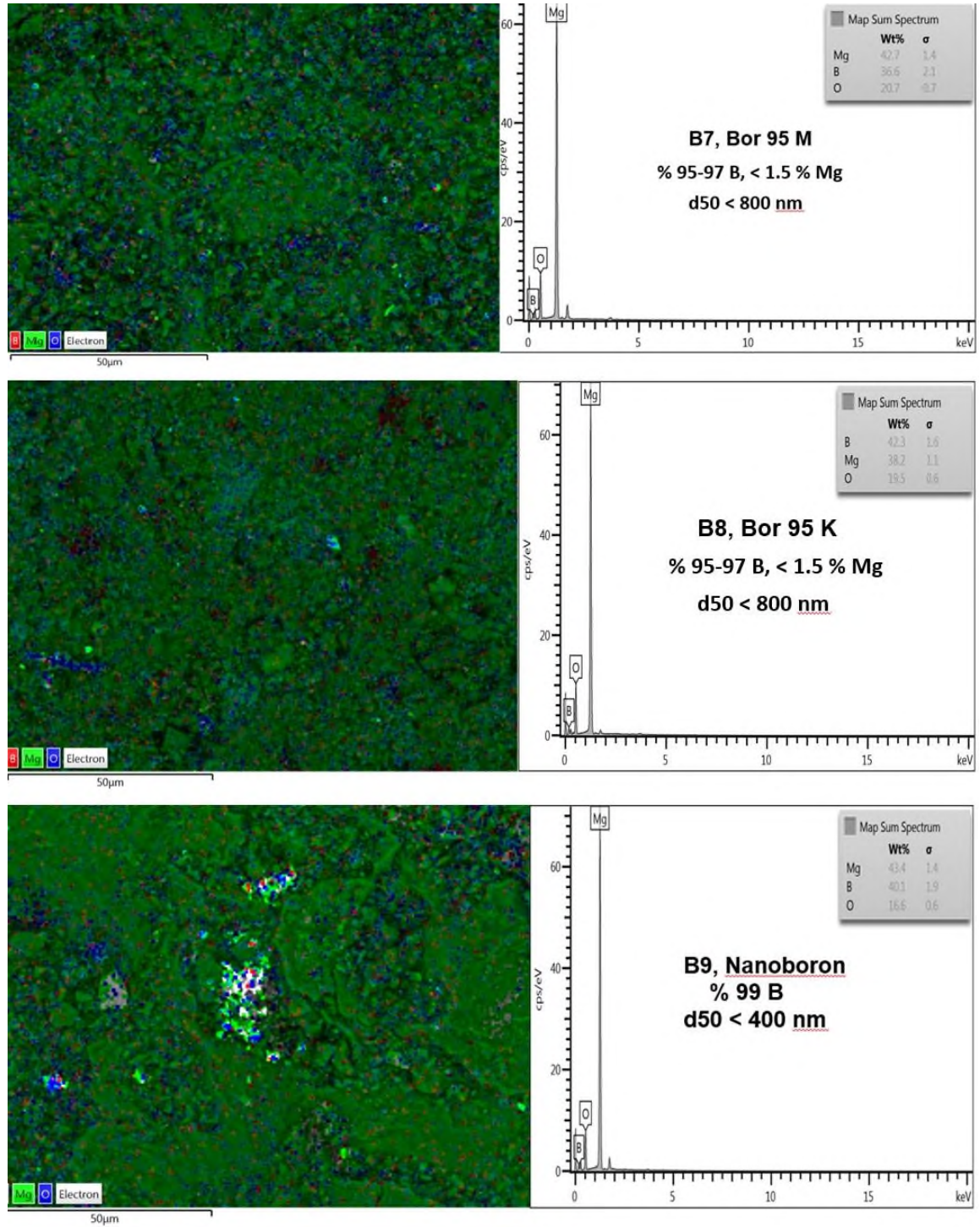
Şekil 26. MgB₂ örneklerinin EDX elementel haritalama görüntüleri (a), (b) ve (c)

Şekil 26'nın devamı



(b)

Şekil 26'nın devamı



(c)

3.4. Manyetik Kaldırma Kuvveti Analizleri

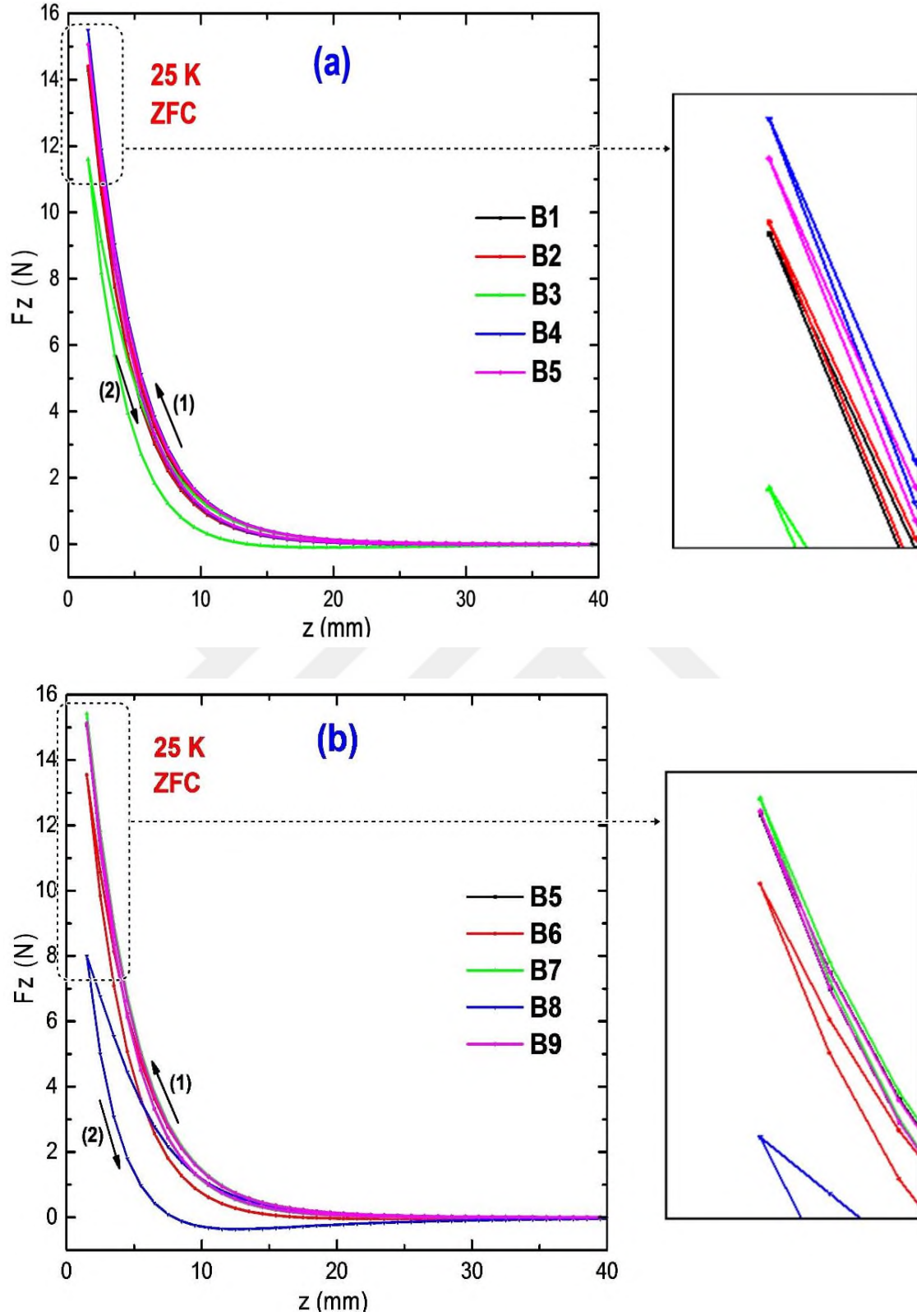
3.4.1. Alansız Soğutma Ölçümleri

Alansız soğutma ölçümlerinde (ZFC); Nd-Fe-B mıknatısın ($\phi=19,7$ mm, $h=9,8$ mm, manyetik alan = 0,5T) üst yüzey merkeziyle, süperiletkenin alt yüzeyi arasındaki mesafe $z=50$ mm'de iken süperiletken numune soğutulur ve bu duruma alansız soğutma (Zero Field Cooled, ZFC) adı verilir. Bu mesafede, mıknatısın süperiletken numune üzerinde neredeyse etkisiz olduğu düşünülür. ZFC rejimindeki ölçümde Meissner etkisi sebebiyle manyetik itici kuvvet, manyetik çekici kuvvete kıyasla yüksek ölçülmektedir [38, 39]. ZFC rejiminde F_z - z ölçümlerinde süperiletken örnek $z = -50$ mm'de soğutuldu ve mıknatıs 25 K soğutma sıcaklığında, $z = 0\text{mm} \rightarrow 50\text{ mm} \rightarrow 0\text{ mm}$ döngüsü ile harekete başlandı.

Külçe MgB_2 örneklerinin $T=25$ K sıcaklığında ZFC rejiminde, manyetik kaldırma kuvvetinin (F_z) dikey harekete (z) bağlı değişim grafiği Şekil 27'de gösterilmektedir. Şekildeki (1) ve (2) ile işaretli oklar sırasıyla, kalıcı mıknatısın (PM) örneğe doğru ve daha sonra örnekten uzaklaşma hareketini göstermektedir. Bu aşamada mıknatıs süperiletkene doğru hareket ettiği zaman süperiletkeni etkileyen manyetik alan artar ve bu sayede dikey kaldırma kuvveti (F_z) artacaktır. Örneklerin yüzeyine doğru hareket ettiğinde ise dikey kaldırma kuvveti artar. Bir süperiletkenle kalıcı mıknatıs (PM) arasındaki kaldırma kuvveti, kalıcı mıknatısın manyetik alan gradyenti ve süperiletkenin manyetik momenti ile orantılıdır. Bu sebeple manyetik kaldırma kuvveti aşağıdaki denklem vasıtasıyla hesaplanabilmektedir [50].

$$F = m (dH / dz), m = M V \text{ ve } M = A J_c r \quad (3.1)$$

Burada verilen m süperiletkenin manyetik momenti, (dH / dz) kalıcı mıknatıs aracılığıyla üretilen alan gradyentidir. Süperiletkenin manyetizasyonu $M = A J_c r$ 'dir. Birim hacim (V) başına manyetizasyon $m = MV$ ile tanımlanmaktadır. Burada A MgB_2 örneğinin geometrisine bağlı bir sabit, J_c süperiletkenin kritik akım yoğunluğu ve r ise perdeleme akım halkasının yarıçapıdır [50,51].



Şekil 27. MgB₂ örneklerinin ZFC rejimi altında 25 K’de ölçülen, örnekler ile kalıcı mıknatıs arasındaki dikey mesafeye (z) karşı dikey kaldırma kuvveti (F_z) grafikleri

Manyetik kaldırma kuvvetinin en belirgin özelliği süperiletken örnek ve kalıcı mıknatıs arasındaki uzaklık değişirken, kaldırma kuvveti değişiminin histeresiz bir davranış sergilemesidir. Histeresiz eğrileri süperiletken örneklerin akı çivileme potansiyelini gösterirken dar örgü ise daha güçlü çivileme potansiyeline denk gelmektedir [42,43].

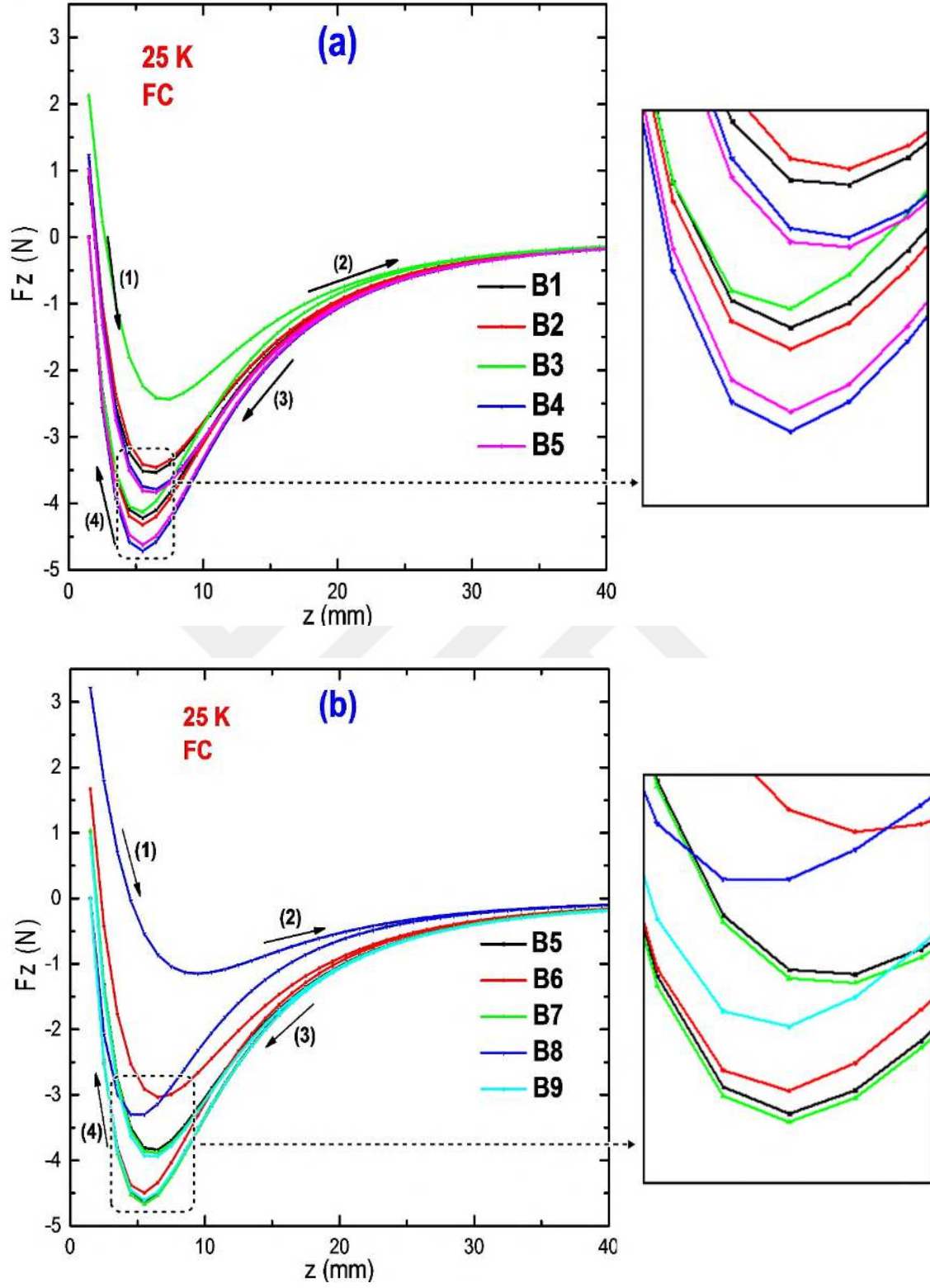
Sıcaklığın azalmasıyla birlikte kaldırma kuvveti artar ve histeresiz alanı azalmaktadır. Bu, yüksek kritik akım yoğunluğunun (J_c) ve düşük girme derinliğinin sonucudur [44]. Kalıcı mıknatıs ve örnek arasındaki uzaklık azaldıkça dikey kaldırma kuvveti üstel olarak artar ve aralarındaki uzaklık minimuma indiğinde maksimum kaldırma kuvveti elde edilir.

25 K ölçüm sıcaklığında en yüksek dikey maksimum kaldırma kuvveti B4 örneğinde 15,48 N olarak ölçüldü. Onun hemen arkasından ikinci en yüksek dikey kaldırma kuvveti 15,41 N değeri ile B7 örneğinde tespit edildi. En düşük manyetik kaldırma kuvveti ise kristal bor tozu kullanılarak üretilen B8 örneğinde 8,00 N olarak ölçüldü. B8 örneğinin diğer örneklerle kıyasla daha geniş histeresiz göstermesi, örnek içinde normal bölge yoğunluğunun daha fazla olması ve manyetizasyon özelliğinin diğer örneklerden daha zayıf olmasının sonucudur.

3.4.2. Alanlı Soğutma Ölçümleri

Alanlı soğutma ölçümlerinde (FC); süperiletken numune ile kalıcı mıknatıs arasındaki mesafe $z=1,5$ mm'de, normal halden süperiletken hale geçerken örneğin, mıknatısın manyetik alanı altında soğutulması alanlı soğutma (Field Cooled, FC) rejimi olarak adlandırılır. Bu soğutma rejiminde manyetik akı örnek içinde tuzaklanır. Çekici kuvvet (negatif) FC rejiminde ZFC'den daha güçlü iken, itici kuvvet (pozitif) ZFC; FC den daha güçlüdür. Eksensel yönde manyetize olmasından dolayı, mıknatıs süperiletken numuneye maksimum manyetik alan uygulamaktadır. Çekici kuvvet FC rejiminde ZFC rejimine kıyasla daha güçlü iken, itici kuvvet ZFC rejiminde FC rejimine kıyasla daha güçlüdür.

Farklı özellikte bor tozları kullanılarak üretilen külçe MgB_2 örneklerinin $T=25$ K sıcaklığında FC rejiminde, manyetik kaldırma kuvvetinin (F_z) düşey yer değiştirmeye bağlı (z) değişim grafiği Şekil 28'de gösterilmektedir.



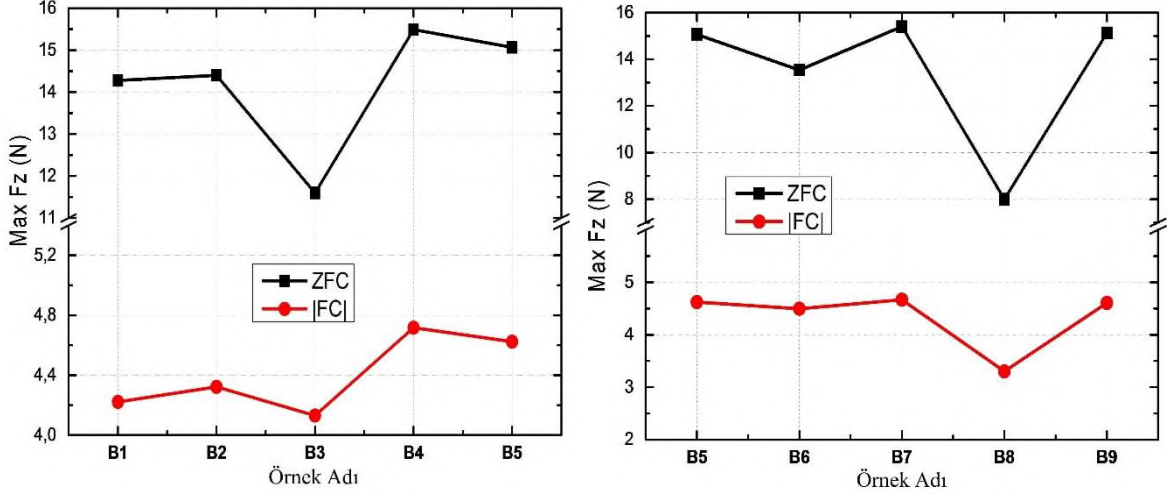
Şekil 28. MgB₂ örneklerinin FC rejimi altında 25 K’de ölçülen kalıcı mıknatıs ve örnekler arasında dikey mesafeye (z) karşı dikey kaldırma kuvveti (F_z) grafikleri

Şekil 28’de tüm örnekler içinde en yüksek çekici manyetik kuvvet (negatif kuvvet) değeri B4 örneğinde -4,72 N olarak belirlendi. Onun hemen ardından B7 örneğinde çekici kuvvet -4,67 N olarak ölçüldü. En düşük çekici kuvvete sahip olan örnek ise -3,30 N değeri ile kristal bor tozu ile üretilen B8 örneği olmuştur.

Tüm örnekler için elde edilen maksimum itici ve çekici kuvvete ait değerler Tablo 2’de verilmiştir.

Tablo 2. ZFC ve FC rejimlerinde, 25 K sıcaklıkta ölçülen, örneklerin maksimum itici kuvvet ve maksimum çekici kuvvet değerleri

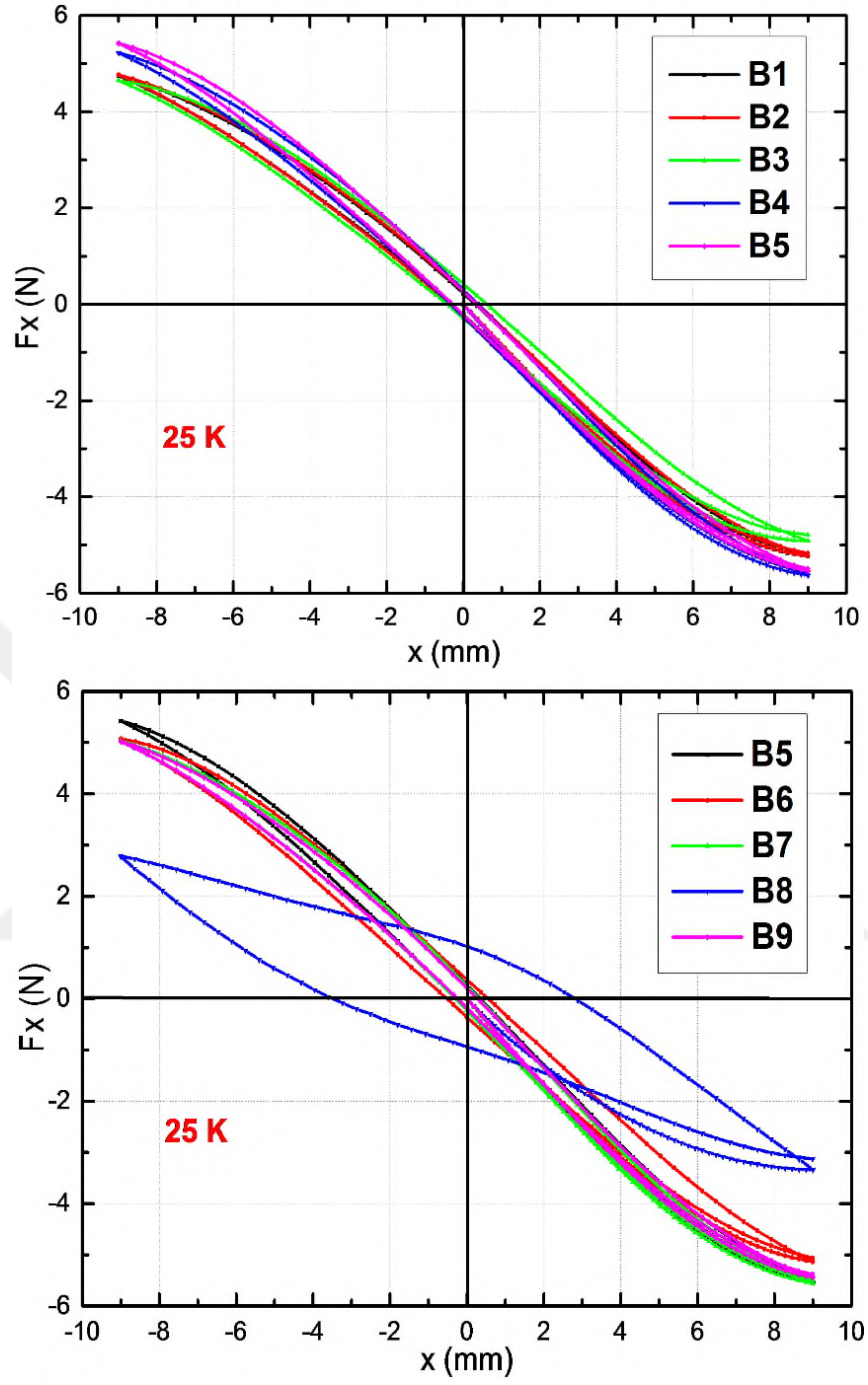
Örnek	Maksimum İtici Kuvvet F_z (maks) (N)	Maksimum Çekici Kuvvet F_z (maks) (N)
B1	14,27	-4,22
B2	14,40	-4,32
B3	11,59	-4,13
B4	15,48	-4,72
B5	15,06	-4,62
B6	13,54	-4,49
B7	15,41	-4,66
B8	8,00	-3,30
B9	15,12	-4,13



Şekil 29. Örneklere ait maksimum itici kuvvet ve maksimum çekici kuvvet değerlerinin grafiksel gösterimi

3.4.3. Yatay Manyetik Kuvvet Ölçümleri

Yatay manyetik kuvvet (kılavuzlama) ölçümlerinde; yatay manyetik kuvvet (F_x) – yatay uzaklık (x) ölçümleri, 25 K soğutma sıcaklığında ve FC rejiminde mıknatıs $x=0\text{mm} \rightarrow +9\text{mm} \rightarrow -9\text{mm} \rightarrow 0\text{mm} \rightarrow +9\text{mm}$ ($z = 1,5\text{mm}$) döngüsü olacak şekilde harekete başladı. MgB_2 örneklerinin manyetizasyon ölçümleri $T=25\text{ K}$ sıcaklıkta $H_{maks}=9\text{ T}$ manyetik alan aralığında, İnönü Üniversitesi, Bilimsel Araştırma Merkezi, Quantum Design PPMS sisteminde yer alan titreşim örnekleme manyetometre VSM (vibrating sample magnetometer) modülü kullanılmak suretiyle tamamlandı ve sonuçlar Şekil 30’da verilmiştir.



Şekil 30. MgB_2 örneklerinin $T=25$ K sıcaklıkta yatay uzaklığa (x) karşı yatay manyetik kuvvet (F_x) grafikleri

3.5. Manyetik Alana Bağlı Manyetizasyon Ölçümleri

3.5.1. Kritik Akım Yoğunluğu Hesaplamaları

Süperiletkenlerin teknolojik uygulamaları için manyetik alan varlığında yüksek akım taşıma kabiliyeti, yani yüksek kritik akım yoğunluğuna sahip olmaları oldukça önemlidir. Yüksek manyetik alanda yüksek kritik akım yoğunluğu değeri için MgB_2 örneğinin akı çivileme performansının iyileştirilmesi gerekir. Bu bölümde MgB_2 üretiminde kullanılan bor tozu özelliğinin kritik akım yoğunluğu üzerine etkisi araştırıldı. Literatürde doğal kusur eksikliklerinden dolayı kritik akım yoğunluğunun hızlı bir şekilde düştüğü ve akım yoğunluğu iyileştirmek için örnekler çivileme merkezlerinin eklenmesi gerektiği vurgulanmaktadır [52,53].

Örneklerin manyetizasyon ölçümleri ($M(H)$ eğrileri) 25 K sabit sıcaklıkta, -4 T ile +4 T arasında manyetik alan uygulanarak National Institute of Materials Physics-Romanya’da yapıldı. Ölçüm öncesinde örnekler akı tuzaklanmasına karşın kritik sıcaklığın üstüne ısıtıldıktan sonra manyetik alan uygulanmadan ölçüm sıcaklığına soğutuldular. Ölçümde manyetik alan uygulaması dört aşamada gerçekleştirildi: $0\text{ T} \rightarrow +4\text{ T}$; $+4\text{ T} \rightarrow 0\text{ T}$; $0\text{ T} \rightarrow -4\text{ T}$ ve $-4\text{ T} \rightarrow 0\text{ T}$.

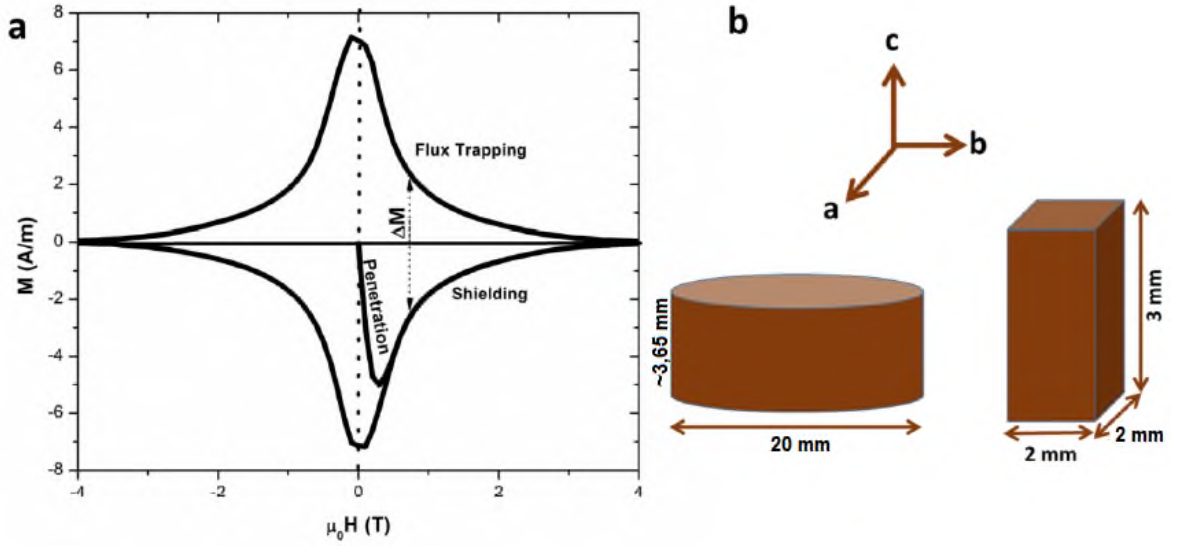
M-H ölçümlerinden, manyetik alan artırılırken ve azaltılırken örneklerin gösterdikleri pozitif ve negatif manyetizasyon değerleri kullanılarak kritik akım yoğunlukları (J_c) hesaplandı ve sonuçlar grafikte gösterildi. Manyetizasyon verileriyle kritik akım yoğunluğunu hesaplayabilmek amacıyla Bean’in kritik durum modeline dayandırılan ve denklem (3.2)’de gösterilen bağıntı kullanıldı.

$$J_c = \frac{20 \Delta M}{a \left(1 - \frac{a}{3b}\right)} \quad (3.2)$$

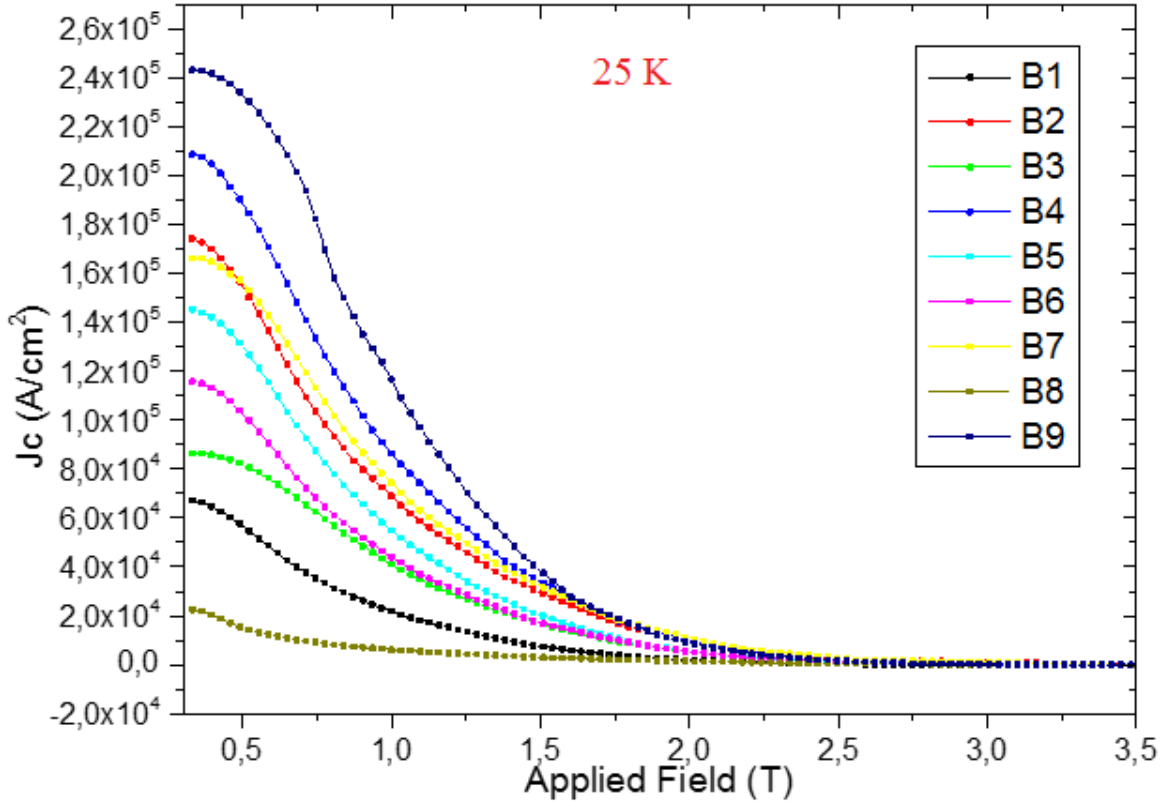
$$\Delta M = M^+ - M^- \quad (3.3)$$

Burada a ve b uygulanan manyetik alanın dik doğrultudaki kısa ve uzun kenarlarını ($a < b$) ifade eder. J_c hesaplanırken düzlem geometriler için geliştirilen Bean modeli (denklem 3.3) kullanılmıştır. ΔM ise manyetizasyon farkı olup, M-H ilmeğinde ikinci ve beşinci çeyreklerdeki manyetizasyon değerleri arasındaki farktır. Burada ΔM , emu/cm³ ve J_c , A/cm² birimlerindedir.

Kritik akım yoğunluğu hesaplanan örnekler dikdörtgenler prizması şeklinde olup, kesit alanı $2a \times 2b$ ve $b \geq a$ şeklinde olmalıdır.



Şekil 31. (a) 25 K sıcaklığında MgB₂ örneği için ölçülen tipik bir M-H döngüsü, (b) Silindirik örnekten bu ölçüm için kesilmiş numune



Şekil 32. Örneklerin 25 K’de manyetik alana bağlı kritik akım yoğunlukları

Örneklerin denklem (3.2) kullanılarak elde edilen manyetik alana bağlı kritik akım yoğunluğu değişimleri Şekil 32’de gösterilmiştir. Sabit sıcaklıkta uygulanan manyetik alan arttıkça kritik akım yoğunluğu azalır. En yüksek kritik akım yoğunluğu değeri nano bor tozu (%99 saflıkta) ile üretilen B9 örneğinde $2,43 \times 10^5$ A/cm², hemen ardından B4 örneğinde $2,10 \times 10^5$ A/cm² ve en düşük kritik akım yoğunluğu değeri ise kristal bor tozu kullanılarak üretilen B8 örneğinde $2,25 \times 10^4$ A/cm² olarak hesaplanmıştır.

MgB₂ birçok element ile kimyasal olarak inert olmasına rağmen, süperiletken özellikleri toz kristalinitesi ve kullanılan tozların saflığından etkilenir. Tane sınırlarında oluşan Mg ve B oksit gibi safsızlıklar süper akımların akışını engeller. B tozundaki artan saflık; artık direnci azaltır, iletkenliği artırır ve bunun sonucunda J_c ’deki artışla sonuçlanır. Şekil 32’de görüldüğü gibi tüm örnekler içerisinde en yüksek J_c değeri en yüksek saflıktaki B tozu kullanılarak üretilen B9 örneğinde elde edilmiştir. Bu sonuç literatürden elde edilen bilgiler ile tutarlıdır [35,56].

Ayrıca B tozunun kristalinitesi MgB_2 sentezlenmesinde önemli bir faktördür. Literatürde kristal borun amorf bora kıyasla daha büyük bir aktivasyon bariyerine sahip olduğu vurgulanmaktadır [31]. Kristal bor tozu kullanılarak üretilen MgB_2 örneklerinde, MgB_2 faz oluşumu Mg_2B_{25} gibi dengesiz fazların oluşumu yoluyla meydana gelir [57]. Kristal bor tozu genellikle $900^\circ C$ 'den daha yüksek sıcaklıklarda reaksiyona girerken amorf bor $600^\circ C$ gibi nispeten düşük bir sıcaklıkta tamamen reaksiyona girer [31].

MgB_2 üretiminde diğer önemli faktör ise başlangıçta kullanılan B ve Mg tozlarının parçacık boyutu dağılımıdır. Çünkü sonuçta elde edilen örnek yoğunluğunu belirleyen önemli bir faktördür. Bu çalışmada aynı bor tozu saflık değerine sahip (%86-88B, <12% Mg) B1 ve B2 örneklerinden B1 örneğinde kullanılan bor tozunun tane boyutu $<1,5 \mu m$ iken B2 örneğinde kullanılan bor tozu tane boyutu $<1 \mu m$ 'dir. İkinci bir örneklendirme olarak aynı bor tozu saflık değerine sahip (%95-97 B, <1.5% Mg) B6 ve B7 örneklerinin tane boyutları ise sırasıyla $<1 \mu m$ ve $<800 nm$ 'dir. Bu iki grup örneğin J_c değerleri Şekil 32'de incelendiğinde literatürle uyumlu olarak, daha küçük bor taneciklerine sahip B2 örneğinin J_c değeri B1 örneğinden yüksek ve yine küçük boyutlu bor taneciklerine sahip B7 örneğinin J_c değeri ise B6 örneğinkinden yüksek olduğu belirlenmiştir.

İri taneli toz kullanımı MgB_{2+x} gibi süperiletken olmayan borca zengin safsızlık fazlarının oluşumuna neden olur. Wang ve arkadaşları başlangıç tozlarının niteliğini, in-situ yöntemiyle ürettikleri Fe kaplı MgB_2 şeritlerinin mikro yapı ve süperiletken özellikleri üzerine etkisini araştırdılar. İnce Mg tozu kullanımının ($10 \mu m$) daha yüksek örgü gerilimi, daha iyi iletkenlik ve bunun sonucunda J_c 'de artışa neden olduğunu buldular. $10 \mu m$ boyutundaki Mg tozuyla üretilen örnekler $40 \mu m$ ve $70 \mu m$ ile üretilenlere göre daha yüksek bir J_c gösterdi [58]. Çünkü MgB_2 'de tane sınırı pinning'i dominant mekanizma olduğundan B ve Mg için daha ince parçacık boyutu daha yüksek performansa yol açar.

4. SONUÇLAR

Bu tez çalışmasında 250°C’de sıcak presleme yapılan ve ardından 775°C’de tek adımda sinterleme yöntemi ile silindirik MgB_2 süperiletken örnekleri dokuz farklı bor tozu ve tek tip magnezyum tozu kullanılarak üretildi. Örneklerin yapısal analizleri XRD, SEM, EDX analizleriyle, süperiletken özellikleri ise manyetik kaldırma kuvveti, yanal (kılavuzlama) kaldırma kuvveti ve manyetik alana bağlı manyetizasyon ölçümleri (M-H) ile incelendi.

XRD analizinde tüm örneklerde MgB_2 ana fazının yanında MgO safsızlık fazı ve artık Mg fazının olduğu gözlenmiştir. Artık Mg fazının varlığı örnek üretiminde fazladan Mg eklenmesi ile açıklanabilir. Bununla birlikte nano bor tozu kullanılarak üretilen B9 örneğinin XRD deseninde diğer örneklerle kıyasla Mg piki şiddetinin daha az olduğu gözlenmiştir. Bunun sebebi olarak nano boyuttaki bor taneciklerinin MgB_2 fazı oluşturmak için Mg ile reaksiyona girebilmesinin diğer örneklerle kıyasla daha kolay olduğu anlamına gelmektedir.

Örneklerle ait SEM fotoğrafları incelendiğinde özellikle en düşük saflık ve en yüksek tane boyutuna sahip olan B1 örneğinde gözenekli (boşluklu) yapının diğer örneklerle kıyasla fazla olduğu gözlenmiştir. B9 örneği ise nano boyutlu bor tanelerinden oluşması sebebiyle taneler arası kaynaşmanın daha fazla olduğu dolayısıyla boşluklu yapının daha az olduğu gözlenmiştir.

Örneklerin EDX görüntülerinde; B4 ve B8 örneklerinde borun küçük yoğunlaşma bölgeleri göze çarpsa da, tüm örneklerde hem bor hem de magnezyum yapı içerisinde homojen bir dağılım göstermiştir. Bununla birlikte grafiklerde bora ait piklerin küçük olmasında EDX analizinde borun tespit edilmesindeki zorluğun etkisi de mevcuttur. Görüntülerde magnezyumun yapıda yoğun şekilde görülmesinde, hem bor tozlarının üretiminde fazladan Mg eklenmesinin hem de bor tozlarının SHS yöntemiyle üretilmesinin etkisi vardır. EDX analizinde ortaya çıkan oksijen varlığının MgO fazı sebebiyle olduğu söylenebilir.

25 K sıcaklıkta yapılan manyetik kaldırma kuvveti ölçümlerinde maksimum itici kuvvetin en yüksek değeri 15,48 N olarak B4 örneğinde elde edilmiştir. En düşük maksimum itici manyetik kuvvet değeri ise 8,00 N olarak kristal bor tozundan üretilen B8 örneğine aittir. Yine 25 K sıcaklıkta en yüksek çekici kuvvet değeri -4,72 N olarak B4 örneğinde ve en düşük çekici kuvvet kristal bor tozu ile üretilen B8 örneğinde -3,30 N olarak ölçülmüştür. B8 örneğinin MgB₂ örnekleri arasında en düşük manyetik kuvvet performansı göstermesi taneler arası zayıf bağlantının bir sonucudur. Bu sonuç kritik akım yoğunluğu sonucu ile tutarlıdır.

ZFC ve FC rejimlerinde yapılan ölçümlerde bor tozlarının saflığının artması ile kaldırma kuvveti değerinde belirgin bir artış görülmüştür ancak en yüksek saflık değerine sahip B9 örneğinde düşüş görülmüştür. Yanal kuvvet ölçümlerinde B8 örneğine ait histeresiz diğer örneklerle göre daha geniş olup, bu durum numune içerisinde diğer örneklerle kıyasla daha fazla normal faz yoğunluğundan kaynaklanmaktadır.

Kritik akım yoğunlukları karşılaştırıldığında nano bor tozu ile üretilen B9 örneği $2,43 \times 10^5$ A/cm² ile en yüksek J_c (0) değerine, kristal bor tozu ile üretilen B8 örneği ise $2,25 \times 10^4$ A/cm² ile en düşük J_c değerine sahip olduğu belirlenmiştir. Elde edilen bu sonuçlar, endüstriyel uygulamalar için en önemli süperiletken parametrelerinden biri olan kritik akım yoğunluğunun MgB₂ üretiminde kullanılan bor tozlarının saflığına, tane boyutuna ve kristal özellikleriyle yakından ilişkili olduğunu göstermiştir.

Düşük saflıktaki bor tozlarından üretilen B1 ve B2 örneklerinin, kaldırma kuvveti uygulamaları için uygun olduğu, yüksek saflıktaki bor tozundan üretilen B9 örneğinin ise yüksek J_c değeri elde edebilmek için uygun olduğu sonucuna varılmıştır. Bu çalışmanın sonucunda düşük saflıkta dolayısıyla daha düşük maliyetli bor tozlarının Maglev gibi manyetik kaldırma kuvveti uygulamalarında kullanılmak üzere üretilcek MgB₂ külçeleri için uygun olduğu belirlenmiştir.

Bu çalışmanın sonucunda bor tozu doğasının MgB₂ sentezindeki önemli parametrelerden biri olduğu anlaşılmıştır. Bor tozunun kristallik, parçacık boyutu ve saflığı MgB₂'nin mikro yapısını ve süperiletkenlik özelliklerini büyük ölçüde etkilediği tespit edilmiştir.

5. KAYNAKLAR

1. Bussmann-Holder, A. ve Keller, H., 2019. High-Temperature Superconductors: Underlying Physics and Applications, Zeitschrift für Naturforschung B, 75,1-2 (2019) 3-14.
2. Schmidt, V., V., The Physics of Superconductors: Introduction to Fundamentals and Applications, Grigorieva, I., V., First Edition, Springer, New York, 1997
3. Yoshioka, D., Meissner Effect Cannot Be Explained Classically, https://www.researchgate.net/publication/221677036_Meissner_effect_cannot_be_explained_classically 15 Nisan 2022
4. Ramakrishnan, T., V. Ve Rao, C., N., R., Superconductivity Today An Elementary Introduction, Second Edition, Universities Press (India) Limited, Hyderabad, 1999.
5. London, F., ve London H., The Electromagnetic Equations of The Supraconductor, Royal Society, 149,866 (1935) 71-88.
6. Tinkham, M., Introduction to Superconductivity, Second Edition, Dover Publications Inc., New York, 1996.
7. Poole, C., P., Farach, H., A., Creswick, R., J., Superconductivity, First Edition, Academic Press Inc., California, 1995.
8. Savaşkan, B., MgB₂ Süperiletkeninin Üretimi ve Bazı Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon, 2007.
9. Li, W., Explorations of Superconductivity Mechanism and High Critical Current Performance of MgB₂, Doctor of Philosophy, Institute for Superconducting and Electronic Materials, Faculty of Engineering, Wollongong, 2010.
10. Taylan Koparan, E., Farklı Altlıklar Üzerine Çökeltilmiş Ferromanyetik Çivileme Merkezleri Taşıyan MgB₂ İnce Filmlerin Üretimi ve Karakterizasyonu, Doktora Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon, 2012.
11. Lee, H., W., Kim, K., C. ve Lee, J., Review of Maglev Train Technologies, IEEE Transactions on Magnetics, 42,7 (2006) 1917-1925.
12. Vuchic, V., R. ve Casello J., M., An Evaluation of Maglev Technology and Its Comparison With High Speed Rail, Transportation Quarterly, 56,2 (2002) 33-49.

13. Baig, T., Al Amin, A., Deissler, R., J., Sabri, L., Poole, C., Brown, R., W., Tomsic, M., Doll, D., Rindfleisch, M., Peng, X., Mendris, R., Akkus, O., Sumption, M. ve Martens, M., Conceptual Designs of Conduction Cooled MgB₂ Magnets for 1.5 and 3.0T Full Body MRI Systems, Supercond. Sci. Technol., 30 (2017) 043002 1-32.
14. Zhao, Y., Feng, Y., Huang, D., X., Machi, T., Cheng, C., H., Nakao, K., Chikumoto, N., Fudamoto, Y., Koshizuka, N., Murakami, M., Doping Effect of Zr and Ti on The Critical Current Density of MgB₂ Bulk Superconductors Prepared Under Ambient Pressure, Physica C, 378-381 (2002) 122-126.
15. Rui, X., F., Zhao, Y., Xu, Y., Y., Zhang, L., Sun, X., F., Wang, Y., Z. ve Zhang, H., Improved Flux Pinning Behaviour in Bulk MgB₂ Achieved By Nano-SiO₂ Addition, Supercond. Sci. Technol., 17 (2004) 689-691.
16. CRC Press, High-Temperature Superconducting Devices for Energy Applications, Raja Sekhar Dondapati, First Edition, Taylor & Francis Group, Florida, 2021.
17. Güner, S., B., Levitasyon Uygulamaları İçin YBCO Tek Kristal Süperiletkenlerin Üretimi ve Karakterizasyonu, Doktora Tezi, Recep Tayyip Erdoğan Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Rize, 2017.
18. Khachan, J. Ve Bosi, S., Superconductivity, <http://www.physics.usyd.edu.au/~khachan/PTF/Superconductivity.pdf> 10 Mayıs 2022
19. İnandır, F., Farklı Alan Etkileri İçin II. Tip Süperiletkenlerin Manyetikzorlanımının Modellenmesi, Doktora Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon, 2006.
20. Buzea, C. ve Yamashita, T., Review of The Superconducting Properties of MgB₂, Supercond. Sci. Technol., 14 (2001) R115-R146.
21. Viljamaa, J., Kario, A., Dobrocka, E., Reissner, M., Kulich, M., Kovac, P. ve Habler, W., Effect of Heat Treatment Temperature on Superconducting Performance of B4C Added MgB₂/Nb Conductors, Physica C, 473 (2012) 34-40.
22. Larbalestier, D., C., Rikel, M., O., Cooley, L., D., Polyanskii, A., A., Jiang, J., Y., Patnaik, S., Cai, X., Y., Feldmann, D., M., Gurevich, A., Squitieri, A., A., Naus, M., T., Eom, C., B. ve Hellstrom, E., E., Strongly Linked Current Flow in Polycrystalline Forms of The New Superconductor MgB₂, Nature, 410 (2001) 186-189.
23. Zhu, Y., Wu, L., Volkov, V., Li, Q., Gu, G., Moodenbaugh, A., R., Malac, M., Suenaga, M. ve Tranquada, J., Microstructure and Structural Defects in MgB₂ Superconductor, Physica C, 356-4 (2001) 239-253.
24. Naito, M. ve Ueda, K., MgB₂ Thin Films For Superconducting Electronics, Supercond. Sci. Technol., 17 (2004) R1-R18.

25. Choi, H., J., Roundy, D., Sun, H., Cohen, M., L. ve Louie, S., G., The Origin of The Anomalous Superconducting Properties of MgB_2 , Nature, 418 (2002) 758-760.
26. Bhagurkar, A., G., Yamamoto, A., Wang, L., Xia, M., Dennis, A., R., Durrell, J., H., Aljohani, T., A., Babu, N., H. Ve Cardwell, D., A., High Trapped Fields in C-doped MgB_2 Bulk Superconductors Fabricated by Infiltration and Growth Process, Scientific Reports, 8 (2018) 13320 1-12.
27. Maeda, M., Kim, J., H., Oh, S., Li, W., X., Takase, K., Kuroiwa, Y., Dou, S., X. ve Takano, Y., Enhancing the Superconducting Properties of Magnesium Diboride Without Doping, J. Am. Ceram. Soc., 96,9 (2013) 2893-2897.
28. Vinod, K., Kumar, R., G., A. ve Syamaprasad, U., Prospects for MgB_2 Superconductors for Magnet Application, Supercond. Sci. Technol., 20 (2007) R1-R13.
29. Eisterer, M., Magnetic Properties and Critical Currents of MgB_2 , Supercond. Sci. Technol., 20 (2007) R47-R73.
30. Kortus, J., Mazin, I., I., Belashchenko, K., D., Antropov, V., P. ve Boyer, L., L., Superconductivity of Metallic Boron in MgB_2 , Phys. Rev. Lett., 86,20 (2001) 4656-4659.
31. Bhagurkar, A., Processing of MgB_2 Bulk Superconductor by Infiltration and Growth, Doctor of Philosophy, Brunel University, London, 2017.
32. Yamamoto, A., Shimoyama, J., Ueda, S., Katsura, Y., Horii, S. ve Kishio, K., Synthesis of High J_c MgB_2 Bulks with High Reproducibility by a Modified Powder-in-tube Method, Supercond. Sci. Technol., 17 (2004) 921-925.
33. Yamamoto, A., Tanaka, H., Shimoyama, J., Ogino, H., Kishio, K. ve Matsushita, T., Towards the Realization of Higher Connectivity in MgB_2 Conductors: In-situ or Sintered Ex-situ?, Japanese Journal of Applied Physics, 51 (2012) 010105-1-010105-6.
34. Kario, A., Nast, R., Habler, W., Rodig, C., Mickel, C., Goldacker, W., Holzapfel, B. ve Schultz, L., Critical Current Density Enhancement in Strongly Reactive Ex Situ MgB_2 Bulk and Tapes Prepared by High Energy Milling, Supercond. Sci. Technol., 24 (2011) 075011 1-7.
35. Xu, X., Qin, M., J., Konstantinov, K., Santos, D., I., Yeoh, W., K., Kim, J., H. Ve Dou, S., X., Effect of Boron Powder Purity on Superconducting Properties of MgB_2 , Supercond. Sci. Technol., 19 (2006) 466-469.
36. Zeng, R., Lu, L., Wang, J., L., Horvat, J., Li, W., X., Shi, D., Q., Dou, S., X., Tomsic, M. ve Rindfleisch, M., Significant Improvement in The Critical Current Density of In Situ MgB_2 by Excess Mg Addition, Supercond. Sci. Technol., 20 (2007) L43-L47.

37. Kah, P., Martikainen, J., Layus, P., Methods of Evaluating Weld Quality in Modern Production (Part 1), Proceedings of 16th International Conference, March 2011, Lappeenranta, 164-169.
38. Savaşkan, B., Taylan Koparan, E., Celik, S., Ozturk, K., Yanmaz, E., Investigation on The Levitation Force Behaviour of Malic Acid Added Bulk MgB₂ Superconductors, Physica C, 502 (2014) 63-69.
39. Savaşkan, B., Taylan Koparan, E., Güner, S., B., Çelik, Ş., Öztürk, K. ve Yanmaz, E., Effect of C₄H₆O₅ Adding on The Critical Current Density and Lateral Levitation Force of Bulk MgB₂, J Low Temp Phys, 181 (2015) 38-48.
40. Waseda, Y., Matsubara, E. ve Shinoda, K., X-Ray Diffraction Crystallography: Introduction, Examples and Solved Problems, 1, Springer, Sendai, 2011.
41. Ikram, M., Raza, A., Altaf, S., Rafi, A., A., Naz, M., Ali, S., Ahmad, S., O., A., Khalid, A., Ali, S. ve Haider, J., High Temperature Superconductors, Sajjad Haider, IntechOpen, 2021.
42. Yan, S., C., Zhou, L., Yan, G., Wang, Q., Y., Lu, Y., F., Effect of Carbon Doping on The Formation and Stability of MgB₂ Phase, Journal of Alloys and Compounds, 459 (2008) 452-456.
43. Yanmaz, E., Ozturk, K., Dancer, C., E., J., Basoglu, M., Celik, S., Grovenor, C., R., M., Levitation Force at Different Temperatures and Superconducting Properties of Nano-structured MgB₂ Superconductors, Journal of Alloys and Compounds, 492 (2010) 48-51.
44. Zeisberger, M., Gawalek, W. ve Giunchi, G., Magnetic Levitation Using Magnesium Diboride, Journal Of Applied Physics, 98 023905 (2005).
45. Nagamutsu J., Nakagawa N., Muranaka T., Zenitani Y. ve Akimitsu J., Superconductivity at 39 K in Magnesium Diboride, Nature, 410 (2001) 63-64.
46. Güner, S., B., Savaşkan, B., Öztürk, K., Çelik, Ş., Aksoy, C., Karaboğa, F., Koparan, E., T., Yanmaz, E., Investigation on superconducting and magnetic levitation force behaviour of excess Mg doped-bulk MgB₂ superconductors, Cryogenics, 101 (2019) 131-136.
47. Matthews, G., A., B., Mousavi, T., Santra, S., Grovenor, C., R., M., Grant, P., S. ve Speller, S., Improving the connectivity of MgB₂ bulk superconductors by a novel liquid phase sintering process, Supercond. Sci. Technol., 35 (2022) 065005 1-11.
48. Zeng, R., Lu, L., Wang, J., L., Horvat, J., Li, W., X., Shi, D., Q., Dou, S., X., Tomsic, M. ve Rindfleisch, M., Significant improvement in the critical current density of in situ MgB₂ by excess Mg addition, Supercond. Sci. Technol., 20 (2007) L43-L47.

49. Ma, Z., Liu, Y., Cai, Q. ve Yu, L., Significant improvement in the critical current density of MgB₂ bulks in situ sintered at low temperature by excess Mg addition, Physica C, 496 (2014) 49-52.
50. Öztürk, K., Çelik, Ş., Cansız, A., Determination of levitation force and pinning properties of (Sm123)_{1-x}(Yb211)_x bulk superconductor depending on Yb211 doping ratio, Phys. Status Solidi A, 206,11 (2009) 2569-2575.
51. Murakami, M., Oyama, T., Fujimoto, H., Gotoh, S., Yamaguchi, K., Shiohara, Y., Koshizuoka, N., Tanaka, S., Melt Processing of Bulk High T_c Superconductors and Their Application, IEEE Transactions on Magnetics, 27,2 (1991) 1479-1486.
52. Bugoslavsky, Y., Perkins, G., K., Qi, X., Cohen, L., F., Caplin, A., D., Vortex dynamics in superconducting MgB₂ and prospects for applications, Nature, 410 (2001) 563-565.
53. Li, H., L., Ruan, K., Q., Li, S., Y., Yu, Y., Wang, C., Y., Cao, L., Z., Upper critical field and the effect of Li doping on the activation energy in MgB₂, Physica C, 386 (2003) 560-564.
54. Erdem, Ö., Nd:YVO₄ Diyot Pompalamalı Lazer İle Radyasyona Tabi Tutulan MgB₂ Külçe Süperiletkenlerin Yapısal Ve Manyetik Özelliklerinin Karakterizasyonu, Doktora Tezi, K.T.Ü., Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon, 2014.
55. McMillan, W., L., Transition Temperature of Strong-Coupled Superconductors, Physical Review, 167,2 (1968) 331-344.
56. Chen, S., K., Yates, K., A., Blamire, M., G. ve MacManus-Driscoll, J., L., Strong Influence of Boron Precursor Powder on the Critical Current Density of MgB₂, Supercond. Sci. Technol., 18 (2005) 1473-1477.
57. Giunchi, G., Ripamonti, G., Raineri, S., Botta, D., Gerbaldo, R. ve Quarantiello, R., Grain Size Effects on the Superconducting Properties of High Density Bulk MgB₂, Supercond. Sci. Technol., 17 (2004) S583-S588.
58. Wang, D., Ma, Y., Yu, Z., Gao, Z., Zhang, X., Watanabe, K. ve Mossang, E., Strong Influence of Precursor Powder on the Critical Current Density of Fe-sheathed MgB₂ Tapes, Supercond. Sci. Technol., 20 (2007) 574-578.
59. Liao, X., Z., Serquis, A., Zhu, Y., T., Civale, L., Hammon, D., L., Peterson, D., E., Mueller, F., M., Nesterenko, V., F. ve Gu, Y., Defect Structures in MgB₂ Wires Introduced by Hot Isostatic Pressing, Supercond. Sci. Technol., 16 (2003) 799-803.
60. Takano, Y., Takeya, H., Fujii, H., Kumakura, H., Hatano, T. Ve Togano, K., Superconducting Properties of MgB₂ Bulk Materials Prepared by High-Pressure Sintering, Applied Physics Letters, 78,2914 (2001) 1-3.

61. Dancer, C., E., J., Mikheenko, P., Bevan, A., Abell, J., S., Todd, R., I., Grovenor, C., R., M., A Study of The Sintering Behaviour of Magnesium Diboride, Journal of the European Ceramic Society, 29 (2009) 1817-1824.
62. Lee, S., Y., Yoo, S., I., Kim, Y., W., Hwang, N., M. ve Kim, D., Y., Preparation of Dense MgB_2 Bulk Superconductors by Spark Plasma Sintering, J. Am. Ceram. Soc., 86,10 (2003) 1800-1802.
63. Giunchi, G., Ripamonti, G., Cavallin, T. Ve Bassani, E., The Reactive Liquid Mg Infiltration Process to Produce Large Superconducting Bulk MgB_2 Manufacts, Cryogenics, 46 (2006) 237-242.
64. Eisterer, M., Krutzler, C. ve Weber, H., W., Influence of The Upper Critical-Field Anisotropy on The Transport Properties of Polycrystalline MgB_2 , Journal of Applied Physics, 98,033906 (2005) 1-6.
65. Savaşkan, B., Güner, S., B. ve Koparan, E., T., MgB_2 Külçe Örneklerine SiC Eklenmesi ile Manyetik Kaldırma ve Kılavuzlama Kuvvetinin İyileştirilmesi, Karaelmas Fen ve Mühendislik Dergisi, 8,2 (2018) 595-601.
66. De Silva, K., S., B., Xu, X., Li, W., X., Zhang, Y., Rindfleisch, M. ve Tomsic, M., Improving Superconducting Properties of MgB_2 by Graphene Doping, IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 21,3 (2011) 2686-2689.

ÖZGEÇMİŞ

2011 yılında Trabzon Yunus Emre Lisesi'nden mezun oldu. 2012 yılında başladığı Ondokuz Mayıs Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği bölümünden 2017 yılında mezun oldu. 2018 yılında Karadeniz Teknik Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği bölümünde Yüksek Lisans eğitime başladı. Yüksek Lisans eğitimi sırasında 1 adet BOREN projesinde bursiyer araştırmacı olarak görev yaptı.

