

**T.C.
KASTAMONU ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**SOL-JEL VE KATIHAL REAKSİYON YÖNTEMLERİ İLE
ÜRETİLEN, Co VE CoFe₂O₄ KATKILI POLİKRIŞTAL YBCO-123
SÜPERİLETKENİNİN YAPISAL, ELEKTRİK VE MEKANİK
ÖZELLİKLERİNİN KARAKTERİZASYONU**

Abdul Rhman Rajab Ali NEFROW

**Danışman
Jüri Üyesi
Jüri Üyesi
Jüri Üyesi
Jüri Üyesi**

**Prof. Dr. Özgür ÖZTÜRK
Prof. Dr. Ahmet Tolga TAŞÇI
Prof. Dr. Hakan YETİŞ
Doç. Dr. Murat OLUTAŞ
Dr. Öğr. Üyesi Elif AŞIKUZUN**

**DOKTORA TEZİ
FİZİK ANA BİLİM DALI**

KASTAMONU – 2019

TEZ ONAYI

Abdul Rhman Rajab Ali NEFROW tarafından hazırlanan "Sol-Jel ve Katıhal Reaksiyon Yöntemleri İle Üretilen, Co ve CoFe₂O₄ Katkılı Polikristal YBCO-123 Süperiletkeninin Yapısal, Elektrik ve Mekanik Özelliklerinin Karakterizasyonu" adlı tez çalışması aşağıdaki jüri üyeleri önünde savunulmuş ve oy birliği ile Kastamonu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Ana Bilim Dalı'nda **DOKTORA TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Danışman

Prof. Dr. Özgür ÖZTÜRK
Kastamonu Üniversitesi



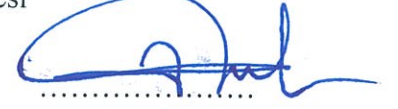
Jüri Üyesi

Prof. Dr. Hakan YETİŞ
Bolu Abant İzzet Baysal Üniversitesi



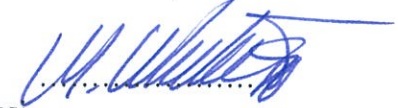
Jüri Üyesi

Prof. Dr. Ahmet Tolga TAŞÇI
Kastamonu Üniversitesi



Jüri Üyesi

Doç. Dr. Murat OLUTAŞ
Bolu Abant İzzet Baysal Üniversitesi



Jüri Üyesi

Dr. Öğr. Üyesi Elif AŞIKUZUN
Kastamonu Üniversitesi



19/04/2019

Enstitü Müdürü

Prof. Dr. Hasbi YAPRAK



TAAHHÜTNAME

Tez içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını bildirir ve taahhüt ederim.

Abdul Rhman Rajab Ali NEFROW



ÖZET

Doktora Tezi

SOL-JEL VE KATIHAL REAKSİYON YÖNTEMLERİ İLE ÜRETİLEN, Co VE CoFe₂O₄ KATKILI POLİKİRİSTAL YBCO-123 SÜPERİLETKENİNİN YAPISAL, ELEKTRİK VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN KARAKTERİZASYONU

Abdul Rhman Rajab Ali NEFROW
Kastamonu Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Ana Bilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Özgür ÖZTÜRK

Bu çalışmada, YBa₂Cu_{3-x}(Co)_xO_{7-δ} ve YBa₂Cu_{3-x}(CoFe₂O₄)_xO_{7-δ} süperiletken numuneleri katıhal reaksiyonu ve sol-jel yöntemleri kullanılarak üretilmiştir (x = 0, 0.05, 0.10 ve 0.20). Numunelerin hazırlanmasında; katıhal reaksiyon yöntemi için oksit bazlı bileşikler, sol-jel yönteminde asetat bazlı bileşikler kullanılmıştır. Tüm numuneler üretim aşamasında, 930 °C’de 24 saat tavlamanın ardından 5 saat süreyle 500°C’de oksijen ortamında bekletilmiştir. Üretilen numunelerin yapısal özelliklerinin belirlenebilmesi için X-ışınları kırınım (XRD) desenleri, taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri, enerji dağılım spektroskopisi (EDS) verileri analiz edilmiştir. Bunun yanı sıra, elektriksel ve mekanik özelliklerin tespiti için sıcaklığa bağlı direnç (R-T) ve Vickers mikrosertlik ölçümleri gerçekleştirilmiştir. XRD sonuçlarında numunenin ortorombik yapıda olduğu sonucuna ulaşıırken elektriksel ölçüm sonuçlarında tüm numunelerin süperiletken özellik gösterdiği görülmüştür. Her iki yöntemle üretilen numuneler için de katkılama işlemi süperiletken kritik sıcaklık değerini düşürmüştür. Ayrıca Vickers mikrosertlik değerlerinde meydana gelen değişimler incelenmiştir. Mikrosertlik analizleri sonucunda Co katkılı numunelerin mikrosertlik davranışlarında değişim olmazken, CoFe₂O₄ katkılı numunelerin sertlik davranışlarının değiştiği görülmüştür. Katkısız numune TÇBE davranışı gösterirken CoFe₂O₄ katkılı numunelerde ÇBE davranışı gözlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: YBCO, Y123, yüksek sıcaklık süperiletkenler, katıhal reaksiyonu, sol-jel, Co, CoFe₂O₄, Vickers

2019, 102 sayfa

Bilim Kodu: 202

ABSTRACT

PhD. Thesis

THE CHARACTERIZATION OF STRUCTURAL, ELECTRIC AND MECHANICAL PROPERTIES OF Co AND CoFe₂O₄ DOPED POLYCRYSTAL YBCO-123 SUPERCONDUCTORS PRODUCED BY SOL-GEL AND SOLID STATE REACTION METHODS

Abdul Rhman Rajab Ali NEFROW
Kastamonu University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Physics

Supervisor: Prof. Dr. Özgür ÖZTÜRK

In this study, YBa₂Cu_{3-x}(Co)_xO_{7-δ} and YBa₂Cu_{3-x}(CoFe₂O₄)_xO_{7-δ} superconductor samples were produced by using solid state reaction and sol-gel methods (x= 0, 0.05, 0.10 ve 0.20). In the preparation of the samples; oxide based compounds were used for the solid state reaction method, while acetate based compounds were used in the sol-gel method. All samples were sintered at 930 °C for 24 hours and 5 hours at 500 °C in oxygen atmosphere. X-ray diffraction (XRD) patterns, scanning electron microscopy (SEM) images, energy distribution spectroscopy (EDS) data were analyzed in order to determine the structural properties of the produced samples. In addition, temperature-dependent resistance (R-T) and Vickers microhardness measurements were performed to determine electrical and mechanical properties. XRD results showed that the sample was orthorhombic, and all samples showed superconductive properties in electrical measurement results. For the samples produced by both methods, the doping process reduced the superconducting critical temperature value. In addition, changes in Vickers microhardness values were investigated in detailed. As a result of the microhardness analysis, it was seen that while the microhardness behavior of the Co doped samples did not change, the hardness behaviors of the CoFe₂O₄ doped samples was changed. While the microhardness behavior of undoped sample was RISE, CoFe₂O₄ doped samples exhibited ISE behavior.

Key words: YBCO, Y123, high temperature superconductors, solid state reaction, sol-gel, Co, CoFe₂O₄, Vickers

2019, 102 pages

Science Code: 202

TEŞEKKÜR

Bu tezin tamamlanmasına katkıda bulunan birçok kişiye bilgi, destek ve arkadaşlıklarından dolayı teşekkürü borç bilirim.

Öncelikle bu tezin hazırlanmasında verdiği destek, rehberlik, sabır ve teşvik için tez danışmanım Prof. Dr. Özgür ÖZTÜRK'e teşekkür ediyorum. Ayrıca Prof. Dr. Ahmet Tolga TAŞÇI ve Dr. Öğr. Üyesi Elif AŞIKUZUN'a yardımlarından ötürü teşekkür ederim.

Çalışma arkadaşlarım Fatih BULUT ve Şeydanur KAYA'ya laboratuvardaki yardımları ve rehberliklerinden dolayı teşekkür ediyorum.

Ülkeme bana burs sağlayarak verdiği destekten ötürü teşekkür etmek istiyorum.

Kastamonu Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı ve Fizik Bölümü'ne ayrıca teşekkür ediyorum.

Çalışmama katkıda bulunan değerli jüri üyelerine teşekkür ediyorum.

Nihayet kişisel olarak her zaman yanımda olan aileme ve eşime ayrıca teşekkürü bir borç bilirim.

Abdul Rhman Rajab Ali NEFROW
Kastamonu, Nisan, 2019

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
TEZ ONAYI.....	ii
TAAHHÜTNAME.....	iii
ÖZET.....	iv
ABSTRACT.....	v
TEŞEKKÜR.....	vi
İÇİNDEKİLER.....	vii
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ.....	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	x
TABLolar DİZİNİ.....	xiii
RESİMLER DİZİNİ.....	xiv
1. GENEL BİLGİLER.....	1
1.1. Giriş.....	1
1.2. Süperiletkenlerin Özellikleri.....	3
1.2.1. Kritik Sıcaklık.....	3
1.2.2. Kritik Manyetik Alan.....	4
1.2.3. Kritik Akım Yoğunluğu.....	5
1.2.4. Meissner Etkisi.....	5
1.2.5. Süperiletkenlik Teorileri.....	6
1.2.5.1. İki sıvı modeli ve London teorisi.....	6
1.2.5.2. Ginzburg-Landau teorisi.....	7
1.2.5.3. BCS teorisi.....	8
1.2.6. I. ve II. Tip Süperiletkenler.....	8
1.2.7. Yüksek Sıcaklık Süperiletkenleri.....	10
1.2.8. YBaCuO Süperiletken Sistemi.....	11
1.2.8.1. Y123 fazı.....	11
2. ÜRETİM YÖNTEMLERİ.....	13
2.1. Katıhal Reaksiyon Yöntemi.....	13
2.2. Sol-Jel Yöntemi.....	14
3. KARAKTERİZASYON TEKNİKLERİ.....	16
3.1. X-Işını Kırınımı.....	16
3.2. Taramalı Elektron Mikroskobu.....	17
3.3. Elektriksel Direnç Ölçümü.....	18
3.4. Mikrosertlik Ölçümü.....	19
3.4.1. Vickers Mikrosertlik Testi.....	20
3.4.2. Sertliğin Yük ile Değişimi.....	21
4. LİTERATÜR İNCELEMESİ.....	23
5. MATERYAL VE METOT.....	27
5.1. Numunelerin Hazırlanması.....	27

5.1.1. Katıhal Reaksiyon Yöntemi ile Üretilen Numuneler	27
5.1.2. Sol-Jel Yöntemi ile Üretilen Numuneler	28
5.1.3. Isıl İşlem	30
5.2. X-ışını Kırınım Analizi	32
5.3. Taramalı Elektron Mikroskobu ve Enerji Dağılım Spektroskopisi Analizi	34
5.4. Sıcaklığa Bağlı Direnç Ölçümü.....	35
5.5. Mikrosertlik Analizi	35
6. TARTIŞMA VE BULGULAR	38
6.1. Katıhal Reaksiyon Yöntemiyle Üretilen Co Katkılı Numuneler.....	38
6.1.1. XRD Analizi	38
6.1.2. SEM ve EDS Analizi	40
6.1.3. Elektriksel Direnç Analizi	44
6.1.4. Taşıyıcı Yoğunluğu Analizi.....	46
6.1.5. Mekanik Özelliklerin Analizi	47
6.2. Sol-Jel Yöntemiyle Üretilen Co Katkılı Numuneler	50
6.2.1. XRD Analizi	50
6.2.2. SEM ve EDS Analizi	52
6.2.3. Elektriksel Direnç Analizi	56
6.2.4. Taşıyıcı Yoğunluğu Analizi.....	57
6.2.5. Mekanik Özelliklerin Analizi	59
6.3. Katıhal Reaksiyon Yöntemiyle Üretilen CoFe ₂ O ₄ Katkılı Numuneler ...	60
6.3.1. XRD Analizi	60
6.3.2. SEM ve EDS Analizi	62
6.3.3. Elektriksel Direnç Analizi	66
6.3.4. Taşıyıcı Yoğunluğu Analizi.....	67
6.3.5. Mekanik Özelliklerin Analizi	68
6.4. Sol-Jel Yöntemiyle Üretilen CoFe ₂ O ₄ Katkılı Numuneler.....	70
6.4.1. XRD Analizi	70
6.4.2. SEM ve EDS Analizi	71
6.4.3. Elektriksel Direnç Analizi	75
6.4.4. Taşıyıcı Yoğunluğu Analizi.....	76
6.4.5. Mekanik Özelliklerin Analizi	77
7. SONUÇLAR	80
7.1. Üretim Yöntemlerinin Karşılaştırılması	80
7.2. Yapılan Katkılamaların Karşılaştırılması	87
KAYNAKLAR	95
ÖZGEÇMİŞ	101

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

BCS	Bardeen, Cooper ve Schrieffer
ÇBE	Çentik boyutu etkisi
EDS	Enerji dağılım spektrometresi
H_V	Vickers mikrosertlik değeri
TÇBE	Ters çentik boyutu etkisi
SEM	Taramalı elektron mikroskobu
XRD	X-ışınları kırınımı
Y123	$YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$
Y358	$Y_3Ba_5Cu_8O_{18-\delta}$
a, b, c	Kristal örgü parametreleri
Å	Angstrom ($10^{-10}m$)
B	Manyetik alan
h, k, l	Miller indisleri
H	Dış manyetik alan
H_c	I. tip süperiletkenlerde kritik manyetik alan
H_{c1}	II. tip süperiletkenlerde alt kritik manyetik alan
H_{c2}	II. tip süperiletkenlerde üst kritik manyetik alan
I_c	Kritik akım şiddeti
J_c	Kritik akım yoğunluğu
K	Kelvin
T_c	Kritik sıcaklık
R	Direnç

ŞEKİLLER DİZİNİ

	Sayfa
Şekil 1.1. Süperiletken bir malzemeye ait direnç-sıcaklık grafiği	3
Şekil 1.2. Kritik manyetik alan değerinin sıcaklık ile değişimi	4
Şekil 1.3. Meissner Etkisi'nin gösterimi	6
Şekil 1.4. I. ve II. tip süperiletkenlerde manyetik alanın sıcaklık ile değişimi	9
Şekil 2.1. Katıhal reaksiyon yöntemi ile numune üretiminin şematik gösterimi.....	14
Şekil 2.2. Sol-jel yönteminin işleyiş şeması.....	15
Şekil 3.1. X-ışını oluşumunun şematik gösterimi	16
Şekil 3.2. Bragg yasası	17
Şekil 3.3. SEM cihazının çalışma prensibi.....	18
Şekil 3.4. Dört nokta kontak yöntemine ait şematik gösterim	18
Şekil 3.5. Elektriksel ölçüm sistemine ait şematik gösterim.....	20
Şekil 3.6. a) Vickers mikrosertlik testinde kullanılan piramit uçlu çentici, b) Piramit uçlu çenticiinin yüzeyde bıraktığı iz	20
Şekil 3.7. Sertliğin uygulanan yüklerle değişimi.....	21
Şekil 5.1. Sinterleme işlemine ait grafik	32
Şekil 6.1. Katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen Co katkılı numunelerin XRD grafiği.....	39
Şekil 6.2. Katıhal reaksiyon yöntemi ile elde edilen Co katkılı numunelerin SEM görüntüleri (a; SSR-U, b; SSR-C-005, c; SSR-C-010, d; SSR-C-020).....	40
Şekil 6.3. Katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen Co katkılı numunelerin EDS sonuçları (a; SSR-U, b; SSR-C-005, c; SSR-C-010, d; SSR-C-020).....	43
Şekil 6.4. Katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen Co katkılı numunelerin R-T sonuçları.....	45
Şekil 6.5. Taşıyıcı yoğunluğunun katkı oranına göre grafiği.....	46
Şekil 6.6. Katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen Co katkılı numunelere ait sertlik grafiği	48
Şekil 6.7. Sol-jel yöntemi ile üretilen Co katkılı numunelerin XRD grafiği	51
Şekil 6.8. Sol-jel ile üretilen Co katkılı numunelerin SEM görüntüleri (a; SSR-U, b; SSR-C-005, c; SSR-C-010, d; SSR-C-020)	52
Şekil 6.9. Sol-jel yöntemi ile üretilen Co katkılı numunelerin EDS sonuçları (a; SSR-U, b; SSR-C-005, c; SSR-C-010, d; SSR-C-020).....	55
Şekil 6.10. Sol-jel yöntemi ile üretilen Co katkılı numunelerin R-T sonuçları	56
Şekil 6.11. Taşıyıcı yoğunluğunun katkı oranına göre grafiği.....	58
Şekil 6.12. Sol-jel yöntemi ile üretilen Co katkılı numunelere ait sertlik grafiği	59
Şekil 6.13. Katıhal reaksiyon yöntemiyle üretilen $CoFe_2O_4$ katkılı numunelerin XRD grafiği	61

Şekil 6.14. Katıhal reaksiyon yöntemi ile elde edilen CoFe_2O_4 katkılı numunelerin SEM görüntüleri (a; SSR-U, b; SSR-CF-005, c; SSR-CF-010, d; SSR-CF-020).....	62
Şekil 6.15. Katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen CoFe_2O_4 katkılı numunelerin EDS sonuçları (a; SSR-U, b; SSR-CF-005, c; SSR-CF-010, d; SSR-CF-020).....	64
Şekil 6.16. Katıhal reaksiyon yöntemiyle üretilen CoFe_2O_4 katkılı numunelerin R-T sonuçları.....	66
Şekil 6.17. Taşıyıcı yoğunluğunun katkı oranına göre grafiği.....	67
Şekil 6.18. Katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen CoFe_2O_4 katkılı katkılı numunelere ait mikrosertlik grafiği.....	68
Şekil 6.19. Sol-jel yöntemiyle üretilen CoFe_2O_4 katkılı numunelerin XRD grafiği.....	70
Şekil 6.20. Sol-jel yöntemi ile elde edilen CoFe_2O_4 katkılı numunelerin SEM görüntüleri (a; SG-U, b; SG-CF-005, c; SG-CF-010, d; SG-CF-020).....	71
Şekil 6.21. Sol-jel yöntemi ile üretilen CoFe_2O_4 katkılı numunelerin EDS sonuçları (a; SG-U, b; SG-CF-005, c; SG-CF-010, d; SG-CF-020).....	74
Şekil 6.22. Sol-jel yöntemi ile üretilen CoFe_2O_4 katkılı numunelerin R-T sonuçları.....	75
Şekil 6.23. Taşıyıcı yoğunluğunun katkı oranına göre grafiği.....	77
Şekil 6.24. Sol-jel yöntemi ile üretilen CoFe_2O_4 katkılı numunelerine ait mikrosertlik grafiği.....	78
Şekil 7.1. Katıhal reaksiyon ve sol-jel yöntemleri ile üretilen Co katkılı numunelerin XRD grafikleri.....	80
Şekil 7.2. Katıhal reaksiyon ve sol-jel yöntemleri ile üretilen CoFe_2O_4 katkılı numunelerin XRD grafikleri.....	80
Şekil 7.3. Farklı yöntemlerle üretilmiş Co katkılı numunelerin SEM görüntüleri.....	82
Şekil 7.4. Farklı yöntemlerle üretilmiş CoFe_2O_4 katkılı numunelerin SEM görüntüleri.....	83
Şekil 7.5. Katıhal ve sol-jel yöntemi ile üretilen Co katkılı numunelere ait R-T grafikleri.....	84
Şekil 7.6. Katıhal ve sol-jel yöntemi ile üretilen CoFe_2O_4 katkılı numunelere ait R-T grafikleri.....	85
Şekil 7.7. Katıhal reaksiyon ve sol-jel yöntemi ile üretilen Co katkılı numunelere ait mikrosertlik grafikleri.....	86
Şekil 7.8. Farklı yöntemlerle üretilen CoFe_2O_4 katkılı numunelere ait mikrosertlik grafikleri.....	86
Şekil 7.9. Katıhal reaksiyon yöntemiyle üretilen Co ve CoFe_2O_4 katkılı numunelere ait XRD grafikleri.....	87
Şekil 7.10. Sol-gel yöntemiyle üretilen Co ve CoFe_2O_4 katkılı numunelere ait XRD grafikleri.....	88
Şekil 7.11. Katıhal reaksiyon yöntemiyle üretilmiş Co ve CoFe_2O_4 katkılı numunelerin SEM görüntüleri.....	89
Şekil 7.12. Sol-jel yöntemiyle üretilmiş Co ve CoFe_2O_4 katkılı numunelerin SEM görüntüleri.....	90

Şekil 7.13. Katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen Co ve CoFe ₂ O ₄ katkılı numunelere ait R-T grafikleri	91
Şekil 7.14. Sol-jel yöntemi ile üretilen Co ve CoFe ₂ O ₄ katkılı numunelere ait R-T grafikleri	91
Şekil 7.15. Katıhal reaksiyon yöntemiyle üretilen katkılı numunelere ait mikrosertlik grafikleri	92
Şekil 7.16. Sol-jel yöntemiyle üretilen katkılı numunelere ait mikrosertlik grafikleri.....	93

TABLolar DİZİNİ

	Sayfa
Tablo 1.1. Bazı süperiletken bileşiklerin kritik sıcaklık değerleri.....	10
Tablo 5.1. Katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen Co katkılı numuneler için kullanılan toz miktarları ve bu miktarların belirlenmesinde kullanılan kimyasal formüller.....	27
Tablo 5.2. Katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen CoFe_2O_4 katkılı numuneler için kullanılan toz miktarları ve bu miktarların belirlenmesinde kullanılan kimyasal formüller.....	28
Tablo 5.3. Sol-jel yöntemi ile üretilen Co katkılı numuneler için kullanılan toz miktarları ve bu miktarların belirlenmesinde kullanılan kimyasal formüller.....	29
Tablo 5.4. Sol-jel yöntemi ile üretilen CoFe_2O_4 katkılı numuneler için kullanılan toz miktarları ve bu miktarların belirlenmesinde kullanılan kimyasal formüller.....	29
Tablo 6.1. Örgü parametreleri ve tanecik boyutu değerleri.....	39
Tablo 6.2. Elektriksel direnç ölçümünden elde edilen değerler.....	45
Tablo 6.3. Taşıyıcı yoğunluğu hesabından elde edilen değerler.....	47
Tablo 6.4. Katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen Co katkılı numunelere ait sertlik, elastik modülü ve gerilme değerleri.....	50
Tablo 6.5. Örgü parametreleri ve tanecik boyutu değerleri.....	52
Tablo 6.6. Elektriksel direnç ölçümünden elde edilen değerler.....	57
Tablo 6.7. Taşıyıcı yoğunluğu için hesaplanan değerler.....	58
Tablo 6.8. Sol-jel yöntemi ile üretilen Co katkılı numunelere ait sertlik, elastik modülü ve gerilme değerleri.....	60
Tablo 6.9. Örgü parametreleri ve tanecik boyutu değerleri.....	61
Tablo 6.10. Elektriksel direnç ölçümünden elde edilen değerler.....	67
Tablo 6.11. Taşıyıcı yoğunluğu değerleri.....	68
Tablo 6.12. Katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen CoFe_2O_4 katkılı numunelere ait sertlik, elastik modülü ve gerilme değerleri.....	69
Tablo 6.13. Örgü parametreleri ve tanecik boyutu değerleri.....	71
Tablo 6.14. Elektriksel direnç ölçümünden elde edilen değerler.....	76
Tablo 6.15. Taşıyıcı yoğunluğu değerleri.....	77
Tablo 6.16. Sol-jel yöntemi ile üretilen CoFe_2O_4 katkılı numunelere ait sertlik, elastik modülü ve gerilme değerleri.....	79

FOTOĞRAFLAR DİZİNİ

	Sayfa
Fotoğraf 5.1. a) Tozları karıştırmada kullanılan agat havan ve b) Alümina pota	30
Fotoğraf 5.2. a) Specac marka hidrolik pres cihazı b) Protherm PLT-120/5 model kül fırın	31
Fotoğraf 5.3. Sinterlemede kullanılan Protherm PTF-15/45/450 model tüp fırın, iç fotoğrafta tablet halindeki numunenin alümina pota üzerindeki görüntüsü	31
Fotoğraf 5.4. XRD analizinde kullanılan Bruker D8 Advance model X-ışınları difraktometresi	33
Fotoğraf 5.5. SEM ve EDS analizinde kullanılan FEI Quanta Feg 250 model taramalı elektron mikroskobu ve EDAX marka enerji dağılım spektroskopisi	34
Fotoğraf 5.6. (a) Elektriksel ölçüm sistemi ve (b) Örnek tutucuya yerleştirilmiş bir süperiletken numune	35
Fotoğraf 5.7. Shimadzu HVM-2 model Vickers mikrosertlik test cihazı	37

1. GENEL BİLGİLER

1.1. Giriş

Elektronların kristal yapıli iletkenler ierisinde hareketi sonucu iletkenlik oluřur ve elektrik akımının tařınması esnasında, elektronların karřılařtıkları zorluklara diren denir. Diren deęerinin malzemeler arasında deęişiklik gsterdięi yaygın olarak bilinirken, dřük sıcaklıklarda bazı malzemelerin elektrik akımına karřı bir diren gstermemeleri 1911 yılında H. K. Onnes tarafından keřfedilmiřtir. Helyumun 1911 yılında sıvı halde kullanılabilir olması ile deneysel olarak dřük sıcaklıklara inilebilmesi saęlanmıřtır. Onnes malzemelerin elektrik zelliklerini incelemek zere yaptıęı alıřmada yaklaşık 4 °K sıcaklık deęerinde cıvanın elektrik direncini sıfır olarak lmüřtr. Bu deneyin tekrarlandığında hata olmadıęı grld ve bu tr malzemelere speriletken adı verilmiřtir. Speriletkenlerin sıfır diren davranıřı sergilemeye bařladıkları sıcaklık deęerine kritik sıcaklık (T_c) adı verilmiřtir. Speriletken malzemeler, elektrik akımına karřı diren gstermediklerinden herhangi bir enerji kaybına da yol amazlar [1]. Cıvanın ardından kalay, kurřun ve alminyum gibi metal ve bazı alařımlarda da speriletkenlik davranıřı gzlemlenmiřtir [2]. Poplerlięi artan speriletken malzeme arařtırmalarına devam edilmiř ve 1941 yılında 16 °K sıcaklıkta niobiyum-nitratin, 1953'te 17 °K sıcaklıkta vanadyum-silikonun speriletken olduęu bulunmuřtur. 1960 yılına gelindięinde niobiyum ve titanyum alařımından oluřan speriletken tel keřfedilmiřtir. Aynı yılda İngiltere'de bakır kaplı niobiyum-titanyum speriletken malzemeler yksek enerji paracık hızlandırıcısında kullanılmıřtır. Speriletkenlerin kullanıldıęı hızlandırıcılar, 1987 yılında Amerika'da da kullanılmıřtır [3, 4].

Speriletken malzemeler zerine alıřma yapan W. H. Meissner ve ęrencisi R. Oschenfeld, 1933 yılında, speriletken haldeki malzemelerin manyetik alanı dıřladıęı sonucunu elde etmiřlerdir. Bu durum, "Meissner Etkisi" olarak ifade edilmiřtir. Fritz ve Heinz London kardeřler, 1935 yılında, London teorisini geliřtirmiřler ve durgun manyetik alanın, speriletkenin iine sızabilme mesafesi olarak ifade edilen London

Nüfuz Derinliği'ni bulmuşlardır [5-7]. London teorisi, Maxwell denklemlerini kullanarak Meissner Etkisi'ni tanımlamaktadır.

1950'lerde kristal örgü ile iletkenlik sağlayan elektronlar arasındaki etkileşimin netleşmesinin ardından süperiletken malzemelerde elektron-fonon-elektron etkileşimlerinin mekanizması da destek görmüştür. Ginzburg-Landau teorisi süperiletkenliği açıklamada kuantum etkisini dikkate alarak süperiletkenleri I. ve II. Tip olarak tanımlamıştır [3].

J. Bardeen, L. Cooper ve J. Schrieffer tarafından geliştirilen BCS teorisi, süperiletkenliği açıklamada en etkili ve kabul gören teori olarak bilinmektedir. BCS teorisi süperiletkenliği, mutlak sıfıra yakın sıcaklıklarda basit alaşım ve metaller için açıklamada başarılı olsa da, nispeten daha yüksek sıcaklıklarda oluşan süperiletkenliği açıklayamamaktadır. Fermi yüzeyi olarak ifade edilen bölgenin kıyısından saçılan iki elektronun etkileşime girebileceğini açıklayan bu teori, süperiletken malzemelerde elektrik iletiminin tanımlanmasında önemli bir adımdır. Elektronlar tarafından oluşturulan çiftler "Cooper Çifti" olarak adlandırılmıştır. BCS teorisin kabul görmesiyle birlikte, iyi iletkenlerin her zaman süperiletken olamaması da açıklığa kavuşmuştur [2, 8-10]. BCS Teorisinin eksikliklerini giderme yönünde ortaya çıkan GLAG Teorisi; Gorkov, Landau, Abrikosov ve Ginzburg tarafından ortaya atılmıştır. Süperiletkenlik adına bir başka dönüm noktası ise 1962 yılında B. D. Josephson'un; iki süperiletkenin arasına giren süperiletken olmayan bir tabakanın, elektrik akımı oluşturabileceği fikri olmuştur. Josephson Etkisi adı verilen bu durumdan yararlanılarak, çok düşük manyetik alanları saptayabilme özelliği olan SQUID (Süper İletken Kuantum Girişim Cihazı) geliştirilebilmiştir [2, 11-13].

Seramik süperiletkenler, 1987 yılında J. Bednorz ve K. A. Müller tarafından keşfedilmiştir. Normalde yalıtkan özellik göstermesi beklenen Lantanyum, baryum, bakırdan oluşan (LaBaCuO) seramik yapının yaklaşık 30 °K sıcaklığında süperiletkenlik göstermesi üzerine yapılan çalışmalar sonunda, lantanyum yerine itriyum (Y) kullanılarak YBaCuO sistemi elde edilmiş ve kritik sıcaklık değeri 92 °K olarak ölçülmüştür. YBaCuO'nun yüksek sıcaklıklarda süperiletkenlik

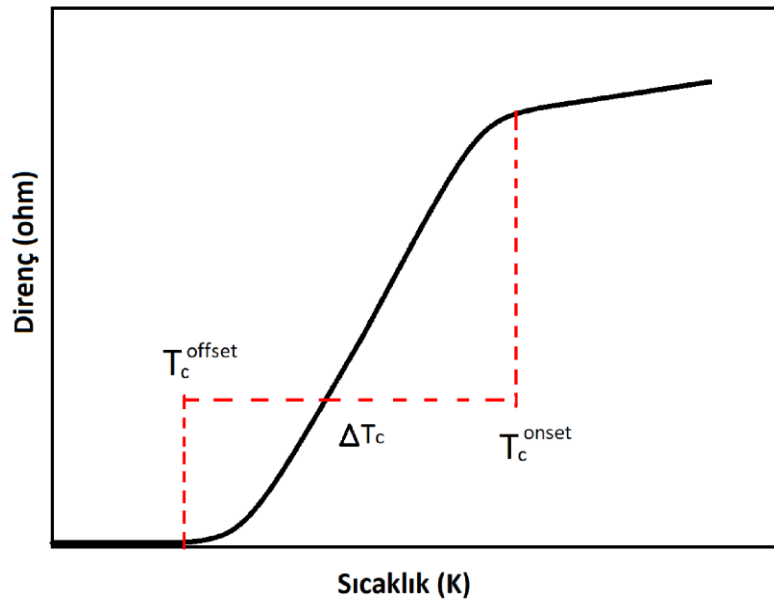
göstermesinden sonra farklı yapıların da süperiletkenlik gösterdiği bulunmuştur [8, 11-15].

Belirli basınç altında $\text{Hg}_{0.8}\text{Tl}_{0.2}\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{8+\delta}$ bileşiğinin, 135 °K sıcaklığında süperiletkenlik gösterdiği bilinmektedir [9, 11]. 2001 yılına gelindiğinde, J. Akimitsu ve grubu 40 °K kritik sıcaklığa sahip ve yüksek akım yoğunluğuna ulaşabilen, MgB_2 süperiletken sistemini keşfetmişlerdir [11].

1.2. Süperiletkenlerin Özellikleri

1.2.1. Kritik Sıcaklık

Süperiletkenlikte kritik sıcaklık ya da geçiş sıcaklığı olarak adlandırılan sıcaklık değeri; bir malzemenin süperiletken özellik göstermeye başladığı sıcaklık değerini ifade etmektedir. T_c ile kısaltılan geçiş sıcaklığı değeri temelde ikiye ayrılır; T_c^{onset} , sıcaklığa bağlı direnç eğrisinin doğrusallıktan uzaklaştığı nokta ve T_c^{offset} , malzeme direncinin sıfır olduğu nokta. Bu iki sıcaklık değerinin farkı alındığında ise malzemeye ait sıcaklık gradyenti bulunur (Şekil 1.1 ve burada $\Delta T = T_c^{offset} - T_c^{onset}$) [16].



Şekil 1.1. Süperiletken bir malzemeye ait direnç-sıcaklık grafiği

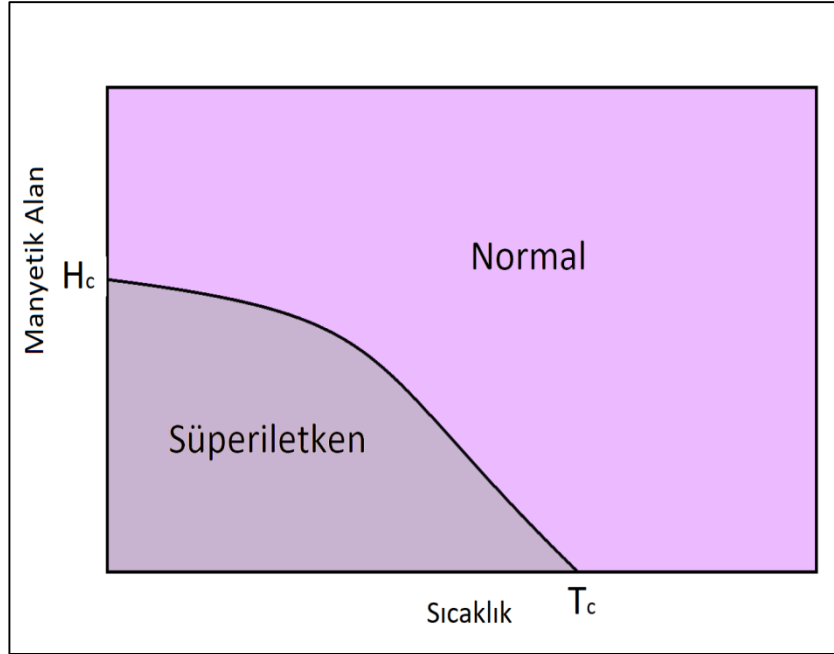
Çok düşük sıcaklıklara soğutulması her malzemenin süperiletken hale geçeceğini göstermez. Kalay 3.7 °K’de süperiletkenlik gösterir ancak gümüş hiçbir sıcaklıkta sıfır dirençlilik göstermez.

1.2.2. Kritik Manyetik Alan

Bir malzemenin süperiletkenlik özellikleri yalnızca sıcaklıkla değil, dış manyetik alan ile de bozulabilir. Süperiletkenliği bozabilen bu manyetik alan değerine ise “kritik manyetik alan” denmektedir. H_c olarak gösterilen bu değer sıcaklık ile olan ilişkisi,

$$H_c(T) = H_c(0) \left[1 - \left(\frac{T}{T_c} \right)^2 \right] \quad (1.1)$$

formülü ile tanımlanmaktadır. $H_c(0)$ değeri mutlak sıcaklık seviyesindeki manyetik alan değeri olarak alınmaktadır [17]. Süperiletken malzemelerin kritik manyetik alan-sıcaklık ilişkileri Şekil 1.2’de verilmiştir.



Şekil 1.2. Kritik manyetik alan değerinin sıcaklık ile değişimi

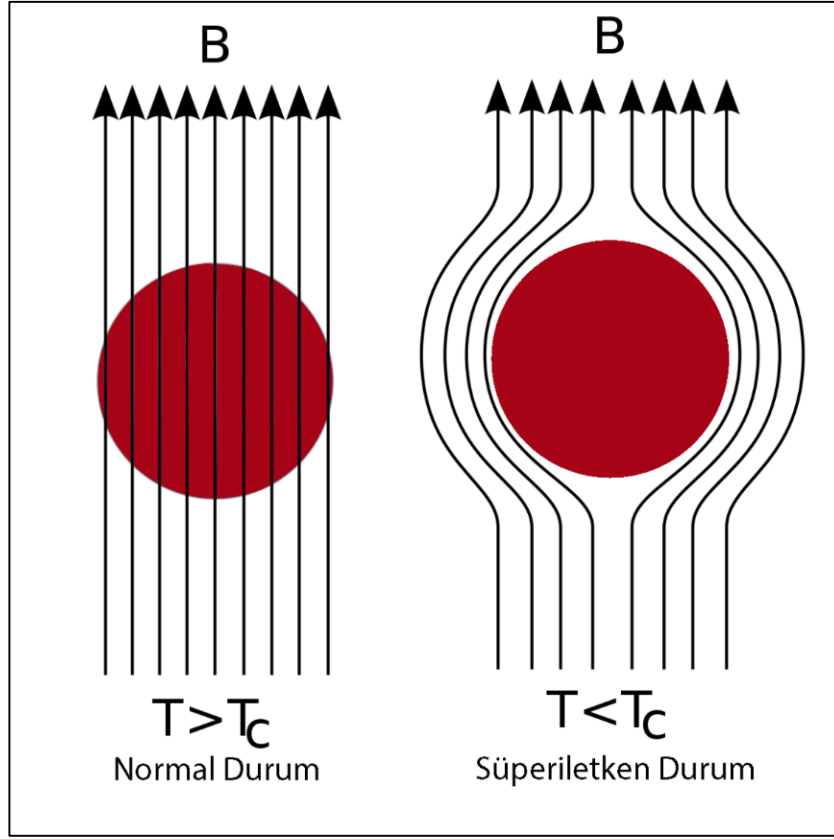
1.2.3. Kritik Akım Yoğunluğu

Süperiletken bir malzeme, kritik manyetik alan ve kritik sıcaklıkta olduğu gibi, içerisindeki akım yoğunluğuna bağlı olarak süperiletkenlik özelliklerini kaybedebilirler. Süperiletken olan bir malzemenin içindeki akım yoğunluğunun maksimum değerine “kritik akım yoğunluğu (J_c)” denilir. Kritik akım yoğunluğu, süperiletkenliğin başladığı kritik sıcaklık değerinde başlar ve mutlak sıcaklığa erişildiğinde en yüksek değerine ulaşır.

Kritik akım yoğunluğu aşıldığında malzemenin süperiletkenliği bozulur. Süperiletken malzemenin kritik manyetik alan şiddetine ulaşması için malzeme üzerinde bulunan akım yoğunluğu kritik değere ulaşmalıdır. Bu nedenle malzeme yüzeyindeki manyetik alan şiddeti, yüzey akım yoğunluğuyla ilişkilendirilir. Sonuç olarak; yüzeyde bulunan akım ve dışarıdan uygulanan manyetik alandan kaynaklı toplam manyetik alan, kritik manyetik alan şiddetini aştığı takdirde malzeme süperiletkenliğini kaybeder [18].

1.2.4. Meissner Etkisi

Süperiletken bir malzemenin manyetik akıyı dışarılaması, 1933 yılında Meissner ve Ochsenfeld tarafından keşfedilmiş bir özelliktir ve bu sebeple “Meissner Etkisi” olarak isimlendirilmiştir. Yapılan deneyler iki aşamalı olup; birinci aşamada, malzeme süperiletken hale geçtiği sıcaklıkta dışarıdan manyetik alan uygulanmış ve malzeme manyetik akıyı tamamen dışarlamıştır. İkinci aşamada ise malzemeye öncelikle dışarıdan manyetik alan uygulanmış ve manyetik alan altındayken malzeme soğutularak süperiletken duruma geçirilmiştir. Bu durumda da malzemenin manyetik akıyı dışarladığı gözlenmiştir (Şekil 1.3).



Şekil 1.3. Meissner Etkisi'nin gösterimi

1.2.5. Süperiletkenlik Teorileri

1.2.5.1. İki sıvı modeli ve London teorisi

Gorter ve Casimir tarafından 1934'te ortaya atılan iki sıvı modelinde, iki farklı elektron olduğu öne sürülmüştür. Malzemenin süperiletken olmadığı durumda iletimi sağlayan elektronlara normal elektron denirken, süperiletken durumda iletimi sağlayan elektronlara süperelektron adı verilmiştir. Normal elektron yoğunluğuna, n_n ve süperelektronların yoğunluğuna, n_s denilirse; süperiletken haldeki malzemenin içinde iki gruptan elektronlar, farklı tabakalarda bir arada bulunmaktadır. Süperiletken malzemede süperelektronlar, normal elektronlara bir nevi kısa devre yaptırmaktadır. Bu yüzden, taşıyıcı özelliğini süperelektronların üstlenerek sıfır dirence sebep olduklarının öne sürüldüğü bu modelde, mutlak sıfıra inildikçe n_n yoğunluğunun azalıp n_s yoğunluğunun arttığı kabul edilmektedir.

Süperiletken bir malzeme içindeki elektrik akımı ve manyetik alanın davranışlarını açıklığa kavuşturmak üzere Fritz ve Heinz London kardeşler tarafından geliştirilen denklemlerin temelinde Maxwell denklemleri vardır. Süperiletkenliğin tabiatına uygun şekilde geliştirilen ve belli kısıtlamalar bulunduran bu denklemlere London Denklemleri denilmiştir [19].

1.2.5.2. Ginzburg-Landau teorisi

London teorisine benzer şekilde, mikroskobik bir teori olan Ginzburg-Landau teorisi, Ginzburg ve Landau tarafından 1950 yılında ortaya çıkarılmıştır. Bu teori, BCS teorisinin geliştirilmesine ve II. tip süperiletkenlerin keşfedilmesine katkıda bulunmuştur. Malzeme süperiletken hale geçtiğinde oluşan yüzey akımlarının, dışarıdan uygulanan manyetik alana ters yönde manyetik alan oluşturmaları sebebiyle, süperiletkenler mükemmel diyamanyetiklik gösterirler. Dış manyetik alanı engelleyen akımlar yalnızca yüzeyde değil, neredeyse 10^{-5} cm kalınlıkta bir tabakaya kadar oluşmaktadır [17-19]. Yüzey üzerinde ve alt tabakada oluşan perdeleme akımları, malzeme içerisindeki manyetik akıyı yok eder. Perdeleme akımlarının aktığı derinliğe “nüfuz derinliği (λ_L)” adı verilir ve süperiletkenlere ait karakteristik bir uzunluk olarak bilinir. Nüfuz derinliğinden bağımsız olarak “koherens uzunluğu” ya da “eşuyum uzunluğu”, süperiletken malzeme içinde konuma bağlı bir manyetik alan olduğunda elektron yoğunluğunun neredeyse sabit kaldığı bir uzunluktur. Ginzburg-Landau denklemlerinin bir sonucu olan eşuyum uzunluğunu, süperiletkenliğin başlayıp bitirilebileceği en küçük boyut şeklinde tanımlamak da uygun olacaktır.

Ginzburg-Landau teorisi aslında süperelektronların düzenlerini veren bir dalga fonksiyonunu esas almaktadır. London teorisine alternatif olarak gelen bu teoride yapılan varsayımları ispatlarken, manyetik alanın etkisini saptamada kuantum mekaniği kullanılmıştır. Karakteristik özellikler olan koherens uzunluğu ve nüfuz derinliğinin birbirlerine oranı, malzemelerin hangi tip süperiletken grubuna dahil olduğunu belirlemektedir [18, 19].

1.2.5.3. BCS teorisi

1957 yılında J. Bardeen, L.N. Cooper ve J.R. Schrieffer süperiletkenlerin birçok özelliğini açıklamada başarılı olan ve geniş çapta kabul gören mikroskobik teori olarak değerlendirilen BCS teorisini öngörmüşlerdir. Bu teoriden önce 1950 yılında kurşun ve civa süperiletkenlerine metalik elementlerin farklı izotopları katkılındığında, malzemenin kritik sıcaklık değerinin ortalama atomik kütleyle bağlı olarak değiştiği gözlenmiş ve buna izotop etkisi denmiştir.

$$T_c \propto M^{-\alpha} \quad (\alpha \sim 1/2) \quad (1.2)$$

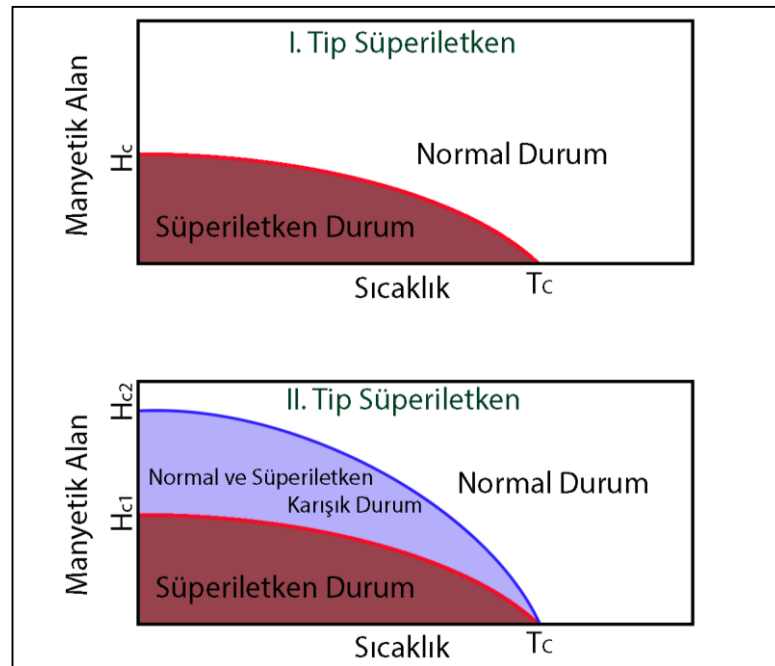
Bu teoride öncelikle, momentumları ve spin değerleri zıt elektronların “elektron-fonon-elektron” etkileşmesi sonucunda bağlanarak oluşturdukları yapıya “Cooper Çifti” denilmiştir. [11]. Bir elektron, örgü içerisindeki pozitif iyonlar arasından geçerken iyonları çekerek pozitif yük yoğunluğunun artmasına neden olur. Etkileşen iyon henüz denge konumuna dönmeden başka bir elektronu çeker ve iki elektron arasında iyon sebebiyle etkileşim oluşur. Bu etkileşimden dolayı malzeme tek elektron kuantum halinden çıkar ve Cooper çiftlerinden oluşmuş olan süperiletken hale veya bir başka deyişle minimum enerjili hale geçmiş olur. Süperiletken olmayan malzemede saçılan elektronlar, süperiletkenliğin başlamasından sonra çift oluşturarak hareket ettikleri için daha az saçılmaya uğrar ve böylece sıfır dirençlilik oluşur. Cooper çiftlerini meydana getiren elektronlar, çift oluşturmadan önce Pauli dışarlama ilkesine uyuyor olsa da, Cooper çifti oluşumundan itibaren bu ilkeye uymazlar ve tek tanecik davranışı sergilerler. Toplam spin ve momentumun sıfır olduğunda süperiletken en düşük enerji durumuna ulaşır. Cooper çiftlerinin aynı kuantum durumuna kilitlemeleri süperiletken sistemi, makroskobik bir kuantum mekaniksel sisteme çevirir [11, 17, 20].

1.2.6. I. ve II. Tip Süperiletkenler

Süperiletken malzemeler manyetik alan altında sergiledikleri davranışa göre iki gruba ayrılırlar (Şekil 1.6). I. tip süperiletken olarak belirtilenler genelde saf maddelerden oluşurlar. Bu grupta bulunan malzemelerin süperiletken özellikleri

küçük bir manyetik alan uygulanması halinde bozulabilmektedir [20]. Alaşım ve geçiş metallereinden oluşan ve uygulanan manyetik alana I. tip süperiletkenlerden daha dayanıklı olan malzemeler II. tip süperiletkenler sınıfında yer alırlar. İki grup da sıfır manyetik alan altında benzer süperiletkenlik geçişi göstersele de Meissner etkisinde farklılıklar meydana gelmektedir. I. tip süperiletken grubunda, indüksiyon aracılığıyla oluşan yüzey akımları manyetik alanın dışlanmasına sebep olur ve manyetizma, uygulanan manyetik alan ile doğru orantılı fakat ters işaretli olmaktadır. I. tip süperiletken grubunda dışarıdan uygulanan manyetik alanın kritik manyetik alan değerine ulaşması halinde manyetizasyon değeri keskin bir düşüş sergileyerek ölçülmesi zor mertebelere iner. Bunun yanı sıra, I. tip süperiletkenler, kritik sıcaklık değerinde, normal halden süperiletkenliğe keskin bir geçiş sergilerler.

II. tip süperiletkenlerde manyetik alan altındaki davranışları iki kademelidir. H_{C1} şeklinde belirtilen alt kritik manyetik alan şiddetine ulaşılan kadar bu tip malzemelerin davranışları manyetik alana zıt yöndedir. Manyetik alan değeri H_{C1} değerine ulaştığında, manyetik alan malzeme içerisine girer fakat uygulanan manyetik alan değeri H_{C2} değerine ulaşınca kadar süperiletken özelliği bozulmaz. Dış manyetik alan değeri H_{C2} değerine ulaştığında ise artık malzemenin süperiletken özelliği tamamen bozulur (Şekil 1.4) [11, 17, 20].



Şekil 1.4. I. ve II. tip süperiletkenlerde manyetik alanın sıcaklık ile değişimi

1.2.7. Yüksek Sıcaklık Süperiletkenleri

Yüksek sıcaklık süperiletkenler (HTS veya YSS) ifadesi daha çok bakır-oksit (Cu-O) tabakası içeren süperiletken yapılar için kullanılmaktadır. Yüksek sıcaklık ifadesinden kasıt genellikle sıvı azot sıcaklığı olan 77 °K'den yukarıda olan sıcaklıklar için kullanılmaktadır. Sıvı azot sıcaklığının üzerinde süperiletken özellik gösteren malzemeler teknolojik uygulama kolaylığından dolayı tercih sebebi olmuştur.

Yüksek sıcaklık süperiletkenler, 1986 yılında IBM Laboratuvarlarında ortaya çıkan La-Ba-Cu-O bileşiğinin yaklaşık 30 °K'de süperiletkenlik göstermesiyle ortaya çıkan bir kavram olmuştur. Seramik haldeki bu malzemede, lantanyum yerine itriyum katkılanmasıyla elde edilen Y-Ba-Cu-O bileşiği yaklaşık 92 °K'de süperiletkenlik göstermiştir. Bu çalışmanın ardında birçok farklı sentez yapılmıştır (Tablo 1.1) [20, 21].

Tablo 1.1. Bazı süperiletken bileşiklerin kritik sıcaklık değerleri

Bileşik	T _c (°K)	Bileşik	T _c (°K)
La ₂ Ba ₂ CuO ₄	35-38	Tl ₂ Ba ₂ CuO ₆	80
		Tl ₂ Sr ₂ CaCu ₂ O ₈	108
YBa ₂ Cu ₃ O ₇	92	Tl ₂ Sr ₂ Ca ₂ Cu ₃ O ₁₀	125
YBa ₂ Cu ₄ O ₈	80	TlSr ₂ Ca ₃ Cu ₄ O ₁₁	122
Y ₂ Ba ₄ Cu ₇ O ₁₅	90-92		
YBa ₃ Cu ₅ O ₁₈	94-104	HgBa ₂ CuO ₄	94
		HgBa ₂ CaCu ₂ O ₆	128
Bi ₂ Sr ₂ CuO ₆	20	HgBa ₂ Ca ₂ Cu ₃ O ₈	134
Bi ₂ Sr ₂ CaCu ₂ O ₈	85		
Bi ₂ Sr ₂ Ca ₂ Cu ₃ O ₁₀	110		

Yüksek sıcaklık süperiletkenler yapısal olarak pervoskit adıyla sınıflandırılır. Bu sınıfta bulunan kümelerden ilki, BaPb_{1-x}Bi_xO₃ sistemidir ve kübik ($a = b = c$) pervoskittir. Bu malzemenin geçiş sıcaklığı 10 °K'dir. KNiF₄ yapısı ise ikinci küme olan tetragonal ($a = b \neq c$) yapıdaki tek tabakalı pervoskittir. Ortorombik ($a \neq b \neq c$) olarak adlandırılan yapı ise üçüncü kümedir. YBa₂Cu₃O_{7- δ} sistemi (92K) üçüncü kümede yer alır. Bu malzemelerin yapılarında farklı sayılarda CuO₂ düzlemi ve Cu-O zincirleri bulunmaktadır. Yüksek anizotropiye sahip bu yapılarda süperakımlar,

Josephson çiftlenimiyle birbirlerine bağlanmış olan CuO_2 düzlemleri boyunca akmaktadır. Koherens uzunlukları genellikle düşük sıcaklıklı süperiletken malzemelere kıyasla daha küçüktür [20, 21].

CuO zinciri ihtiva etmeyen ve ortorombik kristal yapıya sahip olan $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_y$ ve $\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_y$ sistemlerinin formüllerinde bulunan n ($n=1, 2$ ve 3) farklı değerler alarak birim hücredeki CuO_2 düzlem değerlerini ifade etmektedir.

$\text{HgBa}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_2\text{O}_y$ sistemi, n adet CuO_2 ve $(n-1)$ adet Ca düzleminin $\text{BaO}/\text{HgO}/\text{BaO}$ arasında yerleşmesiyle oluşmaktadır. Malzeme içerisindeki CuO_2 tabakasının artmasıyla birlikte sistemin kritik sıcaklık değerinin artış gösterdiği ancak $n>3$ durumunda artışın devam etmediği literatürde ($n=1, 2, 3, 4$ ve 5 için $T_c=94\text{K}, 127\text{K}, 134^\circ\text{K}, 126^\circ\text{K}$ ve 112°K) belirtilmiştir [22-24].

1.2.8. YBaCuO Süperiletken Sistemi

İnsan sağlığına zararlı element bulundurmaması, kolay üretilmesi ve YSS (HTS) malzemelerle kıyaslandığında daha düşük anizotropisi olması ve daha yüksek manyetik alanlarda daha yüksek akım yoğunluğu taşıyabilmesi gibi özelliklerinden ötürü tercih edilen YBaCuO (YBCO) sistemi, $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ (Y-123), $\text{YBa}_2\text{Cu}_4\text{O}_{8-\delta}$ (Y-124), $\text{Y}_3\text{Ba}_5\text{Cu}_8\text{O}_{18-\delta}$ (Y-358) ve $\text{Y}_2\text{Ba}_4\text{Cu}_7\text{O}_{15-\delta}$ (Y-247) gibi farklı fazlara sahiptir [20, 21, 24]. YBCO ailesine ait her faz, farklı sayıda CuO_2 düzlemi ve CuO zinciri bulundurur. Bu özellikler yapıya has kritik sıcaklık değerini ve bazı fiziksel özelliklerini değiştirmektedir. Y-123, iki CuO_2 düzlemi ve bir CuO zinciri içerir ve kritik sıcaklık değeri $T_c=92-94^\circ\text{K}$ 'dir. İki CuO_2 düzlemi ve iki CuO zinciri bulunan Y-124 fazı ise $T_c\approx 80^\circ\text{K}$ geçiş sıcaklığına sahiptir. Ayrıca Y-358 ($T_c=92-103^\circ\text{K}$) sisteminde beş CuO_2 tabakası ve üç CuO zinciri bulunmaktadır [25]. YBCO ailesi üzerinde çeşitli değişiklikler yapılarak kritik sıcaklık değerinin ve diğer özellikleri üzerinde meydana gelen değişimler birçok çalışmada detaylı olarak incelenmiştir [19-26].

1.2.8.1. Y123 fazı

Neredeyse bütün seramik kristallerin elektriksel olarak oldukça iyi yalıtkan gibi davrandıkları düşünülmektedir. Seramik süperiletken olarak da bilinen YBCO bileşikleri oksijen miktarına karşı çok hassastırlar. Y123 bileşiği kristal yapısı bozulmadan, $YBa_2Cu_3O_{6.5}$ yapısında yarıiletken olurken $YBa_2Cu_3O_7$ yapısında ise süperiletken olur. Oksijen miktarına oldukça bağımlı olan süperiletkenler, oksijenin örgü içerisine kolayca girip çıkabilmesiyle kolayca yapısal olarak etkilenebilirler. Oksijen miktarının az olduğu $YBa_2Cu_3O_{x-\delta}$ 'da, oksijen CuO zincirlerinden uzaklaştırılır. $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ yapısı $0 < x < 0.2$ olduğunda 90K, $0.3 < x < 0.55$ aralığında 60 °K kritik sıcaklığa sahip bir süperiletken elde edilebilir [17].

Tek birim hücreli $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ için $a=3.82\text{Å}$, $b=3.89\text{Å}$ ve $c=11.68\text{Å}$ büyüklüğünde olduğu rapor edilmiştir. Kimyasal formüldeki $7-\delta$ terimi oksijen miktarını göstermektedir. $\delta=0$ durumunda kristal yapı ortorombik fazdadır. Ancak $\delta=1$ durumunda numune tetragonal yapıdadır. Süperiletkenlik için yapının ortorombik fazda olması gerekmektedir [17, 19, 21, 27].

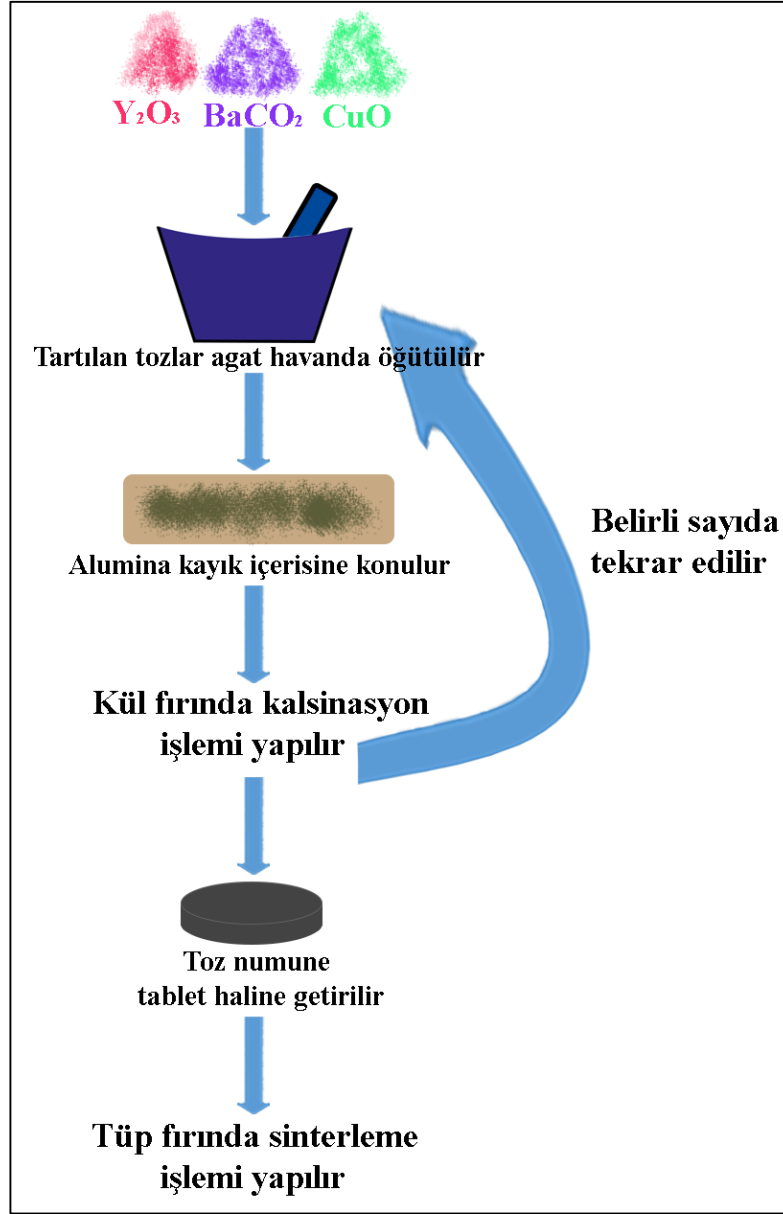
2. ÜRETİM YÖNTEMLERİ

Süperiletken malzemelerin hazırlanmasında birden çok yöntem kullanılmaktadır. Kullanılan yönteme göre elde edilen malzemenin bazı özelliklerinde farklılıklar görülebilir. Ortorombik yapının elde edilebilmesi için oksijen atmosferine ihtiyaç duyan YBCO süperiletken ailesinin üretim aşamasında sıcaklık, süre ve ortamdaki oksijenin miktarı gibi önemli noktalar vardır. Üretim aşamasında geçilen adımlar, üretilen numunenin tanecik boyutunu, kristal yapıyı ve gerekli görülen oksijen miktarına ulaşmak için önemlidir. Farklı üretim teknikleri kullanılarak üretilen malzemeler birbirlerinden farklı özellikler sergileyebilir.

Süperiletken bulk (tablet) numunelerin hazırlanmasında sıklıkla kullanılan yöntemlerin başında katıhal reaksiyon yöntemi ve sol-jel yöntemi gelmektedir.

2.1. Katıhal Reaksiyon Yöntemi

Bu yöntem genel ifadeyle, kimyasal tozların dövülerek karıştırılmasıyla gerçekleştirilir. Katıhal reaksiyon yönteminde sıklıkla oksit temelli bileşikler kullanılmaktadır. Üretim aşamasında ihtiyaç duyulan tozlar uygun oranlarda tartılır ve havanda dövülerek karıştırılır. Elde edilen toz, yüksek sıcaklıkta ısıl işleme tabi tutulur. İlk ısıl işlem ya da kalsinasyon olarak da bilinen bu işlem ihtiyaç görüldükçe görüldüğü takdirde tekrarlanır (Şekil 2.1). Bu sayede malzemenin içerisinde bulunabilecek istenmeyen atıklar sıcaklık ile uzaklaştırılır. İlk ısıl işlemin ardından toz numune tekrar öğütülerek karıştırılır. Yeterli sayıda kalsinasyon işlemi uygulandıktan sonra dövülen toz numune istenilen kalıpta tablete dönüştürülür. Bulk formatta elde edilen numune sinterleme adı verilen ve süperiletkenin kristal yapısının oluşacağı son ısıl işleme tabi tutulur. Sinterleme işlemi uygun sıcaklık, süre ve atmosferde yapılmalıdır. Ayrıca sıcaklığın düşüş hızı da bir diğer önemli parametredir. Hızlı soğutulması halinde, seramik süperiletkende mikro çatlaklar oluşabilir. Aynı zamanda istenilen ortorombik faz elde edilemeyebilir.

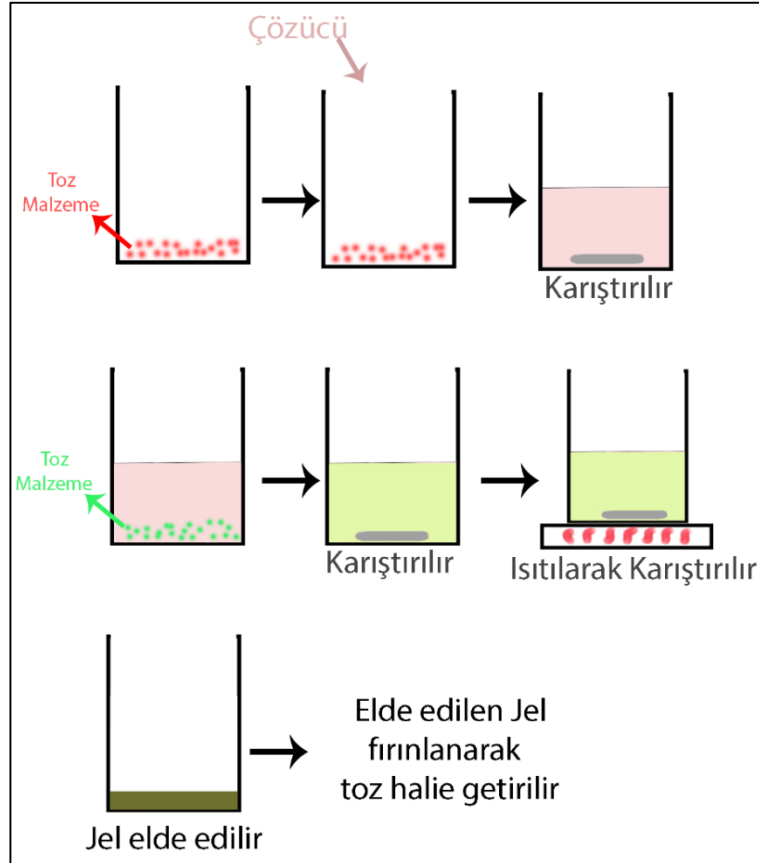


Şekil 2.1. Katihal reaksiyon yöntemi ile numune üretiminin şematik gösterimi

2.2. Sol-Jel Yöntemi

Solüsyon içerisinde kolayca çözünebilecek nitrat ya da asetatların tercih edildiği bu yöntemde, uygun miktarda toz solüsyon oluşturmak üzere çözücü içerisine koyulur ve homojen karışım elde edilene kadar karıştırılır. Karıştırma işlemi solüsyona bağlı olarak sürdürülür. İşlem sonunda elde edilen homojen solüsyonun jel kıvamına gelebilmesi için ısıtılarak karıştırmaya devam edilir. Jel elde edildikten sonra ön ısıtım işlemi uygulanarak jelden toz numune elde edilir. Toz numune elde edildiğinde kalsinasyon işlemi, numunedan istenmeyen asetat ya da nitrat bileşiklerini

uzaklaştırmak için uygulanır, ayrıca ihtiyaç durumunda tekrarlanır. Kalsinasyon işlemi sonunda elde edilen toz numune tablet (bulk) haline getirilir. Bu yöntemde de katıhal reaksiyon yönteminde olduğu gibi sinterleme işlemi uygulanır Şekil 1.5 sol-jel yönteminin süreçlerini göstermektedir.



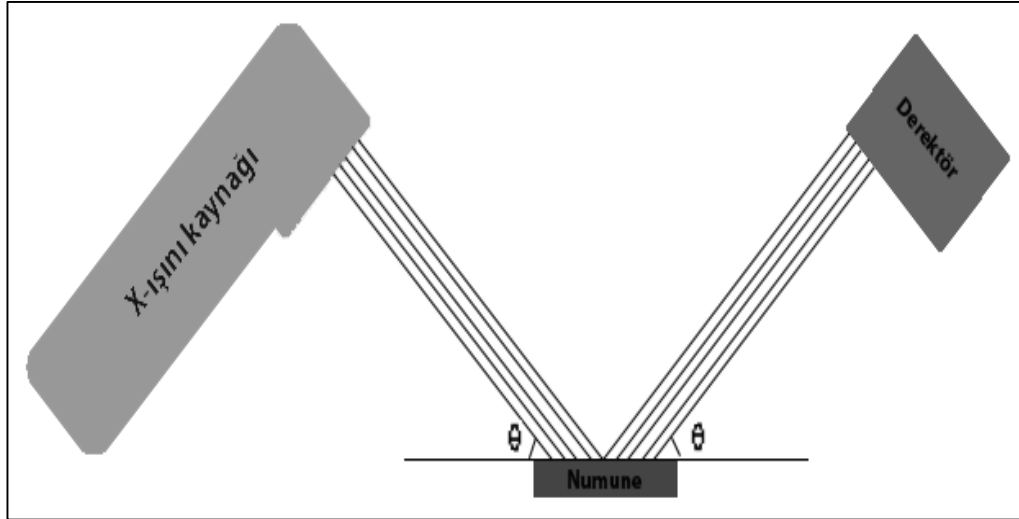
3. KARAKTERİZASYON TEKNİKLERİ

3.1. X-Işını Kırınımı

X-ışını kırınımı, malzemenin kristal ya da amorf olduğunun belirlenmesini sağlayan, kristal olması durumunda yapısının belirlenmesi ve uygunluğunun incelenmesi için kullanılan bir yöntemdir. Bir kaynaktan yönlendirilen X-ışınlarının malzeme yüzeyinden yansyarak detektör yardımı ile algılanmasına dayanmaktadır (Şekil 3.1).

X-ışını analizinde elde edilen kırınım deseni her bir malzeme için ayırt edicidir. X-ışınları kırınım deseni ile ilk olarak Max van Laue kristal yapı analizi yapmıştır.

X-ışını analizi kristal yapıdaki bir malzeme yüzeyinden yansıyan ışınlar ile alt düzlemlerden yansıyan ışınların kat ettikleri yol, dalga boyunun tam katına eşit olması halinde gerçekleşmektedir ($\lambda \leq 2d$, λ X-ışınına ait dalga boyu değeri ve d düzlemler arası mesafe). Aldıkları mesafenin dalga boyunun tam katına eşit olmaması durumunda ışınlar birbirlerini sönmürl.



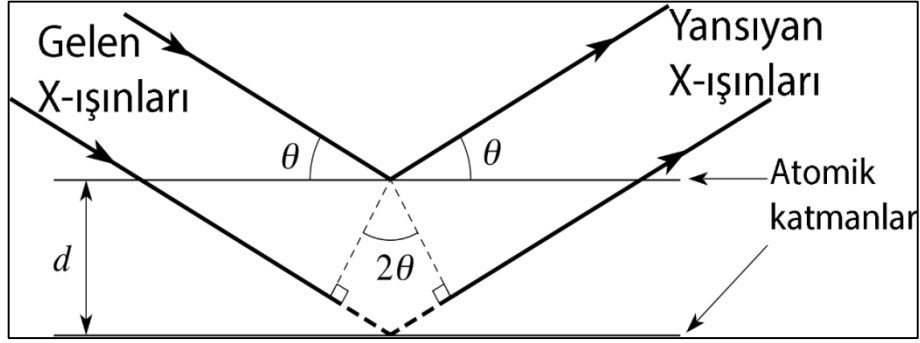
Şekil 3.1. X-ışını oluşumunun şematik gösterimi

Bir malzemenin kırınım demeti, gelen ışının kristal içindeki atomlara çarparak yansıması sonucu oluşur.

X-ışını kırınımı, Bragg yasasına uygun olarak gerçekleşir. Bragg yasası,

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (4.1)$$

formülü ile verilir. n kırınım düzlemi mertebesi ve θ yansıma açısıdır [28].



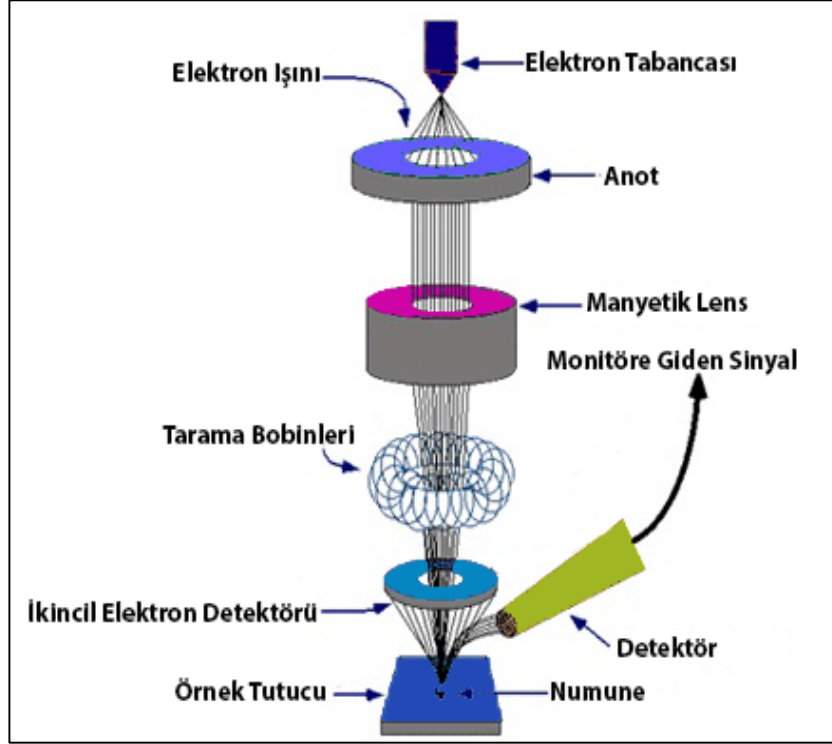
Şekil 3.2. Bragg yasası

3.2. Taramalı Elektron Mikroskobu ve Elektron Dağılımı Spektrometresi

Taramalı Elektron Mikroskobu (Scanning Electron Microscopy-SEM), oldukça küçük bir alana odaklanan yüksek enerjili elektronların yardımıyla bir malzemenin yüzeyinin görüntülenmesine yarayan bir cihazdır. Manfred von Ardenne öncülüğünde 1930'lu yıllarda geliştirilmiş olan bu cihazın çalışma prensibi basitçe yüzeyden yayılan ikincil elektronların detekte edilmesidir (Şekil 3.3).

Yüksek enerjiye sahip elektronların, malzemeye ait atomların dış yörüngesinde bulunan elektronlarla, esnek olmayan girişim yapması sonucu düşük enerjili Auger elektronları oluşur. Oluşan elektronlar numune yüzeyi hakkında bilgi taşır ve Auger spektroskopisinin çalışmasının temelini oluşturur. Yörünge elektronlarıyla meydana gelen girişimler sonucunda enerjisi azalan ya da yörüngeden atılan elektronlar numune yüzeyine hareket ederek burada toplanır. Bu toplanan elektronlar ikincil elektron olarak adlandırılırlar. Oluşan bu elektronlar ikincil elektron detektöründe algılanır ve sinyale dönüştürülür. Elektronlar numune yüzeyinde 10 nm'ye kadar derinliklere girebildikleri için yüzeye ait görüntü alınabilmektedir [28, 29]. SEM cihazında yüzey görüntüsü elde etmenin yanı sıra Elektron Dağılımı Spektrometresi

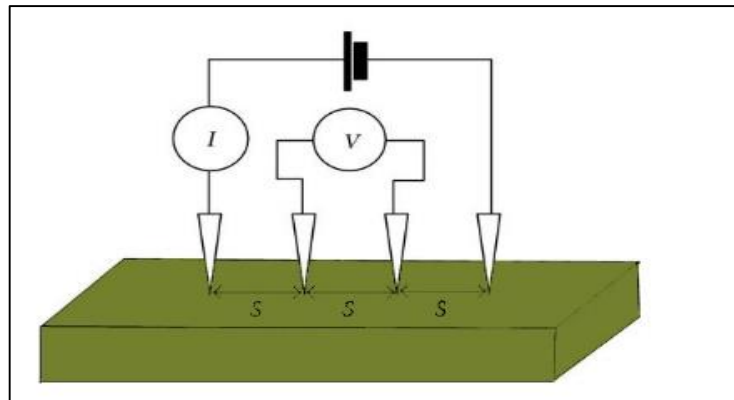
(EDS) analizi de elde edilebilmektedir. EDS, malzemenin küçük bölgelerinden kimyasal analiz yapabilmek adına element kompozisyonunu vermektedir [30, 31].



Şekil 3.3. SEM cihazının çalışma prensibi

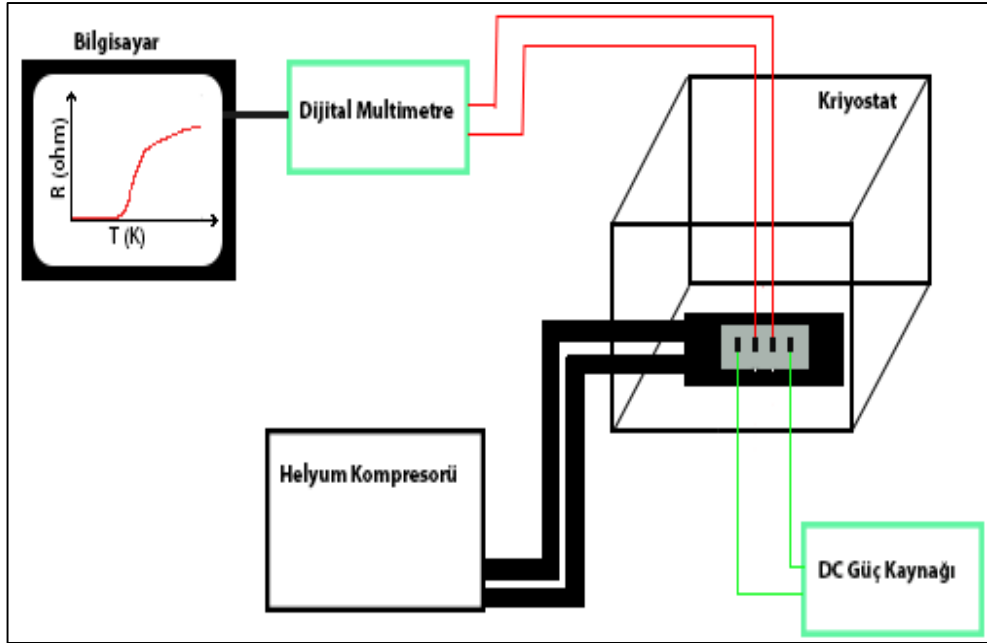
3.3. Elektriksel Direnç Ölçümü

Süperiletken bir malzemenin kritik sıcaklık değerinin belirlenebilmesi için sıcaklığa bağlı olarak direnç ölçümü gerçekleştirilir. Numune yüzeyine “dört nokta kontak” olarak da bilinen işlem uygulanarak numune ölçüme hazır hale getirilir (Şekil 3.4).



Şekil 3.4. Dört nokta kontak yöntemine ait şematik gösterim

Dört nokta kontak işlemi yapılan numune, düşük sıcaklıklara inebilen kriyojenik sistem içerisine konulur. Kriyojenik sistemler, düşük basınçta sıvı helyum kullanılmak suretiyle sıcaklığın düşürülmesine olanak sağlayan ve bu sayede malzemenin bulunduğu bakır blok soğutarak numune sıcaklığının da düşmesini sağlayan sistemlerdir. Bu sistemlerde sağlıklı ölçüm için, malzeme minimum sıcaklığa indirilir ve sonrasında sıcaklık artırılarak numune yüzeyindeki kontaklardan akım verilip gerilim ölçülür. Bu sayede numune direnci hesaplanır. Alınan veriler sayesinde sıcaklık-direnç grafiği elde edilir. Bu işlemin yapıldığı sistem Şekil 3.5'te şematik olarak verilmiştir [29].



Şekil 3.5. Elektriksel ölçüm sistemine ait şematik gösterim

3.4. Mikrosertlik Ölçümü

Bir malzemenin mekanik özelliklerini belirlemede mikrosertlik ölçümleri kullanılmaktadır. Malzemeye ait mikrosertlik değerleri, çentik yöntemi kullanılarak elde edilir. Çentik yöntemi basitçe; ince bir ucun malzemeye batırılması suretiyle oluşan izin değerlendirmesidir.

Brinell çentme testi ilk ortaya çıkan yöntem olup daha sonra Vickers, Knoop, Berkovich gibi diğer testler geliştirilmiştir. Temelde bu testler aynı prensibe

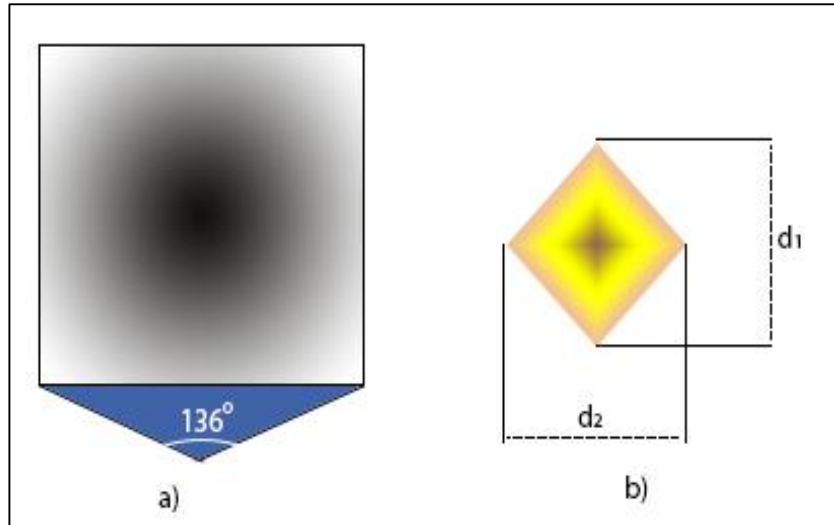
dayanmaktadır. Çentici uca uygulanan yük numune yüzeyinde iz oluşturur ve sonrasında çentici uç kaldırılıp oluşan izin alanı hesaplanarak mikrosertlik değeri bulunur [28, 29].

3.4.1. Vickers Mikrosertlik Testi

Vickers mikrosertlik testinde çentici uç, kare tabana ve piramit uca sahiptir. Elmas olan bu ucun, tepe açısı $\theta=136^\circ$ dir. Vickers çentici ucun izi Şekil 3.6'da verilmiştir [28]. Vickers mikrosertlik değeri,

$$H_V = 1854.4 \left(\frac{F}{d^2} \right) \quad (4.2)$$

formülü ile hesaplanmaktadır. Burada F çentici uca uygulanan yük olup d ise çentici ucun malzeme yüzeyinde bırakmış olduğu izin köşegen uzunluklarının ortalamasıdır.



Şekil 3.6. a) Vickers mikrosertlik testinde kullanılan piramit uçlu çentici, b) piramit uçlu çentecin yüzeyde bıraktığı iz.

Köşegen uzunluklarının ortalaması, $d = (d_1 + d_2)/2$ şeklinde hesaplanır. Vickers mikrosertlik ölçümü mikro ve nano boyutlarda sertlik değerlerini ölçmede kullanışlıdır.

Ayrıca, malzemeye ait elastik modülü (E) ve gerilme (Y) değerleri,

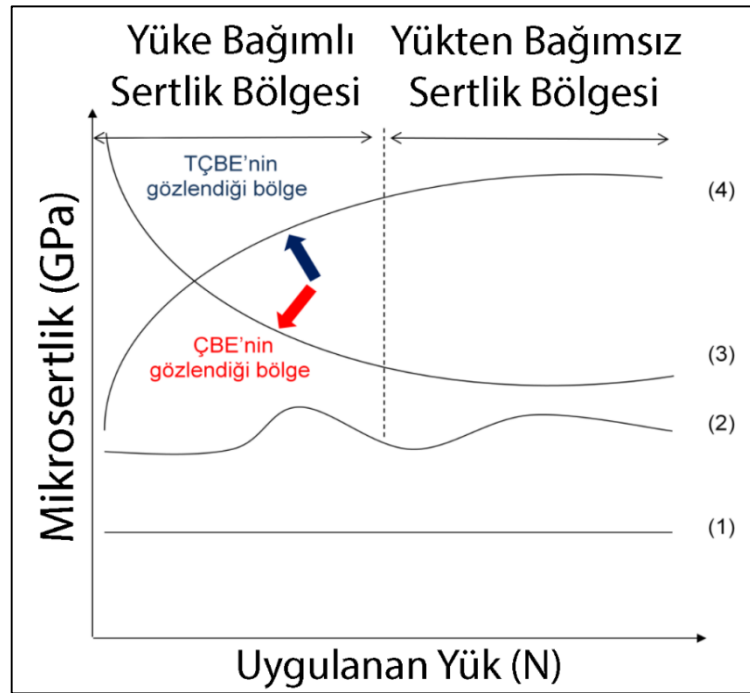
$$E = 81.9635 H_V \quad (4.3)$$

$$Y \approx H_V/3 \quad (4.4)$$

ampirik formülleriyle hesaplanır [28, 29].

3.4.2. Sertliğin Yük ile Değişimi

Verilen sertlik formülünden de anlaşılacağı üzere sertlik değeri uygulanan yüke bağlıdır. Sertlik değerinin uygulanan yüke göre gösterdiği değişim malzemeye göre farklılık göstermektedir. Sertliğin uygulanan yüke göre bu değişimi 4 farklı davranış ile açıklanmaktadır. Bunlar; uygulanan yük karşısında sertliğin değişmemesi, maksimum ve minimum içeren dalgalı davranış göstermesi, azalması ve artması şeklinde sıralanabilir (Şekil 3.7).



Şekil 3.7. Sertliğin uygulanan yükle değişimi

Bazı malzemelerde yükün artışı malzeme üzerinden alınan sertlik değerini değiştirmez ve Şekil 3.7-1 şeklinde bir grafik ortaya çıkar. Uygulanan yükün artışı ile birlikte malzeme dalgalı bir şekilde artan-azalan bir grafik de sergileyebilir (Şekil 3.7-2) [32, 33].

Çentik Boyutu Etkisi (ÇBE) olarak bilinen bir diğer durum ise, uygulanan test yükünün artması, yani iz boyutunun artması ile görünür mikrosertlikte bir azalmayı gösterir. Bu durumun oluşumu; girinti sırasında numunede meydana gelebilecek sertleşme, girinti sırasında oluşabilecek titreşimler, plastik deformasyonun başlama yükü, malzemenin elastik ya da plastik deformasyon tepkisi gibi olaylara bağlanmaktadır. Bu duruma ait davranış Şekil 3.7-3'te verilmiştir.

Sertlik değerinin uygulanan yük ile birlikte artması Şekil 3.7'de 4 numara ile gösterilmiştir. Bu davranışa Ters Çentik Boyutu Etkisi (TÇBE) denir. TÇBE davranışı; kristal-orta ara yüzün yakınında düzensiz bir bölgenin varlığı, titreşim ve girinti keskinliğinin düşük yüklerdeki etkisi, çentik etrafındaki numune parçacıklarının bir sonucu olarak uygulanan enerji kaybı ile açıklanmıştır. Ayrıca bu durumun, çentme sırasında meydana gelen çatlama ve yarıklardan kaynaklanabileceği literatürde belirtilmiştir (Şekil 3.7-4) [32-34].

4. LİTERATÜR İNCELEMESİ

YBCO bileşik sisteminin keşfedilmesinden bu yana, çok sayıda araştırmacı tarafından süperiletken özelliklerin incelenmesi ve geliştirilmesi konusunda çalışma yürütülmüştür. YBCO örneklerinin süperiletkenlik ve mekanik özelliklerinin incelenmesi ve Y123 sistemine yenilerini eklemek üzerine çok sayıda makale yayınlanmıştır.

Gupta vd. [35] yaptıkları çalışmada Y123 sistemine Co katkısı yapıldığında; yapının a örgü parametresinde katkı ile birlikte artış olduğunu ve kritik sıcaklık değerinin Co katkısı ile azaldığını vurgulamışlardır.

Slimani vd. [36] 2014 yılında CoFe_2O_4 katkılarla suretiyle özelliklerini inceledikleri Y123 sisteminde yapısal olarak örgü parametrelerinin ve yüzey morfolojisinin değişimlerine değinmişlerdir. Bu çalışmada CoFe_2O_4 katkısının süperiletkenlik özelliklerini etkilediğini ve kritik sıcaklık değerinin katkıyla birlikte azaldığını göstermişlerdir.

Bu grubun 2015 yılında yaptığı bir diğer çalışmada ise [37]; katkı işlemi yerdeğişme yerine ekleme olarak tercih edilmiş ve sonuçlar önceki çalışmalarına benzer şekilde, Y123 yapısının kritik sıcaklık değerlerinin CoFe_2O_4 katkısıyla azaldığı görülmüş ve sebepleri tartışılmıştır.

Roa vd [38] Y123 süperiletken seramik yapılar üzerine gerilme-zorlama testi uygulayarak sonuçlarını yayınlamışlardır. Bu çalışmada elde edilen sonuçların literatür ile uyumu incelenmiştir.

B katkılı Y123 üzerine yapılan bir başka çalışmada Ben Azzouz vd [39] bu katkının kritik sıcaklık değerinin düşürdüğünü ve örgü parametrelerinin bor katkısı ile değiştiğini belirtmişlerdir. Benzer şekilde Volochova vd. [40] Sm ve Y değişiminin kritik sıcaklığa olan etkisini araştırmışlardır.

Dadras vd. [41] sol-jel yöntemi ile ürettikleri grafen oksit katkılı Y123 yapısının yapısal ve süperiletkenlik özelliklerinin inceleyerek, kritik sıcaklığın grafen oksit katkısı ile artabileceği sonucuna ulaşmışlardır.

Öztürk vd [42] Lu katkılı Y123 yapısının özelliklerinin inceleyerek Y123 yapısına %50 Lu katkısı yapıldığında kritik akım yoğunluğunu arttırdığını rapor etmişlerdir.

Türköz vd [43] Lu katkılı Y123 yapısının süperiletkenlik özelliklerini incelemişlerdir. Yayınlanan çalışmalarında Lu katkısının, Y123 yapısının kritik sıcaklık değerini azalttığı sonucuna varılmıştır.

Varshney vd [44] 2011 yılında yaptıkları çalışmada Ca ve Ni katkılı Y123 yapısını katihal reaksiyon yöntemi ile üretmişlerdir. Üretim aşamasında 900 °C sıcaklıkta 24 saat tavlama yapılan numunelerde kritik sıcaklık değerinin azaldığı görülmüştür.

Dadras vd. [45] 2016 yılındaki çalışmalarında, Y123 fazına Au nanoparçacık katkısı yapmışlardır. Sol-jel yönteminin kullanıldığı bu çalışmada katkılamanın kritik sıcaklığı arttırdığı ve tanecik boyutunun düşmesine neden olduğu vurgulanmıştır. Manyetik özelliklerinin incelendiği bu çalışmada %1 katkı oranı optimum olarak belirlenerek literatüre katkı sağlanmıştır.

Yılmaz vd [46], Nd ve Gd eş zamanlı katkısının Y123 sistemi üzerindeki etkilerini inceledikleri çalışmalarında, kritik sıcaklık değerinin düşüşünü Nd katkısına bağlamışlar ve Y ile yer değiştiren Gd'nin kritik sıcaklık düşüşüne etkisinin Nd'den daha az olduğunu öne sürmüşlerdir. Ayrıca bu çift katkılama işleminin b örgü parametresini değiştirmeyenken a ve c'nin katkı artışı ile arttığı sonucuna ulaşmışlardır.

Dadras vd [47] 2009 yılında ele aldıkları çalışmalarında Y123 fazına carbon nanotüp eklemesi üzerine incelemelerde bulunmuşlardır. Çalışmanın üretim aşamasında katihal reaksiyon yöntemi kullanıldığı ve tavlama sıcaklığı olarak 930 °C seçildiği belirtilmiştir. Yapılan analizler sonucunda %0.3 katkı oranının kritik sıcaklık değerinin arttırdığı ancak bunun üzerindeki katkı oranlarının kritik sıcaklık değerinde düşüşe sebep olduğu sonucuna varılmıştır.

2018 yılında yaptıkları çalışmada Y123 fazına karbon nanotüp katılayan Khalid vd [48], kritik sıcaklık değerinin artış göstermediği aksine genellikle düşüş eğiliminde olduğu sonucuna ulaşmışlardır. Örgü parametrelerindeki değişimin etkisiyle birim hücre hacminin arttığı belirtilen çalışmada, katkısız numuneye göre carbon nanotüp katkılı numunelerin kritik akım yoğunluğu değerlerinin daha yüksek olduğu vurgu yapılan bir başka noktadır.

Mellekh vd [49] 2006 yılı çalışmasından Al_2O_3 katkılı Y123 fazını incelemişlerdir. Bu çalışmada numune üretimi için katıhal reaksiyon yöntemi kullanılmış olup katkının kritik sıcaklık değerini düşürdüğü sonucuna varılmıştır. Kritik akım yoğunluğunun da incelendiği bu çalışmada, $x=0.2$ katkı oranı için kritik akım yoğunluğunda artış gözlemlendiği bir başka sonuç olarak göze çarpmaktadır.

Wu vd [50] 2004 yılında yaptıkları çalışmalarında Y123 sistemine La katkısının etkilerini incelemişlerdir. Katıhal reaksiyon yönteminin kullanıldığı bu çalışmada La katkısının kritik sıcaklık değerinde düşüşe sebebiyet verdiği rapor edilmiştir. Ayrıca birim hücre hacmindeki genişlemenin, La katkısının artmasıyla düştüğü ve bu durumun YBCO'da Ba-La yer değiştirmesinin oluşturduğu kimyasal basınçtan kaynaklanabileceği belirtilmiştir.

Azhan vd [51] 2013 yılında yaptıkları Y123 fazında Ba-Ag/Sb yer değiştirmesinin incelendiği çalışmada Ag için $x=0.20$ ve Sb için $x=0.15$ katkılı numunelerin kritik sıcaklık değerlerinin arttığını göstermişlerdir. Ayrıca Ag katkısının kritik akım yoğunluğuna katkı sağladığının belirtildiği çalışmada Sb katkısı için $x=0.4$ ve üzeri katkıların süperiletkenlik göstermedikleri rapor edilmiştir.

Güner vd [52] zirkonyum katkısının Y123 fazına etkileri üzerine 2012 yılında yaptıkları çalışmada katıhal reaksiyon yöntemi kullanılmış olup $945\text{ }^\circ\text{C}$ 'de tavlama işlemini gerçekleştirmişlerdir. Tablet süperiletkenler üzerine buharlaştırma yoluyla yapılan Zr kaplaması farklı sıcaklıklarda tavlansak yapıya işlemleri sağlanmıştır. Bu çalışmada Zr katkılı numunenin kritik sıcaklık değerinin katkısız numuneden yüksek olduğu vurgulanmıştır.

Hamrita vd. [53] 2014 yılında Y123 süperiletken fazının üretiminde, bilyeli öğütme yönteminin el ile öğütme yöntemine göre etkilerinin kıyaslandığı çalışmada üretilen numunelerin kritik sıcaklık değerleri incelenmiştir. Kritik sıcaklık değerleri incelendiğinde; elle öğütülmüş numunenin, farklı bilye sayısı veya farklı dönme hızlarında topla öğütme işlemiyle üretilen numunelerden daha yüksek kritik sıcaklık değerine sahip olduğu sonucuna varılmıştır.

Admaiai vd. [54] 1994 yılında yaptıkları çalışmada Y123 üretimi için sol-jel yöntemini kullanmışlardır. Üretim aşamasından asetik asit kullanımının çözünürlük ve kararlılığın sağlanabilmesi için önemli olduğunu vurgulamışlardır.

5. MATERYAL VE METOT

5.1. Numunelerin Hazırlanması

Bu çalışmada YBCO-123 fazında süperiletken malzemeler iki farklı yöntem ile hazırlanarak her iki yöntemde kobalt (Co) nanoparçacık ve kobalt demir oksit (CoFe_2O_4) katkılanması yapılmıştır. Yapıya katkılanan malzemelerin miktarları, yapıda bulunan bakır (Cu) miktarının ağırlıkça yüzdesi alınarak belirlenmiştir. Burada $\text{YBa}_2\text{Cu}_{3-x}\text{Co}_x\text{O}_{7-\delta}$ ve $\text{YBa}_2\text{Cu}_{3-x}(\text{CoFe}_2\text{O}_4)_x\text{O}_{7-\delta}$ genel formüllerine bağlı olarak katkılama işlemi yapılmıştır ($x=0, 0.05, 0.10, 0.20$). Bu çalışmada katı hal reaksiyon ve sol-jel yöntemleri kullanılarak üretim yapılmıştır.

5.1.1. Katıhal Reaksiyon Yöntemi ile Üretilen Numuneler

Katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen numunelerin isimleri; katkısız numune SSR-U, Co katkılı numuneler sırasıyla SSR-C-005, SSR-C-010 ve SSR-C-020 ve CoFe_2O_4 katkılı numuneler sırasıyla SSR-CF-005, SSR-CF-010 ve SSR-CF-020 şeklindedir.

Katıhal reaksiyon yöntemi için numune hazırlamada, Y_2O_3 (Yttrium (III) oxide %99.99, Alfa Aesar), BaCO_3 (Barium carbonate %99.95, Alfa Aesar) ve CuO (Copper (II) oxide %99.9995, Alfa Aesar), Co-nanoparçacık (Cobalt powder-325 mesh %99.5, Alfa Aesar) ve CoFe_2O_4 (nanopowder, 30 nm particle size (TEM), %99, Sigma-Aldrich) tozları kullanılmıştır. Numune hazırlanmada kullanılan formüller ve gramajları hesaplanıp Tablo 5.1 ve Tablo 5.2’de verilmiştir.

Tablo 5.1. Katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen Co katkılı numuneler için kullanılan toz miktarları ve bu miktarların belirlenmesinde kullanılan kimyasal formüller

Oran	Kimyasal Formül	Kullanılan Toz Miktarları (g)			
		Y_2O_3	BaCO_3	CuO	Co
0.00	$\text{Y}_2\text{O}_3 + \text{BaCO}_3 + \text{CuO} + \text{O}_2 = \text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7 + \text{CO}_2$	0.1695	0.5924	0.3582	-
0.05	$0.5 \text{Y}_2\text{O}_3 + 2 \text{BaCO}_3 + 2.95 \text{CuO} + 0.05 \text{Co} + 0.275 \text{O}_2 = \text{YBa}_2\text{Cu}_{2.95}\text{Co}_{0.05}\text{O}_7 + 2 \text{CO}_2$	0.1695	0.5926	0.3524	0.0044
0.10	$0.5 \text{Y}_2\text{O}_3 + 2 \text{BaCO}_3 + 2.9 \text{CuO} + 0.1 \text{Co} + 0.3 \text{O}_2 = \text{YBa}_2\text{Cu}_{2.9}\text{Co}_{0.1}\text{O}_7 + 2 \text{CO}_2$	0.1696	0.5928	0.3465	0.0089
0.20	$0.5 \text{Y}_2\text{O}_3 + 2 \text{BaCO}_3 + 2.8 \text{CuO} + 0.2 \text{Co} + 0.35 \text{O}_2 = \text{YBa}_2\text{Cu}_{2.8}\text{Co}_{0.2}\text{O}_7 + 2 \text{CO}_2$	0.1697	0.5933	0.3348	0.0177

Tablo 5.2. Katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen CoFe_2O_4 katkılı numuneler için kullanılan toz miktarları ve bu miktarların belirlenmesinde kullanılan kimyasal formüller

Oran	Kimyasal Formül	Kullanılan Toz Miktarları (g)			
		Y_2O_3	BaCO_3	CuO	CoFe_2O_4
0.00	$\text{Y}_2\text{O}_3 + \text{BaCO}_3 + \text{CuO} + \text{O}_2 = \text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7 + \text{CO}_2$	0.1695	0.5924	0.3582	-
0.05	$0.5 \text{Y}_2\text{O}_3 + 2 \text{BaCO}_3 + 2.95 \text{CuO} + 0.05 \text{Co} + 0.275 \text{O}_2 = \text{YBa}_2\text{Cu}_{2.95}\text{Co}_{0.5}\text{O}_7 + 2 \text{CO}_2$	0.1673	0.5849	0.3478	0.0174
0.10	$0.5 \text{Y}_2\text{O}_3 + 2 \text{BaCO}_3 + 2.9 \text{CuO} + 0.1 \text{Co} + 0.3 \text{O}_2 = \text{YBa}_2\text{Cu}_{2.8}(\text{CoFe}_2\text{O}_4)_{0.1}\text{O}_7 + 2 \text{CO}_2$	0.1652	0.5776	0.3376	0.0343
0.20	$0.5 \text{Y}_2\text{O}_3 + 2 \text{BaCO}_3 + 2.8 \text{CuO} + 0.2 \text{Co} + 0.35 \text{O}_2 = \text{YBa}_2\text{Cu}_{2.8}(\text{CoFe}_2\text{O}_4)_{0.2}\text{O}_7 + 2 \text{CO}_2$	0.1612	0.5635	0.3180	0.0670

5.1.2. Sol-Jel Yöntemi ile Üretilen Numuneler

Sol-jel yöntemi ile üretilen numunelerin isimleri; katkısız numune SG-U, Co katkılı numuneler sırasıyla SG-C-005, SG-C-010 ve SG-C-020 ve CoFe_2O_4 katkılı numuneler sırasıyla SG-CF-005, SG-CF-010 ve SG-CF-020 şeklindedir.

Numuneneler; $(\text{CH}_3\text{CO}_2)_3\text{Y}$ (Yttrium(III) acetate hydrate, %99.9, Sigma-Aldrich), $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Ba}$ (Barium acetate, %99.999, Sigma-Aldrich), $\text{Cu}(\text{CO}_2\text{CH}_3)_2$ (Copper(II) acetate, %99.99, Sigma-Aldrich), Co-nanoparçacık (Cobalt powder-325 mesh %99.5, Alfa Aesar) ve CoFe_2O_4 (nanopowder, 30 nm particle size (TEM), %99, Sigma-Aldrich) tozları kullanılarak hazırlanmıştır. Ayrıca çözücü için Methanol anhydrous (CH_3OH 99.8%, Sigma-Aldrich), asetik asit (Acetic acid glacial, $\text{CH}_3\text{CO}_2\text{H}$, $\geq 99.85\%$, Sigma-Aldrich) ve kıvam verici olarak trietanolamin (Tris(2-hydroxyethyl)amine ≥ 99.0 , Sigma-Aldrich) kullanılmıştır. Numune hazırlanmak için kullanılan formüller ve gramajlar hesaplanıp Tablo 5.3 ve Tablo 5.4'de verilmiştir.

Tablo 5.3. Sol-jel yöntemi ile üretilen Co katkılı numuneler için kullanılan toz miktarları ve bu miktarların belirlenmesinde kullanılan kimyasal formüller

Oran	Kimyasal Formül	Kullanılan Toz Miktarları (g)			
		Y ₂ O ₃	BaCO ₃	Cu(CO ₂ CH ₃) ₂	Co
0.00	(CH ₃ CO ₂) ₃ Y + 2 (CH ₃ COO) ₂ Ba + 3 Cu(CO ₂ CH ₃) ₂ + 13.25 O ₂ = YBa ₂ Cu ₃ O ₇ + 26 CO + 19.5 H ₂ O	0.3993	0.7668	0.8179	–
0.05	2 (CH ₃ CO ₂) ₃ Y + 4 (CH ₃ COO) ₂ Ba + 5.9 Cu(CO ₂ CH ₃) ₂ + 0.1 Co + 26.35 O ₂ = YBa ₂ Cu _{2.95} Co _{0.05} O ₇ + 51.6 CO + 38.7 H ₂ O	0.3998	0.7671	0.8046	0.0044
0.10	(CH ₃ CO ₂) ₃ Y + 2 (CH ₃ COO) ₂ Ba + 2.9 Cu(CO ₂ CH ₃) ₂ + 0.1 Co + 13.1 O ₂ = YBa ₂ Cu _{2.9} Co _{0.1} O ₇ + 25.6 CO + 19.2 H ₂ O	0.3996	0.7673	0.7912	0.0089
0.20	(CH ₃ CO ₂) ₃ Y + 2 (CH ₃ COO) ₂ Ba + 2.8 Cu(CO ₂ CH ₃) ₂ + 0.2 Co + 12.95 O ₂ = YBa ₂ Cu _{2.8} Co _{0.2} O ₇ + 25.2 CO + 18.9 H ₂ O	0.3999	0.7679	0.7645	0.0177

Tablo 5.4. Sol-jel yöntemi ile üretilen CoFe₂O₄ katkılı numuneler için kullanılan toz miktarları ve bu miktarların belirlenmesinde kullanılan kimyasal formüller

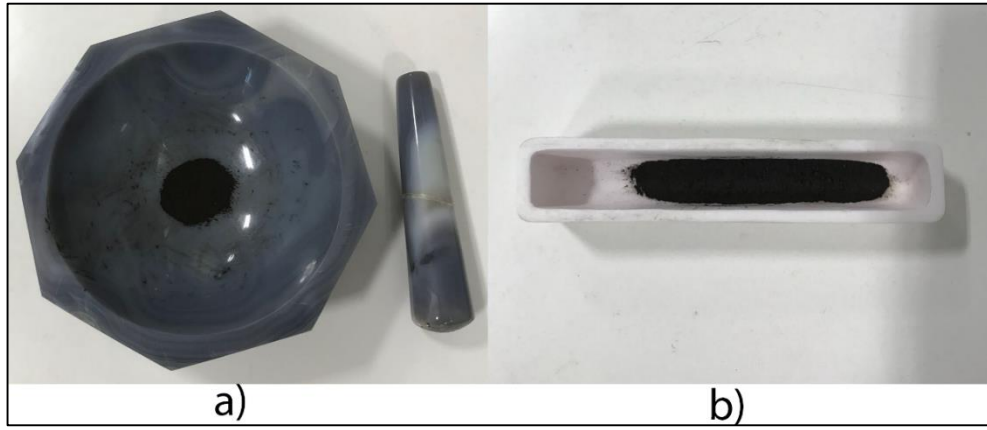
Oran	Kimyasal Formül	Kullanılan Toz Miktarları (g)			
		Y ₂ O ₃	BaCO ₃	Cu(CO ₂ CH ₃) ₂	CoFe ₂ O ₄
0.00	(CH ₃ CO ₂) ₃ Y + 2 (CH ₃ COO) ₂ Ba + 3 Cu(CO ₂ CH ₃) ₂ + 13.25 O ₂ = YBa ₂ Cu ₃ O ₇ + 26 CO + 19.5 H ₂ O	0.3993	0.7668	0.8179	–
0.05	2 (CH ₃ CO ₂) ₃ Y + 4 (CH ₃ COO) ₂ Ba + 5.9 Cu(CO ₂ CH ₃) ₂ + 0.1 CoFe ₂ O ₄ + 26.35 O ₂ = YBa ₂ Cu _{2.95} (CoFe ₂ O ₄) _{0.05} O ₇ + 51.6 CO + 38.7 H ₂ O	0.3943	0.7571	0.7941	0.0174
0.10	(CH ₃ CO ₂) ₃ Y + 2 (CH ₃ COO) ₂ Ba + 2.9 Cu(CO ₂ CH ₃) ₂ + 0.1 CoFe ₂ O ₄ + 13.1 O ₂ = YBa ₂ Cu _{2.9} (CoFe ₂ O ₄) _{0.1} O ₇ + 25.6 CO + 19.2 H ₂ O	0.3893	0.7475	0.7709	0.0343
0.20	(CH ₃ CO ₂) ₃ Y + 2 (CH ₃ COO) ₂ Ba + 2.8 Cu(CO ₂ CH ₃) ₂ + 0.2 CoFe ₂ O ₄ + 12.95 O ₂ = YBa ₂ Cu _{2.8} (CoFe ₂ O ₄) _{0.2} O ₇ + 25.2 CO + 18.9 H ₂ O	0.3798	0.7293	0.7261	0.0670

Sol-jel yönteminde çözücü olarak belirlenen 15mL asetik asit ve 15mL metanol tartılan baryum tozunun üzerine ilave edilerek, karıştırıcıda oda sıcaklığında baryumun çözünmesi beklenmiştir. Homojen karışım elde edildikten sonra solüsyon, hesaplanan miktarda itriyum eklenerek bir kez daha karıştırmaya bırakılmıştır. Tekrar homojen karışım elde edilince solüsyona hesaplanan miktarda katkı elementi eklenip homojen karışım elde edilinceye kadar tekrar karıştırılmıştır. Son olarak bakır tozu ve hem kıvam verici hem de bakırın çözülmesini hızlandırması için 8mL trietanolamin sırayla eklenerek karıştırılmıştır. Bakır çabuk oksitlenebilen bir malzeme olduğundan bu durumun yaşanmaması için en son olarak bakır eklenmiştir. Elde edilen homojen ve turkuaz renkli solüsyon 12 saat boyunca ağzı kapalı beherde karışmaya bırakılmıştır. Oda sıcaklığında gerçekleştirilen bu karıştırma işleminin ardından, solüsyonun jelleşmesi için beherin ağzı açılıp 80 °C'ye ısıtılarak karıştırma

işlemine devam edilmiştir. Yaklaşık 24 saatin ardından jelleşen solüsyonlar alınarak kül fırında, 300 °C’de 30 dakika bekletilmiş ve jel kıvamındaki solüsyonun kuruması sağlanmıştır. Beher çeperlerine yapışan kurumuş haldeki malzeme spatula yardımıyla kazınmış ve toz haline getirilmiştir.

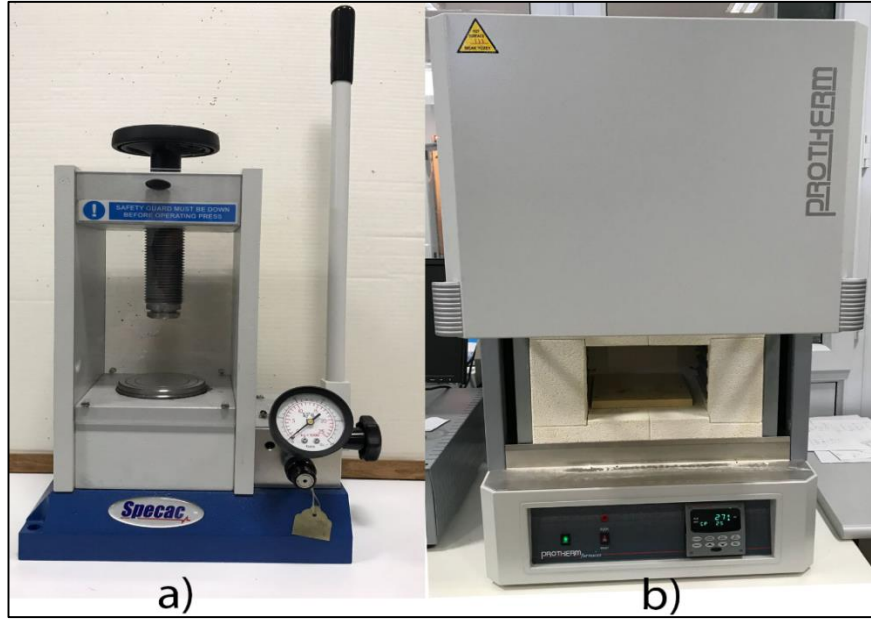
5.1.3. Isıl İşlem

Hem katıhal reaksiyon hem de Sol-jel yöntemleri ile elde edilen toz karışımları agat havanda 1 saat dövülerek kalsinasyon işlemi için hazır hale getirilmiş ve alümina potalara konulmuştur (Fotoğraf 5.1).



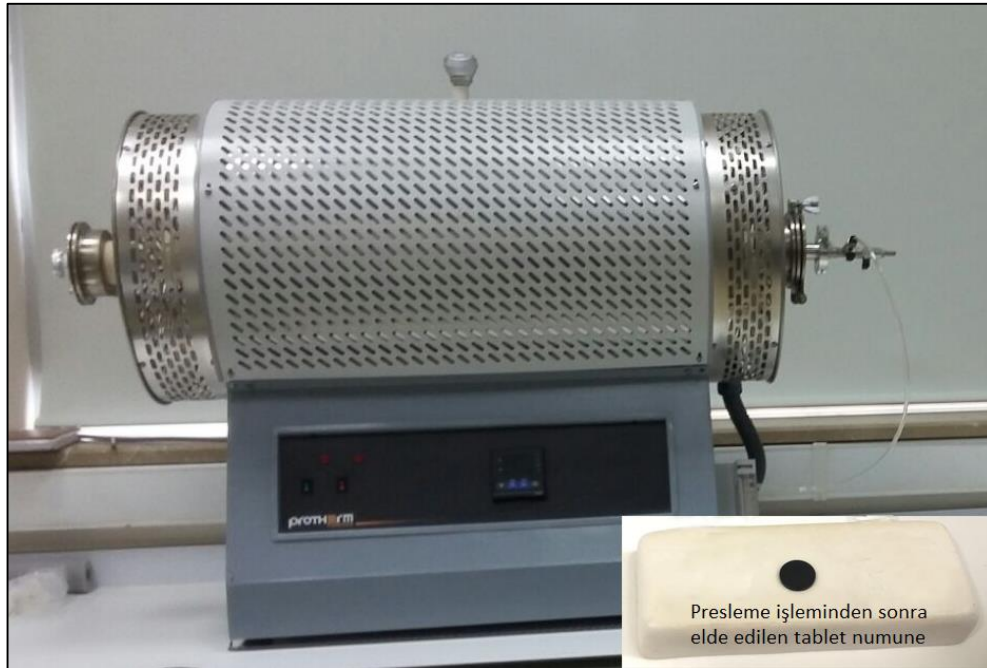
Fotoğraf 5.1. a) Tozları karıştırmada kullanılan agat havan ve b) Alümina pota

Protherm PLT-120/5 model kül fırın kalsinasyon işleminde kullanılmıştır (Fotoğraf 5.2-b). 850 °C’de 24 saat kalsine edilen numuneler tekrar agat havanda 1 saat dövülmüştür. Literatürden edindiğimiz bilgilere dayanarak bu işlem üç defa tekrarlanmıştır. Üçüncü kalsinasyon işleminden sonra agat havanda 1 saat dövülen numuneleri tablet (bulk) haline getirmek için soğuk pres kullanılmıştır (Fotoğraf 5.2-a). 10 mm kalıba konulan tozlar hava ortamında 4 ton/cm² basınçla 2 mm kalınlıkta tabletlere dönüştürülmüştür.



Fotoğraf 5.2. a) Specac marka hidrolik pres cihazı b) Protherm PLT-120/5 model kül fırın

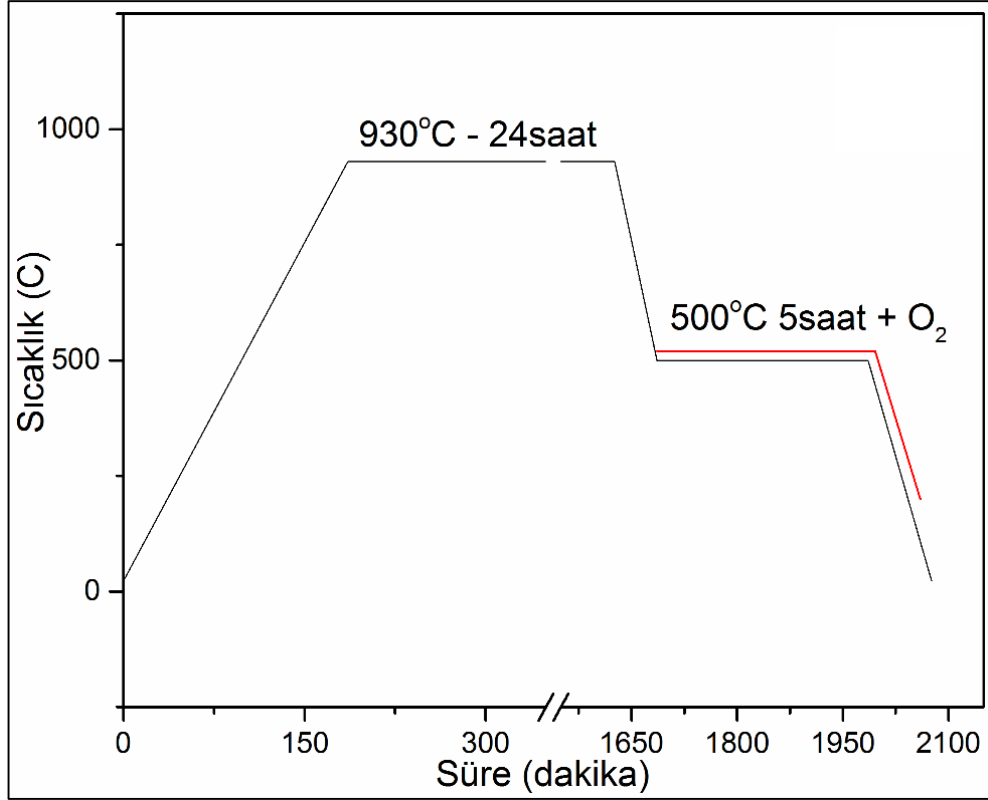
Tablet numuneler alümina pota üzerinde Protherm PTF-15/45/450 model tüp fırına (Fotoğraf 5.3) konularak, 5 °C/dakika ısıtma hızıyla 930 °C’de 24 saat sinterlenip ardından 60 dakikada 500 °C’ye soğutulmuş ve bu sıcaklıkta oksijen ortamında bekletilmiştir. Uygulanan işlemin şematik gösterimi Şekil 5.1’de verilmiştir.



Fotoğraf 5.3. Sinterlemede kullanılan Protherm PTF-15/45/450 model tüp fırın, iç fotoğrafta tablet halindeki numunenin alümina pota üzerindeki görüntüsü.

Tablet numunelerin sinterleme öncesindeki dağılma ihtimalleri oldukça yüksek iken, sinterleme sonrasında numuneler seramik hale gelmiştir.

Öncelikle her iki yöntem için de katkısız numuneler üretilmiş olup sonrasında sırayla tüm katkılamalar yapılarak numune üretimi tamamlanmıştır. Numune üretimi tamamlandıktan sonra XRD, R-T, SEM-EDS ve mikrosertlik ölçümleri yapılmıştır.

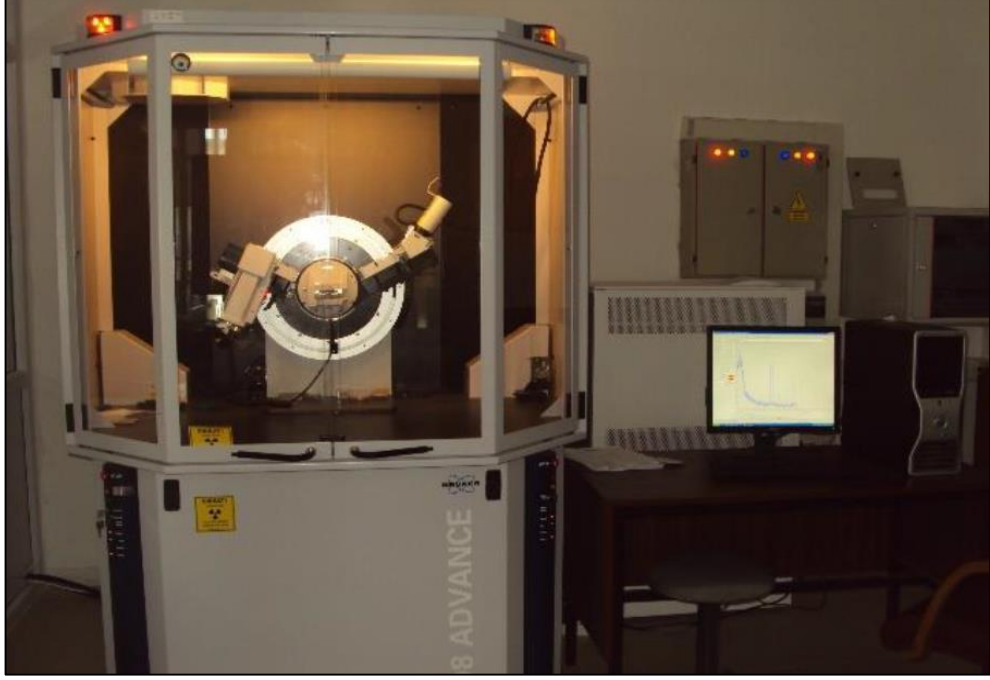


Şekil 5.1. Sinterleme işlemine ait grafik

5.2. X-Işını Kırınım Analizi

Bir malzemenin kristal yapısını ve örgü parametrelerini belirlemek için X-ışını kırınımı kullanılır. Bu işlem Bragg yasasına göre çalışır ve gönderilen ışın malzemenin farklı katmanlarından yansyarak algılanır. Bu yöntemle elde edilen grafiğe X-ışını kırınım deseni denir. Bu çalışma kapsamında üretilen malzemelerin XRD analizleri Kastamonu Üniversitesi Yarıiletken ve Süperiletken Araştırma Laboratuvarı'nda bulunan Bruker marka D8 Advance model X-ışını difraktometresiyle, CuK_α ($\lambda = 1.541\text{\AA}$) ışını kullanılarak $2\theta = 3 - 90^\circ$ arasında

dakikada dört derece tarama hızı ile yapılmıştır (Fotoğraf 5.4). Ölçümler tablet formdaki numunelerden alınmıştır.



Fotoğraf 5.4. XRD analizinde kullanılan Bruker D8 Advance model X-ışınları difraktometresi

YBCO-123 ortorombik yapıda olduğundan elde edilen kırınım desenlerinden; d düzlemler arası mesafe ve a , b , c örgü parametreleri gibi veriler,

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (6.1)$$

formülü ve XRD sonuçlarından alınan h , k , l indisleri kullanılarak hesaplanmıştır. Tanecik boyutu, D (Warren-Scherrer),

$$D = 0.941\lambda/B \cos \theta \quad (6.2)$$

$$B^2 = B_s^2 - B_m^2 \quad (6.3)$$

formülleri kullanılarak hesaplanmıştır. Burada B_s yarı yüksekliğin tam genişliği olarak adlandırılan (full width half of maximum, FWHM) değer ve B_m ise 0,000007 sabit değeridir[63].

5.3. Taramalı Elektron Mikroskobu ve Enerji Dağılım Spektroskopisi Analizi

Malzemenin yüzey morfolojisini, yapı yüzeyindeki tanecik konumu ve boyutlarını ve faz oluşumlarını incelemek için SEM analizi kullanılmaktadır. Numunelerin ağırlıkça ya da molar element konsantrasyonunu belirlemede kullanılan EDS analizi aynı zamanda malzemede safsızlık olup olmadığını belirlemek için de kullanılmaktadır. SEM ve EDS analizleri Kastamonu Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı Uygulama ve Araştırma Merkezi bünyesindeki FEI marka QUANTA FEG 250 model elektron mikroskobu ile 10 kV hızlandırma voltajında ve farklı büyütmelerde gerçekleştirilmiştir (Fotoğraf 5.5).

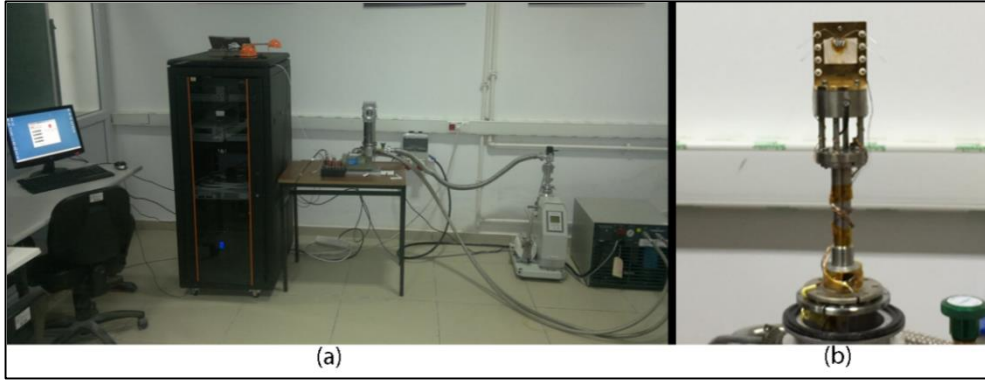


Fotoğraf 5.5. SEM ve EDS analizinde kullanılan FEI Quanta Feg 250 model taramalı elektron mikroskobu ve EDAX marka enerji dağılım spektroskopisi

5.4. Sıcaklığa Bağlı Direnç Ölçümü

Süperiletken bir malzemenin kritik sıcaklık değerini belirlemek için sıcaklığa bağlı elektriksel direnç ölçümü yapılır. İkinci tip süperiletken malzemelerde kritik sıcaklık değeri birinci tip süperiletkenlerde olduğu gibi keskin bir değer değildir. İkinci tip süperiletkenlerde kritik sıcaklık geçişinin başladığını gösteren T_c^{onset} ve kritik sıcaklık geçişinin bittiğini gösteren T_c^{offset} değerleri elde edilmektedir.

Elektriksel direnç ölçümleri Kastamonu Üniversitesi Yarıiletken ve Süperiletken Araştırma Laboratuvarı'nda bulunan Janis CCS-450 model düşük sıcaklık elektriksel ölçüm sistemi ile gerçekleştirilmiştir. (Fotoğraf 5.6). Ölçülecek numuneler kıl testeresi yardımıyla uygun boyutlarda kesilerek yüzeylerine gümüş pasta yardımıyla dört nokta kontak atılmıştır. Bağlantı noktaları hazırlanan numuneler, gümüş pastanın kuruması için yaklaşık 2 saat bekletilmiştir. Ardından numuneler kriyojenik sistemde bulunan numune tutucu kısmına yerleştirilerek kontak bağlantıları tamamlanmıştır. Ölçümde, $\pm 5\text{mA}$ DC akım uygulanmış olup numuneler $5\text{ }^\circ\text{K/dakika}$ ısıtma hızı ile ısıtılarak sıcaklığa bağlı direnç değerleri elde edilmiştir.



Fotoğraf 5.6. (a) Elektriksel ölçüm sistemi ve (b) Örnek tutucuya yerleştirilmiş bir süperiletken numune

5.5. Mikrosertlik Analizi

Malzemelerin mekanik davranışı, uygulanan yüke ve kuvvete karşı malzemenin gösterdiği direnci veya deformasyonu yansıtır. Başka bir deyişle uygulanan

kuvvetlere karşı göstermiş olduđu tepki, mekanik davranış olarak tanımlanır. Bu davranış biçimini mekanik özellikleri belirler.

Malzemelerde uygulanan kuvvetin büyüklüğüne göre malzemelerde i) elastik (kalıcı olmayan deęişim) ii) plastik (kalıcı deęişim) olmak üzere iki çeşit deformasyon meydana gelir. Elastik şekil deęiştirme, genel olarak kuvvet uygulanan malzemeye ait atomların komşularından ayrılmadan aralarındaki uzaklığın deęişmesi anlamına gelir. Uygulanan kuvvet kaldırıldığında cisim eski boyutlarına geri döner. Uygulanan kuvvetin malzemede oluşturduđu gerilmenin malzemenin elastiklik sınırını aşması durumunda meydana gelen kalıcı şekil deęişimi ise plastik şekil deęiştirme olarak adlandırılır.

Başka bir deyişle dış kuvvetler altında malzemeler şekil deęiştirir. Kuvvetlerin kaldırılması halinde malzeme başlangıç boyut ve şekline dönerse şekil deęişimi “elastik (tersinir)” şekline dönmezse şekil deęişimi “plastik (kalıcı)” olur.

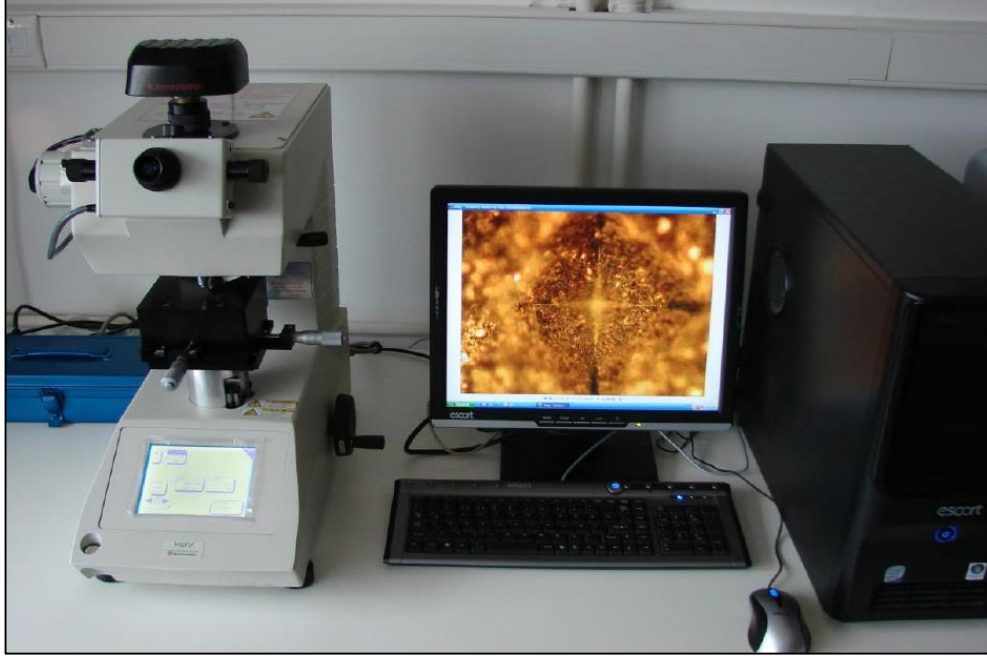
Sertlik malzemenin sürtünmeye, çizilmeye, kesmeye ve plastik deformasyona karşı gösterdiği direnç olarak tarif edilir. Laboratuvarlarda özel cihazlarla yapılan setlik ölçümlerindeki deęer, malzemenin plastik deformasyona karşı gösterdiği dirençtir.

Malzemeler üzerinde yapılan en genel deneylerden biri sertliğinin ölçülmesidir. Bunun başlıca sebebi, deneyin basit oluşu ve dięerlerine oranla numuneyi daha az tahrip etmesidir. Dięer avantajı ise, bir malzemenin sertliği ile dięer mekanik özellikleri arasında paralel bir ilişkinin bulunmasıdır. Örneğin çeliklerde, çekme mukavemeti sertlik ile doğru orantılıdır; dolayısıyla, yapılan sertlik ölçümü ile malzemenin mukavemeti hakkında bir fikir edinmek mümkündür.

Elastik şekil deęiştirmeye karşı malzemenin gösterdiği direnç veya katılık, malzemenin elastisite modülüyle ifade edilir. Malzemenin iç yapısına duyarlı olmayan elastisite modülü, atomlar arasındaki bağlarla belirlenen bir özelliktir [55].

Bu çalışmada mekanik özelliklerin karakterizasyonu için Vickers mikrosertlik test yöntemi tercih edilmiştir. Ölçümler Kastamonu Üniversitesi Yarıiletken ve

Süperiletken Araştırma Laboratuvarı'nda bulunan Shimadzu marka HVM-2 model mikrosertlik cihazı ile oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir (Fotoğraf 5.7).



Fotoğraf 5.7. Shimadzu HVM-2 model Vickers mikrosertlik test cihazı

Çentici uç ile malzemenin parlak olan yüzeyine 10 saniye boyunca 5 farklı yük ($F = 0.245, 0.490, 0.980, 1.960$ ve $2.940 N$) uygulanmıştır. Yüzeyin düz olmamasından kaynaklanabilecek muhtemel hataları en aza indirmek ve daha doğru sonuçlar elde edebilmek için her yük 10'ar defa uygulanmış ve bu değerlerin ortalamasından elde edilen d_1, d_2 köşegen uzunluklarıyla malzemelerin mikrosertlik değerleri hesaplanmıştır [28].

6. TARTIŞMA VE BULGULAR

Bakır tabanlı süperiletken malzemelerin üretim yöntemleri ve yapıya uygulanan kimyasal katkılama işlemi amaca uygun malzeme üretimine olanak sağlar. Süperiletken malzeme üretim yöntemleri ve katkılama ile yapısal, elektriksel ve mekanik özelliklerin değiştiğini raporlayan sayısız çalışma mevcuttur [54-61].

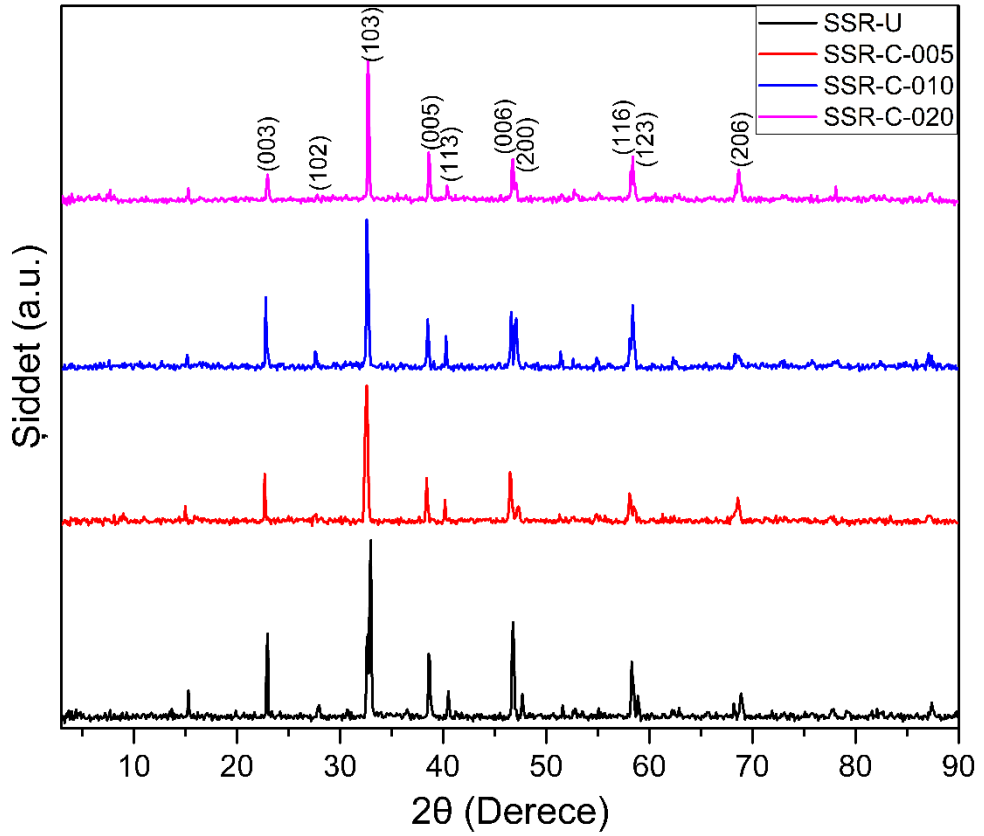
Bu tez çalışmasında; sol-jel ve katıhal reaksiyon yöntemleriyle üretilen $YBa_2Cu_{3-x}Co_xO_{7-\delta}$ ve $YBa_2Cu_{3-x}(CoFe_2O_4)_xO_{7-\delta}$ fazlı süperiletken malzemelerin yapısal, süperiletkenlik ve mekanik özellikleri incelenmiştir.

6.1. Katıhal Reaksiyon Yöntemiyle Üretilen Co Katkılı Numuneler

6.1.1. XRD Analizi

$Y_1Ba_2Cu_{3-x}Co_xO_{7-\delta}$ genel formülünde $x=0, 0.05, 0.10$ ve 0.20 katkı oranlarıyla üretilen tüm numunelerin XRD desenleri ve bazı miller indisleri Şekil 6.1' de verilmiştir.

XRD desenleri incelendiğinde miller indisleri ile belirtilen piklerin Y123 fazına ait pikler olduğu görülmüştür. XRD desenlerinde Co atomuna ait herhangi bir pike rastlanmamış olması katkılama işlemi ile Co atomlarının ortorombik Y123 yapısının içerisine girdiğini göstermektedir. Co^{+3} iyonunun yarıçapının (0.745Å) yer değiştirdiği Cu^{+2} iyonun iyonik yarıçapına (0.73Å) yakın olması, katkılama işleminin sonucunda Co atomlarının yapıya girmesinde önemli rol oynamıştır. Yapıya giren Co atomları pik şiddetlerinde bazı değişikliklere yol açmış olsa da ortorombik yapıyı bozmamıştır.



Şekil 6.1. Katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen Co katkılı numunelerin XRD grafiği

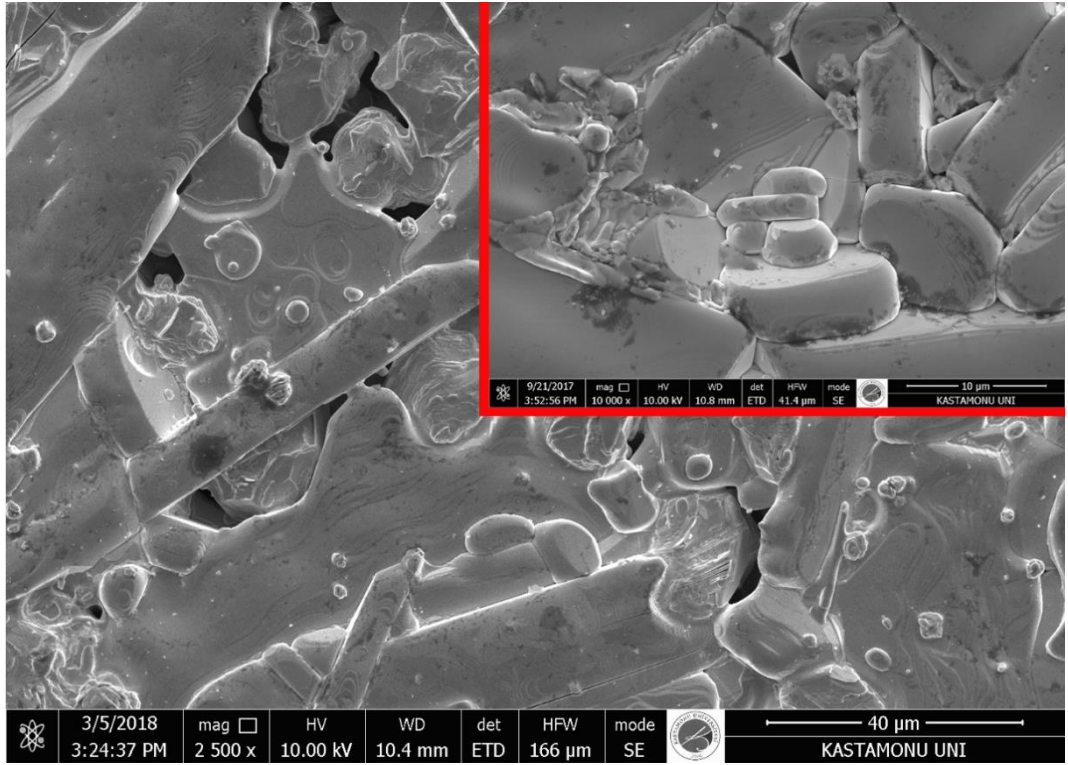
Literatürde Y123 yapısının örgü parametreleri sırasıyla $a = 3.82\text{Å}$, $b = 3.89\text{Å}$ ve $c = 11.7\text{Å}$ olarak verilmektedir. Katıhal reaksiyon yöntemi kullanılarak üretilen Co katkılı Y123 süperiletken numunelerinin örgü parametrelerinin literatüre uygun olduğu görülmektedir (Tablo 6.1). Tablo 6.1’de verilen tanecik boyutu değerleri, Co katkısının artması ile tanecik boyutunun da arttığını göstermektedir.

Tablo 6.1. Örgü parametreleri ve tanecik boyutu değerleri

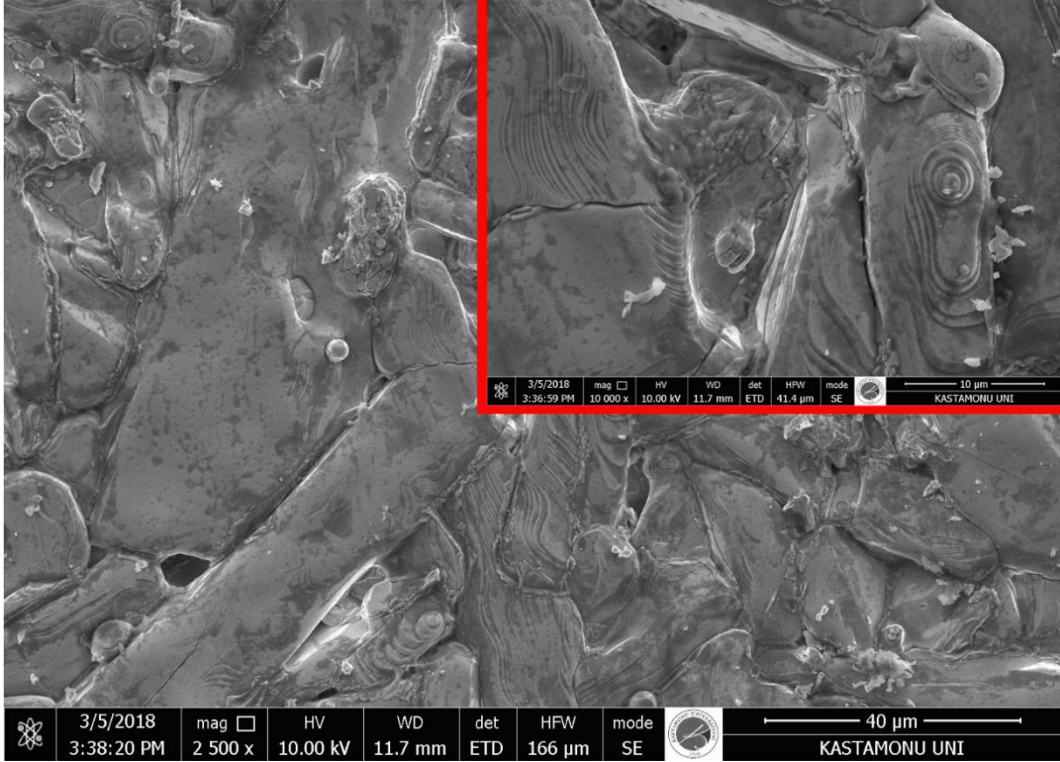
Numune	Tanecik boyutu (Å)	a örgü parametresi (Å)	b örgü parametresi (Å)	c örgü parametresi (Å)	Hacim (V)
SSR-U	28.95	3.815	3.882	11.683	173.023
SSR-C-005	29.53	3.823	3.880	11.693	173.445
SSR-C-010	37.63	3.822	3.884	11.687	173.489
SSR-C-020	43.28	3.824	3.888	11.683	173.699

6.1.2. SEM ve EDS Analizi

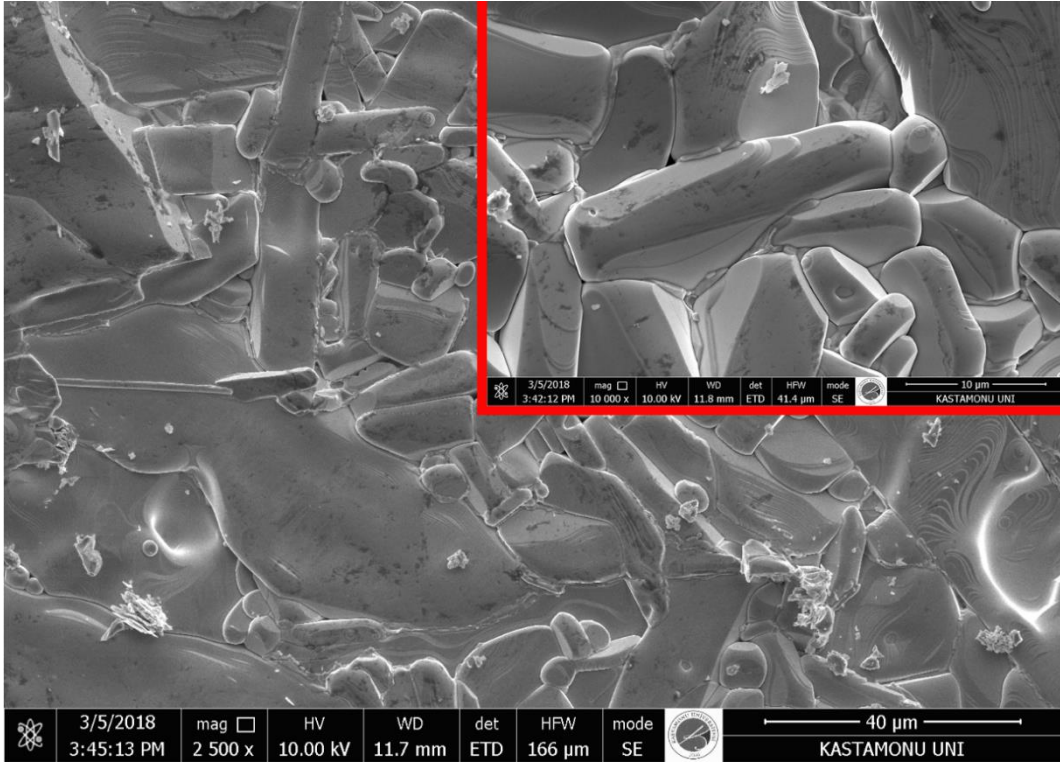
Katıhal reaksiyon yöntemi ile elde edilen Co katkılı numunelerin tanecik sınırlarını, tanecikler arası mesafeyi ve tanecik boyutlarını görebilmek için SEM analizi yapılmıştır. Şekil 6.2 bu gruptaki malzemelerin SEM görüntülerini içermektedir. Şekil 6.2’de büyük resimler 2500 büyütmede alınırken iç resimler 10000 büyütmede alınmıştır.



Şekil 6.2. Katıhal reaksiyon yöntemi ile elde edilen Co katkılı numunelerin SEM görüntüleri (a; SSR-U, b; SSR-C-005, c; SSR-C-010, d; SSR-C-020)

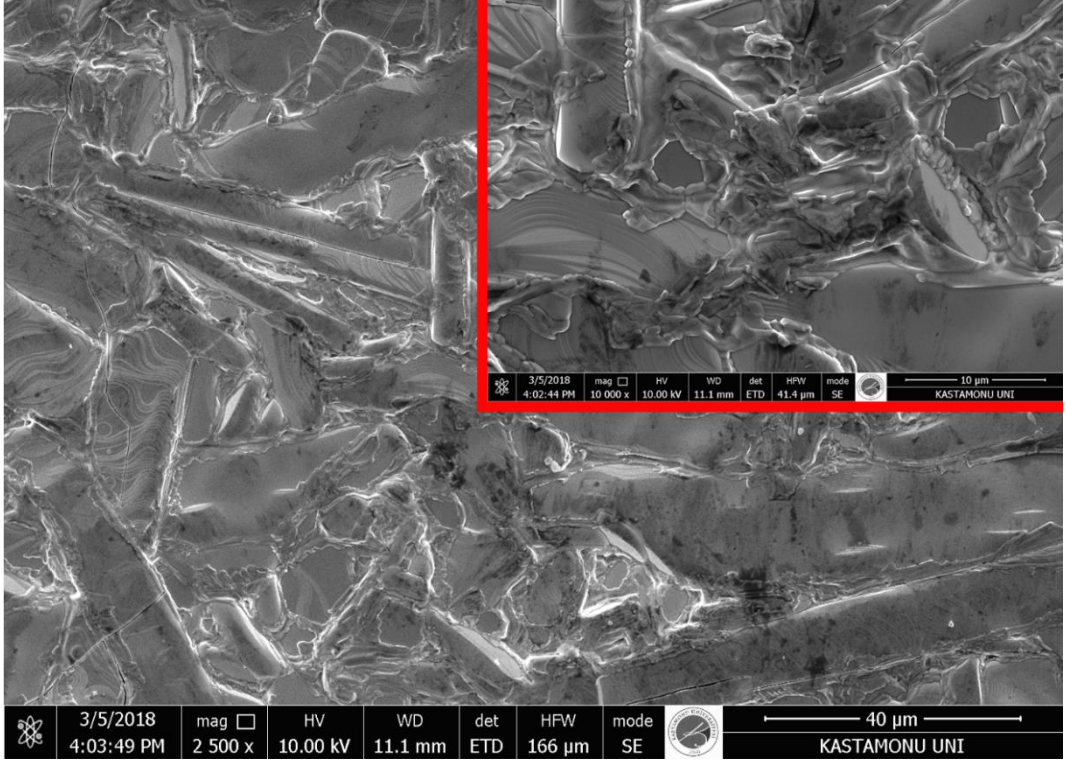


(b)



(c)

Şekil 6.2'nin devamı

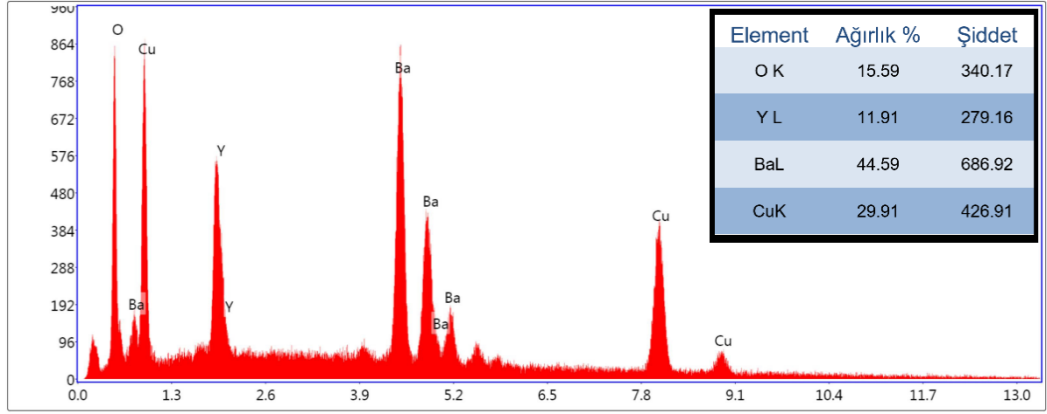


(d)

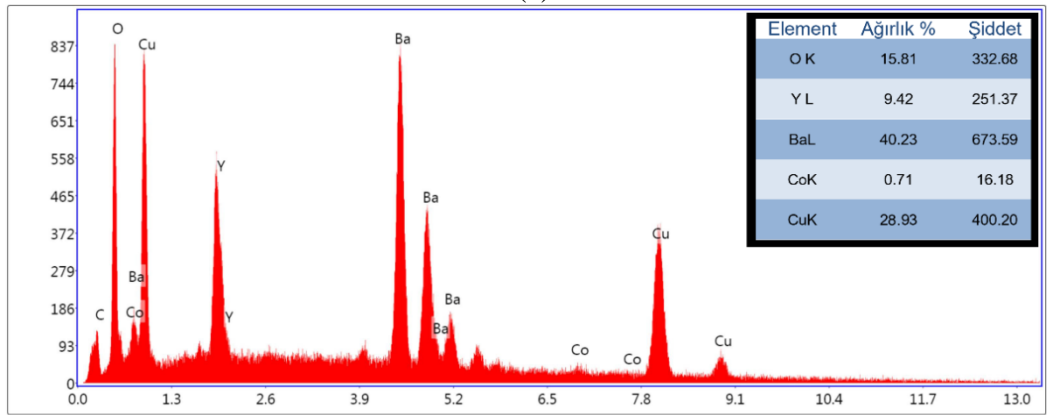
Şekil 6.2'nin devamı

SEM görüntülerinden tanecik boyutlarının Co katkısı ile arttığı görülmektedir. Bu değişim XRD sonuçları ile hesaplanan tanecik boyutu değerleri ile uyuşmaktadır. Tanecik sınırlarının ve tanecikler arası mesafenin değişimi Şekil 6.2'den açıkça görülmektedir. Ayrıca katkı ile artan tanecik boyutu aynı zamanda gözenekliliğin azalmasına neden olmuştur.

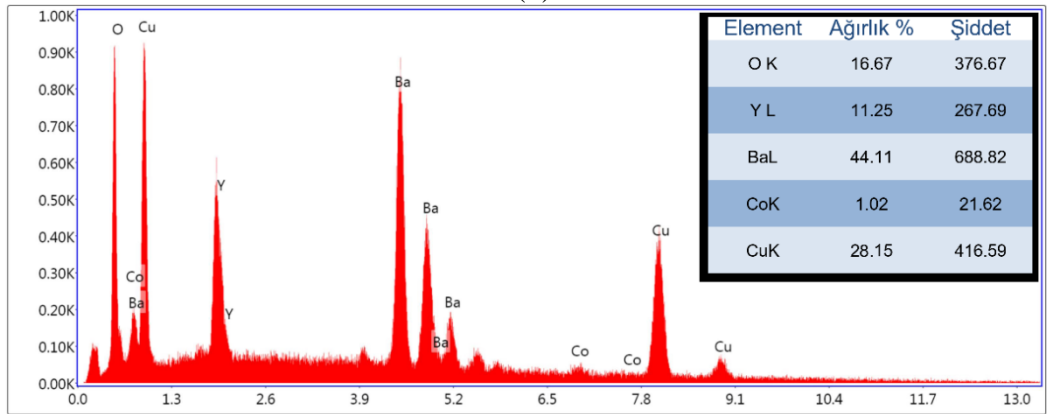
EDS spektrumunda elde edilen grafik enerjiye karşı şiddet grafiğidir. Bu sonuçlarda atom miktarı ile grafikteki şiddeti arasında doğrusal bir orantı bulunur. EDS analizi ile numune içerisinde bulunan atomların ağırlıkça oranları elde edilebilmektedir. Ayrıca EDS ile malzeme içerisinde safsızlık olup olmadığı da tespit edilebilmektedir.



(a)

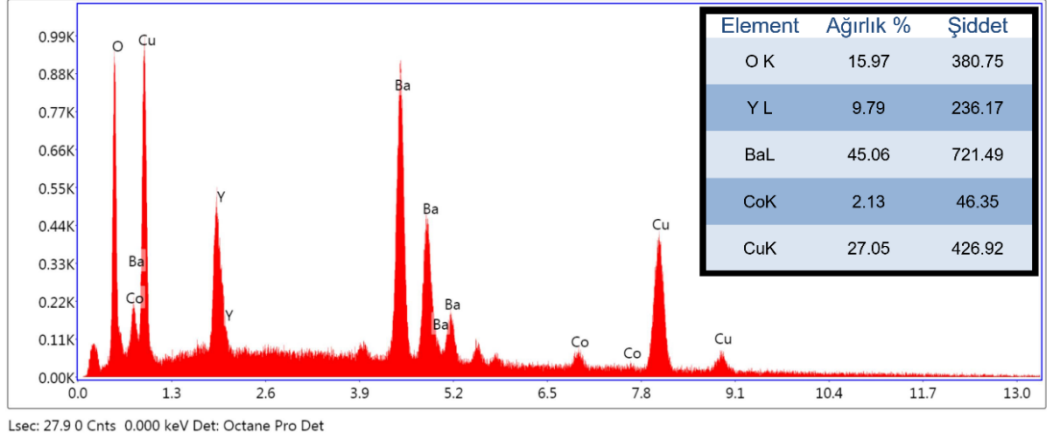


(b)



(c)

Şekil 6.3. Katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen Co katkılı numunelerin EDS sonuçları (a; SSR-U, b; SSR-C-005, c; SSR-C-010, d; SSR-C-020)



(d)

Şekil 6.3'ün devamı

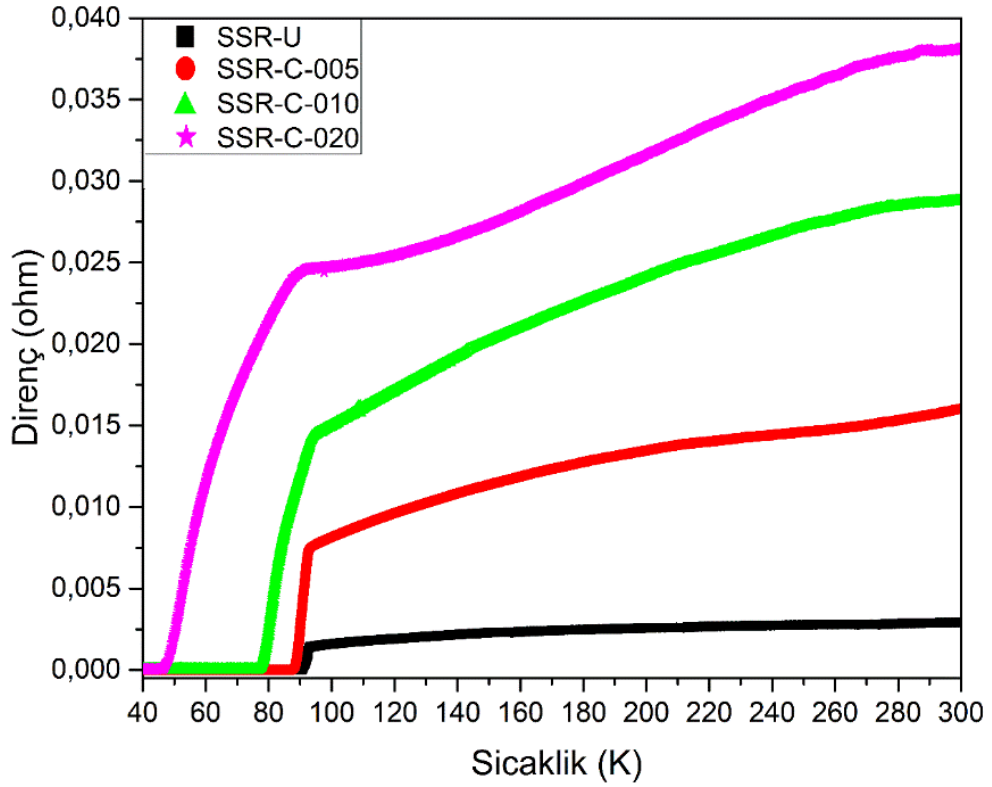
EDS sonuçları açıkça, Co katkı oranının hesaplanan şekilde arttığı ve bununla birlikte Cu oranının da azaldığını göstermektedir. Böylece, hedeflenen şekilde Co ve Cu atomları arasında bir yer değiştirme olduğu sonucuna ulaşılabilir.

6.1.3. Elektriksel Direnç Analizi

Sıcaklığa bağlı olarak alınan elektriksel direnç ölçümleri, malzemelerin düşük sıcaklıklardaki davranışı hakkında bize bilgi vermektedir.

Katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen Co katkılı numunelerin elektriksel ölçüm sonuçları Şekil 6.4'te verilmiştir.

Elektriksel direnç ölçümleri sonucunda bu grupta üretilen tüm numunelerin süperiletken özellik gösterdiği görülmüştür. Bu sonuçla birlikte yapıya giren Co atomlarının ortorombik yapıyı bozmadıkları sonucu desteklenmiştir. Katkı oranının artışı ile birlikte malzemenin kritik sıcaklık değeri düşmüştür. Bu ölçümden elde edilen değerler Tablo 6.2'de verilmiştir.



Şekil 6.4. Katihal reaksiyon yöntemi ile üretilen Co katkılı numunelerin R-T sonuçları

En yüksek geçiş sıcaklığı ve en düşük süperiletkenlik geçiş aralığı (ΔT_c) değeri katkısız numunededir. Katkı oranının artmasıyla birlikte geçiş sıcaklığı düşerken, süperiletkenlik geçiş aralığı artmıştır. Aynı zamanda oda sıcaklığı direnci de katkı oranıyla birlikte genelde artış göstermiştir. Bu durumun, yapıya giren Co atomlarının, yapının tanecik sınırları direncini arttırmasından meydana geldiği belirtilmiştir [59]. Elektriksel direncin sıcaklıkla değişim grafiğinde SSR-C-010 ve SSR-C-020 numunelerinde ikili geçişin görülmektedir. Bu durumun, tanecik sınırlarındaki zayıf bağlanmalara sebep olan safsızlık fazlarının varlığından meydana geldiği düşünülebilir [63].

Tablo 6.2. Elektriksel direnç ölçümünden elde edilen değerler

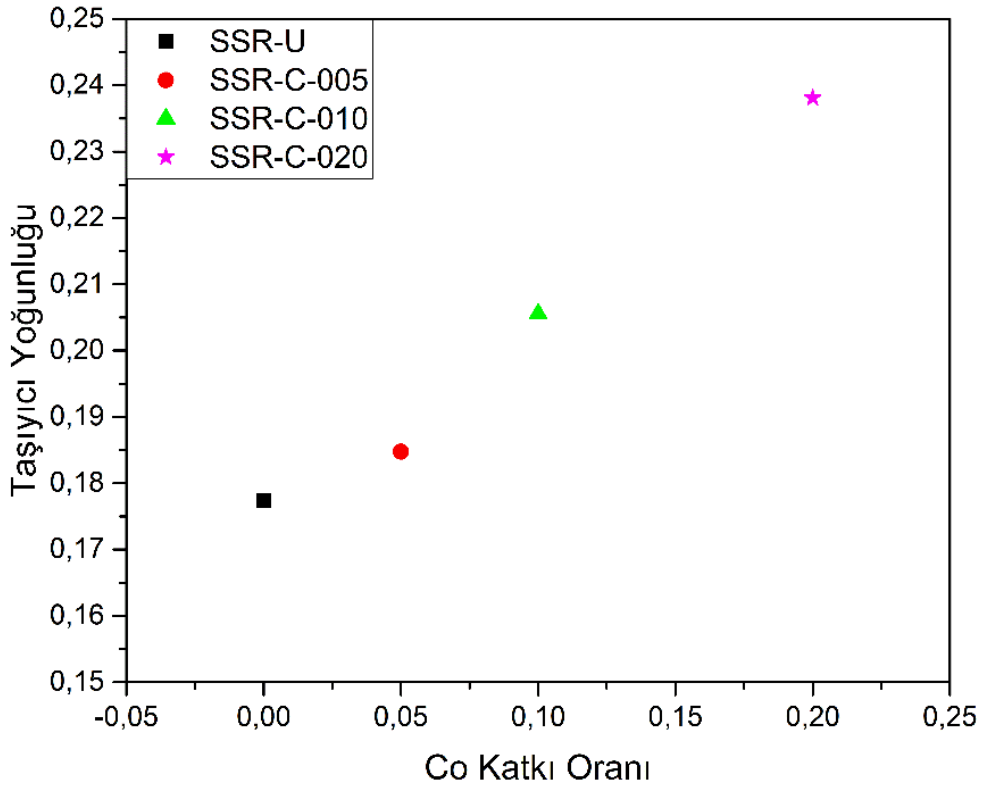
Numune	Kritik Sıcaklık (K)		ΔT_c (K) $T_c^{onset} - T_c^{offset}$
	T_c^{onset}	T_c^{offset}	
SSR-U	92.96	90.29	2.67
SSR-C-005	92.72	87.91	4.81
SSR-C-010	92.60	76.74	15.86
SSR-C-020	90.20	45.97	44.23

6.1.4. Taşıyıcı Yoğunluğu Analizi

Co^{+3} iyonu ile Cu^{+2} iyonunun yer değiştirmesi sonucunda elde edilen numunelerin her biri için fazladan bir serbest elektron ortama eklenmiştir. Bu elektronla birlikte yapıdaki elektron yoğunluğu artmaktadır. Bir süperiletkende iletimin yani yükün taşınmasının elektronlarla sağlandığı düşünülürse, her bir Co^{+3} katkısında taşıyıcı yoğunluğunda bir artış göstermesi beklenen bir durumdur. Taşıyıcı yoğunluğu ise denklem (6.1) kullanılarak hesaplanmaktadır.

$$\frac{T_C}{T_C^{max}} = 1 - 82.6(p - 0.16)^2 \quad (6.1)$$

formülü kullanılmıştır. p taşıyıcı yoğunluğu, T_C malzemenin direncinin sıfır olduğu ilk sıcaklık ve T_C^{max} ise işlenen fazın en yüksek kritik sıcaklık değeridir. Taşıyıcı yoğunluğunun katkı oranına göre elde edilen grafiği Şekil 6.5'te ve hesaplanan değerler Tablo 6.3'te verilmiştir.



Şekil 6.5. Taşıyıcı yoğunluğunun katkı oranına göre grafiği

Cu-O₂ düzlemlerinde meydana gelen taşıyıcı yoğunluğundaki artma, numunelerin süperiletkenlik geçiş sıcaklığı değerlerinde azalmaya neden olmuştur. Bilindiği gibi YBCO süperiletkenlerinde oksijen miktarı kritik sıcaklığı belirlemektedir. Ortama eklenen her bir elektron yapıda oksijen tutmaktadır. Sonuç olarak katkı ile yapıdaki oksijen miktarı da artmakta ve kritik sıcaklık değerleri düşmektedir.

Bunun yanı sıra Co⁺³ iyonunun farklı yüke, iyonik yarıçapa ve elektronik yapıya sahip olmasından dolayı Cu⁺² yerine her geçişinde sistemde düzensizliğe yol açar.

Tablo 6.3. *Taşıyıcı yoğunluğu hesabından elde edilen değerler*

Numune	Yük Taşıyıcı Yoğunluğu (p)
SSR-U	0.1774
SSR-C-005	0.1848
SSR-C-010	0.2055
SSR-C-020	0.2381

6.1.5. Mekanik Özelliklerin Analizi

Süperiletken bir malzeme için, elektriksel özelliklerinin yanı sıra mekanik özellikler de önemlidir. Sertlik, gerilme, kırılma dayanımı ve elastik modülü gibi birtakım özelliklerin belirlenmesi ve uygun çalışma için optimize edilebilmesi önemlidir. Bu amaç doğrultusunda mekanik özelliklerin incelenmesi için kullanılan yöntemlerden en yaygını Vickers mikrosertlik testidir.

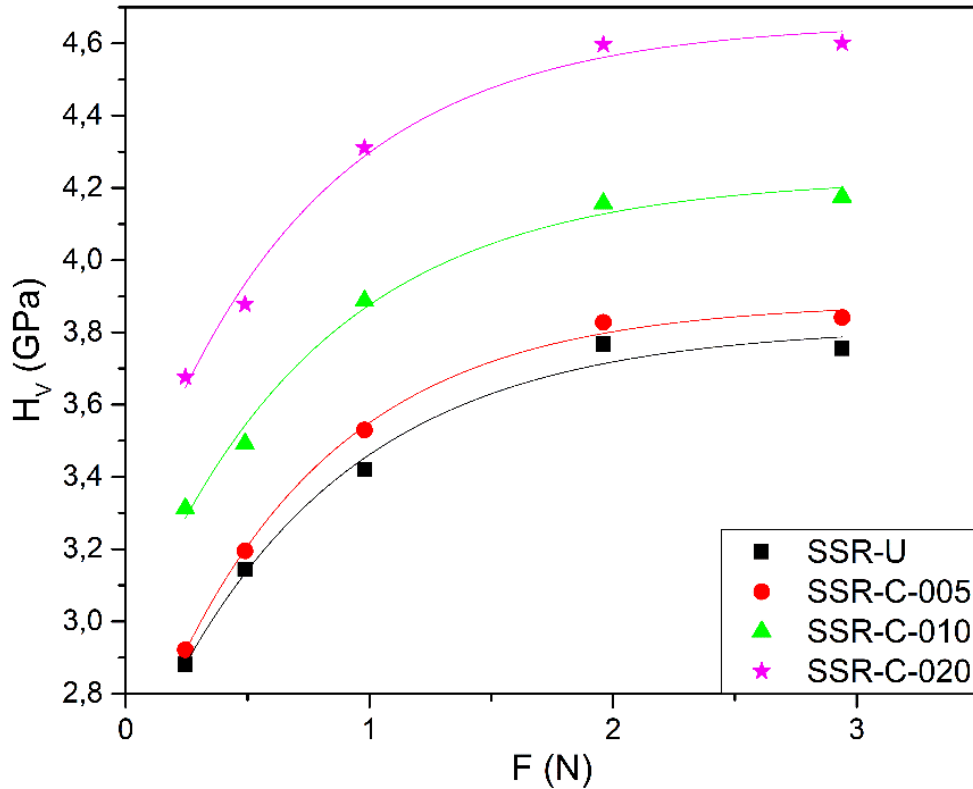
Malzemenin yüzeyine uygulanan yüke karşı gösterdiği direnç sertlik olarak tanımlanmaktadır. Malzeme sertliği, üretim aşamasında gerçekleştirilen işlemler ile değişkenlik gösterebilmektedir. Katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen Co katkılı numuneler için gerçekleştirilen Vickers sertlik testi, piramit çentici uç kullanılmasından dolayı hassas sonuçlar verebilmektedir [28].

Mekanik karakterizasyon amacıyla gerçekleştirilen mikrosertlik testi, belirlenen yükler için ($F = 0.245, 0.490, 0.980, 1.960$ ve $2.940N$) çentici ucun numune yüzeyine 10 saniye boyunca uygulanması sonucunda oluşan izin ölçülmesine dayanmaktadır.

Literatürde malzemelerin mikrosertlik değerleri yorumlanırken 2 farklı tür davranıştan bahsedilmektedir. Bunlardan ilki ÇBE (Çentik Boyutu Etkisi) denilen ve malzeme yüzeyine uygulanan yük ile mikrosertlik değerinin azaldığı şeklinde ifade edilen bir davranıştır. Bu tür malzemelerde hem elastik deformasyon hem de plastik deformasyon görülmektedir.

Bir diğeri de TÇBE'dir (Ters Çentik Boyutu Etkisi). Bu durumda ise malzeme uygulanan yüke karşı artan bir mikrosertlik değeri göstermektedir. Ayrıca bu malzemeler sadece plastik deformasyon sergilemektedir. Elastik deformasyon gözlenmez ya da plastik deformasyon ile kıyasla çok küçük değerdedir.

TÇBE durumunda, numunenin dirençle karşılaşmadığını ve elastik deformasyona uğramadığını söyleyebiliriz. Sadece çentik izinden yüzeye doğru gelindiğinde çenticinin etkisinin azalmasıyla yüzeyde bir elastik değişim gözlenmiştir.



Şekil 6.6. Katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen Co katkılı numunelere ait sertlik grafiği

Bu gruptaki numuneler için elde edilen sertlik değerlerinin uygulanan yüke göre grafiği Şekil 6.6'da verilmiştir. Bu grafikte katkı oranının artışı ile sertlik değerlerindeki artış görülmektedir. Ayrıca her numune uygulanan yükün artmasıyla birlikte daha yüksek sertlik değerleri vermiştir. Literatürde de uygulanan yükün artmasıyla mikrosertliğin artması şeklinde tanımlanan bu malzeme davranışına Ters Çentik Boyutu Etkisi (TÇBE) denir.

Elde edilen sertlik sonuçlarında (Tablo 6.4) en yüksek sertlik değeri $x=0.20$ Co katkılanmış SSR-C-020 numunesinde görülmüştür. Ayrıca en yüksek elastik modülü değeri ve en düşük kırılma dayanımı değerleri yine SSR-C-020 numunesinde görülmüştür. Bu beklenen bir sonuçtur. Çünkü malzemenin kuvvet altında elastik şekil değiştirmesinin ölçüsü olarak tanımlanan elastik modülü değeri sert bir malzeme için yüksek olacaktır. Katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen Co katkılı Y123 numunelerinde katkı oranı arttıkça sertlik değerinin de arttığı görülmüştür ve bu sonuçlar SEM görüntülerinden elde edilen gözenekliliğin azalması ve tanecik boyutunun artması ile de desteklenmektedir.

Tabloda verilen E ve Y değerleri;

$$E = 81.9635 H_V \quad (6.2)$$

$$Y \approx H_V/3 \quad (6.3)$$

formülleri kullanılarak hesaplanmıştır.

Tablo 6.4. Katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen Co katkılı numunelere ait sertlik, elastik modülü ve gerilme değerleri

Numune	F (N)	H _v (GPa)	E (GPa)	Y (GPa)
SSR-U	0.245	2.881	236.15	0.960
	0.490	3.143	257.63	1.048
	0.980	3.420	280.28	1.140
	1.960	3.768	308.80	1.256
	2.940	3.755	307.80	1.252
SSR-C-005	0.245	2.922	239.47	0.974
	0.490	3.195	261.87	1.065
	0.980	3.530	289.31	1.177
	1.960	3.828	313.75	1.276
	2.940	3.841	314.84	1.280
SSR-C-010	0.245	3.313	271.51	1.104
	0.490	3.492	286.23	1.164
	0.980	3.887	318.59	1.296
	1.960	4.157	340.73	1.386
	2.940	4.175	342.20	1.392
SSR-C-020	0.245	3.677	301.37	1.226
	0.490	3.878	317.83	1.293
	0.980	4.311	353.34	1.437
	1.960	4.597	376.77	1.532
	2.940	4.601	377.12	1.534

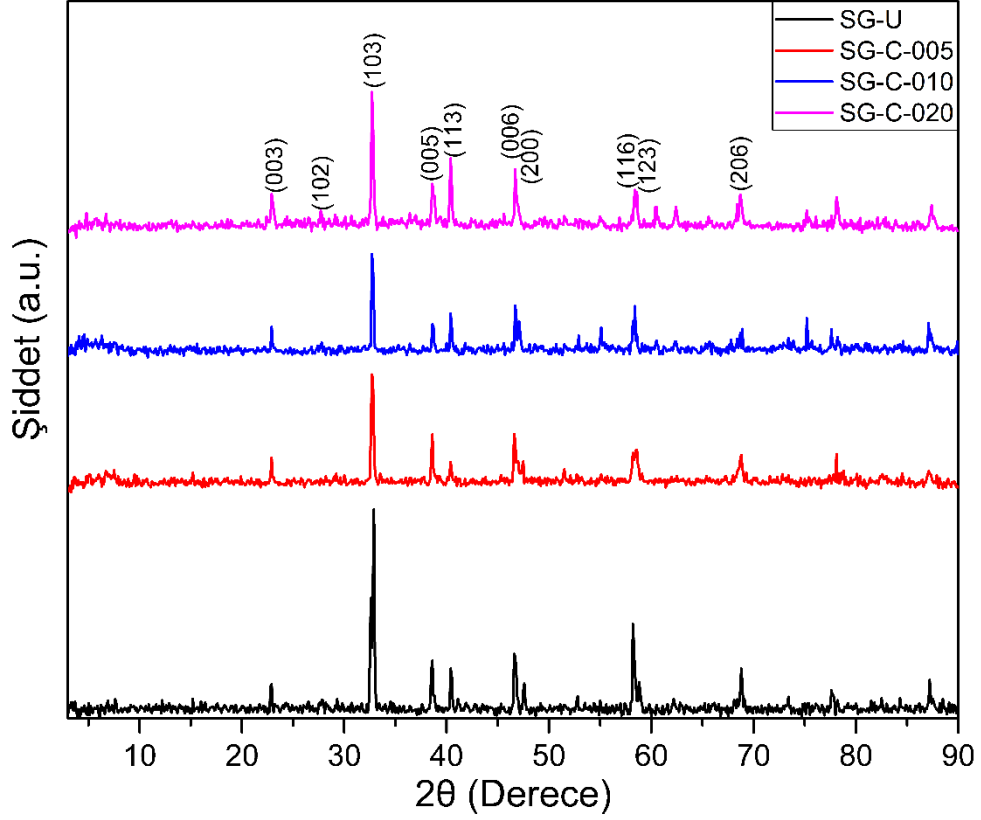
6.2. Sol-Jel Yöntemiyle Üretilen Co Katkılı Numuneler

6.2.1. XRD Analizi

$Y_1Ba_2Cu_{3-x}Co_xO_{7-\delta}$ genel formülünde $x=0, 0.05, 0.10$ ve 0.20 katkı oranları kullanılarak sol-jel yöntemiyle üretilen numunelerin XRD desenleri ve bazı miller indisleri Şekil 6.7' de verilmiştir.

Sol-jel yöntemi ile üretilen numunelerin XRD grafikleri incelendiğinde miller indisleri ile belirtilen piklerin Y123 fazına ait pikler olduğu görülmektedir. XRD desenlerinde Co atomuna ait bir pike rastlanmaması katkılama işleminin sonucunda Co atomlarının çoğunluğunun ortorombik Y123 yapısına girdiğini göstermektedir. Katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen Co katkılı numunelerde olduğu gibi bu grupta da, yer değiştiren Co^{+3} ve Cu^{+2} iyonlarının iyonik yarıçaplarının birbirine yakın olması, katkılama işleminin sonucunda Co atomlarının yapıya girerek XRD

desenlerinde görünmemesini sağlamıştır. Yapıya giren Co atomları pik şiddetlerinde bazı değişikliklere yol açmış olsa da ortorombik yapıyı bozmamıştır.



Şekil 6.7. Sol-jel yöntemi ile üretilen Co katkılı numunelerin XRD grafiği

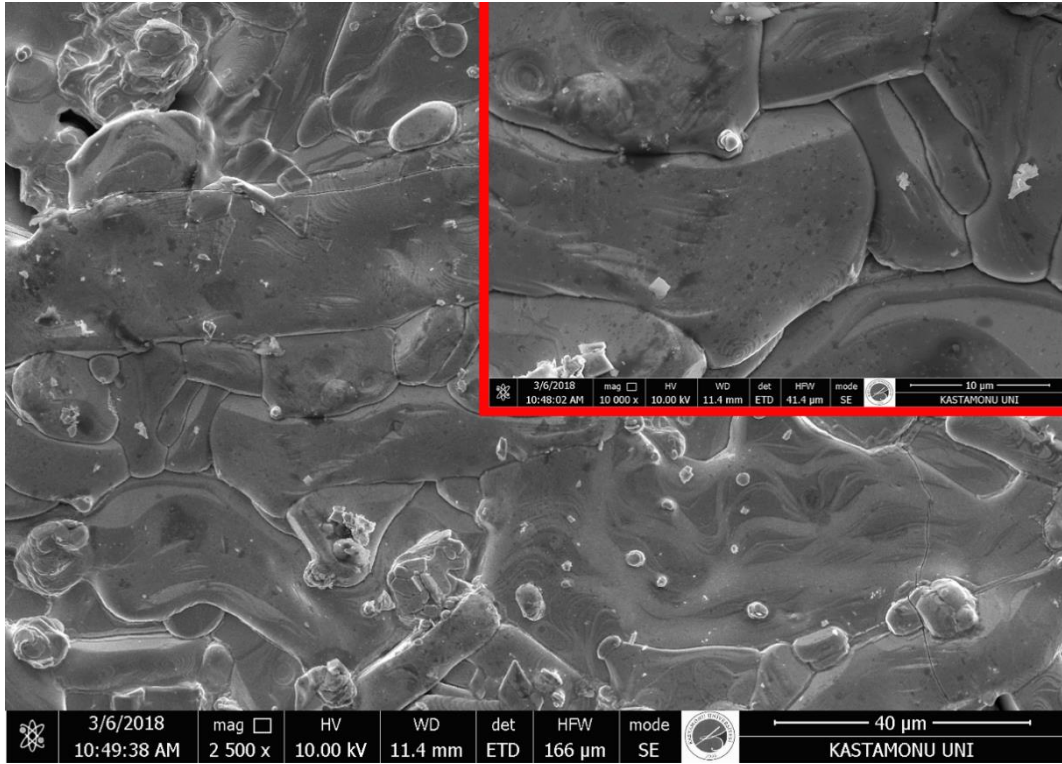
Literatürde Y123 fazına ait örgü parametreleri sırasıyla $a = 3.82\text{Å}$, $b = 3.89\text{Å}$ ve $c = 11.7\text{Å}$ olarak verilmektedir. Sol-jel yöntemiyle üretilen Co katkılı Y123 süperiletken numunelerinin tabloda verilen örgü parametrelerinin literatürle uyum içerisinde olduğu açıktır. Ayrıca tanecik boyutu değerleri Co katkısı ile artmıştır. Katkı ile tanecik aralarındaki boşlukların kısmen dolması ve Co^{+3} (0.745Å) iyonik yarıçapının bir miktarda olsa Cu^{+2} (0.73Å) den büyük olması tanecik boyutunda artmaya sebep olmuştur.

Tablo 6.5. Örgü parametreleri ve tanecik boyutu değerleri

Numune	Tanecik boyutu (Å)	a örgü parametresi (Å)	b örgü parametresi (Å)	c örgü parametresi (Å)	Hacim (V)
SG-U	28.21	3.822	3.898	11.619	173.102
SG-C-005	31.59	3.862	3.847	11.655	173.159
SG-C-010	32.90	3.875	3.849	11.696	174.444
SG-C-020	41.81	3.881	3.847	11.722	175.011

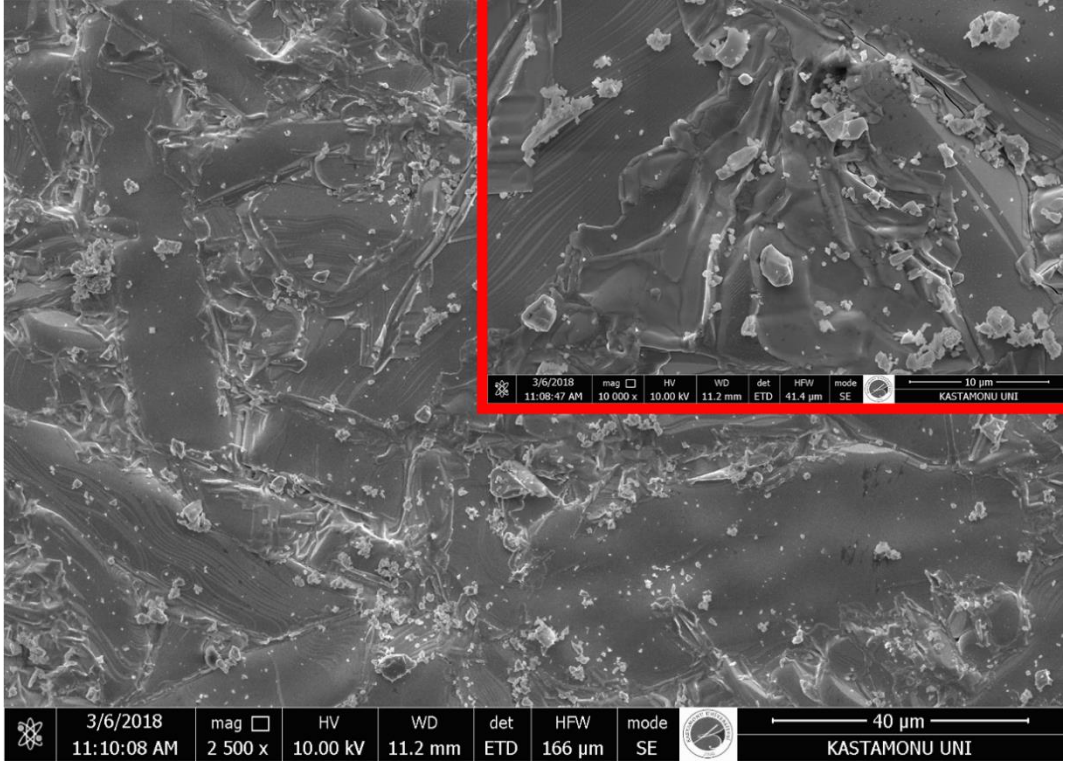
6.2.2. SEM ve EDS Analizi

Sol-jel yöntemi ile üretilen Co katkılı numunelerin tanecikler arası mesafelerini, tanecik sınırlarını ve tanecik boyutlarını belirlemek için SEM analizi yapılmıştır. Şekil 6.8 bu gruptaki malzemelerin SEM görüntülerini içermektedir. Şekil 6.8'de büyük resimler 2500 büyütmede alınırken iç resimler 10000 büyütmede alınmıştır.

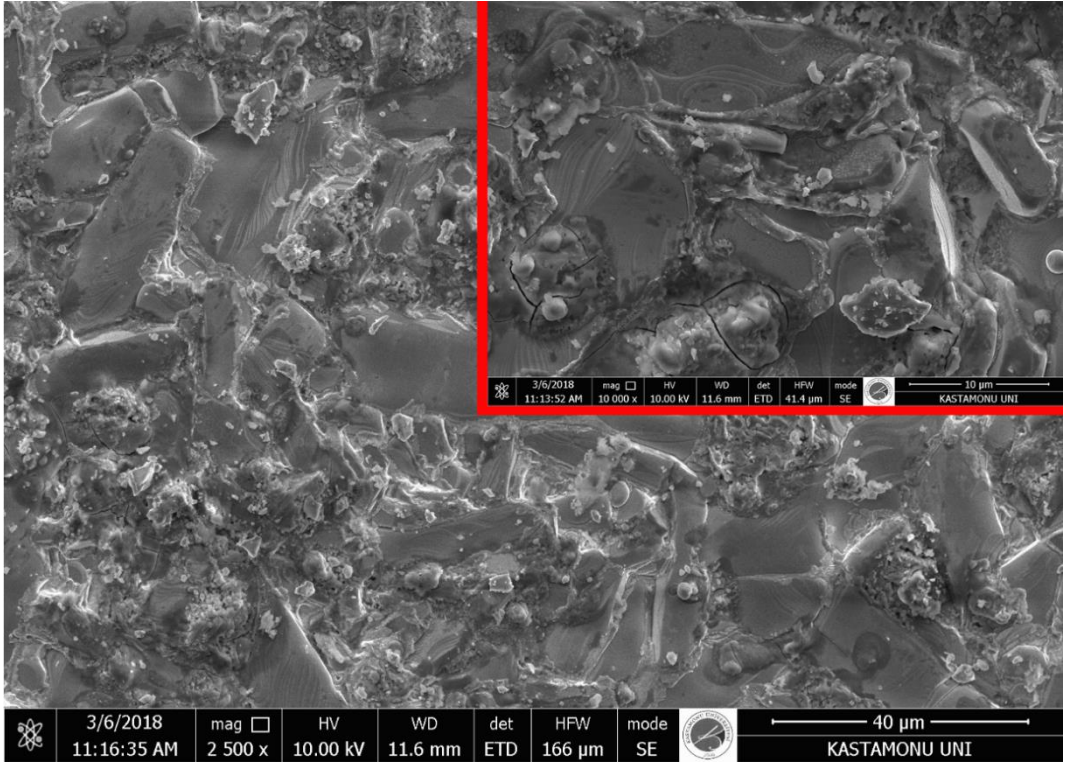


(a)

Şekil 6.8. Sol-jel ile üretilen Co katkılı numunelerin SEM görüntüleri (a; SSR-U, b; SSR-C-005, c; SSR-C-010, d; SSR-C-020)

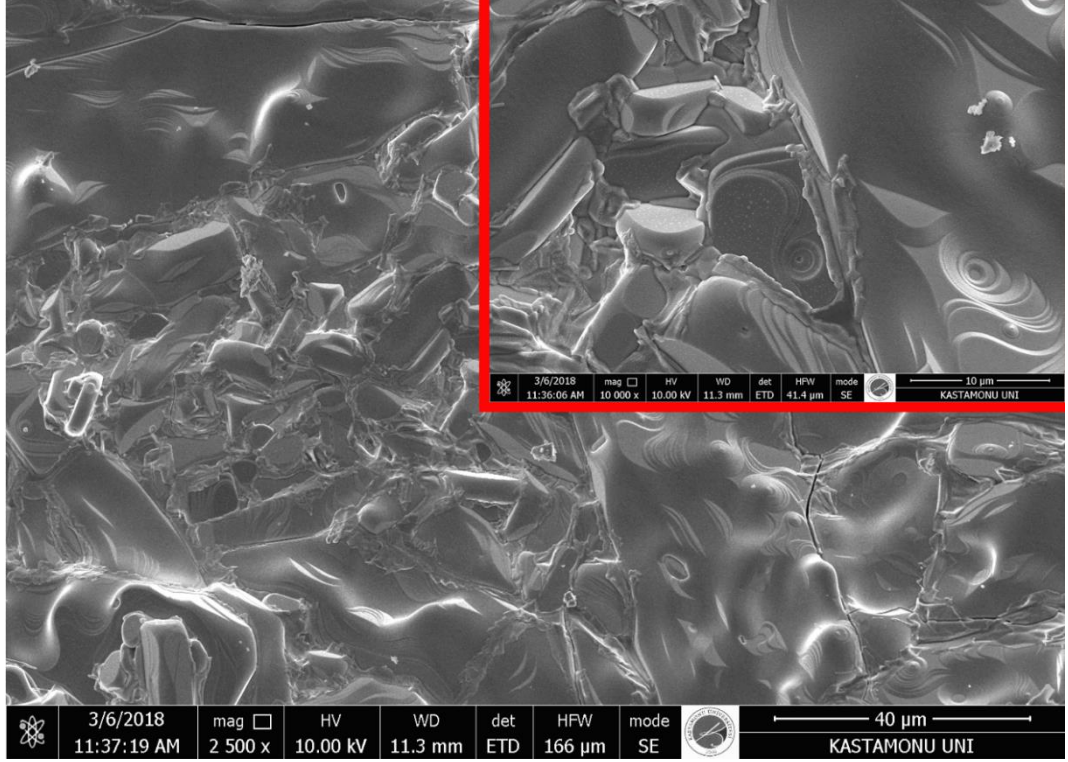


(b)



(c)

Şekil 6.8'in devamı



(d)

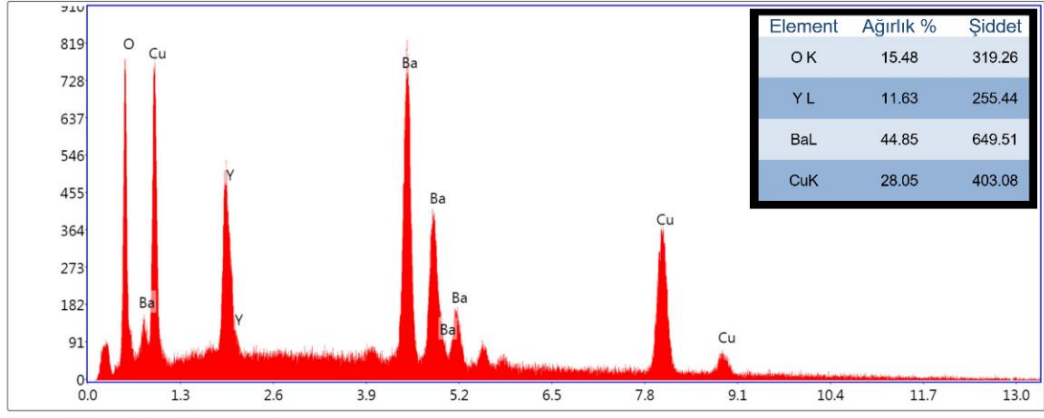
Şekil 6.8'in devamı

Sol-jel yöntemi ile üretilen Co katkılı numunelere ait SEM görüntülerinden, Co katkısının artmasıyla tanecik boyutlarının arttığı ve bunun yanı sıra tanecik sınırlarının değişerek daha az gözenekliliğe sahip numuneler elde edildiği görülmektedir. Tanecik boyutlarındaki değişim XRD sonuçları ile hesaplanan tanecik boyutu değerleri ile uyumaktadır.

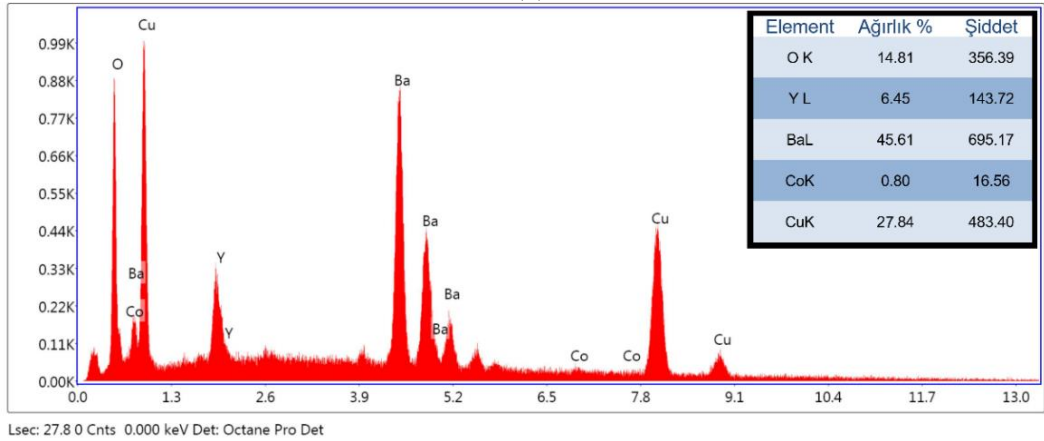
EDS spektrumu sonucunda elde edilen grafik, enerjiye karşı şiddet grafiğidir. Bu sonuçlarda, numunedeki atom miktarı ile grafikteki şiddeti arasında doğrusal bir orantı bulunur. EDS analizi ile numune içerisinde bulunan atomların ağırlıkça oranları elde edilebilirken, malzeme içerisinde safsızlık olup olmadığı da tespit edilebilmektedir.

Sol-jel yöntemi ile üretilen Co katkılı numunelerden alınan EDS sonuçları Şekil 6.9'da verilmiştir. Grafik ve içerisinde bulunan tablolardan, Co katkı oranının hesaplanan şekilde arttığı ve bununla birlikte Cu oranının da azaldığını açıkça

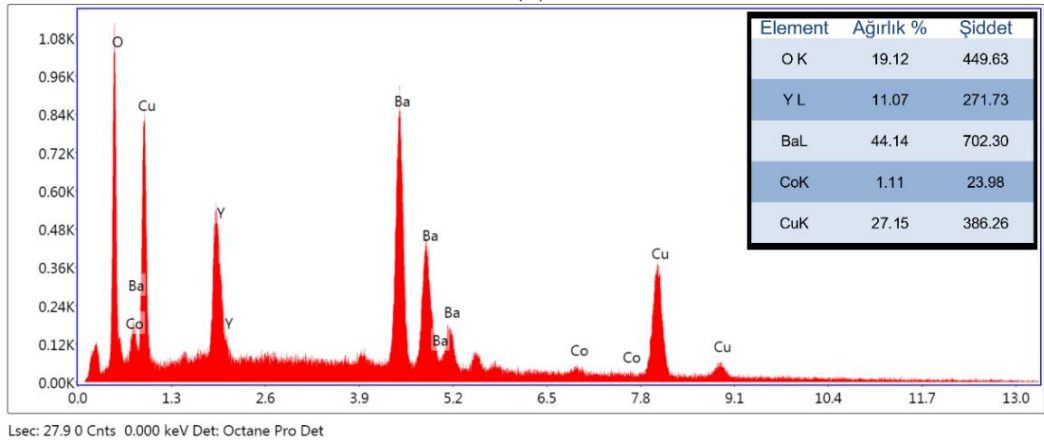
görülmektedir. Böylece, hedeflenen şekilde Co ve Cu atomları arasında bir yer değişimi olduğu sonucuna ulaşılabilir.



(a)

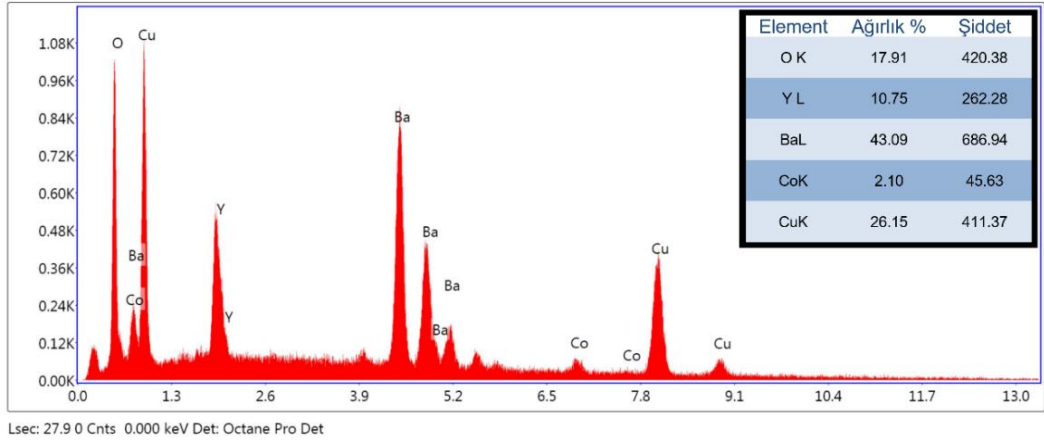


(b)



(c)

Şekil 6.9. Sol-jel yöntemi ile üretilen Co katkılı numunelerin EDS sonuçları (a; SSR-U, b; SSR-C-005, c; SSR-C-010, d; SSR-C-020)

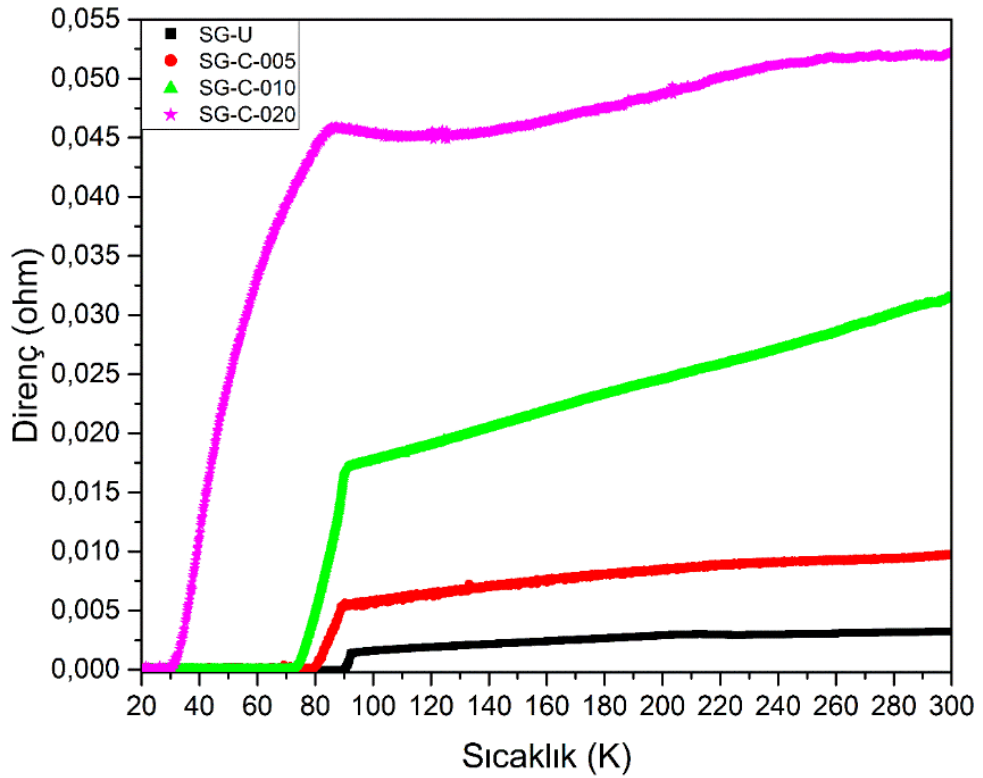


(d)

Şekil 6.9'un devamı

6.2.3. Elektriksel Direnç Analizi

Sol-jel yöntemi ile üretilen Co katkılı numunelerin elektriksel ölçüm sonuçları Şekil 6.10'da verilmiştir.



Şekil 6.10. Sol-jel yöntemi ile üretilen Co katkılı numunelerin R-T sonuçları

Elektriksel direnç ölçümleri sonucunda, sol-jel ile üretilen tüm numunelerin süperiletken özellik gösterdiği görülmüştür. Böylece yapıya giren Co atomlarının ortorombik yapıyı bozmadıkları sonucu desteklenmiştir. Üretilen malzemelere yapılan katkı oranının artmasıyla birlikte malzemelerin kritik sıcaklık değeri düşmüştür. Daha önce de ifade edildiği gibi Cu-O₂ düzlemlerinde meydana gelen taşıyıcı yoğunluğundaki artma, numunelerin süperiletkenlik geçiş sıcaklığı değerlerinde azalmaya neden olmuştur. YBCO süperiletkenlerinde oksijen miktarı kritik sıcaklığı belirlemektedir. Dolayısıyla ortama eklenen her bir elektron yapıda oksijen tutmaktadır. Sonuç olarak katkı ile yapıdaki oksijen miktarı da artmakta ve kritik sıcaklık değerleri düşmektedir. Elde edilen değerler Tablo 6.6' da verilmiştir.

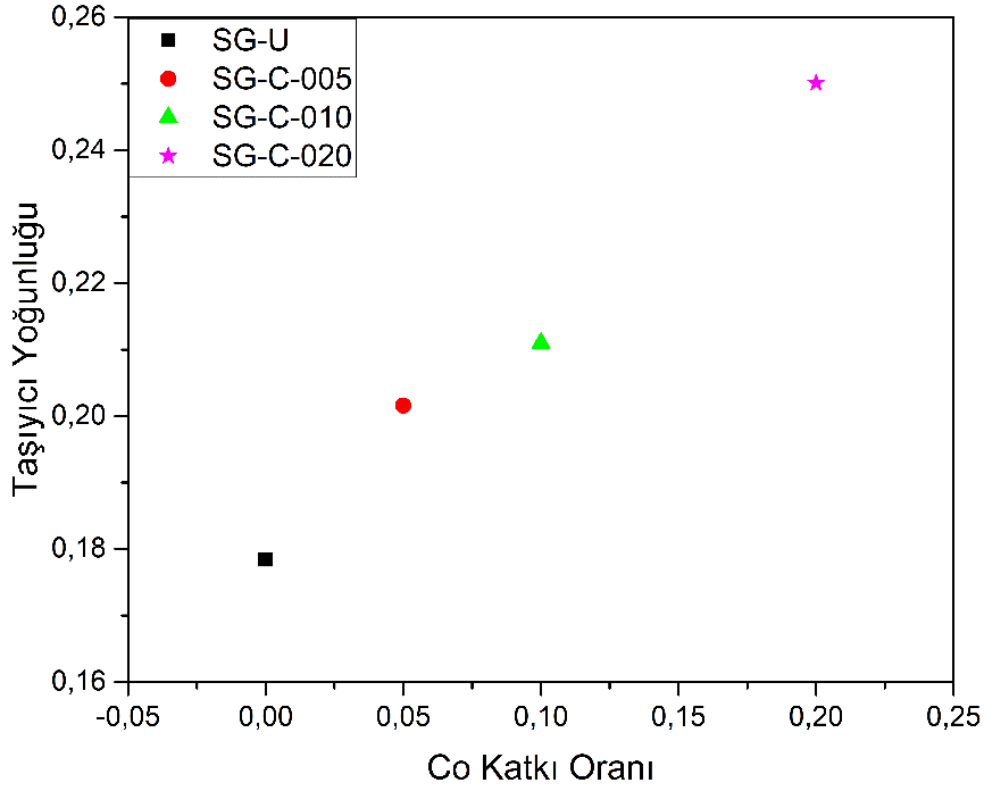
Tablo 6.6. *Elektriksel direnç ölçümünden elde edilen değerler*

Numune	Kritik Sıcaklık (K)		ΔT_c (K)
	T_c^{onset}	T_c^{offset}	$T_c^{onset} - T_c^{offset}$
SG-U	92.46	90.00	2.46
SG-C-005	89.09	79.38	9.71
SG-C-010	89.05	72.71	16.34
SG-C-020	83.59	30.49	53.10

Bu gruptaki numunelerde en yüksek geçiş sıcaklığı ve en düşük süperiletkenlik geçiş aralığı (ΔT_c) değeri katkısız numunededir. Katkı oranının artışıyla geçiş sıcaklığı değeri düşerken, süperiletkenlik geçiş aralığı artmıştır. Oda sıcaklığı direnci de katkı oranıyla birlikte genel bir artış göstermiştir. Elektriksel direncin sıcaklıkla değişim grafiğinde SG-C-U ve SSR-C-010 numunelerinde ikili geçişin görülmektedir. Bu durumun, tanecik sınırlarındaki zayıf bağlanmalara neden olan safsızlık fazlarından kaynaklandığı düşünülmektedir [63].

6.2.4. Taşıyıcı Yoğunluğu Analizi

Taşıyıcı yoğunluğu değeri katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen Co katkılı numunelerde olduğu gibi bu grupta da benzer şekilde hesaplanmış olup elde edilen değerler Şekil 6.11'de verilmiştir.



Şekil 6.11. Taşıyıcı yoğunluğunun katkı oranına göre grafiği

Sol-jel yöntemi ile üretilen Co katkılı numuneler için en yüksek taşıyıcı yoğunluğu değeri SG-C-020 numunesinde elde edilmiştir (Tablo 6.7). Co^{+3} iyonu ile Cu^{+2} iyonunun yer değiştirmesi sonucunda elde edilen numunelerin her biri için fazladan bir serbest elektron ortama eklenmiştir. Bu elektronla birlikte yapıdaki elektron yoğunluğu artmaktadır. Bir süperiletkende iletimin yani yükün taşınmasının elektronlarla sağlandığı düşünülürse her bir Co^{+3} katkısında taşıyıcı yoğunluğunda bir artış gözlenecektir.

Tablo 6.7. Taşıyıcı yoğunluğu için hesaplanan değerler

Numune	Yük Taşıyıcı Yoğunluğu (p)
SG-U	0.1784
SG-C-005	0.2016
SG-C-010	0.2110
SG-C-020	0.2501

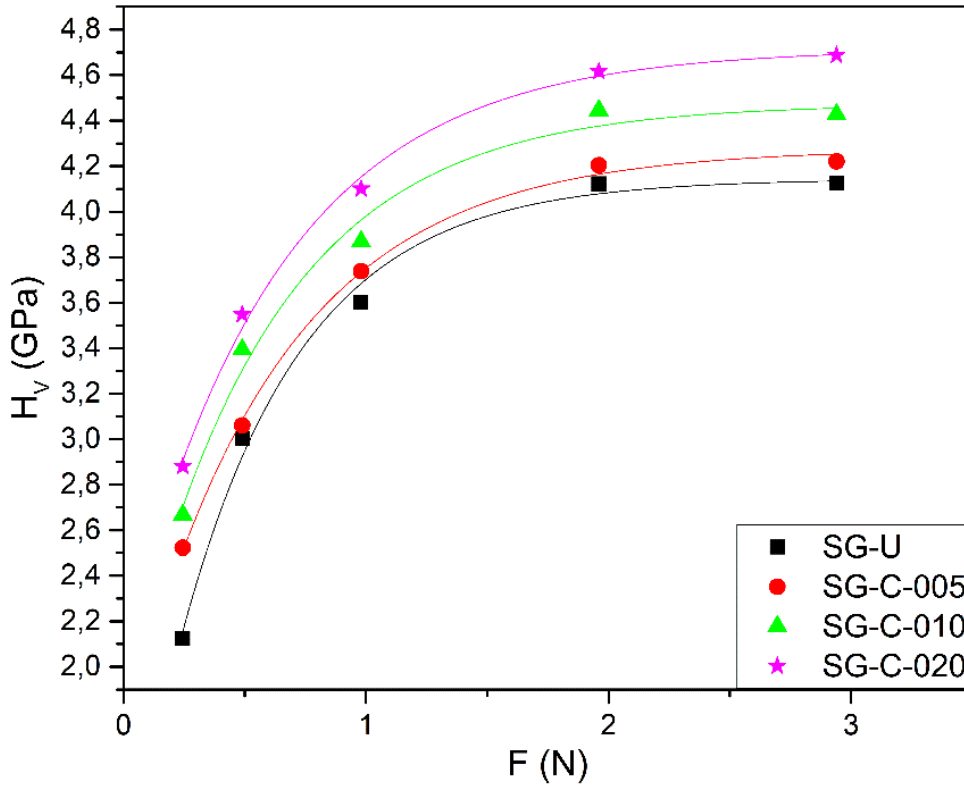
Cu-O₂ düzlemlerinde meydana gelen taşıyıcı yoğunluğundaki artma, numunelerin süperiletkenlik geçiş sıcaklığı değerlerinde azalmaya neden olmuştur. Bilindiği gibi

YBCO süperiletkenlerinde oksijen miktarı kritik sıcaklığı belirlemektedir. Ortama eklenen her bir elektron yapıda oksijen tutmaktadır. Sonuç olarak katkı ile yapıdaki oksijen miktarı da artmakta ve kritik sıcaklık değerleri düşmektedir.

6.2.5. Mekanik Özelliklerin Analizi

Sol-jel yöntemi kullanılarak üretilen Co katkılı numunelerin mikrosertlik grafiği Şekil 6.12’de verilmiştir.

Sol-jel yöntemi ile üretilen Co katkılı numunelere ait sertlik değerlerinin uygulanan yüke göre grafiği Şekil 6.12’de verilmiştir. Bu grafikte katkı oranının artışı ile sertlik değerlerinin de arttığı görülmektedir. Numune yüzeyine uygulanan yükün artmasıyla, daha yüksek sertlik değerleri veren numune davranışına Ters Çentik Boyutu Etkisi (TÇBE) denilir. Bu durumda sol-jel yöntemi ile üretilen numunelerin davranışları da TÇBE davranışına uymaktadır. TÇBE davranışı, numunenin çatlama, gözeneklilik ve düzensizliği, safsızlık fazları ve düzensiz tane yönelimi dağılımından kaynaklanmaktadır.



Şekil 6.12. Sol-jel yöntemi ile üretilen Co katkılı numunelere ait sertlik grafiği

En yüksek sertlik değeri SG-C-020 numunesinde ölçülmüş olup, en düşük sertlik değeri katkısız numunede görülmüştür (Tablo 6.8). En yüksek elastik modülü değeri ve en düşük kırılma dayanımı değerleri de SG-C-020 numunesinde görülmüştür. Sol-jel yöntemi ile üretilen Co katkılı numunelerde görülen, katkı oranı ile sertlik değerinin artışı, SEM görüntülerinden elde edilen gözenekliliğin azalması ve tanecik boyutunun artması ile de desteklenmektedir.

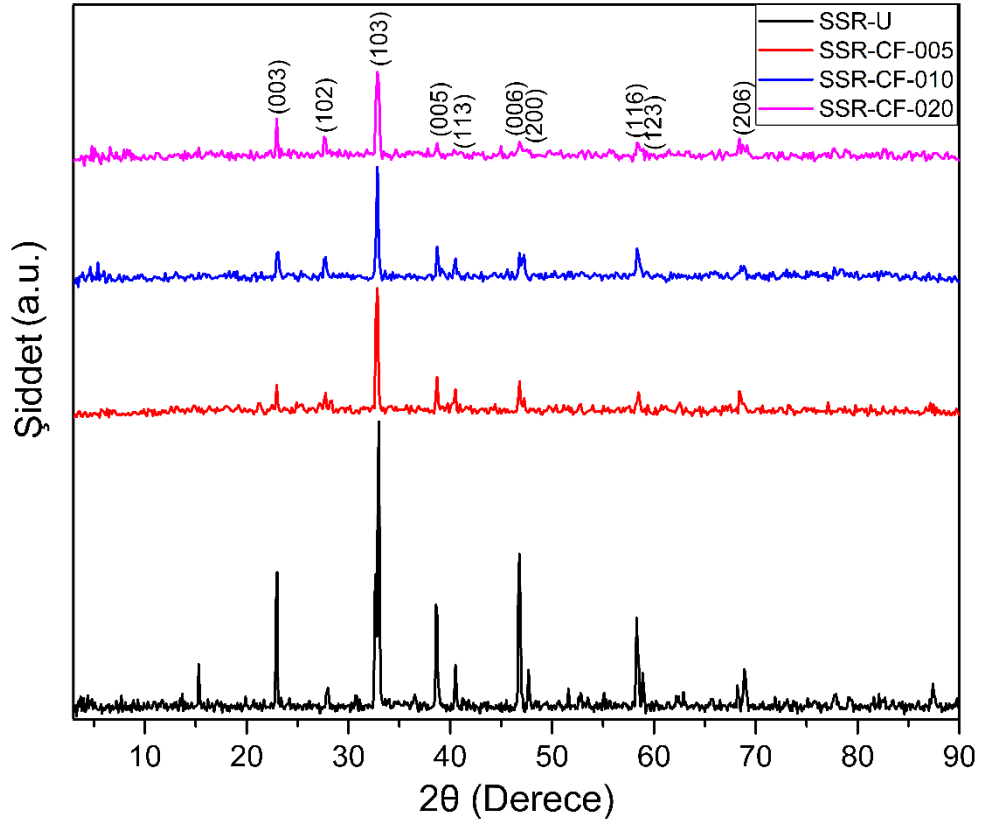
Tablo 6.8. Sol-jel yöntemi ile üretilen Co katkılı numunelere ait sertlik, elastik modülü ve gerilme değerleri

Numune	F (N)	H _v (GPa)	E (GPa)	Y (GPa)
SG-U	0.245	2.126	174.25	0.709
	0.490	3.073	251.87	1.024
	0.980	3.601	295.15	1.200
	1.960	4.122	337.85	1.374
	2.940	4.126	338.18	1.375
SG-C-005	0.245	2.523	206.77	0.841
	0.490	3.031	248.45	1.010
	0.980	3.638	298.16	1.213
	1.960	4.204	344.59	1.401
	2.940	4.221	345.93	1.407
SG-C-010	0.245	2.668	218.66	0.889
	0.490	3.394	278.19	1.131
	0.980	3.868	317.02	1.289
	1.960	4.445	364.37	1.482
	2.940	4.427	362.88	1.476
SG-C-020	0.245	2.881	236.15	0.960
	0.490	3.548	290.83	1.183
	0.980	4.100	336.07	1.367
	1.960	4.616	378.36	1.539
	2.940	4.688	384.24	1.563

6.3. Katıhal Reaksiyon Yöntemiyle Üretilen CoFe₂O₄ Katkılı Numuneler

6.3.1. XRD Analizi

Y₁Ba₂Cu_{3-x}(CoFe₂O₄)_xO_{7-δ} genel formülü kullanılarak yapılan CoFe₂O₄ katkılama işleminde x=0, 0.05, 0.10 ve 0.20 olarak belirlenmiştir. Bu grupta üretilen numunelerin XRD desenleri Şekil 6.13'te verilmiş ve bazı miller indislerine gösterilmiştir.



Şekil 6.13. Katıhal reaksiyon yöntemiyle üretilen CoFe_2O_4 katkılı numunelerin XRD grafiği

Katıhal reaksiyon yöntemi kullanılarak üretilen CoFe_2O_4 katkılı numunelerin XRD desenleri incelendiğinde yapıya giren katkı oranı arttıkça pik şiddetlerinde düşüş olduğu görülmektedir. Pik şiddetlerinin azalması katkı ile tanecik boyutundaki azalma olarak açıklanabilir. Çünkü küçülen tanecikten saçılan X-ışını şiddeti de daha az olacaktır. Buna rağmen yapılan katkılama sonucunda CoFe_2O_4 ye ait safsızlık pikine rastlanmamış olması katkılamanın yapıyı bozmadan gerçekleştirildiğini göstermektedir.

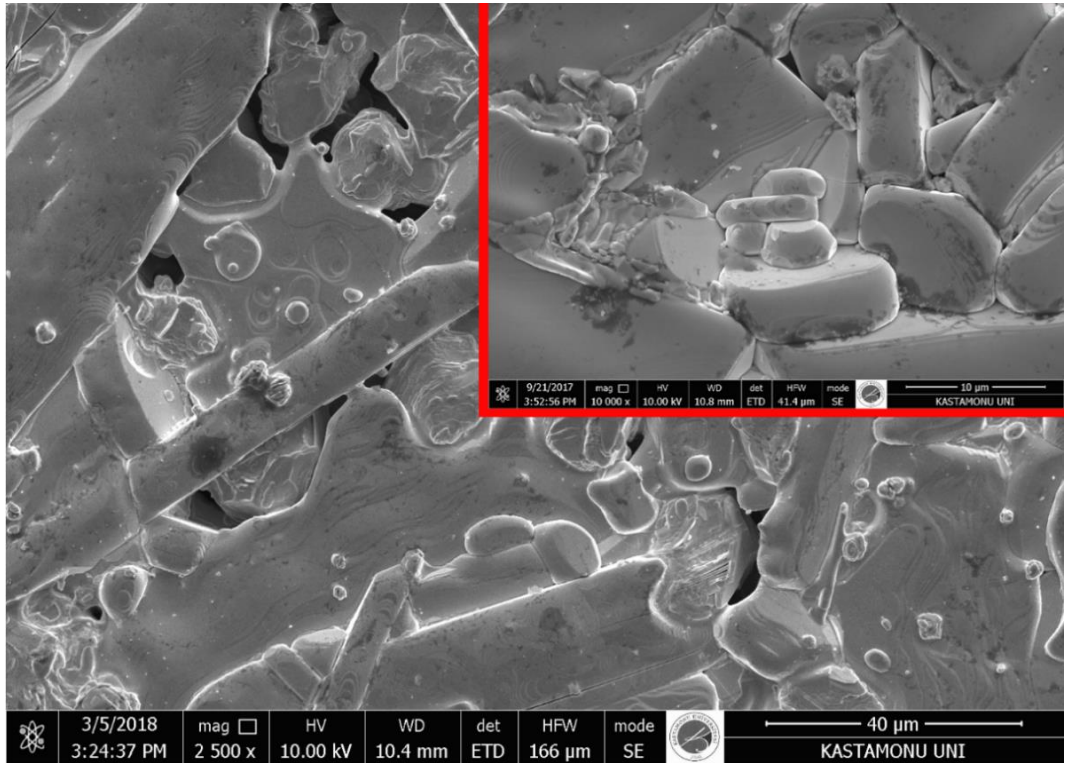
Tablo 6.9. Örgü parametreleri ve tanecik boyutu değerleri

Numune	Tanecik boyutu (Å)	a örgü parametresi (Å)	b örgü parametresi (Å)	c örgü parametresi (Å)	Hacim (V)
SSR-U	28.95	3.815	3.882	11.683	173.023
SSR-CF-005	30.16	3.821	3.872	11.633	172.109
SSR-CF-010	30.78	3.813	3.874	11.629	171.778
SSR-CF-020	24.53	3.810	3.855	11.614	170.581

Literatür ile ($a = 3.82\text{\AA}$, $b = 3.89\text{\AA}$ ve $c = 11.7\text{\AA}$) kıyaslanabilir düzeyde elde edilen örgü parametreleri sayesinde, üretilen malzemelerin ortorombik Y123 yapısında oldukları görülmektedir. CoFe_2O_4 katkılı Y123 numunelerinin hesaplanan örgü parametreleri ve tanecik boyutları Tablo 6.9'da verilmiştir. Tanecik boyutu değerleri, CoFe_2O_4 katkısının artması ile değişiklik göstermektedir.

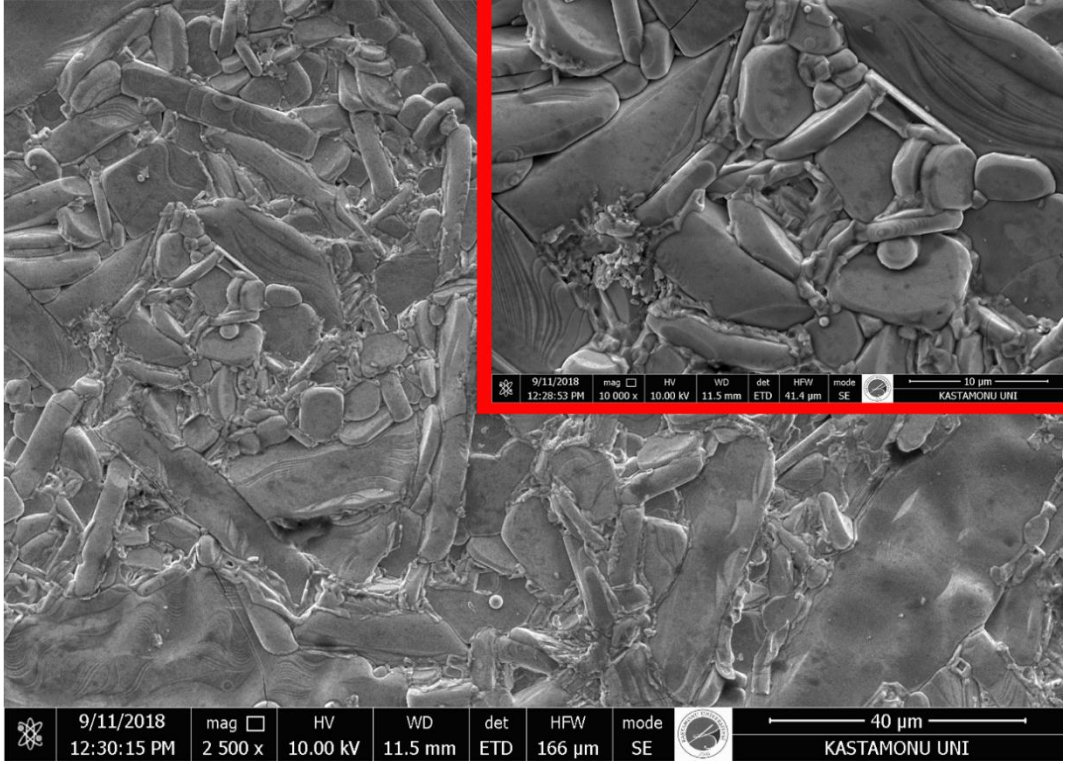
6.3.2. SEM ve EDS Analizi

Katıhal reaksiyon yöntemiyle üretilen CoFe_2O_4 katkılı numunelerin SEM görüntüleri Şekil 6.14'te verilmiş ve dış resimler 2500, iç resimler 10000 büyütmede alınmıştır.

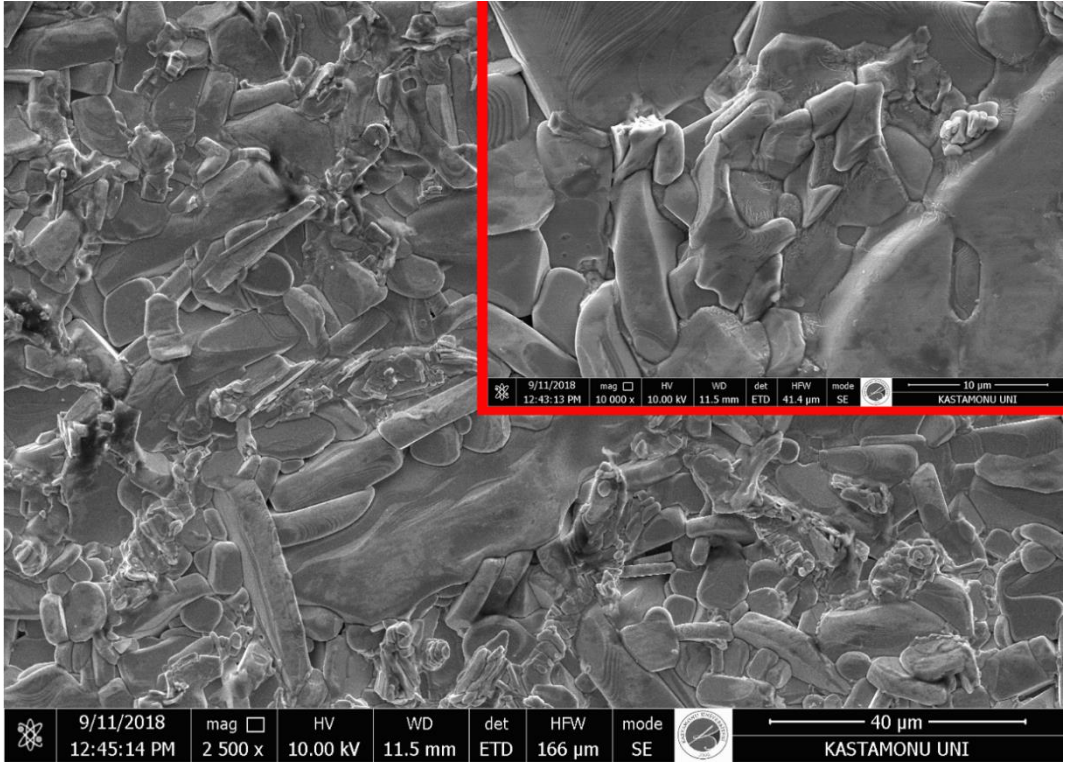


(a)

Şekil 6.14. Katıhal reaksiyon yöntemi ile elde edilen CoFe_2O_4 katkılı numunelerin SEM görüntüleri (a; SSR-U, b; SSR-CF-005, c; SSR-CF-010, d; SSR-CF-020)

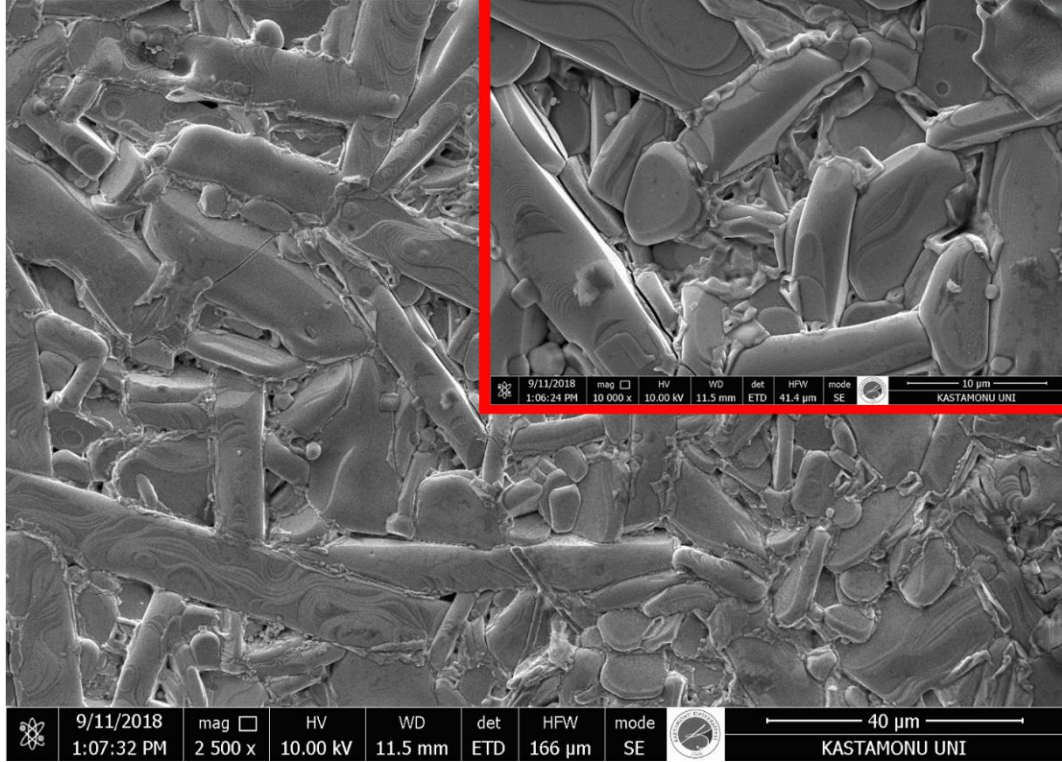


(b)



(c)

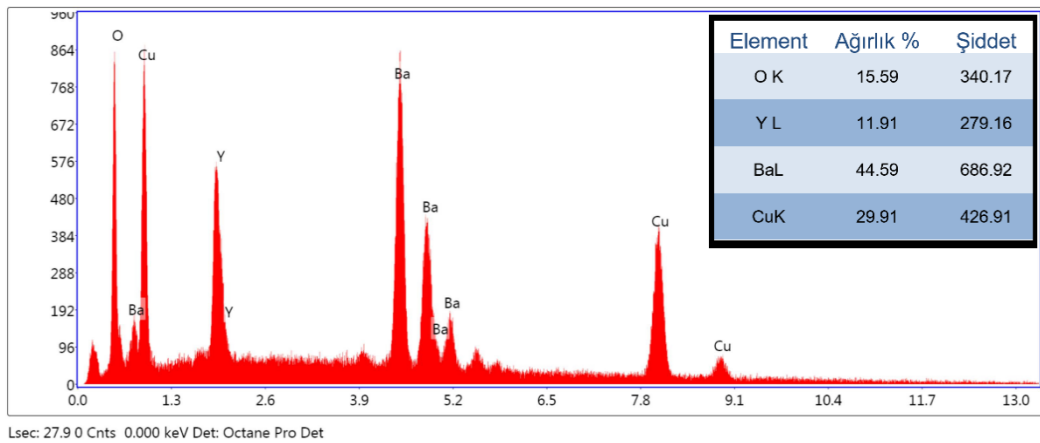
Şekil 6.14'ün devamı



(d)

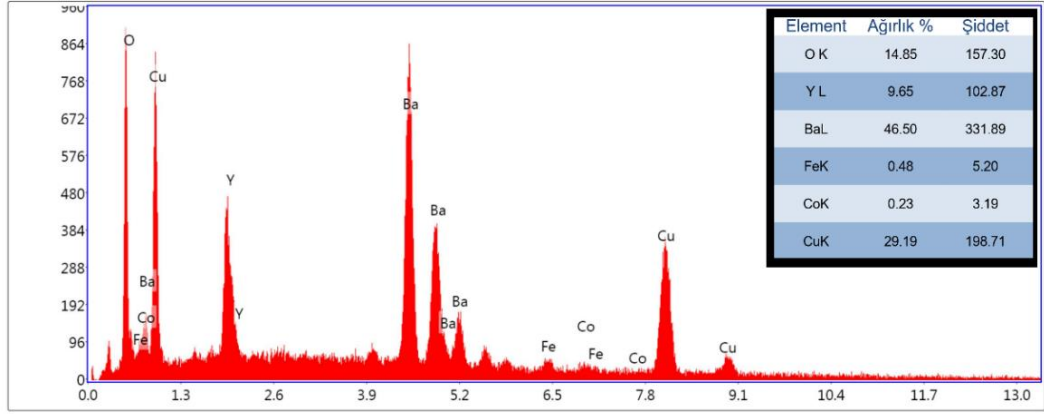
Şekil 6.14'ün devamı

CoFe₂O₄ katkısı ile tanecikler arası mesafe ve tanecik sınırlarındaki değişim SEM görüntülerinden kolaylıkla anlaşılmaktadır. Tanecik boyutlarının XRD sonuçlarında artış gösterdiği bulunmuştur. SEM görüntülerinden de bunu desteklemek mümkündür.



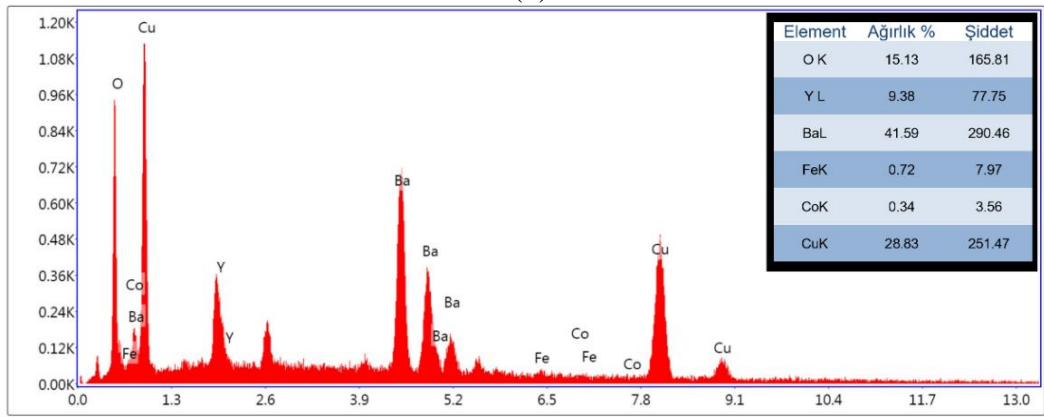
(a)

Şekil 6.15. Katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen CoFe₂O₄ katkılı numunelerin EDS sonuçları (a; SSR-U, b; SSR-CF-005, c; SSR-CF-010, d; SSR-CF-020)



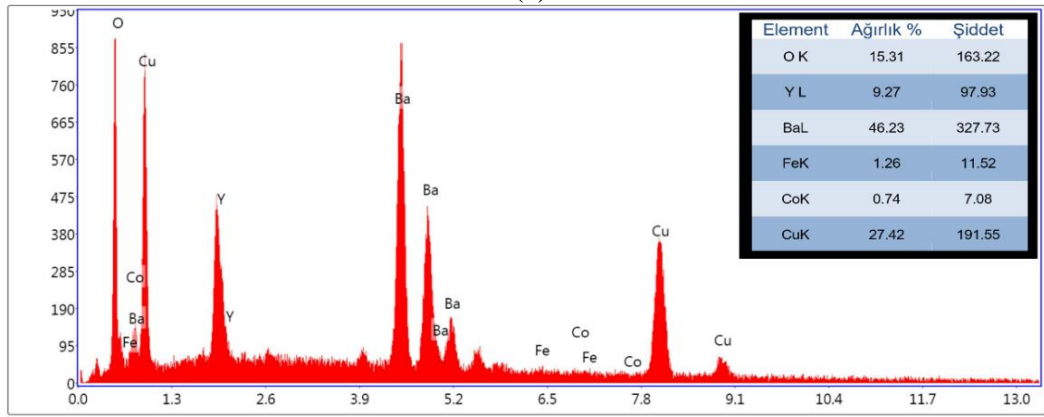
Lsec: 27.9 0 Cnts 0.000 keV Det: Octane Pro Det

(b)



Lsec: 27.8 0 Cnts 0.000 keV Det: Octane Pro Det

(c)



Lsec: 27.9 0 Cnts 0.000 keV Det: Octane Pro Det

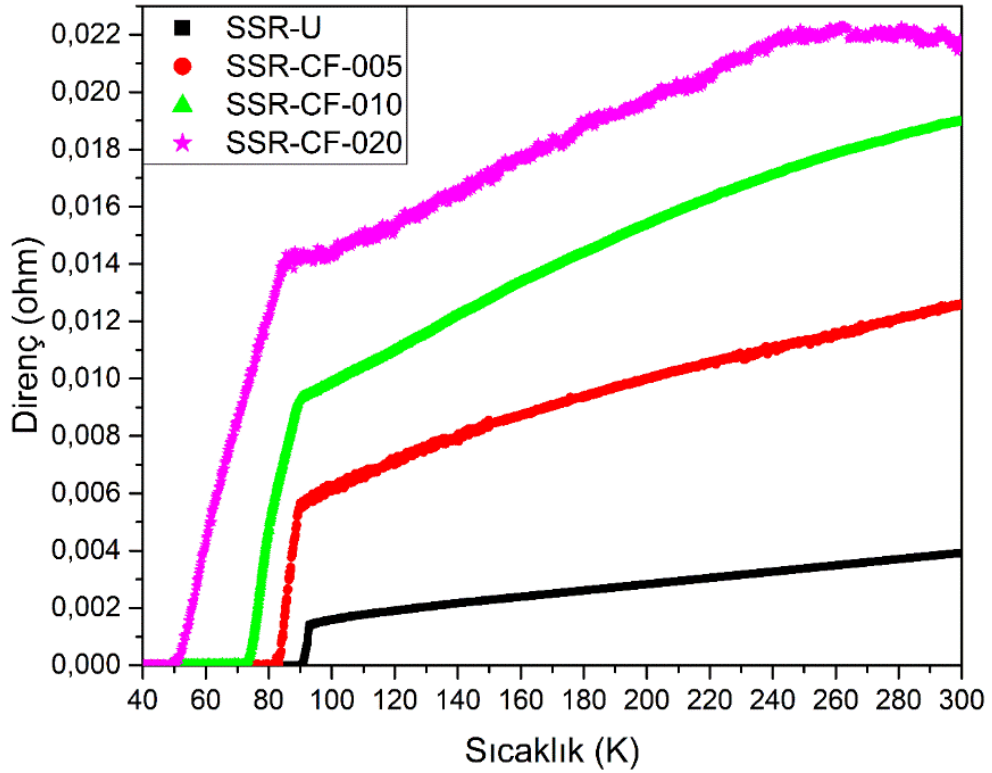
(d)

Şekil 6.15'in devamı

Üretilen numunelere ait EDS sonuçlarından yapıya giren katkı iyonu oranının artışı ile Cu miktarının azalması ve safsızlık olmadığı net bir şekilde görülmektedir. EDS sonuçlarından, hedeflenen şekilde CoFe_2O_4 ve Cu yer değiştirmesinin gerçekleştirildiği sonucuna ulaşılabilir (Şekil 6.15).

6.3.3. Elektriksel Direnç Analizi

Üretilen CoFe_2O_4 katkılı numunelerin sıcaklığa bağlı olarak alınan elektriksel direnç ölçümleri, Şekil 6.16'da verilmiştir. Katıhal reaksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen CoFe_2O_4 katkılı numunelerin elektriksel direnç ölçümleri sonucunda süperiletken özellik gösterdiği belirlenmiştir. Bunun yanı sıra yapıya giren CoFe_2O_4 atomlarının Y123 fazının ortorombik yapısını bozmadığı görülmüştür. Katkı oranının artışı ile birlikte malzemelerin kritik sıcaklık değeri düşüş göstermiştir. Bu ölçüm sonucunda elde edilen değerler Tablo 6.10'da verilmiştir.



Şekil 6.16. Katıhal reaksiyon yöntemiyle üretilen CoFe_2O_4 katkılı numunelerin R-T sonuçları

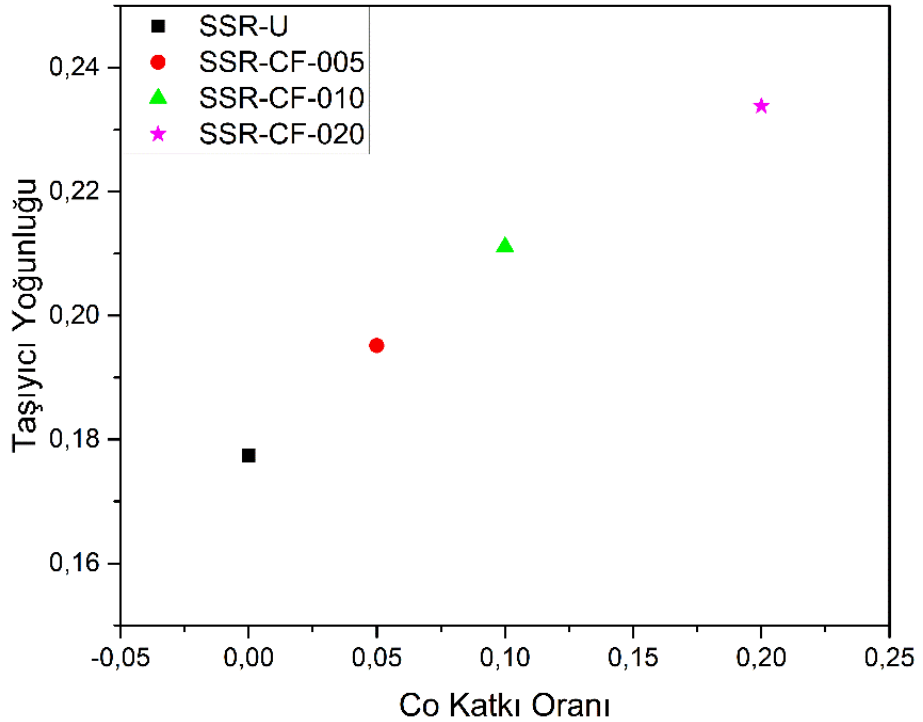
Katkısız numunenin en yüksek geçiş sıcaklığına sahip olduğu ve geçiş sıcaklığının katkı oranı ile birlikte azaldığı Şekil 6.16'dan görülmektedir. Grafiklerden alınan T_C^{onset} , T_C^{offset} ve ΔT_C değerleri Tablo 6.10'da verilmiştir. Tablodan da görüleceği üzere geçiş sıcaklığı (ΔT_C) değeri katkı oranının artmasıyla birlikte artmıştır. Ayrıca katkı oranı artışı oda sıcaklığı direncini de yükseltmiştir.

Tablo 6.10. Elektriksel direnç ölçümünden elde edilen değerler

Numune	Kritik Sıcaklık (K)		ΔT_C (K)
	T_C^{onset}	T_C^{offset}	$T_C^{onset} - T_C^{offset}$
SSR-U	92.96	90.29	2.67
SSR-CF-005	89.54	83.15	6.39
SSR-CF-010	89.26	72.61	16.65
SSR-CF-020	83.97	50.94	33.03

6.3.4. Taşıyıcı Yoğunluğu Analizi

Katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen CoFe_2O_4 katkılı numunelere ait taşıyıcı yoğunluğu değerleri Tablo 6.11’de verilmiştir. Co^{+3} ve Fe^{+2} iyonlarının Cu^{+2} iyonuyla yer değiştirmesi sonucunda numuneye ait taşıyıcı konsantrasyonu değişmiştir. Bu gruptaki numunelere ait taşıyıcı konsantrasyonu Denklem (6.1) eşitliği ile hesaplanmıştır. Hesaplamadan elde edilen sonuçların grafiği Şekil 6.17’de verilmiştir.



Şekil 6.17. Taşıyıcı yoğunluğunun katkı oranına göre grafiği

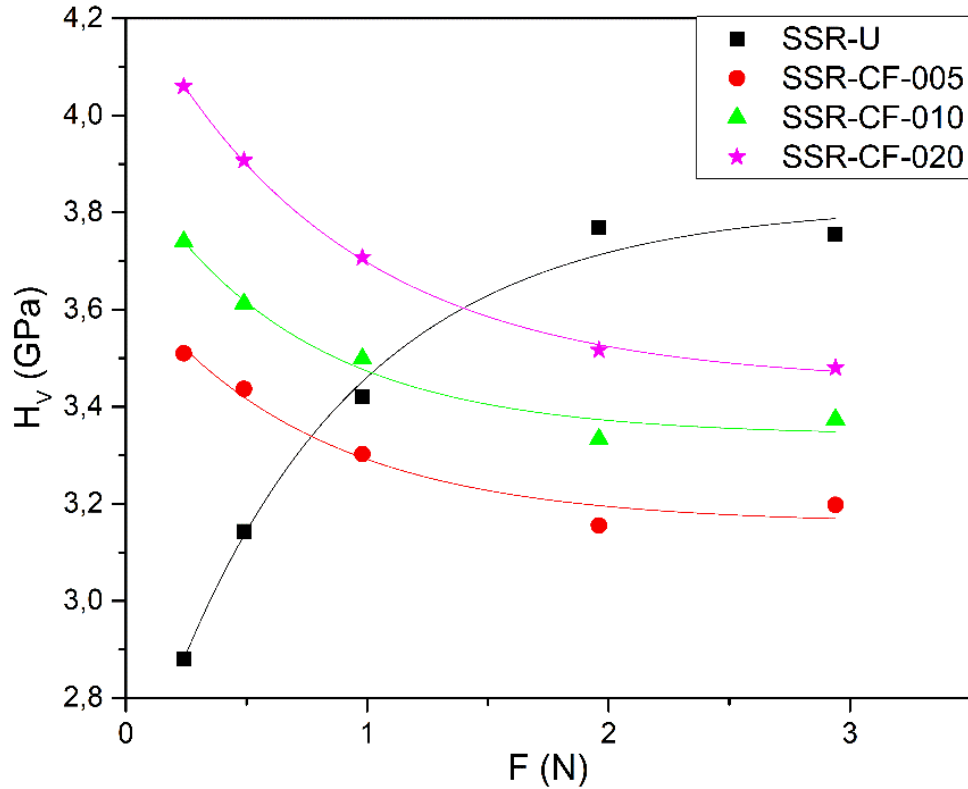
Şekil 6.17 incelendiğinde, en düşük taşıyıcı yoğunluğu değerinin katkısız numunede elde edildiği ve katkı oranı artışıyla taşıyıcı yoğunluğunun arttığı görülmektedir.

Tablo 6.11. Taşıyıcı yoğunluğu değerleri

Numune	Yük Taşıyıcı Yoğunluğu (p)
SSR-U	0.1774
SSR-CF-005	0.1951
SSR-CF-010	0.2111
SSR-CF-020	0.2338

6.3.5. Mekanik Özelliklerin Analizi

CoFe₂O₄ katkıları ile katılmal reaksiyon yöntemi ile üretilen süperiletken numunelerin yapılan mikrosertlik analizi sonucunda; Co katkılı numunelerin aksine CoFe₂O₄ katkılı numunelerin sertlik davranışlarında değişim görülmüştür. Katkisız numune TÇBE davranışı gösterirken CoFe₂O₄ katkılı numuneler Çentik Boyutu Etkisi (ÇBE) göstermiştir.



Şekil 6.18. Katılmal reaksiyon yöntemi ile üretilen CoFe₂O₄ katkılı katkılı numunelere ait mikrosertlik grafiği

Elde edilen sonuçlar Şekil 6.18’de verilmiştir. Katkı oranı ile malzemelerin mikrosertlik değerindeki artış, taneciklerin küçülüp tanecikler arasındaki gözenekliliğin artması ile ilişkilendirilebilir.

Tablo 6.12 incelendiğinde, katkılı numuneler arasında; en yüksek sertlik, elastik modülü ve kırılma dayanımı değerleri SSR-CF-020 numunesinde görülmüştür. Katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen $CoFe_2O_4$ katkılı Y123 numunelerinde, katkı oranı arttıkça sertlik değerinin de arttığı görülmüştür.

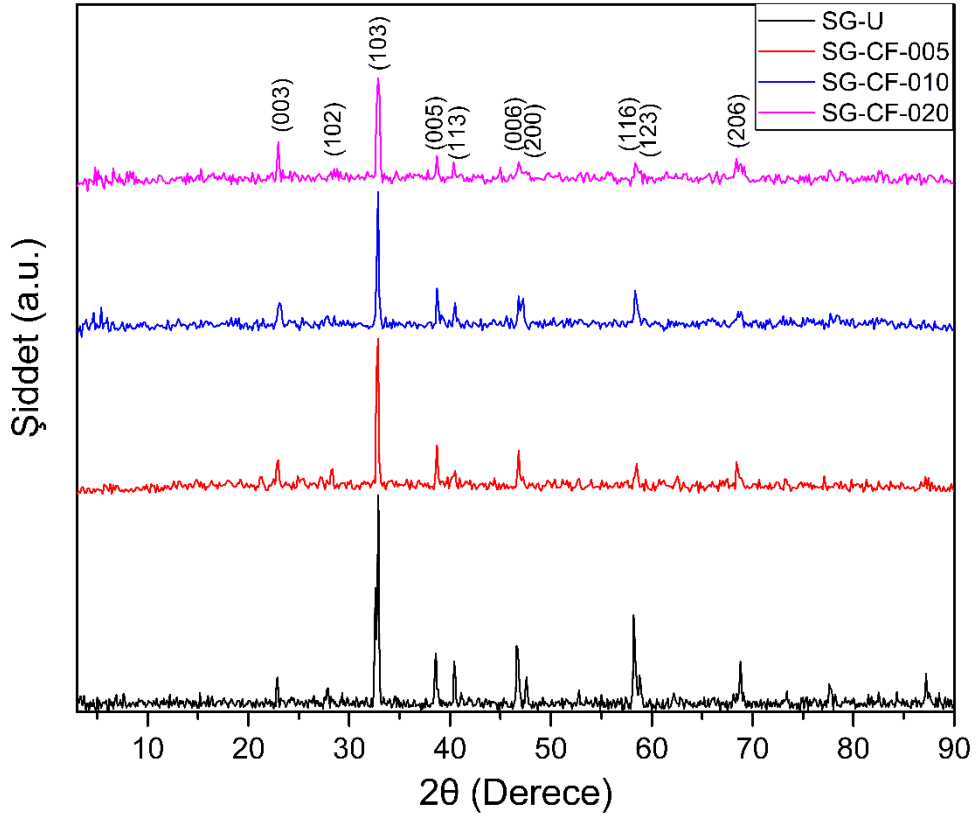
Tablo 6.12. Katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen $CoFe_2O_4$ katkılı numunelere ait sertlik, elastik modülü ve gerilme değerleri

Numune	F (N)	H _v (GPa)	E (GPa)	Y (GPa)
SSR-U	0.245	2.881	236.15	0.960
	0.490	3.143	257.63	1.048
	0.980	3.420	280.28	1.140
	1.960	3.768	308.80	1.256
	2.940	3.755	307.80	1.252
SSR-CF-005	0.245	3.510	287.712	1.170
	0.490	3.437	281.695	1.146
	0.980	3.302	270.670	1.101
	1.960	3.155	258.617	1.052
	2.940	3.198	262.109	1.066
SSR-CF-010	0.245	3.740	306.553	1.247
	0.490	3.612	296.083	1.204
	0.980	3.499	286.788	1.166
	1.960	3.334	273.228	1.111
	2.940	3.374	276.515	1.125
SSR-CF-020	0.245	4.060	332.768	1.353
	0.490	3.907	320.243	1.302
	0.980	3.707	303.875	1.236
	1.960	3.516	288.216	1.172
	2.940	3.480	285.246	1.160

6.4. Sol-Jel Yöntemiyle Üretilen CoFe₂O₄ Katkılı Numuneler

6.4.1. XRD Analizi

Sol-jel yöntemi kullanılarak ve Y₁Ba₂Cu_{3-x}(CoFe₂O₄)_xO_{7-δ} genel formülüne bağlı kalınarak üretilen CoFe₂O₄ katkılı numuneler için katkı oranı x=0, 0.05, 0.10 ve 0.20 olarak belirlenmiştir. Üretilen numunelere ait XRD desenleri Şekil 6.19’da verilmiştir.



Şekil 6.19. Sol-jel yöntemiyle üretilen CoFe₂O₄ katkılı numunelerin XRD grafiği

Sol-jel yöntemiyle üretilen CoFe₂O₄ katkılı numunelerin XRD desenleri incelendiğinde yapıya giren katkı oranının artmasının pik şiddetlerinin düşmesine neden olduğu görülmektedir. Buna rağmen yapılan katkılama sonucunda CoFe₂O₄’e ait safsızlık pikine rastlanmamış olup, katkılama işlemi ortorombik yapıyı bozmamıştır.

Hesaplanan örgü parametreleri, literatür verileriyle kıyaslanabilir düzeydedir. Üretilen CoFe₂O₄ katkılı Y123 numunelerinin hesaplanan örgü parametreleri ve

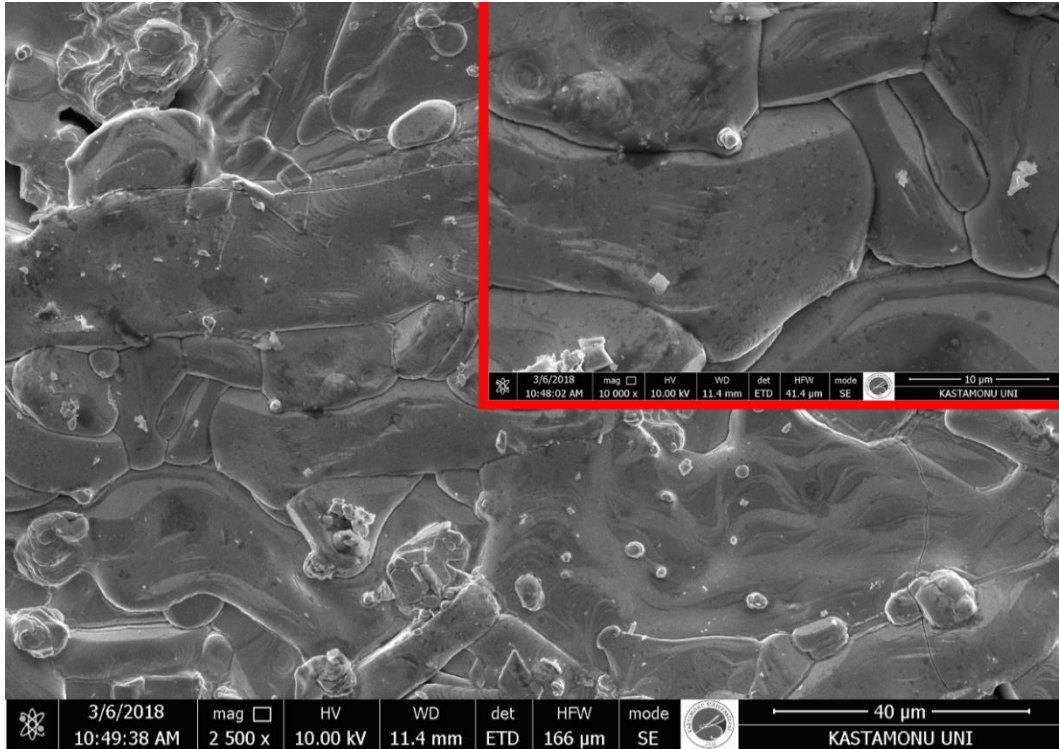
tanecik boyutları Tablo 6.13'te verilmiştir. Hesaplanan tanecik boyutu değerleri, CoFe_2O_4 katkısının artması ile katkısız numuneye göre artış gösterse de katkı oranının artması ile azalma eğilimi göstermiştir.

Tablo 6.13. Örgü parametreleri ve tanecik boyutu değerleri

Numune	Tanecik boyutu (Å)	a örgü parametresi (Å)	b örgü parametresi (Å)	c örgü parametresi (Å)	Hacim (V)
SG-U	28.21	3.822	3.898	11.619	173.102
SG-CF-005	30.27	3.881	3.861	11.632	174.300
SG-CF-010	29.25	3.872	3.841	11.624	172.876
SG-CF-020	27.66	3.871	3.842	11.611	172.683

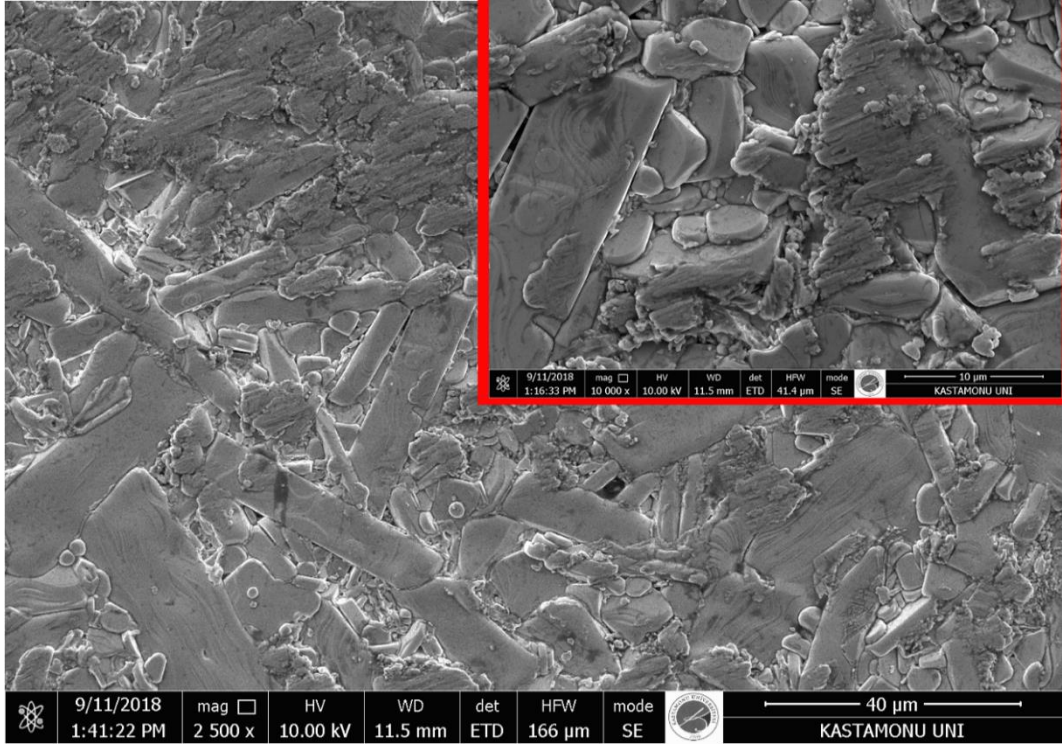
6.4.2. SEM ve EDS Analizi

Şekil 6.20'de verilen SEM görüntüleri sol-jel yöntemi ile üretilen CoFe_2O_4 katkılı numunelere ait olup, büyük resimler 2500, iç resimler 10000 büyütmede alınmıştır.

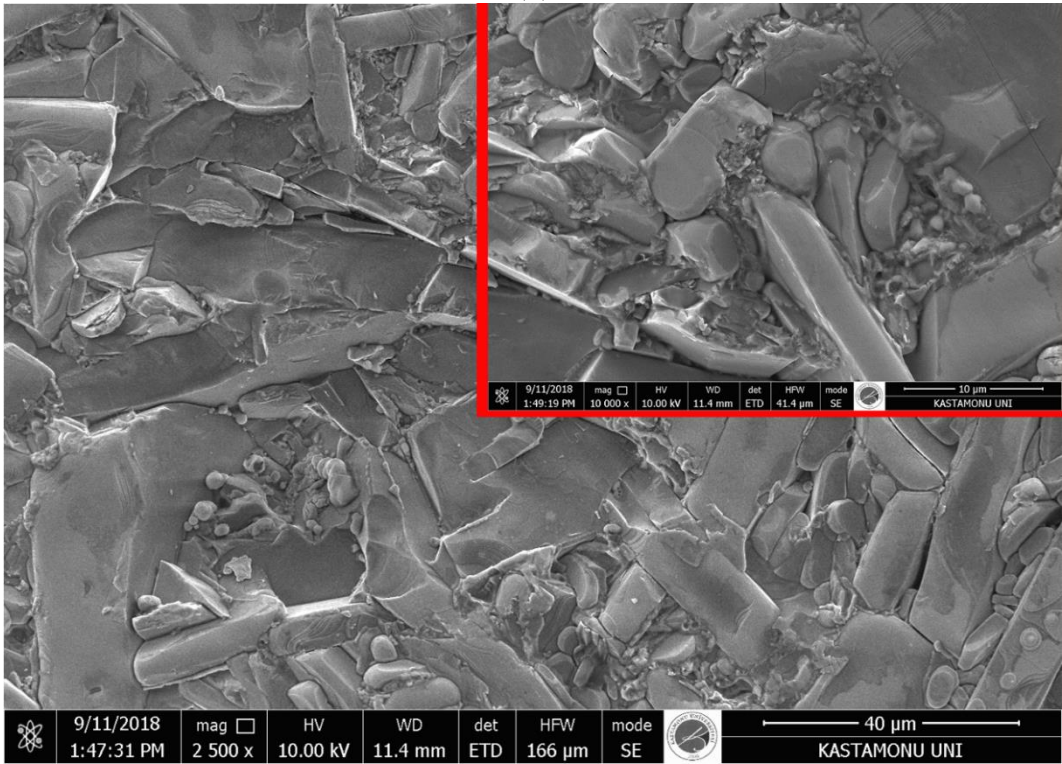


(a)

Şekil 6.20. Sol-jel yöntemi ile elde edilen CoFe_2O_4 katkılı numunelerin SEM görüntüleri (a; SG-U, b; SG-CF-005, c; SG-CF-010, d; SG-CF-020)

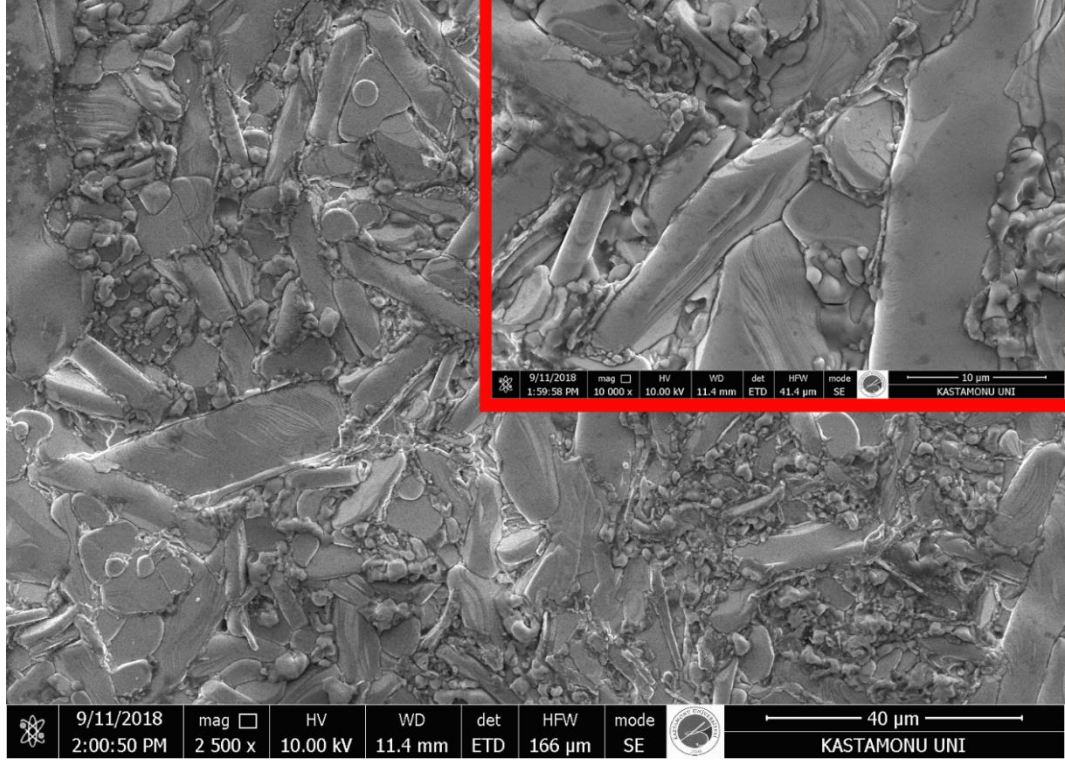


(b)



(c)

Şekil 6.20'nin devamı

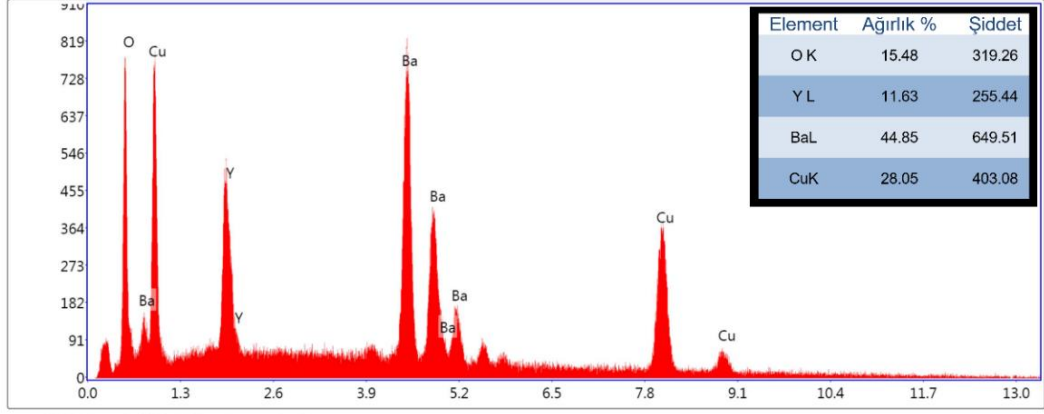


(d)

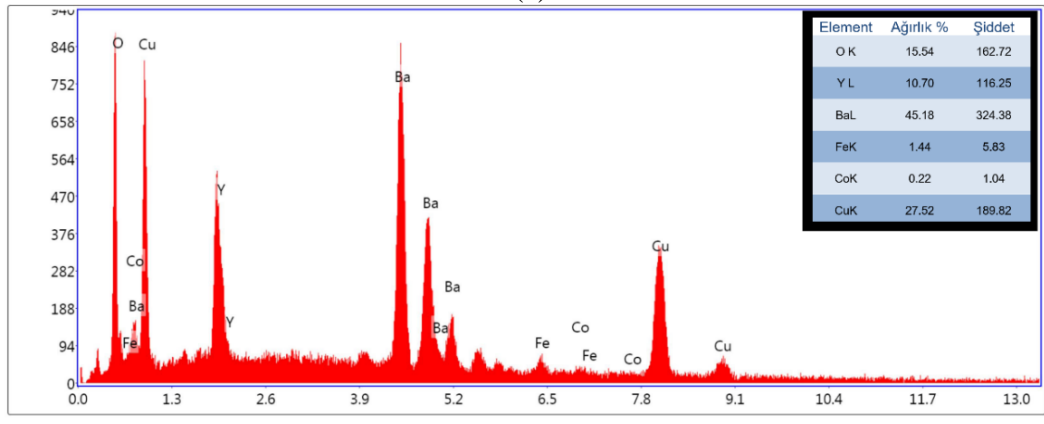
Şekil 6.20'nin devamı

CoFe₂O₄ katkısıyla tanecikler arası mesafe ve tanecik sınırlarındaki değişim SEM görüntülerinden kolaylıkla anlaşılmaktadır.

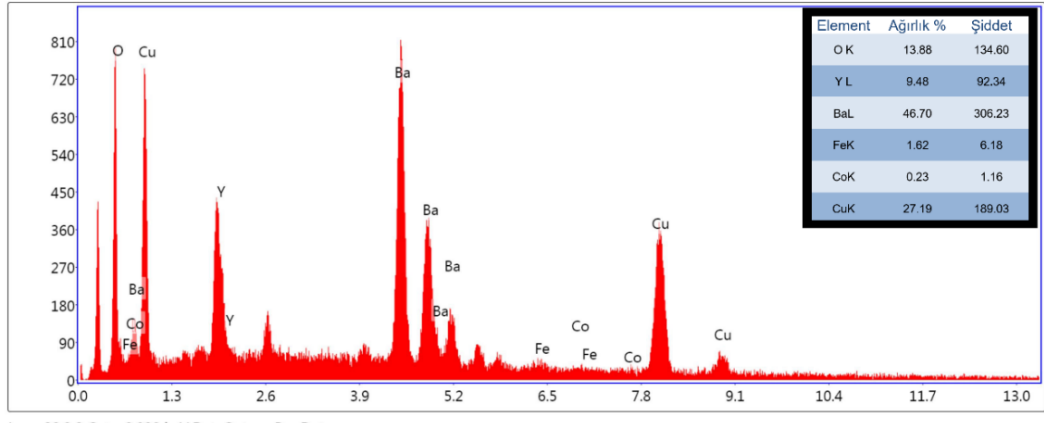
Sol-jel yöntemi ile üretilen CoFe₂O₄ katkılı numunelerin Şekil 6.21'de verilen EDS sonuçlarından yapıya giren katkı iyonu oranının artışı ile Cu miktarının azalması ve safsızlık olmadığı net bir şekilde görülmektedir. EDS sonuçlarına göre CoFe₂O₄ ve Cu yer değiştirmesinin gerçekleştirildiği sonucuna ulaşılabilir.



(a)

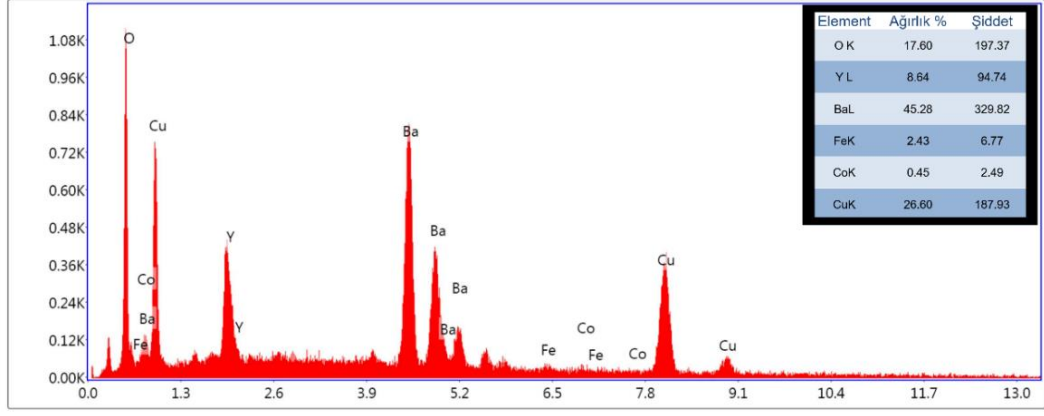


(b)



(c)

Şekil 6.21. Sol-jel yöntemi ile üretilen CoFe_2O_4 katkılı numunelerin EDS sonuçları (a; SG-U, b; SG-CF-005, c; SG-CF-010, d; SG-CF-020)



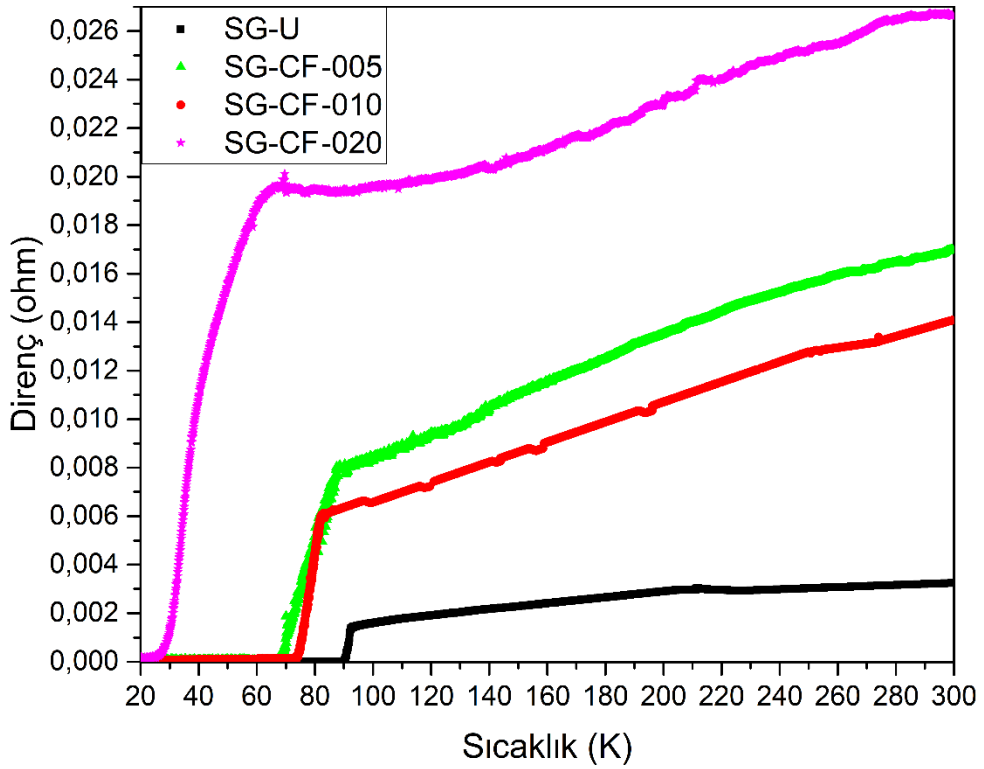
Lsec: 27.8 0 Cnts 0.000 keV Det: Octane Pro Det

(d)

Şekil 6.21'in devamı

6.4.3. Elektriksel Direnç Analizi

Sol-jel yöntemi ile üretilen CoFe_2O_4 katkılı numunelerin sıcaklığa bağlı olarak alınan elektriksel direnç ölçümleri, Şekil 6.22'de verilmiştir.



Şekil 6.22. Sol-jel yöntemi ile üretilen CoFe_2O_4 katkılı numunelerin R-T sonuçları

Sol-jel yöntemiyle üretilen CoFe_2O_4 katkılı numunelerin elektriksel direnç ölçümleri (R-T) sonucunda, numunelerin süperiletken özellik gösterdiği görülmüştür. Şekil 6.22'den yapıya giren katkı oranının artışı ile birlikte malzemelerin kritik sıcaklık değerinin düştüğü görülmektedir. Bu ölçüm sonucunda elde edilen değerler Tablo 6.14'te verilmiştir.

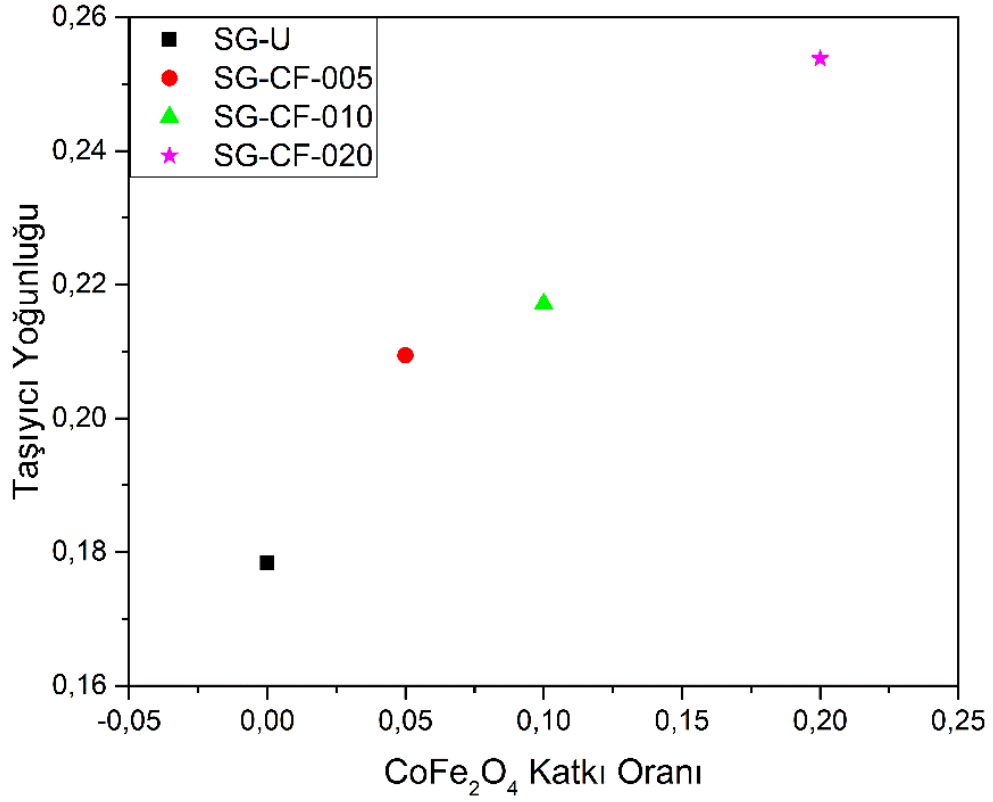
Tablo 6.14. *Elektriksel direnç ölçümünden elde edilen değerler*

Numune	Kritik Sıcaklık (K)		ΔT_c (K)
	T_c^{onset}	T_c^{offset}	$T_c^{onset} - T_c^{offset}$
SG-U	92.46	90.00	2.46
SG-CF-005	81.89	73.93	7.96
SG-CF-010	89.08	67.63	21.45
SG-CF-020	65.14	25.31	39.83

CoFe_2O_4 katkılı numunelerin kritik sıcaklık değerlerinin katkı oranı ile birlikte azaldığı Tablo 6.14'ten görülmektedir. Geçiş sıcaklığı (ΔT_c) değeri katkı oranının artmasıyla birlikte artmış, ayrıca katkı oranı artışı oda sıcaklığı direncini de yükseltmiştir.

6.4.4. Taşıyıcı Yoğunluğu Analizi

Sol-jel yöntemi ile üretilen CoFe_2O_4 katkılı numunelere ait taşıyıcı yoğunluğu değerleri hesaplanarak elde edilen değerler Tablo 6.15'te verilmiştir ve taşıyıcı yoğunluğunun katkı oranına bağlı grafiği Şekil 6.23'te verilmiştir



Şekil 6.23. Taşıyıcı yoğunluğunun katkı oranına göre grafiği

En düşük taşıyıcı yoğunluğunun katkısız numunede olduğu Şekil 6.23'ten görülmektedir ve taşıyıcı yoğunluğunun katkı oranıyla birlikte arttığı görülmektedir.

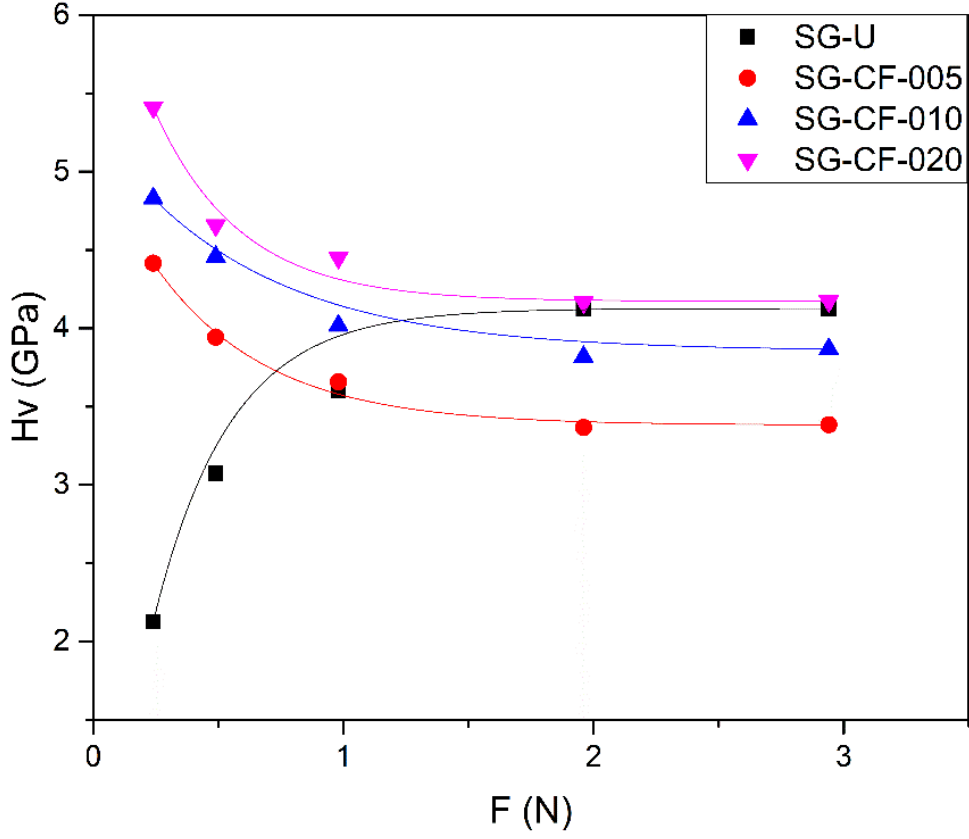
Tablo 6.15. Taşıyıcı yoğunluğu değerleri

Numune	Yük Taşıyıcı Yoğunluğu (p)
SG-U	0.1784
SG-CF-005	0.2094
SG-CF-010	0.2171
SG-CF-020	0.2538

6.4.5. Mekanik Özelliklerin Analizi

Sol-jel yöntemi ile CoFe₂O₄ katkılanarak üretilen süperiletken numunelerin mikrosertlik analizi sonucunda; katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen aynı katkılı malzemelere benzer şekilde, numunelerin mikrosertlik davranışında değişim görülmüştür. Katkısız numune TÇBE gösterirken CoFe₂O₄ katkılı numuneler ÇBE

göstermiştir. Şekil 6.24'te sol-jel yöntemi ile üretilen CoFe_2O_4 katkılı numunelere ait, uygulanan yüke göre mikrosertliğin değişimi verilmiştir.



Şekil 6.24. Sol-jel yöntemi ile üretilen CoFe_2O_4 katkılı numunelerine ait mikrosertlik grafiği

Tablo 6.16'da verilen değer incelendiğinde, en yüksek mikrosertlik, elastik modülü ve kırılma dayanımı değeri SG-CF-020 numunesinde görülmüştür. Sol-jel yöntemiyle üretilen CoFe_2O_4 katkılı Y123 numunelerinde, katkı oranının artışı sertlik değerlerinin de artmasına neden olmuştur

Tablo 6.16. Sol-jel yöntemi ile üretilen $CoFe_2O_4$ katkılı numunelere ait sertlik, elastik modülü ve gerilme değerleri

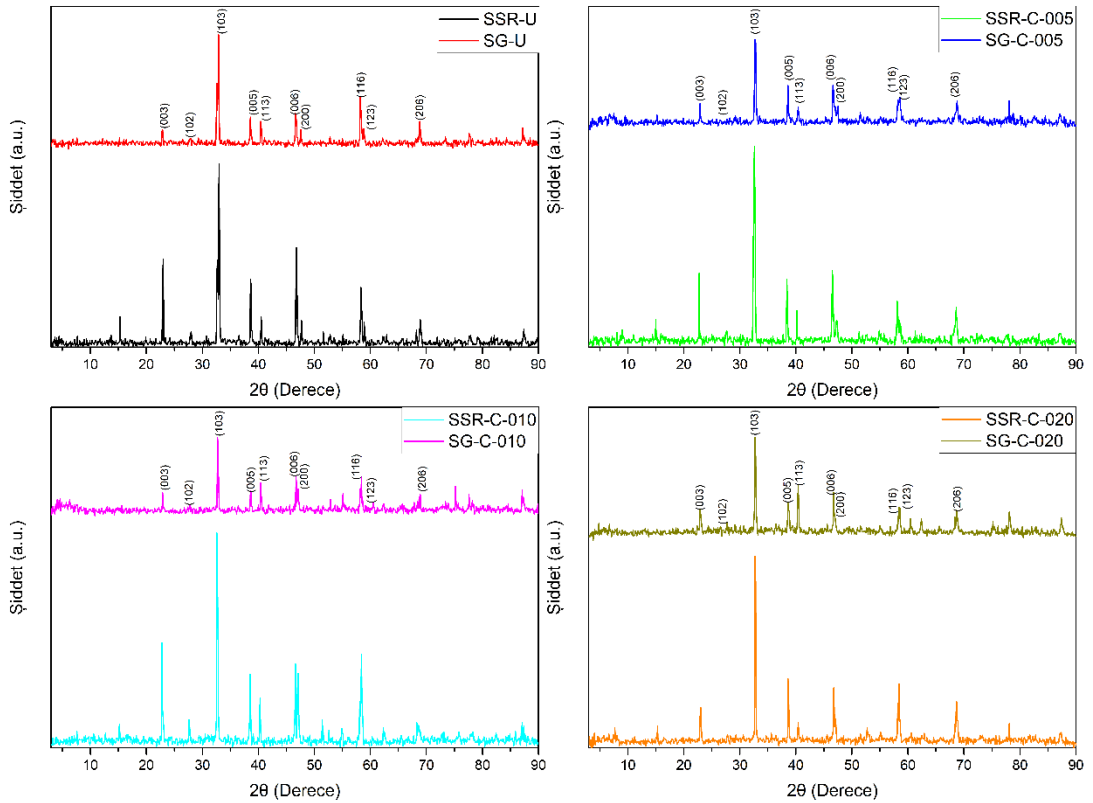
Numune	F (N)	H _v (GPa)	E (GPa)	Y (GPa)
SG-U	0.245	2.126	174.254	0.709
	0.490	3.073	251.874	1.024
	0.980	3.601	295.151	1.200
	1.960	4.122	337.854	1.374
	2.940	4.126	338.181	1.375
SG-CF-005	0.245	4.415	361.883	1.472
	0.490	3.943	323.204	1.314
	0.980	3.658	299.799	1.219
	1.960	3.366	275.896	1.122
	2.940	3.384	277.343	1.128
SG-CF-010	0.245	4.829	395.815	1.610
	0.490	4.456	365.228	1.485
	0.980	4.017	329.242	1.339
	1.960	3.817	312.815	1.272
	2.940	3.867	316.921	1.289
SG-CF-020	0.245	5.410	443.425	1.803
	0.490	4.656	381.617	1.552
	0.980	4.449	364.685	1.483
	1.960	4.165	341.396	1.388
	2.940	4.172	341.944	1.391

7. SONUÇLAR

Bu çalışmada YBCO tabanlı $YBa_2Cu_{3-x}Co_xO_{7-\delta}$ ve $YBa_2Cu_{3-x}(CoFe_2O_4)_xO_{7-\delta}$ yüksek sıcaklık süperiletken numuneleri katıhal reaksiyon ve sol-jel yöntemleri kullanılarak üretilmiştir. Co ve $CoFe_2O_4$ nanoparçacıkları $x=0, 0.05, 0.10$ ve 0.20 oranlarında katkılanmıştır. Üretimi yapılan numunelerin yapısal, elektriksel ve mekanik özellikleri incelenmiş olup elde edilen sonuçlar aşağıda karşılaştırmalı olarak verilmiştir.

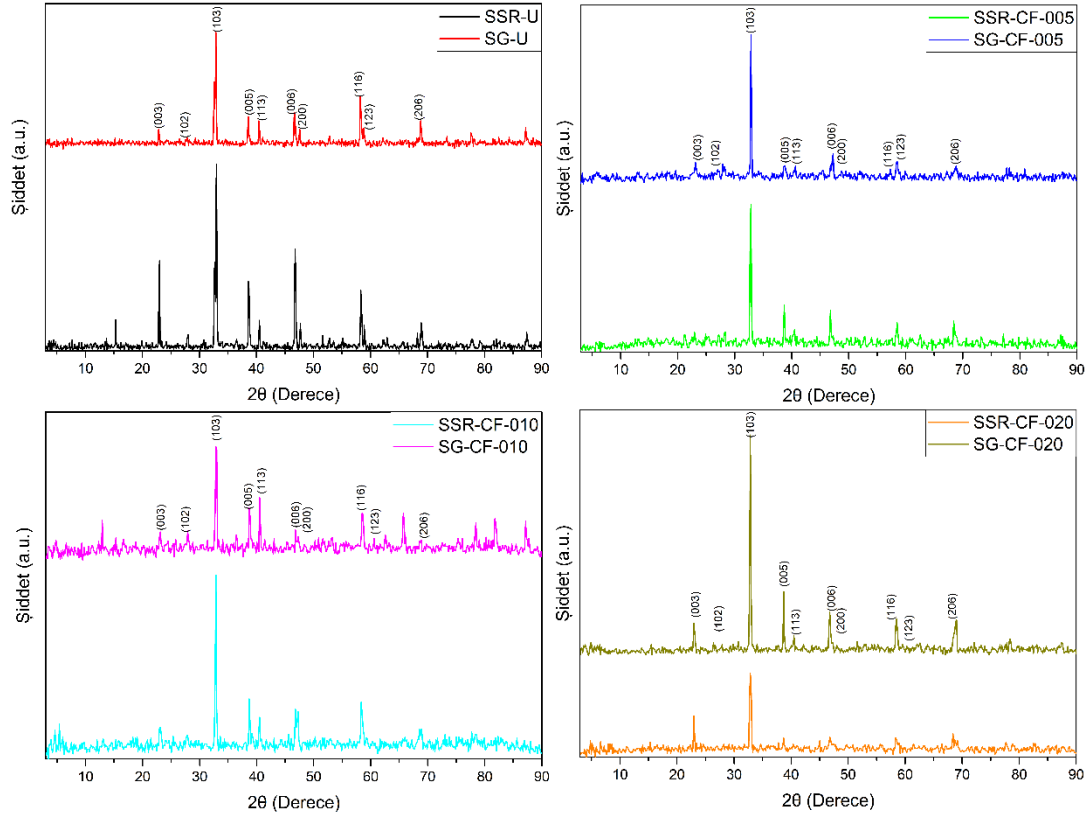
7.1. Üretim Yöntemlerinin Karşılaştırılması

Katıhal reaksiyon ve sol-jel yöntemleri ile üretilen Co katkılı numunelerin XRD grafikleri, aynı katkı oranları için karşılaştırmalı olarak Şekil 7.1’de verilmiştir.



Şekil 7.1. Katıhal reaksiyon ve sol-jel yöntemleri ile üretilen Co katkılı numunelerin XRD grafikleri

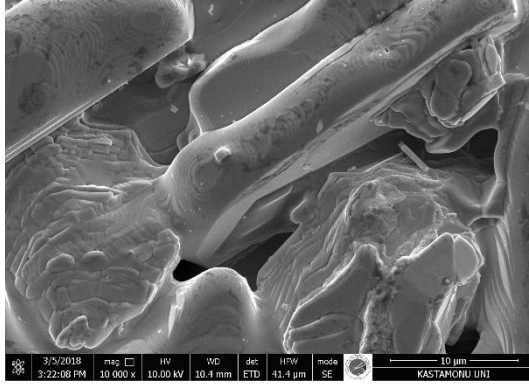
Ayrıca Şekil 7.2’de katıhal reaksiyon ve sol-jel yöntemleri ile üretilen CoFe_2O_4 katkıli numunelerin XRD grafikleri verilmiştir. Şekil 7.1 ve Şekil 7.2 incelendiğinde XRD verilerinde katkı işleminin, (103) pikinin şiddetlerini değiştirdiği görülmektedir. Her iki yöntemle üretilen numunelere ait XRD grafiklerinde benzer piklerin olması yapıların uyumlu olduğunu göstermektedir.



Şekil 7.2. Katıhal reaksiyon ve sol-jel yöntemleri ile üretilen CoFe_2O_4 katkıli numunelerin XRD grafikleri

Şekil 7.3’te farklı yöntemlerle üretilmiş Co katkıli numunelerin SEM görüntüleri karşılaştırmalı olarak verilmiştir. SEM görüntüleri incelendiğinde tanecik boyutu değerlerinin genel olarak artış gösterdiği görülmektedir.

Benzer şekilde Şekil 7.4 de katıhal reaksiyon ve sol-jel yöntemleriyle üretilmiş CoFe_2O_4 katkıli numunelerin SEM görüntüleri verilmiştir. Burada ise tanecik boyutlarının, katkı oranı arttıkça genel manada azaldığı görülmektedir.



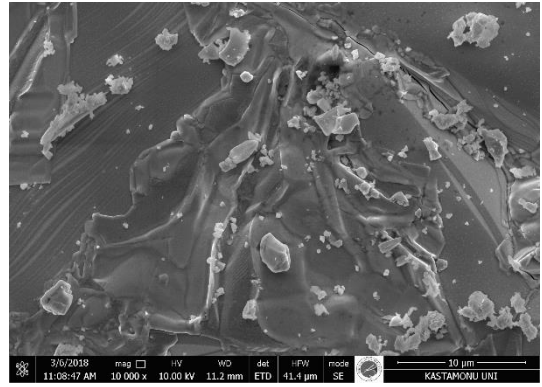
SSR-U



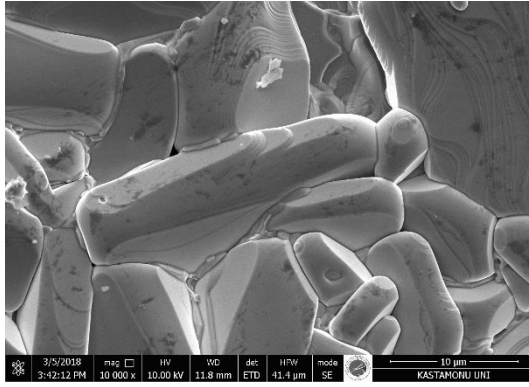
SG-U



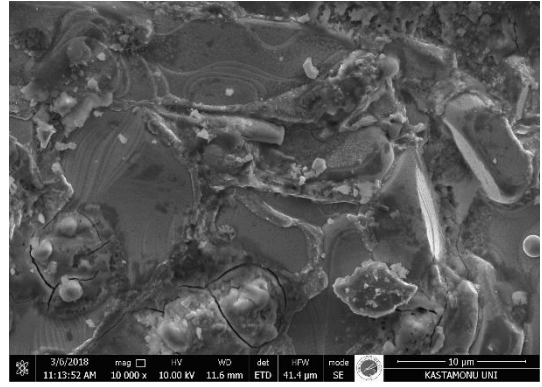
SSR-C-005



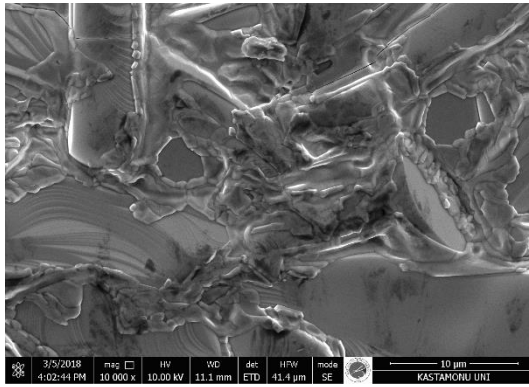
SG-C-005



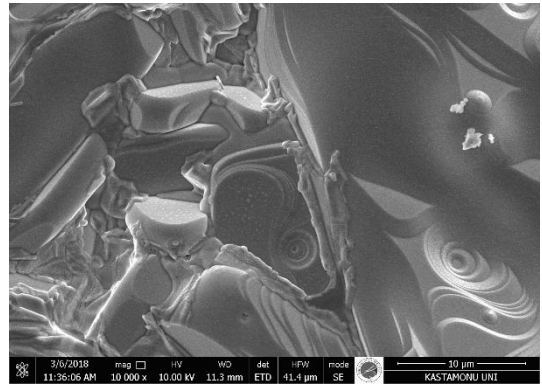
SSR-C-010



SG-C-010

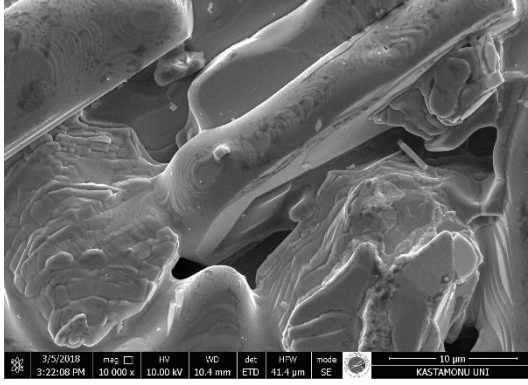


SSR-C-020



SG-C-020

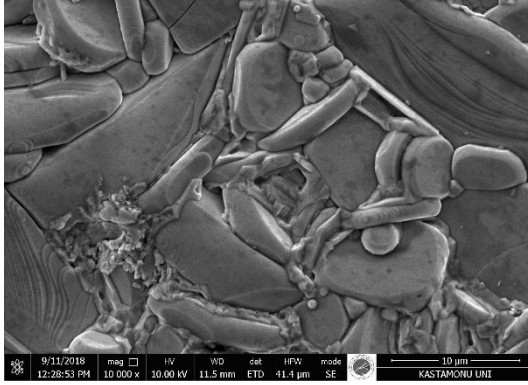
Şekil 7.3. Farklı yöntemlerle üretilmiş Co katkılı numunelerin SEM görüntüleri



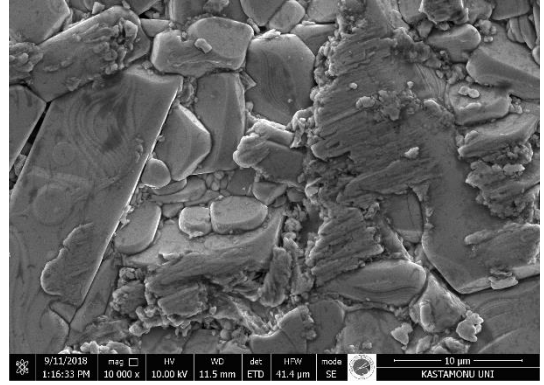
SSR-U



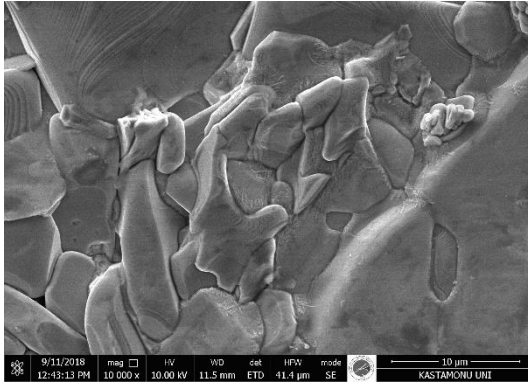
SG-U



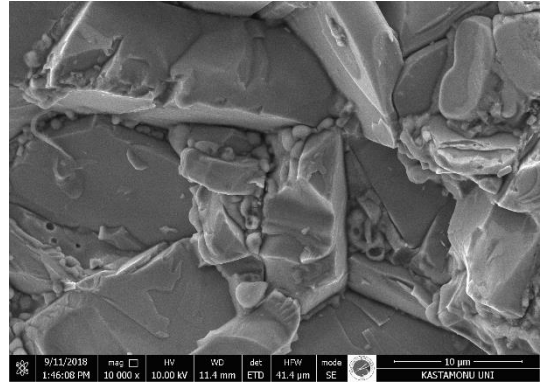
SSR-CF-005



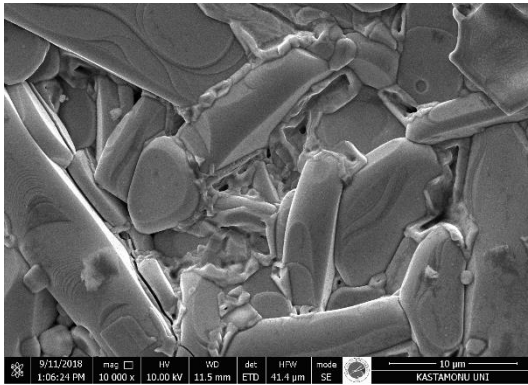
SG-CF-005



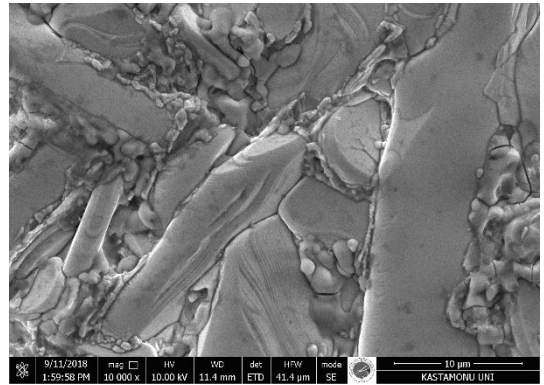
SSR-CF-010



SG-CF-010



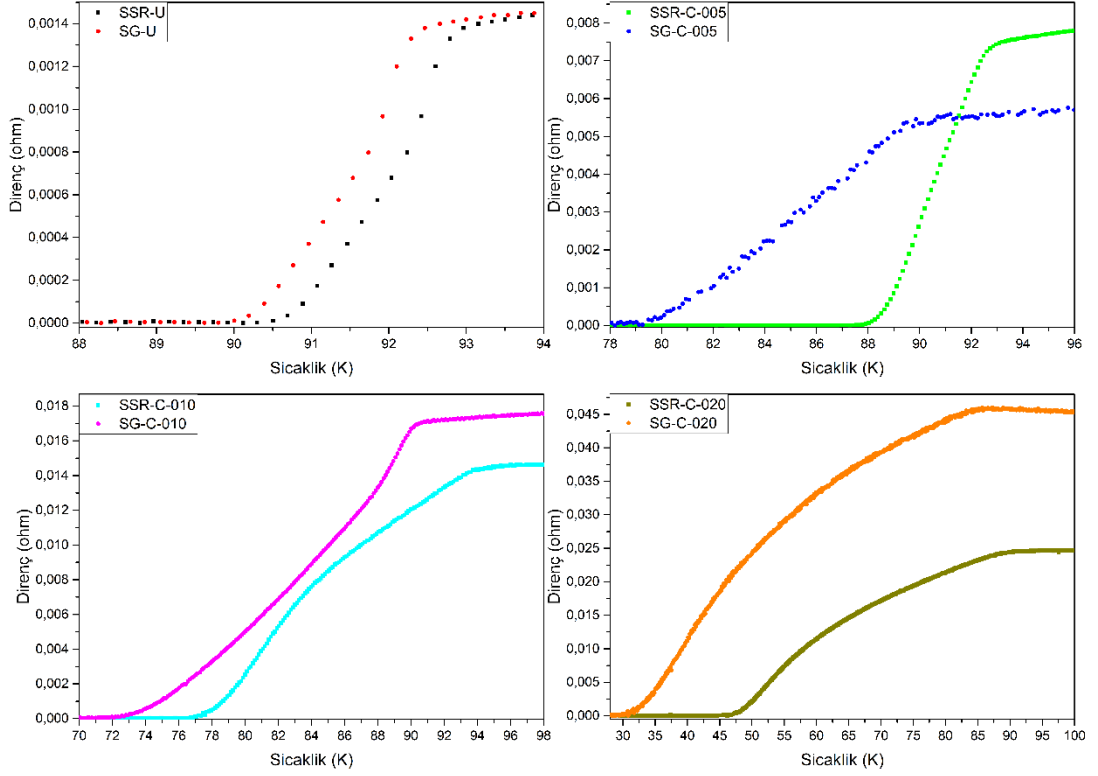
SSR-CF-020



SG-CF-020

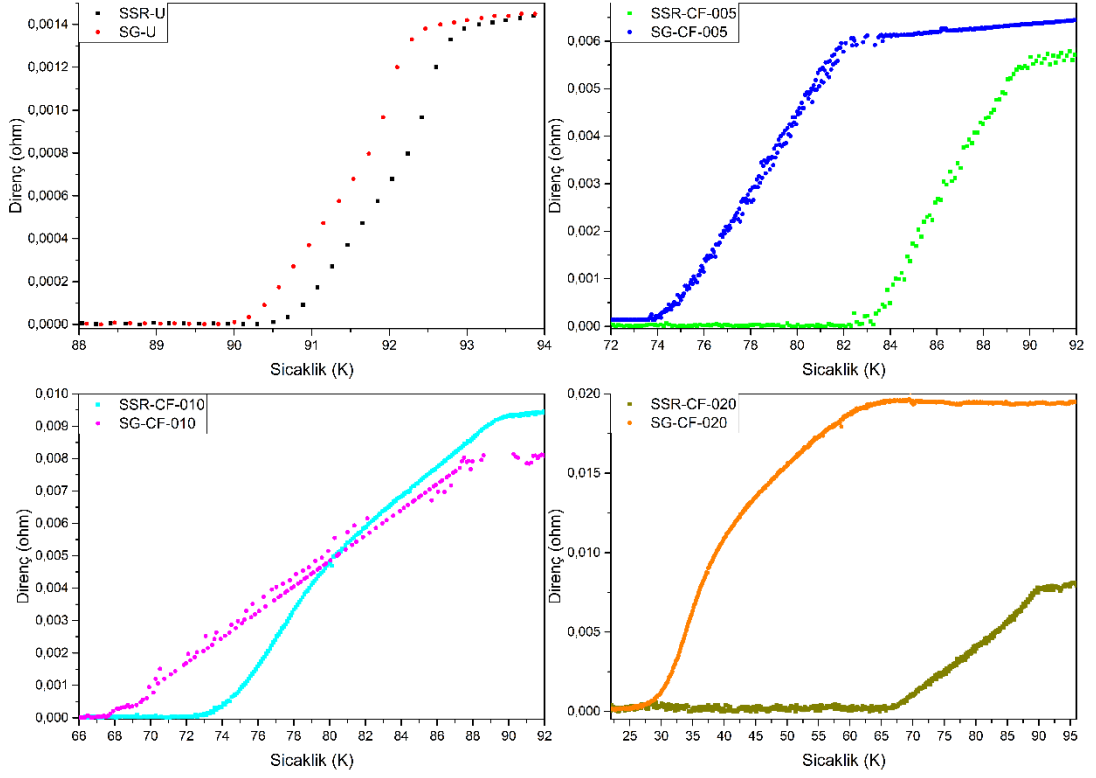
Şekil 7.4. Farklı yöntemlerle üretilmiş CoFe₂O₄ katkılı numunelerin SEM görüntüleri

Farklı yöntemlerle üretilen numunelerin elektriksel direnç ölçümü sonuçları incelendiğinde, kritik sıcaklık değerlerinin bazı numunelerde birbirlerine oldukça yakın olduğu, bazılarında ise aradaki farkın büyük olduğu görülmektedir (Şekil 7.5 ve Şekil 7.6).



Şekil 7.5. Katıhal ve sol-jel yöntemi ile üretilen Co katkılı numunelere ait R-T grafikleri

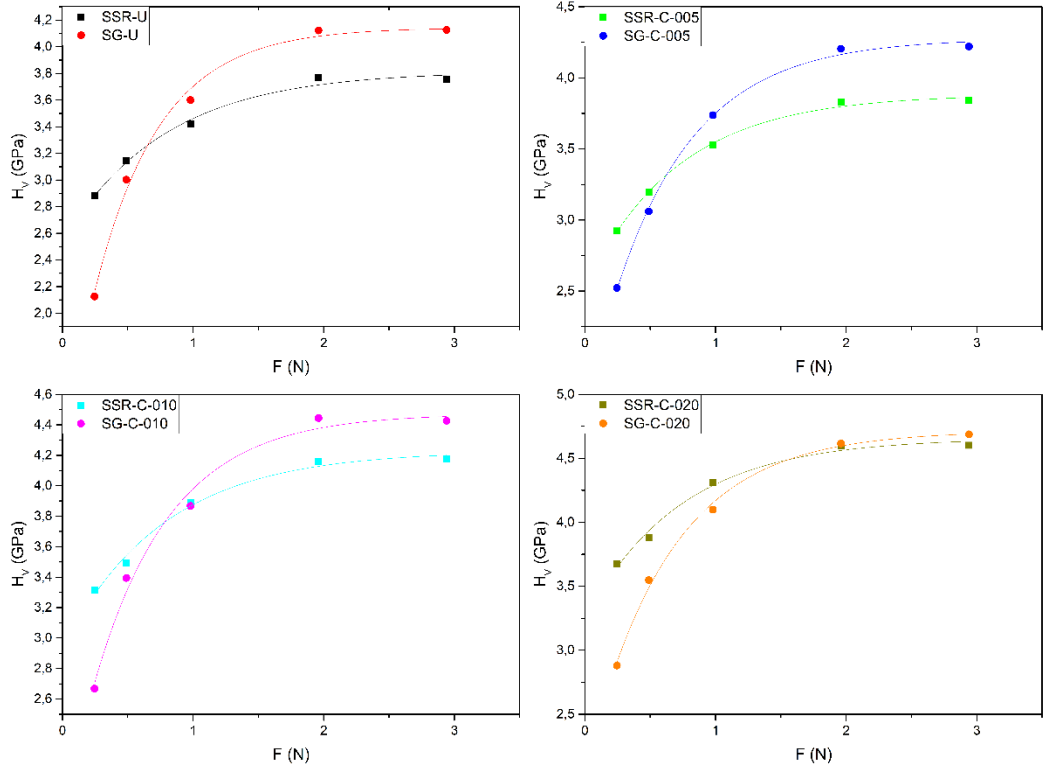
Katıhal reaksiyon ve sol-jel yöntemleri ile üretilen katkısız numunelerin T_C^{onset} ve T_C^{offset} değerleri sırasıyla 92.96-90.29 ve 92.46-90.00K olarak bulunmuştur. Katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen numunelerin kritik sıcaklık değerlerinin, sol-jel yöntemine göre az da olsa yüksek olduğu açıktır. Yalnızca Co katkılı numunelerde değil $CoFe_2O_4$ katkılı numunelerde de geçerli olan bu durum, sol-jel ile üretilen numunelerin taşıyıcı konsantrasyonunun daha fazla olmasıyla ilişkilendirilebilir. Bunun yanı sıra, Co ve $CoFe_2O_4$ katkısı ile artan taşıyıcı konsantrasyonu ile boşluklar dolmuştur (hole filling). Birbaşka deyişle sistemin hole konsantrasyonu azalmış ve doyum (overdoped) bölgesine girmiştir.



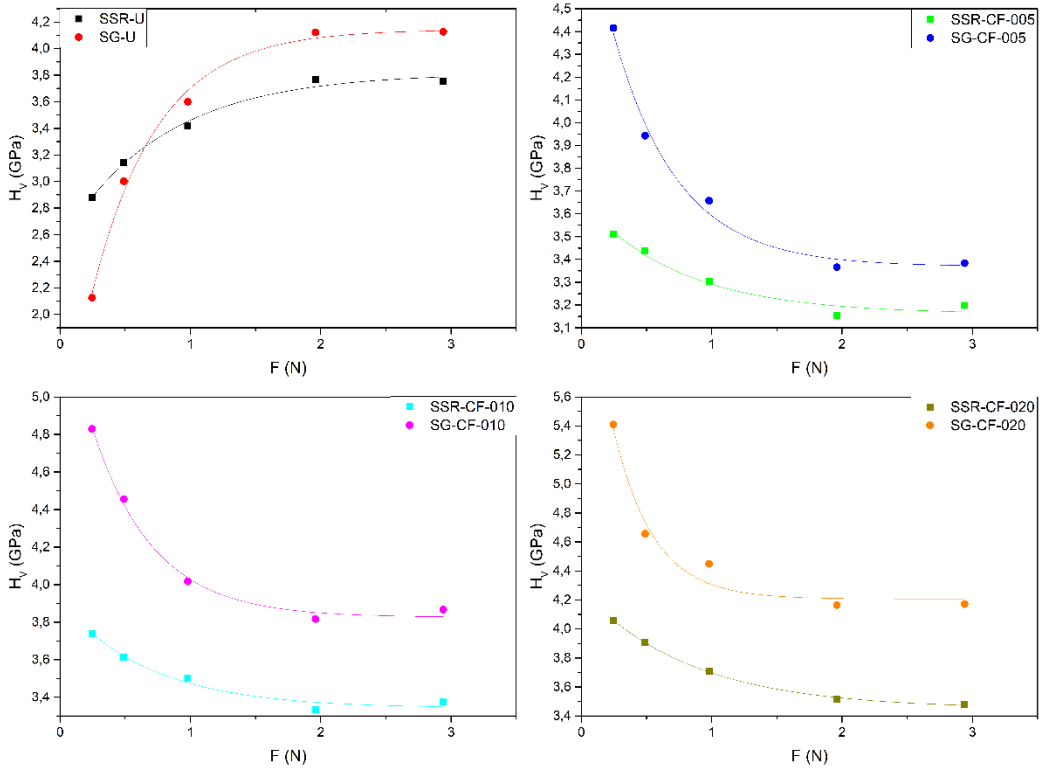
Şekil 7.6. Katıhal ve sol-jel yöntemi ile üretilen CoFe_2O_4 katkılı numunelere ait R-T grafikleri

Her iki grup numunelere ait karşılaştırmalı mikrosertlik sonuçları Şekil 7.7 ve Şekil 7.8'deki grafiklerle verilmiştir. Mikrosertlik grafikleri incelendiğinde katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen katkısız numunenin doyum noktasındaki sertlik değerinin, sol-jel yöntemi ile üretilen katkısız numuneye kıyasla daha düşük olduğu görülmektedir.

Ayrıca, Co katkılı numunelerde her bir katkı oranı kendi arasında incelendiğinde, katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen numunelerin sertlik değerlerinin sol-jel yöntemine göre daha az olduğu açıkça görülmektedir. Benzer şekilde CoFe_2O_4 katkılı numunelerde katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen numunelerin sertlik değeri daha azdır. Sonuç olarak sol-jel yöntemi ve bu yöntemle yapılan katkılamının numunelerin doyum bölgesi mikrosertlik değerini artırdığı belirlenmiştir. Bunun nedeni, sol-jel ile üretilen numunelerin tanecik boyutlarının daha küçük olması tanecikler arası boşlukların katıhal reaksiyon yöntemine göre daha fazla oranda dolmasından kaynaklanabilir,



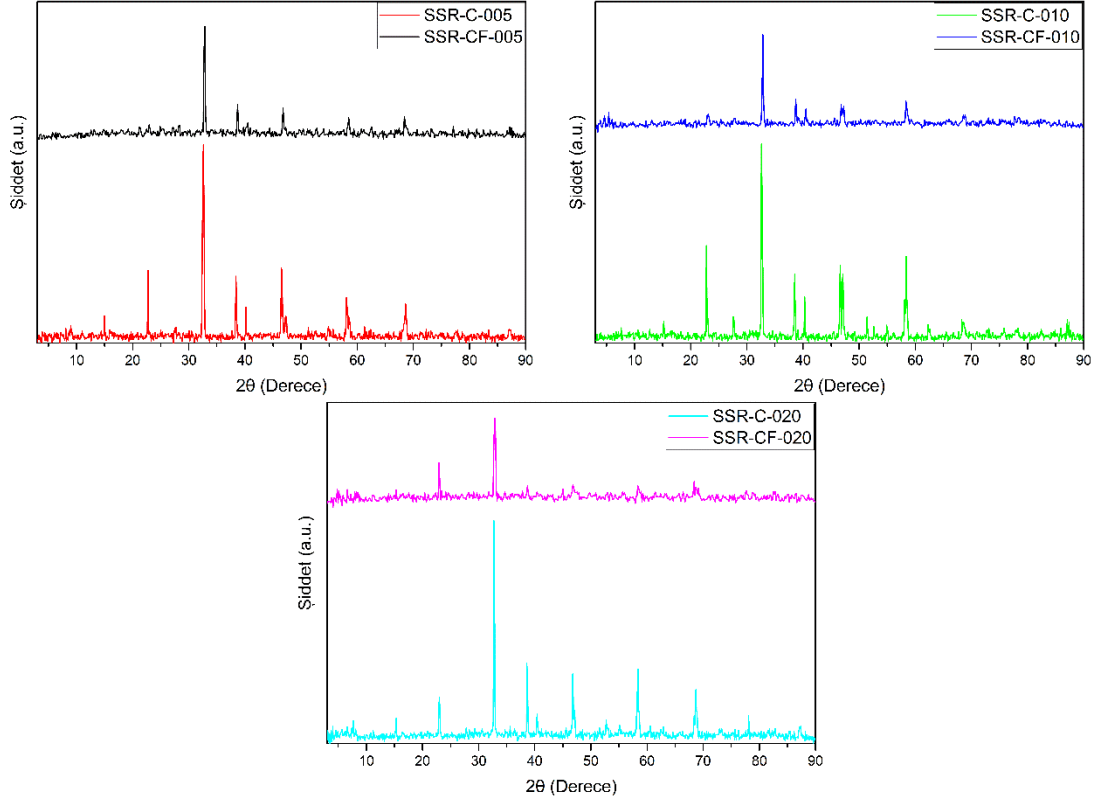
Şekil 7.7. Katıhal reaksiyon ve sol-jel yöntemi ile üretilen Co katkılı numunelere ait mikrosertlik grafikleri



Şekil 7.8. Farklı yöntemlerle üretilen $CoFe_2O_4$ katkılı numunelere ait mikrosertlik grafikleri

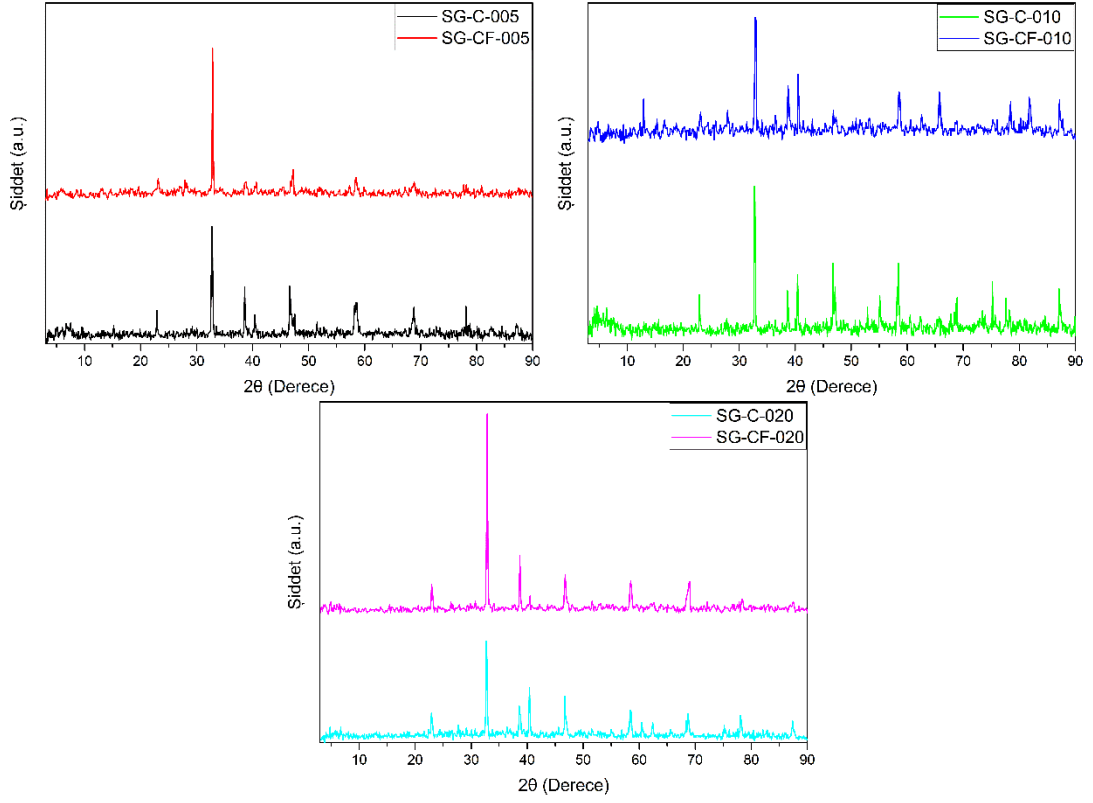
7.2. Yapılan Katkılamaların Karşılaştırılması

Katıhal reaksiyon yöntemiyle üretilen ve eş oranda Co ve CoFe_2O_4 katkıli numunelere ait XRD grafikleri Şekil 7.9’da bir arada verilmiştir.



Şekil 7.9. Katıhal reaksiyon yöntemiyle üretilen Co ve CoFe_2O_4 katkıli numunelere ait XRD grafikleri

Şekil 7.10’da sol-jel yöntemi ile üretilen eş katkı oranlı Co ve CoFe_2O_4 numunelere ait XRD grafikleri verilmiştir. Şekil 7.9 ve Şekil 7.10 incelendiğinde, aynı yöntemle üretilmiş olsalar da numunelere farklı katkı yapılmasının XRD deseninde farklılıklara neden olduğu görülmektedir. Burada bazı piklerin şiddetleri azalırken, bazılarında ise artış gözlenmiştir. CoFe_2O_4 katkısının Co katkısına göre XRD piklerinde daha fazla bir azalmaya neden olduğu görülmüştür.



Şekil 7.10. Sol-gel yöntemiyle üretilen Co ve CoFe_2O_4 katkılı numunelere ait XRD grafikleri

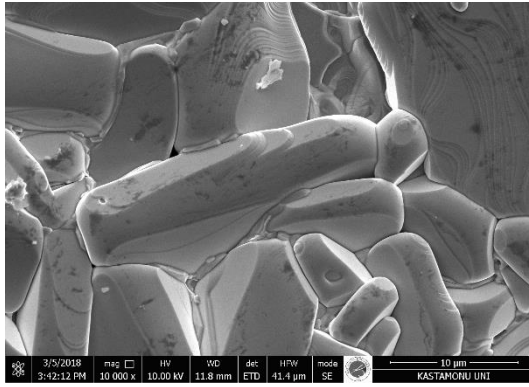
Şekil 7.11’de katıhal reaksiyon yöntemiyle üretilmiş Co ve CoFe_2O_4 katkılı numunelerin SEM görüntüleri verilmiştir. Katıhal yöntemi ile üretilen bu numunelerin yüzey yapıları birbiri ile uyumludur. Yapılan farklı katkıların numune yüzeyinde bir değişim meydana getirmediği Şekil 7.11’den görülmektedir. Burada her iki katkı için de tanecik tipleri birbirine benzemektedir ve yüzeyde oluşan daha küçük tanecikler her iki katkıda da görülmektedir. İki yöntem için de bu durum benzer şekildedir.



SSR-C-005



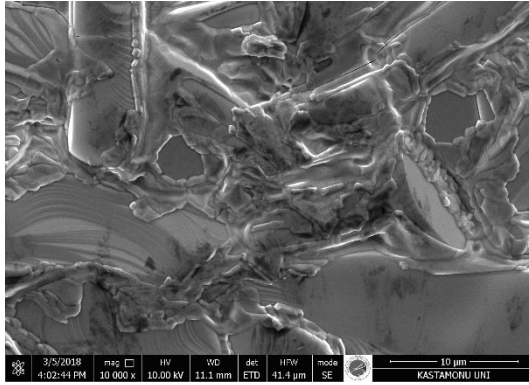
SSR-CF-005



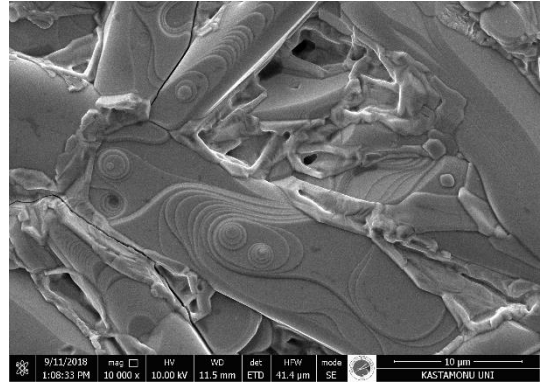
SSR-C-010



SSR-CF-010



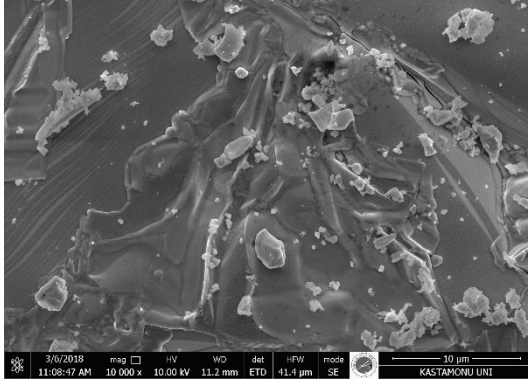
SSR-C-020



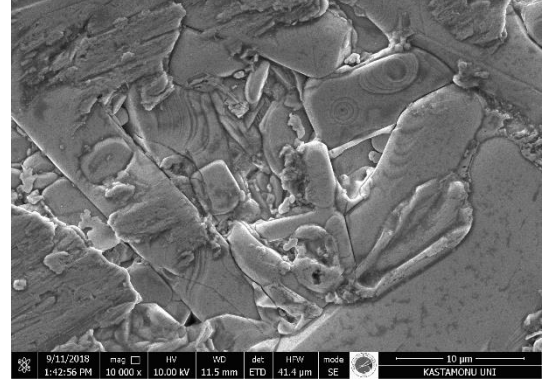
SSR-CF-020

Şekil 7.11. Katıhal reaksiyon yöntemiyle üretilmiş Co ve CoFe_2O_4 katkıli numunelerin SEM görüntüleri

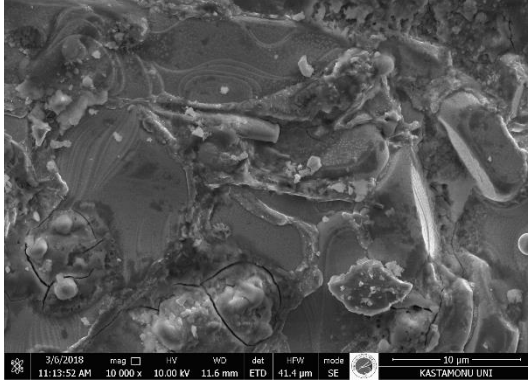
Şekil 7.12'de sol-jel yöntemi ile üretilen Co ve CoFe_2O_4 katkıli numunelerin SEM görüntülerine yer verilmiştir. Şekil 7.12 incelendiğinde yüzey farklılıklarının olmadığı ancak tanecik yapılarının farklı olduğu görülmektedir.



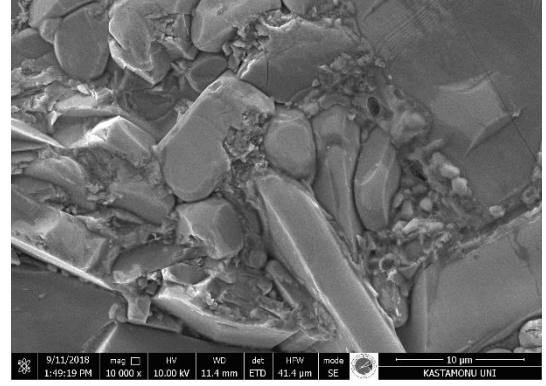
SG-C-005



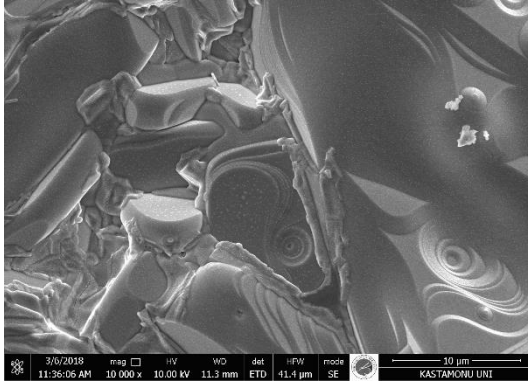
SG-CF-005



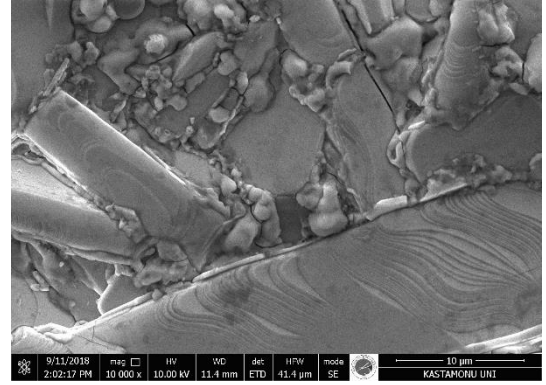
SG-C-010



SG-CF-010



SG-C-020

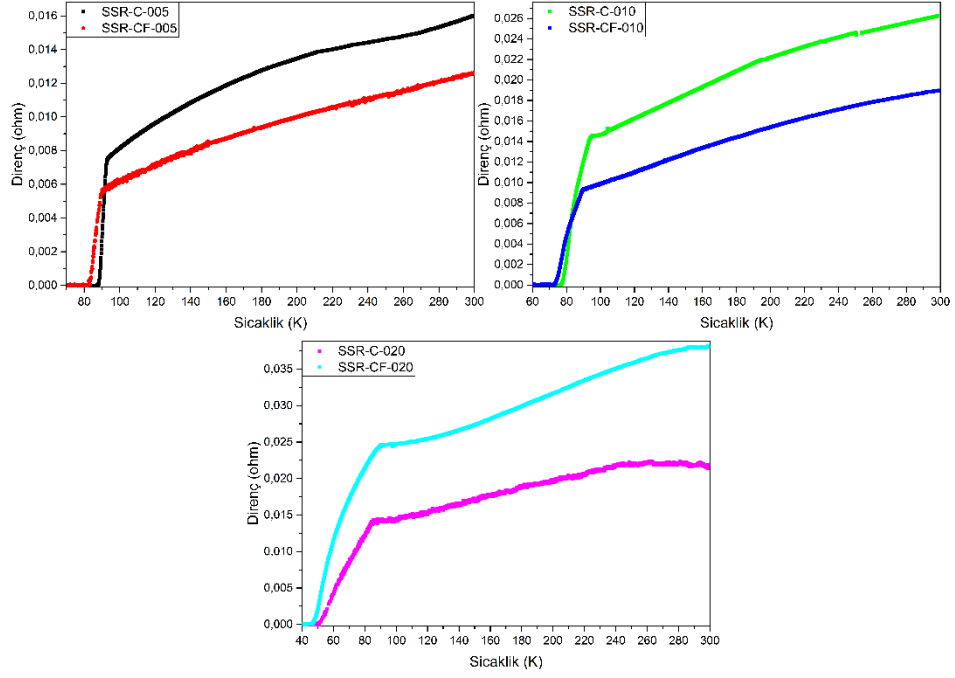


SG-CF-020

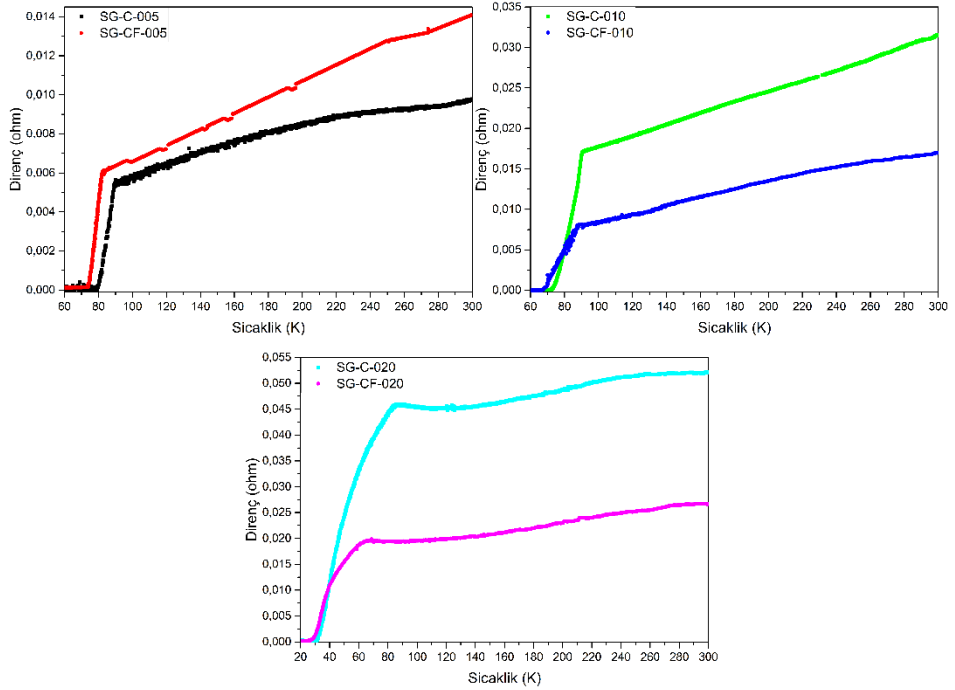
Şekil 7.12. Sol-jel yöntemiyle üretilmiş Co ve CoFe₂O₄ katkılı numunelerin SEM görüntüleri

Co ve CoFe₂O₄ katkılamaları yapılarak elde edilen numunelerin sıcaklığa bağlı direnç ölçümleri karşılaştırmalı olarak Şekil 7.13 ve Şekil 7.14'te verilmiştir. Katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen tüm katkılı numunelerde, CoFe₂O₄ katkısının Co katkısına göre daha düşük T_c^{offset} sıcaklığına sahip olduğu görülmektedir. Bu durumu Fe⁺² iyonun etkisi olarak açıklanabilir. Benzer şekilde Şekil 7.14'te verilen grafiklerde açıkça görülmektedir ki sol-jel yöntemi ile üretilen tüm numunelerin

benzer katkı oranları kendi içerisinde değerlendirildiğinde, CoFe_2O_4 katkılı numuneler Co katkılı numunelere kıyasla daha düşük T_c^{offset} sıcaklığına sahiptir.

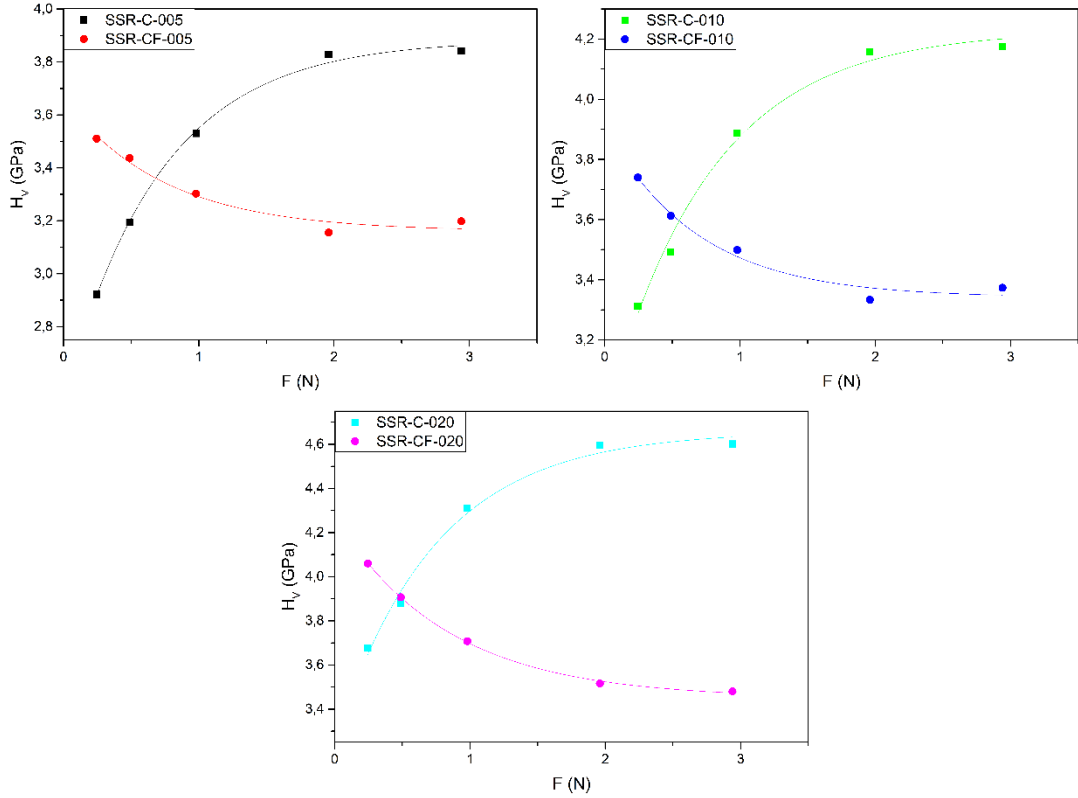


Şekil 7.13. Katlı reaksiyon yöntemi ile üretilen Co ve CoFe_2O_4 katkılı numunelere ait R-T grafikleri



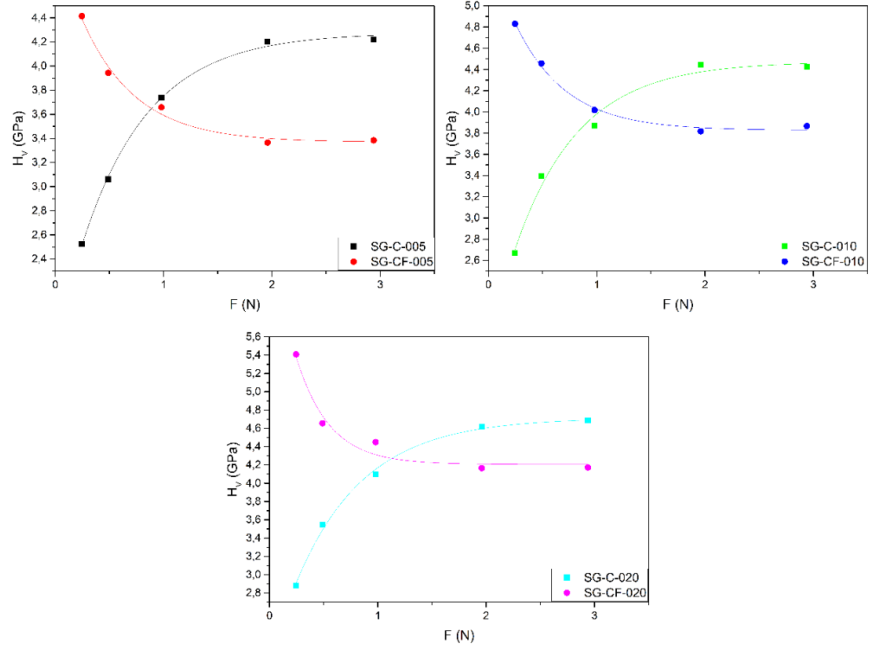
Şekil 7.14. Sol-jel yöntemi ile üretilen Co ve CoFe_2O_4 katkılı numunelere ait R-T grafikleri

Şekil 7.15 ve Şekil 7.16, aynı yöntem ile üretilen eş katkılı numunelerin mikrosertlik özelliklerini kendi içerisinde değerlendirilmek üzere hazırlanmıştır.



Şekil 7.15. Katılmal reaksiyon yöntemiyle üretilen katkılı numunelere ait mikrosertlik grafikleri

Şekil 7.15 ve Şekil 7.16'dan, eş katkılı numunelerin yapılan katkılamaya göre farklı özellikler gösterdiği açıkça belli olmaktadır. Burada Co katkısının sertlik değerinin her iki yöntemde de CoFe_2O_4 katkısından yüksek olduğu görülmektedir. Sol-jel yöntemi ile üretilen numunelerde sertlik değerleri katılmal reaksiyon yöntemine göre birbirlerine daha yakındır.



Şekil 7.16. Sol-jel yöntemiyle üretilen katkılı numunelere ait mikrosertlik grafikleri

Bu çalışmada katıhal reaksiyon ve sol-jel yöntemleri ile üretilmiş Co ve CoFe_2O_4 katkılı Y123 yapısının yapısal, süperiletkenlik ve mekanik özellikleri incelenmiş ve elde edilen veriler çeşitli karşılaştırmalarla yorumlanmıştır. Çalışma genelinde tartışılan bulgular aşağıda özetlenmiştir;

XRD sonuçlarından, katkılama işleminin pik şiddetlerinde değişime neden olduğu ve piklerde daralma meydana geldiği görülmüştür. Ayrıca Co iyonlarının yer değiştirdiği Cu iyonları ile kıyaslanabilir büyüklükte ($\text{Co}^{+3}=0.745 \text{ \AA}$, $\text{Cu}^{+2}=0.73 \text{ \AA}$) iyonik yarıçapa sahip olması, kristal örgü parametrelerinde bazı değişikliklere yol açsa da kristal yapıyı bozmamıştır. Bunun yanı sıra, Fe iyonlarının ($\text{Fe}^{+2}=0.82 \text{ \AA}$) yarıçap büyüklüğü Cu iyonlarından daha fazla olması CoFe_2O_4 katkılı numunelerde Co katkılılara göre daha fazla değişikliğe neden olmuştur. XRD verilerinden hesaplanan tanecik boyutu değerleri, Fe iyonlarının kristal yapıda meydana getirdiği değişikliği göstermektedir. Katkılı numunelerde, yapıya giren Co oranı arttıkça tanecik boyutu artarken CoFe_2O_4 katkılı numunelerde genel manada bir azalma söz konusudur.

SEM görüntüleri ile birlikte tanecik boyutundaki değişimler görüntülenmiştir. Ayrıca tanecik sınırları ve numunelerin yüzey gözenekliliğindeki değişimler de SEM

sonuçlarından açıkça görülmektedir. Katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen numunelerin tanecik boyutu değerlerinin, sol-jel yöntemine göre genelde daha yüksek olduğu görülmüştür.

Süperiletken numunelerin kritik sıcaklık değerini belirlemek için sıcaklığa bağlı olarak alınan direnç değerleri sonucunda, katkı oranı artışının kritik sıcaklık değerinin düşürdüğü görülmektedir. Bu durum üretilen her iki yöntem ve her iki katkı için geçerlidir. Katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen numunelerin, sol-jel yöntemi ile üretilen numunelere kıyasla, kritik sıcaklık değerlerinin katkılama işleminden daha az etkilendiği sonucu açıkça görülmektedir. Aynı oranda yapılan katkılama sol-jel yöntemi ile üretilen numuneler, katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen numunelerden daha düşük T_C^{offset} değerine sahiptir.

Taşıyıcı yoğunluğu için yapılan hesaplamalar, yapılan katkılama sonucunda yer değiştirme yapan iyonların, yapı üzerinde serbest elektron oluşumuna neden olduğu bu sayede taşıyıcı yoğunluğunun katkı oranına bağlı olarak azaldığı görülmüştür. Bu durum kritik sıcaklık değerindeki azalmaları desteklemektedir.

Vickers mikrosertlik analizine göre Co katkısı, her iki yöntem için, üretilen numunelerin sertlik değerlerini arttırmıştır. Burada dikkati çeken husus ise; katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilmiş, tanecik boyutu daha büyük olarak hesaplanan numunelerin sertlik değerlerinin, daha düşük tanecik boyutuna sahip sol-jel yöntemi ile üretilmiş numunelerden daha düşük olduğudur. Co katkılı numunelerin sertlik davranışının katkısız numunelerdeki gibi TÇBE olduğu görülmüştür. CoFe₂O₄ katkılı numunelerde sertlik değeri, katkısız numuneden düşük olacak şekilde, katkı ile birlikte kendi içerisinde artış göstermiştir. Ayrıca CoFe₂O₄ katkılı numuneler, katkısız numuneden farklı olarak ÇBE davranışı sergilemişlerdir. Bu durum XRD analizinden elde edilen tanecik boyutu değişimi ile uyum içerisindedir.

Katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen numunelerin sertlik değerlerinin, sol-jel ile üretilen numunelerden daha düşük olduğu görülmüştür. Ayrıca CoFe₂O₄ katkılı numunelerin sertlik değerlerinin, Co katkılı numunelerden daha yüksek olduğu da elde edilen bir diğer sonuçtur.

KAYNAKLAR

- [1] Van Delft, D., Kes, P., (2010). The discovery of superconductivity, *Physics Today*, 63(9), 38–43.
- [2] Müller, P., Ustinov, A.V., (1997). The Physics of Superconductors, *Springer-Verlag Berlin Heidelberg*, Newyork.
- [3] Poole, C. P., (2000). Handbok of Superconduvtivity, *Academic Press*, USA.
- [4] Alfeev, V.N., Gorbik, P.P., Dyakin, V.V., Zaitov, F.A., Openko, V.M. and Shalyapina, G.M., (1991). *Solid State Com.*, 77, 49-51.
- [5] Seeber, B., (1998). Handbook of Applied Superconductivity, 1.Cilt, *Institute of Physics Publishing*, Bristol, UK.
- [6] Zhou, S-A., (1999). Electrodynamics of Solids and Microwave Superconductivity. *John Wiley&Sons*, Inc.
- [7] Galperin, Y. M., (2001). Introduction to Modern Solid State Physics, *Department of Physics*, Oslo.
- [8] Barden, J., Cooper, L.N., Schrieffer, J.R., (1986). Theory of Superconductivity, *Physical Review B*, 108,5,1175-1204.
- [9] Vanderah, T.A., (1992). Chemistry of Superconductor Materials, *Noyes Publication*, New Jersey, USA.
- [10] Isacson, A., Gorelik, L.Y., Shekhter, R.I., Galperin, Y.M., Jonson1, M., (2002). Mechanical Cooper Pair Transportation as a Source of Long-Distance Superconducting Phase Coherence, *Physical Review Letters*, 89(27).
- [11] Özmen, S., F., (2008). Karbon katkısının YBa₂Cu₃O_{7-d} süperiletkeninin yapısal ve süperiletkenlik özellikleri üzerine etkisinin araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, *Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Konya.
- [12] Sullivan, M.C., (2004). The Normal Superconducting Phase Transition of YBCO in Zero Magnetic Field, *Department of Physics*, Maryland University, USA.
- [13] Roberts, B.W., (1976). Survey of Superconductive Materials and Critical Evolution of Selected Properties, *Physical and Chemical Reference Data*, 5, 581-821.

- [14] Strachan, D.R., (2002). The Superconducting Transition of YBCO, *Department of Physics, Maryland University, USA*
- [15] Murakami, M., (1992). Processing of Bulk YBCO, *Supercond. Sci. Technol.* 185-203
- [16] Kış, E. (2005). BiPbSrCaCuO Seramik süperiletkenlerde onset sıcaklığının katkı oranlarına göre değişimi, Yüksek Lisans Tezi, *Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir.*
- [17] Öztürk, A., G., (2010). Pb, Ag ve Sb katkı atomlarıyla hazırlanmış YBaCuO süperiletken sistemlerin elektriksel parametrelerinin saptanması, *Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir.*
- [18] Rose-Innes, A.C. ve Rhoderick, E.H., (1980). Introduction to Superconductivity, İkinci baskı, *Pergamon Press Ltd., İngiltere.*
- [19] Ekizler, A., (2013). Y3Ba5Cu8Ox süperiletken bileşiğinin yapısal özelliklerinin incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, *Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya.*
- [20] Demirel, İ., (2006). Cu ve Co katkılanmış MgB2 süperiletkenlerin incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, *Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kayseri.*
- [21] Yılmaz, M., (2008). Y0.6Gd0.4Ba2-xNbxCu3O7-δ ve Y0.6Gd0.4Ba2Cu3-xNbxO7-δ süperiletkenlerinin yapısal ve süperiletkenlik özelliklerinin incelenmesi, Doktora Tezi, *Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya.*
- [22] Dzhafarov, T.D., (1996). Diffusion in high-temperature superconductors, *Review Article, Phys. Stat. Sol. (a)*, 158, 335.
- [23] Düz, I., (2008). YBa2Cu3O7 süperiletkenlerinin yapısal özellikleri üzerine basınç etkisinin araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, *Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya.*
- [24] Çelik, Ş., (2006). (Y1-XYbX/2GdX/2)Ba2Cu3O7-d ve (Yb1-XGdX)Ba2Cu3O7-d Süperiletkenlerinin yapısal ve fiziksel özelliklerinin incelenmesi, Doktora Tezi, *Karadeniz Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon.*
- [25] Aliabadia, A., Akhavan Farshchi, Y., Akhavan, M., (2009). A new Y-based HTSC with Tc above 100K. *Physica C*, 469, 2012-2014.
- [26] Çelik, Ş., (2006). YBCO (358) süperiletken sisteminin katıhal reaksiyon yöntemi ile hazırlanması ve karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, *İnönü Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Malatya.*

- [27] Aksan, M. A., (2003). Bi-bazlı HTc süperiletkenlerde fiziksel özellikler ile birlikte termoelektrik güç ve termal iletkenlik karakteristiklerinin incelenmesi, Doktora Tezi, *İnönü Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Malatya.
- [28] Kaya, Ş., (2013). Farklı argon basıncında ve farklı ısıl işlem sürelerinde üretilen MgB₂ süperiletkeninin mikroyapı, elektriksel ve mekanik özelliklerinin karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, *Kastamonu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kastamonu.
- [29] Aşıkuzun, E., (2010). Pr katkılanmış Bi- 2212 süperiletkeninin elektriksel ve mekanik özelliklerinin incelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, *Kastamonu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kastamonu.
- [30] Çoşut, Ö., (2016). Metal ve seramik bazlı dişçilik braketlerinin üretimi. Yüksek Lisans Tezi, *Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul.
- [31] Gönüllü, Y., (2009). Ortopedik implant malzemesi olarak kullanılan östenitik paslanmaz çeliğin sol-jel tekniği ile yüzey özelliklerinin geliştirilmesi. Yüksek Lisans Tezi, *İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul.
- [32] Sahin, O., Uzun, O., Kolemen, U., Duzgun, B., Uca, N., (2005). Indentation Size Effect and Microhardness Study of β -Sn Single Crystals. *Chinese Phys. Lett.*, 22(12), 3137-3141.
- [33] Sangwal, K., (2000). On the reverse indentation size effect and microhardness measurement of solids. *Materials Chemistry and Physics.*, 63(2), 145-152.
- [34] Li, H., Han, Y.H., Bradt, R.C., (1994). Knoop microhardness of single crystal sulphur. *Journal of Materials Science.*, 29(21), 5641–5645.
- [35] Gupta, S., Yadav, R.S., Lalla, N.P., Verma, G.D., ve Das, B., (2010). Microstructural and Superconducting Properties of YBa₂Cu_{3-x}CoxO_{7- δ} System. *Integrated Ferroelectrics*, 116:1, 68-81.
- [36] Slimani, Y., Hannachi, E., Ben Salem, M.K., Hamrita, A., Varilci, A., Dachraoui, W., Ben Salem, M., Ben Azzouz, F., (2014). Comparative study of nano-sized particles CoFe₂O₄ effects on superconducting properties of Y-123 and Y-358. *Physica B*, 450, 7–15.
- [37] Slimani, Y., Hannachi, E., Ben Salem, M.K., Hamrita, A., Ben Salem, M., Ben Azzouz, F., (2015). Excess Conductivity Study in Nano-CoFe₂O₄-Added YBa₂Cu₃O_{7-d} and Y₃Ba₅Cu₈O_{18±x} Superconductors. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 28(10), 3001–3010.

- [38] Roa, J.J., Jiménez-Piqué, E., Capdevila, X.G., Segarra, M., (2010). Nanoindentation with spherical tips of single crystals of YBCO textured by the Bridgman technique: Determination of indentation stress–strain curves. *Journal of the European Ceramic Society*, 30, 1477–1482.
- [39] Ben Azzouz, F., Zouaoui, M., Mani, K.D., Annabi, M., Van Tendeloo, G., Ben Salem, M., (2006). Structure, microstructure and transport properties of B-doped YBCO system, *Physica C*, 442, 13–19.
- [40] Volochova, D., Jurek, K., Radusovska, M., Piovarci, S., Antal, V., Kovac, J., Jirsa, M., Diko, P., (2014). Contamination of YBCO bulk superconductors by samarium and ytterbium. *Physica C*, 496, 14–17.
- [41] Dadras, S., Dehghani, S., Davoudiniya, M., Falahati, S., (2017). Improving superconducting properties of YBCO high temperature superconductor by Graphene Oxide doping. *Materials Chemistry and Physics*, 93, 496-500.
- [42] Öztürk, A., Düzgün, I., Çelebi, S., (2010). The effect of partial Lu doping on magnetic behaviour of YBCO (123) superconductors. *Journal of Alloys and Compounds*, 495, 104–107.
- [43] Turkoz, M.B., Nezir, S., Terzioglu, C., Varilci, A., Yildirim, G., (2013). Investigation of Lu effect on YBa₂Cu₃O_{7-2d} superconducting compounds. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 24:896–905.
- [44] Varshney, D., Yogi, A., Dodiya, N., Mansuri, I., (2011). Alkaline Earth (Ca) and Transition Metal (Ni) Doping on the Transport Properties of Y_{1-x}CaxBa₂(Cu_{1-y}Niy)₃O_{7-δ} Superconductors. *Journal of Modern Physics*, 2, 922-927.
- [45] Dadras, S., Gharehgasloo, Z., (2016). Effect of Au nano-particles doping on polycrystalline YBCO high temperature superconductor. *Physica B*, 492, 45–49.
- [46] Yilmaz, M., Dogan, O., (2012). Structural and superconducting properties in Y_{0.6}Gd_{0.4}Ba₂(Nb)Cu₃O_{7-y} cuprates doped with niobium. *Journal Of Rare Earths*, 30(3), 241-245.
- [47] Dadras, S., Liu, Y., Chai, Y.S., Daadmehr, V., Kim, K.H., (2009). Increase of critical current density with doping carbon nano-tubes in YBa₂Cu₃O_{7-d}. *Physica C*, 469, 55–59.

- [48] Khalida, N.A., Kechika, M.M.A., Baharuddina, N.A., Kiena, C.S., Baqiaha, H., Yusuf, N.N.M., Shaaria, A.H., Hashimb, A., Talib, Z.A., (2018). Impact of carbon nanotubes addition on transport and superconducting properties of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ceramics. *Ceramics International*, 44, 8, 9568-9573.
- [49] Mellekh, A., Zouaoui, M., Ben Azzouz, F., Annabi, M., Ben Salem, M., (2006). Nano- Al_2O_3 particle addition effects on $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ superconducting properties. *Solid State Communications*, 140, 318–323.
- [50] Wu, X. S., Cai, H. L., Xu, Y. M., Tan, W. S., Hu, A., Jiang, S. S., Gao, J., (2004). Thermal expansion and spin gap in the normal state of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ with La doping and oxygen-deficiency. *Physica C*, 402, 1, 88-93.
- [51] Azhan, H., Fariesh, F., Yusaine, S. Y. S., Azman, K., Khalida, S., (2013). Superconducting Properties of Ag and Sb Substitution on Low-Density $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{\delta}$ Superconductor. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 26, 4, 931–935.
- [52] Gunera, S.B., Gorur, O., Celik, S., Dogruer, M., Yildirim, G., Varilci, A., Terzioglu, C., (2012). Effect of zirconium diffusion on the microstructural and superconducting properties of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ superconductors. *Journal of Alloys and Compounds*, 540, 260–266.
- [53] Hamrita, A., Slimani, Y., Ben Salem, M.K., Hannachi, E., Bessais, L., Ben Azzouz, F., Ben Salem, M., (2014). Superconducting properties of polycrystalline $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-d}$ prepared by sintering of ball-milled precursor powder. *Ceramics International*, 40, 1461–1470.
- [54] Admaiai, L. F., Grange, P., Delmon, B., Cassart, M., Issi, J. P., (1994). Synthesis of bulk and film $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ high-temperature superconductor by the sol-gel method. *Journal Of Materials Science*, 29, 5817-5825.
- [55] Aydin, H., Cakiroglu, O., Nursoy, M., Terzioglu, C., (2009). Mechanical and Superconducting Properties of the $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.35}\text{Sr}_{1.9}\text{Ca}_{2.1}\text{Cu}_3\text{GdxO}_y$ System. *Chinese Journal of Physics*, 47, 192-206.
- [56] Terzioglu, C., Yilmazlar, M., Öztürk, Ö., Yanmaz, E., (2005). Structural and physical properties of Sm-doped $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{2-x}\text{Sm}_x\text{Cu}_3\text{O}_y$ superconductors. *Physica C*, 423, 119.
- [57] Khalil, S.M., (2005). Role of rare-earth Ba+2 doping in governing the superconducting and mechanical characteristics of Bi-Sr-Ca-Cu-O. *Smart Mater. Struct.*, 14, 804.

- [58] Yılmazlar, M., Cetinkara, H.A., Nursoy, M., Öztürk, Ö., ve Terzioglu, C., (2006). Thermal Expansion and Vickers Hardness of $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{2-x}\text{Sm}_x\text{Cu}_3\text{O}_y$ superconductors. *Physica C*, 442, 101.
- [59] Öztürk, Ö., Akdoğan, M., Aydın, H., Yılmazlar, M., Terzioglu, C., Belenli, I., (2007). Substitution of Sm at Ca site in $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{2-x}\text{Sm}_x\text{Cu}_3\text{O}_y$ superconductors . *Physica B*, 399, 94-100.
- [60] Yılmazlar, M., Öztürk, Ö., Görür, O., Belenli, I., ve Terzioglu, C., (2007). Role of diffusion-annealing time on the mechanical properties of bulk Bi-2223 superconductors diffusion-doped with Au. *Supercond. Sci. Technol.*, 20, 365-371.
- [61] Terzioglu, C., Öztürk, Ö., Belenli, I., (2008). The effect of Au diffusion on some physical properties of $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.35}\text{Sr}_{1.9}\text{Ca}_{2.1}\text{Cu}_3\text{O}_y$ superconductors. *J. Alloys and Compd.*, 471, 142-146.
- [62] Metin, T., Tepe, M., (2016). The effect of Ag doping on the superconducting properties of $\text{Y}_3\text{Ba}_5\text{Cu}_{8-x}\text{Ag}_x\text{O}_{18-\delta}$ ceramics. *J Supercond Nov Magn.*, 30(4), 1083-1087.
- [63] Josephson, B.D., (1962). Possible new effects in superconductive tunnelling. *Physics Letters*, 1(7), 251-253.

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Abdul Rhman Rajab Ali NEFROW
Doğum Yeri ve Yılı : Libya - Zliten (26-02-1978)
Medeni Hali : Evli
Yabancı Dili : İngilizce / Türkçe
E-posta : abdulnefrow09@gmail.com



Eğitim Durumu

Lisans : Trablus Üniversitesi Fizik Bölümü, Libya, 1999
Yüksek Lisans : Trablus Üniversitesi Fizik Bölümü, Katıhal Fiziği Ana Bilim Dalı, Libya, 2010

Mesleki Deneyim

İş Yeri : Orta Öğretim, Öğretmen, 2000-2010
İş Yeri : Libya Üniversitesi, Bilim Fakültesi, 2010-2011
İş Yeri : Fizik Fakültesi, Öğretim Üyesi, 2011-2013

Yayımları

- Nefrow, A. R. A., (2012). Study of Electrical Behavior of $(\text{Na}_x \text{Ba}_{1-x} \text{TiO}_3)$ Compound at Ferroelectric and Paraelectric Phases, *Majalat Al-Ulum Al-Insaniya wat – Tatbiqiya*.
- Nefrow, A. R. A., (2012). *First International Conference of the Forum of Arab Scientists*, Egypt, 15 to 19 December.
- Ozturk, O., Arebat, R., Bulut, F., Nefrow, A. R. A., Celik, S., Cavdar, S. and Koralay, H., (2018). Microstructural, Mechanical And Electrical Characterization Of Co Nanoparticle Doped $\text{Y}_3\text{Ba}_5\text{Cu}_8\text{-xCoxO}_{18}$ Superconducting System. *6th International Conference on Superconductivity and Magnetism (ICSM 2018)*, Antalya-Turkey, 29 April- 4 May.
- Nefrow, A. R. A., Ozturk, O., Bulut, F., Asikuzun, E., Arebat, R., Guducu, G., Celik, S., (2018). A Comparative Study of Co Nanoparticle Doped YBCO Superconductor Produced by Sol-Gel and Solid State Reaction Methods. *6th International Conference on Superconductivity and Magnetism (ICSM 2018)*, Antalya-Turkey, 29 April- 4 May.

- Ozturk, O., Arebat, R. A. M., Nefrow, A. R. A., Bulut, F., Guducu, G., Asikuzun, E., Celik, S., (2019). Investigation of structural, superconducting and mechanical properties of Co/Cu substituted YBCO-358 ceramic composites, *Materials in electronics*. DOI: 10.1007/s10854-019-01053-1
- Nefrow, A. R. A., (2019). The structural, morphological and superconducting properties of Co doped polycrystalline YBCO123 superconductor produced by solid state reaction method, *International Journal of Science and Research*, Volume 8 Issue 2