

**ANKARA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

DOKTORA TEZİ

**ORGANİK BİLEŞİK KATKILI MgB_2 SÜPERİLETKEN TELLERİN ÜRETİMİ
VE FİZİKSEL KARAKTERİZASYONU**

Hasan AĞIL

FİZİK ANABİLİM DALI

**ANKARA
2014**

Her hakkı saklıdır.

TEZ ONAYI

Hasan AĞIL tarafından hazırlanan “**Organik Bileşik Katkılı MgB₂ Süperiletken Tellerin Üretimi ve Fiziksel Karakterizasyonu**” adlı tez çalışması 04/04/2014 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı’nda **DOKTORA TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Danışman: Prof. Dr. Ali GENCER

Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Anabilim Dalı

Jüri Üyeleri:

Başkan: Prof. Dr. Şemsettin TÜRKOZ

Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Anabilim Dalı

Üye: Prof. Dr. Ali GENCER

Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Anabilim Dalı

Üye: Prof. Dr. Hüseyin ÜNVER

Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Anabilim Dalı

Üye: Doç. Dr. Ali BOZBEY

TOBB Ekonomi ve Teknoloji Üniversitesi

Elektrik Elektronik Mühendisliği Anabilim Dalı

Üye: Doç. Dr. Hakan YETİŞ

Abant İzzet Baysal Üniversitesi

Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Anabilim Dalı

Yukarıdaki sonucu onaylarım.

Prof. Dr. İbrahim DEMİR

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.

07/04/2014

Hasan AĞIL

ÖZET

Doktora Tezi

ORGANİK BİLEŞİK KATKILI MgB_2 SÜPERİLETKEN TELLERİN ÜRETİMİ VE FİZİKSEL KARAKTERİZASYONU

Hasan AĞIL

Ankara Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Ali GENCER

Bu tez çalışmasında katkı malzemesi olarak çeşitli karbon içeren bileşikler kullanılarak MgB_2 külçe, tel ve şerit numuneler üretilmiştir. Bu katkı malzemelerinin MgB_2 'nin süperiletkenlik özelliklerine etkileri araştırılmıştır.

Hazırlanan numunelerin faz oluşumları x-ışını kırınımı ile incelenmiştir. Mikroyapısal özellikleri ise taramalı elektron mikroskobu ve enerji dağılımlı x-ışını spektroskopisi ile analiz edilmiştir. Üretilen numunelerin termal davranışları diferansiyel taramalı kalorimetre ölçümleri ile araştırılmıştır. Numunelerin kritik sıcaklıkları ac alınganlık ve direnç ölçümleri ile belirlenmiştir. Üretilen numunelerin manyetik özellikleri ise mıknatıslanma ölçümleri ile incelenmiş ve kritik akım yoğunlukları bu ölçümler yardımıyla hesaplanmıştır.

Üretilen tüm numunelerin x-ışını kırınım deseni analiz edildiğinde hegzagonal MgB_2 yapısının oluştuğu ve az miktarda magnezyum ve magnezyum oksit safsızlıklarının bulunduğu saptanmıştır. Üretilen numunelerin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri analiz edildiğinde MgB_2 'ye ait karakteristik tanecikli yapının oluştuğu ve oluşan yapının homojen olduğu saptanmıştır. Enerji dağılımlı x-ışını spektrumları incelendiğinde ise yapıda magnezyum, bor, karbon ve oksijen elementlerine ait pikler gözlemlenmiştir. Termal analizler sonucunda tüm numunelerin ısı akışına karşı sıcaklık eğrileri incelendiğinde bir endotermik pik ve iki ekzotermik pik görülmektedir. Ac alınganlık ve direnç ölçüm sonuçları analiz edildiğinde karbon katkılanması ile kritik sıcaklığın azaldığı tespit edilmiştir. Üretilen tüm numunelerin mıknatıslanma eğrileri analiz edildiğinde bir süperiletkenin göstermesi gereken tipik diamanyetik özelliği sergiledikleri görülmektedir. Üretilen numunelerin farklı sıcaklıklardaki manyetik kritik akım yoğunlukları mıknatıslanma eğrisinin genişliğinden Bean modeli kullanılarak hesaplanmıştır. Karbon katkılanması ile beklendiği gibi kritik akım yoğunluğunda artış gözlemlenmiştir.

Nisan 2014, 166 sayfa

Anahtar Kelimeler: Süperiletkenlik, MgB_2 külçe, tel ve şerit, karbon içeren bileşikler, akı perçinlemesi

ABSTRACT

Ph. D. Thesis

PRODUCTION AND PHYSICAL CHARACTERIZATION OF ORGANIC COMPOUND ADDED IN MgB_2 SUPERCONDUCTING WIRES

Hasan AĞIL

Ankara University
Graduate School of Nature and Applied Sciences
Department of Physics

Supervisor: Prof. Dr. Ali GENCER

In this thesis, MgB_2 bulk, wire and tape samples have been fabricated by using the various carbon-containing compounds as an additive material. The effects of these additives on the superconducting properties of MgB_2 were investigated.

The phase formation of the manufactured samples was examined by means of x-ray diffraction. The microstructural characteristics of these samples were analysed by using scanning electron microscopy and energy dispersive x-ray spectroscopy. The thermal behaviors of the non-sintered powder samples were also studied their characteristics via thermal analysis techniques including Thermogravimetry and Differential Scanning Calorimetry simultaneously. The critical temperatures of pure and doped samples were determined by ac susceptibility and resistivity measurements. The magnetic properties of the prepared samples were examined by magnetization measurements and the magnetic critical current density was calculated from these measurements.

The x-ray diffraction patterns clearly reveal the presence of the hexagonal crystal structure of MgB_2 with a small amount of magnesium and magnesium oxide impurity for all samples. When the scanning electron microscopy images of the samples were analysed, it is observed that the samples has a granular structure and homogeneous mixture. When the energy dispersive x-ray spectra of the samples were examined, it is observed that magnesium, boron, carbon and oxygen peaks have been occurred at our sample structure. It is clear from thermal curves of our samples that there exists one endothermic and two exothermic peaks. When the ac susceptibility and resistivity measurement results were analysed, it is found that the critical temperature was depressed with carbon doped. When the magnetization curves of all the samples were analysed, it is seen to have typical diamagnetic property of a superconductor. The magnetic critical current densities of all the samples at various temperatures were calculated from the hysteresis loops by using Bean's critical state model. Improvements in the critical current density have been observed on carbon doping in the samples.

April 2014, 166 pages

Key Words: Superconductivity, MgB_2 bulk, wire and tape, carbon containing compounds, flux pinning

TEŞEKKÜR

Doktora çalışmalarım sırasında gösterdiği büyük ilgi ve yardımlarını esirgemeyerek akademik ortamda olduğu kadar insan ilişkilerinde de fikirleriyle yetişme ve gelişmeye katkıda bulunan danışman hocam Sayın Prof. Dr. Ali GENCER'e (Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümü), sundukları imkanlar ve gösterdikleri hassasiyetten dolayı Hakkari Üniversitesi eski Rektörü Sayın Prof. Dr. İbrahim BELENLİ'ye ve yeni Rektörü Sayın Prof. Dr. Ebubekir CEYLAN'a, üretilen numunelerin mıknatıslanma ölçümleri sırasındaki katkılarından dolayı İnönü Üniversitesi Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Merkezi Müdürü Prof. Dr. M. Eyyüphan YAKINCI'ya, Müdür Yardımcısı Prof. Dr. M. Ali AKSAN'a ve doktora öğrencisi Gökhan KIRAT'a, destek ve deneyimlerini esirgemeyen, numunelerin üretimi ve karakterizasyonlarına önemli katkılarda bulunan ve yönlendiren Abant İzzet Baysal Üniversitesi Fizik Bölümü Öğretim Üyelerinden Doç. Dr. Hakan YETİŞ ve Doç. Dr. Mustafa AKDOĞAN'a, üretilen numunelerin yapısal ve termal karakterizasyonlarında verdiği destekten dolayı Türkiye Atom Enerjisi Kurumu'nda görev yapmakta olan Uzman Dr. Erhan AKSU'ya, kullandığım bazı kimyasalları sentezleyen Abant İzzet Baysal Üniversitesi Kimya Bölümü Öğretim Üyelerinden Yrd. Doç. Dr. Cevher ALTUĞ'a, üretilen numunelerin taramalı elektron mikroskobu analizlerinde yardımlarını esirgemeyen Muğla Sıtkı Koçman Üniversitesi Fizik Bölümü Öğretim Üyelerinden Doç. Dr. Selçuk AKTÜRK'e, numune üretimi ve karakterizasyonu hakkında kendisinden çok şeyler öğrendiğim Wollongong Üniversitesi (Avustralya) Süperiletkenlik ve Elektronik Malzemeler Enstitüsü'nden Dr. Md. Shahrar Al HOSSAIN'e, üretilen numunelerin direnç ölçümleri sırasında gösterdikleri yardımlardan dolayı Arş. Grv. Sevgi Polat ALTINTAŞ ve Arş. Grv. Asaf Tolga ÜLGEN'e, numune üretimi sırasında verdiği destekten dolayı çalışma arkadaşım Özlem ÇİÇEK'e ve laboratuarda birlikte çalıştığım tüm arkadaşlarıma teşekkür ederim.

Bu tez çalışması süresince maddi manevi desteklerini esirgemeyen aileme ve birçok fedakarlık göstererek beni destekleyen sevgili eşim Aslı Asiye AĞIL'a gösterdikleri sabır ve hassasiyetten dolayı en derin duygularla teşekkür ederim.

Bu tez çalışması, "Süperiletkenlik Araştırma Merkez Laboratuvarı (2010K12052 – Kalkınma Bakanlığı)" ve "Nano Boyutta SiC, C ve Aromatik Hidrokarbon Katkılı MgB₂ Süperiletken Külçe, Tel – Şerit Üretimi ve Karakterizasyonu (109T106 – Tübitak)" isimli projeler tarafından desteklenmiştir.

Hasan AĞIL

Ankara, Nisan 2014

İÇİNDEKİLER

TEZ ONAY SAYFASI	
ETİK.....	i
ÖZET.....	ii
ABSTRACT.....	iii
TEŞEKKÜR.....	iv
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ.....	v
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	vi
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	xvii
1.GİRİŞ.....	1
2.KURAMSAL TEMELLER ve KAYNAK ÖZETLERİ.....	6
2.1 Giriş.....	6
2.2 Neden MgB_2 Çok Özel?	6
2.3 MgB_2 'nin Kristal ve Elektronik Yapısı.....	7
2.4 MgB_2 'de Süperiletkenlik Mekanizması.....	8
2.4.1 İzotop etkisi.....	8
2.4.2 Süperiletken enerji aralığı.....	10
2.4.3 Anizotropi.....	12
2.4.4 Eş uyum uzunluğu.....	13
2.4.5 Zayıf bağların olmaması.....	14
2.5 MgB_2 Süperiletkenlerin Üretimi/ Hazırlanması.....	15
2.5.1 Külçe numuneler.....	15
2.5.1.1 In-situ ve ex-situ yöntemleri.....	16
2.5.1.2 Mekanik alaşımlama (MA).....	18
2.5.2 Tel ve şerit numuneler.....	21
2.5.2.1 Mg difüzyon yöntemi.....	22
2.5.2.2 Tüp- içinde- toz (TİT) yöntemi.....	22
2.5.2.3 Sürekli tüpü toz ile doldurma (STDD) yöntemi.....	23
2.5.3 TİT yöntemi için kılıf malzemeleri.....	24
2.5.4 Başlangıç malzemelerinin süperiletkenliğe etkisi.....	25
2.5.4.1 Mg başlangıç tozu.....	25
2.5.4.1.1 Mg'nin özellikleri.....	25
2.5.4.1.2 Mg tozunun büyüklüğü.....	25
2.5.4.1.3 Mg eksikliği.....	26
2.5.4.1.4 Mg fazlalığı.....	27
2.5.4.1.5 Mg'nin yerine MgH_2	28
2.5.4.2 B başlangıç tozu.....	28
2.5.4.2.1 Bor tozunun özellikleri.....	28
2.5.4.2.2 Bor başlangıç tozunun saflığı.....	28
2.6 MgB_2 Süperiletkenlerinin Temel Özellikleri.....	30
2.6.1 Kritik parametreler.....	30
2.6.1.1 Kritik Sıcaklık (T_c).....	30
2.6.1.2 Kritik akım yoğunluğu (J_c).....	31
2.6.1.3 Üst kritik alan (H_{c2}).....	34
2.6.1.4 Alt kritik alan (H_{c1}).....	35
2.6.1.5 Tersinmezlik alanı (H_{irr}).....	35
2.7 Kimyasal Katkı Etkileri.....	37
2.7.1 C- kaynağı katkılama.....	37

2.7.2 Tek element katkıları.....	38
2.7.3 Diğer bileşik katkıları.....	40
2.7.3.1 Oksitler.....	40
2.7.3.2 Silikatlar.....	41
2.7.3.3 Boridler ve hidridler.....	41
2.8 Diğer Katkı Malzemeleri ile Karşılaştırıldığında Karbonhidratlar Neden Özeldir?.....	41
2.9 Akı Perçinlemesi.....	42
2.10 MgO Oluşumu ve Etkileri.....	43
2.11 MgB ₂ için Market ve Gelecekteki Beklentiler.....	45
3.MATERYAL ve YÖNTEM.....	47
3.1 Katkısız ve Katkılı Külçe Numunelerin Hazırlanması.....	47
3.2 Katkısız ve Katkılı Tel Numunelerin Hazırlanması.....	49
3.3 Numune Karakterizasyonu.....	51
3.3.1 X- ışını kırınımı.....	51
3.3.2 Taramalı elektron mikroskobu (SEM).....	52
3.3.3 Diferansiyel termal analiz (DTA).....	52
3.3.4 T _c , J _c , H _{c2} , H _{irr} ölçümleri.....	53
3.3.5 AC alınganlık ölçüm sistemi.....	55
4.ARAŞTIRMA BULGULARI.....	56
4.1 Saf ve Organik Bileşik Katkılı Külçe Numunelerin Yapısal, Termal, Elektriksel ve Manyetik Karakterizasyonları.....	56
4.1.1 X- ışını kırınımı (XRD) analizleri.....	56
4.1.2 Taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizleri.....	64
4.1.3 Termal analizler.....	66
4.1.4 AC alınganlık ölçümleri.....	70
4.1.5 Direnç ölçümleri.....	77
4.1.6 Üst kritik alan (H _{c2}) ve tersinmezlik alanının (H _{irr}) belirlenmesi.....	79
4.1.7 M-H ölçümleri.....	82
4.1.8 Kritik akım yoğunluğunun (J _c) belirlenmesi.....	84
4.1.9 Perçinleme kuvvetinin (F _p) belirlenmesi.....	90
4.2 Saf ve Organik Bileşik Katkılı Tel Numunelerin Yapısal, Termal, Elektriksel ve Manyetik Karakterizasyonları.....	94
4.2.1 X-ışını kırınımı (XRD) analizleri.....	94
4.2.2 Termal analizler.....	100
4.2.3 Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve enerji dağılımlı x-ışını spektroskopisi (EDS) analizleri.....	105
4.2.4 AC alınganlık ölçümleri.....	109
4.2.5 Direnç ölçümleri.....	121
4.2.6 M - H ölçümleri.....	126
4.2.7 Kritik akım yoğunluğunun (J _c) belirlenmesi.....	131
4.2.8 n-değeri.....	137
5.TARTIŞMA ve SONUÇ.....	139
KAYNAKLAR.....	142
ÖZGEÇMİŞ.....	165

SİMGELER DİZİNİ

T_c	Kritik Sıcaklık
J_c	Kritik Akım Yoğunluğu
H_c	Kritik Manyetik Alan
H_{c1}	Alt Kritik Manyetik Alan
H_{c2}	Üst Kritik Manyetik Alan
H_{irr}	Tersinmezlik Alanı
a	Örgü Parametresi
b	Örgü Parametresi
c	Örgü Parametresi
ξ	Eş-Uyum Uzunluğu
λ	Nüfuz Etme Derinliği
Δ	Enerji Aralığı
σ	Band Yapısı
π	Band Yapısı
γ	Anizotropi Parametresi
Φ_0	Akı Kuantumu
T_b	Katı-Katı Reaksiyon Başlangıç Sıcaklığı
T_p	Pik Sıcaklığı
T_m	Magnezyumun erime sıcaklığı
χ_1'	Temel Harmonik Alınganlığın Faz-İçi Bileşeni
χ_1''	Temel Harmonik Alınganlığın Faz-Dışı Bileşeni
M	Mıknatıslanma
f_p	Perçinleme Kuvveti
p	Perçinleme Tipi Parametresi
q	Perçinleme Tipi Parametresi
ρ	Özdirenç

Kısaltmalar

DSS	Düşük Sıcaklık Süperiletkenler
YSS	Yüksek Sıcaklık Süperiletkenler
TİT	Tüp-İçinde-Toz
BCS	Bardeen, Cooper and Schrieffer
DTA	Diferansiyel Termal Analiz
MA	Mekanik Alaşımlama
MRG	Manyetik Rezonans Görüntüleme
HAS	Hatalı Akım Sınırlayıcıları
STTD	Süreki Tüpü Toz ile Doldurma
KNT	Karbon Nano Tüp
XRD	X-Işını Kırınımı
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
FDD	Faz Duyarlı Detektör

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1	MgB ₂ 'nin birim hücre yapısı.....	7
Şekil 2.2	MgB ₂ ile farklı tipteki süperiletkenlerin kristal yapıları arasındaki karşılaştırma.....	8
Şekil 2.3	a. İzotop etkisi: üst grafik mıknatıslanma ve alt grafik öz direnç, b. Sıfır (dolu çemberler) ve 90 kG (açık üçgenler) uygulanan alanlarda Mg ¹⁰ B ₂ (üst) ve Mg ¹¹ B ₂ (alt)'nin sıcaklık bağımlı öz ısısı.....	9
Şekil 2.3	(b) Sıfır (dolu çemberler) ve 90 kG (açık üçgenler) uygulanan alanlarda Mg ¹⁰ B ₂ (üst) ve Mg ¹¹ B ₂ (alt)'nin sıcaklık bağımlı öz ısısı.....	9
Şekil 2.4	B <i>p</i> karakterine sahip MgB ₂ süperiletkeninin bant yapısı.....	10
Şekil 2.5	MgB ₂ 'de süperiletken enerji aralığının sıcaklık bağımlılığı.....	11
Şekil 2.6	MgB ₂ süperiletkeninin Fermi yüzeyi.....	11
Şekil 2.7	MgB ₂ tek kristaller, tel ve tozlar için üst kritik alan anizotropisinin sıcaklık bağımlılığı.....	12
Şekil 2.8	Kritik akım yoğunluğunun manyetik alan ve sıcaklık bağımlılığı.....	15
Şekil 2.9	<i>In-situ</i> ve <i>ex-situ</i> yöntemleriyle hazırlanan MgB ₂ ince filmlerin AFM görüntüleri.....	16
Şekil 2.10	İki farklı yöntem ile hazırlanan MgB ₂ ince filmlerin <i>M-H</i> eğrisinden hesaplanan kritik akım yoğunlukları.....	17
Şekil 2.11	a. <i>In-situ</i> ve <i>ex-situ</i> filmler için tersinmezlik çizgisi, b. İki film için üst kritik alana karşı sıcaklık eğrileri.....	17
Şekil 2.12	a. a- ve c-ekseni örgü parametreleri, b. c/a, c. (110) pikinin FWHM, d. Farklı B kullanılarak üretilen MgB ₂ numunelerinin örgü zorlanması.....	20
Şekil 2.13	Tüm MgB ₂ numunelerinin 5 ve 20 K'de manyetik kritik akım yoğunluğunun dış manyetik alana bağımlılığı.....	20
Şekil 2.14	Karanlık alan modunda istatistiksel TEM verilerinden elde edilen mekanik olarak alaşımlanmış başlangıç tozunun tanecik büyüklüğü dağılımı.....	21
Şekil 2.15	4,2 K ve 20 K'de katkısız ve karbon katkılı MgB ₂ külçe numunelerin kritik akım yoğunluğuna karşı uygulanan manyetik alan eğrisi.....	21
Şekil 2.16	Tel ve şeritler için tüp-içinde-toz yöntemi.....	23

Şekil 2.17	Sürekli tüpü toz ile doldurma yöntemi.....	23
Şekil 2.18	$J_c(B)$ bağımlılıkları	24
Şekil 2.19	10 μm büyüklüğünde Mg ve yüksek saflıktaki bor tozu ile hazırlanan MgB_2/Fe şeritlerin 20 K'de transport kritik akım yoğunluğuna karşı manyetik alan eğrisi.....	26
Şekil 2.20	Farklı numuneler için manyetik alanın fonksiyonu olarak a. 5 K, b. 20 K'de normalize hacim perçinleme kuvveti (F_p).....	29
Şekil 2.21	Farklı katkı malzemeleri için katkı düzeyi ile MgB_2 'nin T_c 'nin değişimi.....	30
Şekil 2.22	MgB_2 için T_c 'nin a. a -ekseni, b. c -ekseni, c ışınlama, basınç veya katkılama altında hacimdeki değişimle değişimi.....	31
Şekil 2.23	Farklı numuneler için sıcaklığın fonksiyonu olarak üst kritik alan (H_{c2}).....	34
Şekil 2.24	Farklı geometrilerdeki MgB_2 (külçe, film, tel ve toz) için tersinmezlik alanına karşı sıcaklık eğrisi.....	36
Şekil 2.25	Farklı miktarlarda nano boyutta MgO ilaveli MgB_2/Fe şeritlerin transport J_c özelliklerinin alan bağımlılığı.....	44
Şekil 2.26	Farklı miktarlarda nano boyutta MgO ilaveli MgB_2/Fe şeritlerin 5,20 ve 30 K'de manyetik J_c özelliklerinin alan bağımlılığı.....	44
Şekil 2.27	MgB_2 tel gelişimi ve ticari MgB_2 magnetler için yol haritası.....	46
Şekil 3.1	Retsch PM400 Bilyeli Öğütücü.....	47
Şekil 3.2	Specac marka pres ve 1,3 cm çaplı kalıp seti.....	48
Şekil 3.3	Malzeme üretiminde kullanılan ısıtma işlem süreci.....	48
Şekil 3.4	Isıtma işlemin şematik görünümü.....	48
Şekil 3.5	Isıtma işlemlerde kullanılan paslanmaz çelik tüp ve fırın.....	49
Şekil 3.6	TİT yöntemiyle tel üretimi için yaptırılan cihazın tasarım şekilleri.....	50
Şekil 3.7	TİT yöntemiyle tel üretimi için yaptırılan cihazın şu andaki hali.....	50
Şekil 3.8	Rigaku Miniflex II Desktop X-Ray Diffractometer.....	51

Şekil 3.9	TA Instruments SDT Q600 TGA/DSC cihazı.....	52
Şekil 3.10	Quantum Design PPMS cihazı.....	53
Şekil 3.11	VSM modülünün sıvı azot ceketli sıvı helyum tankındaki konumları.....	54
Şekil 3.12	AC Alınganlık Ölçüm Sistemi Şeması.....	55
Şekil 4.1	Saf ve % 1-2-3-4-5-6 mol $C_{12}H_{18}$ katkılı numunelerin X-ışını kırınım desenleri.....	56
Şekil 4.2	% 0,2-0,4-0,6-0,8-1 mol $C_6H_5NH_2$ katkılı numunelerin X-ışını kırınım desenleri.....	57
Şekil 4.3	650 ve 900 °C’de sinterlenmiş katkısız MgB_2 ve 600 ve 900 °C’de sinterlenmiş Si-yağı katkılı MgB_2 numunelerin XRD desenleri.....	58
Şekil 4.4	Saf ve succinic asit katkılı MgB_2 külçe numunelerin XRD desenleri.....	61
Şekil 4.5	Saf ve succinic asit katkılı MgB_2 numunelerdeki MgO miktarı.....	62
Şekil 4.6	Saf ve succinic asit katkılı numunelerin a - örgü parametresi. İçteki grafik ise succinic asit katkılı MgB_2 numunelerdeki gerçek C yerdeğiştirme miktarını (x) göstermektedir.....	62
Şekil 4.7	Saf, % 5, 10 ve 20 $C_{15}H_{12}O_2$ katkılı MgB_2 külçe numunelerin x-ışını kırınım desenleri.....	63
Şekil 4.8	5000 kez büyütmedeki a. katkısız, b. 1HB, c. 2HB, d. 3HB, e. 4HB, f. 5HB, g. 6HB numunelerine ait SEM görüntüleri.....	65
Şekil 4.9	a. Saf, b. % 5, c. % 10 phenyl methanone katkılı MgB_2 külçe numunelerin SEM fotoğrafları.....	66
Şekil 4.10	Saf ve hekzilbenzen katkılı MgB_2 külçe numunelerin DTK eğrileri.....	67
Şekil 4.11	Saf ve anilin katkılı MgB_2 külçe numunelerin DTK eğrileri.....	68
Şekil 4.12	Saf ve $C_{15}H_{12}O_2$ katkılı MgB_2 külçe numunelere ait DTK eğrileri.....	70
Şekil 4.13	Saf MgB_2 numunesine ait temel harmonik alınganlığının faz-ıçi ve faz-dışı bileşenlerinin farklı ac alan genliklerinde sıcaklığa bağlı olarak değişimi.....	71

Şekil 4.14	% 1 mol $C_{12}H_{18}$ katkılı MgB_2 numunesine ait temel harmonik alınganlığının faz-ıç i ve faz-dış ı bileşenlerinin farklı ac alan genliklerinde sıcaklığa bağı lı olarak değı şimi.....	71
Şekil 4.15	% 2 mol $C_{12}H_{18}$ katkılı MgB_2 numunesine ait temel harmonik alınganlığının faz-ıç i ve faz-dış ı bileşenlerinin farklı ac alan genliklerinde sıcaklığa bağı lı olarak değı şimi.....	71
Şekil 4.16	% 3 mol $C_{12}H_{18}$ katkılı MgB_2 numunesine ait temel harmonik alınganlığının faz-ıç i ve faz-dış ı bileşenlerinin farklı ac alan genliklerinde sıcaklığa bağı lı olarak değı şimi.....	72
Şekil 4.17	% 4 mol $C_{12}H_{18}$ katkılı MgB_2 numunesine ait temel harmonik alınganlığının faz-ıç i ve faz-dış ı bileşenlerinin farklı ac alan genliklerinde sıcaklığa bağı lı olarak değı şimi.....	72
Şekil 4.18	% 5 mol $C_{12}H_{18}$ katkılı MgB_2 numunesine ait temel harmonik alınganlığının faz-ıç i ve faz-dış ı bileşenlerinin farklı ac alan genliklerinde sıcaklığa bağı lı olarak değı şimi.....	72
Şekil 4.19	% 6 mol $C_{12}H_{18}$ katkılı MgB_2 numunesine ait temel harmonik alınganlığının faz-ıç i ve faz-dış ı bileşenlerinin farklı ac alan genliklerinde sıcaklığa bağı lı olarak değı şimi.....	73
Şekil 4.20	% 0,2 mol $C_6H_5NH_2$ katkılı MgB_2 numunesine ait temel harmonik alınganlığının faz-ıç i ve faz-dış ı bileşenlerinin farklı ac alan genliklerinde sıcaklığa bağı lı olarak değı şimi.....	73
Şekil 4.21	% 0,6 mol $C_6H_5NH_2$ katkılı MgB_2 numunesine ait temel harmonik alınganlığının faz-ıç i ve faz-dış ı bileşenlerinin farklı ac alan genliklerinde sıcaklığa bağı lı olarak değı şimi.....	73
Şekil 4.22	% 0,8 mol $C_6H_5NH_2$ katkılı MgB_2 numunesine ait temel harmonik alınganlığının faz-ıç i ve faz-dış ı bileşenlerinin farklı ac alan genliklerinde sıcaklığa bağı lı olarak değı şimi.....	74
Şekil 4.23	% 1 mol $C_6H_5NH_2$ katkılı MgB_2 numunesine ait temel harmonik alınganlığının faz-ıç i ve faz-dış ı bileşenlerinin farklı ac alan genliklerinde sıcaklığa bağı lı olarak değı şimi.....	74
Şekil 4.24	% 5 $C_{15}H_{12}O_2$ katkılı MgB_2 numunesine ait temel harmonik alınganlığının faz-ıç i ve faz-dış ı bileşenlerinin farklı ac alan genliklerinde sıcaklığa bağı lı olarak değı şimi.....	76
Şekil 4.25	% 10 $C_{15}H_{12}O_2$ katkılı MgB_2 numunesine ait temel harmonik alınganlığının faz-ıç i ve faz-dış ı bileşenlerinin farklı ac alan genliklerinde sıcaklığa bağı lı olarak değı şimi.....	76

Şekil 4.26	% 20 $C_{15}H_{12}O_2$ katkılı MgB_2 numunesine ait temel harmonik alinganlığının faz-ıç i ve faz-dış ı bileşenlerinin farklı ac alan genliklerinde sıcaklığa bağı lı olarak değı şimi.....	77
Şekil 4.27	Saf ve succinic aist katkılı numunelerin öz dirençlerinin sıcaklık bağı mlılığı.....	78
Şekil 4.28	% 1 mol $C_{12}H_{18}$ katkılı numune için üst kritik alan ve tersinmezlik alanının sıcaklık bağı mlılığı.....	79
Şekil 4.29	Katkıs ız ve Si-yağı katkılı MgB_2 numunelerin üst kritik alanının normalize sıcaklık bağı mlılığı.....	80
Şekil 4.30	Katkıs ız ve Si-yağı katkılı MgB_2 numunelerin tersinmezlik alanının normalize sıcaklık bağı mlılığı.....	80
Şekil 4.31	Saf, % 10, 20 ve 30 succinic asit katkılı MgB_2 numunelerin üst kritik alanının (H_{c2}) sıcaklık bağı lı değı şim eğı risi.....	81
Şekil 4.32	Saf, % 10, 20 ve 30 succinic asit katkılı MgB_2 numunelerin tersinmezlik alanının (H_{irr}) sıcaklık bağı lı değı şim eğı risi.....	81
Şekil 4.33	Saf, % 1 mol $C_{12}H_{18}$ ve % 6 mol $C_{12}H_{18}$ katkılı MgB_2 külçe numunelerde mıknatıslanmanın $T = 5$ K'de alana bağı lı değı şimi.....	82
Şekil 4.34	Saf, % 1 mol $C_{12}H_{18}$ ve % 6 mol $C_{12}H_{18}$ katkılı MgB_2 külçe numunelerde mıknatıslanmanın $T = 20$ K'de alana bağı lı değı şimi.....	83
Şekil 4.35	Saf, % 1 mol $C_{12}H_{18}$ ve % 6 mol $C_{12}H_{18}$ katkılı MgB_2 külçe numunelerde mıknatıslanmanın $T = 30$ K'de alana bağı lı değı şimi.....	83
Şekil 4.36	Saf, % 1 mol ve % 6 mol hekzilbenzen katkılı MgB_2 numunelerin $T = 5$ K'de hesaplanan kritik akım yoğunluğunun alana bağı lı değı şimi.....	84
Şekil 4.37	Saf, % 1 mol ve % 6 mol $C_{12}H_{18}$ katkılı MgB_2 numunelerin $T = 20$ K'de hesaplanan kritik akım yoğunluğunun alana bağı lı değı şimi.....	85
Şekil 4.38	Saf, % 1 mol ve % 6 mol $C_{12}H_{18}$ katkılı MgB_2 numunelerin $T = 30$ K'de hesaplanan kritik akım yoğunluğunun alana bağı lı değı şimi.....	85
Şekil 4.39	Farklı sıcaklıklarda sinterlenmiş katkıs ız ve Si-yağı katkılı numunelerin 20 K'de kritik akım yoğunluğunun manyetik alan bağı mlılığı.....	86
Şekil 4.40	Farklı sıcaklıklarda sinterlenmiş katkıs ız ve Si-yağı katkılı numunelerin 5 K'de kritik akım yoğunluğunun manyetik alan bağı mlılığı.....	87
Şekil 4.41	Katkıs ız, % 10, 20 ve 30 succinic asit katkılı MgB_2 külçe numunelerin manyetik kritik akım yoğunluğu.....	88

Şekil 4.42	Saf, % 5 ve % 10 $C_{15}H_{12}O_2$ katkılı MgB_2 numunelerin 5 K'deki kritik akım yoğunluğu değerlerinin manyetik alana bağlı değişimi. İçteki grafik kritik akım yoğunluklarının hesaplanması için kullanılan $M - H$ eğrisini göstermektedir.....	89
Şekil 4.43	Saf, % 5 ve % 10 $C_{15}H_{12}O_2$ katkılı MgB_2 numunelerin 20 K'deki kritik akım yoğunluğu değerlerinin manyetik alana bağlı değişimi. İçteki grafik kritik akım yoğunluklarının hesaplanması için kullanılan $M - H$ eğrisini göstermektedir.....	89
Şekil 4.44	Saf, % 5 ve % 10 $C_{15}H_{12}O_2$ katkılı MgB_2 numunelerin 30 K'deki kritik akım yoğunluğu değerlerinin manyetik alana bağlı değişimi. İçteki grafik kritik akım yoğunluklarının hesaplanması için kullanılan $M - H$ eğrisini göstermektedir.....	90
Şekil 4.45	Saf, % 5 ve % 10 $C_{15}H_{12}O_2$ katkılı MgB_2 numuneler için 20 K'de akı perçinleme kuvvetlerinin (F_p) manyetik alana bağlı değişimi. İçteki grafik her bir numune için elde edilen normalize akı perçinleme kuvvetlerinin ($F_p/F_{p,max}$) manyetik alana bağlı değişimini göstermektedir.....	91
Şekil 4.46	650 °C'de sinterlenmiş saf MgB_2 ve 600 ve 900 °C'de sinterlenmiş Si-yağı katkılı MgB_2 numunelerin 20 K'de perçinleme kuvvetinin indirgenmiş manyetik alan ($b = B/B_{irr}$) bağımlılığı	92
Şekil 4.47	650 °C'de sinterlenmiş saf MgB_2 ve 600 ve 900 °C'de sinterlenmiş Si-yağı katkılı MgB_2 numunelerin 20 K'de perçinleme kuvvetinin indirgenmiş manyetik alan ($b = B/B_{max}$) bağımlılığı.....	92
Şekil 4.48	Demir kılıf çıkarıldıktan sonra saf MgB_2 'ye ait x-ışını kırınım deseni.....	95
Şekil 4.49	Kuru karıştırma yöntemi ile hazırlanarak farklı sıcaklıklarda sinterlenen malic asit katkılı MgB_2 tellere ait x-ışını kırınım desenleri.....	96
Şekil 4.50	Islak karıştırma yöntemi ile hazırlanarak farklı sıcaklıklarda a. 700 °C, b. 800 °C, c. 900 °C ısıtma işlemi uygulanan % 10 malic asit katkılı MgB_2 tellerin XRD desenleri.....	96
Şekil 4.51	Islak ve kuru karıştırma yöntemi ile üretilen farklı miktarlarda tartaric asit katkılı tellerin % MgO ağırlığı.....	97
Şekil 4.52	% 1 mol hekzilbenzen katkılı MgB_2/Fe telin x-ışını kırınım deseni.....	98
Şekil 4.53	Etil tolüen katkılı MgB_2/Fe tele ait XRD deseni.....	99

Şekil 4.54	Benzen katkılı MgB_2/Fe tele ait XRD deseni.....	99
Şekil 4.55	Saf MgB_2 tel ve sadece Fe'nin taramalı termal analizi.....	101
Şekil 4.56	Islak karıştırma yöntemiyle hazırlanan % 10 malic asit katkılı MgB_2 tozunun TG eğrisi.....	102
Şekil 4.57	Islak karıştırma yöntemiyle hazırlanan % 10 malic asit katkılı MgB_2 tozunun DTK eğrisi.....	103
Şekil 4.58	% 1 mol hekzilbenzen katkılı MgB_2 toz karışımının DTK eğrisi.....	103
Şekil 4.59	% 2 mol benzen katkılı MgB_2/Fe tel için uygulanan DTK ölçümlerinden elde edilen ısı akışına karşı sıcaklık eğrisi.....	104
Şekil 4.60	Etil tolue katkılı MgB_2/Fe tel için uygulanan DTK ölçümlerinden elde edilen ısı akışına karşı sıcaklık eğrisi.....	104
Şekil 4.61	Demir kılıf çıkarıldıktan sonra saf MgB_2 numunesine ait SEM fotoğrafı.....	105
Şekil 4.62	a. Kuru, b. ıslak karıştırma yöntemi ile üretilen tartaric asit katkılı tellerin SEM görüntüleri.....	106
Şekil 4.63	Benzen katkılı MgB_2/Fe tel numunenin 1000 kez büyütme ile elde edilen SEM görüntüsü.....	106
Şekil 4.64	Etil tolue katkılı MgB_2/Fe tel numunenin 1000 kez büyütme ile elde edilen SEM görüntüsü.....	107
Şekil 4.65	Benzen katkılı MgB_2/Fe tel numunesi için elde edilen EDS analiz sonuçları.....	107
Şekil 4.66	Etil tolue katkılı MgB_2/Fe tel numunesi için elde edilen EDS analiz sonuçları.....	108
Şekil 4.67	Saf MgB_2/Fe tel numunesine ait temel harmonik alınganlığının faz-ıç ve faz-dışı bileşenlerinin 160 A/m ac alan genliğinde sıcaklığa bağlı olarak değişimi.....	110
Şekil 4.68	Saf MgB_2/Fe tel numunesine ait temel harmonik alınganlığının faz-ıç ve faz-dışı bileşenlerinin 320 A/m ac alan genliğinde sıcaklığa bağlı olarak değişimi.....	110
Şekil 4.69	Saf MgB_2/Fe tel numunesine ait temel harmonik alınganlığının faz-ıç ve faz-dışı bileşenlerinin 640 A/m ac alan genliğinde sıcaklığa bağlı olarak değişimi.....	110

Şekil 4.70	Saf MgB_2/Fe tel numunesine ait temel harmonik alınganlığının faz-ıç ve faz-dışı bileşenlerinin 1280 A/m ac alan genliğinde sıcaklığa bağlı olarak değişimi.....	111
Şekil 4.71	% 10 malic asit katkılı MgB_2/Fe telin $H_{ac} = 80$ A/m alan altında elde edilen ac alınganlık eğrisi	111
Şekil 4.72	% 10 malic asit katkılı MgB_2/Fe telin $H_{ac} = 100$ A/m alan altında elde edilen ac alınganlık eğrisi.....	112
Şekil 4.73	% 10 malic asit katkılı MgB_2/Fe telin $H_{ac} = 120$ A/m alan altında elde edilen ac alınganlık eğrisi	112
Şekil 4.74	% 10 malic asit katkılı MgB_2/Fe telin $H_{ac} = 140$ A/m alan altında elde edilen ac alınganlık eğrisi.....	112
Şekil 4.75	% 10 malic asit katkılı MgB_2/Fe telin $H_{ac} = 160$ A/m alan altında elde edilen ac alınganlık eğrisi.....	113
Şekil 4.76	700 °C’de ısıtılma tabi tutulmuş % 10 malic asit katkılı MgB_2/Fe telin uygulanan $H_{ac} = 160, 400, 800, 1600$ A/m genlikli alanlar altında ac alınganlığının faz-ıç bileşeninin sıcaklığa bağlı değişimi.....	113
Şekil 4.77	800 °C’de ısıtılma tabi tutulmuş % 10 malic asit katkılı MgB_2/Fe telin uygulanan $H_{ac} = 160, 400, 800, 1600$ A/m genlikli alanlar altında ac alınganlığının faz-ıç bileşeninin sıcaklığa bağlı değişimi.....	114
Şekil 4.78	900 °C’de ısıtılma tabi tutulmuş % 10 malic asit katkılı MgB_2/Fe telin uygulanan $H_{ac} = 160, 400, 800, 1600$ A/m genlikli alanlar altında ac alınganlığının faz-ıç bileşeninin sıcaklığa bağlı değişimi.....	115
Şekil 4.79	700 °C’de ısıtılma tabi tutulmuş malic asit katkılı numunenin farklı ac alan genlikleri için χ'' den elde edilen tepe sıcaklıklarına (T_p) karşı sızma alanı (H_p).....	116
Şekil 4.80	800 °C’de ısıtılma tabi tutulmuş malic asit katkılı numunenin farklı ac alan genlikleri için χ'' den elde edilen tepe sıcaklıklarına (T_p) karşı sızma alanı (H_p).....	116
Şekil 4.81	900 °C’de ısıtılma tabi tutulmuş malic asit katkılı numunenin farklı ac alan genlikleri için χ'' den elde edilen tepe sıcaklıklarına (T_p) karşı sızma alanı (H_p).....	117
Şekil 4.82	% 1 mol hekzilbenzen katkılı MgB_2/Fe telin $H_{ac} = 160$ A/m alan altındaki temel ac alınganlığa karşı sıcaklık eğrisi.....	118

Şekil 4.83	% 1 mol hekzilbenzen katkılı MgB_2/Fe telin $H_{ac} = 320$ A/m alan altındaki temel ac alınganlığı karşı sıcaklık eğrisi.....	118
Şekil 4.84	% 1 mol hekzilbenzen katkılı MgB_2/Fe telin $H_{ac} = 640$ A/m alan altındaki temel ac alınganlığı karşı sıcaklık eğrisi.....	119
Şekil 4.85	% 1 mol hekzilbenzen katkılı MgB_2/Fe telin $H_{ac} = 1280$ A/m alan altındaki temel ac alınganlığı karşı sıcaklık eğrisi.....	119
Şekil 4.86	% 2 mol benzen katkılı MgB_2/Fe tellerin ac alınganlığının sıcaklıkla değişimi.....	120
Şekil 4.87	% 10 mol etil tolue katkılı MgB_2/Fe tellerin ac alınganlığının sıcaklık ile değişimi	120
Şekil 4.88	<i>In-situ</i> TİT yöntemiyle hazırlanan MgB_2/Fe telin $R - T$ eğrisi.....	121
Şekil 4.89	<i>Ex-situ</i> TİT yöntemiyle hazırlanan MgB_2/Fe telin $R - T$ eğrisi.....	121
Şekil 4.90	Kuru karıştırma yöntemi ile hazırlanan 800 °C’de ısıtılma tabi tutulmuş % 10 malic asit katkılı MgB_2/Fe telin 0 – 3 T alan altında $R - T$ eğrisi.....	122
Şekil 4.91	T_c ’nin tartaric asit katkı miktarına bağlı değişimi.....	123
Şekil 4.92	Farklı kalınlıklarda hazırlanan benzen katkılı MgB_2/Fe şeritlerin direnç değerlerinin sıcaklık ile değişimi.....	125
Şekil 4.93	Farklı kalınlıklarda etil tolue katkılı MgB_2/Fe şeritlerin dirençlerinin sıcaklığa bağlı değişimi.....	125
Şekil 4.94	Demir kılıflı MgB_2 tel için 5 K sıcaklık değerinde elde edilen mıknatıslanma eğrisi.....	126
Şekil 4.95	Demir kılıflı MgB_2 tel için 20 K sıcaklık değerinde elde edilen mıknatıslanma eğrisi.....	127
Şekil 4.96	Demir kılıflı MgB_2 tel için 30 K sıcaklık değerinde elde edilen mıknatıslanma eğrisi.....	127
Şekil 4.97	Islak karıştırma yöntemi ile üretilen ve 700 °C’de ısıtılma yapılmış olan % 10 malic asit katkılı demir kılıflı MgB_2 tel için 5 K’de elde edilen mıknatıslanma eğrisi.....	128
Şekil 4.98	Islak karıştırma yöntemi ile üretilen ve 700 °C’de ısıtılma yapılmış olan % 10 malic asit katkılı demir kılıflı MgB_2 tel için 20 K’de elde edilen mıknatıslanma eğrisi.....	128

Şekil 4.99	% 1 mol hekzilbenzen katkılı demir kılıflı MgB_2 tel için 5 K’de ölçülen mıknatıslanma eğrisi.....	129
Şekil 4.100	% 1 mol hekzilbenzen katkılı demir kılıflı MgB_2 tel için 20 K’de ölçülen mıknatıslanma eğrisi.....	129
Şekil 4.101	% 1 mol hekzilbenzen katkılı demir kılıflı MgB_2 tel için 30 K’de ölçülen mıknatıslanma eğrisi.....	130
Şekil 4.102	Benzen katkılı MgB_2/Fe telin 5 K’de elde edilen mıknatıslanma eğrisi..	130
Şekil 4.103	Benzen katkılı MgB_2/Fe telin 15 K’de elde edilen mıknatıslanma eğrisi.....	131
Şekil 4.104	Benzen katkılı MgB_2/Fe telin 25 K’de elde edilen mıknatıslanma eğrisi.....	131
Şekil 4.105	MgB_2/Fe telin 5 K sıcaklık değerinde manyetik kritik akım yoğunluğunun manyetik alana bağlı değişimi.....	132
Şekil 4.106	MgB_2/Fe telin 20 K sıcaklık değerinde manyetik kritik akım yoğunluğunun manyetik alana bağlı değişimi.....	132
Şekil 4.107	MgB_2/Fe telin 30 K sıcaklık değerinde manyetik kritik akım yoğunluğunun manyetik alana bağlı değişimi.....	132
Şekil 4.108	900 °C’de ısıtıl işlem yapılmış olan saf ve 700 °C’de ısıtıl işlem yapılmış olan % 10 malic asit katkılı MgB_2/Fe teller için 5 K’de elde edilen manyetik kritik akım yoğunluklarının manyetik alana bağlı değişim eğrileri.....	133
Şekil 4.109	900 °C’de ısıtıl işlem yapılmış olan saf ve 700 °C’de ısıtıl işlem yapılmış olan % 10 malic asit katkılı MgB_2/Fe teller için 20 K’de elde edilen manyetik kritik akım yoğunluklarının manyetik alana bağlı değişim eğrileri.....	133
Şekil 4.110	% 1 mol hekzilbenzen katkılı MgB_2/Fe telin $T = 5$ K’de manyetik kritik akım yoğunluğu değerinin manyetik alana bağlı değişimi.....	134
Şekil 4.111	% 1 mol hekzilbenzen katkılı MgB_2/Fe telin $T = 20$ K’de manyetik kritik akım yoğunluğu değerinin manyetik alana bağlı değişimi.....	135
Şekil 4.112	% 1 mol hekzilbenzen katkılı MgB_2/Fe telin $T = 30$ K’de manyetik kritik akım yoğunluğu değerinin manyetik alana bağlı değişimi.....	135
Şekil 4.113	Benzen katkılı MgB_2/Fe telin $T = 25$ K’de manyetik kritik akım yoğunluğunun manyetik alana bağlı değişimi.....	136

Şekil 4.114	Saf ve % 10 tartaric asit katkılı (ıslak ve kuru karıştırma ile hazırlanan) tellerin kritik akım yoğunluğunun manyetik alana bağlı değişimi.....	136
Şekil 4.115	Saf ve % 10 tartaric asit katkılı (ıslak ve kuru karıştırma ile hazırlanan) tellerin n -değerinin manyetik alana bağlı değişimi.....	137
Şekil 4.116	Saf ve % 10 tartaric asit katkılı (ıslak ve kuru karıştırma ile hazırlanan) tellerin n -değerleri ile J_c arasındaki ilişkisi.....	138

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1	Yönlendirilmiş tozlar, ince filmler, tek kristaller ve gelişi güzel yönlendirilmiş tozların deney sonuçlarından elde edilen üst kritik alan ve eş-uyum uzunluğunun anizotropisi.....	13
Çizelge 2.2	Farklı ısıtım işlem sıcaklıklarında <i>in-situ</i> ve <i>ex-situ</i> malzemelerdeki faz oluşumu.....	18
Çizelge 2.3	Farklı manyetik alanlar ve sıcaklıklar için çeşitli MgB_2 şerit, tel ve filmlerdeki kritik akım yoğunlukları.....	32
Çizelge 2.4	MgB_2 'nin süperiletkenlik parametrelerinin listesi.....	36
Çizelge 2.5	Katkı malzemesi olarak rapor edilen C-kaynakları.....	38
Çizelge 2.6	Katkı malzemesi olarak rapor edilen tek elementler.....	39
Çizelge 2.7	Katkı malzemesi olarak rapor edilen oksitler.....	40
Çizelge 2.8	Katkı malzemesi olarak rapor edilen silikatlar.....	41
Çizelge 2.9	Katkı malzemesi olarak rapor edilen boridler ve hidridler.....	41
Çizelge 2.10	MgB_2 , BSCCO VE Nb-Ti için parametre değerleri.....	46
Çizelge 4.1	Saf ve $C_{12}H_{18}$ katkılı MgB_2 numunelerine ait örgü parametreleri.....	57
Çizelge 4.2	$C_6H_5NH_2$ katkılı MgB_2 numunelerine ait örgü parametreleri.....	58
Çizelge 4.3	Hem saf hem de Si-yağı katkılı malzemelerin XRD deseninden hesaplanan parametreleri.....	59
Çizelge 4.4	Saf ve $C_{15}H_{12}O_2$ katkılı numunelerin FullProf programı ile hesaplanan örgü parametreleri.....	64
Çizelge 4.5	Üretilen saf ve heksilbenzen katkılı numunelere ait termal parametreler.....	69
Çizelge 4.6	Üretilen anilin katkılı numunelere ait termal parametreler.....	69
Çizelge 4.7	Saf ve $C_{15}H_{12}O_2$ katkılı MgB_2 numunelerin termal analizlerinden elde edilen sonuçlar.....	70
Çizelge 4.8	Saf ve $C_{12}H_{18}$ katkılı numunelerin süperiletkenliğe geçiş sıcaklıkları.....	75

Çizelge 4.9	Saf ve $C_6H_5NH_2$ katkılı numunelerin süperiletkenliğe geçiş sıcaklıkları.....	75
Çizelge 4.10	Saf ve $C_{15}H_{12}O_2$ katkılı numuneler için elde edilen kritik sıcaklık (T_c) değerleri.....	77
Çizelge 4.11	Saf ve succinic asit katkılı MgB_2 numunelerin direnç ölçümlerinden elde edilen veriler.....	78
Çizelge 4.12	Saf ve hekzilbenzen katkılı numunelerin $T = 5, 20$ ve 30 K'de hesaplanan J_c değerleri.....	86
Çizelge 4.13	Saf ve $C_{15}H_{12}O_2$ katkılı numunelerin J_c değerleri.....	90
Çizelge 4.14	Üretilen % 1 mol hekzilbenzen katkılı numunenin Rietveld arıtımı ile hesaplanan örgü parametreleri.....	98
Çizelge 4.15	Benzen katkılı MgB_2/Fe telin EDS analiz sonuçları.....	108
Çizelge 4.16	Etil toluen katkılı MgB_2/Fe telin EDS analiz sonuçları.....	108
Çizelge 4.17	700 °C'de ısıtılma tabi tutulmuş % 10 malic asit katkılı MgB_2/Fe tele ait kritik sıcaklık başlangıç değerleri.....	114
Çizelge 4.18	800 °C'de ısıtılma tabi tutulmuş % 10 malic asit katkılı MgB_2/Fe tele ait kritik sıcaklık başlangıç değerleri.....	115
Çizelge 4.19	900 °C'de ısıtılma tabi tutulmuş % 10 malic asit katkılı MgB_2/Fe tele ait kritik sıcaklık başlangıç değerleri.....	115
Çizelge 4.20	700 °C'de ısıtılma yapılan % 10 malic asit katkılı telin farklı alanlarda tepe sıcaklığı değerleri.....	117
Çizelge 4.21	800 °C'de ısıtılma yapılan % 10 malic asit katkılı telin farklı alanlarda tepe sıcaklığı değerleri.....	117
Çizelge 4.22	900 °C'de ısıtılma yapılan % 10 malic asit katkılı telin farklı alanlarda tepe sıcaklığı değerleri.....	118
Çizelge 4.23	Islak ve kuru karıştırma yöntemi ile üretilen % 10 tartaric katkılı tellerin ölçülen öz direnç değerleri $\rho_{300 K}$ ve $\rho_{40 K}$, artık öz direnç oranı A_{OO} ve aktif yüzey-kesit alanı kesri A_F	124

1. GİRİŞ

Süperiletkenlik 1911 yılında Hollandalı fizikçi Heike Kamerlingh Onnes tarafından keşfedilmiştir. Onnes, saf cıvanın elektriksel direncinin sıcaklığa bağımlılığını incelerken cıvanın doğru akım direncinin, helyumun kaynama sıcaklığının (4,2 K) altına soğutulduğunda aniden sıfıra düştüğünü gözlemlemiştir. Onnes bu yeni olaya “Süperiletkenlik” adını vermiştir (Onnes 1911). Fizikçiler süperiletkenliğin keşfinden beri birçok farklı malzemede süperiletkenliği gözlemlemiştir. Bu malzemeler arasında demir içeren bileşikler, C-60 tek kristalleri ve hatta DNA bile bulunmaktadır.

Süperiletken metallere ve alaşımlara normal iletkenlikten süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı (T_c) olarak adlandırılan bir karakteristik kritik sıcaklığa sahiptir. Bir malzemenin öz direnci süperiletken geçiş sıcaklığının altında hemen hemen sıfırdır. Süperiletkenler elektrik akımı taşıdığı anda elektriksel enerjilerinde herhangi bir kayıp olmaz. Bu yüzden süperiletken malzemelerden yapılan oldukça ince teller çok büyük akımları taşımak için kullanılabilir. Ancak her malzemenin taşıyabileceği belirli bir maksimum akım vardır. Bu akım değerinin üzerinde süperiletkenlik yok olur. Eğer bir süperiletken çok fazla akıma maruz bırakılırsa bu süperiletken geçiş sıcaklığının altındaki bir sıcaklıkta olsa bile normal dirençli durumuna geri dönecektir. Kritik akım yoğunluğu (J_c) sıcaklığın bir fonksiyonudur. Yani bir süperiletkeni ne kadar çok soğuk tutabilirseniz o süperiletken daha fazla akım taşıyabilir. Bir teldeki elektrik akımı tel etrafında bir manyetik alan üretir. Teldeki akım artarken manyetik alanın şiddeti de artar. Süperiletkenler büyük akımları enerjilerini kaybetmeden taşıyabildiklerinden güçlü elektromıknatıslar yapmak için çok uygun malzemelerdir. Bir süperiletken geçiş sıcaklığının altına (T_c) soğutulduğunda ve bu süperiletken etrafındaki manyetik alan arttırıldığında süperiletkenin çevresinin bir kısmı manyetik alan oluşturur. Eğer manyetik alan kritik bir noktaya kadar arttırılırsa süperiletken, normal dirençli durumuna geri dönecektir.

Belli bir sıcaklıkta manyetik alanın maksimum değeri kritik manyetik alan (H_c) olarak bilinmektedir. Bu parametrelerin her biri diğer iki özelliğe çok bağlıdır. Süperiletken durumun sürdürülmesi için hem manyetik alan ve akım yoğunluğu hem de sıcaklığın kritik değerlerinin altında olması gerekmektedir. Bu değerlerin hepsi malzemeye göre

değişmektedir. Tüm süperiletkenler için manyetik alan ve sıcaklığın bir bölgesi bulunmaktadır. Bu bölge dışında malzeme normal durumdadır. Normal durumdan süperiletken duruma geçiş meydana geldiğinde dış manyetik alanlar süperiletkene nüfuz etmez. Bu etki Meissner etkisi olarak isimlendirilir. Bu etkiye dayanarak yüksek hızlı ve manyetik olarak havada giden trenler yapılmıştır. Ayrıca yine bu etkiye dayanarak Manyetik Rezonans Görüntüleme (MRG) de kullanılmak üzere güçlü ve küçük süperiletken mıknatıslar yapılmıştır.

1958'de Abrikosov süperiletkenleri manyetik alan altındaki davranışlarına göre iki gruba ayırmıştır: *Tip-I* ve *tip-II* süperiletkenler (Abrikosov 1957). *Tip-II* süperiletkenlerde alt kritik alan (H_{c1}) ve üst kritik alan (H_{c2}) olmak üzere iki kritik alan değeri vardır. Eğer dış manyetik alan H_{c1} 'den daha düşükse manyetik alan tamamen dışarlanır ve malzeme tip-I süperiletkene benzer bir davranış gösterir. Manyetik alan H_{c1} 'in üzerinde H_{c2} 'ye kadar arttırılırsa akı süperiletkene girdaplar şeklinde kısmen nüfuz eder. Bu girdapların normal elektronlardan oluşan çekirdek bölge çapı süperiletkenin eş-uyum uzunluğu (ξ) mertebesinde dir. Alan H_{c2} 'ye doğru artarken akı tüm numuneye tamamen nüfuz eder ve numune normal duruma geri döner. Bir tip-I süperiletken zayıf bir dış manyetik alan içine konulursa bu alan süperiletkene sadece kısa bir mesafe için nüfuz eder. Bu mesafeye nüfuz etme derinliği (λ) adı verilir.

Yüksek akım uygulanan bir süperiletken içinde manyetik girdapların hareketi, genel olarak Lorentz kuvveti ve perçinleme kuvveti arasındaki hassas denge ile açıklanabilir. Uygulanan akımın büyüklüğüne bağlı olarak malzeme içinde perçinleme kuvveti aşılabılır. Bu durum sonucunda manyetik girdaplar hareket etmeye başlar ve direnç ortaya çıkar. Manyetik girdaplar atomik kusurların bulunduğu konumda perçinlenirler. Akı perçinlemesi süperiletken malzemenin kristal yapısındaki bu tip ufak kusurlarda oluşur.

1962'de Brian Josephson, iki süperiletken arasında elektriksel olarak yalıtılmış çok ince bir film (birkaç nm kalınlığında) varsa beklenenin aksine elektrik akımının yalıtkan boyunca akmaya devam edeceğini göstermiştir (Josephson 1962). Bu süperiletken akım, süperakım olarak isimlendirilir. Bu durum kuantum mekaniksel

bir olay olan tünelleme ile açıklanmaktadır. Bu etki süperiletken uygulamaları açısından çok önemlidir.

Düşük sıcaklık süperiletken (DSS) malzemeler sahip oldukları kritik sıcaklıklara göre ya 10 K civarındakiler ya da 15 ile 23 K arasındakiler olarak sınıflandırılır. Bu metalik malzemeler tüm yönlerde elektriği iletir. Bu da iletkenin üretimini kolaylaştırmaktadır. Bu malzemeler ağırlıklı olarak polikristal biçimde kullanılır ve çok yüksek akım yoğunluklarına dayanabilirler.

1986'da K. A. Muller ve J. G. Bednorz elektriği tamamen dirençsiz iletebilen yeni bir malzeme grubu keşfetmişlerdir (Bednorz ve Muller 1986). Bu malzemeler o ana kadar var olanlara göre daha yüksek kritik sıcaklıklarına sahip olduklarından süperiletkenlik açısından en önemli keşiflerden biri olmuştur. Yüksek sıcaklık süperiletkenler (YSS) düşük sıcaklık süperiletkenler ile karşılaştırıldığında oldukça yüksek kritik sıcaklıklara sahip olmalarına ve bazılarının 77 K' de sıvı azot içerisine daldırılması ile süperiletken olmalarına rağmen birçoğu zayıf-bağ problemi yüzünden pratik uygulamalar açısından uygun değildir (Ekin vd. 1987). Yüksek sıcaklık süperiletkenlerin en önemlilerinden birisi bizmut, stronsiyum, kalsiyum, bakır ve oksijen içeren BSSCO bileşiğidir. BSSCO bileşiğinin yüksek maliyeti onun kullanımı önündeki ciddi sorunlardan birisidir. Şu anda BSSCO üreticileri bile bu malzemeye alternatif olabilecek daha ucuz bir malzeme aramaktadırlar.

Dünyadaki birçok laboratuvarında araştırmacılar bir diğer yüksek sıcaklık süperiletkeni olan yitrium baryum bakır oksitten (YBCO) tel yapıp özelliklerini geliştirmek için rekabet etmektedirler. YBCO teller BSSCO tellerden daha düşük maliyetlidir. Ayrıca YBCO tellerin manyetik alan altında BSSCO tellerden daha yüksek akım taşıyabileceği beklenmektedir. Eğer YBCO teller kullanıma uygun uzunluklarda üretilabilirse yüksek sıcaklık süperiletkenliği hem düşük maliyet hem de yüksek performans açısından 21. yüzyılın teknolojisi haline gelebilir.

YBCO süperiletkeni oldukça yüksek akım taşıma kapasitesine ve güçlü akı perçinleme özelliklerine sahip olmasına rağmen polikristal yapısının çok fazla zayıf-bağ içermesinden dolayı kullanılamayabileceği çok yakın bir zamanda

doğrulanmıştır. Tanecikler arasındaki tanecik sınırları akımın akması için saydam değildir ve akıma karşı güçlü bir bariyer gibi etki eder (Dimos vd. 1990).

10 Ocak 2001 tarihinde Jun Akimitsu ve ekibi Japonya'nın Sendai kentinde düzenlenen "Symposium on Transition Metal Oxides" kongresinde 39 K'de MgB_2 bileşiğinde süperiletkenliğin keşfini duyurmuşlardır. Bileşik magnezyum ve bor tabakalarını içermektedir. Kristal yapısı anizotropiktir (Patnaik vd. 2001). Zayıf-bağların olmayışı tel üretimi açısından oldukça önemli bir gelişmedir (Patnaik vd. 2001, Kambara vd. 2001). Nb_3Sn süperiletken tellerin performansından daha iyi performanslar elde etmek için tek eksenli yapıya ihtiyaç olduğu literatürde gösterilmiştir (Patnaik vd. 2001).

MgB_2 'nin zayıf-bağ probleminin olmamasından dolayı tüp-içinde-toz (TİT) yöntemi ile hazırlanan düşük maliyetli yüksek performansa sahip süperiletken teller üretilir. MgB_2 süperiletken tellerin düşük sıcaklık uygulamalarında kullanılabileceği beklenmektedir.

MgB_2 süperiletkeni diğer geleneksel metalik süperiletkenler ile karşılaştırıldığında sahip olduğu 39 K'lık yüksek geçiş sıcaklığı (Nagamatsu vd. 2001), Mg ve B tozlarının düşük maliyeti ve doğada bol miktarda bulunmaları ve büyük eş-uyum uzunluğu gibi özelliklerinden dolayı oldukça avantajlı durumdadır. Hem farklı element veya bileşik katkılamaının hem de sentezleme koşullarının iyileştirilmesinin MgB_2 külçe ve tellerin kritik akım özelliklerini iyileştirmede etkili olduğu bulunmuştur. Bu tip amaçlar için C en etkili katkı malzemesidir (Larbalestier vd. 2001, Dou vd. 2002, Ribeiro vd. 2003a, Kumakura vd. 2004, Yamamoto vd. 2005a, Yamada vd. 2006). Hem üst kritik alanın (H_{c2}) hem de kritik akım yoğunluğunun (J_c) iyileştirilmesi MgB_2 'nin 39 K'lık kritik sıcaklığından (T_c) tamamen yararlanmak için gereklidir. Bunu başarmak için birçok teknik denenmiştir. Bilyeli öğütücü (Matsumoto vd. , 2005, Xu vd. , 2006) ve kimyasal katkılama (Ueda vd. 2004, Soltanian vd. 2005, Kim vd. 2006, Yeoh vd. 2006) bu teknikler arasındadır. Bu tekniklerden kimyasal katkılama, basit ve kolaylıkla uygulanabilir bir tekniktir.

MgB₂'nin düşük anizotropisi ve oldukça büyük eş-uyum uzunluğundan dolayı akı çizgileri ip-gibi ve tanecikler içinde çökelmeler ile perçinlenebilir. Bu, kimyasal katkılama ile yapılabilir (Ueda vd. 2004). MgB₂'ye yapılan kimyasal C katkılaması için kullanılan birçok bileşik arasında J_c ve tersinmezlik alanını (H_{irr}) iyileştirmede etkili olduğu için, SiC en etkili olanıdır (Dou vd. 2004, Kumakura vd. 2004). Birçok durumda numuneler katı hal tepkime yöntemi ile hazırlanmaktadır. Özellikle nano boyutta başlangıç tozları kullanıldığında karıştırma yöntemi kullanılarak homojen karışım elde edilebilmesinin çok zor olduğunu belirtmek önemlidir. Başlangıç tozlarındaki nano katkıların topaklanması yaygın olarak gözlenen bir olaydır. Farklı tipteki C katkılamalarında bor ile karbonun yerdeğiştirmesi MgB₂'nin oluşma sıcaklığında gerçekleşmeyebilir. Bu tez çalışmasında, karşılaşılan bu güncel problemleri çözmek için farklı tipte aromatik hidrokarbonlar ve karbon içeren asitler gibi katkı malzemeleri kullanılmıştır.

Bu tez çalışmasındaki ana taslak şu şekilde verilmiştir. Bölüm 2'de katkı malzemesi olarak kullanılan karbon içeren bileşiklerin önemli avantajları literatür taraması ile kısaca tartışılmıştır. Bölüm 2'de ayrıca karbon katkılaması sonucu bor ile karbonun yerdeğiştirerek J_c , H_{irr} ve H_{c2} değerlerinde iyileşmeye yol açtığı üzerinde durulmuştur. Bölüm 3'de ise kullanılan deneysel yöntemler ile ilgili ayrıntılar yer almaktadır. 4. bölümde ise karbon içeren farklı organik bileşiklerin katkılanması ile üretilen MgB₂ külçe, tel ve şeritlere ilişkin deneysel sonuçlar tartışılmıştır. Son bölümde ise elde edilen sonuçlar değerlendirilmiştir.

2. KURAMSAL TEMELLER ve KAYNAK ÖZETLERİ

2.1 Giriş

MgB₂ yaklaşık 50 yıldır bilim insanları tarafından bilinen bir malzemedir. Ancak daha önce hiç kimse bu malzemedeki süperiletkenliği incelememiştir.

Ocak 2001’de Tokyo’daki Aoyama Gaukin Üniversitesi’nden Jun Akimitsu ve araştırma grubu 39 K’de MgB₂’nin nasıl süperiletken olduğunu yayınladığında her şey değişmiştir. Bu sıcaklık şu anda var olan ikili bileşiklerin sahip olduğu kritik sıcaklık değerinin neredeyse 2 katıdır.

MgB₂’nin yüksek kritik sıcaklığı (T_c), basit kristal yapısı, büyük eş uyum uzunluğu, yüksek kritik akım yoğunluğu (J_c), yüksek üst kritik alanı (H_{c2}) ve de tanecik sınırlarının saydamlığı bu malzemenin hem büyük ölçekli uygulamalar hem de elektronik cihazlar için yüksek kalitede bir malzeme olacağını göstermektedir. MgB₂; külçe, tek kristal, ince film, şerit ve tel şeklinde farklı biçimlerde üretilmiştir. Yayımlanmış araştırma sonuçları yeni keşfedilen bu malzemenin araştırma camiasında büyük ilgi uyandırdığını ortaya koymaktadır. Bu bölümde MgB₂ süperiletkeninin temel özellikleri üzerinde durulacak ve yapılan araştırmalara genel bir bakış yapılacaktır.

2.2 Neden MgB₂ Çok Özel?

MgB₂’yi önemli bir araştırma konusu haline getiren nedir?

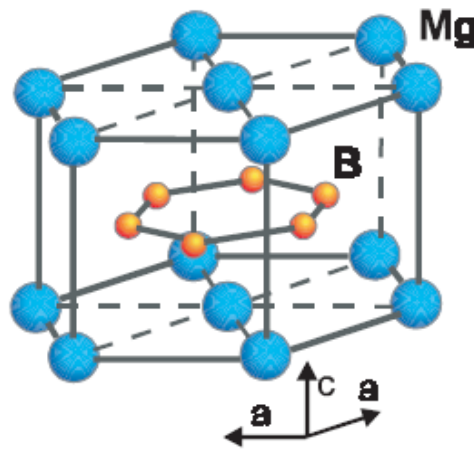
- Şu ana kadar MgB₂’nin kritik sıcaklığı (T_c) tüm metalik bileşiklerin süperiletken geçiş sıcaklıkları arasında en yüksek olanıdır;
- Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinden daha düşük anizotropiye sahiptir;
- Büyük eş uyum uzunluğu ($\xi = 50 \text{ Å}$);
- Tanecik sınırlarında zayıf bağ probleminin olmayışı;
- Külçe numunede 4,2 K’den 25 K’e kadar olan sıcaklık aralığında 10^6 A/cm^2 mertebesinde yüksek taşıma kritik akım yoğunluğu (J_c) ve yüksek üst kritik manyetik alanı (H_{c2}) (Larbalestier vd. 2001, Kambara vd. 2001);

- 30 K'nin altındaki sıcaklıklarda endüstriyel uygulamalar açısından MgB_2 'nin avantajlı bir malzeme olmasının diğer bir önemli sebebi de yüksek sıcaklık süperiletken şerit ve tellerin aksine dış kılıf malzemesi olarak gümüş (Ag) gerektirmeden ekonomik olarak üretilmesidir. Yüksek sıcaklık süperiletken tellerin % 70'i gümüş kılıflıdır (Grant 2001). Bundan dolayı üretim maliyeti yüksektir.

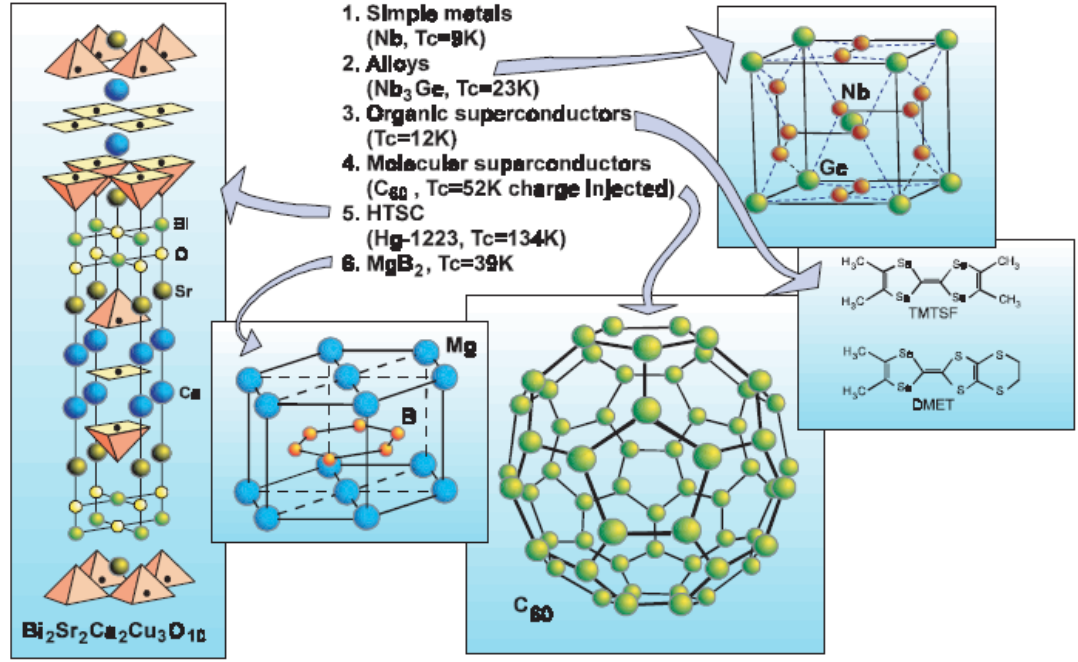
2.3 MgB_2 'nin Kristal ve Elektronik Yapısı

MgB_2 basit hegzagonal AlB_2 -tipi yapıya (P6/mmm uzay grubu) sahiptir. MgB_2 yapısı şekil 2.1 - 2.2'de gösterilmektedir. Yapı sıkı paketlenmiş hegzagonal magnezyum tabakaları ile ayrılmış grafit-tipi bor tabakalarını içerir. Oda sıcaklığında örgü parametreleri $a = b = 3,0851 \text{ Å}$ ve $c = 3,5201 \text{ Å}$ olarak rapor edilmiştir (Lee vd. 2001). Magnezyum atomları, bor atomlarından oluşmuş altıgenin merkezinde konumlanmıştır ve elektronlarını bor düzlemlerine vermiştir.

Grafite benzer olarak MgB_2 , B-B uzunluklarında güçlü bir anizotropiye sahiptir: bor düzlemleri arasındaki mesafe düzlem-içi B-B mesafesinden önemli ölçüde uzundur. MgB_2 'nin geçiş sıcaklığı ikili bileşikler arasında en yüksek T_c 'ye sahip olan Nb_3Ge ($T_c = 23 \text{ K}$)'nin neredeyse 2 katı kadar yüksektir. Diğer süperiletkenler ile bir karşılaştırma yapıldığında (Şekil 2.2) MgB_2 'nin en yüksek kritik sıcaklıklı düşük sıcaklık süperiletkeni olabileceğine dikkat edilmelidir (Buzea ve Yamashita 2001).



Şekil 2.1 MgB_2 'nin birim hücre yapısı



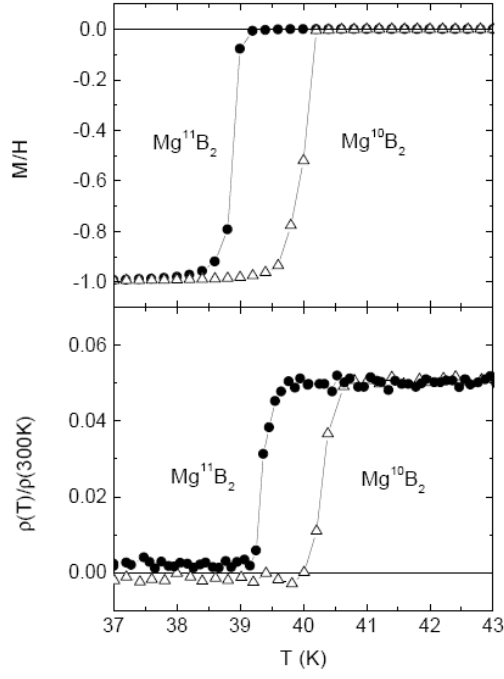
Şekil 2.2 MgB₂ ile farklı tipteki süperiletkenlerin kristal yapıları arasındaki karşılaştırma

2.4 MgB₂'de Süperiletkenlik Mekanizması

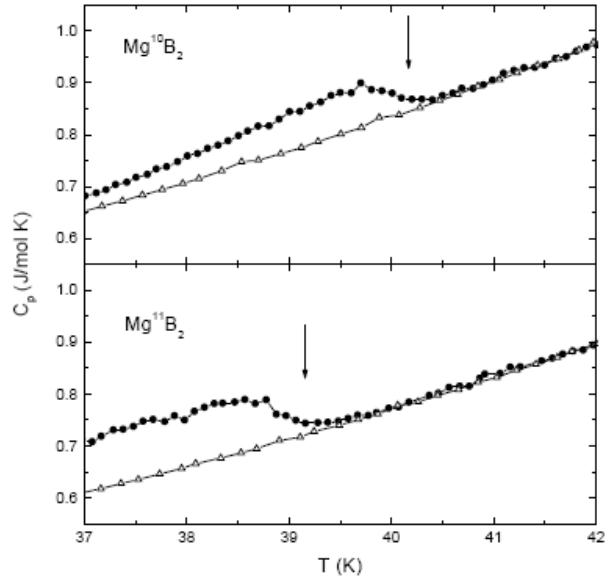
MgB₂'de süperiletkenliğin keşfinin duyurulmasının hemen ardından en önemli soru süperiletkenlikten sorumlu mekanizmanın geleneksel BCS teorisi ile mi yoksa daha değişik bir teori ile açıklanıp açıklanamayacağı olmuştur. Bu soruya cevap verebilmek için birçok deneysel ve kuramsal çalışmalar yapılmıştır. Şu ana kadar bu bileşikteki süperiletkenlik mekanizması çoğunlukla bor izotop etkisi ve enerji aralığı çalışmalarına dayanak BCS-tipi fononlar aracılığıyla çiftlenme açısından yorumlanmıştır.

2.4.1 İzotop etkisi

İlk olarak Canfield ve grubu büyük bir bor izotop etkisinin varlığını iddia etmişlerdir (Bud'ko vd. 2001, Canfield vd. 2003). Onlar şekil 2.3'te gösterildiği gibi Mg¹⁰B₂ ve Mg¹¹B₂ numunelerinde sıcaklık bağımlı mıknatıslanma, direnç ve öz ısıyı gözlemleyerek bu bulgulara ulaşmışlardır. Büyük bor izotop etkisinin MgB₂'de süperiletkenlikten sorumlu mekanizma olduğu ve bor atomlarının titreşimlerinin çok önemli olduğu anlaşılmaktadır.



(a)

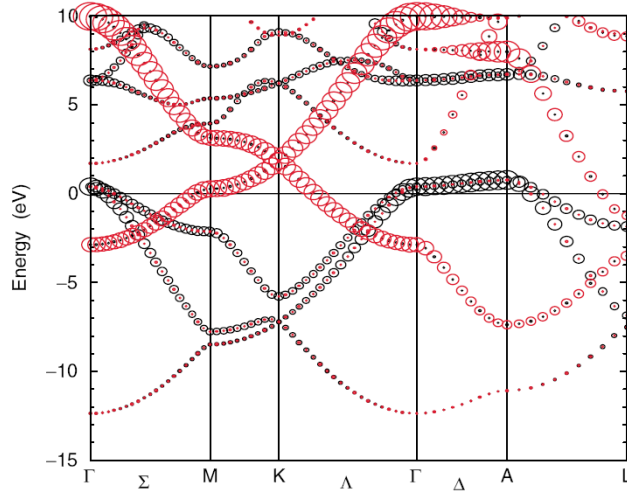


(b)

Şekil 2.3.a. İzotop etkisi: üst grafik mıknatıslanma ve alt grafik öz direnç, b. Sıfır (dolu çemberler) ve 90 kG (açık üçgenler) uygulanan alanlarda Mg^{10}B_2 (üst) ve Mg^{11}B_2 (alt)'nin sıcaklık bağımlı öz ısı

2.4.2 Süperiletken enerji aralığı

BCS teorisine göre süperiletken enerji aralığının değeri $\Delta = 1,76 k_B T_c$ ile verilir (Wolf 1985). T_c değerinin 39 K olduğu göz önüne alınırsa MgB_2 süperiletkeni için $\Delta = 5,9$ meV değeri elde edilir. MgB_2 süperiletkeninin keşfinden bir müddet sonra Fermi enerjisi yakınında bu süperiletkenin enerji bant yapısı teorik olarak hesaplanmıştır (Kortus vd. 2001, An ve Pickett 2001, Bohnen vd. 2001, Yıldırım vd. 2001, Liu vd. 2001, Kong vd. 2001, Ravindran vd. 2001, Papaconstantopoulos ve Mehl 2001, Choi vd. 2002a, Harima 2002). Bu bileşiğin bant yapısı şekil 2.4'te gösterilmiştir.



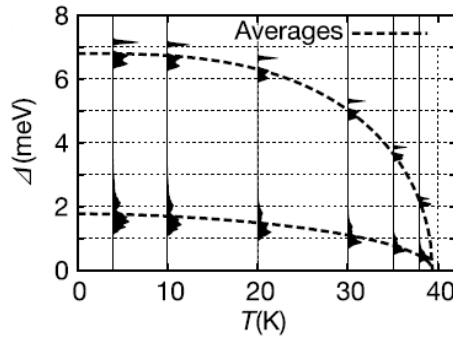
Şekil 2.4 B p karakterine sahip MgB_2 süperiletkeninin bant yapısı

Karapetrov vd. tarafından daha önce yapılan taramalı tünelleme spektroskopisi ölçümleri ile 4,2 K'de MgB_2 'deki süperiletken enerji aralığı değerinin 5 meV olduğu gösterilmiştir (Karapetrov vd. 2001).

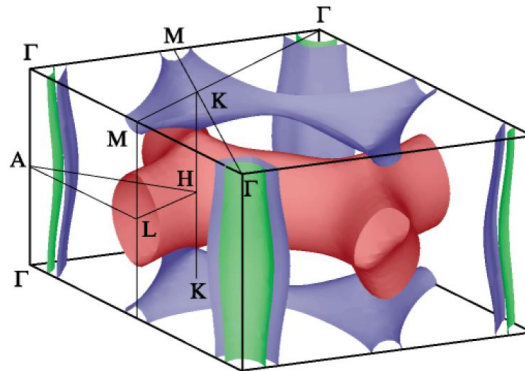
Rubio-Bollinger vd. de MgB_2 'nin küçük taneciklerindeki tünelleme spektroskopisi deney sonuçlarını bildirmişlerdir ve 2 meV'lik bir aralık değeri ile BCS teorisi ile uyumlu bir değer elde etmişlerdir (Rubio-Bollinger vd. 2001).

Öz ısı ölçümleri, nokta kontak spektroskopisi, Raman spektroskopisi, tünelleme spektroskopisi ve Andreev yansıma spektroskopisi yöntemleri ile birlikte yapılan detaylı çalışmalar MgB_2 'nin iki farklı σ ($\Delta(0) = 7$ meV) ve π ($\Delta(0) = 2$ meV) enerji aralığına

sahip olduğunu göstermektedir (Bouquet vd. 2001, Wang vd. 2001, Yang vd. 2001, Szabo vd. 2001, Giubileo vd. 2001, Chen vd. 2001, Tsuda vd. 2002, Uchiyama vd. 2003, Samuely vd. 2003). Süperiletken enerji aralıkları sıcaklıkla azalmakta olup şekil 2.5'te gösterildiği gibi $T = T_c$ 'de sıfır olur. Şekil 2.5'te gösterilen dikey koyu eğriler 4 K ile 38 K sıcaklık aralığında süperiletken enerji aralığı değerlerinin dağılımını göstermektedir. Yapılan teorik çalışmalar da bu sonuçları desteklemektedir (Choi vd. 2002b, Kristoffel vd. 2003, Ghosh 2003, Choi vd. 2003). MgB_2 bileşiğinin Fermi yüzeyinin dört bant içerdiği gösterilmiştir. Şekil 2.6'da iki tane iki boyutlu σ bandı ve iki tane üç boyutlu π bandı gösterilmektedir (Kortus vd. 2001, Shulga vd. 2001, Dahm ve Schopohl 2003). Yeşil ve mavi silindirler $p_{x,y}$ bantlarından, mavi boru biçimindeki ağ ise p_z bandından ve kırmızı boru biçimindeki ağ da bağlanmamış p_z bandından gelmektedir. Son iki yüzey K noktasında temas etmektedir. Bu Fermi yüzeyi topolojisi de Has-van Alphen sonuçları ile de çok iyi bir şekilde doğrulanmıştır (Carrington vd. 2003a, Carrington vd. 2003b).



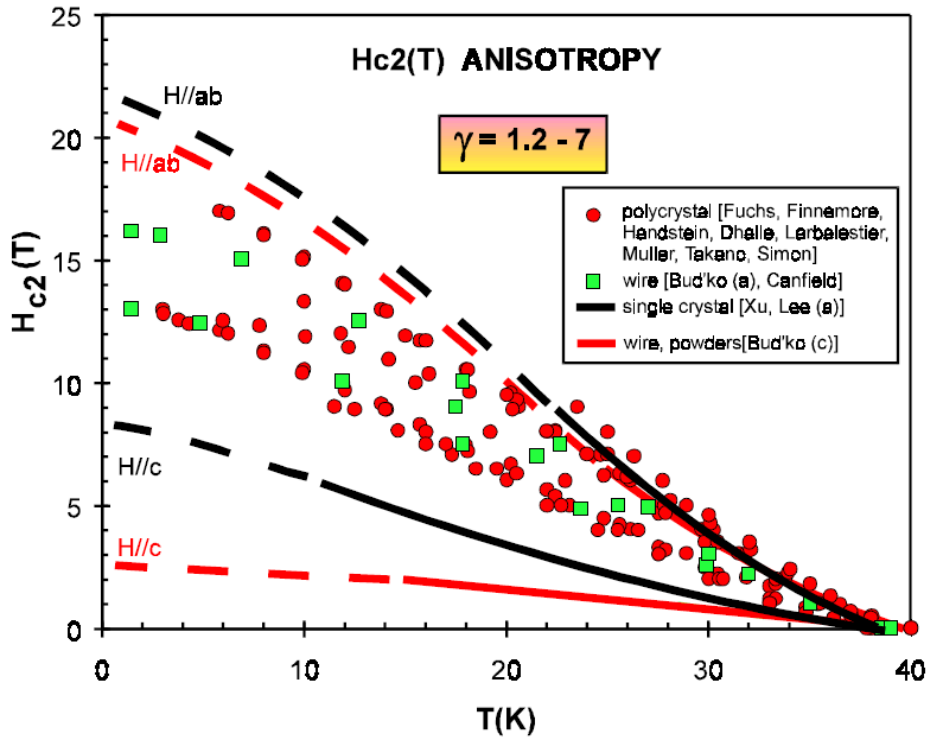
Şekil 2.5 MgB_2 'de süperiletken enerji aralığının sıcaklık bağımlılığı



Şekil 2.6 MgB_2 süperiletkeninin Fermi yüzeyi

2.4.3 Anizotropi

Birçok grup süperiletkenlerdeki akım taşıma kapasitesine etki eden güçlü anizotropi etkisini araştırmıştır. MgB_2 ; Mg ve B hegzagonal bölgelerin katmanlı yerleşimini içerdiğinden bu anizotropi meydana gelir. Farklı üretim konfigürasyonları için anizotropi oranının değerleri $\gamma = H_{c2//ab}/H_{c2//c}$ şeklinde değişmektedir. Şekil 2.7’de (Buzea ve Yamashita 2001) 1,2’den 7’ye kadar elde edilen γ değerleri gözlemlenmiştir. MgB_2 ’de anizotropinin derecesini tam olarak belirlemek için büyük tek kristaller üzerinde birçok deney yapmak gerekmektedir.



Şekil 2.7 MgB_2 tek kristaller, tel ve tozlar için üst kritik alan anizotropisinin sıcaklık bağımlılığı

Anizotropi, malzemenin akı perçinleme gücü ve kritik akım değeri üzerinde son derece etkili olduğu için, anizotropi değerinin belirlenmesi malzemenin temel olarak anlaşılması ve pratik uygulamaları açısından oldukça önemlidir. MgB_2 ’nin anizotropi değerinin belirlenmesi üzerindeki çelişkiler halen devam etmekte olup, γ için 1,1 ile 9 arasında değişen değerler rapor edilmiştir. Üretilen külçe ve kısmen yönlendirilmiş kristaller için anizotropi parametresinin $\gamma = H_{c2//ab}/H_{c2//c}$ 1,1 ile 1,7 arasında değerler aldığı rapor

edilmiştir (Handstein vd. 2001, de Lima vd. 2001a, de Lima vd. 2001b). c -ekseninde yönlendirilmiş ince filmler için ise 1,2 ile 2 arasında (Jung vd. 2001, Ferdeghini vd. 2001, Patnaik vd. 2001); tek kristallerde ise (1,7 ile 2,7 arasında) yönlendirilmiş toz veya ince filmlerden biraz daha büyük değerler elde edilmiştir (Jung vd. 2001, Xu vd. 2001, Lee vd. 2001). Tozlar için ise beklenmedik büyük değerler (5 ile 9 arasında) elde edilmiştir (Bud'ko vd. 2001, Simon vd. 2001).

2.4.4 Eş uyum uzunluğu

Buzea ve Yamashita çizelge 2.1'de görülebileceği gibi yönlendirilmiş tozlar, ince filmler, tek kristaller ve gelişigüzel yönlendirilmiş tozlardan elde edilen eş uyum uzunlukları, anizotropi parametresi γ ve üst kritik alan (H_{c2}) değerlerini karşılaştırmışlardır (Buzea ve Yamashita 2001). Onlar, üst kritik alandan anizotropik eş uyum uzunluklarının değerlerini ortaya çıkarmak için anizotropik Ginzburg-Landau eşitliklerini kullanmışlardır: c -ekseni boyunca uygulanan manyetik alan için $H_{c2} // c = \Phi_0/2\pi\xi_{ab}^2$ ve ab -düzleminde uygulanan manyetik alan için ise $H_{c2} // ab = \Phi_0/2\pi\xi_{ab}\xi_c$ eşitliklerini kullanmışlardır. Burada Φ_0 manyetik akı kuantumu, ξ_{ab} ve ξ_c ise sırasıyla ab düzlemi ve c -ekseni boyunca eş uyum uzunluklarıdır.

Sonuç olarak onlar ab düzlemi boyunca eş uyum uzunluğunu $\xi_{ab}(0) = 3,7$ ile $12,8$ nm aralığında ve c -ekseni boyunca ise $\xi_c(0) = 1,6$ ile 5 nm aralığında rapor etmişlerdir. Muhtemelen tek kristaller için en güvenilir veriler $\xi_{ab}(0) = 6,1 - 6,5$ nm ve $\xi_c(0) = 2,5 - 3,7$ nm'dir.

Çizelge 2.1 Yönlendirilmiş tozlar, ince filmler, tek kristaller ve gelişigüzel yönlendirilmiş tozların deney sonuçlarından elde edilen üst kritik alan ve eş-uyum uzunluğunun anizotropisi

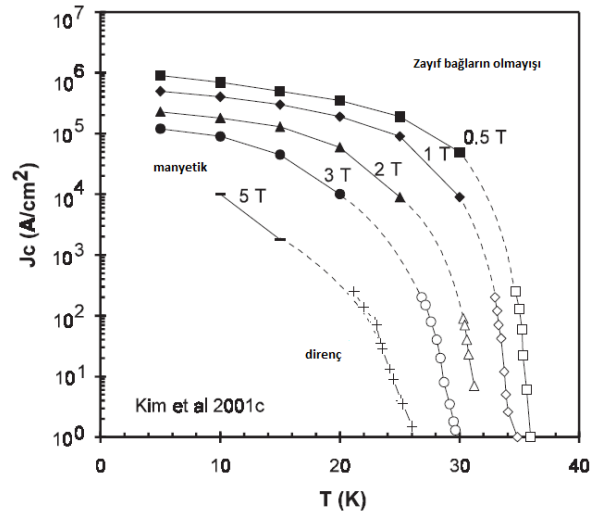
Biçim	Referans	$H_{c2}^{ ab}(0)$ [T]	$H_{c2}^{ c}(0)$ [T]	$\xi_{ab}(0)$ [nm]	$\xi_c(0)$ [nm]	γ
Külçe	Handstein vd. 2001	12	11	5,5	5,0	1,1
Yönlendirilmiş	de Lima vd. 2001b	11	6,5	7,0	4,1	1,7
Kristaller	de Lima vd. 2001a	12,5	7,8	6,5	4,0	1,6

Çizelge 2.1 Yönlendirilmiş tozlar, ince filmler, tek kristaller ve gelişi güzel yönlendirilmiş tozların deney sonuçlarından elde edilen üst kritik alan ve eş-uyum uzunluğunun anizotropisi (devam)

Biçim	Referans	$H_{c2}^{\parallel ab}(0)$ [T]	$H_{c2}^{\parallel c}(0)$ [T]	$\xi_{ab}(0)$ [nm]	$\xi_c(0)$ [nm]	γ
Filmler	Jung vd. 2001a	30	24	3,7	3,0	1,25
	Ferdeghini vd. 2001	26,4	14,6	4,7	2,6	1,8
	Patnaik vd. 2001	22,5	12,5	5,0	2,8	1,8
	Patnaik vd. 2001	24,1	12,7	5,0	2,6	1,9
	Patnaik vd. 2001	39	19,5	4,0	2,0	2
Tek Kristaller	Jung vd. 2001b	14,5	8,6	6,1	3,7	1,7
	Xu vd. 2001	25,5	9,2	6,5	2,5	2,6
Tozlar	Bud'ko vd. 2001	20	2,5	11,4	1,7	5-8
	Simon vd. 2001	16	2	12,8	1,6	6-9

2.4.5 Zayıf bağların olmaması

Şekil 2.8 MgB₂ süperiletkeninde zayıf bağların olmadığını kanıtlayan deneysel sonuçları içermektedir (Buzea ve Yamashita 2001). Yoğun külçe numunelerin yüksek manyetik alan altında gerçekleştirilen transport ölçümleri, indüktif ölçümlerden elde edilen J_c değerlerine çok benzer değerler vermektedir (Dhalle vd. 2001, Kim vd. 2001). Bu sonuç indüktif akımın malzeme boyunca tamamen aktığını doğrular. Sonuç olarak akı hareketi J_c 'nin alan ve sıcaklık bağımlılığını belirleyecektir. Jin vd. tüp-içinde toz yönteminde tüp veya kılıf olarak kullanılan bazı malzemelerin MgB₂'nin kritik akımını önemli ölçüde azalttığını bulmuşlardır (Jin vd. 2001). Normal şartlarda MgB₂ zayıf bağ yapısına sahip olmadığı halde tel yapımında kullanılan dış kılıf malzemesinin kontaminasyon etkisi zayıf bağ probleminin oluşmasına yol açmaktadır (Buzea ve Yamashita 2001).



Şekil 2.8 Kritik akım yoğunluğunun manyetik alan ve sıcaklık bağımlılığı

2.5 MgB₂ Süperiletkenlerin Üretimi/ Hazırlanması

Polikristal MgB₂ ticari olarak hali hazırda var olmasına rağmen süperiletken elektronik cihazların üretimi için gerekli yüksek kalitede süperiletken MgB₂ numunelerin hazırlanmasının önünde halen bazı teknik sorunlar bulunmaktadır. Bazı malzeme hazırlama metodları bu bölümde tartışılacaktır: örneğin *in-situ*, *ex-situ*, mekanik alaşımlama, sıcak ve soğuk presleme, tel ve şeritler için tüp-içinde-toz yöntemi ve sıvı filtreleme yöntemi vb. Bu üretim tekniklerinde karşılaşılan ciddi problemlerden biri yüksek ısı işlem sıcaklığına duyulan gereksinimdir. Bu durum magnezyumun yaklaşık 600 °C’de erimesinden kaynaklanmaktadır. Bu sıcaklığın üstündeki sıcaklıklarda ise hem magnezyum oksit hem de bor oksit oluşabilir. Bölüm 4’te en uygun ısı işlem sıcaklık aralığını belirlemek için katkısız MgB₂’nin diferansiyel termal analiz (DTA) sonuçları rapor edilmektedir. Daha sonraki bölümde tartışılacak olan MgO ve B₂O₃ oluşumu MgB₂’nin süperiletkenlik özellikleri üzerindeki olumsuz etkisi birçok araştırmacı tarafından da kabul görmektedir.

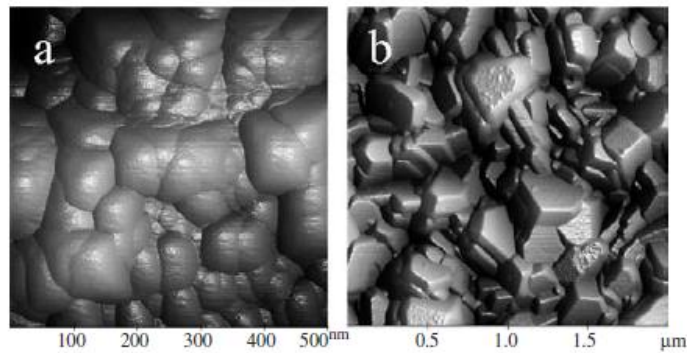
2.5.1 Külçe numuneler

Külçe MgB₂ süperiletkenlerin yapısal ve elektriksel özelliklerini belirlemek büyük ölçekli teknolojik uygulamalar (kablo, manyetik enerji depolayıcı, hatalı akım sınırlayıcı,

magnet gibi) açısından son derece önemlidir. Tablet şeklinde biçimlendirilen külçe numuneler MgB_2 'nin diğer formları (ince film, tek kristal vb.) ile karşılaştırıldığında hazırlanması daha kolaydır ve bu tabletler uygulamaya yönelik araştırmalar için daha faydalı olmaktadır. Aşağıdaki bölümlerde farklı külçe numune üretim yöntemleri açıklanmaktadır.

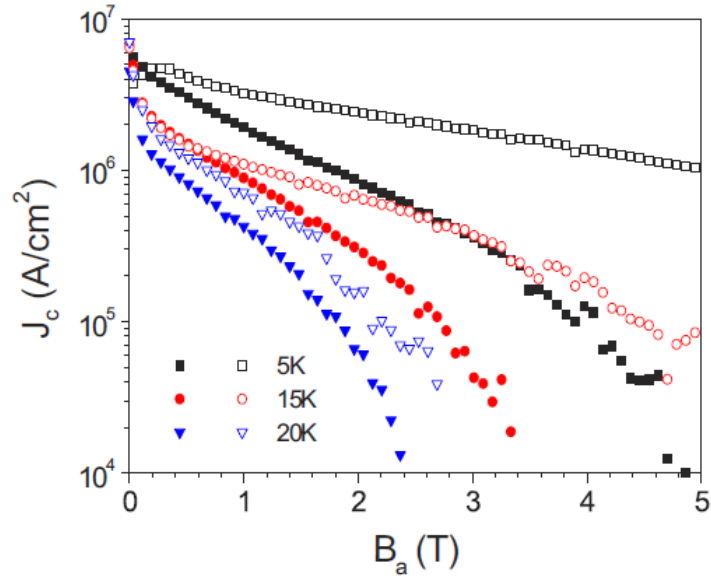
2.5.1.1 *In-situ* ve *ex-situ* yöntemleri

MgB_2 üretiminin avantajlarından biri 1950'lerin başından beri sentezlendiği için hazır MgB_2 tozun kimyasal üreten firmalar tarafından temin edilebilir olmasıdır. Ancak bazı pratik uygulamalar açısından ticari olarak elde edilen MgB_2 tozun kalitesi istenilen düzeyde olmamaktadır. Örneğin, MgB_2 hazır toz stokiometrik oranda Mg ve B tozlarının laboratuarda birleşimi ile elde edilen malzemeye kıyasla daha geniş bir süperiletkenliğe geçiş aralığına (Tsindlekht ve Felner 2001) ve daha düşük T_c 'ye sahiptir (Buzea ve Yamashita 2001). Zhao vd. *in-situ* yöntemi ile hazırlanan ince filmin J_c - H davranışının *ex-situ* yöntemi ile hazırlanan filminkine oranla daha zayıf bir alan bağımlılığı gösterdiğini rapor etmişlerdir (Zhao vd. 2004). Bu durum *in-situ* olarak hazırlanan ince film içinde daha güçlü akı perçinlenme merkezlerinin meydana geldiği şeklinde yorumlanabilir. Şekil 2.9'daki küçük-tanecik özelliği ve *in-situ* MgB_2 filmde görülen yüksek oksijen seviyesi J_c , H_{irr} ve H_{c2} 'nin önemli ölçüde iyileştirilmesi için belirleyici olabilir (Şekil 2.10 - 2.11).



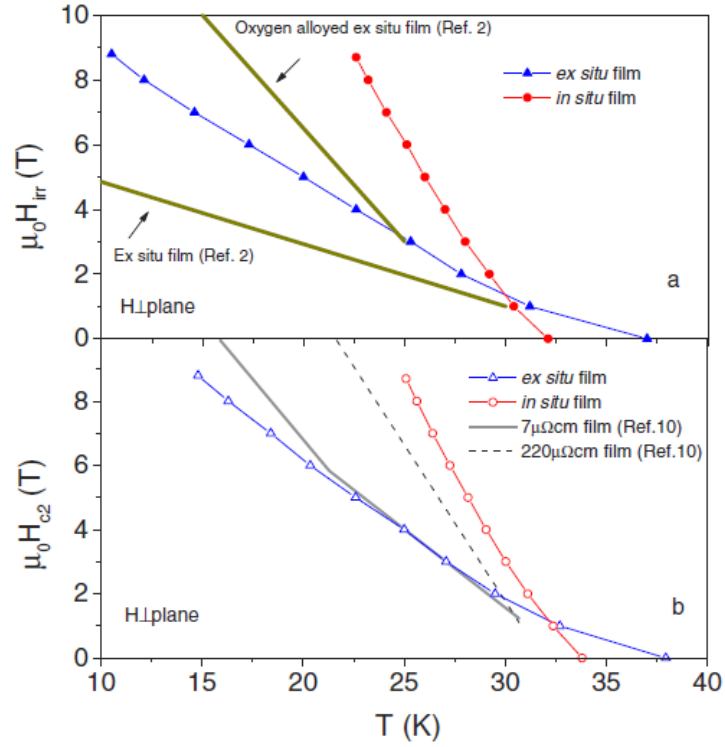
Şekil 2.9 *In-situ* ve *ex-situ* yöntemleri ile hazırlanan MgB_2 ince filmlerin AFM görüntüleri

a. $500 \times 500 \text{ nm}^2$ alanındaki *in-situ* film, b. $2 \times 2 \text{ μm}^2$ alanındaki *ex-situ* film



Şekil 2.10 İki farklı yöntem ile hazırlanan MgB₂ ince filmlerin M - H eğrisinden hesaplanan kritik akım yoğunlukları

Dolu semboller: *ex-situ* film ve açık semboller: *in-situ* filmi göstermektedir.



Şekil 2.11.a. *In-situ* ve *ex-situ* filmler için tersinmezlik çizgisi, b. İki film için üst kritik alana karşı sıcaklık eğrileri

Chen vd. MgB_2 külçe numunelere *in-situ* ve *ex-situ* olarak eklenen Cu katkısının etkilerini göstermişlerdir. Bu çalışmada ısıtılma sıcaklığını 600 °C ile 900 °C arasında değiştirerek etkilerini araştırmışlardır (Chen vd. 2005a). *In-situ* numunelerde MgO fazı bulunmuştur ve hazır MgB_2 tozunda da bir miktar MgO gözlenmiştir. CuB_{24} , sadece Cu ve B'nin reaksiyonu ile oluşan bir bileşiktir ve bu bileşiğe tüm *in-situ* numunelerde rastlanırken *ex-situ* numunelerin sadece bazılarında rastlanmıştır. *In-situ* numunelerde düşük ısıtılma sıcaklıklarında bile birçok faz gözlemlenmiştir (Çizelge 2.2). MgB_2 , magnezyumun erime sıcaklığının altında olan 600 °C'de oluşmuştur.

Kumakura vd. *in-situ* yönteminde Mg başlangıç tozunun mikrondan daha küçük olmasının J_c 'yi arttırmak için oldukça etkili olduğunu rapor etmişlerdir (Kumakura vd. 2007). Bazı karbon bileşiklerinin başlangıç tozuna ilavesi MgB_2 kristalinde bor ile karbonun yer değiştirmesine ve H_{irr} 'in artmasına sebep olur. Genellikle *ex-situ* yöntemiyle hazırlanan MgB_2 şeritler, *in-situ* yöntemiyle hazırlanan şeritlerden daha düşük J_c gösterirler. Bir *ex-situ* şeritte yüksek bir J_c elde etmenin yolu MgB_2 başlangıç tozunun yüksek kalitesidir.

Çizelge 2.2 Farklı ısıtılma sıcaklıklarında *in-situ* ve *ex-situ* malzemelerdeki faz oluşumu

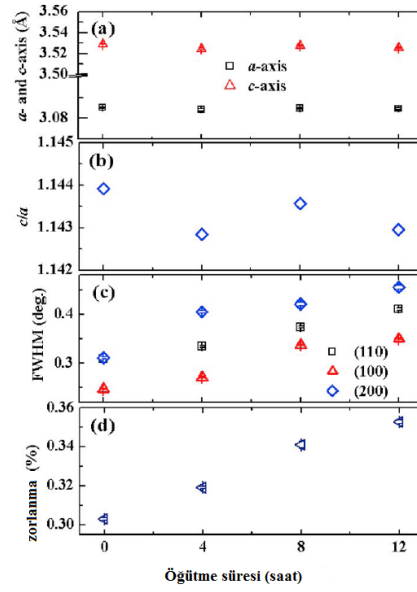
Isıl İşlem Sıcaklığı	In situ	Ex situ
600 °C	MgB_2 , Mg_2Cu , CuB_{24} , MgO, $MgCu_2$	MgB_2 , Cu, MgO
700 °C	MgB_2 , $MgCu_2$, CuB_{24} , MgO	MgB_2 , Cu, MgO
800 °C	MgB_2 , $MgCu_2$, CuB_{24} , MgO	MgB_2 , $MgCu_2$, CuB_{24} , MgB_4 , MgO
900 °C	MgB_2 , $MgCu_2$, CuB_{24} , MgB_4 , MgB_6 , MgO	MgB_2 , $MgCu_2$, CuB_{24} , MgB_4 , MgO

2.5.1.2 Mekanik alaşımlama (MA)

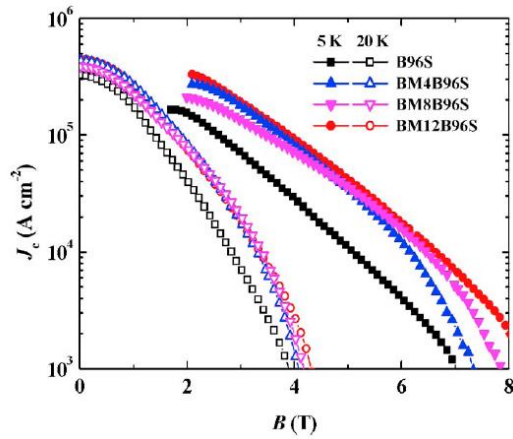
Mekanik alaşımlama, nanoparçacık ve/veya nanokristallerin üretiminde şu anda kullanım açısından pratik, basit ve yararlı bir üretim tekniğidir. Mekanik alaşımlama cihazlarının

birçok çeşidi olmasına rağmen yüksek enerjili bilyeli öğütücü nano boyutta parçacık üretmek için kullanılır. Yüksek enerjili bilyeli öğütücüde parçacık boyutunun küçültülmesi zaman içerisinde gerçekleşir. Standart X-ışını kırınım tekniklerinden belirlenen tanecik büyüklükleri tipik olarak öğütme süresinin bir fonksiyonu olarak sunulur. Mekanik alaşımlamanın performansı bilye ve jarın tipi, bilye büyüklüğü, bilye-toz oranı, öğütme süresi ve hızı, ortam çeşidi vb. farklı faktörlere bağlıdır. Parçacık topaklanması uzun öğütme süreleri için ciddi bir sorundur. Sonuç olarak öğütme ortamından kaynaklanan (örneğin paslanmaz çelik bilye ve jar) kirliliğin (kontaminasyon) etkileri henüz tam olarak araştırılmamış ciddi bir problemdir. Bütün bu en uygun şartları sağlamak açısından yaşanan zorluklara rağmen mekanik alaşımlama çok yaygın olarak kullanılmaktadır (<http://cbe.tulane.edu/faculty/mitchell/JournalArticles/Nanoparticles%20Review.pdf>).

Xu vd. % 96 saflığa sahip B tozu kullanarak kuru karıştırma yöntemi ile hazırlanan MgB_2 malzemeyi aynı bor tozu ile toluen ortamında 12 saat öğütme ile hazırlanan malzemeyle karşılaştırmışlardır (Xu vd. 2006). Küçük tanecik büyüklüğünden dolayı yüksek alan J_c 'de önemli bir artış görülmüştür (Şekil 2.13'de kırmızı renk). Bu durum FWHM değerleri ile de doğrulanmıştır (Şekil 2.12.c). MgB_2 'de çok sayıdaki tanecik sınırları güçlü perçinleme merkezleri olarak davrandıkları için kısmen daha iyi reaksiyona girdiği gözlemlenmiştir. Onlar deneysel yöntemlerinde C içeren bir ortam kullanmalarına rağmen numuneler arasında C ilavesinin etkilerine rastlamamışlardır (Şekil 2.12.a'da a -ekseni parametresi ile gösterildiği gibi). C'nin katkılanma seviyesi 12 saat öğütme süresi içinde hemen hemen aynıdır fakat örgü zorlanması artan öğütme sürelerinde ortaya çıkan kusurlardan dolayı artar (Şekil 2.12.d).



Şekil 2.12.a. a - ve c -ekseni örgü parametreleri, b. c/a , c. (110) pikinin FWHM, d. Farklı B kullanılarak üretilen MgB₂ numunelerinin örgü zorlanması

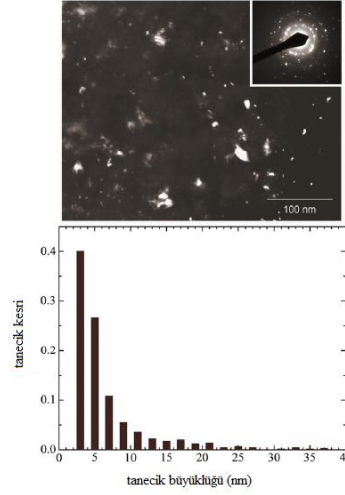


Şekil 2.13 Tüm MgB₂ numunelerinin 5 ve 20 K’de manyetik kritik akım yoğunluğunun dış manyetik alana bağımlılığı

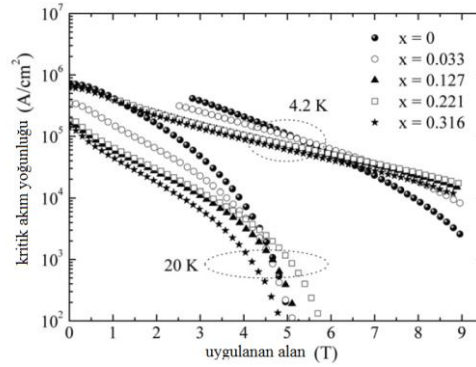
Numune isminde ikinci B’den önce gelen sayı öğütme süresini vermektedir.

Herrmann vd. nano-yapıdaki karbon katkılı MgB_{2-x}C_x külçe numunelerin süperiletkenliğini sistematik olarak araştırmışlardır (Herrmann vd. 2007). Bu deneyde külçe numuneler mekanik olarak alaşımlanmış başlangıç tozlarının basınç altında sinterlenmesi ile hazırlanmıştır. Mekanik olarak alaşımlanmış başlangıç tozlarının çok küçük tanecik büyüklüğünden dolayı (Şekil 2.14) külçe numuneler aynı zamanda nanokristal bir mikro yapı göstermişlerdir. Perçinleme merkezleri gibi davranan tanecik

sınırlarının fazla olmasından dolayı kritik akım yoğunlukları 8 T ve 4,2 K’de 1×10^4 A/cm²’den büyüktür (Şekil 2.15). Mekanik alaşımlama ile başlangıç tozunun yüksek-enerji ile işlenmesi MgB₂’nin süperiletkenlik özelliklerini iyileştirebileceği daha önce de gösterilmiştir (Guembel vd. 2002, Senkowicz vd. 2007, Haessler vd. 2007).



Şekil 2.14 Karanlık alan modunda istatistiksel TEM verilerinden elde edilen mekanik olarak alaşımlanmış başlangıç tozunun tanecik büyüklüğü dağılımı



Şekil 2.15 4,2 K ve 20 K’de katkısız ve karbon katkılı MgB₂ külçe numunelerin kritik akım yoğunluğuna karşı uygulanan manyetik alan eğrisi

2.5.2 Tel ve şerit numuneler

MgB₂’nin 39 K’lık bir geçiş sıcaklığına sahip olduğu ilk kez bildirildiği 2001 yılından beri iletken gelişimi ilerlemiştir. Kilometre uzunluğunda MgB₂ süperiletken tel yapılarak magnet ve bobinlerde kullanılmıştır. Son zamanlarda ticari olarak temin edilebilen

MgB₂ tellerin süperiletken cihazlarda kullanıldığı görülmektedir. MgB₂ süperiletken tel ve bobinler manyetik rezonans görüntüleme (MRG), hatalı akım sınırlayıcıları (HAS), trafolar, motorlar, jeneratörler, adiyabatik demanyetizasyon soğutucular, manyetik ayırıştırıcılar, manyetik kaldırma uygulamaları, enerji depolama ve yüksek enerji fiziği gibi birçok uygulamada kullanım açısından olağanüstü bir potansiyele sahiptir. Bu bölümde son birkaç yıl içinde MgB₂ iletken ve bobin gelişimindeki ilerleme tartışılacaktır.

2.5.2.1 Mg difüzyon yöntemi

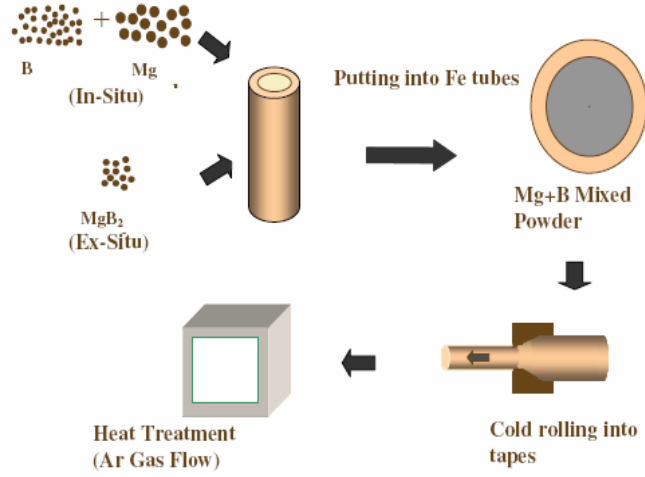
MgB₂ çekirdek yoğunluğunu arttırmak için kullanılan en ilginç yöntemlerden biri difüzyon tekniğidir (Ueda vd. 2005, Togano vd. 2006). Canfield tungsten-çekirdek B damarlarını Mg buharına maruz bırakarak ilk kez tel üretmiştir (Canfield vd. 2001). Togano vd. B/Fe-Mg kompozit bir şerit üretmişlerdir ve B tabakası ve Fe-Mg alaşım tabakası arasındaki difüzyon reaksiyonu ile yüksek yoğunluklu bir MgB₂ tabakası elde etmişlerdir (Togano vd. 2006). Bu kompozit şerit için elde edilen J_c değerleri büyük olasılıkla Mg'nin oksitlenmesinden dolayı tüp- içinde- toz yöntemiyle üretilen şeritlerin J_c değerlerinin altında olmasına rağmen bu difüzyon yönteminin J_c değerlerini arttırmak için anahtar tekniklerden biri olduğu görülmektedir.

2.5.2.2 Tüp- içinde -toz (TİT) yöntemi

Büyük uzunluklarda süperiletken tel üretmek için çoğunlukla tüp-içinde-toz (TİT) yöntemi kullanılmaktadır.

Şerit ve tel üretiminin yaygın yöntemi tüp-içinde-toz yöntemidir (Soltanian vd. 2001, Glowacki vd. 2001, Dhallé vd. 2001, Jin vd. 2001, Grasso vd. 2001, Kumakura vd. 2001, Matsumoto vd. 2002). Bu yöntem metal boruların tozla doldurulması daha sonra tel şeklinde çekilmesi ve son olarak şerit haline getirilmesiyle karakterize edilir (Şekil 2.16). Tel üretimi için şimdiye kadar literatürde birçok yöntem rapor edilmiştir. *In-situ* tüp-içinde-toz yöntemi bu tekniklerden birisidir. Bu yöntem elementel Mg ve B tozları ile metal boruların doldurulmasını daha sonra bu boruların deformasyona uğramasını ve son

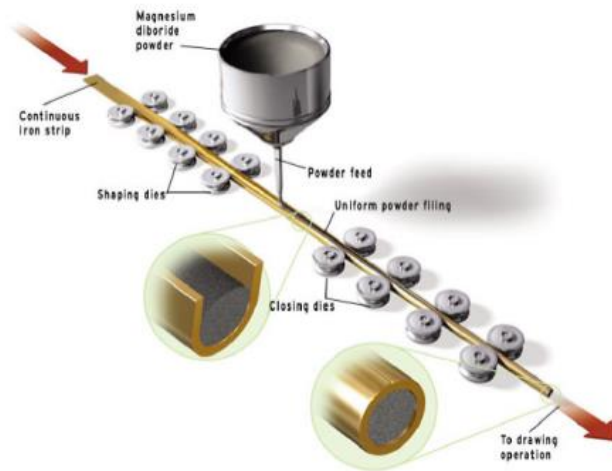
olarak ısıtıl işlem uygulanmasını içerir (Dhalle vd. 2001, Glowacki vd. 2001, Suo vd. 2001).



Şekil 2.16 Tel ve şeritler için tüp-içinde-toz yöntemi

2.5.2.3 Sürekli tüpü toz ile doldurma (STTD) yöntemi

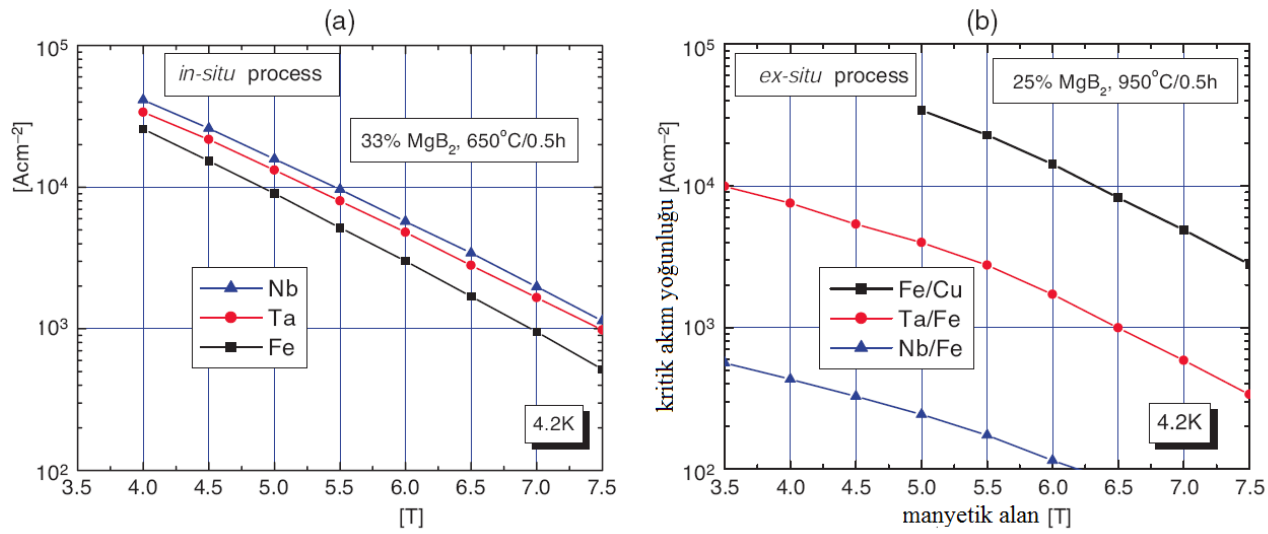
Hypertech Research şirketi, patentli bir yöntem olan STTD tekniğini kullanmaktadır (Şekil 2.17). Aşağıdaki gösterim yöntemin kavramsal bir diyagramını göstermektedir. Bu teknikte bir şerit içine sürekli toz doldurularak şerit kapatılır ve daha sonra tel çekme işlemi gerçekleştirilir.



Şekil 2.17 Sürekli tüpü toz ile doldurma yöntemi

2.5.3 TİT yöntemi için kılıf malzemeleri

Birçok grup kılıf malzemelerinin MgB_2 tel ve şerhilerin süperiletkenlik özellikleri üzerine etkilerini araştırmıştır (Buzea ve Yamashita 2001, An ve Pickett 2001, Glowacki vd. 2001, Jin vd. 2001, Grasso vd. 2001, Kumakura vd. 2001, Suo vd. 2001, Song vd. 2001, Matsumoto vd. 2002, Kovac vd. 2002, Goldacker ve Schlachter 2002a Liao vd. 2003a, Giunchi vd. 2003, Flukiger vd. 2003a). Kovac vd. Fe, Nb ve Ta kılıflı tek çekirdek MgB_2 telleri *in-situ* ve *ex-situ* TİT yöntemi ile hazırlayarak rapor etmişlerdir (Kovac vd. 2006).



Şekil 2.18 $J_c(B)$ bağımlılıkları

a. 500 °C’den 750 °C’ye kadar olan sıcaklıklarda ısıtılma tabi tutulmuş *in-situ* MgB_2 teller için, b. 950 °C’de ısıtılma tabi tutulmuş *ex-situ* teller için

Fe, Nb ve Ta kılıflı *in-situ* teller için karşılaştırılabilir $J_c(B)$ karakteristikleri elde edilmiştir. Nb ve Ta kılıflı *ex-situ* teller Fe kılıflı *ex-situ* tel ile karşılaştırıldığında çok daha düşük J_c ’ye sahip olduğu görülmüştür. En iyi $J_c(B)$ performansını Nb kılıflı *in-situ* tel için bulmuşlardır. En kötü $J_c(B)$ performansı (büyüklük olarak 2 merteye daha düşük) ise *ex-situ* tel için elde edilmiştir. Onlar bu farklılığın Nb kılıflı *ex-situ* MgB_2 ’de tel üretimi süresince meydana gelen çatlaklara bağı olabileceğini düşünmüşlerdir. Bu hasarın son ısıtılma işlem ile de giderilemeyeceğini öngörmüşlerdir. Şu ana kadar yapılan deneyler en iyi T_c ve J_c ’nin demir kılıflı *ex-situ* tellerde elde edildiğini fakat en yüksek J_c ’ye ise Nb kılıflı *in-situ* tellerde ulaşıldığını ortaya koymuştur. *In-situ* teller için en

yüksek T_c Ta kılıfta bulunmuştur. En iyi MgB_2 homojenliğine demir kılıflı *in-situ* tellerde ulaşılmıştır.

2.5.4 Başlangıç malzemelerinin süperiletkenliğe etkisi

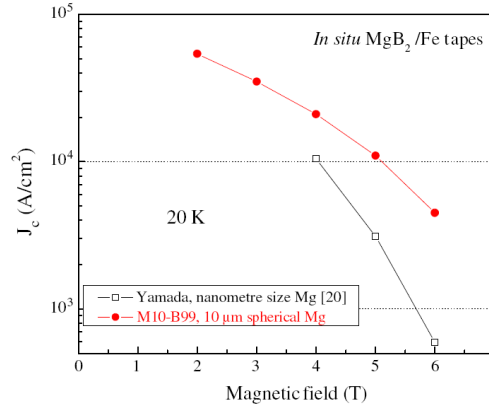
2.5.4.1 Mg başlangıç tozu

2.5.4.1.1 Mg'nin özellikleri

Mg grimsi-beyaz oldukça sert bir metaldir. Doğada Mg birçok formda bulunmaktadır. Mg havada çok az kararır ve ısıtıldığında hemen tutuşur. Normal olarak Mg bir oksit tabakası (MgO) ile kaplanır. Bu tabaka Mg'yi havadan ve sudan korur.

2.5.4.1.2 Mg tozunun büyüklüğü

Başlangıçtaki Mg tozunun kalitesinin (saflığı ve parçacık büyüklüğü) MgB_2 'nin süperiletkenlik özelliklerini belirlemede önemli bir rol oynadığı gözlemlenmiştir. En ince veya nano boyutta Mg tozu kullanımının kritik akımı attırmak için etkili olduğu bulunmuştur. Yamada vd. ticari Mg tozu ile nano boyuttaki Mg tozunu kullanarak Mg ve B arasındaki reaksiyonun daha etkili olduğunu doğrulamıştır (Yamada vd. 2004, Yamada vd. 2005). Bundan dolayı daha iyi tanecik bağlılığı sağlanmış ve bu da J_c 'nin artmasına yol açmıştır. Yamada nano boyutta Mg tozu kullanılarak üretilen katkısız ve % 10 mol SiC katkılı şeritlerin transport J_c değerlerinin 4,2 K ve 10 T'da sırasıyla 90 ve 250 A/mm²'ye ulaştığını göstermiştir. Ancak nano boyutta Mg tozu ticari olarak satılan Mg tozu ile karşılaştırıldığında daha pahalıdır. Bilyeli öğütücü ile hazırlanan oldukça ince Mg ve B tozu karışımının kullanımının da tanecikler arası bağlantıları iyileştirdiği ve J_c değerlerini arttırdığı gözlemlenmiştir (Fischer vd. 2003, Fang vd. 2003).



Şekil 2.19 10 µm büyüklüğünde Mg ve yüksek saflıktaki bor tozu ile hazırlanan MgB₂/Fe şeritlerin 20 K’de transport kritik akım yoğunluğuna karşı manyetik alan eğrisi

Isıl işlem sıcaklığı 700 °C’dir

MgB₂ üretimi için daha ucuz ve daha ince herhangi bir Mg tozu bulunabilirse toplam üretim maliyeti önemli ölçüde azaltılabilir. Ma ve grubu başlangıç tozu olarak biraz daha ucuz fakat 10 µm büyüklüğünde Mg tozu kullanmıştır. Mg, B tozu ile daha düzgün ve hızlı reaksiyona girmiştir. Bu yüzden üretilen MgB₂’nin tanecik büyüklüğü azalmıştır. Bu yüzden şekil 2.19’da görüldüğü gibi J_c artmıştır. Yamada’nın elde ettiği sonuçlardan daha iyi sonuçlar elde edilmiştir (Wang vd. 2007).

2.5.4.1.3 Mg eksikliği

Isıl işlemten sonra (> 650 °C) tüm MgB₂ numunelerde doğal olarak Mg eksilir. Çünkü yüksek sıcaklıklarda Mg’nin çok uçucu olduğu iyi bilinmektedir. Bu yüzden numune üretimi süresince bir miktar Mg’nin kolaylıkla kaybolacağı basit olarak öngörülebilir. Başka bir ifadeyle hazırlanan numunelerde genellikle Mg eksikliği olur. Buna rağmen Mg malzeme içerisindeki diğer elementler kadar çok reaktif bir elementtir. Mg tozu büyük bir yüzey alanına sahiptir ve toz üretimi, saklama ve kullanma süresince kolaylıkla oksitlenir. Bu yüzden bor tozu ile karışmadan önce bile hava ile teması sonucunda MgO oluşur. Bir sonraki bölümde MgB₂’nin süperiletkenlik özellikleri üzerine MgO’nun etkileri tartışılacaktır.

Hemen hemen tüm Mg başlangıç tozu ile ilgili makalelerde Mg stokiyometri etkisine dikkat edilmesi söylenmektedir. Fakat Mg'nin saflığının kritik akım yoğunluğu ve geçiş sıcaklığı üzerine etkileri hakkında ayrıntılı bilgi verilmemiştir (Ribeiro vd. 2002, Ribeiro vd. 2003b, Xiao vd. 2003, Franco vd. 2004, Zhou vd. 2004). Ancak şimdiye kadar kritik sıcaklık üzerine etkilerin yer aldığı tüm raporlar çoğunlukla farklılıklar göstermektedir. Bunun sebebi muhtemelen farklı üretim koşulları ve başlangıç tozlarıdır. Genellikle Mg eksikliği kritik sıcaklığı azaltır. X. Z. Liao vd. Mg eksikliğinin MgB_2 'nin kristal örgüsünde önemli bir zorlanmaya yol açtığını rapor etmişlerdir (Liao vd. 2004). Jiang vd. ise Mg eksikliğinin MgB_2/Fe *in-situ* tel için yüksek alan altında J_c 'yi geliştirdiğini bulmuşlardır (Jiang vd. 2005a).

2.5.4.1.4 Mg fazlalığı

Lezza vd. MgB_2 tozuna % 5 Mg ilavesi ile ne J_c de ne H_{c2} üzerinde herhangi bir etki gözlemlememişlerdir (Lezza vd. 2004). Ancak son zamanlarda yüksek-alan uygulamaları için geliştirilen cihazların sonuçları bir miktar fazla Mg ile hazırlanan MgB_2 numunelerinin yararlı olamayacağını işaret eder (Fujii vd. 2002). Bununla birlikte fazla Mg'nin, Mg eksikliği problemini önlediği ve mikro-çatlakları da yok ettiği rapor edilmiştir. Bundan dolayı MgB_2 tellerde bağlılığıda iyileştirmiştir (Serquis vd. 2003a). Biraz fazla Mg ve mekanik alaşımlama ile hazırlanan numuneler yüksek bir kritik sıcaklık (T_c), yüksek J_c (7,5 K'de sıfır alanda $1,53 \times 10^6$ A/cm²) ve homojen ve düzgün bir mikroyapı göstermiştir (Perner vd. 2005a). Son zamanlarda Zeng vd. fazla Mg'nin, MgB_2 'nin kristal yapısı, manyetik ve transport süperiletkenlik özellikleri üzerine etkilerini normal MgB_2 numunelerle karşılaştırarak araştırmıştır (Zeng vd. 2007). Başlangıç tozundaki fazla Mg sistemdeki zararlı MgO miktarını azaltır ve bağlılığı iyileştirir ve bundan dolayı kritik akım yoğunluğu ve üst kritik alan önemli ölçüde artar. J_c , H_{irr} ve H_{c2} 'deki artışlar ısıtma işlem sıcaklığına güçlü bir şekilde bağlıdır. 650 °C'de sinterlenen % 10 fazla Mg bulunan numuneler en iyi H_{irr} ve H_{c2} 'ye sahipken 750 °C'de sinterlenen % 10 fazla Mg bulunan numunelerde düşük-alan J_c 'de maksimum artışa ulaşmıştır. Susner vd. hem katkılama hem de fazla Mg'nin, MgB_2 'nin süperiletkenlik özellikleri üzerine etkilerini araştırmışlardır. Onlar 20 K'nin altındaki sıcaklıklarda fazla Mg+SiC katkılamaının en iyi transport özelliklerini vermesine rağmen 20 K'nin

üzerindeki sıcaklıklarda sadece fazla Mg ile hazırlanan numunelerin en kötü transport özellikleri vermesini rapor etmişlerdir (Susner vd. 2007).

2.5.4.1.5 Mg'nin yerine MgH₂

Kumakura ve grubu magnezyumun süperiletkenlik özellikler üzerindeki etkilerini sistematik olarak çalışmışlardır. MgH₂ (Mg yerine) kullanılarak üretilen numunelerin, Mg+B toz karışımı kullanılarak hazırlanan numunelere kıyasla iki kat daha büyük J_c 'ye ulaştığını rapor etmişlerdir (Fujii vd. 2002, Matsumoto vd. 2004, Kitaguchi vd. 2004, Nakane vd. 2005a, Kumakura vd. 2005, Nakane vd. 2006a, Hata vd. 2006, Nakane vd. 2006b, Jiang vd. 2007, Kitaguchi vd. 2007, Nakane vd. 2007, Yamada vd. 2007, Zhu vd. 2007, Kumakura vd. 2007,).

2.5.4.2 B başlangıç tozu

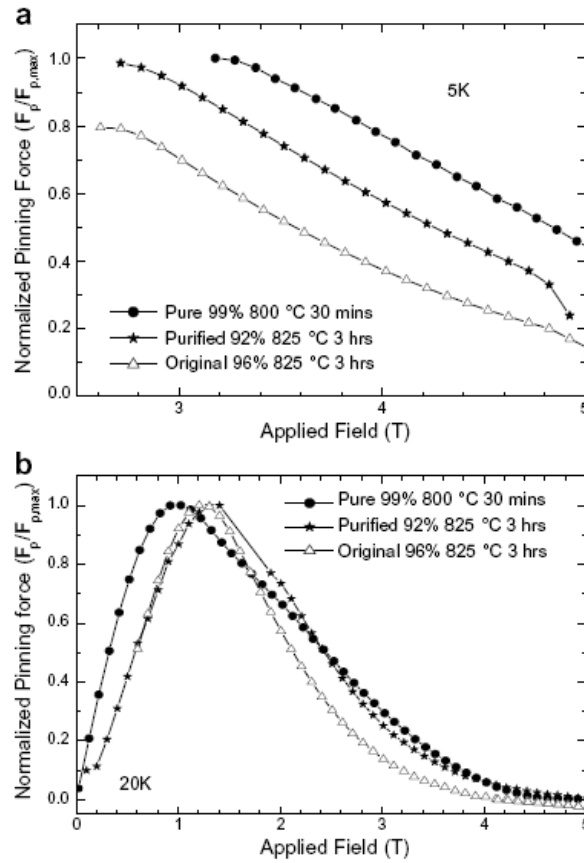
2.5.4.2.1 Bor tozunun özellikleri

Bor metalik olmayan bir elementtir ve doğada % 19,9 ¹⁰B izotopu ve % 80,1 ¹¹B izotopu bulunmaktadır. Yüksek saflıkta kristal bor BCl₃ veya BBr₃'ün hidrojenle buhar fazına indirgenmesi ile hazırlanabilir. Saf olmayan veya amorf bor kahverengimsi-siyah bir tozdur. Bu toz Mg ile B₂O₃ ısıtılarak elde edilebilir. % 99,9999 saflıktaki bor üretilmiştir ve ticari olarak bulunmaktadır. Standart sıcaklıklarda bor zayıf bir elektriksel iletken olmasına rağmen yüksek sıcaklıklarda iyi bir iletkenidir (<http://www.speclab.com/elements/boron.htm>).

2.5.4.2.2 Bor başlangıç tozunun saflığı

Son zamanlarda W. Häßler vd. MgB₂ şeritlerin T_c ve mikroyapısının oksijen saflığı ve B başlangıç tozunun tanecik büyüklüğü ile ilişkili olduğunu ortaya koymuştur (Häßler vd. 2006). Onlar firmalar tarafından sağlanan düşük saflıktaki borun karakterizasyon için yeterli olmadığını göstermişlerdir. Jiang vd. boru saflaştırma sürecinde B₂O₃'ü ortadan kaldırarak MgB₂'deki MgO fazının önemli ölçüde azaltılabileceğini kanıtlamışlardır (Jiang vd. 2006).

Birçok grup kristal bor tozundan hazırlanan numunelerin amorf bor tozundan hazırlananlara göre daha düşük J_c 'ye sahip olduğunu rapor etmişlerdir (Chen vd. 2005b, Cavallin vd. 2007,). Amorf bor daha çok B_2O_3 içermesine rağmen bu bordan yapılan numuneler kristal bordan yapılan numunelere göre çok daha az Mg(B)-O içerir (Chen vd. 2005). Xu vd. amorf bor tozunun süperiletkenlik özellikleri üzerine etkilerini çalışmışlardır (Xu vd. 2007); MgB_2 külçe numuneler % 96, %99 ve bir saflaştırma işleminden sonra % 92 saflıktaki ticari bor tozları kullanılarak hazırlanmıştır. Sonuçlar orjinal % 96 ve saflaştırılmış % 92 saflıktaki tozların % 99 saflıktaki bor tozuna göre daha büyük parçacık büyüklüğüne sahip olduğunu göstermiştir. Bu nedenle manyetik kritik akım yoğunlukları azalmıştır (Şekil 2.20). Fakat onlar en azından saflaştırılmış % 92 saflıktaki bor tozu kullanılarak hazırlanan numunelerin orjinal % 96 saflıktaki bor tozu ile hazırlananlara göre kritik akım değerlerini iyileştirmişlerdir.



Şekil 2.20 Farklı numuneler için manyetik alanın fonksiyonu olarak a. 5 K, b. 20 K'de normalize hacim perçinleme kuvveti (F_p)

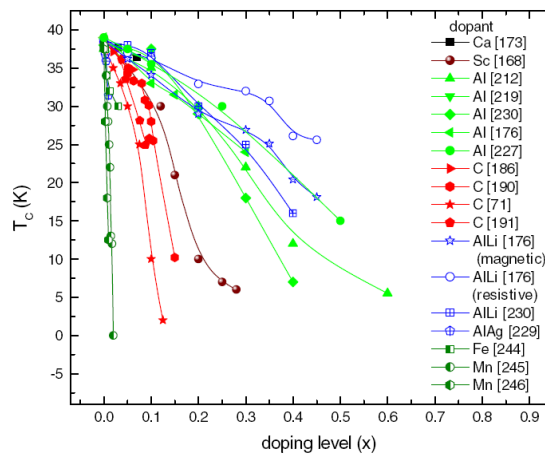
Düşük kalitedeki % 96 saflıktaki bor tozu kullanarak hazırlanan MgB_2 , düşük malzeme maliyetinden dolayı endüstriyel uygulamalar açısından kısmen faydalı olabilir (Xu vd. 2008). % 99 saflıktaki bor çok pahalıdır. Bu yüzden araştırmacılar hala daha ucuz alternatifler bulmak için çalışmaktadırlar.

2.6 MgB_2 Süperiletkenlerinin Temel Özellikleri

2.6.1 Kritik parametreler

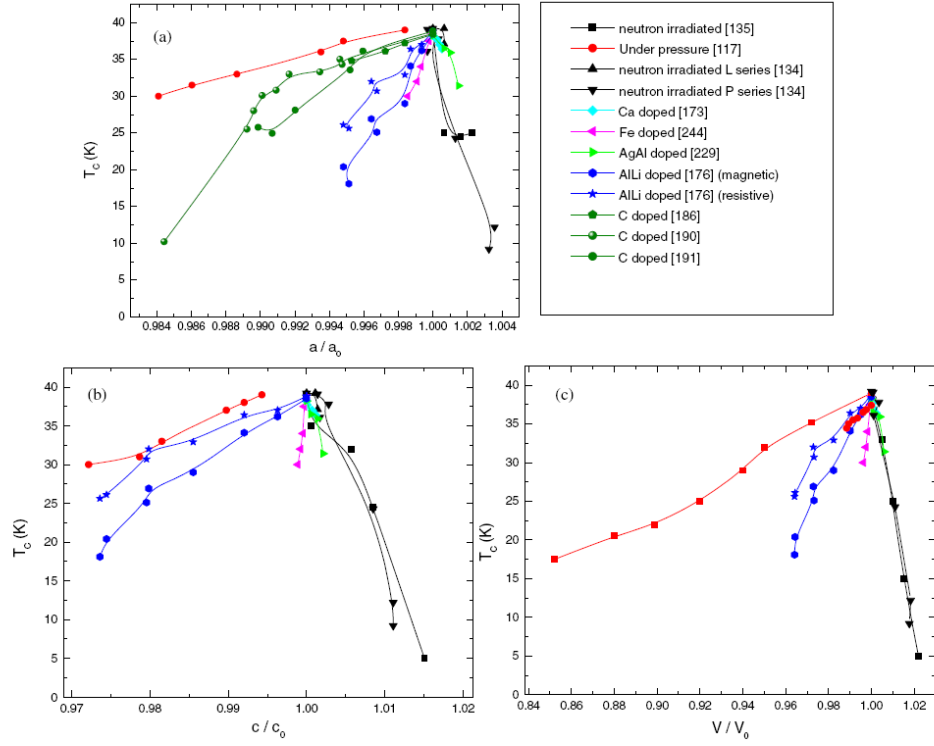
2.6.1.1 Kritik sıcaklık (T_c)

Kritik bir sıcaklığın (T_c) altında bir malzemenin elektriksel direncini kaybetmesi anlamına gelen süperiletkenlik, yoğun madde biliminde hala en etkileyici olaylardan biri durumundadır. Ancak bir literatür araştırması MgB_2 'de 39 K'deki süperiletkenliğin diğer bor-tabanlı bileşikler ile karşılaştırıldığında tamamen beklenmedik olduğunu göstermiştir. Ancak şimdiye kadar MgB_2 'nin süperiletken olduğu sıcaklıklarda diğer herhangi bir bor-tabanlı malzemenin süperiletken özelliği göstermediği rapor edilmiştir. Malzeme sentezleme koşulları, kristal yapı, kristal kusurları, zorlanma, kimyasal bileşim, katkılama, dış basınç, bir manyetik alanın varlığı vb. birçok faktör bir süperiletkenin kritik sıcaklığını etkileyebilir. Vinod vd. T_c 'ye karşı farklı parametrelerin davranışını rapor etmişlerdir. Bunlardan bazıları şekil 2.21 - 2.22'de gösterilmiştir (Vinod vd. 2007a).



Şekil 2.21 Farklı katkı malzemeleri için katkı düzeyi ile MgB_2 'nin T_c 'nin değişimi

Grafikteki veriler Vinod vd. tarafından yapılan yayından alınmıştır. Grafikte görülen referans numaraları aynı yayına göre yazılmıştır.



Şekil 2.22 MgB₂ için T_c 'nin: a. a -ekseni, b. c -ekseni, c. ışınlama, basınç veya katkılama altında hacimdeki değişimle değişimi

Grafikteki veriler Vinod vd. tarafından yapılan yayından alınmıştır. Grafikte görülen referans numaraları aynı yayına göre yazılmıştır.

2.6.1.2 Kritik akım yoğunluğu (J_c)

Araştırmacılar bir süperiletkenin elektriksel dirençsiz akım taşıyabildiği nokta olan kritik akım yakınında bir süperiletken malzemenin ilk mikroskobik görüntüsünü üretmişlerdir. Uygulanan manyetik alan bir süperiletken içine “manyetik girdaplar” biçiminde yoğun bir dizi oluşturacak şekilde nüfuz edebilir. Kritik akım değerinde ve üzerinde bu girdaplar hareket edebilir ve geometrik desenler oluştururlar. Manyetik girdap desenlerinin doğasını anlamak çok önemlidir. Çünkü onlar süperiletken boyunca akımın akmasını kontrol ederler.

MgB₂'deki kritik akım yoğunluğu geometri, üretim tekniği, ısı-ışılama aşaması, kalite ve parçacık büyüklüğü gibi birçok faktöre bağlıdır (<http://garnet.acns.fsu.edu/~dnn9636/hw15.pdf>). Bu durum MgB₂ şerit, tel ve ince film için farklı gruplar tarafından 20 K ve 4,2 K'de elde edilen J_c 'nin bir karşılaştırılmasının verildiği çizelge 2.3'te gösterilmiştir (Flukiger vd.

2003a). MgB_2 film için Moon vd. tarafından rapor edilen sıfır alanda ve 20 K'de en yüksek J_c değeri 7×10^6 A/cm²'dir (Moon vd. 2001). Bu denli yüksek akım taşıma kapasitesi atmosferik basınçta hidrojenin kaynama noktasında (20,3 K) endüstriyel uygulamalar için MgB_2 'nin yüksek potansiyele sahip olduğunu işaret eder. Film ile karşılaştırıldığında şerit ve teldeki kritik akım yoğunlukları daha küçüktür fakat hala çok yüksektir. 0 T ve 20 K'de $J_c \sim 5 \times 10^5$ A/cm²'dir (Suo vd. 2001).

Çizelge 2.3 Farklı manyetik alanlar ve sıcaklıklar için çeşitli MgB_2 şerit, tel ve filmlerdeki kritik akım yoğunlukları

Kılıf/Altık	Hazırlama Yöntemi	Tip	Ölçüm	8 T'daki J_c (A/cm ²)	6 T'daki J_c (A/cm ²)	2 T'daki J_c (A/cm ²)	Referans
4,2/ 5 K							
Fe	Ex-situ	Şerit	R	3×10^3	-	-	Suo vd. 2001.
Fe	Ex-situ	Şerit	R	$\cong 3 \times 10^3$	10^4	-	Goldacker vd. 2002b.
Ta Cu	In-situ	Tel	R & I	10^2 (R)	-	$\geq 10^4$ (I)	Canfield vd. 2001.
Cu	In-situ	Tel	I	-	-	2×10^2	Glowacki vd. 2001.
Ta	In-situ	Tel	R & I	-	10^2 (R)	10^4 (I)	Pradhan vd. 2001.
Cu	In-situ	Tel	R	$\geq 2 \times 10^3$	10^4	6×10^4	Eisterer vd. 2002.
Yumuşak Çelik	In-situ	Tel	R	-	10^4	4×10^5	Giunchi vd. 2003.
SS	Ex-situ	Tel	R	-	$\cong 2 \times 10^4$	$\geq 10^5$	Serquis vd. 2003b.
Fe	In-situ	Tel	R	9×10^3	$\geq 2 \times 10^4$	$\geq 10^5$	Dou vd. 2003a.
SrTiO ₃		Film (3)	I	-	10^5	2×10^6	Eom vd. 2001.
SrTiO ₃		Film (2)	I	$1,6 \times 10^5$	$2,7 \times 10^5$	$7,3 \times 10^5$	Eom vd. 2001.
Al ₂ O ₃		Film	I	-	-	5×10^6	Kang vd. 2002.

Çizelge 2.3 Farklı manyetik alanlar ve sıcaklıklar için çeşitli MgB₂ şerit, tel ve filmlerdeki kritik akım yoğunlukları (devam)

YSZ		Film	R	$\geq 10^5$	$\cong 2 \times 10^5$	$\cong 2 \times 10^5$	Komori vd. 2002.
Al ₂ O ₃		Film	I	$\cong 5 \times 10^4$	$\geq 10^5$	2×10^6	Bu vd. 2002.
Kılıf/Altık	Hazırlama Yöntemi	Tip	Ölçüm	4 T'daki J _c (A/cm ²)	2 T'daki J _c (A/cm ²)	0 T'daki J _c (A/cm ²)	Referans
20 K							
Fe	Ex-situ	Şerit	R & I	$\geq 2 \times 10^3$ (R)	5×10^4 (I)	5×10^5 (I)	Suo vd. 2001.
Ta	In-situ	Tel	R & I	$\cong 2 \times 10^2$ (R)	-	2×10^5	Canfield vd. 2001.
Ta Cu	In-situ	Tel	R & I	-	3×10^2	$> 3 \times 10^4$	Pradhan vd. 2001.
Fe	In-situ	Tel	I	-	$\geq 4 \times 10^4$	$\geq 3 \times 10^5$	Wang vd. 2001.
Yumuşak Çelik	In-situ	Tel	R	-	$\geq 10^5$	-	Giunchi vd. 2003.
Fe	In-situ	Tel	R	6×10^3	$\cong 10^5$	-	Dou vd. 2003a.
SrTiO ₃		Film (3)	I	-	$1,7 \times 10^5$	$\cong 2 \times 10^6$	Eom vd. 2001.
SrTiO ₃		Film (2)	I	$1,5 \times 10^4$	$5,3 \times 10^4$	$\geq 3 \times 10^5$	Eom vd. 2001.
Al ₂ O ₃		Film	R	4×10^2	6×10^4	$\cong 2 \times 10^6$	Paranthaman vd. 2001.
Al ₂ O ₃		Film	I	3×10^3	4×10^5	4×10^6	Bu vd. 2002.
Al ₂ O ₃		Film	R	-	-	7×10^6	Moon vd. 2001.

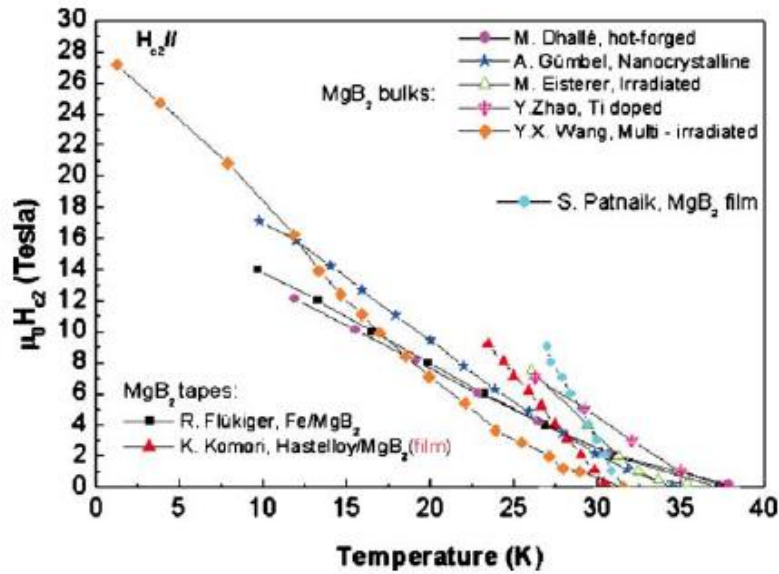
Çizelge 2.3'teki sonuçlar Buzea ve Yamashita'nın 2001'deki yayınlarından çıkarılabilir.

YSS'den farklı olarak MgB₂ için $J_c(T, B)$ değeri perçinleme özelliklerinden belirlenebilir. Fakat zayıf bağ etkileri ile belirlenemez. Bu perçinleme özellikleri güçlü bir şekilde manyetik alana bağlıdır. Ancak düşük manyetik alanlarda bu etki oldukça zayıf olur. Yoğun külçe numunelerde mikroskobik akım yoğunluğu yapıda dağılmış tozlarda ölçülen tanecikler-içi J_c değerine pratik olarak özdeşir (Dhalle vd. 2001). Bundan dolayı akım tanecik sınırları tarafından sınırlandırılmamıştır (Kawano vd. 2001).

Son zamanlarda Dresden grubu yüksek enerjili bilyeli öğütücü ile hazırlanan bir TİT şeritte yüksek alanda en yüksek J_c 'yi (14 T'da 10000 A/cm²) olarak rapor etmişlerdir.

2.6.1.3 Üst kritik alan (H_{c2})

MgB₂ tip-II bir süperiletkendir. Bu nedenle hem H_{c1} hem de H_{c2} ile analiz edilmesi gereklidir. Üst kritik alan değeri (H_{c2}) süperiletken uygulamalarında önemli bir rol oynamaktadır ve genellikle manyetodirenç ölçümlerinden belirlenmektedir. J_c 'de olduğu gibi MgB₂ için H_{c2} değeri de birçok faktöre bağlıdır. Şekil 2.23 farklı geometrilerde hazırlanmış MgB₂ numuneler için elde edilen en yüksek değerleri göstermektedir. Jung vd. ince MgB₂ film için 1 K'den daha düşük sıcaklıklarda 32 T'ya kadar varan yüksek bir H_{c2} değerini deneysel olarak gözlemlemişlerdir (Jung vd. 2001). Ayrıca Patnaik çok düşük sıcaklıklarda $H_{c2}(T)$ eğrisinden elde edilen 40 T'lık bir H_{c2} değerini rapor etmiştir (Patnaik vd. 2001).



Şekil 2.23 Farklı numuneler için sıcaklığın fonksiyonu olarak üst kritik alan (H_{c2})

Gurevich yüksek dirençli MgB₂ ince film için 50 T'ya kadar varan çok yüksek bir üst kritik alan değerini rapor etmiştir (Gurevich 2003). Bu çalışmada direnç ve H_{c2} arasında bir ilişki olduğu bulunmuş ve H_{c2} 'nin arttırılmasının MgB₂'deki çift enerji bantlı süperiletkenlik çerçevesinde açıklanabileceğini göstermiştir.

2.6.1.4 Alt kritik alan (H_{c1})

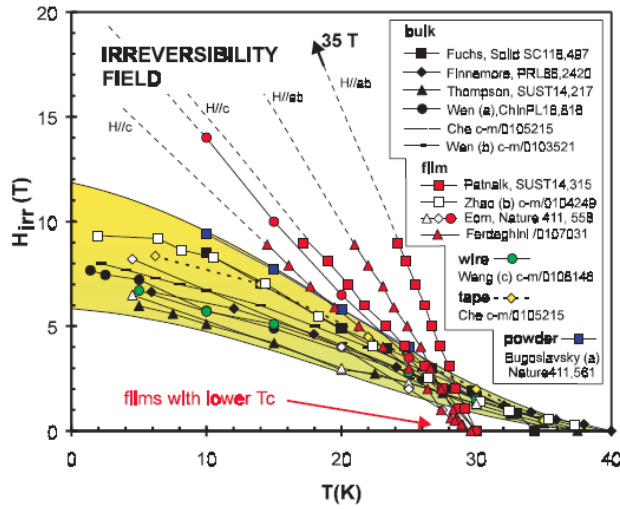
MgB₂ için alt kritik alan değerleri 25 ile 48 mT arasındadır. Tek kristaller kullanılarak ölçülen anizotropik $H_{c1//ab}$ ve $H_{c1//c}$ üzerindeki veri (Xu vd. 2001) külçe için alınan değerleri kapsamamaktadır (Joshi vd. 2001, Sharoni vd. 2001). Alt kritik alan verisinden elde edilen nüfuz etme derinliği değerleri 85 ve 203 nm aralığındadır. Yüksek saflıkta tek kristal numune için alınan ölçümlere göre H_{c1} değerleri 120 ile 250 mT arasında değişmektedir (Caplin vd. 2003).

2.6.1.5 Tersinmezlik alanı (H_{irr})

H_{irr} akım yoğunluğunun sıfıra gittiği alandır. Sıfırdan farklı kritik akımlar bu alanın altındaki manyetik alanlar ile sınırlandırıldığından bu alanın bilinmesi süperiletken uygulamalar açısından önemlidir. Grasso vd. MgB₂ şerit yapmak için *ex-situ* toz yöntemini kullanarak şeride dik olarak uygulanan bir alan içinde 12 T'dan biraz daha yüksek H_{irr} değeri bulmuşlardır (Grasso vd. 2003). Şeritlerde belirlenen H_{irr} değeri için yaklaşık 1,4'lük bir anizotropi faktörü şeritler için rapor edilmiştir (paralel yönelim, dik yönelimden daha yüksektir (Grasso vd. 2002)). *Ex-situ* tekniğini kullanarak Flukiger vd. $H_{\perp}$ ve $H_{//}$ için 4 K'de sırasıyla 11,9 ve 15,1 T'lık H_{c2} değerleri bulmuşlardır (Flukiger vd. 2003b). $H_{\perp}$ ve $H_{//}$ için 4 K'de H_{irr} sırasıyla 8 ve 10,4 T olarak ölçülmüştür. MgB₂'nin bilyeli öğütücüde öğütülmesi ile H_{irr} ve J_c 'nin arttığı görülmüştür (Flukiger vd. 2003a). Kumakura ve grubu *in-situ* yönteminde SiO₂ ve SiC'nin kullanımını araştırmışlar ve bu malzemelerin hem J_c 'yi hem de H_{irr} 'yi oldukça iyileştirdiğini bulmuşlardır (Matsumoto vd. 2003). Sumption vd. SiC katkılı ve katkısız MgB₂'de H_{irr} ve akı perçinlenmesini rapor etmişlerdir (Sumption vd. 2004).

Yamamoto vd. düşük sıcaklıkta katı-katı reaksiyonundan dolayı kristallenmenin kötüleşmesi ile H_{irr} 'in iyileştirilebileceğini rapor etmişlerdir (Yamamoto vd. 2005b). Eom vd. FWHM > 1° olan safsızlıkların olduğu bir film yapmışlar ve bunun sonucu olarak H_{c2} 'yi yaklaşık 50 T'ye geliştirmişlerdir (Eom vd. 2001). Lee vd. FWHM değeri yaklaşık 0,06° olan temiz bir tek kristal için oldukça düşük H_{c2} (yaklaşık 20 T) değerini rapor etmişlerdir (Lee vd. 2003).

MgB₂ külçe, film, tel, şerit ve tozlar için sıfır sıcaklıkta 6 ve 12 T aralığında bulunan H_{irr} değerleri şekil 2.24'te gösterilmiştir (Buzea ve Yamashita 2001). Daha düşük T_c 'ye sahip MgB₂ ince filmlerde 4,2 K'de ve 1 T'da 10^6 ile 10^7 A/cm² aralığında çok büyük bir J_c 'nin eşlik ettiği tersinmezlik çizgisinin önemli bir artışı rapor edilmiştir (Patnaik vd. 2001, Eom vd. 2001, Ferdeghini vd. 2001). Bu sonuçlar yüksek akım uygulamaları için MgB₂ kullanımının daha teşvik edici olduğunu göstermektedir.



Şekil 2.24 Farklı geometrilerdeki MgB₂ (külçe, film, tel ve toz) için tersinmezlik alanına karşı sıcaklık eğrisi

Çizelge 2.4 MgB₂'nin süperiletkenlik parametrelerinin listesi

Parametre	Değerler
Kritik sıcaklık	$T_c = 39 - 40$ K
Hegzagonal örgü parametreleri	$a = 0,3086$ nm. , $c = 0,3524$ nm.
Teorik yoğunluğu	$\rho = 2,55$ g/cm ³
Basınç katsayısı	$dT_c/dP = -1,1 - 2$ K (GPa) ⁻¹
Taşıyıcı yoğunluğu	$n_s = 1,7 - 2,8 \times 10^{23}$ holes cm ⁻³
İzotop etkisi	$\alpha_T = \alpha_B + \alpha_{Mg} = 0,3 + 0,02$
T_c civarında özdirenç	$\rho(40\text{ K}) = 0,4 - 16$ $\mu\Omega$ cm
Özdirenç oranı	$RR = \rho(40\text{ K})/\rho(300\text{ K}) = 1 - 27$
Üst kritik alan	$H_{c2} \parallel ab(0) = 14 - 39$ T $H_{c2} \parallel c(0) = 2 - 24$ T
Alt kritik alan	$H_{c1}(0) = 27 - 48$ mT

Çizelge 2.4 MgB₂'nin süperiletkenlik parametrelerinin listesi (devam)

Tersinmezlik alanı	$H_{irr}(0) = 6 - 35 \text{ T}$
Eş-uyum uzunluğu	$\xi_{ab}(0) = 3,7 - 12 \text{ nm.}$ $\xi_c(0) = 1,6 - 3,6 \text{ nm.}$
Nüfuz etme derinliği	$\lambda(0) = 85 - 180 \text{ nm.}$
Enerji aralığı	$\Delta(0) = 1,8 - 7,5 \text{ meV}$
Debye sıcaklığı	$\Theta_D = 750 - 880 \text{ K}$
Kritik Akım Yoğunlukları	$J_c(4,2 \text{ K}, 0 \text{ T}) > 10^7 \text{ A cm}^{-2}$ $J_c(4,2 \text{ K}, 4 \text{ T}) = 10^6 \text{ A cm}^{-2}$ $J_c(4,2 \text{ K}, 10 \text{ T}) > 10^5 \text{ A cm}^{-2}$ $J_c(25 \text{ K}, 0 \text{ T}) > 5 \times 10^6 \text{ A cm}^{-2}$ $J_c(25 \text{ K}, 2 \text{ T}) > 10^5 \text{ A cm}^{-2}$

2.7 Kimyasal Katkı Etkileri

Saf MgB₂'nin zayıf akı perçinlenmesi ve düşük J_c , H_{c2} ve H_{irr} değerlerinden dolayı uygulamalar için çok ilgi çekmediği görülmektedir. MgB₂'de kritik akım yoğunluğunun önemli bir artışına farklı tipteki kimyasal katkı malzemeleri ile ulaşılabilmektedir. MgB₂'nin 39 K'lık T_c 'den faydalanmak için hem üst kritik alanı hem de J_c 'yi arttırmak gereklidir. Bunu başarmak için kimyasal katkılama (Dou vd. 2002, Soltanian vd. 2003, Wilke vd. 2004, Senkowicz vd. 2005, Chen vd. 2005c, Ma vd. 2006a), aydınlatma (Bugoslavsky vd. 2001) ve farklı termo-mekanik işleme tekniklerini (Serquis vd. 2003c, Flukiger vd. 2003a, Glodacker vd. 2003, Glowacki vd. 2003) içeren birçok teknik denenmiştir. Kimyasal katkılama basit ve kolaylıkla gerçekleştirilebilecek bir tekniktir.

2.7.1 C- kaynağı katkılama

MgB₂'de kritik akım yoğunluğunun (J_c) önemli bir artışına SiC, C, B₄C, karbon nanotüpler (KNT), hidrokarbonlar, karbonhidratlar vb. karbon içeren bileşiklerle kimyasal katkılama aracılığıyla ulaşılabilmektedir. C, bor atomlarının yerine geçerek MgB₂ yapısına girer ve bundan dolayı J_c ve H_{c2} , iki-bantlı MgB₂'de safsızlık saçılmasından dolayı önemli ölçüde artar. Birkaç grup karbon katkısının MgB₂'deki süperiletkenliğe etkilerini çalışmışlardır. Nano-SiC katkısı MgB₂'ye yapılan ilk nano katkılama.

Mickelson vd. uygun bir karbon kaynağı olarak B_4C 'yi ilk kez kullanmışlardır (Mickelson vd. 2002) ve Ribeiro vd. de bir karbon kaynağı olarak B_4C 'nin yüksek potansiyele sahip olduğunu rapor etmişlerdir (Ribeiro vd. 2003a). B_4C 'nin ayrışma sürecinden dolayı oldukça aktif C parçacıkları oluşmaktadır.

Ancak onlar daha yüksek ısı işlem sıcaklığı ve daha uzun ısı işlem süresi gerektiğini göstermişlerdir. Dou vd. bir karbon kaynağı olarak SiC kullanarak karbon katkılı MgB_2 'nin süperiletkenlik özelliklerini iyileştirdiğini rapor etmişlerdir (Dou vd. 2003b). Bu katkı malzemesi düşük bir ısı işlem sıcaklığı (650 °C) gerektirir.

Çizelge 2.5 daha önce araştırılan ve farklı dergilerde yayınlanan farklı C-kaynaklı katkılı MgB_2 külçe, tel ve şeritlerde J_c , H_{c2} , H_{irr} , akı perçinlemesi ve bağ oluşumunun önemli artışını göstermektedir.

Çizelge 2.5 Katkı malzemesi olarak rapor edilen C-kaynakları

C-kaynağı çeşidi	Referans
C ve nano-C	Takenobu vd. 2001, Ferdeghini vd. 2005
B_4C	Mickelson vd. 2002, Lezza vd. 2006
SiC	Dou vd. 2002, Matsumoto vd. 2006
Karbon nanotüp	Wei vd. 2003, Serquis vd. 2007
Elmas	Zhao vd. 2003, Cheng vd. 2003a
Grafit	Xu vd. 2004, Shekhar vd. 2007a
Polimerler (PCS & PVA)	Vajpayee vd. 2007, Shcherbakova vd. 2007
Hidrokarbonlar	Yamada vd. 2006, Kim vd. 2008
Karbonhidratlar	Zhou vd. 2007, Hossain vd. 2007, Gao vd. 2007
Karbitler	Yamamoto vd. 2006, Wilke vd. 2005
Na_2CO_3	Ueda vd. 2004
Silikon Yağı	Wang vd. 2007

2.7.2 Tek element katkıları

Hem metal hem de metal olmayan bazı elementler Mg atomu ile yer değiştirebilir ve bazı elementlerde B atomu ile yer değiştirebilir. Farklı dergilerde yayınlanmış olan MgB_2 'de kullanılmış katkı malzemesi olarak metal/metal olmayan elementlerin uzun bir listesi

vardır. Tüm tek element katkı malzemeleri MgB_2 süperiletken malzemelerdeki J_c 'ye pozitif etkiler yaratmamıştır.

Çizelge 2.6 Katkı malzemesi olarak rapor edilen tek elementler

Metal/Metal olmayan element çeşidi	Referanslar
Al	Peřa vd. 2002, Xu vd. 2006a
Li	Cimberle vd. 2002, Li vd. 2003
Si	Cimberle vd. 2002, Wang vd. 2003
Zn	Martínez vd. 2003
Cu	Kazakov vd. 2001, Hishinuma vd. 2006
Be	Ahn vd. 2002
Mn	Cheng vd. 2003b, Xu vd. 2001
Nb	Yamamoto vd. 2002
Ti	Zhao vd. 2002a
Fe	Jin vd 2001, Kuroda vd. 2006
Co	Kuhberger ve Gritzner 2002, Kuzmann vd. 2002
Ni	Moritomo ve Xu 2001
Zr	Feng vd. 2001, Yan vd. 2006
Na	Toulemonde vd. 2003, Li vd. 2001
Ag	Sun vd. 2002, Shekhar vd. 2007b
Mg	Hinks vd. 2002
B	Hinks vd. 2002
Sn	Kuhberger ve Gritzner 2002
Mo	Cheng vd. 2003b
Ca	Cheng vd. 2003b, Toulemonde vd. 2003
Y	Cheng vd. 2003b
Pb	Gu vd. 2003
Ir	Sekkina ve Elsabawy 2003
V	Trociewicz vd. 2003
O	Eom vd. 2001
Au	Xu vd. 2003
Cd	Wang vd. 2004
La	Kimishima vd. 2004, Shekhar vd. 2005
Ta	Prihna vd. 2002
Hf	Goto vd. 2003, Kovac vd. 2004a
W	Kovac vd. 2004a

Çizelge 2.6 Katkı malzemesi olarak rapor edilen tek elementler (devam)

F	Sekkina ve Elsabawy 2002
In	Tachikawa vd. 2003a, Tachikawa vd. 2003b
Bi	Zhang vd. 2007

2.7.3 Diğer bileşik katkıları

Katkı malzemesi olarak MgB_2 ’de kullanılmış olan birçok oksit, silikat, borid ve hidridler vardır.

2.7.3.1 Oksitler

Çizelge 2.7 Katkı malzemesi olarak rapor edilen oksitler

Bileşik Çeşidi	Referanslar
Al_2O_3	Delfany vd. 2004, Rui vd. 2004
Co_3O_4	Awana vd. 2006
Dy_2O_3	Chen vd. 2006
Ho_2O_3	Cheng ve Zhao 2006
Fe_2O_3	Prozorov vd. 2003
SiO_2	Matsumoto vd. 2003, Perner vd. 2005b
MgO	Soltanian vd. 2001, Liao vd. 2003b
TiO_2	Zhao vd. 2002b, Kishan vd. 2007
ZnO_2	Chen vd. 2004
Y_2O_3	Wang vd. 2002
Tb_4O_7	Vinod vd. 2008

2.7.3.2 Silikatlar

Çizelge 2.8 Katkı malzemesi olarak rapor edilen silikatlar

Bileşik Çeşidi	Referanslar
ZrSi ₂	Ma vd. 2003, Matsumoto vd. 2004, Ma vd. 2006b
WSi ₂	Ma vd. 2003, Ma vd. 2004
Mg ₂ Si	Matsumoto vd. 2004, Jiang vd. 2005b
MoSi ₂	Zhang vd. 2006

2.7.3.3 Boridler ve hidridler

Çizelge 2.9 Katkı malzemesi olarak rapor edilen boridler ve hidridler

Bileşik Çeşidi	Referanslar
ZrB ₂	Bhatia vd. 2005, Zhang vd. 2006, Yamamoto vd. 2002
Nb _x B ₂	Yamamoto vd. 2002, Nakane vd. 2005b
TiB ₂	Xu vd. 2005, Xu vd. 2006b
WB	Fujii vd. 2003
ZrH ₂	Xu vd. 2007

2.8 Diğer Katkı Malzemeleri ile Karşılaştırıldığında Karbonhidratlar Neden Özeldir?

Önceki bölümde tartışılmış olan C-içeren katkı malzemelerinin farklı tipleri arasında MgB₂'ye SiC katkısı ile alan altında yüksek J_c (H), H_{c2} ve H_{irr} değerlerine ulaşılmıştır (Dou vd. 2002, Dou vd. 2004, Zheng vd. 2004). Bu ulaşılan yüksek değerler birçok araştırma grubu tarafından da doğrulanmıştır ve şimdiye kadar elde edilen bu değerler henüz geçilememiştir. Yüksek alanlarda en yüksek J_c değerlerine SiC katkılı MgB₂ tellerde ulaşıldığı doğrudur. Fakat sıfır ve düşük alanda zayıf özellikler göstermektedir. Nano boyutta başlangıç tozları pahalıdır. Başlangıç tozlarındaki nano katkılar her zaman topaklanmaktadır. Farklı biçimdeki C katkılanması için borun karbon ile yer değiştirmesi MgB₂'nin oluşma sıcaklığından başlayarak aynı sıcaklıklarda mümkün olmayabilir. Bu yüzden tam bir yer değiştirme etkisi için oldukça reaktif taze C üretmek imkânsızdır. C

yer deđiřtirmesi iin benzen gibi hidrokarbonlar kullanılmıřtır (Yamada vd. 2006). Ancak C ilave seviyesi bu bileřiklerin yksek uuculuđundan dolayı sınırlıdır.

Bu problemi zmek iin katkı malzemesi olarak eřitli karbonhidratlar (DL-malic asit, DL- tartaric aist vb.) kullanılmıřtır. Karbonhidrat katkılamařının nemli avantajları:

- (1) Karbonhidratlar, pahalı nano katkı malzemelerinden daha ucuzdur.
- (2) Karbonhidratlar bir zc iinde zlebilir. Bundan dolayı karıřım B tozu ile amur oluřturabilir. zcnn buharlařtırılmasından sonra B tozu yzeyi zerinde karbonhidrat bir kaplama oluřturur.
- (3) Karıřımdaki karbonhidratlar daha dřk sıcaklıklarda erir ve MgB_2 'nin oluřma sıcaklıđının altındaki sıcaklıklarda ayrırır. Bundan dolayı atomik ekte olduka reaktif ve taze C retilmiř olur.
- (4) Bu řekilde elde edilmiř olan C'nin yksek reaksiyon vermesinden dolayı bor yerine karbon gemesi MgB_2 'nin oluřma sıcaklıđındaki sıcaklıklarda meydana gelebilir.

2.9 Akı Perinlemesi

Akı perinlemesi MgB_2 gibi akım-tařıyan bir tip-II speriletkendeki manyetik akı izgilerine etkiyen Lorentz kuvvetine rađmen bu akı izgilerinin hareket etmediđi (tuzaklanmıř veya “perinlenmiř” olduđu) yerde gerekleřen bir olaydır. Bu olay, tip-I speriletkenlere manyetik alan nfuz edemediđi iin (Meissner-Ochsenfeld etkisi) bu speriletkenlerde meydana gelmeyebilir.

Akı perinlemesi speriletkenlik uygulamalarında nemlidir ve olduka ilgi ekmektedir. Herhangi bir speriletkende var olan atomik veya kristal kusurları, dislokasyonlar, tanecik sınırları, bořluklar, nokta kusurları, zorlanmalar, ikiz dzlemler, safsızlıklar ve ikinci fazlar etkin perinlenme blgeleridir. Akı perinlemesi speriletkenin farklı parametreleri uygun hale getirilerek J_c 'yi maksimize etmek iin iyileřtirilebilir.

Katsura vd. saf MgB_2 'de daha küçük tanecik büyüklüğünden dolayı daha büyük alanlı tanecik sınırlarının, perçinleme merkezlerinin kaynağı olabileceğini rapor etmişlerdir (Katsura vd. 2007).

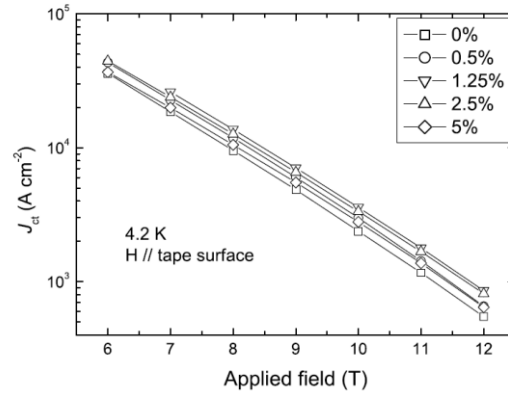
Katkısız (Zhu vd. 2001) ve C-katkılı (Soltanian vd. 2003) MgB_2 'deki TEM çalışmaları perçinleme merkezleri olarak davranan ζ -ölçekteki tanecikler-içi safsızlıkların varlığını ortaya koymasına rağmen bu tip safsızlıklar sadece oldukça düşük J_c 'ye sahip olan MgB_2 kristallerde gözlenmektedir. Bundan dolayı benzer tanecikler-içi mikroyapı uygun J_c özellikleri ile polikristal tel ve şeritler de beklenmeyebilir. Çünkü daha küçük tanecik büyüklüğüne sahiptirler (Flukiger vd. 2003a).

Şu ana kadar rapor edilmiş olan en iyi katkı malzemelerinden biri olan SiC, MgB_2 tanecikleri içinde çok miktarda nano boyutta (5-30 nm) bozulmalara yol açmıştır (Dou vd. 2002, Dou vd. 2003b) ve bu bozulmalar akı çizgilerini güçlü bir şekilde perçinleyebilir. SiC, sıvı Mg ve amorf bor ile ısıtılma işlem sıcaklığında reaksiyona girdiğinde SiC nanoparçacıkları MgB_2 oluşturmak için çekirdek bölgeleri olarak davranacaktır ve Mg_2Si , BC, reaksiyona girmeyen Si ve diğer reaksiyon ürünleri gibi süperiletken olmayan fazlar tanecikler içinde bulunabilir (Dou vd. 2002, Dou vd. 2003b, Hata vd. 2006). SiC'deki bazı karbonlar B atomları ile yerdeğiştirebilir ve bor düzlemlerinde düzensizlik oluşturabilir. Vinod vd. tarafından rapor edildiği gibi bu durum σ bant saçılmasının artmasına ve bundan dolayı da H_{c2} 'de bir artışa yol açacaktır (Vinod vd. 2007b).

2.10 MgO Oluşumu ve Etkileri

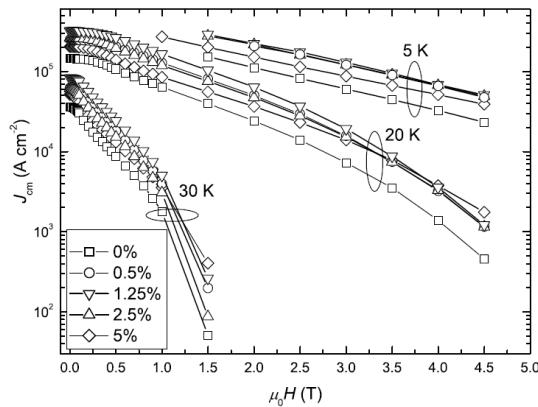
Birçok grup MgB_2 'nin süperiletkenlik özelliklerine MgO'nun etkilerini çalışmışlardır. Kovac vd. *ex-situ* MgB_2 tellerin J_c özelliklerine ticari MgB_2 tozlarındaki MgO içeriğinin etkilerini rapor etmişlerdir (Kovac vd. 2004b). Onlar MgO miktarının artmasıyla tanecikler-arası bağlantının kötüleştiğini iddia etmişlerdir. Fakat daha iyi dağılmış ve daha küçük tanecik büyüklüğüne sahip MgO parçacıklarının akı perçinlemesini geliştirdiğini de rapor etmişlerdir. MgO oksijen atmosferindeki filmlerin izotropik perçinlemeye sebep olduğunu göstermektedir (Haruta vd. 2005). Fakat tanecik sınırlarındaki fazla oksit fazlarının kötü etkisi tanecik bağlantısının kötüleşmesine yol açar.

Jiang vd. nano boyuttaki MgO parçacıklarının MgB₂'nin manyetik ve transport J_c değerlerini arttırmak için etkili olduğunu da doğrulamışlardır (Jiang vd. 2005c). Onlar katkı miktarının ağırlıkça % 1,25'den az olduğu durumda kritik sıcaklığın (T_c) önemli ölçüde değişmediğini gözlemlemişlerdir. Fakat nano-MgO miktarının daha da arttırılmasının T_c 'de şiddetli bir düşüşe yol açtığını bulmuşlardır. J_c artışının katkı miktarının ağırlıkça % 5'den daha küçük olduğunda gerçekleştiğini fakat en uygun değer ağırlıkça % 1,25'de olduğunu göstermişlerdir. Bu sonuç tanecikler arasındaki bağlantının ve MgB₂ süperiletkeninin akı perçinleme yeteneğinin MgO fazının miktarına çok hassas bir şekilde bağlı olduğunu doğrulamaktadır. Transport ve manyetik J_c sonuçları sırasıyla şekil 2.25 - 2.26'da gösterilmiştir.



Şekil 2.25 Farklı miktarlarda nano boyutta MgO ilaveli MgB₂/Fe şeritlerin transport J_c özelliklerinin alan bağımlılığı

Ölçümler 4,2 K'de ve şerit yüzeyine paralel alanlarda gerçekleştirilmiştir (Jiang vd. 2005c).



Şekil 2.26 Farklı miktarlarda nano boyutta MgO ilaveli MgB₂/Fe şeritlerin 5,20 ve 30 K'de manyetik J_c özelliklerinin alan bağımlılığı (Jiang vd. 2005c)

Kim vd. MgO oluşumunun mekanizmasını Gibbs serbest enerjisinin yorumlanması ile açıklamışlardır (Kim vd. 2007). MgB₂ içinde MgO oluşumu için temel sebep, havadaki Mg'nin potansiyel bir oksijen tutucu olarak davranmasından dolayı muhtemeldir. Yani az miktarda da olsa MgO başlangıç malzemelerinde zaten bulunmaktadır.

2.11 MgB₂ için Market ve Gelecekteki Beklentiler

MgB₂ malzemesinin özellikle medikal alanındaki endüstriyel uygulamalar için (süperiletken MRG magnetlerde kullanılmaktadır) hali hazırda var olan süperiletkenler ile yarışma potansiyeline sahip olduğu ispatlanmıştır.

MgB₂ iletkenlerinin kullanımını esas alan çok iyi bilinen bir şirket olan “ASG Superconductors” bir açık MRG magnet tasarlamaya başlamıştır.

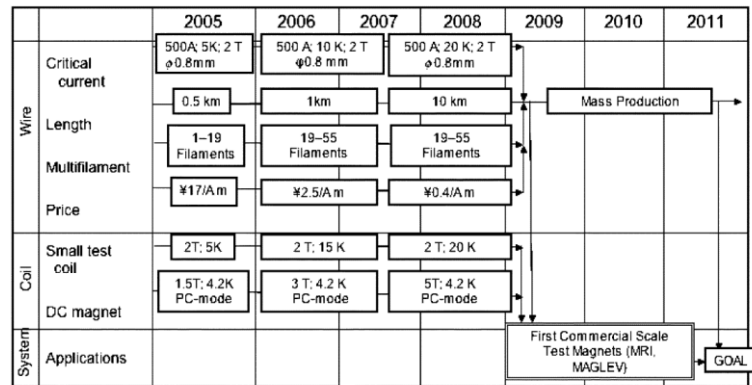
MgB₂ pratik uygulamalar için ekonomik bir malzemedir ve MgB₂'nin maliyet/performans oranı hem Mg hem B ve hem de kullanılan kılıf malzemelerinin ucuz olmasından dolayı diğer süperiletkenlerden daha düşüktür. MgB₂ uzay uygulamaları gibi özel hafif uygulamalar için de uygundur. Çünkü yoğunluğu 2,6 g cm⁻³'tür. Bu değer diğer süperiletkenlerden ve bakırdan daha düşüktür. Hyper Tech Research Inc, Columbus Superconductors ve diğer firmalar yüksek $J_c(H)$ değerlerine sahip uzun boylarda çok damarlı MgB₂ iletkenleri geliştirmişlerdir.

Aslında MgB₂'nin yeni nesil yüksek alan manyetik malzemesi ve hâlihazırda kullanılan NbTi ve Nb₃Sn iletkenlere güçlü bir rakip olma potansiyeli kanıtlanmıştır. Çizelge 2.10'da Iwasa vd. tarafından rapor edilmiş olan farklı performans faktörlerine göre farklı tipteki süperiletkenlerin bir karşılaştırması görülmektedir (Iwasa vd. 2006). Magnet uygulamalarının dışında MgB₂ iletkenlerinin 1 T'lık alanlarda ve 25 K civarındaki sıcaklıklarda süperiletken transformatörlerde, motorlarda ve iletim kablolarında kullanılma potansiyeli vardır (Vinod vd. 2007b). Birkaç uzun boyutta iletken zaten üretilmiş ve farklı üreticiler tarafından müşterilere teslim edilmiştir. 20 K'de soğutmasız bir ortamda çalışabilen büyük bir MRG magnet yapılmış ve başarıyla test edilmiştir. Şekil 2.27'de çeşitli durumlarda MgB₂'nin gelecekteki yol haritası

görülmektedir. Bu durum, MgB₂'nin süperiletken malzemeler içinde gelecekteki markette birinci aktörlerinden biri olacağını işaret etmektedir (Braccini vd. 2007).

Çizelge 2.10 MgB₂, BSCCO ve Nb-Ti için parametre değerleri

Malzeme	Parametre	Değeri
MgB ₂	Doluluk Faktörü	% 17
	J_c (1 T, 25 K)	5,7 kA/cm ²
	İletken Maliyeti (1 T, 25 K)	2,4 €/kA m
	Malzeme Maliyeti	0,14 €/cm ³
	Üretim Hızı	8 – 14,5 m/sa
	Malzemedен elde edile verim	% 15 – 30
BSCCO	J_c (0,005 T, 77 K)	9,1 kA/cm ²
	İletken Maliyeti (0,005 T, 77 K)	91 €/kA m
	Malzeme Maliyeti	8,2 €/cm ³
	Üretim Hızı	8 m/sa
	Malzemedен elde edile verim	% 15
Nb-Ti	Doluluk Faktörü	% 20
	J_c (2 T, 4,2 K)	77 kA/cm ²
	İletken Maliyeti (2 T, 4,2 K)	0,91 €/kA m
	Malzeme Maliyeti	8,2 €/cm ³
	Üretim Hızı	14,5 m/sa
	Malzemedен elde edile verim	% 15



Şekil 2.27 MgB₂ tel gelişimi ve ticari MgB₂ magnetler için yol haritası

3. MATERİYAL ve YÖNTEM

3.1 Katkısız ve Katkılı Külçe Numunelerin Hazırlanması

Bu bölümde katkısız ve çeşitli organik bileşik (anilin ($C_6H_5NH_2$), hekzilbenzen ($C_{12}H_{18}$), silikon yağı ($(-Si(CH_3)_2O-)_n$), succinic asit ($C_4H_6O_4$) ve phenyl methanone ($C_{15}H_{12}O_2$)) katkılı külçe numunelerin üretiminden bahsedilecektir. Bu numuneler katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilmişlerdir. Bu katkı malzemelerinden bazıları sıvı bazıları da katı haldedir. Bu nedenle numunelerin hazırlanma aşaması birbirinden bazı farklılıklar göstermektedir. Öncelikle sıvı katkılı malzemelerin hazırlanma sürecinden bahsedilecektir. Yukarıdaki katkılanan numunelerden anilin, hekzilbenzen ve silikon yağı sıvı haldedir. Bu numuneler hazırlanırken başlangıç tozu olarak Mg (& 98, Alfa Aesar) ve B (% 95-97, Sigma Aldrich) kullanılmıştır. Belirlenen miktarda organik bileşikler (anilin, hekzilbenzen ve silikon yağı) stokiometrik oranda Mg ve B tozları şekil 3.1’de gösterilen bilyeli öğütücüde 5 saat 150 rpm hız ile döndürülmüş ve karıştırılmıştır.



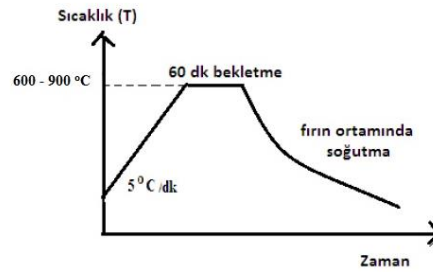
Şekil 3.1 Retsch PM400 Bilyeli Öğütücü

Daha sonra hazırlanan bu karışımdan belirlenen miktarda toz alınarak 10 ton basınç altında ve 13 mm çapında numuneler şekil 3.2’de gösterilen pres ile preslenerek tablet haline getirilmiştir.

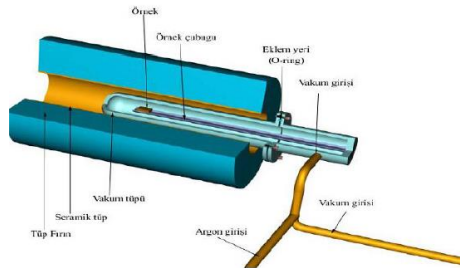


Şekil 3.2 Specac marka pres ve 1,3 cm çaplı kalıp seti

Katıhal reaksiyon yönteminde en önemli aşamalardan biri de ısıtma işlemidir. Süperiletken fazın oluşması bu aşamada gerçekleşir. Bu numunelerden katkısız, anilin ve hekzilbenzen katkılı numuneler Ar atmosferinde 10 bar basınç altında 850 °C'de 1 saat ısıtma işlemine tabi tutulmuştur. Silikon yağı katkılı numune ise 600 °C'de 4 saat, 780 ve 900 °C'de 30 dakika ısıtma işlemine tabi tutulmuştur. Malzeme üretiminde uygulanan ısıtma işlemi süreci şekil 3.3'de, ısıtma işlemin şematik görünümü şekil 3.4'te ve kullanılan paslanmaz çelik tüp ve fırın ise şekil 3.5'te gösterilmiştir.



Şekil 3.3 Malzeme üretiminde kullanılan ısıtma işlemi süreci



Şekil 3.4 Isıtma işlemin şematik görünümü



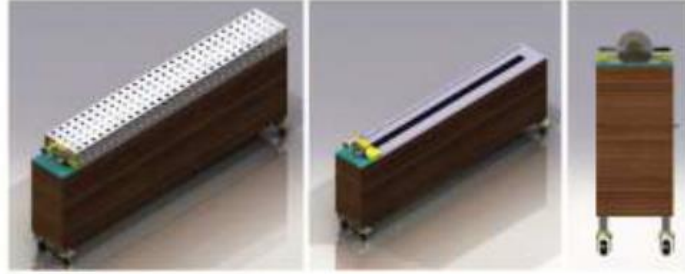
Şekil 3.5 Isıl işlemlerde kullanılan paslanmaz çelik tüp ve fırın

Katı halde olan succinic asit ve phenyl methanone katkılı numunelerin hazırlanma süreci ise şu şekildedir. Öncelikle bor ve belirlenen miktarda katkı malzemeleri 100 rpm hızda 1 saat bilyeli öğütücüde homojen bir karışım elde etmek için sıvı halde bulunan etil tolüen (C_9H_{12}) ortamında karıştırma işlemine tabi tutulmuştur. Bu işlemden sonra ortaya çamursu bir yapı çıkmaktadır. Bu çamursu karışım etil tolüenin buharlaşma sıcaklığı ve katkı malzemelerinin ayrışma sıcaklığında 3 saat vakum fırınında kurutulmuştur. Daha sonra ise bu karışım tartılarak uygun miktarda Mg ile bilyeli öğütücüde 150 rpm hızda 5 saat karıştırılmıştır. Son karışımdan belirlenen miktarda toz alınarak şekil 3.2’de gösterilen pres ile numuneler preslenerek 850 °C’de ısıtılma tabi tutulmuşlardır.

3.2 Katkısız ve Katkılı Tel Numunelerin Hazırlanması

Tez kapsamında hem STTD yöntemi ile hem de TİT yöntemi ile tel üretimi yapılması ve bu tellerin fiziksel özellikleri arasındaki farkların araştırılması planlanmıştır. Bu bağlamda tasarımı araştırma grubumuz tarafından yapılan çok damarlı tel üretimini mümkün kılan STTD sistemi ve TİT sistemi tamamen yerli üretim ile yapılmaya çalışılmıştır. Bu sistemlerden TİT sistemi şu anda çalışır durumdadır. STTD sisteminde ise tez süresi içinde bazı problemler ortaya çıkmış ve halen çözümü için uğraşılmaktadır. Bu nedenle STTD sistemi ile tel üretimi gerçekleştirilememiştir. Ayrıca TİT sistemi ile üretilen tellerin STTD sistemi ile üretilenlere göre daha yoğun bir toz karışımına sahip olduğu bilinmektedir. Bu nedenle her iki yöntemle üretilen tellerin karakterizasyonlarının karşılaştırılması tam olarak mümkün değildir.

MgB₂/Fe tek damarlı tel *in-situ* TİT (Tüp İçinde Toz) yöntemiyle üretilmiştir. Mg (% 98) ve B (% 95 – 97) tozları başlangıç malzemeleri olarak kullanılmıştır. Belirlenen miktarda organik bileşikler (DL-Malic asit (C₄H₆O₅) (≥ % 99, Sigma Aldrich), DL- Tartaric asit (C₄H₆O₆) (% 99, Sigma Aldrich), benzen (C₆H₆) (≥ % 99, Sigma Aldrich), toluen (C₇H₈) (% 99,8, Sigma Aldrich) ve hekzilbenzen (C₁₂H₁₈) (% 99,8, Sigma Aldrich)) stokiometrik oranda Mg ve B tozları ile bilyeli öğütücüde karıştırılmıştır. Bu katkı malzemelerinden bazıları külçe numunelerde olduğu gibi sıvı ve bazıları da katı haldedir. Toz hazırlama işlemi külçe numunelerde olduğu şekildedir. Daha sonra, hazırlanan bu karışım 150 mm uzunluğunda bir demir (Fe) tüp içerisine doldurulmuştur. Fe tüpün dış çapı 10 mm ve iç çapı 8 mm'dir. Doldurma işlemi hava ortamında gerçekleştirilmiştir. Tüpün her iki ucu alüminyum parçaları ile kapatılmıştır. Bu şekilde hazırlanan malzemeler istenen çapa kadar (yaklaşık 1,8 mm) Tübitak tarafından desteklenen bir proje ile tasarımı gerçekleştirilen ve tamamen yerli üretimle yaptırılan ve şekil 3.6 - 3.7'de gösterilen cihaz ile çekilmiştir. Tel çekme işlemi birkaç cm/s hızda konik şeklinde haddelerden geçirilerek yapılmıştır. Üretilen teller 900 °C'de de 1 saat Ar atmosferi altında ısıtılma işlemine tabi tutulmuştur. Daha sonra fırın içinde soğumaya bırakılmıştır. Isıtma hızı 5 °C/dak. 'dır.



Şekil 3.6 TİT yöntemiyle tel üretimi için yaptırılan cihazın tasarım şekilleri



Şekil 3.7 TİT yöntemiyle tel üretimi için yaptırılan cihazın şu andaki hali

3.3 Numune Karakterizasyonu

3.3.1 X-ışını kırınımı

Mikroyapı ve faz oluşumu analizi X-ışını kırınımı (XRD) ile incelenmiştir. Örgü parametreleri FullProf programı yardımıyla belirlenmiştir. Bu araştırmada XRD cihazı olarak şekil 3.8’de gösterilen Rigaku Miniflex II Desktop X-Ray Diffractometer kullanılmıştır. 1.5405 Å dalgaboyuna sahip Cu - K α ışınımı, 20 – 80° (2 θ) aralığında Bragg yasası ile pikleri indekslemek için kullanılmıştır.



Şekil 3.8 Rigaku Miniflex II Desktop X-Ray Diffractometer

Yarı maksimumdaki tam genişlik (FWHM) araştırılan numunelerde gözlemlenen üç ana pik için ((100), (101) ve (110)) FullProf yazılımı ile belirlenebilir. Scherrer eşitliğine göre FWHM değerindeki bir artış aynı zamanda tanecik büyüklüğünde aşağıdaki eşitlikte verildiği gibi bir azalmayı işaret eder:

$$D_p = \frac{0.94 \lambda}{\beta_{1/2} \cos \theta} \quad (3.1)$$

Bu eşitlikte D_p kristal büyüklüğü, λ dalgaboyu, $\beta_{1/2}$ FWHM ve θ pik konumudur. Bu eşitlikten kristal büyüklüğü pik genişliğinin (FWHM) bir fonksiyonu olarak kolaylıkla hesaplanabilir.

3.3.2 Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

Taramalı elektron mikroskobu (SEM) bir görüntü elde etmek için ışık yerine elektronların kullanıldığı bir mikroskoptur. Bir ışık mikroskobu yerine SEM kullanımının birçok avantajı vardır. SEM büyük derinlikli bir alana sahiptir. Bu nedenle bir seferde odakta olan büyük miktardaki bir numuneyi bile incelememize olanak sağlar. SEM aynı zamanda yüksek çözünürlüklü görüntüler üretir. Çoğu SEM cihazı sadece numunenin iletken olmasını gerektirdiğinden numune hazırlanması oldukça kolaydır. Yüksek çözünürlüğe sahip olması, büyük derinliğe sahip odağı ve numune hazırlamasının kolay olması taramalı elektron mikroskobunu bugünkü araştırmalarda en çok kullanılan cihazlardan biri yapmıştır. Cihaza bağlı olarak çözünürlük 1 nm'den daha az ve 20 nm arasındaki yerlerde düşebilir. SEM, enerji dağılımlı X-ışını spektroskopisi (EDS/EDX) eki ile donatılmıştır. EDS ağırlıklı olarak kimyasal karakterizasyon için kullanılan bir araçtır. Numunelerin elementel içeriğini belirlemek için X-ışınının enerji spektrumunu kullanır.

3.3.3 Diferansiyel termal analiz (DTA)

DTA bir test numunesi ve eylemsiz bir referans arasındaki herhangi bir sıcaklık farkını kaydederken benzer koşullar altında numune ve referansın ısıtılmasını ve soğutulmasını içerir. Bu diferansiyel sıcaklık daha sonra zamana veya sıcaklığa karşı çizdirilir. Isının soğurulmasına veya yayılmasına yol açan numunedeki değişiklikler eylemsiz referansa bağlı olarak belirlenebilir. DTA ile herhangi bir numunenin ısı işlem aralığını tayin edebiliriz. Numunelerin termal analizinde kullanılan cihaz şekil 3.9'da gösterilmiştir.



Şekil 3.9 TA Instruments SDT Q600 TGA/DSC cihazı

Tüm numunelerin DSC ölçümleri oda sıcaklığı ile 800 °C arasında SDT Q600 Thermogravimetry cihazı kullanılarak alınmıştır. Ölçümler 400 ml/dak yüksek saflıkta Argon atmosferinde gerçekleştirilmiştir. Isıl işlem görmemiş Mg: B (1: 2) ve katkılı numuneler yaklaşık 13 mg tartılarak 90 µl Al₂O₃ kap içine konulmuş ve daha sonra tekrar Al₂O₃ kapakla kapatılmıştır.

3.3.4 T_c , J_c , H_{c2} , H_{irr} ölçümleri

Malzemelerin kritik sıcaklığı (T_c) diamanyetik özelliklerin gözlemlenmeye başladığı sıcaklık olarak tanımlanır. Üretilen numunelerin kritik sıcaklıkları ac alınganlık ölçümleri ile belirlenmiştir. Ayrıca üst kritik alan (H_{c2}) ve tersinmezlik alanı (H_{irr}), direnç (R) – sıcaklık (T) eğrisinden (50 mA ac) $H_{c2} = 0,9 R(T_c)$ ve $H_{irr} = 0,1 R(T_c)$ alınarak belirlenir. Malzemelerin mıknatıslanması (M) 5, 20 ve 30 K’ de 50 Oe/s’ lik tarama hızıyla 8 T’ ya kadar zamanla – değişen bir manyetik alanda şekil 3.10’da gösterilen PPMS (Physical Properties Measurement System Quantum Design) cihazı kullanılarak ölçülmüştür.



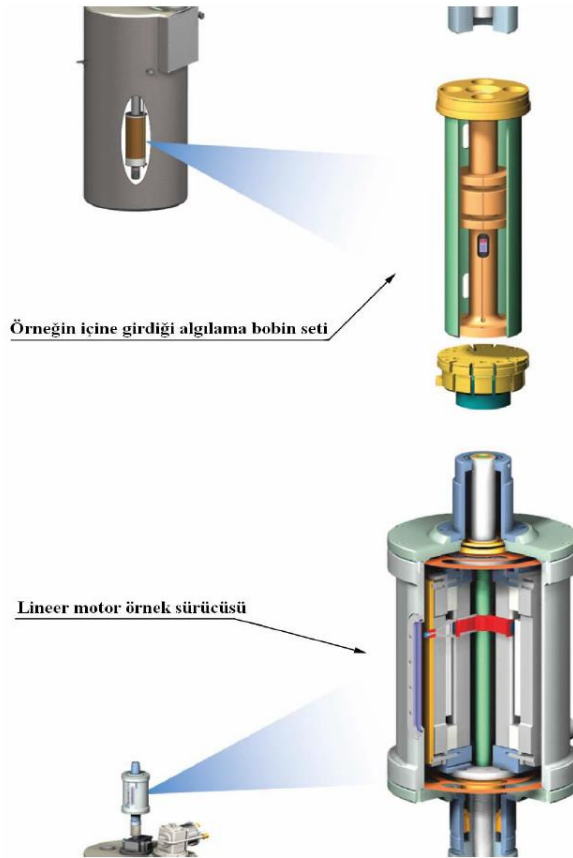
Şekil 3.10 Quantum Design PPMS cihazı

Fiziksel ölçüm sistemi, manyetik alan akım kaynağı, sıvı azot ceketli helyum tankı ve tüm bu bileşenleri hassas bir şekilde kontrol edebilen Quantum Design Model 6000 ana kontrolcüsünden meydana gelmektedir. Bu kontrolcüde ise sıcaklık kontrolcüsü (1,9 K – 400 K) ve manyetik alan kontrolcüsü (-8, +8 T) bulunmaktadır. Ana kontrolcü bilgisayar tarafından kontrol edilebilmekte ve veriler bilgisayar ortamına aktarılmaktadır. Bu

sistem, ilgili modülü değiştirilerek çeşitli ölçüm sistemlerine dönüştürülebilmektedir. Bu modüllerden manyetizasyon ölçümünde kullanılan VSM modülü, şekil 3.11’de gösterilmiştir.

Titreşim örnekleme manyetometre sistemindeki manyetizasyon ölçümünde temel prensip, örneğin algılama bobini yakınında bobinin eksenel yönünde titreştirilmesi sırasında eş zamanlı olarak algılama bobininde etki ile voltaj oluşturulması ve bu voltajın ölçümüdür.

Manyetik kritik akım yoğunluğu (J_c), Bean modeli kullanılarak mıknatıslanma eğrisinin genişliğinden hesaplanmıştır (Bean 1964).

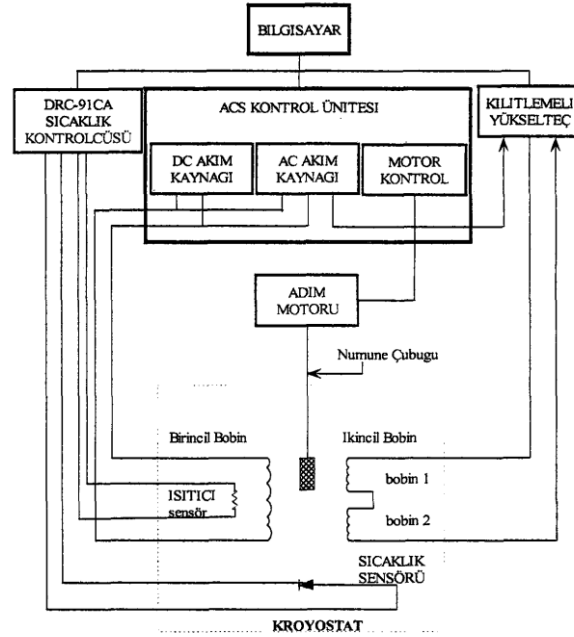


Şekil 3.11 VSM modülünün sıvı azot ceketli sıvı helyum tankındaki konumları

Üst taraf gradiyometre, alt taraf ise algılama bobininin büyütülmüş halini göstermektedir.

3.3.5 AC alınganlık ölçüm sistemi

AC alınganlık ölçümleri “Lake Shore 7130 AC Susceptometer” sistemi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Bu sistem, karşılıklı indüktans ölçüm yöntemi ile manyetik alınganlığı sıcaklığın, uygulanan ac alanın genliğinin ve frekansının fonksiyonu olarak ölçen bir sistemdir. Kapalı devre sıvı helyum kullanan bir soğutma sistemi ile 15 – 325 K arasında sıcaklık kontrolü sağlanabilmektedir. Sistemin içinde iki aşamalı CTI – CRYOGENIC 350 cp Cold Head soğutma birimi bulunmaktadır. Bu soğutma birimi helyum gazının sıkıştırılıp genişletilmesi prensibi ile soğutma yapmaktadır. Kroyostat içindeki bobinlerden algılanan sinyaller EG & G PARS 5209 Faz Duyarlı Detektör (FDD) tarafından sayısal olarak okunur. FDD, ara birim yardımıyla okuduğu değerleri bilgisayara aktarmaktadır. Sistemin kontrolü bu bilgisayar aracılığıyla yapılmaktadır. Sistemin sıcaklık kontrolü ise, Lake Shore DRC – 91CA ünitesi ile sağlanmaktadır. Ölçüm alınan malzemenin istenen sıcaklıklarda kararlı olarak kalabilmesi için ısı kaybının önlenmesi gerekir. Bunun için yüksek düzeyde vakum yapılması gereklidir. Sistemdeki vakum moleküler pompa ve rotary pompa yardımıyla yapılmaktadır. AC alınganlık ölçüm sisteminin şeması şekil 3.12’de gösterilmiştir.



Şekil 3.12 AC Alınganlık Ölçüm Sistemi Şeması

4. ARAŞTIRMA BULGULARI

Bu bölümde üretilen külçe ve tel numunelerin sırasıyla yapısal, termal, elektriksel ve manyetik karakterizasyonlarından bahsedilecektir. Öncelikle üretilen külçe numunelere ait sonuçlar üzerinde durulacak daha sonra tel numunelere ait analizler hakkında bilgi verilecektir.

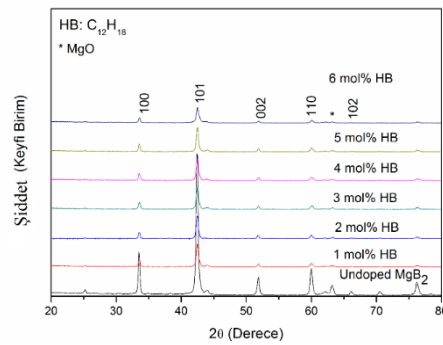
4.1 Saf ve Organik Bileşik Katkılı Külçe Numunelerin Yapısal, Termal, Elektriksel ve Manyetik Karakterizasyonları

Saf, hekzilbenzen, anilin, silikon yağı, succinic asit ve phenyl methanone katkılı MgB_2 külçe numuneler üretilerek karakterizasyonları gerçekleştirilmiştir. Bu bölümde üretilen numunelerin sırasıyla yapısal, termal, elektriksel ve manyetik özelliklerinden bahsedilecektir.

4.1.1 X- ışını kırınımı (XRD) analizleri

Üretilen saf ve katkılı külçe numunelere ait x- ışını kırınım desenleri toz difraktometresi ile ayrıntılı olarak incelenerek yapı oluşumları hakkında detaylı bilgiler edinilmiştir.

Hekzilbenzen ($C_{12}H_{18}$) katkılı MgB_2 külçe numuneler katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilmiştir. Toplam MgB_2 miktarının % 1, 2, 3, 4, 5 ve 6 molü kadar hekzilbenzen ilave edilmiştir. $C_{12}H_{18}$ katkılı ve katkısız numunelere ait X-ışını kırınım (XRD) desenleri şekil 4.1’de gösterilmiştir. Malzemelerin XRD desenleri analiz edildiğinde bu desenlerin hegzagonal MgB_2 fazı ve az miktarda MgO safsızlığını içerdiği görülmektedir.



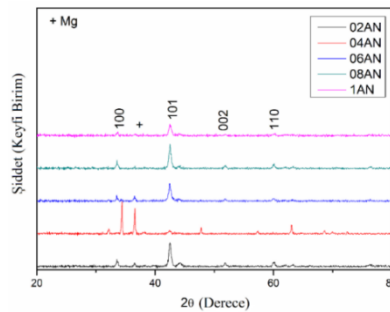
Şekil 4.1 Saf ve % 1-2-3-4-5-6 mol $C_{12}H_{18}$ katkılı numunelerin X-ışını kırınım desenleri

Çizelge 4.1’de katkısız ve $C_{12}H_{18}$ katkılı numunelerin XRD desenlerinden FullProf programı ile hesaplanan örgü parametreleri görülmektedir. Bu değerler incelendiğinde a örgü parametresinin katkı ile azaldığı ve c örgü parametresinin ise hemen hemen aynı kaldığı anlaşılmaktadır. a örgü parametresindeki bu küçülme karbon atomları ile bor atomlarının yerdeğiştirdiğine işaret etmektedir (Kazakov vd. 2005, Senkowicz vd. 2005). Bunun sebebi karbon atomunun yarıçapının (70 pm) bor atomunun yarıçapından (85 pm) daha küçük olmasıdır.

Çizelge 4.1 Saf ve $C_{12}H_{18}$ katkılı MgB_2 numunelerine ait örgü parametreleri

Hekzilbenzen ($C_{12}H_{18}$) miktarı (% mol)	a -örgü parametresi (Å)	c -örgü parametresi (Å)
0	3,08297	3,52624
1	3,07886	3,52180
2	3,08326	3,52598
3	3,07899	3,52359
4	3,07977	3,52365
5	3,06360	3,50921
6	3,08163	3,52474

Anilin katkılı ($C_6H_5NH_2$) MgB_2 külçe numuneler de *in-situ* katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilmişlerdir. Toplam MgB_2 miktarının % 0,2- 0,4- 0,6- 0,8 ve 1 molü kadar anilin ilave edilmiştir. Anilin katkılı ve katkısız numunelere ait X-ışını kırınım (XRD) desenleri şekil 4.2’de gösterilmiştir. Malzemelerin XRD desenleri analiz edildiğinde bu desenlerin hegzagonal MgB_2 fazı ve az miktarda MgO ve Mg safsızlığını içerdiği görülmektedir.



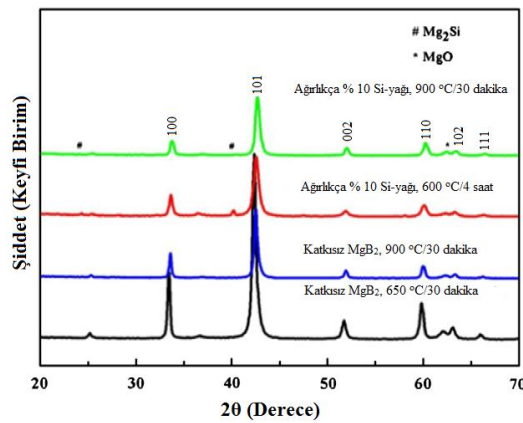
Şekil 4.2 % 0,2-0,4-0,6-0,8-1 mol $C_6H_5NH_2$ katkılı numunelerin X-ışını kırınım desenleri

Çizelge 4.2’de anilin katkılı numunelerin XRD desenlerinden FullProf programı ile hesaplanan örgü parametreleri görülmektedir. Bu değerler incelendiğinde *a* ve *c* örgü parametrelerinin katkı miktarı ile düzgün bir dağılım göstermediği görülmektedir. Özellikle % 0,4 katkılı numunede reaksiyona girmeyen Mg miktarının çok fazla olduğu ve bundan dolayı hesaplanan örgü parametrelerinde düşüş gözlemlenmiştir.

Çizelge 4.2 C₆H₅NH₂ katkılı MgB₂ numunelerine ait örgü parametreleri

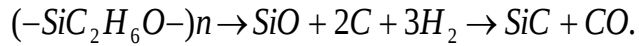
Anilin (C ₆ H ₅ NH ₂) miktarı (% mol)	<i>a</i> -örgü parametresi (Å)	<i>c</i> -örgü parametresi (Å)
0,2	3,08388	3,51740
0,4	3,07040	3,52372
0,6	3,08746	3,52447
0,8	3,07530	3,51935
1	3,09113	3,53397

Silikon yağı [-Si(CH₃)₂O-]_n katkılı numuneler katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilmiştir. Toplam MgB₂ miktarının ağırlıkça % 10’u kadar silikon yağı ilave edilerek numuneler hazırlanmış ve farklı sinterleme sıcaklık ve sürelerine tabi tutulmuşlardır. Farklı ısıl işlem sıcaklıklarında üretilen katkısız ve silikon yağı katkılı numunelerin x-ışını kırınım desenleri şekil 4.3’te gösterilmiştir.



Şekil 4.3 650 ve 900 °C’de sinterlenmiş katkısız MgB₂ ve 600 ve 900 °C’de sinterlenmiş Si-yağı katkılı MgB₂ numunelerin XRD desenleri

Hem katkısız hem de Si-yagı katkılı MgB₂ numunelerin XRD desenlerine bakılırsa hegzagonal MgB₂ fazını ve az miktarda MgO fazını içerdği görülmektedir. 600 °C’de 4 saat sinterlenmiş Si-yagı katkılı MgB₂ numunesinde Mg₂Si’ye ait pikler açıkça görülmektedir. Ancak Mg₂Si fazının miktarı daha yüksek sıcaklıklarda sinterlenmiş malzemelerde önemli ölçüde azalmıştır ve 900 °C’de sinterlenen numunelerde hemen hemen yok olmuştur. Saf ticari Si-yagının ayrışması 800 °C’de aşağıdaki reaksiyon ile gerçekleşmektedir:



Düşük sıcaklıklarda sinterlenen malzemelerde Si-yagının ayrışmasının bir sonucu olarak bir arada bulunan Si ve C’den dolayı SiC oluşmayabilir. Bu nedenle XRD deseninde SiC fazı gözlemlenmemiştir. Kimyasal olarak aktif Mg’nin Si ile reaksiyona girdiğine ve bunun da oldukça düşük sıcaklıklarda Si-yagının ayrışmasına sebep olduğuna inanılmaktadır. Artan C, Mg₂Si ile birlikte MgB₂ tanecikleri içerisine gömülecek ve MgB₂ kristal örgüsündeki B atomlarının yerine geçecektir.

Hem saf hem de Si-yagı katkılı numuneler için *a*-örgü parametresi sinterleme sıcaklığının bir fonksiyonu olarak çizelge 4.3’te gösterilmiştir.

Çizelge 4.3 Hem saf hem de Si-yagı katkılı malzemelerin XRD deseninden hesaplanan parametreleri

Numuneler	Sinterleme Koşulları	<i>a</i> (Å)	<i>c/a</i>	Zorlanma %	FWHM
MgB ₂ + % 10 Si-yagı	600 °C, 4 saat	3,078	1,1434	0,575	0,676
MgB ₂ + % 10 Si-yagı	780 °C, 30 dakika	3,075	1,1465	0,475	0,6
MgB ₂ + % 10 Si-yagı	900 °C, 30 dakika	3,077	1,1444	0,44	0,55
Saf MgB ₂	650 °C, 30 dakika	3,086	1,143	0,56	0,56
Saf MgB ₂	800 °C, 30 dakika	3,085	1,1432	0,375	0,475
Saf MgB ₂	900 °C, 30 dakika	3,084	1,1415	0,36	0,44

Çizelge 4.3'ten de görüldüğü gibi saf ve ağırlıkça % 10 Si-yağı katkılı malzemeler için a -örgü parametresi sırasıyla 3,086'dan 3,078 Å azalmıştır. Farklı sıcaklıklarda sinterlenen hem saf hem de katkılı malzemeler için c -örgü parametresi hemen hemen sabit kalmıştır. Düşük sinterleme sıcaklığındaki a -örgü parametresinin önemli miktardaki azalması hem C atomları ile B atomlarının yerdeğiştirmesi hem de kristaldeki örgü zorlanmalarına sebep olan kusurların oluşumunu işaret etmektedir.

Çizelge 4.3'te ayrıca farklı sıcaklıklarda sinterlenen saf malzemelerin c/a oranları da gösterilmiştir. Avdeev vd. tarafından önerilen yöntemle göre (Avdeev vd. 2003) C yerdeğiştirmesinin miktarı $(\text{Mg}(\text{B}_{1-x}\text{C}_x)_2$ deki x) aşağıdaki eşitlik kullanılarak kolaylıkla hesaplanabilir:

$$x = 7,5 \times \Delta(c/a) \quad (4.1)$$

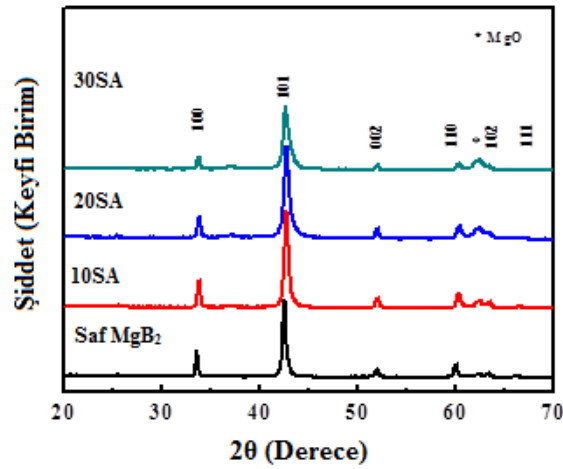
Burada $\Delta(c/a)$ bir saf malzeme ile karşılaştırıldığında c/a 'daki değişimdir. Si-yağı katkılı malzemelerdeki $C(x)$ 'in tam miktarı sinterleme sıcaklığı 600'den 900 °C'ye kadar artarken 0,004'ten 0,023'e arttığı bulunmuştur. Bu sonuç 600 °C'lik düşük sinterleme sıcaklığında bile C yerdeğiştirmesinin meydana gelebileceğini işaret etmektedir. Düşük sıcaklık ısıtma işlem yöntemi güçlü tanecik sınırı perçinlemesine yol açtığından dolayı bu bir karbon kaynağı olarak Si-yağı kullanımının avantajlarından birisidir.

Çizelge 4.3'te ayrıca hem katkısız hem de katkılı numuneler için örgü zorlanmasının sinterleme sıcaklığı ile değişimi de gösterilmiştir. Zorlanma artan sinterleme sıcaklığı ile azalmaktadır. Bu durum yukarıda bahsedildiği gibi tanecikler içindeki kusurlar ve C-yerdeğiştirmesi ile açıklanabilir. Başka bir deyişle yüksek sıcaklıklarda sinterlenen malzemeler için tanecik büyümesinden kaynaklanan kristallenmenin iyileşmesi tanecikler içindeki kusurları azaltabilir. Sonuç olarak zorlanma ile T_c arasında güçlü bir ilişki vardır. 600 °C'de sinterlenen numune diğer numunelere göre daha yüksek zorlanma değerine (~ % 0,57) sahiptir. Bu da MgB_2 tanecikleri içinde çeşitli tuzaklanmış kusurların akı perçinleme merkezleri olarak davranabileceğinin göstergesidir.

Çeşitli XRD pikleri arasında (110) pikinin yarı yükseklikteki tam genişliği (FWHM) düzlem-içi kristallenme ile ilgilidir. Williamson-Hall'e göre hem zorlanma hem de

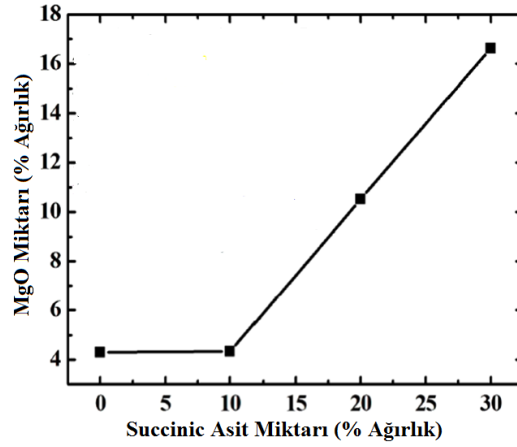
tanecik büyüklüğü FWHM değerini etkileyebilir (Williamson ve Hall 1953). FWHM'nin analizi ile örgüdeki mikro-zorlanma ve kristal büyüklüğü hakkında bilgi sahibi olunabilir. Çizelge 4.3'ten hem saf hem de katkılı numuneler için sinterleme sıcaklığı artarken FWHM değerinin azaldığı görülmektedir. Scherrer eşitliğine göre FWHM değeri tanecik büyüklüğü ile ters orantılıdır. Katkılı numunelerin FWHM değerleri saf numunelerinkinden daha büyüktür. Bu da sinterleme sıcaklığına bakılmaksızın katkılı numunelerdeki tanecik büyüklüğünün saf numuneninkilerden daha küçük olduğu anlamına gelmektedir.

Succinic asit katkılı ($C_4H_6O_4$) MgB_2 külçe numuneler katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilmiştir. Toplam MgB_2 miktarının ağırlıkça % 10, 20 ve 30'u kadar succinic asit ilave edilerek numuneler hazırlanmış ve MgO 'nun elektronik ve süperiletkenlik özelliklere etkileri araştırılmıştır. 900 °C'de 30 dakika sinterlenen katkısız ve succinic asit katkılı MgB_2 külçe numunelere ait x-ışını kırınım desenleri şekil 4.4'te gösterilmiştir.



Şekil 4.4 Saf ve succinic asit katkılı MgB_2 külçe numunelerin XRD desenleri

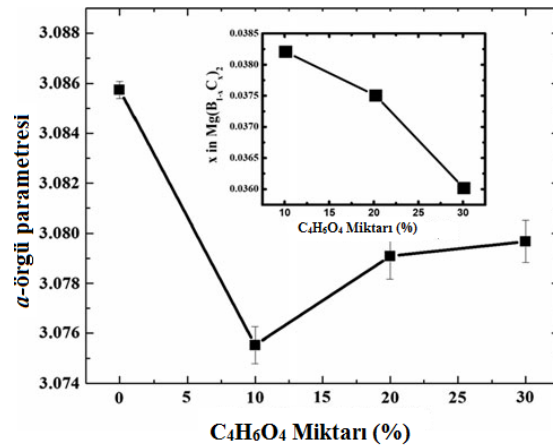
Saf ve succinic asit katkılı külçe numunelerin XRD desenleri analiz edildiğinde hegzagonal MgB_2 fazının oluştuğu ve az miktarda MgO safsızlığı bulunduğu görülmektedir. Şekil 4.5'te ise üretilen saf ve succinic asit katkılı numunelerdeki MgO miktarının (Rietveld arıtımı ile hesaplanan) artan katkılama miktarı ile arttığı görülmektedir.



Şekil 4.5 Saf ve succinic asit katkılı MgB_2 numunelerdeki MgO miktarı

Üretilen saf, % 10, 20 ve 30 succinic asit katkılı numuneler için hesaplanan MgO miktarları sırasıyla % 4,30, 4,33, 10,52 ve 16,63'tür. Kovac vd. düzgün dağılmış ve küçük boyutlardaki MgO'nun tanecikler arasındaki bağlantıyı geliştirmesinden dolayı MgB_2 tellere yararlı olduğunu rapor etmişlerdir (Kovac vd. 2004b). Ancak MgO miktarı çok olduğunda da akı perçinlemesi zayıflar. Çok miktardaki MgO yalıtkan çökeltirler olarak MgB_2 tanecikleri arasında kalır. Bu da numunenin etkin süperiletken yüzey kesit alanını küçültür ve bundan dolayı süperakımların akmasına engel olur.

Şekil 4.6'da $MgB_2 + C_4H_6O_4$ numunelerinin Rietveld arıtımı ile XRD verilerinden hesaplanan a -örgü parametresinin katkı miktarına göre değişimi gösterilmiştir.

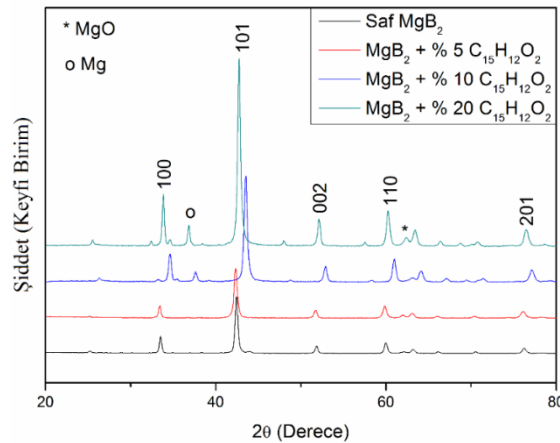


Şekil 4.6 Saf ve succinic asit katkılı numunelerin a - örgü parametresi. İçteki grafik ise succinic asit katkılı MgB_2 numunelerdeki gerçek C yerdeğiştirme miktarını (x) göstermektedir

Şekil 4.6'dan % 10 katkılı numunede α - örgü parametresinin keskin bir şekilde azaldığı görülmektedir. Ancak % 20 ve 30 katkılı numunelerde ise az miktarda artış gözlemlenmiştir. Örgü parametresindeki bu değişim C atomlarının, B atomlarının yerine geçmesinin bir sonucudur. Burada gözlemlenen ilginç bir nokta ise % 10 katkılı numunede eklenen C'nin tamamının B ile yer değiştirmiş olmasıdır. $C_4H_6O_4$ miktarı daha da arttırılmasına rağmen (% 20 ve 30) α - örgü parametresi sadece bir miktar değişmiştir. Bu nokta çok önemlidir. Çünkü MgB_2 'ye yapılacak olan katkılama miktarı sınırlıdır. Burada olduğu gibi C yer değiştirmesi için sadece % 10 succinic asit katkısı yeterlidir.

Avdeev vd. öngörüsüne göre succinic asit katkılı numunelerdeki C-yer değiştirme miktarını belirlemek için α - örgü parametresinin değerleri kullanılmıştır (Avdeev vd. 2003). Şekil 4.6'daki içteki grafikteki C yer değiştirme miktarı eşitlik 4.1 kullanılarak hesaplanabilir. Grafikten en yüksek C yer değiştirme miktarının % 10 katkılı numunede olduğu ve bu değerden sonra doyuma ulaştığı görülmektedir. Bu, kademeli olarak katkı miktarı arttırılmasına rağmen C yer değiştirmesi için % 10 katkı miktarının yeterli olacağı anlamına gelmektedir.

Phenyl (3-phenyloxiran-2-yl) methanone ($C_{15}H_{12}O_2$) katkılı MgB_2 külçe numuneler kimyasal karışım yöntemi ile üretilmiştir. Toplam MgB_2 miktarının ağırlıkça % 5, 10 ve 20'si kadar $C_{15}H_{12}O_2$ ilave edilerek numuneler hazırlanmıştır. Şekil 4.7'de saf ve $C_{15}H_{12}O_2$ katkılı MgB_2 külçe numunelerin x-ışını kırınım desenleri gösterilmiştir.



Şekil 4.7 Saf, % 5, 10 ve 20 $C_{15}H_{12}O_2$ katkılı MgB_2 külçe numunelerin x-ışını kırınım desenleri

Saf ve C₁₅H₁₂O₂ katkılı külçe numunelerin XRD desenleri analiz edildiğinde az miktarda MgO ve Mg fazı ile birlikte hegzagonal MgB₂ yapısının açıkça olduğu görülmektedir. Üretilen numunelerdeki MgO yüzdesi (F_{MgO}) eşitlik 4.2 ile hesaplanmıştır (Lee vd. 2010):

$$F_{MgO} (\%) = \frac{I_{MgO}}{I_{MgB_2}} * 100 \quad (4.2)$$

Saf, % 5, 10 ve 20 C₁₅H₁₂O₂ katkılı numuneler için F_{MgO} değerleri sırasıyla % 3, 4, 6 ve 12'dir. MgO miktarının özellikle düşük katkı miktarlarında yeterince düşük olduğu görülmektedir. Bu bulgular C₁₅H₁₂O₂'nin içerdiği düşük oksijen miktarı ve vakum altında yapılan ön ısıtım işlemi açısından değerlendirilebilir. XRD verilerinden hesaplanan örgü parametreleri çizelge 4.4'te verilmiştir.

Çizelge 4.4 Saf ve C₁₅H₁₂O₂ katkılı numunelerin FullProf programı ile hesaplanan örgü parametreleri

C ₁₅ H ₁₂ O ₂ Miktarı (%)	<i>a</i> (Å)	<i>c</i> (Å)
0	3,08297	3,52624
5	3,07961	3,52113
10	2,97074	3,45102
20	3,05759	3,49679

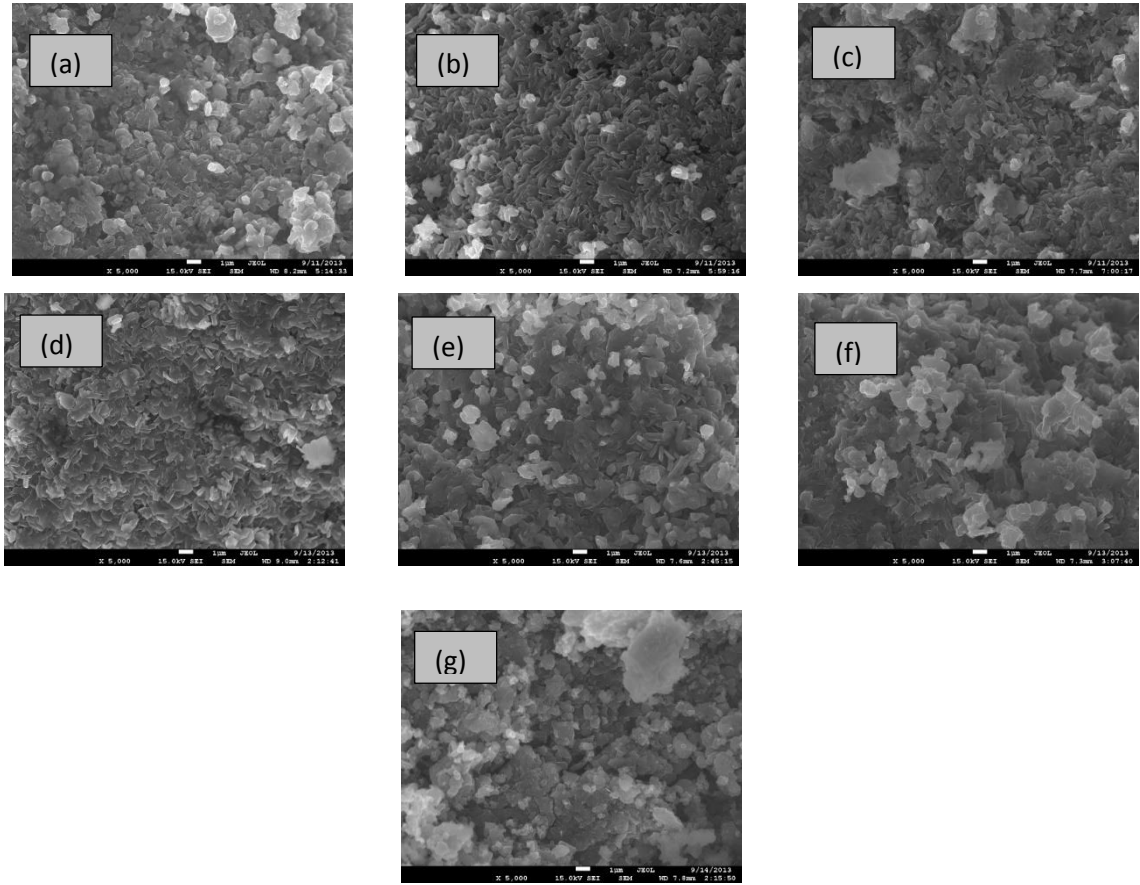
4.1.2 Taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizleri

Üretilen saf ve katkılı MgB₂ külçe numunelerin mikroyapıları, taramalı elektron mikroskobu görüntüleri ile detaylı bir şekilde incelenmiştir. Şekil 4.8 - 4.9'da katkisiz, hekzilbenzen ve phenyl methanone katkılı külçe numunelerin 5000 kez büyütülmesi sonucu elde edilen SEM görüntüleri görülmektedir.

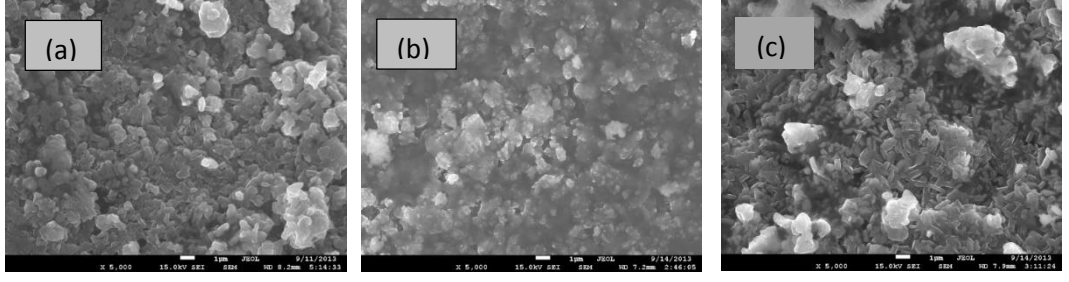
Şekil 4.8'de verilen saf ve hekzilbenzen katkılı numunelere ait SEM görüntüleri analiz edildiğinde MgB₂'nin karakteristik tanecikli yapısının üretilen numunelerin hepsinde olduğu ve ayrıca tüm numunelerin homojen olduğu gözlenmektedir. Ancak az miktarda

da olsa gözenekli yapı dikkati çekmektedir. SEM görüntülerinden parçacık büyüklüğünün 1 μm 'nin altında olduğu tahmin edilmektedir.

Şekil 4.9'da ise saf ve phenyl methanone katkılı külçe numunelere ait SEM görüntülerinden % 5 katkılı numunenin tanecikleri arasında çok küçük boşluklarla birlikte büyük kristal taneciklerinin olduğu açıkça görülmektedir. Diğer yandan % 10 katkılı numunede ise iğnemi bir tanecik yapısının olduğu gözlemlenmiştir. Reaksiyon sürecinin oldukça kritik ve başlangıç katkı miktarına tamamen bağlı olduğu bulunmuştur. Bu bulgular daha sonraki bölümlerde üzerinde durulacak olan hem termal hem de manyetik ölçüm sonuçları ile de büyük bir uyum içindedir. Termal ölçümlerden % 5 katkılı numunenin katı - katı reaksiyon sıcaklığının daha düşük olduğu ve bunun sonucunda MgB_2 oluşumunun daha erken başladığı gözlemlenmiştir. Ancak % 10 katkılı numunede ise katı - katı reaksiyon sıcaklığında bir artış olduğu ve bunun sonucunda Mg ve B arasındaki reaksiyonun geciktiği görülmektedir.



Şekil 4.8 5000 kez büyütmedeki a. katkısız, b. 1HB, c. 2HB, d. 3HB, e. 4HB, f. 5HB, g. 6HB numunelerine ait SEM görüntüleri

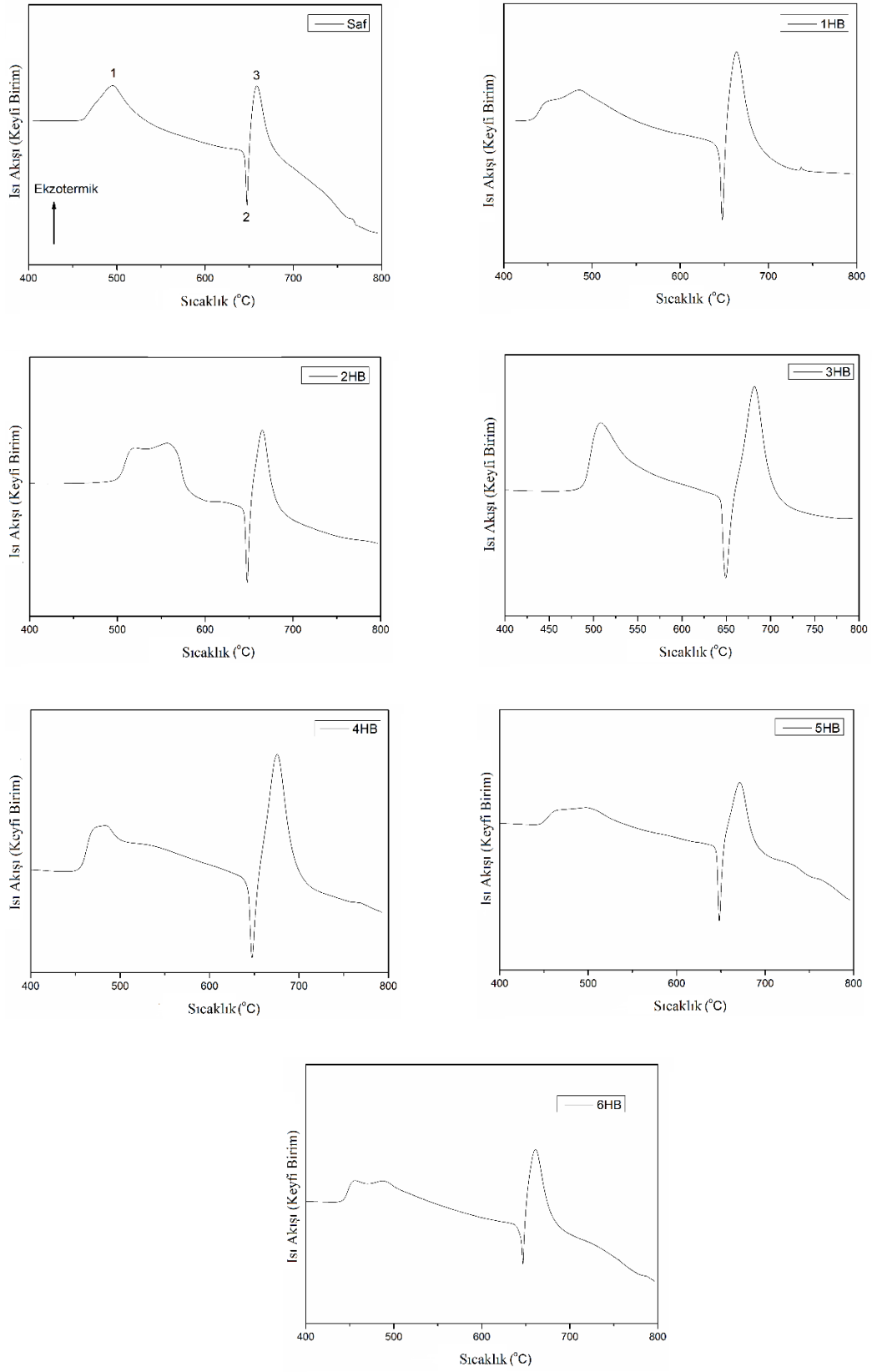


Şekil 4.9 a. Saf, b. % 5, c. % 10 phenyl methanone katkılı MgB_2 külçe numunelerin SEM fotoğrafları

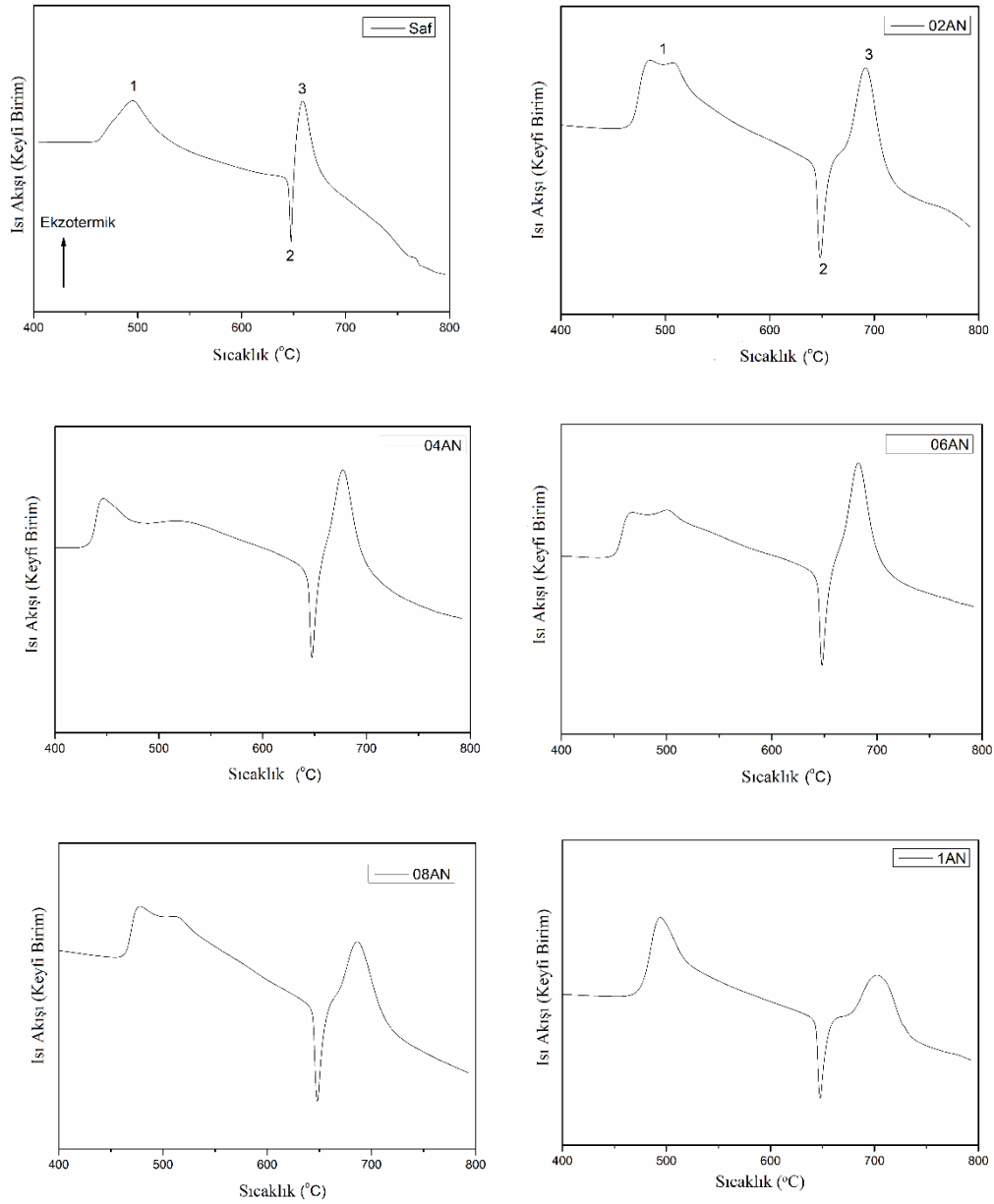
4.1.3 Termal analizler

Üretilen saf, hekzilbenzen, anilin ve phenyl methanone katkılı külçe numunelerin uygun ısı işlem sıcaklık aralığını belirlemek için diferansiyel taramalı kalorimetri (DTK) ölçümleri alınmıştır. Bu ölçüm sonuçları şekil 4.10 - 4.12’de gösterilmiştir.

Şekil 4.10 - 4.11’deki hekzilbenzen ve anilin katkılı külçe numunelere ait grafikler analiz edildiğinde, tüm ölçüm sonuçlarında 2 adet ekzotermik ve 1 adet endotermik pik gözlemlenmektedir. İlk ekzotermik pik Mg (katı) – B (katı) etkileşmesini işaret etmektedir. İlk MgB_2 oluşumu bu sıcaklık değerinde başlamaktadır. Çizelge 4.5 - 4.6’da hekzilbenzen ve anilin katkılı numunelere ait katı – katı etkileşme başlangıç sıcaklıkları (T_b) verilmiştir. Ölçümlerdeki endotermik pikler ise 647 ile 651 °C aralığında değişmektedir. Bu pik stokiometrik karışımdaki Mg’nin erime sıcaklığıdır. Grafiklerdeki 2. ekzotermik pik ise Mg (sıvı) + B (katı) etkileşmesi sonucu MgB_2 oluşumunu işaret etmektedir. Bu sıcaklık değerleri (T_p) de çizelge 4.5 - 4.6’da verilmiştir. Grafiklerden ölçümlerin alındığı 800 °C’ye kadar MgB_2 oluşumunun hala devam ettiği görülmektedir.



Şekil 4.10 Saf ve hekzilbenzen katkılı MgB_2 külçe numunelerin DTK eğrileri



Şekil 4.11 Saf ve anilin katkılı MgB_2 külçe numunelerin DTK eğrileri

Termal açıdan bakıldığında hekzilbenzen ve anilin katkılanması ile üretilen numunelerin, katı – katı etkileşme sıcaklıklarını oldukça düşük sıcaklıklara çektikleri görülmektedir. Pik sıcaklıklarında meydana gelen dalgalanma ise termogravimetri ölçümleri incelendiğinde katkı oranına bağlı olarak kütle kaybı sonrası belirli sıcaklıklarda Mg'nin oksitlenmesi ile ilgili olup, bu olaya eşlik eden ekzotermik olayında bu durum içerisine karışması sonucu değişiklikler ortaya çıkarmaktadır. Ayrıca çizelge 4.6'dan da görüldüğü gibi % 0,4 anilin katkılı numunede bol miktarda Mg'nin reaksiyona girmemesinden

dolayı katı – katı etkileşme sıcaklığının diğer katkılı malzemelere göre daha fazla düştüğü görülmektedir.

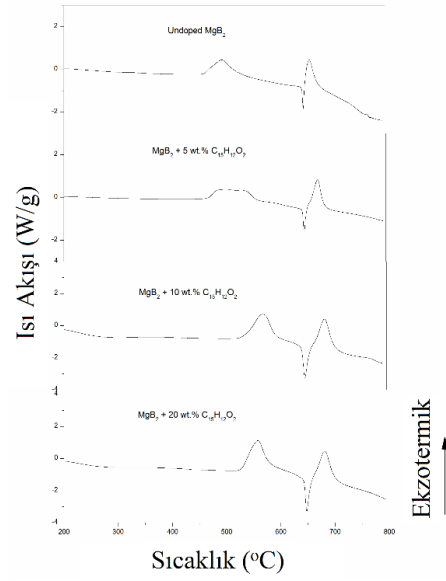
Çizelge 4.5 Üretilen saf ve hekzilbenzen katkılı numunelere ait termal parametreler

Numune ismi	T_b (°C)	T_p (°C)
Saf	491,6	532
2HB	483,5	508,6
3HB	467,4	505,3
4HB	448	481,9
5HB	448,8	505,3
6HB	444	467,4

Çizelge 4.6 Üretilen anilin katkılı numunelere ait termal parametreler

Numune ismi	T_b (°C)	T_p (°C)
02AN	459,32	498,87
04AN	418,97	446,41
06AN	436,72	484,34
08AN	454,48	505,32
1AN	453,67	494,03

Phenyl methanone katkılı MgB_2 külçe numunelere ait DTK eğrileri şekil 4.12’de gösterilmektedir. Bu eğrilerde de tıpkı anilin ve hekzilbenzen katkılı numunelerde olduğu gibi bir endotermik pik ve iki ekzotermik pik vardır. Katı - katı reaksiyonunun başlangıç sıcaklıkları (T_b) ve ilk ekzotermik pikin pik sıcaklıkları (T_{p1}) çizelge 4.7’de verilmiştir. Diğer yandan endotermik pikin pik sıcaklıkları 646,8 ve 648,2 °C arasında değişmektedir. Bu pikler magnezyumun erime sıcaklıklarına (T_m) karşılık gelmektedir. İkinci ekzotermik pik ise sıvı Mg ve katı B arasındaki sıvı - katı reaksiyonunu işaret etmektedir. Bu pik için sıcaklık değerleri de çizelge 4.7’de gösterilmiştir. Şekil 4.12’de ölçümlerin alındığı 800 °C’ye kadar MgB_2 oluşumunun hala devam ettiği görülmektedir.



Şekil 4.12 Saf ve $C_{15}H_{12}O_2$ katkılı MgB_2 külçe numunelere ait DTK eğrileri

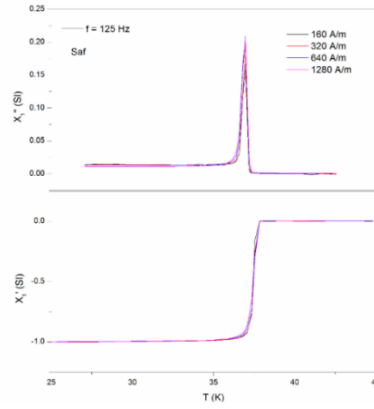
Çizelge 4.7 Saf ve $C_{15}H_{12}O_2$ katkılı MgB_2 numunelerin termal analizlerinden elde edilen sonuçlar

$C_{15}H_{12}O_2$ Miktarı (%)	T_b (°C)	T_{p1} (°C)	T_{p2} (°C)	T_m (°C)
0	471,2	516,6	670	646,8
5	459,3	511,8	673,2	648,2
10	520,7	569,9	668,4	647,4
20	515,5	557,5	680,4	647,6

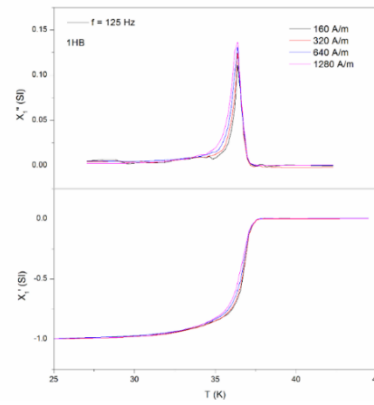
4.1.4 AC alınganlık ölçümleri

Şekil 4.13 – 4.26’da üretilen katkısız, hekzilbenzen, anilin ve phenyl methanone katkılı numunelerin temel harmonik alınganlığının sıcaklığa göre değişimleri gösterilmektedir. Bu ölçümlerde ac manyetik alan $H_{ac} = 160, 320, 640$ ve 1280 A/m ve frekans $f = 125$ Hz seçilmiştir. Numunelere ait alınganlık değerlerinin maksimum ve minimum değerleri belirlendikten sonra $[0, -1]$ aralığına normalize edilerek grafikler elde edilmiştir. Temel harmonik alınganlığın iki bileşeni vardır. Bunlar, χ_1' (faz – içi bileşen) ve χ_1'' (faz – dışı

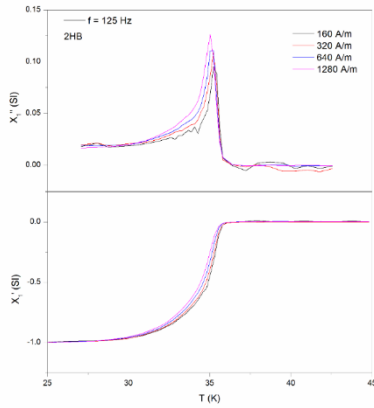
bileşen) olarak bilinmektedir. Eğrilerde alınganlığın hem faz – içi hem de faz – dışı bileşenleri gösterilmiştir.



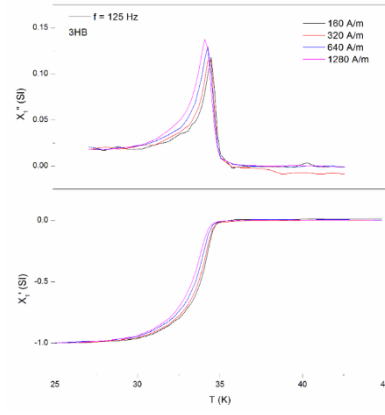
Şekil 4.13 Saf MgB_2 numunesine ait temel harmonik alınganlığının faz–içi ve faz–dışı bileşenlerinin farklı ac alan genliklerinde sıcaklığa bağlı olarak değişimi



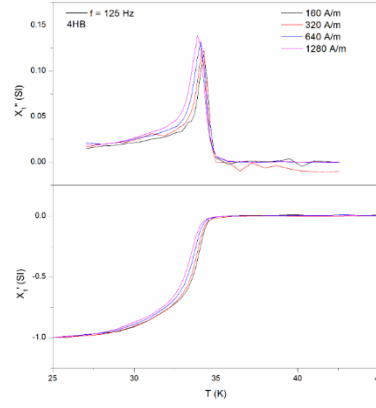
Şekil 4.14 % 1 mol $\text{C}_{12}\text{H}_{18}$ katkılı MgB_2 numunesine ait temel harmonik alınganlığının faz–içi ve faz–dışı bileşenlerinin farklı ac alan genliklerinde sıcaklığa bağlı olarak değişimi



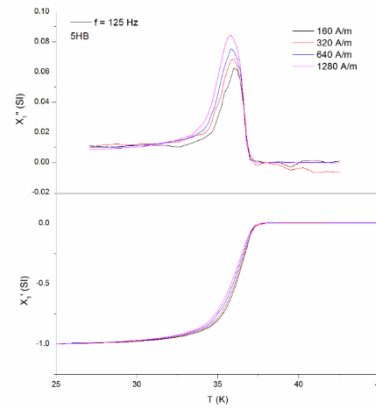
Şekil 4.15 % 2 mol $\text{C}_{12}\text{H}_{18}$ katkılı MgB_2 numunesine ait temel harmonik alınganlığının faz–içi ve faz–dışı bileşenlerinin farklı ac alan genliklerinde sıcaklığa bağlı olarak değişimi



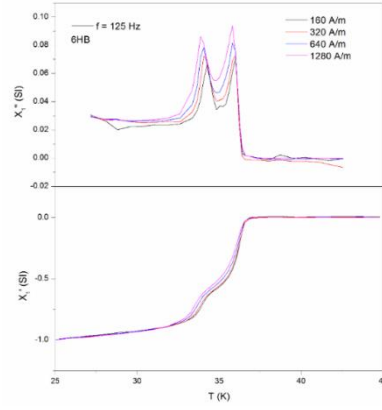
Şekil 4.16 % 3 mol $C_{12}H_{18}$ katkılı MgB_2 numunesine ait temel harmonik alınganlığının faz-ıçı ve faz-dışı bileşenlerinin farklı ac alan genliklerinde sıcaklığa bağlı olarak değişimi



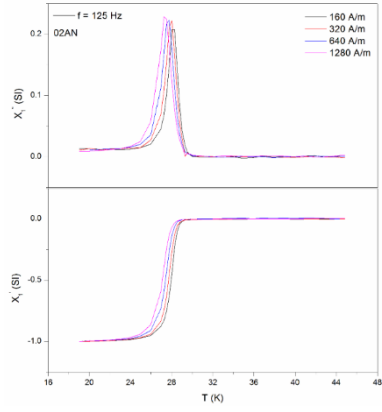
Şekil 4.17 % 4 mol $C_{12}H_{18}$ katkılı MgB_2 numunesine ait temel harmonik alınganlığının faz-ıçı ve faz-dışı bileşenlerinin farklı ac alan genliklerinde sıcaklığa bağlı olarak değişimi



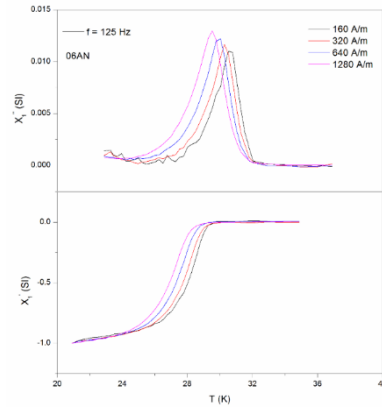
Şekil 4.18 % 5 mol $C_{12}H_{18}$ katkılı MgB_2 numunesine ait temel harmonik alınganlığının faz-ıçı ve faz-dışı bileşenlerinin farklı ac alan genliklerinde sıcaklığa bağlı olarak değişimi



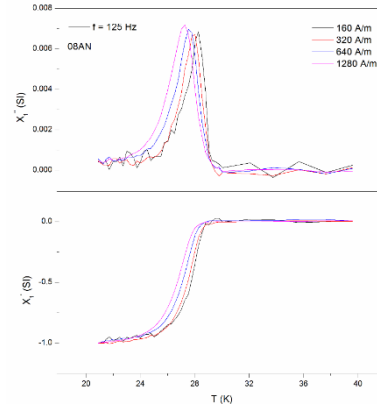
Şekil 4.19 % 6 mol $C_{12}H_{18}$ katkılı MgB_2 numunesine ait temel harmonik alınganlığının faz-ıçı ve faz-dışı bileşenlerinin farklı ac alan genliklerinde sıcaklığa bağlı olarak değişimi



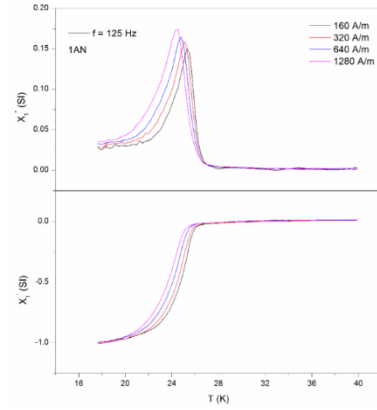
Şekil 4.20 % 0,2 mol $C_6H_5NH_2$ katkılı MgB_2 numunesine ait temel harmonik alınganlığının faz-ıçı ve faz-dışı bileşenlerinin farklı ac alan genliklerinde sıcaklığa bağlı olarak değişimi



Şekil 4.21 % 0,6 mol $C_6H_5NH_2$ katkılı MgB_2 numunesine ait temel harmonik alınganlığının faz-ıçı ve faz-dışı bileşenlerinin farklı ac alan genliklerinde sıcaklığa bağlı olarak değişimi



Şekil 4.22 % 0,8 mol $C_6H_5NH_2$ katkılı MgB_2 numunesine ait temel harmonik alınganlığının faz-İçi ve faz-dışı bileşenlerinin farklı ac alan genliklerinde sıcaklığa bağılı olarak değışimi



Şekil 4.23 % 1 mol $C_6H_5NH_2$ katkılı MgB_2 numunesine ait temel harmonik alınganlığının faz-İçi ve faz-dışı bileşenlerinin farklı ac alan genliklerinde sıcaklığa bağılı olarak değışimi

Üretilen katkısız, $C_{12}H_{18}$, $C_6H_5NH_2$ ve $C_{15}H_{12}O_2$ katkılı numunelerin süperiletkenliğe geçiş sıcaklıkları (T_c) ac alınganlık ölçümlerinden belirlenmiştir. Bu değıerler çizelge 4.8 – 4.10’da verilmiştir. Saf numunenin ac alınganlık eğrisi incelendiğinde 37,8 K’de keskin bir süperiletken geçişe sahip olduğı görölmektedir. Katkılı numunelerde ise geçişin yayvanlaştığı gözlemlenmiştir.

Ayrıca % 6 mol $C_{12}H_{18}$ katkılı numuneye ait ac alınganlık grafiğı analiz edildiğinde faz-İçi bileşenin T_c ’nin hemen altındaki sıcaklıklarda iki farklı eğimle düşüş sergilediğı görölmektedir. Birinci keskin düşüş, süperiletken içindeki taneciklerin öncelikle süperiletken olmaya başlamasının bir işareti olarak kabul edilmektedir. Eğimin daha az keskin olarak azaldığı diğere düşüş ise, taneden taneye süperiletken akımların akmaya başladığının bir göstergesi olarak nitelendirilir.

Ayrıca katkısız numunede herhangi bir alan bağımlılığı gözlenmezken, anilin katkılı numunelerde alanın artması ile geçiş sıcaklığı da azalmaktadır. % 0,4 mol anilin katkılı numunede ise herhangi bir geçiş gözlemlenmemiştir. Bu nedenle bu numune birkaç kez daha üretilerek ac alınganlık ölçümleri tekrarlanmış ve her defasında aynı durumla karşılaşmıştır.

Çizelge 4.8 Saf ve C₁₂H₁₈ katkılı numunelerin süperiletkenliğe geçiş sıcaklıkları

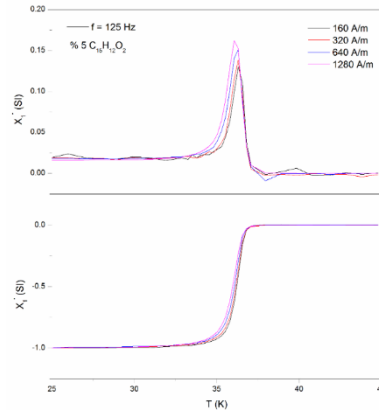
C ₁₂ H ₁₈ miktarı (% mol)	T _c (K)
0	37,89
1	37,67
2	36,05
3	35,05
4	34,99
5	37,44
6	36,94

Çizelge 4.9 Saf ve C₆H₅NH₂ katkılı numunelerin süperiletkenliğe geçiş sıcaklıkları

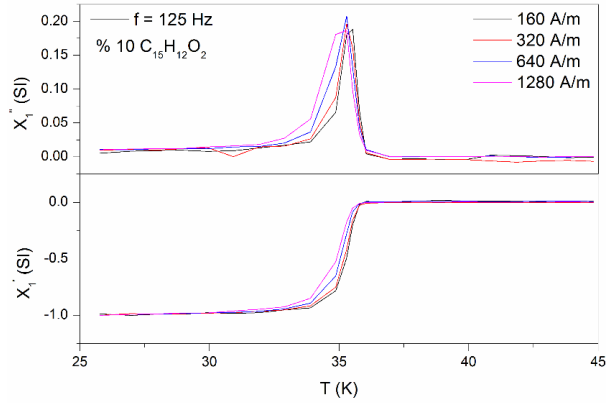
C ₆ H ₅ NH ₂ miktarı (% mol)	T _c (K)
0	37,89
0,2	29,21
0,4	-
0,6	29,04
0,8	28,88
1	27,89

C₁₅H₁₂O₂ katkılı numunelerin T_c değeri şekil 4.24 – 4.26’den da görüldüğü gibi katkı miktarının % 5’ten % 20’ye artması sonucunda kademeli olarak azalmaktadır. Kritik sıcaklıktaki bu tedrici düşüş genellikle C atomlarının B atomları ile olası yerdeğiştirilmesi ile açıklanmaktadır. Ancak yüksek katkı miktarlarında T_c’deki bu azalmanın x-ışını kırınım analizlerinden de görüldüğü gibi reaksiyona girmeyen Mg’den kaynaklandığı

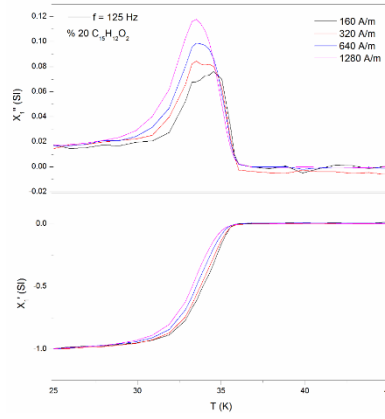
düşünülmektedir. % 10 katkılı numunenin örgü parametrelerindeki dikkate değer azalmanın da reaksiyona girmeyen Mg'den kaynaklandığı düşünülmektedir. Bazı C- katkılı MgB_2 numunelerde a - örgü parametresindeki azalmanın zorlanma etkileri ve Mg eksikliğinden kaynaklandığı rapor edilmiştir (Wang vd. 2010). Özellikle C- katkılama durumunda sadece a - örgü parametresinde bir azalma beklenirken, $\text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{O}_2$ katkılı numunelerde her iki parametrenin de azaldığı görülmektedir.



Şekil 4.24 % 5 $\text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{O}_2$ katkılı MgB_2 numunesine ait temel harmonik alınganlığının faz-İçi ve faz-dışı bileşenlerinin farklı ac alan genliklerinde sıcaklığa bağılı olarak değışimi



Şekil 4.25 % 10 $\text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{O}_2$ katkılı MgB_2 numunesine ait temel harmonik alınganlığının faz-İçi ve faz-dışı bileşenlerinin farklı ac alan genliklerinde sıcaklığa bağılı olarak değışimi



Şekil 4.26 % 20 $C_{15}H_{12}O_2$ katkılı MgB_2 numunesine ait temel harmonik alınganlığının faz-İçi ve faz-dışı bileşenlerinin farklı ac alan genliklerinde sıcaklığa bağılı olarak değışimi

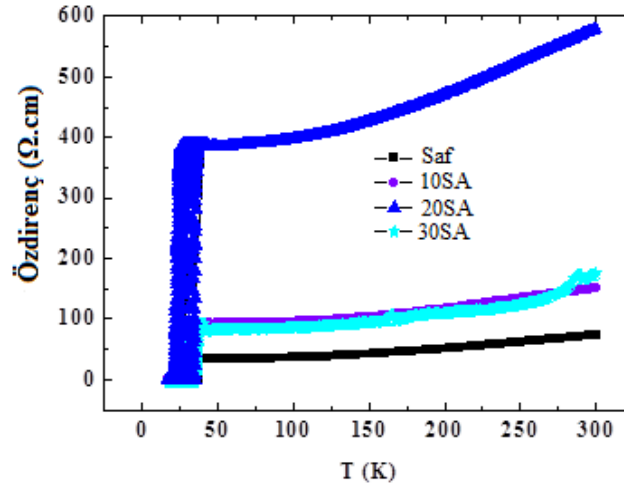
Çizelge 4.10'da saf, % 5, 10 ve 20 $C_{15}H_{12}O_2$ katkılı MgB_2 numunelerin kritik sıcaklıkları gösterilmiştir.

Çizelge 4.10 Saf ve $C_{15}H_{12}O_2$ katkılı numuneler için elde edilen kritik sıcaklık (T_c) değeri

$C_{15}H_{12}O_2$ Miktarı (%)	T_c (K)
0	37,8
5	37,1
10	35,9
20	35,7

4.1.5 Direnç ölçümleri

Üretilen saf ve succinic asit katkılı numunelerdeki MgO parçacıklarının olumlu veya olumsuz etkilerini daha iyi anlayabilmek için bu numunelerin öz direnç ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Sonuçlar şekil 4.27'de verilmektedir.



Şekil 4.27 Saf ve succinic asit katkılı numunelerin özdirençlerinin sıcaklık bağımlılığı

Çizelge 4.11’de 900 °C’de 30 dakika sinterlenen saf ve succinic asit katkılı MgB_2 külçe numunelere ait direnç ölçümlerinden elde edilen bazı veriler bulunmaktadır.

Çizelge 4.11 Saf ve succinic asit katkılı MgB_2 numunelerin direnç ölçümlerinden elde edilen veriler

$\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4$ Miktarı (%)	T_c (K)	ρ_{40} ($\Omega\cdot\text{cm}$)	ρ_{300} ($\Omega\cdot\text{cm}$)	AÖÖ (ρ_{300}/ρ_{40})
0	37,11	34,5	73,5	2,13
10	35,45	91,8	151,2	1,65
20	34,06	92,7	154,4	1,66
30	33,45	81,1	156,4	1,93

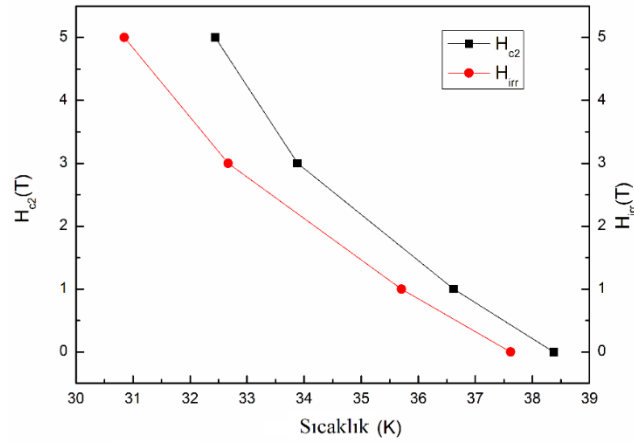
Çizelgedeki değerlerden de anlaşılacağı gibi katkı miktarı artarken, 40 ve 300 K’deki özdirenç değerleri de artmaktadır. Özellikle 300 K’deki daha düşük bir özdirenç değeri tanecikler arası bağlantının iyi olduğunun işaretidir. Bu durum aktif özdirenç oranı (AÖÖ) değerleri incelendiğinde daha iyi anlaşılmaktadır. Katkı miktarı artarken AÖÖ değerleri 2,13’ten 1,65’e kadar azalmaktadır. Veriler, katkı miktarı arttırıldığında $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4$ katkılı numunelerin parçacıkları arasındaki bağıllık etkilerini açıklayabilmektedir. MgO miktarının artması hem tanecik-içi hem de tanecikler-arası bağlantının kötüleşmesine yol

açmaktadır. Bu nedenle daha sonraki bölümlerde üzerinde durulacağı gibi hem düşük hem de yüksek manyetik alanlarda J_c 'de büyük farklılıklar göze çarpmaktadır.

4.1.6 Üst kritik alan (H_{c2}) ve tersinmezlik alanının (H_{irr}) belirlenmesi

Üretilen % 1 mol hekzilbenzen, silikon yağı ve succinic asit katkılı numunelere ait üst kritik alan (H_{c2}) ve tersinmezlik alanı (H_{irr}) değerleri $R - T$ eğrisinin alan bağımlılığından hesaplanmıştır. Hesaplama yapılırken normal durum öz direncinin sırasıyla % 90 ve % 10'luk kriteri kullanılmıştır.

% 1 mol $C_{12}H_{18}$ katkılı numunenin $H_{c2}(T)$ ve $H_{irr}(T)$ 'nin değişimleri sıcaklığın fonksiyonu olarak şekil 4.28'de gösterilmiştir.



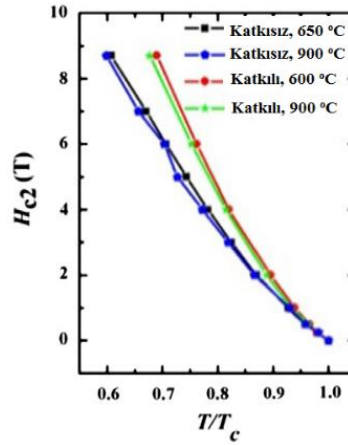
Şekil 4.28 % 1 mol $C_{12}H_{18}$ katkılı numune için üst kritik alan ve tersinmezlik alanının sıcaklık bağımlılığı

Grafik analiz edildiğinde karbon katkılmasının bir sonucu olarak H_{c2} ve H_{irr} değerlerinde bir iyileşme söz konusudur. Üst kritik alan (H_{c2}) ile eş-uyum uzunluğu (ξ) arasında eşitlik 4.3'deki gibi bir bağıntı bulunduğu bilinmektedir (Zhang vd. 2009).

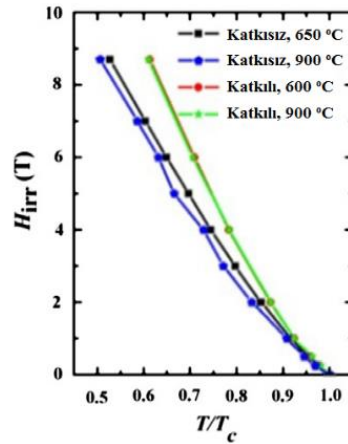
$$H_{c2} = \frac{\Phi_0}{2\pi\mu_0\xi^2} \quad (4.3)$$

Burada ξ eş-uyum uzunluğunu, Φ_0 süperiletken akı kuantumunu ve μ_0 'da manyetik geçirgenliği ifade etmektedir. Bu bağıntı eş-uyum uzunluğu azalırken üst kritik alanın artacağını ifade etmektedir. Eş-uyum uzunluğu, ortalama serbest yol ile arttığından dolayı ortalama serbest yolu etkileyen tüm faktörler üst kritik alanı değiştirecektir. Bu nedenle % 1 mol $C_{12}H_{18}$ katkılı numunede örgü bozuklukları ve C atomlarının B atomları yerdeğiştirmesinden kaynaklanan saçılmalardan dolayı ortalama serbest yol azalacaktır. Ortalama serbest yolun azalması ise üst kritik alanın artmasına sebep olacaktır.

Katkısız ve Si-yağı katkılı numunelerin üst kritik alan (H_{c2}) ve tersinmezlik alanının (H_{irr}) sıcaklık bağımlılıkları şekil 4.29 - 4.30'da gösterilmiştir.



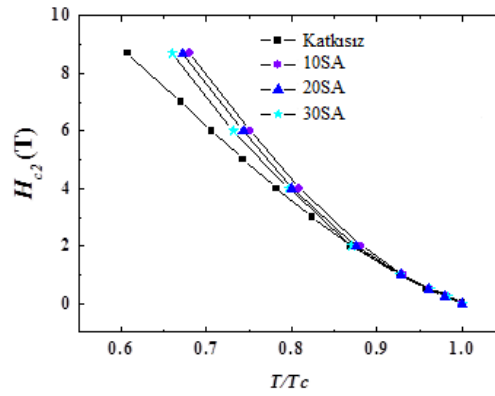
Şekil 4.29 Katkısız ve Si-yağı katkılı MgB_2 numunelerin üst kritik alanının normalize sıcaklık bağımlılığı



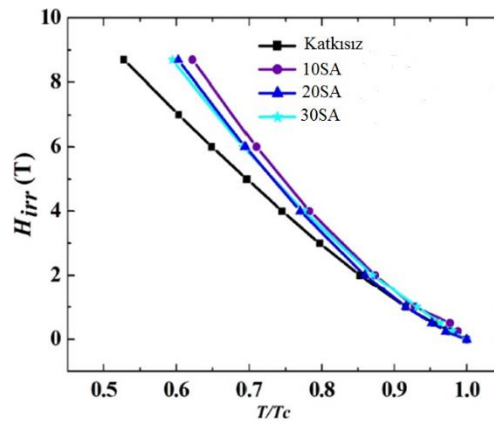
Şekil 4.30 Katkısız ve Si-yağı katkılı MgB_2 numunelerin tersinmezlik alanının normalize sıcaklık bağımlılığı

Silikon yağı katkılı MgB_2 numunelerin dH_{c2}/dT ve dH_{irr}/dT değerleri saf MgB_2 numuneninkinden daha hızlı artmaktadır. Ayrıca bu değerler sinterleme sıcaklığından hemen hemen bağımsızdır. H_{c2} 'deki bir iyileşmenin hem band-ıçi hem de band-arası saçılmanın iyileşmesinin işareti olduğu iyi bilinmektedir. Bu durum C atomlarının B atomlarının yerine geçmesinden kaynaklanır. 600 °C'de sinterlenen numune ile 900 °C'de sinterlenen numunenin hemen hemen aynı H_{irr} değerlerine sahip olduğu görülmektedir. Buradan şu şekilde bir sonuç çıkarılabilir: düşük bir sinterleme sıcaklığı akı perçinlemesini iyileştirmede daha etkilidir.

900 °C'de 30 dakika sinterlenen $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4$ katkılı ve saf MgB_2 numunelerin normalize H_{c2} ve H_{irr} 'nin sıcaklık bağımlılığı şekil 4.31 - 4.32'de gösterilmiştir.



Şekil 4.31 Saf, % 10, 20 ve 30 succinic asit katkılı MgB_2 numunelerin üst kritik alanının (H_{c2}) sıcaklık bağı değişim eğrisi

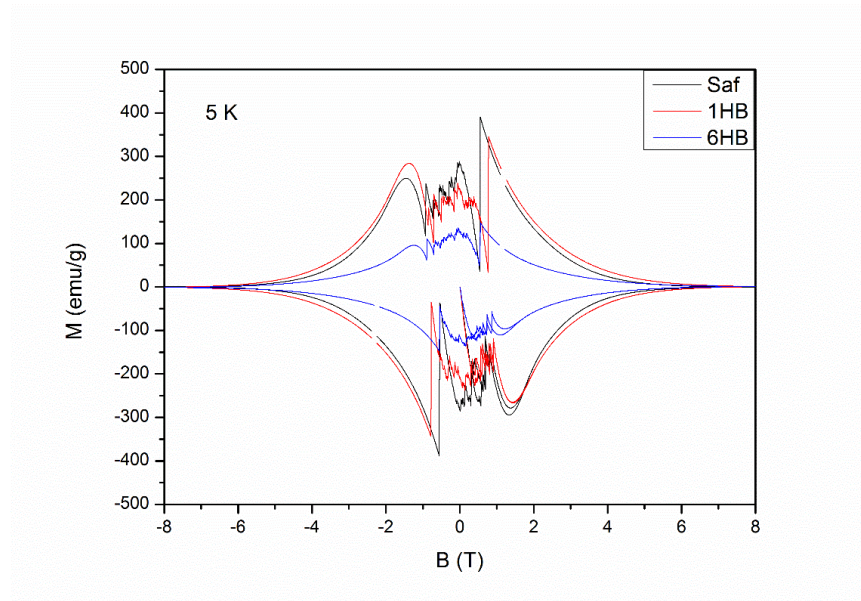


Şekil 4.32 Saf, % 10, 20 ve 30 succinic asit katkılı MgB_2 numunelerin tersinmezlik alanının (H_{irr}) sıcaklık bağı değişim eğrisi

En yüksek H_{c2} ve H_{irr} değerleri % 10 succinic asit katkılı numunede elde edilmiştir. Çünkü % 10 katkılı numune için dH_{c2}/dT 'nin eğimi hem % 20 hem de % 30 katkılı numunelerin eğimleri ile karşılaştırıldığında daha büyüktür. % 20 ve 30 succinic asit katkılı numunelerde yüksek MgO miktarından kaynaklanan zayıf tanecikler-arası ve tanecik-içi bağlantıdan dolayı H_{c2} ve H_{irr} değerleri azalmaktadır.

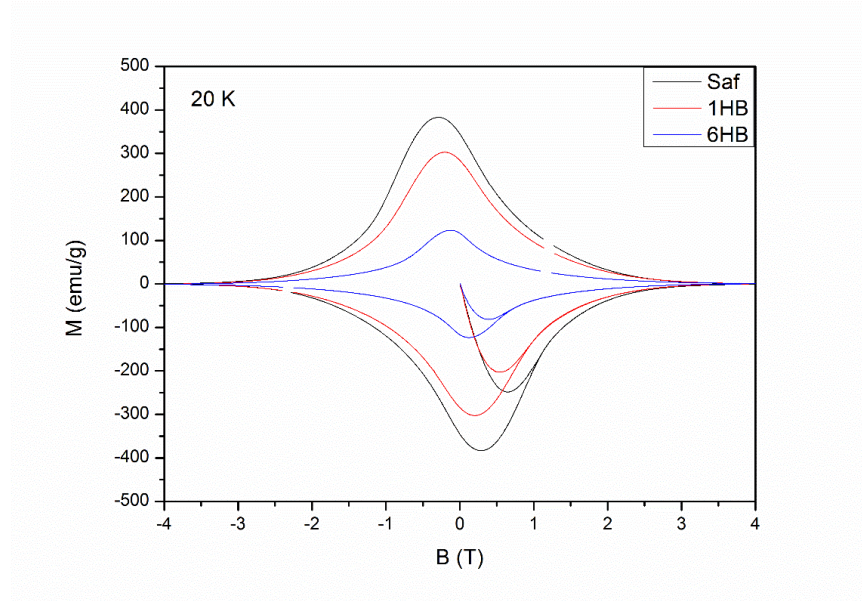
4.1.7 M - H ölçümleri

Şekil 4.33 – 4.35'te saf, % 1 mol $C_{12}H_{18}$ ve % 6 mol $C_{12}H_{18}$ katkılı numunelere ait M - H grafikleri gösterilmiştir. Ölçümler 50 Oe/s tarama hızı ile 8 T'ya kadar değişen manyetik alanlarda 5, 20 ve 30 K'de gerçekleştirilmiştir. Mıknatıslanma değişimi alanın bir fonksiyonu olarak elde edilmiştir.

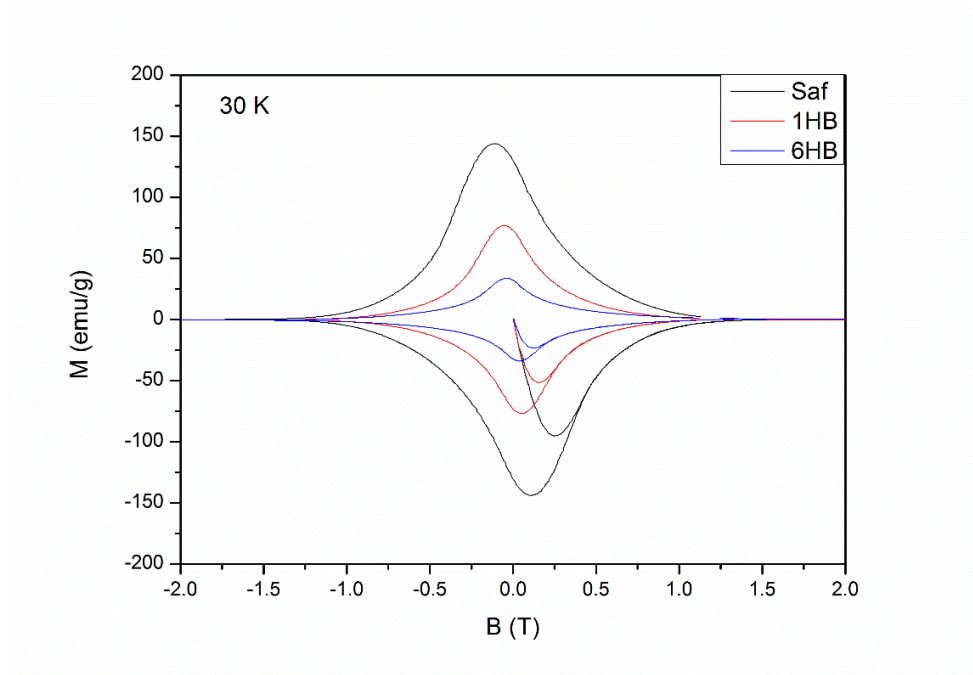


Şekil 4.33 Saf, % 1 mol $C_{12}H_{18}$ ve % 6 mol $C_{12}H_{18}$ katkılı MgB_2 külçe numunelerde mıknatıslanmanın $T = 5$ K'de alana bağlı değişimi

5 K'de alınan ölçümlerden görülebildiği gibi mıknatıslanmada meydana gelen keskin düşüşler akı sıçraması olarak adlandıracağımız bir fiziksel durumu göstermektedir. Manyetik alanın süpürme hızı daha yavaş olduğunda numuneye giren manyetik akı çizgileri daha yavaş dengeye gelerek perçinleme merkezlerinde sabitleneceği için akı sıçraması oluşma olasılığını azaltması beklenmektedir.



Şekil 4.34 Saf, % 1 mol $C_{12}H_{18}$ ve % 6 mol $C_{12}H_{18}$ katkılı MgB_2 külçe numunelerde mıknatıslanmanın $T = 20$ K’de alana bağlı değişimi



Şekil 4.35 Saf, % 1 mol $C_{12}H_{18}$ ve % 6 mol $C_{12}H_{18}$ katkılı MgB_2 külçe numunelerde mıknatıslanmanın $T = 30$ K’de alana bağlı değişimi

Saf ve hekzilbenzen katkılı numunelere ait M - H eğrileri incelendiğinde tip-II süperiletkenlerin karakteristik eğrileri görülmektedir. Sıcaklığın 5 K’den 30 K’e artması

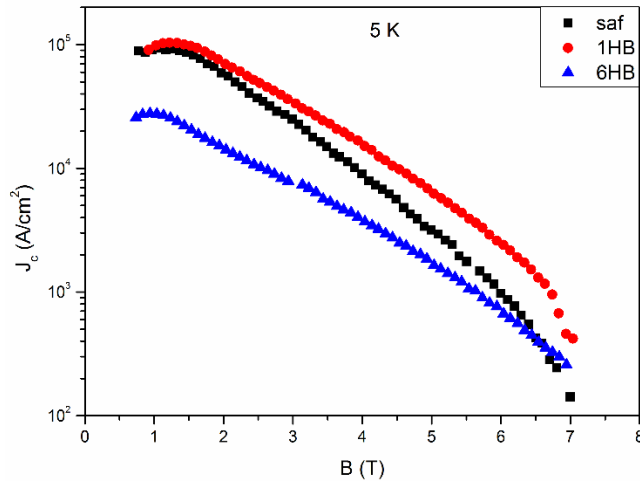
ile eğrilerin genişliğinde daralma olduğu görülmektedir. Bu daralmadan dolayı kritik akım yoğunluğunda da bir düşüş gözlenmektedir.

4.1.8 Kritik akım yoğunluğunun (J_c) belirlenmesi

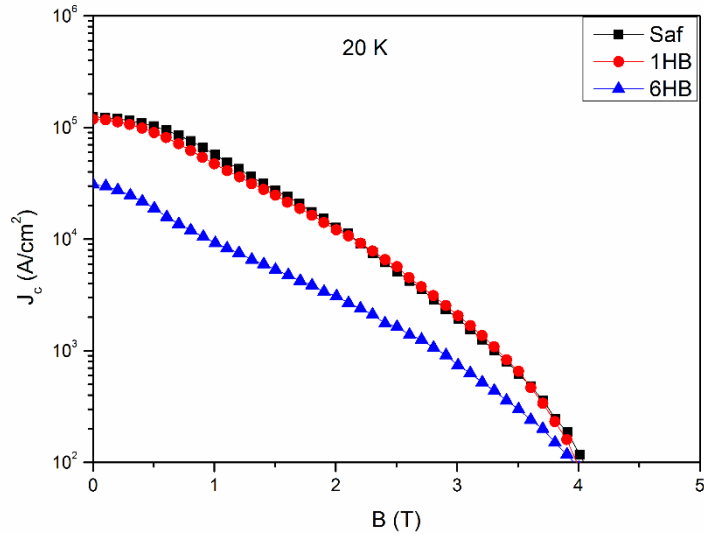
Saf, hekzilbenzen, silikon yağı, succinic asit ve phenyl methanone katkılı MgB_2 külçe numunelerin manyetik kritik akım yoğunlukları Bean kritik durum modeli (Bean 1964) kullanılarak 4.4 bağıntısından belirlenmiştir.

$$J_c = \frac{20 \Delta M}{a \left(1 - \frac{a}{3b}\right)} \quad (4.4)$$

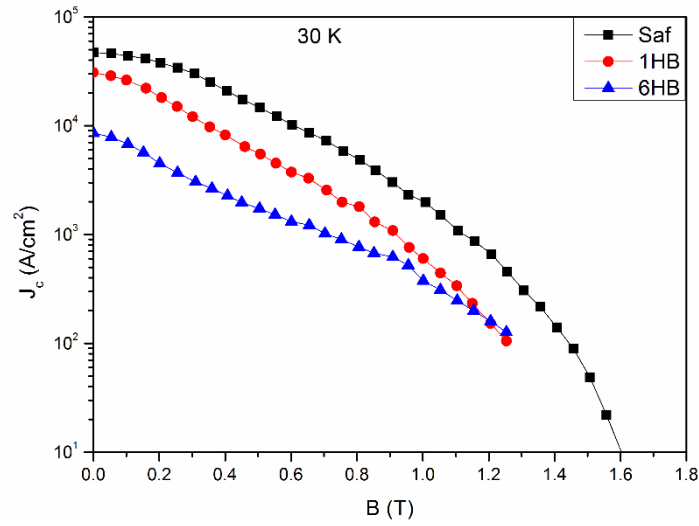
Burada ΔM birim hacimdeki mıknatıslanmayı, a ve b ise numune boyutlarını ifade etmektedir. Saf ve hekzilbenzen katkılı numunelerin kritik akım yoğunlukları $T = 5, 20$ ve 30 K için hesaplanmış ve sonuçlar şekil 4.36 - 4.38'de gösterilmiştir.



Şekil 4.36 Saf, % 1 mol ve % 6 mol hekzilbenzen katkılı MgB_2 numunelerin $T = 5$ K'de hesaplanan kritik akım yoğunluğunun alana bağlı değişimi



Şekil 4.37 Saf, % 1 mol ve % 6 mol $C_{12}H_{18}$ katkılı MgB_2 numunelerin $T = 20$ K’de hesaplanan kritik akım yoğunluğunun alana bağlı değişimi



Şekil 4.38 Saf, % 1 mol ve % 6 mol $C_{12}H_{18}$ katkılı MgB_2 numunelerin $T = 30$ K’de hesaplanan kritik akım yoğunluğunun alana bağlı değişimi

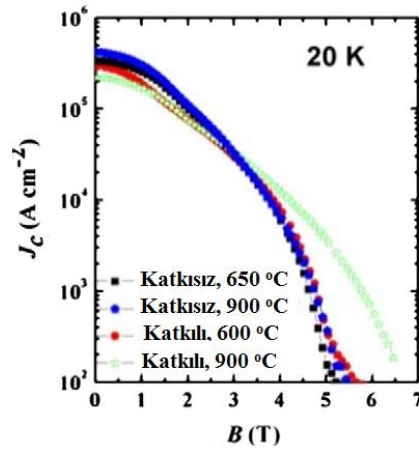
Saf ve hekzilbenzen katkılı numunelere ait eğriler incelendiğinde öz alandaki J_c değerlerinin numunelerdeki C miktarının artmasıyla azaldığı görülmektedir. Bu durum katkılı numunelerde daha büyük örgü bozuklukları, MgO gibi safsızlık fazlarının daha fazla olması ve tanecik sınırlarında reaksiyona girmeyen C atomlarının bulunması ile açıklanabilir. Ancak 5 K’deki ölçümlerde % 1 mol katkılı numunenin J_c değerinin 2,5 T’den daha büyük alanlarda katkısız numuneninki ile karşılaştırıldığında iyileştiği

görülmektedir. Saf ve hekzilbenzen katkılı numunelerin $T = 5, 20$ ve 30 K'de J_c değerleri çizelge 4.12'de gösterilmiştir.

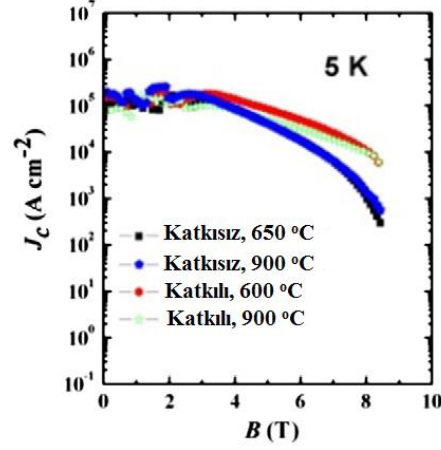
Çizelge 4.12 Saf ve hekzilbenzen katkılı numunelerin $T = 5, 20$ ve 30 K'de hesaplanan J_c değerleri

Numune İsmi	Sıcaklık (K)	B (T)	J_c (A/cm ²)
Saf	5	7	$1,4 \times 10^2$
1HB	5	7	$4,2 \times 10^2$
6HB	5	7	$2,6 \times 10^2$
Saf	20	0	$1,2 \times 10^5$
1HB	20	0	$1,18 \times 10^5$
6HB	20	0	3×10^4
Saf	30	0	$4,7 \times 10^4$
1HB	30	0	3×10^4
6HB	30	0	$8,5 \times 10^3$

Şekil 4.39 - 4.40'da farklı sıcaklıklarda sinterlenmiş saf ve silikon yağı katkılı MgB_2 külçe numunelerin $T = 5$ ve 20 K'de kritik akım yoğunluğu, manyetik alanın bir fonksiyonu olarak gösterilmiştir.



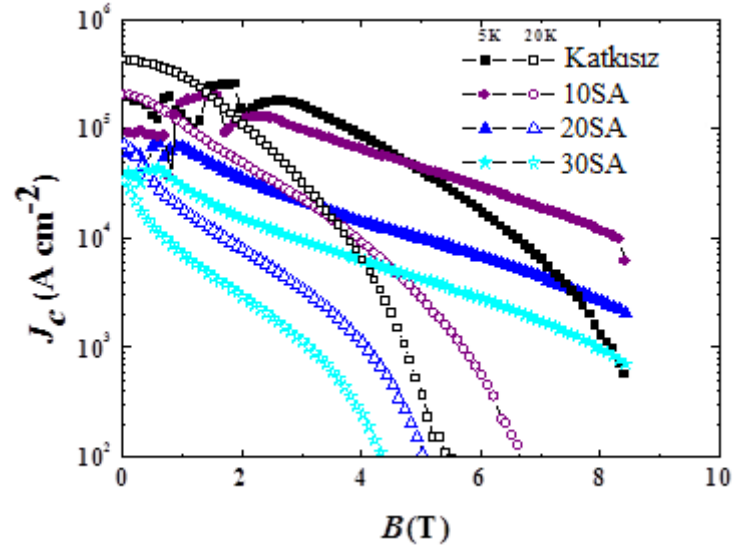
Şekil 4.39 Farklı sıcaklıklarda sinterlenmiş katkısız ve Si-yacı katkılı numunelerin 20 K'de kritik akım yoğunluğunun manyetik alan bağımlılığı



Şekil 4.40 Farklı sıcaklıklarda sinterlenmiş katkısız ve Si-yağı katkılı numunelerin 5 K’de kritik akım yoğunluğunun manyetik alan bağımlılığı

Şekil 4.39 - 4.40’den da görülebileceği gibi hem 5 K’de hem de 20 K’de düşük alan bölgesinde 650 ve 900 °C’de 30 dakika sinterlenmiş katkısız numunelerin J_c değerleri Si-yağı katkılı numunelerinkinden daha yüksektir. 3 T’den daha büyük alanlarda 900 °C’de sinterlenmiş Si-yağı katkılı numunenin 20 K’deki J_c değerleri katkısız numuneninkinden daha yüksektir. Bu durum Si-yağı katkılı numunelerde akı perçinleme şiddetinin iyileşmesi ile açıklanabilir. Aynı zamanda katkılı numunelerin J_c değerleri sinterleme sıcaklığına çok bağımlıdır. 600 °C’de sinterlenmiş katkılı numunelerin 5 K’deki J_c değerleri 8,7 T’lık bir alana kadar 900 °C’de sinterlenenlerinkinden daha yüksektir. Ancak 20 K’de 1 T’nın üzerindeki alanlar için 900 °C’de sinterlenen numune 600 °C’de sinterlenen numuneden daha yüksek J_c değerleri göstermiştir. 600 ve 900 °C’de sinterlenen numunelerin 5 K ve 8 T’daki J_c değerleri yaklaşık $1,2 \times 10^4$ A/cm²’dir. 5 K ve 5 T’da 600 °C’de sinterlenen numunenin J_c değeri 9×10^4 A/cm² iken 900 °C’de sinterlenen numuneninki ise 5×10^4 A/cm²’dir. Si-yağı katkılı MgB₂ numunelerde elde edilen bu J_c değerleri daha önce nano SiC katkılı MgB₂ numunelerde elde edilmiş olan en iyi J_c değerleri kadar yüksektir. Bu durumda Si-yağı gibi sıvı ilavelerin hem ucuz olması hem de uygun bir alternatif katkı malzemesi olması dolayısıyla katı nano SiC tozu ile yerdeğiştirebileceği anlaşılmaktadır.

Üretilen katkısız ve succinic asit katkılı MgB₂ numunelerin $T = 5$ ve 20 K’de kritik akım yoğunluğunun (J_c) uygulanan manyetik alan (B) bağımlılığı şekil 4.41’de gösterilmiştir.

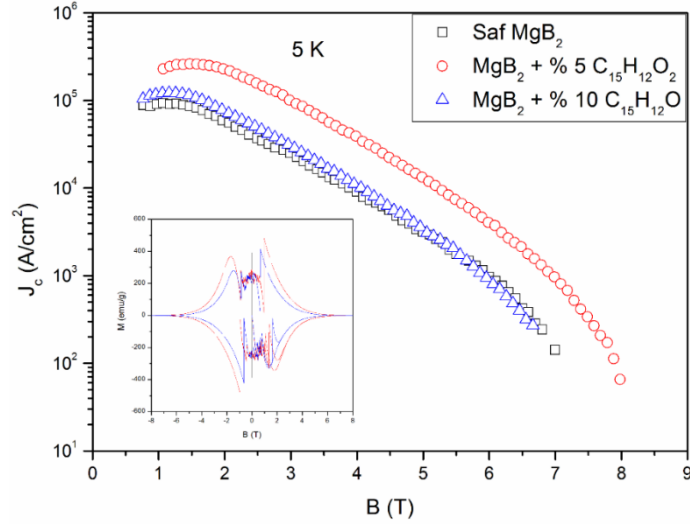


Şekil 4.41 Katkısız, % 10, 20 ve 30 succinic asit katkılı MgB_2 külçe numunelerin manyetik kritik akım yoğunluğu

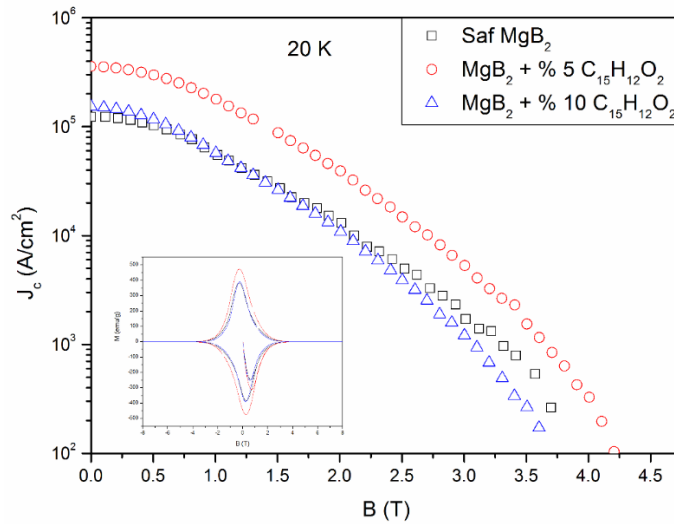
Şekil 4.41’den görüldüğü gibi % 10 succinic asit katkılı numunenin 5 K ve 8 T’deki J_c değeri 10^4 A/cm^2 ’ye ulaşmıştır. Öz alandaki J_c değerleri katkısız numuneninkinden bir miktar daha düşüktür. Katkılama miktarı artarken sıfır alan ve yüksek alan J_c değerleri sistematik olarak azalmaktadır. Bu davranış numunelerdeki süperiletken hacmin küçülmesi ile açıklanabilir. Ayrıca numunelerin sinterlenmesi sırasında oluşan MgO miktarı da J_c değerlerini etkilemektedir. Ancak % 20 ve 30 succinic asit katkılı numunelerin yüksek alan bölgesindeki J_c değerleri saf MgB_2 ile karşılaştırıldığında yavaş bir şekilde düşmektedir.

Sonuç olarak, succinic asit katkılmasının MgB_2 külçe numunelerin süperiletkenlik özelliklerine olan etkisi sistematik olarak araştırılmıştır. Succinic asit katkılı numunelerde C-yerdeğiştirmesinden dolayı beklendiği gibi a - örgü parametresinde ve T_c ’de azalmalar gözlemlenmiştir. % 10 succinic asit katkılı numunede yüksek manyetik alan bölgesinde J_c değerlerinin arttığı görülmektedir. % 10 succinic asit katkılı numunede daha az MgO bulunmasından dolayı tanecikler arası bağlantının güçlendiği, J_c , H_{c2} ve H_{irr} değerlerinin diğer numunelere göre daha iyi olduğu sonucuna varılmıştır.

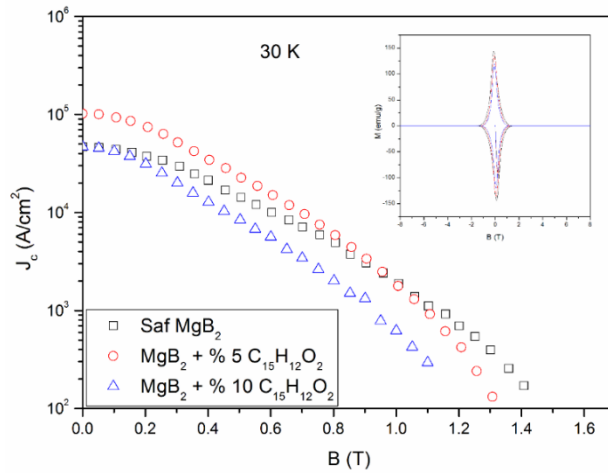
Saf ve $C_{15}H_{12}O_2$ katkılı malzemelerin akı perçinlemesi özelliklerini araştırmak için 5, 20 ve 30 K’de manyetik ölçümler gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.42 - 4.44’de saf, % 5 ve % 10 $C_{15}H_{12}O_2$ katkılı MgB_2 külçe numunelerin $T = 5, 20$ ve 30 K’de kritik akım yoğunluğu değişimi manyetik alanın bir fonksiyonu olarak gösterilmiştir.



Şekil 4.42 Saf, % 5 ve % 10 $C_{15}H_{12}O_2$ katkılı MgB_2 numunelerin 5 K’deki kritik akım yoğunluğu değerlerinin manyetik alana bağlı değişimi. İçteki grafik kritik akım yoğunluklarının hesaplanması için kullanılan $M - H$ eğrisini göstermektedir.



Şekil 4.43 Saf, % 5 ve % 10 $C_{15}H_{12}O_2$ katkılı MgB_2 numunelerin 20 K’deki kritik akım yoğunluğu değerlerinin manyetik alana bağlı değişimi. İçteki grafik kritik akım yoğunluklarının hesaplanması için kullanılan $M - H$ eğrisini göstermektedir.



Şekil 4.44 Saf, % 5 ve % 10 $C_{15}H_{12}O_2$ katkılı MgB_2 numunelerin 30 K'deki kritik akım yoğunluğu değerlerinin manyetik alana bağlı değişimi. İçteki grafik kritik akım yoğunluklarının hesaplanması için kullanılan $M - H$ eğrisini göstermektedir.

Çizelge 4.13'te saf ve $C_{15}H_{12}O_2$ katkılı numunelerin öz alan ve 7 T manyetik alan altında hesaplanan manyetik J_c değerleri verilmiştir.

Çizelge 4.13 Saf ve $C_{15}H_{12}O_2$ katkılı numunelerin J_c değerleri

$C_{15}H_{12}O_2$ Miktarı (%)	Sıfır alan J_c (A/cm ²) (20 K)	Sıfır alan J_c (A/cm ²) (30 K)	7 T J_c (A/cm ²) (5 K)
0	$1,2 \times 10^5$	$4,6 \times 10^4$	$1,4 \times 10^2$
5	$3,6 \times 10^5$	1×10^5	8×10^2
10	$1,5 \times 10^5$	$4,7 \times 10^4$	$2,7 \times 10^2$

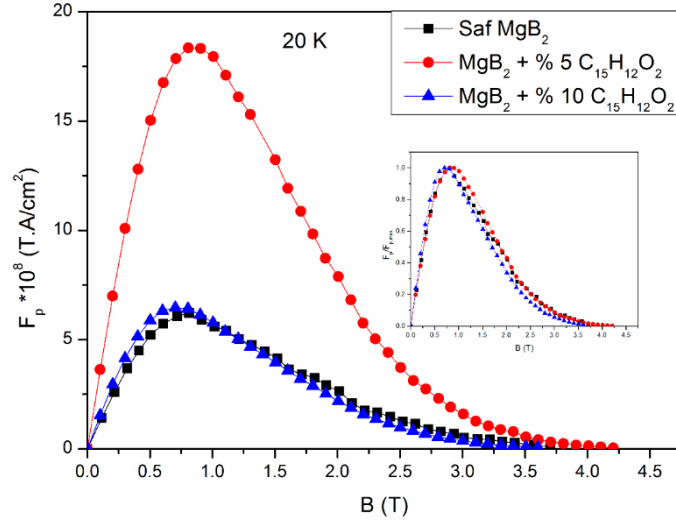
Çizelge 4.13'den de görüldüğü gibi % 5 $C_{15}H_{12}O_2$ katkılı numunenin bütün sıcaklık değerleri için hesaplanan manyetik J_c değerleri hem saf hem de % 10 $C_{15}H_{12}O_2$ katkılı numuneninkinden daha yüksektir. Bu sonuç yapısal ve termal analizler ile de uyum içerisindedir.

4.1.9 Perçinleme kuvvetinin (F_p) belirlenmesi

Silikon yağı ve phenyl methanone katkılı numunelerin akı perçinlemesi mekanizmasını araştırmak için perçinleme kuvveti eşitlik 4.5 kullanılarak hesaplanmıştır.

$$F_p = J_c \times B(T) \quad (4.5)$$

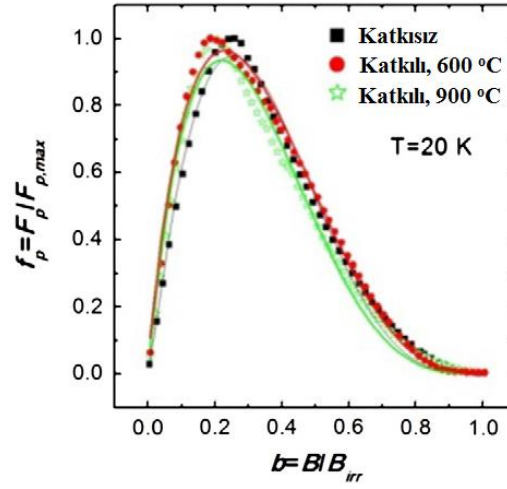
Saf ve $C_{15}H_{12}O_2$ katkılı numunelerin $T = 20$ K sıcaklık değerinde hesaplanan akı perçinleme kuvvetlerinin manyetik alana bağlı değişimi şekil 4.45'te gösterilmiştir.



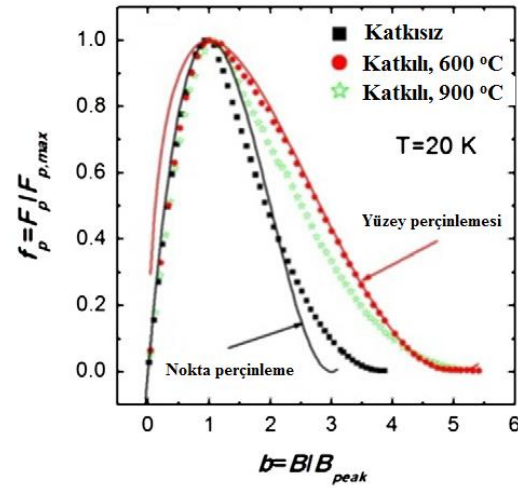
Şekil 4.45 Saf, % 5 ve % 10 $C_{15}H_{12}O_2$ katkılı MgB_2 numuneler için 20 K'de akı perçinleme kuvvetlerinin (F_p) manyetik alana bağlı değişimi. İçteki grafik her bir numune için elde edilen normalize akı perçinleme kuvvetlerinin ($F_p/F_{p,max}$) manyetik alana bağlı değişimini göstermektedir.

Şekil 4.45'den görüldüğü gibi % 5 $C_{15}H_{12}O_2$ katkılı MgB_2 numunesinin perçinleme kuvveti saf ve % 10 katkılı numune ile karşılaştırıldığında önemli ölçüde geliştirilmiştir. Akı perçinleme kuvvetindeki bu artış C'nin MgB_2 yapısına başarılı bir şekilde girdiğinin bir göstergesidir. Ancak % 10 katkılı numune perçinleme kuvvetinde herhangi bir iyileşmeye yol açmamıştır. Bu sonuç çok önemlidir. Çünkü J_c 'nin iyileşmesi ve MgB_2 süperiletkenindeki başlangıç C miktarı arasında hassas bir denge vardır. Termal ve yapısal analizlerden elde edilen bulgulara paralel olarak bu sonuçlar % 10 katkısının oldukça kritik olduğunu ortaya koymaktadır.

Şekil 4.46 - 4.47'de saf ve Si-yağı katkılı numunelerin normalize perçinleme kuvveti yoğunluğunun ($f_p = F_p/F_{p,max}$) indirgenmiş manyetik alan bağımlılığı gösterilmiştir.



Şekil 4.46 650 °C’de sinterlenmiş saf MgB_2 ve 600 ve 900 °C’de sinterlenmiş Si-yağı katkılı MgB_2 numunelerin 20 K’de perçinleme kuvvetinin indirgenmiş manyetik alan ($b = B/B_{\text{irr}}$) bağımlılığı



Şekil 4.47 650 °C’de sinterlenmiş saf MgB_2 ve 600 ve 900 °C’de sinterlenmiş Si-yağı katkılı MgB_2 numunelerin 20 K’de perçinleme kuvvetinin indirgenmiş manyetik alan ($b = B/B_{\text{max}}$) bağımlılığı

Bir tek perçinleme fonksiyonu olarak genellikle aşağıdaki eşitlik kullanılmaktadır:

$$f_p(b) = A b^p (1-b)^q \quad (4.6)$$

Bu eşitlikte p ve q perçinleme tipini ifade eden parametrelerdir ve b ise indirgenmiş alandır ($b = B/B_{\text{irr}}$). Bu modelde perçinleme tipini belirleyen parametreler Kramer tarafından şu şekilde öngörülmüştür (Kramer 1973):

$p = \frac{1}{2}$ ve $q = 2$ olduğunda yüzey perçinlemesi

$p = 1$ ve $q = 2$ olduğunda ise nokta perçinleme

p ve q için 20 K’de tüm numuneler için en uygun değerler şekil 4.46’da koyu çizgiler ile gösterilmiştir. Bu eğriden $p = 0,8 - 1,2$ ve $q = 2,9 - 3,4$ olarak elde edilmiştir. Elde edilen bu değerlerden baskın olan perçinleme mekanizması hakkında bir bilgiye ulaşılamamaktadır.

Perçinleme mekanizması hakkında daha detaylı bir bilgiye ulaşmak için genişletilmiş normalize perçinleme kuvveti yoğunluğu ($f_p = F_p/F_{p,max}$) incelenmiştir. Bunu yaparken eğri $b = B/B_{irr}$ yerine $b = B/B_{max}$ karşı çizdirilmiştir. Burada B_{max} , perçinleme kuvvetinin (F_p) maksimumundaki manyetik alan değeridir. Higuchi vd. tarafından önerilen $f_p - b$ ilişkisi çoğunlukla şu şekilde analiz edilir (Higuchi vd. 1999):

$$\text{Normal nokta perçinlemesi için: } f(b) = \frac{9}{4} b \left(1 - \frac{b}{3}\right)^2 \quad (4.7)$$

$$\text{Yüzey perçinlemesi için: } f(b) = \frac{25}{16} b^{0,5} \left(1 - \frac{b}{5}\right)^2 \quad (4.8)$$

Şekil 4.47’de en uygun sonuçlar da koyu çizgiler ile gösterilmiştir. Tüm numuneler için düşük manyetik alanlarda elde edilen deneysel veriler nokta perçinleme mekanizması ile iyi bir uyum içerisindedir. b_{max} ’tan daha yüksek normalize manyetik alanlarda 600 °C’de sinterlenen katkılı numuneler için yüzey perçinlemesi baskınken saf numunede ise nokta perçinleme mekanizması baskındır. 900 °C’de sinterlenen silikon yağı katkılı numune için deneysel veriler hem yüzey hem de nokta perçinleme için teorik eğrinin arasında kalmaktadır. Bundan dolayı bu numune için akı perçinlemesi hem yüzey hem de nokta perçinlemesi ile elde edilmiştir. Bu sonuçlar aynı zamanda 600 °C’de sinterlenen silikon yağı katkılı MgB₂ numunesinin tanecik büyüklüğünün 900 °C’de sinterleneninkinden daha küçük olması gerçeği ile uyushmaktadır. Bu, tanecik sınırı yoğunluğunun ve onun akı perçinlenmesine katkısının düşük sıcaklıkta sinterlenen numunelerde baskın olduğu anlamına gelmektedir.

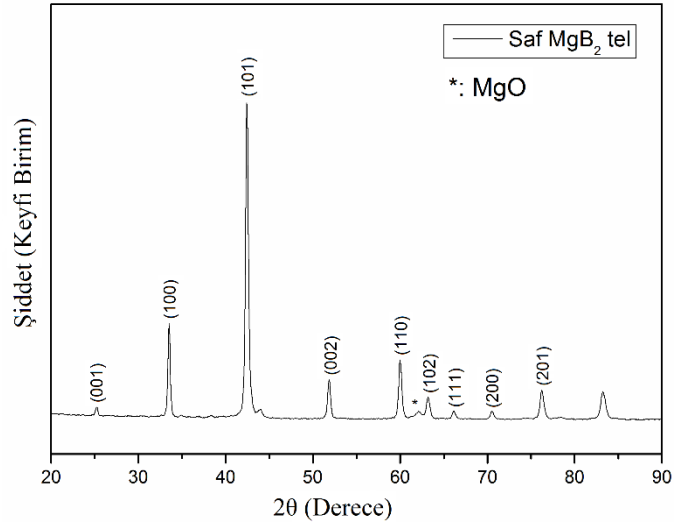
Sonuç olarak çeşitli karbon içeren MgB_2 külçe numuneler *in-situ* katıhal reaksiyon yöntemi ve ıslak karıştırma yöntemi ile üretilerek termal, yapısal ve manyetik karakterizasyonları gerçekleştirilmiştir. Üretilen numunelerin faz oluşumları incelendiğinde hegzagonal MgB_2 yapısının oluştuğu ve az miktarda MgO ve Mg safsızlıklarını içerdiği tespit edilmiştir. Katkılı numunelerin termal ve mikroyapısal analizlerinden tanecik yapılarında önemli farklılıklar oluştuğu bulunmuştur. Katkılanan tüm numuneler MgB_2 'nin akı perçinleme özelliklerini iyileştiren bir C kaynağı olarak kullanılabileceğini göstermektedir.

4.2 Saf ve Organik Bileşik Katkılı Tel Numunelerin Yapısal, Termal, Elektriksel ve Manyetik Karakterizasyonları

Saf, malic asit, tartaric asit, hekzilbenzen, etil tolue ve benzen katkı MgB_2 tel numuneler Tüp-İçinde-Toz (TİT) yöntemi ile üretilerek karakterizasyonları gerçekleştirilmiştir. Başlangıç tozları olarak Mg , B ve katkılanacak C içeren bileşikler belirlenen stokiometrik oranda alınarak bilyeli öğütücüde öğütülmüştür. Daha sonra bu toz bir demir boru içine doldurularak tel çekme işlemine tabi tutulmuştur. Son olarak tel çekme işlemi tamamlandıktan sonra telin farklı yerlerinden ufak parçalar kesilerek ısıtıl işlem uygulanmaktadır. Bu bölümde üretilen tel numunelerin sırasıyla yapısal, termal, elektriksel ve manyetik özelliklerinden bahsedilecektir.

4.2.1 X-ışını kırınımı (XRD) analizleri

Bu kısımda sırasıyla saf, malic asit, tartaric asit, hekzilbenzen, etil tolue ve benzen katkı MgB_2 tellerin faz oluşumlarından bahsedilecektir. Üretilen numunelerin x-ışını ölçümleri kılıf malzemesi çıkarılarak sadece MgB_2 çekirdeği üzerinde gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.48'de saf MgB_2 telin x-ışını kırınım deseni gösterilmektedir.



Şekil 4.48 Demir kılıf çıkarıldıktan sonra saf MgB_2 'ye ait x-ışını kırınım deseni

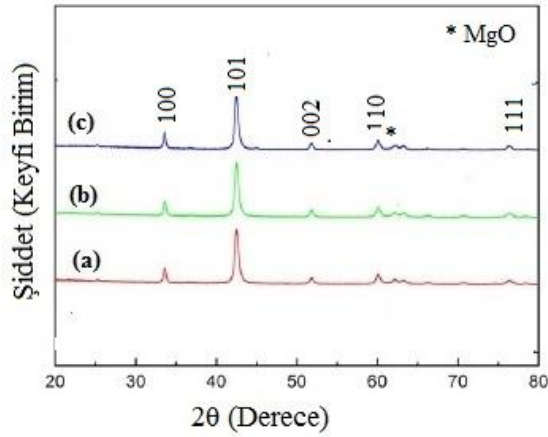
XRD deseninden de görüldüğü gibi numunede ana fazın MgB_2 olduğu ve az miktarda MgO safsızlığının bulunduğu saptanmıştır. MgO kesri (F_{MgO}) eşitlik 4.2 kullanılarak belirlenmiştir. Bu eşitlik kullanılarak hesaplanan değer % 3'tür. a - ve c - örgü parametreleri FullProf programı ile Rietveld arıtımı yapılarak XRD deseninden hesaplanmıştır. a - ve c - örgü parametresi için hesaplanan değerler sırasıyla 3,08297 ve 3,52624 Å'dur. Bu değerler literatürde bildirilen değerler ile uyum içerisinde.

Malic asit katkılı tel üretimi için kullanılan tozlar iki farklı yöntemle hazırlanmıştır. Bunlar:

- i. Kuru karıştırma yöntemi
- ii. Islak karıştırma yöntemi

Bu bölümde hem kuru karıştırma yöntemi hem de ıslak karıştırma yöntemi ile hazırlanan malic asit katkılı MgB_2 tellere ait faz oluşumları hakkında bilgi verilecektir. Her iki yöntemle de numune üretimi bölüm 3'te ayrıntılı olarak anlatılmıştır. Hem kuru hem de ıslak karıştırma yöntemi ile hazırlanan malic asit katkılı MgB_2 teller farklı sıcaklıklarda (700, 800 ve 900 °C) ısıtılma tabi tutulmuş ve ısıtılma sıcaklığının süperiletkenlik özellikleri üzerindeki etkileri araştırılmıştır.

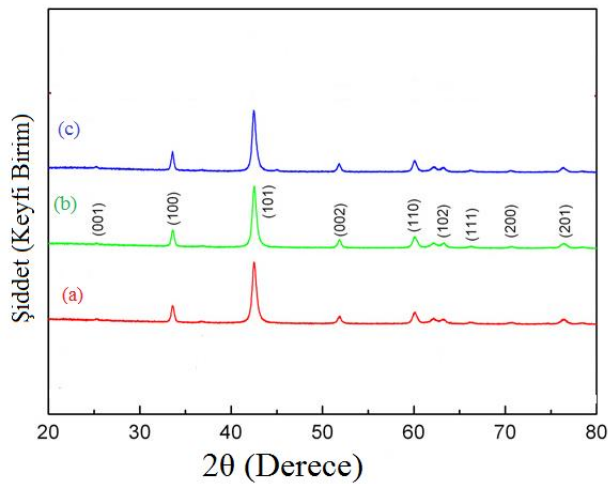
Şekil 4.49’da kuru karıştırma yöntemi ile hazırlanarak farklı sıcaklıklarda sinterlenen numunelerin XRD desenleri gösterilmektedir. Üretilen tellerin kırınım deseninden tıpkı katkısız numune de olduğu gibi MgB_2 ana fazının oluştuğu ve az miktarda MgO fazına sahip olduğu gözlemlenmiştir.



Şekil 4.49 Kuru karıştırma yöntemi ile hazırlanarak farklı sıcaklıklarda sinterlenen malic asit katkılı MgB_2 tellere ait x-ışını kırınım desenleri

a. 700 °C, b. 800 °C, c. 900 °C

Şekil 4.50’de ise ıslak karıştırma yöntemi ile hazırlanarak farklı sıcaklıklarda ısıtıl işlem uygulanan % 10 malic asit katkılı MgB_2/Fe tellerin x-ışını kırınım desenleri gösterilmiştir.

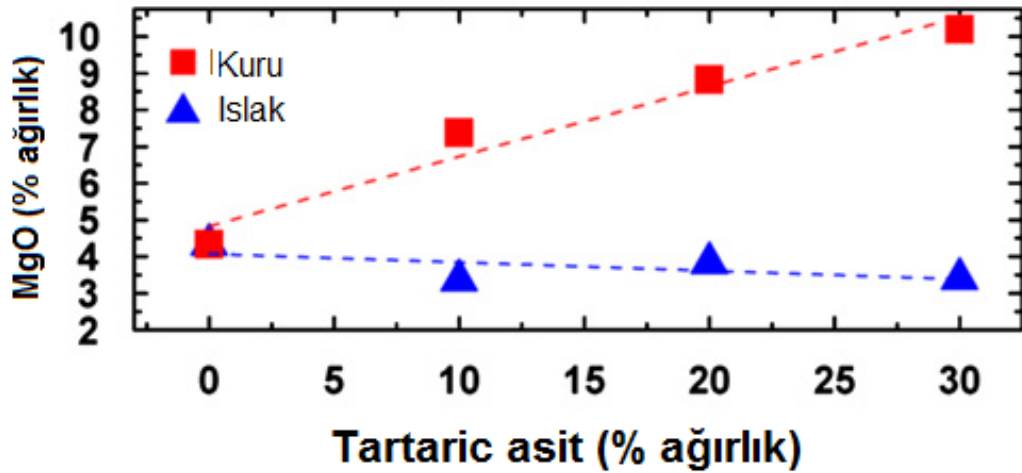


Şekil 4.50 Islak karıştırma yöntemi ile hazırlanarak farklı sıcaklıklarda a. 700 °C, b. 800 °C, c. 900 °C ısıtıl işlem uygulanan % 10 malic asit katkılı MgB_2 tellerin XRD desenleri

Şekil 4.50'den artan ısıtma sıcaklığı ile $\text{MgO}(220)/\text{MgB}_2(102)$ şiddet oranının değişmediği görülmektedir. Bu durum numune hazırlanması süresince malic asitteki oksijenin etkisinin MgO oluşumu için ihmal edilebilir olduğunu işaret etmektedir.

Isıtma sıcaklığındaki artışın etkisi MgB_2 'nin (100) ve (110) piklerinin XRD deseninde bir miktar daha yüksek açılı değerlerine kayması olarak gözlemlenmiştir. Bu durum C atomlarının B atomları ile yer değiştirdiği şeklinde yorumlanabilir.

Kuru ve ıslak karıştırma yöntemi ile hazırlanan tartaric asit katkılı MgB_2 tellerin Rietveld analizi ile belirlenen yapısal parametreleri Şekil 4.51'de gösterilmiştir.

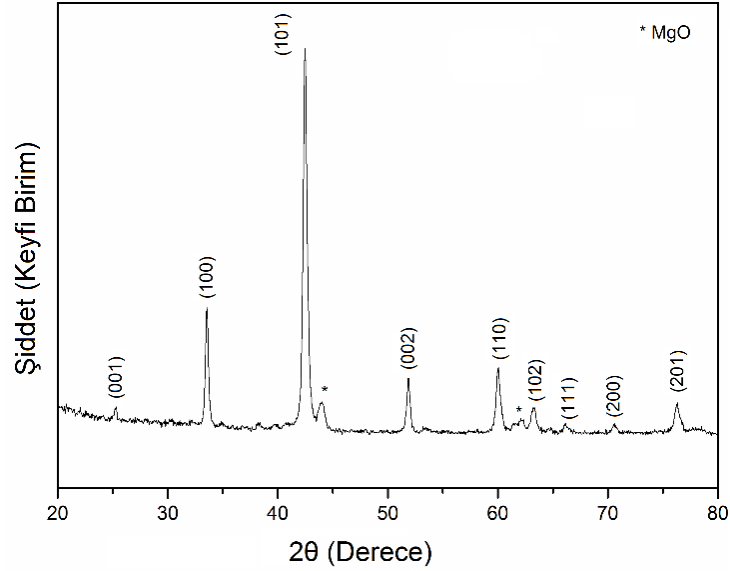


Şekil 4.51 Islak ve kuru karıştırma yöntemi ile üretilen farklı miktarlarda tartaric asit katkılı tellerin % MgO ağırlığı

Şekil 4.51'den de görülebileceği gibi kuru karıştırma yöntemi ile üretilen tellerde tartaric asit miktarının % 5'ten % 30'a artması ile MgO miktarı da artmaktadır. Bu durumun tartaric asitte bulunan oksijen ile ortamdaki magnezyumun reaksiyona girmesi sonucu meydana geldiği düşünülmektedir. Islak karıştırma yöntemi ile üretilen tellerde ise MgO miktarının tartaric asit içeriğinden bağımsız olduğu ve ıslak karıştırmanın toz üretimi süresince artık oksijeni yok etmeye yardımcı olduğu gözlenmiştir.

Hekzilbenzen ile külçe numune üretimi gerçekleştirilmiş ve elde edilen sonuçlara daha önceki bölümlerde yer verilmiştir. Bu sonuçlar baz alınarak % 1 mol $\text{C}_{12}\text{H}_{18}$ katkılı demir

kılıflı MgB_2 süperiletken tel üretimi gerçekleştirilmiştir. Üretilen tellerin örgü parametreleri x-ışını kırınım deseninden Rietveld arıtımı ile hesaplanmıştır. Şekil 4.52’de % 1 mol hekzilbenzen katkılı MgB_2/Fe telin x-ışınım kırınım deseni gösterilmiştir.



Şekil 4.52 % 1 mol hekzilbenzen katkılı MgB_2/Fe telin x-ışını kırınım deseni

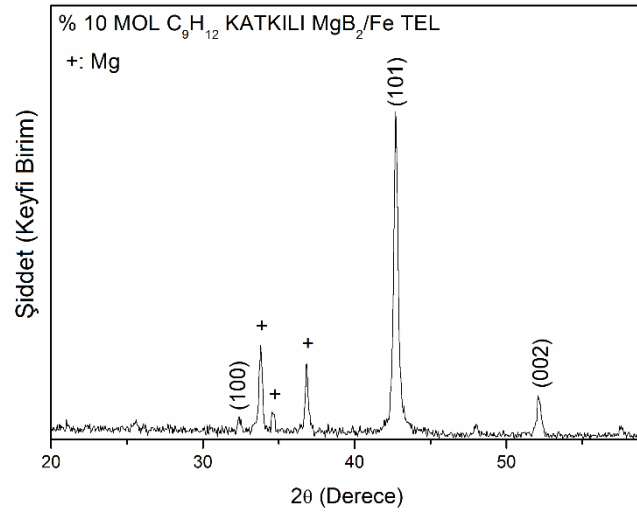
X-ışını kırınım deseninden Rietveld arıtımı ile hesaplanan örgü parametreleri çizelge 4.14’te verilmiştir.

Çizelge 4.14 Üretilen % 1 mol hekzilbenzen katkılı numunenin Rietveld arıtımı ile hesaplanan örgü parametreleri

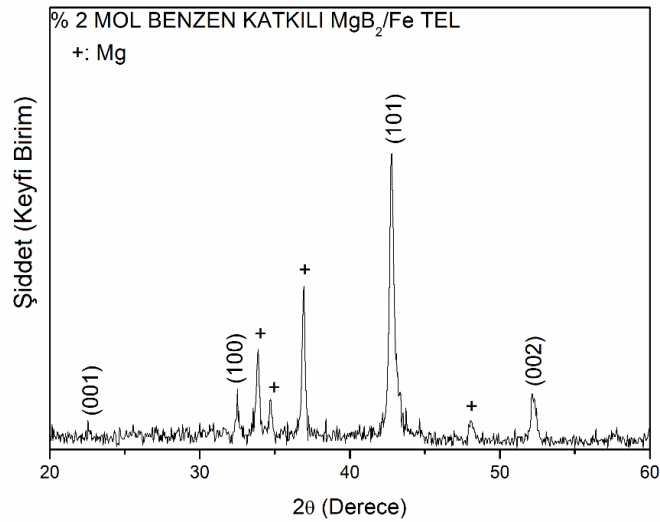
Numune	a -örgü parametresi (Å)	c -örgü parametresi (Å)
% 1 mol hekzilbenzen	3,07886	3,52180
Saf	3,08297	3,52624

Çizelgeden görülebildiği gibi a - örgü parametresinde beklendiği gibi bir azalma olurken c - örgü parametresi hemen hemen değişmemektedir. Bunun sebebi karbon atomu ile bor atomunun yerdeğiştirmesine bağlanmaktadır.

% 10 mol etil tolüen (C_9H_{12}) ve % 2 mol benzen (C_6H_6) katkılı demir kılıflı MgB_2 süperiletken tellerin üretimi TİT yöntemiyle gerçekleştirilmiştir. Bu numunelerin XRD deseni şekil 4.53 - 4.54'te gösterilmiştir. Bu malzemelerin ısıtılması sırasında magnezyum buharlaştığı için başlangıç tozuna fazladan bir miktar magnezyum ilave edilmiştir. Buna bağlı olarak XRD deseninde reaksiyona girmeyen Mg pikleri görülmektedir.



Şekil 4.53 Etil tolüen katkılı MgB_2/Fe tele ait XRD deseni



Şekil 4.54 Benzen katkılı MgB_2/Fe tele ait XRD deseni

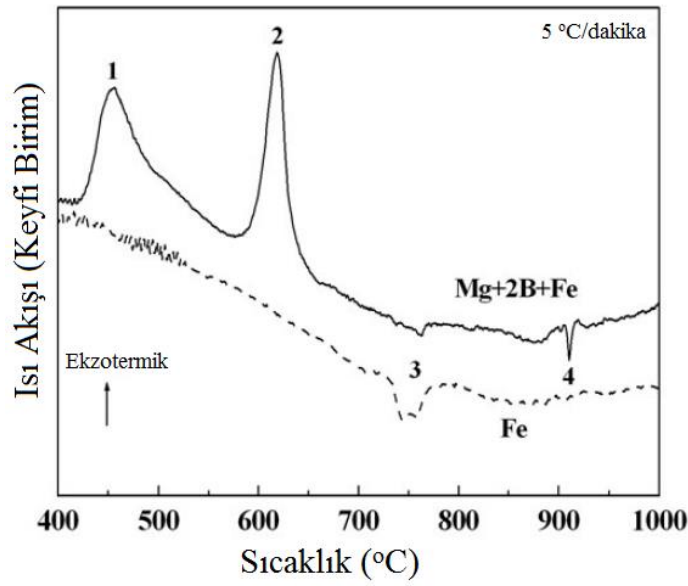
Etil tolüen katkılı telin XRD kırınım deseni analiz edildiğinde MgB_2 'ye ait ana piklerde kayma olduğu görülmektedir. Saf numunenin ana pik açısı değeri 42,75 derece iken etil tolüen katkılı numunenin ana pik açısı değeri 42,5 derecedir. Ana pikteki bu kayma karbon atomları ile bor atomlarının yer değiştirmesi ile açıklanabilir. Dolayısıyla karbon katkılanması başarıyla gerçekleştirilmiştir.

Benzen katkılı telin XRD deseninden Rietveld arıtımı ile örgü parametreleri hesaplanmıştır. *a*- ve *c*- örgü parametreleri için hesaplanan değerler sırasıyla 3,0722 ve 3,524 Å'dur. Elde edilen değerler saf numuneninki ile karşılaştırıldığında *a*- örgü parametresinde bir azalma gözlemlenirken *c*- örgü parametresinin hemen hemen değişmediği görülmüştür. *a*- örgü parametresindeki bu azalma karbon atomları ile bor atomlarının yer değiştirmesi ile açıklanabilir.

4.2.2 Termal analizler

Katkısız ve katkılı numunelerin termal davranışları termal analiz teknikleri (TG ve DTK) kullanılarak incelenmiştir. Termal analizler sırasında tozlar kapaklı bir Al_2O_3 kap içine yerleştirilmiştir. Ölçümler yüksek saflıkta Ar atmosferi altında 5 °C/dk ısıtma hızında gerçekleştirilmiştir. Bu ölçümler MgB_2 faz oluşumu sırasında meydana gelen temel termal olayların (kristallenme, erime noktası, oksitlenme ve buharlaşma gibi) etkilerinin araştırılması açısından oldukça önemlidir.

Öncelikle üretilen tellerin en doğru ısıtma işlem sıcaklık aralığını belirlemek için saf MgB_2/Fe tel ve sadece Fe'nin DTA ölçümleri alınmıştır. Sonuçlar şekil 4.55'de gösterilmiştir.

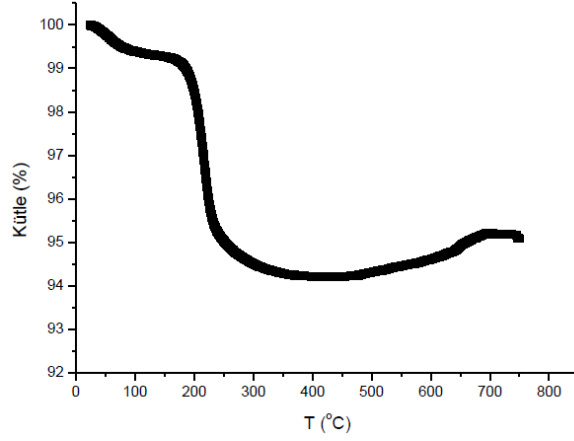


Şekil 4.55 Saf MgB_2 tel ve sadece Fe'nin taramalı termal analizi

MgB_2/Fe ($Mg+2B+Fe$) numunesi için şekil 4.55'den görülebileceği gibi iki ekzotermik ve de iki endotermik pik vardır. Fe ise sadece bir endotermik pike sahiptir. Şekilde görülen ilk ekzotermik pik B_2O_3 ve Mg arasındaki reaksiyonla ilişkilidir. Yani Mg, B_2O_3 ile reaksiyona girerek MgO oluşturmaktadır. İkinci ekzotermik pik ise MgB_2 oluşumu ile ilişkilidir. Diğer yandan Fe için 750 °C civarında görülen endotermik pik büyük olasılıkla sadece Fe'nin Curie sıcaklığı ile ilgilidir. 910 °C civarında görülen ikinci endotermik pik ise kılıf ile çekirdek arasındaki ara yüzeyde Fe_2B 'nin oluşumundan kaynaklanmaktadır. Sonuç olarak MgO oluşumu 425 °C'den itibaren başlamakta iken MgB_2 oluşumu ise 575 °C'de başlamakta ve daha sonra 640 °C'de bitmektedir. Fe_2B fazı ise 910 °C'nin üzerinde oluşmaktadır. Bu bulgulardan saf MgB_2/Fe süperiletkeni için en uygun ısıtma işlem sıcaklık bölgesinin 650 ile 900 °C arasında olduğuna karar verilmiştir.

Katkılı tellerin termal analizleri hazırlanan tozlar ile gerçekleştirilmiştir. Bu tozların ısı akışına karşı sıcaklık eğrisi incelendiğinde bir endotermik (ısı alan) ve iki tane de ekzotermik (ısı veren) pik açıkça görülmektedir. Endotermik pik magnezyumun erimesini işaret etmektedir. İlk ekzotermik pik MgB_2 fazının oluşması için Mg ve B arasında meydana gelen katı – katı reaksiyonuna yorulabilir. İkinci ekzotermik pik ise sıvı magnezyum ve katı bor arasında gerçekleşen sıvı – katı reaksiyonundan kaynaklanmaktadır.

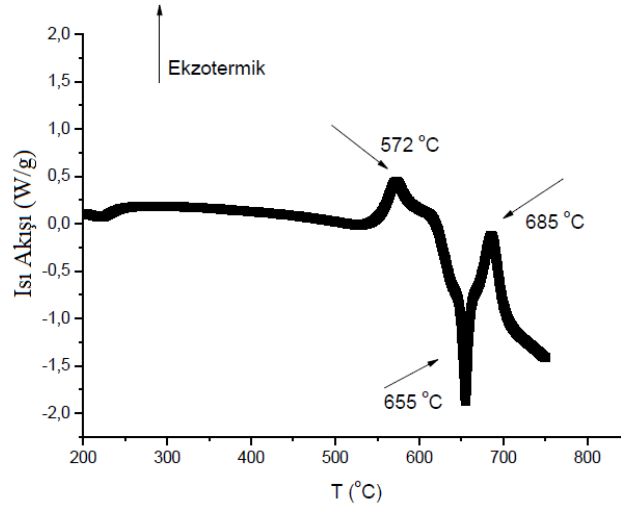
Şekil 4.56’da ıslak karıştırma yöntemi ile hazırlanan malic asit katkılı tozun TG eğrisi gösterilmiştir.



Şekil 4.56 Islak karıştırma yöntemiyle hazırlanan % 10 malic asit katkılı MgB_2 tozunun TG eğrisi

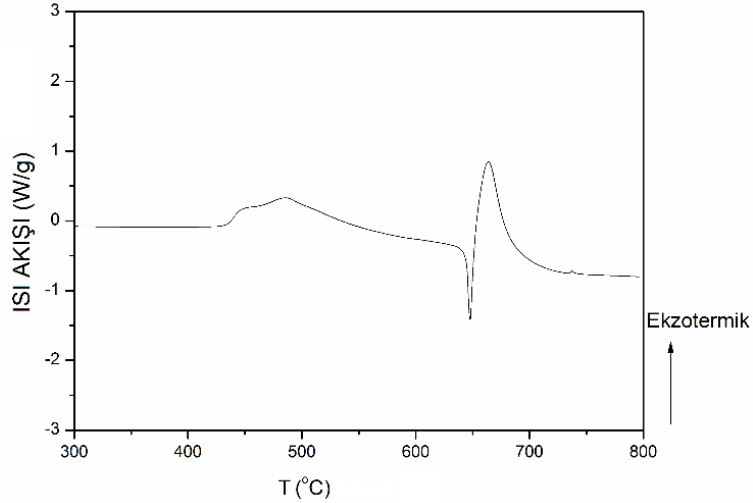
Şekil 4.56’den görüldüğü gibi oda sıcaklığından 150 °C’ye kadar % 0,7’lik bir kütle kaybı gözlemlenmiştir. Bu sıcaklığa kadar olan kaybın malic asitin ayrışması ve etil tolueinin buharlaşmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Daha sonra bu sıcaklıktan 470 °C’ye kadar % 5,07’lik bir kütle kaybı meydana gelmiştir. Bu kütle kaybının safsızlıklardan ve nemden kaynaklandığı düşünülmektedir. Ölçümlerin % 99,995 saflıkta asal gaz ortamında gerçekleştirilmesine rağmen 470 °C’den sonra bir kütle artışı gözlemlenmektedir ve bu artışın Mg’nin oksitlenmesi ile ilişkili olduğu düşünülmektedir.

Şekil 4.57’de % 10 malic asit katkılı MgB_2 toz için elde edilen ısı akışına karşı sıcaklık eğrisi gösterilmiştir. Bu grafikten görüldüğü gibi 655 °C’de magnezyum erimektedir. Katı – katı reaksiyonu ise 572 °C’de başlamaktadır. Sıvı magnezyum ve katı bor arasındaki reaksiyon ise 685 °C’de başlamıştır.



Şekil 4.57 Islak karıştırma yöntemiyle hazırlanan % 10 malic asit katkılı MgB_2 tozunun DTK eğrisi

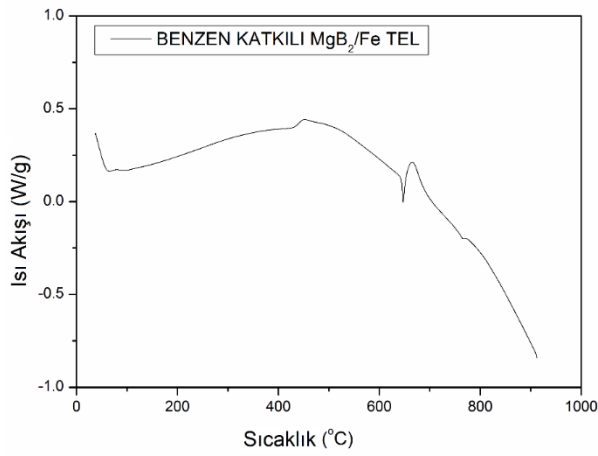
% 1 mol hekzilbenzen katkılı MgB_2 toz karışımına ait ısı akışına karşı sıcaklık eğrisi şekil 4.58'de gösterilmiştir. Şekilden hekzilbenzen katkılı toz karışımı için magnezyumun erime sıcaklığı yaklaşık $647,6\text{ }^{\circ}C$ 'de gözlemlenmiştir. Katı – katı reaksiyonunun başlangıç sıcaklığı $419,6\text{ }^{\circ}C$ ve pik sıcaklığı ise $468,9\text{ }^{\circ}C$ olarak belirlenmiştir.



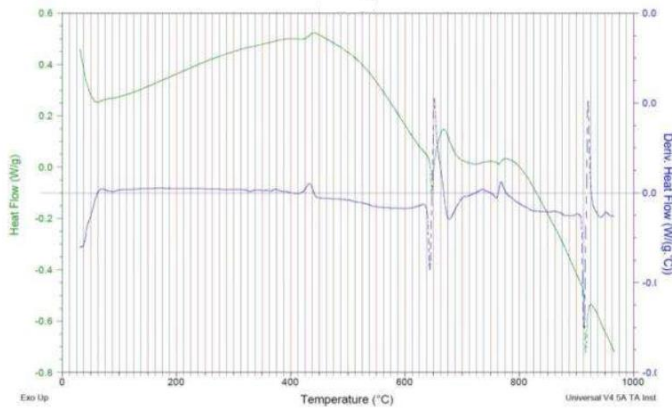
Şekil 4.58 % 1 mol hekzilbenzen katkılı MgB_2 toz karışımının DTK eğrisi

% 2 mol benzen katkılı ve % 10 mol etil tolüen katkılı MgB_2/Fe tellerin DTK eğrileri şekil 4.59 - 4.60'da gösterilmiştir.

Şekil 4.59 - 4.60'daki DTK analizlerinden benzen ve etil tolüenin ayrışma sıcaklıklarının sırasıyla 90 °C ve 110 °C olarak gözlemlenmiştir. Bu sıcaklık değerleri dikkate alınarak toz üretim aşamasında bor-benzen ve bor-etil tolüen karışımı bilyeli öğütücüde karıştırıldıktan sonra ortaya çıkan çamursu yapı vakum fırınında kurutulmuştur. Her iki şekilde de 430 °C'de görülen pikin B_2O_3 ile Mg arasında oluşan kimyasal tepkimeden kaynaklandığı ve bunun MgO oluşumuna sebep olduğu düşünülmektedir. 650 °C'de görülen endotermik pik ise MgB_2 'nin oluşma sıcaklığını işaret etmektedir. Şekil 4.59 - 4.60'da 770 °C'de görülen pik ise demirin Curie sıcaklığını işaret etmektedir.



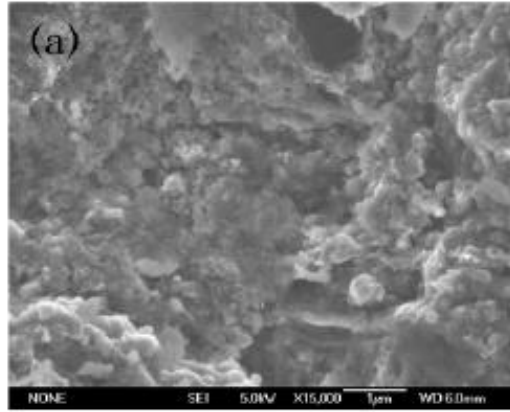
Şekil 4.59 % 2 mol benzen katkılı MgB_2/Fe tel için uygulanan DTK ölçümlerinden elde edilen ısı akışına karşı sıcaklık eğrisi



Şekil 4.60 Etıl tolüen katkılı MgB_2/Fe tel için uygulanan DTK ölçümlerinden elde edilen ısı akışına karşı sıcaklık eğrisi

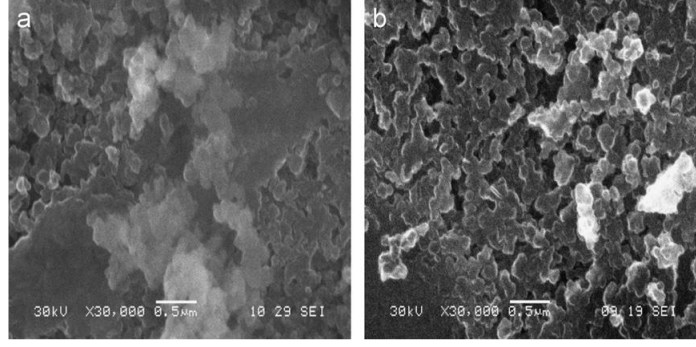
4.2.3 Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve enerji dağılımlı x-ışını spektroskopisi (EDS) analizleri

Saf ve katkılı MgB_2/Fe tellerin mikroyapıları taramalı elektron mikroskobu görüntüleri ile ayrıntılı bir şekilde incelenmiştir. Demir kılıflı saf MgB_2 tel için demir kılıf çıkarıldıktan sonra elde edilen SEM fotoğrafı şekil 4.61’de gösterilmiştir. Saf MgB_2 numunesinin SEM fotoğrafı analiz edildiğinde pürüzlü ve gözenekli bir mikroyapıya sahip olduğu görülmektedir. MgB_2 ’nin gözenekli mikroyapısı ise doğrudan etkin akım yolunun azalması anlamına gelmektedir.



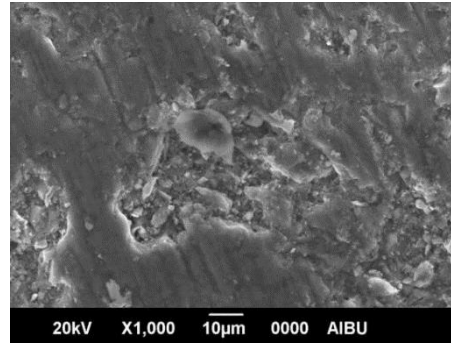
Şekil 4.61 Demir kılıf çıkarıldıktan sonra saf MgB_2 numunesine ait SEM fotoğrafı

Şekil 4.62’de ise hem kuru hem de ıslak karıştırma yöntemi ile hazırlanan tartaric asit katkılı tellerin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri gösterilmiştir. Görüntüler incelendiğinde yüzey morfolojilerinin benzer olduğu görülmektedir. Özellikle farklı karıştırma yöntemleri ile hazırlanan tozların tanecik büyüklüğünün aynı kaldığı görülmektedir. Fakat kuru karıştırma ile hazırlanan numunelerin topaklandığı gözlemlenmiştir. Islak karıştırılan tellerin, kuru karıştırılan tellere nazaran daha homojen bir yapıya sahip olduğu ve tanecikler arası bağlantıların daha iyi olduğu görülmektedir.



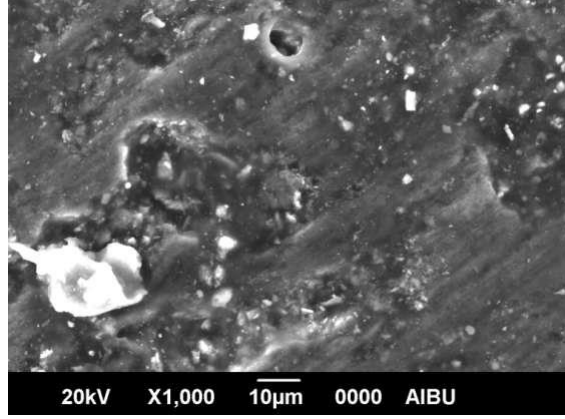
Şekil 4.62 a. Kuru, b. ıslak karıştırma yöntemi ile üretilen tartaric asit katkılı tellerin SEM görüntüleri

Şekil 4.63'te benzen katkılı MgB_2/Fe tellerin 1000 kez büyütme ile alınan SEM görüntüleri görülmektedir. SEM görüntüleri incelendiğinde tozun yoğun bir yapı sergilediği gözlemlenmektedir. MgB_2 'nin karakteristik olarak sahip olduğu gözenekli yapıya rastlanmasına rağmen daha yoğun ve düşük oranda boşlukların olduğu bir mikroyapı elde edilmiştir. İyi nitelikli MgB_2 toz üretim aşamasında sıkça karşılaşılan topaklanma sorununa bu numunede rastlanmamıştır. Sonuç olarak benzen katkısının topaklanmayı azalttığı görülmüştür.



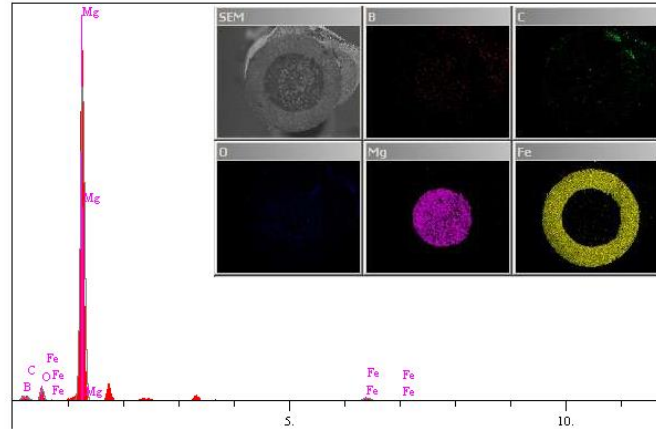
Şekil 4.63 Benzen katkılı MgB_2/Fe tel numunenin 1000 kez büyütme ile elde edilen SEM görüntüsü

Şekil 4.64'te de etil tolüen katkılı tellerin 1000 kez büyütme ile alınan SEM görüntüleri sunulmaktadır. Alınan SEM görüntüleri incelendiğinde benzen katkılı MgB_2/Fe tellere benzer olarak az sayıda boşluk içeren, yoğun ve topaklanmanın olmadığı homojen bir yapı elde edilmiştir.

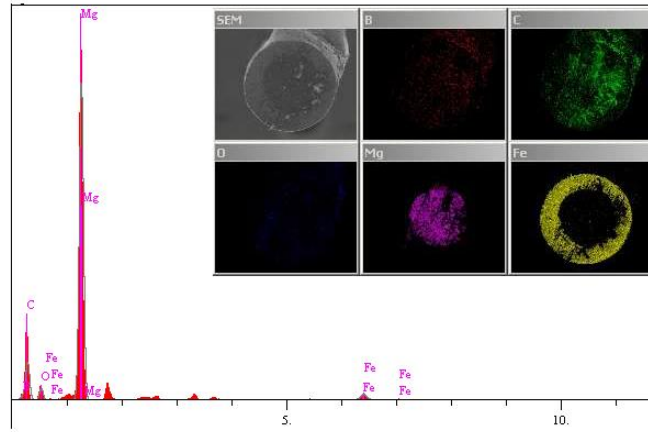


Şekil 4.64 Etil tolüen katkılı MgB_2/Fe tel numunenin 1000 kez büyütme ile elde edilen SEM görüntüsü

Üretilen benzen ve etil tolüen katkılı tellerin kimyasal karakterizasyonunu ve element analizini yapmak için analitik bir teknik olan Enerji Dağılım Spektroskopisi (Energy-dispersive X-ray spectroscopy – EDS/EDX) kullanılmıştır. EDS analizi ile malzeme içerisindeki atomların ağırlık ve atomik yüzdeleri belirlenmektedir. Şekil 4.65 - 4.66’da sırasıyla benzen ve etil tolüen katkılı MgB_2/Fe tellere ait EDS analiz sonuçları gösterilmiştir.



Şekil 4.65 Benzen katkılı MgB_2/Fe tel numunesi için elde edilen EDS analiz sonuçları



Şekil 4.66 Etile toluen katkılı MgB_2/Fe tel numunesi için elde edilen EDS analiz sonuçları

Hem benzen hem de etile toluen katkılı tellerin EDS görüntüleri incelendiğinde demir kılıf ile MgB_2 arasında kimyasal reaksiyon oluşmadığı ve bir miktar oksitlenme gerçekleştiği görülmektedir. EDS analiz sonuçları çizelge 4.1 - 4.16’da verilmiştir.

Çizelge 4.15 Benzen katkılı MgB_2/Fe telin EDS analiz sonuçları

Element	Atom Numarası	Şiddet (c/s)	Atomik Yüzde (% ağırlık)
B	5	5,76	49,486
C	6	6,86	20,088
O	8	22,83	8,868
Mg	12	685,95	20,761
Fe	26	11,63	0,796
			100,00

Çizelge 4.16 Etile toluen katkılı MgB_2/Fe telin EDS analiz sonuçları

Element	Atom Numarası	Şiddet (c/s)	Atomik Yüzde (% ağırlık)
B	5	5,76	22,606
C	6	56,66	54,446
O	8	16,54	7,449
Mg	12	504,66	14,614
Fe	26	14,57	0,885
			100,00

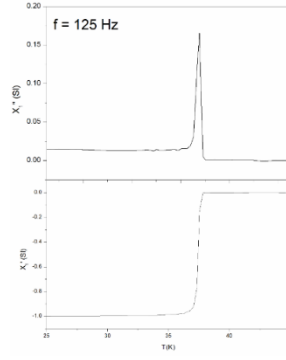
Şekil 4.65 - 4.66'da verilen iç şekiller benzen ve etil toluen katkılı tel numunelere ait EDS yüzey resimlerini göstermektedir. Bu resimlerde oluşan yapı içerisindeki elementler renk analizi yardımıyla belirlenmiştir. Mor renk Mg elementine, kırmızı renk ise B elementine ait olup yapı içerisinde homojen bir şekilde dağılmıştır. Yeşil renk ise C elementine ait olup, yer yer yapı içinde yer almıştır. Mavi renk ise oksijen elementine ait olup numunenin kısmen oksitlendiğini işaret etmektedir. Sarı renkteki Fe elementi ise sadece dış yüzeyde görülmektedir. Bu da kılıf malzemesi olan demirin MgB_2 ile reaksiyona girmediğini doğrulamaktadır.

4.2.4 AC alınganlık ölçümleri

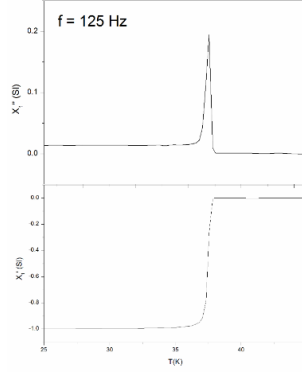
Üretilen katkısız ve katkılı tellerin kritik sıcaklıkları ac alınganlık ve direnç ölçümleri ile belirlenmiştir. Bu bölümde ac alınganlık ölçüm sonuçları üzerinde durulacaktır. Bu ölçümlerde demir kılıf içerisinde çıkarılan MgB_2 çekirdeğinin ölçümü alınmıştır. Temel harmonik alınganlığın iki bileşeni vardır. Bunlar, χ_1' (faz – içi bileşen) ve χ_1'' (faz – dışı bileşen) olarak bilinmektedir.

Şekil 4.67 – 4.70'de üretilen katkısız demir kılıflı MgB_2 telin normalize temel harmonik alınganlığının sıcaklığa göre değişimleri gösterilmektedir. Bu ölçümlerde ac manyetik alan $H_{ac} = 160, 320, 640$ ve 1280 A/m ve frekans $f = 125$ Hz seçilmiştir. Eğrilerde alınganlığın hem faz – içi hem de faz – dışı bileşenleri gösterilmiştir.

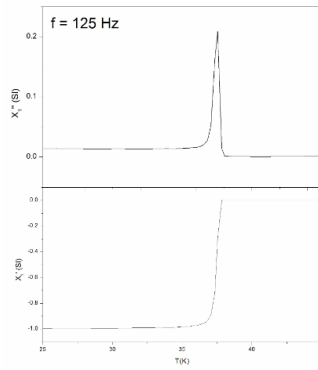
Farklı ac manyetik alan genliklerinde alınan ölçümler incelendiğinde süperiletkenliğe geçişin keskin olduğu görülmektedir. Ayrıca grafiklerden elde edilen kritik sıcaklık değerlerinin ac manyetik alana bağlı bir değişim göstermediği ve $37,8$ K'de süperiletken faza geçişin gerçekleştiği görülmektedir.



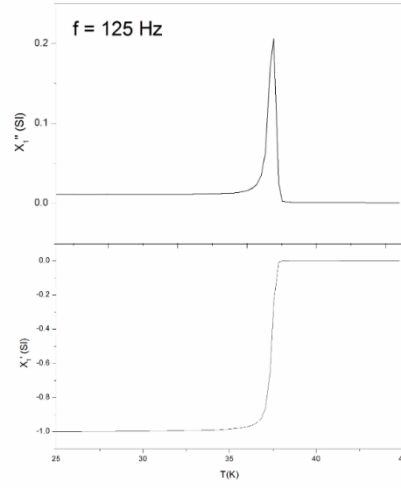
Şekil 4.67 Saf MgB_2/Fe tel numunesine ait temel harmonik alınganlığının faz–içi ve faz–dışı bileşenlerinin 160 A/m ac alan genliğinde sıcaklığa bağlı olarak değişimi



Şekil 4.68 Saf MgB_2/Fe tel numunesine ait temel harmonik alınganlığının faz–içi ve faz–dışı bileşenlerinin 320 A/m ac alan genliğinde sıcaklığa bağlı olarak değişimi

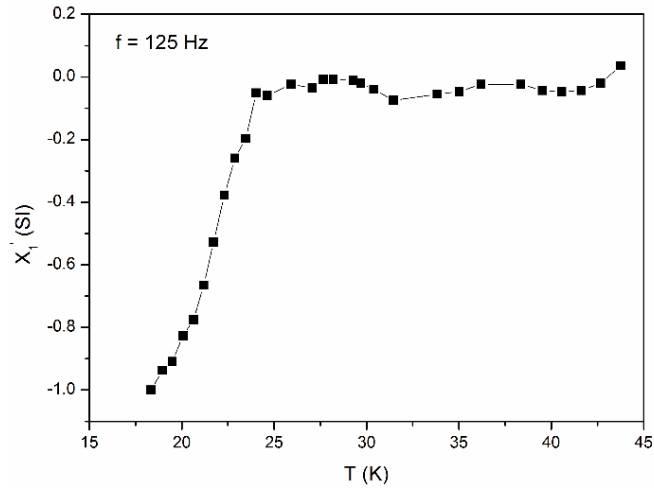


Şekil 4.69 Saf MgB_2/Fe tel numunesine ait temel harmonik alınganlığının faz–içi ve faz–dışı bileşenlerinin 640 A/m ac alan genliğinde sıcaklığa bağlı olarak değişimi

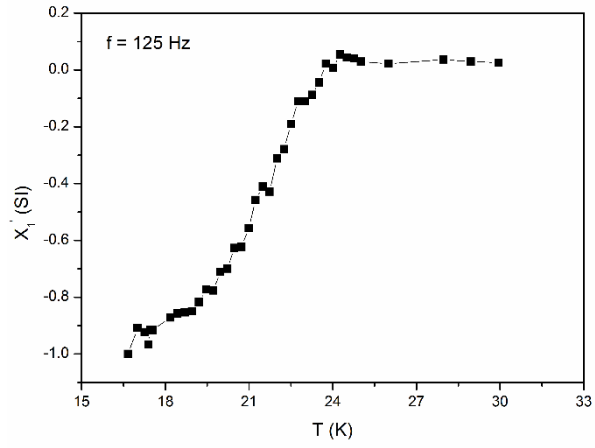


Şekil 4.70 Saf MgB_2/Fe tel numunesine ait temel harmonik alınganlığının faz-ıç ve faz-dışı bileşenlerinin 1280 A/m ac alan genliğinde sıcaklığa bağlı olarak değişimi

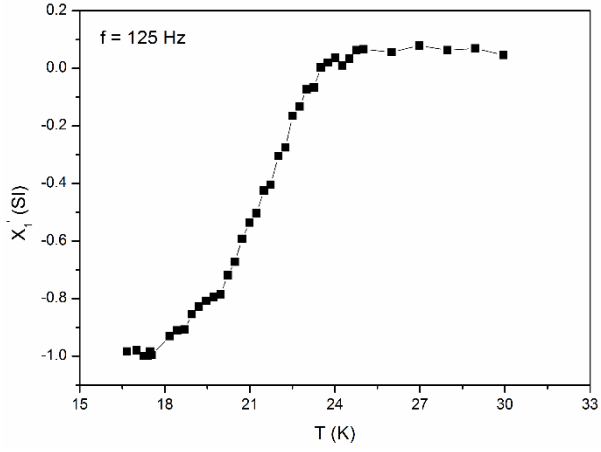
Şekil 4.71 – 4.75’te kuru karıştırma yöntemi ile üretilen malic asit katkıli tellerden 800 °C’de ısıt işleme tabi tutulan telin 125 Hz frekansta ve farklı manyetik alanlar altında alınan ac alınganlık ölçümlerinden elde edilen sonuçlar gösterilmektedir.



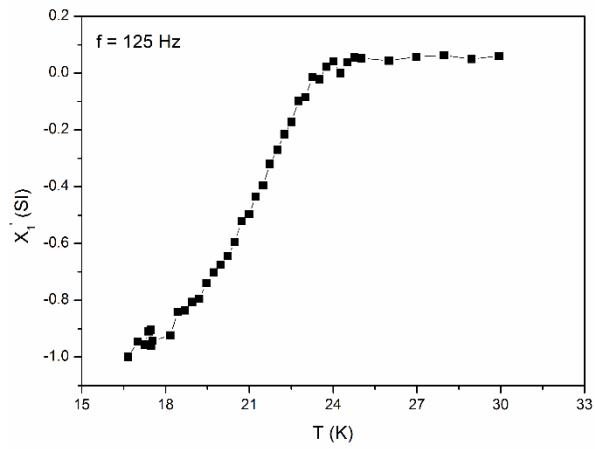
Şekil 4.71 % 10 malic asit katkıli MgB_2/Fe telin $H_{ac} = 80$ A/m alan altında elde edilen ac alınganlık eğrisi



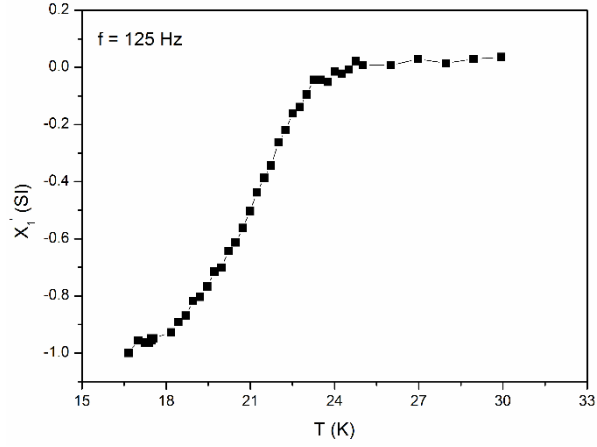
Şekil 4.72 % 10 malic asit katkılı MgB_2/Fe telin $H_{ac} = 100$ A/m alan altında elde edilen ac alınganlık eğrisi



Şekil 4.73 % 10 malic asit katkılı MgB_2/Fe telin $H_{ac} = 120$ A/m alan altında elde edilen ac alınganlık eğrisi



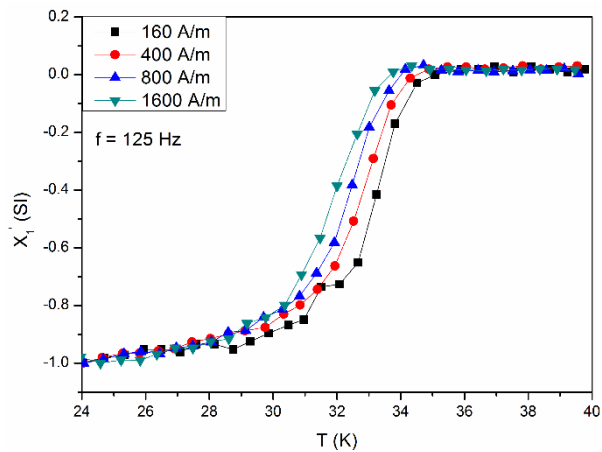
Şekil 4.74 % 10 malic asit katkılı MgB_2/Fe telin $H_{ac} = 140$ A/m alan altında elde edilen ac alınganlık eğrisi



Şekil 4.75 % 10 malic asit katkılı MgB_2/Fe telin $H_{ac} = 160$ A/m alan altında elde edilen ac alınganlık eğrisi

Bu grafiklerden görüldüğü gibi süperiletken faza geçiş yaklaşık olarak 25 K civarında başlamaktadır. Kuru karıştırma yöntemi, üretilen tellerin elektriksel ve manyetik özelliklerini olumsuz yönde etkilemektedir.

Islak karıştırma yöntemi ile farklı sıcaklıklarda (700, 800 ve 900 °C) ısıtılma tabi tutulmuş % 10 malic asit katkılı MgB_2/Fe tellerin farklı ac manyetik alanlar altında ölçülen ac alınganlığının faz-ıçi bileşenlerinin sıcaklığa bağlı değişimleri şekil 4.76 – 4.78’de gösterilmiştir.

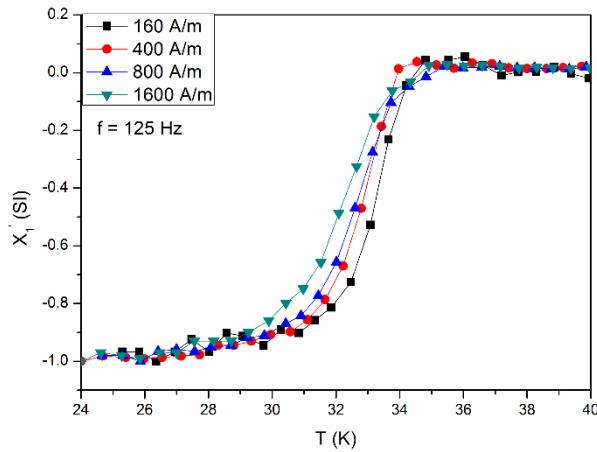


Şekil 4.76 700 °C’de ısıtılma tabi tutulmuş % 10 malic asit katkılı MgB_2/Fe telin uygulanan $H_{ac} = 160, 400, 800, 1600$ A/m genlikli alanlar altında ac alınganlığının faz-ıçi bileşeninin sıcaklığa bağlı değişimi

700 °C’de ısıtılma tabi tutulmuş numunelerin dört farklı alan altında alınan ölçüm sonuçlarına göre kritik sıcaklık yaklaşık olarak 35,1 K’dir. Süperiletken faza geçiş sıcaklık değerinin uygulanan ac manyetik alana bağlı değişimi çizelge 4.17’de verilmiştir.

Çizelge 4.17 700 °C’de ısıtılma tabi tutulmuş % 10 malic asit katkılı MgB_2/Fe tele ait kritik sıcaklık başlangıç değerleri

Uygulanan Alan (A/m)	Kritik Sıcaklık Başlangıç Değeri (K)
160	35,1
400	34,9
800	34,2
1600	34

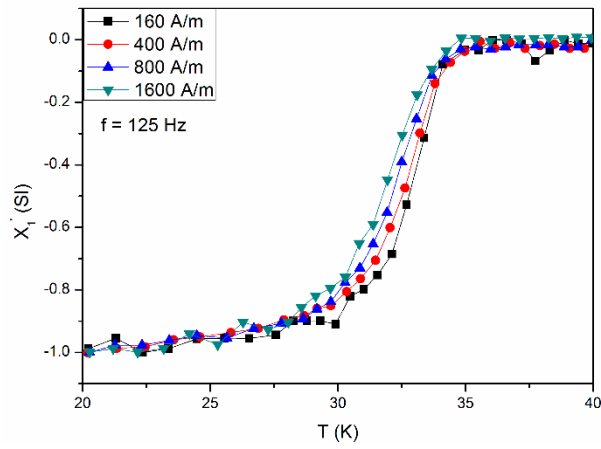


Şekil 4.77 800 °C’de ısıtılma tabi tutulmuş % 10 malic asit katkılı MgB_2/Fe telin uygulanan $H_{ac} = 160, 400, 800, 1600$ A/m genlikli alanlar altında ac alınganlığının faz-ıç i bileşeninin sıcaklığa bağlı değişimi

800 °C’de ısıtılma tabi tutulmuş numunelerin dört farklı alan altındaki ölçüm sonuçlarına göre kritik sıcaklık değerleri yaklaşık olarak 35 K’dir. Şekil 4.77’den de görülebileceği gibi uygulanan manyetik alan arttıkça kritik sıcaklık başlangıç değerinin daha düşük sıcaklıklara kaydığı gözlemlenmektedir. Bu ölçümlerden elde edilen sonuçlar çizelge 4.18’de özetlenmektedir.

Çizelge 4.18 800 °C’de ısıt işleme tabi tutulmuş % 10 malic asit katkılı MgB₂/Fe tele ait kritik sıcaklık başlangıç değerleri

Uygulanan Alan (A/m)	Kritik Sıcaklık Başlangıç Değeri (K)
160	35
400	34,5
800	34,4
1600	34,3



Şekil 4.78 900 °C’de ısıt işleme tabi tutulmuş % 10 malic asit katkılı MgB₂/Fe telin uygulanan $H_{ac} = 160, 400, 800, 1600$ A/m genlikli alanlar altında ac alınganlığının faz-ıç i bileşeninin sıcaklığa bağı lı değ iş imi

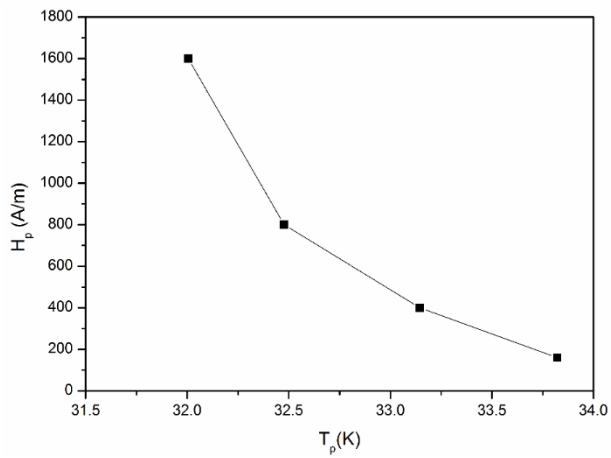
Şekil 4.78’den elde edilen kritik sıcaklık başlangıç değ erleri çizelge 4.19’da özetlenmektedir.

Çizelge 4.19 900 °C’de ısıt işleme tabi tutulmuş % 10 malic asit katkılı MgB₂/Fe tele ait kritik sıcaklık başlangıç değ erleri

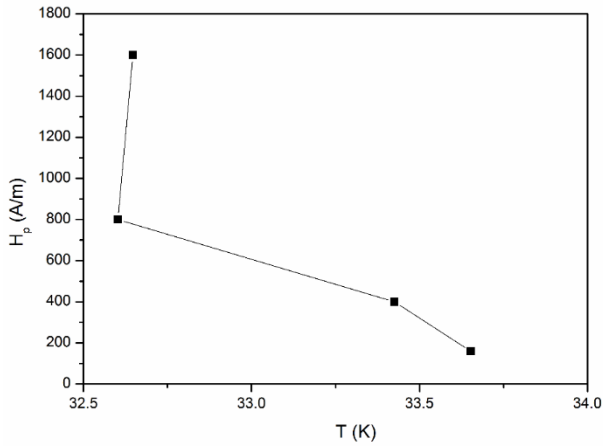
Uygulanan Alan (A/m)	Kritik Sıcaklık Başlangıç Değeri (K)
160	35
400	34,9
800	34,8
1600	34,7

Bu ölçümler sonucunda uygulanan alan değerinin (H_{ac}) artması ile kritik sıcaklığın düşük sıcaklıklara kaydığı fakat önemli bir değişikliğe yol açmadığı gözlemlenmiştir.

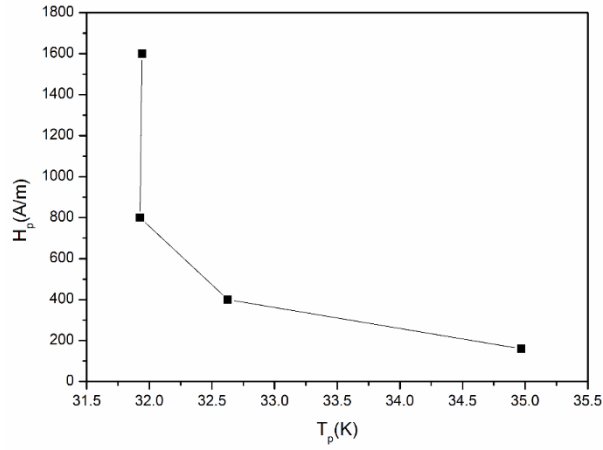
AC alınganlığın faz-dışı bileşeninin (χ'') tepe değerlerinde, ac alan genliği numune merkezine girebilecek tam akı giriş alanı H_p 'ye eşit olur. Farklı sıcaklıklarda ısıtılma işlemine tabi tutulmuş olan malic asit katkı malzemelerin tepe sıcaklıkları, $H_{ac} = 160, 400, 800$ ve 1600 A/m alan genliklerinde ölçülmüş ve şekil 4.79 – 4.81'de tepe sıcaklığına karşı sızma alanının grafikleri gösterilmiştir.



Şekil 4.79 700 °C'de ısıtılma işlemine tabi tutulmuş malic asit katkı numunenin farklı ac alan genlikleri için χ'' den elde edilen tepe sıcaklıklarına (T_p) karşı sızma alanı (H_p)



Şekil 4.80 800 °C'de ısıtılma işlemine tabi tutulmuş malic asit katkı numunenin farklı ac alan genlikleri için χ'' den elde edilen tepe sıcaklıklarına (T_p) karşı sızma alanı (H_p)



Şekil 4.81 900 °C’de ısıtılma tabi tutulmuş malic asit katkılı numunenin farklı ac alan genlikleri için χ'' den elde edilen tepe sıcaklıklarına (T_p) karşı sızma alanı (H_p)

Yukarıdaki şekillerden görülebileceği gibi H_{ac} değiştiğinde, farklı sıcaklıklarda faz-dışı (χ'') bileşeninin tepe değerleri farklı maksimum değerler almaktadır. $H_{ac} = H_p$ olduğunda, malzeme merkezine tam akı girişi söz konusudur. Farklı sıcaklıklarda üretilen malic asit katkılı tellerde yapılan ölçümlerden elde edilen tepe sıcaklıkları çizelge 4.20 – 4.22’de verilmiştir.

Çizelge 4.20 700 °C’de ısıtılma yapılan % 10 malic asit katkılı telin farklı alanlarda tepe sıcaklığı değerleri

H_{ac} (A/m)	T_p (K)
160	33,8225
400	33,145
800	32,4775
1600	32,005

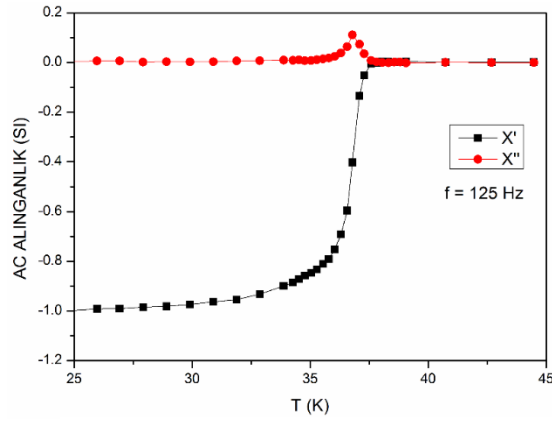
Çizelge 4.21 800 °C’de ısıtılma yapılan % 10 malic asit katkılı telin farklı alanlarda tepe sıcaklığı değerleri

H_{ac} (A/m)	T_p (K)
160	33,6525
400	33,425
800	32,6025
1600	32,6475

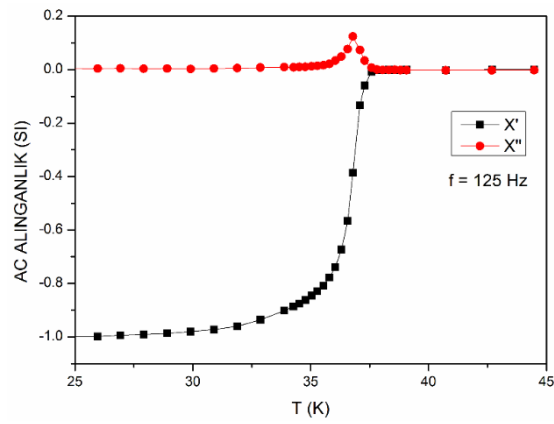
Çizelge 4.22 900 °C’de ısıt işlem yapılan % 10 malic asit katkılı telin farklı alanlarda tepe sıcaklığı değerleri

H_{ac} (A/m)	T_p (K)
160	34,9675
400	32,6275
800	31,925
1600	31,9425

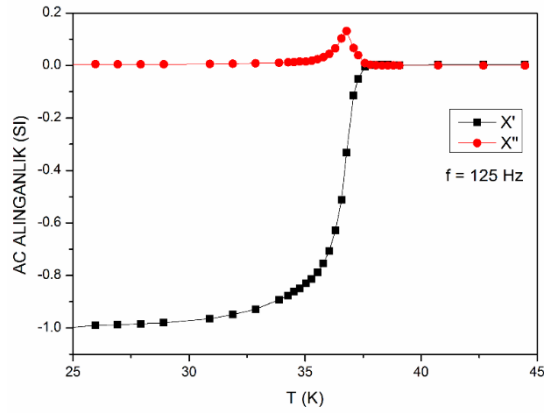
Şekil 4.82 – 4.85’de % 1 mol hekzilbenzen katkılı tellerin dört farklı alan altındaki (H_{ac} = 160, 320, 640 ve 1280 A/m) temel ac alınganlığın hem faz-ıç (χ') hem de faz-dışı (χ'') bileşeni gösterilmiştir.



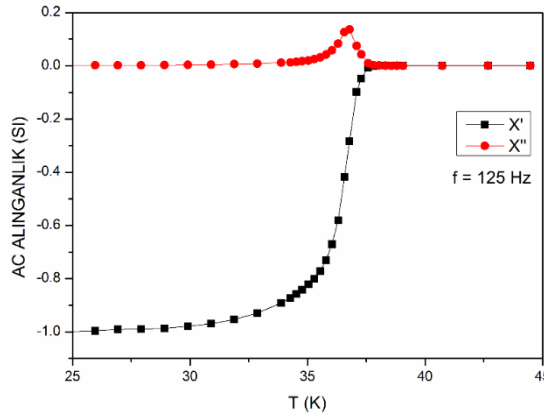
Şekil 4.82 % 1 mol hekzilbenzen katkılı MgB₂/Fe telin $H_{ac} = 160$ A/m alan altındaki temel ac alınganlığa karşı sıcaklık eğrisi



Şekil 4.83 % 1 mol hekzilbenzen katkılı MgB₂/Fe telin $H_{ac} = 320$ A/m alan altındaki temel ac alınganlığa karşı sıcaklık eğrisi



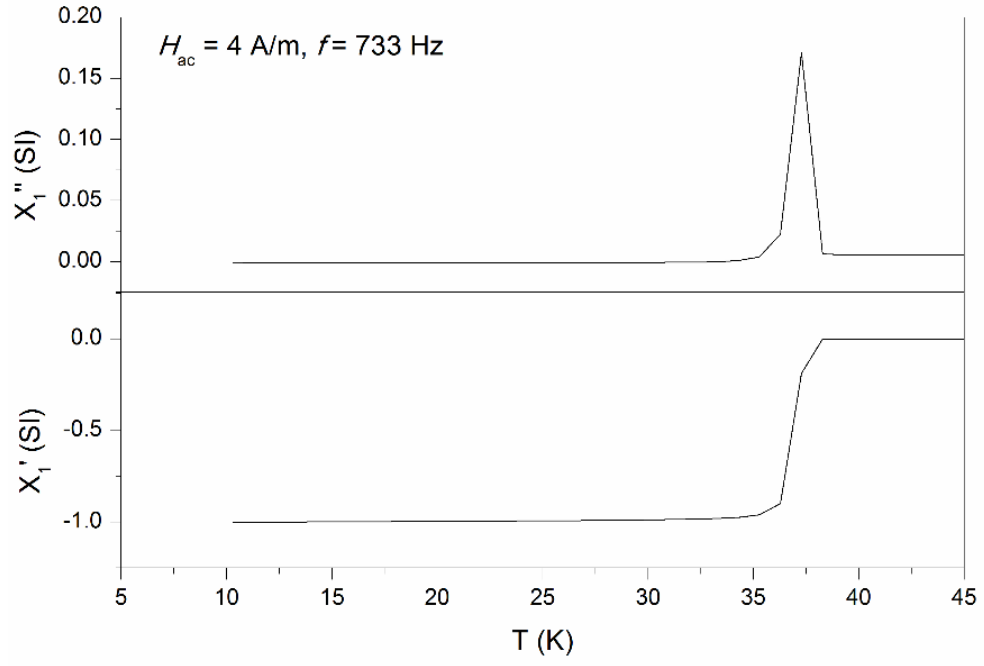
Şekil 4.84 % 1 mol hekzilbenzen katkılı MgB_2/Fe telin $H_{ac} = 640 \text{ A/m}$ alan altındaki temel ac alınganlığa karşı sıcaklık eğrisi



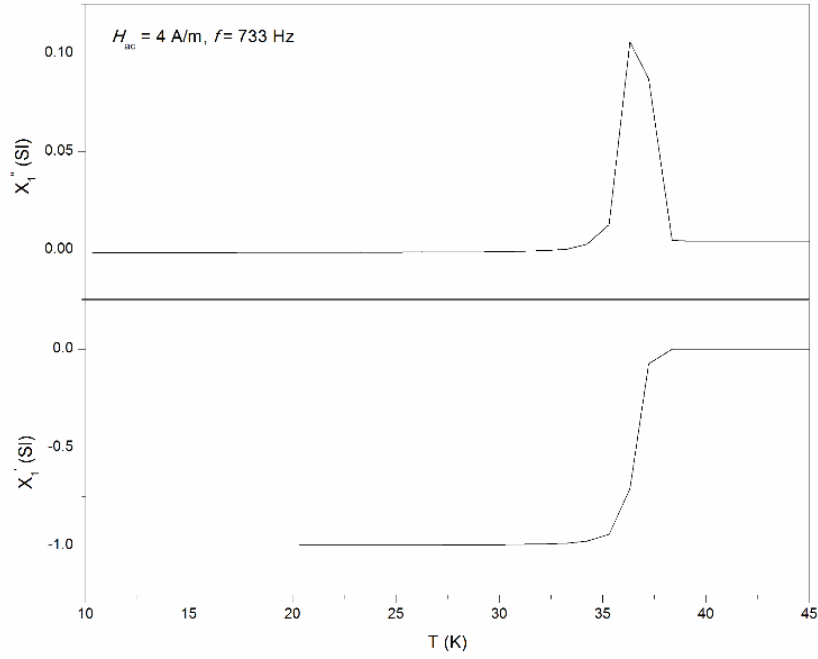
Şekil 4.85 % 1 mol hekzilbenzen katkılı MgB_2/Fe telin $H_{ac} = 1280 \text{ A/m}$ alan altındaki temel ac alınganlığa karşı sıcaklık eğrisi

Grafiklerden de görülebileceği gibi başlangıç kritik sıcaklığının 37,6 K olduğu belirlenmiştir. Ac alınganlığın hem faz-içi (χ') hem de faz-dışı (χ'') bileşenleri incelendiğinde MgB_2 tanecikleri arasında güçlü bir çiftlenimin varlığını gösteren tek aşamalı bir faz geçişi gözlemlenmektedir.

Şekil 4.86 - 4.87'de sırasıyla benzen ve etil tolüen katkılı tellere ait ac alınganlığın sıcaklık bağımlılığı gösterilmiştir. Ac alınganlık ölçümleri 4 A/m alan altında, 733 Hz frekansta ve 10-45 K sıcaklık aralığında alınmıştır.



Şekil 4.86 % 2 mol benzen katkılı MgB₂/Fe tellerin ac alinganlığının sıcaklıkla değişimi



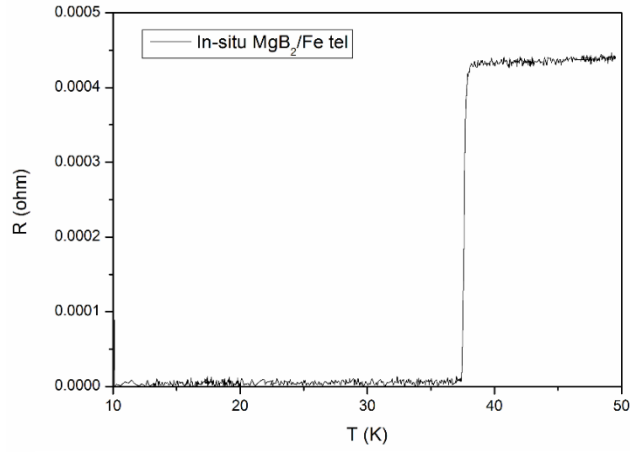
Şekil 4.87 % 10 mol etil tolüen katkılı MgB₂/Fe tellerin ac alinganlığının sıcaklık ile değişimi

% 2 mol benzen katkılması ile belirlenen başlangıç kritik sıcaklık değeri 38,39 K iken % 10 mol etil tolüen katkılması ile belirlenen başlangıç kritik sıcaklık değeri ise 38,35 K'dir.

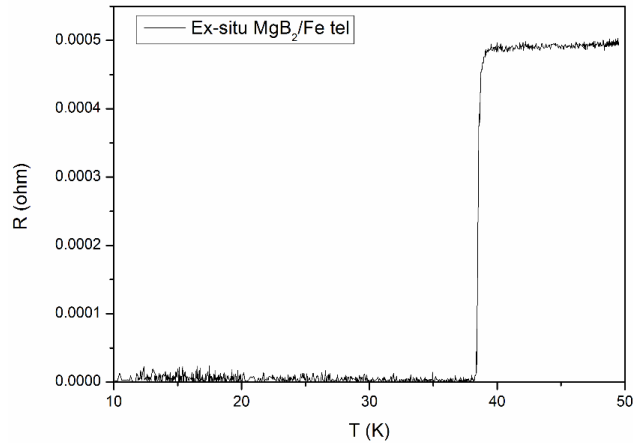
4.2.5 Direnç ölçümleri

Üretilen katkısız ve katkılı tellerin direnç ölçümleri dört nokta kontak yöntemi ile gerçekleştirilmiştir. Bu bölümde öncelikle saf numunelerin direnç ölçümlerinden bahsedilecek daha sonra da katkılı tellerin sonuçları üzerinde tartışılacaktır.

In-situ ve *ex-situ* TİT yöntemiyle üretilen MgB_2/Fe tellerin direnç ölçümleri için 2 cm uzunluğunda parçalar kesilmiş ve 900 °C’de ısıtılma tabi tutulmuştur. *In-situ* ve *ex-situ* TİT yöntemiyle üretilen MgB_2/Fe tellerin $R - T$ eğrileri şekil 4.88 - 4.89’da gösterilmektedir.



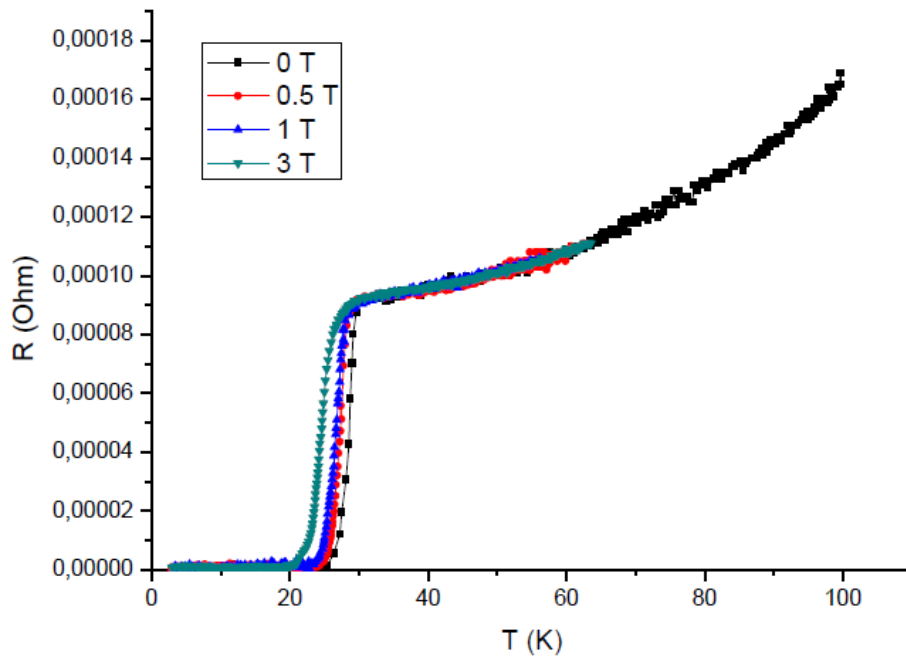
Şekil 4.88 *In-situ* TİT yöntemiyle hazırlanan MgB_2/Fe telin $R - T$ eğrisi



Şekil 4.89 *Ex-situ* TİT yöntemiyle hazırlanan MgB_2/Fe telin $R - T$ eğrisi

In-situ yöntemiyle üretilen telin kritik sıcaklık (T_c) değeri beklendiği gibi yaklaşık olarak 38 K olarak ölçülmüştür. Hazır MgB_2 toz kullanarak üretilen telin kritik sıcaklık değeri ise 39 K olarak belirlenmiştir. Elde edilen bu değerler ac alınganlık ölçümlerinden elde edilen değerler ile hemen hemen aynıdır.

Kuru karıştırma yöntemiyle üretilen malic asit katkılı tellerin direnç ölçümleri manyetik alan altında gerçekleştirilmiştir. Üretilen tellerden 800 °C’de ısıtıl işlem yapılan numunenin 0 - 3 T manyetik alan altında alınan $R - T$ eğrisi şekil 4.90’da gösterilmiştir.



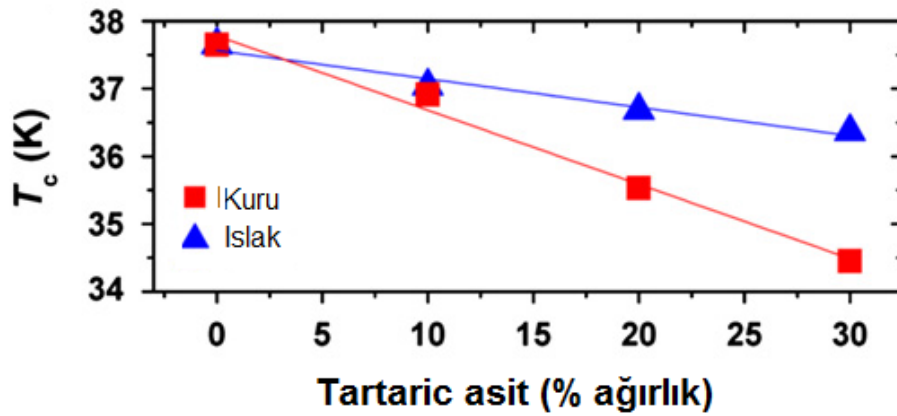
Şekil 4.90 Kuru karıştırma yöntemi ile hazırlanan 800 °C’de ısıtıl işlem tabi tutulmuş % 10 malic asit katkılı MgB_2/Fe telin 0 – 3 T alan altında $R - T$ eğrisi

Bu grafik analiz edildiğinde;

- Alan uygulamadan ölçülen $R - T$ eğrisinden kritik sıcaklığın (T_c) başlangıç değerinin yaklaşık 31 K ve bitiş değerinin de 25 K olduğu görülmektedir.
- 0,5 T manyetik alan altında elde edilen sonuçlar T_c ’nin başlangıç ve bitiş değerlerinin sırasıyla yaklaşık 30,4 ve 24,8 K olduğunu göstermektedir.
- 1 T manyetik alan altında elde edilen değerler sırasıyla $T_c = 29,7$ ve 23,9 K’dir.
- 3 T manyetik alan altında ise T_c ’nin başlangıç ve bitiş değerleri 29,3 ve 21,1 K’dir.

Sonuç olarak karbon kaynağı olarak kullanılan malic asit ($C_4H_6O_5$) katkısının artması ile öngörüldüğü gibi kritik sıcaklık değeri düşmektedir. Ayrıca uygulanan manyetik alanın artması ile de kritik sıcaklık azalmaktadır.

Islak ve kuru karıştırma yöntemi ile üretilen farklı miktarlarda tartaric asit katkılı tellerin kritik sıcaklığı (T_c) şekil 4.91’de gösterilmiştir.



Şekil 4.91 T_c 'nin tartaric asit katkı miktarına bağlı değişimi

Islak karıştırma yöntemi sayesinde katkı malzemesinin üretilen tartaric asit katkılı tellerin kritik sıcaklık değerleri üzerindeki olumsuz etkileri minimize edilmiştir. Bu durum aynı zamanda karbonun bor ile yerdeğiştirme oranı ile de ilişkili olabilir. Daha fazla karbon atomunun MgB_2 örgü yapısındaki bor atomları ile yerdeğiştirmesi durumunda T_c 'de belirgin bir düşüş gözleneceği iddia edilmektedir. Ancak kuru karıştırma durumunda gözlenen T_c 'deki büyük düşüş, karbon yerdeğiştirmesinden çok MgO oluşumu ile ilişkilidir.

Üretilen saf ve % 10 tartaric asit katkılı (hem ıslak hem de kuru) tellerin diğer özellikleri hakkında bilgi edinmek için normal durum öz dirençleri ölçülmüştür. Sonuçlar çizelge 4.23'te özetlenmiştir.

Çizelge 4.23 Islak ve kuru karıştırma yöntemi ile üretilen % 10 tartaric katkılı tellerin ölçülen öz direnç değerleri $\rho_{300\text{ K}}$ ve $\rho_{40\text{ K}}$, artık öz direnç oranı $A\ddot{O}O$ ve aktif yüzey-kesit alanı kesri A_F

Numuneler	$\rho_{300\text{ K}}$ ($\mu\Omega\text{ cm}$)	$\rho_{40\text{ K}}$ ($\mu\Omega\text{ cm}$)	$\Delta\rho$ ($\mu\Omega\text{ cm}$)	$A\ddot{O}O$	A_F
Saf MgB_2	70,55	36,45	34,10	1,93	0,214
MgB_2 + % 10 tartaric asit (ıslak)	131,56	74,67	56,89	1,76	0,128
MgB_2 + % 10 tartaric asit (kuru)	154,85	92,56	62,29	1,67	0,117

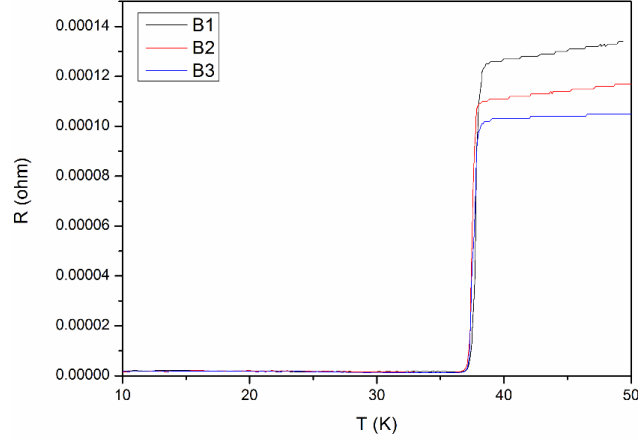
Genellikle artık öz direncin ($\rho_{40\text{ K}}$) tanecik-içi safsızlık saçılması ile ilişkili olduğu, buna karşılık oda sıcaklığı öz direnci ve artık öz direnç arasındaki farkın ($\Delta\rho = \rho_{300\text{ K}} - \rho_{40\text{ K}}$) tanecikler-arası bağlantı ile ilişkili olduğu iddia edilmektedir (Rowell 2003). Basit olarak 300 K'deki öz direncin 40 K'deki öz dirence oranı olarak tanımlanan artık öz direnç oranı ($A\ddot{O}O$) saf, ıslak karıştırılmış ve kuru karıştırılmış teller için sırasıyla 1,93, 1,76 ve 1,67'dir. Oldukça yüksek $A\ddot{O}O$ değerlerine sahip numunelerin yüksek kaliteli olduğu bilinmektedir (Matsushita vd. 2008). Aktif yüzey-kesit alanı kesri (A_F) eşitlik 4.9 ile tanımlanmaktadır (Rowell 2003).

$$A_F = \frac{\Delta\rho_{ideal}}{\rho_{300\text{ K}} - \rho_{40\text{ K}}} \quad (4.9)$$

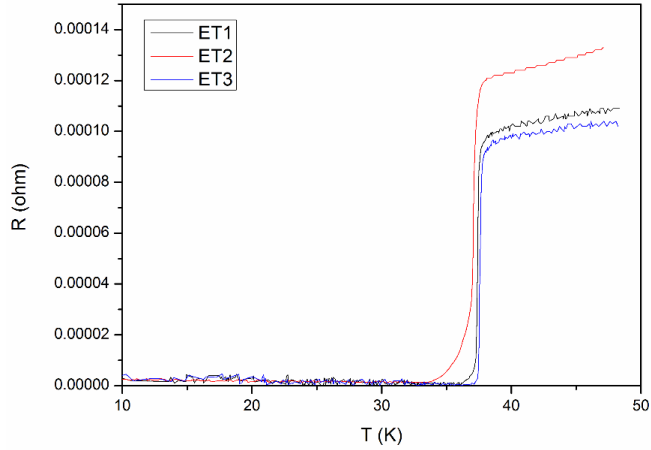
Burada, $\rho_{40\text{ K}}$ ve $\rho_{300\text{ K}}$ sırasıyla 40 K'de ve 300 K'de ölçülen öz direnç değerleridir.

$\Delta\rho_{ideal}$ ise ideal bir numune için 40 K ve 300 K'deki öz direnç farkıdır ve genel olarak $7,3\ \mu\Omega\text{ cm}$ değeri kullanılmaktadır (Kim vd. 2010). Saf, ıslak ve kuru karıştırılmış tellerin alan kesirleri sırasıyla 0,214, 0,128 ve 0,117'dir. Bu sonuçta tanecikler arası bağlantı açısından ıslak karıştırma yönteminin daha verimli olduğunu desteklemektedir. Daha önce de belirtildiği gibi ve çizelge 4.23'ten de görülebileceği gibi σ ve π bağları arasındaki safsızlık saçılmalarının MgB_2 telin J_c 'ni etkileyebileceği kanıtlanmıştır.

% 2 mol benzen ve % 10 mol etil tolüen katkılanmış demir kılıflı MgB_2 tellerden farklı kalınlıklarda 3 tane parça kesilerek şerit üretimi de gerçekleştirilmiştir. Bu şeritler 750°C 'de 1 saat Ar atmosferi altında ısıl işleme tabi tutulmuşlardır. Üretilen şerit örneklerinin dirençlerinin sıcaklıkla değişimi şekil 4.92 - 4.93'te gösterilmiştir.



Şekil 4.92 Farklı kalınlıklarda hazırlanan benzen katkılı MgB_2/Fe şeritlerin direnç değerlerinin sıcaklık ile değişimi



Şekil 4.93 Farklı kalınlıklarda etil tolüen katkılı MgB_2/Fe şeritlerin dirençlerinin sıcaklığa bağlı değişimi

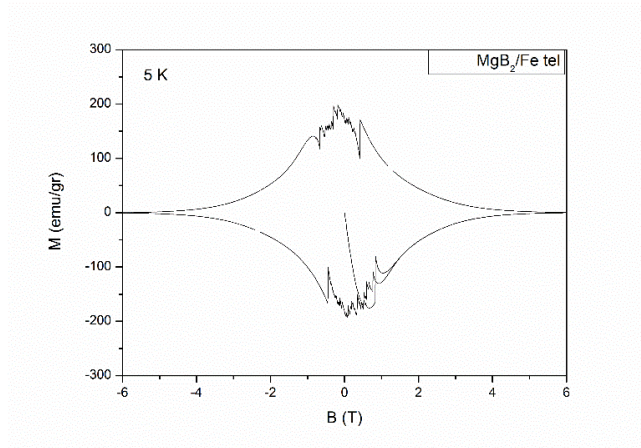
Şekil 4.92'den benzen katkılı şerit örneklerin kritik sıcaklıkları $37 - 37,4 \text{ K}$ aralığında değişmektedir. Kritik sıcaklıklar arasında $0,04 \text{ K}$ gibi küçük bir fark bulunmaktadır. Bu durum 3 m uzunluğunda üretilen tel numune içinde homojen bir yapının sağlandığını göstermektedir.

Etil tolüen katkılı şerit örneklerinin kritik sıcaklıkları ise 36,5 - 37,5 K aralığında değişmektedir. Kritik sıcaklıklar arasında 0,1 K'lık fark bulunmaktadır. Artan şerit kalınlığı ile kritik sıcaklığın azaldığı gözlemlenmiştir. Bu da üretilmiş olan 3 metre uzunluğundaki bu numunenin tel boyunca homojen bir yapıya sahip olmadığını ortaya koymaktadır. Presleme ile taneler arasındaki bağlantının artırılarak kritik sıcaklığın geliştirilebileceği düşünülmektedir.

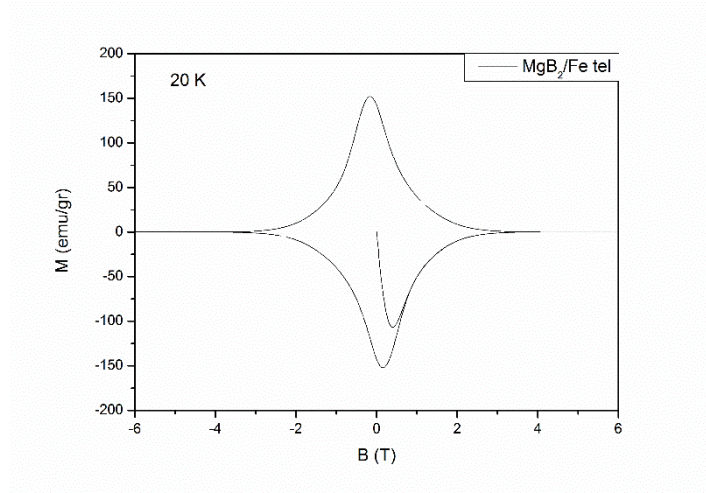
4.2.6 $M - H$ ölçümleri

Üretilen saf ve katkılı tellerin manyetik özellikleri mıknatıslanma ölçümleri ile araştırılmıştır. Demirin ferromanyetik özellik göstermesinden dolayı kılıf malzemesinin içerisinden çıkarılan parçayla ölçümler gerçekleştirilmiştir. Ölçümler 5, 20 ve 30 K'de 50 Oe/s tarama hızında bir PPMS kullanılarak alınmıştır.

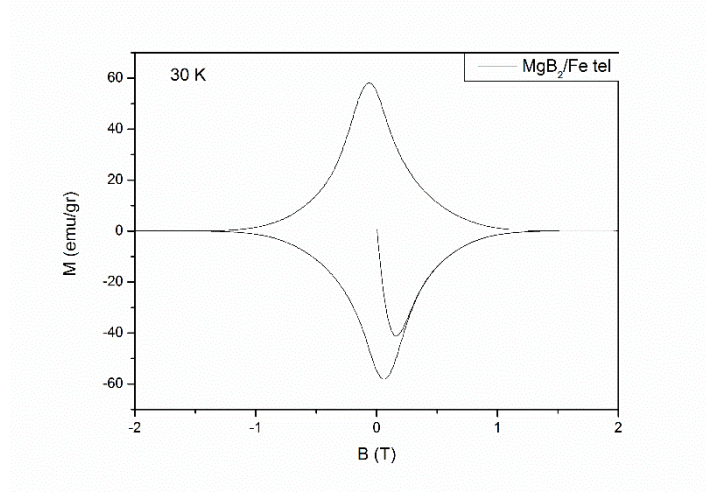
Şekil 4.94 - 4.96'da üretilen saf demir kılıflı MgB_2 telin mıknatıslanma ölçümleri gösterilmiştir.



Şekil 4.94 Demir kılıflı MgB_2 tel için 5 K sıcaklık değerinde elde edilen mıknatıslanma eğrisi



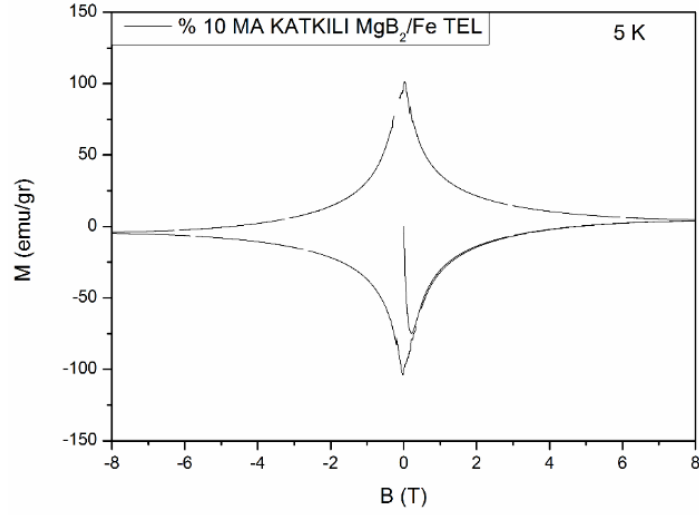
Şekil 4.95 Demir kılıflı MgB_2 tel için 20 K sıcaklık değerinde elde edilen mıknatıslanma eğrisi



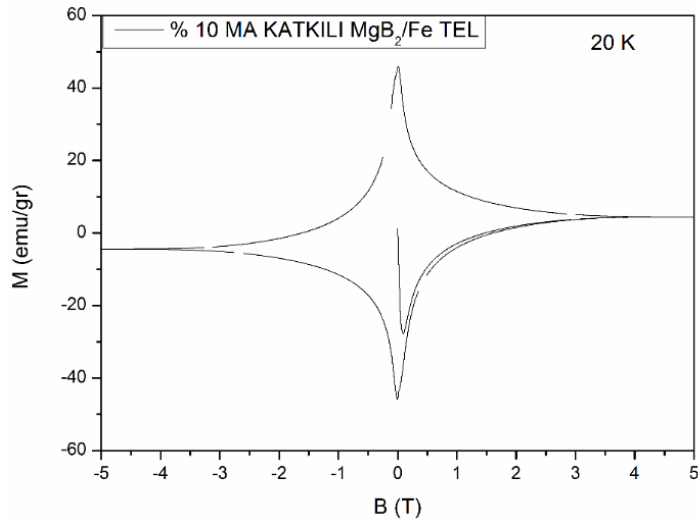
Şekil 4.96 Demir kılıflı MgB_2 tel için 30 K sıcaklık değerinde elde edilen mıknatıslanma eğrisi

5 K’de uygulanan ölçüm sonuçlarına bakıldığında tipik akı-sıçraması davranışı üretilen tüm numunelerde görülmektedir. Bu akı sıçraması olayı ilk kez bir MgB_2 külçe numunede Dou vd. tarafından gözlenmiştir (Dou vd. 2001). Akı sıçraması olayı manyeto-optik görüntüleme teknikleri kullanılarak doğrudan gözlemlenebilir ve numuneye hızlı akı nüfuzu ile açıklanabilir. Akı sıçraması davranışını minimize etmek için tarama hızının azaltılması gerekmektedir. Sıcaklığın 5 K’den 30 K’e artması ile eğrilerin genişliğinde belirgin bir daralma olduğu görülmektedir. Bu azalma aynı zamanda manyetik kritik akım yoğunluğunda bir düşüş gözlenmesi anlamına gelmektedir.

Şekil 4.97 - 4.98’de ıslak karıştırma yöntemi ile üretilen ve 700 °C’de ısıtılmış olan % 10 malic asit katkılı demir kılıflı MgB_2 telin mıknatıslanma eğrileri gösterilmiştir.



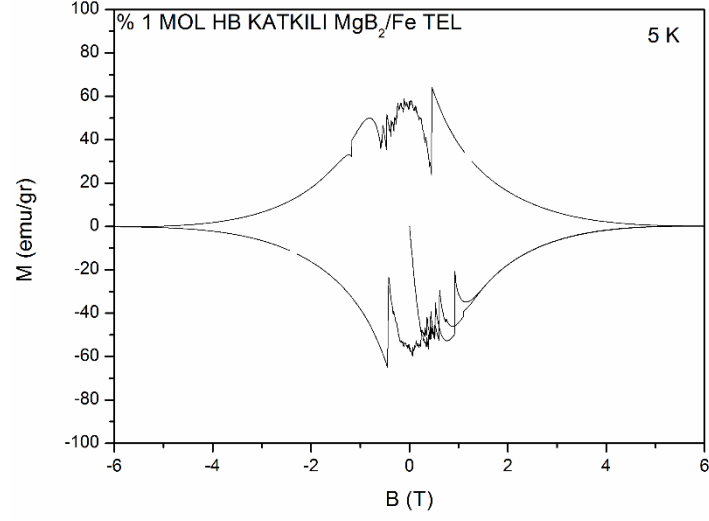
Şekil 4.97 Islak karıştırma yöntemi ile üretilen ve 700 °C’de ısıtılmış olan % 10 malic asit katkılı demir kılıflı MgB_2 tel için 5 K’de elde edilen mıknatıslanma eğrisi



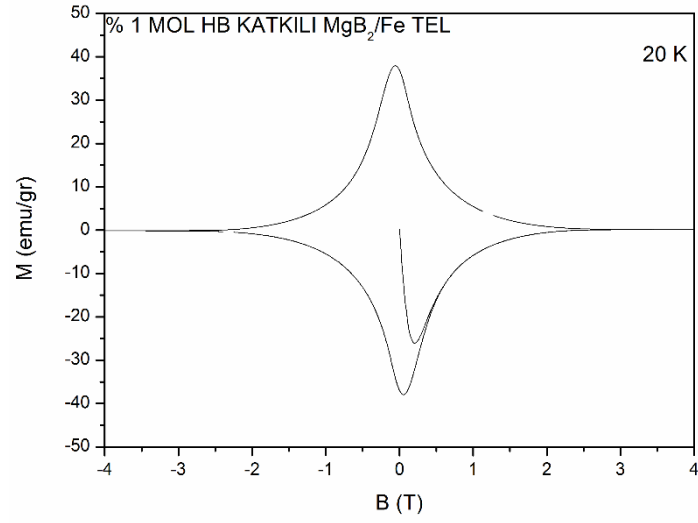
Şekil 4.98 Islak karıştırma yöntemi ile üretilen ve 700 °C’de ısıtılmış olan % 10 malic asit katkılı demir kılıflı MgB_2 tel için 20 K’de elde edilen mıknatıslanma eğrisi

Sıcaklığın 5 K’den 20 K’e artması ile beklendiği gibi mıknatıslanma eğrisinin genişliğinde daralma olduğu görülmektedir.

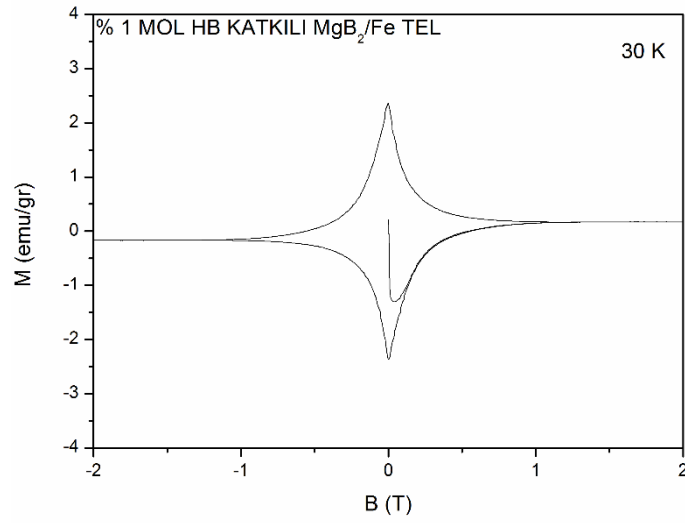
Şekil 4.99 - 4.101’de % 1 mol hekzilbenzen katkılı demir kılıflı MgB_2 telin mıknatıslanma eğrileri gösterilmiştir.



Şekil 4.99 % 1 mol hekzilbenzen katkılı demir kılıflı MgB_2 tel için 5 K’de ölçülen mıknatıslanma eğrisi

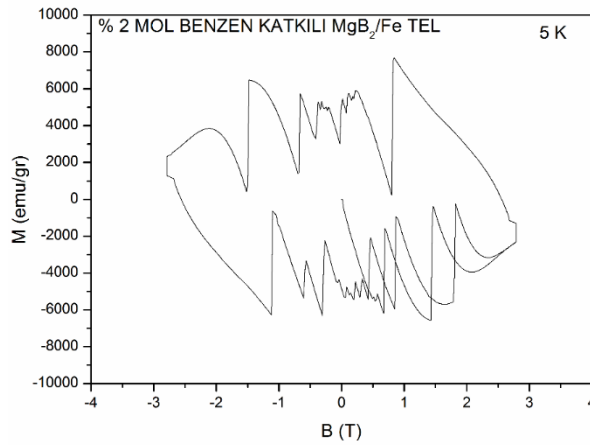


Şekil 4.100 % 1 mol hekzilbenzen katkılı demir kılıflı MgB_2 tel için 20 K’de ölçülen mıknatıslanma eğrisi

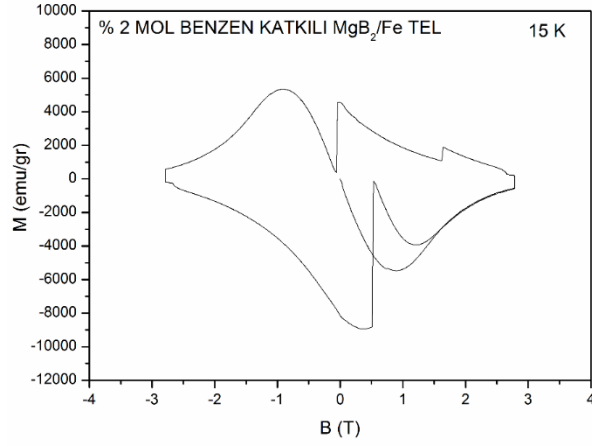


Şekil 4.101 % 1 mol hekzilbenzen katkılı demir kılıflı MgB_2 tel için 30 K’de ölçülen mıknatıslanma eğrisi

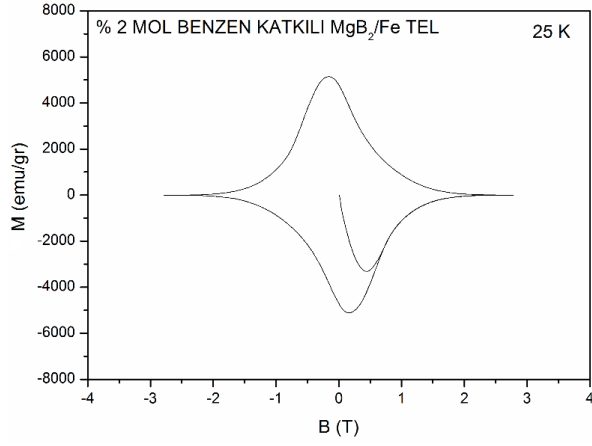
Şekil 4.102 - 4.104’te benzen katkılı demir kılıflı MgB_2 telin mıknatıslanma eğrileri gösterilmiştir. Ölçümler 5, 15 ve 25 K’de 50 Oe/s tarama hızı ile 3 T’ya kadar alan altında bir PPMS kullanılarak alınmıştır. Grafiklerden 5 ve 15 K’de alınan ölçümlerde akı sıçraması olayı görülmektedir. Akı sıçraması olayının minimize edilmesi için daha önceki bölümlerde önerildiği gibi tarama hızının azaltılması gerekmektedir. 25 K’de alınan ölçümlerde ise olağan bir süperiletkenin davranış göze çarpmaktadır.



Şekil 4.102 Benzen katkılı MgB_2/Fe telin 5 K’de elde edilen mıknatıslanma eğrisi



Şekil 4.103 Benzen katkılı MgB_2/Fe telin 15 K’de elde edilen mıknatıslanma eğrisi

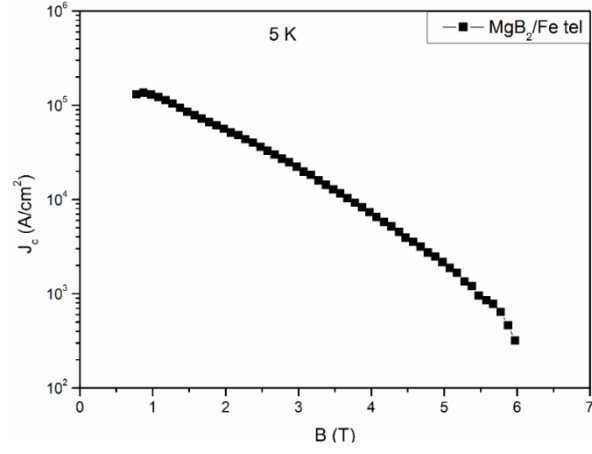


Şekil 4.104 Benzen katkılı MgB_2/Fe telin 25 K’de elde edilen mıknatıslanma eğrisi

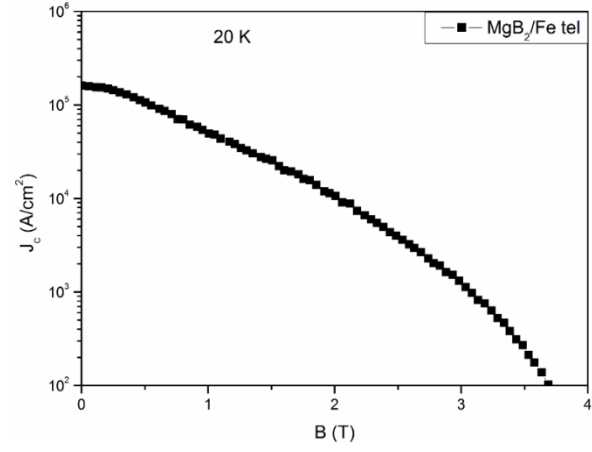
4.2.7 Kritik akım yoğunluğunun (J_c) belirlenmesi

Saf ve organik bileşik katkılı tellerin kritik akım yoğunlukları Bean kritik durum modeli (Bean 1964) kullanılarak mıknatıslanma eğrisinin genişliğinden hesaplanmıştır.

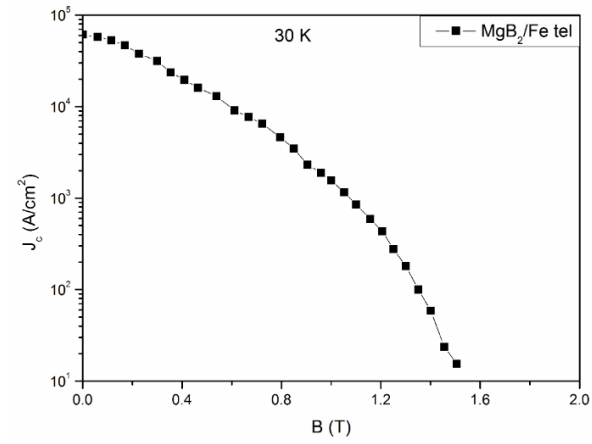
Şekil 4.105 - 4.107’de saf MgB_2/Fe tel numunelerin 5, 20 ve 30 K’de kritik akım yoğunluğu, manyetik alanın bir fonksiyonu olarak gösterilmiştir.



Şekil 4.105 MgB₂/Fe telin 5 K sıcaklık değerinde manyetik kritik akım yoğunluğunun manyetik alana bağlı değişimi



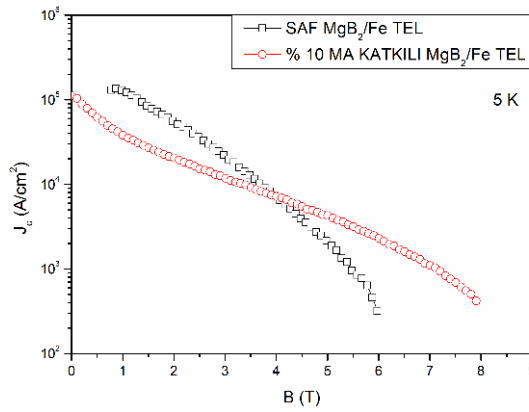
Şekil 4.106 MgB₂/Fe telin 20 K sıcaklık değerinde manyetik kritik akım yoğunluğunun manyetik alana bağlı değişimi



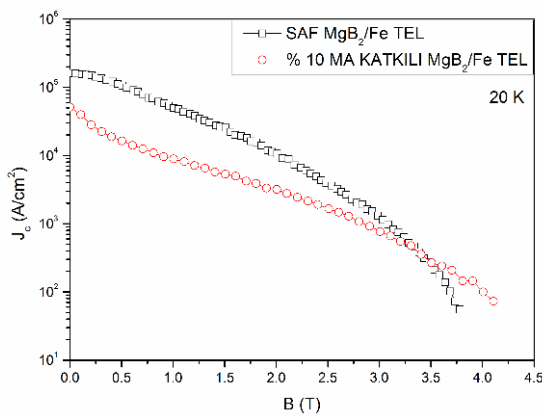
Şekil 4.107 MgB₂/Fe telin 30 K sıcaklık değerinde manyetik kritik akım yoğunluğunun manyetik alana bağlı değişimi

Saf MgB_2/Fe tele ait ölçüm sonuçları analiz edildiğinde, sıcaklık artışı ile hesaplanan kritik akım yoğunluk değerlerinin düştüğü gözlemlenmiştir. $T = 5 \text{ K}$ 'de ve 6 T manyetik alan altında kritik akım yoğunluğu $3 \times 10^2 \text{ A/cm}^2$ değerine ulaşırken, $T = 20 \text{ K}$ ve 30 K 'de öz alan kritik akım yoğunluğu değerleri ise sırasıyla $1,6 \times 10^5$ ve $6 \times 10^4 \text{ A/cm}^2$ olarak elde edilmiştir (Buzea ve Yamashita 2001).

Şekil 4.108 - 4.109'da 900°C 'de ısıtılmış olan saf ve 700°C 'de ısıtılmış olan % 10 malic asit katkılı MgB_2/Fe tel numunelerin 5 ve 20 K'de kritik akım yoğunluğu, manyetik alanın bir fonksiyonu olarak gösterilmiştir.



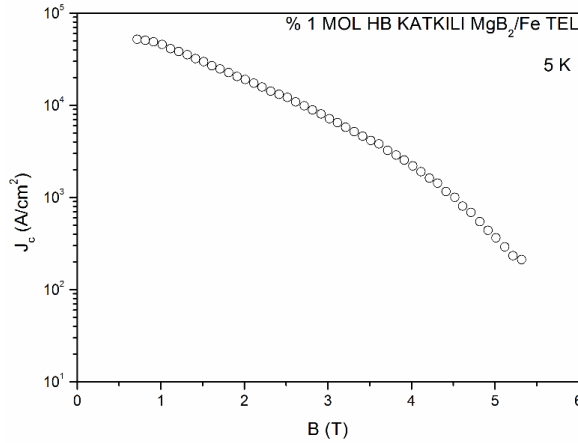
Şekil 4.108 900°C 'de ısıtılmış olan saf ve 700°C 'de ısıtılmış olan % 10 malic asit katkılı MgB_2/Fe teller için 5 K'de elde edilen manyetik kritik akım yoğunluklarının manyetik alana bağlı değişim eğrileri



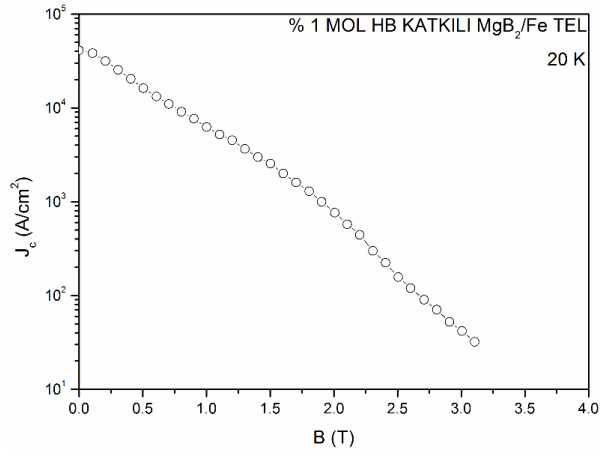
Şekil 4.109 900°C 'de ısıtılmış olan saf ve 700°C 'de ısıtılmış olan % 10 malic asit katkılı MgB_2/Fe teller için 20 K'de elde edilen manyetik kritik akım yoğunluklarının manyetik alana bağlı değişim eğrileri

Manyetik kritik akım yoğunlukları analiz edildiğinde 5 ve 20 K’de gerçekleştirilen ölçümlerden düşük alanlarda saf telin malic asit katkılı tele göre daha yüksek değerlere sahip olduğu ve yüksek alanlarda ise bunun tersi bir durum olduğu görülmektedir. Grafiklerden katkılı numunenin 5 K’de ve öz alan J_c değerinin yaklaşık $1,1 \times 10^5$ A/cm² değerine ulaştığı ve 8 T manyetik alan altında ise yaklaşık 4×10^2 A/cm² değerine sahip olduğu görülmektedir. 20 K’de gerçekleştirilen ölçüm sonuçlarından ise öz alan ve 4 T alan altında hesaplanan J_c değerleri ise sırasıyla $5,1 \times 10^4$ ve 1×10^2 A/cm²’dir.

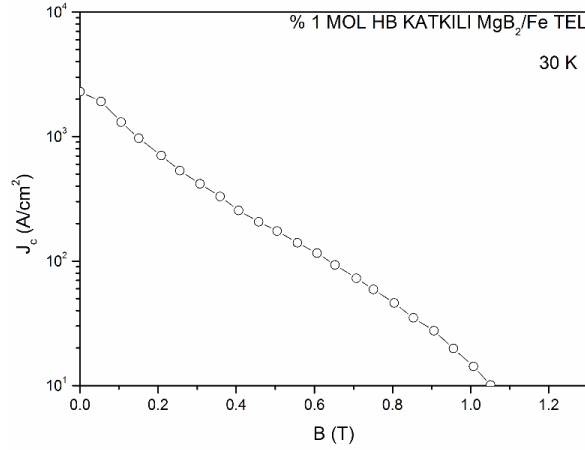
Şekil 4.110 - 4.112’de % 1 mol hekzilbenzen katkılı tellerin $T = 5, 20$ ve 30 K’de kritik akım yoğunluğu değerleri, manyetik alanın bir fonksiyonu olarak gösterilmiştir. Ölçüm sonuçları analiz edildiğinde sıcaklık arttıkça hesaplanan kritik akım yoğunluklarının değerlerinin düştüğü gözlemlenmiştir. $T = 5$ K’de ve 5 T alan altında kritik akım yoğunluğu $3,6 \times 10^2$ A/cm² değerine ulaşırken, 20 K ve 30 K’de öz alan kritik akım yoğunluğu değerleri ise sırasıyla $4,1 \times 10^4$ ve $2,2 \times 10^3$ A/cm²’dir.



Şekil 4.110 % 1 mol hekzilbenzen katkılı MgB_2/Fe telin $T = 5$ K’de manyetik kritik akım yoğunluğu değerinin manyetik alana bağlı değişimi

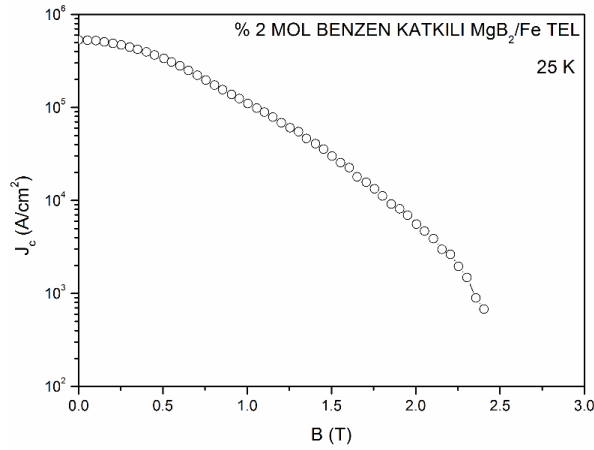


Şekil 4.111 % 1 mol hekzilbenzen katkılı MgB₂/Fe telin $T = 20$ K’de manyetik kritik akım yoğunluğu değerinin manyetik alana bağlı değişimi



Şekil 4.112 % 1 mol hekzilbenzen katkılı MgB₂/Fe telin $T = 30$ K’de manyetik kritik akım yoğunluğu değerinin manyetik alana bağlı değişimi

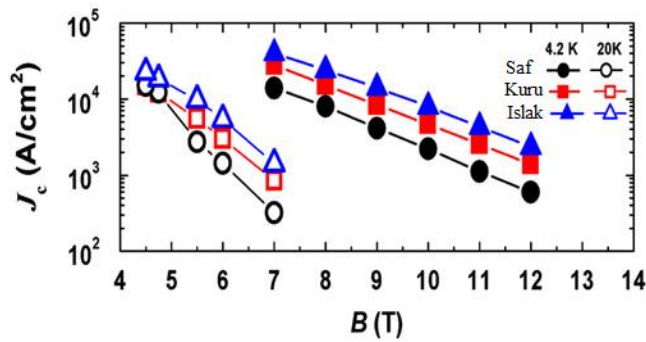
Şekil 4.113’te benzen katkılı tellerin 25 K’de kritik akım yoğunluğu, manyetik alanın bir fonksiyonu olarak gösterilmiştir. Kritik akım yoğunluğu 5 ve 15 K’de meydana gelen akı sıçraması olayından dolayı sadece 25 K’de hesaplanmıştır.



Şekil 4.113 Benzen katkılı MgB_2/Fe telin $T = 25 \text{ K}$ 'de manyetik kritik akım yoğunluğunun manyetik alana bağlı değişimi

$T = 25 \text{ K}$ 'de öz alanda kritik akım yoğunluğunun yaklaşık değeri $5,3 \times 10^5 \text{ A/cm}^2$ iken $2,5 \text{ T}$ alan altında bu değer yaklaşık olarak $7 \times 10^2 \text{ A/cm}^2$ 'dir. Bu değerler, saf numune için elde edilen değerleri ile karşılaştırıldığında kritik akım yoğunluğunda kayda değer bir artış söz konusudur. Yapılan karbon katkılanması sonucunda MgB_2 süperiletkenin akım taşıma özellikleri belirgin bir şekilde iyileştirilmiştir.

Islak ve kuru karıştırma yöntemi ile üretilen tartaric asit katkılı tellerin $4,2$ ve 20 K 'deki taşıma ölçümlerinden elde edilen $J_c - B$ eğrileri Şekil 4.114'te gösterilmiştir. Islak karıştırılmış telin J_c değeri $9,6 \text{ T}$ manyetik alan altında ve $T = 4,2 \text{ K}$ 'de 10^4 A/cm^2 kadar yüksektir. Kuru karıştırılmış telde ise aynı sıcaklık noktasında bu değere $B = 8,7 \text{ T}$ 'da ulaşılmıştır. Bu durum ıslak karıştırmanın taşıma kritik akım yoğunluğu üzerinde olumlu etkiler oluşturmaya işaret etmektedir.



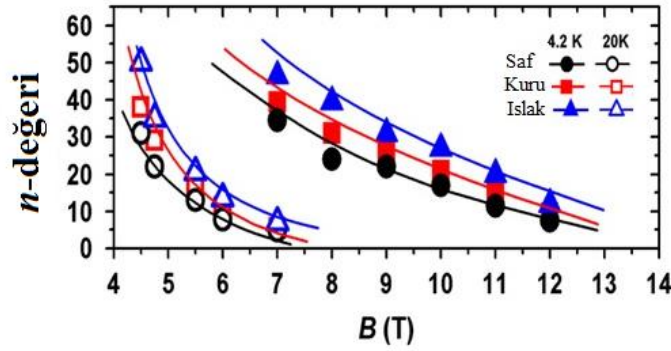
Şekil 4.114 Saf ve % 10 tartaric asit katkılı (ıslak ve kuru karıştırma ile hazırlanan) tellerin kritik akım yoğunluğunun manyetik alana bağlı değişimi

4.2.8 n -değeri

Saf ve tartaric asit katkılı tellere ait n -değerinin manyetik alana bağlı değişimleri şekil 4.115'te gösterilmiştir. Genellikle bir iletkenin veya telin n -değeri, aşağıdaki özellikler hakkında önceden bilgi sahibi olmak için önemli bir rol oynamaktadır (Takahashi vd. 2006, Kim vd. 2010):

- (i) Eklemlerin bozulma özellikleri
- (ii) Elektriksel kayıplar

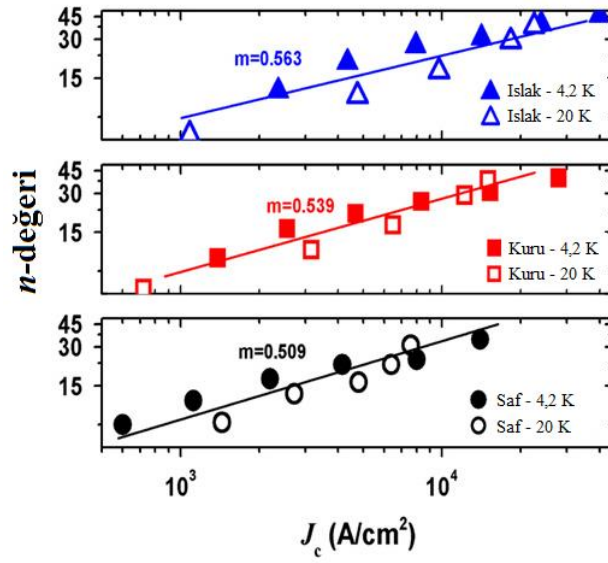
Üretilen saf ve tartaric asit katkılı tellerin n -değerleri güç yasasına göre ($E_c = E (V/V_c)^n$) $\log E$ 'ye karşı $\log J$ eğrisinin eğiminden belirlenmiştir. Bu eşitlikteki E_c ve V_c kritik değerleri göstermektedir.



Şekil 4.115 Saf ve % 10 tartaric asit katkılı (ıslak ve kuru karıştırma ile hazırlanan) tellerin n -değerinin manyetik alana bağlı değişimi

Şekil 4.115'ten manyetik alan altında n – değer değişiminin $J_c - B$ davranışına çok benzer olduğu görülmektedir. Burada ilginç olan durum ıslak karıştırılmış MgB_2 telin n -değerlerinin saf ve kuru karıştırılmış teller ile karşılaştırıldığında daha yüksek olduğu çarpıcı bir şekilde gözükmemektedir. Daha yüksek n -değerlerinin elde edilmesi homojenliğin sağlanması ve tanecikler arası bağlantıların güçlendirildiği anlamına gelmektedir.

Ölçüm alınan sıcaklıklarda üretilen tartaric asit katkılı tellerin n -değerleri ve kritik akım yoğunlukları arasındaki güç yasası ilişkisi şekil 4.116'da gösterilmiştir.



Şekil 4.116 Saf ve % 10 tartaric asit katkılı (ıslak ve kuru karıştırma ile hazırlanan) tellerin n -değerleri ile J_c arasındaki ilişkisi

Genellikle kritik akım yoğunluğu (J_c) ve n -değeri arasındaki güç yasası ilişkisi (m) gibi bir üstel kritik değere ($n \approx J_c^m$) işaret etmektedir. Bu değer uygulanan karıştırma yöntemine oldukça bağlıdır. Islak karıştırılmış, kuru karıştırılmış ve saf teller için m değerleri sırasıyla 0,563, 0,539 ve 0,509 olarak elde edilmiştir. Sonuç olarak daha yüksek J_c daha yüksek n -değerine sebep olmaktadır.

5. TARTIŞMA ve SONUÇ

Bu tez çalışmasında karbon içeren farklı organik bileşiklerin MgB_2 içine *in-situ* olarak katkılanması ile süperiletkenin temel özelliklerini geliştirmek amaçlanmıştır. Günümüze kadar yapılan araştırmalar, MgB_2 süperiletkenin elektriksel ve manyetik özelliklerini geliştirmek için en uygun katkılama elementinin karbon olduğunu göstermektedir. Saf karbon veya karbon içeren birçok organik bileşik (hidrokarbonlar, karbonhidratlar ve bazı asitler) bu nedenle kullanılmasına rağmen üretim aşamasında hala ideal bir durum sağlanamamıştır. Bu güncel soruna çözüm bulmak için farklı karbon kaynaklarının denenmesi, üretim yöntemlerinin karşılaştırılması ve en uygun üretim parametrelerinin belirlenmesi gibi çeşitli unsurlar bu tez çalışmasının kapsamı içerisinde. Katkı malzemesi olarak farklı karbon bileşikleri (benzen (C_6H_6), etil toluen (C_9H_{12}), anilin ($C_6H_5NH_2$), silikon yağı ($[-Si(CH_3)_2O-]_n$), succinic asit ($C_4H_6O_4$), phenyl methanone ($C_{15}H_{12}O_2$), malic asit ($C_4H_6O_5$), tartaric asit ($C_4H_6O_6$) ve hekzil benzen ($C_{12}H_{18}$)) kullanılarak MgB_2 külçe, tel ve şerit numuneler üretilmiştir. Bu bileşiklerin faz oluşumu, örgü parametreleri, mikroyapısı, termal özellikleri, kritik sıcaklık değerleri (T_c), kritik akım yoğunluğu değerleri (J_c) ve öz dirençleri (ρ) gibi termal, yapısal, elektriksel ve manyetik özellikleri ayrıntılı bir şekilde araştırılmıştır.

Külçe, tel ve şerit numunelerin üretimi kullanılan katkı malzemesinin sıvı veya katı halde olmasına bağlı olarak farklılıklar göstermektedir. Sıvı katkı malzemeleri belirlenen miktarda doğrudan MgB_2 'ye ilave edilirken katı katkı malzemelerinde durum biraz farklıdır. Katı katkı malzemeleri önce bor tozu ile etil toluen ortamında bilyeli öğütücüde karıştırılıp daha sonra katkı malzemesinin ayrışma sıcaklığında kurutulduktan sonra Mg ile karıştırılarak son karışım elde edilmektedir. Dolayısı ile numune üretim işleminin de süperiletkenlik özellikleri nasıl etkilendiği üzerine ayrıntılı olarak araştırma yapılmıştır. Bunun sonucunda ıslak karıştırma yöntemi ile üretilen numunelerin daha homojen bir yapıya sahip olduğu ve süperiletkenlik özelliklerinin geliştiği sonucuna varılmıştır.

Üretilen numunelerin termal özellikleri DTK/TGA analizleri ile yapısal analizleri XRD, SEM ve EDS ölçümleri ile elektriksel özellikleri dört-nokta kontak yöntemi ile alınan direnç ölçümleri ile ve manyetik özellikleri ise PPMS sistemi kullanılarak $M - H$ ölçümleri ile belirlenmiştir. $M - H$ ölçümlerinden yararlanılarak üretilen numunelerin

kritik akım yoğunlukları hesaplanmıştır. Yapılan çalışmalarda ortaya çıkan sonuçları şu şekilde sıralayabiliriz:

1. Üretilen numunelerin faz oluşumu x-ışını toz kırınımı ile ayrıntılı bir şekilde incelenmiştir. XRD sonuçlarına göre üretilen tüm numunelerde ana fazın MgB_2 olduğu ve az miktarda Mg ve MgO fazlarına rastlanmıştır. Örgü parametreleri XRD verisi kullanılarak Rietveld arıtımı ile belirlenmiştir. Belirlenen örgü parameterlerinde beklendiği gibi *a*- örgü parametresi azalırken *c*- örgü parametresi hemen hemen değişmemiştir.
2. Üretilen numunelerin mikroyapısı ise taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve enerji dağılımlı x-ışını spektroskopisi (EDS) ile incelenmiştir. Üretilen numunelerin SEM görüntüleri analiz edildiğinde MgB_2 'ye ait karakteristik tanecikli yapının olduğu ve oluşan yapının homojen olduğu saptanmıştır. EDS spektrumları incelendiğinde ise yapıda Mg, B, C ve O elementlerine ait pikler gözlemlenmiştir. Bu sonuçlara göre C yapı içerisinde yer almıştır.
3. Üretilen numunelerin ısıtılma sıcaklıklarını belirlemek ve ısıtılma süresince malzemede meydana gelen değişiklikleri gözlemlemek için DTK/TGA analizleri yapılmıştır. Bu analizler sonucunda ısı akışına karşı sıcaklık eğrileri incelendiğinde bir endotermik pik ve iki ekzotermik pik görülmektedir. Bütün ölçümlerdeki ilk ekzotermik pik, MgB_2 fazını oluşturmak için Mg ve B arasındaki katı-katı reaksiyonunu işaret etmektedir. Diğer yandan endotermik pik ise magnezyumun erime sıcaklığına karşılık gelmektedir. İkinci ekzotermik pik ise sıvı Mg ve katı B arasındaki sıvı-katı reaksiyonunu işaret etmektedir. Ayrıca ölçümlerin alındığı 800 °C'ye kadar MgB_2 oluşumunun hala devam ettiği görülmektedir.
4. Üretilen numunelerin kritik sıcaklıkları (T_c) ac alınganlık ve direnç ölçümleri ile belirlenmiştir. Ölçüm sonuçları analiz edildiğinde karbon katkılanması ile kritik sıcaklığın azaldığı tespit edilmiştir. Numune üretim aşamasında öncelikle kuru karıştırma yöntemi denenmiştir. Bu yöntemle üretilen numunelerin ac alınganlık ölçümlerinden elde edilen kritik sıcaklık değerlerinin çok düşük olduğu (20-30 K) gözlemlenmiştir. Bunun sebebi olarak üretim aşamasında numunelerin topaklanması ve bunun sonucunda da homojen bir yapı elde edilememesi olduğu

düşünülmektedir. Bu nedenle daha sonra üretilen tüm numuneler ıslak karıştırma yöntemi ile üretilerek karakterizasyonları gerçekleştirilmiştir. Islak karıştırma yöntemi ile üretilen numunelerin kritik sıcaklık değerleri ise 35-39 K aralığındadır.

5. Üretilen numunelerin manyetik özellikleri bir fiziksel özellikler ölçüm sistemi (PPMS) kullanılarak mıknatıslanma eğrisi ile araştırılmıştır. Mıknatıslanma eğrileri analiz edildiğinde düşük sıcaklıklarda (5 K) akı sıçraması olayı gözlenmektedir. Akı sıçraması olayını minimize etmek için tarama hızı düşürülmelidir. Diğer sıcaklıklardaki (20 ve 30 K) mıknatıslanma eğrileri incelendiğinde ise bir süperiletkenin göstermesi gereken tipik diamanyetik özelliği sergiledikleri görülmektedir.
6. Üretilen numunelerin farklı sıcaklıklardaki manyetik kritik akım yoğunlukları (J_c) mıknatıslanma eğrisinin genişliğinden Bean modeli kullanılarak hesaplanmıştır. Karbon katkılanması ile beklendiği gibi kritik akım yoğunluğunda artış gözlemlenmiştir. Bunun iki sebebi olduğunu değerlendirmekteyiz. Birincisi parçacık büyüklüğünün azalması ile artan tanecik sınırları perçinleme merkezi olarak davranmıştır. İkincisi ise bor ile yer değiştiren karbon etkili bir perçinleme merkezi olarak davranmıştır.

Sonuç olarak, bu tez çalışmasında farklı organik bileşikler kullanılarak perçinleme merkezleri nano boyutta oluşturulmuş ve bu merkezlerin MgB_2 içerisinde homojen dağılımı sağlanmıştır. Bu katkılanmaların fiziksel özelliklere etkileri araştırılmıştır. Bu katkılanmalar ile MgB_2 'nin süperiletkenlik özelliklerinin iyileştirildiği gözlemlenmiştir. Bu açıdan bakıldığında daha iyi ve homojen toz üretim yöntemi geliştirilerek literatüre katkı sağlanmıştır.

KAYNAKLAR

- Abrikosov, A.A. 1957. On the magnetic properties of superconductors of the second group. Soviet Physics JETP, 5, 1174- 1182.
- Ahn, J.S., Kim, Y.J., Kim, M.S., Lee, S.I. and Choi, E.J. 2002. Structural and superconducting properties of $\text{MgB}_{2-x}\text{Be}_x$. Phys. Rev. B, 6517, 2503.
- An, J.M. and Pickett, W.E. 2001. Superconductivity of MgB_2 : Covalent bonds driven metallic. Phys. Rev. Lett. , 86 (19), 4366- 4369.
- Avdeev, M., Jorgensen, J.D., Ribeiro, R.A., Bud'ko, S.L., Canfield, P.C. 2003. Crystal chemistry of carbon-substituted MgB_2 . Physica C, 387, 301.
- Awana, V.P.S., Isobe, M., Singh, K.P., Takayama-Muromachi, E. and Kishan, H. 2006. Fluxoid jump coupled high critical current density of nano- Co_3O_4 doped MgB_2 . Supercond. Sci. Technol. , 19, 551.
- Bean, C.P. 1964. Magnetization of high- field superconductors. Rev. Mod. Phys. , 36, 31- 39.
- Bednorz, J.G. and Muller, K.A. 1986. Possible high- T_c superconductivity in the Ba-La-Cu-O system. Z. Phys. B. , 64, 189.
- Bhatia, M., Sumption, M.D., Collings, E.W. and Dregia, S. 2005. Increases in the irreversibility field and the upper critical field of bulk MgB_2 by ZrB_2 addition. Appl. Phys. Lett. , 87, 042505.
- Bohnen, K.P., Heid, R. and Renker, B. 2001. Phonon dispersion and electron- phonon coupling in MgB_2 and AlB_2 . Phys. Rev. Lett. , 86 (25), 5771- 5774.
- Bouquet, F., Fisher, R.A., Philips, N.E., Hinks, D.G. and Jorgensen, J.D. 2001. Specific heat of Mg^{11}B_2 : Evidence for a second energy gap. Phys. Rev. Lett. , 8704 (4), 7001.
- Braccini, V., Nardelli, D., Penco, R., Grasso, G. 2007. Development of ex situ processed MgB_2 wires and their applications to magnets. Physica C, 456, 209- 217.
- Bu, S.D., Kim, D.M., Choi, J.H., Giencke, J., Hellstrom, E.E., Larbalestier, D.C., Patnaik, S., Cooley, L., Eom, C.B., Lettieri, J., Schlom, D.G., Tian, W. and Pan, X.Q. 2002. Synthesis and Properties of c-axis Oriented Epitaxial MgB_2 Thin Films. Appl. Phys. Lett. , 81 (10), 1851- 1853.
- Bud'ko, S.L., Lapertot, G., Petrovic, C., Cunningham, C.E., Andreson, N. and Canfield, P.C. 2001. Boron Isotope Effect in Superconducting MgB_2 . Phys. Rev. Lett. , 86, 1877.

- Bud'ko, S.L., Kogan, V.G. and Canfield, P.C. 2001. Determination of superconducting anisotropy from magnetization data on random powders as applied to $\text{LuNi}_2\text{B}_2\text{C}$, $\text{YNi}_2\text{B}_2\text{C}$, and MgB_2 . *Phys. Rev. B*, 6418 (18), 0506.
- Bugoslavsky, Y., Cohen, L.F., Perkins, G.K., Polichetti, M., Rate, T.J., Gwilliam, R. and Caplin, A.D. 2001. Enhancement of the high- magnetic field critical current density of superconducting MgB_2 by proton irradiation. *Nature*, 411, 561- 563.
- Buzea, C. and Yamashita, T. 2001. Review of the superconducting properties of MgB_2 . *Supercond. Sci. Technol.* , 14, R115- R146.
- Canfield, P.C., Finnemore, D.K., Bud'ko, S.L., Ostenson, J.E., Lapertot, G., Cunningham, C.E. and Petrovic, C. 2001. Superconductivity in dense MgB_2 wires. *Phys. Rev. Lett.* , 86 (11), 2423- 2426.
- Canfield, P.C. , Bud'ko, S.L., Finnemore, D.K. 2003. An overview of the basic physical properties of MgB_2 . *Physica C*, 385, 1- 7.
- Caplin, A.D., Bugoslavsky, Y., Cohen, L.F., Cowey, L., Driscoll, J., Moore, J. and Perkins, G.K. 2003. Critical fields and critical currents in MgB_2 . *Supercond. Sci. Technol.* , 16 (2), 176- 182.
- Carrington, A., Meeson, P.J., Cooper, J.R., Balicas, L., Hussey, N.E., Yelland, E.A., Lee, S., Yamamoto, A., Tajima, S., Kazakov, S.M. and Karpinski, J. 2003a. Determination of the Fermi surface of MgB_2 by the de Haas-van Alphen effect. *Phys. Rev. Lett.* , 9103 (3), 7003.
- Carrington, A., Cooper, J.R., Hussey, N.E., Meeson, P.J., Yelland, E.A., Lee, S., Yamamoto, A. and Tajima, S. 2003b. De Haas-van Alphen effect in single crystal MgB_2 . *Physica C*, 388, 105- 106.
- Cavallin, T., Young, E.A., Beduz, C., Yang, Y. and Giunchi, G. 2007. Thermal Conductivity of Bulk MgB_2 Produced by Infiltration of Different Boron Powders. *IEEE Trans. Appl. Supercond.* , 17, 2770- 2773.
- Chen, S.K., Glowacki, B.A., MacManus-Driscoll, J.L., Vickers, M.E. and Majoros, M. 2004. Influence of in situ and ex situ ZrO_2 addition on the properties of MgB_2 . *Supercond. Sci. Technol.* , 17, 243.
- Chen, S.K., Majoros, M., MacManus- Driscoll, J.L., Glowacki, B.A. 2005a. In situ and ex situ Cu doping of MgB_2 . *Physica C*, 418, 99- 106.
- Chen, S.K., Yates, K.A., Blamire, M.G. and MacManus-Driscoll, J.L. 2005b. Strong influence of boron precursor powder on the critical current density of MgB_2 . *Supercond. Sci. Technol.* , 18, 1473- 1477.

- Chen, S.K., Tan, K.S., Glowacki, B.A., Yeoh, W.K., Soltanian, S., Horvat, J. and Dou, S.X. 2005c. Effect of heating rates on superconducting properties of pure MgB_2 , carbon nanotube- and nano- SiC- doped in- situ MgB_2/Fe wires. *Appl. Phys. Lett.* , 87, 182504.
- Chen, S.K., Wei, M. And MacManus- Driscoll, J.L. 2006. Strong pinning enhancement in MgB_2 using very small Dy_2O_3 additions. *Appl. Phys. Lett.* , 88, 192512.
- Chen, X.K., Konstantinovic, M.J., Irwin, J.C., Lawrie, D.D. and Franck, J.P. 2001. Evidence for two superconducting gaps in MgB_2 . *Phys. Rev. Lett.* , 8715 (15), 7002.
- Cheng, C. and Zhao, Y. 2006. Enhancement of critical current density of MgB_2 by doping Ho_2O_3 . *Appl. Phys. Lett.* , 89, 252501.
- Cheng, C.H., Zhang, H., Zhao, Y., Feng, Y., Rui, X.F., Munroe, P., Zeng, H.M., Koshizuka, N. and Murakami, M. 2003a. Doping effect of nano- diamond on superconductivity and flux pinning in MgB_2 . *Supercond. Sci. Technol.* , 16, 1182- 1186.
- Cheng, C.H., Zhao, Y., Zhu, X.T., Nowotny, J., Sorrell, C.C., Finlayson, T. And Zhang, H. 2003b. Chemical doping effect on the crystal structure and superconductivity of MgB_2 . *Physica C*, 386, 588- 592.
- Choi, H.J., Roundy, D., Sun, H., Cohen, M.L. and Louie, S.G. 2002a. First-principles calculation of the superconducting transition in MgB_2 within the anisotropic Eliashberg formalism. *Phys. Rev. B*, 6602 (2), 513.
- Choi, H.J., Roundy, D., Sun, H., Cohen, M.L. and Louie, S.G. 2002b. The origin of the anomalous superconducting properties of MgB_2 . *Nature*, 418 (6899), 758- 760.
- Choi, H.J., Cohen, M.L. and Louie, S.G. 2003. Anisotropic Eliashberg theory of MgB_2 : T_c , isotope effects, superconducting energy gaps, quasiparticles, and specific heat. *Physica C*, 385 (1- 2), 66- 74.
- Dahm, T. and Schopohl, N. 2003. Fermi surface topology and the upper critical field in two-gap superconductors: Application to MgB_2 . *Phys. Rev. Lett.* , 9101 (1), 7001.
- de la Peña, O., Aguayo, A. and de Coss, R. 2002. Effects of Al doping on the structural and electronic properties of $\text{Mg}_{1-x}\text{Al}_x\text{B}_2$. *Phys. Rev. B*, 66, 012511.
- de Lima, O.F., Ribeiro, R.A., Avila, M.A., Cardoso, C.A. and Coelho, A.A. 2001a. Anisotropic superconducting properties of aligned MgB_2 crystallites. *Phys. Rev. Lett.* , 86 (26), 5974- 5977.

- de Lima, O.F., Cardoso, C.A., Ribeiro, R.A., Avila, M.A. and Coelho, A.A. 2001b. Angular dependence of the bulk nucleation field H_{c2} of aligned MgB_2 crystallites. *cond-mat.* , 0105332.
- Delfany, M., Wang, X.L., Soltanian, S., Horvat, J., Liu, H.K. and Dou, S.X. 2004. Nano-sized Al_2O_3 doping effects on the critical current density of MgB_2 superconductors. *Ceram. Int.* , 30, 1581.
- Dhalle, M., Toulemonde, P., Beneduce, C., Musolino, N., Decroux, M. and Flukiger, R. 2001. Transport and inductive critical current densities in superconducting MgB_2 . *Physica C*, 363 (3), 155- 165.
- Dimos, D., Chaudhari, P. and Mannhart, J. 1990. Erratum: Superconducting transport properties of grain boundaries in $YBa_2Cu_3O_7$ bicrystals. *Phys. Rev. B*, 41, 4038-4049.
- Dou, S.X., Wang, X.L., Horvat, J., Milliken, D., Li, A.H., Konstantinov, K., Collings, E.W., Sumption, M.D., Liu, H.K. 2001. Flux jumping and a bulk-to-granular transition in the magnetization of a compacted and sintered MgB_2 superconductor. *Physica C*, 361, 79.
- Dou, S.X., Soltanian, S., Horvat, J., Wang, X.L., Zhou, S.H., Ionescu, M., Liu, H.K., Munroe, P. and Tomsic, M. 2002. Enhancement of the critical current density and flux pinning of MgB_2 superconductor by nanoparticle SiC doping. *Appl. Phys. Lett.* , 81, 3419- 3421.
- Dou, S.X., Horvat, J., Soltanian, S., Wang, X.L., Zhou, S.H., Liu, H.K., Munroe, P.R. 2003a. Transport critical current density in Fe- sheated nano- SiC doped MgB_2 wires. *IEEE Trans. Appl. Supercond.* , 13, 3199.
- Dou, S.X., Pan, A.V., Zhou, S., Ionescu, M., Wang, X.L., Horvat, J., Liu, H.K. and Munroe, P.R. 2003b. Superconductivity, critical current density, and flux pinning in $MgB_{2-x}(SiC)_{x/2}$ superconductor after SiC nanoparticle doping. *J. Appl. Phys.* , 94, 1850- 1856.
- Dou, S.X., Braccini, V., Soltanian, S., Klie, R., Zhu, Y., Li, S., Wang, X.L. and Larbalestier, D.C. 2004. Nanoscale-SiC doping for enhancing J_c and H_{c2} in superconducting MgB_2 . *J. Appl. Phys.* , 96, 7549- 7555.
- Eisterer, M., Glowacki, B.A., Weber, H.W., Greenwood, L.R. and Majoros, M. 2002. Enhanced transport currents in Cu-sheathed MgB_2 wires. *Supercond. Sci. Technol.* , 15, 1088- 1091.
- Ekin, J.W., Braginski, A.I., Panson, A.J., Janocko, M.A., Capone II, D.W., Zaluzec, N.J., Flandermeyer, B., de Lima, O.F., Hong, M., Kwo, J. and Liou, S.H. 1987. Evidence for weak link and anisotropy limitations on the transport critical current in bulk polycrystalline $Y_1Ba_2Cu_3O_x$. *J. Appl. Phys.* , 62, 4821.

- Eom, C.B., Lee, M.K., Choi, H.J., Belenky, L.J., Song, X., Cooley, L.D., Naus, M.T., Patnaik, S., Jiang, J., Rikel, M., Polyanskii, A., Gurevich, A., Cai, X.Y., Bu, S.D., Babcock, S.E., Hellstrom, E.E., Larbalestier, D.C., Rogado, N., Regan, K.A., Hayward, M.A., He, T., Slusky, J.S., Inumaru, K., Haas, M.K. and Cava, R.J. 2001. High critical current density and enhanced irreversibility field in superconducting MgB_2 thin films. *Nature*, 411 (6837), 558- 560.
- Fang, H., Padmanabhan, S., Zhou, Y.X. and Salama, K. 2003. High critical current density in iron- clad MgB_2 tapes. *Appl. Phys. Lett.* , 82 (23), 4113- 4115.
- Feng, Y., Zhao, Y., Sun, Y.P., Liu, F.C., Fu, B.Q., Zhou, L., Cheng, C.H., Koshizuka, N. and Murakami, M. 2001. Improvement of critical current density in MgB_2 superconductors by Zr doping at ambient pressure. *Appl. Phys. Lett.* , 79, 3983.
- Ferdeghini, C., Ferrando, V., Grassano, G., Ramadan, W., Bellingeri, E., Braccini, V., Marre, D., Manfrinetti, P., Palenzona, A., Borgatti, F., Felici, R. and Lee, T.L. 2001. Growth of c- oriented MgB_2 thin films by pulsed laser deposition: structural characterization and electronic anisotropy. *Supercond. Sci. Technol.* , 14 (11), 925- 957.
- Ferdeghini, C., Ferrando, V., Tarantini, C., Bellingeri, E., Grasso, G., Malagoli, A., Marre, D., Putti, M., Manfrinetti, P., Pogrebnyakov, A., Redwing, J.M., Xi, X.X., Felici, R. and Haanappel, E. 2005. Upper critical fields up to 60 T in dirty magnesium diboride thin films. *IEEE Trans. Appl. Supercond.* , 15, 3234.
- Fischer, C., Rodig, C., Hassler, W., Perner, O., Eckert, J., Nenkov, K., Fuchs, G., Wendrock, H., Holzapfel, B. and Schultz, L. 2003. Preparation of MgB_2 tapes using a nanocrystalline partially reacted precursors. *Appl. Phys. Lett.* , 83 (9), 1803- 1805.
- Flukiger, R., Suo, H.L., Musolino, N., Beneduce, C., Toulemonde, P. and Lezza, P. 2003a. Superconducting properties of MgB_2 tapes and wires. *Physica C*, 385 (1-2), 286- 305.
- Flukiger, R., Lezza, P., Beneduce, C., Musolino, N. and Suo, H.L. 2003b. Improved transport critical current and irreversibility fields in mono- and multifilamentary Fe/ MgB_2 tapes and wires using fine powders. *Supercond. Sci. Technol.* , 16 (2), 264- 270.
- Franco, C.M., Ferreira, B., dos Santos, C.A.M., Ghivelder, L., Filho, H.J.I. and Machado, A.J.S. 2004. Influence of Mg deficiency in the superconducting critical temperature of MgB_2 . *Physica C*, 408- 410, 130- 131.
- Fujii, H., Togano, K. and Kumakura, H. 2002. Enhancement of critical current densities of powder- in- tube processed MgB_2 tapes by using MgH_2 as a precursor powder. *Supercond. Sci. Technol.* , 15 (11), 1571- 1576.

- Fujii, H., Togano, K. and Kumakura, H. 2003. Enhancement of critical current density of in situ processed MgB_2 tapes by WB addition. *Supercond. Sci. Technol.* , 16, 432.
- Gao, Z.S., Ma, Y.W., Zhang, X.P. and Wang, D.L. 2007. Influence of oxygen contents of carbohydrate dopants on connectivity and critical current density in MgB_2 tapes. *Appl. Phys. Lett.* , 91, 162504.
- Ghosh, A. 2003. Two- gap superconductivity in MgB_2 . *Int. J. of Mod. Phys. B*, 17 (13), 2589- 2598.
- Giubileo, F., Roditchev, D., Sacks, W., Lamy, R., Thanh, D.X. , Klein, J., Miraglia, S., Fruchart, D., Marcus, J. and Monod, P. 2001. Two- gap state density in MgB_2 : A true bulk property or a proximity effect? *Phys. Rev. Lett.* , 8717 (17), 7008.
- Giunchi, G., Ceresera, S., Ripamonti, G., Di Zenobio, A., Rossi, S., Chiarelli, S., Spadoni, M., Wesche, R. and Bruzzone, P.L. 2003. High performance new MgB_2 superconducting hollow wires. *Supercond. Sci. Technol.* , 16 (2), 285- 291.
- Glowacki, B.A., Majoros, M., Vickers, M., Evetts, J.E., Shi, Y. and McDougall, I. 2001. Superconductivity of powder- in- tube MgB_2 wires. *Supercond. Sci. Technol.* , 14 (4), 193- 199.
- Glowacki, B.A., Majoros, M., Vickers, M., Eisterer, M., Toenies, S., Weber, H.W., Fukutomi, M., Komori, K., and Togano, K. 2003. Composite Cu/Fe/MgB_2 superconducting wires and $\text{MgB}_2/\text{YSZ/Hastelloy}$ coated conductors for ac and dc applications. *Supercond. Sci. Technol.* , 16(2), 297- 305.
- Goldacker, W. and Schlachter, S.I. 2002a. Influence of mechanical reinforcement of MgB_2 wires on the superconducting properties. *Physica C*, 378, 889- 893.
- Goldacker, W., Schlachter, S.I., Reiner, H., Zimmer, S., Obst, B., Kiesel, H., Nyilas, A. 2002b. Mechanically reinforced MgB_2 wires and tapes with high transport currents. *cond-mat.* , 0204599.
- Goto, D., Machi, T., Zhao, Y., Koshizuka, N., Murakami, M. and Arai, S. 2003. Improvement of critical current density in MgB_2 by Ti, Zr and Hf doping. *Physica C*, 392, 272- 275.
- Grant, P. 2001. Rehearsals for prime time. *Nature*, 411, 532.
- Grasso, G., Malagoli, A., Ferdeghini, C., Roncallo, S., Braccini, V., Siri, A.S. and Cimberle, M.R. 2001. Large transport critical currents in unsintered MgB_2 superconducting tapes. *Appl. Phys. Lett.* , 79 (2), 230- 232.
- Grasso, G., Malagoli, A., Marree, D., Bellingeri, E., Braccini, V., Roncallo, S., Scati, N. and Siri, A.S. 2002. Transport properties of powder-in-tube processed MgB_2 tapes. *Physica C*, 378- 381, 899.

- Grasso, G., Malagoli, A., Modica, M., Tumino, A., Ferdeghini, C., Siri, A.S., Vignola, C., Martini, L., Previtali, V. and Volpini, G. 2003. Fabrication and properties of monofilamentary MgB₂ superconducting tapes. *Supercond. Sci. Technol.* , 16 (2), 271- 275.
- Gu, D.W., Cai, Y.M., Yau, J.K.F., Cui, Y.G., Wu, T., Yuan, G.K., Shen, L.J. and Jin, X. 2003. Effect of Pb substitution in bulk superconducting MgB₂. *Physica C*, 386, 643- 647.
- Gumbel, A., Eckert, J., Fuchs, G., Nenkov, K., Muller, K.H. and Schultz, L. 2002. Improved superconducting properties in nanocrystalline bulk MgB₂. *Appl. Phys. Lett.* , 80, 2725- 2727.
- Gurevich, A. 2003. Enhancement of the upper critical field by nonmagnetic impurities in dirty two-gap superconductors. *Phys. Rev. B*, 67, 184515.
- Haessler, W., Perner, O., Fischer, C., Nenkov, K., Rodig, C., Schubert, M., Herrmann, M., Schultz, L., Holzapfel, B. and Eckert, J. 2007. Superconductivity Research Horizons. E. H. Peterson (ed.) New York: Nova Science chapter 7, 193- 208.
- Handstein, A., Hinz, D., Fuchs, G., Muller, K.H., Nenkov, K., Gutfleisch, O., Narozhnyi, V.N. and Schultz, L. 2001. Fully dense MgB₂ superconductor textured by hot deformation. *Journal of Alloys and Compounds*, 329 (1- 2), 285- 289.
- Harima, H. 2002. Energy band structures of MgB₂ and related compounds. *Physica C*, 378, 18- 24.
- Haruta, M., Fujiyoshi, T., Sueyoshi, T., Miyahara, K., Doi, T., Kitaguchi, H., Awaji, S. and Watanabe, K. 2005. Critical current density of MgB₂ thin film with pinning centres introduced by deposition in oxygen atmosphere. *Supercond. Sci. Technol.* , 18, 1460.
- Häßler, W., Birajdar, B., Gruner, W., Herrmann, M., Perner, O., Rodig, C., Schubert, M., Holzapfel, B., Eibl, O. and Schultz, L. 2006. MgB₂ bulk and tapes prepared by mechanical alloying: influence of the boron precursor powder. *Supercond. Sci. Technol.* , 19, 512- 520.
- Hata, S., Yoshidome, T., Sosiati, H., Tomokiyo, Y., Kuwano, N., Matsumoto, A., Kitaguchi, H. and Kumakura, H. 2006. Microstructures of MgB₂/Fe tapes fabricated by an in situ powder-in-tube method using MgH₂ as a precursor powder. *Supercond. Sci. Technol.* , 19, 161- 168.
- Herrmann, M., Häßler, W., Mickel, C., Gruner, W., Holzapfel, B. And Schultz, L. 2007. The effect of reactive nanostructured carbon on the superconducting properties of mechanically alloyed MgB₂. *Supercond. Sci. Technol.* , 20, 1108- 1114.

- Higuchi, T., Yoo, S.I., Murakami, M. 1999. Comparative study of critical current densities and flux pinning among a flux-grown $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ single crystal, melt-textured Nd-Ba-Cu-O, and Y-Ba-Cu-O bulks. *Phys. Rev. B*, 59, 1514.
- Hinks, D.G., Jorgensen, J.D., Zheng, H. and Short, S. 2002. Synthesis and stoichiometry of MgB_2 . *Physica C*, 382, 166- 176.
- Hishinuma, Y., Kikuchi, A., Iijima, Y., Yoshida, Y., Takeuchi, T. and Nishimura, A. 2006. Microstructure and superconductivity of Cu addition MgB_2 wires using Mg_2Cu compound as additional source material. *Supercond. Sci. Technol.*, 19, 1269.
- Hossain, M.S.A., Kim, J.H., Xu, X., Wang, X.L., Rindfleisch, M., Tomsic, M., Sumption, M.D., Collings, E.W. and Dou, S.X. 2007. Significant enhancement of H_{c2} and H_{irr} in $\text{MgB}_2 + \text{C}_4\text{H}_6\text{O}_5$ bulks at a low sintering temperature of 600 °C. *Supercond. Sci. Technol.*, 20, L51- L54.
- <http://cbe.tulane.edu/faculty/mitchell/JournalArticles/Nanoparticles%20Review.pdf>
- <http://garnet.acns.fsu.edu/~dnn9636/hw15.pdf>
- <http://www.speclab.com/elements/boron.htm>
- Iwasa, Y., Larbalestier, D.C., Okada, M., Penco, R., Sumption, M.D. and Xiaoxing, X. 2006. A round table discussion on toward a wide market or a Niche production? - A summary. *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, 16, 1457.
- Jiang, C.H., Nakane, T. and Kumakura, H. 2005a. Superior high-field current density in slightly Mg-deficient MgB_2 tapes. *Appl. Phys. Lett.*, 87, 52505.
- Jiang, C.H., Nakane, T. and Kumakura, H. 2005b. Enhanced J_c -B performance in MgB_2/Fe tapes with nanometre Si_3N_4 addition. *Supercond. Sci. Technol.*, 18, 902.
- Jiang, C.H., Hatakeyama, H., Kumakura, H. 2005c. Effect of nanometer MgO addition on the in situ PIT processed MgB_2/Fe tapes. *Physica C*, 423, 45- 50.
- Jiang, C.H., Kumakura, H. and Dou, S.X. 2007. Enhancement of the low-field J_c properties of MgB_2/Fe tapes by a modified in situ process. *Supercond. Sci. Technol.*, 20, 1015- 1018.
- Jiang, J., Senkowicz, B.J., Larbalestier, D.C. and Hellstrom, E.E. 2006. Influence of boron powder purification on the connectivity of bulk MgB_2 . *Supercond. Sci. Technol.*, 19, L33- L36.
- Jin, S., Mavoori, H., Bower, C. and van Dover, R.B. 2001. High critical currents in iron-clad superconducting MgB_2 wires. *Nature*, 411 (6837), 563- 565.

- Josephson, B.D. 1962. Possible new effects in superconductive tunneling. Phys. Lett. , 1, 251- 253.
- Joshi, A.G., Pillai, C.G.S., Raj, P. and Malik, S.K. 2001. Magnetization studies on superconducting MgB₂- lower and upper critical fields and critical current density. Solid State Commun. , 118, 445- 448.
- Jung, C.U., Park, M.S., Kang, W.N., Kim, M.S., Lee, S.Y., Lee, S.I. 2001b. Temperature- and magnetic- field- dependent resistivity of MgB₂ sintered at high- temperature and high- pressure condition. Physica C, 353, 162- 166.
- Jung, M.H., Jaime, M., Lacerda, A.H., Boebinger, G.S., Kang, W.N., Kim, H.J., Choi, E. M., Lee, S.I. 2001a. Anisotropic superconductivity in epitaxial MgB₂ films. Chem. Phys. Lett. , 343, 447.
- Kambara, M., Hari Babu, N., Sadki, E.S., Cooper, J.R., Minami, H., Cardwell, D.A., Campbell, A.M. and Inoue, I.H. 2001. High intergranular critical currents in metallic MgB₂ superconductor. Supercond. Sci. Technol. , 14, L5- L7.
- Kang, W.N., Choi, E.M., Kim, H.J., Kim, H.J., Lee, S.I. 2002. Growth of superconducting MgB₂ thin films via postannealing techniques. cond-mat. , 0209226.
- Karapetrov, G., Iavarone, M., Kwok, W.K., Crabtree, G.W. and Hinks, D.G. 2001. Scanning tunneling microscopy in MgB₂. Phys. Rev. Lett. , 86 (19), 4374- 4377.
- Katsura, Y., Yamamoto, A., Ueda, S., Iwayama, I., Horii, S., Shimoyama, J.I., Kishio, K. 2007. Flux pinning properties of undoped and C-doped MgB₂ bulks with controlled grain sizes. Physica C, 460- 462, 572- 573.
- Kawano, K., Abell, J.S., Kambara, M., Hari Babu, N. and Cardwell, D.A. 2001. Evidence for high inter-granular current flow in single-phase polycrystalline MgB₂ superconductor. cond-mat. , 0104114.
- Kazakov, S.M., Angst, M., Karpinski, J., Fita, I.M. and Puzniak, R. 2001. Substitution effect of Zn and Cu in MgB₂ on T_c and structure. Solid State Commun. , 119, 1.
- Kazakov, S.M., Puzniak, R., Rogacki, K., Mironov, A.V., Zhigadlo, N.D., Jun, J., Soltmann, Ch., Batlogg, B., and Karpinski, J. 2005. Carbon substitution in MgB₂ single crystals: Structural and superconducting properties. Phys. Rev. B, 71, 024533.
- Kim, J.H., Yeoh, W.K., Qin, M.J., Xu, X. and Dou, S.X. 2006. The doping effect of multiwall carbon nanotube on MgB₂/Fe superconductor wire. J. Appl. Phys. , 100, 013908.
- Kim, J.H., Dou, S.X., Shi, D.Q., Rindfleisch, M. and Tomsic, M. 2007. Study of MgO formation and structural defects in in situ processed MgB₂/Fe wires. Supercond. Sci. Technol. , 20, 1026- 1030.

- Kim, J.H., Xu, X., Hossain, M.S.A., Shi, D.Q., Wang, X.L. and Dou, S.X. 2008. Influence of disorder on the in- field J_c of MgB_2 wires using highly active pyrene. *Appl. Phys. Lett.* , 92, 042506.
- Kim, J.H., Dou, S.X., Matsumoto, A., Choi, S., Kiyoshi, T., Kumakura, H. 2010. Correlation between critical current density and n-value in MgB_2 /Nb/Monel superconductor wires. *Physica C*, 470, 1207- 1210.
- Kim, K.H.P., Kang, W.N., Kim, M.S., Jung, C.U., Kim, H.J., Choi, E.M., Park, M.S. and Lee, S.I. 2001. Origin of the high DC transport critical current density for the MgB_2 superconductor. *cond- mat.* , 0103176.
- Kimishima, Y., Uehara, M., Kuramoto, T., Takano, S. and Takami, S. 2004. La- doping effects on pinning properties of MgB_2 . *Physica C*, 412- 414, 402.
- Kishan, H., Awana, V.P.S., de Oliveira, T.M., Alam, S., Saito, M., de Lima, O.F. 2007. Superconductivity of nano- TiO_2 -added MgB_2 . *Physica C*, 458, 1.
- Kitaguchi, H., Matsumoto, A., Hatakeyama, H. and Kumakura, H. 2004. High temperature performance of MgB_2 powder-in-tube composite tapes. *Supercond. Sci. Technol.* , 17, S486- S489.
- Kitaguchi, H., Nakane, T. and Kumakura, H. 2007. Fabrication of Ex-Situ MgB_2 /Al Tapes and the Effects of In and SiC Addition. *IEEE Trans. Appl. Supercond.* , 17, 2802- 2805.
- Komori, K., Kawagishi, K., Takano, Y., Fujii, H., Arisawa, S., Kumakura, H., Fukutomi, M. and Togano, K. 2002. Approach for the fabrication of MgB_2 superconducting tape with large in- field transport critical current density. *Appl. Phys. Lett.* , 81 (6), 1047- 1049.
- Kong, Y., Dolgov, O.V., Jepsen, O. and Andersen, O.K. 2001. Electron-phonon interaction in the normal and superconducting states of MgB_2 . *Phys. Rev. B*, 6402 (2), 501.
- Kortus, J., Mazin, I., Belashchenko, K.D., Antropov, V.P. and Boyer, L.L. 2001. Superconductivity of metallic boron in MgB_2 . *Phys. Rev. Lett.* , 86 (20), 4656- 4659.
- Kovac, P., Husek, I., Pachla, W., Melisek, T., Diduszko, R., Frohlich, K., Morawski, A., Presz, A. and Machajdik, D. 2002. Structure, grain connectivity and pinning of as- deformed commercial MgB_2 powder in Cu and Fe/Cu sheaths. *Supercond. Sci. Technol.* , 15 (7), 1127- 1132.
- Kovac, P., Husek, I., Melisek, T., Grovenor, C.R.M., Haigh, S. and Jones, H. 2004a. Improvement of the current carrying capability of ex situ MgB_2 wires by normal particle additions. *Supercond. Sci. Technol.* , 17, 1225.

- Kovac, P., Husek, I., Meligek, T., Grivel, J.C., Pachla, W., Strbik, V., Diduszko, R., Homeyer, J. and Andersen, N.H. 2004b. The role of MgO content in ex situ MgB₂ wires. *Supercond. Sci. Technol.* , 17, L41.
- Kovac, P., Husek, I., Melisek, T., Kulich, M. and Strbik, V. 2006. MgB₂ composite wires with Fe, Nb and Ta sheaths. *Supercond. Sci. Technol.* , 19, 600-605.
- Kramer, E.J. 1973. Scaling laws for flux pinning in hard superconductors. *J. Appl. Phys.* , 44, 1360.
- Kristoffel, N., Ord, T. and Rago, K. 2003. MgB₂ two- gap superconductivity with intra and interband couplings. *Europhysics Letters*, 61 (1), 109- 115.
- Kuhberger, M. and Gritzner, G. 2002. Effects of Sn, Co and Fe on MgB₂. *Physica C*, 370, 39- 43.
- Kumakura, H., Matsumoto, A., Fujii, H. and Togano, K. 2001. High transport critical current density obtained for powder- in- tube processed MgB₂ tapes and wires using stainless steel and Cu- Ni tubes. *Appl. Phys. Lett.* , 79 (15), 2435- 2437.
- Kumakura, H., Kitaguchi, H., Matsumoto, A. and Hatekayama, H. 2004. Upper critical fields of powder-in-tube-processed MgB₂/Fe tape conductors. *Appl. Phys. Lett.* , 84, 3669- 3671.
- Kumakura, H., Kitaguchi, H., Matsumoto, A. and Yamada, H. 2005. Upper critical field, irreversibility field, and critical current density of powder-in-tube-processed MgB₂/Fe tapes. *Supercond. Sci. Technol.* , 18, 1042-1046.
- Kumakura, H., Matsumoto, A., Nakane, T. and Kitaguchi, H. 2007. Fabrication and properties of powder- in- tube- processed MgB₂ tape conductors. *Physica C*, 456, 196- 202.
- Kuroda, T., Nakane, T., Uematsu, H. and Kumakura, K. 2006. Doping effects of nanoscale Fe particles on the superconducting properties of powder-in-tube processed MgB₂ tapes. *Supercond. Sci. Technol.* , 19, 1152.
- Kuzmann, E.J., Homonnay, Z., Klencsar, Z., Kuhberger, M., Vertes, A. and Gritzner, G. 2002. Local environments of iron and cobalt in doped MgB₂ superconductors. *Supercond. Sci. Technol.* , 15, 1479- 1485.
- Larbalestier, D.C., Cooley, L.D., Rikel, M.O., Polyanskii, A.A., Jiang, J., Patnaik, S., Cai, X.Y., Feldmann, D.M., Gurevich, A., Squitieri, A.A., Naus, M.T., Eom, C.B., Hellstrom, E.E., Cava, R.J., Regan, K.A., Rogado, N., Hayward, M.A., He, T., Slusky, J.S., Khalifah, P., Inumaru, K. and Haas, M. 2001. Strongly linked current flow in polycrystalline forms of the superconductor MgB₂. *Nature*, 410, 186.

- Lee, C.M., Lee, S.M., Park, G.C., Joo, J., Lim, J.H., Kang, W.N., Yi, J.H., Jun, B.H. and Kim, C.J. 2010. Investigation of lauric acid dopant as a novel carbon source in MgB_2 wire. *Physica C*, 470, 1438- 1441.
- Lee, S., Mori, H., Masui, T., Eltsev, Y., Yamamoto, A. and Tajima, S. 2001. Growth, structure analysis and anisotropic superconducting properties of MgB_2 single crystals. *J. of the Phys. Soc. of Japan*, 70 (8), 2255- 2258.
- Lee, S., Masui, T., Mori, H., Eltsev, Y., Yamamoto, A. and Tajima, S. 2003. Crystal growth and characterization of MgB_2 : the relation between structural and superconducting properties. *Supercond. Sci. Technol.* , 16 (2), 213- 220.
- Lezza, P., Abacherli, V., Clayton, N., Senatore, C., Uglietti, D., Suo, H.L. and Flukiger, R. 2004. Transport properties and exponential n - values of Fe/MgB_2 tapes with various MgB_2 particle sizes. *Physica C*, 401, 305-309.
- Lezza, P., Senatore, C. and Flukiger, R. 2006. Improved critical current densities in B_4C doped MgB_2 based wires. *Supercond. Sci. Technol.* , 19, 1030.
- Li, H.L., Ruan, K.Q., Li, S.Y., Yu, Y., Wang, C.Y. and Cao, L.Z. 2003. Upper critical field and the effect of Li doping on the activation energy in MgB_2 . *Physica C*, 386, 560- 564.
- Li, S.Y., Xiong, Y.M., Mo, W.Q., Fan, R., Wang, C.H., Luo, X.G., Sun, Z., Zhang, H.T., Li, L., Cao, L.Z. and Chen, X.H. 2001. Alkali metal substitution effects in $\text{Mg}_{1-x}\text{A}_x\text{B}_2$ ($\text{A} = \text{Li}$ and Na). *Physica C*, 363, 219-223.
- Liao, X.Z., Serquis, A., Zhu, Y.T., Civale, L., Hammon, D.L., Peterson, D.E., Mueller, F.M., Nesterenko, V.F. and Gu, Y. 2003a. Defect structures in MgB_2 wires introduced by hot isostatic pressing. *Supercond. Sci. Technol.* , 16 (7), 799- 803.
- Liao, X.Z., Serquis, A., Zhu, Y.T., Huang, J.Y., Civale, L., Peterson, D.E., Mueller, F.M. and Xu, H.F. 2003b. $\text{Mg}(\text{B},\text{O})_2$ precipitation in MgB_2 . *J. Appl. Phys.* , 93, 6208.
- Liao, X.Z., Serquis, A., Zhu, Y.T., Peterson, D. E., Mueller, F.M. and Xu, H.F. 2004. Strain effect on the critical superconducting temperature of MgB_2 . *Supercond. Sci. Technol.* , 17, 1026- 1030.
- Liu, A.Y., Mazin, I. and Kortus, J. 2001. Beyond Eliashberg superconductivity in MgB_2 : Anharmonicity, two-phonon scattering, and multiple gaps. *Phys. Rev. Lett.* , 8708 (8), 7005.
- Ma, Y.W., Kumakura, H., Matsumoto, A., Hatakeyama, H. and Togano, K. 2003. Microstructure and high critical current density of in situ processed MgB_2 tapes made by WSi_2 and ZrSi_2 doping. *Appl. Phys. Lett.* , 83, 1181.

- Ma, Y.W., Kumakura, H., Matsumoto, A., Takeya, H. and Togano, K. 2004. Superconducting properties of powder-in-tube MgB_2 tapes without and with WSi_2 addition. *Physica C*, 408- 410, 138.
- Ma, Y.W., Zhang, X.P., Nishijima, G., Watanabe, K., Awaji, S. and Bai, X.D. 2006a. Significantly enhanced critical current densities in MgB_2 tapes made by a scaleable nanocarbon addition route. *Appl. Phys. Lett.* , 87, 072502.
- Ma, Y.W., Zhang, X., Xu, A., Li, X., Xiao, L., Nishijima, G., Awaji, S., Watanabe, K., Jiao, Y., Xiao, L., Bai, X., Wu, K. and Wen, H. 2006b. The effect of ZrSi_2 and SiC doping on the microstructure and J_c -B properties of PIT processed MgB_2 tapes. *Supercond. Sci. Technol.* , 19, 133.
- Martinez, E., Angurel, L.A., Navarro, R., Millan, A., Rillo, C. and Artigas, M. 2003. Study of MgB_2 powders and Cu/MgB_2 powder- in- tube composite wires with Zn addition. *IEEE Trans. Appl. Supercond.* , 13, 3210- 3213.
- Matsumoto, A., Kumakura, H., Kitaguchi, H., Fujii, H. and Togano, K. 2002. The annealing effects of MgB_2 superconducting tapes. *Physica C*, 387, 207- 212.
- Matsumoto, A., Kumakura, H., Kitaguchi, H. and Hatakeyama, H. 2003. Effect SiO_2 and SiC doping on the powder- in- tube processed MgB_2 tapes. *Supercond. Sci. Technol.* , 16 (8), 926- 930.
- Matsumoto, A., Kumakura, H., Kitaguchi, H. and Hatakeyama, H. 2004. Effect of impurity additions on the microstructures and superconducting properties of in situ-processed MgB_2 tapes. *Supercond. Sci. Technol.* , 17, S319- S323.
- Matsumoto, A., Kumakura, H., Kitaguchi, H., Hatakeyama, H., Yamada, H. and Hirakawa, M. 2005. The Microstructures and Superconducting Properties of MgB_2 Tapes Processed In-Situ by a Ball-Milling Method. *IEEE Trans. Appl. Supercond.* , 15, 3333- 3336.
- Matsumoto, A., Kumakura, H., Kitaguchi, H., Senkowicz, B.J., Jewell, M.C., Hellstrom, E.E., Zhu, Y., Voyles, P.M. and Larbalestier, D.C. 2006. Evaluation of connectivity, flux pinning, and upper critical field contributions to the critical current density of bulk pure and SiC - alloyed MgB_2 . *Appl. Phys. Lett.* , 89, 132508.
- Matsushita, T., Kiuchi, M., Yamamoto, A., Shimoyama, J.I. and Kishio, K. 2008. Essential factors for the critical current density in superconducting MgB_2 : connectivity and flux pinning by grain boundaries. *Supercond. Sci. Technol.* , 21, 015008.
- Mickelson, W., Cumings, J., Han, W.Q. and Zettl, A. 2002. Effects of carbon doping on superconductivity in magnesium diboride. *Phys. Rev. B*, 65, 2505.

- Moon, S.H., Yun, J.H., Lee, H.N., Kye, J.I., Kim, H.G., Chung, W. and Oh, B. 2001. High critical current densities in superconducting MgB₂ thin films. Appl. Phys. Lett. , 79 (15), 2429- 2431.
- Moritomo, Y. and Xu, S. 2001. Effects of transition metal doping in MgB₂ superconductor. cond-mat. , 0104568.
- Nagamatsu, J., Nakagawa, N., Muranaka, T., Zenitani, Y. and Akimitsu, J. 2001. Superconductivity at 39 K in magnesium diboride. Nature, 410, 63.
- Nakane, T., Jiang, C.H., Mochiku, T., Fujii, H., Kuroda, T. and Kumakura, H. 2005a. Effect of SiC nanoparticle addition on the critical current density of MgB₂ tapes fabricated from MgH₂, B and MgB₂ powder mixtures. Supercond. Sci. Technol. , 18, 1337- 1341.
- Nakane, T., Takeya, H., Fujii, H. and Kumakura, H. 2005b. Effect of Nb_xB₂ addition on the J_c-B characteristics of MgB₂ tapes. Supercond. Sci. Technol. , 18, 521.
- Nakane, T., Kitaguchi, H., Fujii, H. and Kumakura, H. 2006a. Improvement of ex-situ MgB₂ powder in tube processed tapes using MgH₂ powder. Physica C, 445, 784-787.
- Nakane, T., Kitaguchi, H. and Kumakura, H. 2006b. Improvement in the critical current density of ex situ powder in tube processed MgB₂ tapes by utilizing powder prepared from an in situ processed tape. Appl. Phys. Lett. , 88, 022513.
- Nakane, T., Kitaguchi, H., Matsumoto, A. and Kumakura, H. 2007. Improvement in the J_c- B Characteristics of Ex-Situ MgB₂ Tape With SiC Addition. IEEE Trans. Appl. Supercond. , 17, 2903- 2906.
- Onnes, H.K. 1911. The superconductivity of mercury. Leiden Comm. , 1206, 1226.
- Papaconstantopoulos, D.A. and Mehl, M.J. 2001. Precise tight- binding description of the band structure of MgB₂. Phys. Rev. B, 6417 (17), 2510.
- Paranthaman, M., Cantoni, C., Zhai, H.Y., Christen, H.M., Aytug, T., Sathiyamurty, S., Specht, E.D., Thompson, J.R., Lowndes, D.H., Kerchner, H.R. and Christen, D.K. 2001. Superconducting MgB₂ films via precursor postprocessing approach. Appl. Phys. Lett. , 78 (23), 3669- 3671.
- Patnaik, S., Cooley, L.D., Gurevich, A., Polyanskii, A.A., Jiang, J., Cai, X.Y., Squitieri, A.A., Naus, M.T., Lee, M.K., Choi, J.H., Belenky, L., Bu, S.D., Letteri, J., Song, X., Schlom, D.G., Babcock, S.E., Eom, C.B., Hellstrom, E.E. and Larbalestier, D.C. 2001. Electronic anisotropy, magnetic field-temperature phase diagram and their dependence on resistivity in c-axis oriented MgB₂ thin films. Supercond. Sci. Technol. , 14, 315-319.

- Perner, O., Eckert, J., Häßler, W., Fischer, C., Acker, J., Gemming, T., Fuchs, G., Holzapfel, B. and Schultz, L. 2005a. Stoichiometry dependence of superconductivity and microstructure in mechanically alloyed MgB_2 . *J. Appl. Phys.* , 97, 056105.
- Perner, O., Häßler, W., Eckert, J., Fischer, C., Mickel, C., Fuchs, G., Holzapfel, B. and Schultz, L. 2005b. Effects of oxide particle addition on superconductivity in nanocrystalline MgB_2 bulk samples. *Physica C*, 432, 15.
- Pradhan, A.K., Feng, Y., Zhao, Y., Koshizuka, N., Zhou, L., Zhang, P.X., Liu, X.H., Ji, P., Du, S.J. and Liu, C.F. 2001. Transport behavior and critical current densities in MgB_2 wires. *Appl. Phys. Lett.* , 79, 1649.
- Prikhna, T.A., Gawalek, W., Surzhenko, A.B., Moshchil, V.E., Sergienko, N., Savchuk, Y.M., Melnikov, V.S., Nagorny, P.A., Habisreuther, T., Dub, S.N., Wendt, M., Lintzkendorf, D., Dellith, J., Schmidh, C., Krabbes, G. and Vlasenko, V. 2002. High- pressure synthesis of MgB_2 with and without tantalum additions. *Physica C*, 372, 1543.
- Prozorov, T., Prozorov, R., Snezhko, A. and Suslick, K.S. 2003. Sonochemical modification of the superconducting properties of MgB_2 . *Appl. Phys. Lett.* , 83, 2019.
- Ravindran, P., Vajeeston, P., Vidya, R., Kjekshus, A. and Fjellvag, H. 2001. Detailed electronic structure studies on superconducting MgB_2 and related compounds. *Phys. Rev. B*, 6422 (22), 4509.
- Ribeiro, A., Bud'ko, S.L., Petrovic, C. and Canfield, P.C. 2002. Effects of stoichiometry, purity, etching and distilling on resistance of MgB_2 pellets and wire segments. *Physica C*, 382, 194.
- Ribeiro, R.A., Bud'ko, S.L., Petrovic, C., Canfield, P.C. 2003a. Carbon doping of superconducting magnesium diboride. *Physica C*, 384, 227- 236.
- Ribeiro, R.A., Bud'ko, S.L., Petrovic, C. and Canfield, P.C. 2003b. Effects of boron purity, Mg stoichiometry and carbon substitution on properties of polycrystalline MgB_2 . *Physica C*, 385 (1- 2), 16- 23.
- Rowell, J.M. 2003. The widely variable resistivity of MgB_2 samples. *Supercond. Sci. Technol.* , 16, R17- R27.
- Rubio- Bollinger, G., Suderow, H. and Vieira, S. 2001. Tunneling spectroscopy in small grains of superconducting MgB_2 . *Phys. Rev. Lett.* , 86 (24), 5582- 5584.
- Rui, X.F., Chen, J., Chen, X., Guo, W. and Zhang, H. 2004. Doping effect of nano- alumina on MgB_2 . *Physica C*, 412- 414, 312.

- Samuely, P., Szabo, P., Kacmarcik, J., Klein, T. and Jansen, A.G.M. 2003. Point- contact spectroscopy of MgB_2 . *Physica C*, 385 (1- 2), 244- 254.
- Sekkina, M.M.A. and Elsabawy, K.M. 2002. Fluoride doping and Boron particle size effect on $\text{MgB}_{2-x}\text{F}_x$ superconductor. *Solid State Commun.*, 123, 1- 6.
- Sekkina, M.M.A. and Elsabawy, K.M. 2003. Narrow range of iridium- substitution on $\text{Mg}_{1-x}\text{Ir}_x\text{B}_2$ superconductor. *Physica C*, 391, 217- 222.
- Senkowicz, B.J., Giencke, J.E., Patnaik, S., Eom, C.B., Hellstrom, E.E. and Larbalestier, D.C. 2005. Improved upper critical field in bulk-form magnesium diboride by mechanical alloying with carbon. *Appl. Phys. Lett.*, 86, 202502.
- Senkowicz, B.J., Polyanskii, A., Mungall, R.J., Zhu, Y., Giencke, J.E., Voyles, P.M., Eom, C.B., Hellstrom, E.E. and Larbalestier, D.C. 2007. Understanding the route to high critical current density in mechanically alloyed $\text{Mg}(\text{B}_{1-x}\text{C}_x)_2$. *Supercond. Sci. Technol.*, 20, 650- 657.
- Serquis, A., Civale, L., Hammon, D.L., Liao, X.Z., Coulter, J.Y., Zhu, Y.T., Peterson, D.E. and Mueller, F.M. 2003a. Role of excess Mg and heat treatments on microstructure and critical current of MgB_2 wires. *J. Appl. Phys.*, 94, 4024- 4031.
- Serquis, A., Civale, L., Hammon, D.L., Coulter, J.Y., Liao, X.Z., Zhu, Y.T., Peterson, D.E. and Mueller, F.M. 2003b. Microstructure and high critical current of powder- in- tube MgB_2 . *Appl. Phys. Lett.*, 82 (11), 1754- 1756.
- Serquis, A., Civale, L., Hammon, D.L., Liao, X.Z., Coulter, J.Y., Zhu, Y.T., Jaime, M., Peterson, D.E., Mueller, F.M., Nesterenko, V.F. and Gu, Y. 2003c. Hot isostatic pressing of powder in tube MgB_2 wires. *Appl. Phys. Lett.*, 82 (17), 2847- 2849.
- Serquis, A., Serrano, G., Moreno, S.M., Civale, L., Maiorov, B., Balakirev, F. and Jaime, M. 2007. Correlated enhancement of H_{c2} and J_c in carbon nanotube doped MgB_2 . *Supercond. Sci. Technol.*, 20, L12.
- Sharoni, A., Felner, I. and Millo, I. 2001. Tunneling spectroscopy and magnetization measurements of the superconducting properties of MgB_2 . *Phys. Rev. B*, 6322 (22), 0508.
- Shcherbakova, O.V., Pan, A.V., Wexler, D. and Dou, S.X. 2007. Superconducting Properties of MgB_2 : Polycarbosilane Versus Conventional Nano-SiC Doping. *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, 17, 2790- 2793.
- Shekhar, C., Giri, R., Tiwari, R.S., Rana, D.S., Malik, S.K. and Srivastava, O.N. 2005. Effect of La doping on microstructure and critical current density of MgB_2 . *Supercond. Sci. Technol.*, 18, 1210.

- Shekhar, C., Giri, R., Tiwari, R.S., Srivastava, O.N. and Malik, S.K. 2007a. Enhancement of flux pinning and high critical current density in graphite doped MgB_2 superconductor. *J. Appl. Phys.* , 102, 093910.
- Shekhar, C., Giri, R., Tiwari, R.S. , Srivastava, O.N. and Malik, S.K. 2007b. High critical current density and improved flux pinning in bulk MgB_2 synthesized by Ag addition. *J. Appl. Phys.* , 101, 043906.
- Shulga, S.V., Drechsler, S.L., Eschrig, H., Rosner, H. and Pickett, W.E. 2001. The upper critical field problem in MgB_2 . *cond-mat.* , 0103154.
- Simon, F., Janossy, A., Feher, T., Muranyi, F., Garaj, S., Forro, L., Petrovic, C., Bud'ko, S.L., Lapertot, G., Kogan, V.G. and Canfield, P.C. 2001. Anisotropy of superconducting MgB_2 as seen in electron spin resonance and magnetization data. *Phys. Rev. Lett.* , 8704 (4), 7002.
- Soltanian, S., Wang, X.L., Kusevic, I., Babic, E., Li, A.H., Qin, M.J., Horvat, J., Liu, H.K., Collings, E.W., Lee, E., Sumption, M.D. and Dou, S.X. 2001. High-transport critical current density above 30 K in pure Fe- clad MgB_2 tape. *Physica C*, 361 (2), 84- 90.
- Soltanian, S., Horvat, J., Wang, X.L., Munroe, P.R. and Dou, S.X. 2003. Effect of nano-carbon particle doping on the flux pinning properties of MgB_2 superconductor.
- Soltanian, S., Wang, X.L., Horvat, J., Dou, S.X., Sumption, M.D., Bhatia, M., Collings, E.W., Munroe, P. and Tomsic, M. 2005. High transport critical current density and large H_{c2} and H_{irr} in nanoscale SiC doped MgB_2 wires sintered at low temperature. *Supercond. Sci. Technol.* , 18, 658- 666.
- Song, K.J., Lee, N.J., Jang, H.M., Ha, H.S., Ha, D.W., OH, S.S., Sohn, M.H., Kwon, Y.K., Ryu, K.S. 2001. Single-filament Composite MgB_2/SUS Ribbons by Powder-In-Tube Process. *cond-mat.* , 0106124.
- Sumption, M.D., Bhatia, M., Dou, S.X., Rindfliesch, M., Tomsic, M., Arda, L., Ozdemir, M., Hascicek, Y. and Collings, E.W. 2004. Irreversibility field and flux pinning in MgB_2 with and without SiC additions. *Supercond. Sci. Technol.* , 17, 1180-1184.
- Sun, T., Zhang, X.P., Zhao, Y.G., Shen, R., Wang, K., Zhang, L.W., Cao, B.S., Xiong, Y.H., Li, P.J. and Wen, H.H. 2002. Study of the reactions between MgB_2 and Ag at high temperature. *Physica C*, 382, 367.
- Suo, H.L., Beneduce, C., Dhalle, M., Musolino, N., Genoud, J.Y. and Flukiger, R. 2001. Large transport critical currents in dense Fe- and Ni- clad MgB_2 superconducting tapes. *Appl. Phys. Lett.* , 79 (19), 3116- 3118.

- Susner, M.A., Sumption, M.D., Bhatia, M., Peng, X., Tomsic, M.J., Rindfleisch, M.A. and Collings, E.W. 2007. Influence of Mg/B ratio and SiC doping on microstructure and high field transport J_c in MgB_2 strands. *Physica C*, 456, 180-187.
- Szabo, P., Samuely, P., Kacmarcik, J., Klein, T., Marcus, J., Fruchart, D., Miraglia, S., Marcenat, C. and Jansen, A.G.M. 2001. Evidence for two superconducting energy gaps in MgB_2 by point- contact spectroscopy. *Phys. Rev. Lett.* , 8713 (13), 7005.
- Tachikawa, K., Yamada, Y., Enomoto, M., Aodai, M. and Kumakura, H. 2003a. Effects of metal powder addition on the structure and critical current of Ni- sheated PIT MgB_2 tapes. *IEEE Trans. Appl. Supercond.* , 13, 3269- 3272.
- Tachikawa, K., Yamada, Y., Enomoto, M., Aodai, M. and Kumakura, H. 2003b. Structure and critical current of Ni- sheated PIT MgB_2 tapes with In metal powder addition. *Physica C*, 392- 396, 1030.
- Takahashi, M., Tanaka, K., Okada, M., Kitaguchi, H. and Kumakura, H. 2006. Relaxation of Trapped High Magnetic Field in 100 m-long Class MgB_2 Solenoid Coil in Persistent Current Mode Operation. *IEEE Trans. Appl. Supercond.* , 16, 1431.
- Takenobu, T., Ito, T., Chi, D.H., Prassides, K. and Iwasa, Y. 2001. Intralayer carbon substitution in the MgB_2 superconductor. *Phys. Rev. B*, 64, 1345131.
- Togano, K., Nakane, T., Fujii, H., Takeya, H. and Kumakura, H. 2006. An interface diffusion process approach for the fabrication of MgB_2 wire. *Supercond. Sci. Technol.* , 19, L17- L20.
- Toulemonde, P., Musolino, P. and Flukiger, R. 2003. High- pressure synthesis of pure and doped superconducting MgB_2 compounds. *Supercond. Sci. Technol.* , 16, 231- 236.
- Trociewitz, U.P., Sastry, P., Wyda, A., Crockett, K. and Schwartz, J. 2003. Magnetic properties of neutron irradiated and doped MgB_2 superconductors. *IEEE Trans. Appl. Supercond.* , 13, 3320-3323.
- Tsindlekht, M.I. and Felner, I. 2001. Linear and Nonlinear Ac Response of MgB_2 Superconductors. *cond- mat.* , 0104565.
- Tsuda, S., Yokoya, T., Kiss, T., Chainani, A., Takano, Y., Togano, K., Kito, H., Ihara, H. and Shin, S. 2002. Superconducting gap of MgB_2 observed using ultrahigh-resolution photoemission spectroscopy. *Physica B*, 312, 150- 151.
- Uchiyama, H., Tajima, S., Shen, K.M., Lu, D.H. and Shen, Z.X. 2003. Photoemission studies in MgB_2 . *Physica C*, 385 (1- 2), 85- 90.

- Ueda, S., Shimoyama, J.I., Yamamoto, A., Horii, S. and Kishio, K. 2004. Enhanced critical current properties observed in Na_2CO_3 -doped MgB_2 . *Supercond. Sci. Technol.* , 17, 926- 930.
- Ueda, S., Shimoyama, J., Iwayama, I., Yamamoto, A., Katsura, Y., Horii, S. and Kishio, K. 2005. High critical current properties of MgB_2 bulks prepared by a diffusion method. *Appl. Phys. Lett.* , 86, 222502.
- Vajpayee, A., Awana, V.P.S., Balamurugan, S., Muromach, T., Kishan, H. and Bhalla, G.L. 2007. Effect of PVA doping on flux pinning in bulk MgB_2 . *Physica C*, 466, 46- 50.
- Vinod, K., Varghese, N. and Syamaprasad, U. 2007a. Superconductivity of MgB_2 in the BCS framework with emphasis on extrinsic effects on critical temperature. *Supercond. Sci. Technol.* , 20, R31- R45.
- Vinod, K., Abhilash Kumar, R.G. and Syamaprasad, U. 2007b. Prospects for MgB_2 superconductors for magnet application. *Supercond. Sci. Technol.* , 20, R1- R13.
- Vinod, K., Varghese, N., Syamaprasad, U., Shipra and Sundaresan, A. 2008. Structural and superconducting properties of bulk MgB_2 with added nano Tb_4O_7 . *Supercond. Sci. Technol.* , 21, 025003.
- Wang, D., Ma, Y., Yu, Z., Gao, Z., Zhang, X., Watanabe, K. and Mossang, E. 2007. Strong influence of precursor powder on the critical current density of Fe-sheathed MgB_2 tapes. *Supercond. Sci. Technol.* , 20, 574-578.
- Wang, J., Bugoslavsky, Y., Berenov, A., Cowey, L., Caplin, A.D., Cohen, L.F., MacManus Driscoll, J.L., Cooley, L.D., Song, X. and Larbalestier, D.C. 2002. High critical current density and improved irreversibility field in bulk MgB_2 made by a scaleable, nanoparticle addition route. *Appl. Phys. Lett.* , 81, 2026- 2028.
- Wang, S.F., Dai, S.Y., Zhou, Y.L., Zhu, Y.B., Chen, Z.H., Lu, H.B. and Yang, G.Z. 2004. Effect of Cd doping on structure and superconductivity in $\text{Mg}_{0.5}\text{Cd}_{0.5}\text{B}_2$. *J. Supercond. Inc. Novel Mag.* , 17, 397.
- Wang, X.L., Soltanian, S., Horvat, J., Liu, A.H., Qin, M.J., Liu, H.K. and Dou, S.X. 2001. Very fast formation of superconducting MgB_2/Fe wires with high J_c . *Physica C*, 361 (3), 149- 155.
- Wang, X.L., Zhou, S.H., Qin, M.J., Munroe, P.R., Soltanian, S., Liu, H.K. and Dou, S.X. 2003. Significant enhancement of flux pinning in MgB_2 superconductor through nano- Si addition. *Physica C*, 385, 461- 465.
- Wang, X.L., Cheng, Z.X. and Dou, S.X. 2007. Silicon oil: A cheap liquid additive for enhancing in- field critical current density in MgB_2 . *Appl. Phys. Lett.* , 99, 042501.

- Wang, X.L., Dou, S.X., Hossain, M.S.A., Cheng, Z.X., Liao, X.Z., Ghorbani, S.R., Yao, Q.W., Kim, J.H. and Silver, T. 2010. Enhancement of the in- field J_c of MgB_2 via $SiCl_4$ doping. *Phys. Rev. B*, 81, 224514.
- Wang, Y.X., Plackowski, T. and Junod, A. 2001. Specific heat in the superconducting and normal state (2- 300 K, 0- 16 T) and magnetic susceptibility of the 38 K superconductor MgB_2 : Evidence for a multicomponent gap. *Physica C*, 355 (3-4), 179- 193.
- Wei, J., Li, Y., Xu, C., Wei, B. and Wu, D. 2003. Structure and superconductivity of MgB_2 -carbon nanotube composites. *Mater. Chem. Phys.* , 78, 785.
- Wilke, R.H.T., Bud'ko, S.L., Canfield, P.C., Finnemore, D.K., Suplinskas, R.J. and Hannahs, S.T. 2004. Systematic effects of carbon doping on the superconducting properties of $Mg(B_{1-x}C_x)_2$. *Phys. Rev. Lett.* , 92, 217003.
- Wilke, R.H.T., Bud'ko, S.L., Canfield, P.C., Kramer, M.J., Wu, Y.Q., Finnmore, D.K., Suplinskas, R.J., Marzik, J.W. and Hannahs, S.T. 2005. Superconductivity in MgB_2 doped with Ti and C. *Physica C*, 418, 160.
- Williamson, G.K. and Hall, W.H. 1953. X-ray line broadening from fided aluminium and wolfram. *Acta Metall.* , 1, 22.
- Wolf, E.L. 1985. *Principle of Electron Tunneling Spectroscopy*. New York: Oxford University Press.
- Xiao, H., Peng, W., Song, W.H., Ma, R.C., Zhang, L., Du, J.J., Sun, Y.P. 2003. Influence of Mg deficiency on the properties of MgB_2 . *Physica C*, 386, 648- 652.
- Xu, H.L., Feng, Y., Xu, Z., Yan, G., Cao, L.Z., Xiao, X.G.L. 2004. Enhancement of Critical Current Density in Graphite Doped MgB_2 Wires. *Chin. Phys. Lett.* , 21, 2511.
- Xu, H.L., Feng, Y., Zhao, Y., Yan, G., Pu, M.H., Lu, H.X., Zhang, R. and Xu, Z. 2006a. Investigation on MgB_2 superconductor doped by nano- Al powder. *Physica C*, 449, 53.
- Xu, H.L., Feng, Y., Xu, Z., Yan, G., Li, C.S., Mossang, E. and Sulpice, A. 2006b. Effects of TiB_2 doping on the critical current density of MgB_2 wires. *Physica C*, 443, 5.
- Xu, H.L., Feng, Y., Xu, Z., Yan, G., Wu, X.J., Shen, Z.H., Mossang, E. and Sulpice, A. 2007. Investigation on MgB_2 Wires Doped by ZrH_2 . *J. Supercond. & Nov. Mag.* , 20, 255.
- Xu, M., Kitazawa, H., Takano, Y., Ye, J., Nishida, K., Abe, H., Matsushita, A., Tsujii, N. and Kido, G. 2001. Anisotropy of superconductivity from MgB_2 single crystals. *Appl. Phys. Lett.* , 79 (17), 2779- 2781.

- Xu, S., Moritomo, Y., Kato, K. and Nakamura, A. 2001. Mn- substitution effects on MgB_2 superconductor. *J. Phys. Soc. Japan*, 70, 1889- 1891.
- Xu, X., Kim, J.H., Qin, M.J., Yeoh, W.K., Zhang, Y. and Dou, S.X. 2006. Improved J_c of MgB_2 superconductor by ball milling using different media. *Supercond. Sci. Technol.* , 19, L47- L50.
- Xu, X., dos Santos, D.I., Kim, J.H., Yeoh, W.K., Qin, M.J., Konstantinov, K., Dou, S.X. 2007. Effect of Boron powder purity on superconducting properties of bulk MgB_2 . *Physica C*, 460- 462, 602- 603.
- Xu, X., Kim, J.H., Hossain, M.S.A., Park, J.S., Zhao, Y., Dou, S.X., Yeoh, W.K., Rindfleisch, M. and Tomsic, M. 2008. Phase transformation and superconducting properties of MgB_2 using ball- milled low purity boron. *J. Appl. Phys.* , 103, 023912.
- Xu, X.L., Guo, J.D., Wang, Y.Z. and Wang, X. 2003. Au- doping effects in the $\text{Mg}_{1-x}\text{Au}_x\text{B}_2$ series. *Mat. Lett.* , 58, 142- 145.
- Yamada, H., Hirakawa, M., Kumakura, H., Matsumoto, A. and Kitaguchi, H. 2004. Critical current densities of powder-in-tube MgB_2 tapes fabricated with nanometer-size Mg powder. *Appl. Phys. Lett.* , 84, 1728.
- Yamada, H., Hirakawa, M., Kumakura, H., Matsumoto, A. and Kitaguchi, H. 2005. Superconducting Properties of Powder-in-Tube MgB_2 Tapes Prepared With Fine Powders. *IEEE Trans. Appl. Superconduct.* , 15, 3337.
- Yamada, H., Hirakawa, M., Kumakura, H. and Kitaguchi, H. 2006. Effect of aromatic hydrocarbon addition on in situ powder-in-tube processed MgB_2 tapes. *Supercond. Sci. Technol.* , 19, 175- 177.
- Yamada, Y., Nakatsuka, M., Nitta, A., Tachikawa, K. and Kumakura, H. 2007. Superconducting Properties and Structure of In-Situ MgB_2 Tapes With SiC and TiC Addition Prepared by Hot Pressing. *IEEE Trans. Appl. Supercond.* , 17, 2911- 2914.
- Yamamoto, A., Takao, C., Masui, T., Izumi, M. and Tajima, S. 2002. High- pressure synthesis of superconducting $\text{Nb}_{1-x}\text{B}_2$ ($x = 0- 0,48$) with the maximum $T_c = 9,2$ K. *Physica C*, 383, 197.
- Yamamoto, A., Shimoyama, J.I., Ueda, S., Iwayama, I., Horii, S. and Kishio, K. 2005a. Effects of B_4C doping on critical current properties of MgB_2 superconductor. *Supercond. Sci. Technol.* , 18, 1323-1328.
- Yamamoto, A., Shimoyama, J., Ueda, S., Katsura, Y., Iwayama, I., Horii, S. and Kishio, K. 2005b. Universal relationship between crystallinity and irreversibility field of MgB_2 . *Appl. Phys. Lett.* , 86, 212502.

- Yamamoto, A., Shimoyama, J., Ueda, S., Horii, S. and Kishio, K. 2006. Reactivity of carbides in synthesis of MgB_2 bulks. *Physica C*, 445- 448, 801- 805.
- Yan, G., Feng, Y., Lu, Y.F., Zhou, L., Jing, W.X. and Wen, H.H. 2006. Influences of heat treatment and doping on microstructure and superconducting properties of MgB_2 superconductor. *Physica C*, 445-448, 466.
- Yang, H.D., Lin, J.Y., Li, H.H., Hsu, F.H., Liu, C.J., Li, S.C., Yu, R.C. and Jin, C.Q. 2001. Order parameter of MgB_2 : A fully gapped superconductor. *Phys. Rev. Lett.* , 8716 (16), 7003.
- Yeoh, W.K., Kim, J.H., Horvat, J., Xu, X., Qin, M.J., Dou, S.X., Jiang, C.H., Nakane, T., Kumakura, H. and Munroe, P. 2006. Control of nano carbon substitution for enhancing the critical current density in MgB_2 . *Supercond. Sci. Technol.* , 19, 596- 599.
- Yildirim, T., Gulseren, O., Lynn, J.W., Brown, C.M., Udovic, T.J., Huang, Q., Rogado, N., Regan, K.A., Hayward, M.A., Slusky, J.S., He, T., Haas, M.K., Khalifah, P., Inumaru, K. and Cava, R.J. 2001. Giant anharmonicity and nonlinear electron-phonon coupling in MgB_2 : A combined first- principles calculation and neutron scattering study. *Phys. Rev. Lett.* , 8703 (3), 7001.
- Zeng, R., Lu, L., Wang, J.L., Horvat, J., Li, W.X., Shi, D.Q., Dou, S.X. , Tomsic, M. and Rindfleisch, M. 2007. Significant improvement in the critical current density of in situ MgB_2 by excess Mg addition. *Supercond. Sci. Technol.* , 20, L43- L47.
- Zhang, G., Gao, Z., Wang, D., Yu, Z., Ma, Y., Awaji, S. and Watanabe, K. 2006. Improved critical current densities in MgB_2 tapes with ZrB_2 doping. *Appl. Phys. Lett.* , 89, 132510.
- Zhang, X.P., Ma, Y.W., Gao, Z., Yu, Z., Nishijima, G. and Watanabe, K. 2006. Enhancement of J_c -B properties in MoSi_2 -doped MgB_2 tapes. *Supercond. Sci. Technol.* , 19, 699.
- Zhang, X.P., Ma, Y.W., Gao, Z.S., Wang, D.L., Yu, Z.G., Awaji, S. and Watanabe, K. 2007. Bi Addition Effect on J_c -B Performance of Powder-in-Tube Processed MgB_2 Tapes. *IEEE Trans. Appl. Supercond.* , 17, 2925- 2928.
- Zhang, Y., Zhou, S.H., Lu, C., Konstantinov, K. and Dou, S.X. 2009. The effect of carbon doping on the upper critical field (H_{c2}) and resistivity of MgB_2 by using sucrose ($\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$) as the carbon source. *Supercond. Sci. Technol.* , 22, 015025.
- Zhao, Y., Feng, Y., Machi, T., Cheng, C.H., Huang, D.X., Fudamoto, Y., Koshizuka, N. and Murakami, M. 2002a. Enhancement of critical current density in MgB_2 bulk superconductor by Ti doping. *Europhys. Lett.* , 57, 437.

- Zhao, Y., Huang, D.X., Feng, Y., Cheng, C.H., Machi, T., Koshizuka, N. and Murakami, M. 2002b. Nanoparticle structure of MgB_2 with ultrathin TiB_2 grain boundaries. *Appl. Phys. Lett.* , 80, 1640.
- Zhao, Y., Cheng, C.H., Rui, X.F., Zhang, H., Munroe, P., Zheng, H.M., Koshizuka, N. and Murakami, M. 2003. Improved irreversibility behavior and critical current density in MgB_2 - diamond nanocomposites. *Appl. Phys. Lett.* , 83, 2916.
- Zhao, Y., Ionescu, M., Jorvat, J. and Dou, S.X. 2004. Comparative study of in situ and ex situ MgB_2 films prepared by pulsed laser deposition. *Supercond. Sci. Technol.* , 17, S482- S485.
- Zheng, D.N., Xiang, J.Y., Lang, P.L., Li, J.Q., Che, G.C., Zhao, Z.W., Wen, H.H., Tian, H.Y., Ni, Y.M. and Zhao, Z.X. 2004. Structural and critical current properties in Al-doped MgB_2 . *Physica C*, 408-410, 136.
- Zhou, S., Pan, A.V., Horvat, J., Qin, M.J. and Liu, H.K. 2004. Effects of precursor powders and sintering processes on the superconducting properties of MgB_2 . *Supercond. Sci. Technol.* , 17, S528.
- Zhou, S., Pan, A.V., Dou, S.X. and Wexler, D. 2007. Sugar Coating of Boron Powder for Efficient Carbon Doping of MgB_2 with Enhanced Current-Carrying Performance. *Adv. Mater.* , 19, 1373.
- Zhu, Y., Wu, L., Volkov, V., Li, Q., Gu, G., Moodenbaugh, A.R., Malac, M., Suenaga, M. and Tranquada, J. 2001. Microstructure and structural defects in MgB_2 superconductor. *Physica C*, 356, 239.
- Zhu, Y., Matsumoto, A., Senkowicz, B.J., Kumakura, H., Kitaguchi, H., Jewell, M.C., Hellstrom, E.E., Larbalestier, D.C. and Voyles, P.M. 2007. Microstructures of SiC nanoparticle- doped MgB_2/Fe tapes. *J. Appl. Phys.* , 102, 013913.

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Hasan AĞIL
Doğum Yeri : İstanbul
Doğum Tarihi : 12.02.1980
Medeni Hali : Evli
Yabancı Dili : İngilizce

Eğitim Durumu (Kurum ve Yıl)

Lise : Mecidiyeköy Lisesi (1997)
Lisans : Abant İzzet Baysal Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümü
(2006)
Yüksek Lisans : Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı
(2008)

Çalıştığı Kurum/Kurumlar ve Yıl

Hakkari Üniversitesi Çölemerik Meslek Yüksekokulu 2009 – halen çalışmaktayım.

Yayınlar (SCI)

Ağıl H., Kervan N., Kervan S., Sözeri H., Gencer A. 2009. Magnetic properties of the $\text{PrCo}_{4-x}\text{Ni}_x\text{B}$ borides. Journal of Alloys and Compounds, 478, 1 – 2, 437 – 440.

Nane Onur, Ağıl Hasan, Özkurt Berdan, Özçelik Bekir, Gencer Ali. 2009. Observation of magnetocaloric effect in the $\text{LaMn}_{1.9}\text{Fe}_{0.1}\text{Si}_2$ compound at low fields in the vicinity of phase transition around room temperature. Journal of Physics: Conference Series, 153, 12063.

Güçlü N., Yeşilkanat C. M., Ağıl H., Doğan F., Gencer A., Kölemen U. 2011. Low Field AC Susceptibility Study of YBCO Prepared by Top Seeded Melt Growth. Journal of Superconductivity and Novel Magnetism, 24, 1 – 2, 261 – 264.

Babaoğlu Meral G., Safran Serap, Çiçek Özlem, Ağıl Hasan, Ertekin Ercan, Hossain Md.Shahriar A., Yanmaz Ekrem, Gencer Ali. 2012. Microstructural and superconducting properties of C_6H_6 added bulk MgB_2 superconductor. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 324, 21, 3455 – 3459.

Hossain M.S.A., Motaman A., Çiçek Ö., Ağıl H., Ertekin E., Gencer A., Wang X.L., Dou S.X. 2012. The effects of annealing temperature on the in-field J_c and surface pinning in silicone oil doped MgB_2 bulks and wires. *Cryogenics*, 52, 12, 755 – 759.

Ağıl H., Çiçek Ö., Ertekin E., Motaman A., Hossain M. S. A., Dou S. X., Gencer A. 2013. Effects of MgO on the Electronic and Superconducting Properties in Succinic Acid ($C_4H_6O_4$) Doped MgB_2 Bulks. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 26, 5, 1525 – 1529.

Hossain Md.Shahriar A., Motaman Ashkan, Xu Xun, See Khay Way, Çiçek Özlem, Ağıl Hasan, Ertekin Ercan, Gencer Ali, Cheong Kookchae, Maeda Minoru, Dou Shixue. 2013. *Materials Letters*, 91, 356 – 358.

Uluslararası Kongre Sunum

Magnetic properties of the $PrCo_{4-x}Ni_xB$ borides. International Conference on Superconductivity and Magnetism (ICSM, 25 – 29 Ağustos 2008, Antalya) poster sunumu.

Observation of magnetocaloric effect in the $LaMn_{1.9}Fe_{0.1}Si_2$ compound at low fields in the vicinity of phase transition around room temperature. International Conference on Superconductivity and Magnetism (ICSM, 25 – 29 Ağustos 2008, Antalya) poster sunumu.

Low Field AC Susceptibility Study of YBCO Prepared by Top Seeded Melt Growth. International Conference on Superconductivity and Magnetism (ICSM, 25 – 30 Nisan 2010, Antalya) poster sunumu.

Enhancement of Flux Pinning in MgB_2 Superconductor Doped with Organic Compound. 7th Asian Conference on Applied Superconductivity and Cryogenics (ACASC, 23 – 25 Ekim 2013, Kapadokya) poster sunumu.