

T.C.
KASTAMONU ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**Pr KATKILANMIŞ Bi- 2212 SÜPERİLETKENİNİN ELEKTRİKSEL
VE MEKANİKSEL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

Elif AŞIKUZUN

FİZİK ANABİLİM DALI

KASTAMONU

2010

Her Hakkı Saklıdır

TEZ ONAYI

Kastamonu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı Yüksek Lisans öğrencisi **Elif AŞIKUZUN** tarafından hazırlanan “**Pr (Praseodymium) katkılanmış Bi-2212 süperiletkenlerinin elektriksel ve mekaniksel özelliklerinin incelenmesi**” adlı tez çalışması aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Kastamonu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı’nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Danışman : Yrd. Doç. Dr. Özgür ÖZTÜRK

Eş Danışman : Doç. Dr. Cabir TERZİOĞLU

Jüri Üyeleri :

Doç. Dr. Cabir TERZİOĞLU

Abant İzzet Baysal Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi
Fizik Bölümü

Doç. Dr. Mustafa YILMAZLAR

Sakarya Üniversitesi, Eğitim Fakültesi
İlköğretim Bölümü Fen Bilgisi Eğitimi ABD

Yrd. Doç. Dr. Özgür ÖZTÜRK

Kastamonu Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi
Fizik Bölümü

Yrd. Doç. Dr. Cihan PARLAK

Abant İzzet Baysal Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi
Fizik Bölümü

Yrd. Doç. Dr. A. Tolga TAŞÇI

Kastamonu Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi
Fizik Bölümü

Yukarıdaki sonucu onaylarım

Doç. Dr. Güran ÜNAL

Enstitü Müdürü

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

Pr KATKILANMIŞ Bi- 2212 SÜPERİLETKENİNİN ELEKTRİKSEL VE MEKANİKSEL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Elif AŞIKUZUN

Kastamonu Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı

Danışman: Yrd. Doç. Dr. Özgür ÖZTÜRK
Eş Danışman: Doç. Dr. Cabir TERZİOĞLU

Bu çalışmada, yüksek sıcaklık süperiletken hazırlamak için en çok kullanılan yöntem olan katıhal tepkime yöntemi kullanıldı ve *Pr* (Presedyum) katkı *Bi* – 2212 süperiletken numuneleri $840^{\circ}C$ de 50 saatlik tavlama sonucu üretildi. Bu işlemten sonra, yapılan katkılanmanın süperiletkenlik, yapısal ve mekanik özellikleri üzerine etkileri incelendi. Karşılaştırma yapmak için aynı şartlarda katkısız numune de hazırlandı. Elektrik ve süperiletkenlik özelliklerini belirlemek için *dc* öz direnç, mekanik özelliklerini belirlemek için ise mikrosertlik ölçümleri yapıldı. Vickers mikrosertlik, elastik modülü, gerilme ve kırılma dayanımı değerleri de katkı ve katkısız numuneler için ayrı ayrı hesaplandı. Daha sonra, sertlik ölçümlerinin deneysel sonuçları, Kick's yasası, *PSR* modeli, modifiye edilmiş *PSR* modeli (*MPSR*) ve Hays Kendal yaklaşımı kullanılarak analiz edildi ve Hays Kendal yaklaşımı en başarılı model olarak belirlendi. Bunların yanı sıra, yükten bağımsız olarak da Vickers mikrosertlik, elastik modülü, gerilme ve kırılma dayanımı değerleri de katkı ve katkısız numuneler için ayrı ayrı hesaplandı. Faz analizi ve örgü parametrelerinin belirlenmesi için X ışınları kırınımı analizi (*XRD*), mikroyapı incelemeleri için de taramalı elektron mikroskopu (*SEM*) ölçümleri yapıldı. Bu sonuçlara göre, *Pr* katkı numune ile saf numune karşılaştırıldığında, *Pr* katkısı ile *c* örgü parametresinin azaldığı ve taneciklerin küçüldüğü, T_c^{onset} değerinin arttığı, T_c^{offset} ve sertlik değerlerinin ise azaldığı gözlemlendi. Sonuç olarak, tüm bu ölçümler kullanılarak, *Pr* katkısının *Bi* – 2212 süperiletkeninin süperiletkenlik özellikleri ve kristal yapısı üzerine etkisi yapılan analizlerle detaylı olarak araştırıldı.

2010, 111 sayfa

Anahtar Kelimeler: *Bi* – 2212 fazı, Yüksek sıcaklık süperiletkenleri, *Bi*- tabanlı süperiletkenler, Kritik sıcaklık, Mekanik özellikler, Vickers mikrosertlik, Elastik Modülü, Kırılma dayanımı, Gerilme, Çentik boyutu etkisi (*CBE*).

ABSTRACT

MSc THESIS

THE INVESTIGATION OF ELECTRICAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF Pr DOPED Bi-2212 SUPERCONDUCTOR

Elif AŞIKUZUN

Kastamonu University
Institute of Natural and Applied Sciences
Department of Physics

Supervisor: Yrd. Doç. Dr. Özgür ÖZTÜRK
Co- Supervisor: Doç. Dr. Cabir TERZİOĞLU

In this study, we have investigated the effect of the praseodymium doping on structural, superconducting and mechanical properties of the *Bi – 2212* superconductors annealed 840°C for 50 hour. The samples are prepared by the conventional solid-state reaction method that this method is the most widely used method for preparing high temperature superconductors. For comparison, undoped sample was prepared in the same conditions. The experimental works in this study consist of *dc* electrical resistivity measurement for electrical and superconducting properties, microhardness measurement for mechanic properties. Vickers microhardness, Young's modulus, fracture toughness and yield strength values were calculated separately for doped and undoped samples. Later, experimental results of hardness measurements were analyzed using the Kick's law, proportional sample resistance (*PSR*), modified proportional sample resistance (*MPRS*) model and the Hays-Kendall (*HK*) approach and the Hays- Kendall approach was determined as the most successful model. In addition to these, we have calculated the load independent hardness, Young's modulus, fracture toughness and yield strength values of samples. Powder X-ray diffraction (*XRD*) for phase analyses and lattice parameters, and scanning electron microscopy (*SEM*) for microstructure examination. According to these results, *Pr* doping, in comparison with undoped samples, were decreased the lattice parameter *c* and grain size, T_c^{onset} values increased, T_c^{offset} and microhardness values decreased with increasing *Pr* doping in comparison with undoped samples. As a result, by using all these measurements, the effect of *Pr* doped on superconductivity properties and crystal structure of *Bi – 2212* superconductor were investigation in detail.

2010, 111 pages

Key Words: *Bi – 2212* Phase, High temperature superconductor, Bi-based superconductor, Critical temperature, Mechanic properties, Vickers microhardness, Young' s modulus, Fracture toughness, Yield strength, Indentation size effect (*ISE*).

TEŞEKKÜR

Lisans öğrenimim boyunca fizikte temel konu ve kavramları öğrenmemde, Yüksek Lisans çalışmam süresince de süperiletkenlik konusunun alt yapısını oluşturmamda engin bilgisini, öneri ve yardımlarını esirgemeyen, akademik ortamda olduğu kadar beşeri ilişkilerde de fikirleriyle yetişme ve gelişmeme katkıda bulunan değerli hocam, danışmanım Sayın Yrd. Doç. Dr. Özgür ÖZTÜRK' e en içten teşekkürlerimi ve saygılarımı sunarım.

Yine, gerek teorik gerek deneysel çalışmalarım süresince her zaman bilgi ve tecrübesinden yararlandığım eş danışmanım, Abant İzzet Baysal Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Dekan Yardımcısı Sayın Doç. Dr. Cabir TERZİOĞLU' na teşekkürü bir borç bilirim.

Deneysel ölçümler konusunda ki yardımlardan dolayı Sakarya Üniversitesi Eğitim Fakültesi, Fen Bilgisi Eğitimi Anabilim Dalı Başkanı Sayın Doç. Dr. Mustafa YILMAZLAR' a, Abant İzzet Baysal Üniversitesi Fizik Bölümü Öğretim Üyesi Sayın Yrd. Doç. Dr. Mustafa AKDOĞAN' a ve Arş. Gör. Gürcan YILDIRIM' a teşekkür ederim.

En son ve en büyük teşekkürüm ise bugüne kadar hiçbir zaman desteklerini esirgemeyen annem Yıldız AŞIKUZUN'a ve kardeşim Öğr. Gör. Ezgi AŞIKUZUN'a.

Elif AŞIKUZUN
Kastamonu, Aralık 2010

İÇİNDEKİLER

ÖZET	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR	iii
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ.....	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ	x
1. KURAMSAL BİLGİLER	1
1.1 Giriş.....	1
1.2 Süperiletkenlerin Özellikleri.....	8
1.2.1 Kritik Sıcaklık.....	9
1.2.2 Sıfır Direnç Özelliği.....	10
1.2.3 Süperiletkenlerde Akımın Taşınması	13
1.2.4 Yüzey Akımları.....	14
1.2.5 Manyetik Özellikler.....	14
1.2.6 Mükemmel Diamanyetizma.....	15
i) Perdeleme akım diamanyetikliği	16
ii) Hacimsel Diamanyetizma.....	17
1.2.7 Kritik Manyetik Alan	17
1.2.8 I. Tip Süperiletkenler	17
1.2.9 II. Tip Süperiletkenler.....	18
1.2.10 Sızma Derinliği	19
1.2.11 Eş Uyum Uzunluğu	21
1.2.12 BCS Teorisi.....	22
1.2.13 BCS Teorisinin Sonuçları.....	23
1.3 Yüksek Sıcaklık Süperiletkenlerinin Tarihi	24
1.3.1 Kristal Yapısı	27
1.3.2 Bi Tabanlı Yüksek Sıcaklık Süperiletkenleri	28
1.3.3 $Bi_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+4+y}$ Sisteminin Kristal Yapısı	29
1.3.3.a $Bi_2Sr_2CuO_6$ (2201) Bileşiğinin Kristal Yapısı.....	32
1.3.3.b $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$ (2212) Bileşiğinin Kristal Yapısı	33
1.3.3.c $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ (2223) Bileşiğinin Kristal Yapısı	34

2. MATERYAL VE YÖNTEM.....	35
2.1 Giriş.....	35
2.2 Süperiletken Malzeme Hazırlama Teknikleri.....	35
2.2.1 Katıhal Tepkime Yöntemi	35
2.2.2 Eritme- Döküm Yöntemi	37
2.2.3 Çökeltme Yöntemi	38
2.3 Numunelerin Üretilmesi	38
2.3.1 <i>Pr</i> Katkılanmış <i>Bi</i> – 2212 Numunelerinin Hazırlanması.....	38
2.3.2 Tabletlerin Preslenmesi	39
2.3.3 Tabletlerin Sinterlenmesi.....	39
2.4 Deneysel Ölçümler.....	44
2.4.1 X-Işını Difraksiyonu Analizi (<i>XRD</i>)	44
2.4.2 Taramalı Elektron Mikroskobu Analizi(<i>SEM</i>).....	45
2.4.3 Elektriksel Direnç Ölçümleri (<i>R – T</i>)	45
2.4.4 Sertlik Ölçümleri.....	46
3. BULGULAR VE TARTIŞMA.....	49
4. SONUÇLAR.....	94
5. LİTERATÜR ÖZETLERİ.....	97
KAYNAKLAR.....	99
EKLER.....	106
EK 1 Tüp Fırın İçin Sıcaklık Bölgelerinin Belirlenmesi	106
ÖZGEÇMİŞ.....	110

SİMGELER VE KISALTMALAR

Simgeler

T_c :	Kritik sıcaklık
Pb :	Kurşun
Bi :	Bizmut
Sr :	Stronsiyum
Ca :	Kalsiyum
Cu :	Bakır
O :	Oksijen
Ba :	Baryum
Nb :	Niyobyum
Ge :	Germanyum
Y :	İtriyum
Pr :	Praseodymium
Tl :	Talyum
Hg :	Civa
V :	Vanadyum
Ni :	Nikel
K :	Potasyum
a, b, c :	Örgü parametreleri
J_c :	Kritik akım yoğunluğu
M :	Manyetizasyon
H_C :	Kritik Manyetik alan
H_{C1} :	Alt kritik manyetik alan
H_{C2} :	Üst kritik manyetik alan
χ :	Manyetik Duygunluk
H_v :	Vickers sertliği
n :	Meyer üssü
H_{HK} :	Hays-Kendall sertliği
H_{PSR} :	Orantılı numune direnci sertliği
H_{MPSR} :	Geliştirilmiş orantılı numune direnci sertliği
d_e :	Elastik deformasyon
d_p :	Plastik deformasyon

Kısaltmalar

BCS :	Bardeen, Cooper ve Schrieffer
$\mathcal{C}BE$:	Çentik boyutu etkisi
$T\mathcal{C}BE$:	Ters çentik boyutu etkisi
SEM :	Taramalı elektron mikroskobu
XRD :	X ışınları kırınımı
PSR :	Orantılı numune direnci
$MPSR$:	Geliştirilmiş orantılı numune direnci
HK :	Hays-Kendall
LRC :	Lineerlikten sapma katsayısı

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1 Normal bir metalin mutlak sıcaklıkta sonlu öz direnç eğrisi ve bir süperiletken için kritik T_C sıcaklıkta sıfıra düşüşü gösteren, $T(K)$ sıcaklığına göre ρ öz direncinin değişimi.....	3
Şekil 1.2 Şematik olarak manyetik alanın dışarı atılışı.....	4
Şekil 1.3 Kritik $\vec{B}_C$ alanının sıcaklıkla değişimi.....	5
Şekil 1.4 I. Tip ve II. Tip süperiletkenlerin manyetik alan altındaki davranışı.....	7
Şekil 1.5 Süperiletken ve süperiletken olmayan iki malzeme için direncin sıcaklıkla değişimi.....	10
Şekil 1.6 Süperiletkenliğe geçişte kritik sıcaklığın belirlenmesi.....	11
Şekil 1.7 a) Metallerde iletim ve b) Cooper çiftlerinin oluşumu.....	12
Şekil 1.8 a) Normal ve b) Süperiletken bir cismin etrafında manyetik akı dağılımı.....	13
Şekil 1.9 a) İdeal iletken ve b) Süperiletken' in manyetik alan altındaki davranışı.....	15
Şekil 1.10 a) I. ve b) II. tip süperiletkenlerin uygulanan alana karşı göstermiş oldukları magnetik davranış.....	18
Şekil 1.11 a) I. Tip ve b) II. Tip süperiletkenin manyetizasyonu.....	19
Şekil 1.12 Nüfuz derinliğinin manyetik alanla değişimi.....	20
Şekil 1.13 Cooper çiftlerinin zıt momentum ve spin gösterimi.....	23
Şekil 1.14 $BSCCO$ sisteminde a) $n = 1$, b) $n = 2$ ve c) $n = 3$ fazının kristal yapısı.....	31
Şekil 2.1 Pres (Specac) fotoğrafı.....	39
Şekil 2.2 a) $820^\circ C$, b) $830^\circ C$, c) $840^\circ C$ ve d) $850^\circ C$ de tavlanan katkısız $Bi - 2212$ için EDS analizleri.....	42
Şekil 2.3 Farklı ısıtma işlemleri altındaki katkısız $Bi - 2212$ için XRD analizleri.....	43
Şekil 2.4 PROTHERM programlanabilir tüp fırın.....	43
Şekil 2.5 Rigaku D/Max-IIIC difraktometresi.....	44
Şekil 2.6 JEOL JSM-6390LV Taramalı Elektron Mikroskobu.....	45
Şekil 2.7 Elektrik öz direnç ölçüm sisteminin şematik gösterimi.....	46

Şekil 2.8 Vickers mikrosertlik ölçüm sisteminin şematik gösterimi.	
a) Vickers çentiği, b) izin köşegen uzunlukları	47
Şekil 2.9 HMV Mikrosertlik Cihazı (SHIMADZU).....	48
Şekil 3.1 Numunelere ait <i>XRD</i> verileri	50
Şekil 3.2 Numunelere ait a) a (Å) – Pr konsantrasyonu (%), b) c (Å) – Pr konsantrasyonu (%) değişimi	52
Şekil 3.3 (008) düzlemine ait <i>XRD</i> pikleri.....	53
Şekil 3.4 a) <i>Temiz</i> , b) $Pr0.1$, c) $Pr0.3$, d) $Pr0.5$, e) $Pr0.7$ ve f) $Pr1.0$ numunelerine ait <i>SEM</i> fotoğrafları.....	58
Şekil 3.5 a) <i>Temiz</i> , b) $Pr0.1$, c) $Pr0.3$, d) $Pr0.5$, e) $Pr0.7$ ve f) $Pr1.0$ numunelerine ait <i>EDS</i> ölçümleri	65
Şekil 3.6 a) <i>Temiz</i> ve b) $Pr1.0$ numunelerine ait <i>EDS</i> ölçümleri ve tabloları	66
Şekil 3.7 T_C^{onset} ve T_C^{offset} değerlerinin Pr konsantrasyonuna göre değişimi.....	67
Şekil 3.8 a) Özdirence- Sıcaklık grafiği, b) Normalize Özdirence-Sıcaklık grafiği.....	69
Şekil 3.9 Pr konsantrasyonu ile oda sıcaklığı özdirencinin değişimi.....	70
Şekil 3.10 a) <i>Temiz</i> , b) $Pr0.1$, c) $Pr0.3$, d) $Pr0.5$, e) $Pr0.7$ ve f) $Pr1.0$ numuneleri için 2.940 N yük altındaki optik iz fotoğrafları	71
Şekil 3.11 Numunelere ait a) $H_V - Pr$ %, b) $E - Pr$ % ve c) $Y - Pr$ % değişimi.....	75
Şekil 3.12 Numunelerin dinamik mikrosertliğinin uygulanan yüke bağlı olarak değişimi.....	76
Şekil 3.13 Numuneler için plastik deformasyonun (d_p) uygulanan yükün kareköküne ($F^{1/2}$) bağlı olarak değişimi	77
Şekil 3.14 Numunelere uygulanan yükün (F), çenticinin köşegen uzunluklarının karesi (d^2) ile değişimi	79
Şekil 3.15 Çenticinin köşegen uzunluğu d' nin F/d' ye karşı grafiği	80
Şekil 3.16 Yükten bağımsız a) $H_0 - Pr$ %, b) $E - Pr$ % ve c) $Y - Pr$ % değişim grafiği.....	83
Şekil 3.17 Numunelerin Meyer Kanununa göre $\ln F - \ln d$ grafiği.....	85
Şekil 3.18 Numunelerin <i>PSR</i> Modeline göre $F/d - d$ grafiği.....	87

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 1.1 Bazı elementlere ait dalga boyları.....	21
Çizelge 3.1 <i>XRD</i> verilerine göre hesaplanan <i>a</i> ve <i>c</i> örgü parametreleri ile fazların hacim oranları.....	52
Çizelge 3.2 Numunelerin yük taşıyıcı konsantrasyonları ve tanecik büyüklükleri	55
Çizelge 3.3 Şekil 3.5 (a) grafiğine ait veriler	60
Çizelge 3.4 Şekil 3.5 (b) grafiğine ait veriler	61
Çizelge 3.5 Şekil 3.5 (c) grafiğine ait veriler.....	62
Çizelge 3.6 Şekil 3.5 (d) grafiğine ait veriler	63
Çizelge 3.7 Şekil 3.5 (e) grafiğine ait veriler	64
Çizelge 3.8 Şekil 3.5 (f) grafiğine ait veriler	65
Çizelge 3.9 Numunelere ait T_C , ρ ve ΔT_C değişimleri	70
Çizelge 3.10 Numunelere uygulanan yüke bağlı olarak hesaplanan H_V , E , Y ve K_{IC} değerleri	72
Çizelge 3.11 Denklem (3.1) kullanılarak hesaplanan H_o , d_e ve LRC değerleri	78
Çizelge 3.12 Denklem (3.2) kullanılarak hesaplanan H_o , F_o ve LRC değerleri	79
Çizelge 3.13 Denklem (3.3) kullanılarak hesaplanan H_o , γ ve LRC değerleri	81
Çizelge 3.14 Numunelere uygulanan yükten bağımsız hesaplanan E_0 , Y_0 ve K_{IC} değerleri	81
Çizelge 3.15 Meyer yasasına göre elde edilen R , $\ln A_{1K}$ ve n_k değerleri.....	86
Çizelge 3.16 $F/d - d$ grafiğine göre hesaplanan yükten bağımsız sertlik, W_{PSR} , A_{1PSR} ve LRC değerleri.....	88
Çizelge 3.17 $F - d$ grafiğine göre hesaplanan yükten bağımsız sertlik, W_{MPSR} , A_{0MPSR} , A_{1MPSR} ve LRC değerleri	90
Çizelge 3.18 Yükten bağımsız hesaplanan sertlik değeri W_{HK} , n_{HK} ve LRC değerleri	92

1. KURAMSAL TEMELLER

1.1 Giriş

Süperiletkenlik, belirli maddelerin, doğru akımı hiçbir dirençle karşılaşmaksızın iletebilmek için, aşırı düşük sıcaklıklara soğutuldukları zaman gösterdikleri özelliklerdir. Başka bir deyişle, sıcaklığı belirli bir değerin altına düşürüldüğü zaman doğru akım altında elektriksel dirençleri sıfır olan malzemelere süperiletken denir. Direnç ne kadar büyükse, uygulanması gereken gerilim ve kaybolan enerji de o kadar büyük olur. Fakat bazı iletkenlerde malzeme, kritik sıcaklık denilen bir sıcaklığın altına kadar soğutulduğunda, akımı taşıyan elektronlar enerjilerini ısıya çevirme yeteneklerini kaybederler ve direnç sıfıra düşer. Bu durumda herhangi bir gerilim uygulamadan ve enerji kaybetmeden bir akım yaratmak mümkün hale gelir. Başka bir deyişle, ideal metalik bir yapıda madde kritik sıcaklığın altına soğutulduğunda, fonon etkisi ortadan kalkar ve elektronlar yapı içerisinde örgü ile hiçbir etkileşmeye girmeden rahatlıkla hareket ederler. Bu durumda yapının direnci, kritik sıcaklığın altında aniden sıfıra düşer. İşte kritik sıcaklığın altındaki bu malzemeye süperiletken madde denir. Bu bize, elektrik akımının sıradan iletkenlerde dirençten doğan ve ısı olarak yayılan enerji kaybını engelleme olanağı verir ki bu yaklaşık %3 ile %10 arasında bir değerdedir. Binlerce metal alaşımın da birbirlerinden farklı şartlarda süperiletken olabileceği anlaşılmasıyla birlikte, her geçen gün bu maddelere yenileri eklenmektedir. Bugün hala, insanların yaşayabilecekleri şartlarda ve sıcaklıklarda bilinen teknolojik uygulamalarda kullanılabilecek özelliklere sahip süperiletken bir madde bulunmuş değildir. Her şey bir yana, öncelikle böyle bir süperiletken madde, insanlık tarihinin en önemli sıkıntılarından biri olan enerji sorununu kendiliğinden çözecektir.

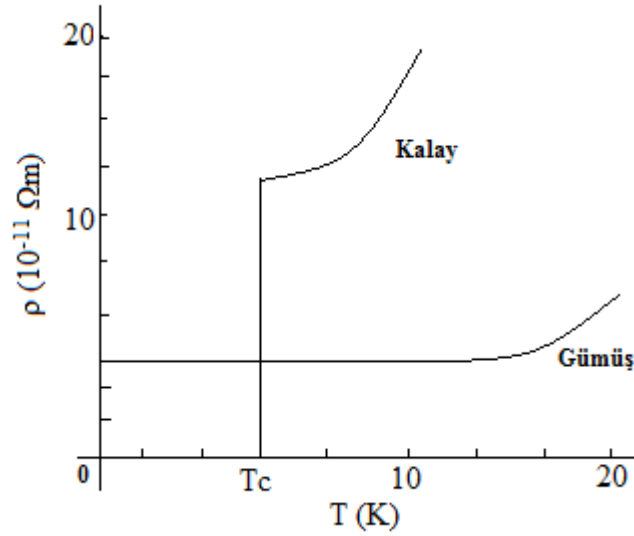
Elektronlar, kusursuz bir örgüye kıyasla, bir kristalde bulunan yapısal kusur veya kirlilik değişimlerinden dolayı saçılırlar. Ayrıca, normal modlardaki örgü iyonlarının, katıda hareket eden ses dalgalarına benzer bir olayı meydana getiren titreşimleri vardır. Bu dalgalara fonon diyoruz. Sıcaklık arttıkça örgüde daha çok fonon oluşmaktadır. Bunun sonucunda da, iletim elektronlarını saçan ve daha fazla dirence sebep olan bir elektron-fonon etkileşmesi oluşur. Bu yüzden, sıcaklık azaldıkça metalin elektriksel direnci azalmaktadır. Ancak, kristal kusurlarından dolayı

mutlak sıfır civarında bile bir artık direnç beklenir. Bu nedenle, bazı katıların elektriksel direncinin yeterince düşük sıcaklıklarda tamamen yok olması, olağanüstü gibi görünmektedir.

Süperiletken içerisindeki elektronların davranışı ise oldukça farklıdır. Bu yapı içerisinde de safsızlıklar ve örgü kusurları bulunmaktadır. Fakat iletken içerisindeki süper elektronlar karışık örgü içerisinde herhangi bir engelle maruz kalmadan hareket ederler. Çünkü herhangi bir şeyle çarpışmayacaklar, herhangi bir sürtünme meydana gelmeyecek ve bunun sonucunda akım ve enerji, hiçbir kayba uğramadan iletilecektir.

Süperiletken malzeme içerisinde hareket eden elektronların neden herhangi bir engelle karşılaşmadıkları sorusu bilim adamlarını yıllarca meşgul etmiştir. Bir madde ısıtıldığında örgü titreşimleri artarken, soğutulduğunda bu titreşimler azalır. Önceki araştırmacılar, madde içerisindeki atomik titreşimlerin, örgü içerisinde elektronların daha kolay geçmesine yardımcı olduklarına inanıyorlardı. Fakat bu durum sıcaklık arttığında direncin düşeceğinin bir göstergesiydi. Bu ve buna benzer basit fikirler süperiletkenliğin açıklanmasında yeterli olmamıştır. Süperiletkenlik durumu kolayca açıklanamayacak kadar karmaşıktır.

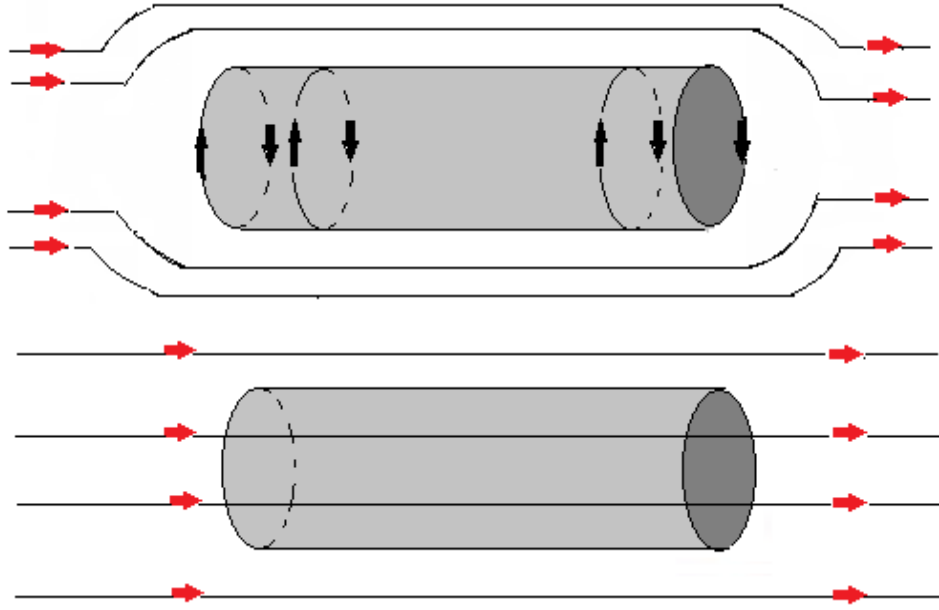
Süperiletkenlik ile ilgili yapılan ilk çalışmalar 1908 yılında H. Kamerling Onnes' in, Leiden' de helyumu sıvılaştırması ile başlamıştır. Onnes 1911 yılında yaptığı çalışmalar sonucunda, katı cıvanın T_c kritik sıcaklık denilen belirli bir sıcaklığın altında soğutulduğunda elektriksel direncinin ölçülemeyecek kadar küçük bir değere düştüğünü buldu (Onnes 1911). Sıcaklık $T_c = 4.2$ K'nin altına düşerken, cıva normal durumdan süperiletken bir duruma geçmiştir. O zamandan beri 30 K'e kadar yüksek kritik sıcaklıkların altında diğer birçok element, bileşikler ve alaşımlar süperiletken olarak bilinmektedir. Fakat bütün maddeler süperiletken değildir. Şekil 1.1, süperiletken kalay ve süperiletken olmayan gümüş için çok düşük sıcaklıklarda öz direncin sıcaklıkla değişimini göstermektedir. Bir süperiletkende akım, ölçülebilir bir azalma olmaksızın senelerce öyle akabilir.



Şekil 1.1 Normal bir metalin mutlak sıcaklıkta sonlu öz direnç eğrisi ve bir süperiletken için kritik T_c sıcaklıkta sıfıra düşüşü gösteren, T (K) sıcaklığına göre ρ öz direncinin değişimi

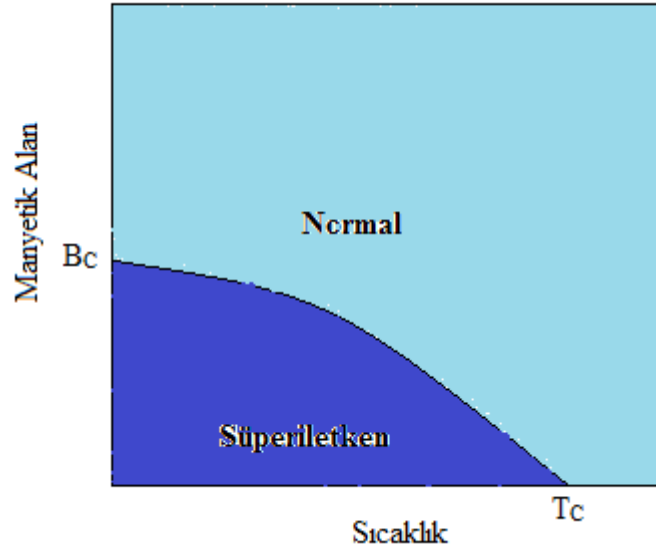
1933’ de Meissner ve Oschenfeld süperiletken bir maddeyi, bir manyetik alan etkisinde kritik sıcaklığının altına soğutulurken süperiletken maddenin iç kısmındaki tüm manyetik akıyı dışarı attığını buldular (Meissner ve Ochsenfeld 1933). Manyetik alan madde kritik sıcaklığının altına soğutulduktan sonra uygulanırsa, yine manyetik akı süperiletkenin dışarı atılır (Şekil 1.2). Bu nedenle bir süperiletken maddenin tam bir diamagnet gibi davrandığını söyleyebiliriz. Meissner olayının her ikisi de Şekil 1.2’ de gösterilmektedir.

Lenz yasasına göre, manyetik akı bir devre içinde değiştiği zaman, devrede akıdaki değişime karşı koyacak yönde bir indirgenmiş akım meydana gelir. Diyay manyetik bir atomdaki yörüngesel elektronlar dönme hareketlerini, dıştan uygulanan manyetik alana karşı koyacak şekilde bir net manyetik moment oluşturmak üzere düzenlerler. Bunu şu şekilde açıklayabiliriz: Bir dış manyetik alan bir süperiletkenin içine nüfuz edemez, çünkü hareketleri bir atomdaki gibi engellenmemiş olan süperiletkendeki iletim elektronları hareketlerini, dış alana zıt yönde bir manyetik alan oluşturacak şekilde ayarlarlar. Bu durumda süperiletken madde tek bir diya manyetik atom gibi davranır. Böylece süperiletkenlerin, manyetik akının dışarlanması ve akım akışına direncin bulunmayışı şeklindeki iki ana özelliği birbiriyle ilişkilendirilmiştir.



Şekil 1.2 Şematik olarak manyetik alanın dışarı atılışı. Üst tarafta Meissner olayı gösterilmektedir (Rose 1978).

Eğer dış alan kritik B_c denilen belirli bir değerin üzerine artırılırsa, malzemenin süperiletkenliğinin kalmadığı ve normal hale geldiği görülmektedir. Belirli bir metal için bu kritik alanın değeri sıcaklığa bağlıdır (Şekil 1.3'te kurşun için gösterildiği gibi). Dış manyetik alan artarken buna bağlı olarak kritik sıcaklık, $B > B_c(0 K)$ oluncaya kadar düşer. Bu metal için hiç bir sıcaklıkta süperiletkenlik yoktur. Bunu şöyle anlayabiliriz: Bir süperiletken madde üzerine T_c 'nin altında bir sıcaklıkta bir manyetik alan uygulandığını varsayalım. Süperiletken, bu alanı Meissner olayı nedeniyle dışarıda atacaktır. Manyetik alandaki enerji azalması, süperiletken akımı oluşturan elektronların artan enerjisi olarak ortaya çıkar. Dış manyetik alanın şiddeti artarken süperiletken tarafından kazanılmış enerji de artar. Alanın kritik B_c değerinde süperiletken durumun enerjisi normal durumun enerjisinden daha fazla olur, böylece materyal normal hale gelir.



Şekil 1.3 Kritik B_c alanının sıcaklıkla değişimi (Rose 1978).

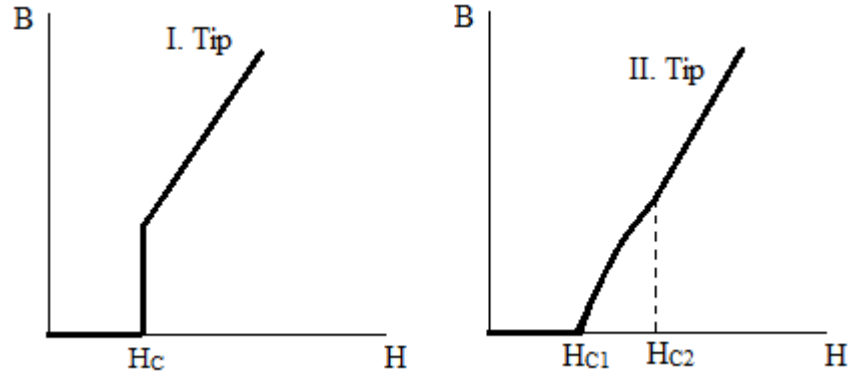
1950’ de yapılan deneyler, aynı elementin farklı izotoplarından oluşmuş kristalin kritik sıcaklığının izotopik kütleyle bağlı olduğunu açıkladığı zaman, süperiletkenlik olayında örgü titreşiminin oynadığı önemli rol kanıtlanmış oldu. M , katının ortalama izotopik kütlesi olup, $M^{1/2}T_c = \text{sabit}$ ile verilen bu bağımlılığa *izotop etkisi* denir. Bu bağıntı, örgü titreşimleri olmadığında ($M \rightarrow \infty$ olduğunda) kritik sıcaklığın sıfıra gideceğini (böylece süperiletkenlik yok) göstermektedir. Örgü titreşimlerinin önemi, süperiletkenlik olayından elektron-fonon etkileşmesinin sorumlu olduğu bir durumu önermektedir. Katının serbest parçacık modelinde, ihmal edilen bu elektron-fonon ve elektron-elektron etkileşmelerini artık bir tarafa bırakamayız. 1957’ de Bardeen, Cooper ve Schrieffer, bu etkileşmeleri de içine alan *BCS* teorisi olarak da bilinen ayrıntılı bir mikroskobik teori ileri sürdüler (Bardeen, Cooper ve Schrieffer 1957). *BCS* teorisi, mutlak sıfır civarındaki süperiletkenliği açıklamaya yöneliktir. Cooper, atomik örgü titreşimlerinin doğrudan bütün elektronları birleştirmekten sorumlu olduğunu fark etmiştir. Bu titreşimler, elektronların takım halinde çiftlenmesine neden olur ve kristal örgü içerisindeki engellerle herhangi bir temasa girmeden aralarından geçmelerini sağlar. Bu elektronların oluşturduğu takımlara Cooper çiftleri adı verilmektedir. Cooper ve arkadaşları normalde bir elektronun diğer elektronu itmesi gerektiğini ve süperiletken içerisinde ezici bir çekiciliğin olması gerektiğini düşünüyorlardı. Bu ikilemin çözümü fononlarda bulundu. Teorilerine göre,

süperiletken örgü içerisindeki pozitif yüklenmiş bir bölgeden negatif yüklü bir elektron geçtiğinde örgüde bir büzüşme meydana geliyordu. Elektron bu bölgeden çıkmadan ve örgü eski pozisyonuna gelmeden önce bu bölgeden geçen ikinci bir elektronun diğer elektron tarafından itilmesi beklenirken, bu pozitif etkileşimden dolayı elektronlar birbirlerine bağlanır. *BCS* teorisinin öngörülleri deneysel sonuçlarla mükemmel bir uyum içindedir. Şimdi bu teorisinin nitel bir modelini inceleyelim.

Katı içinde örgüde bitişik iyonların yakınından geçen bir elektron, bu iyonların bir süre birlikte hareket etmelerini sağlayacak ve her birine momentum kazandıracak bir dizi Coulomb etkileşimleri ile etkileyecektir. Örgünün özelliklerinden dolayı, bu artırılmış pozitif yük yoğunluğu bölgesi, örgü içinde momentum taşıyan bir dalga gibi yayılacaktır. Yani, elektron fonon salmaktadır. Fononun taşıdığı momentum, fonon saldığı zaman momentumu değişen elektron tarafından sağlanır. Eğer daha sonra ikinci bir elektron hareket eden artmış pozitif yük yoğunluğu bölgesinden geçerse, çekici bir Coulomb etkileşmesi görecektir ve dolayısıyla hareket eden bölgenin taşıdığı bütün momentumu soğurabilecektir. Yani ikinci elektron birinci elektron tarafından sağlanan momentumu yutmak suretiyle fononu yutabilir. Net etki, iki elektronun birbirleriyle bir miktar momentum değiş tokuşu yapması ve böylece birbirleriyle etkileşmesidir. Her ne kadar etkileşme, fononu bir araç olarak içeren iki basamaklı bir olay ise de, kesinlikle iki elektron arasında bir etkileşmedir. Ayrıca bu, çekici bir etkileşmedir. Çünkü basamaklardan herhangi birinde görülen elektron; çekici Coulomb etkileşmelerine katılmıştır. *BCS* teorisi, fonon değiş tokuş dizisinden ileri gelen iki elektron arasındaki çekim kuvvetinin, belirli koşullarda, yüklerin Coulomb etkileşmesinden (perdelenmiş) dolayı doğrudan aralarında meydana gelen itme kuvvetini biraz aşabileceğini göstermektedir. O zaman elektronlar birbirlerine zayıfça bağlı kalacak ve Cooper çifti denilen çifti oluşturacaklardır. Süperiletkenlikten Cooper çiftlerinin sorumlu oldukları düşünülmektedir.

Süperiletkenliğin birçok önemli uygulamaları vardır. Örneğin; Alanları, mıknatıs sargılarının içinde akan dirençsiz akımlardan doğan süperiletken elektromıknatısların, elektrik motorları ve jeneratörlerde kullanılması belirgin bir uygulamadır. Bu durumda küçük bir sorun ortaya çıkmaktadır; sarım tellerinde süperiletkenliğe karşı koyacak şekilde manyetik alanlar oluşur. Bu olumsuzluk, *II*. tip süperiletken malzemeler

kullanılarak giderilmiştir. Süperiletkenliğin mekanizması açısından *I.* ve *II.* tip süperiletkenler arasında bir fark yoktur. Her iki tür de sıfır manyetik alanda süperiletken-normal geçişi sırasında benzer ısısal özellikler gösterirler. Ancak, Meissner etkisi tümüyle farklıdır. *I.* tip iyi bir süperiletken manyetik alanı tamamen dışarı atar ve süperiletkenlik yok olduğu anda ise manyetik alan tümüyle içeri girer. *II.* tip iyi bir süperiletkende manyetik alan H_{C1} değerine kadar tümüyle dışarı atılır. H_{C1} ’ den yukarıda alan kısmen dışarı atılır ama ortam hala süperiletkendir. Daha yüksek bir H_{C2} değerinde akı tümüyle sistem içerisine girer ve süperiletkenlik yok olur.



Şekil 1.4 I. Tip ve II. Tip süperiletkenlerin manyetik alan altındaki davranışı

Süperiletkenliğin keşfinden sonra yapılan çalışmalarla elde edilen en yüksek kritik sıcaklığa sahip olan malzeme, T_c ’si $23,2 K$ olan Nb_3Ge alaşımı idi. Ayrıca süperiletkenliği mikroskopik olarak tanımlayan ve elektron-örgü-elektron etkileşmesi ile açıklayan Bardeen-Cooper-Schrieffer (*BCS*) teorisi, süperiletkenler için maksimum kritik sıcaklığın $30 - 35K$ civarında olmasını öngörüyordu. Fakat 1986 yılında, Bednorz ve Müller’in $La - Ba - Cu - O$ sisteminde yaklaşık $40 K$ ’de süperiletkenlik gözlemleri, bilimsel eğilimin bu konuya yönelmesini sağlamıştır (Bednorz ve Müller 1986). Bu çalışma yüksek sıcaklık süperiletkenler fiziğinin başlangıcı olmuştur.

Daha sonra Wu ve arkadaşları $La - Ba - Cu - O$ sistemindeki La 'nın yerine Y atomunun yerleştirilmesi sonucunda oluşan ($YBCO - 123$) numunesinde $92 K$ 'de süperiletkenliğe geçiş gözlemlenildi ve bu alanında büyük bir aşama kaydedilmesine yol açtılar (Wu vd. 1987).

1988 yılında Maeda, $Bi - Sr - Ca - Cu - O$ bileşiğinde $110 K$ 'de süperiletkenliği gözledi (Maeda vd. 1988). Aynı yıl Parkin ve arkadaşları (1988), kritik geçiş sıcaklığı $125 K$ olan $Tl - Ba - Ca - Cu - O$ bileşiğini ürettirler (Parkin vd. 1988). Şu anda en yüksek kritik sıcaklık Hg -bazlı süperiletkenlerde olup, $164 K$ ($31 GPa$ basınç altında) civarındadır (Gatt vd. 1998).

1.2 Süperiletkenlerin Özellikleri

Elektronun keşfinin ortaya çıkardığı en önemli sonuçlardan birisi süperiletkenliğin bulunmasıdır. Süperiletkenliğin keşfi yüzyılımızın başlarında oldu. Danimarkalı fizikçi Kamerling Onnes 1908 yılında mutlak sıfırın birkaç derece üstündeki sıcaklıklarda cıvanın elektriksel direncini ölçerken $4,2 K$ 'de direncin aniden sıfıra gittiğini gözledi. Daha sonraları, bu mükemmel iletkenliğe keskin geçişin başka metal ve alaşımlarda da olduğu bulundu ve bu olguya süperiletkenlik adı verildi.

Bir metal, özelliklerine bağlı olarak değişen ve geçiş sıcaklığı adı verilen belli bir sıcaklıkta süperiletken hale gelir. Örneğin, çinko için bu sıcaklık $0,88 K$ iken kurşun için $7,2 K$ 'dir. Süperiletkenlik olgusu elektronların davranışıyla belirlenir: Süperiletken bir metalin kristal örgüsündeki serbest elektronların, civarlarındaki pozitif iyonlarla etkileşimleri örgüde kusurlara neden olur. Bunun sonucunda, normalde birbirlerini itmesi gereken elektronlar arasında dolaylı bir çekim kuvveti, dolayısıyla metal içinde elektron çiftleri oluşur. Cooper Çiftleri adı verilen bu elektron çiftlerinin saçılma ile birbirlerinden ayrılmaları zordur. Üstelik bu çiftlerin saçılmayı önleyici kuantum özellikleri de vardır. Bu çiftler süperiletkenliğin sorumlusudur. Çünkü metallerde elektriksel iletkenlik temelde saçılmaya bağlıdır; ne kadar az sayıda saçılma olursa metal elektriksel olarak o kadar iyi iletken hale gelir. Bunun yanı sıra süperiletkenler büyük miktarda akımda taşıyabilirler. Küçük süperiletken bobinli mıknatıslar çok fazla enerji tüketmeden güçlü manyetik alanlar yaratabilirler. Bu gibi

mıknatıslar, manyetik alan sayesinde havada giden trenlerin yapımını sağlayabilmelerinin yanı sıra hızlandırıcı tünellerde ve nükleer manyetik rezonans tarayıcılarında parçacık saptırıcısı olarak kullanılabilirler. Ayrıca elektrik üretiminde kullanılan senkron jeneratörlerde kullanımıyla üretimde verimin artmasını ve boyutların küçülmesini sağlayabilirler.

Bir süperiletken düşük sıcaklıklara soğutulduğunda iki farklı özellik gösterir.

1- Madde içerisindeki elektrik akımı, madde yapısını oluşturan iyon örgüleriyle çarpışması sonucu engellenir. Bu olay, maddenin elektrik akımına karşı gösterdiği direnci oluşturur. Aynı madde bir süperiletken durumuna getirildiğinde, maddeyi oluşturan bu iyon örgüsü, elektrik akımını engellemek yerine, ona destek olur. Bu sayede direnç sıfıra iner.

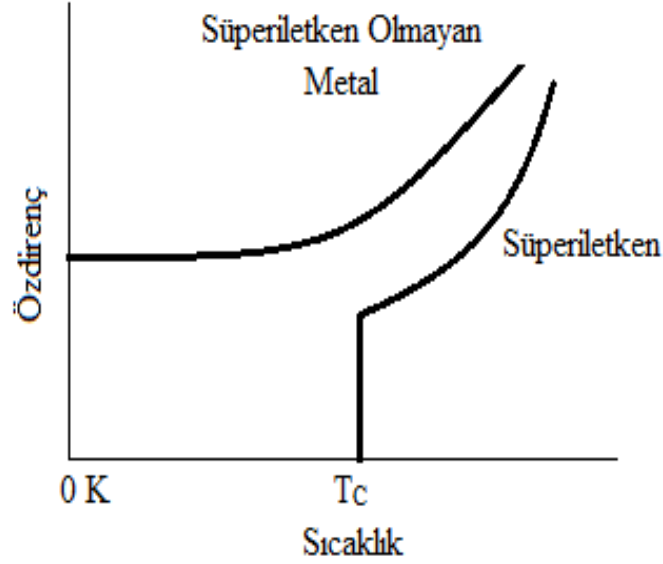
2- Süperiletkenlerin doğru akıma hiç direnç göstermemelerinin yanında ayırt edici bir özellikleri daha vardır. Süperiletkenler, yakınlarında bulunan manyetik alanı dışlarlar.

1933'de iki Alman fizikçi Meissner ve Ochsenfeld, süperiletkenlerin manyetik alan çizgilerini ittiklerini ve içlerine sokmadıklarını gözlediler. Yani bir mıknatıs, kritik sıcaklığın altındaki bir süperiletkeni, sanki karşısında ters kutuplu bir mıknatıs varmışçasına iter. Bu olaya *Meissner Olayı* denir (Tokano vd. 1988). Silindirik şeklindeki süperiletkenlerle yaptıkları bir seri deneyde, kritik sıcaklığın hemen altına gelince numunenin manyetik alan çizgilerini iterek tam olarak içlerinden kovduklarını ve süperiletken olduklarını göstermişlerdir. Malzemenin içinde $B = 0$ olması süperiletkenlerin direncinin sıfır olması kadar doğal bir olgudur. Süperiletkenler ayrıca mükemmel bir diamagnettir.

1.2.1 Kritik Sıcaklık

Bir kısım element, alaşım ve bileşiklerin direnç ve manyetik ölçümlerindeki ani değişimlere karşılık gelen sıcaklık, kritik sıcaklık olup, süperiletkenlikle ilgili temel özelliklerden biridir. Süperiletken malzeme bu sıcaklık değerinin altına soğutulduğunda malzemede direncin birdenbire sıfıra gittiği (Şekil 1.5) ve malzemenin tam bir diamagnet durumuna geçerek uygulanan manyetik alanı dışarladığı görülür.

Bu nedenle kritik sıcaklık, direnç ölçümleriyle veya manyetik duygunluk ölçümleriyle belirlenebilmektedir.

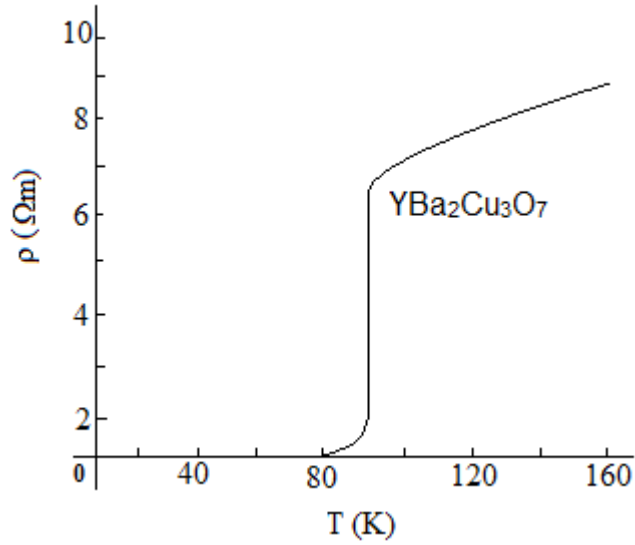


Şekil 1.5 Süperiletken ve süperiletken olmayan iki malzeme için direncin sıcaklıkla değişimi

1.2.2 Sıfır Direnç Özelliği

Süperiletken durumun belirlenmesinde kullanılan en temel özellik sıfır direnç özelliğidir. Süperiletkenlerin sıfır direnç durumu direncin sıcaklığa karşı ölçümü ile belirlenebilmektedir. Metallerde direnç, elektronların; fononlar, safsızlıklar ve kristal kusurlarından saçılmaları ile oluşmaktadır. Mükemmel saf metallerde direnç sadece sıcaklığa kuvvetli bağımlılık gösteren fononların elektronları saçmasından kaynaklanmaktadır. Bu nedenle, saf metallerde sıcaklık 0 K'e giderken direnç de sıfıra gidecektir. Ancak, herhangi bir metalin daima safsızlıklara sahip olması nedeniyle elektronlar sıcaklıktan bağımsız olarak saçılacaktır ve metal 0 K'de dahi bir direnç gösterecektir. Ancak, süperiletken bir malzemede sıcaklığın düşmesiyle, malzemenin direnci sürekli olarak azalır ve kritik sıcaklığa gelindiğinde direnç aniden sıfıra gider. Süperiletkenlik durumunda, doğru akım için elektriksel direnç sıfırdır, yani, süperiletken durumda, akımda herhangi bir kayıp yoktur. Bundan dolayı, süperiletken halkada bir akım çok uzun süre kayıpsız akabilir.

Yüksek sıcaklık süperiletkenleri tanecikli yapıya sahip olduklarından, sıfır direnç ancak bu tanecikler arasındaki bağlantı sağlandığı zaman geçerli olmaktadır. Öyleyse direnç, numunenin tanelenmesine ve bu taneler arası bağlantıların kurulmasına bağlıdır denilebilir. Süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı, ΔT_c şeklinde bir sıcaklık aralığına sahiptir (Şekil 1.6). ΔT_c , malzeme direncinin düşmeye başladığı sıcaklık ile direncin sıfır olduğu sıcaklık arasındaki farktır. Artan safsızlık miktarı ile genişleme gösteren ve geçiş bölgesi olarak adlandırılan bu bölge, kritik sıcaklığın belirlenmesini zorlaştırmaktadır. ΔT_c farkı, süperiletken numunenin kalitesini tanımlar. Aralığın dar olması numunenin saf, kaliteli, homojen ve tek kristal yapıda olduğunu gösterirken, aralığın geniş olması ise numunenin saf olmadığını gösterir. *I.* tip süperiletkenlerde bu aralık çok dar olmasına karşın, *II.* tip süperiletkenlerde daha geniştir.



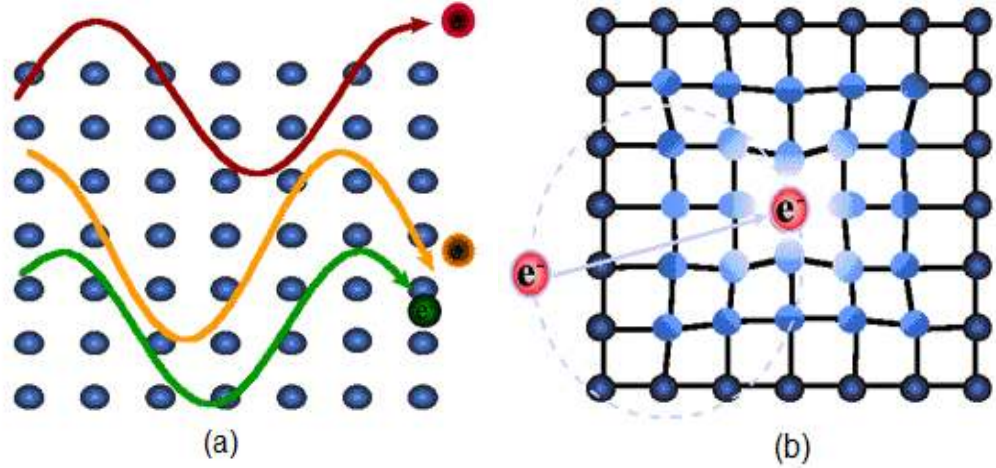
Şekil 1.6 Süperiletkenliğe geçişte kritik sıcaklığın belirlenmesi

Direnç ve manyetik duygunluk ölçümlerinin birbirlerine göre üstün oldukları yönler bulunmaktadır. Direnç ölçümleri daha kolay olduğundan araştırmacılar tarafından tercih edilmektedir. Tanecikli yapılarda manyetik alan, tanecikler arası bağlantıları koparabildiğinden genelde direnç ölçümleri duygunluk ölçümlerine göre daha yüksek kritik sıcaklıklar ve daha keskin geçişler göstermektedir. Buna karşın duygunluk ölçümleri süperiletken maddenin manyetik davranışını açıkladığı gibi

manyetizasyonun termodinamik bir durum deęiřkeni olması sebebiyle, süperiletken durumun termodinamik davranıřı hakkında bilgi verebilmektedir. Duygunluk ölçümleri aynı zamanda madde içerisindeki süperiletken fazın oranı hakkında da bilgi verebilmektedir. Ayrıca, eęer numune gözenekli ise özdirenç ölçümlerinin tanecikler arasındaki problemler ve boşlukların varlıęından dolayı istenilen şekilde yapılamadıęı da unutulmamalıdır. İdeal bir homojen süperiletken maddede her iki ölçüm de aynı geçiř sıcaklıęını verir.

• **Bu nasıl mümkündür?**

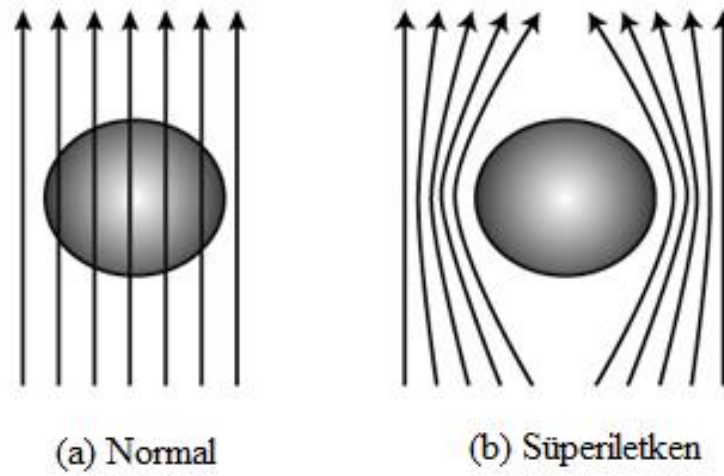
Süperiletkenlięin mikroskopik bir teorisi basit bir ifadeyle ařaęıdaki gibidir. Bir metali, sert yaylar ile tutturulmuř gibi hareket eden pozitif iyonlar kafesi olarak düşünelim (Şekil 1.7). Kafese doęru hareket eden tek elektronlar bir elektrik akımını oluřturur. Normal olarak elektronlar birbirlerini püskürtürler ve kafes tarafından saçılırlar, yani hareketlerine karřı koyarlar.



Şekil 1.7 a) Metallerde iletim ve b) Cooper çiftlerinin oluřumu

Bir elektron kafes (örgü) içerisindeki pozitif iyonların yakınından geçerken iyonlarla Coulomb etkileřmesine girer ve örgüye doęru yavař yavař hareket eder. Geçtikten sonra, elektronlar asıl pozisyonlarına hızlıca geri saçılırlar. Bazı maddeler ile iyonlar düşük sıcaklıklara soęutulduklarında, asıl yerlerine hızlı bir şekilde geri

saçılmazlar ve geçici pozitif yüklü bir lokal bölge oluştururlar. Geçip giden ikinci bir elektron bu pozitif bölgeye doğru etkilenir ve ilk elektronu izler. Böylece, iki elektron birlikte hareket eder ve bir çift olarak iyon kafesi baştan başa geçerler. Elektronlar bir çift olarak hareket ederken dağılmazlar ve kafesten küçük bir dirençle karşılaşırlar, yani madde sıfır rezistansa sahiptir. Yani akım, madde üzerinden rezistanssız geçer (Şekil 1.8).



Şekil 1.8 a) Normal ve b) Süperiletken bir cismin etrafında manyetik akı dağılımı

1.2.3 Süperiletkenlerde Akımın Taşınması

Metallerde akım, iletim elektronları tarafından taşınırken süperiletkenlerde Cooper çiftleri tarafından taşınmaktadır. Metallerde akım taşınırken iletim elektronları dirençle karşılaşır. Direnç, iletim elektronlarının saçılmaları sonucu momentumlarının değişimi ile oluşur. Süperiletkenlerde ise direnç sıfırdır.

Cooper çiftindeki iki elektron birbirlerini saçılmaya uğratırlar ancak bu saçılmada her bir elektronun momentumu değişse de çiftin toplam momentumu sabit kalır. Süperiletkendeki çiftleri oluşturan elektronlar birbirlerini sürekli olarak saçılmaya uğratmalarına rağmen çiftin toplam momentumu değişmediği için bir direnç oluşmaz ve böylece akımda bir kayıp olmayacağı için akım değişmez. Akımın değişmesi için çiftin toplam momentumunun değişmesi gerekir. Çiftin toplam momentumunu değiştirmek (direnç oluşturmak) için çifte dışarıdan bir enerji

verilmelidir. Bu enerji Cooper çiftindeki elektronların ayrışması için gerekli olan enerjidir. Bu enerjiyi elektron çiftine veren bir akım yoğunluğu vardır, bu akım yoğunluğuna kritik akım yoğunluğu denir. Kritik akım yoğunluğunun değeri üzerindeki akım yoğunluklarında Cooper çiftleri parçacıklara ayrılır ve bu parçacıklar normal elektron gibi davranırlar; uyarılabilirler, saçılabilirler ve akım taşıyabilirlerse direnç oluşturabilirler. Süperiletkenlikten sorumlu olan Cooper çiftleri kritik sıcaklığın altındaki sıcaklıklarda oluşur, üstündeki sıcaklıklarda ise ayrışarak dirence neden olur.

1.2.4 Yüzey Akımları

Bir süperiletkenin kendi içerisinde hiçbir akı yoğunluğunun bulunmasına müsaade etmemesinin, onun boyunca akan elektrik akımları üzerinde önemli bir etkisi vardır. Akımlar süperiletken metal bir cisim içinden geçemezler ancak yüzeyinden akarlar. Niçin böyle olduğunu görmek için, birim manyetik geçirgenlikli bir metalin herhangi bir noktasında manyetik akı ile akım yoğunluğu arasındaki ilişkiyi, Maxwell denklemiyle ele alalım.

$$(\vec{\nabla} \times \vec{B}) = \text{rot} \vec{B} = \mu_0 \vec{J} \quad (1.1)$$

Eğer materyal süperiletken ise, içinde $\mathbf{B}$ sıfırdır ve böylece içeride $\text{rot} \vec{B}$ de sıfır olur. Maxwell denkleminden görüldüğü üzere, $\mathbf{B}$ ' nin sıfır olmasının sonucu olarak süperiletkenin içinde $\mathbf{J}$ akım yoğunluğu da sıfır olmalıdır. Ancak $\mathbf{B}$ nin süperiletkenin dışında sıfır olması için hiçbir sebep yoktur. Şayet süperiletkende bir akım varsa, bu metalin içinden değil yüzeyinden akar. Yüzey boyunca akan taşıma akımı iletken dışında bir manyetik akı yoğunluğu oluşturur, fakat iletkenin içinde oluşturmaz. Şayet bir manyetik alan uygulanırsa, diyamanyetik perdeleme akımları içeride manyetik akıyı yok edecek şekilde akarlar ki bunlarda yine yüzeyde dolanırlar.

1.2.5 Manyetik Özellikler

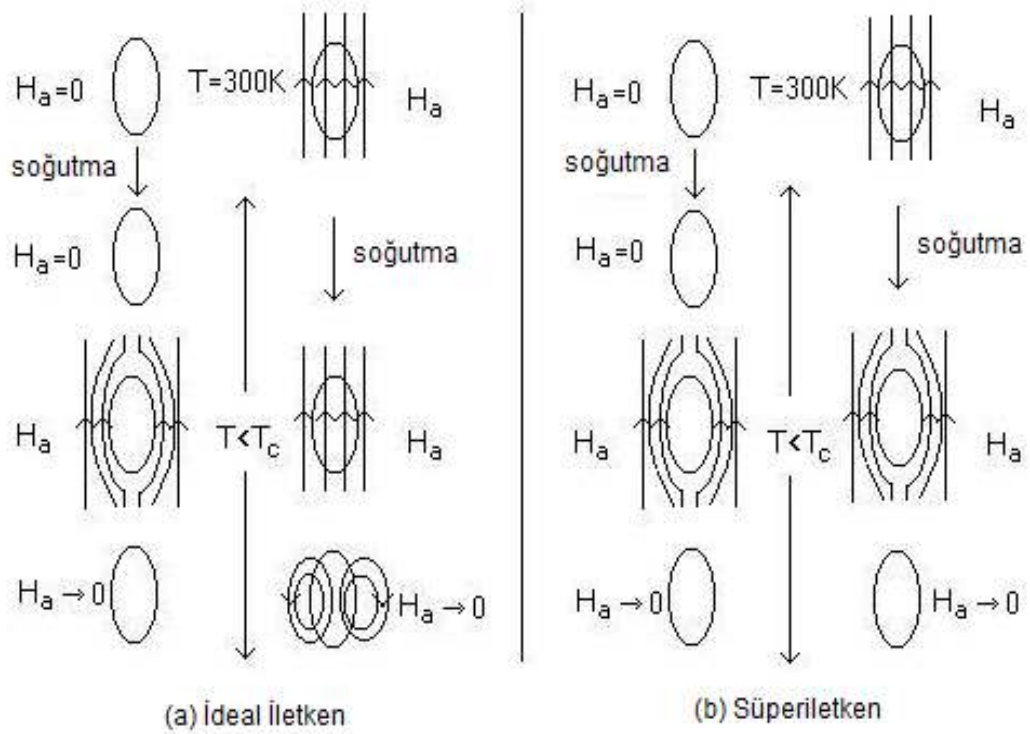
Süperiletken kelimesi duyulduğunda ilk akla gelen genel görüş sıfır dirençtir. Bununla birlikte süperiletkenlere dair daha az hatırlanan bir diğer önemli görüş ise süperiletkenlerin manyetik özellikleridir. Bilindik süperiletkenlerin akımları ve manyetik alanlarını ele almada makroskopik görünümü üzerinde durularak, klasik

fizik, termodinamiğin yasaları ve Maxwell denklemleri kullanılır. BCS (Barden, Cooper ve Schrieffer 1957) teorisinden bilindiği gibi süperiletkenlik için kuantum mekaniksel teoriler de kullanılmıştır.

Akı kuantumları ve vorteks çizgileri varsayımı süperiletkenlerdeki manyetizma olayını anlamak için gereklidir. Akı çivilemesi olarak bilinen, vorteks çizgilerinin hareketini önleme çabası, kullanışlı süperiletken tel yapımı için tasarlanan bir çözümdür. Sadece II. tip süperiletkenler yüksek akımlar taşır ve bundan dolayı kullanışlı teller II. tip süperiletken malzemelerden yapılır.

1.2.6 Mükemmel Diyamanyetizma

Bir süperiletken zayıf bir manyetik alan içinde soğutulunca, geçiş sıcaklığında yüzeyde kalıcı akımlar artar ve içeride akı yoğunluğunu yok edecek şekilde dolar, soğutulduktan sonra manyetik alan tatbik edildiğinde de durum aynıdır (Ibach ve Luth 1990) (Şekil 1.9). Bu olay, yani uygulanan bir manyetik alan içinde bile, süperiletkenin içinde bir akı yoğunluğunun bulunmaması, Meissner olayı olarak adlandırılır.



Şekil 1.9 a) İdeal iletken ve b) Süperiletkenin manyetik alan altındaki davranışı

Süperiletken bir cismin içindeki toplam akı yoğunluğu sıfırdır. Bu mükemmel diyamanyetiklik, yüzey perdeleme akımlarının metal içinde her yerde uygulanan manyetik alandan kaynaklanan akıyı yok edecek bir $\mathbf{B}_i$ akı yoğunluğu üretecek şekilde dolaşmalarından ortaya çıkar. Bu durumda,

$$\mathbf{B}_i = -\mathbf{B}_a \quad (1.2)$$

olur. Bununla birlikte, mükemmel diyamanyetikliği başka bir şekilde tarif edebiliriz. Manyetik alan uygulandığında ortaya çıkan yüzey akımlarını gerçekte gözleyemediğimiz için, mükemmel diyamanyetikliğin süperiletken metalin kendine özgü hacimsel manyetik bazı özelliklerinden ileri geldiğini kabul edebiliriz. Basitçe süperiletken bir metal için $\mu_r = 0$ olduğunu ve böylece içerde akı yoğunluğunu $B = \mu_r B_a = 0$ olduğunu söyleyerek mükemmel diyamanyetikliği tanımlayabiliriz. Uygulanan manyetik alanın şiddeti $\mathbf{H}_a$;

$$H_a = B_a / \mu_0 \quad (1.3)$$

ile verilir ve bir manyetik materyalde akı yoğunluğu, uygulanan alan şiddetine $B = \mu_0(H_a + I)$ ile bağlıdır. Burada $\mathbf{I}$ 'ya materyalin manyetizasyonu veya manyetizasyon şiddeti denir. Bu yüzden, içinde $\mathbf{B} = 0$ olan bir süperiletkenin manyetizasyonu $\mathbf{I} = -\mathbf{H}_a$ olmak zorundadır ve manyetizasyonun alan şiddetine oranı olan manyetik duyarlık; $\chi = I/H_a = -1$ olmalıdır. Süperiletkenlerde manyetik duyarlılık maksimumdur ki bu süperiletkenlerin temel özelliğidir. Şimdi mükemmel manyetiklik hakkındaki iki alternatif görüşü özetleyelim.

i) Perdeleme akım diyamanyetikliği

Süperiletken materyal diğer metaller gibi manyetik değildir ve uygulanan bir manyetik alan metal içinde bir $\mathbf{B}_a$ akı yoğunluğu üretir. Bununla birlikte, perdeleme akımları her yerde bu akıya eşit ve zıt yönlü bir iç akı yoğunluğu üretir ve bunun sonucu olarak net akı yoğunluğu sıfırdır.

ii) Hacimsel Diamanyetizma

Materyalin $\mu_r = 0$ relatif geçirgenliğe sahip olduğu kabul edilebilir. Böylece uygulanan manyetik alan tarafından üretilen akı yoğunluğu daima sıfır olur.

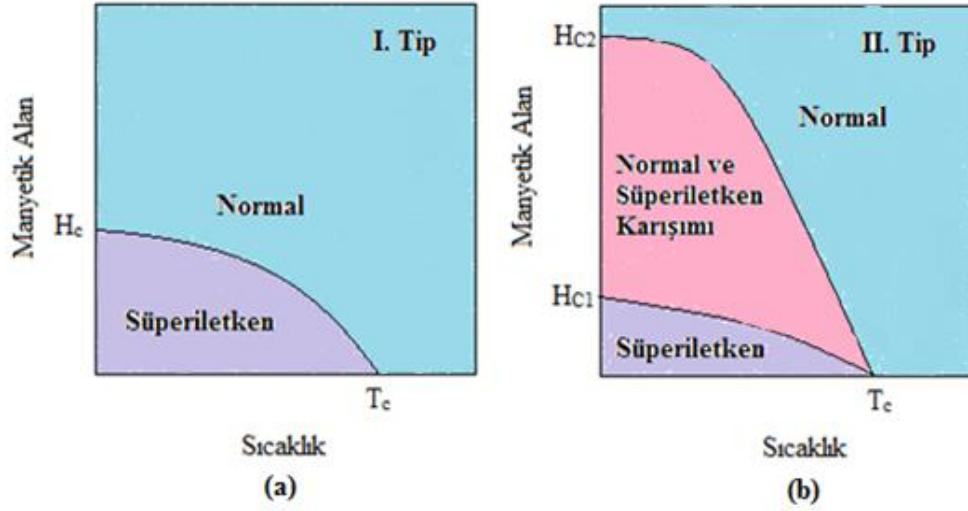
Materyal bir manyetik alan içinde, sanki $\mathbf{I} = -\mathbf{H}_a$ negatif hacim manyetizasyonu kazanıyor gibi davranır.

1.2.7 Kritik Manyetik Alan

Bilindiği gibi manyetik alan altındaki davranışları ile ayırt edilebilen iki tip süperiletken vardır. Bunlar *I.* tip ve *II.* tip olarak adlandırılırlar. Süperiletkenlik özelliği gösteren Niyobyum (*Nb*) ve Vanadyum (*V*) haricinde tüm metalik elementler *I.* tip süperiletkendir. *Nb* ve *V* elementleri ve süperiletkenlik özelliği gösteren tüm alaşım ve bileşikler *II.* tip süperiletkendir. Bütün yüksek sıcaklık süperiletkenleri de *II.* tip süperiletken sınıfına girer. *I.* ve *II.* tip metalik süperiletkenlerdeki süperiletkenlik mekanizmasında farklılık yoktur. Her ikisi de sıfır manyetik alanda süperiletken-normal geçişinde benzer özelliklere sahiptir. Fakat Meissner etkisi tamamen farklıdır.

1.2.8 I. Tip Süperiletkenler

I. tip süperiletken bir numune, $H < H_C(T)$ durumunda, λ sızma derinliği dışında, içerisinden geçen manyetik akı çizgilerini dışlar. Yani, girme derinliği ihmal edildiğinde, $\langle B \rangle = \mu_0(\langle M \rangle + H) = 0$ bağıntısı yazılır. Dolayısıyla manyetizasyon, $\langle M \rangle = -H$ ile verilir ve numune mükemmel diamanyetizma özelliği gösterir. Burada $H_C(T)$ numuneyi karakterize eden ve sıcaklığa bağlı olan kritik manyetik alandır ve $\langle B \rangle$, tüm numune üzerindeki ortalama manyetik akı yoğunluğudur. Bu olay ilk defa W.H. Meissner ve R. Ochsenfeld tarafından 1933' te gözlenmiştir ve Meissner olayı olarak adlandırılır. $H > H_C(T)$ durumunda ise numune normal haldedir ve $\langle B \rangle = \mu_0 H$ eşitliği geçerlidir. Şekil 1.10a, *I.* tip süperiletkenler için faz diyagramını göstermektedir. Alan değeri H_C 'nin üzerindeki bir değerde malzeme tamamen metalik malzeme gibi davranmaktadır.



Şekil 1.10 a) I. ve b) II. tip süperiletkenlerin uygulanan alana karşı göstermiş oldukları manyetik davranış

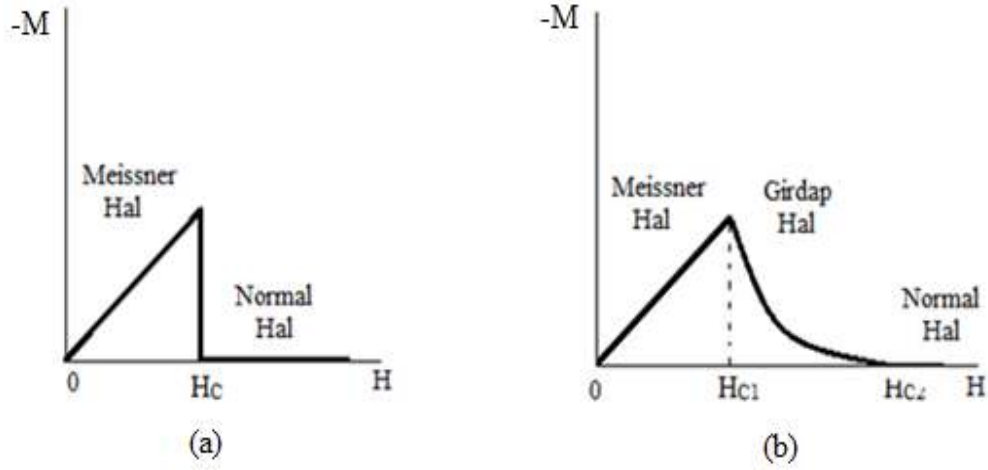
Kritik alanın sıcaklık bağımlılığı,

$$H_c(T) = H_c(0)[1 - (T/T_c)^2] \quad (1.4)$$

bağıntısı ile verilmektedir. Buradan görüleceği gibi kritik alan, $T = T_c$ iken sıfır olmakta ve $T = 0$ iken $H_c(0)$ ile gösterilen en büyük değeri almaktadır. Herhangi bir T sıcaklığında, uygulanan alan, $H_c(T)$ değerinden büyük olduğunda malzeme süperiletkenlikten normal hale geçiş yapmaktadır.

1.2.9 II. Tip Süperiletkenler

II. tip süperiletkenlerde ise iki karakteristik kritik alan söz konusudur. Sırasıyla $H_{c1}(T)$ ve $H_{c2}(T)$, alt ve üst kritik alanı temsil ederler. İdeal II. tip süperiletkenlerde $H < H_{c1}(T)$ iken numune mükemmel diamanyetizma özelliği gösterir $\langle B \rangle = 0$ dır. Şekil 1.10b'de görüldüğü gibi uygulanan manyetik alan $H_{c1}(T) < H < H_{c2}(T)$ aralığında iken süperiletkenin karışık halde olduğu söylenir ve $\langle B \rangle < \mu_0 H$ dır. Uygulanan alan üst kritik alandan büyük olunca süperiletkenlik ortadan kalkar ve numune normal hale dönüşür.



Şekil 1.11 a) *I.* Tip ve b) *II.* Tip süperiletkenin manyetizasyonu

Şekil 1.11a, *I.* tip süperiletkenin manyetizasyonunu göstermektedir. Meissner hali, (M, H) düzleminde eğimi -1 olan bir doğru ile gösterilmektedir. Normal hale geçiş olduğu zaman eğim aniden sıfır olur. Şekil 1.11b, *II.* tip süperiletkenin manyetizasyonunu göstermektedir. *II.* tip süperiletkenler uygulanan dış manyetik alan değeri H_{c1} 'in altına iken tamamen *I.* tip süperiletken gibi davranır ve kusursuz diamanyetizma özelliği gösterir. Manyetizasyonun uygulanan alan ile değişimi,

$$M = (1/\mu_0)B - H \quad (1.5)$$

ile verilir. Burada M manyetizasyon, B manyetik akı yoğunluğu ve H_a ise uygulanan dış alandır. *II.* tip süperiletkenler değerine kadar malzeme Meissner halinde olacağından malzeme içerisinde manyetik akı bulunmayacak ve $B = 0$ olacaktır. Böylece manyetizasyon $-H$ 'ya eşit olacaktır. Yani eğim -1 olacaktır.

1.2.10 Sızma Derinliği

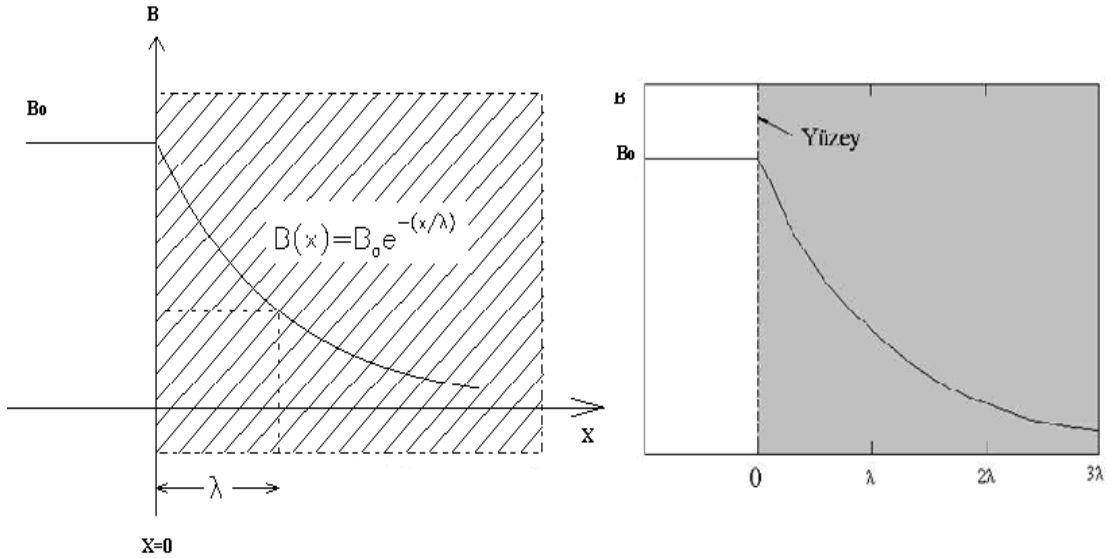
I. tip süperiletkenlerde oluşan yüzey akımları, manyetik alanların süperiletkenin içine girmesine izin vermez. Gerçekte bu akımlar, yalnızca numunenin yüzeyindeki

çok ince tabakada oluşmazlar, tersine yüzeyde maddeye nüfuz ederek, sonlu kalınlıktaki bir tabaka üzerine dağılır. Bu olayı F. ve H. London kardeşler 1935’de Süperiletkenliğin Elektrodinamiğinin Teorisi olarak geliştirdiler. F. London tarafından genişletildi ve 1950’deki kitabında yayınlandı.

Süperiletken yüzeyinden içeri doğru gidildiğinde alan üstel olarak azalmaktadır. Böylece manyetik alan, Meissner Olayı ile uyumlu olarak numunenin içinde sıfır olmaktadır. B manyetik alanı derinlikle aşağıdaki şekilde değişmektedir.

$$B(x) = B_0 e^{-x/\lambda} \quad (1.6)$$

Burada λ , nüfuz derinliği olarak adlandırılır.



Şekil 1.12 Nüfuz derinliğinin manyetik alanla değişimi

Alan süperiletken tarafından bütünüyle itilmektedir fakat daha önce ifade edildiği gibi ancak yüzeye yakın küçük bir bölge vardır ki burada alan belli bir miktar vardır. λ ’nın tipik değeri 10 – 100 nm arasındadır. Aşağıda bazı malzemeler için değerler verilmiştir.

Çizelge 1.1 Bazı elementlere ait nüfuz etme derinliği

Element	$\lambda(0)$, Å
Al	500
Cd	1300
Hg	380- 450
In	640
Nb	470
Pb	390
Sn	510

Nüfuz derinliğinin sıcaklıkla değişimi aşağıdaki ampirik ifade ile verilir.

$$\lambda(T) = \lambda_0 \left[1 - \left(\frac{T}{T_c} \right)^2 \right]^{-1/2} \quad (1.7)$$

Burada λ_0 , $T = 0$ K'deki nüfuz derinliğidir. T , T_c 'ye yaklaştıkça λ sonsuz olur. Sonuçta numune normal hale gelir.

Alanın malzemeye nüfuz etmesi olayı, özellikle ince film ya da ince toz süperiletken çalışırken önem kazanır. Mesela, ince film kalınlığı λ mertebesinde ya da daha düşüğe uygulanan alan numunenin tamamına nüfuz eder.

1.2.11 Eş Uyum Uzunluğu (ξ)

Süperiletken özelliklerin tespitinde kullanılan temel parametrelerden birisi de eş uyum uzunluğu ξ ' dir. Eş uyum uzunluğu, süperiletken içinde konuma bağlı manyetik alan olduğunda elektron yoğunluğunun yaklaşık olarak sabit kaldığı uzunluktur. Yani süperiletkenliğin oluşabileceği en küçük boyut veya elektron çiftlerinin bir arada bulunabileceği mesafedir. Eş uyum uzunluğu, konuma bağlı manyetik alanda önemli bir ölçüde değişmeyen enerji band aralığının da bir ölçüsüdür. Yani, normal ve süperiletken durum arasındaki orta tabakanın minimum genişliğidir. *I.* ve *II.* tip

süperiletkenler için $\xi = (\xi_0 l)^{1/2}$ limiti kullanılır. Bu denklemde ξ_0 , öz uyum uzunluğu olarak tanımlanır. II. tip süperiletkenlerin öz uyum uzunluğu, Pippard denklemi ile verilen $\xi_0 = 0.3hV_f/\pi E_g$, I. tip süperiletkenlerin öz uyum uzunluğundan daha kısadır. Eş uyum uzunluğunun küçük olmasının esas sebebi elektron saçılmasıdır. Böylece eş uyum uzunluğu aşağıdaki bağıntıda verilen ortalama serbest yola bağlı olur.

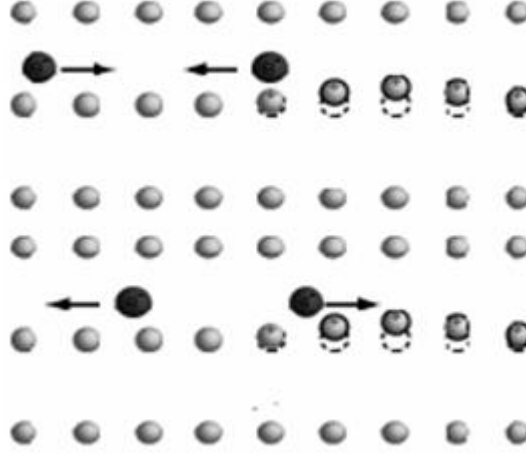
$$\frac{1}{\xi} = \frac{1}{\xi_0} + \frac{1}{l} \quad (1.8)$$

1.2.12 BCS Teorisi

Normal bir metalin direncinin bir kısmı, serbest elektronlarla kristal örgüdeki iyonlarının çarpışmalarından kaynaklanmaktadır. Elektronlar, bir tür sürtünme olarak isimlendirilebilecek bu etkiler nedeniyle enerjilerini ısıya dönüştürürler. Metallerde elektronlar her zaman çarpışmaya uğrayacağından süperiletken hal bu klasik modellerle açıklanamaz, çünkü süperiletkenlik, elektrik akımının, malzeme içinde direnci oluşturan engellemeler olmaksızın kayıpsız akabilirliği demektir. Süperiletkenliği açıklayabilmek için bazı teoriler ileri sürülmüş, fakat elektronların nasıl olup da süperiletken hale geçtikleri ve bu halde iken niçin safsızlıklar ve örgü titreşimleri tarafından saçılmaya uğramadıkları bu teoriler tarafından açıklanamamıştır.

J. Bardeen, L. N. Cooper ve J. R. Schieffer tarafından 1957' de ortaya atılan teori süperiletkenliğin değişik özelliklerinin anlaşılmasında başarılı olmuştur. BCS teorisi olarak bilinen bu teorinin ana teması, aralarında bir tür çekici etkileşme bulunan iki elektronun "Cooper Çiftleri" olarak bilinen bağlı durumlar oluşturmalarıdır. Elektronlar eksi yüke sahip olduklarından ve aynı cins yüklerin birbirini itmesi gerektiğinden, bu teori mantığa ters gelse de, örgü noktası civarından geçen elektronun anlık olarak neden olduğu örgü bozuklukları, iki elektron arasında net bir çekici etkileşme olmasına neden olabilir. Bunu daha iyi anlayabilmek için Şekil 1.13' ü göz önüne alalım. Eksi yüklü elektron pozitif yüklü iyonların civarından geçerken onları kendine doğru çekip o civarda pozitif yük konsantrasyonunun az da olsa artmasına

neden olur. Bir diğer elektron o civardan geçerken, bozulmaya uğramış pozitif yüklü bölgeye doğru çekilir. Bu durumda iki elektronun birbirini çektikleri söylenebilir. Bu etkileşim sonucu metal, elektron çiftlerinden (Cooper Çiftleri) oluşan minimum enerjili hale yani süperiletken hale geçer. Sonuç olarak Cooper Çiftlerini oluşturan neden iki elektron arasından çekici bir örgü-elektron etkileşmesidir.



Şekil 1.13 Cooper çiftlerinin zıt momentum ve spin gösterimi

Bir Cooper çifti eşit fakat zıt momentum ve spinlere sahip iki elektrondan oluşmaktadır (Şekil 1.13). Yani Cooper Çifti toplam momentumu ve spinini sıfır olan bir sistem oluşturur. Cooper Çiftlerinin spinini sıfır olduğundan ‘Bozonlar’ gibi davranırlar ve süperiletken halde çiftler bağımsız hareket yerine birlikte bir davranış sergilerler.

1.2.13 BCS Teorisinin Sonuçları

1. Elektronlar arasındaki çekici bir etkileşme, uyarılmış durumlardan bir aralık enerjisi ile ayrılmış bir taban durumuna yol açar. Kritik alan, ısısal özellikler ve elektromanyetik özelliklerin büyük bir bölümü bu enerji aralığının birer sonucudur (Kittel 1986).

2. Elektron-örgü-elektron etkileşmesi, gözlenen büyüklükte bir enerji aralığına yol açar. Dolaylı etkileşme, bir elektronun örgüyle etkileşip onu deforme etmesi ve ikinci

bir elektronun bu örgü deformasyonunu görüp enerjisini azaltacak şekilde durumunu yeniden düzenlemesiyle olur. Buna göre iki elektron, örgü deformasyonu ile etkileşir.

3. Nüfuz derinliği (λ) ve eş uyum uzunluğu (ξ) *BCS* teorisinin doğal sonuçları olarak ortaya çıkarlar.

4. Bir element veya alaşım için geçiş sıcaklığı temelde şu iki büyüklüğe bağlıdır.

- Bir spin durumu için Fermi yüzeyindeki $D(\mathcal{E}_F)$ elektron yoğunluğu
- Elektron- örgü etkileşmesi U ki bu, elektrik özdirencinden hesaplanabilir.

Çünkü oda sıcaklığında özdirenç, elektron-fonon etkileşmesinin bir ölçüsüdür.

5. Süperiletken bir halka içindeki manyetik akı kuantalanmış olur ve buna neden olan etkin yük değeri e değil $2e$ ' dir. *BCS* taban durumu elektron çiftleri tarafından oluşturulduğu için $2e$ çift yükü teorisinin bir sonucudur.

1.3 Yüksek Sıcaklık Süperiletkenlerinin Tarihi

Bilim adamları, yıllarca, daha yüksek sıcaklıklarda süperiletkenlik gösteren yeni malzemeler araştırdılar. Yakın zamana kadar bilinen en yüksek kritik sıcaklığa sahip olan malzeme, kritik sıcaklığı $3,2\text{ K}$ olan Nb_3Ge alaşımı idi. Değişik teorik beklentilere göre, elektron-örgü etkileşimlerinin önemli olduğu süperiletkenler için maksimum kritik sıcaklık 30 K civarında idi. 1986'nın başlarında Zürih IBM Araştırma Laboratuvarlarında J. George, Bednorz ve Karl Alex Müller adlı iki bilim adamı süperiletkenlik alanında devrim yaratan göz kamaştırıcı bir keşifte bulundular. Bu araştırmacılar lantanyum, baryum ve bakırın karışık fazda bulunan bir seramiğinin yaklaşık 30 K 'da süperiletken olduğunu buldular (Bednorz ve Müller 1986).

Bundan hemen sonra diğer laboratuvarlarda yapılan çalışmalar süperiletken fazın, $x = 0,2$ olmak üzere $La_{2-x}Ba_xCuO_4$ olduğu bulunmuştur. Böyle yüksek kritik sıcaklıklar, özellikle metal oksitler için beklenmediğinden, yüksek-sıcaklık süperiletkenliği ile ilgili haberler şüphe ile karşılanmıştır. Kısa bir süre sonra araştırmacılar, baryum yerine stronsiyum koyarak, T_c 'nin değerini 36 K 'e yükselttiler. Bu gelişmelerden ilham alan dünyanın her tarafındaki bilim adamları daha yüksek T_c

değerlerine sahip malzemeler keşfetmek için neredeyse çılgınca çalışmaya başladılar. Metal oksitlerin süperiletken davranışları üzerinde yapılan çalışmalar müthiş bir hız kazandı. 1986 yılı yüksek-sıcaklık süperiletkenliği üzerine yapılan çalışmaların başlangıcı sayıldı.

1987'nin başlarında, Alabama ve Houston Üniversitelerindeki araştırma grupları; yitrium, baryum, bakır ve oksijenden oluşan karışık bir fazda 92 K 'e yakın bir sıcaklıkta süperiletkenlik gözlemlendiği haberini verdiler (Wu vd. 1987). Bu keşif dünyanın başka yerlerindeki gruplar tarafından da doğrulanarak süperiletken fazın $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ olduğu belirlenmiştir (Grant vd. 1987, Quadri vd. 1987, Hwu vd. 1987, Tarascon vd. 1987). Bu bileşiğin geçiş sıcaklığı, kolayca bulunabilen ve bir soğutucu olan sıvı azotun kaynama öz sıcaklığı olan 77 K 'nin üzerindedir. Bu bakımdan bu buluş yüksek sıcaklık süperiletkenliği için bir dönüm noktası olmuştur. Amerikan Fizik Derneğinin, 18 Mart 1987'de New York'ta yapılan toplantısında, bu yeni süperiletkenlerin keşfi dünyaya takdim edilmiştir.

Süperiletken cihazların, sıvı azot sıcaklığı, hatta oda sıcaklığında çalışması ihtimalinin ortaya çıkması üzerine değişik disiplinlerden binlerce bilim adamı, süperiletken üzerine çalışmaların yapıldığı arenaya katılmıştır. Bu yeni malzemeler üzerine yoğunlaşan olağan üstü ilgi en azından şu dört etkene bağlanmaktadır.

- 1-** Metal oksitlerin hazırlanması nispeten kolay olduğundan, bunlar daha küçük laboratuvar ve üniversitelerde incelenebilmektedir.
- 2-** Bu malzemeler, çok yüksek T_c değerlerine sahiptir ve bazılarının 100 T 'den daha büyük olduğu tahmin edilen kritik manyetik alanları vardır.
- 3-** Bunların özellikleri ve süperiletken davranıştan sorumlu mekanizmaların anlaşılması, teorikiler için çok iddialı uğraş alanları olmaktadır.
- 4-** Bu malzemeler hali hazırdaki ve gelecekteki uygulamalar için teknolojik öneme sahiptirler. Sıvı azot sıcaklığında çalışan süperiletkenliğe dayalı elektronik, büyük ölçekte enerji üretimi ve nakli ile yüksek hızda taşıma sağlayan manyetik askılama gibi potansiyel uygulamalar bu malzemelerin teknolojik önemini arttırmaktadır.

Yakın geçmişte seramik yapıda pek çok kompleks metal oksit incelendi ve kritik sıcaklık için 100 K 'nin (3 rakamlı süperiletkenlik) üzerinde değerler gözlemlendi. Araştırmacılar 1988 in başlarında, $Bi - Tr - Ca - Cu - O$ bileşiği için süperiletkenliğin 120 K 'de, $Tl - Ba - Ca - Cu - O$ bileşiği içinse 125 K 'de başladığını haber verdiler.

Görüleceği gibi yeni yüksek T_c 'li malzemelerin hepsi, şu veya bu şekilde bakır oksittirler. Şu ana kadar ayrıntılı olarak incelenen değişik süperiletken bileşikler, perovskit olarak adlandırılan kristal yapılar cinsinden sınıflandırılabilirler: İlk sınıf $BaPb_{1-x}Bi_xO_3$ gibi kübik perovskitlerdir ($a = b = c$). Bilindiği gibi bu malzeme ilk yüksek T_c 'li malzemelerden birisi olup geçiş sıcaklığı 10 K 'dir. $KNiF_4$ yapısı olarak bilinen II. sınıf ise tetragonel bozulmaya sahip ($a = b \neq c$) tek tabakalı perovskitlerdir. Buna bir örnek T_c 'si yaklaşık olarak 38 K olan $La_{1.85}Sr_{0.15}CuO_4$ dür. Burada örgü sabitleri, bakır, oksijen düzleminde ölçülmektedir ve c bu düzleme diktir. III. Sınıf ise ortorombik yapıya sahip ($a \neq b \neq c$), $YBa_7Cu_3O_7$ gibi ($T_c \approx 92\text{ K}$) çok tabakalı perovskitlerdir. Bu sınıftaki bileşikler, metallerin bağıl oranlarından dolayı bazen 1-2-3 malzemeleri olarak da adlandırılmaktadır.

Burada daha karmaşık bakır oksit yapılar ele alınmamıştır. Ancak anlatılan sonuçların gözden geçirilmesi ile çok önemli bir gözlemden bulunulabilir. Bu bileşiklerdeki bakır-oksijen tabakalarının sayısı ile kritik sıcaklık arasında doğrudan bir ilişki olduğu görülmektedir. Bakır-oksijen tabakalarının, yapı periyodik olarak kendini tekrarlayıncaya kadar eklenmesi T_c 'yi artırır. CuO ve CuO_2 tabaklarındaki bakırın değerliğinin ve kimyasal bağ doğrultusunun rolü araştırılmaktadır.

Süperakımların maksimum değerlerinin, bakır-oksijen düzlemlerinde yüksek ve bu düzlemlere dik doğrultuda çok düşük olduğu gerçeği kesin olarak bilinmektedir. Gerçektende $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ örneklerinde kritik akım yoğunluğu $10^5 - 10^7\text{ A/m}^2$ arasındadır. Pek çok uygulama için bu değerlerin çok düşük olduğu görülmüştür. Bu malzemeler birbirlerine yapışık çok küçük taneciklerden oluştuklarından, akım hem taneciklerden, hem de tanecikleri ayıran sınırlardan geçmek zorundadır. Pek çok bilim adamı, bu malzemelerdeki kritik akımı bu etkilerin sınırladığına inanmaktadır. Bu yeni bakır oksitlerin sıfır direnç ve diamanyetizma gibi, süperiletkenlerin iki belirgin

özelliğine sahip oldukları gerçeği de iyice yerleşmiştir. Buna ek olarak, bu malzemelerin aşağıdaki özelliklere de sahip oldukları bilinmektedir.

1- Bu malzemeler üst kritik alanları 100 T 'den daha büyük olan *II.* tip süperiletkenlerdir.

2- Bu malzemeler aşırı derecede anizotropiktirler. Yani yöne bağımlı özelliklere sahiptirler. Bunun en belirgin delili; direncin, bakır-oksijen düzlemlerinde çok küçük, bu düzlemlere dik doğrultuda ise çok büyük olmasıdır.

3- Bunlar granül (tenesel) veya seramik yapıdadırlar. Seramik yapıda olmalarından dolayı; esnek olmamak ve kırılgan olmak gibi uygun olmayan mekanik özelliklere sahiptirler.

4- Bu malzemelerin süperiletkenlik özellikleri ile kristal yapıları arasında doğrudan bir ilişki olduğu görülmektedir. Bu kristal yapı, oksijen eksikliği olan bakıroksit tabakaları ve zincirleri olan bir yapıdır.

5- Bakıroksit tabakalarındaki atomların yerine başka atomların yerleştirilmesi süperiletkenliği bozmakta ve yok etmektedir. Başka konumlara yapılan yerleştirmelerin süperiletkenliğe etkileri ise çok küçüktür.

6- Bant aralıkları, yüksek sıcaklık öz dirençleri, kritik akım yoğunlukları, kritik manyetik alanlar ve benzeri özellikleri farklı olmalarına rağmen; hemen hemen tüm 1 – 2 – 3 malzemelerinin T_c kritik sıcaklıkları 90 K 'e yakındır.

7- Hacimli (Bulk) çok kristalli yapıdaki malzemeler için kritik akım yoğunlukları çok düşüktür (10^6 A/m^2 mertebesinde). Bu akım iyi yönlendirilmiş ince filmlerde çok daha yüksektir.

1.3.1 Kristal Yapısı

Süperiletkenlerin yapılarının anlaşılmasında kristalografik çalışmaların büyük önemi vardır. Kristalografik çalışmalardan faydalananak birim hücre parametreleri hesaplanabilir, hücredeki atomların yerleri, atomik düzensizlikler gibi yapı ile ilgili bilinmeyenler ortaya çıkar. Yüksek sıcaklık süperiletkenleri genelde tetragonal ve

ortorombik yapıda olmaktadır ve yapıdaki oksijen miktarı yapının türünün belirlenmesinde oldukça önemli olmaktadır.

1.3.2 Bi Tabanlı Yüksek Sıcaklık Süperiletkenleri

Bizmut içeren ilk süperiletken 1987’de Mitchell ve arkadaşları tarafından $BiSrCuO$ sisteminin keşfi ile elde edilmiştir. Bu keşiften sonra Maeda ve arkadaşları bu sisteme Ca ilave ederek geçiş sıcaklığını yaklaşık olarak 20 K ’den 110 K ’e yükseltmişlerdir. Nadir toprak elementi içermeyen bu sistemin genel formülü $Bi_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+4}$ ile verilmekte olup $n = 1, 2$ ve 3 olmak üzere kimyasal formüle uygun olarak hazırlanan üç ayrı bileşiğe sahiplerdir. Bu bileşikler; $Bi_2Sr_2CuO_6$, $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$, $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ şeklindedir ve Bi:Sr:Ca:Cu:O katyonlarının oranlarına göre sırasıyla, (2201), (2212), (2223) fazları olarak adlandırılırlar. Bileşiklerden de görüldüğü gibi n , bileşiği oluşturan bakır-oksit ($Cu - O$) düzlemlerinin sayısını belirtir. Bu sistemlerde süperiletkenlik geçiş sıcaklığının, $Cu - O$ tabakalarının artması ile yükseldiği bilinmektedir.

Bu bileşiklerin süperiletkenlik geçiş sıcaklıkları, T_c iki boyutlu CuO_2 düzlemlerinin sayısına bağlıdır. CuO_2 ve Ca düzlemlerinin sayısı hariç olmak üzere tüm bu süperiletken bileşikler yapısal olarak birbirinin aynısıdır.

$BSCCO$ sistemlerinin genel yapısal karakteristiklerinden birisi de, tek faz olarak elde edilmelerinin zor olmasıdır. Bir diğer özellikleri ise sonuç stokiometrilерinin başlangıç stokiometrilерinden oldukça farklı olabilmeleridir. Tek bir tanecikte bile görülen bu karışık faz özelliği, $BSCCO$ sistemlerini bozuk ve karmaşık yapılu bir hale getirmektedir (Adıgüzel 1995) . Mikroyapıda bile görülen bu bozukluk ve karışık faz özelliği, bu sistemlerin bütün özelliklerini (kritik sıcaklık, kritik akım yoğunluğu, kritik alan vb.) etkilemektedir.

Bi-tabanlı bileşiklerin süperiletkenlik özellikleri başlangıç kompozisyonlarına, hazırlama yöntemlerine, sinterleme süresine ve sıcaklığına oldukça hassas bir şekilde bağlı oldukları bilinmektedir. Ayrıca bu süperiletken bileşikler bir deşik süperiletkenidir, yani akımda deşikler görev almaktadır. Bütün yüksek sıcaklık süperiletken sistemlerinde olduğu gibi, $BSCCO$ sistemlerinin kristal yapısı da c örgü

parametresinin a ve b örgü parametrelerine göre oldukça büyük olmasından dolayı büyük bir anizotropi göstermektedir.

1.3.3 $Bi_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+4+y}$ Sisteminin Kristal Yapısı

$Bi - Sr - Ca - Cu - O$ ($BSCCO$) sistemlerinde süperiletkenlik Maeda ve arkadaşları tarafından 1988 yılında keşfedilmiştir (Maeda ve Taraka 1987). Bu süperiletken grubun özelliklerinin başlangıç kompozisyonlarına, hazırlama yöntemlerine ve seçilmiş olan yöntemin değişken parametrelerine (sinterleme sıcaklığı ve sinterleme süresi vb.) oldukça hassas olduğu görülmüştür (Tarascon 1988). $BSCCO$ sistemlerinde, $Bi_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+4+y}$ genel formülü ile elde edilebilen üç faz mevcuttur. Genel denklemde n , bir birim hücrede bulunan $Cu - O$ tabakalarının sayısını vermektedir. $n = 1$ için 30 K sıcaklığa sahip $Bi_2Sr_2CuO_{6+y}$ (2201), $n = 2$ için yaklaşık 85 K sıcaklığa sahip $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+y}$ (2212), $n = 3$ için 110 K kritik sıcaklığa sahip $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10+y}$ (2223) fazları elde edilmektedir (Tarascon 1988). Şekil 1.14' de gösterilen bu fazların birim hücreleri iki çift $Bi - O$ tabakaları arasına yerleşmiş $Sr - O$, $Cu - O$ ve $Ca - O$ tabakalarından ibarettir (Kılıç 2008).

$n = 1$ fazında Cu atomları, O atomları ile kare piramidal bir yapı göstermektedir. Piramidal yapının alt ve üst kısımlarında $Sr - O$ tabakaları bulunmaktadır. Bir birim hücrede, dört tane $Bi - O$ tabakası bulunmaktadır. Yalnızca $Cu - O$ kare piramidal yapının üst kısmını düşünürsek, ilk $Bi - O$ tabakası olan BiO_3 , $Sr - O_2$ tabakasından 2.9 Å, ikinci $Bi - O$ tabakası olan BiO_2 ise 2.0 Å uzaklıktadır. Bu uzaklıklar, benzer olarak alt $Bi - O$ tabakaları için de geçerlidir (Şekil 1.14 a).

$n = 1$ fazının, $a \approx b = 5.4$ Å ve $c = 24.4$ Å birim hücre boyutlarına sahip hacim merkezli tetragonal ya da $a \approx b = 3.9$ Å ve $c = 24.4$ Å birim hücre boyutlarına sahip ortorombik simetride olduğu ileri sürülmektedir (Tarascon 1988).

$n = 2$ fazı ise, $n = 1$ fazından, $Cu - O$ tabakaları arasında bir $Ca - O$ tabakasının bulunması dışında farklı değildir. Yani, iki $Sr - O_2$ ve bir $Cu - O$ tabakasından oluşan $Sr - Cu - Sr$ düzeni bozulmakta, iki $Sr - O_2$ tabakası arasında

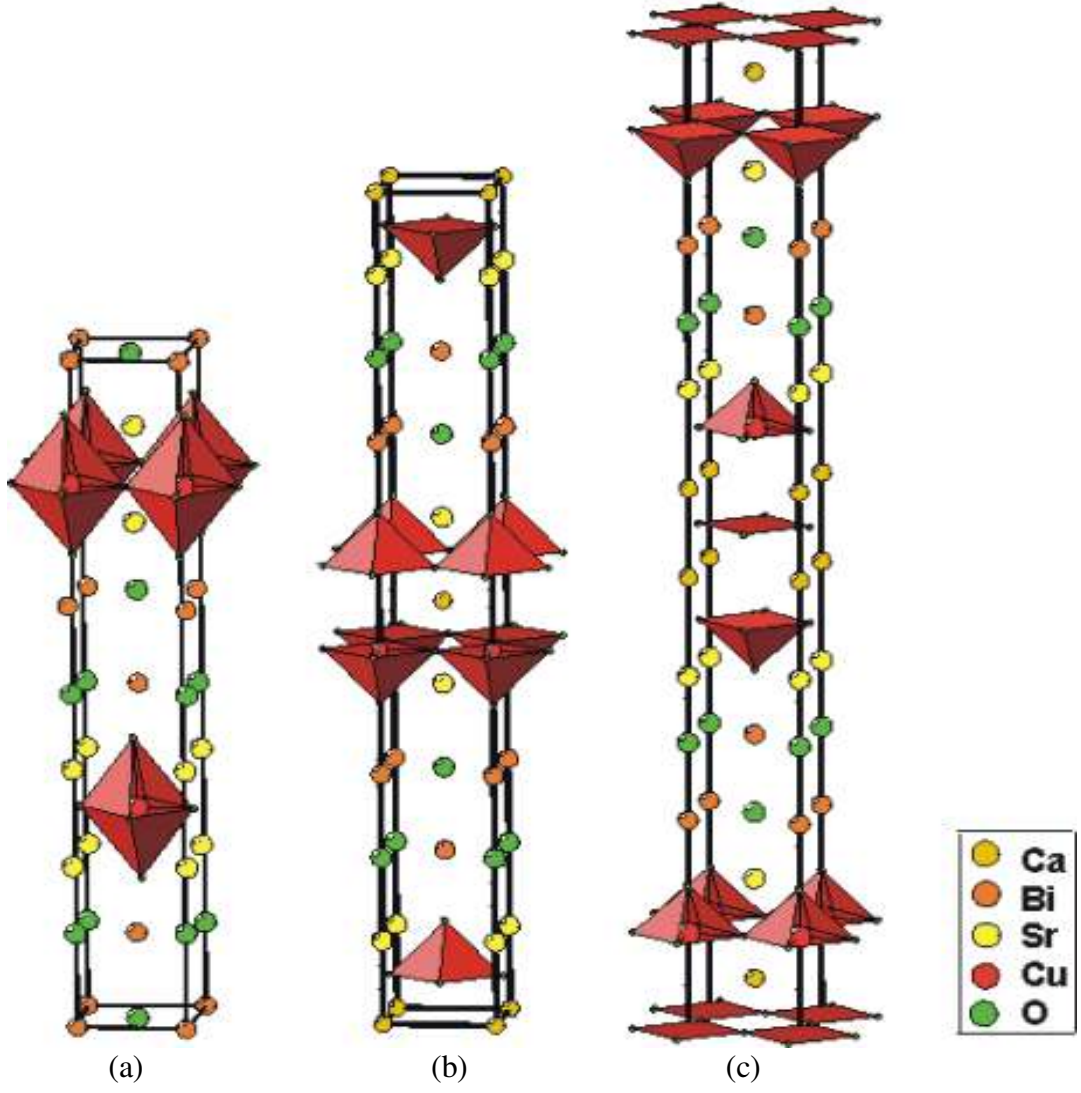
ikinci bir $Cu - O$ tabakası oluşmakta ve yine bu iki $Cu - O$ tabakası arasına, bir $Ca - O$ tabakası girmektedir (Şekil 1.14 b).

Böylece, Sr-Cu-Ca-Cu-Sr düzeni oluşmaktadır. Bu fazda $Cu - O$ tabakaları, CuO_5 piramitleri şeklindedir. Birim hücre boyutları $a \approx b = 5.37 \text{ \AA}$ ve $c = 30.8 \text{ \AA}$ olarak verilmektedir (Tarascon 1988). Kristal simetrisinin, ortorombik ya da pseudo tetragonal olduğu ileri sürülmektedir.

Bi-2201

Bi-2212

Bi-2223



Şekil 1.14 *BSCCO* sisteminde a) $n = 1$, b) $n = 2$ ve c) $n = 3$ fazının kristal yapısı

$n = 3$ fazında ise, $Bi - O$ ve $Sr - O$ tabakalarının sayısı ve düzeni değişmemekte ve birer tane daha $Cu - O$ ve $Ca - O$ tabakalarının yapıya girmesi ile $Sr-Cu-Ca-Cu-Ca-Cu-Sr$ düzeni oluşmaktadır (Şekil 1.14.c).

Son oluşan $Cu - O$ tabakasında bakırın oksijen ile karesel bir yapıya sahip olduğu görülmektedir. Örgü parametreleri $a \approx b = 5.4 \text{ Å}$ ve $c = 37.1 \text{ Å}$ boyutlarındadır ve kristal simetri tetragonaldır (Subramanian 1988, Gupta 1990, Zhu 1991).

Bu sistemlerde süperiletkenlik geçiş sıcaklığının, $Cu - O$ tabakalarının artması ile arttığı görülmektedir. $BSCCO$ sistemlerinin genel yapısal karakteristiklerinden birisi de bunların tek faz olarak elde edilmesinin zorluğudur. Bir başka özellikleri de sonuç stokiometrilерinin başlangıç stokiometrilерinden oldukça farklı olabilmeleridir. Maeda ve arkadaşları (Maeda 1988) bakırca zengin 2223 ($n = 3$) fazını hazırlayabilmek için 1112 çıkış stokiometrisini, Tarascon ve arkadaşları (Tarascon 1988) ise 4336 çıkış stokiometrisini kullanmışlar ve genelde tek faz elde edememişlerdir. Tek bir tanecikte bile görülen bu karışık faz özelliği, $BSCCO$ sistemlerini bozuk ve karmaşık yapılı bir hale getirmektedir. Mikro yapıda bile görülen bu bozukluk ve karışık faz özelliği, bu sistemlerin bütün özelliklerini (kritik sıcaklık, kritik akım yoğunluğu ve kritik manyetik alan gibi) etkilemektedir. Örneğin, 110 K kritik sıcaklığına sahip $n = 3$ fazında kritik sıcaklığın başlangıcı 110 K olmasına rağmen, tanecik sınırları yakınlarında $n = 1$ ve $n = 2$ fazlarının oluşması nedeniyle sıfır direnç daha düşük sıcaklıklarda elde edilebilmektedir. Yapıda bizmut ile kurşunun kısmi yer değiştirmesinin direnç-sıcaklık ($R - T$) eğrilerinde görülen bu istenmeyen durumu ortadan kaldırarak özelliklerde iyileşme sağladığı görülmüştür. Bütün yüksek sıcaklık süperiletken sistemlerinde olduğu gibi, $BSCCO$ sistemlerinin kristal yapısı da c örgü parametresinin a ve b örgü parametrelerine göre oldukça büyük olmasından dolayı büyük bir anizotropi göstermektedir.

1.3.3.a $Bi_2Sr_2CuO_6$ (2201) Bileşiğinin Kristal Yapısı

Ca içermeyen $Bi: Sr: Cu: O$ sisteminde süperiletkenlik ilk defa geçiş sıcaklığı 20 K olan $Bi_2Sr_2CuO_6$ bileşiğinde bulundu (Mitchell 1987). $Bi_2Sr_2CuO_6$ bileşiği,

$Bi_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+4+y}$ genel serisinde $n = 1$ değerine göre oluşmuş yarıiletken faz veya 2201 fazı olarak da adlandırılan bir bileşiktir. Şekil 1.14a, $Bi_2Sr_2CuO_6$ bileşiğinin kristal yapısını göstermektedir. 2201 bileşiğini oluşturan kristalin birim hücrelerinde bir CuO_2 , iki SrO ve iki Bi_2O_2 düzlemi vardır. CuO_2 düzlemi, iki SrO düzlemi ile iki Bi_2O_2 tabakası arasında yer almaktadır. Bu katmanların istif sırası, $[(BiO)_2 - SrO - CuO_2 - SrO - (BiO)_2]$ şeklindedir. Bu bileşiklerde bir Cu atomu, altı komşu oksijen atomu ile kare tabanlı oktahedral yapı oluşturur. Yapılan x -ışınları kırınımı desenleri çalışmaları sonucunda, bu fazın karakterize pikleri $2\theta = 7.2^\circ (002)$ ve $2\theta = 21.9^\circ (006)$ açılarında görülen piklerdir. 2201 fazının $a = b = 5.4 \text{ \AA}$ ve $c = 24.4 \text{ \AA}$ birim hücre boyutlarına sahip hacim merkezli tetragonal, ya da $a = b = 3.9 \text{ \AA}$ ve $c = 24.4 \text{ \AA}$ birim hücre boyutlarına sahip bozunmuş ortorombik simetride olduğu ileri sürülmektedir.

1.3.3.b $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$ (2212) Bileşiğinin Kristal Yapısı

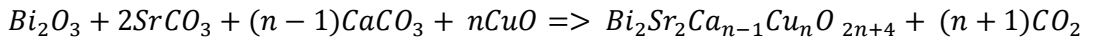
$Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$ bileşiği $Bi_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+4+y}$ genel serisinde $n = 2$ değerine göre oluşan ve düşük sıcaklık fazı (2212) olarak da adlandırılan bir bileşiktir. Maeda ve arkadaşları, 2201 fazını oluşturan üçlüye kalsiyum (Ca) ilave ederek 2212 fazının kritik sıcaklığını 85 K olarak buldular. Şekil 1.14b, $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$ bileşiğinin kristal yapısını göstermektedir (Kılıç 2008). $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$ bileşiğini oluşturan kristalin birim hücrelerinde, 2201 bileşiğini oluşturan düzlemlere ek olarak, SrO düzlemlerinin arasına yerleşmiş bir $CaCuO_2$ tabakası yer almaktadır. Yapısal olarak iki CuO_2 düzlemi, oksijen atomu içermeyen bir Ca tarafından ikiye ayrılmaktadır. Bu katmanların istif sırası $[(BiO)_2 - SrO - CuO_2 - Ca - CuO_2 - SrO - (BiO)_2]$ şeklindedir. Bu bileşikteki Cu atomlarının her biri, beş komşu oksijen atomu ile kare tabanlı piramit şeklinde bir bağ yapmaktadır. Kristalin birim hücrelerinde, paylaşılma dikkate alındıktan sonra, toplam onbeş adet atom vardır. Yapılan x -ışınları kırınımı desenleri çalışmaları sonucunda, bu fazın karakterize pikleri $2\theta = 5.7^\circ (002)$, $2\theta = 23.2^\circ (008)$, $2\theta = 27.5^\circ (115)$ açılarında görülen piklerdir. Kritik sıcaklığı $75 - 85 \text{ K}$ arasında değişen bu bileşiğin, örgü parametreleri $a = b = 5.410 \text{ \AA}$ ve $c = 30.9 \text{ \AA}$ olarak verilmektedir. Kristal simetrisinin, ortorombik ya da sözde tetragonal olduğu ileri sürülmektedir.

1.3.3.c $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ (2223) Bileşiğinin Kristal Yapısı

$Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ bileşiği, $Bi_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+4+y}$ genel serisinde $n = 3$ değerine göre oluşan ve yüksek sıcaklık fazı (2223) olarak da adlandırılan süperiletken bir bileşiktir. Bu bileşiğin süperiletkenlik geçiş sıcaklığı ilk olarak $110 K'$ de gözlemlendi. Şekil 1.14c, $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ bileşiğinin kristal yapısını göstermektedir (Kılıç 2008). En yüksek kritik sıcaklık değerine sahip bu bileşikte, 2212 fazının kristal yapısındaki düzlemlere ilave bir $CaCuO_2$ katmanı vardır. Böylece, SrO katmanları arasında sandviçleşen üç tane CuO_2 düzlemleri vardır. Bu CuO_2 düzlemlerinin her biri, diğerinden oksijen içermeyen bir Ca düzlemi ile ayrılmıştır. Bu katmanların istif sırası $[(BiO)_2 - SrO - CuO_2 - Ca - CuO_2 - Ca - CuO_2 - SrO - (BiO)_2]$ şeklindedir. (2223) bileşiği iki farklı Cu atomu içeren düzlemlere sahiptir.

Merkezde bulunan Cu atomları dört komşu oksijen atomu ile birleşerek iki boyutlu kare örgü şeklinde koordine olurken, aşağı ve yukarıdaki Cu atomları beş komşu oksijen atomlarıyla kare tabanlı piramitsel yapıda koordine olmuşlardır. Kristalin birim hücrelerinde, paylaşıma dikkate alındıktan sonra, toplam 19 adet atom vardır. Yapılan x -ışınları kırınımı desenleri çalışmaları sonucunda, bu fazın karakterize pikleri $2\theta = 4.7^\circ$ (002), $2\theta = 23.9^\circ$ (0010), $2\theta = 28.8^\circ$ (0012) $2\theta = 33.8^\circ$ (0016) açılarında görülen piklerdir. Bu bileşiğin örgü parametreleri $a = b = 5.396 \text{ \AA}$ ve $c = 37.18 \text{ \AA}$ olarak verilmektedir. Kristal simetrisinin, yaklaşık olarak tetragonal olduğu ileri sürülmektedir.

- **Bi – tabanlı süperiletken bileşiklerin stokiyometrisi, $n = 1, 2, 3$ değerleri için**



genel formülü ile verilir. Buna göre süperiletken BSCCO bileşiği

- $n = 1$ için, $Bi_2O_3 + 2SrCO_3 + CuO \Rightarrow Bi_2Sr_2CuO_6 + 2CO_2$ (2201 fazı)
- $n = 2$ için, $Bi_2O_3 + 2SrCO_3 + CaCO_3 + 2CuO \Rightarrow Bi_2Sr_2CaCu_2O_8 + 3CO_2$ (2212 fazı)
- $n = 3$ için, $Bi_2O_3 + 2SrCO_3 + 2CaCO_3 + 3CuO \Rightarrow Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10} + 4CO_2$ (2223 fazı)

2. MATERYAL VE YÖNTEM

2.1 Giriş

Yüksek geçiş sıcaklığına sahip olan bakır-oksit tabanlı süperiletken ailelerini ($YBCO$, $BSCCO$, $TBCOO$, $HgBaCO$) hazırlamak çok zor değildir. Ancak kimyasal malzemelerle çalışıldığı için, bu malzemeler ile yapılacak olan çalışmaların her aşamasında sağlık açısından oldukça dikkatli olunmalıdır. Bu malzemelerin göstereceği süperiletkenlik özellikler, hazırlama yöntemine, ısısal işlem süresi ve sıcaklığına, çalışılan malzemenin cinsine doğrudan bağlıdır. Kaliteli bir malzeme hazırlamak için, sıcaklık ve zamanın kontrol edilmesi, malzemenin ısısal işleme tabi tutulduğu ortamdaki kısmi oksijen basıncının bilinmesi, tanecik boyutları, malzeme içerisine katkı yapılan diğer elementlerin özelliklerinin iyi bilinmesi ve malzemenin konulduğu potanın cinsi oldukça önemlidir.

Yüksek sıcaklık süperiletkenlerini farklı yöntemler kullanarak hazırlamak mümkündür. Bunlardan genel olarak kullanılan, katıhal tepkime yöntemi, kimyasal olarak elde etme yöntemleri, başlangıç tozlarını eriterek döküm yapma veya ani soğutma ile malzeme elde edilmesi, ince ve kalın film hazırlama yöntemleridir.

2.2 Süperiletken Malzeme Hazırlama Teknikleri

Süperiletken malzeme hazırlamak için pek çok yöntem kullanılır. Bunlar, katıhal tepkime yöntemi, eritme-döküm yöntemi, sol-gel yöntemi, iki-toz yöntemi, sıvı amonyum nitrat yöntemi, püskürtmeli kurutma yöntemi, birlikte çökeltme yöntemi, rapid thermal melt yöntemi, three-step reaksiyon yöntemidir. Bu yöntemler içerisinde katıhal tepkime yöntemi, eritme-döküm yöntemi ve çökeltme yöntemi en çok kullanılan yöntemlerdir.

2.2.1 Katıhal Tepkime Yöntemi

- Katıhal tepkime yöntemi, kolaylığı ve ucuzluğu bakımından süperiletkenlik araştırma grupları tarafından en geniş kullanım alanına sahip olanıdır.
- Bileşikler, oksit, karbonat, nitrat gibi başlangıç maddeleri ile hazırlanır.

- Başlangıç maddeleri, uygun oranlarda karıştırılır ve ince tozlar haline getirebilmek için havanda öğütülür (amaç homojen bir karışım yapmak).

- **Numunelerin Kalsine Edilmesi:** Öğütme işleminden sonra malzeme üzerindeki ilk ısı işlem olan kalsinasyon aşamasına geçilir. Bu işlemin amacı öğütme sırasında toz karışım içerisine giren yabancı maddelerin, oksit ve karbondioksitlerin sıcaklıkla ayrışmasını sağlamaktır. Bu da katı-hal tepkime yönteminin temelini teşkil eder. Kalsinasyon için tozlar bir potaya konularak sıcaklığı ayarlanabilir fırın içerisinde belirli sıcaklıklarda belirli sürelerde tutulur. Daha sonra fırından çıkarılan tozlar tekrar havan yardımıyla öğütülür ve bu işlem birkaç kez tekrarlanabilir.

- **Numunelerin Preslenmesi:** Kalsinasyondan sonra sinterleme öncesi şekil vermek ve tanecikler arası bağlantıları güçlendirmek için presleme yapılır. Presleme ile tozlar tabletler haline getirilir.

- **Numunelerin Sinterlenmesi:** Süperiletken fazı elde etmek, karışımı oluşturan atomlar arası bağlantıları kuvvetlendirmek, polikristalleri meydana getirmek, süperiletkenliğe geçiş sıcaklığını yükseltmek ve bazı örgü kusurlarını ortadan kaldırmak için oksijen ortamında yüksek sıcaklıkta belirli sürelerde tabletleri sinterlemektir. Bu sinterleme işlemi, numunenin sıcaklığının oda sıcaklığından belirlenen sıcaklığa kadar arttırılması ve belirli süre bekledikten sonra oda sıcaklığına soğutulmasını içermektedir.

Katıhal tepkime yönteminde ara öğütme (Sing 1998), optimum tavlama süre ve sıcaklığı (Asada vd. 1988) ile yavaş soğutma oranları çok önemlidir (Kase vd. 1990). Tabletlerin ısıtılmasından sonra numune içinde meydana gelebilecek iç zorlanma ve gerilmelerden kaçınmak için fırın yavaş soğutulmalıdır. Dikkat edilmesi gereken başka bir noktada kalsinasyon yapılacak kabın doğru seçilmesidir. Çünkü yüksek sıcaklıklarda yapılan ısıtma işlemleri süresince kabın yapıldığı materyalden süperiletken malzeme içerisine sızmalar olabilir. Bu yöntemde numunenin öğütülme, kalsinasyon ve sinterleme süresi ve sıcaklığı, süperiletken malzemenin cinsine göre değişmektedir. Kalsinasyon sırasında sıcaklık *BSCCO* ile *TBCCO* aileleri için 750 – 850°C arasında ve *YBCO* ailesi için 850 – 950°C arasındadır.

2.2.2 Eritme-Döküm Yöntemi

Yüksek sıcaklık süperiletken hazırlamak için kullanılan tekniklerden en kullanışlı olanıdır. Çünkü pota içerisinde yüksek sıcaklıkta eriyik haline gelen başlangıç numune tozları eridikten sonra, atomik ve moleküler düzeyde birbiriyle karışırlar ve karışım maksimum düzeyde homojen olur.

Diğer yöntemlerde olduğu gibi stokiyometrik oranlarda tartılan başlangıç tozları karıştırılıp öğütülür. Öğütülen tozlar kalsinasyon işlemine tabi tutulur. Kalsinasyon işlemi sonunda, ayarlanabilir bir fırın içerisine platin pota içerisine konulan başlangıç tozları, oda sıcaklığından itibaren belirli bir artış oranında malzemenin eriyebileceği yüksek bir sıcaklığa ($1100 - 1200^{\circ}\text{C}$) çıkartılır ve belirli bir süre bekletilir. Bu sıcaklıkta eriyik haline gelen toz karışımları, daha önceden başka bir fırında ısıtılmış olan bakır kalıplara dökülür. Bu aşamada dikkat edilmesi gereken en önemli şeylerden biri, döküm yapılan bakır kalıbın sıcaklığının eriyik halde bulunan numunenin sıcaklığına yakın değerde olmasıdır. Çünkü aşırı sıcaklık farkı olursa, bakır kalıp bu farktan dolayı çatlayıp parçalanabilir. Döküm işleminde hazırlanan bakır kalıbın şekline göre numuneler elde edilir. En genel elde edilen numuneler silindir şeklinde elde edilen çubuk numunelerdir. Döküm işleminden sonra tavlama işlemi için malzeme hazır hale gelmiş olur. Tavlama işleminde, fırın içerisine potayla konulan çubuk numenler, oda sıcaklığından başlayarak malzemenin erime sıcaklığının hemen altındaki bir sıcaklığa kadar ısıtılır. Bu sıcaklıkta yaklaşık olarak 100 – 200 saat arası tavlandıktan sonra süperiletken fazlar elde edilmiş olur.

Bu yönteme benzeyen, ancak döküm sırasında farklılık gösteren bir yöntem daha vardır. Bu yöntemde takip edilen yol, yukarıda anlatılan eritme işlemine kadar aynıdır. Farklılığı ise, pota içerisindeki eriyiğin bakır kalıp yerine bir bakır plaka üzerine dökülerek başka bir kalıpla hızlı bir şekilde üzerine vurularak aniden soğutulmasıdır. Çok ince tabakalar şeklinde elde edilen malzeme, öğütme aleti kullanılarak birkaç saat öğütülüyor ve toz hale gelmesi sağlanıyor. Daha sonra presleme aleti yardımıyla istenilen kalınlıkta tablet haline getiriliyor ve erime sıcaklığının hemen altındaki bir sıcaklıkta tavlansak süperiletken malzeme elde ediliyor.

2.2.3 Çökeltme Yöntemi

Bu yöntemde, hazırlanmak istenilen malzeme miktarı kadar amonyum nitrat malzemeye karıştırılır. Bu karışım bir beher içerisine konarak yaklaşık 180 – 200°C arasındaki bir sıcaklıkta karıştırılarak ısıtılıp, sıvı hale gelmesi sağlanır. Renginin kontrolü sağlanarak mürekkep mavisi rengini alana kadar karıştırılır. Kısa bir süre sonra zehirli gaz çıkışları (CO , NO , NO v.b.) gözlenir. Karıştırma sırasında tozların eriyip sıvı hale geldiği gözlenir. Isıtma işlemi sıvı halden katı hale (çökelti) gelene kadar devam eder. İşlem sonucunda beher tabanında siyah renkli bir çökelti oluşur. Bu çökelti alınır ve öğütülür. Toz haline getirildikten sonra 24 – 48 saat arasında kalsine edilir. Kalsine edildikten sonra istenilen ağırlıkta tablet olarak preslenir. Daha sonra süperiletken yapıyı elde etmek için tavllanır.

2.3 Numunelerin Üretilmesi

2.3.1 *Pr* Katkılanmış *Bi* – 2212 Numunelerinin Hazırlanması

Bu çalışmada, yüksek sıcaklık süperiletken hazırlamak için en çok kullanılan yöntem olan katıhal tepkime yöntemi kullanıldı. *Pr* katkılanmış *Bi* – 2212 numunelerini hazırlamak için Alfa Aesar firmasından hazır olarak alınmış 040467 kodlu % 99.9 saflıktaki *Bi* – 2212 ve Aldrich firmasından hazır olarak alınmış 205176-10G kodlu % 99.9 saflıktaki Pr_2O_3 kimyasal tozları kullanıldı. Her bir katkılı numune için 3 g'lık toz karışımları hazırlandı ve Pr_2O_3 tozu % 0.1, % 0.3, % 0.5, % 0.7 ve % 1.0 oranlarında katkılılandı.

Bi – 2212 tozuna % 0.1 oranında *Pr* katkılamak için 3 gramın % 0.1'i kadar (0.003 g *Pr*) ve 2.997 g ($3 - 0.003 = 2.997$) *Bi* – 2212 tozu, % 0.3 için 3 gramın % 0.3'ü kadar *Pr* (0.009 g) ve 2.991 g *Bi* – 2212 tozu, % 0.5 için 3 gramın % 0.5'i kadar *Pr* (0.015 g) ve 2.985 g *Bi* – 2212 tozu, % 0.7 katkısı için 3 gramın % 0.7'si kadar *Pr* (0.021 g) ve 2.979 g *Bi* – 2212 tozu, son olarak da % 1.0 katkısı için 3 gramın % 1.0'i kadar *Pr* (0.03 g) ve 2.970 g *Bi* – 2212 tozu hassas terazide tartıldı. Her bir karışıma ait tozlar bir havan içerisine yerleştirilip, homojen bir karışım elde etmek için 4 saat süre ile karıştırıldı. Katkılı numuneler *Pr*0.1, *Pr*0.3, *Pr*0.5, *Pr*0.7 ve *Pr*1.0, katkısız numune ise *Temiz* olarak isimlendirildi.

2.3.2 Tabletlerin Preslenmesi

Toz karışımları, homojen bir karışım elde etmek amacıyla, 4 saat boyunca iyice karıştırıldıktan sonra her biri 10 ton basınç altında 13 mm çapında ve 1 – 1.5 mm kalınlığında tabletler haline getirildi.

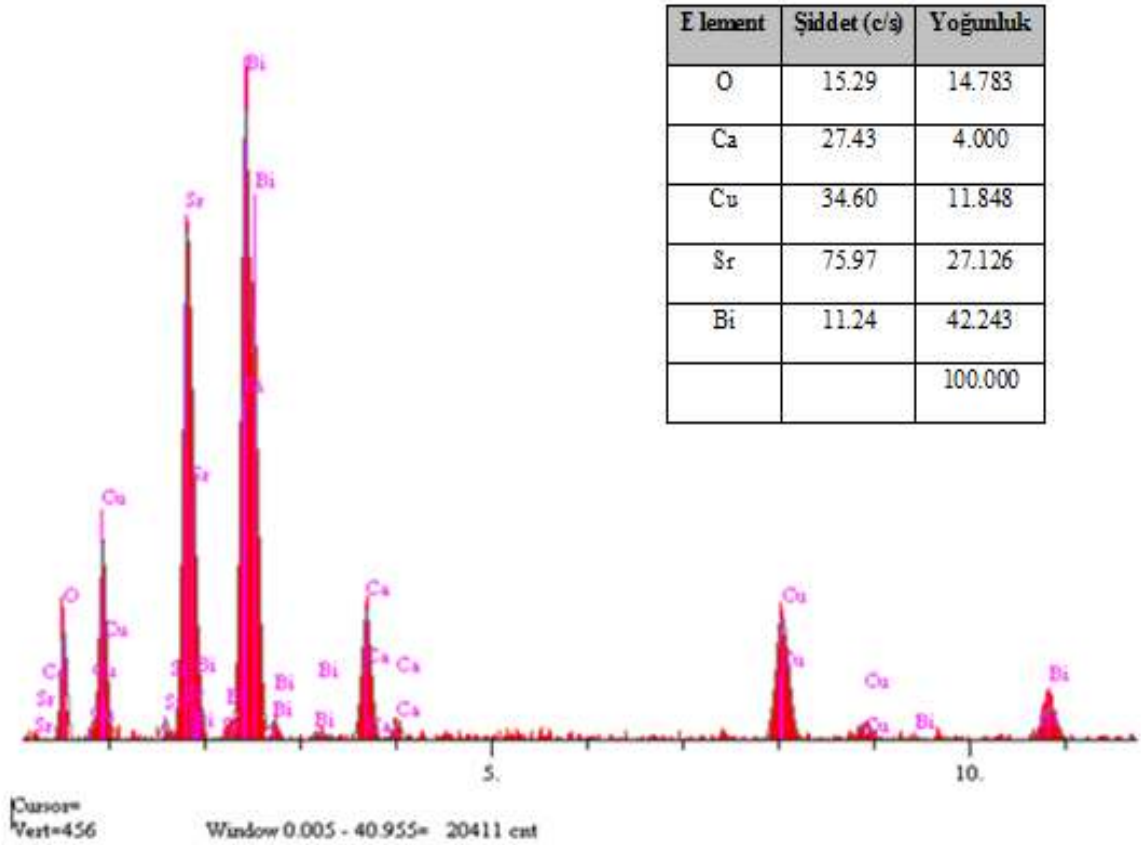


Şekil 2.1 Pres (Specac marka) fotoğrafı

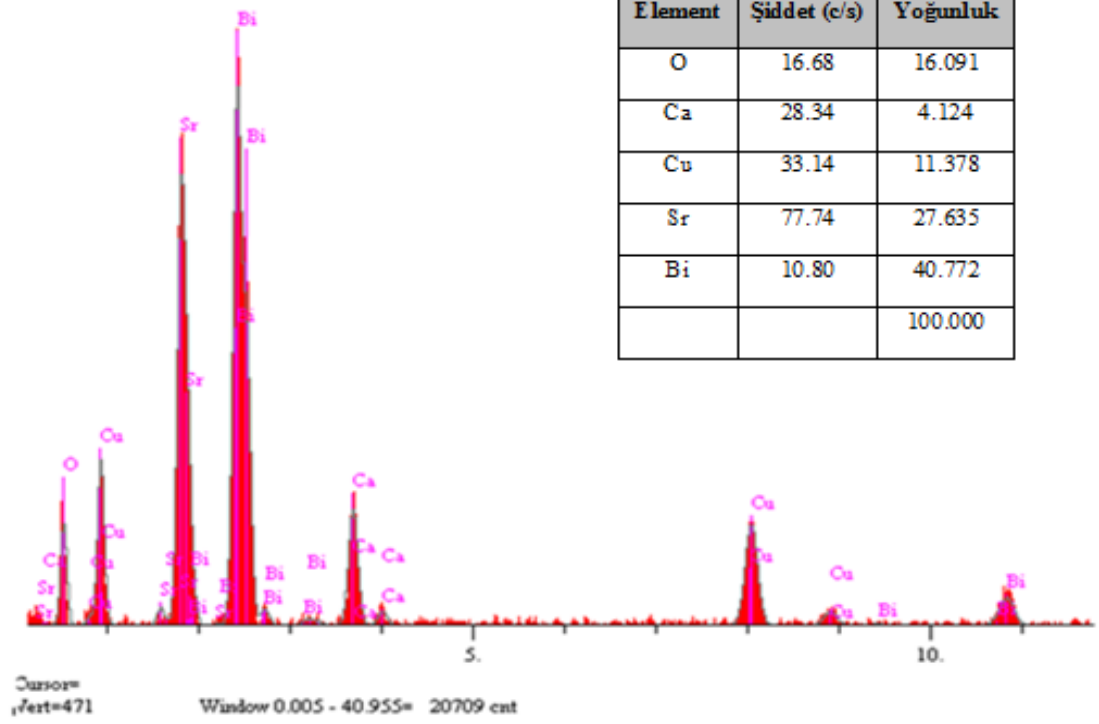
2.3.3 Tabletlerin Sinterlenmesi

Süperiletken fazı elde etmek, karışımı oluşturan atomlar arasındaki bağları kuvvetlendirmek, polikristalleri meydana getirmek ve kristal kusurlarını azaltmak için tabletlerin sinterlenmesi önemlidir.

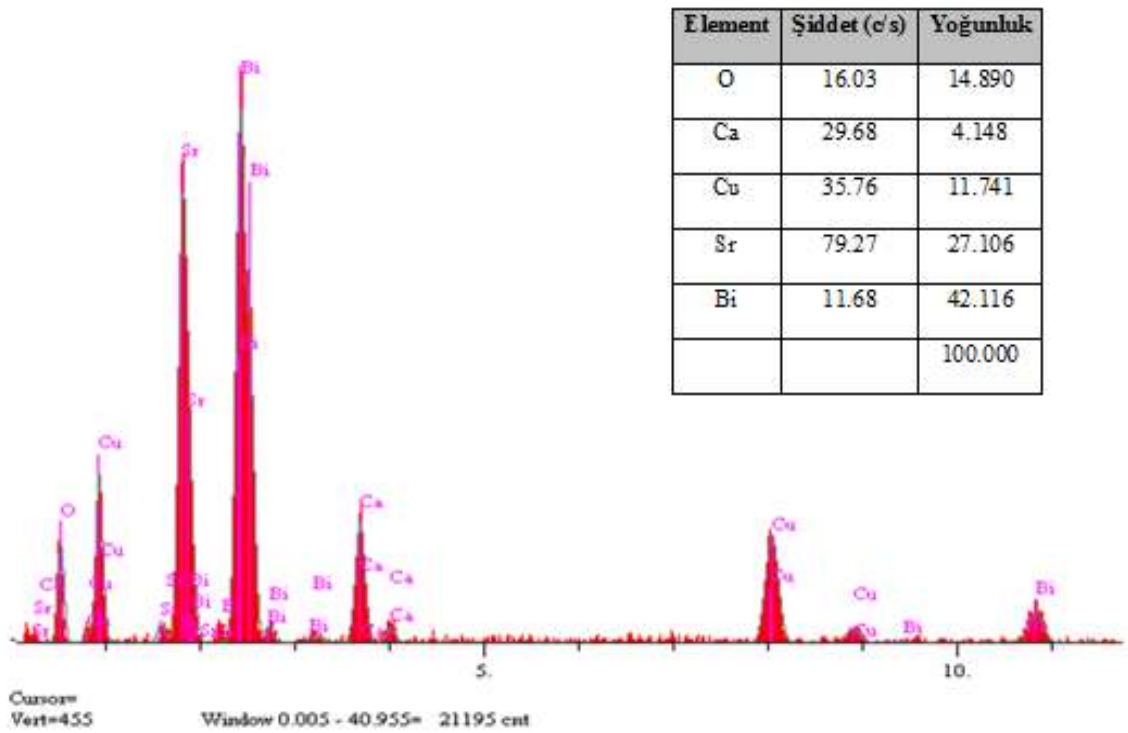
Yapılan *XRD* ve *EDS* ölçümleri sonucunda 820°C, 830°C, 840 °C ve 850 °C’ de tavlanan katkısız *Bi – 2212* süperiletken numuneleri için optimum sıcaklığın 840°C olduğu bulundu (Şekil 2.2 ve Şekil 2.3). Bu sonuca göre, hazırlanan tabletler oda sıcaklığında yüksek sıcaklık tüp fırınına konuldu ve fırın optimum sıcaklık olan 840°C’ ye kadar 10 °C/*dk* hızla ısıtıldı. Bu sıcaklıkta 50 saat bekletildikten sonra 3 °C/*dk* hızla oda sıcaklığına kadar soğutuldu. Oda sıcaklığına kadar soğutulmuş olan bu numuneler fırından çıkarıldı. Böylece numunelerimiz deneysel ölçümler için hazır hale gelmiş oldu.



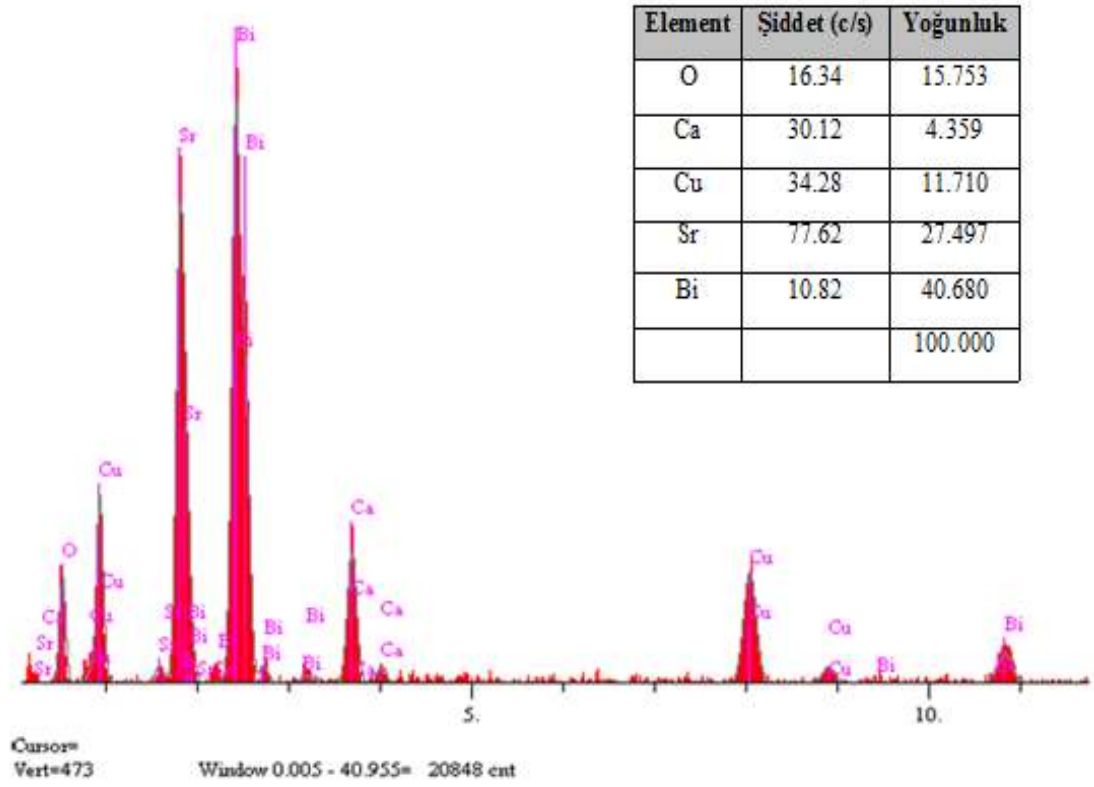
(a)



(b)

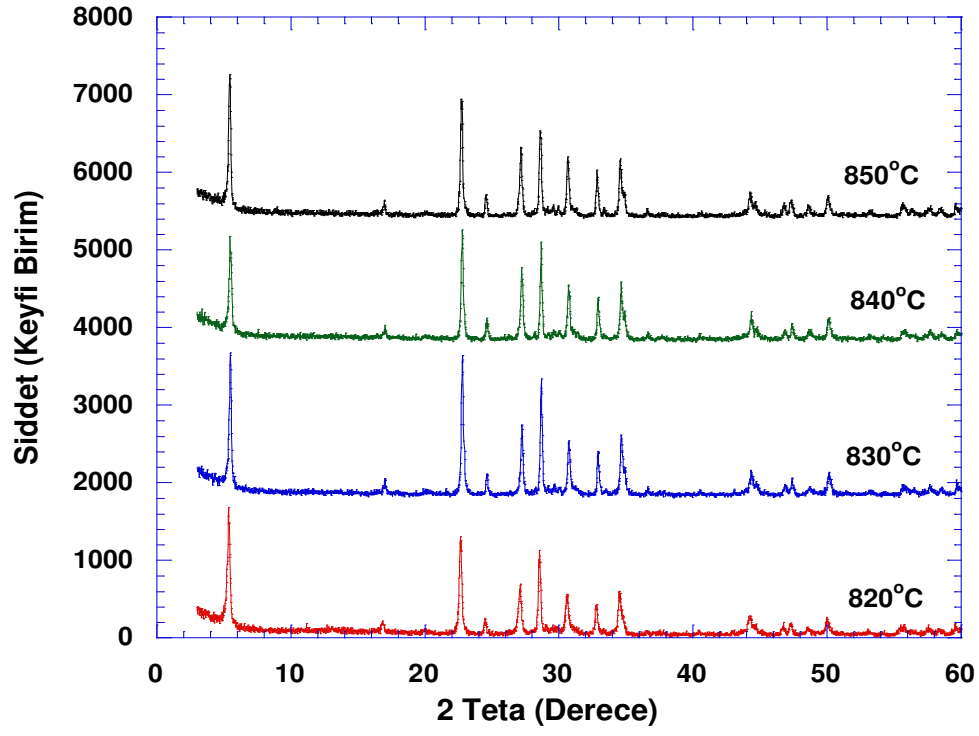


(c)



(d)

Şekil 2.2 a) 820 °C, b) 830 °C, c) 840 °C ve d) 850 °C’de tavlanan katkısız Bi – 2212 için EDS analizleri



Şekil 2.3 Farklı ısı işlemler altındaki katkısız *Bi – 2212* için *XRD* analizleri



Şekil 2.4 PROTHERM programlanabilir tüp fırın

2.4 Deneyisel Ölçümler

2.4.1 X-Işını Difraksiyonu Analizi (XRD)

Kristal yapıların incelenmesinde oldukça önemli bir teknik olan X -ışınları difraksiyon analizi, süperiletken numunede bulunan mevcut değişik fazların miktarları hakkında yaklaşık bir fikir vermesinin yanında piklerin genişliğinden de kristal boyutunun ölçülmesi imkânını sağlar. Çalışma süresince bilgisayar kontrollü $CuK\alpha$ ($\lambda = 1.5405\text{\AA}$) ışımaya sahip difraktometre kullanılmıştır. Alınan bu difraktogramlar bilinen indisleme metodları kullanılarak analiz edildi.



Şekil 2.5 Rigaku D/Max-III C difraktometresi

2.4.2 Taramalı Elektron Mikroskobu Analizi (*SEM*)

Üretimi yapılan malzemelerin yüzey yapıları hakkında bilgi alabilmek için numunelerin mikrofotografları taramalı elektron mikroskobu (*SEM*) ile çekilir. Bu analizlerden yararlanılarak, katkılı ve katkısız numunelerin tanecik sayılarındaki ve büyüklüklerindeki değişimler incelendi.

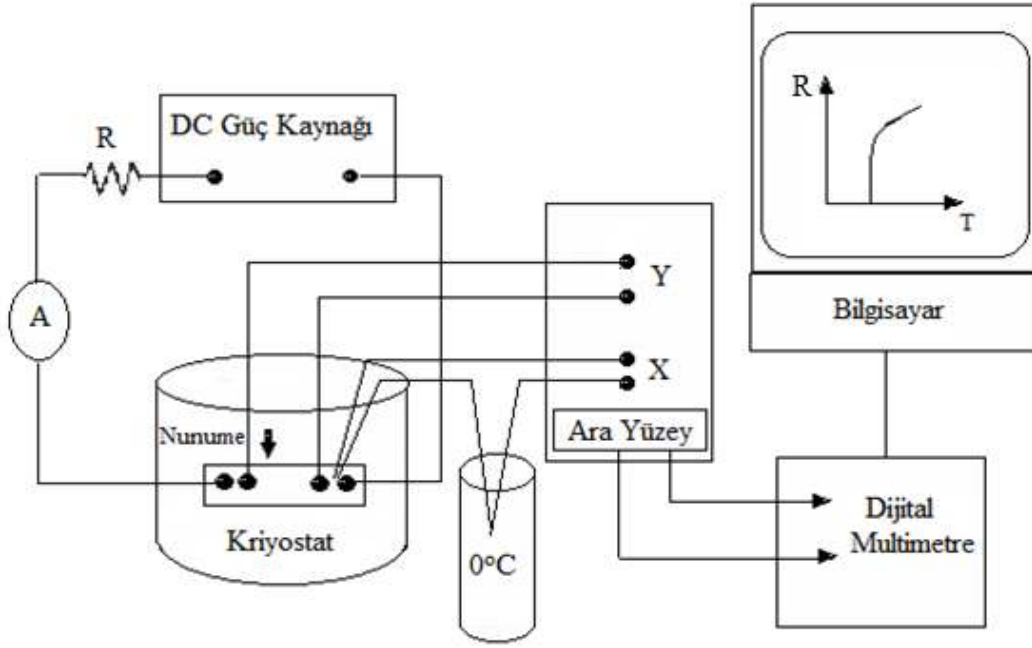


Şekil 2.6 JEOL JSM-6390LV Taramalı Elektron Mikroskobu

2.4.3. Elektriksel Direnç Ölçümleri ($R - T$)

Isıl işleme tabi tutulmuş örneklerin elektriksel özellikleri, sıcaklığın bir fonksiyonu olarak direncin ölçülmesi ile yapıldı. Bunun için dc standart dört nokta yöntemi kullanıldı ve kontaklar gümüş boya ile yapıldı.

Dikdörtgenler prizması şeklinde kesilen örnekler, gümüş pasta kullanılarak, bakır tellerle kontak yapıldı. Ölçüm hatalarını en aza indirebilmek için, kontakların aynı hat üzerinde yer almalarına ve kontaklar arası mesafenin de eşit olmasına dikkat edildi. Bu numuneler 300 K'den numunenin süperiletkenliğe geçiş sıcaklığına kadar yavaşça soğutulularak ölçümler alındı. Bu soğutma esnasında alınan veriler doğrudan bilgisayara taşınarak sıcaklığa karşı direncin grafiği çizildi.



Şekil 2.7 Elektrik özdirenç ölçüm sisteminin şematik gösterimi

2.4.4. Sertlik Ölçümleri

Sertlik, malzemelerin mekanik özellikler bakımından karakterizasyonunda çok önemli yer tutmaktadır. Malzemelerin sertliklerinin tayininde çentme yöntemi artık standart hale gelmiştir. Çentme yöntemi tıpkı bir insanın önünde bulunan bir maddenin sert mi yoksa yumuşak mı olduğunu anlamak için o maddeye parmağını batırması gibidir. Burada tek fark parmak yerine elmas uç kullanılır.

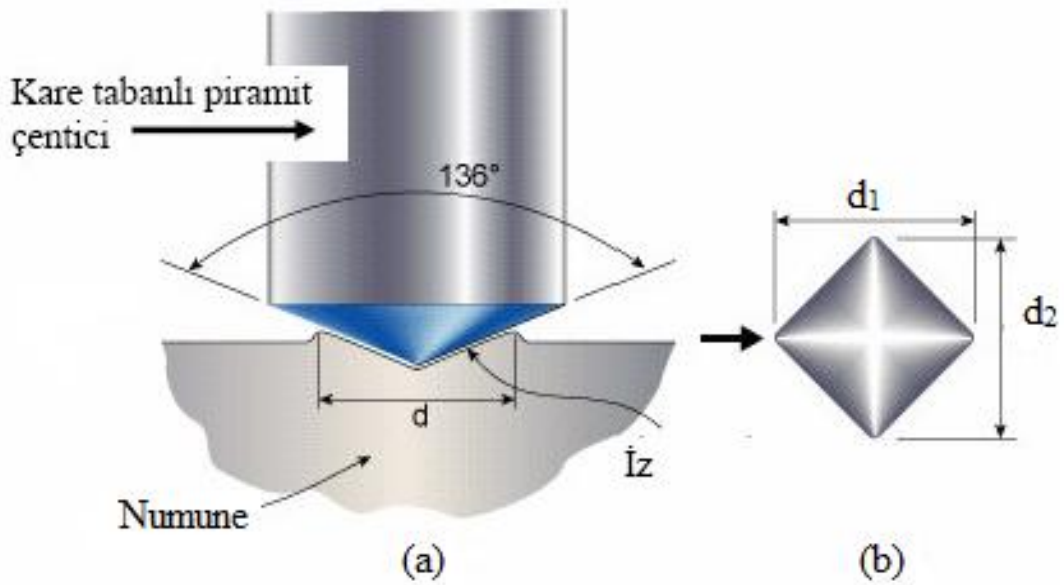
İlk çentme testini Brinell kullanmıştır. Daha sonra Brinell testi ile aynı prensipte çalışan Vickers, Knoop, Berkovich vb. testler ortaya çıkmıştır. Bütün bu testlerin temel prensipleri aynıdır: çentici uca bir yük uygulanarak numune üzerinde bir iz oluşturdudan sonra çentici uçtaki yük kaldırılır, oluşan izin alanı kullanılarak

sertlik tespiti yapılır. Bu çalışmada, Vickers mikrosertlik testi kullanılmıştır (Şekil 2.10).

Vickers mikrosertlik deneyinde, piramit biçiminde ve tabanı kare olan batıcı uç kullanılır. Elmastan yapılan piramidin tepe açısı $\alpha = 136^\circ$ dir. Vickers ucunun iz baskı şeması Şekil 2.8’de verilmiştir (Emeksiz 2007). Vickers sertlik deneyi; söz konusu batıcı ucun malzemenin yüzeyine, malzeme cinsine göre seçilen bir yük altında (10, 25, 50, 100, 200, 300, 400, 500g ve 1kg gibi) belirli bir süre (10, 15s gibi) batırılması ile oluşan izin köşegen uzunluklarının ölçülmesinden ibarettir. Vickers sertlik değeri,

$$H_v = 1854.4 \left(\frac{F}{d^2} \right) \quad (GPa) \quad (2.1)$$

bağıntısıyla bulunur. Burada; F uygulanan yük olup, d izin ortama köşegen uzunluğudur ve $d = (d_1 + d_2)/2$ formülü ile hesaplanır. Vickers sertliği ölçme yöntemi daha uzun zaman almakla beraber en duyarlı sertlik ölçme yöntemlerinden biridir, özellikle araştırma amacı ile mikro ve nano boyuttaki sertlikleri ölçmeye elverişlidir.



Şekil 2.8 Vickers mikrosertlik ölçüm sisteminin şematik gösterimi, (a) Vickers çentiği, (b) izin köşegen uzunlukları

- Maddelerin çoğunda elastik modülü (E) ve gerilme (Y) sertlik ile ilişkilidir ve bu değerler,

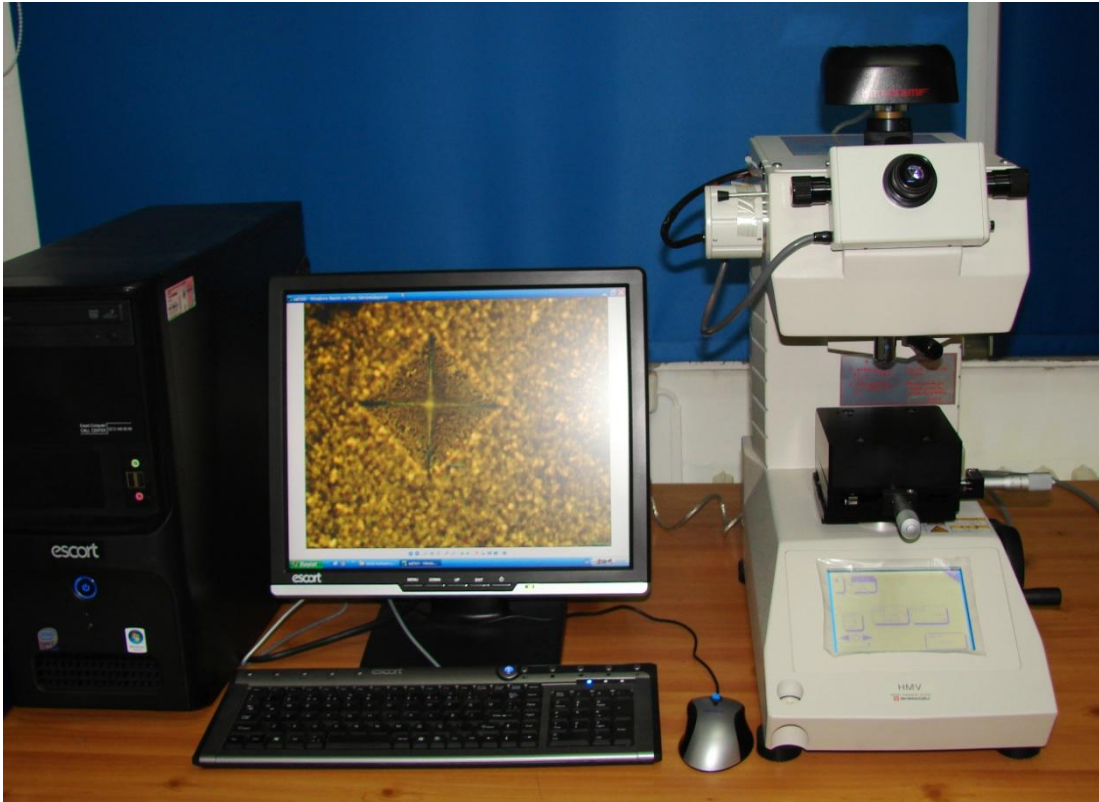
$$E = 81.9635 H_V \quad (2.2)$$

$$Y \approx H_V/3 \quad (2.3)$$

bağıntılarıyla verilir.

- Süperiletken numunelerin temel mekanik özelliklerinden biri olan kırılma dayanımı (K_{IC}) ise kullanım için maddelerin seçiminde önemli parametrelerdendir.

$$K_{IC} = \sqrt{2E\gamma} \quad (\gamma, \text{ yüzey enerjisi}) \quad (2.4)$$



Şekil 2.9 HMV Mikrosertlik Cihazı (SHIMADZU)

3. BULGULAR VE TARTIŞMA

3.1 Giriş

Bilindiği gibi, bakır tabanlı süperiletken sistemler için kimyasal katkılama, ekleme ve difüzyon çok önemlidir. Süperiletken oksit seramiklerine katkılama üzerine onların mekanik ve süperiletkenlik özelliklerini geliştirmeyi amaçlayan sayısız çalışma yapılmıştır (Terzioğlu vd. 2005, Khalil vd.2005, Yılmazlar vd. 2006, Öztürk vd. 2007, Yılmazlar vd. 2007, Terzioğlu vd. 2008).

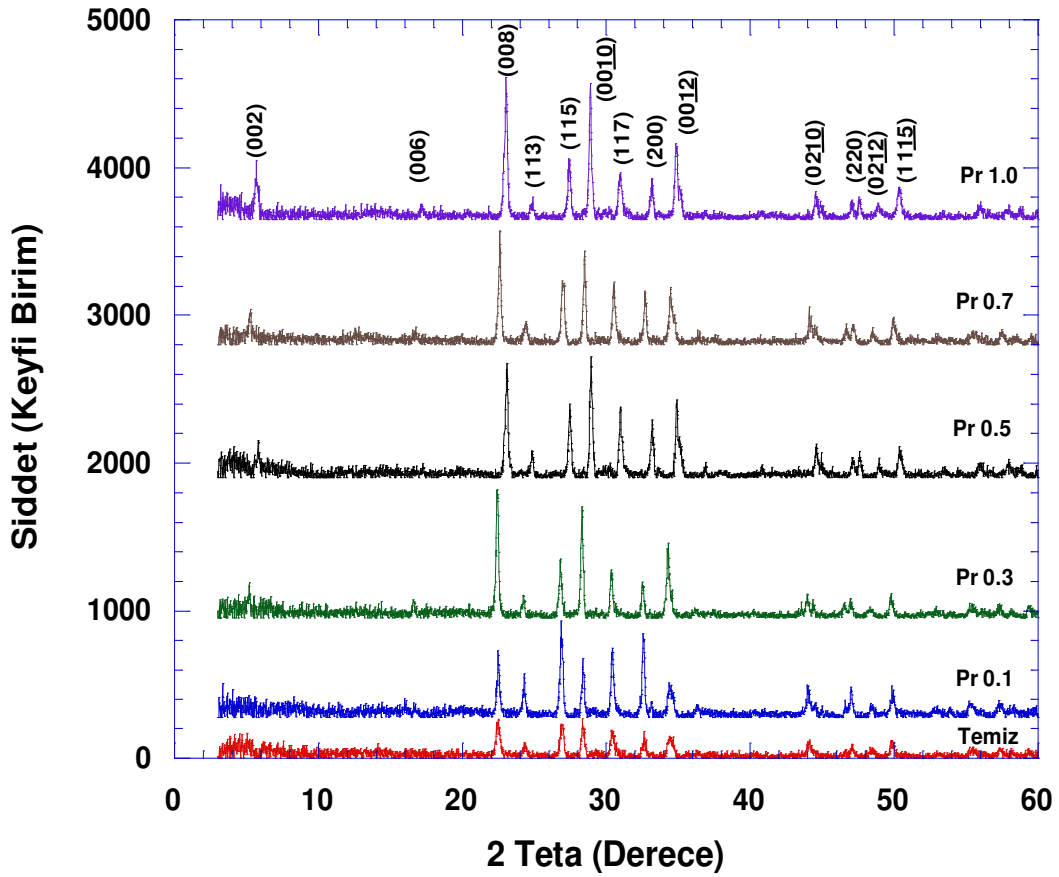
Literatürde *Bi – 2212* yüksek sıcaklık süperiletkenlerinde *Cu* ya da *Ca* yerine *Pr* katkısı yapılmış ve katkılamanın mekanik ve süperiletkenlik özellikleri üzerine etkisi incelenmiştir (Sun vd. 1998, Cao vd. 2000, dos Santos vd. 2003, Boussouf vd. 2009). Bu çalışmalar katkılama arttıkça oda sıcaklığı özdirencinin arttığını, kritik sıcaklığın (T_C^{onset}) ise azaldığını göstermiştir.

Bu çalışmada ise Presedyum katkılı *Bi – 2212* süperiletken malzemelerinin mekanik ve süperiletkenlik özelliklerini araştırmak amacıyla X ışınları kırınımı (*XRD*), taramalı elektron mikroskobu (*SEM*), enerji dağılım spektrometresi (*EDS*), Elektriksel direnç (*R – T*) ve mikrosertlik ölçümleri yapıldı. Bu kısımda ise tüm bu sonuçlardan elde edilen verilerin analizleri yardımıyla değerlendirmeler yapılmıştır. Bu çalışmadaki amacımız, *Bi – 2212* süperiletkenine direkt olarak katkılanan Presedyum'un, süperiletkenin elektriksel ve mekaniksel özellikleri üzerinde nasıl bir etkisinin olduğunu incelemektir. Literatürde yapılan benzer çalışmalarda, Presedyum'un *Sr, Ca* ya da *Cu* ile yerdeğiştirmesi sonucunda *Bi – 2212* süperiletkeninin, süperiletkenlik özellikleri üzerine etkisi incelenmiş olup, mekaniksel özellikleri üzerine çok fazla araştırma yapılmamıştır. Literatüre ek olarak bu çalışma, Presedyum katkılanan *Bi – 2212* süperiletkeninin mekanik özelliklerini de inceleyip bu malzemelerin teknolojik uygulamalar için özellikle süperiletken tel ve şerit yapımı için uygun olup olmadığını göstermeyi amaçlamaktadır.

3.2 X Işını Kırınım Analizleri (XRD)

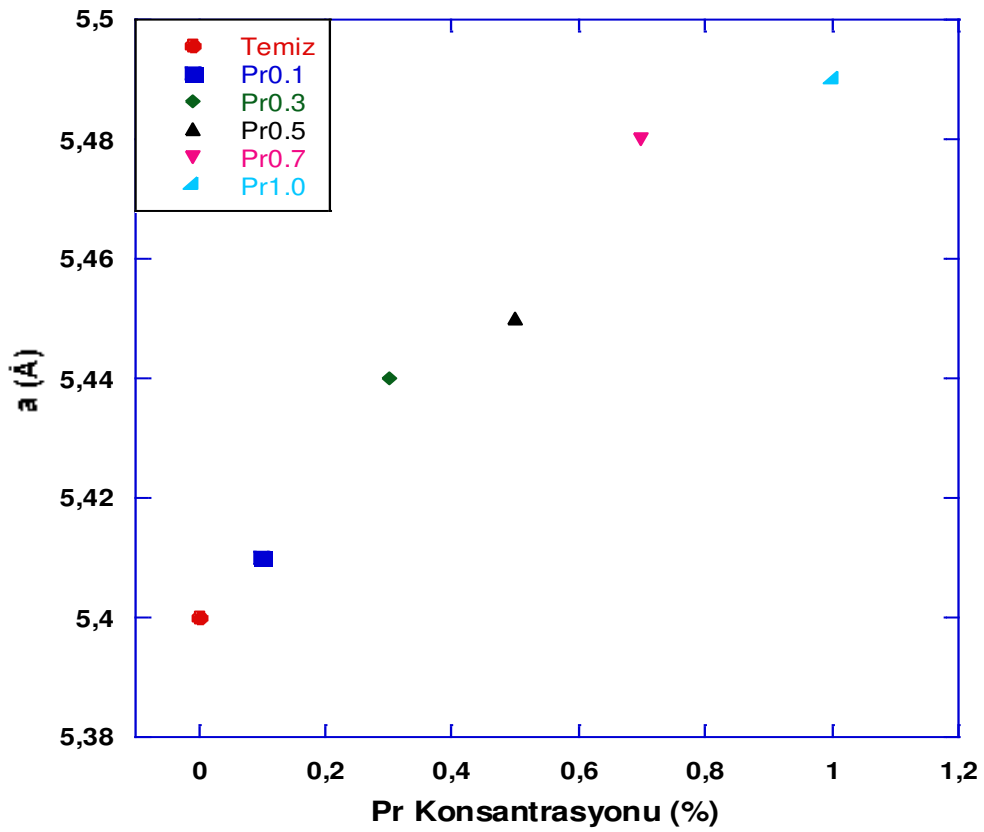
X ışını kırınım analizi *Temiz*, *Pr0.1*, *Pr0.3*, *Pr0.5*, *Pr0.7* ve *Pr1.0* numunelerinin yüzeyine X ışınının belirli açılarla düşürülmesiyle yapıldı. Şekil 3.1’de Miller indislerinin bazıları görülmektedir.

Çizelge 3.1’de verilen XRD verilerinin (*hkl*) piklerinden örgü parametreleri belirlendi ve en küçük kareler yöntemi kullanılarak numunelerin örgü parametreleri hesaplandı.

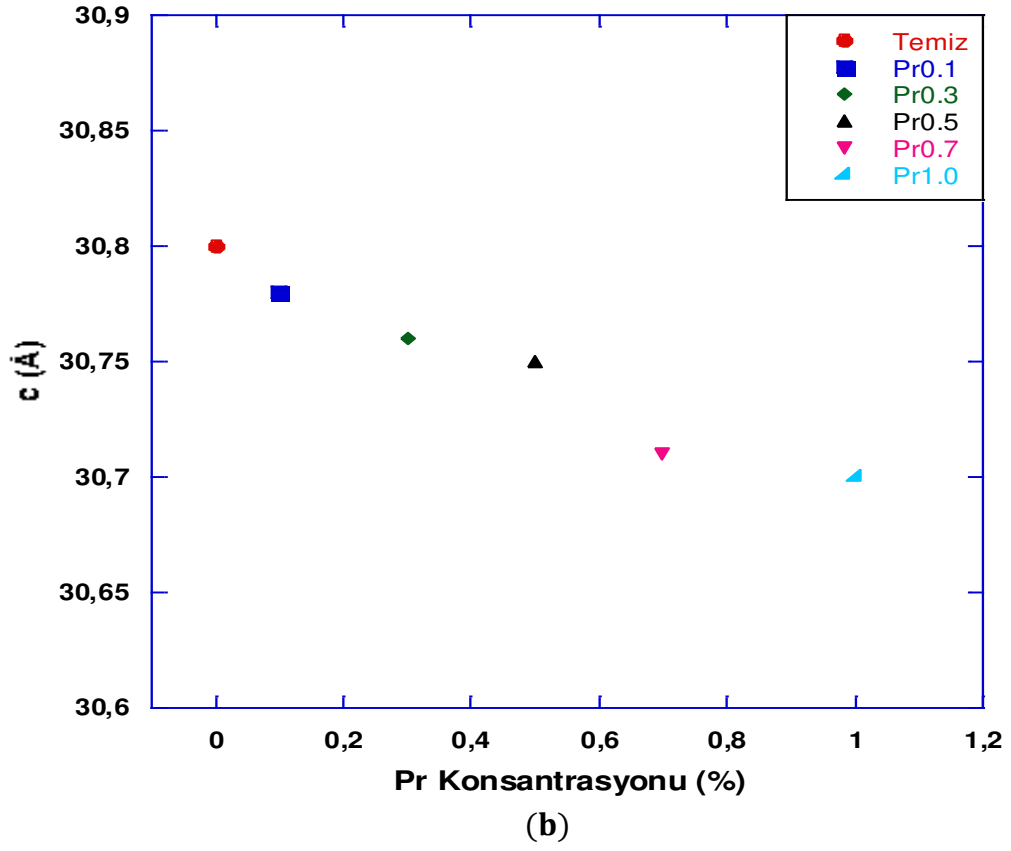


Şekil 3.1 Numunelere ait XRD verileri

Katkı miktarı arttıkça numune düşük sıcaklık fazından ($\%V_{2212}$) çok düşük sıcaklık fazına ($\%V_{2201}$) kaymaktadır. Fakat dominant olan yine düşük sıcaklık fazıdır ($\%V_{2212}$). Örgü parametreleri incelendiğinde katkı ile birlikte a örgü parametresinin arttığı (Şekil 3.2a), bunun tersine c örgü parametresinin azaldığı (Şekil 3.2b) görülmüştür. Bu sonuç, düşük sıcaklık fazının ($\%V_{2212}$) daha baskın olduğu yorumunu desteklemektedir.



(a)



Şekil 3.2 Numunelere ait a) a (Å) – Pr (%), b) c (Å) – Pr (%) değişimleri

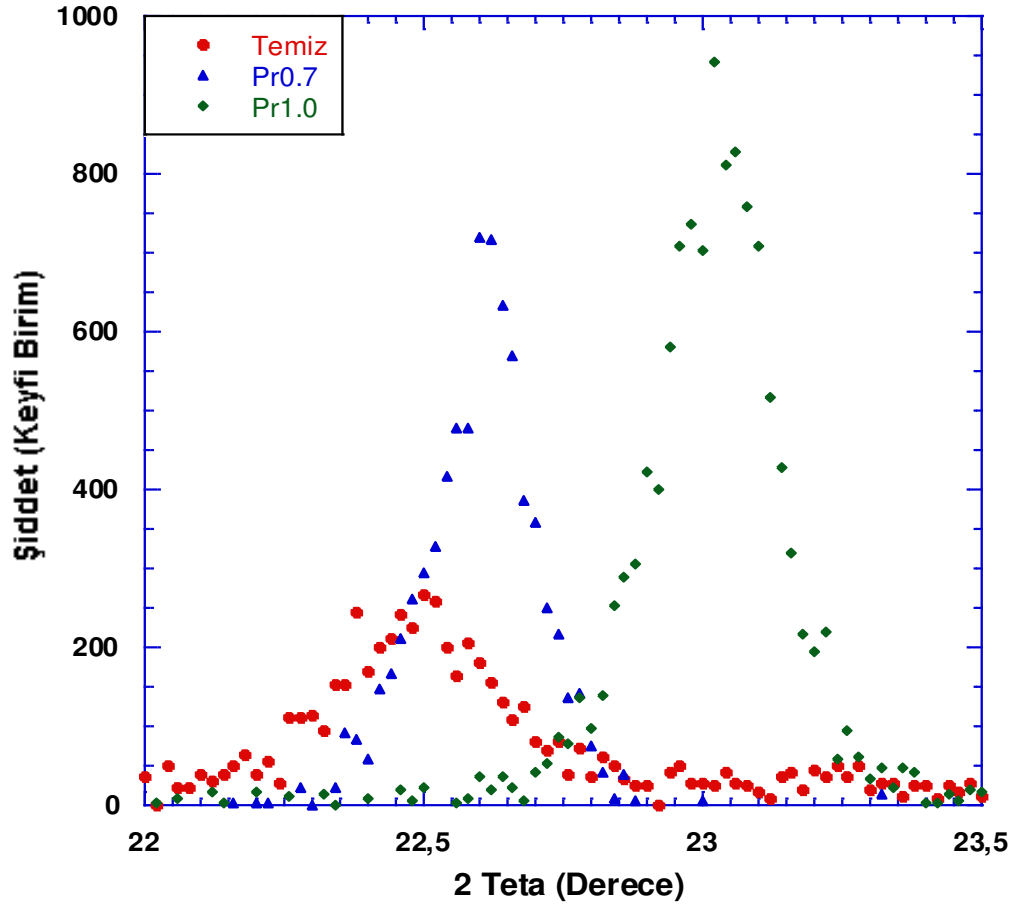
Çizelge 3.1 Numunelere ait a ve c örgü parametreleri ile fazların hacim oranları

<i>Numuneler</i>	<i>a</i> Örgü Parametresi (Å)	<i>c</i> Örgü Parametresi (Å)	<i>Hacim Oranları</i> 2212 - 2201 (%)	
<i>Temiz</i>	5.40	30.80	90.0	10.0
<i>Pr0.1</i>	5.41	30.78	89.0	11.0
<i>Pr0.3</i>	5.44	30.76	87.6	12.4
<i>Pr0.5</i>	5.45	30.75	86.2	13.8
<i>Pr0.7</i>	5.48	30.71	82.1	17.9
<i>Pr1.0</i>	5.49	30.70	80.8	19.2

Yapılan analizler sonucunda, bütün numunelerde baskın olarak $Bi - 2212$ fazı gözlendi. Dikkate değer bir değişikliğe neden olan ikinci bir fazı gösteren çok fazla pike rastlanmadı.

Bu sonuç, tepki veren çoğu fazın $Bi - 2212$ fazına dönüştüğünü ve Pr iyonlarının $Bi - 2212$ süperiletkeninin kristal örgüsünün içerisine tamamen girdiğini gösterir (Vinu vd. 2008, Vinu vd. 2010).

(008) düzleme ait XRD piki Şekil 3.3’ de gösterilmiştir. Pikler Pr katkısı ile daha büyük açılara kaymıştır. Bu kayma, Pr katkısı arttıkça c ekseninin azaldığını gösterir. c eksenindeki bu değişim ise, $Bi - 2212$ süperiletkenine katkılanan nadir toprak elementlerinin çoğunluğunun kristal yapının içine girmesinin bir sonucudur (Vinu vd. 2008a, Vinu vd. 2008b, Shabna vd. 2009).



Şekil 3.3 (008) düzlemine ait XRD pikler

Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinde +3 değerli nadir toprak elementleri +2 değerli Sr ya da Ca ile yerdeğiştirdiğinde, ortama eklenen 1 elektron oksijen içeriğinde bir artmaya neden olur. Oksijendeki bu fazlalık, oksijen bakımından

yetersiz olan $Bi - O$ ikili düzlemleri tarafından alınır. Sonuçta, $Bi - O$ tabakalarındaki pozitif yük azalır ve böylece pozitif yükler arasındaki itici güç azalır, bağlanmalar daha sıkı olur. Bu davranış $Bi - O$ tabakalarını küçültür ve c ekseninin uzunluğunun azalmasına neden olur (Vinu vd. 2008, Biju vd. 2008, Sarun vd. 2008, Shabna vd. 2010).

Ayrıca Sr veya Ca ile kıyaslandığında, katkılanan iyonun iyonik yarıçapının daha küçük ($Pr^{+3} = 1.013 \text{ \AA}$, $Sr^{+2} = 1.12 \text{ \AA}$, $Ca^{+2} = 0.99 \text{ \AA}$), değerliliğinin ise daha büyük olması da sistemdeki oksijen miktarını artırarak c parametresini azaltabilir (Biju vd. 2008, Shabna vd. 2009).

a parametresinde ise Pr katkısının artmasıyla sistematik bir artış gözlenmiştir. Bu, Pr katkısı ile extra elektronların ortaya çıkmasından dolayı beklenen bir durumdur. Cu atomunun etkin değeri azalır. Bu davranış $Cu - O$ bağ uzunluğunun artmasına ve buna bağlı olarak da a parametresinin artmasına sebep olur (Sarun vd. 2008, Shabna vd. 2009).

Sr^{+2} ya da Ca^{+2} yerine yapılan her Pr^{+3} katkısı kristal içinde bir boşluğu doldurur, yani CuO_2 tabakalarındaki taşıyıcı konsantrasyonu azalır. Böylece CuO_2 tabakalarındaki hole konsantrasyonu da kontrol edilebilir (Sarun vd. 2008, Vinu vd. 2008). Pr ' un farklı yüke, iyonik yarıçapa ve elektronik yapıya sahip olmasından dolayı Sr^{+2} yerine her geçişinde sistemde düzensizliğe yol açar (Shabna vd. 2010).

3.3 Taşıyıcı Konsantrasyonun Hesaplanması

Pr katkısının artmasıyla ortama eklenen 1 elektron, kristal içinde bir boşluğun dolmasına, bunun sonucunda da CuO_2 tabakalarındaki taşıyıcı konsantrasyonunun azalmasına sebep olur. Taşıyıcı konsantrasyonunun, p , matematiksel olarak hesaplanmasında ise denklem (3.1) kullanılır.

$$T_c / T_c^{max} = 1 - 82.6(p - 0.16)^2 \quad (3.1)$$

Burada p , taşıyıcı konsantrasyonu, T_c , direncin sıfır olduğu sıcaklık, T_c^{max} ise $Bi - 2212$ süperiletkeni için süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı olan $85 K$ 'dir (Küçükömeroğlu vd. 2008). Yapılan hesaplamalar sonucu, Pr katkısının artması ile

değişen taşıyıcı konsantrasyonları Çizelge 3.2’de verilmiştir. *Pr* katkısının artması ile yük taşıyıcı konsantrasyonu azalmıştır.

3.4 Numunelerin Tanecik Büyüklüklerinin Hesaplanması

X- ışınları kırınım analizi kullanılarak hesaplanan önemli sonuçlardan birisi de kristal boyutunun ölçülmesidir. Bu ölçüm, piklerin genişliği kullanılarak denklem (3.2) ile hesaplanır.

$$D = 0.94\lambda/\beta \cos \theta \quad (3.2)$$

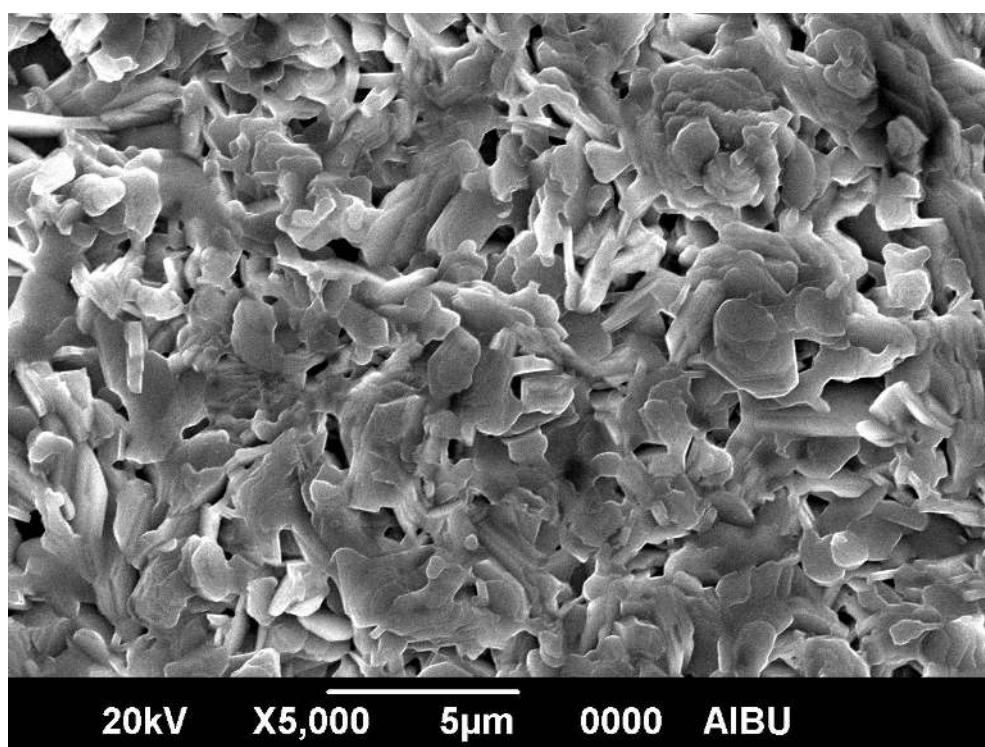
Burada, *D*; tanecik boyutu, λ ; X ışınının dalga boyu, β ; en yüksek şiddet pikinin genişliğinin yarısı, θ ise bu pike ait açıdır. Hesaplanan tanecik büyüklükleri Çizelge 3.2’de verilmiştir. Bu sonuç, *Pr* katkısı ile taneciklerin küçüldüğünü göstermiş olup, *SEM* yorumlarımızı da desteklemektedir.

Çizelge 3.2 Numunelerin yük taşıyıcı konsantrasyonları ve tanecik büyüklükleri

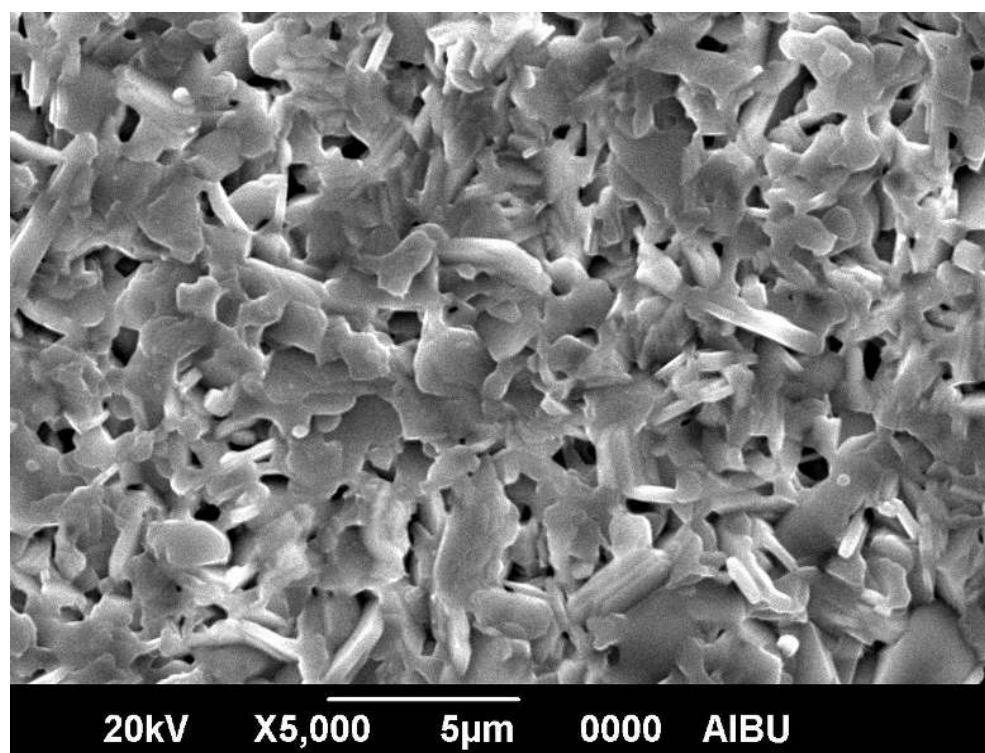
<i>Numuneler</i>	<i>Yük Taşıyıcı Konsantrasyonu (p)</i>	<i>Tanecik Büyüklüğü (Å)</i>
<i>Temiz</i>	0.125	4.643
<i>Pr0.1</i>	0.122	4.594
<i>Pr0.3</i>	0.116	3.960
<i>Pr0.5</i>	0.115	3.334
<i>Pr0.7</i>	0.115	3.292
<i>Pr1.0</i>	0.113	3.280

3.5 Taramalı Elektron Mikroskobu Analizleri (*SEM*)

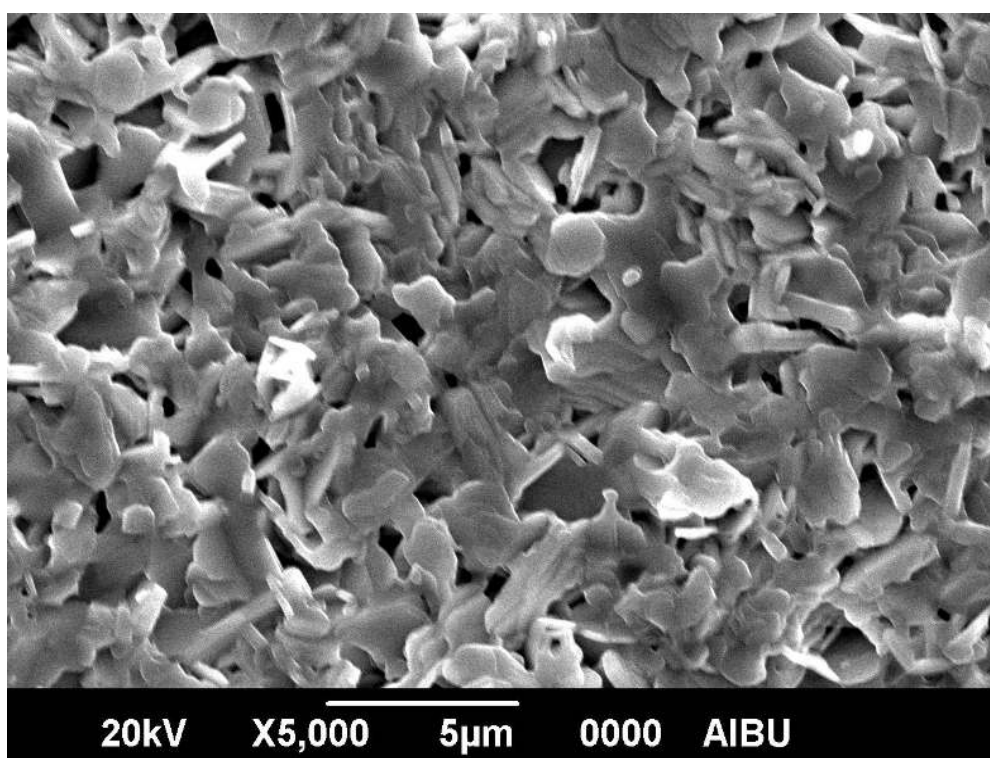
Presedyum katkılı *Bi – 2212* sisteminin yüzey yapısını, tanecik sınırlarındaki olası birikimleri ve tanecik büyüklüklerini belirlemek amacıyla numunelerin *SEM* analizleri yapıldı. Şekil 3.4 *Temiz*, *Pr0.1*, *Pr0.3*, *Pr0.5*, *Pr0.7* ve *Pr1.0* numunelerinin yüzey yapılarını gösterir.



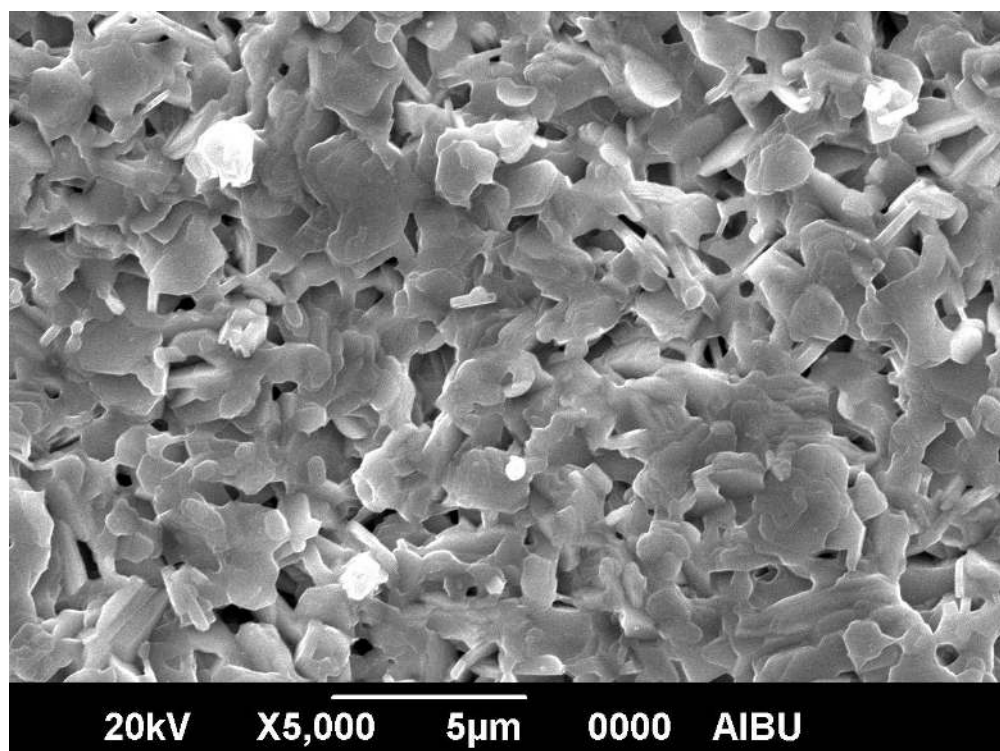
(a)



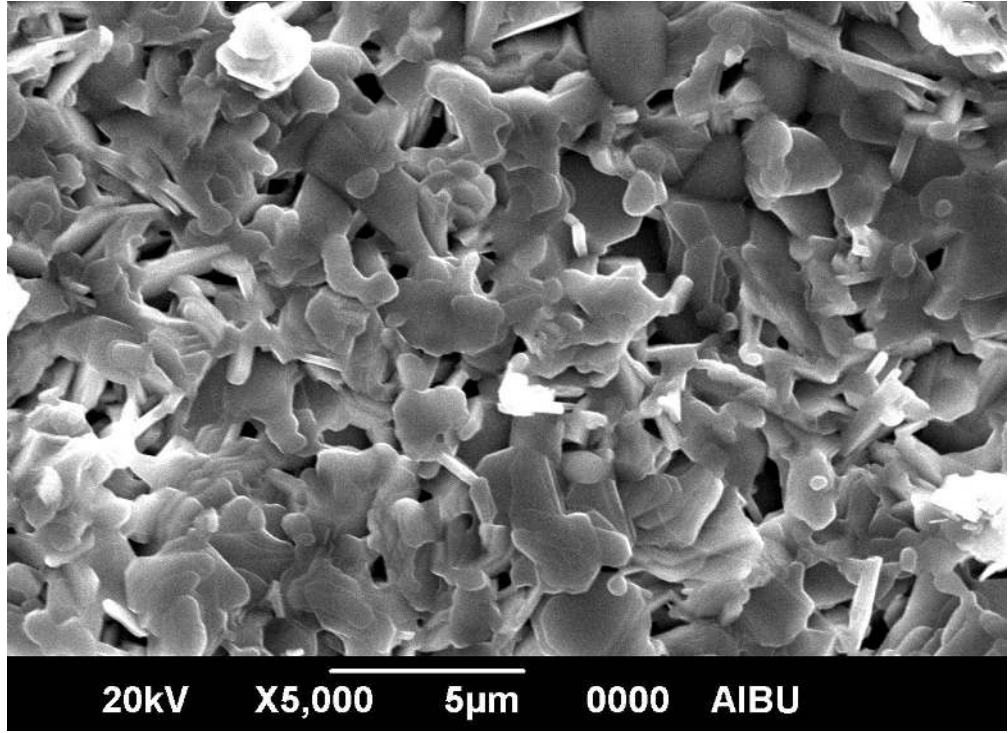
(b)



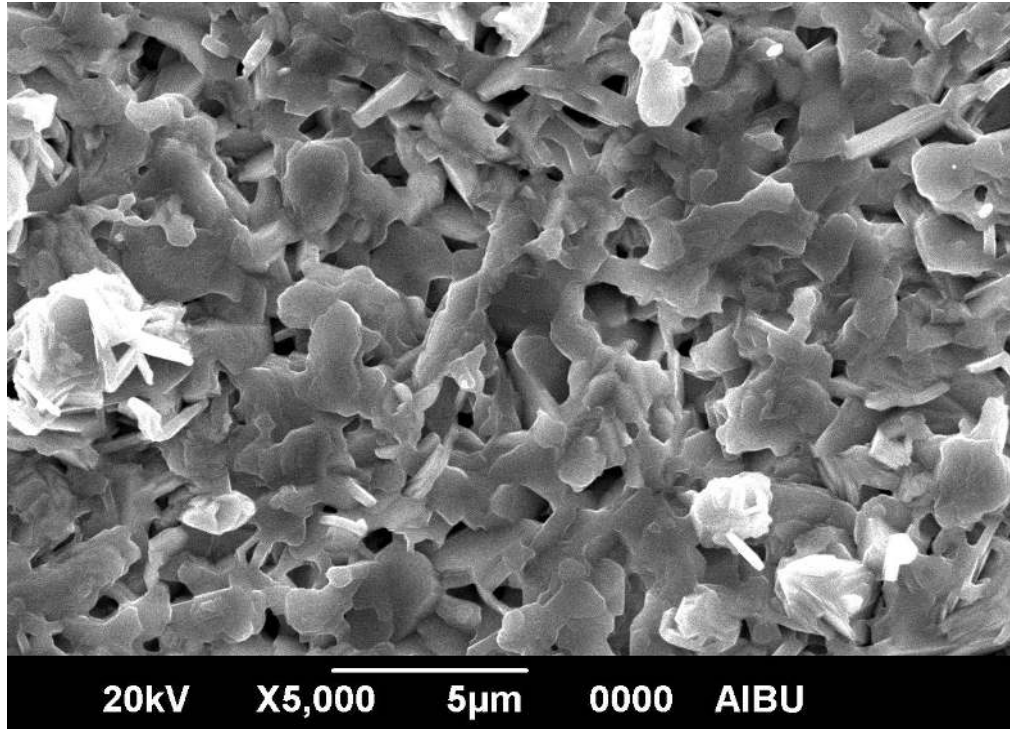
(c)



(d)



(e)



(f)

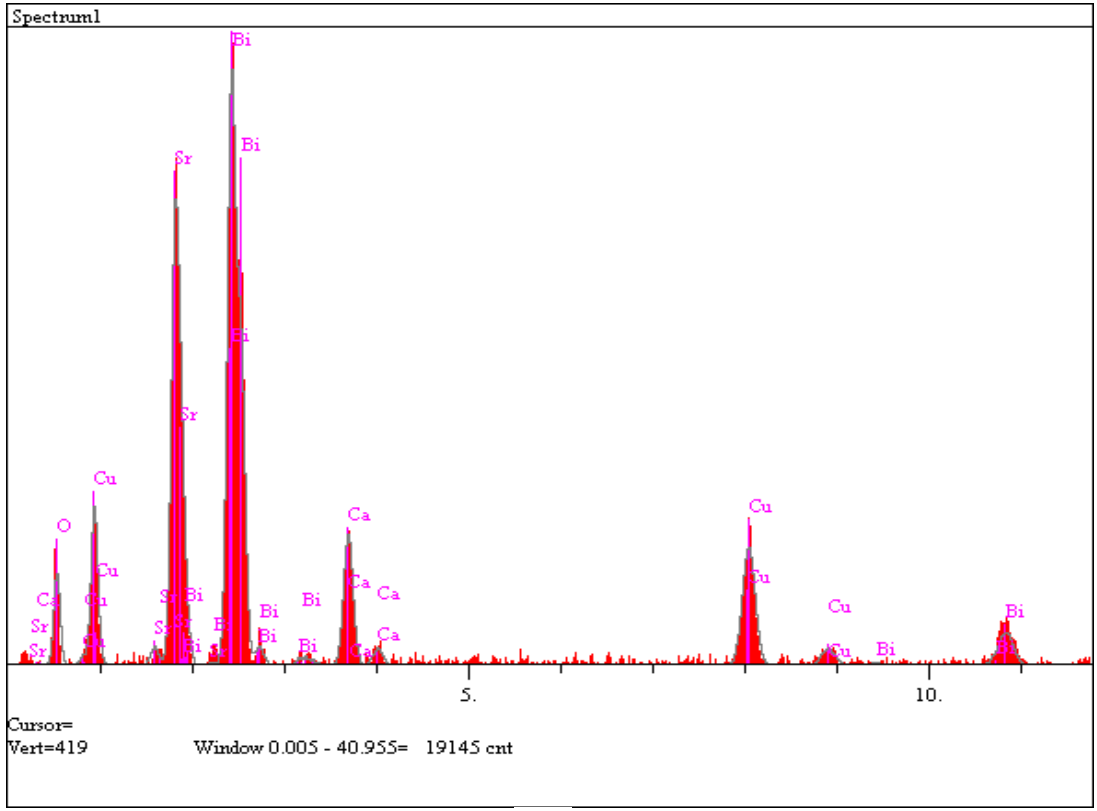
Şekil 3.4 a) Temiz, b) Pr0.1, c) Pr0.3, d) Pr0.5, e) Pr0.7 ve f) Pr1.0 numunelerine ait SEM fotoğrafları

Bi – 2212 yüksek sıcaklık süperiletkenlerinde sıkça görülen yapraklı tanecikler hem temiz hem de *Pr* katkılı numunede görüldü. Katkılama ile tanecikler küçüldü ve gözeneklilik arttı. *Temiz* ve *Pr1.0* numunesi karşılaştırıldığında, *Pr1.0* numunesinin taneciklerinin daha küçük, yüzeyinin ise daha gözenekli ve yumuşak olduğu gözlemlendi. Taneciklerin *Pr* katkısı ile küçüldüğünün bir başka göstergesi de *XRD* pikleri ile hesapladığımız tanecik büyüklükleridir (Çizelge 3.2).

3.6 Enerji Dağılım Spektrometresi (*EDS*) Ölçümleri

Katkılı ve katkısız tüm numuneler için enerji dağılım spektrometresi kullanılarak katkılama ile değişen iyon miktarları belirlendi. Katkılı taneciklerdeki *Pr* yoğunluğunun, *Sr* yoğunluğunun azalmasıyla arttığı gözlemlendi. Bir miktar azalma da *Ca* gruplarında gözlemlendi. Fakat *Sr* yoğunluğundaki azalmanın daha baskın olduğu analiz edildi. Bu sonuçlar bize *Pr* atomlarının *Bi – 2212* yapısındaki *Sr* gruplarının içerisine başarılı bir şekilde katkılandığını gösterir (Biju vd. 2007, Biju vd. 2008, Vinu vd. 2008, Shabna vd. 2009).

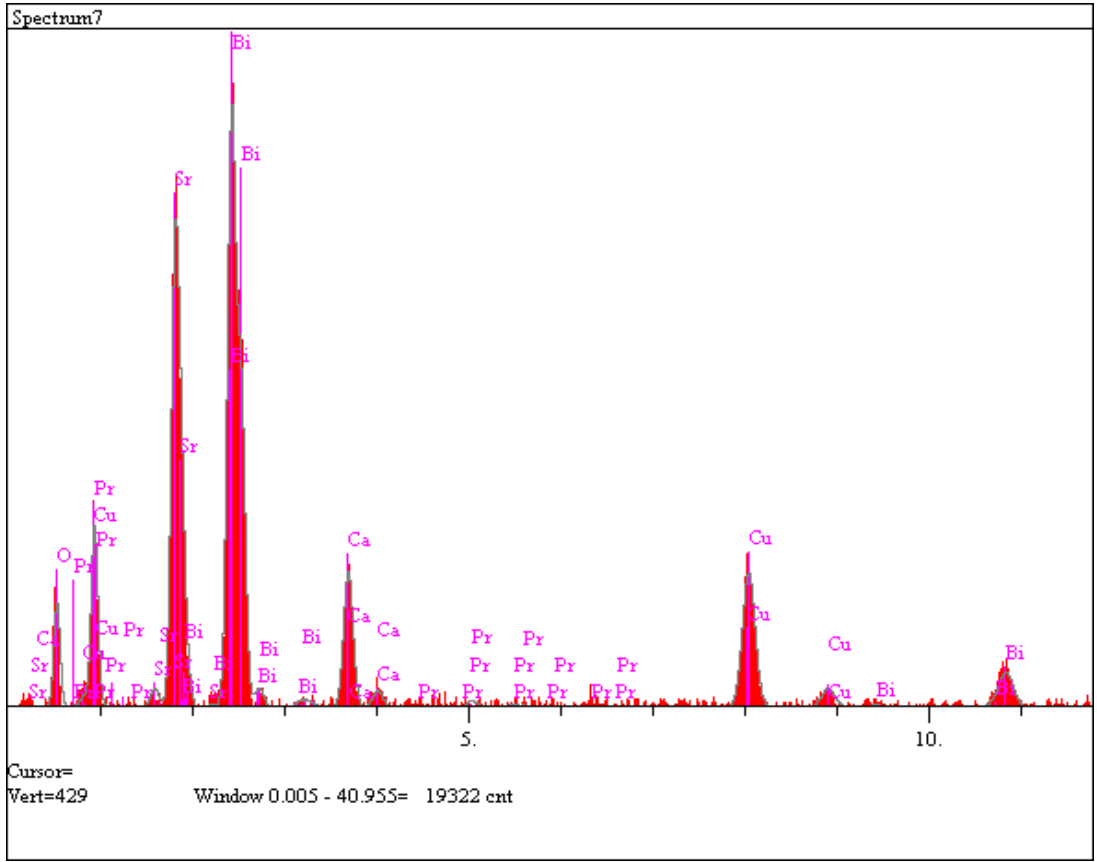
Bunun diğer bir göstergesi de *Pr* katkısı arttıkça büyük açılara kayan *XRD* pikleridir (Şekil 3.3). Piklerdeki bu kaymaların sebebi ise katkı ile azalan *c* eksenidir. Yapılan *EDS* ölçümleri tablolarıyla birlikte Şekil 3.5’ te gösterilmiştir.



(a)

Çizelge 3.3 Şekil 3.5 (a) grafiğine ait veriler

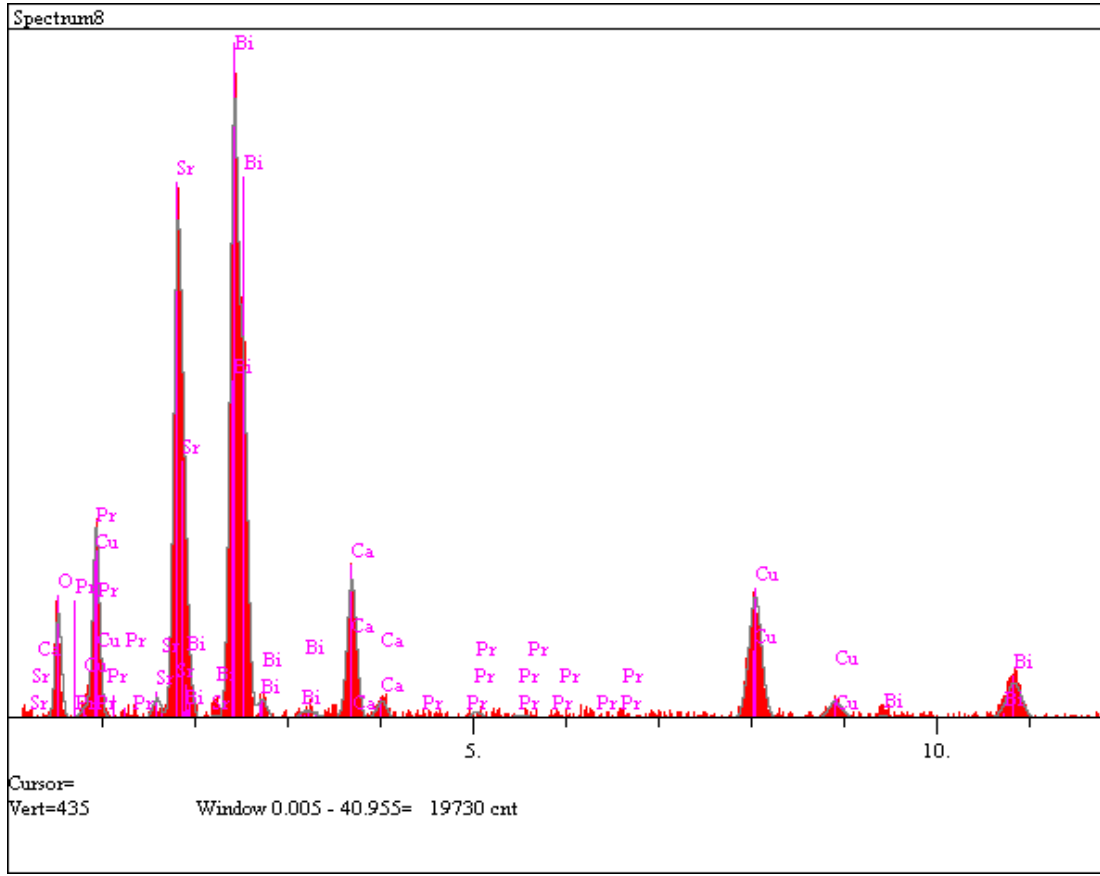
Element	Şiddet (c/s)	Yoğunluk
O	15.11	13.502
Ca	29.14	3.931
Cu	37.69	11.863
Sr	78.79	26.028
Bi	12.96	44.676
		100.000



(b)

Çizelge 3.4 Şekil 3.5 (b) grafiğine ait veriler

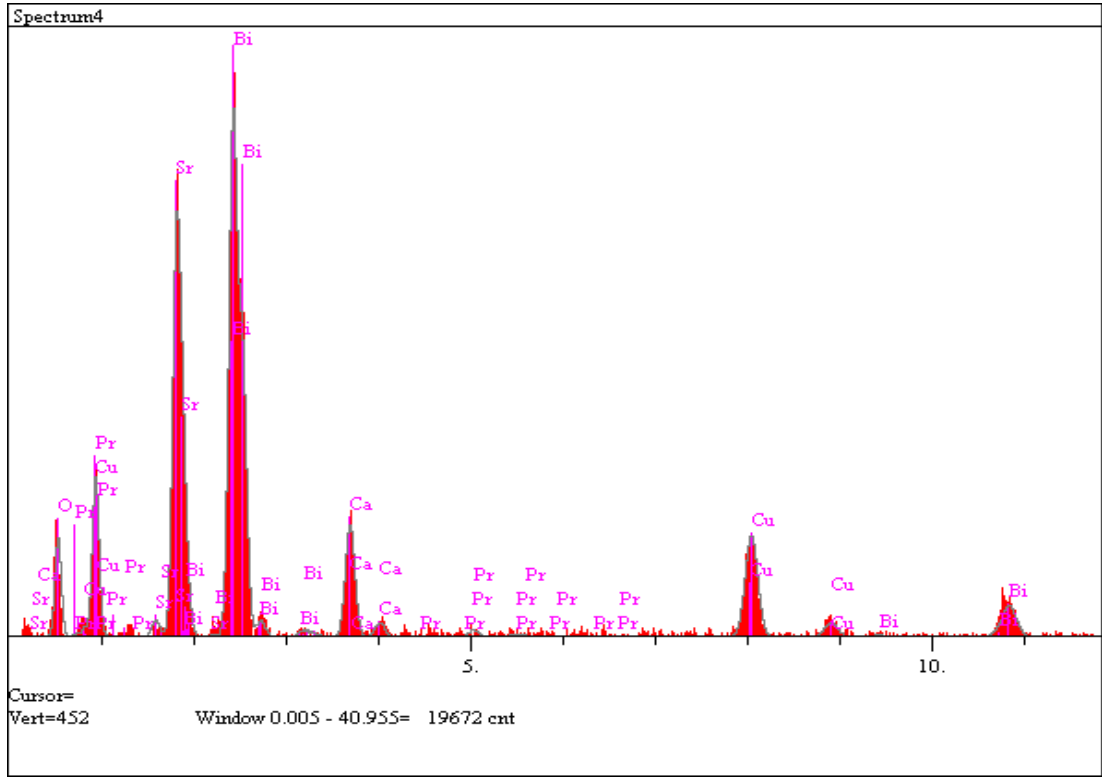
Element	Şiddet (c/s)	Yoğunluk
O	14.01	13.625
Ca	27.55	4.061
Cu	36.52	12.637
Sr	71.55	26.098
Pr	1.51	1.108
Bi	11.28	42.814
		100.000



(c)

Çizelge 3.5 Şekil 3.5 (c) grafiğine ait veriler

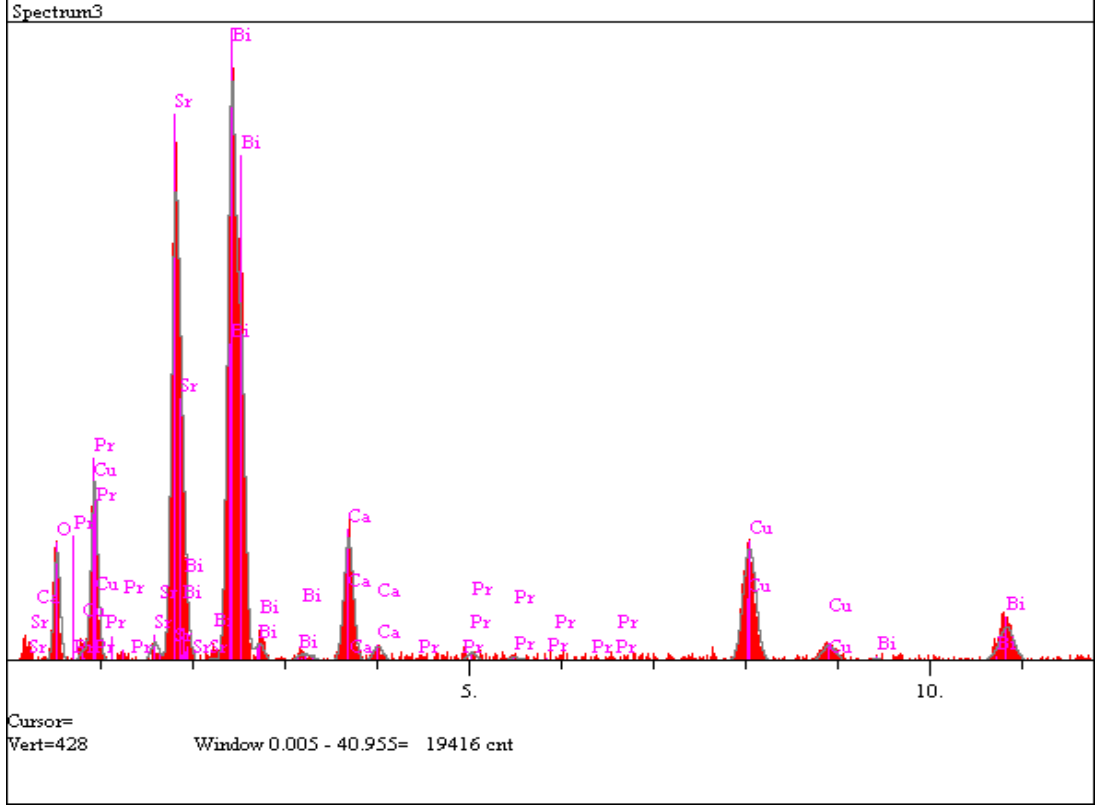
Element	Şiddet (c/s)	Yoğunluk
O	14.37	13.955
Ca	27.88	4.097
Cu	33.00	11.362
Sr	71.47	25.941
Pr	1.55	1.147
Bi	11.53	43.497
		100.000



(d)

Çizelge 3.6 Şekil 3.5 (d) grafiğine ait veriler

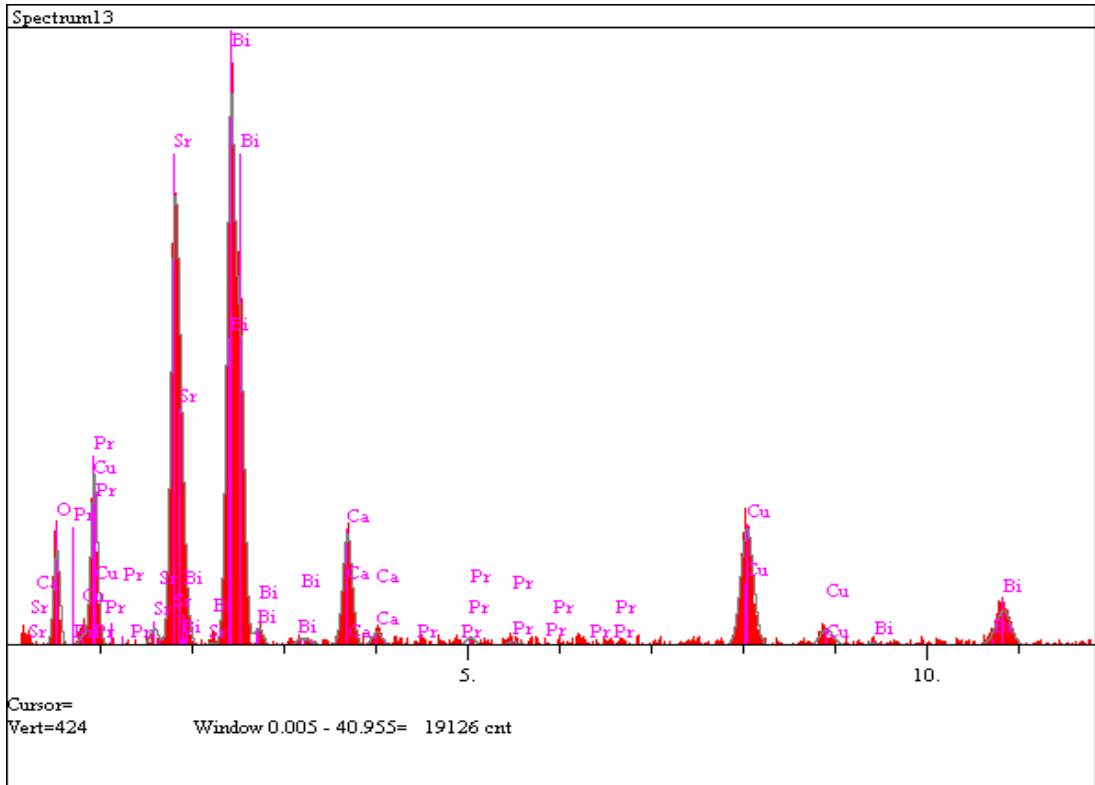
Element	Şiddet (c/s)	Yoğunluk
O	14.82	13.185
Ca	29.07	3.907
Cu	35.99	11.297
Sr	71.45	25.614
Pr	1.91	1.287
Bi	12.73	43.710
		100.000



(e)

Çizelge 3.7 Şekil 3.5 (e) grafiğine ait veriler

Element	Şiddet (c/s)	Yoğunluk
O	15.67	14.756
Ca	26.28	3.786
Cu	32.65	11.037
Sr	71.43	25.481
Pr	1.93	1.395
Bi	11.75	43.537
		100.000



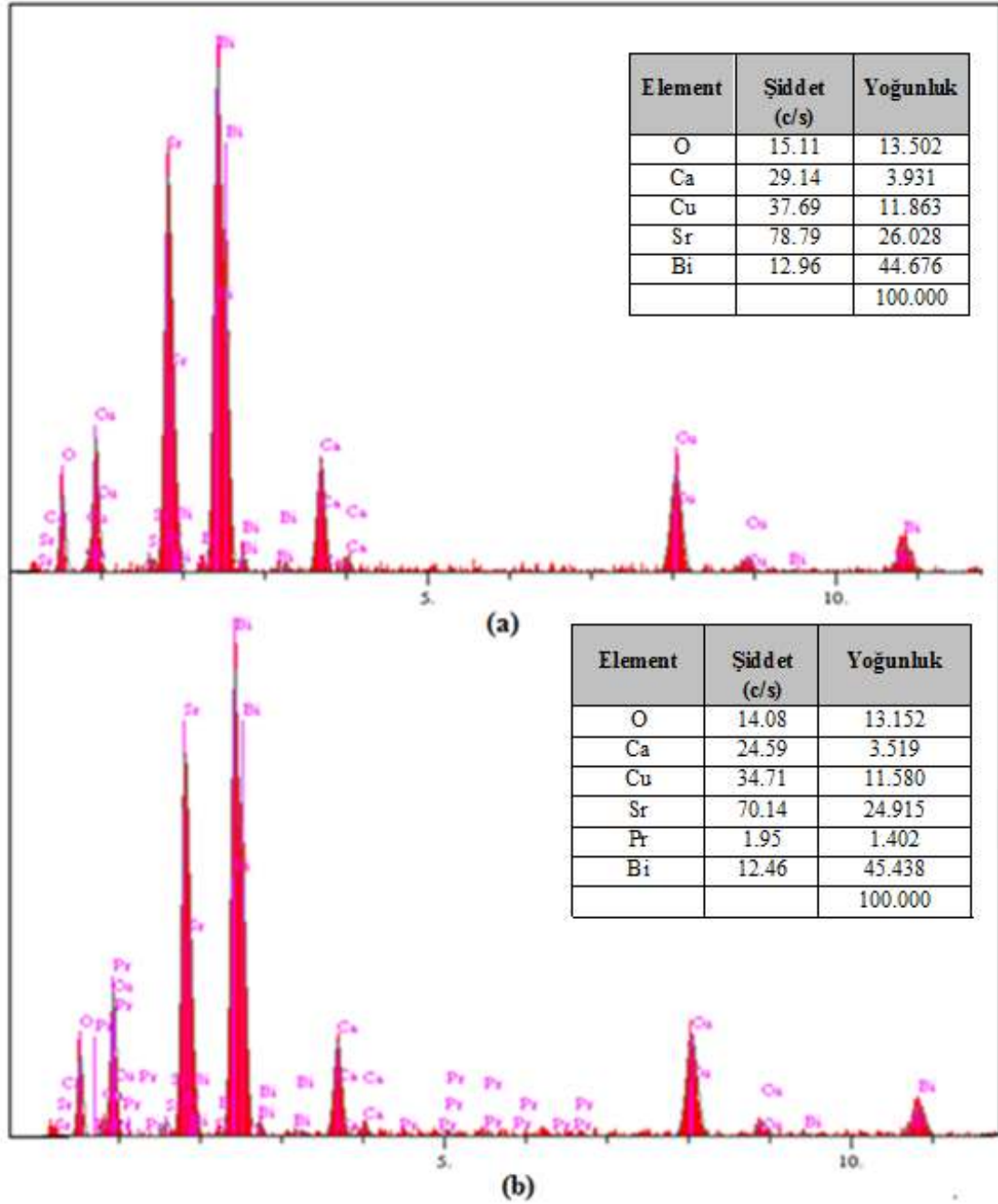
(f)

Çizelge 3.8 Şekil 3.5 (f) grafiğine ait veriler

Element	Şiddet (c/s)	Yoğunluk
O	14.08	13.152
Ca	24.59	3.519
Cu	34.71	11.580
Sr	70.14	24.915
Pr	1.95	1.402
Bi	12.46	45.438
		100.000

Şekil 3.5 a) *Temiz*, b) *Pr0.1*, c) *Pr0.3*, d) *Pr0.5*, e) *Pr0.7* ve f) *Pr1.0* numunelerine ait EDS ölçümleri

Temiz numune ile kıyaslandığında *Pr1.0* numunesindeki *Sr* yoğunluğunun diğer atomlara oranla daha fazla azaldığı gözlenmiştir (Şekil 3.6). Yani *Pr* miktarının, yapı içerisindeki *Sr* yoğunluğunun azalmasıyla ilişkili olarak arttığı gözlemlendi. Bu sonuçlar ise, *Bi – 2212* yapısındaki *Sr* grupları ile *Pr* atomlarının yerdeğiştirdiğini gösterdi.

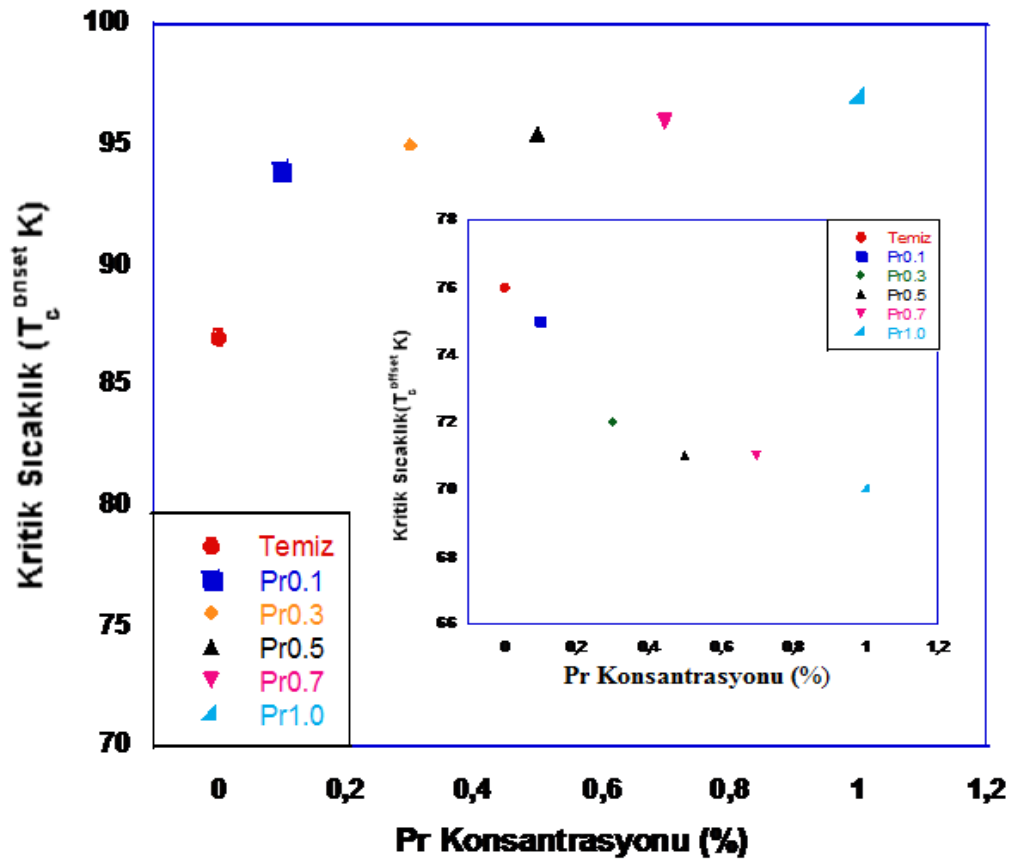


Şekil 3.6 a) *Temiz* ve b) *Pr1.0* numunelerine ait EDS ölçümleri ve tabloları

3.7 Özdirenç (R-T) Ölçümleri

Elektriksel ölçümler için numunelere, gümüş pasta ile standart dört nokta yöntemi kullanılarak kontak yapıldı. Kryostata konulan numunelere 5 mA doğru akım uygulanarak 300K – 25K sıcaklık aralığında 5K/dk ile soğutulup ardından da 25K – 150K sıcaklık aralığında 5K/dk ile ısıtılarak özdirençleri ölçülüp sıcaklığa karşı grafikleri çizildi. Geçiş sıcaklığı, direncin azalıp süperiletkenliğin başladığı kritik sıcaklık (T_c^{onset}) olarak belirlendi. Bütün numuneler T_c^{onset} sıcaklığının üzerinde ($T > 100K$) metalik davranış gösterdi.

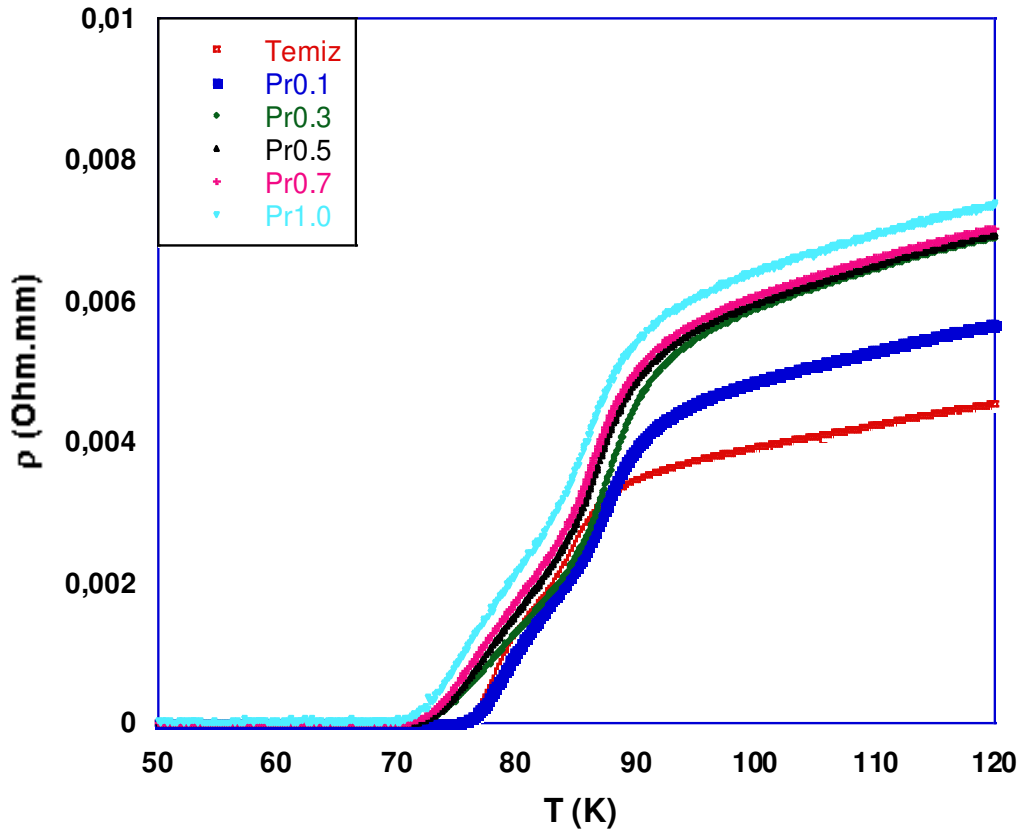
Katkısız numune için $T_c^{onset} = 87K$, Pr0.1, Pr0.3, Pr0.5, Pr0.7 ve Pr1.0 katkılı numuneler için ise sırayla $T_c^{onset} = 94K$, 95K, 95.5K, 96K ve 97K olarak bulundu. Bu sonuçlar bize Pr katkısı ile süperiletkenliğe geçiş sıcaklığının (T_c^{onset}) yükseldiğini gösterir. Bu davranış Şekil 3.7’ de gösterilmiştir.



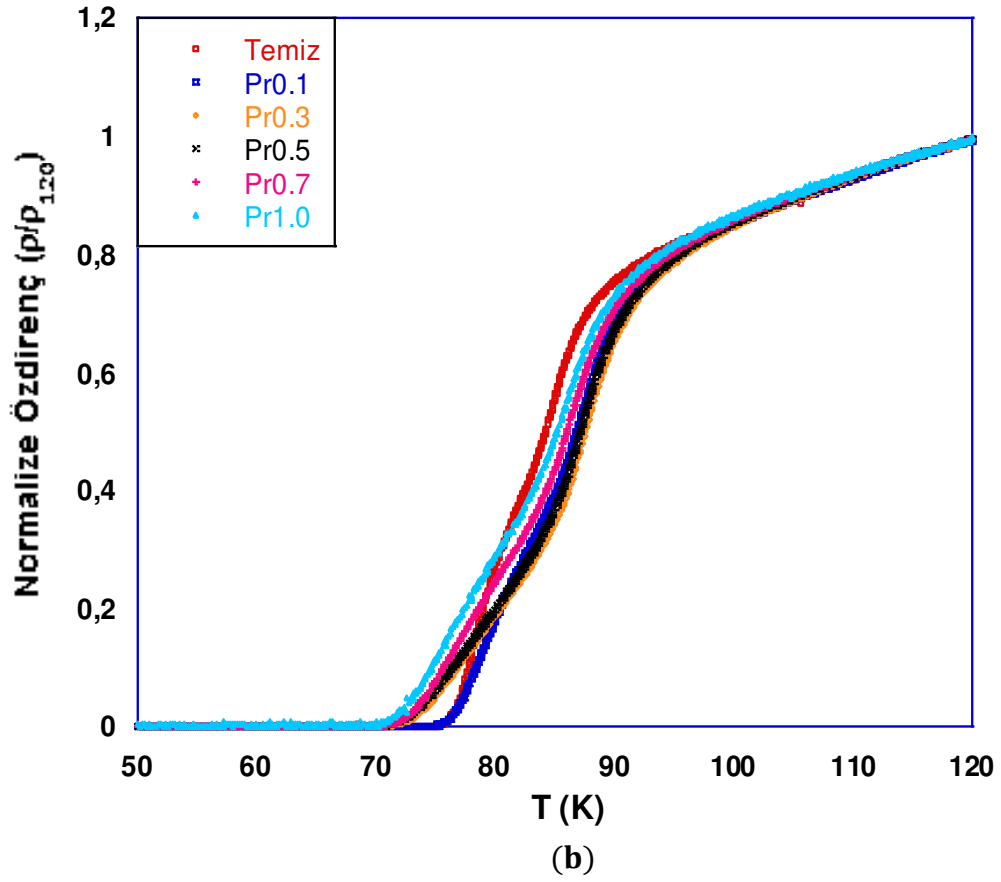
Şekil 3.7 T_c^{onset} ve T_c^{offset} değerlerinin Pr konsantrasyonuna göre değişimi

Şekil 3.7' den de görüldüğü gibi, direncin sıfıra düştüğü sıcaklık olan T_c^{offset} değeri ise katkısız numune için 76K, Pr0.1, Pr0.3, Pr0.5, Pr0.7 ve Pr1.0 numuneleri için ise sırayla 75K, 72K, 71K, 71K ve 70K olarak belirlendi.

Pr miktarı arttıkça T_c^{offset} değerinde azalma olmaktadır. Bazı çalışma grupları, Pr miktarının artması ile T_c ' nin azalmasının sebebini Pr katkısı ile oluşan boşluk doldurma (hole filling) olayına bağlamışlardır. Pr katkısı ile sistemin hole konsantrasyonu azalmış ve doyum (overdoped) bölgesine girmiştir. Bu durum da düşük sıcaklık fazından (%V2212) çok düşük sıcaklık fazına (%V2201) çok az bir miktar geçiş olduğunu göstermektedir.



(a)



Şekil 3.8 a) Özdirenç- Sıcaklık grafiği, b) Normalize Özdirenç-Sıcaklık grafiği

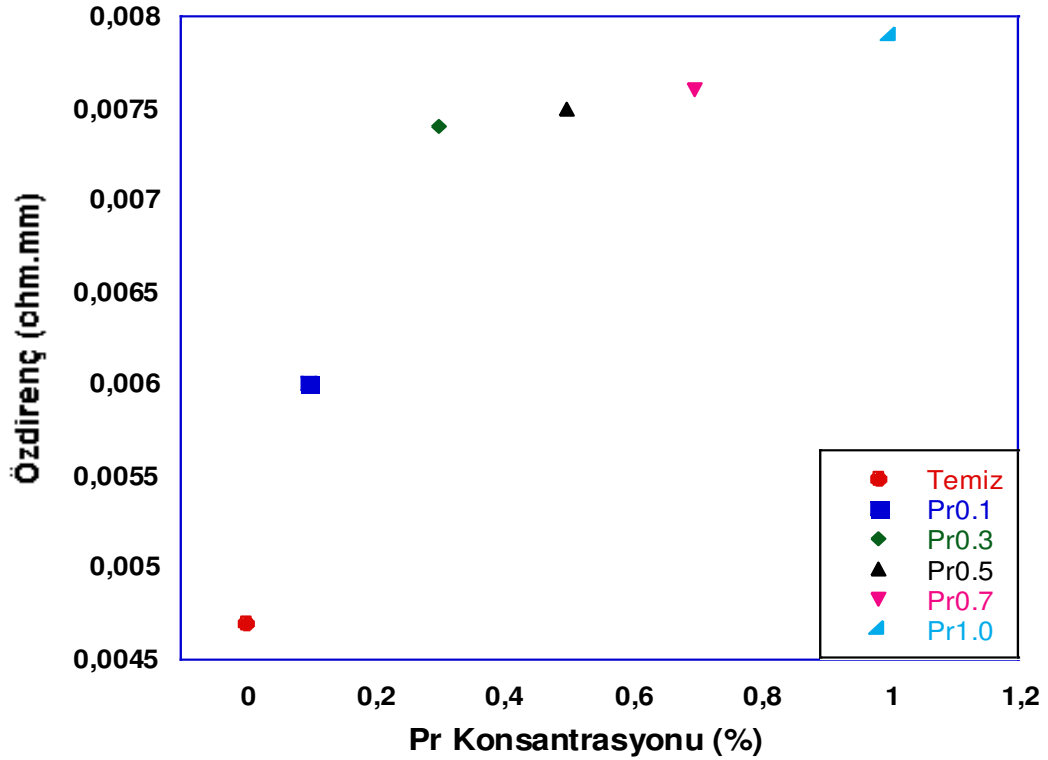
Özdirencin sıcaklıkla değişim grafiği incelendiğinde (Şekil 3.8a) ikili geçişin (double step) olduğu görülmektedir. Bu geçiş, tanecik sınırlarında zayıf bağlanmalara neden olan safsızlık fazlarının varlığı ile ilişkili olabilir (Öztürk vd. 2010).

Numunelerde Pr katkısı arttıkça oda sıcaklığı özdirencinin arttığı gözlemlendi (Şekil 3.8a). Katkı ile tanecikler küçüldü ve böylece temas noktaları artan tanecikler özdirenci artırdı.

Yine Şekil 3.8a'da gösterildiği gibi katkısız numune ile kıyaslandığında katkılı numunelerde süperiletkenliğe geçiş aralığı, ΔT_c arttı (Çizelge 3.9). Bu durum katkılı numunelerin safsızlık seviyesinin daha yüksek olmasından ve örgü kusurlarından kaynaklanır (Biju vd. 2008).

Çizelge 3.9 Numunelere ait T_c , ρ ve ΔT_c değişimleri

Numuneler	Kritik Sıcaklık T_c^{offset} (K) T_c^{onset} (K)		Oda Sıcaklığı Özdirenci $\rho(\Omega.mm)$	ΔT_c (K) ($T_c^{onset} - T_c^{offset}$)
Temiz	76	87	0.0047	11
Pr0.1	75	94	0.0060	18
Pr0.3	72	95	0.0074	23
Pr0.5	71	95.5	0.0075	26
Pr0.7	71	96	0.0076	27
Pr1.0	70	97	0.0079	30



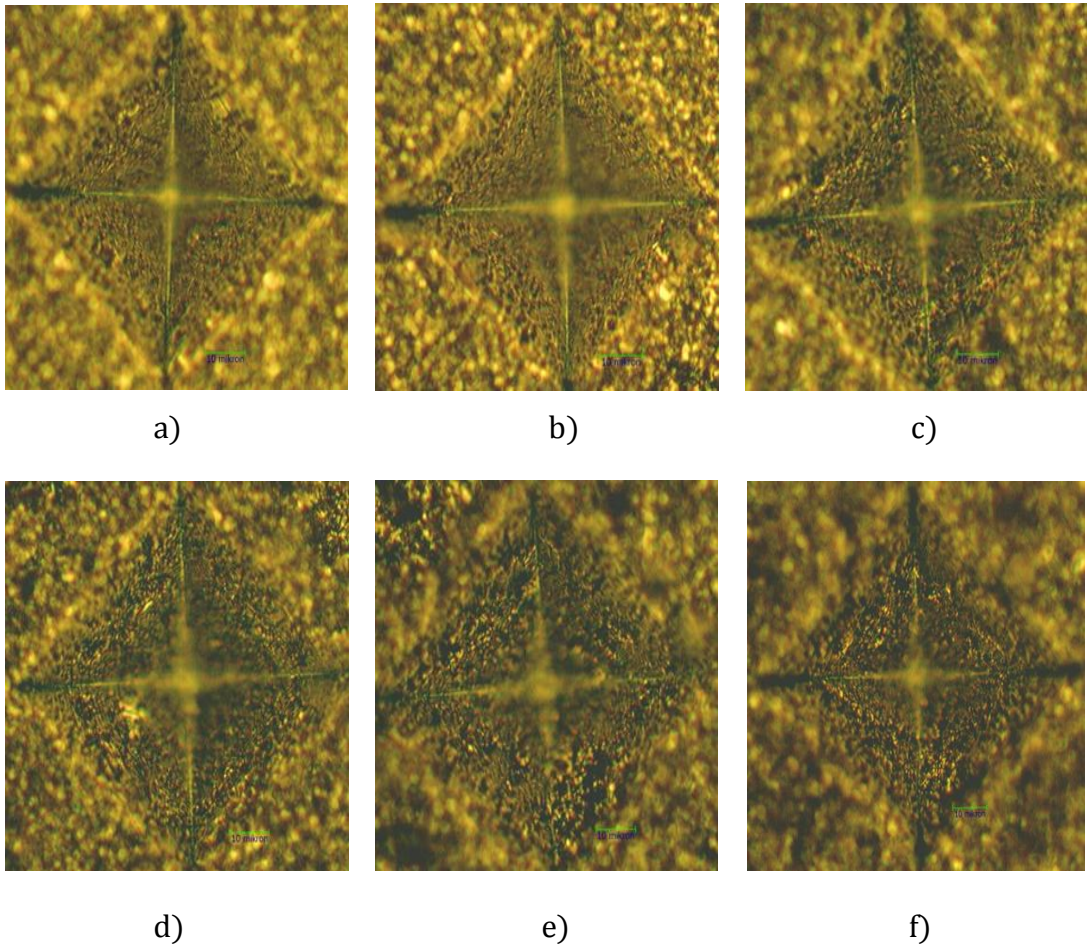
Şekil 3.9 Pr konsantrasyonu ile oda sıcaklığı özdirencinin değişimi

3.8 Mekanik Özellikler

Yüksek sıcaklık seramik süperiletkenleri için elastik modülü, gerilme, kırılma dayanımı ve sertlik gibi mekaniksel özellikler, kritik sıcaklık, kritik akım yoğunluğu ve kritik manyetik alan kadar önemlidir. Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin mekaniksel özellikleri, özellikle tel ve şerit malzemelerinin ticari uygulamasının gelişmesi için de önemlidir.

Bu süperiletken teller ve şeritler yüksek manyetik alanlardan dolayı Lorentz kuvvetine ve bobin yapmada büyük mekaniksel zorlanmalara maruz kalırlar. Yüksek zorlanma altında, yüksek akımdaki küçük çatlakların oluşumu bobinin tahrip olmasına veya ciddi zarar görmesine neden olur. Bu yüzden süperiletkenlerin mekaniksel özelliklerinin incelenmesi pratik kullanımlar için önemlidir (Dou ve Liu 1993, Khalil vd. 2003, Terzioğlu vd. 2005, Yılmazlar vd. 2006).

Sertlik ölçümleri, numunelerin mekanik özellikleri üzerine *Pr* katkısının etkisini göstermek amacıyla oda sıcaklığında dijital mikrosertlik ölçeriyle parlak yüzey üzerinden yapıldı. Uygulanan yük, F , 0.245 – 2.940 N arasında değiştirildi ve 10s süreyle uygulandı. Çentik, numunenin farklı yüzeylerine, izler birbirinin üzerine gelmeyecek şekilde bastırıldı (Şekil 3.10).



Şekil 3.10 a) *Temiz*, b) *Pr0.1*, c) *Pr0.3*, d) *Pr0.5*, e) *Pr0.7* ve f) *Pr1.0* numuneleri için 2.940N yük altındaki optik iz fotoğrafları

Çentiğin köşegen uzunlukları hesaplandı ve Denklem (2.1 – 2.4) kullanılarak yüke bağlı mikrosertlik, elastik modülü, gerilme, kırılma dayanımı değerleri, Çizelge 3.9’da verildiği gibi, farklı yükler uygulanarak hesaplandı.

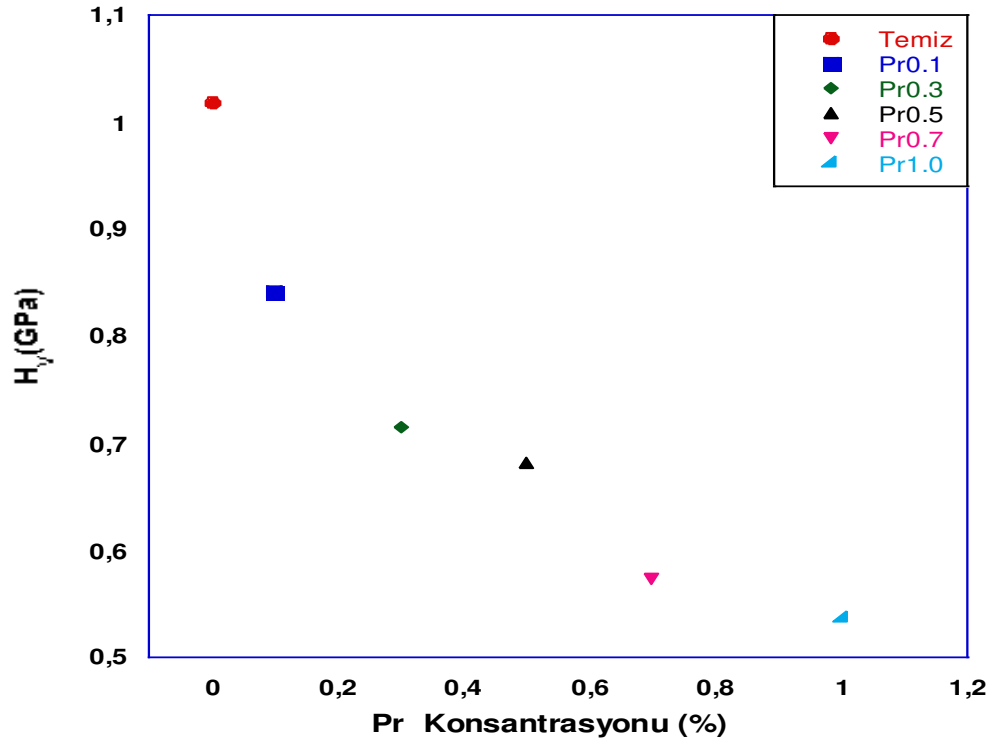
Çizelge 3.10 Numunelere uygulanan yüke bağlı olarak hesaplanan H_V , E , Y ve K_{IC} değerleri

<i>Numuneler</i>	<i>Uygulanan Yük (N)</i>	<i>d (μm)</i>	<i>H_v (GPa)</i>	<i>E (GPa)</i>	<i>Y (GPa)</i>	<i>K_{IC} (Pa/m^{1/2})</i>
<i>Temiz</i>	0.245	18.90	1.271	104.17	0.423	684.66
	0.490	28.16	1.145	93.84	0.381	649.98
	0.980	40.65	1.099	90.07	0.366	636.64
	1.960	59.16	1.038	85.07	0.346	618.72
	2.940	71.91	1.018	83.43	0.339	612.72
<i>Pr0.1</i>	0.245	19.77	1.162	95.24	0.387	897.62
	0.490	28.58	1.112	91.14	0.370	878.09
	0.980	43.75	0.950	77.86	0.316	811.60
	1.960	64.30	0.879	72.04	0.293	780.67
	2.940	80.56	0.841	68.93	0.280	763.64
<i>Pr0.3</i>	0.245	20.61	1.069	87.61	0.356	847.58
	0.490	30.15	0.999	81.88	0.333	819.39
	0.980	45.68	0.870	71.30	0.290	764.63
	1.960	67.97	0.786	64.42	0.262	726.80
	2.940	87.35	0.715	58.60	0.238	693.19
<i>Pr0.5</i>	0.245	21.45	0.987	80.89	0.329	888.53
	0.490	31.45	0.918	72.04	0.293	838.51
	0.980	47.34	0.810	66.39	0.270	804.96
	1.960	69.15	0.760	62.29	0.253	779.71
	2.940	89.41	0.682	55.89	0.227	738.57
<i>Pr0.7</i>	0.245	22.99	0.859	70.40	0.286	782.61
	0.490	34.38	0.768	62.94	0.256	739.98
	0.980	52.25	0.665	54.50	0.221	688.58
	1.960	76.97	0.613	50.24	0.204	661.12
	2.940	97.56	0.573	46.96	0.191	639.18
<i>Pr1.0</i>	0.245	23.55	0.819	67.12	0.273	821.72
	0.490	34.54	0.761	62.37	0.253	792.11
	0.980	54.95	0.601	49.26	0.200	703.95
	1.960	79.08	0.581	47.62	0.193	692.13
	2.940	100.72	0.537	44.01	0.179	665.38

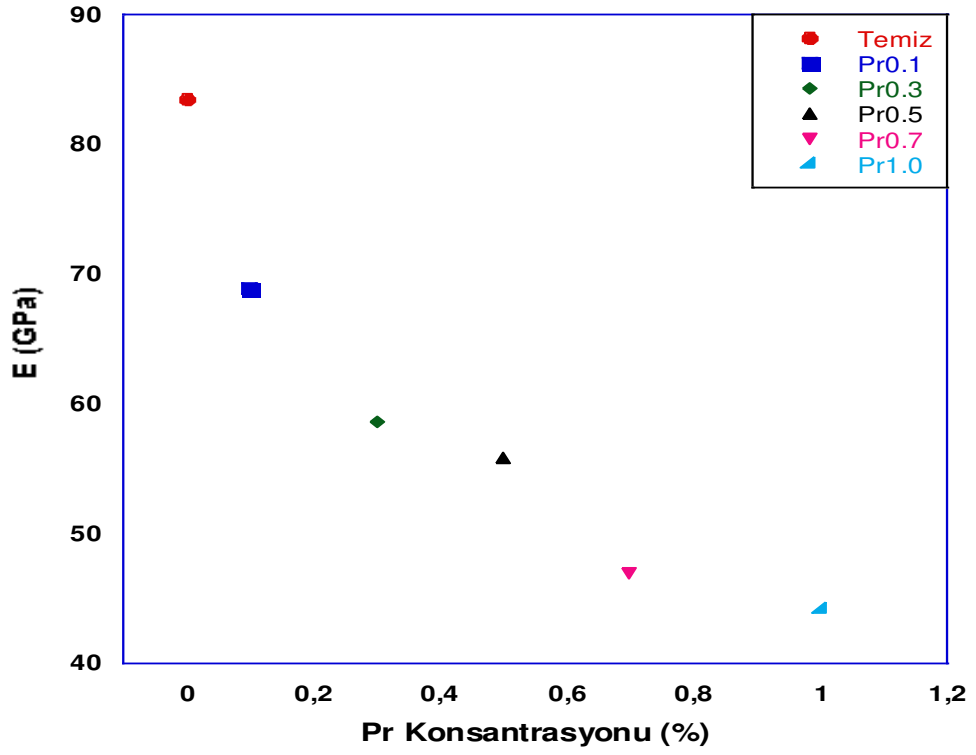
Burada, farklı sitokiyometrik oranlarda katkılanan *Pr* miktarına bakılmaksızın, bütün numunelerin mikrosertlik değerlerinin, uygulanan çentici yüke bağlı olduğu kolayca görülebilir (*ÇBE, Çentici Büyüklüğünün Etkisi*).

Çizelgeden de görüldüğü gibi *Temiz*, *Pr0.1*, *Pr0.3*, *Pr0.5*, *Pr0.7* ve *Pr1.0* numuneleri için 2.940N' luk yük altında H_V değerleri 1.018, 0.841, 0.715, 0.682, 0.573 ve 0.537 GPa olarak ölçüldü. *Pr* katkısının artması ile numunelerin mikrosertlik değeri azaldı (Şekil 3.11a). Bu azalma safsızlık fazlarının durumu ve düzensizlikle ilgilidir. Bu etkenler güçlü bağların zayıflamasına ve sonuçta sertliğin azalmasına neden olur. Ayrıca H_V değerindeki bu azalma, Şekil 3.8'den de görüldüğü gibi tanecikler arası özdirencin artmasına ya da tanecikler arası iletim yüzeyinin azalmasına ve tanecik sınırlarında zayıflamalara neden olur.

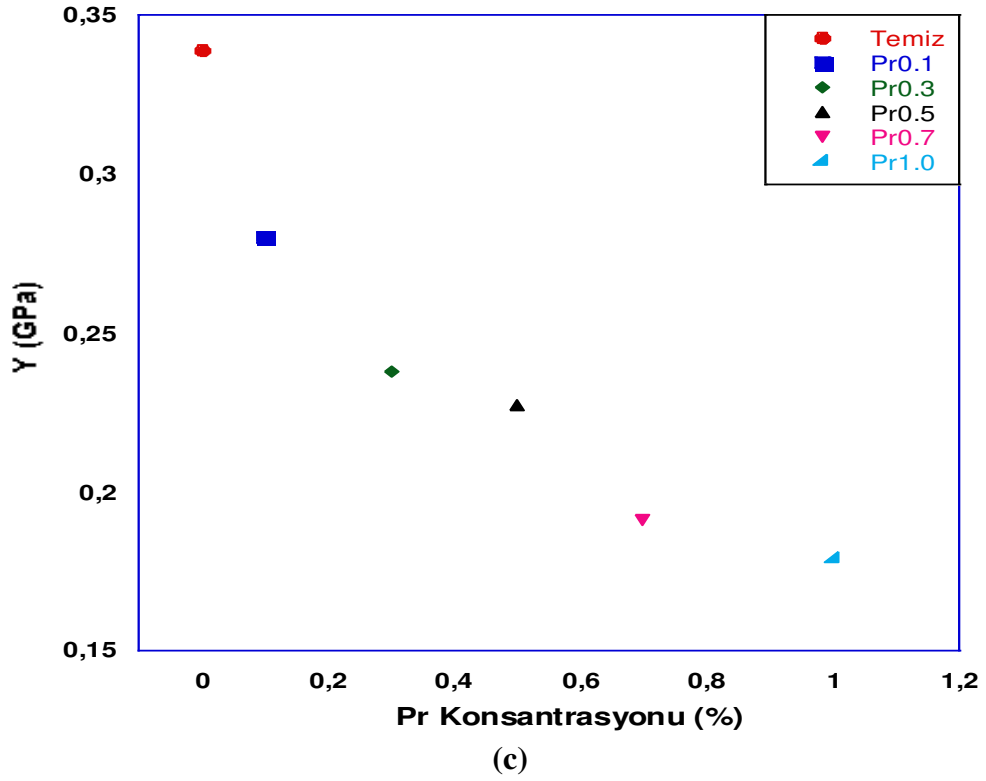
Yüke bağlı E ve Y değerleri, Pr katkısı ve uygulanan yük arttıkça azaldı (Şekil 3.11b,c). Bunun nedeni, yarıkların artması ve mikrosertliğin azalmasıdır (Öztürk vd. 2010). Bu durum, Presedyum katkısının artması ile süperiletken malzemelerin yumuşadığını gösterir. K_{IC} değerindeki artma ise ortalama yüzey enerjisindeki bir artmaya karşılık gelir. Mikrosertlik, elastik modülü, gerilme ve kırılma dayanımı değerleri önceki çalışmalarında desteklediği gibi uygulanan yüke önemli ölçüde bağlıdır (Yılmazlar vd. 2006, Kölemen vd. 2006, Aydın vd. 2009, Öztürk vd. 2010).



(a)



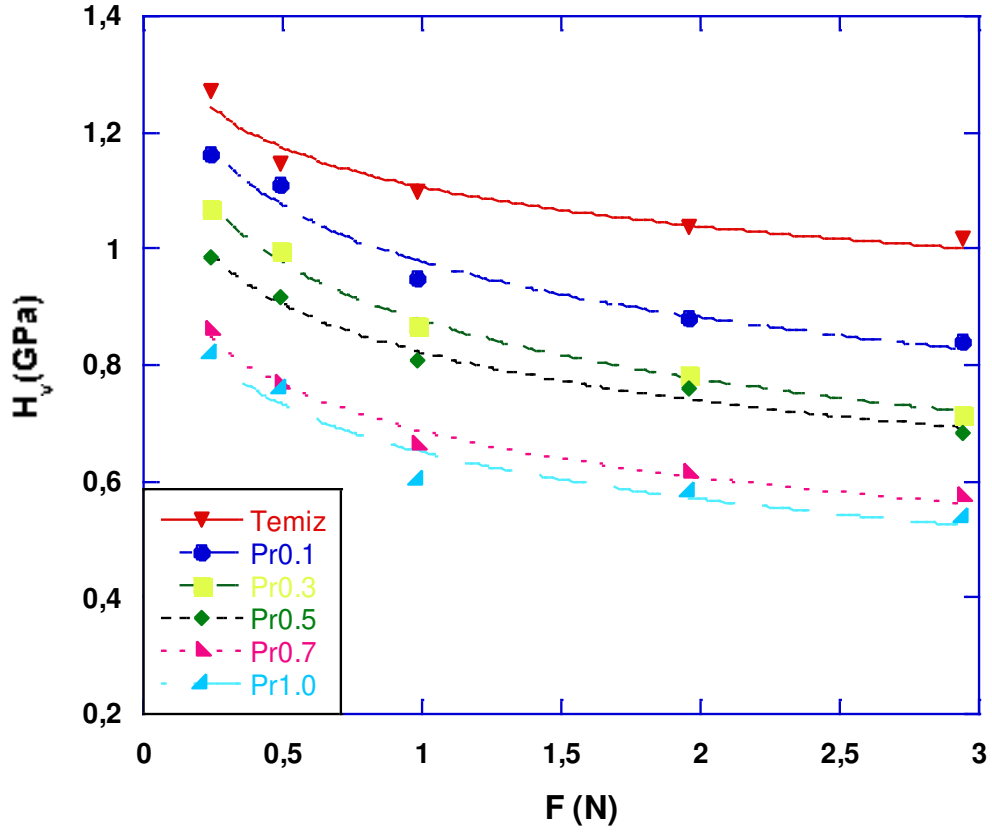
(b)



Şekil 3.11 Numunelere ait a) $H_V - Pr$ (%), b) $E - Pr$ (%) ve c) $Y - Pr$ (%) değişimi

Şekil 3.12, numunelere uygulanan kuvvetin bir fonksiyonu olarak, Vickers mikrosertlik değerinin değişimini göstermektedir. Şekildeki eğrilerden, mikrosertlik değerlerinin, exponansiyel olarak artan yüklerle birlikte azaldığı görülmektedir. *SEM* fotoğrafları da (Şekil 3.4), katkılama arttıkça boşlukların arttığını göstererek bu sonucu doğrulamaktadır. Aynı zamanda bu davranışın *Pr* katkısına bakılmaksızın bütün numunelerde benzer özellik gösterdiği açıktır. Her bir numunedeki mikrosertlik değerlerinin yaklaşık 2N civarında platoya (doyum bölgesine) ulaştığı görülmektedir. Yani, küçük çentici yüklerinde sadece yüzey tabakası etkilenir ve yüzey tepkisi oldukça güçlüdür.

Ancak çentiğe uygulanan yük arttıkça yüzeyde oluşan izin derinliği artar, dolayısıyla içerdeki tabakaların tepkisi daha belirgin olur, artan yüklerle bir süre sonra sertlikte bir doyuma ulaşılır ve sonuçta yük arttıkça artık sertliğin değerinde hiçbir değişiklik olmaz.



Şekil 3.12 Numunelerin dinamik mikrosertliğinin uygulanan yüke bağlı olarak değişimi

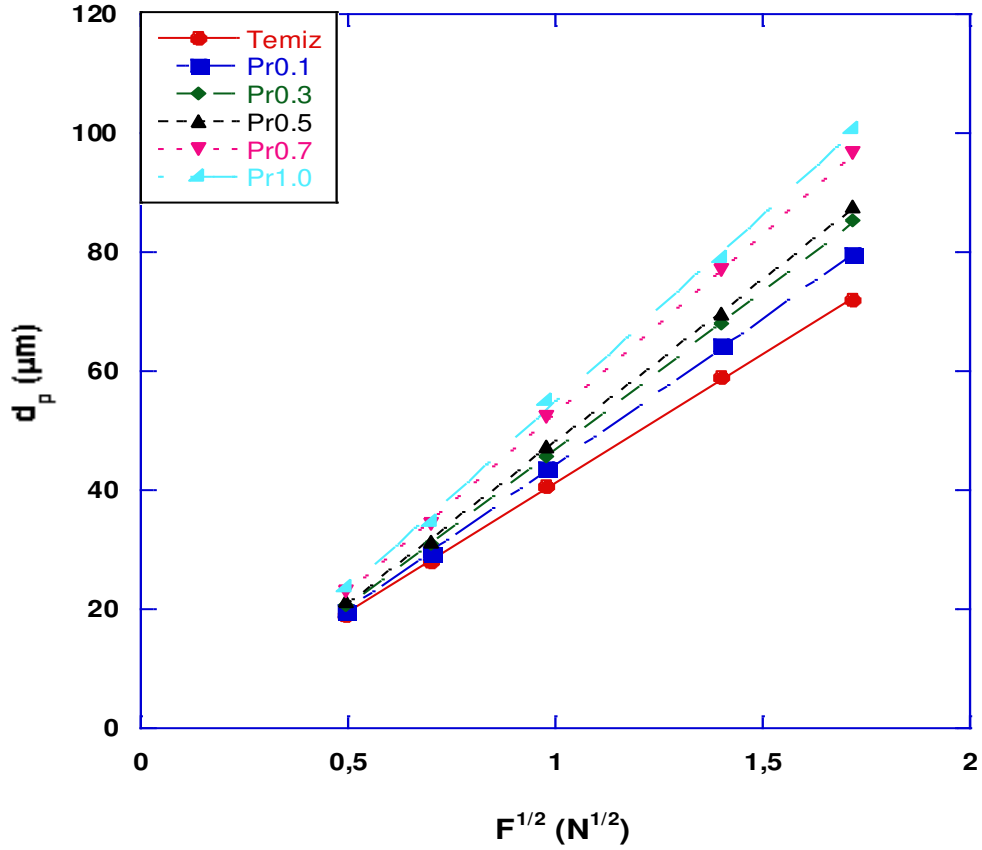
Lineer olmayan bu durum, literatürde Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O numuneleri için gözlenmiştir (Khalil 2001, Murakami vd. 2002, Yılmazlar vd. 2006) ve çentici büyüklüğünün etkisi (ÇBE) olarak rapor edilmiştir (Gong vd. 1999, Elmustafa vd. 2003, Tickoo vd. 2003).

- Daha küçük çentici yük daha büyük sertlik gösterir.
- Daha büyük çentici yük daha küçük sertlik değeri verir. Bu gözlem, seramik süperiletkenlerinin tanecik sınırlarının zayıf olmasıyla ilgilidir.

Sertlik değerinin yüke bağlı olması, çentici büyüklüğü ile uygulanan yük arasında bir ilişkinin olduğunu gösterir. Bu durum iki farklı model ile açıklanabilir (Leenders vd. 1997). İlk modele göre, çentici numune yüzeyine bastırılır. Deforme olan elastik kısım (d_e), çenticingin köşegen uzunluklarının ölçülmesiyle hesaplanabilir. Böylece gerçek sertlik değeri H_0 , (Li vd. 1989, Leenders vd. 1997)

$$H_o = 1854.4 \left[\frac{F}{(d_p + d_e)^2} \right] \quad (\text{GPa}) \quad (3.3)$$

bağıntısıyla hesaplanabilir. Denklemden de görüldüğü gibi, çentiginin köşegen uzunluklarının toplamı uygulanan yükün karekökü ile lineerdir.



Şekil 3.13 Numuneler için plastik deformasyonun (d_p) uygulanan yükün kareköküne ($F^{1/2}$) bağlı olarak değişimi

Şekil 3.13, *Temiz*, *Pr0.1*, *Pr0.3*, *Pr0.5*, *Pr0.7* ve *Pr1.0* numuneleri için $F^{1/2}$, ye karşı d_p ' yi gösterir. Her bir eğrinin eğimi ($H_o^{-1/2}$) ile orantılıdır ve eğrinin düşey eksenini kestiği nokta, d_e , elastik deformasyonun köşegen uzunluğunu verir. H_o , d_e ve LRC (lineerlikten sapma katsayısı) değerleri bütün numuneler için hesaplanıp Çizelge 3.11' de verilmiştir.

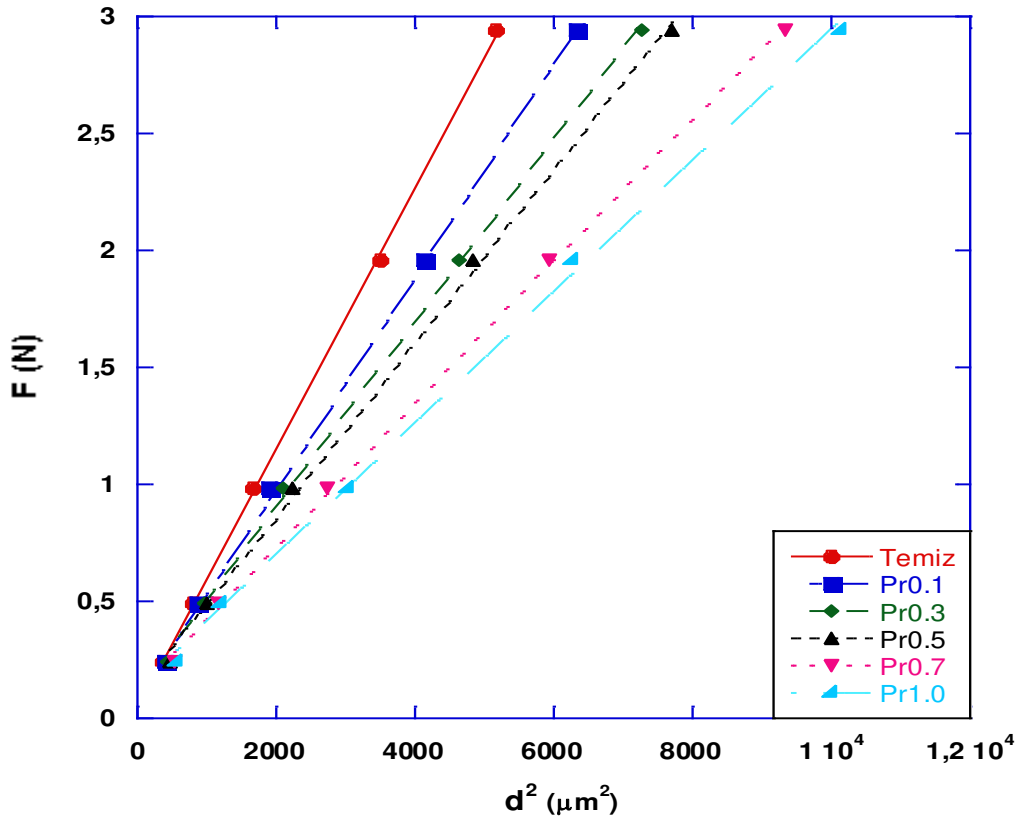
Çizelge 3.11 Denklem (3.3) kullanılarak hesaplanan H_o , d_e ve LRC değerleri

<i>Numuneler</i>	<i>H_o (GPa)</i>	<i>$d_e(\mu m)$</i>	<i>LRC</i>	<i>H_v (GPa)</i>
<i>Temiz</i>	0.977	2.33	0.99983	1.018-1.038
<i>Pr0.1</i>	0.765	4.68	0.99996	0.841-0.879
<i>Pr0.3</i>	0.660	5.89	0.99992	0.715-0.786
<i>Pr0.5</i>	0.625	6.06	0.99978	0.682-0.760
<i>Pr0.7</i>	0.508	7.27	0.99988	0.573-0.613
<i>Pr1.0</i>	0.463	8.37	0.99929	0.537-0.581

Bu çalışmada, uygulanan yük yaklaşık 2N olduğunda, mikrosertlik değeri plato bölgesine ulaştı. Katkısız numunenin gerçek mikrosertlik değeri (0.977 GPa), sertliğin artık doyuma ulaştığı plato bölgesindeki değerden (1.018 – 1.038 GPa) daha düşüktür. Bu davranış, tüm numunelerde gözlemlendi. Bu sonuç, sertliğin gerçek değerinin hesaplanan değerinden daha küçük olduğunu gösterir. Deneysel verilerle teorik veriler düzgün bir şekilde fit edilmesine rağmen (Şekil 3.13) hesaplanan sertlik değeri ile gerçek sertlik değeri arasındaki bu farktan dolayı bu model bizim sonuçlarımızla tutarsız sonuç verdi.

İkinci model ise yükün uygulanması esnasında deforme olan bölgedeki enerjinin dağılımını ele alır. Bu modelde, gerçek sertlik değeri, uygulanan yükten (F), çentici uç kaldırıldıktan sonra yüzeyin geri çekilmesiyle oluşan tepkinin (F_o) çıkarılmasıyla elde edilir.

$$H_o = 1854.4 \left(\frac{F-F_o}{d^2} \right) \quad (GPa) \quad (3.4)$$



Şekil 3.14 Numunelere uygulanan yükün (F), çentisinin köşegen uzunluklarının karesi (d^2) ile değişimi

Her bir eğrinin eğimi, yükten bağımsız sertlik değerini (H_0), düşeyde kestiği nokta ise F_0 değerini verir. F_0 , H_0 ve LRC için hesaplanan değerler Çizelge 3.12’ de verilmiştir.

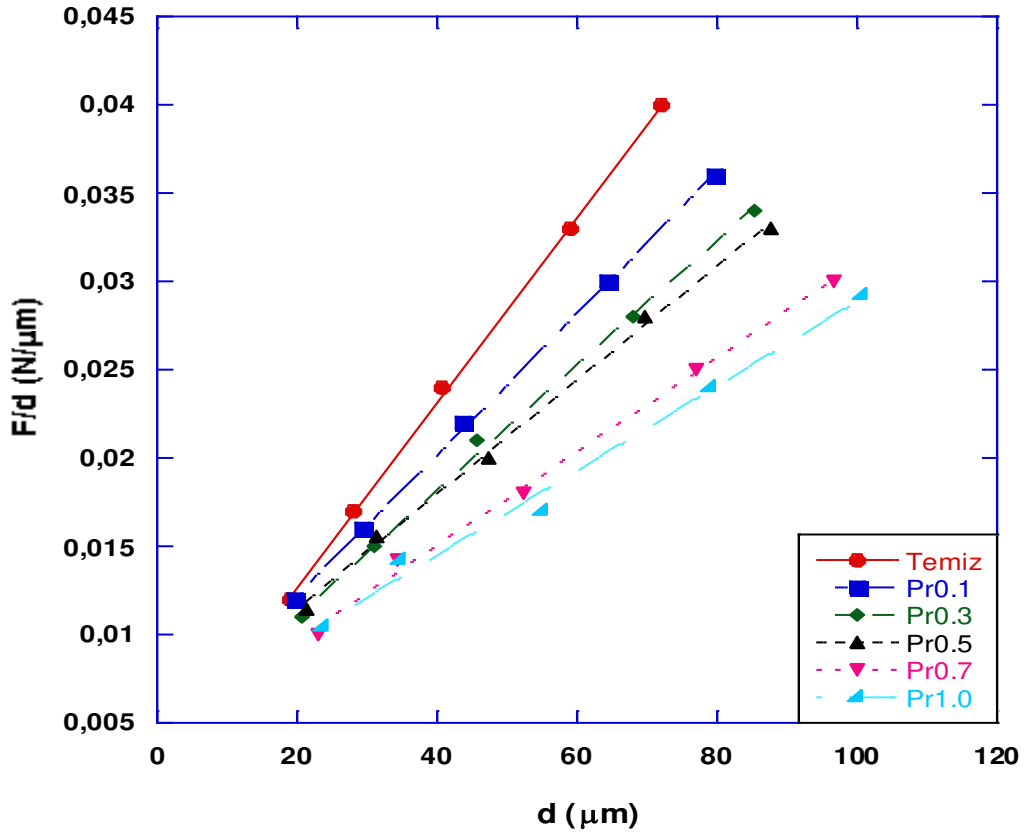
Çizelge 3.12 Denklem (3.4) kullanılarak hesaplanan H_0 , F_0 ve LRC değerleri

Numuneler	H_0 (GPa)	F_0 (N)	LRC	H_v (GPa)
<i>Temiz</i>	1.031	0.046	0.99983	1.018-1.038
<i>Pr0.1</i>	0.834	0.093	0.99987	0.841-0.879
<i>Pr0.3</i>	0.723	0.117	0.99945	0.715-0.786
<i>Pr0.5</i>	0.686	0.119	0.99938	0.682-0.760
<i>Pr0.7</i>	0.565	0.121	0.99963	0.573-0.613
<i>Pr1.0</i>	0.519	0.134	0.99935	0.537-0.581

Öte yandan, deneysel gözlemlere bakılarak köşegen uzunluğunun uygulanan yüke fazlaca bağlı olduğu gözlemlendi. Bu gözlem,

$$F/d = H_o d + \gamma \quad (3.5)$$

bağıntısıyla ilişkilendirilebilir (Hirao ve Tomozawa 1987, Fröhlinch vd. 1997, Yılmazlar vd. 2006). Şekil 3.15, d köşegen uzunluğunun F/d ’ ye karşı grafiğini gösterir. Her bir eğri arasında, uygulanan düşük yüklerde kusursuz lineer bir ilişki vardır. Grafiğin eğimi gerçek sertlik değerini (H_o), kestiği nokta ise yüzey enerjisini (γ) verir. Elde edilen H_o , γ ve LRC değerleri Çizelge 3.13’ de verilmiştir. Çizelgeden de anlaşılaçağı gibi yapılan katkılama miktarının değışmesiyle H_o ve γ değeri önemli ölçüde değışti. γ değeriindeki değışim, yüzey yarıklarının enerjisinin dağıldığını göstermektedir (Leenders vd. 1997). Benzer davranışlar önceki çalışmalarda da rapor edilmiştir (Bernhardt 1941, Khalil 2005, Yılmazlar vd. 2006).



Şekil 3.15 Çentimin köşegen uzunluğu d ’ nin F/d ’ ye karşı grafiğı

Çizelge 3.13 Denklem (3.5) kullanılarak hesaplanan H_0 , γ ve LRC değerleri

<i>Numuneler</i>	H_0 (GPa)	$\gamma \times 10^{-3}$ (N/ μ m)	LRC	H_v (GPa)
Temiz	0.971	2.25	0.99972	1.018-1.038
Pr0.1	0.741	4.23	0.99987	0.841-0.879
Pr0.3	0.652	4.10	0.99884	0.715-0.786
Pr0.5	0.600	4.88	0.99855	0.682-0.760
Pr0.7	0.493	4.35	0.99832	0.573-0.613
Pr1.0	0.441	5.00	0.99517	0.537-0.581

Ek olarak, yükten bağımsız H_0 değerini kullanarak, yükten bağımsız elastik modülü (E_0), gerilme (Y_0) ve kırılma dayanımı K_{IC} değerleri de denklem (3.6) – (3.8) ile hesaplanıp Çizelge 3.14’de verilmiştir. H_0 , E_0 ve Y_0 değerlerinin katkılanan Pr miktarına göre değişimi ise Şekil 3.16’da gösterilmiştir.

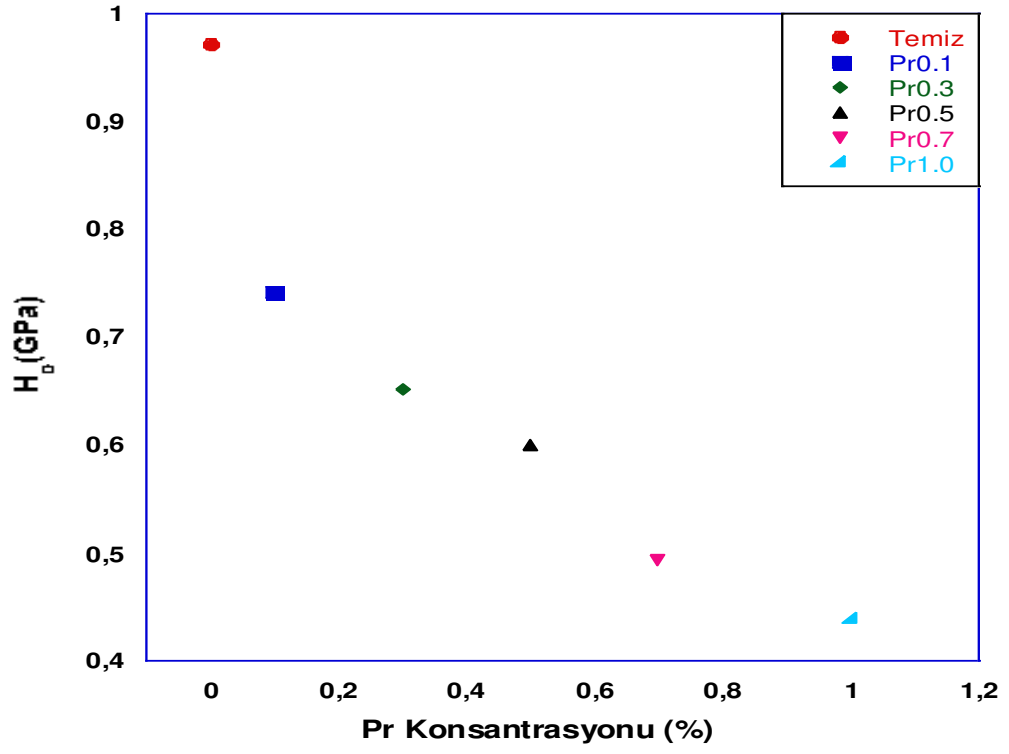
Çizelge 3.14 Numunelere uygulanan yükten bağımsız hesaplanan E_0 , Y_0 ve K_{IC} değerleri

<i>Numuneler</i>	H_0 (GPa)	E_0 (GPa)	Y_0 (GPa)	K_{IC} (Pa/ $m^{1/2}$)	H_v (GPa)
Temiz	0.971	79.586	0.323	598.4	1.018-1.038
Pr0.1	0.741	60.734	0.247	716.8	0.841-0.879
Pr0.3	0.652	53.440	0.217	661.9	0.715-0.786
Pr0.5	0.600	49.178	0.200	692.8	0.682-0.760
Pr0.7	0.493	40.408	0.164	592.9	0.573-0.613
Pr1.0	0.439	35.981	0.146	601.6	0.537-0.581

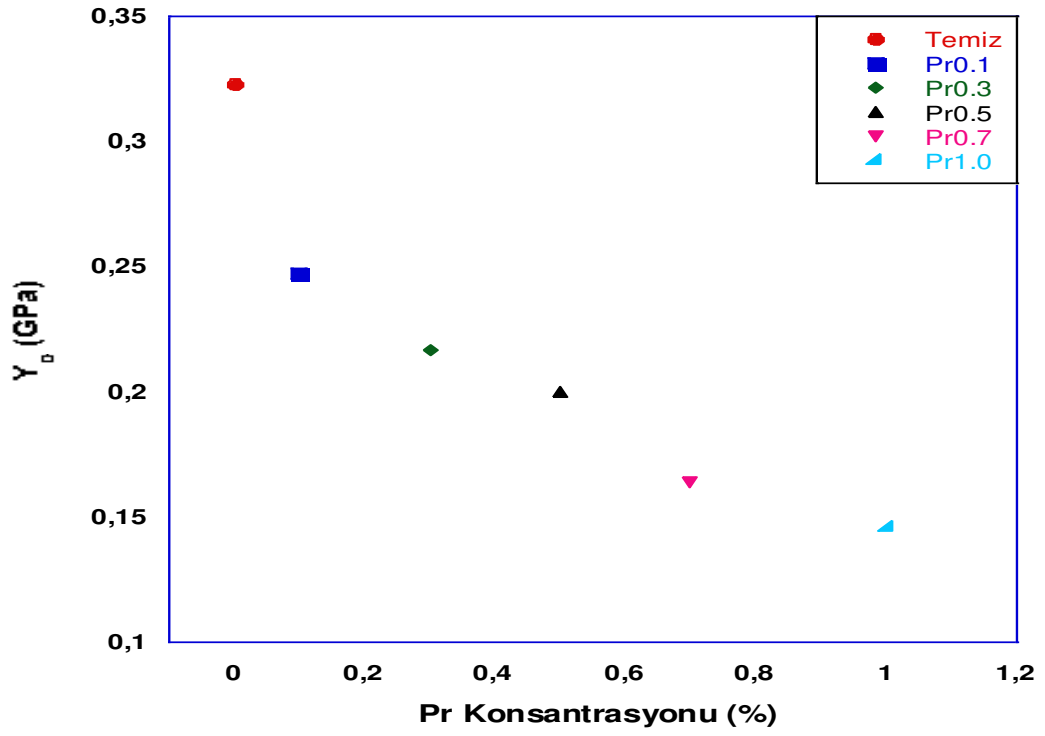
$$E_0 = 81.9635 H_0 \quad (3.6)$$

$$Y_0 \approx H_0/3 \quad (3.7)$$

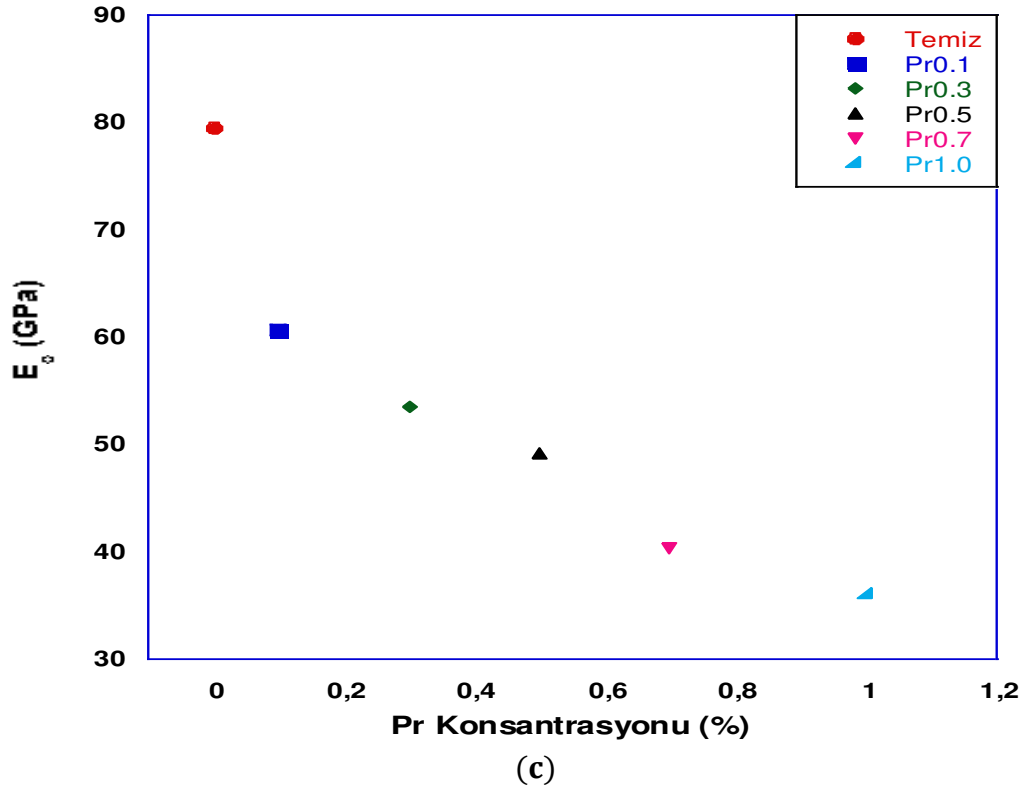
$$K_{IC} = \sqrt{2E_0\gamma} \quad (\gamma, \text{ yüzey enerjisi}) \quad (3.8)$$



(a)



(b)



Şekil 3.16 Yükten bağımsız a) $H_0 - Pr$ %, b) $E_0 - Pr$ % ve c) $Y_0 - Pr$ % değişim grafiği

Görüldüğü gibi, yükten bağımsız E_0 , Y_0 ve K_{IC} değerleri uygulanan yükün azalmasıyla artmıştır. Bunun nedeni, yarıkların oluşması ve sertliğin azalmasıdır (Öztürk vd. 2010). Elastik modülü, gerilme ve kırılma dayanımındaki benzer değişimler literatürde de rapor edilmiştir (Veerender vd. 1994, Khalil vd. 2005). Katkılamanın artması ile artan K_{IC} değeri, yüzey enerjisi γ 'nın artmasıyla ilgilidir. Kırılma dayanımı (K_{IC}) ise, süperiletken numunelerin mekanik özelliklerinin temellerinden biridir. Teknolojik uygulamalar için kullanılacak malzemelerin seçiminde önemli bir parametredir. Çizelge 3.10 ile karşılaştırıldığında, yükten bağımsız değerlerin yüke bağlı değerlerden daha küçük olduğu sonucuna ulaşılmıştır.

Bütün numuneler için sertliğin ve elastik modülünün yüke bağlı olarak değişimi, literatürde değişik numuneler üzerinde gözlenen tipik çentik boyutu etkisi (ÇBE) davranışını sergilemektedir (Li ve Bhushan 2002, Rodriguez ve Gutierrez 2003, Kölemen vd. 2005, Uzun vd. 2005).

Literatürde çeşitli malzemeler üzerinde yapılan çalışmalarda, elastik modülleri ve sertlik değerlerinin yük bağımlılıklarının, çoğunlukla benzer davranış gösterdiği bildirilmektedir (Kölemen vd. 2005, Uzun vd. 2005, Öztürk 2007). Bundan dolayı, numuneler için elde edilen *ÇBE* davranışı literatürle uyum içerisinde.

Bununla birlikte, mikrosertliğin yüke bağlı olarak değişiyor olması, incelenen numunenin gerçek mikrosertliğinin ne olması gerektiği sorusunu ortaya çıkarmaktadır. Literatürde, yükten bağımsız sertliğin hesaplanması ve *ÇBE* davranışının açıklanmasına ilişkin farklı modeller sunulmuştur. Bu bölümde, Meyer Kanunu, Hays Kendall Yaklaşımı, *PSR* Modeli ve *MPSR* Modeli kullanılarak sertliğe ilişkin karşılaştırmalar yapılacaktır. Aşağıda bu modellerle ilgili incelemeler verilmiştir.

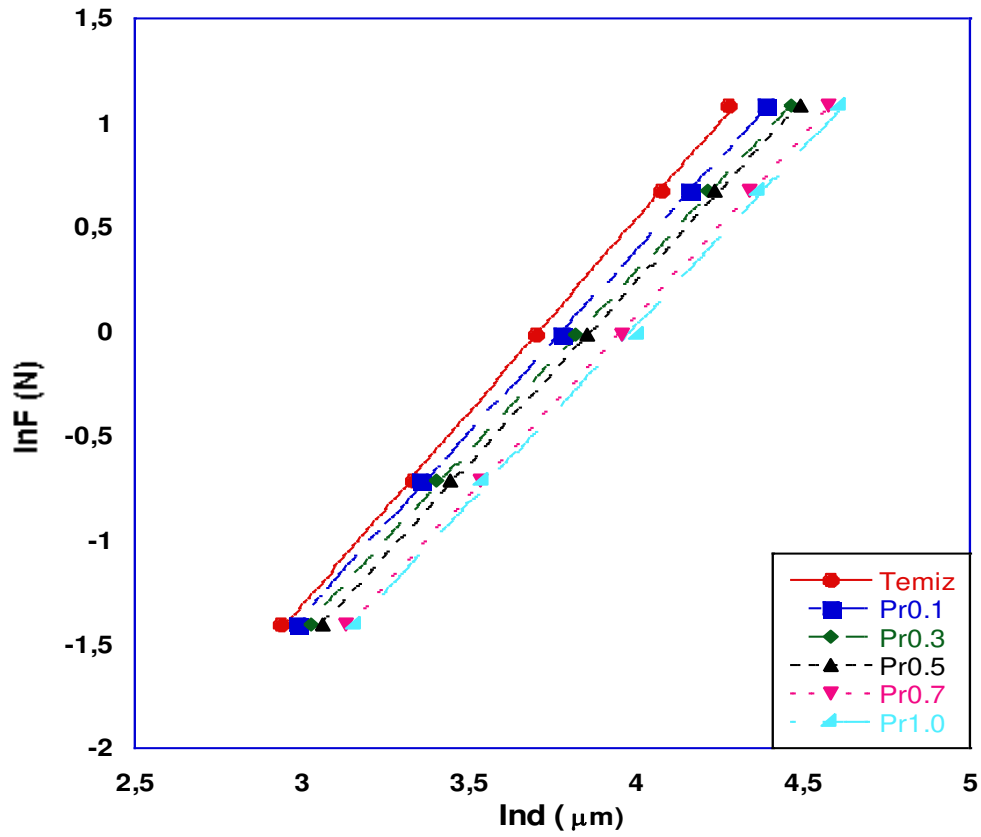
3.8.1 Meyer Kanununa Göre Analiz

ÇBE davranışının açıklanmasında yaygın olarak kullanılan yöntemlerden birisi de Meyer kanunudur. Bu kanun çentme yükü F ve girme derinliği d arasındaki ilişkiyi veren basit bir deneysel ifade olup,

$$F = Ad^n \quad (3.9)$$

bağıntısıyla verilmektedir. n , Meyer üssüdür ve deneysel verilere fit edilen eğrilerden elde edilir. Meyer üssü olarak bilinen n , *ÇBE* davranışının bir ölçüsü olarak değerlendirilir. n değerinin 2 olması durumunda *ÇBE* davranışı gözlenmez (Quinn and Quinn 1997, Kölemen 2006). Yani sertlik, uygulanan yükten bağımsızdır ve $F = A_{1K}d^2$ (Kick's Yasası) bağıntısı ile verilir.

Genellikle malzemeler $n < 2$ ise *ÇBE* ve $n > 2$ ise *TÇBE* (Ters çentik boyutu etkisi) davranışı sergilemektedirler (Emeksiz 2007). Numunelerimize ait $\ln d - \ln F$ grafiği Şekil 3.17' de verilmektedir.



Şekil 3.17 Numunelerin Meyer Kanununa göre $\ln F - \ln d$ grafiği

Grafiğin eğimi n_k , düşey ekseni kestiği nokta ise A_{1K} değerini verir. Grafiği incelediğimizde karşılaştığımız lineer ilişki, Meyer Kanunu'nun; *PRS* Modeli, *MPRS* Modeli ve Hays Kendall Yaklaşımı ile hesaplanacak olan mikrosertlik verilerinin tanımlanmasında uygun olduğunu göstermektedir.

İncelenen numuneler için Meyer üssü değerinin 2'den küçük çıkması, yüke bağlı yerdeğiştirme karakterinin *ÇBE* davranışı şeklinde olduğunu doğrulamaktadır. Bu veriler Çizelge 3.15'de özetlenmiştir.

Çizelge 3.15 Meyer yasasına göre elde edilen R , $\ln A_{1K}$ ve n_k değerleri

<i>Numune</i>	<i>Eğim n_k</i>	<i>$\ln A_{1K}$ (GPa)</i>	<i>LRC</i>
<i>Temiz</i>	1.856	-6.885	0.99972
<i>Pr0.1</i>	1.753	-6.624	0.99978
<i>Pr0.3</i>	1.718	-6.586	0.99988
<i>Pr0.5</i>	1.745	-6.745	0.99985
<i>Pr0.7</i>	1.718	-6.797	0.99993
<i>Pr1.0</i>	1.698	-6.766	0.99937

Ayrıca $1 \leq n \leq 1,6$ arasında olan malzemeler sert malzemeler, $n > 1,6$ olan malzemeler ise yumuşak malzemeler olarak gruplandırılır (Onitsch 1947). Bu bilgiler ışığında deney sonuçlarından elde edilen ' n ' değerleri 1,6 değerinden büyük olduğundan numunelerin yumuşak malzemeler olduğu söylenebilir (Emeksiz 2007). Ayrıca oksitli süperiletkenler içerisinde, nispeten yumuşak olma özelliği ile bilinen ve bu özelliğinden dolayı tel ve şerit yapımında kullanılan, *BSCCO* malzemesi için Çizelge 3.15'deki değerlerin literatürle uyum içerisinde olduğu görülmektedir.

3.8.2 PSR Modeline Göre Analiz

ÇBE davranışını analiz etmede kullanılan alternatif bir modelde, orantılı numune direnci (*PSR*) modelidir. Bu model, Hays-Kendall yaklaşımının geliştirilmiş hali olarak düşünülebilir. Hays-Kendall yaklaşımı, kalıcı deformasyon için malzeme direncinin sabit ($W = A_1 d$) olduğunu ifade ederken, *PSR* modelinde çentik derinliği ile orantılı olarak değiştiği belirtilmektedir (Li ve Bradt 1993, Şahin 2006). Li ve Bradt tarafından, *PSR* modelinin farklı malzemeler üzerinde gözlenen *ÇBE* davranışını açıklamada memnun edici sonuçlar verdiği ifade edilmiştir (Li ve Bradt 1993). Bu modelin formülasyonu Denklem (3.10)'da verilmiştir.

$$F = W_{PSR} d + A_{1PSR} d^2 \quad (3.10)$$

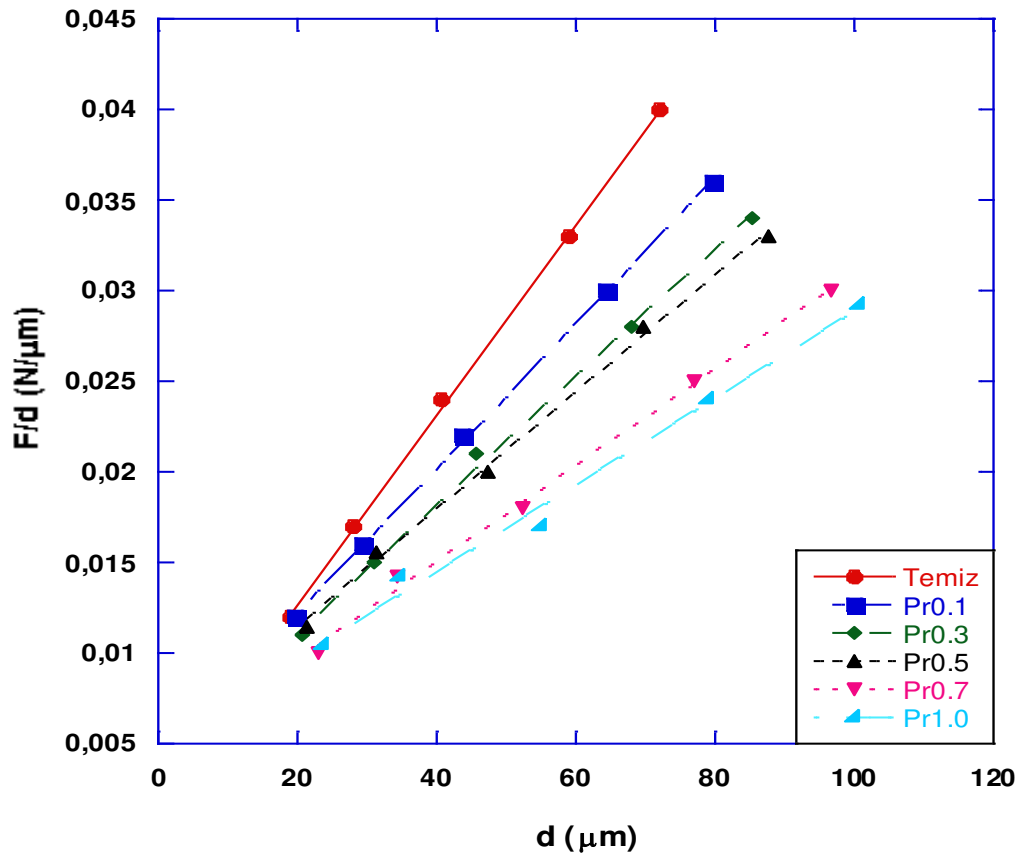
Denklemdaki W_{PRS} ve A_{1PRS} yüke bağlı ve yükten bağımsız sertlik değerleri ile uyumlu katsayılarıdır.

$$F/d = W_{PRS} + A_{1PRS}d \quad (3.11)$$

PRS modelinde yükten bağımsız sertlik değeri ise,

$$H_{PRS} = 1854.4 A_{1PRS} \quad (3.12)$$

bağıntısı ile hesaplanır.



Şekil 3.18 Numunelerin PRS Modeline göre $F/d - d$ grafiği

Şekil 3.18'den görüldüğü gibi, daha önce ifade edilen teorik beklentiden farklı olarak belirgin bir şekilde paralellikten sapma göstermektedir. Diğer taraftan J.B.

Quinn ve V.D. Quinn (1997) tarafından, farklı seramik malzemelerin Vickers mikrosertliklerinin test yüküne bağlı değişimleri incelenmiştir. Çalışmalarında, sertlik-test yükü eğrisinin bir platoda sabit sertlik değerine belirgin bir şekilde geçiş yaptığı gözlenmiş ve bu değer malzemenin gerçek sertlik değerine karşılık geldiği öne sürülmüştür (Quinn ve Quinn 1997).

PSR modeline göre hesaplanan yükten bağımsız sertlik değerleri, Çizelge 3.15’de verilmiştir. Şekil 3.12’den numunelerin platoya geçiş değerleri, J.B. Quinn ve V.D. Quinn (1997) yaklaşımına göre, *PSR* modeli ile hesaplanan yükten bağımsız sertlik değerlerinden oldukça uzaktır. Bu sebeple, *PSR* modelinin *BSCCO* polikristallerinin gerçek sertlik değerlerinin belirlenmesinde yetersiz olduğu açıkça görülmektedir.

Çizelge 3.16 $F/d - d$ grafiğine göre hesaplanan yükten bağımsız sertlik, W_{PSR} , A_{1PSR} ve LRC değerleri

<i>Numune</i>	$W_{PSR} \times 10^{-3}$ (N)	$A_{1PSR} \times 10^{-5}$ (N/ μ m)	<i>LRC</i>	<i>Yükten bağımsız sertlik</i> H_{PSR} (GPa)	<i>Yüke bağlı sertlik</i> H_V (GPa)
<i>Temiz</i>	2.25	52.43	0.99972	0.972	1.018-1.038
<i>Pr0.1</i>	4.23	40.04	0.99987	0.742	0.841-0.879
<i>Pr0.3</i>	4.10	35.29	0.99884	0.654	0.715-0.786
<i>Pr0.5</i>	4.88	32.44	0.99855	0.601	0.682-0.760
<i>Pr0.7</i>	4.35	26.65	0.99832	0.494	0.573-0.613
<i>Pr1.0</i>	5.00	23.82	0.99510	0.441	0.537-0.581

3.8.3 Geliştirilmiş *PSR* (*MPSR*) Modeline Göre Analiz

PSR modele göre $d = 0$ olduğunda test numunesinin direnci, W , sıfır olmaktadır. Bu kalıcı deformasyon oluşturabilmek için gerekli olan minimum yükün sıfır olacağı anlamına gelir. Fakat, Gong ve arkadaşları (1999) tarafından bu tanımlamanın mantıklı olmadığı ifade edilmiştir. Yüzey parlatılması ile mekaniksel işlemlere maruz kalan test numunesi, serbest bir yaydan daha ziyade sıkıştırılmış bir yay olarak düşünülebilir (Gong vd. 1999).

Ayrıca, *PSR* modelinde $F/d - d$ grafiğindeki paralellikten sapma, plastik deformasyon için test numunesi direncinin yanlış tanımlanmasından kaynaklanabilmektedir (Şahin 2006).

Bu sebeple Gong ve çalışma grubu tarafından *PSR* modelinin düzeltilmiş hali, Denklem (3.13), *MPSR* önerilmiştir (Gong vd. 1999).

$$F = W_{MPSR} + A_{0MPSR}d + A_{1MPSR}d^2 \quad (3.13)$$

ÇBE davranışını analiz etmek için *MPSR* modeli geliştirilmiştir. Bu modele göre A_{0MPSR} ve A_{1MPSR} parametrelerinin fiziksel anlamı *PSR* modelinde ifade edilenler ile aynıdır. Bu sebeple *PSR* modelinde olduğu gibi bu parametreler ile iki farklı yükten bağımsız sertlik hesabı yapılabilir.

A_{0MPSR} ve A_{1MPSR} değerleri $F - d$ grafiğinden elde edilmektedir. $F - d$ grafiği Şekil 3.19’da gösterilmiştir. *MPSR* modeli kullanılarak elde edilen yükten bağımsız sertlik değeri,

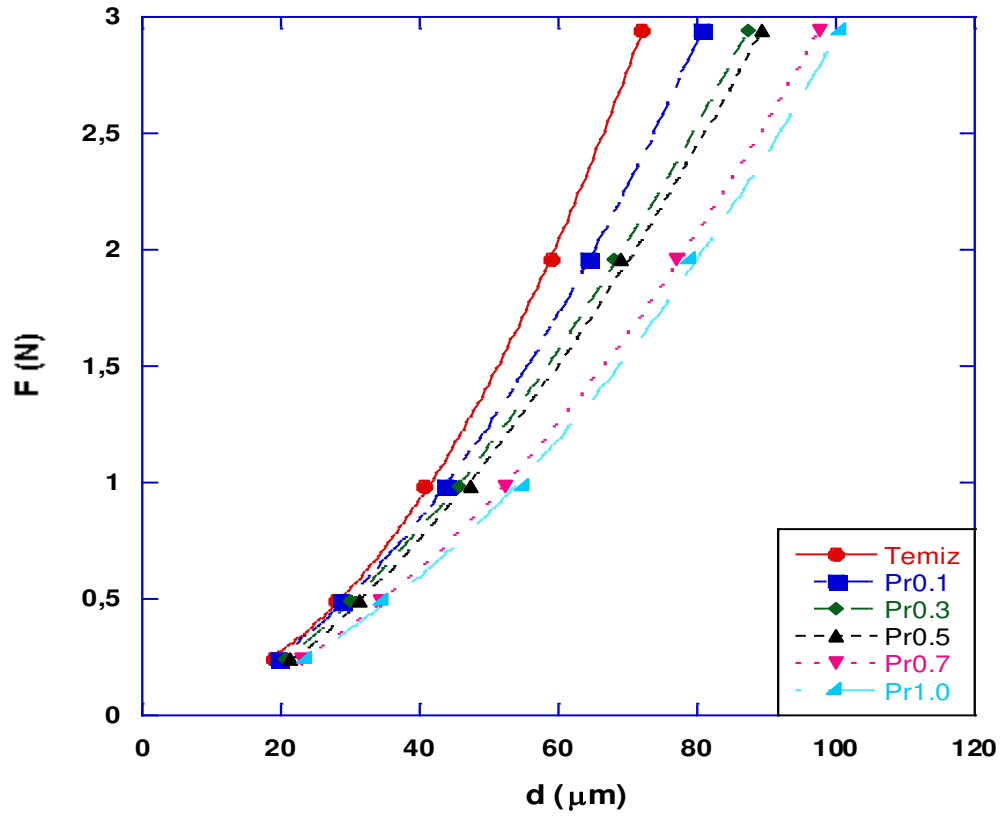
$$H_{MPSR} = 1854.4 A_{1MPSR} \quad (3.14)$$

bağıntısıyla hesaplanır.

W_{MPSR} , A_{0MPSR} , A_{1MPSR} ve *LRC* değerleri ile bunlarla ilişkili yükten bağımsız sertlik değeri Çizelge 3.17’de verilmiştir. Çizelgeden de görüldüğü gibi, *MPSR* modeline göre hesaplanan yükten bağımsız sertlik değeri plato bölgesindeki sonuçlardan oldukça uzaktır.

Çizelge 3.17 $F - d$ grafiğine göre hesaplanan yükten bağımsız sertlik, W_{MPSR} , A_{0MPSR} , A_{1MPSR} ve LRC değerleri

<i>Numune</i>	W_{MPSR} (N)	$A_{0MPSR} \times 10^{-5}$ (N/ μm)	$A_{1MPSR} \times 10^{-5}$ (N/ μm^2)	LRC	<i>Yükten bağımsız sertlik</i> $H_{MPSR}(GPa)$	<i>Yüke bağlı sertlik</i> $H_V (GPa)$
<i>Temiz</i>	0.080	-174.4	57.51	0.99985	1.066	1.018-1.038
<i>Pr0.1</i>	-0.038	746.9	36.65	0.99996	0.679	0.841-0.879
<i>Pr0.3</i>	-0.155	1402.1	24.66	0.99999	0.457	0.715-0.786
<i>Pr0.5</i>	-0.178	1408.3	23.48	0.99966	0.435	0.682-0.760
<i>Pr0.7</i>	-0.070	824.6	23.26	0.99994	0.431	0.573-0.613
<i>Pr1.0</i>	-0.036	674.7	22.78	0.99961	0.422	0.537-0.581



Şekil 3.19 Numunelerin MPSR Modeline göre $F - d$ grafiği

3.8.4 Hays-Kendall Yaklaşımına Göre Analiz

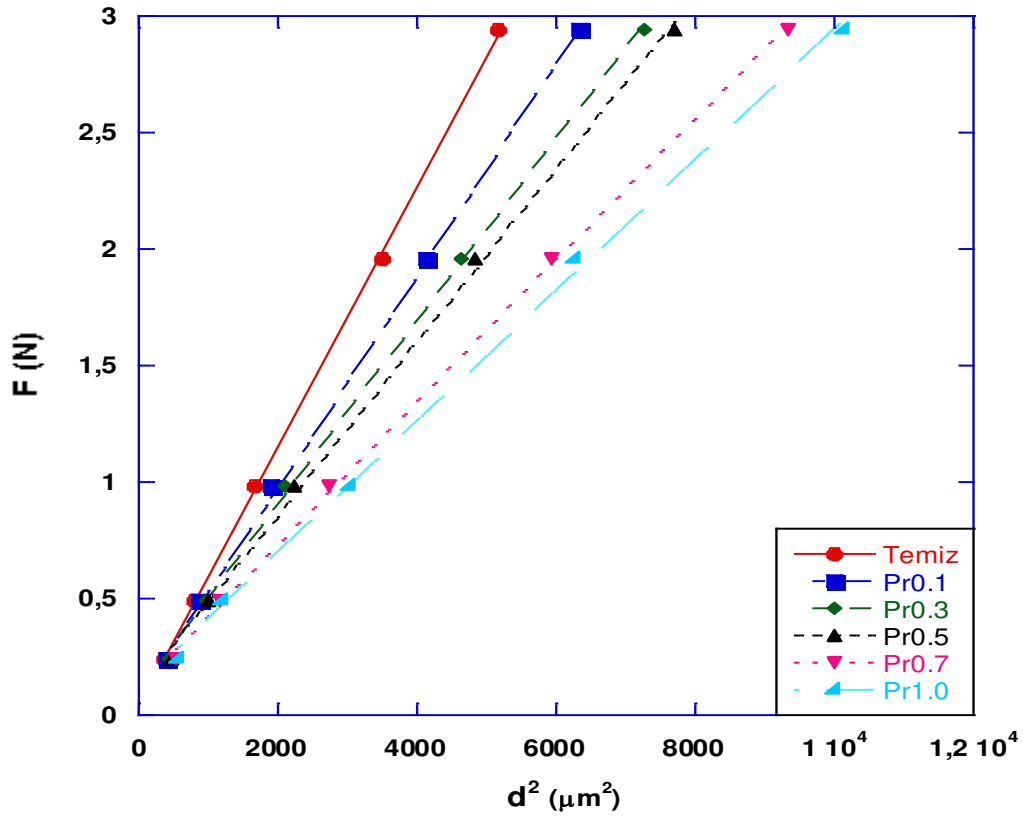
Hays-Kendall (1973) tarafından çok sayıda malzeme üzerinde yapılan mikrosertlik testlerinde gözlenen *ÇBE* davranışı için, uygulanan test yükünün belirli bir limit değerinin altında sadece elastik deformasyon, bu değer üstünde ise plastik deformasyon meydana getirdiği ortaya konulmuştur (Hays - Kendall 1973). Bu durum Gane ve Bowden (1968) tarafından farklı malzemelerde çentisinin kritik bir yük değerine kadar numuneye girmemesi (bu değerden sonra aniden girmesi) şeklinde gözlenmiştir (Gane ve Bowden 1968). Ayrıca, test yükünün artmasına rağmen kritik yük değerine ulaşmadan çentiğin büyüklüğünün artmadığı gözlenmiştir. Hays-Kendall (1973) tarafından, deneysel olarak ölçülen izin büyüklüğünün, uygulanan test yükü F yerine etkin yük $F_{etkin} = F - W_{HK}$ ile orantılı olduğu Denklem (3.15) ile verilmiştir.

$$F - W_{HK} = A_{1HK} d^2 \quad (3.15)$$

Bu denkleme göre $F - d^2$ grafiği doğrusal olacaktır. Şekil 3.20’de numuneler için verilen bu grafiklerin uyum (korelasyon) katsayı oldukça yüksektir. Ayrıca grafikten de görüleceği gibi başlangıç deformasyonunu oluşturmak için gerekli olan W değerinin, katkı miktarının artması ile birlikte arttığı görülmektedir. Bu modelde yükten bağımsız sertlik değeri,

$$H_{LHK} = 1.8544A_{1HK} \quad (3.16)$$

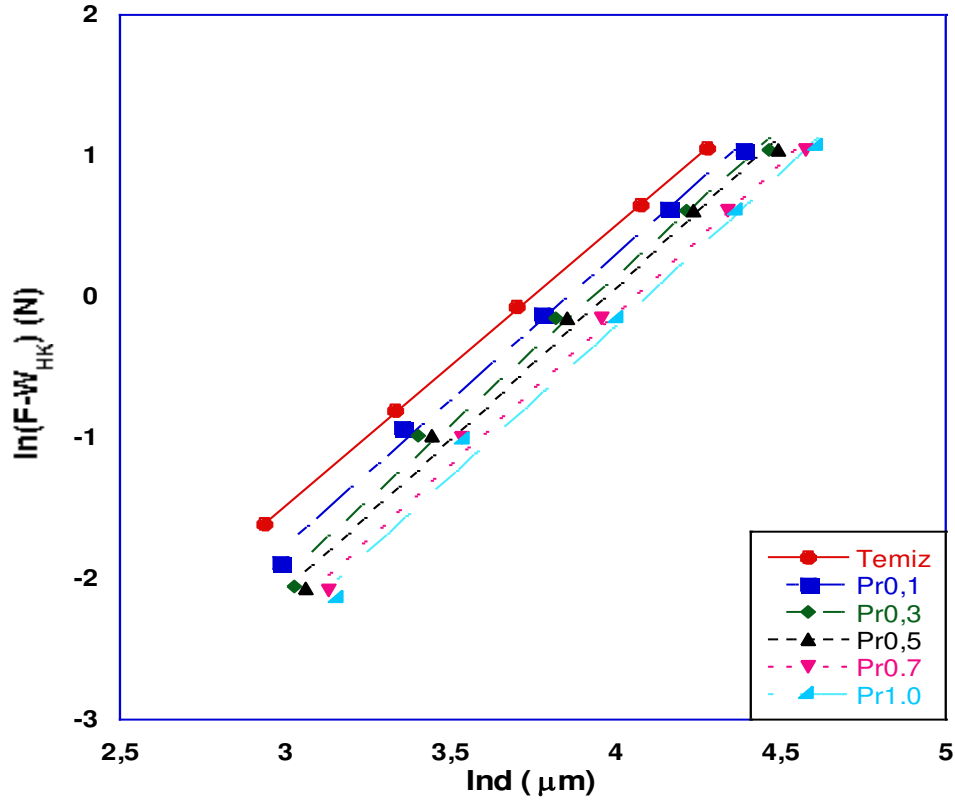
ile hesaplanmaktadır. Dolayısıyla, Şekil 3.20’deki grafikten elde edilen eğim bize A_{1HK} değerini verecektir. Çizelge 3.18’de, yükten bağımsız sertlik değeri, W_{HK} , n_{HK} , A_{1HK} ve LRC değerleri verilmiştir. Çizelgeden de görüldüğü gibi, n_{HK} değeri 2’den büyük çıkmıştır. Bu sonuç, HK modeline göre hesaplanan yükten bağımsız sertlik değerinin, plato bölgesine ulaştığını, yani sertliğin artık yükten bağımsız olduğunu gösterir.



Şekil 3.20 Numunelerin Hays-Kendall Kanununa göre $F - d^2$ grafiği

Çizelge 3.18 Yükten bağımsız hesaplanan sertlik değeri, W_{HK} , n_{HK} ve LRC değerleri

Numune	Yükten bağımsız sertlik sabiti A_{IHK} (GPa)	W_{HK} (N)	LRC	n_{HK}	LRC	Yükten bağımsız sertlik H_{LHK} (GPa)	H_V (GPa)
Temiz	55.64×10^{-5}	0.046	0.99983	1.994	0.99993	1.031	1.018-1.038
Pr0.1	45.06×10^{-5}	0.093	0.99987	2.048	0.99775	0.835	0.841-0.879
Pr0.3	39.18×10^{-5}	0.117	0.99945	2.110	0.99588	0.726	0.715-0.786
Pr0.5	37.06×10^{-5}	0.119	0.99938	2.154	0.99597	0.687	0.682-0.760
Pr0.7	30.52×10^{-5}	0.121	0.99963	2.133	0.99702	0.565	0.573-0.613
Pr1.0	28.08×10^{-5}	0.134	0.99919	2.153	0.99625	0.520	0.537-0.581



Şekil 3.21 Numunelerin $\ln(F - W_{HK}) - \ln d$ grafiği

Hays-Kendall Yaklaşımına göre hesaplanan yükten bağımsız sertlik değeri, *PSR* ve *MPSR* modelleri ile kıyaslandığında, plato (doyum) bölgesindeki sertlik verilerine daha yakındır. Literatürde farklı malzemeler üzerinde yapılan çalışmalarda (J.B. Quinn ve V.D. Quinn 1997, Gong vd. 1999, 2000, Peng vd. 2004, Kölemen 2006), yükten bağımsız sertlik değerinin plato bölgesine yakın olması gerektiği vurgulanmaktadır. Deneysel verilerin yüksek uyuma sahip olması ve elde edilen yükten bağımsız sertlik değerlerinin plato (doyum) değerine oldukça yakın olması sebebiyle, Hays-Kendall modeli bu çalışmada kullanılan malzemelerin mikrosertlik analizinin yapılmasında kullanılabilecek en uygun modeldir.

4. SONUÇLAR

Bu çalışmada, yüksek sıcaklık süperiletken hazırlamak için en çok kullanılan yöntem olan katıhal tepkime yöntemi kullanıldı ve *Pr* (Presedyum) katkılı *Bi – 2212* süperiletken numuneleri 840°C ' de 50 saatlik tavlama sonucu üretildi. Bu işlemten sonra, yapılan katkıların süperiletkenlik, yapısal ve mekanik özellikleri üzerine etkileri incelendi. Karşılaştırma yapmak için aynı şartlarda katkısız numune de hazırlandı. Süperiletkenlik özelliklerini belirlemek için dc öz direnç, mekanik özelliklerini belirlemek için mikrosertlik, kristal yapı özelliklerinin ve örgü parametrelerinin tespiti için de *SEM* (Taramalı Elektron Mikroskobu) ve *XRD* (X-ışınları kırınımı) ölçümleri yapıldı. Ayrıca yapılan *EDS* ölçümleri ile de katkılama ile değişen iyon miktarları belirlendi. Vickers mikrosertlik, elastik modülü, gerilme ve kırılma dayanımı değerleri de katkılı ve katkısız numuneler için ayrı ayrı hesaplandı. Daha sonra, sertlik ölçümlerinin deneysel sonuçları, Kick's yasası, *PSR*, modifiye edilmiş *PRS* (*MPRS*) ve Hays Kendal yaklaşımı kullanılarak analiz edildi ve aşağıdaki sonuçlara ulaşıldı.

- Oda sıcaklığı direncinin *Pr* katkısının artması ile arttığı gözlemlendi.
- Katkısız numune ile kıyaslandığında süperiletkenliğe geçiş aralığı, ΔT_c , arttı. Bu durumun, katkılı numunelerin safsızlık seviyesinin daha yüksek olmasından ve örgü kusurlarından kaynaklandığı şeklinde yorumlandı.
- Direncin sıfır olduğu (T_c^{offset}) sıcaklık *Temiz*, *Pr0.1*, *Pr0.3*, *Pr0.5*, *Pr0.7* ve *Pr1.0* numuneleri için sırayla $76K$, $75K$, $72K$, $71K$, $71K$ ve $70K$ olarak belirlendi. Bazı çalışma grupları, *Pr* miktarının artması ile T_c ' nin azalmasının sebebini, *Pr* katkısı ile oluşan hole filling (boşluk doldurma) olayına bağlamışlardır.
- Süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı (T_c^{onset}) ise katkısız numune için $87K$ iken *Pr0.1*, *Pr0.3*, *Pr0.5*, *Pr0.7* ve *Pr1.0* katkılı numuneler için ise sırayla $94K$, $95K$, $95.5K$, $96K$ ve $97K$ olarak bulundu. Bu sonuçlar bize *Pr* katkısı ile süperiletkenliğe geçiş sıcaklığının (T_c^{onset}) yükseldiğini gösterdi.

- Numunelerin Vickers mikrosertlik, elastik modülü, gerilme ve kırılma dayanımı değerleri yüke bağlı olarak hesaplandı ve yükle değişiminin lineer olmadığı gözlemlendi.
- Hesaplanan Vickers mikrosertlik, elastik modülü, gerilme ve kırılma dayanımı değerleri uygulanan yükün artmasıyla azaldı.
- H_V , E , Y ve K_{IC} değerlerinin yüke bağlılığı, çentik büyüklüğünün etkisinin (ÇBE) numuneler üzerinde etkili olduğunu gösterdi.
- Katkılı ve katkısız numuneler için sertlik, elastik modülü, gerilme ve kırılma dayanımı değerleri yükten bağımsız olarak da hesaplandı.
- Yüke bağlı olarak hesaplanan H_V , E , Y ve K_{IC} değerleri, yükten bağımsız değerlerden daha büyük bulundu.
- Pr katkısı ile sertlik değerindeki azalmanın nedeni, safsızlık fazlarının yapısı ve tanecik sınırlarındaki düzensizlik olabilir. Bu etkenler, güçlü bağların zayıflamasına, dolayısıyla sertliğin azalmasına neden olur.
- XRD sonuçlarında dikkate değer bir değişime neden olan ikinci bir faza rastlanmadı. Bu sonuç, Pr atomlarının çoğunluğunun $Bi - 2212$ kristal yapısı içerisine yerleştiğinin bir göstergesidir.
- Pr katkısıyla c parametresi azaldı. Bu iki nedenle olabilir. Birincisi, sistemdeki oksijen içeriğinin artması, ikincisi ise Pr^{+3} iyonunun iyonik yarıçapının Sr^{+2} 'nin iyonik yarıçapından daha küçük, değerliliğinin ise Sr^{+2} iyonundan daha büyük olmasıdır.
- a parametresi ise Pr katkısı arttıkça arttı. Bu Pr katkısı ile extra elektronların ortaya çıkmasından dolayı beklenen bir durumdur. Cu atomunun etkin değeri artar. Bu davranış $Cu - O$ bağ uzunluğunun ve buna bağlı olarak da a parametresinin artmasına sebep olur.
- SEM sonuçları katkı arttıkça taneciklerin küçüldüğünü ve tanecikler arası boşlukların arttığını gösterdi. Sertliğin azalması da bu tanecikler arası boşlukların artmasıyla ilişkilidir.
- Yapılan EDS analizlerinde katkısız numune ile kıyaslandığında $Pr1.0$ numunesindeki Sr yüzdesinin, diğer atomlara oranla daha fazla azaldığı gözlemlendi. Bu bize Pr^{+3} iyonlarının Sr^{+2} iyonları yerine başarılı bir şekilde katkıldığını gösterir. Yine burada, ortamdaki oksijen miktarının artmasının

yanı sıra, Pr^{+3} iyonunun iyonik yarıçapının ($1.013 \text{ \AA}$), Sr^{+2} 'nin iyonik yarıçapından ($1.12 \text{ \AA}$) daha küçük olması da atomik yerdeřistirmeler için önemli bir etkidir.

- Sr^{+2} yerine yapılan her bir Pr^{+3} katkısında kristal içinde bir boşluk dolar ve böylece CuO_2 tabakalarındaki taşıyıcı konsantrasyonu azalır.
- Sertlik ölçümlerinin deneysel sonuçları, Kick's Yasası, PSR , modifiye edilmiş PSR ($MPSR$) ve Hays- Kendal yaklaşımı kullanılarak analiz edildi ve en uygun sonuçlar HK yaklaşımı ile elde edildi.

5. LİTERATÜR ÖZETLERİ

Bu çalışmada *Pr* katkılı *Bi* – 2212 süperiletkeninin elektriksel ve mekaniksel özellikleri detaylı olarak incelenmiş ve elde edilen sonuçlar tez kapsamında sunulmuştur. Bu kısımda, çalışmamızın literatürle uyum içerisinde olduğunu göstermek için benzer çalışmalar yapan bazı grupların bu çalışmalarına yer verilmiştir.

- **Shabna ve arkadaşları (Doping controlled metal to insulator transition in the (Bi, Pb)-2212 system):** *Bi* – 2212 süperiletkenine *Pr* katkılanmışlar ve sistemin elektriksel özellikleri ve yapısı üzerine *Pr* katkısının nasıl etki ettiğini rapor etmişlerdir. *XRD* analizlerinin sonucunda baskın olarak *Bi* – 2212 fazının olduğunu *a* ve *b* örgü parametrelerinin *Pr* katkısı ile arttığını, *c* örgü parametresinin ise azaldığını göstermişlerdir. *EDS* ölçümlerinde *Pr* miktarındaki artışa bağlı olarak *Sr* gruplarında baskın bir azalmanın olduğunu ve sonuç olarak *Pr* atomlarının, yapı içerisinde *Sr* gruplarıyla başarılı bir şekilde yer değiştirdiğini göstermişlerdir. *SEM* analizi ile sistemin yüzey yapısının *Pr* katkısı ile sistematik bir şekilde değiştiği gözlenmiştir. *R – T* ölçümlerinde ise T_c^{onset} değerinde azalmanın yanı sıra ve süperiletken durumdan yalıtkan duruma geçiş gözlenmiştir. Oda sıcaklığı öz direnci ise artmıştır. Bunun sebebi ise, *CuO₂* tabakalarındaki yük taşıyıcı konsantrasyonunun azalması şeklinde yorumlanmıştır (Shabna vd. 2009).

- **Salamati ve arkadaşları (Effect of *Pr* doping on the superconductivity and interlayer coupling of the *Bi₂Sr_{2-x}Pr_xCa₁Cu₂O_y* system):** *Bi* – 2212 süperiletkenine *Pr* katkılanmışlar, sistemin süperiletkenlik özellikleri ve tabakalar arası bağlanmaları üzerine *Pr* katkısının etkisini incelemişlerdir. Sonuçta, T_c değerinin ilk önce arttığını, daha sonra ise azaldığını ve $x = 0.6'$ da sıfır olduğunu rapor etmişlerdir. *Pr* katkısı ile *CuO₂* tabakalarındaki bağlantıların zayıflayıp numunenin süperiletkenlik özelliğinin azaldığını belirtmişlerdir (Salamati vd. 2003).

- **Boussouf ve arkadaşları (The effect of *Ag*, *Mg*, and *Pr* doping on the superconductivity and structural of *BSCCO*):** Bu çalışmada *Pr*, *Ag* ve *Mn* katkılanan *Bi* – 2212 süperiletkeninin faz yapısı ve mikroyapısındaki değişimleri rapor edilmiştir. *XRD* sonuçlarında *Mg*, *Pr* ya da *Mg + Pr* katkılanmış süperiletkenlerde baskın olarak *Bi* – 2212 fazı gözlenirken, *c* örgü parametresinin

de azaldığını belirtilmiştir. Katkısız numunede T_C değeri $65K$ iken, Pr katkılı bileşiklerde süperiletkenlik gözlenmemiştir (Boussouf vd. 2009).

- **Santos ve arkadaşları (Inhomogeneous superconductivity in $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Pr_xCu_2O_{8+\delta}$):** Bu çalışmada, hem direnç hem de manyetizasyon ölçümleri yapılarak Pr katkısının numunelerin süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı (T_c^{onset}) üzerine etkisi incelenmiştir (Santos vd. 2003).

- **Sun ve arkadaşları (Pr-doping effect on the structure and superconductivity of $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Pr_xCu_2O_y$ single crystals):** Pr katkısının, $Bi - 2212$ süperiletkeninin, süperiletkenlik ve yapısal özellikleri üzerine etkisi incelenmiştir. Pr konsantrasyonunun artması ile a ve b örgü parametreleri artarken, c örgü parametresi ise azalmıştır. Süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı önce yavaşça artarken daha sonra Pr katkısı ile birlikte büyük ölçüde azalmıştır ve $x = 0.6'$ da süperiletkenlik tamamen bozulmuştur (Sun vd. 1998).

- **Cao ve arkadaşları (The comparable effects on transport properties in $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Pr_xCu_2O_y$ and $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Y_xCu_2O_y$ single crystals):** Bu çalışmada, Pr katkısıyla birlikte oda sıcaklığı öz direncinin attığını, süperiletkenliğe geçiş sıcaklığının ise katkı arttıkça azaldığını gözlemlemişlerdir. Pr katkılı numunelere kıyasla, Y katkısının artması ile süperiletkenliğin daha hızlı bozulduğu rapor edilmiştir (Cao vd. 2000).

KAYNAKLAR

- ONNES, H. K. 1911. Superconductivity and Magnetism. Comm. Phys. Lab. Univ. Leiden, 119-120.
- MEISSNER, W., OSCHENFELD, R. 1933. Upper Critical Fields of High- T_c Superconducting Y-Ba-Cu-O. Nature, 132, 931-935.
- LONDON, F., AND LONDON, H. 1935. Proc. Roy. Soc. London, A 149 (72).
- BERNHARDT, E. O. 1941. Z. Metall., 33, 135.
- BARDEEN, J., COOPER, L.N., AND SCHRIEFFER, J. R., 1957. Phys. Rev., 108, 1175.
- GANE, N., BOWDEN, F. P. 1968. Microdeformation of Solids. Journal of Applied Physics, 39, 1432-1435.
- HAYS, C., KENDALL, E. G. 1973. Metall., 6, 275-282.
- ROSE INNES, A. C. 1978. Introduction to Superconductivity, Oxford.
- MITCHELL, G. W., HERVIEU, M., BOREL, M. M., GRANDIN, A., DESLANDES, F., PROVOST, J., AND RAVEAU, B. 1981. Z. Phys, B68, 421-423.
- KITTEL, C. 1986. Introduction to Solid State Physics. John Wiley & Sons, Inc. New York, London, Sydney.
- BEDNORZ, J.G., AND MULLER, K.A. 1986. Possible High T_c Superconductivity in the Ba-La-Cu-O System. Z. Phys.: B-Condensed Matter, 64, 189-193.
- WU, M.K., ASHBURN, J. R., TORNG, C. 1987. Superconductivity at 93 K in a New Mixed Phase Y-B-CU-O Compound System at Ambient Pressure. Phys. Rev. Lett. 58(9), 908-910.
- HIRAO, K., TOMOZAWA, M. 1987. Microhardness of SiO_2 glass in various environments. J. Am. Ceram. Soc., 70, 497.
- GRANT, P.M., BEYERS, M.B., ENGLER, E.M., LIM, G., PARKIN, S.S.P., RAMÍREZ, M.L., LEE, V.Y., NAZZAL, A., VAZQUEZ, J.E., AND SOVAY, R.J. 1987. Superconductivity Above 90K in the Compound $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$. Phys. Rev. B., 35, 13, 7242-7244.
- QUADRÌ, S.B., TOTH, L.E., OSOFSKY, M., LAWRENCE, S., GUBSER, D.U., AND WOLF, S.A. 1987. X-ray identification of Superconducting High T_c Phase in Y-Ba-Cu-O System. Phys. Rev. B, 35, 13, 7235-7237.

- HWU, S.J., SONG, S.N., THIEL, J., POEPPELMEIER, K.R., KETTERSON, J.B., AND FREEMAN, A.J. 1987. High T_C superconductivity in Regions of Possible Compound Formation. *Phys. Rev. B.* 35, 13, 7119-7121.
- TARASCON, J.M., GREEN, L.H., MCKINNON, W.R., AND HULL, G.W. 1987. Superconductivity at 90K in Multiphase of Y-Ba-Cu-O. . *Phys. Rev. B.* 35, 13, 7115-7117.
- MAEDA, H., TARAHA, Y. 1988. Measurement of the Normal State Anisotropic Resistivity of Single Crystal Bi-Sr-Ca-Cu-O. *Jpn. Appl. Phys.*, 27(2), L209-L211.
- GATT, R., OLSEN, J. S., GERWARD, L., BRYNTSE, I., KAREIVA, A., PANAS, I., JOHANSSON, L. G. 1988. Pressure Effect in the Hg-Based Superconductors. *Phys. Rev. B.*, 57, 13922.
- ASADA, Y., MAEDA, H., AND OGAVA, K. 1988. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 27, (L665).
- TARASCON, M. J., AND LE PAGE, Y. 1988. *Phys. Rev. B* 37, 1988. *Phys. Rev. B* 38.
- TOKANA, K., et al. 1988. Properties of Pb-Doped Bi-Sr-Ca-Cu-O Superconductors. *Appl. Phys. Lett.*, 53, 14, 1329-1331.
- SUBRAMANIAN, M. A. 1988. *Physica C*, 153, 608.
- LI, Z., GHOSH, A., KOBAYASHI, A.S. 1989. Indentation fracture-toughness of sintered silicon-carbide in the palmqvist crack regime. *J. Am. Cer. Soc.*, 72, 904.
- GUPTA, R. P. 1990. *Physica C*, 171.
- KASE, J., TOGANO, K., KUMAKURA, H., DIETDERICH, D. R., IRISAMA, N., MORIMOTO, J., AND MAEDA, H. 1990. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 29, (L1096).
- IBACH, H., AND LUTH, H. 1990. *Festkorperphysik*. Third Edition.
- ZHU, W. 1991. *Matt. Lett.*, 12, 191.
- DOU, S. X., LIU, H. K. 1993. Ag Sheathed Bi(Pb)SrCaCuO Superconducting Tapes. *Supercond. Sci. Technol.*, 6, 297-314.
- LI, H., BRADT, R. C. 1993. The microhardness indentation load/size effect in rutile and cassiterite single crystals. *Journal of Materials Science*, 28, 917-926.
- VEERENDER, C., DUMKE, V.R., NAGABHOOSHANAM, M. 1994. Hardness and elastic-moduli of $\text{Bi}_2\text{Pb}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Sr}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ superconductors. *Phys. Status Solidi A*, 144, 299.

- ADIGÜZEL, H. İ. 1995. Doktora Tezi. İnönü Üniversitesi.
- FRÖHLINCH, F., GRAU, P., GRELLMANN, W. 1997. Phys. Status Solidi, 42, 79.
- QUINN, J. B., QUINN, V. D. 1997. Indentation brittleness of ceramics: a fresh approach. Journal of Materials Science, 32, 4331-4346.
- LEENDERS, A., MICH, M., FREYHARD, H.C. 1997. Influence of thermal cycling on the mechanical properties of VGF melt-textured YBCO. Physica C, 279, 173.
- SINGH, S., 1998. Suppression of superconductivity in Sm and Co substituted $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_{8+\delta}$ system. Physica C, 294, 249-256.
- SUN, X., ZHAO, X., WU, W., FAN, X., LI, X. -G., KU, H. C. 1998. Pr- doping effect on the structure and superconductivity of $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{1-x}\text{Pr}_x\text{Cu}_2\text{O}_y$ single crystals. Physica C, 307, 67-73.
- GONG, J.H., WU, J.J., GUAN, Z. 1999. Analysis of the indentation size effect on the apparent hardness for ceramics. Mater. Lett., 38, 197.
- GONG, J., WU, J., GUAN, Z., 1999. Examination of the indentation size effect in low- load Vickers hardness testing of ceramics. Journal of the European Ceramic Society, 19, 2625-2631.
- GONG, J., ZHAO, Z., GUAN, Z., MIAO, H. 2000. Load-dependence of Knoop hardness of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ composites. Journal of the European Ceramic society, 20, 1895-1900.
- CAO, Q., RUAN, K. Q, LI S. Y., CHEN X. H., QIAN, G. G., CAO, L. Z. 2000. The comparable effects on transport properties in $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{1-x}\text{Pr}_x\text{Cu}_2\text{O}_y$ and $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{1-x}\text{Y}_x\text{Cu}_2\text{O}_y$ single crystals. Physica C, 334, 237-242.
- KARACA, İ. 2001. Yüksek Sıcaklık Süperiletkenlerinin Üretimi ve Katkı Maddelerinin Fiziksel Özellikleri Üzerine Etkisi, Doktora Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı.
- KHALİL, S.M. 2001. Enhancement of superconducting and mechanical properties in BSCCO with Pb additions. Journal of Physics and Chemistry of solids, 62, 457.
- MURAKAMI ,A., KATAGIRI, K., NOTO, K., KASABA, K., SHOJI, Y., MURALIDHAR, M., SAKAI, N., AND MURAKAMI, M. 2002. Tensile mechanical properties of (Nd,Eu,Gd)-Ba-Cu-O bulk superconductors at room and liquid nitrogen temperatures. Physica C, 378-381, 794.

- ELMUSTAFA, A.A., STONE, D.S. 2003. Nanoindentation and the indentation size effect: Kinetics of deformation and strain gradient plasticity. *J. Mech. Phys. Solid*, 51, 357.
- DOS SANTOS, C. A. M., MOEHLECKE S., KOPELEVICH, Y., MACHADO, A. J. S. 2003. Inhomogeneous superconductivity in $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{1-x}\text{Pr}_x\text{Cu}_2\text{O}_{8+\delta}$. *Physica C*, 390, 21-26.
- KHALİL, S.M. 2003. Effect of Y^{3+} substitution for Ca on the transport and mechanical properties of $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{1-x}\text{Y}_x\text{Cu}_2\text{O}_{8+\delta}$ system. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 64, 855.
- RODRIGUEZ, R., GUTIERREZ, I. 2003. Correlation between nanoindentation and tensile properties: Influence of the indentation size effect. *Materials Science and Engineering*, A361, 377-384.
- SALAMATI, H., KAMELI, P. and RAZAVI, F.S. 2003. Effect of *Pr* doping on the superconductivity and interlayer coupling of the $\text{Bi}_2\text{Sr}_{2-x}\text{Pr}_x\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_y$ system. *Supercond. Sci. Technol.*, 16, 922-925.
- PENG, Z., GONG, J., MIAO, H. 2004. On the description of indentation size effect in hardness testing for ceramics: Analysis of the nanoindentation data. *Journal of European Ceramic Society*, 24, 2193-2201.
- TERZIOGLU, C., YILMAZLAR, M., OZTURK, O., YANMAZ, E. 2005. Structural and physical properties of Sm-doped $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{2-x}\text{Sm}_x\text{Cu}_3\text{O}_y$ superconductors. *Physica C*, 423, 119-126.
- KÖLEMEN, U., GÜÇLÜ, N., UZUN, O., ÇELEBİ, S. 2005. Work of indentation approach for investigation of mechanical properties of YBCO bulk superconductor at cryogenic temperatures. *Physica C: Superconductivity*, 433, 1-2, 115-122.
- KHALİL, S.M. 2005. Role of rare-earth Ba^{+2} doping in governing the superconducting and mechanical characteristics of Bi-Sr-Ca-Cu-O. *Smart Mater. Struct.*, 14, 804.
- TERZIOGLU, C., YILMAZLAR, M., OZTURK, O., YANMAZ, E. 2005. Structural and physical properties of Sm-doped $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{2-x}\text{Sm}_x\text{Cu}_3\text{O}_y$ superconductors. *Physica C*, 423, 119.
- UZUN, O., KÖLEMEN, U., ÇELEBİ, S., GÜÇLÜ, N. 2005. Modulus and hardness evaluation of polycrystalline superconductors by dynamic microindentation technique. *Journal of European Ceramic Society*, 25 (6), 969-977.

- KÖLEMEN, U., UZUN, O., AKSAN, M. A, GÜÇLÜ, N., YAKINCI E. 2006. An analysis of load depth- sensing microindentation experiments for intermetallic MgB_2 . J. Alloys and Compd., 415, 1, 2, 294-299.
- YİLMAZLAR, M., CETİNKARA, H.A., NURSOY, M., OZTURK, O., TERZİOĞLU, C. 2006. Thermal expansion and Vickers hardness measurements on $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{2-x}\text{Sm}_x\text{Cu}_3\text{O}_y$ superconductors. Physica C, 442, 101-107.
- KÖLEMEN, U., UZUN, O., YİLMAZLAR, M., GÜÇLÜ, N., YANMAZ, E. 2006. Hardness and microstructure analysis of $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{2-x}\text{Sm}_x\text{Cu}_3\text{O}_7$ polycrystalline superconductors. Journal of Alloys and Compounds, 415, 300-306.
- ŞAHİN, O. 2006. β -Sn Tek Kristallerinin Bazı Mekaniksel Özellikleri İle Kristal Yönelimi Arasındaki İlişki. Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Doktora tezi, Isparta.
- YİLMAZLAR, M., CETİNKARA, H.A., NURSOY, M., OZTURK, O., AND TERZİOĞLU, C. 2006. Thermal Expansion and Vickers Hardness of $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{2-x}\text{Sm}_x\text{Cu}_3\text{O}_y$ superconductors. Physica C, 442, 101.
- ZAN, R. 2006. $\text{Bi}_{2-x}\text{Tb}_x\text{Pb}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_y$ Süperiletken Malzemesine Tb Katkısının Etkileri, Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı.
- OZTURK, O., AKDOĞAN, M., AYDIN, H., YİLMAZLAR, M., TERZİOĞLU, C., BELENLİ, I. 2007. Substitution of Sm at Ca site in $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{2-x}\text{Sm}_x\text{Cu}_3\text{O}_y$ superconductors . Physica B, 399, 94-100.
- YİLMAZLAR, M., OZTURK, O., GORUR, O., BELENLİ, I., AND TERZİOĞLU, C. 2007. Role of diffusion-annealing time on the mechanical properties of bulk Bi-2223 superconductors diffusion-doped with Au. Supercond. Sci. Technol., 20, 365-371.
- BİJU, A., SYAMAPRASAD, U., ASHOK RAO, XU, J. G., SIVAKUMAR, K. M., KUO, Y. K. 2007. Structural and transport properties of Nd doped (Bi,Pb)-2212. Physica C, 466, 69-75.
- ÖZKURT, B. 2007. Nd ve Gd Katkılı BSCCO Cam Seramik Süperiletken Sisteminin Fiziksel ve İletim Özellikleri, Doktora Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı.
- ÖZTÜRK, Ö. 2007. The effect of Au diffusion- doped on structural, superconducting and mechanical properties of $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.35}\text{Sr}_{1.9}\text{Ca}_{2.1}\text{Cu}_3\text{O}_y$, Doktora Tezi, Abant İzzet Baysal Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı.

- EMEKSİZ, C. 2007. BSCCO Süperiletkeninin Mekaniksel Özelliklerinin Dinamik Mikrosertlik Yöntemi ile İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı.
- KILIÇ, S. 2008. Yüksek Geçiş Sıcaklıklı Süperiletkenlerde Kritik Durum Modellerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı.
- BİJU, A., SARUN, P. M., ALOYSİUS, R. P., SYAMAPRASAD, U. 2008. Flux pinning properties of Yb substituted (Bi,Pb)-2212. Journal of Alloys and Compounds, 454, 46-51.
- KUCUKOMEROGLU, T., BACAKSİZ, E., TERZİOGLU, C., VARILCI, A. 2008. Influence of fluorine doping on structural, electrical and optical properties of spray pyrolysis ZnS films. Thin Solid Films, 516, 2913-2916.
- SARUN, P. M., VİNU, S., SHABNA, R., BİJU, A., SYAMAPRASAD, U. 2008. Highly enhanced superconducting properties of Eu-doped (Bi,Pb)-2212. Materials Letters, 62, 2725-2728.
- TERZİOGLU, C., OZTURK, O., BELENLİ, I. 2008. The effect of Au diffusion on some physical properties of $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.35}\text{Sr}_{1.9}\text{Ca}_{2.1}\text{Cu}_3\text{O}_y$ superconductors. J. Alloys and Compd., 471, 142-146.
- SARUN, P. M., VİNU, S., SHABNA, R., BİJU, A., SYAMAPRASAD, U. 2008. Highly enhanced superconducting properties of Eu-doped (Bi,Pb)-2212. Materials Letter, 62, 2725-2728.
- VİNU, S., SARUN, P. M., BİJU, A., SHABNA, R., GURUSWAMY, P., AND SYAMAPRASAD, U. 2008a. The effect of substitution of Eu on the critical current density and flux pinnig properties of (Bi,Pb)-2212 superconductor. Supercond. Sci. Technol., 21, 045001.
- VİNU, S., SARUN, P. M., SHABNA, R., BİJU, A., SYAMAPRASAD, U. 2008b. Improved microstructure and flux pinning properties of Gd-substituted (Bi,Pb)-2212 superconductor sintered between 846 and 860°C. Materials Letters, 62, 4421-4424.
- AYDIN, H., AND TERZİOGLU, C. 2009. Mechanical and superconducting properties of $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.35}\text{Sr}_{1.9}\text{Ca}_{2.1}\text{Cu}_3\text{Gd}_x\text{O}_y$. Chinese Journal of Physics, 47, 192-206.
- SHABNA, R., SARUN, P. M., VİNU, S., BİJU, A., AND SYAMAPRASAD, U. 2009. Doping controlled metal to insulator transition in the (Bi,Pb)-2212 system. Supercond. Sci. Technol., 22, 045016.

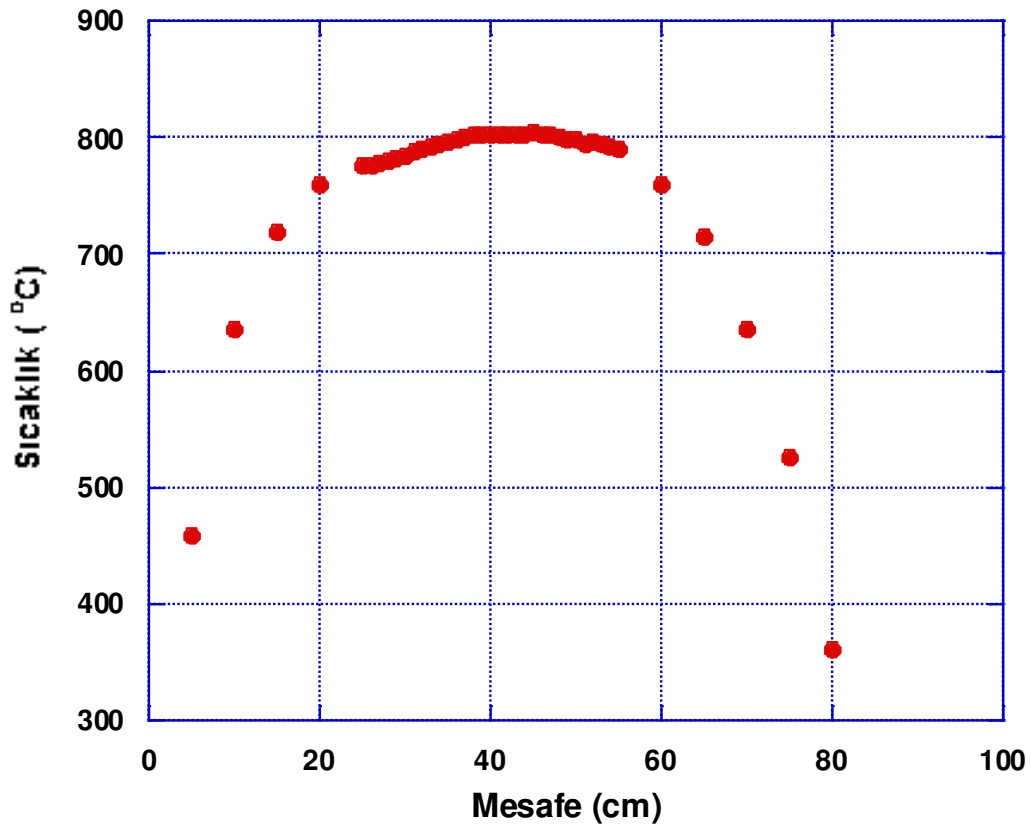
- BOUSSOUF, N., MOSBAH, M. –F., GUERFI, T., BOUAÏCHA F., CHAMEKH, S., AMIRA, A. 2009. The effect of Ag, Mg, and Pr doping on the superconductivity and structural of BSCCO. *Physics Procedia*, 2, 1153-1157.
- OZTÜRK, O., TERZİOĞLU, C., AND BELENLİ, I. 2010. Influence of diffusion-annealing temperature on the physico-mechanical properties of Au- doped Bi-2223 superconductors. *J. Supercond. Nov. Magn.*, DOI 10.1007/s10948-010-0998-z.
- VĪNU, S., SARUN, P. M., SHABNA, R., BĪJU, A., SYAMAPRASAD, U. 2010. Microstructure and transport properties of $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.5}\text{Sr}_{2-x}\text{Lu}_x\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.1}\text{O}_{8+\delta}$. *Materials Chemistry and Physics*, 119, 135-139.
- SHABNA, R., SARUN, P. M., VĪNU, S., BĪJU, SYAMAPRASAD, U. 2010. Charge carrier localization and metal to insulator transition in cerium substituted (Bi,Pb)-2212 superconductor. *Journal of Alloys and Compounds*, 493, 11-16.

EKLER

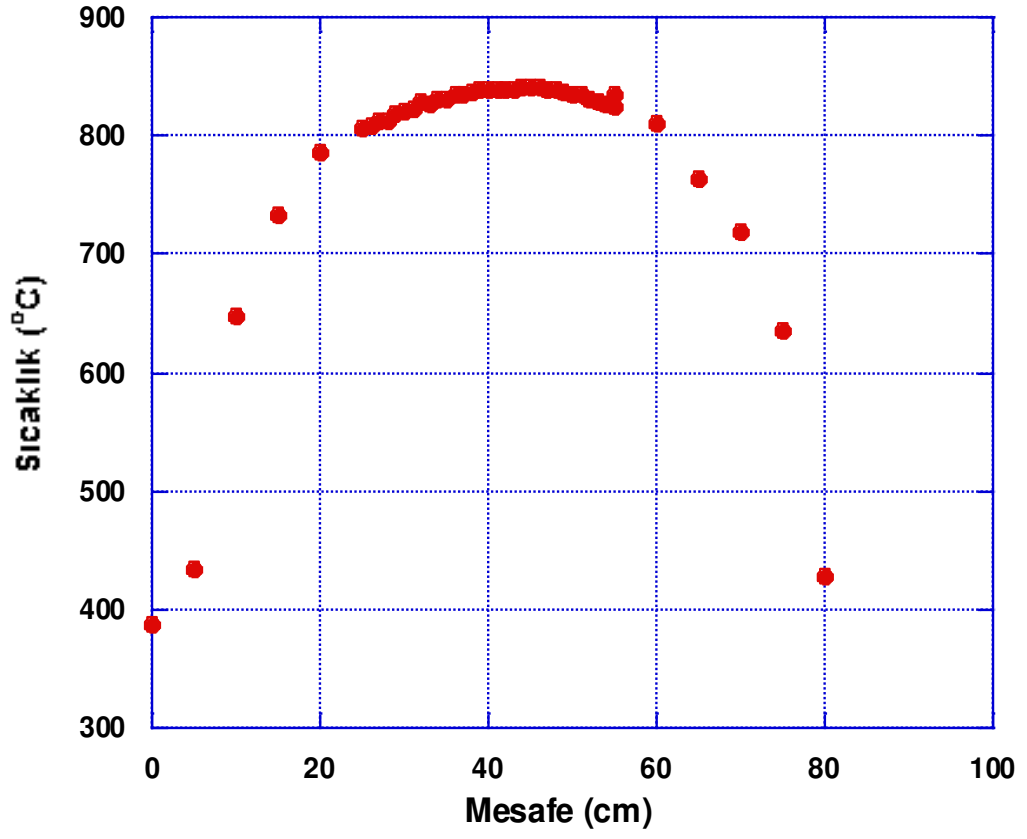
EK 1:

TÜP FIRIN İÇİN SICAKLIK BÖLGELERİNİN BELİRLENMESİ

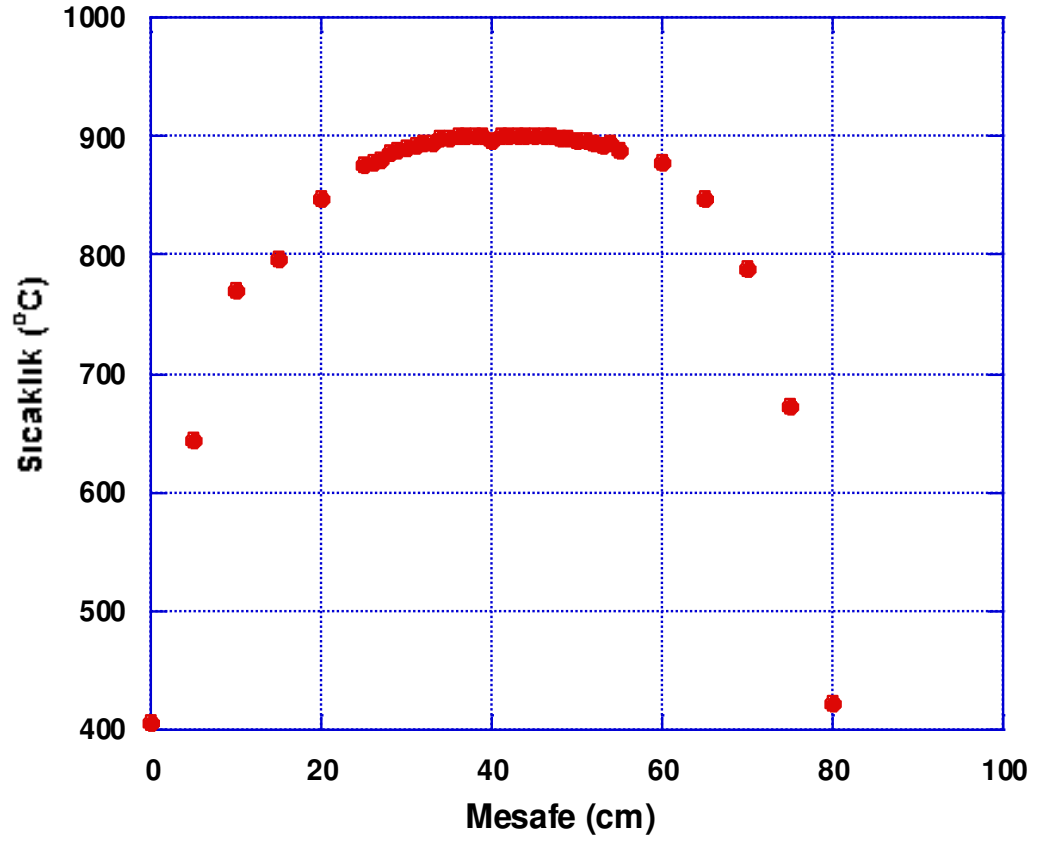
Yüksek kalitede süperiletken malzeme hazırlamak amacıyla, tavlama esnasında kullanılan fırının kalibrasyonu oldukça önemlidir. Bu amaçla, fırın bir thermocouple ile kalibre edildi ve sıcaklığın aynı olduğu bölgeler belirlendi. Farklı sıcaklıklara ait veriler grafiklerde gösterildiği gibidir. Genel olarak, set sıcaklığından $5 - 8 K'$ lik bir sapma gözlemlendi.



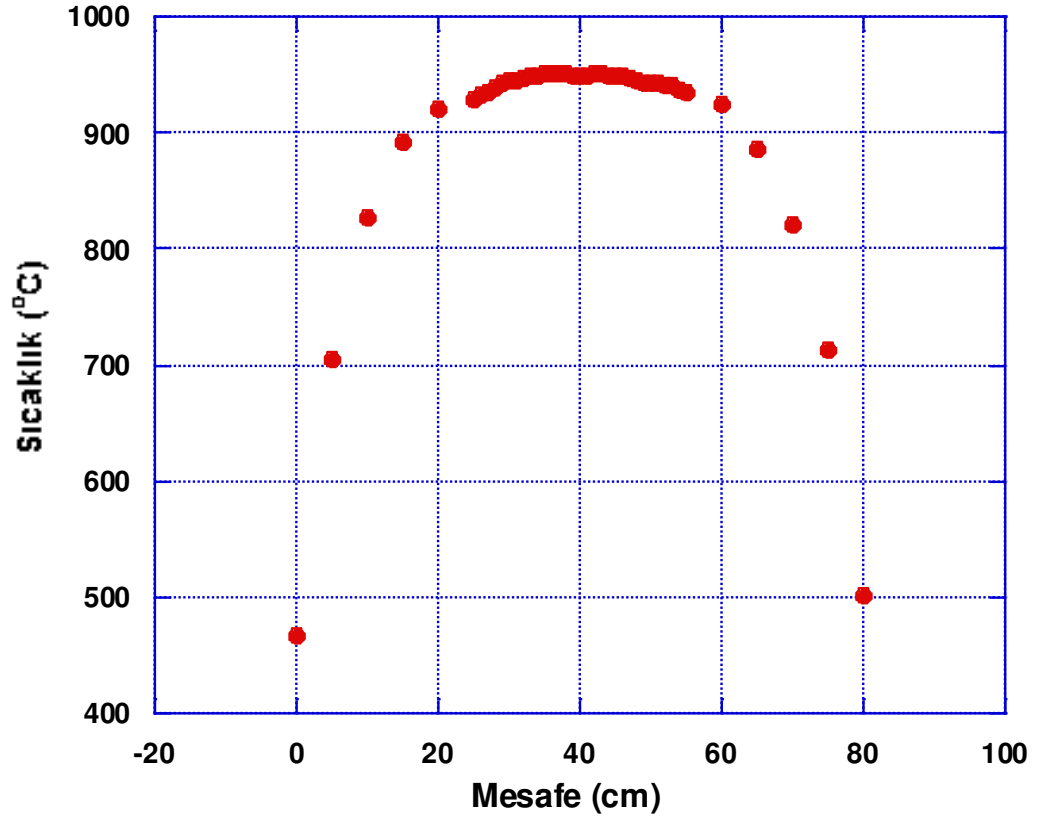
Şekil E1 Set sıcaklığı $800^{\circ}C$ iken tüp fırına (PROTHERM) ait kalibrasyon grafiği



Şekil E2 Set sıcaklığı 840°C iken tüp fırına (PROTHERM) ait kalibrasyon grafiği



Şekil E3 Set sıcaklığı 900°C iken tüp fırına (PROTHERM) ait kalibrasyon grafiği



Şekil E4 Set sıcaklığı 950°C iken tüp fırına (PROTHERM) ait kalibrasyon grafiği

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Elif AŞIKUZUN
Doğum Yeri : Daday
Doğum Tarihi : 1985
Medeni Hali : Bekâr
Yabancı Dili : İngilizce (ÜDS: 70)

Eğitim Durumu (Kurum ve Yıl)

Lise : Kastamonu Abdurrahmanpaşa Lisesi (1999-2003)

Lisans : Gazi Üniversitesi Kastamonu Fen Edebiyat Fakültesi (2004-2008)

Yüksek Lisans: Kastamonu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü (2008-2010)

Çalıştığı Kurum/Kurumlar ve Yıl: Kastamonu Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi,
Fizik Bölümü, 2010.

Görevi: Araştırma Görevlisi

Akademik Çalışmalar

Yayınlar:

1- O. Ozturk, H.A. Cetinkara, **E. Asikuzun**, M. Akdogan, M.Yilmazlar and C. Terzioglu, Investigation of mechanical and superconducting properties of iron diffusion-doped *Bi* – 2223 superconductors, Journal of Materials Science: Materials in Electronics, (İncelemede).

2- **E. Asikuzun**, O. Ozturk, H.A. Cetinkara, M.Yilmazlar, M. Akdogan and C. Terzioglu, Vickers Hardness measurements and some physical properties of *Pr* doped *Bi* – 2212 superconductors, (Hazırlanıyor).

3- O. Ozturk, **E. Asikuzun**, M. Erdem, G. Yildirim and C. Terzioglu, The effect of *Pr* addition on superconducting and mechanical properties of *Bi* – 2212 superconductors, (Hazırlanıyor).

Seminer ve Bildiriler

1- **E. Asikuzun**, O. Oztürk and C. Terzioglu, Influence of diffusion-annealing time on the mechanical properties of bulk $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.35}\text{Sr}_{1.9}\text{Ca}_{2.1}\text{Cu}_3\text{O}_y$ superconductors diffusion doped with Fe, YMF-16 (Yoğun Madde Fiziği Kongresi) Gazi Üniversitesi/Ankara, Kasım 2009.

2- O. Oztürk, **E. Asikuzun**, M. Akdogan, D. Yegen, M. Erdem, I. Belenli and C. Terzioglu, Investigation of mechanical properties of iron diffusion-doped Bi-2223 superconductors, 4. Ulusal Süperiletkenler Sempozyumu/ Trabzon, 10-13 Ağustos 2009.

3-**Elif AŞIKUZUN**, Özgür ÖZTÜRK, Özlem YILDIZ, Gürcan YILDIRIM, Mustafa YILMAZLAR, Mustafa AKDOĞAN ve Cabir TERZİOĞLU, Pr (Praseodymium) katkılanmış Bi-2212 süperiletkeninin mekanik özelliklerinin incelenmesi, YMF-17 (Yoğun Madde Fiziği Kongresi) Ankara Üniversitesi/Ankara, Kasım 2010.

4- **Elif Aşıkuzun**, BSCCO Tabanlı Yüksek Sıcaklık Seramik Süperiletkenlerine Yapılan Katkılamalar ve Bu Şekilde Üretilmiş Süperiletkenlerin Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Semineri/ Kastamonu Ün. Fen-Edebiyat Fakültesi, Aralık 2009.

Katıldığım Yazokulları:

1- Güneş Gözelerinin Fiziği ve Teknolojisi, Cumhuriyet Üniversitesi 19 Mayıs Yaz Okulları, Cumhuriyet Üniversitesi/Sivas, 17-21 Mayıs 2010.

2- Physics Of Fundamental Effects In Condensed Matter Physics: Theory & Experiment, Iars Uluslararası İleri Fizik Araştırma Okulu (International Advanced Research School in Physics), Institute Of Theoretical And Applied Physics Turunç/Marmaris. 14-21 Temmuz 2010.

Girdiğim Laboratuar Dersleri ve Uygulamalar:

- 1- FİZ305 Kuantum Laboratuvarı
- 2- FİZ103 Mekanik Laboratuvarı
- 3- FİZ207 Elektronik Laboratuvarı-I
- 4- FİZ252 Elektronik Laboratuvarı-II
- 5- FİZ253 Dalgalar Optik Laboratuvarı
- 6- FİZ101 (MEKANİK) Ders Uygulaması