

**ANKARA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**KARBON KATKILANDIRILMIŞ NANO BOR İLAVELİ Bİ-2223
SÜPERİLETKEN YIĞIN VE TELLERİN ÜRETİMİ VE
KARAKTERİZASYONU**

Hamit ÖZTÜRK

FİZİK ANABİLİM DALI

**ANKARA
2017**

Her hakkı saklıdır

TEZ ONAYI

Hamit ÖZTÜRK tarafından hazırlanan '**Karbon Katkılandırılmış Nano Bor İlaveli Bi-2223 Süperiletken Yığın ve Tellerin Üretimi ve Karakterizasyonu**' adlı tez çalışması 20/03/2017 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı'nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Danışman : Prof Dr. Ali GENCER



Ankara Üniversitesi Fizik Anabilim Dalı

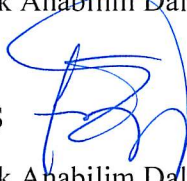
Jüri Üyeleri :



Başkan : Prof Dr. Ali GENCER

Ankara Üniversitesi Fizik Anabilim Dalı

Üye : Prof. Dr. Ayşe KAŞKAŞ



Ankara Üniversitesi Fizik Anabilim Dalı

Üye : Doç. Dr. Haluk KORALAY



Gazi Üniversitesi Fizik Anabilim Dalı

Yukarıdaki sonucu onaylarım.

Prof. Dr. Atila YETİŞEMİYEN

Enstitü Müdürü

ETİK

Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez içindeki bütün bilgilerin doğru ve tam olduğunu, bilgilerin üretilmesi aşamasında bilimsel etiğe uygun davrandığımı, yararlandığım bütün kaynakları atıf yaparak belirttiğimi beyan ederim.

20/03/2017



Hamit ÖZTÜRK

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

KARBON KATKILANDIRILMIŞ NANO BOR İLAVELİ Bi-2223 SÜPERİLETKEN YIĞIN VE TELLERİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Hamit ÖZTÜRK

Ankara Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Anabilim Dalı

Danışman: Prof.Dr. Ali GENÇER

Bu tez çalışmasında ilk olarak Bi-2223 faz stokiometrisine uygun şekilde katıhal reaksiyon yöntemi ile BSCCO toz üretimi yapılmıştır. Elde edilen toz, kalıba dökülerek hidrolik pres yardımıyla preslenerek 1 gramlık yığın numune haline getirilmiştir. Toz haldeki BSCCO 1'er gramlık 4 farklı gruba ayrıldı. 1 gramlık tozlardan bir tanesine referans olarak kullanmak amacıyla katkılama yapılmamış, diğer üç toz malzemeye ise ağırlıkları oranına göre % 0,1; % 0,2; ve % 0,5 oranlarında karbon kaplı nano-bor (%2 C - %98 B) malzemesi ile katkılama yapılmıştır. Yığın haline getirilen numuneler toplamda 80 saat (40 + 40) ısıtılma işlemine tabi tutulmuştur. Birinci ısıtılma işlemi sonucunda ara öğütme ve tekrar presleme yapılmıştır. Yapılan katkılamanın, yapı içerisinde safsızlık oluşturarak akı çivileme mekanizması gibi davranıp kritik akımı artıracağı öngörülmüştür. Katkılama malzemesinin Bi-2223 malzemesi üzerine etkisi alınan Ac alınganlık, Manyetizasyon (M-H), Elektriksel Direnç (R-T), X Işını Difraksiyonu (XRD), Enerji dağılımlı spektroskopisi ve taramalı elektron mikroskop görüntüsü (SEM/EDS) ve sertlik ölçümleri ile incelendi ve öngörüldüğü şekilde malzemenin akım taşıma kapasitesini arttırdığı gerçekleştirilen ölçümler ile belirlenmiştir.

İkinci olarak ise, BSCCO tel numune üretimi için kılıf malzemesi olarak farklı oranlarda Ag ve Ag-Cu alaşımı tüp borular kullanılmıştır. Kullanılan farklı kılıf malzemelerinin, tellere ait kritik akım yoğunluğu üzerine etkisi incelenmiştir. Tüp borulara doldurulmak amacıyla Bi-2223 faz stokiometrisine uygun olacak şekilde katıhal reaksiyon metodu ile BSCCO toz üretilmiştir. Bu tozlar 5 farklı kılıf malzemelerine (Ag; %1Cu-%99Ag; %2Cu-%98Ag; %3Cu-%97Ag; %4Cu-%96Ag) dolduruldu (PIT-Powder in tube) ve çekilip uzatılarak tel haline getirildi. Bu teller 120 saat ısıtılma işlemine tabi tutulmuştur. Üretilen tellerin Taramalı Elektron Mikroskop (SEM), Ac alınganlık ölçümleri ve Elektriksel Direnç (R-T) ölçümleri alındı. Alınan ölçümler sonucunda en iyi etkinin %1Cu-%99Ag kılıflı tele ait olduğu belirlenmiştir.

Mart 2017, 75 sayfa

Anahtar Kelimeler: BSCCO, Bi-2223, PIT, Süperiletken Yığın ve Tel

ABSTRACT

Master Thesis

PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF CARBON DOPED NANO-BORON ADDED Bi-2223 SUPERCONDUCTOR BULK AND WIRES

Hamit ÖZTÜRK

Ankara University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Physics

Supervisor: Prof. Dr. Ali GENCER

In this thesis firstly BSCCO powder was produced by using solid state reaction method suitably Bi-2223 phase stoichiometry. Obtained powder was tured into 1 gram yığın form with mould by using hydrolic press. Powder BSCCO was separated into 4 groups. One of them was prepared without any additions to use being e reference the other powder samples were prepared with addition which was carbon encapsulated nano-boron (%2 C - %98 B) in proportion to appropriately its weight 0,1%; 0,2%; 0,5%. Samples which was turned into bulk form were exposed to two step annealing procedure as 40 hours and 40 hours. End of the first annealing procedure, bulk samples were regrinded and re-pressed. It i was predicted that, additional material causes unpurity in the structure by acting as a pinning center so critical current will be increase. The effects of addition to Bi-2223 material was investigated by Ac susceptibility, Magnetization (M-H), electrical resistivity(R-T), X-ray diffracton(XRD), Energy Dispersive Scanning Electron Microscopy(SEM/EDS) and microhardness measurements. As predicted before, it was determined that critical current density of material was increased by executed measurements.

Secondly, different type of sheath tubes which were Ag and Ag-Cu alloy were utilized for production of wire samples. The effect on critical current density of wire was investigated by using different sheathed materials. BSCCO powder was produced by solid state reaction method suitably Bi-2223 phase stoichiometry to fill the tube. These powder was filled to 5 different tube (Ag; %1Cu-%99Ag; %2Cu-%98Ag; %3Cu-%97Ag; %4Cu-%96Ag) (PIT-Powder in tube) and extended with drawing to obtain wire form. Wires were exposed to 120 hours annealing process which was determined being an opmized duration. Produced wire were investigated by Scanning Electron Microscopy (SEM), Ac susceptibility and electrical resistivity (R-T) measurements. As a consequence of executed measurements, the best result was observed about %1Cu-%99Ag sheathed wire.

March 2017, 75 pages

Key Words: BSCCO, Bi-2223, PIT, Superconducting Bulk and Wire

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans eğitimim ve bu tez çalışmam esnasında kendilerini her zaman yanımda hissettiğim, bilgi deneyim ve sağladıkları imkanlarla bana yol gösteren ve bu yolda yürümemi sağlayan Ankara Üniversitesi Fizik Anabilim Dalı Öğretim Üyesi sayın hocalarım Prof. Dr. Ali Gencer, Doç. Dr. Ahmet Kılıç, Uzm. Dr. Serap Safran'a teşekkürü bir borç bilirim.

Tez çalışmalarımı sürdürdüğüm Ankara Üniversitesi Katı Hal Fiziği Laboratuvarı'nda ve Ankara Üniversitesi Süperiletken Teknolojileri Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde beraber çalıştığım Dr. Ercan Ertekin, Ebru Kılıçarslan, Sahure Gecer, Meryem Alp'e teşekkür ederim.

Abant İzzet Baysal Üniversitesi Fizik Anabilim Dalı'nda bulunan Prof. Dr. İbrahim Belenli, Doç. Dr. Mustafa Akdoğan ve Doç. Dr. Hakan Yetiş hocalarıma ve doktora öğrencisi Tolga Çevik ve Fırat Karaboğa'ya teşekkür ederim.

Kastamonu Üniversitesi Fizik Anabilim Dalı'nda bulunan Doç. Dr. Özgür Öztürk ve Elif Aşıkuzun hocalarıma teşekkür ederim.

Çalışmalarım esnasında maddi manevi destekleriyle her zaman yanımda duran değerli aileme sonsuz teşekkürlerimi sunmak isterim.

Bu tez çalışması 'TÜBİTAK 113F150-1001' numaralı ve 'Farklı Kılıflı Bi-2223 Süperiletken Tel Ve Şeritlerden Bobin Yapımı Ve Transport Alternatif Akım Kayıplarının İncelenmesi' başlıklı projesi tarafından desteklenmiştir.

Hamit Öztürk

Ankara, Mart 2017

İÇİNDEKİLER

TEZ ONAY SAYFASI	
ETİK.....	i
ÖZET.....	ii
ABSTRACT	iii
TEŞEKKÜR	iv
İÇİNDEKİLER	v
SİMGELER DİZİNİ	vii
ŞEKİLLER DİZİNİ	viii
ÇİZELGELER DİZİNİ	xi
1. GİRİŞ	1
2. TEMEL KAVRAMLAR	4
2.1 Elektriksel Direnç.....	4
2.2 Mükemmel Diyamanyetizma	6
2.3 I. Tip ve II. Tip Süperiletkenler	7
2.4 Süperiletkenlik Durumuna Ait Kritik Parametreler.....	9
2.4.1 Kritik sıcaklık.....	9
2.4.2 Kritik alan.....	9
2.4.3 Kritik akım yoğunluğu	10
2.5 Sızma Derinliği	11
2.6 Uyum Uzunluğu.....	12
2.7 Yüksek Sıcaklık Süperiletkenleri	12
2.8 Yüksek Sıcaklık Süperiletkenlerinin Özellikleri	13
2.9 Yüksek Sıcaklık Süperiletken Türleri.....	14
2.10 BSCCO Sistemi	14
3. MATERYAL VE YÖNTEM.....	16
3.1 BSCCO Süperiletken Yığın Numunelerin Üretimi.....	17

3.1.1 BSCCO toz hazırlama.....	17
3.1.2 BSCCO tozunun homojen karıştırılma katkılama ve kalsinasyon işlemleri..	20
3.1.3 Yığın numuneler için ısıtım prosedürü	25
3.2 BSCCO Süperiletken Tel Numune Üretimi.....	27
3.2.1 BSCCO süperiletken tel için toz hazırlama	27
3.2.2 BSCCO süperiletken tel için hazırlanan tozun homojen olarak karıştırılması ve kalsinasyon işlemleri.....	28
3.2.3 PIT yöntemiyle BSCCO süperiletken telin hazırlanması.....	29
3.2.4 Tel numuneler için ısıtım prosedürü.....	30
4. BULGULAR VE TARTIŞMA.....	32
4.1 BSCCO Yığın Numuneye Ait Ölçümler.....	32
4.1.1 BSCCO yığın numunelerin XRD analizleri.....	32
4.1.2 BSCCO yığın numunelerin AC alınganlık ölçümleri	36
4.1.3 BSCCO yığın numunelere ait R-T ölçümleri.....	45
4.1.4 BSCCO yığın numunelere ait manyetizasyon M-H ölçümleri.....	46
4.1.5 BSCCO yığın numunelere ait SEM ve EDS ölçümleri	49
4.1.6 BSCCO yığın numunelere ait mikro sertlik ölçümleri	58
4.2 Farklı Kılıflı BSCCO Tel Numuneler	61
4.2.1 Farklı kılıflı BSCCO tel numunelerin AC alınganlık ölçümleri.....	62
4.2.2 Farklı kılıflı BSCCO tel numunelerin R-T ölçümleri.....	63
4.2.3 Farklı kılıflı BSCCO tel numunelerin SEM analizleri	65
5. SONUÇ.....	68
KAYNAKLAR	72
ÖZGEÇMİŞ.....	75

SİMGELER DİZİNİ

n_s	Süperelektron Yoğunluğu
H	Manyetik Alan
H_c	Kritik Manyetik Alan
H_{c1}	Alt Kritik Manyetik Alan
H_{c2}	Üst Kritik Manyetik Alan
I_c	Kritik Akım
λ	Manyetik Alanın Sızma Derinliği
ξ	Uyum Uzunluğu
ρ	Özdirenç
μ	Manyetik Geçirgenlik
μ_0	Boşluğun Manyetik Geçirgenliği
χ	Alınganlık
T_c	Kritik Sıcaklık
E	Elektrik Alan
J_c	Kriyik Akım Yoğunluğu
T	Sıcaklık

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1 a. Gümüş, b. Kurşun' a ait sıcaklığa bağlı öz direnç eğrisilerinin şematik gösterimi	6
Şekil 2.2 Şematik bir dışarlama gösterimi	7
Şekil 2.3 I. tip süperiletkenlerin mıknatıslanma ve faz diyagramları	8
Şekil 2.4 II. tip süperiletkenlerin mıknatıslanma ve faz diyagramları	9
Şekil 2.5 Bir süperiletkenlik durumunun kritik değerlerinin şematik gösterimi (Goodrich 1990)	10
Şekil 2.6 H alanının, numune yüzeyinden x uzaklığı ile değişimi	11
Şekil 2.7 $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_y$ bileşiğinin (2201), (2212) ve (2223) fazlarına ait kristal yapıları sırasıyla gösterilmiştir (Safran 2010)	15
Şekil 3.1 Agat havan	21
Şekil 3.2 Tungsten-karbid jar ve ball-milling cihazı	21
Şekil 3.3 Gümüş plaka ve gümüş plakadan yapılmış pota içerisinde BSCCO toz	21
Şekil 3.4 Tozlara ait kalsinasyon işlemi şematik gösterimi ve kalsinasyonun yapıldığı programlanabilir kül fırın	22
Şekil 3.5 Specac marka kalıp	23
Şekil 3.6 Hidrolik pres	23
Şekil 3.7 Yığın numunelere ait birinci ısıtma işlemi şematik gösterimi ve ısıtma işlemin yapıldığı programlanabilir tüp fırın	24
Şekil 3.8 Tel numuneler için hazırlanan tozların kalsinasyon prosedürü şematik gösterimi	24
Şekil 3.9 Tasarımı ve üretimi tamamen yerli olan tel çekme cihazı ve haddeler	26
Şekil 3.10 Tel numunelere ait ısıtma işlemi prosedürü şematik gösterimi	29
Şekil 3.11.a. Tasarımı ve üretimi tamamen yerli olan tel çekme cihazı b. haddeler	30
Şekil 3.12 Tel numunelerine ait ısıtma işlemi prosedürünün şematik gösterimi	31
Şekil 4.1 40 saat ısıtma işlemin ardından alınan XRD grafiği	32
Şekil 4.2 İkinci 40 saat ısıtma işlemin ardından alınan XRD grafiği	33

Şekil 4.3 H00 numunesine ait 6 farklı manyetik alan altındaki Ac alınganlık grafiği....	40
Şekil 4.4 H01 numunesine ait 6 farklı manyetik alan altındaki Ac alınganlık grafiği....	40
Şekil 4.5 H02 numunesine ait 6 farklı manyetik alan altındaki Ac alınganlık grafiği....	41
Şekil 4.6 H05 numunesine ait 6 farklı manyetik alan altındaki Ac alınganlık grafiği....	41
Şekil 4.7 Bütün numunelerin 80 A/m alan altında alınganlık grafiği	42
Şekil 4.8 Numunelerin 80 A/m alan altındaki $d\chi'/dT'$ nin T' ye göre grafiği.....	44
Şekil 4.9 BSCCO yığın numunelere ait sıcaklığa bağlı elektriksel direç grafiği.....	45
Şekil 4.10 Numunelere ait 10 K sıcaklıkta manyetizasyon eğrileri	47
Şekil 4.11 Numunelerin alan altındaki kritik akım değerleri (J_c) değişimleri.....	48
Şekil 4.12 Numunelere ait katkılama miktarına göre kritik akım yoğunluğunun değişimi	49
Şekil 4.13 H00 numunesine ait 20000 büyütme oranı ile alınan SEM görüntüsü	50
Şekil 4.14 H00 numunesine ait 5000 büyütme oranı ile alınan SEM görüntüsü	50
Şekil 4.15 H01 numunesine ait 20000 büyütme oranı ile alınan SEM görüntüsü	51
Şekil 4.16 H01 numunesine ait 5000 büyütme oranı ile alınan SEM görüntüsü	51
Şekil 4.17 H02 numunesine ait 20000 büyütme oranı ile alınan SEM görüntüsü	52
Şekil 4.18 H02 numunesine ait 5000 büyütme oranı ile alınan SEM görüntüsü	52
Şekil 4.19 H05 numunesine ait 20000 büyütme oranı ile alınan SEM görüntüsü	53
Şekil 4.20 H05 numunesine ait 5000 büyütme oranı ile alınan SEM görüntüsü	53
Şekil 4.21 H00 numunesine ait EDS ölçümü grafiği	54
Şekil 4.22 H01 numunesine ait EDS ölçümü grafiği	55
Şekil 4.23 H02 numunesine ait EDS ölçümü grafiği	56
Şekil 4.24 H05 numunesine ait EDS ölçümü grafiği	57
Şekil 4.25 Vickers mikrosertlik ölçümü-elmas uç	58
Şekil 4.26 ÇBE ve TÇBE şematik gösterimi	59
Şekil 4.27 Numunelere ait mikro sertlik grafiği.....	60

Şekil 4.28 845 °C sıcaklıkta 72 ve 120 saat ısıtılma tabi tutulmuş Ag kılıflı tellere ait ac alınganlığın reel kısmının sıcaklığa göre grafiği.....	61
Şekil 4.29 845 °C’de ısıtılma tabi tutulan, 120 saat ısıtılma süresine sahip numune serisinin ac alınganlığının reel kısmının sıcaklığa karşı grafiği	62
Şekil 4.30 Ag ve Ag-Cu alaşımlı farklı kılıflı tellerin R-T grafiği	64
Şekil 4.31 AgT numunesine ait SEM görüntüsü.....	65
Şekil 4.32 Cu1T numunesine ait SEM görüntüsü.....	66
Şekil 4.33 Cu2T numunesine ait SEM görüntüsü.....	66
Şekil 4.34 Cu3T numunesine ait SEM görüntüsü.....	67
Şekil 4.35 Cu4T numunesine ait SEM görüntüsü.....	67

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1 Yüksek sıcaklık süperiletkenlerine ait isimlendirme örnekleri.....	14
Çizelge 3.1 Elementler ve ağırlıkları ile bileşiklerin saflıkları ve atomik ağırlıkları.....	18
Çizelge 3.2 10 gram numune hazırlığı için başlangıçta reaksiyona girecek madde miktarları	20
Çizelge 3.3 $\text{Bi}_{1,65}\text{Pb}_{0,35}\text{Ca}_2\text{Sr}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ stokiyometrisi için hesaplanan kullanılacak madde miktarları	27
Çizelge 4.1 40 saat ısıtıl işlemin ardından katkılama miktarlarına göre hacimsel faz oranları	34
Çizelge 4.2 40 + 40 saat ısıtıl işlemin ardından katkılama miktarlarına göre	34
Çizelge 4.3 Isıtıl işlem ve katkılamanın örgü parametreleri üzerine etkisi	35
Çizelge 4.4 numunelerin farklı alanlardaki ΔT değişimi	42
Çizelge 4.5 Farklı alanların ve katkılama miktarının T_p değeri üzerine etkisi	43
Çizelge 4.6 Numunelerin 80 A/m alan altındaki geçiş sıcaklıkları.....	44
Çizelge 4.7 Numunelere ait sıfır direnç bölgelerinin başlangıç sıcaklıkları	46
Çizelge 4.8 H00 numunesine ait EDS ölçüm sonucu verileri.....	54
Çizelge 4.9 H01 numunesine ait EDS ölçüm sonucu verileri	55
Çizelge 4.10 H02 numunesine ait EDS ölçüm sonucu verileri	56
Çizelge 4.11 H05 numunesine ait EDS ölçüm sonucu verileri	57
Çizelge 4.12 Numunelere ait mikro sertlik ölçüm verileri.....	60
Çizelge 4.13 Farklı kılıflı tel numunelerin geçiş sıcaklıkları.....	63
Çizelge 4.14 Ag ve Ag-Cu alaşımlı kılıflı tellerin sıfır direnç başlangıç sıcaklığı	64

1. GİRİŞ

Süperiletkenliğin keşfinden önce, sıcaklığın düşmesiyle beraber metallerin elektriksel dirençlerinin de düştüğü bilinmekteydi ancak o dönemlerde yeteri kadar düşük sıcaklıklara inilemediğinden, metallerin yeteri kadar düşük sıcaklıklardaki elektriksel dirençleri ile ilgili olarak yapılan 3 farklı tahmin vardı. Teorik açıdan varolan bu tahminlerden biri Dewar'a aitti. Dewar, sıcaklığın düşmesiyle yapıyı oluşturan atomların titreşimi de azaldığından ve daha iyi iletken haline geldiklerinden dolayı eğer mutlak sıfır ($T=0$ K)'a inilebilirse elektriksel direncin sıfıra ineceği fikrini savunmuş ve bu düşüncesine Kammerling Onnes de katılmıştı. Diğer bir görüşü ortaya atan Kelvin ise, sıcaklığın düşmesi elektronları da hareketsiz bırakacağı ve dolayısıyla elektrik akımını engelleyeceği düşüncesiyle, çok düşük sıcaklıklarda metallerin elektriksel dirençlerinin büyük bir artış sergileyeceğini fikrini benimsemiştir. Aynı olaya başka bir açıdan bakan ve bir diğer farklı görüşe sahip kişi ise Matthiesen' di. Matthiesen ise sıcaklık ne kadar düşürülürse düşürülsün yapı içerisindeki safsızlık ve kristal kusurları giderilemeyeceğinden, elektriksel direncin $T=0$ K değerinde bile belirli bir dirence sahip olabileceğini düşünmüştür (Gencer 2009).

Sıcaklığının düşürülmesiyle, iletken yapı içerisindeki termal titreşimlerdeki azalmadan dolayı iletkenlerdeki elektriksel direnç sıcaklığa bağlı olarak düşer. Elektrik akımına karşı bir direnç olarak ortaya çıkan yapısal kusurlar ve safsızlıklar ise sıcaklığa bağlı olmamasından dolayı sıcaklığın düşürülmesiyle yok edilemez ve artık direnç olarak iletken yapıda varlığını sürdürür. Elektriksel direncin tamamen yok olduğu ilk kez 1911 yılında Kamerlingh Onnes tarafından bulunmuştur. Onnes öncelikle 1908 yılında yaptığı helyum gazını sıvılaştırma deneyinde, sıcaklığı 4,2 K'e kadar düşürmüştür. 1911'de ise metalik cıvanın kritik sıcaklık (T_c) denilen belirli bir sıcaklığın altına kadar soğutulduğunda elektriksel direncinin ölçülemeyecek kadar küçük bir değere düştüğünü görmüştür (Onnes 1911). Bu yeni olayı süperiletken olarak adlandırmıştır. Heike Kammerling Onnes' in helyumu sıvılaştırması ve maddelerin düşük sıcaklıklardaki davranışlarını ile ilgili olarak yapmış olduğu deneyleri sayesinde "1913 Nobel Fizik Ödülü" ne layık görülmüştür (<https://www.nobelprize.org> 1913).

Elektriksel direncin belli bir sıcaklığın altında sıfır olması süperiletkenliği sağlamada yeterli değildir. Süperiletken malzeme, elektriksel direncinin belli bir sıcaklığın altında sıfır olmasının yanında ayrıca mükemmel diyamanyetik özellik de göstermelidir. Meissner ve Oschensfeld 1933 yılında, süperiletken bir maddenin, bir manyetik alan etkisinde kritik sıcaklığının altına soğutulurken, iç kısmındaki tüm manyetik akıyı dışarı attığını bulmuşlardır (Meissner ve Oschensfeld 1933). Böylelikle süperiletken bir malzemenin aynı zamanda kusursuz bir diamagnet olduğunu da keşfetmiş oldular. Bu olay Meissner etkisi olarak adlandırılmıştır. Süperiletken durumdaki malzemeye dışardan bir manyetik alan uygulandığında, uygulanan manyetik alanın belli bir değerine kadar malzeme süperiletken durumunu korur, ancak uygulanan manyetik alan yeteri kadar artırılırsa malzemenin süperiletkenlik durumunu ortadan kaldırır ve malzeme tekrar dirençli duruma döner. Süperiletkenliği bozan bu dış manyetik alan değerine kritik manyetik alan denilir ve H_c olarak gösterilir.

Süperiletken malzemeler dışardan uygulanan dış manyetik alana karşı gösterdikleri davranışlarına göre I. tip ve II. tip süperiletkenler olmak üzere ikiye ayrılırlar. I. tip süperiletkenlerin dış manyetik alanın etkisiyle süperiletken durumdan normal duruma geçişleri aniden ve keskin bir şekilde olur ve bu manyetik alan değeri H_c ile gösterilir. Bu kritik H_c dış manyetik alan değerine kadar malzeme mükemmel diyamanyetik özellik gösterir ve uygulanan dış manyetik alanı tamamen dışarlar. Ancak II. tip süperiletkenlerde uygulanan dış manyetik alanın etkisiyle mükemmel diyamanyetizmanın bozulmaya ve yapının bazı bölgelerine manyetik alanın girmeye başladığı bir alan değeri vardır ve bu alan değeri H_{c1} olarak tanımlanır. Uygulanan alanın daha da artırılmasıyla normal durum direncinin başladığı ve malzemenin süperiletken durumunun tamamen bozulduğu dış manyetik alan değerine ise H_{c2} denir. Çoğu seramik türünden olan ve sıvı azot kullanılarak süperiletken faz durumuna geçirilebilen yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin kristal yapılarında bulunan bakır oksit (Cu-O) tabakalarından süperiletken durumda akım dirençsiz bir şekilde akar.

Günümüzdeki enerji kaynaklarının sınırlı, yüksek oranda karbon salımlı fosil yakıtlara dayanması ve her geçen gün kaynakların azalmasıyla beraber artan enerji ihtiyacı da düşünüldüğünde enerji gereksinimi önemli bir problem olarak karşımıza çıkmaktadır.

Bu nedenle enerjinin tasarruflu kullanılması ve kayıplarının en aza indirilmesi gerekmektedir. Enerji kayıplarını azaltılmak amacı ile günümüzde kullanılan ve normal iletkenler ile yapılan güç iletim kabloları, transformatörler, motorlar gibi birçok uygulama alanındaki cihazın, güç kaybı daha düşük ve verimliliği çok daha yüksek olan süperiletkenlerle üretimi tüm dünyada ortak bir hedef durumundadır.

Bu tezde süperiletkenliği anlamak amacıyla gerekli olan bazı temel kavramlara yer verilmiştir. Ardından II. tip süperiletken olan BSCCO malzemesine ait Bi-2223 fazına uygun stokiometride katıhal reaksiyon metodu ile tozlar hazırlanmıştır. Hazırlanan tozlara hazır olarak alınan karbon kaplı nano-bor (% 2 karbon-% 98 nano-bor) katkılanması yapılmıştır. Daha sonra hazırlanan tozlar yığın haline getirilmiştir. Üretilen bu yığın numunelerin Ac Alınganlık, Manyetizasyon (M-H), Elektriksel Direnç (R-T), X Işını Difraksiyonu (XRD), Taramalı Elektron Mikroskop görüntüsü Enerji Dağılım Spektroskopisi (SEM-EDS) ve sertlik ölçümleri alınmıştır. Yapılan nano boyuttaki katkılamanın malzeme içerisinde akı perçinleme mekanizması gibi davranarak, malzemenin kritik akım yoğunluğunun artacağı öngörülmüş ve alınan ölçümler ile de bu öngörünün gerçekleştiği belirlenmiştir. Akabinde devam eden çalışma katı hal reaksiyon metodu uygulanarak üretilen tozlar ile farklı kılıflı tellerin (% 100 Ag ; % 99 Ag - % 1 Cu; % 98 Ag - % 2 Cu; % 97 Ag - % 3 Cu; % 96 Ag - %4 Cu) üretimi yapılmıştır. Farklı kılıf malzemelerinin BSCCO malzemesi üzerine etkisini incelemek amacıyla, üretilen tellerin Taramalı Elektron Mikroskop (SEM) ve Ac Alınganlık, Elektriksel Direnç (R-T) ölçümleri alınmıştır. Tezin son bölümünde ise teze ait araştırmaya dayanan özgün sonuçlar verilmiştir.

2. TEMEL KAVRAMLAR

2.1 Elektriksel Direnç

Alman fizikçi Georg Simon Ohm (1787-1854) yaptığı çalışmalar neticesinde, bir telden geçen akımın geçtiği kesit alanı ile doğru orantılı ve telin uzunluğu ile de ters orantılı olduğunu gözlemlemiştir. Bu deney sonuçları aracılığıyla, gerilim, akım ve direnç arasındaki bağlantıyı çözmüştür. 1827 yılında bu çalışmasını yayınlamış ve vefatından yaklaşık 30 yıl kadar sonra ismi direnç birimine verilerek ohm(Ω) olarak kabul edilmiştir. Elektriksel direnç (R), yükün madde içinde ne kadar kolaylıkla hareket ettiğinin bir ölçüsü olarak düşünülebilir ve potansiyel farkın madde içinden geçen akıma oranı şeklinde tanımlanır;

$$R = \frac{V}{I} \quad (2.1)$$

Direnç iletkenin uzunluğu (l) ile doğru, iletkenin kesit alanı (A) ile ters orantılı bir büyüklüktür ve bu orantı aracılığı ile öz direnç (ρ) (Ωm) tanımlanır;

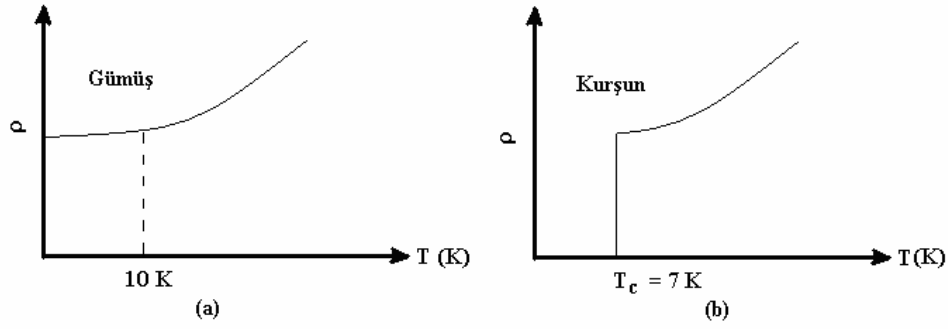
$$\rho = R \frac{A}{l} \quad (2.2)$$

Özdirenç kavramının doğru anlaşılabilmesi için kuantum mekaniğine ihtiyaç olmasının yanında, ohm kanunu anlamamıza yardımcı olan klasik bir öz direnç modeli de mevcuttur. Bu model 1900 yılında Paul Drude tarafından ortaya atılan serbest elektron modeli ya da Drude modeli olarak adlandırılan modeldir. Drude modeli, katıların kendi içinde hareket edebilen serbest elektronlar içerdiği kabulüne dayanır. Model, serbest elektronların T sıcaklığında birbirinden bağımsız parçacıkların oluşturduğu bir gaz bulutu olduğunu varsayar. Madde içindeki serbest elektronlar, uygulanan potansiyel fark neticesinde elektrik alan ile hızlanırken, maddenin yapısını oluşturan atom ya da iyonlarla çarpıştıklarında yavaşlarlar ve enerji kaybederler. Bu durum maddenin iletkenliğine karşı oluşan bir direnç olarak karşımıza çıkar.

Klasik fiziğe göre metal içindeki elektronlara ait enerji değerleri sürekli'dir. Ancak kuantum mekaniği açısından olaya bakacak olursak, elektronun sahip olabileceği enerji değerleri kesiklidir. Yani elektron metal içerisinde her enerji değerine sahip olamaz yalnızca değeri (10^{-10} m) mertebelerinde olan kesikli enerji seviyelerinde bulunabilir. Kuantum mekaniğine göre bir malzemeye elektrik alan uygulandığında, düşük enerji seviyesindeki elektronlar verilen bu enerjiyi soğuramazlar çünkü hareket edebilecekleri üst enerji seviyeleri zaten doludur. Bu durumda yalnızca en üst seviyedeki elektronlar verilen bu enerjiyi soğurabilirler. Bir elektrik alanın etkisiyle üst enerji seviyelerinde bulunan elektronlar, kendilerine yakın olan daha üst enerji seviyelerini doldurmak için hareket ederler. Elektronların bu hareketi madde içerisinde elektrik akımını meydana getirir. Kuantum mekaniği bakış açısı ile; enerji seviyeleri (enerji bantları) kısmen dolu malzemelere iletken, tamamen dolu malzemelere de yalıtkan denir.

Süperiletken malzemelerde elektriksel direnci incelediğimizde ise; kritik sıcaklık denilen belli bir sıcaklık değerinin altına inildiğinde direnç aniden sıfıra düşer. Bu durum süperiletken durumda bulunan malzeme üzerinden akım geçirildiğinde dirençsiz bir şekilde iletim sağlanabileceği anlamına gelir.

Birçok katkısız metal düşük sıcaklıklara kadar soğutulsalar da süperiletken özellik göstermeyebilir (Bakır, Gümüş, Altın vb). Örnek olarak gümüşün öz direncinin sıcaklığa bağlı olarak değişimi şematik olarak şekil 2.1.a'da verilmiştir. Yaklaşık 10 K'in altındaki sıcaklıklarda öz direnç hemen hemen sıcaklıktan bağımsız ve sabit bir değerdedir. Süperiletken özellik gösteren kurşunun ise 7 K'de öz direncinin aniden sıfıra düşerek süperiletken duruma geçtiği yine şekil 2.1.b'de gösterilmiştir.



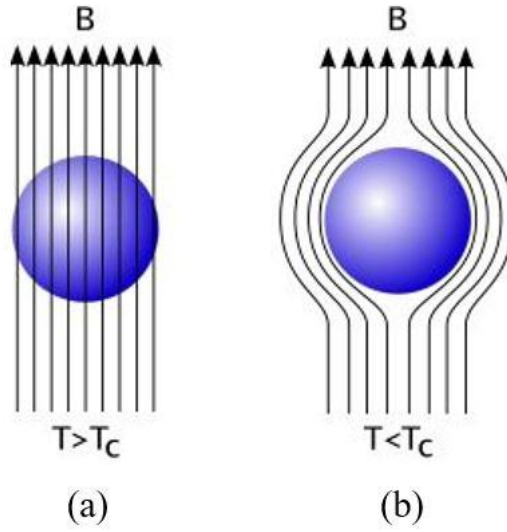
Şekil 2.1 a. Gümüş, b. Kurşun'a ait sıcaklığa bağlı öz direnç eğrilerinin şematik gösterimi

Oda sıcaklığında Kalay, kurşun, çinko gibi bazı metaller iyi bir iletken değildir. Yeteri kadar düşük sıcaklıklara ($T < T_c$) inildiğinde ise süperiletken özellik gösterirler. Bunun yanında, oda sıcaklığında iyi bir iletken olan altın, gümüş ve bakır ise düşük sıcaklıklara inilmesine rağmen süperiletken özellik göstermezler. Buradan, normal iletken durumu sağlayan fiziksel etkenler ile süperiletken durumu sağlayan fiziksel etkenlerin birbirinden farklı oldukları anlaşılmaktadır (Rose-Innes ve Rhoderick 1994).

2.2 Mükemmel Diyamanyetizma

Süperiletkenlerin kritik sıcaklığın altında sıfır elektriksel direnç göstermelerinin yanısıra bir diğer temel özelliği de, kusursuz diyamanyetizma özelliği sergilemeleridir.

Malzeme süperiletken duruma geçtikten sonra dışarıdan bir manyetik alan uygulanırsa, malzeme uygulanan bu dış manyetik akıyı dışarlayacaktır. Bu durum direnci sıfır olan fakat süperiletken olmayan ideal bir iletken ($R=0$) için de geçerlidir. İdeal iletkenin bu özelliğine ek olarak, Meissner ve Oschenfeld süperiletken bir maddenin dış bir manyetik alan etkisi altında kritik sıcaklığın altına soğutulduğunda, iç kısımdaki hapsolması beklenen tüm manyetik akının dışarılandığını gözlemlediler (Meissner ve Oschenfeld 1933). Bu durum şematik olarak şekil 2.2.a.b'de gösterilmektedir. Süperiletken normal durumdayken uygulanan manyetik alanı kritik sıcaklığın altına soğutulduğunda süperiletken içerisinde $B = 0$ olacak şekilde tüm akıyı dışarlar.



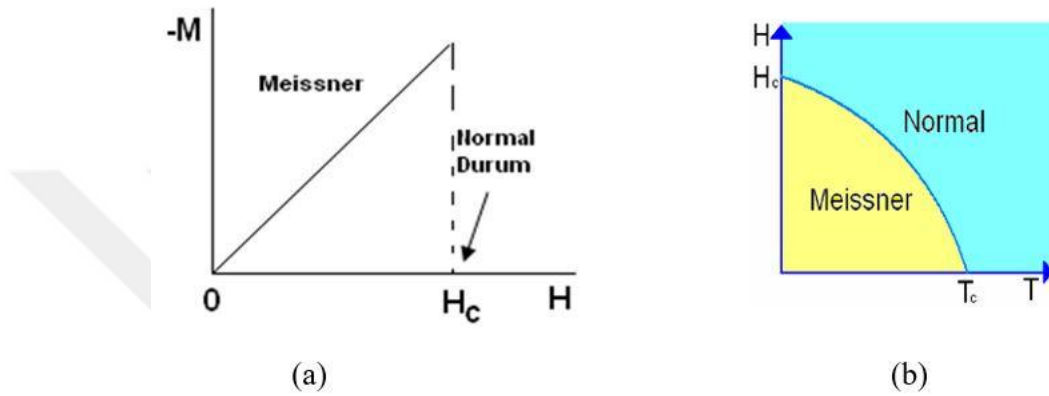
Şekil 2.2.a. Sıcaklık kritik sıcaklığın üzerinde, b. sıcaklık kritik sıcaklığın altında iken süperiletkende Meissner etkisinin şematik gösterimi

Süperiletkenlerin iki temel özelliği birbiriyle ilişkilidir; dışarıdan uygulanan manyetik alan akısını sürekli olarak dışarlayabilmek için kalıcı bir akımın dirençsiz bir şekilde süperiletken malzeme yüzeyinden akması gereklidir. Dışarıdan uygulanan alan şiddeti süperiletkenin ilgili sıcaklıkta kritik alan değerinin üzerinde olması durumunda süperiletkenliğe geçiş sağlanamayacaktır. Kritik alanın sıcaklıkla ters orantılı olarak değiştiği gerçeği gözönüne alındığında, çok daha düşük sıcaklıklarda kritik manyetik alanın ($H_c(T)$) dışarıdan uygulanan alana eşit ve büyük olduğu durumlarda malzeme süperiletken özelliğine kavuşacaktır. Buradaki açıklama I. tip süperiletkenler için geçerlidir. II. tip süperiletkenlerde hem termodinamik açıdan hem de manyetik davranış açısından farklılıklar olduğundan I. tipte gözlenen özellikler çok düşük manyetik alanlarda $H < H_{c1}$ şartında geçerli olabileceği değerlendirilmektedir. Bir sonraki kesimde daha ayrıntılı tartışılacaktır.

2.3 I. Tip ve II. Tip Süperiletkenler

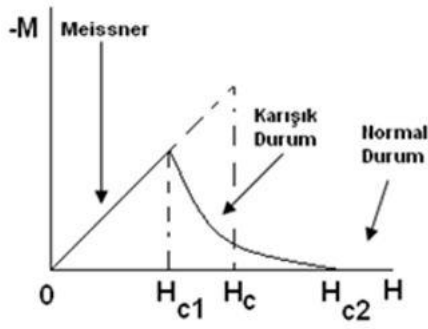
Süperiletkenliğin keşfinden 1950'li yıllara kadar olan sürede süperiletkenlerin tek tip olduğu sanılıyordu. Süperiletken malzemelerin manyetik alan altındaki davranışlarına göre Abrikosov süperiletken malzemeleri iki tip olarak ayırmıştır (Abrikosov 1957).

i) I. tip süperiletken malzemeler, belirli bir kritik manyetik alan (H_c) değerine kadar, üzerlerine uygulanan dış manyetik alanı dışarılayarak Meissner Etkisi gösterirler. Uygulanan dış manyetik alan H_c değerine ulaştığı anda, aniden süperiletken özellikleri kaybolur ve normal duruma keskin bir geçiş sergilerler. Civa, Kurşun ve Kalay gibi I. Tip süperiletken özellik gösteren birçok element vardır. I. tip süperiletkenlerin mıknatıslanma ve faz diyagramları sırasıyla Şekil 2.3.a.b' de verilmiştir.

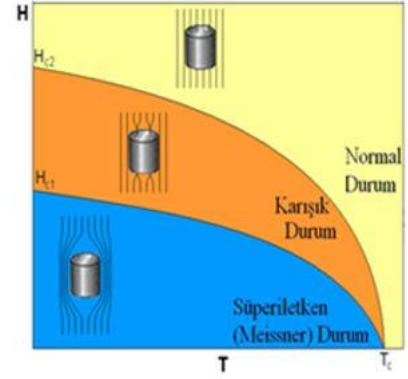


Şekil 2.3.a. I. tip süperiletkenlerin mıknatıslanma, b. faz diyagramları

ii) II. tip süperiletken malzemelerde ise, iki farklı kritik alan değeri vardır (Şekil 2.4). Alt kritik alan (H_{c1}) değerine kadar I. tip süperiletkenler ile benzer şekilde davranış gösterirler. Ancak H_{c1} 'den büyük alanlarda manyetik alanın bir kısmı süperiletken malzeme tarafından dışarılanamaz ve malzeme içerisine sızır. Uygulanan alan kısmen dışarlanır, fakat malzeme elektriksel olarak süperiletken olma özelliğini sürdürür. H_{c2} ile gösterilen daha yüksek bir üst kritik alan değerinden sonra manyetik alan malzeme içine tamamen girer ve süperiletkenlik bozulur. II. Tip süperiletkenler için Vanadyum ve Niyobiyum gibi saf metaller ile bakır oksit yapısına sahip bazı bileşikler örnek olarak verilebilir. II. Tip süperiletkenler üzerine uygulanan dış manyetik alan değerinin H_{c1} ile H_{c2} aralığında olması durumunda, malzeme içerisine giren akının hegzagonal bir şekilde malzemeye sızdığı deneysel olarak gösterilmiştir (Essmann ve Trauble 1967).



(a)



(b)

Şekil 2.4.a. II. tip süperiletkenlerin mıknatıslanma, b. faz diyagramları

2.4 Süperiletkenlik Durumuna Ait Kritik Parametreler

Süperiletken bir malzemenin süperiletken duruma geçebilmesi ve süperiletkenlik durumuna ait gösterdiği özellikleri devam ettirebilmesi için üç kritik temel parametreyi beraber sağlaması gerekir.

2.4.1 Kritik sıcaklık

Süperiletken bir malzemeye ait elektriksel direnç ölçümü, sıcaklığın bir fonksiyonu olarak gerçekleştirildiğinde (R-T), belli bir sıcaklık değerine ulaşıldığında malzemenin elektriksel direnci aniden sıfıra düşer. Bu sıcaklık değeri, kritik sıcaklık olarak tanımlanır ve T_c ile gösterilir.

2.4.2 Kritik alan

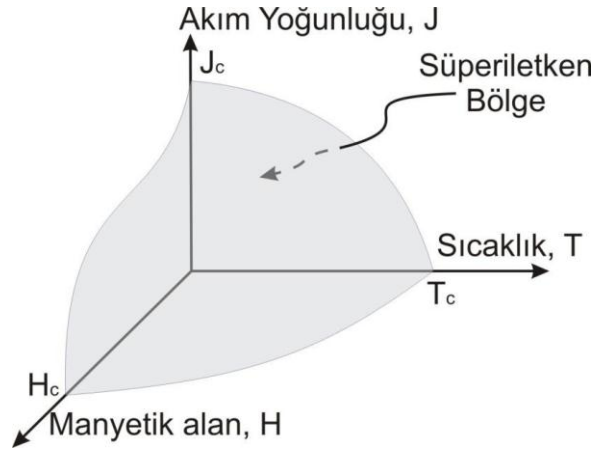
Malzemenin sıcaklığı süperiletken duruma geçişi için gerekli olan kritik sıcaklık değerinin altında iken malzeme üzerine belirli bir değerin üzerinde dış bir manyetik alan uygulanması durumunda, malzeme süperiletken durumdan normal duruma geçiş yapar ve süperiletkenlik özelliğini kaybeder. Bu manyetik alan değerine kritik manyetik alan

denir ve H_c ile gösterilir. Sıcaklık ile manyetik alan parametrelerinin süperiletken malzeme üzerindeki etkisi deneysel olarak bulunmuştur (Orlando ve Delin 1991).

2.4.3 Kritik akım yoğunluğu

Süperiletken bir malzemenin belirli bir T sıcaklığında, süperiletkenlik özelliklerinin bozulmadan taşıyabileceği bir maksimum akım değeri vardır. Bu maksimum akım değerine kritik akım yoğunluğu (J_c) olarak tanımlanır (Rose-Innes ve Rhoderick 1994). Süperiletken malzemenin kritik akım yoğunluğu, malzemeye dışardan uygulanan manyetik alan değeri ve sıcaklık ile değişir.

Süperiletken bir malzemenin süperiletken faz durumundaki kararlılığını sürdürebilmesi için üç kritik değerin beraber sağlanması gerekir. Bu kritik parametrelere ait değerlerden herhangi birinin aşılması durumunda malzeme süperiletken durumdan normal duruma geçiş yapar. Bu üç kritik parametrelere ait değerlerin birbirleri ile olan ilişkileri ve değişimleri şekil 2.5'te şematik olarak verilmiştir.



Şekil 2.5 Bir süperiletkenlik durumunun kritik değerlerinin şematik gösterimi (Goodrich 1990)

2.5 Sızma Derinliği

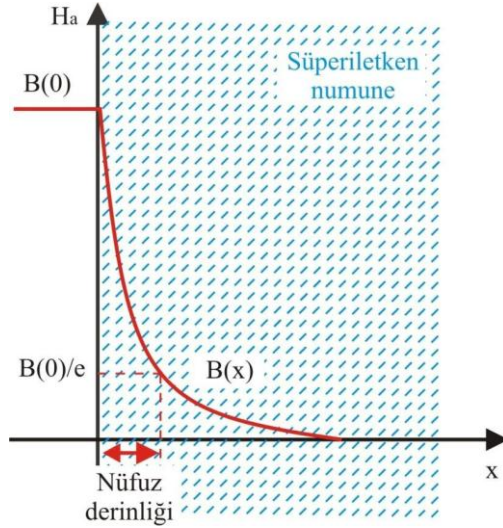
Süperiletkenler için bir diğer temel parametre ise sızma derinliğidir (nüfuz derinliği). Süperiletken malzeme üzerine dış bir manyetik alan uygulandığında, süperiletken malzeme içerisine sızan manyetik akı üstel olarak azalır. Dış manyetik alanın derinlikle değişimi denklem (2.3) ile;

$$H(x) = H_0 e^{(-x/\lambda)} \quad (2.3)$$

şeklinde verilir. Buradaki λ sızma derinliğidir. Bu formül ilk olarak 1935 yılında London kardeşler tarafından bulunmuştur (London 1935).

Sızma derinliğinin sıcaklıkla değişimi ise denklem (2.4) bağıntısına göre verilmektedir;

$$\lambda(T) = \lambda_0 \left(1 - \left(\frac{T}{T_c} \right)^2 \right)^{-\frac{1}{2}} \quad (2.4)$$



Şekil 2.6 H alanının, numune yüzeyinden x uzaklığı ile değişimi (Rose-Innes ve Rhoderick 1994)

2.6 Uyum Uzunluğu

Süperiletken bir malzeme, kritik sıcaklığın altına soğutulduğunda malzeme kendi içinde iletim elektronları için ekstra bir düzen sunar. Bu durumda malzeme içerisindeki elektronlar süper elektronlar (Cooper çiftleri) ve normal elektronlar olmak üzere iki gruba ayrılırlar. Süperiletken durumdaki malzemede bulunan süper elektronlar çiftler halinde malzeme içinde hareket eder ve iki ayrı elektron beraber hareket ettiklerinden dolayı artık bir bozon halini alırlar. Bu elektronlara Cooper çiftleri denir. Malzeme normal durumda iken süper elektron yoğunluğu sıfırdır, mutlak sıfırda ise süper elektron yoğunluğu maksimuma ulaşır

wBCS teorisine göre uyum uzunluğu, Cooper çiftine ait her iki elektronun bir arada çift olarak kalabildikleri mesafe ile ilgilidir. Ginzburg-Landau'ya göre ise, süperiletken durumdan normal duruma faz geçişinin gerçekleşmesinden hemen önce süperiletkenlik elektronlarının süperelektron özelliklerini koruyabildikleri mesafedir. Pippard'a göre de, Fermi enerjisi civarındaki süperiletkenlik durumuna ait elektron yoğunluğunun değişebileceği uzunluktur (Pippard 1953).

2.7 Yüksek Sıcaklık Süperiletkenleri

Bednorz ve Müller La-Ba-Cu-O elementlerinden oluşan bakır oksit bileşiğinin 36 K' de süperiletkenlik özelliği gösterdiğini 1986 yılında keşfetmişlerdir (Bednorz ve Müller 1986). Bednorz ve Müllerin bu keşfinden hemen sonra Wu ve arkadaşları $YBa_2Cu_3O_7$ sisteminde 92 K'de süperiletkenliği bulmuşlardır (Wu vd. 1987). Bu 92 K sıcaklığı, helyum ile sağlanan soğutma yerine, kaynama noktası 77 K olan sıvı azot ile çalışabilmeyi sağlamıştır. Sıvı azot sıvı helyum ile karşılaştırıldığında daha ucuz ve bol olduğu için bu tarz süperiletkenler üzerine yapılan bilimsel çalışmalar ivme kazanmıştır. Genel olarak sıvı azot sıcaklığında çalışılabilen süperiletkenlere 'yüksek sıcaklık süperiletkenleri' denilmiştir.

2.8 Yüksek Sıcaklık Süperiletkenlerinin Özellikleri

Yüksek kritik sıcaklık değerine sahip süperiletken yapıların birçoğu bakır oksit tabakalarına sahiptir. Süperiletken faz durumunda Cooper çiftleri bu tabakalardan dirençsiz bir şekilde akar. Sıvı azot sıcaklığında (77 K) süperiletken durumda oldukları için yüksek sıcaklık süperiletkenleri denilmiştir. Yüksek sıcaklık süperiletkenleri sıfır direnç ve mükemmel diyamanyetizma özelliklerinin yanında kendilerine ait daha spesifik özellikleri aşağıda verilmiştir.

1. Bu malzemelerin kristal yapıları ile malzemeye ait süperiletkenlik özellikleri arasında doğrudan bir ilişki vardır. Süperiletken faz durumunda Cooper çiftleri bakır oksit tabakalarından aktığı için kristal yapıdaki herhangi bir kusur ya da bakır oksit düzlemlerindeki atomların yerine safsızlık atomlarının gelmesi süperiletkenliği bozmakta ya da yok etmektedir.
2. Bu tür malzemeler II. tip süperiletkenlere ait özellik gösterirler.
3. Tanecikli ve seramik yapıdadırlar. Bu durum beraberinde kırılabilirliği getirir.
4. Yöne bağlı (anizotropik) olarak özellikleri değişir. Üzerlerine dış manyetik alan uygulandığında uygulanan alanın uygulanma yönüne bağlı olarak kritik akımları farklılık gösterir.
5. Kolay oksitlenirler.
6. Sıcaklık değişikliklerine karşı hassastırlar. Sıcaklık değişimleri esnasında mekanik hasarlar meydana gelebilir.

2.9 Yüksek Sıcaklık Süperiletken Türleri

Yüksek sıcaklık süperiletkenleri kristal yapılarında bakır oksit tabakaları içerirler. Bu süperiletken yapıları oluşturan elementler, atom numaraları Oksijen (8) ve Bizmut (83)' u kapsayacak şekilde çok geniş bir sıklaya yayılmış durumdadır.

Yüksek sıcaklık süperiletkenleri isimlendirilirken stokiyometrilere göz önüne alınarak ve yapılarındaki elementlerin baş harfleri kullanılarak adlandırılırlar. Bazı yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin adlandırılma örnekleri çizelge 2.1'de verilmiştir.

Çizelge 2.1 Yüksek sıcaklık süperiletkenlerine ait isimlendirme örnekleri

Yüksek Sıcaklık Süperiletkeni	Kısaltması
LaBaCuO_{4-x}	La-111
$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$	Y-123
$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_{8+x}$	Bi-2212
$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+x}$	Bi-2223
$\text{TlBa}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{9+x}$	Tl-1223
$\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{9+x}$	Tl-2223
$\text{HgBa}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{8+x}$	Hg-1223

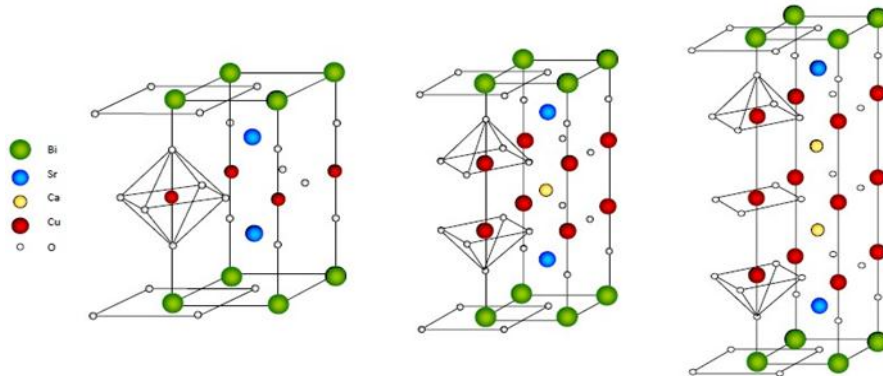
2.10 BSCCO Sistemi

Michel vd. (1987) yılında Bi-Sr-Cu-O sisteminin süperiletkenlik özelliğini keşfetmişlerdir. Bi_2O_3 , SrCO_3 ve CuO bileşiklerini başlangıç tozları olarak kullanmışlardır. Elde edilen başlangıç tozuna 800°C sıcaklıkta 12 saat kalsinasyon işlemi uygulamışlar ve ardından 900°C sıcaklıkta 2 saat ısıtma işlemine maruz bırakmışlardır. Sıcaklığın bir fonksiyonu olarak alınan elektriksel direnç ölçümleri sonucunda, 22 K'de süperiletkenlik fazına geçiş gözlemlenmiştir ancak direncin sıfıra düşüşü ($R=0$) 14 K'de gerçekleşmiştir (Michel vd. 1987).

Maeda vd. ise, Michel ve arkadaşlarının üzerinde çalıştığı Bizmut sistemine Kalsiyum ilave etmişlerdir. Elde ettikleri $\text{BiSrCaCu}_2\text{O}_x$ başlangıç karışımı toz bileşiğine $800\text{ }^\circ\text{C}$ sıcaklıkta 8 saat ısıtma işlemi uygulamışlar ve 83 K 'de süperiletken özellik gözlemlemişlerdir. Bu bileşiğin elektriksel direncinin 75 K 'de sıfıra düştüğünü gözlemlemişlerdir (Maeda vd. 1988).

Tarascon ve arkadaşları 1988 yılında, kristal yapısında Bizmut bulunduran süperiletken bileşiklere ait kristal yapının $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_y$ şeklindeki bir faz serisi halinde olduğunu göstermişler ve $n=1$ için 2201 fazına sahip ve $n=2$ için 2212 fazına sahip süperiletken malzemeyi üretmişlerdir (Tarascon vd. 1988). Ürettikleri bu numunelere ait kritik sıcaklıkları sırasıyla 6 K ve 75 K olarak ölçmüşlerdir. Tarascon ve arkadaşları devam eden çalışmalarında, yapı içerisinde elde ettikleri $n=3$ fazı için 110 K ' de süperiletkenliğe geçişi gözlemlemişlerdir ancak geçişin 80 K ' e kadar uzanan genişliğini ortadan kaldıramamışlardır.

Mazaki ve arkadaşları ise Bi-Sr-Ca-Cu-O sistemine belirli bir miktarda Kurşun (Pb) ilave etmişlerdir. Elektriksel direnç ölçümlerinde gözlemlenen 110 K ile 80 K aralığındaki $n=3$ fazına ait kuyruğu ortadan kaldırmışlardır. Mazaki ve arkadaşlarına göre, $n=3$ fazı için başlangıç tozuna bir miktar kurşun katılması, yapı içerisindeki 2223 faz oranı artmakta, daha kararlı bir yapının elde edilmesini sağlamaktadır (Mazaki vd. 1988)



Şekil 2.7 $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_y$ bileşiğinin (2201), (2212) ve (2223) fazlarına ait kristal yapıları sırasıyla gösterilmiştir

3. MATERYAL VE YÖNTEM

II. tip süperiletken malzemelerde, numune içine sızan manyetik akı çizgilerinin hareket etmesi sonucunda sıfırdan farklı bir direnç ortaya çıkar. II. tip süperiletken malzeme karışık faz durumunda iken yeterince yüksek akım, numune içine giren dış manyetik akı girdaplarını hareket ettirebilir. Bunun sonucunda belirli bir direnç, dolayısıyla da kayıp ortaya çıkar. II. tip süperiletkenlerde bu durumun önüne geçebilmek amacıyla malzeme içerisine belirli ölçüde safsızlıklar eklenir. Yapılan bu safsızlık eklemesi karışık faz durumda bulunan süperiletken malzeme içerisindeki akı girdaplarının hareketini engelleyerek malzemenin dirençsiz, dolayısıyla kayıpsız bir şekilde taşıyabileceği akım yoğunluğunu arttırabilir. Katkılama yapılacak malzemenin nano boyutta olması durumunda kritik akım yoğunluğunun artışı sağladığına dair alınan patent ve nano boyutta katkılamanın yüksek sıcaklık süperiletkenleri üzerine etkisini inceleyen birçok bilimsel çalışma bulunmaktadır (Kenneth vd. 1999, Jannah vd. 2013, Amir vd. 2014, Yavuz vd. 2016).

Yukarıda bahsedildiği üzere nano boyutlu parçacıklar ile yüksek sıcaklık süperiletkenleri üzerine sadece yığın formda değil aynı zamanda tel, şerit ve ince film gibi çeşitli uygulama alanlarında da yapılmış bir çok çalışma mevcuttur. BSCCO süperiletken tel ve şeritlerde yapılan bu çalışmalarda ortak amaç, kritik sıcaklık değerinin düşmesine rağmen teknolojik uygulamalar açısından önemli olan kritik akım yoğunluğunun artırılması hedeflenmiştir. Ancak karbon kaplı nano bor katkılamasının BSCCO malzemesi üzerine etkisi daha önce hiç çalışılmamıştır. Bu sebeple bu tez çalışmasında karbon kaplı nanobor katkılamasının BSCCO malzemesi içerisinde akı çivileme mekanizması gibi davranarak kritik akım yoğunluğunu artıracakları öngörüsü ile etkileri incelenmiştir.

Bu bölümde ilk olarak Bi-2223 malzemesine karbon kaplı nanobor katkılamasının malzeme içerisinde safsızlık görevi üstlenerek malzemenin diğer fiziksel ve manyetik özelliklerine etkisinin yanında, kritik akım yoğunluğu üzerindeki etkilerini de incelemek amacıyla BSCCO yığın malzemesinin hazırlanışı ve üretimi anlatılacaktır. Bi-2223 fazı için katıhal reaksiyon metodu ile hazırlanan stokiometrik tozun ve bu toz

ile yapılan nano bor katkı ve katkısız süperiletken yığın numunelerin fiziksel özellikleri incelenecektir.

İkinci olarak yine Bi-2223 fazı için katıhal reaksiyon metodu ile hazırlanan stokiyometrik toz kullanılarak farklı kılıflı tellerin üretimi anlatılacaktır. Gümüş ve gümüş-bakır alaşımından oluşan farklı kılıfların Bi-2223 fazı üzerindeki etkileri incelenecektir.

3.1 BSCCO Süperiletken Yığın Numunelerin Üretimi

3.1.1 BSCCO toz hazırlama

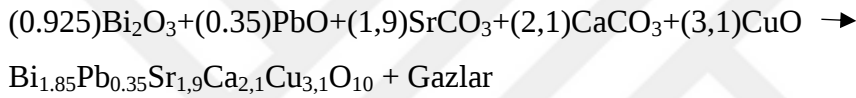
$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4}$ ($n = 1, 2, 3$) serisine uygun şekilde kristallenen, Bi bazlı süperiletkenlerden $n=3$ fazı olarak bilinen $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ (Bi-2223 fazı olarak adlandırılmıştır) süperiletkeninde bir miktar Bi yerine Pb katkı yapılmasının, keskin bir normal-süperiletken faz dönüşümü sağladığı, kritik akım süperiletken parametre değerlerini (J_c) arttırdığı, erime noktasını düşürdüğü, süperiletken durum-normal durum arası faz geçişini keskinleştirdiği, süperiletken özellikleri daha kararlı hale getirdiği yapılan çalışmalarla kanıtlanmıştır (Bruno 1991).

Bizmut bazlı süperiletken toz hazırlamak için kullanılan birçok yöntem vardır. Bu yöntemlerin en çok kullanılanları şunlardır: Katıhal reaksiyon yöntemi, sol-gel yöntemi, sıvı amonyum nitrat yöntemi, püskürtmeli proliz yöntemi vb. Bu tez çalışmasında $\text{Bi}_{1,85}\text{Pb}_{0,35}\text{Sr}_{1,9}\text{Ca}_{2,1}\text{Cu}_{3,1}\text{O}_{10}$ stokiyometrisine sahip olacak şekilde başlangıç tozları hazırlanmış ve katıhal reaksiyonu yöntemi ile BSCCO yığın numuneleri üretilmiştir. Uygun miktarlarda Bi_2O_3 (99,99%), PbO (99,9995%), SrCO_3 (99,994%), CaCO_3 (99,9+%) ve CuO (99,9995%) tozları Bi:Pb:Sr:Ca:Cu = 1,85:0,35:1,9:2,1:3,1 stokiyometrisine sahip olacak şekilde tartılarak karıştırılmıştır. Numune hazırlamada kullanılan elementlerin ağırlıkları ve bileşiklerin saflıkları ve atomik ağırlıkları aşağıdaki çizelge 3.1’de verilmektedir.

Çizelge 3.1 Elementler ve ağırlıkları ile bileşiklerin saflıkları ve atomik ağırlıkları

Element	Atomik ağırlığı (au)	Bileşik	Saflık (%)	Atomik ağırlığı (mol gram)	Rengi	Ergime sıcaklığı
Bi	208,98	Bi ₂ O ₃	99,999	465,96	Açık sarı	860 °C
Pb	207,19	PbO	99,9995	223,19	Koyu gri	200 °C
Sr	87,62	SrCO ₃	99,994	147,6282	Beyaz	1497 °C
Ca	40,08	CaCO ₃	99,997	56,08	Beyaz	1339 °C
Cu	63,54	CuO	99,9995	79,5454	Siyah	1362 °C
C	12,01					
O	15,99					

Bu üretimlerde (Bi_{1,85}Pb_{0,35} Sr_{1,9}Ca_{2,1}Cu_{3,1}O₁₀) stokiyometrisi için kimyasal formül şu şekilde yazılabilir;



Üretilecek numunenin 1 molünün a.k.b. (atomik kütle birimi) cinsinden mol gramı T olarak hesaplanır. Reaksiyona göre bir orantı kurulacak olursa ve A, 1 mol başlangıç maddesinin a.k.b. cinsinden miktarı, X ise numune hazırlığı için başlangıç madde miktarı (Denklem 3.1) ve N hazırlanacak numunenin gram cinsinden miktarı olmak üzere;

$$X = \frac{N(\text{gram}).A(\text{a.k.b.})}{T(\text{a.k.b.})} \quad (3.1)$$

(Bi_{1,85}Pb_{0,35} Sr_{1,9}Ca_{2,1}Cu_{3,1}O₁₀) stokiyometrisi için başlangıç toz miktarları hesaplanırsa;

Öncelikle üretilecek numunenin 1 molünün atomik kütle birimi (a.k.b.) cinsinden mol gramı T' nin hesabı;

$$[(208,98)*1,85] + [(207,19)*0,35] + [(87,62)*1,9] + [(40,08)*2,1] + [(63,54)*3,1] + [(15,99)*10] = 1066,6495 \text{ mol gram}$$

$(0,925)\text{Bi}_2\text{O}_3 + (0,35)\text{PbO} + (1,9)\text{SrCO}_3 + (2,1)\text{CaCO}_3 + (3,1)\text{CuO}$ Stokiyometrisine uygun olarak hazırlanacak 10 gram başlangıç tozu için;

Bi_2O_3 için:

$$1 \text{ mol Bi}_2\text{O}_3 \longrightarrow 465,96 \text{ g ise} \quad (10 \cdot 431,013) / 1066,6495 = 4,0408 \text{ g Bi}_2\text{O}_3$$

$$0,925 \text{ mol Bi}_2\text{O}_3 \longrightarrow 431,013 \text{ g}$$

PbO için:

$$1 \text{ mol PbO} \longrightarrow 223,19 \text{ g} \quad (10 \cdot 78,1165) / 1066,6495 = 0,7323 \text{ g PbO}$$

$$0,35 \text{ mol PbO} \longrightarrow 78,1165$$

SrCO_3 için:

$$1 \text{ mol SrCO}_3 \longrightarrow 147,6282 \text{ g} \quad (10 \cdot 280,497) / 1066,6495 = 2,6297 \text{ g SrCO}_3$$

$$1,9 \text{ mol SrCO}_3 \longrightarrow 280,497 \text{ g}$$

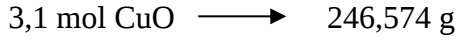
CaCO_3 için:

$$1 \text{ mol CaCO}_3 \longrightarrow 56,08 \text{ g} \quad (10 \cdot 210,1852) / 1066,6495 = 1,9705 \text{ g CaCO}_3$$

$$2,1 \text{ mol CaCO}_3 \longrightarrow 210,1852 \text{ g}$$

CuO için:

$$1 \text{ mol CuO} \longrightarrow 79,54 \text{ g} \quad (10 \cdot 246,574) / 1066,6495 = 2,3116 \text{ g CuO}$$



Çizelge 3.2 10 gram numune hazırlığı için başlangıçta reaksiyona girecek madde miktarları

Bileşik	$\text{Bi}_{1,85}\text{Pb}_{0,35}\text{Sr}_{1,9}\text{Ca}_{2,1}\text{Cu}_{3,1}\text{O}_{10}$
Bi_2O_3	4,0408 g
PbO	0,7323 g
SrCO_3	2,6297 g
CaCO_3	1,9705 g
CuO	2,3116 g
Toplam	11,6849 g

10 gram numune hazırlamak için toplamda 10 gramdan fazla madde girişi vardır çünkü $\text{Bi}_{1,85}\text{Pb}_{0,35}\text{Sr}_{1,9}\text{Ca}_{2,1}\text{Cu}_{3,1}\text{O}_{10}$ malzemesini elde etmek için kullanılan başlangıç tozları karbonlu ve oksitli bileşiklerdir. Arta kalan madde miktarı yapılan kalsinasyon işlemleri ile reaksiyondan gaz olarak çıkar.

3.1.2 BSCCO tozunun homojen karıştırılma katkılama ve kalsinasyon işlemleri

BSCCO üretimi için gerekli olan bileşikler çizelge 3.2'deki ağırlıklarda hassas terazi ile tartılmıştır. Hazırlanan stokiyometrik tozdan yığın numune üretim ve katkılama aşaması basamakları aşağıdaki gibi yapılmıştır;

1. Stokiyometrik oranda hazırlanan başlangıç toz karışımı ilk olarak agat havan içine konularak 1 saat homojen bir karışım elde edinceye kadar şekil 3.1' deki agat havan ile öğütülmüştür.



Şekil 3.1 Agat havan

2. 3 saat boyunca 75 devir/dak. hız ile tungsten karbid (WC) jar içerisinde toplar (WC) ile beraber karıştırma cihazı (Şekil 3.2) ile öğütüldü (ağırlıkça toz-top oranı 1-3).



Şekil 3.2.a. Sırasıyla tungsten-karbid jar, b.c. ball-milling cihazı

3. Birinci öğütmesi tamamlanan toz %99,9 saflığa sahip 0,127 mm kalınlığındaki gümüş plakadan yapılmış potaya koyulmuştur (Şekil 3.3).



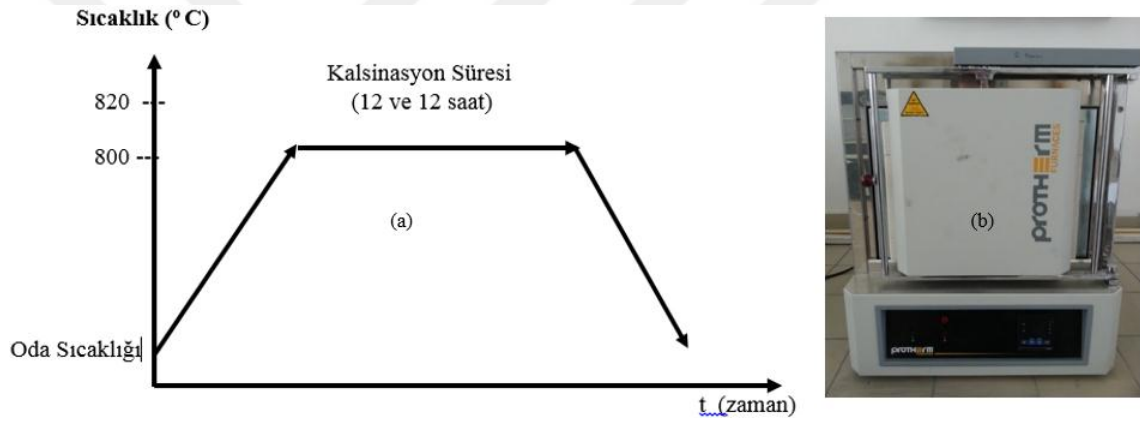
Şekil 3.3.a. Gümüş plaka, b. gümüş plakadan yapılmış pota içerisinde BSCCO toz

4. Gümüş plakaya konulan toz, kül fırında 12 saat boyunca 800 °C’ da kalsinasyona tabi tutulmuştur. Kalsinasyon işleminin şematik gösterimi Şekil 3.4’ de verilmiştir.

5. Birinci kalsinasyonu tamamlanıp çıkan tozlar agat havanda 1 saat el ile tekrar öğütülmüştür.

6. İkinci öğütmesi tamamlanan tozlar tekrar gümüş potaya konulmuştur.

7. Gümüş potadaki tozlar ikinci kalsinasyon işlemi için 12 saat 820 °C’de kül fırına yerleştirilmiştir.



Şekil 3.4.a. Tozlara ait kalsinasyon işlemi şematik gösterimi, b. kalsinasyonun yapıldığı programlanabilir kül fırın

8. 1 gramlık dört adet toz tartılmıştır.

9. 1 gram tartılan tozlardan birincisine katkılama yapılmaksızın kalsinasyondan çıktığı gibi korundu. Tartılan ikinci, üçüncü ve dördüncü tozlara sırasıyla ağırlıklarıyla orantılanarak % 0,1; % 0,2 ve % 0,5 oranında hava ortamında karbon kaplı nano-bor eklendi.

10. Katkılama yapılan her bir toz ayrı ayrı agat havanda karıştırıldı. Bu işlem ile BSCCO toz ve katkılamada kullanılan karbon kaplı nano-bor tozunun homojen karışması sağlanmıştır.

11. 1 gramlık tozlar Şekil 3.5’ de verilen 13 mm çapındaki Specac marka kalıp içine dökülmüştür.



Şekil 3.5 Specac marka kalıp

12. Kalıp içindeki 1 gramlık toz hidrolik pres altında (Şekil 3.6) 375 MPa basınç altında preslenerek yığın şeklini alması sağlanmıştır.



Şekil 3.6 Hidrolik pres

Katkılama yapılan yığın numuneler için numunelerin adlandırılması şu şekildedir;

Karbon kaplı nano bor katkısı yapılmayan BSCCO yığın numune = H00

% 0,1 Oranında karbon kaplı nano bor katkısı yapılan BSCCO yığın numune = H01

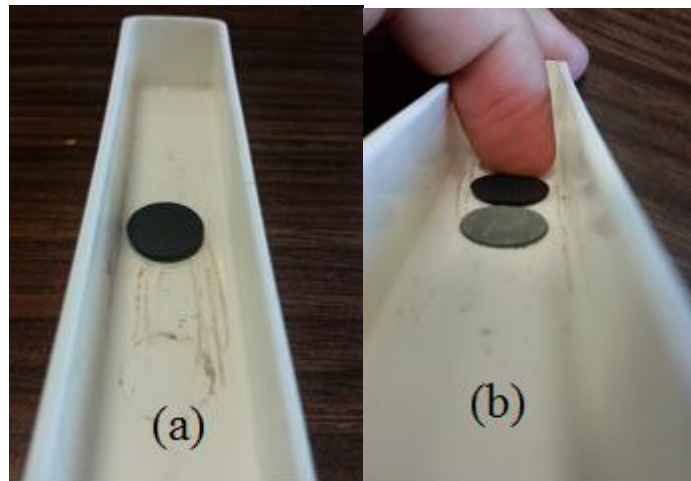
% 0,2 Oranında karbon kaplı nano bor katkısı yapılan BSCCO yığın numune = H02

% 0,5 Oranında karbon kaplı nano bor katkısı yapılan BSCCO yığın numune = H05



Şekil 3.7 Kalsinasyon ve katkılama işlemlerinin ardından preslenerek yığın hale getirilen BSCCO yığın numuneler

Karbon kaplı nano bor katkılama oranı % 0,1; % 0,2; % 0,5; % 1.0 ve % 2.0 şeklinde ikişer kat artarak yapılması planlanmıştır. Ancak Şekil 3.8’ de gösterildiği gibi % 1.0 oranında katkılı numune erimiş, yığın numunenin alümina potaya temas ettiği kısım yeşil renkli ve potaya yapışmış bir durumda olduğu gözlemlenmiştir. Bu nedenle maksimum katkılama oranı % 0,5 olarak belirlenmiştir.



Şekil 3.8.a % 1.0 oranında katkılı numune üstten görünüm, b. numunenin alt kısmında eriyip potaya yapışmış yeşil tabaka

3.1.3 Yığın numuneler için ısıtım prosedürü

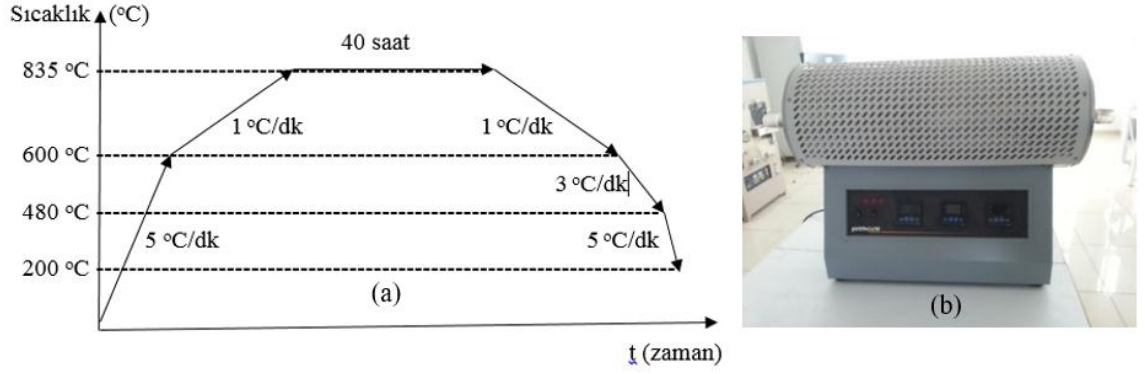
Yığın numunelerin ısıtım prosedürü birbirini takip eden iki aşamadan oluşmaktadır ve yığınnumunelerin ısıtım işlemleri tüp fırında gerçekleştirilmiştir.

Birinci aşama için;

Yığın numuneler alümina pota içerisinde oda sıcaklığında tüp fırına konulduktan sonra;

1. Oda sıcaklığından 600°C'ye kadar 5°C/dakika ile,
2. 600°C'den 835°C'a kadar 1°C/dakika ile ısıtılmıştır.
3. 835°C'de ısıtım süresi kadar (40 saat) bekledikten sonra 600°C'a kadar 1 °C/dakika ile soğutma işlemine geçilmiştir.
4. 600°C'dan 480°C'a kadar 3 °C /dakika ile,
5. 480 °C'dan 200 °C'a kadar da 5 °C/dakika ile soğutulmuş akabinde ise kontrollü soğutma işlemi bitirilmiştir (Şekil 3.7).

Bu işlemlerden sonra yığın malzemeye ait birinci ısıtım işlemi tamamlanmıştır. Bu aşamada birinci ısıtım işlemi tamamlanan numunelerin XRD ölçümleri alınmıştır. Isıtım işlem süresinin malzeme içerisindeki faz oranları üzerindeki etkisinin incelenmesi amaçlanmıştır. XRD ölçümünden sonra yığın numunelere ait izlenen ikinci ısıtım işlem prosedürü ikinci aşamada ayrıntılı açıklanacaktır.



Şekil 3.9.a. Yığın numunelere ait birinci ısıtım işlemi şematik gösterimi, b. ısıtım işleminin yapıldığı programlanabilir tüp fırın

İkinci aşama için;

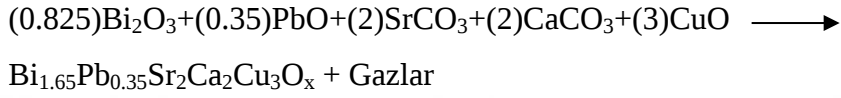
Birinci ısıtım işlemi prosedürünü tamamlayan yığın numuneler fırından çıkarıldı. Bi-2223 fazını artırmak için yığın malzeme agat havanda ezilip tekrar öğütülür. Bu işlem daha keskin bir faz geçişi ve daha yüksek bir Bi-2223 faz eldesi için gereklidir (Lera vd. 1993). Agat havanda el ile 10 - 15 dakika boyunca ezilip öğütülerek toz haline getirilen numuneler yine 13 mm çapındaki kalıba dökülür ve 650 MPa hidrolik pres altında preslenip sonrasında kalıptan çıkarılır. Birinci ısıtım işlemi tamamlanan ve tekrar agat havanda öğütülüp preslenen yığın numuneler ikinci ısıtım işlemi için artık hazır haldedir. Yığın numune için ikinci ısıtım işlemi prosedürü birinci ısıtım işlemi prosedürüyle aynıdır. Aynı sıcaklık değerlerinde ve aynı ısıtım ve soğutma hızlarına sahip olarak ve aynı ısıtım işlemi süresine sahip olacak şekilde (835 °C’da 40 saat) aynı koşullar altında alumina pota içerisinde tüp fırına konulurlar.

Yığın numunelerin hazırlanışı ve üretimi esnasında ne kalsinasyon ne de birinci ve ikinci ısıtım işlemi süreçlerinde oksijen yada başka herhangi bir gaz kullanılmamış bütün işlemler hava ortamında gerçekleştirilmiştir.

3.2 BSCCO Süperiletken Tel Numune Üretimi

3.2.1 BSCCO süperiletken tel için toz hazırlama

Farklı kılıflı BSCCO süperiletken tel numuneler için başlangıç tozu stokiyometrisi olarak $\text{Bi}_{1,65}\text{Pb}_{0,35}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ stokiyometrisi ile çalışıldı. Bu üretimlerde $\text{Bi}_{1,65}\text{Pb}_{0,35}\text{Ca}_2\text{Sr}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ stokiyometrisi için kimyasal formül şu şekilde yazılabilir;



Üretilcek numunenin 1 molünün a.k.b. (atomik kütle birimi) cinsinden mol gramı T olarak hesaplanır. Reaksiyona göre bir orantı kurulacak olursa ve A, 1 mol başlangıç maddesinin a.k.b. cinsinden miktarı, X ise numune hazırlığı için başlangıç madde miktarı ve N hazırlanacak numunenin gram cinsinden miktarı olmak üzere yığın numuneler için üretilen toz hesabında kullanılan Denklem 3.1 kullanılarak, başlangıç toz hesabı yapılmıştır. Buna göre 10 cm uzunluğunda 5 farklı gümüş boru toz ile doldurulacağı için 20 gram toz hazırlanmıştır. 20 gram toz hazırlığı için başlangıçta hesaplanarak belirlenen reaksiyona girecek madde miktarları çizelge 3.3’de verilmektedir.

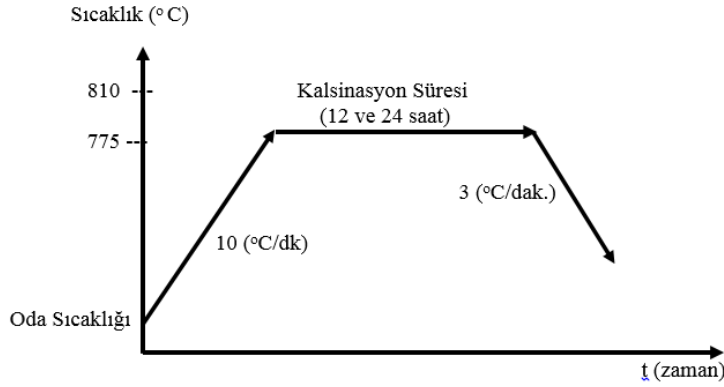
Çizelge 3.3 $\text{Bi}_{1,65}\text{Pb}_{0,35}\text{Ca}_2\text{Sr}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ stokiyometrisi için hesaplanan kullanılacak madde miktarları

Bileşik	$\text{Bi}_{1,65}\text{Pb}_{0,35}\text{Ca}_2\text{Sr}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$
Bi_2O_3	7,5136 g
PbO	1,5268 g
SrCO_3	5,7710 g
CaCO_3	3,9124 g
CuO	4,6638 g
Toplam	23,3876 g

3.2.2 BSCCO süperiletken tel için hazırlanan tozun homojen olarak karıştırılması ve kalsinasyon işlemleri

BSCCO üretimi için gerekli olan bileşikler Çizelge 3.3' deki ağırlıklarda hassas terazi ile tartılmıştır. Toz üretim aşaması basamakları aşağıdaki gibi yapılmıştır;

1. Toz karışımı ilk olarak agat havan içine konularak 1 saat homojen bir karışım oluşuncaya kadar öğütülmüştür.
2. Daha sonra agat havanda el ile karıştırılan toz Tungsten Karbid (WC) jarlara konularak toz top-oranı 1'e 3 olacak şekilde (10 g toz için toplam 30 g top) yine Tungsten-Karbid (WC) toplar aracılığı ile 3 saat boyunca 75 devir/dak. hız ile biliyeli değirmen cihazı ile öğütülmüştür.
3. Birinci öğütmesi tamamlanan tozlara 10 °C/dak. ısıtma, 3 °C/dak. soğutma hızı ile 775 °C de 12 saat süre ile kül fırında birinci kalsinasyon işlemi yapılmıştır.
4. Tozlar aynı koşullar altında tekrar öğütücüye konularak 3 saat boyunca 75 devir/dak. hız ile karıştırılmıştır.
5. İkinci öğütmesi tamamlanan tozlara 10 °C/dak. ısıtma, 3 °C/dak. soğutma hızı ile 810 °C de 24 saat süre ile kül fırında ikinci kalsinasyon işlemi yapılmıştır. Tel numuneler için hazırlanan tozların kalsinasyon işlemleri şematik olarak şekil 3.8'de verilmiştir.
6. İkinci kalsinasyon işlemi de tamamlanmış olan tozlar son kez agat havanda 1 saat süreyle öğütülmüştür.

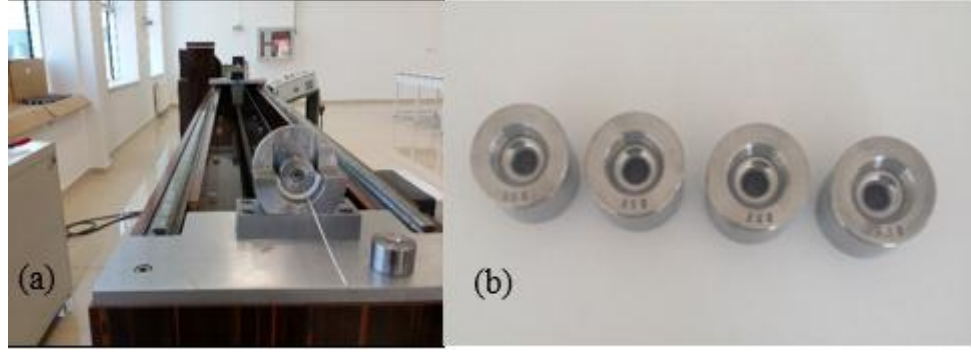


Şekil 3.10 Tel numuneler için hazırlanan tozların kalsinasyon prosedürü şematik gösterimi

3.2.3 PIT yöntemiyle BSCCO süperiletken telin hazırlanması

Tel numunelerin hazırlanmasında tüp içinde toz – "powder in tube (PIT)" yöntemi kullanılmıştır. 10 cm uzunluğunda alınan boruların iç ve dışları aseton ile temizlenmiş, daha sonra bir ucu Al folyo ile kapatılmıştır. Bir ucu Al folyo ile kapatılan 10 cm uzunluğundaki tüplerin içine kalsinasyonu tamamlanmış tozlar konulmuştur. Boruya toz doldurulurken her 5 kaşık toz ilavesinin ardından boru içerisine doldurulan toz bir metal çubuk ve çekiç yardımıyla sıkıştırılmıştır. Bu işleme borunun açık olan uç kısmında 1-2 cm boşluk kalıncaya kadar devam edilerek boru toz ile doldurulduktan sonra tüpün diğer ucu da alüminyum folyo parçalar ile kapatılmıştır.

Bu boru haddelerden geçirilip inceltilerek çapı 1,15 mm ye ulaşınca kadar çekilmeye devam edilmiş, 2,63 m nihayi uzunluğa ulaşılmıştır. Bu şekilde hazırlanan gümüş ve bakır katkılı gümüş tüp borular, istenen çapa kadar (yaklaşık 1,15 mm) Şekil 3.9' da gösterilen tel çekme cihazı ve haddeler ile çekilmiştir.



Şekil 3.11.a. Tasarımı ve üretimi tamamen yerli olan tel çekme cihazı, b. haddeler

Tel çekme işlemi her adımda % 5'lik çap küçültülerek, konik şeklindeki haddelerden geçirilerek yapılmıştır.

$\text{Bi}_{1.65}\text{Pb}_{0.35}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ stokiyometrik oran kullanılarak 20 gram olarak hazırlanan başlangıç tozu ile doldurularak elde edilen 10'ar santimlik farklı kılıflı boruların isimlendirmeleri aşağıdaki şekildedir;

Ag kılıflı tel numune = AgT/845/120

% 1 Cu - % 99 Ag kılıflı tel numune = Cu1T/845/120

% 2 Cu - % 98 Ag kılıflı tel numune = Cu2T/845/120

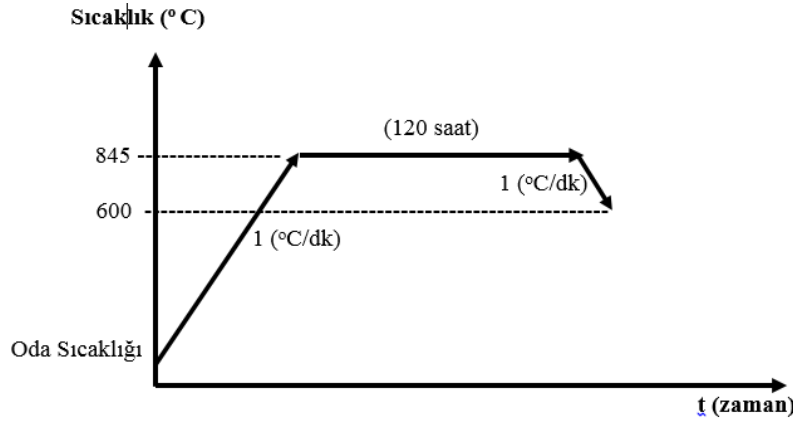
% 3 Cu - % 97 Ag kılıflı tel numune = Cu3T/845/120

% 4 Cu - % 96 Ag kılıflı tel numune = Cu4T/845/120

3.2.4 Tel numuneler için ısıtma işlemi prosedürü

Genel olarak 2.60 m uzunluğa erişilen bu farklı kılıflı tellerden 5 cm lik örnekler kesilerek alınmış ve bu örnekler tüp fırında 120 saat boyunca 845°C sıcaklıkta ısıtma işlemi tabi tutulmuştur. Tel numunelerin ısıtma işlemi prosedürü şekil 3.10'de şematik olarak gösterildiği gibi sırasıyla aşağıdaki şekildedir;

1. Oda sıcaklığından 845 °C'ye kadar 1 °C/dakika ısıtma hızı ile çıkılmıştır.
2. 845 °C'da 120 saat bekletilmiştir.
3. 845 °C' den 600 °C' a kadar 1 °C/dakika soğutma hızı ile soğutulmuştur.
4. 600 °C' dan sonra kontrollü soğutma işlemi sonlandırılarak fırının oda sıcaklığına inmesi beklenmiştir.



Şekil 3.12 Tel numunelere ait ısıtma işlem prosedürünün şematik gösterimi

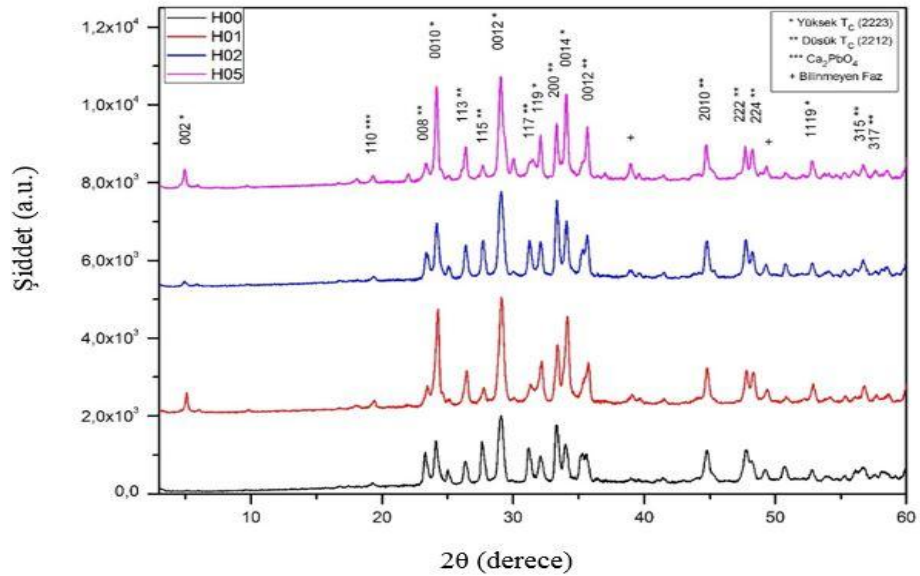
4. BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1 BSCCO Yığın Numuneye Ait Ölçümler

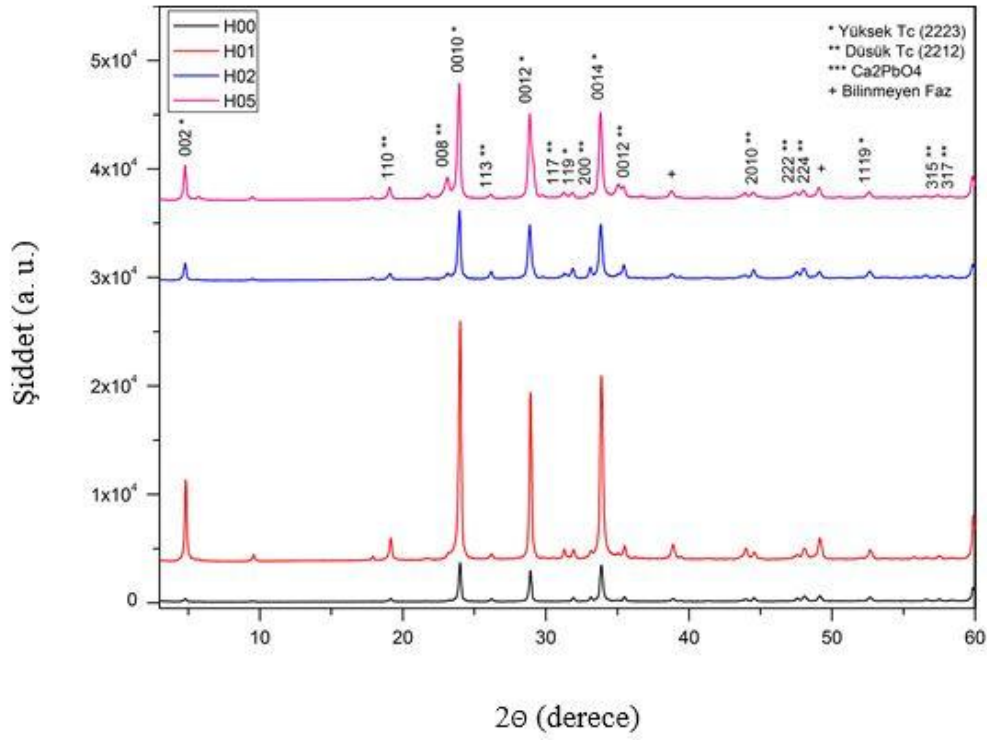
Üretilen BSCCO yığın vet el malzemelerine ait süperiletken özelliklerini incelemek amacıyla elektriksel, manyetik ve mekanik ölçümler alınmıştır. Herbir ölçüme ait ölçüm koşulları ve ölçüm sonuçları ayrıntılı bir şekilde verilmiş, yığın numuneler için yapılan katkılamanın ve tel numuneler için ise kullanılan farklı kılıfların süperiletkenlik özellikleri üzerine etkisi açıklanmıştır.

4.1.1 BSCCO yığın numunelerin XRD analizleri

Numunelerin kristal yapısını incelemek ve ana fazın yanında oluşabilecek safsızlıkları belirlemek için X-ışını kırınımı yöntemi kullanılmıştır. XRD ölçümleri Rigaku marka D/Max-IIIC model difraktometre ile $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$) radyasyonu kullanılarak yapılmıştır. Tüm ölçümler oda sıcaklığında, $2\theta = 3^\circ - 60^\circ$ aralığında $0,02$ derece/dakika tarama hızıyla alınmıştır. Elde edilen desenlerde piklerin indislenmesi ve yapı parametrelerinin belirlenmesi için XRD PDXL programı kullanılmıştır.



Şekil 4.1 40 saat ısıtılmanın ardından alınan XRD grafiği



Şekil 4.2 İkinci 40 saat ısıtışının ardından alınan XRD grafiği

Bu XRD desenlerindeki piklerin şiddetlerinden yararlanılarak numuneler için 2223 ve 2212 fazlarının hacimsel oranı sırasıyla denklem (4.1) ve (4.2) yardımı ile hesaplanmıştır;

$$f_{(2223)} = \frac{\sum I_{H(hkl)}}{\sum I_{H(hkl)} + \sum I_{L(hkl)}} \quad (4.1)$$

$$f_{(2212)} = \frac{\sum I_{L(hkl)}}{\sum I_{H(hkl)} + \sum I_{L(hkl)}} \quad (4.2)$$

Burada $I_{H(hkl)}$ ve $I_{L(hkl)}$ sırasıyla Bi-2223 ve Bi-2212 fazların kırınım desenindeki piklerin şiddeti olarak verilmektedir.

Numunelere ait XRD ölçümleri hem 40 saatlik ısıtış sürecinin ardından hem de ikinci 40 saatlik ısıtış sürecinin ardından alınmıştır. Artan ısıtış süresinin ve katkılamanın yapı içerisindeki faz oranları ve tetragonal yapıya sahip yapının örgü

parametreleri üzerine etkisi incelenmiştir. Hem 40 saatlik ısıtılma işlemi hem de 40+40 saatlik ısıtılma işlemi tabii tutulan numuneler üzerinden alınan XRD ölçümleri sonucunda faz oranlarına ait değerler çizelge 4.1 - 4.2’de ayrıntılı olarak verilmiştir. Artan ısıtılma işlem süresi ara presleme işlemi ile yapı içerisindeki Bi-2223 faz oranı tüm numunelerde artmış, en yüksek orandaki artış % 33’lük değerle H01 numunesinde gözlemlenmiştir.

Çizelge 4.1 40 saat ısıtılma işlemin ardından katkılama miktarlarına göre hacimsel faz oranları

Numune Adı (40 saat)	Katkılama Miktarı (%)	Bi-2223 Fazı Hacimsel Oranı (%)	Bi-2212 Fazı Hacimsel Oranı (%)	Bilinmeyen Faz Hacimsel Oranı (%)
H00	0 (Kontrol)	47.38	46.18	6.44
H01	0.1	46.23	49.12	4.65
H02	0.2	40.19	55.43	4.38
H05	0.5	47.05	46.12	6.83

Numune Adı (40+40 saat)	Katkılama Miktarı (%)	Bi-2223 Fazı Hacimsel Oranı (%)	Bi-2212 Fazı Hacimsel Oranı (%)	Bilinmeyen Faz Hacimsel Oranı (%)
H00	0 (Kontrol)	71.25	21.83	6.92
H01	0.1	79.87	13.60	6.53
H02	0.2	67.53	26.78	5.69
H05	0.5	70.14	24.66	5.18

Çizelge 4.2
40 + 40
saat ısıtılma
işlemin
ardından
katkılam
a
miktarlar
ına göre
hacimsel
faz

oranları

Yapılan katkılamanın örgü parametreleri üzerine etkisini gözlemleyebilmek için katkısız numune ile katkılı diğer bütün numunelere ait *a* ve *c* değerlerinin belirlenmesi UnitCell yazılımı yardımı ile XRD ölçüm verileri kullanılarak yapılmıştır. Artan ısıtılma işlem süreci bütün numunelere ait *c* uzunluğunu az da olsa arttırmıştır. Yapılan katkılamanın etkisi hem 40 saat hemde 40+40 saat ısıtılma işlemleri üzerinden çizelge 4.3 aracılığıyla incelendiğinde *a* parametresinin çok büyük değişikliklere sebebiyet vermeden değiştirdiği gözlemlenmiştir. H01 ve H02 numunelerinde H00 numunesine göre *a* parametresinde giderek düşüş gözlemlenmekle beraber H05 numunesi incelendiğinde ise H00 numunesine göre çok az da olsa *a* parametresinde bir artış gözlemlenmiştir. Katkılamanın *c* parametreleri üzerinde etkin rol oynadığı ve sistematik değişikliğe sebep olduğu söylenemez. Kristal yapı parametrelerinin sistematik ve önemli ölçüde

değişmemesinin bir diğer nedeni de BSCCO malzemesinin yapısını oluşturan elementlerin herhangi birisi ile katkılama malzemesi olarak kullanılan bor elementinin iyonik çaplarının birbirlerine yakın olmamasıdır. Dolayısı ile katkılama malzemesi olan bor BSCCO yapısını oluşturan herhangi bir element ile yerdeğiştiremeyeceği ve kristal yapı içerisinde yer alamayacağı gerçeğidir. BSCCO kristal yapısında yer alan elementler ve iyonik çapları çizelge 4.3’ de verilmiştir (Shannon 1976’dan yararlanılmıştır).

Çizelge 4.3 BSCCO kristal yapısında yer alan elementler ve iyonik çapları

Atom No	Element	İyonik Çap (pm)
5	B	27
83	Bi	103
38	Sr	118
20	Ca	100
29	Cu	77
82	Pb	133
8	O	126

Çizelge 4.4 Isıl işlem ve katkılamanın örgü parametreleri üzerine etkisi

Numune Adı (tetragonal)	40 saat Isıl İşlem		40 + 40 Saat Isıl İşlem	
	$a = b$ (Å)	c (Å)	$a = b$ (Å)	c (Å)
H00	5.33219	34.67053	5.36637	35.69586
H01	5.32734	34.30662	5.32169	35.60451
H02	5.30985	35.00056	5.31422	36.07424
H05	5.33696	35.10862	5.37240	35.28219

Şekil 4.1 - 4.2’de verilen XRD grafikleri incelendiğinde üretilen bütün yığın numunelerde Bi-2223 ve Bi-2212 fazının yanında çok az miktarda Ca_2PbO_4 pikinin varlığı da tespit edilmiştir. Alınan XRD ölçümleri neticesinde Bi-2223 fazı ile birlikte Bi-2212 fazının oluştuğu görülmektedir. BSCCO’ya ait fazların yanı sıra Ca_2PbO_4 ’e ait

bir adet pik 19°'de gözlenmiştir. Katkılama miktarlarına göre numunelere ait hacimsel faz oranları karşılaştırıldığında ikinci 40 saatlik ısıtma işlemi ve ara preslemenin Bi-2223 faz oranını bütün numunelerde arttırdığı görülmektedir. 40+40 saatlik ısıtma işlemine tabi tutulan malzemeler incelendiğinde % 0,1 karbon kaplı nano bor katkılamasının Bi-2212 fazını azaltarak aynı oranda Bi-2223 faz oranını arttırdığı XRD ölçümleriyle belirlendi. Yine 0,2 ve 0,5 oranında karbon kaplı nano bor katkılamasına sahip numunelerin XRD ölçüm sonuçları ise katkısız yığın numuneye göre Bi-2212 faz oranını arttırarak Bi-2223 faz oranını hacimsel oran olarak çok büyük oranda olmasa da azalttığı gözlemlenmiştir. Kristal yapının karakteristik piklerine ait konumlar OriginPro-8 programı ile pikin bulunduğu açı değeri üzerinden incelenmiş ve katkılamanın karakteristik pik konumlarını değiştirmedeği gözlemlenmiştir. Yapı içerisinde ekstra herhangi bir pik gözlemlenmemiştir. Dolayısıyla katkılama malzemesi yapı içerisinde yapıyı oluşturan diğer element ve bileşiklerle reaksiyona girerek yeni ve farklı bir kristal yapı oluşturmamıştır.

4.1.2 BSCCO yığın numunelerin AC alınganlık ölçümleri

AC alınganlık ölçümleri malzemenin süperiletkenlik özelliklerinin incelenmesi, kritik sıcaklığın belirlenmesi, yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin tane-içi ve taneler arası özelliklerinin karakterizasyonu gibi süperiletken faz durumuna ve faz geçişine ait belirli karakteristik özelliklerini gözlemlemek amacıyla yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir. Bu tez çalışmasında AC alınganlık ölçümleri “Lake Shore 7130 AC Susceptometer” sistemi kullanılarak yapılmıştır. Bu sistem manyetik alınganlığı sıcaklığın, uygulanan AC alanın genliğinin ve frekansının fonksiyonu olarak ölçen bir sistemdir.

Kritik sıcaklığın altında yani malzeme süperiletken faz durumunda iken malzemeye uygulanan dış manyetik alana malzeme tarafından oluşturulan yüzey akımları aracılığıyla karşı konulur. Süperiletken malzemelerde manyetizasyon (M) dışarıdan uygulanan manyetik alan ile orantılı fakat ters işaretlidir. Malzemenin alınganlığı bu durumda $\chi = M / H$ şeklindedir. Süperiletken malzemelerin AC manyetik alınganlık ölçümü ile ilgili olarak alınganlık ifadesi $\chi = \chi' - i \chi''$ şeklinde iki farklı parametreden

oluşur. χ' ifadesi alınganlığın gerçel kısmını temsil ederken, χ'' ifadeside alınganlığın sanal kısmını ifade eder. Alınganlığın gerçel kısmını temsil eden χ' ifadesi malzemeye ait diyamanyetik geçişi temsil ederken, alınganlığın sanal kısmını temsil eden χ'' ifadesi de diyamanyetik geçiş sırasında soğurulan enerji ile orantılıdır. Karşılıklı indüktans yöntemi ile yapılan ölçüm sisteminde ikincil algılayıcı bobinden gelen sinyal ile numune üzerine uygulanan ac alan sinyali arasında 0 derece faz farkı olacak şekilde faz duyarlı dedektör aracılığıyla alınan sinyal alınganlığın χ' ifadesini temsil ederken, 90 derece faz farkı ile alınan sinyal alınganlığın χ'' ifadesini oluşturur. Mıknatıslanma (M) birim hacimdeki manyetik moment sayısı iken, malzemeye ac dış manyetik alan uygulandığı için malzemenin manyetik momentleri zamanla değişir. Bu durumda Ac alınganlık;

$$\chi = \frac{dM}{dH} \quad 4.3$$

şeklinde olur. Malzemeye uygulanan H alanı aşağıdaki şekilde olursa;

$$H = H_{ac} \sin(\omega t) \quad 4.4$$

bu durumda mıknatıslanma;

$$M(t) = H_{ac} \sum_n (\chi'_n \sin(n\omega t) - \chi''_n \cos(n\omega t)) \quad 4.5$$

olur. Bu durumda alınganlığın bileşenleri ise;

$$\chi' = \frac{1}{\pi H} \int_0^{2\pi} M(t) \sin(\omega t) d(\omega t) \quad 4.6$$

$$\chi'' = \frac{1}{\pi H} \int_0^{2\pi} M(t) \cos(\omega t) d(\omega t) \quad 4.7$$

şeklinde olacaktır. $n = 1$ değerine temel alınganlık, $n > 1$ için ise harmonikler elde edilir. Çift harmonikler simetriden dolayı sıfırdır.

Ac alınganlık ölçüm sistemi aynı simetri merkezine sahip iç içe geçmiş bobinlerden oluşur. Malzeme üzerine dış bir manyetik alan uygulamak için kullanılan dış kısımdaki birincil bobin ve malzemeden kaynaklanan akıyı algılamak için iç kısımda bulunan ikincil bobinler bulunur. İkincil bobinler bir birine göre ters bağlanmış özdeş iki bobinden oluşur. Sadece malzemeden kaynaklanan akı nedeniyle oluşan indüklenmiş gerilimi ölçmek için adım motoru aracılığıyla ikincil üst bobinin merkezinde ve ikincil alt bobinin merkezinde ayrı ayrı iki farklı ölçüm alınır. Her iki ikincil bobinin merkezinde alınan gerilim değerlerine sırasıyla v_1 ve v_2 denilip ve numune yokken okunan voltaj değerine v_0 , sadece numuneden gelen katkıya da v denilirse;

$$v_1 = v + v_0 \quad 4.8$$

$$v_2 = -v + v_0 \quad 4.9$$

Bu durumda sadece malzemeden kaynaklanan gerilim;

$$v = \frac{1}{2} (v_1 + v_2) \quad 4.10$$

şeklinde bulunur. Bu durumda AC manyetik alınganlık χ aşağıda verildiği şekilde yazılabilir;

$$\chi = \frac{\alpha v}{V f H} \quad 4.11$$

Burada v ifadesi gerilim, V malzemenin hacmi, H uygulanan ac alan, f frekans ve α sisteme ait kalibrasyon sabitidir. N sarım sayısı L bobinin uzunluğu ve d bobinlerin çapı olmak üzere kalibrasyon sabiti α aşağıdaki gibi verilir (LakeShore 7300, 1996).

$$\alpha = \frac{10^8}{8\pi NL} \sqrt{L^2 + d^2} \quad 4.12$$

AC alınganlık ölçümlerinde birincil bobine uygulanan AC alan ile algılayıcı ikincil bobinler aracılığıyla alınan sinyal arasında bobinlerin direnç ve indüktansından kaynaklanan faz farkı oluşur. Bu faz farkı dikkate alınarak alınganlığın faz içi bileşenine ait gerilim v' ve faz dışı bileşenine ait gerilim de v'' ile temsil edilirken, 0° lock-in voltajına v_0 ve 90° lock-in voltajına v_{90} denilirse;

$$v' = v_0 \cos\theta + v_{90} \sin\theta \quad 4.13$$

$$v'' = v_{90} \cos\theta - v_0 \sin\theta \quad 4.14$$

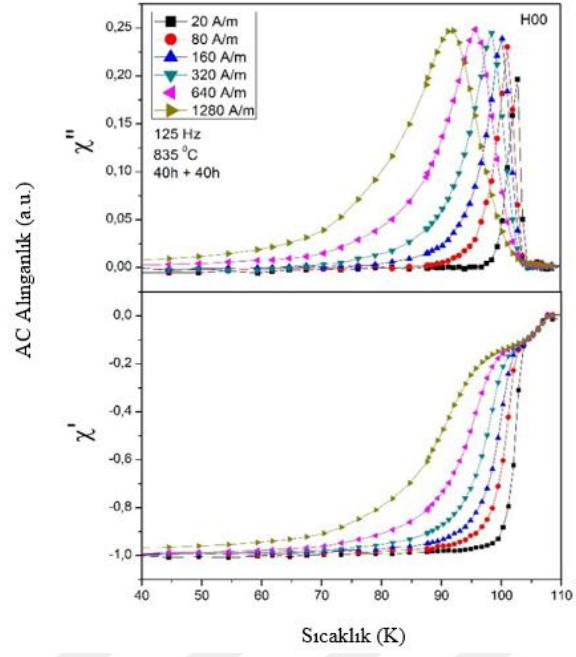
burada v_0 ifadesi faz farkı 0 derece iken ölçülen gerilim v_{90} ise faz farkı 90 derece iken ölçülen gerilimdir.

Bu durumda alınganlığın gerçel ve sanal değerleri aşağıdaki gibi verilebilir;

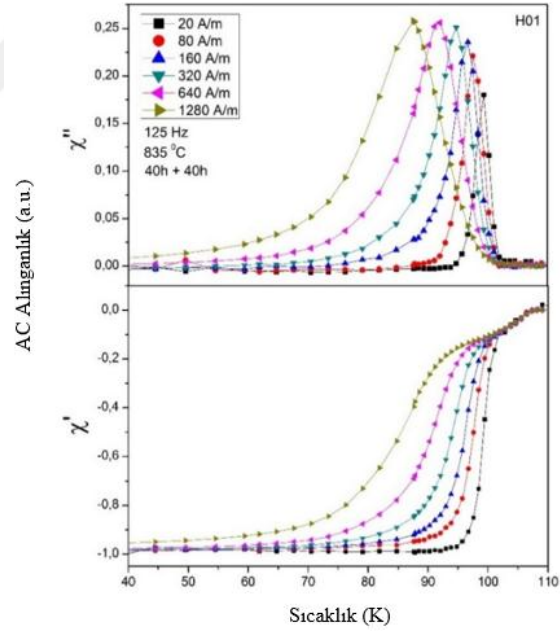
$$\chi' = \frac{\alpha v' n}{V H_m n \omega} \quad 4.15$$

$$\chi'' = \frac{\alpha v'' n}{V H_m n \omega} \quad 4.16$$

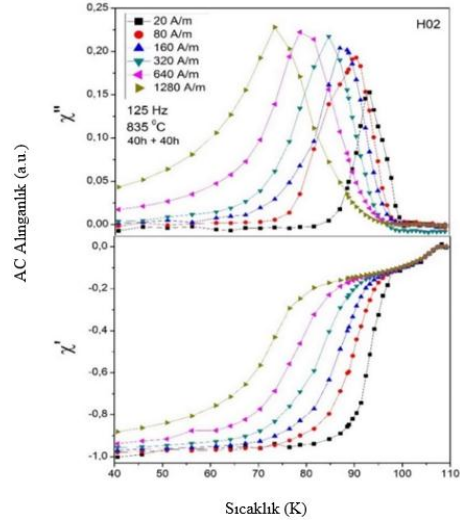
Üretimi gerçekleştirilen her bir yığın numune için 125 Hz frekans ve 20 A/m, 80 A/m, 160 A/m, 320 A/m, 640 A/m, 1280 A/m AC manyetik alan altında alınganlık ölçümleri alınmıştır. Numunelerin farklı manyetik alan altındaki davranışlarını inceleyebilmek ve her bir numuneyi kendi içinde değerlendirebilmek amacıyla numunelerin 6 farklı manyetik alan altındaki ölçüm sonuçları OriginPro 8.0 bilgisayar programı aracılığıyla çizdirilmiş ve şekil 4.3-4.6' da verilmiştir. Bütün Ac alınganlık grafikleri, numunelere ait faz içi bileşenin alınganlık değerlerine göre normalize edilerek çizilmiştir.



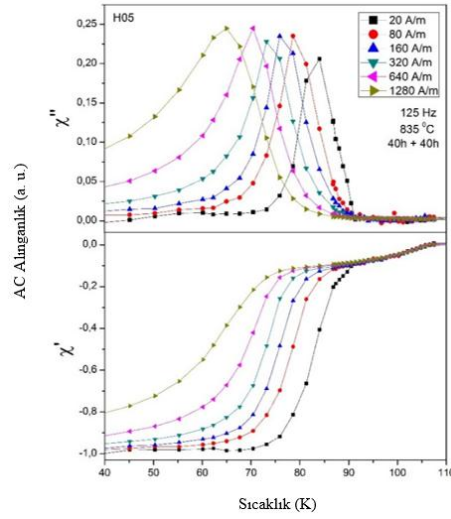
Şekil 4.3 H00 numunesine ait 6 farklı manyetik alan altındaki Ac alınganlık grafiği



Şekil 4.4 H01 numunesine ait 6 farklı manyetik alan altındaki Ac alınganlık grafiği

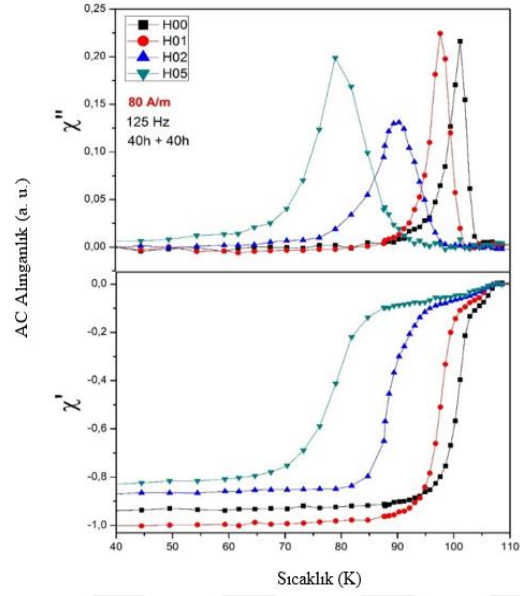


Şekil 4.5 H02 numunesine ait 6 farklı manyetik alan altındaki Ac alınganlık grafiği



Şekil 4.6 H05 numunesine ait 6 farklı manyetik alan altındaki Ac alınganlık grafiği

BSCCO yığın numunelere karbon kaplı nano bor katkılanmanın etkisi Ac alınganlık ölçümlerinde direkt olarak açıkça görülebilmesi için H00, H01, H02, H05 numunelerine ait 125 Hz frekans ve 80A/m manyetik alan altındaki alınganlık ölçümleri aynı grafikte çizdirilmiş ve şekil 4.7' de gösterilmiştir.



Şekil 4.7 Bütün numunelerin 80 A/m alan altında Ac alınganlık grafiği

Her bir numuneye ait farklı alanlar altında alınan Ac alınganlık ölçümlerinin gerçel kısmı üzerinden her bir alana ait geçişin keskinliğini karşılaştırmak ve katkılamanın geçiş sıcaklık aralığına etkisini görmek amacıyla ΔT değerleri çizelge 4.4’ de verilmiştir. ΔT değeri % 10 - % 90 kriterine göre denklem 4.17’ de verildiği şekilde hesaplanmıştır.

$$\Delta T = T_c \text{ başlangıç (\% 10)} - T_c \text{ bitiş (\% 90)} \quad (4.17)$$

Çizelge 4.5 Numunelerin farklı alanlardaki ΔT değişimi

H00 Numunesi		H01 Numunesi		H02 Numunesi		H05 Numunesi	
Alan (A/m)	ΔT (K)	Alan (A/m)	ΔT (K)	Alan (A/m)	ΔT (K)	Alan (A/m)	ΔT (K)
20	3,96	20	4,66	20	12,06	20	14,28
80	7,37	80	8,85	80	19,38	80	19,93
160	10,006	160	12,11	160	24,72	160	24,33
320	13,97	320	17,47	320	30,52	320	32,28
640	20,33	640	24,24	640	45,03	640	42,65
1280	30,08	1280	34,54	1280	58,14	1280	62,19

Çizelge 4.4’ de açıkça görüldüğü gibi her bir numuneye uygulanan alanın artmasıyla ΔT değeri artmış yani geçiş yayvan bir davranış sergilemiştir. Yine çizelge 4.4 ile açıkça görülebileceği gibi katkılı ve katkısız numuneler aynı alan altındaki davranışları incelendiğinde katkılamanın artmasıyla ΔT değerinde artış gözlemlenmiştir. Burada da gözlemlendiği gibi aynı alan altında incelenen numuneler arasında ΔT değerinin artması yapıya ait safsızlıkların arttığının da bir ölçüsüdür.

Çizelge 4.5’te ise A_c alınganlık ölçümünün sanal kısmını temsil eden χ'' grafiği kullanılarak χ'' pik değeri belirlenmiş ve T_p olarak nitelendirilmiştir. T_p değeri dış manyetik akının malzemenin tam ortasına ulaştığı sıcaklık değerini temsil eder. T_p ’nin farklı alanlar altındaki değişimi ve katkılamanın bu T_p değeri üzerine etkisini gözlemlemek amacıyla listelenmiş ve çizelge 4.5’te gösterilmiştir.

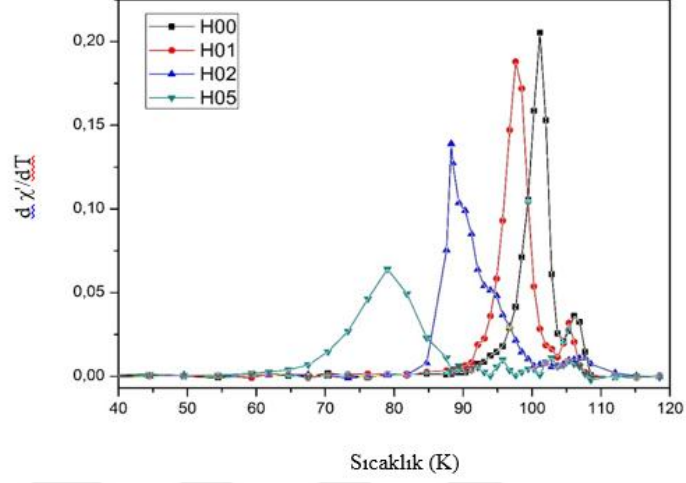
Çizelge 4.6 Farklı alanların ve katkılama miktarının T_p değeri üzerine etksi

H00 Numunesi		H01 Numunesi		H02 Numunesi		H05 Numunesi	
Alan (A/m)	T_p (K)	Alan (A/m)	T_p (K)	Alan (A/m)	T_p (K)	Alan (A/m)	T_p (K)
20	102,859	20	99,425	20	93,247	20	84,035
80	101,143	80	97,576	80	90,481	80	78,606
160	100,281	160	96,732	160	88,567	160	75,903
320	98,501	320	94,812	320	84,732	320	73,187
640	95,736	640	92,052	640	78,677	640	70,426
1280	92,130	1280	87,812	1280	73,417	1280	64,962

Çizelge 4.6’da aynı numuneye ait farklı alan altında T_p değeri, alanın artmasıyla düşük sıcaklıklara kaymış, aynı zamanda katkılama miktarının artmasıyla da aynı alan altındaki farklı numunelerin T_p değerleri düşük sıcaklıklara kaydığı gözlemlenmiştir.

Bütün numunelerin 80 A/m alan altında çizdirilen alınganlık grafiği üzerinden her bir numuneye ait taneler içi ve taneler arası kritik sıcaklığı belirlemek amacıyla $d\chi'/dT'$ nin sıcaklığa göre değişim grafiği şekil 4.8’de verildiği gibi çizdirilmiştir. $d\chi'/dT'$ nin T' ye göre grafiğinde her bir numune için iki farklı pik gözlemlenmiştir. Her bir numuneye ait

yüksek sıcaklıkta gözlemlenen ilk pik taneler içi geçiş sıcaklığını temsil ederken yine aynı numuneye ait daha düşük sıcaklıkta gözlemlenen ikinci pik ise taneler arası geçiş sıcaklığını gösterir.



Şekil 4.8 Numunelerin 80 A/m alan altındaki $d\chi'/dT$ ' nin T' ye göre grafiği

$d\chi'/dT$ grafiği aracılığıyla her bir numunenin 80 A/m alan altındaki alınganlık grafiği aracılığıyla tane içi ve taneler arası bölgelerin süperiletkenliğe geçiş sıcaklıkları çizelge halinde özetlenmiş ve çizelge 4.6'da verilmiştir.

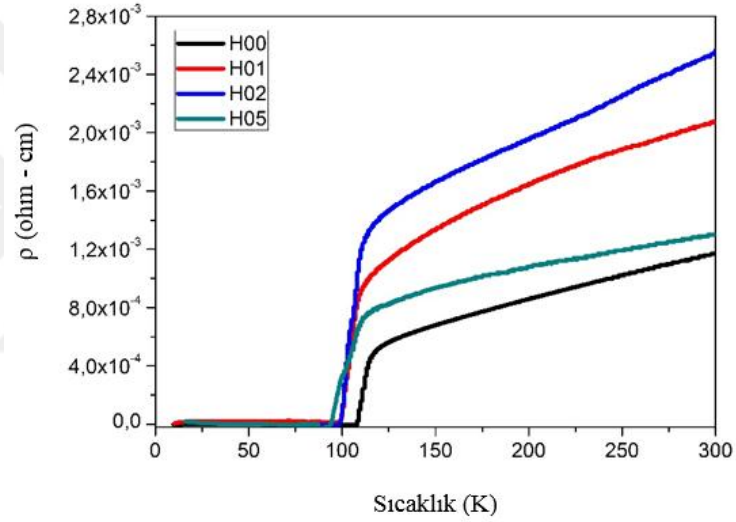
Çizelge 4.7 Numunelerin 80 A/m alan altındaki geçiş sıcaklıkları

Numune Adı	Tane içi (K)	Taneler arası (K)
H00	106	101
H01	105	98
H02	107	88
H05	102	80

Çizelge 4.6 incelendiğinde açıkça görülebilir ki artan katkılama miktarı ile tane içi bölgelerine ait süperiletkenliğe geçiş sıcaklığında sistematik bir davranış gözlemlenemezken taneler arası bölgenin süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı sistematik olarak düşmüştür.

4.1.3 BSCCO yığın numunelere ait R-T ölçümleri

BSCCO yığın numunelere yapılan katkılamanın süperiletken yığın numunelere ait T_c geçiş sıcaklığı üzerindeki etkilerini incelemek amacıyla sıcaklığa bağlı direnç ölçümü (R-T) ölçümleri ODTÜ Merkez Laboratuvarı'nda bulunan elektriksel ve manyetik karakterizasyon yapabilen Cryogenic Limited PPMS cihazı ile alınmıştır. Bu ölçümler 10 K ile 300 K sıcaklık değerleri aralığında standart dört nokta kontak yöntemi ile numune üzerinden 50 mA DC akım uygulanarak sıcaklığın fonksiyonu olarak alınmıştır. R-T ölçümü için kontaklar gümüş pasta yardımı ile yapılmıştır.



Şekil 4.9 BSCCO yığın numunelere ait sıcaklığa bağlı elektriksel direnç grafiği

Şekil 4.9'da H00, H01, H02, H05 yığın numunelerine ait sıcaklığın fonksiyonu olarak elektriksel direnç ölçümlerinin (R-T) grafiği verilmiştir. Katkılama miktarının süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı üzerindeki etkisi incelenmiştir. H00 numunesi en yüksek süperiletkenliğe geçiş sıcaklığına sahiptir ve sıfır direnç geçiş sıcaklığı yaklaşık 109 K olarak belirlenmiştir. Çizelge 4.7'de belirtildiği gibi H00; H01; H02 ve H05 numuneleri için ise sıfır direnç geçiş sıcaklığı sırasıyla 108,77; 101,57; 98,63 ve 94,02 K olarak ölçülmüştür. Ac alınganlık ölçümleriyle de bire bir örtüşecek şekilde buradaki R-T elektriksel direnç ölçümlerinde de katkılama miktarı arttıkça süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı düşmüştür.

Çizelge 4.8 Numunelere ait sıfır direnç bölgelerinin başlangıç sıcaklıkları

Numune Adı	$T_{\text{sıfır direnç}} \text{ (K)}$
H00	108,77
H01	101,57
H02	98,63
H05	94,02

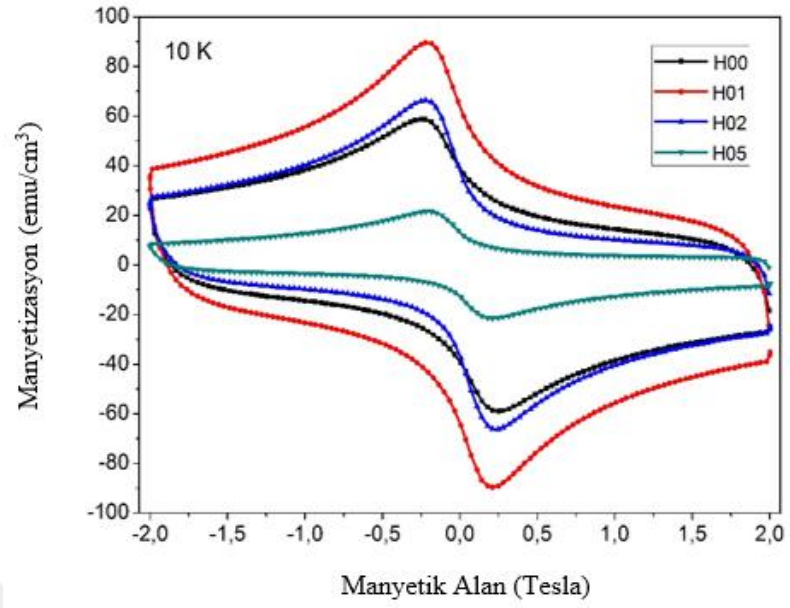
Bu serideki numunelerin süperiletkenlik geçişi oldukça dar ve keskindir. Süperiletkenlik geçişinin başladığı sıcaklığın üzerinde metalik davranış sergilemektedir. Oda sıcaklığı 300 K’de katkılı numunelerin hepsinin elektriksel direnci katkısız numuneye göre yüksek olduğu R-T grafiğinde görülmektedir.

4.1.4 BSCCO yığın numunelere ait manyetizasyon M-H ölçümleri

Süperiletken malzemelerin manyetik alan altındaki davranışlarını karakterize edebilmek için alınan M-H ölçümleri hem malzemenin farklı manyetik alanlar altındaki davranışını gözlemlemede hem de bu M-H eğrileri aracılığıyla malzemenin taşıyabileceği kritik akım yoğunluğunun ampirik formüllerle belirlenebilmesi açısından önemlidir. BSCCO yığın malzemelerinin ± 2 Tesla aralığında değişen dış manyetik alan altındaki manyetizasyon eğrileri manyetizasyon birimi (emu/cm^3) olacak şekilde alınmıştır.

Hazırlanan BSCCO yığın numunelerin alana bağlı manyetizasyon (M-H) ölçümleri ODTÜ Merkez Laboratuvarı’nda bulunan elektriksel ve manyetik karakterizasyon yapabilen Cryogenic Limited PPMS cihazı ile alınmıştır. Cryogenic Limited PPMS cihazı 2 Kelvin’e kadar düşük sıcaklıklara inebilen kapalı devre He sistemine ve NbTi süperiletken mıknatısa sahiptir.

Üretilen BSCCO yığın numunelerin M-H ölçümleri 10 K sabit sıcaklığında ± 2 Tesla manyetik alan aralığında alındı. BSCCO yığın malzemenin alan altındaki manyetizasyonu alanın bir fonksiyonu olarak şekil 4.10’ da gösterilmiştir.

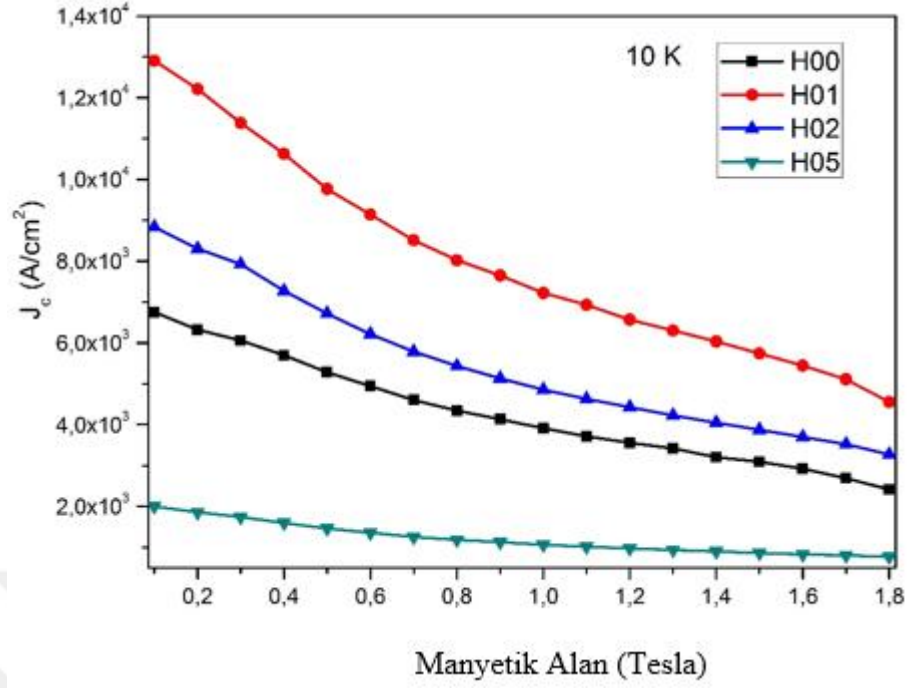


Şekil 4.10 Numunelere ait 10 K sıcaklıkta manyetizasyon eğrileri

Elde edilen M-H eğrileri üzerinden Bean kritik durum modeli kullanılarak kritik akım yoğunluğu (J_c) belirlenmiştir. Bean kritik durum modeli üzerinden J_c ;

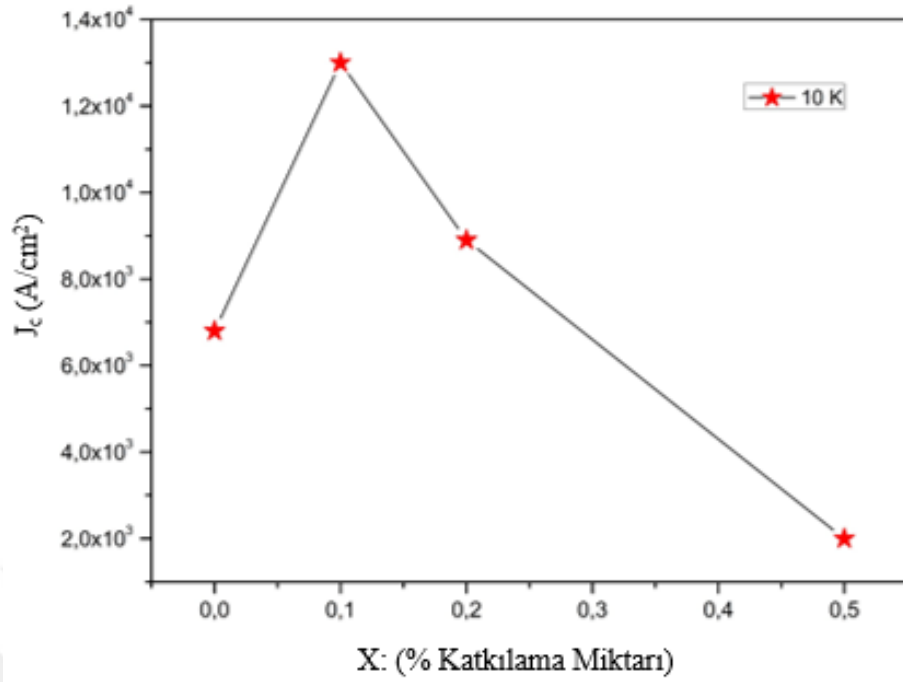
$$J_c = \frac{20\Delta M}{a(1-\frac{a}{3b})} \quad (4.18)$$

şeklinde tanımlanır. Burada ΔM ifadesi M_+ pozitif manyetizasyonu ve M_- negatif manyetizasyonu gösterirken $\Delta M = (M_+) - (M_-)$ şeklindedir. a ve b terimleri ise malzemenin genişliği ve uzunluğudur. Numunelerin farklı alan altında sahip oldukları kritik akım yoğunluğu değerleri şekil 4.11’de verilmiştir.



Şekil 4.11 Numunelerin alan altındaki kritik akım değerleri (J_c) değişimleri

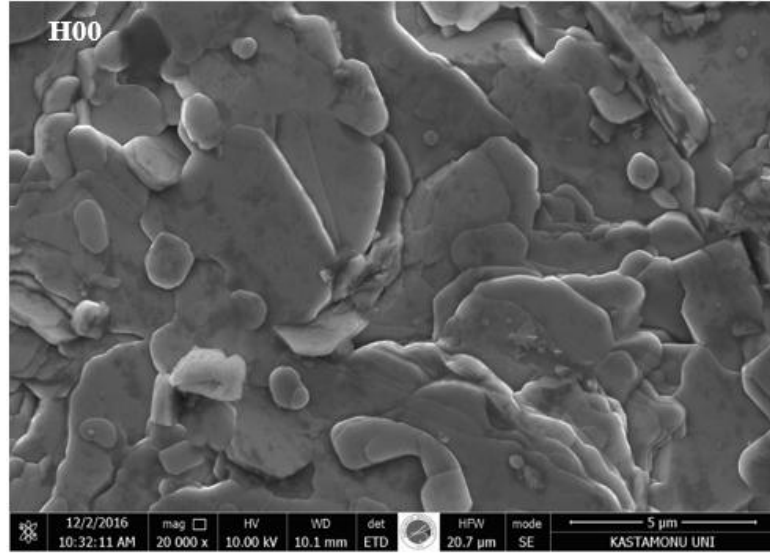
Şekil 4.12’de BSCCO yığın malzemelerine yapılan katkılama miktarlarına göre J_c ’nin değişim grafiği verilmiştir. 10 K de alınan M-H ölçümü sonucu Bean kritik durum modeli üzerinden yapılan hesaplama göre % 0,1 karbon kaplı nano-bor katkılamasına sahip H01 numunesinin kritik akım yoğunluğu katkılama yapılmayan H00 numunesine göre 2 kat artmıştır. % 0,2 katkılamaya sahip H02 numunesinin kritik akım yoğunluğu ise katkılama yapılmayan H00 numunesine göre yaklaşık 1,5 kat artmıştır. H05 Numunesinin sahip olduğu % 0,5 oranındaki katkılama da numunenin kritik akım yoğunluğunu katkılama yapılmayan H00 numunesinin daha küçük olduğu belirlenmiştir.



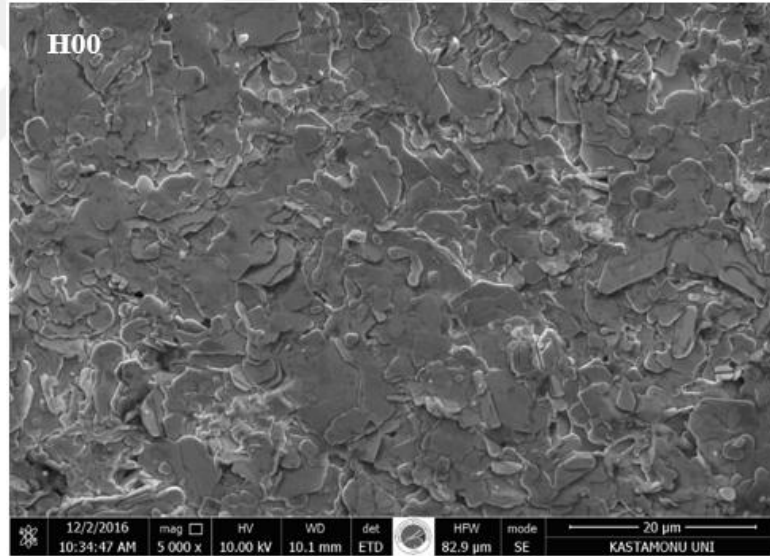
Şekil 4.12 Numunelere ait katkılama miktarına göre kritik akım yoğunluğunun değişimi

4.1.5 BSCCO yığın numunelere ait SEM ve EDS ölçümleri

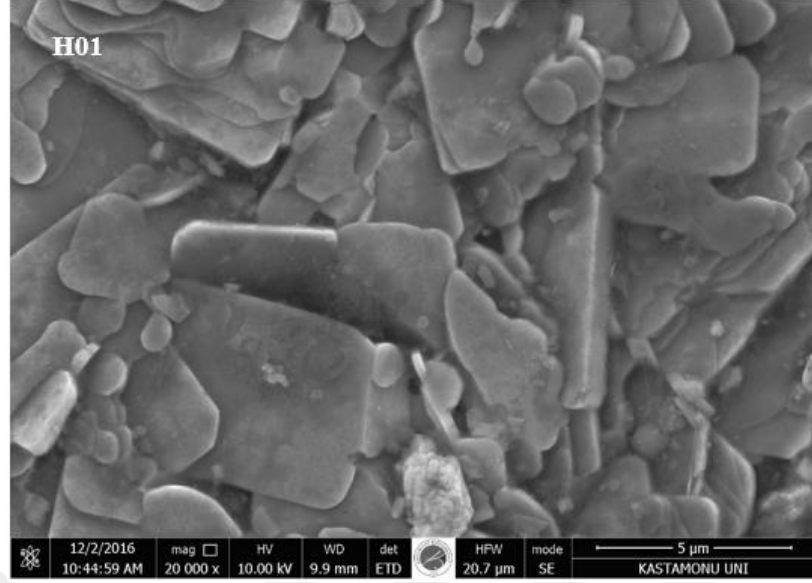
SEM ve EDS ölçümleri Kastamonu Üniversitesinde bulunan FEI- Quanta FEG 250 taramalı elektron mikroskobu ile gerçekleştirilmiştir. Ölçümler her bir numune için 5000 ve 20000 büyütme oranı altında yapılmıştır (Şekil 4.13-4.20). SEM analizi sonucu numunelerde yaygın olarak katmanlı yapıda tanelerin olduğu görülmektedir. Taneler gelişigüzel bir dağılım göstermektedir. En yüksek katkılama miktarına sahip H05 numunesinin 20000 büyütme altında alınan SEM görüntüsünde diğer numunelerde görülmeyen topaklanmalar gözlemlenmiştir. EDS ölçümleri ile de katkılama yapılmayan H00 numunesinde BSCCO yapısını oluşturan atomik bileşenler dışında başka herhangi bir safsızlık atomu ile karşılaşılmamıştır. Katkılama yapılan numunelere ait EDS ölçümlerinin hepsinde de katkılama malzemesi olarak kullanılan karbon kaplı nano bor'a ait karbon ve bor elementlerinin pikleri gözlemlenmiştir (Şekil 4.21, Çizelge 4.9; Şekil 4.22, Çizelge 4.10; Şekil 4.23, Çizelge 4.11; Şekil 4.24, Çizelge 4.12)



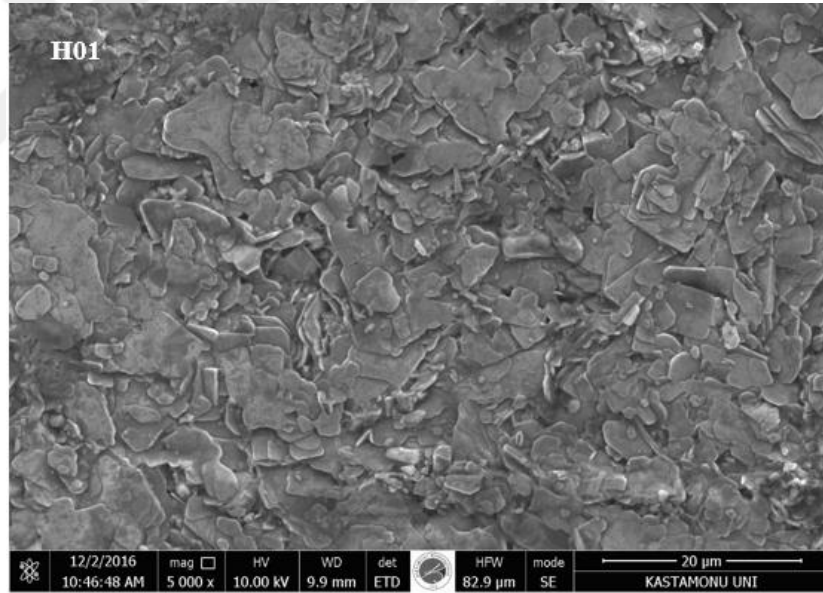
Şekil 4.13 H00 numunesine ait 20000 büyütme oranı ile alınan SEM görüntüsü



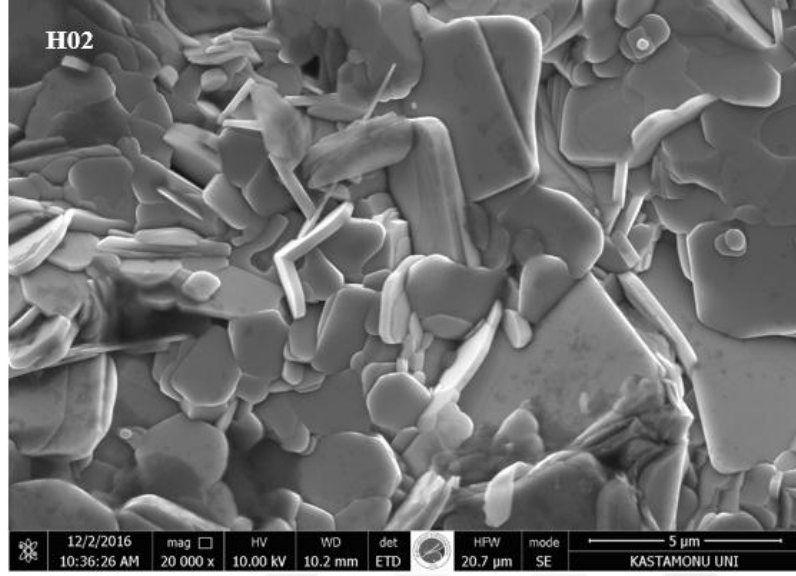
Şekil 4.14 H00 numunesine ait 5000 büyütme oranı ile alınan SEM görüntüsü



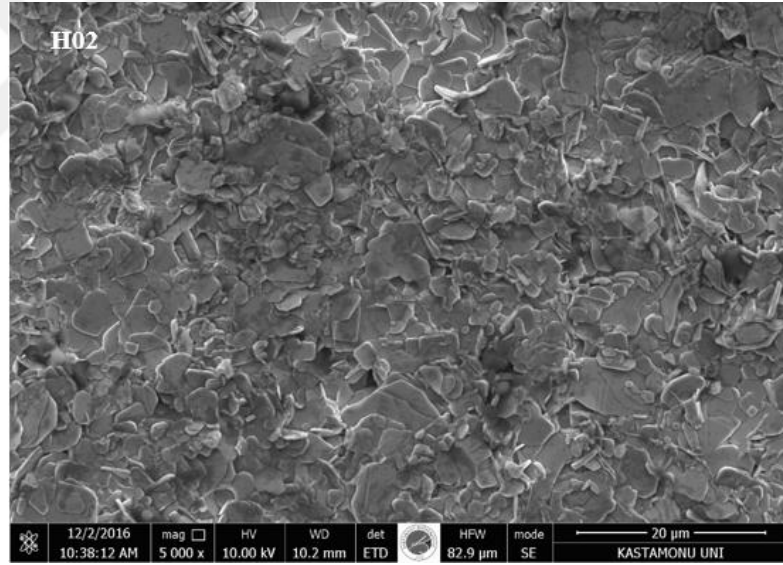
Şekil 4.15 H01 numunesine ait 20000 büyütme oranı ile alınan SEM görüntüsü



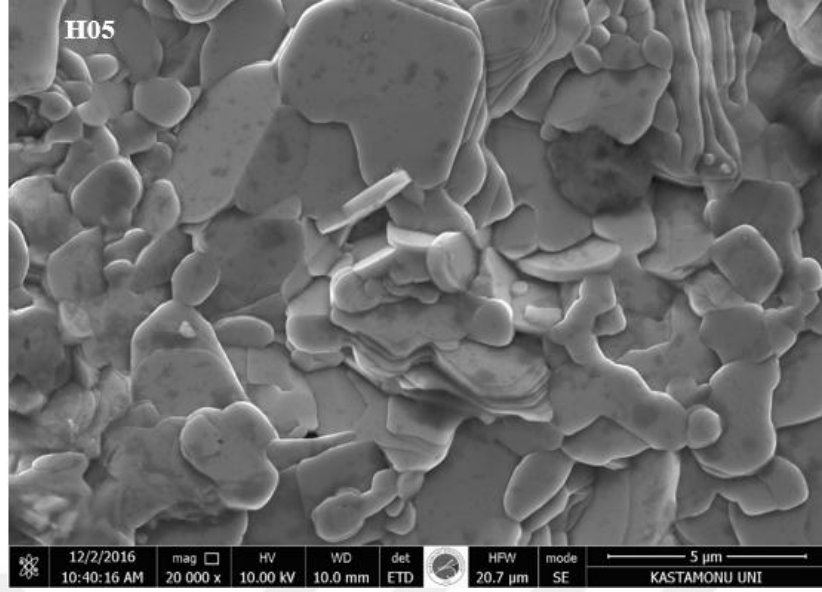
Şekil 4.16 H01 numunesine ait 5000 büyütme oranı ile alınan SEM görüntüsü



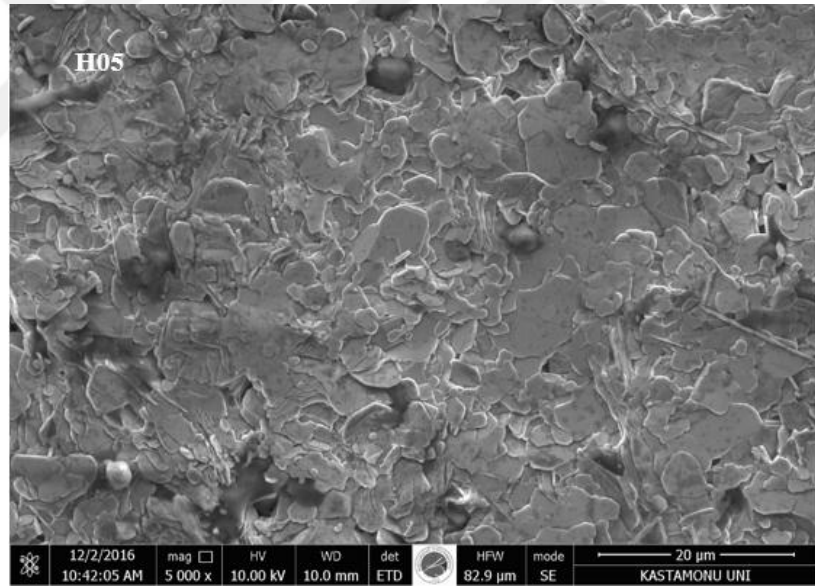
Şekil 4.17 H02 numunesine ait 20000 büyütme oranı ile alınan SEM görüntüsü



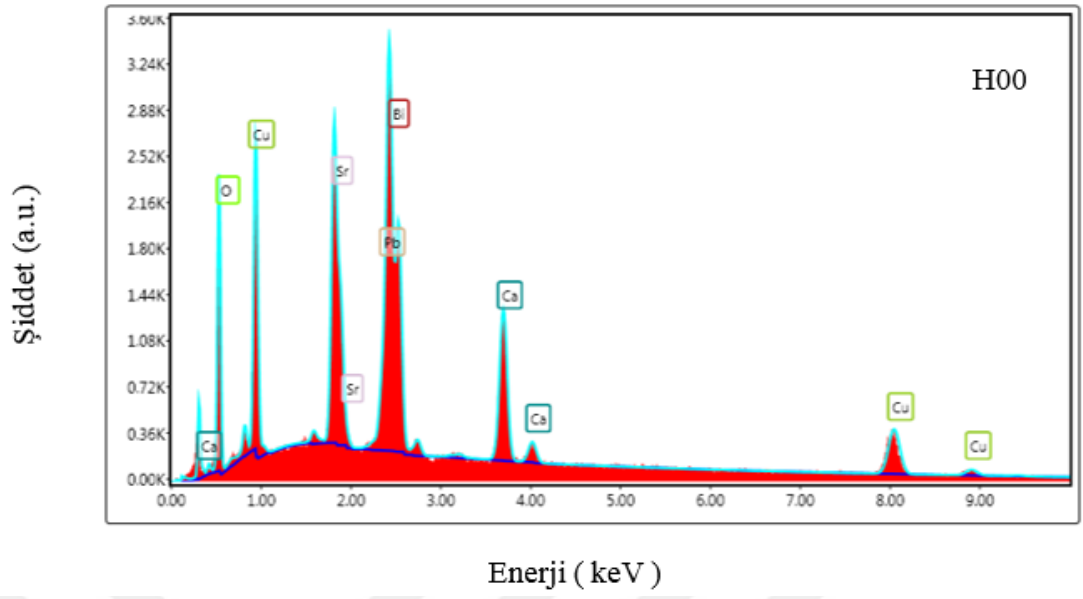
Şekil 4.18 H02 numunesine ait 5000 büyütme oranı ile alınan SEM görüntüsü



Şekil 4.19 H05 numunesine ait 20000 büyütme oranı ile alınan SEM görüntüsü



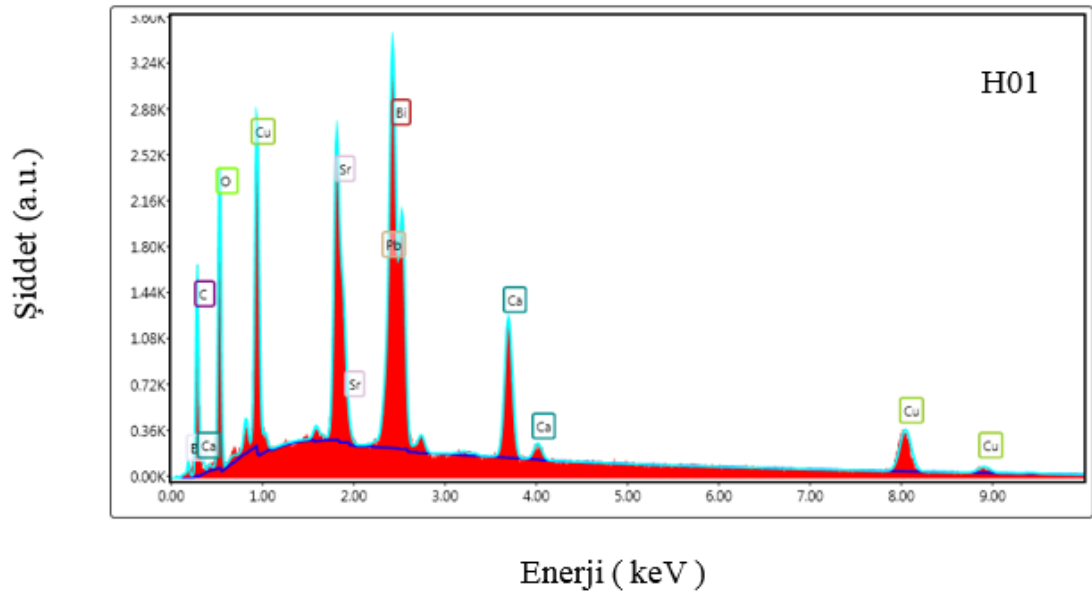
Şekil 4.20 H05 numunesine ait 5000 büyütme oranı ile alınan SEM görüntüsü



Şekil 4.21 H00 numunesine ait EDS ölçümünün grafiği

Çizelge 4.9 H00 numunesine ait EDS ölçümü verileri

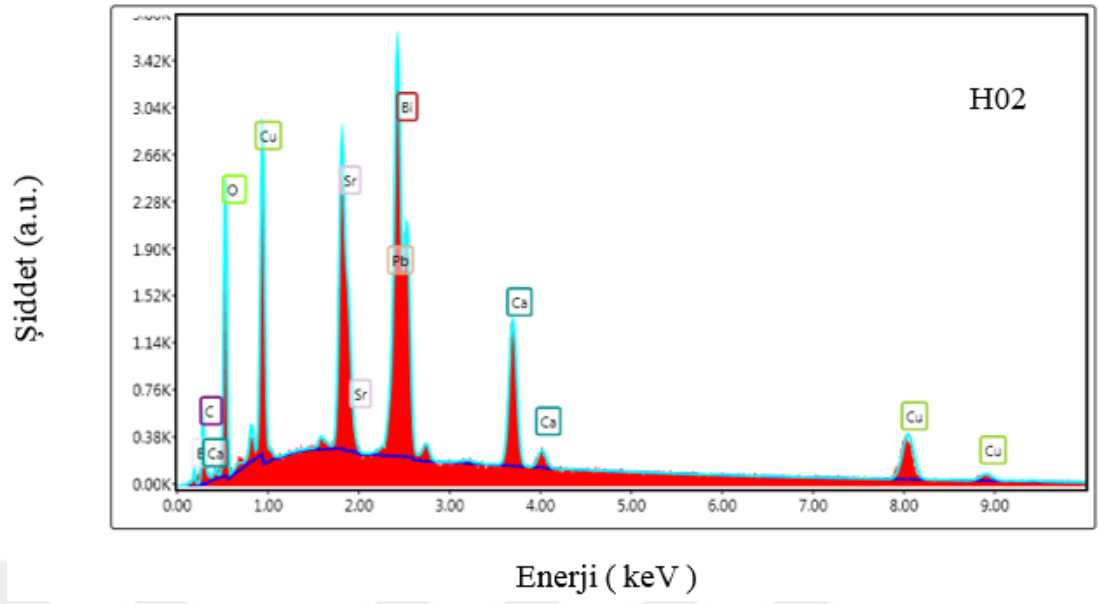
H00 Numunesi EDS			
Element	Ağırlık %	Atomik %	Net Şiddet (a.u.)
O K	16.26	51.33	399.36
Sr L	16.13	9.30	719.00
Pb M	4.85	1.18	163.57
Bi M	30.05	7.27	978.73
Ca K	10.57	13.32	496.27
Cu K	22.14	17.60	218.12



Şekil 4.22 H01 numunesine ait EDS ölçümünün grafiği

Çizelge 4.10 H01 numunesine ait EDS ölçümü verileri

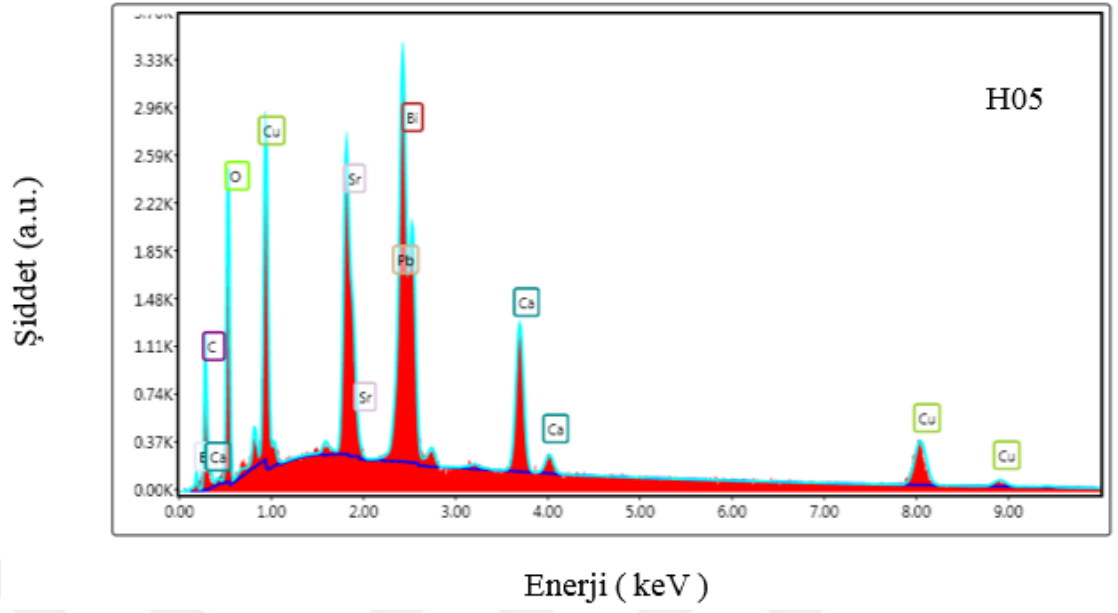
H01 Numunesi EDS			
Element	Ağırlık %	Atomik %	Net Şiddet (a.u.)
B K	3.69	11.13	12.10
C K	11.96	32.46	189.34
O K	14.97	30.51	403.21
Sr L	13.00	4.84	683.57
Pb M	3.28	0.52	131.59
Bi M	25.90	4.04	991.10
Ca K	8.45	6.87	458.78
Cu K	18.77	9.63	204.60



Şekil 4.23 H02 numunesine ait EDS ölçümünün grafiği

Çizelge 4.11 H02 numunesine ait EDS ölçümü verileri

H02 Numunesi EDS			
Element	Ağırlık %	Atomik %	Net Şiddet (a.u.)
B K	3.98	14.44	12.10
C K	4.22	13.77	60.20
O K	15.20	37.23	410.41
Sr L	14.26	6.38	712.48
Pb M	2.98	0.56	114.86
Bi M	28.81	5.40	1,054.21
Ca K	9.36	9.15	489.16
Cu K	21.19	13.07	227.06



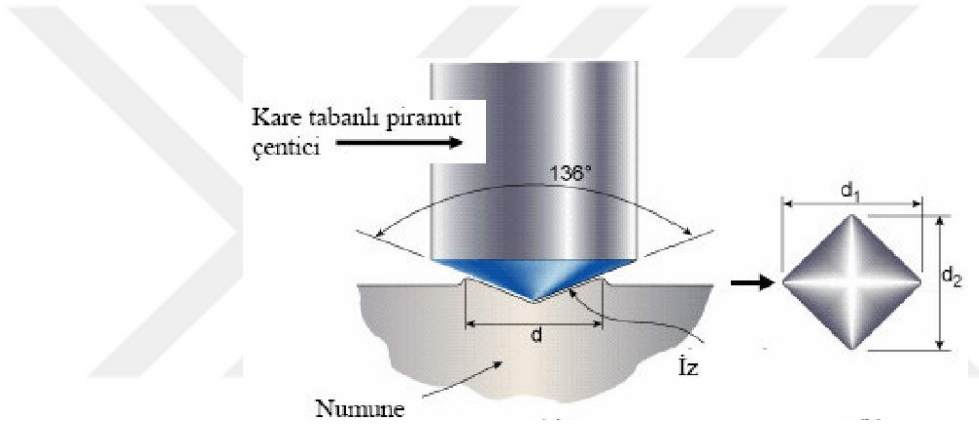
Şekil 4.24 H05 numunesine ait EDS ölçümünün grafiği

Çizelge 4.12 H05 numunesine ait EDS ölçümü verileri

H05 Numunesi EDS			
Element	Ağırlık %	Atomik %	Net Şiddet (a.u.)
B K	4.46	13.97	14.10
C K	9.02	25.43	134.97
O K	15.45	32.71	417.10
Sr L	13.17	5.09	678.25
Pb M	2.97	0.48	117.42
Bi M	26.30	4.26	989.83
Ca K	8.89	7.52	475.88
Cu K	19.74	10.53	212.74

4.1.6 BSCCO yığın numunelere ait mikro sertlik ölçümleri

Malzemelerin mekanik özelliklerinin karakterizasyonu için Vickers Mikrosertlik ölçümleri Kastamonu Üniversitesi'nde gerçekleştirildi. Vickers sertlik ölçümünde kare tabanlı piramit biçiminde numuneye batırılan bir elmas uç kullanılır. Kullanılan bu ucun tepe açısı 136° dir. Numune yüzeyine batırılan bu uç nedeniyle numune yüzeyinde oluşan şeklin köşegen uzunlukları d_1 ve d_2 olarak ölçülür. F uygulanan yük ve d_1 , d_2 değerleri köşegen uzunlukları olmak üzere Vickers sertlik değeri (H_v) denklem 4.19 aracılığıyla bulunur. Şekil 4.25'de batıcı elmas uç ve numune yüzeyine çıkan şekle ait köşegen uzunlukları verilmiştir.



Şekil 4.25 Vickers mikrosertlik ölçümüne ait elmas uç yapısının şematik gösterimi

Ölçümler *Shimadzu HVM-2* model mikrosertlik cihazı ile oda sıcaklığında alındı. Elmaştan yapılmış kare piramit şeklindeki Vickers batıcı ucu malzemenin parlak yüzeyine farklı yükler (0.245, 0.490, 0.980, 1.960 ve 2.940 N) altında 10 s süre ile batırılmış ve oluşan izin köşegen uzunlukları ölçülmüştür. Her bir yük değeri için 10'ar ölçüm alınmış ve bunların ortalamalarıyla d_1 ve d_2 köşegen uzunlukları hesaplanmıştır. Vickers Mikrosertlik değeri denklem aracılığıyla hesaplanmıştır.

$$H_v = 1854,4 \frac{F}{\left(\frac{d_1+d_2}{2}\right)^2} \quad (4.19)$$

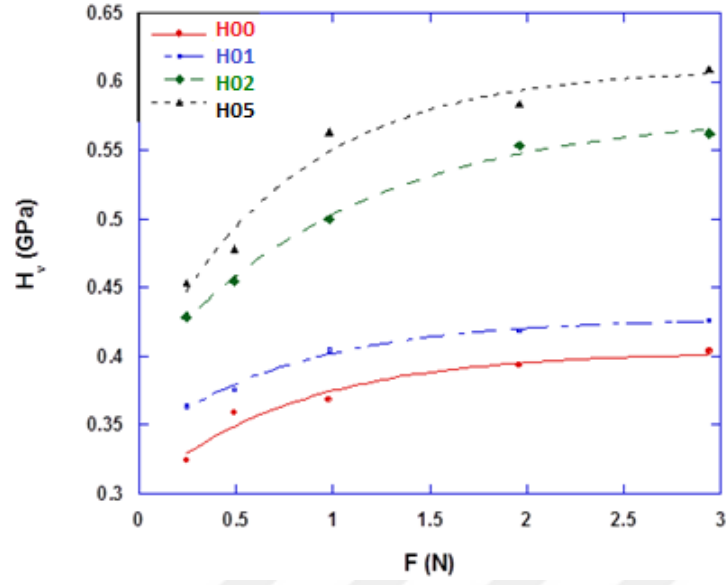
Çentik boyutu etkisi (ÇBE) ve ters çentik boyutu etkisi (TÇBE) Şekil 4.26'da şematik olarak gösterilmiştir. Uygulanan yükün artmasıyla sertliğin azalması ve daha sonra

sertlik değerinin plato bölgesine ulaşması Çentik boyutu etkisi (ÇBE) olarak adlandırılır. Uygulanan yükün artmasıyla sertliğin artması ve belli bir değerden sonra sertliğin yükten bağımsız olarak plato bölgesine ulaşmasına da ters çentik boyutu etkisi denir (Gong vd 2004).



Şekil 4.26 ÇBE ve TÇBE şematik gösterimi

BSCCO yığın numune grubuna ait sertlik ölçümleri şekil 4.27’de verilmiş ve ölçüm verileri çizelge halinde çizelge 4.12’de sunulmuştur. Sertlik ölçüm grafiği şekil 4.27’de görüldüğü gibi farklı katkılama miktarlarına göre numunelere ait sertlikler farklılık göstermiş artan katkılama ile sertlikler de artmıştır. Bu durum nano boyutta olan katkılama malzemesi borun boyutunun çok küçük olması nedeniyle gözenekliliğin azalması ve dolayısıyla sertliğin artması şeklinde yorumlanabilir. Tüm numunelerin sertlikleri yaklaşık 2,5 N civarında plato bölgesine ulaşmıştır. Numuneler ait sertlik ölçümleri şekil 4.27’de verildiği üzere ters çentik boyutu etkisi (TÇBE) gözlemlenmiştir.



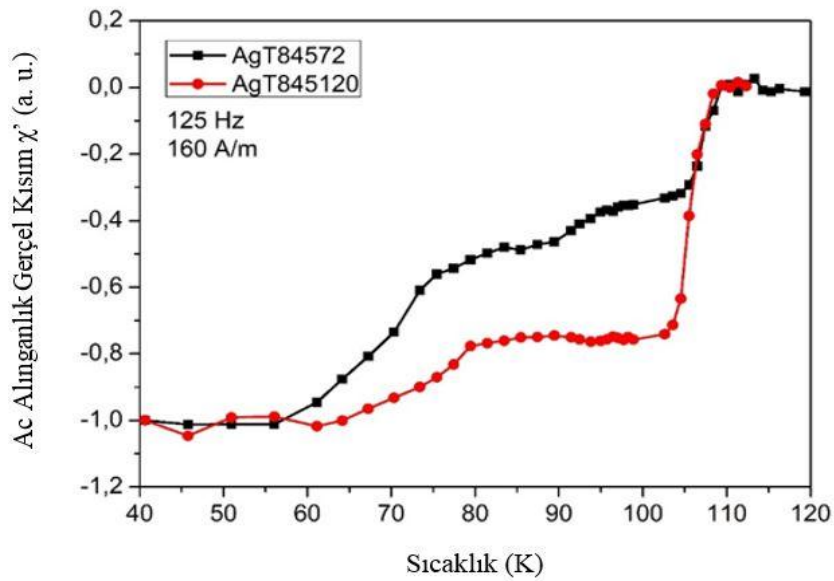
Şekil 4.27 Numunelere ait mikro sertlik grafiği

Çizelge 4.13 Numunelere ait mikro sertlik ölçüm verileri

Numune adı	$F(N)$	$H_v (GPa)$
H00	0.245	0.324
	0.49	0.358
	0.98	0.368
	1.96	0.393
	2.94	0.403
H01	0.245	0.363
	0.49	0.375
	0.98	0.404
	1.96	0.418
	2.94	0.425
H02	0.245	0.428
	0.49	0.454
	0.98	0.499
	1.96	0.552
	2.94	0.561
H05	0.245	0.453
	0.49	0.478
	0.98	0.563
	1.96	0.583
	2.94	0.608

4.2 Farklı Kılıflı BSCCO Tel Numuneler

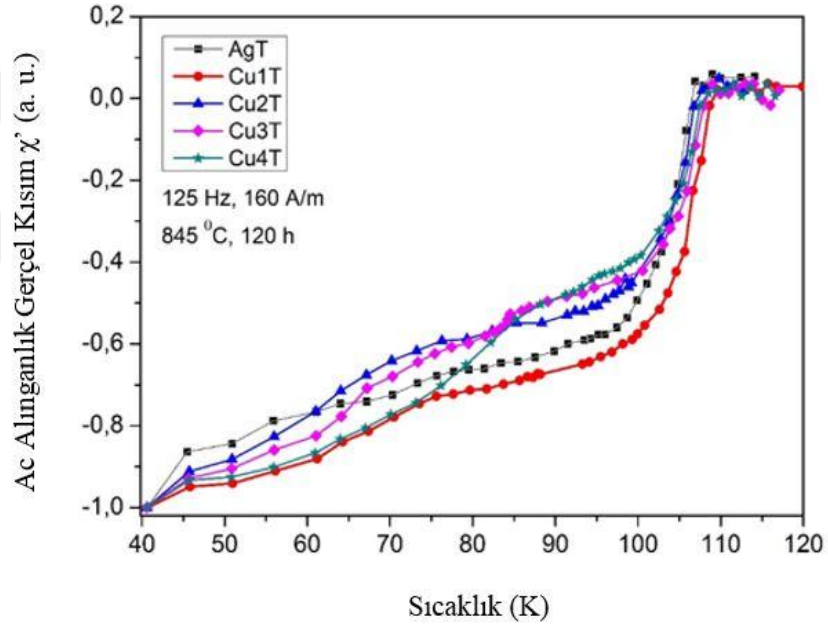
Farklı kılıflı BSCCO süperiletken tel numuneler için başlangıç tozu stokiyometrisi olarak $\text{Bi}_{1.65}\text{Pb}_{0.35}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ stokiyometrisi ile çalışıldı. $\text{Bi}_{1.65}\text{Pb}_{0.35}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ stokiyometrisine sahip katıhal reaksiyonu yöntemi ile gümüş kılıf kullanılarak hazırlanan, 845 °C’de, 72 saat ve 120 saat ısıtılma tabi tutulmuş numunelere ait A_c alınganlığının gerçel kısmının sıcaklığa karşı grafiği şekil 4.28’de verilmiştir. Bu ölçümlerde A_c manyetik alan $H_{ac} = 160$ A/m ve frekans $f=125$ Hz olarak seçilmiştir. AgT84572 şeklinde adlandırılan gümüş kılıflı tel numune 845 °C’de 72 saat ısıtılma süresine sahipken, AgT845120 şeklinde adlandırılan gümüş kılıflı tel numune ise 845 °C’de 120 saat ısıtılma süresine sahiptir. Bu grafiklerden de anlaşılacağı üzere tel numunelerin ısıtılma sürelerinin süperiletken özellikleri üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Her iki numune için süperiletkenliğe geçiş başlangıç sıcaklığı ($T_{c,baslangic}$), yaklaşık 108 K’dir. 72 ve 120 saat olarak belirlenen ısıtılma sürelerinin $T_{c,baslangic}$ üzerinde kayda değer bir etkisi olmamıştır. 72 saat ısıtılma süresine sahip numunelerde Bi-2212 fazı baskın iken 120 saat ısıtılma süresine sahip numunelerde Bi-2223 fazının baskın olduğu değerlendirilmektedir. Bu nedenle bundan sonraki Ag ve Ag-Cu kılıflı teller için çalışma sıcaklığı süresi 120 saat olarak belirlenmiştir.



Şekil 4.28 845 °C sıcaklıkta 72 ve 120 saat ısıtılma tabi tutulmuş Ag kılıflı tellere ait a_c alınganlığın reel kısmının sıcaklığa göre grafiği

4.2.1 Farklı kılıflı BSCCO tel numunelerin AC alınganlık ölçümleri

Ag kılıf kullanılarak hazırlanan numunenin $T_{c,başlangıç}$ değeri 107 K iken, Ag-Cu alaşımlı kılıf kullanılan tellerin $T_{c,başlangıç}$ değeri yaklaşık 109 K civarındadır. Ag-Cu alaşım kılıflı teller Ag kılıflı tele göre daha yüksek $T_{c,başlangıç}$ değerine sahiptir. Bu serideki numuneler karşılaştırıldığında en keskin süperiletkenliğe geçişin Cu1T numunesine ait olduğu görülmektedir. Ancak orta sıcaklık bölgesinde (77 K) Ag ve % 1Cu-% 99Ag kılıflı teller benzer davranış sergilemektedir. Düşük sıcaklık bölgesinde ise Ag-Cu alaşım kılıflı tellerin Ag kılıflı tele göre daha yüksek akım taşıma kapasitesine sahip olduğu değerlendirilmektedir.



Şekil 4.29 845 °C’de ısıtılma tabi tutulan, 120 saat ısıtılma süresine sahip numune serisinin ac alınganlığının reel kısmının sıcaklığa karşı grafiği

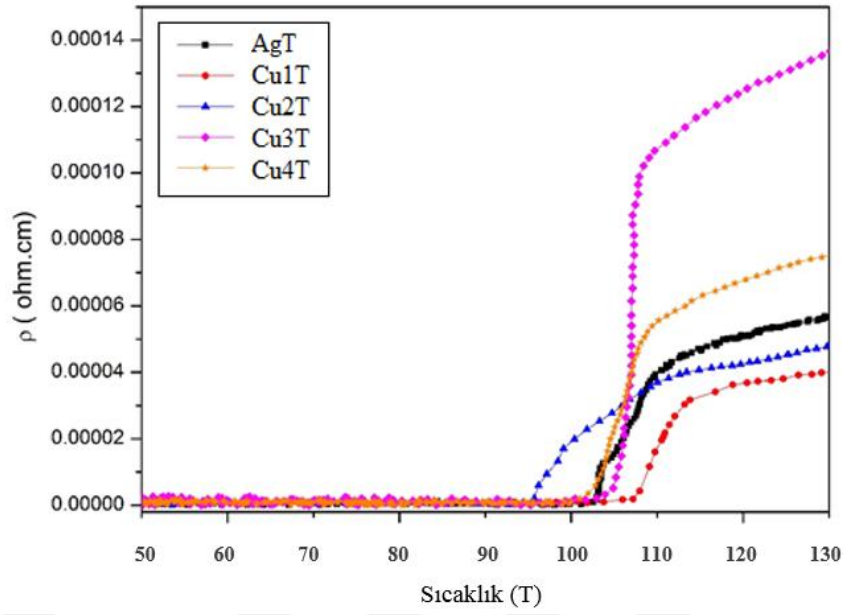
Çizelge 4.14 Farklı kılıflı tel numunelerin geçiş sıcaklıkları

Numune Adı	T_c başlangıç (K)
AgT	107
Cu1T	110
Cu2T	109
Cu3T	109
Cu4T	108

BSCCO yapısı içerisinde CuO düzlemleri süperiletkenlikten sorumlu düzlemlerdir. CuO düzlem sayısı $n = 1$ den $n = 3$ 'e arttıkça kritik sıcaklık değeri artmakta ve Bi-2201 fazından Bi-2223 fazına doğru geçiş olmaktadır. $n=3$ değeri BSCCO yapı için bulunmuş optimum değerdir. $n > 3$ olduğu durumda ise Cu-O düzlemleri artması rağmen süperiletkenlik özelliklerinin kötüleştiği bilinmektedir. Cu'nun fazlası süperiletkenlik özelliklerini kötüleştirmektedir. Bu tez çalışmasında kılıf malzemesi olarak kullanılan Ag-Cu alaşımlı tüplerdeki Cu oranı arttıkça süperiletkenlik özelliklerde bozulma görülmektedir. Bunun sebebi ise kılıf malzemesi içerisinde yer alan bakırın yüzdesinin arttıkça, Cu' nun ısıtma işlem sıcaklıklarında oksitli bileşik oluşturmak eğiminden kaynaklanan mobilitesinin yüksek olması nedeni ile süperiletken çekirdek ile etkileşime girerek stokiyostride bozulmaya sebep olduğu düşünülmüştür.

4.2.2 Farklı kılıflı BSCCO tel numunelerin R-T ölçümleri

BSCCO tel numunelerin üretiminde kullanılan farklı kılıf malzemelerinin tellere ait süperiletken özellikleri üzerindeki etkisini araştırmak amacıyla 50 ile 130 K aralığında standart dört nokta kontak yöntemi ile numune üzerinden 50 mA DC akım uygulanarak sıcaklığın fonksiyonu olacak şekilde elektriksel direnç ölçümleri alınmıştır. Cu1T adlı tel numune en yüksek süperiletkenliğe geçiş sıcaklığına sahiptir. Bütün seri süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı üzerinde metalik davranış sergilemektedir.



Şekil 4.30 Ag ve Ag-Cu alaşımlı farklı kılıflı tellerin R-T grafiği

Ag ve Ag-Cu alaşımlı kılıf kullanılarak 845 °C’de 120 saatlik ısıtma işlemi süresine sahip numunelerin R-T grafiği üzerinden her bir numuneye ait sıfır direnç başlangıç sıcaklıkları çizelge 4.14’te verilmiştir.

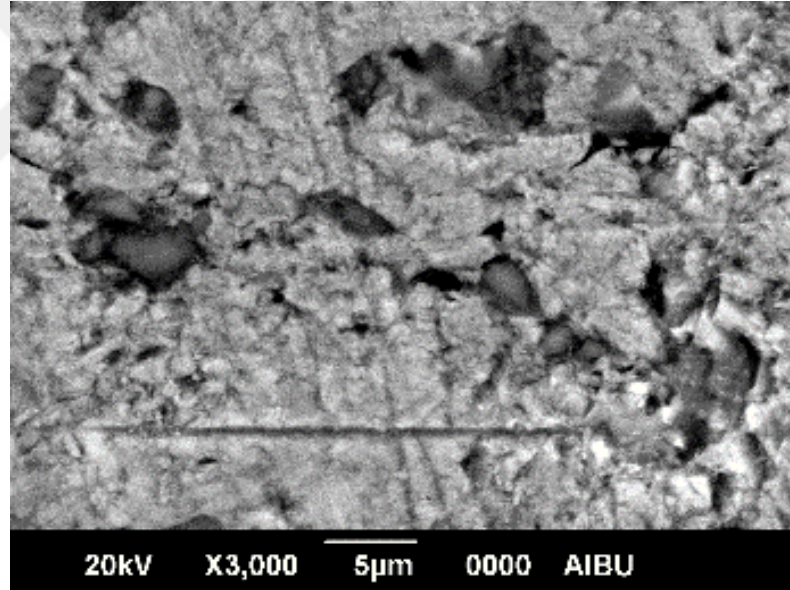
Çizelge 4.15 Ag ve Ag-Cu alaşımlı kılıflı tellerin sıfır direnç başlangıç sıcaklığı

Numune adı	$T_{\text{sıfır direnç (K)}}$
AgT	102
Cu1T	106
Cu2T	95
Cu3T	103
Cu4T	101

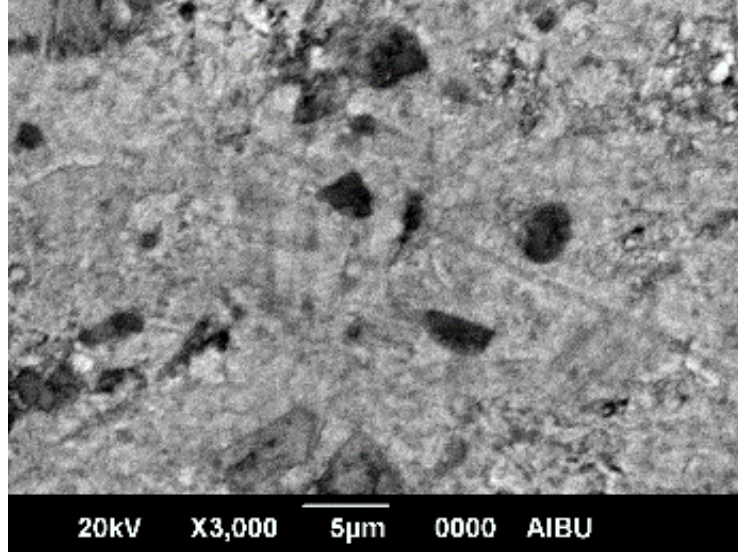
Çizelge 4.14 incelendiğinde, farklı kılıflı tellere ait sıfır direnç başlangıç sıcaklık değerlerinde sistematik bir değişim gözlenmemektedir. Ancak sıfır direnç başlangıç sıcaklığının en yüksek değerde olmasından dolayı Cu1T telinde en iyi sonuç gözlemlendiği söylenebilir.

4.2.3 Farklı kılıflı BSCCO tel numunelerin SEM analizleri

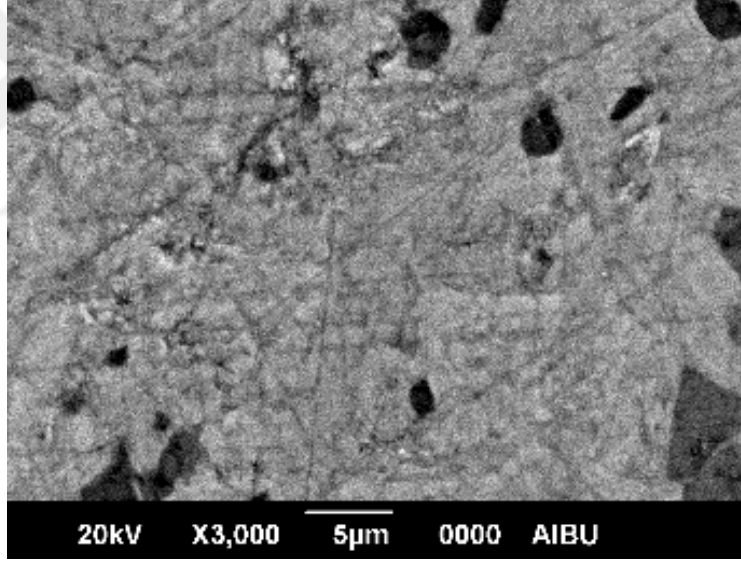
Farklı kılıflı BSCCO tel numunelerin mikroyapı analizleri yine yığın malzemelerde olduğu gibi Abant İzzet Baysal Üniversitesi bünyesinde bulunan JEOL 6390LV taramalı elektron mikroskobu ile gerçekleştirilmiştir. Numuneler 20kV, 3000 büyütme uygulanarak incelenmiştir. Numune analizleri yapılmadan önce numuneler yatay şekilde bakalite alınarak parlatılmıştır. Parlatma işlemi için gerekli olan zımparalardaki ara geçişlerin yeterince olmaması nedeni ile parlatma işlemlerinde istenilen başarıya ulaşılamamıştır. Numunelerin gözenekli bir yapıya sahip olduğu, yapılarda boşluklar ve çatlaklar olduğu gözlenmiştir. Bu sonuç, kritik akım değerlerinin düşük olması ile uyumludur.



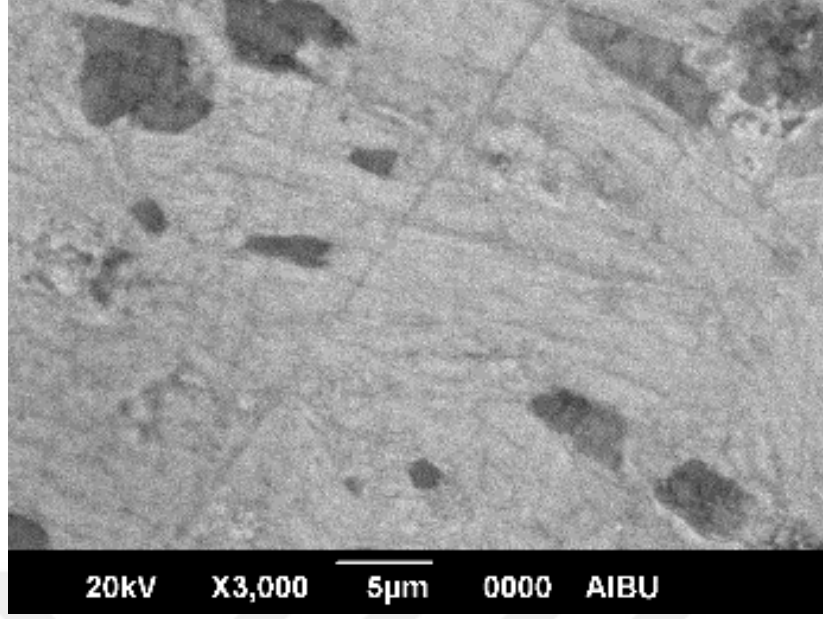
Şekil 4.31 AgT numunesine ait SEM görüntüsü



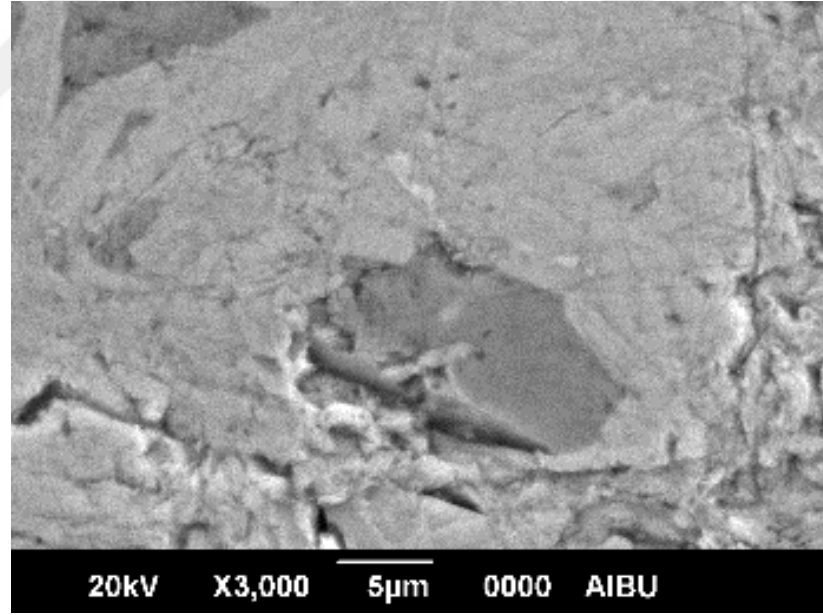
Şekil 4.32 Cu1T numunesine ait SEM görüntüsü



Şekil 4.33 Cu2T numunesine ait SEM görüntüsü



Şekil 4.34 Cu3T numunesine ait SEM görüntüsü



Şekil 4.35 Cu4T numunesine ait SEM görüntüsü

5. SONUÇ

Tez kapsamında Bi-2223 faz stokiyometrisine uygun olarak BSCCO yığın malzeme üretilmiştir. Pavezyum firmasından temin edilen karbon kaplı nano boyuttaki bor (% 2 C - % 98 B)'un BSCCO yığın malzemesinin sahip olduğu Bi-2223 fazı üzerindeki etkileri ve teknolojik uygulamalar açısından önem arzeden kritik akım değerine olan etkileri araştırılmıştır.

Karbon kaplı nano-bor (% 2 C - % 98 B)'un BSCCO yığın malzemesine % 0,1 ; % 0,2 ; % 0,5 oranında katkılanması sonucunda malzemeye ait Bi-2223 fazı ve malzemenin sahip olduğu diğer fazlar üzerindeki etkisi XRD ölçümleri ile incelenmiştir. Malzeme içerisindeki hacimsel faz oranları karşılaştırılmıştır. BSCCO yığın malzemesine % 0,1 oranında eklenen karbon kaplı nano-bor katkısız yığın malzemesine göre Bi-2223 fazını yaklaşık olarak % 9 oranında arttığı belirlenmiştir. Yine malzemeye ait Bi-2212 fazının da aynı oranda azaldığı görülmüştür. Buradan da anlaşılabileceği gibi malzeme içerisinde Bi-2223 fazının artışı Bi-2212 fazına ait aynı orandaki azalmadan kaynaklanmaktadır. Malzemeye yapılan karbon kaplı nano-bor (% 2 C - % 98 B)'un BSCCO yığın malzemesinin Bi-2212 fazını azalttığı oranda Bi-2223 fazını arttırdığı sonucuna ulaşılmıştır. % 0,2 ve % 0,5 oranında katkılanan karbon kaplı nano-bor malzemeye ait Bi-2223 hacimsel faz oranını düşürmüş ve malzeme içindeki Bi-2212 faz oranını ise katkısız numuneye göre arttırmıştır.

Yapılan katkılamanın yığın malzemelerin kritik sıcaklık (T_c) değerleri üzerindeki etkisi A_c alınganlık ve elektriksel direnç (R-T) ölçümleri birbirleriyle uyumlu olacak şekilde açıkça göstermiştir ki yapılan katkılamanın miktarı arttıkça, kritik sıcaklık değeri katkılama yapılmayan numuneye göre giderek azalmıştır. Bunun yanında yığın numuneler için 6 farklı manyetik alan altında A_c alınganlık ölçümleri alınmış ve malzemelerin alan bağımlılıkları incelenmiştir. Manyetik alan arttıkça sistematik olarak χ'' pik değerinin (T_p) daha düşük sıcaklıklara doğru kaydığı, aynı zamanda geçişin kritik sıcaklık başlangıç ve bitiş aralığı olarak tabir edilen ΔT sıcaklık farkı aralığının da arttığı gözlemlenmiştir.

Alınan M-H ölçümleri ile yığın malzemelerin histeresis eğrileri ve bu eğriler aracılığıyla da Bean kritik durum modeli kullanılarak kritik akım yoğunluğu (J_c) değerleri hesaplanmıştır. Bean kritik durum modeli kullanılarak elde edilen kritik akım yoğunluğu değerlerinin de katkılama miktarlarına göre değişimi karşılaştırılmıştır. M-H ölçümleri aracılığıyla BSCCO malzemesine yapılan karbon kaplı nano-bor (%2 C-%98 B) katkılamasının, üretilen BSCCO yığın numunelerin kritik akım değerleri üzerinde ciddi şekilde etkisi olduğu belirlendi. Katkılama yapılmayan BSCCO yığın malzemesinin sahip olduğu kritik akım değerine göre % 0,1 oranında katkılama yapılan malzemenin (H01) kritik akımının yaklaşık olarak 2 kat arttığı hesaplanmıştır. Yine % 0,2 oranında yapılan katkılamanın da kritik akım değerini katkılama yapılmayan numunenin kritik akım değerine göre 1,3 kat artırdığı aynı şekilde M-H eğrileri üzerinden hesaplanmıştır. Yapılan % 0,5 katkılamanın ise malzemenin kritik akım değerini katkısız olan malzemeye göre düşürdüğü belirlenmiştir. Kritik akım yoğunluğundaki bu artış için H01 numunesi ele alındığında nano-bor malzemesinin sahip olduğu yüzey oksitlerinin yaklaşık olarak 490 °C sıcaklık değerinde erimeye başlaması sonucu yapı içerisinde sıvı faz oluşturup malzemenin ısı işlemi esnasındaki Bi-2212 fazının Bi-2223 fazına dönüşümünü hızlandırdığı düşünülmektedir. Ancak H02 numunesi ile H00 numunesinin sahip oldukları Bi-2223 faz oranı hemen hemen aynı olmasına rağmen H02' nin kritik akım yoğunluğunun daha yüksek olmasının, malzeme içerisinde nano-bor malzemesinin akı çivileme merkezi gibi davranmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

XRD ölçümleriyle gözlemlenen katkılama sayesinde Bi-2223 fazının artışı ve M-H ölçümleri aracılığıyla da hesaplanan kritik akımdaki artışın nedeni, yapılan katkılamanın malzemenin erime sıcaklığını düşürmesidir. Çünkü bu tez çalışmasında yığın malzemelerin ısı işlem optimizasyonu 845°C olarak belirlenmiştir. Ancak katkılama yapılan malzemenin sahip olduğu katkılama nedeniyle bu sıcaklıkta bütün malzemeler erimştir. Bu nedenle katkılamanın malzeme üzerindeki etkisi inceleneceği için sıcaklık 835°C olarak tekrardan optimize edilmiştir. Maksimum kristallenmenin erime sıcaklığının hemen altında gerçekleştiği bilinmektedir. Malzeme içerisinde sırayla oluşan önce Bi-2212 ve sonrasında 2212 fazının 2223 fazına dönüşümünü hızlandırmış, malzeme içerisinde hacimsel anlamda yaklaşık % 9' luk bir Bi-2223 faz artışı sayesinde

kritik akım deęerinin % 0,1 katkılı malzeme iin 2 kat artmasını saęlamıřtır. XRD lmlerinde katkılama malzemesine ait herhangi bir pik gzlemlenmemiřtir. XRD cihazlarının dedektasyon hassasiyetlerinden dolayı % 1 oranı zerindeki kristal yapıdaki farklılıkları tespit edebilmektedir. Katkılama malzemesi olan nano-bor kristal yapıda olmayıp elemental halde olduęu ve ayrıca katkılama oranı ok kk olduęu iin, katkısız malzeme ile karřılařtırıldıęında katkılı malzemelere ait ekstra bir pik gzlemlenmemiřtir. XRD lmnde, yalnızca elementel bora ait karakteristik spektrumu temsil eden herhangi bir ana pik řiddeti gzlemlenmez eęer sadece elemental bora ait XRD lm alınırsa srekli spektrumun bir sonucu olarak ok geniř bir pik gzlemlenir. Dolayısıyla XRD lmnde yapı ierisinde bulunan elemental bor tespiti yapılamaz. Bu nedenle katkılama malzemesi EDS lmleri ile tespit edilmiřtir. Yani katkılama malzemesi, BSCCO malzemesini oluřturan element ve bileřik yapılarla doęrudan etkileřime girmemiř yapı ierisinde Ca_2PbO_4 gibi bařka herhangi bir bileřik yada kristal yapı oluřturmamıřtır. 2θ yansıma aısı eksenini zerinden kontrol saęlanan ana piklerin konumlarında herhangi bir kayma olmadıęı OriginPro-8 yazılımını kullanarak tespit edilmiřtir.

Yıęın numunelere ait alınan SEM lmlerinde her bir numune iin 5000 ve 20000 bytme oranı ile 2 farklı grnt alınmıřtır ve en yksek katkılama malzemesini ieren H05 numunesinin 5000 bytme oranında blgesel olarak topaklanma olduęu grlmřtir. Bu durum kritik akım yoęunluęunun katkısız numune olan H00 numunesinin de altında olmasını sonucu ile uyum iindedir. Alınan EDS lmlerinde katkılı numunelerde katkısız numunelere gre Bor ve Karbon pikleri gzlemlenmiřtir. Yapılan katkılamanın EDS lmlerinde aıka grlmesine raęmen pik řiddetlerinin deęerinin kesinlięi noktasında EDS lmlerine dayanarak kesin bilgiler sunulamamaktadır. nk EDS lm cihazları daha kesin ve net bilgiyi periyodik tablodaki Bor elementinden sonraki elementlerde verebilmektedir. Bor elementinin atom numarası (5) kk olduęu iin zor dedekte edilebilmekte ancak pik řiddetine ait deęerdeki hata payı % 18' lere ıkabilmektedir. Yapılan EDS lm ile BSCCO yapısına ait temel bileřenleri gzlemlenmenin yanında katkılama malzemesinde retilen katkılı yıęın malzemeler ierisinde yer aldıęı gsterilmiřtir.

Yığın numunelere ait alınan sertlik ölçümleri, malzemenin sahip olduğu katkılama miktarına göre lokal erime noktalarının oluşup oluşmadığı yani yapılan katkılamanın erime nedeniyle gözenekli yapıya neden olup olmadığının tespiti için yapılmıştır. Katkılama miktarına göre malzemenin sertliğinin artması, katkılama malzemesi olarak kullanılan borun yapısal özelliğinden kaynaklanmaktadır. Dünya çapında bor kullanım alanlarına bakıldığında bor kullanım amacının % 53'lük dilimine sahip kısım, cam malzemesinin mukavemetinin ve sertliğinin artırılmasında kullanıldığını göstermektedir (Boren 2013). Bu durum tez kapsamında yapılan çalışma ve üretilen malzemelerin sertlik özellikleriyle uyum içindedir. Katkılama malzemesi olarak kullanılan karbon kaplı nano-bor (% 2 C-% 98 B) BSCCO malzemesinin fiziksel olarak sertliğini arttırmıştır.

Tezin tel numuneler kısmında ise öncelikle tel için yapılan ısıtma işlem optimizasyonunun yeralmaktadır. Gümüş kılıflı tel numune 72 ve 120 saatlik ısıtma işlemine tabi tutulmuş ve Ac alınganlık ölçümüyle 120 saatlik ısıtma işleminin daha iyi sonuç verdiği gözlemlenmiştir. Gümüş kılıf ve diğer gümüş-bakır alaşımlı kılıfa sahip tellerde de ısıtma işlem süresi 120 saat olarak belirlenmiştir.

Tel numunelerin sahip olduğu farklı kılıf malzemelerinin kritik sıcaklık üzerine etkilerini görebilmek amacıyla R-T ölçümleri alınmıştır. Bu ölçümlere göre Bi-2223 faz stokiyometrisine sahip farklı kılıflı tellerin üretiminde kullanılan kılıf malzemeleri arasında en iyi sonuç Cu1T telinden yani % 1 Cu - % 99 Ag alaşımlı kılıfa sahip telden elde edilmiştir. Teller arasındaki en yüksek T_c bu tele ait olduğu ölçüm sonuçlarına göre belirlenmiştir.

Tellerin alınan SEM görüntüleri incelendiğinde yüksek doluluk oranına sahip olmadıkları görülmüştür. SEM görüntüleri incelendiğinde de yapı içerisinde boşluklar ve çatlaklar tespit edilmiştir.

KAYNAKLAR

- Abrikosov, A.A. 1957. On Magnetic Properties of Superconductors of the Second Group. Soviet Physics JETP. 9, 1174.
- Amir Z., Ahmad A., Ahmad K., Hadi S. and Jeff S. 2014. Effect of Eu_2O_3 Nanoparticles Addition on Structural and Superconducting Properties of BSCCO, Journal of Superconductivity and Novel Magnetism, June Volume 27, Issue 6, pp 1369–1379
- Anonim 2013. Web Sitesi: <http://boren.gov.tr/content/docs/stratejik-plan-2013-2017.pdf> Erişim Tarihi: 09.05.2016
- Anonim. 1913. Yıllara Göre Nobel ödülü alan Kişiler ve Çalışmaları Web Sitesi: https://www.nobelprize.org/nobel_prizes/physics/laureates/1913/, Son Erişim Tarihi: 14.12.2016
- Anonymous. 1996. LakeShore 7300, AC Susceptometers User's Manual
- Bednorz, J.G. and Müller, K.A. 1986. "Possible High-Tc Superconductivity the Ba-LaCu-O System", Z. Phys. B, 64: 89.
- Bruno G., Burrafato G., Petta C., Troja S.O. and Terrusi E. 1991. Influence of Pb doping on properties of BSCCO superconductor October Volume 13, Issue 10, pp 1315–1319
- Ekicibil, A. 2005. BSCCO süperiletkenlerine yapılan katkıların yapısal ve fiziksel özelliklerine etkileri, Doktora tezi.
- Essmann, G.M. and Trauble H. 1967. Phys. Lett. A 24, 526.
- Gencer A., 2009. Kış Okulu Notları. 7.
- Gong J., Wang Q. M., Wu Y. N., Ke, P. L., Cao, H. T., Sun, C., Wen, L. S., 2004. Hot corrosion behavior of AIP NiCoCrAlY (SiB) coatings on nickel base superalloys Surface and Coatings Technology, 186, 3, 389-397.
- Goodrich, L. and Bray, S. L. 1990. Cryogenics, 30, 667.
- Jannah A.N., Abd-Shukur R. and Abdullah H. 2013 Effect of Co_3O_4 Nanoparticles Addition on (Bi, Pb)-2223 Superconductor, International Journal of Mathematical, Computational, Physical, Electrical and Computer Engineering Vol:7, No:3,
- Kenneth C. Goretta, Michael T. Lanagan, Dean J. Miller, Suvankar S. and John C. 1999. Parker, Jieguang Hu, Uthamalingam Balachandran, Richard W. Siegel, Donglu Shi, US5929001 A Engineered flux-pinning centers in BSCCO TBCCO and YBCO superconductors

- Koralay, H. 2007. Farklı oranlarda vanadyum katkısı yapılmış bi- tabanlı yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin üretimi, yapısal ve fiziksel özelliklerinin incelenmesi, Doktora Tezi.
- Lera , F. de la Fuente G.F. , Huang, Y.B., Ruiz., M.T. Larrea, A., Angurel, C.L.A. and Rillo, R. 1994. Navarro Superconducting Ag(Bi,Pb)-Sr-Ca-Cu-O composite wires and tapes., Volume 2, Issue 6, June Pages 377-385
- London, H. and London, F. 1935. The electromagnetic equations of the Superconductors. Proceeding of Royal Society. A149, 71.
- Maeda, H., Tanaka, Y., Fukutomi, M. and Asano, T. 1988. A new high Tc oxide superconductor without a rare-earth element, Jpn. J. Appl. Phys. 27, L209.
- Mazaki, H., Takano, M., Takada, J., Oda, K., Kitaguchi, H., Miura, Y., Ikeda, Y., Tomii, Y. and Kubozoe, T. 1988. Complex susceptibility of Bi, Pb-Sr-Ca-Cu-O superconductors, Japanese Journal of Appl. Physc., 27, L1639.
- Meissner, W. and Ochsenfeld, R. 1933. Superconductivity. Naturwiss.21.
- Michel, C., Hervieu, M., Borel, M.M., Grandin, A., Deslandes, F., Ppovost, J. and Raveau, B. 1987. Superconductivity in the Bi-Sr-Cu-O System, Z. Phys. B-Condensed Matter 68,421.
- Onnes, H. K. 1911. Disappearance of the Electrical Resistance of Mercury of Helium Temperature. Akad. Van Wetenschappen, 14,113.
- Orlando, T. P. and Delin, K. A. 1991. Foundations of Applied Superconductivity, Addison Welsey Publishing Company, page 4.
- Pippard, A.B. 1953. Physica 19, 765.
- Shannon, R.D. 1976. "Revised effective ionic radii and systematic studies of interatomic distances in halides and chalcogenides". *Acta Crystallogr A*. 32: 751-767. Bibcode:1976AcCrA. 32.751S. doi:10.1107/S0567739476001551
- Rose-Innes, A. C. and Rhoderick, E. H. 1994. Introduction to Superconductivity.
- Safran, S., 2010, MgB₂ süperiletken tellerde alternatif akım kaybı ve akı perçinleme mekanizmaları, Doktora tezi.
- Tarascon, J.M., Lepage, Y., Greene, L.H., Bagley, B.G., Barboux, P., Hwang, D.M., Hull, G.W., McKinnon, W.R. and Giroud, M. 1988. Origin of the 110 K

Superconducting transition in the Bi-Sr-Ca-Cu-O system, Physical Review B, 38, 2504.

Wu, M.K., Asheburn, J.R., Torng , C.J., Hor, P.H., Meng, R.L., Gao, L., Huang, J., Wang, Y.Q. and Chu, C.W. 1987. “Superconductivity at 95 K in a New Mixed Phase YBaCuO Compound and Ambient Pressure”, Phys. Rev. Lett., 58: 9081002

Yavuz Ş., Bilgili Ö. and Kocabaş K., 2016. Effects of superconducting parameters of SnO₂ nanoparticles addition on (B-,Pb)-2223 phase, Journal of Materials Science: Materials in Electronics, May Volume 27, Issue 5, pp 4526–4533



ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Hamit ÖZTÜRK
Doğum Tarihi : 19.01.1989
Doğum Yeri : Kumluca / ANTALYA
Medeni Hali : Bekar
Yabancı Dil : İngilizce

Eğitim Durumu (Kurum ve Yıl)

Lise : Gül Çetin Kaur Lisesi (2006)
Lisans : Selçuk Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümü (2010)
Yüksek Lisans: Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı
(Eylül 2013-Mart 2017)

Uluslararası Hakemli Dergi

- 1- Superconducting and mechanical properties of the yığın Bi(Pb)SCCO system prepared via solid state and ammonium nitrate precipitation methods. S. Safran, E. Kılıçarslan, **H. Öztürk**, M. Alp, A. Kılıç, M. Akdoğan, E. Asikuzun, O. Ozturk (*Physica B: Condensed Matter Volume 472, 1 September 2015, Pages 34–40*)
- 2- Mechanical, microstructural and magnetic properties of the yığın BSCCO superconductor prepared by two different methods. S. Safran, A. Kılıç, E. Kılıçarslan, **H. Öztürk**, M. Alp, E. Asikuzun, O. Ozturk (*Journal of Materials Science: Materials in Electronics April 2015, Volume 26, Issue 4, pp 2622-2628*)

Uluslararası Kongre Sunum

- 1-Effects of Nano-Boron (98 % B - 2% C) Addition on Superconducting Properties of BSCCO. **Hamit OZTURK**, Serap SAFRAN, Ahmet KILIC, Ali GENCER Abstract code: 2A-M-P-03.07 12th EUCAS-2015 6-10 September 2015, Lyon / FRANCE (Poster)
- 2- Developing the Physical Properties of (Bi,Pb)-2223 Phase by Carbon Encapsulated Boron (98% B - 2% C) Nano-Particles Addition. **Hamit OZTURK**, Serap Safran, Ahmet KILIC, June 26-July 1, 2016, Fethiye/TURKEY (Poster)