

T.C.
BOLU ABANT İZZET BAYSAL ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI



PRASEODİM SAFSIZLIĞININ YÜKSEK SICAKLIK
SÜPERİLETKENLERİNİN MEKANİK TASARIM
PERFORMANSI VE MORFOLOJİK ÖZELLİKLERİ
ÜZERİNDEKİ ETKİSİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

NAİL KÖRPE

TEZ DANIŞMANI
Prof. Dr. GÜRCAN YILDIRIM
BOLU, OCAK - 2024

KABUL VE ONAY SAYFASI

Nail KÖRPE tarafından hazırlanan “**Praseodim Safsızlığının Yüksek Sıcaklık Süperiletkenlerinin Mekanik Tasarım Performansı ve Morfolojik Özellikleri Üzerindeki Etkisi**” adlı tez çalışması jürimiz tarafından Makine Mühendisliği Anabilim Dalı’nda Yüksek Lisans Tezi olarak oy birliği kabul edilmiştir. 4/01/2024

Jüri Üyeleri

İmza

Danışman
Prof. Dr. Gürcan YILDIRIM
Bolu Abant İzzet Baysal Üniversitesi

.....

Üye
Dr. Öğr. Üyesi Ali MERCAN
Abant İzzet Baysal Üniversitesi

.....

Üye
Doç. Dr. Ümit ERDEM
Kırıkkale Üniversitesi

.....

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Onayı

Prof. Dr. İbrahim KÜRTÜL

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdürü

ETİK BEYAN

Bolu Abant İzzet Baysal Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Tez Yazım Kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;

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

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

Teze ilişkin Turnitin adlı programında enstitü müdürlüğünce belirlenen filtrelemeler uygulanarak alınmış olan benzerlik raporuna göre, tezin benzerlik oranı %30'u geçmemektedir.

.....

NAİL KÖRPE

ÖZET

PRASEODİM SAFSIZLIĞININ YÜKSEK SICAKLIK SÜPERİLETKENLERİNİN, MEKANİK TASARIM PERFORMANSI VE MORFOLOJİK ÖZELLİKLERİ ÜZERİNDEKİ ETKİSİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

NAİL KÖRPE

BOLU ABANT İZZET BAYSAL ÜNİVERSİTESİ

LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

(TEZ DANIŞMANI: PROF. DR. GÜRCAN YILDIRIM)

BOLU, OCAK 2023

XIII + 77

Bu tez çalışmasında, standart katı hal reaksiyon yöntemi ile üretilen praseodim katkılı Bi-2212 seramik malzemelerin mekanik performans parametrelerinin, dayanıklı tetragonal fazın, yüzey morfolojisi görünümünün ve temel mekanik karakteristik özelliklerinin değişimi Vickers mikrosertlik (H_v) ve taramalı elektron mikroskopu (SEM) ile detaylı olarak incelenmiştir. Ayrıca, üretilen numunelerin elementel dağılımlar enerji-ayırımı X-ray spektrometresi (EDX) yöntemi ile incelenmiştir. EDX deneysel sonuçları, hazırlanan tüm seramik materyallerin başarılı bir şekilde üretildiğini göstermektedir. Elde edilen Vickers mikrosertlik sonuçlarına göre Bi-2212 kristal sistemi için optimum Pr katkı oranı $x=0,02$ olarak bulunmuştur. Bu bağlamda, optimum katkı oranı varlığı Bi-2212 materyalinde kayma sistemlerinde artışa, yüzey bası artık gerilme bölgelerinin artmasına, kristal yapıda yabancı ve konakçı atomlar arasında yeni kimyasal bağ oluşumuna neden olmuştur. SEM ölçümleri, bu malzemenin diğer materyaller arasında en homojen yüzeye sahip olduğunu gösterdi. Yine, malzemenin en iyi kristal kalitesine, katmanlar arasında iyi bağlantılara, büyük parçacık dağılımı ve yönelimine sahip olduğunu gösterdi. Kristal kalitede artış, gözenekli yapıyı azalttı ve taneler arasındaki etkileşimi de arttırmıştır. Bu sonuçlar, optimum Pr katkılı Bi-2212 seramik materyalin, stres kaynaklı faz geçişini engelleyip dayanıklı tetragonal fazın gelişmesine neden olduğunu ve buna bağlı olarak da Bi-2212 seramik sisteminin en yüksek temel mekanik performans özelliği sunduğunu göstermektedir.

ANAHTAR KELİMELE: Bi-2212, Vickers Sertliği, Tetragonal Faz

ABSTRACT

INFLUENCE OF PRASEODYMIUM IMPURITY ON MECHANICAL DESIGN PERFORMANCE AND MORPHOLOGICAL FEATURES OF HIGHTEMPERATURE SUPERCONDUCTORS

PHD THESIS

NAIL KORPE

BOLU ABANT IZZET BAYSAL UNIVERSITY

INSTITUTE OF GRADUATE STUDIES

DEPARTMENT OF MACHANICAL ENGINEERING

(SUPERVISOR: PROF. DR. GURCAN YILDIRIM)

BOLU, JANUARY 2023

XIII + 77

This thesis study examines the changes in the mechanical performance parameters, durable tetragonal phase, surface morphology appearance and basic mechanical properties of praseodymium doped Bi-2212 ceramic materials produced by the standard solid state reaction method in detail with Vickers microhardness (Hv) and scanning electron microscopy (SEM). . In addition, the elemental distributions of the produced samples are distinguished by the energy-dispersive X-ray spectrometry (EDX) method. The results of the EDX parts show that all applied ceramic formations were successfully produced. According to the obtained Vickers microhardness application, the optimum Pr contribution rate for the Bi-2212 crystal system was determined as $x = 0.02$. The existence of this regular, optimum doping ratio has caused an increase in the slip systems of the Bi-2212 material, the division of surface-based residual stress sections, and the formation of new chemical bonds between foreign and host atoms in the crystal structure. SEM measurements have shown that this material has the most homogeneous range among other materials. Nevertheless, the material has been shown to have the best crystalline quality, good connections between layers, and overall appearance and properties. The increase in crystal quality reduced the shielded structure and increased the spacing between grains. These results show that the optimum Pr-doped Bi-2212 ceramic material prevents the phase transition caused by stress and deposits a durable tetragonal phase, and accordingly, the Bi-2212 ceramic system exhibits high basic mechanical performance.

KEYWORDS: Bi-2212, Vickers Hardness, Tetragonal Phase

İÇİNDEKİLER

Sayfa

KABUL VE ONAY SAYFASI	iii
ETİK BEYAN.....	iv
ÖZET.....	v
ABSTRACT	vi
İÇİNDEKİLER	vii
TABLO LİSTESİ	xi
KISALTMA VE SEMBOLLER LİSTESİ	xii
TEŞEKKÜR	xiii
1. GİRİŞ.....	1
1.1 Süperiletkenlerin Bulunması	2
1.2 Süperiletkenlerin Çeşitleri	5
1.3 Yüksek Sıcaklık Seramik Süperiletkenlerinin (YBCO) Keşfi	7
2. Bİ-TABANLI AİLE ÜZERİNE YAPILAN ÇALIŞMALAR.....	13
3. MALZEME ÜRETİM YÖNTEMİ.....	17
4. DENEYSEL YÖNTEMLER	22
4.1 Vickers Sertlik Analizi	22
4.2 Taramalı Elektron Mikroskop Ve Enerji-Ayırımı X-ray Spektrometre Ölçümleri.....	24
5. SONUÇLAR VE TARTIŞMA	26
5.1 Vickers Sertlik Ölçümü Sonuçları	26
5.1.1 Kristal Örgüde Pr/Bi Yer Değiştirmeye Bağlı Kayma Sistemlerinin Ve Yüzey Bası Artık Gerilme Bölgelerinin Temel Mekanik Performans Parametreleri Üzerine Etkisi.....	27
5.1.2 Kristal Örgüde Pr/Bi Yer Değiştirilmiş Bi-2212 Seramiklerinin Mekanik Karakteristik Davranışının İncelenmesi	31
5.1.3 Bi-2212 Seramik Malzemelerin Kristal Örgülerine Pr Katkılama İle Materyallerin Ana Mekanik Performans Parametrelerinin Değişimi	32
5.1.4 Mikrosertlik İle Uygulanan Test Yükleri Arasındaki İlişkinin Tespiti.....	38
5.1.5 Young Elastisite Modülüne Bağlı Pr/Bi Yer Değiştirmiş Bi-2212 Seramiklerinin Granülerlik Derecesinin Değerlendirilmesi	43
5.2 Taramalı Elektron Mikroskobu İncelemesi	47
5.3 Enerji-Ayırımı X-Ray Spektrometresi Araştırmaları	52
5.4 Vickers Mikro-İndentasyon Sertlik Testlerinin Teorik Modellerle Analizi.....	55
5.4.1 Meyer Yasasına (MY) Göre Analiz.....	55
5.4.2 Orantılı Numune Direnci (PSR) Modeli.....	57
5.4.3 Malzemelerin Plato Sınır Bölgesindeki Dayanıklı Tetragonal Faz Geçişinin Ve Mekanik Karakteristik Davranışlarının MPSR Yaklaşımıyla İncelenmesi	60

5.4.4 Pr Katkılı Bi-2212 Seramiklerin Genel Mekanik Performans Parametrelerinin Ve Karakteristik Özelliklerinin Elastik/Plastik Deformasyon (EPD) Yaklaşımıyla Analizi	64
5.4.5 Hays-Kendall Modele Dayalı Pr Katkılı Bi-2212 Seramik Matrisin Dayanıklı Tetragonal Ve Stres Kaynaklı Fazı Arasındaki Denge Kontrolü66	
5.4.6 Pr Katkılı Bi-2212 Numunelerin Plato Sınır Bölgesindeki Mekanik Karakteristik Davranışlarına İlişkin Girinti Kaynaklı Çatlak Yaklaşımı ..	69
6. SONUÇLAR.....	72
7. KAYNAKLAR.....	74



ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 1.1. Metal ve süperiletken materyallerin sıcaklık ile direnç değişimleri [1].	1
Şekil 1.2. Kusursuz diyamanyetik özellik [2].	2
Şekil 1.3. Meissner etkisi [2].	4
Şekil 1.4. Mükemmel iletkenin b. Süperiletkenin manyetizasyonu [7].	4
Şekil 1.5. Uygulanan manyetik Alan altında (a) I. tip ve (b) II. tip süperiletkenin davranışları; c) I. tip ve d) II. tip materyallerin faz diyagramları [8].	6
Şekil 1.6. Uygulanan manyetik alan H_{c1} ve H_{c2} rasında iken II. tip materyallerdeki karışık hal durumu [20].	7
Şekil 1.7. YBCO süperiletkeninin kristal yapısı [21].	8
Şekil 1.8. a) Bi-2201, b) Bi-2212 ve c) Bi-2223 süperiletkenlere ait kristal yapılar [14].	10
Şekil 3.1. $Bi_{2.0-x}Pr_xSr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_y$ seramik üretiminde kullanılan kimyasallar	18
Şekil 3.2. Precisa XRoyal 205SMDR Model Tartı	18
Şekil 3.3. Öğütme Makinesi	19
Şekil 3.4. $Bi_{2.0-x}Pr_xSr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_y$ seramik materyal üretiminde kullanılan seramik havan ve tokmak	19
Şekil 3.5. Protherm-Model PTF 12/75/200 fırın	20
Şekil 3.6. TSEK TÜMAS manuel hidrolik pres	21
Şekil 4.1. a) Vickers mikrosertlik deneylerinde kullanılan elmas piramit uç, b) Materyal yüzeyinde oluşan çentik köşegen izi	23
Şekil 4.2. a) SHIMADZU HVM-2 model dijital mikrosertlik cihazı ve b) arayüzü	23
Şekil 4.3. Taramalı elektron mikroskobu	25
Şekil 4.4. Taramalı elektron mikroskobu	25
Şekil 5.1. Saf ve kristal örgüye Pr katkılanmış $Bi_{2.0-x}Pr_xSr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_y$ seramik numunelerinin uygulanan test yüküne karşı Vickers mikrosertlik parametrelerindeki değişim.	27
Şekil 5.2. Kristal örgüye Pr katkılanmış Bi-2212 seramiklerin uygulanan yük ile mikrosertlik değerleri arasındaki korelasyonları	41
Şekil 5.3. En iyi ve en kötü performans sergileyen Pr/Bi-2 ve Pr/Bi-6 numunelerin uygulanan yüke bağımlılıkları	43
Şekil 5.4. 2,940 N test yükü altında kristal örgüsüne Pr katkılanmış Bi-2212 numunelerin Young's modülüne bağlı gözenek (%) değişimi	45
Şekil 5.5. a-) Saf, b-) Pr/Bi-1, c-) Pr/Bi-2, d-) Pr/Bi-3, e-) Pr/Bi-4, f-) Pr/Bi-5 ve g-) Pr/Bi-6 numunelerin SEM görüntüleri	51
Şekil 5.6. Pr katkılı Bi-2212 seramiklerin yerel element bileşimlerinin dağılımları,	54
Şekil 5.7. $Bi_{2.0-x}Pr_xSr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_y$ seramiklerin $\ln(F)$ 'nin $\ln(d)$ 'ye bağımlılığı	56
Şekil 5.8. $Bi_{2.0-x}Pr_xSr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_y$ seramiklerin ortalama girinti köşegen uzunluğunun (d) girinti testi yüklerindeki (F/d) değişim grafikleri	58
Şekil 5.9. Kristal örgüye Pr katkılı Bi-2212 numunelerin girinti test yükünün (F) ortalama girinti köşegen uzunluğu (d) ile değişimi	62
Şekil 5.10. $Bi_{2.0-x}Pr_xSr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_y$ seramiklerin uygulanan girinti test yükleri ($F^{1/2}$) ve ortalama girinti köşegen uzunluğu (d_p) arasındaki ilişki	65

Şekil 5.11. $\text{Bi}_{2.0-x}\text{Pr}_x\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_y$ seramiklerin uygulanan test yükleri ($F^{1/2}$) ve ortalama girinti köşegen uzunluğu (d^2) arasındaki mekanik sertlik eğrileri	67
Şekil 5.12. $\text{Bi}_{2.0-x}\text{Pr}_x\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_y$ seramiklerin mikrosertlik değerleri $\ln(H_v)$ ile girinti test yükleri $\ln(F^{5/3}/d^3)$ eğrilerinin değişimi.....	70



TABLO LİSTESİ

Sayfa

Tablo 1.1. Keşfedilen bazı süperiletken materyallerin kritik süperiletkenlik geçiş sıcaklığı [4].....	3
Tablo 5.1. Numunelere ait için mikrosertlik, elastik modül, sertlik kayma modülü, kırılma indeksi, akma dayanımı, elastik sertlik katsayısı, kırılma tokluğu, süneklik ve esneklik modülü.....	33
Tablo 5.2. Saf ve Pr katkılı Bi-2212 seramik bileşiklerin mikro indentasyon sertlik parametrelerinin uygulanan test yüklerine bağımlılığı.....	42
Tablo 5.3. Uygulanan test yüklerinde numunelerin gözeneklilik değişimi.....	45
Tablo 5.4. Yerel element bileşimi dağılımları için elektron dağıtıcı X-ışını sonuçları	53
Tablo 5.5. Bi-2212 seramikleri için altı yarı deneysel mekanik modelleme yaklaşımından çıkarılan mikro sertlik parametreleri.....	56
Tablo 5.6. Doyma sınır bölgelerinde yarı ampirik yaklaşım modelleriyle belirlenen yükten bağımsız mikrosertlik değerlerinin (H_{PSR} , H_{MPSR} , H_{EPD} , H_{HK} ve H_{IIC}) karşılaştırılması.....	60

KISALTMA VE SEMBOLLER LİSTESİ

B	: Kırılma indeksi
Bi-2212	: $\text{Bi}_{2.0}\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_y$
Bi-2201	: $\text{Bi}_{2.0}\text{Sr}_{2.0}\text{Cu}_{1.0}\text{O}_y$
Bi-2223	: $\text{Bi}_{2.0}\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{2.0}\text{Cu}_{3.0}\text{O}_y$
C₁₁	: Elastik sertlik katsayısı
D	: Süneklik
E	: Elastik modül
EDX	: Enerji-ayırımı X-ray spektrometresi
EPD	: Elastik/Plastik Deformasyon
G	: Sertlik kayma modülü
HK	: Hays Kendall
H_v	: Vickers mikrosertlik
IIC	: Girinti/çentik kaynaklı çatlak
K_{1c}	: Kırılma tokluğu
MPSR	: Modifiye Orantılı Numune Direnci
MY	: Meyer Yasası
Pr	: Praseodim
PSR	: Orantılı Numune Direnci
SEM	: Taramalı elektron mikroskopu
U_r	: Esneklik modülü, Rezilyans
Y	: Akma dayanımı

TEŞEKKÜR

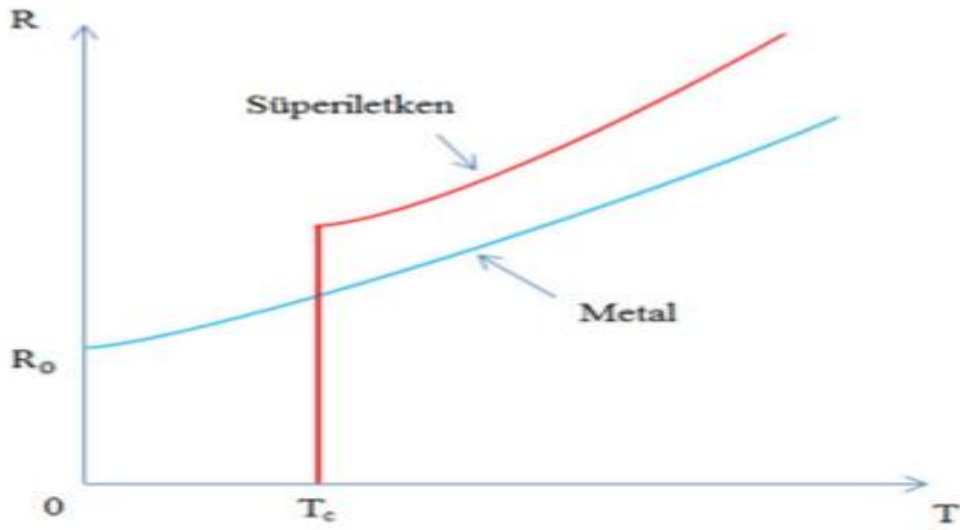
Öncelikle tez danışmanın olan kıymetli hocam sayın Prof. Dr. Gürcan YILDIRIM'a tez boyunca bana olan rehberliği, güveni ve bana verdiği değerli önerileri nedeniyle teşekkür ederim. Ayrıca, eğitimim sürecinde (özellikle de tez yazımı sürecinde) desteklerini benden esirgemeyen annem, babam, kardeşim ve yakın arkadaşlarıma bana gösterdikleri sabır ve iyi niyetleri için sonsuz teşekkür ederim.

Nail KÖRPE

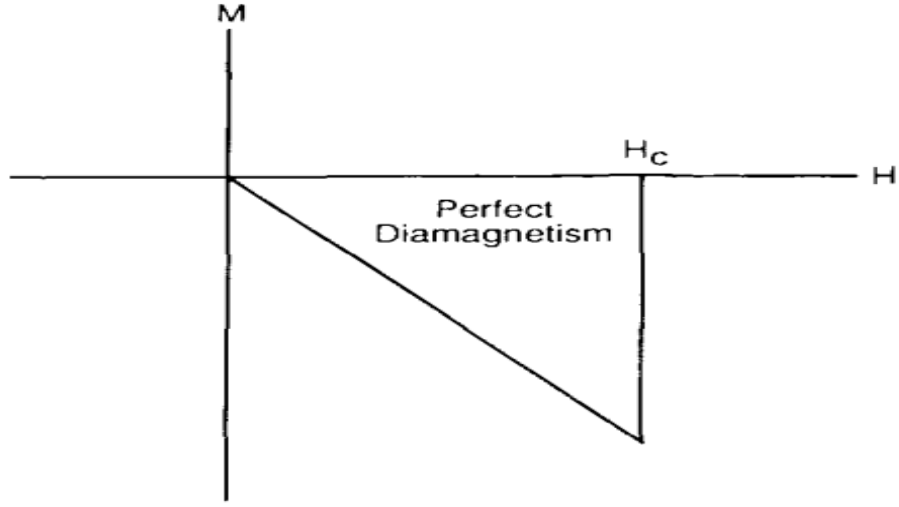
1. GİRİŞ

Enerji tüketimi, küresel nüfusun mevcut artış oranı, yaşam standartlarının gelişmesi ve özellikle teknolojiye olan bağımlılığın artması gibi faktörlere bağlı olarak paralel hızla artmaktadır. Bu durum, enerji üretimi, korunması ve tüketimi gibi konuları içeren yeni disiplinlerin ortaya çıkmasına neden olmaktadır.

Bu disiplinlerin temel amacı, artan enerji talebine hızlı ve doğru zamanda etkili bir şekilde yanıt vermektedir. Bu bağlamda, enerji üretimi ve tüketimi ile ilgilenen ve temel olarak enerji verimliliği üzerine odaklanan bir bilim dalı olan enerji yönetimi ortaya çıkmıştır. Bu alanda, en fazla enerji kaybının yaşandığı ve dolayısıyla enerji yönetiminin kapsamında önemli bir yer tutan birimlerin malzemeye dayalı olduğu görülmektedir. Bu nedenle, birçok araştırmacı özellikle potansiyel mühendislik, fotoaktif, elektro-optik, elektrik/elektronik, büyük ölçekli ve enerjiye dayalı endüstriyel uygulama alanlarında yüksek akım ve manyetik alan taşıyan malzemelerin geliştirilmesi üzerine çalışmaktadır. Bu bağlamda, enerji etkin kullanım adına en önemli materyaller süperiletkenlerdir. Süperiletkenlik, uygulanan akım altında sıfır direnç (Şekil 1.1) ve kusursuz diyamanyetik (Şekil 1.2) özellik gösterilmesi demektir.



Şekil 1.1. Metal ve süperiletken materyallerin sıcaklık ile direnç değişimleri [1].



Şekil 1.2. Kusursuz diyamanyetik özellik [2].

1.1 Süperiletkenlerin Bulunması

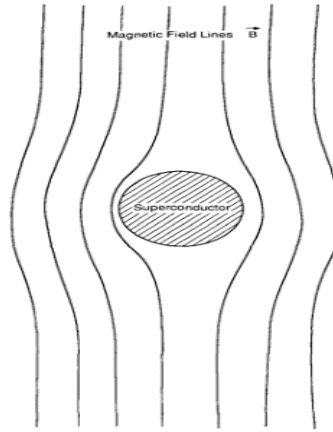
1911 yılında cıva (Hg) elementinin süperiletken özelliğinin keşfi ile başlayan süperiletkenlik serüveni, gün geçtikçe bu alanda çalışan yeni bilim insanları tarafından zenginleştirilmiştir [3]. Bu malzemelerin keşfinin ilk yıllarında, düşük kritik geçiş sıcaklıkları ve kritik akım yoğunlukları nedeniyle materyallerin uygulama alanlarında kullanımları araştırmacıları zorluyordu. Kısa bir süre içinde, bilim adamları cıva materyaline ek olarak endüstride kullanılan bazı elementlerin (kurşun, alüminyum, indiyum gibi) süperiletkenlik davranışını sergilediğini buldular (Tablo 1.1).

Tablo 1.1. Keşfedilen bazı süperiletken materyallerin kritik süperiletkenlik geçiş sıcaklığı [4].

Bileşik	T _c (K)	Element	T _c (K)
Nb ₃ Al	17,50	Zr	0,61
Nb ₃ Ge	23,20	Al	1,20
BSCCO(Bi-2234)	104,00	Th	1,38
MgB ₂	39,00	La	4,88
FeSe	65,00	Hg	4,15
NaFeAs	20,00	Sn	3,72
GdBCO	91,00	Be	0,03
LaB ₆	0,45	Mo	0,92
Nb ₃ Al	17,50	Cr	3,00

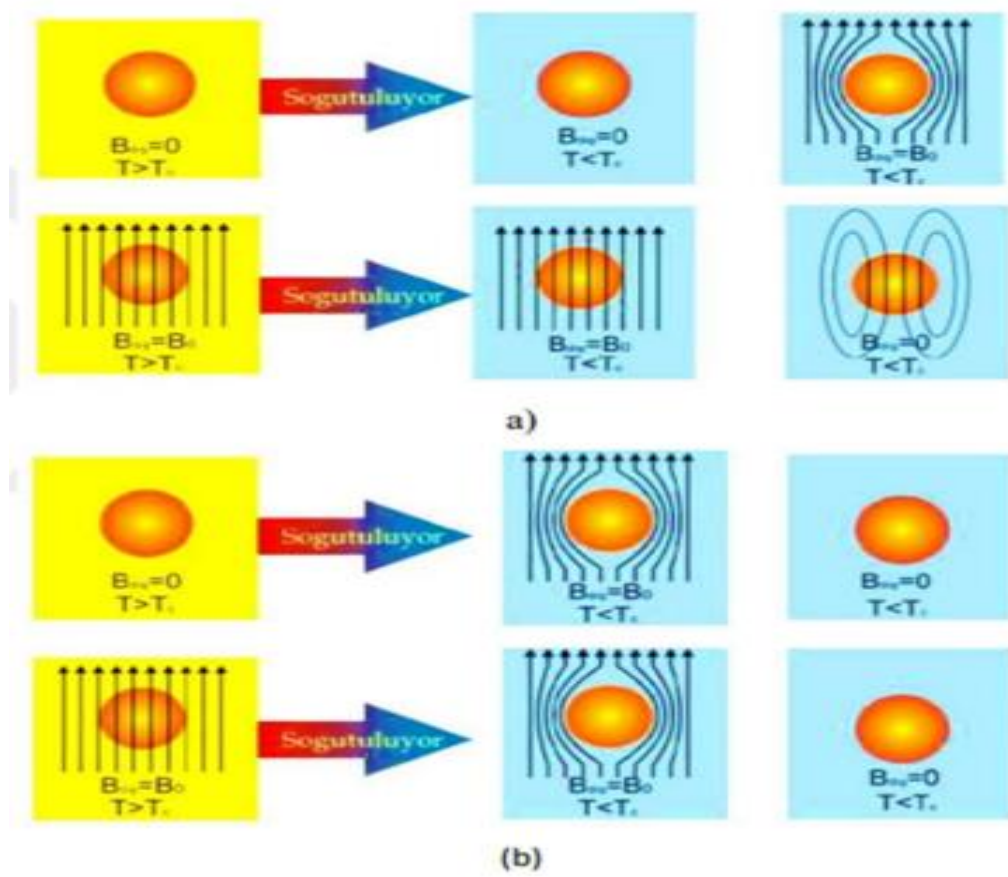
Bu gelişme, birçok metal, alaşım ve bileşiğin belirli sıcaklık altında süperiletken olabileceğini gösterdi. Böylece bilim insanları araştırmalarında tüm enerjilerini endüstride kullanılacak yüksek geçiş sıcaklığı, kritik manyetik alan ve akım taşıyabilecek yeni süperiletken materyal bulmak için çalıştılar. Bu çalışmalar kapsamında yeni saf elementler, oksitler, yarı metaller, sülfürler, nitrürler, magnezyum diborür, ağır fermiyonlar, alaşımlar, metaller, fulleritler, kalkojenler, nadir toprak borokarbürler, piroklor oksitler, ruteno-kuprat, organik bileşikler, chevrel fazlı materyaller, karbon/silikon bazlı bileşikler, metal bazlı bileşikler, A-15 inorganikler, yarı metal içeren malzemeler ve kuprat katmanlı perovskit türleri (Tl-, Bi- ve Hg- bazlı yüksek T_c süperiletken bileşikler) süperiletken özelliği gösterdiği bulunmuştur [5, 6].

Süperiletkenlik serüveni cıva elementinin keşfiyle başlamış olmasına rağmen, malzeme davranışları kuantum mekaniği ile açıklanan bir alana dönüştü. Meissner etkisi 'nin (dia manyetik özellik) keşfi, manyetik alan altında soğutulan bir süperiletkenin manyetik akıyı dışarıda tuttuğunu göstererek bu alandaki önemli bir gelişmedir (Şekil 1.3).



Şekil 1.3. Meissner etkisi [2].

Çok iyi bir iletken ile süperiletkenin uygulanan manyetik alan altındaki davranışları da Şekil 1.4’te detaylı olarak verilmiştir.

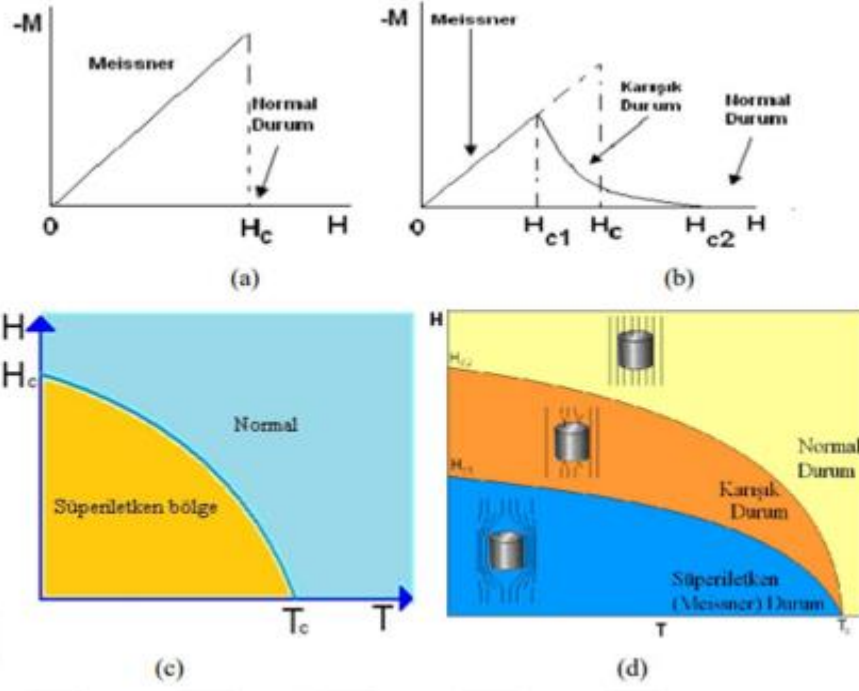


Şekil 1.4. Mükemmel iletkenin b. Süperiletkenin manyetizasyonu [7].

1.2 Süperiletkenlerin Çeşitleri

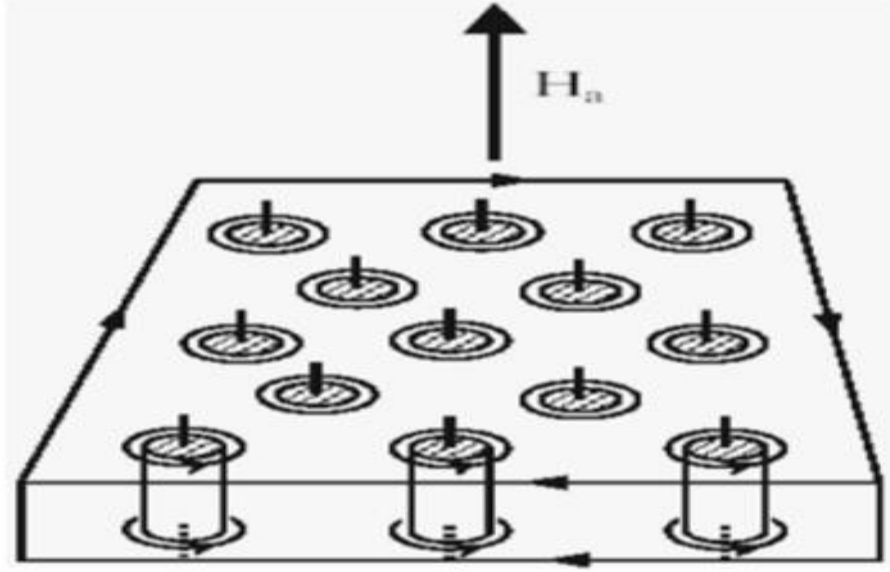
Ancak, süreç içinde keşfedilen süperiletken materyaller uygulanan manyetik alanlara karşı farklı tepkiler vermiştir. Bu bağlamda, süperiletken malzemeler, I. tip ve II. tip süperiletkenler olmak üzere iki temel gruba ayrılmıştır. Bu iki grup arasındaki temel fark, dış manyetik alana verdikleri tepkilerden kaynaklanmaktadır [7]. Daha detaylı olarak, saf metaller veya elementler I. tip süperiletkenler olarak adlandırılırken II. tipleri alaşımlar ve bileşikler oluşmaktadır. Bu iki süperiletken aile arasında temel farklılık manyetik alana karşı gösterilen tepkilerdir [8].

I. tip yumuşak materyallerin kritik manyetik alan taşıma değeri (H_c) II. tiplere göre oldukça düşüktür. Bu yüzden, uygulanan manyetik alan altında kolayca normal duruma geçerler. Buna karşın II. tip materyaller yüksek H_c değerleri ile manyetik alan altında normal duruma daha yavaş (karışık fazlı) geçerler [9-12]. Bu yüzden birden fazla kritik alan söz konusu olur [13, 14]. Bunlar; H_{c1} (manyetik alan bu değer üstünde materyale girmeye başlar) ve H_{c2} (bu değer üstünde uygulanan manyetik alan artık tamamen materyale girer ve artık malzeme normal duruma geçer)'dir [15, 16]. II. tip materyaller H_{c1} manyetik alan değeri altında I. tip süperiletken gibi davranarak uygulanan alanı tamamen dışarlar. Eğer uygulanan alan, H_{c1} ile H_{c2} arasında bir değerde ise materyal manyetik alanı kısmi olarak dışarlar [17-19]. Manyetik alan materyal içine akı girdapları silindirik bölgeler halinde (Şekil 1.5) nüfuz eder ve girdaplar normal durumda (artık süperiletken değil) bulunurken girdapların çevresi süperiletken yapısını korur.



Şekil 1.5. Uygulanan manyetik Alan altında (a) I. tip ve (b) II. tip süperiletkenin davranışları; c) I. tip ve d) II. tip materyallerin faz diyagramları [8].

Bu bölgede oluşan girdap akımları birbirleri ile etkileşimde olduklarından, oluşturdukları manyetik alanlar karşılıklı olarak birbirini etkiler. Böylece, bu girdap yerleşimleri belli bir periyodik hegzagonal düzen içerisinde [20]. Şekil 1.6'da net olarak bu oluşum gösterilmektedir. Ancak, materyalin maruz kaldığı alan tamamıyla içine nüfuz edemez ve malzeme süperiletkenlik davranışını korur. Şekil 1.5'te malzemenin davranışı detaylı olarak verilmiştir.

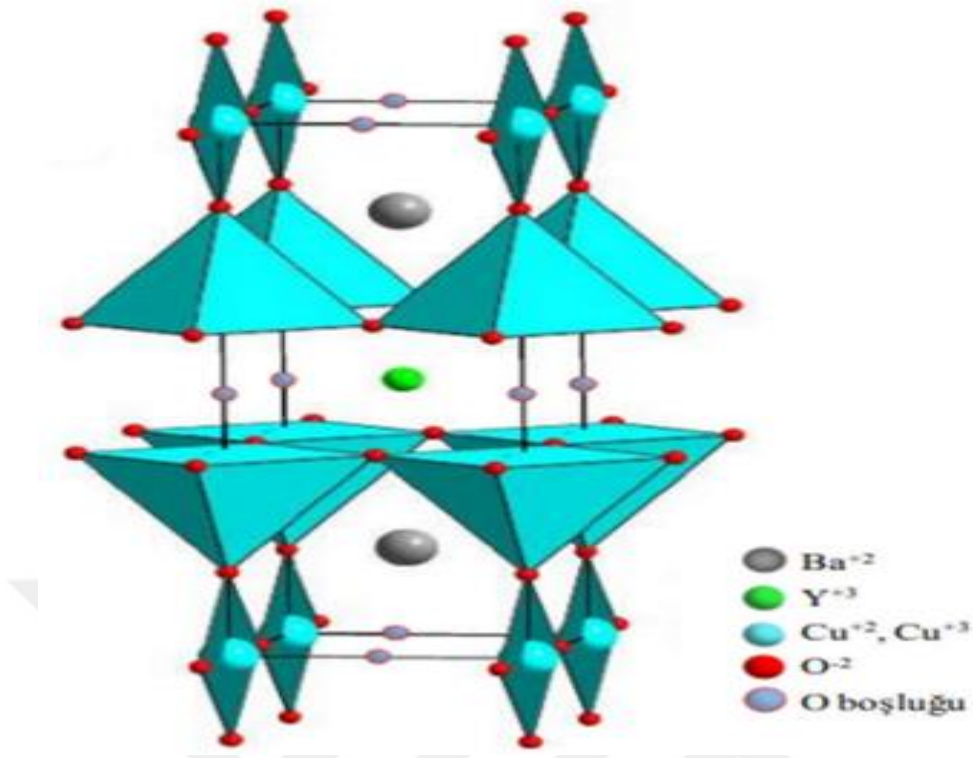


Şekil 1.6. Uygulanan manyetik alan H_{c1} ve H_{c2} arasında iken II. tip materyallerdeki karışık hal durumu [20].

Kuantum teorisi, süperiletkenliğin temelini atan John Bardeen, Leon N. Cooper ve J. Robert Schrieffer tarafından 1957 yılında açıklandı. Bu teoride çekici etkileşmeden dolayı bağlı durumdaki iki elektronun tek bir sistem oluşturacak şekilde çiftlenmesini öngördü. Elektron-örgü-elektron etkileşmesine dayanan bu çiftlenme Cooper çiftleri olarak adlandırıldı. Cooper çiftleri, eşit ama zıt moment ve spinlere sahip elektronlardan oluşur.

1.3 Yüksek Sıcaklık Seramik Süperiletkenlerinin (YBCO) Keşfi

Yüksek sıcaklık seramik süperiletkenlerinin (YBCO) keşfi, sıvı helyum yerine sıvı azot kullanılmasını mümkün kılarak teknoloji açısından önemli bir adım olarak bilinmektedir. YBCO materyaline ait kristal yapı Şekil 1.7’de gösterilmiştir.



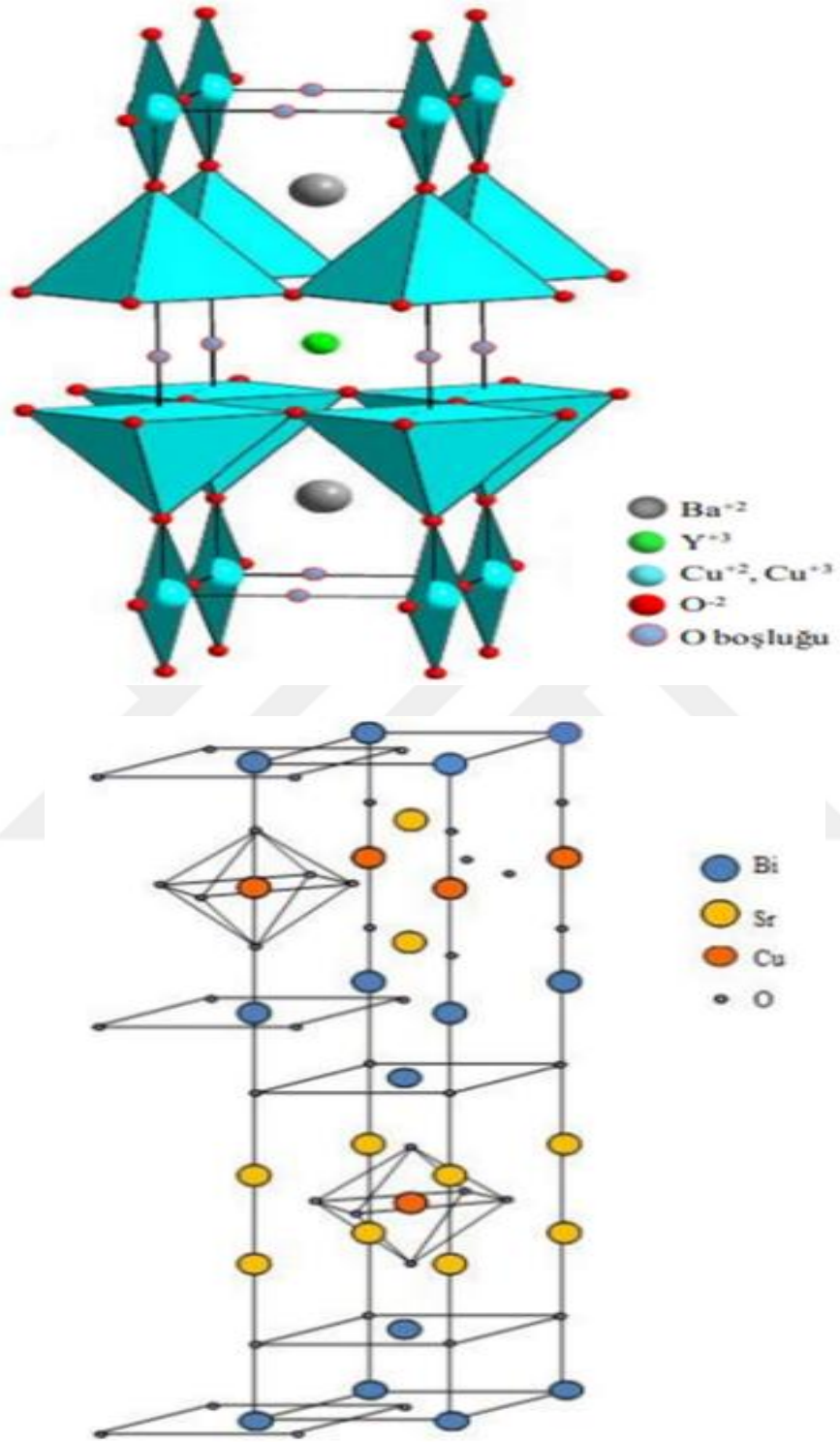
Şekil 1.7. YBCO süperiletkeninin kristal yapısı [21].

Bu keşfe kadar teknoloji ve endüstride kullanılan materyallerin soğutmak için hem doğada az bulunan hem de fiyatı göreceli olarak çok yüksek olan sıvı helyum kullanılıyordu. İkinci tip YBCO bakır-oksit kuprat seramik süperiletkenlerin keşfiyle yeni kuprat seramik malzemeler üzerine çalışmalar yapıldı. Çalışmalar sonunda Bi-tabanlı, Tl-tabanlı ve Hg-tabanlı sistemlerdeki süperiletkenlik keşfedildi. Bu süreçte, Bi-tabanlı materyallerin özellikle kuprat süperiletkenleri arasında basit hazırlama prosedürleri, ucuz içerik, soğutma sistemine kolay erişim, toksik olmayan kimyasallar, neme karşı direnç, bileşim içeriğine ve 850°C civarındaki oksijene karşı stabilite gibi üstün özelliklerinden dolayı öne çıktığı görüldü [22, 23]. Benzer şekilde, Vander Waal bağlı BiO katmanlarına sahip olmaları ile bu aile uzun kablo/şerit yapımı için kolay yuvarlanma, deforme olma ve şekillendirilme özelliği gösterir. Bu aile 1987 yılında Micheal ve çalışma arkadaşları tarafından keşfedilmiştir ve üretilen numune 20K sıcaklığında süperiletkenlik özellik göstermektedir. Hemen akabinde yapılan çalışmalar ile 1988 yılında Meada ve arkadaşları bu yapıya farklı miktarlarda kalsiyum atomu ekleyerek sistemin kritik süperiletkenlik geçiş sıcaklığını 105K'e kadar

çıkarmışlardır [24, 25]. Ailenin genel formülü $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4}$ ile gösterilir. Burada n indisi Bakır-oksit (Cu-O) tabaka sayısını ile ilgilidir ve 1, 2, 3 arasında üç farklı değere karşılık 3 farklı süperiletken faz mevcuttur [26].

- $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Cu}_1\text{O}_6$ Bi-2201 fazı ve $T_c=20$ K ve Şekil 1.8'a)'da Kristal yapısı gösterilmiştir.
- $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_8$ Bi-2212 fazı ve $T_c=85$ K ve Şekil 1.8 b)'de Kristal yapısı gösterilmiştir
- $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ Bi-2223 fazı ve $T_c=110$ K ve Şekil 1.8 c)'de Kristal yapısı gösterilmiştir [27].

Bi-tabanlı seramik materyallerin üretimi sırasında temel aile bileşenleri dışında yan ürünler de ortaya çıkmaktadır. Bu bağlamda, aile üyelerinden en kolay Bi-2201 üretilirken en zor ise Bi-2223 fazı üretimi gerçekleştirilmektedir [27]. Üretilen numunelerin teknolojiye daha fazla kendine yer bulabilmesi için tek fazlı ürün üretmek önemlidir. Bu yüzden, tarihte bilim insanları tek fazlı materyal üretip kalite arttırmak için Pb, Sb, Al, Ni, Rb ve Tl gibi atomları Bi-tabanlı ailenin kristal örgüsüne katkılama çalışmaları yapmışlardır. Bu çalışmalar arasında, en değerli sonuç, Kristal örgüye Pb atomları katkılanması ile elde edilmiştir [28]. Pb elementinin varlığı yüksek T_c fazının hacimsel olarak artmasını ve sistemin bu faz yönünde kararlı hale gelmesine neden olmuştur [29].



Şekil 1.8. a) Bi-2201, b) Bi-2212 ve c) Bi-2223 süperiletkenlere ait kristal yapılar [14].

Ancak, kupratların genel mika yapıları malzemelerin yüksek kırılma davranışı sergilemesine neden olmaktadır. Bu yüzden özellikle bakır-oksit kuprat seramik süperiletkenlerin mühendislik, büyük ölçekli, enerjiye dayalı endüstriyel uygulama alanlarında ve hizmet sektöründeki pratik kullanımda kullanımında çeşitli imalat tasarımı sorunları ortaya çıkmaktadır [30]. Ayrıca, taneler arası büyük sınır bölgeleri, rastgele yönlendirilmiş mikrokristaller, hareketli taşıyıcıların karakteristiği, katmanlı anizotropik mikalı yapı, büyük penetrasyon derinliği, kısa koherens uzunluğu, mekanik stabilizasyon, bitişik katmanlar arasında bağlantı sorunları, büyük tanecikli yapı, kristal örgüsünde çok fazlı bileşimler (3 temel aileden oluşması sonucu), faz stabilizasyonu, uygulanan manyetik alanlara ve akıma karşı yüksek hassasiyet gibi bazı problemleri özellikler de seramik materyallerin mühendislik uygulama alanlarında kendilerine daha fazla yer bulmasını engeller. Tabi ki, yukarıdaki karşılaşılan temel problemler materyallerin uygun hazırlama yöntemleriyle (kristal örgüye anyon/kasyon katkılama mekanizması, metalik arayüzey, kristal yapıdaki kasyon veya anyonların ikamesi, geçiş bağlamda metalik iyonların kristal yapıya katkılanması ve ya örgüdeki iyonlarla yer değiştirmesi, kristal yapı problemlerinin, çatlak başlatıcı kusurların ve geri kazanılamayan gerilim yoğunlaşma bölgelerinin daha az olmasına bağlı olarak kristallik kalitesini ve taneler arasındaki bağlantıyı geliştirmek için en çok tercih edilen yöntemlerden biridir [31, 32]. Materyallerin bu problemleri özelliklerinin üstesinden gelinmesiyle kuprat seramik materyallerin daha farklı ve fazla uygulama alanlarda kendilerine daha fazla yer bulacaktır. Zaten yapılan son çalışmalarda ikinci tip seramik malzemelerin opto-elektrik, kristalleşme kalitesi, süperiletkenlik, elektrik, termodinamik, yüzey morfoloji akı çivileme ve taneler arası bağların ciddi şekilde iyileştiği bulunmuştur.

Lakin aynı durum bu materyallerin mekanik mukavemeti, dayanıklılığı, elastik modülü, kritik gerilim değeri, rijitliği, kırılma tokluğu, akma mukavemeti, eğilme dayanımı, sertliği, kırılma endeksi, kuvvete karşı direnç ve elastik sertlik katsayısı gibi mekanik performans ve karakterizasyonunda büyük bir ilerleme olmadığı kaydedilmiştir. Birçok çaba, süperiletken seramik materyallerin elektriksel ve özellikle süperiletken özelliklerine ciddi zararlar vererek, bu tarz malzemelerin kırılma dayanımını artırarak, gereklilik artışına neden olarak ters etki yapmıştır. Başka bir deyişle, yapılan çalışmalar neticesinde seramik süperiletken

malzemenin dayanıklılığının azalmasına ve malzeme üzerinde deformasyon oluşmasına neden olmuştur. Bu bağlamda, özellikle seramik malzemelerde üretim süreçlerinden kaynaklanan iç hataların ve tane sınırlarının dislokasyonların hızla artmasında önemli faktörler olduğu görülmüştür. Bi-tabanlı seramik malzemelerin sert ve kırılğan olmasının nedeni, kristal yapısındaki çok sayıda tanenin farklı yönelmelerle dislokasyon kayma doğrultusunu taneden tane değiştirmesidir. Yani, malzemenin kristal örgüsünde birçok aktif kayma sistemi bulunması ile materyal üstüne uygulanan herhangi bir kuvvet kristal örgüde birden fazla düzlem ailesinde kayma meydana getirir. Böylece, materyalin dayanıklılığı, doğru malzeme hazırlama ve katkılama ile uygulanan kuvvete karşı direncin önemli ölçüde arttırılmasına olanak tanır. Bu şekilde, temel kristal matrisindeki dislokasyonları harekete geçirmek için gereken gerilme daha büyük hale gelir. Bu çerçevede, optimum düzeyde anyon/kasyon katkılama, dislokasyonların tane sınırlarını geçmesini engellediği gibi dislokasyonların tane sınırlarına yığılmasını sağlar ve kristal yapıda oluşan gerilme yığılmasını azaltır. Bu tez çalışmasında optimum düzeyde katılacak Pr (katı çözelti yapan safsızlık atomu) ilavesi çevresindeki kristal matris atomlarının oluşturduğu kafeste şekil değişimine yol açmış olup kristal yapıdaki dislokasyon hareketlerini kısıtladığı bulunmuştur. Böylece, kristal yapının toplam şekil değişim enerjisini azaltmak üzere yani (optimum Pr/Bi yer değiştirmesi) safsızlık atomları dislokasyon çevresindeki kafes şekil değişiminin bir kısmını yok edip kristal içi yayılarak dislokasyonların etrafında birikme eğiliminde olmuştur. Bu birikme, dislokasyonu harekete geçirme ya da yeni dislokasyon oluşumu için gereken gerilme miktarını kayma direncinin yükselmesine bağlı olarak artmıştır. Sonuç olarak, kristal kafes yapıdaki optimum Pr iyonu katkısı ile Bi-2212 seramik materyallerinin mekanik dayanımı ve kırılma mukavemeti ciddi şekilde artmıştır. Böylece, Bi-2212 materyalinin temel matrisine nadir toprak elementlerinden praseodim iyonlarıyla kristal örgüdeki bizmut iyonları yer değiştirilmesiyle malzemesinin (teknoloji ve endüstriyel uygulama alanları kullanımında da karşısına çıkan) temel mekanik özellikleri iyileştirilmiştir. Böylece, bu malzemenin metalürji, opto-elektronik, teknolojik, endüstri, mühendislik, sürdürülebilir, küçük ve büyük ölçekli uygulama alanlarında uygulama alanları da arttırılmıştır.

2. Bi-TABANLI AİLE ÜZERİNE YAPILAN ÇALIŞMALAR

Keşfinden sonra bilim insanları Bi-tabanlı seramik materyallerin temel mekanik karakteristik özelliklerini iyileştirmek adına üzerine, kristal örgüye anyon/kasyon katkılama, yer değiştirme ve metal difüzyonu da olmakla birlikte birçok çalışma yapmıştır. Hali hazırda yıllardır çalışılan bu aile için 2023 yılında yapılan çalışmalardan sadece birkaçı verilmiştir. Bu çalışmalardan ilki, 2023 yılında mercan vd. tarafından difüzyon yöntemi ile Bi-2223 seramikleri üzerine Zr yüzey katmanı oluşturup farklı sıcaklıklarda ürettikleri yeni matrisleri tavlamışlardır [33]. Ürettikleri yeni materyalleri farklı tavlama sıcaklığına ($650^{\circ}\text{C} \leq T \leq 840^{\circ}\text{C}$) maruz bırakarak malzemelerin deformasyon derecesinin, yüzey morfolojisinin ve mekanik performans özelliklerin hangi tavlama sıcaklığında iyileştiğini taramalı elektron mikroskobu görüntüleri, Vickers mikrosertlik ölçümleri ve yarı-deneysel mekanik yaklaşımlar ile incelemişlerdir. Yapılan çalışmada 650°C tavlama sıcaklığında üretilen Zr difüze edilmiş Bi-2223 kristal yapıli malzeme en yüksek deformasyon derecesi ile en iyi mekanik ve yüzey morfolojisi özelliklerine sahip olduđu belirlenmiştir. Sonuç olarak karakteristik özelliklerdeki bu gelişmeler Zr iyonlarının çekirdeklenme merkezleri olarak davranarak ana matris boyunca çatlakların ve dislokasyon ilerlemesi önlemesinden dolayı olduđuna ulaşmışlardır. Ayrıca, çalışmada zirkonyum iyonlarının seramik sistemdeki geri dönüşü olmayan stres konsantrasyon bölgelerini, çatlak başlatıcı kusurları ve yer değiştirmeleri azalttığı da tespit edildi. Ayrıca, 650°C difüzyon-tavlama sıcaklığında üretilen numune uygulanan test yüküne en az duyarlılığa sahip örnek olarak bulunmuştur.

Diğer bir taraftan, Bi-2223 kristal örgüde Zr iyonlarının varlığı mekanik karakteristik davranışın tipik çentik boyutu etkisinden ters çentik boyutu etkisine dönüşmesine neden olduđu bulunmuş ve nedenleri de detaylı olarak paylaşılmıştır. Bu bağlamda, Bi-2223 seramik yapısının mekanik performansın kristal yapıya (difüzyon ile) safsızlık atomlarının katkılanması ne derece değiştiği bu çalışma ile gözler önüne serilmiştir. Yine bu çalışmada yükten bağımsız bölgede mikrosertlik sonuçları literatürde var olan yarı-deneysel modellere yorumlanmış ve en başarılı modelin Hays-Kendall olduđu bulunmuştur.

Erdem vd. 2023 yılında yaptığı bir başka çalışmada, Bi-2212 seramik malzemelerinde kobalt yüzey tabakası ile dayanıklı tetragonal faz ile stres kaynaklı

faz arasındaki geiş dengesindeki deęişim incelenmiştir. Bu alıřma, Bi-2212 seramik malzemeler standart katı hal reaksiyon yöntemiyle üretildikten sonra malzemelerin yüzeyine kobalt katmanları oluşturulup farklı sıcaklıklarda tavlama işlemleri gerçekleştirilmiştir [34]. Farklı sıcaklıklarda üretilen yeni matrislerin mekanik dayanıklılık, dayanıklılık, kritik stres, deformasyon dereceleri, dayanıklı tetragonal faz, yorgunlukla başarısızlık ve kırılma, uygulanan test yüklerine karşı mekanik karakteristik davranışları 0,245 N ile 2,940 N test yükleri altında mikrosertlik ölçümleri yapılarak incelenmiştir. Bu alıřmada sinterleme mekanizması, kobalt safsızlık iyonlarının Bi-2212 seramiklerin kristal örgülerine nüfuz etmesi için itici bir güç olarak kullanılmıştır. Elde edilen deneysel bulgular farklı yarı-deneysel mekanik modeller ile incelenmiştir. Kaydedilen sonuçlara göre, yukarıda adı geen tüm mekanik performans parametrelerinin, difüzyon sinterleme sıcaklığının 650°C'ye kadar artırılmasıyla kayda değer şekilde geliştięi bulunmuştur. Bu sıcaklık değeri Bi-2212 numunenin kristal yapısına safsızlık atomlarının yeni kuvvet bariyer ve yüzeyde gerilmiş kalan basın stres bölgeleri oluşturduęunu göstermekte olduęunu tespit etmişlerdir. Yani, bulunan sonuçlar, kristal yapıya optimum kobalt iyonu katkılama ile yeni kayma sistemleri oluşturup malzemenin mekanik dayanıklılıęını ve uygulanan test yüklerine karşı mekanik direncini dramatik bir şekilde artırdıęı gözlemlenmiştir. Benzer olarak, kristal örgüde optimum kobalt iyonu varlıęı ile Bi-2212 materyallerin elastik mekanizmasının, kritik stres değeri, deformasyon derecesi seviyelerinin, depolanan iç gerilimin ve atlak yüzey enerjisinin ciddi bir şekilde artırmış olduęu beyan edilmiştir. Uygulanan kuvvet altında 650°C tavlama sıcaklığında üretilen numunenin dięer seramiklere kıyasla daha zor kırıldıęı belirtilmiştir. Böylece, optimum tavlama sıcaklığının (kristal örgüye optimum katkılama), plato sınır bölgelerinin başlangıcını geciktirerek uygulanan test yüklerine duyarlılıęı azalttıęı gözlemlenmiştir. Benzer bulgu Mercan vd. yaptıęı alıřmada da gözlenmiştir. Dięer taraftan, tavlama sıcaklıęındaki artışın yukarıdaki bahsi geen tüm mekanizmaları tersine çevirdięi bulunmuştur. Son olarak, entik kaynaklı atlak oluşum (IIC) modelinin, plato sınır bölgelerindeki orijinal Vickers mikrosertlik parametrelerine en yakın sonuçları verdięi bulunmuştur.

2023 yılında Ülgen vd. tarafından yayımlanan dięer bir alıřmada, Bi-2212 kristal örgüde bulunan bizmut ile vanadyum atomunu yer deęiřtirmiş ve yeni

retilen $\text{Bi}_{2.0-x}\text{V}_x\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_y$ ($0,00 \leq x \leq 0,10$) seramiklerinin temel mekanik tasarım performans parametrelerindeki ve plato sınır blgelerinde ykten bağımsız mikrosertlik deęerlerindeki deęişimlerini mikrosertlik lmleri ile incelemiřlerdir [35]. Yapılan deneysel alıřmalar neticesinde ve yarı-deneysel yaklařımlı modeller aracılıęıyla elde edilen sonular, Bi-2212 sisteminde $x = 0,01$ vanadyumun iyon katkılamanmıř numune en yksek genel mekanik zellikleri sergiledięi bulunmuřtur. Mekanik performanstaki iyileřme yeni retilen matrislerin dayanıklı tetragonal fazın stabilizasyonundan, yzeyde oluřan bası artık gerilme ve elastik yapısında iyileřme mekanizmasında artıř nedeniyle gerekleřmiřtir. Ancak, bu kritik deęerin stnde Bi-2212 seramik malzemesinde yeni kafes gerilme alanı ve stres konsantrasyon blgeleri oluřmuř olduęu gzlenmiřtir. Buna baęlı olarak atlak bařlatıcı kusurların artıp, malzemenin genel mekanik zelliklerinde dřrme gerekleřtirmiřtir. Bylece, kristal rgsnde ařırı vanadyum iyonu ieren Bi-2212 seramikler daha kırılgan olup, uygulanan kuvvete karřı direnci artmıřtır. Tm bu bulgular SEM fotoęrafları ile de desteklenmiřtir. Tm bu geliřmelere ıřıęında, Bi-2212 seramik kristal rgsne ařırı vanadyum katkılama dayanıklı tetragonal fazdan stres kaynaklı faza geiře neden olmuřtur. Bu nedenden dolayı, saf ve en yksek mukavemet deęerine sahip olan Bi-2212 rneklerine gre nispeten daha kk test yklerinde daha kolay kırılmaktadır. Yine dięer alıřmalarda olduęu gibi tm bu bulgular, yarı-deneysel mekanik modeller yardımıyla desteklenmiřtir. Lakin bu alıřmada Mercan vd. tarafında yapılan alıřmanın aksine, plateau sınır blgesinde gerek mikrosertlik deęerlerini incelemeye IIC model daha bařarılı bulunmuřtur.

Buna ek olarak, Sedky ve Salah (2023) yaptıęı alıřmada Bi-tabanlı aileden hem Bi-2223 hem Bi-2212 seramik materyallerin kristal rgsnde var olan kalsiyum atomları ile lantan atomlarını belirli oranlarda yer deęiřtirerek bu iki yapının karakteristik zelliklerine incelemiřlerdir [36]. Elde ettikleri deney sonucunda, kalsiyum atomları ile yer deęiřtiren lantan atomları Bi-2212 seramik yapısının zelliklerine daha deęerli katkılar saęlamıřtır. Lantan katkısı ile mikrosertlik deęerlerinin genel olarak arttıęı bulunmuřtur. Ayrıca, uygulanan test yknn artması ile tm numunelerin Vickers sertlik deęerlerinde de bir azalma (karakteristik ISE davranıřı) gzlemlenmiřtir. Literatrde benzer alıřmalar bulunmaktadır.

Özet olarak, bu tez çalışmasında Bi ailesinden olan Bi-2212 seramik matrisinde Pr/Bi farklı oranlarda ($0,00 \leq x \leq 0,10$) yer değiştirme ile oluşan yeni $\text{Bi}_{2.0-x}\text{Pr}_x\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_y$ yapıların genel mekanik performans (elastik modülü, rijitlik, akma mukavemeti, kırılma tokluğu, kırılma endeksi, eğilme dayanımı ve elastik sertlik katsayısı) değerleri, mekanik karakteristik davranışları ve yüzey morfoloji değişimleri 0,245 N ile 2,940 N test yükleri altında Vickers sertlik ve taramalı elektron mikroskop görüntüleme deneyleri ile incelendi. Elde edilen deneysel sonuçlar detaylı olarak nedenleri ile birlikte tartışıldı. Hv-F grafiğinin plato sınır bölgesinde yükten bağımsız mikrosertlik değerleri farklı yarı-deneysel mekanik modellerle incelendi. Deneysel sonuçlardan elde edilen veriler doğrultusunda Bi-2212 kristal yapının dayanıklı tetragonal fazın kararlılığı, kırılma/eğilme mukavemet değişimi, dislokasyonların yavaşlamasını ya da yön değiştirmesini sağlayacak aktif kayma sisteminin değişimi, temel mekanik performans değerlerinin değişimi, mekanik karakteristik (çentik boyut etkisi, ISE ve ters çentik boyut etkisi, RISE) etkisi, çatlak ilerlemesi ve dislokasyon hareketlerinin tane içi veya taneler arası bölgede ilerlemesinin nasıl değiştiği detaylandırılmıştır. SEM analizinden, kristal yapıya Pr atomlarının eklenmesi ile Bi-2212 materyalinin değişen yüzey analizi, homojenitesi, tanecik büyüklüğü, yerel yapısal bozuklukları, kusurları, tanecik sınırları, kristal yapı kalitesi ve tanecikler arası bağlantı kalitelerinin değişimi detaylı olarak incelenmiştir. SEM incelemeleri sırasında Enerji-ayırımı X-ray spektrometresi (EDX) yöntemi ile üretilen $\text{Bi}_{2.0-x}\text{Pr}_x\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_y$ seramik malzemelerin istenilen stokiyometrilere üretilip üretilmediği, kristal örgüde Pr/Bi değişiminin başarıyla gerçekleşip gerçekleşmediğine praseodim atomlarının kristal örgü boyunca homojen dağılıp dağılmadıkları incelendi.

3. MALZEME ÜRETİM YÖNTEMİ

Literatürden çok iyi bilindiği üzere, süperiletken malzemelerin gerek külçe gerek ince film hazırlanmasında birçok yöntem vardır. İnce film üretmek için literatürde en fazla kullanılan yöntemler arasında elektro-biriktirme, sol-jel kaplama, termal biriktirme, sprej kaplama, sıyırma bıçağı, saçtırma (tek veya çoklu hedef magnetron), difüzyon, moleküler ışın epitaksisi, sıvı fazlı epitaksi, kimyasal buhar biriktirme, metal-organik, Trifloroasetiğe, daldırılmalı kaplama, döndürme kaplama, serigrafi ve sprej piroliz yöntemi gelmektedir. Külçe formda hazırlanan numunelerin üretimi için ise klasik katı-hal tepkime, çözelti-jel, tüp içi toz, eritme-döküm, birlikte çöktürme, ardışık-çökelme, mikro emülsiyon bazlı üretim, daldırma/sprej kaplama, ıslak, klasik sol-jel, cam seramik ve PEI (polyethylenimine) gibi klasik yöntemler kullanılır [37-39]. Çalışmalarda araştırmacılar genelde bu metotlar arasından klasik katı-hal tepkime yöntemini tercih etmektedir. Bunun sebebi kat-hal tepkime yöntemi diğer üretim metotlarına kıyasla basitlik, güvenilirlik, düşük maliyet, yeniden üretilebilirlik (boyut, şekil ve kalite üzerinde hassas kontrol), istenen stokiyometrik oranda büyük ölçekli üretim yapabilme gibi avantajları içermesindendir. Ayrıca, yüksek kristal yapı kalitesi ve saflıkta malzemelerin üretimi de bir diğer önemli avantajdır. Biz de bu çalışmamızda istenen stokiyometrik oranlarda ($0,00 \leq x \leq 0,10$) $\text{Bi}_{2,0-x}\text{Pr}_x\text{Sr}_{2,0}\text{Ca}_{1,1}\text{Cu}_{2,0}\text{O}_y$ seramik malzemeleri standart katı hal reaksiyon yöntemi (seramik yöntem) kullanılarak ürettik. Seramik bir kroze kap içerisinde yüksek saflıkta (Pr_2O_3 , SrCO_3 , CaCO_3 , Bi_2O_3 ve CuO) kimyasal tozlar (Şekil 3.1) üretilmesi planlanan stokiyometrik oranda materyal üretimi için elektronik teraziyle tartıldı (Şekil 3.2).



Şekil 3.1. $\text{Bi}_{2.0-x}\text{Pr}_x\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_y$ seramik üretiminde kullanılan kimyasallar



Şekil 3.2. Precisa XRoyal 205SMDR Model Tartı

Çalışmada seramik kroze kullanılmasının nedeni, kimyasallarla herhangi bir etkileşime girmemesindendir. Daha sonra tartımı yapılan kimyasallar atmosferik hava ortamında 10 dakikada 2000 rpm'lik bir dönüş hızı ile 9 saat boyunca öğütücüyle karıştırılıp (Şekil 3.3), tüm tozlardan homojen bir karışım elde edildi. İşlem boyunca kullanılan öğütücü makinesi aşağıda gösterilmiştir.



Şekil 3.3. Öğütme Makinesi

Homojen karışım seramik havana dökülüp 30 dakika boyunca bir tokmak yardımı ile öğütüldü (Şekil 3.4).



Şekil 3.4. $\text{Bi}_{2.0-x}\text{Pr}_x\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_y$ seramik materyal üretiminde kullanılan seramik havan ve tokmak

Son durumda karışımımız istenilen boyutlara kadar küçültüldü ve parçacıklar arasında etkileşim temas yüzeyinin artması ile arttırılmış oldu. Böylece, ısıtma işlemi süresince parçacıklar birbirleriyle daha kolay bağ yapacak şekle gelmiş oldu. Son karışım (her numune ayrı ayrı) alınıp 800°C de 36 saat boyunca kül fırında ısıtma işlemi tabi tutuldu (fırın fotoğrafı Şekil 3.5’te verilmiştir).



Şekil 3.5. Protherm-Model PTF 12/75/200 fırın

Burada tavlama ortamı için seçilen sıcaklık ve süre değerleri daha önce üretilen saf Bi-2212 seramik materyali için en uygun kalsinasyon ortamı olmasından dolayıydı. Kalsinasyon süresince hem ısınma ve hem soğutma hız oranı 5°C/dk olarak ayarlandı. Burada uygulanan ısıtma/soğutma sıcaklık ve süre, en yüksek Bi-2212 fazı sergileyen numunelere ait olan orandır. Bu derece yavaş ısıtma-soğutma oranının nedeni, elde edilecek Bi-2212 numunelerin daha iyi kristal yapı ve yüksek mekanik mukavemet, dayanıklı tetragonal faz ve mekanik performans (mekanik mukavemeti, dayanıklılığı, elastik modülü, kritik gerilim değeri, rijitliği, kırılma tokluğu, akma mukavemeti, eğilme dayanımı, sertliği, kırılma endeksi, kuvvete karşı direnç ve elastik sertlik katsayısı) özellikleri göstermesinin istenmesindendir. Bu işlem sonrası Protherm-Model PTF 12/75/200 fırından çıkarılan ısıtma işlemi görmüş siyah renkli kimyasallar, bir agat havan içinde tekrar 30 dakika boyunca

karıştırma sürecine tabi tutuldu. Daha sonra homojen siyah bir karışım, dikdörtgen şeklinde 0,5 cm genişlik, 0,2 cm yükseklik ve 1,5 cm uzunluğundaki kalıplara koyulup, 5 dakika süresince 300 MPa basınç altında basıldı. İşlemin yapıldığı pres aşağıdaki şekilde verilmiştir. (Şekil 3.6)



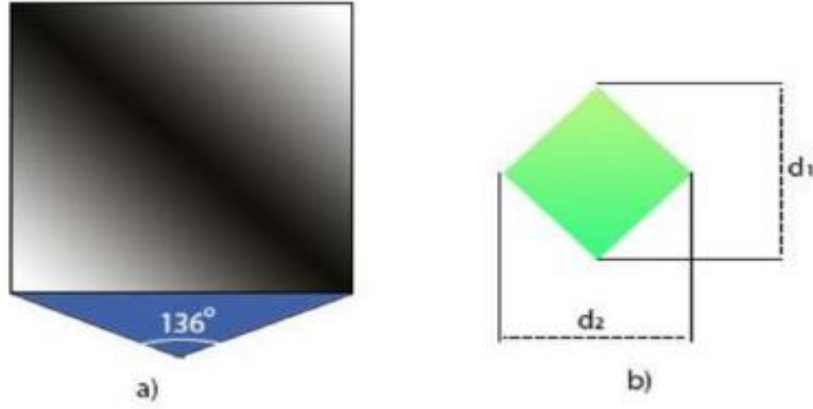
Şekil 3.6. TSEK TÜMAS manuel hidrolik pres

4. DENEYSEL YÖNTEMLER

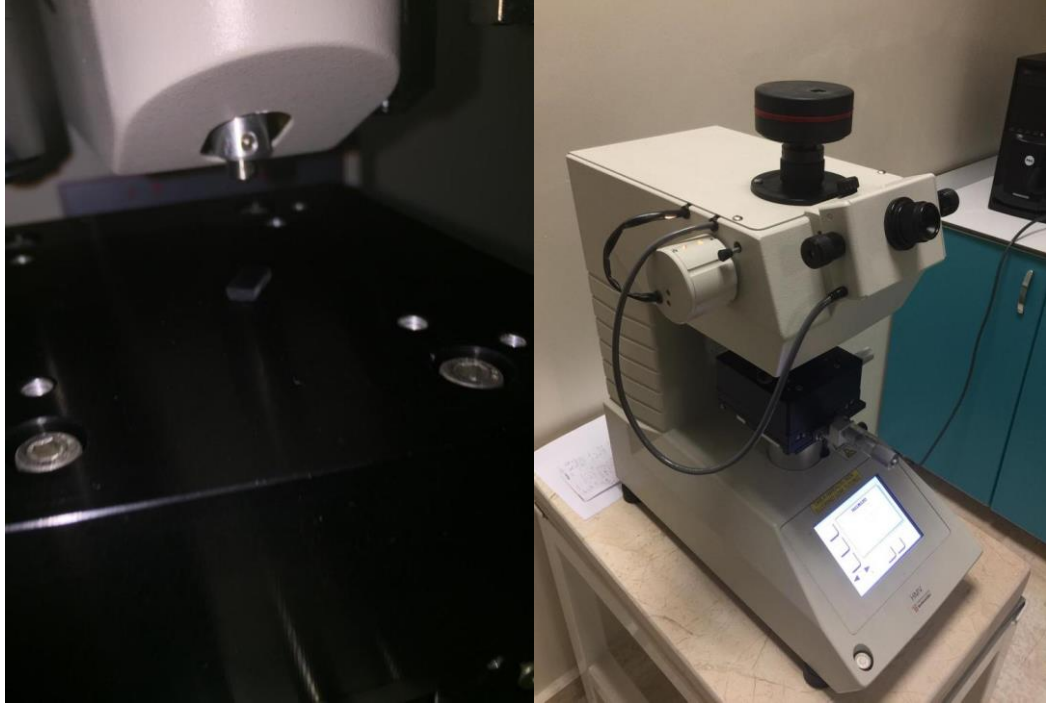
Hazırlanan dikdörtgen külçeler (7 adet örnek), 850°C'de 24 saat boyunca bir fırında tavlama işlemine tabi tutuldu. Bu aşamada ısıtma ve soğutma hızları 5°C/dk olarak ayarlanmıştır. Isıl işlem sonrası üretilen numuneler fırından çıkarılıp, mekanik performans ve yüzey morfolojik karakterizasyonu için sırası ile Vickers mikrosertlik ve taramalı elektron mikroskobu incelemelerine tabi tutuldu. Ayrıca üretilen numunelerin istenilen stokiometrilere üretilip üretilmediği, kristal örgüde Pr/Bi değişiminin başarıyla gerçekleşip gerçekleşmediğine praseodim atomlarının kristal örgü boyunca homojen dağılıp dağılmadıkları Enerji-ayırımı X-ray spektrometresi (EDX) yöntemi ile incelendi. Çalışmada farklı Pr/Bi yer değiştirme oranlarına göre $x=0,010$, $x=0,020$, $x=0,030$, $x=0,050$, $x=0,070$ ve $x=0,10$ hazırlanmış Bi-2212 numuneler tezin geri kalan kısmında Pr/Bi-1, Pr/Bi-2, Pr/Bi-3, Pr/Bi-4, Pr/Bi-5 ve Pr/Bi-6 olarak verilecektir. Bu karşın Pr iyonu içermeyen Bi-2212 numune saf olarak adlandırılacaktır.

4.1 Vickers Sertlik Analizi

Numunelerin Vickers sertlik ölçümleri SHIMADZU HVM-2 model dijital mikrosertlik cihazı kullanılarak 0.245 N ile 2.940 N arasında test yüklerinde gerçekleştirilmiştir. Deneysel sonuçlar test yüklerin numune yüzeylerine dikey olarak 5 farklı noktada 10 saniye boyunca uygulanması sonucunda alınmıştır. $\pm 0.100 \mu\text{m}$ hassasiyetinde 5 farklı noktadan ölçülen yüzey çentik izlerinin ortalaması alınarak $\text{Bi}_{2.0-x}\text{Pr}_x\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_y$ seramik örneklerinin $H_v=1854.4(F/d^2)$ formülüne dayalı mikrosertlik (H_v) değerleri belirlendi. Denklemden, d ortalama çentik köşegen boy uzunluğunu ($d_{\text{ortalama}}=(d_1+d_2)/2$), F de uygulanan mikro girinti yükünü gösterir. Aşağıdaki görselde ölçüme ilişkin görsel Şekil 4.1 ve 4.2 a-b'de verilmiştir.



Şekil 4.1. a) Vickers mikrosertlik deneylerinde kullanılan elmas piramit uç, b) Materyal yüzeyinde oluşan çentik köşegen izi



Şekil 4.2. a) SHIMADZU HVM-2 model dijital mikrosertlik cihazı ve b) arayüzü

Genel mekanik performans özellikleri belirlenmiştir. Uygulanan test yüklerine karşı kaydedilen Hv sertlik eğrilerine göre, Young Modülü (E), kırılma tokluğu (K_{IC}), esneklik (U), akma dayanımı (Y), elastik sertlik katsayısı (C_{11}), kırılma indeksi (B) ve süneklik (D) gibi genel mekanik performans parametreleri

sayısal olarak hesaplanmıştır. Hesaplamaya ilişkin ayrıntılar tezin diğer bölümlerinde ayrıntılı olarak verilmiştir. Böylece, elde edilen sonuçlar Bi-2212 kristal örgüde Pr/Bi yer değiştirme mekanizmasının ve uygulanan mikro indentasyon test yüklerinin, Bi-2212 malzemelerinin çeşitli mekanik performans parametreleri üzerindeki etkisini detaylı olarak belirlememize olanak sağlamıştır. Ayrıca, Vickers mikrosertlik ölçüm test sonuçlarına dayanarak, Pr/Bi yer değiştirme mekanizmasının, stresle tetiklenen faz dönüşümün başlangıcı, dayanıklı tetragonal fazın stabilizasyonu, yüzeyde oluşan bası artık gerilme, elastik yapısında değişme, kristal yapı kayma sistemleri, yapısal sorunlar, kritik çatlak boyutu için terminal hız, çatlak yönelimi/geometrisi, elastik iyileşme mekanizması, granülasyon derecesi, yorulma karşı direnç, çatlakların ve dislokasyon hareketlerinin ilerleme bölgeleri tercihi, stres konsantrasyonu bölgelerinin oluşumu, malzemenin dış test yüküne hassasiyeti, çatlak büyümesi ve Bi-2212 kristal sistemi boyunca çatlak ilerlemesi üzerindeki kontrol mekanizması detaylı bir şekilde incelenmiştir. Bununla birlikte, Bi-2212 kristal yapıda Pr/Bi yerine yer değiştirme mekanizmasının malzemelerin mekanik karakteristik özelliklerine (çentik boyut etki, ISE veya ters çentik boyut etki, RISE) etkisi ayrıntılı bir şekilde incelenmiştir. Yine, yükten bağımsız bölgede mikrosertlik sonuçları 6 farklı yarı-deneyssel modelle yorumlanmış ve en başarılı mekanik değerlendirme metodu tespit edilmiştir.

4.2 Taramalı Elektron Mikroskop Ve Enerji-Ayırımı X-ray Spektrometre Ölçümleri

Vickers mikro sertlik deneysel sonuçların morfolojik olarak doğrulanması için FEI Quanta FE-SEM elektron mikroskobu (Şekil 17) ile 10000X büyütmede 20 kV harici voltaj kullanılarak taramalı elektron mikroskobu (SEM) deneyleri yapılmıştır (Şekil 4.3). Benzer olarak kristalin kalite ve yüzey morfolojisine ilişkin görünüşleri, katmanlı yapıları, mikrokristal birleşme yönelimleri, kısmi erime bölgeleri, düzgün yüzey görünüşleri, parçacık büyüme dağılımları, iç yapısal bozuklukları-kusurları/boşlukları gibi mikroyapısal ve morfolojik özelliklerdeki bozukluklar/dislokasyonlar/çatlaklar, tane hizalama dağılımı, mikro gözenekler ve tane sınırı birleşme-bağlanma sorunları kapsamlı bir şekilde analiz edilmiştir.



Şekil 4.3. Taramalı elektron mikroskobu

Ayrıca Bi, Pr, Sr, Co, Ca, Cu ve O elementlerini içeren element bileşimlerinin numune yüzeyindeki dağılımı, Oxford X-ışını mikro probu ve IXRF Sistem Model 550'i analizörü (Şekil 4.4) ile donatılmış SEM ile niceliksel olarak incelenmiştir.

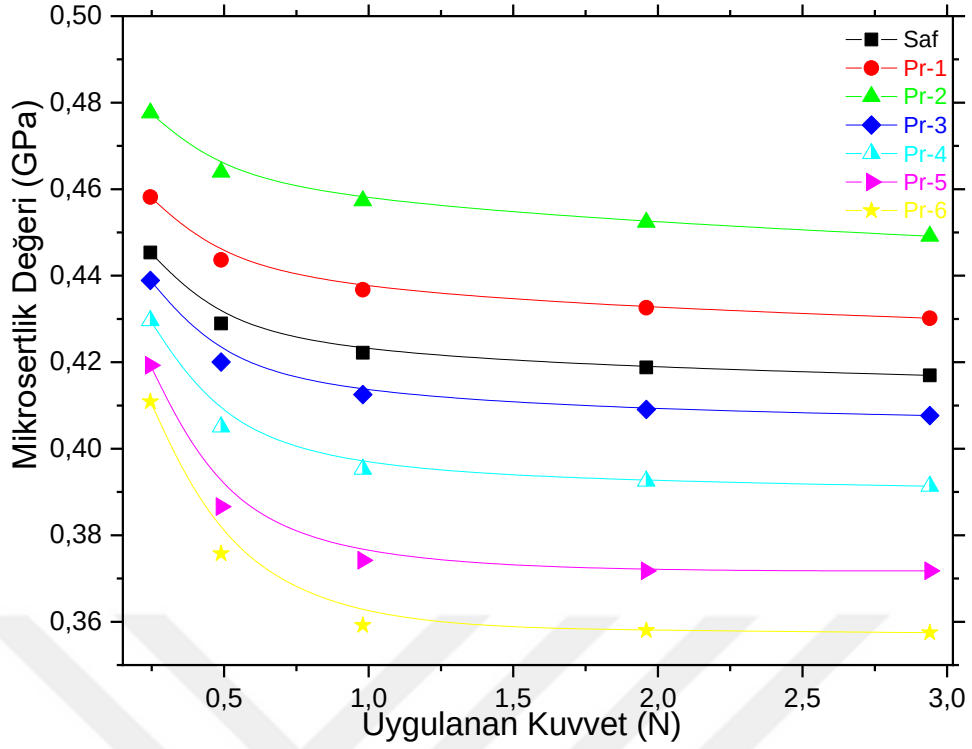


Şekil 4.4. Taramalı elektron mikroskobu

5. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

5.1 Vickers Sertlik Ölçümü Sonuçları

Bi-2212 seramik matrisinde Pr/Bi farklı oranlarda ($0,00 \leq x \leq 0,10$) yer değiştirme ile oluşan yeni $\text{Bi}_{2,0-x}\text{Pr}_x\text{Sr}_{2,0}\text{Ca}_{1,1}\text{Cu}_{2,0}\text{O}_y$ yapıların mikrosertlik, Young modülü, esneklik, akma mukavemeti, süneklik, kayma modülü, kırılma tokluğu, elastik sertlik katsayısı, esneklik, kritik gerilim, hasara karşı direnç, kırılma tokluğu, mekanik mukavemet/dayanıklılık, kırılma mukavemeti, gözeneklilik derecesi, yüzey artı basınç gerilimi bölgeleri ve kayma sistemlerinin değişimi 0,245 N-2,940 N uygulanan yük altında Vickers mikrosertlik deneyleri ile belirlendi. Malzemelerin genel mekanik performans özellikleri kristal yapı kalitesi (mikroskobik yapısal problemler, çatlak başlatan kusurlar, kafes gerinim alanları, safsızlık saçılmaları, kusurlar, stres/gerilim arttırıcı bölgeler, çatlaklar, geri alınamayan deformasyonlar, tanecikler arası bağlanma sorunları, dislokasyon yayılımları) ve deformasyona neden olan yük ile yakından ilgilidir. Çalışmada H_v değerleri standart denklemle (Vickers Sertlik Analizi kısmında verilmiştir) hesaplanmıştır. Kristal örgüde farklı Pr/Bi değiştirilmiş Bi-2212 seramikleri için 0,245 N ile 2,940 N arasında uygulanan kuvvetlere karşı materyallerin gösterdikleri tepki dirençleri (H_v parametreleri) değişimi Şekil 5.1'de grafiksel olarak gösterilmiştir. Vickers sertlik parametrelerinden elde edilen sonuçlar, SEM görüntüleri ile morfolojik olarak doğrulanmıştır.



Şekil 5.1. Saf ve kristal örgüye Pr katkılanmış $\text{Bi}_{2,0-x}\text{Pr}_x\text{Sr}_{2,0}\text{Ca}_{1,1}\text{Cu}_{2,0}\text{O}_y$ seramik numunelerinin uygulanan test yüküne karşı Vickers mikrosertlik parametrelerindeki değişim.

5.1.1 Kristal Örgüde Pr/Bi Yer Değiştirmeye Bağlı Kayma Sistemlerinin Ve Yüzey Bası Artık Gerilme Bölgelerinin Temel Mekanik Performans Parametreleri Üzerine Etkisi

Aşağıda Pr/Bi yer değiştirilmiş Bi-2212 materyallerinin dayanıklı tetragonal faz ve temel mekanik performans değerlerinin praseodim katkı oranlarına göre değişimlerini beş ana kavramda açıkladık. Bunlar,

- Yeni kayma sistemlerinin indüksiyonu ve gözeneklilik derecesinde azalma,
- Yeni yüzey bası gerilme bölgelerin (kristal yapı problemlerinin dağılımı ve depolanan iç gerinim enerjisinde azalma) oluşturulması,
- Kristal sistemde çatlak/dislokasyon hareketlerinin edilmesi (gerilme kaynaklı fazın etkinleştirilmesi veya devre dışı bırakılması),
- Yabancı ve ana atomlar arasında kimyasal bağ oluşumları,
- Çatlak hızı ve çatlak büyüme boyutu için kontrol mekanizmaları.

Kristal örgüde Pr/Bi yer değiştirmiş Bi-2212 seramiklerine ait Vickers sertlik grafiklerinden, praseodim katkı oranı $x=0,02$ değerine kadar artması ile materyallerin lokal kristallik sorunlarının ortadan kaldırılması nedeniyle mikrosertlik değerlerinin sistematik olarak artış gözlemlenmiştir. Mekanik mukavemette artışın temel nedenlerinden biri, optimum praseodim katkı seviyesinin Bi-2212 kristal kafesinde bir kuvvet bariyeri bölgesi olarak hareket etmesiyle ilgilidir. Ayrıca, optimum Pr atomlarının varlığı H_v grafiğinin doygunluk sınır bölgesine kadar deformasyon derecesinde dramatik bir değişime yol açtığı gözlenmiştir. Böylece çatlak büyüme boyutu ve çatlak hızı için kontrol mekanizmaları, depolanan iç gerilme enerjisinin azalması ve kritik stresin artmasıyla kolaylaştırılmıştır. Ayrıca, optimum praseodim iyonları ile Bi-2212 ana matriste yeni dislokasyon sistemleri ve yüzey bası artık gerilmeleri malzemenin dayanıklı tetragonal fazını ve buna ilişkin genel mekanik performans özelliklerini olabildiğince geliştirmiştir.

Kristal örgüde yeni oluşan kayma sistemlerinin daha ayrıntılı olarak incelendiğinde, dislokasyonlar atomların kristalografik düzlemleri boyunca (kayma düzlemleri en yoğun atom paketlenen olan düzlemlerdir ve en büyük düzlemsel yoğunluğu sergiler) ve kristalografik yönlere (kayma yönlendirmeleri en sıkı paketlenmiş atomların bulunduğu yönlere sahiptir ve en yüksek doğrusal yoğunluğa sahiptir) farklı zorluk dereceleriyle hareket ettiği görülür. Kristal yapının kayma sistemlerinin artmasıyla (kayma yönlendirme ve kayma düzlemi kombinasyonu) farklı zorluk seviyelerindeki çatlaklar/kaymalar yeni kayma sistemlerine yönelir, böylece kayma hareketini kolaylaştırır [40]. Yani yeni dislokasyon sistemleri, dislokasyonların ve çatlakların birbirine karışmasını mümkün olduğunca önler. Buna bağlı olarak çatlakların ve dislokasyonların ilerlemesi de mümkün olduğunca sınırlanır ve ciddi şekilde yavaşlar veya yön değiştirir. Optimum praseodim iyonları kristal sistemdeki yüzey çekme gerilmesinin azalmasından dolayı yüzey bası artık gerilme bölgelerinde de iyileşmeye neden olmuştur. Dayanıklı tetragonal fazın stabilizasyonunun ana nedeni, yüzey bası artık gerilmelerin artmasından kaynaklanmaktadır [41]. Bu çalışmada, Bi-2212 kristal örgüde optimum Pr iyonları varlığında çatlakların ve dislokasyonların yayılması ve bunun sonucunda kritik çatlak boyutu büyümesi ile terminal hıza ulaşmak için daha fazla enerji gerektirdiği bulunmuştur. Yani kristallik problemlerinin dağılımları, praseodim iyonları ile kontrol altına alınmıştır. Optimum miktarda Pr iyonu varlığı uygulanan

test yükü altında çatlak ve dislokasyonların yayılmasına/ilerlemesine karşı direnç oluşturmuştur. Ayrıyeten, Pr/Bi yer değiştirmiş Bi-2212 seramiklerinin optimum katkılama durumunda ($x=0,02$), çatlaklar ve dislokasyonlar taneler arası bölgeler yerine trans kristalin (taneler içi) bölgeler boyunca ilerlerler. Bu da yabancı ve ana atomlar arasında güçlü kimyasal bağ oluşumlarına ve buna bağlı olarak taneler arasında etkileşimin artmasına neden olur.

Dolayısıyla, optimum praseodim katkılama Bi-2212 seramik malzemelerin ana mekanik performans parametrelerini önemli ölçüde artırmıştır. Sonuç olarak, kayma sistemlerinin artışı ile ana mekanik performans davranışlarının iyileşmesi arasında güçlü bir bağlantı ortaya çıkmıştır.

Bunun tersine, praseodim iyonlarının katkılama oranı $x=0,02$ 'den daha yüksek değerlere doğru artmasıyla birlikte, daha fazla Pr iyonu Bi-2212 seramik yapısına arayer veya yer alan (ikame) atomları olarak yayılmaya başlamış ve dolayısıyla seramik yapıda kristallik hatalarının varlığı ciddi bir şekilde artmıştır. Buna bağlı olarak, kristal örgüde fazla praseodim iyonu bulunması, seramik sistemdeki deformasyon derecelerine ve taneler arasındaki bağlantıya (tanecik derecesinin azalması) bağlı olarak kristallik kalitesini önemli ölçüde bastırmıştır.

Buna dayanarak, kristal örgüde aşırı praseodim iyonlarının varlığı durumunda, dışarıdan uygulanan test yükü çatlak yöneliminin azalmasına neden olmuştur. Sonuç olarak, stres kaynaklı faz dönüşümünün aktivasyonu sonucunda daha düşük test yüklerinde dislokasyon ve çatlakların hızlı yayılması meydana gelmiş ve Bi-2212 seramik materyal için kritik yayılma hızına daha küçük kuvvet altında ulaşılmasına neden olmuştur. Yani, uygulanan test yüklerine karşı hassasiyet (mikrosertlik değerlerinin yük ile çarpıcı biçimde azalması), aşırı Pr iyonu katkısıyla birlikte artmıştır. Böylece, kristal yapıdaki dislokasyonlar ve çatlaklar uygulanan daha küçük seviyedeki test yükleriyle daha kolay hareket edebilir ve daha küçük kuvvetlerde çatlaklar kritik çatlak boyutuna ve terminal hıza ulaşır. Bu durum, numunelerin uygulanan test yüküne tepkisinin artması nedeniyle malzemenin artık daha kolay kırılabileceği anlamına gelmektedir. Özetlemek gerekirse, aşırı praseodim atomları tüm ana mekanik performans özellikleri önemli ölçüde bozmuştur.

Son olarak, seramik materyallerin temel mekanik performans özelliklerinin katkı ile değişimi, yabancı ve kristal örgüde bulunan ana atomlar arasındaki kimyasal bağ oluşumlarının artması/azalması ile ilgilidir. Homovalent Pr sitelerinin Bi bölgelerinde kısmi yer değiştirmesi, praseodim iyonları ile yerel iyonlar (özellikle Bi^{3+} veya diğerleri) arasında kovalent bağ veya iyonik bağ oluşum olasılığını artırmıştır. Yer değiştirme olayı EDX ile tezin ilerleyen bölümlerinde deneysel olarak gösterilmiştir. Optimum Pr/Bi yer değiştirme seviyesi ($x=0,02$) içinde, praseodim iyonları, belirli ve özel açılarda bağ yönlendirmesinin genişlemesi nedeniyle, kovalent bağ oluşumları yerine iyonik bağ oluşumlarını desteklemiştir [42]. Kristal örgüde praseodim iyonlarının bulunması ile Bi-2212 malzemesinin uygulanan yüke karşı mekanik mukavemetinin artması, yapının atomlar arası bağlarının kuvvetinin artmasından dolayıdır. Pr/Bi yer değiştirilmiş Bi-2212 ürünlerine ait mikroindentasyon sertlik parametrelerinin sayısal değerlerine geldiğinde, seramik materyallerin karakteristik ISE davranışı nedeniyle uygulanan test yükü ile mikrosertlik değerlerinin düşmesi beklenen bir durumdur. Ancak, praseodim iyonları katkı değeri $x=0,02$ 'ye arttırılmasıyla materyallerin H_v parametrelerinde bir artış görülmüştür. Bu kritik değerin aşılması ile H_v değerleri ciddi anlamda düşmüştür. Bu bağlamda, katkısız hazırlanan numune uygulanan 0,295 N, 0,490 N, 0,980 N, 1,960 N ve 2,940 N test yükleri altında sırasıyla 0,44535 GPa, 0,42895 GPa, 0,42218 GPa, 0,41878 GPa ve 0,41696 GPa Vickers sertlik değerini göstermiştir. En iyi kristal yapıya sahip (Pr/Bi-2) numunesi için H_v parametreleri, sırasıyla 0,295 N ve 2,940 N uygulanan test yükleri altında 0,47762 GPa ile 0,44912 GPa arasında değiştiği bulunmuştur. Bu bağlamda, 0,295 N yük altında elde edilen 0,47762 GPa değeri Pr/Bi yer değiştirilmiş Bi-2212 seramik materyaller için en yüksek değer olarak kaydedilmiştir. Diğer bir yandan, en küçük H_v değerleri (sırasıyla 0,295 N'de 0,41090 GPa ve 2,940 N'de 0,35750 GPa uygulanan test yükü) Pr/Bi-6 materyal için gözlemlenmiştir. Mikroindentasyon sertlik parametrelerindeki bu değişim, üretilen numenlerin uygulanan kuvvetlere karşı farklı tepki kaynaklanmıştır [43].

5.1.2 Kristal Örgüde Pr/Bi Yer Değiştirilmiş Bi-2212 Seramiklerinin Mekanik Karakteristik Davranışının İncelenmesi

Tezin bu bölümü elde edilen Vickers mikrosertlik testi sonuçları kullanılarak kristal örgüsünde Pr/Bi yer değiştirme mekanizmasının Bi-2212 seramiklerinin temel mekanik karakteristik (ISE veya RISE) özellikleri üzerindeki etkisini detaylı olarak incelememize olanak sağladı. Şekil 5.1'den görüleceği üzere, tez kapsamında çalışılan tüm (saf ve Pr/Bi yer değiştirilmiş Bi-2212) materyallerin farklı büyüklüklerde de olsa standart girinti boyutu etki (ISE olarak kısaltılır) davranışını sergilediğini göstermektedir.

Bu olgu, elastik toparlanma mekanizması sonucunda elastik/plastik deformasyonların uygulanan kuvvet altında malzeme yapısında birlikte oluşmasından dolayıdır. Ayrıca, ISE davranışı (uygulanan kuvvetlerle Vickers mikrosertlik değerlerindeki doğrusal olmayan azalma) test yüklerine bağlı olarak çatlak yönelimi ve geometrisinin azalmasından kaynaklanmaktadır. Şekil 5.1'den görüleceği üzere, praseodim katkı oranı $x=0,02$ değerine kadar artması ile materyallerin ISE karakteristik özelliğinin önemli ölçüde arttığı ve bu katkı değeri üzerinde ISE davranışın sistematik olarak azalma eğiliminde olduğu kaydedilmiştir. Bu bağlamda, $x=0,02$ Pr/Bi katkı ile hazırlanan en iyi materyal (Pr/Bi-2), en yüksek ISE davranışını sergilediği tespit edilmiştir. Dolayısıyla, en yüksek kristallik kalitesine (en yoğun) ve taneler arasındaki bağlantıya sahip en iyi örnek uygulanan her kuvvet değerine karşı en yüksek performansı sergilemiştir. Bu üstün performans sergilemesinin nedeni aşağıda detaylı olarak verilmiştir.

- Çatlak başlatıcı kusurların ve dislokasyon oluşumu,
- Kristallik problemlerinin daha geniş bir alana dağılması,
- Geri kazanılamayan stres konsantrasyonu ve stres konsantrasyonu bölgelerindeki artış,
- Kristal yapıdaki dislokasyon ve çatlakların yayılması/ilerlemesi,
- Çatlak yüzey enerjisi azalması ve kritik kuvvet değerinin artırılması nedeniyle stres kaynaklı faz dönüşümünün aktivasyonu.

Ancak, Pr/Bi yer değiştirme oranının artması, Bi-2212 kristal sistemindeki kristallik kalitesinde ve taneler arasındaki bağlantıda bir azalmaya neden olmuştur.

Böylece Pr/Bi-6 malzemesi en düşük ISE karakterini göstermiştir. Aynı zamanda, Şekil 5.1, Pr katkılanmış Bi-2212 seramiklerinin orijinal mikrosertlik parametrelerinin (1,96 N ve sonrası bölüm=mikrosertlik değerlerindeki çok az değişim) bölgeleri üzerinde praseodim katkısının rolünü açıkça göstermektedir. Şekilden görüldüğü gibi, mikrosertlik değerleri her numune için 2 N test yükü bölgelerine kadar (ISE özelliklerinden dolayı) doğrusal olmayan sert bir azalma sergilemiştir.

Bunun nedeni, test yükünün 2 N değerine kadar arttırılmasının, seramik matriste yapay geri dönüşü olmayan kristal yapı sorunlarına, yeni çatlak başlatıcı kusurlara ve geri dönüşü olmayan stres yoğunlaşma bölgelerinin oluşmasına neden olmasıdır. Bunun tersine, 2 N yük değeri üstündeki bölgelerinde mikrosertlik parametrelerinin doyma sınır bölgelerinin varlığından dolayı neredeyse sabit kaldığı bulunmuştur. Yani çatlak ilerlemesi ve dislokasyon hareketine bağlı olarak stres kaynaklı faz dönüşümünün aktivasyonu ile doyma sınır bölgeleri başlamıştır. Bu açıdan, Pr/Bi-6 materyalin uygulanan daha küçük bir test yükü altında kolayca plato sınır bölgesine ulaştığı görülürken, yüksek mukavemet ve mekanik performans sergileyen Pr/Bi-2 malzemesi için doyma sınır bölgesinin daha yüksek bir değerde olduğu gözlemlenmiştir. Kısaca bu çalışmayla optimum praseodim iyon katkılamanın hem temel mekanik performans değerlerini hem de mekanik karakteristik davranışların geliştirilmesine yol açtığını gösterilmiştir. Tüm bulgular morfolojik olarak SEM fotoğrafları ile desteklenmektedir.

5.1.3 Bi-2212 Seramik Malzemelerin Kristal Örgülerine Pr Katkılama İle Materyallerin Ana Mekanik Performans Parametrelerinin Değişimi

Ayrıca ($0,00 \geq x \geq 0,10$) praseodim katkı oranının mikro sertlik (H_V), sertlik kayma modülü (G), elastik modül (E), kırılma indeksi (B), akma dayanımı (Y), elastik sertlik katsayısı (C_{11}), kırılma tokluğu (K_{IC}), süneklik (D) ve esneklik (U_T) parametreleri aşağıda verilen 6 denklem ile incelenmiştir.

$$E = 81.9635H_V \quad (1)$$

$$Y \approx \frac{H_V}{3} \quad (2)$$

$$K_{IC} = \sqrt{2E\alpha} \quad (\alpha, \text{ yüzey enerji değeri}) \quad (3)$$

$$B = \frac{H_v}{K_{IC}} \quad (4)$$

$$C_{11} = H_v^{7/4} \quad (5)$$

$$D = \frac{1}{B} \quad (6)$$

$$E = 2G(1 + \nu) \quad (7)$$

Yukarıdaki formüller kullanılarak elde edilen tüm hesaplamalar Tablo 5.1'de verilmiştir.

Tablo 5.1. Numunelere ait için mikrosertlik, elastik modül, sertlik kayma modülü, kırılma indeksi, akma dayanımı, elastik sertlik katsayısı, kırılma tokluğu, süneklik ve esneklik modülü

Örnekler	F (N)	d (μm)	H _v (GPa)	E (GPa)	Y (GPa)	K _{IC} (GPam ^{1/2})
Saf	0,245	31,93993	0,44535	36,50244	0,14845	0,20817
	0,49	46,02528	0,42895	35,15824	0,14298	0,20430
	0,98	65,60938	0,42218	34,60335	0,14073	0,20269
	1,96	93,16157	0,41878	34,32467	0,13959	0,20187
	2,94	114,34790	0,41696	34,17550	0,13899	0,20143
Pr-1	0,245	31,48991	0,45817	37,55322	0,15272	0,21381
	0,49	45,25686	0,44364	36,36229	0,14788	0,21039
	0,98	64,50499	0,43676	35,79838	0,14559	0,20875
	1,96	91,66246	0,43259	35,45659	0,14420	0,20775
	2,94	112,57977	0,43016	35,25742	0,14339	0,20717
Pr -2	0,245	30,84207	0,47762	39,14741	0,15921	0,22192
	0,49	44,25566	0,46394	38,02615	0,15465	0,21872
	0,98	63,03970	0,4573	37,48191	0,15243	0,21715
	1,96	89,63707	0,45236	37,07701	0,15079	0,21598
	2,94	110,17782	0,44912	36,81145	0,14971	0,21520
Pr -3	0,245	32,17340	0,43891	35,97460	0,14630	0,21498
	0,49	46,51087	0,42004	34,42795	0,14001	0,21031
	0,98	66,37232	0,41253	33,81240	0,13751	0,20842
	1,96	94,25845	0,40909	33,53045	0,13636	0,20755
	2,94	115,64344	0,40767	33,41406	0,13589	0,20719
Pr -4	0,245	32,51978	0,42961	35,21234	0,14320	0,23128
	0,49	47,36485	0,40503	33,19768	0,13501	0,22456
	0,98	67,80853	0,39524	32,39525	0,13175	0,22183
	1,96	96,22865	0,39251	32,07396	0,13044	0,22073
	2,94	118,03461	0,39132	32,17149	0,13084	0,22106
Pr -5	0,245	32,91833	0,41927	34,36484	0,13976	0,25015
	0,49	48,47944	0,38662	31,68873	0,12887	0,24021
	0,98	69,68971	0,37419	30,66992	0,12473	0,23632
	1,96	98,87505	0,37178	30,47239	0,12393	0,23556

	2,94	121,09834	0,37177	30,47157	0,12392	0,23555
	0,245	33,25192	0,4109	33,67880	0,13697	0,26467
	0,49	49,17436	0,37577	30,79942	0,12526	0,25311
Pr -6	0,98	71,13096	0,35918	29,43965	0,11973	0,24746
	1,96	100,75720	0,35802	29,34457	0,11934	0,24706
	2,94	123,49158	0,3575	29,30195	0,11917	0,24688

Tablo 5.1 devamı Numunelere ait için mikrosertlik, elastik modül, sertlik kayma modülü, kırılma indeksi, akma dayanımı, elastik sertlik katsayısı, kırılma tokluğu, süneklik ve esneklik modülü

<i>Örnekler</i>	<i>F (N)</i>	<i>C₁₁ (GPa)^{7/4}</i>	<i>B (m^{1/2})</i>	<i>D (m^{1/2})</i>	<i>G(GPa)</i>	<i>U_r (MPa)</i>
Saf	0,245	0,24279	2,13936	0,46743	14,60098	0,3019
	0,49	0,22736	2,09961	0,47628	14,06330	0,2907
	1,96	0,21801	2,07450	0,48204	13,72987	0,2838
	2,94	0,21635	2,07000	0,48309	13,67020	0,2826
Pr-1	0,245	0,25515	2,14288	0,46666	15,02129	0,3105
	0,49	0,24116	2,10866	0,47423	14,54492	0,3007
	0,98	0,23465	2,09226	0,47795	14,31935	0,2961
	1,96	0,23075	2,08226	0,48025	14,18264	0,2932
	2,94	0,22848	2,07636	0,48161	14,10297	0,2916
Pr -2	0,245	0,27441	2,15222	0,46464	15,65896	0,3237
	0,49	0,26080	2,12116	0,47144	15,21046	0,3145
	0,98	0,25430	2,10592	0,47485	14,99276	0,3099
	1,96	0,24952	2,09445	0,47745	14,83080	0,3066
	2,94	0,24640	2,08699	0,47916	14,72458	0,3044
Pr -3	0,245	0,23668	2,04163	0,48980	14,38984	0,2975
	0,49	0,21916	1,99724	0,50069	13,77118	0,2847
	0,98	0,21235	1,97932	0,50522	13,52496	0,2796
	1,96	0,20926	1,97104	0,50735	13,41218	0,2773
	2,94	0,20799	1,96761	0,50823	13,36562	0,2763
Pr -4	0,245	0,22797	1,85753	0,53835	14,08494	0,2912
	0,49	0,20564	1,80366	0,55443	13,27907	0,2745
	0,98	0,19702	1,78172	0,56126	12,95810	0,2679
	1,96	0,19361	1,77284	0,56407	12,82958	0,2652
	2,94	0,19464	1,77558	0,56320	12,86860	0,2661
Pr -5	0,245	0,21846	1,67607	0,59663	13,74594	0,2842
	0,49	0,18956	1,60951	0,62131	12,67549	0,262
	0,98	0,17902	1,58340	0,63155	12,26797	0,2536
	1,96	0,17701	1,57828	0,63360	12,18896	0,252
	2,94	0,17700	1,57831	0,63359	12,18863	0,252
Pr -6	0,245	0,21088	1,55250	0,64412	13,47152	0,2785
	0,49	0,18035	1,48461	0,67358	12,31977	0,2547
	0,98	0,16665	1,45147	0,68896	11,77586	0,2435
	1,96	0,16571	1,44912	0,69007	11,73783	0,2427
	2,94	0,16528	1,44807	0,69057	11,72078	0,2423

Tablodan görüleceği üzere hesaplanan her parametrenin hem praseodim katkı oranına hem de uygulanan dış çentik kuvvetlere ciddi şekilde bağlı olduğu

bulunmuştur. Daha ayrıntılı olarak Y, E, B ve C_{11} parametre değerlerinin, praseodim katkı oranının $x=0,02$ değerine yükselmesiyle önemli ölçüde arttığı, bu katkı oranı sonrasında parametrelerin sistematik bir şekilde azaldığı gözlenmiştir. Ayrıca incelenen numunelere uygulanan kuvvet arttıkça parametrelerde güçlü bir düşüş meydana gelmiştir. Uygulanan test yüklerindeki azalma eğilimi tipik ISE özelliğinden kaynaklanmaktadır. Numerik değer olarak, 0,245 N'lik uygulanan test yükünde saf numune, 36,50244 GPa'lık Young elastiklik modülüne sahipken Pr/Bi-2 seramik malzemesi 39,14741 GPa'lık değer ile numuneler arasında en yüksek E değerini sergilemiştir. Pr katkı oranının artması ile uygulanan aynı test yükünde Pr/Bi-6 seramik malzemesi en düşük 33,67880 GPa elastik modülü değerini sergiler. Test yükünün artması ile Pr/Bi-6 numunesinin Young modülü değeri 29.30195 GPa değerine kadar azaldığı tespit edilmiştir. Diğer hazırlanan örneklerin orta derecede Young elastisite modülünü sunduğu gözlemlendi. Benzer şekilde 0,245 N uygulanan test yükünde en iyi kristallik kalitesine, taneler arası bağlantıya, mekanik performansa ve uygulanan yüke en az tepki veren Pr/Bi-2 numunesinin 159,21 MPa (akma dayanımı), $2,15222 \text{ m}^{-1/2}$ (kırılganlık indeksi) ve 274,41 MPa (elastik sertlik katsayısı) gibi en yüksek değerleri gösterdiği tespit edilmiştir. Öte yandan aynı yük altında Pr/Bi-6 numunesi diğer numunelerle kıyasla en düşük Y (136,97 MPa), C_{11} (210,88 MPa) ve B ($1,55250 \text{ m}^{-1/2}$) değerlerine sahip olduğu bulunmuştur. Uygulanan 2,490 N yük altında Pr/Bi-6 numunesine ait bu değerler sırası ile 119,17 MPa, 165,28 MPa ve $1,44807 \text{ m}^{-1/2}$ olarak hesaplanmıştır. Bu bağlamda, Pr/Bi-2 malzemesi için elde edilen tüm parametrelerin uygulanan kuvvet için her zaman en büyük değerlerde olması dayanıklı tetragonal fazın yüksek stabilizasyonundan ve kristal yapıda daha çok aktif kullanılabilir kayma sisteminin varlığından kaynaklanmaktadır.

K_{IC} parametreleri katkı değerinin optimum değer olan $x=0,02$ 'ye kadar artmasıyla genel olarak bir artma eğilimi tespit edilmiştir. Bu katkı değeri üstünde, parametrelerin dramatik bir şekilde arttığı görülmüştür. Ayrıca, bu tez kapsamında üretilen tüm saf ve Pr/Bi yer değiştirmiş Bi-2212 numunelerin uygulanan test yüklerinin artmasıyla kırılma tokluğu parametrelerinin sürekli olarak azaldığı belirlenmiştir. Buna göre Pr/Bi-2 seramik malzemesi K_{IC} parametreleri için en düşük değerleri sergilemiştir. Bu çalışmada incelenen bir diğer mekanik performans özelliği sünekliktir. Tablodan açıkça görüleceği üzere, D parametre değerleri Pr/Bi yer değiştirme değeri olan $x=0,02$ 'ye kadar sistemli bir şekilde düşmüştür, bu değer

sonrasında ise Pr katkılı Bi-2212 seramik bileşiklerinin mekanik mukavemet ve dayanıklılık özelliklerindeki azalmadan dolayı sert bir şekilde düştüğü kaydedilmiştir. Ayrıca numune yüzeyine uygulanan dış çentik kuvvet değeri arttıkça, kristal örgüde geri dönüşümü mümkün olmayan kristallik hatalarının önemli ölçüde artması ve yeni çatlaklar oluşması sonucunda D parametrelerinin değerlerinin dramatik bir şekilde (özellikle doyumluk sınır bölgesine kadar) arttığı kaydedilmiştir. Bu bağlamda en yüksek mekanik mukavemet özelliği sergileyen Pr/Bi-2 numunesi 0,245 N uygulanan test yükünde $0,46464 \text{ m}^{1/2}$ ve ardından 0,490 N test yükü altında $0,47144 \text{ m}^{1/2}$ gibi minimum süneklik parametrelerine sahiptir. Diğer yandan, maksimum süneklik (minimum mekanik dayanıklılık) değeri olan $0.69057 \text{ m}^{1/2}$, 2.940 N uygulanan test yükü için Pr/Bi-6 numunesinde gözlemlenmiştir.

Kristal örgüsüne Pr katkılanmış Bi-2212 seramik malzemelerin kayma modülü (G) ve esneklik modülü (U_r) değişimlerine gelince, ilk olarak tez kapsamında hazırlanan numunelerin kayma modülü değişimi incelenmiştir. Materyallere ait G değeri, aşağıda Poisson oranı arasındaki ilişkiden yararlanılarak hesaplanmıştır (Denklemler 7). Bu denkleme göre, çalışılan numunelerin Young elastisite modülü ile kayma modülü arasında güçlü bir bağlantı olduğu görülmektedir. Burada rastgele yönelmiş tanelere bağlı olarak izotropik yapı için Poisson (ν) oranının katsayısı 0,25'e [44] eşittir. Pr katkılı Bi-2212 bileşiklerinin G modülü için sayısal değerler Tablo 5.1'de görülebilir. Tablodan, kayma modüllerinin katkı oranı $x=0,02$ değerine kadar artması ile arttığı ve bu katkı değerinden sonra parametrelerin dramatik bir şekilde azaldığı gözlemlenmiştir. Ayrıca uygulanan test yükü parametrelerinin artması seramik malzemeler için G modülü değerlerini sistematik olarak düşürmüştür. Bu bakımdan Pr/Bi-2 seramik malzemesi, uygulanan herhangi bir test yükünde maksimum kayma modülüne sahiptir. Bu bağlamda en büyük G parametreleri 0,245 N test yükü değerinde elde edilmiştir. Saf numune yaklaşık 14,60098 GPa sergilerken, Pr/Bi-2 seramik malzemesi için bu değer yaklaşık 15,65896 GPa (en büyük değer) olduğu, Pr/Bi-6 numunesi için ise yaklaşık 13,47152 GPa (minimum) olduğu gözlemlendi. Pr katkılı Bi-2212 numunelerine 2,940 N test yükü uygulandığında Pr/Bi-2 (en iyi) seramik için en yüksek G modülünün yaklaşık 14,72458 GPa olduğu ve katkı oranı arttıkça parametrede monoton bir düşüş olduğu bulunmuştur. Bu bağlamda, Pr/Bi-6 materyali (en kötü) için 2,940 N test yükü altında G değeri yaklaşık 11,72078

GPa'a kadar düşmüştür. Kristal yapıda praseodim iyonların varlığı ve uygulanan kuvvetlerle kayma modüllerinin değerlerindeki önemli değişiklikler, kristal kalitesindeki farklılaşmadan, taneler arasındaki bağlantıdan, tane büyüklüğü, kristalindik sorunları, yeni çatlak başlatıcı kusurlar, geri kazanılamayan stres konsantrasyonu bölgeleri ve çatlakların sistemin yönelimi ve geometrisine bağlı olarak kaynaklanmaktadır.

Ayrıca, Vickers mikrosertlik sonuçları, kristal örgüde Pr katkılı Bi-2212 seramik malzemelerin esneklik modülü parametrelerinin (enerji emme yeteneği ile ilgili) katkı oranına bağlı nasıl değiştiğini tartışmamamıza yardımcı olmuştur. Rezilyans (esneklik modülü) aynı zamanda yük boşaltma sonrasında elastik enerjiyi geri kazanma yeteneğidir. Gerilme-gerinim eğrisinin elastik bölgesindeki alan, bir malzemenin birim hacmi başına elastik olarak emilen enerjiyi gösterir ve enerji değeri aşağıdaki denklemden hesaplanabilir:

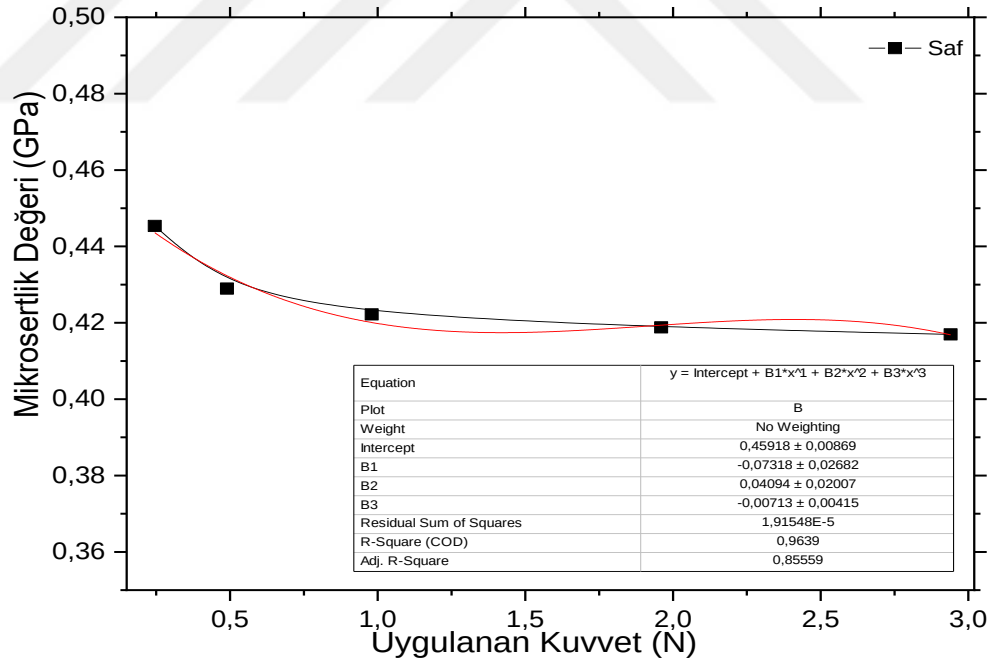
$$U_r = Y^2/2E \quad (8)$$

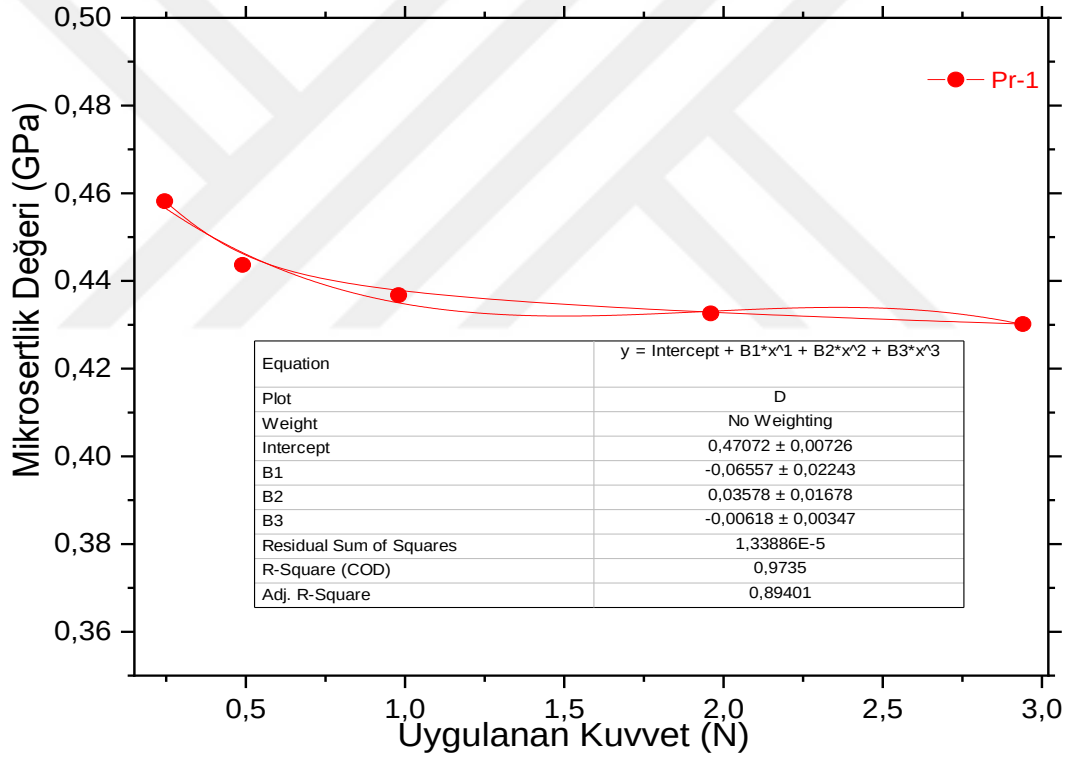
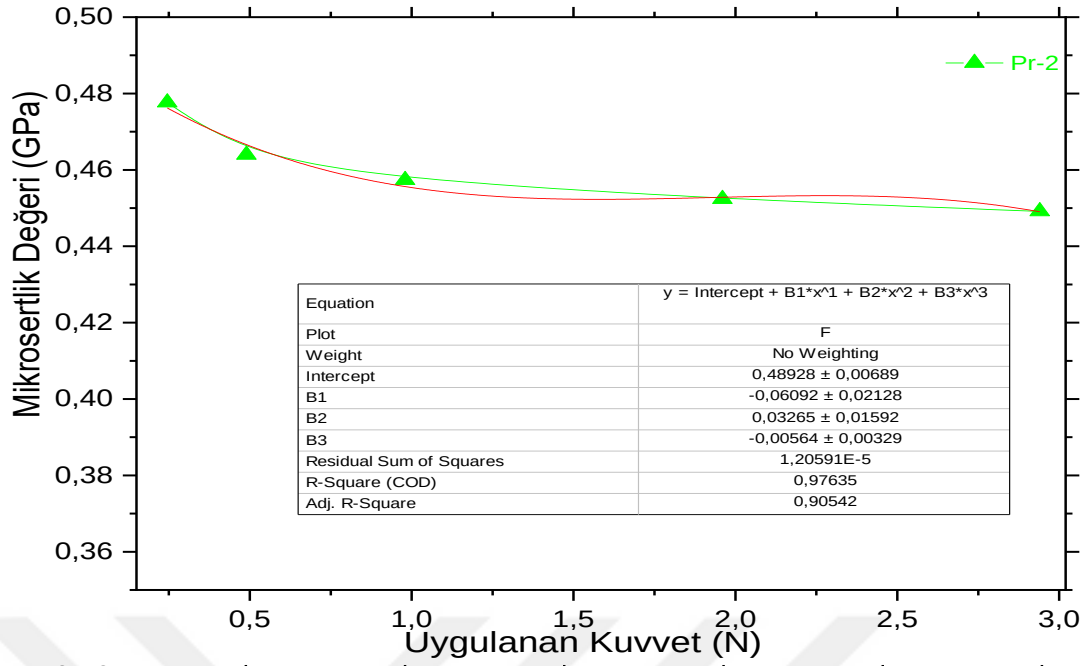
Formülde U_r esneklik modülü değerlerini, E Young'ın esneklik modülünü ve Y akma dayanımı parametrelerini gösterir. Saf ve kristal örgüsü Pr iyonu katkılanmış tüm numunelerin esneklik modülü parametrelerine ilişkin değerler Tablo 5.1'de sayısal olarak gösterilmiştir. Verilen değerlere göre, Pr katkı oranı $x=0,02$ kritik değerine kadar G modülü değerler bulgulara benzer bir davranış sergilemiştir. Şöyle ki, G modül değerleri gibi U_r parametreleri de kritik $x=0,02$ değerine kadar praseodim katkısı esneklik modülünü olumlu yönde etkilemiştir, bu değerden sonra parametrede dikkate değer şekilde azalma tespit edilmiştir. Ayrıca, uygulanan test yükündeki artış, kristal sistemdeki yeni kristal yapı problemlerinin, çatlak başlatıcı kusurların, geri kazanılamayan gerilim konsantrasyon bölgelerinin oluşmasına ve artışına bağlı olarak esneklik modüllerinin değerlerine ciddi şekilde zarar verdiği gözlemlenmiştir. Bu bağlamda, saf örnek 0,245 N test yükünde 0,3019 MPa olan orta düzey U_r değerine sahip olmuş ve uygulanan test yükü arttıkça azalmıştır. Böylece, en yüksek uygulanan test yükü olan 2,940 N'de saf numunenin esneklik modülünün yaklaşık 0,2826 MPa olduğu bulunmuştur. Optimum katkı oranında Pr/Bi-2 seramik malzemesi, 0,245 N test yükü altında en yüksek U_r değeri olan 0,3237 MPa sergilediği bulunmuştur. 2,940 N test yükü uygulanması durumunda U_r değer 0,3044 MPa'ya doğru doğrusal olmayan bir azalma olmuştur. Öte yandan

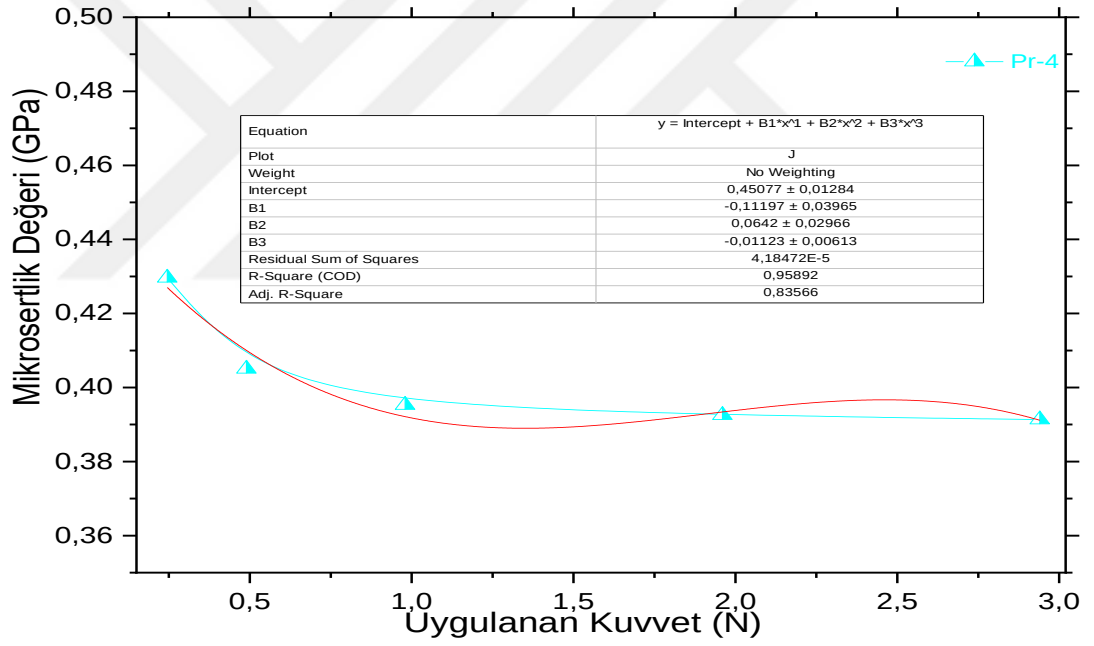
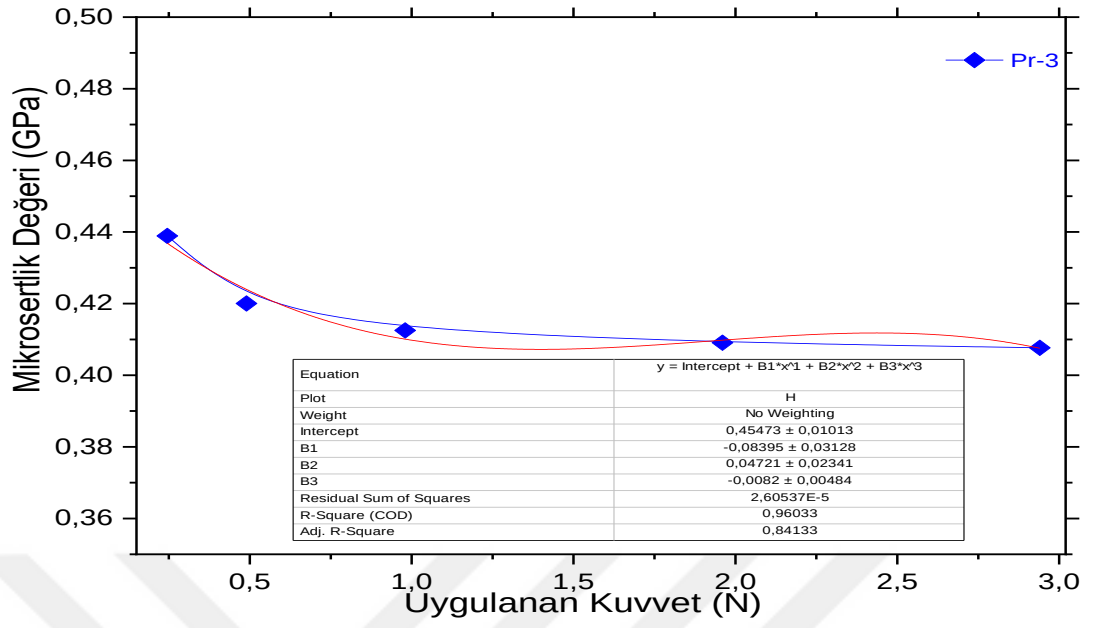
Pr/Bi-6 seramik materyali 0,245 N ve 2,940 N uygulama test kuvvetlerinde sırasıyla 0,2785 MPa ve 0,2423 MPa ile en küçük Ur değerlerini göstermiştir

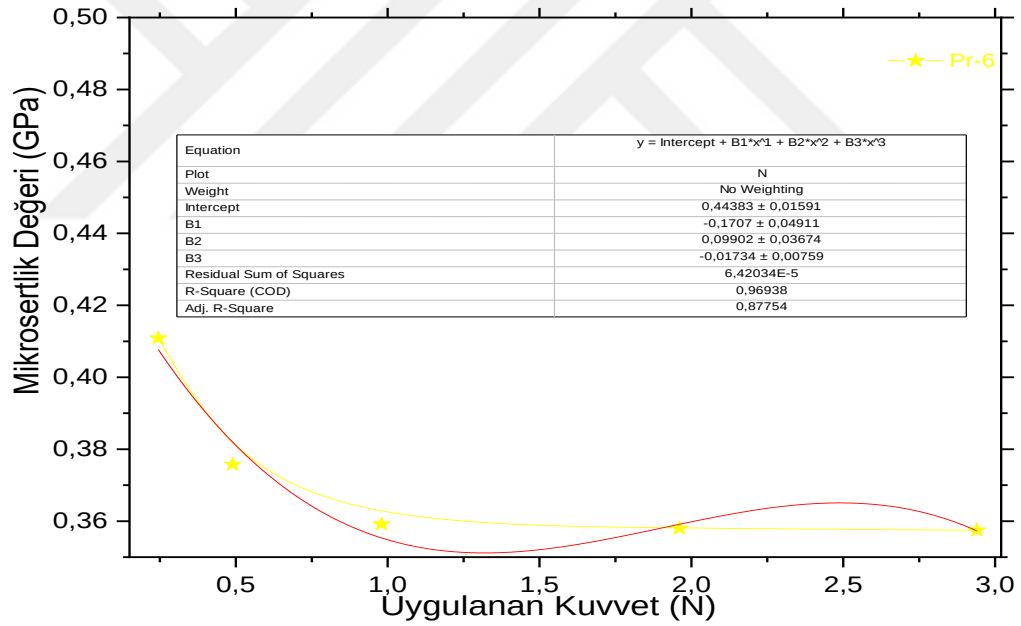
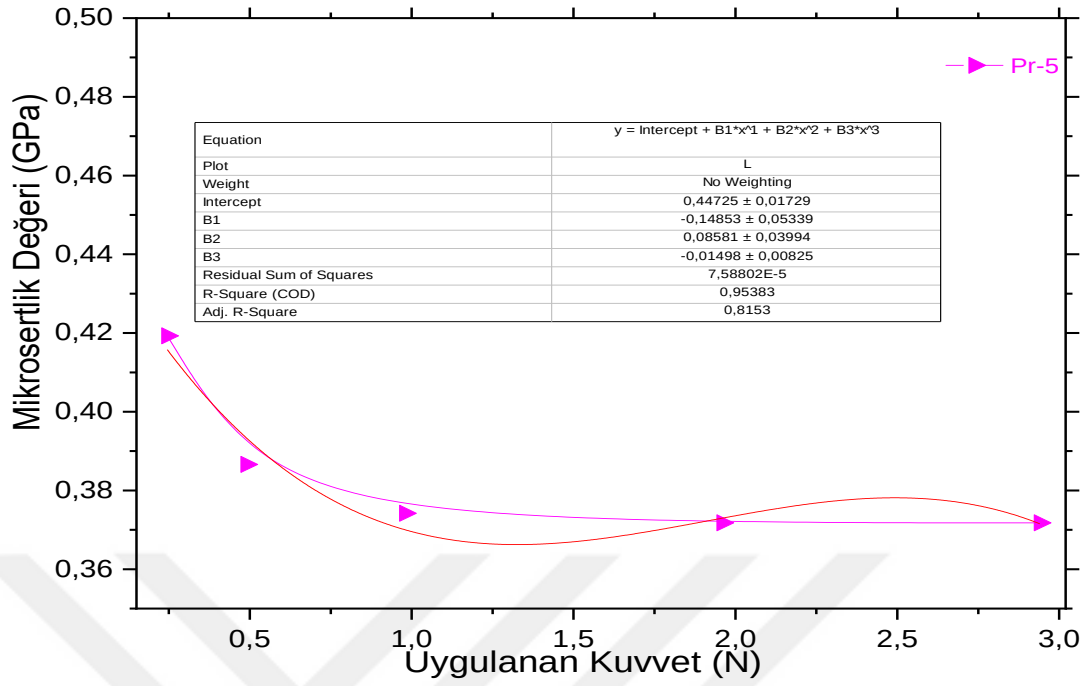
5.1.4 Mikrosertlik İle Uygulanan Test Yükleri Arasındaki İlişkinin Tespiti

Mikroindentasyon sertlik sonuçlarının uygulanan test yükleriyle değişimi arasında güçlü bir bağlantı olduğu bilinmektedir. Bu bağlamda, farklı praseodim katkı miktarlarında hazırlanan $\text{Bi}_{2.0-x}\text{Pr}_x\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_y$ seramik materyallerin mikrosertlik parametrelerinin uygulanan yük bağımlılığını göstermek için en yüksek korelasyon ($R^2 \approx 1$) değerlerine sahip üçüncü dereceden formüllerden elde edilen uygun denklemleri Şekil 5.2’de detaylı olarak verdik.









Şekil 5.2. Kristal örgüye Pr katkılanmış Bi-2212 seramiklerin uygulanan yük ile mikrosertlik değerleri arasındaki korelasyonları

Her bir numuneye ilişkin çıkarılan denklemleri Tablo 5.2'de detaylı olarak verilmiştir. En yüksek mertebeye sahip numunenin katsayının eksi işareti ile başlaması Pr/Bi yer değiştiren materyallerin ISE karakteristiğinden kaynaklanmaktadır. Tablodan, tüm örnekler için mikroindentasyon sertlik

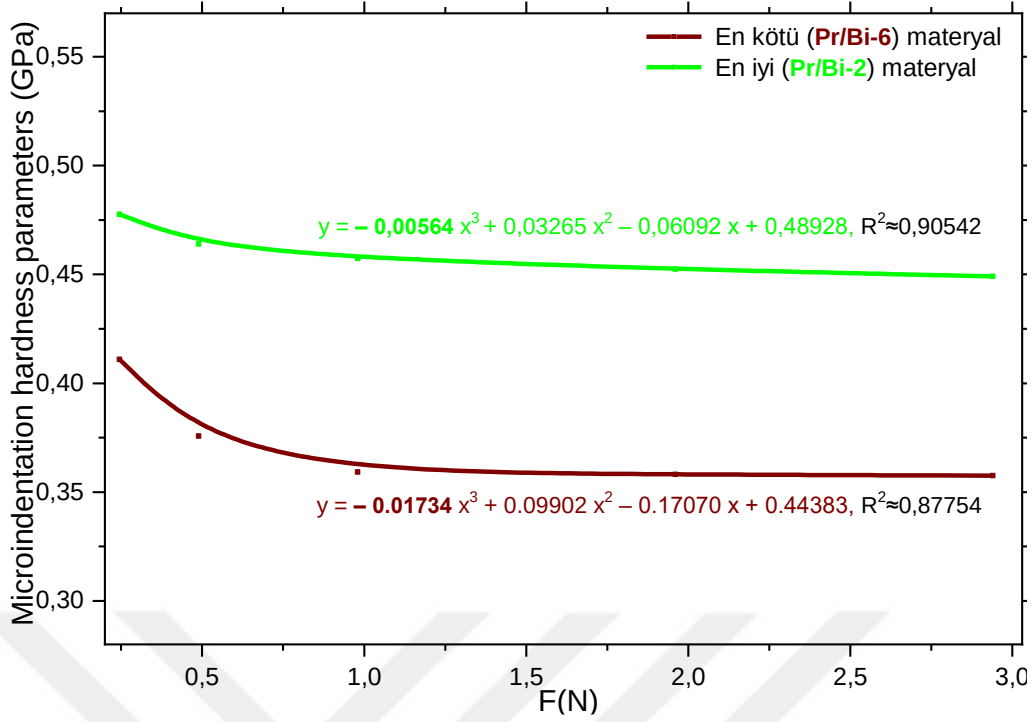
sonuçlarının uygulanan test kuvvetlerine (x^3 terimi katsayısı) çok güçlü bir bağımlılık gösterdiği açıkça görülmektedir.

Tablo 5.2. Saf ve Pr katkılı Bi-2212 seramik bileşiklerin mikro indentasyon sertlik parametrelerinin uygulanan test yüklerine bağımlılığı

<i>Malzeme</i>	* Bi-2212 seramiklerin korelasyon değerleri
Saf	$y = -0,00713x^3 + 0,04094x^2 - 0,07318x + 0,45918$
Pr/Bi-1	$y = -0,00618x^3 + 0,03578x^2 - 0,06557x + 0,47072$
Pr/Bi-2	$y = -0,00564x^3 + 0,03265x^2 - 0,06092x + 0,48928$
Pr/Bi-3	$y = -0,00820x^3 + 0,04721x^2 - 0,08395x + 0,45473$
Pr/Bi-4	$y = -0,01123x^3 + 0,06420x^2 - 0,11197x + 0,45077$
Pr/Bi-5	$y = -0,01498x^3 + 0,08581x^2 - 0,14853x + 0,44725$
Pr/Bi-6	$y = -0,01734x^3 + 0,09902x^2 - 0,17070x + 0,44383$

*Farklı Pr katkı oran ile hazırlanan tüm Bi-2212 seramiklerin mikrosertlik değerleri ve uygulanan yük arasındaki korelasyon değerleri

Özellikle, en büyük x^3 terimi katsayısı (0,01734) sahip olan kristal örgüsünde en yüksek praseodim içeren Pr/Bi-6 numune uygulanan test kuvvetine karşı en fazla duyarlılık (bağımlılık) göstermiştir. Diğer yandan, en küçük katsayı değeri olan 0,00564'e sahip Pr/Bi-2 materyali, uygulanan kuvvetlere karşı en az duyarlılığı sergilemiştir (Şekil 5.3). Başka bir deyişle, Pr/Bi-2 malzemesi uygulanan test yükleri altında çatlak büyüme boyutunu ve çatlak hızını daha iyi kontrol ettiği bulunmuştur.



Şekil 5.3. En iyi ve en kötü performans sergileyen Pr/Bi-2 ve Pr/Bi-6 numunelerin uygulanan yüke bağımlılıkları

Tersine, daha düzensiz bir kristal yapıya ve daha düşük kristallenme kalitesine sahip Pr/Bi-6 malzemesi, Kristal örgüsünde yeni oluşan kalıcı kristal yapı sorunları, yeni çatlak oluşturan kusurlar ve geri kazanılamayan stres konsantrasyon bölgeleri nedeniyle daha düşük bir uygulanan test yükünde bile kuvvete karşı en duyarlı malzeme olarak görülmüştür. Bu durum SEM inceleme sonuçlarında zaten tartışılmıştır. Aynı zamanda, x^3 teriminin katsayısı, optimum katkılamanın numune yüzey bası artık gerilme bölgelerinin ve yeni kafes gerinim alanlarının oluşumuna yol açtığını (safsızlıklar ile çatlaklar/dislokasyonlar arası etkileşimi tetiklediğini) göstermiştir. Böylece çatlaklar/dislokasyonlar, kristal kafesteki bazı gerinim alanı bölgelerini azaltmak için genel gerinim enerjisini azaltır. Sonuç olarak kaymaya karşı direnç çok daha fazla olur ve çatlak ve dislokasyonların yayılması mümkün olduğu kadar sınırlanır [40].

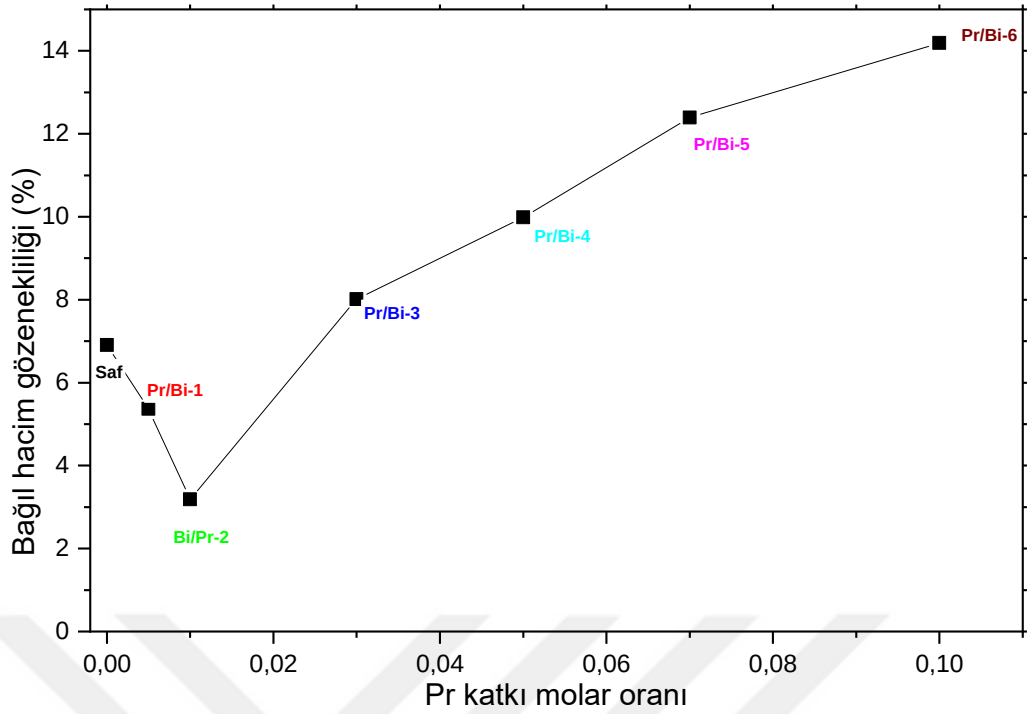
5.1.5 Young Elastisite Modülüne Bağlı Pr/Bi Yer Değiştirmiş Bi-2212 Seramiklerinin Granülerlik Derecesinin Değerlendirilmesi

Tezin bu bölümünde farklı Pr iyon katkı oranında Bi-2212 seramik malzemelerin uygulanan test yükleriyle elastiklik modüllerine bağlı olarak tanecikli

derecesinin (gözeneklilik) değişimine odaklanılmıştır. Bunun nedeni, malzemenin potansiyel mühendislik ve endüstriyel uygulama alanlarında kullanımı için uygulanan test yüklerinin tanecikli derecesi üzerindeki rolünün belirlenmesinin önemli olmasından dolayıdır [45]. Bu kısımda hesaplanan granülerlik derecesi parametreleri, kütle yoğunluğu ölçümlerinden elde edilen değerlerden farklıdır. Burada, granülerlik derecesindeki değişiklik, uygulanan indenasyon test yükleri ile Bi-2212 sistemindeki kalıcı kristal yapı problemlerinin, yeni çatlak başlatıcı kusurların ve geri dönüşü olmayan gerilme konsantrasyon bölgelerinin oluşumuyla ilişkilidir. Bu temelde, gözeneklilik (P) parametrelerinin (elastisite modülüne bağlı) praseodim katkı oranına ve uygulanan test yüklerine bağımlılığı aşağıdaki denklem vasıtasıyla incelenmiştir [44],

$$E = E_0(1 - 1.9P + 0.9P^2) \quad (10)$$

Formülde, E_0 değeri, en yüksek mekanik performans sergileyen Pr/Bi-2 numunesine ait 0.245 N test yükü altında 39,14741 GPa'lık en büyük elastikiyet modül değeridir. Her bir numune için hesaplanan porozite değerleri Tablo 5.3'te sayısal olarak verilmiştir. Tablodan anlaşılabacağı üzere granülerlik derece parametre değerleri için iki farklı davranış ortaya çıkmıştır. İlki, porozite parametresinin, praseodim katkı oranlarının optimum değeri olan $x=0,02$ 'ye kadar düzenli bir şekilde azaldığı ve bu katkı değerinden sonra parametrenin hemen arttığı ve katkı değeri maksimum olduğunda ($x=0,10$) üretilen Pr/Bi-6 materyali için maksimum değerlere ulaştığı gözlemlenmiştir. Tablodan ikinci olarak, granülerlik derecesinin, uygulanan test yüklerinin artmasıyla dramatik bir şekilde arttığı gözlemlenmiştir. Uygulanan girinti kuvveti ile granülerlik derecesindeki değişim, üretilen numunelerin kristal yapılarındaki problemlerin artışı ile ilişkilidir. Ayrıca, tüm Pr katkılı Bi-2212 seramikleri için uygulanan test yüklerinin bir fonksiyonu olarak tanecikli derecelerinin değişimini Şekil 5.4'te detaylı olarak gösterdik.



Şekil 5.4. 2,940 N test yükü altında kristal örgüsüne Pr katkılanmış Bi-2212 numunelerin Young's modülüne bağlı gözenek (%) değişimi

Şekil yardımı ile praseodim iyonlarına bağlı yeni oluşan kalıcı kristal yapı problemlerini, yeni çatlak başlatıcı kusurları, uygulanan girinti test yükleri ile Bi-2212 sistemindeki geri kazanılamayan gerilim yoğunlaşma bölgeleri daha ayrıntılı olarak ele alınmıştır.

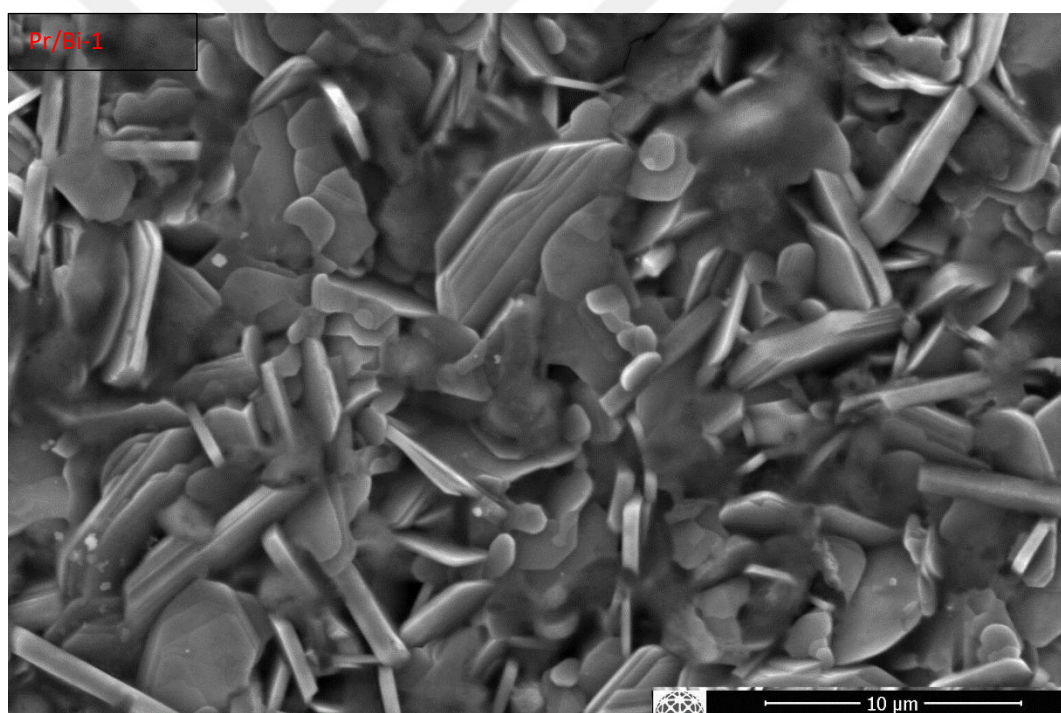
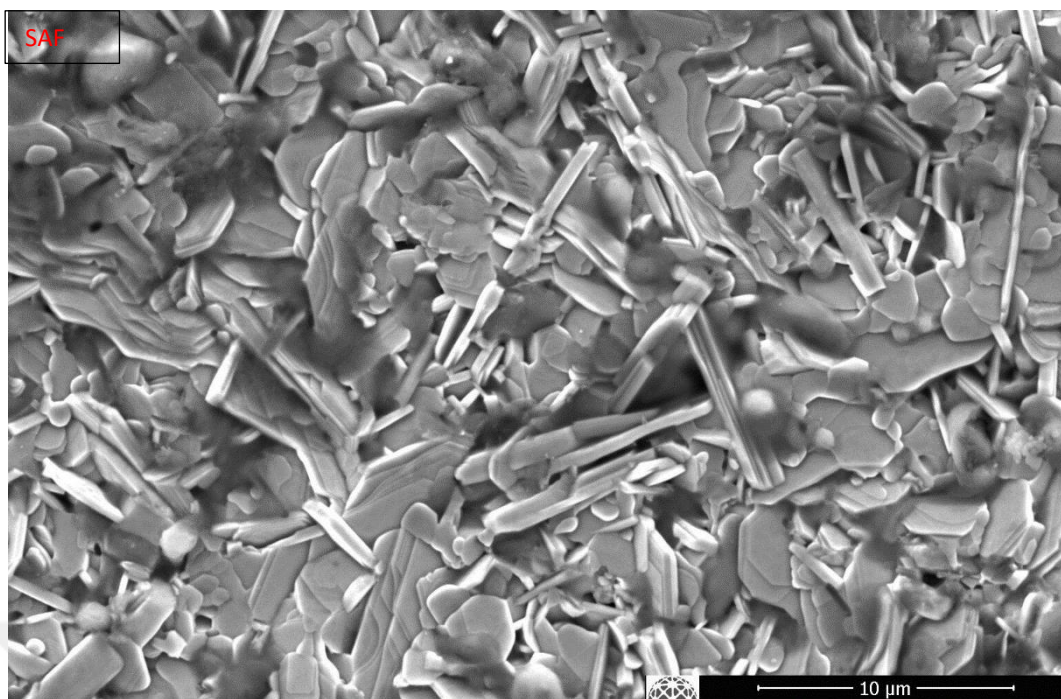
Tablo 5.3. Uygulanan test yüklerinde numunelerin gözeneklilik değişimi

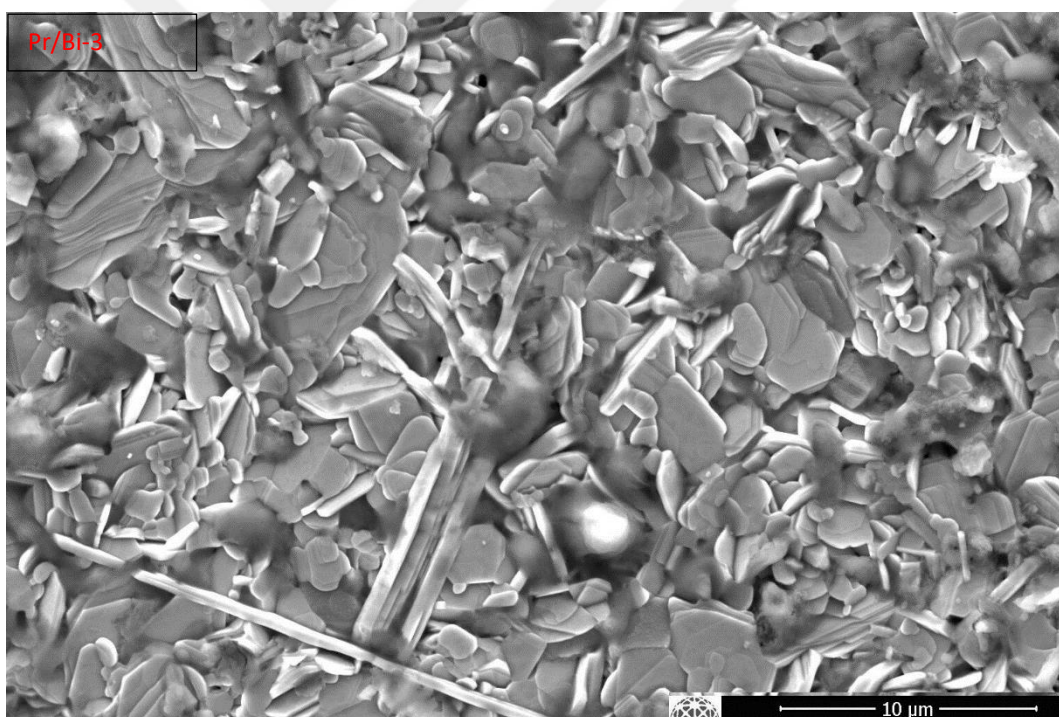
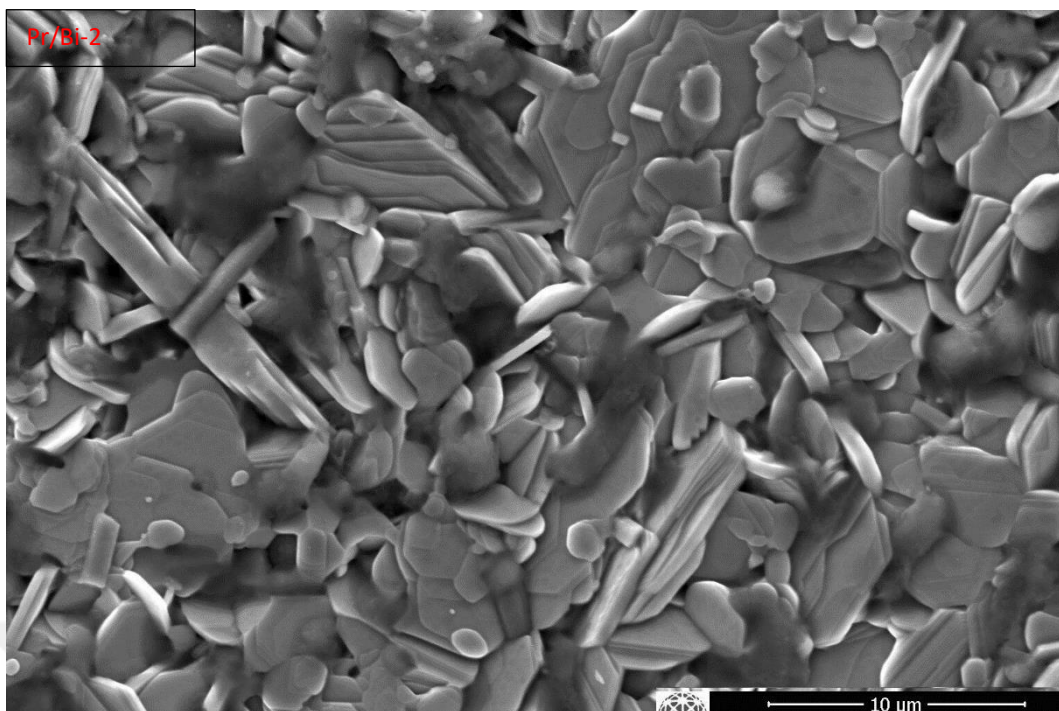
Çalışılan Numunler	Uygulanan Test Yüğü (N)				
	0,245	0,490	0,980	1,960	2,940
	Bağıl hacim fraksiyonu gözenekliliği (%)				
Saf	3,618	5,507	6,297	6,696	6,911
Pr/Bi-1	2,166	3,813	4,603	5,085	5,366
Pr/Bi-2	-----	1,518	2,263	2,821	3,189
Pr/Bi-3	4,356	6,548	7,434	7,843	8,012
Pr/Bi-4	5,430	8,328	9,506	9,837	9,982
Pr/Bi-5	6,639	10,556	12,090	12,390	12,392
Pr/Bi-6	7,628	11,893	13,977	14,124	14,191

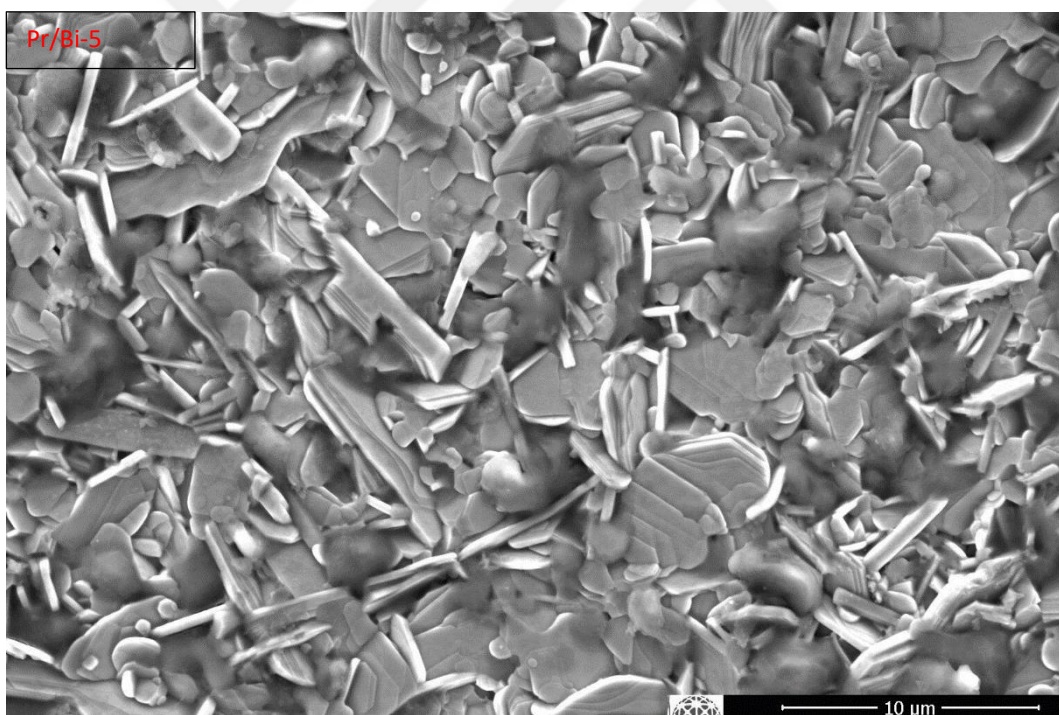
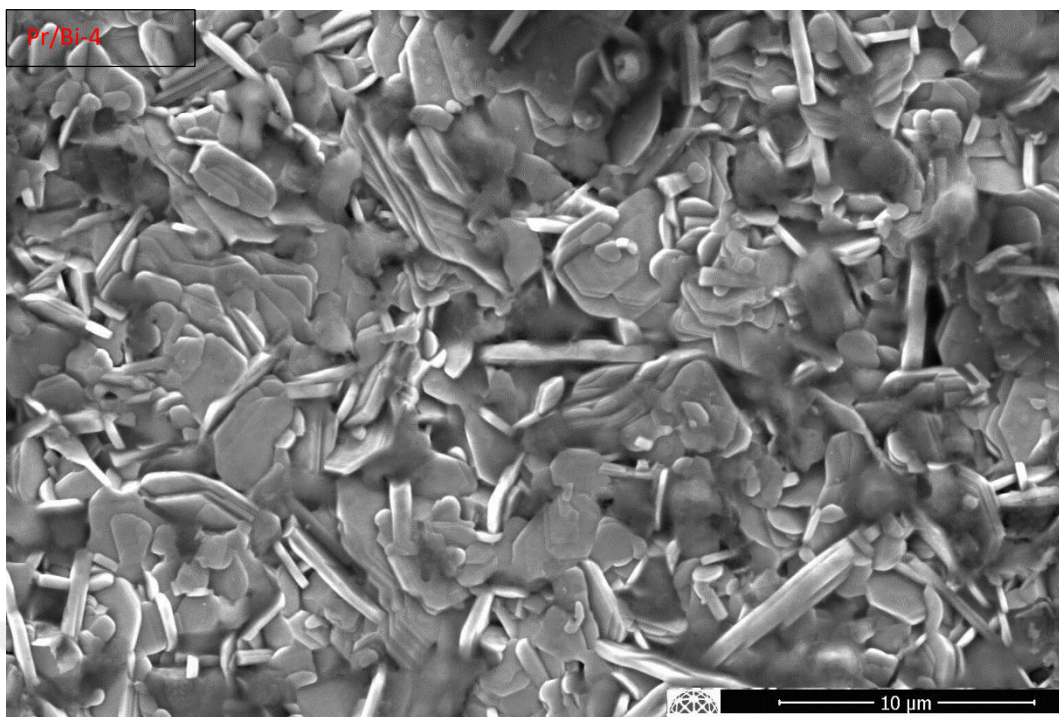
Şekil 5.4, Pr/Bi-6 numunesinde gözeneklerin, uygulanan test yüklerine en fazla hassasiyet nedeniyle önemli bir artış sergilediğini göstermektedir. Ayrıca, göreceli hacim fraksiyonu porozite parametrelerinin, doygunluk sınır bölgesi olarak adlandırılan (yük bağımsız bölgeler) 2 N uygulanan test yüküne kadar dramatik bir şekilde arttığı, bu noktadan sonra porozite parametrelerinin neredeyse sabit kaldığı gözlemlenmiştir. Yani, yeni oluşturulan kalıcı yapısal hatalar, çatlak başlatan kusurlar ve kurtarılamayan gerilim yoğunlaşma bölgeleriyle ilgili kristal yapı problemlerindeki ciddi artış, Pr katkılı Bi-2212 seramiklerin doyma sınır bölgelerine kadar meydana gelmiştir. İncelenen numunelerden Pr/Bi-5 ve Pr/Bi-6'nın göreceli hacim fraksiyonu gözeneklilik parametrelerinin, uygulanan test yüklerine karşı daha yüksek şekilde, uygulanan test yükleri ile kristal yapı problemlerindeki artışı gözlemlemek için en iyi (Pr/Bi-2) ve en kötü (Pr/Bi-6) malzemeler için Pr/Bi yer değiştirme oranı ile 2,940 N test yükü altında bağlı gözeneklilik parametrelerindeki değişimi grafiksel olarak gösterdik. Daha detaylı olarak, granülerlik derecesinde praseodim iyonlarının dağılımına bağlı olarak %1,518'den %14,191'e güçlü bir artış olmuştur. Granülerlik derecesindeki hızlı artış, Pr katkılı Bi-2212 malzemelerin kristal yapısında aktif kayma sistemlerindeki dramatik azalma ve dislokasyon ve çatlakların ilerlemesindeki hızlı artıştan kaynaklanmaktadır. Bu nedenle, malzemeler arasında Pr/Bi-6 malzemesi uygulanan test yükü altında en kötü mekanik performans davranışlarını sergilemiştir. Bunun tersine, optimum praseodim katkılama durumunda, dayanıklı tetragonal fazın stabilizasyonuna neden olmuştur. Tüm deneysel bulgular, teorik sonuçlar ve ilgili tartışmalar SEM görüntüleri ile kapsamlı bir şekilde desteklenmiştir.

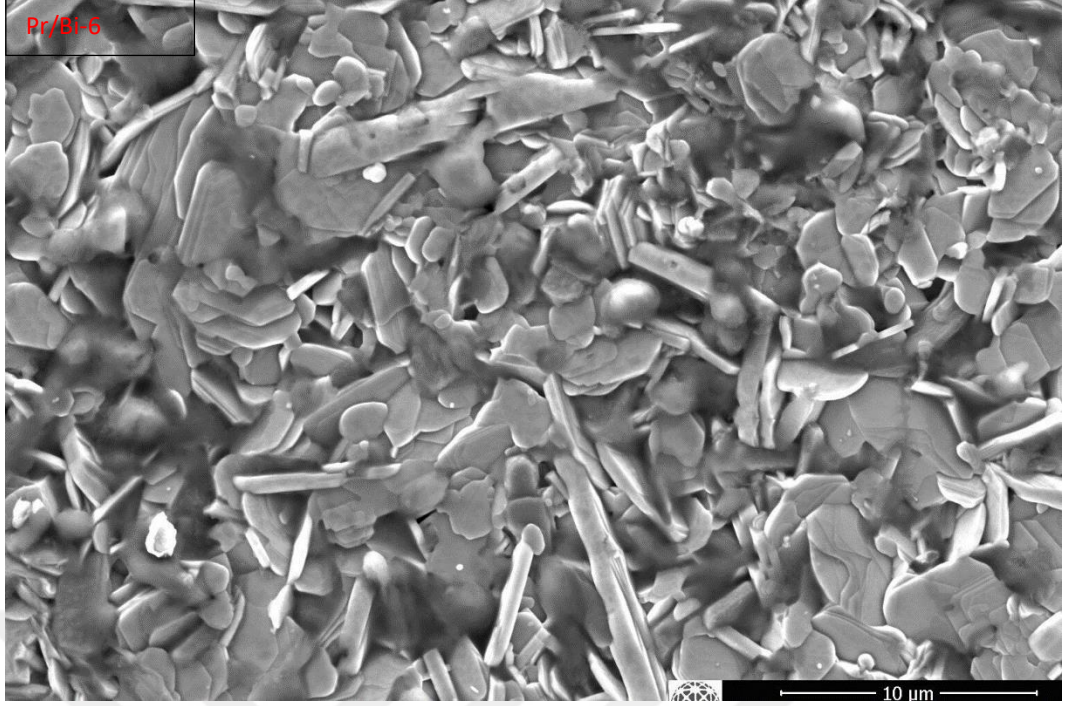
5.2 Taramalı Elektron Mikroskobu İncelemesi

Kristal örgüde Pr/Bi yer değiştirilmiş Bi-2212 materyallerin praseodim katkı oranına bağlı kristal kalitesi ve yüzey morfolojilerindeki (katmanlı yapı görünümü, mikrokristal birleşme yönelimleri, kısmi erime bölgeleri, parçacık büyüklük dağılımları, homojen yüzey görünümü, iç yapısal bozuklukları-kusurları/boşlukları, dislokasyonları/çatlakları, tane hizalama dağılımları, mikro gözenekleri ve tane sınırları birleşme-bağlantı durumları) değişimleri taramalı elektron mikroskobu kullanılarak incelendi. SEM fotoğrafları 20 kV gerilimde 10000X büyütme oranında çekildi. SEM incelemesinden elde edilen sonuçlar ile Vickers sertlik parametrelerindeki değişimler de detaylı olarak tartışıldı. Şekil 5.4'a-g'de tüm Pr/Bi yer değiştirilmiş Bi-2212 seramik malzemelere ait SEM resimleri görülebilir. Kristal örgüde praseodim iyonlarının varlığı Bi-2212 bileşiklerinin kristal kalitesini ve yüzey morfolojisi görünümünü önemli ölçüde etkilediği görüntülerden açıkça görülmektedir.









Şekil 5.5. a-) Saf, b-) Pr/Bi-1, c-) Pr/Bi-2, d-) Pr/Bi-3, e-) Pr/Bi-4, f-) Pr/Bi-5 ve g-) Pr/Bi-6 numunelerin SEM görüntüleri

Ayrıyeten, katkı miktarı arttıkça Pr iyonlarının taneler arası bölgeler boyunca birikmesi nedeniyle örneklerin yüzeyine farklı etkiler oluşturduğunu işaret etmektedir. Bu bağlamda, SEM fotoğrafları Bi-2212 materyallerinin temel yüzey morfoloji özellikleri ve buna bağlı mekanik performans parametrelerin artıp iyileşip kötüleşmesi adına önemli dönüm noktalarının olduğu açıkça göstermektedir. Figür 5a-g, saf ve Pr katkılı Bi-2212 seramiklerinin taneli kristal yapıya ve rastgele hizalanmış pul tabakalı görsel dağılımına sahip olduğunu göstermektedir. Pr/Bi yer değiştirme değerinin optimum değere ($x=0,02$) doğru artması ile tanelere ait plak benzeri pul tabaka oluşumunun dramatik bir şekilde güçlendiği gözlemlenmiştir. Ancak, kristal örgüde praseodim iyonlarının artması hem kısmi erime bölgelerinin oluşmasına (safsızlık erime noktasını düşürmüştür) hem Bi-2212 tanelerin tipik pul tabaka yapı oluşumunda bir azalmaya neden olmuştur. Bu yüzden, fazla Pr iyon katkılanması farklı mikrokristal birleşme yönelimlerine ve parçacık büyüme dağılımlarına neden olmuştur. Bu bağlamda en homojen yüzey görünümüne sahip Pr/Bi-2 materyali en iyi kristal kalitesini ve bitişik katmanlarla en ideal bağlantılı, en yoğun (pürüzsüz) yüzey morfolojisini, en ideal tipik pul tabaka yapısını, en büyük parçacık dağılımını ve yönelimlerini gösterdiği görülmüştür (Figür 5c). Ayrıyeten, bu numunenin yüzey morfolojisi, en az gözenekli yapıya ve dolayısı ile

taneler arasındaki en iyi etkileşime sahiptir. Kısaca, elde edilen görüntüler $x=0,02$ Pr/Bi yer değiştirme oranı bitişik katmanlar arasındaki tane sınırı bağlantı-problemlerini aşmak için önemli bir çözüm olduğu bulunmuştur. Buna bağlı olarak optimum Pr iyonu katkılanmaya tabi tutulan Bi-2212 seramik bileşiği, stres kaynaklı faz geçişinin baskılanması nedeniyle en yüksek dayanıklı tetragonal faz ve temel mekanik performans özelliklerini sergilemiştir. Böylece, kristal yapıda ideal yer değiştirme oranı tipik Bi-2212 kristal yapısını stabilize etmiştir. Diğer yandan, örgüde fazla praseodim iyonlarının varlığı ana matrisin erime noktasının düşmesine neden olmuştur. İşte tam da bu nedenden dolayı, Pr/Bi yer değiştirmiş Bi-2212 numunelerin (özellikle Fig5f ve g'deki Pr/Bi-5 ve Pr/Bi-6 örnekleri) için kısmi erime bölgeleriyle karşılaşmak normaldir. Ayrıca, örgüde praseodim iyonların aşırı olması bu iyonların taneler arası bölgeler boyunca birikmesine neden olabileceği de SEM fotoğraflarından gözlenmiştir. Bu sonuçlar neticesinde, taneler arası bölgeler boyunca Pr iyonlarının fazla birikmesi Bi-2212 sisteminde stres kaynaklı faz geçişini, geri dönüşü olmayan kristal yapı problemlerini, mikro gözenekleri, tane sınırı bağlantı problemlerini, çatlak başlatıcı kusurları ve stres yoğunlaşma bölgelerini yeniden canlandırmıştır. SEM incelemesinden elde edilen tüm bulgular mikrosertlik sonuçlarından çıkarılan tüm sonuçları desteklemektedir.

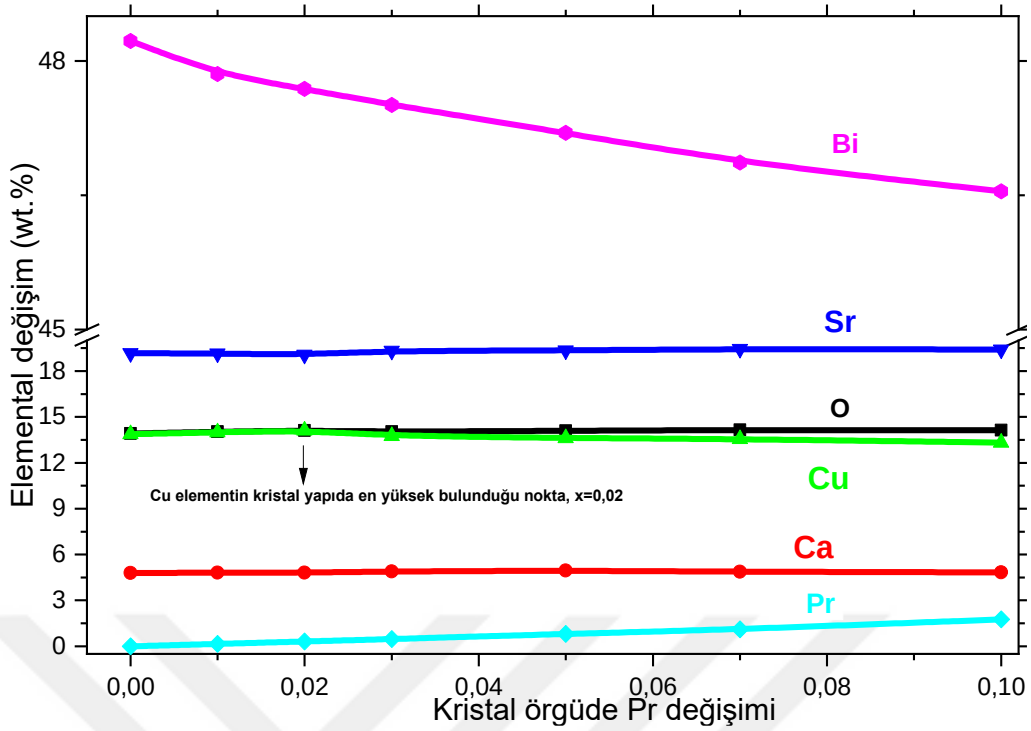
5.3 Enerji-Ayrılmış X-Ray Spektrometresi Araştırmaları

Saf ve farklı molar oranda Pr/Bi yer değiştirmiş Bi-2212 numunelerin yerel element bileşimlerinin dağılımları, seramik matrisinde praseodim iyonlarının istenilen oranda katkılanıp katkılanamadığını belirlemek için elektron dağılımlı X-ışını (EDX, bazı kaynaklarda Elektron dağılımlı X-ışını diye de geçer) ölçüm tekniği kullanılarak kapsamlı bir şekilde incelenmiştir. Kompozisyon dağılımlarına ilişkin sayısal değerler Tablo 5.3'te detaylı olarak verilmiştir.

Tablo 5.4. Yerel element bileşimi dağılımları için elektron dağıtıcı X-ışını sonuçları

İçeri k	Dalga Boyu	İçeriğin Dağılımı (ağırlıkça %)						
		Saf	Bi/Pr-1	Bi/Pr-2	Bi/Pr-3	Bi/Pr-4	Bi/Pr-5	Bi/Pr-6
Bi	L _α	48,224	47,853	47,687	47,507	47,195	46,866	46,542
Sr	L _α	19,176	19,151	19,063	19,331	19,346	19,445	19,399
Ca	K _α	4,8	4,811	4,805	4,896	4,96	4,873	4,838
Cu	K _α	13,885	13,998	14,119	13,766	13,613	13,549	13,321
O	K _α	13,915	14,025	14,01	14,036	14,087	14,155	14,132
Pr	K _α	0	0,162	0,316	0,464	0,799	1,112	1,768

Tablo 5.3'teki element bileşimlerinin dağılımlarının numuneden numuneye değişmesi kristal örgüde Pr/Bi yer değiştirmenin başarı ile gerçekleştiğini göstermiştir [46]. Ayrıca, tablodan katkı molar oranının artması ile elementinin praseodim atomlarının yerel dağılımının Bi-2212 seramik sisteminde arttığı görülmektedir. Bunun nedeni hem tane içi hem de özellikle taneler arası bölgelerdeki praseodim iyonlarının tavlama sıcaklığı değerlerine bağlı olarak artmasıdır. Bu bulgu zaten diğer bölümler tarafından da doğrulanmıştır. Şekil 5.5'te element kompozisyonu dağılımlarının Pr iyonlarının katkılama değerlerine göre değişimi görülmektedir.



Şekil 5.6. Pr katkılı Bi-2212 seramiklerin yerel element bileşimlerinin dağılımları,

Ayrıyeten, Şekil 5.5 kalsiyum, stronsiyum ve oksijen bileşenlerinin, saf ve diğer Pr/Bi yer değiştirmiş Bi-2212 materyalleri için neredeyse sabit olduğu, bakır iyonlarının da diğer iyonlara kıyasla göreceli değiştiğini (bir artış veya azalma eğilimi) görülmektedir. Bu bağlamda, Pr/Bi-2 numunesi kristal örgüsünde %14,119 oran ile en çok bakır iyonları bulunduran materyal olarak bulunmuştur. Bi-2212 kristal sistemindeki bismut iyonlarının değişimine gelince, Bi iyon dağılımı için element bileşiminde %48,224'ten (saf numune için) %46,542'ye (Pr/Bi-6 malzemesi için) sistematik bir azalma gözlemlenmiştir. Bu durum, praseodim atomlarının, Bi-2212 kristal sistemde çoğunlukla kristal sistemdeki bismut iyonları ile yer değiştirebileceği gerçeğine dayanır. Belki 'de, Bi-2212 kristal kafeste praseodim atomlarının bismut iyonları ile olası bir yer değişimi, yüzey morfolojisi görünümünde, kristal kalitesinde, dayanıklı tetragonal faz artışında, mekanik performansında, mekanik karakteristik davranış özelliklerde önemli değişmelere neden olmuştur. Bununla birlikte, daha önemli sonuç, maksimum bakır iyonlarına sahip Pr/Bi-2 malzemesinin en yüksek kristallik kalitesini, en iyi homojen yüzey görünümünü ve en büyük mekanik performans özelliklerini sergilemesidir. Başka bir deyişle optimum praseodim iyonlarının varlığı, Bi-2212 seramik matriste maksimum bakır dağılımına yol açarak yabancı ve ana atomlar arasında yeni ve güçlü kimyasal bağların oluşmasına neden olmuştur. Benzer bulgular (Bi-bazlı

seramik materyallerde Bi-siteler için herhangi bir katyonla ile yer deęiřtirme mekanizmasına baęlı performans artışı) literatürde de görülebilir [47].

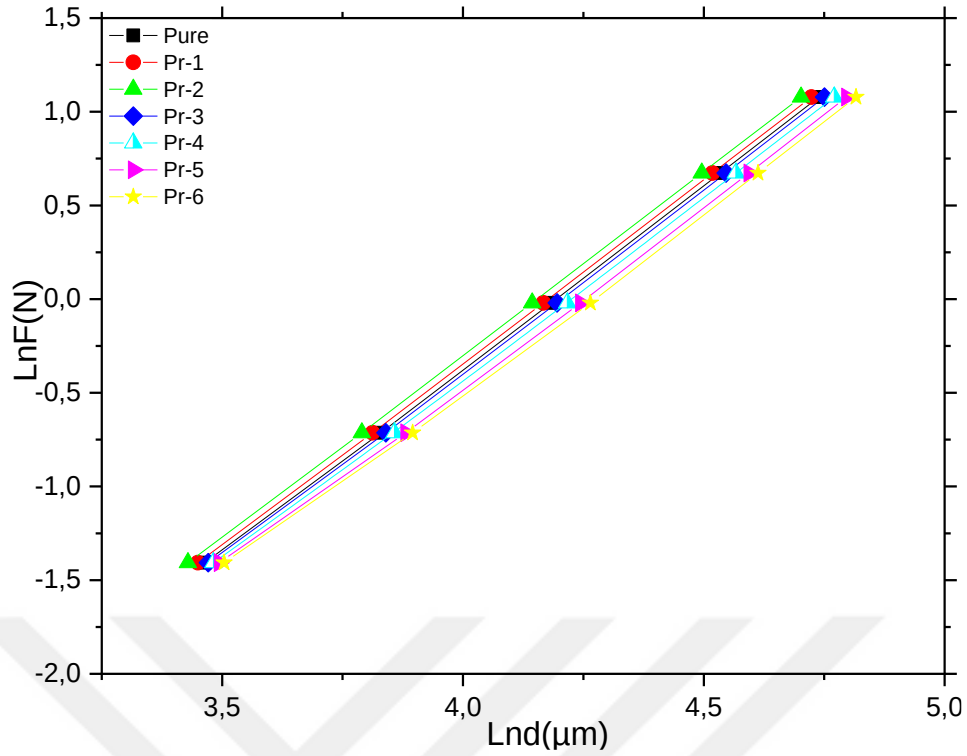
5.4 Vickers Mikro-İndentasyon Sertlik Testlerinin Teorik Modellerle Analizi

5.4.1 Meyer Yasasına (MY) Göre Analiz

Tez kapsamında hazırlanılan Pr katkılı Bi-2212 malzemelerin yükten bağımsız gerçek/doęru Vickers mikrosertlik deęerlerini incelemek amacıyla ilk olarak Meyer yasası (ML) kullanılmıştır. Bu yöntemden elde edilen Meyer sayısı (n) alışılan materyalin tipik ISE veya tipik olmayan RISE özelliklerini sergilediğine karar vermede kullanılır. Meyer sayısı doğrudan uygulanan entik yük ile girinti diyagonal uzunluğu arasındaki ilişkidenden elde edilir. Meyer yasasına göre, Denklem 8 řu řekildedir [46]:

$$F = A_{Meyer} d^n \quad (9)$$

Burada, n Meyer numarasını ifade ederken, A_{Meyer} deęeri standart mikrosertlik sonucunu gösterir. Bilindięi üzere, literatürde n deęeri için üç deęer ($n > 2$, $n < 2$ ve $n = 2$) vardır ve burada 2 kritik bir deęere sahiptir. Bir malzeme n parametresi 2'den büyük olduęunda ($n > 2$), malzeme tipik olmayan RISE özelliğini gösterirken n, 2'den küçükse, malzeme karakteristik ISE özelliğini gösterir. Ayrıca, n sayısı 2'ye eřit olduęunda, Vickers sertlik parametreleri tamamen uygulanan yükten bağımsız olduęu bilinmektedir [48].



Şekil 5.7. $\text{Bi}_{2.0-x}\text{Pr}_x\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_y$ seramiklerin $\ln(F)$ 'nin $\ln(d)$ 'ye bağımlılığı

Bu çalışma için, n değerleri Şekil 5.6'da verilen $\ln(d)$ versus $\ln(F)$ grafiklerinden elde edilmiştir. Deneysel eğrilerde bulunan n ve A_{Meyer} değerleri Tablo 5.4'te listelenmiştir.

Tablo 5.5. Bi-2212 seramikleri için altı yarı deneysel mekanik modelleme yaklaşımından çıkarılan mikro sertlik parametreleri

Örne kler	Meyer's Law		PSR Model		MPSR Model			HK Model	
	$A_{\text{MEYER}} \times 10^{-4}$ ($\text{N}/\mu\text{m}^2$)	n	$\alpha \times 10^{-4}$ ($\text{N}/\mu\text{m}$)	$\beta \times 10^{-4}$ ($\text{N}/\mu\text{m}^2$)	$W \times 10^{-2}$ (N)	$A_{0\text{MPSR}} \times 10^{-3}$ ($\text{N}/\mu\text{m}$)	$A_{1\text{MPSR}} \times 10^{-4}$ ($\text{N}/\mu\text{m}^2$)	$W \times 10^{-1}$ (N)	$A_{3\text{HK}} \times 10^{-4}$ ($\text{N}/\mu\text{m}^2$)
Saf	2,815	1,951	5,936	2,194	1,241	1,481	2,227	0,171	2,236
Bi/Pr-1	2,885	1,953	6,086	2,265	0,440	4,449	2,277	0,181	2,307
Bi/Pr-2	2,998	1,954	6,290	2,366	0,375	7,595	2,357	0,191	2,409
Bi/Pr-3	2,825	1,945	6,423	2,139	1,970	-0,523	2,189	0,180	2,185
Bi/Pr-4	2,888	1,932	7,595	2,039	3,374	-4,138	2,122	0,205	2,095
Bi/Pr-5	2,993	1,913	9,104	1,918	5,848	-	2,054	0,231	1,986
Bi/Pr-6	3,078	1,898	10,400	1,831	6,749	-	1,983	0,267	1,907

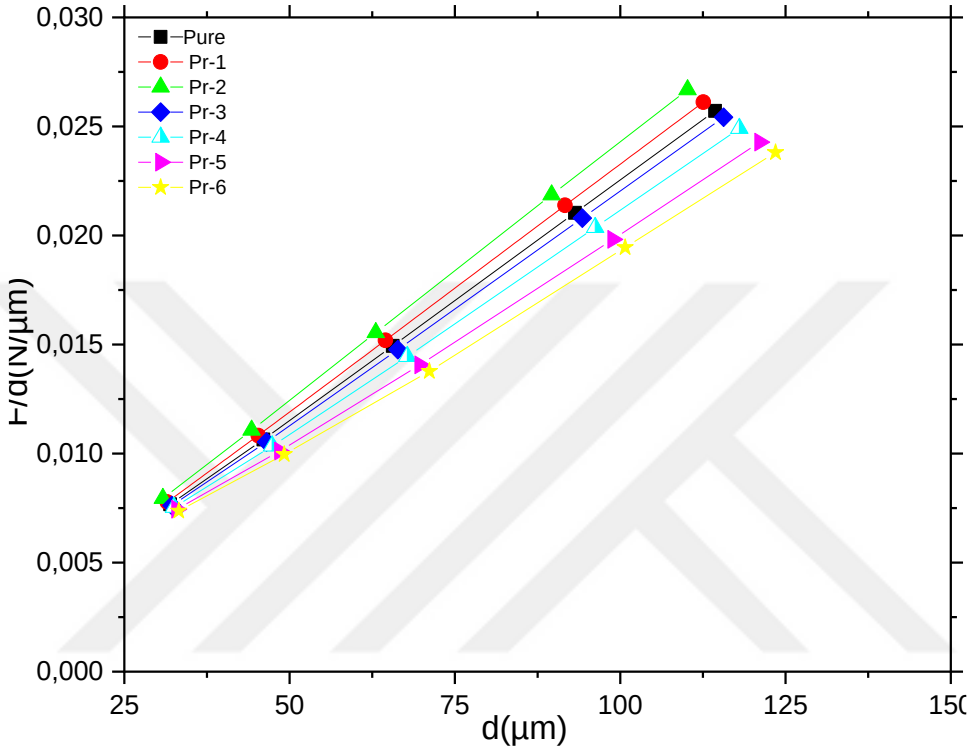
Tablodan görüleceği üzere, n değerleri Pr/Bi konsantrasyon miktarına bağlıdır ve 2'nin kritik değerinden daha düşük olarak tespit edilmiştir. Buna göre, üretilen her bir örnek geleneksel ISE özelliği göstermektedir [49, 50]. Bu nedenle, tez kapsamında üretilen tüm materyaller tipik ISE değerini göstermiştir. Bu durum Vickers sertlik bulguları kısmında detaylı olarak zaten tartışılmıştı. Burada, numuneler üzerine test yükü uygulandığında seramik sistemdeki elastik karakteristik davranışın baskınlığı sonucunda kristal yapısında aynı anda hem elastik hem de plastik deformasyonları sergilediği söylenebilir. Ayrıca en büyük n değeri 1,954 olarak Pr/Bi-2 numunesi olarak bulunmuştur. Böylece kristal örgüde praseodim iyonları katkı oranı $x=0,02$ iken Bi-2212 seramik malzemesi en büyük karakteristik ISE davranışını sergiler.

5.4.2 Orantılı Numune Direnci (PSR) Modeli

Tez kapsamında çalışılan numunelerin gerçek mikrosertlik performans parlamenterlerin incelenmesi kısmında ikinci model orantısal numune direnci (PSR) yaklaşımıdır ve bu yaklaşım 1993'ten beri yaygın olarak kullanılmaktadır. Genel olarak, bu mekanik karakteristik inceleme yaklaşımında çalışılan materyalin yüzeyindeki yapısal problemlere (içsel kusurlar, mikrokristal birleşme yönelimleri, tane hizalaması dağılımları, mikroskobik yapısal problemler, mikro boşluklar, vb.) dayalı olarak enerji dağılımı açısından orijinal ve yüke bağlı Vickers sertlik parametrelerini incelemek için uygun bir yöntemdir [51]. Çalışılan mekanik model, malzemelerin temel mekanik özellikleri arasında güçlü bir bağlantı kurmada çok başarılıdır. Dolayısıyla, PSR modeli hesaplama sürecinde hem yüzey enerjisini (α olarak kısaltılmış) hem de mikrosertlik parametrelerini (β) birlikte içerir [52, 53]. Modelde α katsayısı çalışılan materyallerin mekanik karakteristik özelliklerini belirlemede önemli rol oynar. α pozitif yüzey enerji değeri hazırlanan seramik örneğin karakteristik ISE (mikrosertlik değerlerinin uygulanan kuvvet ile lineer olmayan azalması) özelliğini gösterdiği anlamına gelir. Öte yandan, negatif α enerji değeri ise örneklerin RISE (mikrosertlik değerlerinin uygulanan kuvvet ile lineer olmayan artması) özelliğini göstermektedir. Buna göre yüzey enerjisinin değeri aşağıda verilen Denklem 9'dan hesaplanır.

$$F = \alpha d + \beta d^2 \quad (10)$$

Hazırlanan $\text{Bi}_{2.1-x}\text{Pr}_x\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_y$ seramik malzemelerinin α ve β değerlerini hesaplamak için F/d 'nin d 'ye göre değişim grafikleri Şekil 5.7'de verilmiştir.



Şekil 5.8. $\text{Bi}_{2.0-x}\text{Pr}_x\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_y$ seramiklerinin ortalama girinti köşegen uzunluğunun (d) girinti testi yüklerindeki (F/d) değişim grafikleri.

Şekilden görüldüğü gibi, praseodim katkısı numunelerin genel mekanik dayanıklılığı, mekanik mukavemeti, dayanıklı tetragonal faz stabilizasyonunu ve yorulma nedeniyle kırılmayı ciddi şekilde etkilediği kaydedilmiştir. Mekanik eğrilerdeki önemli farklılıklar, Bi-2212 seramik sistemine yeni kuvvet bariyer bölgelerinin oluşmasından ve özellikle yeni yüzey bası artık gerilme bölgelerinin ve kayma sistemlerinin oluşmasındandır. Benzer şekilde, Kristal örgüde Pr iyonları varlığı materyallerin kristalindik kalitesindeki iyileşme veya kötüleşmesi, çizilen eğrilerin şeklini önemli ölçüde etkilemiştir. Saf ve kristal örgüde Pr/Bi yer değiştirmiş Bi-2212 seramik materyaller için ekstrapolasyon yönteminden hesaplanan α ve β parametreleri Tablo 5.5'te gösterilmiştir. Tablo 5.5'teki sonuçlara göre, tez kapsamında üretilen her numunenin α sabitleri farklı değerde ancak pozitif

olarak bulunmuştur. Bu bağlamda, üretilen tüm numunelerin tipik ISE davranışı sergilediği bulunmuştur.

Bu bağlamda, elastik geri kazanım (kristal sistemde hem tersinir hem de geri dönüşümsüz deformasyonun eşzamanlı üretimi) tüm seramik malzemeler için baskın bir karakter oynamıştır. Sayısal olarak, Bi-2212 seramik sistemlerinin α sabitleri değerleri, kristal örgüde Pr iyonu artması ile $5,936 \times 10^{-4} \text{ N}/\mu\text{m}$ ile $10,400 \times 10^{-4} \text{ N}/\mu\text{m}$ aralığında hesaplanmıştır. Öte yandan, çalışılan numunelerin β katsayısında Pr iyonunun belli bir değere kadar artması ile artma gözlemlenirken bu kritik değer sonrası azalmalar tespit edilmiştir. Bu kapsamda, Pr/Bi-2 malzemesi en büyük $2,366 \times 10^{-6} \text{ N}/\mu\text{m}^2$ β değerine sahipken Pr/Bi-6 materyali en küçük değeri $1,831 \times 10^{-6} \text{ N}/\mu\text{m}^2$ sergilemiştir. Diğer malzemeler, sırasıyla saf, Pr/Bi-1, Pr/Bi-3, Pr/Bi-4, Pr/Bi-5 ve Pr/Bi-5 örnekleri için $2,194 \times 10^{-6} \text{ N}/\mu\text{m}^2$, $2,265 \times 10^{-6} \text{ N}/\mu\text{m}^2$, $2,139 \times 10^{-6} \text{ N}/\mu\text{m}^2$, $2,039 \times 10^{-6} \text{ N}/\mu\text{m}^2$ ve $1,918 \times 10^{-6} \text{ N}/\mu\text{m}^2$ gibi β değerlerine sahiptir. β değerlerindeki uygulanan kuvvete ve Pr katkı oranına bağlı bu değişim, Pr/Bi-6 materyalinin en yüksek tetragonal fazı gösterdiği ve uygulanan test yüklerine karşı en az tepkiyi verdiği sonucunu ortaya koymuştur. Öte yandan, Bi-2212 kristal yapıya aşırı praseodim katkılama, Bi-2212 seramik sisteminde geri dönüşü olmayan kristal yapı problemlerine, tane granülasyonun artmasına ve geri kazanılamayan stres bölgelerinde dramatik bir artışa neden olmaktadır. Kristal yapıda bu değişimler Pr/Bi katkılı Bi-2212 kristal sistemindeki stres indükleyici fazın artmasına yol açmıştır. Kısacası, aşırı praseodim katkısı, plato sınır bölgelerini daha az test yükü dayanım bölgelerine doğru kaydırmıştır.

Ayrıca bu yarı-deneysel hesaplama modülü, Pr katkılı Bi-2212 seramik numunelerin doyma sınır bölgelerindeki yükten bağımsız mikrosertlik değerlerini aşağıda verilen bağıntı yardımıyla değerlendirmemize olanak sağlamıştır.

$$H_{PSR} = 1854.4\beta \quad (11)$$

Plato sınır bölgelerindeki mekanik sertlik hesaplamalarına ilişkin sonuçlar Tablo 5.5'te verilmiştir.

Tablo 5.6. Doyma sınır bölgelerinde yarı ampirik yaklaşım modelleriyle belirlenen yükten bağımsız mikrosertlik değerlerinin (H_{PSR} , H_{MPSR} , H_{EPD} , H_{HK} ve H_{IIC}) karşılaştırılması.

<i>Sampl es</i>	H_{PSR} (GPa)	H_{MPSR} (GPa)	H_{EPD} (GPa)	H_{HK} (GPa)	H_{IIC} (GPa)	H_v (GPa)
<i>Saf</i>	0,407	0,413	0,407	0,415	0,426	0,417-0,445
<i>Bi/Pr-1</i>	0,420	0,422	0,420	0,428	0,440	0,430-0,458
<i>Bi/Pr-2</i>	0,439	0,437	0,439	0,447	0,460	0,449-0,477
<i>Bi/Pr-3</i>	0,397	0,406	0,397	0,405	0,418	0,407-0,439
<i>Bi/Pr-4</i>	0,378	0,393	0,379	0,388	0,403	0,391-0,429
<i>Bi/Pr-5</i>	0,356	0,381	0,356	0,368	0,385	0,371-0,419
<i>Bi/Pr-6</i>	0,339	0,368	0,340	0,354	0,372	0,357-0,411

Modül hesaplamaları ve deneysel bulgular arasındaki karşılaştırmaya göre yapılan hesaplamaların Bi katkılı Bi-2212 seramik materyallerin gerçek orijinal mikrosertlik değerlerinden oldukça küçük bulunduğu görülmüştür. Sonuç olarak, PSR yarı-ampirik mekanik modelinin genel mekanik dayanıklılık, mekanik dayanım, dayanıklı tetragonal faz stabilizasyonu, karakteristik davranışı ve yorulma yoluyla kırılmayı uygulanan test yüklerine göre analizinde başarılı olduğu kaydedilmesine rağmen, plato sınır bölgesinde sertlik parametrelerinin incelenmesinde ise başarısız olduğu kaydedilmiştir [54].

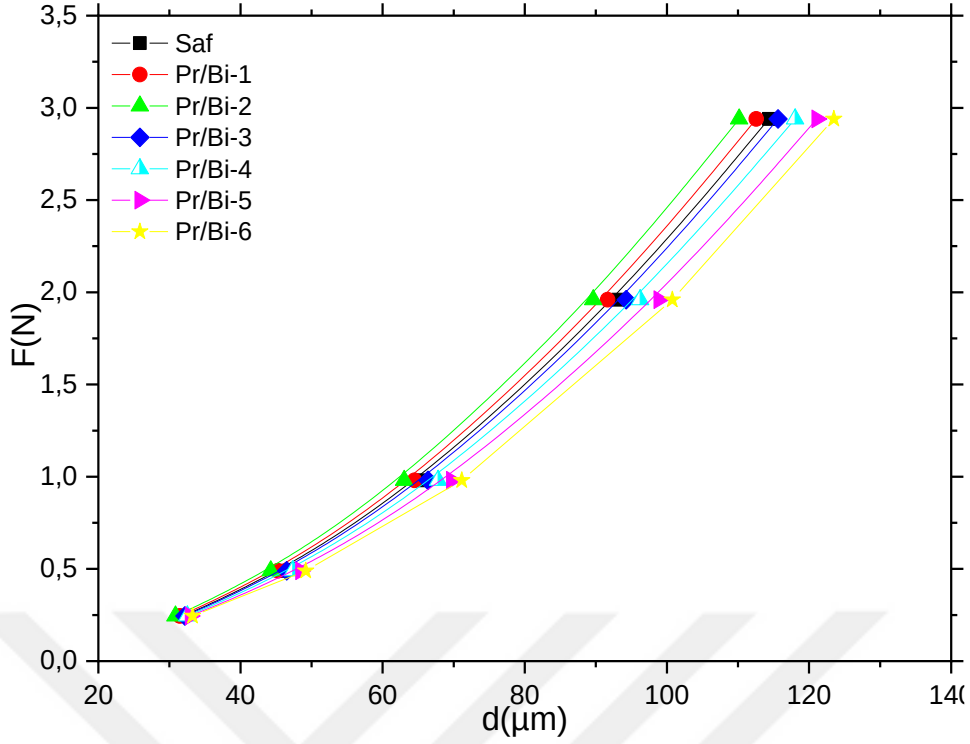
5.4.3 Malzemelerin Plato Sınır Bölgesindeki Dayanıklı Tetragonal Faz Geçişinin Ve Mekanik Karakteristik Davranışlarının MPSR Yaklaşımıyla İncelenmesi

Gong ve arkadaşları tarafından PSR modelinin modifiye edilmesiyle elde edilmiş bir metottur [46] ve bu model materyallerin dayanıklı tetragonal faz geçişini, mekanik dayanıklılığını, mekanik karakteristik davranışını ve orijinal mikrosertlik parametrelerini plato sınır bölgesinde incelemek için yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. PSR yarı deneysel hesaplama modülünün modifikasyonunda, tez kapsamında üretilen numunelerin yüzeyindeki çentik diyagonal uzunluğu ile ilişkili bir minimum test yükü (W_{MPSR}) bulunmakta ve W_{MPSR} parametresinin değeri

(yüzey gerilim enerjisi ile ilişkili) üzerinde, plastik deformasyon hemen başlar. Dolayısıyla, sayısal değere dayanarak bir malzemenin mekanik karakteristik davranışı doğrudan belirlenebilir. Bu bağlamda, W_{MPSR} sabiti için negatif değer RISE davranışını işaret ederken tipik ISE özelliği gösteren malzemeler pozitif W parametrelerine sahiptir. Böylece M_{PSR} yarı-deneysel modeline ilişkin formül aşağıda verilmektedir.

$$F = W_{MPSR} + A_{0MPSR}d + A_{1MPSR}d^2 \quad (12)$$

Burada A_{0MPSR} ve A_{1MPSR} katsayıları, birim hacmin geri dönüşümsüz deformasyonuna yol açan kristal yapı sorunlarının, tane sınırı zayıf etkileşimlerinin, çatlamanın, taneciklilik derecesinin, kurtarılamayan stres/gerilim arttırıcı bölgelerinin ve kristal sistemdeki düzensiz tane yönelimlerinin dağılımının varlığına bağlı enerji kaybı katsayılarını sembolize etmektedir. A_{0MPSR} katsayısının değeri, yüzey enerjisini hesaplamak için yük bağımlı mikrosertlik değerini tanımlarken, A_{1MPSR} parametresinin sabiti yük bağımsız sertlik sabiti olarak tanımlanmıştır. Ayrıca $d=0$ 'a eşit olduğunda numunenin direnci sıfır olur. Bu nedenle numunede kalıcı deformasyonun oluşması için gereken minimum yük miktarının da sıfır olması gerekir. Bu nedenle, serbest yay gibi davranan sistemde kalıcı deformasyonların oluşması için uygulanan test yükleri altındaki her bir bileşik için bağımsız olarak ele alındığında W_{MPSR} gibi sabit bir yüke ihtiyaç duyulur. Kısaca W_{MPSR} sabitinin değeri, uygulanan girinti testi yükleri altında bir malzemenin ne kadar deforme olabileceğine işaret eder. İncelenen tüm numunelerin girinti test yükünün (F) ortalama girinti köşegen uzunluğu (d) ile değişimine ilişkin deneysel eğriler, Şekil 5.8'de ayrıntılı olarak gösterilmiştir.



Şekil 5.9. Kristal örgüye Pr katkılı Bi-2212 numunelerin girinti test yükünün (F) ortalama girinti köşegen uzunluğu (d) ile değişimi

Ekstrapolasyon yöntemini kullanarak WMPSR, A0MPSR ve A1MPSR katsayılarının değerleri hesaplanarak Tablo 5.5'te verilmiştir. Tablodaki verilerden görüleceği üzere, kristal yapı problemleri, mekanik dayanıklılık ve yorulma kırılmasını içeren tüm önemli parametreler, kritik stres değerleri, mekanik dayanıklılık, deformasyon derecesi seviyeleri, dayanıklı tetragonal ve stres kaynaklı faz dengesi, mekanik karakteristik davranış ve plato sınır bölgesindeki orijinal mikrosertlik parametreleri, praseodim katkı miktarı ve uygulanan test yüküyle önemli ölçüde değiştiği görülmüştür. Numerik değerlere gelince, tüm Pr katkılı Bi-2212 seramiklerin farklı değerler arasında değişen pozitif W_{MPSR} katsayılarına sahip olduğunu göstermektedir. Bu bağlamda, tez kapsamında çalışılan tüm numuneler standart ISE karakteristik özelliğini sergilemiştir. Özet olarak, MPSR yarı deneysel modelinin kristal örgüsüne Pr katkılı Bi-2212 seramiklerin genel mekanik karakteristik davranışını incelemekte başarılı olduğuna işaret etmektedir. Numerik olarak, bu değerler $0,375 \times 10^{-2}$ N (Pr/Bi-2 numunesi)- $6,749 \times 10^{-2}$ N (Pr/Bi-6 materyali için) arasında değişmektedir. Verilen sayısal değerlere göre, uygulanan test yükleri en az hasarı Pr/Bi-2 numunesine verirken en çok hasar Pr/Bi-6 materyali üzerinde bırakılır. Bu nedenle, optimum katkı oranı

$x=0,02$ 'ye maruz kalan Pr/Bi-2 numunesi, önemli ölçüde bir iyileşme mekanizmasına sahip olduğu için uygulanan test yüklerine karşı en yüksek performansı (en az duyarlılığı) göstermiştir. Ayrıyeten, model ile hesaplanan A_{1MPSR} parametrelerine gelince, saf Bi-2212 kristal yapı $2,227 \times 10^{-4} \text{ N}/\mu\text{m}^2$ A_{1MPSR} değerine sahiptir. Bu değer, Pr katkı oranının Bi-2212 kristal içinde $x=0,02$ değerine artması ile $2,357 \times 10^{-4} \text{ N}/\mu\text{m}^2$ değerine doğru arttığı bulunurken, Pr oranının artması değer üzerinde negatif bir etki yapar. Böylece, $x=0,10$ katkı oranında Pr/Bi-6 numunesi $1,983 \times 10^{-4} \text{ N}/\mu\text{m}^2$ A_{1MPSR} değeri ile minimum A_{1MPSR} katsayısına sahiptir. A_{1MPSR} parametresinde gözlemlenen değişim Pr katkılı Bi-2212 seramiklerin ISE davranışındaki farklılaşmasındandır. Değerlere göre, üretilen Pr/Bi-2 malzemesi en büyük ISE özelliğini (en büyük kurtarma mekanizması ve en az yanıt) göstermiştir. Bunun tersine, Pr katkı oranında artış durumunda tüm mekanizma tersine döner. Vickers mikrosertlik testlerinden elde edilen deneysel sertlik sonuçlarını doyma sınır bölgelerindeki orijinal mikrosertlik parametre değerlerini incelemek için aşağıda verilen denklem kullanılmıştır.

$$H_{MPSR} = 1854.4 A_{1MPSR} \quad (13)$$

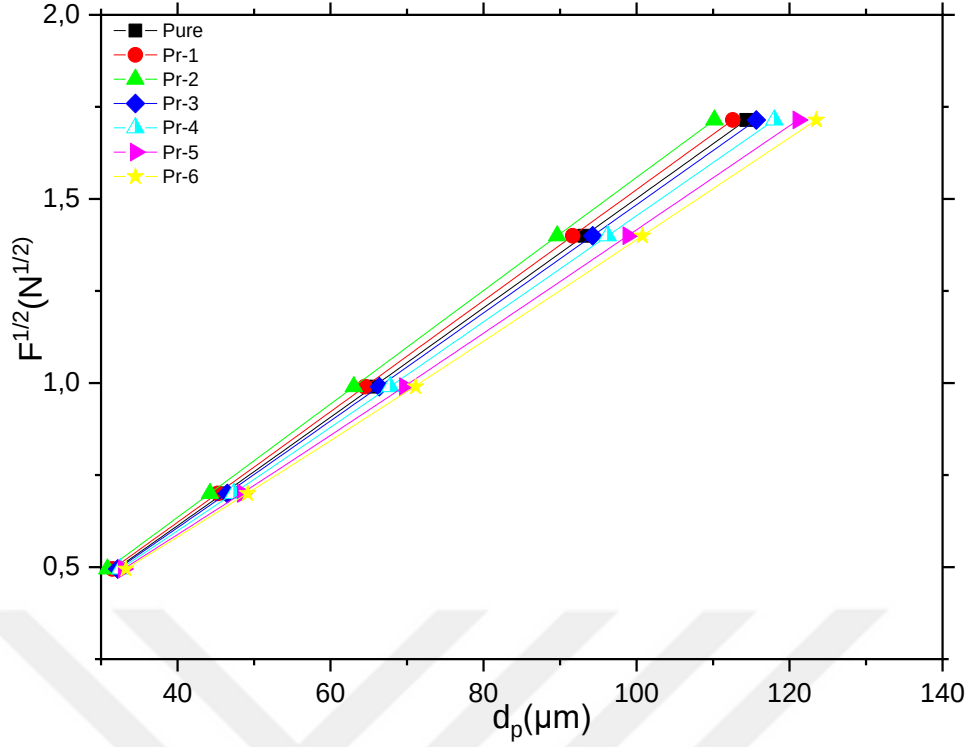
Saf ve kristal örgüye farklı oranlarda Pr katkılanmış Bi-2212 seramik sistemleri için tüm hesaplamalar Tablo 5.5'te verilmiştir. Tablodaki verilerden anlaşılabileceği üzere, plato sınır bölgesindeki yükten bağımsız mikrosertlik parametrelerinin, deneysel Vickers sertlik parametrelerinden biraz daha küçük olduğu gözlenmektedir. Bu yüzden, MPSR yaklaşım, materyallerin mekanik mukavemeti, kritik gerilme değerlerini, mekanik dayanıklılığı, deformasyon derece seviyelerini, dayanıklı tetragonal ve stres kaynaklı faz arasındaki dengeyi, mekanik karakteristik davranışı ve kırılmaya karşı davranışı incelemeye başarılı olduğu bulunmuştur. Ancak yarı-deneysel bu yöntem Vickers deney sonuçlarına daha yakın mikrosertlik değerleri sağlasa da yükten bağımsız mikrosertlik değerlerinin belirlenmesinde yetersiz kaldığı görülmüştür.

5.4.4 Pr Katkılı Bi-2212 Seramiklerin Genel Mekanik Performans Parametrelerinin Ve Karakteristik Özelliklerinin Elastik/Plastik Deformasyon (EPD) Yaklaşımıyla Analizi

Yarı-deneysel mekanik performans incelenen modellerden elastik/plastik deformasyon (EPD) modeli, uygulanan test yüklerinde materyallerin kritik stres değerlerini, kırılmaya karşı direnci, mekanik mukavemeti, mekanik dayanıklılığı, deformasyon derecesi seviyelerini, dayanıklı tetragonal ve stres kaynaklı faz arasındaki dengeyi, mekanik karakteristiği belirlemek için yaygın olarak kullanılan bir yaklaşımdır. Benzer şekilde plato sınır bölgesindeki yükten bağımsız mikrosertlik parametreleri belirlemede başarıyla çalışılmaktadır. Model, ortalama girinti köşegen uzunluğu ile elastik iyileşme mekanizması arasında bir bağlantı kurar. Dolayısıyla EDP modelinin hesaplama modülü, plastik deformasyon katsayısı (d_p) gibi yeni bir düzeltme terimini içerir. Bunun yanı sıra, de parametresinin işareti, bir malzemenin genel mekanik karakterizasyon özelliğini (tipik ISE veya tipik olmayan RISE davranışı) belirlememizi sağlar. Dolayısıyla uygulanan test yükleri sadece böyle bir büyüklükte bir çentik bırakır ve de parametresinin değeri, uygulanan test yüklerinin plastik deformasyon olarak bıraktığı izler olarak bilinir. Aşağıda EDP modele ilişkin denklem verilmektedir [47]:

$$F = A_{2EPD}(d_e + d_p)^2 \quad (14)$$

Formülde A_{2EPD} , d_p ve de katsayılarının değerleri, uygulanan girinti test yükleri ($F^{1/2}$) ve ortalama girinti köşegen uzunluğu (d_p) arasındaki grafiklerden (Şekil 5.9) ekstrapolasyon yöntemiyle elde edilir.



Şekil 5.10. $Bi_{2.0-x}Pr_xSr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_y$ seramiklerin uygulanan girinti test yükleri ($F^{1/2}$) ve ortalama girinti köşegen uzunluğu (d_p) arasındaki ilişki

Elde edilen değerler, diğer modellerden çıkarılan değerlerle birlikte, Tablo 5.4'de gösterilmiştir. Tablodan gözlemlendiği üzere tez kapsamında hazırlanan tüm malzemelerin tipik ISE davranışını sergilemesinden dolayı d_e parametreleri pozitif olarak hesaplanmıştır. Ve bu değerler $0,195 \times 10^{-1} \mu m$ - $0,364 \times 10^{-1} \mu m$ arasında değiştiği bulunmuştur. Kristal örgüde Pr iyonlarının artması d_e değerinde artışa sebep olmuştur. Çalışmada, numunelere ait A_{2EPD} katsayılarının değerlerindeki değişime gelince, Pr katkı oranı optimum değerine artarken A_{2EPD} değerleri $0,148 \times 10^{-1} N^{1/2}/\mu m$ 'den $0,154 \times 10^{-1} N^{1/2}/\mu m$ değerine çıktığı görülmüştür. Pr katkı değeri arttıkça A_{2EPD} sabitinin Pr/Bi-6 (en kötü) numunesi için en düşük değer olan $0,135 \times 10^{-1} N^{1/2}/\mu m$ 'ye doğru hızla azaldığı bulunmuştur. Aşırı Pr katkı ile A_{2EPD} değerindeki azalma, Bi-2212 numunelerinin dayanıklı tetragonal fazın stres kaynaklı faza geçişinden kaynaklamadığını göstermektedir. Ayrıca, en büyük geri kazanım mekanizması, mekanik mukavemeti, kritik gerilme değerleri, deformasyon derecesi seviyeleri, kayma sistemleri ve kritik gerilme değerlerine sahip olan Pr/Bi-2 numunesi diğerlerine göre çok daha dayanıklı bir tetragonal fazı stabilize ettiği gözlemlenmiştir. Ancak aşırı Pr katkı ile de katsayılarındaki azalma, Bi-2212 seramik materyallerin genel mekanik performans parametrelerine

ve mekanik karakteristik davranışlarına ciddi zarar verildiğini göstermiştir. Bu bağlamda uygulanan yükler altında en fazla hasar Pr/Bi-6 seramik malzemesinde görülmüştür.

Ek olarak, kristal yapıda Pr/Bi yer değiştirmiş Bi-2212 seramik sistemi için plato sınır bölgesinde orijinal mikrosertlik parametreleri aşağıdaki formüller kullanılarak detaylı bir şekilde incelenmiştir:

$$H_{EPD} = 1854.4A_{2EPD} \quad (15)$$

EPD yarı-deneysel mekanik modellemeyen elde edilen HEPD sonuçlarının orijinal mikrosertlik değerlerine ne kadar yakın olduğunu belirtmek için yükten bağımsız her sertlik hesaplamasını Tablo 5.5'e ekledik. Tablodan görüldüğü üzere modelden elde edilen verilerin deneyden bulunan orijinal Vickers sertlik bulgularından oldukça uzak olduğunu bulunmuştur. Tez kapsamında çalışılan diğer modellere benzer olarak EPD yaklaşımının uygulanan test yüklerine bağlı olarak mekanik dayanıklılık, mekanik dayanıklılık, kritik gerilme değerleri, deformasyon derecesi seviyeleri, mekanik karakteristik davranış, dayanıklı tetragonal ve stres-oluşmuş faz arasındaki denge, uygulanan test yüklerine bağlı olarak yorulma kırılmalarını belirlemede üstün performans gösterirken, model plato sınır bölgesindeki yük bağımsız mikrosertlik değerlerini incelemekte başarısız olduğu tespit edilmiştir.

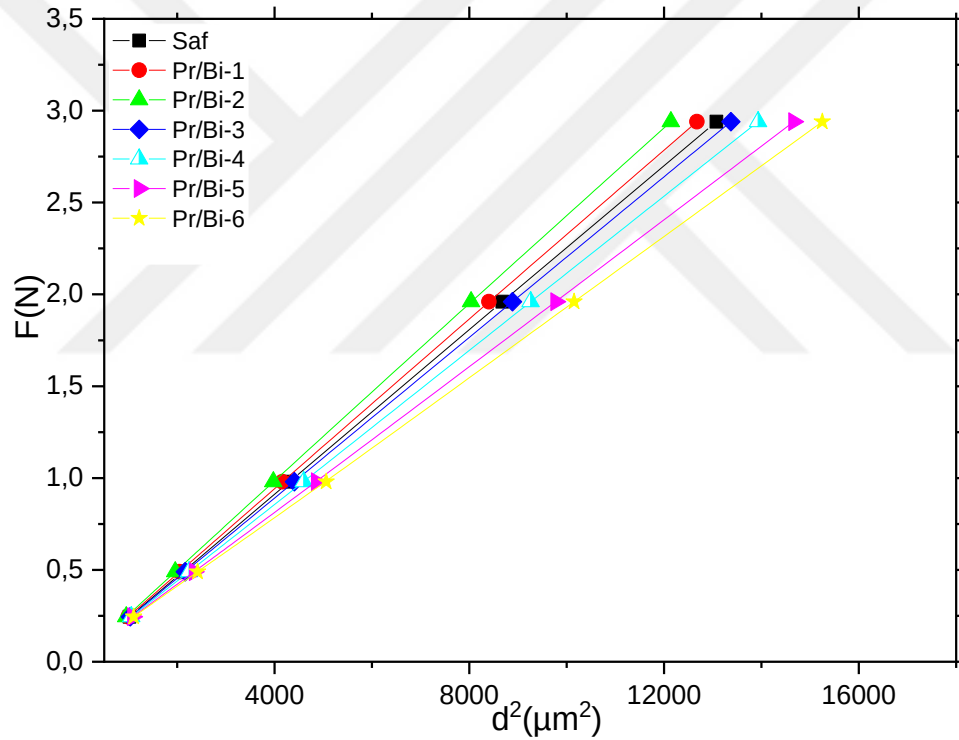
5.4.5 Hays-Kendall Modele Dayalı Pr Katkılı Bi-2212 Seramik Matrisin Dayanıklı Tetragonal Ve Stres Kaynaklı Fazı Arasındaki Denge Kontrolü

Hays Kendall (HK) mekanik performans inceleme metodu, malzemenin hazırlama koşullarına ve uygulanan test yüklerine bağlı olarak dayanıklı tetragonal ve stres-oluşmuş faz arasındaki denge, mekanik dayanıklılık, kritik gerilme değerleri ve deformasyon derecesi seviyelerindeki değişimi ortaya çıkarmak için önemli bir rol oynar. Ayrıca, bu mekanik yaklaşım, tipik ISE mekanik karakteristik özelliği gösteren malzemeleri incelemenin yanı sıra plato sınır bölgesinde yükten bağımsız mikrosertlik parametrelerini araştırmak için de üstün bir performans sergiler. Modelin hesaplama kısmında, geri dönüşü olmayan ve geri dönüşlü

deformasyonlara neden olan kritik test yükü mukavemeti (W) bulunmaktadır [55, 56]. Böylece uygulanan test yükü ile etkin yük terimi arasındaki fark, kritik test yükü dayanımı olarak alınır ve $F_{eff} = F - W$ şeklinde formüle edilir. Son durumda formül aşağıdaki gibi ifade edilir.

$$F - W = A_{3HK} d^2 \quad (16)$$

A_{3HK} sabitlerinin ilgili değerleri, Şekil 5.10'daki uygulanan test yükleri ($F^{1/2}$) ve ortalama girinti köşegen uzunluğu (d^2) arasındaki mekanik sertlik eğrilerinde ekstrapolasyon yönteminden elde edilmiştir.



Şekil 5.11. $Bi_{2.0-x}Pr_xSr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_y$ seramiklerin uygulanan test yükleri ($F^{1/2}$) ve ortalama girinti köşegen uzunluğu (d^2) arasındaki mekanik sertlik eğrileri

Elde edilen katsayılar sayısal olarak Tablo 5.4'de listelenmiştir. Tablodaki değerlere göre, hesaplanan W değerlerinin tümü pozitif olarak bulunmuştur. Bu da tüm numunelerin değişen de olsa ISE davranışı sergilediği bulunmuştur. A_{3HK} katsayısının kristal örgüde Pr katkısı arttıkça değişimini inceledik. Bu katsayısının Pr katkı oranına bir fonksiyonu olarak değişme eğilimi, uygulanan test yüklerine

karşı direncin, katkı oranı $x=0,02$ değerine kadar önemli ölçüde arttığını ve bu katkı değeri üstünde sabitin azalmaya başladığını bulunmuştur. Bu bağlamda, Pr/Bi-2 numunesi en büyük $2,409 \times 10^{-4} \text{ N}/\mu\text{m}^2$ değerini sergilerken en küçük $1,907 \times 10^{-4} \text{ N}/\mu\text{m}^2$ Pr/Bi-6 materyali için bulunmuştur. Diğer numuneler bu iki katsayı arasında değerler sergilemiştir. Numerik değerler bize, uygulanan test yükleri altında en az/en çok hasar, Pr/Bi-2/Pr/Bi-6 malzemesinde bulunduğu gözlenmiştir. Bu bağlamda, Pr/Bi-2 malzemesi en büyük iyileşme mekanizmasını ve mekanik performans miktarını sunmuştur. HK yarı-deneysel mekanik modelleme yaklaşımı, optimum katkılama durumunda Bi-2212 seramik sistemin hem dayanıklı tetragonal fazını iyileştirdiğini hem de uygulanan test yüküne verilen tepkiyi düşürdüğünü göstermiştir.

Ayrıca HK yaklaşımı kullanarak Pr katkılı Bi-2212 seramik malzemelerin doyma sınır bölgelerindeki mikrosertlik parametrelerini ve yükten bağımsız mikro sertlik değerlerini aşağıda verilen denklemle vasıtasıyla karşılaştırdık:

$$H_{HK} = 1854.4 A_{3HK} \quad (17)$$

Bulunan A_{3HK} değerleri Tablo 5.5'te gösterilmiştir. Tablodan görüleceği üzere hesaplanan orijinal sertlik parametrelerinin doyma sınır bölgelerinde deneysel mikrosertlik bulgularına yakın sonuçlar verdiği görülmektedir. Her ne kadar yakın sonuçlar bulunsa da yapılan karşılaştırmalar neticesinde, HK yarı-ampirik mekanik modelleme yaklaşımının Pr katkılı Bi-2212 seramik yapıların mikrosertlik parametrelerini incelemek için mantıklı olmadığını bulunmuştur. Diğer model sonuçlarına benze olarak HK yönteminin çalışılan numunelerin mekanik performans değerlerindeki değişimi, dayanıklı tetragonal ve stres-oluşmuş faz arasındaki denge ve mekanik karakteristik davranışı belirlemek için tamamen başarılı olduğu görülmüştür. Ancak, HK mekanik model plato sınır bölgelerinde yükten bağımsız mikrosertlik değerlerinin incelenmesinde istenilen performansı gösterememiştir. Her şeye rağmen, ML, PSR, MPSR ve EPD yarı-ampirik mekanik yöntemlerine üstünlüğünden dolayı, HK hesaplama metodu, gerektiğinde orijinal mikrosertlik değerlerini analiz etmek için kullanılabilir.

5.4.6 Pr Katkılı Bi-2212 Numunelerin Plato Sınır Bölgesindeki Mekanik Karakteristik Davranışlarına İlişkin Girinti Kaynaklı Çatlak Yaklaşımı

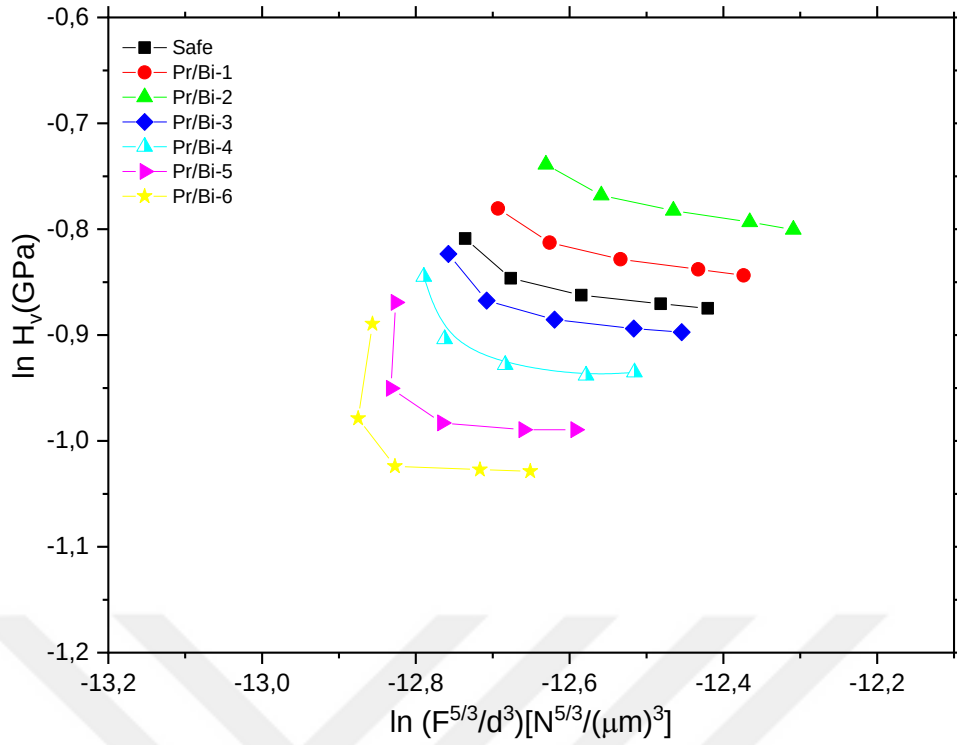
Girinti kaynaklı çatlak (IIC) yarı deneysel mekanik inceleme yaklaşımı, seramik materyallerin genel mekanik davranışını ve karakterizasyonunu araştırmak için kullanılır [57]. Bu nedenle yarı-deneysel yöntem, bir materyalin kuvvet altında ISE veya RISE karakteristik davranışı sergileyip sergilemediğine karar vermede kullanılır. Model, hesaplamasında ortalama girinti/çentik köşegen uzunluğuna karşı dört ana faktör direnç olduğunu söyler. Bunlar (i) girinti sürtünmesi; (ii) tersine çevrilebilir deformasyon; (iii) geri dönüşü olmayan deformasyon ve (iv) çatlak mekanizması. Bu bağlamda, aşağıda IIC modele ait formülasyon verilmiştir:

$$H_{IIC} = \lambda_1 K_1 (F/d^2) + K_2 (F^{5/3}/d^3) \quad (18)$$

burada λ_1 malzeme tipi sabitini ifade etmektedir. K_1 girinti geometrisini ve K_2 uygulanan test yükünü gösterir. Mükemmel kırılmalığa sahip seramik malzeme için λ_1 sabitinin değeri sıfıra eşittir. Buna göre kırılma seramik malzemeler için yeni bağıntı aşağıdaki gibi elde edilir.

$$H_{IIC} = K (F^{5/3}/d^3)^m \quad (19)$$

K ve m parametreleri yükten bağımsız mikrosertlik sabitleriyle ilişkilidir ve Şekil 5.11'de gösterildiği gibi mikrosertlik değerleri $\ln(H_v)$ ile girinti test yükleri $\ln(F^{5/3}/d^3)$ eğrilerinin değişimi üzerine ekstrapolasyon yöntemiyle belirlenir.



Şekil 5.12. $\text{Bi}_{2.0-x}\text{Pr}_x\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_y$ seramiklerin mikrosertlik değerleri $\ln (H_v)$ ile girinti test yükleri $\ln(F^{5/3}/d^3)$ eğrilerinin değişimi

Tüm hesaplama sonuçları Tablo 5.4'de ayrıntılı olarak listelenmiştir. Meyer Yasasına benzer olarak, m katsayısı, malzemenin mekanik karakteristik davranışını belirlemek için kullanılır. m parametresinin değeri için 0,6 kritik bir değerdir. $m < 0,6$ olduğu durumda materyaller tipik karakteristik ISE özelliğini sergiler, bu nedenle mekanik iyileşme mekanizmasını sergiler. m sabitinin değeri kritik değer olan 0,6'nın üzerinde ise ($m > 0,6$), bu tür malzemeler RISE davranışı sergiler. Bu tez kapsamında üretilen numunelerin m katsayı değerleri, 0.6'dan küçük ($m < 0.6$) olarak hesaplanmıştır. Buna göre, saf ve Kristal örgüsü Pr katkılı Bi-2212 seramiklerin tipik ISE (fakat farklı düzeyde) mekanik karakteristik özelliğini sergilediği bulunmuştur. Tabloda, m sabitinin negatif değeri, ISE davranışının yüksek kalitesini belirtmektedir. Sayısal değerlerde bakacak olursak, Pr/Bi-2 numunesi uygulanan test yüklerine en az tepki gösterdiği için -0,176 değerinde en yüksek değere sahiptir. Bu bağlamda, uygulanan çentik test yükleri altında Pr/Bi-2 materyali en büyük iyileşme mekanizmasını, mekanik dayanıklılığı, kritik gerilme değerlerini, deformasyon derecesi seviyelerini, kayma sistemlerini ve kritik gerilme değerlerini göstererek en yüksek dayanıklı tetragonal fazı sergilemiştir.

Aynı zamanda verilen mikrosertlik eğrileri, IIC yarı-ampirik mekanik modelleme yaklaşımının, saf ve Pr katkılı Bi-2212 seramik malzemelerin doyma sınır bölgelerindeki yükten bağımsız (gerçek) mikrosertlik değerleri araştırılmıştır. Elde edilen tüm HIIC parametreleri Tablo 5.5'te listelenmiştir. Tablodan görüleceği üzere, doygunluk sınır bölgesindeki tüm Vickers sertlik parametrelerinin deneysel mikrosertlik parametreleriyle iyi bir uyum içinde olduğu bulunmuştur. Bu bağlamda, IIC yarı deneysel mekanik modelleme yaklaşımının, saf ve Kristal örgüsüne Pr katkılanmış Bi-2212 seramiklerin plato limit bölgelerinde mekanik performans miktarlarını, dayanıklı dörtgen ve stres kaynaklı fazlar arasındaki dengeyi, mekanik özellik davranışını ve yük bağımsız mikrosertlik değerlerini incelemek için en başarılı yöntem olduğu bulunmuştur.

6. SONUÇLAR

Bu çalışmada, $0 \leq x \leq 0,12$ gibi farklı praseodim katkı oranında hazırlanan Bi-2212 seramik malzemelerin ana mekanik performans parametrelerinin, dayanıklı tetragonal fazın, yüzey morfolojisi görünümünün ve temel mekanik karakteristik özelliklerinin değişimi araştırılmıştır. 0,245 N-2,940 N uygulanan yük altında alınan Vickers mikrosertlik sonuçlarından materyallere ait sertlik kayma modülü, elastik modülü, kırılma indeksi, akma dayanımı, elastik sertlik katsayısı, kırılma tokluğu, süneklik ve esneklik modülü parametrelerindeki değişimleri belirlemeye yardımcı oldu. Elde edilen deneysel bulgular ve hesaplar sonuçlarından, Bi-2212 malzemelerde praseodim katkıya bağlı değişen kayma sistemleri, yüzey bası artık gerilme bölgeleri, tetragonal fazın stabilizasyonu, kafes gerilme alanları, stres konsantrasyon bölgeleri, elastik yapısı, çatlak başlatıcı kusurların ve dislokasyon oluşumu, kalıcı kristal yapı problemleri, yabancı ve ana atomlar arasında kimyasal bağ oluşumları, gözeneklilik derecesi, kristal sistemde çatlak/dislokasyon hareketleri/ yayılması/ ilerlemesi, çatlak hızı ve çatlak büyüme boyutu için kontrol mekanizmaları, geri kazanılamayan stres bölgeleri oluşumu, çatlak yüzey enerjisi ve stres kaynaklı faz dönüşümü incelenmiştir. SEM analizlerinden, yeni oluşan $\text{Bi}_{2,1-x}\text{Pr}_x\text{Sr}_{2,0}\text{Ca}_{1,1}\text{Cu}_{2,0}\text{O}_y$ matrislerin kristal kalitesi ve yüzey morfolojisine ilişkin görünimleri, katmanlı yapıları, mikrokristal birleşme yönelimleri, mikroskobik yapısal problemler, kısmi erime bölgeleri, düzgün yüzey görünimleri, parçacık büyüme dağılımları, iç yapısal bozuklukları-kusurları/boşlukları gibi mikroyapısal ve morfolojik özelliklerdeki bozukluklar/dislokasyonlar/çatlaklar, tane hizalama dağılımı, mikro gözenekler ve tane sınırı birleşme-bağlanma sorunları kapsamlı bir şekilde çalışıldı. EDX ölçüm sonuçları Bi-2212 numunelerin yerel element bileşimlerinin dağılımları, seramik matrisinde praseodim iyonlarının istenilen oranda katkılanıp katkılanamadığını incelendi. Elde edilen sonuçlara göre, kristal örgüde Pr katkısının artmasıyla kristal yapıdaki praseodim iyonlarının monoton bir şekilde arttığını göstermiştir. Bu bağlamda hazırlanan tüm seramik materyallerin başarılı bir şekilde üretildiğini göstermektedir. Ayrıca EDX bulguları, $x=0,02$ Pr oranında hazırlanan Bi-2212 malzemesinin kristal yapısında maksimum bakır iyonlarına sahip olduğunu açıkça göstermiştir. Mekanik performans parametrelerinin iyileştirilmesi için optimum katkı oranı $x=0,02$ olduğu bulunmuştur.

Böylece, optimum katkı oranı üretilen Bi-2212 malzemesinde yeni kayma sistemlerinin oluşumuna, yüzey bası artık gerilme bölgelerinin artmasına, yabancı ve konakçı atomlar arasında yeni kimyasal bağ oluşumuna neden olmaktadır. Belirlenen bu gelişmeler SEM görüntüleri tarafından da doğrulanmıştır. Hatta Pr/Bi-2 materyali diğer üretilen malzemeler arasında en homojen yüzey görünümüne sahip olduğu bulunmuştur. Benzer olarak aynı numune, en iyi kristal kalitesine ve katmanlar arasında en iyi bağlantıya, en yoğun (pürüzsüz) yüzey morfolojisine, en ideal tipik pul tabaka yapısına, en büyük parçacık dağılımına ve yönelimlerine sahip olduğu görülmüştür. Yine, bu numunenin yüzey morfolojisi, en az gözenekli yapıya ve taneler arasındaki en iyi etkileşime sahiptir. Tüm bu bulgular ışığında, optimum Pr iyonu katkılanmış Bi-2212 seramik bileşiği, stres kaynaklı faz geçişinin baskılanması nedeniyle en yüksek dayanıklı tetragonal faz ve temel mekanik performans özelliklerini sunar. Böylece, kristal yapıda ideal yer değiştirme oranı tipik Bi-2212 kristal yapısını stabilize etmiştir. Aşırı Pr katkılama durumunda, Pr/Bi-6 numunesi uygulanan test yüklerine en duyarlı olanı olarak bulunmuş ve daha da küçük uygulanan test yükleri altında plato sınır bölgesine ulaşmıştır. Mekanik karakteristik davranışa gelince, uygulanan test yükleri altında malzeme yapısı boyunca hem elastik hem de plastik deformasyonların birlikte eşzamanlı olarak oluşması nedeniyle her malzeme karakteristik ISE davranışını sunmuştur. Ancak Vickers mikrosertlik testleri Pr/Bi-2 numunesinin doyma sınır bölgelerine kadar en yüksek ISE karakteristik özelliğini (maksimum geri kazanım özellikleri) sergilediğini göstermiştir. Son olarak, plato sınır bölgelerinde orijinal Vickers mikrosertlik parametrelerinin yarı-deneyssel mekanik modellerle incelenmesi girinti kaynaklı çatlama modelinin gerçek değerlere en yakın sonuçları sergilediği bulunmuştur.

7. KAYNAKLAR

(Bu tez çalışmasında Vancouver atıf sistemi kullanılmıştır.)

1. Ertekin E. Süperiletken hatalı akım sınırlayıcı (SHAS) tasarımı, üretimi ve karakterizasyonu. Fen Bilimleri Enstitüsü; 2016.
2. Sheahen TP. Introduction to High-Temperature Superconductivity. 1st ed. New York, Boston: Kluwer Academic Publishers; 2002.
3. Onnes HK. Akad van Wetenschappen; 1911.
4. Kaya N. Çok duvarlı karbon nanotüp katkılı MgB₂ süperiletkeninin elektriksel, manyetiksel ve yapısal özelliklerinin incelenmesi. Fen Bilimleri Enstitüsü; 2020.
5. Meissner W, Ochsenfeld R. Naturwissensch; 1933.
6. Bardeen J, Cooper LN, Schrieffer JR. . Physical Review; 1957.
7. Alp M. Süperiletken “racetract” bobinlerde ve bobin “stack” yapılarında alternatif akım kayıplarının sonlu elemanlar yöntemi ile araştırılması. Fen Bilimleri Enstitüsü; 2016.
8. Eryılmaz S. Malik asit (C₄H₆O₅) katkılı MgB₂ süperiletkeninin mekaniksel özellikleri. Fen Bilimleri Enstitüsü; 2015.
9. Yıldırım D. Yüksek sıcaklık süperiletkenlerine nano parçacık katkılama etkilerinin incelenmesi. Fen Bilimleri Enstitüsü; 2017.
10. Karaahmet Z. Lütesyum katkılı YBCO külçe süperiletkeni için manyetizasyonun H-formülasyonu kullanılarak iki boyutlu olarak modellenmesi. Fen Bilimleri Enstitüsü; 2017.
11. Gürsul M. Na katkılı BSCCO süperiletkeninin aktivasyon enerjisine sinterleme sıcaklığı etkisinin araştırılması. Fen Bilimleri Enstitüsü; 2013.
12. Öz İ. Kobalt -difüzyonunun, konvaksiyonel katı hal reaksiyonu tekniği ile üretilen Bi-2212 süperiletken seramiklerin mekanik, süperiletken ve yapısal özellikleri üzerine etkisi. Fen Bilimleri Enstitüsü; 2019.
13. Coşkun A. YBCO süperiletken dalga rezonatörünün performansının iyileştirilmesi. Fen Bilimleri Enstitüsü; 2017.
14. Coşkunyürek M. Nd₂O₃ katkılanmış Bi₂Sr₂CaCu₂O_y süperiletkeninin elektriksel, mikroyapı ve mekanik karakterizasyonu. Fen Bilimleri Enstitüsü; 2013.
15. Gök K. Süper iletken dağıtım şebekesi parametrelerinin incelenmesi: Kocaeli rabak fider uygulaması. Fen Bilimleri Enstitüsü; 2020.
16. İzmirli S. Bi(1,8-x) Pb_{0,2}GaxSr₂CaCu₂O_y süperiletken sisteminin manyetik, mekanik ve mikroyapısal özelliklerinde Bi-Ga kısmi yer değişimi etkisinin incelenmesi. Fen Bilimleri Enstitüsü; 2019.
17. Kabaer M. Üç çekirdekli YBCO süperiletkeni manyetik kuvvet parametrelerinin maglev sistemleri için karşılaştırmalı olarak incelenmesi. Fen Bilimleri Enstitüsü; 2015.
18. Kapucu V. C₄H₆O₅ katkılı ve katkısız MgB₂ süperiletkenlerinin manyetik kaldırma kuvveti özelliklerinin elektromanyetik uygulamalar için araştırılması. Fen Bilimleri

Enstitüsü; 2014.

19. Kara A. İçi boş silindirik yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin manyetik perdeleme özelliklerinin sonlu elemanlar yöntemi ile iyileştirilmesi. Fen Bilimleri Enstitüsü; 2021.
20. Demir İ. Karbon katkılı ve katkısız nano bor ile üretilmiş MgB₂ süper iletkenlerinin manyetik kaldırma kuvveti özelliklerinin incelenmesi. Fen Bilimleri Enstitüsü; 2014.
21. Çakır B. Üstten aşılama-eritme-büyütme yöntemiyle üretilen istiflenmiş silindirik halka YBCO külçe süperiletkeni. Fen Bilimleri Enstitüsü; 2015.
22. Narlikar AV. Superconductors. New York, NY: Oxford University Press; 2013.
23. Saxena AK. High-Temperature Superconductors. 2nd ed. Heidelberg New York Dordrecht London: Springer; 2012.
24. Doğru A. Co katkısının BSCCO süper iletkeninin yapısal ve fiziksel özellikleri üzerindeki etkilerinin araştırılması. Fen Bilimleri Enstitüsü; 2013.
25. Doğruer M, Görür O, Karaboğa F, Yıldırım G, Terzioğlu C. Zr diffusion coefficient and activation energy calculations based on EDXRF measurement and evaluation of mechanical characteristics of YBa₂Cu₃O_{7-x} bulk superconducting ceramics diffused with Zr nanoparticles. Powder Technology; 2013. Doi:10.1016/j.powtec.2013.06.018
26. Erdem U. MgB₂ inclusions in Bi-2223 matrix: The evaluation of microstructural, mechanical and superconducting properties of new system, Bi-2223+ MgB₂. Journal of Alloys and Compounds; 2013. Doi:10.1088/1402-4896/acdb04
27. İzmirli S. Bi(1,8-x)Pb_{0,2}Ga_xSr₂CaCu₂O_y süper iletken sisteminin manyetik, mekanik ve mikroyapısal özelliklerinde Bi-Ga kısmi yer değişimi etkisinin incelenmesi. Fen Bilimleri Enstitüsü; 2019.
28. Enis ON. Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr₂Ca₃Cu₄O₁₂ süper iletkenin çubuk formunda üretimi ve karakterizasyonu. Fen Bilimleri Enstitüsü; 2018.
29. Salış Başaran R. Yüksek sıcaklık süper iletken malzemelerin üretim ve elektriksel ölçme sistemlerinin incelenmesi. Fen Bilimleri Enstitüsü; 2019.
30. Plakida N. High Temperature Cuprate Superconductors. Springer Series in Solid-State Sciences. Springer; 2010. p. 480.
31. Tsuei CC, Kirtley JR, Hammerl G, Mannhart J, Raffy H, Li ZZ. Doping effect on pairing symmetry in cuprate superconductors. Journal of Physics and Chemistry of Solids; 2006. p. 64-67.
32. Fujita K, Noda T, Kojima KM, Eisaki H, Uchida S. Effect of disorder outside the CuO₂ planes on T_c of copper oxide superconductors. Physical Review Letters; 2005. p. 95.
33. Mercan A, Terzioğlu R, Doğan MU, Kaya Ş, Erdem Ü, Yıldırım G, Terzioğlu C, Varilci A. Improvement in deformation degree of Zr surface-layered Bi-2223 ceramics by diffusion annealing temperature. Ceramics International; 2023. p. 49. Doi:10.1016/j.ceramint.2023.03.179
34. Erdem Ü, Yıldırım G, Türköz MB, Ülgen AT, Mercan A. Change in transition balance between durable tetragonal phase and stress-induced phase of cobalt surface-layered in Bi-2212 materials by semi-empirical mechanical models. Physica Scripta; 2023. p. 98. Doi:10.1088/1402-4896/acdb04
35. Öz İ, Terzioğlu C, Öz M, Ülgen AT, Türköz MB, Erdem Ü, Yıldırım G. Variation of fundamental features of cobalt surface-layered Bi-2212 superconductor materials with diffusion annealing temperature. Ceramics International; 2023. p. 49. Doi:10.1016/j.ceramint.2022.11.004

36. Sedky A, Salah A. Comparative study of the effects of la-substituted Ca in (Bi, Pb):2212 and (Bi, Pb):2223 superconductors. J. Electron. Mater; 2022. p. 3042–3058.
37. Mercan U. The microhardness indentation load/size effect in rutile and cassiterite single crystals. Journal of Material Science; 2023. p. 917–926. Doi:10.1016/j.ceramint.2023.03.179
38. El Alami H, Rannou I, Cavellin CD. Physica C; 2004. p. 131.
39. Zalaoğlu Y, Yıldırım G. An effective research for diffusion annealing temperature and activation energy in Au surface-layered Bi-2212 ceramic composites. Journal of Materials Science: Materials in Electronics; 2017. p. 28.
40. Turkoz MB, Zalaoğlu, Y, Turgay, T., Öztürk, O, Yıldırım, G. Effect of homovalent Bi/Ga substitution on propagations of flaws, dislocations and crack in Bi-2212 superconducting ceramics: Evaluation of new operable slip systems with substitution. Ceramics International; 2019. p. 45.
41. Bardeen J, Cooper LN, Schrieffer JR. Theory of superconductivity. Physical Review; 1957. p. 108.
42. Saxena AK. High-Temperature Superconductors. Berlin: Springer; 2010.
43. Xu X, Kim JH, Dou SX, Choi S, Lee JH, Park HW, Tomsic M. A correlation between transport current density and grain connectivity in MgB₂/Fe wire made from ball-milled boron. Journal of Applied Physics; 2009. p.105.
44. Jr. WD, Callister DG. Rethwisch, Materials Science and Engineering: An Introduction, 9th ed. USA: Wiley Binder Version; 2013.
45. Abdeen W, Marahba S, Awad R, Abou Aly AI, Ibrahim IH, Matar M. Electrical and mechanical properties of (Bi, Pb)-2223 substituted by holmium. J. Adv. Ceram; 2016. p. 54–69.
46. Öztürk O, Asikuzun E, Erdem M, Yıldırım G, Yıldız O, Terzioğlu C. The effect of Pr addition on superconducting and mechanical properties of Bi-2212 superconductors, J. Mater. Sci: Mater. El.; 2012. p. 511–519.
47. Özkurt B. The influence of Na addition on the mechanical properties of Bi-2212 superconductors. Journal of Superconductivity and Novel Magnetism; 2014. p. 2407-2414.
48. Mohammed NH, Abou-Aly AI, Ibrahim IH, Awad R, Rekaby M. Mechanical Properties of (Cu_{0.5}Tl_{0.5})-1223 Added by Nano-SnO₂. Journal of Alloys and Compounds; 2009. p. 733–737.
49. Doğruer, M, Yıldırım G, Varilci A, Terzioğlu, C. MgB₂ inclusions in Bi-2223 matrix: The evaluation of microstructural, mechanical and superconducting properties of new system, Bi-2223+ MgB₂. Journal of Alloys and Compounds; 2013. p. 143-152.
50. Li H, Bradt RC. The microhardness indentation load/size effect in rutile and cassiterite single crystals. Journal of Material Science; 1993. p. 917–926.
51. Michels BD, Frischat GH. Microhardness of chalcogenide glasses of the system se-ge-as. Journal of Material Science; 1982. p. 329–334.
52. Fröhlich F, Grau P, Grellmann W. Performance and analysis of recording microhardness tests. Physica Status Solidi; 1977. p. 79.
53. Özkurt B. The influence of Na addition on the mechanical properties of bi-2212 superconductors. Journal of Superconductivity and Novel Magnetism; 2014. p. 27.
54. Yılmazlar M, Çetinkara HA, Nursoy M, Öztürk O, Terzioğlu C. Thermal expansion and Vickers hardness measurements on Bi1. 6Pb0. 4Sr₂Ca_{2-x}Sm_xCu₃O_y superconductors.

Physica C: Superconductivity; 2006. p. 101-107.

55. Tarkanian ML, Neumann JP, Raymond L. The Science of Hardness Testing and Its Research Application. Metal Park, Ohio: American Society for Metals; 1973.
56. Ülgen AT. Mechanical properties of (Cu_{0.5}Tl_{0.5})-1223 added by nano-SnO₂. Journal of Alloys and Compounds 486:733–737. Doi:10.1088/1402-4896/ac7e00
57. Erdem U, Akkurt B, Ülgen AT, Zalaoglu Y, Turgay T, Yıldırım G. Effect of annealing ambient conditions on crack formation mechanisms of bulk Bi-2212 ceramic systems. Journal of Asian Ceramic Societies; 2021. p. 1214-1227.

